

**TUFAL ATIĞINDAKİ HEMATİT KULLANILARAK
STRONSIYUM HEKZAFERRİT BAZLI FERRİTİK
MİKNATIS TOZUNUN ÜRETİLMESİ**

Orhan Uras KURTULUŞ



T.C.
BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TUFAL ATIĞINDAKİ HEMATİT KULLANILARAK STRONSYUM
HEKZAFERRİT BAZLI FERRİTİK MİKNATIS TOZUNUN ÜRETİLMESİ**

Orhan Uras KURTULUŞ
0000-0001-8183-6376

Prof. Dr. Rukiye ERTAN
(Danışman)

YÜKSEK LİSANS TEZİ
OTOMOTİV MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

BURSA – 2021
Her Hakkı Saklıdır

TEZ ONAYI

Orhan Uras KURTULUŞ tarafından hazırlanan “TUFAL ATIĞINDAKİ HEMATİT KULLANILARAK STRONSYUM HEKZAFERRİT BAZLI FERRİTİK MIKNATIS TOZUNUN ÜRETİLMESİ” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Otomotiv Mühendisliği Anabilim Dalı’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Prof. Dr. Rukiye ERTAN

Başkan	: Prof. Dr. Rukiye ERTAN 0000-0002-9631-4607 Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Otomotiv Mühendisliği Anabilim Dalı	İmza
Üye	: Doç. Dr. Gökhan SEVİLGİN 0000-0002-7746-2014 Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Otomotiv Mühendisliği Anabilim Dalı	İmza
Üye	: Dr. Öğr. Üyesi Halil BAYRAM 0000-0002-4664-3883 Amasya Üniversitesi, Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı	İmza

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. Hüseyin Aksel EREN
Enstitü Müdürü
../../....

Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

18/10/2021

Orhan Uras KURTULUŞ

TEZ YAYINLANMA FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI BEYANI

Enstitü tarafından onaylanan lisansüstü tezin/raporun tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı (kâğıt) ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda verilen koşullarla kullanıma açma izni Bursa Uludağ Üniversitesi'ne aittir. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet hakları ile tezin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanım hakları tarafımıza ait olacaktır. Tezde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanılması zorunlu metinlerin yazılı izin alınarak kullandığını ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederiz.

Yükseköğretim Kurulu tarafından yayınlanan “**Lisansüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge**” kapsamında, yönerge tarafından belirtilen kısıtlamalar olmadığı takdirde tezin YÖK Ulusal Tez Merkezi / B.U.Ü. Kütüphanesi Açık Erişim Sistemi ve üye olunan diğer veri tabanlarının (Proquest veri tabanı gibi) erişimine açılması uygundur.

Danışman Adı-Soyadı

Tarih

PROF. DR. RUKİYE ERTAN

22/10/2021

Öğrencinin Adı-Soyadı

Tarih

ORHAN URAS KURTULUŞ

22/10/2021

İmza

Bu bölüme kişinin kendi el yazısı ile okudum anladım
yazmalı ve imzalanmalıdır.

İmza

Bu bölüme kişinin kendi el yazısı ile okudum
anladım yazmalı ve imzalanmalıdır.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

TUFAL ATIĞINDAKİ HEMATİT KULLANILARAK STRONSIYUM HEKZAFERRİT BAZLI FERRİTİK MIKNATIS TOZUNUN ÜRETİLMESİ

Orhan Uras KURTULUŞ

Bursa Uludağ Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Otomotiv Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Rukiye ERTAN

Mıknatıslar günümüz elektrikli araçların elektrik motorlarında, manyetik rezonans görüntüleme (MR) cihazlarında, hoparlör ve kulaklıklar gibi bir çok sistemlerin en önemli bileşenleridir. Ülkemizde yerli olarak mıknatıs üretiminin olmaması ve yukarıda bahsedilen sektörlerde mıknatıs kullanımının yaygınlaşması nedeniyle hem ülkemizde hem de küresel pazarda mıknatıs ihtiyacı önemli derecede artmıştır. Dolayısıyla, yerli hammaddelerimizi kullanarak mıknatıs tozunun üretimi konusunda çalışma ihtiyacı doğmuştur. Bu çalışma kapsamında tufal olarak adlandırılan yerli demir oksit malzemesi Türkiye’de demir çelik endüstrisinde faaliyet gösteren firmalardan alınıp, stronsiyum karbonat ile sentezlenerek stronsiyum hekzaferrit bazlı mıknatıs tozunun üretilmesi üzerinde çalışılmıştır. Tufal numuneleri ısıl işlem ve mekanik öğütme işlemlerine tabi tutularak, hematit fazına dönüştürülmeye çalışılmıştır. 10 farklı tufal numunesinin kristal fazları ve elemental muhtevası XRD cihazı vasıtasıyla yarı kantitatif olarak analiz edilmiştir ve en yüksek hematit oranına sahip numuneler belirlenmiştir. Bu numuneler ve Çin’den hazır olarak alınan ticari demir oksit numuneleri stronsiyum karbonat malzemesi ile 1,5 – 1,6 stokiometrik oranları aralığında 12 farklı şekilde sentezlenmiştir.

Sentezleme işlemlerinde yüksek enerjili bilyeli değirmen kullanılmıştır ve mekanik olarak alaşımlandırılan sentezler sinterleme kül fırınında ısıl işleme tabi tutulmuştur. Nihai sentezlerin ısıl işlem sırasında aglomere olmasından dolayı yaş öğütme prosesi gerçekleştirilmiştir ve mikron mertebesinde stronsiyum hekzaferrit çamuru elde edilmeye çalışılmıştır. Bu sentez çamurları çeker ocak içerisinde ısıtıcı vasıtasıyla kurutularak kristal yapı analizine uygun hale getirilmiştir. Elde edilen kuru sentezlerin kristal yapıları XRD cihazı vasıtasıyla gözlemlenerek en yüksek orana sahip stronsiyum hekzaferrit sentezi K21 olarak belirlenmiştir. K21 numunesinin manyetik performansı, Çin’den hazır olarak alınan ticari Y30 derecesindeki mıknatıs tozunun manyetik performansı ile VSM - Titreşimli Numune Manyetometre cihazı vasıtasıyla kıyaslanmıştır. Analiz sonucuna istinaden yerli demir oksit ile elde edilen stronsiyum hekzaferrit tozunun ticari mıknatıs tozuna göre 15 kat daha düşük Hc (koersivite) değerine ulaştığı gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Stronsiyum hekzaferrit, kalıcı mıknatıslar, mekanokimyasal sentez

2021, vii + 50 sayfa.

ABSTRACT

MSc Thesis

PRODUCTION OF STRONTIUM HEXAFERRITE BASED FERRITIC MAGNET POWDER USING HEMATITE FROM DOMESTIC SCALE

Orhan Uras KURTULUŞ

Bursa Uludağ University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Automotive Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Rukiye ERTAN

Magnets are the most important components of many systems such as electric motors of today's electric vehicles, magnetic resonance imaging (MR) devices, speakers and headphones. Due to the lack of magnet production in our country and the widespread use of magnets in the above-mentioned sectors, the need for magnets has increased significantly both in our country and in the global market. Therefore, there was a need to work on the production of magnet powder using our domestic raw materials. Within the scope of this study, domestic iron oxide material, called scale, was purchased from companies operating in the iron and steel industry in Turkey and synthesized with strontium carbonate to produce strontium hexaferrite-based magnet powder. The scale samples were tried to be converted into hematite phase by subjecting them to heat treatment and mechanical grinding processes. The crystal phases and elemental content of 10 different scale samples were analyzed semi-quantitatively by the XRD device and the samples with the highest hematite content were determined. These samples and ready-made commercial iron oxide samples from China were synthesized with strontium carbonate material in 12 different ways in the range of 1.5 – 1.6 stoichiometric ratios. A high-energy ball mill was used in the synthesis processes, and the mechanically alloyed synths were heat treated in a sintering kiln furnace.

Due to the agglomeration of the final syntheses during the heat treatment, wet grinding process was carried out and strontium hexaferrite slurry was tried to be obtained at the micron level. These synthesis slurries were dried in a fume hood by means of a heater and made suitable for crystal structure analysis. The crystal structures of the obtained dry syntheses were observed by the XRD device and the strontium hexaferrite synthesis with the highest ratio was determined as K21. The magnetic performance of the K21 sample was compared with the magnetic performance of commercial magnet powder of grade Y30, ready-made from China, by means of the VSM - Vibrating Sample Magnetometer device. Based on the results of the analysis, it was observed that the strontium hexaferrite powder obtained with domestic iron oxide reached 15 times lower H_c (coercivity) value than commercial magnet powder.

Key words: Strontium hexaferrite, permanent magnets, mechanochemical synthesis

2021, vii + 50 pages.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans çalışmamda her daim yanımda olan, beni cesaretlendiren, tecrübesiyle bana yol gösteren, ilgi ve bilgisini hiçbir zaman esirgemeyen danışmanım Sayın Prof. Dr. Rukiye ERTAN'a en içten dileklerimle teşekkürlerimi sunarım.

Çalışma boyunca bilgisi, tecrübesi ve fikirleriyle yol gösteren, desteğini esirgemeyen çok değerli Sayın Uğur Ayhan BEŞTEPE'ye teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuvar çalışmalarının gerçekleştirilmesi için tüm prototip üretim makinelerini ve karakterizasyon cihazlarını kullanıma sunan Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü'ne ve çalışma boyunca çok büyük emek sarfeden ve destek sağlayan Sayın Muhammed Nasuh Arık'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışma kapsamında verilen maddi ve manevi desteklerden dolayı öncelikle Sayın Şahap AKTAŞ'a ve Rumelisiad Girişim A.Ş. yönetimine teşekkürlerimi sunarım.

Hayatımın her aşamasında desteklerini her daim yanımda hissettiğim değerli annem Saadet AYDIN KURTULUŞ'a ve değerli babam Suat KURTULUŞ'a gönülden teşekkürlerimi sunarım.

Orhan Uras KURTULUŞ
18/10/2021

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	viii
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI	2
2.1. Temel Kavramlar	2
2.1.1. Histerezis.....	2
2.1.2. Curie sıcaklığı	3
2.1.3. Gidergenlik.....	4
2.1.4. Anizotropi	5
2.1.5. Manyetik duyarlılık.....	6
2.2. Manyetik Malzemeler	7
2.2.1. Manyetiklik türleri	7
2.2.2. Dimanyetiklik.....	8
2.2.3. Paramanyetiklik.....	9
2.2.4. Antiferromanyetiklik.....	10
2.2.5. Ferromanyetiklik	11
2.2.6. Ferrimanyetiklik.....	13
2.3. Sınıflandırma.....	14
2.3.1. Yumuşak manyetik malzemeler	14
2.3.2. Sert manyetik malzemeler.....	15
2.3.3. Stronsiyum hekzaferrit mıknatıslar	17
2.3.4. Stronsiyum hekzaferritlerin üretim yöntemleri.....	18
2.3.5. AlNiCo mıknatıslar	21
2.3.6. Nadir toprak mıknatısları	21
2.3.7. Samaryum - kobalt mıknatıslar	22
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	24
3.1. Kullanılan Malzemeler.....	24
3.1.1. Tufal	24
3.1.2. Stronsiyum karbonat	26
3.1.3. Ticari demir oksit (red iron).....	26
3.1.4. Ticari stronsiyum hekzaferrit	26
3.2. Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar	27
3.2.1. Titreşimli diskli değirmen	27
3.2.2. Yüksek enerjili bilyeli değirmen.....	27
3.2.3. Bilyeli değirmen.....	28
3.2.4. Sinterleme kül fırını	28
3.2.5. Döner sinterleme fırını	29
3.2.6. Isıtma ocağı	29
3.2.7. Çeker ocak.....	30
3.3. Deneylerin Yapılışı	30
3.3.1. Stronsiyum karbonat ve ticari stronsiyum hekzaferrit'in elemental analizi.....	30

3.3.2. Tufale uygulanan ön analiz işlemleri	30
3.3.3. Tufale uygulanan işlemleri.....	31
3.3.4. Stronsiyum hekzaferrit sentezinin hazırlanması	32
3.3.5. Nihai stronsiyum hekzaferrit sentezinin belirlenmesi.....	39
3.4. Analiz Çalışmaları.....	39
3.4.1. Manyetik özellik analizi.....	39
3.4.2. XRD analizi.....	40
4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	41
4.1. Analiz Sonuçları.....	41
4.2. Numune Değerlendirme	44
5. SONUÇ	45
KAYNAKLAR	47
ÖZGEÇMİŞ	50

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler	Açıklama
°C	Santigrad Derece
%	Yüzde

