

T.C.  
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

HİDROJEN KATKILANMASININ AMORF FERROMANYETİK  
MADDELERİN MANYETİK VE MANYETOELASTİK ÖZELLİKLERİ  
ÜZERİNE ETKİSİ

VELİ SERKAN KOLAT

121 259

YÜKSEK LİSANS TEZİ  
FİZİK ANABİLİM DALI


T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU  
DOKÜMANTASYON MERKEZİ

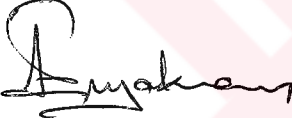
121259


MALATYA  
Temmuz 2002

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü'ne

Bu çalışma jürimiz tarafından Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

  
Doç. Dr. Ali BAYRI  
Başkan


  
Doç. Dr. M. Eyüphan YAKINCI  
Üye

  
Prof. Dr. Selçuk ATALAY  
Üye

Onay

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylıyorum.

.29./...08./2002

  
Doç. Dr. Özfer YEŞİLADA  
Enstitü Müdürü

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### HİDROJEN KATKILANMASININ AMORF FERROMANYETİK MADDELERİN MANYETİK VE MANYETOELASTİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

Veli Serkan KOLAT

Inönü Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Fizik Anabilim Dalı

91 + xv

2002

Danışman : Prof. Dr. Selçuk ATALAY

Bu çalışmada,  $Fe_{73.5}M_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  ( $M=Cu,Pt,Ag,Pd,Mn$ ) amorf alaşımının elektrokimyasal, manyetik ve manyetoelastik özellikleri üzerine hidrojen absorplanmasının etkileri incelenmiştir.

Melt spinning tekniği kullanılarak üretilmiş numuneler, 4 cm. uzunluğunda ve 0.25 cm. genişliğinde boyutlara sahip olacak şekilde kesilmiştir. Hidrojenleme işlemi, 0.1 g/lit  $As_2O_3$  (pozitif katalizör) içeren 0.5 M  $H_2SO_4$  çözeltisi içinde 5-40 dakika ve 10-60 mA akım uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Çevirmeli voltamogram eğrileri, BAS100B elektrokimyasal sistem kullanılarak elde edilmiştir. Bu elektrokimyasal ölçümler, üç elektrotlu hücrede ve Ag/AgCl referans elektrotu kullanılarak yapılmıştır.

475, 525 ve 575°C 'de bir saat süreyle ısıtılma tabii tutulan numunelerin yapıları, X-ışınları kırınım difraktometresi (Rigaku-Radb) kullanılarak incelenmiştir ve hidrojenlemeden sonra amorf numunede yapısal hiçbir değişiklik gözlenmemiştir. Manyetizasyon eğrileri (M-H), LakeShore 480 Fluxmetre kullanılarak 50 Hz. 'lik alan altında elde edilmiştir. Ayrıca, Young modülünün manyetik alana bağıllığı ( $\Delta E$  etki), titreşim reed metodu kullanılarak ölçülmüştür. Bu ölçümde 2 cm serbest uzunluk

ve ikinci mod kullanılmıştır ve Young modülünün değeri doyumdaki ( $E_s$ ) değerine normalize edilmiştir.

Deneysel sonuçlar, amorf ferromanyetik alaşımlara katılan hidrojen atomlarının çok kararsız bir durumda olduğunu göstermiştir. Bundan dolayı, hidrojenlemenin Fe-bazlı amorf alaşımların M-H eğrilerinin şeklini değiştirdiği fakat hidrojen kaçıyla beraber eğrilerin şeklinin yavaş yavaş eski durumuna yaklaştığı tespit edilmiştir. Buna ilaveten,  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımında Cu yerine Pt, Mn, Ag ve Pd katılanmasının, hidrojen absorpsiyon özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu gözlenmiştir. Sonuç olarak, amorf ferromanyetik alaşımlardaki hidrojenin, onların manyetik ve manyetoelastik özellikleri üzerinde önemli değişiklikler meydana getirdiği belirlenmiştir.



**ANAHTAR KELİMELER :** FINEMET, amorf ferromanyetik alaşımlar, nanokristal alaşımlar, hidrojen katılama, manyetik özellikler, manyetoelastik özellikler, Young modülü.

---

## ABSTRACT

MS.c. Thesis

### EFFECT OF HYDROGEN CHARGING ON THE MAGNETIC AND MAGNETOELASTIC PROPERTIES OF AMORPHOUS FERROMAGNETIC ALLOYS

Veli Serkan KOLAT

Inonu University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Physics

91 + xv pages

2002

Supervisor: Prof. Dr. Selçuk ATALAY

In this study, the effect of hydrogen absorption on the electrochemical, magnetic and magnetoelastic properties of amorphous  $Fe_{73.5}M_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  ( $M=Cu, Pt, Ag, Pd, Mn$ ) have been investigated.

The samples produced by the melt spinning method were cut 4cm long and 0.25 cm width. Hydrogen was charged cathodically for 5-40 minutes with the cathodic current density of 10-60 mA using 0.5 M  $H_2SO_4$  solution with 0.1 g/lit  $As_2O_3$  as a poison. The cyclic polarisation curves were obtained using BAS100B electrochemical system. In the electrochemical measurement three electrodes were used and the potential values were reed with respect to a Ag/AgCl reference electrode.

The structure of samples that annealed 475, 525 and 575 °C for 1 hour was investigated using X-ray diffractometer (Rigaku-Radb) system and no charge in amorphous structure before and after hydrogenization was observed. The magnetization (M-H) curves were measured using LakeShore 480 Fluxmeter at ac (50Hz). The magnetic field dependence of Young's modulus ( $\Delta E$  effect) was measured by the vibrating read method. The second mode was excited with a free length of 2 cm. The

---

Young's modulus values are normalized to the saturation modulus value ( $E_s$ ).

Experimental results reveal that the hydrogen atoms charged in the amorphous ferromagnetic alloys are in a very unstable state. It was found that hydrogenization changes the shape of M-H curves of Fe-based amorphous alloys, but with evolving of hydrogen, M-H curves regains previous shape gradually. In addition, it was also observed that the partial substitution of Pt, Mn, Ag, Pd for Cu in  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alloys has a great influence in the hydrogen absorption properties. As a result, it was concluded that hydrogen in amorphous ferromagnetic alloys changes their magnetic and magnetoelastic properties significantly.

**KEYWORDS :** FINEMET, amorphous ferromagnetic alloys, nanocrystalline alloys, hydrogen charging, magnetic properties, magnetoelastic properties, Young's modulus.

## TEŐEKKÜR

Öncelikle çalışmamda maddi ve manevi desteęini benden esirgemeyen sevgili danışman hocam Prof. Dr. Selçuk ATALAY 'a;

Deneysel çalışmamda kullandığım amorf ferromanyetik numuneleri sağlayan Safarik Üniversitesinde (SLOVAKYA) görev yapan sayın Dr. P. SOVAK 'a;

Tezimin elektrokimyasal ölçüm kısmında yardımlarını ve desteęini esirgemeyen Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü öğretim üyesi sayın Yrd. Doç. Dr. Haluk TÜRKDEMİR 'e;

TÜBİTAK TBAG-1832 nolu proje kapsamında maddi imkanlarını sağlayan TÜBİTAK 'a;

Çalışmam boyunca bana sürekli destekte bulunan sevgili hocalarım; Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü öğretim üyeleri Doç. Dr. Ali BAYRİ 'ye, Yrd. Doç. Dr. H. İbrahim ADIGÜZEL 'e ve Yrd. Doç. Dr. Funda Ersoy ATALAY 'a Eğitim Fakültesinde görev yapan arkadaşım ve dostum Arş. Grv. Nevzat BAYRİ 'ye ve tüm dostlarıma;

Ayrıca yaşantımın her döneminde bana sonsuz sabır gösteren, maddi ve manevi desteklerini benden esirgemeyen annem Naciye KOLAT ve ablam Ş. Sema ULUÇ 'a;

Sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

## İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
TABLolar DİZİNİ	xiii
SEMBOLLER	xiv
1. GİRİŞ	1
1.1. Temel Manyetik Parametreler	2
1.1.1. Manyetizasyon(M)	2
1.1.2. Manyetik Alınganlık (Susceptibility)	2
1.1.3. Manyetizasyon Eğrileri	3
1.1.4. Doyum Manyetizasyonu ( $M_s$ )	5
1.1.5. Remanent Manyetizasyon ( $M_r$ )	5
1.1.6. Coercive Alan Yada Coercivity ( $H_c$ )	5
1.1.7. Anizotropi Enerjisi ( $U_k$ )	5
1.1.8. Curie Sıcaklığı	7
1.2. Temel Manyetoelastik Parametreler	8
1.2.1. Magnetostriction ( $\lambda$ )	8
1.2.2. $\Delta E$ Etki	8
2. LİTERATÜR	10
2.1. Giriş	10
2.2. Amorf Metal Alaşımlar	10
2.2.1. Amorf Alaşımların Üretimi	11
2.2.2. Amorf Alaşımların Manyetik Özellikleri	13
<b>2.2.3. Amorf Metal Alaşımların Uygulamaları</b>	<b>15</b>
2.3. Amorf Metal Alaşımların Hidrojenlenmesi	16
2.3.1. Hidrojenlemenin Yapısal ve Manyetik Etkileri	17
3. DENEYSEL METODLAR	33
3.1. Numune Hazırlanması ve Isıl İşlemler	33
3.2. Hidrojenleme İşlemi	35



3.2.1.	Gaz Basıncı Yöntemi	35
3.2.2.	Elektrokimyasal Yöntem	36
3.3.	X-Işınları Kırınım Ölçümleri	39
3.4.	Boyuna Elastik Katsayısının Ölçümü	40
3.4.1.	Vibrating Reed Metodu	40
3.5.	Manyetik Ölçümler	44
4.	FeCuNbSiB AMORF VE NANOKRİSTAL NUMUNELERİN YAPISAL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİ	46
4.1.	Giriş	46
4.2.	DTA Ölçümleri ve Sonuçların Tartışılması	46
4.3.	X-Işınları Kırınım Ölçümleri	48
4.4.	Manyetik Ölçümler	51
4.5.	Manyetoelastik Ölçümler	54
4.5.1.	Manyetostriktion Ölçümleri	54
4.5.2.	Elastik Katsayısı Ölçümleri	55
5.	HİDROJENLENMİŞ DURUM İÇİN DENEYSEL SONUÇLAR	60
5.1.	Giriş	60
5.2.	C-V Ölçümleri	60
5.3.	Manyetik Ölçümler	62
5.4.	Manyetoelastik Ölçümler	79
5.4.1.	Elastik Katsayısı Ölçümleri	79
6.	SONUÇLARIN YORUMLANMASI VE ÖNERİLER	84
7.	KAYNAKLAR	88
8.	ÖZGEÇMİŞ	91

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1.	Soft manyetik bir malzemenin her iki alan yönünde alınan manyetizasyon eğrisi.....	4
Şekil 1.2.	Soft manyetik bir malzemenin tek bir yönde alınan manyetizasyon eğrisi.....	4
Şekil 2.1.	Kristal, amorf ve gaz yapının atomik düzenlenişi.....	11
Şekil 2.2.	Melt-spinning tekniğiyle amorf ferromanyetik malzeme üretiminin şematik gösterimi .....	12
Şekil 2.3.	Farklı tip atomik kompozisyonlara sahip manyetik malzemelerin 1 kHz 'de $\mu_e$ ve $M_s$ değerleri.....	16
Şekil 2.4.	Amorf atomik düzenlenişin katı (rijid) model şematik gösterimi.....	17
Şekil 2.5.	Amorf $Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$ şeridin hidrojenlendikten ve öğütüldükten sonraki toz halleri.....	19
Şekil 2.6.	$Fe_{83.3}Si_{13.5}B_{11.2}C_2$ ve $Fe_{38}Ni_{38}Mo_2Si_8B_{14}$ amorf alaşımının zamanla hidrojen konsantrasyonundaki azalma.....	20
Şekil 2.7.	$Co_{64.5}Fe_{3.75}Cr_{6.75}Si_{10}B_{15}$ amorf alaşımının zamanla hidrojen konsantrasyonundaki azalma.....	20
Şekil 2.8.	Oda sıcaklığında hidrojenlenmiş amorf alaşımların zamanın fonksiyonu olarak $\mu_{max}$ ve $H_C$ değerlerindeki değişim. (a) $Fe_{83.3}Si_{3.5}B_{11.2}C_2$ (b) $Fe_{38}Ni_{38}Mo_2Si_8B_{14}$ (c) $(Co_{86}Fe_5Cr_9)_{75}Si_{10}B_{15}$ .....	21
Şekil 2.9.	Hidrojenlenmiş $Co_{64.5}Fe_{3.75}Cr_{6.75}Si_{10}B_{15}$ alaşımının hidrojen kaçıışı sırasında zamanla ( $\lambda_s$ ) manyetostriktion 'ın daki azalma.....	22
Şekil 2.10.	Fe-Fe atomları arası uzaklığın bir fonksiyonu olarak Fe atomlarının manyetik momentindeki değişim.....	23
Şekil 2.11.	$Co_{71}Ni_{11.7}Fe_{5.3}Si_{8.6}B_{2.4}$ amorf şeridinin 0.5 M $H_2SO_4$ çözeltisi içindeki CV polarizasyon eğrisi. (1) ilk baştaki durum, (2) 20 dakika hidrojenlendikten sonraki durum, (3) 873 K 'de ateşlendikten sonraki durum.....	25
Şekil 2.12.	Farklı manyetostriktion 'a sahip alaşımlar için $(M/M_s)_H$ 'ın hidrojenleme zamanıyla değişimi.....	25
Şekil 2.13.	(a) 2826MB alaşımının Bitter resimleri, (b) 2605SC alaşımının Bitter resimleri, (c) 2705M alaşımının Bitter resimleri. Burada her üç	

	alaşım için, (i) Hidrojenlemeden hemen önceki durumu, (ii) hidrojenlendikten 10 dakika sonraki durumu, (iii) hidrojenlendikten 20 dakika sonraki durumu göstermektedir.....	27
Şekil 2.14.	Farklı hidrojenleme zamanlarından sonra 2826MB alaşımının manyetizasyon eğrileri ve 0 dakika ile 4 dakika sonraki düşük alan histerisis eğrileri.....	28
Şekil 2.15.	Farklı hidrojenleme zamanlarından sonra 2605SC alaşımının manyetizasyon eğrileri ve 0 dakika ile 4 dakika sonraki düşük alan histerisis eğrileri.....	28
Şekil 2.16.	Fe bazlı amorf telin domain yapısı.....	30
Şekil 2.17.	60 mA/cm <sup>2</sup> lik akım yoğunluğunda 2 saat hidrojenlenmiş ve as-receive amorf Fe <sub>73.5</sub> Si <sub>7.5</sub> B <sub>15</sub> telin yüksek alan M-H eğrisi.....	31
Şekil 2.18.	Amorf Fe <sub>73.5</sub> Si <sub>7.5</sub> B <sub>15</sub> telin farklı akım yoğunluklarında doyum manyetizasyonundaki değişimi gösteren eğri.....	32
Şekil 3.1.	Tüp fırın sisteminin şematik gösterimi.....	34
Şekil 3.2.	Numunelerin ısıtma işlem profili.....	35
Şekil 3.3.	Basınç uygulama yöntemiyle hidrojen katkılama düzeneği.....	36
Şekil 3.4.	Elektrokimyasal işlem ile hidrojenleme deney düzeneği.....	37
Şekil 3.5.	BAS 100B elektrokimyasal sisteminin şematik gösterimi.....	39
Şekil 3.6.	Numune titreşiminin optiksel dedektör sistemi.....	41
Şekil 3.7.	Elastik katsayısı (Young modülü) ölçüm sisteminin şematik gösterimi.....	43
Şekil 3.8.	Manyetik ölçüm sisteminin şematik gösterimi.....	45
Şekil 4.1.	Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> amorf alaşımının 10 °C /dak. ısıtma hızında alınan DTA eğrisi.....	47
Şekil 4.2.	As-received, 475°C, 525°C ve 575°C 'de ısıtılan numunelerin X-ışınları kırınımı eğrileri.....	49
Şekil 4.3.	Farklı sıcaklıklarda ısıtma işlemine tabi tutulmuş Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> alaşımının amorf fazdan kristalleşme fazlarına geçiş reaksiyonlarının şematik gösterimi.....	50
Şekil 4.4.	Fe-Cu-Nb-Si-B alaşımının amorf yapıdan nanokristal yapıya geçişinin şematik gösterimi.....	51
Şekil 4.5.	Fe-Cu-Nb-Si-B alaşımının ısıtma işlem görmemiş (as-receive), 550°C ve	

	600°C 'de tavlandıktan sonra her iki alan yönünde alınan manyetik histerisis eğrileri.....	53
Şekil 4.6.	Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> alaşımının coercivity değerlerinin ısıtım sıcaklığıyla değişimi.....	53
Şekil 4.7.	Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> alaşımının λ <sub>s</sub> değerinin ısıtım sıcaklığı ile değişimi.....	54
Şekil 4.8.	Denklem 4.15 'i kullanarak E/E <sub>s</sub> 'nin manyetik alanın fonksiyonu olarak değişimi.....	58
Şekil 4.9.	Farklı sıcaklıklarda ısıtılmış Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> numunesinin E/E <sub>s</sub> değerinin uygulanan manyetik alanla değişimi.....	59
Şekil 5.1.	(a) Hidrojenlenmiş durum, (b) 20 dakika hidrojenlendikten hemen sonra, (c) hidrojenlendikten 4 dakika sonra ve (d) hidrojenlendikten 14 dakika sonra alınan C-V eğrileri.....	61
Şekil 5.2.	(a) Düşük, (b) Yüksek hidrojen konsantrasyonunda amorf alaşıma katkılanan hidrojenlerin yerleşimi ve oluşturdukları negatif basınç.....	64
Şekil 5.3.	Farklı akım yoğunları ve farklı hidrojenleme süreleri seçilerek 5 farklı numune için yapılan manyetik ölçümlerin dizini.....	65
Şekil 5.4.	As-receive durumdaki amorf Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> alaşımının 10 mA 'de 5 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	66
Şekil 5.5.	As-receive durumdaki amorf Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> alaşımının 10 mA 'de 10 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	66
Şekil 5.6.	As-receive durumdaki amorf Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> alaşımının 10 mA 'de 15 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	67
Şekil 5.7.	As-receive durumdaki amorf Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> alaşımının 10 Ma 'de 20 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	67
Şekil 5.8.	As-receive durumdaki amorf Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> alaşımının 30 mA 'de 5 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	69
Şekil 5.9.	As-receive durumdaki amorf Fe <sub>73.5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> alaşımının 30	

	mA'de 10 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	69
Şekil 5.10.	As-receive durumdaki amorf $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 30 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	70
Şekil 5.11.	As-receive durumdaki amorf $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 60 mA 'de 20 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	72
Şekil 5.12.	As-receive durumdaki amorf $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 90 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	72
Şekil 5.13.	450 °C 'de ısıtılmış $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	74
Şekil 5.14.	500 °C 'de ısıtılmış $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	75
Şekil 5.15.	550 °C 'de ısıtılmış $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	75
Şekil 5.16.	As-receive amorf $Fe_{73.5}Ag_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	77
Şekil 5.17.	As-receive amorf $Fe_{73.5}Mn_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	77
Şekil 5.18.	As-receive amorf $Fe_{73.5}Pd_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	78
Şekil 5.19.	As-receive amorf $Fe_{73.5}Pt_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.....	78

Şekil 5.20.	As-receive FINEMET numunenin 60mA 'de 30 dakika süreyle hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan elastik katsayısının (E) zamanla değişimi.....	80
Şekil 5.21.	As-receive amorf $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 50 mA 'de 20 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında tek bir alan yönünde alınan $E/E_s$ -H eğrileri.....	82
Şekil 5.22.	450 °C 'de ısıtılmış işlem uygulanmış $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan $E/E_s$ -H eğrileri.....	82
Şekil 5.23.	450 °C 'de ısıtılmış işlem uygulanmış $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan genişletilmiş $E/E_s$ -H eğrileri.....	83
Şekil 5.24.	450 °C 'de ısıtılmış tabii tutulmuş numunenin 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlendikten sonra $E_{min}$ değerlerinin zamanla değişimi.....	83

## TABLolar DİZİNİ

Tablo 2.1.	Bazı amorf alaşımların sahip oldukları manyetik özellikler.....	14
Tablo 2.2.	Üç farklı amorf alaşım için hidrojenlendikten önce ve sonra manyetik parametrelerinin değişimi.....	24
Tablo 3.1.	Numune titreşim modlarının göreceli oranları.....	43
Tablo 4.1.	Farklı atomik kompozisyonlara sahip amorf ferromanyetik alaşımların $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşmaya başladığı sıcaklık ( $T_{x1a}$ ) ve pik sıcaklık değerleri ( $T_{x1b}$ ).....	48
Tablo 4.2.	$Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ amorf alaşımının farklı ısıtma hızlarında alınan DTA verilerine göre, $\alpha$ -Fe(Si) ve $Fe_2B$ fazlarının oluşmaya başladığı sıcaklık ( $T_{x1a}$ ve $T_{x1b}$ ) ile bu fazların pik sıcaklık ( $T_{x2a}$ ve $T_{x2b}$ ) değerleri.....	48

## SEMBOLLER

$M$	Manyetizasyon
$\mu$	Manyetik moment
$V$	Hacim
$\chi$	Manyetik alınganlık
$H$	Uygulanan manyetik alan
$T_c$	Curie sıcaklığı
$\chi_0$	İlk Baştaki alınganlık
$B$	Manyetik indüksiyon
$M_s$	Doyum manyetizasyonu
$M_r$	Remanent manyetizasyon
$H_c$	Coercivity
$U_h$	Enerji kaybı
$U_k$	Anizotropi alanı
$\mu_0$	Boş uzayın manyetik geçirgenlik sabiti
$\mu_{max}$	Maksimum geçirgenlik
$K_n$	Anizotropi sabiti
$H_d$	Demanyetize alanı
$N_d$	Demanyetize faktörü
$U_{mc}$	Stres anizotropi enerjisi
$K_G$	Stres anizotropisi
$\lambda$	Magnetostriction
$\lambda_s$	Doyum magnetostriction değeri
$\lambda_e$	Engineering magnetostriction
$\sigma_i$	İç stresler
$\theta_i$	Manyetik momentlerle uygulanan alan arasındaki ilk açı
$\theta_f$	Manyetik momentlerle uygulanan alan arasındaki son açı
$E$	Young modülü
$E_s$	Doyumdaki Young modülü
$\epsilon_H$	Manyetoelastik gerilme
$\epsilon_S$	Mekaniksel elastik gerilme



R	Direnç
$\mu_B$	Bohr manyetonu cinsinden manyetik moment değeri
$r_s$	Fe-Fe atomları arası uzaklık
i	Akım
V	Volt
$C_H$	Hidrojen konsantrasyonu
F(E)	Hidrojen atomları tarafından yerleşilmiş E enerjili bölgelerin konsantrasyonu
$\phi(E)$	E enerjili yarık bölgelerinin konsantrasyonu
F	Yarıkların Fermi enerjisi
$E_Y$	Yarık bölgelerinin enerjisi
$k_B$	Boltzman sabiti
T	Mutlak sıcaklık
$M_i$	İndirgenmiş kütle
L	Numune uzunluğu
$\alpha_n$	Titreşim mod parametresi
r	Numune kalınlığı
f	Rezonans frekansı
$f_s$	Doyumdaki rezonans frekansı
n	Sarım sayısı
$A_c$	Search bobininin kesit alanı
$A_s$	Numunenin kesit alanı
$T_{X1a}$	$\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşmaya başladığı sıcaklık değeri
$T_{X1b}$	$\alpha$ -Fe(Si) fazının pik sıcaklık değeri
$T_{X2a}$	Fe <sub>2</sub> B fazının oluşmaya başladığı sıcaklık değeri
$T_{X2b}$	Fe <sub>2</sub> B fazının pik sıcaklık değeri
$V_{er}$	Kristalleşen kısmın hacim kesri
$E_T$	Sistemin toplam anizotropi enerjisi
h	Normalize manyetik alan
$\rho$	Numune yoğunluğu

## 1. GİRİŞ

Günümüz çalışmalarında amorf metal alaşımlar gösterdikleri üstün mekanik, manyetik, elektriksel ve korozyon direnci özelliklerinden dolayı çeşitli endüstriyel uygulamalara sahiptir [1,2]. Bu tür malzemelerin düzensiz yapıları, sahip oldukları bu özelliklerin anlaşılmasında önemli bir faktördür [3].

Taşıdıkları üstün özelliklerden dolayı amorf ferromanyetik alaşımlar pek çok bilimsel araştırmanın konusunu oluşturmaktadır[1,2,4,5,6,7] ve bu kapsamda yapılan çalışmalar özellikle; amorf ferromanyetik alaşımların üretimi, sahip oldukları mekanik, manyetik, elektriksel, korozyon özelliklerinin belirlenmesi, amorf yapıyı oluşturan elementler ile onların yapıya katılma oranlarının üstün özellikler üzerine etkisi ve bu özelliklerden dolayı onların teknolojik uygulamaları şeklinde sıralayabileceğimiz oldukça geniş bir alanda sürdürülmektedir. Amorf yapının doğasının ve yapı içerisindeki atomik etkileşmelerin anlaşılması, ısıtılma yoluyla yapıda meydana getirilen nano boyuttaki değişimlerin (nanokristalciklerin oluşumunun) yukarıda sözü edilen özellikler üzerine etkisi de bu alaşımlarla ilgili yürütülen çalışmaların önemli bir bölümünü oluşturmaktadır [1,7].

Ayrıca, amorf yapıya sahip soft manyetik malzemeler endüstriyel uygulama alanlarında önem kazandığından beri, hidrojenlemeyle onların manyetik özelliklerindeki değişimleri araştırmak, amorf yapıyı daha iyi anlayabilmek için pratik olduğu kadar yararlı bir çalışma olarak da görünmektedir. Yani hidrojen amorf metallerdeki yapısal karışıklığın anlaşılmasında ve incelenmesinde önemli bir araştırma konusu olarak düşünülebilir. Bundan dolayı amorf metalik malzemelerdeki hidrojen üzerine yapılan çalışmalar, bu elementin varlığından dolayı yapıda meydana gelen fiziksel, kimyasal, mekanik ve manyetik özelliklerin değişiminin gözlenmesiyle hızlanmıştır [8,9,10,11,12,13,14,15,16].

$Fe_{73.5}M_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  ( M=Cu, Mn, Ag, Pt, Pd ) FİNEMET tipi amorf alaşımların elektrokimyasal yolla hidrojenlenmesiyle yapının manyetik ve manyetoelastik özelliklerindeki değişimin incelenmesi bu çalışmanın temelini oluşturmaktadır. İlk bölümde, tezin kapsamı içinde yer alan amorf ferromanyetik alaşımların sahip oldukları bazı temel manyetik ve manyetoelastik parametreler verilecektir. İkinci bölümde, amorf ferromanyetik malzemelerin üretimi, sahip oldukları manyetik ve mekanik özellikler, teknolojik uygulamaları ve onların hidrojenlenmesi ile ilgili daha önceden yapılmış ve yayınlanmış literatür bilgileri verilecektir. Üçüncü bölümde, tezin kapsamı içinde yer

alan deneysel çalışmaların bilgileri bulunmaktadır. Bu bölümde fırınlama işlemi (ısıtma işlemi), numunelerin hidrojenlemeyle manyetik özelliklerinde meydana getirilen değişimlerin gözlenebilmesini sağlayan manyetizasyon eğrilerinin elde edilmesini sağlayan M-H ölçüm sistemi, yine numunelerin manyetoelastik özelliklerindeki değişimi veren ve Young Modülünün manyetik alana bağlılığını belirleyen  $\Delta E$  ölçüm sistemi, hidrojenleme işleminin gerçekleştirildiği iki elektrotlu elektrokimyasal hidrojenleme sistemi ve numunelerin akım-gerilim karakterini belirleyen üç elektrotlu potansiyostat sistemi anlatılacaktır. Dördüncü ve beşinci bölümde, bütün bu deneysel sistemler kullanılarak yapılan çalışmalardan elde edilen veriler sunulacaktır. Son bölümde ise yapılan çalışmalardan elde edilen veriler literatürde yer alan bilgilerinin ışığında tartışılacaktır.

## 1.1. Temel Manyetik Parametreler

Bu bölümde, amorf ferromanyetik malzemelerin sahip oldukları manyetik ve manyetoelastik özelliklerin teknolojik ve bilimsel çalışmalardaki önemlerinin anlaşılabilmesini sağlayan bazı temel manyetik ve manyetoelastik parametreler verilecektir.

### 1.1.1. Manyetizasyon (M)

Manyetizasyon yada manyetizasyonun büyüklüğü, birim hacimdeki toplam manyetik moment olarak tanımlanır ve birimi  $m^3$  başına  $Am^2$  veya  $A/m$ ,

$$M = \frac{\mu}{V} \quad (1.1)$$

olarak ifade edilir.

### 1.1.2. Manyetik Alınganlık (Susceptibility)

Manyetik sınıflandırmada bir malzemenin yerini belirten parametre o malzemenin manyetik alınganlığıdır. Bu nedenle manyetik alınganlık, malzemelerin en önemli manyetik özelliğidir ve malzemeler manyetik alınganlıklarına göre karakterize edilirler.

Çoğu malzemelerde, malzemenin manyetizasyonu ile uygulanan alan arasında bir oran vardır. Eğer uygulanan manyetik alan çok çok büyük değilse bu oran,

$$M = \chi H \quad (1.2)$$

şeklinde ifade edilir. Burada  $\chi$ , malzemenin bir özelliği olan manyetik alınganlık olarak tanımlanır ve boyutsuzdur.

M-H eğrileri üzerinde  $\chi$  her yerde sabit bir değere sahip değildir. Bu yüzden differansiyel alınganlık,

$$\chi = \frac{dM}{dH} \quad (1.3)$$

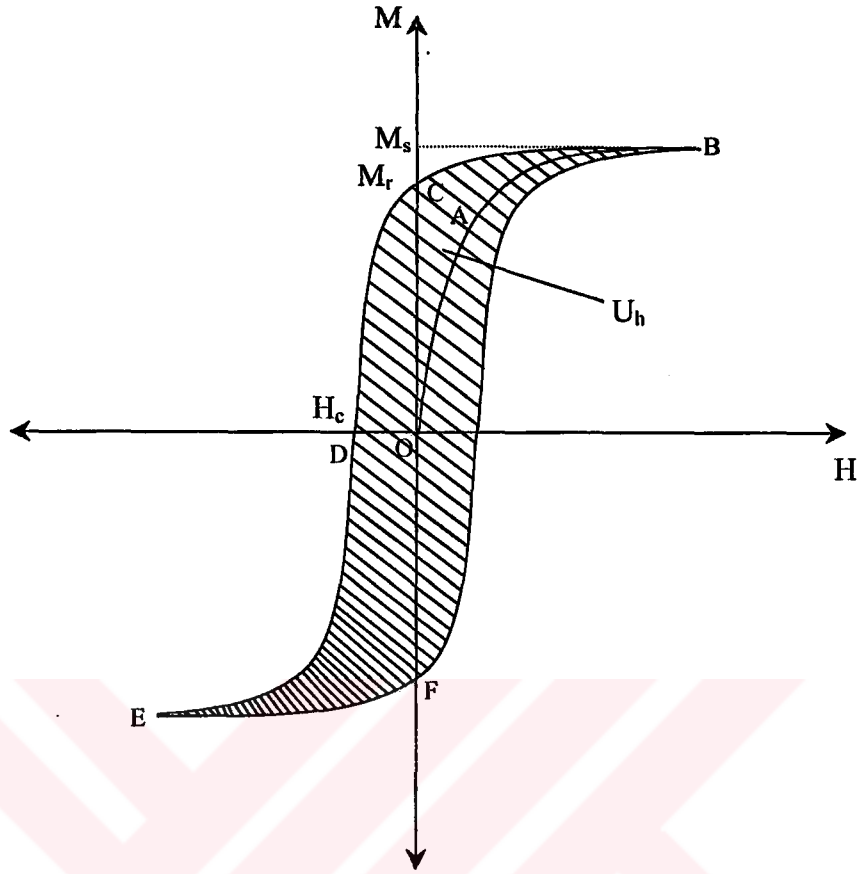
eğrinin gradyenti ile verilir. Initial susceptibility olarak tanımlanan ilk baştaki alınganlık ( $\chi_0$ ),  $H \approx 0$  civarındaki alınganlıktır ve

$$\chi_0 = \left( \frac{dM}{dH} \right)_{H \rightarrow 0} \quad (1.4)$$

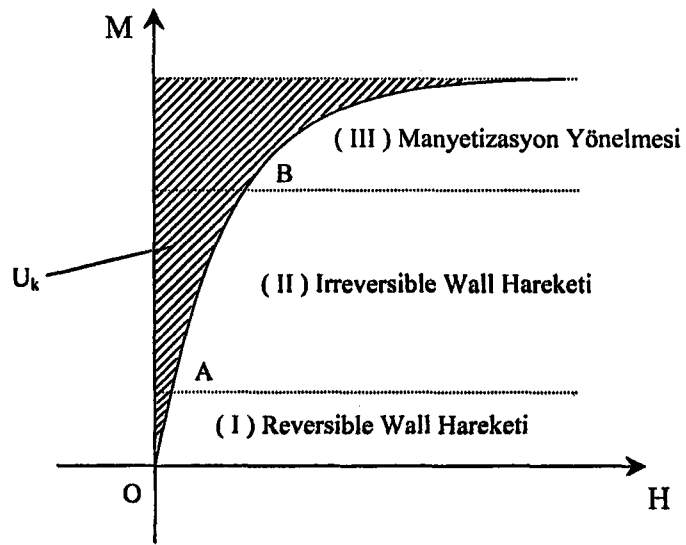
ile ifade edilir.

### 1.1.3. Manyetizasyon Eğrileri

Manyetik alan altındaki bir ferromanyetik malzemenin davranışı, onun teknolojik uygulamaları açısından büyük önem taşır. Her manyetik malzeme, manyetik alan altında farklı parametrelerle ifade edilen kendine özgü davranışlar gösterir. Manyetizasyonun (M) veya manyetik indüksiyonun (B) uygulanan manyetik alana karşı çizilen grafiğine manyetizasyon eğrileri denir. Genel bir manyetizasyon eğrisi Şekil-1.1 ve Şekil-1.2 'de verilmektedir. Şekil-1.1 'deki M-H eğrisi üzerinde,  $M_s$  doyum manyetizasyonu,  $M_r$  remanent manyetizasyonu,  $H_c$  coercivity 'yi,  $U_h$  enerji kaybını ve Şekil-1.2 'deki  $U_k$  ise anizotropi alanını göstermektedir.



Şekil 1.1. Soft manyetik bir malzemenin her iki alan yönünde alınan manyetizasyon eğrisi.



Şekil 1.2. Soft manyetik bir malzemenin tek bir yönde alınan manyetizasyon eğrisi.

#### **1.1.4. Doyum Manyetizasyonu ( $M_s$ )**

Manyetik alan altındaki numunenin tüm momentlerinin uygulanan alan yönünde yönelmesine karşılık gelen manyetizasyon değeri olarak tanımlanabilir. Şekil 1.1 ve Şekil 1.2 'de H manyetik alanı altında numunenin manyetizasyonunun değişimi, doyum manyetizasyonu olarak tanımlanan değere kadar artar ve bu değer üstünde alan ne kadar arttırılırsa arttırılırsın manyetizasyon değişmez sabit bir büyüklük olarak kalır.

#### **1.1.5. Remanent Manyetizasyon ( $M_r$ )**

Herhangi bir manyetik alanın yokluğunda numunenin sahip olduğu manyetizasyon değeridir. M-H eğrileri üzerinde Şekil 1.1'den de görüleceği gibi, numune manyetize olmuş bir durumdayken, uygulanan alan sıfıra doğru götürüldüğünde geriye kalan manyetizasyon değeridir.

#### **1.1.6. Coercive Alan Yada Coercivity ( $H_c$ )**

M-H eğrileri üzerinde, numuneyi manyetik olarak doyuma ulaştırmış durumdan sıfır manyetize olmuş duruma götürmek için ters yönde uygulanan alanın büyüklüğü olarak tanımlanır ve Şekil 1.1. de OD uzaklığıyla temsil edilir. Coercivity, manyetik bir malzemenin soft yada hard manyetik özellikler göstermesinin en temel ayırıcı parametresidir. Fakat tek başına coercivity kesin bir sınırlama getirememektedir. Genel kabul olarak,  $H_c$  değeri 400 A/m (5 Oe) 'den daha az olan malzemeler soft,  $H_c$  değeri 8000 A/m (100 Oe) 'den daha büyük olan malzemeler hard olarak tanımlanabilir.

#### **1.1.7. Anizotropi Enerjisi ( $U_k$ )**

Anizotropi enerjisi, manyetizasyonu uygulanan alan yönünde döndürmek için birim hacim başına gerekli olan enerji olarak tanımlanır. M-H eğrileri üzerinde anizotropi enerjisi, Şekil-1.2 'den de görüleceği üzere taralı alanla verilir. Bu alan numunedeki lokal anizotropilerin toplamının ortalamasını temsil eder ve

$$U_k = \mu_0 \int_0^{M_k} H dM \quad (1.5)$$

ile ifade edilir. Anizotropi enerjisi,

- i) magnetokristal anizotropi
- ii) shape anizotropi
- iii) stres anizotropi
- iv) induced anizotropi

şeklinde sıralanabilen dört gruba ayrılabilir.

**i) Magnetokristal Anizotropi:** Bu anizotropi çeşidi atomik manyetik momentler arasındaki spin-yörünge etkileşmesinden dolayı oluşur. Kristal yapıda yörünge-örgü çiftlenimi de vardır. Numuneye dış bir manyetik alan uygulandığında manyetik alan elektron spinini uygulanan alan yönünde döndürmeye çalışır. Ayrıca, elektron yörüngesi de yönelme eğilimindedir. Fakat elektron orbitleri güçlü bir şekilde çiftlenmiştir ve alan yönünde dönmeye karşı direnç gösterir. İşte bu çiftlenimi yenmek için gerekli olan enerjiye kristal anizotropi enerjisi denir.

Manyetizasyon manyetik alan tarafından döndürüldüğünde depo edilen enerji,

$$U = K_0 + K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_3(\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \dots) \quad (1.6)$$

eşitliğiyle verilir. Burada  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  manyetizasyon ile kristal eksenleri arasındaki açının kosinüsünü ifade eder.  $K_0, K_1$  ve  $K_3$  ise anizotropi sabitleridir.

