

T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ
KOORDİNASYON BİRİMİ



**Ni-Co-Mn-Sb DÖRTLÜ HEUSLER ALAŞIMLARININ
YAPISAL ve MANYETİK KARAKTERİZASYONLARI**

Proje No: FBA-2016-6688

ARAŞTIRMA

SONUÇ RAPORU

Proje Yürütücüsü:
Prof. Dr. Buket SAATÇI
Fen Fakültesi/Fizik Bölümü

Araştırmacılar
Prof. Dr. Ali BAYRI
İnönü Üniversitesi
Fen Fakültesi/Fizik Bölümü

Öğr. Grv. Fermin AK
İnönü Üniversitesi
Optisyonluk Programı

Eylül 2017

KAYSERİ

ÖNSÖZ

Bu çalışma Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimince desteklenmiştir (Proje Numarası: FBA-2016-6688). Çalışmalarda verdiği katkı ve yardımlardan dolayı İnönü Üniversitesi öğretim üyesi Sayın Doç. Dr. Serdar ALTIN'a ve Uzman Dr. Emine ALTIN'a özel teşekkürlerimizi sunarız.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
ÖZET	5
ABSTRACT	6
1. GİRİŞ	7
2. HEUSLER ALAŞIMLARI VE UYGULAMALARI	9
3. AMAÇ VE KAPSAM	12
4. MATERYAL VE YÖNTEM	13
4.1 MANYETİZASYON GRAFİKLERİNİN YORUMLANMASI	14
5. DENEYSEL BULGULAR	15
6. TARTIŞMA VE SONUÇ	25
7. KAYNAKLAR	27

ÖZET

Bu proje kapsamında, Ni-Co-Mn-Sb drtl Heusler alařımları glove-box ierisinde ve 80 bar'lık basın altında pelet formda hazırlanmıřtır. Karıřım ark ergitme fırınında eritilmiř ve XRD, SEM ve EDX sistemi kullanılarak numunelerin yapısal zellikleri arařtırılmıřtır. Numunelerin XRD analizlerine gre bu numuneler kristal yapı ve amorf zellikler olmak zere iki yapı sergilemiřtir. Numunelerin elemental daėılımı EDX analizi kullanılarak incelenmiř ve ark ergitmeden sonra nominal bileřim belirlenmiřtir. Faz oluřum mekanizması detaylıca incelenmiřtir. Numunelerin Curie sıcaklıėı ve manyetik zellikleri 4 K'den 600 K'e incelenmiř ve numunelerde Heusler alařımlarının karakteristik zelliėi olan histerisis yapının varlıėı bulunmuřtur. Numunelerin Curie sıcaklıkları 400 K'nin stnde bulunmuřtur. Ayrıca numunelerin yumuřak manyetik malzeme gibi davrandıkları gzlemlenmiřtir.

Anahtar Kelimeler: Heusler Alařımları; XRD; SEM; EDX; Manyetik zellikler.

ABSTRACT

In the scope of this project, Ni-Co-Mn-Sb quaternary Heusler alloys were prepared in glove box and pressed 80 bar in the pellet form. The mixture were arc melted and the structural properties of the samples were investigated using XRD, SEM and EDX system. The XRD analysis of the sample showed two structure that one is the amorph properties and crytalline structure. The elemental distrubition of the samples were investigated using EDX analysis and the nominal composition after arc-melting were determined. The phase formation mechanism were explained in detail. The Curie temperature and magnetic properties of the samples were investigated from 4 K to 600 K and it is found that there is hysteristic structure in most of the samples which is characteristic properties of the Heusler alloys. The Curie temperature of the samples were found above 400 K. It is also observed that the most of samples behave as soft magnetic materials.

Keywords: Heusler Alloys; XRD; SEM; EDX; Magnetic Properties

1. GİRİŞ

Heusler alaşımlarının manyetik ve yapısal özelliklerin ortaya çıkarılması çalışmaları konusunda bu proje kapsamı dışında daha önce $\text{Co}_2\text{Mn}_{1-x}\text{V}_x\text{Sb}$ ($0 \leq x \leq 1$) bileşiği deneysel olarak incelenmiş ve elde edilen sonuçlar kullanılarak uluslararası hakemli bir dergide yayınlanmış ve Poster Sunum olarak sunulmuştur.

Bu yayınlar aşağıdaki gibidir:

- 1- Fermin Ak · Fatma Güçlü, Buket Saatçi, Nazmiye Kervan, Selçuk Kervan, "Crystal Structures and Magnetic Properties of the $\text{Co}_2\text{Mn}_{1-x}\text{V}_x\text{Sb}$ ($0 \leq x \leq 1$) Heusler Compounds", J Supercond Nov Magn, (2015).
- 2- F. Ak, F. Güçlü*, B. Saatçi, N. Kervan, S. Kervan, "Magnetic Properties of the $\text{Co}_2\text{Mn}_{1-x}\text{V}_x\text{Sb}$ ($0 \leq x \leq 1$) Heusler Compounds", TFD 31. Uluslararası Fizik Kongresi, 21-24 Temmuz, Bodrum-Türkiye, (2014).

Bu proje kapsamında, Ni-Co-Mn-Sb Heusler alaşımları çalışılmıştır. Toz numuneler İnönü Üniversitesi'nde agat havanda glove box içerisinde hazırlanmış, Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi'nde ark ergitme fırınında eritilmiştir. Erciyes Üniversitesi TAUM (Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi)'da XRD analizleri yapılmış ve SEM görüntüleri alınmış olup, ERNAM'dan da yine farklı bölgelerde SEM ve EDX-Mapping verileri alınmıştır. Manyetik ölçümleri ise İnönü Üniversitesi İBTAM (Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Merkezi)'da ve Çukurova Üniversitesi ÇÜMERLAB (Merkezi Araştırma Laboratuvarı)'da yaptırılmıştır.

Analizler ve ölçümler sonucu alaşımların yapısal ve manyetik özellikleri ortaya çıkarılmıştır. Üretilen numunelerin kristal yapı ve amorf yapıyı bir arada gösterdikleri XRD, SEM, EDX sonuçları ile; yumuşak ferromanyetik yapı sergiledikleri manyetik alana ve sıcaklığa bağlı manyetizasyon grafiklerinin yorumlanması ile bulunmuştur. Bu numunelerin manyetokalorik özelliğinin incelenmesi farklı bir proje konusu olabilmektedir.

Elde edilen sonuçlar, kullanılan malzeme ve alaşım kompozisyonları hakkında literatüre yeni katkılar sağlamakla birlikte, yapılacak yeni çalışmalar için bu öngörüler ışığında yeni farklı ilerlemelere basamak olacağı kanısına varılmıştır.

Bu proje kapsamında Ni-Co-Mn-Sb dörtlü Heusler bileşiğine ait bildiriler ise aşağıdaki gibidir:

- 1- F. Ak*, A. Bayri, E. Öz, S. Altın and B. Saatçi, "Magnetic and Structural Properties of Ni-Co-Mn-Sb Quaternary Heusler Alloys", 4th International Conference On Materials Science And Nanotechnology For Next Generation (Msng2017), (2017).
- 2- F. Ak*, A. Bayri, S. Altın, and B. Saatçi, "Fabrication of Ni-Co-Mn-Sb Heusler Alloys", 4th International Conference On Materials Science And Nanotechnology For Next Generation (Msng2017), (2017).

2. HEUSLER ALAŞIMLARI VE UYGULAMALARI

Aralarında fiziksel bir temas olmaksızın demir, nikel, kobalt gibi maddeleri çekebilme özelliğine sahip oldukları bilinen mıknatıslar, Fe_3O_4 (manyetit) yapısıyla tabiatta doğal olarak bulunabilirken, doğal mıknatısların tabiatta bolca olmaması sebebiyle yapay yollarla mıknatıslar (yapay mıknatıslar) da elde edilebilmektedir [1]. Manyetizma, tarihi kayıtlara geçmeden önce de gözlenmiş olan ve birkaç bin yıldan beri bilinmekte olan etkileyici bir konudur [2].

