ZONGULDAK BÜLENT ECEVİT ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

AI KATKILI Nd-Fe-B ALAŞIMININ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ YÜKSEK LİSANS TEZİ CAN BAHADIR

KASIM 2018

ZONGULDAK BÜLENT ECEVİT ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

AI KATKILI Nd-Fe-B ALAŞIMININ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ YÜKSEK LİSANS TEZİ CAN BAHADIR

DANIŞMAN : Dr. Öğr. Üyesi Gülten SADULLAHOĞLU

İKİNCİ DANIŞMAN : Prof. Dr. S. Can KURNAZ

ZONGULDAK Kasım 2018

KABUL:

Can BAHADIR tarafından hazırlanan "Al Katkılı Nd-Fe-B Alaşımının Üretimi Ve Karakterizasyonu" başlıklı bu çalışma jürimiz tarafından değerlendirilerek Bülent Ecevit Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans/Dektora Tezi olarak oybirliğiyle/oyçokluğuyla kabul edilmiştir. 12/11/2018

Dr. Öğr. Üyesi Gülten SADULLAHOĞLU Danışman:

> Bülent Ecevit Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

İkinci Danışman: Prof. Dr. S.Can KURNAZ Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

Üye: Doç. Dr. Barış AVAR Bülent Ecevit Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

Üye: Dr. Öğr. Üyesi Nazım KUNDURACI Bülent Ecevit Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

Üye: Doç. Dr. A.Cahit KARAOĞLANLI Bartın Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

ONAY:

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylarım.

..../..../20....

Doç. Dr. Ahmet ÖZARSLAN Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

"Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim."

Can BAHADIR

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Al KATKILI Nd-Fe-B ALAŞIMININ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Can BAHADIR

Zonguldak Bülent Ecevit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Gülten SADULLAHOĞLU İkinci Danışman: Prof. Dr. S.Can KURNAZ Kasım 2018, 121 sayfa

Yapılan bu çalışmada; vakum ark ergitme yöntemiyle üretilen katkısız $Nd_{14}Fe_{81}B_5$ ve Al katkılı $Nd_{14-x}Fe_{81}Al_xB_5$ (x=1, 2, 3, 4, 5) kompozisyonlarına sahip Nd-Fe-B esaslı alaşımlar farklı ısıl işlem sıcaklıkları altında malzemenin manyetik özelliklerine, mikroyapısına ve korozyon direncine etkisi incelenmiştir. Sistematik bir çalışma yapılarak, Nd-Fe-B esaslı alaşımları üzerinde hem katkı miktarının etkisi hem de sıcaklık etkisinin detaylı bir şekilde incelenmesi amaçlanmıştır.

Numunelerin XRD faz analizinde genel olarak yer alan fazlar Nd₂Fe₁₄B ve demir fazlarıdır. Katkısız numunelerde ve 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunelerinde ise bu iki fazın yanı sıra Nd₂Fe₁₇ fazı bulunmaktadır. Diğer numunelerden farklı olarak 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinde faz dönüşümü meydana gelmiştir. Bu numunede Nd₂Fe₁₄B fazı, Nd₂Fe₁₅Al₂ fazına dönüşmüştür.

ÖZET (devam ediyor)

Numunelerin manyetik özellikleri, titreşimli örnek manyetometre (VSM) cihazı ile elde edilmiştir. Numunelerin manyetik özellikleri, bileşimlerin kompozisyonuna ve yapılan ısıl işlemlere göre değişkenlik göstermektedir. Numunelere ısıl işlem uygulanmasıyla birlikte özellikle zorlayıcı alan (H_c) değerleri ile birlikte manyetik özelliklerde (zorlayıcı alan (H_c), kalıcı mıknatıslanma (B_r) ve en yüksek manyetizasyon değerinde (B)) artış görülmektedir. Ayrıca uygulanan farklı ısıl işlem sıcaklık değerlerinde, Al katkısının manyetik özelliklere etkisi değişkenlik göstermektedir. Isıl işlem uygulanmamış numunelerde Al katkısıyla numunelerin en yüksek B değerleri genel olarak orantılı bir şekilde artış eğilimindedir. 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerde Al katkısı arttıkça en yüksek B ve B_r artarken, 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerde ise katkı miktarıyla birlikte en yüksek B değerlerinin giderek azaldığı görülmektedir. Sadece 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinin en yüksek B değeri düşme eğilimi göstermektedir. Numunelerin Curie sıcaklıklarının, Al katkı miktarının artmasından itibaren düştüğü görülmektedir.

Numunelerin mikroyapı görüntüleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı ile EDS analizleri ise SEM cihazının geri saçılımlı elektron (BSE) modunda elde edilmiştir. Numunelerin mikroyapı görüntülerinde, ısıl işlem uygulanmasıyla koyu renkle görünen uzun Fe tanelerinin yerine yer yer dairesel yer yer de daha kısa tanelerin oluştuğu gözlenmiştir. Al katkısıyla birlikte uzunlamasına Fe yönünden zengin tanelerin oluştuğu, katkı miktarının artması sonucunda ise uzunlamasına tanelerin boyutunun daha da arttığı gözlenmiştir.

Numunelerin korozyon dirençlerinin incelenmesi, 120 °C'de hava atmosferinde 25 güne kadar numunelerin kütle kaybı ölçümü yapılarak gerçekleştirilmiştir. Kütle kaybı sadece 10 ve 15. günlerde 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış katkısız Nd₁₄Fe₈₁B₅ alaşımında meydana gelmiştir. Bu malzemede yaşanan kütle kaybının sebebi ise malzemenin gevrek oluşundan ötürü kırılmasından kaynaklanmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Nd-Fe-B Esaslı Kalıcı Mıknatıslar, Manyetik Özellikler, Ark Ergitme Yöntemi, Korozyon Direnci

Bilim Kodu: 604.02.00

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF AI ADDITIVE Nd-Fe-B ALLOY

Can BAHADIR

Zonguldak Bülent Ecevit University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Metallurgical and Materials Engineering

Thesis Advisor: Assist. Prof. Dr. Gülten SADULLAHOĞLU Co-Advisor: Prof. Dr. S.Can KURNAZ November 2018, 121 pages

In this study; Nd-Fe-B-based alloys with pure $Nd_{14}Fe_{81}B_5$ and Al doped $Nd_{14-x}Fe_{81}Al_xB_5$ (x = 1, 2, 3, 4, 5) compositions produced by vacuum arc melting process were investigated the effect of the material on magnetic properties, microstructure and corrosion resistance under different heat treatment temperatures. It is aimed to investigate both the effect of the amount of additives and the effect of temperature on the Nd-Fe-B based alloys in a systematic way.

The phases commonly involved in the XRD phase analysis of the samples are $Nd_2Fe_{14}B$ and iron phases. The $Nd_{11}Fe_{81}Al_3B_5$ specimens annealed at 900 °C and in the undoped samples have the Nd_2Fe_{17} phase in addition to these two phases. Unlike the other samples, phase transformation occurred in the $Nd_9Fe_{81}Al_5B_5$ sample which was heat treated at 900 °C. In this sample, the $Nd_2Fe_{15}Al_2$ phase is formed instead of the $Nd_2Fe_{14}B$ phase.

ABSTRACT (continued)

Magnetization measurements of samples were made with a vibrating sample magnetometer (VSM). The magnetic properties of the samples vary according to the composition of the compounds and the heat treatments made. With the heat treatment applied to the specimens, the magnetic properties (coercive field (H_c), permanent magnetization (B_r) and highest magnetization (B)) as well as the coercive field (H_c) values increase. In addition, at different heat treatment temperature values applied, the effect of magnetic properties of Al additive varies. In the samples without heat treatment, the highest B values of the Al additive samples tend to increase proportionally. In the samples heat treated at 700 °C, highest B and Br increased as the Al content increased, whereas the highest B values decreased with the addition amount in the samples heat treated at 900 °C. The highest B value of the Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ sample, which was heat treated at 900 °C only, does not tend to decrease.

Microstructure images of the samples were analyzed by scanning electron microscope (SEM) and EDS analyzes were obtained in the back scattered electron (BSE) mode of the SEM device. In the microstructure images of the samples, instead of the long Fe particles appearing darker by heat treatment, it was observed that instead of being circular, somewhat shorter particles were formed. It has been observed that with the Al addition, the elongated Fe particles are formed in the longitudinal direction, and as a result of the increase of the additive amount, the dimension of the longitudinal particles increases.

Examination of the corrosion resistance of the samples was carried out by measuring the mass loss of samples up to 25 days at 120 °C in an air atmosphere. The mass loss occurred only in the $Nd_{14}Fe_{81}B_5$ alloy, which was heat treated at 900 °C for 10 and 15 days. The reason for the loss of mass in this material is the breakage of the material due to its crispness.

Keywords: Nd-Fe-B Based Permanent Magnets, Magnetic Properties, Arc Melting Method, Corrosion Resistance

Science Code: 604.02.00

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans çalışmam boyunca desteğini, yardımını, tecrübesini esirgemeyen danışmanım Sayın Dr. Öğr. Üyesi Gülten SADULLAHOĞLU ve eş danışmanım Sayın Prof. Dr. S.Can KURNAZ'a desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

XRD ölçümleri için destekleyen ve verdiği tavsiyelerden ötürü ODTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölüm başkanı Sayın Prof. Dr. C.Hakan GÜR'e, XRD ölçümleri için yardımlarından dolayı Arş. Gör. İbrahim AYDIN'a, çalışmalarım sırasında verdiği fikir ve tavsiyelerden ötürü ODTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünden Sayın Prof. Dr. Amdulla MEKHRABOV'a

Tez çalışması sürecinde numune hazırlama sırasındaki yardımlarından, fikir ve tavsiyelerinden ötürü Arş Gör. Semih ENGÜN ve Arş Gör. Seyit ÇAĞLAR başta olmak üzere BEÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümü araştırma görevlilerine,

Isıl işlem çalışmalarında Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölüm teknikerlerinden Erkut TAŞ'a, DSC analizi için yardımlarından dolayı Öğr. Gör. Zeynep Küçükakça MERAL'e,

Ark ergitme ve manyetizasyon ölçümlerini gerçekleştirmek için labaratuvar imkanlarından yararlanmamı sağlayan İTÜ Fizik Mühendisliği bölümünden Sayın Doç. Dr. Baki ALTUNCEVAHİR'e, yardımlarından dolayı Ankara Üniversitesi Fizik Mühendisliği bölümünden Arş Gör. Mert Miraç ÇİÇEK'e,

Tez çalışmam boyunca, herzaman olduğu gibi pozitif enerjisiyle yanımda olan dostum Yük. Kimyager Engin SAKA'ya ve manevi desteğini hiçbir zaman esirgemeyen ve hayatımda çok büyük bir öneme sahip olan Aslıhan KARAKUŞ'a teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak; hayatımın her anında bana maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen, koşulsuz yanımda olan BİRİCİK AİLEME sonsuz teşekkürlerimi sunarım...



İÇİNDEKİLER

Sayfa
KABULii
ÖZETiii
ABSTRACT
TEŞEKKÜRvii
İÇİNDEKİLERix
ŞEKİLLER DİZİNİxv
ÇİZELGELER DİZİNİxxi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİxxiii
BÖLÜM 1 GİRİŞ VE AMAÇ 1 BÖLÜM 2 MANYETİZMA VE MANYETİK MALZEMELERİN SINIFLANDIRILMASI.9
2.1 MANYETİK MALZEMELERİN SINIFLANDIRILMASI11
2.1.1 Diyamanyetizma11
2.1.2 Paramanyetizma
2.1.3 Ferromanyetizma11
2.1.4 Antiferromanyetizma15
2.1.5 Ferrimanyetizma
2.2 MANYETİK ANİZOTROPİ, KRİSTAL ANİZOTROPİ VE ŞEKİL ANİZOTROPİSİ16
2.2.1 Kristal Anizotropi17
2.2.2 Şekil Anizotropisi
BÖLÜM 3 Nd2Fe14B BİLEŞİĞİNİN Nd-Fe-B ÜÇLÜ FAZ DİYAGRAMINDA KONUMU 21

BÖLÜM 4 KALICI MIKNATISLARIN	VE NdFeB	ESASLI	KALICI	MIKNATIS	LARIN
TARİHTEKİ GELİŞİMLERİ VE ÖNEMİ	•••••				25

	<u>Sayfa</u>
BÖLÜM 5 VAKUM ARK ERGİTME (VAR) ÜRETİM YÖNTEMİ	31
BÖLÜM 6 DENEYSEL ÇALIŞMALAR	33
6.1 DENEYLERDE KULLANILAN MALZEMELER	33
6.2 DENEYLERDE KULLANILAN CİHAZLAR	33
6.2.1 Vakum Ark Ergitme Cihazı	33
6.2.2 Isıl İşlem Cihazı	34
6.2.3 X-Işını Kırınım Cihazı (XRD)	35
6.2.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	36
6.2.5 Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM)	36
6.2.6 Termal Analiz Cihazı (DTA ve DSC)	38
6.3 DENEYLERİN YAPILIŞI	38
6.3.1 Ergitme	39
6.3.2 Isıl İşlem	39
BÖLÜM 7DENEYSEL BULGULAR	41
7.1 Nd14Fe81B5 KOMPOZİSYONUNA SAHİP MALZEMEYE AİT	
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI	41
7.1.1 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Malzemesine Ait Faz Analizi	41
7.1.2 Nd14Fe81B5 Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi	42
7.1.3 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Malzemesine Ait Manyetizasyon Ölçümleri	43
7.2 Nd14Fe81B5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI	
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI	45
7.2.1 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi	45
7.2.2 Nd14Fe81B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi	45
7.2.3 Nd14Fe81B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon	
Sonuçları	47
7.3 Nd14Fe81B5 MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI	
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI	48

Sayfa
7.3.1 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi
7.3.2 Nd14Fe81B5 Malzemesinin 900 °C'de Is1l İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi 49
7.3.3 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları
7.4 Al KATKILI Nd13Fe81AlB5 MALZEMESINE AIT KARAKTERIZASYON VE
MANYETİZASYON SONUÇLARI
7.4.1 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesine Ait Faz Analizi
7.4.2 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi
7.4.3 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesine Ait Manyetizasyon Sonuçları
7.5 Al KATKILI Nd13Fe81AlB5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI
7.5.1 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi56
7.5.2 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi 57
7.5.3 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Termal Analizi 58
7.5.4 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları
7.6 Al KATKILI Nd13Fe81AlB5 MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI61
7.6.1 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi61
7.6.2 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi 61
7.6.3 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları
7.7 Al KATKILI Nd12Fe81Al2B5 MALZEMESİNE AİT KARAKTERİZASYON VE
MANYETİZASYON SONUÇLARI65
7.7.1 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesine Ait Faz Analizi
7.7.2 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi
7.7.3 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesine Ait Manyetizasyon Sonuçları
7.8 Al KATKILI Nd12Fe81Al2B5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI
7.8.1 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi
7.8.2 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi 69

Sayfa
7.8.3 Nd12Fe81Al2B5 Malzemesinin 700 °C'de Is1l İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları
7.9 Al KATKILI Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B5 MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI
7.9.1 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi72
7.9.2 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi72
7.9.3 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları73
7.10 Al KATKILI Nd11Fe81Al3B5 MALZEMESİNE AİT KARAKTERİZASYON VE
MANYETİZASYON SONUÇLARI75
7.10.1 Nd ₁₁ Fe ₈₁ Al ₃ B ₅ Malzemesine Ait Faz Analizi75
7.10.2 Nd ₁₁ Fe ₈₁ Al ₃ B ₅ Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi76
7.10.3 Nd ₁₁ Fe ₈₁ Al ₃ B ₅ Malzemesine Ait Manyetizasyon Sonuçları
7.11 AI KATKILI Nd11Fe81Al3B5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI
7.11.1 Nd ₁₁ Fe ₈₁ Al ₃ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi
7.11.2 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 700 °C'de Is1l İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi 79
7.11.3 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları
7.12 Al Katkılı Nd11Fe81Al3B5 MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI
7.12.1 Nd ₁₁ Fe ₈₁ Al ₃ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi82
7.12.2 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 900 °C'de Is1l İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi 83
7.12.3 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları
7.13 AI KATKILI Nd10Fe81Al4B5 MALZEMESİNE AİT KARAKTERİZASYON VE
MANYETİZASYON SONUÇLARI
7.13.1 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesine Ait Faz Analizi
7.13.2 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi
7.13.3 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesine Ait Manyetizasyon Sonuçları
7.14 Al KATKILI Nd10Fe81Al4B5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Sayfa
7.14.1 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi90
7.14.2 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi 90
7.14.3 Nd ₁₀ Fe ₈₁ Al ₄ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları
7.15 AI KATKILI Nd10Fe81Al4B5 MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI
7.15.1 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi93
7.15.2 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi 94
7.15.3 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları
7.16 AI KATKILI Nd9Fe81Al5B5 MALZEMESINE AIT KARAKTERIZASYON VE
MANYETİZASYON SONUÇLARI97
7.16.1 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesine Ait Faz Analizi97
7.16.2 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi
7.16.3 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesine Ait Manyetizasyon Sonuçları
7.17 AI KATKILI Nd9Fe81Al5B5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI101
7.17.1 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi 101
7.17.2 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi101
7.17.3 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları
7.18 AI KATKILI Nd9Fe81Al5B5 MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI
KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI104
7.18.1 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi 104
7.18.2 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi105
7.18.3 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon
Sonuçları106
7.19 Nd-Fe-B ESASLI ALAŞIMLARININ KOROZYON DİRENÇLERİNİN
KARŞILAŞTIRILMASI108
7.20 Nd-Fe-B ESASLI ALAŞIMLARININ MANYETİZASYON SONUÇLARININ
KARŞILAŞTIRILMASI110

	<u>Sayfa</u>
BÖLÜM 8 SONUÇLAR VE ÖNERİLER	
KAYNAKLAR	117

KA I NAKLAK	. 11/
ÖZGEÇMİŞ	. 121



ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>No</u>	Say	<u>rfa</u>
Şekil 1.1 S	SmCo Esaslı Bir Mıknatısın Sıcaklığı Bağlı Manyetik Özellikleri Değişimi	. 3
Şekil 2.1 N	Manyetik Alan Uygulanmasıyla Mıknatıslanan Ferromanyetik Malzemelerin	
ł	Histeresiz Eğrileri	13
Şekil 2.2 N	Manyetik alan uygulanan malzemede manyetik domen hareketi	14
Şekil 2.3 7	T=0 K'de antiferromanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin dizilişi;	
((a) Sıfır manyetik alanda, (b) Manyetik momentlere dik bir manyetik alan	
ı	uygulandığında	15
Şekil 2.4 ((a) Tüm sıcaklıklarda paramanyetik malzemeler, (b) ferromanyetik malzemeler,	
((c) antiferromanyetik malzemeler ve (d) ferrimanyetik malzemelerinin manyetik	
1	momentlerinin dizilişi	16
Şekil 2.5 I	Demir (a) ve Nikel'in (b) Tek Bir Kristali İçin Mıknatıslanma Eğrileri	17
Şekil 2.6 I	Demirin tek bir kristalinde ve [010] yönünde H manyetik alanı uygulandığında	
C	domen yapısı	18
Şekil 2.7 I	Demirin tek bir kristalinde ve [110] yönünde H manyetik alanı uygulandığında	
C	domen yapısı	19
Şekil 2.8 Q	Oda Sıcaklığında Kobaltın Mıknatıslanma Eğrileri	19
Şekil 3.1 N	Nd-Fe-B Üçlü Faz Diyagramı	22
Şekil 4.1 2	2018'e kadar kalıcı mıknatıslar için piyasa talebi	27
Şekil 4.2 1	1983-2007 yılları arasında Çin ve Japonya'da NdFeB mıknatıs üretimi	28
Şekil 4.3 A	ABD ve Avrupa'da NdFeB mıknatıs üretimi	28
Şekil 4.4 Ç	Çin, Japonya, ABD ve Avrupa'da NdFeB mıknatıs üretimi	29
Şekil 5.1 Ö	Önemli süreçleri içeren VAR yönteminin şeması	31
Şekil 6.1 V	Vakum Ark Ergitme Cihazı	34
Şekil 6.2 N	Nabertherm Marka Isıl İşlem Cihazı	35
Şekil 6.3 T	Titreşimli örnek manyetometresinin (VSM) çalışma prensibi	37
Şekil 7.1 N	Nd14Fe81B5 Numunesinin XRD Sonuçları	42
Şekil 7.2 N	Nd14Fe81B5 Numunesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü	43
Şekil 7.3 N	Nd14Fe81B5 Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi	44

<u>No</u> <u>Sayfa</u>
Şekil 7.4 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği
Şekil 7.5 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları 45
Şekil 7.6 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü 46
Şekil 7.7 Nd14Fe81B5 Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi 47
Şekil 7.8 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B5 Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk
Grafiği
Şekil 7.9 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD sonuçları 49
Şekil 7.10 Nd14Fe81B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü 50
Şekil 7.11 Nd14Fe81B5 Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi 51
Şekil 7.12 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk
Grafiği
Şekil 7.13 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin XRD Sonuçları
Şekil 7.14 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü
Şekil 7.15 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi
Şekil 7.16 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği
Şekil 7.17 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları
Şekil 7.18 Nd ₁₃ Fe 81AlB5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüs ü $.58$
Şekil 7.19 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası DSC Grafiği 59
Şekil 7.20 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi 60
Şekil 7.21 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik
Duygunluk Grafiği60
Şekil 7.22 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları61
Şekil 7.23 Nd ₁₃ Fe 81AlB5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüs ü . 62
Şekil 7.24 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi 63
Şekil 7.25 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik
Duygunluk Grafiği64
Şekil 7.26 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesinin XRD Sonuçları
Şekil 7.27 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü
Şekil 7.28 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi

<u>No</u> <u>Sayfa</u>
Şekil 7.29 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği
Şekil 7.30 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları 69
Şekil 7.31 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Malzemesine 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası SEM Mikroyapı
Görüntüsü
Şekil 7.32 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.71
Şekil 7.33 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik
Duygunluk Grafiği71
Şekil 7.34 Nd12Fe81Al2B5 Malzemesinin 900 °C'de Is1l İşlem Sonrası XRD sonuçları
Şekil 7.35 Nd12Fe81Al2B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü 73
Şekil 7.36 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi. 74
Şekil 7.37 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik
Duygunluk Grafiği74
Şekil 7.38 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin XRD Sonuçları
Şekil 7.39 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü
Şekil 7.40 Nd11Fe81Al3B5 Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi
Şekil 7.41 Nd11Fe81Al3B5 Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği
Şekil 7.42 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları
Şekil 7.43 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesine 700 °C'de Is1l İşlem Sonrası SEM Mikroyapı
Görüntüsü
Şekil 7.44 Nd11Fe81Al3B5 Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.81
Şekil 7.45 Nd11Fe81Al3B5 Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik
Duygunluk Grafiği82
Şekil 7.46 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD sonuçları
Şekil 7.47 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü 84
Şekil 7.48 Nd11Fe81Al3B5 Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi. 85
Şekil 7.49 Nd11Fe81Al3B5 Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik
Duygunluk Grafiği85
Şekil 7.50 Nd ₁₀ Fe ₈₁ Al ₄ B ₅ Malzemesinin XRD Sonuçları
Şekil 7.51 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü 88
Şekil 7.52 Nd10Fe81Al4B5 Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi

