

**FERRİT TABANLI NANOKOMPOZİT MALZEMELERDE
MİKRODALGA SOĞURMA ÖZELLİKLERİNİN
ARAŞTIRILMASI**

**INVESTIGATION OF MICROWAVE ABSORPTION
PROPERTIES OF FERRITE BASED NANOCOMPOSITES**

MEHMET BURAK KAYNAR

PROF. DR. ŞADAN ÖZCAN

Tez Danışmanı

Hacettepe Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin
Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı İçin Öngördüğü
DOKTORA tezi olarak hazırlanmıştır.

2014

MEHMET BURAK KAYNAR'ın hazırladığı “**Ferrit Tabanlı Nanokompozit Malzemelerde Mikrodalga Soğurma Özelliklerinin Araştırılması**” adlı bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından **FİZİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**'nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Ekmel ÖZBAY :.....
Başkan

Prof. Dr. Şadan ÖZCAN :.....
Danışman

Prof. Dr. Hüseyin Zafer DURUSOY :.....
Üye

Prof. Dr. Recai ELLİALTIOĞLU :.....
Üye

Doç. Dr. Abdullah CEYLAN :.....
Üye

Bu tez Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından **DOKTORA TEZİ** olarak onaylanmıştır.

Prof. Dr. Fatma SEVİN DÜZ
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ETİK

Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tez çalışmasında,

- Tez içerisindeki tüm bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Ve nu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversitede veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

Beyan ederim.

07.08.2014

Mehmet Burak Kaynar

ÖZET

FERRİT TABANLI NANOKOMPOZİT MALZEMELERDE MİKRODALGA SOĞURMA ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Mehmet Burak Kaynar

Doktora, Fizik Mühendisliği Bölümü

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Şadan Özcan

Ağustos 2014, 110 sayfa

Günümüzde gelişen bilgi ve iletişim teknolojilerinin bir sonucu olarak insanların maruz kaldıkları elektromanyetik radyasyon giderek artmaktadır. Bunun yanı sıra askeri ve sivil erken haber alma ve radar sistemlerinde elektromanyetik dalgalardan yararlanır. Geçmiş on yıllarda bilgi iletiminde düşük frekanslı (RF) dalgalar tercih edilse de günümüzde yüksek hızlı veri aktarımına uygunluğu nedeniyle kablosuz veri iletiminde mikrodalgalar tercih edilmektedir. Benzer şekilde askeri yer belirleme sistemlerinde de daha yüksek çözünürlük ve kesinlik için mikrodalgalar kullanılmaktadır. Bu nedenle mikrodalga bölgesinde yüksek soğurma özelliği gösteren, geniş bant aralığına sahip, ucuz ve çevresel dayanımı yüksek soğurucu malzemelerin geliştirilmesi günümüz askeri ve sivil teknolojileri için oldukça önemlidir.

Literatürde mikrodalga bölgesinde çalışacak çeşitli soğurucu malzemeler geliştirilmiş ve başarıyla uygulanmıştır. Bunların başında yüksek doyum manyetizasyonu ve koersiviteye sahip olan ferrit tabanlı kompozitler gelmektedir.

Ferritler yüksek doyum manyetizasyonu ve koersiviteye sahip olmanın yanı sıra çevresel koşullara dayanıklı ve ucuz malzemelerdir.

Bu nedenle Bu çalışma kapsamında geniş bant aralığında yüksek soğurma gösterebilen, çevresel dayanımı yüksek, ucuz ve yüksek miktarda üretime uygun bir mikrodalga soğurucu malzeme ve hazırlama yöntemi geliştirilmesi hedeflenmiştir.

Bu amaçla literatürden farklı olarak metallere başlanarak farklı f gurubu metaller (Gd, Sm, Nd) katkılanmış baryum ferrit nanokristalit yapılar mekanik öğütme yöntemi kullanılarak hazırlanmış ve x-ışını toz difraksiyonu, TGA gibi yöntemlerle yapısal özellikleri belirlenmiştir. Bu yapılardan Sm baryum ferrit yapısına katkılanması kararlı olmadığı belirlenirken, literatürde ilk defa Gd ve Nd'un demir iyonu yerine baryum-ferrit yapısına kararlı olarak bu çalışmada girdiği gözlenmiştir. Oluşan $BaFe_{12}O_{19}$, $BaGd_2Fe_{10}O_{19}$ ve $BaNd_2Fe_{12}O_{19}$ yapıları farklı tanecik büyüklüklerinde hazırlanarak yapısal ve fiziksel analizleri SEM, TEM ve VSM ölçümleriyle desteklenmiştir. Fırınlama sonrasında örneklerin kristalit büyüklüğünün 50 nm olduğu ve 4 saatlik kuru öğütmeyle birlikte 10 nm ye kadar düştüğü görülmüştür. Örneklerin temel manyetik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla, değişen manyetik alan (M-H) ve sıcaklığa bağlı (M-T) manyetizasyon manyetizasyon ölçümleri VSM (Quantum Design PPMS) yardımıyla alınmıştır. Saf $BaFe_{12}O_{19}$ yapısında doyum manyetizasyonun literatürle uyumlu olarak 61 emu/g olduğu ancak Gd ve Nd katkısıyla 34 emu/g a düştüğü görülmüştür. Tüm yapılarda kristalit büyüklüğündeki azalmayla birlikte doyum manyetizasyonu ilk değerinin %20 sine kadar azalmıştır. Örneklerin mikrodalga soğurma özelliklerinin incelenebilmesi amacıyla mikrodalga ölçüm teknikleri arasından örneklere uygunluğu ve ölçüm kolaylığından dolayı "koaksiyel yansım/geçirme iletim hattı" yöntemi seçilmiş ve 8-14 GHz aralığında frekansa bağlı yansım kayıpları (S_{11}) ve geçirme kayıpları (S_{21}) "Vector Network Analyzer (VNA)" kullanılarak belirlenmiştir. Örneklerin bu ölçüme uygun olarak paketlenmesi sırasında ağaç tutkalı kullanılmıştır ve bu tutkalın ölçümlere etkisinin anlaşılması amacıyla örnekler tutkalla farklı oranlarda karıştırılarak ölçüm sonuçları kendi içerisinde karşılaştırılmıştır. Ağaç tutkalı karışımda %10 un altında kullanıldığında parçacıklar arası etkileşimi dolayısıyla da manyetik özellikleri ve mikrodalga soğurma özelliklerini etkilemediği görülmüştür. Kristalit büyüklüğündeki azalmayla birlikte mikrodalga soğurma rezonans frekansının 11 GHz den 12 GHz e kadar artmıştır. Yapıya giren Gd ve Nd iyonlarının ise arka fon soğurmasını radikal şekilde arttırdığı gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Baryum ferrit, Mikrodalga soğurma, radar soğurucu malzemeler, mekanik öğütme, nano malzemeler

ABSTRACT

FERRİT TABANLI NANOKOMPOZİT MALZEMELERDE MİKRODALGA SOĞURMA ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Mehmet Burak Kaynar

Doktora, Fizik Mühendisliği Bölümü

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Şadan Özcan

Mayıs 2014, 110 sayfa

Today as a result of the developing information and communication technologies the exposed amount of electromagnetic radiation of the mankind is increasing. Also military and civil early warning systems and positioning systems (radars) are using electromagnetic waves to find objects. During past decades generally low frequency (RF) waves have been used for the data communication and also for radars. However today microwave frequencies are preferred due to the needs for high speed data transfer. Similarly at the military positioning systems (radars) microwave frequencies are preferred for high resolution positioning and accuracy. So for the civil and military technologies it is very important to develop microwave absorption materials that are cheap, durable and show high absorption in a broad band range.

In the literature there are several materials investigated and used in the microwave range. In those works most chosen materials are the metal ferrite composites because of their high saturation magnetization and coercivity. Besides having high saturation magnetization and coercivity ferrites are also very durable and cheap materials.

Therefore the main aim of this work is to develop a cheap, durable and high absorbing material with a broad absorption band by using ferrite composites.

For this aim different than the literature f group metal doped nanocrystalline barium ferrites were synthesized by using planetary ball mill from metallic iron,

gadolinium, neodymium and barium carbonate. For the structural investigation x-ray powder diffraction and TGA were used. It is seen from that Gd and Nd are substitutionary added to the barium ferrite structure instead of some iron ions.

Structural defects which arise from the milling are investigated by using x-ray photoelectron spectroscopy. Structural investigations were also supported by SEM, TEM and VSM for the doped ferrite structure which is synthesized at different crystalline sizes. As seen from the measurements crystallite size of the samples are 50 nm after calcination and they decrease up to 10 nm by 4 hour dry milling.

For the magnetic characterization of the samples, magnetization – magnetic field and magnetization – temperature curves are measured by using VSM (Quantum Design PPMS). Measurements show that pure $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ structure has a 61 emu/g saturation magnetization as the same with the literature but it decreases up to 34 emu/g with the substitution of Gd and Nd. For all the structures with the decrease at the crystallite size, saturation magnetizations are decrease up to its 20%.

Coaxial reflection/transmission line is chosen to investigate the microwave absorption properties of the samples because of its easiness and good compatibility with the samples and the measurements are carried on between 8-14 GHz frequencies by using a vector network analyzer (VNA). Wood epoxy was used while packing the samples. To understand the effect of the epoxy, samples mixed with epoxy in different ratios. Measurements show that lower ratios than 10% did not effect on inter particle interactions so the magnetic and microwave absorption properties. With the decrease of the crystallite size, microwave resonance absorption frequency increase from 11 GHz to 12 GHz. the substitution of Gd and Nd is radically increase the background absorption.

Keywords: Barium ferrites, Microwave absorption, radar absorbing materials, mechanical milling, nano materials

TEŞEKKÜR

Bütün bu çalışmam süresince bilgi ve desteklerini esirgenmeyen Prof. Dr. Şadan Özcan'a bütün yardımlarından ve desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

Çalışmalarım süresince bana destek olan ve katlanan tüm eski ve yeni SNTG laboratuvarı üyelerine, bölüm içerisindeki ve dışarısındaki dostlarıma bana karşı göstermiş oldukları sabır, iyi niyet ve dostluktan dolayı teşekkür ederim.

Yine bu çalışma süresince beni 1 yıl süreyle laboratuvarında konuk ederek yardım ve desteklerini esirgemeyen Prof. Dr. Ismat Shah ve grubundaki tüm dostlarıma, mikrodalga soğurma ölçümleri için imkanlarını esirgemeyen Prof. Dr. Ekmel Özbay ve Prof. Dr. Erdem Yazgan'a ve bu ölçümler sırasında bana yardım eden Deniz Çalışkan ve Metehan Demir'e teşekkür ederim.

Tüm hayatım boyunca beni karşılıksız destekleyen güvenen, eğitimime devam etmem için beni cesaretlendiren ve bugünkü bulunduğum noktaya gelmemi sağlayan tüm aileme,

Çok teşekkür ederim...

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ETİK.....	i
ÖZET.....	ii
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xiii
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL BİLGİ.....	9
2.1. Manyetizma; Temel Tanımlamalar	9
2.1.1. Manyetik Dipol	10
2.1.2. Manyetik etkileşimler	11
2.1.2.1. Manyetik Dipolar Etkileşim	11
2.1.2.2. Değiş-tokuş Etkileşimi	11
2.1.3. Manyetik Anizotropi	12
2.1.3.1. Kristal Anizotropisi.....	12
2.1.4. Ferro/ferrimanyetizma.....	13
2.1.5. Değişen Alanlar Altında Manyetik Özelliklerin Değişimi.....	14
2.1.5.1. Manyetik Alınganlık	15
2.1.5.2. Ferromanyetik Rezonans	15
2.2. Nanoyapılar ve Nanoteknoloji	16
2.2.1. Kuantum Boyut Etkisi.....	19
2.2.2. Yüzey-Hacim Oranı Değişimi.....	19
2.3. Mikrodalgalar; Temel Tanımlar.....	20
2.3.1. Yansıma Kaybı / Geçirgenlik Kaybı	21
2.3.2. Soğurma Mekanizmaları	22
2.3.2.1. Elektriksel Kayıp Mekanizmaları	22
2.3.2.2. Manyetik Kayıp Mekanizmaları	23
2.3.2.2.1. Manyetik Domainler ve Domain Duvar Hareketleri.....	23
2.3.2.2.2. Ferromanyetik Rezonans.....	25

2.3.3.	Soğurmayı Etkileyen Yapısal Değişkenler	26
2.3.3.1.	Kristalit/parçacık Boyutu	26
2.3.3.2.	Kristal Kusurları	27
2.3.4.	Soğurucu Malzemeler	27
2.3.4.1.	Metal-Ferritler	27
2.3.4.1.1.	Temel Özellikleri	27
2.3.4.1.2.	Literatürde Metal Merritler	28
2.3.4.1.2.1	Soğurma Frekansının Kontrolü	29
2.3.4.1.2.2	Soğurmanın Arttırılması	30
2.3.4.1.3.	Baryum Ferrit	30
2.4.	Deneysel Yöntemler	33
2.4.1.	Örnek Hazırlama	33
2.4.1.1.	Mekanik Öğütme	33
2.4.1.2.	Fırınlama	35
2.4.2.	Yapı Analizi	36
2.4.2.1.	X-ışını Toz Kırınımı	36
2.4.2.1.1.	Rietveld Analizleri	37
2.4.2.2.	X-ışını Fotoelektron Tayfmetresi	38
2.4.2.3.	Isıl Yöntemler; TGA – DTA	39
2.4.2.4.	Elektron mikroskobisi	40
2.4.2.4.1.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	41
2.4.2.4.2.	Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM)	42
2.4.3.	Manyetik Karakterizasyon	43
2.4.3.1.	Titreşen Örnek Manyetometresi (VSM)	43
2.4.3.2.	Ferromanyetik Rezonans Spektroskopisi	45
2.4.4.	Mikrodalga Soğurma Ölçümleri	45
2.4.4.1.	Küçük Açılı Yansıma ve Saçılma ölçümü Metodu	46
2.4.4.2.	Dalga Klavuzu Metodu	47
2.4.4.3.	İnterferometre Metodu	47
2.4.4.4.	Koaksiyel İletim Hattı Metodu	48
3.	DENEYSEL YÖNTEM VE BULGULAR	50
3.1.	Örneklerin Hazırlanması ve Yapısal İnceleme	50
3.1.1.	Islak Öğütme	50

3.1.2. Fırlnlama	51
3.1.3. Kuru Öğütme	52
3.2. Yapısal Özelliklerin Belirlenmesi	52
3.2.1. X-ışını Toz Kırınım Ölçümleri ve Kristal Parametrelerinin Tayini	52
3.3. Manyetik Karakterizasyon	60
3.4. Elektron Mikroskopisi İncelemeleri	68
3.5. X-ışını Fotoelektron Analizleri	75
3.6. FMR ölçümleri ve Örneklerde jromanyetik oran tayini	76
3.7. Mikrodalga Soğurma Ölçümleri	78
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	82
KAYNAKLAR DİZİNİ	88
ÖZGEÇMİŞ	96

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

- δ : İnverson katsayısı
B: Manyetik indüksiyon
H: Manyetik alan
 T_b : Engelleme sıcaklığı
 H_c : Koersivite
 M_r : Kalıcı mıknatıslanma
 M_s : Doyum manyetizasyonu
m: Manyetik moment
 β : Pik yarı genişliği
d: Parçacık boyutu
 λ : Dalga boyu
 ϵ : gerilme katsayısı
K: Anisotropi katsayısı
G: Gilbert Soğurma katsayısı
 γ : Jiromanyetik oran
U: Enerji

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1 Salisbury Ekranı ve Jaumann tipi soğurucu.....	2
Şekil 2 Yüzey geometrisinin değiştirilmesi (F117-nighthawk)	3
Şekil 3 Çok katlı Yansıtıcılar (Ters Piramit ve Bal peteği)	3
Şekil 4 Horton Ho229	4
Şekil 5 Manyetik dipol.....	10
Şekil 6 Manyetik alan altında manyetik bir dipolun hareketi	10
Şekil 7 Ferromanyetik bir malzemede domain yapısı	14
Şekil 8 Domain duvarı ve bu bölgedeki manyetik momentler	14
Şekil 9. Manyetik domainler a) Dış manyetik alan sıfır b) dış manyetik alan sıfırdan farklı c) daha büyük bir dış manyetik alan altında.....	14
Şekil 10. Dış manyetik alan altında manyetik moment	16
Şekil 11 1950 Model Elektron Mikroskobu	17
Şekil 12 Taramalı Tünelleme Mikroskobu	18
Şekil 13 Kuantum boyut etkisi	19
Şekil 14 Yüzey-Hacim atomları	20
Şekil 15. Şematik saçılma diyagramı.....	21
Şekil 16 Baryumferrit içim birim hücre	31
Şekil 17 Baryum ferrit blok gösterimi	32
Şekil 18 Havan içersinde toplar ve malzeme.....	34
Şekil 19 Mekanik öğütmede kullanılan çeşitli havanlar ve toplar	35
Şekil 20 Bragg yasasının şematik gösterimi	37
Şekil 21 Rigaku D-max/B x-ışını toz kırınım metresi	37
Şekil 22 MaudLab Reitveld analiz programından bir görüntü	38
Şekil 23 XPS şematik yapısı.....	39
Şekil 24 TG/DTA şematik yapısı.....	39
Şekil 26 Taramalı elektron mikroskobu çalışma şeması.....	41
Şekil 27 JSM-7400F taramalı elektron mikroskobu	42
Şekil 28 Jeol 2000 FX geçirmeli elektron mikroskobu	43
Şekil 29 Titreşen örnek manyetometresi (Quantum Design PPMS VSM Opsiyonu)	44
Şekil 30 Yansıma ölçüm sistemi.....	46
Şekil 31 Dalga Klavuzu	47
Şekil 32 İnterferometre düzeneği.....	48
Şekil 33 N-tipi konektör	48
Şekil 34 Retsch PM100 Gezegenel öğütücü	50
Şekil 35 TGA ölçümleri.....	51
Şekil 36 BaFe ₁₂ O ₁₉ için (a) fırınlama (b) 2 saat (c) 4 saat kuru öğütme sonucunda oluşan örneğin x-ışını toz difraksiyon deseni	54
Şekil 37 BaGd ₂ Fe ₁₀ O ₁₉ için (a) fırınlama (b) 2 saat (c) 4 saat kuru öğütme sonucunda oluşan örneğin x-ışını toz difraksiyon deseni	55
Şekil 38 BaNd ₂ Fe ₁₀ O ₁₉ için (a) fırınlama (b) 2 saat (c) 4 saat kuru öğütme sonucunda oluşan örneğin x-ışını toz difraksiyon deseni	56

Şekil 39 Örnek Rietveld Analizi	57
Şekil 40 c/a oranının öğütme süresine bağlı değişimi	59
Şekil 41 Saf BaFe ₁₂ O ₁₉ örnekleri için manyetizasyon eğrileri	60
Şekil 42 Gd katkılı BaFe ₁₂ O ₁₉ örnekleri için manyetizasyon eğrileri.....	61
Şekil 43 Nd katkılı BaFe ₁₂ O ₁₉ örnekleri için manyetizasyon eğrileri.....	62
Şekil 44 katkısız örnekler için manyetizasyonun sıcaklıkla değişimi a) öğütülmemiş (Ba-01) b) 2 saat (Ba-02) c) 4 saat öğütülmüş (Ba-03)	65
Şekil 45 Manyetizasyonun doldurma oranına bağlı değişimi.	66
Şekil 46 Diyamanyetik etki çıkarıldıktan sonraki manyetizasyon eğrileri	67
Şekil 47 Saf örnekler için SEM görüntüleri	69
Şekil 48 Gd katkılı örnekler için SEM görüntüleri.....	70
Şekil 49 Nd katkılı örnekler için SEM görüntüleri.....	71
Şekil 50 Saf Örneklerin TEM Görüntüleri	72
Şekil 51 Gd katkılı örneklerin TEM Görüntüleri.....	73
Şekil 52 Nd katkılı örneklerin TEM görüntüleri.....	74
Şekil 53 Katkısız örnekler için XPS spektrumları a) öğütülmemiş b) 2 saat c) 4 saat öğütülmüş.....	75
Şekil 54 FMR ölçümleri	77
Şekil 55 Mikrodalga soğurma ölçümü için hazırlanmış örnekler	79
Şekil 56 Örneklerin toplam yansıtma ve geçirme kayıpları	81

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1 Metal İyonlarının Elektronun spininden dolayı sahip oldukları Manyetik momentler	22
Çizelge 2 örneklerin hazırlama koşulları	45
Çizelge 3 MaudLab Programı ile hesaplanan kristal parametreleri.....	52
Çizelge 4 Örneklerin Temel manyetik özellikleri.....	55
Çizelge 5 Örneklerin histerisi eğrilerinden belirlenen M_r , M_s , M_r/M_s ve H_c değerleri	59
Çizelge 6 örnekleri XPS'den elde edilen bağ enerjileri	69
Çizelge 7 jromanyetik oran değişimi.....	70

1. GİRİŞ

Günümüzde gelişen bilgi ve iletişim teknolojilerinin bir sonucu olarak insanların maruz kaldığı elektromanyetik radyasyon miktarı giderek artmaktadır. Orta ve kısa vadede insana verdiği zararlar hala tartışma konusu olan elektromanyetik radyasyonunun kullanımının kısıtlanması bir çözüm gibi düşünülse de günümüz teknolojilerindeki yeri bunu imkansız hale getirmektedir. Bu nedenle gerek bilim dünyası gerekse teknoloji şirketleri elektromanyetik radyasyonun etkilerini azaltacak alternatif önlemler araştırmaktadır.

Büyük ve yerleşik sistemlerde, cihazların istem dışı yayınladığı elektromanyetik radyasyonu engellemenin en temel yöntemi cihazları "Faraday Kafesi" içerisine yerleştirmektir ancak bu hem maliyetli bir yöntemdir hem de tasarıma kısıtlamalar getirmektedir. Ayrıca hareketli sistemlerde uygulanması da oldukça zordur. Bunun yanında elektromanyetik radyasyon her zaman üretildiği yerde engellenemez. Günümüz haberleşme ve bilgi aktarımında önemli bir yer tutan kablosuz iletişim elektromanyetik dalgalar üzerine kuruludur. Bu elektromanyetik dalgalar gündelik hayatımızda araçlarımızdan evlerimize, ofislerimize kadar kullandığımız veri işleyici sistemleri, hastaneler ve laboratuvarlar gibi ortamlarda kullanılan ölçüm sistemlerini ve hatta görüntü-ses kayıt ve yayın sistemlerini olumsuz etkilemektedir. Dolayısıyla bu tür sistemlerinde dışarıdan gelen elektromanyetik radyasyona karşı korunması gerekmektedir.

Elektromanyetik dalgaların kullanım alanlarından bir diğeri ise bir cismin yerini, niteliğini, hız ve yönünü belirlemeye yarayan sistemlerin bütünü olan radarlardır. Bu sistemler hem sivil hem de askeri amaçla hava, kara ve deniz trafiğinin denetimi ve yönlendirilmesinde ve hatta hava tahminlerinde bile kullanılmaktadır. Ayrıca radarlar akıllı hava, deniz ve kara savunma sistemlerinde kullanılmakta olan güdümlü sistemlerinden önemli bir unsurudur. Bu nedenle askeri araçların radar sinyallerinden saklanabilmesi için görece basit ve kolay uygulanabilir yöntemler gereklidir. Elektromanyetik radyasyon yayan haberleşme, veri aktarım sistemleri ve yüksek çözünürlüklü radarlar genellikle elektromanyetik spektrumun mikrodalga bölgesinde çalışmaktadır ve tüm bu gereksinimlerin başlıca çözümü günümüzde yoğun şekilde araştırılmakta ve uygulanmakta olan elektromanyetik dalga yansıma/geçirme azaltıcı malzemelerdir.