Doğal mıknatıs taşının çektiği demir, nikel, kobalt, vb. maddelere *manyetik maddeler* denir [3]. Manyetik malzemeler, dış bir manyetik alana maruz kaldıklarında kendilerine has davranışlar sergilerler ve gösterdikleri manyetik özellik (paramanyetik, diyamanyetik, ferromanyetik vb.) bakımından sınıflandırılırlar [1, 4, 5].

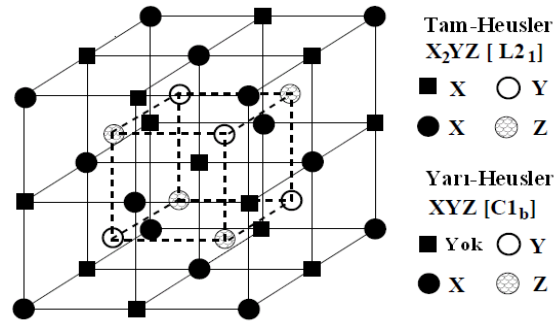
Çeşitli uygulama alanlarında (işitsel, görsel ve bilgisayar teknolojisinde, tıpta, otomotiv sensörlerde, elektrik motorlarında, telekomünikasyonda, enerji temininde [6], veri depolamada, vs.) kullanılan çok çeşitli manyetik malzemeler bulunmaktadır. Manyetik malzemelerin olmadığı bir dünya düşünmek imkânsızdır. Manyetik malzemeler modern toplumun gelişmesinde önemli bir rol oynamaktadır ve günlük yaşantımızı şekillendirmektedir [2, 5].

Geçiş metalleriyle yapılan alaşımlarda manyetik yapılar söz konusudur. İki ya da daha fazla metal bileşenlerin oluşturduğu yapıya *intermetalik bileşik* denilmektedir. Düzenli ya da düzensiz, ikili ya da daha çok bileşenli tüm metal-metal bileşikleri intermetalik bileşiklere dahildir [7]. Co_2MnSb , Co_2VSb , Ni_2VAl , Ni_2FeGe , Ni_2CoSb , Fe_2MnSb , Pd_2CoSb , Os_2ScIn , Co_2VAl [8], AlCu_2Mn gibi intermetalik bileşikler ise Heusler alaşımları olarak adlandırılmaktadır [7].

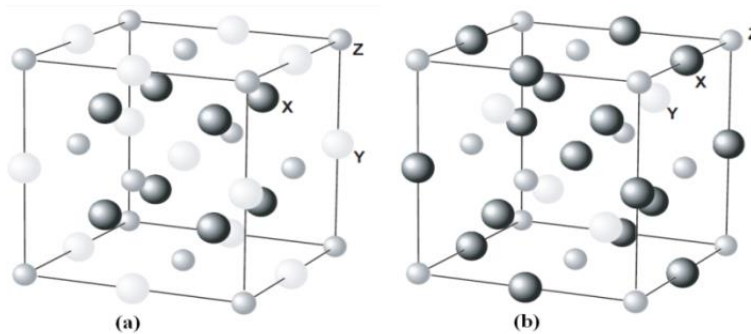
Heusler alaşımları 100 yılı aşkın süredir bilinmektedir. Alman maden mühendisi ve kimyageri Friedrich Heusler'den sonra isimlendirilmişlerdir. Heusler, 1903'te ferromanyetik olmayan elementlerden oluşan Cu-Mn-Al alaşımının ferromanyetik olduğunu keşfetmiştir. Bugün malzemelerin iki sınıfı Heusler alaşımları olarak adlandırılmaktadır: XYZ genel formülüyle *yarı-Heusler alaşımları* ve X_2YZ formülüyle *tam-Heusler alaşımları*. Burada, X ve Y elementleri geçiş metal grubundan iken Z bileşeni III-V grubu elementidir. Yarı- ve tam-

Heusler alaşımları sırasıyla $C1_b$ ve $L2_1$ yapıları ile karakterize edilir. Bu bileşikler çok zengin manyetik davranışlar sergilerler [9].

Tam-Heusler alaşımları sistemi, X_2YZ şeklinde ise normal Heusler-fazı; $(XY)XZ$ şeklinde ise ters Heusler-fazı olarak kabul edilir (Şekil 2.1 ve 2.2).



Şekil 2.1. Yarı- ve tam-Heusler alaşımları ile bağdaştırılan $C1_b$ ve $L2_1$ yapıları [9].



Şekil 2.2. Heusler yapısındaki birim hücre. (a) X_2YZ formülü ile verilen normal Heusler faz yapısının şematik gösterimi. (b) $(XY)XZ$ formülü ile verilen ters Heusler faz yapısının şematik gösterimi [8].

The periodic table is color-coded by groups. The groups are color-coded as follows: Group 1 (H, Li, Na, K, Rb, Cs, Fr) is pink; Group 2 (Be, Mg, Ca, Sr, Ba, Ra) is light blue; Groups 3-10 (Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Br, Kr) are light green; Groups 11-18 (Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, I, Xe) are light blue; Groups 19-20 (Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, Ar) are light green; Groups 21-22 (Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Br, Kr) are light green; Groups 23-24 (Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Tc, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, I, Xe) are light blue; Groups 25-26 (Cs, Ba, La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu) are light green; Groups 27-28 (Fr, Ra, Ac, Th, Pa, U, Np, Pu, Am, Cm, Bk, Cf, Es, Fm, Md, No, Lr) are light blue. Element X is a red dot in the 11th group (Cu). Element Y is a blue dot in the 2nd group (Mg). Element Z is a green dot in the 18th group (Ar).

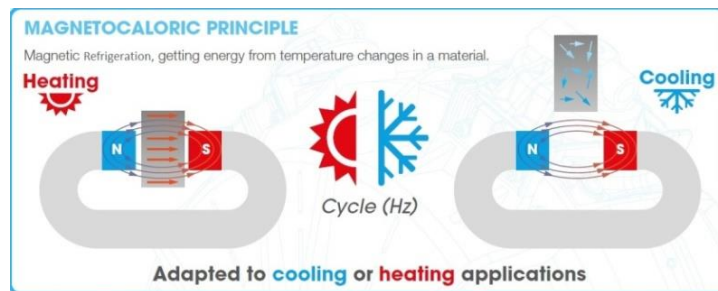
Şekil 2.3. Heusler alaşımlarının bileşimindeki X, Y ve Z elementlerinin periyodik cetveldeki yerleri.

Heusler alaşımlarının manyetokalorik etki göstermesi ve manyetik soğutma sistemlerinde uygulama alanı bulması mümkündür. Bunun için, üretilen manyetik malzemelerin ikinci derece faz geçişi göstermesi gerekir.

Gadolinium gibi ferromanyetik malzemeler (tüm geçiş metalleri ve Lantanit-seri elementleri) manyetokalorik etki göstermektedir. Manyetik alana maruz kalan bir ferromanyet, ısınma eğilimi gösterir veya tam tersi, manyetik alan kaldırıldığında ferromanyet soğuma eğilimindedir. Buna *manyetokalorik etki* denir. Manyetik alan uygulaması ile malzemenin manyetik entropi değeri azalır ve ısı manyetik soğutma sisteminden ortama doğru izotermal olarak yayılır. Ya da bunun tam tersi olarak; manyetik alan kaldırıldığında, manyetik entropi artar ve ısı ortamdan çekilir.

Manyetokalorik etkiden yararlanarak, manyetik soğutma (MS) sistemi oluşturulmaktadır. Manyetik soğutma teknolojisi, geleneksel soğutma sistemlerine alternatif olarak geliştirilmiştir. Çevre dostu olmasının yanında enerji verimliliği bakımından da mevcut soğutma teknolojisinden üstün özellikler göstermektedir. Manyetik soğutma, gelecek vadeden bir soğutma çevrimi olmasına rağmen, bazı aşılması gereken sorunlar içermektedir. Bunlardan biri, yüksek verim değeri, yüksek manyetik alan gerektirmesidir. Bu da ev uygulamaları ve dolayısıyla insan sağlığı için tehlike arz etmektedir.

