ANKARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Cu_2MnAl ŞERİTLERİN MANYETİK VE MİKROYAPI ÖZELLİKLERİ

Çağrı BEŞE

FİZİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ANKARA
2017

Her hakkı saklıdır

TEZ ONAYI

Çağrı BEŞE tarafından hazırlanan **"Cu_2MnAl Şeritlerin Manyetik Ve Mikroyapı Özellikleri"** adlı tez çalışması 27/12/2017 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Doç. Dr. Eyüp DUMAN
Ankara Üniversitesi Enerji Mühendisliği Anabilim Dalı

Jüri Üyeleri:

Başkan: Doç. Dr. Öznur ÇAKIR
Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi
Fizik Anabilim Dalı

Üye: Doç. Dr. Eyüp DUMAN
Ankara Üniversitesi Enerji Mühendisliği Anabilim Dalı

Üye: Doç. Dr. Şinasi Barış EMRE
Ankara Üniversitesi Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Atila YETİŞEMİYEN
Enstitü Müdürü

ETİK

Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez içindeki bütün bilgilerin doğru ve tam olduğunu, bilgilerin üretilmesi aşamasında bilimsel etiğe uygun davrandığımı, yararlandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi beyan ederim.

27.12.2017



Çağrı BEŞE

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

CU$_2$MNAL ŞERİTLERİN MANYETİK VE MİKROYAPI ÖZELLİKLERİ

Çağrı BEŞE

Ankara Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Eyüp DUMAN

Bu tez çalışmasında külçe halinde hazırlanan alaşım bir örnekten, şerit örnekler hazırlanmasında, üretim parametrelerinin şeridin manyetik ve mikroyapı özelliklerine etkisi incelenmiştir. Bu amaçla tez çalışması kapsamında,çok geniş uygulama alanları bulunan, şekil hafıza ve manyetokalorik özellikleri dolayısıyla bilimsel camiada son 30 yıldır büyük ilgi gören Heusler alaşımlarından, Cu_2MnAl sistemi incelenmiştir. Bunun için alaşımı oluşturan elementler istenilen kompozisyona göre tartılarak, ark fırınında birleştirilerek külçe örnekler hazırlanmıştır. Ardından külçe örnekler şerit ergitme sisteminde, farklı basınç ve farklı pota-tekerlek mesafeleri ile üretilmiştir. Üretilen şerit örneklerin Curie sıcaklıkları yakınlarında manyetizasyon ölçümleri, titreşimli örnek manyetometresi (VSM) kullanılarak yapılmıştır. Ayrıca manyetik kuvvet mikroskopisi (MFM) yöntemi ile de örneklerin manyetik yapıları incelenmiştir. Atomik kuvvet mikroskopisi (AFM) ile de, şerit örneklerin yüzey morfolojileri incelenmiştir. Örneklerin kompozisyon analizleri taramalı elektron mikroskobunda (SEM) bulunan enerji dağılımlı X-ışını dedektörü (EDX) kullanılarak yapılmıştır. Şeritlerin kalınlıkları da, taramalı elektron mikroskobu ile şeritlerin kesitlerinin incelenmesi ile bulunmuştur.

Tez çalışması kapsamında, literatürde daha önce incelenmemiş olan, şerit üretim parametrelerinin şerit kalitesine, manyetik ve yapısal özelliklere etkisi incelenerek, en uygun üretim parametrelerinin bulunması amaçlanmıştır.

Aralık 2017, 54 sayfa

Anahtar Kelimeler: Heusler alaşımları, manyetik şerit, ferromanyetizma

ABSTRACT

Master Thesis

MAGNETIC AND MICROSTRUCTURE PROPERTIES OF CU_2MNAL MELT-SPUN RIBBONS

Çağrı BEŞE

Ankara University
Graduate School of Natural and Applied Science
Department of Engineering Physics

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Eyüp DUMAN

In this work, melt-spun ribbons have been produced with different production parameters from alloy bulk sample. Magnetic and microstructure properties of ribbons have been analized. For find the most suitable production parameters, a Heusler alloy, Cu_2Mn;Al alloy is chosed. Bulk sample of alloy is prepared with arc melter. Then ribbons produced with melt spinner system, using different production parameters. Magnetic measurement is worked with Vibrating Sample Magnetometer near Curie temperature. Also magnetic structures are observed with magnetic force microscopy technique. Furthermore surface morphology of samples is investigated with atomic force microscope. The composition analizations are done with Dispersive X-ray Spectroscopy and thickness of samples are measured with Scattering Electron Microscope.

In this study, the effect of ribbon production parameters to ribbon quality, magnetic and structural properties of samples is searched and most suitable parameters are trying to be found.

December 2017, 54 pages

Key Words: Heusler alloys, magnetic melt spun ribbons, ferromagnetism

TEŞEKKÜR

Tez çalışmamı gerçekleştirebilmemi sağlayan, gelişimim ve daha iyi bir araştırmacı olmam için desteğini esirgemeyen danışmanım Sayın Doç. Dr. Eyüp DUMAN'a (Ankara Üniversitesi Enerji Mühendisliği Anabilim Dalı) teşekkür ederim.

Yüksek lisans eğitimim boyunca Manyetik Malzemeler Araştırma Grubu'nda yaptığımız çalışmalarda yardım ve önerilerini esirgemeyerek, akademik kariyerim için beni motive eden Sayın Prof. Dr. İlker DİNÇER'e (Ankara Üniversitesi Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı) teşekkür ederim.

Çalışmalarım boyunca bana destek olan dostlarıma, bana gösterdikleri ilgi ve sabırları için teşekkür ederim.

Hayatım boyunca bana hep inanan, tüm imkanlarını zorlayarak beni her koşulda destekleyen ve yüksek lisans eğitimimi de tamamlamamı sağlayan sevgili annem Nurten KARAKÖK'e çok teşekkür ederim.

Çağrı BEŞE
Ankara, Aralık 2017

İÇİNDEKİLER

TEZ ONAY SAYFASI

ETİK ..... **i**

ÖZET ..... **ii**

ABSTRACT ..... **iii**

TEŞEKKÜR ..... **iv**

SİMGELER DİZİNİ ..... **vii**

ŞEKİLLER DİZİNİ ..... **viii**

ÇİZELGELER DİZİNİ ..... **x**

1. GİRİŞ **1**

2. KURAMSAL TEMELLER **3**

2.1 Manyetizma **3**

2.1.1 Diamanyetizma **4**

2.1.2 Paramanyetizma **5**

2.1.3 Ferromanyetizma **9**

2.2 Faz Geçişleri **11**

2.3 Heusler Alaşımları **18**

2.3.1 Yarı Heusler Alaşımlar **19**

2.3.2 Kristal Yapıları **19**

3. MATERYAL VE YÖNTEM **21**

3.1 Alaşımların Hazırlanması **21**

3.2 Alaşımların Karakterizasyonu **23**

3.2.1 Mıknatıslanma ölçümleri **23**

3.2.2 Atomik kuvvet mikroskobu **24**

3.2.3 Taramalı elektron mikroskobu **32**

4. ARAŞTIRMA BULGULARI 35

4.1 Örneklerin Yapısal Özellikleri 35

4.2 Örneklerin Manyetik Özellikleri 43

5. TARTIŞMA VE SONUÇLAR 49

KAYNAKLAR 52

ÖZGEÇMİŞ 54

SİMGELER DİZİNİ

M	Mıknatıslanma
H	Manyetik alan
B	Manyetik indüksiyon
μ_0	Boş uzayın manyetik geçirgenliği
μ_r	Malzemenin manyetik geçirgenliği
E	Enerji
m	Manyetik moment
k_B	Boltzmann sabiti
G	Gibbs serbest enerjisi
P	Basınç
V	Hacim
S	Entropi
T_C	Curie sıcaklığı
M_s	Martensit fazın başlangıç sıcaklığı
M_f	Martensit geçişin tamamlandığı sıcaklık
A_s	Austenite fazın başlangıç sıcaklığı
A_f	Austenite geçişin tamamlandığı sıcaklık

Kısaltmalar

AKM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
MKM	Manyetik Kuvvet Mikroskobu
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
VSM	Titreşimli Örnek Manyetometresi
EDX	Enerji Dağılımlı X-ışını Spektrometresi
SE	İkincil Elektron Dedektörü
BSD	Geri Saçılan Elektron Dedektörü

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 Diamanyetik malzemenin manyetik alana bağlı mıknatıslanması ve sıcaklığa bağlı manyetik duygunluğu 5

Şekil 2.2 θ ve dθ komşuluğunu çevreleyen küre (Blundell 2001) 6

Şekil 2.3 Paramanyetik malzemenin M-H ve χ -T eğrileri 8

Şekil 2.4 Ferromanyetik bir malzemenin manyetik alana göre mıknatıslanması 11

Şekil 2.5 Bir sistemin denge durumlarının Gibbs serbest enerjileri (Porter 1992) 12

Şekil 2.6.a. Birinci dereceden, b. ikinci dereceden faz geçişlerinin termodinamik karakteristikleri 14

Şekil 2.7 Austenite-Martensite faz geçişinde Gibbs serbest enerjisi değişimi 15

Şekil 2.8 Austenite(A) durumdan Martensite(M) durumuna geçişin şematik gösterimi 16

Şekil 2.9 Martensitik geçiş sıcaklığı yakınlarında sıcaklıkla mıknatıslanmanın değişimi 17

Şekil 2.10 Heusler alaşımını oluşturan elementler (Graff vd. 2011) 18

Şekil 2.11. a.Kaya tuzu kristal yapısı, b.ZnS kristal yapısı, c.Yarı Heusler kristal yapısı, d.Tam Heusler kristal yapısı (Graff vd. 2011) 20

Şekil 3.1. a. Edmund Bühler marka ark fırını. b. Fırına ait bakır pota 21

Şekil 3.2. a.Edmund Bühler marka eriyik sıvama sistemi. b.Üretim tekniğinin şematik gösterimi 22

Şekil 3.3 Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM) 23

Şekil 3.4 Atomik kuvvet mikroskobu 25

Şekil 3.5 AKM ucunun şematik gösterimi (Mironov 2004) 25

Şekil 3.6 Tip ve yüzey atomlarının etkileşim enerjisinin hesaplanması (Mironov 2004) 26

Şekil 3.7 Cantilever bükülmesini tespit eden optik sistemin şematik gösterimi (Mironov 2004) 27

Şekil 3.8 AKM uçlarına ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri (Mironov 2004) 27

Şekil 3.9 AKM sabit kuvvet modunun şematik gösterimi (Mironov 2004) 29

Şekil 3.10 Sabit yükseklik modunun şematik gösterimi (Mironov 2004) 29

Şekil 3.11 Örneğin manyetik alanı altında MKM ucu (Mironov 2004) 30

Şekil 3.12 Örneğin manyetik alanı ile MKM ucu arasındaki etkileşim (Mironov 2004) 31

Şekil 3.13 MKM çalışmasında çift geçiş tekniğinin şematik gösterimi (Mironov 2004) 32

Şekil 3.14 Zeiss EVO 40 marka taramalı elektron mikroskobu..... 33

Şekil 4.1 Üretilen dört farklı şeridin fotoğrafları 35

Şekil 4.2 1 numaralı şeride ait SEM görüntüleri..... 36

Şekil 4.3 2 numaralı şeride ait SEM görüntüleri..... 36

Şekil 4.4 3 numaralı şeride ait SEM görüntüleri..... 37

Şekil 4.5 4 numaralı şeride ait SEM görüntüleri..... 37

Şekil 4.6 Tüm şerit örneklerin kesitlerine ait SEM görüntüleri 40

Şekil 4.7 Şerit örneklerin yüzey morfolojilerini gösteren AKM görüntüleri..... 41

Şekil 4.8 Şerit örneklerin 3 boyutlu AKM görüntüleri 42

Şekil 4.9 Şerit örneklerin grain yapıları 43

Şekil 4.10 Şerit örneklerin sıfır manyetik alan altında MKM görüntüleri..... 44

Şekil 4.11 2 numaralı örneğin 0-500 Oe manyetik alan altında MKM görüntüleri..... 45

Şekil 4.12 Şerit örneklerin sıcaklığa bağlı mıknatıslanma ölçümleri 46

Şekil 4.13 4 numaralı şerit örneğin ikincil ısıl işlem sonrası M-T grafiği..... 47

Şekil 4.14 Dört şerit örneğin manyetik alana göre mıknatıslanma ölçümleri..... 48

Şekil 5.1 Dört şerit örneğin M-T eğrileri 49

Şekil 5.2 4 numaralı örneğe ait M-T eğrisi 50

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 4.1 Şerit örneklere ait EDX analizi sonuçları 38

Çizelge 4.2 Şeritlerin üretim parametreleri, örneklerin yüzey kaliteleri ve örnek kalınlıkları 39

Çizelge 4.3 AFM çalışmalarında elde edilen yükseklik ve pürüzlülük değerleri 42

Çizelge 4.5 Örneklerin M-T eğrilerinden bulunan Curie sıcaklığı değerleri 47

1. GİRİŞ

Manyetizmanın hikayesi, manyetit (Fe_3O_4) denilen bir mineralle başlar, bu bilinen ilk manyetik malzemedir. Manyetit'in erken dönem tarihi tam bilinmese de, demirle etkileşimi 2500 yıldır kesin olarak bilinmektedir. Bu mineral antik dünyada, Magnesia'da, bugünkü adıyla Türkiye'nin bir ili olan Manisa'da, bol miktarda bulunmaktaydı. "Magnet" kelimesi de bu bölgenin Yunanca karşılığı olan kelimeden türetilmiştir. Ayrıca Yunanlar, demirin manyetite dokunması ile kendisinin de manyetize olduğunu bilmekteydi.

Manyetizma konusunda ilk gerçek bilimsel çalışma İngiliz William Gilbert tarafından yapılmış ve 1600 yılında "On the Magnet" kitabında yayınlanmıştır. Gilbert, mıknatıs taşı ve demir mıknatıslar kullanarak dünyanın manyetik alanını göstermiştir. Bundan 100 yıl sonra bile bu konuda yeni keşifler olmamıştır.

Manyetizmayı anlamak için manyetik kutup kavramını anlamak gerekir. Manyetik malzemede iki kutup vardır ve malzeme ne kadar küçük parçalara bölünürse bölünsün her bir küçük parçada bu kutuplar oluşur. Bu kutuplar arasındaki kuvvet, birbirinden ayrı olarak İngiltere'de John Michell tarafından 1750 yılında, Fransa'da Charles Coulomb tarafından 1785 yılında keşfedilmiştir. Bir manyetik kutup, kendi etrafında bir manyetik alan oluşturur, diğer kutup üzerinde kuvvet oluşturan da bu manyetik alandır.

19. yüzyıla gelindiğinde İngiliz fizikçi ve kimyacı Michael Faraday, elektrik akımının manyetik alan oluşturduğunu keşfetmiştir. Bu çalışmalarının sonucunda da ilk elektrik motoru ve dinamoyu icat etmiştir. Bu tarihe kadar yapılan kuramsal çalışmalar, 20. yüzyıldan itibaren teknolojik uygulamalarla hayata geçirilmeye başlanmıştır. Yeni modern malzemelerin geliştirilmesi ve üretilmesi dolayısıyla 20. yüzyıl, teknolojik gelişmelerin patlama yaptığı bir yüzyıl olmuştur. Geliştirilen malzemeler, uzay, bilgisayar, telekomünikasyon, sağlık, enerji sistemleri gibi alanlarda yüksek performanslı mühendislik ürünlerinin üretilebilmesini sağlamıştır. Heusler alaşımlarının keşfi de bu yüzyılın başında gerçekleşmiştir. Fritz Heusler 1903 yılında, Cu_2MnAl alaşımı üzerinde

çalışırken, alaşımı oluşturan elementler manyetik olmamasına rağmen, alaşımın ferromanyetik özellik gösterdiğini keşfetmiştir. Yine 20. yüzyılda, 1951'de Chang ve Read, altın ve kadmiyum alaşımı üzerinde yaptıkları çalışmalarda şekil hafıza etkisini keşfetmişlerdir (Chopra 2013). Şekil hafıza etkisi, büyük zorlamalarla malzemenin şekli değiştirilse dahi, ısıtıldığı zaman orijinal şeklini hatırlaması ve ilk şekline dönmesi olarak tanımlanır. Sıcaklıkla kontrol edilen bu şekil hafıza etkisine benzer şekilde, ferromanyetik özellikteki Ni-Mn-Ga alaşımının manyetik alanla şeklinin deforme edilebildiği keşfedilmiştir. Bu etki de manyetik şekil hafıza etkisi olarak tanımlanmıştır.

Heusler alaşımları, şekil hafıza ve yüksek manyetokalorik gibi ilginç fiziksel özellikler göstermeleri nedeniyle son 30 yılda bilimsel camiada büyük bir önem kazanmıştır. Uygulamaya yönelik sistemlerin boyutlarının giderek küçülmesi, üretilecek malzemelerin de boyutlarının küçülmesini gerekli kılmıştır. Hızlı soğutma teknolojisi, geleneksel metalürji prosesleri ile üretim teknolojilerine göre bu anlamda bir üstünlük sağlamakta ve mikro kalınlıkta şeritlerin üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu teknikte kullanılan soğutma hızları $10^6 - 10^7$ K/s mertebesindedir ve soğutma hızı, geleneksel yöntemlerde kullanılan soğutma hızlarına (genel olarak 10^2 K/s) göre çok yüksektir. Bu durum, bu yöntemle üretilen malzemelerin fiziksel özelliklerinde hacimsel örneklere göre değişikliklere yol açmaktadır. Heusler alaşımlarında bu yöntemle manyetik şeritlerin elde edilmesi için birçok deneme yapılmıştır. Ancak bu yöntemde kullanılan tekerlek hızı, püskürtme basıncı, tekerlekle eriyik arasındaki mesafe gibi parametrelerin manyetik ve yapısal özelliklere nasıl etki ettiği sistematik olarak araştırılmamıştır. Bu tez çalışmasında Cu_2MnAl alaşımında sıvı eriyik ergitme sisteminde değişik üretim parametreleri ile üretilecek mikro kalınlıktaki şeritlerin manyetik ve yapısal özellikleri araştırılmıştır. Bu sayede üretim parametrelerinin manyetik ve yapısal özellikler üzerine etkisi ortaya konulmaya çalışılmıştır.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1 Manyetizma

Manyetik malzemeleri anlamadan önce manyetizmanın temellerini, manyetik alana neyin neden olduğunu ve manyetik alanın çevresine etkilerini anlamak gerekir. Yüklü parçacıkların hareketi etraflarında manyetik alan oluşmasına neden olur. Dolayısıyla bir malzemenin manyetik özelliklerini belirleyen elektronlardır. Atomik boyutta elektron spini ve yörüngesel hareketi dolayısıyla manyetik moment oluşturur. Pozitif yüklü çekirdek çevresinde yörüngesel hareket eden negatif yüklü elektron, etrafında manyetik moment oluşturur. Oluşan bu manyetik momentler manyetik kutuplar oluştururlar. Bir manyetik kutup etrafında manyetik alan oluşturur; bu alan da ikinci bir manyetik kutba bir kuvvet uygular. Dolayısıyla bir manyetik kutbun varlığından söz edebilmek ve etkisini görebilmek için ikinci bir kutup daha olmalıdır. Bu iki kutbun etkileşimiyle oluşan manyetik momente, manyetik dipol moment denir.

