

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**YÜKSEK MANYETİK ANİZOTROPİLİ, KIRILGAN OLMAYAN
FePt TOZLARININ ELEKTRİK BOŞALIMIYLA ÜRETİMİ,
MANYETİK VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Pelin TOZMAN

Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı

Fizik Mühendisliği Programı

OCAK 2013

**YÜKSEK MANYETİK ANİZOTROPİLİ, KIRILGAN OLMAYAN
FePt TOZLARININ ELEKTRİK BOŞALIMIYLA ÜRETİMİ,
MANYETİK VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Pelin TOZMAN
(509101133)**

Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı

Fizik Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Orhan KAMER

OCAK 2013

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 509101133 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Pelin TOZMAN**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı "**YÜKSEK MANYETİK ANİZOTROPİLİ, KIRILGAN OLMAYAN FePt TOZLARININ ELEKTRİK BOŞALIMIYLA ÜRETİMİ, MANYETİK VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**" başlıklı tezini aşağıdaki imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Orhan KAMER**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Orhan KAMER**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Doç. Dr. Baki ALTUNCEVAHİR
İstanbul Teknik Üniversitesi

Yrd. Doç. Dr. Nuri SOLAK
İstanbul Teknik Üniversitesi

Teslim Tarihi : **14 Aralık 2012**
Savunma Tarihi : **15 Ocak 2013**

Dedeme,

ÖNSÖZ

İTÜ'ye geldiğim günden beri yol göstericim olan ve yardımlarını hiç bir zaman esirgemeyen danışman hocam Prof. Dr. Orhan KAMER'e saygı ve teşekkürlerimi sunarım. Kendisine ne zaman ihtiyacım olsa, zaman, gün ve yer bakmaksızın her zaman yanımda olmuş ve deneyimlerini benimle paylaşmıştır.

Anneme ve babama akademik kariyerde devam etmem konusunda bana destek oldukları ve her zaman yanımda oldukları için teşekkür ederim. Onları desteği olmasaydı, bunları yapamazdım.

Beni farklı bakış açılarıyla tanıştıran, moralim bozulduğunda ve yorulduğunda tekrar enerji kazanmama yardımcı olan, Elif Yunt'a, Hatun Çinkaya'ya, Aytül Filiz'e, Sevcan Tabanlı'ya, Nesrin Çelebioğlu'na ve Ekin Küçüksönmez'e teşekkür ederim.

Sonsuz sabrını bir an olsun esirgemediği için ve her anımda yanımda olan Önder Küçükçal'a da teşekkür ederim.

Ocak 2013

Pelin TOZMAN
(Fizik Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR.....	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
SEMBOL LİSTESİ.....	xix
ÖZET	xxi
SUMMARY	xxv
1. GİRİŞ	1
2. MANYETİK MALZEMELERİN TEMEL ÖZELLİKLERİ	5
2.1 Manyetik Malzemeler.....	5
2.2 Duygunluk	6
2.3 Manyetik Akı Yoğunluğu, Mıknatıslanma ve Manyetik alan.....	7
2.4 Demanyetizasyon Alanı.....	7
2.5 Histerezis	9
2.6 Manyetik Domenler.....	10
2.6.1 Bloch duvarı:	12
2.6.2 Néel duvarı:	13
3. FePt ALAŞIMI.....	15
3.1 Manyetik Domen ve Kristal Yapısı	15
3.2 Histeresiz Eğrileri	18
3.3 Curie Sıcaklığı ve Termomanyetik Eğriler	25
3.4 X-Işınları Analizi.....	28
4. TOZ ÜRETİMİ VE KARATERİZASYON TEKNİKLERİ.....	31
4.1 Toz Üretimi	31
4.1.1 Elektro erozyon	31
4.1.1.1 Elektriksel boşalım aleti	32
4.1.1.2 Elektriksel boşalım aleti ile üretilen örnekler.....	35
4.1.2 Ark ergitme.....	36
4.2 Karakterizasyon Teknikleri.....	37
4.2.1 Titreşen örnek magnetometresi	37
4.2.2 AC duygunluk ölçümü.....	40
4.2.3 X-ışınları diffraktrometresi.....	42
4.2.4 Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	43

5. DENEYSEL ÇALIŞMA SONUÇLARI.....	45
5.1 AC Duygunluk ve VSM Ölçümü Sonuçları	45
5.1.1 Fe ₆₁ Pt ₃₉ külçe örnek için sonuçlar	45
5.1.2 Fe ₆₁ Pt ₃₉ toz örnek için sonuçlar	50
5.1.3 Fe ₆₇ Pt ₃₃ toz örnek için sonuçlar	62
5.1.4 Toz örneğin X-Işınları deseni	63
5.1.5 Optik mikroskop görüntüleri	65
5.1.6 Taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	66
5.1.7 SQUID sonuçları	70
KAYNAKLAR.....	73
ÖZGEÇMİŞ	77

KISALTMALAR

FeCl₂	: Demir (II) Klorür
N₂	: Azot gazı
Pt(acac)₂	: Platin(II) Asetilasetonat
Fe	: Demir
Nb	: Niobyum
Fe₃O₄	: Magnetit
MgO	: Magnezyum Oksit
AN	: Annealed (Tavlanmış)
AS	: As-synthesized (Tavlanmamış)
AQ	: As-quenched (Isıl işlem uygulanmamış)
DCS	: Differential scanning calorimetry
VSM	: Vibrating Sample Magnetometer
Ni	: Nikel
Mn	: Magnezyum
SQUID	: Superconducting Quantum Interference Device
Pd	: Paladyum
Ag	: Gümüş
Au	: Altın
Pt	: Platin
Cu	: Bakır
Si	: Silisyum
Li	: Lityum
Ga	: Galyum
C	: Karbon
SEM	: Scanning Electron Microscope
FCC	: Face centered cubic (Yüzey merkezli kübik)
FCT	: Face centered tetragonal (Yüzey merkezli tetragonal)
JCPDS	: Joint Committee on Powder Diffraction Standards
ICDD	: The International Centre for Diffraction Data
He	: Helyum
CGS	: Centimeter, gram, second
SI	: International System of Units
EDS	: Energy-dispersive X-ray spectroscopy
XRD	: X-ray diffraction

ÇİZELGE LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1: Manyetizmayla alakalı birimler ve CGS'den SI birim sistemine geçilirken gerekli olan çarpanlar.....	7
Çizelge 4.1: Hall gerilimine karşı manyetik alan çizelgesi.	39
Çizelge 5.1: Külçe malzemenin tavlama sıcaklığına karşılık manyetik özelliklerinin değişimi.	50
Çizelge 5.2: Döngü sıcaklıkları ve döngü sayısına göre değişen A1 fazının Curie sıcaklığı.	57
Çizelge 5.3: Yapılan tavlamalarla birlikte değişen manyetik özellik ve oda sıcaklığındaki duygunluk değerleri.....	60
Çizelge 5.4: Tavlanmış (AN) ve tavlansmamış (AQ) toz örneklerin örgü parametrelerinin değerleri.....	65
Çizelge 5.5: 4 saat 630°C'de tavlansmış Fe ₆₁ Pt ₃₉ ve Fe ₆₇ Pt ₃₃ toz örneklerin SQUID ve VSM ölçümlerinin sonuçları.....	70

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1	: (a) Dışarıdan uygulanan alan doğrultusunda malzemenin içerisinde oluşan mıknatıslanma (b)Malzemenin dışında kapanan manyetik alan çizgileri, malzemenin uçlarında oluşan kutuplar ve bu kutuplardan kaynaklı malzemenin içerisindeki mıknatıslanmayı azaltmaya yönelik olan demanyetizasyon alanı [1].	8
Şekil 2.2	: (a) Uzun eksen boyunca mıknatıslanan malzemedeki kutuplar (b) Kısa eksen boyunca mıknatıslanan malzemedeki kutuplar. Renkli bölgelerdeki kalınlık yüzey yük yoğunluğunu belirtmektedir [2].	8
Şekil 2.3	: Histerezis eğrisi [3].	9
Şekil 2.4	: Manyetik domen yapısı ve domen duvarındaki spinlerin yönelimi [1].	10
Şekil 2.5	: Ortadaki 180° domain duvarı olan ferromagnetik malzemeye aittir. (a) bir atomik uzunlukta spin yönü tersine dönmüş olan teorik mono atomik duvar yapısıdır (b) ise spin yönelimini N atomik uzunlukta gerçekleştiren duvar yapısıdır. [1].	12
Şekil 2.6	: (a) Manyetostatik (MS) enerji ile tek domen durumundaki domen oluşumu (b-c) 180° derece domen duvarında MS enerjisi azalır, duvar enerjisi artar (d) 90° domen yapısı MS enerjisini yok eder ancak anizotropi enerjisi artar [1].	13
Şekil 2.7	: Néel ve Bloch duvarı karşılaştırması [1].	14
Şekil 3.1	: FePt faz diagramı [4].	15
Şekil 3.2	: (a) 1300°C'den su verilerek konularak soğutulmuş FePt'nin optik mikroskoptan elde edilmiş görüntüsü (b) Aynı örneğin elektron mikroskopundan alınan görüntüsü [5].	16
Şekil 3.3	: (a) Fcc alttabakanın üzerindeki L1 ₀ fazının atom düzeni (b) Aynı düzenin kristal ikizlenmesi (c) Kristal ikizlenmesinin difraksiyon deseni [6].	17
Şekil 3.4	: İnce çizgiler c-domenlerinin sınırlarını, kalın çizgiler ise makrodomenin manyetik duvarlarını gösterir. 180° duvarlarının düzlemleri 110 düzlemine aittir [5].	18
Şekil 3.5	: FePt alaşımının kalıcı mıknatıs özellikleri [7].	18
Şekil 3.6	: 1325°C'den hızlı soğutmayla elde edilen Fe-%36,%38,%40Pt'nin manyetik özelliklerinin tavlama ile değişmesi [7].	19
Şekil 3.7	: Fe-39.5Pt'nin tavlama süresinin artışıyla koversivitesindeki değişimi [6].	20

Şekil 3.8	: 1325°C’de tavlanyl, buzlu su verilerek soğutulan Fe ₆₁ Pt ₃₉ örneğinin koversivitesinin ve kalan mıknatıslanmanın alçak sıcaklıklardaki değişimi [8].....	20
Şekil 3.9	: (1)1325°C’den hızlı soğutulan Fe-36Pt külçe alaşımın histeresiz eğrisi (2)Soğutmadan sonra 575°C 90s tavlama sonrasında ardından alınan histeresiz eğrisi [9].	21
Şekil 3.10	: Fe – Pt – Nb _{0.75} örneğinin (a) soğutmadan sonra (b) 600°C ’de yapılan tavlama sonrasında elde edilen histeresiz eğrisi [10].....	21
Şekil 3.11	: Tavlama sıcaklığının Fe _{59.75} Pt _{39.5} Nb _{0.75} alaşımına etkisi [11].	22
Şekil 3.12	: Tavllanmış (AN) ve tavlamanmamış (AS) alaşımların Pt oranı ile Curie sıcaklığının değişimi [12].....	26
Şekil 3.13	: (a) Fe _{59.75} Pt _{39.5} Nb _{0.75} alaşımını 3 saat belirtilen sıcaklıklarda tavlayıp hızlıca soğuttuktan (QR1) sonra elde edilen termomanyetik eğrileri (b) 1100°C’de 3 saat tavlayıp hızlıca soğuttuktan sonra (QR1) 580°C’de farklı sürelerde tavlama sonucu elde edilen eğrileri [11].....	27
Şekil 3.14	: (a) Fe _{59.75} Pt _{39.5} Nb _{0.75} alaşımını 3 saat belirtilen sıcaklıklarda tavlayıp yavaşça soğuttuktan (QR3) sonra elde edilen termomanyetik eğrileri (b)1100°C’de 3 saat tavlayıp yavaşça soğuttuktan sonra (QR3) 580°C’de farklı sürelerde tavlama sonucu elde edilen eğriler [13].....	28
Şekil 3.15	: 500°C’de 90ks tavlama yapılmış olan Fe ₆₂ Pt ₃₈ ’in X-ışınları deseni.	29
Şekil 4.1	: Elektriksel boşalım kavramı.	31
Şekil 4.2	: Elektrotlar arasındaki elektriksel boşalım süreci.....	32
Şekil 4.3	: Sistemin tamamı.	33
Şekil 4.4	: Ev yapımı elektriksel boşalım sistemi.	34
Şekil 4.5	: Üretim esnasında kullanılan elektrotların yakından görünümü.....	35
Şekil 4.6	: Laboratuvarımızdaki ark ergitme sistemi.	36
Şekil 4.7	: VSM sistemi.	38
Şekil 4.8	: Kontaktörün çalışma şeması.	39
Şekil 4.9	: AC manyetik duygunluk sistemi.	40
Şekil 4.10	: Difraktrometrenin şematik resmi.....	42
Şekil 5.1	: Isıl işlem uygulanmamış (AQ) külçe örneğin histeresiz eğrisi.....	46
Şekil 5.2	: 450°C’ye kadar alınan külçe örneğin termomanyetik eğrisi.	47
Şekil 5.3	: 450°C ve 520°C kadar alınan külçe örneğin termomanyetik eğrileri.	48
Şekil 5.4	: 700°C’de yapılan tavlama sonucu elde edilen termomanyetik eğriler.	48
Şekil 5.5	: Külçe örnek için elde edilen termomanyetik eğriler.....	49
Şekil 5.6	: Isıl işlem uygulanmamış (AQ) külçe örnek ile 640°C ve 700°C’de tavlama yapılmış külçe örneğin histeresiz ölçümü.	49
Şekil 5.7	: SQUID için hazırlanan örnek kabı, alüminyum örnek kapları (boş ve dolu hali) ve kuartz tüp.....	51
Şekil 5.8	: Parafinli nikelle kalibre edilmiş olan parafinli ve parafinsiz Fe ₆₁ Pt ₃₉ toz örneğin histeresiz eğrileri.	52

Şekil 5.9	: Kuartz tüpe ve alüminyum folyoya konulmuş olan, 630°C ve 700°C'ye tavllanmış olan toz örneğin histeresiz eğrileri.....	53
Şekil 5.10	: Tavlama yapılmamış (AQ) toz örneğin histeresiz eğrisi.....	54
Şekil 5.11	: Toz örneğin 450°C'de elde edilen termomanyetik eğrileri.....	55
Şekil 5.12	: Toz örneğin 520°C'de elde edilen termomanyetik eğrileri.....	56
Şekil 5.13	: Toz örneğin 560°C'de elde edilen termomanyetik eğrileri.....	56
Şekil 5.14	: Toz örneğin 630°C'de elde edilen termomanyetik eğrileri.....	57
Şekil 5.15	: Toz örneğin 450,520 ve 560°C'de elde edilen termomanyetik eğrileri.....	58
Şekil 5.16	: Toz örneğin 560,630,680 ve 700°C'de elde edilen termomanyetik eğrileri.....	58
Şekil 5.17	: Koversivite ile oda sıcaklığındaki tavlamadan sonra elde edilen duygunluk ile tavlamadan önceki duygunluk değerinin farkının sıcaklığa göre değişimi.	59
Şekil 5.18	: (a) Isıl işlem görmemiş toz örneğin (AQ), (b) Külçe örneğin (AQ) ve (c) 630°C'de tavllanmış toz örneğin histeresiz eğrisi.....	61
Şekil 5.19	: Külçe ve toz örneğin koversivite değerlerinin tavlamayla değişimi..	62
Şekil 5.20	: (a)Tavlınmamış toz örneğe ait X-Işınları kırınım deseni (b) Tavlınmış toz örneğe ait X-Işınları kırınım deseni.....	64
Şekil 5.21	: Tavlınmamış FePt örneğinin optik mikroskopta alınan görüntüsü. .	66
Şekil 5.22	: Tavlınmamış Fe ₆₁ Pt ₃₉ toz örneğinin SEM görüntüsü.....	67
Şekil 5.23	: Tavlınmamış Fe ₆₁ Pt ₃₉ toz örneğinin SEM görüntüsü.....	67
Şekil 5.24	: Tavlınmamış Fe ₆₁ Pt ₃₉ toz örneğinin SEM görüntüsü.....	68
Şekil 5.25	: Tavlınmış Fe ₆₁ Pt ₃₉ toz örneğinin SEM görüntüsü.....	68
Şekil 5.26	: SEM görüntülerinden elde edilmiş olan histogram.	69
Şekil 5.27	: Tavlınmamış Fe ₆₇ Pt ₃₃ toz örneğinin SEM görüntüsü.....	69
Şekil 5.28	: Tavlınmış toz örneklerin SQUID ölçümü.	71

SEMBOL LİSTESİ

μ_m	: Atomik moment
μ	: Geçirgenlik
μ_r	: Bağlı geçirgenlik
$\mathbf{p}$	: Elektrik dipol momenti
$\mathbf{H}$	: Uygulanan manyetik alan
$\mathbf{P}$	: Makroskopik elektrik dipol momenti
$\mathbf{E}$	: Elektrik alan
$\mathbf{M}$	: Makroskopik manyetik dipol momenti
χ_e	: Elektriksel duygunluk
χ_m	: Manyetik duygunluk
σ	: Manyetizasyon
ω	: Açısal frekans
π	: Pi
K	: Kelvin sıcaklığı
$^{\circ}\text{C}$	: Santigrat sıcaklığı
k_B	: Boltzman Sabiti
T	: Mutlak sıcaklık
I	: Akım
V	: Gerilim
A	: Alan
Z	: Atom numarası
L	: Ortalama zerre büyüklüğü
T_c	: Curie sıcaklığı
K_u	: Magnetokristalin anizotropi sabiti
M_s	: Doyum mıknatıslanması
M_r	: Kalan mıknatıslanması
H_D	: Demanyetizasyon alanı
MS	: Manyetostatik
τ	: Néel durulma zamanı
Φ_B	: Manyetik akı
C	: Curie sabiti
η	: Gerilme
B_0	: X-Işınları desenindeki piklerin genişliği
B_i	: X-Işınları desenindeki aletten kaynaklı piklerin genişliği
B_r	: X-Işınları desenindeki örgü parametresinden kaynaklı piklerin genişliği

YÜKSEK MANYETİK ANİZOTROPİLİ, KIRILGAN OLMAYAN FePt TOZLARININ ELEKTRİK BOŞALIMIYLA ÜRETİMİ, MANYETİK VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

FePt alaşımının $L1_0$ fazının çok büyük manyetokristal anizotropisinden ($K_u=7*10^7\text{J/m}^3$), dolayı süperparamagnetik özelliğini çok küçük boyutlarda göstermektedir. Süperparamagnet olması büyük zerre boyutlarında gerçekleşmediğinden, yüksek yoğunluklu manyetik bellek malzemesi olarak kullanılmasını sağlamaktadır. Bugüne kadar külçe örneklerin, ince filmin ve ıslak kimyasal yöntemle üretilen nanozerreciklerin manyetik ve kristallografik özellikleri incelenmiştir. Kimyasal yöntemlerin dezavantajı malzemenin türü ve elde edilen metalografik ve fiziksel yapının, kimyasal hammaddeye belirleniyor olmasıdır. Her malzemeyi her tanecik büyüklüğünde kimyasal yöntemle üretmek mümkün değildir. FePt zerrecikleri kırılğan olmadıklarından dolayıda standart toz metalurjisiyle de üretilmemiştir. Ancak Fe ve Pt tozları kullanılarak mekanik alaşımlama ile FePt tozu elde edilmiştir. Aynı araştırmacılar kırılğan olması için fosfor (P) ilave edip $\text{Fe}_{35}\text{Pt}_{35}\text{P}_{30}$ içerikli alaşımı önce hızlı soğutma ile şerit şeklinde elde etmişler daha sonra misket öğütücüsünde öğütmüşlerdir. Ancak çok büyük miktarda manyetik olmayan P ile katkılanırılması malzemenin manyetik özelliklerini kötü yönde etkilemiştir. Bunun dışında düşük sıcaklıkta yapılan öğütme ile $\text{Fe}_{60.5}\text{Pt}_{39.5}$ toz zerrecikleri üretilmiştir. Ancak bu iki çalışmada da üretilen toz zerreciklerinin büyüklükleri ve termomanyetik analiz ile ilgili herhangi bir bilgiye rastlanmamıştır.

Bu çalışmada ilk kez elektriksel boşalım yöntemi ile FePt tozları üretilmiştir. Üretilen küresel zerrecikler % 10 hidrojen ve argon altında AC duygunluk ölçümleri sırasında tavlansarak $L1_0$ fazından $L1_0$ fazına geçirilmiştir. Farklı sıcaklıklarda yapılan tavlamlar sonucu manyetik ve kristallografik özelliklerindeki değişimin bulk malzemeden farkı incelenmiştir. $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ 99.9% saflıkta demir ve platin kullanılarak ark eritme ile Ar altında üretilmiştir. Üretilen örnek yavaşça soğutulmuştur. 57Vluk gerilimin uygulandığı ve 1 μF 'lık kapasitörün kullanıldığı ev yapımı elektriksel boşalım aletiyle gaz yağının içinde, $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ elektrotları kullanılarak, toz alaşım üretilmiştir. Daha karalı, tekrarlanabilir ve düzenli bir spark elde edebilmek için 57V'luk gerilim yetreince yüksek olduğundan kullanılmıştır. Kullanılan kapasitör değerleri üretilen zerreciklerin büyüklüklerini etkilemektedir. Stabil ve ortalama aynı boyutlu zerreciklerin oluşturulduğu bir toz üretimi için tek bir bölgeden sparkın gerçekleştiği, 1 μF 'lık kapasitör seçilmiştir. İlk sparktan sonra ikincil boşalımları engellemek için elektrot uzaklaşırken kapasitörü yükleyen transistor kapalı konumunda tutan devre kullanılmıştır.

Termomanyetik analiz, oda sıcaklığından başlanıp en yüksek sıcaklıkları 450, 520, 560, 580, 630, 680 ve 700°C olacak şekilde AC manyetik duygunluk sisteminde ve 10% hidrojen ile argon altında yapılmıştır. İlk ölçüm oda sıcaklığından 450°C'ye kadar ısıtma ve oda sıcaklığına kadar soğutma olarak gerçekleştirilmiştir. Bu

ölçüm, örnek oda sıcaklığından 450°C'ye kadar ısıtılırken ve oda sıcaklığına geri soğutulurken aynı eğriyi verene kadar tekrarlanmıştır. Yukarıda 450°C için açıklanan süreç diğer sıcaklıklar için de sırasıyla gerçekleştirilmiştir. Isıtma ve soğutma sırasında aynı eğrinin elde edilmediği durumlarda bir üst sıcaklığa çıkılmamış ve arka arkaya alınan döngüler aynı eğriyi tekrarlayana kadar o sıcaklıkta yapılan ısıtma ve soğutma işlemi tekrar edilmiştir. Her AC duygunluk ölçümünden sonra hysteresis eğrisi, oda sıcaklığında 8kOelik alana çıkabilen ev yapımı VSM ile ölçülmüştür.

Tavlamayla fcc-fct faz geçişi gerçekleştiğinden, örgü parametresi olan a değerinde artış ve c değerinde azalma olmuştur. Düzensiz fazda 1 olan c/a oranı kusursuz düzenli fazda 0.966 değerine düşmüştür ve bu değerler literatürdeki bulk alaşım değerleriyle uyumludur. Scherrer formülü kullanılarak XRD çizgilerinin pik genişliklerinden türetilen ortalama zerre büyüklüğü fcc fazdaki örnek için 160 nm, fct fazdaki örnek için ise 200 nm bulunmuştur. Alınan bu AC ölçümlerde keskin Hopkinson piki $L1_0$ fazına ait olan yüksek manyetik anisotropinin varlığını göstermektedir. Bu ölçümlerden bulunan Curie sıcaklığı 390°C'dir ve bu Curie sıcaklığı $L1_0$ fazına aittir. AC duygunluk ölçümlerinde, yüksek sıcaklık A1 fazına ait olan Curie sıcaklığının gözlenmemesi, bulk örneğin ark ergitmeden sonra oda sıcaklığına yavaşça soğutulmasından kaynaklanmaktadır. Soğutma yavaş olduğundan, ark ergitme sırasında yüksek sıcaklık A1(fcc) fazında üretilen bulk örnek düşük sıcaklık $L1_0$ (fct) fazına geçebilmek için yeterli zamanı bulmuştur. Isıtma ve soğutma sırasında alınan eğriler ilk seferinde birbiriyle uyumlu olmadığından, döngüler birkaç kez tekrarlanmıştır. Uyumsuzluğun sebebi metalografik yapıdaki gerginlikler ve düzensizliklerin her tavlama azalmasıdır. Bu değişimler de termomanyetik eğrilere yansımıştır. Isıtma ve soğutma sırasında alınan eğriler birbiriyle uyduğunda, örnek o sıcaklık için ulaşabileceği en düzenli duruma gelmiştir. Ölçüme bir üst sıcaklığa kadar devam edildiğinde, kristal yapının düzeni artmış ve eğri tekrar değişmeye başlamıştır. 450°C'ye ait sonuncu döngünün 300°C'deki Curie sıcaklığı A1 fazına aittir. Tavlamaya 520°C'ye kadar devam edildiğinde 300°C'deki Curie sıcaklığının yanı sıra, 450°C'de $L1_0$ fazına ait olan Curie sıcaklığı da belirmiştir. 520°C'de alınan beşinci döngüden itibaren, A1 fazına ait curie sıcaklığı sırasıyla 310, 320, 340 ve 360°C'ye olacak şekilde değişmiştir. Bu durum, düzensiz fcc A1 fazının tavlama kaybolması sırasında, curie sıcaklığında da bir değişime sebep olduğunu göstermektedir. 590°C'ye kadar olan döngüde ise A1 fazına ait curie sıcaklığı kaybolmuş ve sadece $L1_0$ fazına ait olan 450°C'deki Curie sıcaklığı kalmıştır. Toz alaşımın düzenli fct fazına ait olan curie sıcaklığı bulk örnekten farklı bulunmuştur. Bunun sebebi alaşımın eridiği sıcaklıkta demirin buhar basıncı platininkinden ortalama 3 mertebe daha fazla olduğundan, üretim esnasında oluşan eriyikteki demirin bir kısmı buharlaşmış ve oluşan tozların stokiometrisi platinin zengin olduğu yöne doğru kaymıştır. Toz örneğin termomanyetik eğrilerini bulk örnekten ayıran başka bir fark, toz örneğin 630°C ile 700°C arasındaki sıcaklıklara kadar yapılan döngülerinde faz geçişini tamamlamış olmasına rağmen, bulk örnekteki gibi keskin ve belirgin Hopkinson pikini bulundurmamasıdır.

Toz örnek, ısıl işlemde önce yumuşak mıknatıs durumunda ve H_c 'si 65Oe gibi çok küçük bir değer olduğu gözlenmektedir. Bunun sebebi toz üretimi esnasında arka oluşan alaşım eriyiğinin, sıvı içinde hızla soğurken, bulk örneğin aksine, $L1_0$ fazına geçecek yeterli zamanı bulamayıp, yüksek sıcaklık A1 (fcc) yumuşak mıknatıs fazında kalmasıdır.

Bulk örneğin, 700°C'lik tavlamadan sonra oda sıcaklığında ölçülen histeresiz eğrisindeki coercivite değeri 640°C'lik tavlamadan sonra ölçülen koversivite değerinden %40 daha azdır. Bunun sebebi düzenli fazın ortalama zerrecik boyutundaki aşırı büyümedir. Toz alaşımında, 560°C ile 700°C'deki döngülerden alınan hysteresis eğrilerindeki H_c değeri çok az değişmektedir. Bu değişimin az olması üretilen küresel parçacıkların içerisindeki zerreciklerin tavlama ile parçacık büyüklüğü olan 200 nm değerine ulaşmasından kaynaklanmaktadır. Zerreciklerin büyüklüğü küresel parçacıkların büyüklüğünü aşamayacağından, tavlamaya devam edildiği halde koversivite değeri değişmemiştir. Toz örnekte 700°C'ye yapılan tavlama koversiviteyi kötüleştirmemiştir ancak, bulk örnekte bu sıcaklığa yapılan tavlama zerreciklerde oluşan aşırı büyüme yüzünden koversivitede hızlı bir düşüşe sebep olmuştur.

Bu zerreciklerin optik mikroskoptan ve SEM'den alınan görüntülerinden parçacıkların boyutu belirlenmiştir. Kristalografik faz ve mikroyapı incelemesi için XRD'ye başvurulmuştur. Bu tozlarda düzenli $L1_0$ fazını elde etmeye yönelik %10 hidrojen ve argon altında tavlama yapılmıştır (300-1000K) ve bu tavlama esnasında yeni yapı oluşurken ve oluştuktan sonraki manyetik özellikler AC duyunluk ölçümü ile incelenmiştir. Termomanyetik analizlerden Curie sıcaklığı tayin edilmiştir. Farklı sıcaklıklarda tavlama örneklerinin hysteresis eğrilerinin ölçümü VSM ve SQUID ile yapılmıştır. Bu süreçlerin sonunda en iyi daimi mıknatıs özelliklerini sağlayacak zerre üretimi ve tavlama şartları belirlenmiştir. Bunun için hem $Fe_{61}Pt_{39}$ hem de $Fe_{67}Pt_{33}$ stokiyometrisine sahip tozlar incelenmiştir.

SYNTHESIS OF NON-BRITTLE FePt POWDER WITH HIGH MAGNETIC ANISOTROPY BY ELECTRIC DISCHARGE AND INVESTIGATION OF THEIR MAGNETIC AND STRUCTURAL PROPERTIES

SUMMARY

FePt has a two phases. One is a chemically ordered, low temperature, fct crystal structure $L1_0$ phase and the other one is chemically disordered, high temperature, fcc A1 phase. Since 1960 researchers have dealt with $L1_0$ phase because of its large magnetocrystalline anisotropy. $L1_0$ phase is magnetically uniaxial phase with an easy axis along the tetragonal c-axis. It has a regularly nonuniform microcrystalline structure which is also called poly twinned crystal. Specific orientational relation between the fcc and the fct phase during the transition leads to a variety of cross sections of regular twinned crystal called poly twinned crystal. Ordered phase consists of regular systems (blocks, plates, stacks) of crystalline domain of twinned orientation, the so-called c-domain.

The large magnetocrystalline anisotropy ($K_u=7*10^7\text{J/m}^3$) of the $L1_0$ phase of FePt alloy and the onset of the superparamagnetism at very low grain sizes, promotes its application as a very high density magnetic memory material. So far, the magnetic and crystallographic characteristics of the bulk, thin film and nano-particles produced by wet chemical methods have been studied. The disadvantage of the chemical methods is that the resulting metallographic and physical structure is determined by the type of the raw chemical material. It is not possible to synthesize each material in each particle size by a chemical method. As FePt alloy grains are non-brittle, they can not be produced by standard powder metallurgy. However, FePt powder has been obtained by mechanical alloying Fe and Pt powders. In the same study, they have added phosphorus in order to obtain a brittle $\text{Fe}_{35}\text{Pt}_{35}\text{P}_{30}$ ribbon alloy by melt spinning and then ball milling them. However, adding a large quantity of non-magnetic P has an adverse effect on the magnetic characteristics of the material. In other studies, powders of $\text{Fe}_{60.5}\text{Pt}_{39.5}$ have been produced by freezer milling. Unfortunately, no information about the grain sizes and thermomagnetic properties has been cited in both studies.

The stoichiometry, size and shape of the sample influence the magnetic properties. According to the literature available the bulk $\text{Fe}_{61.5}\text{Pt}_{38.5}$ and $\text{Fe}_{60.5}\text{Pt}_{39.5}$ have the better magnetic properties.

In this study, FePt powders have been produced by spark erosion for the first time. The synthesized spherical particles have been annealed under the forming gas during AC susceptibility measurement. Phase transition from the high temperature soft magnetic atomically disordered A1 phase (fcc) to the low temperature highly anisotropic ordered $L1_0$ phase (fct) has been observed. We have studied the change in the magnetic and crystallographic features of the powder and the bulk material resulting from annealing up to different temperatures. The size distribution of these particles was obtained from optic microscope images. Crystallographic phase analysis was done using XRD.

