

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Fe₇₈Si₉B₁₃ METAL CAM FİLMİNİN ELEKTRİKSEL
ÖZELLİKLERİNİN ELEKTROKİMYASAL
EMPEDANS YÖNTEMİYLE İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Pınar ŞAHİN

Enstitü Anabilim Dalı : FİZİK
Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Erdoğan Şentürk

Haziran 2009

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

$Fe_{78}Si_9B_{13}$ METAL CAM FİLMİNİN ELEKTRİKSEL
ÖZELLİKLERİNİN ELEKTROKİMYASAL
EMPEDANS YÖNTEMİYLE İNCELENMESİ

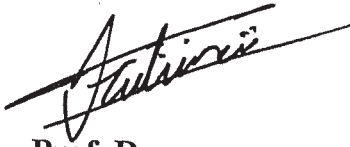
YÜKSEK LİSANS TEZİ

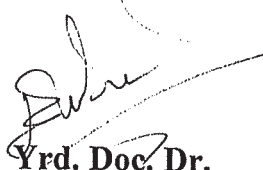
Pınar ŞAHİN

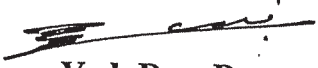
Enstitü Anabilim Dalı : FİZİK

Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Erdoğan ŞENTÜRK

Bu tez 18/06/2009 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği ile kabul edilmiştir.


Prof. Dr.
Hüseyin Murat TÜTÜNCÜ
Jüri Başkanı


Yrd. Doç. Dr.
Erdoğan ŞENTÜRK
Üye


Yrd. Doç. Dr.
Yılmaz UYAROĞLU
Üye

ÖNSÖZ

Her ikisinin de katı madde oluşu bir yana bırakılırsa, cam ve metal neredeyse hiç ortak özelliği yokmuş gibi görünen iki ayrı malzemedir. Cam, kırılma katsayısı ve saydamlığı ile öne çıkarken, metal dayanıklılığı ve iletkenliği temsil eder.

1957 yılında $Au_{80}Si_{20}$ metal alaşımından Pol Duwez tarafından elde edilen ilk metalik cam, bu anlamda ön yargıları tamamen yok ederek malzeme bilimciler için yeni bir ufuk açmıştır. Makro boyutta metale, mikro boyutta ise cama yakın olan bu malzeme, bilim dünyası için önemini ve gizemini günümüzde de korumaya devam etmektedir.

Eriyik durumdaki metal alaşımını, kristal oluşumuna izin vermeyecek bir hızla soğutma prensibiyle üretilen metalik camlar, teknoloji alanında da bir çok arayışa cevap vermektedir.

Bu çalışma, bu arayışlara katkı sağlamak amacıyla $Fe_{78}Si_9B_{13}$ metal alaşımından elde edilen metalik camın bazı elektriksel özelliklerinin oda sıcaklığında 1 kHz -1 MHz frekans aralığında elektrokimyasal empedans spektroskopisi yöntemiyle incelenmesi amacı üzere hazırlanmıştır.

TEŐEKKÜR

Tez alıőmamın konusunu bana teklif eden, alıőmanın her aőamasında bilimsel birikimi ve deneyimleriyle yanımda olan sayın hocam Yrd. Do. Dr. Erdoğan ŐENTÜRK'e...

Malzeme ölçümlerini gerekleőtirebilmek için ihtiyaç duyduğum ortam ve deney düzeneklerini saėlayan, fakültemizin Kimya bölümü hocalarından Sayın Do. Dr. Mehmet KANDAZ'a...

alıőmamı yazıya geirirken kullandığım dili anlaşılabilir, duru ve güzel bir hale getirmem konusunda destek olan babam Eėitimci-Yazar Süleyman ŐAHİN'e...

Beni alıőmalarım ile ilgili yüreklendiren, her konuda yardım ve desteklerini yanımda hissettiğim annem Safiye ŐAHİN ve niőanlım Mehmet CAN'a sonsuz minnet ve teőekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER LİSTESİ	vii
TABLOLAR LİSTESİ.....	x
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ	xi
ÖZET.....	xiii
SUMMARY.....	xiv

BÖLÜM 1.

GİRİŞ.....	1
------------	---

BÖLÜM 2.

METALİK CAMLARIN TANIMI, ÖZELLİKLERİ, ÜRETİM TEKNİKLERİ VE TARİHİ GELİŞİMİ	3
2.1. Metalik Camların Tanımı ve Özellikleri.....	3
2.2. Metalik Cam Üretim Teknikleri.....	6
2.2.1. Soğuk dönen disk metodları.....	6
2.2.1.1. Sıvı metal savurma metodu	7
2.2.1.2. Düzlemsel akışlı döküm metodu	8
2.2.2. Sıvı metal çekme metodu	9
2.2.3. Sıvı metal üstten akıtma metodu.....	9
2.2.4. Sıvı metal fırlatma metodu	10
2.3. Metalik Camların Tarihi Gelişimi.....	11

BÖLÜM 3.

Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ İLE İLGİLİ YAPILMIŞ LİTERATÜR ÇALIŞMALARI.....	13
---	----

3.1. Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ ile İlgili Çalışmalara Genel Bakış.....	13
3.1.1. Amorf metal alaşımı Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ 'ün düşük frekanslı manyetik alanda davranışı.....	13
3.1.2. Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ alaşımının sülfat ve klorid çözeltisinde elektrokimyasal davranışı.....	14
3.1.3. Amorf Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ şeridinin ısı artışı ve akım uygulamasında meydana gelen yapısal değişiklik.....	17
3.1.4. Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ toz parçacıkları içeren nanokompozit polimerlerin ferromagnetik özellikleri.....	19
3.1.5. Amorf Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ 'ün farklı sabit sıcaklıklarda bekletilme sürecindeki durumu	22
3.1.6. Sabit sıcaklıkta bekletilme sürecinde Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ amorf malzemesinin kırılma kırılma geçişi.....	23
3.1.7. Farklı sabit sıcaklıklarda bekletilen Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ metalik camının manyetik yapısında ve mikro yapısında meydana gelen değişimlerin gözlemlenmesi.....	24
3.1.8. Amorf Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ şeritlerinin nanokristalizasyon davranışı ve manyetik özellikleri.....	27
3.1.9. Fe _{78-x} Mo _x Si ₉ B ₁₃ amorf alaşımlarının kristalizasyon çalışması.....	30

BÖLÜM 4.

Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ 'ÜN DENEYSEL SİSTEMİ VE ÖLÇME TEKNİĞİ.....	34
4.1. Elektrokimyasal Empedans Kavramı.....	34
4.2. Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ Metalik Camının Deneye Hazırlanması.....	38
4.3. Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ Metalik Camının Elektriksel Özelliklerinin Ölçümünde Kullanılan Deneysel Düzenekleri.....	38
4.3.1. Empedans analizörü.....	38
4.3.2. Flat cell.....	40
4.3.3. Bilgisayar ve yazılım.....	40
4.4. Deneysel Uygulanması.....	41

BÖLÜM 5.	
EMPEDANS ÖLÇÜMLERİ.....	42
5.1. Empedans Çalışması.....	42
5.2. RC Devre Çalışması.....	48
5.3. İletkenlik Çalışması.....	50
BÖLÜM 6.	
SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	54
KAYNAKLAR.....	56
ÖZGEÇMİŞ.....	58

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Sıvı, cam ve katı fazlar için, hacmin sıcaklıkla değişimi.....	3
Şekil 2.2.	Gaz, sıvı, amorf ve kristal yapılu katının X-ışını deney sonuçlarından elde edilmiş $I(\theta)$ şiddet piklerinin ve atomik pozisyonlarının şematik gösterimi	5
Şekil 2.3.	Sıvı metal savurma metodu	7
Şekil 2.4.	Düzlemsel akışlı döküm metodu	8
Şekil 2.5.	Sıvı metal çekme metodu	9
Şekil 2.6.	Metal üstten akıtma metodu	9
Şekil 2.7.	Metal fırlatma metodu	10
Şekil 3.1.	Amorf metal alaşımı $Fe_{78}Si_9B_{13}$ 'ün, manyetik alan uygulanmasından önceki ve sonraki Mössbauer Spektroskopisi ..	14
Şekil 3.2.	Farklı sıcaklıklarda 0,5 M Na_2SO_4 içinde elde edilen $Fe_{73}Si_{13}B_9$ alaşımının korozyon oranı ve sıcaklığa bağımlılığı.....	15
Şekil 3.3.	0,5 M Na_2SO_4 çözeltisi içinde $Fe_{73}Si_{13}B_9$ 'ün 350-550 °C'de sıcaklık davranışı ve as-quenchede karşı gelen potansiyedynamik polarizasyon eğrisi.....	16
Şekil 3.4.	Farklı sıcaklık oranlarında ölçülen amorf $Fe_{73}Si_{13}B_9$ as-quenched şeritlerinin DSC termogramı.....	17
Şekil 3.5.	Farklı sıcaklık oranlarında ölçülen amorf $Fe_{73}Si_{13}B_9$ as-quenched şeritlerine ait DSC termogramının sol tarafı.....	18
Şekil 3.6.	Farklı sıcaklık oranlarında ölçülen amorf $Fe_{73}Si_{13}B_9$ as-quenched şeritlerinin termal genişleme eğrileri	18
Şekil 3.7.	Farklı sıcaklık oranlarında ölçülen amorf $Fe_{73}Si_{13}B_9$ as-quenched şeritlerinin termal genişleme katsayıları	19
Şekil 3.8.	$Fe_{73}Si_{13}B_9$ elenmiş tozlarının A) 200-500 µm B) 75-200 µm C) 25-75 µm aralıklarında çekilmiş SEM fotoğrafları	20

Şekil 3.9.	Bileşik çekirdeklerin ters çevirici alanda toz taneciklerinin hacminin etkisi	20
Şekil 3.10.	Bileşik çekirdeklerin doyum indüksiyonunda toz taneciklerinin hacminin etkisi	21
Şekil 3.11.	Bileşik çekirdeklerin manyetik geçirgenliğinde toz taneciklerinin hacminin etkisi	21
Şekil 3.12.	Farklı soğutma süreçlerinde bekletilen amorf $Fe_{73}Si_{13}B_9$ şeritlerinin XRD desenleri	22
Şekil 3.13.	Soğutma sıcaklığı ve amorf $Fe_{73}Si_{13}B_9$ şeridinin dış kenarının basınçla arasındaki ilişki	23
Şekil 3.14.	Gerilme baskısı uygulayarak kırılan amorf $Fe_{73}Si_{13}B_9$ şeritlerinin kırılma yüzeylerinin SEM mikrografı i) Esnek durum : a) as-quenched b) 1 saatte 200 °C bekletilme durumunda c) 1 saatte 250 °C bekletilme durumunda ii) Kırılğan durum : d) 1 saatte 275 °C bekletilme durumunda e) 1 saatte 300 °C bekletilme durumunda f) 2 saatte 250 °C bekletilme durumunda	24
Şekil 3.15.	METGLAS-2605 S2'nin 773 K sabit sıcaklık altında bekletilme zamanına karşılık gelen H_c	25
Şekil 3.16.	773 K de bekletilen $Fe_{78}Si_9B_{13}$ örneğinin as-recived M-H halkası	25
Şekil 3.17.	773 K de bekletilen $Fe_{78}Si_9B_{13}$ örneğinin XRD desenleri	26
Şekil 3.18.	As-cast $Fe_{73}Si_{13}B_9$ şeritlerinin tipik domen resimleri a) ve b) sabit sıcaklıkta bekletme işlemi öncesi c) 3 dakika sabit sıcaklıkta bekletme işleminden sonra d) 10 dakika sabit sıcaklıkta bekletme işleminden sonra	26
Şekil 3.19.	773 K'de a) 35 dakika b) 50 dakika annealing işlemine tabî tutulan $Fe_{73}Si_{13}B_9$ metalik camının tipik manyetik domenleri	27
Şekil 3.20.	Farklı ısıtma oranlarında $Fe_{73}Si_{13}B_9$ amorf şeritleri için DSC eğrileri	28
Şekil 3.21.	1 K/dakika ısıtma oranında ve 0 Dopler hızında 10 s için sıcaklığın fonksiyonunun ölçümü	28
Şekil 3.22.	Farklı bekleme sıcaklıklarından sonra $Fe_{73}Si_{13}B_9$ amorf şeritlerinin XRD desenleri	29

Şekil 3.23.	Farklı sıcaklıklarda $Fe_{73}Si_{13}B_9$ şeritlerinin Mössbauer Spektrumu	29
Şekil 3.24.	$Fe_{73}Si_{13}B_9$ amorf şeridinin azaltılan sıcaklığa karşı azalan manyetizasyonu ve kristalizasyondan sonra oluşan kristalleşme fazları.....	30
Şekil 3.25.	Karışımın atomik konsantrasyonu ve sıcaklığın fonksiyonu olarak metal alaşımının azaltılan doyma manyetizasyonu	31
Şekil 3.26.	Karışımın atomik konsantrasyonu ve sıcaklığın fonksiyonu olarak metal alaşımının elektriksel direncinin yüzde değişimi.....	31
Şekil 3.27.	475 °C de bekletilen metal alaşımlarının doyma manyetizasyonu	32
Şekil 3.28.	Çeşitli atomik konsantrasyonlarda Mo'in kristalleşme oranının sıcaklıkla değişimi.....	32
Şekil 3.29.	İlk kristalizasyonun aktivasyon enerjisi ve pro-exponansiyel sıklık faktörü	33
Şekil 4.1.	Sinüsodial bir sistemde sinüsodial akım yanıtı.....	35
Şekil 4.2.	Lissajous eğrisi.....	36
Şekil 4.3.	Empedansın imajiner kısmının reel kısmına bağımlılığı.....	37
Şekil 4.4.	Tek zaman sabitli devrenin beklenen yanıt grafiği.....	37
Şekil 4.5.	Allied Corporation USA tarafından üretilen $Fe_{78}Si_9B_{13}$ metalik cam şeridi.....	38
Şekil 4.6.	Princeton Applied Research firması tarafından üretilen "PARSTAT 2273" Empedans Analizörünün önden görünümü....	39
Şekil 4.7.	Princeton Applied Research firması tarafından üretilen "PARSTAT 2273" Empedans Analizörünün arkadan görünümü..	39
Şekil 4.8.	Princeton Applied Research firması tarafından üretilen "FLAT CELL" adlı frekans değişimi iletim mekanizması.....	40
Şekil 4.9.	Princeton Applied Research firması tarafından üretilen PowerSINE adlı yazılımın kullanıcı arayüzü.....	41
Şekil 5.1.	Empedansın reel kısmının frekans bağımlılığı.....	43
Şekil 5.2.	Empedansın imajiner kısmının frekans bağımlılığı.....	45
Şekil 5.3.	$Fe_{78}Si_9B_{13}$ için Cole-Cole Eğrisi.....	47
Şekil 5.4.	R-C eşdeğer devre modeli.....	48
Şekil 5.5.	$Fe_{78}Si_9B_{13}$ için farklı DC voltajlarında log σ 'e karşı log ω 'nın bağımlılığı.....	51

TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1.	Metalik camlar ile kristal yapılı malzemelerin karşılaştırılması...	4
Tablo 5.1.	$\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ için fit işlemi ile elde edilen parametreler.....	50
Tablo 5.2.	Frekansa bağılı iletkenlik formülünün deneysel datalarla fitinden elde edilen parametreler.....	53

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

AC	: Alternatif akım
AGM	: Değişimli gradyant manyetometresi
α	: Pro-eksponansiyel faktör
BCC	: Hacim merkezli kübik kristal yapı
CBH	: Bir enerji bariyerinden zıplama ile özdeşleşmiş iletkenlik modeli
C	: Çift katmanlı kapasitans
C_0	: Geometrik kapasitans
DC	: Doğru Akım
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetre
e	: Elektronun yükü
$\epsilon^*(w)$: Kompleks dielektrik sabiti
ϵ'	: Dielektrik sabitinin reel kısmı
ϵ''	: Dielektrik sabitinin imajiner kısmı
ϵ_0	: Düşük sıcaklıklarda dielektrik sabiti
ϵ_∞	: Yüksek sıcaklıklarda dielektrik sabiti
ϕ	: Faz farkı
R_s	: Çözeltinin direnci
R_p	: Paralel direnç
R	: İletkenliğe katkı verecek elektronların hoplama mesafesi
T_m	: Metalin ergime sıcaklığı
T_g	: Faz geçiş sıcaklığı
T_{g1}	: Sıvı için faz geçiş sıcaklığı
T_{g2}	: Cam için faz geçiş sıcaklığı
τ_0	: Relaksasyon zamanı

τ	: Fonon relaksasyon zamanı
VSM	: Titreşimli örnek manyetometresi
Z^*	: Kompleks empedans
Z'	: Empedansın reel kısmı
Z''	: Empedansın imajiner kısmı
W_m	: Elektronların sıçrayabileceği maksimum bariyer yüksekliği
w_p	: Sıçrama frekansı
XRD	: X-ışını kırınımı
σ	: İletkenlik

ÖZET

Anahtar Kelimeler : Metalik cam, Empedans, İletkenlik

$Fe_{78}Si_9B_{13}$, oda sıcaklığında ve 1 kHz – 1 MHz frekans aralığında Elektrokimyasal Empedans Spektroskopi yöntemiyle çalışıldı. Malzemenin, DC Bias voltaj altında elektriksel özelliklerinin karakteristik değişimleri analiz edilmek üzere Cole-Cole diyagramları kullanıldı.

Çalışmada kullanılan numuneler, şeritlerin en kusursuz kısımlarından alındı. Amorf alaşım $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeritleri 20 mm genişliğinde, 50 mm uzunluğunda ve 20 μ m kalınlığındaydı. EIS dataları üç elektrotlu PARSTAT 2273 model empedans analizörü kullanılarak elde edildi. AC empedans A K0235 model flat cell kullanılarak iletildi.

Metalik camın empedans davranışı, elektriksel eşdeğer devre ile modellendi. Eşdeğer devre, indüktör içermeyen direnç ve kapasitörden oluşan bir RC devresi olarak düşünüldü. İletkenlik spektrumu bir DC düzlüğü ve bir dağınık bölge ortaya çıkardı. Bu durum "Bir Enerji Bariyerinden Zıplama ile Özdeşleşmiş İletkenlik Modeli" (CBH) ile açıklandı.

ELECTRICAL CHARACTERIZATION OF Fe₇₈Si₉B₁₃ METAL GLASS FILM WITH ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY

SUMMARY

Key Words : Metallic glass, Impedance, Conductivity

Electrochemical Impedance Spectroscopic studies were carried out on Fe₇₈Si₉B₁₃ system at room temperature in the frequency range from 1 kHz to 1 MHz. Cole–Cole plots are used to analyze the characteristic changes of electrical properties under DC Bias voltage.

The sample which was used in the experiments were taken from the best part of the ribbons. Amorphous alloy Fe₇₈Si₉B₁₃ ribbons were 20 mm width, 50 mm length and 20 μm thickness. The EIS data were collected using a PARSTAT 2273 system with a three electrode configuration. A K0235 model flat cell was used conductivity was determined by AC impedance.

The impedance behaviour of the metallic glass is modeled by an equivalent electrical circuit. We show that there exists a class of mechanisms involving adsorption reactions that must have an RC equivalent circuit, a circuit with resistors and capacitors but no inductors. The conductance spectrum reveals a DC plateau and a dispersive region that suggest Correlated Barrier Hopping (CBH) mechanism.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Cam, günlük yaşam içerisinde ne kadar sıradan bir malzeme gibi görünse de bilim dünyası için önemini, gizemini ve geliştirilme çabalarını halen korumaya devam etmektedir.

Princeton Üniversitesi kimyacıları, sıvı bir maddenin katı hale dönüştürülmek üzere ne kadar hızla soğutulduğuna bağlı olarak camın her seferinde farklı bir şekilde oluştuğunu söylemektedirler. Princeton ekibinden Sal Torquato “Camlar, bütün maddelerden oluşturulabilir.” demektedir. Moleküllerin birbiriyle etkileşim biçimleri, onları sıvılarla katılar arasında bir yere koymakla birlikte üreticilerin yararlanacağı türden özellikler kazandırıyor. Sözelimi, baş kısmı metalik camdan yapılmış bir golf sopası, topun daha uzağa gitmesini sağlayabilir [1].

Benzer çabalar Beijing Fizik Enstitüsünde de görülmektedir. Wei Hua Wang ve ekibince geliştirilen bir malzeme oda sıcaklığında bir metalin sertliğine, dayanıklılığına ve elektrik geçirgenliğine sahipken ısıtılıp 68 °C'e geldiğinde sıkılıp yoğurulabilecek ve şekil verilebilecek bir malzeme haline geliyor. Wang'ın seryum, alüminyum ve bakırdan meydana getirdiği çok az da niobyum içeren amorf malzemesi cama geçiş sıcaklığının düşüklüğü ve kristalleşmeye karşı direnciyle birleşince çok farklı kullanım alanları için ideal hale geliyor [2].