Amorf manyetik alaşımlarda makroskobik kristal anizotropi yoktur çünkü amorf alaşımlar yalnızca kısa sıra erişime (short range order) sahiptir. Makroskobik skalada bu lokal anizotropi, ortalamanın altındaysa toplam kristal anizotropisi sıfır olur[1].

**ii) Shape (Şekil) Anizotropi:** Bir manyetik alan altında manyetik kutuplar malzemenin serbest yüzeyleri tarafından üretilir. Bundan dolayı, numunenin içinde  $H_d$  demanyetize alanı olarak adlandırılan bir manyetik alan oluşur. Bu alan, uygulanan alana zıt yönde yönelir ve demanyetize alanı,

$$H_d = N_d M \quad (1.7)$$

ile verilir. Burada  $N_d$  demanyetize faktörüdür ve numunenin şekline bağlıdır. Dolayısıyla, numunenin şekli anizotropinin kaynağını oluşturur. Numunenin kısa eksen boyunca oluşan anizotropi, uzun eksen boyunca oluşan anizotropiden daha güçlüdür.

**iii) Stres anizotropi :** Herhangi bir ısı işleminden geçmemiş malzemelerde iç stresler sıfır değildir çünkü üretim işleminin bir sonucu olarak malzemenin soğutulması üniform özelliğe sahip değildir. Bu iç stresler numunede lokal anizotropiler oluşturur fakat ısı işlem yoluyla bu anizotropiler azaltılabilir. Stres anizotropi enerjisi,

$$U_{me} = K_{\sigma} \sin^2 \theta \quad (1.8)$$

ile verilir. Burada,

$$K_{\sigma} = \frac{3}{2} \lambda_s \sigma_i \quad (1.19)$$

dır ve  $\sigma_i$  iç stresi,  $\lambda_s$  ise doyum manyetostriktion 'ı ifade eder [17].

Amorf alaşımlarda iç streslerden dolayı oluşan anizotropi, ısı işlem yoluyla azaltılarak bu anizotropi enerjisi oldukça küçük bir değere çekilebilir [18].

**iv) Induced Anizotropi :** Bir numuneye bir akım uygulandığında, numunenin çevresinde ve içinde dairesel yönde bir manyetik alan oluşur. Bu alan tel şeklindeki malzemelerde sarmal bir anizotropi, şerit şeklindeki malzemelerde ise enine çaprazvari bir anizotropi oluşturur. Amorf alaşımlarda akım uygulamak yoluyla numunenin ısıtılmasından dolayı oluşan bu anizotropi çok büyük değildir ve birkaç yüz  $J/m^3$  mertebesinde [19]. Ayrıca, numune manyetik alan altında ısıtılarak da elde edilebilir.

### 1.1.8. Curie Sıcaklığı

Manyetik malzemelerin sahip oldukları manyetizasyon, sıcaklıkla değişim gösterir. Sıcaklık arttıkça manyetizasyon düşer ve kritik bir sıcaklıkta manyetizasyon sıfır değerine ulaşır. İşte bu kritik sıcaklık Curie sıcaklığı olarak adlandırılır. Başka bir deyişle, ferromanyetik bir malzeme Curie sıcaklığının üzerinde paramanyetik duruma geçer.



## 1.2. Temel Manyetoelastik Parametreler

### 1.2.1. Magnetostriction ( $\lambda$ )

Bir malzemenin manyetizasyonu deęiřtięinde, onun řeklinde de bir miktar deęiřiklik olur. Bazı malzemelerin boyutları manyetizasyon yönünde genişlerken, bazılarının da boyutlarında daralma meydana gelir. Magnetostriction olarak adlandırılan bu özellik, manyetik alan altındaki bir malzemenin boyutlarındaki deęiřiklik olarak tanımlanabilir. Yukarıda ilk söylenen türdeki malzemeler, pozitif magnetostriction 'a sahiptirler. Demanyetize edilmiş bir numune farklı yönlerde manyetize olmuş domainlerden oluştuęundan, farklı domainler farklı yönelimlere sahiptir. Numune manyetize edildięinde domain manyetizasyonları ve domain yönelimleri uygulanan alan yönünde döner. Bundan dolayı, numunenin boyutlarında deęiřiklik meydana gelir.

Manyetik malzemelerde iki çeřit magnetostriction mevcuttur. Bunlar; hacim ve lineer magnetostriction dır.

Lineer magnetostriction ( $\lambda$ ), numunenin manyetizasyon durumunun bir fonksiyonudur ve manyetik doyumda bir maksimuma ulaşır.  $\lambda$ , manyetik moment yönelimi ve  $90^\circ$  lik domain wall hareketinin bir sonucudur.

Doyum magnetostriction ( $\lambda_s$ ), manyetik olarak doymuş durum ile demanyetize olmuş durumlar arasındaki uzunluęun ayrımsal deęiřiklięidir. Amorf alařımlar için  $10 \times 10^6$  ile  $40 \times 10^6$  arasındadır [20].

Engineering magnetostriction ( $\lambda_e$ ), alan uygulanmadan önce ve sonraki gerilme farkıdır ve

$$\lambda_e = \frac{3}{2} \lambda_s (\cos^2 \theta_f - \cos^2 \theta_i) \quad (1.10)$$

ile verilir. Burada  $\theta_f$  ve  $\theta_i$  manyetik momentlerle uygulanan alan arasındaki ilk ve son açıdır.

### 1.2.2. $\Delta E$ etki

$\Delta E$  etki, magnetostriction 'dan dolayı Young modülünün (E) manyetik alana baęlılıęıdır. Young modülü, stresin gerilmeye oranı olarak tanımlanır.  $\Delta E$  etki, malzeme

manyetize edildiğinde, stresten dolayı meydana gelen yapısal değişikliğin ayrıntılı bir özelliğidir. Manyetik bir malzemeye stres uygulandığında iki çeşit gerilme meydana gelir. Birincisi manyetoelastik gerilme ( $\epsilon_H$ ) ve diğeri mekaniksel elastik gerilme ( $\epsilon_S$ ) dir. Buna göre Young modülü,

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon_S + \epsilon_H} \quad (1.11)$$

ile verilir.

Doyumdaki bir örnek için, manyetik alan yönünde döncek hiç moment olmadığından manyetoelastik gerilme sıfırdır ve böylece Young modülü,

$$E_S = \frac{\sigma}{\epsilon_S} \quad (1.12)$$

şekline gelir. Eşitlik 1.11 ve 1.12 'den  $\Delta E$  etkinin büyüklüğü,

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{E_S - E}{E} = \frac{\epsilon_H}{\epsilon_S} \quad (1.13)$$

ile ifade edilir. Burada  $E_S$ , doyumdaki Young modülüdür. Amorf alaşımlarda kristal anizotropinin eksikliğinden dolayı  $\Delta E$  etki, kristal malzemelere göre daha büyüktür.

## 2. LİTERATÜR

### 2.1. Giriş

Metallere hidrojen katkılanması ve hidrojenin amorf yapı üzerine olan etkisi oldukça uzun bir süreden beridir çalışılmaktadır ve özellikle de hidrojenin yapıdaki korozyon etkisi bu çalışmaların önemli bir bölümünü oluşturmaktadır [12,13,21].

Son yıllarda yine metalik bir yapıya sahip ferromanyetik ve amorf ferromanyetik maddeler bir çok uygulama alanında kullanılmaya başlanmıştır [1,2,4,5,6]. Bu nedenle bu malzemelerde hidrojen katkılanmasının araştırılması önem taşımaktadır. Amorf malzemelerin hidrojenlenmesiyle ilgili ilk çalışmalar Coey ve arkadaşları tarafından [13] Fe bazlı amorf ferromanyetik alaşımların hidrojenlendikten önce ve sonra manyetik histerisis eğrilerinin belirlenmesiyle başlamıştır ve bu konudaki çalışmalar bugün birçok bilim adamı tarafından sürdürülmektedir [3,8,9,10,11,14,15,16].

Bu nedenle tezin bu bölümünde, tezin kapsamı içinde yer alan ve çalışmanın merkezini oluşturan amorf ferromanyetik malzemeler, onların üretimi, sahip oldukları manyetik ve manyetoelastik özellikler ve onların teknolojik uygulamaları ile ilgili literatürde yer alan bilgiler verilecektir. Daha sonra tezin konusunu oluşturan amorf ferromanyetik alaşımların hidrojenlenmesiyle ilgili yapılmış çalışmalar sunulacaktır.

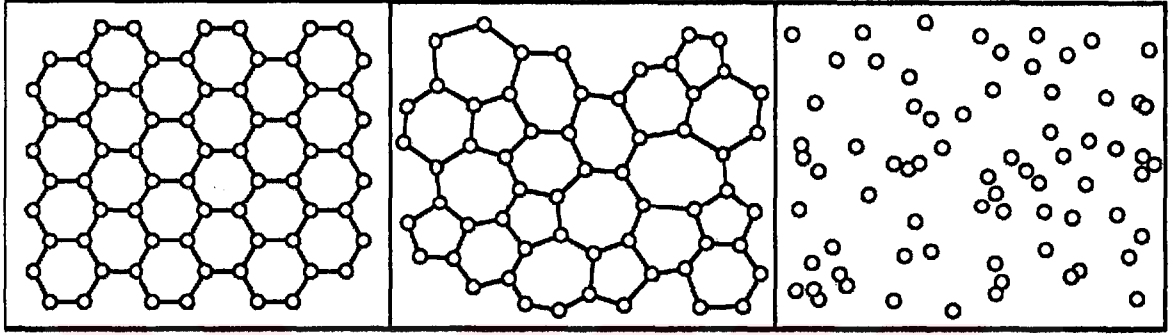
### 2.2. Amorf Metal Alaşımlar

Amorf metal alaşımlar uzun erişimli atomik düzene sahip olmayan metal alaşımlardır (Şekil-2.1). Onlara cam veya “non-crystalline” alaşımlar da denir. Metalik camlar, atomların uygun enerjiye sahip kristal örgülerine yerleşmelerine zaman kalmadan çok hızlı bir şekilde sıvı fazdan soğutulması tekniğiyle üretilen alaşımların bir sınıfıdır.

Bu amorf yapının bir sonucu olarak onlar benzersiz manyetik, mekanik, elektriksel ve korozyon davranışları gösterirler. Son derece serttirler ve yüksek gerilme gücüne sahiptirler (4500 MPa 'ın üstünde). Elektriksel dirençleri demir, demir-nikel alaşımlardan üç-dört kez daha büyüktür. Ayrıca bazı amorf alaşımlar korozyona karşı da son derece dirençlidir [1].

Manyetik amorf alaşımlar mümkün iki veya üç teknolojik sınıfa ayrılabilir. Bunlar; transition metal-metaloid (TM-M) alaşımları, rare earth – transition metal (RE-TM)

alaşımları ve transition metal – zirconium veya hafnium alaşımlarıdır. TM-M alaşımları, genellikle %80 oranında 3d transition metalleri (geçiş metalleri Fe, Ni, Co gibi) ve %15-20 oranında da metalloid (M) atomları ( genellikle P, B, Si, C ) içermektedir. Metalloidler amorf yapının kararlılığını arttıran atomlar olarak davranır ayrıca metalloidler, numunenin erime sıcaklığını düşürmek için de kullanılmaktadır [1,2,5].



Kristal

Amorf

Gaz

Şekil 2.1. Kristal, amorf ve gaz yapının atomik düzenlenişi

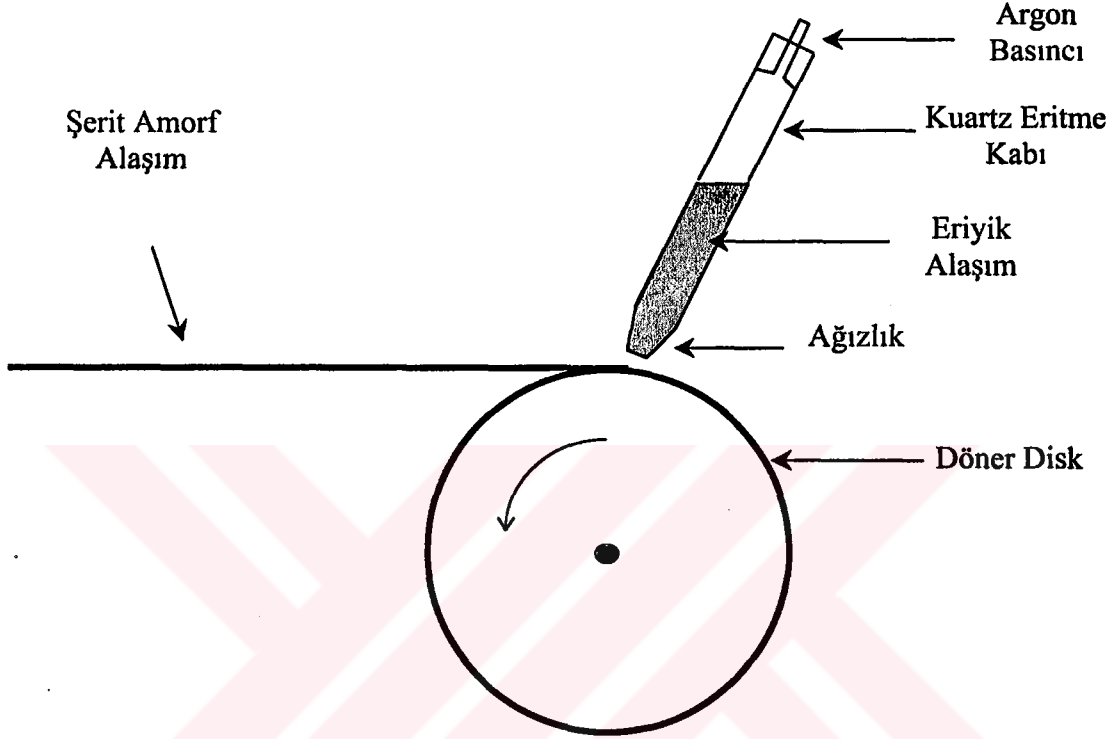
### 2.2.1. Amorf Alaşımların Üretimi

Eriyik halindeki alaşımların hızla soğutulmasıyla üretilen amorf alaşımlar, çok ilginç ve karakteristik manyetik, mekaniksel ve elektriksel özellik gösterdiği anlaşıldığından bu yana pek çok araştırmacının ilgisini çekmiş ve bu gelişmeye paralel olarak onların şerit, tel ve tabakalar halinde üretimini mümkün kılan çeşitli üretim teknikleri geliştirilmiştir.

Bu üretim teknikleri melt spinning, sputtering, elektrodeposition, kimyasal deposition ve ince film teknikleridir. Adı geçen bu teknikler arasında en genel ve yaygın kullanıma sahip olan teknik melt spinning tekniğidir. Bu teknikte, belirli oranlarda malzeme istenilen alaşımı elde etmek üzere eriyik kabında bir araya getirilir. Daha sonra ısıtıcılar yardımıyla eriyik haline getirilen alaşım uygun bir ağızlık kullanılarak dönen termal bir kütle üzerine boşaltılır (Şekil-2.2).

Bu hızlı soğutma ve alaşımı ağızlıktan uzağa sürüklenme işlemi, alaşımı uzun ince bir şerit haline getirir. Tekerleğin dönüş hızı, eriyiğin ağızlıktan çıkışı için uygulanan basınç ve tekerlekle ağızlık arasındaki mesafe, pürüzsüz bir yüzey ve değişmez bir

kalınlık elde etmek için kontrol edilebilir parametrelerdir. Ayrıca, üretim işlemi sırasında alaşımla havanın etkileşime girmesini yani oksitlenmeyi önlemek için işlem inert bir atmosfer altında veya vakum ortamında yapılmalıdır.



Şekil 2.2. Melt-spinning tekniğiyle amorf ferromanyetik malzeme üretiminin şematik gösterimi .

Sonuçta şerit birkaç santimetre genişliğinde ve birkaç on mikrometre kalınlığındadır. Bugün kullanılmakta olan ticari üretim yöntemleri ile şeritler (~1 mm ile 100 mm) genişliğinde, ( $\leq 50 \mu\text{m}$ ) kalınlığında ve sınırsız uzunlukta üretilebilmektedir. Daha önce de değinildiği gibi, üretim işlemi sırasında kullanılan parametreler üretmek istenen şeritlerin kullanım amacına göre değişebilmektedir. Örneğin,  $10^5$ - $10^6$  K/s lik bir soğutma hızında şeritler elde edebilmek için diskin dönüş hızı yüksek olmalıdır ve yaklaşık olarak 30 m/s 'lik bir hızla dönmesi gerekmektedir. Amorf alaşımlar şerit şeklinde üretilebileceği gibi tel şeklinde de üretilebilmektedir [6]. Sistemde kullanılan ağızlığın şekli üretmek istenen amorf malzemenin şeklini belirlemektedir.

### 2.2.2. Amorf Alařımların Manyetik Özellikleri

Amorf alařımlar çok ilginç ve deęişik manyetik özellikler göstermektedir. Metal-metaloid türü amorf alařımların çoęu ferromanyetiktir ve ferromanyetik amorf alařımlar benzer polikristal malzemelerle karşılaştırıldığında mükemmel soft manyetik özellikler göstermektedirler. Örneęin, bu alařımlar düşük coercivity ve yüksek permeability 'ye sahiptirler ve kolaylıkla manyetize olabilmektedirler [2]. Curie sıcaklığı bu alařımlarda soft kristal geçiř metallerinden daha düşüktür. Geçiř metal atomlarının doyum momenti ( $\mu_B$ ), onların kristal özdeşlerinden genellikle daha düşüktür. Bunun orijini, metaloid ve geçiř metalinden oluřan yapıda, metalloidlerden metallere elektron transferi olmasıdır [2,4,5].

Amorf yapılarda uzun sıra erişiminin (long range order) yokluęu, makroskobik skalada kristal bölgelerinin yokluęu anlamına geleceęinden bu durum amorf alařımlar tarafından gösterilen soft manyetik özellikler için temel nedeni oluşturmaktadır. Ayrıca onların soft özellikler taşımasındaki dięer bir neden ise, çok düşük coercivity ve yüksek permeability 'den dolayı kolaylıkla manyetize olabilmeleridir. Her ne kadar amorf yapılar, yapının kompozisyonuna baęlı olarak kolaylıkla manyetize olabilseler de bir doyum deęerine ulaşmaları için onlara belirli bir miktar enerji vermek gerekir. Bu durum yapıdaki manyetik anizotropinin bir sonucudur. İdeal bir homojen amorf alařım hiç manyetik anizotropi göstermemelidir. Coercivity 'nin de ihmal edilebilecek kadar düşük olması gerektięinden, amorf alařımlarda gözlenen manyetik anizotropi ve coercivity mikro yapıların varlığını işaret etmektedir. Manyetik anizotropinin orijini pek çok yazar tarafından tartıřılmış [4,5] ve iç stres alanlarının anizotropiye sebep olduęu düşünölmüřtür. Bu fikri destekleyen ilk çalışmalar Luborsky ve çalışma arkadaşları tarafından yapılmıřtır [1]. Daha sonra Fujimori ve O' Handley çalışmalarında, anizotropinin konsantrasyona baęlılıęının magnetostriction ile iliřkili olduęu, yani anizotropinin magnetostrictive orijinli olduęunu göstermişlerdir [5,22]. Tablo-2.1 'de bazı amorf alařımların sahip oldukları manyetik özellikler verilmiştir.

Amorf alařımlarda bulunan iç stres alanları üretim işleminin bir sonucudur. Hava tarafından soęutulan yüzeyler optik mikroskopları tarafından incelendięi gibi farklıdır.

Tablo 2.1. Bazı amorf alaşımların sahip oldukları manyetik özellikler.

Alaşım	$M_s(T)$	$T_c(C)$	$H_c(Oe)$	$R(\mu\Omega cm)$
$Fe_{67}Co_{18}B_{14}Si_1$	1.75	415	0.08	130
$Fe_{80}B_{20}$	1.57	374	0.04	140
$Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$	1.57	415	0.08	125
$Fe_{82}B_{10}Si_8$	1.52	415	0.17	130
$Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$	0.75	250	0.063-0.075	180
$Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$	0.88	353	0.10	160
$Fe_{39}Ni_{39}Mo_4Si_6B_{12}$	0.75	270	0.02-0.06	135
$Co_{58}Ni_{10}Fe_5Si_{11}B_{16}$	0.55	270	0.005-0.0063	130
$Fe_{83}Nb_7B_9Cu_1$	1.52	-	0.048	64
$Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$	1.50	-	0.0067	115
T <sub>c</sub> : Curie Sıcaklığı, H <sub>c</sub> : Coercivity, R : Direnç, M <sub>s</sub> : Doyum Manyetizasyonu				

Hava tarafından soğutulan bölge parlaktır ve disk tarafından soğutulan bölgeye göre daha az pürüzlüdür. Termal kütleyle malzeme arasında sıkışan buhar ve hava kabarcıkları, daha sonra malzemede çukurluklar-tümsekler meydana getirmesinden dolayı yüzeyin özellikleri farklı olmaktadır. Şeridin oluşum doğasından dolayı, bu özellikler şerit eksenine boyunca anizotropik olma eğilimindedir. Disk bölgesindeki hava

kabarcıkları civarında malzeme tekerden ayrılır ve sonuç olarak daha yavaş bir soğuma hızında soğutulur. Bu nedenle, stres farklı soğuma hızlarına sahip bölgeler arasında meydana gelmektedir. Bu durum Hodson [18] tarafından gösterilmiştir. Amorf alaşımlardaki bu iç stresler, onları yeniden camlaştırmaksızın ısı işlem uygulanarak azaltılabilir [9].

Metglass tipi amorf alaşımların kristalleşme sıcaklığı  $600^{\circ}\text{C}$  civarındadır.  $100^{\circ}\text{C}$  ile  $500^{\circ}\text{C}$  arasında bir sıcaklık iç streslerin neden olduğu manyetik anizotropiyi düşürmek için uygulanabilir. Böyle bir ısıtma işlemiyle yapı rahatlar ve daha kararlı bir hale gelir [6].

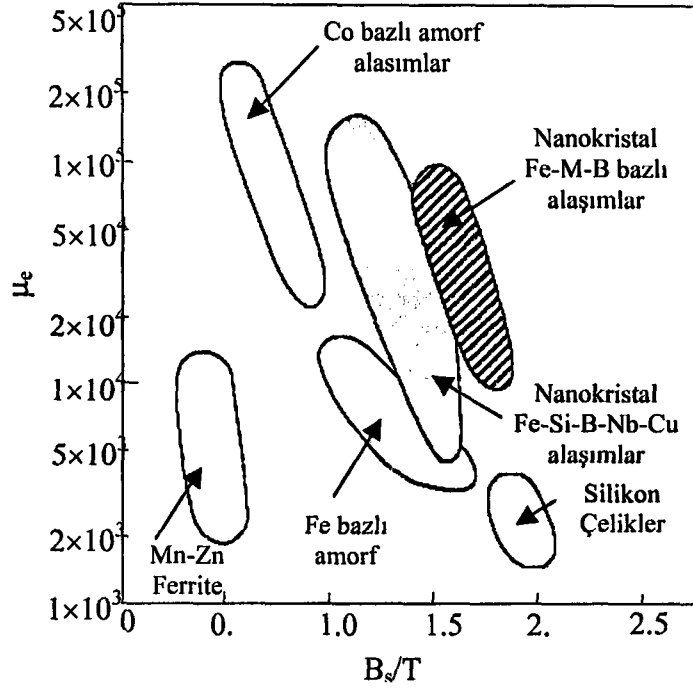
### 2.2.3. Amorf Metal Alaşımların Uygulamaları

Amorf metal alaşımlar, onların manyetik özelliklerini esas alan üç büyük alanda potansiyel uygulamaya sahiptir [23]. İlk önce ve en büyük uygulama alanı güç cihazlarında özellikle de transformatörlerde kullanılmasıdır. İkinci uygulama alanı bilgi tutucu malzemelerde özellikle de teyp kayıt cihazlarında kullanılmaktadır. Bu uygulama için en önemli manyetik parametre initial permeability'dir. Üçüncü uygulama alanı ise transducerlar (iletim sistemleri) ve uygulamalarıdır. Uygulanan stresin manyetik özellikler üzerindeki etkisi bu uygulamanın temelini oluşturur.

Amorf alaşımların sensör olarak kullanımına ilişkin uygulamalarını manyetostriktion ile ilişkilendirebiliriz [6]. Buna göre; yüksek manyetostriktion 'a sahip alaşımlar, manyetik alan, hareket ve akım sensörleri olarak kullanılmaktadır.

Genel olarak amorf alaşımların tüm bu alanlarda uygulamaya sahip olmasının nedeni onların düşük coercivity, yüksek manyetik alınganlık ve yüksek doyum manyetizasyonuna sahip olmasıdır. Bu bilgi ışığında yürütülen çalışmalarda Fe bazlı amorf alaşımlarla kıyaslanabilen bir doyum manyetizasyonuna ve Co bazlı alaşımlarla kıyaslanabilen soft manyetik özelliklere sahip olan, Fe-Si-B tipi cam malzemelere az miktarda Nb ve Cu eklenmesiyle Fe-Cu-Nb-Si-B tipi yeni bir alaşım ortaya çıkarılmıştır [24,25,26,27,28,29,30,31]. Şekil 2.3 'de bu alaşımın  $M_s$  ve  $\mu_c$  değerleri diğer alaşımlarla kıyaslanarak verilmektedir. Gösterdiği bu ilginç özelliklerden dolayı bu malzeme kısa zamanda bir çok uygulama alanı bulmuştur [32,33,34,35,36].





Şekil-2.3: Farklı tip atomik kompozisyonlara sahip manyetik malzemelerin 1 kHz 'de  $\mu_e$  ve  $M_s$  değerleri [37].

### 2.3. Amorf Metal Alaşımların Hidrojenlenmesi

Önceki bölümde de değinildiği üzere; amorf metal alaşımlar sahip oldukları mükemmel mekanik, manyetik, elektriksel ve korozyon direnci özelliklerinden dolayı çeşitli endüstriyel uygulamalara sahiptir.

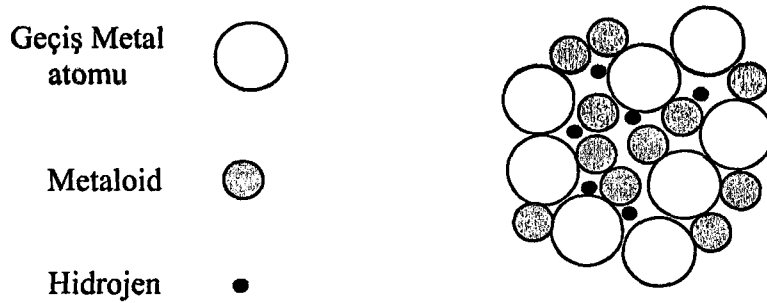
Kristal yada amorf metallerin ve alaşımlarının yapılarındaki hidrojenin varlığı, uzayıp genişleyebilme özelliğinde önemli kayıplarla sonuçlanan hidrojen embrittlement 'ı azaltır. Amorf metalik yapıda çok büyük miktarlarda kusurlar bulunur. Kristal metaller ve onların alaşımlarıyla kıyaslandığında bu kusurlar, çok yüksek hidrojen katı çözünürlüğüne sahiptir. Ancak, katı çözünürlüğü mümkün kılmasına rağmen, bu kusurlu yapı hidrojen mobillitesini güçleştirmektedir.

Bu malzemelerin düzensiz yapıları, sahip oldukları özelliklerin anlaşılmasında önemli bir faktördür. Amorf metal alaşımların kısmen kristalleşmesi, hızlı soğuma işlemi sırasında oluşan kusurların ortadan kaldırılmasıyla sonuçlanan yapısal düzenlemeyi meydana getirir. Ancak, böyle kısmi kristalleşmeler yeni arayüzler oluşturur ki; bu arayüzler, hidrojen yerleşimine uygun ekstra bölgeleri meydana getirmektedir. Bu durumda hidrojen geçirgenliği, ısıtılardan dolayı alaşımdaki

yapısal deęişikliklerin analizinde etkili bir parametre olarak kullanılabilir [3]. Diğer taraftan hidrojen, malzemelerin elektronik yapılarını da deęiştirdiğinden dolayı, bu malzemelerin yapısal ve manyetik özelliklerinin anlaşılmasında etkili bir probe olarak da kullanılabilir [16].

### 2.3.1. Hidrojenlemenin Yapısal ve Manyetik Etkileri

Hidrojenin La, Y ve Sc gibi az bulunur elementlerle geçiş metallerin kristal alaşımlarının manyetik özellikleri üzerinde ve elektronik yapılarında önemli deęişikliklere sebep olabilir. Kristal metal-hidrojen sistemleri üzerinde yapılan çalışmalarda, başlangıç geçiş metal elementleri esasen hidrojen absorpsiyon kapasitesinden sorumludur. Hidrojenin başlıca etkileri, örgüyü genişletmek ve bant yapısını deęiştirmektir. Kristallerde hidrojenleme örgü simetrisi üzerinde herhangi bir deęişikliğe sebep olmaz. Ancak negatif baskının etkisiyle genellikle dikkate alınabilir bazı hacim genişlemeleri oluşmaktadır. Benzer sonuçlar amorf alaşımlar için de mevcuttur. X-ışınları sonuçları göstermektedir ki; amorf alaşımın doğası hidrojenlemeyle deęişmez fakat atomlar arası uzaklıklarda bir miktar artış gözlenir [12,13,38]. Şöyle ki ; amorf yapıyı oluşturan farklı boyutlardaki atomların periyodik olmayan düzenlenişlerinden dolayı atomlar arasında veya yerleşilmemiş yarıklar-çatlaklar arasında boş bölgeler bulunmaktadır ve bu boşluklar hidrojen atomları tarafından doldurulmaktadır (Şekil 2.4).



Şekil 2.4. Amorf atomik düzenlenişin katı (rijid) model şematik gösterimi

Amorf numunedeki hidrojen konsantrasyonunun zamanla artmasıyla atomlar arasındaki boşluklarda kümeleşen hidrojen atomları negatif basınç oluşturarak atomlar arası boşluğun artmasına sebep olmaktadır.

Metallere ve alaşımlara hidrojen absorblanması onların elektronik yapılarında önemli değişikliklere sebep olmakta ve değişen elektronik yapı onların manyetik ve mekanik özelliklerini değiştirmektedir. Manyetik özelliklerin değişimi, bazı metal hibritlerde geçiş metal momentlerinin ortadan kalkmasıyla sonuçlanırken; diğer taraftan bazı metal alaşımlarda da ferromanyetizma görülür. Manyetik özelliklerdeki bu değişim hidrojenlenmiş malzemenin yapısının anlaşılması için uygun bir araştırma konusunu oluşturmaktadır.

Hidrojenlenmiş numune hassas ve kolay kırılır bir duruma geldiğinden dolayı, ferromanyetik amorf alaşımların soft manyetik özellikleri üzerine hidrojen katılanmasının olumsuz etkileri için, hidrojenlenmiş bölgenin hacmindeki değişiklikler tarafından üretilen mekanik streslerin sebep olduğu düşünülebilir. Meydana getirilen mekanik stres yüzey de geniş bir dikey anizotropi oluşturur. Bu etkiler, hidrojen malzemeden ayrıldıktan sonra kısmen kaybolur ve manyetizasyon eğrileri tersine çevrilebilir bir davranış gösterir .

Geri çevrilemez davranışların iki çeşidi olduğu düşünülebilir. Bunlar;

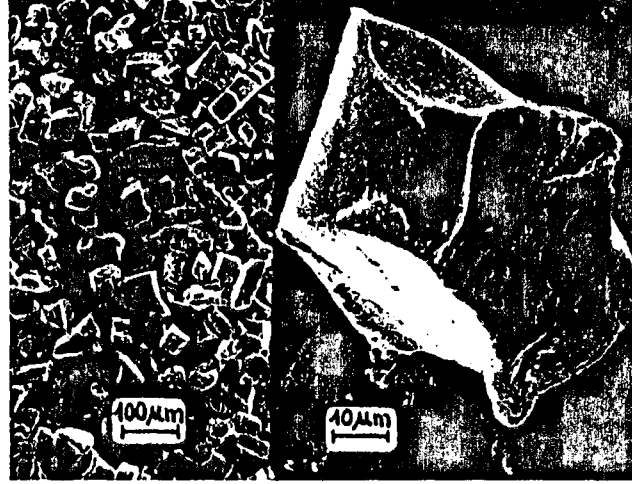
1-Hidrojen tarafından iç stresler ( $\sigma$ ) oluşturularak meydana getirilen plastik deformasyon .

2-Numunenin kusurlarında hidrojen toplanmasıyla oluşan “bubbles” lar tarafından üretilen daimi lokal hasarlar .

“Domain wall” lerin büyüklüğü kusurların büyüklüğü ile ilişkili olduğundan dolayı, lokal hasarlar tarafından etkilenen manyetik özellikler, hareket serbestliği kısıtlanan manyetik “domain wall” ler ve onların yayılımları ile ilişkilidir [11] .

Yukarıda da açıklandığı üzere, hidrojenleme işlemi, bazı metalik camların hidrojenin etkisiyle parçalanmasına ve daha kırılabilir hale gelmesine neden olur. Bu durum toz halinde metalik cam elde etmek için alternatif bir yol sunmaktadır[44]. Şekil 2.5 'de  $Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$  amorf alaşımının hidrojenlendikten sonra öğütülmesiyle elde edilmiş toz halindeki amorf yapı görülmektedir. Burada, ortalama tanecik(grain) yarıçapının 30  $\mu m$  olduğu görülmektedir. Bu büyüklük yaklaşık olarak orijinal amorf şeridin kalınlığına eşittir. Ancak, bazı amorf toz parçaları büyüklük olarak, 50 ile 100  $\mu m$  çapında ve 30  $\mu m$  kalınlığa sahip olduğu görülmektedir. Bu sonuçlar ışığında,

hidrojenlenmiş alaşımların öğütülmesi ile amorf tozların kolaylıkla elde edilebileceği görülmektedir.

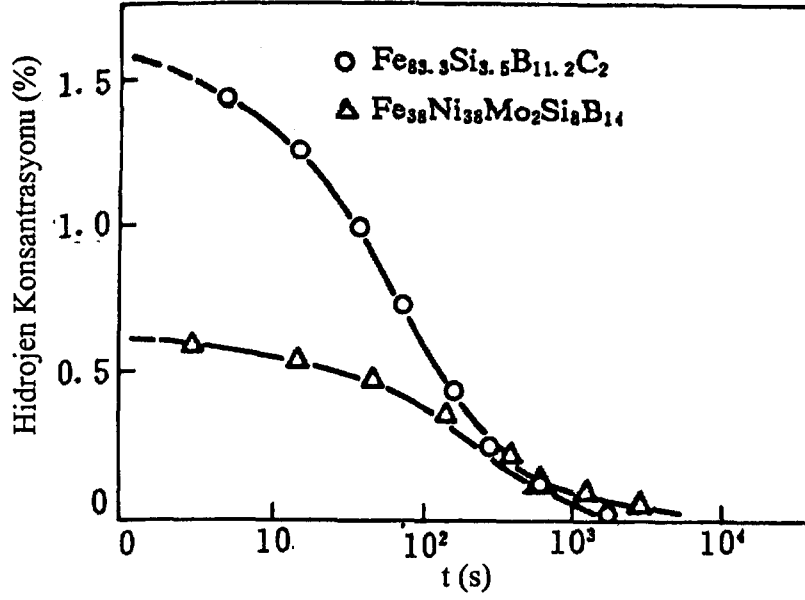


Şekil 2.5. Amorf  $Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$  şeridin hidrojenlendikten ve öğütüldükten sonraki toz halleri [44].

Fe – Zr alaşımları üzerine yapılan çalışmalarda Curie sıcaklığı ve manyetik momentlerin hidrojen absorpsiyonuyla belirgin bir şekilde yükseldiği rapor edilmiştir [13]. Hidrojenlemeden dolayı hacim genişlemesi Curie sıcaklığının artmasına sebep olmaktadır. Bu sonuçların ilki Fujimori ve çalışma arkadaşları tarafından  $\alpha-Fe_xZr_{100-x}$  ( $x = 91$  veya  $92$ ) türü alaşımlar kullanılarak yapılmıştır [39].

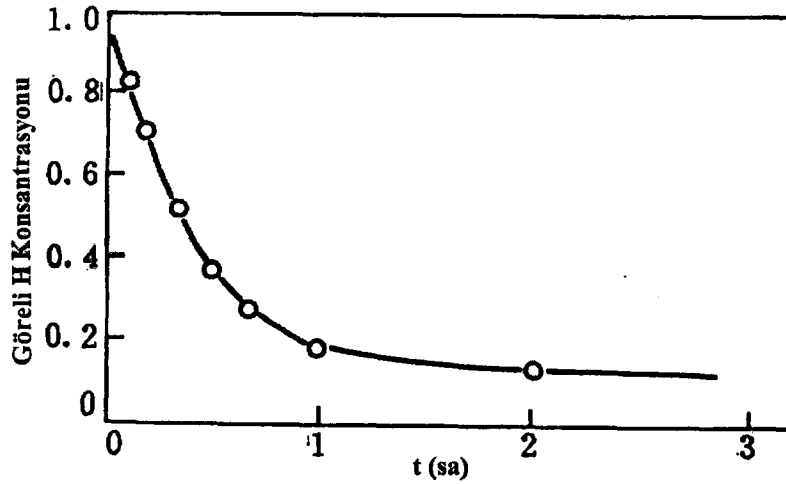
Fe-Zr alaşımlarının dışında farklı atomik kompozisyonlara sahip farklı amorf alaşımları için de benzer çalışmalar bulunmaktadır. Örneğin, J.M.D. Coey ve B.S. Berry  $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$  ve  $Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$  amorf alaşımların hidrojenlendikten önce ve sonra manyetik histerisis eğrilerini ölçmüşler ve bu alaşımların soft manyetik özelliklerinin hidrojenlendikten sonra daha hard hale geldiğini bulmuşlardır [12,40]. Ayrıca Fe-, Co- ve FeNi- bazlı soft manyetik amorf alaşımların manyetik özellikleri üzerine hidrojen etkisiyle ilgili de yapılmış çalışmalar bulunmaktadır [10].