Bulk $\text{Fe}_{61.5}\text{Pt}_{38.5}$ and $\text{Fe}_{60.5}\text{Pt}_{39.5}$ have the better magnetic properties. So we decided to produce $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ powder sample. $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ has been prepared by arc melting of 99.9% purity iron and platinum and under Ar. The sample was slowly cooled down in the arc furnace. Powder alloy was produced using a custom-built spark erosion instrument in liquid paraffin. The production has been carried out in various conditions resulting powders which contain spherical particles with different sizes. We can change the particle size by changing the spark energy. A voltage of 57 V between was applied on $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ bulk electrodes and a capacitor of 1 μF was used for discharge. The voltage was assumed sufficiently high to obtain a more stable, repeatable and regular spark. The capacitance value determines the particle size. To prevent secondary discharges after the first spark, the electronic circuit keeps the switch mode charging transistor in switch-off regime as soon as the electrodes separate after the discharge. The crystal structure and the lattice parameters of the samples were determined by X-ray diffraction (XRD) from a powder sample using $\text{CuK}\alpha$ radiation. Lattice parameters were found by extrapolation to wide angles while grain dimensions were estimated by the Scherrer formula. Si was used as a standard. At XRD patterns, all superstructure reflections appeared after annealing, showing the transition from fcc to fct phase. An increase of a and a reduction of c was observed when fcc transforms to fct. While the ratio c/a was 1 in the disordered phase, it reduced to 0.966 at a more perfectly ordered phase. These values are consistent with the bulk alloy values in the literature. The mean grain size estimated using the Scherrer formula was 160 nm at the fcc phase and 200 nm at the fct phase.

Thermomagnetic analysis was conducted by custom-built AC susceptibility measuring system under the forming gas (10% Hydrogen and Argon), starting from the room temperature to the highest temperatures of 450, 520, 560, 580, 630, 680 and 700°C. We will use the term “cycling” to denote the susceptibility measurement taken during the heating up from room temperature to a defined maximum temperature and then cooling down. The first cycling was performed up to 450°C and repeated until the curve stabilizes. After each cycling, the hysteresis curve was measured at the room temperature by a custom-build VSM up to a magnetic field of 8 kOe.

The bulk sample, cooled slowly in the furnace after arc melting, was annealed when cycling up to highest temperatures of 450 520, 560, 640 and 700°C. The heating and cooling branches of every cycling coincided in the first cycle except for the 700°C. For this temperature the cycling was repeated three times to reach accordance. The Hopkinson peak in these thermomagnetic curves reflects the high magnetic anisotropy of the L1_0 phase. The as-synthesized bulk sample has sufficient time to pass to the low temperature L1_0 phase (fct) during the slow cooling. Correspondingly, we found only one Curie temperature, 395°C, which belongs to the L1_0 phase.

The powder samples were annealed when cycling up to 450, 520, 560, 590, 630, 680 and 700°C. At some cycling we observed the mismatching. This was caused by reduction of the stress and irregularities in the metallographic structure at each annealing. When the curves obtained during heating and cooling, matched with each other the sample reached the most perfect structure it may attain during annealing up to a higher temperature. If we continue measuring up to a higher temperature, we observe that the refinement of the crystal structure goes on and the curve starts to change again. The last cycling for 450°C has a Curie temperature of 300°C, which belongs to the A1 phase. If annealing is continued up to 520°C, Curie temperature for the L1_0 phase,

450°C, also appeared. After the last cycling at 520°C and the subsequent cyclings at 560°C, the Curie temperature of the A1 phase has changed to 310, 320, 340 and 360°C, respectively. We assume that the gradual transition of the disordered A1 phase (fcc) leads to a change at its Curie temperature due to the small changes in inter-atomic distances. After the cycling up to 590°C, A1 phase disappeared and the L1₀ phase and the corresponding Curie temperature remained. The fct phase Curie temperature of the powder sample was found to be 55°C greater than that of the bulk one. The vapor pressure of the iron at the melting temperature of the alloy is greater than that of the platinum by an order of 3, indicating that the loss of some iron during electric discharge processing changed the stoichiometry toward the Pt-rich side of the phase diagram. Powder samples thermomagnetic curves do not exhibit a sharp Hopkinson peak as in the bulk samples although they have completed phase transition at cycling between 630°C and 700°C.

Stoichiometry of powder sample is different from bulk. Similarly their magnetic properties and Curie temperature are different too. We lost iron during the powder production as we have already talked above. Because of losing %7-%8 iron during the powder production, we decided to synthesize Fe₆₇Pt₃₃ powder particles. Stoichiometry of these particles were determined by EDS and we proved that there is a %7-%8 lost of iron.

The powder sample in as-synthesized state behaves as a soft magnet with a very small H_c of 65 Oe in high temperature fcc phase. The powder particles created with the spark were instantly quenched in liquid paraffin in A1 phase. In contrast, cooling in arc furnace was slow enough to lead to the 700°C phase in preliminary alloying.

The coercivity of the over annealed bulk alloy decreased. This decrease is 40% after cycling at 700°C compared to 640°C and is related to the excessive growth of the mean grain sizes of the ordered phase. The coercivity of the powder alloy remains stable after such an annealing. Because the grain size growth in these samples was limited to the particle sizes of 200 nm.

The demagnetized powder was shaken in an ultrasound bath of oleic acid and methanol solution to separate the aggregated particles from each other. These particles were studied under Olympus BX51 optical microscope. We did not observe the particles individually under the optical microscope, which was expected knowing the resolution limit. However, the clusters they formed at order of 1 μm were visible. The resolution of SEM is higher than the optical microscope. At the SEM images we observed some big particles (2-6 μm) and numerous little particles (order of 200 nm). In conclusion, Fe-Pt powders were synthesized by spark erosion for the first time. Samples were characterized by XRD. Their magnetic and thermomagnetic properties investigated during annealing. These properties were found to be different from the corresponding ingots. We also found that there was no deterioration in the coercivity even after over annealing.

1. GİRİŞ

Manyetizmanın tarihi bilimin tarihi ile başlar. Mıknatısların demir içeren malzemeleri çekebilmesi insanları yüzyıllar boyunca büyülemiştir. Çekim kuvvetini kanıtlayabilmek için iki tane kalıcı mıknatısa ya da bir kalıcı mıknatıs ile bir tane geçici mıknatısa ihtiyaç vardır. Kalıcı mıknatıs doğada bulunur ve mıknatıs taşı olarak bilinir. Mıknatıs taşları demir oksit bakımından zengin taşlardır. Bu taşlar tarihte, Sümer, Antik Yunan, Çin ve koloni öncesi Amerika halkı ve din adamları tarafından bulunmuş ve kullanılmıştır.

Tarihte mıknatıslar ilk olarak ruhani ritüeller için kullanılmıştır. Ritüellerde tahta bir tablanın üzerine konulmuş demir bir kaşık kullanılmıştır. Dünyanın manyetik alanı doğrultusunda yönelen bu sistemin pusula olarak da kullanılabileceği daha sonra anlaşılmıştır. Pusula olarak kullanılmasından sonra 1600 yılında William Gilbert tarafından dünyanın küresel bir mıknatıs olduğunu ve pusulanın ibresinin dünyanın manyetik kutbunu gösterdiğini ortaya konulmuştur. Ayrıca pusula ibresinin, kuzey-güney doğrultusunun yanı sıra düşey yönde sapma gösterdiğini de bulmuştur. 1743'te ise manyetizmanın ikonu olan meşhur at nalı şeklindeki mıknatıs Daniel Bernoulli tarafından bulunmuştur. Bu geometriye sahip mıknatısta manyetik alan, kutuplar arasında yoğun olduğundan ve kutuplarda aynı düzlemde bulunduğundan bu geometriye sahip mıknatıs bar mıknatıs gibi davranır. Şekil itibarıyla kararlı, kompakt ve kendini demagnetize etmeyen bir mıknatıstır.

Demanyetizasyon alanı H_d 'nin belirlenmesinde şekil çok önemlidir. Düzgün mıknatıslanmış, M mıknatıslanmasına sahip elipsoidin demanyetizasyon alanı $H_d = -NM$ ile belirtilir. Burada N demanyetizasyon faktörüdür. Sadece şekle bağlıdır ve 0 ile 1 arasında bir değer alır. Eğer örnek küreyse $N=1/3$, uzun çubuk veya düzlem içinde mıknatıslanmış ince filmse $N=0$, düzleme dik mıknatıslanmış ince filmse $N=1$ 'dir.

Kalıcı mıknatıslar geniş histeresiz eğrilerine sahip mıknatıslardır ve koversiviteleri $H_c > H_d$ 'dir. Yumuşak mıknatıslarda ise $H_c < H_d$ 'dir. Demanyetizasyon alanının olmadığı bir durumda kapalı histeresiz eğrisi elde edilirse, sert mıknatıslarda koversivitenin

değeri 5000 Oe'i geçer, yumuşak malzemelerde ise 150Oe'in altındadır.

1951 yılında Philips tarafından yeni bir malzeme grubu olan hekzagonal ferritler bulunmuştur. Bu malzemenin H_c 'si doyum mıknatıslanması olan M_s 'yi geçer. Bu da şekil bariyerinin kırıldığını gösterir. Malzemenin manyetik özellikleri yukarıda bahsedildiği üzere şekle bağlıdır. Bir malzemenin farklı şekilde olması farklı manyetik özellikler verir. Şeklin yanı sıra boyut da önemlidir. Bir malzemenin her boyutta ve her şekilde üretilebilmesi teknolojik uygulamalar açısından önemlidir.

Günümüzde kullanılan daimi mıknatıslarda, malzemenin kristal yapısından kaynaklanan manyetik anizotropi, şekil anizotropisiden daha üstündür. Düşük alanlarda ters yönde mıknatıslanma domen duvarı hareketi ile gerçekleşmez. Ters yönde mıknatıslanmanın, düşük alanlarda, domen duvarları hareketi ile gerçekleşmemesi ve daha yüksek koersivitenin elde edilebilmesi için zerrelerin büyüklükleri, tek domen zerre büyüklüğünden büyük olmamalıdır. Ancak süperparamagnetik özellik göstermelerine ve yüksek sıcaklıkta bundan kaynaklanan verim düşüşünü önlemek için çok küçük olmaları da tercih edilmez.

Bütün daimi mıknatıslar zerrelili yapıya sahiptir. En kaliteli olanlarında sinterlemeden önce bu zerreler yönlendirilmiştir. Yönlendirilmiş ve yönlendirilmemiş daimi mıknatıslar doyuma giderken mıknatıslanma mekanizmaları aynı olur ancak dış manyetik alan yönelimsiz mıknatısta zerrelerin sadece küçük bir kısmında onların kolay mıknatıslanma eksenine paraleldir. Doyumdan sonra dış manyetik alan değeri düşürüldüğünde her zerrinin manyetik momenti en yakın kolay mıknatıslanma yönüne yönelir. Yönlendirilmiş mıknatıslarda bu yönler dar açılı; diğerlerinde ise oldukça geniş açılı bir koni içindedir ve $M_r / M_s = 0.5$ 'tir. Aynı değer yönlendirilmiş mıknatıslar için 0.87 ile 0.97 arasındadır ve karesellik değeri daha yüksektir. Günümüzde tercih edilen SmCo, NdFeB, Fe_2O_3 temelli mıknatıslar toz metalürjisi yöntemleri ile üretilir ve yönlendirilmiştir. Bundan dolayı karesellik, koersivite, yönelim oranı, kalan mıknatıslanma, manyetostatik enerji değerleri yüksektir. Kırılgan olduklarından SmCo ve NdFeB temelli malzemeler bilyeli değirmenlerde öğütülmeye elverişlidir. Zerre büyüklükleri süperparamagnetik sınırın üstünde ve tek domen kritik boyutu altındadır. Bu malzemelerde yüksek manyetokristal anizotropi, süperparamagnetik sınır boyutunun çok küçük olmasına neden olur. Ancak daimi mıknatıslar bu sınır değerine yakın çok küçük zerrelerden üretilmez. Bunun nedeni kareselliği arttırmak

için zerreler arasında domen duvarlarının hareketini engelleyecek farklı manyetik özelliklere sahip bölgelerin bulundurulması gereksinimidir. Zerreler küçüldükçe bu bölgelerin hacminin toplam hacme oranı artar, diğer parametreler iyileşmez, ancak doyum mıknatıslanması ve kalan mıknatıslanma azalır. Bu girişten anlaşılacağı üzere toz metalürjisi ile daimi mıknatıs üretimi açısından uygun özelliklere sahip toz üretimi fevkalade önemlidir.

FePt temelli alaşımlar kırılğan olmadıklarından alışılmış yöntemlerle toz haline getirilmeleri mümkün değildir ve literatür taramasında 20 nm den büyük zerrelerden oluşan toz malzeme üretimleri ve özellikleri üzerine herhangi bir araştırmaya rastlanmamıştır. Diğer taraftan büyük hacimlerde (külçe) yapılan araştırmalar bu malzemelerin çiftlenimli tek kristalli, katmanlı anizotropik yapıya ve bununla ilgili özel manyetik domen yapısına sahip olduğunu göstermiştir. Bir malzemenin toz olarak üretilmesi önemlidir. Bunun sebebi tozların başka teknolojilerin de ilk basamak malzemesi olmasıdır. Örneğin, hızlı buharlaştırma tekniğiyle ince film hazırlamak için önceden kaynama sıcaklığının üstünde ısıtılmış bir potanın üzerine malzemenin tozu bırakılmaktadır. Başka bir örnek ise doğrudan küçük zerrelerden oluşan ince manyetik filmlerdir.

FePt temelli alaşımlar 1960'lı yıllardan beri bilinmektedir ve nanometre mertebesindeki büyüklüklerdeki malzeme üretimiyle son 5-10 yıldır çok sayıda yayın konusudur. FePt alaışımının düşük sıcaklıklı, yüzey merkezli tetragonal (fct) kimyasal olarak düzenli $L1_0$ fazı çok yüksek manyetik anizotropiye sahiptir. Son seneler ıslak kimyasal yöntemle nm büyüklüklerine (2-10 nm arası fakat daha büyük değil) üretilip incelense de, kırılğan olmadığından mikrometre mertebelerinde toz şeklinde şimdiye kadar üretilmemiştir. FePt ince film olarak da üretilmiş ve incelenmiştir. Bu projede ilk defa fiziksel bir yöntemle, dielektrik sıvı içinde elektrik boşalımı ile FePt küresel tanecikli toz üretilmiştir. Argon ve %10 H_2 ortamında tavlansarak $L1_0$ fct fazı elde edilmiş ve bunun kristal ve mikroyapısı, taneciklerinin büyüklük dağılımı, X-ışınları kırınımı, taramalı elektron mikroskobu, optik mikroskobu ile incelenmiştir. Manyetik özellikleri AC ve DC yöntemlerle oda sıcaklığında, oda sıcaklığı altında (4.2 K'e kadar), oda sıcaklığı üstünde (1000 K'e kadar) AC duygunluk ve titreşen örnek magnetometresi ile incelenmiştir. Şimdiye kadar incelenmiş olan döküm örneklerle göre, koersivite ve manyetostatik enerji değerlerinde iyileşme olduğu durumda, diş hekimliğinde ve

paslanmaya karřı dayanıklılıđın önemli olduđu yerlerde daha verimli uygulamalar mümkün olacaktır. Bu alıřmada $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ ve $\text{Fe}_{67}\text{Pt}_{33}$ stokiyometrisine sahip tozların boyutları ve manyetik özellikleri incelenmiřtir.

2. MANYETİK MALZEMELERİN TEMEL ÖZELLİKLERİ

2.1 Manyetik Malzemeler

Manyetizma olayı kuantum mekaniğinin ayrılmaz bir parçasıdır, çünkü ısısal dengede klasik bir sistemde, manyetik alan altında bile, manyetik moment oluşması imkansızdır. Serbest bir atomun manyetik momenti başlıca üç sebepten kaynaklanabilir: Elektronların sahip oldukları spinden, elektronların çekirdek etrafındaki yörünge açışal momentumundan ve bir dış manyetik alanda kazandıkları yörünge momentinden [14]. Bu atomik momentlerin birbiriyle etkileşimi malzemenin özelliğini belirler. Eğer atomik momentler birbiriyle etkileşmiyorsa rastgele dizilebilir. Bu durumda μ_m bireysel atomik moment olmak üzere $\sum \mu_m = 0$ dır. Ancak bazı atomik momentler termal olarak indüklenen etkileşmelerle, bölgesel olarak uygulanan H alanı yönünde dizilebilirler. Zayıf alanla indüklenen bu mıknatıslanmaya sahip malzemelere paramagnetik malzeme denir. Paramagnetlerdeki, manyetik momentin klasik tanımda uygulanan alanın yarattığı torktan kaynaklandığı düşünülürken gerçekte spin ve açışal momentumdan kaynaklıdır.

Bazı malzemelerde, bazı sıcaklıkların altında dışarıdan manyetik alan uygulanmadığı halde sıfırdan farklı manyetik momenti vardır. Bu özelliğe kendiliğinden mıknatıslanma denir. Bu özelliğe sahip malzemeler ferromagnetler, antiferromagnetler ve ferrimagnetlerdir. Ferromagnetik malzemelerde dışarıdan bir alan uygulanmadığı durumlarda dahi atomik momentlerinin bir kısmı aynı yönelimde bulunurlar. Kendiliğinden olan bu mıknatıslanma düzen sıcaklığı olarak tanımlanan Curie sıcaklığının üzerinde yok olur ve malzeme paramagnetik olarak davranır [1].

Ferromagnetler, yumuşak veya sert mıknatıs olabilirler ve çoğunlukla malzemenin uçlarında artı ve eksi kutuplarını barındırmazlar. Yumuşak mıknatıslar başka bir yumuşak mıknatısın yanında demanyetize veya manyetik olmayan durumdadırlar. Bu mıknatıslar, sadece dış alan veya kalıcı mıknatısın yanında cevap verip

mıknatıslanmalarını açığa çıkarırlar. Sert mıknatıslar ise her zaman manyetik durumdadırlar. Başka bir deyişle kalıcı mıknatıs olarak anılırlar [1].

2.2 Duygunluk

Elektrik alan altındaki malzemede, pozitif ve negatif yüklerin birbirine göre bağlı hareketi elektrik dipol momentini p 'yi (C.m) yaratır. Makroskopik dipol moment ise $P=np$ (C/m²) ile verilir ve elektrik alana bağlılığı da elektriksel duygunluk χ_e olarak adlandırılır.

$$P = \chi_e \cdot E \quad (2.1)$$

Aynı şekilde malzemenin uygulana H alanına verdiği cevapta manyetik dipol moment μ_m olarak adlandırılır. Makroskopik manyetik dipol moment yoğunluğu ise $M = n\mu_m$ 'dir ve manyetik alana olan bağlılığı ise aşağıdaki gibidir.

$$M = \chi_m \cdot H \quad (2.2)$$

Atomik manyetik dipol momentlerin diziliminden kaynaklı kendiliğinden gerçekleşen mıknatıslanma sıcaklığa bağlıdır. Curie sıcaklığı denilen kritik bir sıcaklıkta bu düzen bozulur ve atomik momentler $k_B T$ 'ye bağlı olarak rastgele yönelirler. Bu durumda ferromagnetik malzeme paramagnetik yani, dışarıdan bir alan uygulanmadığı takdirde kendiliğinden mıknatıslanmanın olmadığı duruma geçer. T_c 'nin altında $M_s(T)$ tersinir, üstünde ise sıfırdır. Curie sıcaklığının üzerinde dışarıdan bir alan uygulanırsa küçük bir mıknatıslanma yaratılabilir. Bu durumda M ile H doğrusal bir şekilde birbirine aşağıdaki gibi bağlıdır [1].

$$\chi_m = \frac{M}{H} \quad T > T_c \quad (2.3)$$

Deneyssel olarak yukarıdaki formülle belirlenen duygunluk aynı zamanda aşağıdaki formüle de karşılık gelir.

$$\chi_m = \frac{C}{T - T_c} \quad T > T_c \quad (2.4)$$

Yukarıdaki denklemde C , Curie sabitidir ve 1K mertebesindedir.

CGS birim sisteminde kütle duygunluğu birimi emu/g.Oe'dır. Hacim duygunluğu ise birimsizdir. SI birim sisteminde ise kütle duygunluğunun birimi m³/kg'dır. Hacim duygunluğu ise CGS'deki gibi birimsizdir.

2.3 Manyetik Akı Yoğunluğu, Mıknatıslanma ve Manyetik alan

Manyetik malzemelerde mikroskopik ve makroskopik akımlardan kaynaklı manyetik alanlar vardır. Manyetik akı yoğunluğu B ile gösterilir. B ; M ve H 'ye geçirgenlik olan $\mu = \mu_r \cdot \mu_0$ ile bağlıdır. Vakumun geçirgenliği $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ henry/m olmak üzere manyetik akı yoğunluğunun mıknatıslanma ve dışarıdan uygulanan manyetik alanla olan ilişkisi aşağıdaki gibidir [1].

$$B = \mu_0(H + M) = \mu_0(H + \chi_m H) = \mu_0(1 + \chi_m)H = \mu H \quad SI \quad (2.5)$$

$$B = H + 4\pi M = H + 4\pi \chi_m H = (1 + 4\pi \chi_m)H \quad CGS \quad (2.6)$$

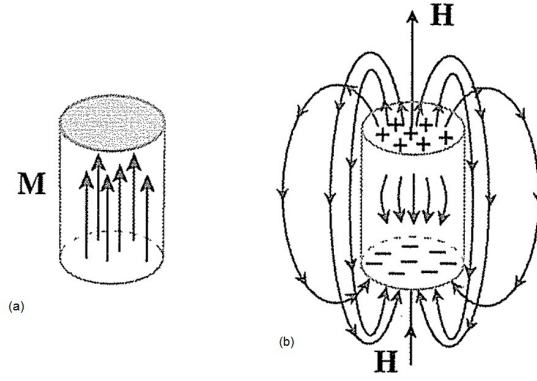
Uygulanan H alanı, malzemenin alana gösterdiği etki olan M 'ye sebep olur. B , makroskopik akımlardan kaynaklı dış manyetik alan $\mu_0 H$ ile mikroskopik akımlardan kaynaklı, manyetik cevap olan $\mu_0 M$ 'nin toplamıdır. B manyetik akı yoğunluğu Φ/A manyetik akı ile orantılıdır ve akı zamanla değiştiğinde elektrik alan indüklediği için (Faraday yasası) teknik açıdan önemlidir. SI ve CGS birim sisteminde manyetik dipol moment, manyetik alan, manyetik akı yoğunluğu, mıknatıslanma için kullanılan birimler çizelge 2.1'deki gibidir [15].

Çizelge 2.1: Manyetizmayla alakalı birimler ve CGS'den SI birim sistemine geçilirken gerekli olan çarpanlar.

	Dipol Kuvveti	Akı	Alan	Moment	Dipol enerjisi
CGS	Dyne	Maxwell	Oersted	emu	erg
SI	Newton	Weber	A/m	$A \cdot m^2$	Joule
CGS $\Rightarrow$ SI	10^5	10^8	$4\pi/10^3$	10^3	10^7

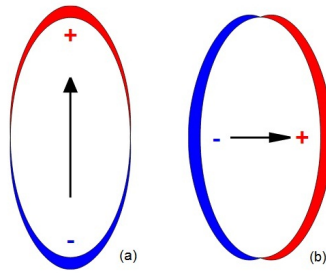
2.4 Demanyetizasyon Alanı

Ferromagnetik bir malzemeye dışarıdan bir alan uygulandığında, malzemenin sahip olduğu atomik momentler alan doğrultusunda dizilirler. Bunun sonucunda alan doğrultusunda bir mıknatıslanma elde edilir. Gauss yasası bize, manyetik alanın diverjansının sıfır olduğunu söyler. Yani manyetik alan çizgileri kendi üzerine kapanır. Bu sebeple, içeride oluşan mıknatıslanma dışarıda manyetik alan oluşturur. Bu alan malzemenin uçlarında artı ve eksi kutuplarını yaratır. Malzemedeki bu kutuplar malzemenin içerisinde mıknatıslanmaya zıt yönde ve mıknatıslanmayı yok etmeye yönelik olan demanyetizasyon alanını yaratır (şekil 2.1).



Şekil 2.1: (a) Dışarıdan uygulanan alan doğrultusunda malzemenin içerisinde oluşan mıknatıslanma (b)Malzemenin dışında kapanan manyetik alan çizgileri, malzemenin uçlarında oluşan kutuplar ve bu kutuplardan kaynaklı malzemenin içerisindeki mıknatıslanmayı azaltmaya yönelik olan demanyetizasyon alanı [1].

Şekil 2.2'deki elips bir malzemenin uzun ve kısa eksen boyunca mıknatıslandığını düşünelim. Uzun eksen boyunca mıknatıslanan malzemenin yüzeyinde oluşan yüzey yük yoğunluğu, kısa eksen boyunca mıknatıslanan malzemede oluşan yüzey yük yoğunluğundan daha azdır. Bu nedenle yüzey yük yoğunluğu daha az olan uzun eksen boyunca mıknatıslanan malzemenin, demanyetizasyon alanı daha küçüktür. Daha az yüzey yük yoğunluğuna sahip olan malzemenin enerjisi daha az olacağından bu malzemeyi mıknatıslamak daha kolaydır. Bu durum elipsin uzun eksenini, kolay mıknatıslanma eksenini yapar. Buna şekil anizotropisi denir.



Şekil 2.2: (a) Uzun eksen boyunca mıknatıslanan malzemedeki kutuplar (b) Kısa eksen boyunca mıknatıslanan malzemedeki kutuplar. Renkli bölgelerdeki kalınlık yüzey yük yoğunluğunu belirtmektedir [2].

Kürede ise böyle bir durum yoktur. Mıknatıslanma farklı yönlerde yapılsa da eşit yüzey yük yoğunluğu yaratacağından, kolay eksene sahip olmaz. Başka bir deyişle, kürede şekil anizotropisi yoktur. Toplam manyetik alan H , dışarıdan uygulanan manyetik alan ile bu alana zıt yönde olan demanyetizasyon alanının toplamıdır. Demanyetizasyon

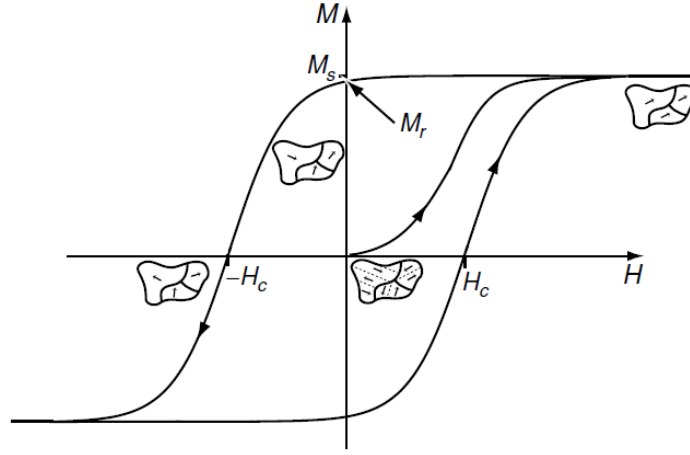
alanı mıknatıslanma ile demanyetizasyon faktörü N 'nin çarpımıdır.

$$H_{Toplam} = H_{Uygulanan} - H_{Demanyetizasyon} \quad (2.7)$$

$$H_D = NM \quad (2.8)$$

2.5 Histerezis

Katılardaki manyetizmanın en önemli sonucu, ferromagnetik malzemelerin kendiliğinden mıknatıslanmasıdır. Kendiliğinden mıknatıslanma, akla James Ewing tarafından 1881 yılında çalışılmış olan şekil 2.3'deki histerezis eğrilerini getirir.



Şekil 2.3: Histerezis eğrisi [3].

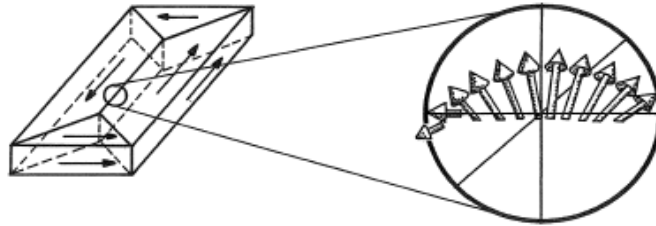
Herhangi bir ferromagnetin H alanına verdiği cevap, mıknatıslanma M 'dir. Mıknatıslanmanın uygulanan manyetik alanla değişimi tersinirdir ancak doğrusal değildir. Malzeme iç alan ve dış alanın toplamı olan B 'ye değil de dış alan H 'ye cevap verir. Sert mıknatısların geniş ve karesel $M(H)$ döngüleri vardır. Bu tarz malzemelere uygulanan manyetik alan, malzemeyi satürasyona götürmek için gerekli olan manyetik alandan daha büyük olursa, uygulanan alan kaldırıldığında dahi malzemenin sahip olduğu bir mıknatıslanma olur. Yumuşak mıknatısların histeresiz eğrileri ise dardır. Bu malzemeler, manyetik alan kaldırıldığında mıknatıslanmalarını büyük ölçüde kaybederler.

Yukarıdaki histerezis eğrisinde M_s doyum durumundaki mıknatıslanmadır. M_r ise doyumdan sonra mıknatısa etkileyen dış manyetik alanın kaldırılmasıyla kalan mıknatıslanmadır. Koversivite H_c ise doyum mıknatıslanmasını yok etmek için

dışarıdan mıknatıslanmaya ters yönde uygulanması gereken manyetik alandır [3]. Histeresiz eğrisinin ikinci çeyreğindeki (B pozitif, H negatif) alan malzemenin sahip olduğu maksimum manyetostatik enerjidir. $(BH)_{\max}$ diye adlandırılan bu enerji yumuşak mıknatıslarda 1J/m^3 iken sert mıknatıslarda (örneğin neodimyum) 400kJ/m^3 'tür.

2.6 Manyetik Domenler

Mikroskopik ölçekte bakıldığında, Curie noktasının çok altındaki sıcaklıklarda bir ferromagnetin elektronlarının manyetik momentleri tamamen paralel durumdadır. Oysa, nümuneye bir bütün olarak bakıldığında manyetik moment doyum moment değerinin çok altında olabilir ve bu değeri artırmak için bir dış manyetik alan uygulanması gerekebilir. Çok kristalli numünelerdeki durum tek kristallerdeki durumun aynısıdır [14]. Uygulanan alanın yokluğunda manyetik momentlerin belirli yönlerde dizili olması Pierre Weiss tarafından tanımlanmış olan moleküler alanla açıklanabilir. Moleküler alan H_{mol} , termal ajitasyonun üstesinden gelen, atomik momentleri dizen ve H_{ext} (Dış alan) yokluğunda bile var olan alandır. Bu nedenle paramagnetlerdeki $M \approx n\mu_m(U/k_B T)$ (U manyetik alan altındaki momentin enerjisi ve μ_m manyetik moment olmak üzere) aksine, ferromagnetlerde, $M \approx n\mu_m = M_s$ 'dir. Bir malzemenin nasıl demanyetize edildiği ile nasıl mıknatıslandığı sorusu da yine Weiss tarafından, manyetik domen kavramıyla açıklanmıştır. Manyetik domenler, (şekil 2.4) ferromagnetik malzemedeki mıknatıslanmanın büyük ölçüde düzenli olduğu yerlerdir. Her domendeki mıknatıslanma M 'nin yönelimi ve domen boyutu; manyetostatik, manyetokristalin anizotropi, manyetoelastik ve domen duvarı enerjisi ile belirlenir. Bütün domen yapıları bu enerjileri minimize etmeye yönelik oluşur. Yüzeyin spin yapısı ve enerji yoğunluğu bir domeni diğer domenden ayırır.



Şekil 2.4: Manyetik domen yapısı ve domen duvarındaki spinlerin yönelimi [1].

Domen yapısının oluşumunda etkili olan manyetik enerji yoğunluğu beş çeşittir. Her bir enerji aşağıda açıklanmaktadır.