Mıknatıslanma ölçümlerine göre, birinci ve ikinci dereceden faz geçişleri gözlenmektedir. Birinci dereceden geçiş sergileyen malzemelerde yüksek manyetokalorik etki gözlenmektedir. *İkinci dereceden geçiş sergileyen malzemelerde histerisis kayıpları olmazken, birinci dereceden geçiş sergileyen malzemelerde histerisis kayıpları ortaya çıkmaktadır.* Oysa manyetik soğutma teknolojisinde histerisis kaybının gözlenmediği malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır ki ikinci dereceden geçiş sergileyen malzemelerin birinci dereceden geçiş gösteren malzemelere oranla en büyük ve tek avantajı histerisis özelliği göstermemesidir.



Şekil 2.4. Manyetokalorik Etki.

3. AMAÇ VE KAPSAM

Bu proje çalışmasında Ni-Co-Mn-Sb drtl Heusler bileşiklerinin doğasını incelemek, yapısal ve manyetik özellikleri hakkında bilgi vermek amaçlanmıştır. Bu amaçla, bileşikler Nevşehir Üniversitesi malzeme araştırma laboratuvarındaki ark ergitme fırınında sentezlenerek kristal yapı ve manyetik özellikleri bakımından incelenmiştir. Kristal yapı analizi Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (TAUM)'da bulunan Bruker AXS D8 Advance X-ışını toz kırınım difraktometresinden alınan veriler ile yapılmış, manyetik ölçümleri ise İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Merkezi (IBTAM) ve Çukurova Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı (ÇÜMERLAB)'nda alınmıştır. Elde edilen sonuçların yorumlanması ve çizilen grafiklerin incelenmesi ile malzeme hakkında bilgiye ulaşılması amaçlanmıştır.

4. MATERYAL ve YÖNTEM

Çalışmada yüksek saflıktaki Ni, Co, Mn ve Sb elementlerinin istenilen stökiyometrik orandaki miktarları $[Ni_{2-x}Co_xMnSb (0 \leq x \leq 2)]$ hassas terazide tartıldıktan sonra oksitlenmemesi ve homojen olabilmesi için glove-box içerisinde Agat havanda 30-40 dk karıştırılır. Toz numune 80 bar'lık basınç altında sıkıştırılır. Pelet haline getirilen numuneler ark ergitme fırını kullanılarak argon atmosferi altında ve su soğutmalı bakır pota içinde eritilmesiyle istenilen Heusler alaşımları oluşturulur. Numunelerin homojen olması için eritme işlemi birkaç defa tekrarlanır. Eritme esnasında hem bakır potada oluşan ısıyı almak hem de bakırın eriyerek üretilen malzemeye bulaşmasını engellemek için bakır potanın içinden su geçirilerek ve eritme işlemi argon atmosferi altında gerçekleştirilerek numunelerin oksitlenmesi engellenmektedir.

Bu proje kapsamında numunelerin üretilmesinde en yüksek 200 A akım verebilen güç kaynağına sahip ark fırını (Edmund Bühler Mini Arc Metler MAM-1 tipi) kullanılmıştır. Yüksek akım kaynağı tungsten uçlarda bir ark meydana getirerek ve hareketli olan tungsten uç hareketsiz olan bakır pota üzerinde bulunan oyuğun içine doldurulmuş malzeme üzerine tutularak bu ark yardımıyla ergitme işlemi gerçekleştirilmiştir. Su soğutmalı tungsten elektrota sahip fırın 3500°C'ye kadar çıkabilmektedir.

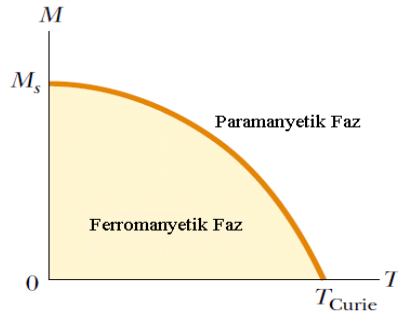


Şekil 4.1 Ark ergitme fırını.

Numunelerin yapısal özellikleri analizler ve görüntü alımları sonuçlarının yorumlanması ile belirlenirken sergilediği manyetik özellikler manyetizasyon grafiklerinin yorumundan saptanabilmektedir.

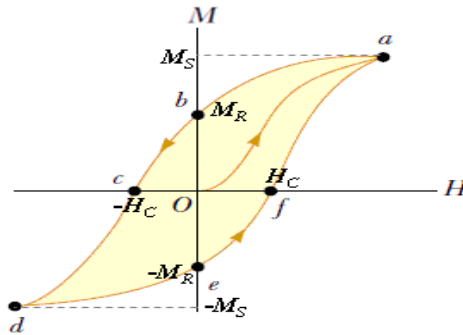
4.1. Manyetizasyon Grafiklerinin Yorumlanması

Bir ferromanyet, manyetik alan yokluğunda bile kalıcı manyetik momente sahip malzemedir. Ferromanyetik bir madde Curie sıcaklığı (T_C) denilen kritik sıcaklığa ulaştığı ya da geçtiği zaman kalıcı mıknatıslanmasını kaybeder ve paramanyetik duruma geçer.



Şekil 4.2 Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının mutlak sıcaklıkla değişimi.

Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanması, uygulanan alanın şiddetine olduğu kadar maddenin geçmişteki durumuna da bağlıdır. Buna *hysteresis* yani *geride kalış* denir. B ile H değişimini gösterdiği için *mıknatıslanma eğrisi* denilmekle birlikte bu kapalı ilmeklere *hysteresis ilmeği* de denilmektedir. İlmek dar ise yumuşak ferromanyetik malzeme, geniş ise sert ferromanyetik malzeme denilmektedir.