Elektromanyetik dalganın bir yüzeyden yansımısını ya da o yüzeyden geçişini azaltmak için literatürde 3 temel yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemlerin literatürde ilk kullanılmaya başlanması salisbury ekranı, jaumann soğurucuları gibi (Şekil 1) aktif ya da pasif engelleyici yapılardır. Bu yapılar peşi sıra sıralanmış ve dielektrik katmanlarla birbirinden ayrılmış iletken yüzeylerden oluşur. Bu yüzeylerden yansıyan elektromanyetik dalgalar eğer yüzeyler arasındaki mesafeler doğru seçilmişse ($\lambda/4$, $\lambda/2$, $3\lambda/2$, ...) birbirini söndüreceklerinden yansıma kaybı yaşanır. Bu yöntemde seçilen dalga boyu için yansıma kaybı oldukça yüksek kullanılması gereken malzemelerin hacimli olması uygulamalara kısıtlamalar



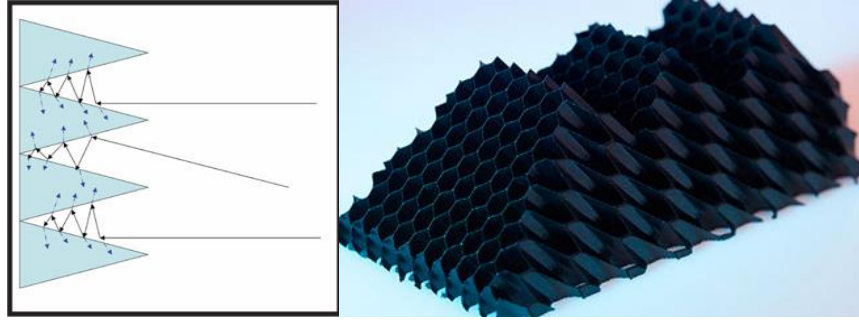
getirir.

Şekil 1 Salisbury Ekranı ve Jaumann tipi soğurucu

Bir diğer yöntem ise yansıtıcı yüzey geometrisinin değiştirilmesidir. Burada amaç gelen elektromanyetik dalganın ilerleme doğrultusuna dik olmayan yüzeyler oluşturarak yansıyan elektromanyetik dalgayı kaynağından uzaklaştırmak (Şekil 2) ve hatta çok katlı yansımalar yaptırarak yansıyan kesrin azalmasını sağlamaktır (Şekil 3). Bu yöntem statik sistemlerde etkili olsa da hareketli sistemlerde gelen elektromanyetik dalganın yüzeye yapacağı açı sürekli değişeceğinden yansıma kaybının sürekli ve yüksek olacağı garanti edilemez bu nedenle genellikle diğer yöntemlerle beraber kullanılır.



Şekil 2 Yüzey geometrisinin değiştirilmesi (F117-nighthawk)



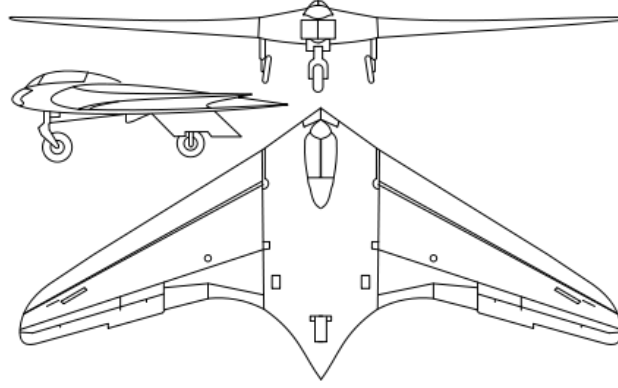
Şekil 3 Çok katlı Yansıtıcılar (Ters Piramit ve Bal peteği)

Üçüncü ve günümüzde en yoğun kullanılmakta olan yöntem ise soğurucu malzemelerdir. Bu yöntemde amaç kullanılan malzemenin sahip olduğu elektriksel ya da manyetik dipoller yardımıyla malzeme içerisinde ilerleyen elektromanyetik dalganın bir kesrini soğurmaktır. Dielektrik kayıpların nedeni genellikle moleküler elektrik dipoller olduğundan infrared ve terahertz bölgesinde etkilidir [1, 2] soğurma frekansı aralıkları vardır. Mikrodalga bölgesinde ise manyetik kayıplar ön plana çıkar.

Manyetik kayıpların temel kaynağı yapı içerisindeki spinlerin elektromanyetik dalganın manyetik alan bileşeniyle etkileşimidir. Bu etkileşimler paramanyetik malzemeler gibi küçük veya sıfır moleküler alan büyüklüğüne sahip yapılarda sadece spin rezonansı olarak gözlenirken, Ferro/ferrimanyetik malzemeler gibi güçlü moleküler alanları nedeniyle (1000 T) spin düzenlenimi içeren yapılarda hem spin rezonansı hem de domain duvar hareketi gibi kolektif etkileşimlerin sonucunda oluşmaktadır. Ancak düzenlenim içermeyen manyetik yapılardaki rezonans etkileşimleri karşı geldikleri enerjiler itibari ile radyo dalgaları gibi daha düşük frekanslarla etkilidir [3]. Bu nedenle literatürde mikrodalga bölgesinde soğurucu malzeme olarak genellikle Ferro/ferrimanyetik malzemeler kullanılmıştır.

Yansıma/geçirme azaltıcı malzeme kavramı yeni bir kavram değildir. Yansıma/geçirme azaltıcı malzemelerin ilk örneği ikinci dünya savaşında Alman ordusu tarafından denizaltı periskoplarının müttefik gemilerinde bulunan radarlardan gizlenmesi amacıyla kullanılan jaumann tipi engelleyicilerdir [4]. Yine ilk radar sinyali azaltılmış uçak ikinci dünya savaşı sırasında Alman ordusu

tarafından geliştirilen “Horton Ho229” dur (Şekil 4). Ancak bu uçak kullanılmadan savaş sona ermiştir [4].



Şekil 4 Horton Ho229

Savaş sonrası dönemde literatürde bu konuda az sayıda çalışmaya rastlanmaktadır [5]. 1960 yılında soğurucu malzemelerle ilgili alınan ilk patentte 2 mm kalınlığında demir tozu katkılı plastik kullanılarak -15 dB yansıma kaybı elde edilmiştir [6]. Ancak bu dönemde polimer teknolojilerinin gelişmemiş olması hazırlanacak malzeme türlerini kısıtlamıştır. Bu engeli aşmak adına pek çok yöntem denenmiştir. Bu yöntemlerin en ilginç 1967 yılına patent altına alınan spontex adlı üründür. Bu üründe karbonil demir kaplı hayvan kılları kullanılarak 2-8 GHz aralığında -18 dB'lik bir yansıma kaybı elde edilmiştir.

1971 yılında literatürde ilk defa kobalt ferrit katkılanmış köpük plastikten yapılmış ters piramit kaplamalar kullanılarak -60 dB yansıma kaybı elde edilmiştir [7]. Aynı yıl Johansson ve arkadaşları tarafından jaumann tipi yansıma azaltıcı yapılara demir oksit tozları eklenerek -10 dB'lik yansıma kaybı artışı sağlanmıştır [8]. Bu çalışmalar soğurucu malzemelerin önemini göstermektedir. Geliştirilen bu yapılar yüksek hacimli ve dış etkilere açık olduğundan mobil sistemlere uygulanamamıştır.

Aynı dönemde Pyotr Ufimtsev tarafından ilk olarak yansıma geometri hesapları yapılarak elmas geometrisinin en verimli yansıma azaltıcı geometri olduğu belirlenmiştir [9]. Daha sonra bu hesaplar Lockheed şirketi tarafından başlatılan “Have Blue” projesinde kullanılarak 1981 yılında ABD'nin ilk radar sinyali azaltılmış uçağı üretilmiştir.

1980 yılında baryum ferrit katkılı plastiğin geniş bant aralığında yüksek yansıma kaybına neden olduğu W. Roos tarafından gösterilmiştir [10]. 1980'li yıllarda

polimer teknolojilerinin gelişmesiyle beraber baryum ferrit katkılı çok katmanlı soğurucu malzemeler literatürde yoğun olarak kullanılmaya başlanmıştır [11, 12].

1990'lı yıllarda görüntüleme teknolojilerinin gelişmesiyle birlikte kristal ve parçacık yapısının soğurmaya etkileri incelenmeye başlanmıştır. Bu dönemde Sugimoto ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş baryum-ferritin soğurma frekansının sinterleme sıcaklığı arttıkça azaldığı görülmüştür [13]. Bu sıcaklığa bağlı olarak artan kristalit boyutunun ve azalan yapısal kusurların bir sonucudur. Benzer bir çalışmada polimer içerisine dağıtılan baryum ferrit parçacıklar arasındaki mesafe arttırıldığında soğurma frekansının ve soğurma bant genişliğinin arttığı görülmüştür [14]. Daha sonraki kesimlerde de daha detaylı tartışılacağı gibi kristalit büyüklüğü, kristal içerisindeki kusurlar, parçacıklara arası mesafe gibi yapısal özellikler malzemelerin manyetik anizotropisinin doğrudan etkilemektedir. Dolayısıyla yapılan bu çalışmalar malzemelerin soğurma özelliklerini belirleyen etkin parametrenin manyetik anizotropi olduğunu göstermektedir. Bu nedenle son dönemde literatürde yapılan çalışmalar malzemelerin manyetik anizotropi sabitini değiştirerek soğurma frekansı ve miktarını değiştirmeyi amaçlamaktadır.

Literatürde manyetik anizotropi sabitini değiştirmek için iki temel yöntem kullanılmaktadır. Birincisi baryum ferrit yapısına divalent ya da tetravalent metal iyonları eklemektir. Kim ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada $Ba_2Ni_{2-x}Zn_xFe_{12}O_{22}$ yapısında çinko miktarı arttırıldığında soğurma frekansının arttığı ancak soğurma miktarının azaldığı görülmüştür [15]. Bilindiği gibi divalent nikel iyonunun değerlik elektronları p yörüngesinde bulunurken divalent çinko iyonunun değerlik elektronları s yörüngesinde yer alır. Bu nedenle nikel yerine çinko iyonları yerleştiğinde değerlik elektronlarının oluşturduğu manyetik dipollerin yörünge açılma momentumu ve spin yörünge etkileşimi azalır. Buda manyetik anizotropiyi azaltacağından soğurma miktarı azalacaktır bu etki ileri kesimlerde detaylı olarak tartışılacaktır.

Literatürde Manyetik anizotropi sabitini değiştirmekte kullanılan bir diğer yöntem ise malzemeleri nano boyutta kullanmaktır. C. Pullar ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada nanoçubuk baryum ferrit malzemelerde çubuk çapı azaldıkça soğurma frekansının arttığı gözlenmiştir [16]. Bu boyuttaki azalmaya bağlı olarak arttan şekil anizotropisinin bir sonucudur.

Günümüzde pek çok ülke milli mikrodalga soğurucu malzemelerini geliştirmek için çalışmaktadır. Bunun yanı sıra ülkelerin uygulamakta olduğu elektronik cihazların yayınladığı elektromanyetik radyasyona ve hassas cihazların elektromanyetik etkileşim korumasına yönelik kısıtlamalar ileri teknoloji şirketlerini bu konuda araştırma yapmaya yöneltmiştir.

Yürütülmekte olan bu çalışmaların sonucu olarak mikrodalga soğurucu malzemeler boya, plaka ya da ince film gibi pek çok formda hazırlanabilmektedir [17, 18, 19, 20]. Ancak en önemli sorunların başında soğurma bant aralığı gelmektedir. Bu nedenle genellikle birden çok farklı malzeme bir matris içerisinde dağıtılarak hazırlanan kompozit yapılar kullanılmaktadır [21] [22]. Kompozit yapıda kullanılan malzemelerin türüne, yapısına ve bir araya getiriliş şekline bağlı olarak mikrodalga soğurmanın nedeni, türü ve miktarı değişmektedir.

Günümüzde Mikrodalga bölgesinde kullanılan soğurucu malzemelerin başında ferritler, metalik demir, demir-karboksil [23], demir-asetat [24] gibi bileşikler, CoFe [25], gibi alaşımlar ve C60 [26], karbon nanotüp [27] gibi nano yapılar gelmektedir. Ancak demir bileşikleri uzun süreli olarak atmosfere açık kaldığında bozularak oksitlenmektedir. Metal alaşımlarında ise yüksek frekanslı elektrik alan altında yüzey akımlarının (eddy akımları) oluşması elektromanyetik dalganın yüzeyden saçılmasına dolayısıyla soğurmada azalmalara neden olmaktadır. Karbon tabanlı nano yapıların kullanılması ise hem pahalı hem de uygulaması zor bir süreçtir. Oysa Kobalt ferrit, baryum-ferrit, stronsiyum-ferrit gibi ferrit yapıların görece yüksek kalıcı mıknatıslanmaya ve koersiviteye sahip olması [28] [29] bir avantaj olarak ön plana çıkar. Yüksek kalıcı mıknatıslanma ve koersivite, yüksek anizotropinin dolayısıyla dış alandan soğrulacak yüksek miktarda enerjinin bir göstergesidir. Bunun dışında ferritlerin sahip oldukları kristal yapı sebebiyle kontrol edilebilir bir manyetik yapıları olması Ferrit yapı içerisinde farklı alt örgülerde bulunan farklı divalent metal iyonlarının çeşitli etkilerle yer değiştirmesi manyetik özellikleri etkiler [30] [31]. Buna en güzel örnek çinko-ferrittir. Çinko-ferrit net manyetik momenti sıfır olan bir malzemedir ve normal spinel davranış sergilerler. Ancak stres altında çinko ve demir iyonlarının yer değiştirmesi sonucu ferrimanyetik özellik göstermeye başlar [30]. Bunun sonucu olarak kristal örgü içerisinde farklı değerlikli atomların ne kadarının yer değiştirdiğine bağlı olarak

malzemenin sahip olduđu anizotropi deęiřir ve dıř alandan ne kadar enerji soęrulacaęı ve bu soęurmanın hangi frekansta olacaęı deęiřir.

Ayrıca ferritlerin yüksek elektriksel dirençleri eddy akımlarının oluşumunu engellediğinden yüksek frekans uygulamalarında kullanılabilir. Kimyasal dayanımları yüksek [32] kimyasal olarak kararlı, sıcaklıkla uzama katsayıları ise düşüktür [32] bu nedenle dıř ortamda, araç ve bina kaplamalarında kullanılabilirler.

Ferritler literatürde pekçok yöntemle hazırlanmış ve mikrodalga soęurma uygulamalarında çokça kullanılmışlardır. Bu yöntemlerin başında solvo-termal yöntem [33, 34], sol-gel [35-37], asal gaz yoęuřturma ve mekanik öğütme [38-42] gelmektedir. Solvo-termal yöntem ve sol-gel gibi kimyasal yöntemlerde kristalit büyüklüğü ve řekli kolaylıkla kontrol edilebilir ayrıca kristalit büyüklüğü dağılımı da oldukça keskindir. Örnek üzerinde stres oluşmaz. Bu nedenle parçacık büyüklüğü, řekli, kristal yapı gibi parametrelerin fiziksel özelliklere etkilerinin incelenmesi için oldukça uygun örnek hazırlama yöntemleridir. Ancak uygulaması zor ve hassas yöntemlerdir. Yüksek miktarda malzeme hazırlamaya uygun deęildir. Sentez sonrası atık ürün göreceli olarak çoktur. Bu nedenlerden ötürü ticari uygulamalar için uygun deęildir. Yüksek miktarda örnek hazırlamaya uygun olan asal gaz yoęuřturma sistemi ise karmařık ve kullanması zor bir sistemdir ayrıca ilk kurulum maliyeti oldukça yüksektir. Mekanik öğütme yöntemi oldukça basit bir prensibe sahip olup elde edilen malzemenin kristalit büyüklüğü dağılımı ve kusur oranları oldukça yüksektir [30] [43]. Doğası gereği öğütme süresine baęlı olarak örnek üzerinde yüksek miktarda stres oluşur [44] [45]. Fakat öğütme sırasında, öğütme parametrelerine baęlı olarak elde edilen ara ürünler çok deęiřtiğinden ve etkin parametre sayısı (25) fazla olduğundan optimize edilmesi zordur. Ancak optimize edildikten sonra kolay ve fazla miktarda örnek hazırlanabilen bir yöntemdir. Bu nedenle ticari uygulamalar için oldukça önemli avantajları vardır.

Mikro dalga soęurma uygulamalarında en çok kullanılan ferritler, hekzagonal ferritler olan kobalt ferrit ve baryum-ferrittir. Yapılan çalışmalarda kobalt-ferrit yapısı için 1-6 GHz aralığında soęurma gözlenmiştir [46] [47]. Baryum-ferritin ise 6-8 GHz aralığında bir rezonans pikine sahiptir [48] [18]. Ancak bu piklerin konumları ve řiddetleri çeřitli etki ve yöntemlerle deęiřtirilebilir. Bunların başında boyut etkisi gelmektedir. Örneğin Gahong ve arkadaşlarının yaptıęı çalışmada

baryum-ferrit mikroteller için tel çapındaki azalmaya bağlı olarak soğurma rezonans frekansında arttığını gözlemiştir [49].

Soğurma rezonans frekansını değiştirmenin bir başka yöntemi ise kristal örgü içerisine yabancı atomlar ekleyerek manyetik etkileşimleri değiştirmektir. Bu ferrit yapısını oluşturan demir iyonlarının bir kısmının yerine bir başka divalent iyon ekleyerek olabileceği gibi metal atomlarının bir kısmını farklı bir başka divalent iyonla değiştirilerekte yapılabilir. Yapıya farklı bir tür atom eklenmesi atomlar arası uzaklıkları, örgü parametrelerini ve spin-spin/spin-örgü etkileşimlerini değiştireceğinden hem kristal hem de manyetik yapıda strese neden olur. Bunun sonucu olarak manyetik anizotropide artış gözlenir. Bu etki literatürde pek çok çalışmada soğurma frekansını değiştirmek için kullanılmıştır [50] [51].

Kristalit boyutunun soğurma karakterine etkisi nano boyuta gidildikçe kristalit boyutu azaldıkça rezonans soğurma frekansının arttığı gözlenmiştir [52] [53]. Bunun başlıca nedeni nano boyuta gidildikçe artan manyetik anizotropi katsayısı ve kusurlardır. Bu nedenle son yıllarda mekanik öğütme yöntemiyle hazırlanan nanoyapılar mikrodalga soğurucu malzeme olarak kullanılmaya başlanmıştır. Böylelikle mekanik öğütme yönteminin en büyük dezavantajı gibi görülen parçacık dağılımının büyük olması bir avantaja dönüştürülmüş ve soğurma frekans aralığı arttırılmıştır [54].

Bu çalışma kapsamında da bu etki bir avantaj olarak değerlendirilmiş ve mekanik öğütme yöntemiyle geniş frekans aralığında çalışabilecek mikrodalga soğurucu malzemeler hazırlanmıştır. Bu amaçla literatürden farklı olarak metallere başlanarak farklı f gurubu metaller (Gd, Sm, Nd) katkılanmış baryum ferrit nanokristalit yapılar hazırlanmış ve x-ışını toz difraksiyonu, TGA gibi yöntemlerle yapısal özellikleri belirlenmiştir. Bu yapılardan Sm katkılı olanlar kararlı olarak elde edilemese de literatürde ilk defa Gd ve Nd un demir iyonu yerine baryum-ferrit yapısına kararlı olarak girdiği görülmüştür.

Ayrıca mekanik öğütme gibi yüksek miktarda yapısal kusurlara neden olan malzeme hazırlama tekniklerinde oluşan bu kusurlar malzemenin manyetik özelliklerini dolayısıyla da mikrodalga soğurma özelliklerini etkilemektedir. Bu nedenle x-ışını fotoelektron spektroskopisi gibi elementlerin bağlanma enerjilerinin belirlenebildiği analiz yöntemleri kullanılarak yapı analizleri desteklenmiştir.

Oluşan $BaFe_{12}O_{19}$, $BaGd_2Fe_{10}O_{19}$ ve $BaNd_2Fe_{12}O_{19}$ yapıları farklı tanecik büyüklüklerinde hazırlanarak yapısal ve fiziksel analizleri SEM, TEM ve VSM ölçümleriyle desteklenmiştir.

Örneklerin temel manyetik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla değişen manyetik alana bağlı manyetizasyon ve sıcaklığa bağlı manyetizasyon ölçümleri VSM (Quantum Design PPMS) yardımıyla alınmıştır. Ferromanyetik Rezonans ölçümleri yardımı ise örneklerin jromanyetik oranları hesaplanmıştır.

Örneklerin mikrodalga soğurma özelliklerinin incelenebilmesi amacıyla mikrodalga ölçüm teknikleri arasından örneklere uygunluğu ve ölçüm kolaylığından dolayı “koaksiyel yansıma/geçirme iletim hattı” yöntemi seçilmiştir. Örnekler bu yönteme uygun şekilde paketlenmiş ve 8-14 GHz aralığında frekansa bağlı yansıma kayıpları (S_{11}) ve geçirme kayıpları (S_{21}) “Vector Network Analyzer (VNA)” kullanılarak belirlenmiştir ve literatürde ilk defa Gd ve Nd atomlarının baryum ferrit yapısına girmesiyle soğurma miktarında artış gözlenmiştir. Örneklerin ölçüme uygun olarak paketlenmesi sırasında örneklerin bir birleştirici matris içerisinde dağıtılması gerekmektedir. Bu amaçla ağaç tutkalı kullanılmıştır ve bu tutkalın ölçümlere etkisinin anlaşılması amacıyla örnekler tutkalla farklı oranlarda karıştırılarak ölçüm sonuçları kendi içerisinde karşılaştırılmıştır.

2. KURAMSAL BİLGİ

2.1. Manyetizma; Temel Tanımlamalar

Manyetizma kelimesi bir antik çağ yerleşkesi olan ve Türkiye topraklarında bulunan Manyesia bölgesinden gelmektedir [55]. Bunun nedeni bilinen ilk kalıcı mıknatıs olan manyetitin (Fe_3O_4) bu yörede yoğun olarak bulunmasıdır. Manyetit mineralinin demiri çektiği ve demirinde bu malzemeyle yeterince ovulduğunda mıknatıslandığı antik çağlardan beri bilinmektedir.

Manyetizma hakkındaki ilk gerçek bilimsel çalışmalar William Gilbert tarafından 1500'lü yıllarda yapılmıştır [55]. 1825 yılında ilk elektromanyet üretilene değin, mıknatıs üretmekte antik çağdan beri bilinen yöntemler kullanılmıştır. Elektromanyetlerin üretilmesi ve yüksek manyetik alanlara çıkılabilmesi ile manyetizma hakkındaki araştırmalar günümüzdeki konumuna hızla ulaşmıştır

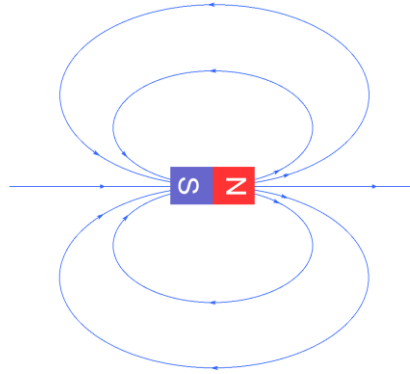
Bu tez kapsamında hazırlanan malzemelerin manyetik özellikleri mikrodalga soğurma özellikleri ile doğrudan ilgili olduğundan bu kesimde mikrodalga soğurma

özelliklerinin açıklanmasında gerekli olan temel manyetizma terimleri tartışılacaktır.

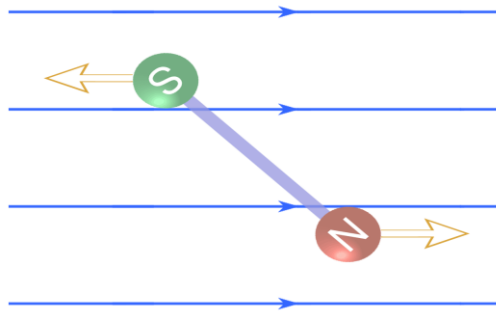
2.1.1. Manyetik Dipol

Manyetik alanlar her biri kuzey ve güney kutuplarına sahip dipoller halinde gözlenirler (Şekil 5). Bir kapalı akım halkasının ya da birbirinden r kadar uzakta yerleşmiş iki zıt manyetik kutbun üzerinde dış manyetik alandan dolayı oluşan torku sabit tutarken fiziksel boyutlarını sıfıra gidecek şekilde küçültürsek elde edilen fenomen manyetik dipol olarak adlandırılır. Dolayısıyla manyetik dipol manyetizasyonun temel büyüklüğüdür.

Manyetik dipollerin zıt kutupları birbirini çekerken aynı kutupları birbirini iter. Bu nedenle bir başka manyetik alan içerisine yerleştirilmiş bir manyetik dipol daha düşük enerjiye sahip -daha kararlı- olabilmek adına dış manyetik alanla paralel doğrultuda yönelme eğilimi gösterir (Şekil 6) [55].