Fe-Si-B-C, Fe-Ni-Mo-Si-B ve Co-Fe-Cr-Si-B amorf alaşımlarıyla oda sıcaklığında yapılan hidrojenleme deneyleri, hidrojen konsantrasyonunun hidrojenlemenin ilk zamanlarında hızlı bir şekilde arttığını ve sonra yavaş yavaş azaldığını göstermektedir. Şekil 2.6 ve şekil 2.7 'de Fe-, Co- ve FeNi- bazlı amorf alaşımlar için bu ifade verilmektedir.



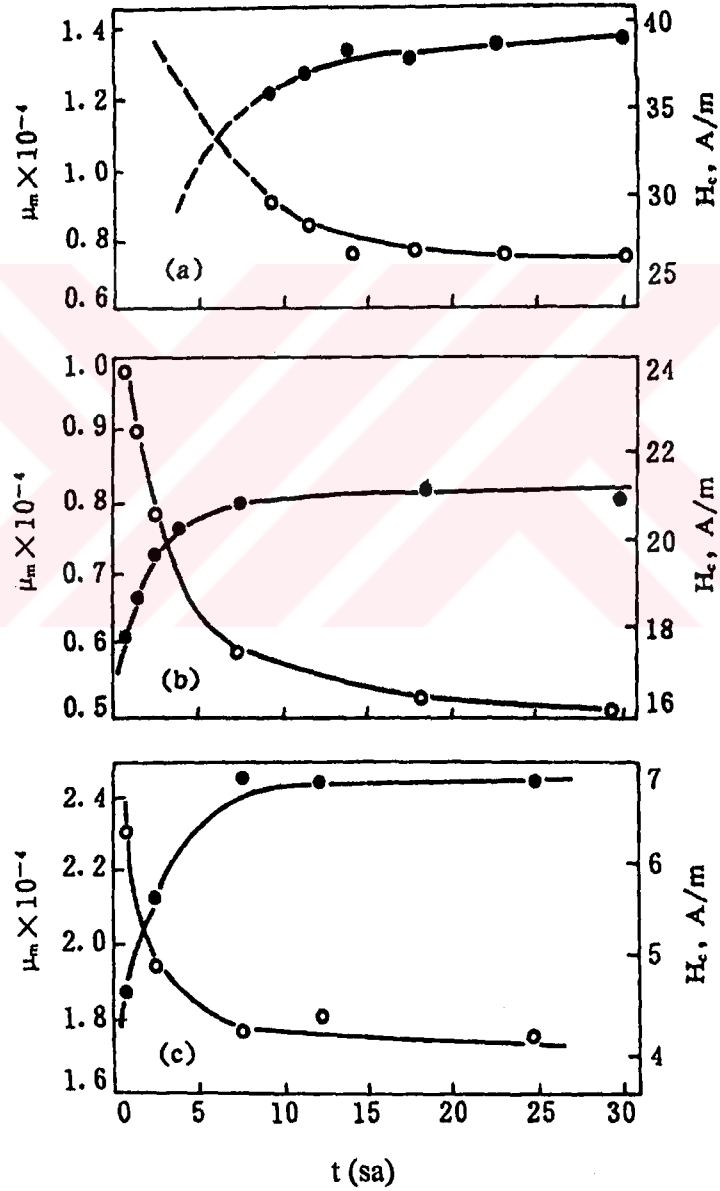
Şekil 2.6 : Fe<sub>83.3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>11.2</sub>C<sub>2</sub> ve Fe<sub>38</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>2</sub>Si<sub>8</sub>B<sub>14</sub> amorf alaşımının zamanla hidrojen konsantrasyonundaki azalma.

Bu alaşımlar için 1 saatlik hidrojenleme, hidrojen konsantrasyonunu %80 doyuma yaklaştırmaktadır. Ayrıca deneysel sonuçlar, amorf alaşımlara katkılanan hidrojen atomlarının çok kararsız bir durumda olduğunu göstermektedir. Hidrojenlenmiş örnek hava ortamına bırakıldığında hidrojen atomlarının yavaş yavaş numuneyi terk ettiği görülmektedir. Bu kaçış ilk 1-2 saat için çok hızlıdır ve daha sonra kaçış hızı yavaşlamaktadır. Fakat çok uzun bir zaman geçse bile hidrojenlenmeden önceki değerinin ancak %90 'ına ulaşmaktadır. Bundan dolayı hidrojenleme, amorf alaşımların manyetik özellikleri üzerinde uzun bir dönem etkiye sahiptir [10].



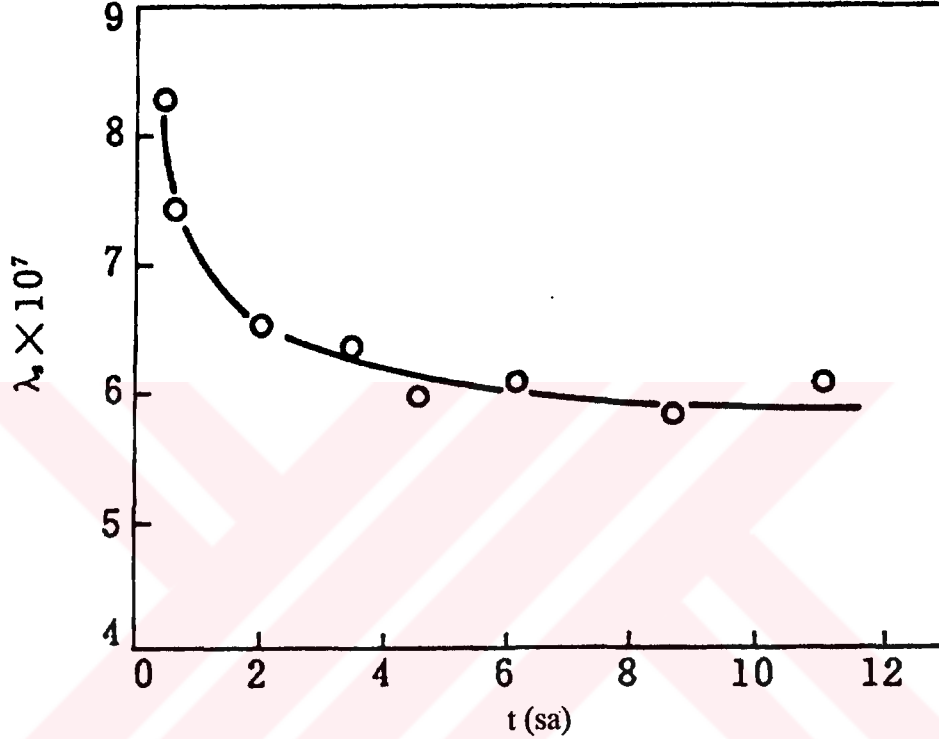
Şekil 2.7. Co<sub>64.5</sub>Fe<sub>3.75</sub>Cr<sub>6.75</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>15</sub> amorf alaşımının zamanla hidrojen konsantrasyonundaki azalma.

Bu üç amorf alaşım için, maksimum permeability ( $\mu_{\max}$ ) ve coercivity ( $H_c$ ) ölçümlerine göre, hidrojenlemeyle  $\mu_{\max}$  değerinin yaklaşık %40 azaldığı ve  $H_c$  değerinin arttığı söylenebilir (Şekil 2.8). Domain wall hareketinin engellenmesi  $\lambda_s\sigma$  çiftlenimini arttıracığından hidrojenlendikten sonra  $H_c$  yükseldiği ve  $\mu_{\max}$  azaldığı gözlenmiştir. Ancak hidrojenin numuneden kaçıışı ile beraber  $\mu_{\max}$  ve  $H_c$  değerleri yavaş yavaş eski değerlerine yaklaştığı belirlenmiştir[10].



Şekil 2.8. Oda sıcaklığında hidrojenlenmiş amorf alaşımların zamanın fonksiyonu olarak  $\mu_{\max}$  ve  $H_c$  değerlerindeki değişim. (a)  $Fe_{83.3}Si_{3.5}B_{11.2}C_2$  (b)  $Fe_{38}Ni_{38}Mo_2Si_8B_{14}$  (c)  $(Co_{86}Fe_5Cr_9)_{75}Si_{10}B_{15}$ .

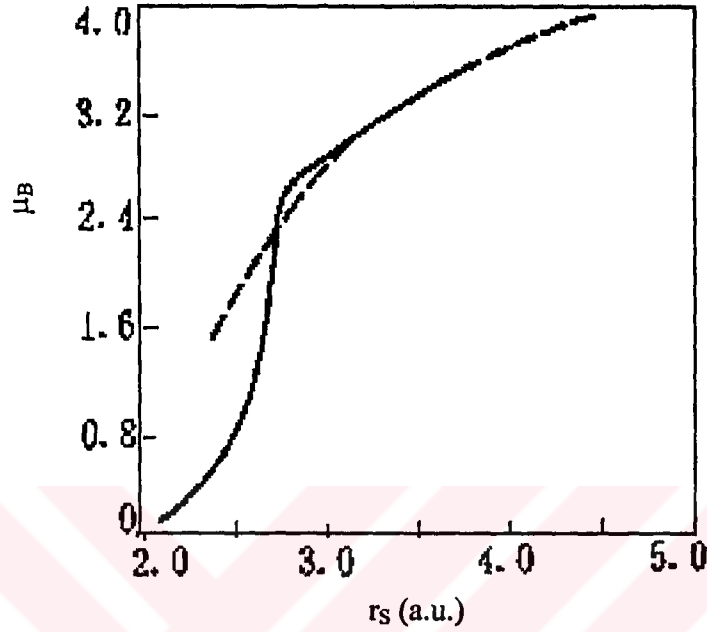
Hidrojenlenmiş alaşım hassas ve kolay kırılır bir duruma geldiğinden dolayı, soft manyetik özellikleri üzerine hidrojenlenmenin olumsuz etkileri iç streslerin ( $\sigma$ ) artmasıyla birleştirilebileceği sonucuna varılabilir. Bu noktayı daha iyi anlayabilmek için hidrojenlenmiş amorf Co- Fe- Cr- Si- B alaşımıyla yapılan ölçümler sonucunda manyetostriktion ( $\lambda_s$ ) 'deki değişimler şekil 2.9 'da gösterilmektedir. Buna göre hidrojenleme işlemi sırasında manyetostriktion çok fazla artmaktadır [10].



Şekil 2.9. Hidrojenlenmiş  $\text{Co}_{64,5}\text{Fe}_{3,75}\text{Cr}_{6,75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  alaşımının hidrojen kaçıışı sırasında zamanla ( $\lambda_s$ ) manyetostriktion 'in daki azalma.

Daha önce de belirtildiği üzere hidrojen, amorf metal alaşımların yapının kompozisyonuna bağlı olarak doyum manyetizasyonunun ( $M_s$ ) artmasına sebep olmaktadır ( Çizelge 2.2). Bu ilginç bir sonuçtur şöyle ki; genelde amorf alaşımlara manyetik olmayan atomlar eklendiğinde  $M_s$  azalacaktır; fakat hidrojen eklenmesi bu duruma ters etki etmektedir. Bu durum yalnızca metal-metaloid türü alaşımlar için değil, metal-metal türü alaşımlarda da (Fe-Zr) gözlenmiştir [13,41]. Örneğin, az bulunur  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  alaşımında hidrojenlenme ile hacim genişlemesi, Curie sıcaklığı ve manyetizasyonda artış gözlenmiştir [42]. Fe- Si- B- C alaşımı için, hidrojenlenmeyle  $M_s$  'in artmasını Fe-Fe atomları arası boşluğun artmasıyla ilişkili olduğu söylenebilir [10].

Bu fikri destekleyen çalışma D. Bagayoka [43] tarafından yapılmış ve Fe-Fe atomları arası boşluğun bir fonksiyonu olarak Fe atomlarının manyetik momentlerindeki değişim gösterilmiştir (Şekil 2.10).



Şekil 2.10. Fe-Fe atomları arası uzaklığın bir fonksiyonu olarak Fe atomlarının manyetik momentindeki değişim [43].

Burada gösterilen  $r_s$  değeriyle Fe momentleri,  $r_s$  'nin artmasıyla hızlı bir şekilde artmaktadır. Bu sonuç, hidrojenlemeden sonra Fe bazlı amorf alaşımların doyum manyetizasyonunun artmasını açıklayabilmek için yeterlidir.

Çizelge 2.2 'de verilen Fe-, Co-, FeNi- bazlı üç çeşit amorf alaşım için yapılan çalışmalarda şu sonuçlar elde edilmiştir [10].

i) Elektrolitik hidrojenleme bu üç farklı amorf alaşım için soft manyetik özellikleri azaltmakta ve alaşımı kırılgan yapmaktadır. Hidrojenlenmiş örnek hava ortamına bırakıldığında absorblanan hidrojen yavaş yavaş numuneyi terk etmektedir. Manyetik özellikleri ve dayanıklılığı ise eş zamanlı olarak eski haline yaklaşmakta ancak tamamen hidrojenlenmeden önceki değerine ulaşamamaktadır.

ii) Hidrojenlemeden sonra as-received amorf alaşımlar için maksimum permeability %40 azalmakta ve coercivity ise yükselmektedir. Soft manyetik özelliklerin kötüleşmesi manyetostriktion ve iç streslerin artmasına bağlıdır.

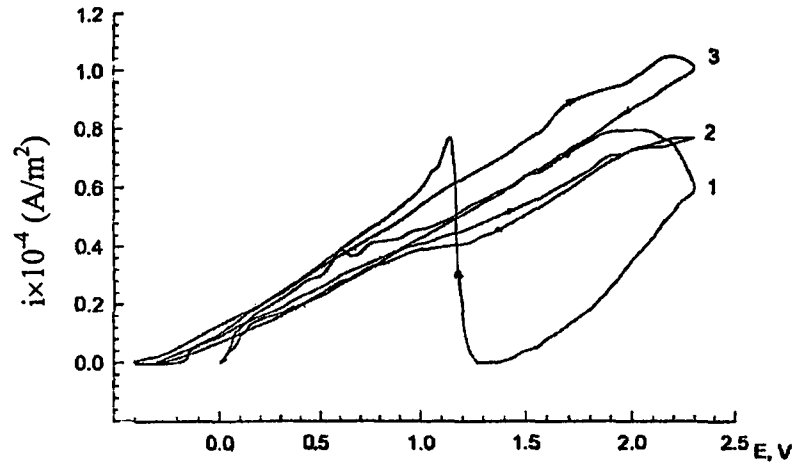
iii) Hidrojenleme oda sıcaklığındaki amorf alaşımın doyum manyetizasyonunun dikkate değer bir şekilde artmasına neden olmaktadır.



Çizelge 2.2. Üç farklı amorf alaşım için hidrojenlendikten önce ve sonra manyetik parametrelerin değişimi[10].

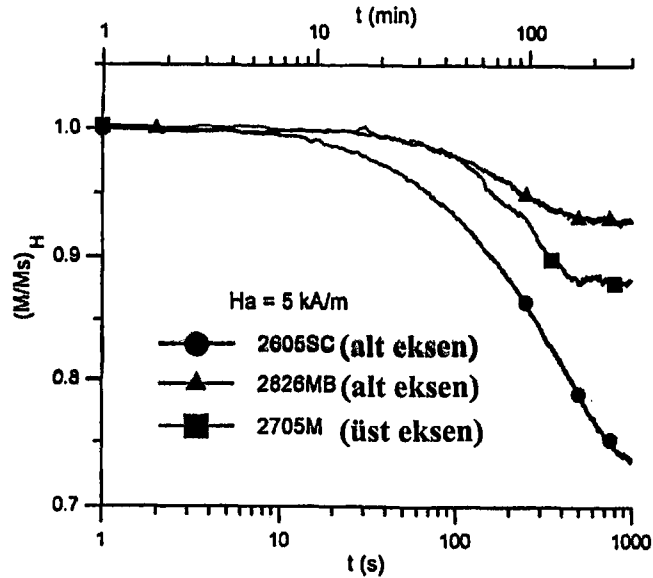
Alaşım	Durum	$\mu_m$ ( $\times 10^4$ )	$H_c$ A / m	$P_{4/10}$ W / kg	$M_s$ Am <sup>2</sup> /kg	$\Delta M_s$ %
Fe <sub>83.3</sub> Si <sub>3.5</sub> B <sub>11.2</sub> C <sub>2</sub>	as-cast	1.55	23.9	77.5	154	24
	1 saat	—	—	—	191	
Fe <sub>38</sub> Ni <sub>38</sub> Mo <sub>2</sub> Si <sub>8</sub> B <sub>14</sub>	as-cast	1.0	14.3	84.7	74.7	16.2
	1 saat	0.6	23.1	92.1	86.8	
Co <sub>64.5</sub> Fe <sub>3.75</sub> Cr <sub>6.75</sub> Si <sub>10</sub> B <sub>15</sub>	as-cast	3.1	2.94	40.8	49.0	19.3
	1 saat	1.9	6.37	42.7	55.8	

N.Ye. Skryabina ve arkadaşları [38], 0.5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisi içinde ve 50 A/m<sup>2</sup> lik katodik akım yoğunluğunda yaptıkları elektrokimyasal çalışmayla Co<sub>71</sub>Ni<sub>11.7</sub>Fe<sub>5.3</sub>Si<sub>8.6</sub>B<sub>2.4</sub> alaşımının korozyon davranışlarını ve C-V polarizasyon eğrilerini incelemişlerdir. Bu çalışmada elde edilen CV polarizasyon eğrileri Şekil 2.11 'de verilmektedir. Şekil 2.11 'de görülen 1 nolu eğri herhangi bir işlemde geçmemiş numunenin, 2 nolu eğri hidrojenlenmiş numunenin, 3 nolu eğri ise kristalleşme sıcaklığı olan 873 K 'de ısıtılma işlem görmüş numunenin CV eğrisini göstermektedir. Elde edilen bu veriler ışığında, alaşımlara katılan hidrojenin onların polarizasyon davranışlarını tamamiyle değiştirdiği görülmektedir. Hidrojenlenmiş numunelerin polarizasyon eğrileri, kristal alaşımların polarizasyon eğrileriyle büyük benzerlikler göstermektedir. CV eğrilerindeki bu değişim, yapısal transformasyon (değişim) , yüzeyin ve yüzey tabakalarının hidrojene doyması olarak sıralanabilen nedenlere bağlıdır [38].



Şekil 2.11.  $\text{Co}_{71}\text{Ni}_{11.7}\text{Fe}_{5.3}\text{Si}_{8.6}\text{B}_{2.4}$  amorf şeridinin  $0.5 \text{ M H}_2\text{SO}_4$  çözeltisi içindeki CV polarizasyon eğrisi. (1) ilk baştaki durum, (2) 20 dakika hidrojenlendikten sonraki durum, (3)  $873 \text{ K}$ 'de ateşlendikten sonraki durum [38].

Bunlara paralel olarak E.M. Alcala ve arkadaşları tarafından,  $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{38}\text{Mo}_4\text{B}_{18}$  (2826MB),  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_{13.5}\text{B}_{13.5}\text{C}_2$  (2605SC) ve  $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Ni}_2\text{Mo}_5\text{B}_3\text{Si}_{15}$  (2705M) alaşımlarıyla hidrojenlemenin manyetik etkileri ve alaşımda meydana getirilen yapısal değişiklikler üzerine geniş bir çalışma yürütülmüştür[44] ve  $100 \text{ A/m}^2$ 'lik akım yoğunluğu ( $i$ ) altında bulunan bu sözü edilen üç değişik amorf alaşım için  $(M/M_S)_H$ 'ın hidrojenleme zamanına ( $t$ ) karşı değişimi Şekil 2.12 'de verilmiştir[44].



Şekil 2.12. Farklı manyetostriksiyon'a sahip alaşımlar için  $(M/M_S)_H$ 'ın hidrojenleme zamanıyla değişimi. Uygulanan alan  $5 \text{ kA/m}$  dir.

Küçük  $i$  değerleri için bu deneysel sonuçlar aşağıdaki eşitlik ile iyi bir şekilde uyumaktadır[44].

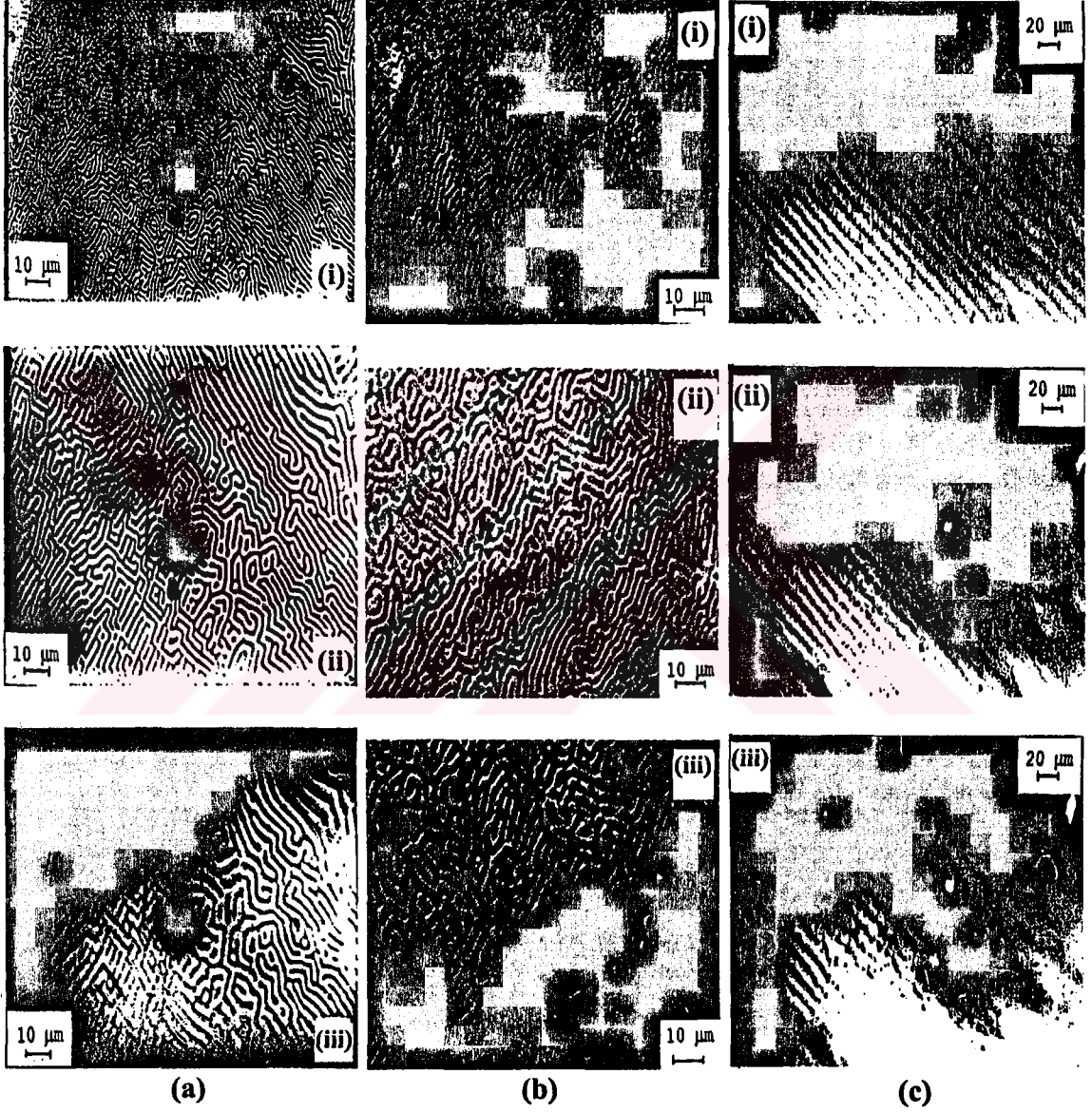
$$\frac{M}{M_s} = 1 - C \cdot i \cdot |\lambda_s| \ln\left(\frac{t}{t_0}\right) \quad (2.1)$$

burada  $t_0$  bir sabit ve  $C = 5 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{A}$  dir. Manyetostriktion,  $(M/M_s)_H$  'ın davranışı üzerine önemli bir rol oynamakta ve ayrıca hidrojen katkılanması ile üretilen iç streslerin manyetik özellikler üzerine de büyük bir etkisi bulunmaktadır. Hidrojenleme ile manyetizasyon eğrilerindeki değişiklik daha önce de değinildiği üzere  $\lambda_{s\sigma}$  ile ilişkilidir. E.M. Alcalá ve arkadaşları bu konuyla ilgili olarak yukarıda sözü edilen farklı manyetostriktion 'a sahip malzemelerle yaptıkları deneysel çalışmalarda (manyetizasyon eğrileri ve Bitter resimleri) [44], hidrojenlemenin malzemelerde özel bir anizotropi dağılımı meydana getirdiğini belirlemişlerdir.

Üç hidrojenlenmiş numunenin Bitter resimleri, numunelerin yüzeylerinde çizgi domainleri göstermektedir (Şekil 2.13) ve bu çizgi domainleri, yüzeyde geniş bir dikey anizotropinin varlığını işaret etmektedir. Bu çizgi domainlerinin ortalama genişliği, iki pozitif magnetostricktion 'a sahip alaşımda yaklaşık  $2 \mu\text{m}$  dir. Bu değer, numunelerin bütün kalınlığıyla ( $20 \mu\text{m}$ ) karşılaştırıldığında oldukça küçüktür. Bu durum göstermektedir ki, manyetik yapının kalınlığı numunenin kalınlığından daha küçüktür. Şu halde pozitif magnetostricktion 'a sahip numunelerde induced edilen dikey anizotropi malzemenin tamamını kapsamamaktadır. Bitter resimleriyle gözlenen domain genişliği ilk başta artmaktadır ve daha sonra adım adım genişleyerek yok olmaktadır (şekil 2.13a ). Benzer sonuçlar diğer numuneler içinde gösterilmiştir (şekil 2.13b, 2.13c).

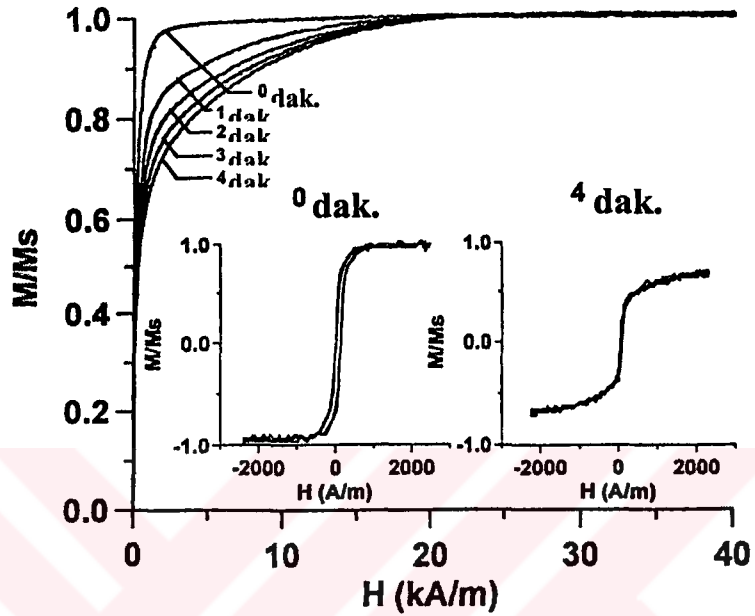
Bu durumun, negatif magnetostricktion 'a sahip alaşımlar için bir tezat oluşturacağı düşünülebilir çünkü, negatif magnetostricktion 'a sahip alaşımların yüzeylerinde in-plane anizotropi ve iç bölgelerde ise dikey bir anizotropi bulunmaktadır. Yakın komşuluklara sahip atomlar arasındaki uzaklığın küçük bir değişimi, düşük  $\lambda_s$  'e sahip amorf alaşımlarda işaret değişikliğine sebep olabileceği düşüncesinden hareket ederek, hidrojenlenmiş bölgedeki hacim genişlemesinin magnetostricktion 'da bir işaret değişikliğine sebep olduğunu söyleyerek bu Bitter resimlerinde görülen beklenmedik durum açıklanabilir. Sonuçta, hidrojen katkılanmasıyla oluşturulan anizotropinin manyetoelastik orijinli olduğu düşünülebilir. Hidrojenlenmiş bölgenin hacminde pozitif bir artış meydana gelirken, numunenin geri kalan hacmi işlem sırasında değişmez.

Bundan dolayı, hidrojenlenmiş bölge compressive stres altındayken, numunenin geri kalanı tensile stres altındadır. Bu durum daha önce de değinildiği üzere, hidrojenleme ile numunenin kırılma güçlüğü kazanmasını açıklamaktadır. Şöyle ki; numunenin bir kısmının tensile stres ve diğer kısmının compressive stres altında olmasıyla yapısal denge zayıf bir iç tork ile kolaylıkla bozulacaktır. Diğer bir deyişle numune kırılma eğilimine girecektir

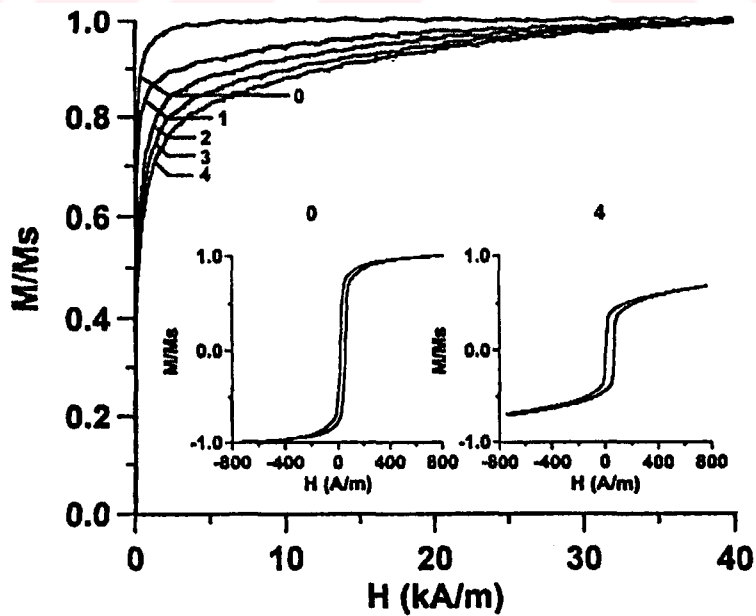


Şekil 2.13. (a) 2826MB alaşımının Bitter resimleri, (b) 2605SC alaşımının Bitter resimleri, (c) 2705M alaşımının Bitter resimleri. Burada her üç alaşım için, (i) Hidrojenlemeden hemen önceki durumu, (ii) hidrojenlendikten 10 dakika sonraki durumu, (iii) hidrojenlendikten 20 dakika sonraki durumu göstermektedir[44].

2826MB ve 2605SC amorf alaşımlarının farklı hidrojenleme zamanlarında elde edilmiş manyetizasyon eğrileri şekil 2.14 ve şekil 2.15 'de görülmektedir. Hidrojen katkılanmış numunelerin histerisis eğrileri ve manyetizasyon eğrileri iki farklı bölgeyi işaret etmektedir. Birincisi, düşük permeability diğeri yüksek permeability bölgesidir.



Şekil 2.14. Farklı hidrojenleme zamanlarından sonra 2826MB alaşımının manyetizasyon eğrileri ve 0 dakika ile 4 dakika sonraki düşük alan histerisis eğrileri.



Şekil 2.15. Farklı hidrojenleme zamanlarından sonra 2605SC alaşımının manyetizasyon eğrileri ve 0 dakika ile 4 dakika sonraki düşük alan histerisis eğrileri.

Birinci bölgede, teknik doyuma ulaşmak için gerekli olan alan (25 kA/m), hidrojenlenmemiş örnek için gerekli olan alandan (2.5 kA/m) 10 kat daha büyüktür. Bu bölgede manyetizasyon işlemi yalnızca manyetizasyon yöneliminden dolayıdır ve bu düşük permeability bölgesi numune yüzeyinde meydana gelmektedir.

İkinci bölge, kolaylıkla manyetize edilebilir ve domain wall yerdeğiřtirmesinden dolayı çok yüksek permeability gösterir.

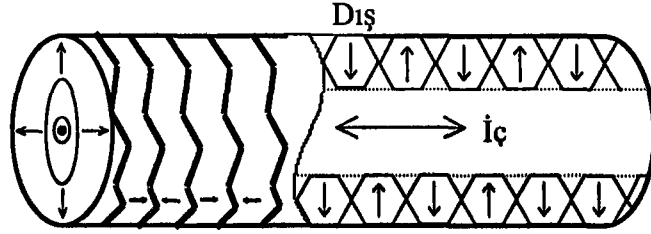
Manyetizasyon eğrileri, řerit eksenini boyunca uygulanan manyetik alan ile bulunduğundan yalnızca řerit eksenine dik anizotropi enerjisi söz konusudur. řerit eksenine paralel anizotropiyi ölçmek için numune diğeri yönlerde de manyetize edilmelidir fakat bu yönlerde řekil faktörü oldukça büyüktür ve manyetoelastik enerji, yapılmak istenen ölçümü perdeler.

Kesim 2.2.1 'de değinildiği üzere, amorf alařımlar řerit řeklinde olabileceği gibi tel řeklinde de üretilmektedirler. Amorf alařımların hidrojenlenmesiyle ilgili yayınlanmış makalelerde amorf tellerin hidrojenlenmesiyle ilgili de çalışmalar bulunmaktadır. Bu konudaki ilk çalışmalar A. Mitra ve arařtırma ekibi tarafından yapılmıştır [14] .

Amorf tellerdeki iç stres dağılımını řerit řeklindeki malzemelerden farklıdır. Bunun sebebi; amorf tellerin üretimi , amorf řeritlerinkinden bir miktar farklılık göstermesidir. Bu teknikte, ilk önce alařımın dış yüzey daha sonrada iç yüzeyi katılařmaktadır. Bu farklı soğuma işleminden dolayı, telde çok deęişik bir iç stres dağılımı meydana gelmekte ve tel üzerinde farklı anizotropi bölgeleri oluşmaktadır [6].

Bu anizotropi dağılımını telde řekil-2.16 'de gösterildiği gibi bir domain yapısı oluşturmaktadır. Buna göre domain yapısı iç ve dış olmak üzere iki bölgeye ayrılır. İç bölgenin momentleri telin uzunluğu boyunca yönelmiştir ve bunun sonucu olarak bu bölgede anizotropi eksen boyunca yönelir. Dış kabukta stres radyal eksen yönündedir, dolayısıyla bu bölgede de radyal bir anizotropi mevcuttur (Şekil-2.16). Amorf tellerdeki bu karakteristik stres dağılımını hidrojenin, tellerin yapısal ve manyetik özellikleri üzerine olan etkisini belirlemektedir. Hidrojen katkılanmasıyla yapıya giren hidrojen atomları, elektronlarını geçiř metal alařımlarına verir ve bu elektronlar d bandının bir kısmını doldurur. Bunun sonucu olarak metalin manyetik momenti azalır. Azalan d band genişliği Fermi seviyesinde girilebilir durumların sayısını (density of state) arttırır. Bu etkinin sonucu olarakta manyetik momentler yükselir. Sonuç olarak hidrojen katkılanması manyetik momentler üzerine iki zıt etkinin oluşmasına sebep olur.

- a) Bandın doldurulmasından dolayı momentlerin azalması  
b) Hacim genişlemesinden dolayı momentlerin artması



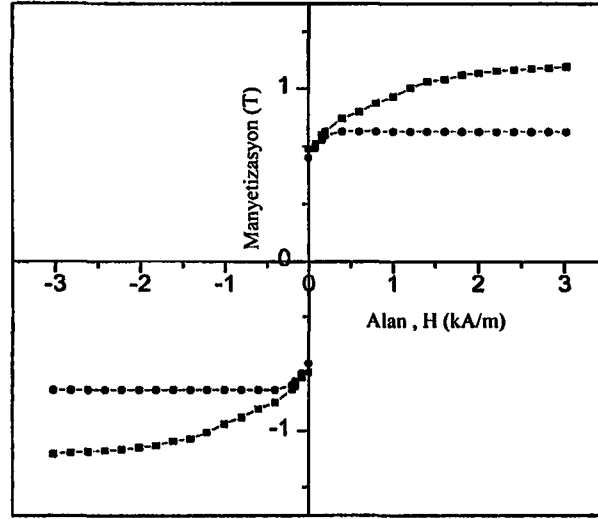
Şekil 2.16. Fe bazlı amorf telin domain yapısı.

Manyetik momentlerdeki bu değişikliklere ek olarak hidrojen, malzemede iç stresler de meydana getirir ve ayrıca domain hareketleri için birer pinning merkezi olarak ta davranır. Elektrokimyasal işlem sırasında hidrojen yapıya difüz eder ve numunedeki hidrojen konsantrasyonu, akım yoğunluğu ve zamanın fonksiyonu olarak değişir. 60 mA/cm<sup>2</sup> lik akım yoğunluğunda 2 saat hidrojenlenmiş ve as-received durumdaki Fe<sub>73.5</sub>Si<sub>7.5</sub>B<sub>15</sub> teli için yüksek alan M-H eğrileri Şekil-2.17 'te görüldüğü gibidir [14]. Buna göre verilen şartlar altında toplam manyetizasyon hidrojenlemeyle azalmaktadır.

Amorf yapıdaki yarık ve çatlaklara yerleşmiş olan hidrojen atomlarının enerjisi, yerleştiği alanın tipine bağlı olduğundan hidrojen konsantrasyonu (C<sub>H</sub>) arttığında önce düşük enerjili bölgeler doldurulur. Kirchheim ve arkadaşları bu bölgelere yerleşen hidrojen atomlarının enerji dağılımının Fermi-Dirac istatistiğine uyan bir Gauss fonksiyonuna karşılık geldiğini göstermişlerdir[45,46]. Dolayısıyla, hidrojen atomları tarafından yerleşmiş E enerjili bu bölgelerin konsantrasyonu,

$$F(E) = \frac{\phi(E)}{1 + \exp[(E_Y - E)/k_B T]} \quad (2.2)$$

ile ifade edilir. Burada;  $\phi(E)$ , E<sub>Y</sub> enerjili yarık bölgelerinin konsantrasyonu; F, Yarıkların Fermi enerjisi; k<sub>B</sub>, Boltzman sabiti; T, Mutlak sıcaklıktır.



Şekil-2.17.  $60\text{mA/cm}^2$  lik akım yoğunluğunda 2 saat hidrojenlenmiş ve as-received amorf  $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$  telin yüksek alan M-H eğrisi.

Manyetik özellikler üzerine hidrojenin etkisini ayrıntılı olarak anlamak için farklı akım yoğunluğunda hidrojenlenmiş numuneler, hidrojen konsantrasyonuna göre üç farklı duruma ayrılabilir.

