

T.C.

**GEBZE YKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTS**  
**MHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ**  
**ENSTİTS**

77751

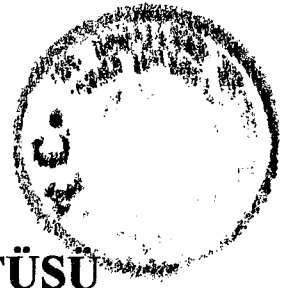
**Fe<sub>78</sub>B<sub>13</sub>Si<sub>9</sub> (2605 S2 METGLASS)**  
**METALİK CAM ALAŞIMININ RETİMİ VE**  
**MAĖNETİK ZELLİKLERİNİN**  
**İNCELENMESİ**

77751

**ERDEM ATAR**  
**YKSEK LİSANS TEZİ**  
**MALZEME BİLİMİ VE MHENDİSLİĖİ**  
**ANA BİLİM DALI**

**GEBZE**

**1998**



T.C.

**GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ**  
**MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ**  
**ENSTİTÜSÜ**

**Fe<sub>78</sub>B<sub>13</sub>Si<sub>9</sub> (2605 S2 METGLASS)**

**METALİK CAM ALAŞIMININ ÜRETİMİ VE**  
**MAĞNETİK ÖZELLİKLERİNİN**  
**İNCELENMESİ**

**ERDEM ATAR**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ**  
**ANA BİLİM DALI**

**TEZ DANIŞMANI**

**PROF.DR. BEKİR AKTAŞ**

**GEBZE**

**1998**

Bu tez çalışması, G.Y.T.E. Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 14/01/1998 tarih ve 98/01. sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından *Mala Bilim Müh.* Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS Tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRI

ÜYE  
(Tez Danışmanı)

: Prof. Dr. Bekir AKTAŞ

ÜYE

: Doç. Dr. Orhan ŞAHİN

ÜYE

: Y. Doç. Dr. Ahmet GARDOLU

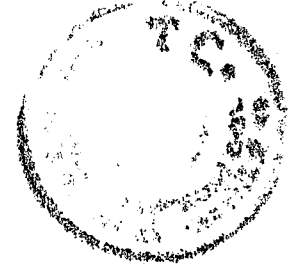
ONAY

G.Y.T.E. Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 26/01/1998.....tarih ve 98/02. sayılı kararı.

İmza / Mühür

G.Y.T.E. MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
YÖNETİM KURULU BAŞKANLIĞI

## ÖZET



Bu tez çalışmasında, Planar Flow Casting metodu ile ticari olarak  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  kompozisyonuna sahip 2605 S2 METGLAS metalik camı üretilmiştir. Fakat biz bu çalışmalar esnasında Allied Signal Inc. Firmasından temin ettiğimiz aynı kompozisyonlu metalik camlar kullandık.

$Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik camları döküm yapısında, klasik tavlama yöntemi ile gerilme giderme ve kristalleştirme rejimlerinde farklı sıcaklık ( $350^{\circ}C - 425^{\circ}C$ ) ve sürelerde (1/2 - 16 saat) tavllanmışlardır. Döküm yapısında ve bu tavlama işlemlerinin sonucunda malzemenin mikroyapısında ki ve buna bağlı olarak manyetik özelliklerindeki (domain yapıları ve histerisis eğrileri vb.) değişimler incelenmiştir.

Isıl işlemlerin manyetik domain yapısına etkileri Bitter tekniği kullanılarak gözlemlendi. Malzemenin mikroyapısında ki değişiklikler ise X-Işını Difraktometresi (XRD) ve  $MeF_2$  Inverted optik mikroskobu kullanılarak incelenmiştir.

Son olarak metalik camların yapılan ısıl işlemlere bağlı olarak Histerisis eğrileri ve bu eğrilerden ölçülen koersivite (Hc) değerleri de Titreşen Örnek Magnetometresi kullanılarak tespit edilmiştir.

Döküm yapısında yapılan X-Işımları analiz sonucuna göre malzemenin amorf olduğu tespit edilmiştir. Tav sıcaklığı ve süresine bağlı olarak metalik cam amorf halden kristalleşmeye doğru bir dönüşüm göstermektedir. Bu şartlara bağlı olarak döküm yapısındaki karmaşık domain yapıları (parmak izi, lameler ve zig zag vb.) artan sıcaklık ve sürelerle bağlı olarak daha sadeleşmiş ve dar çizgili yapıdan geniş çizgili domain yapısına dönüşmektedir. Metalik camın kısmi kristalleşmesi neticesinde yapılan incelemeler göstermiştir ki ortada domain yapısı kalmamış ve bozularak homojen olarak dağılmış serbest kutuplar ortaya çıkmaktadır. Aynı tav şartları altında işlem görmüş malzememizin koersivite (Hc) değerlerinde ise  $350^{\circ}C - 375^{\circ}C$  ler arasında önemli düşüşler ve kısmi kristalleşmeyle birlikte ( $425^{\circ}C$ ) büyük oranda artışlar ölçülerek tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler:  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik camı, manyetik domainler, koersivite (Hc)

## SUMMARY



In this study, although the 2605 S2 METGLASS metallic glass having composition  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  had been commercially produced by planar flow casting technique, the metallic glasses having same composition, received from Allied Signal Inc. had been preferred. As received  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metallic glasses had been annealed to remove residual stresses (recovery and partial crystallization) between  $350\text{ }^{\circ}C$  and  $425\text{ }^{\circ}C$  for the time period of  $\frac{1}{2}$  to 16 hours. The microstructure and magnetic properties of as-received and each of annealed metallic glasses had been investigated

Bitter technique had been applied to understand the effect of annealing on magnetic domains. X-ray diffractometer and  $MeF_2$  inverted optic microscope had been used to examine the microstructure of the specimens. Finally, Hysteresis loop of each annealed specimen and their coercive value ( $H_c$ ) had been measured by vibration sample magnetometer.

The amorphous structure of the as-cast material, determined by X-Ray diffractometer, transform to crystalline structure depending on annealing temperature and time. Complex domain structures in the foundry structure, under these circumstances, turn from a simple and thin-lined structure to a thick-lined structure as a result of increasing temperature and time. Research showed that after partial crystallization of the metallic glass, the domain structure disappeared and poles homogeneously divided come into existence. Coercivity values ( $H_c$ ) of the material processed under proper condition decreased in a significant amount within  $350\text{ }^{\circ}C$  -  $375\text{ }^{\circ}C$  of temperature, and increased again in a significant amount as a result of partial crystallization.

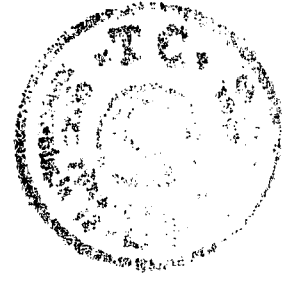
**Key words:** metallic glass, magnetic domains, coercivity

## TEŞEKKÜR

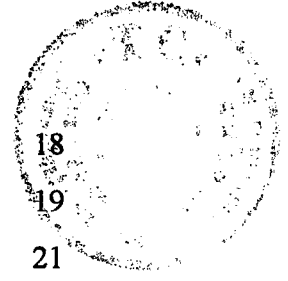


Hazırlanan bu yüksek lisans tez çalışması, TÜBİTAK-MAM' da D:P:T desteği ile yürütülen Hızlı Katılaştırma Yöntemi ile üretilen Metalik Camlar Projesinin bir kısmıdır. Bu tez çalışmasının tamamlanmasında, teorik ve pratik çalışmalarım sırasında her zaman bilgi ve yardımlarını esirgemeyen aynı zamanda da bu projenin yürütücüsü olan Doç.Dr. Yücel BİROL ve çalışanlarına, G.Y.T.E' de danışmanlığımı yürüten Prof.Dr. Bekir AKTAŞ'a, histerisiz eğrilerinin çıkarılmasında cihazını ve desteğini esirgemeyen İ.T.Ü. Fizik Bölümün de öğretim görevlisi olan Doç.Dr. Orhan KAMER'e, böyle bir projede görev almama yardımcı olan Yard.Doç.Dr. Ahmet ÇAPOĞLU'na, bilgilerinden faydalandığım Doç.Dr. Orhan ŞAHİN'e ve tez çalışmam boyunca desteğini esirgemeyen sayın Serhat ERAT'a ,her zaman desteğini gördüğüm aileme ve tezin tamamlanmasına kadar benden hoşgörü ve sabrını esirgemeyen eşim Arzu ATAR'a teşekkür ederim.

# İÇİNDEKİLER DİZİNİ



	SAYFA
ÖZET	IV
SUMMARY	V
TEŞEKKÜR	VI
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	VII
ŞEKİLLER DİZİNİ	IX
ÇİZELGELER DİZİNİ	XI
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. LİTERATÜR TARAMASI	2
2.1. GİRİŞ	2
2.1.1. Tarihsel Gelişimi	4
2.2. METALİK CAM ALAŞIMLARI	6
2.3. METALİK CAMLARIN ÜRETİM ŞEKİLLERİ	7
2.3.1. Elektrolitik Yöntem veya Buhar Depozisyonu	7
2.3.2. İrradiasyon	8
2.3.3. Sıvı Fazdan Süratle Soğutma	8
2.3.3.1. Soğuk Dönen Disk Metodu	10
2.3.3.1.1. Belli Mesafeli Delikten Püskürterek (Melt Spinning)	10
2.3.3.1.2. Yüzeye Yakın Delikten Püskürterek (Planar low Casting)	10
2.3.3.2. Soğuk Yüzeye Taşırma Metodu (Melt Overflow)	11
2.3.3.3. Serbest Düşme Metodu (Melt Drag)	11
2.3.3.4. Havuz Metodu (Melt Extraction)	11
2.4. METALİK CAMLARIN ÖZELLİKLERİ	13
2.4.1. Metalik Camların Stabilitesi	13
2.4.2. Metalik Camların Mekanik Özellikleri	13
2.4.2.1. Metalik Camların Kırılma Tokluğu	15
2.4.2.2. Metalik Camların Sertliği	15
2.4.3. Kimyasal ve Korozyon Özellikleri	16
2.4.4. Elektrik-Manyetik Özellikleri	17



<b>2.5. TEKNOLOJİK UYGULAMALARI</b>	<b>18</b>
2.5.1. Transformatörler	19
2.5.2. Elektronik Sektörü	21
2.5.3. .Lehim Alaşımları	22
<b>2.6. FERROMANYETİK METALİK CAMLAR</b>	<b>23</b>
<b>3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR</b>	<b>29</b>
3.1. Metalik Cam Üretimi	29
3.1.1. Üretim Sisteminin Kısımları	29
3.1.2. Numune Hazırlama	31
3.2. Histerisiz Eğrilerinin Ölçülmesi	31
3.2.1. Giriş	31
3.2.2. Deney Düzenegi	31
3.2.3. Numune Hazırlama	31
3.3. Domain Yapılarının Gözlemlenmesi	33
3.3.1. Giriş	33
3.3.2. Numune Hazırlama	34
3.3.3. Tüp Fırında Isıl İşlemler	34
<b>4. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA</b>	<b>35</b>
<b>5. SONUÇLAR</b>	<b>57</b>
<b>KAYNAKLAR</b>	<b>60</b>



# ŞEKİLLER DİZİNİ



	Sayfa
ŞEKİL 2.1. Kristal ve amorf yapılarda atomların dizilişi	2
ŞEKİL 2.2. Kristalleşme reaksiyonuna ait süre-sıcaklık-dönüşüm diyagramı	4
ŞEKİL 2.3. İkili alaşım sistemlerinde olası camlaşma aralığı	6
ŞEKİL 2.4. Sıvı metalin yüksek devir hızlarında dönen bir disk üzerinde katılaştırdığı “hızlı katılaştırma” yöntemleri	12
ŞEKİL 2.5. Fe-B metalik camların “B” miktarına bağlı olarak Vickers sertlik değişimi	16
ŞEKİL 2.6 $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$ metalik camı ile Fe-%3Si elektrik çeliğinin hat frekansında kaydedilen histerisiz eğrileri	20
ŞEKİL 2.7 $Fe_{78}B_{13}Si_9$ metalik camı ile Fe-Si alaşımının çekirdek kayıpları	21
ŞEKİL 2.8 Gaz, sıvı, amorf ve kristal yapılı katının X-Işınları paternleri	24
ŞEKİL 3.1. Titreşen Örnek Mağnetometresi (TÖM) deney düzeneğinin sadeleştirilmiş şeması	32
ŞEKİL 3.2. Domain yapılarının görüntülenmesinde Bitter Tekniği uygulaması	33
ŞEKİL 4.1. Döküm yapısında ki $Fe_{78}B_{13}Si_9$ metalik cam şeritin X-Işını paterni	35
ŞEKİL 4.2.a.b.c. Döküm yapısında ki $Fe_{78}B_{13}Si_9$ metalik cam şeritin domain yapıları	36
ŞEKİL 4.3. Döküm yapısında ki $Fe_{78}B_{13}Si_9$ metalik cam şeritin histerisiz eğrisi	36
ŞEKİL 4.4.350 °C’de ½ saat tavllanmış $Fe_{78}B_{13}Si_9$ metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi	37
ŞEKİL 4.5.350 °C’de 1 saat tavllanmış $Fe_{78}B_{13}Si_9$ metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi	38
ŞEKİL 4.6.350 °C’de 2 saat tavllanmış $Fe_{78}B_{13}Si_9$ metalik cam şeritin a)domain paterni, b) histerisiz eğrisi	39
ŞEKİL 4.7.350 °C’de 4 saat tavllanmış $Fe_{78}B_{13}Si_9$ metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi	40
ŞEKİL 4.8.350 °C’de ½ -4 saatleri arasında tavllanmış $Fe_{78}B_{13}Si_9$ metalik cam şeritlerin koersivite değerlerinin tavlama sürelerine bağlı olarak değişimi	41



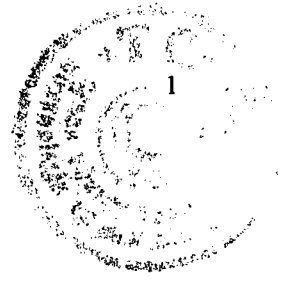
ŞEKİL 4.9.375 °C’de ½ saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi	
ŞEKİL 4.10.375 °C’de 1 saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi	43
ŞEKİL 4.11.375 °C’de 2 saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi	44
ŞEKİL 4.12.375 °C’de 4 saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi	45
ŞEKİL 4.13.375 °C’de ½ -4 saatleri arasında tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritlerin koersivite değerlerinin tavlama sürelerine bağlı olarak değişimi	46
ŞEKİL 4.14.400 °C’de ½ saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni, b)histerisiz eğrisi	47
ŞEKİL 4.15.400 °C’de 1 saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni, b)histerisiz eğrisi	48
ŞEKİL 4.16.400 °C’de 1.5 saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni, b)histerisiz eğrisi	49
ŞEKİL 4.17.400 °C’de 2 saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni, b)histerisiz eğrisi	50
ŞEKİL 4.18.400 °C’de ½ -2 saatleri arasında tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritlerin koersivite değerlerinin tavlama sürelerine bağlı olarak değişimi	51
ŞEKİL 4.19.425 °C’de a)4, b)8, c)16 saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin domain paternleri	52
ŞEKİL 4.20. 425 °C’de 8 saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin a) x-ışını paterni, b)enine kesit optik mikroskop ve c)yüzey kesit optik mikroskop fotoğrafları	53
ŞEKİL 4.21. 425 °C’de 16 saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin a) x-ışını paterni, b)enine kesit optik mikroskop ve c)yüzey kesit optik mikroskop fotoğrafları	54
ŞEKİL 4.22.425 °C’de a)4, b)8, c)16 saat tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritin histerisiz eğrileri	55
ŞEKİL 4.23. 425 °C’de 4-16 saatleri arasında tavllanmış Fe <sub>78</sub> B <sub>13</sub> Si <sub>9</sub> metalik cam şeritlerin koersivite değerlerinin tavlama sürelerine bağlı olarak değişimi	56



## ÇİZELGELER DİZİNİ

ÇİZELGE 2.1. Metallerin, camların ve metalik camların karakteristik özellikleri	3
ÇİZELGE 2.2. Demir esaslı metalik camlarla, bazı çeliklerin akma mukavemetleri	14
ÇİZELGE 2.3. Metalik camların mekanik özellikleri	16
ÇİZELGE 2.4. %6 FeCl <sub>3</sub> çözeltisinde 60 °C'de değişik alaşımların ağırlık kaybı değerleri	17





# 1. GİRİŞ VE AMAÇ

Ferromanyetik metalik camlar ilk bakışta bildiğimiz camları andıran hiç bir özellik göstermezler. Metalik camlar ışığı geçirgen olmadıkları gibi kırılma değildirlir. Mikroyapıları incelendiğinde atomların tıpkı camlarda olduğu gibi sürekli bir düzene uymadan dizildiği görülür. Fakat metalik camlarda bölgesel olarak kısa mesafeli düzenlenmeler söz konusudur. Donmuş sıvılarınkini andıran bu yapıların homojenliği metalik camlara, metal ve alaşımların bir çoğunda rastlanmayan sıra dışı özellikler kazandırmaktadır. Bu malzemelerde kristal yapıların kendini tekrarlayan, tek kristalde olduğu gibi parça veya çok kristalli malzemelerde olduğu gibi tane ölçeğinde süreklilik gösteren yapısal bir düzene rastlanmadığı için, bu düzende uyumsuzluğu ifade eden tane ve tane sınırı gibi yapısal elemanların, dislokasyon ve istif hatası gibi yapısal hataların varlığından söz edemeyiz. Bunun yanı sıra metalik camlarda farklı bileşim bölgeleri yani değişik fazlar ve kısa mesafeli düzenlenmeler dışında segregasyon bölgeleri de yoktur. Bu yapısal ve kimyasal homojenlik metalik camların başta mekanik, kimyasal ve elektrik-manyetik olmak üzere tüm özellik ve davranışlarında kendini hissettirir.

Özellikle bu tez çalışmasında manyetik özellikleri (domain yapıları ve koersivite değerleri ) çalışılmıştır. Çünkü ferromanyetik metalik camlarda domain sınırlarının bir manyetik alan etkisinde hareketlerini engelleyecek hiç bir yapısal (dislokasyon, tane sınırı vb.) ve kimyasal (çökelti, segregasyon bölgeleri vb.) öge bulundurmeyen homojen yapıları sayesinde kristal yapı benzerlerinden çok üstündürler. Ancak bizim tez çalışmamızın esasını teşkil eden metalik camların çok yüksek hızlarda ( $10^6$  K/sn) soğutulmuş katılaştırdıklarından iç gerilmeler taşırlar.

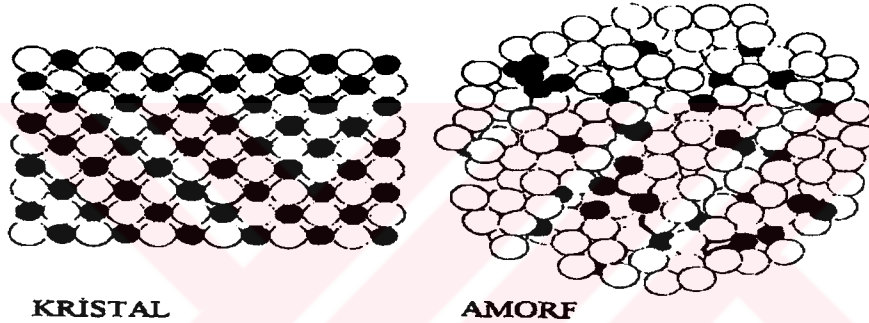
Bu tez çalışmasında Allied Signal Inc. Firmasından sağladığımız 2605 S2 kodlu metalik camların manyetik özellikleri incelendi ve gerilme giderme ile kristalleşme rejimleri arasındaki sıcaklıklarda gerçekleştirilen ısıl işlemler neticesinde mikroyapıdaki değişime paralel olarak domain yapılarının nasıl değiştiği incelenmiştir. Aynı zamanda da Titreşen Örnek Magnetometresi ile her bir ısıl işlemde sonra histerisiz eğrileri elde edilmiş ve buna bağlı olarak koersivite ( $H_c$ ) değerleri ölçülmüştür.



## 2. LİTERATÜR TARAMASI

### 2.1. GİRİŞ

Metal alaşımların sıvıdan katıya, kristalleşmeye zaman tanımayacak kadar yüksek hızlarda soğutulabileceklerinin anlaşılmasıyla yeni bir malzeme grubu ortaya çıkmıştır (Duwez and at. all, 1960). Metalik camlar ya da amorf metaller adını verdiğimiz bu malzemeler donmuş sıvılarınkine benzeyen yapıları (Şekil 2.1), kimi metalleri kimi camları andıran özellikleri (Çizelge 2.1) ile bugün tasarım mühendisleri için yeni bir seçenek oluşturmaktadır.



