

67727

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
İZMİR NÖLÜSÜ

**Sm-Co ve Nd-Fe-B BAZLI
NADİR TOPRAK ELEMENTİ
KALICI MAGNETLERİNİN ÜRETİMİ**

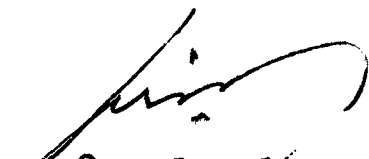
Met.Müh.B.Sanem AFACAN

**F.B.E. Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalı Malzeme Programında
hazırlanan**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Danışmanı : Doç.Dr. Nişan SÖNMEZ

İSTANBUL , 1997


Doç.Dr. Nişan Sönmez


Prof. Meral Tolun

İÇİNDEKİLER

ŞEKİL LİSTESİ

TABLO LİSTESİ

TEŞEKKÜR

ÖZET

ABSTRACT

I. GİRİŞ

II. MAĞNETİK MALZEMELERİN ÖZELLİKLERİ

III. KALICI MAGNET MALZEMELERİ

3.1 AlNiCo Alaşımları

3.2 Çelik Bazlı Magnetler

3.3 Cunife Alaşımları

3.4 Sert Ferritler

3.5 Fe-Cr-Co Alaşımları

3.6 Pt-Co Alaşımları

3.7 Co Ve Nadir Toprak Elementi Alaşımları

3.8 Nd-Fe-B Alaşımları

3.8.1 Geleneksel Toz Metalurji Tekniği

3.8.2 Hızlı Katılaştırma Tekniği

IV. Sm-Co MAGNETLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ İÇİN YAPILAN ÇALIŞMALAR

4.1 Deneysel Çalışma

4.2 Sonuçlar

V. Nd-Fe-B TİPİ KALICI MAGNETLERİN TARİHSEL GELİŞİMİ

5.1 Tarihsel Gelişim

5.2 Melt-spun Malzemeler

5.3 Sağlamlaştırma Metotları

5.4 Sinterlenmiş Magnetler

5.5 Sonuçlar

- VI. KALICI MAGNETLERİN KULLANIM ALANLARI**
 - 6.1 Hoparlörlerde Kullanılan Magnet Sistemleri**
 - 6.2 Dairesel Boşluklu Magnetler**
 - 6.3 Ölçüm Elemanları için Magnetler**
 - 6.4 Frenleme ve Sönüm Magnetleri**
 - 6.5 Hız Ölçerlerde kullanılan Magnetler**
 - 6.6 Alan Magnetleri**
 - 6.7 İletişim Sistemlerinde Kullanılan Magnetler**
 - 6.8 Sızdırmazlık Gerektiren Tüplerde Kullanılan Anahtarlar için Magnetler**
 - 6.9 Küçük Motor, Jeneratör ve Dinamo Lambalarında Kullanılan Magnetler**
 - 6.10 Mağnetik Kaplin**
 - 6.11 Tutucu Magnetler**
 - 6.12 Plastiğe Gömülü Ferrit Magnetler**
 - 6.13 Magnetik Silindirler**
 - 6.14 Magnetron Uygulamaları**
- VII. Co-Sm ALAŞIMLI MAGNET İÇİN DENEYSEL ÇALIŞMA**
- VIII. Fe-Nd-B TİPİ MAĞNETİK MALZEMELERİ ÜZERİNDE YAPILAN DENEYSEL ÇALIŞMALAR**
- IX. SONUÇLAR**
- X. ULAŞILAN DURUMUN DEĞERLENDİRİLMESİ**
- XI. KAYNAKLAR**
 - ÖZGEÇMİŞ**

ŞEKİL LİSTESİ

- 2.1 : Kalıcı magnet malzemelerin genel histerisis çevrimi
- 3.1a : İzotrop döküm AlNiCo kalıcı magnet malzemeler için demağnetizasyon eğrisi
- 3.1b : Anizotrop döküm AlNiCo kalıcı magnet malzemeler için demağnetizasyon eğrisi
- 3.2 : Çelik bazlı magnet malzemelerin demağnetizasyon eğrisi
- 3.3 : Orta seviyeli alaşımların demağnetizasyon eğrisi
- 3.4 : Strontium-ferrit alaşımlı sert ferritlerin demağnetizasyon eğrisi
- 3.5 : Fe-Cr-Co alaşımlı magnetlerin demağnetizasyon eğrisi
- 3.6 : Pt-Co alaşımlı kalıcı magnetlerin demağnetizasyon eğrisi
- 3.7 : Co-RE alaşımlı kalıcı magnetlerin demağnetizasyon eğrisi
- 3.8a : Nd-Fe-B alaşımlı sinterlenmiş kalıcı magnet malzemenin demağnetizasyon eğrisi
- 3.8b : Hızlı katılaştırılmış şeritlerden hazırlanan Nd-Fe-B alaşımlı kalıcı magnetin demağnetizasyon eğrisi
- 3.9 : Sinterlenmiş Nd-Fe-B'un grafiği
- 3.10 : Nd-Fe-B kalıcı magnet malzemelerinin çalışma noktasında artan sıcaklığın etkisi
- 4.1 : SmCo₅ kalıcı magnetlerinin üretim akım şeması
- 4.2 : Oksijen içeriği ve ortalama tane boyutunun öğütme süresine etkisi
- 4.3 : SmCo₅ magnetin (a) homojenize edilmiş (b) sonuç ürün mikrografi
- 4.4 : 4 saat öğütülen 1130-1135°C sinterlenmiş, 840°C tavllanmış numunelerin farklı Ts'deki değişimi
- 4.5 : Optimum öğütme ve sinterleme şartlarında farklı sıcaklıklarda tavlanan SmCo₅ magnetin demağnetizasyon eğrisi
- 4.6 : SmCo₅ magnetin gerçek ve normal demağnetizasyon eğrisi
- 4.7 : Farklı öğütme sürelerinin ve sinterleme sıcaklıklarının durağan manyetizasyona etkisi
- 4.8 : 3 ve 4 saatlik öğütme süresinin ve farklı sinterleme sıcaklıklarının Br,Hc ve BHmax üzerindeki etkisi
- 5.1 : Yarı logaritmik olarak kalıcı magnetlerin BHmax değerine bağlı kullanılan 5 farklı sınıfı

- 5.2 : Soğutma oranının $\text{Nd}_{0,135}\text{Fe}_{0,817}\text{B}_{0,048}$ magnetlerin demağnetizasyon eğrisi üzerindeki etkisi
- 5.3 : Nd-Fe-B magnetlerinin üç farklı formunun demağnetizasyon eğrisi üzerindeki davranışı
- 5.4 : BHmax değeri 36 MGOe olan sinterlenmiş $\text{Nd}_{0,15}\text{Fe}_{0,77}\text{B}_{0,08}$ kalıcı magnetinin oda sıcaklığında demağnetizasyon eğrisi
- 5.5 : Sinterlenmiş $\text{Nd}_{0,15}\text{Fe}_{0,77}\text{B}_{0,08}$ kalıcı magnetinin X-ışını bileşim mikrografi
- 5.6 : a) 10 μm b) 159,1 μm tane boyutlu magnetlerin temel histerisis eğrisi
- 5.7 : Farklı tane boyutlarındaki örneklerin histerisis eğrilerinin ikinci quadrantları
- 5.8 : Aynı bileşimde farklı iki sinterleme sıcaklığında magnetlerin histerisis eğrisi
- 5.9 : Ortaalma tane boyutundaki büyük tane yüzdesinin histerisis eğrisi üzerindeki etkisi
- 6.1-6.2-6.3 : Hoparlörlerde kullanılan magnet kesitleri
- 6.4-6.5 : Dairesel boşluklu magnet örnekleri
- 6.6-6.7 : Ölçüm elemanları için magnet örneği
- 6.8-6.9-6.10 : Frenleme ve sönüm magnetleri örnekleri
- 6.11-6.12 : Hız ölçerlerde kullanılan magnet örnekleri
- 6.13 : Alan magneti örneği
- 6.14 : Sızdırmazlık gerektiren tüplerde kullanılan anahtarlar için magnet örneği
- 6.15-6.16-6.17: Küçük motor, Jeneratör ve dinamo lambalarında kullanılan magnet örneği
- 6.18-6.19-6.20: Mağnetik kaplin örnekleri
- 6.21 : Tutucu magnet örneği.
- 6.22 : Plastiğe gömülü ferrit magnet örneği
- 6.23 : Mağnetik silindir örneği
- 7.1 : $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ ve SmCo_5 tipi kalıcı magnetlerin demağnetizasyon eğrisi
- 7.2 : Öğütme süresinin H_c 'ye etkisi.
- 9.1 : $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ tipi magnetin üretimini sağlayan sıcaklık-zaman eğrisi
- 9.2 : SmCo_5 tipi magnetin üretimini sağlayan sıcaklık-zaman eğrisi
- 9.3 : Nd-Fe-B tipi magnetin üretimini sağlayan sıcaklık-zaman eğrisi

TABLO LİSTESİ

- 3.1 : Kalıcı magnet malzemelerin nominal bileşimleri, Curie sıcaklıkları ve mağnetik oryantasyonları
- 3.2 : Kalıcı magnet malzemelerin mağnetik özellikleri
- 3.3 : Kalıcı magnet malzemelerin mekanik ve fiziksel özellikleri



Bir yol gösterici olarak her fırsatta ilgisini esirgemeyen, yardım elini uzatan Sayın Do.Dr. Niřan Sönmez'e, tecrübelerinden yararlanmamı sağlayan Sayın Do.Dr. Nikolay KOHEV'e, TÜBİTAK-Teknoloji Geliřtirme Merkezi'nde yer alan tüm AKSA A.ř. alıřanlarına ve aileme alıřmalarımı yürütmemdeki desteklerinden dolayı ok teřekkür ederim.

B.Sanem AFACAN



ÖZET

Kalıcı magnet, demagnetize alana yüksek dayanç gösterebilen, yüksek magnetik akı yoğunluğuna sahip, kullanım esnasında stabil katı malzemeler olarak tanımlanabilir. Kalıcı magnetler sıcaklık etkilerine, mekanik şoklara ve demagnetleme alanlarına duyarlıdırlar.

Kalıcı magnet malzemeleri farklı alaşımları, intermetalikleri ve seramikleri içerirler. Ortak adlarla anılan alaşımlar; AlNiCo, Cunife, Vanadyum ve Molibden içeren Fe-Co alaşımları, Pt-Co alaşımları, Sert Ferritler ve nadir toprak elementlerinden oluşan alaşımlardır. Magnetik malzemelerin her biri magnetik özellikler, mekanik özellikler, korozyona karşı dayanım ve ısı duyarlılık parametrelerini kendi bünyelerinde verirler. Bu faktörler kullanıcıya geniş aralıkta çalışma olanağı sağlar.

Kalıcı magnetler, yüksek magnetik indüksiyon üreten magnet yapısı içinde atomatik ve modüler momentlerin karşılıklı etkileşimleri üzerine kurulmuşlardır.

Kalıcı magnetler ferromagnetik veya ferrimagnetik olarak sınıflandırılmalarına rağmen diamagnetiklik ya da paramagnetiklik içermezler. Doğal ferromagnetik elementler Fe, Ni ve Co'tır. Diğer elementler Mn veya Cr gibi düzenli atomik boşluk içeren ferromagnetik yapabilen elementlerdir. Ferromagnetik metaller diğer metaller veya seramik magnetlerin dahil olduğu ferrimagnetikler ile bileşik yapabilmektedir.

Kalıcı magnet malzemelerin en önemli karakteristikleri yüksek indüksiyon, demagnetizasyona yüksek dayanç ve max. enerji içeriğidir. Magnetik indüksiyon bileşimle sınırlıdır. İkili Fe-Co alaşımlarında durağan indüksiyon en yüksek değere ulaşır. Demagnetizasyona karşı dayanç bileşimle şekil ve kristal anizotropisinden daha az etkilenir. Yapıda meydana gelen alt taneler de mekanizmayı etkilemektedir. Çökelmeler, gerilimler ve diğer malzeme kusurları uygun parçacık teknolojisi ile demagnetizasyona karşı dayanç karakteristiğinin sağlanmasında kullanılır.

Max. enerji miktarı kalıcı magnetlerin en belirgin özelliğidir. Kalıcı magnetler birincil olarak potansiyel enerji formunda magnetik akı alanı üretir. Gerek max. enerji miktarı gerekse diğer magnetik parametreler kalıcı magnet malzemesine bağlı olarak en iyi, histerisis eğrisi ile tanımlanır.

ABSTRACT

Permanent magnet is the term used to describe solid materials that have sufficiently high resistance to demagnetizing fields and sufficiently high magnetic flux output to provide useful and stable magnetic fields.

Permanent magnet materials include a variety of alloys, intermetallics, and ceramics. Commonly included are Alnico, Cunife, iron-cobalt alloys containing vanadium or molybdenum, platinum-cobalt, hard ferrites, and rare-earth alloys. Each type of magnet material possesses unique magnetic and mechanical properties, corrosion resistance and temperature sensitivity. These factors provide designers with a wide range of options in designing magnetic parts.

Permanent magnet materials are based on the cooperation of atomic and molecular moments within a magnet body to produce a high magnetic induction.

These materials are classified ferromagnetic or ferrimagnetic and do not include diamagnetic or paramagnetic materials. The natural ferromagnetic elements are iron, nickel and cobalt. Other elements, such as manganese or chromium, can be made ferromagnetic by alloying to induce proper atomic spacing. Ferromagnetic metals combine with other metals or with oxides to form ferrimagnetic substances; ceramic magnets are of this type.

Permanent magnet materials are developed for their chief magnetic characteristics; high induction, high resistance to demagnetization, and maximum energy content. Magnetic induction is limited by composition; the highest saturation induction is found in binary iron-cobalt alloys. Resistance to demagnetization is conditioned less by composition than by shape or crystal anisotropies and the mechanism that subdivide materials into microscopic regions. Precipitations, strains and other material imperfections, and fine particle technology are all used to obtain a characteristic resistance to demagnetization.

Maximum energy content is most important because permanent magnets are used primarily to produce a magnetic flux field. Max. energy content and certain other characteristics of materials used for magnets, are best described by its hysteresis loop.

I. GİRİŞ

Mağnetik malzeme denince ilk akla gelen mıknatıslardır. İndüksiyon kaybına yüksek dayanç gösteren kararlı mağnetik alanlar oluşturacak şekilde yüksek mağnetik akı üreten bu malzemelerin çeşitliliği, güçleri ve buna bağlı olarak yararları son yıllarda önemli bir gelişme göstermiştir. Bu gelişmeler yeni teknolojik uygulamalara yön ve hız verirken, yüksek enerji magnetleri ileri teknoloji malzemeleri arasındaki yerini almıştır.

Uygulamada hacim ve ağırlıkça daha küçük magnetlere büyük bir talep vardır. 1960'ların sonlarına doğru nadir element içeren Co ve Fe esaslı bazı alaşımların bu şartları yoğunlaşmıştır. Mağnetokristalin anizotropileri ile ön plana çıkan Sm-Co magnetleri SmCo_5 ve $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ bileşimlerinde üretilmiş ve yüksek enerji değerleri ile nadir toprak element magnetleri dönemini başlatmıştır. Sm-Co alaşımları ile başlayan bu gelişmeler 1983'te geliştirilen NdFeB magnetleri ile devam etmiştir.

Ferritlerin kalıcı indüklenme değerleri ile birlikte maliyetleri de düşüktür. AlNiCo'larda ise koersivite değerleri düşük fakat Curie noktaları yüksektir. Bu malzemeler sınırlı enerji kapasiteleri ile günlük yaşamda karşılaştığımız ve üstün performans gerektirmeyen sayısız uygulamada yer alırlar. Ferritler çoğu kez düşük maliyetleri, AlNiColar ise bunun yanı sıra yüksek kullanım sıcaklıkları nedeni ile tercih edilirler.

Nadir element mıknatıslarının mağnetik özellikleri gerek ferrit gerek AlNiColara kıyasla belirgin bir üstünlük gösterir; ancak bu malzemeler pahalıdır. Yüksek kalıcı indüklenme, koersivite değerleri ve enerji kapasiteleri ile maliyetlerin göz ardı edilebileceği ileri teknoloji uygulamaları için seçilirler. İlk bakışta maliyet faktörü bu malzemeler için önemli bir dezavantaj gibi görölse de, birim enerji kapasitesi ve birim kütle esas alınarak bir kıyaslama yapıldığında durumun hiçte böyle olmadığı anlaşılır. Nd-Fe-B ve Sm-Co alaşımlarından daha küçük hacim ve düşük ağırlıktaki magnetlerle daha yüksek enerji değerlerine ulaşabilmektedir. Nadir element magnetlerinin bu özellikleri sayesinde tasarımda minyatürleştirme ve buna bağlı olarak küçümsenemeyecek tasarruflar mümkün olmuştur.

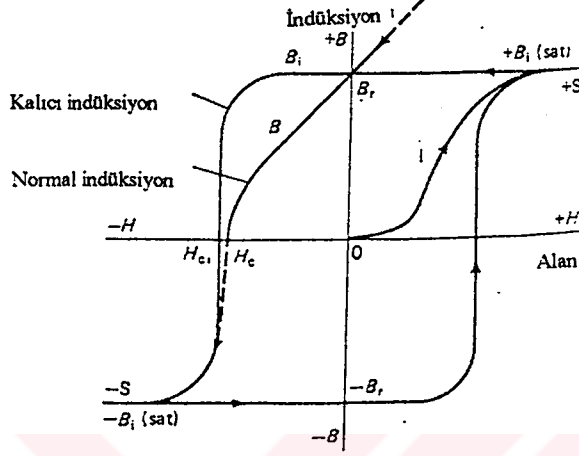
Nadir element magnetleride özelliklerine göre kendi aralarında sıralanabilirler. Nd-Fe-B magnetlerinin yüksek korozyon hassasiyeti ve düşük kullanım sıcaklıklarına karşın Sm-Co magnetlerinin yüksek maliyetleri birer dezavantaj teşkil etmektedir. Son yıllarda bu iki malzeme arasındaki yarışı Nd-Fe-B kazanmıştır. Sm-Co'ın ,Nd-Fe'e göre daha nadir ve daha pahalı olmasının bu sonuçta payı büyüktür. 2000 yılına kadar Nd-Fe-B mağnetik malzemelerinin bu pazarın %40'ını ele geçirmesi beklenmektedir. Ancak yine de AlNiCo magnet malzemelerinin pazar payı oldukça yüksek kalacaktır.

Kalıcı magnetler çeşitli uygulama alanına sahip olup elektronik ve elektrik malzemelerinin en önemli parçalarını oluştururlar. Artan talepleri karşılamak için yüksek performanslı kalıcı magnetler kullanılmakta ve öncekilerle karşılaştırıldığında elektriksel uygulamalar için daha küçük boyutlar bile etkili olmaktadır.

Kullanılan tipik magnetler AlNiCo başta olmak üzere, sert ferit magnetler ve nadir element-dönüşüm magnetleridir. Mağnetik performansları yüksek nadir element-Co kalıcı magnetler ve nadir element-Fe magnetler bu son gruba girer. R-Fe kalıcı magnetler R-Co kalıcı magnetlere nazaran Co fiyatına bağlı olarak daha düşük maliyetli üretilirler.

II. MAĞNETİK MALZEMELERİN ÖZELLİKLERİ

Mağnetik malzemelerin karakteristik özellikleri, mağnetik alan şiddet ve yönüne bağlı olarak indüklenmedeki değişimi gösteren Histerisis Eğrisi **Şekil 2.1**'deki gibidir.



Şekil 2.1 : Kalıcı magnet malzemelerin genel histerisis çevrimi. $B_{i(sat)}$ indüksiyonun doyma noktasıdır

Mağnetik alan etkisindeki bir mıknatısın indüklenmesindeki artışın bir üst sınırı vardır. Doygunluk noktasına (B_s) ulaşıldığında alan şiddetinin artırılması ile indüklemeye daha fazla bir artış sağlanmaz. Mağnetik alan sıfırlandığında indüklenme tümüyle kaybolmaz. İndüklenmenin tümüyle sıfırlanması ancak ters yönde H_c şiddetinde alanın uygulanması ile mümkündür.

Mağnetiklerin tasarımıda kullanılan ve kalitelerini belirleyen karakteristik özelliklerini şu şekilde sıralayabiliriz:

Br :Kalıcı İndükleme

Magneti etkisi altında tutan mağnetik alan şiddeti sıfırlandığında geriye kalan indüklenme magnetin mağnetik akı üretme kapasitesini belirler. Bu değerin doyma noktasına (B_s) mümkün olduğunca yakın olması arzu edilir. ($B_r \approx B_s$)

H_c:Koersivite

İndüklenmeyi sıfırlamak için mıknatısa ters yönde uygulanması gereken alan şiddetidir ve magnetin indüklenme kaybına gösterdiği direncin bir ölçüsüdür. H_c değerinin mümkün olduğunca yüksek olması istenir.

BH_{max} : Max. Enerji Miktarı

B ve H eksenleri ile dörde ayrılan Histerisis Eğrisi'nde ikinci bölüm ($B \geq 0$; $H \leq 0$) içine sığdırılabilen en geniş kare veya dikdörtgenin alanı magnetin max. enerji miktarını verir. Bu parametre hem kalıcı indüklenme hem de koersivite değerleri ile ilişkili olduğundan çoğu kez magnetin güç ve kalitesini ifade etmek için kullanılır. BH_{max} değerinin mümkün olduğunca yüksek olması istenir.

T_c : Curie Sıcaklığı

Mağnetik malzemenin Curie sıcaklığı, kullanma sıcaklığının üst sınırını belirlediğinden bu değerin yüksek olması istenir. (En az 300°C)

Maliyet

Mağnetiklerin maliyetini belirleyen faktörlerden biri hammadde diğeri üretim proses maliyetidir. Maliyetler performans bazında ele alınsa da, bir çok uygulama alanı için önemli bir kriter teşkil etmektedir.

III. KALICI MAGNET MALZEMELERİ

3.1 AlNiCo ALAŞIMLARI

AlNiCo alışımları kalıcı magnet malzemelerinin başta gelenlerindendir. Oldukça geniş bileşim aralığı ve alaşım hazırlama teknikleri olup magnetik özellikler, çalışma sahaları ve maliyet hesapları bu özelliklere bağlıdır. AlNiCo alışımları dünyada farklı isimler altında anılır. Örneğin;

Amerika'da AlNiCo, AlNiComax (anizotrop AlNiCo)

İtalya'da Coalni, Coalnimax (anizotrop AlNiCo)

Almanya'da Koerzit

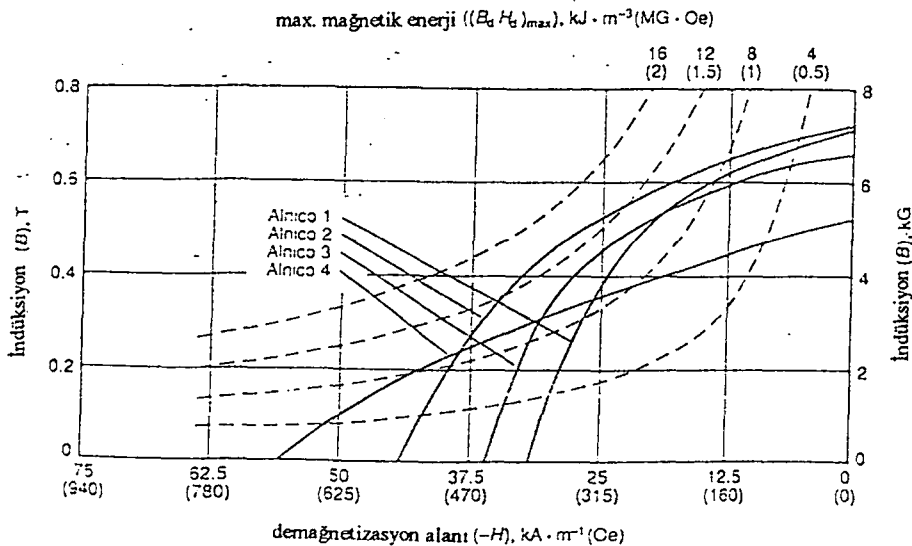
Japonya'da NFW, NKS

İngiltere'de ReCo

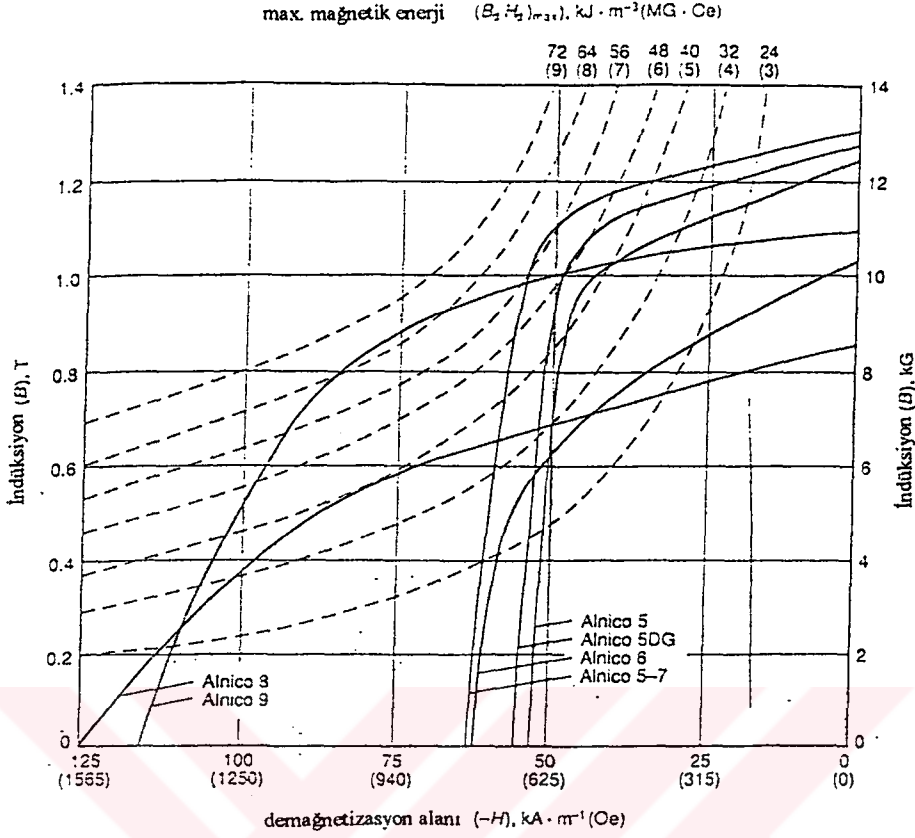
Fransa'da NiAlCo

İspanya'da Safe-NiAlCo ya da Safe-Supernialco gibi...

AlNiCo alışımları sert ve kırılğan olup sadece yüzey taşlama veya elektrokimyasal yol ile işlenir. 500°C'nin üzerinde atmosferik korozyona yüksek dayanç gösterir. Magnetik özellikler titreşim veya ısıl şoklardan oldukça etkilenir. Genellikle AlNiCo magnetik performansta sıcaklığa karşı dayanç özelliği bakımından diğer kalıcı magnetlere nazaran daha üstündür. Tablo 3.1,3.2,3.3'de tipik bileşimleri ve özellikleri Şekil 3.1a ve 3.1b'de ise demagnetizasyon eğrisi verilmiştir.



Şekil 3.1a
İzotrop döküm
AlNiCo kalıcı
magnet
malzemeler için
demagnetizasyon
eğrisi.