<u>No</u> <u>Sayfa</u>
Şekil 7.53 Nd ₁₀ Fe ₈₁ Al ₄ B ₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği
Şekil 7.54 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 700 °C'de Is1l İşlem Sonrası XRD Sonuçları
Şekil 7.55 Nd ₁₀ Fe ₈₁ Al ₄ B ₅ Malzemesine 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası SEM Mikroyapı
Görüntüsü91
Şekil 7.56 Nd10Fe81Al4B5 Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.92
Şekil 7.57 Nd ₁₀ Fe ₈₁ Al ₄ B5 Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik
Duygunluk Grafiği93
Şekil 7.58 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları
Şekil 7.59 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü 95
Şekil 7.60 Nd10Fe81Al4B5 Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.96
Şekil 7.61 Nd ₁₀ Fe ₈₁ Al ₄ B ₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik
Duygunluk Grafiği96
Şekil 7.62 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesinin XRD Sonuçları98
Şekil 7.63 Nd9Fe81Al5B5 Malzemesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü
Şekil 7.64 Nd9Fe81Al5B5 Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi
Şekil 7.65 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği 100
Şekil 7.66 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları 101
Şekil 7.67 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü 102
Şekil 7.68 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi 103
Şekil 7.69 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik
Duygunluk Grafiği104
Şekil 7.70 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları 105
Şekil 7.71 Nd9Fe81Al5B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü 106
Şekil 7.72 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi 107
Şekil 7.73 Nd9Fe81Al5B5 Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik
Duygunluk Grafiği107
Şekil 7.74 120 °C'de hava ortamında yapılan korozyon deneyi sonucu numunelerin kütle
kaybı grafiği109

<u>No</u> <u>Sayfa</u>
Şekil 7.75 10 ve 15 günlük korozyon deneyi sonucunda 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış
$Nd_{14}Fe_{81}B_5$ numunesinin yüzey görünümleri (a) 10 gün süreyle 1s1l işlem öncesi
(b) 10 gün süreyle 1s1l işlem sonrası (c) 15 gün süreyle 1s1l işlem öncesi
(d) 15 gün süreyle 1s1l işlem sonrası
Şekil 7.76 Isıl İşlem Uygulanmamış Katkısız ve Al Katkılı Numunelerin Histerezis
Eğrilerinin Karşılaştırılması110
Şekil 7.77 700 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Katkısız ve Al Katkılı Numunelerin Histerezis
Eğrilerinin Karşılaştırılması110
Şekil 7.78 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Katkısız ve Al Katkılı Numunelerin Histerezis
Eğrilerinin Karşılaştırılması111



ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>No</u> <u>Sayfa</u>
Çizelge 3.1 Nd-Fe-B üçlü sisteminde yer alan reaksiyonlar ve karşılık gelen sıcaklıklar (°C)23
Çizelge 7.1 Nd ₁₄ Fe ₈₁ B ₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları
Çizelge 7.2 700 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd ₁₄ Fe ₈₁ B5 Numunesinin Farklı Bölgelerine
Ait EDS Analiz Sonuçları
Çizelge 7.3 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd14Fe81B5 Numunesinin Farklı Bölgelerine
Ait EDS Analiz Sonuçları 50
Çizelge 7.4 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları 55
Çizelge 7.5 Nd ₁₃ Fe ₈₁ AlB ₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Farklı Bölgelerine
Ait EDS Analiz Sonuçları
Çizelge 7.6 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd13Fe81AlB5 Numunesinin Farklı
Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları
Çizelge 7.7 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları 66
Çizelge 7.8 Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Farklı Bölgelerine
Ait EDS Analiz Sonuçları
Çizelge 7.9 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd ₁₂ Fe ₈₁ Al ₂ B ₅ Numunesinin Farklı
Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları73
Çizelge 7.10 Nd11Fe81Al3B5 Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları 77
Çizelge 7.11 Nd11Fe81Al3B5 Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Farklı Bölgelerine
Ait EDS Analiz Sonuçları 80
Çizelge 7.12 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd ₁₁ Fe ₈₁ Al ₃ B ₅ Numunesinin Farklı
Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları
Çizelge 7.13 Nd10Fe81Al4B5 Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları 88
Çizelge 7.14 Nd10Fe81Al4B5 Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Farklı Bölgelerine
Ait EDS Analiz Sonuçları91
Çizelge 7.15 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd ₁₀ Fe ₈₁ Al ₄ B ₅ Numunesinin Farklı
Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları95
Çizelge 7.16 Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları 99

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam ediyor)

<u>No</u>	<u>Sayfa</u>
Çizelge 7.17 700 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd9Fe81Al5B5 Numunesinin Farklı	
Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları	102
Çizelge 7.18 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd9Fe81Al5B5 Numunesinin Farklı	
Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları	106
Çizelge 7.19 Isıl İşlem Uygulanmamış ve Farklı Sıcaklıklarda Isıl İşlem Uygulanmış	
Katkısız ve Al Katkılı Numunelerin Manyetik Özellikleri	112



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

$\mu_{\rm B}$: Bohr Magnetronu
В	: Manyetik İndüksiyon
μ_0	: Boşluğun Manyetik Geçirgenliği
Н	: Manyetik Alan
М	: Manyetizasyon
μ	: Malzemenin Manyetik Geçirgenliği
μ_r	: Nispi Geçirgenlik
χ	: Manyetik Duygunluk
С	: Curie Sabiti
H _d	: Demanyetizasyon Alanı
Nd	: Demanyetizasyon Faktörü
H _m	: Moleküler Alan
M_s	: Doyum Manyetizasyonu
H _c	: Zorlayıcı Alan
Br	: Kalıcı mıknatıslanma
BH(max)	: Maksimum Enerji Ürünü
$\theta_{\mathbf{N}}$: Neel Sıcaklığı
E	: Anizotropi Enerjisi
λ	: Dalga Boyu
Т	: Sıcaklık
ΔT	: Sıcaklık Farkı
Ts	: Numunenin Sıcaklığı
T _R	: Referans Numunesinin Sıcaklığı
C _p	: Isı Kapasitesi
3	: Elektromotor Kuvveti
Ø	: Manyetik Akı

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ (devam ediyor)

KISALTMALAR

BEÜ	: Bülent Ecevit Üniversitesi
BSE	: Back Scattered Electron
DTA	: Differential Thermal Analysis
DSC	: Differential Scanning Calorimetry
DVD	: Digital Video Disk
EDS	: Energy Dispersive Spectroscopy
FBE	: Fen Bilimleri Enstitüsü
MRI	: Magnetic Resonance Imaging
RE	: Rare Earth
SEM	: Scanning Electron Microscopy
SI	: Systeme International d'Unites
VAR	: Vacuum Arc Remelting
VSM	: Vibrating Sample Magnetometer
XRD	: X-ray diffraction

BÖLÜM 1

GİRİŞ VE AMAÇ

Kalıcı mıknatıslar, üzerinde herhangi bir manyeto motor kuvveti (MMK) yok iken manyetik alanını koruyabilme özelliğini gösteren manyetik malzemelerdir. Büyük (BH)_{max} değerlerine, yüksek kalıcı mıknatıslanmaya (B_r) ve zorlayıcı alana (H_c) sahip olan kalıcı veya sert manyetik malzemelerde; dışarıdan bir manyetik alan uygulanmasına gerek duyulmadan yüksek manyetizma veya kalıcı mıknatıslanma ve yüksek bir zorlayıcı alan şiddeti oluşur. Yumuşak manyetik malzemelerde ise harici bir manyetik alan uygulanması istenir ve düşük zorlayıcı alan şiddeti oluşur [1, 2].

Kalıcı mıknatısların gelişimiyle birlikte farklı niteliklerde, farklı alanlarda kullanılmak üzere mıknatıslar üretilmiştir. Üretilen bu mıknatıslar çeşitli özelliklerine göre sınıflandırılır. Kalıcı mıknatıslar yapıldıkları malzemelere göre; metal esaslı AlNiCo mıknatıslar, seramik esaslı ferrit mıknatıslar ve nadir toprak esaslı mıknatıslar olmak üzere üç ana sınıfa ayrılırlar [1].

Tarihte bilinen ilk doğal manyetik malzeme, mıknatıs taşıdır. İlk yapılan metalik kalıcı mıknatıs, çelik kalıcı mıknatısıdır. 18. yüzyılda karbonlu çelikler elde edilmiştir ve bu çelikler 19. yüzyıla kadar kalıcı mıknatıs malzemesi olarak kullanılmıştır. 1857 yılında ise Avusturya'da demir esaslı tungsten çeliği piyasaya sürülmüştür. Tungsten çeliklerinin zorlayıcı alan değerlerinin 7 kA/m'ye kadar ölçüldüğü bildirilmiştir. Tungsten sıkıntısı çekildiğinde ise krom ve molibden içeren çeliklerin benzer özellikleri olduğundan dolayı, krom çelikleri yaygın bir şekilde kullanılmıştır. Daha sonra kobaltın, krom çeliğe eklenmesiyle zorlayıcı alan (H_c) değerinin 10-20 kA/m'ye kadar çıkabileceği keşfedilmiştir. Bakır-Nikel, Platin-Kobalt, Demir-Kobalt-Vanadyum gibi farklı alaşımlarda mıknatıslar da yapılmıştır. Bu sınıf mıknatıslar genelde alüminyum, nikel ve kobaltın alaşımları ile yapılırlar.

AlNiCo mıknatısları, ilk geliştirilen ticari mıknatıslardır ve bu gelişim 1931'li yıllarda gerçekleşmiştir. 1970'li yıllarda ise yüksek kalıcı manyetizasyona (B_r) sahip olan nadir toprak (RE) mıknatısları keşfedilmiştir. AlNiCo mıknatısları; güçlü ısı direnci özellikleri (600 °C'ye kadar), mükemmel aşınma direnci gibi olumlu niteliklere sahiptirler. AlNiCo mıknatıslarının dezavantajı ise nispeten düşük zorlayıcı alana sahip olmalarıdır. Bugüne kadar geliştirilen yüksek zorlayıcı alana sahip ticari AlNiCo mıknatıslarının en yüksek manyetik özellikleri yaklaşık olarak B_r=8.0 T, H_c=2000 Oe ve BH_(max)=6.0 MGOe değerlerindedir [4].

Kalıcı mıknatıs türlerinden en çok kullanılan diğer bir tipi seramik esaslı ferrit mıknatıslardır. Ferrit mıknatıslar 1950'li yılların başlarında keşfedilmiştir. Bu mıknatıs türü demir oksitten (Fe₂O₃) oluşmaktadır ve (MO)(Fe₂O₃)₆ formülüne sahiptirler. Formülde yer alan M; Ba, Sr, Pb veya bu elementlerin karışımıdır. Baryum ferrit mıknatıslarının üretiminde izlenen yollar, temel olarak ifade edilecek olursa; istenen kompozisyon bileşiğinin üretimi, toz haline getirilmeleri, preslenmeleri, sinterlenmeleri, istenen şekillere biçimlendirilmeleri ve mıknatıslanmaları şeklindedir. Bu aşamalar sonrasında ise üretilen mıknatıslarda izotropik malzemeler için manyetik özellikler; $B_r \approx 150$ kA/m, $H_c \approx 210$ kA/m, $BH_{(max)} \approx 6.5$ kJ/m³, anizotropik malzemeler için; Br \approx 25-310 kA/m, H_c \approx 135-280 kA/m, BH_(max) \approx 20-25 kJ/m³'dür. Seramik esaslı ferrit mıknatıslar, ferrimanyetik malzemelerdir ve kristal yapıları manyetik özelliklerini belirleyici niteliktedir. Ayrıca güçlü kristal anizotropiye sahiptirler. Yani uyarılma sonucu kristal yapı içerisinde mıknatıslanma, tercih edilen bir yönelime sahiptir. Ferrit mıknatısları; hammaddelerinin nispeten ucuz olması, üretim aşamalarını gerçekleştirilmesinin daha kolay olması, kimyasal olarak kararlılığı ve düşük yoğunluğa sahip olmaları gibi avantajlara sahiptirler. Bu mıknatısların avantajlarının yanı sıra dezavantajları da mevcuttur. Doyum manyetizasyonu ve kalıcı mıknatıslanma değerleri, diğer sert manyetik malzemelere göre daha düşüktür. Ayrıca bu malzemelerin Curie sıcaklıkları yeteri kadar yüksek olmasına rağmen, miknatıslanmaları sıcaklık artışıyla birlikte çok hızlı bir şekilde düşmektedir. Seramik esaslı ferritler, birçok uygulama alanında kullanılmaktadır. Örnek verecek olursak; manyetik kayıt ve depolama malzemelerinde, mikrodalga/GHz frekanslarında çalışan elektrikli cihazlarda kullanılmaktadır [5, 6].

Nadir toprak mıknatısları (RE) son geliştirilen kalıcı mıknatıs türleridir ve birçok uygulama alanında yer almaktadır. Bu mıknatıslar iki gruba ayrılır:

1. Sm-Co Esaslı Kalıcı Mıknatıslar (SmCo)

2. Nd-Fe-B Esaslı Kalıcı Mıknatıslar (NdFeB)

SmCo esaslı kalıcı mıknatıslar; SmCo₅ ve Sm₂Co₁₇ olmak üzere iki grupta incelenir. SmCo₅ esaslı kalıcı mıknatıslar, Sm₂Co₁₇ esaslı mıknatıslara göre daha yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Bu durumun sebebi ise SmCo₅ esaslı mıknatısların bazı olumlu özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Örneğin; elde edilebilen enerji ürünleri 180 kj/m³'e yakındır. Ayrıca bu mıknatısların Curie sıcaklıkları yaklaşık 750 °C'dir. SmCo esaslı nadir toprak mıknatısları, 50 ile 250 °C arasında bahsedilen gereklilikleri karşılamaktadırlar. Sm₂Co₁₇ (2:17 tipi) esaslı kalıcı mıknatıslar genellikle Sm(Co, Fe, Cu, M)_z şeklinde bir bileşime sahiptir. Burada M, geçiş element bileşeni ve z değeri ise yaklaşık olarak 7.5'dir. SmCo esaslı mıknatısların bir diğer olumlu özelliği ise oda sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda bile kalıcı mıknatıslanmanın (B_r), sıcaklığa bağımlılığının düşük olmasıdır. Şekil 1.1'de gösterildiği gibi, 250 °C'ye kadar tüm sıcaklık aralığında, esas zorlayıcı alan (jHc) değerinde azalma görülse de, kalıcı mıknatıslanma miktarına etkisinin çok az olduğu görülmektedir. Daha ucuz bir nadir toprak mıknatış çeşidi ise NdFeB'dır [7, 8].



Şekil 1.1 SmCo Esaslı Bir Mıknatısın Sıcaklığa Bağlı Manyetik Özellikleri Değişimi [7].

NdFeB tipi kalıcı mıknatısları, 1983 yılında keşfedilmiştir. Sinterlenmiş Nd-Fe-B kalıcı mıknatısları, başlangıçta 30 MGOe'ye yakın maksimum enerji yoğunluğuna sahipti. Daha sonra 1985 yılında Narashimhan 45 MGOe'lik maksimum enerji yoğunluğu rapor etti ve 1993'te ise Kaneko ve diğerleri 54,2 MGOe olarak BH_(max) değerini bildirdi. Günümüzde ise bu mıknatısların teorik manyetik enerji yoğunluğu 64 MGOe'ye kadar ulaşabilmektedir. NdFeB kalıcı mıknatıslarının maksimum enerji yoğunlukları oda sıcaklığında (295 K), kj/m³ cinsinden 404 kj/m³ olarak bulunmuştur. Teorik değerinin ise 509 kj/m³'e ulaşması beklenir. NdFeB kalıcı mıknatıslarının fiziksel özellikleri incelenecek olursa; bu tip mıknatıslar kırılganlık göstermektedirler. Ancak ferrit ve Sm-Co mıknatıslarına göre biraz daha iyi işlenebilirliğe sahiptirler. NdFeB kalıcı mıknatıslarının zorlayıcı alanının teorik değeri yaklaşık 70 kOe'dir. Sinterlenmiş NdFeB mıknatıslarının zorlayıcı alan değerleri, genellikle teorik değerinin yaklaşık 1/3 ile 1/5'i kadar olmaktadır. Bu sebepten ötürü, bu tip mıknatısların zorlayıcı alan değerlerini artırmak için birçok yöntem vardır. En sık ve etkili olanı ise element ilavesidir. Yüksek sıcaklıklarda kalıcı mıknatıslar, manyetik özelliklerini yitirmektedirler. NdFeB kalıcı mıknatıslarının Curie sıcaklığı ise yaklaşık 600 K'dir. NdFeB mıknatısları üstün manyetik özelliklere sahip olduğundan dolayı, uygulama alanı oldukça geniştir. Ancak düşük Curie sıcaklığı ve korozyon direncinden dolayı bazı uygulama alanlarında kullanılması sınırlıdır [9-11].

Kalıcı mıknatıslar kullanım alanları bakımından geniş bir yelpazeye sahiptirler. Bu kullanım alanlarına örnek verecek olursak; Ofis uygulamalarında; bilgisayar, fotokopi, yazıcı, otomobillerde; starter motor, sensör, elektrikli yakıt pompası, üretim sektöründe; jeneratör, servo motor, pompa, tıbbi uygulamalarda; MRI, tıbbi cihazlar, günlük yaşantımızda; kamera, mikrofon, DVD oynatıcı, hard disk sürücüsü, kol saati, cep telefonu, klima gibi pek çok kullanım alanına sahiptirler [12].

Nd-Fe-B mıknatıslarının kalıcı mıknatıs özelliklerini geliştirmek için Ga, Al, Cu, Nb, Mo, Ti ve V gibi birçok element katkısı yapılmıştır. Ti, Mo, Nb, V gibi yüksek ergime sıcaklığına sahip katkıların uygun miktarda katılmasıyla, zorlayıcı alan değerinde (H_c) önemli bir artış sağlanmaktadır. Ancak yüksek miktarda Ti katkısı, zorlayıcı alanın (H_c) azalmasına neden olmaktadır. Bunun nedeni ise şu şekilde açıklanabilir: Ti oranı arttığında; mıknatıslarda anormal tane büyümesine neden olur. Büyük taneler düşük zorlayıcı alana sahiptir ve demanyetizasyon süreci boyunca diğer tanelerden daha kolay demanyetize olurlar. Bu yüzden demanyetizasyon eğrilerinde daha az homojen mikroyapı olarak sonuçlanır. Ti' nin ergime

noktası, sinterleme sıcaklığından çok az yüksektir ve tanelerarası fazdaki Ti'nin çözünebilirliği sınırlıdır. Ancak Ti; Al ya da Cu gibi düşük ergime sıcaklığına sahip katkılarla birlikte mıknatısa dahil olduğunda, düşük ergime sıcaklığına sahip element tanelerarası sıvı fazda erimiş ve çözünmüş olur. Bu durum sıvı fazda Ti'nin çözünebilirliğinin artmasına ve tanelerarası bölgede homojen yayılmasına yol açar [13].

Yapılan araştırmalarda sinterlenmiş Nd-Fe-B mıknatıslarına Al-Cu katkısı ilave edildiğinde; Al ve Cu, ıslatılabilirlik özelliğini iyileştirdiğinden dolayı mıknatısın manyetik özelliklerine de olumlu bir etken olarak yansır. Zorlayıcı alan (H_c), maksimum enerji çarpanı (BH)_{max} gibi parametrelerin değerlerinin artmasını sağlar. Ancak Cu miktarının belli bir seviyeden sonraki artışı bu parametrelerin değerlerinin azalmasına sebep olmaktadır. Bunun sebeplerinden biri ise tanelerarası fazların homojen olmayan dağılımıdır. Bu dağılım, tanelerin manyetik olarak izolasyonunu azaltır. Homojen dağılıma sahip mikroyapı ise tane sınırlarının daha temiz, sürekli ve tek düze halde bir görünüme sahiptir. Al katkısının artmasıyla birlikte, mikroyapı daha da bu görünüme sahip olacak şekilde görülür. Al ve Cu katkısı, Nd-Fe-B mıknatıslarında korozyon direncini büyük ölçüde geliştirmektedir. Fakat Al ve Cu'ın yüksek katkısı Nd₂Fe₁₄B fazındaki Al ya da Cu'ın yayılmasıyla uyarılan manyetik seyreltme etkisinden dolayı sinterlenmiş Nd-Fe-B mıknatısının manyetik performansını bozabilir. Al-Cu katkısı olmayan Nd-Fe-B mıknatıslarında Nd yönünden zengin faz aktif ve bu fazın korozyon reaksiyonları için itici güç suyla beraber yüksektir. Katkısız mıknatıslar bu yüzden nemli ortamlarda korozyona duyarlıdır. Al-Cu katkılı mıknatıslarda ise Al ve Cu'ın çözülmeleri ile tanelerarası korozyon için itici gücü azaltır. Bu yüzden kütle kaybı azalır. Korozyon direncinin gelişmesine etki eden bir diğer faktörde mıknatıs yoğunluğudur. Yapılan çalışmalarda görüldüğü üzere katkı miktarı artırılırken, mıknatıs yoğunluğu da artmaktadır. Aynı zamanda mıknatısın korozyon direnci de artmaktadır [14, 15].

Al, Sn, Zn gibi katkıların, mıknatısın üretim şekline göre etkileri bazı çalışmalarda incelenmiştir. Açık kalıpta preslenmiş mıknatıslarda; Nd₂Fe₁₄B taneleri, tanelerin c-ekseni yönünün presleme yönüne paralel bir şekilde konumlandırıldığında yüksek manyetik özelliklere sahip olmaktadır. Bu tip ve sıcak preslenmiş mıknatıslarda; Al ve Sn katkısı sonucunda zorlayıcı alan (H_c), maksimum enerji çarpanı (BH)_{max} ve kalıcı mıknatıslanma (B_r) gibi manyetik özelliklerde hafif bir düşüş olduğu görülmüştür. Zn katkısında ise açık kalıpta preslenmiş mıknatıslarda bu parametrelerin değerleri artarken, sıcak preslenmiş mıknatıslarda ise azaldığı görülmüştür. Açık kalıpta preslenmiş mıknatıslarda Zn katkısı sonucu iyileşen

manyetik özelliklerin sebebi ise katkının tane içerisinde yayılması ve bundan dolayı tane sınırının hacim oranındaki artışı olabilmektedir. Ayrıca katkısız Nd-Fe-B esaslı açık kalıpta preslenmiş mıknatıslarda; pek çok yuvarlak ve geniş tanelerin yanı sıra yuvarlak taneler arasında küçük bir plaka benzeri taneler vardır. Benzer bir yapı Al ve Sn katkılı Nd-Fe-B esaslı mıknatıslarda da görülebilmektedir. Ancak Zn katkılı mıknatıslarda mikroyapı, tamamen plaka benzeri tanelerden oluşan ve presleme yönüne dik iyi hizalanmış şekilde görülebilmektedir. Bu sonuçlar ise Nd-Fe-B esaslı açık kalıpta preslenmiş mıknatısına Al ve Sn katkılarının mikroyapının gelişmesine ve yapı oluşumuna yardımcı olmadığını gösterir. Al ve Sn katkılarından farklı olarak, Zn katkısı yapı oluşumunu ve manyetik özelliklerin gelişmesine yardımcı olan mikroyapıyı geliştirebilir [16].