Bu güncel örneklerden de anlaşılacağı gibi, çalışma metalik camlar ya da bilim çevrelerindeki yaygın adıyla metglasslar üzerine geliştirildi. Metalik camlar içerisinde % 78 demir, % 9 silisyum ve % 13 bordan oluşan ($Fe_{78}Si_9B_{13}$) metalik cam ve bunun elektriksel özelliklerinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi yöntemiyle incelenmesi, çalışmanın ana çerçevesini oluşturuyor.

Ayrıntılara geçmeden önce çalışma konusu malzemenin de içinde bulunduğu “metalik cam” grubundan biraz bahsetmek uygun olur. Bu nedenle ikinci bölümde metalik camların tanımı, özellikleri, üretim teknikleri ve çalışmaların ilk başladığı 1930’lardan bugüne gelişim süreci anlatılmaktadır.

Üçüncü bölümde bugüne dek $Fe_{78}Si_9B_{13}$ için yapılmış ölçüm çalışmalarından yayınlanmış makalelerden ve bu çalışmalarda edinilen sonuçlardan bahsedilmektedir.

Dördüncü bölümde, çalışmada kullanılan elektrokimyasal empedans spektroskopi yönteminin teorisi ve çalışmanın deneysel süreci anlatılmaktadır.

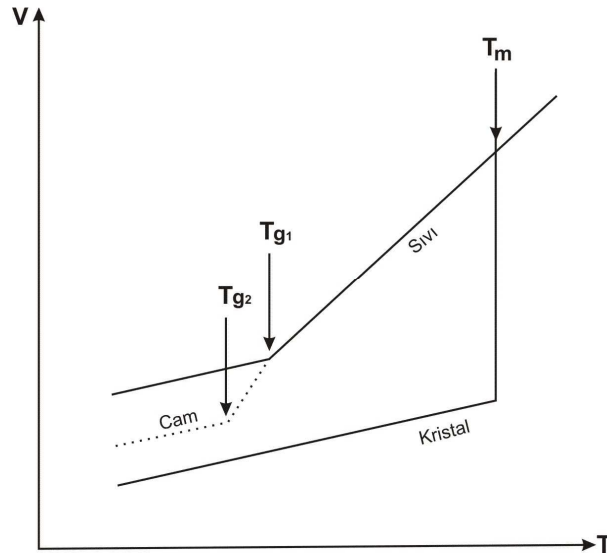
Beşinci bölümde deney sürecinde elde edilen verilerin empedans çalışması, RC devre çalışması ve iletkenlik çalışmasının sonuçları değerlendirilmektedir.

Altıncı ve son bölümde ise, sonuçlar ve öneriler yer almaktadır.

BÖLÜM 2. METALİK CAMLARIN TANIMI, ÖZELLİKLERİ, ÜRETİM TEKNİKLERİ VE TARİHİ GELİŞİMİ

2.1. Metalik Camlarının Tanımı Ve Özellikleri

Metalik cam, adından da anlaşılacağı gibi metalle cam arasında, makro boyutta metale, mikro boyutta ise cama daha yakın bir malzemedir. Metaller gibi kristal yapıya sahip olmaması ya da başka bir deyişle, camlar gibi amorf yapıya sahip olması onun yapısal anlamda cam olarak kabul edilmesine neden olmaktadır. Pek çok üretim metodu olmasına rağmen tüm bu metotların temel mantığı, sıvı biçimdeki metal alaşımını, kristal yapı oluşumuna izin vermeyecek bir hızla katılaştırma işlemidir. Yapının amorf durumda kalması için çok sayıda alaşım elementinden oluştukları da bilinir. Eriyik durumdaki metal alaşımını 10^5 - 10^{10} K/s'lik bir hızla soğutulursa düzensiz yapıda katılırlar. Bu camsı yapı, yarı kararlı fazdadır.



Şekil 2.1. Sıvı, cam ve katı fazlar için, hacmin sıcaklıkla değişimi [3]

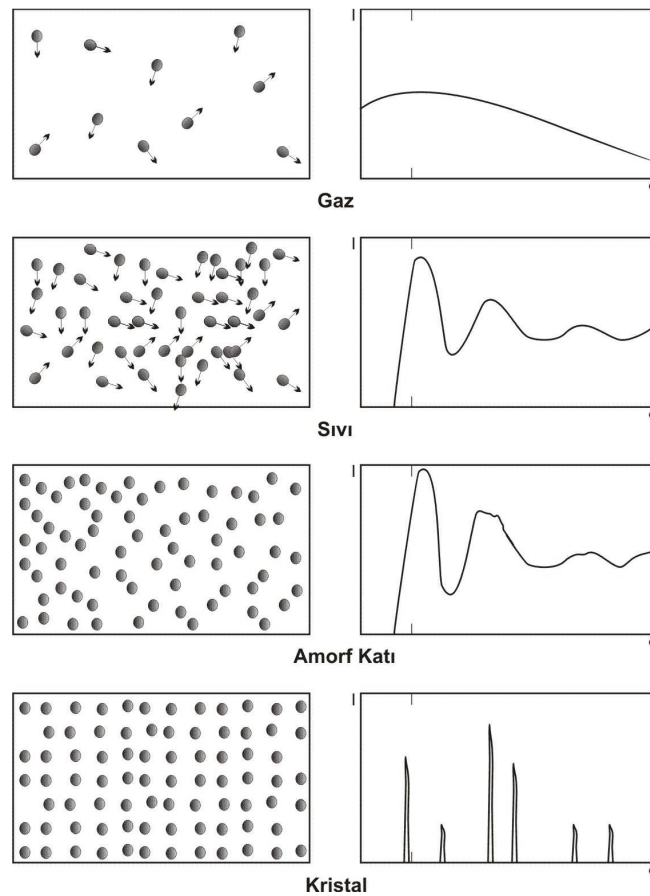
Şekil 2.1 incelendiğinde, metalik camın, sıvı faz ile kristal faz arasında bir ara faz bölgesine düştüğü görülür. Ergimiş metal alaşım normal yollardan katılaştırılırsa, ergime sıcaklığı T_m 'de eriyiğin hacminde bir süreksizlik gözlenir. Kristallenme, T_m 'nin altında oluşmazsa, hızlı soğutulmuş metalin hacmi daha da azalır. T_{g1} sıcaklığı ile T_{g2} arasında soğuma hızı daha da artırılırsa bu durumda yapı camsı amorf karakterde kalır. Yalnızca cam geçiş sıcaklıklarının altındaki bölgelerde metalik cam yapısından bahsetmek mümkündür. T_g 'de eriyiğin yapı bakımından durulma süresi, soğuma hızından daha uzun olduğu için eriyik düzensiz yapıda katılaştır. Dolayısıyla düzensiz yapı meydana gelir. Metalik camın yapısı "tamamen düzensizdir" denilemez çünkü atomlar arasında kimyasal bağlar olmak zorundadır.

Tablo 2.1. Metalik camlar ile kristal yapı malzemelerin karşılaştırılması [3]

ÖZELLİK	METALİK CAM	KRİSTAL ALAŞIM
Yapı	Amorf	Kristal
Bağ	Metalik	Metalik
Akma Dayanımı	Yüksek	Düşük
Sertlik	Yüksek	Düşük
Kırılma	Sünek	Sünek
Kırılma Dayanımı	Yüksek	Yüksek
Korozyon Direnci	Yüksek	Düşük
Optik Özellik	Opak	Opak
Elektriksel İletkenlik	Yüksek	Yüksek
Manyetik Özellik	Manyetik	Para-Ferro Manyetik

Güntherodt'un 1985 yılında yaptığı çalışmalar sonucu oluşturduğu tabloda metalik camlarla, kristal alaşımlar arasında kapsamlı bir karşılaştırma yapılmıştır. (Tablo 2.1) Bu tablodan da görüleceği üzere kristal alaşımla metalik camların her ikisinin de bağ yapılarının metalik olması nedeniyle, kırılmaya karşı dayanıklılıkları yüksek ve kırılma yapıları sünektir. Böylece bu yapısal benzerlik her ikisinin de elektriksel iletkenliklerinin yüksek olmasını sağlar. Optiksel açıdan iki grup malzemenin de

opak olması ise, bu metalik bağ yapısına sahip ancak amorf olan metalik cam grubu malzemenin camsı yapı sayılmasına neden olur. Metalik camlar, manyetik, mekanik ve elektriksel özelliklerinden dolayı teknolojiye tercih edilen bir malzeme grubudur. Mekanik açıdan düşünüldüğünde, dayanıklı ve işlenmesi kolay malzemelerdir. Yüksek doyum indüksiyonu, yüksek permeabilitesi ve düşük histerizis kayıpları da tercih edilme nedenlerindedir. Diğer bir önemli özelliği de yüksek elektriksel direncidir ki, bu özellik AC çalışmalarında çok istenen bir özelliktir. Camsı yapı belli bir periyodikliğe sahip değildir ve doğrultulara göre farklılıklar gösterir. 1978 yılında Chaudhari ve Turnbull tarafından gerçekleştirilen gaz, sıvı, amorf ve kristal yapı katımın X-ışınları analizi, desenlerin birbirinden oldukça büyük farklılıklar taşıdığını göstermektedir.



Şekil 2.2. Gaz, sıvı, amorf ve kristal yapı katımın X-ışını deney sonuçlarından elde edilmiş $I(\theta)$ şiddet piklerinin ve atomik pozisyonlarının şematik gösterimi [3]

Şekil 2.2 incelendiğinde; gazların X-ışını incelemesinde şiddet pikinin ortaya çıkmadığı görülür. Bu, gazlarda atomlar arası mesafenin çok büyük olmasından kaynaklanır. Sıvı ve amorf katıların X-ışını analizinde pikler olmasına rağmen çok keskin değildir. Komşu atomlar arasında küçük açı saçılmalarından kaynaklanan geniş pikler oluşur. Oysa kristal yapı katıda keskin Bragg pikleri gözlenmektedir. Her bir pik farklı bir periyodikliği, bu şekilde de kristalin uzun mesafeli düzenli yapısının olduğunu gösterir [3].

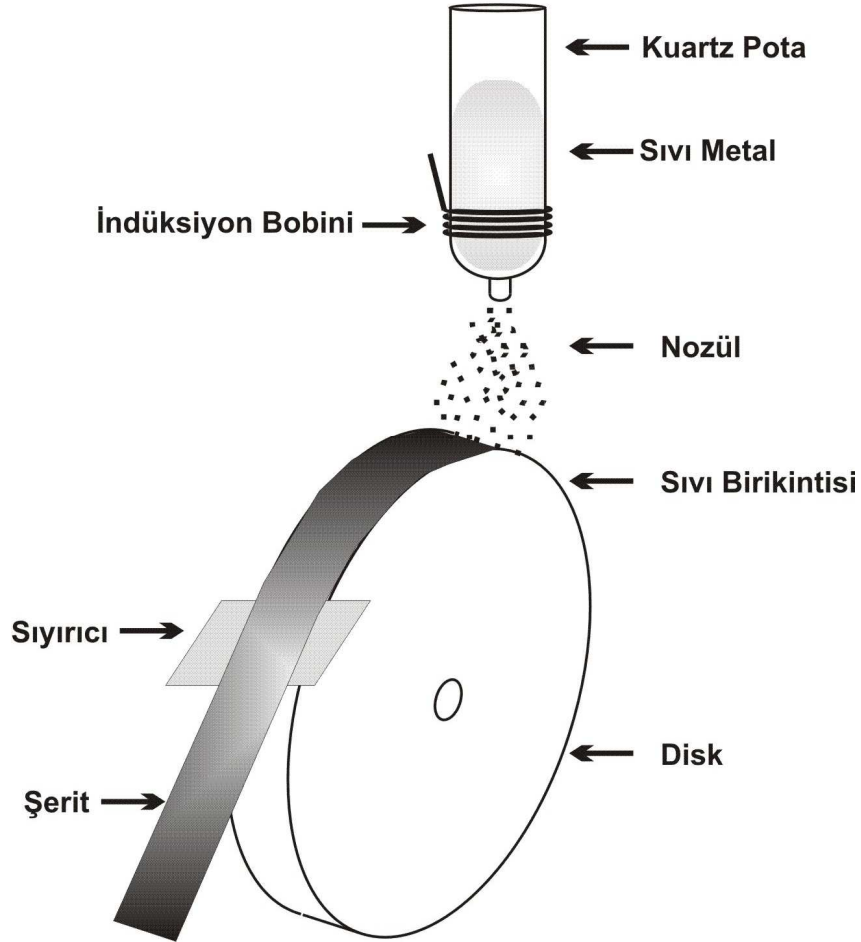
2.2. Metalik Cam Üretim Teknikleri

Metalik camın tanımından ve özelliklerinden bahsederken vurgulandığı gibi, üretimde temel olay, hızlı katılaştırma. Bunun haricinde mekanik alaşımlama, öğütme, lazer ve elektron ile bombardıman metodu gibi teknikler de kullanılır. Ancak bu üretim teknikleri yaygın değildir. Bu teknikler atomik yapıyı ve atom dizilişini bozduğu için metalik cam üretimi konusunda literatüre girmiştir. Ancak ekonomik ve seri üretime uygun olmamalarından dolayı tercih edilmezler. Bu nedenle bu bölümde yalnızca katılaştırma tekniklerinden bahsedilecek.

2.2.1. Soğuk dönen disk metodları

Sıvı Metal Savurma ve Düzlemsel Akışlı Döküm olmak üzere iki farklı metodun genel adıdır. Bu metodlar, üretim şekilleri neredeyse aynı olmasına rağmen eriyiğin disk yüzeyine akma mesafesi farklı olduğu için iki farklı adla anılırlar.

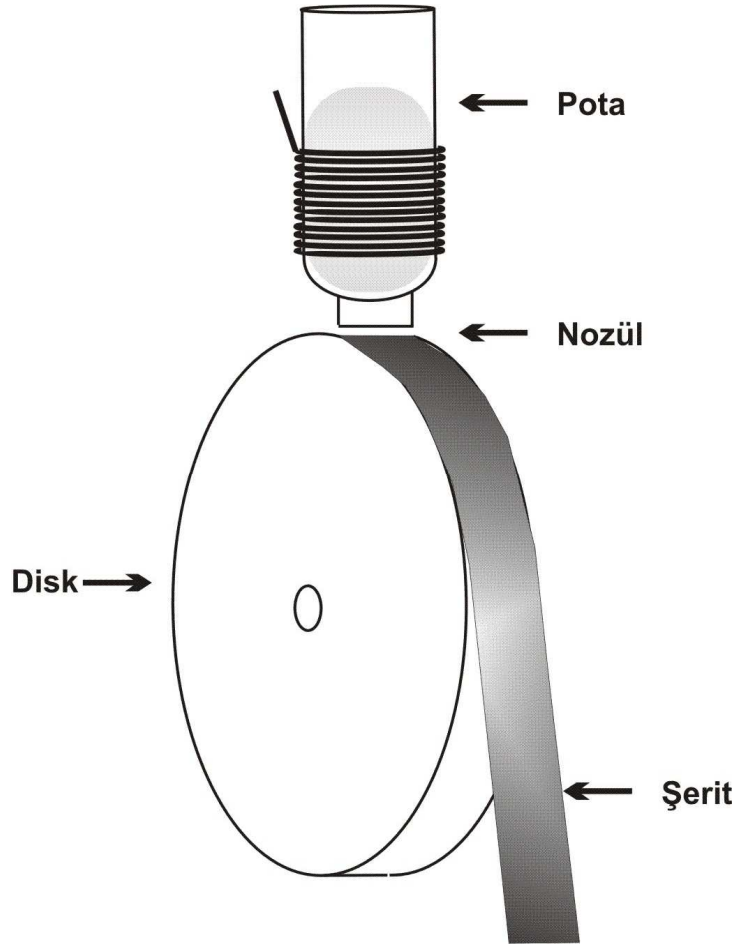
2.2.1.1. Sıvı metal savurma metodu



Şekil 2.3. Sıvı metal savurma metodu

Bu yöntemde sıvı metal içinde eritildiği potada bulunan bir delikten belirli açılarla soğuk disk üzerine püskürtülür. Bu eriyik yüzeye yayılarak soğuk yüzeyin etkisiyle aniden ince şerit halinde soğur. Üretilen malzemenin kalitesi, potanın tasarımı, deliğin çapı, sıvının akış hızı, eritme şekli, disk dönme hızı gibi özelliklere bağlıdır. Soğuma hızı 10^5 - 10^7 K/s arasında değişmektedir. Metodun dezavantajı, potanın uç kısmının zaman zaman tıkanması yüzünden akış hızının istikrarlı olmaması ve çok dar şeritler elde edilebilmesidir. Bu dezavantajları yüzünden metod geliştirilmiş ve ortaya “Düzlemsel Akışlı Döküm Metodu” çıkmıştır [3].

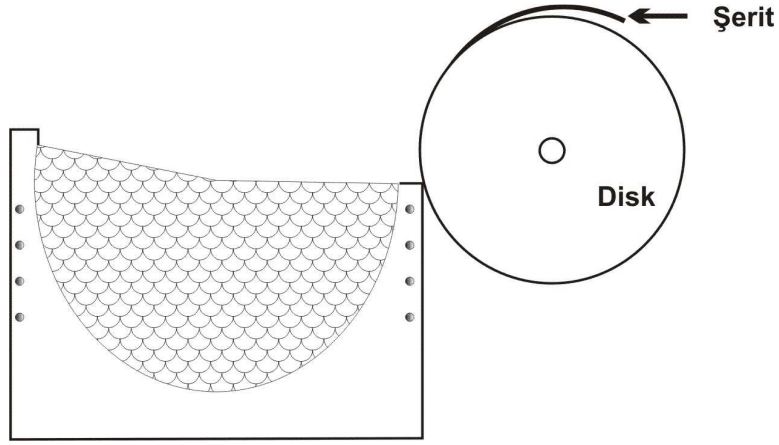
2.2.1.2. Düzlemsel akışlı döküm metodu



Şekil 2.4. Düzlemsel akışlı döküm metodu

Sıvı Metal Savurma metodunda yaşanan dezavantajlar göz önüne alınarak geliştirilmiş bir metoddur. İşleyiş mantığı bu metodla aynıdır. Farklarına bakılacak olursa, metal eriyiği yüksek frekanslı indüksiyon fırınında hazırlanır. Sıvı metal disk yüzeyine bir delikten değil dikdörtgen bir yarıktan sürücü kuvvet etkisiyle akıtılır. Potanın uç kısmı dikdörtgen olduğundan istenilen genişlikte şerit elde edilebilir. Ayrıca pota disk yüzeyine yakın olduğu için akış hızının kontrolü daha kolaydır. Böylece diğer yöntemin aksine şeritte sabit bir kalınlık, sabit genişlik ve sabit soğuma hızı sağlanabilmektedir. Bu metod endüstriyel çalışmalarda en çok tercih edilen yöntemdir [3].

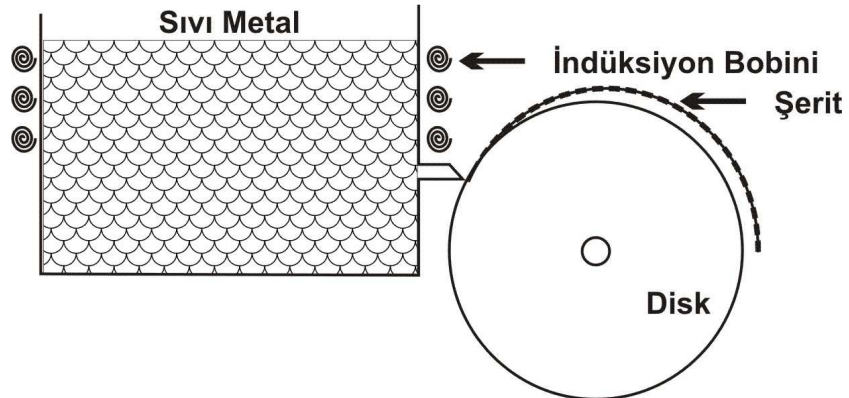
2.2.2. Sıvı metal çekme metodu



Şekil 2.5. Sıvı metal çekme metodu

Bu metod ile geniş şeritler elde etmek mümkündür. Ancak bu metotta Düzlemsel Akışlı Döküm Metodundan farklı olarak metal eriyiğinin akışı gaz basıncı etkisiyle değil, yerçekimiyle sağlanmaktadır. Metodun dezavantajı ise, şerit genişliğini sabit tutmanın güçlüğüdür [3].