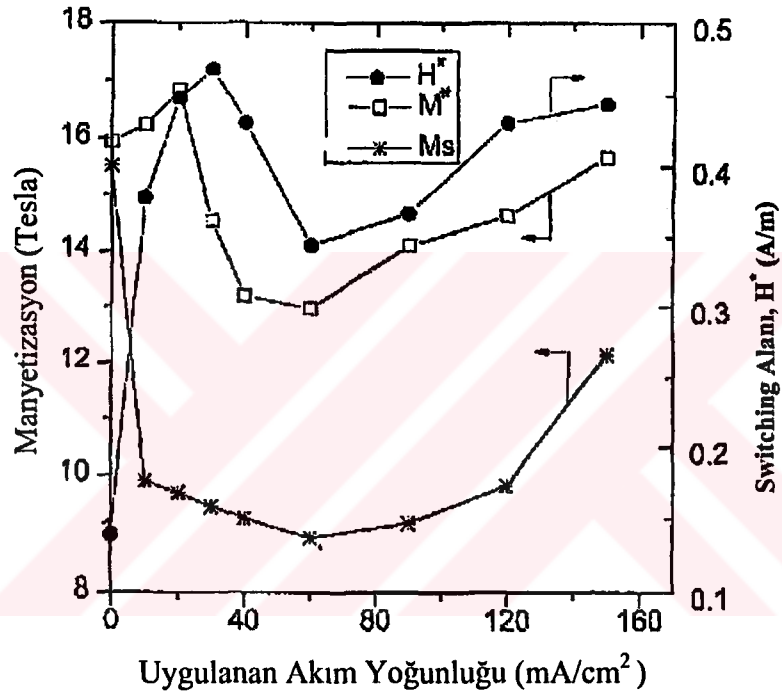
Düşük alan konsantrasyon bölgesinde, hidrojen çoğunlukla telin dış tabakalarının içinde kalır. Bundan dolayı, dış kabuktaki geçiş metal (TM) atomlarının manyetik momenti d-bantlarının doldurulmasından dolayı azalır ve manyetizasyon düşer. Ayrıca, dış kabukta yerleşmiş olan hidrojen tensile stres oluşturarak iç bölgenin hacmini artırır ve bu bölgenin hacmi bir miktar artış gösterir.

Orta düzey konsantrasyon bölgesinde, hidrojen iç kısımlara doğru yerleşir ve malzemenin doyum manyetizasyonunu ( $M_s$ ) azalttığı gibi iç hacmin manyetizasyonunu da azaltır. İç bölgeye difüz eden hidrojen pinning merkezlerini artırır ve bu bölgenin stres dağılımını değiştirir. Bu bölgede daha önce de değinildiği üzere, malzemenin manyetik özellikleri üzerine etkiyen, elektronların değiştirilmesi (exchange) ve hacim genişlemesi şeklinde iki zıt etkinin varlığı söz konusudur. Sonuç olarak doyum manyetizasyonu ( $M_s$ ) bir minimum gösterir.



Yüksek alan konsantrasyon bölgesinde, hacim genişleme etkisi baskındır ve Fermi enerji seviyesinde girilebilir durumların sayısının artmasından dolayı manyetik momentler artar. Hidrojenin oluşturduğu stres bu bölgede önemli bir değere ulaşır ve hem iç bölgenin manyetizasyonu hem de numunenin toplam manyetizasyonu artar.

Bu düşünce ışığında  $Fe_{73.5}Si_{7.5}B_{15}$  teli için farklı akım yoğunlukları kullanılarak çizilen telin doyum manyetizasyonuna ait eğri Şekil 2.18 'te verilmektedir[14].



Şekil 2.18. Amorf  $Fe_{73.5}Si_{7.5}B_{15}$  telin farklı akım yoğunluklarında doyum manyetizasyonundaki değişimi gösteren eğri.

### 3. DENEYSEL METODLAR

#### 3.1. Numune Hazırlanması ve Isıl İşlemler

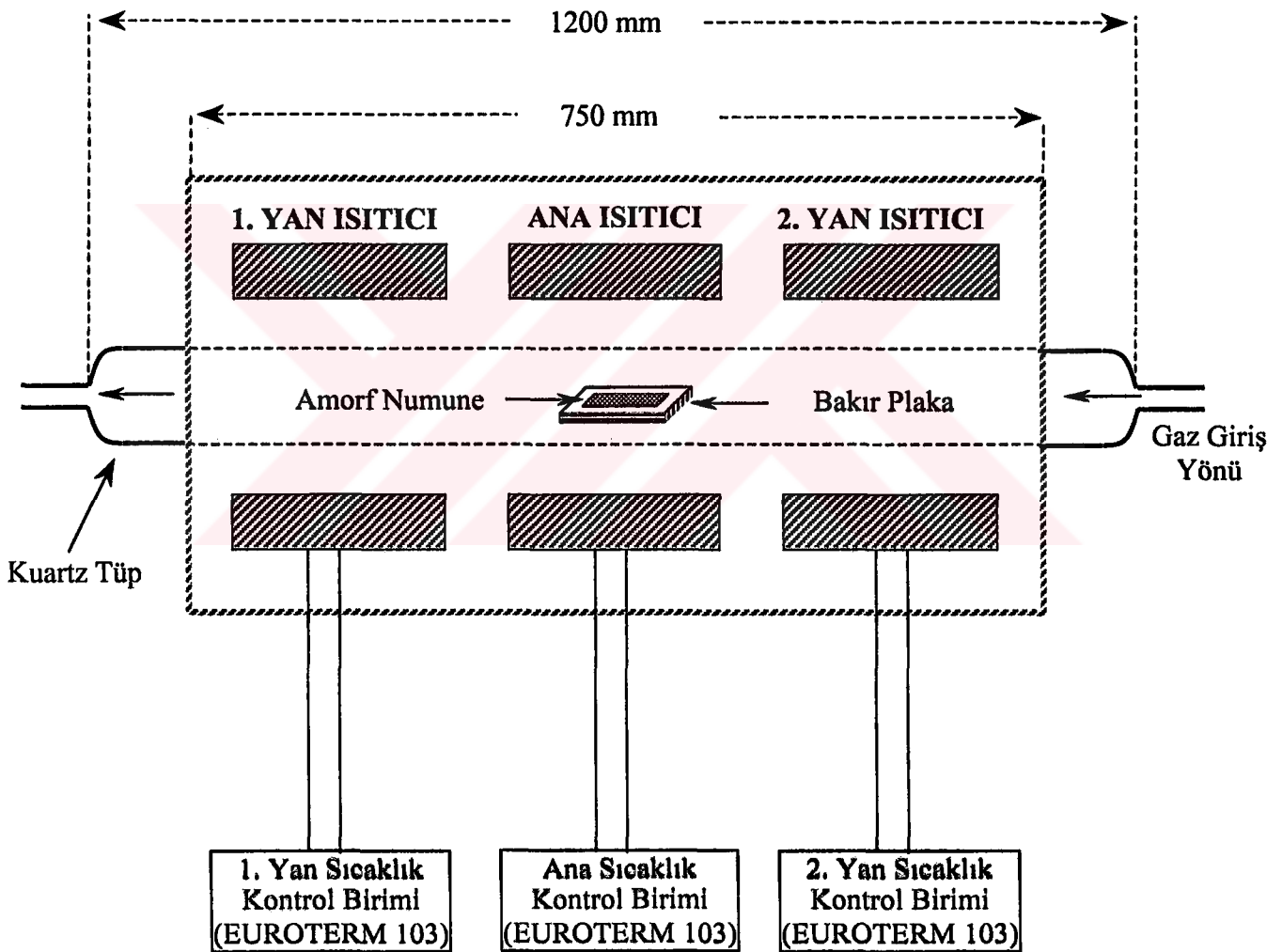
2.5 cm eninde uzun şerit halindeki amorf alaşımlar ısıl işleme tabi tutulmak için yaklaşık olarak 30×4 mm boyutlarına sahip olacak şekilde kesildi. Numunelerde üretim işleminin sonucu olarak bulunan iç stresleri güçlendirmemek ve numunelerin stres dağılımını değiştirmemek için kesme işlemi büyük bir dikkat ve keskin bir makas kullanılarak gerçekleştirildi. Bu sayede numunelerin kesilen kenarlarının kabarması ve çatlaması sonucu oluşabilecek güçlü stresler önlenmiş oldu. Ayrıca, kesilen tüm numuneler ısıl işlemden önce ve sonra yüzeylerindeki tozları ve kirliliği ortadan kaldırmak için aseton kullanılarak temizlendi.

Isıl işlem için hazırlanan numunelerin işlem sırasında oksitlenmelerini önlemek ve numune boyunca sıcaklık dağılım farkını en aza indirmek için boyutları yaklaşık 100×40 mm olan bakır levhalar kullanıldı. Her ısıl işlem sonunda oksit tabakalarıyla kaplanan bakır levhalar asit ve aseton yardımıyla temizlendi ve bir sonraki ısıl işlemde kullanılmak üzere saklandı. İki bakır levha arasına yerleştirilen numuneler, hava boşluğu bırakılmayacak şekilde sıkıştırıldı ve yine sıkıştırma işlemiyle numune üzerinde stres oluşturmamak için bu işlem dikkatle yapıldı.

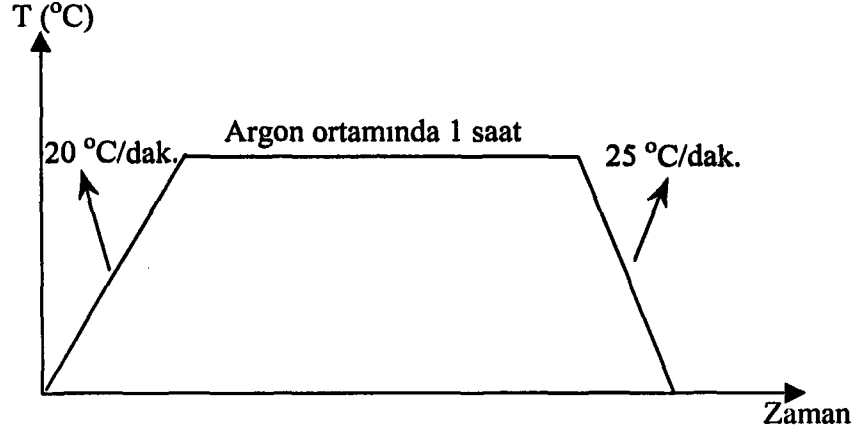
Üretim işleminin bir sonucu olarak numunelerde bulunan iç streslerin azaltılması ve nanokristal + amorf yapının kurulması amacıyla şekil 3.1 'deki şematik gösterimi ile de verilen tüp fırın düzeneği numunelere ısıl işlem uygulamak için kullanıldı. Kullanılacak tüm numuneler argon atmosferinde ısıl işleme tabi tutuldu. Gerek kullanılan argon gazının safsızlığı gerekse tüp fırın içerisinde kalan hava miktarından dolayı bakır levhaların ve özellikle de yüksek sıcaklıklarda numunelerin oksitlenmesini önlemek için ısıl işlem uygulanmadan önce tüp fırına argon gazı verilerek daha önceden fırın içinde kalan hava dışarı atılmaya çalışıldı. Argon atmosferinde ve tüp fırın düzeneği kullanılarak her numune 450° C, 500° C, 550° C ve 600° C de bir saat süreyle ateşlendi. Bu sıcaklıklara çıkış ve iniş profili şekil 3.2 'de verilmiştir. Buna göre 20° C/dak. lık artışla istenilen sıcaklığa çıkıldı. Bu sıcaklıkta 1 saat boyunca ısıl işlem altında tutulan numune 25° C /dak. lık azalışla oda sıcaklığına kadar soğutuldu.

Tüp fırın düzeneği şekil 3.1 'den de görülebileceği gibi numunelerin farklı gaz ortamlarında kontrollü bir şekilde ateşlenmelerine olanak sağlayacak şekilde

tasarlanmıştır. Fırının ortasında bulunan kuartz tüp 7cm çapında ve 100 cm uzunluğundadır ve yüksek ısılara dayanabilecek özelliktedir. Tüp fırın, ikisi yan olmak üzere üç ısıtma bölgesinden oluşmaktadır. Ana kontrol birimi fırın sıcaklığını  $\pm 1.0$  °C de kontrol edebilecek özelliktedir. Ayrıca numunelerin fırın içerisinde farklı sıcaklıklara maruz kalması gaz akış hızıyla ilintili olduğundan, gaz akış hızının (0.1-0.2lt/dak.) aralığında tutulması ve gaz girişi yönündeki yan ısıtıcının plato sıcaklığının 2-3 °C daha yüksek seçilmesiyle bu istenmeyen etki en aza indirilmiştir.



Şekil 3.1. Tüp fırın sisteminin şematik gösterimi



Şekil 3.2. Numunelerin ısıtım işlemi profili (Maksimum sıcaklık değışken olduğundan belirtilmemiştir).

### 3.2 Hidrojenleme İşlemi

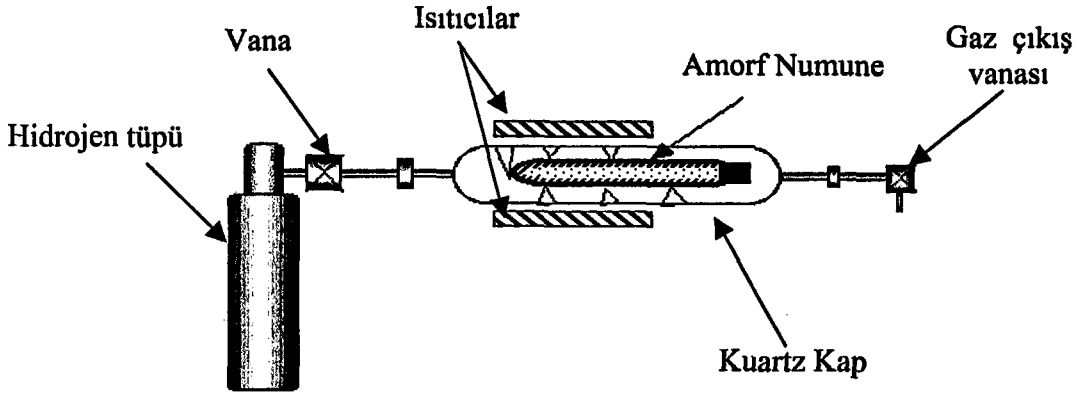
Amorf metal alaşımlara iki farklı yöntemle hidrojen katkılanması yapılabilmektedir. Bunlardan ilki, elektrokimyasal yöntem ile hidrojen katkılanarak [3,10,16,21,38], diğeri ise gaz basıncı altında numuneye hidrojen katkılanmasıdır. Bu çalışmada elektrokimyasal işlem ile yapıya hidrojen katkılanma yöntemi kullanılmış olduğundan gaz basıncı yöntemi ile hidrojen katkılanma ile ilgili sadece kısa bir bilgi verilecektir.

#### 3.2.1. Gaz Basıncı Yöntemi

Amorf ferromanyetik malzemelere hidrojen katkılanmanın bir yolu, malzemeyi bir basınç kabına yerleştirmek ve uygun atmosfer basıncında H<sub>2</sub> gazı uygulamaktır. Yüzey özelliklerinden dolayı hidrojen atomları yapının uygun yerlerine basınç sayesinde kolaylıkla yerleştirilebilmektedir. Ancak bu yöntem uygulama açısından zorluk içermektedir. Şöyle ki; H<sub>2</sub> gazı yanıcı ve patlayıcı bir gaz olduğundan deney düzeneği çok dikkatle ve titizlikle hazırlanmalıdır. Ayrıca bu yöntem için gerekli olan deney düzeneği yüksek maliyet gerektirmektedir. Basınç yoluyla yapıya hidrojen katkılanma düzeneği şekilde verildiği gibi bazı temel elemanlar içermektedir. Genel olarak kullanılan temel elemanlar şu şekilde sıralanabilir;

- 1- Hidrojen gazı tüpü
- 2- Örneğin konulduğu basınca ve ısıya dayanıklı kuartz kap ve ısıtıcılar (Şekil 3.3).

Kullanım amacına göre başka elemanlar da eklenebilir veya amaca göre uygun bir düzenek tasarlanabilir.



Şekil 3.3. Basınç uygulama yöntemiyle hidrojen katkılama düzeneği.

### 3.2.2. Elektrokimyasal Yöntem

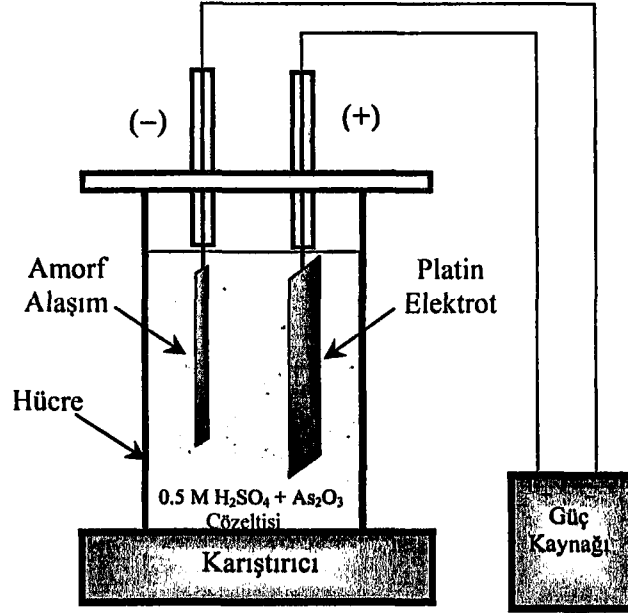
Amorf ferromanyetik malzemelere hidrojen katkılamanın en genel yöntemi elektrokimyasal yöntemdir. Bu çalışmada da bu yöntem kullanılmıştır. Bu yöntem kullanım kolaylığı açısından pek çok avantajlar içermektedir. Örneğin, deney düzeneği basınç uygulama yöntemiyle karşılaştırıldığında daha az komplekstir ve deney düzeneğinin oluşturulması daha ucuz bir maliyet gerektirmektedir. Ayrıca amorf yapıya giren hidrojen konsantrasyonu , uygulanan potansiyelle kontrol edilebildiğinden, uygulanan potansiyelin kontrolü ile hidrojen konsantrasyonu rahatlıkla izlenebilir. Bununla beraber, potansiyeldeki küçük bir değişikliğin yarattığı etkiyi, diğer yöntemle oluşturabilmek için basınçta büyük değişiklikler yapmak gerekir. Bu açıdan da avantajlı bir yöntem olarak görülmektedir.

Elektrokimyasal işlem ile hidrojenleme yöntemi temel bazı elemanlar içermektedir.

Bunlar,

- 1- Elektroliz kabı (Hücre)
- 2- Elektrolitik çözelti
- 3- Elektrot
- 4- Güç kaynağı

şeklinde sıralanabilir (Şekil 3.4) .



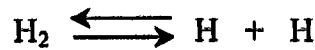
Şekil 3.4. Elektrokimyasal işlem ile hidrojenleme deney düzeneği

#### *Elektroliz Kabı (Hücre):*

Genellikle kullanılan elektroliz kabı, elektrokimyasal çalışmanın amacına uygun olarak değişik şekil ve büyüklükte tasarlanabilir. Hücre seçimi, kullanılan elektrot şekli ve büyüklüğüyle yakından ilişkilidir. Burada elektroliz kabı olarak, 5.1 cm çapında ve 18 cm yüksekliğinde plastik bir kutu kullanıldı.

#### *Elektrolitik Çözelti:*

Amorf metal alaşımların hidrojenlenmesiyle ilgili yayınlanmış makalelerin çoğunda kullanılan elektrolitik çözelti, seyreltilmiş sülfürik asit çözeltisidir. Bu çalışmada da %99.999 saflıkta  $H_2SO_4$  çözeltisi kullanıldı. Ayrıca çözeltinin içine az miktarda (yaklaşık 20mg/lt)  $As_2O_3$  eklendi. Burada  $As_2O_3$ 'ün çözeltideki varlığı yapıya hidrojen absorpsiyonunu kolaylaştırmaktır [47]. Ayrıca  $As_2O_3$ 'ün varlığı,



reaksiyonu için bir promotor (pozitif katalizör) görevi görür [9] ve alaşım yüzeyindeki aktif bölgelerin korozyonunu da engellemektedir. Ayrıca reaksiyonun hızını arttırmak ve çözeltideki iyon dağılımını homojen hale getirmek için çözelti manyetik bir karıştırıcı kullanılarak belirli bir hızda karıştırıldı.

### *Elektrot;*

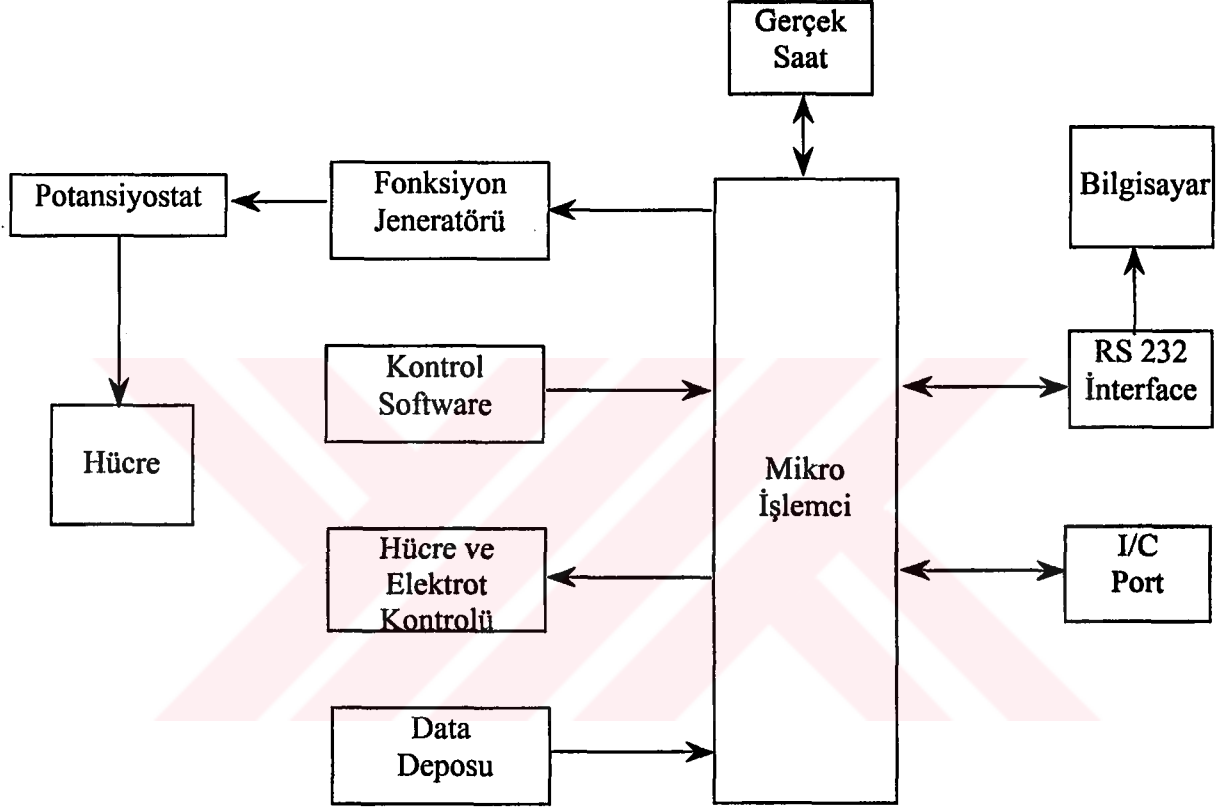
Deney düzeneğinde, anot ve katot elektrot olmak üzere iki elektrot kullanıldı. Deneyde kullanılan bu elektrotlardan anot elektrotu olarak seçilecek malzeme çeşidi korozyon etkisi nedeniyle genellikle sınırlıdır. Platin ve diğer soy metaller en sık kullanılan anot elektrotudur. Burada da, anot elektrotu olarak ~0.5 mm kalınlığında 7.5 cm uzunluğunda ve 1.5 cm eninde platin levha kullanıldı. Ayrıca, katot elektrot olarak hidrojenlenecek amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımı kullanıldı. Amorf alaşımlar 2.5×30 mm boyutlarında şeritler halinde kesim 3.1 'de de belirtildiği üzere büyük bir dikkatle ve keskin bir makas kullanılarak kesildi. Çözeltinin kimyasal bileşimini değiştirmemek ve safsızlığı en alt düzeyde tutabilmek için kullanılan elektrotlar her deneyden önce ve sonra aseton kullanılarak temizlendi. Kullanılan elektrotlar, cam tüpler içine yerleştirilmiş bakır tellere tutturulan kısaçalar yardımıyla çözelti içerisinde sabitlendi. Bu şekilde her deney için katot elektrot olarak kullanılan numune kolaylıkla çıkarılıp değiştirildi.

Elektrokimyasal yolla hidrojenleme işleminde uygulanacak potansiyel farkı aralığı büyük önem taşımaktadır. Bu, sistemin akım-gerilim eğrisinden yararlanarak belirlenebilir. Elektrot yüzeyinde, elektron aktarımı ve hidrojen absorpsiyonu için gerekli olan enerjiyi sağlayan parametre elektrot potansiyelidir [9]. Ayrıca elektrot potansiyeli, yapıya giren hidrojenin konsantrasyonunu da belirleyen etkin bir parametredir. Yani hidrojen difüz etme derinliği uygulanan voltajla kontrol edilebilir [28]. Elektrota uygulanacak gerilim aralığının sınırları ve herhangi bir maddenin elektrokimyasal davranışını incelemek için voltametrik yöntemler yararlı sonuçlar verir. Bu nedenle bu çalışmada voltametrik yöntemlerden de yararlanıldı.

Dengedeki bir elektrokimyasal hücreye dışarıdan denge geriliminden farklı bir gerilim uygulandığında sistem yeniden dengeye ulaşmaya çalışır ve bu sırada bir elektrot tepkimesi oluşur. Başka bir deyişle devreden akım geçer. Uygulanan gerilimin ölçülen akım değerine karşı çizilen grafiğine voltamogram denilmektedir.

Üç elektrotlu bir hücrede, çalışma elektroduna uygulanan gerilim negatif yönde arttırılırsa bu elektrottaki indirgenme tepkimesi hızlandırılır, çalışma elektrodu katot olarak davranır ve katodik akım ( $i_k$ ) oluşur. Çalışma elektrodunun gerilimi belli bir pozitif değere geldiğinde elektrot bu kez anot olarak davranır ve anodik akım ( $i_a$ ) oluşmaktadır. Bu şekilde gerilim taraması ileri yönde belli bir gerilim değerine ulaştıktan sonra yine doğrusal olarak azalacak biçimde tersine çevrilmesi yöntemine dönüşümlü(çevirmeli) voltametri denilmektedir. Bu amaçla katodik ve çevirmeli

polarizasyon eğrileri BAS 100B (Bioanalytical Systems, Inc.) elektrokimyasal ölçüm sistemi kullanılarak elde edilmiştir. Bu sistemin şematik gösterimi şekil 3.5 'de verilmektedir. Çevirmeli polarizasyon eğrileri üç elektrot kullanılarak gerçekleştirildi ve potansiyel değerleri Ag/ AgCl referans elektrotu kullanılarak 100 mV/s tarama hızında gerçekleştirildi.



Şekil 3.5. BAS 100B elektrokimyasal sisteminin şematik gösterimi.

### 3.3. X-ışınları Kırınım Ölçümleri

X-ışınları ölçümleri,  $\text{CuK}_\alpha$  ( $1.5418 \text{ \AA}$ ) ışınımı kullanılarak bilgisayar kontrollü Rigaku RadB difraktometresi ile gerçekleştirildi. Sistem  $2\theta = 1-170^\circ$  arasında  $0.001^\circ$  lik adımlarla sürekli veya kesikli yöntemle ölçüm yapabilme kapasitesine sahiptir.

Bu çalışmada X-ışınları ölçümleri,  $2\theta = 35^\circ-85^\circ$ ,  $3^\circ$  lik tarama hızıyla ve  $0.02^\circ$  lik tarama adımları parametreleri kullanılarak yapılmıştır. Elde edilen X-ışınları sonuçları,  $\alpha\text{-Fe}$  'in x-ışınları sonuçları kullanılarak yorumlanmıştır.



### 3.4. Boyuna Elastik Katsayısının Ölçümü

Boyuna elastik katsayısı olarak tanımlanan Young modülü, bir çok metot kullanılarak ölçülebilmektedir. Bunlardan bazıları, vibrating reed metodu, rezonans-antirezonans metodu ve dalga yayılması metodudur [6,48,49]. Bunların içinde en genel kullanıma sahip olan metot vibrating reed metodudur. Bundan dolayı bu çalışmadaki ölçümlerde bu metot kullanılmıştır.

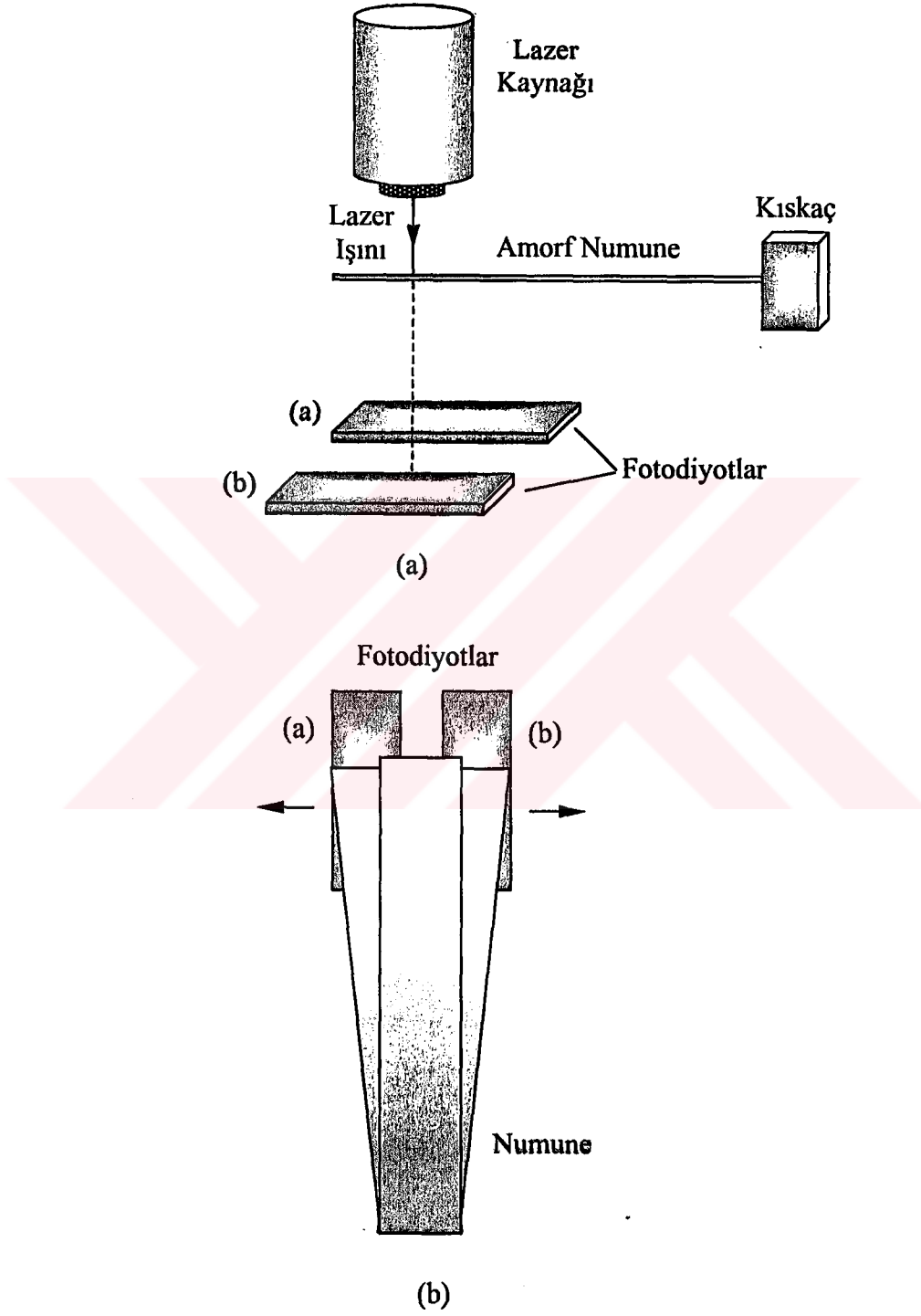
#### 3.4.1. Vibrating Reed Metodu

Uygulanan alanın bir fonksiyonu olarak Young modülü (E), Berry ve Pritchett [48,49] tarafından geliştirilen vibrating reed metodu ile ölçülmüştür. Bu çalışmada kullanılan sistemde orijinal elektrostatik metot yerine optik dedektör sistemi bulunmaktadır. Bu sistem şekil 3.6a 'da gösterilmektedir.

Elastik katsayısı ölçülmek istenen amorf numune genelde bir ucu 2.5 cm serbest uzunlukta olacak şekilde bir kıskaç yardımıyla sabitlenmiş ve kıskaç sinüsoidal çıkışlı ve titreşim frekansı ayarlanabilir bir sinyal üreteciyle mekaniksel bir titreştiriciye bağlanmıştır. Mekanik titreştiricinin yardımıyla kıskaçın titreştirilmesi amorf numunenin salınımına neden olur. Numune, titreşim modlarından biri ile rezonans frekansına ulaştığında, bu salınımın genliği maksimum bir değere ulaşır. Numunenin titreşim genliği şekil 3.6b 'de gösterilmektedir.

Burada a ve b ile gösterilen elemanlar ölçüm sistemindeki fotodiyotlardır ve numune lazer kaynağı ile fotodiyotlar arasında bulunmaktadır. Fotodiyotların çıkışları bir fark yükselticine bağlanmıştır. Titreşim olmadığı zaman fark yükselticinin çıkışı sıfır olmaktadır. Çünkü, a ve b özdeş fotodiyotlar aynı miktarda ışık alırlar. Titreştirici çalıştırıldığında numune bir fotodiyottan diğerine doğru salınım hareketi yapar. Örneğin, numune a fotodiyotuna doğru hareket ettiğinde b fotodiyotu daha fazla ışık alacaktır ve  $V_b > V_a$  olacaktır.  $V_b$  çıkışı fark yükselticiden alınır ve  $V_0 = V_b - V_a$ , b ve a fotodiyotların potansiyel farkıdır.

Rezonans durumda bu titreşim, fark yükselticiden yüksek genlikte sinüsoidal bir çıkış alınmasına sebep olur. Fark yükselticinin çıkışı ise lock-in yükselticine bağlanmıştır. Aynı zamanda sinyal üreticinin çıkışı referans sinyal olarak lock-in yükselticine bağlanmıştır ve lock-in yükselticinin çıkışı doğrudan titreşim genliğiyle orantılıdır. Rezonans frekansı ise bir frekans sayıcı tarafından okunmaktadır.



Şekil 3.6. Numune titreşiminin optiksel dedektör sistemi.

Frekansın fonksiyonu olarak Young modülü aşağıdaki eşitlikle hesaplanır.

$$E = \frac{\pi\mu_i L^4}{4\alpha_n^4 r^4} f^2 \quad (3.1)$$

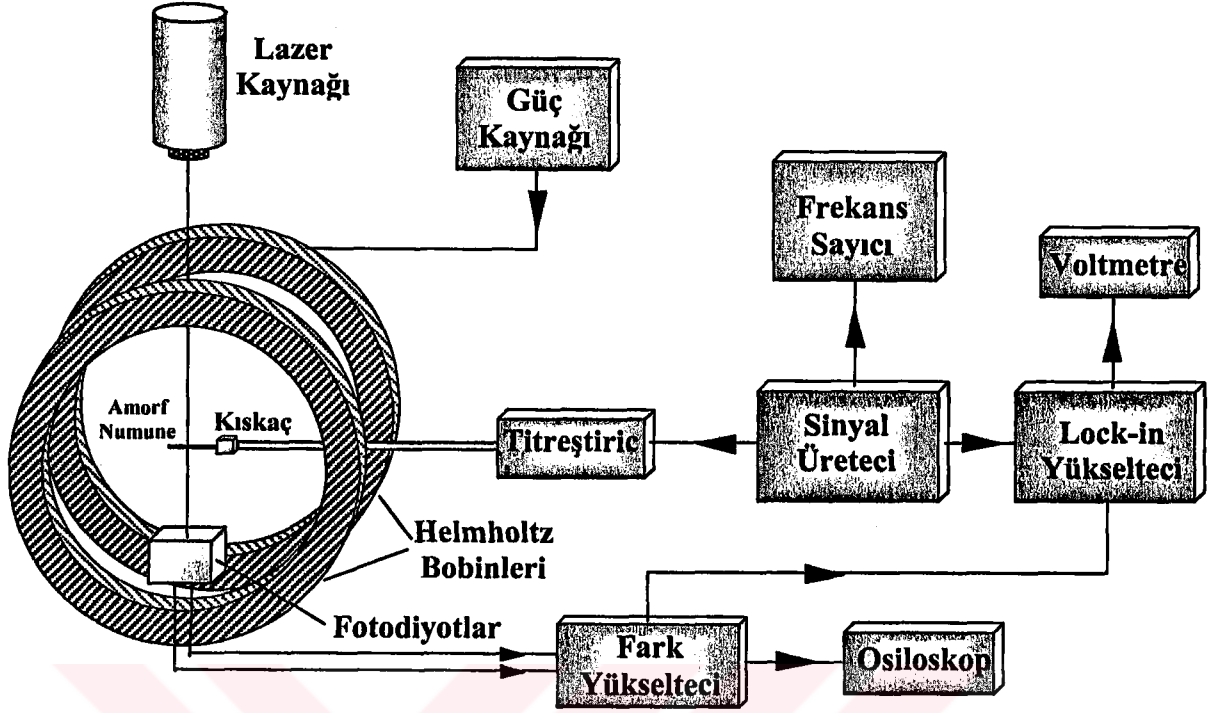
burada,  $\mu_i$  indirgenmiş kütle,  $\alpha_n$  titreşim mod parametresi ( $\alpha_1=0.29843\Pi$ ,  $\alpha_2=0.74709\Pi$ ,  $\alpha_3=1.25013\Pi$ ), L numune uzunluğu, r yarıçap veya kalınlıktır. Eşitlik 3.1 'de verilen ifadeyle Young modülü ile orantılıdır. Ancak r telin uzunluğu boyunca değişebilmektedir. Sonuçta r 'nin veya L 'nin ölçümünde küçük bir hata E 'nin değerinde büyük bir hataya yol açacaktır. Bundan dolayı, E 'nin salt kendisini ölçmek yerine  $\frac{E(H)}{E_s}$ , H 'ın bir fonksiyonu olarak ölçülür. Buna göre titreşim frekansı ve boyuna elastik katsayısı arasındaki ilişki,

$$\frac{E(H)}{E_s} = \left[ \frac{f(H)}{f_s} \right]^2 \quad (3.2)$$

şeklinde olacaktır. Burada f(H) ve  $f_s$  sırasıyla rezonans ve doyumdaki frekans değerleridir.