Kısaltmalar	Açıklama
Fe	Demir
Sr	Stronsiyum
SrCO ₃	Stronsiyum Karbonat
SrFe ₁₂ O ₁₉	Stronsiyum Hekzaferrit
Fe ₂ O ₃	Hematit
Fe ₃ O ₄	Manyetit
FeO	Vustit
B	Manyetik İndüksiyon
BH _{max.}	Maksimum Manyetik Enerji
B _r	Kalıntı Manyetizasyon
H	Manyetik Alan Yoğunluğu
H _c	Koersivite
M	Manyetizasyon
T _c	Curie Sıcaklığı
XRD	X Işını Kırınımı
VSM	Titreşimli Numune Manyetometresi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. Ferromanyetik bir malzemenin histerezis döngüsü	3
Şekil 2.2. Nikelin kendiliğinden manyetizasyonunun sıcaklığa bağıllığı	4
Şekil 2.3. 20.yy. boyunca manyetik malzemelerin gidergenlik aralığındaki genişleme...	5
Şekil 2.4. Farklı malzemelerin gösterdikleri tepkilerin şematik gösterimi	7
Şekil 2.5. Diyamanyetik bir malzemeye ait (a) manyetizasyonun alan bağımlılığı ve (b) manyetik duyarlılığın sıcaklıkla değişimi	9
Şekil 2.6. Serbest atomların paramanyetizması	9
Şekil 2.7. Antiferromanyetizma (a) Spin kafesi. (b) M(H). (c) χ^{-1} (T)	10
Şekil 2.8. Ferromanyetizma: (a) Spin kafesi. (b) ($T_1 < T_c \leq T_2 < T_3$), (c) $1/\chi$ 'in ısı bağımlılığı, (d) Kendiliğinden manyetizasyonun ısı bağımlılığı.....	11
Şekil 2.9. Demanyetize edilmiş malzemenin manyetizasyon eğrisi veya ilk manyetizasyon eğrisi (tam çizgi). Histerezis döngüsü (kesikli çizgi)	12
Şekil 2.10. Ferrimanyetizma: (a) Spin kafesi, (b) Manyetizasyon eğrileri, (c) $1/\chi$ 'in ısı değişimi, (d) Kendiliğinden manyetizasyonun ısı değişimi	13
Şekil 2.11. Yumuşak ve sert manyetik malzemelere ait histerezis eğrisi	15
Şekil 2.12. Yumuşak ve sert manyetik malzemeler	16
Şekil 2.13. Sert manyetik malzemede maksimum enerji ürününün histerezis çevrimi üzerinde gösterimi	16
Şekil 2.14. Geleneksel seramik yöntemi üretim şeması.....	19
Şekil 2.15. Darbe, kesme ve sürtünme kuvvetlerinin şematik gösterimi	20
Şekil 3.1. Tufal.....	25
Şekil 3.2. Ticari demir oksit (red iron).....	26
Şekil 3.3. Atom Teknik marka titreşimli diskli değirme.....	27
Şekil 3.4. Öğütücü diskler.....	27
Şekil 3.5. Spex marka yüksek enerjili bilyeli değirmen.....	28
Şekil 3.6. Retsch marka bilyeli değirmen	28
Şekil 3.7. X155CrVMo12-1 malzeme tabanlı kavanoz	28
Şekil 3.8. Protherm marka kül fırını.....	29
Şekil 3.9. Protherm marka döner sinterleme fırını	29
Şekil 3.10. Mtops marka ısıtma ocağı.....	29
Şekil 3.11. Çeker ocak	30
Şekil 3.12. Seramik havan.....	31
Şekil 3.13. MicroSence marka VSM - Titreşimli Numune Manyetometresi.....	39
Şekil 3.14. Panalytical Empyrean marka XRD cihazı	40
Şekil 4.1. XK1'in histerezis döngüsü	41
Şekil 4.2. XK1'in kristal yapı fazları	42
Şekil 4.3. Stronsiyum hekzaferrit sentezlerin kristal yapı fazları	44
Şekil 5.1. K21'in histerezis döngüsü	45

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 3.1. Kimyasal bileşim analizi.....	25
Çizelge 3.2. Tufal numunelerine uygulanan işlemler	32
Çizelge 4.1. XK1'in manyetik özellikleri	41
Çizelge 4.2. S1 ve S2'nin safsızlık sonuçları	42
Çizelge 4.3. Tufal numunelerinin kimsayal kompozisyonları	42
Çizelge 4.4. Isıl işlem görmüş tufal numunelerinin kimyasal kompozisyonları.....	43
Çizelge 4.5. Stronsiyum hekzaferrit sentezlerin yarı kantitatif analiz sonuçları.....	43
Çizelge 5.1. K21'in manyetik parametreleri.....	45
Çizelge 5.2. K21 ve XK1'in manyetik performanslarının karşılaştırılması	46

1. GİRİŞ

Bu çalışmanın amacı, yerli hammadde olan demir oksit (tufal) ve stronsiyum karbonat kullanılarak stronsiyum hekzaferrit bazlı mıknatıs tozu üretmek ve nihai malzemeyi etkileyen parametrelerin (kalsinasyon sıcaklığı ve süresi, safsızlıklar vb.) araştırılmasıdır. Ekonomi olarak, aynı zamanda süreci daha uygun maliyetli hale getirmek ve mıknatıs üretimi konusunda denizaşırı bağımlılığı azaltma amaçlanmıştır.

Deney koşullarında parametre olarak belirlenen bileşimlerin karışım oranı ve reaksiyon süreleri, yüksek saflıkta stronsiyum karbonat ve hematit ile yapılan deneyler, farklı sürelerle kalsine edilen bileşimlerin karşılaştırılması, malzemelerin bileşimi ve XRD ile karakterize edilen fazların yarı niceliksel analizleri gerçekleştirilmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1. Temel Kavramlar

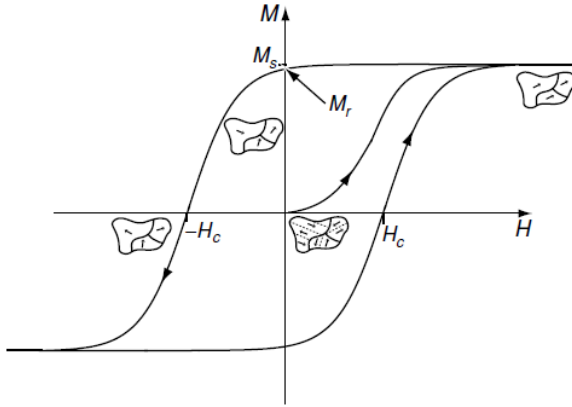
2.1.1. Histerezis

Herhangi bir ferromanyetik malzemenin asıl uygulamaya dair karakteristik özelliği, uygulanan manyetik alana (H) karşı gösterdiği tersinmez, doğrusal olmayan manyetizasyon tepkisidir (M). Bu tepki, histerezis döngüsü ile temsil edilmektedir. Malzeme B 'ye değil, H 'ye tepki gösterir. Manyetizasyon yani malzemenin birim hacmine düşen manyetik dipol moment ve H alanının her ikisi de metre başına amper ($A\ m^{-1}$) ile ölçülür. Bu küçük bir birim olduğundan (dünyanın manyetik alanı yaklaşık $50\ A\ m^{-1}$ civarındadır) $kA\ m^{-1}$ ve $MA\ m^{-1}$ gibi katları kullanılmaktadır. Histerezis döngüsünün oluşması için uygulanan alan büyüklükçe manyetizasyonla karşılaştırılabilir olmalıdır. Fe, Ni ve Co ferromanyetik elementlerinin 296 K'deki anlık manyetizasyon değerleri sırasıyla 1720, 1370 ve 485 $kA\ m^{-1}$ 'dir. Manyetit için ise bu değer (Fe_3O_4) 480 $kA\ m^{-1}$ 'dir. Büyük bir elektromıknatıs 1000 $kA\ m^{-1}$ 'lik bir alan yaratabilecek kapasitededir.

Sert manyetik malzemelerin geniş, karesel $M(H)$ döngüleri vardır. Bu malzemeler kalıcı mıknatıslar için uygundur, zira bir kez $H \geq M_s$ koşulunda manyetizasyonu doyuma ulaştıracak bir alan uygulayıp manyetize edildiklerinde, alan ortadan kaldırıldığında manyetik durumda kalabilmektedirler. Yumuşak manyetik malzemelerin oldukça dar döngüleri vardır. Geçici süre için mıknatıs özelliği gösterirler, alan ortadan kaldırıldığında manyetizasyon özelliklerini kaybederler. Uygulanan alan, mikroskobik domenler ölçüsünde var olan anlık ferromanyetik düzeni açığa çıkarır. Bu domen yapıları orijinde manyetize olmamış durum, $M = M_s$ noktasında doymuş durum, alan değerinin sıfır olduğu $M = M_r$ noktasında kalıntı durum ve $H = H_c$ gidergen alanında M 'nin işaret değiştirdiği durum için Şekil 2.1' deki histerezis döngüsünde şematik olarak gösterilmiştir. M_r ve H_c kalıntı mıknatıslanma ve gidergenlik olarak bilinmektedir. Manyetik domenler James Ewing tarafından ileri sürülmüş ve domen teorisi ilkeleri Lev Landau ve Evgenii Lifschitz tarafından 1935 yılında tanımlanmıştır (Coey, 2010).

Kalıcı mıknatıs, güçlü bir manyetik alan sergileyen ve harici bir manyetik alan kaldırıldıktan sonra bile manyetizasyonunu koruyan bir nesnedir. Manyetizmanın kökenini tartışırken, manyetik momentler temel bir parçayı oluşturur. Kalıcı manyetizma, manyetik momentlerin bir sonucudur ve manyetik momentler, bir elektrik yükünün hareketinden kaynaklanır. Hareket eden bir elektron, yörünge ve dönme hareketleri ile bir manyetik alan oluşturur.

Yörünge hareketi, küçük bir akım döngüsü oluşturan ve bir manyetik alan oluşturan çekirdeğin etrafında dönen bir elektronun hareketidir. Bir dönmünün manyetik momenti, elektronların dönme eksenini boyunca dönmesiyle indüklenen manyetik momenttir. Net manyetik moment, teorik olarak yörünge ve dönüş momentlerinin toplamıdır. Net manyetik moment, esas olarak elektron dönüşünden kaynaklanan atomik manyetik momentler tarafından belirlenir. Yörüngesel manyetik momentin katkısı, dönme momentine kıyasla küçüktür. Bir atomun tüm elektron kabukları dolduğunda, yörünge ve dönme birbirini iptal eder ve net manyetik moment sıfır olur (Craik ve Tebble, 1961).

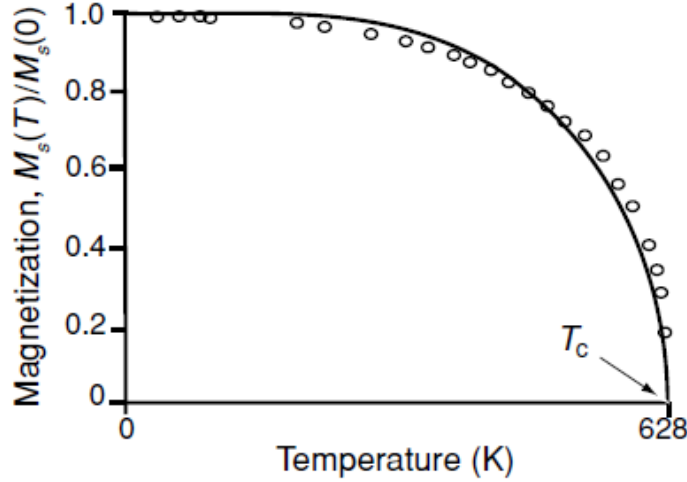


Şekil 2.1. Ferromanyetik bir malzemenin histerezis döngüsü (Coey, 2010)

2.1.2. Curie sıcaklığı

Atomik manyetik momentlerin hizalanmasına bağlı anlık manyetizasyon sıcaklığa bağlıdır ve Curie sıcaklığında (T_c) aniden sıfıra iner. Manyetik hizalanma, atomik dipol momentlerinin düzensizleşmesiyle ilişkili olarak, özgül ısıda λ biçimli bir sapmanın

gözlendiği sürekli bir termodinamik faz dönüşümüdür. T_c 'nin üzerinde, $M_s(T)$ sıfır; T_c 'nin altında $M_s(T)$ tersinirdir. Şekil 2.2 'de bu davranış nikel için resmedilmiştir.

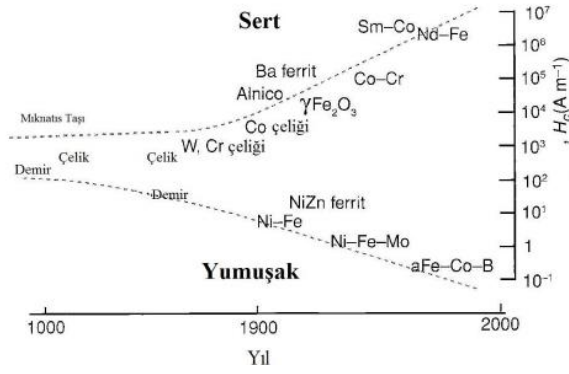


Şekil 2.2. Nikelin kendiliğinden manyetizasyonunun sıcaklığa bağlılığı (Coey, 2010)

Demir, kobalt ve nikel ferromanyetik metallerinin Curie sıcaklıkları sırasıyla 1044 K, 1388 K ve 628 K 'dir. Kobaltınkinden daha yüksek Curie sıcaklığına sahip bir malzeme bilinmemektedir. Manyetitin Curie sıcaklığı 856 K'dir (Coey, 2010).

2.1.3. Gidergenlik

Yirminci yüzyılda geniş yelpazede manyetik uygulamaların geliştirilmesi gidergenlik üzerinde çalışmalarla mümkün olmuştur. $M_s = 1950 \text{ kA m}^{-1}$ mertebesindeki "Permendur"unkinden ($\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$) daha yüksek manyetizasyon değerine sahip bir ferromanyetik malzeme henüz keşfedilmemiştir. Ancak, 1900'lerde en yumuşak demirden en sert mıknatıs çeliğine kadar sadece 100 katlık bir aralıkta değişen gidergenlik, bugün $0,1 \text{ A m}^{-1}$ 'in altından 10 MA m^{-1} 'den büyük değerlere kadar 108 katlık bir aralıkta uzanmaktadır. Bu gelişme Şekil 2.3'te gösterilmiştir (Coey, 2010).



Şekil 2.3. 20.yy. boyunca manyetik malzemelerin gidergenlik aralığındaki genişleme (Shinde ve diğerleri, 2000)

2.1.4. Anizotropi

Bir mikroskobik ferromanyetik domendeki doğal mıknatıslanmanın yönü genellikle bir veya daha fazla enerji açısından anlık manyetizasyona elverişli “kolay eksen” boyunca sınırlanmıştır. Manyetizma, sirkülasyon halindeki elektron akımıyla ilintili olduğundan zamana göre evrilmiş simetri, belirli bir manyetizasyon dağılımı $M(r)$ ’a sahip durumun enerjisinin aynı eksen boyunca tersine manyetize olmuş, $-M(r)$ durum ile aynı olmasını gerektirmektedir. Bu eğilim anizotropi enerjisi E_a ile ifade edilir ve θ ’nın M ile kolay eksen arasındaki açıyı belirttiği

$$E_a = K_u \sin^2 \theta \quad (2.1)$$

eşitliği ile gösterilir. Burada E_a ve anizotropi sabiti K_u , J m⁻³ cinsinden ölçülür. Tipik olarak 1 kJ m⁻³’ten daha az değerlerden 10 MJ m⁻³ üzeri değerlere kadar uzanırlar. Anizotropi, sert mıknatıslardaki gidergenliği sınırlandırmakta, yumuşak mıknatıslarda ise istenmeyen gidergenliğe yol açmaktadır.