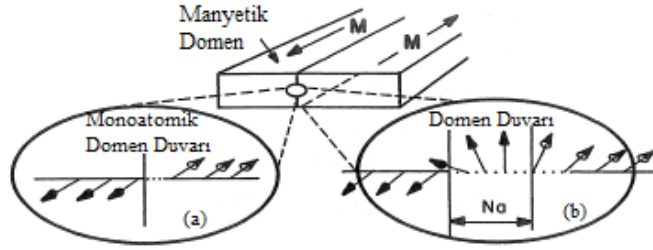
- Değiş-tokuş enerjisi: Bu enerji komşu manyetik momentlerin birbirine paralel olmasını sağlar. Mıknatıslanmanın yönünü değiştirirken harcanan enerjidir.
- Manyetostatik enerji: Arayüzeydeki mıknatıslanmanın normal bileşenindeki süreksizlikten ötürü açığa çıkan enerjidir. Bu enerji, malzemedeki anizotropiden (şekle bağlılık) ve genellikle simetrideki tek eksenlikten kaynaklanır. Komşu manyetik dipol momentlerin birbirine paralel olması durumunda mıknatısın değiş-tokuş enerjisi azalır, ancak bu durum domen yapısında kutup yarattığı için manyetostatik enerjisi artar. 1935'te Landau ve Lifshitz'in dediği gibi, ferromagnetik malzemenin yüzeyinde dipol alanı oluşmazsa domen de oluşmaz. Domenler $\mathbf{M} \cdot \hat{n} \neq 0$ (normal bileşendeki süreksizlik) olduğunda arayüzeyde enerjiyi minimize etmek için, manyetostatik enerjiyi oluşturur.
- Manyetokristalin anizotropi enerjisi: Bir örneğin kristal özelliklerinin manyetik özelliklerini etkilemesi sonucu açığa çıkan enerjidir. Mıknatıslanmanın yönelimi, bazı kristalografik yönler boyunca tercih edilir. Tek eksenli anizotropiye sahip malzemelerde manyetokristalin anizotropi enerji yoğunluğu $f_s = K_1 \sin^2 \theta$ ile ifade edilir. Burada K manyetokristalin anizotropi sabitidir ve θ açısı dışarıdan uygulanan alan ile mıknatıslanma arasındaki açıdır.
- Manyetoelestatik enerji: Malzemenin içindeki gerginliklerle orantılı olan enerjidir. Mıknatıslanmadaki değişime boyut değişimi eşlik edebilir. Bu durum tek kristallerden çok, polikristallerde veya zerre yönelimli malzemelerde oluşur. Manyetoelastisitenin pozitif olduğu durumda malzemede uzama, negatif olduğu durumda ise malzemede kısalma olur.
- Zeeman enerjisi: Bu enerji, $F = \mu_m \cdot B$ ile ifade edilen manyetik alandaki dipol momentlerin potansiyel enerjisidir. Çok sayıda moment için, birim hacimdeki potansiyel enerji $f_{zeeman} = -\mathbf{M} \cdot \mathbf{B}$.

Domen duvarında, değiş-tokuş enerjisi ile manyetostatik ve manyetoelestatik enerjilerinin toplamı olan anizotropi enerjisi dengede olmalıdır. Eğer dışarıdan alan uygulanmıyorsa (yani domen demanyetize veya kalan mıknatıslanma durumunda

ise) ve mıknatıslanma domen içerisinde düzenli ise sadece yüzeydeki net manyetik kutup yoğunluğundan (yani yüklü yüzey) kaynaklı H alanı vardır. Yüklü yüzeyden kaynaklı bu alan her zaman sistemin enerjisini artırır. Yüzey kutuplarından kaynaklı manyetostatik alan yoksa B'nin dik bileşeni ara yüzeyde birbirine eşittir. Yani mıknatıslanmanın normal bileşeni sürekli ve $(M_1 - M_2) \cdot \hat{n} = 0$ 'dır [1].

2.6.1 Bloch duvarı:

Manyetik domenler ve domen duvarları sonlu düzgün mıknatıslanmış örneğin manyetostatik enerjisini azaltmaya yönelik oluşurlar. 180° domen duvarına sahip (şekil 2.5), komşu domenlerdeki mıknatıslanma vektörü birbirine anti paraleldir. Tek eksenli anizotropinin olduğu durumda mıknatısın kolay eksenini bir tanedir ve domen duvarları o yönde yönelmiştir.

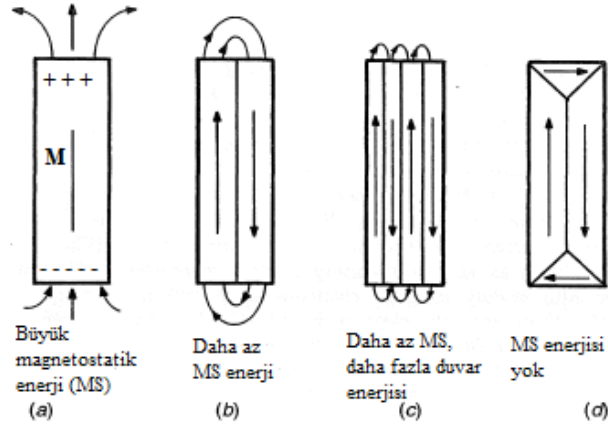


Şekil 2.5: Ortadaki 180° domain duvarı olan ferromagnetik malzemeye aittir. (a) bir atomik uzunlukta spin yönü tersine dönmüş olan teorik mono atomik duvar yapısıdır (b) ise spin yönelimini N atomik uzunlukta gerçekleştiren duvar yapısıdır. [1].

Bir domenin son atomik bölgesindeki mıknatıslanma yönelimi 0° 'den, komşu domenin ilk atomik bölgesindeki mıknatıslanma yönelimi π 'ye şekil 2.5 a'daki gibi değişiyorsa domen duvarı yaratılmasında anizotropi enerjisi harcanmaz. Ancak belirgin bir değiş-tokuş enerjisi harcaması olur. Mono atomik domen duvarının enerjisi zor yöne yönelmiş spinlerin anizotropi enerjisinden de fazladır. Bu nedenle malzeme, mıknatıslanma geçişini daha az enerji harcamasıyla elde edebilmek için başka bir yöntem bulmak zorundadır.

Bu da mıknatıslanmadaki 180° 'lik dönüşü birkaç örgü aralığında gerçekleştirerek, değiş-tokuş enerjisinin azaltılmasıyla elde edilebilir. Eğer domen duvarının genişliği N tane atomlararası mesafe kadarsa ve şekil 2.5 b'deki gibi, spinler kademeli bir şekilde yönelimlerini değiştiriyorlarsa, komşu spinler arasındaki açı $\theta_{ij} \approx \pi/N$

olur. N artıkça daha fazla spin yüksek anizotropi içeren yöne yönelir. Yumuşak mıknatıslarda duvar genişliği $0.2 \mu\text{m}$ mertebesinde, kalıcı mıknatıslarda, yani yüksek anizotropili malzemelerde ise duvar genişliği $10 \mu\text{m}$ civarındadır. Bloch duvarının kalınlığı azaldıkça, duvarın manyetostatik enerjisi artar. Bunun sebebi demanyetizasyon alanından dolayı oluşan kutuplardır. Bu manyetostatik enerjiyi azaltmak için duvarın içindeki spinler 180° dönerler. Böylece Bloch duvar yapısı oluşur. Şekil 2.6'daki domenlerin içindeki vektör mıknatıslanma vektörüdür.



Şekil 2.6: (a) Manyetostatik (MS) enerji ile tek domen durumundaki domen oluşumu (b-c) 180° derece domen duvarında MS enerjisi azalır, duvar enerjisi artar (d) 90° domen yapısı MS enerjisini yok eder ancak anizotropi enerjisi artar [1].

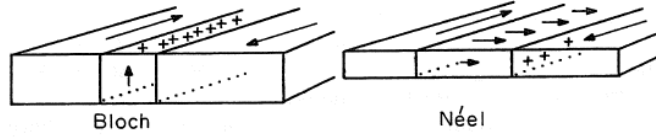
Şekil 2.6a'daki tek domen yapısında, manyetostatik enerji malzemenin uçlarındaki kutuplardan dolayı maksimumdur. Zıt yönde mıknatıslanmaya izin veren iki domen oluşumuyla, manyetostatik enerji azalır. 180° duvar oluşumu sonlu örnekte her zaman manyetostatik enerji harcar. Eğer malzeme kübik anizotropiye sahipse veya tek eksenli anizotropisi çok değilse örnek şekil 2.6 d'deki gibi kapalı domen yapısına sahip olabilir. Bu domen yapısında manyetostatik enerji ortadan kaldırılır. Harcanan enerjilerse, manyetik anizotropi enerjisi (tek eksenli malzeme için) ve elastik enerjinin sıfır olmadığı durumlarda manyetoelastik enerjidir [1].

2.6.2 Néel duvarı:

Néel duvarında spinler duvarın içinde değil de düzlemin içinde şekil 2.7'deki gibi dönerler. Mıknatıslanma yönü arasında 90° lik açı vardır. Bloch duvarında enerji yoğunluğu artıkça duvarın kalınlığı azalmaktaydı. Néel duvarında ise enerji duvar

kalınlığı azaldıkça azalır. Çünkü yüklü alan azalır. Bloch duvarındaki gibi Néel duvarında da:

- Duvarın iki tarafındaki mıknatıslanma vektörünün normal bileşeninin sürekliliği sağlanmalı,
- Mıknatıslanmanın yönelimi değiş-tokuş ile anizotropi enerjisini minimize edecek şekilde olmalıdır.



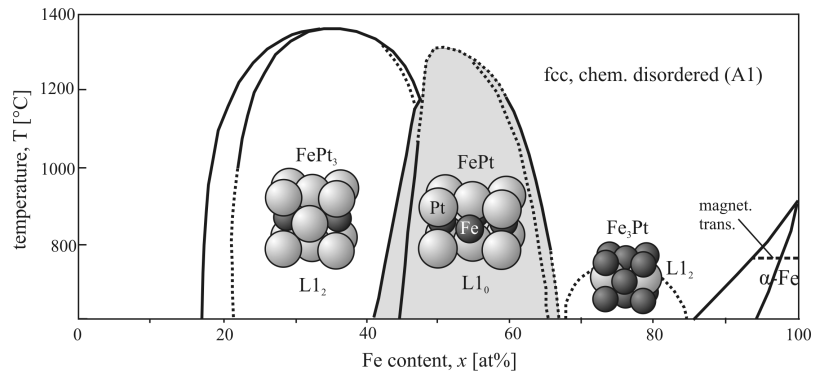
Şekil 2.7: Néel ve Bloch duvarı karşılaştırması [1].

Yukarıda bahsedilen özelliklerden manyetik dipol, değiş-tokuş enerjisi, doyum mıknatıslanması, Curie sıcaklığı ve manyetokristalin anizotropi içsel özelliklerdir. Yani zerrecik büyüklüğü, mikro yapı ve zerrelerdeki kristal yönelimiyle değişmeyen özelliklerdir. Koversivite, kalan manyetizasyon ise mıknatısın manyetik yapısını yansıtır [1].

3. FePt ALAŞIMI

3.1 Manyetik Dömen ve Kristal Yapısı

Şekil 3.1’de FePt’in faz diagramı bulunmaktadır. FePt’nin yüzde 40-60 demir içeren alaşımlarının iki tane fazı vardır. Biri kimyasal olarak düzensiz, yüzey merkezli kübik kristal yapısına (fcc) sahip, yüksek sıcaklık A1 fazı, diğeri ise kimyasal olarak düzenli yüzey merkezli tetragonal (fct) kristal yapısına sahip, düşük sıcaklık L1₀ fazıdır. L1₀ fazındaki alaşım yüksek derecede anizotropiktir ve birbirinin aynısı olmayan ancak kendi içerisinde bir düzeni olan kümeleri barındıran mikrokristalin yapısına sahiptir. Çok iyi manyetik, mekanik ve antikorozyif özellikleri vardır. Manyetik özelliklerinden dolayı kalıcı mıknatıs olarak kullanılabilir [4].



Şekil 3.1: FePt faz diagramı [4].

L1₀ fazı yüksek manyetokristalin anizotropiye ($K_u = 7 \cdot 10^6 \text{ J/m}^3$) [5] sahiptir ve çok küçük zerre boyutunda süperparamagnetik olur [16]. Bir malzemenin büyük zerre boyutunda süperparamagnet olması hafıza depolanmasında istenmeyen bir durumdur. FePt’nin L1₀ fazı çok küçük boyutlarda süperparamagnet olduğundan, bu değerden daha büyük boyutlarda ferromagnetiktir ve manyetik hafıza depolanmasında kullanılabilir. Süperparamagnetizma, ferro ve ferrimagnetik nanozerreciklerde oluşan bir durumdur. Eğer parçacık yeterince küçükse, mıknatıslanma, sıcaklığın etkisiyle rastgele olur. İki dönüş arasındaki tipik zaman Néel durulma zamanıdır.

Dışarıdan bir alan uygulanmadığı takdirde, mıknatıslanma, Néel durulma zamanından daha uzun bir sürede ölçülürse, ortalaması sıfır olur. Bu durumda malzeme süperparamagnetiktir. Süperparamagnetlere uygulanan manyetik alan paramagnetlerde olduğu gibi, nanozerreciklerde mıknatıslanma yaratır. Süperparamagnetik malzemelerin manyetik duygunlukları, paramagnetik malzemelerden daha fazladır. Durulma zamanı aşağıdaki gibi hesaplanabilir. Durulma zamanı büyük olan malzemeler, manyetik depolama işleminde kullanılmaya elverişli malzemelerdir [17].

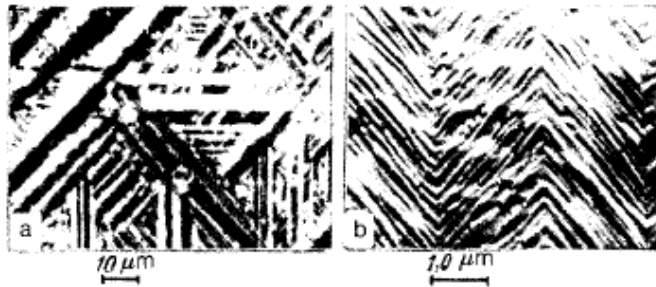
$$KV/kT = 25\tau \approx 100s \quad (3.1)$$

Denklem 3.1'deki durum için zerre büyüklüğü $\approx 2.5\text{nm}$ 'dir.

$$KV/kT = 25\tau = 10s \quad (3.2)$$

Denklem 3.2'deki durum için zerre büyüklüğü $\approx 3.3\text{nm}$ 'dir [16].

$L1_0$ fazı manyetik olarak tek eksenlidir ve kolay eksen tetragonal c-ekseni boyuncadır. Yine bu faz, yüzey merkezli kübik yapıdan yüzey merkezli tetragonal yapıya geçiş sırasındaki özel yönelim bağıntılarından ötürü kristal ikizlenmesine sahiptir. Bu yapıda, faz geçişi sırasında birbirinden farklı çeşitli kesitler oluşur. Bu olay düzenli kristal ikizlenmesine sahip yapıyı oluşturur. Bu yapıda c-domen denilen kristallografik domen, c-domenlerinin birleşmesinden oluşan plakalar ve plakaların birleşiminden oluşan kümeler vardır. Elektron mikroskobundan elde edilmiş şekil 3.2b'deki ince çizgiler c-domenlerini, c-domenlerin oluşturduğu gruplar ise plakaları oluşturmaktadır.

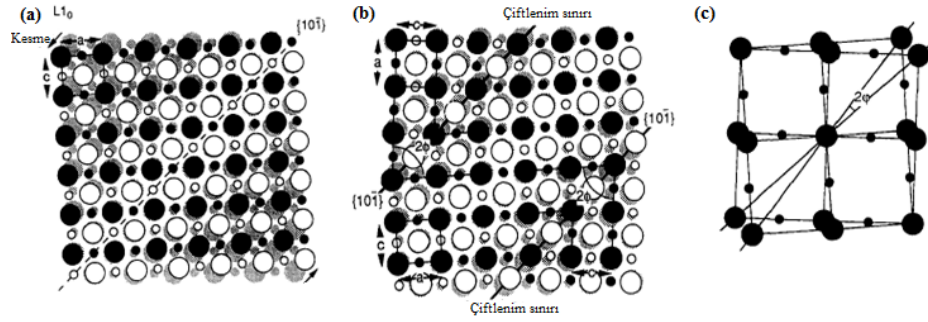


Şekil 3.2: (a) 1300°C'den su verilerek konularak soğutulmuş FePt'nin optik mikroskoptan elde edilmiş görüntüsü (b) Aynı örneğin elektron mikroskopundan alınan görüntüsü [5].

Optik mikroskoptan alınan şekil 3.2a'da ise farklı yönelimleri olan kümeler gözlenmiştir. Buradan görüldüğü üzere c-domenlerinin ve onların oluşturduğu

plakaların bir düzeni varken plakaların oluşturduğu yığın kümelerinin düzenli bir yapısı yoktur. Bu yapı, yukarıda da bahsedilmiş olan, birbirinin aynısı olmayan ancak kendi içerisinde bir düzeni olan kümeleri barındıran mikrokristalin yapısıdır [5].

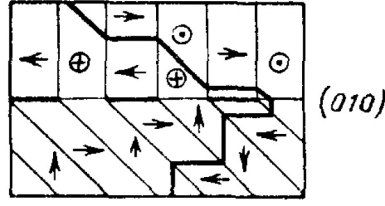
Komşu c-domenleri $0.01-0.1\mu\text{m}$ kalınlığına sahip ince plakaları oluştururlar. Bu domenler 101 düzlemi boyunca uyumlu bir şekilde birleşirler. Bu da tetragonal c-ekseninin olması gereken z yönünden $2\alpha = \pi/2$ kadar sapmasına neden olur. C-domenlerinin kalınlığı ile düzenli sistemin şekil ve büyüklüğü fcc-fct faz geçişi sırasındaki düzenli fazın çekirdeklenme ve büyüme oranına bağlıdır. Oluşan düzenli fazdaki hiyerarşik düzen şu şekildedir: C-domen ($0.1\mu\text{m}$) < plakalar ($1 - 10\mu\text{m}$) < küme yığınları ($10 - 100\mu\text{m}$) [5]. Bu yapı iç gerginlikten kaynaklı elastik enerjiyi minimize etmek için oluşmuştur. Gerginlik faz geçişi sırasında fcc ve fct kristal yapılarının örgü parametrelerindeki (şekil 3.3) büyük farktan kaynaklanmaktadır [6].



Şekil 3.3: (a) Fcc alttabakanın üzerindeki $L1_0$ fazının atom düzeni (b) Aynı düzenin kristal ikizlenmesi (c) Kristal ikizlenmesinin difraksiyon deseni [6].

Manyetokristal etki, manyetik yapının kristal yapıyı etkilemesidir. Bir kristal yapıda manyetik domenler manyetik alan altında değişebilir, kristalografik yapı ise değişmez. Ancak, büyük manyetokristalin anizotropiye sahip sistemlerde manyetik domenler manyetik alan altında değişmeyip her iki domen çeşidi de bu malzemedeki gibi aynı olabilir. $L1_0$ fazındaki kristalin c-domenleri aynı zamanda manyetik mikrodomendir ve kalınlığı bir mikrondan azdır. Manyetik domenin eni ise birkaç mikron kadardır. Bu da her manyetik domenin makrodomen olduğunu ve birçok c-domeni içerdiğini gösterir. Manyetik mikrodomen olan c-domenleri şekil 3.4'teki donmuş Néel tipi domen yapısını tercih eder. Bu yapıda domen duvarında yük yoktur. Manyetik makrodomenler ise Bloch duvarlarıyla birbirinden ayrılırlar. Manyetizasyon sırasında

makrodomenler hareket eder ve ikizlenmeye sahip plakalar tek makrodomen plakasını oluşturur.

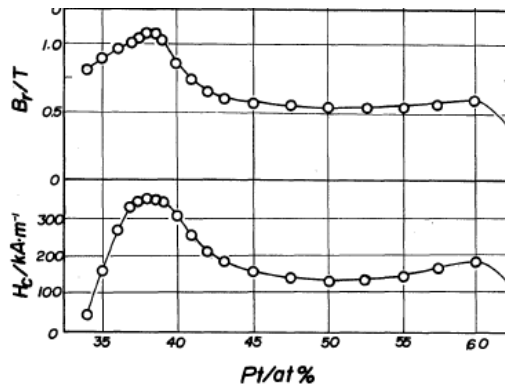


Şekil 3.4: İnce çizgiler c-domenlerinin sınırlarını, kalın çizgiler ise makrodomenin manyetik duvarlarını gösterir. 180° duvarlarının düzlemleri 110 düzlemine aittir [5].

3.2 Histeresiz Eğrileri

Şekil 3.1'deki FePt'nin faz diagramı incelendiğinde, Fe₅₀Pt₅₀ alaşımının faz geçişi sıcaklığının 1300°C'den fazla ve en yüksek geçiş sıcaklığı olduğu görülür. Bu alaşım düzensiz kristal yapıya sahip yüksek sıcaklık fazındayken, buzlu su verilerek aniden soğutulur ve ardından düşük sıcaklıklarda tavlaniırsa L1₀ düzenli kristal yapısı elde edilir. Faz geçiş sıcaklığı artıkça düzenli faza geçiş oranı da artar. Bu nedenle en yüksek faz geçiş sıcaklığına sahip olan Fe₅₀Pt₅₀ yapısının en iyi manyetik özellikleri vermesi beklenir. Ancak bu stokiyometride geçiş sırasında termal enerji çok fazla olduğundan, sadece iri taneli, düzgün mikroyapıya sahip olmayan L1₀ fazı elde edilir. Bu yapıda manyetik domen duvarı hareketine karşı olan kuvvet yeteri kadar etkin değildir, bu da yüksek koversivite elde edilmesine engel olur [6].

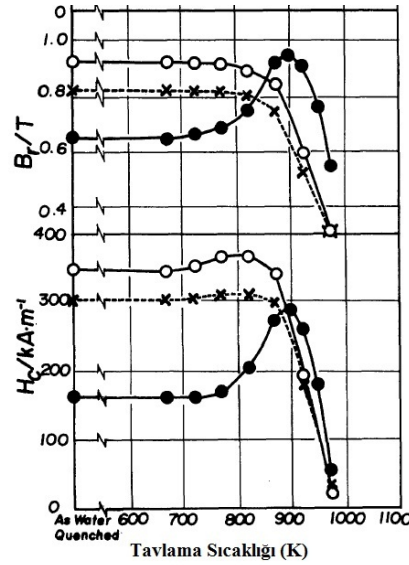
Watanabe ve arkadaşları, çalışmalarında, Fe-%34-67.5Pt alaşımlarının manyetik özelliklerini incelemiştir (şekil 3.5).



Şekil 3.5: FePt alaşımının kalıcı mıknatıs özellikleri [7].

Fe-%38.5Pt için bu özelliklerin en iyi olduğunu bulmuşlardır. Yüksek sıcaklık fazından aniden soğutulan ve 500°C'de 100 saat tavlanan ark ergitme ile üretilmiş olan külçe Fe-%38.5Pt alaşımı, $B_r=10800\text{Oe}$, $H_c=4.3\text{kOe}$ ve $BH_{\max}=159\text{Kj/m}^3$ değerlerine sahiptir [7].

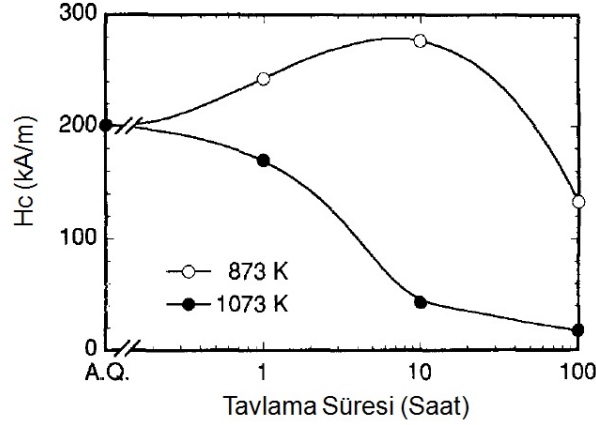
Tavlama sıcaklığı ve süresi manyetik özelliklerin belirlenmesinde önemli bir faktördür. Tavlama sıcaklığının 627°C'de çıkması şekil 3.6'da görüldüğü gibi, alaşımın manyetik özelliklerinde ani bir düşüşe sebep olur. Bunun sebebi ortalama zerre büyüklüklerindeki aşırı büyümedir. Tavlama sıcaklığının artmasıyla aşırı büyüyen zerreler; koversivite, $(BH)_{\max}$ ve kalan mıknatıslanmayı azaltır. Tavlama süresinin her stokiometride etkisi aynı değildir. Fe-%35Pt'de az bir tavlama süresi bile koversiviteyi artırırken, Fe-%38.5Pt'de artış için daha uzun süreli bir tavlama ihtiyacı vardır. 500°C'de 200 saat tavlanan Fe-%38.5Pt alaşımı en yüksek koversivite değerini verir. Fe-%38.5Pt alaşımının 20106Oe'lik bir manyetik alan altındaki doyum mıknatıslanması 11500Oe'dir.



Şekil 3.6: 1325°C'den hızlı soğutmayla elde edilen Fe-%36,%38,%40Pt'nin manyetik özelliklerinin tavlama sıcaklığıyla değişmesi [7].

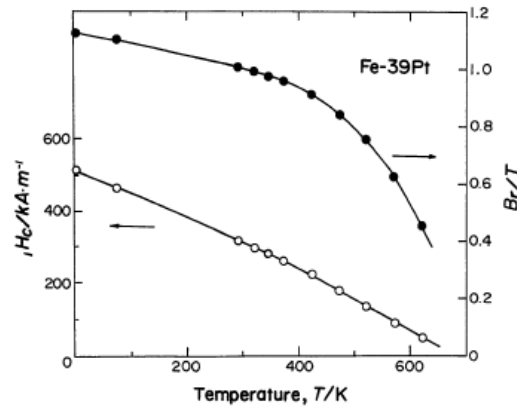
Tanaka ve arkadaşları tarafından Fe-%38.5,39.5 ve 50 Pt külçe alaşımları incelenmiştir. Yüksek sıcaklık fazından aniden soğutularak elde edilen bu alaşımlardan, 600°C'de 10 saat tavlanan Fe-%39.5Pt alaşımı en yüksek koversiviteye ($H_c = 2541\text{Oe}$) sahip olmuştur. 800°C ve 600°C de farklı sürelerde tavlanan alaşımın koversivitesindeki yarattığı değişiklik şekil 3.7'de gösterilmiştir. Yüksek sıcaklıkta ortalama zerre boyutları düşük sıcaklığa göre daha hızlı büyüdüğünden, az sürede yapılan tavlama

bile onların aşırı büyümesine ve H_c 'nin düşmesine sebep olmuştur [6].



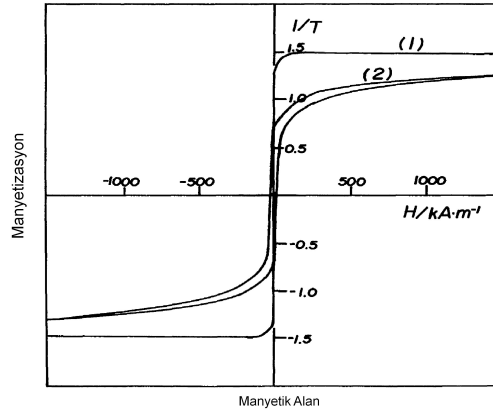
Şekil 3.7: Fe-39.5Pt'nin tavlama süresinin artışıyla koversivitesindeki değişimi [6].

1325°C'de tavlانیp, buzlu su verilerek $Fe_{61}Pt_{39}$ örneğinin koversivitesi düşük sıcaklıklarda şekil 3.8'deki gibi artış göstermiştir. 4.2K'de koversivite 6535Oe olarak tayin edilmiştir [8]. $Fe_{60}Pt_{40}$ külçe alaşımının düşük sıcaklıkta elde edilen histeresiz eğrilerinde koversivite büyüktür (100K'de $H_c \approx 5000Oe$ 'tir) [12].



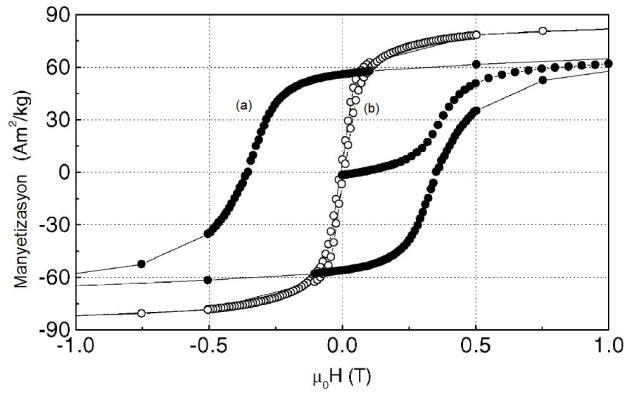
Şekil 3.8: 1325°C'de tavlانیp, buzlu su verilerek soğutulan $Fe_{61}Pt_{39}$ örneğinin koversivitesinin ve kalan mıknatıslanmanın alçak sıcaklıklardaki değişimi [8].

A1 fazı ile $L1_0$ fazı farklı doyum mıknatıslanmalarına sahiptir. Şekil 3.9'da buzlu su verilerek hızla soğutularak elde edilen Fe-36Pt alaşımına yapılan çeşitli tavlamalardan sonra alınan histeresiz eğrileri bulunmaktadır. Hızlı soğutmanın ardından alınan histeresiz eğrisi A1 fazına aittir ve tavlamayla birlikte $L1_0$ fazının oluşmaya başladığı diğer eğrilerden daha büyük doyum mıknatıslanmasına sahiptir [9].



Şekil 3.9: (1)1325°C'den hızlı soğutulan Fe-36Pt külçe alaşımının histeresiz eğrisi (2)Soğutmadan sonra 575°C 90s tavlانmasının ardından alınan histeresiz eğrisi [9].

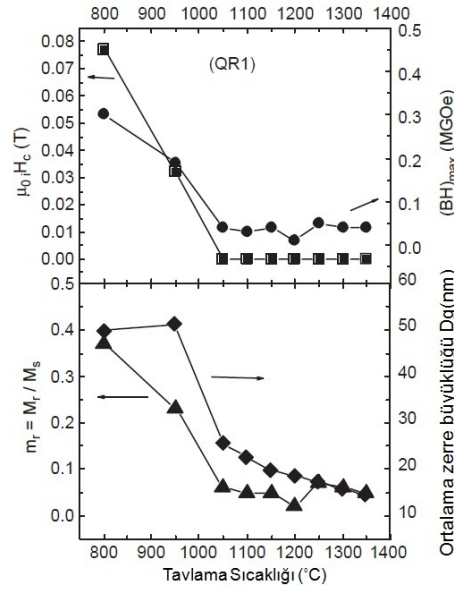
Aynı durum az miktarda Nb katkılı FePtNb alaşımında da gözlenmektedir. Şekil 3.10'daki eğrilerde yine A1 fazının doyum mıknatıslanması daha fazladır [10].



Şekil 3.10: Fe – Pt – Nb_{0.75} örneğinin (a) soğutmadan sonra (b) 600°C 'de yapılan tavlamadan sonra elde edilen histeresiz eğrisi [10].

Demir zengin FePt alaşımlarında ısısal işlemleri kontrol ederek iyi manyetik özellikler elde etmek diğer kalıcı mıknatıslardan daha zordur. Düzenli faza geçiş süreci hızlıdır ve eritilme ile soğutulma esnasında özel operasyonlara ihtiyaç duyar. FePt alaşımına eklenen az miktarda Nb, alaşımın manyetik özelliklerinde iyileşme, ısısal işlemlerinin kontrolünde ve tekrar edilebilirliğinde kolaylık sağlar. Fe-38Pt-1Nb alaşımında 1325°C'de tavlandıktan sonra buzlu su verilerek soğutulduğunda sadece A1 fazı oluşmaktadır. 575°C'de 25 saat yapılan tavlama sonucu $H_c = 440\text{Oe}$ iken, 650°C de 25 saat yapılan tavlama sonucu $H_c = 3519\text{Oe}$ 'tir. Uygun tavlama süresi ve tavlama sıcaklığı kalıcı mıknatıs özelliğini elde etmede önemlidir [12]. Brück ve arkadaşları, Fe_{59.75}Pt_{39.5}Nb_{0.75} külçe alaşımını farklı sıcaklıklarda, sürelerde tavlamış ve farklı

hızlarda soğutmuşlardır. Uygulanan farklı koşulların termomanyetik ve histeresiz eğrilerine nasıl yansıdığını incelemişlerdir. Şekil 3.11’de ark ergitmeyle üretilmiş ve kuartz tüpe konulmuş külçe örneklerin, 3 saat farklı sıcaklıklarda tavlandıktan sonra buzlu su verildiğinde, kuartz tüpü kırıp örneği çıkartmak suretiyle hızlıca soğutulması sonucunda (QR1=Hızlı soğutma) koversivite, kalan mıknatıslanma oranı, düzenli fazın ortalama zerre büyüklüğü ve $(BH)_{max}$ ’daki değişimi gösterilmiştir. Şekilde, küçük zerre büyüklüğüne sahip alaşımın enerji üretimi ve koversivitesinin maksimum olduğu görülmektedir. Arg ergitmeden sonra 1300°C’de 3 saat tavlanan, ardından hızlı soğutulan ve 580°C’de 200 saat tavlanan alaşımda, $H_{c(max)} = 3250\text{Oe}$ ve zerre büyüklüğü $D_g = 33\text{nm}$ bulunmuştur [11].