Manyetik moment, birim hacimdeki manyetik dipol momentlerin vektörel toplamı olarak tanımlanır. Malzemeler, manyetik momentlerinin, uygulanan bir dış manyetik alana verdiği tepkilere göre manyetik sınıflara ayrılırlar.

Manyetik katı malzemeler, manyetik momentlere sahip birçok atomdan meydana gelirler. Birim hacimdeki manyetik momentlerin toplamı da manyetizasyon ($\vec{M}$) olarak tanımlanır. Bu vektörel büyüklük manyetik katı cismin her yerinde süreklidir.

Serbest uzayda manyetizasyon yoktur. Manyetik alan birbiriyle orantılı vektörel $\vec{B}$ ve $\vec{H}$ alanlarıyla tanımlanır. Burada $\vec{H}$ uygulanan manyetik alan, $\vec{B}$ ise uygulanan manyetik alan sonucu malzemede oluşan manyetik akı yoğunluğu ya da indüksiyon manyetik alanı olarak tanımlanır. $\vec{B}$ ve $\vec{H}$ alanları arasında aşağıdaki gibi matematiksel bir ilişki vardır.

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H}$$

Burada $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$H/m serbest uzayın manyetik geçirgenliğidir. B ve H manyetik alanlarının birimi SI birim sisteminde Tesla veya Amper/metre, CGS birim sisteminde ise Oersted kullanılmaktadır. Burada 1 $Tesla = 10^4$ $Oersted$'e karşılık gelir.

Manyetik katı bir malzeme içinde B ve H alanları arasındaki ilişki daha karmaşıktır. İki vektör alanının büyüklükleri hatta yönleri çok farklı olabilir. Genel vektörel ilişkileri aşağıdaki gibidir.

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M})$$

Özel bir durumda manyetizasyon ($\vec{M}$) ile manyetik alan ($\vec{H}$) arasında doğrusal bir ilişki vardır. Böyle katı malzemeler lineer ya da doğrusal malzemeler olarak adlandırılır.

$$\vec{M} = \chi\vec{H}$$

χ boyutsuz bir terimdir ve manyetik duygunluk olarak tanımlanır. Bu durumda da $\vec{B}$ ve $\vec{H}$ alanları arasında yine lineer bir ilişki vardır.

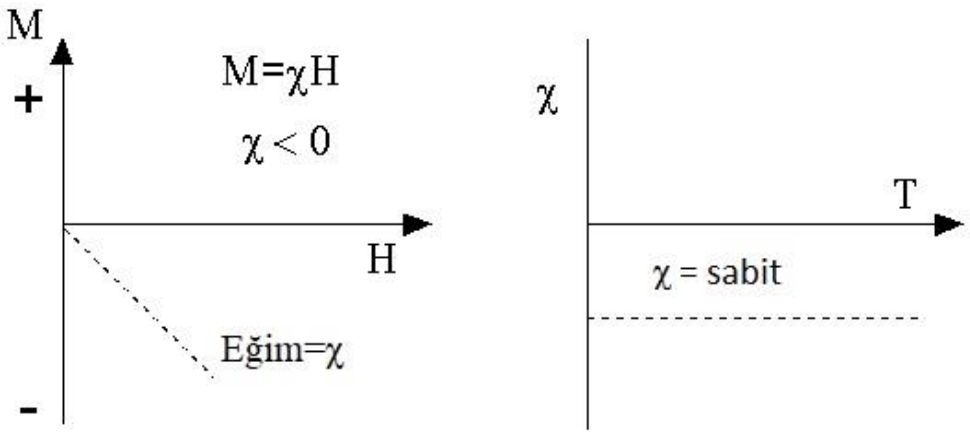
$$\vec{B} = \mu_0(1 + \chi)\vec{H} = \mu_0\mu_r\vec{H}$$

Burada $\mu_r = 1 + \chi$'ye eşittir ve malzemenin ya da ortamın manyetik geçirgenliğidir. Malzemeler manyetik duygunluklarına ve manyetik alana gösterdikleri tepkilere göre sınıflara ayrılırlar.

2.1.1 Diamanyetizma

Bütün malzemeler bir miktar diamanyetik özellik gösterirler. Diamanyetik malzemelerde çiftlenmemiş elektron bulunmaz. Diamanyetik bir malzeme manyetik alan uygulandığında negatif manyetizma gösterir, manyetik duygunluğu negatiftir. Net manyetizasyonu ise sıfırdır. Bu etkinin klasik teorisi ilk olarak Fransız fizikçi Paul Langevin tarafından çalışılmıştır.

Teoriye göre, yörüngesel hareket eden tek bir elektrona dış manyetik alan uygulandığında, alan etkisiyle yörüngesel etkin akım azalır. Bu nedenle uygulanan alana zıt yönde manyetik moment meydana gelir. Bu etki, atom içindeki elektronların birbirinden bağımsız gösterdikleri tepkilerin toplamıdır (Cullity 2009).



Şekil 2.1 Diamanyetik malzemenin manyetik alana bağlı mıknatıslanması ve sıcaklığa bağlı manyetik duygunluğu

Şekil 2.1'de bir diamanyetik malzemenin, uygulanan manyetik alana tepkisi görülmektedir. Bu grafikten diamanyetik malzemenin uygulanan manyetik alana zıt yönde mıknatıslandığı görülmektedir. Yine bu mıknatıslanma, uygulanan manyetik alanla orantılı olarak artmaktadır. Diamanyetik malzemelerin manyetik duygunluklarının sıcaklıktan bağımsız olduğu da yine şekil 2.1'de görülmektedir.

2.1.2 Paramanyetizma

Paramanyetik malzemelerde manyetik duygunluk pozitiftir, dolayısıyla uygulanan dış manyetik alan, bu alana paralel mıknatıslanma yaratır. Paramanyetik malzemeye manyetik alan uygulamadan önce çiftlenmemiş elektronlardan kaynaklı manyetik momenti vardır. Komşu atomlar arasındaki etkileşim çok zayıf olduğundan manyetik momentler farklı yönlerde rastgele yönlenmiş bulunmaktadır. Uygulanan manyetik alanın

büyüklüğüne bağlı olarak, rastgele yönlenmiş bu manyetik momentler alan yönünde yönlenirler.

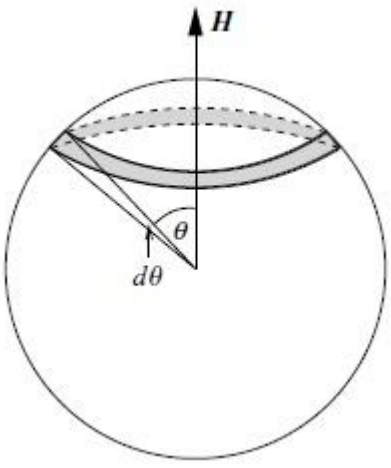
Paramanyetik malzemelerde manyetik duygunluğun sıcaklığa ve uygulanan manyetik alana bağımlılığını Langevin teorisiyle açıklanır. Paramanyetik bir malzemede uyarılmamış durumda manyetik momentler, sistemin iç enerjisi nedeniyle rastgele yönlenmiş durumdadırlar. Dış bir manyetik alan uygulandığında, manyetik momentler alan yönünde yönlenirler. Sisteme $\vec{H}$ manyetik alanı uygulanırsa, manyetik momentin enerjisi;

$$E = -\vec{m}.\vec{H} = mHcos\theta$$

Şeklinde ifade edilir. Bir manyetik momentin, uygulanan manyetik alanla θ açısı yapacak şekilde bulunma olasılığı için Boltzmann istatistiğinden yararlanabiliriz.

$$e^{-E/k_BT} = e^{\vec{m}\vec{H}/k_BT} = e^{mHcos\theta/k_BT}$$

θ ve dθ komşuluğundaki manyetik momentlerin sayısını hesaplayabiliriz.



Şekil 2.2 θ ve dθ komşuluğunu çevreleyen küre (Blundell 2001)

Şekil 2.2'deki θ ve dθ komşuluğunu çevreleyen küre üzerinde taradıkları yüzey alanı; $dA = 2\pi r^2 sin\theta d\theta$'dir. Buna göre manyetik momentin θ açısında bulunma olasılığı $P(\theta)$ olarak tanımlanırsa;

$$P(\theta) = \frac{e^{mHcos\theta/k_BT} sin\theta d\theta}{\int_0^\pi e^{mHcos\theta/k_BT} sin\theta d\theta}$$

olarak bulunur. Sistemin tamamı için N sayıda manyetik moment olduğu varsayılırsa, toplam manyetizasyon ise aşağıdaki denklemle hesaplanır.

$$\vec{M} = Nmcos\theta$$

$$= Nm \int_0^\pi cos\theta P(\theta) d\theta$$

Bu integralin sonucu;

$$\vec{M} = Nm\left[coth\left(\frac{mH}{k_BT}\right) - \frac{k_BT}{mH}\right]$$

$$= NmL(\alpha)$$

şeklinde bulunur. Burada $\alpha = mH/k_BT$ ve $L(\alpha) = \coth(\alpha) - 1/\alpha$'dır ve Langevin fonksiyonu olarak isimlendirilir. Eğer α yeterince büyük olursa; örneğin uygulanan alan çok büyük ya da sıcaklık 0 K seviyelerinde çok küçük olursa, $\vec{M}$ mıknatıslanması N.m çarpımına yakınsar. Bu durumda manyetik spinlerin hepsi hizalanmış olur.

Langevin fonksiyonu Taylor serisine açılır.

$$L(\alpha) = \frac{\alpha}{3} - \frac{\alpha^3}{45} + \cdots$$

Burada sadece ilk terim hesaba katılır ve diğer terimler ihmal edilebilir. Bu durumda mıknatıslanma;

$$\vec{M} = \frac{Nm\alpha}{3} = \frac{Nm^2}{3k_B}\frac{\vec{H}}{T}$$

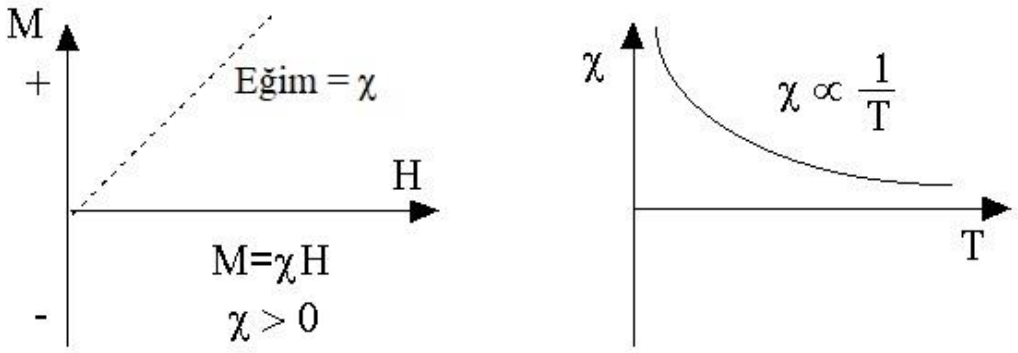
$$\vec{M} = \frac{N\mu_0 m^2}{3k_B}.\frac{\vec{H}}{T}$$

SI birim sisteminde yukarıdaki gibi olur (Sistemin iç enerjisinin $E = -\mu_0.\overrightarrow{m}.\vec{H}$ olduğu durum için bulunmuştur).

Manyetizasyon, uygulanan manyetik alanla doğru orantılı, sıcaklıkla ters orantılı olur. Bu da manyetik duygunluğu;

$$\chi_m = \frac{\vec{M}}{\vec{H}} = \frac{Nm^2}{3k_B T} = \frac{C}{T}$$

şeklinde verir. Burada $C = \frac{Nm^2}{3k_B}$ sabittir.



Şekil 2.3 Paramanyetik malzemenin M-H ve χ -T eğrileri

Şekil 2.3'te paramanyetik malzemeler için verilen manyetik alana karşılık mıknatıslanma eğrisinden de görüldüğü gibi; paramanyetik malzemeler dışardan uygulanan manyetik

alanla aynı yönde manyetize olurlar. Malzemenin manyetizasyonu da uygulanan manyetik alanın büyüklüğü ile doğru orantılı olarak artar. Manyetik duygunluk da sıcaklıkla ters orantılı olduğundan, sıcaklığa bağlı değişimi şekil 2.3'teki gibi olur.

İlk kez Pierre Curie çok sayıda malzeme için sistematik olarak manyetik duygunluk ölçümlerini yapmıştır. Kütlece manyetik duygunluğun diamanyetik malzemeler için sıcaklıktan bağımsız olduğunu, paramanyetik malzemeler için ise mutlak sıcaklıkla tam tersi değiştiğini bulmuştur.

$$\chi_m = C/T$$

Bu ilişki Curie yasası olarak tanımlanır, C ise gram başı Curie sabitidir. Daha sonra Curie yasasının, başka bir yasanın özel durumu olduğu gösterilmiştir.

$$\chi_m = C/(T - \theta)$$

Bu yasa da Curie-Weiss yasası olarak adlandırılır. Burada θ sabittir.

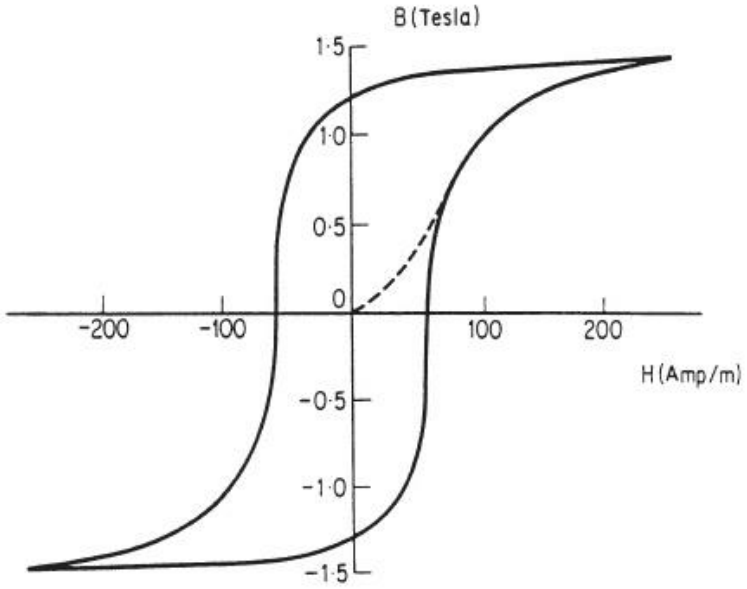
2.1.3 Ferromanyetizma

Bir ferromanyetik malzemenin dış manyetik alan olmasa bile rastgele mıknatıslanması vardır (Blundell 2001). Curie sıcaklığının altında bir ferromanyetik, paramanyetik özellik gösterir ve manyetik duygunluğu Curie-Weiss yasasına uyar. Curie-Weiss yasasındaki θ, yaklaşık olarak (T_C) Curie sıcaklığına eşittir. Bu noktada θ değeri büyük ve pozitiftir (demir için Curie sıcaklığı 1000K'in üzerinde). Bu gerçek de; dış manyetik alanın yokluğunda dahi ferromanyetik malzeme içindeki moleküler alanın Curie sıcaklığı altındaki ve üstündeki rolü hakkında Weiss'ın hipotezinin kaynağı olmuştur. Böylece örnek rastgele mıknatıslanmaya sahip olur. Manyetize olmamış durumda bir örneğin nasıl manyetik duygunluğa ulaştığını Weiss ikinci bir hipotezle açıklar; mıknatıslanmamış bir ferromanyetik, hücre (domain) olarak isimlendirilen küçük bölgelere ayrılmıştır. Her sistem minimum enerji düzeyinde bulunma eğiliminde olduğundan, malzeme bu küçük

bölgelere ayrılır. Küçük bölgelere ayrılması dolayısıyla, her bir bölgenin mıknatıslanmasından kaynaklı iç enerjisi de minumum düzeye inmiş olur. Bu bölgeler hücre duvarlarıyla (domain wall) birbirlerinden ayrılmıştır ve her bir hücre farklı yönlerde, rastgele mıknatıslanmaya sahiptir. Malzemenin tamamında, net mıknatıslanma ise sıfırdır. Zıt yönlü manyetik momentlere sahip iki manyetik hücre arasındaki hücre duvarında manyetik momentin yönü dönerek değişir. Ferromanyetik metallerin hücre duvarı enerjileri birkaç erg/cm^2 ve duvar kalınlığı birkaç yüz atom çapındadır. Hücre duvarının enerjisi, hücrenin kristal içindeki yönelimine bağlıdır. Çok yüksek anizotropiye sahip malzemeler, nadir yer elementleri ve alaşımları, birkaç atom kalınlığında duvarlara sahiptir ve görece yüksek enerjilidir.

Bütün ferromanyetik malzemeler yeteri kadar ısıtıldıklarında paramanyetik olurlar. Malzemenin ferromanyetikten paramanyetiğe geçiş sıcaklığına Curie sıcaklığı denir. Bu sıcaklıkta malzemenin manyetik geçirgenliği aniden düşer ve kalıcı mıknatıslanması sıfır olur.

Ferromanyetik bir malzemeye dış manyetik alan uygulandığında, malzeme içindeki manyetik momentler alan yönünde yönlenmeye başlarlar. Yeterince büyük manyetik alan uygulanırsa tüm manyetik momentlerin alan yönünde yöneldiği durumda malzemenin mıknatıslanması bir sınıra ulaşır. Bu durumdaki mıknatıslanmaya doyum mıknatıslanması denir. Daha sonrasında uygulanan dış manyetik alan kaldırılsa dahi malzemenin mıknatıslanması artık sıfır olmaz, malzeme kalıcı mıknatıslanmış olur. Mıknatıslanmasını sıfırlamak için, mıknatıslanmanın aksi yönde manyetik alan uygulanması gerekir.



Şekil 2.4 Ferromanyetik bir malzemenin manyetik alana göre mıknatıslanması

Malzemenin mıknatıslanmasının sıfır olduğu anda manyetik alan uygulanarak mıknatıslanmanın ilk olarak artışının görüldüğü, şekil 2.4'te kesikli çizgilerle gösterilen eğri ise "virgin curve" olarak adlandırılır.