Eşitlik 3.2 'ye göre titreşim frekansını başka bir deyişle elastik katsayısını manyetik alanın bir fonksiyonu olarak incelemek için yarıçapı 15 cm olan bir çift Helmholtz bobini, tam merkezinde numune olacak şekilde yerleştirildi. Helmholtz bobini bir DC güç kaynağına bağlandı ve DC güç kaynağından uygulanan akım değiştirilerek numuneye uygulanan manyetik alan şiddeti değiştirildi (Şekil 3.7).

Yapılan her bir ölçümden önce numunenin temel mod frekansı ikincil ve üçüncül mod frekansı ölçüldü. Verilen şartlar altında mod frekansları tablo 3.1 'de görüldüğü gibi değişmektedir. Bu ölçümlerde genellikle 2. ve 3. modlar kullanıldı.



Şekil 3.7. Elastik katsayısı (Young modülü) ölçüm sisteminin şematik gösterimi.

Tablo 3.1. Numune titreşim modlarının göreceli oranları [50].

Titreşim Modu	Frekans Oranları				
	1	2	3	4	5
1	1				
2	6.27	1			
3	17.55	2.80	1		
4	34.40	5.49	1.96	1	
5	56.80	9.07	3.24	1.65	1

### 3.5. Manyetik Ölçümler

Amorf alaşımların manyetik parametreleri bölüm 1.2 'de açıklandığı üzere M-H (manyetik histerisis) eğrilerinden yararlanılarak bulunabilmektedir.

Bu çalışmada oluşturulan M-H ölçüm sisteminde şekil 3.8 'de şematik gösterimi verildiği üzere "Substruction" metodu kullanıldı. Bu metotta search bobinleri bir köprü devresi içine yerleştirildi. Search bobininde numune yok iken selenoid kullanılarak alan oluşturulduğunda toplam çıkış sıfır yapıldı. Search (pick-up) bobinlerinden birine yerleştirilen amorf ferromanyetik malzeme manyetik alana maruz bırakıldığında bu search bobininde oluşturulan potansiyel farkı ( $V_1$ ), Faraday yasasına göre;

$$V_1 = n \cdot \mu_0 \frac{d}{dt} (A_C H + A_S M) \quad (3.3)$$

ile verilir. Burada  $\mu_0$  boş uzayın geçirgenliği, M manyetizasyon,  $A_C$  search bobininin kesit alanı ve  $A_S$  numunenin kesit alanıdır. Herhangi bir numunenin yokluğunda ise search bobininde oluşan potansiyel farkı ( $V_2$ ) yine Faraday 'ın indüksiyon yasasına göre;

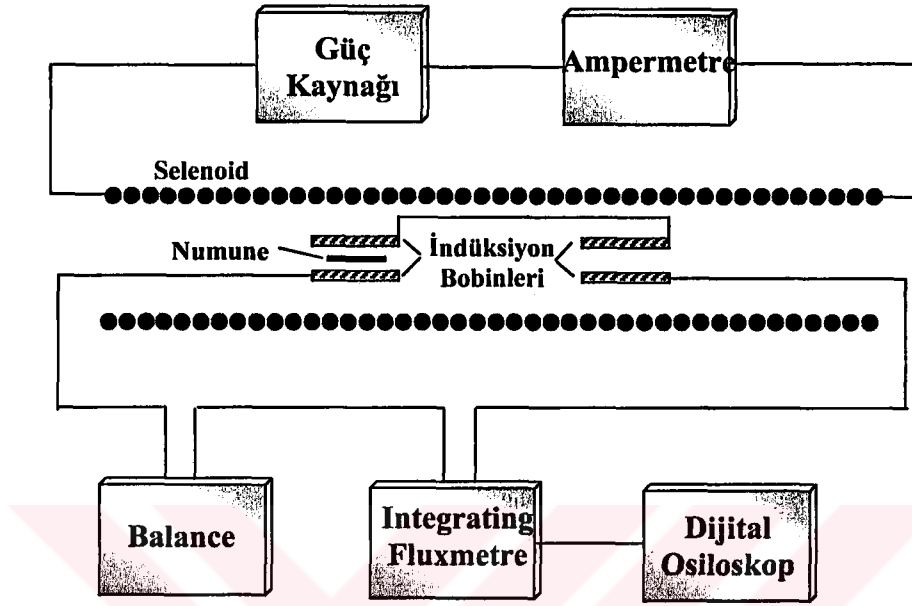
$$V_2 = n \cdot \mu_0 \frac{d}{dt} (A_C H) \quad (3.4)$$

eşitliği ile verilir.  $V_0$  , toplam çıkışı her iki bobinin çıkışları farkı, yani denklem 3.3 ve 3.4 arasındaki farka eşittir. Buna göre  $V_0$  çıkış potansiyeli,

$$V_0 = n \cdot \mu_0 \frac{d}{dt} (A_S M) \quad (3.5)$$

ile verilir. Malzemenin manyetizasyonundaki değişim toplam çıkışın zaman integrali ile orantılıdır. Bundan dolayı elde edilen  $V_0$  çıkış voltajı integre edilerek manyetizasyonun (M) değeri uygulanan manyetik alanın (H) bir fonksiyonu olarak ölçülmüştür. Bu ölçme işlemi, TÜBİTAK- TBAG-1832 nolu projesi kapsamında alınan LakeShore 480 Fluxmetre kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu sistemde kullanılan selenoid, 7.5 cm

çapında, birim metre başına 905 sarım gelecek şekilde tasarlanmıştır. Böylelikle maksimum 7500 A/m 'lik bir manyetik alan elde edilebilmektedir.



Şekil 3.8. Manyetik ölçüm sisteminin şematik gösterimi.

## 4. FeCuNbSiB AMORF VE NANOKRİSTAL NUMUNELERİN YAPISAL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİ

### 4.1. Giriş

Çalışmada kullanılan numunelerin amorf özellikleri, argon ortamında ısıtma işlemi yoluyla değişerek nanokristal + amorf fazları içeren bir yapı meydana gelmektedir ve amorf yapı içerisinde dağılmış nano ölçekteki kristalcikler, alaşımın özelliklerinin değişmesine sebep olmaktadır. Böylece, amorf numunenin özelliklerindeki değişimleri X-ışınları kırınım ölçümleri, manyetik ve manyetoelastik ölçümler yoluyla incelenebilmektedir.

Bu amaçla, bu bölüm içerisinde ısıtma işlemi uygulamanın kullanılan alaşımın yapısı üzerine olan etkileriyle ilgili olarak X-ışınları kırınımı, DTA, manyetik ve manyetoelastik ölçüm verileri sunulacak ve sonuçları tartışılacaktır.

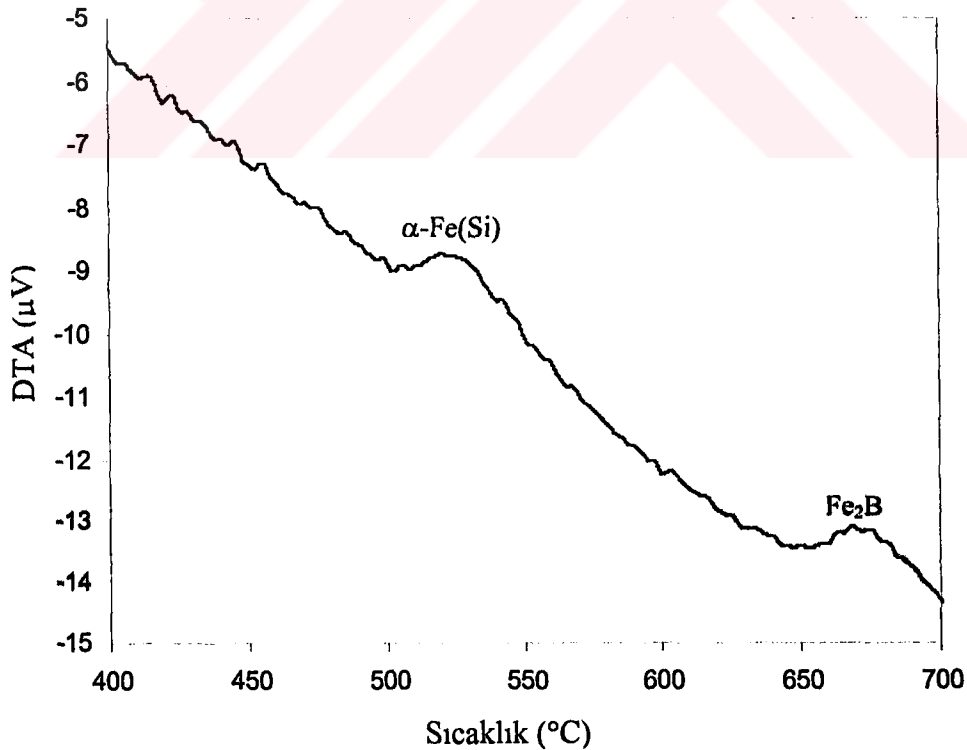
### 4.2. DTA Ölçümleri ve Sonuçların Tartışılması

Isıtma işlemi tabii tutulacak numuneler için tavlama sıcaklığı büyük önem taşımaktadır. Çünkü, seçilen bu tavlama sıcaklık değerinin numunede istenen nano boyutta kristalcikler oluşturup oluşturmadığı veya oluşan nanokristal fazın uygun manyetik özellikleri taşıyıp taşımadığı ve yapılan deneysel çalışmada hedeflenen yapısal, manyetik ve manyetoelastik özelliklere ulaşılması için bilinmesi gereken bir parametredir.

Bu nedenle, hangi sıcaklıkta ısıtma işlemi yapacağımızı belirlemek için bu çalışmada DTA verileri kullanılmıştır.  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  (FINEMET) numunesinin DTA verileri incelendiğinde iki ekzotermik pik görülmektedir. Bu ekzotermik piklerden düşük sıcaklıkta olanı,  $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşmasını ve yüksek sıcaklıkta olanı ise  $Fe_2B$  fazının oluşmasını göstermektedir. Şekil 4.1 'deki  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımı için 10 °C/dak elde edilen DTA eğrisinden  $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşmaya başladığı sıcaklık değeri 498 °C ve bu fazın pik sıcaklık değeri 537 °C olarak görülmektedir. Ayrıca,  $Fe_2(B)$  fazının oluşmaya başladığı sıcaklık değeri ise 657 °C ve bu fazın pik sıcaklık değeri 684 °C olarak ölçülmüştür.

Amorf yapı içinde  $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşması, numunelerin soft manyetik özellikleri açısından istenen bir durum olduğundan, tavlama sıcaklıkları genellikle 550 °C civarında seçilmiştir. Numunelerin kristalleşme sıcaklıkları, alaşıma katılan elementlerin yapıya katılma oranlarıyla yakından ilgili olduğundan amorf yapıyı oluşturan elementlerin oranlarındaki değişikliklerle kristalleşme faz sıcaklıkları değiştirilebilmektedir. Tablo 4.1 'den de görüleceği üzere, numunedeki Fe yerine az miktarda diğer elementlerden katılması büyük bir fark yaratmamakta ancak, numunedeki Cu yerine başka bir element katıldığında yapının termal özelliklerinde oldukça büyük farklılıklar oluşmaktadır. Bu sonuçta bize, numunedeki Cu 'ın kristalleşme sürecinde oldukça önemli bir role sahip olduğunu göstermektedir.

Ayrıca, tavlama işlemi sırasında, numunelerin ısıtılma hızları da faz sıcaklıkları üzerine büyük bir etkiye sahiptir. Bu sonuçlara yönelik alınan DTA eğrilerinden elde edilen veriler Tablo 4.2 'de verilmektedir. Burada,  $T_{x1a}$  ve  $T_{x1b}$  sırasıyla  $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşmaya başladığı ve pik sıcaklık değerlerini ayrıca,  $T_{x2a}$  ve  $T_{x2b}$  ise  $Fe_2B$  fazının oluşmaya başladığı ve pik sıcaklık değerlerini göstermektedir.



Şekil 4.1. Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> amorf alaşımınının 10 °C /dak. ısıtma hızında alınan DTA eğrisi.



Tablo 4.1. Farklı atomik kompozisyonlara sahip amorf ferromanyetik alaşımların  $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşmaya başladığı sıcaklık ( $T_{X1a}$ ) ve pik sıcaklık değerleri ( $T_{X1b}$ ).

Alaşım	$T_{X1a}$ (°C)	$T_{X1b}$ (°C)
$Fe_{72.5}Al_1Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$	506	563
$Fe_{71.5}Al_2Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$	502	563
$Fe_{70.5}Al_3Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$	504	563
$Fe_{72}Co_{1.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$	505	536
$Fe_{72}Ni_{1.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$	485	520

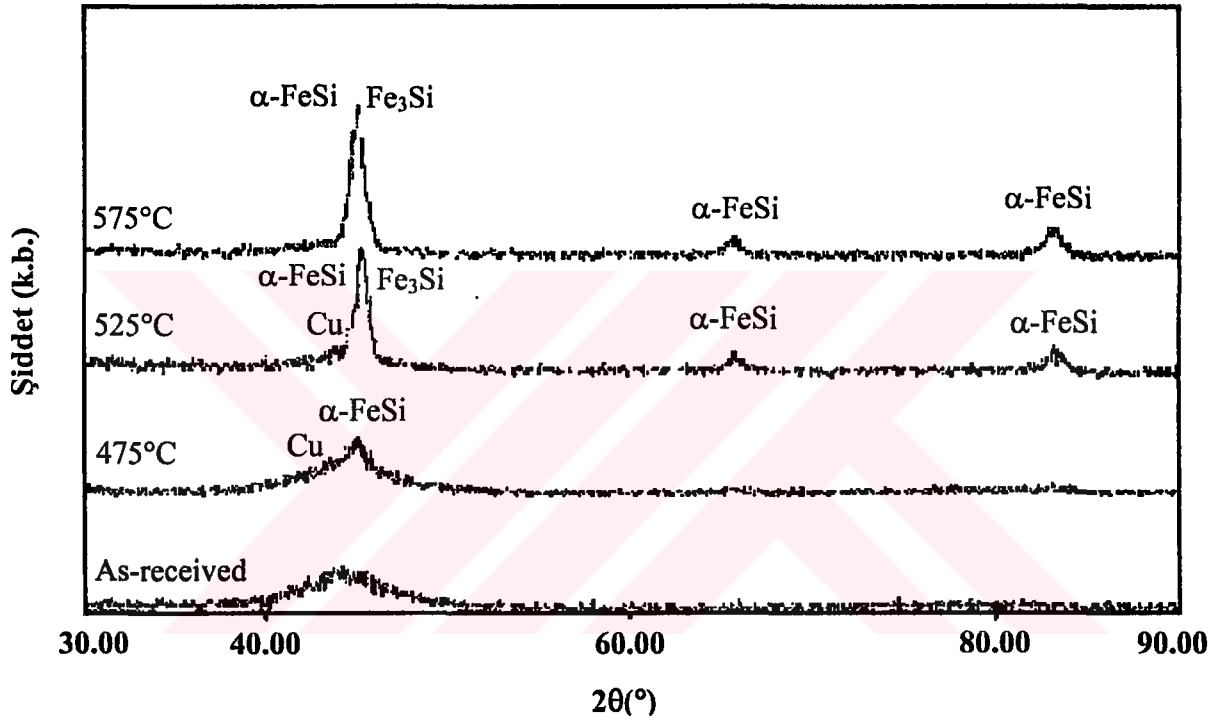
Tablo 4.2.  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  amorf alaşımının farklı ısıtma hızlarında alınan DTA verilerine göre,  $\alpha$ -Fe(Si) ve  $Fe_2B$  fazlarının oluşmaya başladığı sıcaklık ( $T_{X1a}$  ve  $T_{X1b}$ ) ile bu fazların pik sıcaklık ( $T_{X2a}$  ve  $T_{X2b}$ ) değerleri.

Isıtılma sıcaklığı (°C/dak.)	$T_{X1a}$ (°C)	$T_{X1b}$ (°C)	$T_{X2a}$ (°C)	$T_{X2b}$ (°C)
5	508.34	520.66	646.71	672.43
10	498.70	537.36	657.74	684.69
15	504.42	542.23	660.36	688.32
20	516.63	547.24	662.72	696.11

### 4.3. X-Işınları Kırınım Ölçümleri

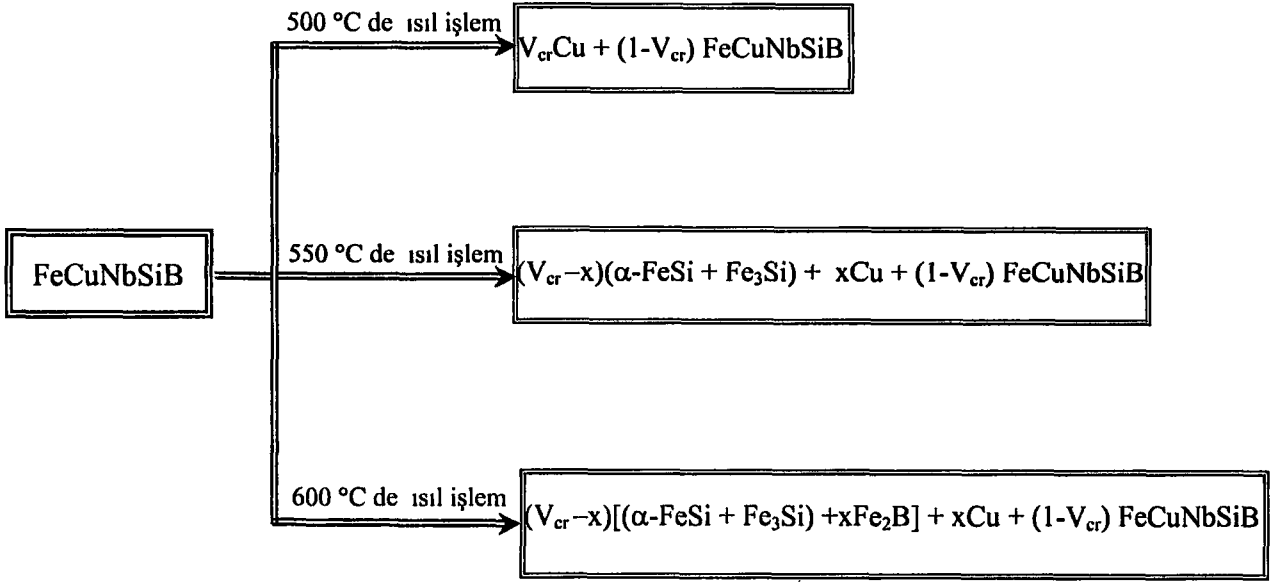
Numunelerin ısıtma işlemi sonucunda yapısal değişikliklere uğradıklarını belirlemenin bir yolu da onların farklı sıcaklıklarda tavlandıktan sonra X-ışınları kırınım verilerini incelemektir. Bu amaçla numuneler, 400-450-500-550 ve 600 °C lik sıcaklıklarda ve argon atmosferinde, 1 saat süreyle tavlandıktan sonra X-ışınları spektrumları alındı. Ayrıca, numunelerin amorf yapıda olup olmadıklarını göstermek amacıyla tavlama

önce de X-ışınları spektrumları elde edildi ve tüm numunelerin amorf yapıda oldukları tespit edildi. Şekil 4.2 'de  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının as-received, 475°C, 525°C ve 575°C 'de 1 saat argon atmosferinde tavlandıktan sonraki X-ışınları spektrumu görülmektedir. Buna göre as-receive durumdaki alaşımın X-ışınları kırınım eğrisi yapının tamamen amorf fazda olduğunu göstermek ve sıcaklığın artırılmasıyla amorf yapıyla birlikte nanokristal fazında oluştuğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.2. As-received, 475°C, 525°C ve 575°C 'de ısıtılan numunelerin X-ışınları kırınım eğrileri.

Bu alaşımla yapılan X-ışınları ölçümleri yardımıyla, numunelere 500 °C ve daha yüksek sıcaklıklarda ısıtılma işlemi uygulamakla yapıda, birinci aşama olarak amorf  $FeCuNbSiB$  fazı içinde çok küçük grain boyutuna sahip bcc Cu kristalciklerinin oluştuğu tespit edilmiştir. İkinci aşamada, bcc yapıya sahip  $\alpha-Fe(Si)$  fazının ve üçüncü aşamada ise  $Fe_3Si$  kristalciklerinin amorf yapı içerisinde oluştuğu belirlenmiştir. Şekil 4.3 'de bu durum şematik olarak verilmiştir. Burada,  $V_{cr}$  kristalleşmiş kısmın hacim kesri,  $x_{Cu}$  ise bu kristalleşmiş kısım içerisinde bcc Cu fazının kristal kesrini göstermektedir.

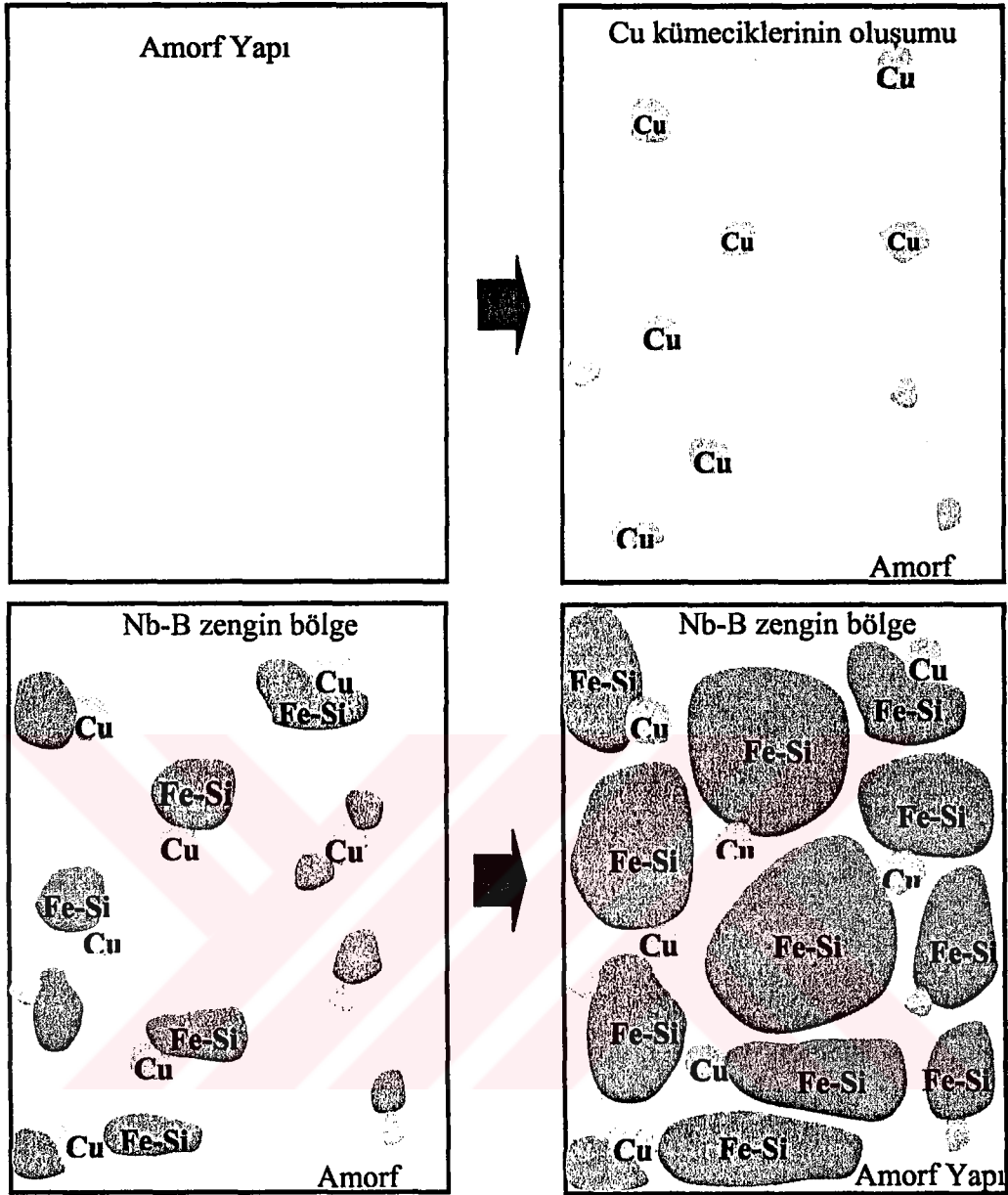


Şekil 4.3. Farklı sıcaklıklarda ısıtılma tabii tutulmuş  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının amorf fazdan kristalleşme fazlarına geçiş reaksiyonlarının şematik gösterimi.

Buna göre, bcc Cu fazının, bcc yapıya sahip  $\alpha-Fe(Si)$  fazının oluşmasında önemli bir rol oynamaktadır. Yapılan çalışmalar, Cu içermeyen FeSiB yapıda hangi sıcaklıklarda ısıtılma uygulanırsa uygulansın  $\alpha-Fe(Si)$  fazının elde edilmesinin çok zor olduğunu göstermiştir. Ancak FeSiB yapısına çok az miktarda Cu eklenmesiyle  $\alpha-Fe(Si)$  fazının oluştuğu gözlenmiştir.

Yapıdaki Nb 'nin kristalleşme sürecine olan etkisi ise yapılan çalışmalar ile incelenmiştir [5]. Buna göre, yapıya Nb 'un katkılanmasıyla numunede oluşan  $\alpha-Fe(Si)$  fazının kristal boyutları sınırlandırılmıştır. Yani, Nb,  $\alpha-Fe(Si)$  fazının hacim kesrinin çok fazla artmasına engel olmaktadır.

Bu bilgiler ışığında, Fe-Cu-Nb-Si-B alaşımının ısıtılma ile amorf yapıdan nanokristal yapıya geçişinin şematik gösterimi Şekil 4.4 'de verilmiştir.



Şekil 4.4. Fe-Cu-Nb-Si-B alaşımının amorf yapıdan nanokristal yapıya geçişinin şematik gösterimi.

#### 4.4. Manyetik Ölçümler

DTA ve X-ışınları kırınım sonuçlarından da görüldüğü üzere, as-received (ısıtma uygulanmamış) ve farklı sıcaklıklarda tavllanmış alaşımların yapılarında ısıtma sıcaklığına bağlı olarak değişimler görülmektedir. Değişen yapı, numunenin manyetik özelliklerinde de farklılıklar meydana getirmektedir. Bu amaçla yapılan, manyetik ölçümler sonunda kesim 4.2 ve 4.3 'de belirtilen sonuçlara paralel veriler elde edilmiştir. Şekil 4.5 'de ısıtma işleminden geçirilmemiş (as-receive) ve 550 °C ile 600 °C 'de

tavlanmış numunelerin manyetik histerisis eğrileri görülmektedir. Burada verilen M-H ve manyetik ölçüm eğrileri Bath Üniversitesinde yapılmıştır.

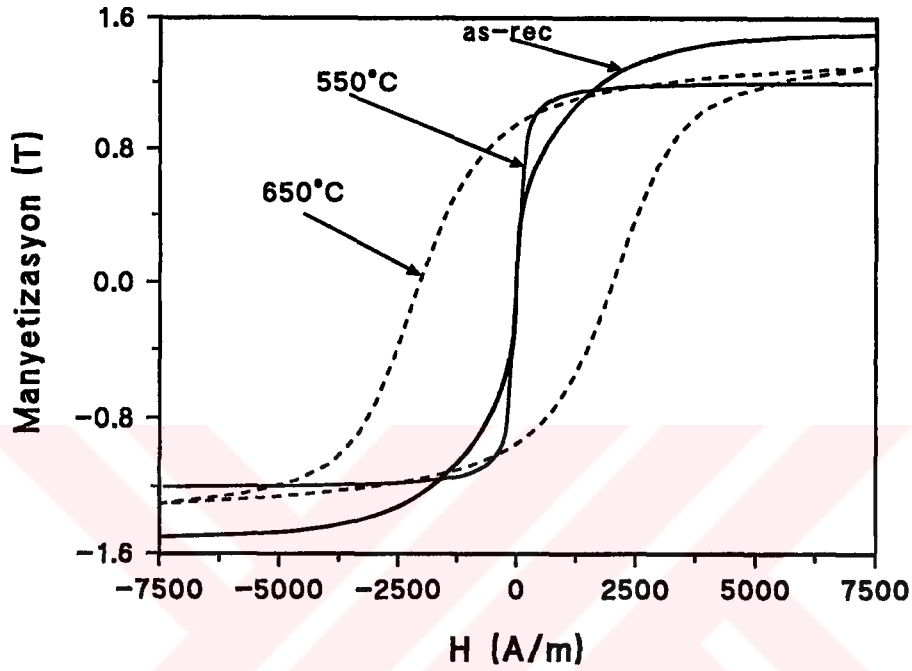
Bu veriler ışığında, numunenin as-receive ve 500 °C 'de tavlammış durumunun manyetizasyon değerinde ( $M_s$ ) bir fark görülmemektedir. Ancak, 500 °C 'den daha yüksek sıcaklıklara çıkıldığında numunenin doyum manyetizasyonunda azalma gözlenmiştir. Kesim 4.2 ve 4.3 'te de değinildiği üzere 500 °C ile 600 °C arasındaki sıcaklıklar numunede amorf yapıyla birlikte  $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşmasına neden olmaktadır.  $\alpha$ -Fe(Si) fazının  $M_s$  değeri, FeCuNbSiB fazının  $M_s$  değerinden küçük olduğundan dolayı, Şekil 4.3 'de görülen bu sıcaklık aralığında, numunenin toplam manyetizasyon değerindeki azalma açıklanabilmektedir. Bununla beraber 600 °C 'nin üzerindeki sıcaklıklarda DTA eğrilerinden de görüleceği üzere Fe<sub>2</sub>B fazı oluşmaktadır. Bu fazın  $M_s$  değeri  $\alpha$ -Fe(Si) fazının  $M_s$  değerinden büyük ancak, amorf fazın  $M_s$  değerinden küçük olduğundan dolayı numunenin doyum manyetizasyonu az da olsa artmaktadır. Yukarıda verilen sonuçlar ışığında, manyetik özellikler üzerine ısı işlemin etkisini tavlama sıcaklığına göre üç bölgeye ayırabiliriz. Şekil 4.6 incelenecek olursa, 0-475 °C arası birinci sıcaklık bölgesi, 475-575 °C arası ikinci sıcaklık bölgesi ve 575 °C 'nin üzerindeki sıcaklıklar üçüncü sıcaklık bölgesidir.

Birinci sıcaklık aralığında numune, kristalleşme sıcaklığının altında olduğundan amorf yapısını korumaktadır. Ancak, kısa erişimli atomik düzenlemeden dolayı var olan kristalcikler çok küçük boyuta sahip olduğu için (~1 nm) amorf manyetik alaşımlarda makroskobik kristal anizotropisi yoktur. Tüm ölçümler sırasında numuneler, uzun eksenleri yönünde bir manyetik alana maruz kaldıklarından şekil anizotropisi de ihmal edilebilir düzeydedir. Var olan tek anizotropi, manyetoelastik anizotropidir. Bu sıcaklık aralığında uygulanan ısı işlem numunedeki iç stresleri azaltacağından  $K_\sigma = 3/2 \lambda_s \sigma$  ile verilen manyetoelastik anizotropi değeri dolayısıyla toplam anizotropi enerjisi K azalmaktadır.

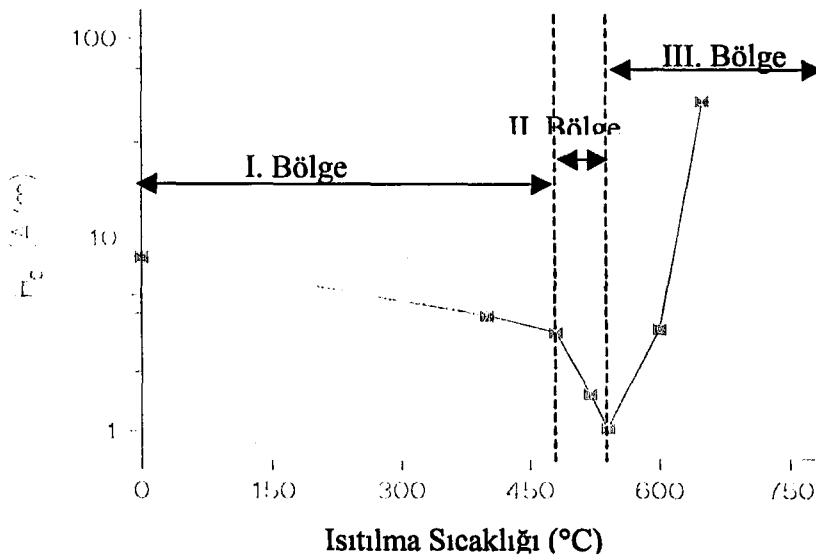
İkinci sıcaklık aralığında, numunede  $\alpha$ -Fe(Si) nanokristal fazı oluşmaktadır. Nanokristal fazın oluşmasından dolayı, kristal anizotropisinin artması, dolayısı ile de numunenin toplam anizotropisinin artması beklenebilir. Ancak, Şekil 4.6 'dan da görüleceği gibi numunenin toplam anizotropisi artmamakta aksine azalmaktadır. Bu durum, amorf yapı içinde kristalleşen kısımda rasgele yönelmiş olan kristal anizotropilerin ortalamasının sıfır olmasıyla mümkündür. Ayrıca,  $K_\sigma = (3/2)\lambda_s \sigma$

ifadesindeki  $\lambda_s$  değeri belirgin bir şekilde azaldığından  $K_u$  değeri dolayısı ile numunenin toplam anizotropisi azalmaktadır..

Üçüncü sıcaklık aralığında, amorf yapıda  $Fe_2B$  fazı oluşmakta ve manyetik olarak yapının "soft" luğunu bozan bu faz kristal anizotropi değerini yani numunenin toplam anizotropi enerjisinin artmasına neden olmaktadır.



Şekil 4.5. Fe-Cu-Nb-Si-B alaşımının ısı işlem görmemiş (as-receive), 550°C ve 600°C 'de tavlandıktan sonra her iki alan yönünde alınan manyetik histeresis eğrileri.

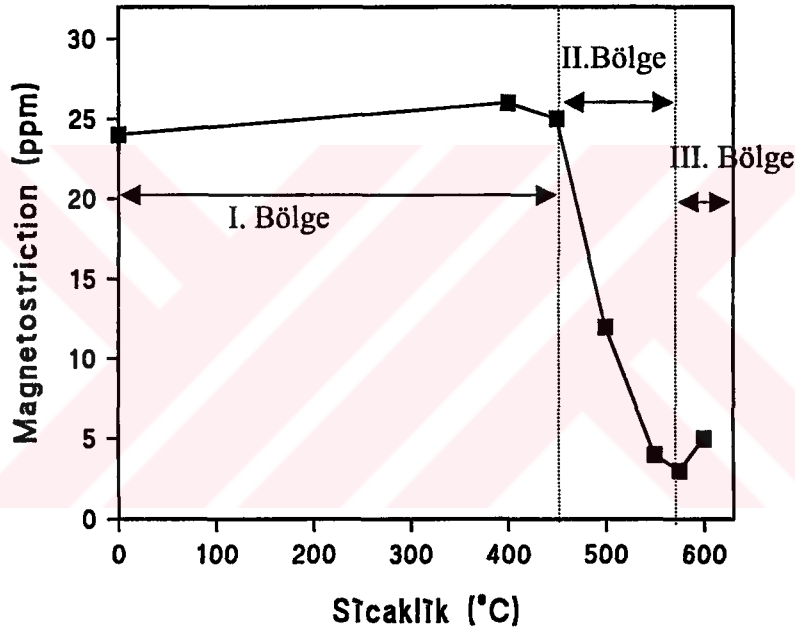


Şekil 4.6.  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının coercivity değerlerinin ısı işlem sıcaklığıyla değişimi.

## 4.5. Manyetoelastik Ölçümler

### 4.5.1. Manyetostriktion Ölçümleri

Kesim 1.3’de tanımlandığı üzere numunenin manyetik alan altında boyutlarında değişiklik meydana gelmesi manyetostriktion olarak tanımlanmaktadır. Şekil 4.7’de  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının sıcaklığın fonksiyonu olarak manyetostriktion değerleri görülmektedir. Manyetostriktion değerinin ( $\lambda_{peak}$ ) değişimini  $H_c$  coercivity ’nin sıcaklıkla değişimi eğrisinde olduğu gibi üç farklı sıcaklık aralığında inceleyebiliriz.



Şekil 4.7.  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının  $\lambda_s$  değerinin ısı işlem sıcaklığı ile değişimi.

Buna göre I.Bölgede numunenin manyetostriktion değeri, alaşımın yapısında herhangi bir değişiklik meydana getirmediğinden, çok az bir değişim göstermektedir. II.Bölgede görüleceği gibi manyetostriktion değeri hızlı bir şekilde azalmaktadır. Bu bölgede daha öncede belirtildiği gibi  $\alpha$ -Fe(Si) fazı oluşmakta ve sıcaklığın artması ile yapı içerisinde kristalleşen  $\alpha$ -Fe(Si) faz kesri büyümektedir. Oluşan bu  $\alpha$ -Fe(Si) fazı negatif manyetostriktiona (-6 ppm) sahip olduğundan dolayı numunenin toplam manyetostriktion değerinde belirgin bir azalmaya sebep olmaktadır. Numunede

amorf+nanokristal fazların hacimsel ilişkisi ve bunların manyetostriktion' a katkısı denklem 4.1'de verildiği gibidir.

$$\lambda_s \approx V_{\alpha\text{-Fe(Si)}} \times \lambda_s^{\alpha\text{-Fe(Si)}} + (1 - V_{\alpha\text{-Fe(Si)}}) \times \lambda_s^{\text{amorf}} \quad 4.1$$

Burada  $\lambda_s$  numunenin ölçülen manyetostriktion değeri,  $V_{\alpha\text{-Fe(Si)}}$   $\alpha\text{-Fe(Si)}$  fazın hacmi,  $\lambda_s^{\alpha\text{-Fe(Si)}}$   $\alpha\text{-Fe(Si)}$  fazın manyetostriktion değeri,  $(1 - V_{\alpha\text{-Fe(Si)}})$  amorf fazın hacmi ve  $\lambda_s^{\text{amorf}}$  ise amorf fazın manyetostriktion değeridir.