Şekil 3.1b : Anizotrop döküm AlNiCo kalıcı magnet malzemeler için demagnetizasyon eğrisi

AlNiCo 1 – AlNiCo 4 alaşımları izotropik olup diğerlerine nazaran fiyatları daha düşüktür. Ancak magnetik karakteristikleri zayıftır. AlNiCo alaşımlarının geriye kalanı genellikle anizotropdur. Max. özellikler ve buna bağlı en iyi ekonomik şartlar oryantasyon yapılarak sağlanır. Optimum özelliklere döküm ve termik işleme ulaşılır.

AlNiCo tozları sinterlenerek veya tavsiye edilen uygun toleranslara bağlı küçük şekiller kullanmak istendiğinde plastiğe gömülü halde ya da döküm ile magnetler elde edilebilir.

Toz metalurjik yolla AlNiCo magnet üretmek istendiğinde AlNiCo tozları karıştırılır, preslenir ve oksijenden arınmış ortamda sinterlenir. Sinterleme yolu ile üretilen magnetler döküm AlNiColara nazaran yüksek mekanik özellik göstermesine rağmen

mağnetik parametreler yavaş yavaş düşme gösterir. Sinterlenen magnetlere uygulanan işlemlerle döküm magnetlere uygulanan işlemler aynıdır.

Genelde, optimum özellikler KYM'li fazın baskın olduğu 1100°C 'de ısıtma işlemle sağlanır. Bunu takiben hızlı soğutma yapılır. Ancak kritik sıcaklıkta (800°C - 900°C) KYM'li fazın diğer fazdan ayrılması gerekmektedir. Hc ve Br için farklı değerler ısıtma işlem ve döküm sırasında oluşturulur.

AlNiColara farklı malzeme eklemesi de yapılabilmektedir. Örneğin, C'un etkilerini giderici ya da karbür stabilizörleri söz konusu eklemelerdendir. Ti ve Cu, Br'nin arttığı alanda Hc'yi artırır. Nb ise Br'nin hem sabit kaldığı hem de arttığı alanda Hc'yi artırır. % 20 ya da daha fazla oranda Co'ın artırılması mağnetik performansta temel gelişmeler sağlar. Co miktarının artırılması, mağnetik alan altında oryantasyonun termik işlem sırasında sağlanmasını kolaylaştırır. Böylece daha yüksek Hc ve Br değerlerine sahip kalıcı magnet yapımını mümkün kılar.

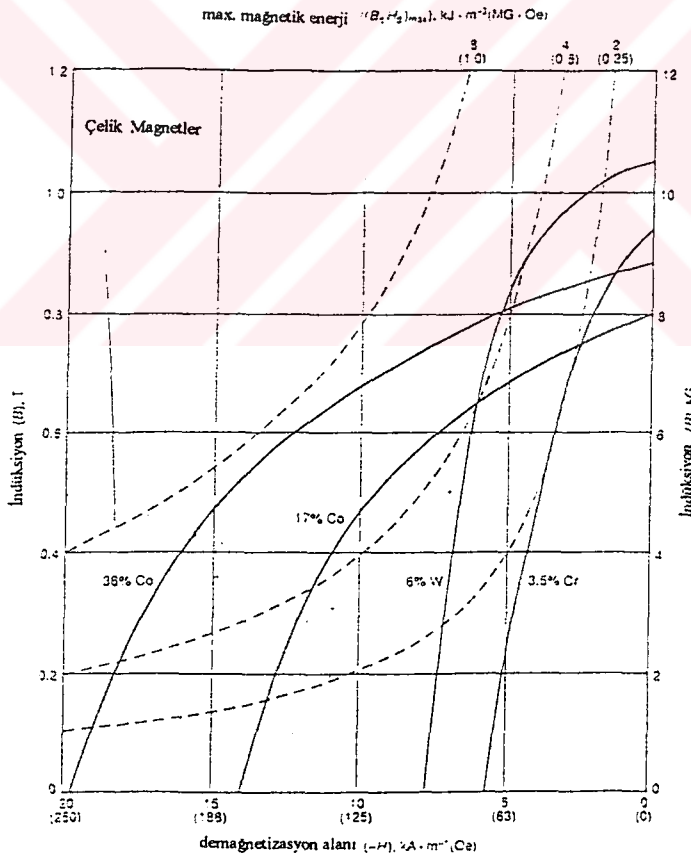
Tane yönelmesinin mağnetik alana etkisi ayrışma mekanizmasından kaynaklanır. AlNiCo 5 alaşımı en çok kullanılan AlNiCo alaşımıdır. 1250°C'nin üzerinde ergiyiğin döküme hazır hale geldiği bu alaşıma Ti ve Si eklenecek ise 900 - 925°C 'de eklenmesi uygundur. Alaşım mağnetik alan altında tutulur ve ergime sıcaklığından kontrollü olarak soğutulur. 500-600°C' de yaşlandırma yapılır. AlNiCo alaşımları sırasıyla başta taşlama ve elektrolitik işlemle şekillendirilir. Ayrıca sıcak işlem de uygulamak mümkündür.

Prosesteki kritik olay Al-Ni'ce zengin α' fazı ve Fe-Co'ca zengin α fazı içeren yüksek sıcaklıktaki α fazının spinodal ayrışmasıdır. Yüksek Co'lu AlNiCo alaşımları mağnetik alan altında ısıtma tabi tutulduğunda bileşimde enine ve boyuna dalgalar altında faz ayrışması gerçekleşir. Eğer yaşlandırma sıcaklığı faz diyagramında kesişme bölgesindeki spinodal stabillik sağlayan Curie sıcaklığının hemen altına düşülürse en

güçlü etkiyi verir. FeNiAl alaşımına eklenen Co Curie sıcaklığının taşınmasıyla manyetik yaşlandırmayı ve ayrışma sıcaklığına yakın bir sıcaklığa ulaşmayı sağlar.

Manyetik yapı alşımın formasyonu boyunca kristalografik yönelme ile etkilenir. [100] kristal textürünün dikkatli gelişimi AlNiColarda en iyi özelliklere ulaşmayı sağlar. AlNiCo 5DG' lerin manyetik özellikleri - DG bölgesel olarak yönlendirilmiş taneyi anlatır – standart AlNiCo 5 ve AlNiCo 5-7 'den daha iyidir.

Kristal yönlendirilmiş AlNiCo magnet yapımı ve dizaynı manyetik alanda yönlendirme sağlanarak termik işlem uygulanabilecek şekillerle sınırlıdır. Manyetik alan yönü yay, daire ya da düz hat boyunca sağlanabilir. Alaşımlamada da herhangi bir sınırlama yoktur, çünkü segment ya da basit şekilli olsun dökülebilirler (1).



Şekil 3.2 : Çelik bazlı magnet malzemelerin demagnetizasyon eğrisi

3.2 ÇELİK BAZLI MAGNETLER

1930 'lara kadar tüm ticari kalıcı magnet malzemeleri su verilmiş çeliklerdi. 1910 'dan sonra %1,5 C içeren çelikler temel magnet alaşımlarıydı. %6 'nın üzerinde W içeren çelik alaşımları geliştirildikten sonra %1-6 Cr içeren yüksek C 'lu çelikler kullanılmaya başlandı. Bu gruptaki alaşımlarda koersiv güç aralığı 3,2 – 5,6 kA/m (40 – 70 Oe) idi. (Şekil 3.2) 1917 yılına gelindiğinde su verilerek sertleştirilmiş çeliklerde önemli gelişmeler olmuş, Japonlar %36 Co içeren ve koersiv gücü 20 kA/m (250 Oe) 'den yüksek olan Co 'lu çelik magnetleri üretmişlerdir. Çelik bazlı magnetlerin kullanımı giderek azalmakta hatta hiç kullanılmamaktadır(1).

3.3 Cunife ALAŞIMLARI

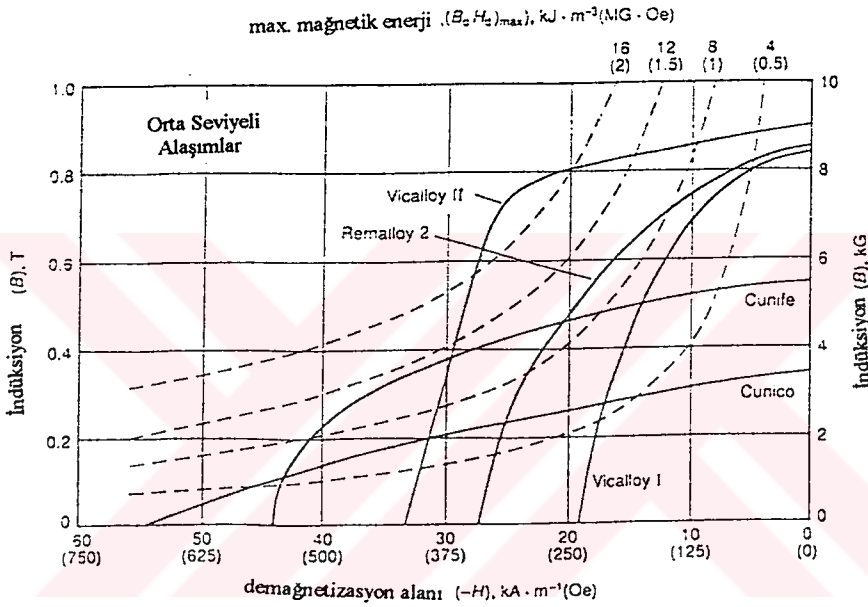
Ticari Cunife içeriği ~ %20 Fe, %20 Ni ve %60 Cu 'dur. Bu bileşim faz diyagramının iki fazlı bölgesindedir. Malzeme 1000°C 'de yapı homojen KYM hal alıncaya kadar tavllanır. Tavlanan bölgeler daima tamamen magnetik olup zengin Fe-Ni bölgeleri içerir. 5 – 10 nm (50 – 100 Å) boyutundaki bu bölgeler , Cu'ca zengin matrix içinde yer alır. Daha sonra 650°C 'de yaşlandırılır ve böylece optimum oranlarda iki fazın miktarları geliştirilir. Son şekline soğuk işlenerek getirilir. Faz diyagramının temeli, mikroyapı periyodu ve X-ray difraksiyon etkileri tamamen küresel ayrışma ile sağlanır.

Cunife alaşımlarında Cu matrix içindeki anizotrop Fe-Ni magnetik bölgeleri koersiv gücün artışı sağlar. Malzeme anizotrop olup magnet dizaynında göz önünde tutulmalıdır

Soğuk işlem tavlama ile gelişen kristalografik yapıyı kuvvetlendirir. Yapı küresel ayrışma ve textür şekli ile de bağlantılıdır. Magnetik yapıya katılan eklemeler küresel fazda bölgesel bileşim bozukluklarına ve düz bir hat boyunca deformasyona yol açar. Curie sıcaklığı ayrışma sıcaklığının çok altında olduğu için magnetik alanda yaşlandırma magnetik özellikleri etkilemez.

Bu alařım sisteminde mekanik ıřlenebilirlik, kolay soėuk redüksiyon, soėuk ıřlem yapılabilirmekte böylece tel ya da bant uygulamaları da mümkün olmaktadır. Optimum özellikler %95 veya daha fazla soėuk redüksiyon ile saėlanır.

1931 yılına gelindiėinde Fe ve Co'a Mo ve W eklenerek oluřturulan alařımlar geliřtirilmiřtir. Bu alařımlar Remalloy, Cunico, Vicalloy ve Cunife'dir. Cunife dıřındaki alařımlar günümüzde kullanılmamaktadır. (Şekil 3.3) 'de maėnetik özellikleri gösterilmektedir (1).



Şekil 3.3 : Orta seviyeli alařımların demaėnetizasyon eėrisi

3.4 SERT FERRİTLER

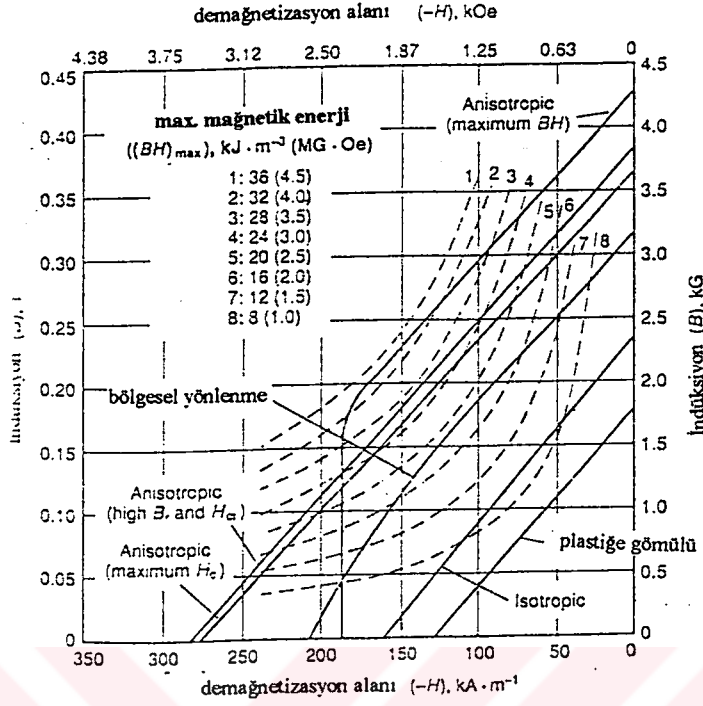
Sert ferritler aynı zamanda seramik kalıcı magnet malzemeleri olarak da bilinir. Bileşik oksitlerdir. Magnetlerde ortak olarak çokca kullanılan ferrit $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ 'tür. 1970 'lerin ortasında $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ en iyi kaliteye sahip magnetti. Ferritler ortak olarak; M 'nin Ba, St ya da her ikisinin kombinasyonu olduėu $\text{MO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ kimyasal bileřimiyle belirlenir. SiO_2 ya da Al_2O_3 gibi çeřitli eklemeler hem sinterlemeye yardımcı hem de koersiviteyi artırıcı özellik saėlar. Sert ferritler AlNiColarda saėlanan koersiv gücün 3-8 katını saėlayabilir. Hem sinterlenmiř halde hem de plastiėe gömülü halde geniř kullanım alanı vardır.

Sinterlenmiş ferrit magnet genelde SrO ile Fe_2O_3 'ün karışımıyla yapılır. Karışım 1095°C 'nin üzerinde bileşik ferrit oksitten kalsine edilir. Uygun parçacık boyutuna öğütüldükten sonra kurutulan ferrit bileşimi $1200\text{--}1300^\circ\text{C}$ 'de sinterlenir. Sinterlenerek geliştirilen seramik yapı sadece elmasla parlatılarak ya da kesici aletlerle işlenir. Sinterlemedeki büzülme %15 olduğunda teorik yoğunluğun %95 'ine ulaşılır.

Tane yönlenmesi yapılmamış ferritler daima izotropiktir. Toz metalurjik yolla üretim düşünüldüğünde magnetik parametreleri 2 ya da 3 katına çıkarmak için $1\mu\text{m}$ toz kullanılmalıdır. Bu toz yönlenme alanı içinde preslenir ve $1200\text{--}1300^\circ\text{C}$ 'de sinterlenir. Plastiğe gömülü magnet yapmak için uygun oranda polimer ve toz karıştırılır ve preslenir, enjeksiyon kalıplanır ya da extrüze edilir. Bu tip magnetlerde magnetik özellikler yüksek olmasa da boyutlar toleranslara oldukça yakın olup maliyet düşüktür.

Seramik kalıcı magnet malzemeler yüksek elektrik dayancına sahip olup ısı iletimi zayıftır. Ferritler yüksek sıcaklık ya da atmosferik korozyondan etkilenmez. Magnetik özellikler yüksek sıcaklıklarda diğer magnetlerin aldığı değerlerle aynıdır. Düşük sıcaklıklarda koersiv güç düşer, akı yoğunluğu (B_d) $0,19^\circ\text{C}$ oranında düşer. Ferritlerde Histerisis eğrisinde 0'ın altındaki bölgedeki magnetik akı oranında kayıp L/D oranı çok az miktarda olduğunda biraz artar. Örneğin; -57°C 'deki kayıp, L/D oranı 0,09 olduğunda %3 'tür. L/D oranı 0,5 olduğunda ise kayıp meydana gelmez. Belirli özellikler **Tablo 3.2** ve **3.3** 'de, demagnetizasyon eğrisi **Şekil 3.4** 'de verilmiştir. Ferrit magnetlerin BH_{max} 'ı genelde düşük olmasına rağmen düşük maliyet ve yüksek koersiv gücün önemli olduğu magnetik seperatörlerde, motor ve hoparlörler gibi uygulamalarda tercih edilir.

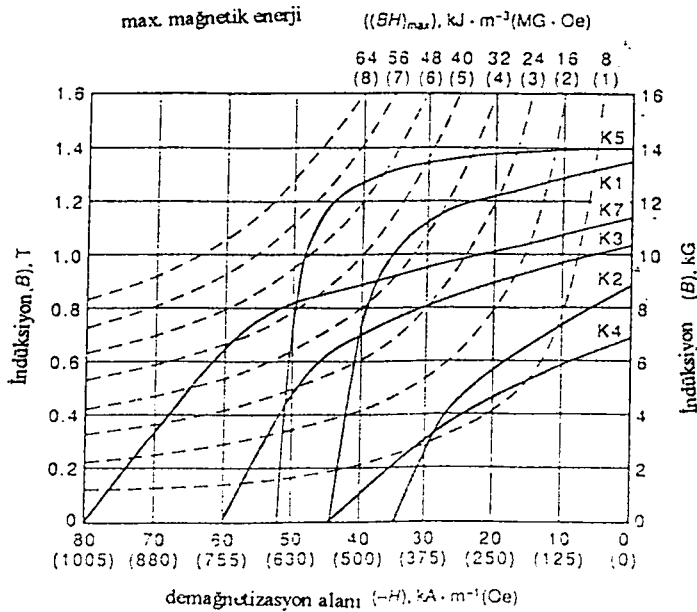
Ferrit magnetlerinin özel boyutlarının üretiminde maliyet oldukça yükselir. Dolayısıyla bu çeşit bir üretimde parça sayısının oldukça yüksek olmasına dikkat edilmelidir ki maliyetler aşağıya çekilebilsin (1).



Şekil 3.4 : Strontium-ferrit alaşımlı sert ferritlerin demagnetizasyon eğrisi.

3.5 Fe – Cr – Co ALAŞIMLARI

Anizotrop Fe-Cr Co alaşımları AlNiCo 5 'lerle yarışabilir. Manyetik özelliklere sahiptir. Bu alaşımlarda sertleştirme menevişleme işlemi ile sağlanır. Menevişleme öncesi malzeme sünektir ve işlenebilir. Alaşımın izotropik derecesi bir çok uygulamada Vicalloy ve Remalloy'un yerini almıştır. Özellikler **Tablo 3.2** ve **3.3** 'te özetlenmiş olup **şekil 3.5** 'de verilmiştir (1).



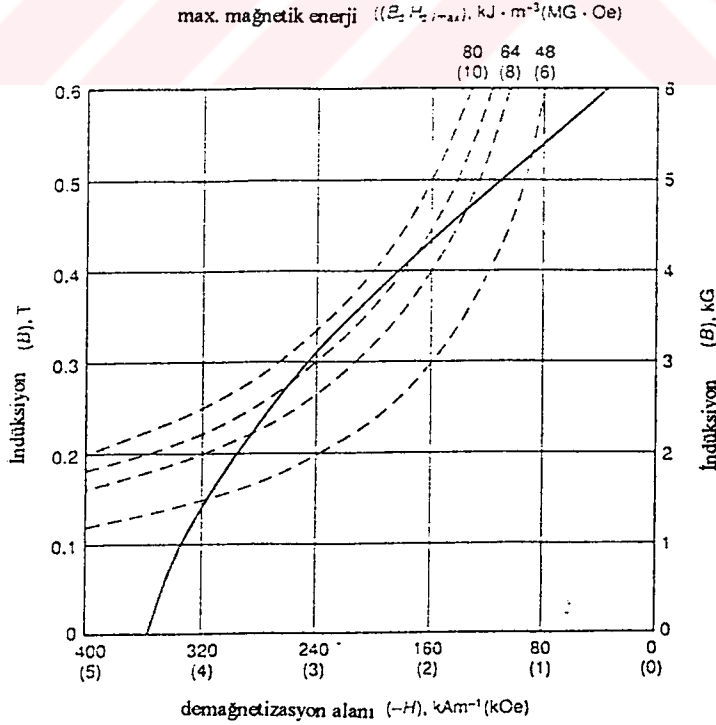
Şekil 3.5
Fe-Cr-Co alaşımlı
magnetlerin
demagnetizasyon
eğrisi

3.6 Pt – Co ALAŞIMLARI

Pt – Co magnetler pahalı olmasına rağmen, oldukça kullanışlı uygulama alanlarına sahiptir. Pt – Co izotropik, sünek, kolay işlenebilir, yüksek sıcaklıkta korozyona dayanıklı ayrıca nadir element magnetleri içinde en iyi magnetik özelliklere sahiptir. En iyi magnetik özellikler %50 Pt, % 50 Co oranıyla sağlanır. 820°C ‘nin üzerinde alaşım KYM yapıya sahiptir. Bu sıcaklığın altında ise yavaş yavaş tetragonal yapı gelişir. Bu alaşımda geliştirilen BH_{max} değeri 72 kJ/m^3 (9 MGOe) olup, uygulanan işlem aşağıdaki gibidir.

- 1000°C ‘ye ısıtma
- Oda sıcaklığına kontrollü soğutma
- 600°C ‘de 5 saat yaşlandırma

BH_{max} değerinin 80 kJ/m^3 (10 MGOe) veya daha fazla olması toz metalurji tekniği ve dökümde de kullanılan ısıtma işlemle sağlanır. Tipik özellikler **Tablo 3.2** ve **3.3**’de, demagnetizasyon eğrisi **Şekil 3.6** ‘da verilmiştir. Bu tip magnetler nadir element magnetlerin yerini alabilmesine rağmen nadiren kullanılır (1) .



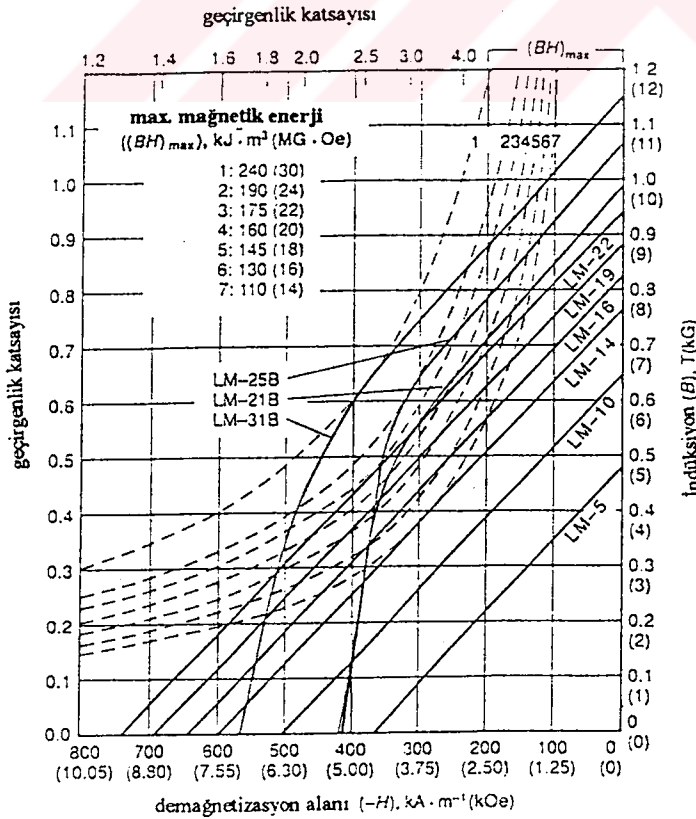
Şekil 3.6 : Pt-Co alaşımlı kalıcı magnetlerin demagnetizasyon eğrisi

3.7 Co ve NADİR TOPRAK ELEMENTİ ALAŞIMLARI

Co 'ın nadir elementlerle yaptığı alaşımlar daha çok küçük boyutlu magnetlerin yapımında kullanılır. 175 - 350°C uygulama sıcaklığı ile yüksek performans sağlar. Bu tip magnetler toz metalurji ile üretilir. Co 'ın yanında kullanılan nadir toprak elementi Galium ve Holmium olduğunda düşük sıcaklık katsayısına ulaşır, ancak PR ve Sm ticari nadir element magnetlerinde (Rare Earth Magnet = RE) en çok kullanılan elementlerdir.

Alaşım genelde sadece tek bir lantanid metal içermez. Örnek olarak Cu ve Fe oranını tamamlayacak oranda Co vardır. Sm 'un yerini maliyeti düşürmek için Ce alabilir. $(RE)_2TM_{17}$ (tipi en çok kullanılan tip olup RE; nadir elementi, TM; Co 'ı temsil etmektedir).

Sinterlenmiş $SmCo_5$, $Co_5(RE)$, $(RE)_2(TM)_{17}$ alaşımlı magnetlere az miktarda element katkısıyla yüksek magnetik kaliteli kalıcı magnet üretimi mümkündür. Tipik magnetik özellikler Tablo 3.2 ve 3.3'de demagnetizasyon eğrisi Şekil 3.7 'de verilmiştir.



Şekil 3.7
 Co-RE alaşımlı
 Kalıcı magnetlerin
 demagnetizasyon
 eğrisi

Plastiğe gömülü kalıcı magnetler SmCo_5 ve $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ tip tozlarla da yapılabilir. **Tablo 3.2 ve 3.3**'den yararlanılarak kullanıma uygun seçimi yapmak mümkündür. Plastiğe gömülü magnet yapabilmek için basınçlı kalıba döküm ya da enjeksiyon kalıba döküm yöntemini kullanmak mümkündür.

Co_5RE alaşımlarının başta gelenlerinden olan Co_5Y 'nin geniş magnetokristalin anizotropisinin olduğu keşfedilmiştir. BH_{max} değeri $\sim 225 \text{ kJ/m}^3$ (28 MGOe)'e Co_5Y 'nin tek kristaliyle ulaşılmıştır. Y kullanılmasıyla koersiv gücün (H_{ci}) arttığı bilinmektedir. Ce ucuz olması nedeniyle tercih edilmek istenmesine rağmen durağan manyetizasyonu ve stabilliği yakalama problemleri vardır. Ce 'ca zengin MM (mishmetal) 'ler Ce 'dan daha az pahalıdır. $\text{Co}_5(\text{MM})$, $\text{Co}_5(\text{Ce})$ 'un magnetik özelliklerine benzer özellik gösterir ve temel magnetik faz olarak Co_5Ce ile geliştirilen magnetlerden daha az zaman harcanır. Ce metalinin gelişme çabaları 2:17 tipindeki çökelti fazının sayesinde gerçekleşmekte olup Ce yerine Sm da kullanılmaktadır (2).

Mağnetik Özellikleri :

$\text{Co}_5(\text{RE})$ fazları arasında Co_5Pr en yüksek potansiyel enerji miktarını (BH_{max}) verir. Dahası; Pr , Sm dan 8 kat daha iyi özellik gösterir. (RE) 'lerin ana kaynağı Amerika 'dadır. Co_5Pr 'nin kristal anizotropisi Sm-Co 'dan çok daha düşük olup, H_{ci} değeri belirgin bir düşüş gösterir. Bir çok üretici firma hem H_{ci} değerini arttırmak hem de BH_{max} değerini yükseltmek için % 50 'nin üzerinde Sm 'un yanında Pr 'de kullanmaktadır.

Sinterlenmiş Co – RE malzemeleri sert ve kırılgandır. Bu malzemelerden yapılmış magnetler son şeklini preste alırlar. Magnetler ayrıca blok ya da benzer şekillerden kesilerek de elde edilebilirler.