2.2 Faz Geçişleri

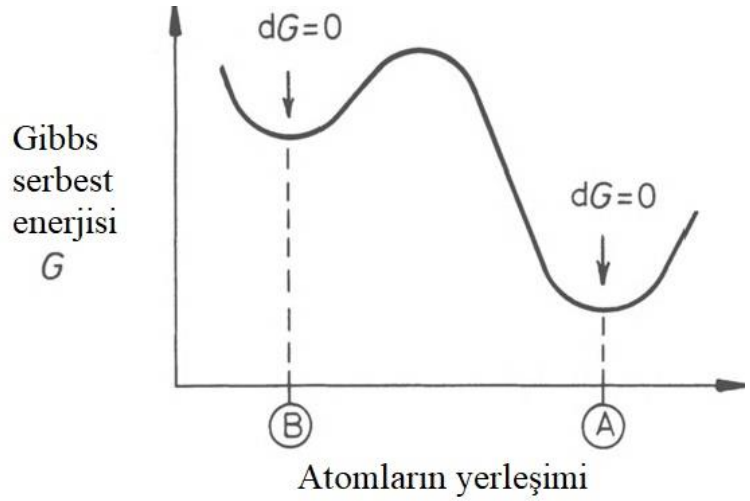
Bir alaşım bir veya daha fazla fazın birleşiminden meydana gelebilir. Faz; özellikleri ve kompozisyonu homojen bir bölgenin, sistemin diğer bölgelerinden fiziksel farklılığı olarak tanımlanabilir. Faz geçişi, ilk durumdaki alaşımın, son duruma göre daha kararsız olmasıyla gerçekleşir. Doğada her sistem minimum enerjide ve kararlı olduğu durumda bulunma eğilimindedir. Bir fazın kararlılığı da termodinamikle açıklanabilir. Sabit sıcaklık ve basınçtaki faz geçişleri Gibbs serbest enerjisi ile açıklanabilir. Bir sistemin Gibbs serbest enerjisi aşağıdaki gibi formüle edilebilir.

$$G = H - TS$$

Burada H entalpiyi, T mutlak sıcaklığı, S entropiyi ifade eder. Entalpi sistemin ısı kapasitesinin bir ölçüsüdür.

$$H = E + PV$$

Yukardaki entalpi formülasyonunda E sistemin enerjisi, P basınç, V ise hacmi ifade eder. İç enerji, atomların toplam kinetik ve potansiyel enerjilerinin toplamıdır. Kinetik enerji; katı ve sıvılardaki atomik titreşimlerden, sıvı ve gazlarda ise atom ve moleküllerin yer değiştirmeleri ve rotasyon enerjilerinden kaynaklanır. Potansiyel enerji, sistemdeki atomlar arasındaki etkileşimler ve bağlardan kaynaklanır. Eğer bir dönüşüm ya da reaksiyon gerçekleşirse, sistemin ısıyı soğurması ya da ısı meydana getirmesi, sistemin iç enerjisindeki değişime bağlıdır. Aynı zamanda sistemin hacminde olacak bir değişim, PV terimindeki değişimi de hesaba katmayı gerektirir. Dolayısıyla sabit basınç altında, açığa çıkan ya da soğrulan ısı, sadece entropideki değişimle açıklanabilir. Katı ve sıvılar söz konusu olduğunda PV terimindeki değişim, E'dekine göre çok küçük olacaktır. Bu durumda $H \approx E$ olduğu kabul edilebilir. Gibbs serbest enerji ifadesindeki bir diğer fonksiyon olan entropi ise rastgeleliğin ve düzensizliğin bir ölçüsüdür.



Şekil 2.5 Bir sistemin denge durumlarının Gibbs serbest enerjileri (Porter 1992)

Kararlı ve dengede olan bir sistemde Gibbs serbest enerjisi de en düşük değerindedir. Sistemin bu durumunu matematiksel olarak $dG = 0$ şeklinde ifade edebiliriz. Şekil 2.5'teki grafik üzerinden de kararlı denge durumları daha kolay anlaşılabilir.

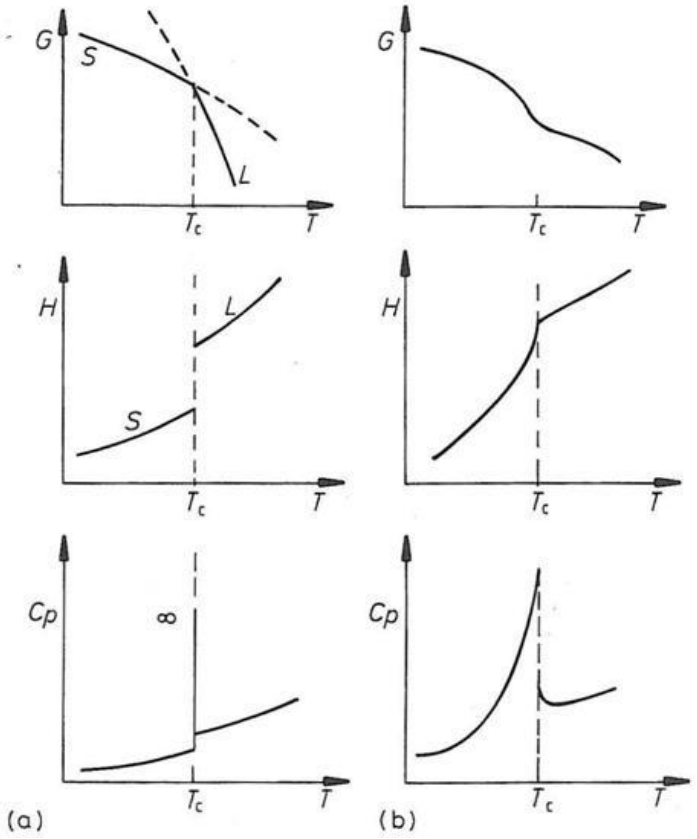
Düşük sıcaklıklarda katı fazlar en kararlı hallerindedir, çünkü düşük sıcaklıklarda atomlar arası bağlar kuvvetlidir ve iç enerjileri (entalpileri) çok düşüktür. Yüksek sıcaklıklarda ise sıvı ve gazlar en kararlı hallerindedir. Sıcaklığın ya da basıncın değişimiyle sistem kararlı durumdan kararsız duruma geçebilir. Dış bir etkiyle sistemin iç enerjisindeki değişim, faz geçişine neden olur. Faz geçişi difüzyonlu ya da difüzyonsuz olmak üzere iki şekilde olabilir. Difüzyonlu faz geçişinde atomların yerleri, komşulukları ve kristal yapıları değişirken; difüzyonsuz faz geçişinde atomların komşulukları değişmez ancak kristal yapıları değişir. Difüzyonlu faz geçişiyle sistemin Gibbs serbest enerjisi de düşer.

Birinci dereceden faz geçişlerinde geçiş sıcaklığında Gibbs serbest enerjisinin sıcaklığa ve basınca göre türevleri süreksizdir.

$$\frac{\partial G}{\partial T} = -S \text{ ve } \frac{\partial G}{\partial P} = V$$

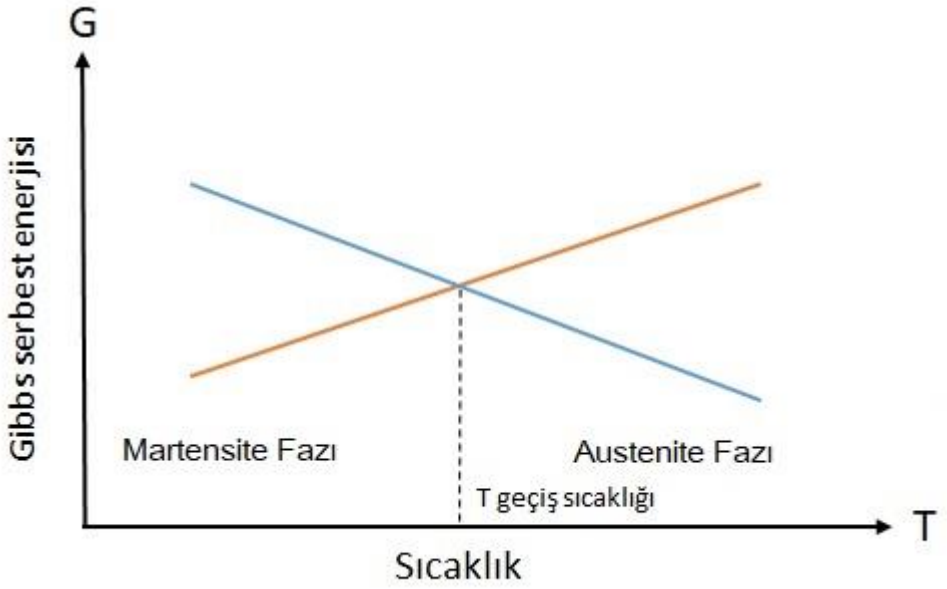
Yukarıdaki eşitlik gereği, birinci dereceden faz geçişlerinde entropi ve hacimdeki değişimde de süreksizlik vardır. Bir katının eriyerek sıvı faza geçmesi örnek gösterilebilir. İkinci dereceden faz geçişlerinde ise Gibbs serbest enerjisinin sıcaklık ve basınca göre ikinci dereceden türevlerinde süreksizlik vardır.

$$\left(\frac{\partial^2 G}{\partial T^2}\right)_P = -\left(\frac{\partial S}{\partial T}\right)_P = \frac{1}{T}\left(\frac{\partial H}{\partial T}\right)_P = \frac{C_P}{T}$$



Şekil 2.6.a. Birinci dereceden, b. ikinci dereceden faz geçişlerinin termodinamik karakteristikleri

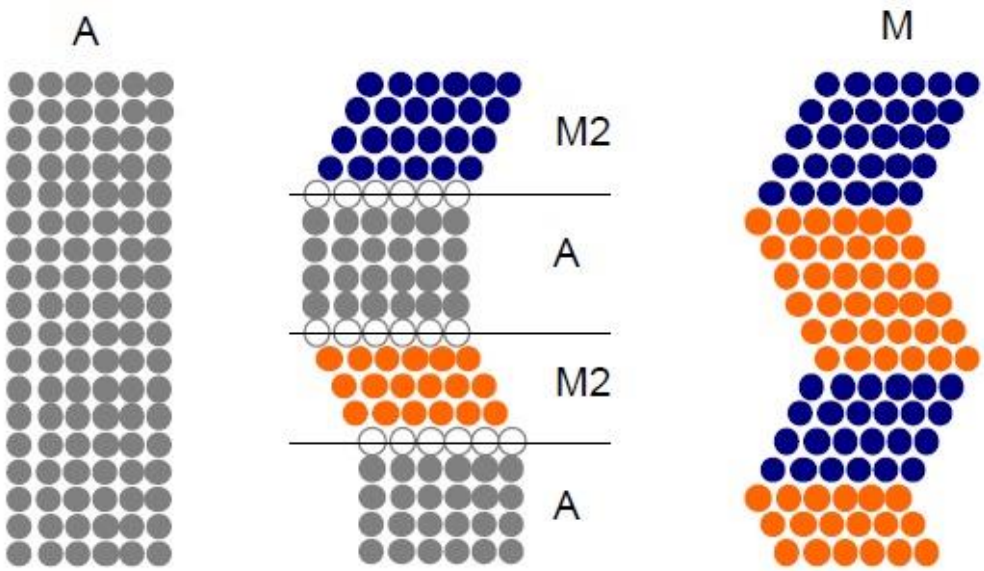
Şekil hafıza özelliğinin temelinde de difüzyonsuz faz geçişi vardır. Burada birinci dereceden yapısal faz geçişi olan martensitik faz geçişi gözlenir. Martensitik geçişte makroskopik boyutta şekil değişimi olur ancak kompozisyonda bir değişim olmaz; malzemenin kristal yapısında değişim olur.



Şekil 2.7 Austenite-Martensite faz geçişinde Gibbs serbest enerjisi değişimi

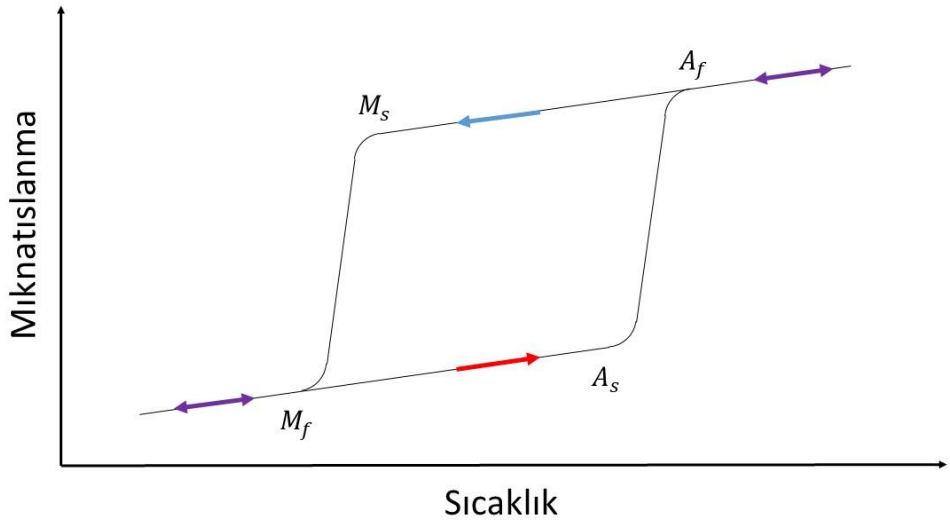
Martensitik geçiş ile ilgili ilk bilimsel çalışmalar, çeliklerin mikro yapısı ve sertleştirilmesi ile ilgili çalışan Adolph ve William Robert Austen tarafından yapılmıştır. Bu iki metalürji mühendisinin onuruna yüksek simetrili, yüksek sıcaklık fazına "Austenite", düşük simetrili, düşük sıcaklık fazına "Martensite" adı verilmiştir. Şekil 2.7'de bir Martensit-Austenit faz geçişi için Gibbs serbest enerjisinin değimi verilmiştir. Grafikte görülen $T_{\text{geçiş sıcaklığı}}$, termodinamik denge sıcaklığıdır. Burada Austenite ve Martensite fazların kimyasal serbest enerjileri birbirine eşittir. Geçiş sıcaklığının üstündeki sıcaklıklar Austenite fazı, geçiş sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda ise Martensite fazı diğerine göre daha kararlıdır.

Manyetik malzemelerde birinci dereceden bir faz geçişinde, yapısal faz geçişi ve manyetik faz geçişi birlikte gerçekleşir. Bu durumda entropinin sıcaklığa göre birinci türevi süreksizdir, bu süreksizliğin nedeni de yapısal dönüşüm entalpisidir.



Şekil 2.8 Austenite(A) durumdan Martensite(M) durumuna geçişin şematik gösterimi

Austenite ve Martensite fazların farklı kristal simetrilere sahip olması nedeniyle hacimleri de farklıdır. Şekil 2.8'de bu geçiş sırasında kristal örgüdeki değişimler şematize edilmiştir. İki fazın farklı hacimlere sahip olmasından dolayı faz geçişi sırasında örgüde deformasyonlar ve gerilmeler olur. Bu gerilme enerjisini minimumda tutmak için Austenite ve Martensite fazlar arasında Habitus düzlemleri oluşur ve geçiş esnasında bu düzlemler hareket etmez. Örgüdeki bu deformasyonlar örnek yüzeyinde Martensitik yapıya özgü şekiller oluşmasına neden olur. İki fazın birden bulunduğu bir malzemede, iki faz arasında oluşan Habitus düzlemleri, atomik kuvvet mikroskobu yardımıyla gözlenebilir.



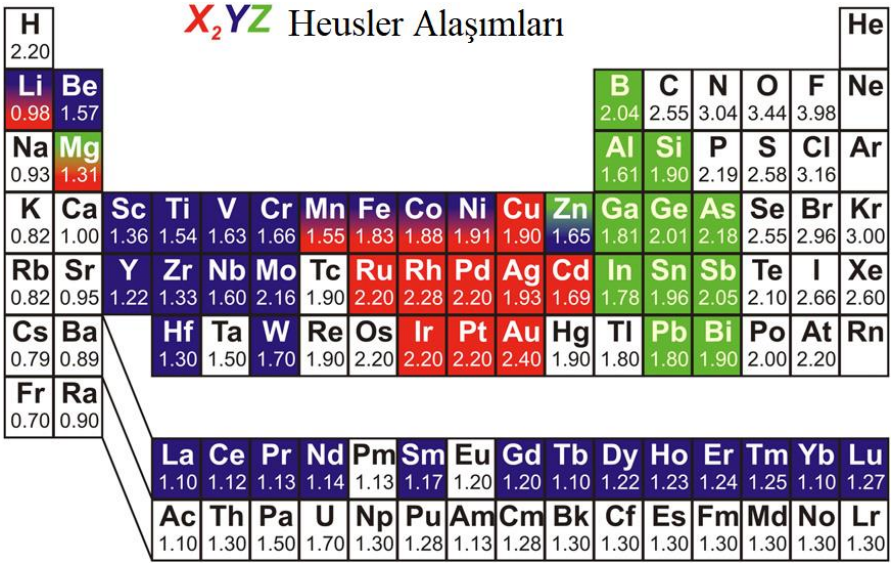
Şekil 2.9 Martensitik geçiş sıcaklığı yakınlarında sıcaklıkla mıknatıslanmanın değişimi

Martensitik faz geçişinde örneğin fiziksel özelliklerinde değişim gözlenir. Austenite-Martensite faz geçişi, örneğe göre değişen karakteristik bir sıcaklıkta başlar. Bu sıcaklık, örneğin fiziksel özelliklerinin sıcaklığa bağlı olarak ölçülmesiyle bulunabilir. Sıcaklığa bağlı direnç, ısıl genleşme ve manyetik malzemeler için sıcaklığa bağlı mıknatıslanma ölçümleriyle karakteristik sıcaklık gözlenir. Şekil 2.9'da bir örneğin mıknatıslanmaya bağlı sıcaklık ölçümü görülmektedir. Yüksek sıcaklık fazı olan Austenite fazındaki örnek soğutulmaya başlanırsa M_s sıcaklığından itibaren Austenite matris içinde Martensite bölgeler oluşmaya başlar. Örnek soğutulmaya devam ettiği sürece Martensite bölgeler de büyümeye devam eder ve M_f sıcaklığında örneğin tamamı Martensite faza geçmiş olur. M_f sıcaklığının altına kadar soğutulmuş örnek ısıtılacak olursa, A_s sıcaklığına ulaşıldığında kararsız hale gelir. Bu sıcaklıktan itibaren Austenite faza geçiş başlar ve sıcaklık arttırılmaya devam edilirse A_f sıcaklığına ulaşıldığında örneğin tamamı Austenite faza geçmiş olur. Şekil 2.9'dan de görüldüğü gibi faz geçişi histerisise neden olmaktadır. Bunun nedeni Martensitik geçiş nedeniyle oluşan örgü direncidir. Örgü direnci ise Austenite ve Martensite örgülerin birbiriyle uyumsuzluğu nedeniyle oluşur ve sınır düzlemi enerjisinin artmasına sebep olur. Sınır düzlemi enerjisinin artması da Austenite

matris içinde Martensite bölgelerin genişlemesini, ya da Martensite yapıda Austenite bölgelerin genişlemesini zorlaştırır. Bu da geçiş sıcaklıklarının kaymasına neden olur.