Şekil 2.1., Kristal ve amorf yapılarda atomların dizilişi(Jascinski and et. all,1981)

İnsanoğlu metal ve camlarla günümüzden binlerce yıl önce tanışmışken, metalik camların 1960'larda farkedilmesini gecikmiş bulabiliriz. Ancak metallerin sıvıdan katıya geçiş sürecindeki davranışlarını gözönünde bulundurursak bunun haklı bir gecikme olduğunu anlarız. Metallerin camsılaşması o denli hızlı soğutma gerektirirki bu konuda doğa da bizlere yardımcı olamamıştır. Herhangi bir alaşımı sıvıdan camsı yapıya katılaştırmak için kristalleşmenin önüne geçmek gerekir. Organik maddeler kovalent bağlı molekül zincirlerinden oluştuklarından atomların bu karmaşık yapıya yerlerini almaları kolay değildir ve zaman alır (Dibenedetto, 1967). Katılma sırasında kristalleşmenin gerçekleşmesi saatler ve hatta günler sürer. Bu nedenle organik maddeler, hiç bir kristalleşme görülmezsizin, sıvı haldeki konfigürasyonları ile oda sıcaklığına soğutulabilirler. Oysa metal ve alaşımları için durum çok daha farklıdır.

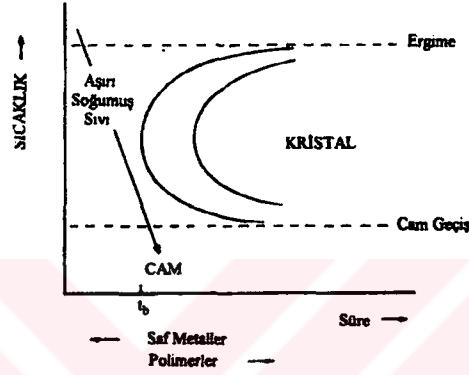
	Metaller	Camlar	Metalik Camlar
Yapı	Kristal	Amorf	Amorf
Bağ	Metalik	Kovalent	Metalik
Akma Dayanımı	Düşük	Yüksek	Yüksek
Kırılrma	Sünek	Gevrek	Sünek
Sertlik	Düşük	Yüksek	Yüksek
Kırlma Dayanımı	Yüksek	Düşük	Yüksek
Korozyon Direnci	Düşük	Yüksek	Yüksek
Optik Özellik	Opak	Transparen	Opak
Isı-Elektrik İlet.	Yüksek	Düşük	Yüksek
Manyetik Özellik	Para-FerroMan.	Yok	Yumuşak Man.

Çizelge 2.1.,. Metallerin, camların ve metalik camların karakteristik özellikleri (Güntherodt, 1985).

Metaller, özellikle saf olanları, katı halde çok basit kristal yapılarda bulduklarından kristalleşme hiç de güç ve zaman alıcı değildir. Sıvıda dağınık olarak bulunan atomlar sıcaklığın düşmesiyle en düşük enerji seviyesine denk gelen konfigürasyonlardaki yerlerini süratle alırlar. Bu olayı etkileyen faktörlerin başında sıcaklık gelir. Sıcaklık ergime noktasının altına düştükçe, yani aşırı soğuma  $\Delta T = T_e - T$ , arttıkça kristal kafesi örececek çekirdeklerin oluşumu hızlanır (Porter, 1985). Bu nedenle metalleri sıvı halden kristalleşme olmaksızın belirli bir sıcaklığın altına soğutmak son derece güçtür. Ancak aşırı soğuma ile çekirdeklenme hızındaki artış sonsuz değildir. Sıcaklık düştükçe sıvının viskozitesi arttığından atom hareketleri önemli ölçüde kısıtlanır.

Camsılaşma olayını bir süre-sıcaklık-dönüşüm diyagramında özetleyebiliriz (Şekil 2.2). Camsı bir yapı elde etmek için soğutma hızının kristalleşme eğrisindeki burun noktasının ( $t_b$ ) solunda kalacak şekilde seçilmesi gerekir. Organik malzemelerde bu eğri sağa kaymıştır.  $t_b$  saatler ve hatta kimi uzun zincirli polimerler de günler mertebesinde olduğundan havada soğutma koşullarında bile camsı yapı elde edilebilir. Saf metallerde ise kristalleşme eğrisi en solda, sıcaklık eksenine bitişik konumdadır.  $t_b$

çoğu kez saniyenin milyonda biri kadar olduğundan camsılaşıma için gerekli soğuma hızı  $10^{13}$  K/sn'e kadar çıkmaktadır (Johnson, 1989). Metalurjik uygulamalardaki en etkin su verme işlemlerinde tecrübe edilen soğuma hızlarının  $10^2 - 10^3$  K/sn civarında olduğu hatırlanacak olursa bunun çok özel şartlar gerektirdiği anlaşılır. Prensipde saf metallerin camsılaştırılması mümkün olmakla birlikte laboratuvar şartlarında bile bu denli hızlı soğutmanın sağlanması son derece güçtür. Ancak bir çok alaşım için  $t_b$  süresi saf metallerle kıyasla daha uzun,  $10^{-3}$  sn mertebelerinde olduğundan bu alaşımları  $10^5 - 10^6$  K/sn civarlarındaki soğutma hızlarıyla camsılaştırmak mümkündür.



Şekil 2.2., Kristalleşme reaksiyonuna ait süre-sıcaklık-dönüşüm diyagramı

Görüldüğü gibi metal ve alaşımlarını camı yapıda katılaştırmak için çok özel katılaştırma şartları, çok yüksek soğutma hızları gerekmektedir. İşte metalik camlarla tanışmamızdaki gecikmenin nedeni de budur.

### 2.1.1 Tarihsel Gelişimi

Amorf yapıda metalik malzemelerin elde edilebileceği ilk defa 1960 senesinde Klement, Willens ve Duwez'in yaptıkları klasik yayınlara ortaya kondu. Prof. Duwez ve arkadaşları, California Institute of Technology'de, sıvı Au-Si alaşımına sıvı azot sıcaklığında (77 °K) soğutma işlemi ile amorf yapı elde ettiler. Bununla beraber amorf alaşımlar olarak bilinen metalik camların tarihi Prof. Duwez'e göre 1845'e kadar uzanır. 1945 senesinde Wurtz'un, Nikelhiperfosfür çözeltisinin demir üzerindeki dekompozisyonu ile elde ettiği Nikel depoziti amorf idi. Bununla beraber, deneyin X-ışınları difraksiyonun keşfinden çok önce olması, elde edilen Nikel depozitinin yapısını





kanıtlamaya olanak vermemiştir. Wurtz'den, yüz sene sonra, elektroliz yoluyla Ni-P alaşımı tekrar elde edilmiş ve endüstride yüksek sertlik ve korozyona mukavemetli kaplama tabakası olarak kullanılmıştır. Amorf Ni-P depoziti Brenner tarafından elde edildi. 1951 senesinde Ge, Si, As, Se ve Te gibi elementlerin amorf olarak elde edilebileceği tespit edildi.

Çok soğuk yüzeylere saf metal buharlarının gönderilmesi ile amorf yapının elde edilebileceği bilinmekle beraber, 1960'da Au-Si amorf alaşımı ile ilgili Prof. Duwez'in çalışmasının yayınından sonra metalik camlara duyulan alâka artmıştır. 1960' lardan bu yana çok sayıda metalik cam imâl edildiği gibi, bu tür malzemelere olan bilimsel ve teknolojik ilgi çok artmıştır.

1960'dan sonra Bernal, sıvı yapısını açıklayan bir model ileri sürdü. Turn Bull ve Cohen, termodinamik özellikleri göz önüne alarak, amorf alaşımında ileri bir adım attılar. 1965'de Dıximer, amorf yapının anlaşılması için X-ışınlarını kullandı. Bugüne kadar nötron difraksiyonu ile birlikte, X-ışınları yapı analizleri yapılmasında kullanılmaktadır. 1968'de Mössbauer Spektroskopisi  $Fe_{80}P_{12.5}C_{5.7}$  alaşımının incelemesinde kullanıldı. Altmışlı senelerin sonunda transizyon elementleri (Fe, Co, Ni, Pd...) ile metaloid (B, C, N, P,...) elementlerinin oluşturduğu amorf malzemelerin stabilitesinin fazla olduğu bulundu.

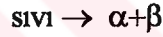
1969 ve 1971'de Prof. Maddin, metalik cam imalinde gelişmeler yaptı, böylece sıvı fazdan hızla soğutma ile uzun ve geniş metalik cam şeritler elde edilebildi. Yetmişli yıllardaki çalışmalarda, direnç ölçümü, kalorimetre, manyetik duyarlık ölçümü, scanning elektron mikroskopisi, auger elektron spektroskopisi, X-ışınları, nötron difraksiyonu v.b. malzeme araştırma metodlarının tatbikatı ile sertlik, yorulma, tokluk vb. mekanik özellikler ölçümlerine rastlanmaktadır. Malzeme araştırma metodlarının mümkün olan hepsinin kullanılması metalik camların daha iyi anlaşılmasına yardım etmiştir. Halen amorf metalleri ticari olarak dünya piyasasında bulmak mümkündür. Metalik camların endüstriyel ve askeri amaçlarla kullanımının artacağı tahmin edilmektedir.



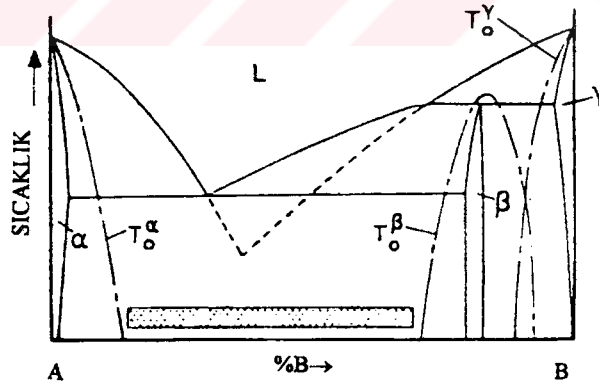


## 2.2. METALİK CAM ALAŞIMLARI

Camsı yapıda elde edilen alaşımların çoğu derin ötektik civarlarında, düşük ergime noktalı bileşimlerdir (Cohen, 1961). Ergime noktası ( $T_e$ ) ile cam geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) arasındaki fark camsılaşma için gerekli aşırı soğuma miktarını belirlediğinden  $T_g/T_e$  oranı camsılaşma eğiliminin bir ölçüsü olarak düşünülebilir. Ergime noktasının likidüs boyunca düştüğü ötektik alaşımlarda olduğu gibi,  $T_g/T_e$  oranı arttıkça, yani cam geçiş sıcaklığı-ergime noktası aralığı daraldıkça camsılaşma eğilimi artar. Saf metallerde bu oran yüksek ergime noktalarından ötürü ötektik alaşımlara kıyasla daha küçüktür. Ancak ötektik alaşımların camsılaşma eğilimini kuvvetlendiren,  $T_g/T_e$  oranından daha önemli bir özellikleri vardır. Ötektik bileşimdeki bir sıvının tek fazlı bir yapıda katılaşması termodinamik olarak imkansızdır (Mehrabian, 1982). Katılaşma sürecinde sıvıdan farklı bileşimlerde iki ayrı faz oluşur.



Çok hızlı soğutmalarda olduğu gibi denge koşullarından uzaklaşarak çözünürlük sınırlarının genişlediği durumlarda bile ötektik nokta civarında çoğu kez katı halde iki fazi şart koşan bir bileşim aralığı kalır (Şekil 2.3).



Şekil 2.3., İkili alaşım sistemlerinde olası camsılaşma aralığı (Mehrabian, 1982).

Sıvıdan iki ayrı fazın katılaşması doğal olarak saf metallerdeki sıvı - katı geçişine kıyasla daha güç bir dönüşümdür. Sıvıdaki atomlar difüzyonla arayüzeyler oluşturarak iki katı faza ayrılırlar. Bu yapısal düzenlenmenin zaman ölçeği Şekil 2.2'deki kristalleşme eğrisini sağa taşıyarak camsı yapının oluşma olasılığını artırır. Bu etki



sıvıda kısa menzilli düzenlenmelerin var olduğu hallerde daha da belirgindir. Kristalleşme sırasında tamamlanması gereken yapısal değişim arttıkça camsılaşma eğilimide artar. Nitekim, camsılaşma eğilimi yüksek ötektik alaşımlar belirli stokiometrik oranlarda yığılmaktadır. Geçiş metalleri (TM) ile metaloidlerin (M) oluşturduğu bir grup alaşımda bu oran 6TM:1M, 5TM:1M şeklindedir (Gilman, 1980).

Metalik cam alaşımlarının çoğu metal metaloid grubuna aittir ( Polk and et. all, 1978). Hızlı katılaştırma yoluyla ilk kez elde edilen ve sıradışı özellikleriyle ön plana çıkarak günümüzde yaygın olarak kullanılan metalik camlarda bu gruptandır. Atomik olarak yaklaşık %80 oranında Fe, Ni ve Co gibi geçiş metallerinden, %20 kadar da B, P, Si, C gibi metaloidlerden en az birer tanesini içeren bu alaşımların ortak özelliği derin ötektiklere denk gelen bileşimleridir. Geçiş metallerinin nisbeten yüksek olan ergime noktaları % 15-25 oranlarında metaloid ilavesiyle önemli ölçüde düşürülebildiğinden B, P, Si, C gibi elementler "camsılaştırıcı" olarak anılırlar.

Metallerin metaloidlerle oluşturduklarının dışında ikinci önemli metalik cam grubu geçiş metallerinin kendi aralarında oluşturdukları alaşımlardır. Ti, Zr, Ni ve Co, Ni, Pd, Cu grupları arasındaki ikili alaşımlarda camsılaşmanın gerçekleştiği bileşim aralıkları %20-50 seviyelerinde olup metal-metaloid camlarınkinden daha geniştir.

"A" grubu metallerin (Mg, Ca, Be) kendi aralarında ve geçiş metalleriyle; nadir toprak elementlerinin yine geçiş metalleriyle oluşturdukları metalik camlarda bileşim aralığı geniş olmakla birlikte, bu alaşımlar uygulama yönünden fazla bir önem taşımazlar.

## **2.3. METALİK CAMLARIN ÜRETİM ŞEKİLLERİ**

### **2.3.1. Elektrolitik Yöntem veya Buhar Depozisyonu**

Buhar fazının hızla soğutularak depozisyonu ile amorf metallerin elde edilişi çok evvelden beri bilinmektedir. Yüzeyin sıcaklığında atomların hareket kabiliyetinin ihmal edilebilir olması dengeli fazların teşekkülüne imkan vermez, böylece vakum

altında buhar fazının soğuk bir yüzeyde deposizyonu mümkün olur. Düşük sıcaklıktaki yüzeye kondanse olan atomlar amorf yapıyı meydana getirirler

### 2.3.2. İrradiasyon

Kristal yapıdaki bir malzemenin radyasyon ile tahrip edilmesi sonucunda amorf yapı elde edilir. Nötron, proton,  $\alpha$ -parçacıkları radyasyonu gibi bütün radyasyon tipleri, amorf malzeme elde etme kaynağı olarak kullanılabilir.

### 2.3.3. Sıvı Fazdan Süratle Soğutma

Metalik cam üretim yöntemleri birkaç istisna dışında tümü hızlı katılaştırma prensiplerine dayanır. Daha önce de belirtildiği gibi hızlı katılaştırılan çoğu kez ötektik veya ötektiğe yakın bileşimdeki bir sıvıdır. Sıvının katılaşması sürecinde birbirini izleyen üç aşamadan geçilir (Lavernia and et. all, 1992).

i. Katılma öncesi : Sıvı metal ergime noktasının üstündeki bir sıcaklıktan sıvı olarak kalamayacağı bir sıcaklığa kadar soğutulur.

$$\text{Sıvı } (T_1) \rightarrow \text{Sıvı } (T_2)$$

$$T_1 > T_{\text{liküdüs}}$$

$$T_2 < T_{\text{solidüs}}$$

ii. Katılma: Aşırı soğumuş sıvı dönüşüm ısını çevreye vererek yada kendi bünyesinde kaybederek katı hale geçer.

$$\text{Sıvı } (T_2) \rightarrow \text{Katı } (T_2)$$

iii. Katılma sonrası: Katı metal içinde bulunduğu ve/veya temas ettiği ortama ısını vererek soğumaya devam eder.

$$\text{Katı } (T_2) \rightarrow \text{Katı } (T_{\text{oda}})$$

Sıvı metalin kristal veya camı yapılardan hangisini seçeceğini belirleyen aşama sıvıdan katıya dönüşümün gerçekleştiği ikinci aşamadır (Savage and et. all., 1984).

Kristalleşmenin önlenmesi için bu aşamada ısının sıvıdan süratle alınması gerekir. Bu ise ısı transfer mesafesini en aza indirerek ve/veya sıvı ile soğutma ortamı arasındaki ısı transfer katsayısını artırarak sağlanır. Bu şartlardan ikincisi çoğu kez seçilen yöntemle belirlenirken, ilki katılaştırılacak sıvı metal hacim elemanının en az bir boyutunun küçük ( $< 100\mu$ ) seçilmesi gerektiğine işaret etmektedir. Pratikte bu şartlar sıvı metalin dar bir nozülde;

-ya akış kararlılığı korunarak ince bir film (şerit) halinde (şerit-tel döküm teknikleri)

-ya da bu kararlılık bozularak damlacık veya yassı parçacıklar halinde (Atomizasyon) ısı iletkenliği yüksek, soğutulmuş bir yüzey üzerinde katılaştırılmasıyla sağlanır.

Günümüzde  $10^2 - 10^4$  K/sn aralığındaki hızlara soğutma sağlayan su ve gaz atomizasyonundan,  $10^8$  K/sn gibi çok yüksek soğutma hızlarına çıkan ve Duwez grubunun metalik camların ilk kez elde edilmesinde kullandığı "Gun" tekniğine kadar sayıları 40'ı bulan yöntemler "Hızlı Katılaştırma" yöntemi olarak anılmaktadır (Jones, Wood, Suryanarayana, 1981, 1983, 1991).

Bu yöntemler soğutma kapasitelerinin yanı sıra

-ürün şekli (toz-tanecik, şerit, tel)

-ürün boyutu ( $1\mu - 1000\mu$ )

-ürün kapasitesi (gr-ton)

-proses esnekliği, kabiliyeti

yönünden de küçümsenmeyecek farklılıklar gösterirler. Ancak metal alaşımlarını camsılaştırmak için, birkaç istisna dışında -örneğin bazı Pd alaşımları havada soğuma şartlarında bile camsılaşılabilmektedir (Chan ref.15).  $10^5$  K/sn ve üzerindeki soğuma hızları gerektiğinde bu yöntemlerin çoğu yetersiz kalmaktadır. Diğer yandan çok yüksek soğutma hızlarına karşın "Gun" (Duwez and et. all, 1963) ve "Piston Anvil" (Chan and et. all, 1976) teknikleri, "Kıvılcım Erozyon" (Berjowitz and et. all, 1980) ve "Electrohydrodynamic Atomization" (Perel and et. all, ref. 19) gibi yöntemler saatte veya günde sadece birkaç gram mertebelerinde kalan düşük kapasiteleri ile



laboratuvar dışına çıkamamıştır. Metalik camların üretiminde yaygın olarak başvurulan hızlı katılaştırma yöntemleri şerit döküm yöntemleridir. Bu grupta değerlendirebileceğimiz belli başlı metalik cam üretim teknikleri aşağıda verilmiştir.

### **2.3.3.1 Soğuk Dönen Disk Metodu**

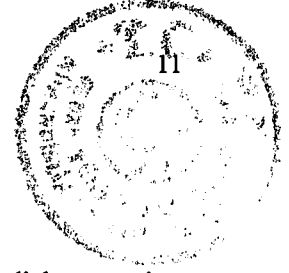
Bu metotta sadece nozül şekli ve eriyiğin disk yüzeyine akma mesafesi farklı olduğu için farklı isimlerle anılmaktadır.

#### **2.3.3.1.1 Belli Mesafeli Delikten Püskürterek (Melt Spinning)**

Melt Spinning Metodunda sıvı metal içinde eritildiği pota deliğinden belirli açılarla soğuk disk üzerine basınç ile akıtılır. Sıvı metal akıtıldığı yüzeye yayılarak soğuk yüzeyin etkisi ile aniden ince şerit halinde katılaşır (Şekil 2.4.a). Eriyik potasının tasarımı, delik çapı, sıvının akış hızı, eritme şekli ve diskin dönme hızı gibi parametreler üretimi ve üretimin kalitesini etkilemektedir. Soğuma hızı  $10^5$ - $10^7$  K/s arasında değişebilmektedir. En büyük dezavantajı potanın uç kısmının tıkanması yüzünden akış hızı kontrolündeki güçlükler ve yeterince geniş şerit elde edilememesidir (Liebermann and at. all.,1976). Bu metod ile üretim esnasında karşılaşılan problemler sonucunda bu tekniğin dahada geliştirilmiş olan Planar Flow Casting metodu ile metalik cam üretimine geçilmiştir .