Co – RE magnetler diğer bir çok kalıcı magnete nazaran daha yüksek koersiv güce sahiptir. Ayrıca bu malzemeler daha düşük magnetik alana tabi tutularak gerekli kalıcı indüksiyon değerine ulaşabilir. Mağnetik alana ısıtılma işleminden sonra değil, presleme sırasında tabi tutulan magnetler için bu alan değeri yaklaşık 15 kOe 'tir.

Anizotropik özellikleri sağlamak için kompakt hale getirilen tozlar aynı ferritler gibi işleme tabi tutulur. Plastiğe gömülü (plastik-bonded) magnetler, plastik ya da yumuşak metal bağlayıcı ile tozların karıştırılması ve kompaktların yönlendirilmesi ile üretilir. Bonded magnetlerin mağnetik kalitesi sinterlenmiş magnetlerden daha düşüktür (1).

Uygulamaları :

Genelde, Co – RE magnetler diğerlerinden daha pahalıdır (Pt – Co magnetler dışında). Co – RE magnetler çoğu zaman Pt – Co magnetlerin yerini alabilmektedir. Özellikle düşük fiyat ve yüksek koersivitenin avantajlı olduğu mikrodalga uygulamalarında kullanılır. Benzer kombinasyonlarda hazırlanan magnetler; taşınabilir–dalga tüplerinde, parçacık–hüzme odaklama cihazında, saatlaerde, motor ve jeneratörlerde bağlantı elemanlarında ve mağnetik yataklamada kullanılmaktadır (2).

3.8 Nd–Fe–B ALAŞIMLARI

1938 ‘de ortaya atılan Nd–Fe–B alaşımlı kalıcı magnet malzemeleri uygulamada geniş bir aralığı kaplayabilmektedir. Kalıcı magnetlerin yeni bir üyesi olan bu malzemeler Nd, Fe ve B ‘un kombinasyonları üzerine kurulmuştur. Magnetlerin geliştirilmesi iki farklı teknikle gerçekleştirilmiştir.

- Geleneksel toz metalurji tekniği
- Malzemelerin hızlı katılaştırılması tekniği

Pr, Nd ‘la beraber kullanıldığında da uygun sonuçlar vermiştir. Örneğin; Al, Dy, Ga ve benzer elementler eklendiğinde mağnetik karakteristikleri artırıcı sonuçlar vermiştir.

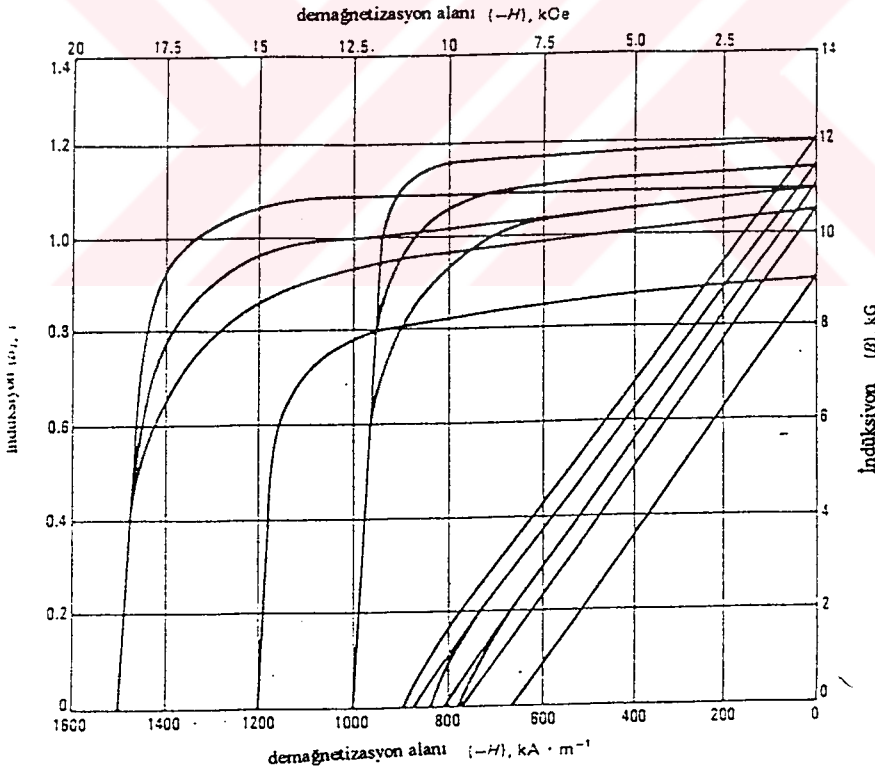
3.8.1 GELENEKSEL TOZ METALURJİ TEKNİĞİ

T / M prosesi ile kalıcı magnetlerin üretimi alaşım hazırlama, ön öğütme, öğütme, parçacık yönlendirme / pres, sinterleme / ısl işlem, parlatma, kaplama ve magnetlemeyi içerir. Nd ‘un veya diğer RE metal ya da alaşımlarının yüksek reaktivitesi hazırlama ve proses boyunca kontaminasyonun etkilerine izin verir. Özellikle O₂ veya H₂O ya da her ikisinden kaynaklanan oksidasyon, sintleme adımları ve uygun toz boyutunun min. olmasıyla indirgenmelidir. Proses boyunca RE bileşenlerinde ortaya çıkan oksidasyon

faz diyagramının zengin bölgesindeki bileşimin kaymasına yol açar. Bu durum manyetik kalitenin düşmesine neden olur.

Max. manyetizasyonla toz kompaktlarını oluşturmak için tozun manyetik alanda yönlendirilmesi ve preslenmesi gerekir. Tozun kompaktlanması kuru veya izostatik presle mümkündür. Max. enerji miktarı ($BH_{\max}$) $\sim 360 \text{ kJ / m}^3$ (45 MGOe)'dir (3). Kuru presleme sırasında yönlendirme alanı ne yatay ne de dik yönde tek boşlukta kuruludur. Genelde çok boşluklu şekillendirme kullanılmaktadır. Burada boşluk preslenecek malzemelerin prese yerleştirildiği kalıp alanı anlamındadır.

İzostatik presleme normalde, kuru preslemede kullanılanlardan daha yüksek üretimi sağlayan puls alanında tozun yönlendirilmesidir. Tane yönlenmesinin derecesini geliştirerek oluşan magnetin manyetik özelliklerini artırır.



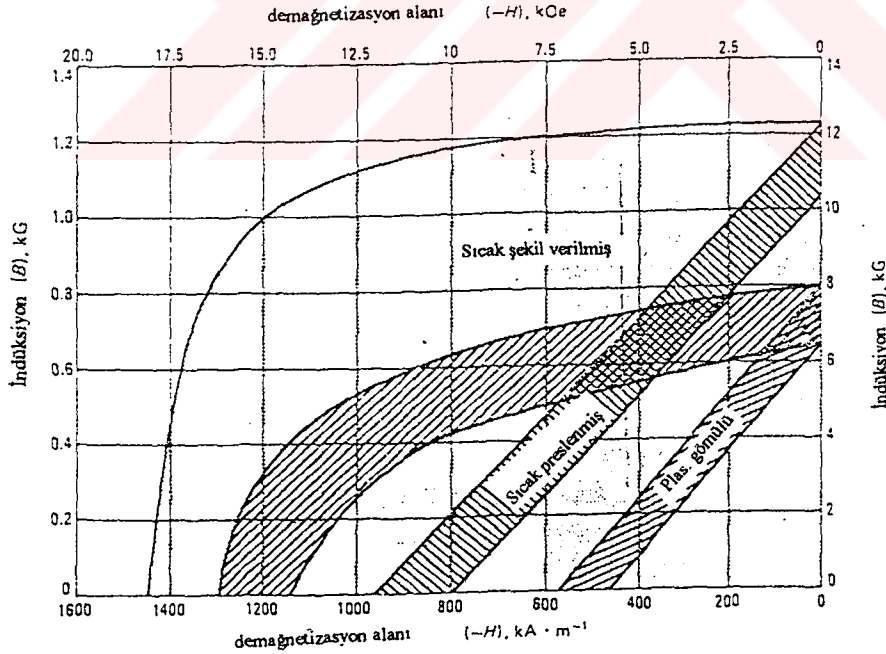
Şekil 3.8a : Nd-Fe-B alaşımlı sinterlenmiş kalıcı magnet malzemenin demagnetizasyon eğrisi

Yüksek Fe içeriği sonucu Nd-Fe-B magnetler bir çok uygulama için korozyona karşı kaplanır. Şimdilerde, geniş olarak katodik prosesli elektrofrotik kaplama kullanılmaktadır. Çok adımlı bu yöntem yüzey temizleme ve ön işlemleri de içermektedir. Epoksi kaplama $\sim 25 \mu\text{m}$ kalınlığında olup bu tür kaplanmış magnetler “ tutucu parçaları ”nda uygundur. Ayrıca farklı organik ya da metalik kaplamalar da kullanılabilir.

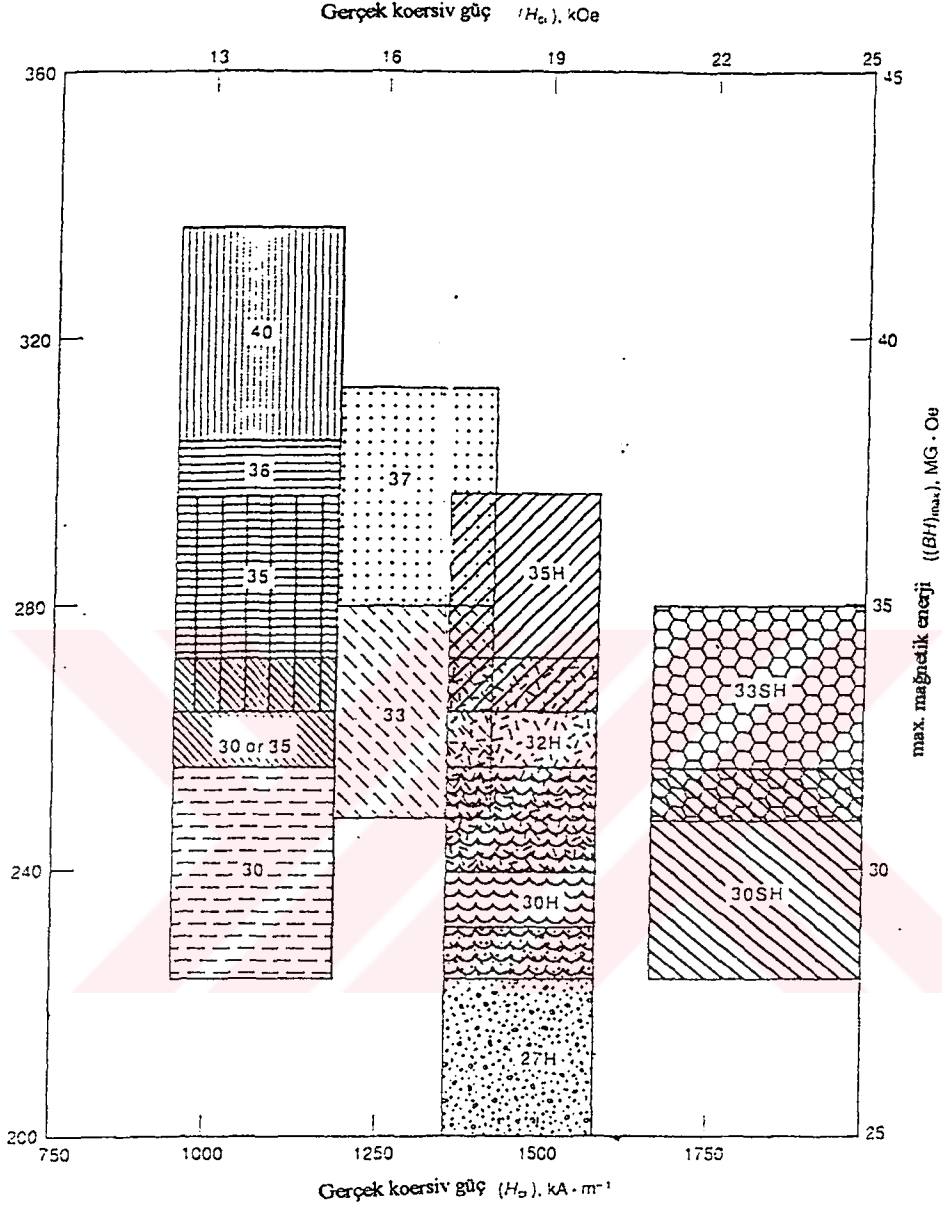
Verilere dayalı seçim **Tablo 3.2** ve **3.3** ‘de verilmiş olup, **Şekil 3.8a**’da da demagnetizasyon eğrisi gösterilmiştir. **Şekil 3.9** ‘da ise sinterlenmiş Nd-Fe-B ‘un grafiği tanımlanmıştır (4). Bu tozlar bonded-magnet yapımında kullanılmazlar.

3.8.2 HIZLI KATILAŞTIRMA TEKNİĞİ

Nd-Fe-B magnetleri bu yöntemle üretmek isteyen ilk kuruluş Amerika’daki bir otomobil üreticisidir. Daha sonra patent alan bu kuruluş bir ilke de böylece imzasını atmıştır. Proses hızlı katılaştırılarak üniform hale getirilen şeritlerin kullanımını içerir. Böylece $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ fazını içeren uygun mikroyapı kristallerine ulaşılır.



Şekil 3.8b : Hızlı katılaştırılmış şeritlerden hazırlanan Nd-Fe-B alaşımlı kalıcı magnetin demagnetizasyon eğrisi

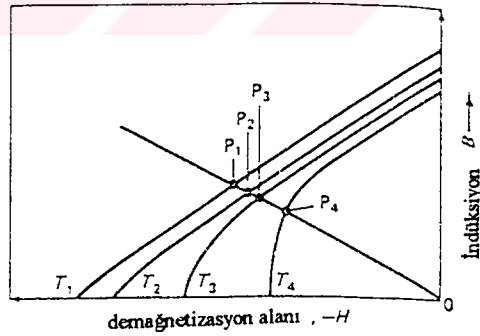


Şekil 3.9 : Sinterlenmiş Nd-Fe-B 'un grafiği (H;yüksek, SH;çok yüksek koersivite değerini belirtir.)

İzotropik magnetler tam yoğunluklu sıcak pesleme ya da reçine bağlayıcı ile hızlı katılaştırma tekniğiyle elde edilen tozların soğuk halde kompakt hale getirilmesi yoluyla yapılmaktadır. Öğütülmüş izotropik şeritlerin sıkıştırılması oldukça zor ve pratik değildir. Anizotropiye sıcak deformasyonla ulaşılır. Ulaşılan BH_{max} değeri $320 \text{ kJ} / \text{m}^3$

(40 MGOe) 'dir. Epoksiye gömülü magnetler, sıcak preslenmiş ve şekillendirilmiş magnetler **Tablo 3.2** ve **3.3** 'de bulunan Nd-Fe-B alaşımlarının hızlı katılaştırılmasıyla üretilmiştir. Demagnetizasyon eğrisi ise **Şekil 3.8b**'de verilmiştir.

Tüm kalıcı magnet malzemeleri sıcaklıkla bağlantılıdır. Sıcaklık değiştiğinde uygulamada çalışma noktası da değişme gösterir. **Şekil 10** Demagnetizasyon eğrisindeki lineer bölge arttığında çalışma noktası da artar. Akı yoğunluğu değişimi ise tersinirdir. Sıcaklık dışında hiç bir durum akı yoğunluğu ile tersinir değildir. Sadece devamlı manyetizasyon ile taneler sürekli oluşabilmektedir. Sıcaklık değişimleri içinde akı yoğunluğunda tersinir olmayan değişimlerden kaçınmak için, çalışma noktası demagnetizasyon eğrisinin lineer bölgesinde olmalıdır. Nd-Fe-B malzemelerinin koersivitesinin lineer bölgedeki geniş sıcaklık katsayısı kuruma kısılmasına yol açar. Ayrıca kuruma kısılması demagnetizasyon eğrisindeki dirseğin oluşmasıyla da başlamaktadır. Malzeme bilimcileri bu alaşımın sıcaklık katsayısını tam olarak saptayamamışlardır. Ergiyik demagnetizasyon eğrisini lineer tutmak için alaşımın yüksek H_{ci} değerine bağlı olarak geliştirilmiştir. Malzeme dizaynında uygulama sıcaklığı çalışma noktası ve dış demagnetizasyon gücü göz önünde bulundurulmalıdır (5).



Şekil 3.10 : Nd-Fe-B kalıcı magnet malzemelerinin çalışma noktasında artan sıcaklığın etkisi

Kalıcı magnet Malzemeleri	Bileşim	°C	Mağnetik Oryantasyon
%3½ Cr çeliği	Fe-3,5Cr-1C	745	H
%6 W çeliği	Fe-6W-0,5Cr-0,7C	760	H
%17 Co çeliği	Fe-17Co-8,25W-2,5Cr-0,7C		H
%36 Co çeliği	Fe-36Co-3,75W-5,75Cr-0,8C	890	H
Döküm Alnico 1	Fe-12Al-21Ni-5Co-3Cu	780	H
Döküm Alnico 2	Fe-10Al-19Ni-13Co-3Cu	810	H
Döküm Alnico 3	Fe-12Al-25Ni-3Cu	760	H
Döküm Alnico 4	Fe-12Al-27Ni-5Co	800	H
Döküm Alnico 5	Fe-8,5Al-14,5Ni-24Co-3Cu	900	E,I
Döküm Alnico 5DG	Fe-8,5Al-14,5Ni-24Co-3Cu	900	E,S
Döküm Alnico 5-7	Fe-8,5Al-14,5Ni-24Co-3Cu	900	E,I,S
Döküm Alnico 6	Fe-8Al-16Ni-24Co-3Cu-2Ti	860	E,I
Döküm Alnico 7	Fe-8Al-18Ni-24Co-4Cu-5Ti	840	E,I
Döküm Alnico 8	Fe-7Al-15Ni-35Co-4Cu-5Ti	860	E,I
Döküm Alnico 9	Fe-7Al-15Ni-35Co-4Cu-5Ti		E,I,S
Döküm Alnico 12	Fe-6Al-18Ni-35Co-8Ti	610	
Sinterlenmiş Alnico 2	Fe-10Al-17Ni-12,5Co-6Cu	610	H
Sinterlenmiş Alnico 4	Fe-12Al-28Ni-5Co	800	H
Sinterlenmiş Alnico 5	Fe-8,5Al-14,5Ni-24Co-3Cu	900	E,I
Sinterlenmiş Alnico 6	Fe-8Al-16Ni-24Co-3Cu-2Ti	860	E,I
Sinterlenmiş Alnico 8	Fe-7Al-15Ni-35Co-4Cu-5Ti	860	E,I
Cunife	20Fe-20Ni-60Cu	410	E,M
Plastiğe gömülü ferrit A	BaO.6Fe ₂ O ₃ +organikler	450	H
Plastiğe gömülü ferrit B	BaO.6Fe ₂ O ₃ +organikler	450	H
Sinterlenmiş ferrit 1	BaO.6Fe ₂ O ₃	450	H
Sinterlenmiş ferrit 2	BaO.6Fe ₂ O ₃	450	E,Y
Sinterlenmiş ferrit 3	BaO.6Fe ₂ O ₃	450	E,Y
Sinterlenmiş ferrit 4	SrO.6Fe ₂ O ₃	460	E
Sinterlenmiş ferrit 5	SrO.6Fe ₂ O ₃	460	E
Plastiğe gömülü Nd-Fe-B	NdFeB+organikler		E,P,X
Sıcak form verilmiş Nd-Fe-B	...		E,M
Sıcak preslenmiş Nd-Fe-B	NdFeB+organikler		E,M
Sinterlenmiş Nd-Fe-B	NdFeB	310	E,Y
FeCrCo	...	640	E,M
Pt-Co	76,7Pt-23,3Co	480	H
Co-RE 1	SmCo ₅	725	E,Y
Co-RE 2	SmCo ₅	725	E,Y
Co-RE 3	SmCo ₅	725	E,Y
Co-RE 4	Sm ₂ Co ₁₇	725	E,Y
Plastiğe gömülü Co-RE ...		800	E,P,X

Tablo 3.1 : Kalıcı magnet malzemelerin nominal bileşimleri, Curie sıcaklıkları ve mağnetik oryantasyonları

H:hayır E:evet I:ısıtım işlem S:sütunsal kristal yapı gelişimi

M: hadde veya diğer bir mekanik işlem ile oryantasyonun gelişmesi

P:presleme boyunca oryantasyonun gelişmesi

X:ekstrüzyon boyunca oryantasyonun gelişmesi

Y:mağnetik yönlendirme ile sağlanan oryantasyon

Kalıcı magnet Malzemeleri	Hc Oe	Hci Oe	Br kG	BH _{ma} MGOe	Man.alan kOe	mkn.geçirme katsayısı
%3½ Cr çeliği	66	..	9,5	0,29	..	..
%6 W çeliği	74	..	9,5	0,33	..	..
%17 Co çeliği	170	..	9,5	0,65	..	..
%36 Co çeliği	240	..	9,75	0,93	..	..
Döküm Alnico 1	440	455	7,1	1,4	2	14
Döküm Alnico 2	550	580	7,25	1,6	2,5	12
Döküm Alnico 3	470	485	7	1,4	2,5	13
Döküm Alnico 4	730	770	5,35	1,3	3,5	8
Döküm Alnico 5	620	625	12,5	5,25	3	18
Döküm Alnico 5DG	650	655	12,9	6,1	3,5	17
Döküm Alnico 5-7	730	735	13,2	7,4	3,5	17
Döküm Alnico 6	750	..	10,5	3,7	4	13
Döküm Alnico 7	1050	..	8,57	3,7	5	8,2
Döküm Alnico 8	1600	1720	8,3	5	8	5
Döküm Alnico 9	1450	..	10,5	8,5	7	7
Döküm Alnico 12	950	..	6	1,7	5	5,6
Sinterlenmiş Alnico 2	525	545	6,7	1,5	2,5	12
Sinterlenmiş Alnico 4	700	760	5,2	1,2	3,5	..
Sinterlenmiş Alnico 5	600	605	10,4	3,6	3	18
Sinterlenmiş Alnico 6	760	790	8,8	2,75	4	12
Sinterlenmiş Alnico 8	1550	1675	7,6	4,5	8	5
Cunife	550	555	5,4	1,5	2,5	12
Plastiğe gömülü ferrit A	1940	..	2,14	1	12	1,3
Plastiğe gömülü ferrit B	1150	..	1,4	0,4	8	1,2
Sinterlenmiş ferrit 1	1800	3450	2,2	1	10	1,2
Sinterlenmiş ferrit 2	2200	2300	3,8	3,4	10	1,1
Sinterlenmiş ferrit 3	3000	3650	3,2	2,5	10	1,1
Sinterlenmiş ferrit 4	2200	2300	4	3,7	12	1,2
Sinterlenmiş ferrit 5	3150	3590	3,55	3	15	1
Sinterlenmiş NdFeB	10600	17000	11,6	32	25	1,13
Plastiğe gömülü NdFeB	5400	9000	6,9	9,5	..	1,05
Sıcak preslenmiş Nd-Fe-B	7000	16000	8	13,7	..	1,05
Sıcak form verilmiş Nd-Fe-B	11000	15000	12	34,2	..	1,05
Pt-Co	4450	5400	6,45	9,2	20	1,2
Co-RE 1	9000	20000	9,2	21	30	..
Co-RE 2	8000	25000	8,6	18	30	..
Co-RE 3	6700	15000	8	15	30	..
Co-RE 4	8000	8000	11,3	30	20	1,2

Tablo 3.2 : Kalıcı magnet malzemelerin mağnetik özellikleri

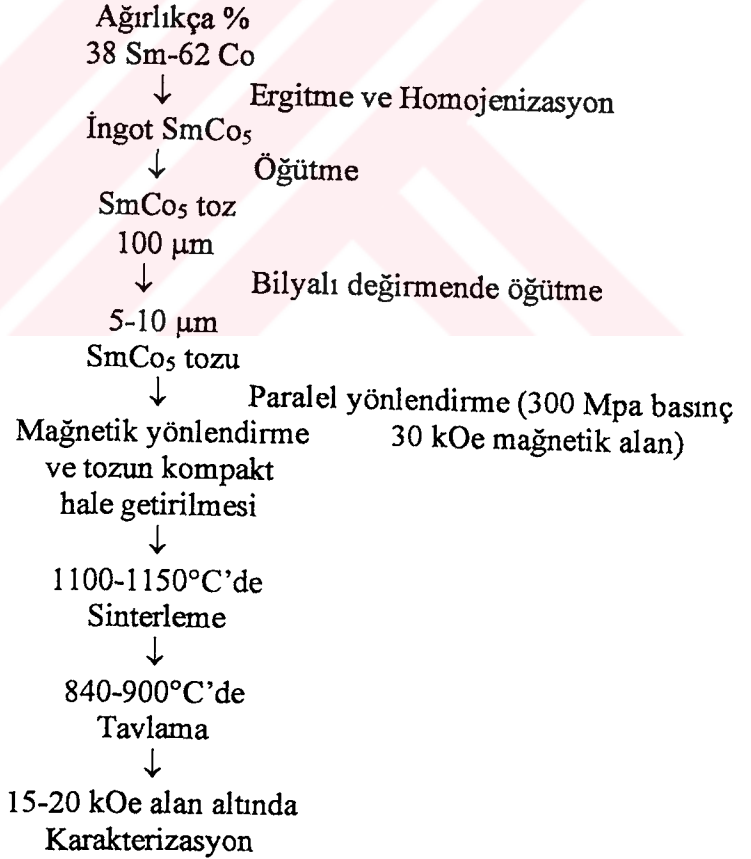
Kalıcı magnet Malzemeleri	yoğ. g/cm ³	Çkm. Dyn. Mpa	Sertlik HRC	lin.uza.kat μm/m.°K	elek.dyn.max.sic. nΩ.m	°C
%3½ Cr çeliği	7,77	..	60-65	12,6	290	..
%6 W çeliği	8,12	..	60-65	14,5	300	..
%17 Co çeliği	8,35	..	60-65	15,9	280	..
%36 Co çeliği	8,18	..	60-65	17,2	270	..
Döküm Alnico 1	6,9	28	45	12,6	750	540
Döküm Alnico 2	7,1	21	45	12,4	650	540
Döküm Alnico 3	6,9	83	45	13	600	480
Döküm Alnico 4	7	63	45	13,1	750	590
Döküm Alnico 5	7,3	37	50	11,4	470	540
Döküm Alnico 5DG	7,3	36	50	11,4	470	..
Döküm Alnico 5-7	7,3	34	50	11,4	470	540
Döküm Alnico 6	7,4	157	50	11,4	580	540
Döküm Alnico 7	7,3	108	60	11,4	500	..
Döküm Alnico 8	7,3	64	56	11	580	540
Döküm Alnico 9	7,3	48	56	11	..	..
Döküm Alnico 12	7,4	275	58	11	620	480
Sinterlenmiş Alnico 2	6,8	451	43	12,4	680	480
Sinterlenmiş Alnico 4	6,9	412	..	13,1	680	590
Sinterlenmiş Alnico 5	7	343	44	11,3	500	540
Sinterlenmiş Alnico 6	6,9	382	44	11,3	530	540
Sinterlenmiş Alnico 8	7	..	43	..	..	..
Plastiğe gömülü ferrit	3,7	4,4	..	94	10 ¹³	95
Sinterlenmiş ferrit 1	4,8	49	..	10	10 ¹³	400
Sinterlenmiş ferrit 2	5	..	..	10	10 ¹³	400
Sinterlenmiş ferrit 3	4,5	..	..	18	10 ¹³	400
Sinterlenmiş ferrit 4	4,8	..	..	..	10 ¹³	400
Sinterlenmiş ferrit 5	4,5	..	..	..	10 ¹³	..
Sinterlenmiş NdFeB	7,5	830	58	5	1600	150
Plastiğe gömülü NdFeB5,8	..	13,5	36	..	10 ⁹	130
Sıcak presl. NdFeB	7,5	..	58	..	1600	150
Sıcak frm vrlmş NdFeB	7,4	..	58	..	1600	150
Cunife	8,6	686	95 HRB	6,7	180	350
Pt-Co	15,5	1370	26	6,1	280	350
Co-RE	8,2	3430	50	284;72,8	500	250

Tablo 3.3 : Kalıcı magnet malzemelerin mekanik ve fiziksel özellikleri

IV. Sm-Co MAGNETLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ İÇİN YAPILAN ÇALIŞMALAR

Haberleşmede son 10 yılda hızlı gelişmeler olmuştur. Ayrıca hava taşıtları teknolojisi geliştikçe malzeme bilimciler alet / cihazın ağırlığına bağlı süpermagnetler geliştirmektedir. Sm-Co magnetleri son 16 yıldır geliştirilmektedir. Bu malzeme geniş magnetik anizotropiyi sağlayan demagnetizasyon alanında kullanılan güçlü magnetik alana sahiptir(6-7).