2.3 Heusler Alaşımları

Heusler alaşımları 1:1:1 (yarı-Heusler) ve 2:1:1 kompozisyonunda 1500'den fazla çeşidi olan alaşımlardır. Fritz Heusler tarafından keşfedilmeleri bir asrı geçmiş olmasına rağmen hala aktif araştırma alanlarından biridir. Yeni özellikleri ve potansiyel uygulama alanları ortaya çıkmaktadır. Şaşırtıcı şekilde birçok Heusler alaşımının özellikleri değerlik elektronlarının sayılarıyla tahmin edilebilmektedir. Oldukça çeşitli elektronik yapıları, istenilen özelliklerde üçlü bileşimi yakalama imkanı sağlar. Malzeme yüzey sınırlarının özellikleri, süper iletkenlik gibi iki veya daha fazla fonksiyonun bileşkesinden oluşan çoklu özelliklere dayanan aygıtların yapılması ve devrimsel teknolojik uygulamalar mümkündür. 250'den fazla yarı iletkeni içeren alt grubu, enerji teknolojileri için önem arz etmektedir. Bu grubun enerji bant aralıkları, kimyasal kompozisyonları değiştirilerek sıfırdan 4eV'a kadar değiştirilebilmektedir. Dahası termoelektrikler ve güneş hücreleri araştırmalarında da büyük ilgi çekmektedir. Çok işlevli bu alaşımlar, manyeto-optik, manyeto-elektronik ve manyeto-kalorik özellikleriyle de sıra dışı görülmektedir.



Şekil 2.10 Heusler alaşımını oluşturan elementler (Graff vd. 2011)

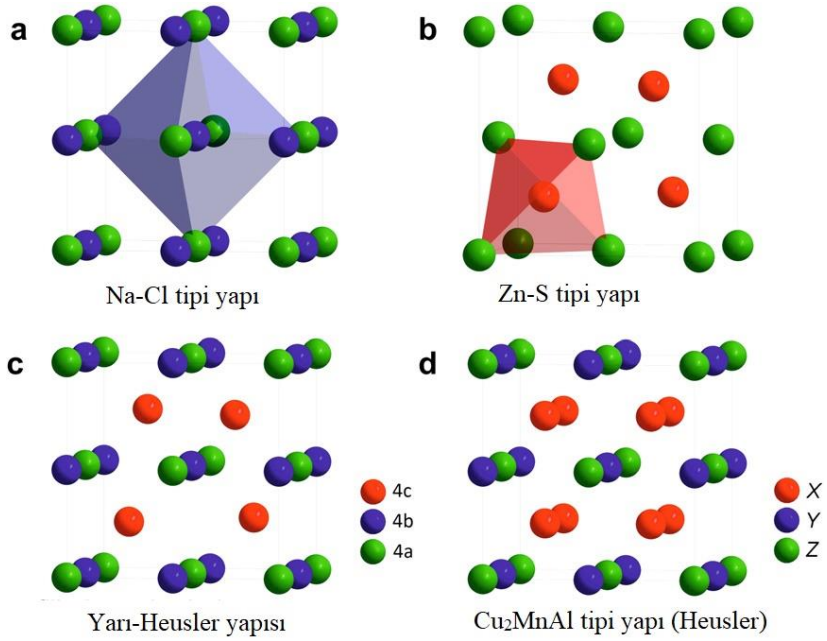
Heusler alaşımlarını, metaller arası bileşikler olarak tanımlamak daha uygun olsa da, metaller arası alaşımlar olarak algılanılırlar. Üçlü Heusler bileşikleri X_2YZ genel formundadır; burada X ve Y geçiş metalleri iken, Z ana grup elementlerindendir. Ancak bazı durumlarda Y nadir yer elementlerinden ya da alkali yer elementlerinden olabilir.

2.3.1 Yarı Heusler Alaşımlar

Genel olarak XYZ yarı-Heusler alaşımları kovalent ve iyonik parçaları içeren alaşımlardır. X ve Y atomları katyonik karaktere sahipken, Z atomu aniyoniktir. En elektropozitif element formülün en başına yerleştirilir. Bu element ana grup elementi, geçiş metali ya da nadir yer elementi olabilir. En elektronegatif element, formülde en sondadır ve periyodik cetvelin ikinci yarısında ana grup elementlerindendir.

2.3.2 Kristal Yapıları

İki farklı yapıda Heusler alaşımı vardır. Bunlardan birinin kompozisyonu 1:1:1, diğeri 2:1:1 stokiyometrisindedir. İlk alaşım ailesi XYZ formundadır ve kübik kristal yapıdadır (uzay grup numarası 216, $F\bar{4}3m, C1_b$). Bu yapı CaF_2 yapısının üçlü düzenlenmiş şekli gibidir. Zn-S tipi yapıdaki oktahedral örgü noktalarının doldurulmasıyla türetilebilir.



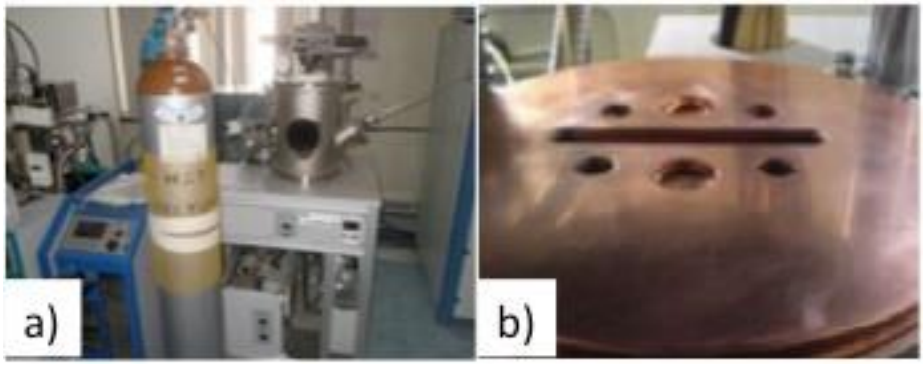
Şekil 2.11. a.Kaya tuzu kristal yapısı, b.ZnS kristal yapısı, c.Yarı Heusler kristal yapısı, d.Tam Heusler kristal yapısı (Graff vd. 2011)

Yarı Heusler alaşımlarının ortak özelliği; X,Y,Z atomlarının işgal ettiği iç içe geçmiş fcc yapılardan oluşuyor olmasıdır. İşgal edilen bu Wycoff pozisyonları; 4a(0,0,0), 4b(1/2,1/2,1/2), 4c(1/4,1/4,1/4) pozisyonlarıdır. Bu tanım alaşımdaki iki element arasındaki kovalent bağ etkileşiminin, malzemenin elektronik özelliklerinde etkin rol oynadığını gösterir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 Alaşımların Hazırlanması

Cu_2MnAl hacimsel alaşımları, hassas terazide istenilen kompozisyona göre, her bir element ayrı ayrı tartıldı. Dört ayrı şeridin her biri için 6 gramlık hacimsel örnek elde edilecek şekilde tartımlar yapıldı. Ergitme işlemi sırasında mangan elementinde kayıp yaşandığından dolayı, istenilen kompozisyonu elde edebilmek için mangan elementi %3 daha fazla tartılmıştır. Tartılan her bir element Edmund Bühler marka ark fırınında bulunan bakır potaya tek tek yerleştirildi.

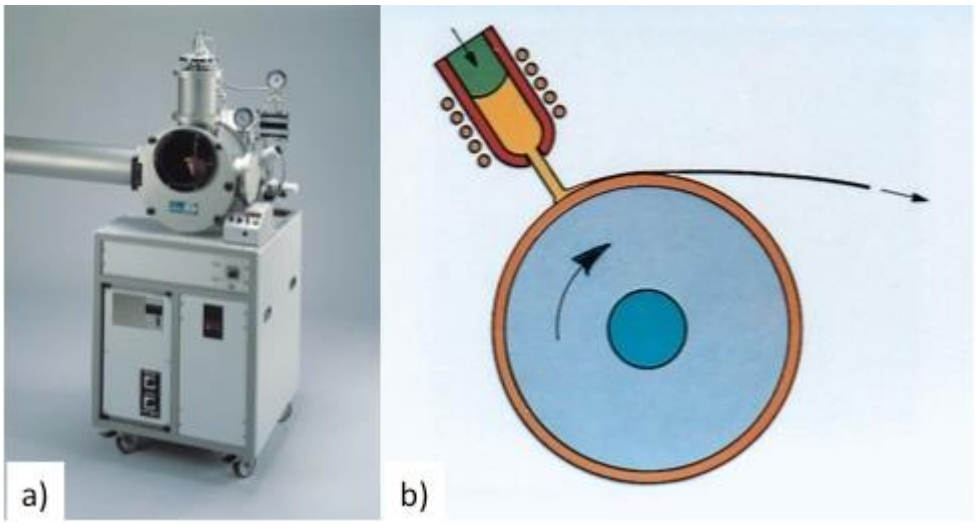


Şekil 3.1. a. Edmund Bühler marka ark fırını. b. Fırına ait bakır pota

Ergitme işleminden önce mekanik pompa ile ortam basıncı 10^{-5}mbar mertebesine ulaşana kadar vakumlandı. Vakumlanan haznenin içine, basınç tekrar atmosfer basıncına ulaşana kadar argon gazı doldurudu. Daha sonra tekrar mekanik pompa çalıştırılarak vakumlandı ve bu işlem birkaç kez tekrarlandı. Burada amaç ergitme işlemi yapılacak ortamda su buharı kalmamasını sağlamaktır. Ortamda su buharı kalması üretilecek örnekte safsızlıklar oluşmasına ya da alaşımın yanmasına sebep olabilir. Son vakum işleminden sonra hazne tekrar atmosfer basıncına ulaşana kadar argon ile doldurulur. Daha sonra ark ucu ile pota arasında akım geçirilerek ark oluşması sağlanır ve bu arkla örnek eritilir. Önce elementler tek tek eritilir ve böylece öncelikle elementler arındırılmış olur. Arındırılan elementler birlikte potaya yerleştirilip eritilerek alaşım hazırlanır. İstenilen

kompozisyonun alaşımın her noktasında aynı olması için birkaç kez alaşım ters çevrilerek ergitme işlemi en az 5 kez tekrarlanır.

Üretilen hacimsel örneklerden şerit üretmek için Edmund Bühler marka eriyik sıvama sistemi kullanılmıştır. Hacimsel olarak üretilen örnekler kırılarak küçük parçalara ayrılmıştır, bu parçalar BN (Bornitrit) pota içerisine koyulur. BN pota ile tekerlek arasındaki mesafe ölçülerek ayarlanır. Bakır tekerleğin dönüş hızı ayarlanır. Sisteme bağlı difüzyon pompası kullanılarak, sistem kazanı vakumlanır. Vakumlanan kazan tekrar argon gazıyla, atmosfer basıncına kadar doldurulur. Bu işlem birkaç kez tekrarlanarak sistem içinde, örneği bozabilecek su buharı kalmaması sağlanır.



Şekil 3.2. a.Edmund Bühler marka eriyik sıvama sistemi. b.Üretim tekniğinin şematik gösterimi

Eriyik sıvama sisteminin arkasında argon gazıyla doldurulan tanklar bulunur. Tanklar ile kazan arasında bağlantı vardır ve tankların basınçları, kazan basıncından daha yüksek olacak şekilde ayarlanarak tank ile kazan arasındaki vana kapalı tutulur. BN pota etrafındaki kangaldan geçen akım dolayısıyla RF indüksiyon ile örnek ısıtılır. Örnek ısıtılırken pirometre ile örnek sıcaklığı kontrol edilir. Isıtılan örnek erimeye başladığı zaman pirometre üzerinde ölçülen sıcaklığın artışının durduğu gözlenir. Bu anda tanklarda daha yüksek basınçta tutulan argon gazı ile kazan arasındaki vana açılarak

eriyik alaşımın bakır teker üzerine püskürtülmesi sağlanır. Bakır tekerle temas eden alaşım aniden katılaşır ve şerit örnekler elde edilir.

3.2 Alaşımların Karakterizasyonu

3.2.1 Mıknatıslanma ölçümleri

Sıcaklık ve manyetik alana bağlı mıknatıslanma ölçümleri Ankara Üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümü'nde yer alan Micro Sense marka, EV7 model Titreşimli Örnek Manyetometresi ile gerçekleştirilmiştir. Kullanılan sistem 2,15 Tesla büyüklüğünde manyetik alana kadar 77K-1000K arasındaki sıcaklıklarda ölçüm alabilmektedir.



Şekil 3.3 Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM)

Çalışma prensibi, manyetize örneğin kangal yakınında titreşmesiyle kangalda akı değişimine neden olmasına dayanır. İncelenecek örnek, manyetik olmayan bir çubuğun ucuna yerleştirilir. Çubuğun diğer ucu ise mekanik bir titreştiriciye bağlıdır. Titreştirici için lineer motor ya da bazı sistemlerde hoparlör kullanılabilir. Örneğin titreşimi dolayısıyla alıcı kangallarda, örneğin manyetik momentiyle orantılı bir gerilim

indüklenmesine neden olur. Oluşan bu gerilim VSM'in çıkış geriliminin değişmesine neden olur ve bu gerilime göre de örneğin mıknatıslanması bulunur. VSM, 10^{-5} emu (erg/Oe) ya da 10^{-8} A.m^2 büyüklüğünde manyetik momentleri bile ölçebilecek kadar hassas; ayrıca hem zayıf hem de güçlü manyetik örnekleri inceleyebilmesi ile kullanışlı bir sistemdir.

Sıcaklığa bağlı mıknatıslanma ölçümlerinde 3 farklı yol izlenir. Dışardan manyetik alan uygulanmadan soğutma yapılarak örneğin mıknatıslanmasının ölçülmesi, sıfır alan soğutmalı ölçüm (Zero Field Cooled-ZFC) olarak isimlendirilir. Dış manyetik alan uygulanarak yapılan ölçüm, alanlı soğutmalı ölçüm (Field Cooled-FC) olarak isimlendirilir. Son olarak da manyetik alan uygulandığı sırada örneğin ısıtılması ve bu şekilde mıknatıslanma ölçümü yapılması, alanlı ısıtma ölçümü (Field Heated-FH) olarak isimlendirilir. Uygulanan manyetik alana karşı örneğin mıknatıslanması ölçümleri 0-2Tesla aralığında manyetik alanlar uygulanarak yapılmıştır. Örneğin geçiş sıcaklıklarının belirlenebilmesi için, öncelikle sıcaklığa bağlı mıknatıslanma ölçümleri yapılmıştır. Elde edilen sıcaklığa bağlı mıknatıslanma ölçümleri verilerine göre (dM/dT)-T grafiği çizilir. Bu grafiğin maksimum noktaları, malzemenin kritik sıcaklıklarının bulunmasını sağlar.

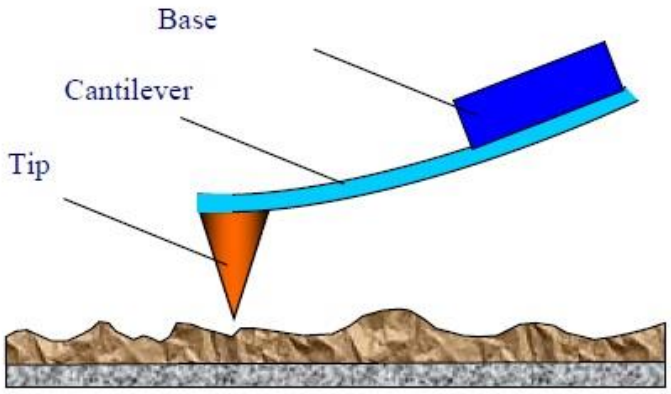
3.2.2 Atomik kuvvet mikroskobu

Üretilen manyetik şeritlerin yüzey yapıları ve topografileri, Ankara Üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümü'nde bulunan Nt-MDT Pro Solver-M marka atomik kuvvet mikroskobu (AKM) ile yapılmıştır.



Şekil 3.4 Atomik kuvvet mikroskobu

Atomik kuvvet mikroskobu 1986 yılında Gerd Binnig, Calvin F. Quote ve Christopher Herber tarafından icat edilmiştir. AKM'nin çalışma prensibi, örnek yüzeyi ile elastik uç (cantilever) arasındaki etkileşme kuvvetinin ölçülmesine dayanır.

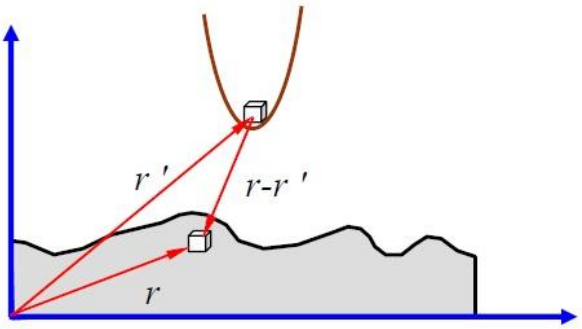


Şekil 3.5 AKM ucunun şematik gösterimi (Mironov 2004)

AKM'nin elastik ucundaki tipe örneğin uyguladığı kuvvet, ucun bükülmesine neden olur. AKM ucundaki bükülmenin ölçülmesi de uç ile örnek yüzeyi arasındaki etkileşme kuvvetinin bulunmasını sağlar. AKM ucuna etki eden kuvvetlerden biri van der Waals kuvvetidir. Birbirinden r mesafesi kadar uzak olan iki atomun van der Waals potansiyel enerjileri, eksplonansiyel Lenard-Jones potansiyeliyle verilir.

$$U_{LD}(r) = U_0\left\{-2\left(\frac{r_0}{r}\right)^6 + \left(\frac{r_0}{r}\right)^{12}\right\}$$

Bu denklemde toplamın ilk terimi uzun mesafeli dipol-dipol etkileşimlerden, ikinci terim ise Pauli dışarlama ilkesinden dolayı kısa mesafeli itmelerden kaynaklanmaktadır. r_0 parametresi, enerjinin minimum olduğu denge durumundaki atomlar arasındaki mesafeyi ifade eder.