Şekil 3.11: Tavlama sıcaklığının $\text{Fe}_{59.75}\text{Pt}_{39.5}\text{Nb}_{0.75}$ alaşımına etkisi [11].

İkinci bir çalışmada ise, aynı stokiyometriye sahip alaşımı soğutmak için kuartz tüpe buzlu su vermişler ancak bu sefer tüpü kırıp örneği hızlıca çıkarmak yerine tüpün bir ucunu keserek örneği daha yavaş bir şekilde çıkarmışlardır (QR2=Orta hızda soğutma). Çalışmada, yüksek sıcaklıkta (1000°C ve üzeri) tavlانیp orta hızda soğutulan örneklerin zerre büyüklüklerinin azaldığı ve koversivitelerinin arttığı gözlenmiştir. Arg ergitmeden sonra faz geçişi sıcaklığının üzerinde yapılan tavlamalarda, fct fazının büyümesi sınırlı kalır ve düzenli bölgenin ortalama büyüklüğü neredeyse değişmez [18]. Aynı grup, üçüncü çalışmalarında ise örneği oda sıcaklığında yavaşça soğutmuşlardır (QR3=Yavaş soğutma). Her ark ergitmeden sonra yapılan bu farklı ısıtma ve soğutma işlemleri sonucunda aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir [13].

800°C 3 saat tavlama+ QR1 → $H_c = 750 \text{Oe}$ $D_g = 50 \text{nm}$

1100°C 3 saat tavlama+ QR1+ 580°C 100 saat → $H_c = 2700 \text{Oe}$ $D_g = 45 \text{nm}$

1300°C 3 saat tavlama+ QR1+ 580°C 200 saat → $H_c = 3250 \text{Oe}$ $D_g = 33 \text{nm}$

1300°C 3 saat+ QR2 → $H_c = 2750 \text{Oe}$ $D_g = 4 \text{nm}$

1100°C 3 saat+ QR2+ 580°C 200 saat → $H_c = 4000 \text{Oe}$ $D_g = 45 \text{nm}$

1300°C 3 saat tavlama+ QR2+580°C 200saat → $H_c = 4250 \text{Oe}$ $D_g = 35 \text{nm}$

1150°C 3 saat tavlama+ QR3 → $H_c = 3750 \text{Oe}$ $D_g = 10 \text{nm}$

1300°C 3 saat tavlama+ QR3+ 580°C 100 saat → $H_c = 4250 \text{Oe}$ $D_g = 14 \text{nm}$

1100°C 3 saat tavlama+ QR3+ 580°C 100 saat → $H_c = 4000 \text{Oe}$ $D_g = 14 \text{nm}$

Sonuç olarak,yüksek sıcaklıkta yapılan tavlamanın ardından, soğutma hızına bağlı olmadan, oda sıcaklığına soğutulan örnekte yüksek koversivite ve enerji üretimi sağlanır. 1100 – 1300°C de tavlandıktan sonra yavaşça soğutulan (QR3) örneğin yüksek çekirdeklenme oranı vardır. Bu da çok sayıda küçük fct fazında parçacık elde edilmesini sağlar ve koversiviteyi artırır. Hızlı soğutma (QR1) sırasında ise alaşım yeterli zamanı bulamadığından çoğunlukla düzenli olmayan fcc, A1 fazı oluşur. Soğutmanın ardından elde edilen fct fazındaki parçacıklar çok küçük boyuttadır (<5nm) ve ancak tavlama ile büyürler. Büyümenin bu şekilde tetiklenmesi, soğumadan sonra çoğunlukla düzensiz fazın bulunmasından kaynaklanmaktadır. 580°C’de farklı sürelerde yapılan tavlama sonucunda fct parçacıklar 45nm’lik boyuta ulaşırlar. Bu da yüksek koversivite ve enerji üretimi sağlar.

Parçacık büyümesi, orta hızlı soğutmada (QR2) daha yavaştır. Bunun sebebi soğuma sırasında oluşmuş olan kısmi düzenli A1 fazın varlığından dolayı sürücü kuvvetin daha az olmasıdır. Sert L_{10} fazı ile yumuşak A1 fazı arasındaki değiş tokuş ikizlenmesi, alaşımın kalıcı mıknatıslanmada ve $(BH)_{\max}$ ’da artış sağlar.

Yavaş soğumada ise (QR3) sadece L_{10} fazı oluşur. Tavlamadan önce parçacık boyutu 9nm’dir ve tavlama, zerreciklerin boyutunda fazla değişikliğe sebep olmaz. Bunu sebebi soğuma esnasında çoğunlukla fct fazın oluşması ve tavlama esnasında bu fct fazdaki zerrecik büyüklüklerini etkileyecek yeterli sürücü kuvvetin oluşmamasıdır [13].

Külçe malzemenin yanı sıra FePt alaşımı nanoparçacık olarak da üretilmiştir. Sun ve arkadaşları, FeCl_2 ve $\text{Pt}(\text{acac})_2$ ’un yüksek sıcaklıkta süperhibrid redüksiyonu sonucu 4 nm’lik tekil dağılımlı FePt nanoparçacıkları elde etmişlerdir. Metal prekürsörlerin

başlangıç molar oranları değiştirilerek FePt kompozisyonunu ayarlamışlardır. 20 dakika 725°C’de He altında tavlanan Fe₅₈Pt₄₂ nanoparçacıklar için $M_s = 930 \text{ emu/cm}^3$ $H_c = 7600 \text{ Oe}$ bulunurken, 2 dakika tavlanan parçacıklarda $M_s = 1140 \text{ emu/cm}^3$ $H_c = 2400 \text{ Oe}$ bulunmuştur. Hiç tavlınmamış örneğin moment yoğunluğu ise $M_s = 45 \text{ emu/cm}^3$ ’tür. Moment yoğunluğunun az olması, parçacıkların çoğunun süperparamagnetik ve malzemedeki demir oksitin fazla olmasından kaynaklanır. Ancak Ar ve %5H₂ altında yapılan tavlama sonucunda, FePt nanozerreciklerinin çevresinde bulunan demir oksit azalır. 3 katman Fe₅₈Pt₄₂ nanozerreciklerinin 450°C’de Ar ve %5H₂ altında tavlınması sonucunda $H_c = 800 \text{ Oe}$ iken, 700°C’de yapılan tavlama sonucunda $H_c = 10000 \text{ Oe}$ ’in üzerine çıkmıştır. Yüksek sıcaklıkta yapılan tavlama, parçacıkların toplanmasına ve komşu parçacıklar arasında değiş tokuş ikizlenmesine sebep olduğundan koversiviteyi artırmıştır [19]. Sun ve arkadaşları başka bir çalışmalarında N₂ altında tavladıkları Fe_xPt_{1-x} x=0.52-60 stokiyometrisine sahip nanozerreciklerden, Fe zengin olanların daha yüksek koversivite verdiğini tespit etmişlerdir. 30 dakika 450°C’de yapılan tavlama sonucu Fe₅₂Pt₄₈ zerreciklerinde $H_c = 500 \text{ Oe}$ iken, 520°C’de $H_c = 1200 \text{ Oe}$ ’e, 580°C’de $H_c = 4200 \text{ Oe}$, 600°C’de ise $H_c = 7000 \text{ Oe}$ ’e çıkmıştır [20]. Bir diğer çalışmalarında ise, Ar+%5H₂ altında yapılan tavlama ile FePt-Fe₃O₄ nanoparçacıklarını FePt-Fe₃Pt yapısına döndürmüşler ve sert-yumuşak faz arasındaki ikizlenme sayesinde yüksek koversivite elde etmişlerdir. Kütle oranları sıfır olan Fe₃O₄(4nm):Fe₅₈Pt₄₂(4nm) nanoparçacıklarının 1 saat 650°C’de tavlınması sonucu $H_c = 19 \text{ kOe}$, $M_s = 950 \text{ emu/cm}^3$ M_r ise 650 emu/cm^3 bulunmuştur [21].

Hai ve arkadaşları, nanometre mertebesinde Fe ve Pt tabakalarından oluşan 100µm kalınlığındaki FePt filmi, 300°C ila 700°C arasında tavlınmışlardır. 450°C’de 48 saat yapılan tavlama sonucunda H_c 1T’nin üzerine çıkmıştır. Zerre büyüklüklerinin azalmasıyla koversivitenin arttığını tayin etmişlerdir. Külçe FePt’nin oda sıcaklığında koversivitesi $H_c = 2000 \text{ Oe} - 5000 \text{ Oe}$ arasında iken ince filmlerin 1-4 T arasında olduğunu bulmuşlardır. Bu artış ince filmlerdeki FePt’nin nanoyapı karakterinde olmasından kaynaklıdır [22]. Başka bir çalışmada, 10 nm kalınlığında adacıklardan oluşan MgO alttaşın üzerinde büyütülmüş olan FePt ince filminin koversivitesi 40-48kOe arasında bulunmuştur. Ancak filmin morfolojisi partikül yapıdan sürekli yapıya geçtiğinde, filmin koversivitesi 2kOe’e kadar düşmüştür. Bunun sebebi domen

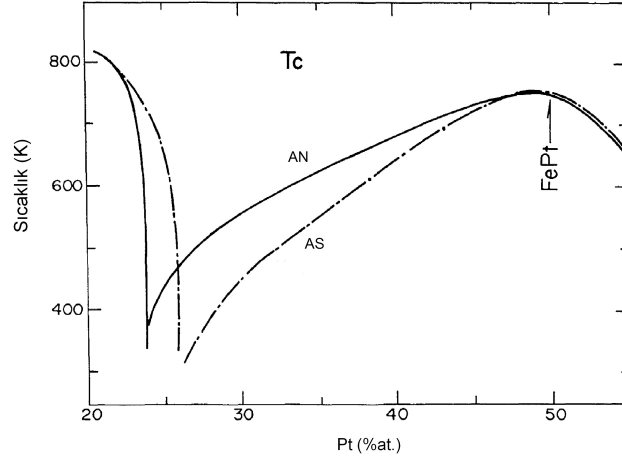
duvarlarındaki birlikte hareket eden bölgelerin, epitaksiyel büyüyen tek kristal ince filmde oluşmasıdır [23]. Rong ve arkadaşları $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-FePt}$ nanoparçacıklarından oluşan, kütle oranı 1/20'den küçük olan ince filmlerde tavlama sonucu sadece FePt fazı oluştuğunu, 1/20'den büyük olanlarda ise FePt- Fe_3Pt nanokompozit yapısının oluştuğunu bulmuşlardır. Kütle oranının 1/15 olduğu durumda, %10 Hidrojen ve argon gazı altında 1 saat 650°C 'de tavlanan filmde $H_c = 17.5\text{kOe}$ bulunmuştur [24]. Başka bir çalışmada ise faz geçişi sırasında parçacıkların birleşmesini önlemek amacıyla tuz matriksinde 4 saat 700°C 'de tavlanan FePt nanoparçacıklarının tavlama sonrasında büyüklüklerinin 8nm'den küçük olduğu ve koversivitesinin 30kOe'den büyük olduğu bulunmuştur [25].

R. Gopalan ve arkadaşları [5] Fe-Pt temelli toz elde etmek için çok çaba harcayarak bunun için iki yöntem uygulamışlardır. Katkılandırılmamış toz Fe-Pt için önceden elde edilmiş Fe ve Pt tozlarını misket öğütücü ile bir arada işleyerek mekanik alaşımlama gerçekleştirmişlerdir. Kırılganlık kazandırmak için ise aynı araştırmacılar fosfor (P) ilave edip $\text{Fe}_{35}\text{Pt}_{35}\text{P}_{30}$ içerikli alaşımı önce hızlı soğutma (Melt Spinning) ile şerit şeklinde elde edip daha sonra misket öğütücüsünde öğütmüşlerdir. Ancak çok büyük miktarda manyetik olmayan P ile katkılandırılması malzemenin manyetik özelliklerini kötü yönde etkilemiştir. Başka bir yöntemde birlikte öğütülen Fe ve Pt tozlarına $500 - 700^\circ\text{C}$ arasında spark plazma sinterlemesi yapılmıştır. Sinterleme sonucunda koversivite 138Oe'ten 8.2kOe'e çıkmıştır. Doyum mıknatıslanması ise 9800Oe bulunmuştur [23]. Saha ve arkadaşları, eriyik ekstrasyonu yöntemi ile üretilen $\text{Fe}_{60.5}\text{Pt}_{39.5}$ örneğinin, oda sıcaklığında yapılan ölçümleri sonucu $4\pi M_s \approx 1.08\text{T}$, $H_c \approx 3400\text{Oe}$ bulmuşlardır. Alçak sıcaklıkta yapılan öğütme işlemi ile üretilmiş olan $\text{Fe}_{60.5}\text{Pt}_{39.5}$ tozlarında ise $M_s = 1.33\text{T}$ $H_c = 3400\text{Oe}$ bulunmuştur [26]. Ancak yapılan bu iki toz üretme çalışmasında da, üretilen tozların boyutları ve termomanyetik eğrileri üzerine bir bilgi bulunmamaktadır.

3.3 Curie Sıcaklığı ve Termomanyetik Eğriler

Curie sıcaklığı (T_c) kendiliğinden mıknatıslanmanın yok olduğu sıcaklıktır ve malzemenin içsel bir özelliğidir. Yani malzemenin mikroyapısı veya zerrecik büyüklüğü Curie sıcaklığını etkilemez. Ancak nanomertebedeki zerreciklerde yüzey

etkileri iřin iinde olduėundan, zerre byklkleri T_c 'yi deėiřtiren bir faktr olarak karřımıza ıkar. nk zerre byklėnn deėiřimi yzey alanını deėiřtirmektedir. Rong ve arkadařları sentezledikleri 15nm byklėndeki FePt paracıklarının Curie sıcaklıėını, 3 nm boyutundaki paracıklardan daha yksek bulmuřlardır [24]. Curie sıcaklıėını belirleyen diėer bir faktr alařımdaki Fe atomunun sahip olduėu en yakın komřu sayısıdır. A1 fazındaki kristal yapı fcc, L1₀ fazındaki kristal yapı ise fct olduėundan, demir atomunun en yakın komřu sayısı bu iki fazda farklıdır [11]. Bu nedenle iki fazın Curie sıcaklıėı eřit atomlu stokiyometri hari aynı deėildir. řekil 3.12'de, Fe_xPt_{1-x} alařımında x artıka T_c 'nin azaldıėı, tavlama (AN) ile dzenli faza geiř saėlandıėında ise T_c 'nin artıėı grlmektedir [12].



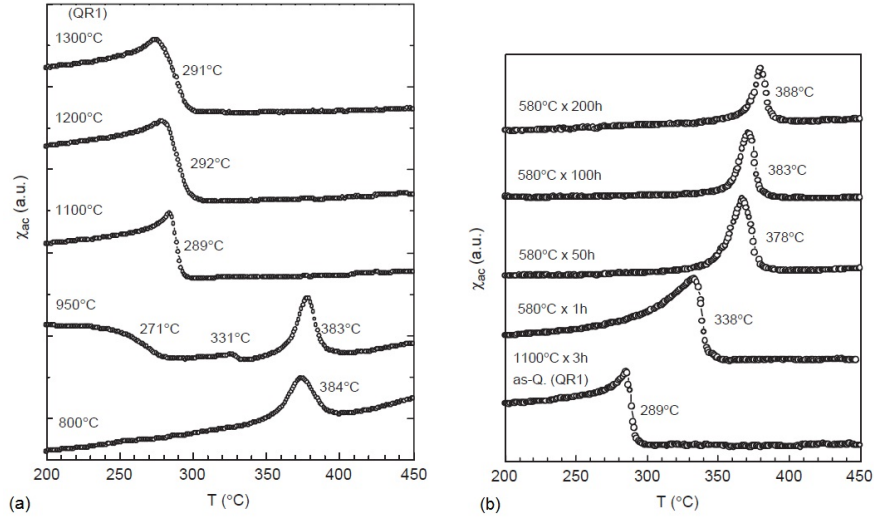
řekil 3.12: Tavlanmış (AN) ve tavlınmamıř (AS) alařımların Pt oranı ile Curie sıcaklıėının deėiřimi [12].

Soėutma hızı, tavlama sıcaklıėı ve sresi, alařımın stokiyometrisi ve daha ok nanoparacıklarda grlen yzey etkisi Curie sıcaklıėını belirleyen parametrelerdir. Bu nedenle farklı iřlemler grmř, farklı boyutlarda olan, farklı stokiyometriye sahip sistemlerin Curie sıcaklıėı farklıdır.

Kalıcı mıknatıslarda Curie sıcaklıėı, mıknatıslanmanın yok olduėu sıcaklıėın biraz tesine kadar alınan ac duygunluk lm ile tespit edilir. Duygunluėun sıfır olduėu yerde eėrinin sıcaklık eksenine akıřtıėı yer T_c 'yi verir. Bu řekilde, alařımın termomanyetik eėrilerinden alařımın fazı ve o faza ait Curie sıcaklıėı tayin edilebilir. Curie sıcaklıėının doėru tayin edilmesinde, kullanılan termal lm sistemi olduka nemlidir. AC duygunluk lm sistemi, diferansiyel taramalı kalorimetreden daha

doğru sonuç veren bir sistemdir. Çünkü diffransiyel taramalı kalorimetrede (DCS) sıcaklığın artımı hassas bir şekilde ayarlanamaz. Bu nedenle aynı malzemenin bu iki sistemde ölçümü alındığında, hassasiyetlerindeki farklılıktan ötürü iki farklı sonuç elde edilir. Örnek olarak $\text{Fe}_{47.5}\text{Pt}_{52.5}$ ince filminin DCS’de alınan ölçümünde A1 fazına ait Curie sıcaklığı 294°C ve L_{10} fazına ait Curie sıcaklığı 383°C bulunmuşken, AC sistemde alınan ölçümde bu değerler 313°C ve 392°C bulunmuştur [27].

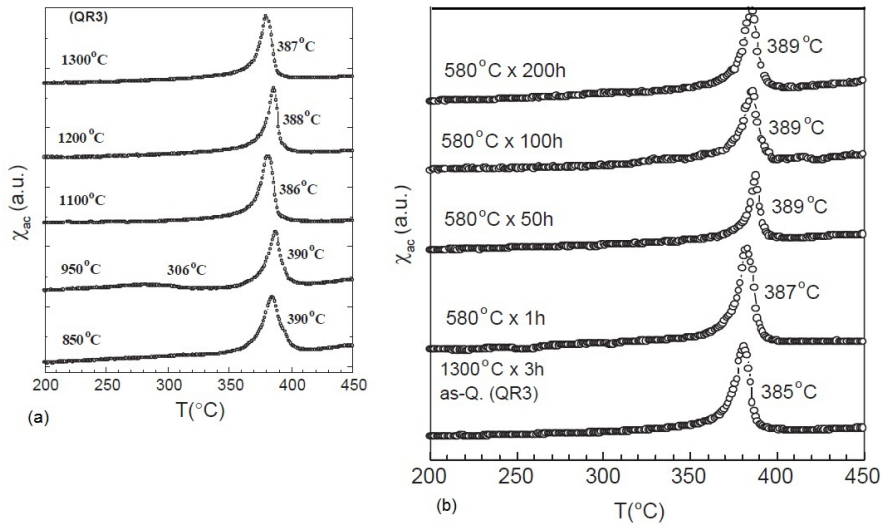
AC duygunluk ölçümü ile elde edilen termomanyetik eğriler, örneğe yapılan soğutma ve ısıtma işlemlerinin örneğin yapısında yarattığı değişiklik hakkında bilgi verir. Brück ve arkadaşları, $\text{Fe}_{59.75}\text{Pt}_{39.5}\text{Nb}_{0.75}$ külçe örneğini 3 saat farklı sıcaklıklarda tavladıktan sonra hızlı soğuttuklarında (QR1), şekil 3.13a’deki eğrileri elde etmişlerdir.



Şekil 3.13: (a) $\text{Fe}_{59.75}\text{Pt}_{39.5}\text{Nb}_{0.75}$ alaşımını 3 saat belirtilen sıcaklıklarda tavlayıp hızlıca soğuttuktan (QR1) sonra elde edilen termomanyetik eğrileri (b) 1100°C ’de 3 saat tavlayıp hızlıca soğuttuktan sonra (QR1) 580°C ’de farklı sürelerde tavlama sonucu elde edilen eğrileri [11].

Örnek, faz geçişi sıcaklığının üzerinde ($1300, 1200, 1100^\circ\text{C}$) tavlandıktan sonra hızlı soğutulduğunda termomanyetik eğrilerde sadece A1 yüksek sıcaklık fazına ait Curie sıcaklığı bulunmuştur. Yapı, faz geçişi sıcaklığının üzerinde yapılan tavlamanın ardından hızlı soğutulduğunda L_{10} fazına geçmesi için yeterli zaman bulamadığından, sadece A1 yüksek sıcaklık fazına sahip olmuştur. Faz geçişi sıcaklığının altında (950 ve 800°C) yapılan tavlamalarda, tavlama esnasında L_{10} fazı oluşmuş, demir atomuna en yakın komşu demir atomlarının sayısı azalmış ve T_c artmıştır. 950°C ’deki tavlamanın ardından hızlı soğutulan örnekte A1 fazı mevcutken, 800°C ’lik tavlama sonunda sadece L_{10} fazı vardır. Bunun yanı sıra yüksek sıcaklıkta 3 saatlik tavlamanın

ve hızlı soğutmanın ardından alçak sıcaklıkta uzun süre yapılan tavlamlar da $L1_0$ fazını oluşturur. Şekil 3.13 b’de hızlı soğutmanın ardından 580°C ’de 1 saat yapılan tavlamada faz geçişi başladığından A1 fazına ait Curie sıcaklığı artmıştır ancak faz geçişi tamamlanmadığından $L1_0$ fazına ait Curie sıcaklığı gözlenmemiştir. Ancak 50 saatlik ve üzeri yapılan tavlamalarda faz geçişi tamamlanmış olduğundan sadece düzenli fazın T_c ’si ve magnetokristalin anizotropinin bir göstergesi olan keskin Hopkinson piki gözlenmiştir [11]. Yukarıdaki çalışma, soğutma hızı değiştirilerek tekrarlanmıştır. Bu sefer örneğin soğutulması buzlu su vererek hızlıca değil de oda sıcaklığında havada su verilerek yapılmıştır (QR3). Yavaş soğutulduğunda bile, fcc-fct faz geçişi sıcaklığının üzerindeki yapılan tavlamalardan sonra (Şekil 3.14 a) düzensiz A1 fazı yoktur. Soğuma sırasında düzenli fazın oluşması için yeterli süre olduğundan $L1_0$ fazı oluşur. Yüksek sıcaklıktaki tavlamların ardından, uzun süre düşük sıcaklıkta tavlama yapılması (Şekil 3.14b) yapıda fazla bir değişiklik meydana getirmez [13].

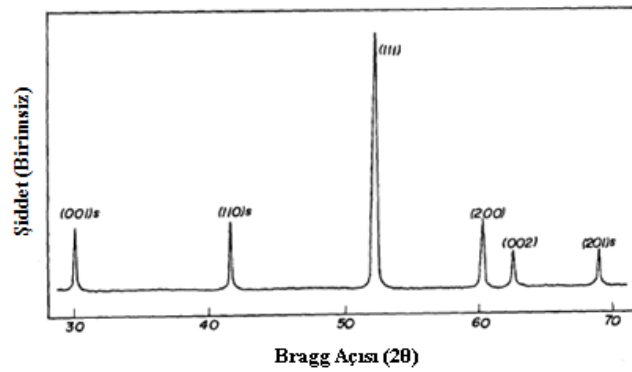


Şekil 3.14: (a) $\text{Fe}_{59.75}\text{Pt}_{39.5}\text{Nb}_{0.75}$ alaşımını 3 saat belirtilen sıcaklıklarda tavlayıp yavaşça soğuttuktan (QR3) sonra elde edilen termomanyetik eğrileri (b) 1100°C ’de 3 saat tavlayıp yavaşça soğuttuktan sonra (QR3) 580°C ’de farklı sürelerde tavlama sonucu elde edilen eğriler [13].

3.4 X-Işınları Analizi

FePt ’un yüzde 40-60 demir içeren alaşımlarının iki tane fazı olduğundan bahsedilmişti. Biri kimyasal olarak düzensiz, yüzey merkezli kübik kristal yapıya (fcc) sahip yüksek sıcaklık A1 fazı, diğeri ise kimyasal olarak düzenli yüzey merkezli tetragonal (fct)

kristal yapısına sahip, düşük sıcaklık $L1_0$ fazıdır. Çeşitli tavlama ve soğutma işlemleriyle yüzey merkezli kübik yapıya sahip fazdan (fcc), düzenli yüzey merkezli tetragonal faza (fct) geçilir. Yüzey merkezli kübik yapıda örgü parametreleri $a=b=c$ iken tetragonal yapıda $a=b \neq c$ 'dir. Hai ve arkadaşları tarafından soğuk deformasyonla üretilen FePt ince tabakaları, 400 ila 600°C arasında 5 dakika tavlandığında süper yapı yansımaları olan 201,112 ve 221 pikleri, X-ışınları deseninde ortaya çıkmıştır. Fct fazı için c/a oranını 0.96 bulmuşlardır [22]. Barmak ve arkadaşları da FePt ince filminin A1 fazının örgü parametresi a ile $L1_0$ fazının c/a oranının, alaşımdaki demir içeriğinin artmasıyla azaldığını gözlemlemişlerdir. $L1_0$ fazında Fe oranını 47.5'tan 54.42'ye çıkardıklarında, örgü parametresi c 'nin 3.715Å'den 3.679Å 'e düştüğünü, örgü parametresi a 'nın ise demir oranıyla değişmediğini ve 3.853Å'den büyük olduğunu belirlemişlerdir. İnce filmlerde Fe oranı artıkça c/a oranı 0.960 ile 0.952 arasında değişmektedir [28]. Fe:Pt (60.7:39.3) stokiometrisine sahip ince filmin A1 fazının örgü parametresi $a=3.797\text{Å}$, $L1_0$ fazının örgü parametrelerinden $a=3.829\text{Å}$, $c=3.710\text{Å}$ ve c/a oranı 0.969'tur [27]. Brück ve arkadaşları ise tavlamanın ardından yavaş soğutulan (QR3) $\text{Fe}_{59.75}\text{Pt}_{39.5}\text{Nb}_{0.75}$ külçe alaşımının X-ışınları deseninde 200,220 ve 311 piklerinin yarıldığını bunun yanında süper yapı yansımalarının belirlediğini gözlemlemişlerdir. Bu alaşımda kısmi düzenli $L1_0$ fazının c/a oranı 0.981, aşırı düzenli (kusursuz) $L1_0$ fazının c/a oranı 0.969 ve düzenli fcc fazının c/a oranı 1'dir. 1000°C'de 3 saat tavlanan ve yavaş soğutulan alaşımda Scherrer formülü kullanılarak hesaplanan ortalama zerre büyüklüğü 95 nm'dir. Bu değer, literatürdeki en büyük ortalama zerre büyüklüğüdür [13]. Şekil 3.15'de Watanabe ve arkadaşları tarafından bulunan $L1_0$ fazındaki $\text{Fe}_{62}\text{Pt}_{38}$ külçe alaşımının X-ışınları deseni vardır [7].



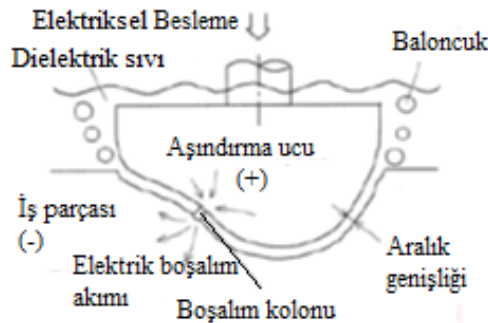
Şekil 3.15: 500°C'de 90ks tavllanmış olan $\text{Fe}_{62}\text{Pt}_{38}$ 'in X-ışınları deseni.

4. TOZ ÜRETİMİ VE KARATERİZASYON TEKNİKLERİ

4.1 Toz Üretimi

4.1.1 Elektro erozyon

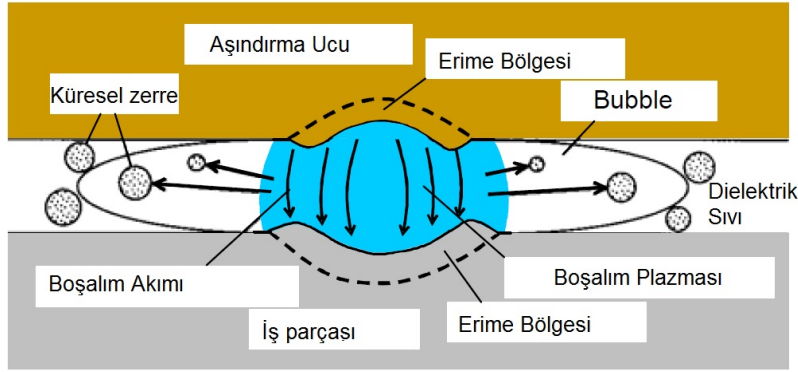
Elektro erozyon veya elektriksel boşalım metalin sertliğine bakmaksızın, kıvılcım atlama ile metallerin birbirlerini aşındırmasına dayanan bir yöntemdir. Elektro erozyonda, iş parçasının yüzeyine uygulanan kıvılcım ile malzeme işlenebilir veya parça koparılabilir. Bu sırada malzemeye herhangi bir mekanik işlem uygulanmaz. Bu teknik 1930 yıllarında bulunmuş ve metallerin işlenmesinde kullanılmıştır. Erozyon, dielektrik sıvıda, DC güç kaynağına bağlı iş parçası ve çalışma yüzeyi arasında kesikli kıvılcım atlama (yani elektriksel boşalım) ile oluşur. Bu şekilde gerçekleşen, elektrotermal talaş kaldırma işlemine elektro erozyon işlemi denir. Parçacık ayrılması ergime sonucu olduğundan yöntem her iletken malzeme için uygundur ve malzemenin kırılabilirliği veya başka bir mekanik özelliğiyle ilgili değildir. Elektriksel boşalımda, ateşlenme yüksek bir gerilim ile başlar. Bu gerilim, elektrotlar arasındaki küçük aralıktaki dielektrik sıvının direnme gücünün üstesinden gelir ve bir plazma kanalı oluşturur (şekil 4.1).



Şekil 4.1: Elektriksel boşalım kavramı.

Dielektrik sıvıda farklı nedenlerle (kozmetik ışınlar vb) çok az da olsa bulunan yük taşıyıcıları gerilim uygulandığında hızlanarak çılgın şekilde iyonlaşmaya başlar ve

plazma oluşumuna yol açar. Elektriksel boşalım süresince bu kanal gelişir. Her ark her defasında farklı ve çok küçük bir bölgede oluşur. Burada, katottan daha az olacak şekilde elektrotlardan bir miktar metal buharı ve sıvı metal ayrılır, dielektrik sıvının soğutma etkisiyle de katılır. Sıvının içerisinde katılan eriyik faz, küresel parçacıkları oluşturur. Buharlaşan parçacıklar ise eriyikten oluşan parçacıklara oranla çok daha küçük olan, şekilsiz kalıntılar şeklinde katılır. Bu işlemin sonunda hem aşındırma hem de iş parçasının yüzeyinde küçük krater oluşur. Elektriksel boşalım esnasında, ark kolonu genişler ve boşalımın sonunda şekil 4.2'deki gibi ark kolunun çapı ile elektrotların yüzeyinde erimeden dolayı oluşan kraterin çapı eşit olur.