#### 4.5.2. Elastik Katsayısı Ölçümleri

Young modülünün veya başka bir deyişle boyuna elastik katsayısının (E) manyetik alanın fonksiyonu olarak ölçülmesiyle anizotropi enerjisinin büyüklüğü ve numunenin manyetik momentlerinin ortalama yönelimi hakkında bilgi edilebilir. E' nin manyetik alanla değişimini açıklayabilmek için sistemin toplam enerjisi;

$$E_T = E_{\text{kristal}} + E_{\text{manyeto elastik}} + E_{\text{induce}} + E_{\text{domain wall}} + E_{\text{manyeto statik}} \quad (4.2)$$

ile verilmektedir [51]. Bu eşitlikteki  $E_{\text{kristal}}$  enerjisi amorf yapılar için düşünüldüğünde sıfır alınabilir. Ayrıca domain wall enerjisi diğer enerjiler yanında çok küçük olduğundan ihmal edilebilir. Bunları göz önüne alınarak eşitlik 4.2' yi yeniden yazarsak;

$$E_T = E_{\text{manyeto elastik}} + E_{\text{induce}} + E_{\text{manyeto statik}} \quad (4.3)$$

veya açık haliyle;

$$E_T = \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \sin^2 \theta + K_U \cos^2 \theta - \mu_0 M_S H \cos \theta \quad (4.4)$$

elde edilir. Minimum enerji şartından;



$$H_{k\sigma} = \frac{2K_U - 3\lambda_s\sigma}{\mu_0 M_s} \quad (4.5)$$

bulunur. Burada  $H_{k\sigma}$  anizotropi alanıdır.

$$\cos\theta = \frac{H}{H_{k\sigma}} \quad (4.6)$$

$\theta$ 'nın fonksiyonu olarak uzamadaki değişim;

$$\varepsilon = \frac{3\lambda_s}{2} \left( \cos^2\theta - \frac{1}{3} \right) \quad (4.7)$$

$$\varepsilon = \frac{3\lambda_s}{2} \left( \frac{H^2}{H_{k\sigma}^2} - \frac{1}{3} \right) \quad (4.8)$$

olacaktır. Toplam uzama;

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_s} + \frac{3\lambda_s}{2} \left( \frac{H^2}{H_{k\sigma}^2} - \frac{1}{3} \right) \quad (4.9)$$

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_s} + \frac{3\lambda_s}{2} \left[ \frac{H^2 (\mu_0 M_s)^2}{(2K_U - 3\lambda_s\sigma)^2} - \frac{1}{3} \right] \quad (4.10)$$

olur. Young modülü aynı zamanda aşağıdaki şekilde de izah edilebilir.

$$\frac{1}{E} = \frac{\partial\varepsilon}{\partial\sigma} \quad (4.11)$$

$$\frac{1}{E} = \frac{1}{E_s} + \frac{9\lambda_s^2 H^2}{\mu_0 M_s H_{k\sigma}^3} \quad (4.12)$$

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{9\lambda_s^2 E_S H^2}{\mu_0 M_S H_{k\sigma}^3} \quad (4.13)$$

$$\frac{\Delta E}{E} < \frac{\lambda_s^2 M_S}{K_U} \quad (4.14)$$

ile ifade edilir. Bu son eşitlik  $\Delta E$  etkide büyük bir artış beklemek için,  $\lambda_s$  ve  $M_S$ ' in büyük ancak  $K_U$  değerinin küçük olması gerektiğini söylemektedir. Eşitlik 4.14' de verilen tüm parametreler alaşımın üretimi sırasındaki uygulanan işlemlere ve alaşımı oluşturan atomik kompozisyona bağlıdır. Şöyle ki; ısıtma sıcaklığı ve bu sıcaklıkta bekleme süresi  $K$  değeri üzerinde etkindir. Livingston eşitlik 4.14' de verilen ifade ile  $\Delta E$  etkinin büyüklüğünü vermektedir ancak değişik açılarda ısıtılan numunelerin  $H=0$ 'daki elastik katsayısının farklı değerler alması gerçeğini açıklayamamaktadır. Livingston modelindeki bu eksiklik daha sonra Squire tarafından geliştirilen bir modelde tamamlanmıştır[52]. Bu modele göre;

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\lambda_s^2 E_S}{8K} f(h, \theta) \quad (4.15)$$

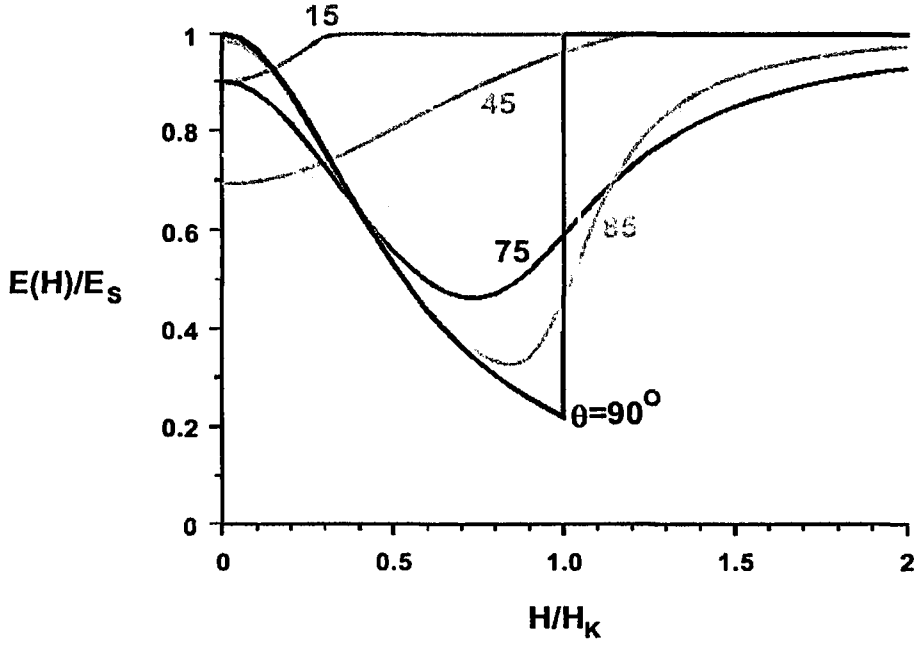
şeklinde tanımlanabilir. Buradaki  $f(h, \theta)$ ;

$$f(h, \theta) = \frac{\sin^2 2(\theta - \phi_1)}{2\cos 2\phi_1 + h\cos(\theta - \phi_1) + 3\left(\frac{3\lambda_s \sigma}{K}\right)\cos 2(\theta - \phi_1)} + \frac{\sin^2 2(\theta + \phi_2)}{2\cos 2\phi_2 - h\cos(\theta + \phi_2) + 3\left(\frac{\lambda_s \sigma}{K}\right)\cos 2(\theta + \phi_2)} \quad (4.16)$$

ile ifade edilmiştir. Eşitlik 4.15' daki  $E_S$  doyumdaki young elastik katsayısı  $h$  ise,

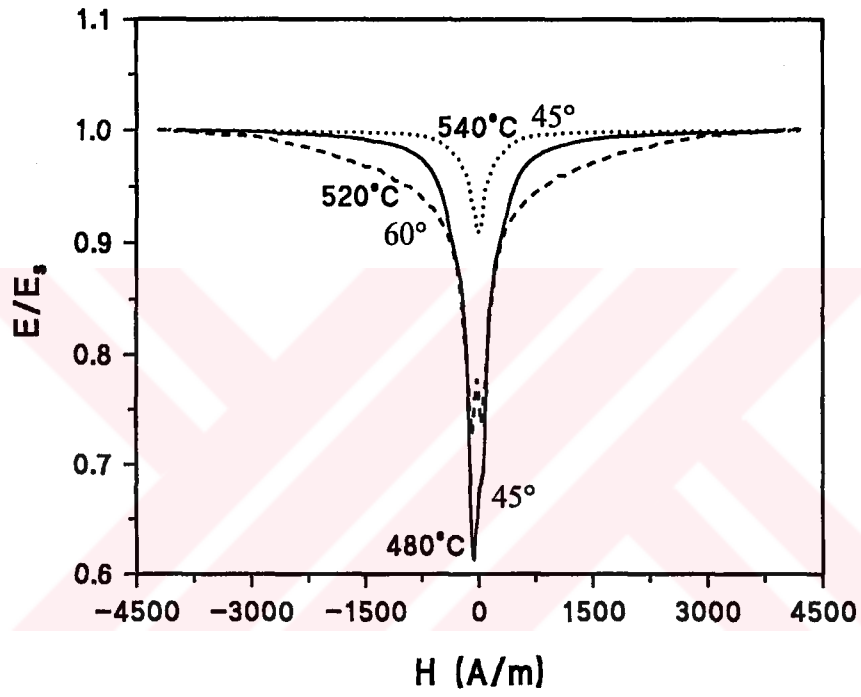
$h = \frac{H}{H_a}$  ile tanımlanan bir normalize manyetik alandır. Şekil 4.8'de eşitlik 4.15

kullanılarak  $E/E_S$  manyetik alanın fonksiyonu olarak verilmektedir.  $E/E_S$ ' nin büyüklüğü  $E_{\min}/E_S$  ile belirlenir. Şekil 4.8'de görüleceği üzere farklı  $\theta$  yönelimlerine sahip numunelerin  $E/E_S$  eğrileri farklılık göstermektedir.



Şekil 4.8 Denklem 4.15 'i kullanarak  $E/E_s$ 'nin manyetik alanın fonksiyonu olarak değişimi. Görüldüğü gibi farklı  $\theta$  yönelimlerine sahip numunelerin  $E/E_s$  eğrileri farklılık göstermektedir [52].

Örneğin  $\theta=15^\circ$  için  $E/E_s$  eğrisi  $H$ 'ın fonksiyonu olarak doğrudan artmaktadır. Fakat  $\theta>45^\circ$  için  $E/E_s$  eğrileri  $H$ 'ın fonksiyonu olarak önce azalmakta, sonrada artarak  $E_s$  doyum değerine ulaşmaktadır. Şekil 4.9'da  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  numunesinin farklı sıcaklıklarda ısıtılma tabii tutulduktan sonra Young elastik katsayısının manyetik alana bağlılığı verilmektedir. Yapılan açıklamaların ışığında, ısıtılmış olan numunelerin manyetik momentlerinin yönelimi  $45^\circ$  civarında veya altındadır.  $(E/E_s)$ - $H$  eğrisinin büyüklüğü  $E_{min}/E_s$  ile belirlenir. Ayrıca,  $E_{min}/E_s \propto \lambda^2/K$  şeklindedir. Buna göre,  $480^\circ C$ 'de ısıtılan numune için  $E_{min}/E_s$  değeri 0.6' dır. Ayrıca,  $540^\circ C$ 'de ısıtılan numune için  $E_{min}/E_s$  değeri 0.92 dir.



Şekil 4.9. Farklı sıcaklıklarda ısıtılmış  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  numunesinin  $E/E_s$  değerinin uygulanan manyetik alanla değişimi.

## 5. HİDROJENLENMİŞ DURUM İÇİN DENEYSEL SONUÇLAR

### 5.1. Giriş

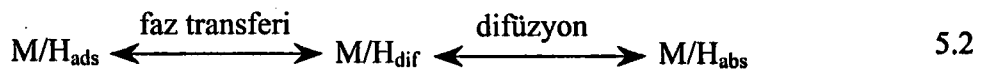
Bu bölümde ilk önce, numunelerin hidrojenlemeyle özelliklerinde meydana gelen değişimler C-V eğrileri yardımıyla belirlenmiş ve sonuçları sunulmuştur. Daha sonra bu bölüm içerisinde, Fe-Cu-Nb-Si-B amorf alaşımlar ile, ısıtım işlemi uygulanarak amorf + nanokristal fazlar içeren alaşımların elektrokimyasal yolla hidrojen katkılanmıştır. Bu numunelerin hidrojenlemeden önce ve sonraki manyetik ve manyetoelastik özelliklerinde meydana gelen değişimlerle ilgili deneysel veriler ve sonuçları sunulmuştur.

### 5.2. C-V Ölçümleri

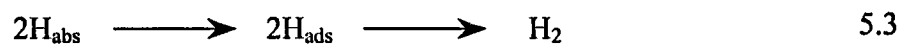
Kesim 3.2.2. 'de anlatılan uygun şartlar hazırlandıktan sonra, elektrotlar arasında hidrojen absorblanması için gerekli olan potansiyel farkı uygulandığında çözeltide bulunan (-) yüklü iyonlar anot yüzeyinde toplanırken;  $H^+$  iyonları da amorf metalin yüzeyinde yani, katot elektrotta toplanacaktır. Metal yüzeyiyle etkileşen  $H^+$  iyonları indirgenerek amorf metalin yüzeyinde adsorbe edilmektedir.



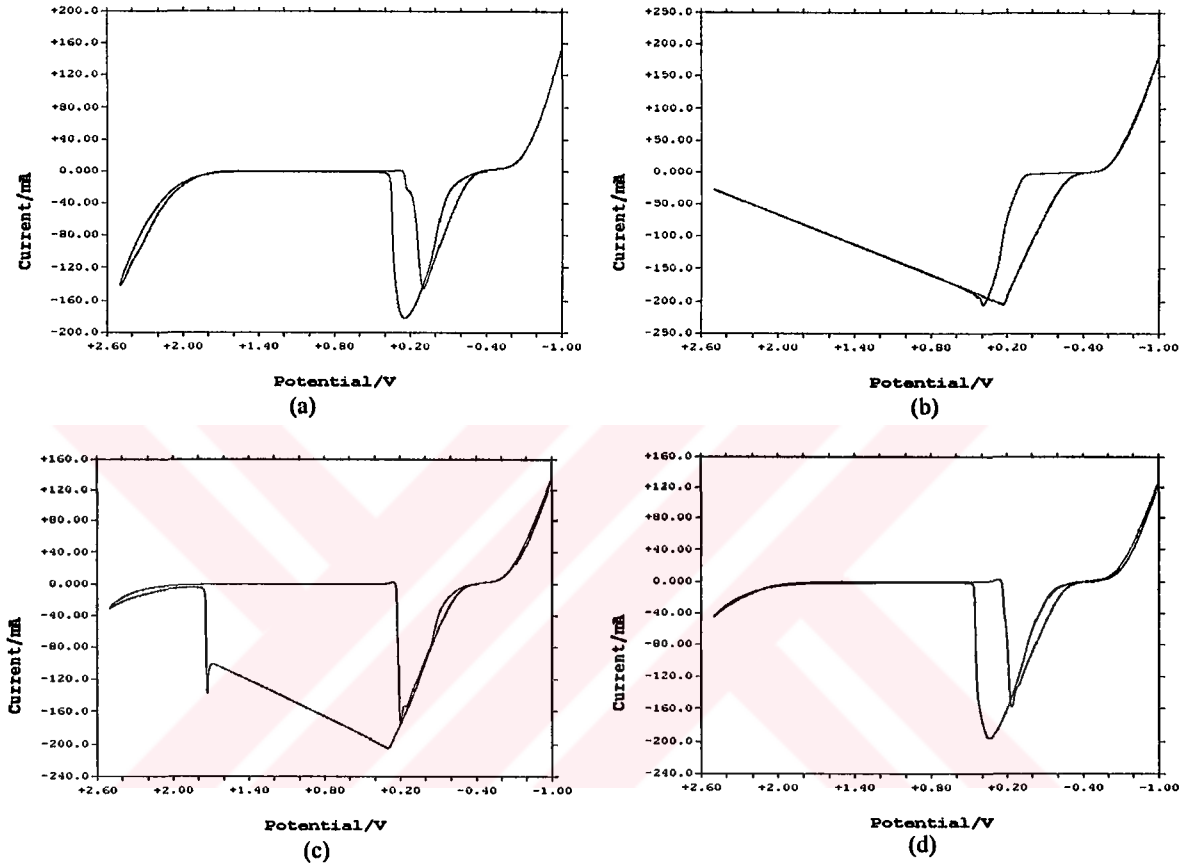
Adsorbe edilen hidrojen atomları, zamanın fonksiyonu olarak faz transferiyle yüzeyin içine doğru difüzyon ederek adsorbe duruma geçmektedir.



Eğer uygulanan potansiyel farkı ortadan kaldırılırsa, amorf yapı içine difüzyon ederek adsorbe olan hidrojen atomları, tekrar yüzeyde adsorbe duruma geçmekte ve hidrojen gazını oluşturacak şekilde birleşerek yüzeyden ayrılmaktadırlar. Buna ait denklem ise eşitlik 5.3 'teki gibi yazılabilir.



Kesim 3.2.2. 'de çevirmeli voltametri yöntemi ve bu amaçla kullanılan deneysel düzenek yardımıyla,  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  amorf alaşımının 0.1 gr/lt  $As_2O_3$  içeren 0.5M  $H_2SO_4$  çözeltisi içinde 100mV/s tarama hızında alınan çevirmeli voltametri (C-V) eğrileri Şekil 5.1 'de görülmektedir.



Şekil 5.1. (a) Hidrojenlenmemiş numunenin, (b) 20 dakika hidrojenlendikten hemen sonra, (c) hidrojenlendikten 4 dakika sonra ve (d) hidrojenlendikten 14 dakika sonra alınan C-V eğrileri .

Şekil 5.1a 'daki hidrojenlenmemiş numunenin dönüşümlü voltamogram eğrisinde görülen 0.2 Volt civarındaki pikler hidrojen absorpsiyonuyla ilgilidir. Bu bölgede, indirgenen  $H^+$  iyonları numuneye absorbe olmaktadır. Potansiyel negatif bölgeye kaydıngında eğrinin sol tarafında görülen pik ise yüzey oksitlerinin varlığını göstermektedir. Şekil 5.1b ve Şekil 5.1c sırasıyla 20 dakika  $50 A/m^2$  'lik katodik akım yoğunluğu altında hidrojenlenmiş amorf numunenin hidrojenlendikten hemen ve 4 dakika sonra hidrojen yapıyı terk etmesi sırasında alınan C-V eğrilerini göstermektedir.

Bu eğriler, yapıya giren hidrojenin numunenin yüzey özelliklerini belirgin bir şekilde değiştirdiğini göstermektedir. Hidrojenlendikten hemen ve 4 dakika sonra alınan C-V eğrilerindeki fark, hidrojenleme işlemi bittikten sonra numune içerisindeki hidrojen konsantrasyonunun, zamanın fonksiyonu olarak azaldığını yani, hidrojenin numuneyi terk etmeye başladığını göstermektedir. Şekil 5.1d ise, hidrojenlendikten 14 dakika sonra alınan C-V eğrisine aittir ve bu eğri numunenin belli bir süre sonra hidrojenlemeden önceki C-V eğrisine geri döndüğünü göstermektedir. Bu sonuçlarda bize, belirli bir zaman sonra numunenin hemen hemen aynı özelliklerine döndüğünü göstermektedir.

### 5.3. Manyetik Ölçümler

Hidrojen metalik camlara girdiğinde iki önemli sürecin gerçekleştiği düşünülebilir. Birincisi, hidrojenin 1s elektronları, geçiş metalin 3d bandına aktarılabilir. Bu model kristal alaşımlar için sık sık kullanılmaktadır. Amorf durum içinde böyle bir etkileşmenin olduğunu düşünebiliriz. İkinci süreçte, yarı kararlı cam durumunda dengede olan iç stresler rahatlatılabilir. Bu durumun gerçekleşmesi esasen, hidrojenlenme süresi ve hidrojenlenme için uygulanan akım yoğunluğuyla yakından ilişkilidir.

Kısa süreli ve düşük akım yoğunlukları kullanılarak gerçekleştirilen hidrojenleme deneyleri bu durumu destekleyici sonuçlar verirken, uzun hidrojenleme süresi ve yüksek akım yoğunlukları altında yapılan deneysel çalışmalar göstermiştir ki; amorf yapıya katılan hidrojenler “bubbles” lar oluşturarak yapıda mevcut durumda bulunan iç stres dağılımını değiştirmekte ve Kesim 2.3.1 'de de açıklandığı üzere negatif baskının etkisiyle numunelerin deformasyonuna ve yeni stres merkezlerinin oluşmasına neden olmaktadır (Şekil 5.2). Meydana gelebilecek tüm bu durumlar, numunenin manyetik özellikleri üzerinde belirleyici ancak geçici bir etkiye sebep olmaktadır. Dolayısıyla, numunelerin manyetik doğasında hidrojenlemeyle meydana getirilen değişimlerin incelenmesinde, uygulanan akım yoğunluğu ve hidrojenleme süresi etkin parametreler olmaktadır.

Bu amaçla yapılan tüm manyetik ölçümler, geniş bir perspektifte farklı akım yoğunlukları ve farklı hidrojenleme sürelerinde gerçekleştirilmiştir. Buna göre Şekil 5.3 'de farklı akım yoğunlukları ve farklı hidrojenleme süreleri seçilerek elde edilen manyetik ölçümlerin listesi şematik olarak gösterilmiştir.

Şekil 5.3 'den de görüleceği üzere ağırlıklı manyetik ölçümler,  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının as-receive durumuna aittir. Bunun dışında,  $Fe_{73.5}M_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  ( $M=Pt,Ag,Pd,Mn$ ) alaşımlarının as-receive durumlarına ait manyetik ölçümler de yapılmıştır. Ayrıca,  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının farklı sıcaklıklarda (450-500-550°C) ısıtılma tabii tutulduktan sonraki hidrojenleme durumları ve manyetik özellikleri de incelenmiştir.

Tüm manyetik ölçümler, hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra olmak üzere iki farklı durumda gerçekleştirildi. Hidrojenleme işlemi, Kesim 3.2.2. 'de verilen elektrokimyasal yolla hidrojen katkılama deney düzeneği kullanılarak ve 0.1 gr/lt  $As_2O_3$  içeren 0.5 M  $H_2SO_4$  çözeltisi içerisinde yapıldı. Numuneler hidrojenlendikten hemen sonra Kesim 3.5 'te verilen M-H ölçüm sistemine yerleştirilerek farklı zaman aralıklarında manyetizasyon eğrileri elde edilmiştir. Ancak, mevcut deney sistemimizde uygulanabilecek manyetik alanın maksimum değeri 7-7.5 kA/m olduğundan numunelerin tam olarak  $M_s$  değeri elde edilememiştir.  $M_s$  değerini hesaplanmasında yaygın olarak kullanılan ifade,

$$M = M_s \left(1 - \frac{a}{H} - \frac{b}{H^2}\right) \quad 5.4$$

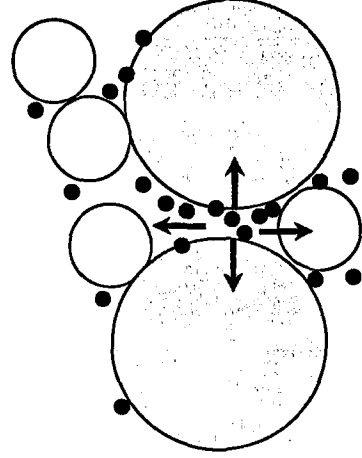
ile verilen eşitlikdir[53]. Burada, a ve b sabitlerdir. Bu denklem M-H eğrilerinin yüksek manyetik alan bölgesindeki verilere fitting yapılarak a ve b katsayıları bulunmuş daha sonrada  $M_s$  değeri hesaplanmıştır.

Şekil 5.4, 5.5, 5.6, 5.7 'de 10 mA akım uygulayarak sırasıyla 5, 10, 15 ve 20 dakika hidrojenlenmiş amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının hidrojenlemeden önce ve hidrojen numuneyi terk ederken farklı zamanlarda alınmış manyetizasyon eğrileri görülmektedir. Hidrojenlendikten 1, 10, 15, 30, 60, 90, 120 ve 150 dakika sonra alınan manyetizasyon eğrileri şekillerden de görüleceği üzere birbirlerinden farklıdır. Bu durum, yapıya hidrojen katkılama işleminin gerçekleştiğini ve amorf yapıdaki hidrojen konsantrasyonunun zamanın fonksiyonu olarak değiştiğini göstermektedir. Ayrıca, hidrojen konsantrasyonuna bağlı olarak numunelerin manyetik özelliklerinin de değiştiği şekillerden görülmektedir.

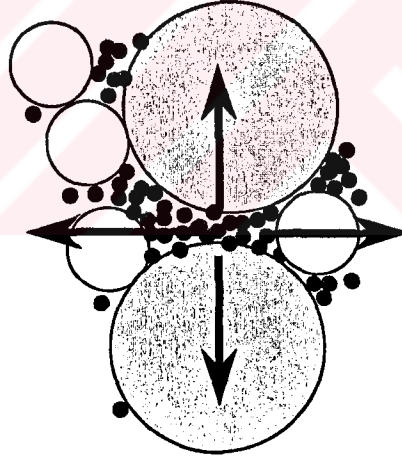
Benzer sonuçlar değişik alaşımlara sahip amorf numuneler için de elde edilmiş ve Bölüm 2 'de sunulmuştur. As-receive durumdaki amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının doyum manyetizasyonu ( $M_s$ ) yaklaşık olarak 1.5 T civarında olmasına karşın



hidrojenlendikten sonra numunelerin doyum manyetizasyonlarında hidrojenleme süresine dolayısıyla da, hidrojen konsantrasyonuna bağı olarak önemli ölçüde bir azalma tespit edilmiştir.

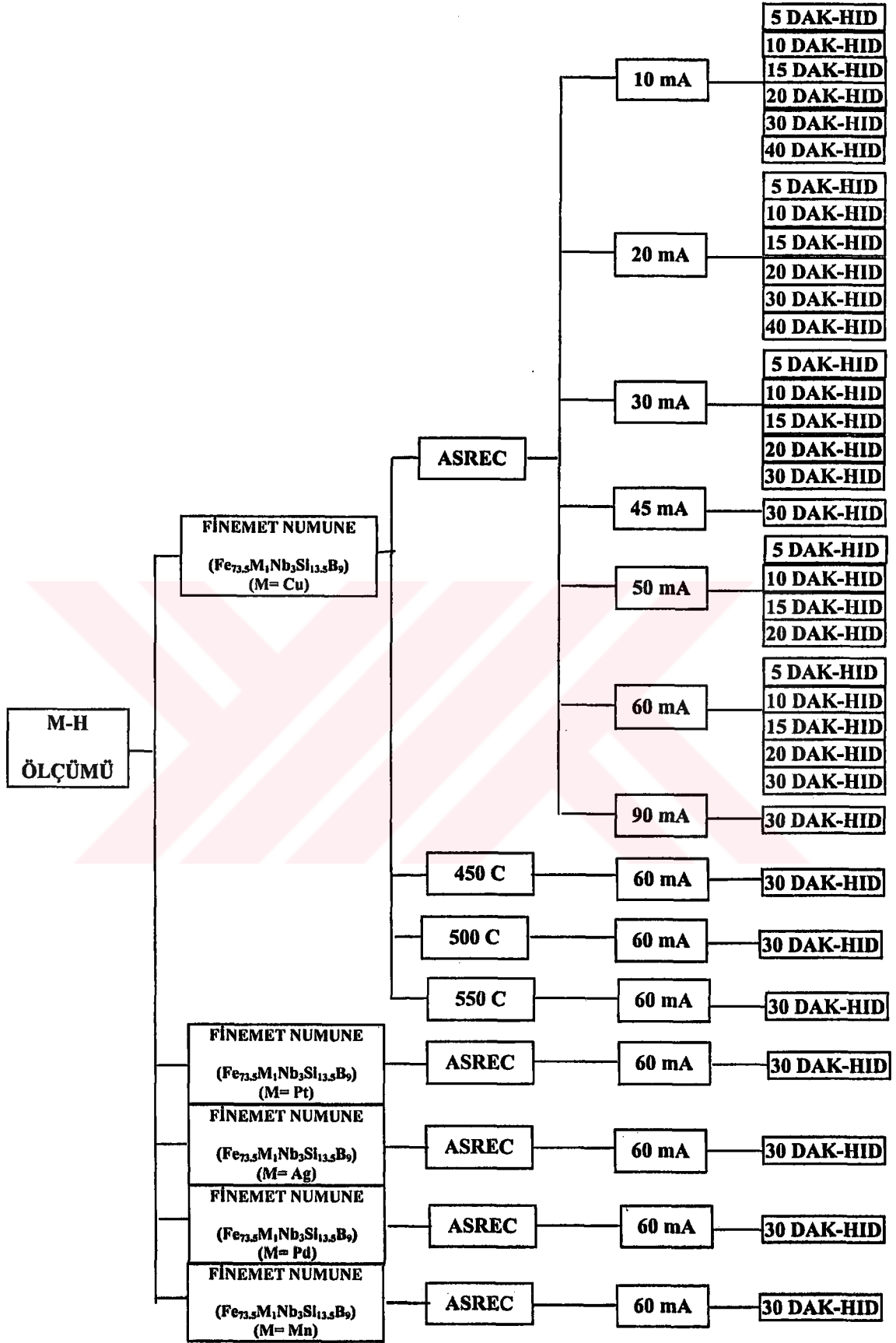


(a)

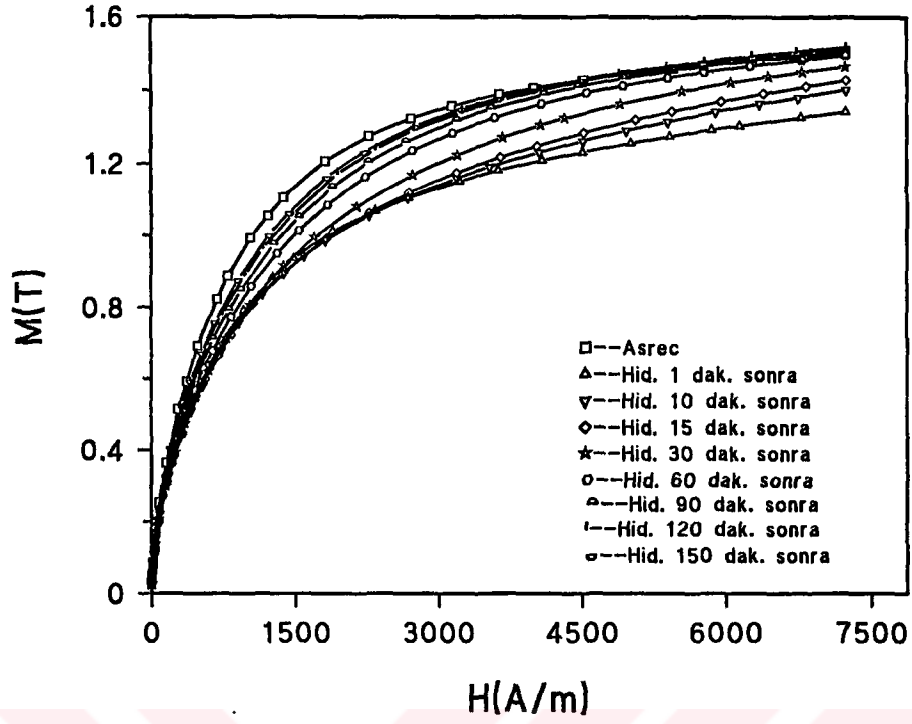


(b)

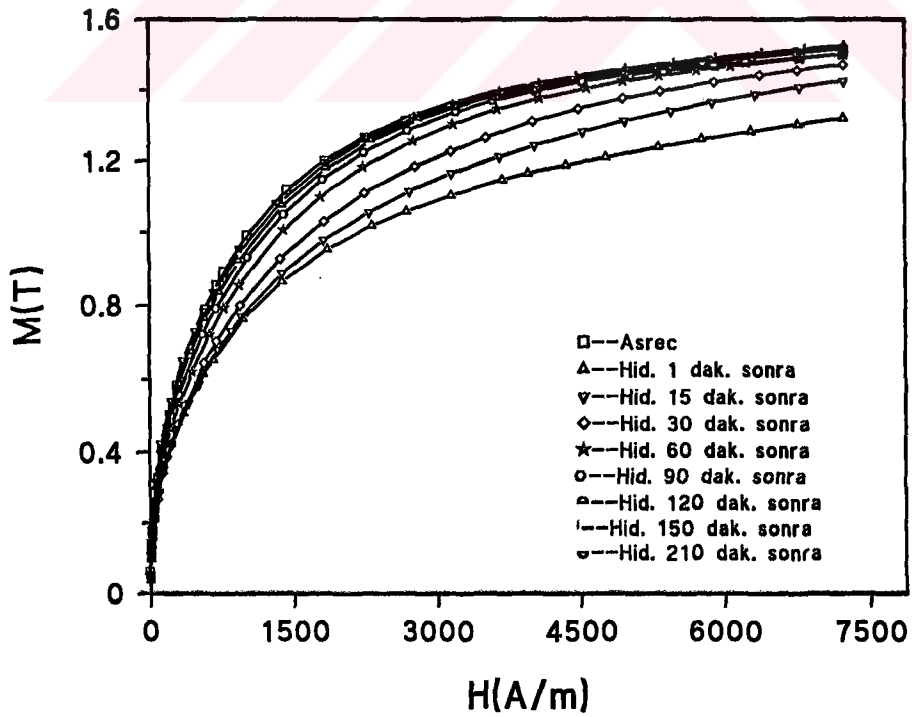
Şekil 5.2. (a) Düşük, (b) Yüksek hidrojen konsantrasyonunda amorf alaşıma katkılanan hidrojenlerin yerleşimi ve oluşturdukları negatif basınç.



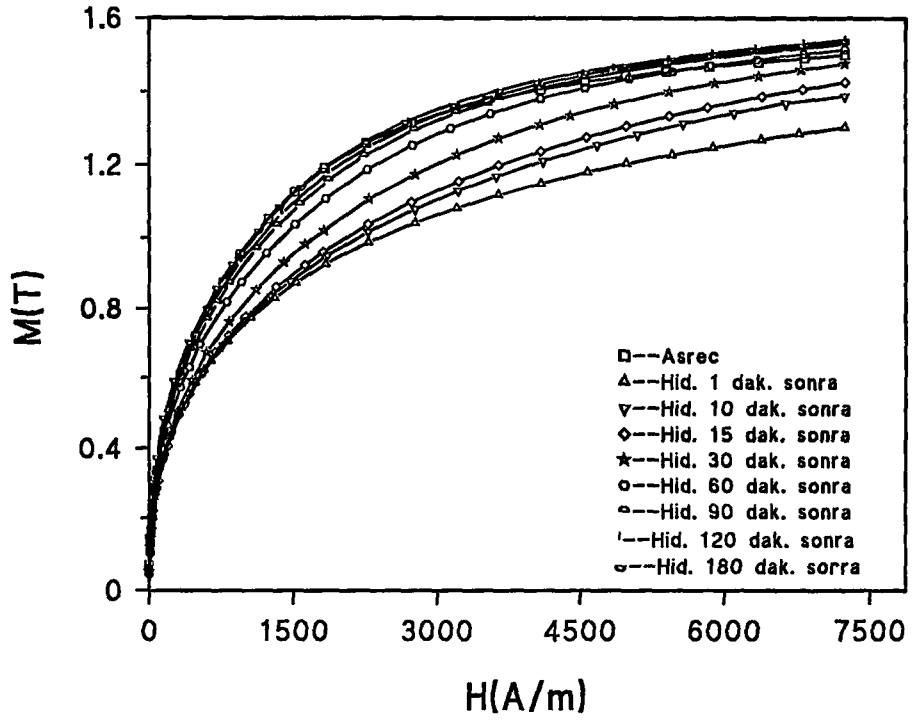
Şekil 5.3. Farklı akım yoğunları ve farklı hidrojenleme süreleri seçilerek 5 farklı numune için yapılan manyetik ölçümlerin dizini.



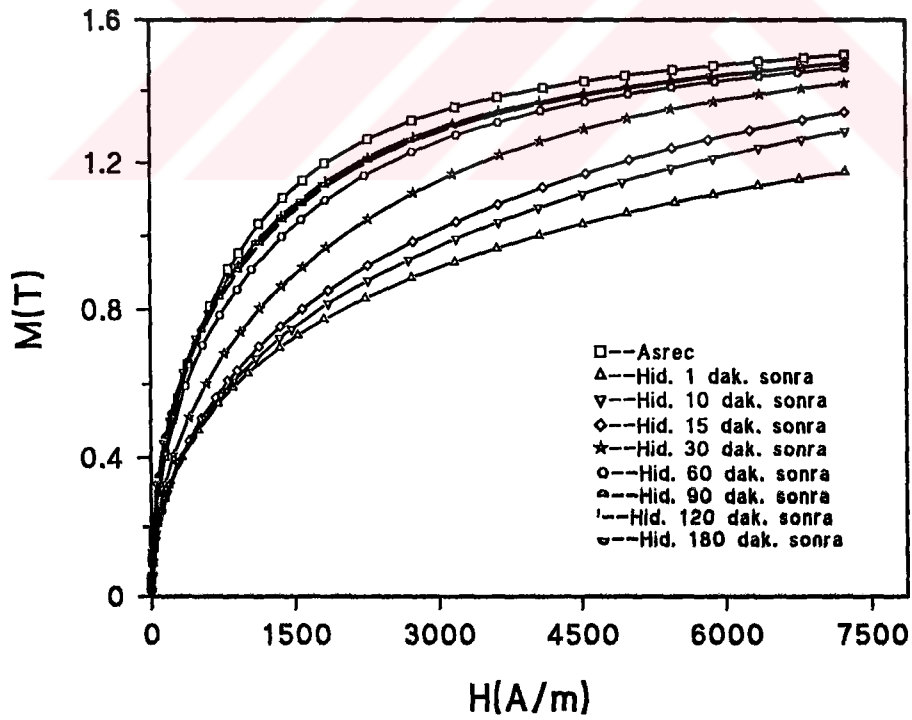
Şekil 5.4. As-receive durumdaki amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 10 mA 'de 5 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



Şekil 5.5. As-receive durumdaki amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 10 mA 'de 10 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



Şekil 5.6. As-receive durumdaki amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 10 mA 'de 15 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



Şekil 5.7. As-receive durumdaki amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 20 mA 'de 20 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.