Şekil 3.6 Tip ve yüzey atomlarının etkileşim enerjisinin hesaplanması (Mironov 2004)

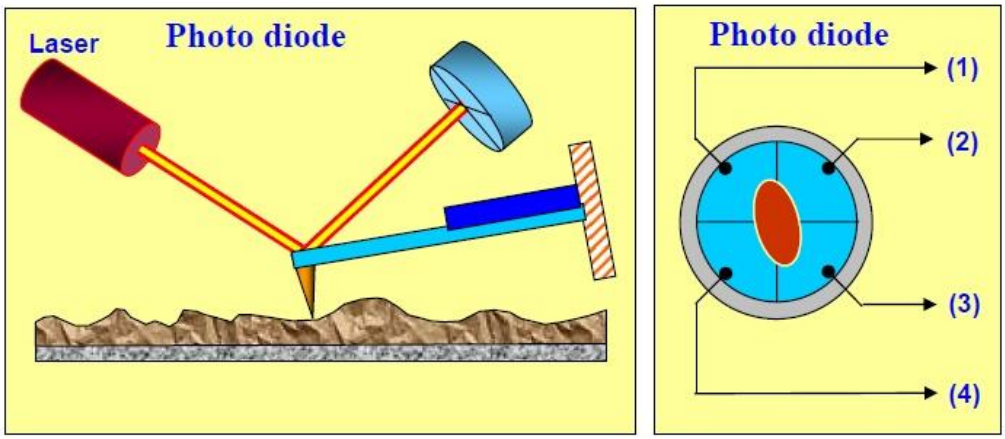
Buradan etkileşim enerjisi için;

$$W_{ÖT} = \int_{V_T}\int_{V_Ö} U_{LD}(r - r')n_T(r')n_Ö(r)dVdV'$$

elde edilir. $n_Ö(r)$ ve $n_T(r')$ terimleri örnekteki ve tipteki atomların yoğunluklarıdır. Buna göre örnekten tipe etki eden kuvvet;

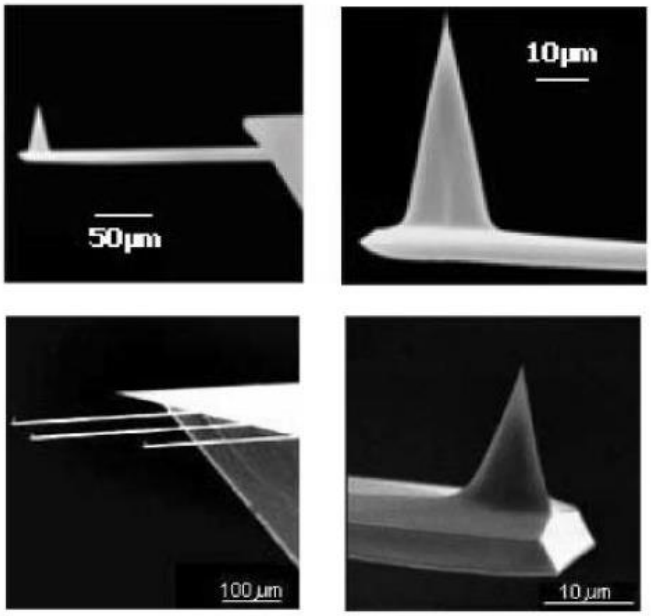
$$\overrightarrow{F_{ÖT}} = -grad(W_{ÖT})$$

olarak bulunur.



Şekil 3.7 Cantilever bükülmesini tespit eden optik sistemin şematik gösterimi (Mironov 2004)

AKM ucundaki bükülmeler optik yöntemlerle tespit edilip kaydedilebilir. Bu yöntemle diyot lazerden gelen ışın AKM ucuna odaklanır ve uçtan yansıyan ışın foto detektöre gelir. Pozisyona duyarlı bu foto dedektörlerde, dört bölmeli foto diyotlar bulunmaktadır.



Şekil 3.8 AKM uçlarına ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri (Mironov 2004)

AKM uçları silikon alttaşın, fotolitografi ya da asitle aşındırma yöntemleri kullanılarak SiO_2 ve Si_3Ni_4 katmanlarıyla kaplanmasıyla üretilir.

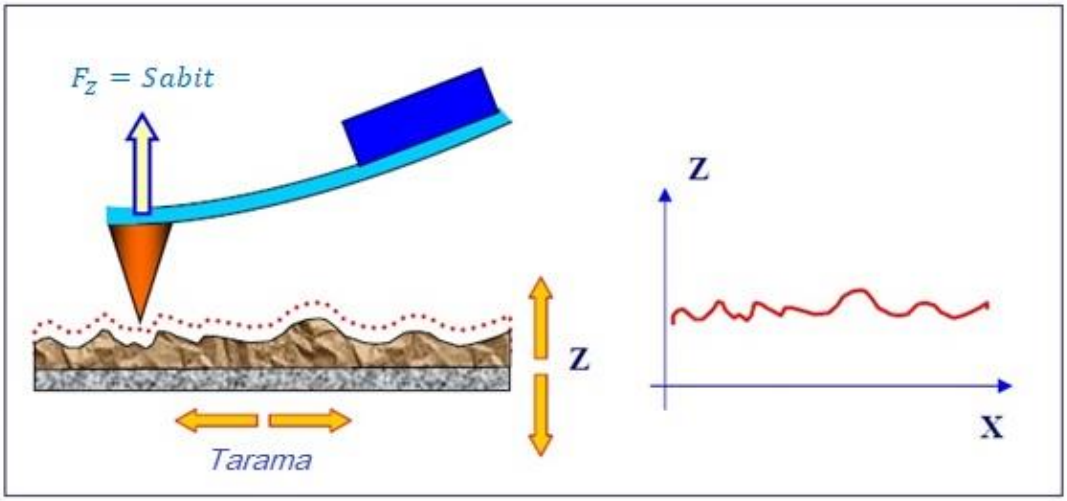
Uç ile örnek arasındaki etkileşim kuvveti Hooke yasası ile bulunabilir.

$$F = k.\Delta Z$$

Burada k, ucun elastik sabitidir. ΔZ ise bükülmeden dolayı uçtaki yer değiştirmedir. k değeri $10^{-3} - 10$ N/m aralığında, ucun yapıldığı malzemeye ve ucun geometrisine göre değişir. AKM uygulamasında ucun rezonans frekansı önemlidir. Ucun salınım frekansı aşağıdaki denklemle bulunur.

$$W_n = \frac{\lambda_i}{l^2}\sqrt{\frac{E.J}{\rho.S}}$$

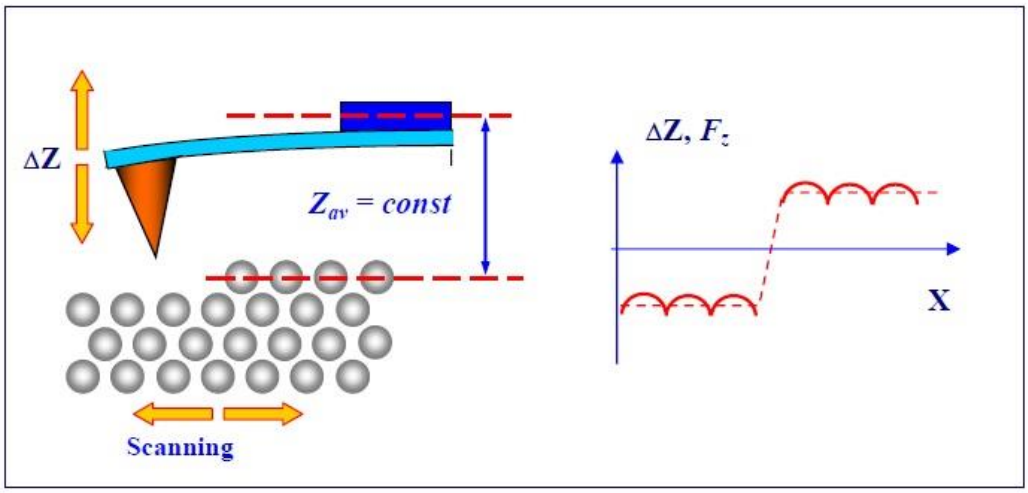
l ucun boyu, E Young modülü, J ucun eylemsizlik momenti, ρ malzeme yoğunluğu, S ucun kesit alanı, λ_i salınım moduna bağlı nümerik bir sabittir. Temel modların frekansları genellikle 10-1000 kHz aralığında değişir. Kalite faktörü Q, ucun çalıştığı ortama bağlıdır. Q değeri vakumda $10^3 - 10^4$ civarındayken, havada 300-500 aralığında değerlere düşer. Suda ise 10-100 aralığına kadar düşer. Temel olarak iki farklı tipte AKM uçları kullanılır. Bunlardan biri üçgen, diğeri dikdörtgen yapılı uçlardır.



Şekil 3.9 AKM sabit kuvvet modunun şematik gösterimi (Mironov 2004)

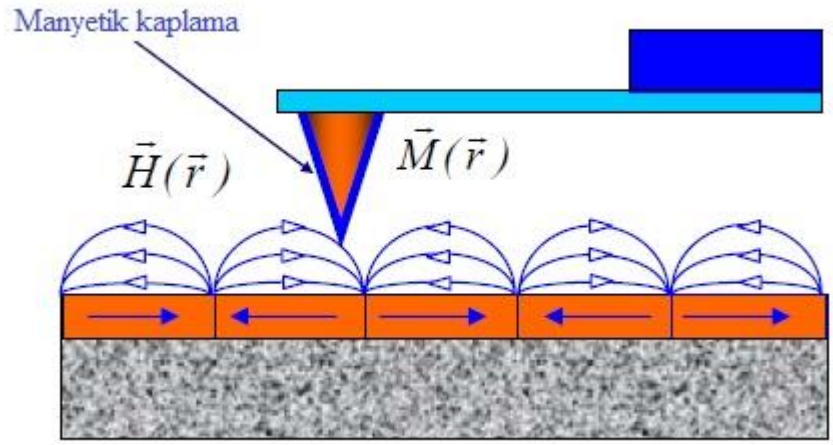
AKM çalışma metodları temaslı mod ve temassız mod olmak üzere iki gruba ayrılır. Temaslı modda daha düşük sertlikte uçlar kullanılır, bu da hassasiyeti arttırır. Aynı zamanda da ucun daha yumuşak olması, örnek yüzeyinin ucun temasıyla tahrip olmasını engeller. Temaslı mod; sabit kuvvet modu ya da sabit uzaklık modlarında uygulanır.

Sabit kuvvet modunda uca hep aynı büyüklükte kuvvet etki edecek şekilde, uçtan alınan geri bildirimlere göre ucun mesafesi ayarlanır.



Şekil 3.10 Sabit yükseklik modunun şematik gösterimi (Mironov 2004)

Sabit yükseklik modu, yüzey pürüzlülüğü düşük olan (birkaç Angstrom) örneklerde kullanılabilir. Bu modda uç ile örnek arasındaki mesafe ortalama bir yükseklikte sabit kalır. Bu modda ucun ΔZ bükülmesi, uca etki eden kuvvetle orantılıdır. AKM görüntüsü, etkileşim kuvvetinin uzaysal dağılımını gösterir.



Şekil 3.11 Örneğin manyetik alanı altında MKM ucu (Mironov 2004)

Manyetik kuvvet mikroskopisinde (MKM), mıknatıslanması bilinen ferromanyetik malzemeyle kaplı uçlar kullanılır. MKM ucu tek bir manyetik dipol olarak kabul edilir, manyetik momenti $\vec{m}$'dir. Örneğin ürettiği manyetik alan $\vec{H}(\vec{r})$ ile ucun manyetik momenti arasındaki etkileşime dayanır.

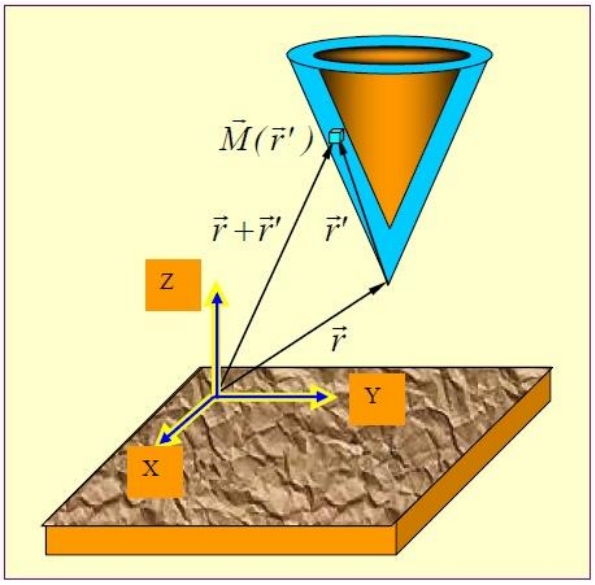
Bu durumda sistemin manyetik enerjisi;

$$W = -(\vec{m}.\vec{H})$$

olarak tanımlanır. $\vec{H}$ manyetik alanındaki manyetik dipole etki eden kuvvet:

$$\vec{f} = -grad(W) = \vec{\nabla}(\vec{m}.\vec{H})$$

MKM ucunun manyetik momenti $\vec{M}(\vec{r})dV$ şeklinde tanımlanır. Burada $\vec{M}$ ucun manyetizasyonu, dV kaplanmış yüzeyin hacmidir.



Şekil 3.12 Örneğin manyetik alanı ile MKM ucu arasındaki etkileşim (Mironov 2004)

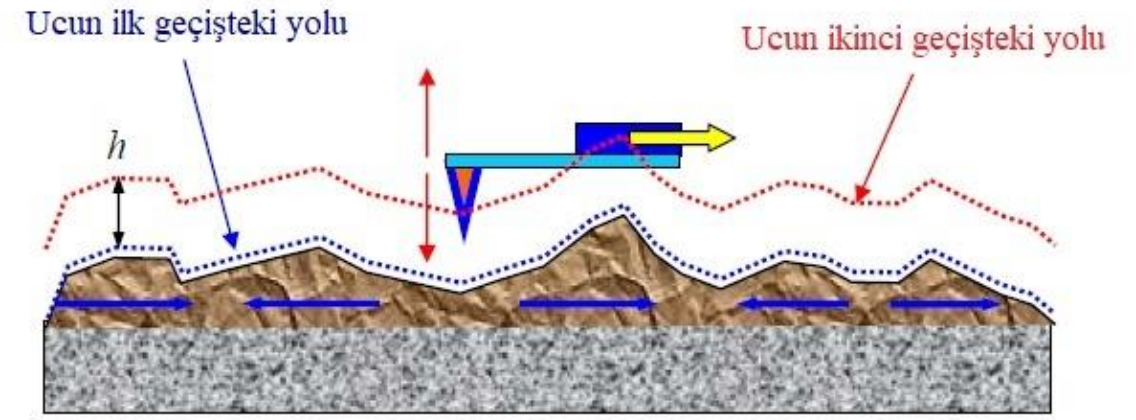
Uç örnek arasındaki manyetik etkileşiminden kaynaklı toplam enerji, ucun manyetik yüzeyi üzerinden alınan integralle bulunur.

$$W_{yüzey} = -\int_{V_{yüzey}} \vec{M}(\vec{r}).\vec{H}\left(\vec{r}+\overrightarrow{r'}\right) dV'$$

Ucun örnek manyetik alanıyla etkileşim kuvveti;

$$\vec{F} = -grad\left(W_{yüzey}\right) = \int_{V_{yüzey}} \vec{\nabla}\left(\overrightarrow{M}.\vec{H}\right)dV'$$

olarak bulunur.



Şekil 3.13 MKM çalışmasında çift geçiş tekniğinin şematik gösterimi (Mironov 2004)

Statik MKM tekniğinde tarama sırasında uç, örnekle sabit bir h mesafesinde hareket eder. MKM ucunun bükülmeleri optik sistem tarafından saptanır. Sabit mesafe taramanın yapılabilmesi için çift geçiş yöntemi uygulanır. İlk geçişte AKM topografik görüntüsü, temaslı ya da yarı temaslı kipte elde edilir. İkinci geçişte uç, örnek ile sabit h mesafesinde hareket eder ve tarama tekrarlanır. Manyetik etkileşim kuvvetinin, van der Waals kuvvetine göre çok büyük olması gerekir; h mesafesi buna uygun olacak şekilde büyük olmalıdır. Uçla örnek yüzeyi arasındaki mesafe korunarak gerçekleştirilen ikinci geçişte ucun bükülmeleri manyetik kuvvetlerin yerel heterojenliğinden kaynaklanır.

3.2.3 Taramalı elektron mikroskobu

Üretilen şerit örneklerin yüzey morfolojisi ve kompozisyonları Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü'nde bulunan Zeiss marka, EVO 40 model taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope-SEM) ile incelenmiştir. Kullanılan elektron mikroskobunda EDX (Energy Dispersive X-ray) dedektörü, SE (Secondary Electron) dedektörü ve BSD (Back Scattered Electron Dedector) dedektörleri bulunmaktadır.



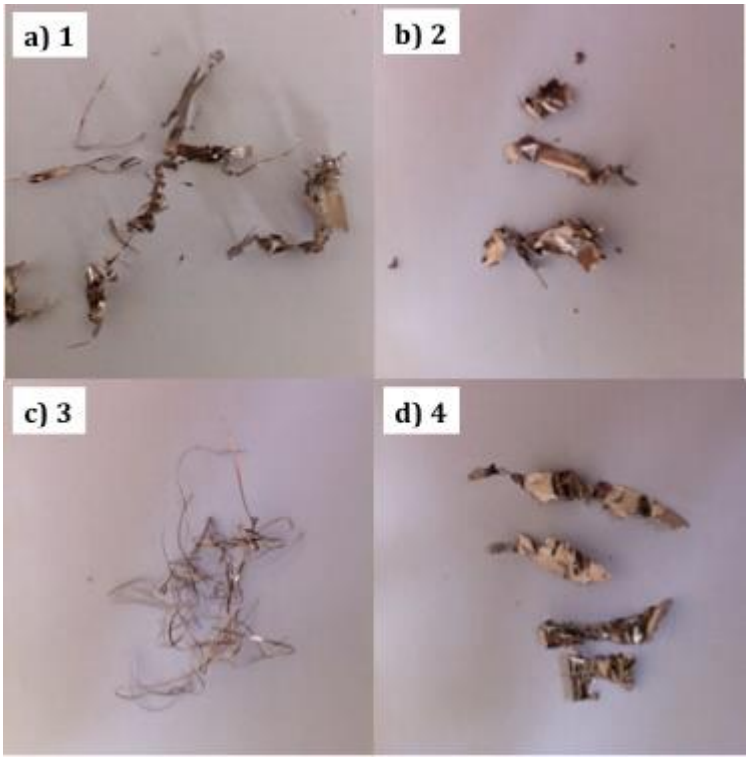
Şekil 3.14 Zeiss EVO 40 marka taramalı elektron mikroskobu

Tipik bir SEM elektron tabancasında manyetik lensler, vakum sistemi ve çeşitli dedektörler bulunmaktadır. Öncelikle tüm sistem vakumlanır, vakum altında elektron tabancası 1-40eV enerjisine kadar elektronları örnek üzerine hızlandırır. Bu enerjiyle hızlandırılan elektronlar manyetik lenslerle örnek üzerinde ince bir uç oluşturacak şekilde odaklanırlar. Çoğu SEM elektronları örnek üzerinde 10 nm spot genişliğiyle odaklar. Bu dar spot genişliği yine de makul kalitede görüntü edebilecek kadar yüksek akım taşımaktadır. Odaklanmış elektron demetiyle örnek arasındaki etkileşim hacmi hem SEM görüntülerinin yorumlanması hem de düzgün bir kantitatif X-ışını analizi için önemlidir. SEM'deki görüntü detayları ve çözünürlük sadece demet genişliğiyle değil, aynı zamanda etkileşim hacminin büyüklüğüyle de alakalıdır. Etkileşim hacmi, elektron demetinin enerjisiyle artarken, örneğin artan atom numarası ile azalır. Hızlandırılmış elektron demeti örneğe çarptığı zaman, örnek içine 1µm derinliğe kadar nüfuz eder ve hem elastik hemde elastik olmayan etkileşimler yapar. Bu etkileşimler ise geri saçılan elektronlar (Back Scattered Electrons-BSE), ikincil elektronlar (Secondary Electrons-SE), karakteristik ve Brehmsstrahlung X-ışınları olmak üzere çeşitli yayınımlara neden olur. İkincil elektronlar 10-100nm aralığında derinlikten yayınlanırken, BSE örneğin daha derinlerinden yayınlanır. İkincil elektronlar, SE dedektörü ile tespit edilir ve örnek yüzeyi

ve yüzey pürüzlülüğü hakkında bilgi edinilmesini sağlar. Geri saçılan elektronlar BSD dedektörü ile tespit edilir. BSD görüntüsündeki kontrast farklarıyla örnekte farklı fazlar, farklı kompozisyona sahip bölgeler tespit edilebilir. Enerji dağılımlı X-ışını (EDX) dedektörü ile örnek üzerinde seçilen bölgede X-ışını analizi yapılarak, bölgenin kompozisyonu belirlenir. Örneğin homojen olup olmadığının anlaşılabilmesi için örnek üzerinde en az dört farklı bölgede kompozisyon analizi yapılarak, her bölgede aynı kompozisyon olup olmadığı tespit edilir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI