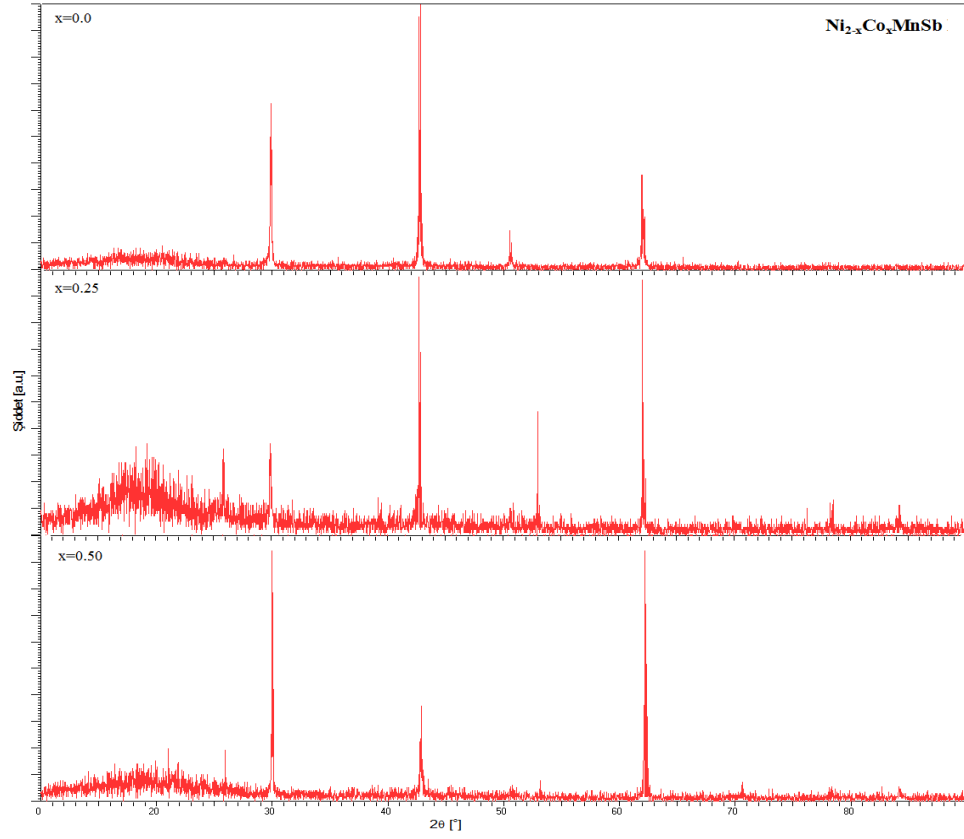


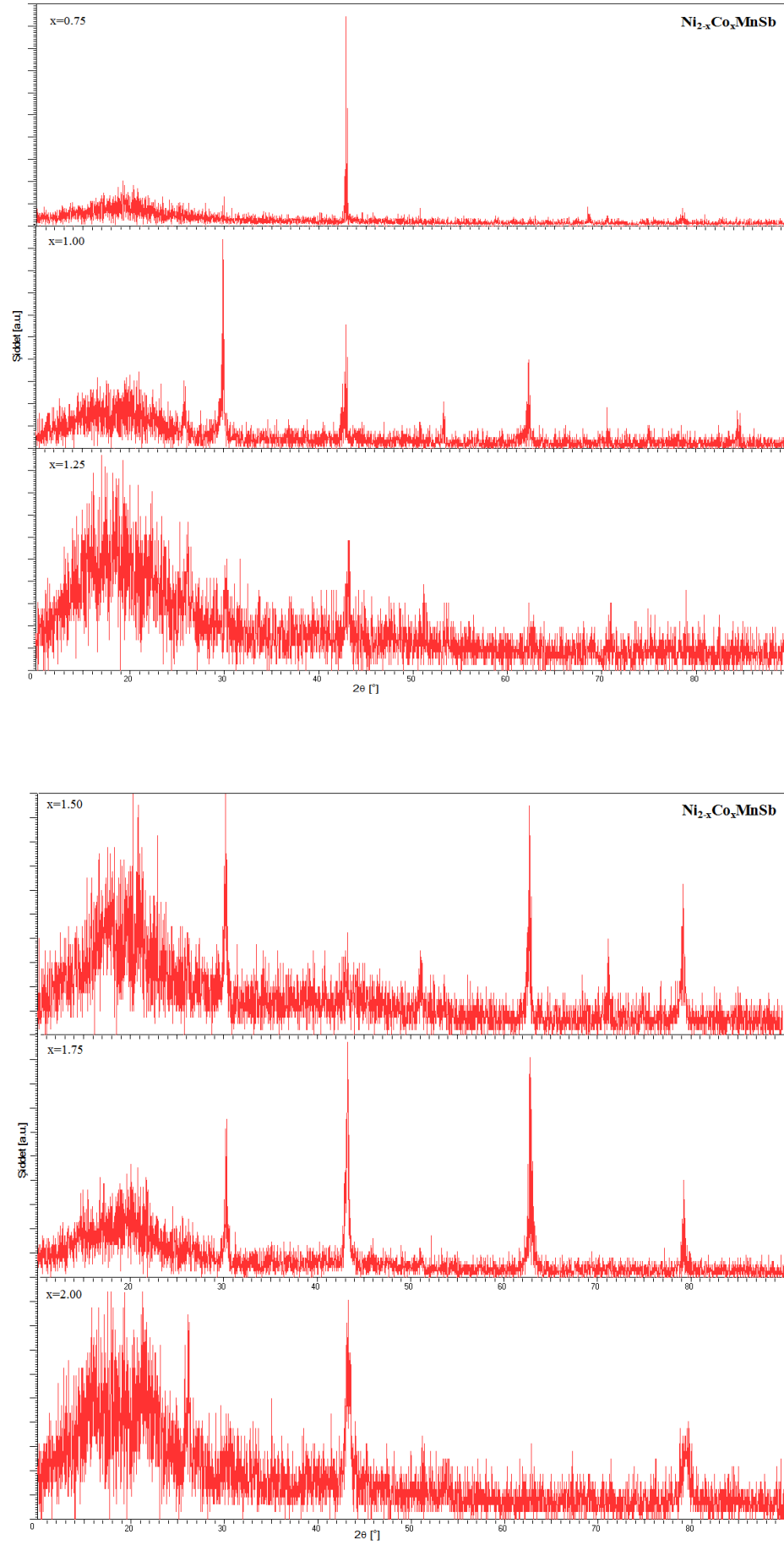
Şekil 4.3 Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanma ya da hysteresis eğrisi.

5. DENEYSEL BULGULAR

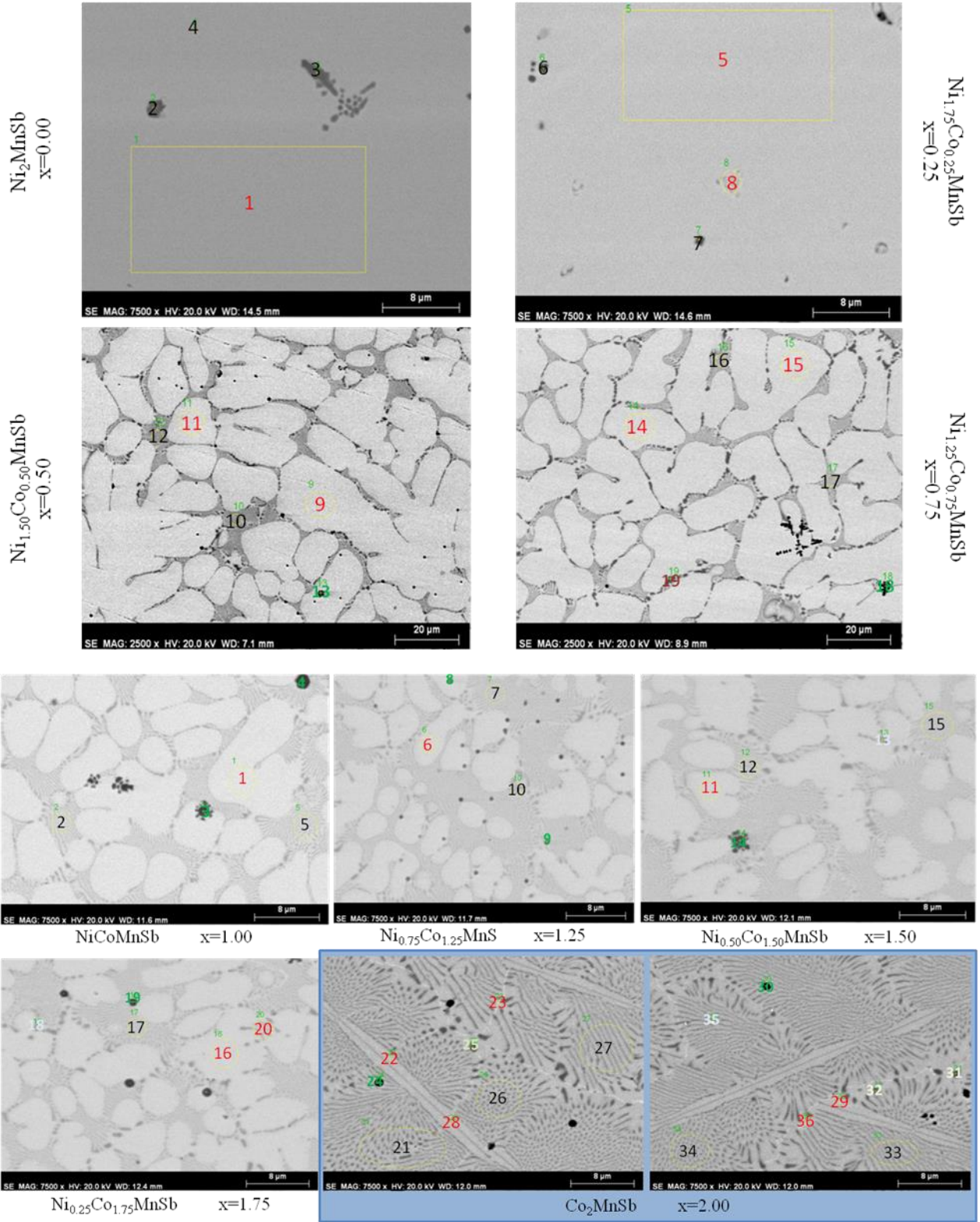
- XRD Analizleri
- SEM, Mapping Görüntü Alımları ve EDX Analizleri
- Sıcaklığa ve Manyetik Alana Bağlı Mıknatıslanma (Manyetizasyon) Ölçümleri