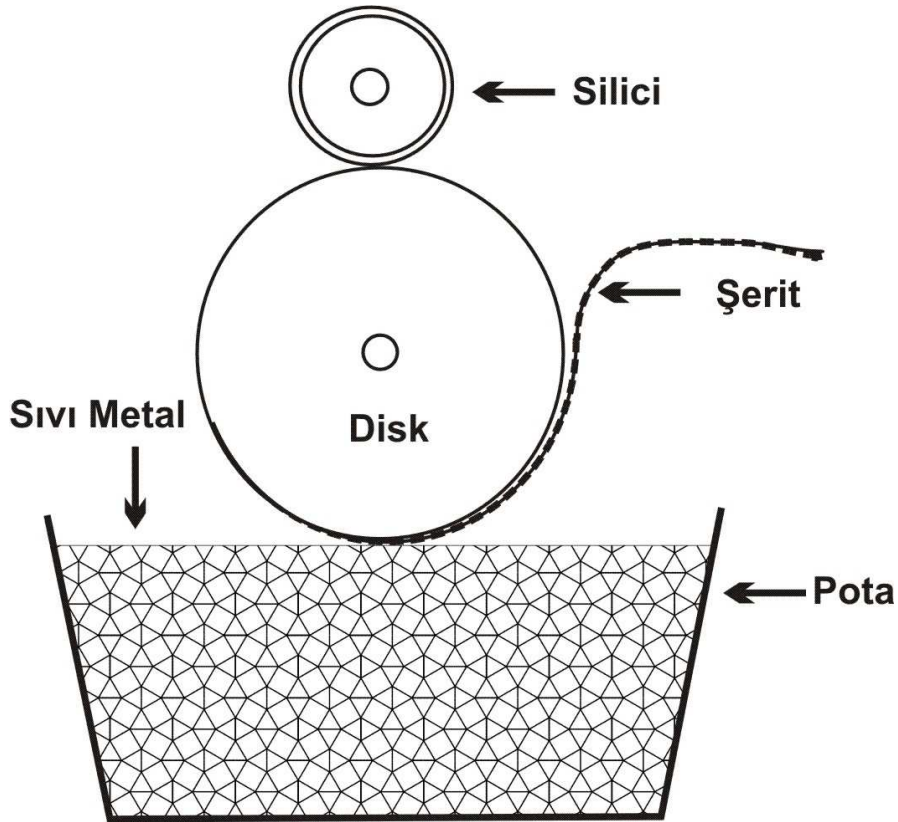
2.2.3. Sıvı metal üstten akıtma metodu



Şekil 2.6. Sıvı metal üstten akıtma metodu

Bu metod Sıvı Metal Çekme Metoduna benzemektedir. Metal eriyik disk yüzeyine kontrollü bir şekilde taşırılır. Eritme işlemi yine indüksiyon ile gerçekleştirilir. Soğuma hızı bunda da disk soğumasına ve dönme hızına bağlıdır [3].

2.2.4. Sıvı metal fırlatma metodu



Şekil 2.7. Sıvı metal fırlatma metodu

Bu metotta eritilen metal, bir havuzda toplanır. Diğer metotlardan farklı olarak bu metotta üretim, metal eriyiğine soğuk disk yaklaştırılarak yapılır. Düzenekte pota bulunmaz. Metal eriyiğin olduğu havuza dönen disk yaklaştırılır ve temas böyle sağlanır. Bu metotta aynı genişlikte ve kalınlıkta şerit üretmek çok zordur [3].

2.3. Metalik Camların Tarihi Gelişimi

Metalik cam üretimi, güncel bir bilimsel gelişme olarak tanımlanmasına karşın bu çalışmalarla ilgili ilk duyularımız 1930'lara kadar uzanır. 1930 yılında metalik cam üretimi Brill ile anılmaktaydı. Bundan sonra 1934 yılında Kramer, metalik cam üretmeye çalıştı.

İlk metalik cam 1957 yılında $Au_{80}Si_{20}$ alaşımından Pol Duwez tarafından Caltech'te üretildi. Bu ve diğer ilk metalik cam alaşımları kristal yapı oluşumunu önlemek için son derece hızla (10^6 K/s) soğutulmak zorundaydı. Bunun bir sonucu olarak metalik camların sahip olacağı formula ilgili pek çok kısıtlama vardı. Alaşımı planlanan sürede soğutabilmek için katı formun kalınlığı en fazla 100 mikrometre ile sınırlandı. Bu sınırlar dahilinde malzeme şerit, metal yaprak ya da tel formunda üretiliyordu.

1969 yılında % 77.5 paladyum, % 6 bakır ve % 16.5 silisyum alaşımının kristal oluşumunu önleyen kritik soğutma oranının 100 K/s ile 1000 K/s aralığında olduğu bulundu.

1976 yılında H. Lieberman ve C. Graham, süper soğutmalı hızlı bir çıkırıktaki amorf metali ince şeritler halinde imal etmek için yeni bir metod geliştirdi. 1980'lerin başlarında ticari kullanıma sunulan ve "Metglass" olarak bilinen bu malzeme demir, nikel, fosfor ve bor alaşımıydı. Bu çalışma dahilinde üretilen Metglass-2605 % 80 demir ve % 20 bordan oluşur. 373 °C Curie sıcaklığına ve oda sıcaklığında 125.7 militesla magnetizasyona sahiptir.

1980'lerin başlarında metalik cam külçeler üretilmeye başlandı. % 55 Paladyum, % 22.5 grafit, % 22.5 antimondan oluşan alaşımdan 5 mm çapında metalik cam külçe üretildi.

1988'de lantanyum, alüminyum ve bakır alaşımlarının daha yüksek oranda cama dönüşme eğilimli alaşımlar olduğu tesbit edildi. 1990'larda saniyede 1 K'lık soğutmayla birkaç cm'lik kalınlığa sahip camlar oluşturan alaşımlar bulundu.

1992'de Caltech'te ilk ticari amorf alařım üretildi. % 41.2 Zr, % 13.8 Ti, % 12.5 Cu, % 10 Ni ve % 22.5 Be'dan oluřan Vitreloy 1, NASA Enerji departmanının "atmosfer dıřı yeni malzemeler" alıřmasının bir parasıydı. Bunu daha farklı malzemeler izledi.

2004 yılında biri Oak Ridge Ulusal Laboratuvarı, dięeri Virjinya Üniversitesi olmak üzere iki grup, bulk metali, amorf elięe dönüřtürmeyi bařardı. Oda sıcaklığında manyetik olmayan malzeme geleneksel elikten ok daha kuvvetliydi.

Son yıllarda bütün dünyada metalik camlar ve özellikleri hakkında birok bilimsel toplantılar, konferanslar düzenlenmekte ve makaleler yayınlanmaktadır [4].

BÖLÜM 3. Fe₇₈Si₉B₁₃ İLE İLGİLİ YAPILMIŞ LİTERATÜR ÇALIŞMALARI

3.1. Fe₇₈Si₉B₁₃ ile İlgili Çalışmalara Genel Bakış

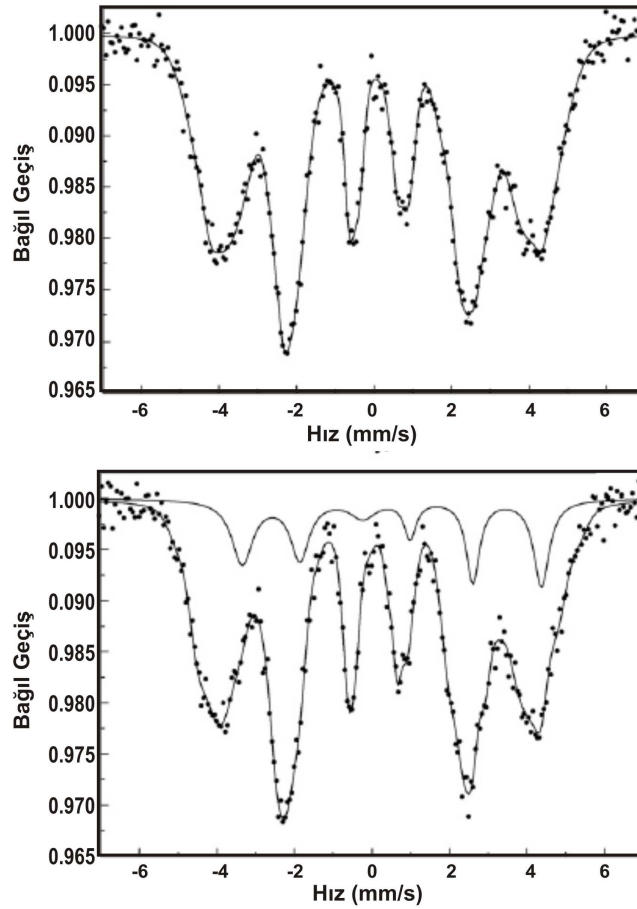
Çalışmanın bu kısmına kadar metalik cam malzeme grubu hakkında genel bilgiler verilmekle birlikte bundan sonraki kısımda Fe₇₈Si₉B₁₃ metalik camı üzerinde durulacaktır.

Fe₇₈Si₉B₁₃, üretiminden bu yana fizik, kimya ve malzeme bilimiyle uğraşan pek çok bilim adamı ve araştırma grubunun ilgisini çekmekle beraber bu konuda yayınlanan makale ve diğer çalışmalara bakıldığında araştırmaların daha çok, malzemenin manyetik, optik ve yapısal özellikleri ile ilgili olduğu görülmektedir.

3.1.1. Amorf metal alaşımı Fe₇₈Si₉B₁₃'ün düşük frekanslı manyetik alanda davranışı

Bu çalışmada 10-40 Hz aralığındaki düşük frekanslı manyetik alanın amorf metal alaşımının mikro yapısı ve manyetik özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmaktadır. Uygulama süresi, 180-300 saniye arasında değiştirilerek işlem sonucu gerçekleşen ısı artışı, kızılötesi termometre ile ölçülür. Örneklerin kristalizasyonu ve mikro yapısı Mössbauer Spektroskopisi ve TEM ile incelenerek manyetik özellikleri AGM ile belirlenir.

Çalışmanın sonucunda Fe₇₈Si₉B₁₃ alaşımı, düşük frekanslı manyetik alanda, düşük sıcaklıkta gerçekleşen tek fazlı kristalizasyon gösterir. Nanokristal içermeye, alaşımın kalan fazında görülür. Düşük frekanslı manyetik alanın amorf alaşımların manyetik özelliklerini geliştirdiği sonucuna varılır [5].

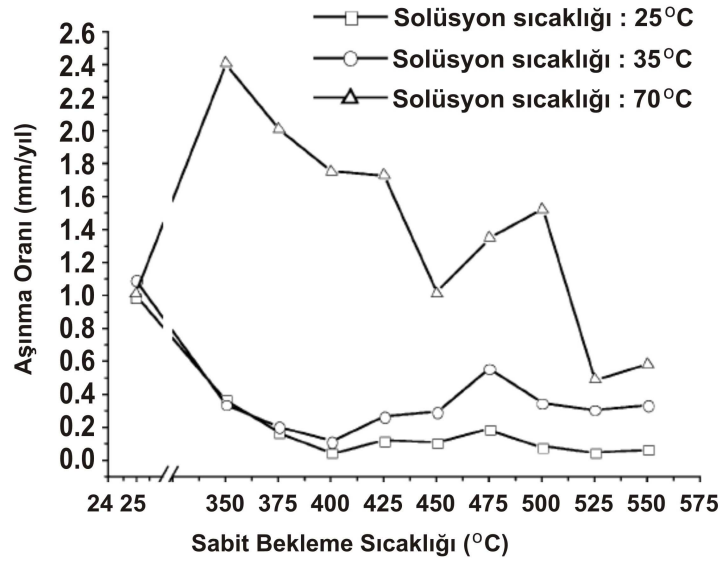
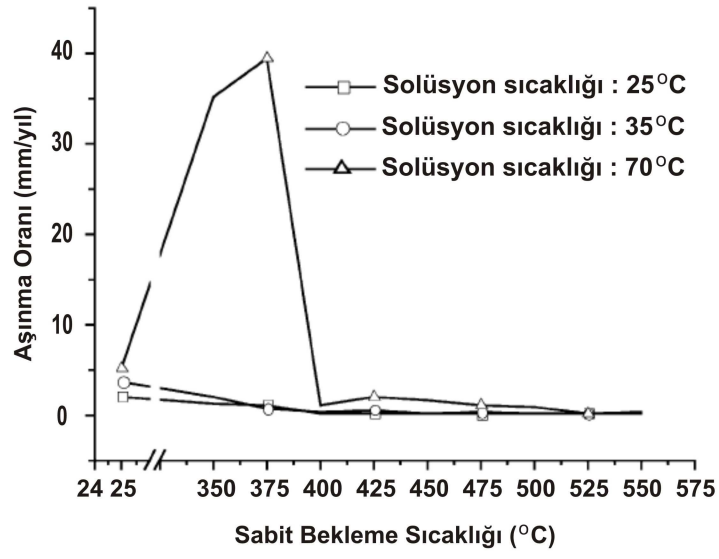


Şekil 3.1. Amorf metal alaşımı $Fe_{78}Si_9B_{13}$ 'ün, manyetik alan uygulanmasından önceki ve sonraki Mössbauer Spektroskopisi [5]

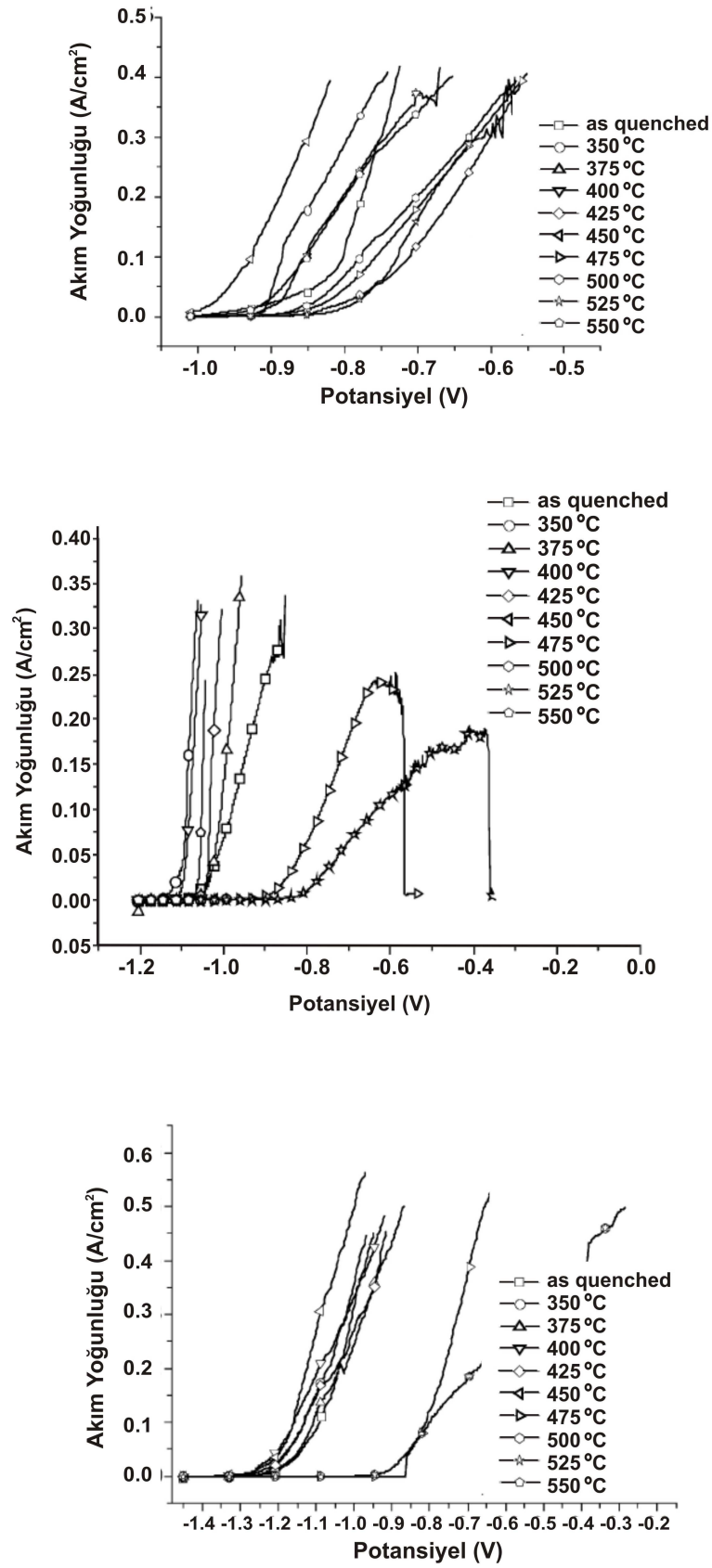
3.1.2. $Fe_{78}Si_9B_{13}$ alaşımının sülfat ve klorid çözeltisinde elektrokimyasal davranışı

Bu çalışmada $Fe_{78}Si_9B_{13}$ 'ün elektrokimyasal korozyon davranışı farklı çözeltilerde karşılaştırmalı olarak incelenmektedir. Alaşımın 0.5 M Na_2SO_4 ve 0.5 M $NaCl$ solüsyonlarından oluşan aşındırıcı ortamdaki davranışı 20 °C, 35 °C ve 70 °C'de elektrokimyasal tekniklerle sınınmaktadır.

Çalışmanın sonucunda $Fe_{78}Si_9B_{13}$ alaşımının relaksasyon yapısı maddenin aşınma oranında azalmaya neden olur. Buna rağmen yapının hem klorid hem de sülfat çözeltisinde aşınma oranı 70 °C'de artar. 500 °C'den 550 °C'ye kadar değişen ısılarda alaşımın kısmî kristalizasyonu, amorf alaşımın önceki oranıyla karşılaştırıldığında aşınma sürecini hızlandırmada herhangi bir katkı sağlamaz [6].



Şekil 3.2. Farklı sıcaklıklarda 0.5 M Na₂SO₄ içinde elde edilen Fe₇₈Si₉B₁₃ alaşımının korozyon oranı ve sıcaklığa bağımlılığı [6]

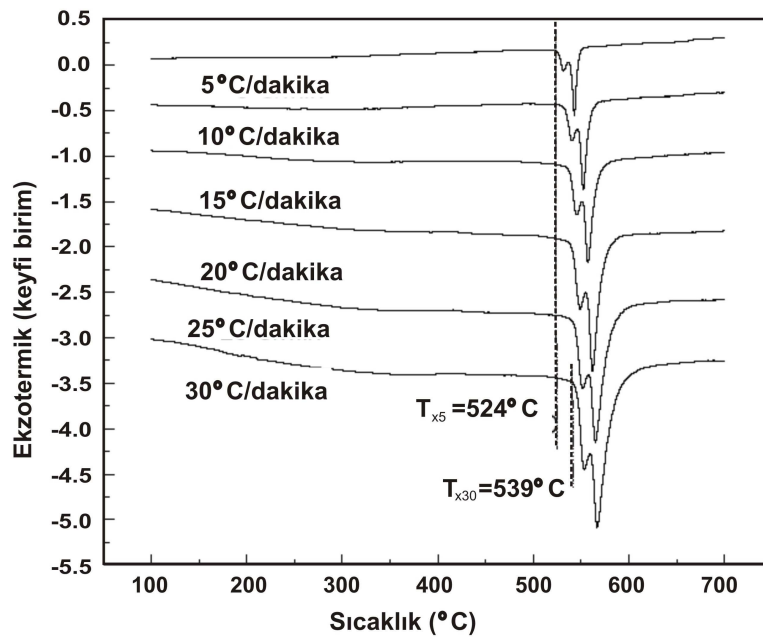


Şekil 3.3. 0.5 M Na₂SO₄ çözeltisi içinde Fe₇₈Si₉B₁₃ alaşımının 350-550 °C'de sıcaklık davranışı ve as-quenchede karşı gelen potansiyedinamik polarizasyon eğrisi [6]

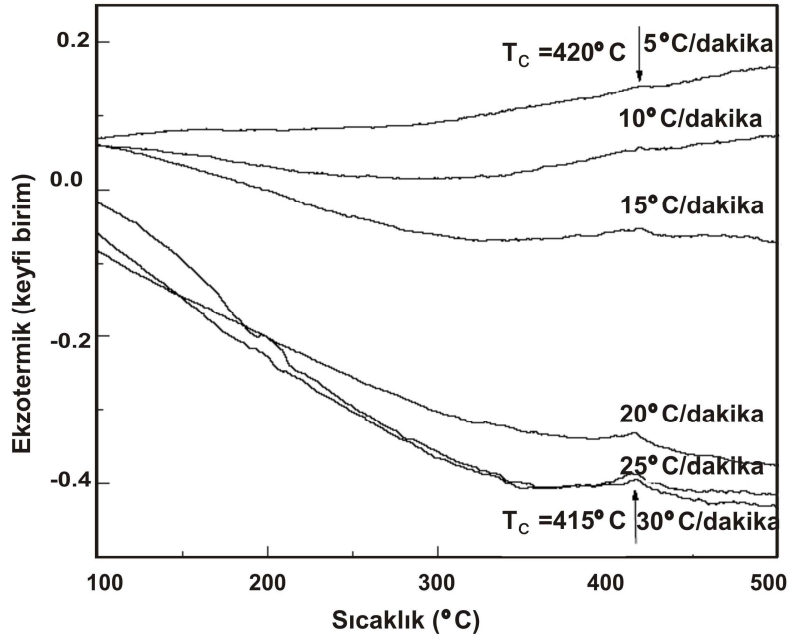
3.1.3. Amorf $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeridinin ısı artışı ve akım uygulamasında meydana gelen yapısal değişiklik

Bu çalışmada $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeridinin örnekleri farklı esnek baskılar altında izotermik bir şekilde ısıtılmış ve soğutulmuştur. Aynı örnekler ısı arttırma, DSC ve XRD metodları kullanılarak da incelenmiştir.