#### **2.3.3.1.2 Yüzeye Yakın Delikten Püskürterek (Planar Flow Casting)**

Bu metod, Melt Spinning Metodunun daha geliştirilmişidir ve endüstriye yönelik çalışmalarda en çok kullanılan metalik cam üretim yöntemidir. Eritme yine yüksek frekans jeneratörleri ile yapılmaktadır. Sıvı metal disk yüzeyine dikdörtgen çizgi şeklinde bir delikten sürücü bir kuvvet etkisi ile akmaktadır. Potanın ağzı dikdörtgen şeklinde dizayn edilerek istenilen genişlikte şerit üretimi mümkün olabilmektedir (Şekil 2.4.b). Bu yöntemde pota disk yüzeyine oldukça yakın olduğundan sıvı akış hızı kontrol edilebilmektedir. Bu sayede üretilen metalik cam şeritlerdeki kalınlık farkı önlenilmekte, şerit genişliği ve soğuma hızı sabitleşmektedir (Narasimhan, 1979).



### **2.3.3.2 Soğuk Yüzeğe Taşıma Metodu ( Melt Overflow )**

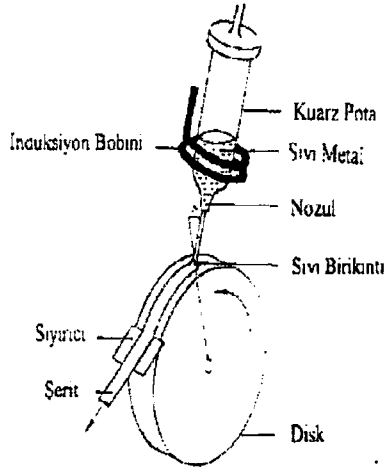
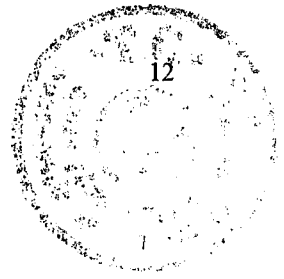
Bu metod serbest düşme metoduna benzemektedir. Sıvı, metal disk yüzeyine kontrollü bir şekilde taşınarak beslenir (Şekil 2.4.c). Soğuma hızı yine diskin soğumasına ve dönme hızına bağlıdır (Boulby and at all., 1986).

### **2.3.3.3 Serbest Düşme Metodu ( Melt Drag )**

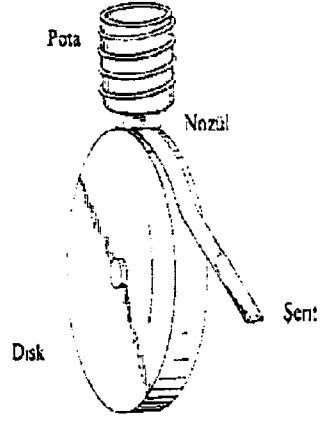
Bu metodla, Planar Flow Casting metodunda olduğu gibi geniş şeritler üretmek mümkündür (Hubert and at. all., 1973). Planar flow casting metodunda eriyiğin akışı basınç uygulanarak sağlanıyordu, bu metod da ise eriyik akışı yerçekimi etkisi ile olmaktadır ( Şekil 2.4.d). Bu üretim yöntemiyle şerit genişliğini sabit tutmak oldukça zordur.

### **2.3.3.4 Havuz Metodu ( Melt Extraction )**

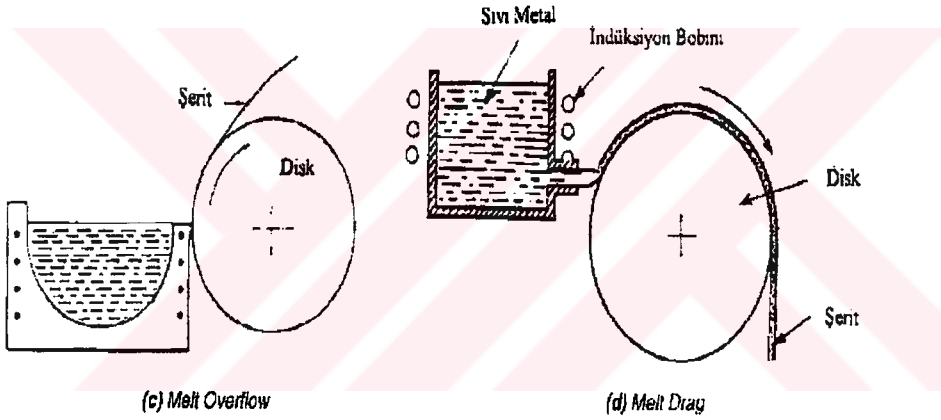
Metal ergitilerek bir havuz haline getirilir ve eriyiğe diğer tekniklerden farklı olarak soğuk disk yaklaştırılarak üretim yapılmaktadır. Bu metod da pota yoktur. Disk eriyik havuzunun üzerine yaklaştırılarak üretim gerçekleştirilmektedir (Şekil 2.4.e). Aynı kalınlık ve genişlikte şerit üretmek çok zor olmaktadır ( Maringer and at. all.,1974).



(a) Chill-Block Melt Spinning

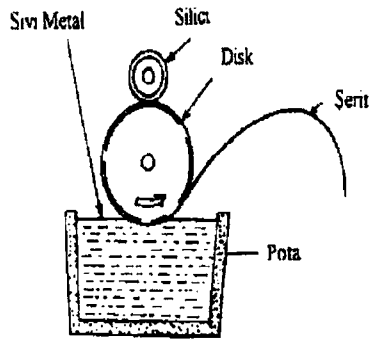


(b) Planar-Flow Casting



(c) Melt Overflow

(d) Melt Drag



(e) Melt Extraction

Şekil 2.4., Sıvı metalin yüksek devir hızlarında dönen bir disk üzerinde katılaştırıldığı “hızlı katılaştırma” yöntemleri



## 2.4. METALİK CAMLARIN ÖZELLİKLERİ

Metalik camlarda herhangi bir hacim elemanı atomlar tarafından belirli bir düzene uymadan geliş güzel doldurulmuştur. Bu malzemelerde kristal yapıların kendini tekrarlayan, tek kristallerde olduğu gibi parça veya çok kristalli malzemelerde olduğu gibi tane ölçeğinde süreklilik gösteren yapısal düzene rastlanmadığı için, bu düzene uyumsuzluğu ifade eden tane ve tane sınırı gibi yapısal elemanların, dislokasyon ve istif hatası gibi yapısal hataların varlığından söz edemeyiz. Bunun yanı sıra, metalik camlarda farklı bileşim bölgeleri yani değişik fazlar ve kısa mesafeli düzenlenmeler dışında segregasyon bölgeleri de yoktur. Bu yapısal ve kimyasal homojenlik metalik camların başta mekanik, kimyasal ve elektrik-manyetik olmak üzere tüm özellik ve davranışlarında kendini gösterir.

### 2.4.1. Metalik Camların Stabilitesi

Metalik camların meydana geliş, stabilitesi ve bozulması, ilgili işlemlerin termodinamik ve kinetiği ile ilgilidir. Karışım entropisi amorf yapının stabilitesinde rol oynayan ana faktördür.

Seramik malzemelerin, kovalent bağı ve polimer malzemelerin uzun molekülü bir yapıya sahip olması bu malzemelerin gayet iyi cam yapabilme yeteneğini izah eder. Bu tür malzemelerin camsılaştırılmış yapıları metalik camların yapısından çok farklıdır. Hangi tür katılma ile metalik cam elde edilirse edilsin, metalik cam yapısı, elde edilebilen en mükemmel metalik cam yapıyı temsil etmez.

### 2.4.2. Metalik Camların Mekanik Özellikleri

Metal ve alaşımlarda plastik akma dislokasyon hareketi ile gerçekleşir. Dislokasyonlar bir yükleme etkisinde hareket yeteneklerini kristal latisin sürekliliğine borçludurlar. Bu sürekliliğin sona erdiği ve atomik dizilimin bozulduğu tane sınırları dislokasyonlar için aşılması güç birer engel oluştururlar. Kristal yapı malzemelerde



sadece tane sınırlarında gözlenen bu düzensizlik metalik camlarda tüm yapıya yayıldığından dislokasyonları andıran çizgisel hataların hareketi son derece güç, bu nedenle akmaya direnç çok daha yüksektir. Bir çok metalik camın akma mukavemeti "GPa" seviyelerinde olup hatasız (dislokasyonsuz) tek kristallerde ölçülenlere ve teorik değerlere yakındır. Örneğin  $Fe_{80}B_{20}$  metalik camının akma mukavemeti 3.6 GPa olarak ölçülmüş,  $Fe_{75}B_{25}$  de ise bu değer sertlik ölçümleri esas alınarak 4 GPa' a yakın bulunmuştur (Gilman .,1980). Demir esaslı malzemeler arasında akma mukavemeti bu kadar yüksek olan bir başka örnek yoktur (Çizelge 2.2). Metalik camlarda akma mukavemetinin bu denli yüksek oluşunu kavramak için,metal ve alaşımlarda böyle olmayışının kristal yapıda bulunan dislokasyonların varlığı ile açıklandığını hatırlamak yeter.

Alaşım	Yapı	Akma Mukavemeti, MPa
$Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$	Camsı	2400
$Fe_{80}B_{20}$	Camsı	3600
$Fe_{60}Cr_6Mo_6B_{28}$	Camsı	4500
302 Çeliği (Haddedilmiş)	Kristal	1400
AISI 4340	Kristal	1600
Çelik Kord (%0.8 C)	Kristal	2800

Çizelge 2.2., Demir esaslı metalik camlarla, bazı çeliklerin akma mukavemetleri (Gilman 1980)

Metalik camlar akma başladıktan sonra deformasyon sertleşmesi göstermezler. Bu davranışları ideal elastik-plastik malzemelerinkine benzer. Plastik deformasyon, kayma düzlemleri ve yönleri tanımlanamayan, dislokasyonların bulunmadığı böyle bir yapıda dağılamadığı için heterojen olarak gerçekleşir.  $Pd_{80}Si_{20}$  metalik cam şeritlerinde gözlenen bir mekanizma ile deformasyona uğrayan bantlar içinde şekil değişim oranının % 1000 mertebelerinde olduğu belirlenmiştir (Masumoto and at. all., 1971).

Metalik camlar deformasyonla sertleşmedikleri için akmaya tekabül eden yüklerde koparlar. Çoğu kez akma mukavemeti metalik camlarda ulaşılabilen en yüksek mukavemet değeridir. Çekme yüklemeleri altındaki davranışları kararsız

olmakla birlikte, eğme ve basma altındaki şekil değiştirme yetenekleri ve süneklilikleri benzersizdir. Bir çok metalik cam şeridi kırılmadan  $180^\circ$  -kendi üstüne- katlanabilir. Akma mukavemetlerinin yanısıra sertlikleride çok yüksektir. Bu sayede aşınmaya son derece dayanıklıdırlar.

Metalik cam alaşımlarını kristal yapıya benzerlerinden farklı kılan özelliklerinden biri de mukavemetlerinin şerit eni ve boyunca değişmemesidir. Yapısal düzen ve dolayısıyla yönlenme olmadığı için izotropik davranış gösterirler. Yüksek mukavemetlerine karşın metalik camların elastik modülleri kristal yapıya alaşımlara kıyasla daha düşüktür. Aradaki fark metalik camlarda yoğunluğun, atomların gelişigüzel dizilişinden ötürü düşük olmasından kaynaklanmaktadır. Metalik camların kırılma tokluğu ve yorulma dirençleri de düşüktür. Bunda deformasyon yoğunlaşmasını önleyecek bir mekanizma bulunmayışının büyük rolü vardır.

#### **2.4.2.1. Metalik Camların Kırılma Tokluğu**

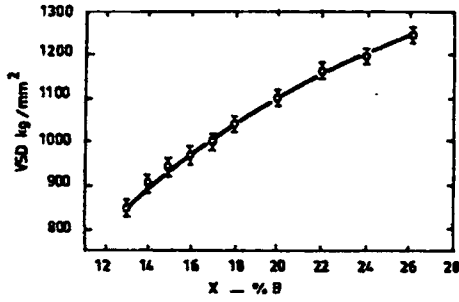
Cam geçiş sıcaklığı altında, metalik camların lokalize kayma bantları vasıtasıyla büyük miktarda plastik akma göstermesi, bu malzemelerin oksit tipi camlara nazaran çok sünek olduğunu gösterir. Ancak deformasyonun heterojen olması çekmede sünekliliğin sınırlı olmasına yol açar.

Metalik camların kırılma tokluğu oksit tipi camlardan çok yüksek olmasına rağmen yüksek mukavemetli çeliklerden düşüktür. Buna mukabil akma gerilmesinin çok yüksek olması aradaki açığı kapamaktadır.

#### **2.4.2.2 Metalik Camların Sertliği**

Metalik camların sertliği kristal alaşımların sertliğinden bir hayli yüksektir. Metal-metaloid amorf alaşımlarda metaloid içeriği sertlik üzerinde çok etkilidir (Şekil 2.5)

Kristalin malzemelerde Vickers sertliği akma gerilmesi oranı yaklaşık olarak 3 tür. Bu oran metalik camlarda da yaklaşık olarak 3 tür (Çizelge 2.3).



Şekil 2.5., Fe-B Metalik Camların "B" miktarına bağlı olarak Vickers sertliği değişimi

Alaşım	VSD (kg/mm <sup>2</sup> )	Akma (kg/mm <sup>2</sup> )	VSD/Akma
Fe <sub>80</sub> B <sub>20</sub>	1100	370	2.97
Ni <sub>36</sub> Fe <sub>32</sub> Cr <sub>14</sub> P <sub>12</sub> B <sub>6</sub>	880	278	3.16
Fe <sub>80</sub> P <sub>16</sub> C <sub>13</sub> B <sub>1</sub>	835	249	3.35
Ni <sub>49</sub> Fe <sub>29</sub> P <sub>14</sub> B <sub>6</sub> Si <sub>2</sub>	749	243	3.26

Çizelge 2 3., Metalik camların mekanik özellikleri

### 2.4.3. Kimyasal veya Korozyon Özellikler

Metalik malzemelerin yüzeyleri dış ortamla kimyasal ve elektro kimyasal etkileşimin tercihli olarak gerçekleştiği aktif bölgeler içerirler. Başta oyuklanma olmak üzere korozyon reaksiyonları çoğu kez kimyasal ve yapısal homojenliğinin sona erdiği bu aktif bölgelerde başlar.

Metalik camlar sıvıları andıran homojen yapıları ile bir çok agresif ortamda korozyona karşı üstün dayanıklılık gösterirler. Ancak camsı yapıların korozyon hasarından muaf oldukları düşünülmemelidir. Metalik camların korozyon davranışları da, tıpkı kristal yapılı metal ve alaşımlarda olduğu gibi, yüzeyde oluşan pasif oksit tabakasının koruyuculuk özelliğine bağlıdır. Bu nedenle korozyon riskinin yüksek olduğu uygulamalarda koruyucu bir oksit filmi oluşturması için metalik cam alaşımlarına da Cr, Mo ve Al ilave edilir. Bununla birlikte aynı miktarlarda ikincisi

lehine bir fark gözlenmiştir (Çizelge 2.4). Metalik camlar, bu üstünlüklerini homojen yapılarına borçludurlar ( Naka and at. all., 1976).

Alaşım	Yapı	%Ağırlık Kaybı
Fe - 18Cr (430)	Kristal	8.7
Fe - 20Cr - 8Ni (304)	Kristal	6
Fe - 18Cr - 10Ni - 2Mo (316)	Kristal	1.5
Fe - 14Cr - 35Ni - 12P - 6B	Camsı	≈0

Çizelge 2.4., %6 FeCl<sub>3</sub> çözeltisinde 60 °C'de bekletilen değişik alaşımların ağırlık kaybı değerleri (Gilman .,1980)

#### 2.4.4 Elektrik-Manyetik Özellikleri

Metalik camların elektrik iletkenliği kristal yapılı metal ve alaşımlarınkine benzer fakat daha düşüktür . Elektrik direnci sıcaklıkla önemli ölçüde değişmez. Metalik camlarda elektrik direncinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi katılardan ziyade sıvılarınıkini andırır.

Malzemelerin manyetik özelliklerini belirleyen en önemli karakteristiklerden biri domain yapılarıdır. Tane sınırları olmayan, hiç bir kristalografik yönelme göstermeyen ve yüksek elektrik direnci sayesinde Eddy akımını en aza indiren homojen, camsı yapılarda domain sınırlarının hiç bir güçlükle karşılaşmadan rahat hareket etmeleri beklenir. Böyle olduğu, manyetik alan uygulanan metalik camlarda domain sınırlarının hızının doğrudan ölçüldüğü çalışmalarda deneysel olarak kanıtlanmıştır (O'hadley., 1975)

Doğal ferromanyetik elementlerle alaşımlanmış metalik camlar, domain sınırlarının hareket yetenekleri sayesinde çok kolay indüklenirler. Kimyasal bileşimi çoğu kez

TM<sub>75-85</sub> M<sub>15-25</sub>

M: Fe, Ni, Co

M: B, Si, C, P

genel formülüne uyan metalik camların indüklenmesi için miliörsted mertebelerindeki manyetik alanlar yeterlidir. Manyetik malzemeler arasında metalik camlar dışında bu kadar kolay indüklenabilen sadece bir alaşım grubu (Permaloy alaşımları) bulunmaktadır.

Ferromanyetik camlarda manyetik anizotropi çok düşük seviyelerde olup atomik ölçekle sınırlı kalır. Buna bağlı olarak metalik camların koersivitesi yani indüsiyona karşı dirençleri, özellikle iç gerilimlerin ve yapısal hata ve heterojenliklerin olmadığı durumlarda çok düşük, sadece bir kaç miliörsted kadardır.

Ferromanyetik camlarda doyunluk noktası oldukça yüksek olmakla birlikte kristal yapılu manyetik malzemelere kıyasla daha düşüktür. Alaşımda ferromanyetik ementlerin yanısıra metaloidlerin de bulunması indüklenme kapasitesini olumsuz etkilerken atomların yapıda düzensiz dizilmiş olmaları da doyunluk sınırını aşağı çekmektedir. Yine bu nedenlerden ötürü ferromanyetik camların Curie sıcaklıkları kristal yapılu benzerlerinden düşüktür .

## 2.5.TEKNOLOJİK UYGULAMALAR

Metalik camlar PFC yönteminin geliştirilmesiyle geniş ve sürekli şeritler halinde üretilmeye başlandıktan sonra sadece bilimsel araştırma konusu olmaktan çıkmış, tasarım mühendisleri tarafından büyük ilgi görmeye başlamıştır .

Metalik camların onları bir çok teknolojik uygulamaya aday yapan başlıca özelliklerini şu şekilde sıralayabiliriz:

- üstün yumuşak manyetik özellikleri,
- sıcaklıkla pek değişmeyen, metal ve alaşımlara kıyasla yüksek elektrik dirençleri,
- yüksek mukavemet ve sertlikleri,
- buna karşın, çekme dışındaki yüklemeler altında yüksek şekil değiştirme yetenekleri,
- kimyasal özellikleri ve korozyona dirençleri.

Bu özelliklerin yanı sıra, klasik ingot metalurjisinin ara prosés kademelerini gerektirmeyen bir yöntemle sıvıdan doğrudan şerit halinde üretilebilmeleri metalik camları proses yönünden cazip kılan bir diğer etkidir.

Ancak metalik camların bazı dezavantajları da vardır:

- en az bir boyutunun çok küçük ( $<100\mu$ ) olması,
- sıcaklığa hassasiyetleri,

-yorulma dayanımının ve özellikle çekme yüklemelerinde tokluğun düşük olması uygulama alanlarını ve yararlılıklarını sınırlayan ve tasarımda göz önünde bulundurulması gereken hususlardır.

Bununla birlikte, şerit eni ve boyunca değişmeyen yüksek mukavemetleri ile kompozit malzemelerdeki, yüksek sertlikleri ile aşınmaya, kimyasal özellikleri ile korozyona dayanıklı yüzey kaplamalarındaki denemeleri başarılı olmuştur (Froes and at. all., 1988) Ancak metalik camların diğer seçeneklere tartışılmaz bir üstünlük sağladığı alanlar, malzeme özellikleri ile biçimsel özelliklerinden birarada yararlanıldığı, boyutlarının önemli tasarım güçlükleri yaratmadığı uygulamalar olmuştur. Bunların başında yumuşak manyetik özellikleriyle tercih edildikleri elektrik-elektronik sektörü gelir. Burada, metalik camların hemen araştırma-geliştirme konusu olan potansiyel uygulamaları değil, ekonomik değer ifade eden bir kaç teknolojik uygulamasına örnekler verebiliriz.

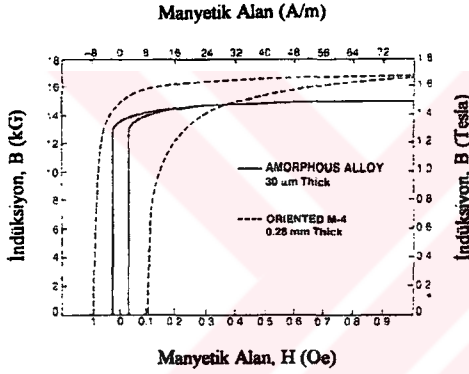
### 2.5.1 Transformatörler

Elektriğin üretildiği yerden tüketildiği yere nakli, çok daha verimli olduğundan, yüksek gerilim altında yapılır. Bu nedenle tüketiciye verilmeden önce voltajın makul, emniyetli bir seviyeye düşürülmesi gerekir. Bu iş için dağıtım transformatörleri kullanılır.