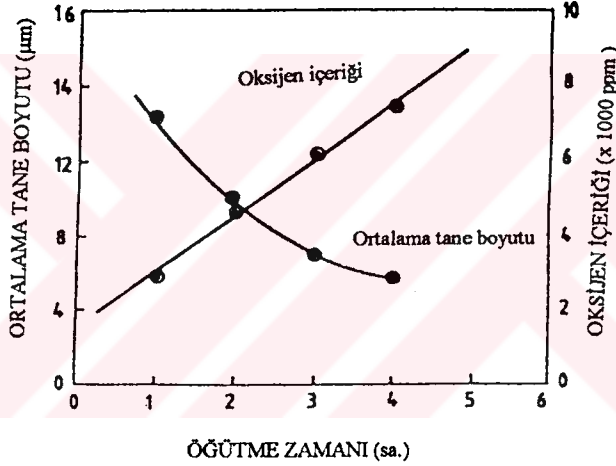
Bu malzeme T/M tekniği ile yüksek Br (indüksiyon) ve BH_{max} (max. enerji miktarı) değeri kazanır. Yüksek magnetik performansı için toz elde prosesleri ve sinterleme aşaması oldukça önemlidir(8-9).



Şekil 4.1 SmCo₅ kalıcı magnetlerin üretim akım şeması.

3.1 Deneysel Çalışma :

Üretim akım şeması Şekil 4.1’de belirtildiği gibidir. % 99,9’luk yüksek saflıktaki Sm ve elektrolitik Co alaşımının hazırlanmasında kullanılmıştır. Döküm sonrası elde edilen ingot 1150°C ‘de 6 saat homojenize edilmiş olup FSA (Fisher Subsize Sizer) kullanılarak bilyalı değirmende öğütülen parçacıkların ortalama tane boyutu ölçülmüştür. Leco Oxygen Analyser Metodu kullanılarak oksijen içeriği saptanmıştır. Mağnetik alan altında preslenen toz parçacıkları (6-8 mm uzunluğunda ve 20 mm çapında) kompaktlar oluşturmuştur. Sinterlenmiş ve yüksek saflıktaki Argon altında termik işleme tabi tutulmuştur. Örneklerin demağnetizasyon eğrisi Otomatik Histerisis Loop Kaydedici ile çizilmiştir. Optik mikroskop ve EPMA (Elektron Probe Micro Analyser) ile prosesin farklı aşamalarında alınan örnekler incelenmiştir.

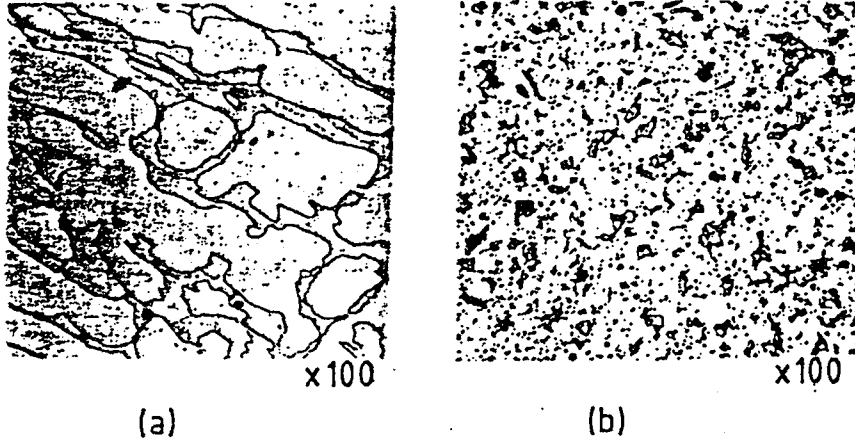


Şekil 4.2 : Oksijen içeriği ve ortalama tane boyutunun öğütme süresine etkisi.

3.2 Sonuçlar :

Parçacık boyutundaki azalma ve ayrıca öğütmedeki oksijen içeriği Şekil 4.2’de gösterilmiştir. Alaşımın kırılgan doğasından dolayı gözlenen davranışları ve geniş yüzey alanı okside olmuş küçük parçacıklardan meydana gelir. Sm, oksijene afinitesi yüksek bir malzemedir. Sm_2Co_{17} fazı ile alaşım kimyasında Co’ca zengin bölgelere kayan, mağnetik özellikleri düşürücü non-mağnetik Sm-oksit tepkimeye girmektedir(10). Benzer etkilerden kaçınmak, oksidasyondan korunmak, sinterleme ve tavlama Sm’un buharlaşmasını azaltmak için başlangıçta varolan alaşıma Sm eklemesi önemli bir gerekliliktir(8-11-12). Şekil 4.3a ve 4.3b ‘de yapı görülmektedir.

$\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 'nin hacimce yüzdesinin homojenize alaşımda oranın fazla olması istenir. Ayrıca Sm_2Co_7 de istenilen bir diğer önemli fazdır.



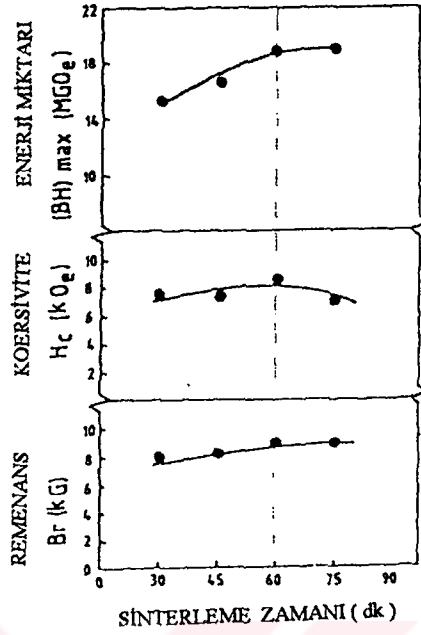
MATRIX : SmCo_5 GRİ FAZ : Sm_2Co_7

Şekil 4.3 SmCo_5 magnetin (a) homojenize edilmiş (b)sonuç ürün mikrografı

Durağan magnetizasyon (4JIMs) yüksek enerji miktarını sağlayabilmek için yüksek olmalıdır. Bunun için; manyetik aln altında alaşım tozu preslenir, uygun sıcaklıkta sinterlenir. Sinterleme 1100-1150°C asıcaklık aralığında olup, 1 saat sürelidir. 4JIMs 'in yüksek olamsı parçacık boyutunun 5-8 μm olması ile sağlanır. Bu durum Paladino 'da rapor edilmiştir (13)

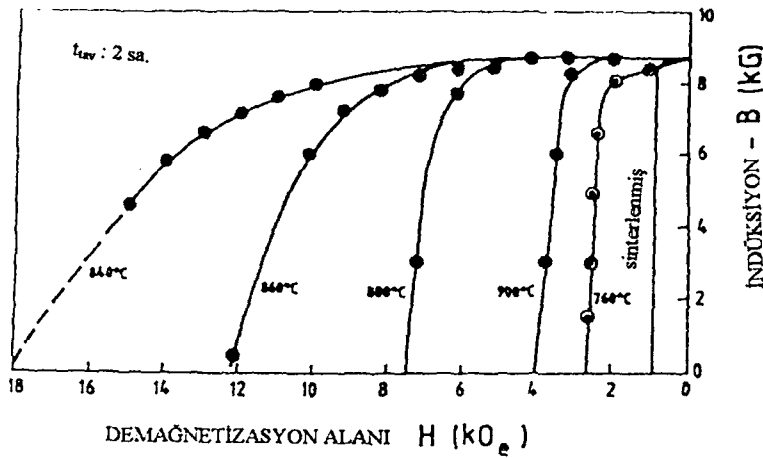
Malzemelerin diğer manyetik özelliklerinde sinterleme sıcaklığının etkisi **Şekil 4.8'**de gözlenebilen 3-4 saatlik öğütme ile sağlanır. Eğriden açıkça görülen şudur ki; Hci değeri sinterleme sıcaklığına oldukça duyarlıdır. SmCo_5 magnetlerde bu durum Hci değeri olarak verilmiştir (14-15). Daha düşük sinterleme sıcaklıklarında tane sınırlarında gerilimin azalması sebebiyle Br ve BH_{max} değerlerinde düşme gözlenir. Sinterleme zamanının rolü 5 μm parçacık boyutunda incelenmiştir ve özellikler **Şekil 4.4'**de verilmiştir. 60 dk civarında sinterleme zamanı ile koersivite artan tane büyümesi ile artar. Daha fazla sürelerde ise düşme gösterir.

Sinterlemeden sonra tavlanan SmCo_5 magnetler Hci'yi düşürür. Böylece tavlama sırasında Hci değerinin arttırılması ihtiyacı doğar. Tavlamanın yararları Menth



Şekil 4.4 : 4 saat öğütülen 1130-1135°C sinterlenmiş, 840°C'de tavllanmış numunelerin farklı Ts'deki değişimi

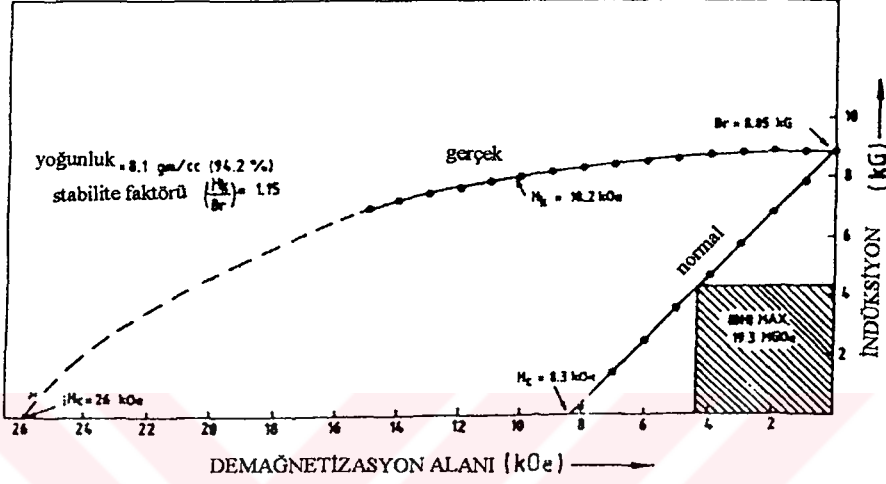
tarafından şu şekilde belirtilmiştir(8). SmCo_5 800°C 'nin altında stabil değildir ve Sm_2Co_7 ve $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ fazı içinde ötektik olarak çöker. Tavlama sıcaklığından yavaş soğutma yapıldığında yukarıdaki çökme sağlanır. Bu duruma tavlamadan sonra numuneleri Argonda soğutma ile ulaşılmaktadır. Tavlama sonucunda Hci'deki gelişmeler Şekil 4.5'de gösterilmiştir.



Şekil 4.5

Optimum öğütme ve sinterleme şartlarında farklı sıcaklıklarda tavlanan SmCo_5 magnetin demagnetizasyon eğrisi.

Malzeme özellikleri ötektik sıcaklığının altında kalan 760°C 'de tavlandığında Paladino 'nun da bulduğu üzere (13) bozulmalar gözlenir. SmCo_5 'in normal ve gerçek demağnetizasyon eğrisi optimize edilmiş parametrelerde Şekil 4.6'da sunulmuştur. 15 Koe mağnetik alanda malzemenin tam olarak demağnetizesi mümkün ve yeterli değildir.



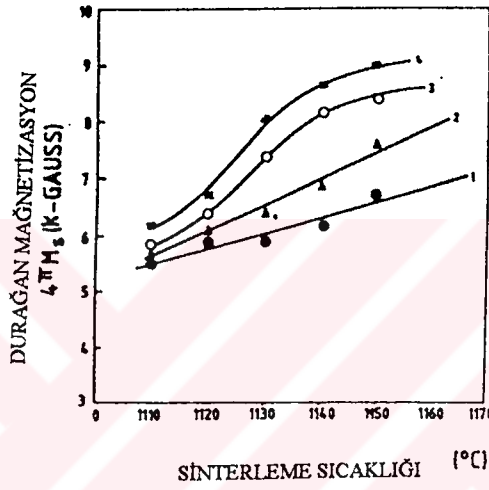
Şekil 4.6 : SmCo_5 magnetin gerçek ve normal demağnetizasyon eğrisi.

$H_k / Br \geq 1$ (H_k limit alan = 0,9 Br) olduğunda magnet oldukça yüksek stabiliteye sahip olur(16). Ayrıca benzer özelliklere sahip ikinci bir magnetle demağnetize yapmaya gerek yoktur. $H_k / Br = 1.15$ değeri ile yüksek remenans, $BH_{\max}$ ve stabiliteye ulaşılır.

38Sm – 62 Co'lu 5 μm 'lik tozların 300 Mpa basınç altında 30 Koe mağnetik alan uygulayarak preslenmesi 1130 – 35 °C'de sinterlenmesi ve 840 °C'de tavllanması ardından 15 Koe mağnetik alan uygulaması sonucu parametreler aşağıdaki gibidir.

Remenans (Br)	8,5 – 9 kG
Koersivite (Hc)	8 – 8,4 kOe
Enerji Miktarı ($BH_{\max}$)	18 – 20 MGOe

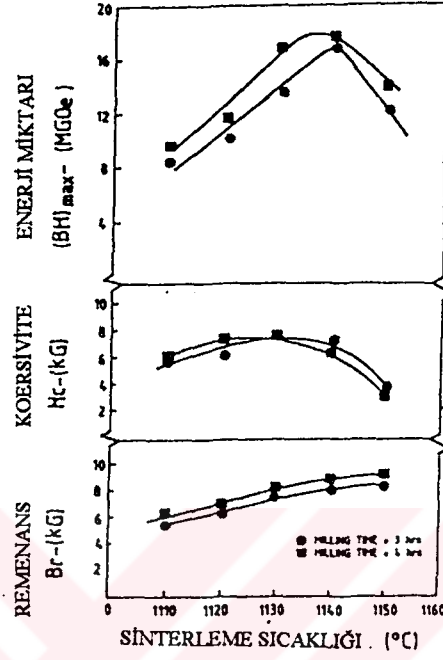
- Öğütme zamanı arttıkça parçacık boyutunda da azalma vardır. Ancak tane boyutu küçüldükçe parçacıkların oksijene karşı afinitesi yani oksijeni bünyesine alması o kadar kolaylaşır.
- 4 saatlik bilyalı değirmende öğütme ile 1 saatlik öğütmeye nazaran daha yüksek kalıcı manyetizasyon değerine ulaşılır. Sinterleme sıcaklığı 1110 °C'den 1160 °C'ye çıkarıldığında aynı özellik devam eder, ancak kalıcı manyetizasyon daha da artar (Şekil 4.7-4.8).



Şekil 4.7 : Farklı öğütme sürelerinin ve sinterleme sıcaklıklarının durağan manyetizasyona etkisi.

- Öğütme ve sinterleme zamanı arttıkça koersivite, remanans ve BH_{max} değeri artar. Ancak bu durum belli bir sıcaklığa kadar devam eder. Doygunluk noktasına gelindiğinde tersi durum ortaya çıkar. Ancak B_r için bir doymunluk noktası derecesi verilememektedir. Ancak BH_{max} değeri yüksek isteniyorsa bu doymunluk noktası aşılmamalıdır.
- 1130 – 35 °C'de 1 saat sinterleme en uygun sinterlemedir.

- Alařımın ötektik sıcaklıęının üzerinde ancak çökelme saęlanabileceęi için bu sıcaklıkta tavlama yapılmalıdır. 800 °C'nin altında ve 850 °C'nin üzerinde olmaması gerekir. Bu alařım için 840°C uygun görölmüřtür.



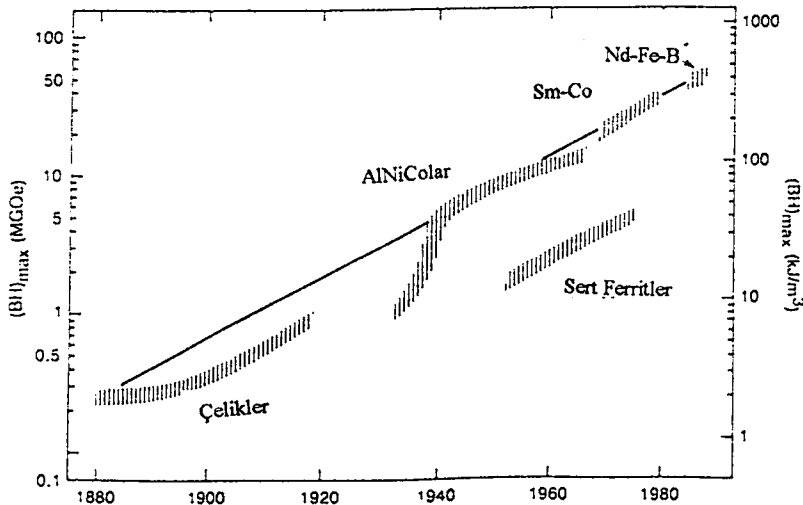
řekil 4.8 : 3 ve 4 saatlik öęütme süresinin ve farklı sinterleme sıcaklıklarının Br,Hc ve BHmax üzerindeki etkisi

V. Nd-Fe-B TİPİ KALICI MAGNETLERİN TARİHSEL GELİŞİMİ

Manyetizma ile ilgili araştırmacıların temel görüşü bir öncekinden daha da kuvvetli kalıcı magnetlerin üretilebilirliğinin sağlanması ve geliştirilmesidir. Bu esas noktadan çıkışla öncelikle magnetokristalin anizotropisi ve manyetizasyon gibi özelliklerin anlaşılmasının gerekli olduğu vurgulanmaktadır. Teknolojik yönden kuvvetli motivasyon özellikleri ispatlanmış sert magnetlerin uygulama alanının devamlı genişlemesini sağlar. Kalıcı magnet araştırma ve gelişmesinde yeni ve ilginç bir çağ $R_2Fe_{14}B$ malzemeleri ile başlamıştır (R: rare-earth, nadir toprak elementi). Enerji miktarı, önceki çalışmalarda belirtilen magnetlerden daha yüksektir. Sm-Co malzemelerle ilişkisi yüksek olup ekonomik yararlarla kaplı Nd-Fe-B magnetlerin gözlenen teknolojik değerleri ortaya çıkmıştır, ayrıca bu yeni bileşik temel bilimsel araştırmalar için yeni bir alan yaratmaktadır.

Burada $R_2Fe_{14}B$ bileşiklerinin gerçek karakteristikleri tanımlanmış olup, uygulamada özelliklerin tartışmasına devam ederek iki farklı şekilde hazırlanışı açıklanmaktadır.

1. Hızlı katılaştırma tekniği (melt – spinning)
2. Geleneksel toz metalurji veya sinterleme tekniği



Şekil 5.1 : Yarı logaritmik olarak kalıcı magnetlerin BHmax değerine bağlı kullanılan 5 farklı sınıfı

5.1 Tarihsel Gelişim :

En eski kalıcı magnet olarak bilinen Fe_3O_4 , magnetlerin gelişmesinde çok etkili olmuştur. Her gelişme bu dalda yeni bir malzeme sınıfının keşfine ve özelliklerinin daha da artmasına olanak sağlamıştır. Bu durum kalıcı magnetlerin BH_{max} değeri ile izlenir. Amaç her zaman için magnetin içinde bulunduğu sistemin ağırlığını ve boyutunu düşürme çabası olmuştur. Max. enerji miktarı teorik olarak aşağıdaki formülle saptanmaktadır :

$$\text{BH}_{\text{max}} = (4\text{JMs}) / 4 \quad (5.1)$$

Burada, Ms ;Doygunluk Magnetizasyonu 'dur.

Şekil 5.1'de yarı logaritmik olarak kalıcı magnetlerin BH_{max} değerine bağlı kullanılan beş farklı sınıfı gösterilmiştir.

C, Co, Cr ya da W gibi elementler katılmış yüksek remenansları ile ($\text{Br} \sim 10 \text{ kG}$) karakterize edilen çelikler, bir kaç yüz Oe 'lik koersiviteleri ile BH_{max} 'ı sınırlandırılırlar. Bu tür alaşıma sahip sistemler temel olarak elemental Fe 'in magnetik özelliklerine bağlı olarak; $4\text{JMs} = 21,5 \text{ kG}$ ve bu durumda ulaşabileceği en yüksek $\text{BH}_{\text{max}} = 115 \text{ kGOe}$ değrinde ortaya çıkmaktadır. Anizotropi alanı $\text{H}_a \sim 500 \text{ Oe}$ 'tir.

AlNiColar başlıca Al, Ni, Co ve Fe bazlı alaşımlı magnetler olup BH_{max} 'ı çeliklere nazaran bir üst sınıfta olan ve kalıcı olarak belirtilen ilk magnetlerdir. Çünkü, yüksek sıcaklık ve mekanik şokta magnetik alan sapmasına karşı dayanıklıdır. AlNiColarda gözlenen ince dağılmış anizotropi şekli, uzun ve tek domain parçacıkları en iyi çelik magnetin en az iki veya daha çok katı kadar olan koersivite değerine bağlıdır. Bu tür magnetlerde $\sim 13 \text{ MGOe}$ 'lik BH_{max} değerine ulaşabilmektedir(17).

Hekzagonal oksitler olarak adlandırılan $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ve $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ sert ferritler de Şekil 5.1 'de yer almaktadır. Ticari önemleri olduğundan şekilde belirtilen hal üzerinde yer almamaktadır. Ferrit tipi seramik magnetlerin koersiviteleri, anizotropi şekli tek domain parçacıklı AlNiColarinkinden daha da geniş olabilen tek eksenli magnetokristalin anizotropisinden elde edilir.

Br değeri düşük olup $BH_{\max}$ 'ı 5 MGOe 'den fazla değildir. Ancak hekzagonal ferritlerin birim enerji miktarına göre oldukça ucuz olduğu ve yüksek elektrik dayançları nedeniyle çeşitli yüksek frekans uygulamalarında kullanıldığı bir gerçektir(18).

Son 30 yılda enerji miktarı nadir toprak elementleri (R-TM) ile artış göstermiştir. Manyetizasyon TM alttatisine bağlı olarak artarken, magnetokristalin anizotropisinin sağladığı koersivite artışını da R bileşikleri oluşturur. Bu tip sistemler hakkında incelemeler $CaCo_5$ hekzagonal kristal yapısını içeren RCo_5 bileşiklerinde manyetizasyon ölçümleri ile başlamıştır. RCo_5 bileşiklerinin göstergesi olan anizotropi tayinleri kalıcı magnet gelişmesi için bu adayın umut verici olduğunu belirtmektedir. Teknolojik çabaların odağı olarak $SmCo_5$ gelmektedir, sinterleme ile sağlanmış olan enerji miktarı 16-28 MGOe aralığındadır.(19) Bu bileşikler teorik analizler ile değişimin etkilerini R iyonunun davranışı altında birleştirmiş ve kristal elektrik alanın manyetizasyon yönü ile kontrol edilip geniş tek eksenli anizotropiyi meydana getirdiği öğrenilmiştir.

Co'ca zengin olan daha yüksek manyetizasyon ve geniş $BH_{\max}$ değerlerine sahip R_2Co_{17} bileşikleri sert magnet malzemeler olarak incelenmiştir. Co alttatisli R_2Co_{17} fazı, RCo_5 serisine karşıt olarak tek eksenli anizotropiye nazaran tercih edilir, ancak toplam anizotropi daha düşüktür. R_2Co_{17} manyetizasyonu ve RCo_5 anizotropisine sertleştirme hazırlığı tekniği yolu ile ulaşılmıştır. 33 MGOe'in üzerinde enerji miktarına sınır fazı olan $SmCo_5$ tipi ile çevrelenmiş Sm_2Co_{17} olan ikili hücresel yapıya sahip Sm-Co bazı alaşımlarda ulaşılır(20). R-TM₅ ve R_2TM_{17} kalıcı magnetlerindeki gelişme Kumar(21) ve Strnat(22) tarafından genişçe gözden geçirilmiştir.

Sm-Co malzemeler birçok uygulamasında elektromagnetlerin yerini hemen almıştır fakat, kullanımları ekonomik dezavantajları sebebiyle sınırlıdır. Sm'un az miktarları bile oldukça pahalıdır. (Nadir elementler arasında en pahalı malzemedir.) Bu da direk kullanılabilirliği ve maliyeti etkilemektedir. Dünya Co kaynağı Zaire'de olup 1978'deki sivil savaşta kaynaklar azalmıştır. Bunun sonucunda fiyatlar büyük bir artışa geçmiş, araştırmacılar R-TM sistemine alternatif kaynaklar bulmaya çalışmıştır. Ekonomik

değerinin daha az olduğu ancak istenilen özelliklerde kalıcı magnet yapımı için çalışmalar başlamıştır.

Sm-Co karakteristiklerine sahip Fe bazlı malzemeler uzun süre aranmıştır. Ancak 1978'de uygun bileşiklerin bilinmemesi, CaCO_3 yapılı R-Fe fazlarının henüz var olmaması sebebiyle R'nin düşük Curie sıcaklığına sahip nadir element olduğu R_2Fe_{17} bileşikleri incelenmekteydi. 1983 yılında Pittsburg'da yapılan Magnetizm ve Mağnetik Malzemeler konferansında Fe-bazlı nadir element sert ferritlerinin araştırmalar sonunda uygun olduğuna karar verildi(23-24). Melt-Spinning ile hızlı katılaştırılan nadir element-demir-metaloid alaşımlarda istenilen karakteristiklere ulaşılmıştır. Ayrıca diğer bir yönteminde geleneksel toz metalurjisi yöntemi olduğu belirlenmiştir(25).

Hızlı katılaştırılmış R-Fe alaşımlarının ilk çalışmalarından $\text{Nd}_{0,135}\text{Fe}_{0,187}\text{B}_{0,048}$ 'in şeritlerinde Croat tarafından rapor edilen enerji miktarı 14 MGOe'in üzerindedir (23-26). Daha sonra genişleyen incelemeler $\text{La}_{0,05}\text{Tb}_{0,05}\text{Fe}_{0,74}\text{B}_{0,16}$ amorf yapıyı kristalleştirme yönünde olup, Koon ve Das (27) tavllanmış $\text{La}_{0,020}\text{Nd}_{0,130}\text{Fe}_{0,783}\text{B}_{0,067}$ ve $\text{La}_{0,005}\text{Pr}_{0,145}\text{Fe}_{0,783}\text{B}_{0,067}$ bileşimli şeritlerde enerji miktarının max 13 MGOe olduğunu bulmuştur. $\text{Tb}_{0,33}\text{Fe}_{0,67}$ alaşımı üzerinde çalışan Clark ise koersiv gücün tavlamaadan sonra ~ 3 kOe olduğunu bulmuştur(28).