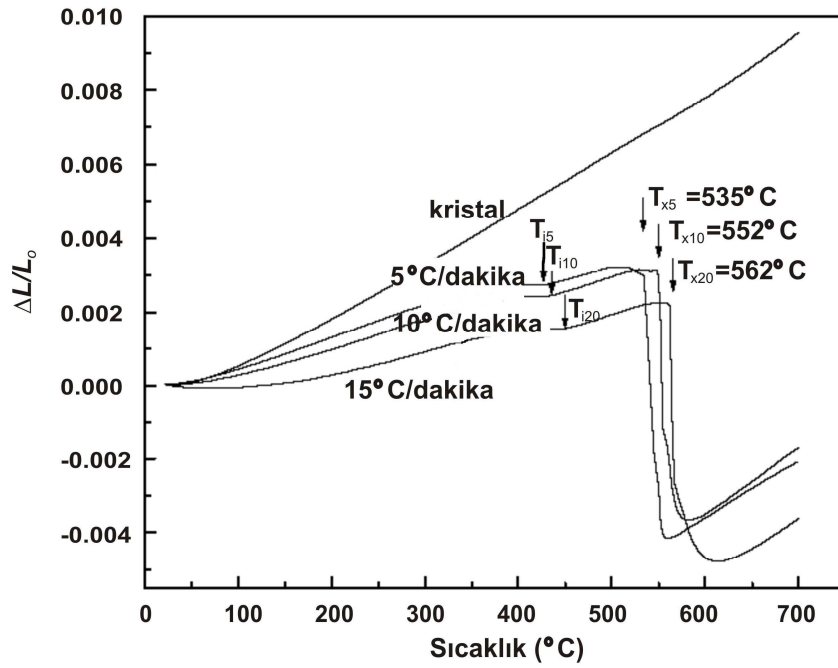
Çalışmanın sonucunda amorf $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeridinde akım ve ısı artışı ile 430 °C civarında yapısal değişim gözlenir. Esnek baskılı, ısıtılıp soğutulan XRD örnekleri ile baskısız örnekler karşılaştırıldığında esnek baskının kristalizasyonu etkilediği görülür [7].



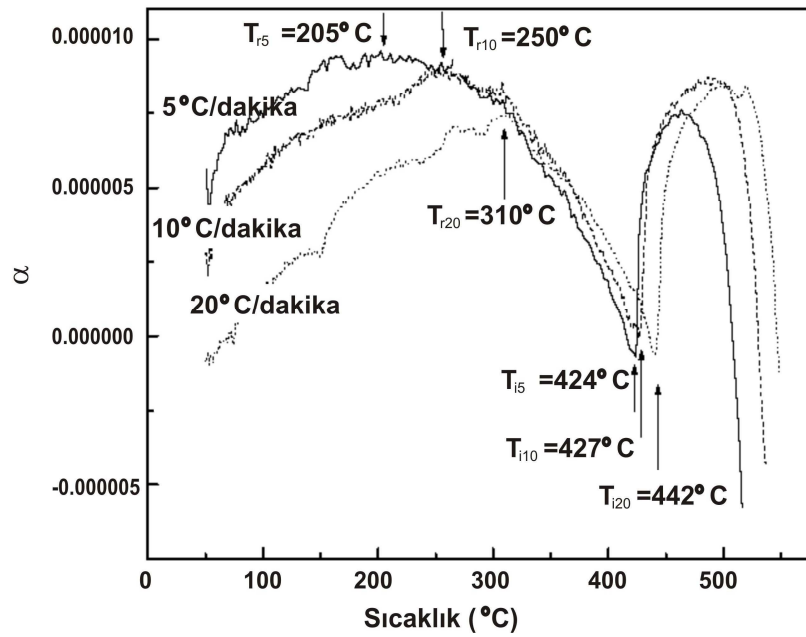
Şekil 3.4. Farklı sıcaklıklarda ölçülen amorf $Fe_{78}Si_9B_{13}$ as-quenched şeritlerinin DSC termogramı [7]



Şekil 3.5. Farklı sıcaklıklarda ölçülen amorf $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ as-quenched şeritlerine ait DSC termogramının sol tarafı [7]



Şekil 3.6. Farklı sıcaklıklarda ölçülen amorf $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ as-quenched şeritlerinin termal genişleme eğrileri [7]



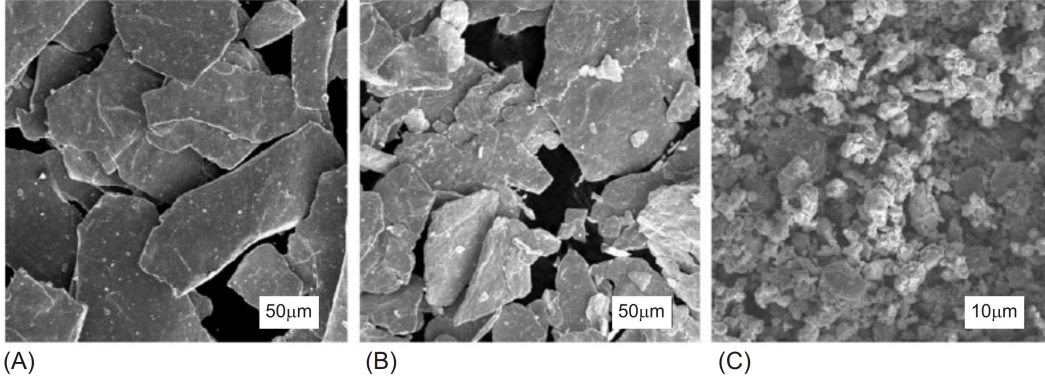
Şekil 3.7. Farklı sıcaklıklarda ölçülen amorf $Fe_{78}Si_9B_{13}$ as-quenched şeritlerinin termal genişleme katsayıları [7]

3.1.4. $Fe_{78}Si_9B_{13}$ toz parçacıkları içeren nanokompozit polimerlerin ferromagnetik özellikleri

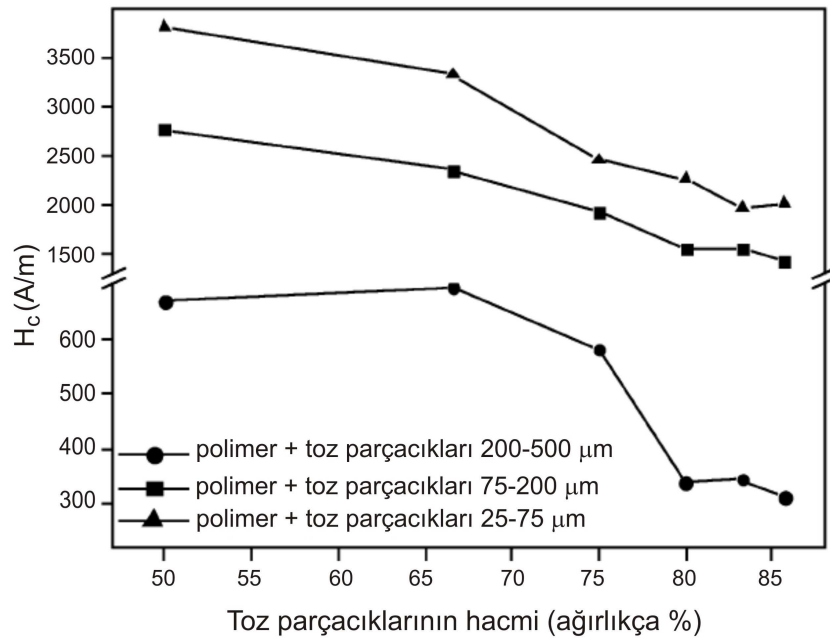
Bu çalışmada, amorf $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeritleri yüksek enerjili küre şeklindeki öğütücü içerisinde öğütülüp, elde edilen metalik tozlar bir elekten geçirilmiş ve sonra bir saat süre ile 773 K'de, argon atmosferinde nanokristal durumuna getirmek ve öğütme sürecinin sebep olduğu baskıyı azaltmak için bekletilmiştir. Toz parçacıkları toroidal çekirdekler elde etmek için silikon polimerle karıştırılmıştır. Polimerleştirme işlemi, 500 A/m manyetik alan içerisinde yapılarak, metalik tozların manyetik özellikler üzerindeki etkisi araştırılmıştır.

Çalışmanın sonucunda; parça ölçüsü artarsa tozun dayanıklılığı ve bileşik çekirdekler artar. Aynı zamanda polimer bileşiklerin yumuşak manyetik özellikleri kontrol edilebilir ve bileşikteki toz kütlesine, toz parçacıklarının şekline, ölçüsüne ve bileşikteki yönüne bağlıdır. Bu toz parçacıklarının 773 K'de bir saat süreyle argon atmosferinde bekletilmesiyle elde edilen toz halinde bulunan iki fazlı yapı manyetik özellikler açısından idealdir. Metalik toz oranının silikon polimerden fazla olduğu

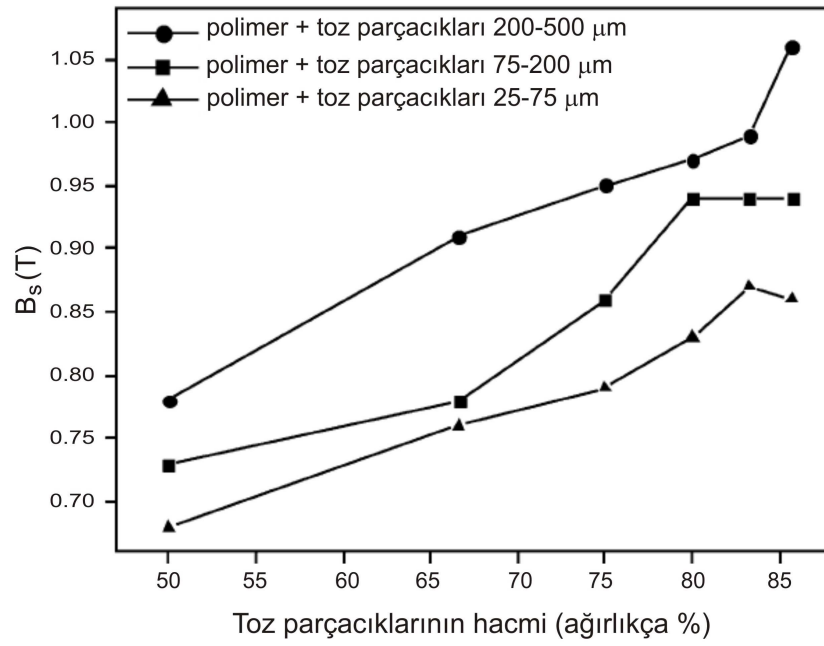
durumda oluşan bileşik çekirdeklerin manyetik açıdan daha güçlü olduğu anlaşılır. En iyi sonuçlar % 85.7 toz içeren bileşik çekirdeklere görülür [8].



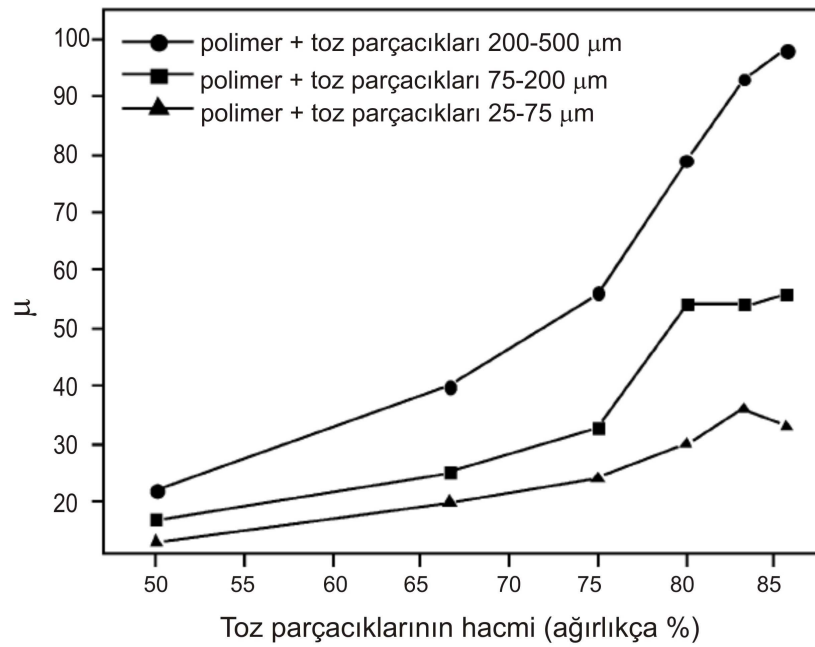
Şekil 3.8. $Fe_{78}Si_9B_{13}$ elenmiş tozlarının A) 200-500 μm B) 75-200 μm C) 25-75 μm aralıklarında çekilmiş SEM fotoğrafları [8]



Şekil 3.9. Bileşik çekirdeklerin ters çevirici alanda toz taneciklerinin hacminin etkisi [8]



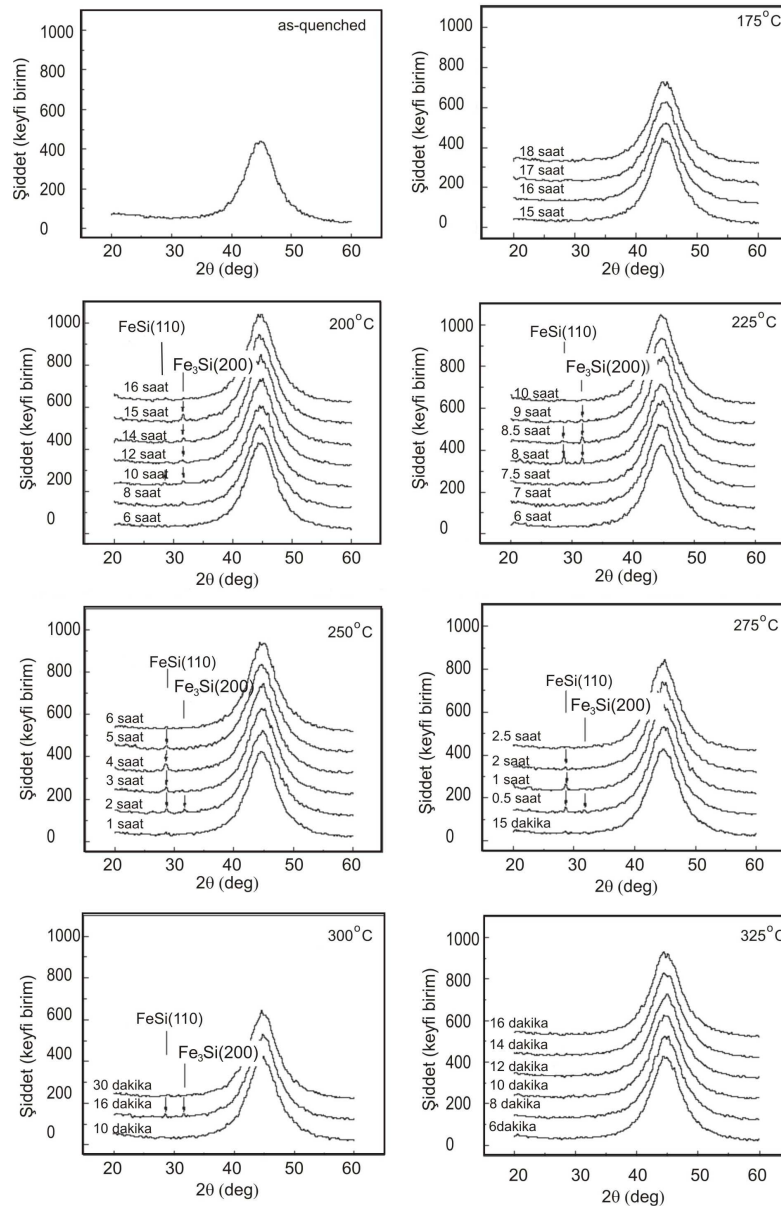
Şekil 3.10. Bileşik çekirdeklerin doyum indüksiyonunda toz taneciklerinin hacminin etkisi [8]



Şekil 3.11. Bileşik çekirdeklerin manyetik geçirgenliğinde toz taneciklerinin hacminin etkisi [8]

3.1.5. Amorf $Fe_{78}Si_9B_{13}$ 'ün farklı sabit sıcaklıklarda bekletilme sürecindeki durumu

Bu çalışmada, amorf $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeritleri kristalleşme derecesine kadar çeşitli sıcaklıklarda bekletilip, şeritteki faz dizisi ve kırılma kanalı oluşumundaki etkisi bekletilme süresince XRD ve SEM metodları kullanılarak incelenmiştir.



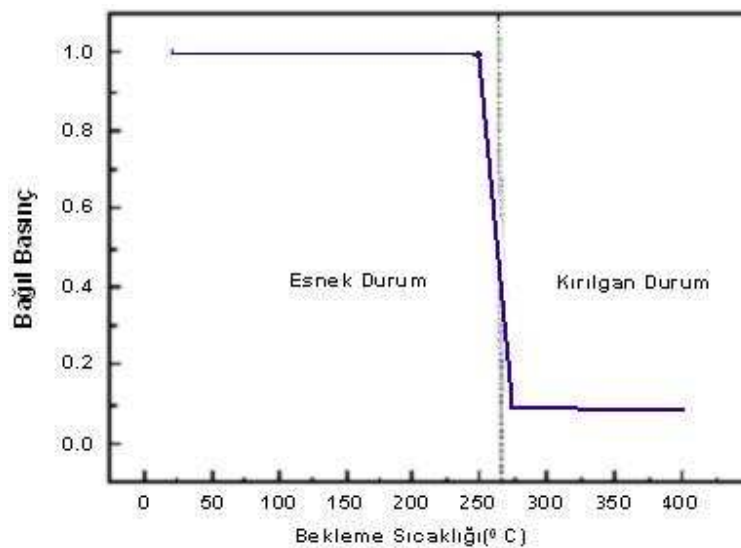
Şekil 3.12. Farklı soğutma süreçlerinde bekletilen amorf $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeritlerinin XRD desenleri [9]

Çalışmanın sonucu, Fe_3Si ve $FeSi$ dizili yapılarının $200\text{ }^{\circ}C$ - $300\text{ }^{\circ}C$ arasında 15 dakikadan 15 saate kadar değişen sürede belirdiğini gösterir. Düşük ısı uygulaması boyunca demirle ilgili bileşenlerin ömrü yüksek ısıdakinden daha uzundur. Bununla birlikte LTR boyunca Fe_3Si 'nin ömrü $FeSi$ 'den daha uzunken HTR süresince çok daha kısadır. Daha detaylı $FeSi$ 'nin oluşum zamanı, $Fe_{78}Si_9B_{13}$ zincirinde kırılkan kanal oluşumunun kritik zamanına yakındır [9].