Dağıtım transformatörleri bir çekirdek ve bu çekirdeğin etrafındaki 2 grup sarımdan oluşur. Bu sarımlardan ilki yüksek gerilim hattından taşıdıkları akımla çekirdeği indüklerken, onun alanı etkisindeki ikinci grup sarımda devre tamamlanmış

olur. Voltajın indirgenme derecesi bu iki gruptaki sarım adedinin birbirine oranı ile ayarlanır.

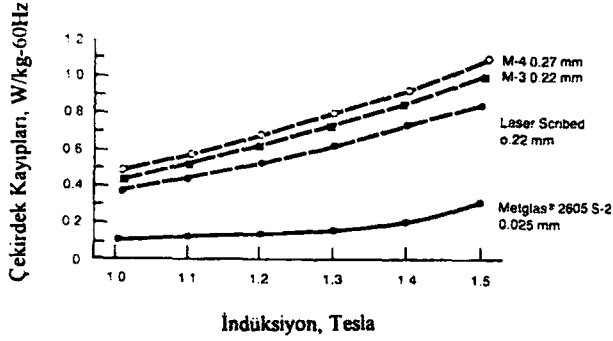
Alternatif akımla yaratılan manyetik alanlarda çekirdek malzemesinin indüklenmesi bir histerisis eğrisini takip eder ve tersinirdir. Bu olay saniyede 50-60 kez, günde 24 saat ve yılda 365 gün tekrarlanır. Her bir çevrimde histerisis alanı kadar bir enerji, tüketici elektrik enerjisinden yararlanmıyor olsa dahi, ısı şeklinde kaybolur. Bu kayıpların bir kısmı çekirdek malzemesinin indüksiyon kaybına gösterdiği direnç (koersivite) bir kısmı da Eddy akımları ile ilgilidir (Johnson 1989). Bu nedenle çekirdek malzemesinin ideal olarak çok dar bir histerisis eğrisine sahip olması arzu edilir (Şekil 2.6).



Şekil 2.6.,  $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$  metalik camı ile Fe-%3Si elektrik çeliğinin hat frekansında kaybedilen histerisis eğrileri (Hasegawa., 1984)).

Demir esaslı metalik camlar düşük koersivite değerleri ile bu şartı sağladıkları gibi, yüksek elektrik dirençleri sayesinde Eddy akım kayıplarını da en aza indirmiş olurlar. 25 KVA'lık transformatörlerde çekirdek malzemesi olarak metalik camların güç kayıplarını %3.5 Si'li elektrik çeliklerine kıyasla %75 civarlarında düşürdüğü görülmüştür (Şekil 2.7).





Şekil 2.7.,  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik camı ile Fe-Si alaşımının çekirdek kayıpları (De Cristafaro .,1986)

## 2.5.2. Elektronik Sektörü

Elektronik devrelerde çalışma frekansları, minyatürleşme sağladığı ve daha verimli olduğu için her geçen gün biraz daha artmaktadır (Hilzinger .,1990). Nitekim güç elektroniği alanındaki uygulamaların birçoğunda 500 Khz seviyelerine ulaşılmıştır. Bu gelişmeler yüksek frekans uygulamalarında çekirdek kayıplarını daha da önemli kılmaktadır.

Daha önce de belirtildiği gibi toplam güç kaybı, histerisis (Ph) ve Eddy akım kayıpları (Pe) olmak üzere iki kısımdan oluşur. Bu kayıpların her ikisinde çalışma frekansı ile birlikte artar. Ancak bu artış histerisis kayıplarında lineer ( $Ph \propto f$ ), Eddy akım kayıplarında ise paraboliktir ( $Pe \propto f^2$ ). Bu nedenle yüksek frekans uygulamalarında Eddy akım kayıpları ön plana çıkar.

Eddy akım kayıplarını en aza indirmek için pratikte biri malzeme seçimini diğeri üretimini ilgilendiren iki seçenek vardır. Bunlardan ilki yüksek elektrik direncine sahip malzeme seçmek ikincisi ise malzemeyi mümkün olduğunca ince şeritler halinde kullanmaktır. Yumuşak manyetik uygulamalara aday tüm malzemeler arasında bu iki şartı birden sağlayan tek malzeme metalik camlardır.

Metalik camlar bu vasıflarının yanı sıra, alaşımlama ile ayarlanabilen "magnetostriction" özellikleri, manyetik alanda gerçekleştirilen tavlara değiştirilebilen



histerisis eğrileri ve yüksek geçirgenlikleri ile elektronik sektöründe sensörlerden manyetik kayıt ekipmanlarına, manyetik anahtarlardan magnetometrelere kadar yayılan bir yelpazede kullanılmaktadır.

### 2.5.3. Lehim Alaşımaları

Metal ve alaşımları birleştirmek için kullanılacak malzemeler düşük ergime noktalı alaşımlardan seçilir. İleri teknoloji uygulamalarında, özellikle nikel esaslı süper alaşımları birleştirme işlerinde yaygın olarak kullanılan lehim alaşımlarında nikelin yanısıra ergime noktasını düşürmek için önemli miktarlarda P,B (ve Si, C) bulunmaktadır. Bu elementler, Ni içindeki çözünürlükleri sınırlı olduğundan kırılğan bileşikler oluştururlar. Bu bileşiklerin yol açtığı kırılğanlık nedeniyle Ni esaslı lehim alaşımlarının uygulama kolaylığı yönünden arzu edilen folyo kalınlıklarına haddelenmesi ve folyo olarak kullanılması son derece güçtür. Bu alaşımların tozları ise, yine uygulama kolaylığı için çoğu kez organik bağlayıcılarla birlikte macun veya şerit haline getirilerek kullanılır. Ancak bu uygulama, birleştirme işlemlerinde doz ayarlaması gibi pratik güçlüklerle, bağlayıcıların işlem sıcaklığında yanarak uçması sonucunda birleşme bölgesinde kirlenme, gözenek ve benzeri yapısal hatalara yol açar.

Nikel esaslı lehim alaşımlarının ergime noktası düşük olacak şekilde seçilen ötektik civarındaki bileşimlerin yüksek hızlarda katılaştırıldıklarında camsı bir yapıda elde edilebilmektedir (De Cristafaro and at. all., 1978) ). Bu gruptaki metalik camlar, kristal yapıly benzerlerinden üstün olup, bir birleştirme işlemlerinde gerek pratik gerek kalite yönünden önemli avantajlara sahiptir:

-Kırılğan bileşikler içermedikleri gibi amorf yapıları sayesinde esnektirler. Dar birleştirme alanlarında gerektiğinde eğilip bükülerek kullanılabilirler.

-Birleştirme işlemleri için uygun malzeme biçimi olan folyo veya şerit şeklinde, sıvıdan doğrudan üretilirler. Gerektiğinde birleştirme işlemini kolaylaştırmak ve hızlandırmak için belirli şablona uygun hazırlanabilirler.

-Organik bağlayıcılar içermedikleri, kimyasal ve yapısal olarak son derece homojen oldukları için kaliteyi geliştirici, işlem kademe ve sürelerini kısaltıcı rol oynaylar.



## 2.6.FERROMANYETİK METALİK CAMLAR

Metalik camlar, erimiş metal alaşımından  $10^5-10^{10}$  K/sn gibi yüksek soğutma hızlarında soğutulduklarında katılaşma esnasında sıvıda dağıntık olarak bulunan atomlar sıcaklığın düşmesiyle en düşük enerji seviyesine denk gelen konfigürasyondaki yerlerini alamazlar. Bu durumda katılaştıran metal alaşımındaki atomlar tıpkı sıvılardaki gibi düzensiz bir dizilişle yapıda donarlar. Termal enerjiye oranla çekirdeklenme sınır enerjisi ve kristalleşme enerjisi daha yüksek olduğu için bu camsı yapıya yarı kararlı yapıda denilmektedir. Metalik camlarda bölgesel olarak kısa mesafeli düzenlenmeler bulunmaktadır. Neticede herhangi bir amorf yapı, kristal yapıdan sonlu bir aralıkta daha değişik yapı göstermektedir.

Metalik camları veya amorf katıları daha iyi anlamak/tanımak için camsı yapıyı karakterize eden atom sayılarını, kristal yapı katılarda bulunan birim hücrenin atom sayıları ile karşılaştırmakta fayda vardır. Metalik camlar ve bazı amorf yapılar göstermektedir ki bazı maddelerin atomik yapısı kristal yapı ile sıvı faz arasında yani yarı kararlı (metastable) halde bulunabilmektedir. Şekil 2.8 den de görüleceği gibi gaz, sıvı, amorf ve kristal yapı katının X-Işınlari paternleri birbirinden oldukça farklılıklar göstermektedir (Chaudhari and at. all., 1978).

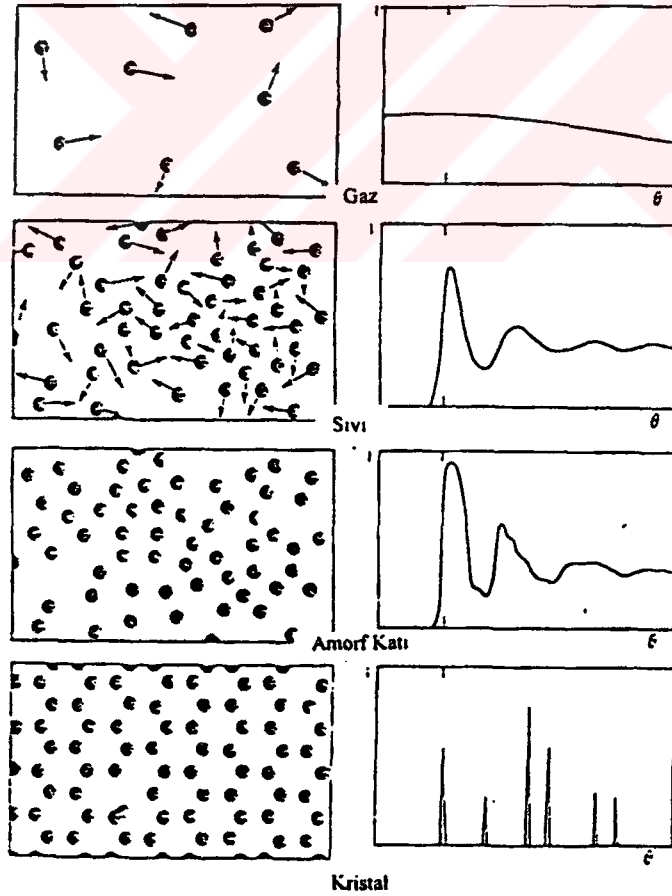
Şekil 2.8'de görüldüğü gibi gaz atomlarından saçılmalar atomun konumu sabit olmadığı ve atomlar arası mesafe çok büyük olduğundan X-Işını piki gözlenmemektedir. Sıvı ve amorf yapıların x-ışını paterninde çok belirgin/keskin pikler gözlenmez. Her iki durumda da küçük açılı saçılmalarda ve komşu atomlar arası saçılmalarda geniş bir pik izi görülür. Kristal yapı katılarda her bir pik farklı bir düzlemi dolayısıyla kristalin bir yapıya sahip olduğu anlaşılmaktadır. Aynı zamanda camsı veya amorf yapılarda bu bağ düzensizliğine ilaveten kimyasal ve topolojik düzensizliklerde mevcuttur.

Bütün bu ifade edilen bilgiler ışığında metalik camlar ilk bakışta bilinen camlarla aynı fiziksel özellikleri göstermemektedir. Ancak mikroyapıları incelendiğinde metalik camlar ile camların mikroyapıları benzerlikler göstermektedir (atomların tıpkı camlarda olduğu gibi sürekli düzene uymadan dizilmeleri, mikroyapının homojenliği gibi.). Bu üretim prosesi ve onun sonucunda elde edilen mikroyapı ferromanyetik

metalik camlara üstün özellikler kazandırmaktadır. Özellikle manyetik özellikleri karakterize etmemizde en öncelikli öneme sahip olan domain ve domain sınırlarının hareketine engel teşkil edecek hiç bir yapısal (dislokasyon vb.) ve kimyasal (çökelti, segragasyon bölgeleri vb.) öge bulundurmeyen homojen yapıları sayesinde kristal yapıli benzerlerinden çok üstündürler.

Ferromanyetik metalik camlar üretim prosesleri gereği çok yüksek hızlarda soğutularak katılaştırıldıklarından iç gerilimler taşırlar. Bu nedenle hem yapısal hem de manyetik özellikler açısından yumuşaklığın sağlanabilmesi amacıyla mutlaka kullanımdan önce metalik camlar bir gerilim giderme tavına tabi tutulurlar.

Diğer yandan ferromanyetik metalik camların ısı işlemleri sadece gerilim giderme tavlari ile sınırlı değildir. Kontrollü olarak kısmi kristalleştirildiklerinde "özellikle demir esaslı metalik camlar" yüksek frekans uygulamaları için çok elverişli malzemelerdir.



Şekil 2.8., Gaz, sıvı, amorf ve kristal yapıli katının x-ışınları paternleri

Bilindiği gibi ferromanyetik metalik camlarda manyetik özellikleri belirleyen en önemli karakteristiklerden biri domain yapılarıdır. Ferromanyetik camlar bu özellikleri sayesinde çok kolay indüklenir. Özellikle demir esaslı olanları doygunluk noktasına indüklenmeleri için bir kaç miliorsted'lik alanlar yeterli olmaktadır. İnce oluşları (20-30 $\mu$ ) ve nisbeten kristal yapıli metallere göre dirençlerinin yüksek olması nedeniyle Eddy akım kayıplarını azaltmaktadır. Ferromanyetik metalik camlarda manyetik anizotropi çok küçük ve atomik ölçeklidir. Buna bağıli olarak indüksiyon kaybına dirençleri ve koersiviteleri çok düşüktür (Biol., 1975). Ferromanyetik metalik camlarda anizotropiye neden olan kaynaklardan biride manyetoelastik etkileşmelerin sebep olduğu manyetik sıkışma (magnetostriksiyon) olarak bilinmektedir. Bu durum malzemelerin doğasından kaynaklanan içsel (instirinsic) bir özelliktir. Malzemenin bileşimine, sıcaklığa ve uygulanan manyetik alana bağıli olarak değışim gösterebilmektedir. Manyetik bir malzemeyi doyuma ulaştıracak bir manyetik alan uygulandığı zaman malzeme bu alandan etkilenererek bir iç enerji kazanmaktadır. Kazanılan bu enerjiyi malzeme minimize etmek için fiziksel olarak atomik ölçekte malzemenin boyutlarında değışim (genleşme veya büzülme) meydana gelmektedir. İşte malzemenin boyutlarındaki bu relatif değışime manyetostriksiyon sabiti ( $\lambda_s$ ) denilmektedir.

Bu sabit ferromanyetik metalik camlarda negatif ve pozitif deęerler arasında deęişen bir deęer almaktadır. Örneęin demir esaslı metalik camların maęnetostriksiyon sabiti ( $\lambda_s > 0$ ) pozitif bir deęer aldıęından teknolojik uygulamalarda bu tür metalik camlara mutlaka bir gerilme giderme ısıl işlemleri uygulanmaktadır. Kobalt esaslı metalik camlarda  $\lambda_s = 0$  olduęundan sıcaklık ve manyetik alanla boyut deęişimi görülmemekte ve teknolojik olarak özellikle yüksek frekans uygulamalarında kullanılmaktadır. Nikel esaslı metalik camlarda ise manyetostriksiyon sabiti negatif deęerler almaktadır.

Bu tür amorf metallerde görülebilecek anizotropi türleri şunlardır;

- i- kristal anizotropi
- ii- şekil anizotropisi
- iii- gerilim anizotropisi
- iv- manyetik alan etkili anizotropi

**i-Kristal anizotropi:** Miknatıslanma (M-H) eğrisinin biçimini değiştiren, onun şeklinde farklılıklar olmasına magneto-kristalin manizotropi: kristal yapıdan kaynaklanır ve spin-orbit etkileşmesi ile ilgilidir. Maddenin miknatıslanması izotrop olmayabilir; dipol momentlerin kolay ve zor yönelim doğrultularına göre farklılıklar gösterir. Dipollerin farklı yönelimler gösterdiği bu olaya maddenin manyetik bakımdan anizotrop olması denmektedir.

**ii-Şekil anizotropisi:** Sonlu büyüklükte bir ferromanyetik cisim yüzeyinde serbest kutuplar oluşabilir. Bir toroid eğer çepeçevre miknatıslanırsa kutuplanma olmaz ama genelde ferromanyetik malzemelerin şekline bağlı olarak uygulanan alana zıt bir alan oluşmaktadır. Dolayısı ile bu durum ortaya çıktığında manyetik alan, maddenin içini etkileyerek uygulanan alana zıt doğrultuda bir alan oluşturacaktır. Etki ile oluşan bu alana demanyetikleşme alanı (Ed) denir. Her zaman uygulanan H manyetik alanına zıt doğrultuda olma eğilimindedir. Eğer uzun ve ince bir çubuk kullanılırsa demiknatıslanma faktörü oldukça küçük olur (Çubuk doğrultusunda küçük, dik doğrultuda en büyük değerini alır).

**iii-Stres anizotropisi:** Malzemenin stres altındaki davranışı ile manyetostriksiyon arasında çok yakın bir ilişki vardır. Herhangi bir işleme tabi tutulmamış malzemedeki anizotropinin kaynağı soğutma esnasında oluşan streslerden kaynaklanmaktadır. Manyetostriksiyon ve stresin etkisi ile oluşan miknatıslanma enerjisi  $5 \times 10^3 \text{ J/m}^3$  mertebesinde olur. Etki ile oluşan miknatıslanma enerjisi metal şeritlerin yüzeyinden içe veya dışa doğru oluşan closure (parmak izi) hacimsel domain yapısına ve stripe (çubuksu) domain yapısına neden olur. Isıl işlemler bu streslerin yok olmasına ve miknatıslanma enerjisinin azalmasına dolayısı ile domain yapısının basitleşmesine sebep olur.

**iv-Manyetik alan etkili anizotropi:** Bir ferromanyetik malzeme veya alaşım manyetik alan içerisinde ısıtıldıktan sonra oda sıcaklığına soğutulursa, malzemenin kolay miknatıslanma doğrultusu uygulanan alan doğrultusuna paralel olarak yön değiştirir. Alanın alternatif olup olmaması çok önemli değildir. Önemli olan ısıtma esnasında manyetik alanın cismi doyuma ulaştırarak kadar etkili olmasıdır.



Manyetik alan, Curie sıcaklığının hemen altındaki sıcaklıklarda uygulanmalıdır. Bu tür bir manyetik alan malzemeye üç farklı şekilde uygulanabilir; numunenin enlemesine yüzeyine paralel (transverse), numunenin boyuna yüzeye paralel (longitudinal) ve numunenin yüzeyine dik (perpendicular). Tüm bu uygulanan alan şekline göre malzemenin histerisiz eğrisinin şeklide değişim gösterebilmektedir.

Bu çalışmada da incelenildiği gibi ferromanyetik metalik camlar oldukça üstün manyetik özelliklere sahip olduklarından elektrik ve elektronik sektöründeki uygulamalarına örnekler verilecektir(Şahingöz, 1996).

-Silisli saçlar yerine METGLAS 2605 SC ( $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$ ) kullanılırsa 1.4 Tesla'lık bir maksimum indükleme ve 60 Hz. lik düşük frekansa kayıp 0.35 W/kg dır. Bu kayıp Silisli saçlarda 1.0 W/kg bulunmuştur. Bu ise %65'lik kazanca karşılık gelir. Ferromanyetik metalik camlarda bu kaybın az olmasının sebebi; daha ince bir malzeme ile kor sarılarak Eddy akım kayıplarının azalması ve kristal yapılı silisli saçtan daha yüksek elektrik direncine sahip olmasındandır. Metalik camın histerisiz kaybı silisli saç ile hemen hemen aynı olmasına rağmen Eddy akım kayıpları %80 daha azdır(Washco, 1981).

-Genellikle elektrik motorlarındaki kayıplar motorun rotor ve stator kısmından kaynaklanmaktadır. Sürtünmenin sebep olduğu demir kaybı endüstride çok büyük malzeme kaybına sebep olmaktadır. Bu kaybı önlemek için metalik cam kullanılmış ve içerdeki stresten kaynaklanan kayıplar minimuma indirilmiştir. Örneğin; Metglas 2605 SC kullanıldığı zaman rotor çekirdek kaybı %50 daha az olmaktadır(Johnson, 1982).

-Metalik camlar ayrıca 30-800 Hz frekanslı UHF ve VHF bantlarında sinyal üretimi için çok kullanışlı bir malzeme olarak bilinmektedir(Moorgani and et.all, 1984).