Clark'ın sonuçları amorf veya metastabil fazlı denemesi, hızlı soğutma metodunun hazırlanması yüksek enerjili Fe bazlı magnetler doğru geçişin uygun olabileceğinin habercisi olmuştur.

Alaşımların istenen özellikleri göstermemesi sanısına bağlı çalışmalarla Sagawa (25) üçlü hafif nadir element-demir sistemleri için geleneksel sinterleme metodu uygulamış ve $\text{Nd}_{0,15}\text{Fe}_{0,77}\text{B}_{0,08}$ için $\text{BH}_{\text{max}} '1 \sim 36$ MGOe olarak saptamıştır.

Hızlı katılaştırılmış benzer olarak sinterlenmiş yüksek BH_{max} 'lı malzemelerin tümü yeni üçlü kristal bileşikler içerir. Buna bağlı olarak bu alaşımların kimyasal formülü deneme niteliğindeydi ve $\text{R}_3\text{Fe}_{21}\text{B}$, $\text{R}_3\text{Fe}_{20}\text{B}$, $\text{R}_3\text{Fe}_{20}\text{B}_2$, $\text{R}_5\text{Fe}_{25}\text{B}_3$ ve ilk R-Fe-B sistem

çalışmalarında kullandıkları $R_3Fe_{16}B$ gibi farklı şekillerde tanımlanmıştır. Kristal yapı üzerinde yapılan detaylı çalışmalarla $R_2Fe_{14}B$ 'un en doğru kimyasal formül olduğu saptanmıştır (29-30). Sagawa çalışmalarında toz metalurjisi yöntemi ile yüksek enerji miktarına ulaşıldığını rapor etmiştir (25).

Teknolojik ilgi $Nd_2Fe_{14}B$ üzerinde yoğunlaşmıştır. Oldukça iyi BH_{max} (~64 MGOe) ve H_a (~ 73 kOe) değerleri, ayrıca Sm-Co malzemeler nazaran uygun ekonomik değeri araştırmacıların bu alaşım üzerine çalışmalarını yoğunlaştırmıştır. 40-50 MGOe aralığındaki enerji miktarı ile uygun magnetler ilk olarak tayin edilen magnetlerden daha yüksek değerlerde belirlenmiştir. Alaşım melt spun ile hazırlanmış (31-32) ardından sinterlenmiştir(33). Nd-Fe-B magnetlerin uygulama spektrumunun genişlemesi devam etmektedir.

Kalıcı magnetlerde önemli olan üç prensip vardır:

1. Magnetin uygulama sıcaklığını belirleyen T_c Curie sıcaklığı,
2. M_s yüksek manyetizasyon,
3. Ölçülen geniş magnetokristal anizotropi alanı H_a .

Kalıcı magnetlerde B_r remanans üst limiti $4\pi M_s$ ile ve H_a tarafından saptanan H_{ci} (intrinsic koersivite) ile saptanır.

Uygun gerçek özellikler içeren bileşikten yapılan magnet özel hazırlama metodu ve başlangıç ingot bileşimi ilişkisi ile belirlenir. Teknik magnetik karakteristikler B_r , H_{ci} ve enerji miktarı BH_{max} değerleri malzemenin mikroyapısında kesin olarak etkilidir. Mikroyapı; boyut, şekil, bileşimin kristal oryantasyonu ve aynı zamanda doğal ve ikincil fazların dağılımı-ki bunlar genellikle domain-duvar formasyonunu kontrol eder-diğer yandan manyetizasyon davranışından etkilenir. Hazırlama tekniği ve ikinci unsur, magnetiklerin başlangıç ortalama bileşimi ana fazın miktarından sapma gösterir. Nd-Fe-B magnetlerin üretimi için ticari kullanımda iki ayrı metot vardır; Melt spinning ile hızlı katılaştırma tekniği ve geleneksel toz metalurji (sinterleme) yöntemi.

5.2 MELT – SPUN MALZEMELER :

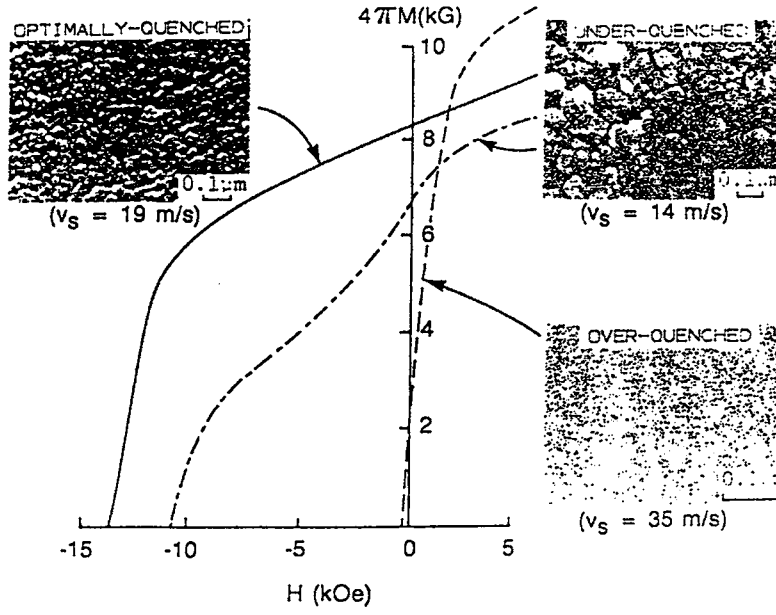
Melt spinning dönüşümü benzer uygulamalar için mağnetik olarak yumuşak amorf alaşımların üretiminde çoğu zaman kullanılmıştır, fakat bunların kullanımı sert metal teknolojisinde geleneksel toz metalurjisi yöntemindeki temel alanı sunar. Melt – spinning prosedürü; başlangıç eriyik alaşımının kroze orifisten disk yüzeyine doğru geçişini içerir. Disk yüksek ısı iletkenliğinden dolayı bakırdan seçilmiştir. Nadir elementler kimyasal olarak oldukça etkilidir. İnert atmosferde özellikle argon gazı altında işlem yapılmalıdır. Soğutma oranı melt spinning ile 10^6 K/sn kadar yüksek olabilmektedir. Bu değer sğutma hızı Vs olarak anılır. Şeritler genelde 30-50 μ m kalınlığında 1-3 mm genişliğinde olup uzunlukları mm veya cm seviyesinde olabilmektedir. Disk dönüş hızına bağılı olarak bu değerler değişmektedir.

Şerit Özellikleri

Melt-spun Nd-Fe-B şeritlerin mağnetik özellikleri ve mikroyapısı Vs'in fonksiyonu olarak max BH ve Hci ile soğutma oranına bağılıdır (**Şekil 5.2**'de gösterilmiştir). $Nd_{0,135}Fe_{0,817}B_{0,048}$ alaşımı melt – spinning ile toz hale getirilip, kompaktlaştırılmıştır. Vs 14,19 ve 35 m/sn'lik farklı hızlarda alınmış buna bağılı şeritlerin yüzeylerinden elektron mikrografları alınmıştır. Yüksek soğutma oranlarında ($Vs \geq 30$ m/sn) amorf yapı üretilir.

Soğutma Oranı (Vs) m/sn	Hci (kOe)	Bhmax (MGOe)
19	14	14

olup, SEM'de yapılan çalışmalarla $Nd_2Fe_{14}B$ tanelerinin optimal soğutulmuş şartlarda ortalama ~ 300 Å'dur. TEM çalışmaları c-ekseninde dağılımın uzaysal olduğunu ortaya çıkarmıştır(34). Ayrıca mağnetik olarak şerit hacminin çoğu izotropik ve ~ 20 Å kalınlığında Nd'ca zengin bölgeler olduğu bilinmektedir. B'ca yetersiz amorf faz $Nd_{0,7}Fe_{0,3}$ bileşiminde taneler arasında yer almaktadır. (Bileşimin ikili Nd-Fe faz diyagramında ötektik nölgeye yakın yerde bulunmaktadır.) Hacminin %95'i $Nd_2Fe_{14}B$ fazından oluşmaktadır. Şerit düzlemine normal c yönündeki bazı tercihli yönlenme



Şekil 5.2 : Soğutma oranının $\text{Nd}_{0,135}\text{Fe}_{0,817}\text{B}_{0,048}$ magnetlerin demagnetizasyon eğrisi üzerindeki etkisi.

soğuma oranının azalması ile (35) veya ergitme sıcaklığının artması (36) ile üretilmiştir, fakat koersivite artmıştır. V_s olarak optimum magnetlere liderlik eden değerin altına düşürülmüştür. Geniş $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ kristallerinden oluşmuş şeritler H_{ci} ve BH_{max} değerlerinin düşmesiyle karakterize edilir (14 m/s = V_s için). Over-quenched şeritler uygun tavlandığı takdirde direkt-quenched malzemelerin özelliklerine yakın değerlere ulaşır. Büyükçe amorf yapıya sahip su verilmiş şeritler melt-spun soğutma oranına bağlı olarak iç bölgelere doğru ince yapıya ulaşabilmektedir.

5.3 SAĞLAMLAŞTIRMA METOTLARI

Bulk magnetin üretimi yoğun formdaki kırılgan melt-spun şeritlerin sağlamlaştırılmasını öngörür. Lee ve çalışma arkadaşları (20) bu durum için üç farklı teori geliştirmiştir.

Birinci ve en çok üzerinde durulan prosedür; optimal su verilmiş şeritler veya tavlanmış (su verilmiş) şeritler epoksi gibi bir plastiğe gömülü olarak soğuk presleme yapılır. Uygun parçacık boyutu sağlamak için pulverizasyon sırasında bozunma

olmamalıdır. Magnet üretimi bonded ile düşünüldüğünde melt-spun malzemelerinin kullanılması tercih edilir.

“ 0,5 mm x 0,5 mm x 40 mm “ ebatlı şerit parçaları etkili toplanmayı kolaylaştırır. Öyle ki; %85 yoğunluğu olan $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ fazında 600-700 MPa basınca ulaşılır. Şeritler manyetik olarak izotropiktir. Remanans optimal su verilmiş şerit değerinden yani $B_r \sim 8$ kG ‘den 7 kG’ye düşer. Enerji miktarı ~ 9 MGOe’tir.

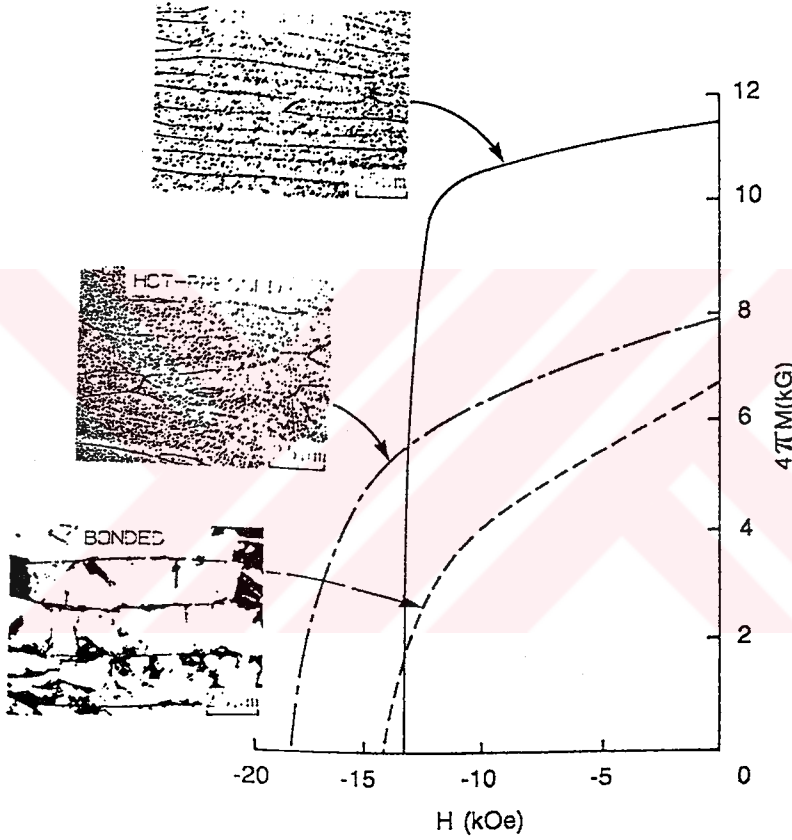
Melt-spun şeritlerin tamamen yoğunlaşması ikinci prosedür olan sıcak preslemede gözlenir. Başlangıç alaşım bileşimine bağlı olarak basınç ve sıcaklık tayin edilir. Eğer alaşım “ $\text{Nd}_{0,135}\text{Fe}_{0,817}\text{B}_{0,048}$ ‘e yakın ise tam yoğunluğa ~ 100 MPa ve 970 K ile ulaşılır. Aşırı su verilmiş şeritlerin sıcak preslenmesi ile en çok arzu edilen tane boyutu geliştirilebilir, Gwan ve arkadaşları (37) presleme şartlarını incelemişlerdir. Sıcak preslenmiş magnetlerin enerji miktarları 10-20 MGOe aralığındadır.

Tek eksenli sıcak presleme sadece c-eksenine paralel pres yönünde $\sim 10\%$ daha kolay kristalografik yönlenme sağlar. Daha iyi yönlenme (75%) ve bunun gibi daha yüksek enerji miktarı üçüncü tip metotla sağlanır. Üçüncü metodun aslı, temelde sıcak prestir ve çapı büyük boşlukların kurutulmasında tercih edilir. İkinci sıcak pres, geniş kurutmada (yani kuru bozulmalarında) yanal kısım plastik akışı ve şerit kalınlığında redüksiyona eşlik etmesiyle yapılır. Nozawa ve Tokunaga (38-39) bileşimlerinde manyetiklerin geliştirilmesi için uzama oranı, çalışma sıcaklığı deformasyonun ölçüsü parametrelerini göz önünde bulundurarak manyetik yönlenmenin en iyi olması halinde orjinal numune yüksekliği boyunca kuru bozunmanın en az dört faktörle belirlenebileceği üzerinde çalışmalar yapmışlardır. Bu şekilde kuru-bozunmuş magnetlerin tam yoğunlukta olduğu ve enerji miktarının 45 MGOe olarak bulunacağını saptamışlardır.

Şekil 5.3 hızlı katılaştırılmış Nd-Fe-B magnetinin üç formunu optik mikroskopta göstermektedir. Ayrıca oda sıcaklığında demagnetizasyon eğrisi presleme yönüne paralel uygulama alanı ile ölçülmüştür. Sıcak preslenmiş şeritlerin bozuk formları

plastik bonded magnetlerde görünen çatlakların gelişmesi olmaksızın istenen hacimde doldurulur. Açık olarak kuru-bozma magnetlerde yanal plastik akışında sonuçlanan şerit kalınlığı azaltılmıştır.

Şekil 5.3'deki optik mikrografta şeritin tüm özellikleri gözlenmiştir, ayrıca tane yönelmesindeki yapı ve makroskopik magnetik özellikleri kontrol eden şeritlerdeki tane içi bölgeler de burada belirtilmiştir.



Şekil 5.3 : Nd-Fe-B magnetlerinin üç farklı formunun demagnetizasyon eğrisi üzerindeki davranışı

Tane textürü aşırı yaşlandırma (su verme) ile hazırlanmış sıcak preslenmiş magnetlerde Şekil 5.2 'deki optimal yaşlandırma(su verilmiş) olana benzerdir. İri taneli yapı gözlenir (40-41).

(Die-upset “bozulmuş,bozma kalıp” yani şeritlerin elde edildiği Cu döner disk üzerinde kasti çizikler oluşturarak kırıntı halde şerit elde yoludur. Bu yöntem die-upset olarak anılmaktadır.

Die-upset öyleki şekil 10’da belirtildiği gibi yaklaşık 3000Å çapında ve 600Å kalınlığında sıcak preslenmiş şeritlerde küresmi taneleri modifiye eder(40-42). Bu ebatlardaki tanelere “platelet” adı verilmiştir. Platelet her bir tane yüzeyine dikey c eksenine ile presleme yönündeki enine kümelerdir. ($Nd_{0.7}Fe_{0.3}$) bileşimi için tane içi bölgelerde A kristali KYM formdadır(41). Platelet tanelerinin büyümesi ve yığınlaşması magnetik yönelme ve enerji miktarını arttırıcı etkidedir. Mishra (41-43) ve Li ile Graham(44) bu durumu anizotropik tane büyümesi ve tane sınırında kayma içeren die-upset boyunca tane yönelmesi mekanizması ile açıklamışlardır. Bu bulgulara yüksek oranda Tenaud da katılmaktadır(45). Tenaud $Nd_2Fe_{14}B$ tek kristallerin kolay büyüme yönünün a eksenine dikey presleme yönünde, büyümeyi sağlayabileceğini belirtmiştir. Toz haline getirilmiş die-upset malzeme anizotropik bonded magnetleri hazırlamak için kullanılmıştır.

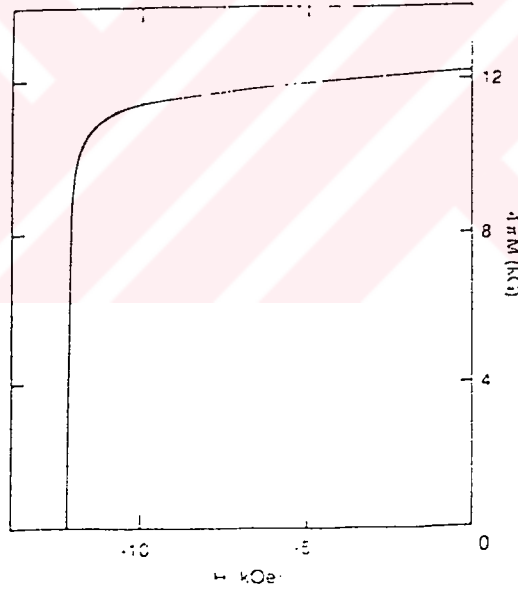
5.4 SİNERLENMİŞ MAGNETLER

Toz metalurjisi prosesi sıralı oryantasyon, pres, sinteri içerir, ayrıca Sm-Cu magnetler ve ferritin ticari üretiminde uzun süre bu yöntemler kullanılmıştır. Magnetlerin hazırlanmasındaki genel yol sinterleme olarak belirtilen çok basit yöntemdir.

Sagawa’nın (25) uyguladığı doğal prosedür aşağıdaki sırayı takip etmektedir. İndüksiyon ocağında ergitilmiş ingotlar $Nd_{0.15}Fe_{0.77}B_{0.08}$ bileşimine sahip olup Nd ve B’ca zenginleştirilmiştir. $Nd_2Fe_{14}B$ ($\sim Nd_{0.12}Fe_{0.82}B_{0.06}$) ve melt-spinning ile elde edilmiş $Nd_{0.13}Fe_{0.82}B_{0.05}$ fazları diğerine nazaran Nd ve B’ca daha fakirdir. Bu tip bileşimler kırılır, öğütülür ve 3 µm’lik toz boyutuna indirgenir.

Tozlar ~ 10 kOe’lik magnetik alanda yönlendirilir ve yönelme yönüne dikey olarak 200 Mpa basınçla preslenir. Sonuç kompaktlar Ar gazı altında 1 saat ~ 1370 °K sıcaklıkta sinterlenir. Ve hızlı soğutulur. Sinterleme sonrası tavlama yine Ar gazı altında

~ 900 °K’de yapıldığında koersivite değerinde artış sağlanır (33). Nd-Fe-B magnetlerin toz metalurjisi ile üretimindeki başarı sadece $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ fazının iyi doğal özelliklerinden değil aynı zamanda çeşitli uygun metalurjik özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Öyleki; Nd ve tetragonal bileşim $\text{Nd}_{1+\epsilon}\text{Fe}_4\text{B}_4$ formulu sinterleme sırasında sıvı halde olan ikili ötektik belirgin tane büyümesi hariç yüksek yoğunluğa sahiptir. Belirtilen sinterlenmiş magnetlerin demağnetizasyon eğrisinden 36 MGOe’lik enerji miktarı saptanmıştır (25) (Şekil 5.4’de gösterilmiştir). Şekil 5.3’deki die-upset magnetlerindeki yönlenmeye benzemektedir. Melt-spun Nd-Fe-B ve diğer kalıcı magnet malzemeleri koersivitenin artmasında remenansında gelişebilmesi için bileşim ve proses parametrelerinin üstesinden gelmesiyle mümkün olabilir. Narasimhan (46) $\text{Nd}_{0,15}\text{Fe}_{0,80}\text{B}_{0,05}$ bileşimine yakın bileşim ile 45 MGOe’lik enerji miktarına, Sagawa (33) $\text{Nd}_{0,13}\text{Fe}_{0,81}\text{B}_{0,06}$ sinterlenmiş magnetle 50,6 MGOe değerine ulaşmışlardır. Her iki çalışmada da şekil 22’dekine nazaran Br’nin yüksek, Hci’nin düşük olduğu rapor edilmiştir.

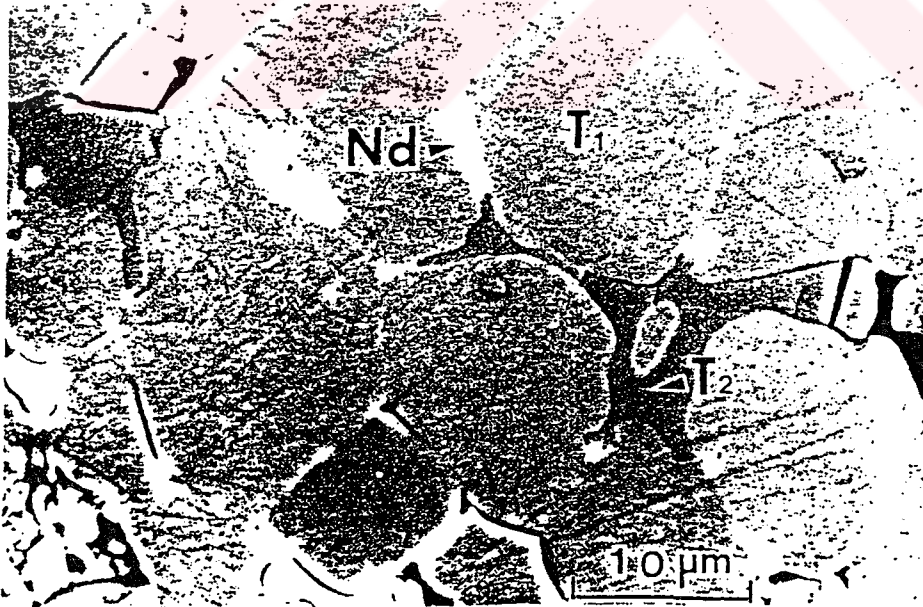


Şekil 5.4 : BHmax değeri 36 MGOe olan sinterlenmiş $\text{Nd}_{0,15}\text{Fe}_{0,77}\text{B}_{0,08}$ kalıcı magnetinin oda sıcaklığında demağnetizasyon eğrisi

Sinterlenmiş Nd-Fe-B magnetler $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ fazına ek olarak kompleks çok fazlı sistem içerir. En çok bilinen bu fazlar; $\text{Nd}_{1+\epsilon}\text{Fe}_4\text{B}_4$, α -Fe fazı, Nd oksitler ve gözeneklerdir. $\text{Nd}_{0,15}\text{Fe}_{0,77}\text{B}_{0,08}$ magnet mikroyapısı şekil 5.5’de verilmiştir. $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ bileşimi hacimce

%85 ~ 10 μ m ortalama tane boyutundadır, yaklaşık iki büyük düzen optimum melt-spun şeritlerden daha geniştir. B'ca zengin Nd_{1+c}Fe₄B₄ ; Nd₂Fe₇B₆ düzensiz dağılımlı forma benzer. Nd'ca zengin KYM 'li Nd_{0,95}Fe_{0,05} bileşimi tane sınırı bağlantılarında ve ince tane içi tabakalarda ortaya çıkar. Bu faz toz metalurjisinde sıvı faz sinterlemesinde oluşan faz olup düzgün tane içi tabakaların mikroyapı etkilerine eşlik eden, koersivitenin artımını sağlayan sinterleme sonrası ısıtılma işlemle ortaya çıkar. Düzensizliklerin redüksiyonu tersine çevrilen domain formasyonunu engeller. Bu durum demagnetizasyon alanının azalmasıyla ortaya çıkar.

--- Oda sıcaklığında, sinterlenmiş Nd-Fe-B magnetler çekirdek kontrollü sistemlerdir. Bu sistem domain-duvar bağlantısını bir dereceye kadar küçük bir rol ile alır. Deneylerin çeşitliliği, sonuçları ve analizler daha önceki yorumların kanıtı olarak avantajlıdır. Domain gözlemleri gösterir ki; ısıtılma olarak demagnetize edilen her bir Nd₂Fe₁₄B tanesi multidomain yapısına sahiptir. Dg >> Dc 'dir, ayrıca domain-duvarları içinde her bir tane küçük uygulama alanında kolayca ve hızla hareket eder. Tabaka karakteristiği hem doğal manyetizasyon eğrisi hem de Nd₂Fe₁₄B tanelerinin oldukça fazla kusur içerdiği TEM çalışmalarıyla uyumludur.



Şekil 5.5 : Sinterlenmiş Nd_{0,15}Fe_{0,77}B_{0,08} magnetin X-ışını bileşim mikrografı. T₁ : Nd₂Fe₁₄B'u, T₂ ; Nd_{1+c}Fe₄B'u ve Nd ; Nd'ce zengin bölgeyi temsil etmektedir.

Küçük histerisis loopunun ölçüleri; manyetizasyon alanında durgun koersivite (H_{sat}) ve $H_{sat} < H_{ci}$ 'dir. H_{sat} ; tane sınırı yakınında ve tane üzerindeki domain-duvarı bağlantısı ve alan ile bağlantılıdır, bu durumda $H_{ci} > H_{sat}$ olur ki koersivite domainlerin yönünü tersine çeviren çekirdeklenme ile kontrol edilir (47).

Yapılan formülasyon çalışmaları sonucunda; koersivite mekanizmasında araştırmaların özellikle önemli olan yönü geliştirilen sinterlenmiş magnetlerin uygun ölçülebilen değerlerini üretmektir. İlkolarak, küçük $R_2Fe_{14}B$ taneleri içindeki kusurlar domain çekirdeklenmesini tersine çevirme yönünde hacim artışı sağladığı için arzu edilir. Ayrıca taneler çıkıntı ve keskin köşelerde bölgesel demagnetizasyon alanlarının zararlı etkisini limit düzeyde tutmak için düzgün olmalıdır.

İkinci olarak; ince, düz, kusursuz tane sınırı tabakası magnetik olarak izole edilmiş $R_2Fe_{14}B$ kristallerini içerir ve komşu tanelerin demagnetizasyonu için engel teşkil eder. Sonuç olarak; $Nd_{1+c}Fe_4B_4$ ve oksit gibi ikincil fazların az miktarı oldukça etkilidir. Nükleasyon bölgesi rolü oynayan gözenekler ikincil faz olarak ayrılmaktadır.

--- Melt-spun sistemlerde koersivitenin temelindeki araştırmalar özellikle sıcak preslenmiş ve die-upset magnetler için sinterlenmiş magnetlerden daha yaygın olup, görüş açıları tek taraflı değildir. Lorentz mikroskop incelemeleri domain-duvarlarının optimum şeritlerde tane sınırlarında bağlı olduğunu gösterir (34). Aynı durum sıcak preslenmiş magnetler için de uygundur, ki bunların mikroyapıları temelde şeritlerin ve die-upset magnetlerinkiyle aynıdır. Pres yönüne veya c eksenine paralel domain-duvarlarında ve bir çok tane üzerinden geçebilir. Plateletlerin yüzeyleriyle taneler dik açı ile kesişirse bir etki olmaz. Fakat bu taneler tane kenarlarında bağlıdır (41-42). Durst ve Kronmuller'in (47) ortak uyarısı,; bu denemelerde demagnetize bölgelerdeki ince numunelerden yapılması bağlantı mekanizması için kesin bir sonuç sağlamaz.