Şekil 5 Manyetik dipol



Şekil 6 Manyetik alan altında manyetik bir dipolun hareketi

2.1.2. Manyetik etkileşimler

2.1.2.1. Manyetik Dipolar Etkileşim

İki manyetik dipol (μ_1 , μ_2) birbirinden r kadar uzaktaysa birbirlerine göre durumlarından dolayı bir enerjiye sahip olurlar sahip oldukları enerji

$$U = \frac{\mu_0}{4\pi r^3} \left[\mu_1 \cdot \mu_2 - \frac{3}{r^2} (\mu_1 \cdot r)(\mu_2 \cdot r) \right]$$

şeklinde verilebilir. Burada r dipoller arasındaki uzaklıktır ve bu enerji 10^{-23} j mertebesinde dir dolayısıyla yaklaşık 1 K sıcaklığa karşılık gelir. Dolayısıyla bu etkileşim ancak çok düşük sıcaklıklarda ya da birbirlerine çok yakın iki dipol için etkindir [56].

2.1.2.2. Değiş-tokuş Etkileşimi

Değiş-tokuş etkileşimi uzun erimli manyetik bir etkileşimdir. İki elektron ele alalım. Bu iki elektron arasındaki uzaklık sonlu bir değerde olduğunda bu elektronlara karşı gelen dalga fonksiyonları birbirinden bağımsız yazılamaz. Dolayısıyla Dalga fonksiyonlarının çözümleri de birbirine bağlı olmak zorundadır. Dalga fonksiyonları yazılır ve çözülür ise sahip oldukları enerjiye karşı gelen enerji hamiltoniyenin

$$H = -2jS_1 \cdot S_1$$

şeklinde değiştiğini görürüz. Burada S_1 ve S_2 elektronların spinleri j ise bir sabit integralidir. Bu durum bize enerjiyi minimize etmek için spinlerin J integralinin değerine bağlı olarak paralel ya da antiparalel durmaları gerektiğini göstermektedir [55] [56].

Eğer etkileşen spinler komşu iki atom arasındaysa bu durum direkt değiş tokuş etkileşimi olarak adlandırılır. Ancak direkt değiş tokuş etkileşimi genellikle malzemelerin manyetik özelliklerini belirlemede etkin değildir. Bunun nedeni çekirdeğe sıkı bağlı elektronların çekirdekten uzaklıklarının atomlar arası mesafeye göre oldukça kısa – onda biri – olmasıdır. Bu mesafeler göz önüne alındığında d grubu ya da f grubu metaller için manyetik özellikleri açıklamak oldukça zorlaşır. Bu nedenle bu malzemelerde iletim bandındaki elektronlarında etkilerini dikkate almak gerekir.

Bazı iyonik katılarda (oksitler, floritler vb.) metal iyonları arasında doğrudan komşuluklar olmamasına karşın ferromanyetik ya da antiferromanyetik etkileşimler gözlenebilir. Bu malzemelerde spinler arası uzaklıklar direkt değiş tokuş

etkileşiminin etkin olamayacağı kadar uzundur. Bu durumda gözlenen etkileşim indirekt deęiş tokuş ya da süper deęiş tokuş etkileşimi olarak adlandırılır ve iki metal iyonunun, eşlenmemiş elektronu bulunmayan bir atomun (oksijen, flor, vb.) orbitalleri üzerinden etkileşmesi sonucu ortaya çıkar. Bu nedenle bu etkileşimde etkileşimi sağlayan atomdaki spin orbital etkileşimleri önemlidir ve bu etkileşim ne kadar güçlüyle süper deęiş tokuş etkileşimi de o kadar güçlü olacaktır [56].

Metallerde ise eşlenmemiş elektronu bulunmayan atomun yerini iletim bandındaki elektronlar alır. Bu etkileşim RKKY (Ruderman, Kittel, Kasuya, Yosida) etkileşimi olarak da adlandırılır [56]. Bu etkileşimde metal iyonu üzerindeki sıkı baęlı eşlenmemiş elektron iletim bandındaki yarı serbest elektron bulutu içerisinde bir polarizasyon (polaron) oluşturur. Bu polarizasyon yakındaki dięer sıkı baęlı eşlenmemiş elektronla etkileşir ve sonuç olarak iki sıkı baęlı elektron indirekt olarak etkileşmiş olur.

2.1.3. Manyetik Anizotropi

Manyetizasyon eğrisinin şeklini belirleyen önemli etkilerden biri manyetik anizotropidir. Manyetik anizotropi en basit haliyle manyetik özelliklerin ölçülme yönüne baęlı olması anlamına gelir. Manyetik anizotropinin açıklanabilmesi ticari manyetik malzemeler için önemlidir. Anizotropinin pek çok çeşidi vardır. Bunların başında kristal anizotropisi, şekil anizotropisi ve deęiş tokuş anizotropisi gelir.

Yukarıda belirtilen anizotropilerin temel kaynaęı ise manyetik dipollerin kendi arasında ve kristal örgü ile aralarındaki etkileşimlerdir.

2.1.3.1. Kristal Anizotropisi

Kristal anizotropisinin temel nedeni simetrik olmayan kristal örgü ve spin-yörünge etkileşiminin varlığıdır.

Eęer Fe^{+3} , Mn^{+2} iyonlarındakine benzer şekilde eşlenmemiş elektronların bulunduğu atomik orbitallerin açısai momentumu sıfır ($L = 0$) ise bu durumda örgü simetrisi ne olursa olsun orbitaller her yöne yönelebilir. Ancak orbitallerin açısai momentumu sıfırdan farklı ise atomik orbitaller dolayısıyla manyetik dipoller Fe^{+2} , Co^{+2} iyonlarındakine benzer şekilde örgü içerisinde simetrisinin düşük olduęu yönde yönelmeyi tercih ederler. Bu yönelim kolay eksen olarak, bu etkileşim ise spin-yörünge etkileşimi olarak adlandırılır. Manyetik dipolleri bu yönden farklı bir yöne yönlendirebilmek için bir enerji gereklidir ve kristal anizotropi enerjisi olarak

adlandırılır. Atomik orbitallerin açıl momentumu yani spin-yörünge etkileşimi arttıkça bu enerji artacaktır. Bu nedenle f gurubu elementlerde (L=3) bu enerji çok yüksektir [57]. Kristal anizotropi enerjisi

$$U = k_1 \sin^2 \theta + k_2 \sin^4 \theta + k_3 \sin^6 \theta + \dots$$

Şeklinde verilebilir. Burada k_1 , k_2 , k_3 anizotropi katsayılarıdır, θ ise kolay eksenle manyetik moment (spin) arasındaki açıdır [56].

2.1.4. Ferro/ferrimanyetizma

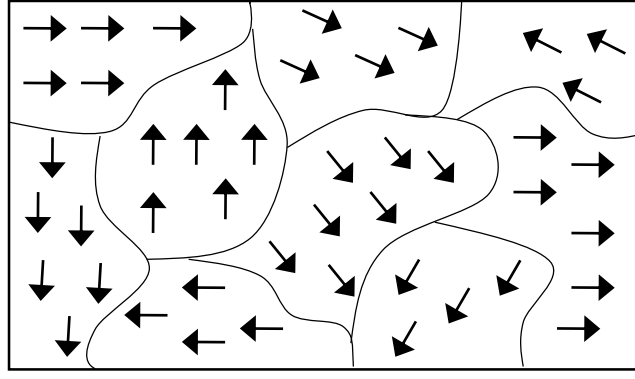
Temelde diamanyetizma dışındaki tüm manyetizma türlerinde olduğu gibi Ferro/ferrimanyetizmanın kaynağı da elektronların spinlerinden dolayı sahip oldukları manyetik dipollerdir. Ancak ferromanyetik malzemelerde atomların manyetik momentleri bir dış manyetik alan olmaksızın kısa erimli de olsa aynı yöne yönelme eğilimindedirler [58]. Bu eğilim değiş-tokuş etkileşimiyle açıklanır.

Bu durumdaki elektronların enerji hamiltoniyeni

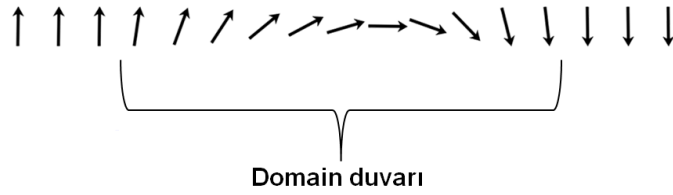
$$H = - \sum_{ij} J_{ij} \mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j + g \mu_B \sum_j \mathbf{S}_j \cdot \mathbf{B}$$

şeklinde yazılabilir. Buradaki ilk terim spinlerin birbiri ile olan değiş-tokuş etkileşim enerjisini verirken ikinci terim ise dış manyetik alandan (B) kaynaklı enerjiyi vermektedir. Burada ferromanyetik etkileşim için en yakın komşuluğa karşı gelen değiş tokuş sabiti ($J_{n(n-1)}$ yada $J_{n(n+1)}$) pozitif olmalıdır.

Bu etkileşim ferromanyetik malzemelerde manyetik momentlerin kısa erimli de olsa aynı yönde yönelmelerine neden olur. Aynı yöne yönelmiş manyetik momentlerin oluşturduğu guruplara “manyetik domain” adı verilir [55]. Manyetik domainler her ne kadar aynı yöne yönelmiş manyetik momentlerden oluşsa da malzeme içersindeki manyetik domainler rastgele yöneldiğinden net manyetizasyon paramanyetik malzemelerde olduğu gibi sıfırdır (Şekil 7). Farklı yöne yönelmiş manyetik domainleri ayıran yüzeye “domain duvarı” adı verilir (Şekil 8) [55].

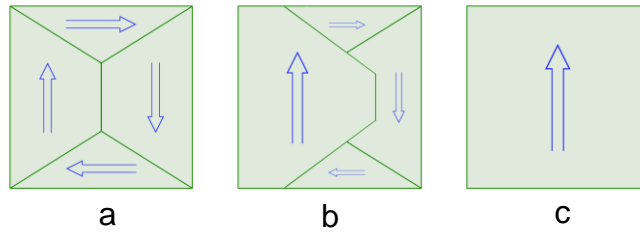


Şekil 7 Ferromanyetik bir malzemede domain yapısı



Şekil 8 Domain duvarı ve bu bölgedeki manyetik momentler

Bu özelliği gösteren bir malzeme bir dış manyetik alan içersine konulduğunda manyetik domainler dış manyetik alan yönünde yönelmeye ve domain duvarları kaybolmaya başlar (Şekil 9). Bu durumda dış alan kaldırıldığında domainler yeniden eski durumlarına dönemez ve dış manyetik alan olmadığı halde net bir manyetizasyon yani malzemede kalıcı bir mıknatıslanma gözlenir.



Şekil 9. Manyetik domainler a) Dış manyetik alan sıfır b) dış manyetik alan sıfırdan farklı c) daha büyük bir dış manyetik alan altında

Ferromanyetik malzemeler bu özelliklerini ancak bir kritik sıcaklığın altındaki sıcaklıklarda gösterirler. Bu sıcaklığa "Curie sıcaklığı (T_c)" adı verilir [58]. Bu sıcaklık her ferromanyetik malzeme için farklıdır ve bu malzemeler bu sıcaklığın üzerinde paramanyetik özellik gösterir.

2.1.5. Değişen Alanlar Altında Manyetik Özelliklerin Değişimi

2.1.5.1. Manyetik Alınganlık

Bir malzeme içersinde oluşan manyetik alanın (B) dışarıdan uygulanan manyetik alana (H) oranına malzemenin manyetik duygunluğu (χ) adı verilir.

$$\chi = \frac{d\vec{B}}{d\vec{H}}$$

Dış manyetik alan altında malzeme içersinde oluşan manyetizasyon manyetik duygunluğun sıfırdan farklı olmasının temel nedenidir [56].

Bu durumda malzemedede depolanan manyetik enerji

$$U = \frac{1}{4\pi} \int \vec{H} \cdot d\vec{B}$$

Şeklinde verilir. Ancak yüksek hızda deęişen bir manyetik alan altında yüksek manyetik anizotropiye sahip malzemelerde manyetik momentler dolayısıyla manyetizasyon dış alanı takip etmekte zorlanabilir. Bu durumda örnek içersindeki net manyetik alan ile dışarıdan uygulanan manyetik alan arasında bir faz farkı (δ) oluşur. Bunun sonucu olarak manyetik alınganlık ancak bir tensör yardımıyla ifade edilebilir.

Dışardan uygulanan alan $H = |H|\sin\omega t$ şeklinde deęişiyorsa iç manyetik alan

$$B = |B|\sin(\omega t + \delta) = |\chi H|\cos\delta\sin\omega t - |\chi H|\sin\delta\cos\omega t$$

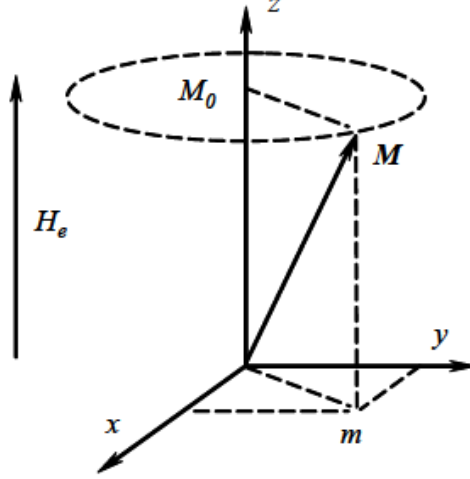
Şeklinde deęişecektir [56]. Uygulanan alanla aynı fazda olan $B = |B|\cos\delta$ depolanan maksimum enerjiyle orantılıdır. Uygulanan alana dik olan $B = |B|\sin\delta$ bileşeni ise dış alandan soęrulan enerjiyi verir. Malzeme içersindeki manyetik momentleri kolay eksenden ayırmak için gerekli enerji arttıkça manyetik momentler dış alanı izlemekte zorlanacaktır. Bir başka deęişle manyetik anizotropi arttıkça dış alandan soęrulan enerji artacaktır.

2.1.5.2. Ferromanyetik Rezonans

Bir manyetik alan altında manyetizasyonun kolay eksen etrafında yaptığı salınım (presesyon)

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -\gamma \vec{M} \times \vec{H}_{eff} - \frac{\lambda}{M^2} \vec{M} \times (\vec{M} \times \vec{H}_{eff})$$

şeklinde tanımlanabilir. Burada γ jromanyetik oran λ ise sönüm sabiti olarak adlandırılır [59].



Şekil 10. Dış manyetik alan altında manyetik moment

Bu eşitlik küresel bir parçacık için çözüldüğünde dışarıdan uygulanan sabit bir alan altında salınım frekansının

$$f = \frac{\gamma H}{2\pi} + f_0$$

Şeklinde değiştiği görülür buna “Kittel formülü” adı verilir. Burada f_0 doğal rezonans frekansı olarak adlandırılır [59].

2.2. Nanoyapılar ve Nanoteknoloji

Gümümüzde bütün gelişmiş ülkeler ve teknoloji şirketlerinin bir numaralı yatırım alanı olan nanoteknoloji hemen hemen her üniversitede pek çok bilim dalının ve çok geniş gurupların çalışma konusu haline gelmiştir. Temel amaç nano boyutlara inildikçe gözlenen radikal değişimleri açıklanmanın yanısıra teknolojik uygulamaların önünü açmaktır. Ancak gerçekte nanoyapılar nedeni ve nasılı sorgulanmadan binlerce yıldır insan hayatında yer almaktadır. Bunun en güzel örneklerinden biri milattan önce 400 yılına tarihlenen Lycurgus bardağıdır. Bu bardak yapıldığı cam içerisindeki altın nanoparçacıkları nedeniyle dikromik etki göstermektedir ve gözlemciye ulaşan ışığın cam içerisinden mi yoksa yüzeyinden yansiyarak mı geldiğine bağlı olarak farklı renkte gözlenir. Michael Faraday 19.

Yüzyılda bu etkiyi açıklamaya çalışmış ve 1857 yılında koloidal altın parçacıklarının renginin parçacık büyüklüğüne bağlı olarak değişebileceğini öngörmüştür. Ancak yirminci yüzyılın başına dek malzemelerin temel özelliklerinin kristal yapıları, kristalit ve parçacık büyüklüklerine bağlı olduğu bilinmesine karşın bu bağlantının doğrudan gözlenebilmesi mümkün olmamıştır. 1912 yılında Max von Laue'nun x-ışınlarının kristal yapının dolaylı olarak gözlenmesinde kullanılabileceğini ortaya koymasıyla kristal yapının malzemelerin fiziksel özelliklerine etkisi incelenebilir hale gelmiştir [60]. 1916 yılından sonra ise Peter Debye, Paul Scherrer ve Albert Hull tarafından geliştirilen x-ışını toz difraksiyonu yöntemi sayesinde kristalit büyüklüğünü dolaylı olarak hesaplanabilmiştir [61]. Bu sayede kristalit büyüklüğünün fiziksel özelliklere etkisi incelenmiştir. Ancak nanoteknolojide ki asıl atılım 1928 yılında elektron mikroskoplarının geliştirilmeye başlamasıyla yaşanmıştır (Şekil 11). 1950'li yıllardan sonra elektron mikroskoplarının çözünürlüklerinin giderek artmasıyla malzemeyi oluşturan kristalitler doğrudan gözlenebilmiştir. Bu malzemelerin fiziksel özelliklerinin mikro yapılarına nasıl bağlı olduğunun açıklanabilmesini böylelikle nano yapıların avantaj ve dezavantajların belirlenebilmesini sağlamıştır.



Şekil 11 1950 Model Elektron Mikroskobu



Şekil 12 Taramalı Tünelleme Mikroskobu

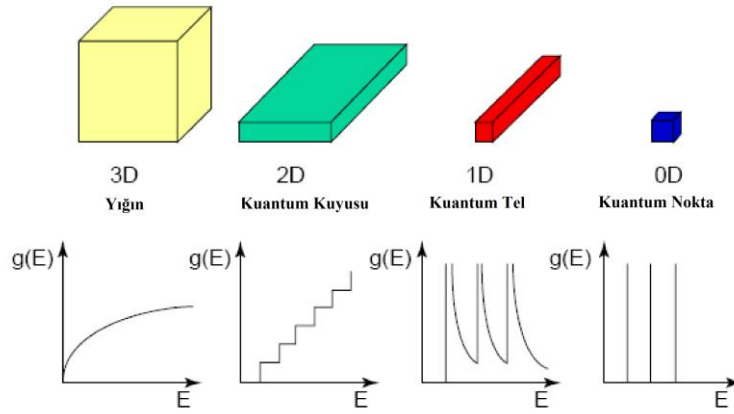
Ancak elektron mikroskoplarının kurulum ve işletilmesindeki yüksek maliyet bu atılımı kısıtlamıştır. 1981 yılında IBM Zürich laboratuvarlarında Gerd Binnig ve Heinrich Rohrer tarafından taramalı tünelleme mikroskobunun geliştirilmesiyle nano boyutlar çok daha düşük maliyetler ile gözlenebilir hale gelmiştir. Bu nanoyapılar ve nanoteknolojiler üzerine çalışan araştırmacıların hızla artmasına neden olmuş ve bu alanlardaki çalışmalar çok büyük bir ivme kazanmıştır.

Bu sayede günümüz gelişen teknolojilerinde nanoyapılar bilimde ve teknolojiye bugüne değin mümkün olmayacağı düşünülen pek çok şeyi öngörülebilir ve hatta yapılabilir kılmıştır. Bugün sanayide ihtiyaç duyduğumuz pek çok özelliği yığın malzemeler sağlayamamaktadır. Oysa nano boyutlara inildikçe malzemelerin özellikleri radikal şekilde değişmektedir. Örneğin nano boyutlara gidildikçe elektron/holelerin ve fononların serbest yolları dolayısıyla mobiliteleri değiştiğinden metallerin elektriksel ve ısı iletkenliği önemli ölçüde etkilenmektedir [62] [63]. Benzer şekilde nano boyutlara gidildikçe malzeme içerisinde oluşabilecek plazmonların dalga fonksiyonlarının değişmesi ve dolayısıyla enerjilerindeki değişimler örnek içerisinde soğrulabilecek foton enerjilerini değiştirir bunun sonucu olarak düşük boyutlara gidildikçe malzemelerin renklerinde değişimler görülür [64]. Tüm bu ve bunun gibi değişimler ihtiyaç duyduğumuz pek çok özelliği bize sunmaktadır. Bundan dolayı günümüzde boya sanayinden tıbbi uygulamalara uzay sanayinden arıtma sistemlerine kadar pek çok konuda nanoparçacıklar kullanılmaktadır.

Nano boyutlara inildikçe ortaya çıkan iki temel etki bu değişimleri temel nedenidir. Bu etkiler kuantum boyut etkisi ve yüzey-hacim oranı değişimidir.

2.2.1. Kuantum Boyut Etkisi

Nano boyutlara gidildikçe elektronlar, fononlar, magnonlar gibi temel parçacıkların serbest yollarında oluşan kısıtlamalar bu yapıların dalga fonksiyonlarını da etkiler ve girilebilir durumlar enerjiye bağımlı hale gelir. Bunun sonucu olarak bulunabilecekleri enerji düzeylerinde kısıtlamalar oluşur (Şekil 13). Şekilden de görüldüğü gibi yığın halde enerji bantları boyut küçüldükçe atomun enerji düzeylerinde olduğu gibi quantalı olmaktadır.



Şekil 13 Kuantum boyut etkisi

Sıfır boyutlu bir malzeme içinde bulunan (nanoparçacık) bir parçacık için enerji

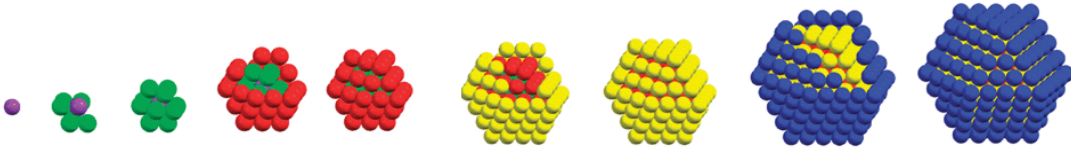
$$U = \frac{\hbar^2}{2m} \left[\left(\frac{2\pi}{L_x} n_x \right)^2 + \left(\frac{2\pi}{L_y} n_y \right)^2 + \left(\frac{2\pi}{L_z} n_z \right)^2 \right]$$

şeklinde verilebilir [65]. Burada L seçilen doğrultudaki parçacık boyutu m parçacığın kütlesi n ise bir tam sayıdır. Görüldüğü gibi boyuttaki kısıtlamalar kristal içerisinde temel parçacıkların enerji değerinin kesikli değerler almasına neden olur. Bu tür parçacıkların bulunabilecekleri enerji düzeyleri çevreleriyle nasıl ve ne düzeyde etkileşeceklerinin bir ölçütü olduğundan kristal yapı içerisindeki etkileşimler ve malzemenin çevresel etmenlere verdiği tepkiler değişecektir [66].

2.2.2. Yüzey-Hacim Oranı Değişimi

Polikristal bir malzeme herbirinin boyutları birkaç nanometreden başlayıp onlarca mikron boyutuna kadar ulaşabilen kristalit bölgelerden ve bu bölgeleri birbirine

bağlayan kristalit yüzeylerinden oluşur. Bir kristalit içerisindeki atomlar simetrik bir kristal potansiyeli içerisinde yer alırken yüzeydeki atomlar ara yüzeydeki süreksizlikten kaynaklanan ve simetrik olmayan bir kristal alana maruz kalırlar. Bunun sonucu olarak bir etki altında hacim içerisindeki atomların davranışları ile yüzey atomlarının davranışları birbirinden farklı olacaktır. Yığın malzemelerde kristalit yüzeylerinde bulunan atomların sayısı toplam atomların milyonda birinden daha az olabilir. Bu nedenle yığın malzemelerde yüzeylerden kaynaklanan etkiler göz ardı edilebilecek kadar küçüktür. Oysa kristalit/parçacık boyutu küçüldükçe yüzey hacim oranı dolayısıyla da yüzeydeki atom sayısı hızlı şekilde artar (Şekil 14). Yüzey atomlarının artmasıyla da yüzeydeki etkileşimler malzemenin fiziksel özelliklerini belirlemede etkin hale gelir. Bu duruma altının kaynama sıcaklığı örnek verilebilir. Bir kristalin yüzeyindeki atomlar hacim atomlarına göre daha az komşu atoma sahip olduğundan üzerlerine etki eden kohezyon kuvveti daha düşüktür. Parçacık büyüklüğü küçüldükçe yüzey atomu başına düşen hacim atomu azaldığından kohezyon kuvveti daha da düşer ve buda atomların yüzeyden daha kolay kopmasına yani kaynama sıcaklığındaki azalmaya neden olur. Yüzey etkileri manyetik nanomalzemelerde de etkindir. Manyetik malzemelerde yüzeydeki manyetik momentler yüzeyden dışarı doğru yönelmeyi tercih eder bunun sonucu olarak dış manyetik alan yönünde yönelebilen manyetik moment sayısı azalacaktır. Bu durum yüzey hacim oranı arttıkça doyum manyetizasyonunda azalma olarak karşımıza çıkar. Yüzey etkilerinin manyetik özelliklere ve dolayısıyla elektromanyetik soğurma özelliklerine etkisi ileriki kesimlerde daha detaylı tartışılacaktır.