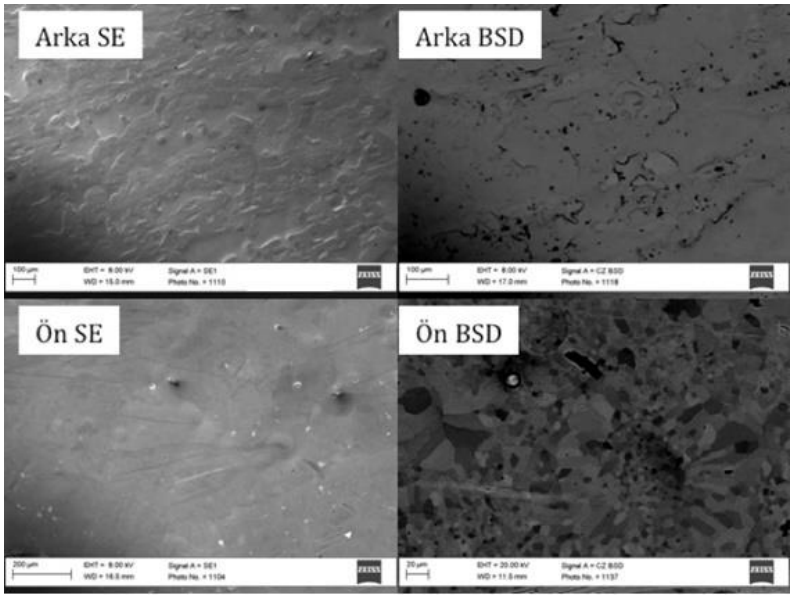
Üretilen şerit örneklerin fotoğrafları şekil 4.1'de görünmektedir. Fotoğraflardan da görüldüğü üzere 3 numaralı örnek iğne şeklinde elde edilmiş, istenildiği gibi şeritler elde edilememiştir. Diğer örnekler ise birkaç cm uzunluğunda ve birkaç mm genişliğinde şeritler şeklinde elde edilmiştir. Örneklerin şekillerine göre, 2 ve 4 numaralı örneklerin üretilmesi için seçilen parametrelerin, şerit üretimi için daha uygun olduğu söylenebilir.



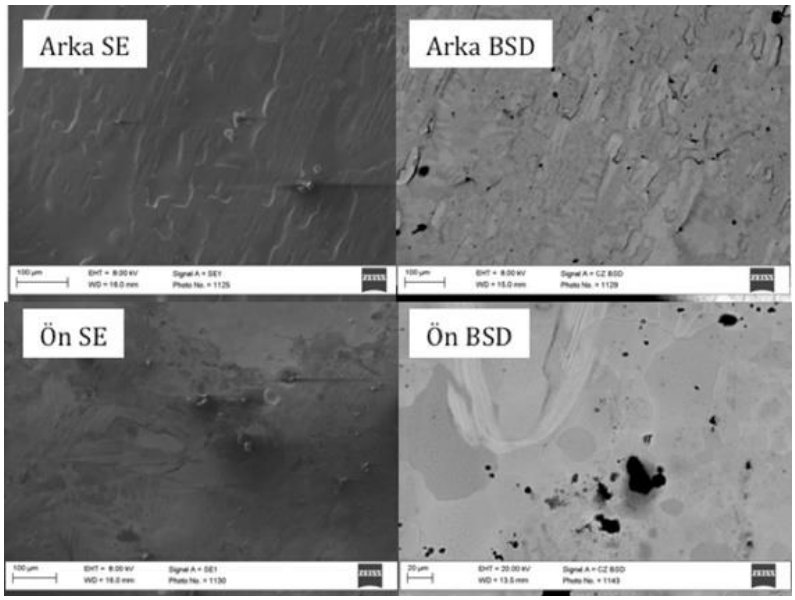
Şekil 4.1 Üretilen dört farklı şeridin fotoğrafları

4.1 Örneklerin Yapısal Özellikleri

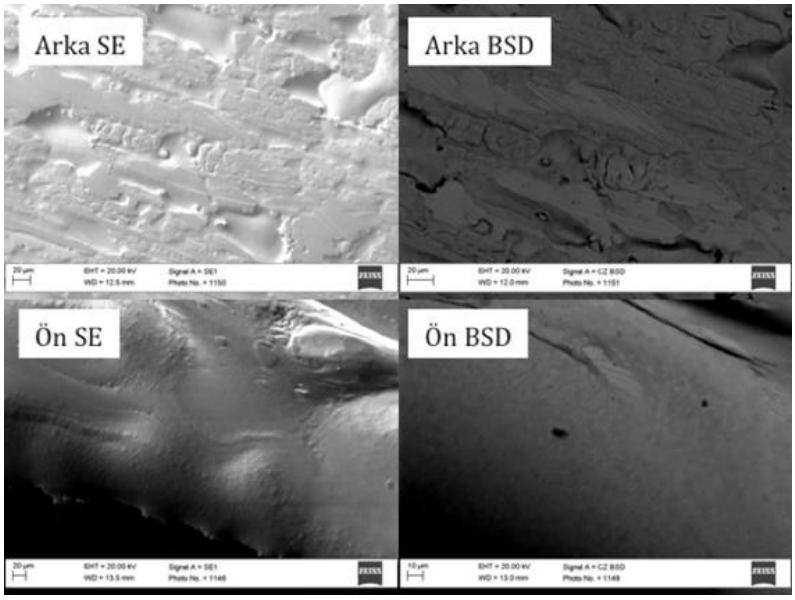
Üretilen şerit örnekler için taramalı elektron mikroskobu ile elde edilen SE ve BSD görüntüleri şekil 4.2-4.5'te verilmiştir. Burada örneğin eriyik ergitme sistemindeki bakır tekerlek ile temas eden yüzeyi "ön yüzey", tekerlekle temas etmeyen yüzeyi ise "arka yüzey" olarak tanımlanmıştır.



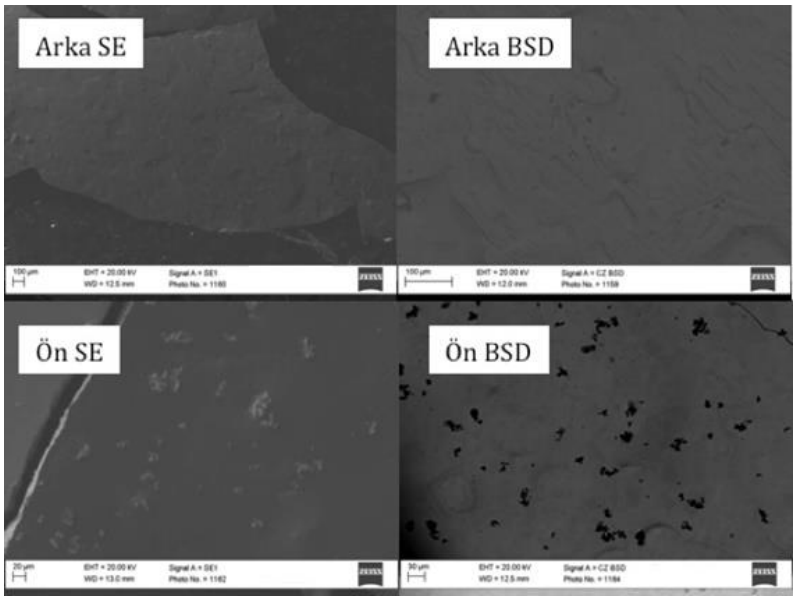
Şekil 4.2 1 numaralı şeride ait SEM görüntüleri



Şekil 4.3 2 numaralı şeride ait SEM görüntüleri



Şekil 4.4 3 numaralı şeride ait SEM görüntüleri



Şekil 4.5 4 numaralı şeride ait SEM görüntüleri

Tüm örnekler için ön yüzeyler ve arka yüzeylerin morfolojilerinin farklı olduğu görülmektedir. Ön yüzeylerdeki girinti ve çıkıntıların, arka yüzeylere göre daha az olduğu gözlenmiştir.

1 numaralı örneğin ön yüzeyinin BSD görüntüleri incelendiğinde, farklı renk kontrastlarında bölgeler olduğu görülmektedir. Farklı renk kontrastları da bu bölgelerin konsantrasyonlarının farklı olduğunu gösterir. 1 numaralı örnek, pota-tekerlek arası mesafesi en fazla olan örnektir. Bu mesafe farklı bir soğuma prosesine yol açmış ve bu nedenle soğuma esnasında farklı konsantrasyonlu bölgeler oluşmuş olabilir.

2 numaralı örnek için elde edilen SE ve BSD görüntüleri de 1 numaralı örneğe yakındır. 2 numaralı örneğin ön yüzeyine ait BSD görüntülerinde de belirgin bir renk kontrastı gözlenmiştir. Aynı şekilde 3 numaralı örneğin ön yüzeyine ait BSD görüntülerinde de renk kontrastı gözlenmiştir. 4 numaralı örneğin ön yüzeyinin BSD görüntülerinde ise renk kontrastının daha az olduğu, dolayısıyla farklı fazların daha az bulunduğu gözlenmiştir. 1,2 ve 3 numaralı örneklerin farklı konsantrasyonlarda bölgelere sahip olmasının, tekerlek-pota mesafesi ile ilgili olduğu düşünülmektedir. Ayrıca 4 numaralı örneğin arka yüzeyindeki pürüzlülük de diğer örneklere göre daha azdır; bu örneğin hem ön hem de arka yüzeylerinin yüzey profili oldukça düzgündür. 4 numaralı örneğin ön yüzey BSD görüntüsünde görülen siyah noktaların, örnek külçe şeklindeyken yüzeyinin parlatılması için kullanılan zımpara kağıdından (SiC) gelen kirliliklerden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu kirlilikler BSD görüntüsünde farklı fazlar olarak görülmektedir.

Taramalı elektron mikroskobunun EDX dedektörü ile tüm şeritlerin kompozisyon analizleri yapılmıştır. EDX analiz sonuçları, elementlerin kompozisyondaki atomik yüzdelerine göre Çizelge 4.1'de verilmiştir.

Çizelge 4.1 Şerit örneklere ait EDX analizi sonuçları

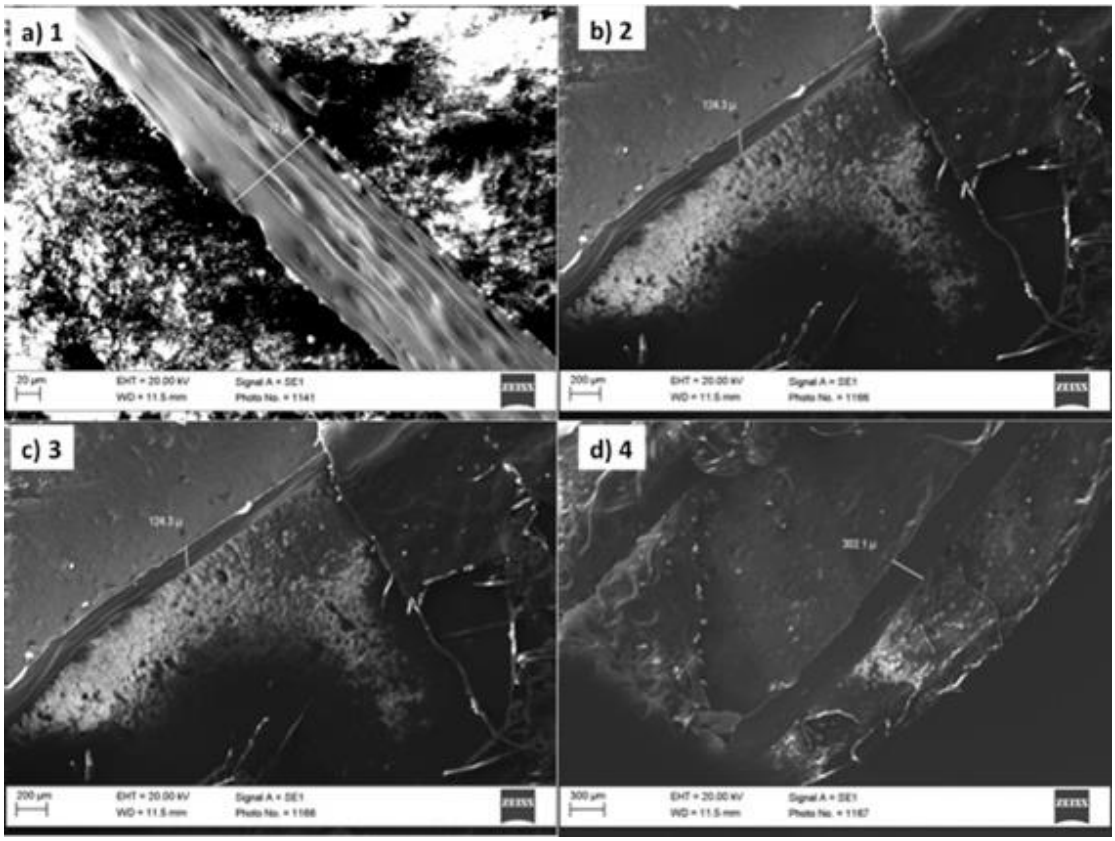
Örnek No	**Beklenen Kompozisyon (%at)**	**EDX Sonucu (%at)**
1	$Cu_{50}Mn_{25}Al_{25}$	$Cu_{50.61}Mn_{24.40}Al_{24.99}$
2		$Cu_{50.65}Mn_{26.11}Al_{23.24}$
3		$Cu_{48.91}Mn_{32.87}Al_{18.22}$
4		$Cu_{51.14}Mn_{35.08}Al_{13.78}$

Elde edilen şeritlerin kalınlıklarının tespit edilmesi için taramalı elektron mikroskobu ile şeritlerin kesitleri incelenmiştir. Şeritlerin kalınlıkları Çizelge 4.2'de verilmiştir.

Çizelge 4.2 Şeritlerin üretim parametreleri, örneklerin yüzey kaliteleri ve örnek kalınlıkları

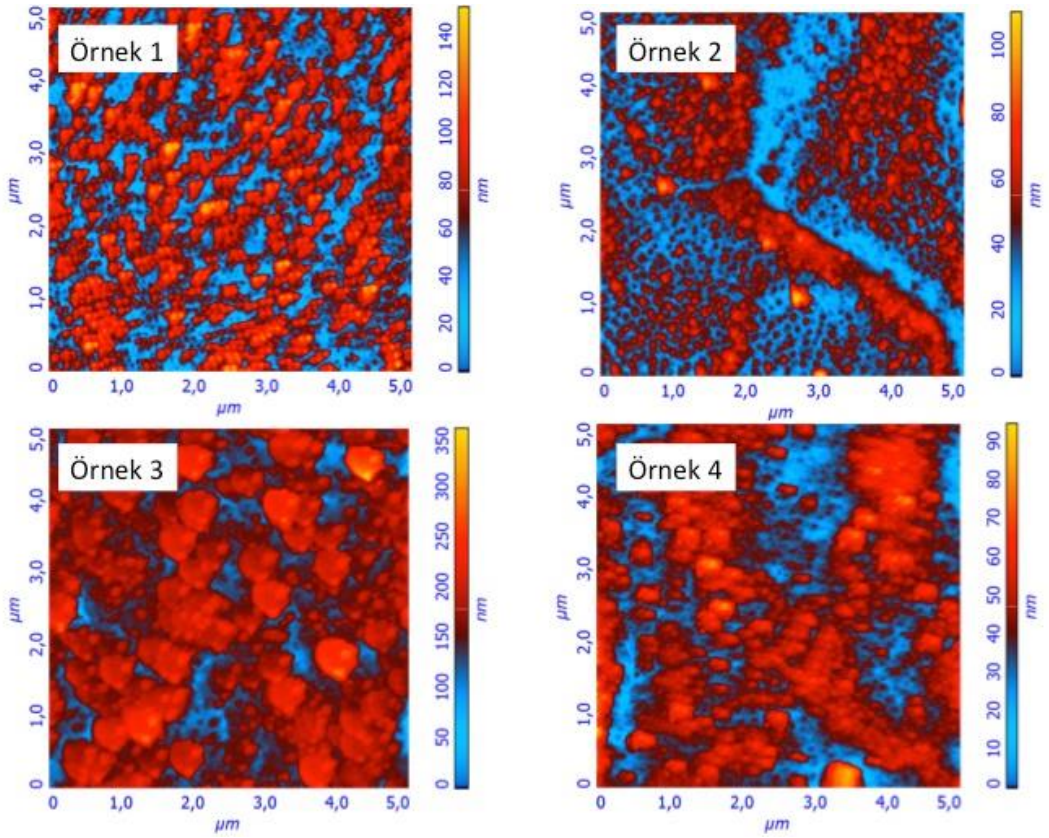
Örnek No	Tekerlek Hızı	Püskürtme Basıncı	Pota-Tekerlek Mesafesi	Örnek Kalitesi	Örnek Kalınlığı
1	40 Hz	0,30 bar	1,0 mm	+	70.0 µm
2	40 Hz	0,35 bar	0,6 mm	++	130 µm
3	40 Hz	1,00 bar	0,6 mm	-	124 µm
4	40 Hz	0,30 bar	0,7 mm	+++	300 µm

Şeritlerin kesitleri için elde edilen SE görüntüleri şekil 4.6'da verilmiştir. Literatürde benzeri çalışmalarda, şerit kalınlıklarının tekerlek hızı ile değiştiği örnekler olmasına rağmen, bu çalışmada aynı tekerlek hızı ile üretilen şeritlerin kalınlıklarının farklı olduğu gözlenmiştir.