Sinterlenmis Nd-Fe-B esaslı kalıcı mıknatısların zorlayıcı alanının (H_c), mikroyapılarıyla ilişkili olduğu ve bu mıknatısların zorlayıcı alanını artırmak için Al'nin geniş ölçüde kullanılan bir katkı maddesi olduğu iyi bilinmektedir. Al katkısının, sinterleme işlemi öncesinde Nd-Fe-B tozlarının yüzeyinde homojen bir şekilde dağılabildiğinden ve gelişmiş ıslanabilme özelliğinden dolayı Nd yönünden zengin fazın dağılımını artırması beklenir. Al katkısı, Nd / Fe ile reaksiyona girerek Nd-Al ve Nd-Fe-Al fazlarını oluşturur ve bu da tane sınırlarının düzgünleştirilmesine yardımcı olur. Bu nedenle Al katkısı, sinterleme ve peşine tavlama işlemi boyunca Nd₂Fe₁₄B tane sınırındaki kusurları düzeltebilir ve bunun sonucunda mıknatısın zorlayıcı alanı artmış olur. Öte yandan, Al içeriği arttığında, mıknatısların kalıcı mıknatıslanmasının (B_r) ve maksimum enerji çarpanı (BH_(max.)) gibi manyetik özelliklerinin azaldığı görülmüştür. Ayrıca yapılan çalışmalarda zorlayıcı alanın (H_c) sıcaklığa bağımlılığı da incelenmiştir. Sıcaklık arttıkça; Al katkısı içeren numunede, Al içermeyen numuneye göre zorlayıcı alanın (H_c) daha hızlı düştüğü gözlenmiştir. Buna rağmen Al katkısı içeren numunenin zorlayıcı alan değeri, katkısız numuneye göre daha yüksek olabilmektedir. Ayrıca Al katkılı Nd-Fe-B esaslı kalıcı mıknatısların mikroyapısında µ fazı gözlenmektedir. Oluşan fazlar Al miktarına göre değişkenlik göstermektedir (δ fazı Nd₃₀Fe_{70-x}Al_x; 7<x<25 ve μ fazı Nd₃₃Fe_{67-x}Al_x; 2.5<x<5) [17-19].

Daha önce yapılan çalışmalarda, Nd-Fe-B esaslı kalıcı mıknatısına değişen sıcaklık ve Al katkısına bağlı olarak zorlayıcı alan (H_c), kalıcı mıknatıslanma (B_r), maksimum enerji çarpanı $BH_{(max)}$ gibi manyetik parametreler, korozyon ve oksidasyon dirençlerindeki değişimler incelenmiştir. Al katkı miktarının artmasıyla; zorlayıcı alan (H_c) değerinin arttığı, korozyon ve oksidasyon hızının azaldığı gözlenmiştir.

Yapılan bu çalışmada; Nd-Fe-B esaslı alaşıma, değişen miktarlarda Al katkısı ilave edilerek ve farklı ısıl işlem sıcaklıkları altında manyetik özelliklerinin, mikroyapısının ve korozyon direncinin nasıl etkilendiğinin incelenmesi amaçlanmıştır. Diğer çalışmalardan farklı olarak; sistematik bir çalışma yapılarak Al katkısının Nd-Fe-B esaslı alaşım üzerinde hem sıcaklık etkisi hem de katkı oranının etkisi detaylı bir şekilde incelenmiştir.





BÖLÜM 2

MANYETİZMA VE MANYETİK MALZEMELERİN SINIFLANDIRILMASI

Manyetizma kavramı, manyetik alan tarafından oluşturulan bir kavramdır ve manyetik alanın birimi Oersted' dir. Manyetik özellik ise malzemenin sahip olduğu elektrik yükleriyle alakalıdır. Bu elektrik yükleri hareket halinde artacağından dolayı, hareket halindeki her malzeme az da olsa belirli bir manyetikliğe sahiptir. Malzemenin manyetizasyonu incelenirken, vektörel anlamda manyetik dipol momentlerin toplamına bakılır. Manyetik momenti ise elektronun manyetik alan şiddeti olarak tanımlayabiliriz. Manyetik momentler; elektronların, çekirdeğin çevresindeki yörünge ve kendi ekseni etrafında dönmelerinden kaynaklanmaktadır [20].

Elektronların, kendi ekseni etrafında dönmesiyle sahip olduğu manyetik momente Bohr manyetonu (μ_B) denir ve şu şekilde gösterilir:

$$\mu_{\rm B} = \text{Bohr Magneton} = \frac{q.h}{4\pi m} = 9.274 \text{ x } 10^{-24} \text{ A.m}^2$$
(2.1)

Vakum ortamında manyetik alan uygulandığında birim yüzeyden geçen manyetik alan çizgilerinin sayısı (manyetik indüksiyon) şu formülle hesaplanır:

$$\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H} \left(\mathbf{W} \mathbf{b} / \mathbf{m}^2 \right) \tag{2.2}$$

 μ_0 = Boşluğun manyetik geçirgenliği (4x10⁻⁷ Wb/Amp.m)

Eğer malzeme (2.2) eşitliğine uyan ortamdan farklı yerde ise manyetik alan içerisinde manyetik dipol kazanır. Verilen manyetik alanda, dipolün büyüklüğü malzemenin birim hacimdeki manyetizasyonu ile orantılıdır ve aşağıdaki gibidir:

$$\mathbf{B} = \mu_0 (\mathbf{H} + \mathbf{M}) \tag{2.3}$$

Burada M, birim hacim başına manyetiklenmeyi göstermektedir. B' nin birimi SI sistemine göre Tesla, H ve M' nin birimi kA/m' dir.

Manyetik alana bir malzeme yerleştirildiğinde akı yoğunluğu malzeme içerisindeki manyetik dipol momentlerin uygulanan manyetik alan ile etkileşimiyle belirlenmektedir;

$$\mathbf{B} = \mu \mathbf{H} \left(\mathbf{W}/\mathbf{m}^2 \right) \tag{2.4}$$

Denklemde bulunan µ malzemenin manyetik geçirgenliğidir. Malzeme içerisindeki manyetik momentler uygulanan manyetik alanla aynı yönde ise;

$$\mu > \mu_0 \text{ olmaktadır.}$$
(2.5)

Bunun anlamı uygulanan dış manyetik alanla malzeme içerisinde, boşlukta olduğundan daha fazla sayıda manyetik akı çizgileri oluşacaktır.

Eğer uygulanan manyetik alan malzeme içindeki manyetik momentlerle zıt yönde ise;

$$\mu < \mu_0 \text{ olmaktadır.} \tag{2.6}$$

Manyetik malzemede nispi geçirgenlik;

$$\mu_{\rm r} = \frac{\mu}{\mu_0} \,\text{ile verilmektedir} \tag{2.7}$$

Manyetik alanın malzeme içerisindeki etkisinin artması, nispi geçirgenliğin de artması anlamına gelmektedir [5].

Manyetik malzemelerde en önemli özelliklerden biri de manyetik duygunluktur (χ). Manyetik duygunluk (χ), manyetiklenmenin oranı olarak bilinir ve birim hacimdeki manyetik moment ve uygulanan alana bağlıdır. Manyetik duygunluk, pozitif ve negatif değerlerine göre iki şekilde sınıflandırılabilir. Manyetik duygunluğun negatif olduğu durumlarda duygunluk, sıcaklık faktöründen etkilenmemektedir. Duygunluğun pozitif olduğu durumlarda ise artan sıcaklıkla, duygunluk düşme eğilimi göstermektedir. Ayrıca malzemelerin kritik sıcaklıkları
mevcuttur ve manyetik duygunluğun negatif olduğu durumlar haricinde, malzemelerin bu kritik sıcaklıklarına göre duygunluk değişkenlik göstermektedir [5].

$$\chi = \frac{M}{H}$$
(2.8)

2.1 MANYETİK MALZEMELERİN SINIFLANDIRILMASI

2.1.1 Diyamanyetizma

Diyamanyetik malzemeler manyetik duygunluğu (χ) negatif olan malzemelerdir ve manyetik alan altında manyetik momentleri, alanın tersi yönünde bir yönelim gösterirler. Diyamanyetik malzemelerde atomların kalıcı dipol momentleri yoktur. Yani manyetik alan uygulanmış bu malzemelerde, alan kaldırıldığında manyetik moment sıfır olur. Ayrıca diyamanyetik malzemelerin kritik sıcaklıkları yoktur ve dolayısıyla sıcaklıktan bağımsızdırlar [5].

2.1.2 Paramanyetizma

Paramanyetik malzemelerde, manyetik momentler rastgele yönlenmişlerdir. Bu tür malzemelere manyetik alan uygulandığında, manyetik momentler aynı yönde yönlenirler ancak manyetik alan kaldırıldığında tekrar rastgele yönlenirler. Bunun sebebi; manyetik momentler arasındaki etkileşim enerjisinin, ortamın termal enerjisinden düşük olmasıdır.

Paramanyetik malzemeler, sıcaklıkla ters orantılı olarak değişmektedir. Manyetik duygunluk ile ilişkilendirilen bağıntıya Curie yasası denir ve aşağıdaki gibidir: [2]

$$\chi = \frac{C}{T}$$
(2.9)

(C burada Curie sabitidir)

2.1.3 Ferromanyetizma

Ferromanyetizma kavramı, güçlü mıknatıslanmayı ifade etmektedir. Bir başka deyişle, ferromanyetik malzemelere uygulanan manyetik alan küçük olsa dahi büyük bir

mıknatıslanma söz konusu olmaktadır. Bunun sebebi ise manyetik alan uygulanmadan bu malzemelerin kendiliğinden mıknatıslanabilmesidir. Ferromanyetik malzemelerin kendiliğinden mıknatıslanabilme özelliği, manyetik momentlerinin birbirine paralel yönlenmesinden kaynaklanmaktadır. Bu sebepten ötürü uygulama alanları oldukça geniştir [2].

Ferromanyetik malzemelerde mıknatıslanma eğrileri, malzemenin doyum mıknatıslanma değerini ve demanyetize durumdan doyum büyüklüğüne nasıl ulaştığı hakkında bilgiler içerir. Ayrıca bu mıknatıslanma eğrileri, hem manyetik duygunluğa hem de malzemenin şekline bağlıdır. Belirli bir boyuta sahip olan bir malzemeye manyetik alan uygulandığında; malzemenin kutupları, mıknatıslanmaya zıt bir manyetik alan oluşturur. Oluşan bu manyetik alana demanyetizasyon alanı (H_d) denir [2].

$$H_d = -N_d M \tag{2.10}$$

(Burada Nd, demanyetizasyon faktörüdür)

Ferromanyetik malzemelerde, mıknatıslanma Curie sıcaklığı üzerinde kaybolmaktadır. Birbirine paralel yönlenen manyetik momentler, bu sıcaklıktan itibaren izotropik şekilde yönlenirler. Bunun sebebi termal enerjinin, manyetik momentlerin değiş-tokuş enerjisinden fazla olduğunda manyetik momentlerin yönlerinden sapması ve dolayısıyla paramanyetik faza geçiş yapmasıdır. Ayrıca ferromanyetik malzemelerin manyetik duygunluğu (χ), Curie-Weiss yasasıyla açıklanmaktadır.

$$\chi = \frac{C}{T - \theta} \tag{2.11}$$

(Burada C sabit θ ise pozitif ve yaklaşık olarak θ_c ' ye eşittir)

Ferromanyetik malzemeleri daha fazla açıklamak için Weiss, moleküler alan teorisini ortaya çıkartmıştır. Weiss'e göre, moleküler alan değeri oldukça büyüktür ve her koşulda mıknatıslanma doğrultusuna paraleldir. Ayrıca manyetik alan uygulandığında, mıknatıslanma doğrultusu bu yönde hareket ederse, moleküler alan da bu doğrultuyla birlikte döner. Weiss'in moleküler alan (H_m) teorisinin formulüzasyonu aşağıdaki gibidir:

Burada Curie sıcaklığının altında, Weiss sabiti büyük bir değere sahip olduğundan dolayı moleküler alan değeri oldukça büyüktür. Ancak Curie sıcaklığının üstünde harici bir manyetik alan uygulanmadığı takdirde mıknatıslanma sıfırdır ve sonucunda moleküler alan da sıfır olur [5].

2.1.3.1 Ferromanyetik Malzemelerde Histerezis Eğrileri



Şekil 2.1 Manyetik Alan Uygulanmasıyla Mıknatıslanan Ferromanyetik Malzemelerin Histerezis Eğrileri [5].

Ferromanyetik bir malzemede, manyetik indüksiyonun (B) manyetik alan şiddetine (H) bağlı olan değişimin incelendiği eğriye, histerezis eğrisi denir. Bu eğri malzemenin; doyum manyetizasyonu, zorlayıcı alanı, kalıcı mıknatıslanması gibi çeşitli manyetik özellikleri hakkında bilgiler vermektedir. Şekil 2.1'de görülen bu değişimleri açıklayacak olursak; başlangıç noktası O noktasıdır ve daha önce manyetik alan uygulanmamış bir malzemeye manyetik alan uygulandığında mıknatıslanması şekilde de görüldüğü gibi yavaşça artacaktır. Daha sonra maksimum artış oranına ulaşır ve son olarak da mıknatıslanma tekrar yavaş artarak malzeme, B noktasında doyum manyetizasyonuna (M_s) ulaşır. Bu aşamadan sonra manyetik alan azaltılırsa, mıknatıslanma daha yavaş azalarak C noktasına gelir. Bu C noktasında malzeme, sıfır manyetik alan değerinde görünse bile sıfır olmayan bir mıknatıslanma değeri içermektedir. Bu yüzden mıknatıslanmayı sıfır yapabilmek için ters doğrultuda manyetik alan uygulanır. Yeterince büyük bir alan uygulandığı takdirde; malzemenin mıknatıslanma değeri, D noktasında sıfır olur ve bu doğrultuda manyetik alan artmaya devam eder. Daha sonrasında malzeme E noktasında, ters yönde doyum manyetizasyonuna ulaşmış olur. Eğer manyetik alan tekrar azaltılırsa, malzeme E'den başlayarak F-G-B yolunu takip eder ve eğri tamamlanmış olur. Verilen bu histerezis eğrisinde C noktası kalıcı mıknatıslanmayı, D noktası ise zorlayıcı alan değerini temsil eder [5].

2.1.3.2 Ferromanyetik Malzemelerde Manyetik Domenler

Domen duvarları, farklı manyetik momentlere sahip yüzeyler arasındaki ara yüzeylerdir. Manyetik domenler ise Curie sıcaklığı altında manyetik momentlerin paralel yönlenmiş olduğu manyetik bölgelerdir. Ferromanyetik malzemeler bu manyetik domenlerde, doyum manyetizasyonuna ulaşmış durumdadır. Bunun yanı sıra Weiss; manyetik alan uygulanan malzemeye, alan kaldırıldığında doyum manyetizasyonunun olmamasını, malzeme manyetik domenlere ayrılmasıyla gerçekleştirdiğini savunmaktadır. Ayrıca manyetik domenler içerisindeki manyetik momentler paralel olmasına rağmen, birbirlerinden farklı doğrultudadır. Dolayısıyla manyetik domenlere bölünmüş bir ferromanyetik malzemenin mıknatıslığının çok küçük veya sıfır olması beklenir. Şekil 2.2 (a)' da görüldüğü üzere, manyetik alan uygulanmadığında manyetik domenler mıknatıslanmayı sıfır yapacak şekilde ters yönlenmiş durumdadır. Daha sonra manyetik alan uygulandığında, alan yönünde manyetik domen boyutça büyümeye başlar ve en sonunda malzeme yarı kararlı durumdan, kararlı duruma geçerek uygulanan manyetik alan yönünde tek bir manyetik domen halini alır [2].



Şekil 2.2 Manyetik alan uygulanan malzemede manyetik domen hareketi [2].

2.1.4 Antiferromanyetizma

Neel, antiferromanyetik malzemelerle ilgili ilk teoriyi geliştirmiştir. Antiferromanyetik malzemelerin kritik sıcaklığı Neel sıcaklığı (θ_N) olarak ifade edilir. Bu sıcaklığın üzerinde malzeme paramanyetik, altında ise antiferromanyetik davranış sergiler. Manyetik momentleri zıt yönlü ve net manyetizasyon sıfırdır. Ancak bu malzemelere güçlü bir harici manyetik alan uygulandığında, net manyetizasyonu sıfırdan farklı olabilmektedir. Antiferromanyetik malzemelerde manyetik momentler, sıcaklığın sıfır olduğu anda mükemmel diziliş göstermektedirler. Aksi takdirde termal enerjiden dolayı bu diziliş bozulur. Antiferromanyetik malzemeler küçük, pozitif manyetik duygunluğa sahiptirler. Manyetik duygunluk, uygulanan manyetik alanın yönüne bağlı da değişim göstermektedir. Örneğin; Şekil 2.3'teki gibi manyetik alan, manyetik momentlere dik bir şekilde uygulanırsa, manyetik duygunluk sıfırdan farklı olmaktadır. Sıcaklık, Neel sıcaklığından (θ_N) 0'a düşerken manyetik alan momentlere paralel uygulandığında, manyetik duygunluk aşamalı olarak sıfıra düşmektedir [5].

		(;	a)					(ł)		
ţ	Ť	ţ	1	ţ	t	ł	1	ł	1	ł	1
t	ł	t	ţ	t	ţ	.t	ł	t	ł	1	ł
ţ	t	ţ	t	ţ	î	f	1	ł	1	f	1
t	ţ	t	ţ	t	ţ	1	ł	1	ł	1	ł
							_	H	I		

Şekil 2.3 T=0 K'de antiferromanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin dizilişi; (a) Sıfır manyetik alanda, (b) Manyetik momentlere dik bir manyetik alan uygulandığında [5].

2.1.5 Ferrimanyetizma

Ferrimanyetik malzemelerde, farklı atomların manyetik momentleri birbirine zıt yönde fakat farklı büyüklüklere sahiptirler. Bundan dolayı ferrimanyetik malzemelerde net manyetizasyon mevcuttur. Ayrıca şu ana kadar gördüğümüz paramanyetik, ferromanyetik, antiferromanyetik ve ferrimanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin dizilişleri Şekil 2.4'te gösterilmiştir.

Ferrimanyetik malzemeler, oda sıcaklığında kendiliğinden mıknatıslanma özelliklerini uzun süre devam ettirebilirler. Ferrimanyetik malzemelerde, ferromanyetiklerde olduğu gibi manyetik domenleri doyum manyetizasyonuna ulaşmış durumdadırlar. Ayrıca ferromanyetiklerde olduğu gibi bu tür malzemeler de kritik sıcaklığının üstünde paramanyetiktirler. Dolayısıyla kalıcı mıknatıslıklarını yitirmiş olurlar. En önemli ferrimanyetik malzemelerden biri de demir (Fe) dir ve demirle beraber oluşturulan oksitler de ferrimanyetik malzemelere örnek olabilmektedir. Bu malzemeler ferrit olarak da isimlendirilmektedir. Ferrimanyetik malzemeler; basit ferritler, karışık ferritler, hekzagonal ferritler, garnetler-orto ferritler ve diğer kullanışlı oksitler şeklinde sınıflara ayrılmaktadır. [5, 21].

1	٩	1	ø	Þ	1	Ť	t	Ť	Ť	Ť	Î
			<i></i>	-	†	1	î	î	t	Ť	Ť
4	A	ţ			~	t	Ť	Î	Ť	Ť	1
	-					Â	Î	Î	Ť	Ť	Î
(a)					<u></u>		(ł)			
¥	î	ţ	Î	ţ	Ŷ	\$	1	\$	1	*	Î
Å	ţ	î	ţ	î	ţ	Î	ŧ	t	¥	Î	*
ļ	Ť	ţ	Î	ŧ	î	*	Î.	ŧ	Î	4	Î
î	ţ	1	ŧ	Î	ţ	Â	¥	Î	*	Î	¥
		(•	c)	949/Wita - 979/Wita - 979/			,	(0	1)	,	

Şekil 2.4 (a) Tüm sıcaklıklarda paramanyetik malzemeler, (b) ferromanyetik malzemeler, (c) antiferromanyetik malzemeler ve (d) ferrimanyetik malzemelerinin manyetik momentlerinin dizilişi [5].

Paramanyetik malzemelerin manyetik momentleri tüm sıcaklıklarda (a)'da görüldüğü gibi gelişigüzeldir. Ayrıca malzemelerin kritik sıcaklıkları üstünde olduğu durumlarda, diğer malzeme türlerinde de manyetik momentler (a)'daki gibi gelişigüzel görünümünde olmaktadır.

2.2 MANYETİK ANİZOTROPİ, KRİSTAL ANİZOTROPİ VE ŞEKİL ANİZOTROPİSİ

Manyetik anizotropi kısaca; manyetik özelliklerin, ölçülen yöne bağımlılığı olarak tanımlanabilir. Histeresiz eğrisinin şeklini etkileyen önemli faktörlerden biridir. Ayrıca

anizotropi çeşitlerinden kristal anizotropi, malzemenin kendine özgün özellikleriyle alakalıdır. Diğer anizotropi çeşitlerinde ise, dışarıdan gelen etkiler veya uyarılar söz konusudur [22].

2.2.1 Kristal Anizotropi

Kübik yapıya sahip tek bir kristalin mıknatıslanma eğrilerinin ölçümleri; kolay, orta ve zor olarak isimlendirilen üç önemli kristalografik yön hakkında bilgi vermektedir. Hacim merkezli kübik (HMK) yapıdaki demir ve yüzey merkezli kübik (YMK) yapıdaki nikeli örnek verecek olursak; şekil 2.5' de gösterildiği gibi demirin, (100) yönü kolay yönüdür ve bu yönde demirin kolay mıknatıslanacağını göstermektedir. Dolayısıyla bu yönde uygulanan küçük miktarda manyetik alanda bile, kristal içindeki iki alanı ayıran domen duvarı hareket etmektedir. Nikelde ise kolay mıknatıslanma yönü, (111) yönüdür. Malzemeye manyetik alan uygulanmadan veya az miktarda uygulandığında, mıknatıslanma yönünün değişmesiyle bu yönün malzemenin kolay mıknatıslanma yönü olduğu sonucuna ulaşılmaktadır [2].



Şekil 2.5 Demir (a) ve Nikel'in (b) Tek Bir Kristali İçin Mıknatıslanma Eğrileri [2].

Yukarıda verilen demir örneğinden yola çıkarak demirdeki (100) yönünde kendiliğinden doymuşluğa ulaştığının varsayarsak, [001] düzlemine paralel kesilmiş demanyetize bir kristalin muhtemel domen yapısı şekil 2.6 (a)' da gösterildiği gibi olacaktır. [010] yönünde bir manyetik alan (H) uygulandığı takdirde, şekil 2.6 (b)' de manyetik alan yönünde bir hacim artışı görülmektedir. Bu, domen duvar hareketi mekanizmasıyla gerçekleşmektedir ve kristalin manyetik potansiyel enerjisinin düşmesinden kaynaklanmaktadır. Daha sonra ise manyetik alan sürekli uygulandığında, kristal şekil 2.6 (c)' de görüldüğü gibi doyuma ulaşmış olur [2].



Şekil 2.6 Demirin tek bir kristalinde ve [010] yönünde H manyetik alanı uygulandığında domen yapısı [2].