XRD Analizleri

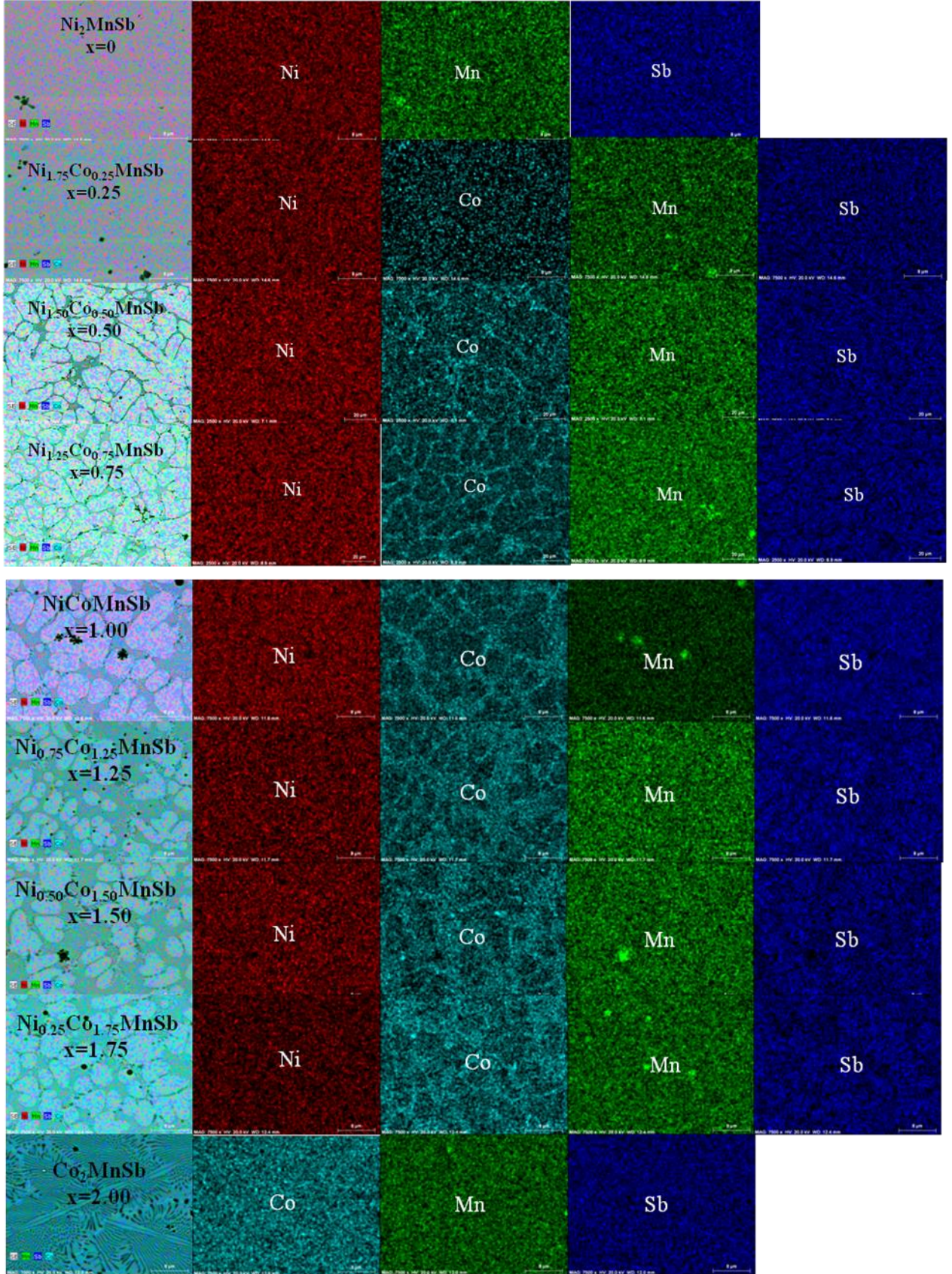




SEM Görüntü Alımları



Mapping Görüntü Alımları



EDX Analizleri

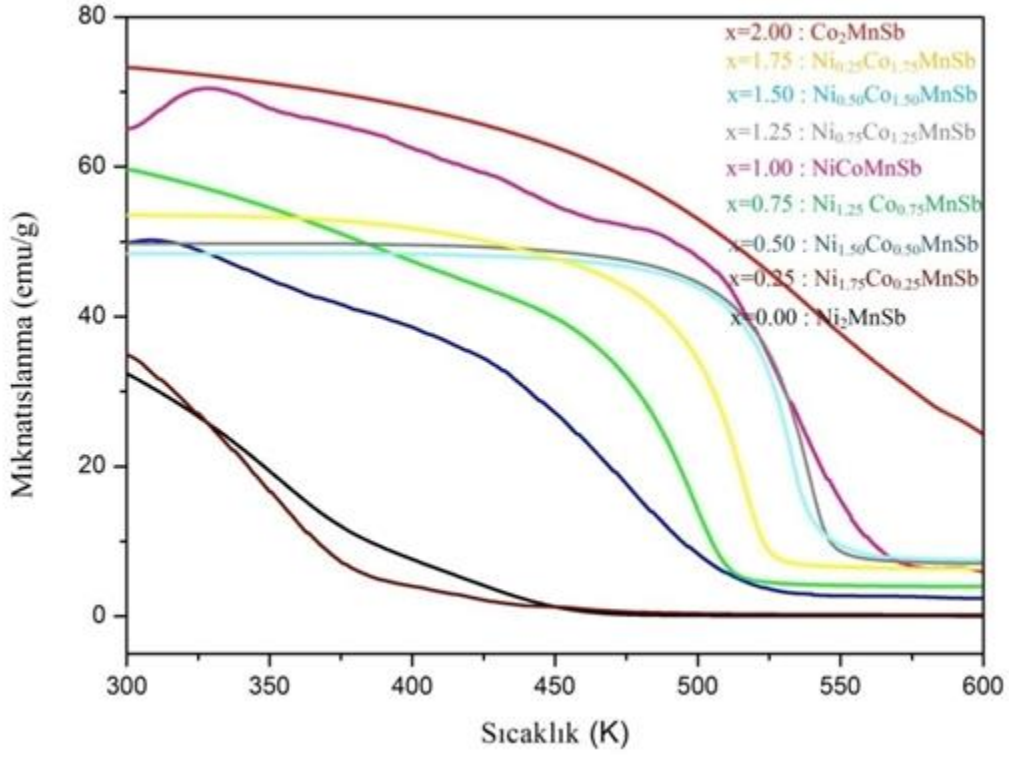
1. Numune: Ni ₂ MnSb (at.%)					
Bölgeler/Noktalar	Ni	Co	Mn	Sb	Sb=1 alındığında
1. Bölge	50.06	0	23.92	26.02	Ni _{1.92} Mn _{0.92} Sb
2. Nokta	6.42	0	90.46	3.12	Ni _{2.06} Mn _{28.99} Sb
3. Nokta	11.01	0	82.85	6.14	Ni _{1.79} Mn _{13.49} Sb
4. Nokta	52.84	0	24.16	23.00	Ni _{2.30} Mn _{1.05} Sb
Ana Bileşim	50	---	25	25	Ni ₂ MnSb
2. Numune: Ni _{1.75} Co _{0.25} MnSb (at.%)					
Bölgeler/Noktalar	Ni	Co	Mn	Sb	Sb=1 alındığında
1. Bölge (5)	45.81	7.01	22.58	24.60	Ni _{1.86} Co _{0.28} Mn _{0.92} Sb
2. Nokta (6)	41.46	6.46	32.04	20.04	Ni _{2.07} Co _{0.32} Mn _{1.60} Sb
3. Nokta (7)	45.46	6.99	25.21	22.34	Ni _{2.03} Co _{0.31} Mn _{1.13} Sb
4. Bölge (8)	45.77	7.15	24.01	23.07	Ni _{1.98} Co _{0.31} Mn _{1.04} Sb
Ana Bileşim	43.75	6.25	25	25	Ni _{1.75} Co _{0.25} MnSb
3. Numune: Ni _{1.50} Co _{0.50} MnSb (at.%)					
Bölgeler/Noktalar	Ni	Co	Mn	Sb	Sb=1 alındığında
1. Bölge (9)	38.69	12.38	23.73	25.20	Ni _{1.54} Co _{0.49} Mn _{0.94} Sb
2. Bölge(10)	33.77	26.15	22.46	17.62	Ni _{1.92} Co _{1.48} Mn _{1.27} Sb
3. Bölge (11)	40.30	11.61	22.75	25.33	Ni _{1.59} Co _{0.46} Mn _{0.90} Sb
4. Bölge (12)	33.39	27.02	23.09	16.51	Ni _{2.02} Co _{1.64} Mn _{1.40} Sb
5. Nokta (13)	19.37	6.24	58.91	15.48	Ni _{1.25} Co _{0.40} Mn _{3.81} Sb
Ana Bileşim	37.50	12.50	25	25	Ni _{1.50} Co _{0.50} MnSb
4. Numune: Ni _{1.25} Co _{0.75} MnSb (at.%)					
Bölgeler/Noktalar	Ni	Co	Mn	Sb	Sb=1 alındığında
1. Bölge (14)	33.42	15.72	24.04	26.82	Ni _{1.25} Co _{0.59} Mn _{0.90} Sb
2. Bölge (15)	33.41	15.19	23.07	28.34	Ni _{1.18} Co _{0.54} Mn _{0.81} Sb
3. Bölge (16)	29.22	31.18	21.02	18.57	Ni _{1.57} Co _{1.68} Mn _{1.13} Sb