Şekil 4.2: Elektrotlar arasındaki elektriksel boşalım süreci.

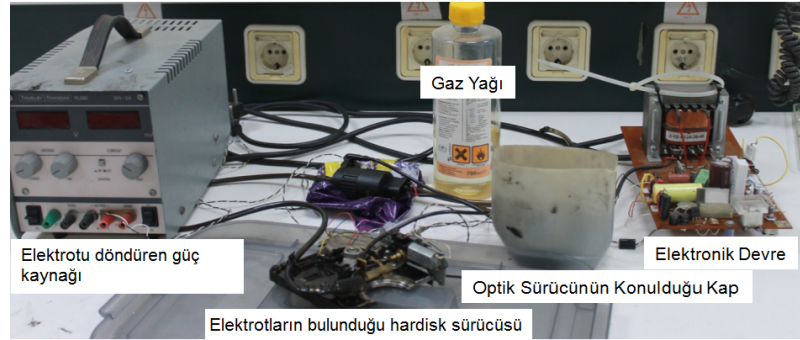
Boşalım esnasında küresel parçacıklar ve kalıntıların yanı sıra hava kabarcığı da oluşur. Bu kabarcık oluşan ark kolonundan daha büyüktür. Boşalımın sonunda kabarcık patlar ve içindeki zerrecikler sıvıya karışır. Oluşan zerrecikler çalışma bölgesine püskürtülen sıvı tarafından uzaklaştırılır. Bu sürecin tekrarlanabilmesi için elektrik akımının kesilmesi, iletim iyon ve elektronlarının eşlenmesi, bölgedeki sıcaklığın düşmesi ve akışkanın yalıtım özelliğini yeniden kazanması gerekir. İki boşalım arasında yeterli süre olması boşalım bölgesinin iyileştirilmesi için önemlidir. Aksi takdirde aşırı ısınma olur ve erozyon gerçekleşmez. Bu yöntem birkaç mikrometre mertebesinde hassas bir yöntem olmasına rağmen diğerlerine kıyasla malzeme kaldırma oranı azdır [29].

4.1.1.1 Elektriksel boşalım aleti

Çalışmada toz zerrecikler ev yapımı küçük elektriksel boşalım aletiyle üretilmiştir. Bu üretim tekniğinin çalışma ilkesi yukarıda bahsedildiği gibidir.

Kamer [30] tarafından yapılmış olan sistem şekil 4.3'teki gibidir ve tasarımın özgünlüğü aşağıdakilerden ibarettir:

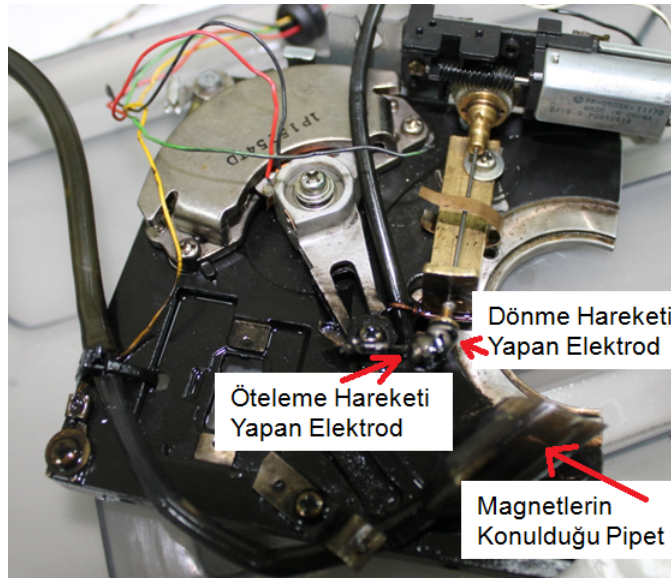
- İki elektrot arasında mesafe sabit değildir. Ancak kıvılcım oluşana kadar elektrotlar yaklaştırılır ve akım sistem tarafından izlenir. Belli ve ayarlanabilen akım değerine ulaşıldığında elektrotlar uzaklaştırılır ve süreç 30-80 Hz frekans ile tekrarlanır. Bu durum küçük bir sistemin etkinliğini artırır. Oysa yaygın kullanılan sistemlerde elektrotlar arası mesafe 10-100 μm ve sabittir, akım değil, gerilim kontrol edilmektedir.
- İlk bakışta çok önemli görünmeyen diğer özgün özellik sistemin boyutudur. Endüstride kullanılan elektriksel boşalım makineleri büyük ve pahalı sistemler olup çok pahalı sarf malzemelerle çalışmak için uygundur. Ancak burada kullanılan sistem küçük ve oldukça düşük maliyetlidir. Bunun yanı sıra üretim sürecinde devir daim yapan sıvı miktarı 1/4 litre kadar veya ondan daha az olabilir. Bunun en büyük önemi elde edilen malzemenin sıvıdan neredeyse kayıpsız toplanabilmesidir.



Şekil 4.3: Sistemin tamamı.

Kullanılan sistemde katot kendi çevresinde dönmekte, anot ise bir DC motor ile sürülerek katoda yaklaştırılmaktadır. Her iki elektrot da ev yapımı ark ergitme ile üretilen FePt külçe alaşımıdır. Yüklü kondansatörlerden boşalım akımı H-bridge adı taşıyan bir elektronik devreyi tetikler ve motor yönünü değiştirip elektrotları uzaklaştırır. Akımın kesilmesiyle motor yeniden yön değiştirir ve süreç tekrarlanır. İkinci boşalımları engellemek için anahtarlama dolum modundaki transistor kapalı anahtarlama bölgesinde çalıştırılır. Elektrotlar arasına 57V'luk gerilim uygulanır. Bu gerilim kararlı, tekrar edilebilir ve düzenli kıvılcım oluşturmak için yeterlidir. Elektrotlar arası mesafe kullanılan kapasitörün değiştirilmesi ile

değişir bunun sonucunda da farklı boyutta parçacıklar elde edilir. Üretim esnasında 1 μF 'lık kapasitör kullanılır. Elektrik boşalım sistemimizin kendisinin, dielektrik sıvı haznesinin ve devir daim pompasının çok küçük (tamamı 1 litreden az) olması üretim aşamasındaki kayıpları azaltır. Pompanın giriş tarafındaki hortuma yerleştirilecek filtre ve kıvılcım bölgesine yakın yerleştirilen iki daimi mıknatıs ile toz malzeme toplanmıştır. Pompanın çıkış tarafındaki hortum ise hemen kıvılcım bölgesinin üzerindedir. Pompadan çıkan tazyikli sıvının, oluşan parçacıkların üzerine, mıknatısların bulunduğu yöne doğru püskürtülmesi, zerreciklerin toplanmasında kolaylık sağlar (şekil 4.4).



Şekil 4.4: Ev yapımı elektriksel boşalım sistemi.

Kullanılan dielektrik sıvı parafindir. Dielektrik sıvı, elektrolizi önlemek, yüzeylerin sıcaklığını düşürmek, oluşan parçacıkları toplama alanına yönlendirmek ve parçacıkların elektrotlar arasında birikmesini önlemek için kullanılır. Üretim esnasında elektrotların (şekil 4.5) erimesi için oldukça yüksek sıcaklıklara çıkılmaktadır.

Bu nedenle seçilen sıvının parlama noktasına dikkat edilmelidir. Su, yüksek sıcaklıkta oksijen ve hidrojen olarak ayrıştığından malzemenin oksitlenmesine sebep olur. Bu nedenle bu işlem için iyi bir aday değildir. Çalışmalar dış karbon tabakanın oksitlenmeye karşı koruma etkisi üzerine dikkat çekmiştir [31]. Bu nedenle bu çalışmada elde edilen zerreciklerin yüzeylerini ince karbon filmle kaplayabileceği için hidrokarbon kullanımına karar verilmiştir. Üzeri alüminyum folyo ile kaplı mıknatısların üzerine toplanan toz ve likit parafin karışımını aseton ve metanol içerisinde



Şekil 4.5: Üretim esnasında kullanılan elektrotların yakından görünümü.

çalkalanır. Bu şekilde üzerinde gaz yağının bir kısmından kurtulunur. Mıknatıstan ayrılan alüminyum folyo oda sıcaklığında tutulur ve toz malzeme elde edilmiş olunur.

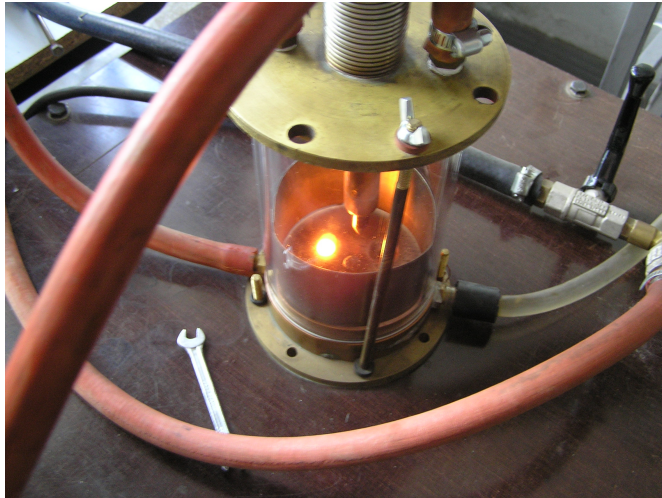
4.1.1.2 Elektriksel boşalım aleti ile üretilen örnekler

Elektriksel boşalım yöntemi, özellikle sanayi tipi erozyon makineleri kullanılarak çelik parçaların işlenmesi açısından ülkemizde de olmak üzere [32], çok yönlü olarak araştırılmıştır. Nature dergisinde Sano ve arkadaşlarının yayınladığı çalışmada [33] bu yöntemin küresel karbon taneciklerinin üretilmesi için kullanılmasından bahsedilmiştir. [31] nolu kaynakta de-iyonize su içinde ark boşalımı ile ince tabaka karbon kaplı Ni küreciklerin elde edildiğinden bahsedilmiştir. Başka bir çalışmada birkaç μm Ni ve daha da büyük C tanecikler preslenerek elektrotlar yapılmış ve elektrik boşalımı ile 20-50 nm büyüklüğünde kürecikler sentezlenmiştir ve dikkatler dış karbon tabakasının oksitlenmeye karşı koruma etkisi üzerine çekilmiştir. Xie ve arkadaşları su bazlı dielektrik ve 1.5 kV-10A akımlı boşalım ile Cu nano tanecikleri elde etmişlerdir [34]. Bu çalışmada 3 farklı sıvı denenmiştir. Bu sıvılar; de-iyonize su, 0.025 mol/L askorbik asit çözeltisi ve 0.025 mol/L askorbik asit + 0.005 mol/L surfaktan çözeltisidir. Sentez esnasında bakırın oksitlenmesinin askorbik asit tarafından büyük ölçüde önlendiği saptanmıştır. Ayrışması ile reaktif kimyasalların oluşumuna yol açmayan ve daha hızlı soğuma sağlayan yalıtkan sıvı azot ve sıvı argon kullanılarak manyetostriksiyon ve şekil-bellek özelliğine sahip Ni, CoFe, Ni-Mn-Ga ve Fe-Ga'dan içi boş küresel tanecikler elde edilmiştir [35] [36] [37] [38] [39]. Azot gazı ortamında Ag, Pt, Pd, Au elementleri ve onların ikili alaşımlarından 2-100 nm büyüklüğünde çoğunlukla tanecik kümeleri şeklinde olan parçacıklar 3kV-2mA, 700Hz akımla elde edilmiştir [40]. Başka bir çalışmada, su içerisinde 0.5J'luk kıvılcım

enerjisiyle 2-50 μm 'lik, 20 μJ 'luk enerjiyle ise 100nm'lik küçük Ni zerrecikler elde edilmiştir [41].

4.1.2 Ark ergitme

Ark ergitmede ısı, elektrot ile iş parçası arasındaki elektrik arkı ile oluşur. İyonize gaz aracılığıyla iki elektrot arasında elektriksel boşalım gerçekleşir. Kıvılcım parlaktır. Bu nedenle ergitme esnasında maske kullanılması gerekir. Laboratuvarımızda bulunan (şekil 4.6) ev yapımı ergitme sistemi 120 A'e kadar akım sağlayabilmektedir. Sistemdeki iki yuvadan birine Pt ile Fe yerleştirilir diğerine ise içerideki oksijeni alması için titanyum yerleştirilir. Ergitme tabancasının üzerinde örnek olup olmadığı kontrol edildikten sonra sistem cam hazneyle kapatılır ve vakum vanası yavaşça açılır. Bu sırada göstergeden basıncın arttığı gözlenir. Daha sonra durulama işlemi için vakum vanası kapatılır, yavaşça argon vanası açılır ve basınç sıfıra düşürülür. Bu işlem 3 defa tekrarlandıktan sonra içeride 40 cm-Hg'lık basınç kalacak şekilde ayarlanır ve bütün vanalar kapatılır. Su sistemi devreye sokulduktan sonra, ark başlatılır ve demir ile platin eritilerek alaşım hazırlanır. Elektrot ile iş parçası arasındaki elektrik arkı 4000°C gibi yüksek bir sıcaklığa sahiptir. Bu sayede demir ve platin ergitilir. Her ergitmeden sonra örnek, üst tarafı aşağı gelecek şekilde döndürülerek yeniden, 3 defaya kadar ergitilir ve böylece bileşenlerin düzgün dağılımı sağlanır. Son ergitme şekil vermek amacıyla silindirik potada yapılır. Olası kayıplar hassas teraziyle kontrol edilir.



Şekil 4.6: Laboratuvarımızdaki ark ergitme sistemi.

4.2 Karakterizasyon Teknikleri

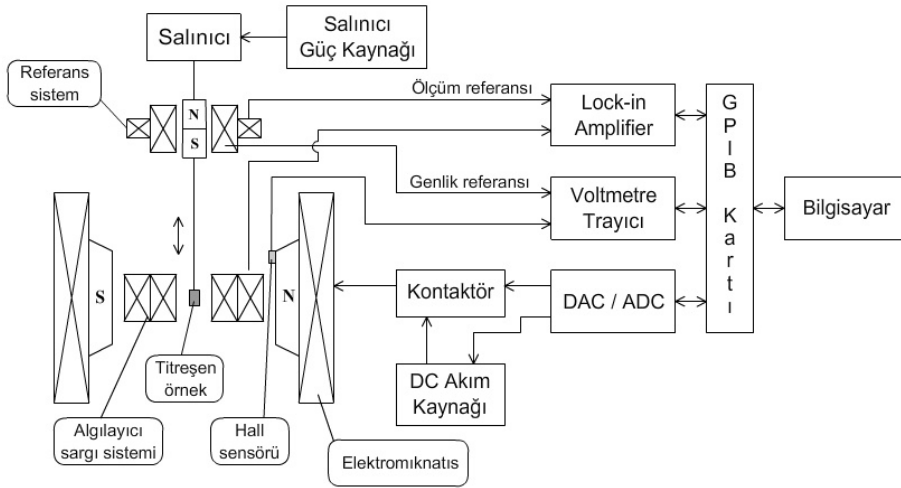
4.2.1 Titreşen örnek magnetometresi

Hiseterezis eğrilerini elde etmek için çok yaygın olarak titreşen örnek magnetometresi (VSM) kullanılır. Foner tarafından bulunan bu yöntem oldukça güvenilir bir yöntemdir. Bütün manyetik indüksiyon ölçümleri gibi VSM’de, değişen akı tarafından indüklenen gerilimin (emk), algılayıcı bobinler tarafından ölçülmesi esasına dayanır [42]. Sabit manyetik alan altındaki örnek manyetik ise, manyetik domenleri veya tekil manyetik spinleri uygulanan alan tarafından dizilir. Örnekteki manyetik dipol moment, örneğin çevresinde demanyetizasyon alanı denilen manyetik alanı oluşturur. Örnek yukarı aşağıya doğru hareket ettikçe, manyetik dipol momentlerden kaynaklı alan zamanın fonksiyonu olarak değişir. Faraday’ın indüksiyon yasasına göre, bir devrede indüklenen emk, devreden geçen manyetik akının zamana türevi ile doğru orantılıdır ve şöyle yazılabilir:

$$\xi = -\frac{d\Phi_B}{dt} \quad (4.1)$$

Denklemden ξ indüklenen elektromotor kuvvetini (emk), Φ_B ’de manyetik akıyı ifade eder.

İndüklenen gerilim, dışarıdan uygulanan alana paralel ve örneğin çevresine simetrik bir şekilde konumlandırılmış bobinler tarafından algılanır. İndüklenen gerilim örneğin manyetik momentiyile orantılıdır ve elektromagnetler tarafınca üretilen dc manyetik alanla değişir. Manyetik örnek, uzun örnek tutucunun sonuna konulur ve tutucu da mekanik titreştirici ile titreştirilir [43]. Sistem şekil 4.7’deki gibi; salıncı, salıncı güç kaynağı, Hall sensörü, algılayıcı sargı sistemi, elektromıknatıs, kontaktör, voltmetre tarayıcısı, Lock-in Amplifier, DC akım kaynağı, GBIP kartı ve bilgisayardan oluşur. Manyetik alan DC akım kaynağından gelen akımla elektromıknatıslardan elde edilir. Örneği titreştirebilmek için salıncıya, Pasco frekans jeneratöründen, voltmetre tarayıcısından 50mV cevap olarak alınan genliğe ve 27-28Hz’lik bir frekansa sahip sinyal gönderilir. Salıncıdan alınan ölçüm referansı Lock-in Amplifiera, genlik referansı ise voltmetre tarayıcısına iletilir. Lock-in Amplifier, salıncıdan gönderilen titreşim frekansına kilitli olarak çalışır. Bilgisayara salınımın 50mV genlikle yapılması



Şekil 4.7: VSM sistemi.

gerektiği komutu verilir.

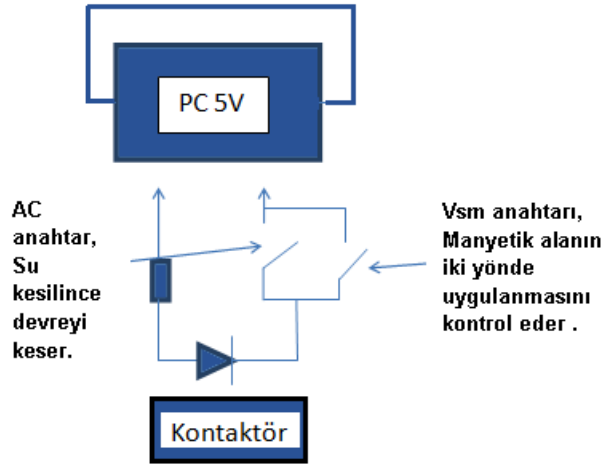
Eğer salıncıdan voltmetre tarayıcısına gönderilen genlik referansı bu değerden farklı olursa, bilgisayar bu salınının 50mV'da olması için gerekli olan katsayıyı hesaplar ve ölçülen mıknatıslanma bu değerle çarpılır. Bilgisayar ekranının sol tarafında yazan katsayı değeri 1 ise salıcının genliği referans genliğiyle aynıdır.

Elektromıknatıslardan üretilen manyetik alan Hall sensörü ile ölçülür. Hall olayı, akım taşıyan bir iletkenin bir manyetik alan içine yerleştirilmesiyle, hem akıma hem de manyetik alana dik yönde bir potansiyel fark üretmesidir. Üretilen bu potansiyel fark, yani Hall gerilimi ölçülür ve bu ölçülen gerilim voltmetre tarayıcısına gönderilir. Hall sensörü manyetik alan H'yi ölçerken, örneğin çevresindeki algılayıcı bobinler, indüklenen manyetik alan B'yi (yani H+M) ölçer. Örnek algılayıcı bobinlerin tam ortasında sallanmaktadır. Altında veya üstünde sallanması durumunda ölçülen sinyal ölçülmesi gerekenden daha düşük bir değerde olur. Ölçümlerin tekrar edilebilir olması için, örneğin her seferinde aynı yere konulması önemlidir. Hall gerilimine karşı elde edilen manyetik alanlar çizelge 4.1'deki gibidir.

Bilgisayarla elektromıknatıs arasındaki haberleşme kontaktör ve dijital analog çevirici aracılığıyla sağlanır. Kontaktörün çalışma şeması şekil 4.8'deki gibidir. Kontaktör açıldıktan sonra, bilgisayar açılır ve bilgisayardan kontaktördeki devreye 5V'luk gerilim verilir. Bu gerilim, devredeki LED'den ışık yayımlanmasını sağlar ve kontaktörü kontrol eden elektronik devre ışığı algılar. Bu şekilde kontaktör çalışır.

Çizelge 4.1: Hall gerilimine karşı manyetik alan çizelgesi.

Hall gerilimi(V)	Manyetik alan (Oe)	Kontrol Gerilimi(mV)
0.0118	49.79	5600
0.283	984.32	5200
0.581	2011.18	4800
0.873	3017.18	4400
1.159	4002.89	4000
1.450	5005.64	3600
1.732	5977.37	3200
1.995	6883.63	2800
2.254	7776.11	2400
2.508	6883.63	2000



Şekil 4.8: Kontaktörün çalışma şeması.

VSM'de ölçüm alınırken örneğin toz veya külçe olmasına bağlı olarak çeşitli örnek kapları kullanılabilir. Önemli olan örneğin ölçüm sırasında kendi içinde dönmemesi ve her ölçümde aynı konumda bulunmasıdır. Toz örneklerde, örneğin bulunduğu kaptan, kendi içinde dönmesi çok olasıdır. Bu nedenle ya cam yünüyle bastırılmış kuartz tüp yada içinde parafin eritilmiş alüminyum örnek kabı kullanılır. Burada amaç örneğin kendi içinde dönmeyecek şekilde sabitlemektir. Her ölçümden önce örnekle aynı tipte (örnek külçe ise külçe, tozsa toz) ve aynı gramajda olan nikkelle kalibrasyon yapılır. Kalibrasyon yapılmazsa ölçülen değerler manyetik alana karşı gerilim olur. Örnek tutucusuna yerleştirilen 50mV ve 27-28Hz ile titreştirilen nikkelle, güç kaynağından 30A'lık akımın yarattığı manyetik alan uygulanır. Titreşen nikkelden, elde edilen en yüksek gerilim nikkelin doyum mıknatıslanmasından elde edilen gerilimdir. Lock-in

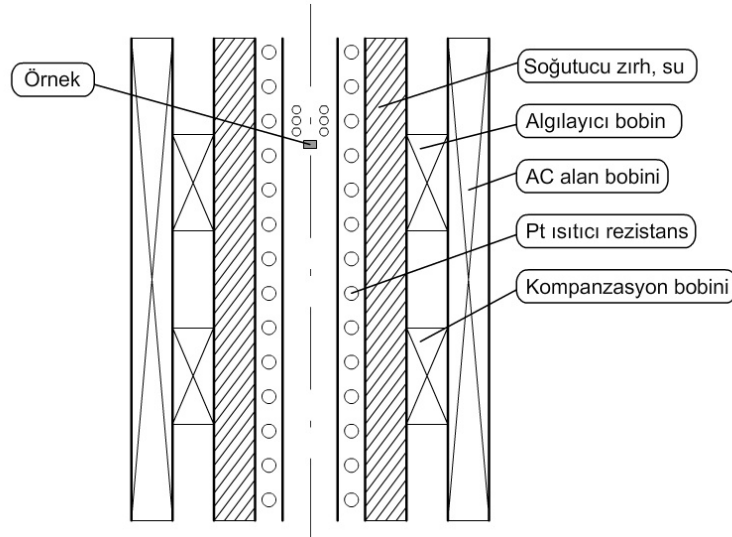
Amplifier'ın track, manual ve autophase tuşlarına basılmasıyla bu sinüs sinyalinin maksimum olduğu faz bulunur ve bütün ölçümler bu fazda alınır. Daha sonra örnek, nikel ile aynı konumda, yaklaşık olarak aynı gramajda ve kapta olacak şekilde örnek tutucusuna yerleştirilir. Nikeli kalibre ederken maksimum gerilimin elde edildiği fazda örneğin histeresiz ölçümü alınır. Gerilim cinsinden elde edilen mıknatıslanma emu/gram cinsine dönüştürmek için aşağıdaki formül kullanılır.

$$\sigma_{FePt} = \frac{Sinyal_{FePt} \cdot m_{Nikel} \cdot \sigma_{Nikel}}{Sinyal_{Nikel} \cdot m_{FePt}} \quad (4.2)$$

Formülde belirtilen sinyal FePt; histeresiz ölçümünde elde edilen FePt alaşımının değişen manyetik alana karşı indüklediği gerilimdir. Sinyal nikel ise 30A'de doyuma götürülmüş nikelden elde edilen sinyaldir. σ_{Nikel} , 55.4 emu/gram'a eşittir ve sabittir. Formüldeki m_{Nikel} ile m_{FePt} , nikel ile FePt alaşımının kütlesidir ve birimi gramdır.

4.2.2 AC duygunluk ölçümü

AC manyetik ölçüm, bir örneğe AC alan uygulanması sonucu oluşan AC momentin ölçülmesine dayanan bir ölçümdür. Bu ölçüm için kullanılan sistem şekil 4.9'daki gibidir.



Şekil 4.9: AC manyetik duygunluk sistemi.

Bu ölçüm, çoğu malzemeyi karakterize etmekte kullanılır. AC ölçüm mıknatıslanma dinamikleri hakkında, ölçüm sırasında sabit örnek momentine sahip olan DC ölçümlerin veremediği bilgiyi verir. İlk olarak düşük sıcaklıklarda ölçüm almak için tasarlanmıştır. Günümüzde spin glass olayı, süperiletken geçişleri, vorteks

dinamiklerini, kritik akım yoğunluğunu ve manyetik faz geçişi diagramlarını belirlemede kullanılır [44]. Tekniğin avantajları şunlardır:

- Kullanımı kolay bir tekniktir.
- Duygunluğu doğrudan ölçülebilir.
- Uygulanan alan çok küçüktür, bu nedenle kolaylıkla elde edilebilir.
- Dinamik, manyetik ve süperiletken olaylar doğrudan ölçülebilir. 10Hz-100kHz frekans aralığında çalışabilir.
- Maliyeti ucuz bir sistemdir.

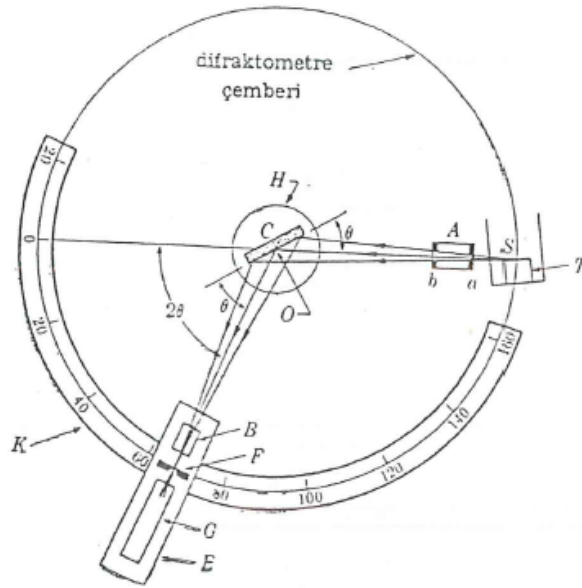
Bu çalışmada AC duygunluk aleti yüksek sıcaklıkta örneğin faz geçişi diagramlarını belirlemede kullanılmıştır.

AC duygunluk ölçümü indüktif bir yöntemdir. Silindirik bir sargı (birincil sargı) ile AC manyetik alan oluşturulur. Biri diğerinin elektromotor kuvvetini (EMK) dengeleyecek şekilde özdeş ikincil sargı birincil sargının içine eşksenli ve simetrik biçimde yerleştirilir. Bu sargılardan biri algılayıcı görevini yapar ve onun ortasına incelenen örnek yerleştirilir. Örnek yerleştirilmemiş ise, iki sargıda indüklenen EMK zıt bağlanmış olduğundan sinyal yoktur. Örnek yerleştirildiğinde denge bozulur ve örneğin duygunluğu olan dM/dH 'ya orantılı olan sinyal ölçülür. Bu sinyal çok küçük olabileceğinden AC manyetik alanının fazına kilitlenmiş bir voltmetre (Lock-in Amplifier) ile ölçülür. Yüksek sıcaklık ölçülebilen laboratuvarımızdaki ev yapımı AC duygunluk sisteminde, 1000 K'e varan yüksek sıcaklık, çift katlı platin rezistans telinden sarılmış, DC akım beslemeli, bilgisayar kontrollü, su soğutmalı bir fırın ile elde edilir ve Pt-PtRh termocifti ile ölçülür. AC alan küçükse, indüklenen AC moment $M_{ac} = (dM/dH)H_{ac}\sin(\omega t)$ bağıntısına bağlıdır. Burada H_{ac} sürülen alanın genliği, ω sürülen alanın frekansıdır. Duygunluk χ 'de dM/dH ifadesine bağlıdır yani $M(H)$ eğrisinin eğimidir. AC ölçümün en büyük avantajı, $M(H)$ 'daki küçük değişimlere duyarlı olmasıdır. Çünkü AC ölçüm, $M(H)$ 'ın eğimine duyarlıdır, mutlak değerine değil. Bu nedenle mutlak moment çok büyük de olsa, küçük manyetik değişimler algılanabilir. Yüksek frekanslarda ise, AC ölçümün, duygunluk büyüklüğü χ ve faz ötelemesi Φ olmak üzere iki niceliği vardır. Duygunluğun, reel bileşeni χ' ile

kompleks bileşeni χ'' ölçülür. Bizim deneylerde kullandığımız, AC ölçümlerin düşük frekans limitidir. Bu durumda χ' , $M(H)$ eğrisinin eğimine eşittir.

4.2.3 X-ışınları diffraktometresi

Bilinen dalgaboylu X-ışınlarıyla kristalin örgü türünü, parametresini ve kristal yapıyı tayin etmek için kullanılan alete difraktometre denir. Difraktometrede monokromatik X-ışınları kullanılarak toz örnek ölçülür. Örnek silindirin eksenine konulur. Gelen demet bu eksene dik olarak gönderilir. Tam monokromatik radyasyon kullanılır ve X-ışını detektörü, merkezi toz örnek olan bir çember üzerine konulur. Elde edilen kırınım çizgilerinin her biri ayrı bir kristal zerresine aittir. Bu difraksiyon çizgilerinin desen üzerindeki yerlerinden θ tayin edilebilir ve λ bilindiğinden her çizgiye karşılık gelen örgü düzlemlerinin d mesafesi hesaplanabilir. Dalgaboyu X-ışını tüpünde kullanılan hedef levhanın türünden tayin edilir. Şekil 4.10'da bir difraktometrenin şematik resmi görülmektedir.



Şekil 4.10: Difraktometrenin şematik resmi.

Düz bir levha halindeki toz örnek şekil düzlemine dik O-ekseni etrafında dönebilen H-tablası tarafından taşınır. X-ışını tüpünün (T'de bulunan) çizgisel odağı S'dir. S de O-eksenine paraleldir. X ışınları bu kaynaktan uzaklaşırlar ve örnek tarafından kırınıma uğratarak F-yarığından odaklanan ve sonra G-sayacına giren demeti oluştururlar. A ve B gelen ve kırınıma uğrayan demeti yönlendiren özel yarıklardır.

Kırınım uęramıř demetin girdięi yarıkla ve sayıcı O-ekseni etrafında dönebilen ve 2θ açısala konumları derecelenmiř (K) E-tařıyıcısı üzerindedir. E ve H öyle ayarlanmıřtır ki, sayıcının 2θ derecelik dönmesine örneęin θ derecelik dönmesi eřlik eder. Bu ayarlanma odaklanma řartının (Bragg yasasının $= 2d\sin\theta = n\lambda$) geręekleřmesi için yapılmıřtır [45].