Yukarıdaki Şekil 2.5'te verilen demir örneğinde; demirin [110] yönünde yüksek manyetik alan uygulandığı takdirde demir doygun hale gelebilmektedir. Böyle bir durumda gerçekleşebilecek yönlenme için, domen yapısı şekil 2.7'de gösterildiği gibi değişmektedir. Düşük manyetik alan uygulandığında, Şekil 2.7 (c)'de gösterildiği gibi her biri aynı potansiyel enerjiye sahip iki domen kalana kadar domen duvar hareketi gerçekleşir. Mıknatıslanmanın daha da artması için, uygulanan manyetik alana paralel olana kadar her domenin dönmesi gerekmektedir. Gerçekleşen domen dönmesi yüksek manyetik alanlarda olur. Çünkü manyetik alan, güçlü kristal anizotropi kuvvetine karşı hareket etmektedir. Bu nedenle kristal anizotropi, bir kristal içinde belirli kristalografik yönlerde mıknatıslanmayı durdurma eğilimi gösteren bir kuvvet olarak kabul edilir. Daha sonra ise Şekil 2.7 (d)'de gösterildiği gibi, dönme işlemi tamamlandığında domen duvarı kaybolur ve kristal doyum manyetizasyonuna ulaşmış olur [2].



Şekil 2.7 Demirin tek bir kristalinde ve [110] yönünde H manyetik alanı uygulandığında domen yapısı [2].



Şekil 2.8 Oda Sıcaklığında Kobaltın Mıknatıslanma Eğrileri [2].

Şekil 2.8'de ise, oda sıcaklığında hekzagonele yakın bir yapıya sahip olan kobaltın mıknatıslanma eğrileri gösterilmiştir. Hekzagonal yapıda c ekseni, kolay mıknatıslanma yönündedir. Hekzagonal kristallerde anizotropi enerjisi (E), θ açısına bağlıdır. Bu θ açısı, M_s vektörü ile c ekseni arasındaki açıdır. Anizotropi enerjisi, aşağıdaki formülle ilişkilendirilir [2].

$$E = K_0 + K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta + \dots$$
(2.13)

K₀, K₁, K₂ anizotropi sabitleridir. K₁ ve K₂'nin her ikisi de pozitif olduğunda, anizotropi enerjisi θ =0 için minimum ve c ekseni kolay mıknatıslanma eksenidir. K₁ ve K₂'nin her ikisi de negatif olduğunda, anizotropi enerjisinin minimum değeri θ =90 °'de oluşur [2].

2.2.2 Şekil Anizotropisi

Anizotropi çeşitlerinden biri olan şekil anizotropisini açıklamak için örnek verecek olursak; taneleri istenmeyen şekilde yönlenen ve dolayısıyla net kristal anizotropiye sahip olmayan çok kristalli bir malzeme düşünelim. Şekli küresel ise, uygulanan manyetik alan onu herhangi bir yönde aynı ölçüde mıknatıslar. Fakat şekli küresel değil ise, uzun bir eksende, kısa bir eksende olduğundan daha kolay mıknatıslanacaktır. Bunun nedeni, kısa eksen boyunca demanyetizasyon alanı, uzun bir eksende olduğundan daha kuvvetlidir. Dolayısıyla kısa eksen boyunca uygulanan manyetik alan daha fazla olmalıdır. Bu sebepten ötürü, şekil tek başına bir manyetik anizotropi kaynağı olabilmektedir [2].

BÖLÜM 3

Nd2Fe14B BİLEŞİĞİNİN Nd-Fe-B ÜÇLÜ FAZ DİYAGRAMINDA KONUMU

NdFeB alaşımları, üç tane üçlü alaşım barındırmaktadır. Bu alaşımlar ise; Nd₂Fe₁₄B, Nd_{1+e}Fe₄B₄ ve Nd₅Fe₂B₆'dır. Bu üçlü sistemler sıcaklığa bağlıdır. Bu duruma örnek verecek olursak; Nd_{1+e}Fe₄B₄ ve Fe fazları arasında düşük sıcaklıklarda bir bağ çizgisi vardır. Ancak 900 °C üzerindeki sıcaklıklarda bu bağ çizgisi yoktur. Schneider ve diğerlerinin sonuçlarına göre, bunun yerine Nd₂Fe₁₄B ve Fe₂B fazları arasında bir bağ çizgisi bulunmuştur. Nd-Fe-B faz diyagramının Fe yönünden zengin köşesinde faz ilişkileri incelenirken, Schneider ve diğerleri Nd₅Fe₁₇ ikili bileşiklerinin oluşumunu ilk olarak 1989 yılında gözlemlemiştir. Landgraf ve diğerleri 1990 yılında, bu yapının peritektiyal olarak 1053 K'de kararlı bir faz olduğunu ve Moreau ve ark. da kristal yapısının hekzagonal yapıda olduğunu saptamışlardır [7].

NdFeB alaşımı ile ilgili yapılan çalışmalar sonucunda, üçlü faz diyagramları elde edilmiştir. Şekil 3.1' de ise NdFeB alaşım sisteminde Fe yönünden zengin köşesinde yer alan faz ilişkileri gösterilmektedir. Şekilde yer alan içi dolu daireler ikili fazları, üçgenler ise üçlü fazların konumunu göstermektedir. Meydana gelen reaksiyonlar ise p, e, U ve E ile gösterilmiştir. Şekilde altı çizili simge ile belirtilenler, belli bir bölgeye ait birincil fazlardır. Nd₂Fe₁₄B (Φ) fazı bu bölgede yani NdFeB alaşım sisteminde Fe yönünden zengin köşesinde kristallenmektedir. Ayrıca γ -Fe' in bu bölgede birincil katılaşma fazı olduğu görülmektedir [7].



Şekil 3.1 Nd-Fe-B Üçlü Faz Diyagramı [7].

Erimiş Nd₂Fe₁₄B alaşımı yavaşça soğutulduğunda bazı aşamalar gözlenmektedir. Bu aşamaları sıralayacak olursak; Nd₂Fe₁₄B bileşimi yaklaşık 1280 °C'de katılaşmaya başlar. Daha sonra soğutma, saf Fe kristallerinin daha da kristalleşmesine sebep olur. Kristalleşme, yaklaşık 1180 °C'e kadar yani Nd₂Fe₁₄B fazının peritektik erime noktasına kadar sürekli olarak artar. Fe kristalleri ve daha az Fe içeren sıvı faz, bu sıcaklığın altında denge fazları değildir ve Nd₂Fe₁₄B kristallerini oluşturmaktadır. Ayrıca demir kristalleri etrafında oluşan Nd₂Fe₁₄B fazı, içteki Fe'nin daha az Fe içeren sıvıyla reaksiyonu için bir yayılma sınırı olarak kabul edilir. Bu nedenden ötürü, Nd₂Fe₁₄B'nin peritektik oluşumu, normal döküm işleminde tamamlanamaz ve Nd₂Fe₁₄B taneleri içinde birincil Fe kristalleri yer almaktadır. Öte yandan birincil Fe kristalleri; alaşımın zorlayıcı alanını, domen duvarının çekirdeklenmesi sebebiyle olumsuz etkilemektedir. Dolayısıyla bu sebepten ötürü kalıcı mıknatıs alaşımlarında, birincil Fe kristalleşmesinin önlendiği aralığı genelde seçilmektedir. Bu aralık, Şekil 3.1'de U3-E1 noktalarının kapsadığı eğride yer almaktadır [7].

p1	$L + \delta - Fe \rightarrow \gamma - Fe$	1392
p2	$L + \gamma - Fe \rightarrow \psi(Nd_2Fe_{17})$	1185
р3	$L + \psi \rightarrow Nd_5Fe_{17}$	780
p4	$L + \beta - Nd \rightarrow \alpha - Nd$	856
p5	$L + \delta - Fe \rightarrow \gamma - Fe$	1381
рб	$L + FeB \rightarrow Fe_2B$	1389
p7	$L + \gamma - Fe \longrightarrow \Phi(Nd_2Fe_{14}B)$	1180
p8	$L + NdB_4 \rightarrow \eta (Nd_{11}Fe_4B_4)$	1345
e1	$L \rightarrow Nd_5Fe_{17} + Nd$	685
e2	$L \rightarrow \gamma$ -Fe + Fe ₂ B	1177
e3	$L \rightarrow Nd + Nd_2B_5$	1000
e4	$L \rightarrow \eta(Nd_{11}Fe_4B_4) + \phi(Nd_2Fe_{14}B)$	1115
e5	$L \rightarrow Fe_2B + \phi(Nd_2Fe_{14}B)$	1110
U1	$L + FeB \rightarrow Fe_2B + NdB_4$?
U2	$L + NdB_4 \rightarrow \eta (Nd_{11}Fe_4B_4) + Fe_2B$?
U3	$L + \gamma - Fe \rightarrow \Phi(Nd_2Fe_{14}B) + \psi(Nd_2Fe_{17})$	1130
U4	$L \rightarrow Nd_2B_5 \rightarrow Nd + \rho$ (Fe-fakir Nd-zengin boride)	?
U5	$L + \rho \rightarrow Nd + \eta (Nd_{11}Fe_4B_4)$	(745)
U6	$L + \eta(Nd_{11}Fe_4B_4) \rightarrow Nd + \phi(Nd_2Fe_{14}B)$	710
E1	$L \rightarrow \Phi(Nd_2Fe_{14}B) + \gamma - Fe + Fe_2B$	1105
E2	$L \rightarrow \eta(Nd_{11}Fe_4B_4) + \Phi(Nd_2Fe_{14}B) + Fe_2B$	1095

Çizelge 3.1 Nd-Fe-B üçlü sisteminde yer alan reaksiyonlar ve karşılık gelen sıcaklıklar (°C) [23].



BÖLÜM 4

KALICI MIKNATISLARIN VE NdFeB ESASLI KALICI MIKNATISLARIN TARİHTEKİ GELİŞİMLERİ VE ÖNEMİ

Kalıcı mıknatıs malzemelerinin kullanımı 1900'lü yıllara dayanmaktadır. Birinci nesil kalıcı mıknatıs malzemeleri olarak; tungsten celikleri daha sonra krom celikleri ve nihayetinde yüksek karbonlu çelik olan KS çelikleri geliştirilmiştir. İkinci nesil kalıcı mıknatıslar, MK çeliğinin icadıyla başlamıştır. Bu çelik Mishima tarafından 1931'de icat edilmiştir. MK çeliklerinin zorlayıcı alan değerleri, KS çeliklerine göre 2 katından fazla olacak kadar daha iyi manyetik özelliklere sahiptirler. Ayrıca şu an da kullanılan AlNiCo mıknatısları, MK çeliğinden geliştirilmiştir. Üçüncü nesil kalıcı mıknatıslar ise Ba ve Sr-ferritler, MnAl, MnBi, SmCo₅ ve Sm₂Co₁₇ gibi bileşiklerin üzerine kuruludur. Bu bileşiklerin zorlayıcı alan değerleri, önceki malzemelerden elde edilen mıknatısların zorlayıcı alan değerlerine göre daha fazladır. Bunun sebebi ise bu bileşiklerin kristal anizotropilerinin çok büyük olmasıdır. Özellikle SmCo₅ ve Sm₂Co₁₇, yüksek performanslı kalıcı mıknatıs malzemeleridir. Buradaki R-T bileşiğinde nadir toprak elementi olarak Sm'nin yerine Nd veya Pr, 3d geçiş metali olarak Co'nun yerine ise Fe kullanılabilirdi. Ancak Nd-Fe veya Pr-Fe ikili bileşiklerinin hiçbiri iyi bir kalıcı mıknatıs elde etmek için gerekli manyetik özellikleri sağlamamaktadır. Dolayısıyla yüksek performanslı kalıcı mıknatıs malzemesi olarak R-T bileşiğinde Sm-Co tercih edilmektedir. Daha sonra R-Fe-X (X=Çeşitli elementler olmak üzere) üçlü sistemler keşfedilmiştir ve R₂Fe₁₄B bileşimine rastlanmıştır. Bu bileşim önceki kalıcı mıknatıs malzemelerine göre daha üstün manyetik özelliklere sahiptir. Bu mıknatısların BH_(max) değerleri 400 kj/m³'e ulaşabilmektedir [24].

Kalıcı mıknatıslar, güçlü bir manyetik alana maruz kaldıktan sonra büyük miktardaki kalıcı mıknatıslanmalarını korurlar. Bu tip mıknatısların zorlayıcı alan (H_c) değerleri, birkaç yüz ile birkaç bin oersteds (Oe) arasında değişmektedir. Kalıcı mıknatıs piyasasında ticari olarak ferrit, AlNiCo, SmCo ve NdFeB olmak üzere dört ana mıknatıs kullanılmaktadır. Kullanım

alanı seçimi ise çalışma sıcaklığı, ebat ve ağırlık kısıtlamaları, çevresel kaygılar ve gerekli manyetik enerji gibi faktörler göz önünde bulundurularak yapılmaktadır [25].

Seramik mıknatıslar, demir oksit ve baryum/stronsiyum karbonat seramikten oluşan sinterlenmiş bir kompozit malzemeden üretilmiştir. Genellikle ferritler veya sert ferritler olarak da adlandırılırlar. Seramik mıknatıslar 1950 yıllarında tanıtılmıştır ve günümüzde oldukça popüler kalıcı mıknatıslardan biridir. Seramik mıknatıslarının; düşük maliyet, korozyona karşı yüksek direnç gibi avantajlı özellikleri bulunmaktadır. Ayrıca seramik mıknatısları; AlNiCo ve diğer nadir toprak mıknatıslarına göre daha ucuz hammaddelerden yapılmışlardır. Diğer kalıcı mıknatıslardan AlNiCo mıknatısları ise aşınmaya karşı dirençlidir ve yüksek termal kararlılığa sahiptirler. Bu mıknatısların düşük zorlayıcı alana sahip olmaları ise en büyük dezavantajıdır. 1970 ve 1980'li yıllarda geliştirilen nadir toprak (RE) mıknatısları, diğer kalıcı mıknatıslara göre daha güçlü manyetik alanlar üretebilmektedir. Örneğin; bu tip kalıcı mıknatısların manyetik alanı 1.4 Teslayı aşabilirken, ferrit mıknatıslar ise 0.5-1.0 teslalık manyetik alan göstermektedir. Nadir toprak mıknatısları, SmCo ve NdFeB esaslı olmak üzere iki çeşittir. Bu mıknatısların manyetik özellikleri diğer mıknatıslara göre daha iyi olsa da, aşınmaya ve korozyona karşı dirençleri düşüktür. Dolayısıyla bu olumsuz özelliklerini azaltmak veya ortadan kaldırmak için genellikle kaplama veya element katkısı yapılmaktadır [25, 26].

Nadir toprak mıknatıslarından olan SmCo esaslı kalıcı mıknatıslar, yüksek Curie sıcaklığına sahiplerdir ve dolayısıyla yüksek çalışma sıcaklığında çalışabilme kabiliyetlerinden dolayı hem havacılık hem de askeri uygulamalarda kullanılmaktadır. NdFeB kalıcı mıknatısları ise 1980'li yıllarda lantan-terbiyum-demir-bor (LaTbFeB) alaşımının özel özelliklere sahip olduğu keşfedildiğinde geliştirilmiştir. NdFeB mıknatısları, günlük yaşantımızda birçok kolaylık getirmiştir. Örneğin; cep telefonları, taşınabilir CD oynatıcıları, bilgisayarlar ve birçok ses sistemi gibi teknolojik cihazların boyutlarının küçültülmesini sağlamıştır. Ayrıca NdFeB esaslı kalıcı mıknatısları;

- Otomotiv Endüstrisi
- Elektrikli bisikletler
- Hoparlörler
- MR

- Jeneratörler
- Rüzgar Kuvvet Jeneratörleri
- Enerji Depolama Sistemleri
- Klima Kompresörleri ve Fanları gibi birçok uygulama alanında yer almaktadır [25, 26].

Kalıcı mıknatıslar 20.yy'da geliştirilmiştir ve Dünya piyasasında önemli yer tutmaktadır. Şekil 4.1'de gösterildiği gibi Dünya genelinde kalıcı mıknatıs piyasası 2013 yılında 11.3 milyar dolara ulaşmıştır. 2018 yılında ise yaklaşık % 5.7 büyüme ile 15 milyar dolara ulaşması beklenmektedir. 2013 yılında kalıcı mıknatıs türleri arasında seramik mıknatıslar en büyük pazarı oluşturmaktadır ve 900.000 ton kadar kullanım hacmine ulaştığı tahmin edilmektedir. 2018'de ise seramik mıknatıs pazarının 1.1 milyon tona ulaşması beklenmektedir [25].



Şekil 4.1 2018'e kadar kalıcı mıknatıslar için piyasa talebi [25].

Kalıcı mıknatıs piyasasında Japonya ve Çin ana üretici statüsündedir. Şekil 4.2 ve 4.3'de Çin, Japonya, ABD ve Avrupa'da 1983-2007 yılları arasında NdFeB mıknatısı üretimi gösterilmektedir. Şekil 4.2'de görüldüğü üzere en fazla üretim yapan Japonya ve Çindir [26].



Şekil 4.2 1983-2007 yılları arasında Çin ve Japonya'da NdFeB mıknatıs üretimi [26].



Şekil 4.3 ABD ve Avrupa'da NdFeB mıknatıs üretimi (Gg=Gigagrams) [26].

Ülkelere göre üretim oranlarını grafik üzerinde inceleyecek olursak, Şekil 4.4'te görüldüğü gibi 2007'de Dünya NdFeB mıknatıs üretiminin % 76'sını Çin oluşturmaktadır. Japonya da hemen hemen her yıl üretim yapmıştır. ABD ise 2004 yılında sinterlenmiş mıknatıs üretimini durdurmuştur ve Avrupa 2007'de NdFeB mıknatıs üretiminin sadece % 2'sine katkı yapmıştır [26].



Şekil 4.4 Çin, Japonya, ABD ve Avrupa'da NdFeB mıknatıs üretimi (Yüzde Oranları) [26].



BÖLÜM 5

VAKUM ARK ERGİTME (VAR) ÜRETİM YÖNTEMİ

Vakum ark ergitme (Vacuum Arc Remelting-VAR) prosesi; vakum içerisinde bir elektrotun, bir dc arkından gelen ısı ile eritilmesine dayanan bir işlemdir. Ark; külçenin düz bir yüzeye ve üniform hale sahip olmasını sağlayan, külçe yüzeyinde hareket ettirilen küçük bir nokta ısı kaynağıdır. Şekil 5.1'de gösterildiği gibi arktaki ısı, elektrotu eritir ve eriyen metal damlacıkları su ile soğutulmuş bakır potada katılaşır. Dolayısıyla eriyik metal, külçe haline gelir. VAR prosesinin amacı; sağlam, kimyasal olarak homojen, segregasyondan arınmış bir külçe üretmektir. Bu proses ile başta havacılık sektörü olmak üzere birçok uygulama alanında yer alan alaşımların üretimi yapılmaktadır [27, 28].



Şekil 5.1 VAR yönteminin şeması (I toplam uygulanan akım, I_a ark akımı ve I_b, alt akımdır) [27].

VAR yönteminde, külçenin katılaşması sırasında olumsuz etki yapan bazı faktörler vardır. Bu faktörler; ark uzunluğu, vakum bütünlüğü, elektrot gidiş oranı, elektrot/kalıp çapı oranı gibi faktörlerdir ve külçenin katılaşma şekline kısa veya uzun zaman ölçeğinde etkide bulunabilmektedir. Çillenme kusurlarının başlaması kısa zaman ölçeğinde etkisini, külçenin ayrışmaya yani segregasyona uğraması da uzun zaman ölçeğindeki etkisini göstermektedir. VAR yönteminde kullanılan düşük ergime sıcaklığına sahip malzemelerin katılaşmasında, ısı miktarını artırmak için külçe ile kalıbın iç yüzeyi arasındaki boşluğa helyum ilave edilmektedir. Buradaki boşluk ve içerisine doldurulan helyum sayesinde, külçenin soğuma hızına olumlu yönde etkide bulunur. Bu etkiyle birlikte, segregasyona duyarlı malzemelerde bile VAR yönteminin daha başarılı olması sağlanmaktadır. VAR yönteminin diğer bir avantajlarından biri de, daha önce meydana gelen inklüzyon sayısını azaltabilmesidir. Meydana gelen inklüzyonlar; oksit ve nitrit parçalarının biraraya gelmesinden, çözülmemiş tungstenden veya birincil ergitme ve VAR yöntemi arasında temizleme sırasında elektrotun dış yüzeyinde oluşabilmektedir [28, 29].

Vakum ark yeniden ergitme (VAR) ve elektro-cüruf yeniden ergitme (ESR) yöntemlerinde üretilen malzemeler segregasyondan arındırılmış halde olduğundan dolayı, bu yöntemlere talep artmıştır. Ancak VAR yöntemi, ESR yöntemine göre bazı avantajlara sahiptir. Örneğin, VAR yönteminde külçede daha yüksek soğuma oranı mevcuttur. Bu durum segregasyona karşı hassas olan (özellikle nikel bazlı süper alaşımlar) malzemelere karşı yöntemi, daha cazip kılacak bir unsurdur. Ayrıca ESR yönteminde kullanılan malzemeler, çelikler ve nikel-bazlı alaşımlar olarak sınırlandırılabilir. Ancak VAR yönteminde bu malzemeler dışında Ti, Zr, Nb, Ta ve U gibi malzemelerde kullanılmaktadır. Ergime sıcaklığı yüksek olan Ti, Zr gibi maddelerin VAR yöntemiyle üretimi, çelikler ve nikel esaslı alaşımlar ile benzer şekildedir. Ancak bazı farklılıklar bulunmaktadır. İlk önemli fark, külçe yüzeyine üniform ısı girişi sağlamak için arkın daha uzun olması ve harici bir manyetik alan ile döndürülmesidir. Diğer önemli fark ise alaşım bileşenini homojenize etmek için belirli aralıklarla külçeye ters manyetik alan uygulanmasıdır [28, 29].

BÖLÜM 6

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

6.1 DENEYLERDE KULLANILAN MALZEMELER

Yapılan deneysel çalışmada Nd, Fe, B ve Al metalleri kullanılmıştır ve külçe halinde Alfa-Aesar firmasından temin edilmiştir. Deneysel çalışmada kullanılan Nd % 99.1, Fe % 99.97, B % 99.4 ve Al ise % 99.5 saflıktadır.

6.2 DENEYLERDE KULLANILAN CİHAZLAR

Deneylerde kullanılan numunelerin; ergitme, ısıl işlem ve karakterizasyonu sırasında kullanılan cihazlar sırasıyla aşağıda anlatılmaktadır:

6.2.1 Vakum Ark Ergitme Cihazı

Vakum ark ergitme cihazı, işlem sırası olarak ikincil alaşım üretimi yapmaktadır. Bu işlem, cihaz içerisinde vakum, elektrot, arkın sağladığı ısı, su soğutmalı pota gibi temel düzenekler sayesinde gerçekleşmektedir. Vakum ark ergitme cihazı ile numunelerin homojen dağılıma sahip olması sağlanmaktadır. Ergime sıcaklığı düşük veya yüksek olan alaşımların üretilmesi sırasında harici manyetik alan veya ters manyetik alan verilmesi gibi bazı işlem farklılıkları mevcuttur [28, 29].

Ergitme işlemi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fizik mühendisliği bölümünde yer alan manyetik malzeme araştırma labaratuvarında yapılmıştır. Kullanılan vakum ark ergitme cihazı Şekil 6.1'de gösterilmiştir.



Şekil 6.1 Vakum Ark Ergitme Cihazı.

6.2.2 Isıl İşlem Cihazı

Isıl işlem ile malzemeye belirli özellikler kazandırmak için iç yapısını değiştirmek amaçlanmaktadır. Bu işlem, istenilen sıcaklık-zaman programı dahilinde ısıtma-o sıcaklıkta bekletme-soğutma prensibine dayanarak yapılmaktadır [30].

Deneysel çalışmada Sakarya Üniversitesinde bulunan Nabertherm marka üstten dolumlu, yuvarlak/oval Top60eco model ısıl işlem cihazı kullanılmıştır. Şekil 6.2'de, kullanılan ısıl işlem cihazının fotoğrafi yer almaktadır.