Şekil 14 Yüzey-Hacim atomları

2.3. Mikrodalgalar; Temel Tanımlar

Mikrodalgalar elektromanyetik spektrumun 0,1 cm ile 10 cm aralığını kapsayan elektromanyetik dalgalardır. Mikrodalga kelimesi ilk olarak 1931 yılında kullanılmasına karşın mikrodalgaların ticari kullanımı 1943 yılında ilk radarın yapımıyla başlamıştır. Bu tarihten itibaren de hedeften yansıyan radar sinyalinin

azaltılabilmesi için teknikler geliştirilmeye başlanmıştır. Temelde dört farklı yöntemle bir yüzeyden yansıyan mikrodalga miktarı azaltılmaktadır; yansıma kaynağının şekillendirilmesi, soğurucu malzemeler, pasif ve aktif engelleme. Bu yöntemlerden ilk ikisi hem uygulaması hem de geniş dalga boyuna uygunluğu nedeniyle geçmişte ve günümüzde tercih edilmiş ve edilmektedir [67].

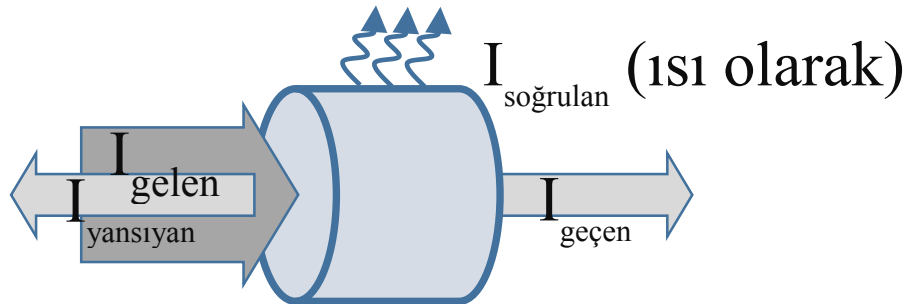
Radar yani mikrodalga soğurucu malzemelerin ilk örneği ikinci dünya savaşında Almanların denizaltı periskoplarını radarlardan gizlemek için kullandıkları soğurucu malzemelerdir.

O tarihten günümüze mikrodalgaların kullanıldığı alanlar giderek artmasına karşın 1980'li yıllara değin soğurucu malzemeler pek çalışılmamıştır. Ancak bu tarihten itibaren ilk radarda görünmeyen uçakların ortaya çıkmasıyla mikrodalga soğurucu malzemeler yeniden gündeme gelmiş ve çok yoğun olarak araştırılmaya başlanmıştır. Günümüzde haberleşme ve yer belirlemede yoğun olarak kullanılan mikrodalgalar elektronik cihazları etkilemekte ve insan sağlığını tehdit etmektedir.

Bu nedenle günümüzde canlı ve sistemleri mikrodalgaların zararlı etkilerinden koruma ve askeri gizleme (radar soğurma) amaçlı pek çok malzeme geliştirilmekte ve teknolojide uygulanmaktadır [67].

2.3.1. Yansıma Kaybı / Geçirgenlik Kaybı

Bir elektromanyetik dalga uzayda yayılırken karşılaştığı süreksizlikler yani optik empedanstaki değişimler yansımalara sebep olur. Dolayısıyla elektromanyetik dalga uzayda sonlu uzunlukta soğurucu bir ortamla karşılaştığında bir kesri yansırken bir kesri ortamı geçerek yoluna devam edecektir. Ancak enerjinin bir bölümünde ilerde ayrıntılı olarak bahsedilecek mekanizmalar yardımıyla soğurulacaktır. Yansıyan, geçen ve soğrulan kesirlerin toplamı her zaman gelen elektromanyetik dalganın şiddetine eşit olmalıdır [67].



Şekil 15. Şematik saçılma diyagramı

Bu durumda yansıma katsayısı $R = \frac{I_{yansiy\u00e7an}}{I_{gelen}}$ ve geirme katsayısı ise $T = \frac{I_{geen}}{I_{gelen}}$ Őeklinde verilir.

Bu durum saılma matrisi ile de ifade edilebilir. İki kutuplu sonlu bir rnekte rnek kutuplarına gelen (a_n) ve bu kutuplardan ıkan (b_n) sinyaller arasında

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix}$$

Őeklinde bir bağıntı vardır. Burada gelen ve ıkan sinyalleri birbirine baėlayan matrise S (scatter) matrisi adı verilir. Eėer rneėe yalnızca bir ynnde bir sinyal geliyorsa; $S_{11} = \frac{b_1}{a_1}$ ve $S_{21} = \frac{b_2}{a_1}$ olacaktır yani bize yansıma ve geme katsayılarını verecektir [67].

Ortam kayıplı ise S_{11} ve S_{21} in toplamı sıfırdan farklı olacaktır. Bu kayıp dB cinsinden ifade edilebilir ve

$$RL = 20 \log(S_{11}) \qquad TL = 20 \log(S_{21})$$

Őeklinde verilir [67]. Burada RL yansıma kaybı, TL ise geirme kaybıdır. Burada dikkat edilmesi gereken rneėe ulaŐan elektromanyetik dalganın eksene paralel geldiėidir. Oysa bu alıŐma kapsamında kullanılacak yntemlerde sinyal iletimi radyal doėrultuda olacaktır ve yukarıda anlatılan bağıntılar deėiŐecektir. Bu durum ilerleyen kesimlerde daha detaylı aıklanmıŐtır.

2.3.2. Soėurma Mekanizmaları

Bir elektromanyetik dalga birbirine baėımlı elektrik alan ve manyetik alan bileŐenlerinden oluŐur. Dolayısıyla Bu bileŐenlerden birinden birinin soėrulması tm dalganın soėrulması anlamına gelecektir. Bu nedenle soėurma mekanizmaları elektriksel kayıp mekanizmaları ve manyetik kayıp mekanizmaları olmak zere temelde ikiye ayrılır.

2.3.2.1. Elektriksel Kayıp Mekanizmaları

Bu mekanizmalarda ama malzemeleri oluŐturan molekllerin elektron daėılımlarındaki asimetri sonucu olarak ortaya ıkan elektriksel dipoller yardımıyla elektromanyetik dalgayı soėurmaktır.

Bu yntemler bu tezin kapsamı dıŐında olup detaylı olarak tartıŐılmayacaktır.

2.3.2.2. Manyetik Kayıp Mekanizmaları

Bu tez kapsamında yapılan çalışmaların temelini oluşturan bu kayıpların iki temel nedeni vardır.

Birinci neden manyetik spinlerin yeniden düzenlenmesi sırasında açığa çıkan enerjinin kristal yapıya ısı olarak aktarılmasıdır. Bu etkiye “Manyetik Histeri Etkisi” adı verilir ve temelde domain duvar hareketleri sonucu ortaya çıkar. Uygulanan elektromanyetik dalganın frekansına marjinal bir bağlılığı olmamakla beraber yüksek frekanslara gidildikçe azaldığı gözlenir ve soğurma ölçümlerinde arka fon soğurması olarak açığa çıkar [59].

İkinci neden ise manyetik spinlerin öz salınımlarından dolayı dış alanla etkileşirken gösterdikleri frekansa bağlı seçiciliktir [59]. Her iki etki takip eden kesimlerde daha ayrıntılı tartışılmıştır.

2.3.2.2.1. Manyetik Domainler ve Domain Duvar Hareketleri

Bir makroskobik sistemde simetrideki bozulma ya da değişim o noktada süreksizlik (singularite) yani bir duvar, kusur ya da yer değiştirme oluşması anlamına gelir. Ferro/ferrimanyetik malzemelerde en önemli süreksizlik domain duvarlarıdır [56].

Daha öncede belirttiğimiz gibi Ferro/ferrimanyetik malzemelerde spinler domain adı verilen küçük gruplar halinde dizilirler. Her bir domainin birim hacim başına net manyetizasyonu doyum manyetizasyonuna eşittir. Her bir domainin net manyetizasyonunun yönü birbirinden farklı olacağından aralarında bir süreksizlik yani domain duvarı oluşacaktır. Eğer bir domainden diğer domaine geçerken manyetik momentlerin değişim yönü domain duvarına paralel kalıyorsa buna bloch duvarı adı verilir. Ancak eğer bu değişim domain duvarına dik yöndeysse buna Neel duvarı adı verilir.

Bir domain duvarının oluşabilmesi için birim alan başına gereken enerji (σ_{bw}) ancak duvarı oluşturan spin sayısı (N) sonsuz olduğunda sıfırdır.

$$\sigma_{bw} = JS^2 \frac{\pi^2}{Na^2}$$

Burada j sabit integrali S elektronların spin kuantum sayısı a ise spinler arası uzaklıktır. Böyle bir durumda başka bir etkileşim olmadığı sürece bunun anlamı domain duvarını oluşturan spinlerin dönerek domain duvarının yok olmasıdır. Katılarda bunu engelleyen etkileşim ise manyetokristalite anizotropisidir [56].

Kristal yapı kolay eksene ve zor eksene sahiptir. Bunun anlamı bazı kristal yönelimlerinde kristali manyetize etmek kolay diğerlerinde ise zordur. Manyetik alana karşı sergilenen bu anizotropi spinlerin sahip oldukları enerjiye bir katkı getirir ve manyetokristalite anizotropisi olarak adlandırılır. Bu enerjinin kaynağı spin-orbital etkileşiminden dolayı spin açısal momentumunun kısmi serbest davranışdır ve büyüklüğü atom spin başına $10^{-8} - 10^{-3}$ eV aralığındadır. Düşük simetriye sahip kristallerde bu enerjinin değeri yüksektir [56].

Bir manyetik domainin manyetizasyonu kolay eksen yönünde yönelmeyi tercih edecektir. Ancak bir domainden diğer domaine geçerken domain duvarı içerisinde bir noktada zor eksene paralel olması gerekecektir buda enerji gerektiren bir süreçtir.

Basitçe bu anizotropi enerji yoğunluğunu daha önceki kesimlerde verildiği gibi $E_a = K \sin^2(\theta)$ şeklinde alacak olursak bir bloch duvarı için birim alan başına anizotropi enerjisi

$$\sigma_{ani} = a \sum_{i=1}^N K \sin^2 \theta d\theta \approx \frac{aN}{\pi} \int_0^{\pi} K \sin^2 \theta d\theta = \frac{aNK}{2}$$

olacaktır. Bu durumda domain duvarının birim alan başına toplam enerjisi

$$\sigma_{ani} + \sigma_{bw} = JS^2 \frac{\pi^2}{Na^2} + \frac{aNK}{2}$$

olacaktır ve artık duvar genişliği (δ) sonlu bir değer alacaktır. Denge durumunda bu genişlik

$$\delta = Na = \pi S \sqrt{\frac{2J}{Ka}}$$

Olur. Bu eşitliği kullanarak birim alan başına duvar enerjisinin düzenlersek bir manyetik domain duvarını oluşturmak ya da kaldırmak için gerekli birim uzunluk başına enerjinin

$$\sigma_{bw} = \pi S \sqrt{\frac{2JK}{a}}$$

olduğunu görürüz [56]. Burada kristal yapının değişmesi anizotropi katsayısının (K) değişmesi anlamına gelir. Eğer dışarıdan stres uygulanarak kristal yapı

parametreleri deđiştirilirse domain duvar enerjisi de deđiřecektir. Benzer řekilde dıřarıdan bir manyetik alan uygulandıđında domain duvarlarının hareketi iin gerekli enerjiyi dıřürmek adına kristal üzerinde bir stres oluřacaktır ve kristalit deformasyonu iin gerekli enerji domain duvarlarının hareket etmek iin ihtiya duyulan enerjisinden büyük oluncaya kadar bu süreç devam edecektir. Bu etkileřime manyetoelastik etkileřim adı verilir. Kristal ierisindeki kusurlar kristal üzerindeki stresi arttırdıđından bu etkileřimi artırır.

Özetle Ferro/ferrimanyetik bir kristal üzerine bir manyetik alan uygulandıđında manyetik momentler, öncelikle manyetik alan yönelimine en yakın yönelimli kolay eksen yönünde yönelmeye bařlayacaklardır. Bunun sonucu olarak domain duvarları bu bahsedilen domainlerin büyümesi yönünde hareket edecektir. Bu hareket iin gerekli enerji manyetokristalite anizotropi katsayısıyla dolayısıyla da kristali oluřturan atomların spin-orbital etkileřimiyle dođru orantılıdır. Domain duvarlarının bu hareketi manyetoelastik etkileřim nedeniyle kristalde bir stres yaratacak yani manyetik alan kaynaklı enerjinin bir kısmı kristal örgüye aktarılmıř olacaktır. Eđer kristal örgüde kusurlar var ise domain duvarları bu kusurlarda akılacađından (pinning) stres artacak dolayısıyla aktarılan enerji daha da artacaktır. Manyetik alan daha da arttırıldıđında ise kolay eksen yönüne yönelmiř domainler koharent olarak kolay ya da zor eksenlere bakmaksızın alan yönünde döneceklerdir. Buda manyetokristalite anizotropisine karřı yapılacak bir iř olduđundan uygulanan alandan bir miktar daha enerji alınacađı anlamına gelir [56].

Tüm bu etkiler manyetizasyon ölçümlerinde histeri eđrisine zorlayıcı alanda artış olarak yansıyacaktır.

2.3.2.2.2. Ferromanyetik Rezonans

Bir katı ierisindeki spinler atoma ne kadar sıkı bađlı olurlarsa olsunlar yada evrelerindeki diđer spinler ile, atomlarla ve kristal örgüyle ne kadar büyük bir etkileřimde de bulunsalar yalnız ve yalnız termal uyarımların etkisi altında ve sıcaklıđa bađlı olarak, paralel uzanmakta oldukları eksen etrafında presesyon hareketi adı verilen bir salının hareketi yaparlar. Bu hareketin frekansı onları paralel uzandıkları eksene bađlayan kuvvetler ile dođru orantılıdır. Dolayısıyla malzemeye ve iinde bulunduđu ortama özeldir. Katı üzerine zamanla deđiřen bir manyetik alan uygulandıđında spin ile alan arasındaki etkileřim sonucu spin

alandan bir enerji soğuracaktır [67]. Soğurduğu bu enerjinin boyutu ise tamamen - mekanik benzetimlerdeki zorla titreştiricide olduğu gibi – uygulanan alanın frekansı ile spinin öz salınım frekansının ne kadar uyum içerisinde olduğuna bağlı olarak değişecektir ve uygulanan alanın frekansı, presesyon hareketinin frekansına eşit yada tam katlarındaysa maksimum enerji aktarımı yani rezonans gözlenecektir.

Aynı etki örnek üzerine bir elektromanyetik dalga düştüğünde de gözlenir ve bunun sonucu olarak presesyon hareketinin frekansına yakın frekanslardaki elektromanyetik dalgalar soğrulurken bu frekanstan uzaklaştıkça soğurma azalır. Gözlenen bu maksimumun frekans eksenindeki genişliği soğrulan enerjinin ne kadar hızlı olarak kristal yapıya aktarıldığının bir ölçüsüdür.

$$\alpha = \frac{\gamma \cdot \Delta\omega}{2\omega}$$

Şeklinde verilebilir. Burada ω soğurma rezonans frekansı, $\Delta\omega$ soğurma rezonans pik yarı genişliği, γ ise jromanyetik orandır ve α “Gilbert soğurma katsayısı” olarak adlandırılır [67].

2.3.3. Soğurmayı Etkileyen Yapısal Değişkenler

2.3.3.1. Kristalit/parçacık Boyutu

Nano boyuta gidildikçe artan yüzey hacim oranıyla birlikte manyetik özelliklerin dolayısıyla mikrodalga soğurma özelliklerinin belirlenmesinde yüzey spinleri etkin rol oynamaya başlar. Literatürde bu etki pek çok çalışmada gözlenmiştir [52] [53]. Bir kristalitin ya da parçacığın yüzeyindeki spinler hacim içerisindeki spinler gibi simetrik bir kristal alanı içerisinde yer almazlar ve yüzeyde oluşan bu süreksizlik spinleri parçacıktan dışarı doğru bükülmeye zorlar [56]. Bu etki malzemede yüzey anizotropisi olarak açığa çıkar [56] [55]. Anizotropide ki değişim ise spin hareketlerini kısıtlar ve manyetoelastik etkileşim nedeniyle örgüye aktarılan enerjii ve dolayısıyla dış alandan soğrulan enerjii arttırır. Ayrıca parçacık/kristalit boyutu tek domain boyutunun yaklaştıkça parçacık/kristalit içerisindeki domainler değiş tokuş enerjisi ile manyetik enerjinin dengelendiği kritik domain büyüklüğünden daha küçük ya da daha büyük olmaya zorlanır. Bu durumda manyetik enerjii dengeleyen kuvvet domaini oluşturan hacim spinleri ile yüzey spinleri arasındaki etkileşimdir [55]. Ancak bu etkileşim hacim spinlerinde dış manyetik alanı takip etmelerini zorlaştırır. Dolayısıyla hacim spinlerinin dış manyetik alandan

soğurduğu enerjinin bir kısmı yüzey spinleri aracılığıyla örgüye aktarılır ve soğrulan manyetik alanda artış gözlenir.

Bu nedenlerle nano yapılı malzemelerin mikrodalga soğurmada daha etkin olması beklenir.

2.3.3.2. Kristal Kusurları

Bir malzemeyi oluşturan kristal yapının sürekliliği o yapıda gözlenecek fiziksel nicelikleri doğrudan etkiler. Kristal yapı içerisinde oluşan kusurlar (süreksizlikler) parçacık/kristal yüzeyinin gösterdiği etkiye benzer şekilde yakın komşuluğundaki spinlerin gördüğü kristal alanının simetrisini bozar. Buda bu kusur çevresindeki spinlerde çakılmalara neden olur. Çakılan bu spinler etkileşimde oldukları yakın komşuluklarındaki spinlerin dış alana verdikleri tepkiyi de etkilerler. Bu etkileşim sonucunda da dış alandan soğrulan enerji çakılmış spinler üzerinden örgüye aktarılır.

2.3.4. Soğurucu Malzemeler

Günümüzde pek çok yapı radar (mikrodalga) soğurucu malzeme olarak denenmekte ve uygulanmaktadır. Bu malzemelerin ortak yönü ise yüksek anizotropiye ve sıkı bağlı spinlere sahip dolayısıyla da yüksek manyetik histeri gösteren manyetik malzemeler olmalarıdır. Kullanılacak malzemeleri yığın olarak kullanmak genelde yapısal olarak daha kararlı olsa da günümüzde malzemeleri nano boyutta hazırlayarak bunu yalıtkan matrisler içerisinde kullanmak daha çok tercih edilmektedir. Bunun nedeni manyetik malzemelerde kritik bir tanecik boyutuna değin manyetik histeride artış görülmesidir. Bu çalışma kapsamında yüksek kristal anizotropisine sahip baryum ferrit tabanlı nanoyapılar soğurucu malzeme olarak kullanılmış, birleştirici matris olarak da kolay kullanımı ve mekanik işlemeye yatkınlığı nedeniyle vinyl acetate homopolymeri olarak seçilmiştir.

2.3.4.1. Metal-Ferritler

2.3.4.1.1. Temel Özellikleri

Metal-ferritler ticari kullanım için ilk olarak 1933-1945 yıllarında Philips Araştırma Laboratuvarlarında üretilmeye başlandı. Metal-ferritlerin manyetik yapıları hakkında ilk bilimsel makale ise 1948 yılında Neel tarafından yayınlandı. Günümüzde ferritler, çok geniş bir aralıkta değişen fiziksel özellikleri nedeniyle, sağlıktan boya sanayine kadar pek çok alanda kullanılmaktadır.

Metal-ferritler iyonik bileşiklerdir. Dolayısıyla manyetik özellikleri sahip oldukları metal iyonlarına bağlıdır. Bu yüzden her metal iyonunun sahip olduğu manyetik momenti bilmemiz gerekir. Metal-ferritleri oluşturan bazı metallerin spin kaynaklı manyetik momentleri Çizelge 1 de verilmiştir.

Çizelge 1 Metal İyonlarının Elektronun spininden dolayı sahip oldukları Manyetik momentler

İyonlar	Manyetik moment (μ_B)
Ti ⁺⁴	0
Ti ⁺³ V ⁺⁴	1
Ti ⁺² V ⁺³ Cr ⁺⁴	2
V ⁺² Cr ⁺³ Mn ⁺⁴	3
Cr ⁺² Mn ⁺³ Fe ⁺⁴	4
Mn ⁺² Fe ⁺³ Co ⁺⁴	5
Fe ⁺² Co ⁺³ Ni ⁺⁴	4
Co ⁺² Ni ⁺³	3
Ni ⁺²	2
Cu ⁺²	1
Cu ⁺¹ Zn ⁺²	0

Çizelgede manyetik momentleri kullanarak ve manyetik momentlerin paralel dizildiğini kabul ederek metal-ferritlerin net manyetik momentini hesaplırsak deneysel olarak ölçülen değerden oldukça farklı olduğunu görürüz. Bunun nedeni aslında manyetik momentlerin paralel dizilmemiş olmalarıdır. Buda bize metal-ferritlerin -Neel'in de öne sürdüğü gibi- ferrimanyetik yapıda olduğunu gösterir. Bu yapıda metal iyonları farklı manyetik yönelime sahip iki alt kristal örgüye yerleşmişlerdir. Bu alt örgülere "A site" ve "B site" adı verilir.

Metal-ferritler temelde kristal yapılarına göre ikiye ayrılır; Hegzagonal Metal-ferritler ve kübik Metal-ferritler. Bu tez kapsamında kullanılan baryum-ferrit bir hegzagonal ferrittir.

2.3.4.1.2. Literatürde Metal Merritler

Litetürde çokça yer bulan metal ferritlerin soğurma özelliklerinin geliştirilmesi ve ticari üretime uygun yöntemler geliştirilmesi adına pek çok çalışma yapılmıştır. Hedeflendiği gibi geniş soğurma frekansı aralığına sahip birim kütle başına yüksek soğurma gösteren ferrit tabanlı malzemeler geliştirilebilmesi için soğurma frekansı ve şiddetinin nasıl ayarlanabileceğinin bilinmesi gereklidir.

2.3.4.1.2.1 Soğurma Frekansının Kontrolü

Mikrodalgalar 300 MHz ile 300 GHz aralığını kapsamaktadır. Ancak günümüz haberleşme teknolojilerinin başında gelen ve çevremizdeki elektromanyetik gürültünün büyük çoğunluğunu oluşturan cep telefonları ve kablosuz internet vericileri 900 MHz - 2,54 GHz aralığı gibi dar bir bant aralığında çalışmaktadır. Bunun yanı sıra günümüzde yoğun olarak kullanılan füze takip radarları ve atmosfer radarları 8-12 GHz (x-bant) aralığını, hassas yer belirleme radarları ise 12-18 GHz aralığını (K_u bant) kullanmaktadır [59]. Bu nedenle bu frekans aralığına uygun mikrodalga soğurucu malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Ferritler için domain duvar hareketlerinden kaynaklanan arka fon soğurması bu bölgenin büyük bir çoğunluğunu kapsamaktadır ancak yüksek soğurma elde edebilmek için geliştirilecek soğurucu malzemelerin rezonans soğurma frekansının da bu aralıkta değiştirilebilir olması gerekir.

Literatürde bu etki ilk olarak Kwon ve arkadaşları tarafından Ni ve Zn divalent atomları katkılanmış y tipi baryum ferrit ($Ba_2Ni_{2-x}Zn_xFe_{12}O_{22}$) malzemelerde incelenmiştir [68]. Kwon çalışmasında x in değerine bağlı olarak domain duvar soğurmasının değişmediğini ancak rezonans soğurmasının geniş bir aralıkta değiştiğini ve değerinin ise anizotropi katsayısı tarafından kontrol edildiğini ileri sürmektedir. Dolayısıyla metal atomu yerine eklenen divalent iyoların hegzagonal ferritlerde baskın olan kristal anizotropisinin değerini değiştirebileceğini göstermektedir.