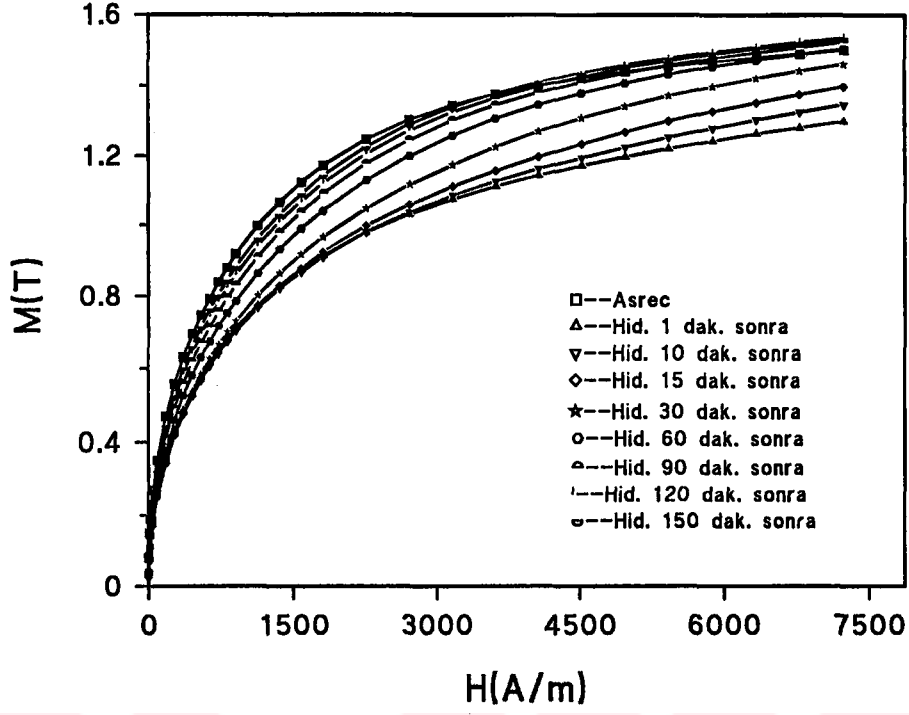
Örneğin Şekil 5.4 'de hidrojenlenmiş numunenin doyum manyetizasyonu 1.5 T olarak görülürken 5 dakika hidrojenlenmiş numunenin doyum manyetizasyonu yaklaşık olarak 1.3 T civarına inmiştir. Ancak yapı içerisindeki hidrojen konsantrasyonunun zamanla azalması numunenin  $M_s$  değerini, hidrojenlenmemiş numunenin  $M_s$  değerine yaklaştırmıştır.

Şekil 5.4, Şekil 5.5, Şekil 5.6 ve Şekil 5.7 birlikte incelenecek olursa hidrojenleme süresinin hidrojen konsantrasyonu üzerine ve dolayısıyla manyetizasyon eğrilerindeki değişimler üzerine büyük bir etkiye sahip olduğu görülmektedir.

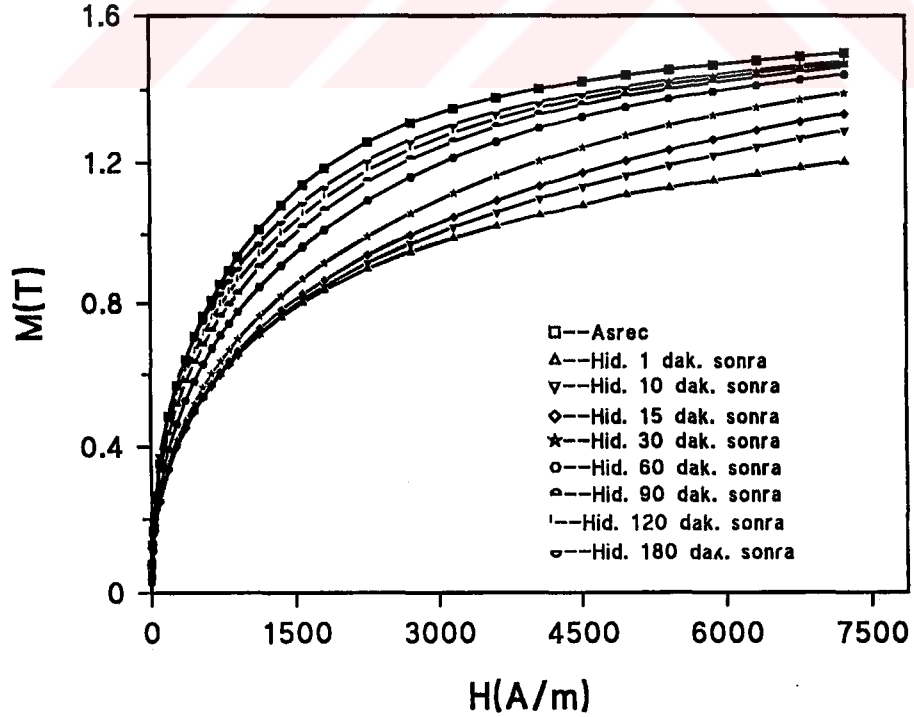
Bu fark Şekil 5.4 ve Şekil 5.7 'da daha açık ve belirgin bir şekilde kendini göstermektedir. Şekil 5.4 'de hidrojenlendikten 1 dakika sonra alınan M-H eğrisinin  $M_s$  değeri yaklaşık olarak 1.3 T civarındayken, Şekil 5.5 'da hidrojenlendikten 1 dakika sonra alınan M-H eğrisinin  $M_s$  değeri yaklaşık olarak 1.1 T civarına kadar düşmüştür. Böylece şekillerin ortak incelenmesinde, hidrojenleme süresinin dolayısıyla hidrojen konsantrasyonunun manyetizasyon eğrileri üzerinde büyük bir etkiye sahip olabileceğini göstermiştir.

Şekil 5.8, Şekil 5.9 ve Şekil 5.10 'da 30 mA akım altında sırasıyla 5, 10 ve 30 dakika hidrojenlenmiş alaşımın hidrojenlenmeden önce ve sonra belirli aralıklarda alınan manyetizasyon eğrileri görülmektedir. Bu eğrilerden de görüleceği üzere 5 dakika hidrojenlenmiş alaşımın  $M_s$  değeri ile 10 ve 30 dakika hidrojenlenmiş alaşımın  $M_s$  değerleri arasındaki fark açıkça görülmektedir.

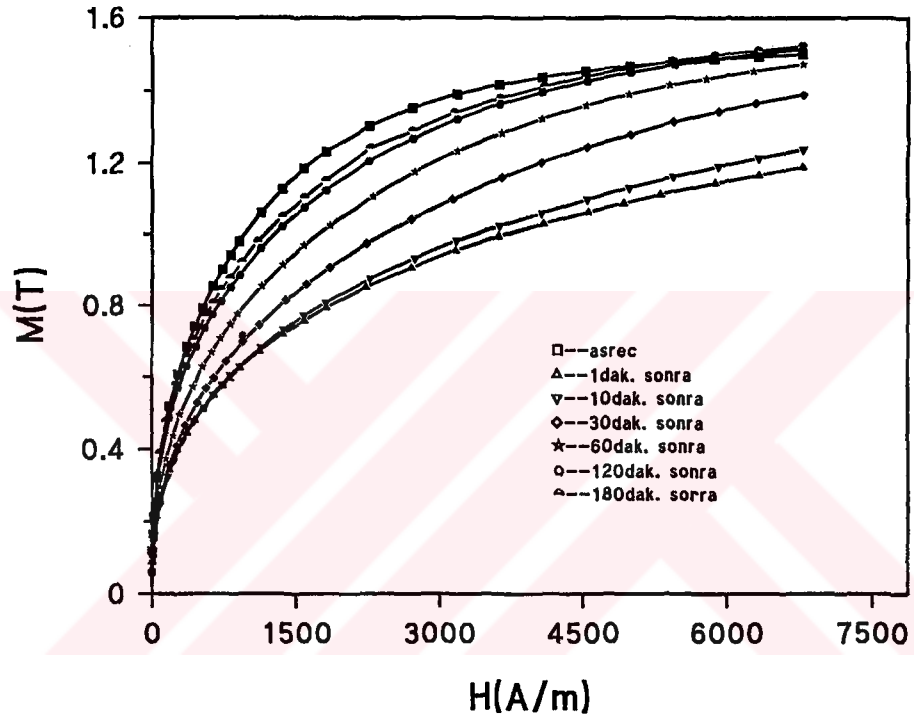
Manyetizasyon eğrilerindeki farklılıklar, yalnızca hidrojenleme süreleriyle değil uygulanan akım yoğunluğuyla da belirgin bir şekilde gözlenebilmektedir. Şekil 5.4 'de 10 mA 'de 5 dakika hidrojenlenmiş numunenin manyetizasyon eğrileri ve Şekil 5.8 'de ise 30 mA 'de 5 dakika hidrojenlenmiş numunenin manyetizasyon eğrileri karşılaştırmalı olarak birlikte incelenecek olursa, hidrojenleme süresinin yanısıra uygulanan akım yoğunluğunun da eğrilerdeki değişim üzerine etkisi açıkça görülür. Şekil 5.4 'de hidrojenlendikten 1 dakika sonra alınan manyetizasyon eğrisinin  $M_s$  değeri, Şekil 5.8 'de verilen ve aynı zamanda alınan manyetizasyon eğrisinin  $M_s$  değerinden büyük olması, hidrojen konsantrasyonu üzerine akım yoğunluğunun etkisini açıkça göstermektedir.



Şekil 5.8. As-receive durumdaki amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 30 mA 'de 5 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



Şekil 5.9. As-receive durumdaki amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 30 mA 'de 10 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



Şekil 5.10. As-receive durumdaki amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 30 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.

Benzer sonuçlar Şekil 5.11 ve Şekil 5.12 'de verilen manyetizasyon eğrilerinde de görülmektedir. Şekil 5.11 'da 20 dakika 60 mA 'de hidrojenlenmiş numunenin, Şekil 5.12 'de ise 30 dakika 90 mA 'de hidrojenlenmiş numunenin manyetizasyon eğrileri, uygulanan akım yoğunluğunun amorf yapıya katılanan hidrojen miktarı üzerine etkisini göstermektedir.

Sonuçta, elde edilen bütün bu manyetizasyon eğrilerinden , hidrojenin amorf numunenin manyetik özelliklerini önemli bir şekilde değiştirdiği görülmektedir. Hidrojenlendikten sonra numunenin manyetik özelliklerini zamanın fonksiyonu olarak geri kazanmakta fakat asla hidrojenlenmeden önceki durumuna tam olarak ulaşamamaktadır. Bunun nedeni olarak, Kesim 2.2.3' de de verildiği üzere plastik deformasyon ve numunede hidrojen tarafında meydana getirilen daimi lokal hasarlardır.

Kesim 2.2.3 'de de değinildiği üzere hidrojen katılanması manyetik özellikler üzerine iki zıt etkinin oluşmasına neden olmaktadır [12,13]. Bunlar;

- 1- d bandının doldurulmasından dolayı momentlerin azalması.
- 2- Hacim genişlemesinden dolayı birim hacimdeki manyetik moment büyüklüğünün artması.

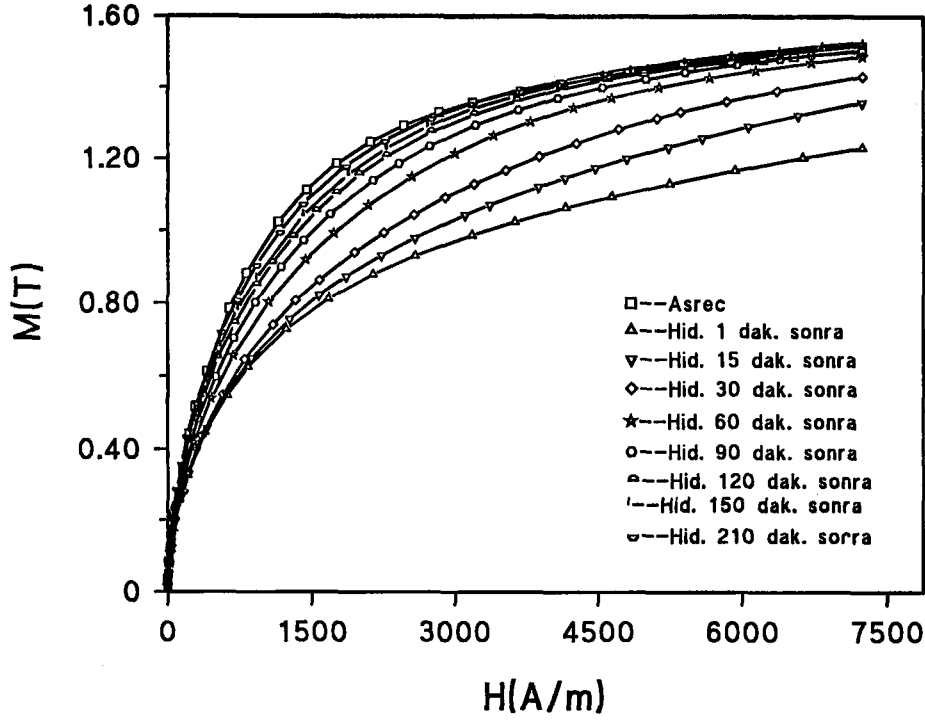
şeklinde sıralanabilir.

Laboratuvarımızda yaptığımız tüm manyetizasyon ölçümlerinde, numunelerin doyum manyetizasyonu ( $M_s$ ) değeri yani birim hacimdeki manyetik moment büyüklüğü hidrojenlemeyle azalmıştır. Dolayısıyla as-receive  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  amorf numunelere hidrojen katılanmasıyla yapıya giren hidrojen atomları, elektronlarını geçiş metal alaşımlara verir ve bu elektronlar d bandının bir kısmını doldurur sonucunu çıkarabiliriz. Bunun sonucu olarak da, metalin birim hacmindeki manyetik momentinin büyüklüğü azalır. Bu yaklaşım yaptığımız deneysel çalışmalardan elde edilen sonuçları açıklanmaktadır.

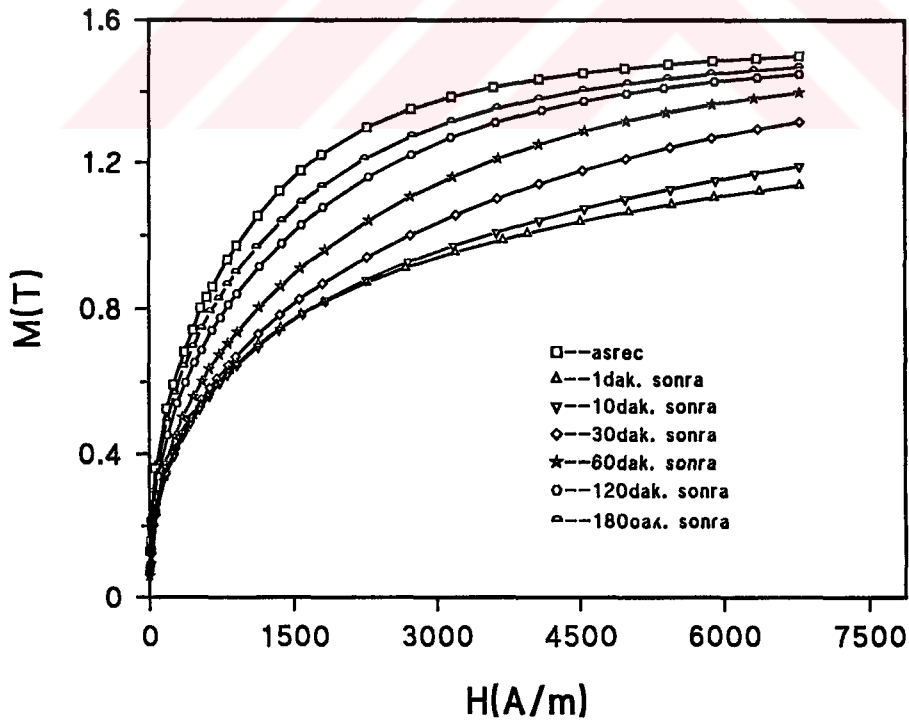
Manyetik momentlerdeki bu değişikliklere ek olarak hidrojen, numunede iç stresler meydana getirerek  $K = (3/2)\lambda_s\sigma_i$  ile verilen manyetoelastik anizotropi değerinin artmasına neden olur. Meydana getirilen mekanik stres yüzeyde geniş bir dikey anizotropi oluşturur. Bu nedenle, tüm manyetizasyon eğrilerinden de görüleceği gibi numune, hidrojenlendikten sonra çok daha yüksek manyetik alan değerlerinde doyum manyetizasyonuna ulaşır. Bu etki hidrojen, malzemeden ayrıldıktan sonra kısmen ortadan kaybolur ve manyetizasyon eğrileri tersine çevrilebilir bir davranış gösterir.

Yaptığımız deneysel çalışmalardan elde edilen sonuçlar, amorf as-receive alaşımlara katılanan hidrojen atomlarının çok kararsız bir durumda olduğunu göstermektedir.





Şekil 5.11. As-receive durumdaki amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 60 mA 'de 20 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



Şekil 5.12 As-receive durumdaki amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 90 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.

Hidrojenlenmiş numune hava ortamına bırakıldığında, hidrojen atomlarının yavaş yavaş numuneyi terk ettiği görülmektedir. Bu kaçış ilk bir-iki saat için çok hızlı daha sonra ise kaçış hızı yavaşlamaktadır. Fakat çok uzun bir zaman geçse bile hidrojenlemeden önceki değerinin ancak %95 'ine ulaşmaktadır. Bundan dolayı hidrojenleme, amorf alaşımların manyetik özellikleri üzerinde uzun bir dönem etkiye sahiptir.

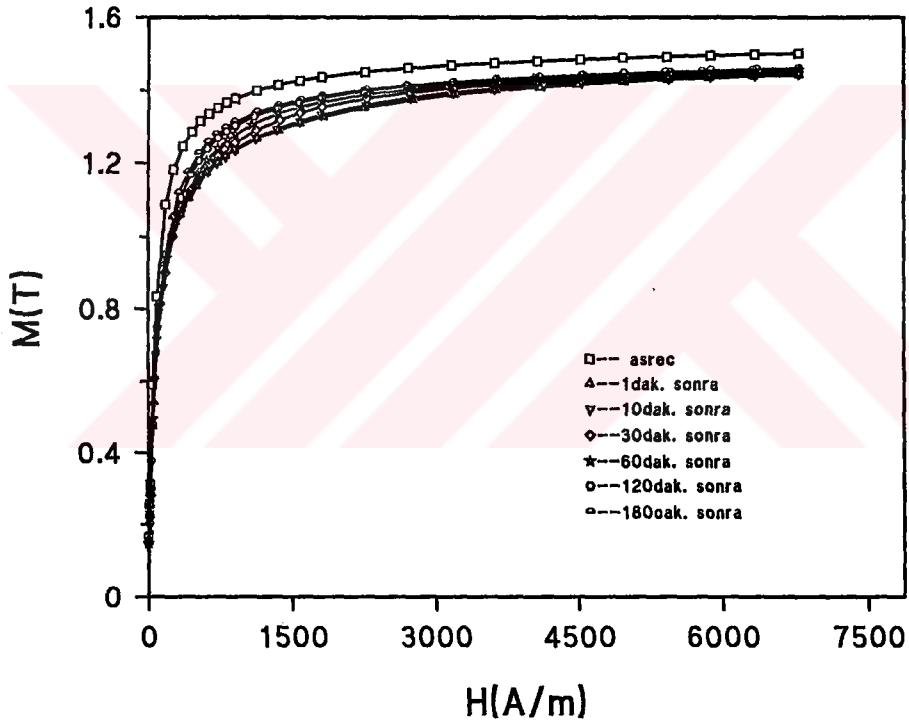
Şekil 5.13, 5.14 ve 5.15 'de sırasıyla 450 °C, 500 °C ve 550 °C 'de argon atmosferinde ısıl işleme tabi tutulmuş numunelerin hidrojenlendikten önce ve sonra alınan manyetizasyon eğrileri görülmektedir. Her bir şekildeki manyetizasyon eğrileri, hidrojen numuneden ayrılırken sırasıyla 1, 10, 30, 60, 120 ve 180 dakika sonra elde edilmiştir. Farklı sıcaklıklarda tavlınmış bu numuneler için, yüksek bir akım yoğunluğu ve ısıl işlem görmemiş numuneler için yüksek hidrojen konsantrasyonuna ulaşmayı sağlayan 30 dakikalık hidrojenleme süresi seçilmesine rağmen, numunelere hidrojen katkılanmasının çok zor olduğu şekillerden de açıkça görülmektedir.

450 °C 'de ısıl işlem uygulandıktan sonra hidrojenlenen numunenin, zamana karşı alınan manyetizasyon eğrilerinde (Şekil 5.13) çok küçük değişimler olmakla beraber; bu değişim aynı şartlarla alınan (30 dakika boyunca 60 mA 'de hidrojenleme) ısıl işlem görmemiş numunenin M-H eğrilerindeki değişime göre çok azdır. Bu durum 500 °C 'de ve 550 °C 'de ısıl işlem görmüş numunelerin hidrojenlendikten sonra alınan manyetizasyon eğrilerinde (Şekil 5.14 ve Şekil 5.15) daha da belirgin bir hale gelmektedir.

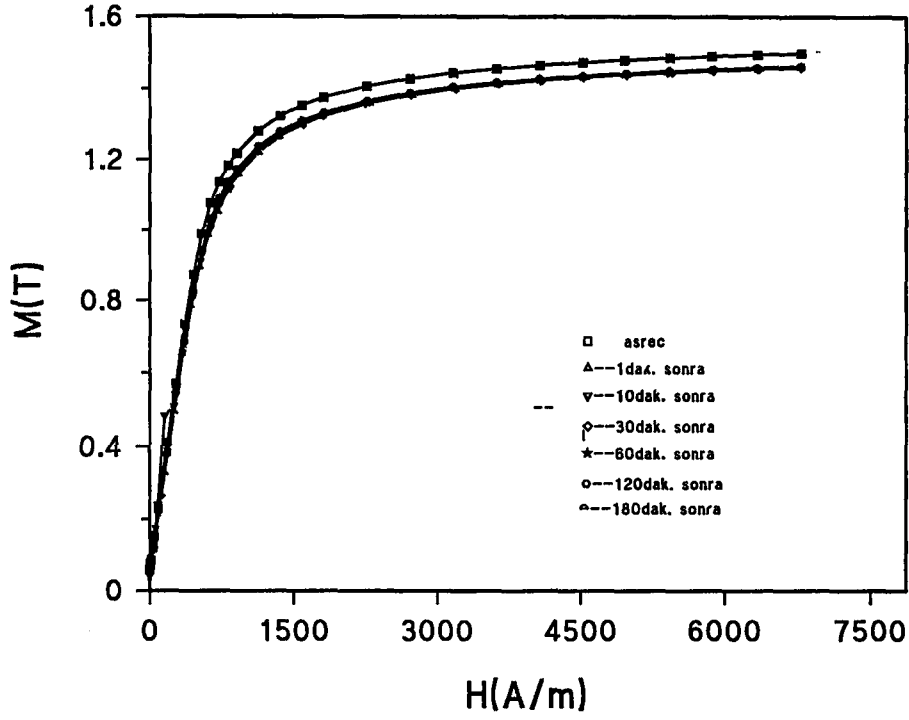
Numunelere ısıl işlem uygulandığında, yapı içerisinde veya yüzeyinde üretim sırasında oluşmuş olan çatlaklar ve boşluklar minimuma ineceğinden bu numunelere hidrojen katkılanması zorlaşacaktır. Çünkü, yapıya katkılanan hidrojen atomları yapı içinde bulunan yarık ve çatlaklara yerleşerek buralarda "bubbles" lar oluşturmaktadır(Şekil 5.2). Ayrıca ısıl işlem, amorf numunelerin yüzeylerindeki atomların daha düzenli bir şekillenim oluşturmalarını sağladığından yeniden şekillenen numunenin yüzey potansiyeli, hidrojen atomlarının yapıya difüz etmesini engeller. Bu nedenle 450 °C 'de ısıtılmış numuneye hidrojen katkılanması zor olduğundan hidrojenlemeden önceki ve sonraki M-H eğrilerinde pek bir fark olmamaktadır. Yukarıda açıklandığı ve Şekil 5.15 ten görüleceği üzere, 550 °C 'de ısıtılan numunede hidrojenin manyetizasyon eğrisi üzerine katkısı çok azdır. Bu numunenin yapısı amorf + kristal fazdan oluştuğundan numunenin yüzeyinde bozulmalar oluşur ve yapıya hidrojen

difüzyonu kolaylaştırır. Ancak yapıdaki Fe atomları Si ile kuvvetli bağlar oluşturduğundan hidrojenin bu bağları kırması çok zordur. Başka bir deyişle yapıya giren hidrojenin 1s elektronunu geçiş metalini 3d bandına aktarması mümkün olmadığından, numunenin  $M_s$  değerinde önemli ölçüde bir değişim gözlenmemektedir.

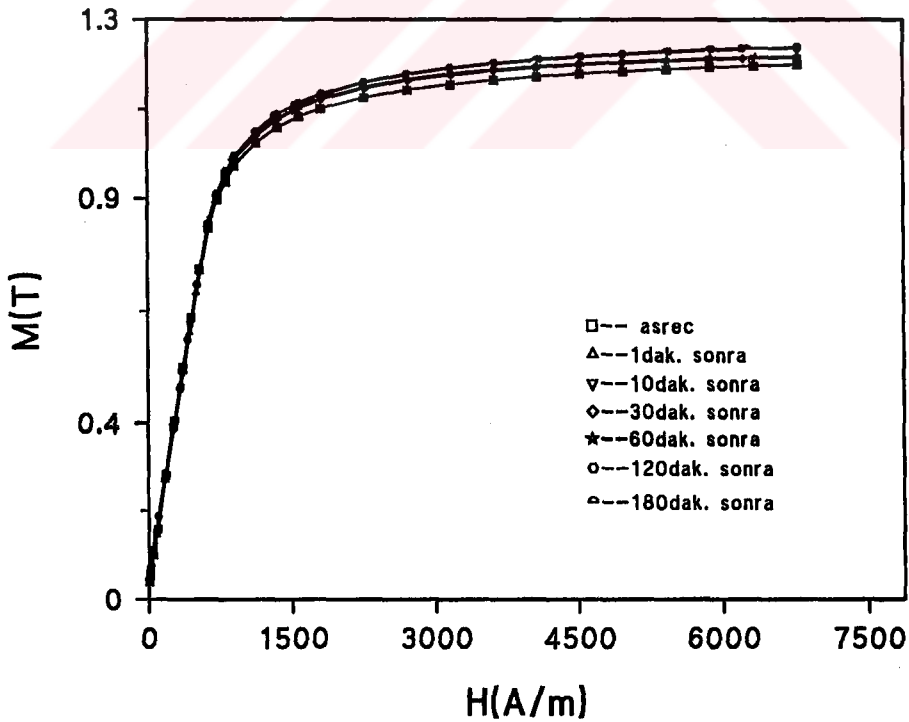
Ayrıca 550 °C 'de argon atmosferinde ısıtılma tabii tutulan numunenin  $\lambda_s$  değeri, Şekil 4.8 'den de görüleceği üzere, yaklaşık olarak 3.5 - 4.0 ppm olduğundan manyetoelastik anizotropideki değişim yaklaşık olarak sıfırdır. Bu nedenle 550 °C 'de ateşlenmiş numunenin ne  $M_s$  değerinde ne de anizotropi değerinde yani manyetizasyon eğrilerinin şeklinde bir değişiklik olmamaktadır.



Şekil 5.13. 450 °C 'de ısıtılma görmüş  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



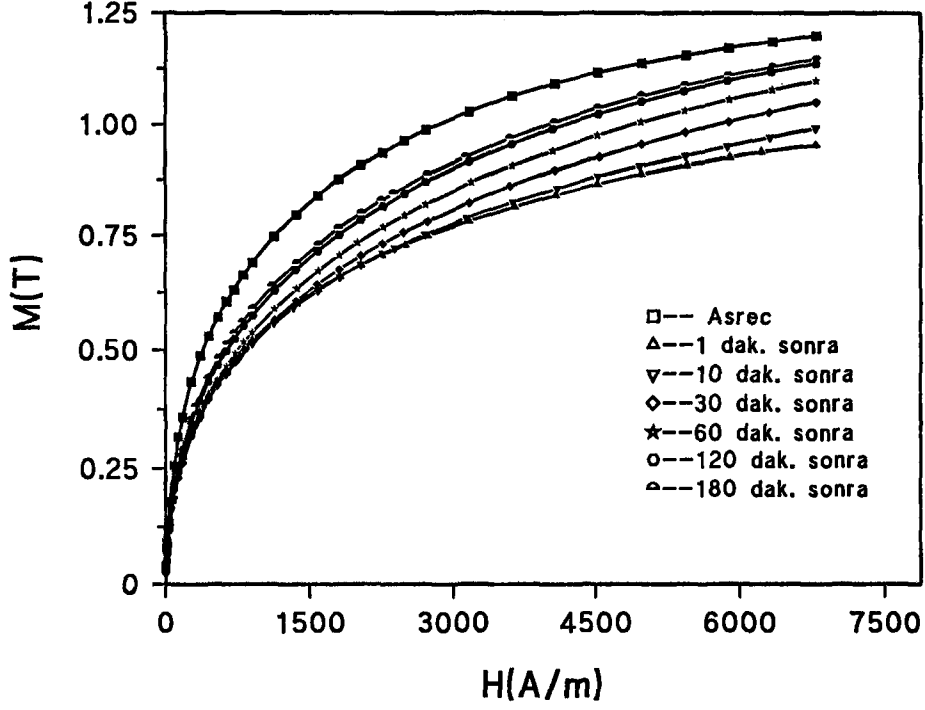
Şekil 5.14. 500 °C 'de ısıl işlem görmüş  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



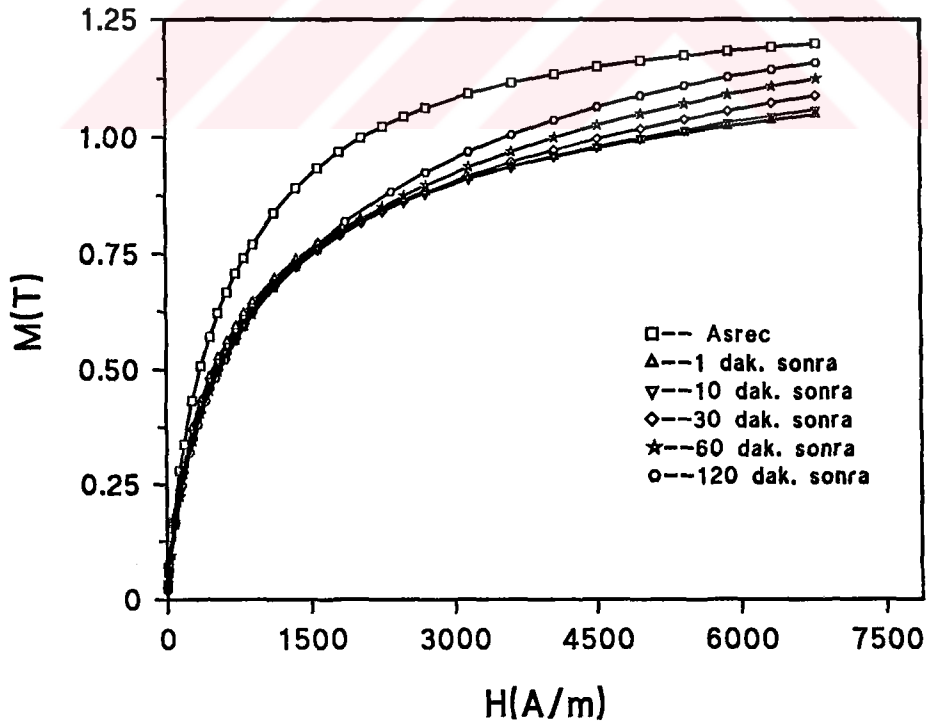
Şekil 5.15. 550 °C 'de ısıl işlem görmüş  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.

$Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  (M=Ag, Mn, Pd, Pt) alařımıyla yapılan hidrojenleme deneyleriyle elde edilen manyetizasyon eđrileri Őekil 5.16, 5.17, 5.18 ve 5.19 'de grlmektedir. Ag, Mn, Pd ve Pt 'li numunelerle yapılan hidrojenleme deneyleri 60mA 'de ve 30 dakika hidrojenlenerek gerekleřtirilmiřtir. Yine Őekillerden de grleceđi zere numunelerin manyetizasyon eđrileri, hidrojenlemeden nce ve hidrojenlendikten 1, 10, 30, 60, 120 ve 180 dakika sonra alınmıřtır.

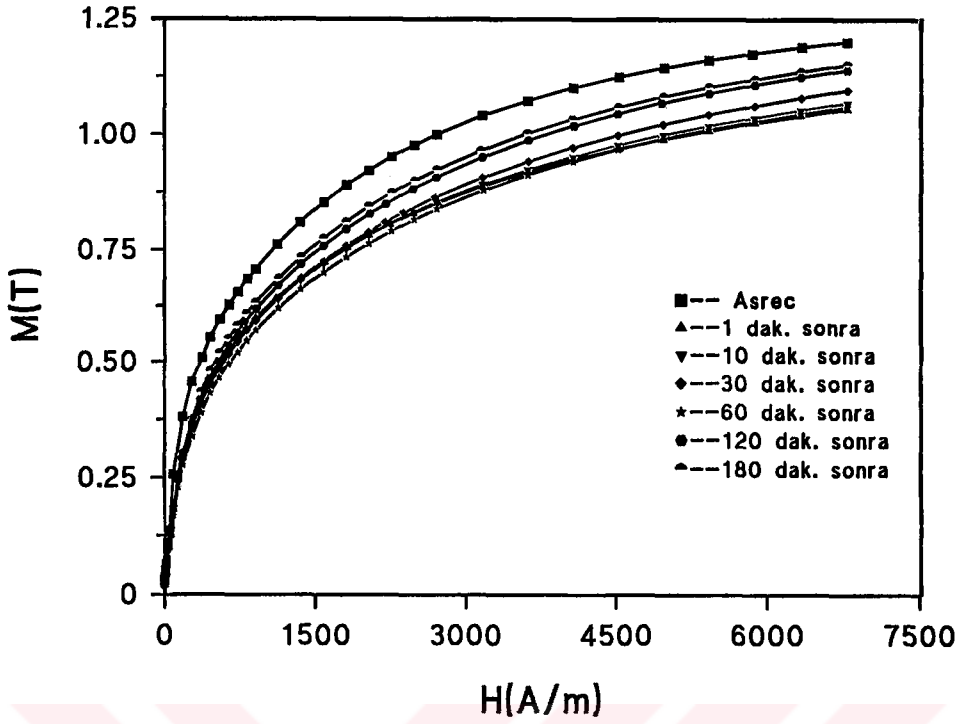
Őekiller, bu drt farklı atomik kompozisyona sahip numunelerin manyetizasyon eđrilerinin hidrojenlemeyle deđiřtiđini gstermektedir. Bu deđiřimin en byđ, Ag ieren numunede grlmektedir. Buna karřın, Pt ieren numunenin manyetizasyon eđrisinde hidrojenlemeyle meydana gelen deđiřim daha azdır. Bu durumu Pt 'nin hidrojen alabilme zelliđiyle aıklayabiliriz. Őyle ki; Pt, hidrojenle bađ yapma zelliđi kuvvetli olan bir elementtir. Bu sebeple amorf yapıya katkılanan hidrojenlerin byk bir ođunluđu Pt ile zayıf bir bađ kurmaya alıřmakta ve Fe atomlarıyla etkileřime giren hidrojen atomlarının sayısında nemli bir azalmaya neden olmaktadır. Bundan dolayı, 1s elektronunu Fe atomlarının 3d bandına aktaran hidrojen atomlarının sayısı azalmakta ve numunenin toplam manyetizasyonundaki deđiřim ok kk dzeylerde kalmaktadır.



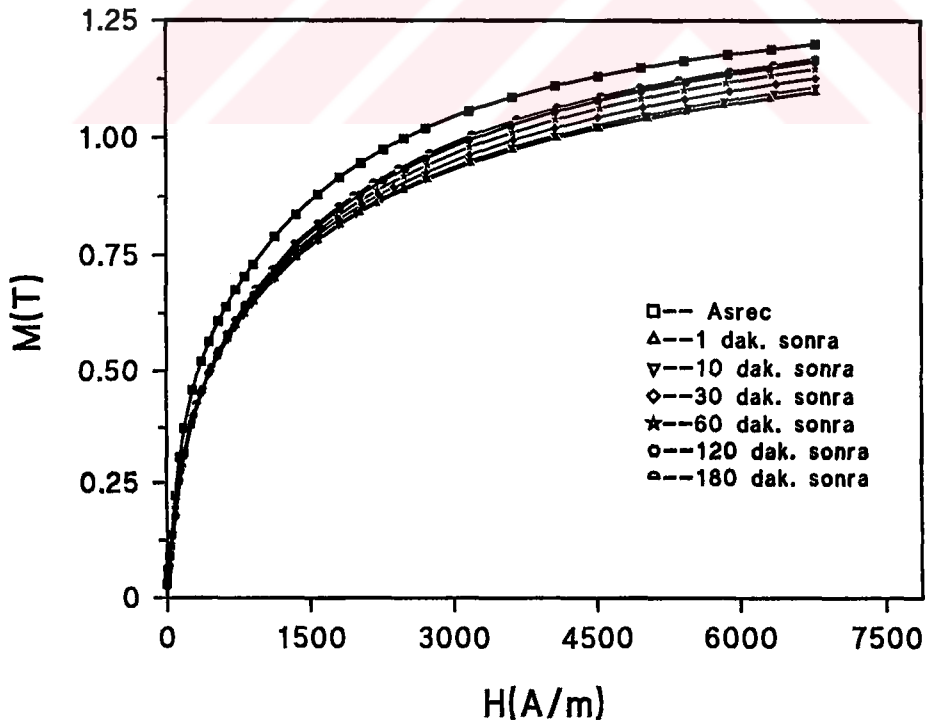
Şekil 5.16. As-receive amorf  $Fe_{73.5}Ag_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



Şekil 5.17. As-receive amorf  $Fe_{73.5}Mn_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



Şekil 5.18. As-receive amorf  $Fe_{73.5}Pd_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.



Şekil 5.19. As-receive amorf  $Fe_{73.5}Pt_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan manyetizasyon eğrileri.