Şekil 6.2 Nabertherm Marka Isıl İşlem Cihazı.

6.2.3 X-Işını Kırınım Cihazı (XRD)

XRD cihazında yer alan X-ışınları, elektromanyetik radyasyon dalgalarıdır. Kullanılan numunenin elektronları vasıtasıyla X-ışını dalgaları saçılır. Elektrona çarpan X ışını, elektron saçan ikincil küresel dalgalar üretir. Oluşan dalgalar, Bragg yasası ($2dsin\theta = n\lambda$) ile belirlenerek belirli yönde olumlu katkıda bulunurlar. Burada d, Å cinsinden kırılma düzlemleri arasındaki aralıktır; θ , derece olarak gelen açıdır; n, kırınım derecesi ve λ , Å cinsinden kirişin dalga boyudur. Bragg yasası ile belirlenen yönler, kırınım deseninde noktalar şeklinde görülür. Ayrıca bu yöntemde, X-ışını yoğunluğu kaydedilir. X-ışını, 2 θ açısının bir fonksiyonudur [31].

Yapılan XRD analizinde; X ışını kaynağı olarak Cu K $_{\alpha}$ kullanılmıştır ve 20 açısı 20-90° olarak alınmıştır.

6.2.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı; 40 keV'a kadar yüksek enerjiye sahip elektron demetinin, numuneye paralel çizgi boyunca gönderilmesi ile bir görüntü oluşturarak numune yüzeyini analiz edilmesini sağlar. Analiz, gönderilen elektron demetinin numunelere çarpmasıyla oluşan çeşitli sinyallerin görüntü oluşturması sonucunda yapılır [32].

SEM cihazında görüntüde yüksek büyütme yapılırken, görüntü çözünürlüğü yeterli olmayabilir. Görüntü çözünürlüğünü iyileştirmek için lens sapmaları azaltılır veya elektron kaynağının parlaklığı artırılır. Lens tasarımı veya elektro-optik düzeltme cihazları geliştirilerek, optik sapmaların önüne geçilebilir. Diğer durumda ise yüksek parlaklık içeren elektron tabancaları ile görüntü çözünürlüğü artırılabilir [32].

SEM cihazında incelenen numunelerin mikroyapı incelemesi yapılabilmesi için 400-600-800-1000-1200-1500 ve 2000 derecelik zımparalar ile sırasıyla zımparalandıktan sonra 3 μ m ve 1 μ m'lik parlatma solüsyonu ve uygun keçelerle parlatılmıştır. Yapılan bu metalografik işlemlerden sonra numunelerin yüzeylerini oksitlenmeden korumak için numuneler, sıvı parafin içerisinde muhafaza edilmiştir. Numunelerin mikroyapı görüntüleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile geri saçılımlı elektron (BSE) modunda elde edilmiştir.

6.2.5 Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM)

Titreşimli örnek manyetometre (VSM) cihazı, algılama bobinleri içerisinde gerçekleşen akı değişimi sonucunda numunenin manyetizasyon değerlerini saptamayı temel alan cihazdır. Foner tarafından geliştirilen titreşimli örnek manyetometresinin önemli bir özelliği; geri besleme ve minimum hata ile elektronik olarak kontrol edilebilmesidir. Ayrıca kolay numune değişimi, manyetik moment ölçümleri için hassasiyet gibi niteliklere sahiptir. Çalışma prensibi ise Faraday indüksiyon yasasına dayanmaktadır:

$$\mathcal{E} = -\frac{\mathrm{d}\emptyset \mathrm{B}}{\mathrm{d}t} \tag{6.1}$$

Burada E, emk'yı Ø ise manyetik akıyı göstermektedir. Formül, zamana göre değişen akı miktarını göstermektedir. Titreşimli örnek manyetometresinde örnek, homojen bir manyetik

alan tarafından manyetize edilir ve sabit genlikte algılama bobini içerisinde titreşime tabi tutulur. Böylelikle bobin içerisinde manyetik akı meydana gelir ve örneğin oluşturduğu değişken manyetik alan ile algılayıcı bobin içerisinde gerilim indüklenir. Bu gerilim VSM cihazında, manyetik moment birimi olan emu (1 emu=10⁻³ A.m²) olarak ölçülmektedir. Ayrıca VSM cihazının ölçüm hassasiyeti 10⁻⁵ emu'dur [33, 34].



Şekil 6.3 Titreşimli örnek manyetometresinin (VSM) çalışma prensibi [34].

Manyetizasyon ölçümleri, İstanbul Teknik Üniversitesi Fizik mühendisliği bölümünde bulunan manyetik malzeme araştırma labaratuvarında yapılmıştır. VSM cihazıyla ölçülen numuneler, ölçüm öncesi Ni standartına göre kalibre edilerek yapılmıştır. Kesilen numuneler VSM cihazının örnek tutucusuna konularak, oda sıcaklığında her bir numuneye ±11 kOe'lik bir manyetizasyon şiddeti uygulanmıştır. gerçekleştirilmiştir. Numunelere uygulanan titreşim frekansı 75 Hertz'dir. Numunelere uygulanan ±11 kOe'lik manyetik alan altında, çoğu numunenin tam olarak doyum manyetizasyon değerine ulaşmadığı görülmektedir. Bu sebepten ötürü yorumlamalar, doyum manyetizasyonu yerine en yüksek B değerine karşılık gelen değer üzerinden yapılmıştır. Numunelerin Curie sıcaklıklarının belirlenmesi için, en yüksek 660 °C ve 400 °C sıcaklıklarda olmak üzere iki farklı cihazda AC-manyetik duygunluk ölçümleri alınmıştır.

6.2.6 Termal Analiz Cihazı (DTA ve DSC)

Diferansiyel termal analiz (DTA) tekniği; numune ve referans numunesine sıcaklık uygulanması sonucunda, sıcaklık farkının temel alındığı cihaz ile gerçekleştirilmektedir. XRD ve DTA ölçüm cihazlarının kayıtlarında, her ikisinde de pikler vasıtasıyla oluşan eğriler birbirine benzer görünümündedir. Ancak XRD'de eğri, kırınım açısının (θ) bir fonksiyonu olarak yansıtılan X-ışınlarının şiddetini (*I*) temsil der. DTA'da ise bu eğri sıcaklığın (T) bir fonksiyonu olan sıcaklık farkını (Δ T) gösterir. Ayrıca diğer önemli fark ise XRD ölçümü tahribatsız yapılmaktadır. Yani analiz sırasında numunenin yapı ve bileşiminde bir değişim meydana gelmez. DTA ise numune yapısının değiştirildiği ve piklerin, meydana gelen değişiklikleri tespit ettiği bir yöntemdir. DTA yönteminde, numuneye ve referans numunesine uygulanan sıcaklık aynı anda olmaktadır. Sıcaklıktaki sapma, Δ T=Ts-T_R (Ts=Numunenin sıcaklığı, T_R=Referans numunesinin sıcaklığı) formülü ile belirlenir. Sıcaklıktaki sapma, endotermik veya ekzotermik dönüşüm sırasında ısı tüketiminden veya üretiminden kaynaklanmaktadır. Ancak numuneye ısı akışının artması veya azalmasıyla bu fark denge durumuna gelir. Böylelikle dönüşüm tamamlandıktan sonra sıcaklıklar, eşit bir seviyeye gelir [35].

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yönteminde de numune ve referans numunesine sıcaklık uygulanmaktadır. Bu yöntemde numune ve referans maddesi ayrı ayrı ısıtılır. Analizi yapılan numunenin sıcaklığı, referans maddesinin sıcaklığından farklı ise sistem devreye girerek aradaki sıcaklık farkını sıfıra indirmektedir. Bu yöntemle numunede meydana gelen faz değişimleri esnasında, ısı transferi miktarı belirlenebilir. DSC yönteminin DTA yönteminden ayıran en önemli fark, DSC yönteminin enerji farkının ölçüldüğü bir termal analiz yöntemidir. DTA yönteminde ise sıcaklık farkı ölçümü dikkate alınmaktadır [36].

DSC analizi, Sakarya Üniversitesi Merkezi Araştırma Labaratuvarında yapılmıştır. DSC analizi sadece 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesi için yapılmış ve yapılan analizde sıcaklık aralığı -30 ile 100 °C olarak belirlenmiştir. Sıcaklık hızı ise 5 °C/dk'dır.

6.3 DENEYLERİN YAPILIŞI

Bu çalışmada kullanılan Nd, Fe, B ve Al külçeleri Alfa Aesar firmasından temin edilmiştir. Al katkısı ve sıcaklık etkisi gibi faktörlerin; Nd-Fe-B esaslı alaşımların faz yapısına,

mikroyapıya, manyetik özelliklerine, Curie sıcaklığına, korozyon direncine etkileri incelenmiştir. Alaşımlara argon atmosferinde ergitme ve ısıl işlem uygulanarak, bu incelemeler gerçekleştirilmiştir.

6.3.1 Ergitme

Ergitme işlemi, vakum ark ergitme yöntemiyle yapılmıştır. Ergitme işleminden önce ortam 5 defa argon gazı verilerek temizlenmiştir. Ayrıca numunelerde homojenlik sağlamak için, her bir ergitmeden sonra numuneler ters çevrilerek 3'er defa ergitilmiştir. Ergitme işleminde numuneler, Cu pota içerisinde su soğutmalı olarak katılaştırılmıştır. Ergitme öncesi tartılan numuneler, 3 gr olarak yapılmıştır ve ergitme sonrasında ise numunelerin kütleleri 2.98-3.00 gr arasında ölçülmüştür.

6.3.2 Isıl İşlem

NdFeB alaşımlarının ısıl işlemi için Sakarya Üniversitesinde bulunan Nabertherm marka top60eco model cihaz kullanılmıştır. Cihaz 60 lt hacme sahip ve maksimum 1300 °C'e çıkabilmektedir. Katkısız Nd₁₄Fe₈₁B₅ ve Al katkılı Nd_{14-x}Fe₈₁Al_xB₅ (x=1, 2, 3, 4, 5) kompozisyonlarına sahip her bir alaşıma 700 ve 900 °C'de ısıl işlem uygulanmıştır. Isıl işlem, yüksek saflıkta 0.5 atm basınca sahip argon gazı altında gerçekleştirilmiştir.

Oksitlenmeyi önlemek için parafin içerisinde bulunan numuneler, alkol ile temizlenip cihazın içerisinde bulunan oksijeni gidermek için 2-3 dk yüksek basınçta argon gazı verilmiştir ve 3 saat boyunca sürekli argon gazı altında 700 °C'de ısıl işlem yapılmıştır. Cihaz, yaklaşık olarak 1 buçuk saatte 700 °C'ye ulaşmıştır ve 3 saat ısıl işlemden sonra numuneler cihaz içerisinde soğumaya başlamıştır. Numuneler yaklaşık 20 saat sonra fırının sıcaklığı 37 °C'ye düştüğünde, parafin dolu kap içerisine alınmıştır. Aynı süreç, 900 °C'de ısıl işlem yapmak için de gerçekleştirilmiştir. Cihaz 900 °C'ye yaklaşık 2 buçuk saatte ulaşmıştır ve 3 saat ısıl işlem uygulanmıştır. Numuneler, yaklaşık 24 saat sonra sıcaklık 40 °C iken fırından alınmıştır. Isıl işlem sırasında, kullanılan argon gazının basıncı istemsizce artış veya azalış göstermiştir. Bundan ötürü ısıl işlem sonrasında numunelerde oksit tabakası gözlemlenmiştir. Bu tabaka, zımparalama işlemleriyle giderilmiştir ve numunelerde bir miktar (0.2-0.8 g) kütle kaybı meydana gelmiştir.



BÖLÜM 7

DENEYSEL BULGULAR

Malzemelere uygulanan ergitme işleminden sonra yapılan farklı sıcaklıklardaki ısıl işlemler sonucunda, malzemelerin faz analizleri, mikroyapı görüntüleri, EDS analizleri ve manyetizasyon-Curie sıcaklığı ölçümleri bu bölümde yer almaktadır. Ayrıca bu bölümde, numunelerin korozyon dirençleri ve manyetizasyon sonuçları karşılaştırılarak sonuçlar ayrıntılı bir şekilde irdelenmiştir.

7.1 Nd₁₄Fe₈₁B₅ KOMPOZİSYONUNA SAHİP MALZEMEYE AİT KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Isıl işlem uygulanmamış katkısız Nd₁₄Fe₈₁B₅ malzemesine ait faz analizleri, mikroyapı görüntüleri ile tane yapısı ve EDS analizi ile faz kompozisyonları incelenmiştir. Ayrıca bu bölümde, ısıl işlem uygulanmamış Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin manyetizasyon ölçümleri de yer almaktadır.

7.1.1 Nd14Fe81B5 Malzemesine Ait Faz Analizi

Şekil 7.1'de katkısız Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesine ait X-ışınları difraksiyonu (XRD) analizi sonucu elde edilen pikler yer almaktadır. Numuneye ait pikler, veri tabanında yer alan standart piklerle karşılaştırma yapılarak malzeme içerisinde bulunan fazların tespiti yapılmaktadır.



Şekil 7.1 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Numunesinin XRD Sonuçları.

Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin XRD analizine göre; Nd₂Fe₁₄B, Fe ve Nd₂Fe₁₇ fazlarına ait pikler bulunmaktadır.

7.1.2 Nd14Fe81B5 Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi

Şekil 7.2'de katkısız $Nd_{14}Fe_{81}B_5$ numunesinin mikroyapı görüntüsü yer almaktadır. Mikroyapıda yer yer poroziteler görülmektedir.

Çizelge 7.1'deki EDS analizi sonuçlarına göre, Şekil 7.2'de a ile gösterilen bölge serbest demirdir. Demir fazının etrafını saran gri renkli yapı ise Nd₂Fe₁₄B tanelerine aittir.



Şekil 7.2 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Numunesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü.

Dälge	Atom Yüzdeleri (%)						
Bolge	Nd	Fe					
а	_	100					
b	15, 78	84, 22					

Çizelge 7.1 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

7.1.3 Nd14Fe81B5 Malzemesine Ait Manyetizasyon Ölçümleri

 $Nd_{14}Fe_{81}B_5$ numunesine ait histerezis eğrisi Şekil 7.3'de yer almaktadır. Zorlayıcı alan ve kalıcı mıknatıslanma değerleri düşüktür. Zorlayıcı alan (H_c) 175 Oe, kalıcı mıknatıslanma değeri (B_r) 6.55 emu/g'dır. Numunelerin manyetizasyon ölçümleri, ±11 Tesla manyetik alan şiddet değerine kadar ölçülmüştür. Histerezis eğrilerinden görüleceği üzere uygulanan manyetik alan altında numunelerin doyum manyetizasyon (M_s) değerine ulaşmadığı görülmektedir. Bu sebepten ötürü numunenin en yüksek B değeri 95 emu/g'dır.



Şekil 7.3 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.4'de ısıl işlem uygulanmamış Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 309 °C olarak ölçülmüştür. Numunede yer alan bir diğer ferromanyetik fazın Curie sıcaklığı ise yaklaşık olarak 63 °C'dir. Literatürde yer alan kaynaklara göre Nd₂Fe₁₄B fazının Tc değeri yaklaşık olarak 312 °C, Nd₂Fe₁₇ fazının Tc değeri ise yaklaşık olarak 65 °C'dir [37, 38]. Sinyal değerinin, sıcaklık artışıyla bir miktar arttığı görülmektedir. Bu durum ölçüm esnasında malzeme yüzeyinde Nd elementinin oksitlenmesinden dolayı ferrimanyetik demir oksitten alınan sinyalden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 7.4 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.2 Nd14Fe81B5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesine uygulanan 700 °C'de 1s1l işlem sonrası oluşan fazlar, mikroyapı değişimi ve manyetizasyon ölçümleri aşağıda başlıklar halinde verilmektedir.

7.2.1 Nd14Fe81B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

Şekil 7.5'te Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesine uygulanan 700 °C'de ısıl işlem sonrasına ait XRD grafiği yer almaktadır. Bu XRD grafiğinde de, ısıl işlem uygulanmamış katkısız numunenin XRD analizinde olduğu gibi Nd₂Fe₁₄B, Nd₂Fe₁₇ ve α -demir fazlarına ait pikler bulunmaktadır.



Şekil 7.5 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.2.2 Nd14Fe81B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Ergitme işlemi sonrası ısıl işlem uygulanmamış Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin mikroyapısında olduğu gibi 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin mikroyapısında da serbest demir fazı tespit edilmiştir ve Şekil 7.6'da gösterilmektedir.

700 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin mikroyapısında diğer numunelerden farklı olarak üç farklı yapı gözlenmektedir. Isıl işlem uygulanmamış numunede uzun taneler gözleniyor iken, bu numuneye ait mikroyapı görüntüsünde daha kısa taneler ve dairesel görünümlü taneler görülmektedir.

Şekilde 7.6'da, ısıl işlem uygulanmamış katkısız numunesine ait tanelerin aksine daha düzgün bir yapı görülmektedir. Şekil 7.2'de yer yer pürüzlü ve poroziteli yapı var iken ısıl işlem uygulanmasının tanelerin morfolojisine olumlu etki yaptığı görülmektedir.



Şekil 7.6 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.2 700 °C'de Isıl İşlem	Uygulanmış Nd14Fe81B5 Numunesinin Farklı Bölgelerine A	it
EDS Analiz Sonuçla	arı.	

Bölge	Atom Yüzdeleri (%)						
Doige	Nd	Fe					
а	_	100					
b	14, 5	85,5					
С	23,5	76,5					
7.2.3 Nd14Fe81B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

Şekil 7.7'te Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin 700 °C'de 1s1l işlem sonrası manyetizasyon eğrisi yer almaktadır. Is1l işlem uygulanmamış numuneye göre zorlayıcı alan (H_c) değerinin arttığı gözlenmiştir. Zorlayıcı alan (H_c) 564 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 9.17 emu/g ve en yüksek B değeri ise 68 emu/g olarak ölçülmüştür.



Şekil 7.7 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.8'de 700 °C'de ısıl işlem sonrası Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 311 °C olarak ölçülmüştür. Numunede yer alan bir diğer ferromanyetik fazın Curie sıcaklığı ise yaklaşık olarak 81 °C'dir. Sinyal, malzemenin Curie sıcaklığından sonra sıcaklığın artışıyla artmaktadır. Daha önceden de belirtildiği gibi bu durumun ölçüm esnasında malzeme yüzeyindeki Nd'nin oksitlenmesiyle birlikte ferrimanyetik demir oksitten alınan sinyal olduğu düşünülmektedir.



Şekil 7.8 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Numunesinin 700 °C'de Is1l İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.3 Nd₁₄Fe₈₁B₅ MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Bu bölümde ise Nd₁₄Fe₈₁B₅ malzemesine uygulanan 900 °C'de 1s1l işlem uygulanması sonucu sırasıyla faz analizi, mikroyapı incelemesi ve manyetizasyon ölçümleri bulunmaktadır.

7.3.1 Nd14Fe81B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

Şekil 7.9'da Nd₁₄Fe₈₁B₅ malzemesine 900 °C'de ısıl işlem sonrasına ait XRD grafiği yer almaktadır. Bu XRD grafiğinde; Nd₂Fe₁₄B, Nd₂Fe₁₇ ve ısıl işlem sırasında meydana geldiği düşünülen Nd₂O₃ fazlarına ait pikler bulunmaktadır. Bu numuneye ait XRD analizinde Fe fazı gözlenmemiştir.



Şekil 7.9 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.3.2 Nd14Fe81B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Şekil 7.10'da 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin mikroyapısında, diğer katkısız numunelerden farklı olarak serbest demir gözlenmemiştir.

EDS analizinde görüldüğü üzere iki farklı yapı mevcuttur ve Nd elementi her iki yapı içerisinde yer almaktadır. EDS analizinde oksijen görülmesinin sebebi numunelerin ısıl işlem sırasında oksitlenmesinden dolayı kaynaklandığı düşünülmektedir. Diğer numunelerden ziyade bu numunede yüzeyin deformasyona uğramasının sebebi, ısıl işlem ile malzemenin oldukça gevrekleşmesi ve yüzeyin daha kolay deformasyona uğrayabiliyor olmasından kaynaklanabilmektedir. Numunenin gevrek olmasının sebebi olarak mikroyapıda serbest demirin yer almamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 7.10 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.3 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd₁₄Fe₈₁B₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

Bölge	Atom Yüzdeleri (%)			
Doige	Nd	Fe	0	
а	5,45	29,75	64,8	
b	9,74	56,87	33,39	

7.3.3 Nd14Fe81B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

Şekil 7.11'de katkısız $Nd_{14}Fe_{81}B_5$ malzemesinin 900 °C'de ısıl işlem sonrası manyetizasyon ölçümü yer almaktadır. Zorlayıcı alan değeri (H_c) 493 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 26.38 emu/g, en yüksek B değeri ise 188 emu/g olarak ölçülmüştür. Isıl işlem görmemiş $Nd_{14}Fe_{81}B_5$ numunesine göre H_c ve B_r değerleri daha yüksektir. Ayrıca ısıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış bu 3 numune arasında, en yüksek kalıcı mıknatıslanma değerine sahip olan malzeme bu gruptadır.



Şekil 7.11 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.12'de 900 °C'de ısıl işlem sonrası Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 298 °C olarak ölçülmüştür. Numunede yer alan bir diğer ferromanyetik fazın Curie sıcaklığı ise yaklaşık olarak 74 °C'dir. Bu faz ise XRD analizinde de görüldüğü üzere Nd₂Fe₁₇ fazıdır. Ayrıca 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin AC-Manyetik duygunluk grafiğinde olduğu gibi Şekil 7.12'deki grafikte de sinyal oldukça azalmış görülmektedir. Birim hacimdeki manyetik fazın miktarı ne kadar yüksek ise manyetizasyon değeri de o kadar artmaktadır. Grafiğe göre serbest demirin malzeme içerisinde oldukça azalmış düşünülmektedir.