4.2.4 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu, vakum ortamında elektromanyetik lenslerle inceltilen elektron demetini kullanarak, malzemeyi analiz eden alettir. Elektron demetinin malzemeyle olan etkileřmesiyle ortaya çıkan karakteristik X-ıřınları, ikincil elektronlar, geri saılma elektronları ve Auger elektronlarının sayılmasıyla mikroskopta yüksek çözünürlüklü görüntü oluřturulur. İkincil elektronlar, gelen elektron demetindeki elektronların, malzemedeki atomlarla yapmıř olduęu elastik olmayan çarpřıma sonucu (yani, örnekle yüzeyindeki atomlardaki elektronlara enerjilerini transfer ederek) örnekle yüzeyinin yaklaşık 10 nm derinlięinde ortaya çıkan elektronlardır. Tipik enerjileri en fazla 50 eV'dur. İkincil elektronlar fotoęoęaltıcı tüp yardımıyla toplanır. Elde edilen tarama sinyali örneęin konumuyla iliřkilendirilir ve bu sayede yüzey görüntüsü elde edilir. Elde edilen dięer bir elektron grubu ise geri saılma elektronları adı verilen elektronlardır (bu elektronlar, yüzeye gelen elektron demeti ile yaklaşık 180° açı yapacak biçimde saılırlar). Geri saılma elektronları, yüzeyin derin bölgelerinden (yaklaşık 300 nm'ye kadar) gelen daha yüksek enerjili elektronlardır. Bu enerjideki elektronlar bir fotoęoęaltıcı tüp tarafından tespit edilemeyecek kadar yüksek enerjiye sahip olduklarından, genellikle katı hal dedektörler yardımıyla tespit edilirler. Bu tür dedektörler, üzerine gelen elektronların indükledięi elektrik akımının řiddetine göre çıkıř sinyali verirler (kısaca hatırlatmak gerekirse, incelenecek örnekteki yüksek atom numarasına sahip bir atomdan saılana elektronun enerjisi küçük atom numaralı bir atomdan saılana göre daha yüksektir). Sonuç olarak ikincil elektronlar incelenen örneęin kompozisyonu hakkında bilgi verir. Gelen elektron demetinin incelenen örnekle yüzeyi ile yapmıř olduęu dięer bir etkileřme ise (yaklaşık 1000 nm derinlik civarında), karakteristik X-ıřınlarının çıktığı durumdur (enerjileri keV mertebesindedir). Buna göre örneęe çarpan elektron, örnekteki atomun iç yörüngesindeki bir elektronun

kopmasına neden olunca, bir üst yörüngedeki elektron bir alt seviyeye geçer ve geçerken de ortama bir X-ışını yayar. Buna da karakteristik X-ışını adı verilir. Bu X-ışını 10 mm² çapındaki bir Si (Li) dedektörle algılanabilir, ortaya çıkan sinyal yükselticiye, oradan çok kanallı analizöre ve daha sonra da SEM sisteminin bilgisayarına gönderilir. Sonuçta ortaya çıkan karakteristik X-ışını (ki bu ışının enerjisi her atoma özeldir), SEM’de incelenen malzemenin element bakımından içeriğin nitel ve nicel olarak tespit edilmesine yardımcı olur.

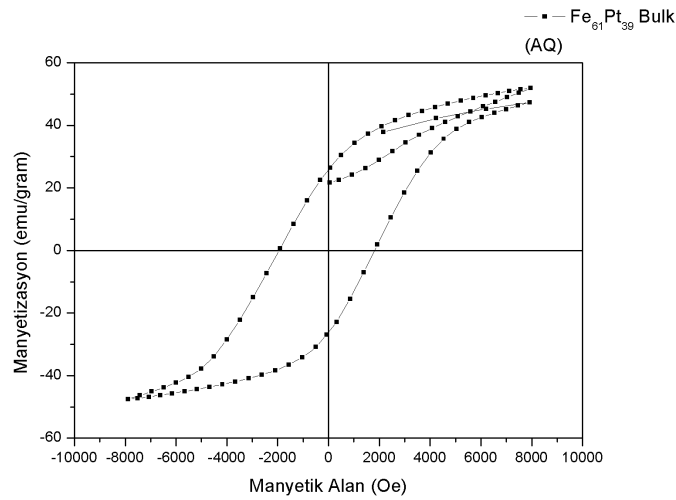
5. DENEYSEL ÇALIŞMA SONUÇLARI

5.1 AC Duygunluk ve VSM Ölçümü Sonuçları

5.1.1 Fe₆₁Pt₃₉ külçe örnek için sonuçlar

Külçe alaşımın sentezi, argon gazı altında ark ergitme yöntemi ile yapılmıştır. Bu tür alaşımların sentezinde 0.4-0.5 atm'lik Ar basıncı ve 40-50 A'lık akım yok denecek kadar az kayıpla alaşımın hazırlanmasını sağlar. Laboratuvarımızda bulunan kendi yapımızda ergitme sistemi 120 A'e kadar akım sağlayabilmektedir. Yani alaşımı ergitebilmemiz için yeterli akım mevcuttur. Watanabe [7] ve Tanaka [6] tarafından yapılan çalışmalarda Fe_{61.5}Pt_{38.5} ile Fe_{60.5}Pt_{39.5} külçe alaşımlarında, en iyi manyetik özellikler bulunmuştur. Şekil 3.5'te platin yüzdesinin değişimiyle manyetik özelliklerde gerçekleşen değişim gösterilmiştir. Literatürdeki bu bilgilerden yola çıkarak Fe₆₁Pt₃₉ alaşımı için en iyi manyetik özelliklerin elde edileceğine kanaat getirilmiş ve ark ergitmeyle ağırlıkları aynı mertebede olan iki tane külçe elektrot üretilmiştir. Birinci elektrotun üretiminde, potaya %99.9 saflıktaki 0.8464 gram Pt ile 0.3789 gram Fe konulmuştur. Toplam ağırlığı 1.2254 gram olması beklenen FePt alaşımının ergitme sonrası ağırlığı analitik terazide 1.0889 gram olarak ölçülmüştür. Alaşımın üretimi esnasında, 0.1365 gramlık yani %11'lik kayıp yaşanmıştır. İkinci elektrotun üretiminde ise potaya %99.9 saflıktaki 0.9959 gram Pt ile 0.4458 gram Fe konulmuştur. Toplam ağırlığı 1.4417 gram olması beklenen FePt alaşımının ergitme sonrası ağırlığı analitik terazide 1.3486 gram olarak ölçülmüştür. Alaşımın üretiminde, 0.0931 gramlık, yani %6'luk, kayıp yaşanmıştır. Bu kayıp ergitme sırasında malzemenin bir kısmının buharlaşmasından kaynaklanmaktadır. Her ergitmeden sonra örnek, üst tarafı aşağı gelecek şekilde döndürülmüş 3 defaya kadar ergitilmiş ve böylece bileşenlerin düzgün dağılımı sağlanmıştır. Üretilen elektrot potanın içerisinde yavaşça soğutulmuştur. Külçe elektrotların AC duygunluk ölçümü ve her duygunluk ölçümünden sonrada histeresiz ölçümü alınmıştır. Termomanyetik

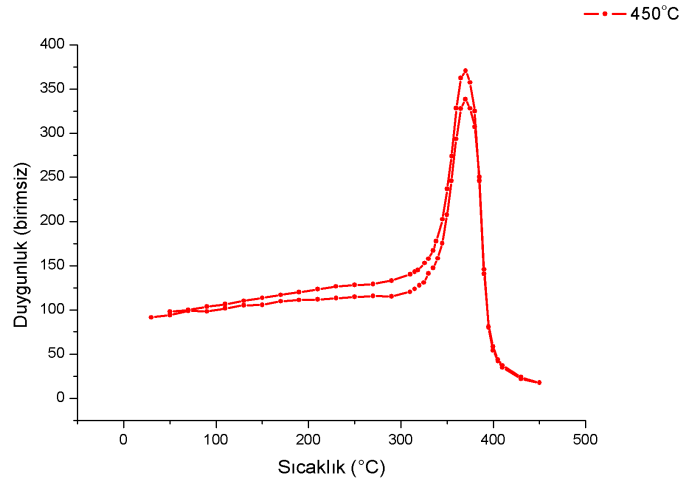
analiz, oda sıcaklığından başlanarak en yüksek sıcaklıkları 450, 520, 560, 580, 630, 680 ve 700°C olacak şekilde AC manyetik duygunluk sisteminde ve %10 hidrojen ve argon altında yapılmıştır. Toz örnekte oksitlenmeyi engellemek için %10Hidrojen ve argon altında tavlama yapılması önemliyken külçe malzemede oksitlenme kolay olmadığından oksijen altında tavlama yapılabilir. Ancak bu çalışmada olası oksitlenmeye karşı külçe malzemenin tavlama da %10Hidrojen ve argon altında yapılmıştır. Oda sıcaklığından belirlenen maksimum bir sıcaklığa yapılan ısıtma ve soğutma işlemi sırasında alınan duygunluk ölçümleri döngü olarak adlandırılır. Her AC duygunluk ölçümünden sonra histeresiz eğrisi ölçümü, oda sıcaklığında 8kOe'lik alana çıkabilen ev yapımı VSM ile yapılmıştır. Isıl işlem uygulanmamış (AQ) 71.9mg'lık $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ külçe alaşım, 67.6mg'lık külçe nikkelle kalibre edilerek 8kOe'lik VSM'de ölçülmüştür. Kalibrasyon ve VSM'in çalışma prensibi bölüm 4'te bahsedildiği gibidir. Nikel ve örnek, pipetten yapılmış örnek tutucuya, her seferinde aynı konumda (örneğin bir tarafı işaretlenir ve işaretli kısmın konumu değiştirilmez) olacak şekilde konulur. Şekil 5.1'deki histeresiz eğrisi ark ergitmeden sonra ısıl işlem uygulanmamış, külçe örneğin histeresiz eğrisidir. Örnek ark ergitmeden sonra yavaşça soğutulmuştur. Bu nedenle L_{10} fazı soğuma esnasında oluşabilmek için yeterli zamanı bulmuştur.



Şekil 5.1: Isıl işlem uygulanmamış (AQ) külçe örneğin histeresiz eğrisi

Brück ve arkadaşlarının yaptığı gibi, yüksek sıcaklıkta homojenleştirmeden sonra yapılan yavaş soğutma yüksek çekirdeklenme oranı yaratır. Bu da atomik düzeni tamamlanmamış, çok sayıda küçük fct parçacıkları elde etmemizi sağlar [13].

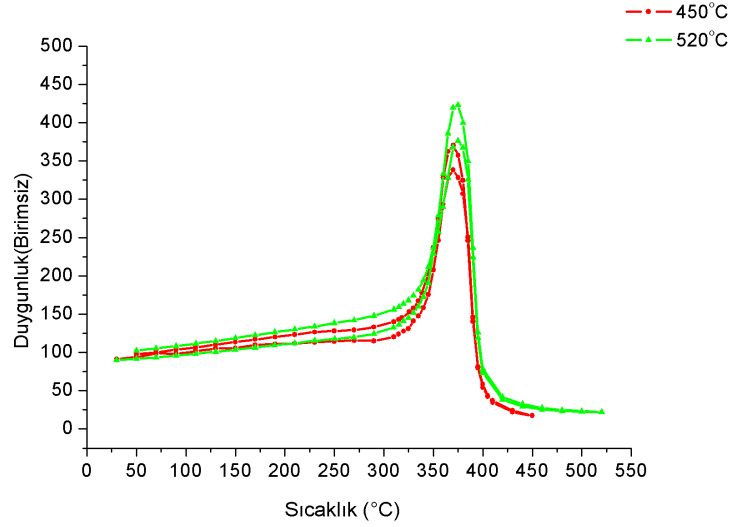
Histeresizde koversivitenin az olmaması, yüksek sıcaklıktaki ark ergitmeden sonra yapılan yavaş soğutmanın $L1_0$ fazını (fct) yarattığının bir göstergesidir. Ark ergitmeden sonra kendiliğinden soğutulan örnek, oda sıcaklığından başlanılarak en yüksek sıcaklıkları 450, 520, 560, 640 ve 700°C olacak şekilde termomanyetik ölçümleri alınırken tavlannmıştır. Her döngü, oda sıcaklığından başlayıp ulaşılacak maksimum sıcaklığa geldikten sonra oda sıcaklığına soğutularak bitirilmiştir. İlk ölçümün 450°C 'ye kadar alınan termomanyetik eğrisi şekil 5.2'deki gibidir.



Şekil 5.2: 450°C'ye kadar alınan külçe örneğin termomanyetik eğrisi.

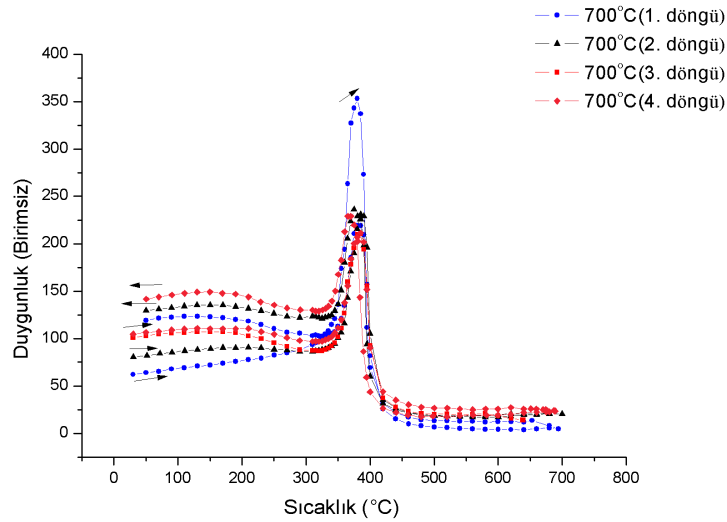
Oda sıcaklığından 450°C'ye ısıtma ile oda sıcaklığına soğutma sırasında elde edilen eğriler aynıdır. Eğri başladığı yerde bittiğinden, bu sıcaklıkta başka ölçüm alınmamış ve bir sonraki sıcaklığa geçilmiştir. Isıtma ve soğutma sırasında elde edilen eğrilerin aynı olması, tavlama sonunda örneğin kristal yapısının bu sıcaklıkta yapılan tavlama da sahip olunabileceği en düzenli yapıda olduğunu gösterir. Eğride, 350°C civarında keskin bir artış gözlenmektedir. Bu artış Hopkinson piki olarak adlandırılır ve yüksek manyetokristalin anizotropinin, yani düzenli fazın bir göstergesidir. Termomanyetik eğride, duygunluğun sıfıra indiği sıcaklıkta eğrinin, sıcaklık eksenine karşı çizilmesiyle Curie sıcaklığı bulunur. Külçe örnek, soğuma sırasında yeterli süreye sahip olduğundan, örnekte, atomiksel olarak düzenli bölgeleri içerir. Bu nedenle düşük sıcaklıkta (450°C) yapılan tavlama da elde edilen termomanyetik eğride, $A1$ fazına ait Curie sıcaklığı gözlenmez sadece $L1_0$ fazına ait olan 395°C'deki Curie sıcaklığı gözlenir. Bu sıcaklık literatürde $Fe_{61}Pt_{39}$ ve $Fe_{59.75}Pt_{39.5}Nb_{0.75}$ külçe alaşımları için bulunan Curie sıcaklığıyla uyumludur [12], [10]. Bu tavlamanın ardından alınan VSM

ölçümünde, koversivitede sadece %10luk bir artış olduğu gözlenmiştir. 450°C'den sonra 520°C'ye kadar tavlama yapılmıştır (şekil 5.3).



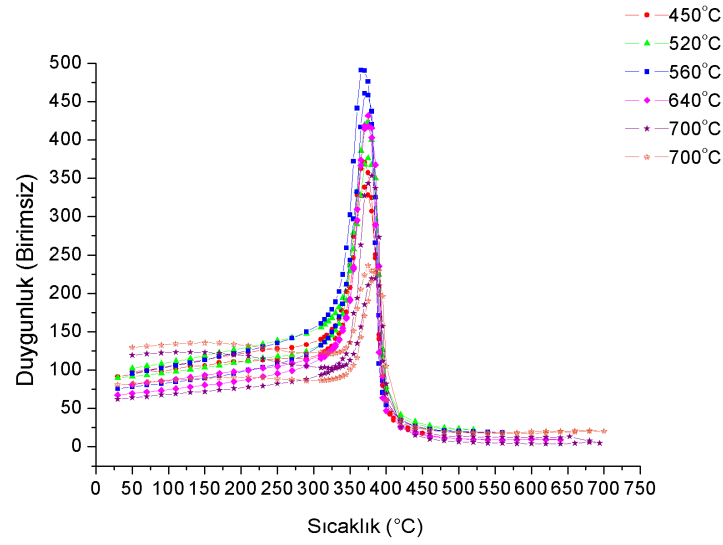
Şekil 5.3: 450°C ve 520°C kadar alınan külçe örneğin termomanyetik eğrileri.

Bu sıcaklıklarda, 450°C'den farklı olarak Hopkinson pikinde artış gözlenmiştir. Bu da kristal yapının daha düzenli olmaya başladığını gösterir. Yine bu tavlamanın ardından alınan VSM ölçümünde koversivite de %3'lük bir artış gözlenmiştir. 560°C'ye yapılan tavlamada Hopkinson pikindeki artış devam etmiştir ve buna koversivitede de %5'lik bir artış eşlik etmiştir. 640°C'ye yapılan tavlamada ise Hopkinson pikinde %10'luk bir azalma olmasına rağmen koversivitede bir azalma gerçekleşmemiştir. 700°C'ye yapılan tavlamada ise ısıtma ile soğutma eğrisi çakışmamıştır (şekil 5.4) .



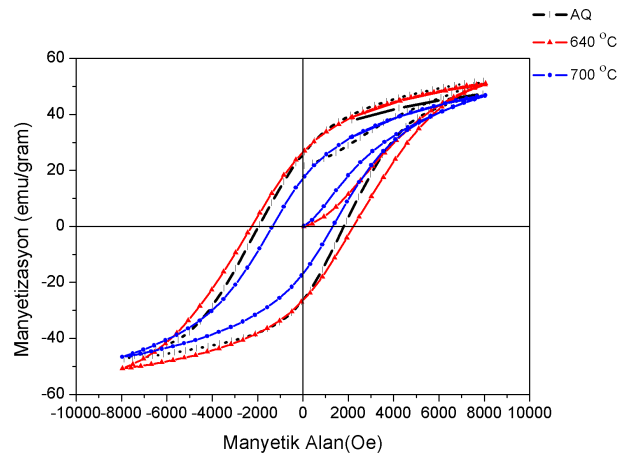
Şekil 5.4: 700°C'de yapılan tavlamalar sonucu elde edilen termomanyetik eğrileri.

Tavlamaadan önce oda sıcaklığındaki duygunluk, tavlamaadan sonraki duygunluktan azdır. Bu nedenle aynı sıcaklıkta birkaç döngü daha alınmıştır. Alınan 4 döngüde tavlama ve soğutma eğrileri birbirleriyle çakışmamasına rağmen, son üç döngü birbirinin aynısı çıkmıştır. Burada, 2 döngü sonunda örnek, 700°C’de sahip olabileceği en düzenli kristal yapıya ulaşmıştır. 700°C’de yapılan tavlama koversivitede %40’lık bir düşüş gerçekleştirmiştir. Bunun sebebi 700°C’de yapılan tavlamadaki ortalama zerre boyutundaki aşırı büyümedir. Bu aşırı büyüme ve aşırı düzenli L1₀ yapısı manyetik özellikleri kötü yönde etkiler. Bulk örnek için elde edilen termomanyetik eğrilerin tamamı şekil 5.5’teki gibidir.



Şekil 5.5: Külçe örnek için elde edilen termomanyetik eğriler.

Şekil 5.6’da ise bulk örnek için alınan histeresiz eğrileri bulunmaktadır.



Şekil 5.6: Isıl işlem uygulanmamış (AQ) külçe örnek ile 640°C ve 700°C’de tavllanmış külçe örneğin histeresiz ölçümü.

Bu eğrilerde doyum mıknatıslanmasına ulaşamamıştır. Doyum mıknatıslanmasının olması gereken değeri tayin etmek için Akulov ekstrapolasyonu kullanılır.

$$M = M_s \left(1 - \frac{a}{H^2}\right), \quad y = \frac{1}{H^2} \quad (5.1)$$

$$M(y) = M_s - M_s a y \quad (5.2)$$

Histeresiz eğrisindeki, doyum mıknatıslanmasına yakın mıknatıslanma verilerine karşılık, $1/H^2$ verileri çizdirilirse doğrusal ($y = mx + n$) bir grafik elde edilir. Bu grafikteki $H=0$ değerine karşılık gelen M değeri doyum mıknatıslanmasını verir. Grafikten bulunan doyum mıknatıslanması değerleri şu şekildedir: Isıl işlem uygulanmamış (AQ), külçe örneğin doyum mıknatıslanması $M_s=51.6$ emu/gram, ekstrapolasyondan bulunmuş $M_s = 53.2$ emu/gram'dır. 640°C 'de tavllanmış külçe örnekte ise $M_s=51.43$ emu/gram iken ekstrapolasyonla bulunmuş $M_s = 58.57$ emu/gram'dır. Son olarak 700°C 'de tavllanmış külçe örneğin M_s değeri 49.62 emu/gram iken, ekstrapolasyonla bulunmuş M_s değeri 59.62 emu/gram'dır. Buradan örneklerin gerçek doyum mıknatıslanması değerlerinin, ulaşılabilinen doyum mıknatıslanması değerlerinin çok uzağında olmadığı görülür. Yapılan tavlama ile birlikte değişen koversivite çizelge 5.1'deki gibidir.

Çizelge 5.1: Külçe malzemenin tavlama sıcaklığına karşılık manyetik özelliklerinin değişimi.

Tavlama Sıcaklığı(C)	M_s (emu/gram)	M_r (emu/gram)	H_c (Oe)
Isıl işlem öncesi	52	26	1848
450	53	28	2027
520	49	27	2093
560	55	29	2209
640	51	26	2253
700	47	17	1299
700	44	15	1179
700	44	15	1183

5.1.2 Fe₆₁Pt₃₉ toz örnek için sonuçlar

Üretilen külçe elektrotlar, dördüncü bölümde bahsedilen ev yapımı elektriksel boşalım aletindeki dönme ve öteleme hareketi yapan örnek tutuculara lehimlenmiştir. Gaz yağına konulan elektriksel boşalım aleti toz üretimi için kullanılmıştır. Elektrotların arasına 57V'luk gerilim uygulanmış ve her boşalım $1 \mu\text{F}$ 'lık kapasitörle yapılmıştır.

4.7 μF 'lık kapasitör kullanıldığında parçacık üretiminin daha hızlı ve parçacıkların daha büyük olduğu görülmüştür. Ancak üretim sırasında gözle görülür iki tane kıvılcım gözlemlendiğinden bu değer seçilmemiştir. Çünkü fazladan kıvılcımlar üretimin kararlılığını bozmakta ve aynı mertebede parçacık üretimine engel olmaktadır. Elektrotların hemen altına yerleştirilmiş ve arkalı önlü konulmuş olan alüminyum folyo kaplı mıknatıslar sayesinde, üretilen parçacıklar toplanmıştır. Birkaç saat süren üretim sonunda bu mıknatıslar çıkartılmış, gaz yağından arındırmak için metanol ve asetonla çalkalanmışlardır. Sonra da mıknatısın üzerindeki alüminyum folyo çıkartılmış ve oda sıcaklığında kurumaya bırakılmıştır.

Tozun VSM ölçümünde örnek kabı olarak alüminyum folyo veya kuartz tüp kullanılabilir. Alüminyum örnek kabı, demir silindirik bir çubuğun çevresine sarılan ince alüminyum folyo şeridinden elde edilir. Alt kısmı düzleştirilen alüminyum örnek kabı şekil 5.7'deki gibidir.



Şekil 5.7: SQUID için hazırlanan örnek kabı, alüminyum örnek kapları (boş ve dolu hali) ve kuartz tüp.

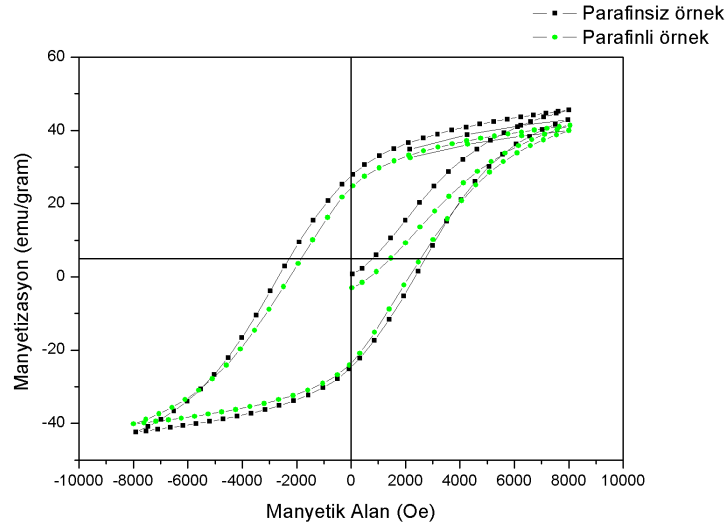
Külçe örnekten alınan VSM ölçümünde örneği örnek tutucuya sabitleyip, titreştirici tarafından yaptırılan salınım hareketi dışında bir hareket yapmasını engellemek yeterliydi. Ancak toz örnekte, parçacıkların kendi içerisinde dönmesi de söz konusudur. Bu durum ölçümü kötü yönde etkileyeceğinden buna engel olmak için aşağıdaki işlemler yapılır:

- Alüminyum örnek tutucusunun içerisine 10-40 mg'lık toz örnek parafinle birlikte konulur ve parafin eriyene kadar birkaç dakika ısıtılır. Bu işlemin ardından örnek tutucusunun açık olan kısmı kapatılır ve içerisindeki zerrelere sıkışacak şekilde sıkıca paketlenir. Sıkıca paketlenen örnek tutucusunun şekli küçük silindirik bir kapsüle veya küreye benzer. Örneğin silindirik veya küresel olması önemlidir. Aksi takdirde şekil anizotropisinden kaynaklı demanyetizasyon alan çizgileri her yerde

eşit olmaz. Malzemenin içindeki ve dışındaki manyetik alan çizgilerinin düzgün olması önemlidir.

- Alüminyum örnek kabına parafin konulmadan da örnek konulabilir. Bu durumda zerrelere yerlerinden kıpırdamamasını sağlayacak şekilde kap sıkıca sıkıştırılmalıdır.
- Silindirik kuartz tüpün içine örnek ve bu örneği sıkıştırmak içinde üzerine cam yünü konulur. Burada da örneğin iyi sıkıştırılması esastır.

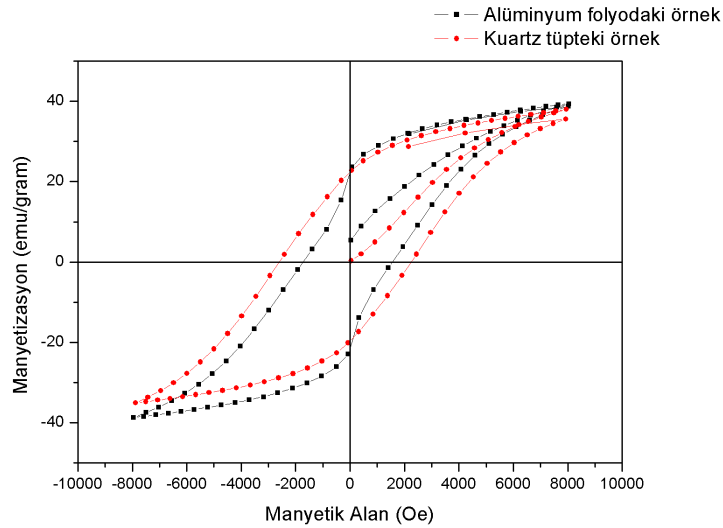
İlk başta kalibrasyon için kullanılan nikelin parafinli olup olmamasının ölçüme bir etkisinin olup olmadığına bakılmıştır. 600°C 'de 1 saat tavlanan 33.7 mg parafinsiz Fe₆₁Pt₃₉ toz örnek alüminyum folyoya konularak hazırlanmış ve parafinli 36.4 mg nikkelle kalibre edilmiştir. Bu durumda koversivite 2522 Oe bulunmuşken aynı örnek 33.4 mg'lık parafinsiz nikkelle kalibre edildiğinde 2411Oe'lik bir koversivite bulunmuştur. Buradan kalibrasyonda kullanılan nikelin parafinli veya parafinsiz hazırlanmasının ölçümü etkilemediği görülmüştür. Örneğin parafinli ve parafinsiz hazırlanmasının VSM ölçümlerine olan etkisini anlamak için iki çeşit örnek hazırlanmıştır. Bu örneklerden elde edilen histeresiz eğrileri şekil 5.8'deki gibidir.



Şekil 5.8: Parafinli nikkelle kalibre edilmiş olan parafinli ve parafinsiz Fe₆₁Pt₃₉ toz örneğin histeresiz eğrileri.

Şekil 5.8'deki siyah olan histeresiz eğrisi 36.4 mg parafinli nikkelle kalibre edilmiş olan 1 saat 600°C 'de tavllanmış 33.7 mg'lık parafinsiz örneğe aittir ve Hc'si

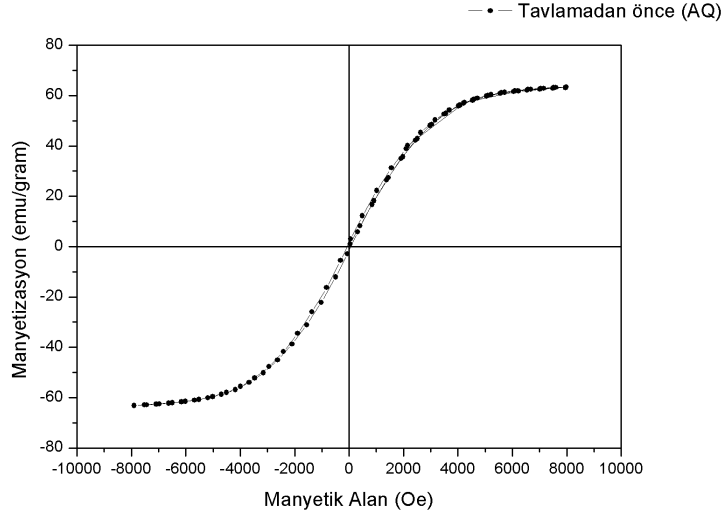
2507Oe'dir. Yeşil olan histeresiz eğrisi ise 22.1 mg parafinli nikelle kalibre edilmiş olan, 1 saat 600°C'de tavlanmış 25.6 mg'lık parafinli örneğe aittir ve H_c 'si 2193Oe'tir. Aralarındaki fark %12 kadardır. Yani örneğin parafinle hazırlanıp hazırlanmaması ölçümde fazla bir değişikliğe sebep olmamaktadır. Önemli olan örneğin, alüminyum folyoda iyice sıkıştırılmış olması ve hareket etmemesidir. 630°C'ye kadar kademeli olarak farklı sıcaklıklardan tavlandıktan sonra VSM ölçümü alınan kuartz tüpteki $Fe_{61}Pt_{39}$ toz örneğin histeresiz eğrisinden elde edilen değerler H_c : 2427Oe, M_s : 38emu/gram ve M_r : 22emu/gram'dır. 700°C'ye kadar kademeli olarak farklı sıcaklıklarda tavlanmış ve alüminyum örnek kabına konulmuş olan toz örneğin VSM ölçümünde ise H_c : 2093Oe, M_s : 39emu/gram ve M_r : 24emu/gram bulunmuştur (şekil 5.9). Yani örnek kabının kuartz tüp veya alüminyum kap olması sonucu değiştirmemiştir.



Şekil 5.9: Kuartz tüpe ve alüminyum folyoya konulmuş olan, 630°C ve 700°C'ye tavlanmış olan toz örneğin histeresiz eğrileri.