Katılardaki atomik yoğunluk $n=10^{29}$ m⁻³ civarındadır. Böylece atom başına düşen anizotropi enerjisi eşdeğer bir sıcaklık ile $E_a / n = k_B T$ olarak ifade edilirse 1 mK – 10 K aralığında değişir. Bu enerji genellikle Curie sıcaklığına nazaran düşüktür, fakat yine de histerezisin belirlenmesinde etkilidir (Coey, 2010).

2.1.5. Manyetik duyarlılık

Ferromanyetik düzenin bozulup malzemenin paramanyetik olduğu T_c üzeri sıcaklıklarda, birkaç Bohr magnetonluk atomsal momentler rastgele ısı dalgalanmalar yaşamaktadır. M_s sıfır olmasına karşın, uygulanan atomik momentlerin düzene girmesine yol açarak H ile lineer olarak değişen küçük bir M manyetizasyonuna sebep olabilir. Bu, çok büyük alanlar ve Curie sıcaklığına çok yakın durumlar haricinde mümkündür. Duyarlılık,

$$\chi = M / H \quad (2.2)$$

olarak tanımlanan ve $T \rightarrow T_c$ 'ye üst limitten yaklaşırken ıraksayan, boyutsuz bir büyüklüktür. T_c üzerinde, C Curie sabiti olmak üzere, Curie-Weiss Kanunu'na

$$\chi = C / (T - T_c) \quad (2.3)$$

uymaktadır. Değeri 1 K'dir.

Uygulanan alanla manyetik olarak düzene girmeyen malzemelerin manyetik tepkisi paramanyetik ya da diyamanyetiktir. İzotropik paramanyetik malzemelerde, endüklenen manyetizasyon M , H ile aynı doğrultuda, diyamanyetik malzemelerde ise ters doğrultudadır. Süperiletkenler, süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları T_{sc} altında diyamanyetik histerezis döngüsü gösterirler ve duyarlılıkları sınır değer olan -1'e yaklaşabilmektedir.

Çoğu paramanyetik malzemenin duyarlılığı Curie yasasına,

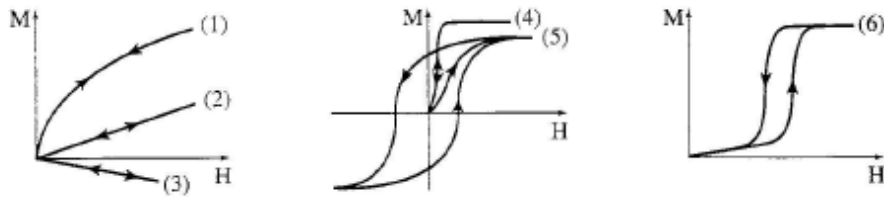
$$\chi = C / T \quad (2.4)$$

uyar ancak bazı metalik paramanyetikler ve neredeyse tüm diyamanyetikler için sıcaklıktan χ bağımsızdır (Coey, 2010).

2.2. Manyetik Malzemeler

2.2.1. Manyetiklik türleri

Malzeme cinsine göre sıcaklık, basınç, (anizotropik malzemeler için) uygulanan akımın doğrultusu gibi dış etmenlere bağlı olarak farklı davranışlar gözlenebilir. Örneğin, Şekil 2.4'te malzemelerin manyetik alana gösterdikleri tipik tepkiler gösterilmiştir.



Şekil 2.4. Farklı malzemelerin gösterdikleri tepkilerin şematik gösterimi (You, Qiao, Zheng, Jiang, M., Jiang, L. ve Sheng, 2008)

Bazı malzemeler kuvvetli alanlara kadar lineer tepki gösterirler (Şekil 2.4, 2. ve 3. durum). İlaveten izotropik ve homojen (LHI – lineer, homojen ve izotropik) iseler manyetizasyon, alanla aynı doğrultudadır ve

$$M = \chi H \quad (3.1)$$

şeklinde ifade edilebilir. χ , MKSA biriminde doğrultusuz bir büyüklük olan manyetik duyarlılıktır.

Diğer malzemeler için, lineer davranış, orijin olmak zorunda olmayan bir (H_0 , M_0) noktasının etrafında alandaki küçük değişimler için görülmektedir (Şekil 2.4'teki 4. ve 6. durumlar). Bu durumda, $\chi_i = (dM / dH)H_0$ denklemi bu alan bölgesindeki tepkiyi tanımlamakta ve diferansiyel manyetik duyarlılık olarak adlandırılmaktadır. Başlangıç duyarlılık $\chi_i = (dM / dH)_0$, yani orijindeki eğim olarak tanımlanmaktadır. Duyarlılık değerleri çok zayıf manyetik malzemelerde (bakır ve karbon gibi diyamanyetik

malzemeler) -10^{-5} mertebelerinden $+10^6$ mertebelerine (bazı amorf ve nanokristalin alaşımlar gibi çok yumuşak ferromıknatıslarda) kadar uzanmaktadır.

Bir LHI bölgesindeki geçirgenlik μ şu şekilde tanımlanır:

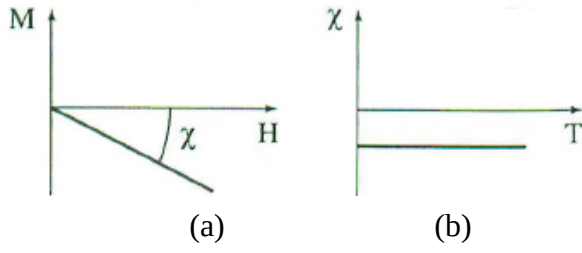
$$B = \mu H = \mu_r \mu_0 H = \mu_0 (H + M) \quad (3.2)$$

$\mu_r = 1 + \chi$ denklemini takip eder.

Bazı malzemeler, kuvvetli bir alan uygulanmasının ardından alan şiddeti sıfıra indirildiğinde sıfırdan farklı bir değerde manyetizasyona yani kalıntı manyetizasyona (M_r) sahip olurlar: Kalıcı mıknatıslar (örneğin bazı nadir toprak alaşımları) için durum böyledir (Lacheisserie, Gignoux ve Schlenker, 2005).

2.2.2. Dimanyetiklik

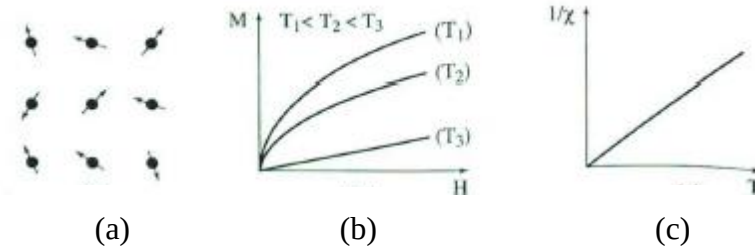
Diynamanyetiklik, sadece manyetik olmayan atomlara sahip malzemeleri karakterize eder. Uygulanan alanla kazandıkları manyetiklik oldukça zayıf ve alanın yönüne zıttır. Alan ve sıcaklıktan bağımsız olan duyarlılıkları negatif ve genellikle 10^{-5} mertebelerindedir (Şekil 2.5). Bu manyetizma, uygulanan manyetik alanın etkisi altında elektronik orbital hareketteki değişimden kaynaklanmaktadır. Lenz yasasına göre indüklenen akımlar, uygulanan alandaki değişime zıt bir indüksiyon akısına yol açar. Bu manyetizma aynı zamanda manyetik atomlara sahip malzemelerde de mevcuttur; fakat bu manyetik atomların katkısı sebebiyle maskelenecek kadar güçsüzdür. Süperiletken malzemeler çok kuvvetli diynamanyetizmaya sahiptir ve duyarlılıkları -1 'e eşittir (Lacheisserie ve diğerleri, 2005).



Şekil 2.5. Diyamanyetik bir malzemeye ait (a) manyetizasyonun alan bağımlılığı ve (b) manyetik duyarlılığın sıcaklıkla değişimi (You ve diğerleri, 2008)

2.2.3. Paramanyetiklik

Çoğu durumda paramanyetik malzemelerin manyetikliği, malzemeyi oluşturan atom ya da iyonların bir kısmı yahut tümünün kalıcı manyetik momentlerinden kaynaklanmaktadır. Eğer bu momentlerin birbirleriyle ihmal edilebilir derecede etkileşimleri var ve herhangi bir doğrultuda kendilerini serbestçe yönlendirebiliyorlar ise, buna serbest atomların paramanyetizması denmektedir (Şekil 2.6-a).



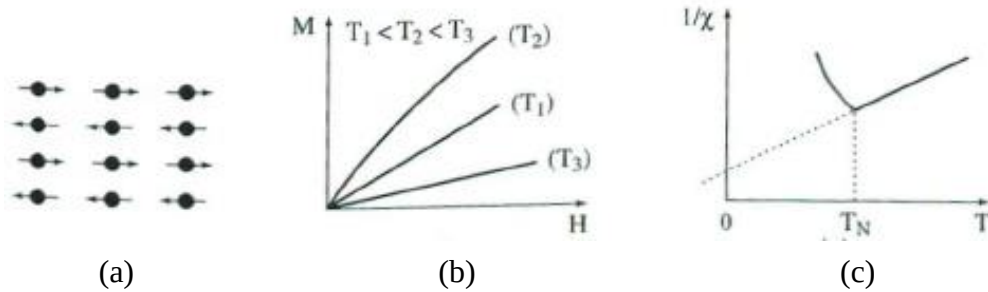
Şekil 2.6. Serbest atomların paramanyetizması (Lacheisserie ve diğerleri, 2005)

Manyetik alan uygulandığında, momentlerin ortalama yönü değişmekte ve alana paralel bir indüklenmiş manyetizasyon ortaya çıkar. Sıcaklık ne kadar yüksekse bu manyetizasyon o kadar düşüktür (Şekil 2.6 b). Sıcaklık yükseldikçe manyetizasyonun alana bağlı değişimi daha doğrusal hale gelmektedir. Zayıf olan duyarlılık pozitif bölgededir, 0 K'de sonsuza gider ve sıcaklık arttırıldıkça azalır. Duyarlılık oda sıcaklığında genellikle 10^{-3} ila 10^{-5} mertebelerindedir. İdeal koşullarda, duyarlılığın tersi ($1/\chi$) sıcaklıkla doğrusal olarak değişim göstermektedir. Bu, Curie kanunudur (Şekil 2.6 c).

Gerçek malzemelerde, özellikle düşük sıcaklıklarda, Curie kanununda sapmalar sıkça gözlenmektedir. Bu sapmaları en sık rastlanan katkılardan biri Van Vleck paramanyetizmasıdır. Metallerde, sıcaklıktan neredeyse bağımsız bir duyarlılıkla, iletim elektronları Pauli paramanyetizması olarak adlandırılan bir paramanyetik davranışa yol açabilmektedirler (Lacheisserie ve diğerleri, 2005).

2.2.4. Antiferromanyetiklik

Makroskobik olarak paramanyetizmaya benzer olan antiferromanyetizma manyetizmanın zayıf ve pozitif bir duyarlılıkla zayıf bir manyetiklik türüdür. Çok kristalli bir malzemede ölçümü yapılan duyarlılığın tersinin ısı değişimi, Neel sıcaklığı (T_N)'nda minimum değere ulaşmaktadır. Duyarlılıktaki bu maksimum, T_N 'nin altında, manyetik momentlerin antiparalel dizilişinden kaynaklanmaktadır. Manyetik momentler, en basit durumlarda, iki altkafese manyetizasyonları eşit ve zıt, manyetik alan yokluğunda sonuç manyetizasyonun sıfıra eşit olacak şekilde dağılmaktadırlar (Şekil 2.7 a). Atomik momentlerin bu antiparalel düzeni komşu atomların etkileşimlerinden kaynaklanmaktadır. Bu etkileşimler, tüm momentleri paralel dizilime getirme eğilimindeki uygulanan alanın etkisine karşı çalışmaktadır. Sıcaklık T_N 'nin altına düşürüldüğünde, moment antiferromanyetik dizilişine karşı çalışan ısı uyarılma azaldıkça, duyarlılık da azalmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda, ısı uyarılma etkileşim etkilerine baskın gelir ve duyarlılığın ısı değişimi paramanyetik malzemelerinkine benzer şekilde gözlenir (Şekil 2.7 b ve 2.7 c).

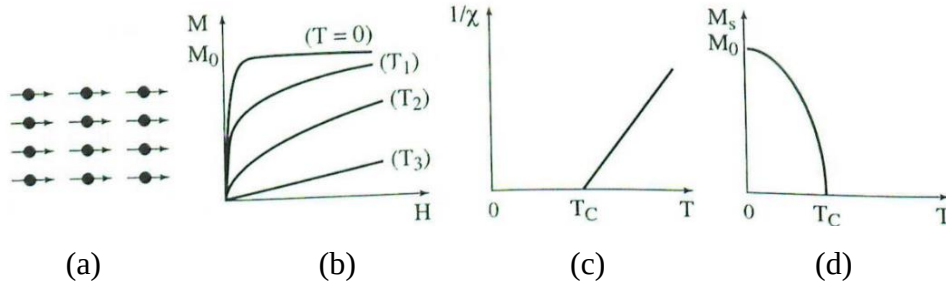


Şekil 2.7. Antiferromanyetizma (a) Spin kafesi. (b) $M(H)$. (c) $\chi^{-1}(T)$ (You ve diğerleri, 2008)

İki altkafesten oluşan bu durum, antiferromanyetik malzeme için en basitidir. Esasında birçok antiferromanyetik malzeme daha karmaşık, özellikle de doğrusal olmayan, manyetik yapılara sahiptir (Lacheisserie ve diğerleri, 2005).