Şekil 4.6 Tüm şerit örneklerin kesitlerine ait SEM görüntüleri

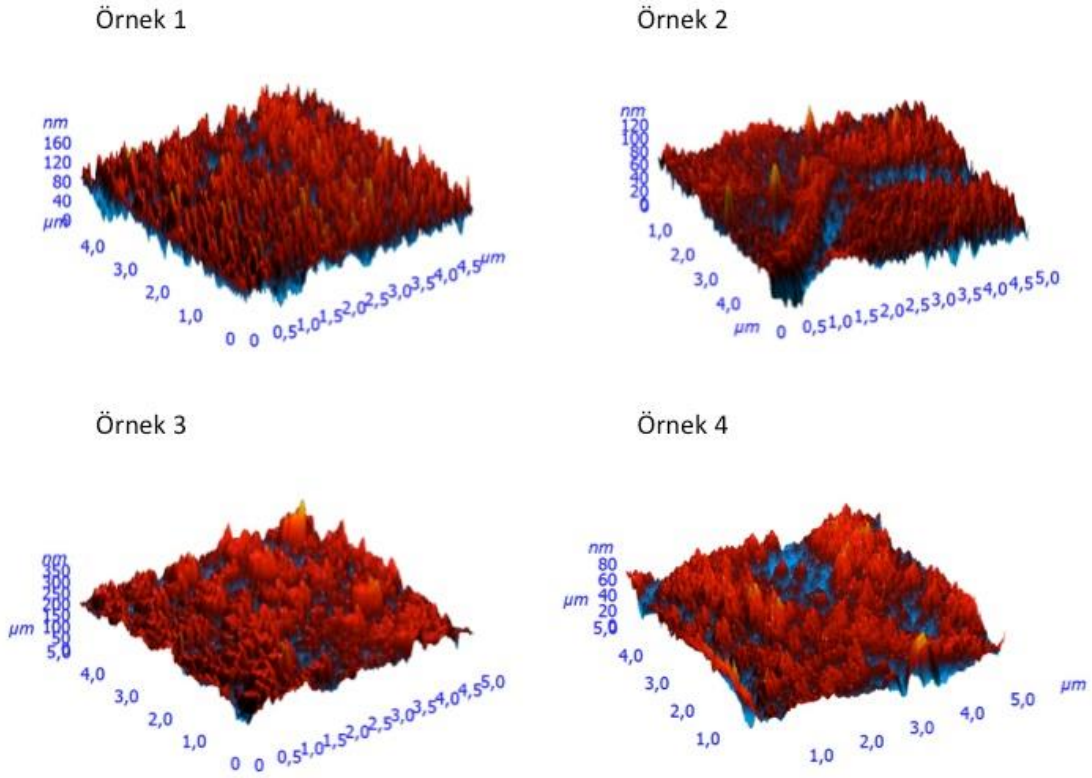
Farklı üretim parametreleriyle üretilen şeritlerin yüzey morfolojilerindeki farklılıklar atomik kuvvet mikroskobuyla incelenmiştir. Bu incelemelerden elde edilen AKM görüntüleri şekil 4.7'de verilmiştir.



Şekil 4.7 Şerit örneklerin yüzey morfolojilerini gösteren AKM görüntüleri

Dört örnek için elde edilen AKM görüntülerinin yanında verilen skalalar göz önüne alındığında birbirlerinden çok farklı yüzey pürüzlülüklerine sahip oldukları anlaşılmaktadır. Özellikle 4 numaralı örneğin pürüzlülüğünün diğerlerine göre çok az olduğu, 3 numaralı örneğin pürüzlülüğünün ise fazla olduğu görülmektedir.

Her bir örnek için 3 boyutlu AKM görüntüleri de elde edilmiştir. Bu görüntülere bakıldığında da 4 numaralı örnekte yükselti farklılıklarının daha az olduğu, pürüzlülüğün düşük olduğu görülmektedir.



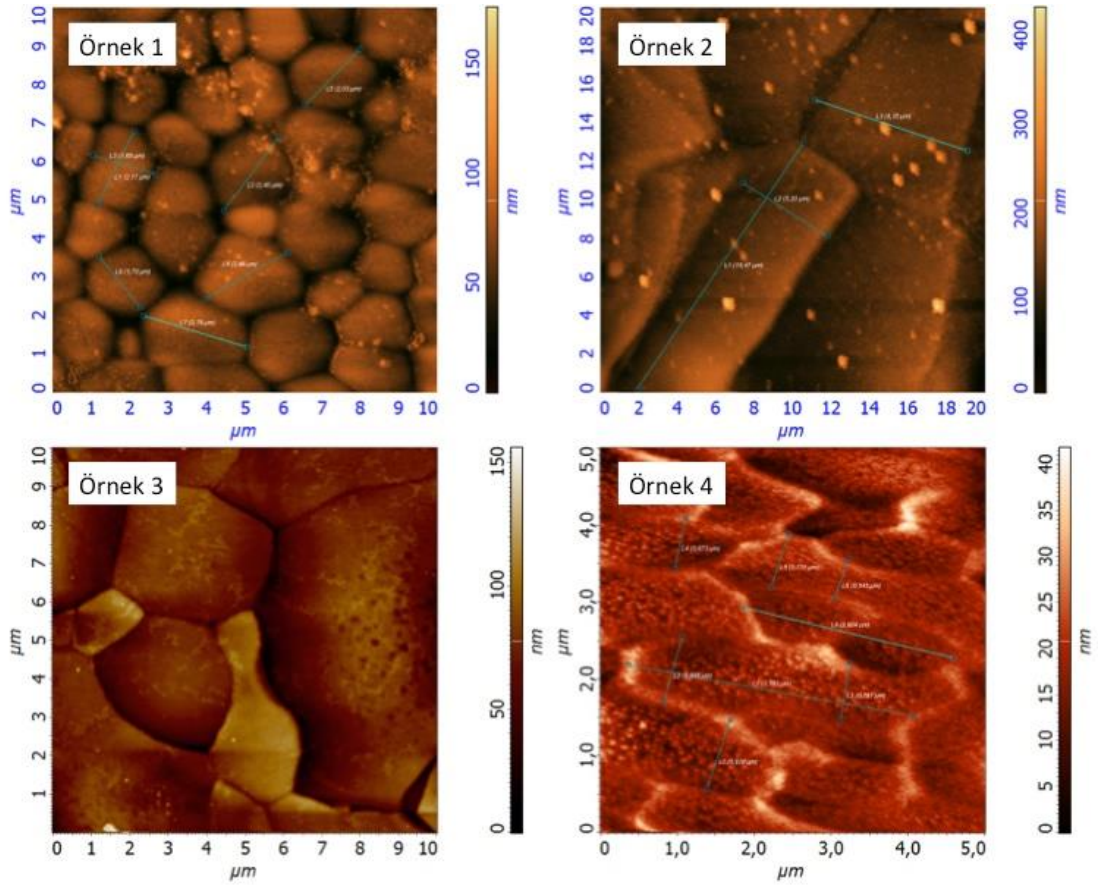
Şekil 4.8 Şerit örneklerin 3 boyutlu AKM görüntüleri

Çizelge 4.3 AFM çalışmalarında elde edilen yükseklik ve pürüzlülük değerleri

Örnek No	**1**	**2**	**3**	**4**
Maksimum Yükseklik (nm)	176	432	358	94
Ortalama Yükseklik (nm)	61	138	171	43
Ortalama Pürüzlülük (nm)	12	24	26	9

AKM çalışmalarında ayrıca örneklerin yüzeylerindeki grain yapıları da incelenmiştir. Şekil 4.9'da dört şerit örneğin ön yüzlerine ait AKM görüntüleri ve grain yapıları gösterilmektedir. 1 ve 3 numaralı örneklerde küresel tanecikli yapılar gözlenirken; 2 ve 4 numaralı örneklerde ise dikdörtgenler şeklinde büyümüş tanecikler görülmektedir. 2 numaralı örnekte, 4 numaralı örneğe göre daha büyük tanecikli bir yapı oluştuğu

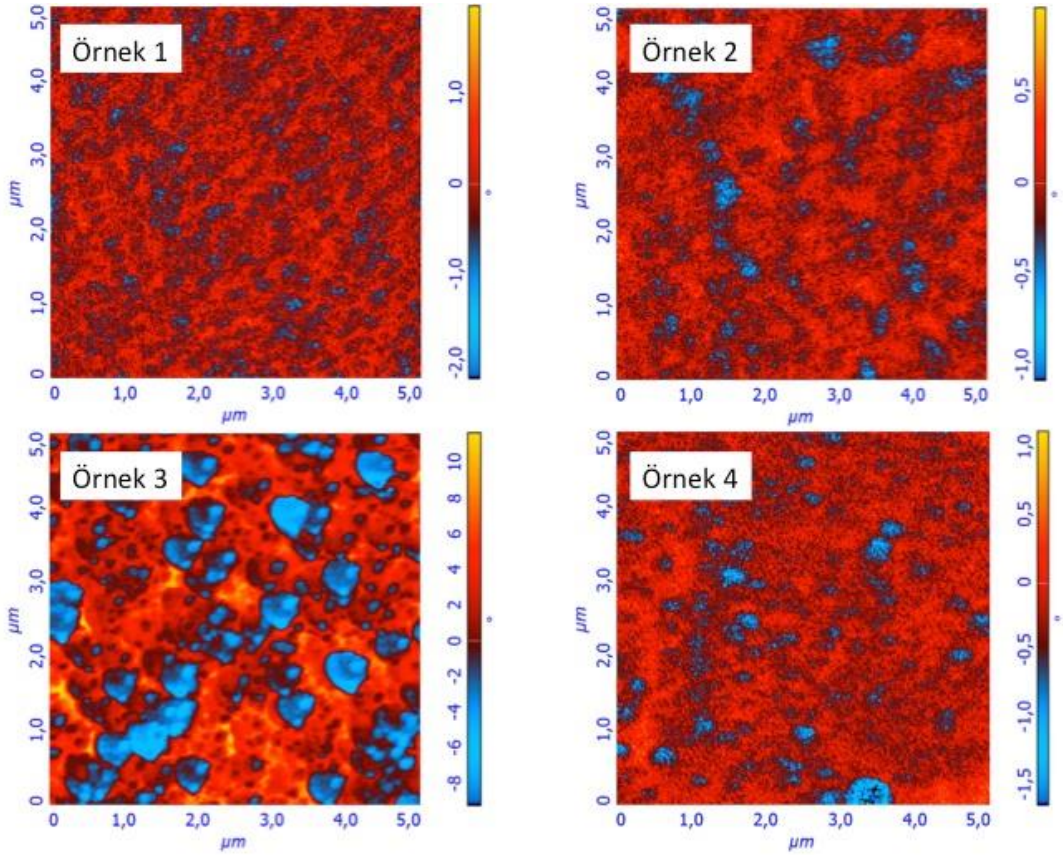
gözlenmektedir. 3 numaralı örneğin yüzeyinde ise çok farklı boyutlarda tanecikler oluşmuştur, bu örnek yüzey topografisinde homojen bir dağılım göstermemektedir.



Şekil 4.9 Şerit örneklerin grain yapıları

4.2 Örneklerin Manyetik Özellikleri

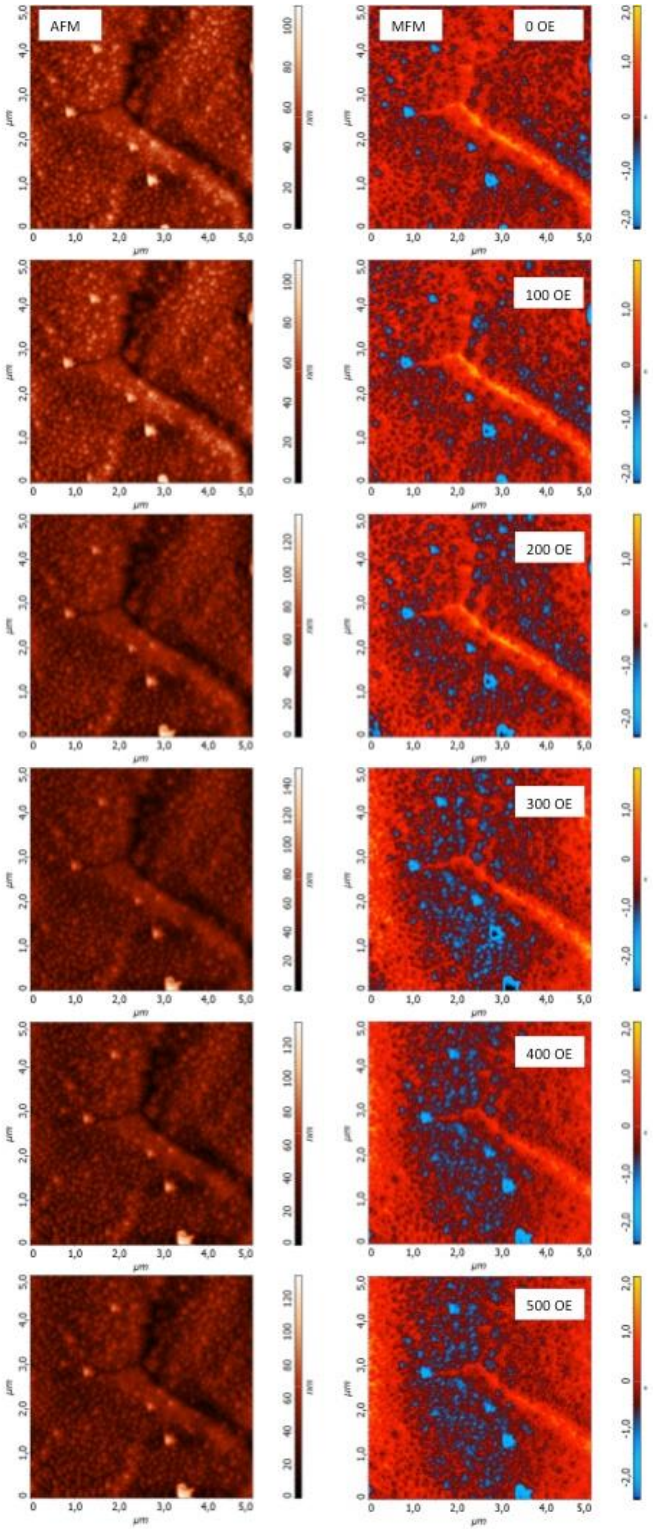
Şeritlerin manyetik kuvvet mikroskobu kullanılarak manyetik domain yapıları arasındaki farklar da incelenmiştir. Bunun için dört şerit örneğin, sıfır manyetik alan altında yapılan MKM çalışmalarına ait görüntüler şekil 4.10'da verilmiştir.



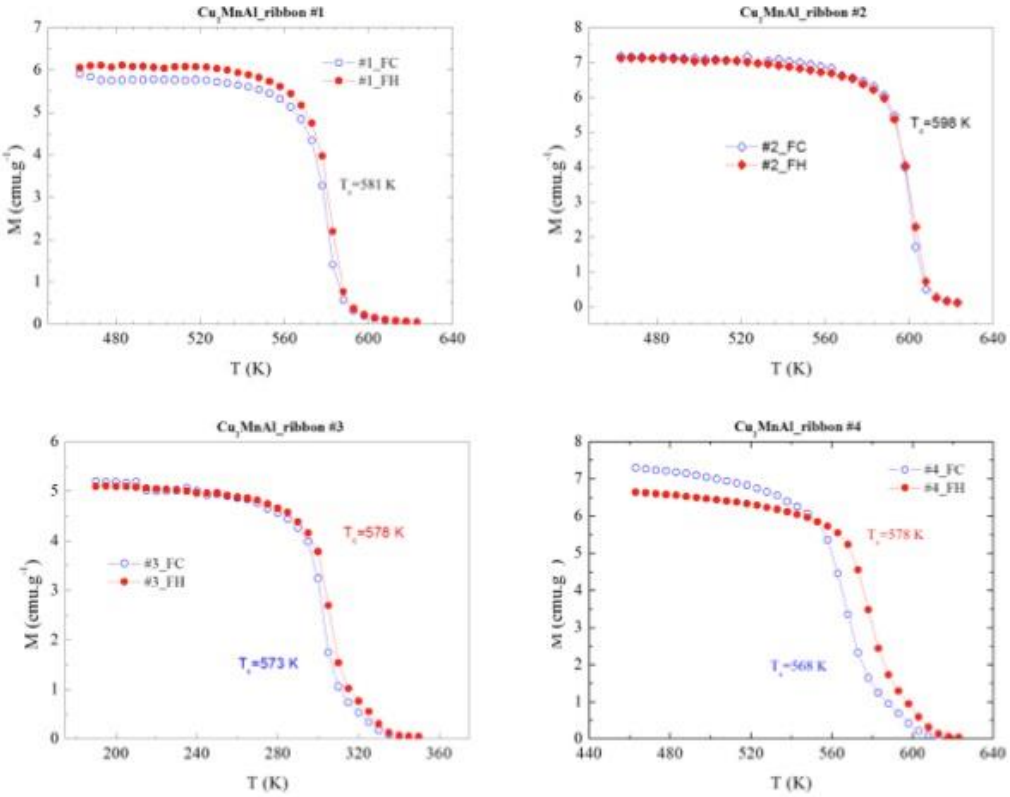
Şekil 4.10 Şerit örneklerin sıfır manyetik alan altında MKM görüntüleri

MKM görüntelerinden de görüldüğü üzere, 3 numaralı örnekte manyetik bölgeler homojen dağılmamaktadır. Diğer üç örnekte ise manyetik bölgeler homojen dağılmaktadır.

Şerit örneğin manyetik alan altında manyetik domain davranışlarının incelenmesi için örnek yüzeyine paralel yönde alan uygulanmıştır. 2 numaralı örnek için 0-500 Oe arasında manyetik alanlar uygulanarak yapılan MKM ölçümlerine ait görüntüler şekil 4.11'de verilmiştir. Artan manyetik alan altında negatif faz kaymasının giderek arttığı görülmektedir. Manyetik alan uygulandıkça manyetik domainler, uygulanan manyetik alana paralel yönde olmaktadır.