Melt-spun Nd-Fe-B şeritlerin doğal demagnetizasyon eğrisi sinterlenmiş yönlendirilmiş magnetlerden temel duyarlılıkta daha az sergilenmektedir. Yanısıra, koersivite uygulama alanında oldukça yavaş gelişir. Yüksek alan değeri $H_{ci} = H_{ci(x)}$ sadece

$H > H_{ci(x)}$ için geçerlidir. Bu karakteritikler baskın bağlantı mekanizmasında geçerlidir (48-49).

Sinterlenmiş magnetler ve şeritler için mağnetik vizkositenin tamamen farklı davranışı olarak bu karakteristikler baskın bağlantı mekanizmasında geçerlidir. Diğer yandan Durst(50)'in iddiası; şeritlerde olduğu gibi izotropik sistemlerde küçük loop ölçümleri mağnetik sertlik mekanizmasındaki kadar anlamlı değildir. Hazırlanan $Nd_{0,15}Fe_{0,97}B_{0,08}$ sinter magnet izotropik olup $H_{ci(\infty)}$ sadece $H \gg H_{ci(\infty)}$ düzeyine yükseldiğinde bulunmuştur. Benzer bir durum şeritler içinde vardır, ancak yönlendirilmiş sinter magnetlerde buna ters yöndedir. Eğer tabaka çekirdeklenmesi kontrollü ise, dolaylı mantıkla, izotropik sistemlerdeki H_{ci} hem hızlı katılaştırılmış hem de sinterlenmiş numuneler çekirdeklenme mekanizması ile bağdaşmayabilir.

5.5 SONUÇ;

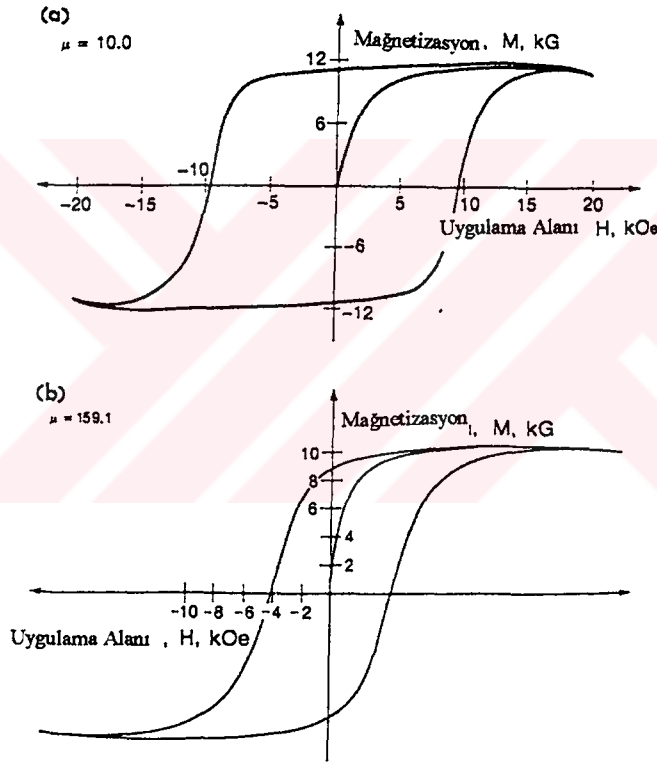
Nd-Fe-B magnetler hem melt-spinning hem de sinterleme ile üretilir. Bu yöntemlerle üretilen magnetlerin kullanım alanları DC otomatik motorlarından bilgisayar disk sürücülerine ve ev tipi çeşitli uygulamalara kadar uzanır. Uygulamaların sayısı durağan olarak artar çünkü, Nd-Fe-B'un ekonomik avantajları ve enerji miktarının Sm-Co'ınki kadar yüksek olmasıdır.

Ticari labaratuvarlarda yapılan araştırmaların hızla devam etmesi ile $R_2Fe_{14}B$ malzemelerinin keşif fırsatı doğmuştur. ~ 50 MGOe'lik yüksek enerji miktarı ~ 64 MGOe'lik enerji miktarının yanında az bile kalmaktadır. Mekanik alaşımlama, ingotların sıcak deformasyonu , hidrojenizasyon ve gerekli cihaz ile alaşım modifiyesi ve alternatif hazırlama metodları ile bu değere ulaşılmıştır.

Histerisis eğrisi ve H_{ci} 'nin tane boyutuna bağlı değişimi :

Yapılan çalışmada örneklerin tane boyutları 2.2 μm , 6.3 μm , 9.8 μm , 43.5 μm , 83.4 μm ve 159.1 μm olarak değişmektedir.

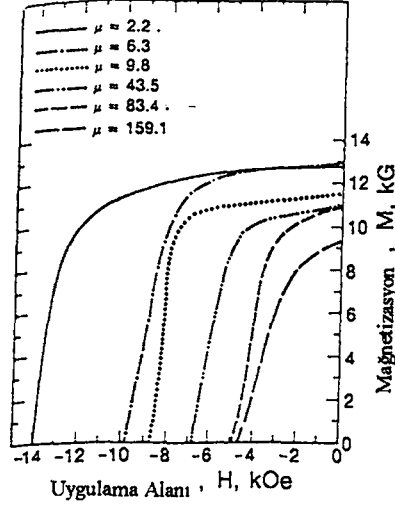
SEM’de incelenen magnetlerin birden fazla faz içerdiği gözlemlenmiştir. Magnetin tüm mikroyapısı incelendiğinde tane sınırlarında KYM’li stabilize oksijen fazı varlığı, ayrıca nadir elementce zengin $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ fazı belirlenmiştir. Bir örnekte TEM ile yapılan çalışmada Nd’ca zengin KYM fazın tane sınırlarında hem büyük hem de küçük taneler olarak yer aldığı gözlenmiştir. Tüm örnek numunelerde mikroyapı detayları aynıdır, dolayısıyla örneklerin magnetik özelliklerindeki tane boyutu ve tane boyutu dağılımında da değişime yol açar. Tüm örnekler için manyetizasyon eğrisi belirlenmiş olup temel kalıcılıkları oldukça yüksektir. Bunun anlamı demagnetize bölgedeki taneler içinde var olan domain-duvarlarının oldukça kolay hareket edebilmesidir(51).



Şekil 5.6 : a) 10 μm b) 159.1 μm tane boyutlu numunelerin temel histerisis eğrisi.

Şekil 5.6a 10 μm , 5.6b ise 159.1 μm tane boyutlu numunelerin temel histerisis eğrisini vermektedir. Bu eğrilere bağlı olarak tane boyutu arttıkça H_{ci} ’nin ve BH_{max} değerinin düştüğü görülmektedir. Farklı tane boyutlarındaki örneklerin histerisis eğrilerinin ikinci quadrantları Şekil 5.7’de belirtilmiştir. Belirtilen bu şekilde ise magnetik

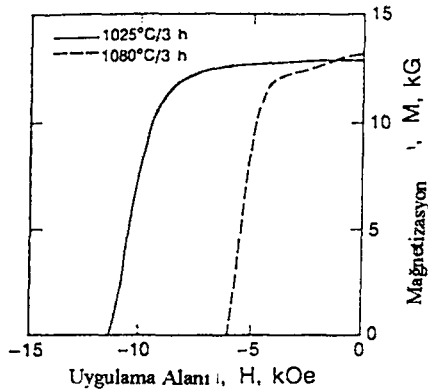
karakteristikler yani BHmax ve Hci'nin artması ortalama tane boyutunun azalması ile sağlanmaktadır.



Şekil 5.7 : Farklı tane boyutlarındaki örneklerin histerisis eğrilerinin ikinci quadrantları.

Tane boyutu ve sinterleme sıcaklığındaki değişimlerin koersiviteye etkisi :

Magnetlerin ortalama tane boyutlarındaki değişimler döküm alaşımının toz hale getirilmesinden sonra kullanılan uygun eleme fraksiyonları ile oluşturulabilir. Öyle ki ; sinterleme sıcaklığının değişimi ile farklı tane boyutlarına ulaşılabilir. Sinterleme sıcaklığında artış tane büyümesinde homojensizliğe sebep olmaktadır. Histerisis eğrilerindeki değişimlerin nedeni de bu şekilde açıklanmaktadır. **Şekil 5.8'**da ikinci quadrant belirtilmiş olup aynı bileşimde farklı iki sinterleme sıcaklığına tabi tutulmuş magnetlerin histerisis eğrileri gösterilmiştir. %0,6 Dy içeren magnetlerdir ve Dy içeren magnetlerde gerçek koersivite yani Hci, içermeyenlere göre daha yüksektir.

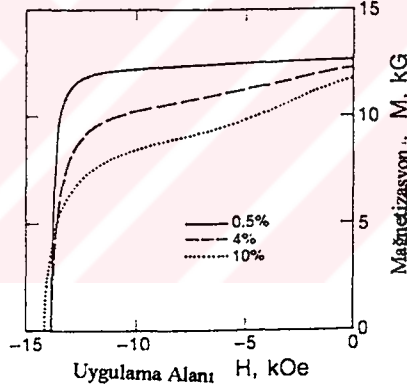


Şekil 5.8

Aynı bileşimde farklı iki sinterleme sıcaklığında magnetlerin histerisis eğrisi.

Şekil 5.8'de histerisis eğrisinin yapılandırılması ile sıcaklık arttığı zaman H_{ci} 'de geniş düşüşler gözlemlenmiştir. 1030°C 'de sinterlenen magnetlerin tane boyutu $17\ \mu\text{m}$ iken 1080°C 'de sinterlenen magnetlerde ise tane boyutu $40\ \mu\text{m}$ 'dir. Buna göre, düşük sinterleme sıcaklığı ve düşük tane boyutundaki magnetik parametreler, yüksek sıcaklık ve büyük tane boyutundaki parametrelerden daha yüksektir. Sinterleme sıcaklığının son magnetik özelliklere ulaşmadaki rolü böylece vurgulanmıştır. H_{ci} değerinin düşmesi aynı zamanda magnetlerin enerji miktarındaki redüksiyonunun da düşmesine sebep olur. Tane boyutunun iyi ayarlanması, remenans ile H_{ci} değerini yükseltir, ayrıca enerji miktarını da optimuma ulaştırır(51).

Ortalama tane boyutu hazırlanırken büyük tanelerin toz karışımında varlığı histerisis eğrisinde değişimlere yol açar. Bu durum **Şekil 5.9**'da belirtilmiştir. Büyük taneler ortalama tane boyutlu toz karışımında ne kadar az olursa parametreler o derece yüksek sonuç verir.



Şekil 5.9 : Ortalama tane boyutundaki büyük tane yüzdesinin histerisis eğrisi üzerindeki etkisi.

Genelde R-TM malzemelerinin ve bu sistemlerin gerçek özelliklerinden anladığımız temel bakış açısıyla ispatlanmıştır. Ortaya çıkan problemler sırasıyla şunlardır;

1. TM anizotropisi altında uzanan bu mekanizma ve onun sıcaklık ve açıklanan kompozisyonla arasındaki varyasyonlardır.

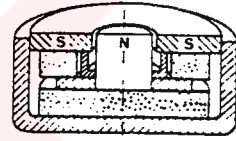
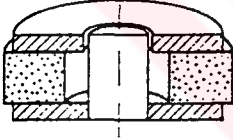
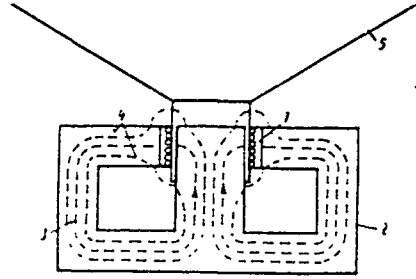
2. Burada kristal alan ve enerji miktarını tam olarak belirlemeye ihtiyaç vardır. Hem deneyler hem de elektronik yapı hesaplamalarından bölgesel bağlı mađnetik moment, çok iyi alanlar ve dört kutuplu parçalanmış çekirdek saptanır.
3. Koersivite için arzu edilen içerik ve modeller tek parçacık numunesi ve gerçek etkileşim sistemlerinin özelliklerini tamamen dahil etmesiyle de geliştirilebilmektedir.
4. Hci değeriinde tane boyutu ve tane dağılımının etkisi ve histerisis eğrisinin şekli deneysel olarak incelenmiştir. Tane boyutunun artması ile magnetlerin ortalama tane boyutunun karesinin logaritmik değeriinde tersine bađlı olarak Hci değeri düşer. Farklı ortalama tane boyutu ile magnetlerin histerisis eğrilerinden ölçüm yapılmıştır. 1025°'den 1080°C'ye kadarki sinterleme sıcaklığı aralığında artan etkiler 17µm'den 40 µm'ye kadarki tane boyutu değışimi lie artar. Hci 11,3 kOe'den 5,9 kOe'e düşer. Ayrıca histerisis eğrilerinin ikinci quadrantlarında ortaya çıkan kıvrımlar, tane boyutundaki geniş artışla artar.

VI. KALICI MAGNETLERİN KULLANIM ALANLARI

6.1 Hoparlörlerde kullanılan magnet sistemleri

Hoparlörlerde kalıcı magnet sistemlerinin kullanılması hava boşluğunda mümkün olan en büyük mağnetik enerjinin elde edilmesi esasına dayanır. Ortak olarak kullanılan konstrüksiyon Şekil 6.1’de verilmiştir. Bu konstrüksiyonda kullanılan halka ve kap sistemlerinin modelleri ise Şekil 6.2-6.3’de verilmiştir.

- 1.Sarmal hareketli hava boşluğu
- 2.Yumuşak demir ve kalıcı magnet içeren mağnetik devre
- 3.Akı boşluğu
- 4.Akı çıkışı
- 5.Diyafram



Şekil 6.1-6.2-6.3

6.2’de verilen halka sisteminde daha çok ferit tipi seramik magnetler kullanırken diğer modellerde gösterilen kap sisteminde AlNiCo, Sm-Co veya Nd-Fe-B magnetler kullanılır. Halka sisteminde düşük akı yoğunluğu isterken, diğer sistemde yüksek akı yoğunluğu aranır.

Televizyon alıcıları veya antenlerde tavsiye edilen düşük aralıklı magnet sistemleri halka ve tablet şeklindeki magnetlerin Fe asıllı bir kap içersine yerleştirilmesi ile oluşturulan sistemlerdir.

Hoparlör sistemlerinde küçük çaplı yüksek mağnetik enerjili kap sistemleri daha çok tercih edilir. Özellikle bu sistemli kullanıldığı yerler iletişim cihazları ve otomobil hi-fi sistemleridir. Kullanılan magnet tipleri AlNiCo, Sm-Co ve Nd-Fe-B’dur.

Bu sistemlerde oksit magnet malzeme ve polimer malzeme beraber kullanılarak oluşturulan plastiğe gömülü tablet biçimli magnetler de maliyetin önemli olduğu yerlerde kullanılabilir. Yardımcı elemanlar vida veya perçin olabilmektedir. Yüksek koersiviteye sahip oksit magnetler ile stabil hava boşluğu sağlanabilmektedir.

6.2 Dairesel boşluklu magnetler

Hoparlörlerin yanında dairesele boşluklu magnetler elektro-akustik cihazlarda da kullanılır. Yüksek magnetik etkiye geniş iç çap ve dar hava boşluğu ile ulaşılır. Özellikle mikrofonlarda bu tip sistemler kullanılır. Osilasyon sistemlerinde ve benzer ölçüm elemanlarında kap tipli AlNiCo magnetlerin kullanımı yaygındır. Şekil 6.4-6.5’de tipler verilmiştir.



Şekil 6.4-6.5

6.3 Ölçüm elemanları için magnetler

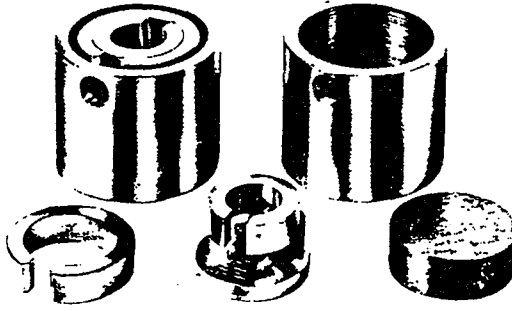
Elektriksel ölçüm elemanları için kalıcı magnetler; dış magnet ve merkez çekirdek magnet olmak üzere hareketli bobin sistemini oluşturur. Şekil 6.6’da AlNiCo magnetlere lehimlenmiş yumuşak demir magnetten oluşan sistem verilmektedir.



Şekil 6.6

Çekirdek magnet sistemi çok küçük çapların kullanımını sağlar (10-12 mm). Göbek içinde dönen Fe halka bulunan sistem diametrik olarak magnetlenir. Şekil 6.7’de gösterilen (geniş açılı sistem) yüksek nozul saptırımı ile ölçüm elemanları, bu magnet

sisteminde dizayn edilir. Kalıcı magnet yumuşak Fe kap içine akuple edilir. Magnetin üst yüzeyinde ayrılabilir halka vardır. Hava boşluğu Fe kabın kenarı ve halka ile oluşturulur.



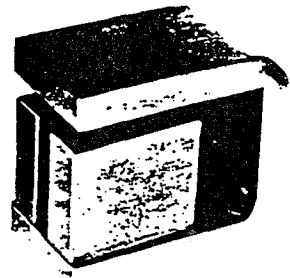
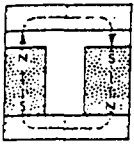
Şekil 6.7

6.4 Frenleme ve sönüm magnetleri

Frenleme ve sönüm prensibi ile çalışan bazı ölçüm elemanları, eğer skalalar veya elektrk ölçüm cihazlarında frenleme için kullanılıyorsa elektrik ölçerlerde ortak kullanılan döner hareketli malzeme ile beraber çalışır. Bu sistem elektrik sayaçlarında kullanılır.

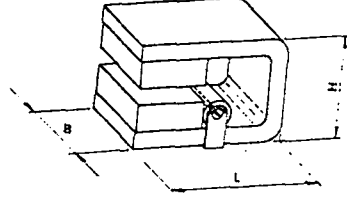
Sistemin en önemli uygulaması olan elektrik sayaçlarında ince Al disk, kalıcı magnetlerin oluşturduğu hava boşluğunda hareket eder. Elektrik sayaçları için frenleme magneti olarak koersivitesi yüksek AlNiCo alaşımları kullanılır.

Bu sistemde genellikle Fe içinde iki blok magnet ile yüksek frenleme değerine ulaşılmaktadır (Şekil 6.8-6.9). Bu sistemle 100 Ns/m değeri üzerine ulaşılabilir. Bu sistemle 100 Ns/m değeri üzerine ulaşılabilir.



Şekil 6.8-6.9

Ayarlanabilir frenleme değeri ile magnet sisteminde sabit hava boşluğu Fe içinde yerleştirilmiş iki blok magnet ile sağlanır (Şekil 6.10). Aşağıda frenleme değeri çeşitli uygulamalar için verilmiştir.

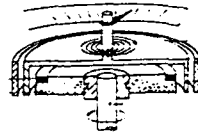


Şekil 6.10

Saatlerde	0,05-1 Ns/m
AC ölçerlerde	0,2-0,4 Ns/m
Üç fazlı sayaçlarda	0,4-1 Ns/m
Skalalarda	100 Ns/m

6.5 Hız ölçerlerde kullanılan magnetler

Bu uygulamada aliminyum silindir içindeki milde takometre magneti döner. Sonuç olarak magnetin izafî hareketi ve silindirin(tamburun) indüksiyon akımı, magnetin rotasyon hızı ve tamburda üretilen tork ile orantılı olup artar. Alüminyum silindir yay kuvvetine karşı döner(Şekil 6.11) ve fiksleme noktası üzerindeki şaft magnetin hızını gösterir.



Şekil 6.11

4 ya da 6 kutuplu disk magnetler özellikle bu uygulamalar için uygundur. Bu magnetler AlNi ya da AlNiCo ingotlarının kırılıp öğütülerek preslenmesiyle veya plastiğe gömülmesiyle elde edilir. Aliminyum tamburun elektriksel dayancının sıcaklık bağımlılığını dengelemek ve takometrenin okunmasını sağlamak için döner halka magnet preslenerek imal edilir(Şekil 6.12).



Şekil 6.12

6.6 Alan magnetleri

Genişletilmiş mağnetik alan fiziksel etkiler gösterir,örneğin kalibrasyon amaçları manyetizasyonu sağlayan malzemelerle çalışma elektron hüzmeye etkisi gibi.Bu çeşit uygulamalar daha büyük boyutlarda

üretimi gerektirir.Özellikle kütle spektrometrelerde kullanılan bu tip magnetlerle yüksek mağnetik alan sağlanır(Şekil 6.13).



Şekil 6.13

6.7 İletişim sistemlerinde kullanılan magnetler

İletişim cihazlarında kullanılan dağıtım amaçlı magnetler aşağıdaki şekillerde olabilir:

- Telefon ahizesinde duyum kapsülü
- Telefon ahizesinde konuşma kapsülü
- Mikrofon, hoparlör
- Telefon halkaları
- İndüktörler
- Jeneratörler,Röle

Blok magnetler

AlNiCo ve Oksit magnetler röle ve telefon halkalarında kullanılır.

Disk ve halka magnetler

AlNiCo ve oksit magnetler telefon ahizesinde duyum kapsülünde, mikrofon ve hoparlörde kullanılır. Özellikle kristal yönlendirilmiş AlNiCo tercih edilir.

Özel şekilli magnetler

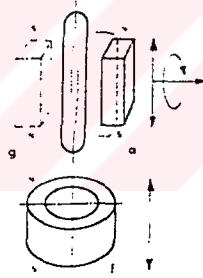
İzotropik oksit magnetler halka şekillerinde, rölelerde ise yine oksit magnetler tercih edilir.

Rotorlar

İndüktör ve jeneratörlerde AlNiCo tercih edilmektedir.

6.8 Sızdırmazlık gerektiren tüplerde kullanılan anahtarlar için magnetler

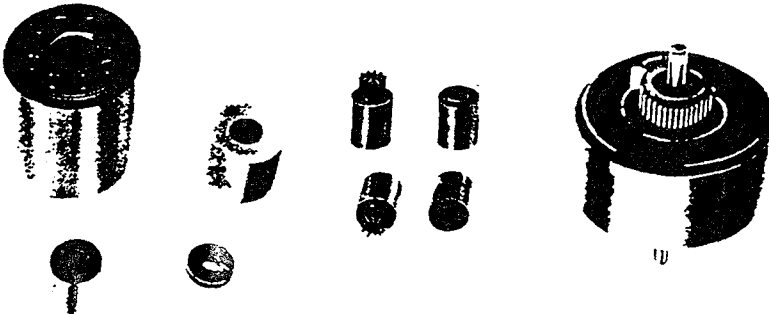
Kalıcı magnetler sızdırmazlığın önemli olduğu yerlerde tüpün dışına yerleştirilerek bir mağnetik alan oluşturur. Ferrit, anizotropik AlNiCo alaşımları, Nd-Fe-B alaşımları uygulama yerine göre seçilebilen tiplerdir (Şekil 6.14).



Şekil 6.14

6.9 Küçük motor, jeneratör ve dinamo lambalarında kullanılan magnetler

Elektrik saatlerinde anizotropik ya da izotropik ferrit mikromagnetler kullanılır. Rotor magnetler yine izotropik veya anizotropik ferrit magnet olabilmektedir. Ayrıca kullanım yerine göre Nd-Fe-B alaşımları da kullanılabilir (6.15-6.16-6.17).

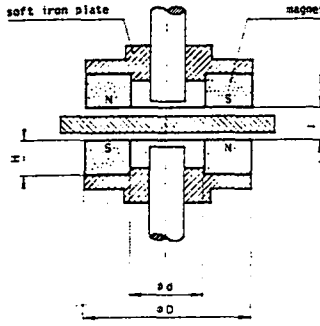


Şekil 6.15-6.16-6.17

6.10 Mağnetik kaplin

Mağnetik kaplinlerin iki temel tipi vardır:

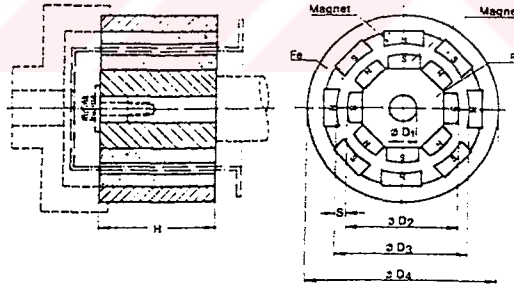
- Önden kaplin; butip kaplinler iki çok kutuplu halka magnetin hem kenar hem de ayırma duvarına yerleştirilmesiyle oluşturulur (Şekil 6.18).



Şekil 6.18

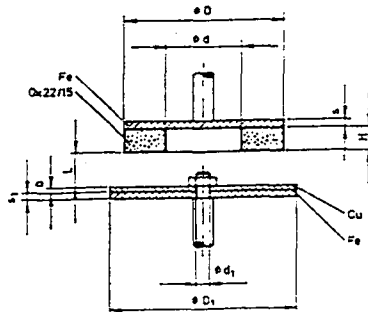
- Konsantrik kaplin; iki halka magnetin eş merkezli yerleştirilmesiyle oluşturulur (Şekil 6.19).

Her iki tip magnette de oksit magnetler yaygınca kullanılsa da ikinci tip magnetlerde Sm-Co alaşımlı magnetler tercih edilir.



Şekil 6.19

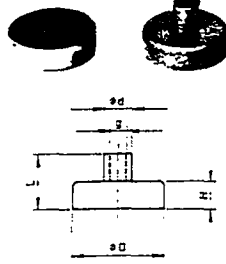
İndüksiyon çevrimli kaplin ve frenlemelerde de çok kutuplu magnetler Cu disk ile yüz yüze gelecek şekilde yerleşim biçimiyle çokça kullanılmaktadır (Şekil 6.20).



Şekil 6.20

6.11 Tutucu magnetler

AlNiCo veya ferrit bazlı magnetlerin Fe asıllı bir kap içersine akuple edilmesiyle kullanılan magnetlerdir. Özellikle idari işler, planlama, reklam amaçlı işlerde çokça kullanılır. Örneğin evrak askısı, not sıkıştırma, mağnetik parçacıkları toplama... (Şekil 6.21)



Şekil 6.21

6.12 Plastiğe gömülü ferrit magnetler

Özellikle buzdolabı kapaklarında sızdırmazlık amaçlı kullanılan şeritler bu gruba girmektedir. Daha çok Ba-ferrit ve plastiğin karıştırılarak enjeksiyon kalıplanması ile oluşturulur (Şekil 6.22).

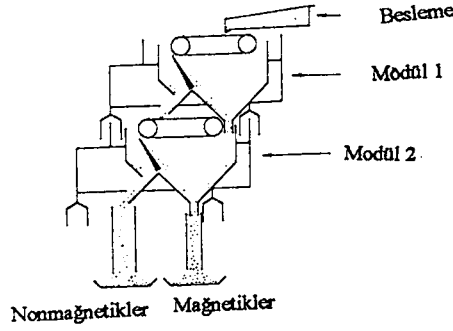


Şekil 6.22

6.13 Mağnetik silindirler

Kalıcı magnet silindirlerin kullanıldığı PermRoll seperatörler mağnetik parçacıkların diğerlerinden ayırımını sağlamaktadır. Çimento ve cam sanayiinde çok kullanılır.