2.2.5. Ferromanyetiklik

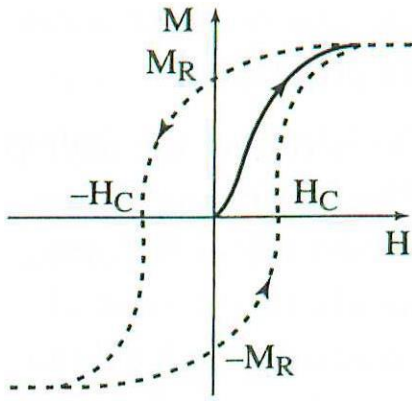
Antiferromanyetikliğin aksine, ferromanyetik malzemelerde pozitif değiş tokuş etkileşimleri komşu atomlarda manyetik momentlerin paralel hizalanmasını sağlamaktadır (Şekil 2.8 a). Bu etki, momentleri hizalayan ve moleküler veya değiş tokuş alanı olarak adlandırılan manyetik alanın etkisiyle aynıdır (bu hayali alan, ferromanyetizmanın tanımlanmasında kullanışlı olmakla birlikte gerçek bir manyetik alan değildir). Antiferromanyetizmadaki gibi, yüksek sıcaklıkta ısı uyarılma, paramanyetiğine benzer bir duyarlılığa sebep olmaktadır. Bu, Şekil 2.8 c’de gösterildiği gibi Curie-Weiss kanunudur.



Şekil 2.8. Ferromanyetizma: (a) Spin kafesi. (b) $(T_1 < T_c \leq T_2 < T_3)$, (c) $1/\chi$ 'in ısı bağımlılığı, (d) Kendiliğinden manyetizasyonun ısı bağımlılığı (Lacheisserie ve diğerleri, 2005)

Ancak; manyetik etkileşimler sebebiyle, duyarlılık 0 K yerine Curie sıcaklığı (T_c) olarak adlandırılan karakteristik bir sıcaklıkta sonsuza gitmektedir. Bu sıcaklığın altında etkileşimler, ısı uyarılmaya baskın gelmekte ve uygulanan manyetik alanın yokluğunda kendiliğinden manyetizasyon (M_s) görülmektedir. Bu kendiliğinden manyetizasyon 0 K ‘de, her bir momentin paralel oluşu anlamına gelen maksimum değere (M_0) ulaşmaktadır (Şekil 2.8 b ve 2.8 d).

T_c sıcaklığı altında kendiliğinden manyetizasyon varlığına rağmen bir ferromanyetik malzeme kendiliğinden manyetize olmuş halde bulunmak durumunda değildir: manyetik momenti sıfır olabilir. O halde malzeme, demanyetize olmuş demektir. Bu, malzemenin Weiss domenleri ismi verilen manyetik domenlere bölünmüş olmasından kaynaklanmaktadır; çok sayıda atom içeren her bir domen, kendiliğinden manyetize olmaktadır. Moment doğrultusu, yani bölgesel kendiliğinden manyetizasyon, domenden domene yönelim açısından farklılık göstererek toplam momentin sıfır olmasına yol açmaktadır. Ancak; bir manyetik alan uygulandığında, domenlerin dağılımı değişir ve Şekil 2.9'da kesiksiz çizgiyle gösterildiği gibi, ilk manyetizasyon eğrisi olarak adlandırılan bir manyetizasyon eğrisine sebep olmaktadır. Bu sebeple, makroskobik ölçüde, ferromanyetik malzeme, alan tarafından kuvvetli bir manyetizasyonun indüklendiği bir malzemedir.

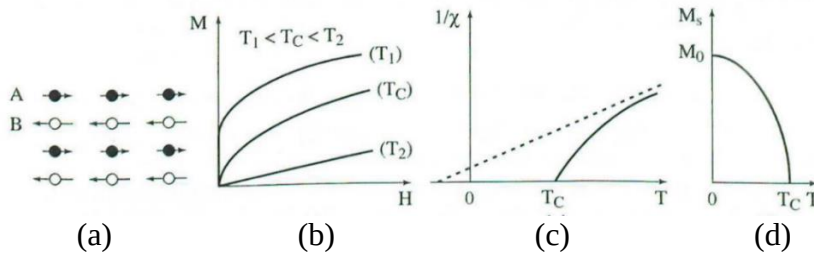


Şekil 2.9. Demanyetize edilmiş malzemenin manyetizasyon eğrisi veya ilk manyetizasyon eğrisi (tam çizgi). Histerezis döngüsü (kesikli çizgi) (Lacheisserie ve diğerleri, 2005)

Yeterince büyük manyetik alanlarda, manyetizasyon doyuma ulaşma eğilimi göstermektedir. Eğer uygulanan alan $\mp H_0$ uç değerleri arasında değişirse, histerezis döngüsünde tanımlandığı gibi, manyetizasyon işlemi tersinir değildir. Güçlü bir manyetizasyona ek olarak, ilk manyetizasyon eğrisi ve histerezis döngüsü ferromanyetik malzemelerin karakteristik özelliklerindendir. Çoğu teknolojik uygulama bu döngünün varlığını temel almaktadır (Lacheisserie ve diğerleri, 2005).

2.2.6. Ferrimanyetiklik

Ferrimanyetizma, mikroskobik olarak, antiferromanyetik benzeri olan ancak iki altkafesin manyetizasyonunun aynı olmadığı bir malzemeyi karakterize etmektedir (Şekil 2.10 a). İki alt kafes bu durumda artık birbirini dengeleyememektedir. Bunun sonucu olarak, T_C 'nin altında, Şekil 2.10 b ve 2.10 d'de gösterildiği gibi, ferrimanyetiğin makroskobik özelliklerinin ferromanyetiğe yaklaştığı bir şekilde kendiliğinden manyetizasyon ortaya çıkmaktadır.



Şekil 2.10. Ferrimanyetizma: (a) Spin kafesi, (b) Manyetizasyon eğrileri, (c) $1/\chi$ 'in ısı değişimi, (d) Kendiliğinden manyetizasyonun ısı değişimi (Lacheisserie ve diğerleri, 2005)

Ancak ferrimanyetiklerin kendiliğinden manyetizasyonunun Şekil 2.10 d'dekinden çok daha az monoton ısı değişimleri sergileyebilir. Özellikle, kendiliğinden manyetizasyon T_C 'den daha küçük olan ve dengeleme sıcaklığı olarak adlandırılan T_{comp} sıcaklığında her iki alt kafesin de tam olarak dengelenmesi ile ortadan kalkabilmektedir. Ayrıca çok yüksek sıcaklıklarda duyarlılığın tersinin ısı değişimi neredeyse doğrusal iken, Curie sıcaklığına yaklaştıkça doğrusallıktan önemli ölçüde sapar.

Ek olarak, $1/\chi(T)$ fonksiyonunun yüksek sıcaklık bölgesinde değişiminin asimptotu, ferromanyetik malzemelerdeki durumun aksine, sıcaklık eksenini genellikle negatif bölgede keser (Şekil 2.10 c) (Lacheisserie ve diğerleri, 2005).

2.3. Sınıflandırma

2.3.1. Yumuşak manyetik malzemeler

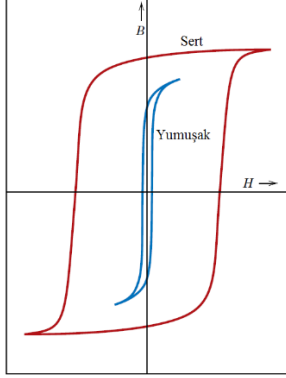
Endüstriyel uygulamalarda kullanılan yumuşak manyetik malzemelerin çoğu uzun bir süredir bilinmekte ve kullanılmaktadır. Son yıllarda üretim yöntemleri ve özelliklerinde önemli gelişmeler meydana gelmiştir. Çok çeşitli yumuşak manyetik malzemeler olmasına rağmen son yıllarda, özellikle metalik camlar olarak bilinen amorf şeritler ve bunların nano kristalli türevleri endüstriyel öneme sahip malzemeler olarak öne çıkmışlardır.

Yumuşak manyetik malzemeler, transformatör çekirdekleri gibi alternatif manyetik alanlara maruz kalan ve enerji kayıplarının düşük olması istenen uygulamalarda kullanılırlar. Bu sebeple histerezis çevrimi içindeki nispi alan Şekil 2.11’de gösterildiği gibi küçük olmalıdır (Callister ve Rethwisch, 2007).

Buna ilaveten bu malzemeler, yüksek başlangıç geçirgenliği ve düşük koersiviteye sahip olmalıdır. Bu özelliklere sahip bir yumuşak manyetik malzeme, nispeten düşük bir manyetik alan ile doyumluk mıknatıslanma değerine ulaşabilir (kolayca manyetize ve demanyetize olur) ve nispeten düşük histerezis enerji kaybı sergiler (Callister ve Rethwisch, 2007). Demir, demir-silisyum alaşımları ve yumuşak ferritler yumuşak manyetik malzemelerden bazılarıdır. İdeal bir yumuşak manyetik malzemenin, koersivite değeri düşük, doyumluk manyetizasyonu yüksek, kalıcı manyetikliği ve histerezis kaybı sıfır ve manyetik geçirgenliği ise yüksek olmalıdır (Gill ve Sharma, 2012).

Transformatör çekirdekleri, yumuşak manyetik malzemelerin kullanım alanına verilebilecek en iyi örneklerden biridir. Bunun en önemli nedeni ise, transformatör çekirdeklerinin manyetikleşme veya demanyetikleşmesinin kolay ve aynı zamanda yüksek elektrik öz direncine sahip olması gerekliliğidir. Bu nedenle, bu tür uygulamalarda yaygın olarak demir – silisyum alaşımları tercih edilmektedir. Diğer bir yumuşak

manyetik malzeme olan Fe-Ni alaşımları televizyonlarda, telefonlarda ve küçük transformatörlerde kullanılmaktadır (Mehboob, 2012).

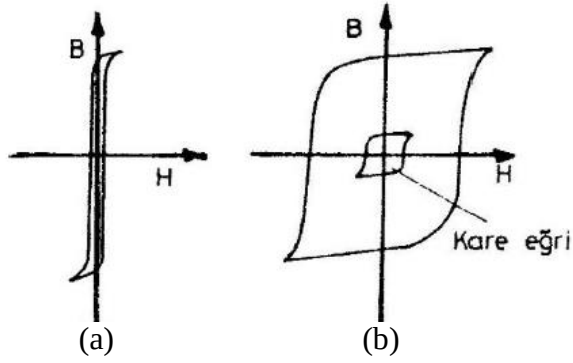


Şekil 2.11. Yumuşak ve sert manyetik malzemelere ait histerezis eğrisi (Callister ve Rethwisch, 2007)

2.3.2. Sert manyetik malzemeler

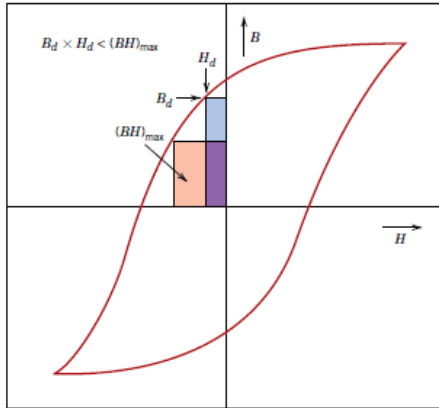
Sert manyetik malzemeler 1 kA/m in üzerinde koersiviteye sahip malzemelerdir. Sert manyetik malzemeler dış bir manyetik akım uygulamadan güçlü bir manyetik alan oluşturabilirler. Bu malzemeler büyük bir eksenel manyetik anizotropiye sahiptirler (Gill ve Sharma, 2012).

Sert manyetik c ve gidergenlikleri yüksektir. Şekil 2.12 b’de görüldüğü gibi histerezis döngüsü yüksek ve geniş, yani alanı büyüktür. Bölgesel manyetik kutup çiftlerini alan doğrultusunda hizalamak için büyük bir manyetik alana ihtiyaç vardır. Depoladıkları manyetik potansiyel enerji oldukça büyük olduğundan giderilmesi de güçtür (Onaran, 1999).



Şekil 2.12. Yumuşak ve sert manyetik malzemeler (Onaran, 1999)

Sert manyetik malzemelerin kullanımında koersivite ve birim hacimde ürettikleri enerji miktarı $(BH)_{maks.}$ gibi özellikleri dikkate alınmaktadır (Şekil 2.13). Sert manyetik malzemelerde birim hacimdeki enerji miktarı $(BH)_{maks.}$ histerezis eğrisinin ikinci çeyreğinde oluşan en büyük dikdörtgenin alanına karşılık gelmektedir. $(BH)_{maks.}$ ile gösterilen mıknatıs enerjisinin birimi kJ/m^3 olarak ifade edilmekte olup; bu aynı zamanda mıknatısı demanyetize etmek için gerekli olan enerjiyi de belirtmektedir. Bu değerin artmasıyla birlikte mıknatısın demanyetizasyonu zorlaşacağından malzemenin manyetik özellikleri de o derece kalıcı olacaktır.



Şekil 2.13. Sert manyetik malzemede maksimum enerji ürününün histerezis çevrimi üzerinde gösterimi (Callister ve Rethwisch, 2007; Cullity ve Graham, 2011)

2.3.3. Stronsiyum hekzaferrit mıknatıslar

$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ formülü ile belirtilen stronsiyum hekzaferritler son yıllarda ilgi odağı haline gelmiştir (Hessien, Rashad ve El-Barawy, 2008). Bu mıknatıslar yüksek koersiviteye, yüksek manyetokristalin anizotropi alanına ve yüksek kimyasal kararlılığa sahip olmaları nedeniyle manyetik kayıt cihazları, mikrodalga uygulamaları, yüksek frekanslı cihazlar ve motorlar gibi endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılırlar (Tiwary, Narayan ve Pandey, 2009).

Stronsiyum hekzaferritler, M tipi ferrit mıknatıslardır ve hekzagonal kristal yapıya sahiptirler (Jalli ve diğerleri, 2008). Kimyasal formülleri $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ olarak ifade edilmektedir. Bu ferritlerin kristal yapısı BaM hekzaferritler ile benzerdir (Jalli ve diğerleri, 2008). Stronsiyum hekzaferrit mıknatısların manyetik özellikleri baryum hekzaferritlerden daha yüksektir. Stronsiyum hekzaferritin toplam manyetik momenti 40 μB 'dir (Pullar, 2012).

Manyetik doygunluk (M_s), kalıcı mıknatıslanma (M_r) ve koersivite (H_c) gibi değerler stronsiyum hekzaferritlere ait histerezis döngüsünden yararlanılarak belirlenir. Histerezis döngüsünün şekli ve genişliği sadece kimyasal bileşime değil, aynı zamanda tanelerin gözenekliliği, boyutu ve şekli gibi çeşitli faktörlere de bağlıdır. Söz konusu ferritlerin, manyetik kayıt ortamlarında kullanımı için düşük koersivite, makul manyetik doygunluk ve kalıcı manyetiklik olması gerekir.