Şekil 7.12 Nd₁₄Fe₈₁B₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

Yukarıda ısıl işlem uygulanmamış ve farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin karakterizasyon ve manyetizasyon sonuçları yer almaktadır. Bu sonuçları özetleyecek olursak;

- Her üç numunenin XRD analizinde; Nd₂Fe₁₄B ve Nd₂Fe₁₇ fazları yer almaktadır. α-Fe fazı ise bu üç katkısız numuneler arasında sadece 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunede gözlenmemiştir. Mikroyapı görüntülerinde de katkısız numunelerde serbest demir bulunur iken sadece 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunede serbest demirin bulunmaması, XRD analizi ile birbirini desteklemesini sağlamaktadır. Isıl işlem ile Nd₂Fe₁₄B fazına ait piklerin şiddetinin arttığı gözlenmiştir. Ayrıca 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunede Nd₂O₃ fazı tespit edilmiştir. EDS analizinde yüksek miktarda oksijen çıkmasının sebebinin ısıl işlem sırasında numunenin oksitlenmesinden ötürü olduğu düşünülmektedir.
- Zorlayıcı alan (H_c) değeri; tane boyutu, tane dizilimi, tane boyut dağılımı (homojen veya homojen olmayan dağılımlar) ve manyetik veya manyetik olmayan fazların varlığına bağlıdır [37]. XRD verilerinde, Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunelerinde (900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numune haricinde) α-Fe fazı yer almaktadır. Burada manyetik α-Fe fazı, manyetik olarak yumuşak faz olduğu için zorlayıcı alanı olumsuz etkilemektedir. Uygun tavlama şartlarında α-Fe fazı azaltılabilir. Elde edilen VSM verilerindeki zorlayıcı alan değerleri karşılaştırıldığında; ısıl işlem ile bu değerlerin artmış olduğu görülmektedir. Bu durumun sebebi; ısıl işlem ile malzemede daha fazla Nd₂Fe₁₄B kristali oluşmasından ve α-Fe fazının azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.
- Doyum manyetizasyonu; manyetik fazların içeriğine ve alaşım içerisinde yer alan birim hacimdeki manyetik faz miktarına bağlıdır [12]. Numunelerin, uygulanan manyetik alan altında doyum manyetizasyon değerine ulaşmadığı görülmektedir. 900 °C'de 1sıl işlem uygulanmış numunenin en yüksek B değeri değerinin diğer numunelere göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durumun sebebi 900 °C 1sıl işlem sıcaklığında, manyetik Nd₂Fe₁₄B fazının tavlama etkisiyle artması ve dolayısıyla toplam manyetik faz miktarının artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.
- Isıl işlem uygulanmamış ve farklı sıcaklıklarda uygulanmış katkısız numunelerin histerezis eğrilerine bakıldığında; ısıl işlem uygulanmamış numunenin dar histerezis eğrisine sahip olduğu görülürken, numuneye ısıl işlem uygulanmasıyla birlikte geniş histerezis çevrimine sahip oldukları görülmektedir. Bu durum, numunenin daha

yüksek zorlayıcı alan (H_c) ve kalıcı mıknatıslanma (B_r) değerine sahip olduğunu göstermektedir. Ayrıca 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunede sert manyetik fazın oranı daha fazla görülmektedir. Ancak histerezis eğrisi 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunenin histerezis eğrisine göre daha dar görülmektedir. Burada manyetik tanelerin büyümesi H_c değerinin bir miktar azalmasına neden olduğu düşünülmektedir.

7.4 AI KATKILI Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ MALZEMESİNE AİT KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ malzemesine ait karakterizasyon ve manyetizasyon sonuçları aşağıda yer almaktadır.

7.4.1 Nd13Fe81AlB5 Malzemesine Ait Faz Analizi

Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ kompozisyonuna sahip Al katkılı malzemeye ait XRD grafiği Şekil 7.13'de yer almaktadır. Grafikte görüleceği üzere, Nd₂Fe₁₄B, α-Fe ve Nd fazları bulunmaktadır.



Şekil 7.13 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Malzemesinin XRD Sonuçları.

7.4.2 Nd13Fe81AlB5 Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi

Şekil 7.14'te Al katkılı Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ malzemesine ait mikroyapı görüntüsünde yer yer uzunlamasına yapılar görülmektedir. Çizelge 7.4'te yer alan EDS analizinde görüleceği üzere koyu renkte olan bazı Fe taneleri, Al ilavesi ile uzunlamasına bir görünüme sahip olmuştur.

Alüminyum katkısının; atom numarasının ve Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ kompozisyonunda miktarının düşük olması sebebiyle sadece genel EDS analizinde yer almaktadır. Ayrıca EDS analizinde serbest demirin görülmesinin bir diğer sebebinin, XRD analizinde görülen serbest Nd'nin bulunmasından dolayı olduğu düşünülmektedir.



Şekil 7.14 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Malzemesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü.

Bölge	Atom Yüzdeleri (%)		
Doige	Nd	Fe	
a	_	100	
b	14, 74	85, 26	

Çizelge 7.4 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

7.4.3 Nd13Fe81AlB5 Malzemesine Ait Manyetizasyon Sonuçları

Şekil 7.15'de Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin histerezis eğrisi aşağıda gösterilmektedir. Zorlayıcı alan (H_c) 186 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 1.92 emu/g ve en yüksek B değeri ise 38 emu/g olarak ölçülmüştür. En yüksek B ve B_r değerlerinin düşük olmasının sebebinin XRD analizinde görüleceği üzere yapıda paramanyetik Nd fazının bulunmasından dolayı olduğu düşünülmektedir.



Şekil 7.15 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.16'da Al katkılı Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin AC-manyetik duygunluk grafiği yer almaktadır. Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 315 °C'dir ve XRD analizinde de görüldüğü üzere Nd₂Fe₁₄B fazına aittir.



Şekil 7.16 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.5 AI KATKILI Nd13Fe81AIB5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ kompozisyonuna sahip Al katkılı numunesine 700 °C'de ısıl işlem uygulandıktan sonra oluşan faz yapısı, mikroyapısı ve manyetizasyon sonuçları aşağıda verilmektedir. Ayrıca bu numunenin DSC analiz sonucu da yer almaktadır.

7.5.1 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

Şekil 7.17'de Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ kompozisyonuna sahip Al katkılı numuneye 700 °C'de ısıl işlem uygulandıktan sonra oluşan XRD deseni yer almaktadır. XRD analizinde Nd₂Fe₁₄B, α -Fe ve Nd₂O₃ fazlarının yer aldığı tespit edilmiştir.



Şekil 7.17 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.5.2 Nd13Fe81AlB5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin 700 °C'de ısıl işlem sonrasına ait mikroyapı görüntüsü Şekil 7.18'de yer almaktadır. EDS analizinde a ile gösterilen Fe yönünden zengin tanelerin katkısız numuneye oranla genişlemiş olduğu görülmektedir. Şekil 7.18'de a ile gösterilen tanelerin ortalama tane boyutu 7.2 μm'dir. Numunenin EDS analizinde görüldüğü üzere oksijen yer almaktadır. Bu durumun sebebi, numunenin ısıl işlem sırasında oksitlenmesi olarak düşünülmektedir.



Şekil 7.18 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.5 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

Bölge	Atom Yüzdeleri (%)			
	Nd	Fe	Al	0
a	1,11	75,96	5,94	16,99
b	11,7	71,78	6,47	10,05
с	18,49	49,5	10,33	21,69

7.5.3 Nd13Fe81AlB5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Termal Analizi

Şekil 7.19'da 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin DSC ölçümü yer almaktadır. DSC ölçüm aralığı -30 ile 100 °C olarak belirlenmiştir. Bunun sebebi ise EDS analizinde yer alan c bölgesinin atomsal oranlarının, Nd-Fe-Al üçlü sistemi katılaşma reaksiyonları içerisinde 645 °C'de L+ μ →Nd+ δ reaksiyonunda yer alan δ fazına karşılık gelmesidir. Bu faz antiferromanyetik bir faz olup, geçiş sıcaklığı yaklaşık olarak 250 K'dir. [39]. Çizelge 7.5'de c bölgesinde yer alan elementlerin atomik oranları yaklaşık olarak Nd₂₅(FeAl)₇₅'dir.



Şekil 7.19 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası DSC Grafiği.

Şekil 7.19'da yer alan grafikte görüleceği üzere yaklaşık olarak -26 °C'de bir geçiş sıcaklığı yer almaktadır. Bu geçiş sıcaklığı, numunenin EDS analizindeki atomsal oranlarından da görüleceği üzere 645 °C'de L+ μ →Nd+ δ reaksiyonunda yer alan antiferromanyetik δ fazına aittir.

7.5.4 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

Şekil 7.20'de Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin 700 °C'de 1s1l işlem sonrası manyetizasyon eğrisi verilmektedir. Zorlayıcı alan (H_c) 526 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 17.97 emu/g ve en yüksek B değeri ise 94 emu/g olarak ölçülmüştür.



Şekil 7.20 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.21'de 700 °C'de ısıl işlem sonrası Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 313 °C olarak ölçülmüştür ve XRD analizinde de görüldüğü üzere Nd₂Fe₁₄B fazıdır.



Şekil 7.21 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.6 AI KATKILI Nd₁₃Fe₈₁AIB5 MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Al katkılı Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesine 900 °C'de ısıl işlem uygulandıktan sonra oluşan faz yapısı, mikroyapı ve manyetizasyon sonuçları incelenmiştir. Sonuçlar alt alta başlıklar halinde yer almaktadır.

7.6.1 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

Şekil 7.22'de Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ kompozisyonuna sahip Al katkılı numunesine 900 °C'de ısıl işlem sonrası oluşan XRD deseni yer almaktadır. XRD paterninde Nd₂Fe₁₄B, α -Fe ve Nd₂O₃ fazlarına ait pikler bulunmaktadır.



Şekil 7.22 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.6.2 Nd13Fe81AlB5 Malzemesinin 900°C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin 900 °C'de 1s1l işlem sonrası mikroyapı görüntüsü Şekil 7.23'de verilmiştir. Mikroyapı görüntüsüne göre dairesel ve şerit halinde Fe yönünden zengin taneler

görülmektedir. Mikroyapıda koyu renk ile görünen Fe yönünden zengin tanelerin ortalama tane boyutu 8.6 µm'dir. Numune ısıl işlem sırasında oksitlenmiştir ve EDS analizinde görüleceği üzere oksijen oranı oldukça yüksektir. Ayrıca numunenin oksitlenmesinin yüksek olmasından dolayı beyaz renkte yapılar görülmektedir.



Şekil 7.23 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.6 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

Bölge	Atom Yüzdeleri (%)			
	Nd	Fe	Al	0
a	4,02	76,17	5,34	14,47
b	9,87	26,86	8,36	54,9
с	23,28	20,8	0,79	55,14

7.6.3 Nd13Fe81AlB5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

Şekil 7.24'de $Nd_{13}Fe_{81}AlB_5$ numunesinin histerezis eğrisi aşağıda verilmektedir. Zorlayıcı alan (H_c) 471 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 26.29 emu/g ve en yüksek B değeri ise 161 emu/g olarak ölçülmüştür. Kalıcı mıknatıslanma ve en yüksek B değerlerinin, diğer $Nd_{13}Fe_{81}AlB_5$ numunelerine göre daha yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 7.24 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.25'de 900 °C'de 1s1l işlem sonrası Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 315 °C olarak ölçülmüştür ve XRD analizinde de görüldüğü üzere Nd₂Fe₁₄B fazına aittir.



Şekil 7.25 Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

Yukarıda ısıl işlem uygulanmamış ve farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin karakterizasyon ve manyetizasyon sonuçları yer almaktadır. Bu sonuçları özetleyecek olursak;

- Her üç numunenin XRD analizinde; Nd₂Fe₁₄B ve α-Fe fazları yer almaktadır ve Curie sıcaklıkları ölçümleri de bunu doğrulamaktadır. Ayrıca ısıl işlem uygulanmış numunelerde Nd₂O₃ fazı bulunmaktadır.
- Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numuneleri içerisinde diğer numunelerden farklı olarak, 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunenin mikroyapısında farklı bir yapının olduğu görülmüştür. EDS analizinde yer alan c bölgesinin atomik oranları, 645 °C'de L+µ→Nd+δ reaksiyonunda oluşan antiferromanyetik δ fazını vermektedir. DSC analizi sonucunda da, bu faza ait geçiş sıcaklığı tespit edilmiştir.
- Bu grupta yer alan Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunelerinin Curie sıcaklıkları sırasıyla; 315, 313 ve 315 °C'dir. Isıl işlemin, Curie sıcaklığına pek bir etkisinin olmadığı görülmektedir.
- Zorlayıcı alan (H_c) değerleri karşılaştırıldığında; ısıl işlem uygulanmasıyla etkili bir şekilde arttığı görülmektedir. Bu durumun; Nd₂Fe₁₄B kristallerinin ısıl işlem ile artması, α-Fe fazının ise azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.
- Kalıcı mıknatıslanma (B_r) ve en yüksek B değerleri karşılaştırıldığında, ısıl işlem uygulanmış Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunelerinin, ısıl işlem uygulanmamış Nd₁₃Fe₈₁AlB₅

numunesine göre çok daha yüksek kalıcı mıknatıslanma ve en yüksek B değerlerine sahip olduğu görülmektedir.

7.7 AI KATKILI Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ MALZEMESİNE AİT KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ kompozisyonuna sahip malzemeye ait karakterizasyon ve manyetizasyon sonuçları aşağıda başlıklar halinde yer almaktadır.

7.7.1 Nd12Fe81Al2B5 Malzemesine Ait Faz Analizi

 $Nd_{12}Fe_{81}Al_2B_5$ malzemesinin XRD grafiği Şekil 7.26'da yer almaktadır. Grafikte $Nd_2Fe_{14}B$ ve α -Fe fazlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 7.26 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Malzemesinin XRD Sonuçları.

7.7.2 Nd12Fe81Al2B5 Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi

Şekil 7.27'de Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ malzemesine ait mikroyapı görüntüsünde ısıl işlem uygulanmamış numunelere Al ilavesi ile koyu renkle gösterilen Fe yönünden zengin tanelerin genişlediği, tane boyutunun arttığı ve buna bağlı olarak yapıdaki Fe miktarının arttığı gözlenmektedir. Şekil 7.27'de yer alan koyu renkli tanelerin ortalama tane boyutu 12.3 μ m'dir. EDS analizine göre Al elementinin büyük bir kısmının Şekil 7.27'de a ile gösterilen yapıda yer aldığı görülmektedir.



Şekil 7.27 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Malzemesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.7 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

Bölge	Atom Yüzdeleri (%)			
	Nd	Fe	Al	0
a	1,21	58,55	23,08	17,16
b	10,01	54,43	14,25	21,3

7.7.3 Nd12Fe81Al2B5 Malzemesine Ait Manyetizasyon Sonuçları

Şekil 7.28'de Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunesine ait manyetizasyon eğrisi yer almaktadır. Zorlayıcı alan (H_c) 129 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 2.58 emu/g ve en yüksek B değeri ise 80 emu/g olarak ölçülmüştür.



Şekil 7.28 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.29'da ısıl işlem uygulanmamış $Nd_{12}Fe_{81}Al_2B_5$ numunesine ait AC-manyetik duygunluk grafiği yer almaktadır. Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 310 °C'dir ve bu değer $Nd_2Fe_{14}B$ fazına aittir.



Şekil 7.29 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.8 AI KATKILI Nd12Fe81Al2B5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ kompozisyonuna sahip malzemeye 700 °C'de ısıl işlem uygulandıktan sonra meydana gelen faz yapısı, manyetizasyon sonuçları başlıklar halinde ele alınmıştır.

7.8.1 Nd12Fe81Al2B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

Şekil 7.30'da Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ malzemesinin 700 °C'de 1s1l işlem uygulandık sonra XRD grafiği yer almaktadır. XRD analizine göre, numune içerisinde Nd₂Fe₁₄B ve α -Fe fazları bulunmaktadır.



Şekil 7.30 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.8.2 Nd12Fe81Al2B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunesinin 700 °C'de 1s1l işlem sonrasına ait mikroyapı görüntüsü Şekil 7.31'de yer almaktadır. Atomik olarak % 2 Al katkısından itibaren numunenin mikroyapı görüntüsünde koyu renkle görülen neredeyse tamamı Fe-Al'den oluşan tanelerin, daha sıklaştığı ve yapı içerisinde daha fazla yer aldığı görülmektedir. Şekil 7.31'de a ile gösterilen Fe-Al içeriğine sahip tanelerin ortalama tane boyutu yaklaşık 8.6 µm'dir.



Şekil 7.31 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Malzemesine 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası SEM Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.8 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

Dölge	Atom Yüzdeleri (%)			
Bolge	Nd	Fe	Al	0
а	1,02	55,23	12,1	31,65
b	8,65	50,24	12,4	28,71
с	2,53	56,3	10,96	30,22

7.8.3 Nd12Fe81Al2B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunesinin 700 °C'de 1s1l işlem sonrasına ait histerezis eğrisi Şekil 7.32'de yer almaktadır. Ölçüm sonuçlarına göre bu numunenin zorlayıcı alan (H_c) değeri 502 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 8.18 emu/g ve en yüksek B değeri 52 emu/g'dır. Is1l işlem uygulanmamış Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunesine göre zorlayıcı alan değerinin çok daha yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 7.32 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.33'de ise 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış $Nd_{12}Fe_{81}Al_2B_5$ numunesine ait ACmanyetik duygunluk grafiği yer almaktadır. Bu numunenin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 301 °C'dir ve Nd₂Fe₁₄B fazına aittir.



Şekil 7.33 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.9 AI KATKILI Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ kompozisyonuna sahip numuneye 900 °C'de ısıl işlem uygulandıktan sonra oluşan faz yapısı, mikroyapı incelemeleri ve manyetizasyon ölçümleri aşağıda başlıklar halinde bulunmaktadır.

7.9.1 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

Şekil 7.34'de 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunesinin XRD grafiğinde; Nd₂Fe₁₄B, Fe ve ısıl işlem sırasında numunenin oksitlenmesine bağlı Nd₂O₃ fazları görülmektedir.



Şekil 7.34 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.9.2 Nd12Fe81Al2B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ malzemesinin 900 °C'de ısıl işlem sonrası mikroyapı görüntüsü Şekil 7.35'de verilmiştir. Mikroyapıda koyu renge sahip yer yer dairesel ve yer yer de uzun görünüme sahip taneler görülmektedir. Alüminyumun genel olarak tane içerisinde ve tanelerarasında eşit bir

şekilde dağıldığı, EDS analizinde a ve b bölgelerinde görülmektedir. Şekil 7.35'te a ile gösterilen Fe-Al tanelerinin ortalama tane boyutu 10.6 µm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 7.35 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.9 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

Dölgo	Atom Yüzdeleri (%)			
Bolge	Nd	Fe	Al	0
а	0,95	43,08	14,4	41,57
b	8,25	44,65	14,15	32,95
с	8,55	45,28	8,73	37,44

7.9.3 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunesine 900 °C'de 1s1l işlem uygulandıktan sonra oluşan manyetizasyon eğrisi Şekil 7.36'da yer almaktadır. Zorlayıcı alan (H_c) 496 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 16.4 emu/g, en yüksek B değeri ise 160 emu/g olarak ölçülmüştür.



Şekil 7.36 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.37'de 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunesine ait AC-manyetik duygunluk grafiği yer almaktadır. 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunesinin Curie sıcaklığı ise yaklaşık olarak 314 °C'dir ve Nd₂Fe₁₄B fazına karşılık gelmektedir.



Şekil 7.37 Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

Yukarıda ısıl işlem uygulanmamış ve farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunesinin karakterizasyon ve manyetizasyon sonuçları yer almaktadır. Bu sonuçları özetleyecek olursak;

- Isıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunelerinin XRD grafiklerinde, diğer örneklerde olduğu gibi Nd₂Fe₁₄B ve demir fazlarına ait pikler yer almaktadır. Isıl işlem uygulanmış Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunelerinin XRD faz analizinde, ısıl işlemsiz numuneden farklı olarak Nd₂O₃ fazı yer almaktadır.
- Isıl işlem uygulanmamış, 700 ve 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış bu Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunelerinin Curie sıcaklıkları sırasıyla 310, 301 ve 314 °C'dir. Bu Curie sıcaklıkları Nd₂Fe₁₄B fazına aittir ve XRD sonuçlarıyla birbirini desteklemektedir.
- Zorlayıcı alan (H_c) değerinin, önceki numunelerde olduğu gibi Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numuneleri arasında da ısıl işlemin etkisi ile arttığı gözlenmiştir.
- Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numuneleri arasında kalıcı mıknatıslanma (B_r) ve en yüksek B değerinin, 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunesinde en fazla olduğu görülmektedir.
- Isıl işlem uygulanmamış ve uygulanmış Nd₁₂Fe₈₁Al₂B₅ numunelerinin mikroyapıları benzerlik göstermektedir. Üçünde de yer yer dairesel ve uzunlamasına taneler mevcuttur.

7.10 Al KATKILI Nd11Fe81Al3B5 MALZEMESİNE AİT KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ kompozisyonuna sahip malzemeye ait XRD görüntüleri, mikroyapı görüntüleri ve manyetizasyon sonuçları aşağıda başlıklar halinde yer almaktadır.

7.10.1 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesine Ait Faz Analizi

 $Nd_{11}Fe_{81}Al_3B_5$ numunesinin XRD grafiği Şekil 7.38'de yer almaktadır. Grafikte $Nd_2Fe_{14}B$ ve α -Fe fazlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 7.38 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Malzemesinin XRD Sonuçları.

7.10.2 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi

Şekil 7.39'da ısıl işlem uygulanmamış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesinin mikroyapısında görüldüğü üzere koyu renkte görülen Fe yönünden zengin taneler, Al katkısının artmasıyla birlikte hem küreselleşmiş hem de yassı uzun taneler haline gelmiştir. Al katkısı, Fe tanelerinin büyümesini sağlamıştır.

Çizelge 7.10'da EDS analizinde alüminyum katkısının mikroyapıda görülen iki farklı yapıda da bulunduğu görülmektedir. Koyu renkli bölgelerde Al-Fe, açık renkli bölgelerde ise Al-Nd-Fe kompozisyonları bulunmaktadır.



Şekil 7.39 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Malzemesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü.

Dälas	Atom Yüzdeleri (%)			
Doige	Nd	Fe	Al	
a	_	86,56	13,44	
b	11,62	65,08	23,3	

Çizelge 7.10 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

7.10.3 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesine Ait Manyetizasyon Sonuçları

Şekil 7.40'da Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ kompozisyonuna sahip numuneye ait histerezis eğrisi yer almaktadır. Zorlayıcı alan (H_c) 114 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 5.05 emu/g ve en yüksek B değeri ise 108 emu/g'dır. Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesinin manyetizasyon değerinin şu ana kadar incelenen ısıl işlem uygulanmamış numunelerin manyetizasyon değerinden daha yüksek olduğu görülmektedir. Mikroyapıdan da görüleceği üzere Al katkısının artmasıyla birlikte Fe yönünden zengin Fe-Al tanelerinin boyutu artmıştır. Dolayısıyla yapıdaki Fe oranının artmış olması, numunenin manyetizasyonunu artırmıştır.



Şekil 7.40 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.41'de 1sıl işlem uygulanmamış $Nd_{11}Fe_{81}Al_3B_5$ numunesine ait AC-manyetik duygunluk grafiği yer almaktadır. Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 304 °C'dir ve bu değer XRD analizinde de görülen $Nd_2Fe_{14}B$ fazına aittir.



Şekil 7.41 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.11 AI KATKILI Nd11Fe81Al3B5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

700 °C'de ısıl işlem uygulanan Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ malzemesinin faz yapısı ve manyetik özellikleri incelenmiştir. Sonuçlar başlıklar halinde aşağıda yer almaktadır.

7.11.1 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

700 °C'de 1sıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ kompozisyonuna sahip malzemenin XRD grafiği Şekil 7.42'de yer almaktadır. Nd₂Fe₁₄B, α -Fe ve Nd₂O₃ fazları XRD analizinde tespit edilmiştir.



Şekil 7.42 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.11.2 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesinin 700 °C'de 1s1l işlem sonrasına ait mikroyapı görüntüsü Şekil 7.43'de yer almaktadır ve yapıda uzunlamasına görünümde taneler mevcuttur. Alüminyumun en fazla koyu renkle görülen tanelerin içerisinde yer aldığı EDS analizinde tespit edilmiştir. Şekil 7.43'deki mikroyapı görüntüsünde yer yer poroziteler görülmektedir. Koyu renkle görünen tanelerin ortalama boyutu 9.5 µm'dir.