## 5.4. Manyetoelastik Ölçümler

### 5.4.1. Elastik Katsayısı Ölçümleri

Manyetik ölçümlerde olduğu gibi, elastik katsayısı ölçümleri de, az miktarda  $As_2O_3$  içeren 0.5 M  $H_2SO_4$  çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunlukları ve farklı hidrojenleme süreleri kullanılarak, numunelerin hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra olmak üzere iki farklı durumu için yapıldı. Yine, elastik katsayısı ölçümleri, manyetik ölçümlerde olduğu gibi, numuneler hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında hidrojen numuneyi terk ederken alındı.

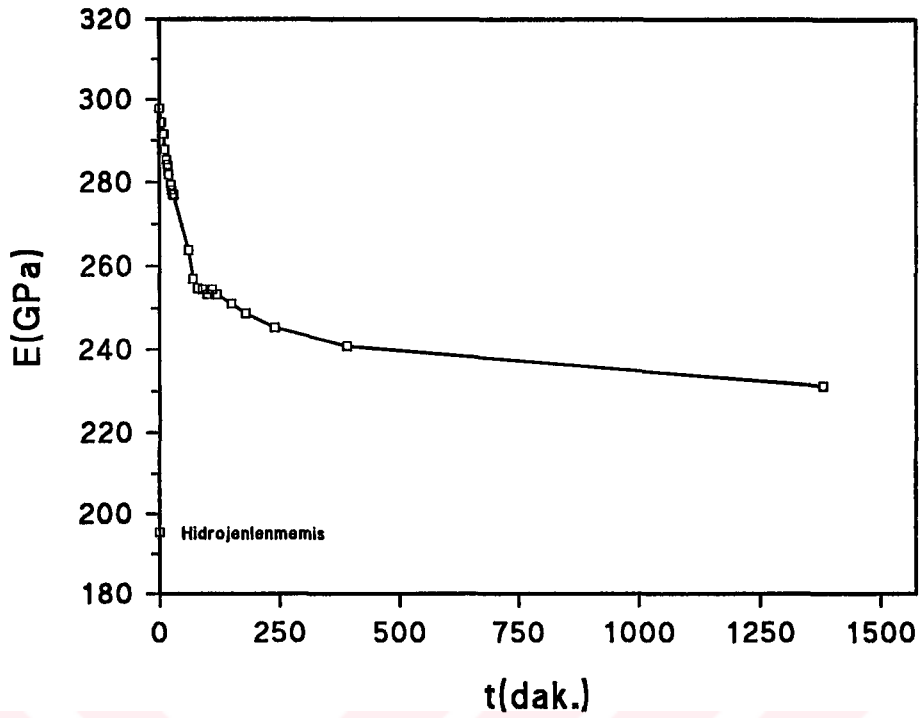
Şekil 5.20 'da as-receive FINEMET numunenin 60mA 'de 30 dakika süreyle hidrojenlendikten sonra, hidrojen kaçıışı sırasında E Young modülünün zamanın fonksiyonu olarak değişimi görülmektedir. Buna göre hidrojenlemeyle birlikte artan E değeri zamanla önce hızlı daha sonra ise yavaş bir şekilde azalmaktadır. Şekildeki E değerleri Bölüm 3 'te anlatılan eşitlik 3.1 kullanılarak elde edilmiştir. Yapılan ölçüm sırasında numunenin serbest uzunluğu (L) yaklaşık olarak 20mm, titreşim modu 2, numune kalınlığı (r) 23  $\mu m$  ve indirgenmiş kütle( $\mu_i$ ) ise 0.0162 g olarak alınmıştır. Hidrojenleme işlemi sırasında Young modülünün (E) artması ve hidrojenlendikten sonra zamanla azalması, Kesim 3 'teki eşitlik 3.1 de verilen,

$$E = \frac{\pi \mu_i L^4}{4 \alpha_n^4 r^4} f^2$$

eşitliğindeki L numune boyutunun hidrojenlemeyle değişmesine bağlanarak açıklanabilir.

Hidrojenleme işlemi sırasında yapıya giren hidrojenler, yapıda "bubless" lar oluşturarak numune boyutlarının bir miktar değişimine sebep olmaktadır. Ayrıca numunedeki hacim genişlemesinden dolayı,  $\rho$  ile verilen yoğunluğun değişmesine de sebep olduğunu düşünülmektedir. Bu yaklaşım Şekil 5.20 ile verilen Young modülünün zamanla değişimi eğrisini açıklayabilmektedir. Bu eğriye göre E, hiçbir zaman hidrojenlemeden önceki değerine ulaşmamaktadır. Bunun sebebi ise, numunede hidrojenlemeyle meydana getirilen daimi lokal hasarlar ve plastik deformasyondur.





Şekil 5.20. As-receive FINEMET numuneninin 60mA 'de 30 dakika süreyle hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan elastik katsayısının (E) zamanla değişimi.

Şekil 5.21 'de as-receive amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  FINEMET alaşımının 50mA 'de 20 dakika süreyle hidrojenlenmesinden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan Young elastik katsayısının tek yönlü manyetik alanla değişimi görülmektedir. Bu şekilden de görüleceği üzere, amorf yapıya katılan hidrojen, yapının manyetoelastik özelliklerini önemli ölçüde değiştirmektedir. Ancak, numunenin manyetoelastik özelliklerinde hidrojenlemeyle meydana getirilen değişikliklerin büyük ölçüde geçici olduğu, hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan eğrilerin zamanla hidrojenlenmemiş numunenin eğrisine yaklaştığı görülmektedir. Bu durum da daha önce de açıklandığı üzere, hidrojenin, numunelerin manyetik ve manyetoelastik özellikleri üzerinde geçici bir takım değişimler meydana getirdiğini göstermektedir.

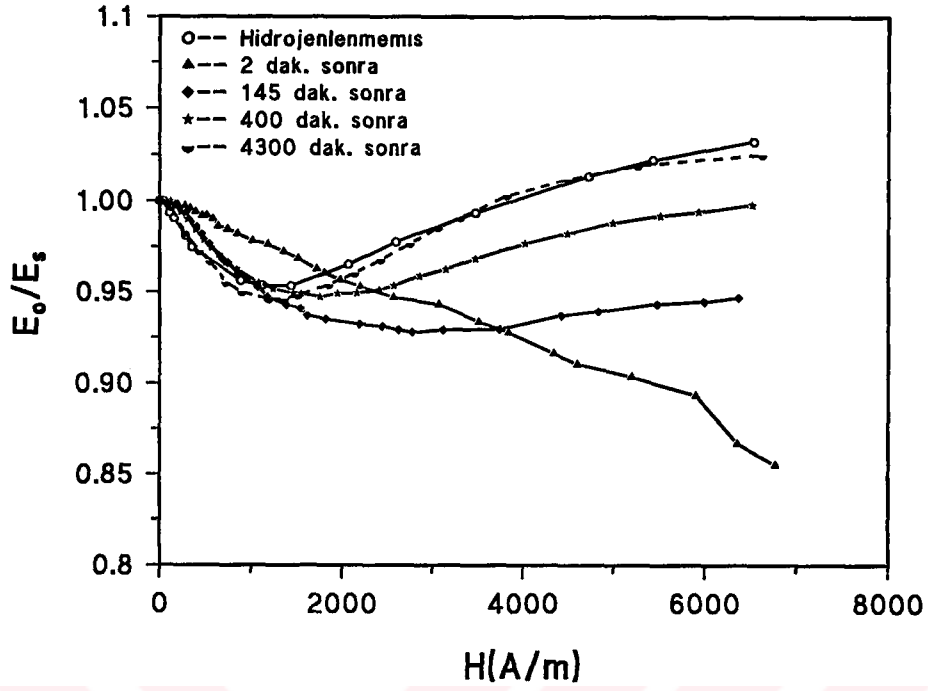
Benzer olarak, Şekil 5.22 ve Şekil 5.23 'de 450 °C 'de ısıtılmış FINEMET numuneninin hidrojenlemeden önce ve 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan  $E/E_s$ -H eğrilerini göstermektedir. Şekil 5.22 'deki değişimi daha açık bir şekilde göstermek amacıyla aynı numunenin genişletilmiş  $E/E_s$ -H eğrisi Şekil 5.23 'de verilmektedir. Bu iki eğriye bakıldığında, eğrilerin w şekline veya

benzer bir şekle sahip olduğu görülmektedir. Şekil 4.9 'daki modeli göz önüne alırsak ve 450 °C 'de ısıtılma işlemi görmüş numunenin hala amorf fazda olduğundan Şekil 5.22 ve Şekil 5.23 'deki eğrilerden numunelerin manyetik momentlerinin ortalama olarak numune boyu doğrultusunda, uygulanan manyetik alanla yaklaşık olarak 60-70 ° lik açı yaptıkları sonucuna varabiliriz.

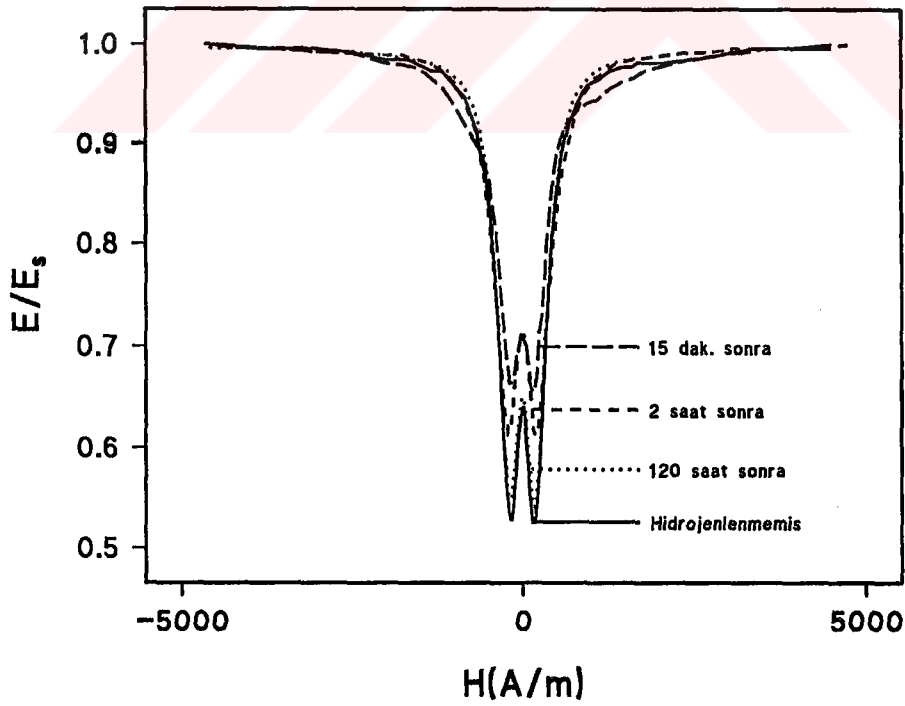
Şekillerden, hidrojenlemenin numuneler üzerinde meydana gelen değişim açıkça görülmektedir. Hidrojenlendikten 120 saat sonra alınan  $E/E_s$ -H eğrisinin, hidrojenlenmemiş numunenin  $E/E_s$ -H eğrisine çok yaklaştığı görülmektedir.  $E/E_s$ -H eğrilerinin büyüklüğü  $E_{min}/E_s$  ile belirlenmektedir. Buna göre Şekil 5.22 'de hidrojenlenmemiş numunenin  $E_{min}$  değeri yaklaşık olarak 0.53 olduğu görülmektedir. Ancak bu değer, Şekil 5.22 'deki hidrojenlendikten 15 dakika sonra alınan  $E/E_s$ -H eğrisinden 0.66 'ya yükseldiği ve geçen zamanla birlikte tekrar eski değerine yaklaştığı görülmektedir. Bu durum Şekil 5.23 'deki genişletilmiş eğriden ve Şekil 5.24 'teki  $E_{min}$  değerlerinin zamanla değişimini gösteren eğriden de açıkça görülmektedir. Buna göre hidrojenlenmemiş numunenin  $E_{min}/E_s$  değeri hidrojenlemeyle birlikte artmakta ve daha sonra zamanın fonksiyonu olarak azalmaktadır. Bunu Bölüm 4 'te verilen Livingston ve Squire modeliyle açıklanabilir. Şöyle ki; eşitlik 4.15 'de verilen modele göre,  $\Delta E/E = (E_s - E_{min})/E_{min} \propto 1/K$  şeklindedir.

Hidrojenlemeyle birlikte amorf yapıya katkılanan hidrojen atomları, yapıdaki çatlak ve boşluklara yerleşerek numunenin stres dağılımını değiştirmekte ve yeni stres bölgeleri oluşturmaktadır. Bu ise, eşitlik 1.16 'da verilen numunenin manyetoelastik anizotropinin artmasına, bir başka deyişle de numunenin toplam anizotropi değerinin (K) artmasına sebep olmaktadır. Dolayısıyla yukarıda verilen bilgiler ışığında, hidrojenlemeyle artan K anizotropi değeri,  $E_{min}$  değerinin önce artıp ardından hidrojen konsantrasyonundaki azalmaya paralel olarak azalmasını ve dolayısıyla  $E/E_s$ -H eğrilerindeki değişimleri açıklayabilmektedir. Tüm bu sonuçlar Kesim 5.3 'te bulunan manyetik ölçüm sonuçlarıyla ve Kesim 2.3.1 'de literatür olarak verilen farklı çalışmalarla yapılmış deney sonuçlarıyla uyum içerisindedir.

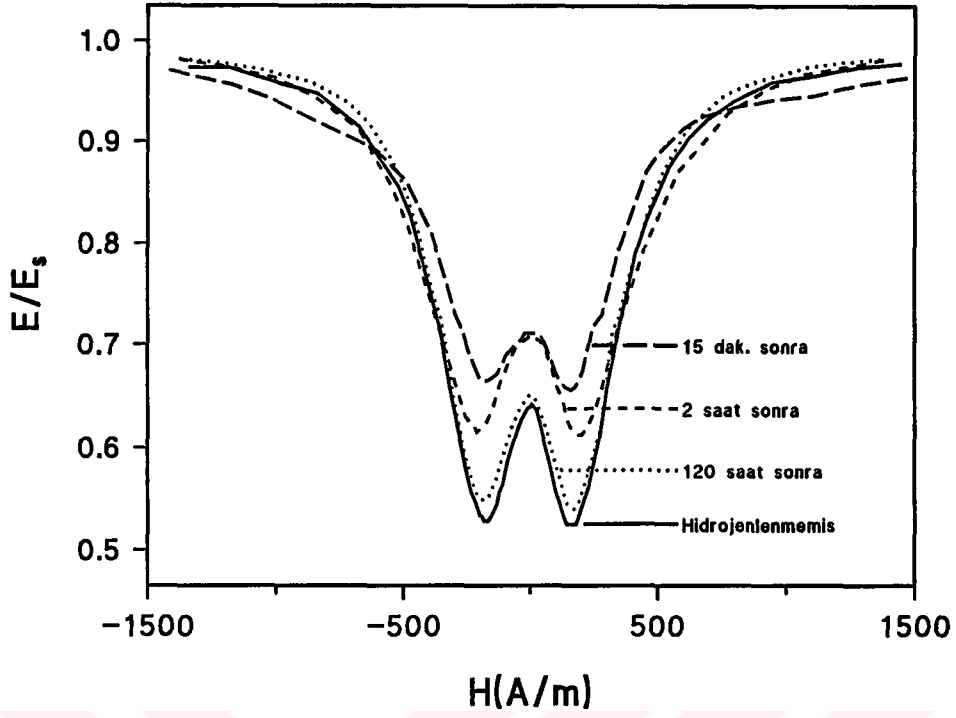
Sonuç olarak, gerek amorf as-receive gerekse ısıtılma işlemi görmüş ferromanyetik malzemelere katkılanan hidrojen, onların manyetik, manyetoelastik ve yapısal özellikleri üzerinde dikkate değer değişiklikler sebep olmaktadır.



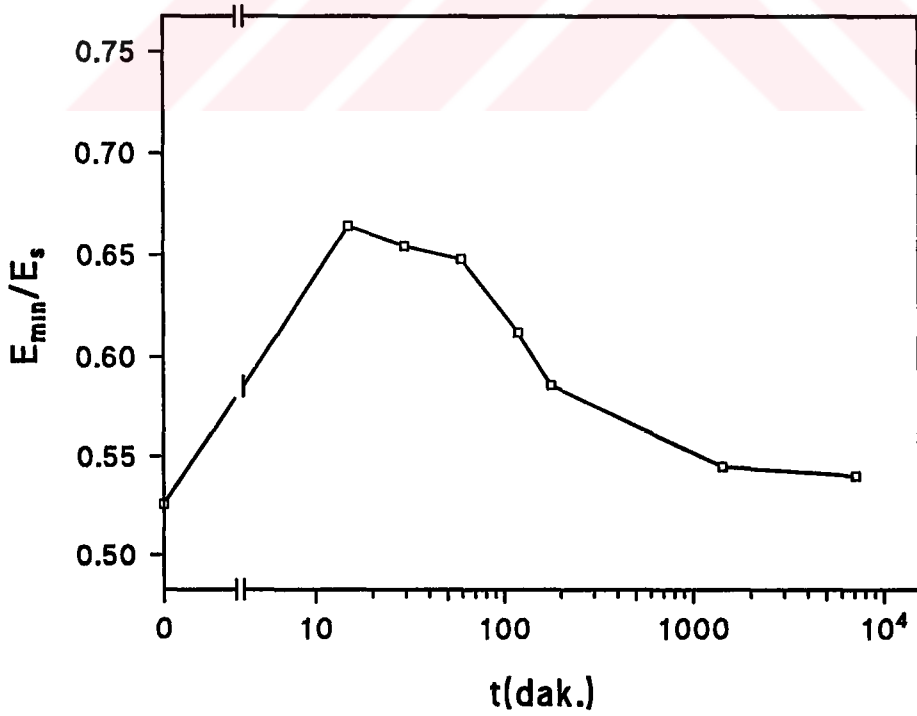
Şekil 5.21. As-receive amorf  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 50 mA 'de 20 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında tek bir alan yönünde alınan  $E/E_s$ -H eğrileri.



Şekil 5.22. 450 °C 'de ısıl işlem uygulanmış  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan  $E/E_s$ -H eğrileri.



Şekil 5.23. 450 °C 'de ısıtım işlemi uygulanmış  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  alaşımının 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlemeden önce ve hidrojenlendikten sonra farklı zaman aralıklarında alınan genişletilmiş  $E/E_s$ -H eğrileri.



Şekil 5.24. 450 °C 'de ısıtım işlemi tabii tutulmuş numunenin 60 mA 'de 30 dakika hidrojenlendikten sonra  $E_{min}$  değerlerinin zamanla değişimi.

## 6. SONUÇLARIN YORUMLANMASI VE ÖNERİLER

$Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  (FINEMET) alaşımıyla yapılan ısıl işlem çalışmalarının sonucunda, DTA ve X-ışınları kırınım ölçümleri numunelerin belirgin bir şekilde değiştiğini göstermektedir. Yapılan DTA ve X-ışınları kırınım ölçümleri sonucunda  $\alpha$ -Fe(Si) ve  $Fe_2B$  fazını gösteren iki pik belirlenmiştir. Yapılan bu çalışmalarla numunelerin, istediğimiz soft manyetik özellikler gösterebilecekleri sıcaklık aralıkları belirlenmiştir. Buna göre, soft manyetik özellikler açısından  $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşmasını sağlayan 475-575 °C arası bir sıcaklık aralığı numunelerin ısıl işlem sıcaklığı olarak seçilmiştir. Ayrıca, Fe-Cu-Nb-Si-B amorf yapısında ısıl işlem yoluyla  $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşturulması, yapıdaki Cu atomlarıyla ilişkili olduğu belirlenmiş ve Cu içeren numunenin  $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşum sürecine önemli katkıda bulunduğu belirlenmiştir. Yukarıda verilen bilgiler ışığında yapılan DTA ve X-ışınları kırınım ölçümleri ile, bu durumu destekleyici sonuçlar elde edilmiştir.

Isıl işleme tabi tutulan numunelerle yapılan manyetik ölçüm çalışmalarında, ısıl işlem sıcaklığının, manyetik özellikler üzerinde belirleyici bir faktör olduğu tespit edilmiştir. Buna göre 0-475 °C arası bir ısıl işlem, numunelerin doyum manyetizasyonu üzerinde dikkate alınabilir bir değişiklik yaratmamakta, 475-575 °C arası ısıl işleme tabi tutulan numunelerin  $M_s$  değerlerinde dikkate değer azalmalar gözlenmiştir. Bu durum, DTA ve X-ışınları sonuçlarından da görüleceği üzere, amorf yapıda  $\alpha$ -Fe(Si) oluşumuyla açıklanmıştır. Şöyle ki,  $\alpha$ -Fe(Si) fazının  $M_s$  değeri, amorf alaşımın  $M_s$  değerinden küçük olduğundan, numunenin doyum manyetizasyonunda azalma gözlenmiştir.

Isıl işlem uygulanmış numunelerle yapılan gerek manyetizasyon ölçümleri gerekse magnetostriction ve coercivity ölçümleri, 0-475°C, 475-575°C ve 575°C - üzeri sıcaklıklar olmak üzere üç farklı sıcaklık aralığında incelenmiştir. Tüm bu çalışmalar sonucunda, numunelerin manyetik özellikler bakımından soft davranışlar gösterdikleri sıcaklık aralığı, 475-575°C bölgesi olarak belirlenmiştir. Bu sıcaklık aralığında numunelerin coercivity ve magnetostriction değerlerinde azalmalar tespit edilmiştir. Coercivity 'deki azalış numunenin soft manyetik özellikleri bakımından istenilen duruma geldiğini yani yukarıda da açıklandığı üzere,  $\alpha$ -Fe(Si) fazının oluşumunun sağlandığını göstermiştir. Ayrıca, magnetostriction 'daki azalışın da oluşan  $\alpha$ -Fe(Si) fazıyla ilintili olduğu belirlenmiştir. Oluşan  $\alpha$ -Fe(Si) fazının magnetostriction değerinin

negatif bir değere sahip olması, numunenin magnetostriction değerinin azalmasına sebep olmuştur. Dolayısıyla, amorf yapıda  $\alpha$ -Fe(Si) fazının hacimsel kesrinin artması, numunenin magnetostriction değerinin azalmasıyla sonuçlanmaktadır.

$Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  (FINEMET) alaşımıyla yapılan hidrojenleme deneyleri sonucunda, yapıya giren hidrojen atomlarının konsantrasyonunun, uygulanan akım yoğunluğu ve hidrojenleme süresiyle yakından ilişkili olduğu belirlenmiştir. Uzun hidrojenleme süresi ve yüksek akım yoğunlukları seçilerek yapılan hidrojenleme deneyleri ile, amorf yapıya katılan hidrojenlerin “bubbles” lar oluşturarak yapıda mevcut durumda bulunan iç stres dağılımını değiştirdiği tespit edilmiştir. Öyle ki, bu şartlar altında yaptığımız deneyler sonucunda numuneler, elle tutulamayacak kadar kırılgan hale gelmiştir. Bu da göstermektedir ki, yapıya katılan hidrojenler negatif basınç oluşturarak numunelerin deformasyonuna ve yeni stres merkezlerinin oluşmasına neden olmaktadır.

Numunelerin hidrojenlemeden önce ve farklı akım yoğunlukları ve farklı hidrojenleme süreleri kullanılarak hidrojenlendikten sonra manyetizasyon eğrileri elde edilmiş, bu eğrilerden de, hidrojenleme süresinin ve uygulanan akım yoğunluğunun numunelerin manyetik özellikleri üzerinde büyük bir etkiye sahip olduğu belirlenmiştir. Yapılan manyetik ölçümlerin tamamında hidrojenlemeyle manyetik özelliklerin geçici olarak değiştiği bulunmuştur. Bu durumda bize, amorf yapıya hidrojen katılma işleminin gerçekleştiğini ve yapıdaki hidrojen konsantrasyonuna bağlı olarak numunelerin manyetik özelliklerinin değiştiğini göstermiştir. Öyle ki, hidrojenlenmemiş numunelerin  $M_s$  değerleri 1.5T 'dan hidrojenlendikten hemen sonra 1-1.3T civarına kadar düştüğü elde edilen manyetizasyon eğrileriyle belirlenmiştir. Ancak, manyetik özelliklerdeki bu değişimlerin geçici olduğu, elde edilen eğrilerin zamanla tekrar hidrojenlenmemiş eğriye doğru yaklaştığı görülmüştür.

Numunelerin birim hacimlerdeki manyetik moment büyüklüklerinde gözlenen azalma, amorf yapıya giren hidrojen atomlarının elektronlarını geçiş metal atomlarına aktarması modeliyle açıklanmıştır. Buna göre, yapıya katılan hidrojenler elektronlarını geçiş metal atomlarının 3d bandına aktararak d bandının bir kısmını doldurmakta ve birim hacimdeki manyetik moment büyüklüğünün azalmasına neden olmaktadır. Ayrıca yapıya giren hidrojenlerin oluşturdukları yeni iç stresler veya yeni stres merkezleri, manyetoelastik anizotropi değerinin artmasına neden olduğu ve dolayısıyla da hidrojenlenmiş numunenin çok daha yüksek manyetik alan değerlerinde doyuma ulaştığı sonucuna varılmıştır. Yukarıda da açıklandığı üzere bu davranışlar, hidrojen

numuneden ayrıldıktan sonra büyük ölçüde ortadan kaybolmakta ve manyetizasyon eğrileri tersine çevrilebilir bir davranış sergilemektedir. Bu da, amorf yapıya katılan hidrojenlerin çok kararsız bir durumda olduklarını göstermektedir. Hidrojenlerin numuneyi terk etmeleri ilk birkaç saat hızlı olurken daha sonraki saatlerde yavaş bir seyir göstermektedir.

450°C, 500°C ve 550°C 'de argon atmosferinde ısıl işlem uygulanmış numunelerle yapılan hidrojenleme deneyleri ve manyetizasyon eğrilerinin belirlenmesi yukarıda anlatılanlardan farklı sonuçlara ulaşmamıza sebep olmuştur. Bu sıcaklıklarda işlemden geçen numunelere hidrojen katılanmasının zorlaştığı M-H eğrileriyle tespit edilmiştir. 450°C 'de ısıl işlem gören numune için bu durum, iç streslerin azaltılması ve ısıl işlemin amorf yapının yüzey özelliklerini bir miktar iyileştirmesiyle açıklanmıştır. 500 ve 550°C ve 550°C 'de ısıl işlem gören numunelerde amorf fazın yanı sıra nanokristal fazlarda oluşmaktadır. Bu gerçek göz önüne alınarak, yapının yüzey özelliklerinde hidrojen difüzyonunu kolaylaştıracak yeniden yapılanmaların oluşması söz konusudur ve numunelere hidrojenlerin difüz etmeleri daha kolay hale gelmiştir. Ancak, amorf + nanokristal yapıdaki Fe atomlarının bir kısmı Si ile kuvvetli bağlar oluşturduğundan, hidrojenlerin bu bağları kırmaları zorlaşmakta ve elektronlarını metalin 3d bandına aktarmaları zorlaşmaktadır. Dolayısıyla, 500 ve 550°C 'de ısıl işlem uygulanmış numunelerin  $M_s$  değerlerinde önemli değişim gözlenmemiştir. Ayrıca, ısıl işlem gören numunelerin magnetostriction değeri küçük olduğundan manyetoelastik anizotropideki değişim sıfıra yakındır. Bu sebeple de eğrilerin şeklinde büyük bir değişim gözlenmemiştir.

FINEMET tipi numunede Cu yerine Ag, Mn, Pd ve Pt katılanmasının hidrojenleme işlemi ve manyetik özellikler üzerindeki etkisi de incelenmiş ve Ag içeren numunenin manyetizasyon eğrisinde büyük bir değişim gözlenmiştir. Ancak, Pt içeren numunedeki değişimin diğerlerine göre daha az olduğu görülmüştür. Bu durum, Pt 'nin bağ yapma özelliğinin kuvvetli olmasıyla açıklanabilir. Dolayısıyla, yapıya giren hidrojen hidrojenler Pt ile zayıf bir bağ yapmakta ve Fe atomlarıyla etkileşime giren hidrojen atomlarının sayısında önemli bir azalmaya sebep olmaktadır. Sonuçta numunenin toplam manyetizasyonundaki değişim çok küçük düzeyde kalmaktadır.

Hidrojenlenmiş numunelerin Young elastik katsayısının manyetik alanla değişimi çalışmalarında elde edilen eğrilerden de, manyetik ölçüm çalışmalarında olduğu gibi, belirgin değişimler gözlenmiştir. Hidrojenlemeyle birlikte artan Young elastik

katsayısının, hidrojen konsantrasyonuna baęlı olarak zamanla azaldığı belirlenmiştir. As-receive ve 450°C 'de ısıt işlem görmüş numunenin E/E<sub>g</sub>-H eğrilerinden de hidrojen konsantrasyonuna baęlı olarak bir deęişim gözlenmiş ve bu durum hidrojenlemeyle yapının manyetoelastik anizotropisinin artmasıyla açıklanmıştır.

Sonuç olarak amorf ferromanyetik malzemelere katılanan hidrojen onların manyetik, manyetoelastik ve yapısal özellikleri üzerinde dikkate deęer deęişiklikler yapmaktadır. Özellikle de, onların soft manyetik özellikleri üzerinde olumsuz etkilerde bulunmakta ve soft özellikler daha hard hale gelmektedir. Fakat bu etki hidrojen numuneden ayrıldıktan sonra ortadan kalkmaktadır. Bu geri dönülebilir etkinin yanı sıra numunede geri dönülemez etkilerde gözlenmektedir. Hidrojen konsantrasyonuna baęlı olarak numunede kümeleşen hidrojenler, plastik deformasyon ve daimi lokal hasarlar oluşturmaktadır.

Amorf yapının doğası gereęi ve üretim işlemlerinden kaynaklanan yapısal bozukluklar (örneğin yerleşilmemiş örgü noktaları, yarıklar ve çatlaklar), hidrojen gibi küçük atomik boyutlara sahip atomların yerleşimi için uygun bölgeleri oluşturmaktadır. Bundan dolayı, hidrojen amorf yapının anlaşılması için uygun bir araştırma konusunu oluşturmaktadır. Fakat ısıt işlemlerle, örneğin 450°C numunenin ısıt işleme tabi tutulmasıyla bu tür yapısal bozukluklar en alt düzeye indirilebilir. Ayrıca teknolojik olarak hidrojenli ortamlarda kullanılan amorf alaşımların üzerinde hidrojenin yarattığı olumsuz korozyon etkilerinden dolayı da bu tür çalışmalar büyük önem taşımaktadır.

Amorf alaşımların hidrojenlenmesi çalışmalarında, yapıya hidrojen difüzyonu ve optik mikroskop gözlemleri ile ilgili araştırmalar bu tezin kapsamı dışında bırakılmıştır. Numunelerin difüzyon özellikleri ve hidrojenin yapıya ne şekilde difüz ettiğinin anlaşılması, yapıya katılanan hidrojenlerin yapıdaki davranış mekanizması açısından önem taşımaktadır. Ayrıca, optik mikroskoplarıyla numunenin yüzeyinde hidrojen tarafından yaratılan deformasyon ve yapısal bozukluklar daha açık bir şekilde belirlenebilmektedir. Bununla beraber, tamamen bilgisayar kontrollü bir sistemle, manyetik ölçümlerin tam bir eğrisi elde edilerek hidrojenlemeyle anizotropideki deęişimler de belirlenebilmektedir. Bunun sonucunda manyetik özellikler açısından hidrojenin numunede meydana getirdiği olumsuz etkiler daha iyi anlaşılabilir. Yukarıda sözü edilen tüm bu çalışmalar, ileri araştırmalar için yapılması düşünülen çalışmaları oluşturmaktadır.



## 7. KAYNAKLAR

- [1] FE. Luborsky, *Amorphous Metallic Alloys*, Butterworths, London 1983.
- [2] T. Egami, **Journal of American Ceramic Society**, 60 (1977) 128.
- [3] D.S. dos Santos, R.S. de Biasi, P.E.V. de Miranda, **Material Science Forum**, 269 (1998) 819.
- [4] M.R.J. Gibbs, *Deformation and relaxation in ferromagnetic amorphous alloys*. PhD Thesis, University of Cambridge (1981).
- [5] Andrew P. Thomas, *Magnetostriction in transition metal-metalloid metallic glasses*, PhD Thesis, University of Bath (1991).
- [6] S. Atalay, *Magnetoelastik properties of Iron-based amorphous wires*, PhD Thesis, University of Bath (1992).
- [7] G. Herzer, **Physica Scripta**, 49 (1993) 307.
- [8] L.V. Spivak, N.Ye. Skryabina, **International Journal of Hydrogen Energy**, 24 (1999) 795.
- [9] Z.S. Wronski, A.H. Morrish, **IEEE Transaction on Magnetics**, 1 (1983) 1895.
- [10] Kai-Yuan Ho, W.Z. Chen, R.L. Gui, **IEEE Transaction on Magnetics**, 26 (1990) 1424.
- [11] E.M. Alcalá, E. Lopez, C. Aroca, M. C. Sanchez, P. Sanchez, **Journal of Mag. And Mag. Materials**, 196 (1999) 272.
- [12] J.M.D. Coey, D. Ryan, **J. Apply. Phys.**, 53 (1982) 7804.
- [13] J.M.D. Coey, D. Ryan, Y. Boliang, **J. Apply. Phys.**, 55 (1984) 1800
- [14] A. Mitra, A.K. Bhattamishra, I. Chatteraj, **J. Apply. Phys.**, 75 (1993) 2443.
- [15] B.S. Berry, W.C. Pritchett, **Physical Review B**, 24 (1982) 2299.
- [16] S. Palit, F. Chatteroj, V. Rao, S.K. Ghatak, A. Mitra, **Journal of Mag. And Mag. Materials**, 166 (1997) 186.
- [17] B.D. Cullity, *Introduction to Magnetic Materials*, (Addison-Wesley, Reading MA., USA) 1972.
- [18] P.D. Hudson, *Magnetic properties control in ferromagnetic amorphous alloys*, PhD Thesis, University of Cambridge, (1986).
- [19] M. Vanquez, J. Gonzalez, A. Hernando, **Journal of Mag. And Mag. Materials**, 53 (1986) 323.
- [20] A. Hernando, M. Vazquez, J.M. Barandiaran, **J. Phys. E: Sci. Instrum.**, 21 (1988) 1129.

- [21] D.S. dos Santos, R.S. de Biasi, P.E.V. de Miranda, **Journal of Non Crystalline Solids**, 210 (1997) 136.
- [22] T. Masumoto, I. Ohnaka, M. Hagiwara, **Scripta Metall**, 15 (1981) 293.
- [23] T.R. Anantharaman, *Metallic glasses production, properties and applications*, Trans Tech Publications, Switzerland-Germany-UK-USA, (1984)
- [24] Y. Yoshizava, S. Oguma, K. Yamauchi, **J. Apply. Phys.**, 64 (1988) 6044.
- [25] G. Herzer, **IEEE Transaction on Magnetism**, 26 (1990) No.5.
- [26] G. Herzer, **IEEE Transaction on Magnetism**, 25 (1989) 3327.
- [27] Y. Yoshizava, K. Yamauchi, **IEEE Transaction on Magnetism**, 25 (1989) 3324.
- [28] J. Bigot, *Amorphous Metal* (Ed. H. Matio, P.G. Zielinski), World Scientific, Singapore, (1985).
- [29] C. Suryanarayana, **International Materials Reviews**, 40 (1995) 41.
- [30] G. Del Muro, X. Batlle, R. Zquiak, J. Tejada, **IEEE Transaction on Magnetism**, 30 (1994) 502.
- [31] M. Müller, N. Matter, L. Illgen, **Journal of Mag. And Mag. Materials**, 112 (1992) 263.
- [32] J. Zbroszczyk, W. Ciurzynska, **J. Phys.: Condens. Matter.**, 9 (1997) 4303.
- [33] A. Makino, A. Inoue, T. Masumoto, **Nanostructured Material**, 12 (1999) 825.
- [34] A. Robertson, U. Erb, G. Palumbo, **Nanostructured Material**, 12 (1999) 1035.
- [35] Y. Natoh, T. Bitoh, T. Hatanai, A. Makino, A. Inoue, **J. Apply. Phys.**, 83 (1998) 6332.
- [36] Y. Z. Zhang, **Journal of Material Science and Technology**, 14 (1998) 538.
- [37] A. Makino, A. Inoue, T. Masumoto, **Materials Transactions**, 12 (1999) 825.
- [38] N. Ye. Skryabina, N.V. Pirenova, A.S. Petrov, **International Journal of Hydrogen Energy**, 24 (1999) 801.
- [39] H. Fujimori, K. Nakanishi, H. Hiroyoshi, N. S. Kazama, **J. Apply. Phys.**, 52 (1982) 7792.
- [40] B.S. Berry, **J. Apply. Phys.**, 52 (1981) 1865.
- [41] Y. Bolian, D.H. Ryan, J.M.D. Coey, Z. Atounian, J.O. Strom-Olsen, F. Razavi, **J. Phys. F**, 13 (1983) L217.
- [42] K.H.J. Bushchow, **Materials Science Reports**, 1 (1986) 46.
- [43] D. Bagayoka, J. Callaway, **Physical Review-B**, 28 (1983) 5419.
- [44] E.M. Alkala, E. Lopez, C. Aroca, M.C. Sanchez, **J. Apply. Phys.**, 2 (1997) 81.
- [45] R. Kirchheim, **Acta Metall**, 30 (1982) 1056

- [46] R. Kircheim, F. Sommer, G. Schluckebier, *Acta Metall*, 30 (1982) 1056
- [47] M. Grden, A. Czerwinski, T. Golimowski, E. Bulska, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 460 (1999) 30.
- [48] B.S. Berry, W.C. Pritchett, *IBM J. Res. Develop.*, 19 (1975) 334.
- [49] B.S. Berry, W.C. Pritchett, *J. Apply. Phys.*, 47 (1976) 3295.
- [50] A.S. Novick, B.S. Berry, *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*. Academic Press, New York, 1972.
- [51] J.D. Livingston, *Phys. Stat. Sol. A.*, 70 (1982) 591.
- [52] P.T. Squire, *Journal of Mag. And Mag. Materials*, 87 (1990) 299.
- [53] F.E. Luborsky, *Magnetic anneal anisotropy in amorphous alloys*, Butterworths, London, 1983.

**TC. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU  
DOKÜMANTASYON MERKEZİ**

## ÖZGEÇMİŞ

18.11.1975 tarihinde Adana 'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Adana 'da tamamladı. 1998 yılında İnönü Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünden mezun oldu. 1999 yılında İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında yüksek lisansa başladı. Halen İnönü Üniversitesi Fen - Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak görev yapmakta.