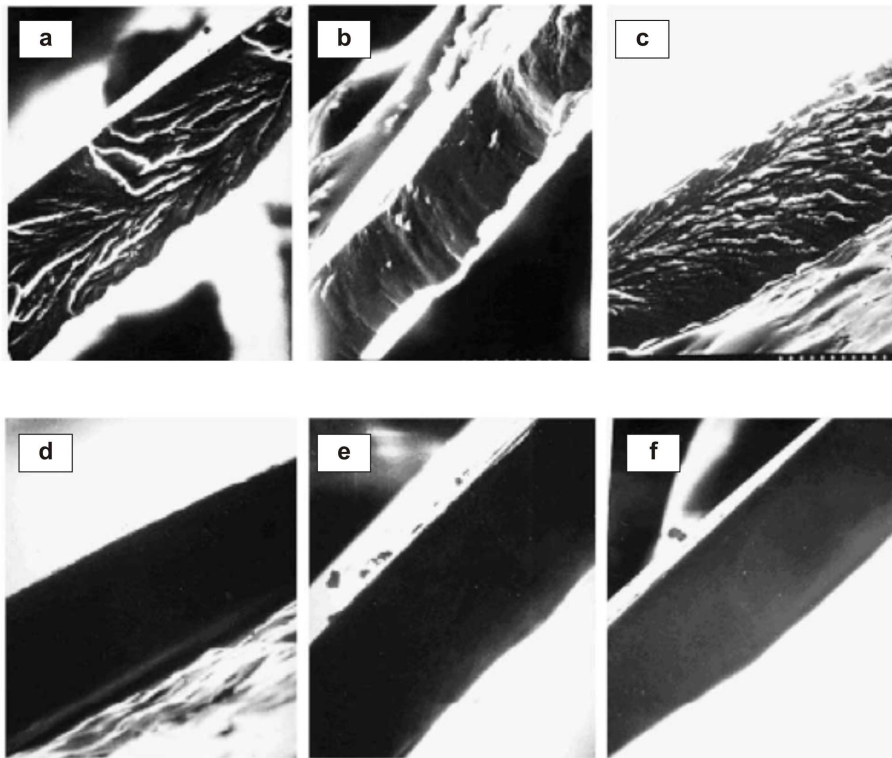
3.1.6. Sabit sıcaklıkta bekletilme sürecinde $Fe_{78}Si_9B_{13}$ amorf malzemesinin kırılkanlığa geçişi

Bu çalışmada, $Fe_{78}Si_9B_{13}$ zincirinin örnekleri kristalleşme derecesine kadar çeşitli sıcaklıklarda bekletilerek eğme testi yapılmış ve numuneler XRD, DSC ve SEM kullanılarak çalışılmıştır.

Hem eğme testi hem de çatlak yüzeyler kırılkan kanallı dönüşümün $250^{\circ}C$ ile $275^{\circ}C$ arasında olduğunu gösterir. XRD tarafından görülen $FeSi$ yapısı bu sıcaklıklar arasında oluşur. Bu değerler dışına çıkıldığı zaman kaybolur. Araştırmalar $FeSi$ yapısının, şeridin kırılkan kanallı yapıya dönüşümünün kaynağı olduğunu gösterir [10].



Şekil 3.13. Soğutma sıcaklığı ve $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeridinin dış kenarının basınçla arasındaki ilişki [10]



Şekil 3.14. Gerilme baskısı uygulayarak kırılan amorf $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeritlerinin kırılma yüzeylerinin SEM mikrografı

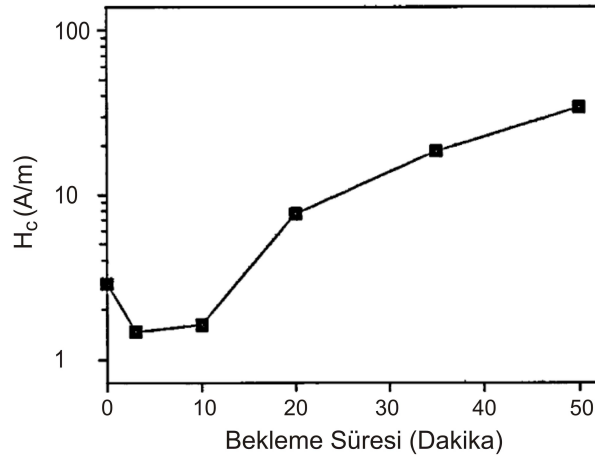
- i) Esnek durum : a) as-quenched b) 1 saat 200°C bekletilme durumunda c) 1 saat 250°C bekletilme durumunda
- ii) Kırılğan durum : d) 1 saat 275°C bekletilme durumunda e) 1 saat 300°C bekletilme durumunda f) 2 saat 250°C bekletilme durumunda [10]

3.1.7. Farklı sabit sıcaklıklarda bekletilen $Fe_{78}Si_9B_{13}$ metalik camının manyetik yapısında ve mikro yapısında meydana gelen değişimlerin gözlemlenmesi

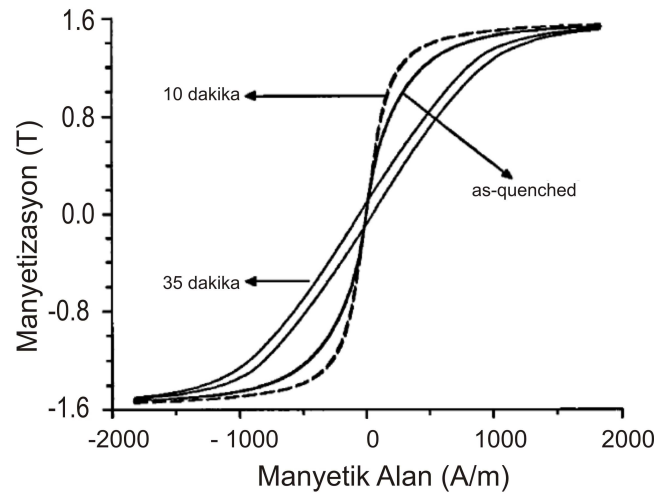
Bu çalışmada; metalik cam $Fe_{78}Si_9B_{13}$ 'ün manyetik ölçümleri DC manyetometre kullanılarak yapılmıştır. Örnekler izotermik bir şekilde 773 K'de bekletilerek her bir adım için uygun süre verilmiştir. Her adımda bekleme süresine karşılık gelen manyetik alan ve bu alana bağlı oluşan manyetizasyon eğrileri çizilmiştir. Bu sıcaklıkta oluşan en küçük manyetik alan 1.6 A/m olarak ölçülür.

Bu çalışma, standart termal bekletilme şartları altında, metalik camların domen yapısında gerçekleşen evrimin sistematik incelenmesini sağlar. Labirent alanlarının gelişimi yüzeysel kristalleşmenin başladığı andır. Çalışma aynı zamanda, ortaya

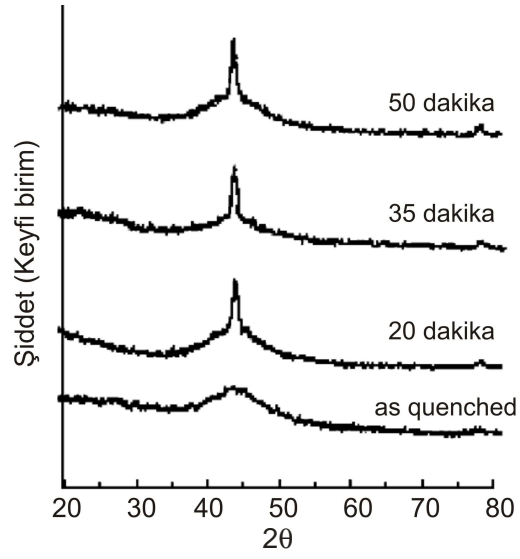
çıkan domen yapılarını direk gözlemlene fırsatı vererek kristalleşme aşamalarının metalik camların manyetik özelliklerine etkisini belirten diğer çalışmaları da destekler [11].



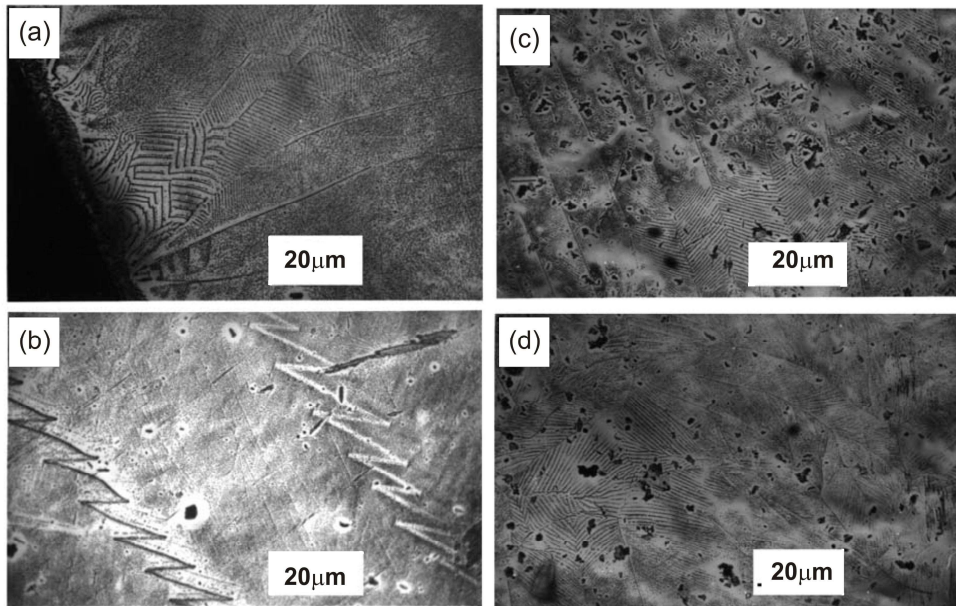
Şekil 3.15. METGLAS-2605 S2'nin 773K sabit sıcaklık altında bekletilme zamanına karşılık gelen H_c [11]



Şekil 3.16. 773K de bekletilen $Fe_{78}Si_9B_{13}$ örneğinin as-recieved M-H halkası [11]

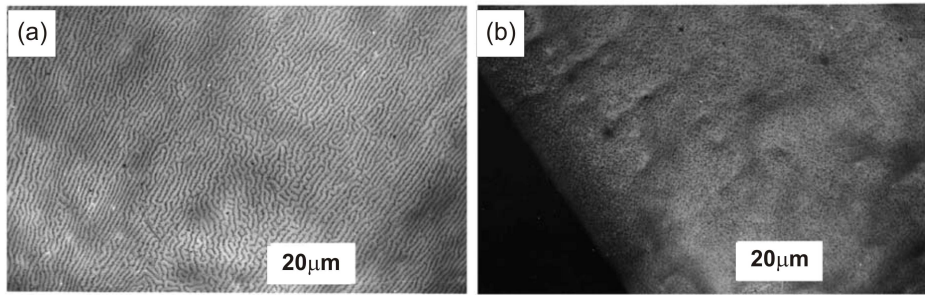


Şekil 3.17. 773K de bekletilen $Fe_{78}Si_9B_{13}$ örneğinin XRD desenleri [11]



Şekil 3.18. As-cast $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeritlerinin tipik domen resimleri

- a) sabit sıcaklıkta bekletme işlemi öncesi
- b) sabit sıcaklıkta bekletme işlemi öncesi
- c) 3 dakika sabit sıcaklıkta bekletme işleminden sonra
- d) 10 dakika sabit sıcaklıkta bekletme işleminden sonra [11]

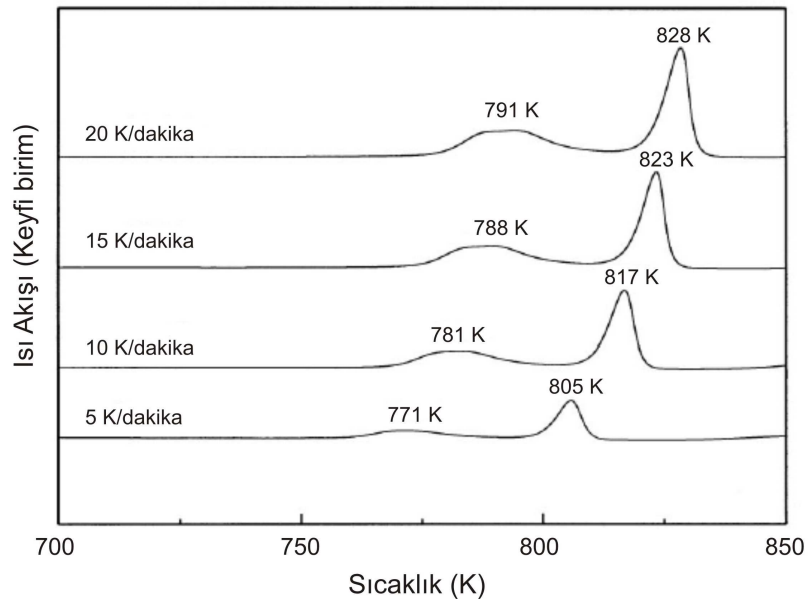


Şekil 3.19. 773K’de a) 35 dakika b) 50 dakika sabit sıcaklıkta bekletme işlemine tabî tutulan $Fe_{78}Si_9B_{13}$ metalik camının tipik manyetik domenleri [11]

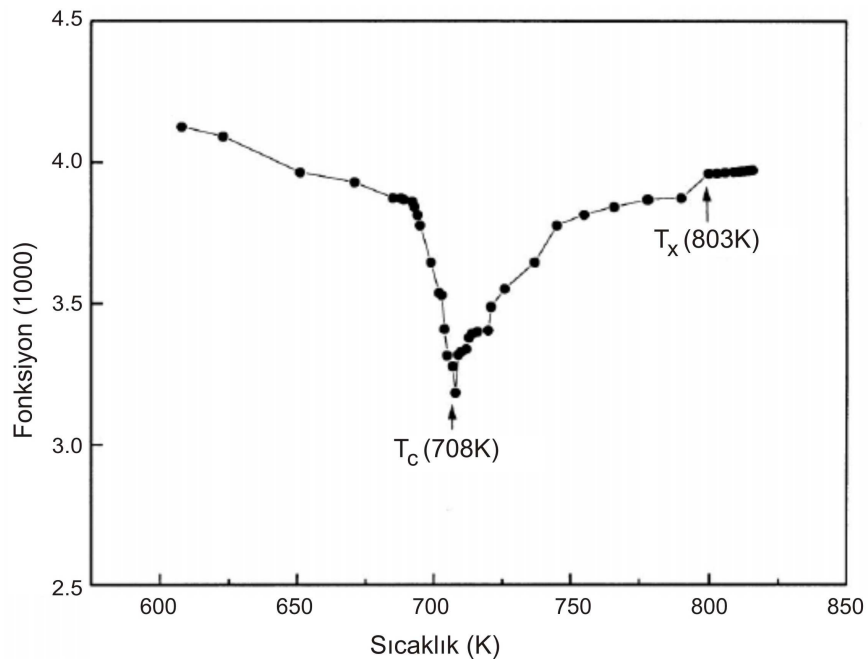
3.1.8 Amorf $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeritlerinin nanokristalizasyon davranışı ve manyetik özellikleri

Bu çalışmada, polikristal, farklı grain büyüklüklerine sahip demir-silisyum-bor alaşımları değişik kristalizasyon metodları kullanılarak başarılı bir şekilde hazırlanmıştır. Hazırlanan ferromanyetik $Fe_{78}Si_9B_{13}$ şeritlerinin amorf durumu TEM, XRD, MS, DSC ile incelenerek, hassas manyetik ölçümler yapılmıştır.

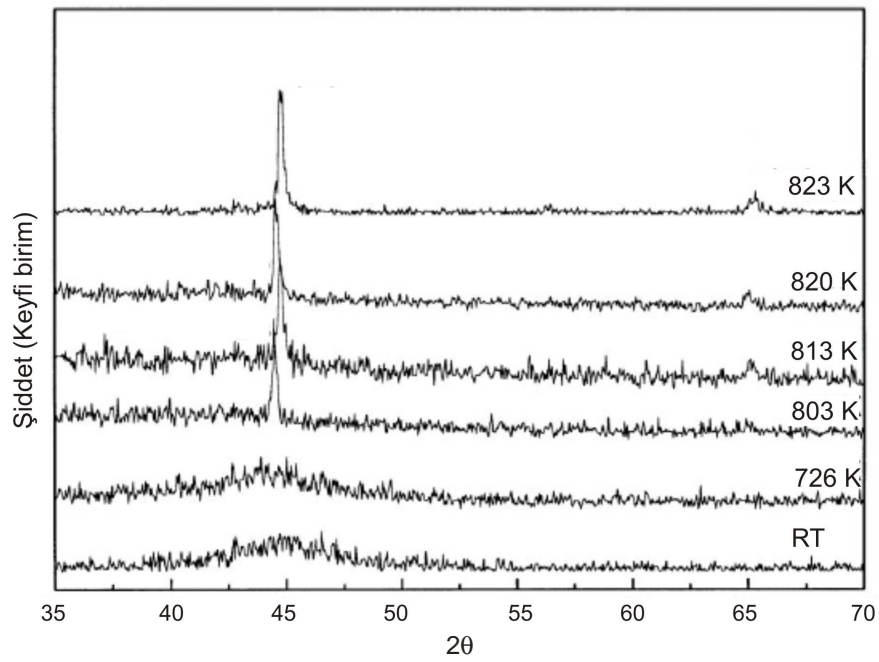
$Fe_{78}Si_9B_{13}$ amorf yapısının kristalizasyonu tamamlandıktan sonra iki temel faz gözlenir. DSC termal analizi ve MS kullanılarak Curie sıcaklığının ve kristalleşme derecesinin $T_c=708$ K ve $T_x=803$ K olduğu belirlenir. T_x değeri DSC ölçüm sonuçlarıyla uyumludur. Farklı bekletilme sıcaklıklarındaki Mössbauer Spektrumu karmaşık atom düzenlemelerinin sebebinin demir çevresindeki yapısal eşitsizlik olduğunu gösterir [12].



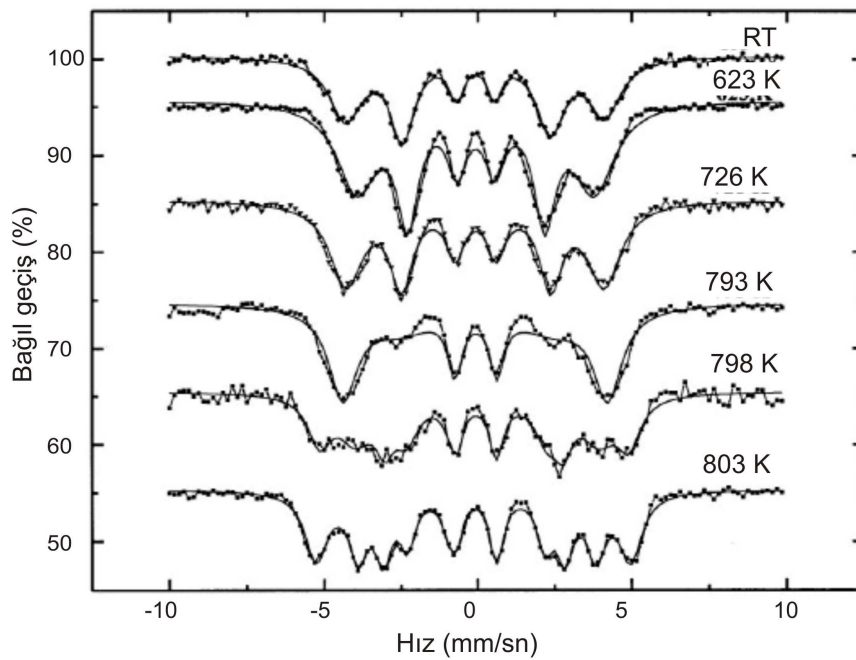
Şekil 3.20. Farklı ısıtma oranlarında Fe₇₈Si₉B₁₃ amorf şeritleri için DSC eğrileri [12]



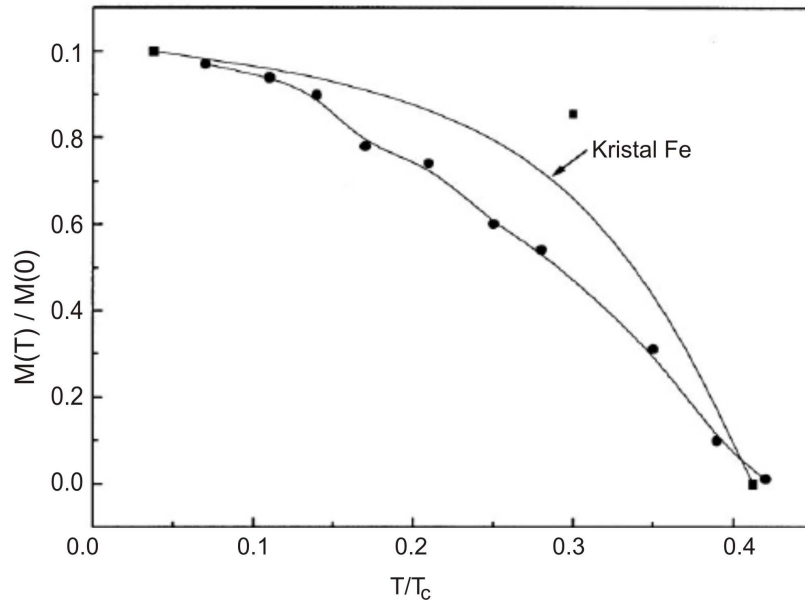
Şekil 3.21. 1K/min ısıtma oranı ve 0 Dopler hızında 10s için sıcaklığın fonksiyonunun ölçümü [12]