Hiçbir ısı işlem uygulanmamış olan $Fe_{61}Pt_{39}$ toz örneğinin VSM ölçümünden şekil 5.10'deki histeresiz eğrisi elde edilmiştir. Elde edilen eğride doyum mıknatıslanması 63 emu/gram, kalan mıknatıslanma 3 emu/gram ve koversivite 65Oe bulunmuştur. Koversivitenin bu kadar az bir değer olması malzemenin kalıcı mıknatıs olmadığını gösterir. Kalan mıknatıslanma 65Oe gibi küçük bir alanla yok edilebilir. Hızlı soğutmayla elde edilen malzemelerin kalıcı mıknatıs özelliğine sahip olabilmeleri için üretimin sırasında ulaşılan sıcaklığın fcc-fct faz geçişi sıcaklığının altında olması gerekir. Ancak toz üretimi esnasında malzemeyi eritebilmek için fcc-fct faz geçiş

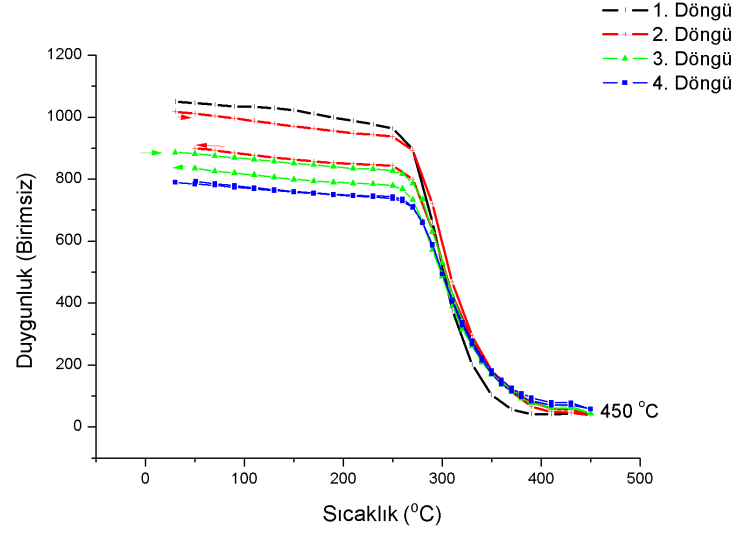
sıcaklığının üzerine çıkılmıştır ve elektriksel boşalımla eriyen malzeme anında gaz yağının içerisinde katılmıştır. Faz geçişi sıcaklığının üzerinde eriyen malzeme, hızlı soğuma ile katılaştığından düzenli faza geçecek yeterli zamanı bulamamış ve yüksek manyetokristalin anizotropisine sahip olmayan A1 fazında kalmıştır.



Şekil 5.10: Tavlama yapılmamış (AQ) toz örneğin histeresiz eğrisi.

Üretilen 59.6 mg'lık toz örnek kuartz tüpün içerisine konularak AC duygunluk sisteminde %10 hidrojen ve argon altında tavllanmış. Gaz, dışı sert plastik olan bir balon içerisine konulmuştur ve tavlama sırasında örneğe verilmiştir. Tavlamanın hidrojen ve argon altında yapılması oldukça önemlidir. Nitekim havada ve azot altında yapılan tavlamalar, örnekte oksitlenmeye sebep olmuştur. Oksitlenen örneğin termomanyetik eğrilerinde demir oksitin Curie sıcaklığı (580°C) belirmiştir. Hidrojen ve argon karışımının konulduğu balon da oldukça önemlidir. Gaz, ince plastikten yapılmış olan lateks balonlarının içine konulursa, balonun gözenekli yapısı hidrojenin kaçmasına olanak sağlar. Bu nedenle, bu şekilde yapılan tavlamalarda örnek oksitlenir. Ancak kauçuktan yapılmış olan bir balonla bu sorun aşılır.

450°C'ye yapılan ilk tavlamada, külçe örneğin aksine, toz örneğin ısıtma ve soğutma eğrileri birbirleriyle çakışmamıştır (şekil 5.11). Bu nedenle döngü dört defa tekrarlanmıştır. Eğrilerdeki uyumsuzluğun sebebi metalografik yapıdaki gerginlikler ve düzensizliklerdir. Yapıdaki gerginlik faz geçişi sırasındaki, fcc ve fct kristal yapılarının örgü parametrelerindeki büyük farktan kaynaklanmaktadır. Bu durum bölüm 2'de ayrıntılı olarak da anlatılmıştır.

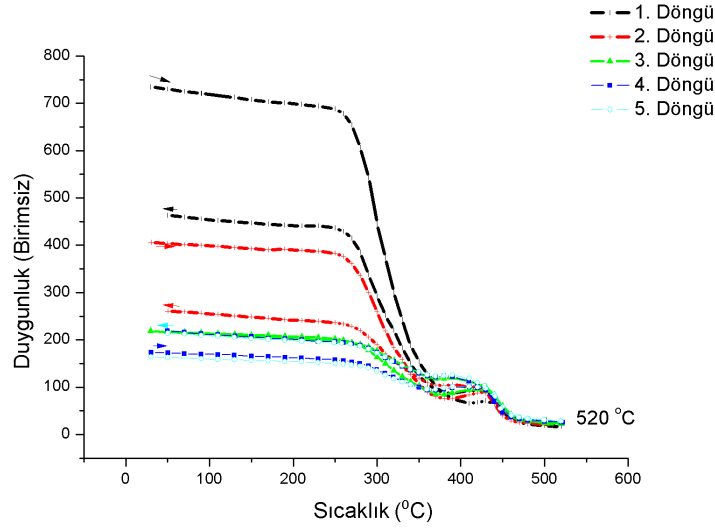


Şekil 5.11: Toz örneğin 450°C’de elde edilen termomanyetik eğrileri.

Her tavlama metalografik yapıdaki gerginlikler ve düzensizlikler azalmaktadır. Bu değişimler de termomanyetik eğrilere yansımaktadır. Isıtma ve soğutma sırasında alınan eğriler birbiriyle uyumlu olduğunda örnek o sıcaklık için ulaşabileceği en düzenli duruma ulaşmaktadır. 450°C’ye kadar yapılan tavlamalarda külçe örneğin tavlamasında görülen Hopkinson piki oluşmaz. Çünkü toz örnek daha öncede değinildiği gibi yüksek sıcaklıktan soğutulurken soğuma sırasında $L1_0$ fazına geçecek yeterli zamanı bulamaz. Termomanyetik eğrilerde de beklenildiği üzere sadece A1 fazına ait 300°C’deki Curie sıcaklığı vardır. Her döngüden sonra VSM ölçümü alınmıştır. Histeresiz ölçümlerinde ısıtma işleminden önceki durumuna göre koversivite %360’lık bir artış gösterse de değerinin 300 Oe olması yapının kalıcı mıknatıs olmadığını gösterir.

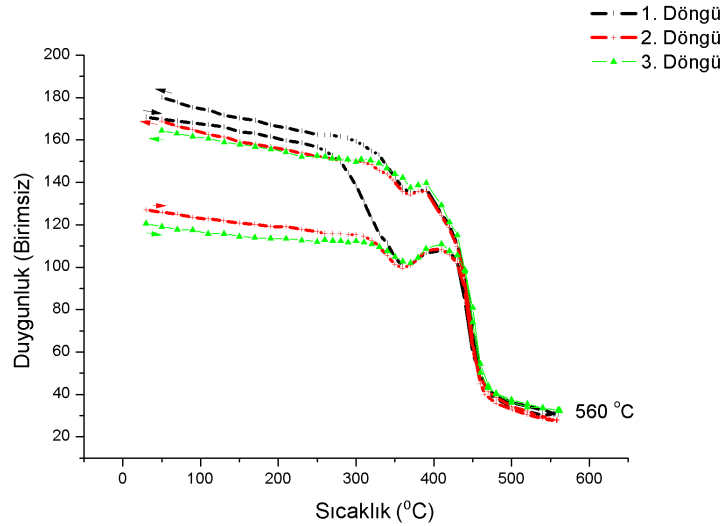
Ölçüme bir üst sıcaklık olan 520°C ile devam edildiğinde, kristal yapının düzeni artmış ve eğri tekrar değişmeye başlamıştır. 520°C’de şekil 5.12’deki gibi 5 döngü yapılmıştır. Hiçbir döngüde tavlama ve soğutma eğrileri birbirinin aynısı olmamıştır. Ancak dördüncü döngü ile beşinci döngü birbirinin aynısı olmuş bu nedenle bu sıcaklık için tavlamaya devam edilmemiştir. 520°C’ye yapılan tavlamalarda A1 fazının yanı sıra $L1_0$ fazına ait (450°C’de) Curie sıcaklığı da ortaya çıkmıştır. Bu da bize bu sıcaklıkta yapılan tavlama $L1_0$ fazının oluşmaya başladığını gösterir. Her döngüden sonra alınan VSM ölçümlerinde koversivitede artış olduğu gözlenmiştir. Birinci döngüde sonra H_c 981Oe iken ikinci döngüde 1836Oe’e, üçüncü döngüde ise

2134Oe'e çıkmıştır. Dördüncü ve beşinci döngülerin ardından elde edilen histeresiz eğrilerinde ise koversivitede değişiklik olmadığı gözlenmiştir.



Şekil 5.12: Toz örneğin 520°C'de elde edilen termomanyetik eğrileri.

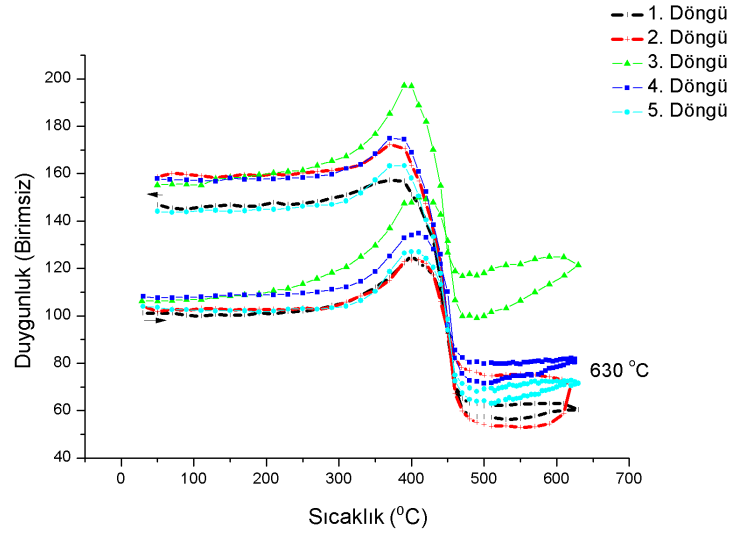
İlk dört döngüde A1 fazının Curie sıcaklığı 300°C iken beşinci döngüde bu sıcaklık 310°C'ye çıkmıştır. A1 fazından (fcc) L1₀ (fct) fazına geçiş keskin değil kademelidir. İnteratomik uzunluklar bu geçiş sırasında değiştiğinden Curie sıcaklığı da buna bağlı olarak değişmiştir. 560°C'de şekil 5.13'deki gibi üç döngü yapılmıştır ve her döngüde A1 fazına ait olan Curie sıcaklığı değişmiştir.



Şekil 5.13: Toz örneğin 560°C'de elde edilen termomanyetik eğrileri.

İlk döngüde A1 fazının Curie sıcaklığı 320°C iken, ikinci döngüde 340°C'ye üçüncü döngüde ise 360°C'ye çıkmıştır. Tavlama sıcaklığı 560°C'ye artırıldığında düzenli

faza geiř artmıřtır. Fcc kristal yapıya sahip tabakanın zerinde byyen $L1_0$ fazı, 110 dzlemlerinin iki tarafında iftlenim yapar. oęu dzenli faz bu dzlemler boyunca oluřur ve deformasyona sebep olur. Tavlama ile birlikte bu deformasyonlardan kaynaklı gerilim azalır. Her dngden sonra alınan VSM lmnde koversivitenin deęiřmedięi ve deęerinin 2300Oe civarında olduęu gzlenmiřtir. 560°C den sonra 590°C'ye yapılan tavlamada A1 fazına ait olan Curie sıcaklıęı tamamen kaybolmuřtur. 630°C'ye yapılan tavlamalarda ise 450°C'deki $L1_0$ fazına ait olan Curie sıcaklıęı bulunmaktadır (izelge 5.2). Bunun yanı sıra dięer eęrilerde olmayan Hopkinson piki bu sıcaklıęa yapılan tavlamalarda oluřmaya bařlamıřtır (řekil 5.14). Ancak kle rneęin termomanyetik eęrilerindeki gibi keskin deęildir.

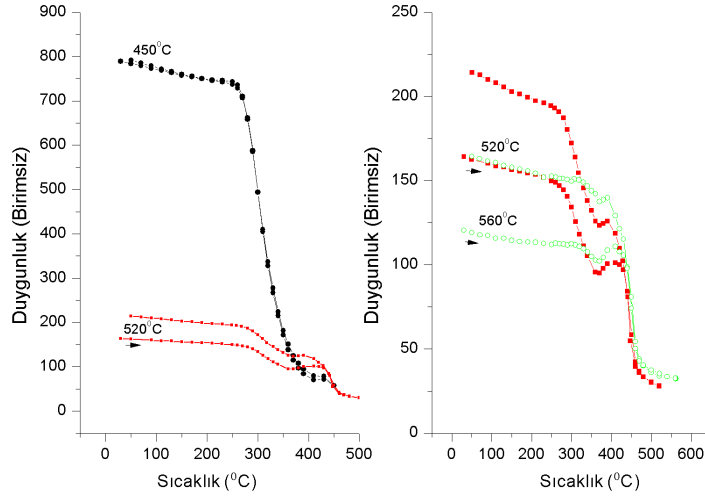


řekil 5.14: Toz rneęin 630°C'de elde edilen termomanyetik eęrileri.

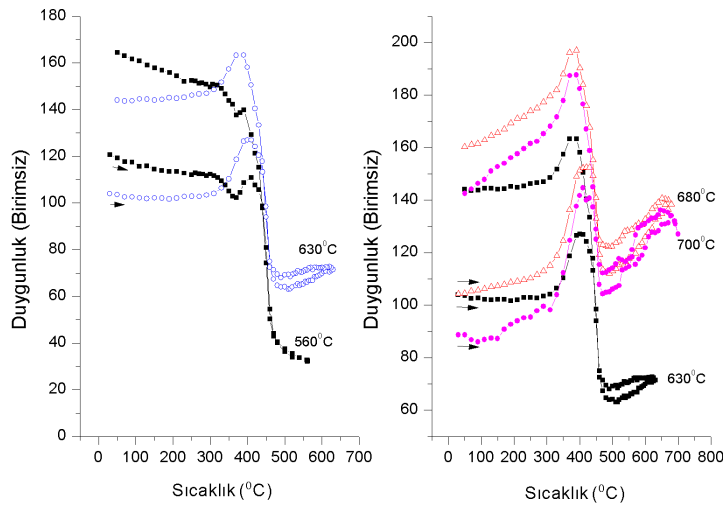
izelge 5.2: Dng sıcaklıęları ve dng sayısına gre deęiřen A1 fazının Curie sıcaklıęı.

Dng Sıcaklıęı°C	Dng Sayısı	A1 fazının T_c
450	4	300
520	4	300
520	1	310
560	1	320
560	1	340
560	1	360
590	1	-
630	6	-
680	3	-
700	1	-

Her döngüden sonra alınan VSM ölçümlerinden elde edilen histeresiz eğrilerinde değişimin olmadığı ve koversivitenin 2400Oe civarında olduğu gözlenmiştir. 680°C ile devam edilen tavlamalarda elde edilen eğriler 630°C'dekilerle benzerlik göstermektedir. Farklı olarak sadece Hopkinson piki artmıştır. 680°C'nin ikinci ve üçüncü döngüleri ile 700°C'ye yapılan ilk döngü birbirinin aynıdır. Buradan, 680°C'de toz zerrelere ulaşabilecekleri en düzenli kristal yapıya ulaştıkları söylenebilir. 680°C'de yapılan tavlamalardan sonra alınan histeresiz eğrilerinde 630°C'ye göre koversivitede %7'lik bir azalma olduğu gözlenmiştir. 450, 520, 560, 630 ve 680°C'ye yapılan tavlamalardan elde edilen son döngüler şekil 5.15 ve 5.16 gibidir.



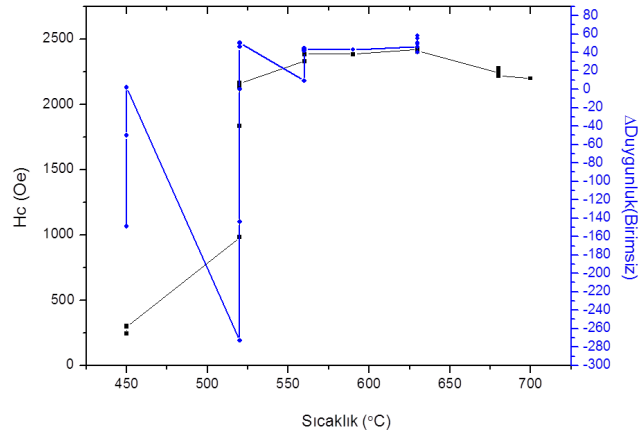
Şekil 5.15: Toz örneğin 450,520 ve 560°C'de elde edilen termomanyetik eğrileri.



Şekil 5.16: Toz örneğin 560,630,680 ve 700°C'de elde edilen termomanyetik eğrileri.

Toz alařımının d zenli fct fazına ait olan Curie sıcaklıęı k l e  rnekten farklı bulunmuřtur. Bunun sebebi alařımın eridięi sıcaklıkta demirin buhar basıncı platininkinden ortalama 3 mertebe daha fazla olduęundan,  retim esnasında oluřan eriyikteki demirin bir kısmı buharlařmıř ve oluřan tozların stokiyometrisi platinin zengin olduęu y ne doęru kaymasıdır [12]. Bu durum SEM’de yapılan stokiyometri tayiniyle de doęrulanmıřtır.

Her tavlamadan sonra  rneęin oda sıcaklıęında sahip olduęu duygunluk deęerinden, tavlamadan  nce sahip olduęu duygunluk deęeri  ıkarılırsa řekil 5.17’deki grafik elde edilmiř olunur.



řekil 5.17: Koversivite ile oda sıcaklıęındaki tavlamadan sonra elde edilen duygunluk ile tavlamadan  nceki duygunluk deęerinin farkının sıcaklıęa g re deęiřimi.

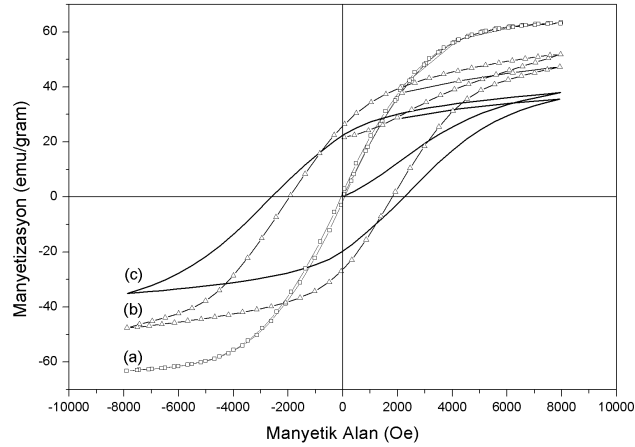
450°C’de yapılan ilk tavlamada duygunluk y ksek bir deęerken, her d ng yle birlikte azalmayla bařlamıřtır. Duygunluęun azalması anizotropinin artmasına baęlıdır. Tavlama sıcaklıęı ve s resi arttıķķa  rneęin anizotropisi arttıęından duygunluęu azalmıřtır. Y ksek manyetik anizotropiye sahip malzemeler y ksek koversiviteye sahiptir ve onları demanyetize etmek zordur. Duygunluk malzemenin dıřarıdan uygulanan manyetik alana g sterdięi tepkidir. Anizotropi arttıķķa dıřarıdan uygulanan manyetik alan doęrultusunda mıknatıslamak zorlařır. Ancak bir kere mıknatıslandıktan sonra manyetik alanın yokluęunda bile mıknatıslanmanın  oęu kalır. Mıknatıslamak zorlařtıęı i in duygunlukta azalır. 450°C’deki ilk d ng de duygunluk oda sıcaklıęında 1046 μV ’da bařlamıř, d ng n n sonunda 897 μV ’da bitmiřtir. Her d ng n n bařlangı taki duygunluk deęeri bir  nceki d ng n n bařlangı taki

duygunluk değerinden daha az olmuştur. Bu da anizotropinin arttığını gösterir. Grafikte, her döngünün sonundaki ve başındaki duygunluk değerlerinin farkı sıcaklıkla artmakta, 520°C'deki ilk döngüde aniden azalmakta daha sonra ise ani bir şekilde artmaktadır. Bu ani artışa koversivitede de bir artış eşlik etmektedir. Tavlamayla birlikte değişen duygunluk ve koversivite değerleri çizelge 5.3'te gösterilmiştir.

Çizelge 5.3: Yapılan tavlama ile birlikte değişen manyetik özellik ve oda sıcaklığındaki duygunluk değerleri.

Tavlama Sıcaklığı °C	M _s emu/gram	M _r emu/gram	H _c Oe	Duygunluk uV
Isıl işlem öncesi	63	3	65	-
450	62	3.5	303	1046/897
450	60	5.1	244	885/835
450	58	6	296	788/790
520	51	13	981	734/461
520	44	18	1836	405/261
520	40	19	2134	218/218
520	41	20	2134	173/219
520	42	20	2162	164/214
560	40	21	2329	171/180
560	39	22	2329	127/169
560	40	22	2384	120/164
590	40	23	2384	119/162
630	38	22	2422	101/147
630	38	22	2427	104/159
630	38	22	2401	106/155
630	39	23	2431	108/158
630	38	23	2416	104/144
630	39	23	2412	103/161
680	43	27	2245	132/132
680	44	27	2273	91/163
680	45	28	2218	104/160
700	44	27	2198	88/142

Şekil 5.18 ısı işlem uygulanmamış toz ile külçe örneğin hysteresis eğrilerini içermektedir. Toz örnek, ısı işlem öncesi yumuşak mıknatıs durumdadır ve koversivitesi 65Oe gibi çok küçük bir değerdir. Bunun sebebi, toz üretimi esnasında arkla oluşan alaşım eriyiğinin, sıvı içinde hızla soğurken, külçe örneğin aksine, L1₀ fazına geçecek yeterli zamanı bulamaması ve yüksek sıcaklık A1 (fcc) yumuşak mıknatıs fazında kalmasıdır. Toz örnek tavlendiğinde koversivite artar ve tavlama yapılmamış külçe örneğe göre daha yüksek bir değere sahip olur.



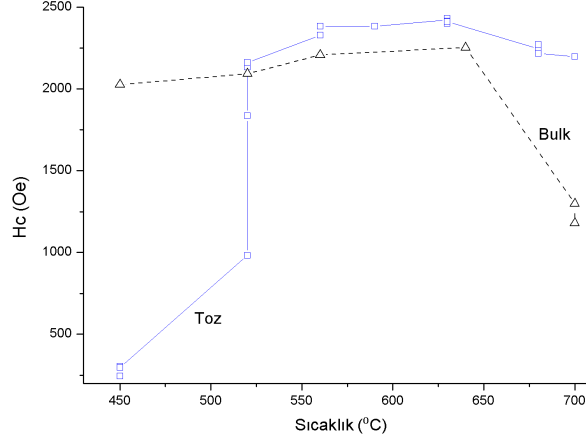
Şekil 5.18: (a) Isıl işlem görmemiş toz örneğin (AQ), (b) Külçe örneğin (AQ) ve (c) 630°C’de tavlanmış toz örneğin histeresiz eğrisi.

FePt alaşımlarının A1 fazı ile L1₀ fazı farklı doyum mıknatıslanmasına sahiptir. A1 fazının doyum mıknatıslanması L1₀ fazından daha yüksektir. Bu durum literatürdeki FePt külçe alaşımlarının şekil 3.9 ve şekil 3.10 ’daki histeresiz eğrileriyle de uyum içindedir.

Şekil 5.18’deki histeresiz eğrilerinin doyum mıknatıslanması daha önce bahsedilen Akulov ekstrapolasyonu ile bulunduğunda; ısıl işlem uygulanmamış toz örnek için $M_s=53.16$ emu/gram iken ekstrapolasyonla $M_s=66.15$ emu/gram, tavlanmamış külçe örnek için $M_s=51.6$ emu/gram iken ekstrapolasyonla $M_s=53.2$ emu/gram, tavlanmış toz örnek için $M_s=38.6$ emu/gram iken ekstrapolasyonla $M_s=41.4$ emu/gram bulunmuştur. Bu sonuçlardan; bulunan doyum mıknatıslanması elde edilen doyum mıknatıslanmasından çok farklı bir değer olmadığı anlaşılır.

Şekil 5.19’deki külçe örneğin, 700°C’lik tavlama sonrasında oda sıcaklığında ölçülen histeresiz eğrisindeki koversivite değeri 640°C’lik tavlama sonrasında ölçülen koversivite değerinden %40 daha azdır. Bunun sebebi, düzenli fazın ortalama zerrecik boyutundaki aşırı büyümedir. Toz alaşımda, 560°C ile 700°C’deki döngülerde alınan histeresiz eğrilerindeki H_c değeri çok az değişmektedir. Bu değişimin az olması üretilen küresel parçacıkların içerisindeki zerreciklerin tavlama ile parçacık büyüklüğüne ulaşmasıdır. Zerreciklerin büyüklüğü küresel parçacıkların büyüklüğünü aşamayacağından, tavlama devam edilsede koversivite değeri değişmez. Toz örnekte 700°C’ye yapılan tavlama koversiviteyi kötüleştirmemiştir ancak, külçe örnekte bu sıcaklığa yapılan tavlama zerreciklerde oluşan aşırı büyüme yüzünden koversivitede

hızlı bir düşüşe sebep olmuştur. Ancak toz örnekte zerrecik büyüklüğü toz parçacığının büyüklüğü ile sınırlı olduğundan, 700°C’de tavlamaya devam edilse de koversivite değişmez.



Şekil 5.19: Külçe ve toz örneğin koversivite değerlerinin tavlamayla değişimi.

5.1.3 Fe₆₇Pt₃₃ toz örnek için sonuçlar

Fe₆₁Pt₃₉ stokiyomerisine sahip tozlarda üretim sırasında demirin azaldığı ve literatürde %55-57 Fe içeren külçe örneklerin Curie sıcaklığı ve koversivite değerine sahip olduğu görülmüştür. %61 demir içeren alaşımlar daha yüksek koversivite verdiği için demir kaybıyla bu orana sahip olacağı beklenen Fe₆₇Pt₃₃ toz örnekleri hazırlanmıştır. AC duygunluk ölçümü, 450,520,560 ve 630°C’ye birer döngü olacak şekilde alınmıştır ve her döngüden sonra da VSM ölçümünden histeresiz eğrisi elde edilmiştir. 450°C’ye yapılan ilk döngüde sadece A1 fazına ait Curie sıcaklığı vardır ve 250°C’dir. 520°C’ye yapılan tavlamada 250°C’deki Curie sıcaklığının yanı sıra L1₀ fazına ait 475°C olan Curie sıcaklığı da belirlemiştir. 560°C’ye yapılan tavlamada da yine iki Curie sıcaklığı mevcuttur. 630°C’ye yapılan tavlamada ise A1 fazına ait Curie sıcaklığı 257°C olmuştur. Sıcaklık arttıkça manyetokristalin anizotropi arttığından duygunluk azalmıştır. Her döngüden sonra alınan histeresiz eğrilerinde, mıknatıslanma doyuma gitmemiştir. Mıknatıslanmanın doyuma ulaşmadığı durumlarda koversivite belirlenemez. Mıknatıslanmayı doyuma götürebilmek için de dışarıdan uygulanan alanın artırılması gerekmektedir. Bunun için kullanılan güç kaynağından daha güçlü bir güç kaynağı kullanılmalıdır.

5.1.4 Toz örneğin X-Işınlari deseni

X-ışınları desenini elde edebilmek için üretilen toz alaşım, X-ışınları difraktometresinin örnek tutucusuna yerleştirilir. Tavlanmamış örnek, çift taraflı bantın üzerine konulur ve bant örnek tutucunun ortasına yapıştırılır. Tavlanmış toz örnek ise örnek tutucusunun içine konulan bir hamurun ortasına şerit halinde konulur. Hamurun, bantın ve örneklerin X-ışını deseni elde edilir. Toz örneklerin X-ışını deseninden hamura ve banta ait olan pikler çıkartılır. Elde edilen sadece toz örneğe ait olan difraktometre deseninden örneğin örgü parametresi, yansıma düzlemleri ve ortalama zerre büyüklükleri bulunur.

Bragg yasası ($2d\sin\theta = n\lambda$) türetilirken ideal durumlar öngörülmüştür. Bu da kristalin kusursuz ve gelen ışığın paralel ve monokromatik olduğu durumdur. Bu durum gerçekte yoktur. Sadece sonsuz kristaller kusursuzdur. Sonlu boyut, kristal kusuru olarak sayılır. Toz malzemelerde kristalit boyutu çok küçük olduğundan, keskin difraksiyon piki verecek olan uygun paralel düzlem sayısı azdır. Bu da difraksiyon deseninde genişlemeye sebep olur. Genişleme kullanılan aletten, kristalit boyutundan ve örgü gerilmesinden kaynaklanır. Kullanılan X-ışının kötü odaklanması α_1 ve α_2 piklerinin ayrışmaması, difraksiyon piklerini genişletir.

B_0 genişliğine sahip X-ışınları piki, aletten kaynaklı B_i genişliğiyle, kristalit büyüklüğü ve örgü gerilmesinden kaynaklı B_r 'nin toplamından oluşur. Elde edilen X-ışınları piki Gaussiyen profile sahip olduğundan B_r , B_0 ve B_i arasındaki bağıntı eşitlik 5.3'deki gibidir.

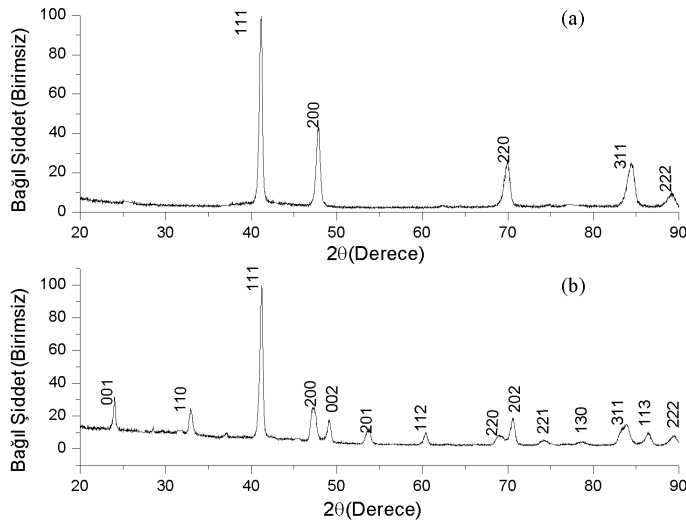
$$B_r^2 = B_0^2 - B_i^2 \quad (5.3)$$

Aletten kaynaklı genişliği bulmak için Si standardının X-ışınları ölçümü alınır. Her pikin maksimum ile minimum şiddet değerinin farkı bulunur ve bu değer yarısına karşılık gelen genişlik (2θ) derece cinsinden ölçülür. Maksimum şiddetin yarı değerine karşılık gelen genişlik (FWHM) 2θ , ikiye bölünüp radyan cinsine çevrilir. Bu şekilde B_i tayin edilmiş olunur. Daha sonra silisyumun pikleri ile aynı 2θ değerinde olan örneğe ait pikler belirlenir ve genişlikleri (B_0) bahsedilen yöntemle bulunur. Elde edilen B_0 ve B_i değerleri eşitlik 5.3'e konularak B_r değeri elde edilir. B_r , $B_{\text{kristalin}}$ ile $B_{\text{gerilmenin}}$ toplamıdır. Bulunan B_r değeri denklem 5.4'teki yerine konulursa L ortalama zerre büyüklüğü bulunur. Çizdirilen $B_r\cos\theta$ 'ya karşılık $\sin\theta$ grafiğinin eğiminden η

gerilme, $\sin\theta$ 'nın sıfır olduğu yerdeki $B_r \cos\theta$ değerinden de $\frac{k\lambda}{L}$ değeri bulunur.

$$B_r = \frac{k\lambda}{L \cos\theta} + \eta \tan\theta \quad (5.4)$$

Denklem 5.4'teki toplamın ilk terimi ($\frac{k\lambda}{L \cos\theta}$) Scherrer formülü olarak anılır. Bu formüldeki L, ortalama zerre büyüklüğü, k bu örnekler için 1 olan sabit sayı, λ ise kullandığımız Cu K_α radyasyonun dalgaboyu olan 0,1543nm'dir. Tavlanmış ve tavlanmamış toz örnekler için bu formülden ortalama zerre büyüklüğü bulunur. Tavlanmamış örnek için bulunan zerre büyüklüğü 160nm, tavlanmış örnek için bulunan ortalama zerre büyüklüğü ise 200nm'dir. Denklem 5.5'de görüldüğü üzere pikin genişliği ile ortalama zerre büyüklüğü ters orantılıdır. Yayvan piklerin genişliği hassas bir şekilde tayin edilebilirken, pikler daraldıkça genişliğin tespitindeki hassasiyet azalır. Elde ettiğimiz X-ışını pikleri dar olduğundan genişlik tespiti çok hassas yapılamamıştır. Bu nedenle, bu formülle bulunmuş olan örneklerin ortalama zerre büyüklükleri kesin bir doğruluk içermez. Buna rağmen, üretilen toz zerreciklerinin kimyasal yöntemle üretilmiş olan zerreciklerin boyutunda da (birkaç nano) olmadığı gösterir. Üretilen toz zerrecikler oldukça büyüktür. Şekil 5.22'de JCPDS'nin ICDD veri tabanındaki verilere göre referans kırınım desenleri kullanılarak indekslenmiş X-ışını kırınım desenleri bulunmaktadır.