Cho ve arkadaşları tarafından yapılan bir diğer çalışmada m-tipi baryum ferrit ($BaFe_{12-2x}AxCo_xO_{19}$) kullanılmıştır [69]. Burada A Ti^{+4} ya da Ru^{+4} gibi tetravalent bir iyondur. Malzemede Ti iyonu için $x=1.3$ iken 2.54 GHz rezonans frekansı gözlenmiş bu Ru iyonu için 7.23 GHz ($x=0.5$) ve 9.38GHz'e ($x=0.7$) yükselmiştir. Her iki tetravalent iyon içinde elektron dağılımı incelendiğinde her ikisinde de p ($L= 1$) grubu içerisinde yer alsa da tüm alt orbitalleri yarı dolu olan ($S=3/2$) tetravalent rubidyumun spin açısal momentumu soy metal durumunda olan ($S=0$) tetravalent titanyuma göre yüksektir. Bu da kristal anizotropisinde artışa neden olmaktadır.

Benzer şekilde $BaSc_xFe_{12-x}O_{19}$ yapısı kullanılarak yapılan bir çalışmada ise x değeri 0 dan 1.6 ya kadar çıkarıldığında rezonans frekansının 40 GHz den 10 GHz

e kadar düştüğü görülmüştür [70]. Divalent skandiyum iyonunun s grubu elektron dizilimine sahip olduğu düşünüldüğünde bu beklenen bir sonuçtur. Bunun nedeni d grubunda yer alan divalent demir iyonunun (L=2) yerine s grubuna dahil skandiyumun girmesi sonucu spin-yörünge etkileşimindeki dolayısıyla kristal anizotropindeki azalmadır.

2.3.4.1.2.2 Soğurmanın Arttırılması

Metal ferritlerde rezonans soğurma frekansının ayarlanması adına yapılan katkılamların soğurma miktarına etkisinin de iyi irdelenmesi gerekmektedir. Çünkü yapılan katkılamlar sonucunda malzemelerin anizotropi katsayıları, net manyetik momentleri gibi soğurma miktarını doğrudan etkilen nicelikleri de değişmektedir.

Literatürde yapılan bir çalışmada $Ba_3Co_2Fe_{23-12x}Mn_{12x}O_{41}$ yapısındaki Mn miktarı değiştirilerek malzemenin manyetik alınganlığının hassas şekilde ayarlanabildiği görülmüştür. Bu sonuç manyetik alınganlıkla doğrudan bağlı olan soğurma miktarınında ayarlanabileceğini göstermektedir. Bu Mn katkısının manyetik büzülmeyi azaltmasının bir sonucudur [71].

Yapılan bir başka çalışmada $BaFe_{12-x}(Ti_{0.5}Mn_{0.5})_xO_{19}$ yapısı için x değeri 3.5 den 4.5 e çıkarıldığında soğurma frekansının 13 GHz den 2 GHz e artmasının yanı sıra soğurma yarı pik genişliğinin 1.2 GHz den 5.7 GHz e çıktığı görülmüştür. Bu katkılamanın hem frekansı hem de soğurma miktarını etkilemesine iyi bir örnektir.

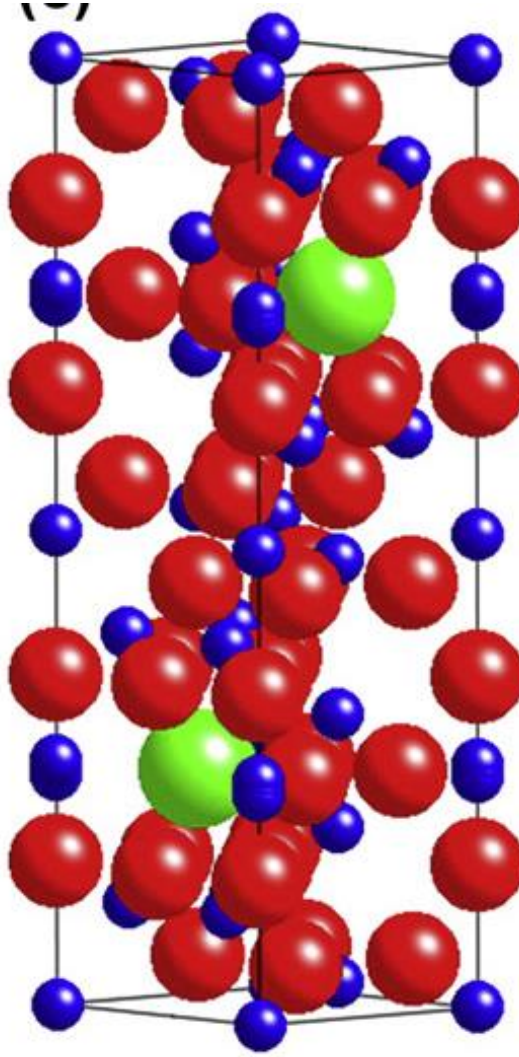
Benzer şekilde $BaFe_{12-2x}Co_xTi_xO_{19}$ yapısındaki divalent cobalt atomlarını arttırılması yapının manyetik alınganlığını arttırmıştır [72].

Tüm bu çalışmalar yapıya iyon eklenmesinin manyetik özellikleri değiştirerek soğurma miktarını etkilediğini göstermektedir.

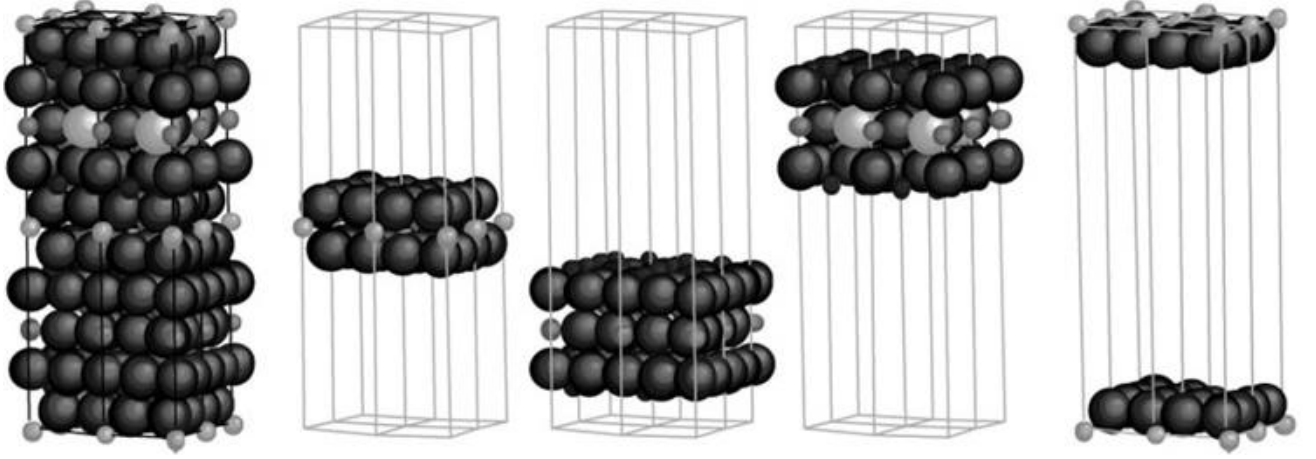
2.3.4.1.3. Baryum Ferrit

Kapalı formülü $BaFe_{12}O_{19}$ şeklinde olan baryum ferrit temele tetrahedral kesim (A kesimi) ve octahedral kesim (B kesimi) olmak üzere iki alt örgünün kendini tekrarlamasından oluşur (Şekil 16). Ancak aynı zamanda tüm hegzagonal ferritlerde olduğu gibi kristal ve manyetik yapısı blok dizilimiyle de açıklanabilir [73]. Bu dizilim hesaplarda kolaylık sağlayacaktır. Baryum ferrit için bu yapı S ve R adı verilen blokların peşi sıra ve her yeni blokta 180 derece dönerek dizilmesiyle

oluşmuştur (Şekil 17). Baryum ferritin birim hücresinde bu bloklara dağılmış 10 metal oksit tabakası vardır. Bu tabakalar spinel olarak adlandırılır. Her bir tabakadaki spinler (metal atomları kaynaklı) kendi aralarında yüksek simetriye sahip süper değiş tokuş etkileşimiyle paralel dizilecek şekilde bağlıdır [74]. Ancak tabakalar arasındaki etkileşim tamamen tabakalar arasındaki uzaklığa bağlıdır. Etkileşim türü yine süper değiş tokuş etkileşimi olmasına karşın bu etkileşimin büyüklüğü metal atomlarının çapına bağlı olarak değişir. Dolayısıyla tabakalar arası etkileşim molekülün manyetik özellikleri açısından belirleyicidir.



Şekil 16 Baryumferrit içim birim hücre



Şekil 17 Baryum ferrit blok gösterimi

S bloğu 2 R bloğu ise 3 spinelden oluşur. Ba atomu R bloğu içerisinde ortadaki spinel içerisinde yer alır.

Yüksek kalıcı mıknatıslanma ve koersivite değerlerinden dolayı geçmişte manyetik hafıza bantlarında kullanılmıştır [75]. Ancak tek domain büyüklüğü yüksek olduğundan (48 nm) yüksek yoğunluklu depolamaya uygun değildir ve günümüzde bu amaçla kullanılmamaktadır. Yüksek doyum manyetizasyonu ve koersiviteye sahiptir. c eksenine boyunca uzanan tek eksenli bir anizotropisi vardır. Bu durum R bloğunda bulunan büyük çaplı baryum atomlarının kristal simetrisini c eksenine yönünde bozarak yüksek bir c/a oranına (3,9) neden olmaları yüzünden ortaya çıkar. Dolayısıyla da baskın anizotropi kristal anizotropisidir. Oda sıcaklığında yüksek öz dirence sahiptir ve eddy akımları gözlenmez bu nedenle yüksek frekans uygulamaları için uygundur [73].

Kimyasal olarak son derece kararlı bir yapıya sahip olan baryum ferrit bu nedenle başka malzemelere genellikle kimyasal olarak bağlanmaz. Seramik olduğundan düşük genleşme katsayısına sahiptir bu nedenle yüksek sıcaklık farklarına dayanıklıdır ancak zorlanma altında kırılabilir bir malzemedir.

Bu nedenlerden dolayı mikrodalga soğurma uygulamalarına uygun olmasına karşın yüzeye doğrudan uygulanamaz ve ancak bağlayıcı bir matris içerisinde dağıtılarak kullanılması gerekir.

2.4. Deneysel Yöntemler

2.4.1. Örnek Hazırlama

Ferrit tabanlı malzemeler günümüzde pek çok teknolojiye kullanılmaktadır bu nedenle de bu malzemelerin hazırlanabilmesi amacıyla pek çok yöntem geliştirilmiştir. Bu yöntemlerin başında sıcak presleme, termal dekompozisasyon, ve mekanik öğütme gelmektedir. Sıcak presleme yığın, yüksek yoğunluklu malzemelerin hazırlanmasında oldukça etkin bir yöntem olsa da malzemelerin nanoboyutta hazırlanmasında kullanılamaz. Termal dekompozisasyon yöntemindeyse parçacık şekli ve büyüklüğü iyi şekilde kontrol edilebilir. Ancak elde edilen örnek miktarı oldukça azdır.

Mekanik öğütme yöntemi yüksek miktarda örnek hazırlamaya uygun görece kolay bir nano malzeme hazırlama yöntemidir. Elde Edilen örneklerde parçacık büyüklüğü dağılımı oldukça geniş olsa da bu çalışma kapsamında bu etki elde edilen sonuçlara olumlu şekilde yansımıştır.

2.4.1.1. Mekanik Öğütme

Mekanik öğütme tekniği temelde malzemenin bir kap (havan) içerisinde toplar ya da kollar yardımıyla öğütülmesi ilkesine dayanır. Havan içerisinde örnekle beraber konulan toplar havanın ya da havan içerisinde yerleştirilen bir kolun hareket ettirilmesiyle birlikte bu hareke uygun şekilde hareket ederler bunun sonucu olarak toplar ve havan arasında çarpışmalar ve sürtünmeler meydana gelir bu çarpışmalar ve sürtünmeler sırasında arada kalan örnek öğütülür. Mekanik öğütme yönteminin pek çok alt türü vardır. Bunların başında gezegensel öğütme, aşındırma ve çarpıştırıcı-bilye gelir.

Bizim çalışmalarımızda kullandığımız ve bilimsel çalışmalarda en sık kullanılan öğütücüler gezegensel öğütücülerdir.

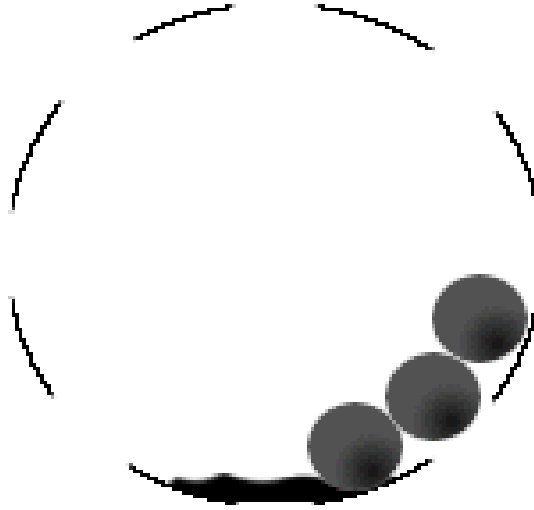
Gezegensel öğütmede malzeme gezegenlerin güneşin etrafında yaptığı harekete benzer şekilde hareket eden bir kap içerisinde toplar yardımıyla öğütülür (Şekil 18). Kap (havan) ve toplar genellikle paslanmaz çelik seçilir ancak malzemenin sertliğine bağlı olarak zirkonyum, alumina, agat ve benzeri malzemelerden yapılmış toplar ve havanlar da kullanılabilir (Şekil 19).

Mekanik öğütme esnasında malzemeler parçalanarak küçüldükçe yüzey hacim oranları arttığından kimyasal aktiflikleri de artar bunun sonucu olarak malzemeler

arasında yığın halde gözlenemeyecek ya da çok yüksek sıcaklıklarda gözlenecek tepkimeler çok daha düşük sıcaklıklarda gözlenebilir. Bu sayede mekanik öğütme sırasında hem istenilen tepkimeler oluşturulurken hem de oluşan malzemenin tanecik büyüklüğü küçültülebilir.

Mekanik öğütme tekniğinde oluşacak malzemenin tanecik büyüklüğünü ve istenilen tepkimelerin oluşup oluşmayacağını belirleyen pek çok değişken vardır.

Öğütme süresi bunların başında gelir. Öğütme süresi arttıkça parçacık büyüklüğü azalır. Ancak sürenin artması malzemedeki safsızlıkları da artırır. Bunun nedeni öğütme süresince havanın ve topların az da olsa aşınmasıdır.



Şekil 18 Havan içersinde toplar ve malzeme



Şekil 19 Mekanik öğütmede kullanılan çeşitli havanlar ve toplar

Bir diğer önemli değişken öğütme hızıdır. Öğütme hızı arttıkça malzeme üzerinde harcanan enerji artacağına parçacık büyüklüğü azalır. Ancak yüksek hızlara gidildikçe çarpışma enerjisi arttığından çarpışma anındaki anlık sıcaklık da artacaktır. Bunun sonucu olarak istenen ya da istenmeyen tepkimeler veya bozulmalar oluşabilir.

Tanecik büyüklüğünü azaltan değişkenlerden bir diğeri de top kütle oranıdır. Topların kütesinin malzemenin kütesine oranı arttıkça tanecik büyüklüğü azalır ancak bu oran arttıkça top-top ve top-havan çarpışmaları da artacağından örneğe karışan safsızlıklar artar. Bu oranın artması ayrıca daha yüksek enerji gerektiren tepkimelerin meydana getirilebilmesine de yardımcı olur.

Havanın doldurma oranı da bir diğer önemli etkidir. Havanın doldurma oranı arttıkça toplar ve malzeme arasındaki çarpışmalar ve sürtünmeler artmaktadır. Bunun sonucu olarak parçacık boyutu daha hızlı azalır

2.4.1.2. Fırınlama

Kimyasal tepkimelerin oluşabilmesi için belirli bir eşik enerjisinin aşılması gerekir. Bu temelde atomların var olan bağlarını kopartarak yeni bağlar yapmak için diğer

atomlara yeterince yaklaşabilmelerini sağlayacak enerjidir. Fırınlama esnasında ortam sıcaklığının artması atomların ortalama kinetik enerjilerini arttırdığından atomların birbirlerine bağ yapacak kadar yaklaşabilmelerini sağlar bunun yanında içinde buldukları katı içerisinde difüzyon hızlarını arttırarak bağ yapacakları olası atomlarla karşılaşma olasılıklarını arttırır.

Fırınlamada kullanılacak hammaddelerin tanecik büyüklüğü küçüldükçe aktiflikleri artacağından gerekli eşik enerjisi dolayısıyla fırınlama sıcaklığı azalır.

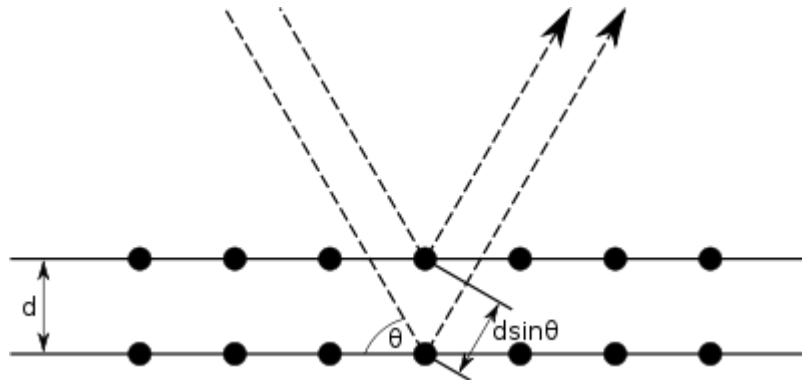
2.4.2. Yapı Analizi

Hazırlanan malzemelerin, içerisindeki olası fazların, safsızlıkların, kristal kusurlarının, kristalit büyüklüklerinin ve yapılarının doğru şekilde belirlenmesi elde edilen sonuçların açıklanabilmesi açısından oldukça önemlidir. Bu çalışma kapsamında da hedeflenen malzemelerin oluşup oluşmadığı ve oluşan malzemelerin yapısı aşağıda detayları belirtilen sistemler ve yöntemlerle belirlenmiş böylelikle mikrodalga soğurma özelliklerine etkileri incelenmiştir.

2.4.2.1. X-ışını Toz Kırınımı

X-ışınları kırınımı kristal yapıların incelenmesinde çok güçlü bir yöntemdir. Bu yöntem kullanılarak malzemelerin kristal yapıları, tanecik büyüklükleri, seçimli yönelimleri gibi pek çok özellikleri belirlenebilmektedir.

X-ışını toz kırınım metresinde örnek üzerine düşürülen bir x-ışını demeti bragg yasasına ($2d\sin\theta = n\lambda$) uygun olarak örneği oluşturan kristal düzlemlerinden kırınıma uğrar (Şekil 20). Bu çalışma kapsamında Şekil 21'de görülen Rigaku D-Max/B toz kırınım metresi kullanılmıştır. Ölçümler Cu K_{α} radyasyonu kullanılarak 20-80 derece aralığında 0.02 derece adımlarla 1 saniyelik zaman penceresi altında alınmıştır.



Şekil 20 Bragg yasasının şematik gösterimi

Bunun sonucu olarak elde edilen şiddet desenini oluşturan piklerin konumları yarı genişlikleri ve şiddet oranları tamamıyla malzemeyi oluşturan kristallerin yapısı büyüklüğü, kristali oluşturan atomun türü gibi niceliklere bağlıdır.

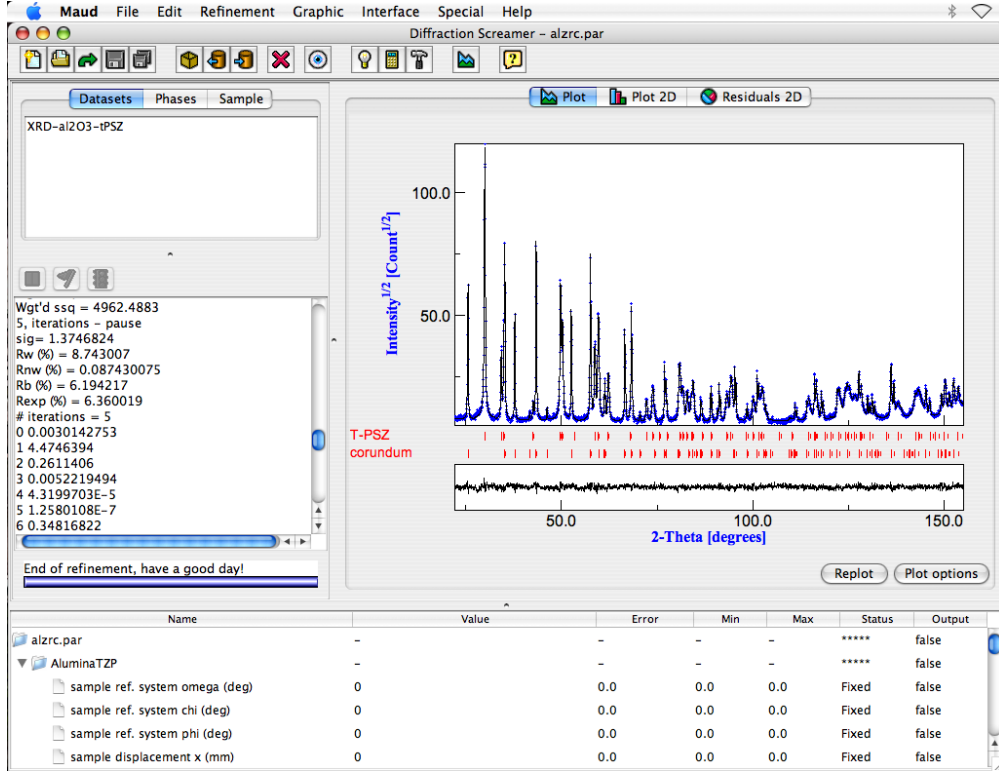


Şekil 21 Rigaku D-max/B x-ışını toz kırınım cihazı

Dolayısıyla elde edilen bir x-ışını toz kırınım deseni çeşitli yöntemlerle incelenerek deseni veren malzemenin mikro-kristal yapısı hakkında bilgi edinmek mümkündür. Bu inceleme yöntemlerinin başında rietveld analizi gelmektedir.

2.4.2.1.1. Rietveld Analizleri

Bir kristal örgüde kristal örgünün tipi geometrik parametreleri, atom koordinatları ve türleri biliniyorsa teorik olarak x-ışını kırınımının hangi açılarda ve şiddetlerde olacağı hesaplanabilir. Tabii gerçek dünyada deseni etkileyen 200'ün üzerinde parametre vardır. Bu parametrelerin tamamını bilmek mümkün olmasa da yapılan iki ölçüm arasında bu parametrelerin çoğu küçük miktarlarda sapar.



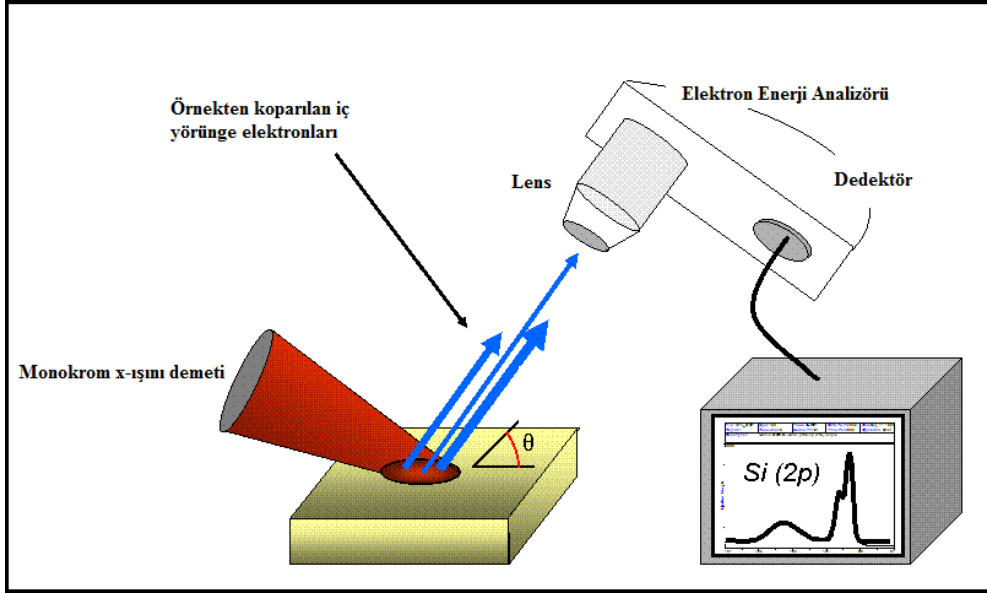
Şekil 22 MaudLab Reitveld analiz programından bir görüntü

Rieveld analizi, belirlenmek istenen yapının yeni alınan toz kırınım deseniyle daha önceden bilinen bir deseninin karşılaştırılarak bu yapı parametrelerindeki sapmaların belirlenmesidir. Bunu yaparken en küçük kareler yöntemi kullanılır. Bu amaçla hazırlanmış pek çok program vardır. Bu tez kapsamında MaudLab programı kullanılmıştır (Şekil 22). Maudlab programının bilimsel amaçlı kullanımı ücretsizdir. Java arayüzüyle çalıştığından görsel bir arayüze sahiptir ve bu nedenle diğer programlara göre öğrenilmesi daha kolaydır.