Manyetik doygunluk, daha güçlü bir manyetik alanın absorbe edilemeyeceği bir manyetik durumdur. Koersivite (H_c), manyetik doygunluğa ulaşıldıktan sonra o malzemenin manyetizasyonunu sıfıra indirmek için gerekli olan manyetik alanın yoğunluğudur. Stronsiyum hekzaferritlerin koersivitesi parçacık (toz) boyutuna, gözenekliliğe ve manyetokristal anizotropisine bağlıdır. Parçacık boyutu küçük, manyetokristal anizotropinin yüksek olduğu durumlarda koersivite yüksektir. Bu durumun tersi de geçerlidir (Shinde ve diğerleri, 2000). Kalıcı manyetizasyon (M_r), uygulanan manyetik alan kaldırıldıktan sonra malzeme üzerinde kalan mıknatıslanmadır.

2.3.4. Stronsiyum hekzaferritlerin üretim yöntemleri

Sol Jel Yöntemi

Stronsiyum hekzaferrit veya baryum hekzaferritlerin katkısız veya katkılı şekilde üretimi sol-jel yöntemi ile gerçekleştirilebilir (Surig, Hempel ve Bonnenberg, 1994). Sol-jel yöntemi, sıvı çözelti hazırlama ve çözeltiyi jel formuna çevirme olmak üzere iki ana adımdan oluşmaktadır (Surig, Hempel ve Bonnenberg, 1993).

Katı Hal Yöntemi

Stronsiyum hekzaferrit üretiminde yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biri katı hal yöntemidir. Katı hal yöntemi bir difüzyon yöntemi olarak da ifade edilebilir (Sugimoto, 1982). SrCO_3 , PbCO_3 , CaCO_3 gibi metal karbonatlar ile demir oksit (Fe_2O_3) veya demir klorür (FeCl_3) başlangıç malzemesi olarak kullanılırlar (Yang, Liu, Jin ve Ma, 2014). Metal oksit ve karbonat karışımlarının homojen olarak dağılması için bilyeli değirmenler, havanlar, titreşimli tamburlar vb. aracılığıyla öğütme ve karıştırma işlemi gerçekleştirilir.

Birlikte Çökeltme Yöntemi

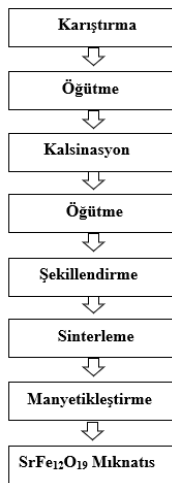
Birlikte çökeltme yöntemi 1960'lı yıllardan beri ferrit mıknatıs üretmek için kullanılmaktadır. Birlikte çökeltme yönteminde, başlangıç malzemesi olan stronsiyum kaynağı olarak yüksek saflıkta stronsiyum klorür (SrCl_2), stronsiyum nitrat ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$) veya stronsiyum karbonat (SrCO_3); demir kaynağı olarak ise yüksek saflıkta demir klorür (FeCl_3) veya demir nitrat ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$) ve çökelti oluşturmak için sodyum hidroksit (NaOH) kullanılmaktadır (Ataie ve Heshmati-Manesh, 2001; Rashad ve Ibrahim, 2011; Ganjali, Eskandari ve Aminzare, 2013).

Tuzlu Eriyik Yöntemi

Tuzlu eriyik yönteminde, stronsiyum veya baryum malzemesi kaynağı olarak stronsiyum sülfat (SrSO_4) veya baryum sülfat (BaSO_4) demir oksit (Fe_2O_3) ile karıştırılır. Bu işlemde sodyum klorür (NaCl) ve potasyum klorür (KCl) tuzu oluşan ferrit fazının temizlenmesi amacıyla; reaksiyonun hızlandırılması için ise sodyum hidroksit (NaOH), sodyum karbonat (Na_2CO_3) veya sodyum bikarbonat (NaHCO_3) malzemeleri kullanılır (Guo, Ding, Zhong, Zhang ve Du, 1997).

Geleneksel Seramik Yöntemi

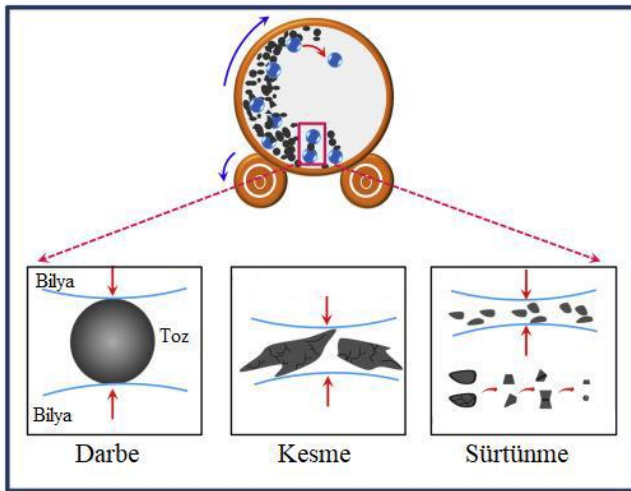
Hekzagonal ferritlerin üretimi için kullanılan yaygın yöntemlerden bir diğeri geleneksel seramik yöntemidir. Geleneksel seramik yönteminde başlangıç malzemesi olarak demir oksit (Fe_2O_3), stronsiyum karbonat (SrCO_3) veya stronsiyum oksit (SrO) ile karıştırılır. Ayrıca, element katkılı ferrit mıknatıs üretimi için, katkı elementleri metal oksit formunda kullanılır (Izadkhah, Zare, Somu, Lombardi ve Vittoria, 2017; Huang ve diğerleri, 2018; Yang, Wang, Shao, Huang ve Cao, 2018). Geleneksel seramik yönteminin şematik gösterimi Şekil 2.14'te gösterilmiştir.



Şekil 2.14. Geleneksel seramik yöntemi üretim şeması

Mekanokimyasal Sentezleme Yöntemi

Yöntem literatürde yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemi olarak da tanımlanmaktadır. Mekanokimyasal sentezleme yöntemiyle stronsiyum hekzaferrit üretimi için başlangıç malzemeleri olarak; stronsiyum kaynağı için stronsiyum karbonat (SrCO_3), stronsiyum oksit (SrO), stronsiyum sülfat (SrSO_4) veya selestit cevheri; demir oksit kaynağı için tufal veya ticari saflıkta demir oksit (Fe_2O_3) kullanılmaktadır (Miclea ve diğerleri, 2006). Mekanokimyasal sentezleme işlemi yüksek hızlı farklı öğütücü tiplerinde yüksek öğütme sürelerinde gerçekleştirilir ve en yüksek enerjili öğütücüler gezegen tipli bilyeli öğütücülerdir. Yüksek enerjili öğütme işlemi esnasında yeni yüzeylerin ortaya çıkması, kafes kusurlarının oluşması ve toz karışımlarının aktivasyonu meydana gelir. Bu işlem; değirmen içerisindeki toz ve bilyeler arasında farklı tipte kesme, sürtünme ve darbe kuvvetlerinin oluşumu mekanizmasıyla gerçekleşir. Öğütme işlemi sırasında darbe, kesme ve sürtünmenin oluşumu şematik olarak aşağıda Şekil 2.15’de gösterilmiştir (Fuentes ve Takacs, 2013).



Şekil 2.15. Darbe, kesme ve sürtünme kuvvetlerinin şematik gösterimi

Mekanokimyasal sentezleme yöntemi diğer sentezleme yöntemleri ile karşılaştırıldığında birçok açıdan daha üstün bir yöntem olduğu tespit edilmiştir. Mekanokimyasal sentezleme yöntemi ile sentezlenen tozlar çok küçük boyutlarda elde edildiklerinden katı-hal yöntemi ve ıslak kimyasal yöntemlerle sentezlenenlere göre daha iyi sinterlenebilme özelliklerine sahiptirler (Kong, Zhang, Ma ve Boey, 2008). Yöntemin bir diğer avantajı;

oksit tozlar arasındaki katı hal reaksiyonunun yüksek sıcaklık yerine sadece öğütme yoluyla oda sıcaklığında gerçekleşiyor olmasıdır (Miclea ve diğerleri, 2006; Sánchez De Jesús, 2014). Söz konusu sentezleme yöntemi ile geleneksel katı hal yöntemi karşılaştırıldığında, daha yüksek koersivite ve manyetik doygunluk elde edildiği tespit edilmiştir (Miclea ve diğerleri, 2006; Dorey, 2011).

2.3.5. AlNiCo mıknatıslar

AlNiCo mıknatısları için hammaddeler, alüminyum nikel, kobalt, demir ve titanyumdur (Gill ve Sharma, 2012). AlNiCo ismi, ana bileşen olarak demir içermesine rağmen, alüminyum, nikel ve kobalt için kimyasal sembollerden gelmektedir (Shackelford ve Muralidhara, 2005). Bu tür kalıcı mıknatıslar, %20–%40 arasında kobalt içermesinden dolayı ferrit mıknatıslara göre oldukça pahalıdır. AlNiCo mıknatısların yüksek kalıcı mıknatıslığa (0,9-1,34 T) ve Curie sıcaklığına sahip olmalarına rağmen, koersivite değeri (654-1515 Oe) oldukça düşüktür. Maksimum çalışma sıcaklıkları 500 °C civarında olmasına rağmen, kobalt oranının artırılmasıyla bu sıcaklık değeri 800-900 °C'ye kadar çıkabilmektedir. Uygulamalarda birim hacimde ürettikleri enerji miktarı ((BH)_{maks.}) 44-84 kJ/m³ arasında değişmektedir (Svoboda, 2004). AlNiCo mıknatısları mükemmel termal kararlılığa sahiptir (Gill ve Sharma, 2012). Bu mıknatısların korozyona karşı dirençleri paslanmaz çelikler kadar iyidir (Svoboda, 2004).

Tüm AlNiCo mıknatıslar sert ve kırılgeçirirler, sıcak işleme şekillendirilebilirler. Bu nedenle, tüm üretim, sıvı alaşımın dökülmesiyle veya metal tozlarının preslenmesi ve sinterlenmesiyle yapılmaktadır. Döküm alaşımları, yaklaşık 1 mm boyutunda çok kaba mikroyapı tanelerine sahiptir. Sinterleme yoluyla üretilenler daha ince taneli ve mekanik olarak daha mukavemetli, daha iyi yüzey kalitesine sahip olmakla beraber, biraz daha düşük manyetik özellikler sergilerler (Shackelford ve Muralidhara, 2005).

2.3.6. Nadir toprak mıknatısları

Nd₂Fe₁₄B neodimyum – demir – bor olarak bilinen modern kalıcı mıknatıs ailesinin basit bileşimidir, ancak pratik uygulamalara uyum sağlaması amacıyla manyetik özelliklerin

ayarlanması için genellikle çeşitli kısmi ikame ve değişiklikler yapılmaktadır. Nadir toprak – kobalt bileşiklerinin çok daha yüksek Curie sıcaklığına sahip olmasından dolayı yüksek sıcaklık özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla Fe atomlarının bir kısmının Co ile değiştirilmesi yaygındır, ancak bu tek başına yapıldığında mıknatısın kendiliğinden gidergenliğini de düşürür. Kendiliğinden gidergenlik (H_{ci}), neodimyumun disprosyum (D_y) gibi bir ağır nadir toprak elementi ile kısmi ikamesi ile önemli ölçüde arttırılabilir. Bunun nedeni $Dy_2Fe_{14}B$ 'un $Nd_2Fe_{14}B$ 'a göre daha yüksek anizotropiye sahip olmasıdır ancak aynı zamanda Co ile antiferromanyetik eşleşmesinden dolayı doygunluk manyetizasyonu ve dolayısıyla maksimum manyetik enerjiyi düşürmektedir. Mevcut alaşım elementi ve bileşimsel değişim çeşitliliği ile birlikte ısı kararlılığı geliştirme isteği, çok sayıda “ $Nd_2Fe_{14}B$ ” mıknatısının geliştirilmesine yol açmıştır. Ancak bununla birlikte element katkısının performansa olumlu etkisi, basit üçlü bileşik yerine daha karmaşık bir alaşımın neden olduğu üretim zorluğu tarafından olumsuzlanmaktadır (Campbel, 1994).

Günümüzde NdFeB mıknatıslar üç farklı üretim yöntemi ile üretilmektedirler. Bu yöntemler sinterleme, polimer bağlı ve sıcak deformasyon yöntemleridir. Toz metalurjisi işlemlerini de bünyesinde barındıran sinterleme yöntemi ile yapılan çalışmalarda, yapıda bulunan sert $Nd_2Fe_{14}B$ fazına bağlı olarak yüksek manyetik özelliklerin elde edildiği ve maliyet/performans oranının daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Bu yöntemle üretilen mıknatısların en büyük dezavantajı termal ve çevresel etkilere karşı kararlılıklarının olmamasıdır. Farklı üretim yöntemlerine bağlı olarak NdFeB mıknatısların birim hacimde ürettikleri enerji değerleri sinterlenmiş mıknatıslar için 444 kJ/m^3 , polimer bağlı mıknatıslar için $80-145 \text{ kJ/m}^3$ arasında ve sıcak deformasyon yöntemi ile üretilenler için $120-370 \text{ kJ/m}^3$ 'tür (Gill ve Sharma, 2012).

2.3.7. Samaryum - kobalt mıknatıslar

Ferrit mıknatıslara artık daha fazla önemli geliştirme yapılmayacağı anlaşıldığında 1960'larda tek eksenli yüksek manyetokristal anizotropi ile birlikte yüksek doygunluk manyetizasyonuna sahip olacak yeni malzeme arayışı başlamıştır. Nadir toprak elementlerinin tamamlanmamış elektron kabuklarının, Fe_3O_4 'e benzer şekilde

ferromanyetizmaya yol açtığı bilinmekteydi. Aynı zamanda Fe, Ni veya Co gibi geçiş metalleri ile intermetalik bileşikler oluşturmaya meyilli oldukları da biliniyordu ve hekzagonal kristal yapısı nedeniyle kobaltın en yüksek kristal anizotropisine sahip bileşikleri oluşturacağı düşünülmekteydi.