Şekil 3.22. Farklı bekleme sıcaklıklarından sonra Fe₇₈Si₉B₁₃ amorf şeritlerinin XRD desenleri [12]



Şekil 3.23. Çeşitli sıcaklıklarda Fe₇₈Si₉B₁₃ amorf şeritlerinin Mössbauer Spektrumu [12]

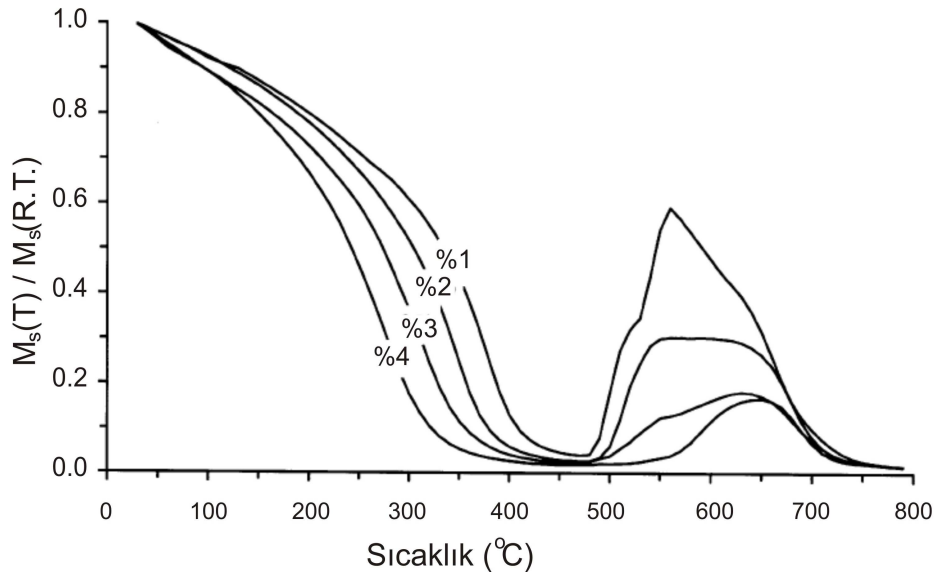


Şekil 3.24. Fe₇₈Si₉B₁₃ amorf şeridinin azaltılan sıcaklığa karşı azalan magnetizasyonu ve kristalizasyondan sonra oluşan kristalleşme fazları [12]

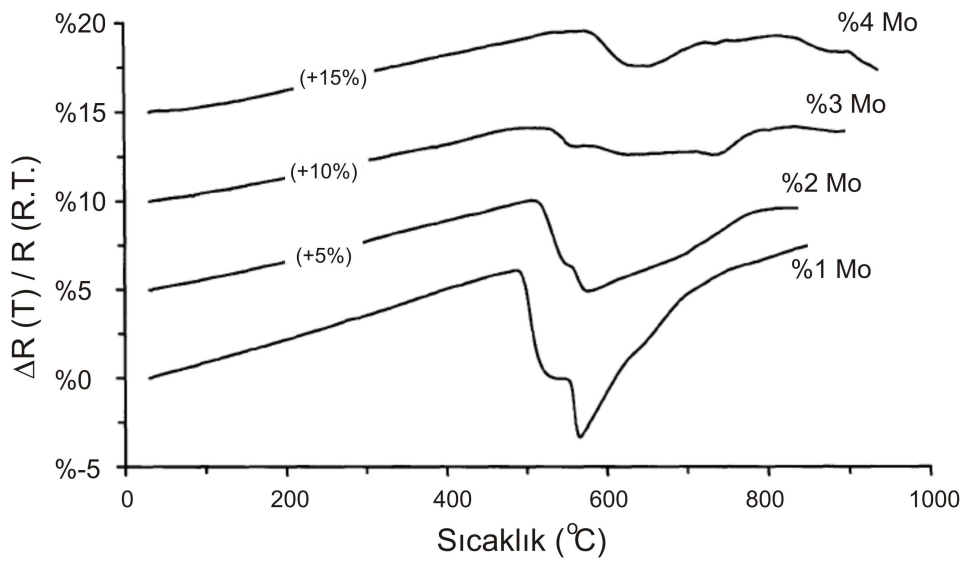
3.1.9. Fe_{78-x}Mo_xSi₉B₁₃ amorf alaşımlarının kristalizasyon çalışması

BU çalışmada, amorf Fe₇₈Si₉B₁₃ alaşımları içerisinde bulunan Fe atomlarının bir kısmının yerine Mo atomları yerleştirilerek elde edilen amorf alaşımların kristalleşme süreçleri araştırılmıştır.

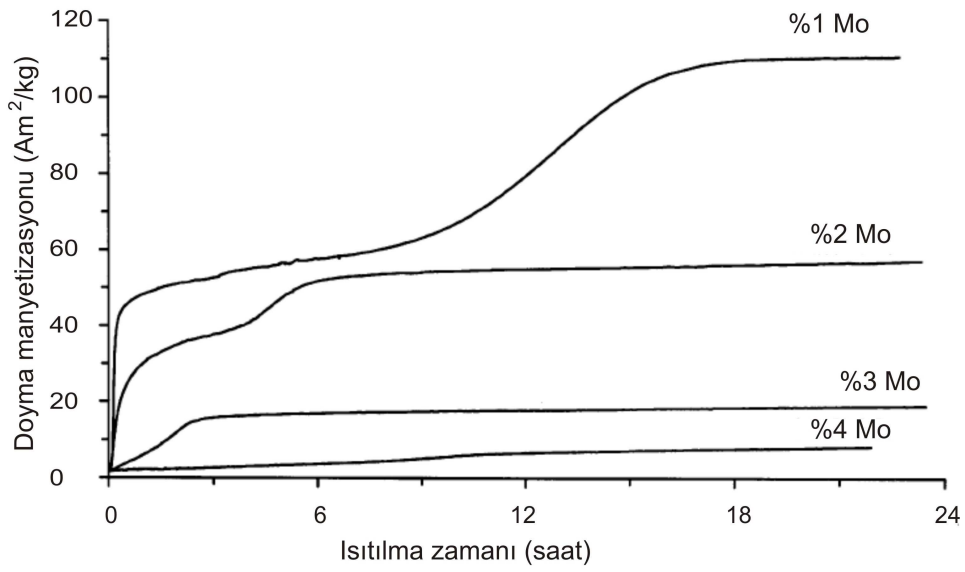
Mo karışımlarının Fe₇₈Si₉B₁₃ alaşımındaki varlığı sürecin yavaşlamasına neden oldu ve tüm prosedürü değiştirir. Kristalleşme 3 adımda tamamlanır. İlk ikisi boyunca BCC Fe[Si,Mo] ve BCT ya da ortorombik Fe₃[Si,Mo] fazları oluşur. Fe₃[Si,Mo] bileşiği yarı kararlıdır ve gelişimi boyunca Fe[Mo] BCC ve Fe₂B BCT parçalarına ayrılır. BCC Fe[Si,Mo] dendritleri ile karşılaştırıldığında [Fe,Mo]₃B'nin histerisizi bor atomlarının demir atomlarına oranına bağlıdır. İkincisi arttığında histerisizler iki etkinin aynı anda gerçekleştiği noktaya kadar azalır [13].



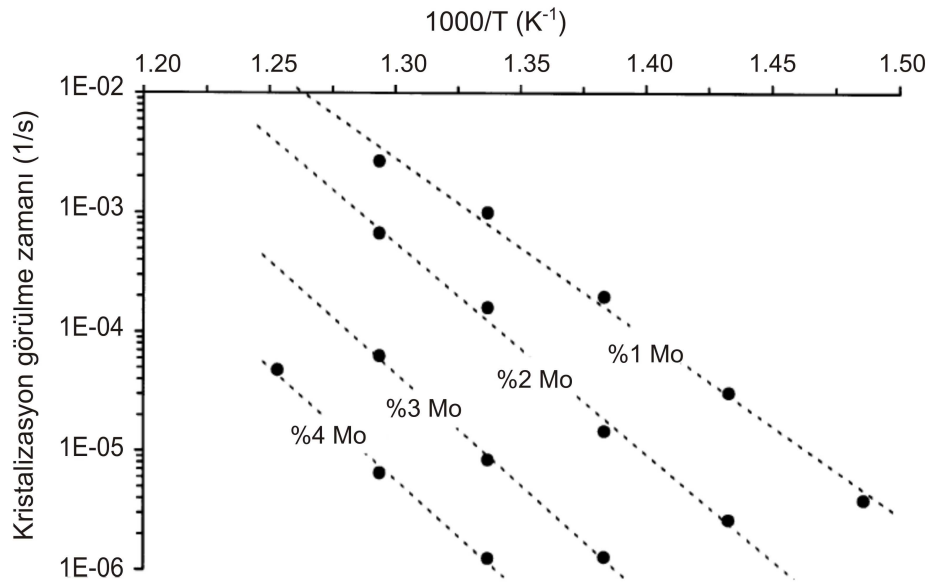
Şekil 3.25. Karışımın atomik konsantrasyonu ve sıcaklığın fonksiyonu olarak metal alaşımının azaltılan doyma manyetizasyonu [13]



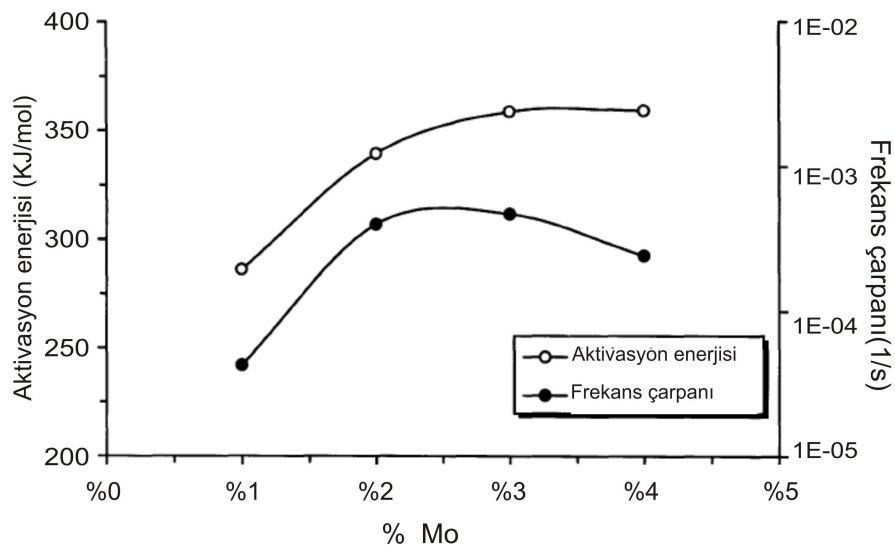
Şekil 3.26. Karışımın atomik konsantrasyonu ve sıcaklığın fonksiyonu olarak metal alaşımının elektriksel direncinin yüzde değişimi [13]



Şekil 3.27. 475°C de bekletilen metal alaşımlarının doyma manyetizasyonu [13]



Şekil 3.28. Çeşitli atomik konsantrasyonlarda Mo'in kristalleşme oranının sıcaklıkla değişimi [13]



Şekil 3.29. İlk kristalizasyonun aktivasyon enerjisi ve pro-exponansiyel sıklık faktörü [13]

BÖLÜM 4. Fe₇₈Si₉B₁₃ DENEYSEL SİSTEMİ VE ÖLÇME TEKNİĞİ

4.1. Elektrokimyasal Empedans Kavramı

Elektrik akımına karşı direnme tüm devre elemanlarının bir yeteneğidir. Ohm Kanunu, bu temel üzerine kurularak, direnci; voltajın akıma oranı olarak tanımlar.

$$R = \frac{E}{I} \quad (4.1)$$

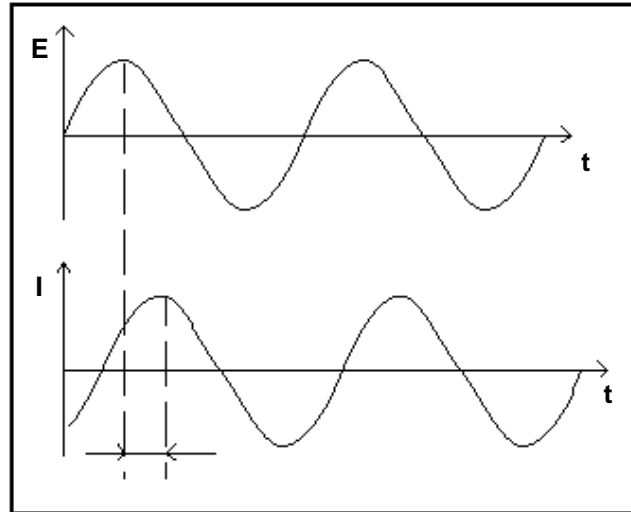
Her devre elemanına bir tür direnç gözü ile bakılabilir. İdeal bir direnç şu özelliklerle tanımlanır:

- Bütün akım ve voltaj değerlerinde Ohm Kanunuyla uyumludur.
- AC akım ve voltaj sinyali direnç üzerinde aynı fazdadır.

Gerçek dünya, çok daha fazla karmaşık davranışı sergileyen devre elemanları içerir. Bu elemanlar direncin basit düşüncesini geliştirmeyi gerektirir. Onun yerine daha genel bir devre parametresi olan empedans kullanılır. Direnç gibi empedans da, akıma direnme yeteneğinin bir ölçüsüdür. Dirençten farklı olarak empedans sınırsızdır.

Elektrokimyasal empedans genellikle, bir elektrokimyasal hücreye AC ya da DC potansiyel uygulanarak ve hücre boyunca akım ölçülerek elde edilir. Hücrenin bir sinüsoidal potansiyel ile uyarıldığı varsayılırsa; bu potansiyelle cevap, bir AC akım sinyali olur. Bu akım sinyali Fourier serisinin bir toplamı olarak analiz edilebilir [14].

Elektrokimyasal empedans normalde küçük bir uyarı sinyali kullanılarak ölçülür. Bu işlem hücrenin cevabının pseudo-çizgisel gelecek şekilde uygulanır. Çizgisel ya da pseudo-çizgisel sistemde bir sinüsoidal potansiyele cevap aynı frekansta ancak farklı fazda yine sinüsoidal olacaktır.



Şekil 4.1. Sinüsoidal bir sistemde sinüsoidal akım yanıtı

Uyarı sinyali zamanın bir fonksiyonu olarak şu şekilde ifade edilir:

$$E(t) = E_0 \cos(\omega t) \quad (4.2)$$

Çizgisel bir sistemde yanıt sinyali yine zamanın bir fonksiyonu olarak:

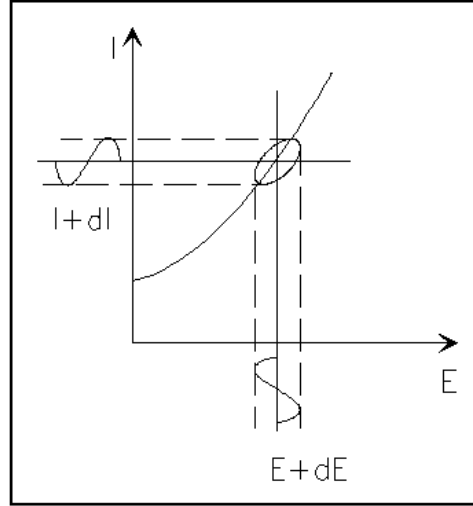
$$I(t) = I_0 \cos(\omega t - \phi) \quad (4.3)$$

şeklinde ifade edilir.

Ohm Kanununa benzer bir ifadeyle sistemin empedansı şu ifadeyle hesaplanabilir:

$$Z = \frac{E(t)}{I(t)} = \frac{E_0 \cos(\omega t)}{I_0 \cos(\omega t - \phi)} = Z_0 \frac{\cos(\omega t)}{\cos(\omega t - \phi)} \quad (4.4)$$

Bu ifadenin grafiğini çizilirse; ortaya bir kapalı eğri çıkar. Bu eğri ‐Lissajous Eğrisi‐ olarak adlandırılır. Lissajous eğrisinin osiloskoplar aracılığıyla çizimi, frekans analizörlerinin kullanılmaya başlanmasından önceki dönemde bir empedans ölçüm tekniğı olarak kabul edilmekteydi.



Şekil 4.2. Lissajous Eğrisi

$$\exp(j\phi) = \cos \phi + j \sin \phi \quad (4.5)$$

şeklindeki Euler denklemini kullanarak,

$$E(t) = E_0 \exp(j\omega t) \quad (4.6)$$

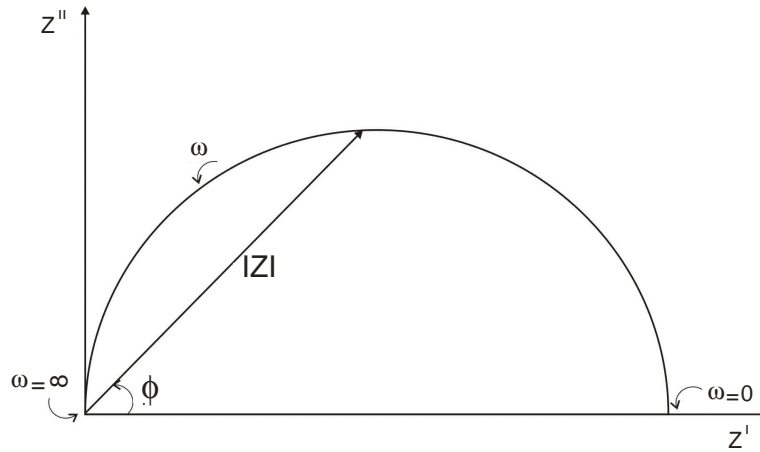
$$I(t) = I_0 \exp(j\omega t - j\phi) \quad (4.7)$$

daha önce elde edilen denklem bu bağıntılardan yararlanarak geliştirilirse.

$$Z = \frac{E}{I} = Z_0 \exp(j\phi) = Z_0 (\cos \phi + j \sin \phi) \quad (4.8)$$

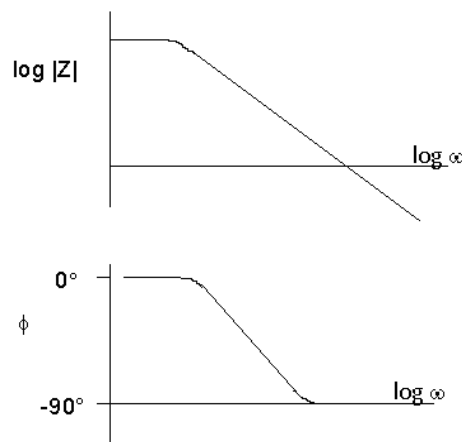
denklemini elde edilir.

Bu denklem incelendiğinde ifadenin, biri reel diğeri imajiner olmak üzere iki kısımdan oluştuğu görülür. Reel kısma ait değerler x eksenine, imajiner kısma ait değerler y eksenine yerleştirilecek olursa ortaya Şekil 4.3'deki gibi bir yarım daire çıkar. Bu dairenin y eksenini negatifdir ve daire üzerindeki her nokta farklı bir frekansta empedanstır. Daire üzerinde sağdan sola gittikçe frekans azalır.



Şekil 4.3. Empedansın imajiner kısmının reel kısmına bağımlılığı

Yarım daire tek bir zaman sabitinin karakteristiğidir. Elektrokimyasal empedans çizimleri genellikle birkaç zaman sabitini içerir. Bu birbirini takip eden daireler olabileceği gibi, içiçe geçmiş daireler şeklinde de kendini gösterebilir.



Şekil 4.4. Tek zaman sabitli devrenin beklenen yanıt grafiği

4.2 . Fe₇₈Si₉B₁₃ Metalik Camının Deneye Hazırlanması

Çalışmada Allied Corporation USA ve Vacuumsmelze Germany tarafından üretilen Fe₇₈Si₉B₁₃ metalik şerit kullanıldı. Örnekler makaralardan çalışmanın gerektirdiği ölçülerde kesildi. Tüm örnekler asetonla temizlenip, özel kurutma cihazlarında kurutuldu. Temizlenip kurutulan Fe₇₈Si₉B₁₃ örneklerinin en kusursuz (temiz, düzgün ve çiziksiz) bölümlerinden 20 mm genişliğinde, 50 mm uzunluğunda ve 20 µm kalınlığında şeritler alındı.