Özellikle Sm-Co kalıcı magnetler kullanılmaktadır. Besleyiciden aşınmaya dayançlı bant kaplı konveyör üzerine parçacıkların taşınması ve silindirler sayesinde kesin ayırımın sağlanması esasına dayanan bu sistemde genelde çift modül kullanılmaktadır. Yüksek besleme oranlarında yüksek silindir hızı ile ayırım yüzdesi artışını sağlayan bir sistemdir. **Şekil 6.23**'de sistem verilmiştir.



Şekil 6.23

6.14 Magnetron uygulamaları

Özellikle II. Dünya Savaşından sonra, yüksek frekans bandlarında elektromagnetik enerji iletiminin daha kolay olması gerçeğine dayanarak, mikrodalga haberleşme sistemlerinde büyük gelişmeler gözlenmiştir. Kuvvetlendirici, karıştırıcı ve osilatör gibi temel devre bileşenlerine sahip haberleşme sistemlerinin gelişimi günümüzde de süregelmektedir. Bu sistemlerde kullanılan mikrodalga osilatörlerinden birisi magnetrondur.

Magnetronlar, hem sürekli dalga hem de darbe çalışma modu için tasarlanmaktadır. Her iki çalışma tipi için de tasarım aşamaları ve genel teori aynıdır, ancak darbe tipi olanların kullanımı daha yaygındır. Bu magnetronlar özellikle radar ve navigasyon sistemlerinde kullanılmaktadır.

Bu uygulamalarda kullanılan darbe tipi magnetronlar için gerilim darbe süresi, 20 ns den 10 µs kadar olabilmektedir. Bu işlem saniyede yüzlerce ya da binlerce kez tekrarlanır. Üretilen r.f. darbeleri bir anten sistemiyle yayılır, hedefe çarpıp cisim

tarafından geri yansıtılır ve yansıyan enerjinin bir kısmı tarafından toplanır.Böylece hedefin uzaklığı ölçülebilir.

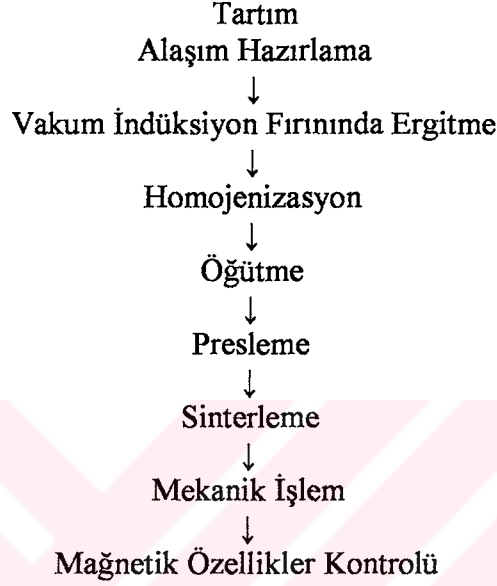
Magnetronlar %90etkinlikle oldukça önemli çıkış gücü üretebilirler.Orta düzeyde bir maliyetle seri üretimleri mümkündür.Darbe tipi çalışma güçleri birkaç yüz kW'tan,birkaç MW'a kadar olabilir.

Sürekli dalga çalışmada ise 10-100 kW güçlerinde magnetronlar yapılmıştır.Ancak magnetronlar gürültülü kaynaklardır,çıkış işaretleri temiz bir spektruma sahip değildir.Bunun sebebi kararsızları ve istenmeyen harmonik salınımlarıdır.Ancak bu darbe radarı ve mikrodalga ısıtma sistemleri uygulamaları için bir engel değildir.

Magnetron yapıları işaret kuvvetlendirmek için de kullanılmaktadır.Amplitron adı ile piyasaya sürülen bu kuvvetlendiricilerin etkinliği %90 oranında,kazancı ise dB düzeyindedir.

VII. Co-Sm ALAŞIMLI MAGNET İÇİN DENEYSEL ÇALIŞMA

Cobalt-Samarium mađnetik malzemelerinin üretim tekniklerinde izlenen yol ařađıdaki gibidir.



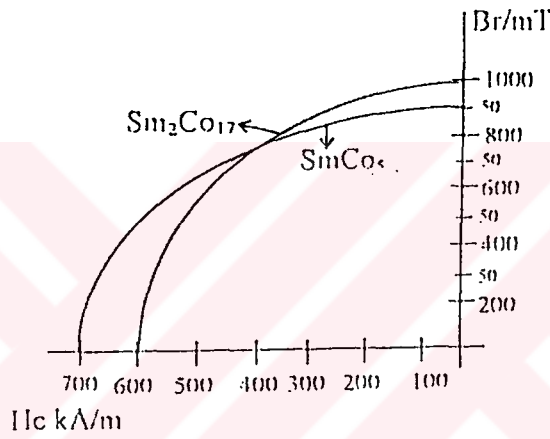
Co-Sm magnetlerinin iki ayrı alařım řekli vardır.

- | | |
|--------------------------------|--|
| 1. SmCo_5 | % 64 Co
% 36 Sm |
| 2. $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ | % 49 Co
% 25 Sm
% 8 Cu
% 15 Fe
% 2 Zr
% 1 Diđer |

SmCo_5 ve $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ magnetleri arasındaki temel fark mađnetik özelliklerindendir.

Elimizde bulunan aynı ebatlı biri SmCo_5 , diğeri $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ magnet numuneleri için aşağıdaki eğri çıkartılmıştır.

Numune	Br (mT)	Hc (kA/m)
S1 (SmCo_5)	900	700
C1 ($\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$)	1000	600
S2 (SmCo_5)	850	700
C2 ($\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$)	900	600



Şekil 7.1 : $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ ve SmCo_5 tipi kalıcı magnetlerin demagnetizasyon eğrisi.

SmCo_5 ve $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ tipi magnetlerin her ikisi için de ergitmedeki şartlar birbirleriyle aynı özellikleri göstermektedir. Ergitme için yapılan çalışmalar şu şekildedir.

TUBİTAK – MARMARA ARAŞTIRMA MERKEZİ ‘nde yapılan ergitme işleminde iki ayrı vakum indüksiyon ocağı kullanılmış her ocaktan ikişer ayrı döküm alınmıştır.

TÜBİTAK-MAM’a ait 1 kg’lık vakum endüksiyon fırınında yapılan iki ayrı döküm işleminde;

I. DÖKÜM ŞARTLARI ;

Vakum derinliği : 10^{-1} Torr

Ergitme : 1550°C
 Vakumda bekleme : 1 saat

II. DÖKÜM ŞARTLARI ;

Vakum derinliği : 10^{-1} Torr (daha sonra Ar verilerek döküm işlemi Ar altında yapılmıştır.)
 Ergitme : 1600°C
 Ar altında bekleme : 1 saat

Yapılan incelemeler sonucunda 1600°C'de Ar altında yapılan dökümde homojen bir yapı elde edildiği görülmüştür.

Sitrüktür tane büyüklüğü : 100-1000 μm arasında
 Sertlik : 40-42 HCR'dir.

Her iki döküm aynı şartlar altında öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Bu amaçla TEKNOPARK alanı içindeki cihazlar kullanılmıştır.

1) Ön Öğütme

Ön öğütme işlemi için önce çeneli kırıcı ve diskli öğütücü birlikte kullanılmıştır. Çeneli kırıcıda ve diskli öğütücüde atmosfer kontrolü sağlanmış olup ortama azot sürekli olarak verilmiştir. Çeneli kırıcıdan 1-3 mm tane boyutu elde edilmiş olup diskli öğütücüye verilen tanelerin öğütme sonrası tane boyutunun ;

%40 'ı 500 μm

%40 'ı 300 μm

%20 'ı 300 μm 'nin altında olduğu görülmüştür.

Ortalama 300-500 μm tane büyüklüğündeki parçacıklar vibratörlü öğütücüde 2. Öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Vibratörlü öğütücüde öğütme süresi, vibrasyonun titreşim genliği, bilya çapı ve kullanılan sıvının öğütme üzerindeki ve tane yapısına etkileri incelenmiş olup çalışma sonuçları aşağıdaki gibidir.

a) öğütme süresinin etkileri

50 gr SmCo_5 parçacıkları 1250 gr bilya ve alkol ortamda 20, 30, 40, 60, 100, 180, 240 dk'da numune alınarak tane büyüklükleri ve dağılımı incelenmiş olup aşağıdaki tabloda gösterilmiştir.

Öğütme süresi (dk)	Parçanın büyüklüğü (μ)	Oran %
20	0-4	10
	4-10	40
	10-20	24
30	0-4	13
	4-10	45
	10-20	20
40	0-4	17
	4-10	67
	10-20	16
60	0-4	19
	4-10	68
	10-20	14
100	0-4	22
	4-10	73
	10-20	5
180	0-4	86
	4-10	9,5
	10-20	4,5
240	0-4	97
	4-10	3
	10-20	0,5

b) öğütücünün tane büyüklüğü ve tane yapısına etkileri

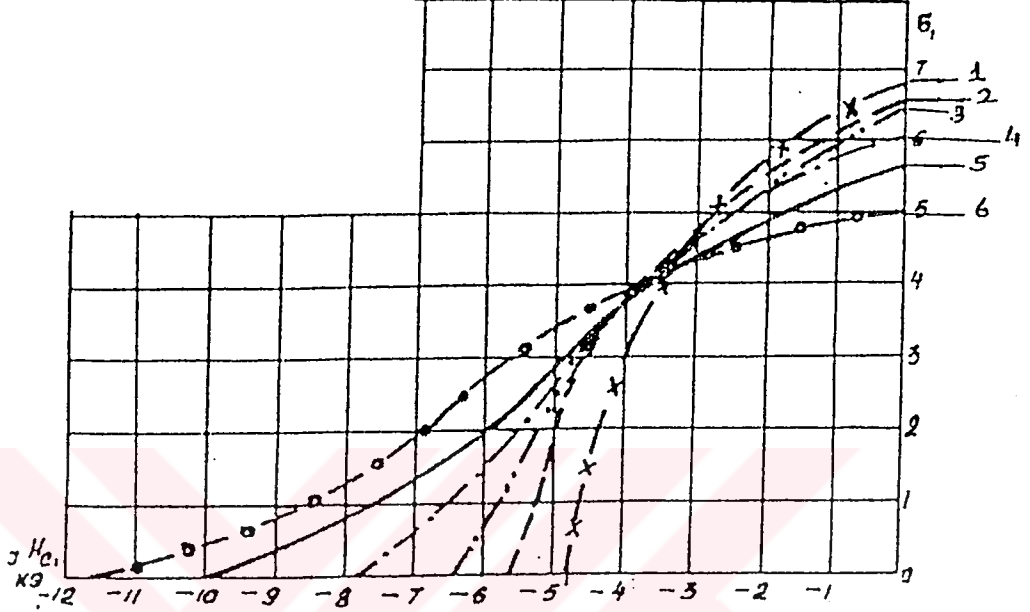
Yapılan çeşitli araştırmalar sonucunda kullanılan öğütücünün amplittutunun 7-8 mm, bilya çapının 6-8 mm olmasının öğütme süresini kısalttığı gözlemlenmiştir. Öğütme sırasında oksidasyonu önlemek için ; etil alkol, tolmen, aseton kullanılmış olup en uygununun etil alkol olduğu saptanmıştır.

Yapılan araştırmalar sonucunda tanelerin 240 dk'da ortalama 3-5 μm seviyesine geldiği eşit eksenli ve yuvarlak olduğu mikroskop incelemeleriyle görülmüştür.

Öğütme işlemi sonunda vakum altında ve 25-30 °C'de yapılan kurutma işlemi sonucunda parçacıkların koersiv güçleri ölçülmüş ve aşağıdaki sonuçlar alınmıştır.

Aşağıdaki görüleceği gibi öğütme süresine bağlı H_c 'nin değişimi gözlenmektedir. 3 saat (180 dk) öğütme sonucu tane boyutu 3-5 μm seviyesindedir. Bundan sonraki araştırmalarda 3 saat öğütme üretim tekniği olarak alınacaktır.

1. 20 Dakika
2. 40 Dakika
3. 60 Dakika
4. 100 Dakika
5. 2 Saat
6. 3 Saat



Şekil 7.2 : Öğütme süresinin H_c 'ye etkisi

Aynı tozlarla yapılan daha uzun süreli öğütmede aşağıdaki parametreler bulunmuştur.

Öğütme süresi	Br (mT)	Hci (Oe)
3 saat + 20 dk	850	8000
3 saat + 40 dk	850	8000
3 sa + 100 dk	850	8000
3 sa + 2 sa	800	7800
3 sa + 3 sa	700	6000
3 sa + 6 sa	500	4500

Yukarıdaki araştırmalar sonucunda öğütme süresinin uzaması magnetik parametreleri 4 sa 40 dk'dan sonra olumsuz etkilemiştir. Bu duruma tane yapısındaki bozulmanın neden olduğu düşünülmektedir.

2) Presleme

Elde edilen Sm-Co tozları presleme çalışmalarında 12 farklı basınç uygulanmıştır. 50 kg ile 600 kg arasında yapılan presleme sonucunda elde edilen numuneler aynı derecede sinterlemeye tabi tutulmuştur. Sinterleme sonrası manyetik parametreler aşağıdaki gibidir.

Presleme basıncı	Br (mT)	Hci (kA/m)
50 kg/cm ²	400	650
100 kg/cm ²	630	680
150 kg/cm ²	750	680
200 kg/cm ²	800	800
250 kg/cm ²	850	800
300 kg/cm ²	850	820

300 kg/cm²'den sonra Br ve Hci'de herhangi bir değişiklik olmamıştır. Dolayısıyla bundan sonraki çalışmalarında 300 kg/cm² basınç uygun kabul edilmiştir.

Sinterleme çalışmaları için 20 adet numune üretilmiştir. Sinterleme sıcaklığı 850°C'den itibaren 20 °C'lik artışlar ile herbir numune ayrı ayrı sinterlenmiştir. Alınan sonuçlar aşağıdaki gibidir.

T (°C)	Br (mT)	Hc (kA/m)	BHmax (kJ/m ³)
850	250	300	50
950	400	600	72
1050	600	720	95
1180	850	820	140
1250	275	125	12

Ara deęerler ile yazılan deęerler arasında bir baęıntı mevcuttur. Sinterleme sıcaklıęı ile maęnetik parametreler arasındaki denge saptanmış olup uygun sinterleme işleminin řu řekilde yapılması doęru bulunmuştur.

1180°C'ye 1 saatte yükselme,

1180°C'de 1 saat bekleme,

1000°C'ye sıcaklıęı düşürme,

1000°C'de 3 saat bekleme,

Ardından fırında yavaş soęutma.

$\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ fazında alaşımanın hazırlanması esnasında farklı karışımlar üzerinde çalışıldığı literatür taramalarınca anlaşılmıştır. Burada önemli olan Co miktarının azaltılmasına rağmen maęnetik parametrelerin yukarı çekilmesidir. Co miktarını azaltmak için alaşıma Cu ve Fe ilave edildięi yine literatür çalışmalarında saptanmıştır. Ayrıca Cu ve Fe'in bazen Sm içeren alaşımlarda Ce'un yerini aldığı da belirtilmiştir.

TÜBİTAK-MAM'da yapılan çalışmalarda deęişik alaşımlar denenmiş olup en uygun parametreler aşığıdaki alaşımda elde edilmiştir.

Element	Sm	Zr	Fe	Co	Cu	N (max)	O (max)	C (max)
% (aę.)	25,8	1,88	14,9	48,9	8,01	0,005	0,05	0,013

Nadir toprak metalleri ile elde edilen magnetlerin alaşım öncesi safsızlıkları sonuç ürün üzerinde çok önemli bir etkiye sahiptir. Ticari olarak satılan nadir toprak elementlerindeki safsızlık miktarının düşük olması nedeniyle alaşımda kullanılan Co ve Fe'in safsızlık oranlarının çok yüksek olmasını gerektirmektedir. Co'ın %99,5 Fe'in ise %99,9 saflık düzeyinde kullanılması zorunlu kılınmıştır. Yapılan çalışmalarda magnet alaşımında kullanılan Co'ın %99,9 saflıkta Fe'in ise %99,75 saflıkta olduğu belirlenmiştir.

Hazırlanan tartım daha önce belirtilen ergitme, kırma, öğütme proseslerine uygun olarak presleme aşamasına getirilir. Preslemede gerekli basınç 300 kg/cm² olarak saptanmıştır. Daha önce presleme maęnetik alan altında yapılmamış olduğundan magnetler izotrop

olarak üretilmiştir. Aşağıda anizotrop magnet üretimi denemeleri hakkında bilgiler verilmiştir.

Anizotrop Magnet Üretimi

Burada preslenmiş kompaktlara uyguladığımız mağnetik alan 40000 Oe'tir. Yapılan çalışmalarda 30000 Oe'in yeterli olduğu saptanmış olsa da magnetin geometrik durumu göz önüne alınınca 40000 Oe'in gerekli olduğu saptanmıştır. Bu şiddetin üzerinde uygulanan şiddetler bir yarar sağlamamıştır. Aksine parametrelerde düşüş gözlemlenmiştir.

3) Sinterleme

1150°C'de 60 dk ve 1150°C'de 120 dk olmak kaydıyla iki farklı süre denenmiş olup 60 dk'lık bekletme süresinin max. enerji, indüksiyon ve koersivite üzerinde dengeli bir mağnetik özellik yarattığı gözlemlenmiştir. 120 dk'nın üzerinde bekleme süresi indüksiyonu yükseltirken, koersivite ve buna bağlı olarak max. enerjiyi düşürmektedir.

Fırın 900 °C'ye indirilip bu sıcaklıkta elde edilen yapının korunmasını sağlamak için stabilizasyon süresi 5 saat olarak uygulanmıştır.

Stabilizasyon sonrası oda sıcaklığına soğutma vakım indüksiyon fırınına Ar gazı verilmesiyle yavaş olarak yapılmıştır. Bu sinterleme adımı sonunda oluşan mağnetik parametreler aşağıda belirtildiği gibidir.

Numune	Br (Oe)	Hc (kOe)	BHmax (MGOe)
SC1	8500	8,2	16
SC2	8400	8,0	16
SC3	8500	8,5	18
SC4	8600	8,1	18

Bu çalışmaların tamamlandığı düşünüldüğü sırada bazı kataloglarda daha yüksek parametrelere ulaşıldığı görülmüştür. Bu kataloglardan bazıları Almanya'nın önde gelen

magnet üreticilerinden MAGNETFABRIK SCHRAMBERG ve MAGNETBONN firmalarıdır.

Rus bilim adamı Doç.Dr. Nikolay KOHEV kendi uygulamalarında sinterleme sıcaklığını 1200°C aldığıında parametrelerin arttığını belirtmiştir.(52)

Doç.Dr. KOHEV ile birlikte yapılan çalışmalarda da $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ tip magnet üretimi için daha önce belirlenen tartım uygulanmıştır.

Element	Sm	Zr	Fe	Co	Cu
% (Ağ.)	25,8	1,88	14,9	48,9	8,01

% ağırlıkça oranları belirlenen elementler 10^{-4} kg/cm^3 basınç altında indüksiyon ocağında ergitilmiştir. Daha sonra ortama Ar gazı verilmiştir. Ergitme tamamlandıktan sonra Cu, su soğutmalı kokil içerisindeki ingotlar oda sıcaklığına kadar soğutuldu.

İngotlar daha öncede belirttiğimiz üzere 300-500 μm tane boyutuna kırıcılarda getirilmiştir. Rusya'da ise ingotlar ergitilip, azot gazı yardımı ile pulverize edilerek uygun tane boyutuna indirilmektedir.

300-500 μm seviyesindeki taneler 90 rpm hızında kendi eksenini ve aynı anda tabla eksenini üzerinde dönen kavanozlu bilyalı “ sarsak rapido değirmen “de 10 dk öğütülmüştür.60 gr malzeme için 60 gr izopropil alkol ve malzeme ağırlığının 10 katı 3 mm çapında bilyalar kullanılmıştır. Sonuçta yaklaşık 3 μm ortalama tane boyutuna indirilmiştir. (Fisher SubSieve Sizer ile ölçümler yapılmıştır.)

40 kOe'lik magnetik alan presleme sırasında uygulanan şiddettir. Sinterleme eğrisi aşağıda belirtildiği gibidir.

Numune	Br (G)	Hci (kA/m)	BHmax (kJ/m ³)
SC5	9500	890	190

SC6	9400	890	180
SC7	9500	900	200
SC8	9500	880	190

$\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ tip magnetlerin üretiminde sinterleme ve çok adımlı stabilizasyon işlemleri oldukça büyük dikkatle yapılmalıdır.

Karşılaşılan en büyük problem fırında sıcaklık düşüşlerini kontrol etmek olmuştur. Belirli $^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ 'larla iniş ve çıkışların sağlanması gerektiği yerlerde ani iniş ve çıkışlar parametreleri olumsuz yönde etkilemektedir. Ayrıca fırında vakum ortamının önemi kadar preslenmiş malzemelerin kesinlikle vakum kamaralarında korunması gerekmektedir. Oksijene afinitesi çok yüksek olan bu malzemeleri ne kadar iyi koruyabilirsek sonuç parametreler de o kadar iyi olmaktadır.

Ayrıca stabilizasyon adımlı olması ile koersivitenin artışı arsında bağlantı olduğu daha önceki deneme ile yapılan karşılaştırmada olduğu gibi bir kez daha gözlenmiştir.

Üretimi özellikle sinterleme sırasında $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ tip magnete nazaran daha kolay olan SmCo_5 tip için yapılan sinterleme çalışması aşağıda belirtildiği gibidir :

SmCo_5 tipi magnet çalışması

Element	Sm	Co
% (ağ.)	36	64

Ergitme : 1600 $^{\circ}\text{C}$ 'de 1 saat 10^{-1} vakum derinliğinde Ar gazı verilerek yapılan dökümde sertlik 40-42 HCR arasındadır.

Daha önce uygulanan öğütme yöntemleri ve presleme basıncı uygulaması herhangi bir değişim olmadan burada da kullanılmıştır. Sinterleme aşaması alایشım farklı olduğu için şu şekilde uygulanmıştır;

30 dk'da 400°C'ye çıkan vakum fırını bu sıcaklıkta 30 dk bekletilir,
 900 °C'ye yine 30 dk'da yükseltilir,
 Bu sıcaklıkta 10 dk bekletilen magnet kompaktları 30 dk içerisinde sinterleme sıcaklığı olan 1200 °C'ye yükseltilir,
 30 dk 1200°C'de bekletilip 10 dk içerisinde 1050 °C'ye indirilir,
 Bu sıcaklıkta da 30 dk bekletilen magnet kompaktları 10°C/dk düşüşle 25 dk'da 800 °C'ye indirilir ve bu sıcaklıkta 5 saat stabilize edilir.

Sinterleme sıcaklığı, Doç.Dr. KOHEV'in kendi çalışmalarında uyguladığı ve en iyi sonuçların alındığı sıcaklıktır. Literatürlerde 1150°C optimum sıcaklık olarak alınmakla birlikte 1180 °C üzerinde daha çok durulmaktadır. Ancak parametrelerde iyileşme gözlemlendiğini belirtilen KOHEV'e dayanarak sıcaklık 1200 °C olarak alınmıştır.

Sinterleme sıcaklığına doğrudan çıkmaktansa en az üç adımda çıkıldığı zaman oluşacak SmCo₅ fazının matrix içinde oranının arttığı ve dolayısıyla parametrelerin de iyileştiği literatür çalışmalarınca da görülmüştür.

Sinterleme ve stabilizasyon sonrası magnetlerden aldığımız sonuçlar aşağıda belirtildiği gibidir.

Numune	Br (mT)	Hci (kA/m)	BHmax (kJ/m ³)
SO1	850	820	140
SO2	840	830	140
SO3	800	850	140
SO4	820	850	150

VIII. Fe-Nd-B TİPİ MANYETİK MALZEMELERİ ÜZERİNDE YAPILAN DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Sm-Co kalıcı magnetlerinde yapılan çalışmalar göz önüne alınarak alaşım hazırlama ve ön öğütme çalışmaları Fe-Nd-B magnetlerinde yapılmamıştır. Ön öğütülmüş tane boyutu 300-500 μm olan hazır Fe-Nd-B magnet alaşımı toz kullanarak özellikle ısıtma işlem sıcaklıkları ve süresi üzerinde çalışmalar yapılmıştır.

Tozun özellikleri:

$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ fazı için uygun $\text{Nd}_{0,15}\text{Fe}_{0,77}\text{B}_{0,08}$ alaşım tozu element miktarları aşağıdaki gibidir.

Element	Nd	Fe	B	C (max)	O (max)	N (max)
% (ağ.)	33	balans	1,3	0,013	0,002	0,001

Sm-Co magnet yapımında olduğu gibi bu tip magnetlerde de safsızlık oranı çok önemlidir. Safsızlık doğrudan magnetin koersivite ve remanans değerlerini etkilediğinden yüksek olmaması istenir. Oksijene afinitesi yüksek bu tip alaşımlarda sinterleme öncesi çok dikkatli çalışılması gerekmektedir.

İkinci öğütme :

Tozun preslenebilir olabilmesi için ortalama tane boyutunun 3 μm olması gerekmektedir. Öğütme vibratörlü öğütücülerde yapıldığında istenilen tane boyutuna ulaşmak oldukça zaman aldığından “sarsak rapido değirmen” kullanılmıştır.

Sm-Co magnet yapımında kullanılan aynı oranlar burada da kullanılmıştır. Buna göre; 300-500 μm

arasında tane boyutuna sahip tozlar kendi eksenini ve aynı anda bulundukları tabla eksenini üzerinde dönen kavanozlu bilyalı sarsak rapido değirmende 12 dk öğütülmüştür.

60 gr malzeme için 60 gr izopropil alkol ve malzeme ağırlığının 10 katı (600 gr) 3 mm çapında bilya kullanılmıştır. Sonuçta yaklaşık 3 μ m ortalama tane boyutuna ulaşılmıştır. (Fisher SubSieve Sizer ile ölçümler TÜBİTAK-MAM'da yapılmıştır).

Presleme :

3 μ m ortalama tane boyutuna sahip eşeksensli ve küresel geometrili taneler 40000 Oe alan altında yaş presleme yöntemiyle 300 kg/cm² basınç altında preslenmiştir. Hazırlanan numuneler 60 °C sıcaklıkta kamaralarda kurutularak sinterlemeye hazır duruma getirilmiştir.

Sinterleme :

Preslenen kompaktlar kurutulmuş olup sinterleme fırınına alınmadan önce kamaralara azot gazı verilir. Bu işlemin sebebi hava ile karşılaşan kompaktların alev almamasını sağlamaktır. Bilindiği üzere bu tip malzemeler oksijenle karşılaştıklarında yanıcı özellik taşırlar ve manyetik parametreleri hızla düşer. Tüm bu adımların çok büyük titizlikle gerçekleştirilmesi gerekir.

Sinterleme fırınına toplam ağırlıkları ~ 100 gr olan kurutulmuş kompaktlar yerleştirilmiştir.

30 dk içerisinde oda sıcaklığından 400 °C'ye çıkılmıştır,

Bu sıcaklıkta 30 dk bekletilen numuneler 30 dk içinde 900 °C'ye çıkarılmıştır,

10 dk bu sıcaklıkta beklenildikten sonra 30 dk'da çoğu literatürde belirtildiği üzere 1150 °C olan sinterleme sıcaklığına çıkılıp yine 30 dk bekletilmiştir, işlem 10⁻¹ Torr vakum altında yapılmıştır,

Max. enerji miktarını artırmak amacıyla stabilizasyon yine aynı fırında yapılmıştır.