-Malzeme boyutlarının sıcaklıkla çok az değişmesi gereken sensör ve çevirici teknolojilerinde özellikle Nikel esaslı manyetik metalik camlar kullanılmaktadır. Gemi ve deniz altılardaki radarlarda ses dalgaları üretim sisteminde, titreşim yardımı ile temizleme metodlarında, koloidal sıvı ve sütun pastörüze edilmesinde, nükleer

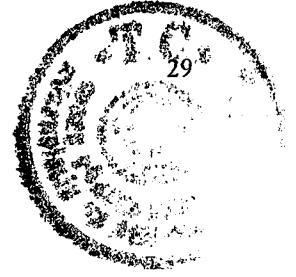
sistemlerin temizlenmesinde metalik camlar yaygın olarak kullanılmaktadır (Chen, 1977).

Bunlara ilave olarak alternatif akım güç trafolarında, alçak frekans trafolarında, motorlarda, elektrik-elektronik alet ve şebekelerinde, aç-kapa düğmelerinde, manyetik yükselticilerde ve doğrultucularda, doğrusal ivmelendiricilerde, alarm sistemlerinde ferromanyetik metalik camlar yaygın olarak kullanılmaktadır.

Bütün bu uygulamalara rağmen ferromanyetik metalik camların halen günümüzde kullanım alanlarının ve malzeme kalitesinin artırılması için çalışmalar hızla devam etmektedir.







## 3.DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 3.1 Metalik Cam Üretimi

Bu çalışmanın hedeflerinden biride PFC metodu ile nominal olarak  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  kompozisyonuna sahip (2605 S2 Metglas) metalik camını üretmektir. Bu üretim metodu ile ilgili bilgiler tezin bu bölümünde ayrıntılı olarak verilecektir. Bir çok üretim denemesinden sonra 2605 S2 metalik camının ideal üretim şartları tesbit edilmiştir.

#### 3.1.1 Üretim Sisteminin Kısımları

Sistemin belli başlı kısımları aşağıda belirtildiği gibidir.

**Pota:** Master alaşım hazırlandıktan sonra potanın içerisine konur. Pota alüminadan üretilmektedir. Daha önceleri kuvartz cam potalar kullanılmakla beraber bu potaların pahalı oluşları nedeniyle bunların yerine TÜBİTAK-MAM'da geliştirilen alümina potalar kullanılmaya başlanmıştır. Bu potalar ile birden fazla döküm yapılabilmektedir.

**Yüksek Frekans Jenaratörü:** Master alaşımı ergetmek için gerekli enerji LEPEL'in 50 kV, 150-350 Khz frekanslı cihazı kullanılmıştır. Ucundaki üç-dört sarımlı bobinin içine konulan pota içerisindeki alaşım çok kısa bir süre içerisinde ergitilerek döküme hazır hale gelebilmektedir.

**Bakır Disk:** İçerisinde su sogutma sistemi bulunan disk motora bir mil aracılığı ile tutturulmuştur. Disk çapı yaklaşık 1.0m ve yanal yüzeyi 15 cm kadardır.

**Elektrik Motoru:** Motorun teknik özellikleri, 1Kw, 220V A-C ve devir hızı 3000 devir/dak.'ya kadar kontrollü bir şekilde artırılmaya müsaade etmektedir (Şahingöz, 1996).



**Üretim:** 2605 S2 metalik camının üretimini gerçekleştirmek için gerekli olan demir, bor ve silisyum saf halde ticari olarak elde edilmiştir. Bunlar atomik oranda  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  kompozisyonunda hazırlanmış ve tamamen homojen bir karışım haline getirilmiştir. potanın içerisi tamamen temizlendikten sonra elde edilen ön alaşım potaya konulmuştur. Pota içerisine termokupl yerleştirildikten sonra üst kapağı sıkıca kapatılmıştır. Argon gazı basınçla bu üst kapaktan kontrollü bir şekilde verilmektedir. Yüksek frekans jenaratörünün ısıtıcı bobinlerinin arasına pota yerleştirilerek jenaratör çalıştırılmaktadır. Bakır disk yüzeyi dökümden önce sıfır zimpara ile temizlenmektedir. Ergimiş alaşımın dökümünden önce bakır diskin bağlı olduğu elektrik motoru çalıştırılarak devrini alması sağlanır. Yüksek frekans jenaratörü alaşımı bir kaç dakika içerisinde 1200-1300 °C'ye çıkarır. Basınç vanaları ayarlandıktan sonra pota bakır disk yüzeyine 1.0mm kadar mekanik düzenek yardımı ile yaklaştırılır. Alaşımın tamamen eridiğinden emin olunduktan sonra potanın agzındaki tıpa yine mekanik bir sistem ile çekilerek döküm işlemi başlamış olur. Döküm işlemi bir kaç dakika içerisinde çok hızlı bir şekilde gerçekleşmektedir. Üretilen metalik cam şeritlerin amorf yapıda olup olmadığı X-ışınları difraktometresi yardımıyla tesbit edilmiştir.

#### **Üretim Esnasında Dikkat Edilmesi Gereken Hususlar:**

- Eriyiğin akış hızı mümkün olduğu kadar sabit tutulmalıdır.
- Döner disk üzerine düşen eriyiğin, diskin meydana getirdiği hava akımından dolayı oluşan toz, kir, vb., korunmalıdır.
- Disk'in balans ayarı çok iyi yapılmalı, iyi bir ısı ve mekanik temas sağlanabilmesi için disk iyice parlatılmalıdır.
- Eriyiğin ısı kontrolü iyi yapılmalı, aşırı ısınmaya müsaade edilmemelidir.
- Pota uygun malzemedен ve ideal akışı sağlayacak geometride dizayn edilmelidir.
- Disk yüzeyine metalik camın yapışmaması için üretilen şerit hemen toplanmalıdır.
- Döküm esnasında özellikle pota ağzında ısı gradyanı oluşmamasına dikkat edilmelidir.
- Argon gaz basıncı, sabit akışı temin edecek şekilde ayarlanmalıdır.

### 3.1.2 Numune Hazırlanması

Hızlı soğutularak elde edilen ve nominal olarak %78Fe, %13B ve %9Si kompozisyonuna sahip 2605 S2 amorf metalik camı uygun boyutlarda ticari olarak Allied Corporation(USA) tarafından sağlanmıştır.

## 3.2 Histerisiz Eğrilerinin Ölçülmesi

### 3.2.1 Giriş

Bu tez çalışmasında incelenen numunelerin histerisiz eğrileri ve koersivite (Hc) değerleri Titreşen Örnek Magnetometresi (TÖM) kullanılarak tesbit edilmiştir. Titreşen Örnek Magnetometresi 1956 yılında Van Oosterhout ve ondan bağımsız olarak Foner tarafından geliştirilmiştir. Bu cihaz ana hatlarıyla iki kısımda oluşmaktadır.

- 1) Algılayıcı bobin
- 2) Lock-in amplifier

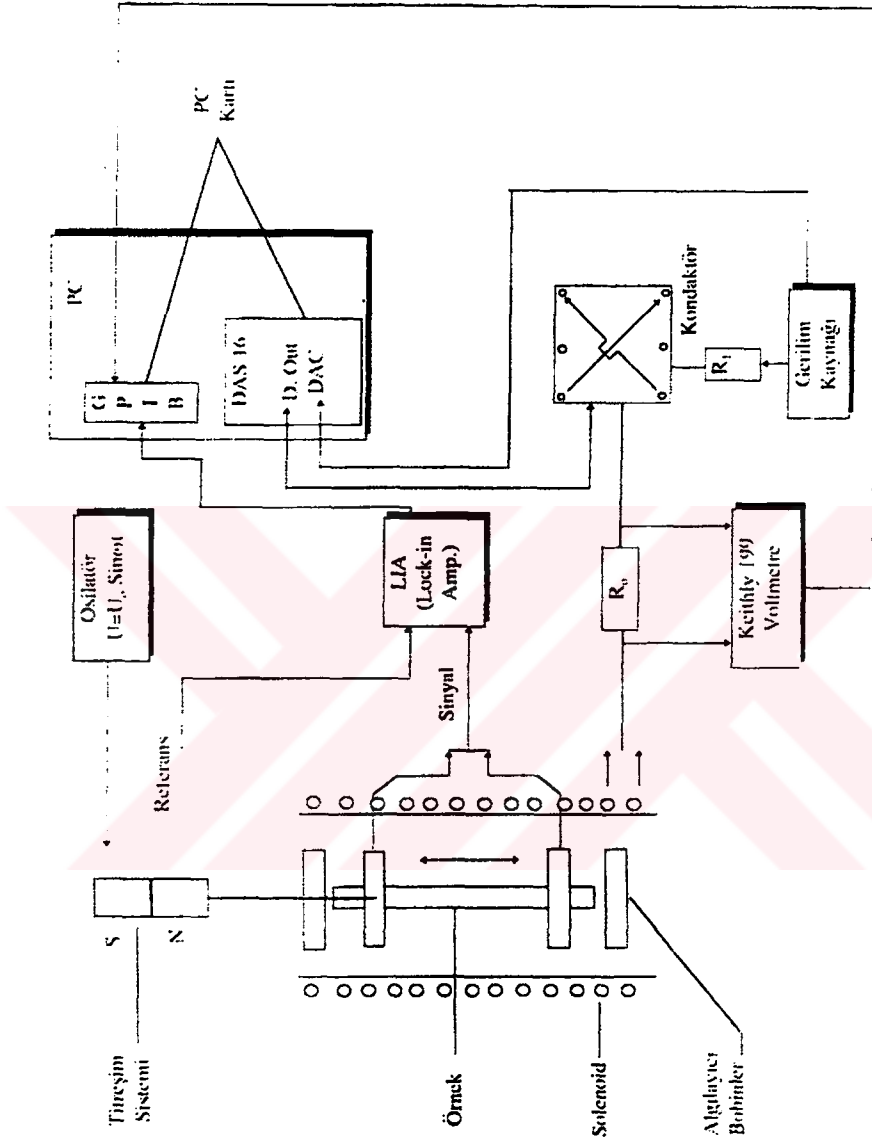
### 3.2.2 Deney Düzenegi

Deney düzeneginin sadeleştirilmiş şeması Şekil 3.1'de verilmektedir. Bu bilgisayar kontrollü düzenek yardımı ile amorf ferromanyetik şeritler 0.7 A/m adımlarla -2000 A/m ve +2000 A/m arasında DC-histerisiz eğrileri elde edilebiliyor (Kamer ve Birkök, 1997).

### 3.2.3 Numune Hazırlama

İncelediğimiz örnekler hızlı katılaştırma tekniği ile üretilmiştir. Allied Signal Inc. Şirketinin üretimi 96 mm x 2 mm x 30 µ boyutlarında METGLAS 2605 S2 (Fe<sub>78</sub>B<sub>13</sub>Si<sub>9</sub>) şeritleridir.

Metalik cam şeritler, döküm yapısında, gerilme giderme ve yüzey kristalleşme rejiminde ısı işlemlere tabi tutulmuşlardır.



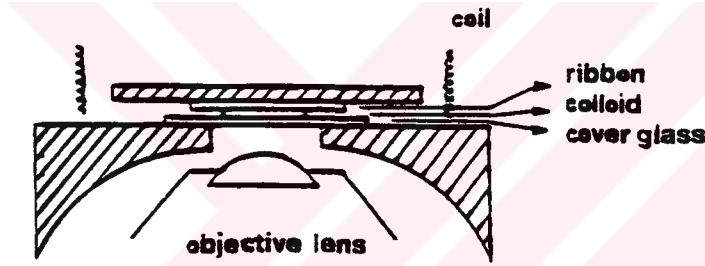
Şekil 3.1., Titreşen örnek magnetometresi (TÖM) deney düzeneğinin sadeleştirilmiş şeması

### 3.3 Domain Yapılarının Gözlemlenmesi

#### 3.3.1 Giriş

Bu çalışmada literatürde Bitter Tekniği veya Colloid Tekniği olarak bilinen teknik ve bu teknik için numune hazırlama kademeleri anlatılacaktır.

Domain yapılarının görüntülünebilmesi için çok ince manyetik  $Fe_3O_4$  tanecikleri içeren süspansiyonlardan (su, alkol veya yağ) yararlanılmıştır. Örneklerin incelenecekleri yüzeyleri üzerine bu süspansiyondan damlatılmış ve bu örnekler ince lam veya lameller üzerine ters yüz yerleştirilerek Reichert  $MeF_2$  model (inverted) mikroskopta incelenmiştir (Şekil 3.2)



Şekil 3.2., Domain yapılarının görüntülenmesinde Bitter tekniği uygulaması.

Süspansiyondaki  $Fe_3O_4$  taneciklerinin hareketlenerek domain sınırlarını dekore etmesini kolaylaştırmak için şeritlere 1-10A arasında kontrol edilebilen doğru akım güç kaynağından beslenen 1mm çaplı bobin telinden 400 sarımlı bir bobinle yüzeye dik ve zayıf manyetik alanlar uygulanmıştır.

Yumuşak manyetik malzemelerde domain yapılarının, yüzey özelliklerinden etkilenebileceği göz önünde bulundurularak tüm incelemeler metalik cam şeritlerin daha düzgün (pürüzsüz) olan parlak yüzeylerinde yapılmış ve ayrıca örneklerin şeritten kesilmesi esnasında oluşabilecek gerilimlerin etkisinden korunabilmek için domain yapılarının incelenmesinde kenar bölgelerden uzak durulmuştur.

### 3.3.2 Numune Hazırlanması

Domain resimlerinin net ve temiz elde edilebilmesi için ilk önce numuneler istenen boyutlarda (8mmx10mm) kesilerek hazırlanmış ve daha sonra aseton ortamında ultrasonik temizleme işlemine tabi tutulmuşlardır. Bu aşamadan sonra numuneler hava ortamında kurutulmuşlardır. Isıl işlemlerin malzeme üzerinde dolayısı ile de domainler üzerine etkisini tam olarak tespit edebilmek için aynı türden ve aynı boyutlarda şeritler hazırlanarak ısıl işlemlere geçilmiştir.

### 3.3.3 Tüp Fırında Isıl İşlemler

İlk aşamada klasik tüp fırınının sıcaklık kalibrasyonu yapılmıştır. Bunun için fırın içerisine Krom-Alüminyum termokupl yerleştirilmiş ve fırının sıcaklığı uygun sıcaklık aralıklarında kontrol edilmiştir. Buna rağmen fırın haznesine yerleştirilen ve dijital sisteme bağlı termokupl ile bizim yerleştirdiğimiz termokupl arasında 50 °C'ye varan farklı değerler okunmuştur. Bu durumda klasik tüp fırın sıcaklıkları için bizim grafiklerini elde ettiğimiz ve kalibre edilen fırının haznesine koyduğumuz termokupl'dan elde edilen sıcaklık değerleri dikkate alınmıştır. Klasik ısıl işlem fırınının tüpü alümina esaslı ve vakum sistemi ile birleştirilerek ısıl işlem yapmaya uygundur.

Domain yapıları, histerisiz egrileri ve yüzey kristalleşmeleri incelenecek olan 2605 S2 kodlu metalik cam şeritleri, 10cm uzunluğunda sabit sıcaklık zonu olan ve zon sıcaklığı  $\pm 2$  °C hassasiyetinde kontrol edilebilen bu tüp fırında,  $10^{-3}$  mbar'lık bir vakum altında;

-gerilim giderme rejiminde, 350-425 °C aralığındaki sıcaklıklarda , 1/2-4 saat sürelerindeki zaman aralıklarında

-yüzey kristalleşme rejiminde, 425 °C'de 4-16 saat sürelerde izotermal olarak ısıl işlemlere tabi tutulmuşlardır.

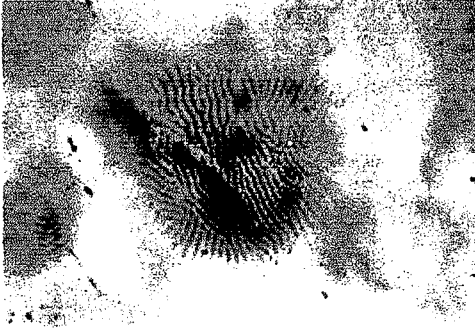
## 4.DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Domain yapıları, histerisiz egrileri ve kısmi yüzey kristalleştirme çalışmaları  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  kompozisyonlu metalik cam şeritler üzerinde gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmalar öncesinde üretilen ve/veya elde edilen şeritlerin camsı yani amorf yapıda oldukları mat (soğutucu diskle temas halinde katılaştıran) ve parlak (hava ile temas halinde katılaştıran) yüzeyleri ayrı ayrı X- ışınları ve metalografi analizleri ile kontrol edilerek doğrulanmıştır.

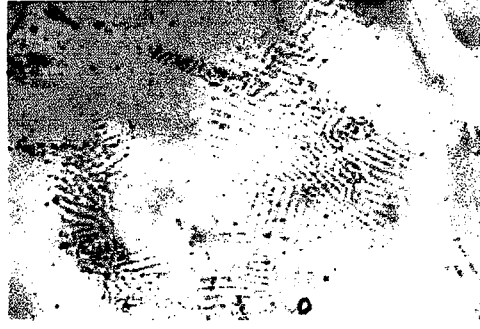
Hiç bir ısıl işleme tabi tutulmamış ve hızlı katılaştırılmış (As-cast)  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik camının X-Işınları paterni Şekil 4.1' de verilmektedir. Döküm yapısındaki (As-cast) metalik cam şeritte yapılan domain paterni incelemesinde görülmüştürki, as-cast malzemenin domain yapısı yüzeyde bir bölgeden diğerine göre değişen bir yapı göstermektedir (Şekil 4.2). Şerit yüzeyinin büyük bir bölümünde metalik camlara özgü parmak izi (maze) domain paterni gözlemlenmiştir (Şekil 4.2.a). Domain genişlikleri 5-10 $\mu$ m aralığında olup değişkendir. Parmak izi domain paterni katılma esnasında oluşan iç gerilimlerden kaynaklanmaktadır ve şerit düzlemine dik olarak yönelmiş manyetik anizotropinin varlığına işaret etmektedir (Bhatti and at all. 1980). Parmak izi paternlerin kesintiye uğradığı bölgelerde manyetiklenme yönünün şerit düzlemi içinde kaldığı sanılmaktadır. Hızlı katılaştırılmış şeritin yüzeyinde parmak izi paternlerinin yanısıra yer yer daha geniş lameler ve radyal domain paternlerinede rastlanmıştır (Şekil 4.2.b.c). Domain yapısındaki bu çeşitlilik tavlınmamış şeritlerdeki kalıntı gerilimlerin oldukça karmaşık bir dağılım gösterdiğini ifade etmektedir.



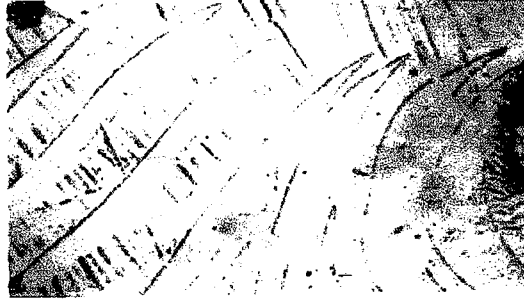
Şekil 4.1.,Döküm yasında ki  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritinin X-Işını paterni



a)



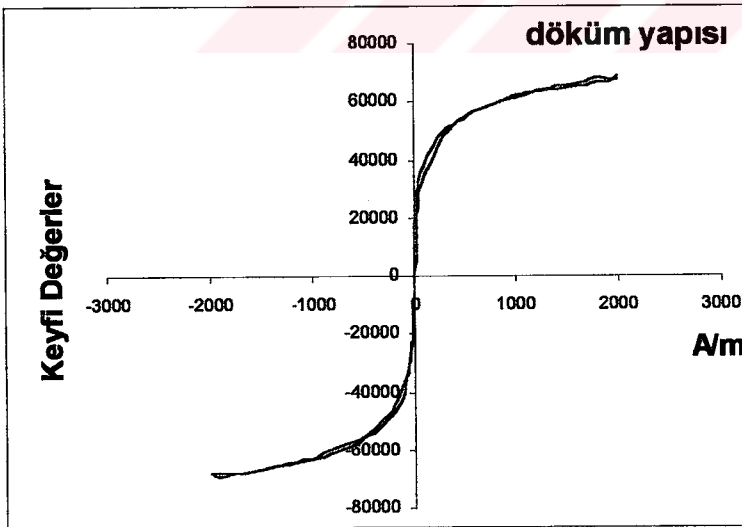
b)



c)

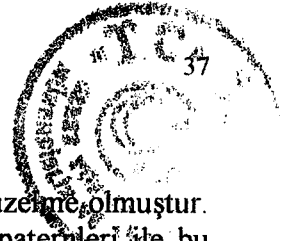
Şekil 4.2.a,b,c., Döküm yapısındaki  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik camın domain yapıları

Döküm yapısında ki (As-cast) 2605 S2 metalik camının ölçümler sonrasındaki histerisiz eğrisi Şekil 4.3' de verilmektedir. Gerçekleştirilen bu ölçüm sonucunda as-cast yapının koersivite ( $H_c$ ) değeri 5.726 A/m olarak ölçülmüştür.