Şekil 4.5. Allied Corporation USA tarafından üretilen Fe₇₈Si₉B₁₃ metalik cam şeridi

4.3. Fe₇₈Si₉B₁₃ Metalik Camının Elektriksel Ölçümünde Kullanılan Deney Düzenegi

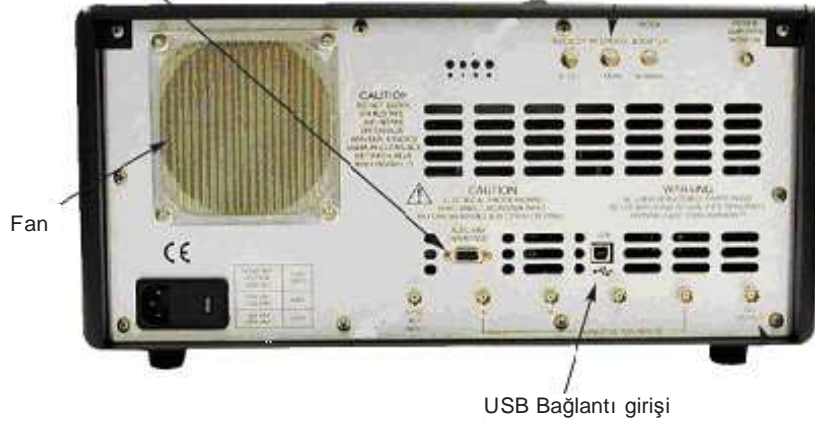
4.3.1. Empedans analizörü

Electrochemical Impedance Spectroscopy dataları üç elektrotlu PARSTAT 2273 empedans analizörü kullanılarak elde edildi. (Şekil 4.6 ve Şekil 4.7)



Şekil 4.6. Princeton Applied Research firması tarafından üretilen "PARSTAT 2273" adlı Empedans Analizörünün önden görünümü

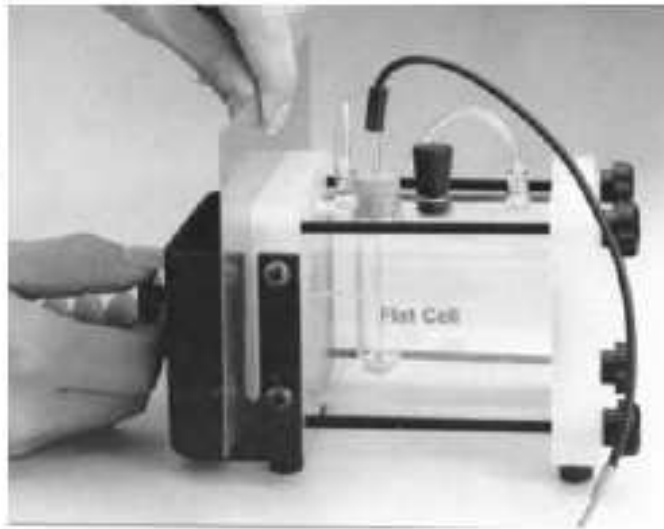
Yardımcı arayüz, 507 arayüz yoluyla 303A SMDE için kontrole ek olarak TTL çıkışını sağlar



Şekil 4.7. Princeton Applied Research firması tarafından üretilen "PARSTAT 2273" adlı Empedans Analizörünün arkadan görünümü

4.3.2. Flat cell

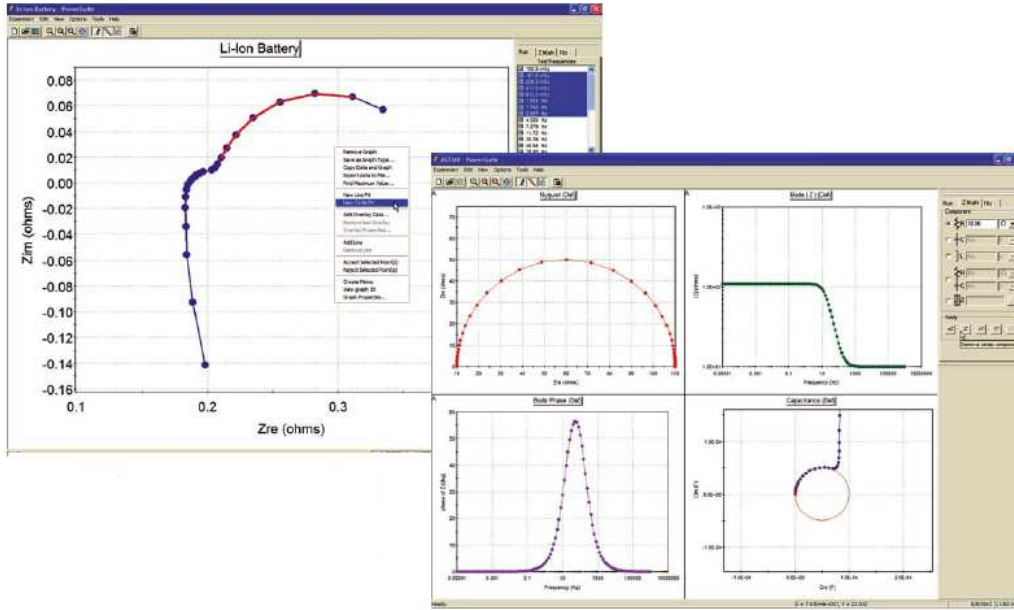
PARSTAT 2273 analizöründe oluşturulan 1 kHz - 1 MHz frekans aralığındaki uyarımlar malzemeye A PAR K0235 Flat Cell kullanılarak iletildi. Bu iletim, birincisi Working Electrode (WE), ikincisi Saturation References Electrode (SLE), ve üçüncüsü Counter Elektrode (CE) olmak üzere 3 elektrot ile gerçekleştirildi.



Şekil 4.8. Princeton Applied Research firması tarafından üretilen “FLAT CELL” ünitesi

4.3.3. Bilgisayar ve yazılım

Empedans analizörüne data kablosu ve USB girişi aracılığıyla bağlanan Windows işletim sistemli bilgisayara dataların aktarımı Princeton Applied Research firması tarafından üretilen PAR adlı yazılımın PowerSINE ve PowerCV bileşenleri kullanılarak gerçekleştirildi.



Şekil 4.9. Princeton Applied Research firması tarafından üretilen PowerSINE adlı yazılımın kullanıcı arayüzü

4.4. Deneyin Uygulanması

Elektrolit sıvısı olarak kullanılan 0,1M NaCl Flat Cell'in haznesine doldurularak mekanizma deneye hazırlandı. Ölçümler 1 kHz - 1 MHz frekans aralığında 0 Volt, 1 Volt, 2 Volt, 3 Volt, 4 Volt, 5 Volt, 6 Volt, 7 Volt, 8 Volt, 9 Volt ve 10 Voltluk gerilimler altında yapıldı.

Tutarlı bir sonuç alabilmek için her ölçüm en az üç kez tekrarlandı.

BÖLÜM 5. EMPEDANS ÖLÇÜMLERİ

$\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ metalik cam filminin elektriksel özellikleri oda sıcaklığında 1 kHz - 1 MHz frekans aralığında empedans spektroskopisi yöntemiyle analiz edildi.

5.1. Empedans Çalışması

Empedans spektrumu kazanç ve kayıp faktörleri göz önünde bulundurularak genellikle kompleks formda ifade edilir.

$$Z^*(w) = Z'(w) + iZ''(w) \quad (5.1)$$

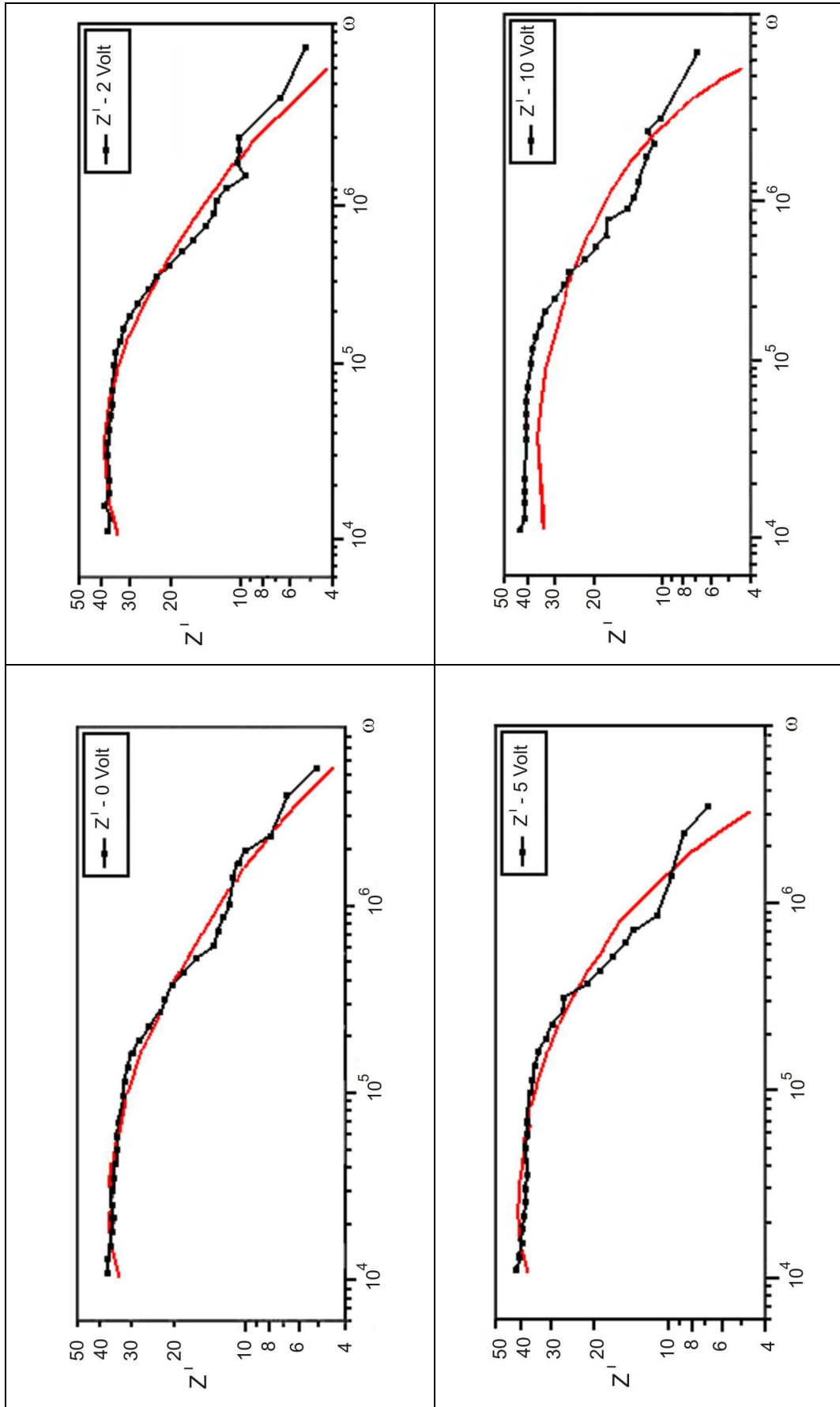
Bir malzemenin frekansa bağımlı elektriksel özelliği "empedans" olarak tanımlanabilir [15]:

$$Z^*(w) = Z'(w) + iZ''(w) = \frac{1}{iC_0 w \varepsilon^*(w)} \quad (5.2)$$

Formülde kullanılan C_0 , geometrik kapasitans, w radyal frekans, $\varepsilon^*(w)$ ise kompleks dielektrik sabitidir. Bu ifadeden hareketle ölçülen malzemenin dielektrik sabitinin de reel ve imajiner kısımlarının frekans bağımlılığı bulunabilir.

Bu ifade düzenlenerek reel ve imajiner kısımları ayrılarak dielektrik sabitin reel kısmı (5.3) formülüyle hesaplanabilir.

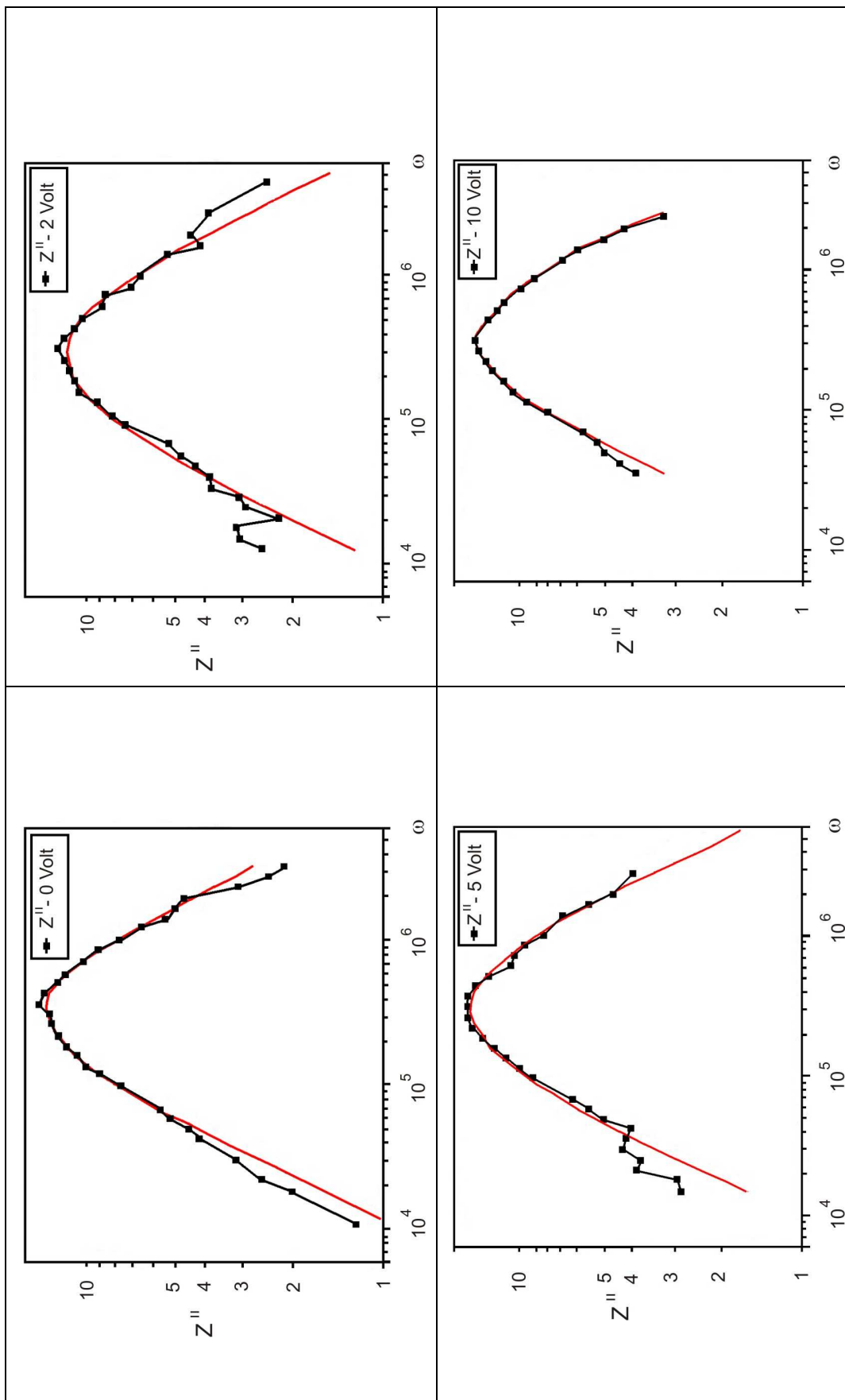
$$\varepsilon'(w) = -\frac{Z''(w)}{wC_0(Z'^2 + Z''^2)} \quad (5.3)$$



Şekil 5.1. Empedansın reel kısmının frekans bağımlılığı

Şekil 5.1’de empedansın reel kısmının frekansa bağımlılığı incelendiğinde empedansın uygulanan DC voltaja ve frekansa bağlı olduğu açıkça görülmektedir. Empedansın reel kısmının değerinin uygulanan elektromanyetik dalganın frekansı arttıkça azalma eğilimi göstermesi genel bir davranıştır. Bu davranış polarizasyon ile açıklanabilir. Şekilde düşük frekanslarda görülen düzlük bölgede empedans, uygulanan tüm DC voltajlardan ve frekanstan bağımsızdır. Bunun sonrasında bir azalma eğiliminin oluşu daha da sonrasında pek açık olarak gözükme de yeni bir düzlük belirtisi, bu frekans aralığında bir relaksasyonun varlığını göstermektedir. Yüksek frekanslardaki uç bölgede oluşan düzlüğün tam olarak görünmemesi, kullanılan cihazın bu frekanslardaki yeteneğinin eksikliğinden kaynaklanır. Ayrıca, uygulanan bias voltaj arttıkça çok az değişim gösteren relaksasyon frekansının daha yüksek değerlere kaydığı şekilde görülmektedir.

İncelenen frekans aralığında bir relaksasyonun varlığı, empedansın imajiner kısmının frekans bağımlılığından (Şekil 5.2) daha net biçimde görülmektedir. Uygulanan bias voltaj arttıkça relaksasyon frekansının daha yüksek değerlere kaydığı da görülmektedir. Ancak artan Bias voltaj ile kayıpların hemen hemen değişmediği pik yüksekliklerinin sabit kalmasından anlaşılabilir.



Şekil 5.2. Empedansın imajiner kısmının frekans bağımlılığı

Dielektrik şiddet uygulanan herbir DC voltaj için deneysel sonuçlardan $\Delta\epsilon = \epsilon_0 - \epsilon_\infty$ ifadesi kullanılarak elde edildi. ϵ_0 ve ϵ_∞ , sırasıyla düşük ve yüksek frekanslarda dielektrik sabitlerdir.

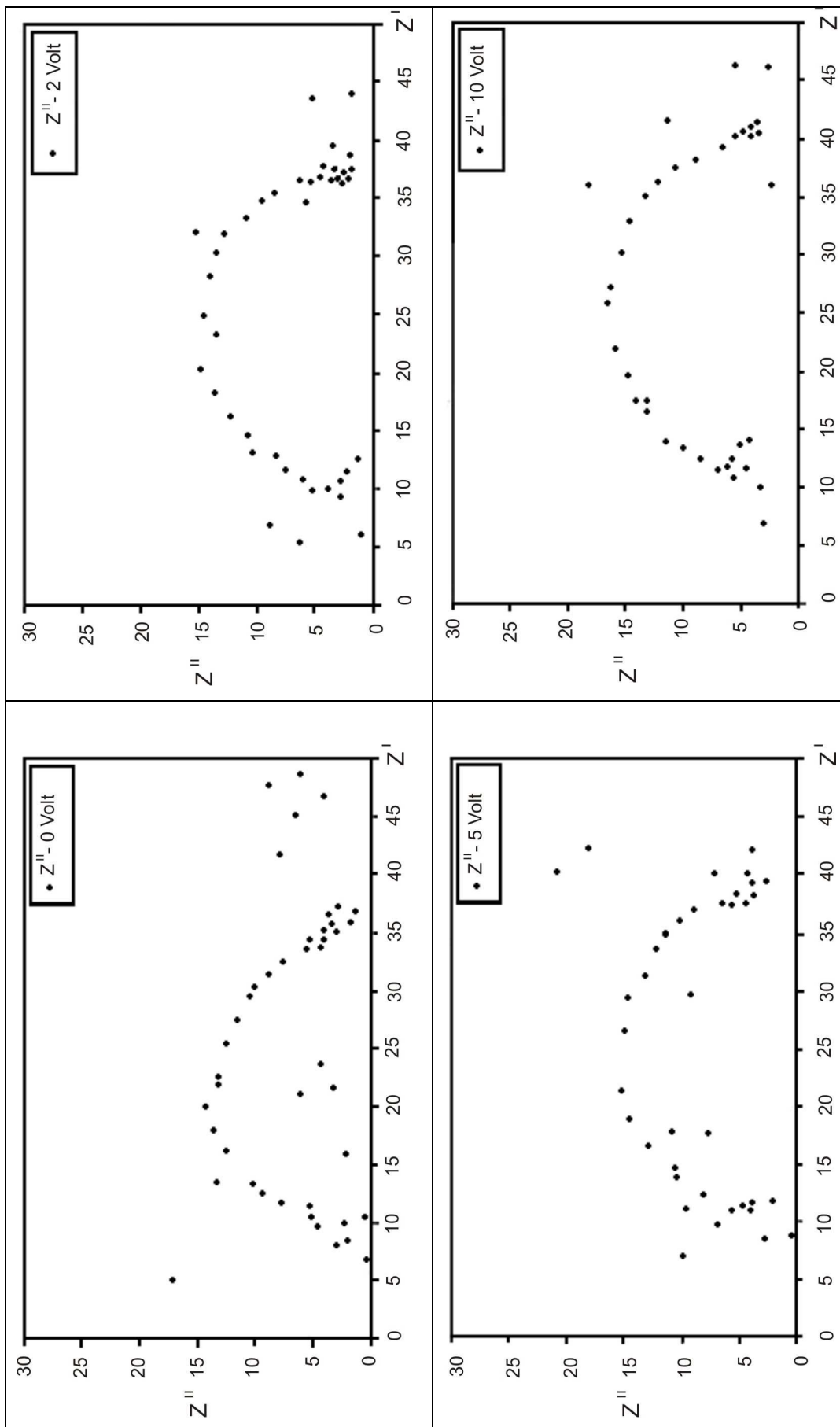
Dielektrik şiddet, tüm Bias voltajlar için yüksek frekanslarda korunur. $\Delta\epsilon$ parametresi dipol karakteristiği ile ilgilidir.