2.4.2.2. X-ışını Fotoelektron Tayfmetresi

Bir atomu oluşturan elektronların çekirdeğe bağlanma enerjileri o atoma özgü karakteristik bir değerdir. Dış yörüngelerdeki elektronların bağlanma enerjileri atomun bulunduğu kimyasal ortama bağlı olarak değişse de iç yörünge elektronlarının enerjilerinde buldukları kimyasal ortama göre yalnızca çok küçük kaymalar olur. X-ışını fotoelektron tayfmetresinde örnek üzerine düşürülen yüksek enerjili ve enerjisi bilinen x-ışınları yüzeye yakın atomların iç yörünge elektronlarını uyararak örnekten koparır (Şekil 23). Kopan bu elektronların kinetik enerjileri onları uyarıcı x-ışını fotonunun enerjisi ile bağlanma enerjilerinin farkına eşittir. Bir XPS sisteminde bu enerjiler ölçülerek literatürdeki değerlerle karşılaştırılır ve örnek içerisindeki elementler ve bağ yapısı belirlenebilir. Ancak bu

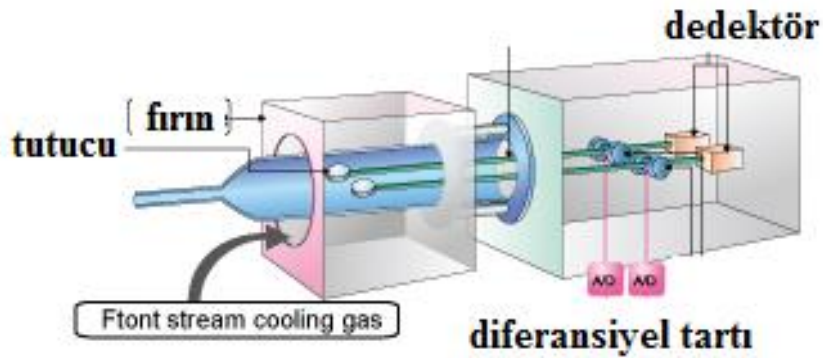
yöntemde yalnızca yüzeeye yakın bölgelerdeki element dağılımı belirlenebilir. Daha iç bölgelerden uyarılan elektronlar yüzeeye ulaşana kadar diğer atomlarla etkileşerek enerjilerini kaybeder ve yeniden bağ yaparlar.



Şekil 23 XPS şematik yapısı

2.4.2.3. Isıl Yöntemler; TGA – DTA

Bir kimyasal reaksiyon sırasında dışarıdan enerji alınabilir ya da verilebilir. Ayrıca tepkime sonunda artık gazlar oluşabilir ya da atmosferdeki herhangi bir gaz tepkimeye katılabilir. Bu durumlarda sistemin sıcaklığında ve kütlesinde değişiklik olur.



Şekil 24 TG/DTA şematik yapısı

Bilimsel çalışmalarda TGA (Termo gravimetrik Analiz) örneğin kütlesinin sıcaklıkla değişimi DTA (Diferansiyel termal analiz) da ise örneğin reaksiyon sırasında soğurduğu enerjinin sıcaklıkla değişimini vermeleri nedeniyle sıklıkla kullanılır Her

iki yöntemde içerisinde örnek olan bir kap ile ona özdeş bir referans kabı zamana bağlı olarak birlikte ısıtılır. Kapların sıcaklığını arttırmak için verilmesi gereken ısı arasındaki fark örneğin dışardan soğurduğu ya da verdiği ısıya eşittir. Eğer kaplara verilen ısı sabitse bu seferde kaplardaki sıcaklık değişimi farkından örneğin soğurduğu ya da yaydığı ısı miktarı belirlenebilir. Örneğin belirli bir sıcaklıkta örnek atmosferdeki oksijenle tepkimeye girerek ekzotermik bir tepkime ile oksitleniyorsa örneğin bulunduğu kap daha hızlı ısınacaktır ve ayrıca yapıya dışarıdan oksijen girdiği için kütlesi artacaktır. Dolayısıyla hem DTA hem de TGA sinyalinde bir artış gözlenecektir. Şekil 24'te bir TG/DTA sistemi şematik olarak verilmiştir.

Bu çalışma kapsamında Perkin-Elmer TG/DTA sistemi kullanılmıştır (Şekil 25).



Şekil 25 TG/DTA

2.4.2.4. Elektron mikroskopisi

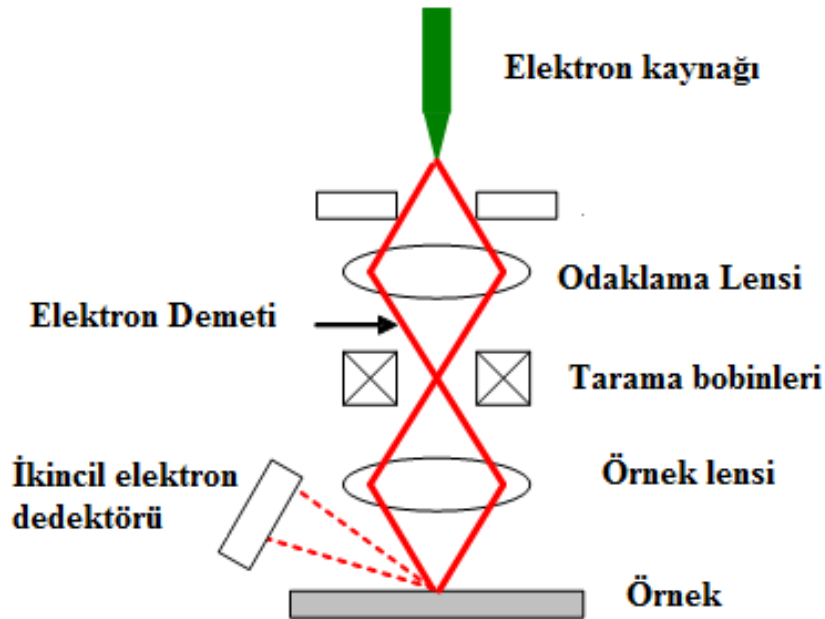
Bir demet halinde hızlandırılan elektronlar dalga özellikleri nedeniyle optik mikroskoptakine benzer şekilde örnek yüzeyinden saçılırlar ya da örnek içerisinde tünelleyerek yollarına devam ederler. Saçılan yada geçen elektronlar bir görüntü plakası üzerine düşürüldüğünde fotoğraf kağıdındaki benzer şekilde örneğin bir görüntüsünü oluşturur. Tipik bir elektron mikroskopunda 30-200 KV altında hızlandırılan elektronların dalga boyu görünür bölgedeki fotonların dalga

boyuna göre 100 bin kat daha kısadır. Bu sayede daha küçük yapılarla etkileşebilirler ve 50 pm ye kadar çözünürlükte görüntüler oluşturabilirler. Elektron mikroskopları 2 temel tiptedir; taramalı elektron mikroskobu ve geçirmeli elektron mikroskobu.

2.4.2.4.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskoplarında örnek üzerine odaklanan elektronlar yüzeye ulaştıklarında örnekle etkileşime girerek enerjilerinin bir kısmını aktarır ve geri saçılırlar bu arada örnekten inelastik saçılmalar sonucu ikincil elektronlar ve x-ışınları yayınlanır. Yayınlanan ikincil elektronlar örnek topografisi hakkında bilgi verirken x-ışınları ise malzemeyi oluşturan atomların türleri hakkında bilgi verir [76].

Şekil 26'da görüldüğü gibi tipik bir taramalı elektron mikroskobunda hızlandırma gerilimi 30 kV civarında olmasına karşın örnekten saçılan ikincil elektronlar ancak 50 eV mertebelerinde bir enerjiye sahiptir ve sadece örnek yüzeyinin ilk 10 nm derinliğindeki kısmında oluşan elektronlar dışarı çıkabilirler. Elektron demeti yüzeyde dolaştırıldığında çıkan ikincil elektronlar fotoçoğaltıcı tüp yardımıyla toplanarak sayılır. Bu sayının tarama koordinatlarına göre değişimi yüzey görüntüsünü oluşturur.



Şekil 26 Taramalı elektron mikroskobu çalışma şeması

Elektron demeti örneği oluşturan atomlardan bir elektron kopardığında daha üst yörüngelerdeki elektronlar onun yerini doldururken fark enerji bir foton olarak yayınlanır. Eğer kopan elektron bir iç yörünge elektronu ise bu foton x-ışını bölgesinde olacak ve enerjisi de olduğu atomun türüne göre farklılık gösterecektir. Bu x-ışını fotonları bir enerji ayırmalı dedektörle incelenecek olursa enerjilerinin dağılımı dolayısıyla da malzeme içerisindeki elementlerin dağılımı belirlenebilir [76].

Bu Tez kapsamında Jeol JSM-7400F model SEM kullanılmıştır (Şekil 27).



Şekil 27 JSM-7400F taramalı elektron mikroskobu

2.4.2.4.2. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM)

Elektron mikroskoplarının geliştirilen ilk türü olan geçirmeli elektron mikroskoplarında odaklanarak örnek üzerine gönderilen elektron demeti elektronlar için saydam olan kısımlardan geçerken diğer kısımlardan geri yansır. Örneğin altına bir fosforesans ekran yerleştirilirse örnekten geçen elektronlar bu ekran üzerinde örneğin gölgesini oluşturur. Tipik bir geçirmeli elektron mikroskopunda hızlandırma gerilimi 100 kV civarındadır bu nedenle taramalı elektron mikroskopuna göre çok daha yüksek çözünürlükte görüntüler elde edilebilir [77] [78]. Bu çalışma kapsamında şekil 28'de görülen Jeol 2000 FX taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır.



Şekil 28 Jeol 2000 FX geçirmeli elektron mikroskobu

2.4.3. Manyetik Karakterizasyon

2.4.3.1. Titreşen Örnek Manyetometresi (VSM)

Bu çalışma kapsamında manyetizasyonun manyetik alana ve sıcaklığa bağlı değişimlerinin belirlenmesi amacıyla titreşen örnek manyetometresi kullanılmıştır (Şekil 29).

Bu yöntemde manyetik alan altında manyetize olmuş bir örnek bir algılayıcı bobin içerisinde titreştirilir. Temelde Faraday Yasası'na dayanan bu yöntemde bobin içerisindeki manyetik akıdaki değişim bobinin uçları arasında bir elektromotor kuvvet oluşturur. Buna göre uçlar arasında oluşan gerilim

$$V_{bobin} = \frac{d\Phi}{dt}$$

Şeklinde verilebilir [79]. Burada Φ manyetik akı V_{bobin} ise algılama bobininin uçları arasında indüklenen gerilimdir.

Dışarıdan uygulanan bir manyetik alan altında her malzemenin büyük ya da küçük bir manyetizasyonu vardır. Dolayısıyla bir dış manyetik alan altında her malzeme

net bir manyetik akı oluşturur. Bu durumdaki bir malzeme bobin içerisinde hareket ettirilirse yukarıdaki ifade

$$V_{bobin} = \frac{d\Phi dz}{dz dt}$$

Şeklinde yazılabilir. Burada z örneğin yer değiştiğidir. Eğer örnek A genlikli f frekanslı sinüsel bir hareket yapıyorsa

$$V_{Bobin} = 2\pi f C m A \sin(2\pi f t)$$

Şeklinde değişecektir. Burada C çiftlenim sabiti denen ve sistemin geometrisine bağlı bir sabit, m ise malzemenin manyetizasyonudur C katsayısının varlığı sistemin bilinen bir örnekle kalibre edilerek bu katsayının belirlenmesini gerektirir. Tipik bir VSM için titreşim frekansı 40-60 Hz, titreşim genliği ise 1-3 mm arasındadır [80].



Şekil 29 Titreşen örnek manyetometresi (Quantum Design PPMS VSM Opsiyonu)

Bir VSM sisteminde elde edilen bobin gerilimi genellikle oldukça düşüktür ve çevresel gürültüyle karışır. Bu nedenle frekans seçici bir devre yardımıyla incelenmesi gerekir ve genellikle bu amaçla frekans kitlemeli yükselteçler (Lock-in amplifier) kullanılır. Faraday yasasına göre örneğin titreşim frekansı yani titreşim motorunu süren gerilimin frekansı, bobinin uçları arasında oluşacak gerilimin frekansına eşittir ancak aralarında bir faz farkı (ϕ) oluşabilir. Bir faz kitlemeli

yükselteçte bobinlerden algılanan A genlikli gerilim B genlikli sürücü gerilimle modüle edilir bunun sonucunda

$$A \cos(\omega t) B \cos(\omega t + \varphi) = \frac{1}{2} A B \cos(\varphi) + \frac{1}{2} A B \cos(2\omega t + \varphi)$$

Şeklinde bir sinyal elde edilir. Bu sinyal bir alt geçiren filtreyle filtrelendiğinde yalnızca zamanla değişmeyen birinci terim gözlenir. Benzer işlemi farklı frekansta ve genlikte sinyallerin karıştığı bir gürültü sinyaliyle yaparsak ve bir alt geçiren filtreyle filtrelersek benzer şekilde yalnızca giriş geriliminin frekansıya eş frekansa sahip bileşenin genliğini ve fazını içeren ilk ifade gözlenir [81].

Böylelikle sürücü gerilim için çevredeki gürültü kaynaklarında uzak bir frekans seçilerek çok düşük örnek sinyalleri dahi gözlenebilir. Tipik bir VSM de gözlenebilecek en düşük manyetizasyon değeri 1×10^{-6} emu mertebesindedir.

2.4.3.2. Ferromanyetik Rezonans Spektroskopisi

Ferromanyetik rezonans spektroskopisi ferromanyetik malzemelerde spin dinamiklerinin belirlenmesinde kullanılan temel bir yöntemdir. Elektron paramanyetik rezonans spektrometresinde olduğu gibi spinlerin manyetik alan altında spin kuantum sayılarına bağlı olarak gösterdikleri ince yapı yarılmaları sonucunda ortaya çıkan 2 enerji durumu arasında ki geçişlerini inceler. İncelenmekte olan malzeme üzerine düşürülecek bir elektromanyetik dalganın enerjisi bu bahsedilen iki enerji seviyesi arasındaki enerji farkına karşılık geliyorsa maksimum düzeyde soğrulacaktır. Bu durum rezonans koşulu olarak adlandırılır [82]. Dolayısıyla rezonans koşulu altında örneğe uygulanan manyetik alan, üzerine düşürülmekte olan elektromanyetik dalganın frekansı ve örneğin manyetik özellikleri arasında

$$f = \frac{\gamma}{2\pi} \sqrt{B(B + \mu_0 M)}$$

Şeklinde bir bağıntı vardır. Burada γ örneğin jirromanyetik oranıdır ve malzemede birim hücre başına düşen açıl momentum ve manyetik dipol momentin oranıdır. Dolayısıyla örneğin parçacık büyüklüğü, şekli, kütlesi gibi makroskopik niceliklerden bağımsızdır.

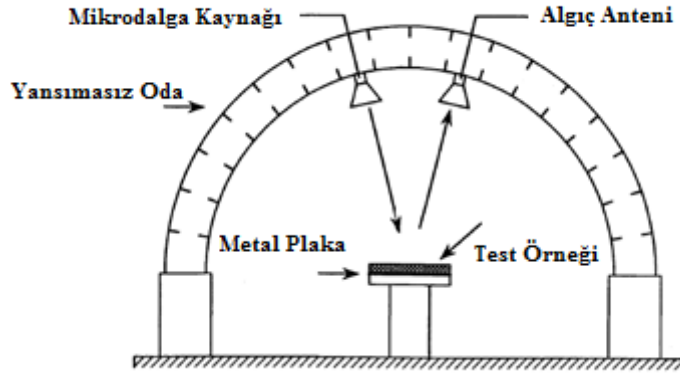
2.4.4. Mikrodalga Soğurma Ölçümleri

Malzemelerin mikrodalga soğurma özelliklerinin ölçümünde kullanılan pek çok yöntem bulunmaktadır. Bu yöntemlerin başında küçük açı yansıma ve saçılma

ölçümü, interferometre, dalga kılavuzu ve iletim yolu ölçümü gelmektedir. Bu yöntemlerin bazıları ile doğrudan optik katsayılar ölçülürken bazıları dolaylı ölçümler sonrasında hesaplamalar içerir.

2.4.4.1. Küçük Açılı Yansıma ve Saçılma Ölçümü Metodu

Bu yöntem doğrudan ölçüm yöntemlerinin başında gelir ve optik katsayıların radar kesit alanının doğrudan belirlenmesinde 1940 yıllardan beri kullanılmaktadır.



Şekil 30 Yansıma ölçüm sistemi

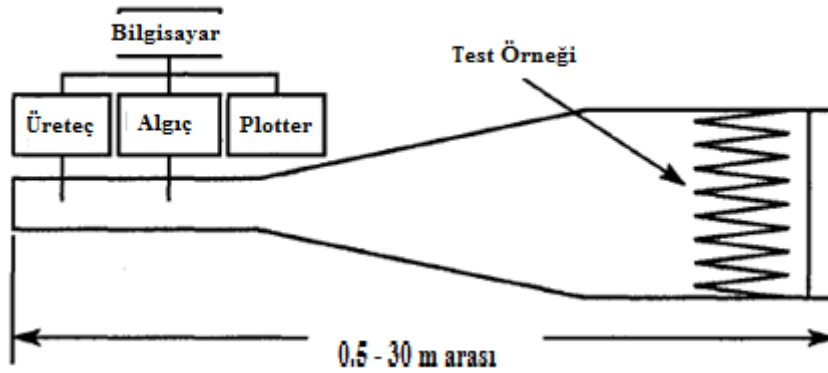
Bu yöntemde bir örnek tutucu üzerine yerleştirilen örneğe küçük bir açı yapacak şekilde yerleştirilen bir antenden elektromagnetik dalga yayınlanır. Ve yine aynı açıyla yerleştirilmiş bir algıç bize elektromagnetik dalganın saçılan kısmını verecektir (Şekil 30). Şekilde görülen geometri bistatik olarak adlandırılır. Eğer açı sıfır olarak seçilirse yansıyan sinyal üreteç anten yardımıyla algılanabilir bu durum ise monostatik olarak adlandırılır.

Bu yöntemdeki zorluk saçılmanın yalnızca örnekten değil çevreden de olmasıdır. Bu sorunu aşmanın en kolay yolu sistemin boş olarak ölçümünü alarak daha sonra örnek sinyalinin basitçe çıkarmaktır. Ayrıca örnek elektromanyetik dalgayla aydınlandıktan sonra yalnızca tek yöne değil her yöne ışın yapar bu nedenle örnek döndürülerek açılı saçılma ölçümü alınmalıdır. Bu bize örneğin 3 boyutlu saçılma dağılımını verecektir.

Bu yöntemde yüksek frekanslara gidildikçe kullanılan antenlerin giderek büyümesi kullanılacak örneklerin de büyümesi anlamına geldiğinden örnek hazırlamada homojenlik başta olmak üzere çeşitli sorunlar ortaya çıkmaya başlar. Ayrıca kurulacak bu sistemlerin yansımaz ve geçirimsiz oda içerisinde olma gerekliliği maliyeti yükseltmektedir.

2.4.4.2. Dalga Klavuzu Metodu

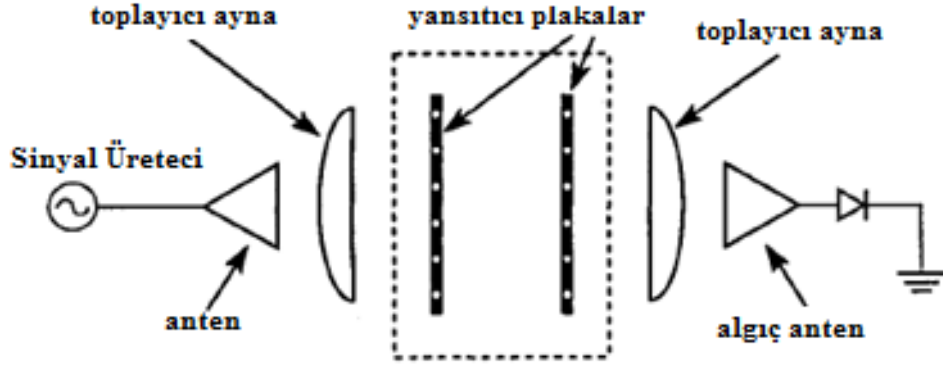
Bu sistem monostatik yansıma-saçılma yöntemine benzerdir. Ancak bu sistemde üretici ve sensör olarak kullanılan horn anten oldukça büyük ölçekli olarak tasarlanır ve örnek bu antenin çıkışına yerleştirilir (Şekil 31). Buradaki sorun anten içinde duran dalga oluşmasıdır. Ve örneğin anten içinde hareket ettirilerek duran dalganın karın bölgelerinin belirlenmesi gerekir. Yansıma yöntemine göre alınan sinyal şiddeti artmasına karşın anten içerisindeki iç yansımalar ölçüm sonuçlarını etkileyebilir.



Şekil 31 Dalga Klavuzu

2.4.4.3. İnterferometre Metodu

Yüksek frekanslarda anten ve örnek tutucu üretimindeki toleransın dalga boyu mertebelerinde olması nedeniyle bu frekanslarda genellikle interferometre yöntemi kullanılır. İnterferometreler farklı tipte olabilir bunların başında Febry-Perot interferometresi gelir (Şekil 32). Bu interferometre başlangıçta monokromatik elektromagnetik dalgaların dalga boylarının ölçümü için tasarlanmıştır. Bu düzenekte aynalar arası uzaklık elektromagnetik dalganın dalga boyuyla uyumluysa ekranda bir kırınım deseni oluşacaktır. Bu kırınım desenini oluşturan halkalar sayılır ve halka sayısının bir artması için gerekli aralık değişimi belirlenirse bu değişim bize dalga boyunun yarısını verir. Eğer aynalar arasına bir soğurucu plaka yerleştirilirse alınan sinyalin maksimum olduğu ayna aralığı değişecektir. Bu değişim konulan plakanın kalınlığı ve elektriksel duygunluğu ile orantılıdır. Eğer plakanın kalınlığı biliniyorsa elektriksel duygunluğu hesaplanabilir. Böylelikle de soğurma katsayısı hesaplanabilir.

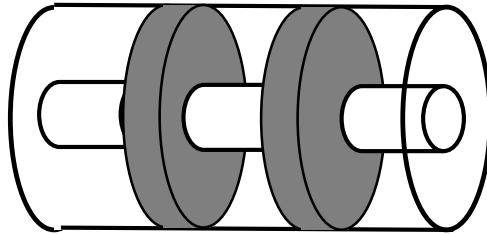


Şekil 32 İnterferometre düzeneği

2.4.4.4. Koaksiyel İletim Hattı Metodu

Bir iletim hattında iletim hattının empedansı onu oluşturan iletkenleri ayıran ortama bağlıdır. Dolayısıyla iletim hattı üzerine farklı bir malzemeyle doldurulmuş bir bölüm eklenirse empedans değişiminden dolayı yansımalar olacaktır. Eğer Eklenen malzeme soğurucu bir ortamsa yansımalarda ve geçen kesimde kayıplar gözlenecektir ve de bu kayıplar bize malzemenin mikrodalga soğurma özellikleriyle ilgili bilgi verecektir.

Bu etki bir network analizörün kanalları birbirine bir konektörle bağlandığında gözlenir. Eğer kullanılan konektör çalışılan frekans aralığına uygunsa yansıma olmaksızın tüm sinyal iletilir. Ancak konektörü oluşturan iletkenler arasındaki malzeme değiştirildiğinde (Şekil 33) konektörün empedansı dolayısıyla yansıma iletim özellikleri değişecektir.



Şekil 33 N-tipi konektör

Bu durumda network analizör yardımıyla S11 ve S21 parametrelerindeki deęişim ölçüldüğünde yansıma geçirme katsayıları hesaplanabilir.

Koaksiyel iletim yolunda doğrudan yansılardan farklı olarak S parametreleri bize doğrudan yansıma ve geçme katsayılarını vermeyecektir. Koaksiyel iletim hattı yöntemi için Nicolson-Ross-Wier (NRW) modeli kullanılabilir.