4. Bölge (17)	29.91	30.06	20.06	19.96	Ni _{1.50} Co _{1.51} Mn _{1.01} Sb
5. Nokta (18)	2.04	1.24	94.48	2.24	Ni _{0.91} Co _{0.55} Mn _{42.18} Sb
6. Nokta (19)	22.07	59.24	15.25	3.44	Ni _{6.42} Co _{17.22} Mn _{4.43} Sb
Ana Bileşim	31.25	18.75	25	25	Ni _{1.25} Co _{0.75} MnSb
5. Numune: NiCoMnSb (at.%)					
Bölgeler/Noktalar	Ni	Co	Mn	Sb	Sb=1 alındığında
1. Bölge	26.48	21.31	25.04	27.18	Ni _{0.97} Co _{0.78} Mn _{0.92} Sb
2. Bölge	23.35	37.17	19.36	20.11	Ni _{1.16} Co _{1.85} Mn _{0.96} Sb
3. Nokta	3.40	5.50	87.39	3.71	Ni _{0.92} Co _{1.48} Mn _{23.56} Sb
4. Nokta	2.21	2.74	92.77	2.28	Ni _{0.97} Co _{1.20} Mn _{40.69} Sb
5. Bölge	23.06	35.25	20.48	21.21	Ni _{1.09} Co _{1.66} Mn _{0.97} Sb
Ana Bileşim	25	25	25	25	NiCoMnSb
6. Numune: Ni _{0.75} Co _{1.25} MnSb (at.%)					
Bölgeler/Noktalar	Ni	Co	Mn	Sb	Sb=1 alındığında
1. Bölge (6)	19.66	30.04	24.28	26.02	Ni _{0.76} Co _{1.15} Mn _{0.93} Sb
2. Bölge (7)	16.24	43.53	20.78	19.44	Ni _{0.84} Co _{2.24} Mn _{1.07} Sb
3. Nokta (8)	13.17	21.80	46.68	18.35	Ni _{0.72} Co _{1.19} Mn _{2.54} Sb
4. Nokta (9)	11.82	31.66	41.24	15.28	Ni _{0.77} Co _{2.07} Mn _{2.70} Sb
5. Bölge (10)	14.63	49.24	18.97	17.17	Ni _{0.85} Co _{2.87} Mn _{1.10} Sb
Ana Bileşim	18.75	31.25	25	25	Ni _{0.75} Co _{1.25} MnSb
7. Numune: Ni _{0.50} Co _{1.50} MnSb (at.%)					
Bölgeler/Noktalar	Ni	Co	Mn	Sb	Sb=1 alındığında
1. Bölge (11)	12.99	36.89	23.10	27.02	Ni _{0.48} Co _{1.37} Mn _{0.85} Sb
2. Bölge (12)	10.09	49.55	19.81	20.54	Ni _{0.49} Co _{2.41} Mn _{0.96} Sb
3. Nokta (13)	7.16	65.67	15.33	11.83	Ni _{0.61} Co _{5.55} Mn _{1.30} Sb
4. Nokta (14)	3.00	12.76	74.55	9.69	Ni _{0.31} Co _{1.32} Mn _{7.69} Sb
5. Bölge (15)	10.40	49.57	20.02	20.01	Ni _{0.52} Co _{2.48} MnSb
Ana Bileşim	12.50	37.50	25	25	Ni _{0.50} Co _{1.50} MnSb
8. Numune: Ni _{0.25} Co _{1.75} MnSb (at.%)					