Bu ilgi;

$$\epsilon_0 - \epsilon_\infty \approx \frac{N p^2}{3kT} \quad (5.4)$$

şeklinde formülize edilir [16].

$\Delta\epsilon = \epsilon_0 - \epsilon_\infty$ değerinin DC voltajın artmasıyla arttığı Şekil 5.3'de açıkça görülmektedir. Bu durum, uygulanan DC voltajın dipolün dönüşünü kolaylaştırmasından kaynaklanır. Yani DC voltaj arttıkça dönen dipollerin sayısı artar. Bunun sonucu olarak, dielektrik şiddet, DC voltajın artmasıyla daha yüksek bir değer alır. Ayrıca dielektrik sabit değeri frekans azaldıkça artar, maksimumuna ulaştıktan sonra daha yüksek frekanslarda imajiner kısım kaybolur.

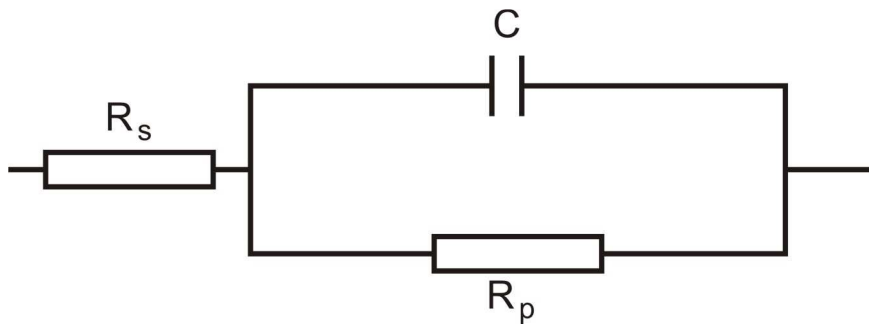


Şekil 5.3. $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ için Cole-Cole eğrisi

5.2. RC Devre Çalışması

Malzemelerin tanımlanması için kullanılan Empedans Spektroskopisi oldukça yeni bir tekniktir ve 10^{-6} - 10^9 Hz frekans aralığındaki fonksiyonların empedans analizini gerçekleştirebilecek yetenektedir. Bu metodun en önemli özelliklerinden biri, sistemin verdiği cevaplar arasında doğrudan bir bağıntı ortaya koymasıdır. EIS'da elde edilen kompleks empedans datalarını yorumlayabilmek için devre parametrelerini (kapasitans ve direnç) elde etmek ve dataları bir eşdeğer devre ile temsil etmek gerekir [17].

Direnç (R), dielektrik cevabın kayıp bileşenini temsil etmek için alınır. Kapasitans (C) ise malzemenin depolama bileşenini temsil eder. Serbest yüklerin taşınmasını ve belirli bir frekans aralığında polarizasyonu düşünürsek, bir RC devresi durum için elverişli bir modeldir. Bu devrenin toplam empedansı, kapasitans ve direnç katkılarının toplamı ile verilir [18].



Şekil 5.4. R-C Eşdeğer Devre Modeli

Elektriksel eşdeğer devre modeli kullanılarak $Fe_{78}Si_9B_{13}$ metalik cam filminin empedansının analiz edilebilmesi için relaxasyon mekanizmasının incelenmesi gerekir.

Bu relaxasyon durumu (5.5) denklemi ile ifade edilir:

$$Z^*(w) = Z'(w) + iZ''(w) = R_s + \frac{R_p}{1 + (iwCR_p)^{1-\alpha}} \quad (5.5)$$

$0 \leq \alpha < 1$ relaxasyon zamanının dağılımı ya da beklenen değerden sapmanın bir ifadesidir. İfadedeki C , double-layer kapasitans, R_s çözeltinin resistansı, R_p , paralel resistans, w ($w = 2\pi f$) radyal frekanstır.

Eğer $e^{i\phi} = \cos \phi + i \sin \phi$ şeklindeki Euler formülü kullanılarak, denklem (5.5) düzenlenirse [19],

$$Z'(w) = R_s + \frac{R_p \left[1 + (wCR_p)^{1-\alpha} \cos \left((1-\alpha) \frac{\pi}{2} \right) \right]}{1 + 2(wCR_p)^{1-\alpha} (wCR_p)^{2(1-\alpha)} \cos \left((1-\alpha) \frac{\pi}{2} \right)} \quad (5.6)$$

$$Z''(w) = R_s + \frac{R_p \left[(wCR_p)^{1-\alpha} \sin \left((1-\alpha) \frac{\pi}{2} \right) \right]}{1 + 2(wCR_p)^{1-\alpha} (wCR_p)^{2(1-\alpha)} \cos \left((1-\alpha) \frac{\pi}{2} \right)} \quad (5.7)$$

formülleri elde edilir.

Bu ifadeleri empedansın imajiner kısmının radyal frekansa göre diferansiyelinin sıfır olduğunu $\frac{\partial Z''(w)}{\partial w} = 0$ düşünerek geliştirirsek,

$$\frac{\partial Z''(w)}{\partial w} = \frac{R_p (1-\alpha) \tau_0 (w\tau_0)^{-\alpha} \cos \left(\frac{\alpha\pi}{2} \right)}{\left[1 + 2(w\tau_0)^{1-\alpha} \sin \left(\frac{\alpha\pi}{2} \right) + (w\tau_0)^{2(1-\alpha)} \right]^2} \left[1 - (w\tau_0)^{2(1-\alpha)} \right] \quad (5.8)$$

elde edilir.

τ_0 , relaxasyon zamanı olarak bilinir ve $\tau_0 = CR_p$ ifadesiyle hesaplanır.

Formül (5.8) işlemlerde kısaca $1 - (w\tau_0)^{2(1-\alpha)} = 0$ şeklinde kullanılabilir.

Şekil 5.4’de görülen elektriksel devrenin parametreleri deneysel empedans datalarının yukarıdaki denklemlere fit edilmesinden hesaplanabilir. $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ metalik cam sistemi için C ve R değerleri formül (5.6), (5.7) ve (5.8) den hesaplandığında, film yapısının RC eşdeğer devresine uygunluğu görülür. Şekil 5.1 ve 5.2 incelendiğinde de paralel RC devresinin bu malzeme için ideal bir model olduğu kesinleşir. Fit işleminden elde edilen parametreler Tablo 5.1’de görülmektedir.

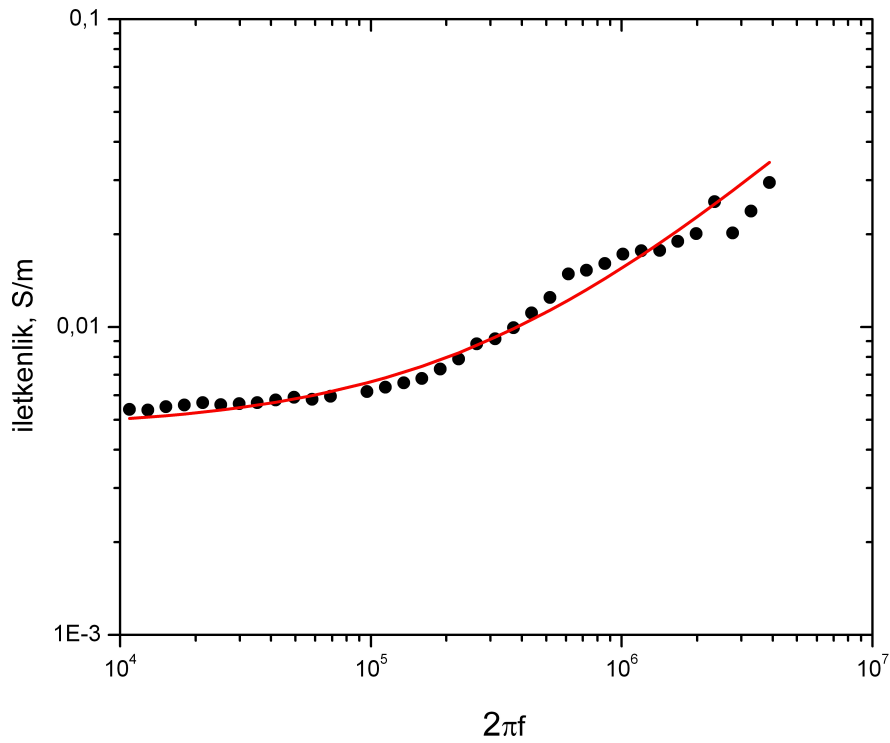
α ’nın değerlerinin 0.228 ile 0.149 aralığında değişmesi, relaksasyon dağılımının genişliğini gösterir.

Tablo 5.1. $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ için Fit işlemi ile Elde Edilen Parametreler

Bias Voltajı (V)	0	2	5	10
R_p (Ω)	36.75	38.77	40.28	41.84
R_s (Ω)	7.36	9.15	9.49	9.38
C (F)	1.97×10^{-6}	3.27×10^{-6}	3.16×10^{-6}	3.06×10^{-6}
α	0.228	0.147	0.149	0.149

5.3. İletkenlik Çalışması

$\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ için farklı DC voltajlarında iletkenliğin frekansa bağlı değişim grafiği Şekil 5.5’de verilmiştir. AC iletkenlik davranışı ölçülen frekans aralığında düşük frekans düzlüğü ve yüksek frekans bölgesi dağılımı şeklinde iki ayrı bölge olarak belirgin bir şekilde görülmektedir. Düşük frekans bölgesinde elektromanyetik dalganın enerjisi az olduğu için, iletkenliğe katkı verecek taşıyıcılar için yeterli enerjiyi sağlayamamaktadır. Bu nedenle düz bir iletkenlik bölgesi ortaya çıkar. Yüksek frekanslarda enerjinin artması ile daha çok taşıyıcı iletkenliğe katkı verir ve iletkenlik de frekansla birlikte artışa geçer.



Şekil 5.5. $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ için farklı DC voltajlarında iletkenliğin frekansa bağımlılığı

Malzemenin iletkenliğinde 100 kHz den sonra başlayan bu artış Şekil 5.5'deki DC iletkenlik düzlüğünün bittiği dispersiyon bölgesinin frekansı, karakteristik frekans olarak tanımlanır ve w_p hoplama frekansı olarak bilinir. Frekansa bağımlı iletkenlik Jonscher kanunu ile analiz edilebilir [20].

$$\sigma(w) = \sigma_{DC} + Aw^s \quad (5.9)$$

burada A sabit olup s ile gösterilen üs, sıcaklık ve voltaja bağlı olarak malzemenin malzemeye farklılık gösteren karakteristik bir parametredir. Bu üs hareketli iyonların etkileşim derecesini göstermektedir. Formül (5.9) ile deneysel datalar fit edildiğinde, s parametresi 0.739 ± 0.083 bulundu. DC iletkenliğin, iletkenlik ekseninin ekstrapolasyon ile belirlenen değeri ≈ 0.054 S/m dir. İletkenlik deney sonucu CBH (Correlated Barrier Hopping) modeline uygun bir davranış gösterir.

CBH modeline göre iletkenlik şu şekilde ifade edilir [21]:

$$\sigma(\omega) = \frac{\pi^2 N^2 \epsilon \left(\frac{8e^2}{\epsilon W_m} \right) \omega^s}{24 \tau^\beta} \quad (5.10)$$

e elektronun yükü , ϵ dielektrik sabit, W_m elektronların sıçarabileceği maksimum bariyer yüksekliği, τ ise fonon relaksasyon zamanıdır. Formüldeki s parametresi,

$$s = 1 - \beta \quad (5.11)$$

olup β parametresi ise,

$$\beta = \frac{6k_B T}{W_m} \quad (5.12)$$

şeklinde ifade edilir.

İletkenliğe katkı verecek e'ların zıplama mesafesi için,

$$R = \frac{e^2}{\pi \epsilon_0 \epsilon \left[W_m - k_B T \ln \left(\frac{1}{\omega \tau_0} \right) \right]} \quad (5.13)$$

ifadesi kullanıldı [22].

Hesaplamalar yapılırken τ değeri literatürde fonon titreşim frekansı olarak öngörülen 10^{-13} s olarak alındı.

Frekansa bağlı iletkenlik formülünün deneysel datalarla fitinden elde edilen sayısal değerler aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Tablo 5.2. Frekansa bağılı iletkenlik formülünün deneysel datalarla fitinden elde edilen parametreler

ε	s	β	W_m	N	R
7.8	0.739	0.261	0.58	$5.93 \times 10^{25} \text{ eV}^{-1} \cdot \text{cm}^{-3}$	1.27°A

BÖLÜM 6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Özetle, amorf metalin Bias voltaj altında ve 1 kHz – 1 MHz frekans aralığında empedans spektroskopisi analizi gerçekleştirildi ve elde edilen datalar ile “Empedans”, “RC Devre” ve “İletkenlik” çalışmaları yapıldı.

Empedansın reel ve imajiner kısımlarının frekansa bağımlılığı (Şekil 5.1 ve 5.2) incelendiğinde, empedansın uygulanan DC voltaja ve frekansa bağlı olduğu gözlemlendi. Empedansın reel kısmının değerinin frekans arttıkça azalma eğilimi göstermesi beklenen bir davranıştı. Ayrıca 0 V-10 V aralığında uygulanan Bias voltajın artmasıyla empedansın arttığı tesbit edildi. Uygulanan Bias voltaj arttıkça oluşan relaksasyon frekansının daha yüksek değerlere kaydığı görüldü.

Elde edilen kompleks dataların daha iyi yorumlanabilmesi için malzeme bir eşdeğer devre ile modellendi. (Şekil 5.4) Serbest yüklerin taşınmasını ve belirli bir frekans aralığında polarizasyonu düşünülerek, bir RC paralel devresi önerildi. Deneysel empedans datalarının modele uygun denklemlerle fit edilmesiyle ortaya çıkan sonuç, film yapısının karşılık geldiği paralel RC eşdeğer devresinin karakteristik parametreleri hesaplandı.

İletkenliğin frekansa bağımlılığı (Şekil 5.5) incelendiğinde, malzemenin iletkenliğinde 100 kHz'den sonra başlayan bir artış gözlemlendi. İletkenlik düzlüğünün bittiği dispersiyon bölgesinin frekansı, karakteristik frekans olarak tanımlanarak bu frekansın 100 kHz civarında olduğu belirlendi ve bunun w_p hoplama frekansına karşılık geldiği düşünüldü. Frekansa bağımlı iletkenlik Jonscher yasası kullanılarak analiz edildiğinde malzemenin iletkenliğinin frekansla değişimi “Bir Enerji Bariyerinden Zıplama ile Özdeşleşmiş İletkenlik Modeli (CBH)”ne uygun bir davranış gösterdiği belirlenerek modeli açıklayan parametreler belirlendi.

$\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ metal cam filminin elektriksel özellikleri oda sıcaklığında incelendi. Aynı çalışmaların düşük ve yüksek sıcaklıklar için de yapılması malzemenin elektriksel özelliklerinin tam olarak karakterize edilebilmesi için yararlı olacaktır.

Ayrıca elektrik alana bağlı polarizasyon eğrisi ya da akımın ve kapasitansın bias voltaja bağlı değişimi de $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ metal cam filmi için yapılması önerilen diğer çalışmalardır.

KAYNAKLAR

- [1] Bilim ve Teknik Aylık Popüler Bilim Dergisi, Tübitak, Sayı 464, Syf. 16 Temmuz 2006
- [2] Bilim ve Teknik Aylık Popüler Bilim Dergisi, Tübitak, Sayı 453, Syf. 4 Ağustos 2005
- [3] RECEP ŞAHİNGÖZ, Metalik Cam Üretimi, Elektrik ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, 1996, Ankara
- [4] Handbook of Advanced Magnetic Materials. David J. Sellmyer, Yi Liu, D. Shindo, Tsinghua University Press, ISBN 1402079834, 9781402079832
- [5] Y.H. ZHANG, Y. S. CHAO, Treatment of low-frequency pulsating magnetic field on amorphous alloy $Fe_{78}Si_9B_{13}$, Materials Science and Engineering, 460-461(2007)251-254
- [6] D. SZEWIECZEK, A. BARON, G. NAWRAT, Electrochemical behavior of $Fe_{78}Si_9B_{13}$ alloy in sulphate and chloride solution, Journal of Materials Processing Technology, 175(2006)411-415
- [7] Y. C. NIU, X. F. BIAN, W. M. WANG, S. F. JIN, X. J. LIU, J. Y. ZHANG, G. L. QIN, The use of flow behavior and thermal expansion to monitor structural change of amorphous $Fe_{78}Si_9B_{13}$ ribbon, Journal of Non-Crystalline Solids 351(2005)3854-3860
- [8] R. NOWOSIELSKI, J. J. WYSLOCKI, I. WNUK, P. SAKIEWICZ, P. GRAMATYKA, Ferromagnetic properties of polymer nanocomposites containing $Fe_{78}Si_9B_{13}$ powderparticles, Journal of Materials Processing Technology, 162-163(2005)242-247
- [9] Y. C. NIU, X. F. BIAN, W. M. WANG, X. B. QING, G. F. WANG, The order evolution in amorphous $Fe_{78}Si_9B_{13}$ ribbon during annealing process, Materials Letters, 59(2005)1589-1594

- [10] Y. C. NIU, X. F. BIAN, W. M. WANG, Origin of ductile, brittle transition of amorphous $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ ribbon during low temperature annealing, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 341(2004)40-45
- [11] RECEP ŞAHİNGÖZ, MUSTAFA EROL, MIKE R. J. GIBBS, Observation of changing of magnetic properties and microstructure of metallic glass $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ with annealing, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 27(2004)74-78
- [12] XIANGCHENG SUN, A. CABRAL-PRIETO, M. JOSE YACAMAN, J. REYES-GASGA, R. HERNANDEZ-REYES, A. MORALES, WENSHENG SUN, Nanocrystallization behavior and magnetic properties of amorphous $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ ribbons, *Physica B*, 291(2000)178-179
- [13] K. G. EFTHIMIDIAS, S. C. CHADJIVASILIIOU, E. K. POLYCHRONIADIS, M. ÖZER, G. A. STERGILOUDIS, I. A. TSOUKALAS, Study of the crystallization of $\text{Fe}_{78-x}\text{Mo}_x\text{Si}_9\text{B}_{13}$ amorphous alloys, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 185(1998)187-193
- [14] Impedance Spectroscopy; Theory, Experiment, and Applications, 2nd ed. , E. Barsoukov, J.R. Macdonald, eds., Wiley Interscience Publications, 2005.
- [15] V.M. Silva, S.K. Mendiratta, L. Pereira, *Journal of Non-Crystalline Solids* 352 (2006)1652–1655
- [16] C. Elisade and J. Ravez, *J. Mater. Chem.*, (2001), 11, 1957-1967
- [17] J.R. MacDonals, *Impedance Spectroscopy*, Wiley, New York, 1987
- [18] Juana Benavente, Jose M. Garcia, Robert Riley, Angel E. Lozano, Javier de Abajo, *Journal of Membrane Science* 175 (2000) 43–52
- [19] E. McCafferty, *Corrosion Science*, Vol. 39, No.2, (1997), pp 243-254
- [20] A.K. Jonscher, *Nature*, 267, (1977), 673
- [21] W.-Y. Chung, J.-W. Lim, D.-D. Lee, N. Miura, N. Yamazoe, *Sens. Actuators B* 64 (2000) 118–123.
- [22] R.I. Mohamed, *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 61 (2000) 1357–1361

ÖZGEÇMİŞ

Pınar ŞAHİN, 19.04.1973 de Aydın'da doğdu. İlk ve Orta öğrenimini Ankara'da, lise öğrenimini ise İstanbul'da tamamladı. 1990 yılında Bostancı Hayrullah Kefoğlu Lisesi'nden mezun olduktan sonra İstanbul Üniversitesi Sosyal Bilimler M.Y.O Piyasa Araştırmaları ve Reklamcılık bölümüne girdi. 1994 yılında mezun olduktan sonra 2001 yılına kadar çeşitli Reklam Ajanslarında Metin Yazarı olarak görev yaptı.

2002 yılında başladığı Sakarya Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik bölümünü 2006 yılında tamamladı. Aynı yıl Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde Yüksek Lisans yapmaya başladı. Bu süre içerisinde çeşitli Özel Eğitim Kurumlarında Fizik dersleri verdi. Şu anda Fen Bilimleri Dershanesi'nde Fizik öğretmeni olarak görev yapmaktadır.