Hafif nadir toprak elementlerinin, özellikle de samaryumun (Sm), manyetik momentlerinin Co ile en uygun şekilde birleştiği görülür. Nadir toprak kobalt mıknatısların işlenmesi NCo_5 , N_2Co_{17} , N_2Co_7 , N_5Co_{19} veya NCo_3 (N nadir toprak elementlerinden birini temsil etmektedir) gibi çeşitli intermetalik bileşiklerin oluşturulmasını sağlar. NCo_5 detaylı olarak incelenen ilk bileşimdir ve Strnat (1970) teorik olarak La, Ce, Pr, Sm ve Y gibi hafif nadir toprak elementlerinden çok yüksek maksimum manyetik enerji değeri beklenebileceğini tahmin etmiştir. Ancak gelişimin ilk yıllarında SmCo_5 hariç bu bileşiklerden tatmin edici özelliklere sahip mıknatıs üretilmesinin zor olduğu görülmüştür. Bu erken dönem mıknatıslarının üretim zorluğunun bir kısmı nadir toprak elementlerinin yüksek reaktivitelerinden kaynaklanmaktadır (Campbel, 1994).

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Kullanılan Malzemeler

Bu çalışma kapsamında stronsiyum hekzaferrit sentezi için demir oksit kaynağı olarak Türkiye’de demir çelik sektöründe üretim yapan fabrikaların üretim haddehanelerinden çıkan tufal atığı ve Çin’den hazır olarak satın alınan stronsiyum karbonat (SrCO_3) hammaddesi kullanılmıştır. Ayrıca, yerli tufal atığı ile elde edilecek stronsiyum hekzaferrit’in, ticari olarak kullanılan hammadde sentezleri ile manyetik performans açısından kıyaslanması için Çin’den hazır stronsiyum hekzaferrit sentezi ve hazır demir oksit hammaddeleri satın alınmıştır.

3.1.1. Tufal

Türkiye’de demir çelik sektöründe faaliyet gösteren 9 farklı firma ile görüşülerek, üretim haddehanelerinde çıkan tufal atıkları numune olarak alınmıştır. Bu firmalardan alınan tufal numuneleri çalışma kapsamında T11, T12, ... , T19 olarak adlandırılmıştır. 9 farklı numune içerisinde 5’inin kimyasal bileşim analizleri numune tedarik eden firmalar tarafından daha önce gerçekleştirilmiş olup, bu çalışmada referans olarak kullanılmıştır. Tedarikçi firmalar tarafından XRF cihazından gerçekleştirilen kimyasal bileşim analizleri Çizelge 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Kimyasal bileşim analizi

Element	T11	T14	T15	T16	T18
Fe ₂ O ₃	95,08	72,56	72,86	69,75	71,83
SiO ₂	1,01	-	0,69	3,481	0,55
Cr ₂ O ₃	0,67	-	-	-	-
MnO	0,89	-	0,66	-	0,441
MgO	0,20	-	0,36	0,286	-
CaO	0,66	-	0,13	3,513	0,33
Al ₂ O ₃	0,40	-	0,03	0,905	0,14
NiO	0,11	-	-	-	-
Ni	-	-	0,033	-	-
Na ₂ O	0,00	-	0,035	0,484	-
CuO	0,58	-	-	-	0,1442
Cu		-	0,057	0,044	-
Cl	0,10	-	-	-	-
C	0,06	-	0,049	-	-
S	0,04	-	0,018	-	0,079
P	-	-	0,015	-	-
Zn	-	-	0,008	0,005	0,0071
TiO ₂	-	-	0,007	-	-
As	-	-	0,004	-	0,0065
Humidity	1,08	3,94	-	-	-
Oil	-	0,04	0,03	-	1,14

Çizelgede verilen değerlerden görüleceği üzere tufalde (Fe₂O₃) oranının %95–%99 aralığında olması, stronsiyum hekzaferrit sentezi için uygun olduğunu göstermektedir.



Şekil 3.1. Tufal (“Tufal”, 2021)

3.1.2. Stronsiyum karbonat

Stronsiyum hekzaferrit mıknatıs sentezi çalışmalarında stronsiyum kaynağı olarak %98 ve %99 saflığına sahip ticari stronsiyum karbonat kullanılmıştır. Stronsiyum karbonat hammaddeleri Çin'den ithal edilmiştir. Çalışma kapsamında %98 saflığa sahip olan stronsiyum karbonatlar S1, %99 saflığa sahip olanlar ise S2 olarak adlandırılmaktadır.

3.1.3. Ticari demir oksit (red iron)

Stronsiyum hekzaferrit sentezleme çalışmalarında demir oksit olarak tufal ve red iron olarak adlandırılan ticari demir oksit kullanılmıştır. Çalışma kapsamında tufal ile edilen ve ticari demir oksit ile elden edilen sentezleme çalışmalarının manyetik performansları kıyaslanmıştır. Ticari demir oksit hammaddesi %99 saflığına sahiptir ve Çin'den ithal edilmiştir. Çalışma kapsamında R1 olarak adlandırılmaktadır.



Şekil 3.2. Ticari demir oksit (red iron) (“Red iron oxide”, 2021)

3.1.4. Ticari stronsiyum hekzaferrit

Bu çalışma kapsamında elde edilen nihai stronsiyum hekzaferrit sentezi, ticari olarak kullanılan stronsiyum hekzaferrit sentezinin manyetik performansı ile karşılaştırılmıştır. Ticari stronsiyum hekzaferrit sentezi Çin'den ithal edilmiştir ve Y30 Grade türüne sahiptir. Çalışma kapsamında XK1 olarak adlandırılmaktadır.

3.2. Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar

3.2.1. Titreşimli diskli değirmen

Demir çelik firmalarında alınan tufal numuneleri kaba haldedir. Tufal numunelerinin, XRD analiz cihazı vasıtasıyla kristal yapı analizine tabi tutulması için titreşimli diskli değirmende toz hale dönüştürülmesi gerekmektedir. Dolayısıyla, kaba tufal parçacıkları Atom Teknik markalı titreşimli diskli değirmen vasıtasıyla 15 saniye boyunca öğütme işlemine tabi tutulmuştur.



Şekil 3.3. Atom Teknik marka titreşimli diskli değirme



Şekil 3.4. Öğütücü diskler

3.2.2. Yüksek enerjili bilyeli değirmen

Stronsiyum hekzaferrit sentezinin öğütülmesi amacıyla Spex marka bilyeli öğütücü ve paslanmaz çelik malzemeli kavanozlar kullanılmıştır.



Şekil 3.5. Spex marka yüksek enerjili bilyeli değirmen

3.2.3. Bilyeli değirmen

Nihai stronsiyum hekzaferrit sentezlerinin harmanlanması amacıyla Retsch marka bilyeli değirmen ve X155CrVMo12-1 malzeme tabanlı kavanozlar kullanılmıştır.



Şekil 3.6. Retsch marka bilyeli değirmen



Şekil 3.7. X155CrVMo12-1 malzeme tabanlı kavanoz

3.2.4. Sinterleme kül fırını

Stronsiyum hekzaferrit sentezinin ve tufal numunelerinin kalsiyonasyon ve sinterleme işlemleri için Protherm marka kül fırını kullanılmıştır.



Şekil 3.8. Protherm marka kül fırını

3.2.5. Döner sinterleme fırını

Tufal numunelerinin bazıları Protherm döner sinterleme fırınında ısıtılma işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem ile elde edilen çıktılar, kül fırınında ısıtılma işlemine tabi tutulan diğer tufal numuneleri ile kristal yapı analizi kapsamında kıyaslanmıştır.



Şekil 3.9. Protherm marka döner sinterleme fırını

3.2.6. Isıtma ocağı

Islak öğütme işlemine tabi tutulan sentez çalışmalarının kurutulması amacıyla Mtops marka ısıtma ocağı kullanılmıştır. Ocak en fazla 320 °C'ye kadar çıkabilmektedir.



Şekil 3.10. Mtops marka ısıtma ocağı

3.2.7. Çeker ocak

Islak ve çamur haldeki sentez çalışmalarının kurutulmasını hızlandırmak için ısıtma ocağıyla birlikte çeker ocak kullanılmıştır.



Şekil 3.11. Çeker ocak (“Çeker Ocak”, 2021)

3.3. Deneylerin Yapılışı

3.3.1. Stronsiyum karbonat ve ticari stronsiyum hekzaferrit’in elemental analizi

Bu çalışmanın deney sonuçlarını kontrol etmek ve karşılaştırmak için XK1 numunesi Çin'den hazır numune olarak alınmıştır. XK1’e herhangi bir üretim süreci veya işlem uygulanmamış olup, sadece VSM - Titreşimli Numune Manyetometresi cihazı ile manyetik performansı ölçülmüştür. VSM cihazı ile XK1’in 0,693 gram, 75 Hz frekans ve oda sıcaklığı çalışma koşullarında histerezis döngüsü çizilmiştir.

Ayrıca, XK1, S1 ve S2'nin kristal faz analizleri yarı kantitatif olarak CuK α radyasyonlu, 0,01313° adım boyutu ve 15,300 (sn) adım başına süre ile $10 \leq 2\theta \leq 110$ çalışma koşullarında, XRD cihazı vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir.

3.3.2. Tufale uygulanan ön analiz işlemleri

Türkiye’de demir çelik imalat sanayinde faaliyet gösteren 9 farklı firmanın haddehanesinden numune olarak tufal numuneleri alındı. Tufal parçaları, XRD numune tutucusuna uygun partikül boyutu hazırlamak için her numune için 15 saniye içinde

titreşimli diskli değirmende kırıldı. Tüm parçalar, hematit ve diğer faz bileşenlerini belirlemek için XRD cihazı ile, CuK α radyasyonlu, 0,01313° adım boyutu ve 15,300 (sn) adım başına süre ile $10 \leq 2\theta \leq 110$ çalışma koşullarında kristal yapı analizleri yapıldı.

Tufal numunelerinin elemental ve kristal yapı analizleri baz alınarak, Fe₂O₃ değerleri karşılaştırıldığında, T11 numunesi en yüksek hematit oranına sahip olduğu için bu numune ayrıca T1_{maks.} olarak da adlandırılmıştır. Sonuç olarak 10 farklı tufal numunesi T11, T12, T13, T14, T15, T16, T17, T18, T19, T1_{maks.} olarak adlandırılmıştır.

3.3.3. Tufale uygulanan işlemleri

Herhangi bir işlem görmemiş ham haldeki tufal numuneleri, ısıl işlemlere tabi tutularak hematite dönüştürülmeye ve stronsiyum hekzaferrit sentezine uygun hale getirilmeye çalışılmıştır. Numune adları belirlendikten sonra farklı alümina potaları ayrı ayrı yerleştirilen T11, T12, T13, T14, T15, T16, T17, T18, T19 numunelerine 800 °C, 12 saat, 8 °C/dakika ısıtma oranı koşullarında sinterleme kül fırını içerisinde ısıl işlemler uygulanmıştır. Isıl işleme tabi tutulan numuneler, sinterleme kül fırını içerisinde 800 °C'den 400 °C'ye, 400 °C'den de oda sıcaklığına kadar açık atmosferde soğutulmuştur. Ayrıca, sinterleme kül fırınından elde edilen hematit değerleri ile döner fırından elde edilen hematit değerlerinin kıyaslanması ve farklı türlerdeki ısıl işlem prosesinin numune üzerindeki etkisini kıyaslamak amacıyla T1_{maks.}'a, 800 °C, 6 saat, 5 rpm ısı spesifikasyonları dahilinde döner fırını vasıtasıyla ısıl işlem uygulanmıştır.

Isıl işlem proseslerinden sonra tufal numuneleri seramik yapılı havan içerisinde kabaca kırılmış ve daha sonra XRD numune tutucusuna numune hazırlamak için her numune için 15 saniye içerisinde vibrasyonlu diskli değirmende ince tane boyutunda kırılmıştır.



Şekil 3.12. Seramik havan

Tüm numunelerin yarı kantitatif analizleri CuK α radyasyonlu, 0,01313° adım boyutu ve 15,300 (sn) adım başına süre ile $10 \leq 2\theta \leq 110$ çalışma koşullarında, XRD cihazı vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir. Numune adları ve uygulanan işlemler Çizelge 3.2’de gösterilmiştir.

Çizelge 3.2. Tufal numunelerine uygulanan işlemler

Girdi Numune Adları	T11	T12	T13	T14	T15	T16	T17	T18	T19	T1 _{maks.}
Sinterleme Kül Fırını	√	√	√	√	√	√	√	√	√	
Döner Sinterleme Fırını										√
Seramik Havan	√	√	√	√	√	√	√	√	√	
Titreşimli Diskli Değirme	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√
Çıktı Numune Adları	T21	T22	T23	T24	T25	T26	T27	T28	T29	T2 _{maks.}
XRD	√	√	√	√	√	√	√	√	√	√

3.3.4. Stronsiyum hekzaferrit sentezinin hazırlanması

Stronsiyum karbonat, ticari demir oksit ve tufal tozları 1:5 ve 1:6 oranlarında bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. 12 farklı sentez oranı belirlenmiştir ve bu sentezler;

K5: S1/5R1 (sinterleme kül fırını kullanıldı.)

K5A: S1/5R1 (döner sinterleme fırını kullanıldı.)

K6 S1/6R1

K7: S2/5R1

K8: S2/6R1

K9: S1/5T1_{maks.}

K9A: 3S1/5T1_{maks.}

K10: S1/6T1_{maks.}

K13: S1/5T2_{maks.}

K13A: 3S1/5T2_{maks.}

K14: S1/6T2_{maks.}

K21: S1/5T28

olarak belirlenmiştir.

K5 Numunesinin Sentezi: S1/5R1 (sinterleme kül fırını kullanıldı.)

20 gram S1 + 100 gram R1 malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 15 adet 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 4 kavanoz 120'şer gram üzerinden doldurularak 480 gram K5 tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 200 rpm'de 30 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Numunelere aynı cihazda ek olarak 5 dakika boyunca 350 rpm'de harmanlama işlemi uygulanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 20 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K5 tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K5A Numunesinin Sentezi: S1/5R1 (döner sinterleme fırını kullanıldı.)