Bu modelde yansıma ve geçirme katsayıları S parametrelerine

$$X = \frac{1 - [(S_{21} + S_{11})(S_{21} + S_{11})]}{S_{21} + S_{11}}$$

Olmak üzere

$$R = X \pm \sqrt{X^2 - 1}$$
$$T = \frac{(S_{21} - S_{11}) - \Gamma}{1 - (S_{21} - S_{11})\Gamma}$$

Şeklinde bağlıdır.

3. DENEYSEL YÖNTEM VE BULGULAR

3.1. Örneklerin Hazırlanması ve Yapısal İnceleme

Bu çalışma kapsamında örnekler üç adımdan oluşan bir yöntem kullanılarak hazırlanmıştır. Bu adımlar sırası ile ıslak öğütme, fırınlama ve kuru öğütmedir.

Örnek hazırlamanın her aşamasında ortaya çıkan ara örneklerin ve kuru öğütme sonucu elde edilen örneklerin yapılarını belirlemek amacıyla rigaku d-Max B model x-ışınları toz kırınım metresi kullanılarak x-ışını toz kırınım desenleri elde edilmiştir. Elde edilen bu desenlerden Maudlab programı yardımıyla yapısal parametreler hesaplanmıştır. SEM ve TEM görüntüleri yardımıyla yapısal analiz desteklenmiştir.

3.1.1. Islak Öğütme

Başlangıç malzemesi olarak ortalama tanecik büyüklükleri 30 μm 'den az olan Baryum-karbonat (%99,9), metalik Fe (%99), Gd (%99,9) ve Nd (%99,9) kullanıldı. Bu malzemeler 1(BaCO₂):n(M):12-n(Fe) mol oranında karıştırılarak (n:0 ve 2, M: Nd, Gd) saf su ile birlikte 20:1 top/malzeme kütle oranında paslanmaz çelik havan içerisinde paslanmaz çelik 10 mm çaplı toplar kullanılarak 350 dev/dak hızda 20 saat öğütüldü. Bu işlem için Retsch PM100 model gezegensel öğütücü kullanıldı (Şekil 34).

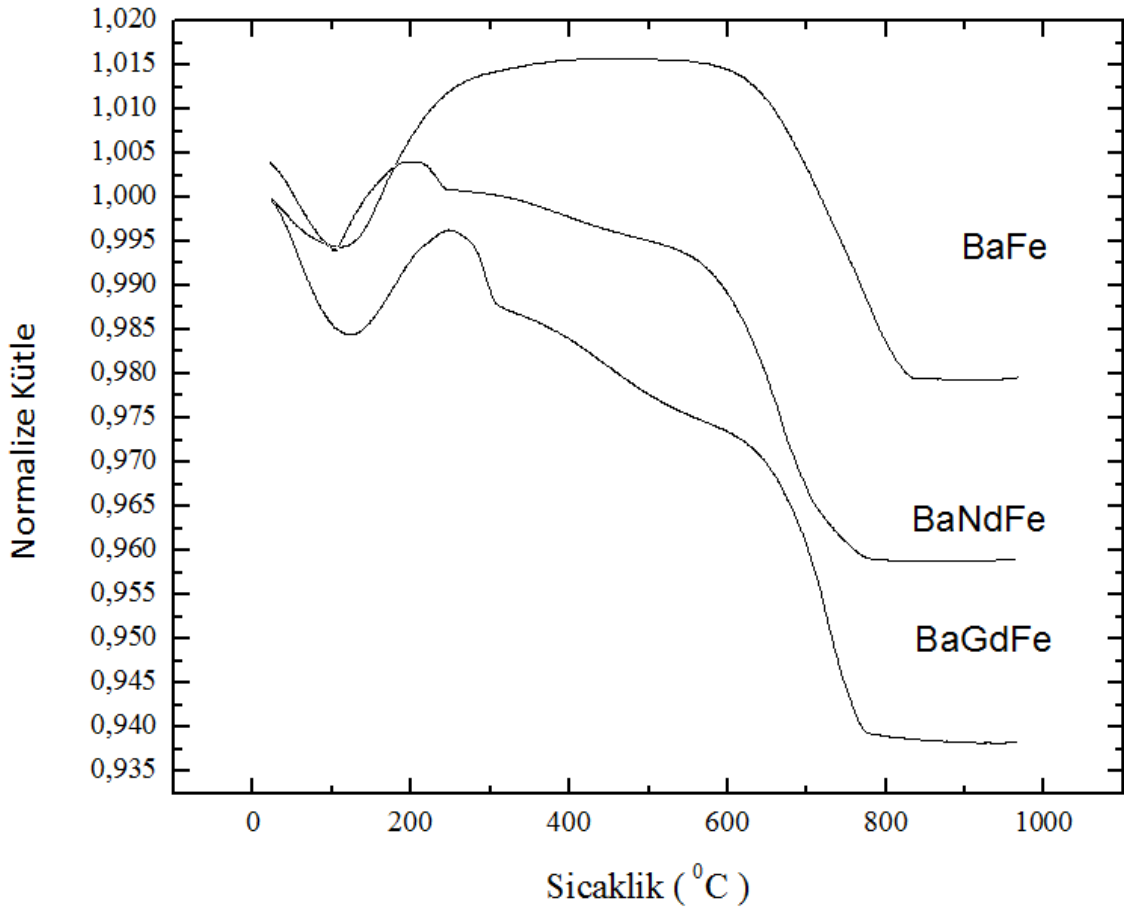


Şekil 34 Retsch PM100 Gezegensel öğütücü

3.1.2. Fırınlama

Fırınlama sıcaklığını belirlemek amacıyla “TG-DTA” kullanılarak alimuna kap içerisinde 10 °C/dakika hız ile ısıtıldı ve kütle değişimleri incelendi.

Literatürde bulunan konvansiyonel yöntemlerle $BaFe_{12}O_{19}$ hazırlanması için gerekli sıcaklığın 1350 °C'nin olduğu bilinmektedir. Oysa öğütülen örneklerin TGA ölçümlerinden (Şekil 24) ıslak öğütme yöntemiyle hazırlanan karışım kullanıldığında 850 °C'nin baryum ferrit hazırlamak için yeterli bir sıcaklık olduğu görüldü (Şekil 35). Bunun nedeni ıslak öğütme süresince oluşan metal hidroksit gibi yarı kararlı yapılar sıcaklık arttırıldığında daha kararlı yapılara dönüşme eğilimi gösterir. Bu iyonlar baryum karbonatın bozulması sonucu ortaya çıkmış baryum iyonlarını ile birlikte hızla tepkimeye girerek Baryum-ferrit yapısını oluştururlar. İlk öğütme sırasında parçacık boyutlarının küçülerek yüzey hacim oranlarının artması da reaksiyon enerjilerinin dolayısıyla sıcaklıklarının düşmesinde bir etkidir [83] [84].



Şekil 35 TGA ölçümleri

3.1.3. Kuru Öğütme

Farklı ortalama kristalite büyüklüğüne sahip örnekler hazırlayarak mikrodalga soğurma özelliklerine kristalite büyüklüğünün etkisini incelemek amacıyla, hazırlanan malzemeler kuru olarak 2 ve 4 saat öğütüldü. Öğütme 20:1 top/malzeme kütle oranında paslanmaz çelik havan içerisinde 10 mm çaplı paslanmaz çelik toplar kullanılarak 350 dev/dak hızda yapıldı (Çizelge 2). Bu işlem için Retsch PM100 model gezegensel öğütücü kullanıldı.

Çizelge 2 örneklerin hazırlama koşulları

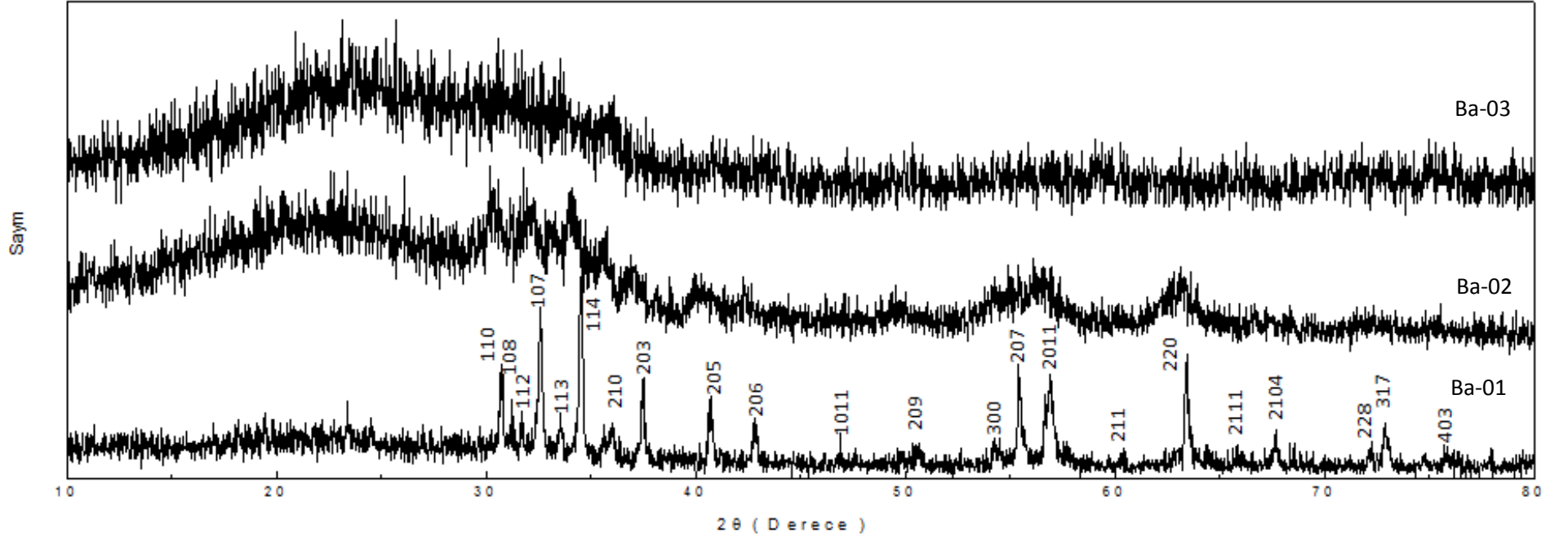
Örnek Adı	Kuru Öğütme Süresi (saat)
Ba-1	-
Ba-2	2
Ba-3	4
BaGd-1	-
BaGd-2	2
BaGd-3	4
BaNd-1	-
BaNd-2	2
BaNd-3	4

3.2. Yapısal Özelliklerin Belirlenmesi

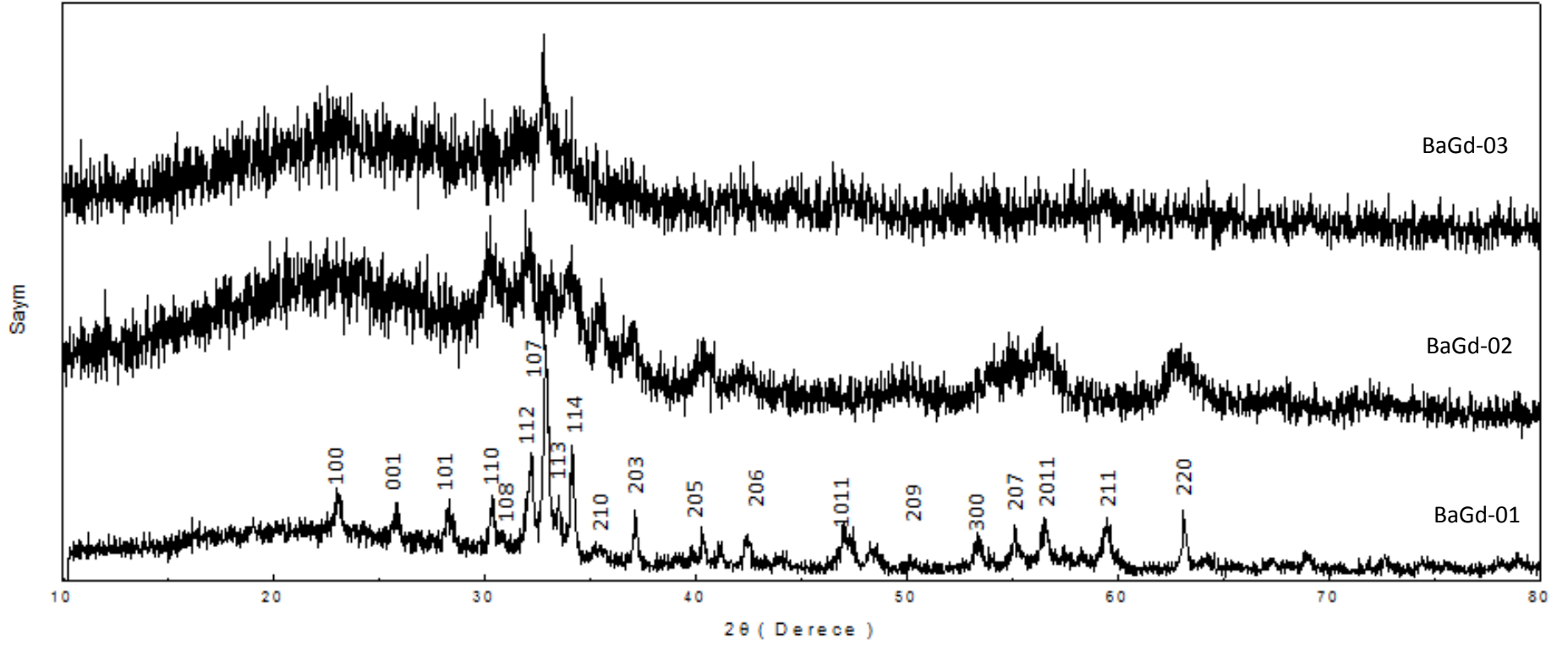
3.2.1. X-ışını Toz Kırınım Ölçümleri ve Kristal Parametrelerinin Tayini

Hazırlanan örneklerin yapısal özelliklerini belirlemek amacıyla x-ışını toz difraksiyon ölçümleri yapıldı. Şekil 36,37,38'de başlangıç örneği ve katlılı örneklerin XRD desenleri verilmektedir. Şekill 36'de de görüldüğü gibi katkılanmamış örneklerin tümünde x-ışını toz difraksiyon desenleri hekzagonal BaFe₁₂O₁₉ yapısına uymakta ve başka bir safsızlık görülmemektedir ayrıca kuru öğütmeyle beraber pik yarı genişlikleri artmaktadır. Bu artış kristalite boyutundaki azalmanın bir göstergesidir. Neodyum ve gadolinyum katkılanmış örneklerde ise

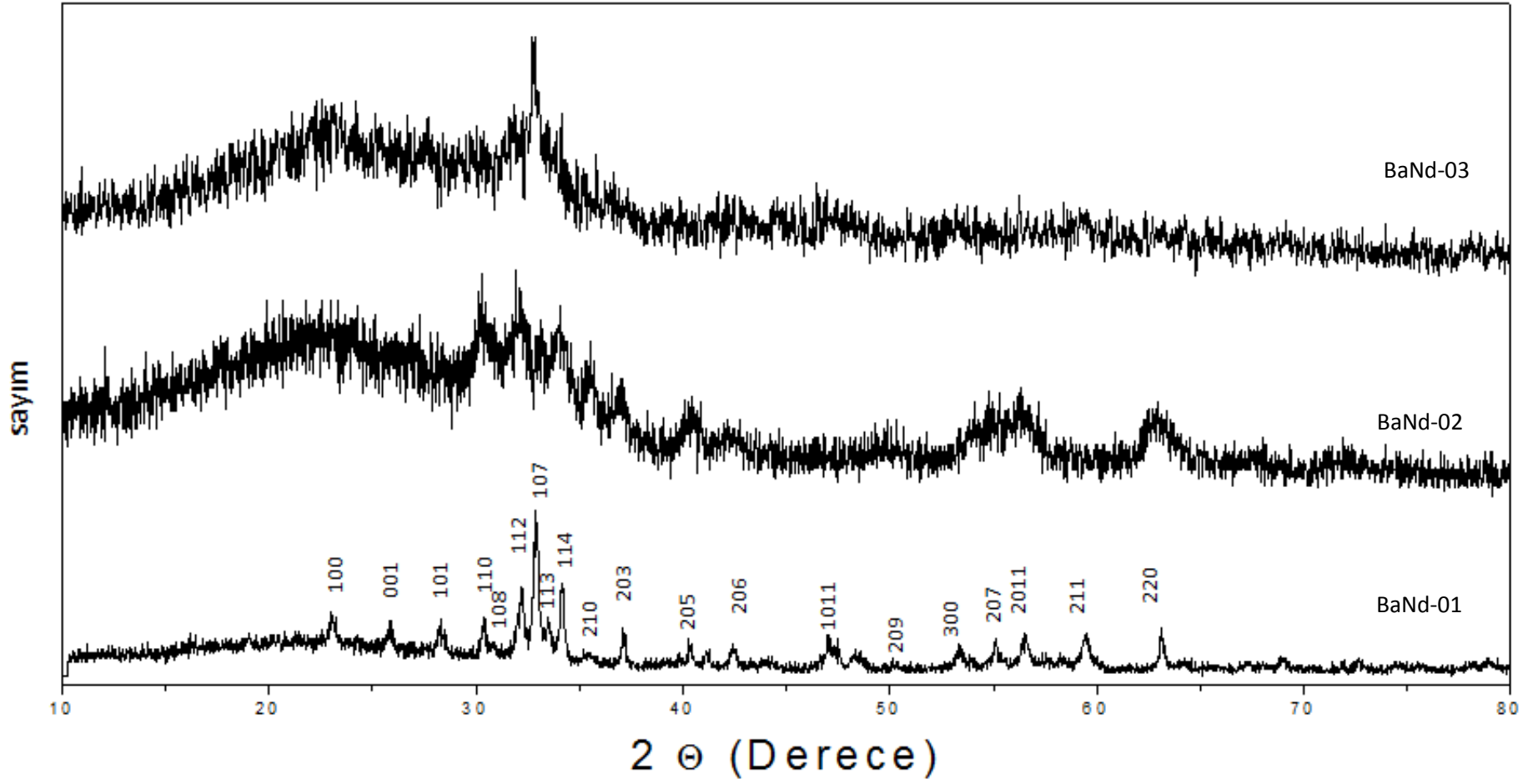
pik pozisyonları $BaFe_{12}O_{19}$ desenine göre küçük kaymalar göstermektedir ayrıca pik şiddetlerinin oranı değişmektedir. Pik konumlarındaki küçük kaymalar demir atomları yerine yerleşen Gd ve Nd atomlarına bağlı olarak küçük miktarda değişen örgü parametrelerinin bir sonucudur. Bilindiği gibi her atom x-ışını altında aydınlatıldığında elektron yoğunluk dağılımlarına bağlı olarak farklı şiddetlerde saçılmaya neden olurlar bu saçılma şiddeti atomun türüne bağlı bir sabittir ve atomik yapı faktörü olarak adlandırılır. Gd, Nd gibi f grubu atomlar demir atomuna göre çok daha fazla elektrona sahip olduğundan elektron yoğunlukları çok daha yüksektir bunun sonucu olarak da atomik yapı faktörleri daha yüksektir. Bu nedenle Gd ve Nd atomları kristal örgüde kristal boşluklarına değil de demir atomunun bulunması gereken örgü noktalarına yerleşecek olurlarsa x-ışını toz kırınım desenini oluşturan piklerin yerleri değişmeyecek ancak yerleştikleri düzlemlere karşı gelen piklerin şiddetlerinde bir artış görülecektir. Bu nedenle pik pozisyonları değişmediği halde pik şiddetlerinin oranındaki değişim, baryum ferrit kristal yapısının oluştuğunu ve hedeflendiği şekilde neodyum, gadolinyum atomlarının demir atomlarının olması gerektiği örgü noktalarına yerleştiğini göstermektedir.



Şekil 36 BaFe₁₂O₁₉ için (a) fırınlama (b) 2 saat (c) 4 saat kuru öğütme sonucunda oluşan örneğin x-ışını toz difraksiyon deseni

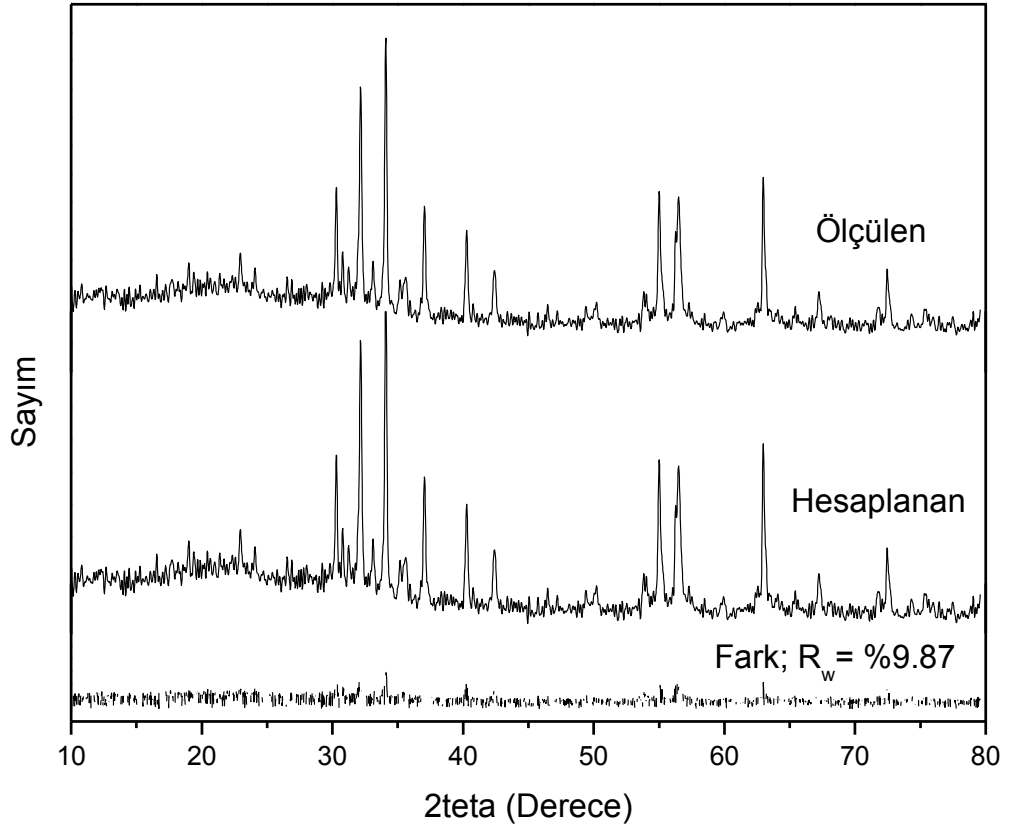


Şekil 37 $BaGd_2Fe_{10}O_{19}$ için (a) fırınlama (b) 2 saat (c) 4 saat kuru öğütme sonucunda oluşan örneğin x-ışını toz difraksiyon deseni



Şekil 38 BaNd₂Fe₁₀O₁₉ için (a) fırınlama (b) 2 saat (c) 4 saat kuru öğütme sonucunda oluşan örneğin x-ışını toz difraksiyon deseni

Daha önce belirtildiği gibi oluşan bu yapıların manyetik ve dolayısıyla da mikrodalga soğurma özellikleri kristalit büyüklükleri ve kristal parametreleriyle doğrudan bağlantılıdır. Bu nedenle bu parametrelerin belirlenmesinde literatürde kullanılan Scherre ve benzeri formüller kullanmak yerine bir rietveld analiz programı olan MaudLab programı kullanılarak elde edilen x-ışını toz kırınım desenleri incelenmiştir (Çizelge 3). Şekil 39'da Ba-01 örneği için Rietveld analizi sonucu görülmektedir. Fark grafiği ölçülen ve hesaplanan desenlerdeki şiddetlerin karaları arasındaki farkı verir ve iyi bir hesaplama için ortalamasının (R_w) %10 değerini altında olması gerekir. Bu çalışma kapsamında yapılan tüm hesaplamalarda R_w değeri %10'un altındadır.



Şekil 39 Örnek Rietveld Analizi

Tüm örnekler için Rietveld analizi kullanılarak kristal örgü parametreleri (a,b,c) ve kristalit büyüklükleri hesaplanmıştır (Çizelge 3).