Şekil 7.43 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Malzemesine 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası SEM Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.11 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

Bölge	Atom Yüzdeleri (%)			
	Nd	Fe	Al	0
а	0,88	53,21	17,59	28,31
b	8,57	50,21	14,26	26,96
с	3,11	53,49	13,95	29,45

7.11.3 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

700 °C'de 1s1l işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ kompozisyonuna sahip malzemeye ait histerezis eğrisi Şekil 7.44'de verilmiştir. Histerezis eğrisine göre bu numunenin zorlayıcı alan (H_c) değeri 499 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) değeri 27.24 emu/g, en yüksek B değeri ise 135 emu/g'dır. 700 °C'de 1s1l işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesine ait tüm manyetik özelliklerin, 1s1l işlem uygulanmamış numunelere göre daha yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 7.44 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.45'de, 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesinin Curie sıcaklığı görülmektedir. Bu sıcaklık değeri yaklaşık olarak 298 °C olarak ölçülmüştür.



Şekil 7.45 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.12 Al Katkılı Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ kompozisyonundaki numuneye 900 °C'de 1s1l işlem uygulandıktan sonra oluşan faz yapısı ve manyetizasyon ölçümleri aşağıda başlıklar halinde bulunmaktadır.

7.12.1 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

900 °C'de 1sıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesinin XRD grafiği Şekil 7.46'da bulunmaktadır. XRD grafiğine göre Nd₂Fe₁₄B, Nd₂Fe₁₇, Nd₂O₃ ve demir fazlarına ait pikler görülmektedir.


Şekil 7.46 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.12.2 Nd11Fe81Al3B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Şekil 7.47'de yer alan Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ malzemesinin 900 °C'de ısıl işlem sonrası mikroyapı görüntüsünde 3 farklı kontrasta sahip yapılar görülmektedir. Al elementinin mikroyapıda bulunan tüm yapılarda yer aldığı görülmektedir. Diğer Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunelerinde de olduğu gibi uzunlamasına taneler bu mikroyapıda da görülmektedir. Şekil 7.42'de a ile gösterilen koyu renkli tanelerin ortalama tane boyutu 9.1 µm'dir. EDS analizinde yüksek miktarda oksijen görülmektedir. Bunun sebebi daha önce belirtildiği gibi ısıl işlem sırasında malzemenin oksitlenmesinden dolayı olduğu düşünülmektedir. XRD analizinde tespit edilen ferromanyetik Nd₂Fe₁₇ ve Nd₂Fe₁₄B fazları mikroyapıda da görülmektedir.



Şekil 7.47 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.12 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

	Atom Yüzdeleri (%)									
Doige	Nd	Fe	Al	0						
a	1,4	44,85	17,77	35,97						
b	8,96	46,96	16,01	28,07						
с	7,39	42,42	20,51	29,68						

7.12.3 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

Şekil 7.48'de 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ malzemesinin manyetizasyon eğrisi verilmektedir. Zorlayıcı alan (H_c) değeri 454 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) değeri 21.31 emu/g, en yüksek B değeri ise 149 emu/g'dır.



Şekil 7.48 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.49'da 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesine ait AC manyetik duygunluk-sıcaklık eğrisi bulunmaktadır. Bu eğriye göre 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesinin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 299 °C'dır. Bir diğer ferromanyetik fazın Curie sıcaklığı ise yaklaşık olarak 64 °C'dir. Bu faz, XRD analizinde de görüldüğü üzere Nd₂Fe₁₇ fazıdır.



Şekil 7.49 Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

Isıl işlem uygulanmamış ve farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunelerinin karakterizasyon ve manyetizasyon sonuçları yukarıda yer verilmiştir ve bu sonuçları kısaca inceleyecek olursak;

- Diğer numunelerde olduğu gibi Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunelerinin XRD grafiklerinde de Nd₂Fe₁₄B ve α-Fe fazı hakimdir. Isıl işlem uygulanmış numunelerde Nd₂O₃ fazı tespit edilmiştir. Ayrıca 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesinde bu fazların yanı sıra Nd₂Fe₁₇ fazı da bulunmaktadır.
- Isıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunelerinin mikroyapı görüntülerinde koyu renkte görünen yer yer dairesel yer yer ise uzun şekilli Fe yönünden zengin taneler bulunmaktadır. Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunelerinin tamamında, Al elementinin hem tane içerisinde hem de tanelerarasında yer aldığı EDS analizinde tespit edilmiştir.
- Isıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunelerinin tüm hesaplanan manyetik özellikleri (zorlayıcı alan, kalıcı mıknatıslanma, en yüksek B değeri), ısıl işlem uygulanmamış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesine göre çok daha üstün olduğu görülmektedir. Bu durumun diğer örneklerde de olduğu gibi, ısıl işlem ile sert manyetik Nd₂Fe₁₄B kristallerinin artması ve yumuşak manyetik α-Fe fazının azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca Al katkısının etkisi göz önünde bulundurulursa, diğer Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numuneleri içerisinde 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış olması Nd₂Fe₁₇ fazının oluşmasına neden olmuştur. Bu manyetik fazın oluşumuyla birlikte 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁Al₃B₅ numunesinin birim hacimdeki manyetik faz miktarının artmasından ötürü en yüksek B değerinin, diğer numunelere göre daha yüksek olmasına sebep olduğu düşünülmektedir.

7.13 AI KATKILI Nd10Fe81Al4B5 MALZEMESİNE AİT KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ kompozisyonuna sahip numunelerin, faz analizi, mikroyapı analizi ve manyetizasyon sonuçları aşağıda başlıklar halinde yer almaktadır.

7.13.1 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesine Ait Faz Analizi

 $Nd_{10}Fe_{81}Al_4B_5$ malzemesine ait XRD grafiği Şekil 7.50'de yer almaktadır. Grafikte $Nd_2Fe_{14}B$ ve α -Fe fazlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 7.50 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Malzemesinin XRD Sonuçları.

7.13.2 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi

Şekil 7.51'de ısıl işlem uygulanmamış $Nd_{10}Fe_{81}Al_4B_5$ numunesinin mikroyapı görüntüsünde, koyu renkli tanelerin Al katkısı ile daha da genişlediği ve tane boyutunun arttığı görülmektedir. Şekil 7.51'de a ile gösterilen tanelerin ortalama tane boyutu 10.6 µm'dir ve Çizelge 7.13'te yer alan EDS analizine göre koyu renkli yapı neredeyse tamamen Fe-Al bileşiğinden oluşmaktadır. Al elementinin daha çok tane içerisinde yer aldığı görülmektedir.



Şekil 7.51 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Malzemesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü.

	Atom Yüzdeleri (%)									
Doige	Nd	Fe	Al	0						
a	0,89	42,94	24,35	31,82						
b	9,28	48,29	19,08	23,35						
c	8,25	56,58	7,95	27,21						

Çizelge 7.13 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

7.13.3 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesine Ait Manyetizasyon Sonuçları

Al katkılı $Nd_{10}Fe_{81}Al_4B_5$ malzemesinin histerezis eğrisi Şekil 7.52'de görülmektedir. Bu histerezis eğrisine göre $Nd_{10}Fe_{81}Al_4B_5$ numunesinin zorlayıcı alan (H_c) değeri 192 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) değeri 9.07 emu/g ve en yüksek B değeri ise 122 emu/g'dır.



Şekil 7.52 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi.

Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ kompozisyonundaki malzemenin Curie sıcaklığı değeri ise yaklaşık olarak 298 °C'dir ve Şekil 7.53'de numunenin AC-manyetik duygunluk ölçümü yer almaktadır. Sinyalin, Curie sıcaklığından sonra artmasının sebebi daha önce de belirtildiği üzere ölçüm esnasında ferrimanyetik demirin oksitlenmesi sonucu demir oksitten alınan sinyalden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 7.53 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.14 AI KATKILI Nd10Fe81Al4B5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

700 °C'de ısıl işlem uygulanan Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ malzemesinin faz yapısı, mikroyapısı ve manyetik özellikleri incelenmiştir. Aşağıdaki başlıklarda bu incelemenin sonuçları yer almaktadır.

7.14.1 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

700 °C'de 1s1l işlem uygulanmış Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ kompozisyonuna sahip malzemenin XRD analiz sonucuna göre numunede Nd₂Fe₁₄B, Nd₂O₃ ve α -Fe fazları bulunmaktadır. XRD görüntüsü Şekil 7.54'te yer almaktadır.



Şekil 7.54 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.14.2 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ numunesinin 700 °C'de 1s1l işlem sonrasına ait mikroyapı görüntüsü Şekil 7.55'de yer almaktadır. Şekil 7.55'de a ile gösterilen tanelerin geneli uzunlamasına görünümde iken kısmen de olsa dairesel görünümde taneler bulunmaktadır. Al katkısıyla

birlikte Fe yönünden zengin koyu renkli tanelerin ortalama tane boyutu artmıştır ve yaklaşık olarak 11.3 µm'e ulaşmıştır.



Şekil 7.55 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Malzemesine 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası SEM Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.14 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

Dälge	Atom Yüzdeleri (%)									
Doige	Nd	Fe	Al	0						
а	0,83	49,17	22,61	27,39						
b	8,23	46,89	18	26,88						
с	4,76	48,41	20,54	26,28						

7.14.3 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

700 °C'de 1s1l işlem uygulanmış Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ numunesinin manyetizasyon eğrisi Şekil 7.56'da verilmektedir. Görüldüğü üzere 1s1l işlem görmemiş Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ numunesine göre manyetik özellikleri daha yüksektir. Zorlayıcı alan (H_c) değeri 492 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 23.45 emu/g ve en yüksek B değeri değeri ise 153 emu/g'dır.



Şekil 7.56 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.57'de ise 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ malzemesinin AC manyetik duygunluk-sıcaklık eğrileri verilmektedir. Bu malzemenin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 283 °C olarak ölçülmüştür.



Şekil 7.57 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.15 AI KATKILI Nd10Fe81Al4B5 MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ numunesine 900 °C'de 1s1l işlem uygulandıktan sonra oluşan faz yapısı, mikroyapı incelemeleri ve manyetizasyon ölçümleri aşağıda başlıklar halinde bulunmaktadır.

7.15.1 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ malzemesine ait XRD grafiği Şekil 7.58'de bulunmaktadır. XRD grafiğine göre Nd₂Fe₁₄B, Nd₂O₃ ve demir fazlarına ait pikler görülmektedir.



Şekil 7.58 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.15.2 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Şekil 7.59'da 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ malzemesinin mikroyapı görüntüsü yer almaktadır ve diğer Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ numunelerinin mikroyapı görüntülerine benzer bir morfolojiye sahiptir. Çizelge 7.15'te verilen EDS sonuçlarına göre Şekil 7.59'da a ile gösterilen bölgede Nd oranı oldukça düşüktür, b bölgesinde ise NdFeAl üçlü kompozisyonu görülmektedir. a ile gösterilen Nd-Fe yapılarının ortalama tane boyutu 10.6 μm'dir.



Şekil 7.59 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.15 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

	Atom Yüzdeleri (%)								
Doige	Nd	Fe	Al	0					
a	0,81	38,96	24,28	35,95					
b	7,67	40,17	20,94	31,22					

7.15.3 Nd10Fe81Al4B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

 $Nd_{10}Fe_{81}Al_4B_5$ kompozisyonuna sahip 900 °C'de 1s1l işlem uygulanmış numunenin manyetizasyon eğrisi Şekil 7.60'da verilmektedir. Numunenin zorlayıcı alan (H_c) değeri 506 Oe, kalıcı mıknatıslanma değeri (B_r) 20.01 emu/g ve en yüksek B değeri 104 emu/g'dır.



Şekil 7.60 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ numunesinin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 298 °C'dir ve numunenin XRD analizinde de görüleceği üzere Nd₂Fe₁₄B fazına aittir. Şekil 7.61'de bu numunenin AC-manyetik duygunluk grafiği yer almaktadır.



Şekil 7.61 Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

Al katkılı Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ numunesinin ısıl işlem öncesi ve çeşitli sıcaklıklarda ısıl işlem sonrası karakterizasyonu yapılmıştır. Bu sonuçlar yukarıda yer almaktadır ve sonuçları kısaca özetleyecek olursak:

- Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ numunelerinin XRD verilerine göre diğer numunelerde de olduğu gibi Nd₂Fe₁₄B ve demir fazı bulunmaktadır. Ayrıca ısıl işlem uygulanmış numunelerde, ısıl işlem sırasında oksitlenmeden kaynaklanan Nd₂O₃ fazı bulunmaktadır.
- Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ numuneleri arasında mikroyapıları karşılaştırılacak olursak, oluşan yapıların benzer görünümde olduğu görülmektedir.
- Nd₁₀Fe₈₁Al₄B₅ numuneleri içerisinde numunelerin zorlayıcı alan, kalıcı mıknatıslanma, en yüksek B değeri gibi manyetik özelliklerin ısıl işlem ile arttığı gözlenmiştir.
- Şu ana kadar incelenen numuneler arasında en yüksek B değerleri ısıl işlem uygulanmamış ve 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerde Al katkısıyla genellikle artış eğilimdedir. 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerde ise Al katkısıyla orantılı olarak en yüksek B değerlerinde düşme eğiliminde olduğu görülmektedir. Dolayısıyla Al katkısının uygulanan ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak etkisinin farklı olduğu gözlenmiştir.

7.16 Al KATKILI Nd9Fe81Al5B5 MALZEMESİNE AİT KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Bu çalışma içerisinde yer alan en yüksek Al katkısına sahip Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ malzemesine ait karakterizasyon ve manyetizasyon sonuçları aşağıda başlıklar halinde yer almaktadır.

7.16.1 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Malzemesine Ait Faz Analizi

 $Nd_9Fe_{81}Al_5B_5$ malzemesine ait XRD grafiği Şekil 7.62'de yer almaktadır. Grafiğe göre $Nd_2Fe_{14}B$ ve α -Fe fazları bulunmaktadır.



Şekil 7.62 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Malzemesinin XRD Sonuçları.

7.16.2 Nd9Fe81Al5B5 Malzemesine Ait Mikroyapı Analizi

Isıl işlem uygulanmamış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinde, Fe yönünden zengin koyu renkte görülen taneler kısmen dairesel, büyük çoğunlukta ise uzunlamasına taneler bulunduran bir morfolojiye sahiptir. Şekil 7.63'de Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinin mikroyapı görüntüsünde, katkı miktarının artmasıyla Fe-Al kompozisyonundan oluşan a ile gösterilen tanelerin tane boyutunun arttığı görülmektedir. Al katkısının, mikroyapıda yer alan tüm yapılarda bulunduğu EDS analizinde tespit edilmiştir.



Şekil 7.63 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Malzemesinin SEM Mikroyapı Görüntüsü.

Dölgo	Atom Yüzdeleri (%)							
Doige	Nd -	Fe	Al					
a	_	66,51	33,49					
b	11,18	60,03	28,79					

Çizelge 7.16 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

7.16.3 Nd9Fe81Al5B5 Malzemesine Ait Manyetizasyon Sonuçları

 $Nd_9Fe_{81}Al_5B_5$ numunesinin, diğer 1sıl işlem uygulanmamış katkılı ve katkısız numuneler arasında zorlayıcı alan ve kalıcı mıknatıslanma değerleri bakımından üstünlüğü pek olmasa da, doyum manyetizasyon değerinin maksimum olduğu numunedir. Şekil 7.64'de $Nd_9Fe_{81}Al_5B_5$ numunesinin histerezis eğrisi yer almaktadır. Numunenin zorlayıcı alan (H_c) değeri 142 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 6.89 emu/g ve en yüksek B değeri ise 140 emu/g'dır.



Şekil 7.64 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Numunesine Ait Manyetizasyon Eğrisi.

Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinin AC manyetik duygunluk-sıcaklık eğrisi Şekil 7.65'de verilmektedir. Isıl işlem uygulanmamış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinin Curie sıcaklığı yaklaşık 289 °C'dir. Sıcaklık arttıkça sinyal artmıştır. Bu durumun daha önceden de bahsedildiği gibi ölçüm esnasında Nd'nin oksitlenip, ferrimanyetik demir oksitten sinyal alınmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 7.65 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Numunesine Ait AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.17 AI KATKILI Nd9Fe81Al5B5 MALZEMESİNİN 700 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ malzemesine 700 °C'de 1s1l işlem uygulanması sonucunda oluşan faz yapısı, mikroyapı görüntüsü, manyetik özellikleri incelenmiştir. Aşağıdaki başlıklarda bu incelemenin sonuçları yer almaktadır.

7.17.1 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

700 °C'de 1sıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ kompozisyonuna sahip malzemenin XRD grafiği Şekil 7.66'da yer almaktadır ve şekilde görüldüğü gibi numunede Nd₂Fe₁₄B ve demir fazları bulunmaktadır.



Şekil 7.66 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.17.2 Nd9Fe81Al5B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

700 °C'de 1s1l işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinin mikroyapı görüntüsü Şekil 7.67'de yer almaktadır. Mikroyapıya göre Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesine 700 °C'de 1s1l işlem uygulanması ile dairesel görünümde taneler yerine daha dağınık, keskin köşeli ve ince-uzun Fe-Al yapılarının oluştuğu görülmektedir.

Çizelge 7.17'de ise 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinin EDS analizi yer almaktadır. Analize göre koyu renkli bölgelerde Al-Fe kompozisyonu, gri renkli bölgelerde ise Al-Nd-Fe kompozisyonu yer almaktadır.



Şekil 7.67 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.17 700 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış	Nd ₉ Fe ₈₁ Al ₅ B ₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine
Ait EDS Analiz Sonuçları.	

Dälas	Atom Yüzdeleri (%)							
Doige	Nd	Fe	Al					
а	_	61,15	38,85					
b	10,27	60,1	29,63					

7.17.3 Nd9Fe81Al5B5 Malzemesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

Al katkılı Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ malzemesine 700 °C'de ısıl işlem uygulanması sonucunda meydana gelen numunenin histerezis eğrisi Şekil 7.68'de verilmektedir. Histerezis eğrisinde görüldüğü üzere numunenin zorlayıcı alan (H_c) değeri 456 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 42.42 ve en yüksek B değeri 267 emu/g'dır.



Şekil 7.68 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

700 °C'de 1sıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ malzemesine ait AC-manyetik duygunluk grafiği Şekil 7.69'da verilmektedir ve numunenin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 272 °C'dir.



Şekil 7.69 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Numunesinin 700 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

7.18 AI KATKILI Nd9Fe81Al5B5 MALZEMESİNİN 900 °C'DE ISIL İŞLEM SONRASI KARAKTERİZASYON VE MANYETİZASYON SONUÇLARI

Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ kompozisyonuna sahip numuneye 900 °C'de ısıl işlem uygulandıktan sonra oluşan faz yapısı, mikro yapı incelemesi, manyetizasyon ölçümleri aşağıda başlıklar halinde bulunmaktadır.

7.18.1 Nd9Fe81Al5B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Faz Analizi

Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ kompozisyonuna sahip 900 °C'de 1s1l işlem uygulanmış numunenin XRD grafiği Şekil 7.70'de bulunmaktadır. XRD sonuçlarında, bu numunede diğer numunelerden farklı olarak faz dönüşümü gerçekleşmiştir. Nd₂Fe₁₄B fazı yerine Nd₂Fe₁₅Al₂ fazı yer almaktadır. Ayrıca diğer numunelerde olduğu gibi 900 °C'de 1s1l işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinde de α -Fe fazı tespit edilmiştir.



Şekil 7.70 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası XRD Sonuçları.

7.18.2 Nd9Fe81Al5B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Analizi

Şekil 7.71'de 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinin SEM görüntüsü yer almaktadır. 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd-Fe-B alaşımları içerisinde Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinin, Şekil 7.71'de a ile gösterilen Fe yönünden zengin Fe-Al tanelerinin oldukça genişlediği ve tane boyutunun arttığı mikroyapı görüntüsünden görülmektedir. Çizelge 7.18'de yer alan EDS sonuçlarına göre alüminyum elementinin meydana gelen tüm yapıların içerisinde yer aldığı görülmektedir.



Şekil 7.71 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı Görüntüsü.

Çizelge 7.18 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Numunesinin Farklı Bölgelerine Ait EDS Analiz Sonuçları.

Dälge	Atom Yüzdeleri (%)							
Doige	Nd	Fe	Al					
а	_	66,57	33,43					
b	10,47	59,2	30,32					

7.18.3 Nd9Fe81Al5B5 Malzemesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Sonuçları

Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesine 900 °C'de 1s1l işlem uygulanması sonucu meydana gelen manyetik özellikleri, Şekil 7.72'te histerezis eğrisinde görülmektedir. Zorlayıcı alan (H_c) 441 Oe, kalıcı mıknatıslanma (B_r) 15.57 emu/g ve en yüksek B değeri 154 emu/g'dır.



Şekil 7.72 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası Manyetizasyon Eğrisi.

Şekil 7.73'de 900 °C'de 1s1l işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesine ait AC-manyetik duygunluk ölçümü verilmektedir. Numunenin Curie sıcaklığı yaklaşık olarak 150 °C'dir. Bu Curie sıcaklığına denk gelen faz Nd₂Fe₁₅Al₂ fazıdır ve XRD analizinde de görülmektedir. Literatürde de yer alan Nd₂Fe₁₅Al₂ fazının Curie sıcaklığı 160 °C civarındadır [40]. Sinyalin Curie sıcaklığından sonra artarak devam ettiği görülmektedir. Bunun sebebi daha önce belirtildiği gibi ölçüm esnasında Nd'nin oksitlenip, ferrimanyetik demir oksitten alınan sinyalden kaynaklanmaktadır.



Şekil 7.73 Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ Numunesinin 900 °C'de Isıl İşlem Sonrası AC-Manyetik Duygunluk Grafiği.

Isıl işlem uygulanmamış ve belirlenmiş sıcaklık değerlerinde ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunelerinin faz analizi, mikroyapı değişimi ve manyetizasyon sonuçları yukarıda verilmektedir. Bu elde edilen sonuçları kısaca özetleyecek olursak:

- Diğer numunelerden farklı olarak 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesinin XRD sonuçlarında Nd₂Fe₁₅Al₂ fazı gözlenmiştir. Bu fazın Curie sıcaklığı yaklaşık 150 °C'dir.
- Isıl işlemin manyetik özellikler üzerine etkisi diğer numunelerde olduğu gibi Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunelerinde de geçerlidir. Yani, ısıl işlem uygulanması ile zorlayıcı alan, kalıcı mıknatıslanma, en yüksek B değeri gibi manyetik özelliklerde artış gözlenmiştir. Maksimum kalıcı mıknatıslanma ve en yüksek B değerinin olduğu numune, 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesine aittir.
- Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunelerinin Curie sıcaklığı arasında, 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesi farklılık göstermektedir. Bu nunumenin Curie sıcaklığının oldukça düşük olmasının sebebi, yeni oluşan Nd₂Fe₁₅Al₂ fazından kaynaklanmaktadır.

7.19 Nd-Fe-B ESASLI ALAŞIMLARININ KOROZYON DİRENÇLERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI

Numunelerin hava ortamında 120 °C'de korozyona uğramaları sonucu meydana gelen kütle değişimleri gözlenmiştir. Korozyon deneyinde; parafin dolu kap içerisinde bulunan numuneler, parafinden arındırmak için hegzan içeren kap içerisinde yaklaşık 60 sn süre kadar karıştırılmıştır ve daha sonra oksit uzaklaştırılması için % 0.5 HNO₃-etil alkol solusyonuna 90 sn boyunca daldırılmış ve bunu aseton ile temizleme işlemi takip etmiştir [41].