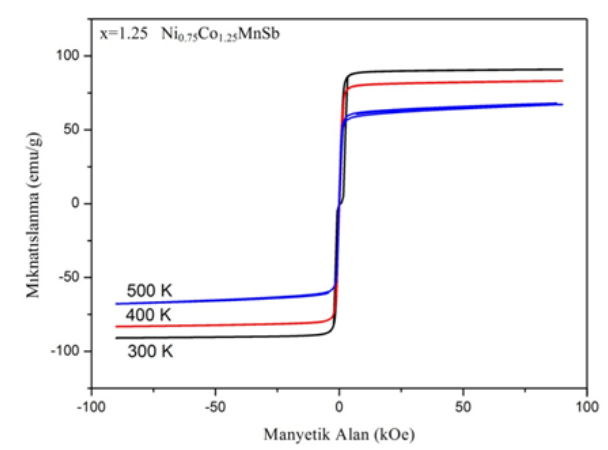
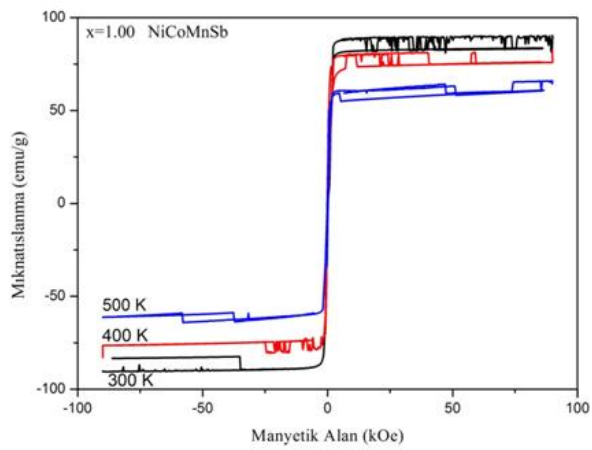
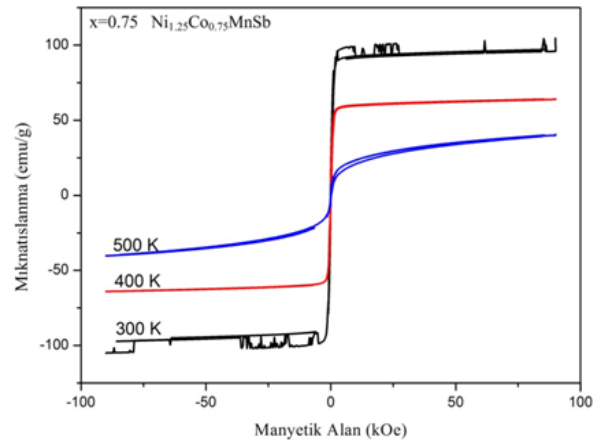
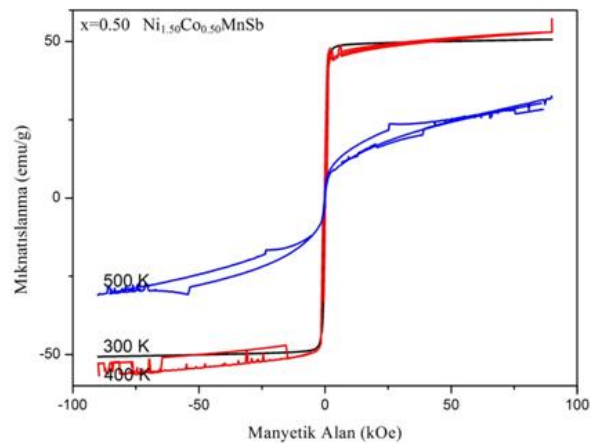
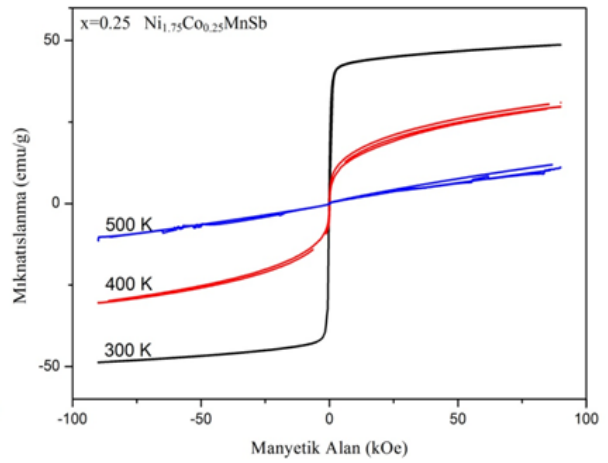
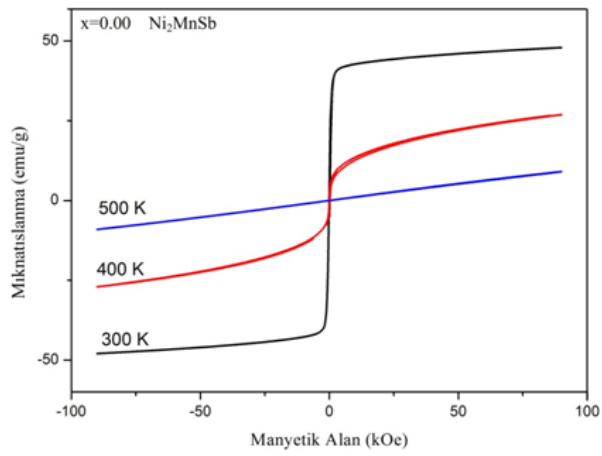
Bölgeler/Noktalar	Ni	Co	Mn	Sb	Sb=1 alındığında
1. Bölge (16)	6.22	41.12	24.51	28.15	Ni _{0.22} Co _{1.46} Mn _{0.87} Sb
2. Bölge (17)	5.53	52.78	21.25	20.44	Ni _{0.27} Co _{2.58} Mn _{1.04} Sb
3. Nokta (18)	4.29	65.50	17.17	13.03	Ni _{0.33} Co _{5.03} Mn _{1.32} Sb
4. Nokta (19)	2.87	23.46	62.63	11.05	Ni _{0.26} Co _{2.12} Mn _{5.67} Sb
5. Bölge (20)	5.26	52.45	20.82	21.46	Ni _{0.25} Co _{2.44} Mn _{0.97} Sb
Ana Bileşim	6.25	43.75	25	25	Ni _{0.25} Co _{1.75} MnSb

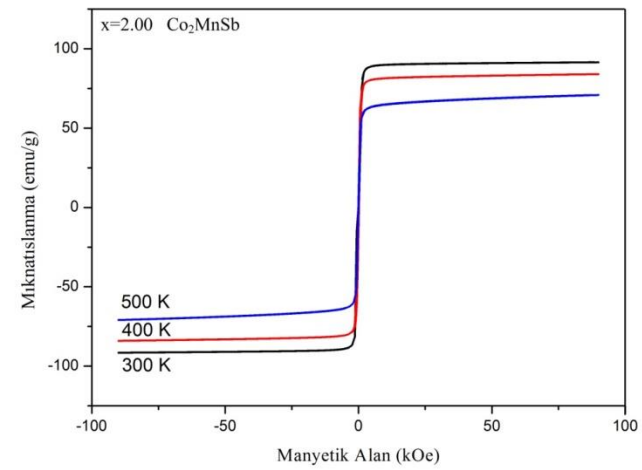
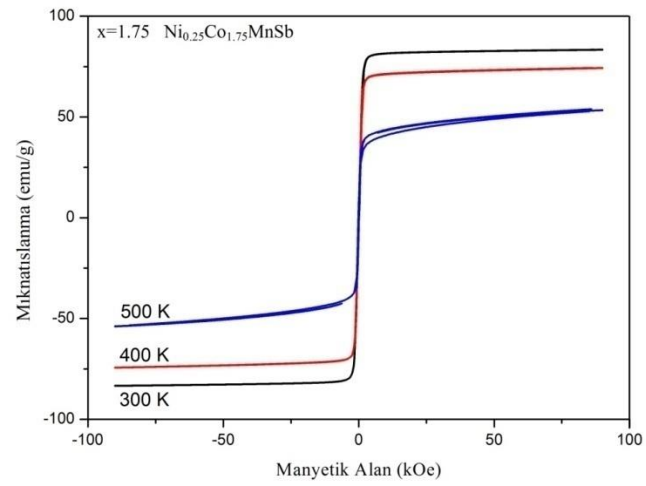
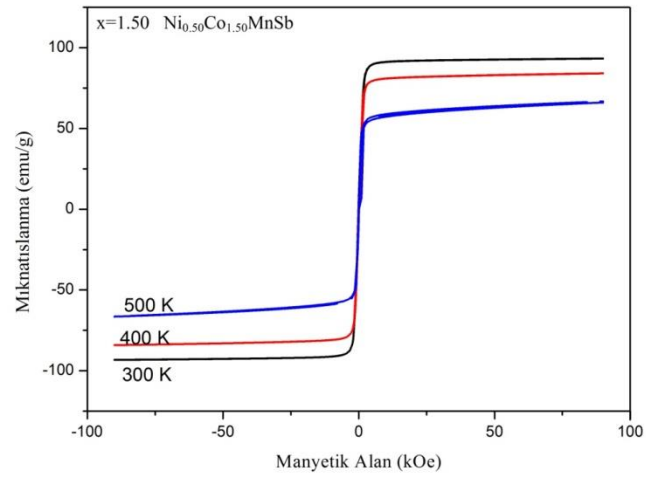
9. Numune: Co ₂ MnSb (at.%)					
Bölgeler/Noktalar	Ni	Co	Mn	Sb	Sb=1 alındığında
1. Bölge (21)	0	56.62	20.84	22.54	Co _{2.51} Mn _{0.92} Sb
2. Nokta (22)	0	47.63	24.27	28.10	Co _{1.70} Mn _{0.86} Sb
3. Nokta (23)	0	51.44	22.49	26.07	Co _{1.97} Mn _{0.86} Sb
4. Nokta (24)	0	30.35	55.98	13.66	Co _{2.22} Mn _{4.10} Sb
5. Nokta (25)	0	67.20	17.39	15.41	Co _{4.36} Mn _{1.13} Sb
6. Bölge (26)	0	57.06	21.88	21.06	Co _{2.71} Mn _{1.04} Sb
7. Bölge (27)	0	57.07	21.58	21.35	Co _{2.67} Mn _{1.01} Sb
8. Nokta (28)	0	48.37	24.46	27.17	Co _{1.78} Mn _{0.90} Sb
Ana Bileşim	---	50	25	25	Co ₂ MnSb
9. Nokta (29)	0	49.40	24.50	26.10	Co _{1.89} Mn _{0.94} Sb
10. Nokta (30)	0	30.18	55.72	14.09	Co _{2.14} Mn _{3.95} Sb
11. Nokta (31)	0	79.38	13.56	7.06	Co _{11.24} Mn _{1.92} Sb
12. Nokta (32)	0	66.59	17.75	15.66	Co _{4.25} Mn _{1.13} Sb
13. Bölge (33)	0	56.83	21.65	21.51	Co _{2.64} Mn _{1.01} Sb
14. Bölge (34)	0	56.04	20.99	22.97	Co _{2.44} Mn _{0.91} Sb
15. Nokta (35)	0	55.51	21.13	23.36	Co _{2.38} Mn _{0.90} Sb
16. Nokta (36)	0	48.24	23.90	27.85	Co _{1.73} Mn _{0.86} Sb
Ana Bileşim	---	50	25	25	Co ₂ MnSb