Şekil 4.11 2 numaralı örneğin 0-500 Oe manyetik alan altında MKM görüntüleri

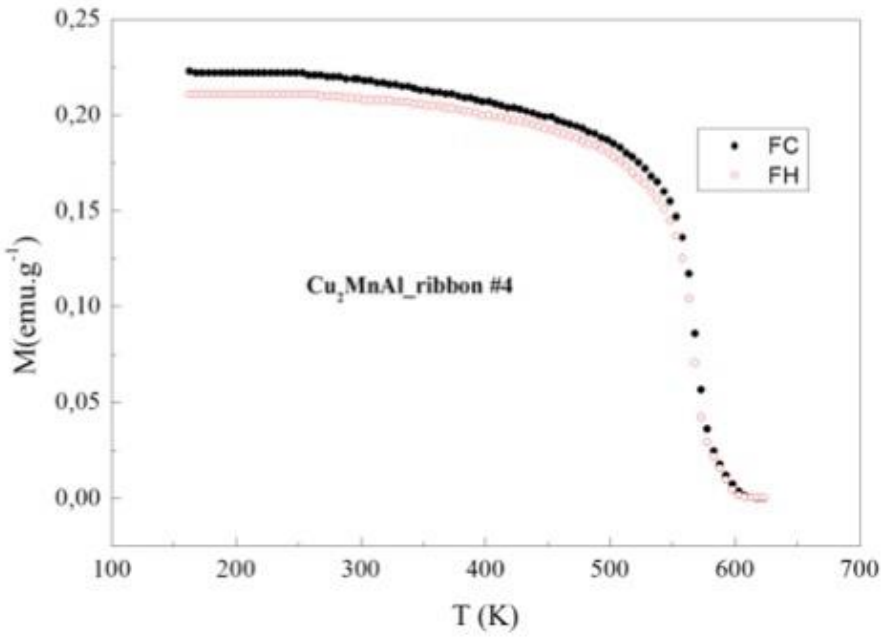


Şekil 4.12 Şerit örneklerin sıcaklığa bağlı mıknatıslanma ölçümleri

Üretilen şerit örneklerin manyetik özelliklerinin tespit edilmesi için, düşük manyetik alan (100 Oe) altında sıcaklığa bağlı mıknatıslanma ölçümleri yapılmıştır. Şekil 4.12'de dört örneğin de sıcaklık (T)-mıknatıslanma (M) eğrileri verilmiştir. M-T grafiklerine göre dört şerit örnek de ferromanyetik özellik göstermektedir. Ferromanyetik şeritlerin Curie sıcaklıkları, mıknatıslanmanın sıcaklığa göre değişiminin en yüksek olduğu noktadan bulunmuştur. Dört örneğin Curie sıcaklıkları Çizelge 4.4'te gösterilmiştir. Şerit örneklerin ölçülen Curie sıcaklıkları, literatürde hacimsel örneğin Curie sıcaklığından daha düşüktür. Bunun nedeni şeritlerin üretimleri sırasında hızlı soğutmaya maruz kalmaları dolayısıyla kristallenme oranlarının hacimsel örneğe göre daha düşük olmasıdır.

3 numaralı örneğin Curie sıcaklığı diğer örneklere göre yaklaşık 20 K daha yüksektir. Yapılan EDX analizine göre de 3 numaralı örneğin farklı kompozisyonda elde edilmesi, Curie sıcaklığındaki bu farklılığa neden olmuş olabilir.

İkincil ısıl işlem uygulanarak şeritlerin kristallenmesinin değiştirilmesi, böylece manyetik özelliklerinin değiştirilmesi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda 4 numaralı şerit örneğe 773K sıcaklıkta 5 saat boyunca ısıtılmış ve düşük hızda, oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur. Bu örneğe ait sıcaklığa bağlı mıknatıslanma grafiği şekil 4.13'te verilmiştir.



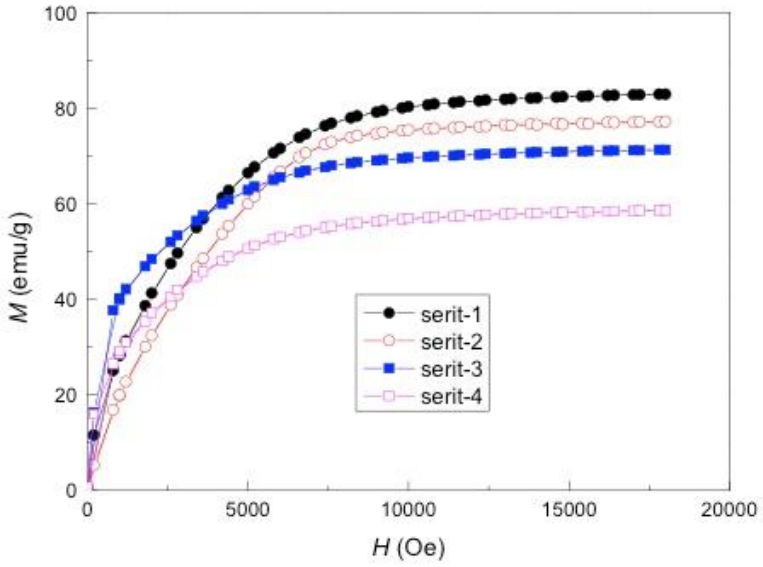
Şekil 4.13 4 numaralı şerit örneğin ikincil ısıl işlem sonrası M-T grafiği

Isıl işlem sonrasında örneğin Curie sıcaklığının 12K kadar arttığı tespit edilmiştir. Bu ikincil ısıtmanın yeniden kristallenmeye neden olması sebebiyle örneğin kristallenme oranının artması sonucunda gerçekleşmiştir.

Çizelge 4.4 Örneklerin M-T eğrilerinden bulunan Curie sıcaklığı değerleri

Örnek No	**T_C(K)**
1	581
2	598
3	578
4	578
4'	590

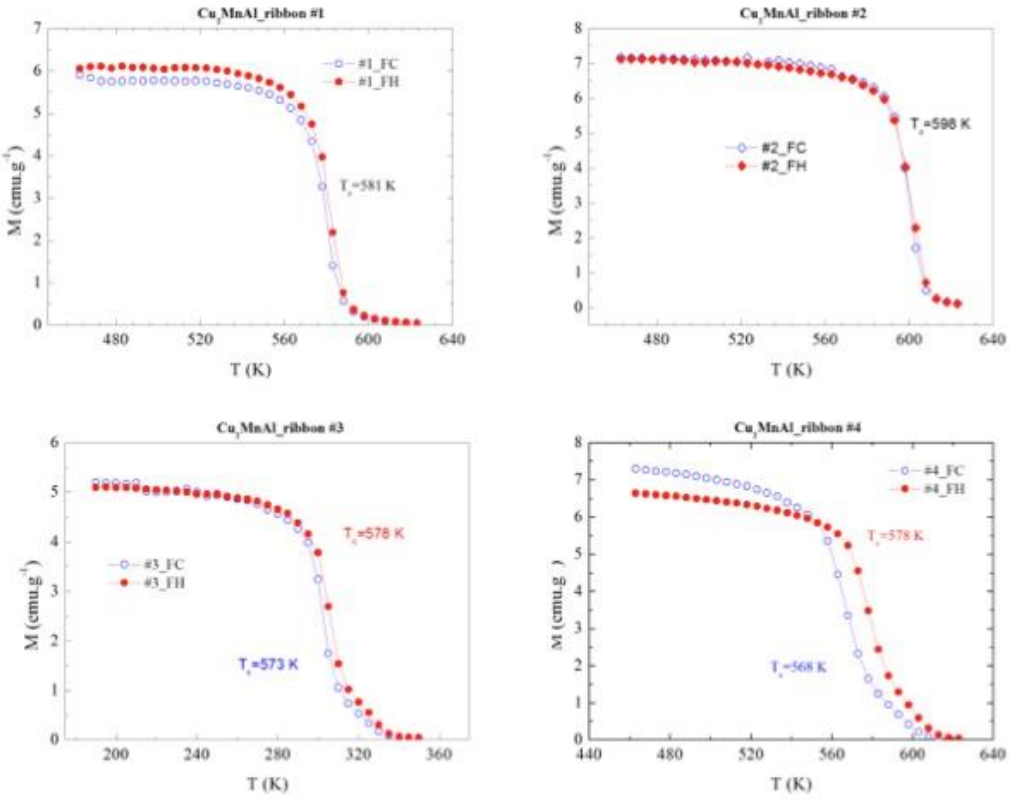
Üretilen şerit örneklerin oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı mıknatıslanma ölçümleri de yapılmıştır. Şekil 4.14'te tüm örneklerin M-H eğrileri verilmiştir. Burada 1 ve 2 numaralı örneklerin doyum mıknatıslanmaları birbirlerine çok yakın ve yaklaşık olarak 80 emu/g olarak ölçülmüştür. 3 numaralı örnek, 1 ve 2 numaralı örneklere göre 10 emu/g'lık daha düşük bir doyum mıknatıslanmasına sahiptir. 4 numaralı örnek ise yaklaşık 60 emu/g ile en düşük doyum mıknatıslanmasına sahiptir.



Şekil 4.14 Dört şerit örneğin manyetik alana göre mıknatıslanma ölçümleri

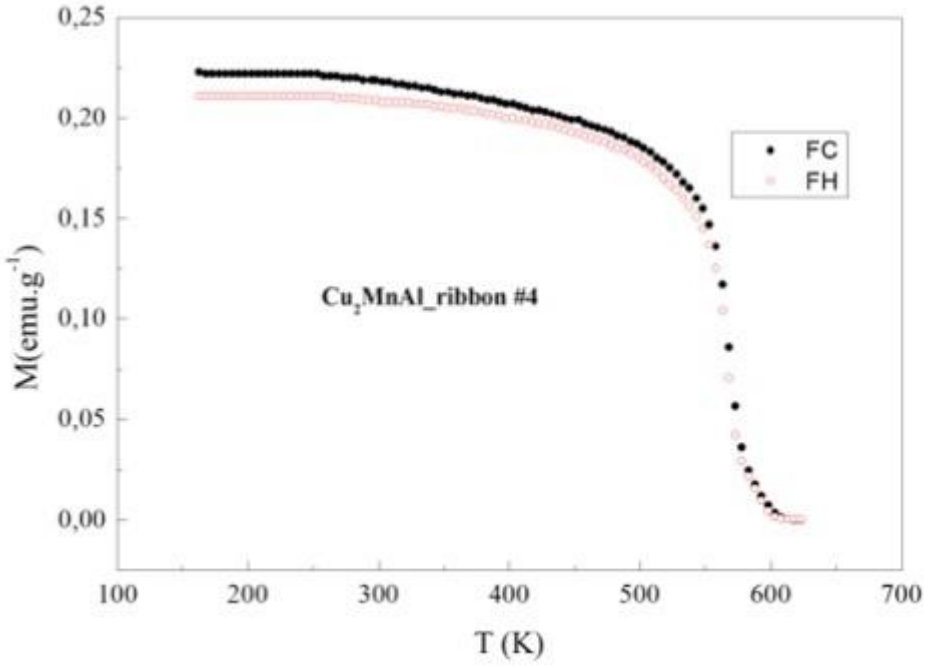
5. TARTIŞMA VE SONUÇLAR

Cu_2MnAl alaşımının manyetik şerit örnekleri değişik üretim parametreleri kullanılarak üretilmiş ve özellikle atomik kuvvet mikroskobu ve elektron mikroskobu çalışmaları ile detaylı olarak incelenmiştir. Üretilen dört adet şerit örneğinin de manyetik olarak ferromanyetik düzenlendiği mıknatıslanma ölçümlerinden belirlenmiştir. AKM ile örneklerin yüzey morfolojisi incelenmiş ve yüzey pürüzlülüğü, ortalama yükseklik gibi parametreler belirlenmiştir. Elde edilen sonuçların karşılaştırılması ile şerit üretimi sırasında özellikle pota ile tekerler arasındaki mesafenin şeridin gerek manyetik özelliklerine gerekse yüzey morfolojisi ve kalınlığına direkt olarak etkisi olduğu gözlenmiştir.



Şekil 5.1 Dört şerit örneğin M-T eğrileri

Şeritlerin şekil 5.1'deki sıcaklığa bağlı mıknatıslanma ölçümleri incelendiğinde Curie sıcaklığı yakınlarında histeresis eğrisi gözlenmemiştir. Bu da 1. Dereceden faz geçişinin, Austenite-Martensite geçişinin gerçekleşmediğini göstermektedir.



Şekil 5.2 4 numaralı örneğe ait M-T eğrisi

Yalnızca 4 numaralı örnekte termal histeresis varmış gibi görülse de, bu sıcaklığa bağlı manyetizasyon ölçümü yapılan sistemin hatasından kaynaklanmaktadır. Görülen bu histeresis sonucunda, 4 numaralı örneğe ısıl işlem uygulanarak mıknatıslanma ölçümü tekrarlanmıştır. Isıl işlem sonrası şekil 5.2'deki M-T eğrisinde termal histeresis gözlenmemiştir.

Bu alaşım için en uygun üretim parametrelerinin belirlenebilmesi için farklı üretim parametreleriyle daha fazla sayıda örnek üretilmelidir. Bu çalışmada tekerlek hızı dört örneğin üretiminde de aynıdır; farklı tekerlek hızlarında da örnek üretilmesi yararlı olacaktır.

Yapılan tüm analizlerin sonuçları değerlendirildiğinde 2 numaralı örneğin üretilmesi için kullanılan üretim parametrelerinin, diğer üçünden daha uygun olduğu söylenebilir. 3 numaralı örnek için kullanılan parametreler, iğne şeklinde ve düşük kalite şeritler elde edilmesine neden olmuştur. Ayrıca 3 ve 4 numaralı örneklerin EDX analizleri sonucunda, istenilen kompozisyondan uzaklaşıldığı görülmektedir. Literatürdeki (Zhang vd. 2004) Cu_2MnAl alaşımı için bulunan Curie sıcaklığı ve doyum mıknatıslanması değerleri ile de kıyaslandığında, 2 numaralı örneğin sonuçlarının uyumlu olduğu görülmektedir. Bu örnek için yapılan AKM çalışmalarında da, diğer örneklere göre daha büyük tanecikli yapılar gözlenmiştir. Daha iyi manyetik ve yapısal özellik gösteren bir şerit örneğin üretilebilmesi için farklı parametreler kullanılarak daha fazla sayıda örnek üretilebilir. Ayrıca kullanılan alaşımdaki elementlerin oranları değiştirilerek, ya da katkılanarak martensitik geçiş göstermeleri sağlanabilir. Bu şekilde manyetik ölçümlerde ısıl histeresis gözlenebilir ve üretim parametrelerinin bu histerisise etkisi gözlenebilir.

KAYNAKLAR

Anantharman, T.R. and Suryanarayana, C. 1987. "Rapidly Solidified Metals: A Technological Overview"; Trans Tech Publications: Pfaffikon, Switzerland.

Bang, D., Dan, N.H. and Hung, L. 2008. "Effect of microstructure on magnetism and transport properties of Cu-Mn-Al granular ribbons" J. Phys. D:Appl. Phys. 41, 155006.

Blundell, S. 2001. "Magnetism in Condensed Matter" Oxford.

Chopra I. and Sirohi J. 2013. "Smart Structures Theory" Cambridge.

Cullity, B.D. and Graham, C.D. 2009. "Introduction to Magnetic Materials", Wiley, USA.

Graff, T., Felser, C. and Parkin, S. 2011."Simple rules for the understanding of Heusler compounds" Progress in Solid State Chemistry 39, 1-50.

Hong, S.J., Suryanarayana, C. and Chun, B.S. 2004. "Section-dependent microstructure and mechanical properties of rapidly solidified and extruded" Al-20Si alloy. Mater. Res. Bull., 39, 465–474.

Jones, H.A. 2001. "Perspective of the development of rapid solidification and nonequilibrium processing and its future" Mater. Sci. Eng. A, 304, 11–19.

Kauffman, S., Niemann, R., Thersleff, T., Rößler, U.K., Heczko, O., Buschbeck, J., Holzapfel, B., Schultz, L. and Fähler, S. 2011. "Modulated martensite: why it forms and why it deforms easily" New Journal of Physics 13, 053029 (24pp) doi:10.1088/1367-2630/13/5/053029.

Konoplyuk, S.M., Kokorin, V.V., Kolomiets, O.V., Perekos, A.E. and Nadutov, V.M. 2011."Magnetoresistance of Cu-Mn-Al melt-spun ribbons containing the system of interacting ferromagnetic inclusions" Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 763-766.

Konoplyuk, S.M., Kozlova, L.E., Kokorin, V.V., Perekos, A.O. and Kolomiets, O.V. 2016. "Magnetic states in ensemble of ferromagnetic nanoparticles in Cu-Mn-Al alloy" Nanoscale Research Letters. DOI: 10.1186/s11671-016-1233-z.

Lavernia, E.J., Ayers, J.S., Sritvasan, T.S. 1992. "Rapid solidification processing with specific application to aluminium alloys" Int. Mater. Rev., 37, 1–44.

Mironov, V.L. 2004. "Fundamentals of Scanning Probe Microscopy" The Russian Academy of Sciences Instıtute for Physics of Microstructures.

O'Handley R. C. 2000. "Modern Magnetic Materials-Principles and Applications", Wiley.

Porter D.A. and Easterling K.E. 1992. “Phase Transformations in Metals and Alloys”, Springer.

Quintana-Nedelcos, A., Sánchez-Llamazares, J.L., Rios-Jara, D., Lara-Rodríguez, A.G. and García-Fernández, T. 2013. “Effect of the quenching rate on the average grain size and martensitic transformation temperature in rapidly solidified polycrystalline Ni50Mn37Sn13 alloy ribbons” Phys.Stat. Sol. A, 210, 2159–2165.

Sánchez-Llamazares, J.L., Sánchez, T., Santos, J.D., Pérez, M.J., Hernando, B., Escoda, L., Suñol, .J. and Varga, R. 2008. “Martensitic phase transformation in rapidly solidified Mn50Ni40In10 alloy ribbons” Appl. Phys. Lett., 92.

Sánchez, T., Bonastre, J., Santos, J.D., Sánchez, M.L., Chizhik, A., González, J., Suñol, J.J. and Hernando, B. 2012. “The effect of field quenching fabrication on the magnetoimpedance response in Co66Fe4Ni1Si15B14 amorphous ribbons” J. Appl. Phys., 111, doi:10.1063/1.3687417.

Shin, H.C., Ha, T.K. and Chang, Y.W. 2001. Scripta Mater. 45 p.823

Spaldin N.A. 2003. “Magnetic Materials-Fundamentals and Applications” Cambridge.

Sugimoto, S., Kondo, S., Nakamura, H., Book, D., Wang, Y., Kagotani, T., Kainuma, R., Ishida, K., Okada, M. and Homma, M. 1998. “Giant magnetoresistance of Cu_3Al-Cu_2MnAl melt-spun ribbons” Journal of Alloys and Compounds 265, 273-280.

Zhang, M., Liu, G., Cui, Y., Hu, H., Liu, Z., Chen, J., Wu, G., Sui, Y., Qian, Z. and Zhang, X. 2004. “Magnetism and transport properties of melt-spun ribbon Cu_2MnAl Heusler alloy” Journal of Magnetism and Magnetic Materials 278, p.328-333.

Zheng, H.X., Wu, D.Z., Xue, S.C., Frenzel, J., Eggeler, G., Zhai, Q.J. 2011. “Martensitic transformation in rapidly dolidified Heusler Ni49Mn39Sn12 ribbons” Acta Mater., 59, 5692–5699.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı	: Çağrı Beşe
Doğum Yeri	: Gaziantep
Doğum Tarihi	: 02/07/1988
Medeni Hali	: Bekar
Yabancı Dili	: İngilizce

Eğitim Durumu

Lise	: Gaziantep Kolej Vakfı Özel Fen Lisesi (2005)
Lisans	: Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Fizik Mühendisliği Bölümü (2014)
Yüksek Lisans	: Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı (Şubat 2015 – Ocak 2018)

Çalıştığı Kurum

Araştırma Görevlisi (Hacettepe Üniversitesi) 2016 – Devam Ediyor.

Ulusal Kongre

21. Yoğun Madde Fiziği Ankara Toplantısı – Poster Sunumu (25.12.2015)