20 gram S1 + 100 gram R1 malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 15 adet 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 4 kavanoz 120'şer gram üzerinden doldurularak 480 gram K5A tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 200 rpm'de 30 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Numunelere aynı cihazda ek olarak 5 dakika boyunca 350 rpm'de harmanlama işlemi uygulanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile döner sinterleme fırınında ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 383 gram olarak ölçülmüştür. Ancak yaş öğütme işlemi için 383 gram'ın 240 gram'ı kullanılmıştır. Bu toz, 120 gram x 2 kavanoz olacak şekilde sert çelik tabanlı kavanozlara konulmuştur ve kavanozların her birinin içerisine ayrıca 700 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 90 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde

ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K5A tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K6 Numunesinin Sentezi: S1/6R1

4 gram S1 + 24 gram R1 malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 28 gram K6 tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 12 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 20 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K6 tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K7 Numunesinin Sentezi: S2/5R1

4 gram S2 + 20 gram R1 malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 24 gram K7 tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 12 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 20,74 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K7 tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K8 Numunesinin Sentezi: S2/6R1

4 gram S2 + 24 gram R1 malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 28 gram K8 tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 12 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 20,92 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K8 tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K9 Numunesinin Sentezi: S1/5T1_{maks.}

4 gram S1 + 20 gram T1_{maks.} malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 24 gram K9 tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 12 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 19,68 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K9 tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K9A Numunesinin Sentezi: 3S1/5T1_{maks.}

12 gram S1 + 20 gram T1_{maks.} malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 32 gram K9A tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 12 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemine tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 20,12 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K9A tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K10 Numunesinin Sentezi: S1/6T1_{maks.}

4 gram S1 + 24 gram T1_{maks.} malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 28 gram K10 tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 12 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemine tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 20,10 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K10 tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K13 Numunesinin Sentezi: S1/5T_{2maks.}

4 gram S1 + 20 gram T_{2maks.} malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 24 gram K13 tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 12 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 20,05 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K13 tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K13A Numunesinin Sentezi: 3S1/5T_{2maks.}

12 gram S1 + 20 gram T_{2maks.} malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 32 gram K13A tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 12 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 20,05 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K13A tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K14 Numunesinin Sentezi: S1/6T2_{maks.}

4 gram S1 + 24 gram T2_{maks.} malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 28 gram K14 tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 12 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1150 °C, 12 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 20,10 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K14 tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

K21 Numunesinin Sentezi: S1/5T28

4 gram S1 + 20,17 gram T28 malzemeleri paslanmaz çelik kavanoza konulmuştur. Kavanoz içerisine ayrıca 10 mm boyutunda çelik bilyeler atılmıştır. Toplamda 24,17 gram K21 tozu kullanılmış olup, hazırlanan karışım 12 dakika boyunca bilyeli değirmen cihazında harmanlanmıştır. Harmanlanmış karışım alümina potaya konularak 1250 °C, 6 saat ve 8 °C/dakika ısıtma oranı ile sinterleme kül fırınında ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Isıl işlem sonrası toz miktarı 18,8 gram olarak ölçülmüştür. Bu toz, sert çelik tabanlı kavanoza konulmuştur ve kavanoz içerisine ayrıca 150 gram ağırlığında birden fazla 4,8 mm çelik bilye ve 20 ml izopropil eklenerek yüksek enerjili bilyeli öğütücü de öğütülmüştür. Yaş öğütme işleminden sonra bulamaç (öğütülmüş toz) 2 mm elek üzerinde izopropil ile temizlenmiştir. Temiz bulamaç 80 °C ısıtıcılı üzerinde ve çeker ocak içerisinde 6 saat boyunca kurutulmuştur. Tüm işlemlerin sonunda, XRD ile K21 tozunun yarı kantitatif analizi yapılmıştır.

3.3.5. Nihai stronsiyum hekzaferrit sentezinin belirlenmesi

XRD cihazı ile 12 farklı stronsiyum hekzaferrit sentezine ayrı ayrı yarı kantitatif analizler uygulanmıştır. Analiz sonuçlarına göre en yüksek stronsiyum hekzaferrit bileşimine sahip sentez K21 olarak belirlenmiştir. Nihai sentezin K21 olarak belirlenmesi ile bu sentezin VSM - Titreşimli Numune Manyetometresi cihazı ile manyetik özellikleri ölçülerek histerezis döngüsü çizilmiştir ve ticari stronsiyum hekzaferrit olan XK1'in manyetik performansı ile karşılaştırılmıştır.

3.4. Analiz Çalışmaları

3.4.1. Manyetik özellik analizi

Çin'den hazır olarak ithal edilen ticari stronsiyum hekzaferrit (XK1) ve çalışma kapsamında elde edilen stronsiyum hekzaferrit sentezlerinin VSM - Titreşimli Numune Manyetometresi cihazı vasıtasıyla histerezis döngüleri çizilerek gidergenlik, doygunluk ve manyetik akı yoğunluğu gibi manyetiksel performans değerleri elde edilmiştir ve değerlendirilmiştir. Manyetik performans ve histerezis analizi MicroSence marka VSM - Titreşimli Numune Manyetometresi cihazı kullanılmıştır.



Şekil 3.13. MicroSence marka VSM - Titreşimli Numune Manyetometresi (“VSM”, 2021)

3.4.2. XRD analizi

XK1, S1 - S2, tufal ve stronsiyum hekzaferrit sentezlerinin yarı kantitatif kristal faz analizleri, CuK α t p  kullanarak $10 \leq 2\theta \leq 110$  alıřma kořullarında ger ekleřtirilmiřtir. Kristal faz analizleri i in Panalytical Empyrean marka XRD cihazı kullanılmıřtır.



řekil 3.14. Panalytical Empyrean marka XRD cihazı

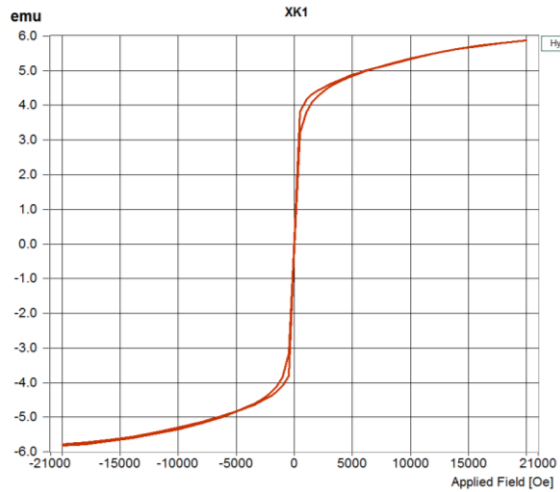
4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. Analiz Sonuçları

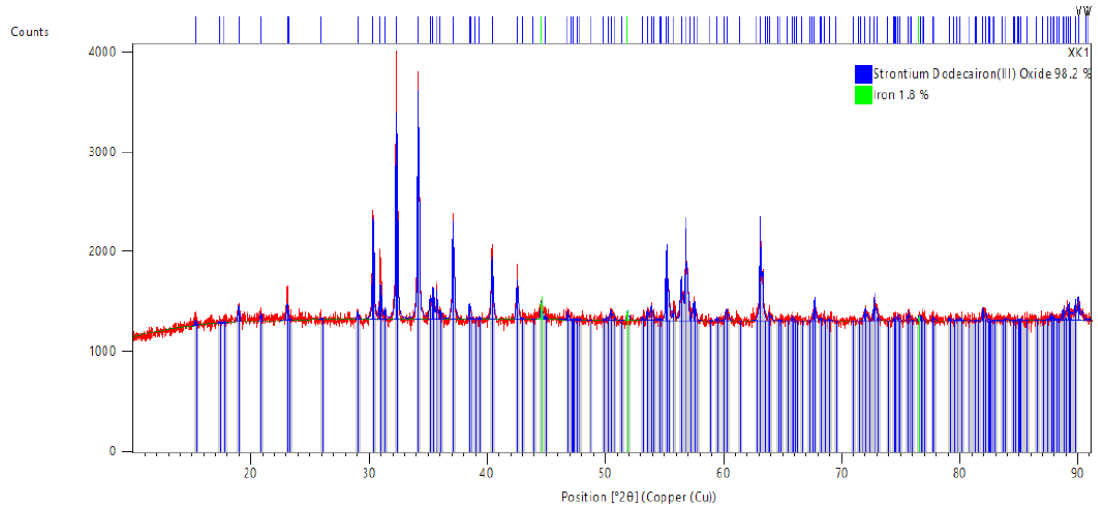
XK1'in manyetik özellikleri Çizelge 4.1'de ve histerezis döngüsü Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Ayrıca, XK1'in kristal yapı fazları Şekil 4.2'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.1. XK1'in manyetik özellikleri

	Upward Part	Downward Part	Average	Parameter 'definition'
Hysteresis Loop				Hysteresis Parameters
Hc (Oe)	11,234	-19,318	15,276	Coercive Field: Field at which M/H change sign
Ms (emu)	5,875E+0	-5,828E+0	5,851E+0	Saturation Magnetization: maximum M measured
Hc offset (Oe)	11,23	-19,32	-4,04	(Hc upward curve + Hc Downward curve)/2
Mr (emu)	-73,913E-3	127,524E-3	100,719E-3	Remanent Magnetization: m at H=0
S	0,01	0,02	0,02	Squareness: Mr/Ms
Area (Oe*emu)	842,909E+0	-	-	Area enclosed by the hysteresis loop
Slope at Hc (emu/Oe)	0,007	0,007	0,007	Sloop at Hc



Şekil 4.1. XK1'in histerezis döngüsü



Şekil 4.2. XK1'in kristal yapı fazları

S1 ve S2'nin safsızlık kontrolü XRD cihazı ile yapılmıştır ve Çizelge 4.2'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.2. S1 ve S2'nin safsızlık sonuçları

Element	S1	S2
Strontianite	100	100

9 farklı firmadan alınan tufal numunelerinin kimyasal kompozisyonlarını belirlemek amacıyla yarı kantitatif olarak XRD analizi uygulanmıştır ve sonuçları Çizelge 4.3'te gösterilmiştir.

Çizelge 4.3. Tufal numunelerinin kimsayal kompozisyonları

	T11	T12	T13	T14	T15	T16	T17	T18	T19
Wuestite	68,8	51,6	2,8	22,2	73,2	34,0	45,2	63	71,4
Magnetite	19,6	33,5	82,2	26,0	19,6	44,8	38,3	27,2	24,2
Iron	3,3	4,2	7,4	41,7	3,4	3,0	3,0	3,7	2,8
Hematite	8,3	10,7	7,6	10,1	3,8	9,5	13,6	6,0	1,6
Akermanite	-	-	-	-	-	8,7	-	-	-

Sinterleme kül fırını ve döner fırınında gerçekleştirilen tufal numunelerine ısıtma işlemi uygulandıktan sonra iri taneli olarak aglomere olduğu gözlemlenmiştir. Bu nedenle aglomere olan taneler seramik havanda ezilerek toz hale getirilmiştir. Tufal numunelerinin ısıtma işlemi

prosesinden sonraki kimyasal kompozisyonları XRD analizi ile gözlemlenmiştir ve sonuçları Çizelge 4.4'te gösterilmiştir.

Çizelge 4.4. Isıl işlem görmüş tufal numunelerinin kimyasal kompozisyonları

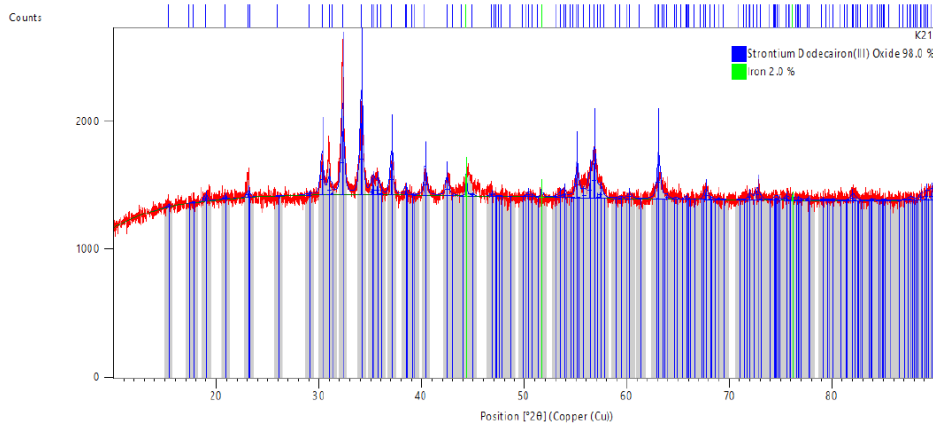
	T21	T22	T23	T24	T25	T26	T27	T28	T29	T2 _{maks.}
Wuestite	-	-	-	-	-	-	-	-	-	14,4
Magnetite	17,5	-	-	17,5	6,9	11,2	4,5	-	6,7	65,4
Iron	1,7	1,9	1,9	1,8	1,7	1,5	1,4	1,6	2,0	1,8
Hematite	80,9	98,1	98,1	80,7	91,4	78,2	94,1	98,4	91,3	18,3
Akermanite	-	-	-	-	-	9,2	-	-	-	-

Çizelge 4.4 sonuçlarına göre tüm numuneler içinde en yüksek hematit miktarı %98,4 olan T28 numunesi seçilmiştir. Ayrıca demir oksit numunelerinin wuestite fazlarının ısıtılma sonucunda manyetit faza dönüştüğü gözlemlenmiştir.

Stronsiyum hekzaferrit sentezlerinin tozları (K5, K5A,, K21) ısıtılma işlemlerinden sonra, işlenmiş tozun iri taneli olarak aglomere olduğu gözlemlendi. Bu nedenle, kurutma ve numunelerin XRD analizine hazırlanması için sonraki aşamada çeker ocakta kurutmanın yanı sıra tozların mikron boyutlara kadar düşürülmesi için yaş öğütme işlemleri yapılmıştır. Stronsiyum hekzaferrit sentezlerin yarı kantitatif analiz sonuçları Çizelge 4.5'te ve kristal yapı fazları Şekil 4.3'te gösterilmiştir.