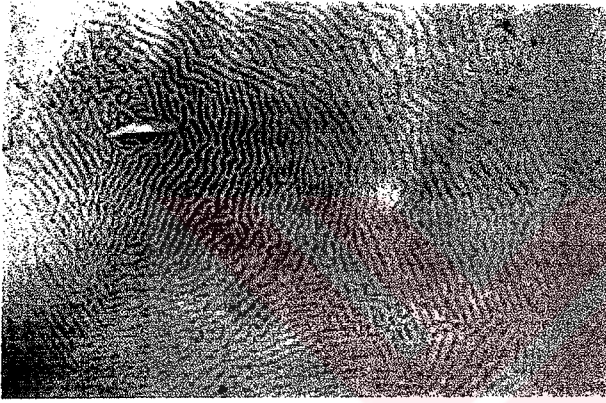
Şekil 4.3., Döküm yapısında ki  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik camın histerisiz eğrisi



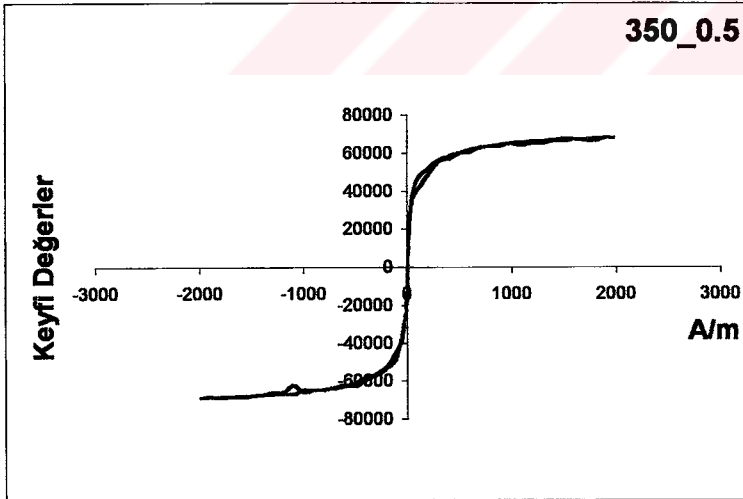


350 °C’de 1/2saat tavlanan şeritin domain yapısında belirgin bir düzelmeye olmuştur. Domain yapısı as-cast yapıda olduğu gibi parmak izi (maze) domain paternleri ile bu paternlerin sona erdiği yerlerde hemen dar çizgilere (narrow stripe) dönüşme eğilimindedir (Şekil 4.4.a). Bu şartlarda tavllanmış metalik camın yapısının halen amorf olduğu X-ışınları difraktometre analizi yoluyla tesbit edilmiştir.

350 °C’de yarım saat tavllanmış şeritin histerisiz egrisinde, as-cast yapıya göre histerisiz egrisi altında kalan alan daha küçülmüş ve histerisiz egrisi biraz daha dikleşmiştir(Şekil 4.4.b). Koersivite(Hc) değeride as-cast yapıya göre büyük bir düşme göstererek 1.9145 A/m olarak ölçülmüştür. Bu şartlarda ve ölçülen bu değerlere bağlı olarak ısıl işlem yoluyla şerit gerilimlerden kısmen arındırılmış ve manyetik özellikleri açısından daha yumuşak bir davranış göstermektedir.



a)

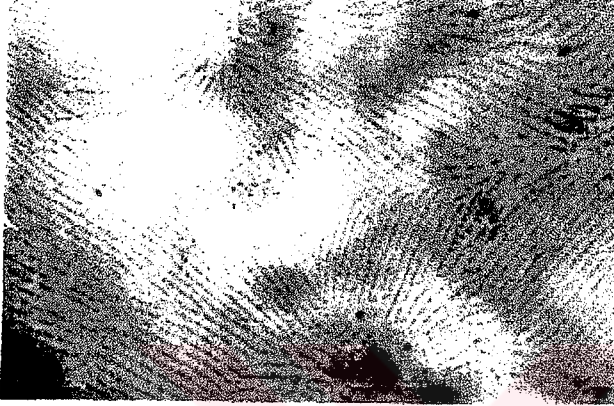


b)

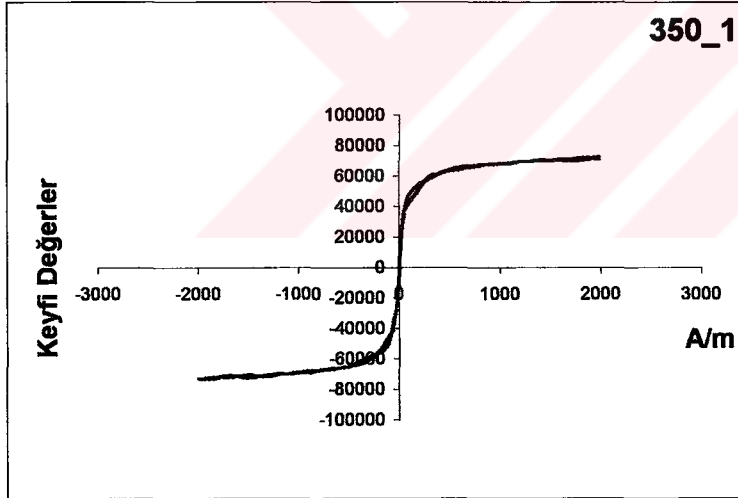
Şekil 4.4., 350 °C’de ½ saat tavllanmış Fe<sub>78</sub>B<sub>13</sub>Si<sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni ve b)histerisiz eğrisi



350 °C'de 1 saat süreyle tavllanmış şeritin yapılan X-ışınları difraktometresi analizi sonucuna göre amorf yapıda olduğu tespit edilmiş ve domain yapısı da şerit yüzeyinin tamamına yakınına kaplayacak şekilde dar çizgili (narrow stripe) domain yapısına dönüşmüştür(Şekil 4.5.a). Aynı şeridin histerisiz ölçümleri sonucunda histerisiz eğrisinde önemli bir değişiklik meydana gelmemekte ve koersivite( $H_c$ ) değeri 3.054 A/m olarak ölçülmüştür (Şekil 4.5.b).



a)



b)

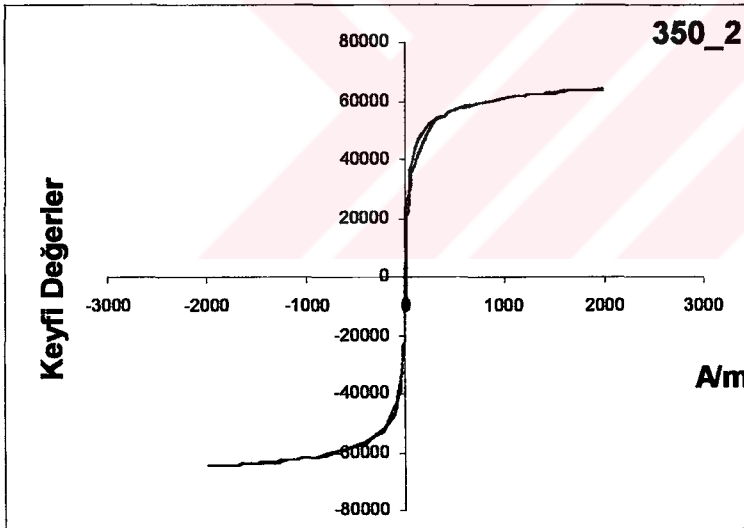
Şekil 4.5 ., 350 °C' de 1 saat tavllanmış Fe<sub>78</sub>B<sub>13</sub>Si<sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

Aynı sıcaklıkta 2 saat süreyle tavllanmış şeritin domain yapısı şeritin tüm yüzeyini kaplamış ve as-cast yapıya göre daha da düzelmiş dar çizgili (narrow stripe) domain

yapısının hakim olduğu görülmüştür (Şekil 4.6.a). Bu domain yapısında bize şeritin halen amorf olduğunu göstermektedir. XRD analizinin sonucuda amorf yapı teyit edilmiştir. 350 °C'de 2 saat tavllanmış şeritin histerisiz egrisinin şekli 350 °C'de 1 saat tavllanmış şeritle aynıdır ve yapılan ölçüm sonucunda koersivite(Hc) değeride 2.904 A/m olarak ölçülmüştür (Şekil 4.6.b).



a)



b)

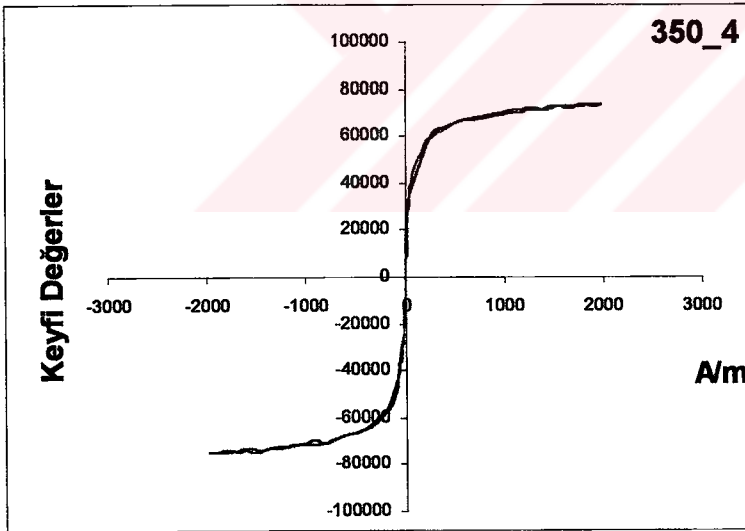
Şekil 4.6 ., 350 °C' de 2 saat tavllanmış Fe<sub>78</sub>B<sub>13</sub>Si<sub>9</sub> metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

350 °C'de 4 saat süreyle tavllanmış şeritte tüm yüzeyi kaplayacak şekilde bir birlerine paralel olarak yönlendirilmiş dar çizgili domain yapısı görülmüştür (Şekil 47.a). Bu

durum 350 °C'de deęişen sürelerde yapılmış tavlama sonucunda şeritlerde yüzeye dik manyetik anizotropinin tüm şerit yüzeyine yayıldığını fakat şiddetinin zayıfladığını göstermektedir. Bu şartlarda tavlama yapılmış şeridin histerisiz eğrisi şekli daha önceki ölçümler ile benzerlik göstermektedir (Şekil 4.7.b). Yapılan ölçüm sonucuna göre koersivite( $H_c$ ) değeri 2.686 A/m olarak aynı sıcaklıkta ve deęişik sürelerde tavlama yapılmış şeritlerin koersivite deęerlerine yakın bir deęer olarak ölçülmüştür.



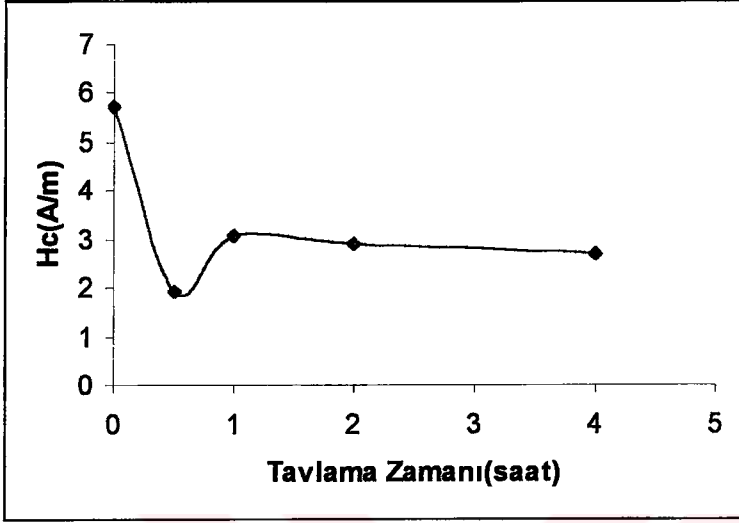
a)



b)

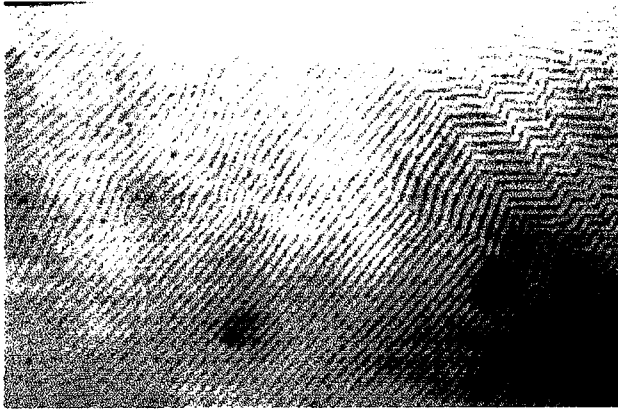
Şekil 4.7 ., 350 °C' de 4 saat tavlama yapılmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

350°C'de 1/2-4 saat arasındaki sürelerde yapılan tavlama sonucunda ölçülmüş koersivite değerlerinin tavlama sürelerine bağlı olarak değişimi Şekil 4.8'de toplu olarak sunulmuştur.

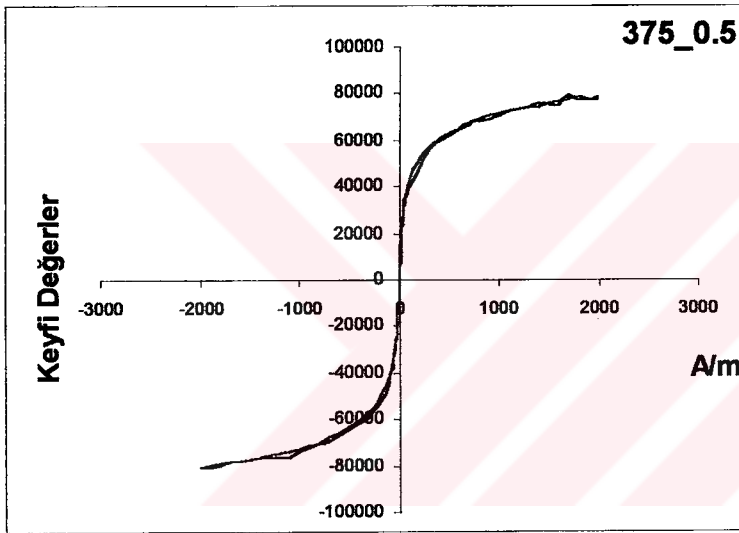


Şekil 4.8., 350 °C' de ½-4 saatleri arasında tavllanmış Fe<sub>78</sub>B<sub>13</sub>Si<sub>9</sub> metalik cam şeritlerinin koersivite değerlerinin tavlama sürelerine bağlı olarak değişimi

375 °C'de 1/2 saat tavlanan şeritin XRD analizi sonucunda yapının amorf halde olduğu tesbit edilmiştir. Şeritin domain yapısı 350 °C'de tavllanmış şeritlere göre daha düzgünleşmiş ve yapı tamamiyle dar şeritimsi yapıdadır (Şekil 4.9.a). Bu yapının çizgiler arası mesafesi daha önce ölçülen domain yapılarına göre biraz daha genişlediği belirgin bir şekilde gözlemlenmektedir. Aynı şerit üzerinde yapılan histerisiz egrisinin şeklinde belirgin gözlenmemiştir (Şekil 4.9.b). Aynı zamanda da koersivite(Hc) değeri 3.807 A/m olarak ölçülmüştür.



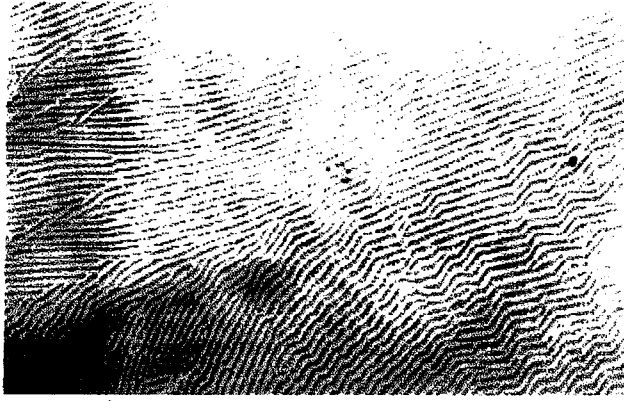
a)



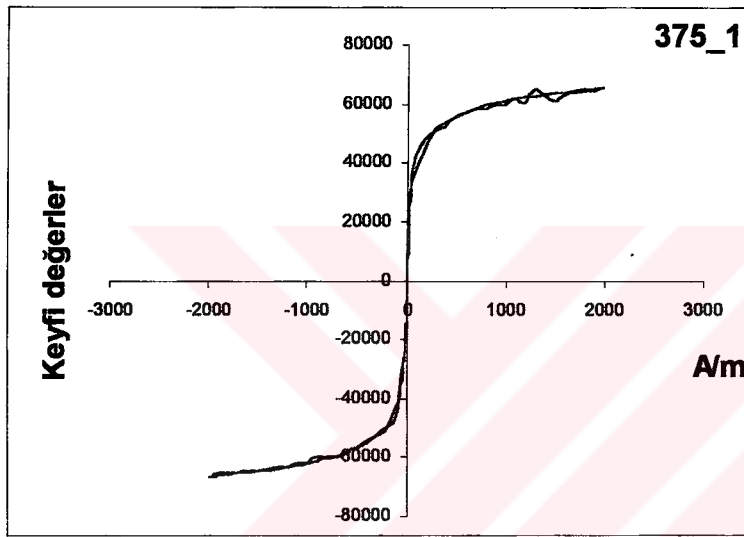
b)

Şekil 4.9., 375 °C' de 1/2 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

375 °C'de 1 saat tavlanan şeritin domain yapısı aynı sıcaklıkta 1/2 saat tavllanmış şeridin domain yapısıyla çok benzerlik göstermektedir (Şekil 4.10.a). Bu şeritin histerisiz ölçüm neticisinde ise histerisiz eğrisi şekli biraz dikleşmiş (Şekil 4.10.b) ve koersivite( $H_c$ ) değeride 2.352 A/m' ye düştüğü tespit edilmiştir.



a)

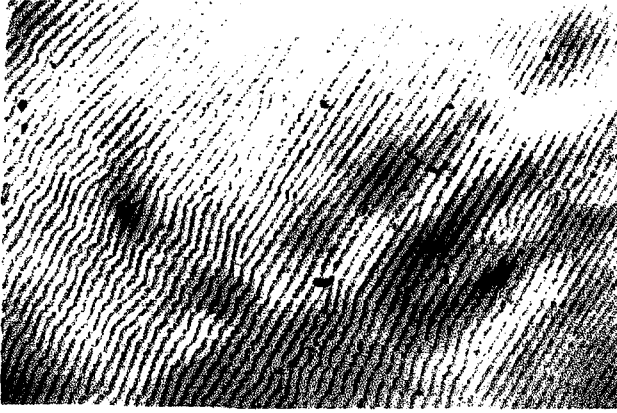


b)

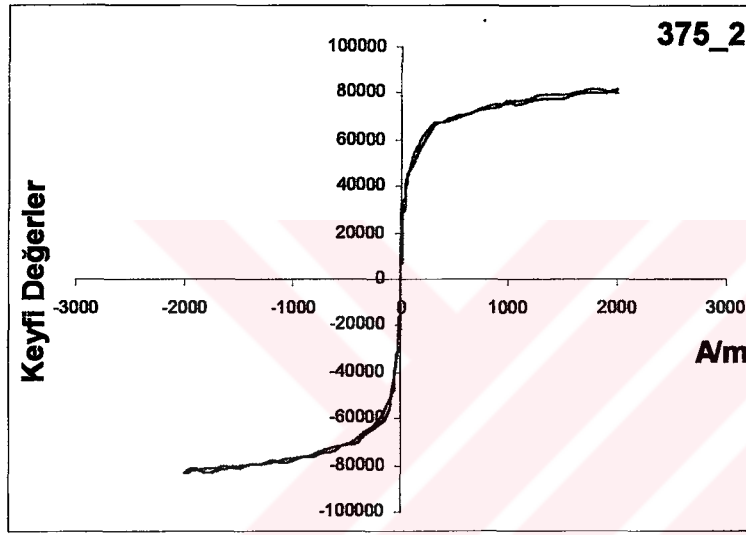
Şekil 4.10., 375 °C' de 1 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

375 °C'de 2 saat tavlanan şeritin domain yapısı dar çizgili (narrow stripe) domain yapısıdır (Şekil 4.11.a). Bu yapıda çizgiler arasındaki mesafenin dahada genişlemiş olduğu gözlenmiştir. Yapılan histerisiz ölçümü neticesinde elde edilen histerisiz eğrisinin şeklinde belirgin bir değişiklik görülmemiştir (Şekil 4.11.b). Bu histerisiz eğrisinden ölçülen koersivite( $H_c$ ) değeri 2.741A/m dir.