Bunun için 1150 °C'den 500 °C'ye inilmiştir,

Stabilizasyon sıcaklığında 30 dk bekletilen numuneler oda sıcaklığına kadar fırında soğutulmuştur.

Kullanılan sinterleme fırını; 10⁻¹ Torr vakum ortamında çalışabildiği gibi sıcaklık ve zaman kontrollüdür.

Fırında ısıtıl işlemi sona eren numunelerin mađnetik parametreleri ařađıda verildiđi gibidir.

Numune	Br (G)	Hci (kA/m)	BHmax (kJ/m ³)
Nd 1	10800	750	220
Nd 2	10700	740	210
Nd 3	10800	760	225
Nd 4	10900	740	220

IX. SONUÇLAR

1. Tartım :

SmCo₅ tipi magnet için;

Element	Sm	Co
% (ağ.)	36	64

Sm₂Co₁₇ tipi magnet için ;

Element	Co	Sm	Cu	Fe	Zr
% (ağ.)	49	25	8	15	2

Nd₂Fe₁₄B tipi magnet için ;

Element	Nd	B	Fe
% (ağ.)	33	1,3	Balans

Safsızlık oranları ;

Element	N (max)	O (max)	C (max)
% (ağ.)	0,005	0,05	0,013

Kullanılan Fe % 99,9 ; Co% 99,5 saflıkta olmalıdır.

2. Alaşım hazırlama :

SmCo₅ ve Sm₂Co₁₇ tip magnet için tartım sonrası alaşım hazırlama aşaması aşağıdaki şekilde uygulanmalıdır.

Vakum derinliği : 10⁻¹ Torr

Ergitme : 1600 °C

Vakumda bekleme süresi : 1 saat

1600°C'dde Ar altında yapılan dökümde homojen bir yapı elde edilir.

Tane büyüklüğü aralığı : 100-1000 µm

Sertlik : 40-42 HCR

3. Ön öğütme :

Ön öğütmede önce çeneli kırıcı ardından diskli öğütücü kullanılır. Her iki öğütmede de ortama Azot sürekli olarak verilmelidir. Çeneli kırıcıdan 1-3 mm tane boyutu, diskli öğütücüden 300-500 µm toz tane boyutu elde edilir.

4. İkinci öğütme :

- a. Vibratörlü öğütücü için; 300-500 µm toz tane boyutu 180 dk vibratörlü öğütücüde işlem gördüğünde 3-5 µm ortalama tane boyutuna iner.

Öğütücünün titreşim genliği : 7-8 mm

Kullanılan bilya çapı : 6-8 mm'dir.

50 gr toz için 1250 gr bilya kullanılmalıdır. Ayrıca öğütme ortamı etil alkol olmalıdır. 3 saatten daha uzun öğütme sürelerinde remenans ve koersivite değerlerinde düşme gözlenir.

- b. Rapido sarsak değirmen için ; 60 gr malzeme için 60 gr izopropil alkol ve malzeme ağırlığının 10 katı 3 mm çapında çelik bilya kullanılır.

Öğütme süresi : 10-12 dk'dır.

Sonuçta yaklaşık 3 µm ortalama tane boyutuna ulaşılır.

5. Presleme :

Presleme için gerekli basınç : 300 kg/cm²

Anizotrop magnetler için mağnetik alan : 40000 Oe'dir.

Presleme yaş olarak yapılmalıdır. Hazırlanan numuneler vakum kamaralarında 30-60 °C sıcaklıklarda kurutulabilir. Sinterleme fırınına alınmadan önce azot gazı kamaralara verilmelidir.

6. Sinterleme ve ısıt işlemleri :

— *Sm₂Co₁₇ tipi magnet için ;*

İşlem kesinlikle vakum fırınlarında yapılmalıdır. Vakum derecesi en az 10^{-1} Torr olmalıdır. Sıcaklık kontrollü bu tip fırınlarda Ar gazı gibi inert bir ortam ile sıcaklık düşüşleri sağlanabilir.

Toplam fırın hacmi içinde 100 gr'a kadar ağırlıkta olan preslenmiş kompaktlar Ni alaşımlı kutulara yerleştirilmelidir. Kutular vakum fırınına üst üste gelecek şekilde yerleştirilmelidir. Uygulanan işlem;

Oda sıcaklığından 300-400 °C'ye 0,5 h'te gelinir. Ardından bu sıcaklıkta 0,5 h beklenir. 400 °C'den 800-900 °C'ye 0,5 h'te yükselinir ve bu sıcaklıkta 10 dk beklenir. 900 °C'den 1200 °C olan sinterleme sıcaklığına 0,5 h'te yükselinir, bu sıcaklıkta 0,5 h beklenir.

Stabilizasyonun ilk adımı için 1100 °C'ye 10 dk'da düşürülür. Ortama Ar gazı verilir. 1100 °C'de 0,5 h beklenir. Yine 0,5 h'te (10 °C/dk düşüşle) 800 °C'ye düşürülür ve bu stabilizasyon sıcaklığında 5 h beklenir. Ar gazı verilerek 750 °C'ye düşürülür 0,5 h beklenir. Daha sonra 700 °C'ye düşürülür, yine 0,5 h beklenir. 650 °C'ye düşürülüp 1 h beklenir. 600 °C'ye düşürülüp 1 h beklenir ve son olarak 500 °C'ye düşürülüp 2 h beklenir. Oda sıcaklığına fırın soğutulur.

Yaklaşık 14 h'lik bu işlem kontrollü yapıldığı takdirde istediğimiz özelliklere sahip magnetleri elde etmiş oluruz.

— *SmCo₅ tipi magnet için ;*

30 dk'da 400 °C'ye çıkan vakum fırını bu sıcaklıkta 30 dk bekletilir ve 900 °C'ye yine 30 dk'da yükseltilir. Bu sıcaklıkta 10 dk bekletilen magnet kompaktları 30 dk içerisinde sinterleme sıcaklığı olan 1200 °C'ye yükseltilir. Bu sıcaklıkta 30 dk bekletilir. Tüm işlemler 10^{-1} Torr'luk vakum altındadır.

Stabilizasyon için 10 dk'da Ar gazı verilerek 1150 °C'ye düşürülür, bu sıcaklıkta 30 dk bekletilir ve 10 °C/dk düşüşle yani 25 dk'da 800 °C'ye düşürülür. Bu stabilizasyon sıcaklığında 5 saat bekletilen kompaktlar oda sıcaklığına soğutulduğunda istenilen özelliklere sahip magnetler üretilmiş olur.

— $Nd_2Fe_{14}B$ tipi magnet için :

30 dk içersinde oda sıcaklığından 400 °C'ye çıkarılan kompaktlar bu sıcaklıkta 30 dk bekletilir. Numuneler 30 dk içersinde 900 °C'ye yükseltilir. 10 dk bu sıcaklıkta beklenildikten sonra 30 dk'da 1150 °C'ye yükseltilir. Bu sinterleme sıcaklığında 30 dk bekletilir. Tüm işlemler 10^{-1} Torr'luk vakum altında yapılır.

Stabilizasyon için 1150 °C'den 500 °C'ye 10 °C/dk düşüşle 65 dk'da düşürülür ve bu stabilizasyon sıcaklığında 30 dk bekletilir. Numuneler oda sıcaklığına fırında soğutulur ve istenilen özellikteki magnetler elde edilmiş olur.

7. Son işlem :

Malzemeler oldukça kırılgan olduğu için sadece parlatma işlemine tabi tutulabilir. Bunlar genellikle CVD ve PVD yöntemi ile kaplanmış olarak kullanılmaktadırlar.

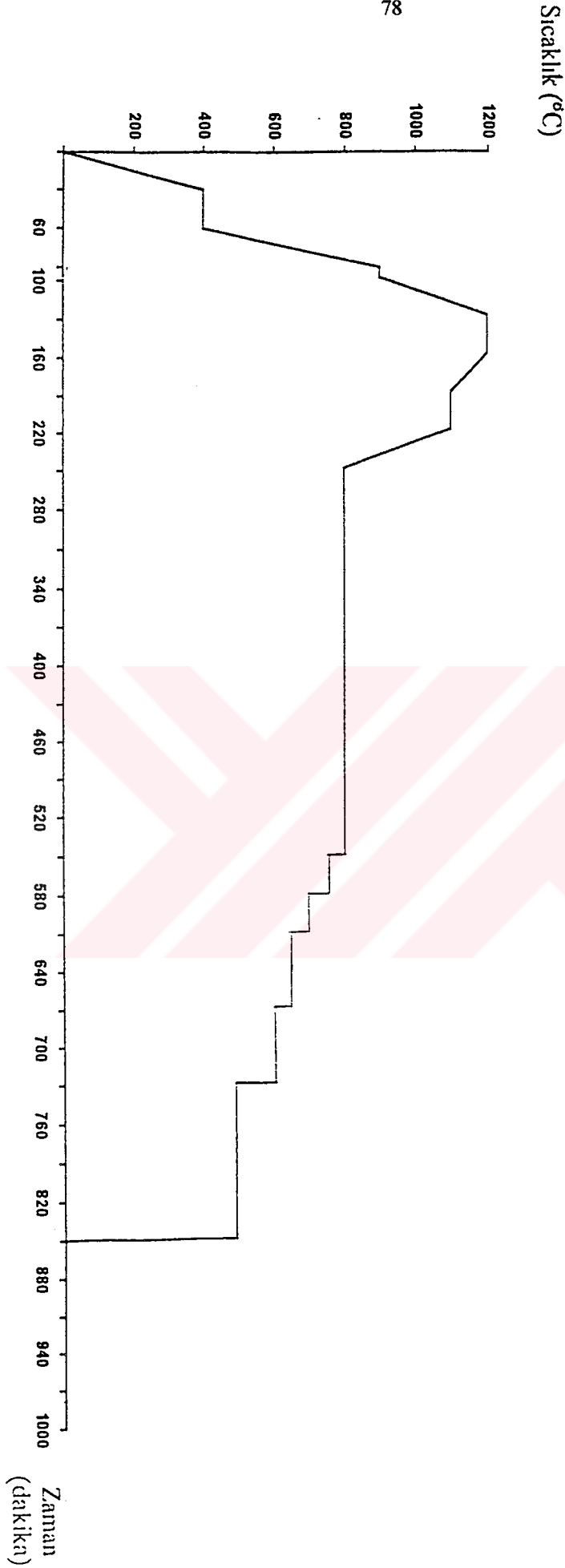
X. ULAŞILAN DURUMUN DEĞERLENDİRİLMESİ

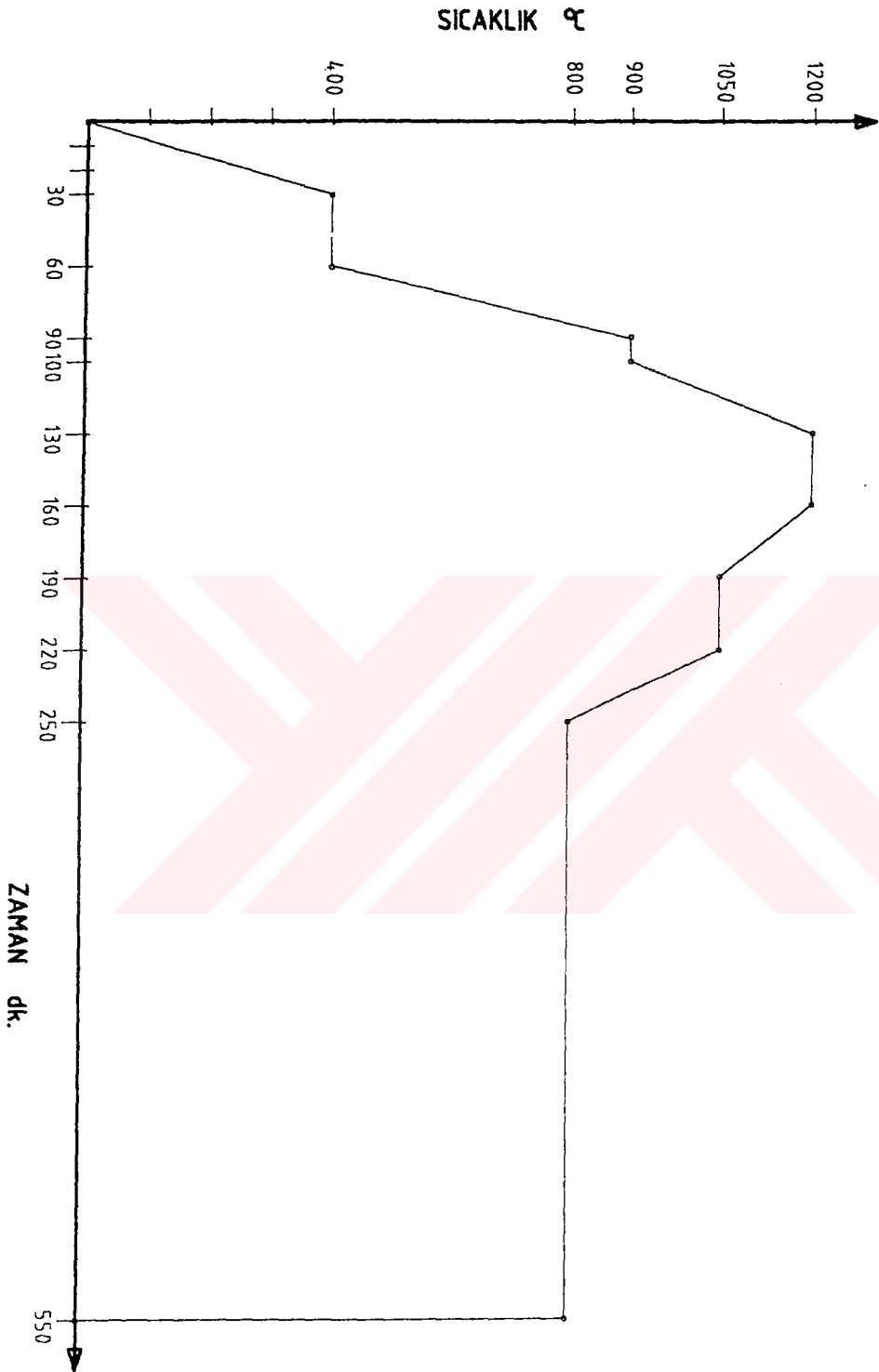
Kalıcı magnetlerin kullanım alanlarına göre mağnetik parametreleri değışkenlik gösterir. Kullanıcının isteğine göre uygun parametrelerin sağlanması üreticinin görevidir. Alaşım oranlarının değıştirilmesi, ilave elementlerinin katılması, üretim yöntemi, kullanılan ısıtma işlem sıcaklık ve süreleri başlıca parametre farklılıklarını oluşturur.

Yapılan deneysel çalışmalarda kullanılan alaşımlar dikkate alındığında benzer oranlarda hazırlanan diğerkalıcı magnetlerin parametreleri ile aralarında bazı farklılıklar vardır. Patent araştırmaları göz önünde bulundurularak sırasıyla $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$, SmCo_5 ve $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ tipi kalıcı magnetlerin max. enerji miktarları 28 MGOe, 24 MGOe ve 32 MGOe'e kadar ulaşabilmektedir. Parametre artırıcı elementlerin kullanılmasıyla özellikle $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ tipi kalıcı magnetlerde %25'e varan artışlar gözlenmektedir. Araştırmalara göre daha düşük parametrelerde edilmesinin sebepleri arasında vakum ortamının tam olarak sağlanamaması, sıcaklık kontrolünün yeterli olmaması ve üretim yöntemi olarak pulverizasyonun kullanılmaması sayılabilir. Ayrıca son işlem olarak adlandırılan PVD ya da CVD tipi kaplama yapılmadan bu tip magnetler kırılganlıkları dolayısıyla kullanılmamaktadır.

Günümüzde nadir toprak elementi kalıcı magnetlerinin en çok kullanılanı $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ tipi magnetler olup, üretim maliyetini düşürmek ya da parametreleri artırmak için alaşıma Ce, Pr ve Ga gibi ilave elementler katılmaktadır. Bu tip kalıcı magnet üreticilerinin hedefi küçük boyut, yüksek enerji miktarı ve düşük maliyettir. Bu anlamda geçerli yetersizliklerin giderilmesi üzerinde çalışmaların genişletilmesi ile dünya standartlarıncayaygın parametrelere ulaşılabilmesi mümkündür.

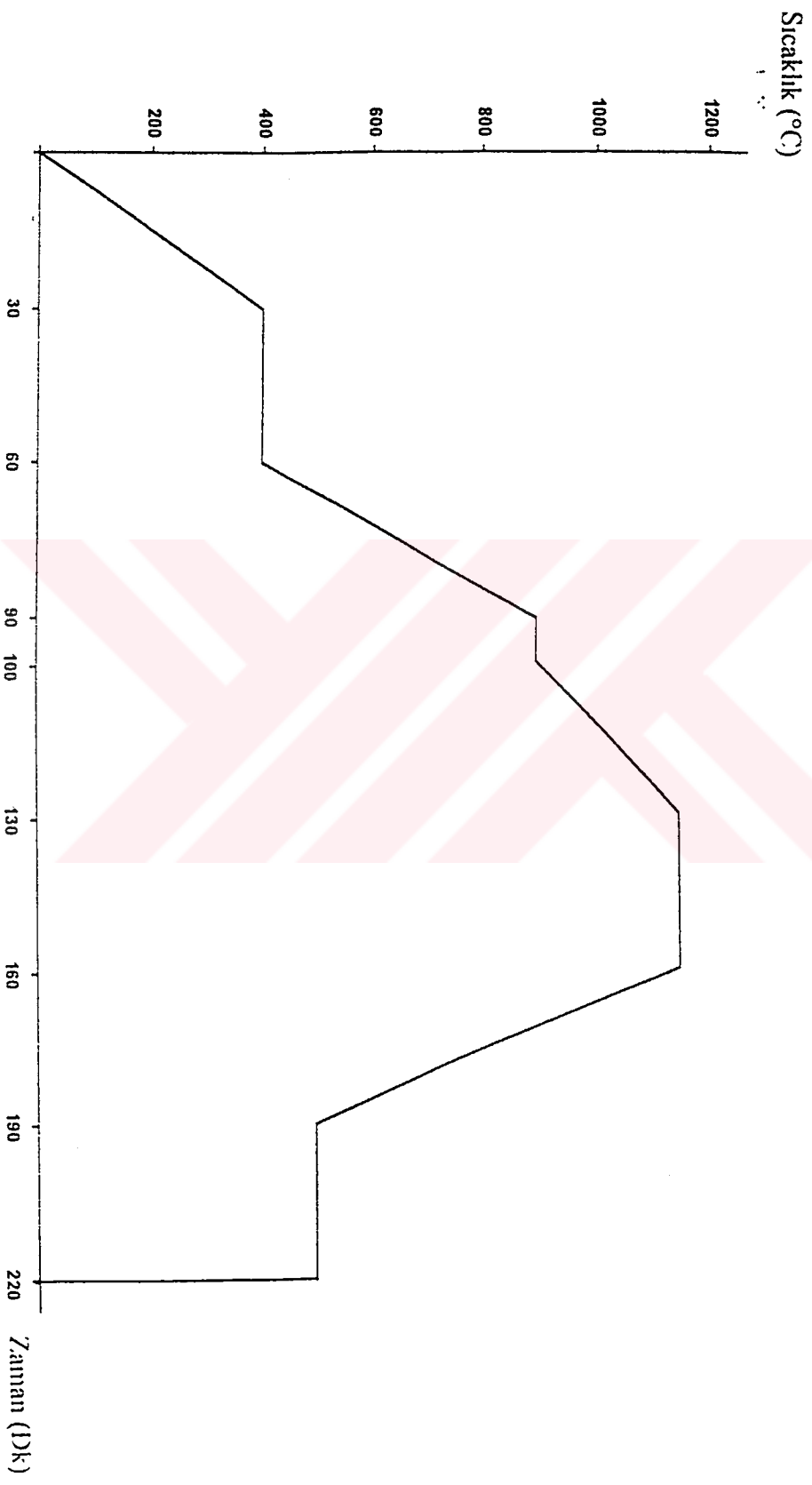
Şekil 9.1 : $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ tipi magnet üretimini sağlayan sıcaklık-zaman eğrisi





Şekil 9.2 : SmCo₅ tipi magnet üretimini sağlayan sıcaklık-zaman eğrisi

Şekil 9.3 : Nd-Fe-B tipi magnet üretimini sağlayan sıcaklık-zaman eğrisi



XI. KAYNAKLAR

1. Fipke, J.W., 1993. Metals Handbook 19th Properties-Selection, pp:782-803
2. 1976, in Proceeding of Second International Workshop on Rare-Earth Cobalt Permanent Magnets, Strnat K.J. Ed
3. Narasimhan, K.S.V.L., 1985. Iron Based Rare Earth Magnets, J. Appl. Phys., Vol 57
4. 1993, Sumitomo Special Metals Company Catalogue
5. Ormerod, J., 1987. The processing and Application of sintered NdFeB Based Magnets, in Proceeding of the Ninth International Workshop on Rare-Earth Cobalt Permanent Magnets
6. Wernick, J.H., 1972. Ann. Rev. Mater. Sci. Vol 2, p:607
7. Strnat, K.J., 1971. AIP Conf. Proc., Magn. And Mag. Mater., Vol 5, p:1047
8. Menth, A., Nagel, H. and Perkins, R.S., 1978. Ann. Rev. Mater. Sci. Vol 8, p:21
9. Fidler, T., 1981. in Proceeding of the V. International Workshop on Rare-Earth Cobalt Permanent Magnets and Their Appl., p:407
10. Herget, C. and Domazer, H.G., 1975. Goldschmidt Informiert, Vol 35, p:3
11. Barlett, R.W. and Jorgensen, P.J., 1974. J. Less. Com. Metals, Vol 37, p:21
12. Nastepad, P.A., Broeder, F.J.A. and Wassink, R.J.K., 1973. Powder Metall. Intern, Vol 5, p:61
13. Paladino, A.E., Dionne, N.J. Weihrauch, P.F. and Wettsteine, E., 1975. Goldschmidt Informiert, Vol 35, p:63
14. Livingston, J.D., 1981. Prog. Mater. Sci., Chalmers Volume, p:243
15. Chikazumi, S., 1986. J. Magn. Magn. Mater. Vol 54-57, p:1551
16. Iden, D.J., Ehrenfried, C.E. and Garrett, H.J., 1971. AIP Conf. Proc., Magn. and Magn. Mater., Vol 5, p:1026
17. Enz, U. and McCurrie, R.A., 1982. in Ferromagnetic Materials Ed. Wohlfarth, E.P., (North Holland-Amsterdam), Vol 3, pp:1, 107
18. Kojima, H., Stablein, H. and Sugimoto, M., 1982. in Ferromagnetic Materials Ed. Wohlfarth (North Holland-Amsterdam), Vol 3, pp:305, 405, 393
19. Strnat, K.J., 1987. IEEE Trans. Magn. MAG-23, p:2094
20. Mishra, R.K., Thomas, G., Yoneyama, T., Fukuna, A. and Ojima, T., 1981. J. Appl. Phys. Vol 52, p:2517
21. Kumar, K., 1988. J. Appl. Phys. Vol 63, R13
22. Strnat, K.J. 1988. in Ferromagnetic Materials Ed. Wohlfarth, E.P. and Buschow, K.H.J. (North Holland-Amsterdam), Vol 4, p:131
23. Croat, J.J., Herbst, J.F., Lee, R.W. and Pinkerton, F.E., 1984. J. Appl. Phys. Vol 55, p:2078
24. Becker, J.J., 1984. J. Appl. Phys. Vol 55, p:2067
25. Sagawa, M., Fujimura, S., Togawa, N., Yamamoto, H. and Matsuura, Y., 1984. J. Appl. Phys. Vol 55, p:2083
26. Croat, J.J., Herbst, J.F., Lee, R.W. and Pinkerton, F.E., 1984. Appl. Phys. Lett. Vol 44, p:148
27. Koon, N.C. and Das, B.N., 1984. J. Appl. Phys. Vol 55, p:2063
28. Clark, A.E., 1973. Appl. Phys. Lett. Vol 23, p:642
29. Croat, J.J., Herbst, J.F., Yelon, R.W. and Pinkerton, F.E., 1985. J. Appl. Phys. Vol 57, p:4086
30. Givord, D., Li, H.S. and Moreu, J.M., 1984. Solid State Commun Vol 50, p:497
31. Lee, R.W., 1985. Appl. Phys. Lett. Vol 46, p:790

32. Croat, J.J., 1989. *J. Less Common Met.* Vol 7, p:148
33. Sagawa, M., Hirosawa, S., Yamamota, H., Fujimuro, S. and Matsuura Y., 1987. *Jpn. J. Appl. Phys.* vol 26, p:785
34. Misra, R.K., 1986. *Magn. and Mag. Mater.* Vol 54-57, p:450
35. Coehorn, R. and Duchateau, J., 1988. *Mater. Sci. Eng.* vVol 99, p:131
36. Yamasaki, J., Furuta, A. and Hirokado Y., 1989. *IEEE Trans. Magn.* MAG-25, p:4120
37. Gwan, P.B., Birgham, D., 1987. in *Proceeding of the Ninth International Workshop on Rare-Earth Magnets and Their Appl.*, p:295
38. Nozawa, Y., Iwasaki, K., Tonigawa, S. and Harada, H., 1988. *J. Appl. Ph.* Vol 64, p:5285
39. Tokunaga, M., Nozawa, Y. Harada, H., 1989. *Magn. and Mag. Mater.* Vol 80, p:80
40. Misra, R.K., 1987. *High Performance Permanent Magnet Materials, Materials Research Soc. Symp. Proc.* Vol 96, p:83
41. Mishra, R.K., 1987. *J. Appl. Phys.* Vol 62, p:967
42. Misra, R.K. and Lee, R.W., 1986. *Appl. Phys. Lett.* Vol 48, p:733
43. Misra, R.K. and Chu, T.Y., 1990. *Magn. and Mag. Mater.* Vol 84, p:88
44. Li, L. and Graham, C.D., 1990. *J. Appl. Phys.* Vol 67, p:4756
45. Tenaud, P. and Chamberod, A. 1987. *Solid State Common* Vol 63, p:303
46. Narasimhan, K.S.V.L., 1985. *J. Appl. Phys.* Vol 57, p:4081
47. Durst, K.D. and Kronmüller, H., 1987. *Magn. and Mag. Mater.* Vol 68, p:63
48. Hadjipanayis, G.C., Dickensen, R.C. and Lawless, K.R., 1986. *Magn. and Mag. Mater.* Vol 54-57, p:557
49. Pinkerton, F.E. and Wingerden, D.J., 1986. *J. Appl. Phys.* Vol 60, p:3685
50. Durst, K.D., Kronmüller, H. and Schneider, G., 1987. in *fifth Intern. Symp. On Magn. Anisotropy and Coercivity in Rare Earth Transition Metal Alloys*, p:209
51. Ramesh, R., Thomas, G. and Ma, B.M., 1988. *J. Appl. Phys.* Vol 64(11), p: 6416
52. Kohev, N., 1997. *TUBITAK-Teknoloji Geliştirme Merkezi-AKSA A.Ş.*

ÖZGEÇMİŞ

Doğum tarihi : 08.06.1974

Doğum yeri : İstanbul

Eğitim : Erenköy Kız Lisesi 1985-1991
Yıldız Teknik Üniversitesi Metalurji Mühendisliği 1991-1995
Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji Mühendisliği Malzeme Bilim Dalı 1995-

Yabancı Dil : İstanbul Teknik Üniversitesi Vakfı İngilizce Yüksek
Lisans Hazırlık Programı Sertifikası 1994-1995