Çizelge 4.5. Stronsiyum hekzaferrit sentezlerin yarı kantitatif analiz sonuçları

	K5	K5A	K6	K7	K8	K9	K9A	K10	K13	K13A	K14	K21
Strontium Dodecairon (III) Oxide	97,4	98,3	97,8	97,6	98,0	82,0	41,2	79,2	-	-	-	98,0
Strontium Dodecaferate (III)	-	-	-	-	-	-	-	-	83,9	43,6	75,7	-
Strontium Iron Oxide (1/1/2,79)	-	-	-	-	-	-	44,9	-	-	46,2	-	-
Iron	2,6	1,7	2,2	2,4	2,0	2,6	2,2	2,5	2,6	2,6	2,4	2,0
Hematite	-	-	-	-	-	15,4	11,7	18,3	13,5	7,6	21,9	-



Şekil 4.3. Stronsiyum hekzaferrit sentezlerin kristal yapı fazları

4.2. Numune Değerlendirme

T1_{maks.} stronsiyum hekzaferrit sentezi için ısıtılma işlemi görmemiş en yüksek hematit değerine sahip olduğu için seçilmiştir. T2_{maks.} stronsiyum hekzaferrit sentezinde ısıtılma işlemin etkisini gözlemlemek için seçilmiştir. T28, stronsiyum hekzaferrit sentezi için tüm işlenmiş numuneler arasında en yüksek hematit değeri olarak seçilmiştir. Stronsiyum hekzaferrit sentezinde saflığın etkisini gözlemlemek için S1 ve S2 seçilmiştir. R1 ayrıca stronsiyum hekzaferrit sentezi için seçilmiştir. Yukarıdaki numuneler en optimum ve uygun sentez bileşenleri olarak belirlendikten sonra hepsi birbiriyle K5, K5A, K6, K7, K8, K9, K9A, K10, K13, K13A, K14, K21'e karşılık gelen belirli değerlerde sentezlenmiştir.

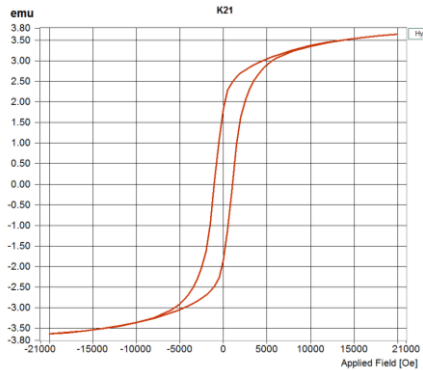
5. SONUÇ

Bu çalışmada, ulusal fabrikalardan alınan yerli demir oksit ile stronsiyum hekzaferrit manyetik tozunun üretilmesi incelenmiştir. Test sonuçlarına ve kristal yapı analizlerine dayanarak aşağıdaki sonuçlara varılmıştır:

- Tüm sentez deneylerinin sonuçlarına göre (Çizelge 4.5), K21 sentezi %98 oranı ile nihai manyetik toz olarak seçilen en yüksek stronsiyum hekzaferrit değerine sahip olduğu görülmüştür.
- K21'in manyetik parametreleri Çizelge 5.1'de ve histerezis döngüsü Şekil 5.1'de gösterilmiştir. K21 ve XK1'in manyetik performanslarının karşılaştırılması Çizelge 5.2'de gösterilmiştir.

Çizelge 5.1. K21'in manyetik parametreleri

	Upward Part	Downward Part	Average	Parameter 'definition'
Hysteresis Loop				Hysteresis Parameters
Hc (Oe)	1038,611	-1043,758	1041,184	Coercive Field: Field at which M/H change sign
Ms (emu)	3,651E+0	-3,642E+0	3,646E+0	Saturation Magnetization: maximum M measured
Hc offset (Oe)	1038,61	-1043,76	-2,57	(Hc upward curve + Hc Downward curve)/2
Mr (emu)	-1,843E+0	1,838E+0	1,841E+0	Remanent Magnetization: m at H=0
S	0,50	0,50	0,50	Squareness: Mr/Ms
Area (Oe*emu)	13,169E+3			Area enclosed by the hysteresis loop
Slope at Hc (emu/Oe)	0,002	0,002	0,002	Sloop at Hc



Şekil 5.1. K21'in histerezis döngüsü

Çizelge 5.2. K21 ve XK1'in manyetik performanslarının karşılaştırılması

Average Values	K21	XK1	Parameter 'definition'
Hysteresis Loop			Hysteresis Parameters
Hc (Oe)	1041,184	15,276	Coercive Field: Field at which M/H change sign
Ms (emu)	3,646E+0	5,851E+0	Saturation Magnetization: maximum M measured
Hc offset (Oe)	-2,57	-4,04	(Hc upward curve + Hc Downward curve)/2
Mr (emu)	1,841E+0	100,719E-3	Remanent Magnetization: m at H=0
S	0,50	0,02	Squareness: Mr/Ms
Area (Oe*emu)		-	Area enclosed by the hysteresis loop
Slope at Hc (emu/Oe)	0,002	0,007	Sloop at Hc

- Ticari demir oksitin (R1) farklı saflıklardaki stronsiyum karbonat (S1 ve S2) numuneleri ile olan sentezleri K5, K5A, K6, K7, K8 şeklinde ifade edilmiştir ve bu sentezler hedeflenen stronsiyum hekzaferrit değerine ulaşmamıştır.
- Yerli demir oksitten T1_{maks.}, T2_{maks.} ve T28 olmak üzere 3 farklı numune seçilmiştir. T1_{maks.}, T2_{maks.} ve T28 ile oluşturulan sentezler, K9, K9A, K10, K13, K13A, K14, K21 olarak ifade edilmiştir.
- Demir oksidin ham fazı (T1_{maks.}) ve döner sinterleme fırınında ısıtılma tabi tutulan T2_{maks.} fazı hedeflenen stronsiyum hekzaferrit değerlerine ulaşmada etkili olmamıştır. Bu nedenle T28 numunesi stronsiyum hekzaferrit sentezi için en uygun demir oksit numunesi olarak seçilmiştir.
- T28 ile oluşturulan K21 sentezinin en yüksek stronsiyum hekzaferrit oranına sahip olduğu gözlemlenmiştir.
- Çizelge 5.2'de gösterildiği gibi K21'in XK1'e göre 15 kat daha düşük Hc değerine ulaştığı görülmüştür.

KAYNAKLAR

- Ataie, A., Heshmati-Manesh, S. (2001). Synthesis of ultra-fine particles of strontium hexaferrite by a modified co-precipitation method. *Journal of the European Ceramic Society*, 21, 10-11, 1951-1955.
- Callister, W.D., Rethwisch, D.G. (2007). *Materials science and engineering: an introduction*, 7. John Wiley & Sons New York.
- Campbel, P. (1994). *Permanent Magnet Materials and Their Application*. Cambridge University Press.
- Coey, J. (2010). *Magnetism and Magnetic Materials*. Cambridge University Press.
- Craik D.J., Tebble, R. S. (1961). "Magnetic Domains". *Reports Prog. Phys.*, 24, 1, 116.
- Cullity, B.D., Graham, C.D. (2011). *Introduction to magnetic materials*. John Wiley & Sons.
- Çeker Ocak. (2021). Erişim adresi: <https://www.turalab.com/products/ceker-ocak-120-cm/>
- Dorey, R.A. (2011). Ceramic thick films for MEMS and microdevices. *William Andrew*.
- Fuentes, A. F., Takacs, L. (2013). Preparation of multicomponent oxides by mechanochemical methods, *Journal of Materials Science*. 48, 2, 598-611.
- Ganjali, M., Eskandari, A., Aminzare, M. (2013). Effect of heat treatment on structural and magnetic properties of nanocrystalline SrFe₁₂O₁₉ hexaferrite synthesized by Co-precipitation method. *Journal of Advanced Materials and Processing*, 1, 4, 41-48.
- Gill, B.S., Sharma, P.G. (2012). Effect of the particle size on the magnetic properties of barium hexaferrite bonded magnets. *PhD, Thapar University, School of Physics and Material Science, Patiala*.
- Guo, Z.B., Ding, W.P., Zhong, W., Zhang, J.R., Du, Y.W. (1997). Preparation and magnetic properties of SrFe₁₂O₁₉ particles prepared by the salt-melt method. *Journal of Magnetism Magnetic Materials*, 175, 3, 333-336.
- Hessien, M.M., Rashad, M.M., El-Barawy, K. (2008). Controlling the composition and magnetic properties of strontium hexaferrite synthesized by co-precipitation method. *Journal of Magnetism Magnetic Materials*, 320, 3-4, 336-343.
- Huang, C.C., Jiang, A.H., Hung, Y.H., Liou, C.H., Wang, Y.C., Lee, C.P., Hung, T.Y., Shaw, C.C., Kuo, M.F., Cheng, C.H. (2018). Influence of CaCO₃ and SiO₂ additives on magnetic properties of M-type Sr ferrites. *Journal of Magnetism Magnetic Materials*, 451, 288-294.

Izadkhah, H., Zare, S., Somu, S., Lombardi, F., Vittoria, C. (2017). Utilizing alternate target deposition to increase the magnetoelectric effect at room temperature in a single phase M-type hexaferrite. *MRS Communications*, 7, 2, 97-101.

Jalli, J., Hong, Y.K., Gee, S.H., Bae, S., Lee, J., Sur, J., Abo, G.S., Lyle, A., Lee, S.I. ve Lee, H. (2008). Magnetic and Microwave Properties of Sm-Doped SrFe₁₂O₁₉ Single Crystals. *IEEE Transactions on Magnetics*, 44, 11, 2978-2981.

Kong, L.B., Zhang, T., Ma, J., Boey, F. (2008). Progress in synthesis of ferroelectric ceramic materials via high-energy mechanochemical technique. *Progress in Materials Science*, 53, 2, 207-322.

Lacheisserie, E., Gignoux, D., Schlenker, M. (2005). Magnetism: Fundamentals. *Springer Science + Business Media, Inc, Boston*

Mehboob, N. (2012). Hysteresis properties of soft magnetic materials. University of Vienna, Physics.

Miclea, C., Tanasoiu, C., Miclea, C. F., Spanulescu, I., Gheorghiu, A., Cioangher, M. (2006). Structure and Magnetic Properties of Strontium Hexaferrite Nanopowders Prepared by Mechanochemical Synthesis. *Advances in Science and Technology*, 45, 321-326.

Onaran. K. (1999). Malzeme Bilimi, Eskişehir, 41-150

Pullar, R.C. (2012). Hexagonal ferrites: A review of the synthesis, properties and applications of hexaferrite ceramics. *Progress in Materials Science*, 57, 7, 1191-1334.

Rashad, M.M., Ibrahim, I.A. (2011). Improvement of the magnetic properties of barium hexaferrite nanopowders using modified co-precipitation method. *Journal of Magnetism Magnetic Materials*, 323, 16, 2158-2164.

Red iron oxide. (2021). Erişim adresi: <https://www.earthpigments.com/red-iron-oxide-b-pigment/>

Sánchez De Jesús, F. (2014). Mechanosynthesis, crystal structure and magnetic characterization of M-type SrFe₁₂O₁₉.

Shackelford, J.F., Muralidhara, M.K. (2005). *Introduction to materials science for engineers*, Pearson.

Shinde, S.R., Kulkarni, S.D., Banpurkar, A.G., Nawathey-Dixit, R., Date, S.K., Ogale, S.B. (2000). Magnetic properties of nanosized powders of magnetic oxides synthesized by pulsed laser ablation. *Journal of Applied Physics*, 88, 3, 1566-1575.

Sugimoto, M. (1982). Handbook of Ferromagnetic Materials, Properties of ferroxplana-type hexagonal ferrites. *E. P. Wohlfarth editor*, 3, Elsevier, 393-440.

Surig, C., Hempel, K., Bonnenberg, D. (1993). Formation and microwave absorption of barium and strontium ferrite prepared by sol-gel technique. *Applied physics letters*, 63, 20, 2836-2838.

Surig, C., Hempel, K., Bonnenberg, D. (1994). Hexaferrite particles prepared by sol-gel technique. *IEEE Transactions on Magnetism*, 30, 6, 4092-4094.

Svoboda, J. (2004). Principles of Material Treatment by Magnetic Means. *Magnetic Techniques for The Treatment of Materials*, 1-66.

Tiwary, R.K., Narayan, S.P., Pandey, O.P. (2009). Preparation of strontium hexaferrite magnets from celestite and iron ore fines by mechanochemical route. *Mineral Processing Extractive Metallurgy*, 118, 4, 201-204.

Tufal. (2021). Eriřim adresi: <http://www.kucukaligeridonusum.com/Tufal>

VSM. (2021). Eriřim adresi: <https://www.imtekas.com/tr/urunler/micro-sense>

Yang, Y., Liu, X., Jin, D., Ma, Y. (2014). Structural and magnetic properties of La–Co substituted Sr–Ca hexaferrites synthesized by the solid state reaction method. *Materials Research Bulletin*, 59, 37-41.

Yang, Y., Wang, F., Shao, J., Huang, D., Cao, Q. (2018). Investigating the influence of Cr-Zn substitution on magnetic and structural properties of M-type SrBaSm hexaferrites $\text{Sr}_{0.6}\text{Ba}_{0.1}\text{Sm}_{0.3}\text{Fe}_{12-0.4x}\text{(Cr}_{0.6}\text{Zn}_{0.4})_x\text{O}_{19}$. *Chinese Journal of Physics* 56, 1, 67-74.

You, L., Qiao, L., Zheng, J., Jiang, M., Jiang, L., Sheng, J. (2008). Magnetic properties of La-Zn substituted Sr-hexaferrites by self-propagation high-temperature synthesis. *Journal of Rare Earths*, 26, 81-84.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Orhan Uras KURTULUŞ
Doğum Yeri ve Tarihi : Osmangazi-Bursa / 20.02.1993
Yabancı Dil : İngilizce - İspanyolca

Eğitim Durumu
Lise : Tophane Teknik Lisesi / Elektronik
Lisans : Balıkesir Üniversitesi / Makine Mühendisliği
Lisans : Anadolu Üniversitesi / İşletme
Yüksek Lisans : Uludağ Üniversitesi / Otomotiv Mühendisliği

Çalıştığı Kurum/Kurumlar : Feka Otomotiv Mamulleri Sanayi ve Ticaret A.Ş.
Rumelisiad Girişim A.Ş.

İletişim (e-posta) : o.uraskurtulus@gmail.com