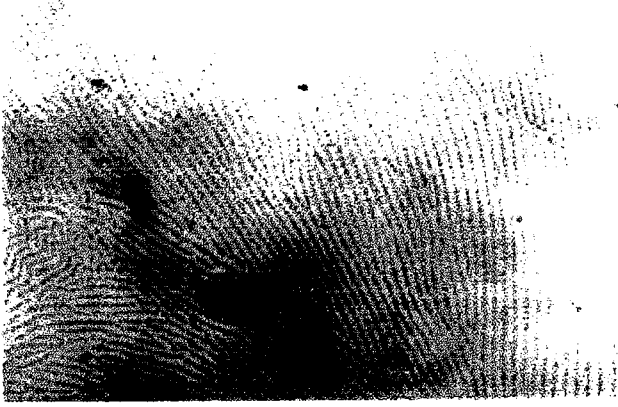
a)



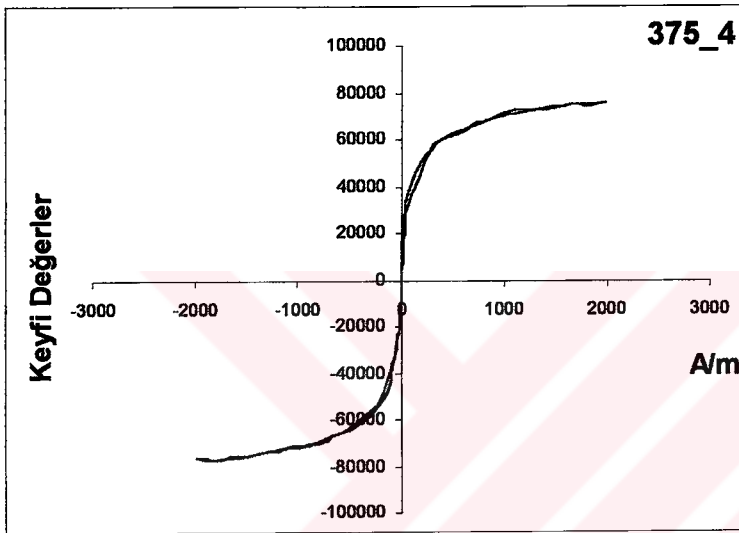
b)

Şekil 4.11., 375 °C' de 2 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

375 °C'de 4 saat tavlanan şeridin domain yapısı 375 °C'de değişik sürelerde tavlanan şeritlerdeki dar çizgili domain yapısıyla aynıdır (Şekil 4.12.a). Histerisiz egrisi hafif yatıklaşmış ve koersivite( $H_c$ ) değeride 5.156 A/m olarak tespit edilmiştir (Şekil 4.12.b). Bu koersivite değeri aynı sıcaklıkta ve değişik sürelerde tavllanmış şeritlerin koersivite değerlerinden daha büyüktür.



a)

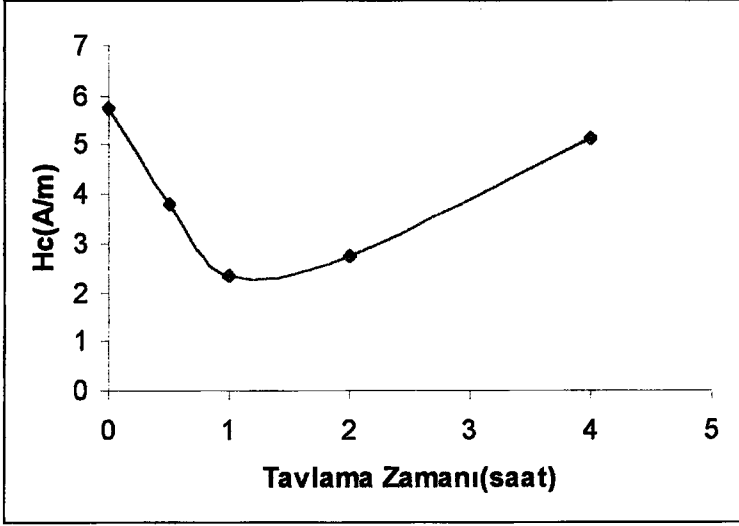
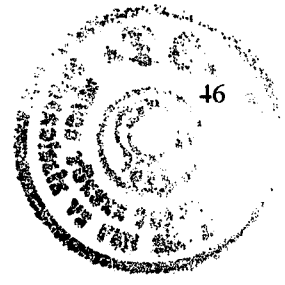


b)

Şekil 4.12., 375 °C' de 4 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritinin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

375 °C'de yukarıda belirtilen sürelerde tavllanmış şeritlerin, tavlama sürelerine bağlı olarak koersivite değerlerindeki değişim Şekil 4.13'de toplu halde verilmektedir.

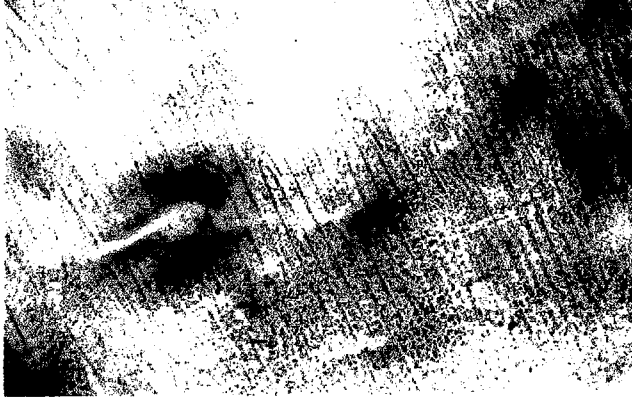




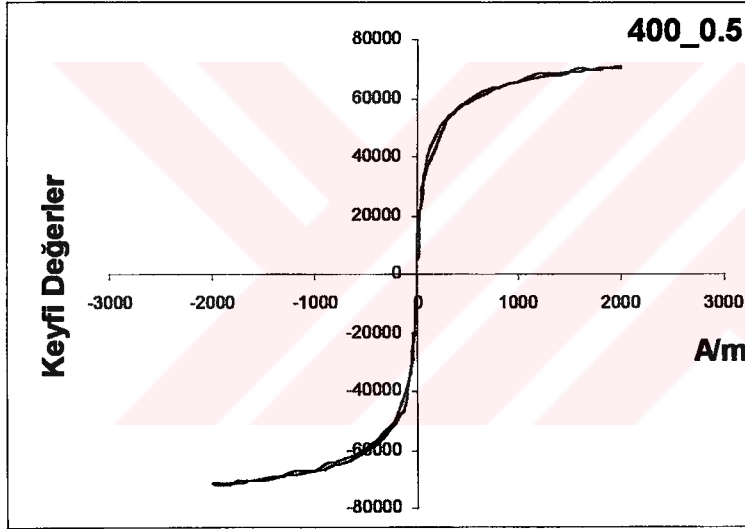
Şekil 4.13., 375 °C' de 1/2-4 saatler arasında tavllanmış Fe<sub>78</sub>B<sub>13</sub>Si<sub>9</sub> metalik cam şeritlerin koersivite değerlerinin tavlama sürelerine bağlı olarak değişimi



400 °C’de 1/2 saat süreyle tavlanan şeritte geniş ve dar şeritimsi domain yapısı gözlemlenmiştir (Şekil 4.14.a). Aynı şartlarda tavllanmış şeritte yapılan histerisiz ölçümü sonrasında histerisiz egrisinin şekloinde önemli bir değişiklik meydana gelmemekte ve koersivite(Hc) değeride 4.938 olarak tesbit edilmiştir (Şekil 4.14.b).



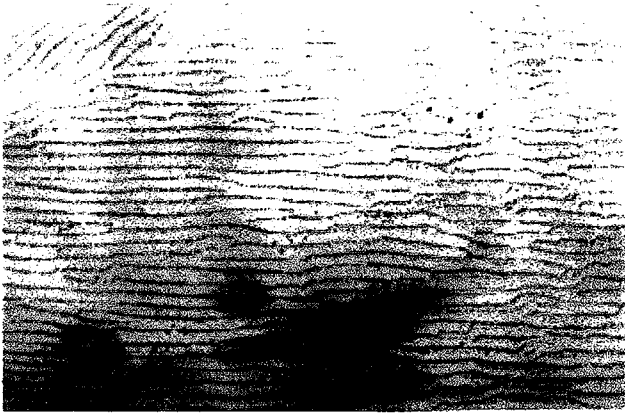
a)



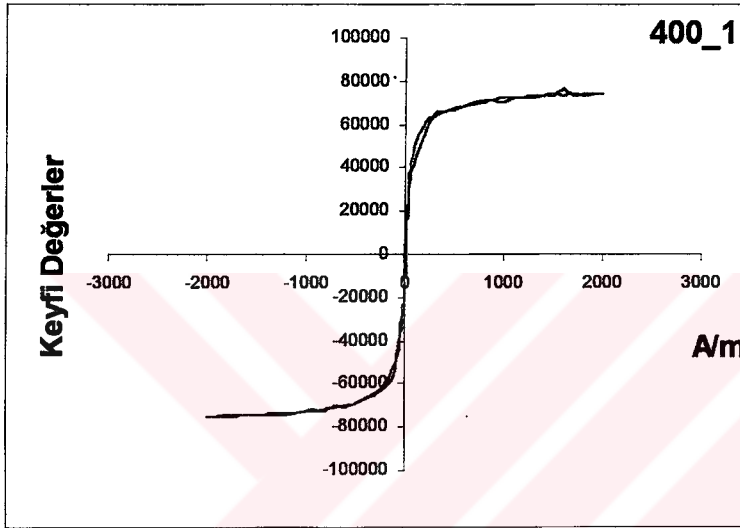
b)

Şekil 4.14 ., 400 °C’ de 1/2 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

Aynı sıcaklıkta 1 saat süreyle tavlanan şeritin domain yapısı, yarım saat tavllanmış şeritin domain yapısına göre tamamen değişmiş ve şerit eksenine paralel geniş çizgili (wide stripe) domain yapısına dönüşmüştür (Şekil 4.15.a). Domain yapısındaki bu değişikliğe rağmen yapılan histerisiz ölçümü neticesinde histerisiz egrisinin şeklinde belirgin bir farklılık görülmemiştir (Şekil 4.15.b). aynı eğriden ölçülen koersivite(Hc) değeri ise 4.679 A/m bulunmuştur.



a)



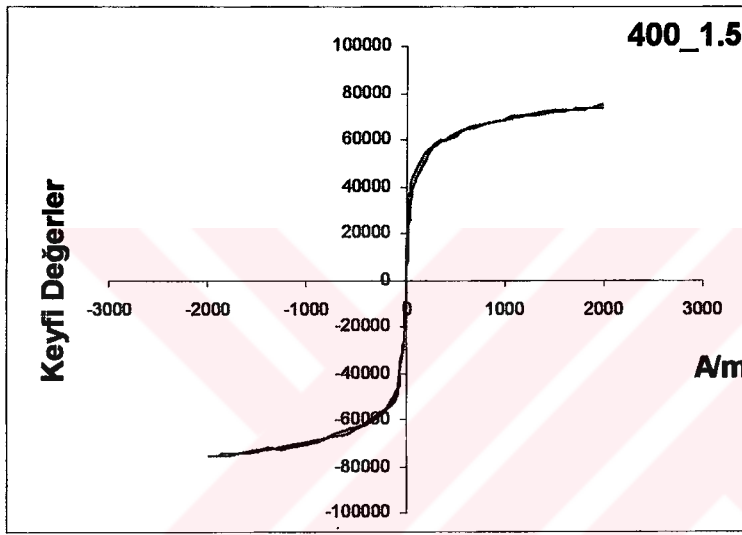
b)

Şekil 4.15., 400 °C' de 1 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

400 °C'de 1.5 saat süreyle yapılan tavlama sonucunda şeritin domain yapısında bazı değişiklikler görülmüştür. Bu yapıda domain çizgileri arasındaki mesafe daralmaya başlamış ve çizgilerin hemen bitiminde zig zag domain paterni ortaya çıkmaktadır (Şekil 4.16.a). Bu olayın menşei pek bilinmemekle beraber stres kaynaklı olduğu tahmin edilmekte ve aynı zamanda zıt yönlü alanların hakimiyetini ifade etmektedir. Yapılan histerisiz ölçümü neticesinde histerisiz eğrisi şeklinde dikkate değer bir değişiklik gözlenmemektedir (Şekil 4.16.b). Bu eğriden elde edilen koersivite( $H_c$ ) değeride 5.335 A/m olarak ölçülmüştür.



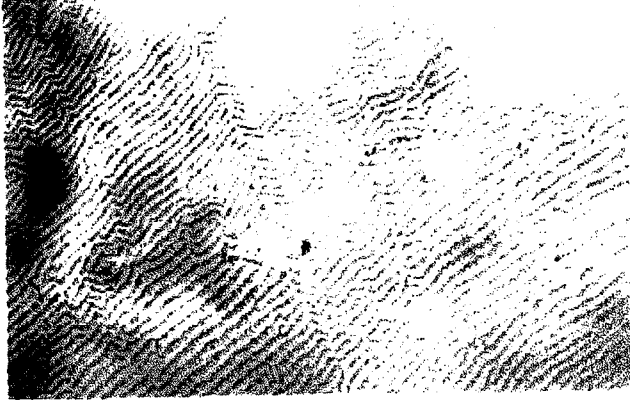
a)



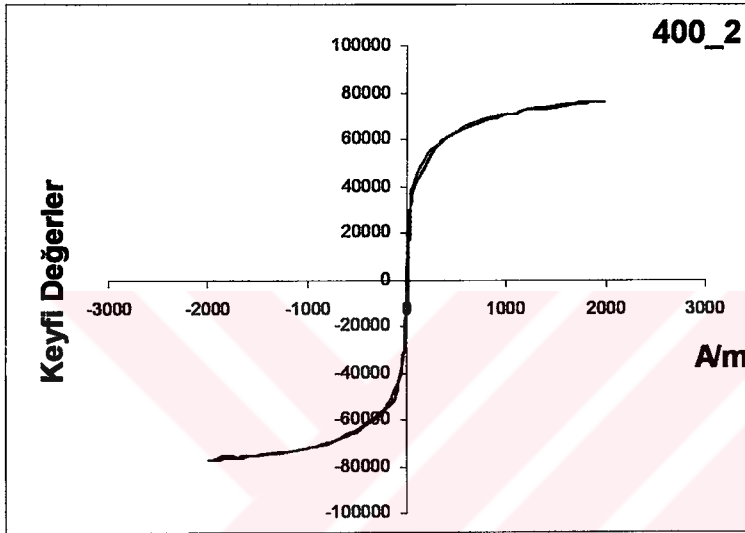
b)

Şekil 4.16., 400 °C’ de 1.5 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

400 °C 2 saat süreyle yapılan tavlama sonucunda şeritin domain yapısı geniş aralıklarda hafif zig zaglar çizen stripe domain yapısı göstermektedir (Şekil 4.17.a). Aynı sıcaklıkta yapılan tavlama göstermiştir ki domain paternlerinin wide stripe yapıdan tekrar maze domain paterne doğru bir değişim gösterdiği tespit edilmiştir. Yapılan histeris ölçümü sonucunda histeris eğrisinin şekli yukarıda ifade edilen tavlama ile elde edilen histeris eğrilerine benzerlik göstermekte ve koersivite ( $H_c$ ) değerinde 7.105 A/m ‘e yükselmektedir (Şekil 4.17.b).



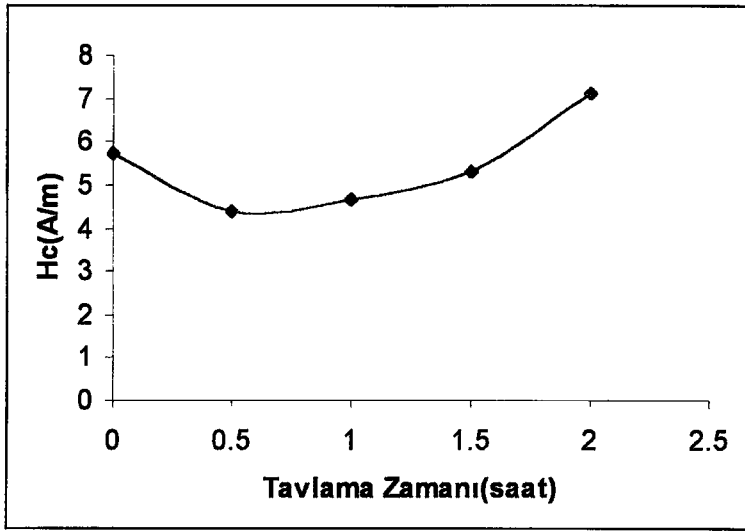
a)



b)

Şekil 4.17., 400 °C' de 2 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritin a) domain paterni, b) histerisiz eğrisi

400 °C de tavllanmış şeritlerin tavlama zamanı ile koersivitele arasındaki değişim toplu halde Şekil 4.18'de verilmektedir. Burada koersivitedeki artış XRD yöntemiyle tespit edilemeyen fakat hızlı katılma esnasında şeritlerde mevcut olan kristal çekirdeklerinin gelişimine bağlamak mümkündür. Bu olayda tav sıcaklığının artması sonucu manyetik anizotropi dağılımının gücünü kaybettiği ve yüzeyde serbest kutupların oluşmaya başladığını göstermektedir.



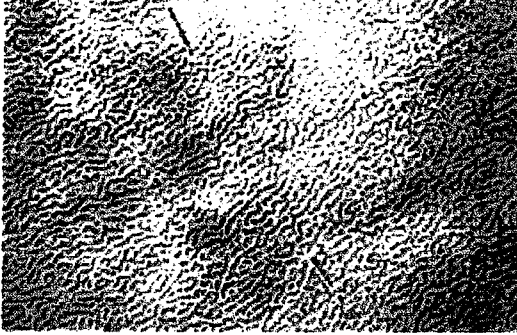
Şekil 4.18., 400 °C' de ½-2 saat tavllanmış Fe<sub>78</sub>B<sub>13</sub>Si<sub>9</sub> metalik cam şeritinin koersivite değerlerinin tavlama sürelerine bağlı olarak değişimi

400 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda tav süresi ve koşullarına bağlı olarak şerit yüzeylerinin kristalleşebileceği göz önünde bulundurularak, bu 2605 S2 şeritleri 425 °C'de izotermal olarak tavlammıştır.