Sıcaklığa Bağlı Mıknatıslanma Ölçümleri



Manyetik Alana Bağlı Mıknatıslanma Ölçümleri





6. TARTIŞMA ve SONUÇ

XRD analiz sonuçlarına $\text{Ni}_{2-x}\text{Co}_x\text{MnSb}$ ($0 \leq x \leq 2$) bileşiğinde $x=0.00$ numunesi (Ni_2MnSb) için kristal yapı gözlenirken, $x=2.00$ numunesi (Co_2MnSb) için kristal yapı amorf yapı ile birlikte gözlenmektedir. Piklerdeki temiz görüntü kristallliği, gürültülü görüntü amorfluğu ifade etmektedir. $x=0.00$ numunesi için gözlenen temiz pikler aynı malzeme için olan SEM görüntüsünde homojen yapı olarak kendini göstermektedir. SEM görüntülerinde fazlar açığa çıkmıştır ve hangi elementin daha yoğun olduğu ise EDX analizleriyle saptanmıştır. EDX analizlerinde element dağılımlarındaki en parlak renkler ise o elementlerin çöktüğünü göstermektedir. Bu durumun malzeme üretim aşamasında ani akım verme ya da ani soğumadan kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Ayrıca SEM görüntülerinde bu malzeme birikimi koyu siyah leke ile de gözükmemektedir. XRD analizleri, SEM görüntüleri ve EDX analizleri birbirleriyle tutarlı sonuçlar göstermektedir, birbirlerini doğrulamaktadırlar. Bu göstermektedir ki bu proje kapsamındaki çalışmada istenilen hedeflere ulaşılmıştır.

İncelenen $\text{Ni}_{2-x}\text{Co}_x\text{MnSb}$ ($0 \leq x \leq 2$) bileşiğinin manyetik alan ve sıcaklığa bağlı manyetizasyon karakteristikleri incelendiğinde ise mıknatıslanmanın sıfır olup ferromanyetik fazdan paramanyetik faza geçişi anlatan Curie sıcaklıkları, sıcaklığa bağlı manyetizasyon (M-T) grafiğinden bulunabilmektedir. Dış alana bağlı manyetizasyon (M-H) grafiklerinin dar histerisis eğrisi sergilemelerinden ise bu malzemelerin yumuşak ferromanyetik malzemeler oldukları sonucu çıkarılabilmektedir. $x=0.00$ ve $x=0.25$ için 500 K sıcaklığında gözlenen paramanyetik durum M-H grafiğinin lineerliğinden anlaşılabilmektedir. Lineer grafikler paramanyetik fazı göstermekte iken ince ilmekler ferromanyetik fazı göstermekle birlikte histerisis eğrisinin yani bu dar ilmeğin genişliği Sigma Plot gibi grafik programlarında görülebilmektedir. İlmek o derece incedir.

Bunları kısaca özetlersek;

- ✓ Ark ile eritme yöntemi ile başlangıç stökiyometrisine çok yakın alaşımlar elde edilmiştir.
- ✓ Üretilen örneklerin XRD analizlerinde iki farklı oluşum belirlenmiştir: amorf alaşım ve kristal faz. Amorf alaşımların özellikleri kristal faza göre farklı olduğu için dikkat çekicidir. Kristal fazlar belirlenerek ark ile eritme yönteminde oluşum şartları belirlenmiştir.

- ✓ SEM analizlerinde yüzeysel formasyon alaşım oranlarına bağlı olarak değişmiş ve ana faz ve minor fazlar ortaya çıkarılmıştır. Ana fazların kimyasal kompozisyonları başlangıç oranlarına çok yakın bulunmuştur.
- ✓ Örneklerin Curie sıcaklıkları yüksek sıcaklık $M-T$ ölçümleri ile belirlenmiş ve katkılama elementine bağlı olarak değiştiği ortaya çıkarılmıştır.
- ✓ $Ni-Co-Mn-Sb$ dörtlü Heusler bileşiklerine ait uygulanan manyetik alanın fonksiyonu olarak elde edilen $M-H$ eğrilerinden hysteresis etkisi küçük olduğu için bileşiklerin yumuşak ferromanyetik malzemeler oldukları söylenebilir.
- ✓ Co değeri arttıkça doyum mıknatıslanması artmakta ve amorf yapı hakim olmakta iken; Ni miktarı arttıkça doyum mıknatıslanması azalmakta ve kristal yapı hakim olmaktadır.
- ✓ Ayrıca üretilen alaşımların manyetik soğutucularda kullanılma potansiyeli çok yüksektir.
- ✓ Dokuzuncu numunenin amorf yapısı ilgi çekicidir. Ayrı bir çalışma olabilir.

7. KAYNAKLAR

1. Ayvacı H. Ş., Çekbaş Y., Değirmenci S., Erdemir M., Kara M., Toprak Ş., 2006, Genel Fizik ve Teknolojinin Bilimsel İlkeleri, Pegem A Yayıncılık, 441 s.
2. Getzlaff M., 2008, Fundamentals of Magnetism, Springer, 387 pp.
3. Albay A., 2008, Fizik 7 Ders Notu, Ünite I, Magnetizma, M.E.B. Eğitim Teknolojileri Genel Müdürlüğü Yayınları, Açık Öğretim Okulları Ders Kitapları Dizisi, Ankara, 20s.
4. Cullity B.D., Graham C.D., 2009, Introduction To Magnetic Materials, Wiley- IEEE Press, The United States of America, 544 pp.
5. Materials Science And Engineering -Vol. II-Magnetic Materials- I. R. Harris and A. J. Williams, Encyclopedia of Life Support Systems (EOLSS).
6. Lacheisserie É. T., Gignoux D., Schlenker M., 2005, Magnetism Fundamentals, Springer, 507 pp.
7. Westbrook J. H., Fleischer R. L., 2000, Crystal Structures of Intermetallic Compounds, John Wiley&Sons, Ltd., 276 pp.
8. Gilleßen M., 2009, Maßgeschneidertes und Analytik-Ersatz, Über die quantenchemischen Untersuchungen einiger ternärer intermetallischer Verbindungen, Dissertation (PhD Thesis), Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften der RWTH Aachen University, 120 pp.
9. Şaşioğlu E., 2006, First-principles study of the exchange interactions and Curie temperature in Heusler alloys, Dissertation (PhD Thesis), Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle (Saale), 99 pp.