Şekil 5.20: (a)Tavlanmamış toz örneğe ait X-Işınları kırınım deseni (b) Tavlanmış toz örneğe ait X-Işınları kırınım deseni.

Tavlanmamış (AQ) toz örnek 04-2588 kodlu referans X-ışınları deseni kullanılarak indekslenmiştir. Örnekten elde edilen piklerin konumları, şiddetleri, kübik FePt

sistemine ait olan referansla uyum içindedir. İndekslenen örnekte Bragg yasasıyla bulunan d değerleri ($2d\sin\theta = n\lambda$) ve h,k,l indeksleri kullanılarak kübik yapının örgü parametresi a bulunur (Denklem 5.5).

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (5.5)$$

Denklemden tavlanmamış örnek için bulunan örgü parametresi $a=3.812\text{\AA}$ 'dır. Bu değer referanstaki $3.8525\text{\AA}$ olan a değeriyle uyumludur.

Tavlanmış (AN) toz örnek 43-1359 referans kodlu fct kristal yapısına ait olan kırınım deseniyle karşılaştırılmıştır. Örnekten elde edilen piklerin şiddeti ve konumu referansla uyumludur. Tetragonel kristal yapının a ve c örgü parametrelerini bulmak için denklem 5.6'deki formül kullanılır. Denklemden a ve c bilinmeyenleri olduğundan iki bilinmeyenli denklem çözümü yapılır.

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (5.6)$$

Denklemden bulunan örgü parametresi $a=3.846\text{\AA}$, $c=3.713\text{\AA}$ 'dür. Bu değerler referans desenin $a=3.8525\text{\AA}$ ve $c=3.7133\text{\AA}$ olan değerleriyle uyumludur.

Çizelge 5.4: Tavlanmış (AN) ve tavlanmamış (AQ) toz örneklerin örgü parametrelerinin değerleri.

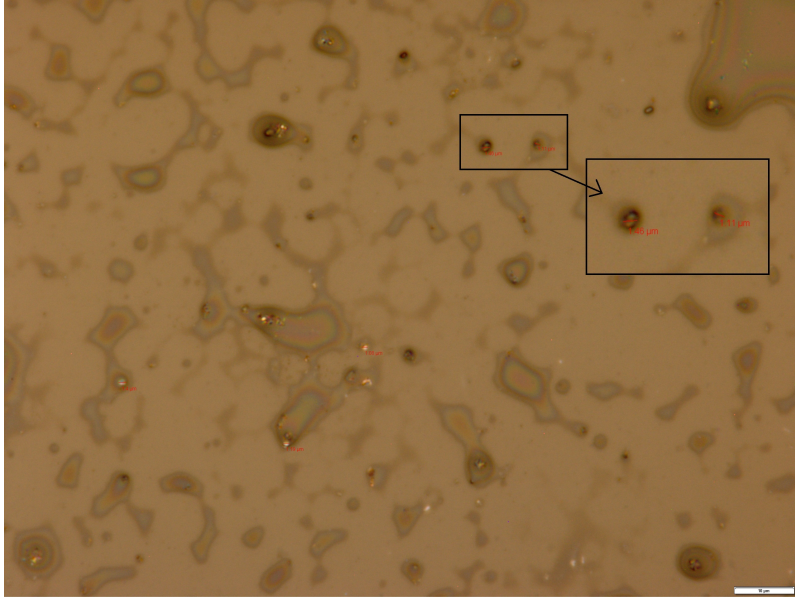
Durum	a	c	c/a
AQ	3.812 $\text{\AA}$	3.812 $\text{\AA}$	1
AN	3.846 $\text{\AA}$	3.713 $\text{\AA}$	0.965

5.1.5 Optik mikroskop görüntüleri

1 μF , 57V'da üretilen toz örneklerin optik mikroskopta görüntüsü alınmıştır. Örnek önce 450°C 'de 10 dakika tavlanmıştır. Curie sıcaklığının üzerinde tavlanan toz örnek paramagnetik olmuş ve bu sayede birbirlerinden az da olsa ayrılmıştır. Zerrelere birbirinden daha fazla ayırabilmek için örnek, cam tüp içerisinde bulunan bir damla oleik asit ve 10 ml metanolden oluşan çözeltiye konulmuştur. Oleik asit zerrelere arasına girerek, zerrelere ayırmıştır. Zerrelere daha çok ayırabilmek için çözeltinin içerisinde bulunan toz örnek ultrases havuzunda 10 dakika çalkalanmıştır. Hazırlanan örnek pipetle cam lamın üzerine konulmuş ve optik mikroskopta görüntüsü alınmıştır. Optik mikroskopta çözünürlük, örnekteki iki nokta arasındaki en kısa mesafenin

görülebirlirliğıyle tanımlanır. Diffraksiyon deseninin kapsamı ve büyüklüğü ışığın dalga boyuna λ ve objektif lenste kullanılan refraktif malzemeye bağlıdır. Burada sonlu bir limit vardır ve bu limitin ötesinde iki ayrı noktaı çözömlmek imkansızdır. Buna diffraksiyon limiti denilir. Çözünörlük d , eşitlik 5.8'deki gibi ifade edilir. Denklemden NA , objektif lensin sayısal açıklığıdır. Kullanılan optik mikroskopun çözünörlüğü 1-2 μm 'dur. Bu nedenle elde edilen görüntülerdeki zerrelerin tek mi yoksa grup halinde mi olduğı anlaşılamamıştır. Bunu anlayabilmek için daha yüksek çözünörlüğe sahip olan SEM'e başvurulmuştur. Optik mikroskopta elde edilen görüntülerde zerre veya zerre grupları genelde 1-5 μm mertebesinde olmuştur.

$$d = \frac{\lambda}{2NA} \quad (5.7)$$

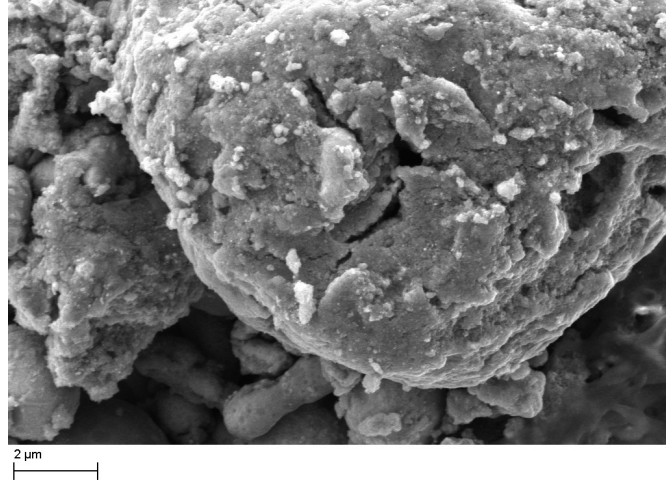


Şekil 5.21: Tavlanmamış FePt örneğinin optik mikroskopta alınan görüntüsü.

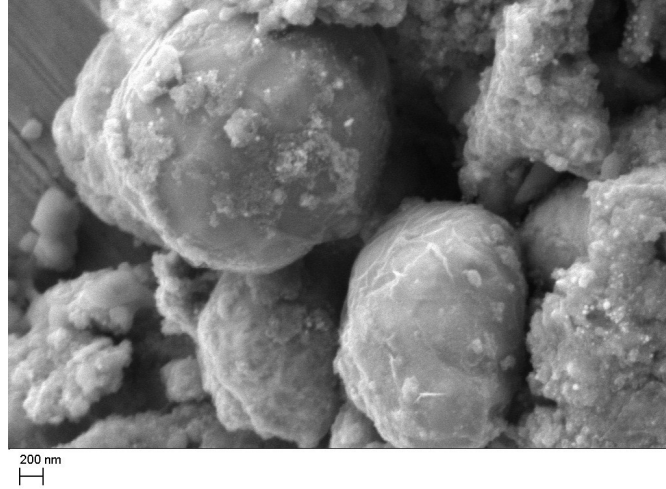
5.1.6 Taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Üretilen $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ toz örneğinin tavlanmadan önce ve sonraki durumlarının SEM görüntüleri alınmıştır. Toz örnekler deiyonize suyun içerisine konulmuş ve bakır alttaşın üzerine püskürtölmüştür. Tavlanmamış $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ örneğinin elde edilen görüntüsünde (şekil 5.22) 10-12 μm boyutunda ve üzerinde çatlaklar olan büyük zerrelere gözlenmiştir. Bu zerrinin üzerinde küçük zerrelere bulunmaktadır ve çatlakların da gaz yağından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Ortası ince iki tane küresel zerreden oluşmuş ancak ayrıışmamış parçacıklar da bulunmaktadır. Aynı örneğin başka bir görüntüsü ise Şekil 5.23'te yer almaktadır. Damarlı dış yüzey gaz yağından kaynaklanmaktadır. Burada da büyük yuvarlak zerrelerin üzerinde 200nm boyutunda küçük zerreler vardır.



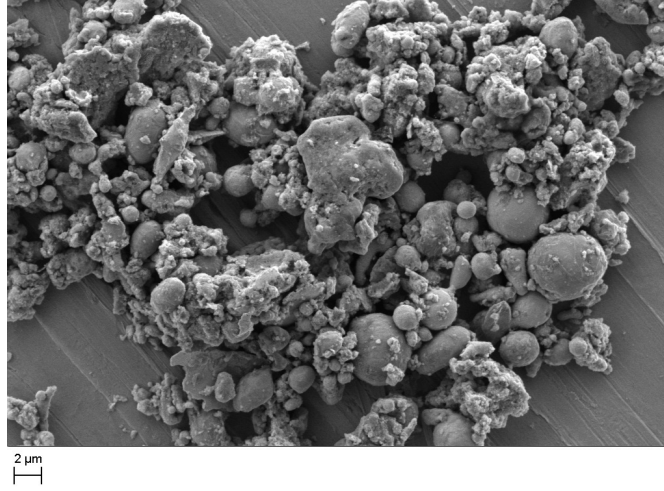
Şekil 5.22: Tavlanmamış Fe₆₁Pt₃₉ toz örneğin SEM görüntüsü.



Şekil 5.23: Tavlanmamış Fe₆₁Pt₃₉ toz örneğin SEM görüntüsü.

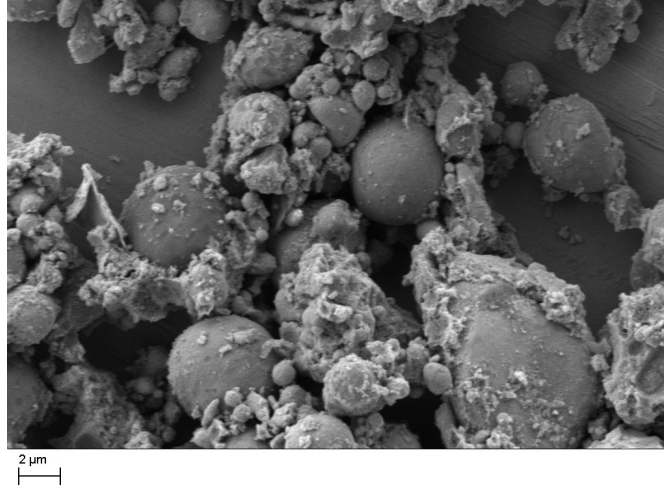
Şekil 5.24'de ise 2-6 μm boyutunda küresel zerreler ile çok küçük boyutlu küresel ve şekilsiz zerreler bulunmaktadır. Zerrelerin şekillerindeki bu farklar üretim esnasında oluşan kıvılcımlardan kaynaklanmaktadır. Aynı mertebedeki parçacıklara sahip olabilmek için üretim esnasında bir sparkın oluşması gerekir. Ancak eşit olması gereken iki sparkın birbirinden farklı olması veya bir defada bir boşalım yerine iki boşalım olmasından ötürü farklı mertebedeki parçacıklar oluşabilir. Şekilsiz zerrelerin oluşumu örnek ergimesi sırasında buharlaşan malzemeden kaynaklıdır. Küçük küresel

zerreler daha fazladır. Bu da üretim esnasında düzenli olarak küçük küresel zerrelere oluşan sparkın oluştuğunu gösterir.



Şekil 5.24: Tavlanmamış Fe₆₁Pt₃₉ toz örneğin SEM görüntüsü.

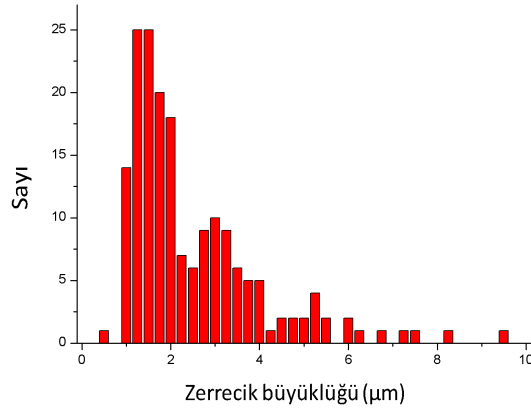
Şekil 5.25’de tavlanmış Fe₆₁Pt₃₉ toz örnekteki küresel parçacıklar görülmektedir. Görüntüde beyaz renkli olan ve zerrelere küme gibi gösteren şey gaz yağıdır.



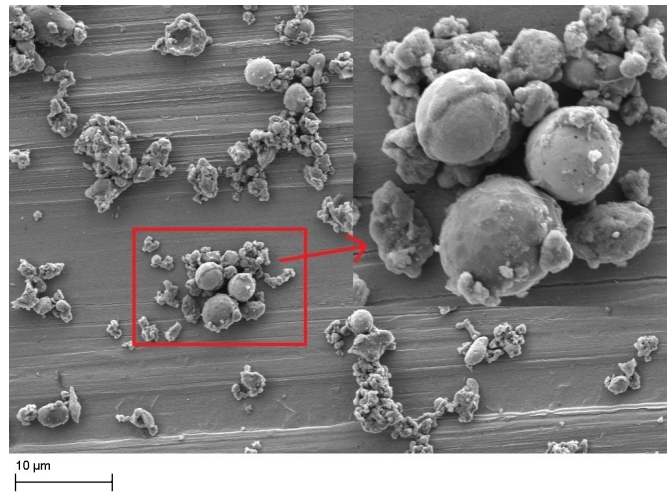
Şekil 5.25: Tavlanmış Fe₆₁Pt₃₉ toz örneğin SEM görüntüsü.

Gaz yağı yalıtkan olduğundan bu renk bir görüntü verir. Tavlanmış örnekte zerrelere birbirinden daha ayrıktır. SEM görüntülerinden elde edilen histogramdan parçacıkların büyük çoğunluğunun 1 ila 2 μm olduğu tespit edilmiştir (şekil 5.26).

Şekil (şekil 5.27)’de ise tavlanmamış Fe₆₇Pt₃₃ toz örnekte zerrelere uzaktan ve yakından alınan görüntüleri bulunmaktadır. Burada büyük zerrelere kümeleşmiş küçük zerrelere oluşmadığı açıkça görülür. Herbiri tekil birer parçacıktır.



Şekil 5.26: SEM görüntülerinden elde edilmiş olan histogram.



Şekil 5.27: Tavlanmamış $\text{Fe}_{67}\text{Pt}_{33}$ toz örneğin SEM görüntüsü.

SEM sisteminde X-ışını enerji saçılım spektrometresi (Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS) mevcuttur. Bu sayede tozların stokiyometrisi kaba bir şekilde belirlenebilir. Burada örneğin kompozisyonu karakteristik X-ışınıyla tayin edilmektedir. Moseley yasasına göre $K\alpha_1$, $L\alpha_1$ ve $M\alpha_1$ spektrumu çizgilerinin dalga boyu atom numarasının karesiyle ters orantılıdır. Saçılan X-ışının enerjisi de $(Z - 1)^2$ ile orantılıdır. Bu nedenle ağır atomlarda bir alt seviyedeki elektronu bir üst seviyeye çıkarmak için gerekli olan enerji daha fazladır, bu da ağır atomların belirlenmesini zorlaştırır. $L\alpha_1$ ve $M\alpha_1$ spektrumu doğru belirlenemez. Çeşitli bölgelerden alınan EDS ölçümlerinde alttaştan dolayı bakır, az miktarda oksijen, karbon, platin ve demir tayin edilmiştir. Karbon gaz yağından kaynaklanmaktadır. Platin ve demir oranına bakıldığında tavlanmamış $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ örnek için ortalama Fe oranı %57, tavlanmış örnekte ise %59 bulunmuştur. Tavlanmamış $\text{Fe}_{67}\text{Pt}_{33}$ örnekte

ise %62 bulunmuştur. Buradan demir oranı %7-8 oranında azaldığı görülmektedir. Bu da Curie sıcaklığındaki farklılığı açıklamaktadır. Zerrelerin dışındaki gaz yağından kurtulunsaydı stokiometri tayini daha doğru yapılacaktı. Bu nedenle bir sonraki çalışmada elde edilen zerrecikler plastik içerisine konulacak, plastik disk zımparalanacak, bu sayede parçacıkların üst taraflarının traşlanması sağlanacaktır. Böylece parçacıkların içerisindeki gerçek kompozisyon, tayin edilebilecektir.

5.1.7 SQUID sonuçları

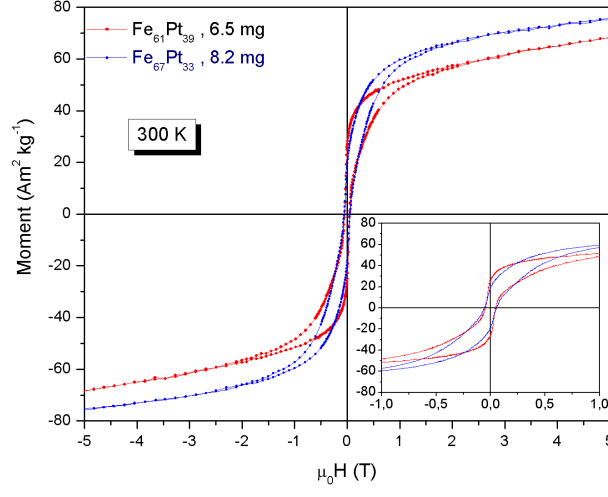
Şekil 5.8'deki kapsül şeklindeki örnek kabına konulmuş 4 saat 630°C'de tavllanmış olan 6.5mg'lık $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ toz örnek ile 8.2mg'lık $\text{Fe}_{67}\text{Pt}_{33}$ toz örneğin SQUID'de oda sıcaklığında alınan histeresiz ölçümleri bulunmaktadır. SQUID'in açılımı 'Süperiletken Kuantum Arayüz Aleti'dir ve Josephson eklemleri içeren süper iletken halkalardan oluşur. Yüksek alanlara kadar çıkabilmektedir. 6.5mg $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ tavllanmış toz örnek için $H_c=460$ Oe, $M_r=26$ emu/gram, $M_s=68$ emu/gram bulunmuştur. SQUID için hazırlanan örnek kabında bulunan $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ toz örneğin VSM ölçümü alındığında, çizelge 5.5'deki sonuçlara ulaşılmıştır.

Çizelge 5.5: 4 saat 630°C'de tavllanmış $\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$ ve $\text{Fe}_{67}\text{Pt}_{33}$ toz örneklerin SQUID ve VSM ölçümlerinin sonuçları.

$\text{Fe}_{61}\text{Pt}_{39}$	$\text{Fe}_{67}\text{Pt}_{33}$
SQUID	SQUID
$H_c:460\text{Oe}$	$H_c:540\text{Oe}$
$M_r:26$ emu/gram	$M_r:23$ emu/gram
$M_s:68$ emu/gram	$M_s:75$ emu/gram
VSM	VSM
$H_c:507\text{Oe}$	$H_c:434\text{Oe}$
$M_r:21$ emu/gram	$M_r:12$ emu/gram
$M_s:27$ emu/gram	$M_s:24$ emu/gram

SQUID ile VSM'de alınan ölçümler birbirleriyle uyumludur. Ancak VSM'de aynı örnek, örnek kabı olarak kuartz tüp veya alüminyum folyo kullanılarak ölçüldüğünde 2400Oe civarında koversiviteye sahip olduğu görülmüştür. Bu farkın sebebi örnek kabının geometrisidir. SQUID ölçümü için hazırlanan örnek kabuk şeklindedir. Bu nedenle dışarıda oluşan demanyetizasyon alanı çizgileri takdirde her yerde eşit ve homojen olmaz. Malzemenin içindeki ve dışındaki manyetik alan çizgilerinin düzgün olması ölçümün doğru olması için önemlidir. Aynı örneğin kuartz tüp ve kapsül

örnek kabında alınan ölçümlerindeki doyum mıknatıslanmasındaki fark uygulanan manyetik alanın yönünden kaynaklanmaktadır. VSM’de manyetik alan yatay yönde uygulanırken, SQUID’de düşey yönde uygulanmaktadır.



Şekil 5.28: Tavlanmış toz örneklerin SQUID ölçümü.

KAYNAKLAR

- [1] **O’Handley, R.**, 1999. Modern Magnetic Materials: Principles and Applications, John Wiley & Sons.
- [2] **Url-2**, {<<http://en.wikipedia.org/wiki/Demagnetizingfield>>}, alındığı tarih; 27.11.2012.
- [3] **Coey, J.**, 2010. Magnetism and Magnetic Materials, Cambridge University Press.
- [4] **Antoniak, C., Spasova, M., Trunova, A., Fauth, K., Farle, M. ve Wende, H.**, 2009. Correlation of magnetic moments and local structure of FePt nanoparticles, *Journal of Physics: Conference Series*, **190**, 012118.
- [5] **Kandaurova, G., Vlasova, N., Onoprienko, L. ve Shchegoleva, N.**, 1992. Cooperative domain structures in highly anisotropic alloys with twinned microstructure, *Physics-Uspekhi*, **35**, 420–438.
- [6] **Tanaka, Y., Kimura, N., Hono, K., Yasuda, K. ve Sakurai, T.**, 1997. Microstructures and magnetic properties of Fe—Pt permanent magnets, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **170**, 289 – 297.
- [7] **Watanabe, K. ve Masumoto, H.**, 1983. On the high-energy product Fe-Pt permanent magnet alloys, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, **24**, 627–632.
- [8] **Watanabe, K., Kaneko, T. ve Ohnuma, S.**, 1994. Temperature dependence of magnetic properties in Co-Pt, Fe-Pt and Cr-Pt permanent magnet alloys, *Materials Transactions*, **35**, 136–141.
- [9] **Watanabe, K.**, 1988. Crystal structures and permanent magnet properties of Fe-Pt Alloys, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, **29**, 80–84.
- [10] **Brück, E., Xiao, Q., Thang, P., Toonen, M., de Boer, F. ve Buschow, K.**, 2001. Influence of phase transformation on the permanent-magnetic properties of Fe-Pt based alloys, *Physica B: Condensed Matter*, **300**, 215–229.
- [11] **Xiao, Q., Brück, E., Zhang, Z., de Boer, F. ve Buschow, K.**, 2003. Ordering transformation and magnetic properties of Fe_{59.75}Pt_{39.5}Nb_{0.75}, *Physica B: Condensed Matter*, **339**, 228–236.
- [12] **Watanabe, K.**, 1991. Permanent magnet properties and their temperature dependence in the Fe-Pt-Nb alloy system, *Materials Transactions*, **32**, 292–298.

- [13] **Xiao, Q., Brück, E., Zhang, Z., de Boer, F. ve Buschow, K.**, 2004. Effect of ordering transformation rate on the magnetic properties of FePt based bulk alloys, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **280**, 381–390.
- [14] **Kittel, C.**, 1986. Introduction to Solid State Physics, John Wiley & Sons, Inc., New York, 6th sürüm.
- [15] **Spaldin, N.**, 2010. Magnetic Materials: Fundamentals and Applications, Cambridge University Press.
- [16] **Coey, J.**, 2012. Permanent magnets: Plugging the gap, *Scripta Materialia*, **67**, 524 – 529.
- [17] **Url-1**, {<<http://en.wikipedia.org/wiki/Superparamagnetism>>}, alındığı tarih; 27.11.2012.
- [18] **Xiao, Q., Brück, E., Zhang, Z., de Boer, F. ve Buschow, K.**, 2004. Phase transformation and magnetic properties of Fe-Pt-based bulk alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, **364**, 315–322.
- [19] **Sun, S., Anders, S., Thomson, T., Baglin, J., Toney, M., Hamann, H., Murray, C. ve Terris, B.**, 2003. Controlled Synthesis and Assembly of FePt Nanoparticles, *The Journal of Physical Chemistry B*, **107**, 5419–5425.
- [20] **Sun, S., Murray, C., Weller, D., Folks, L. ve Moser, A.**, 2000. Monodisperse FePt Nanoparticles and Ferromagnetic FePt Nanocrystal Superlattices, *Science*, **287**, 1989–1992.
- [21] **Zeng, H., Li, J., Liu, J., Wang, Z. ve Sun, S.**, 2002. Exchange-coupled nanocomposite magnets by nanoparticle self-assembly, *Nature*, **420**, 395–398.
- [22] **Hai, N., Dempsey, N. ve Givord, D.**, 2003. Hard magnetic Fe–Pt alloys prepared by cold-deformation, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **262**, 353–360.
- [23] **Gopalan, R., Kündig, A., Ohnuma, M., Kishimoto, S. ve Hono, K.**, 2005. Mechanically milled and spark plasma sintered FePt-based bulk magnets with high coercivity, *Scripta Materialia*, **52**, 761–765.
- [24] **Rong, C., Nandwana, V., Poudyal, N., Li, Y., Liu, J., Ding, Y. ve Wang, Z.**, 2007. Formation of Fe₃Pt phase in FePt-based nanocomposite magnets, *Journal of Physics D: Applied Physics*, **40**, 712–716.
- [25] **Rong, C.B., Li, D., Nandwana, V., Poudyal, N., Ding, Y., Wang, Z., Zeng, H. ve Liu, J.**, 2006. Size-Dependent Chemical and Magnetic Ordering in L1₀-FePt Nanoparticles, *Advanced Materials*, **18**, 2984–2988.
- [26] **Saha, S., Thong, C., Huang, M., Obermyer, R., Zande, B., Chandhok, V., Simizu, S. ve Sankar, S.**, 2002. Magnetic and mechanical properties of (Fe,Co)-Pt bulk alloys prepared through various processing techniques, *Journal of Applied Physics*, **91**, 8810–8812.

- [27] **Berry, D. ve Barmak, K.**, 2007. Effect of alloy composition on the thermodynamic and kinetic parameters of the A1 to L1₀ transformation in FePt, FeNiPt, and FeCuPt films, *Journal of Applied Physics*, **102**, 024912.
- [28] **Barmak, K., Kim, J., Berry, D., Hanani, W., Wierman, K., Svedberg, E. ve Howard, J.**, 2005. Calorimetric studies of the A1 to L1₀ transformation in binary FePt thin films with compositions in the range of 47.5-54.4%at.Fe, *Journal of Applied Physics*, **97**, 024902.
- [29] **Kunieda, M., Lauwers, B., Rajurkar, K. ve Schumacher, B.**, 2005. Advancing EDM through Fundamental Insight into the Process, *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, **54**, 64–87.
- [30] **Kamer, O.**, 2011. Simple spark erosion device based on optical disk or hard disk drive actuators, *Review of Scientific Instruments*, **82**, 123906.
- [31] **Ang, K., Alexandrou, I., Mathur, N., Amaratunga, G. ve Haq, S.**, 2004. The effect of carbon encapsulation on the magnetic properties of Ni nanoparticles produced by arc discharge in de-ionized water, *Nanotechnology*, **15**, 520.
- [32] **Ekmekci, B., Sayar, A., Öpöz, T. ve Erden, A.**, 2009. Geometry and surface damage in micro electrical discharge machining of micro-holes, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **19**, 105030.
- [33] **Sano, N., Wang, H., Chhowalla, M., Alexandrou, I. ve Amaratunga, G.**, 2001. Synthesis of carbon 'onions' in water, *Nature*, **414**, 506–507.
- [34] **Xie, S.Y., Ma, Z.J., Wang, C.F., Lin, S.C., Jiang, Z.Y., Huang, R.B. ve Zheng, L.S.**, 2004. Preparation and self-assembly of copper nanoparticles via discharge of copper rod electrodes in a surfactant solution: a combination of physical and chemical processes, *Journal of Solid State Chemistry*, **177**, 3743–3747.
- [35] **Nersessian, N., Or, S., Carman, G., Choe, W. ve Radousky, H.**, 2004. Hollow and solid spherical magnetostrictive particulate composites, *Journal of Applied Physics*, **96**, 3362–3365.
- [36] **Berkowitz, A., Harper, H., Smith, D., Hu, H., Jiang, Q., Solomon, V. ve Radousky, H.**, 2004. Hollow metallic microspheres produced by spark erosion, *Applied Physics Letters*, **85**, 940 –942.
- [37] **Hong, J., Solomon, V., Smith, D., Parker, F., Summers, E. ve Berkowitz, A.**, 2006. One-step production of optimized Fe–Ga particles by spark erosion, *Applied Physics Letters*, **89**, 142506.
- [38] **Solomon, V., Hong, J., Tang, Y., Berkowitz, A. ve Smith, D.**, 2007. Electron microscopy investigation of spark-eroded Ni-Mn-Ga ferromagnetic shape-memory alloy particles, *Scripta Materialia*, **56**, 593 – 596.

- [39] **Monastyrsky, G., Yakovenko, P., Kolomytsev, V., Koval, Y., Shcherba, A. ve Portier, R.**, 2008. Characterization of spark-eroded shape memory alloy powders obtained in cryogenic liquids, *Materials Science and Engineering: A*, **481-482**, 643 – 646.
- [40] **Byeon, J., Park, J. ve Hwang, J.**, 2008. Spark generation of monometallic and bimetallic aerosol nanoparticles, *Journal of Aerosol Science*, **39**, 888 – 896.
- [41] **Carrey, J., Radousky, H. ve Berkowitz, A.**, 2004. Spark-eroded particles: Influence of processing parameters, *Journal of Applied Physics*, **95**, 823–829.
- [42] **Foner, S.**, 1959. Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer, *Review of Scientific Instruments*, **30**, 548–557.
- [43] **Burgei, W., Pechan, M. ve Jaeger, H.**, 2003. A simple vibrating sample magnetometer for use in a materials physics course, *American Journal of Physics*, **71**, 825–828.
- [44] **Shahabuddin, M. ve Alzayed, N.**, 2006. Design of ac susceptometer using closed cycle helium cryostat, *physica status solidi (c)*, **3**, 3002–3006.
- [45] **Cullity, B.**, 1956. Elements of X-ray diffraction, Addison-Wesley Pub. Co.

ÖZGEÇMİŞ

Ad Soyad: Pelin Tozman

Doğum Yeri ve Tarihi: Eskisehir 03.01.1988

Adres: İTÜ Ayazağa Kampüsü, Fen–Edebiyat Fakültesi, Fizik Mühendisliği Bölümü, Ofis No: B4-117 Maslak–İSTANBUL.

E-Posta: ptozman@itu.edu.tr

Lisans: Hacettepe Üniversitesi, Fizik Mühendisliği Bölümü



TEZDEN TÜRETİLEN YAYINLAR/SUNUMLAR

- **Tozman P.** and Kamer O. 2012: Synthesis Fe-Pt powder by electric discharge and investigation of their magnetic and structural properties (*Yazım aşamasında.*)
- **Tozman P.** and Kamer O. 2012: Synthesis Fe-Pt powder by electric discharge and investigation of their magnetic and structural properties (*Poster sunumu, JEMS 2012, Parma.*)