Şekil 7.74'te 120 °C'de hava ortamında 25 güne kadar belirlenen gün aralıklarında korozyon deneyi sonucu numunelerin kütle kaybı grafiği yer almaktadır. Numune yüzeylerinde renk değişimi söz konusu olsa da pek bir kütle kaybı gözlenmemiştir. Sadece 10 gün ve 15 gün boyunca yapılan ısıl işlem sonucu 900 °C'de ısıl işlem görmüş Nd₁₄Fe₈₁B₅ kompozisyonuna sahip katkısız Nd-Fe-B numunesinin gevrek olmasından dolayı, malzemeden bir miktar parça kopmasıyla kütle kaybı gerçekleşmiştir. Yüzey görünümleri Şekil 7.75'te gösterilmiştir. 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Al katkılı numunelerde ise kütle kaybı katkısız numuneye göre çok daha azdır. Diğer numunelerdeki kütle kayıpları önemsenmeyecek derecede azdır. 900

°C'de ısıl işlem uygulanmış katkısız numunesinin yapısında serbest demir yer almamasından dolayı numunenin gevrek olduğu düşünülmektedir [42].



Şekil 7.74 120 °C'de hava ortamında yapılan korozyon deneyi sonucu numunelerin kütle kaybı grafiği.



Şekil 7.75 10 ve 15 günlük korozyon deneyi sonucunda 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₄Fe₈₁B₅ numunesinin yüzey görünümleri (a) 10 gün süreyle ısıl işlem öncesi (b) 10 gün süreyle ısıl işlem sonrası (c) 15 gün süreyle ısıl işlem öncesi (d) 15 gün süreyle ısıl işlem sonrası

7.20 Nd-Fe-B ESASLI ALAŞIMLARININ MANYETİZASYON SONUÇLARININ KARŞILAŞTIRILMASI



Şekil 7.76 Isıl İşlem Uygulanmamış Katkısız ve Al Katkılı Numunelerin Histerezis Eğrilerinin Karşılaştırılması.



Şekil 7.77 700 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Katkısız ve Al Katkılı Numunelerin Histerezis Eğrilerinin Karşılaştırılması.



Şekil 7.78 900 °C'de Isıl İşlem Uygulanmış Katkısız ve Al Katkılı Numunelerin Histerezis Eğrilerinin Karşılaştırılması.

	NdFeB		NdFeB NdFeBAl		Ň	NdFeBAl2		NdFeBAl3			NdFeBAl4			NdFeBA15				
Özellik	Isıl	700	900	Isıl	700	900	Isıl	700	900	Isıl	700	900	Isıl	700	900	Isıl	700	900
	İşlem	(°C)	(°C)	İşlem	(°C)	(°C)	İşlem	(°C)	(°C)	İşlem	(°C)	(°C)	İşlem	(°C)	(°C)	İşlem	(°C)	(°C)
	Yok			Yok			Yok			Yok			Yok			Yok		
B _r (emu/g)	6.55	9.17	26.38	1.92	17.97	26.29	2.58	8.18	16.4	5.05	27.24	21.31	9.07	23.45	20.01	6.89	42.42	15.57
H _c (Oe)	175	564	493	186	526	471	129	502	496	114	499	454	192	492	506	142	456	441
B (emu/g)	95	68	188	38	94	161	80	52	160	108	135	149	122	153	104	140	267	154
Tc	63,	81,	74,	315	313	315	310	301	314	304	298	64,	298	283	298	289	272	150
(°C)	309	311	298									299						

Çizelge 7.19 Isıl İşlem Uygulanmamış ve Farklı Sıcaklıklarda Isıl İşlem Uygulanmış Katkısız ve Al Katkılı Numunelerin Manyetik Özellikleri.

Şekil 7.76-7.77 ve 7.78'de ısıl işlem uygulanmamış, 700 ve 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerin histerezis eğrileri yer almaktadır. Çizelge 7.19'da ise manyetizasyon sonuçları tablo halinde verilmektedir. Histerezis eğrilerinden hesaplanan manyetik ölçüm sonuçları karşılaştırılacak olursa;

- Al katkısının sistematik bir şekilde artırılarak hazırlanmış Nd-Fe-B esaslı alaşımları; ısıl işlem uygulanmamış, 700 °C'de ve 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış olmak üzere 3 grupta incelenmiştir. Her iki sıcaklık değerinde de yapılan ısıl işlem sonucunda, numunelerin manyetik özelliklerinin (zorlayıcı alan, kalıcı mıknatıslanma, en yüksek B değerleri) genel olarak arttığı gözlenmiştir. Bu durumun sebebinin ısıl işlem ile Nd₂Fe₁₄B kristallerinin artması ve yumuşak manyetik α-Fe fazının azalmasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Ayrıca histerezis eğrilerinden de görüleceği üzere ısıl işlem uygulanmasıyla, numuneler geniş bir histerezis çevrimine sahip olmuştur.
- Al katkısında ise Al katkısının her grupta aynı etkiyi yapmadığı görülmüştür. Al ilavesi ile ısıl işlem uygulanmamış ve 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerde katkı miktarının artmasıyla kalıcı mıknatıslanma ve en yüksek B değerlerinde genel olarak artış görülmüştür. Bu durumun sebebinin, numunelerin mikroyapılarında görüleceği üzere katkı miktarının artışıyla birlikte koyu renkle görünen Fe yönünden zengin tanelerin genişlediği, tane boyutunun arttığı ve buna bağlı olarak yapıdaki Fe oranının artmasına bağlı olduğu düşünülmektedir. Dolayısıyla Fe'nin manyetizasyonu yüksek olduğu için katkıyla birlikte numunelerin en yüksek B değeri ve kalıcı mıknatıslanmasını artırmıştır. 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerde ise katkı miktarının artışıyla birlikte en yüksek B değerleri de (Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesi hariç) orantılı olarak azalmaktadır. Bu grupta yer alan numunelerin mikroyapı görüntüsünde tane boyutu ve dağılımı birbirlerine benzerdir. Sonuç olarak; katkı miktarının artışıyla en yüksek B değerlerinin azalmasının sebebi, manyetik olmayan Al elementinin artışıyla birlikte birim hacimdeki manyetik faz miktarının azalmasından dolayı olduğu düşünülmektedir. 900 °C'de 1s1l işlem uygulanmış Nd9Fe81Al5B5 numunesinde ise diğerlerinin aksine en yüksek B değeri artmıştır. Bu durumun mikroyapıda Al katkısıyla birlikte koyu renkle görünen Fe yönünden zengin tanelerin oldukça genişlemesi, tane boyutu artması ve buna bağlı olarak Fe oranının artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca bu numunede yer alan Nd₂Fe₁₄B fazı yerine Nd₂Fe₁₅Al₂ fazı oluşmuştur.

- Numunelerin Curie sıcaklıklarına bakıldığında ise aynı kompozisyona sahip numunelerde ısıl işlemin etkisinin (900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁Al₅B₅ numunesi haricinde) çok az olduğu görülmektedir. Al katkısının numunelerin Curie sıcaklığına etkisi incelenirse; Nd₁₃Fe₈₁B₅Al numunesinden itibaren Al miktarı artışıyla orantılı olarak Curie sıcaklıklarında azalma söz konusudur. Bunun sebebi olarak manyetik olmayan Al elementinin NdFeB kompozisyonu içerisine dahil oldukça, manyetik moment taşıyan atomların sayısının azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Moleküler alan teorisine göre; atomlarda manyetik moment sayısı azaldıkça, manyetik faz geçiş sıcaklıkları da azalmaktadır [2].
- Numunelere manyetik alan uygulanmadığında veya az miktarda manyetik alan uygulandığında; numune belli bir manyetizasyon yönünde yönleniyorsa, o yön numunenin kolay manyetizasyon yönüdür. Bu kolay manyetizasyon yönü numunenin kristal anizotropisinden kaynaklanmaktadır. Nadir toprak katkıları, numunenin kristal anizotropisini artırmaktadır ve dolayısıyla malzemenin zorlayıcı alan değeri de artmaktadır [43]. Yaptığımız çalışmada numunelerin kompozisyonlarında; sistematik bir şekilde nadir toprak elementi Nd azaltılarak, Al katkı miktarı artırılmıştır. Yüksek anizotropiye sahip olan Nd elementinin azalmasından ötürü numunelerin zorlayıcı alan değerlerinin, Al katkısının artmasıyla orantılı olarak azalmasının sebebi olarak düşünülmektedir. Özellikle 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerin zorlayıcı alan değerlerinde, bu orantılı düşüşün meydana geldiği görülmektedir. Zorlayıcı alan değerindeki düşüşün sebeplerinden biri olan yapıdaki nadir toprak elementinin azalmasının yanı sıra diğer temel sebebi ise mikroyapı görüntülerinde görüldüğü üzere Al katkısının, yumuşak manyetik yapıda olan Fe tanelerini artırmasıdır. Yapıdaki yumuşak manyetik faz oranı, zorlayıcı alanı azaltan temel faktörlerden biridir. Isıl işlem uygulanmamış ve 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerin zorlayıcı alan değerleriyle ilgili net yorumlamalar yapılamamaktadır. Çünkü Al katkısıyla birlikte orantılı olarak azalma veya artış görülmemektedir.

BÖLÜM 8

SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada külçe halindeki Nd-Fe-B numuneleri, ark ergitmeyle hazırlandıktan sonra belirlenmiş sıcaklıklarda ısıl işlem uygulandı. Bunun sonucunda meydana gelen fazlar, mikroyapı değişimleri, manyetizasyon sonuçları ve korozyon deneyi sonuçları incelenmiştir. Yapılan bu tez çalışmasında elde edilen sonuçlar aşağıda yer almaktadır:

- XRD verilerine göre; numunelerin ana fazı olarak sert manyetik Nd₂Fe₁₄B ve yumuşak manyetik α-Fe fazlarının olduğu, katkısız numunelerde ve 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₁Fe₈₁B₅Al₃ numunesinde bu iki fazın yanı sıra Nd₂Fe₁₇ fazının yer aldığı görülmektedir. 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁B₅Al₅ numunesinin XRD analizinde ise diğer numunelerden farklı olarak Nd₂Fe₁₄B fazı, Nd₂Fe₁₅Al₂ fazına dönüşmüştür. Ayrıca ısıl işlem uygulanmış numunelerinde genelinde, ısıl işlem sırasında meydana gelen oksitlenmeden ötürü Nd₂O₃ fazı bulunmaktadır.
- Numunelerin mikroyapı görüntülerinde, ısıl işlem uygulanmasıyla dairesel taneler oluşurken, Al katkısıyla birlikte dairesel tanelerin yanısıra uzunlamasına tanelerin de oluştuğu gözlenmiştir. Al oranı daha da arttıkça, uzunlamasına görünen Fe yönünden zengin tanelerin tane boyutu artmıştır. 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₁₃Fe₈₁AlB₅ numunesinin mikroyapısında, diğer numunelerden farklı olarak bir yapının oluştuğu gözlenmiştir. EDS analizinde bu yapıya ait atomik oranlar, Nd-Fe-Al üçlü sistemi katılaşma reaksiyonları içerisinde 645 °C'de L+µ→Nd+δ reaksiyonunda yer alan antiferromanyetik δ fazına karşılık gelmektedir. DSC analizi sonucu da, δ fazına ait geçiş sıcaklığının olduğunu göstermektedir.
- Numunelere ısıl işlem uygulanması sonucunda manyetik özelliklerinin arttığı görülmüştür. Katkı miktarının etkisi, uygulanan ısıl işlem sıcaklığına göre değişkenlik göstermektedir. Isıl işlem uygulanmamış ve 700 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerde katkı miktarı arttıkça, genel olarak kalıcı mıknatıslanma ve en yüksek B

değerleri artarken, 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış numunelerde ise katkı miktarıyla birlikte numunelerin en yüksek B değerleri azalma eğilimindedir.

- Numunelerin Curie sıcaklıkları, katkı oranının artmasından itibaren azalmaktadır. Bu durumun sebebi geçiş sıcaklığı değerinin, malzeme içerisinde yer alan manyetik momentlerin sayısına bağlı olmasına bağlanabilir. Malzeme içerisinde yer alan manyetik momentlerin sayısı azaldıkça, malzemenin geçiş sıcaklığı da azalmaktadır. Bu çalışmada kullanılan Al elementi manyetik olmayan bir elementtir ve katkı miktarı artışıyla birlikte malzemede yer alan manyetik moment sayısı da azalmaktadır.
- Numunelerin Curie sıcaklık değerleri ile XRD analizinde çıkan fazlar uyum içerisindedir. Diğer numunelerden farklı olarak çok düşük Curie sıcaklığına sahip 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış Nd₉Fe₈₁B₅Al₅ numunesinin Curie sıcaklığı 150 °C'dir. Bu faz daha önce bahsedildiği üzere Nd₂Fe₁₅Al₂ fazıdır ve literatürde de yer alan bu fazın Curie sıcaklığı 160 °C civarındadır.
- Numunelere 120 °C'de hava ortamında uygulanan korozyon deneyinde ise önemli bir kütle kaybı yaşanmamıştır. Sadece 900 °C'de ısıl işlem uygulanmış katkısız numunede 10 ve 15. günlerde malzemenin kırılmasından kaynaklanan bir kütle kaybı olmuştur. Bu malzemeye ait mikroyapı görüntüsünde serbest demirin yer almaması, malzemenin gevrek olmasına neden olduğu ve bu sebepten ötürü malzemenin korozyon deneyinde kırıldığı düşünülmektedir.
- Yapılan bu çalışmada; uygulanan ısıl işlemin malzemelerin zorlayıcı alanı başta olmak üzere manyetik özellikleri üzerine olumlu etkisinin olduğu gözlenmiştir. Bu nedenden ötürü yapılacak çalışmalarda ısıl işlem süresi artırılarak incelemeler yapılabilir. Ayrıca en uygun manyetik özelliklerin eldesi için uygulanacak ısıl işlem sıcaklığı çeşitlendirilebilir.

KAYNAKLAR

- [1] URL-1 <http://www.elektrikport.com/haber-roportaj/surekli-miknatis-teknolojisi-ve-enerji-verimliligi-acisindan-onemi-engin-aycicek/4129#ad-image-0>, Ziyaret Tarihi: 17.05. 2016.
- [2] Cullity B D and Graham C D (2009) *Introduction to Magnetic Materials*, 2st Edition, ISBN: 978-0-471-47741-9, John Wiley & Sons Publisher, New Jersey, 562 pp.
- [3] Livingston J D (1990) The History of Permanent-Magnet Materials, *Journal of Minerals, Metals & Materials Society*, 30-34.
- [4] Sun Y L, Zhao J T, Liu Z, Xia W X, Zhu S M, Lee D and Yan A R (2015) The phase and microstructure analysis of Alnico magnets with high coercivity, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 379: 58-62.
- [5] Jakubovics J P (1994) Magnetism And Magnetic Materials, 2st edition, Şahingöz R (Çev. Ed.) ISBN: 978-605-133-940-5, Maney Publishing, UK, 165 s.
- [6] Pullar R C (2012) Hexagonal ferrites: A review of the synthesis, properties and applications of hexaferrite ceramics, *Progress in Materials Science* 57: 1191-1334.
- [7] Buschow K H J (1997) Magnetism and Processing Of Permanent Magnet Materials, *Handbook of Magnetic Materials*, Ed. By Buschow Elsiever Science, 10: 463-590.
- [8] Gutfleisch O, Müller K H, Wolf M, Khlopkov K, Yan A, Schafer R, Gemming T and Schultz L (2006) Magnetic Domains and Coercivity in SmCo 2:17 Type Magnets, Proceedings of 19th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnets & Their Applications, Journal of Iron and Steel Research International, 13: 48-59.
- [9] Kim A S and Camp F E (1996) High performance NdFeB magnets, *Journal of Applied Physics*, 79 (8): 5035-5039.
- [10] Higuchi A and Hirosawa S (1989) Sintered Nd-Fe-B Permanent Magnets, *IEEE Transactions On Magnetics*, 25 (5): 3555-3560.
- [11] Bai G, Gao R W, Sun Y, Han G B and Wang B (2007) Study of high-coercivity sintered NdFeB magnets, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 308: 20-23.
- [12] Brown D, Ma B and Chen Z (2002) Developments in the processing and properties of Nd-Fe-B-type permanent magnets, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 248: 432-440.
- [13] Yan A, Song X, Chen Z and Wang X (1998) Characterization of microstructure and coercivity of Nd-Fe-B magnets with Ti and Al or Cu addition, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 185: 369-374.

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- [14] Ni J, Ma T and Yan M (2011) Changes of microstructure and magnetic properties of Nd-Fe-B sintered magnets by doping Al-Cu, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 323: 2549-2553.
- [15] Ni J J, Ma T Y, Cui X G, Wu Y R and Yan M (2010) Improvement of corrosion resistance and magnetic properties of Nd-Fe-B sintered magnets by Al₈₅Cu₁₅ intergranular addition, *Journal of Alloys and Compounds* 502: 346-350.
- [16] Ma Y, Liu Y, Li J, Li C and Chu L (2010) Die-upset Nd11.5Fe72.4Co9Nb1B6.1 magnets with additions of Zn, Al and Sn, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322: 2419-2422.
- [17] Weiqiang L, Chao S, Ming Y, Hao S, Zhang D, Zhang J, YI X and Chen J (2013) Improvement of coercivity and corrosion resistance of Nd-Fe-B sintered magnets by doping aluminium nano-particles, *Journal of Rare Earths*, 31 (1): 65-68.
- [18] Strzeszewski J, Hadjipanayis G C and Kim A S (1988) The effect of Al substitution on the coercivity of Nd-Fe-B magnets, *Journal of Applied Physics*, 64 (10): 5568-5570.
- **[19] Legras L, Delamare J, Lemarchand D, Dinh J V and Vigier P** (1995) Characterization of the Nd-Fe-Al μ phase in the microstructure of an aluminium and vanadium-substituted Nd-Fe-B magnet, *Journal of Alloys and Compounds* 218: 17-21.
- [20] Beyaz S (2009) Süperparamanyetik Nano-Manyetit İçeren Lateks Eldesi ve Karakterizasyonu, *Doktora tezi*, Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, 166 s.
- [21] URL-2 <http://anibal.gyte.edu.tr/hebe/AblDrive/79354043/w/Storage/218_2011_1_631_ 79354043/Downloads/mm10.pdf>, Ziyaret Tarihi: 21.12.2016.
- [22] Çakır M F (2012) Nano Boyutlu Manyetik Kompozit Toz Malzemelerin Üretimi İçin Model Geliştirilmesi, *Doktora Tezi*, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elektrik Eğitimi Anabilim Dalı, Ankara, 173 s.
- [23] Burzo E (1998) Permanent Magnets Based On R-Fe-B and R-Fe-C Alloys, *Reports on Progress in Physics*, 61: 1099-1266.
- [24] Sagawa M, Hirosawa S, Yamanoto H, Fujimura S and Matsuura Y (1987) Nd-Fe-B Permanent Magnet Materials (Invited Paper), *Japanese Journal Of Applied Physics* 26 (6): 785-800.
- [25] Abraham T and Gupta B L (2014) Continued Growth for Permanent Magnets, *Ceramic Industry* 164 (10): 18-21.
- [26] Du X and Graedel T E (2011) Global Rare Earth In-Use Stocks in NdFeB Permanent Magnets, *Journal of Industrial Ecology* 15 (6): 836-843.
KAYNAKLAR (devam ediyor)

- [27] Patel A D, Minisandram R S and Evans D G (2004) Modeling of Vacuum Arc Remelting of Alloy 718 Ingots, Superalloys 2004 10th International Symprosium, 917-924.
- [28] Mitchell A (2005) Solidification in remelting processes, *Materials Science and Engineering A*, 413-414: 10-18.
- [29] Zhang W, Lee P D, McLean M and Siddall R J (2000) Simulation of Instrinsic Inclusion Motion and Dissolution During The Vacuum Arc Remelting of Nickel Based Superalloys, *The Minerals, Metals & Materials Society*, 29-37.
- [30] URL-3 <http://yildiz.edu.tr/~akdogan/lessons/malzeme1/Celigin_isil_islemleri.pdf>, Ziyaret Tarihi: 27.03.2017.
- [31] Tatlier M (2011) Artificial neural network methods fort he prediction of framework crystal structures of zeolites from XRD data, *Neural Comput&Applic* 20: 365-371.
- [32] Bogner A, Jouneau P H, Thollet G, Basset D and Gauthier C (2007) A history of scanning electron microscopy developments: Towards "wet-STEM" imaging, *Micron* 38: 390-401.
- [33] İkizer A E (2013) Y₃Ba₅Cu₈O_x Süperiletken Bileşiğinin Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Konya, 80 s.
- [34] Niazi A, Poddar P and Rastogi A K (2000) A precision, low-cost vibrating sample magnetometer, *Current Science*, 79 (1): 99-109.
- [35] Sestak J and Holba P (2013) Heat inertia and temperature gradient in the treatment of DTA peaks, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 113: 1633-1643.
- [36] URL-4 <http://aves.istanbul.edu.tr/ImageOfByte.aspx?Resim=8&SSNO=13&USER= 1228>, Ziyaret Tarihi: 13.09.2018.
- [37] Yu L Q, Liu R S, Dong K T, Zhang Y P (2012) Key techniques for ultrahigh performance sintered Nd-Fe-B magnets preparation, *Transworld Research Network*, 37/661: 1-36.
- [38] Xiao Y G, Rao G H, Zhang Q, Liu G Y, Zhang Y and Liang J K (2006) Crystallographic and magnetic studies on iron-rich mixed rare-earth intermetallics (Nd/Tb)₂(Fe/Al)₁₇, *Journal of Alloys and Compounds*, 407: 1-7.
- [39] Salva H R, Fabietti L M, Ghilarducci A A and Urreta S E (2010) Mechanical damping in nanostructured Nd₆₀Fe₃₀Al₁₀ magnetic alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 495: 420-422.
- [40] Long G J, Marasinghe G K, Mishra S R and Pringle O A (1994) A Magnetic, Neutron Diffraction and Mössbauer Spectral Study of the Nd₂Fe_{17-x}Al_x Solid Solutions, *Journal of Applied Physics*, 76 (9): 5283-5293.

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- [41] Chen E, Peng K, Yang W, Zhu J, Li D and Zhou L (2014) Effects of Al coating on corrosion resistance of sintered NdFeB magnet, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 24: 2864-2869.
- [42] Öztürk S, İçin K, Kaftelen H, Öztürk B, Topal U ve Metoğlu A (2016) Fabrication and Characterization Of NdFeB Magnetic Powders By Melt Spinning Method, Uluslararası Malzeme Bilimi ve Teknolojisi Konferansı Kapadokya (IMSTEC'16), 6-8 Nisan 2016, Nevşehir, Türkiye.
- **[43] Sadullahoğlu G, Ertuğ B, Gökçe H ve Öveçoğlu M L** (2012) La Katkısının BaFe₁₂O₁₉ Kalıcı Mıknatısların Manyetik Özellikleri Üzerine Etkisi, *Metalurji Dergisi*, 164: 61-64.

ÖZGEÇMİŞ

Can BAHADIR, 1991 yılında Zonguldakta doğdu. İlk ve orta öğrenimini Zonguldakta tamamladıktan sonra lisans eğitimine 2010 yılında Bartın Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde başlamış olup, 2015 yılında mezun oldu. 2015 yılında Zonguldak Bülent Ecevit Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans programına girdi.

Tezden Türetilen Yayın: Bahadır C, Sadullahoğlu G, Kurnaz S.C (2018). Al Katkılı Nd-Fe-B Alaşımının Üretimi ve Karakterizasyonu. *1st International Symposium on Light Alloys and Composite Materials*, 22-24 Mart 2018, Karabük, Türkiye, ISBN 978-605-9554-16-9, 20-21.

<u>ADRES BİLGİLERİ:</u>

Adres: Bülent Ecevit Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, 67100, ZONGULDAK

E-posta: cbahadr67@gmail.com