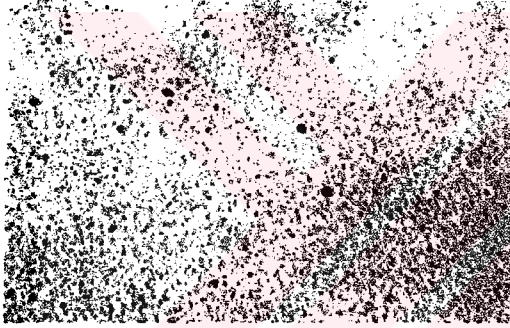
425 °C'de 4 saat tavlanan şeritin domain yapısı halen yüzeye dik manyetik anizotropinin varolduğuna işaret etmektedir (Şekil 4.19.a). Bu şeritin X-ışınları spektrumunda Bragg piklerine rastlanmamış olmasına rağmen camsı yapıdaki düzenlenmenin tavdan sonra gelişmiş olabileceği düşünülmektedir. Aynı sıcaklıkta 8 saat tavlanan şeritte ise düzenli bir domain yapısı kalmamış ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tanecikleri gelişigüzel bir dağılım göstermiştir (Şekil 4.19.b). Bu şeritin X-ışınları spektrumunda kristalleşme olayının başladığına işaret eden zayıf bir α(Fe) pikine ve yüzeyin metalografik incelenmesinde α(Fe) dendritik kristallerine rastlanmıştır (Şekil 4.20.a.b.c). 425 °C'de 16 saat süreyle diğer şeritlere göre daha uzun bir tavlama işlemine tabi tutulan şeritte ise kristalleşme daha belirgin bir şekilde gerçekleşmekte ve daha geniş bir alana yayıldığı X-ışınları spektrumunda ortaya çıkan α(Fe)'in ikincil pikinde anlaşılmaktadır. Bu şeritin domain paterninde dikkati çeken bir değişim gözlenmemiş ve aynı sıcaklıkta 8 saat tavllanmış şeritin domain paternine benzemektedir (Şekil 4.19.c). 425 °C'deki sıcaklıkta 8 ve 16 saatlik tavlama göstermişirki domain yapısındaki bu büyük değişimin nedeni yüzey kristalleşmesinin



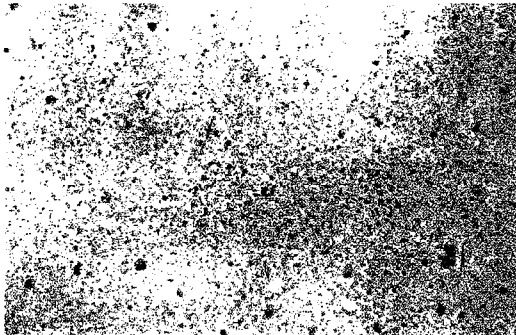
meydana gelmesiyle, yüzeyde serbest kutupların oluşması ve manyetik anizotropinin gücünü kaybetmesiyle ortaya çıkmaktadır. Bu şartlarda tavllanmış şeritin metalografik incelenmesinde yüzey kristalleşmesinin sıcaklığın fonksiyonu olarak daha da geliştiği ortaya çıkmaktadır.  $\alpha(\text{Fe})$  kristalleri daha geniş bir alana yayılmış ve kristal boyutları daha da büyümüştür (Şekil 4.21.a.b.c).



a)

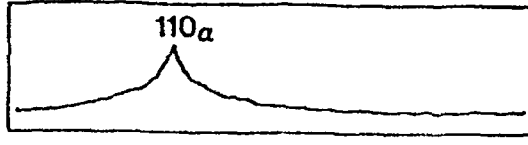


b)

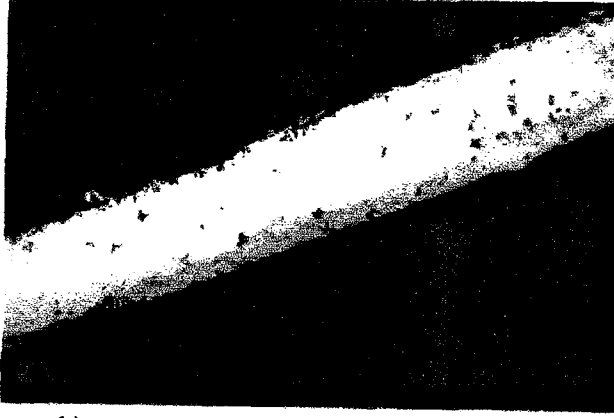


c)

Şekil 4.19., 425 °C'de a) 4 saat b) 8 saat c) 16 saat tavllanmış  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$  metalik camların domain yapıları



a)



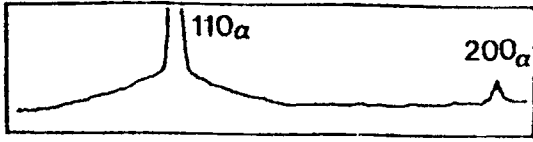
b)



c)

Şekil 4.20., 425 °C'de 8 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik camın a) X-Işınları paterni b) enine kesit optik mikroskop fotoğrafı c) yüzey kesit optik mikroskop fotoğrafı

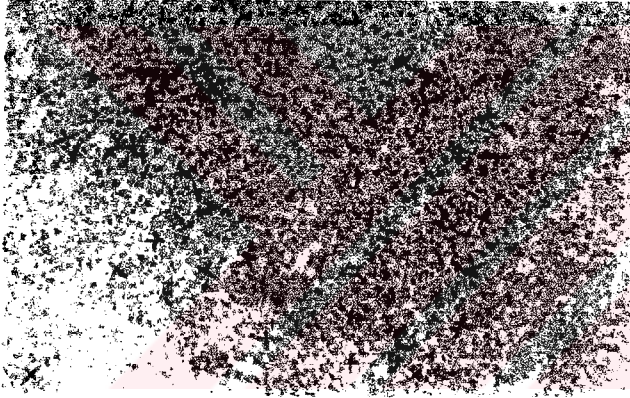




a)



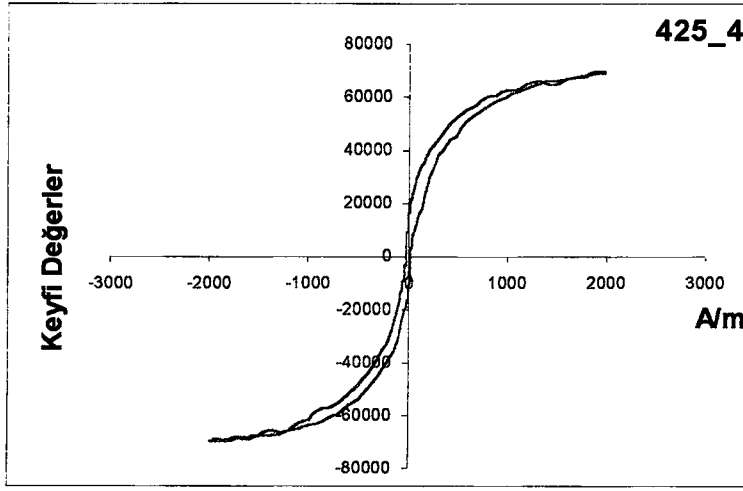
b)



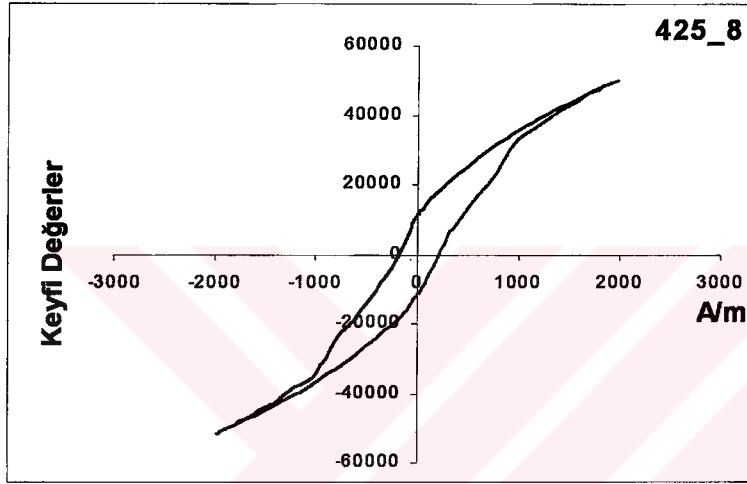
c)

Şekil 4.21., 425 °C’de 16 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik camın a) X-Işınları paterni b) enine kesit optik mikroskop fotoğrafı c) yüzey kesit optik mikroskop fotoğrafı

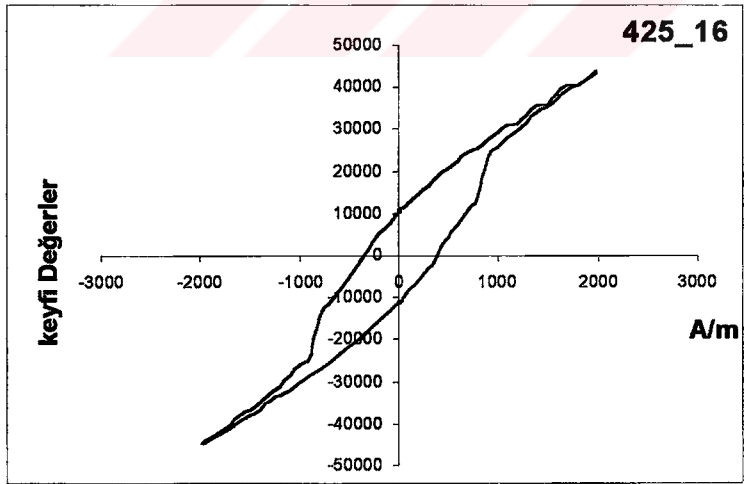
Yapılan histerisiz eğrileri ölçümleri sonucunda 425 °C’de 4 saat tavlanan şeritin histerisiz eğrisinin şeklinde daha önce gerçekleştirilen ölçümlere göre çok büyük bir farklılıklar görülmüştür (Şekil 4.22.a). Histerisiz eğrisinin altında kalan alan artmış ve koersivite( $H_c$ ) değeri 26.085 A/m olarak ölçülmüştür. 425 °C’deki 8 ve 16 saatlik tav işlemlerine tabi tutulan şeritlerin histerisiz eğrilerinin şeklinde çok büyük değişimlerin meydana geldiği yapılan ölçümler sonucunda görülmüştür (Şekil 4.22.b.c ).



a)



b)



c)

Şekil 4.22., 425 °C'de a) 4 saat b) 8 saat c) 16 saat tavllanmış  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik camın histerisiz eğrileri





## 5.SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında,  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  nominal kompozisyona sahip 2605 S2 kodlu metalik cam şeritlerin Planar-Flow Casting metodu ile üretimi ve üretilen bu şeritlerin belirli sıcaklık ve zaman aralıklarında döküm yapısından (as-cast) başlayarak, gerilme giderme rejiminde ( $350-425$  °C' ler arasında ki sıcaklıklar ve  $\frac{1}{2}-4$  saat gibi değişen sürelerde) ve yüzey kristalleşme rejiminde ise  $425$  °C'de  $4-16$  saat gibi değişen sürelerde izotermal ısı işlemleri ve gerçekleştirilen bu ısı işlemlerin sonucunda, malzemenin mikroyapısındaki ve buna bağlı olarak manyetik özelliklerindeki değişimler incelenmiş ve aşağıdaki sonuçlar çıkarılmıştır.

a)  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  metalik cam şeritlerin döküm yapıları (as-cast), malzemenin koersivite değerlerinin ve çekirdek kayıplarının artmasına neden olan kalıntı gerilmeler taşımaktadır. Döküm yapısındaki metalik cama yapılan X-Işınları analizleri sonucunda malzemenin amorf yapıda olduğu tespit edilmiştir. Metalik camlar çok hızlı bir soğutmayla üretildiklerinden döküm yapılarında çok karmaşık kalıntı gerilmeler bulundurmaktadır. Bu nedenle döküm yapısında yapılan domain çalışmaları sonucunda şerit yüzeyinin tamamında bir tek domain yapısı görülmemiş ve kalıntı gerilmelerin çok farklı olması nedeniyle şerit yüzeyinde bölgesel olarak değişik domain yapıları gözlenmiştir (parmak izi, zig zag vs.). Hızlı katılaşma sonucunda oluşan bir sonuçta gözlemlenen domain yapılarından da anlaşıldığı gibi malzemede oluşan manyetik anizotropinin şerit düzlemine dik olarak yönelmiş olduğunu göstermektedir. Bunun yanısıra Titreşen Örnek Magnetometresinde yapılan histerisiz ölçümleri sonucunda elde edilen koersivite değeri de  $5.726$  A/m olarak tesbit edilmiştir.

b) Gerilme giderme rejiminde;  $350-425$  °C' ler arasındaki sıcaklık ve  $\frac{1}{2}-4$  saat'ler arasında değişen sürelerde gerçekleştirilen ısı işlemler sonucunda döküm yapısında şeritte bulunan gerilmelerin büyük bir miktarı giderilebilmiş ve şeritin domain yapısında çok büyük sadeleşme meydana gelmiştir.

$350$  °C' de yukarıda ifade edilen sürelerde gerçekleştirilen tavlama sonucunda, döküm yapısındaki karmaşık domain yapısı sadeleşmiş ve artan tavlama süresine bağlı

olarak domain yapısı şeritin tüm yüzeyini kaplayacak şekilde dar çizgili (narrow stripe) domain yapısına dönüşüm gösterdiği görülmüştür. Bu şartlarda işlem görmüş 2605 S2 metalik camında yapılan histerisiz ölçümleri sonucunda elde edilen histerisiz eğrilerinin şekillerinde çok belirgin farklar ortaya çıkmamasına rağmen, bu eğrilerden ölçülen koersivite değerlerinin tavlama sürelerine bağlı olarak 1.915 - 2.686 A/m arasında değişen değerler aldığı tespit edilmiş ve tavlama işlemleri sonucunda, döküm yapısındaki 2605 S2 metalik camından ölçülen koersivite değerine (5.726 A/m) göre aynı malzemenin koersivite değerlerinde büyük düşüşün meydana geldiği görülmüştür. Bu durum bize döküm yapısındaki gerilmelerin kısmen giderildiğini ve aynı zamanda döküm yapısında yüzeye dik olan manyetik anizotropinin tüm şerit yüzeyine dağıldığını ve şiddetinin azaldığını göstermektedir.

375 °C ve 400 °C' de aynı sürelerde gerçekleştirilen ısı işlemler sonucunda 2605 S2 metalik cam şeritlerde; tavlama sıcaklığına ve süresine bağlı olarak domain yapısı metalik camın tüm yüzeyini kaplayacak şekilde dar çizgili (narrow stripe) yapıdan geniş çizgili (wide stripe) yapıya doğru bir dönüşüm göstermektedir. Domain çizgileri arasındaki mesafenin biraz daha genişlemiş olduğu tespit edilmiştir. Metalik camda gözlenen bu değişikliklere, malzemenin, sıcaklığın etkisiyle daha da yumuşamış, yüzeye dik ve zayıf manyetik anizotropi dağılımının iyileştiği ve daha uzun süreli tavlama sonucunda ise manyetik anizotropinin alanının şerit düzlemi içerisinde bileşen kazanması gibi etkenler sebep olmaktadır.

Yukarıda ifade edilen şartlar altında ısı işlem görmüş 2605 S2 metalik camından elde edilen histerisiz eğrilerinde daha önceki tavlara göre şekilsel olarak önemli bir değişiklik görülmemiş ve bu eğrilerden ölçülen koersivite (Hc) değerleride 2.352 - 5.156 A/m arasında değişmektedir. Yalnız burada yukarıda ifade edilen ısı işlem şartlarında ölçülen koersivite değerlerinin kısmen yüksek çıkmasının nedeni olarak, tavlama sıcaklığının yüksek olması sebebi ile tavlama esnasında şerit yüzeylerinin bir miktar oksidasyona uğramış olabileceği ve bunun da koersiviteyi kötü yönde etkilemiş olduğu düşünülmektedir. Aynı zamanda bu metalik cam şeritlerine uygulanan X- Işınları analizlerinde de herhangi bir Bragg pikine rastlanmamasına rağmen camı yapıda bir düzenlenmenin tavlardan sonra gelişmiş olabileceği düşünülmektedir.

c) Kristalleşme rejiminde; 425 °C' deki sabit sıcaklıkta ve 8-16 saat'ler arasında değişen sürelerdeki ısı işlemler sonucu, Bitter tekniği ile yapılan incelemeler göstermiştir ki, domain yapısının geniş çizgili yapıdan, zig zag domain yapısına döndüğü ve aynı sıcaklıkta daha uzun süreli tav işlemleri sonucunda (8-16 saat gibi) bu domain yapısında tamamen bozularak, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> taneciklerinin gelişigüzel bir dağılım yaptığı gözlemlenmiştir. Bu şartlardaki tavlama sonucunda domain yapısında görülen bu büyük değişiklik tav sıcaklığı ve süresinin artması ile manyetik anizotropinin gücünü artırdığı ve serbest kutupların oluştuğunu ortaya koymaktadır. 400 °C'de 4 saat işlem görmüş 2605 S2 metalik camında yapılan X-Işınları analizinde belirgin bir Bragg piki gözlenmemiştir. Malzememizde aynı sıcaklıkta, 8 ve 16 saat' lik tav işlemleri sonucunda sırasıyla ilk önce zayıf bir  $\alpha(\text{Fe})$  pikine, metalik cam yüzeyinin metalografik incelemesi sonucunda ise  $\alpha(\text{Fe})$  dendritik kristallerine rastlanmıştır. Daha sonra 16 saat' lik tav işlemi neticesinde yapılan incelemeler sonucunda, ikinci bir  $\alpha(\text{Fe})$  piki elde edilmiş ve kristalleşme daha geniş alana yayılırken, metalik camın domain yapısında dikkati çeken bir değişiklik olmamıştır.

Bu tav şartları altında gerçekleştirilen ısı işlemler sonucunda elde edilen histerisiz eğrilerinin şeklinde çok büyük farklılıklar görülmüş ve eğrilerin altında kalan alanlar genişlemiştir. Bu eğrilerden ölçülen koersivite (Hc) değerleride 26.085 - 361.188 A/m olarak tesbit edilmiştir. Bu durum metalik camın kısmen kristalleştirilmesiyle manyetik özelliklerinin amaçlarımız açısından kötüleştiğini göstermektedir.

Bu tez çalışmasında, yapılan tüm çalışmaların hedefi ileride metalik camlar ile yapılabilecek değişik çalışmalara/uygulamalara bir katkı sağlayabilmektir.

## KAYNAKLAR

- 1- Duwez, P., Willens, R. and Clement, W., Nature, 187, (1960)809.
- 2- Jascinski, W., Wolf, W., König, U. and Hartwig, J., Tech. Mitt. Krupp., 30 (1981)1.
- 3- Güntherodt, H.J., Rapidly Quenched Metals, Steeb, S., Warlimont, H. (Eds.), Elsevier Science Publishers B. V., s.1591, 1985.
- 4- Dibenedetto, A.J., The Structure and Properties of Materials, Mc. Graw-Hill, New York, s.242, 1967.
- 5- Porter, D.A., Easterling, K.E., Phase Transformation in Metals and Alloys, Van Nostrand Reinhold, s.265, 1981.
- 6- Johnson, W.L., Metals Handbook, 10<sup>th</sup> Ed., ASM Metals Park, Ohio, Vol.3, s.804, 1989.
- 7- Cohen, M.H. and Turnbull, D., Nature, 189(1961)131.
- 8- Mehrabian, R., Int. Met. Rev., 27(1982)200.
- 9- Gilman, J.J., Science, 208(1980)856.
- 10- Polk, D.E. and Giessen, B.C., Metallic Glasses, Gilman, J.J. and Leamy, H.J.(Ed.), Metals Park, ASM(1978)s.1.
- 11- Lavernia, E.J., Ayers, J.D. and Srivatsan, T., Int. Mater. Rev., 37(1992)1.
- 12- Savage, S.J. and Froes, F.H., J. Metals, (1984)20.
- 13- Jones, H., Treatise on Materials Science and Technology, Vol.20, Herman, H (Ed.), New York: Academic Press (1981)s.1.
- 14- Wood, J.W., Materials and Design, 4(1983)673.
- 15- Suryanarayana, C., Materials Science and Technology, A Comprehensive Treatment Vol.15, Cohn, R.W., Haasen, P. and Kramer, E.J.(Ed.), Weinheim, New York (1991)s.57.
- 16- Cohn, R.W., Ref.15, Vol.9, s.493.
- 17- Duwez, P. and Willens, R.H., Trans. Met. Soc. AIME, 227(1963)362.
- 18- Cohn, R.W., Krishnanond, K.D., Laridjani, M., Greenholtz, M. and Hill, R., Mater. Sci. Engng., 23(1976)83.



- 19- Berkowitz, A.E. and Walter, J.L., Rapid Solidification processing, Principles and Technologies, Mehrabian, R., Kear, B.H. and Cohen, R (Ed.), Claitor Publishing Division, Baton Rouge, s.294, 1980.
- 20- Perel, J., Mahoney, J.F., Duwez, P. and Kalensher, B.E., Ref.19, s.287.
- 21- Lieberman, M.H. and Graham, C.D., Jr., IEEE Trans. Magn. MAG-12, (1976)921.
- 22- Narasimhan, N.C., U.S. Patent No. 4142571, 1979.
- 23- Hubert, J., Mollard, F. and Lux, B., 2. Metalk., 64(1973)835.
- 24- Boulby, K.A. and Wood, J.V., P.Powder Met., 29(1986)33.
- 25- Maringer, R.E. and Mobley, C.E., J.Vac. Sci. Technology, 11(1974)1067.
- 26- Gilman, J.J., Metal Progress, 116(1979)42.
- 27- Gilman, J.J., Science, 208(1980)856.
- 28- Masumoto, T. and Maddin, R., Acta Met., 19(1971)725.
- 29- Nako, M., Hashimoto, K. and Masumoto, T., Corrosion, 32(1976)146.
- 30- O'handley, R.C., J. Appl. Phys., 46(1975)4996
- 31- Mizoguchi, T., Yamauchi, K. and Miyajima, H., Amorphous Magnetism, Hasper, H.O. and de Graaf, A.M.(Ed.), Plenum Press, s.325, 1973.
- 32- Froes, F.H. and Carbonara, R., J. Metals, 40(1988)20.
- 33- Hasgawa, R., J.Non. Cryst. Sol., 61 ve 62 (1984)725.
- 34- De Crislofaro, N., J. Metals, 38(1986)17.
- 35- Hilzinger, H.R., J. Magn. Magn. Mater., 83(1990)370.
- 36- De Cristofaro, N. and Henschek, C., Welding Journal, 57(1978)33.
- 37- Chaudhari, P., Turnbull, D., Science, 199, 11, 1978.
- 38- Birol, Y., Metalurji Dergisi, 97, s.51, 1995.
- 39- Şahingöz, R., Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, 1996, Ankara.
- 40- Washco, S.D., Osborn, M.L., and Veeraraghoven, W.G., J.Aply. Phys., 52, 1981.
- 41- Johnson, L.A., Cornell, E.P., Bailey, D.J., Hegyi, S.M., Trans. Power Appl. and Sys., PAS-101, 2109, 1982.
- 42- Moorjani, K., Coey, J.M.D., Methods and Phenomenia b, Magnetic Glasses Elsevier Publ., 1984.
- 43- Chen, C.W., Magnetizm and Metalurgy of Soft Magnetic Materials, Dover Publ. Inc., 1977.
- 44- Kamer, O., Birkök, H.G., Doktora Tezi, İ.T.Ü., 1997, İstanbul.



45- Bhatti, A.R., Grundy, P.J., Jones, G.A., Scarsbrook, D.A., and Tebble, R.S.  
IEEE Trans. Magn., 16, 6, 1980.