Çizelge 3'ten görüleceği gibi 4 saat öğütme sonucunda kristalit büyüklüğü ortalama 50 nm den 10 nm ye düşmekte, a,b parametreleri 5,8846 Å dan 5,8837

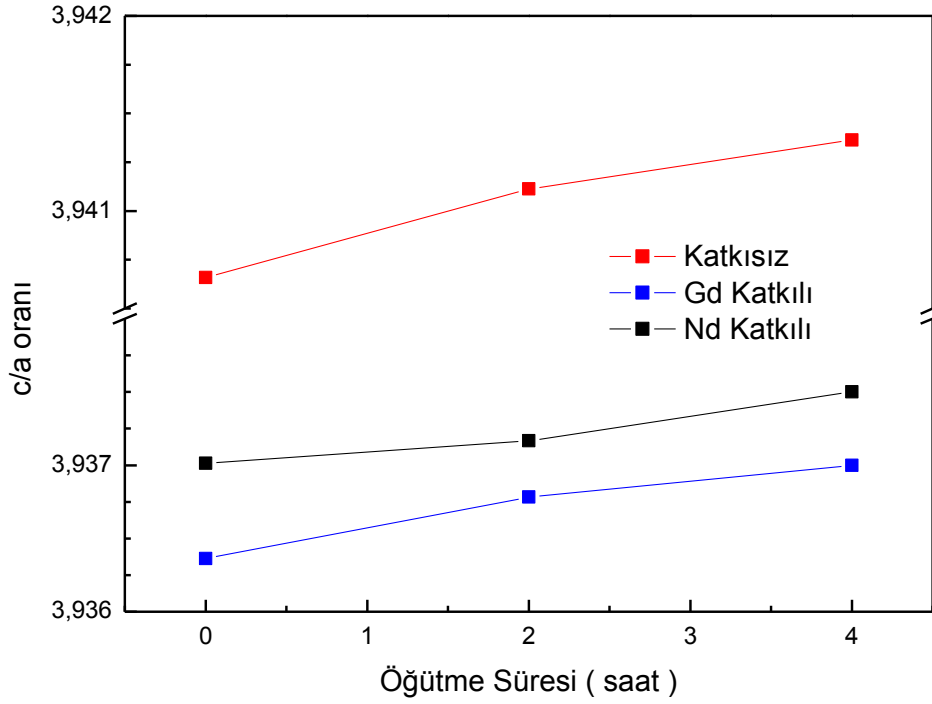
Å ye kadar azalırken c parametresi 23,1892 Å den 23,1898 Å ye çıkmaktadır. Bunun sonucu olarak c/a oranı 4 saat öğütmeyle birlikte 3,9395 Å ten 3,9413 Å'a çıkmaktadır. Bu değişimleri daha belirgin görebilmek için Şekil 40'da c/a oranının öğütme süresine bağlı değişimi verilmiştir.

Çizelge 3 MaudLab Programı ile hesaplanan kristal parametreleri

	a,b (Å)	c (Å)	Kristal Büyüklüğü (nm)
Ba-01	5,8846 ± 0,0004	23,1892 ± 0,0003	51 ± 2
Ba-02	5,8841 ± 0,0005	23,1899 ± 0,0007	22 ± 4
Ba-03	5,8837 ± 0,0009	23,1898 ± 0,0008	8 ± 4
BaGd-01	5,8912 ± 0,0005	23,1899 ± 0,0002	55 ± 2
BaGd-02	5,8907 ± 0,0007	23,1904 ± 0,0008	21 ± 5
BaGd-03	5,8904 ± 0,0009	23,1905 ± 0,0011	11 ± 6
BaNd-01	5,8902 ± 0,0002	23,1898 ± 0,0002	52 ± 3
BaNd-02	5,8901 ± 0,0008	23,1903 ± 0,0009	19 ± 5
BaNd-03	5,8897 ± 0,0008	23,1907 ± 0,0010	10 ± 5

Bilindiği gibi kristal örgü c yönünde gerildiğinde bu yöndeki bağlarda uzamaya ve dolayısıyla bu bağları oluşturan elektronların divalent metal iyonları ve demir iyonları üzerinde daha az zaman geçirmesine neden olacaktır. Dolayısıyla a,b yönündeki bağları oluşturan elektronlar divalent metal iyonları ve Fe iyonları tarafından daha sıkı çekilecektir ve bunun sonucu olarakta bu yönlereki bağlar kısılacaktır yani a,b parametreleri azalacaktır. Buda a,b düzlemi içerisinde sıkı bağlı ancak c yönünde daha zayıf bağlı bir yapı oluşmasına neden olacaktır. Divalent metal iyonları çevresinde oluşan simetrideki bu bozukluk c yönünde oluşan kristal anizotropinin kaynağıdır [73]. c/a oranının artması simetrideki bu bozulmayı arttıracığından kristal anizotropisinin de artmasına neden olur. Baryum Ferrit temel örgüsünü oluşturan R ve S blokları ve bu blokları oluşturan oksit katmanları a,b kristal düzlemleri yönünde yüksek simetriye sahiptir ve sıkı iyonik bağlarla birbirine bağlı metal ve oksijen atomlarından oluşurlar. Ancak bu katmanlar c yönünde dizilirken daha zayıf iyonik ve metalik bağlarla birbirine bağlıdır. Bunun sonucu olarak kuru öğütme sırasında oluşan kusurlar genellikle bu tabakaların, blokların birbiri üzerinde kayma ya da dönmesi şeklinde oluşur. Bu nedenle kristal örgü içerisinde oluşan stres genellikle c doğrultusunda ortaya çıkar.

Buda c parametresindeki artışın nedenidir. Kristal örgü c yönünde gerildiğinde ise bu yöndeki bağlarda uzamaya ve dolayısıyla bu bağları oluşturan elektronların atomlar üzerinde daha az zaman geçirmesine neden olacaktır. Dolayısıyla a,b yönündeki bağları oluşturan elektronlar atomlar tarafından daha sıkı çekilecektir ve bunun sonucu olarakta bu yönlerdeki bağlar kısılacaktır yani a,b parametreleri azalacaktır.



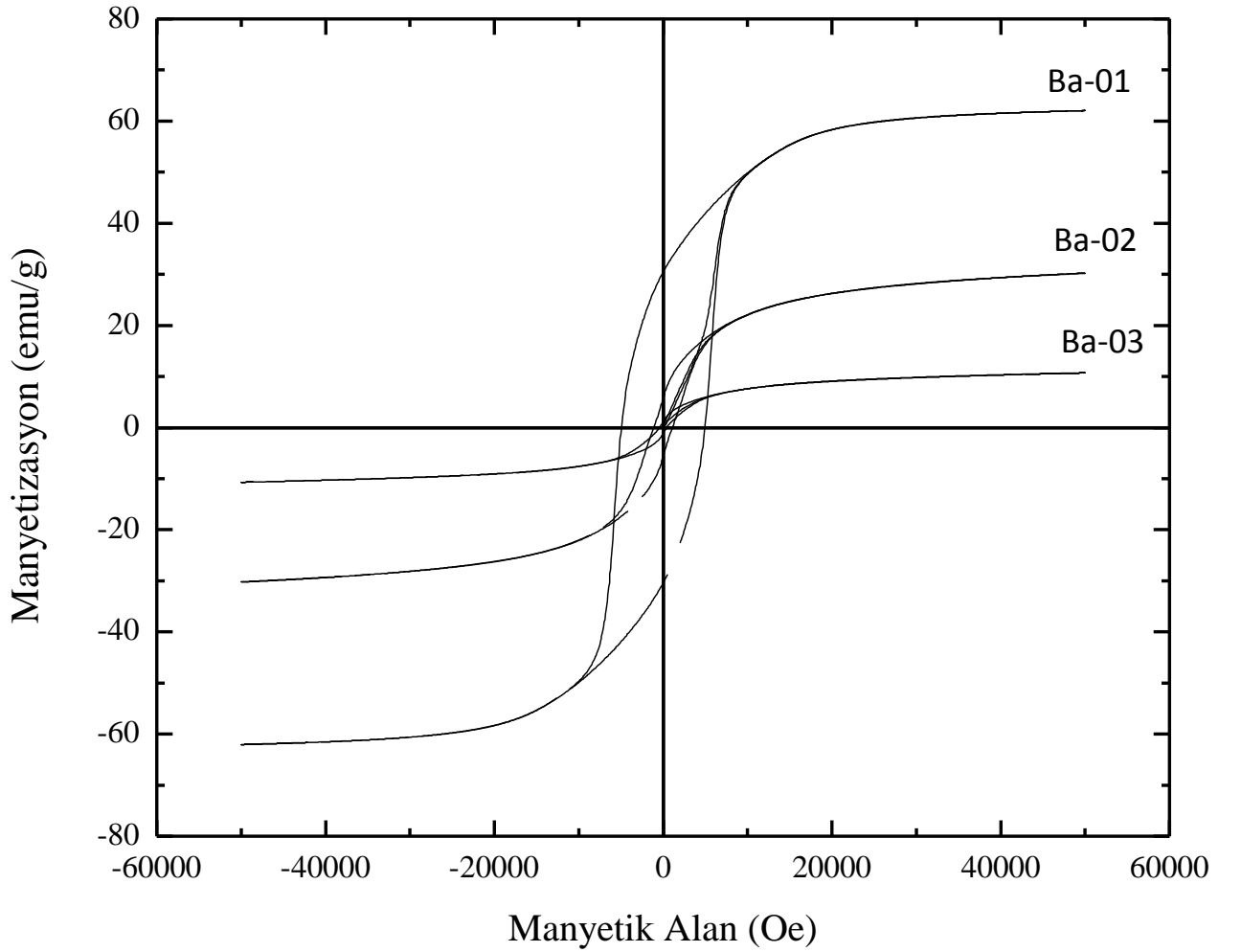
Şekil 40 c/a oranının öğütme süresine bağlı değişimi

Kuru öğütme süresince örnek, toplar ve havan yüzeyi arasında sürtünme ve şiddetli çarpışmalara maruz kalır. Kristalit büyüklüğü fazla iken sürtünme kuvvetleri baskındır ve bu kuvvetler genellikle parçacık büyüklüğünün ve kristalit büyüklüğünün küçülmesi yönünde etkilidir. Bu nedenle kuru öğütmeyle birlikte kristalit büyüklüğü ortalama 50 nm den ortalama 10 nm ye kadar düşmüştür.. Ancak belli bir parçacık büyüklüğünün altında yüzey hacim oranındaki hızlı artış örneklerin sinterlenme sıcaklığını düşürür bu nedenle vuru kuvvetleri sonucunda ortaya çıkan yüksek sıcaklık kolaylıkla parçacıkların birleşerek büyümelerine neden olur. Bu sıcaklık noktasal olarak 800 °C ye ulaşabilir. Sonuç olarak parçacık büyüklüğünün azalma hızı giderek azalır. Bu nedenle öğütme süresi arttıkça

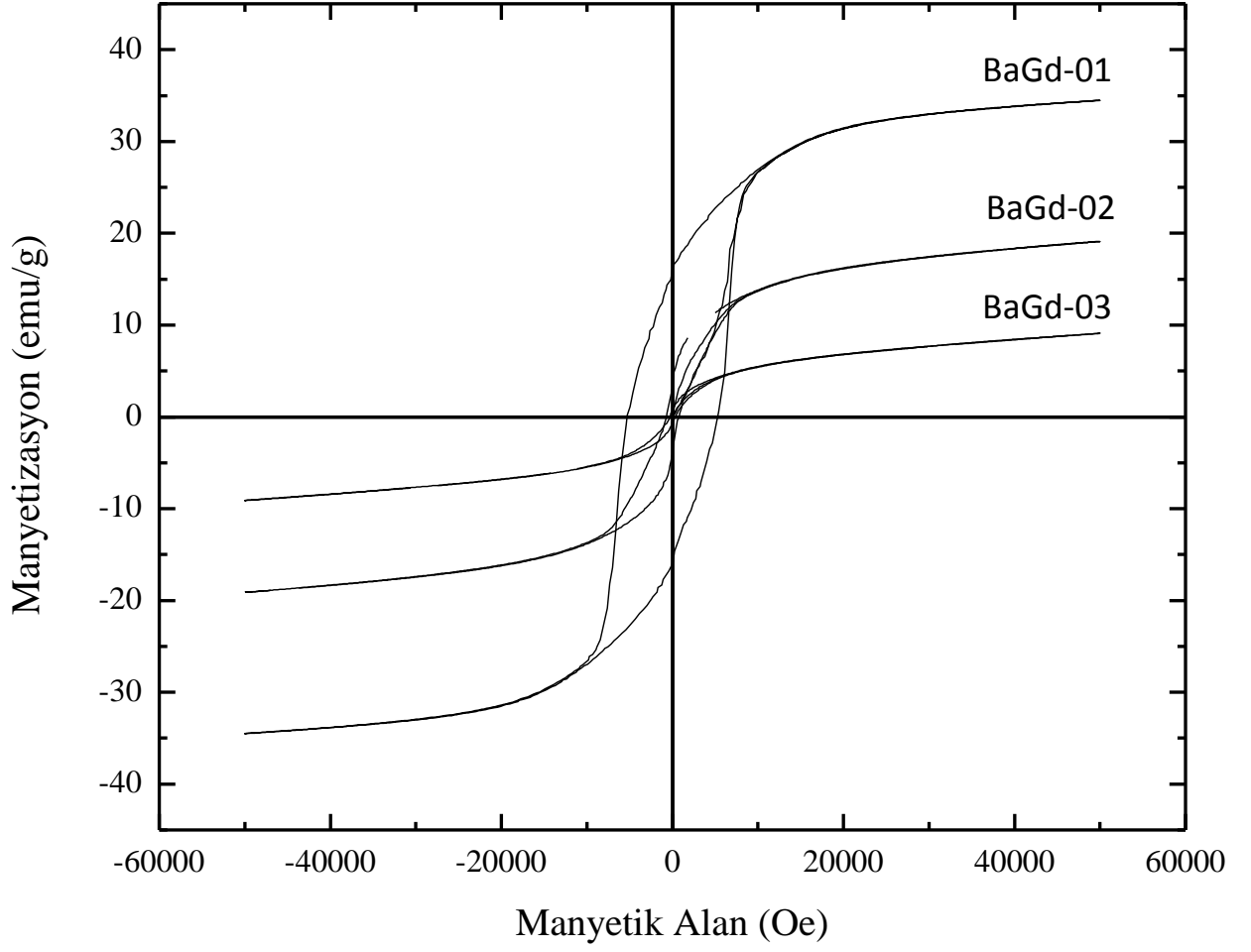
kristalit büyüklüğü azalırken başlangıçta parçacıklı yapıda olan malzemenin yığın hale geldiği TEM fotoğraflarıyla belirlenmiştir. Bu olay ilerki kesimlerde daha detaylı tartışılacaktır.

3.3. Manyetik Karakterizasyon

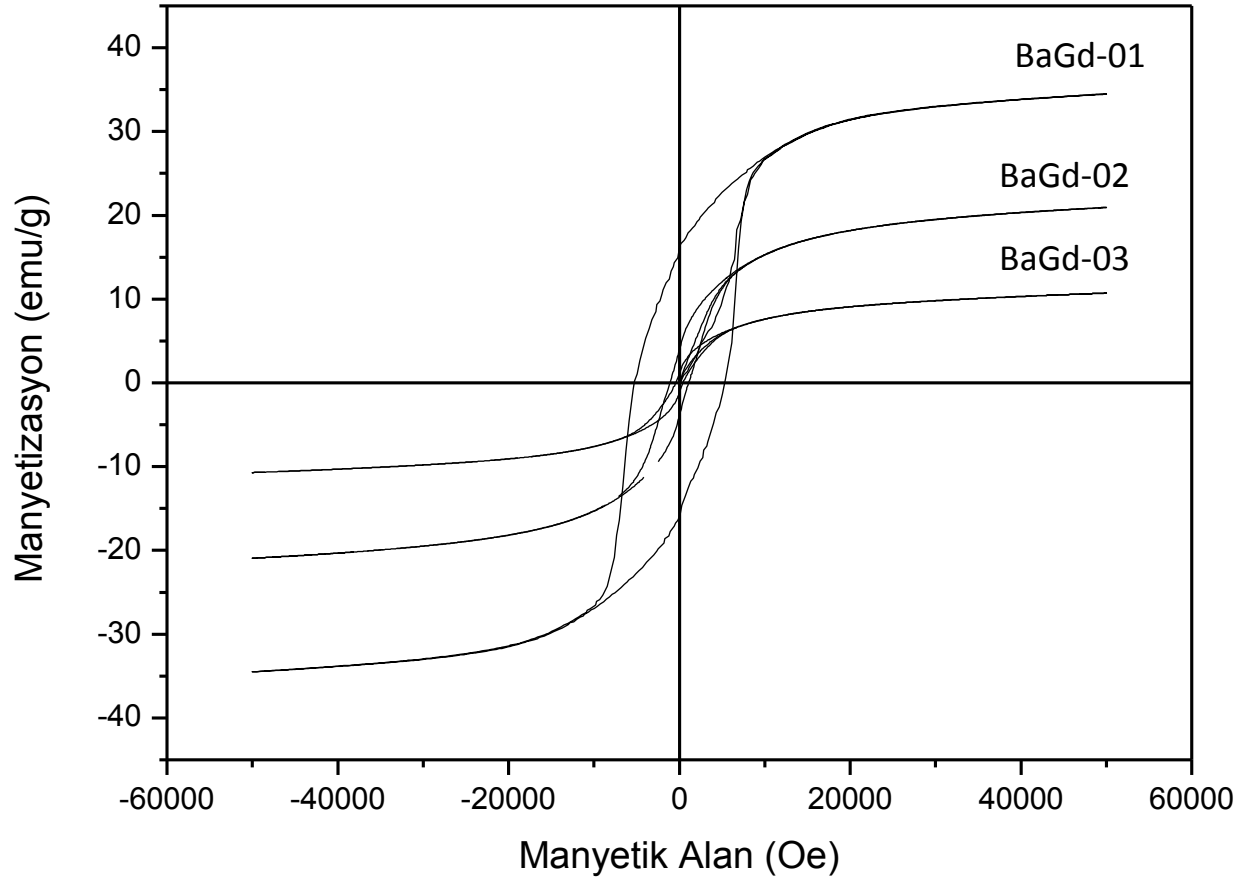
Örneklerin manyetik özellikleri mikrodalga soğurma özelliklerinin açıklanabilmesi önemli bilgiler içermektedir. Bu nedenle kuru öğütme sırasında oluşan kusurların, kristalite boyutu düşüşünün ve ayrıca yapıya eklenen Gd, Nd atomlarının manyetizasyona etkisinin incelenmesi amacıyla hazırlanan tüm örneklerin oda sıcaklığında (300 K) manyetik alana bağlı manyetizasyonlarının değişimi Quantum design VSM yardımıyla ± 5 T manyetik alan şiddetinde ölçüldü (Şekil 41, 42, 43).



Şekil 41 Saf BaFe₁₂O₁₉ örnekleri için manyetizasyon eğrileri



Şekil 42 Gd katkılı BaFe₁₂O₁₉ örnekleri için manyetizasyon eğrileri



Şekil 43 Nd katkılı BaFe₁₂O₁₉ örnekleri için manyetizasyon eğrileri

Çizelge 4 Örneklerin Temel manyetik özellikleri

Örnek	Koersivite (Oe)	Ms (emu/g)	Mr/Ms
Ba-1	4800	61	0,47
Ba-2	1090	29	0,15
Ba-3	350	10	0,11
BaGd-1	5200	34	0,44
BaGd-2	700	18	0,17
BaGd-3	300	8	0,07
BaNd-1	5270	34	0,45
BaNd-2	1080	20	0,19
BaNd-3	420	10	0,10

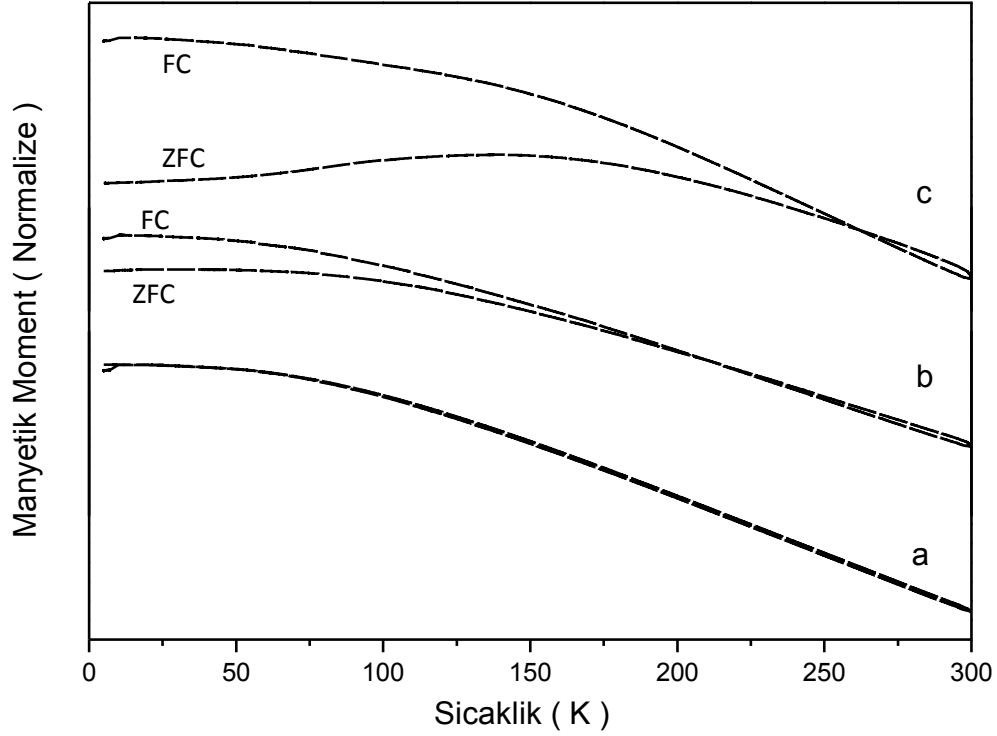
Şekil 41, 42, 43'te görüldüğü gibi 4 saat öğütmeyle birlikte kristal büyüklüğü 50 nm den 10 nm ye düşerken doyum manyetizasyonunun, katkısız örnekler için 60 emu/g dan 10 emu/g a katkılı örnekler içinse 34 emu/g dan 8 emu/g a düştüğü görülmektedir (Çizelge 4). Öğütme süresindeki artışla birlikte doyum manyetizasyonundaki bu azalmanın nedeni kristalit bölgelerin yüzey hacim oranındaki artıştır [85] [86]. Yüzey hacim oranının artmasıyla birlikte yüzey spinlerinin sayısı da hızla artar. Daha önceki kesimlerde tartışıldığı gibi yüzey spinleri dış manyetik alana uymak yerine yüzeyden dışarı doğru yönelmeyi tercih edeceğinden alan yönünde yönelen toplam spin sayısı dolayısıyla doyum manyetizasyonu azalacaktır [87]. Bunun yanı sıra çizelge 4'ten görüldüğü gibi öğütme süresindeki artışla birlikte koersivite 5000 Oe ten 350 Oe e kadar, Doyum manyetizasyonunun (M_s) artık mıknatıslanmaya (M_r) oranıysa 0,47 den 0,10 a kadar düşmüştür. Bir malzemenin koersivite ve M_r/M_s oranının değişimi malzemenin sahip olduğu spinler arasındaki etkileşimin yanı sıra o malzemeyi oluşturan parçacıklar arasındaki etkileşimin değişimini de verir [88] [89]. Parçacıklar arasında biri uzun erimli "dipolar etkileşim" diğeri ise kısa erimli "parçacıklar arası değiş-tokuş etkileşimi" olmak üzere iki tip etkileşim vardır. Bu etkileşimler zayıfladıkça M_r/M_s oranı 0,5 değerinden uzaklaşma eğilimi gösterir [90] [91]. Eğer Malzemede tek eksenli bir anizotropi varsa, baskın enerji bu anizotropi kaynaklıysa ve parçacıklar arası etkin etkileşim değiş-tokuş etkileşimi ise koersivitede kayda değer bir değişim göstermez ancak parçacıklar arası etkileşim dipolar etkileşimse koersivite parçacıklar birbirinden uzaklaştıkça azalacaktır [92] [93]. Bu nedenle öğütmeyle birlikte koersivitede ve M_r/M_s oranındaki azalma bize öğütmeyle birlikte kristalit bölgeler arası etkileşimin azaldığını ve uygulanan dış manyetik alana uyum sağlayamayan çakılmış manyetik momentler olduğunu göstermektedir. Bu durum ancak malzeme içerisinde kristalit bölgeleri birbirinden ayıran düzensiz bölgeler oluşmaya başladığını zaman ortaya çıkacaktır [90] [94].

Şekil 42,43'te görüldüğü gibi yapıya eklenen f grubu metal atomları koersivitede artışa neden olmaktadır. Bu artış tek eksenli kristal anizotropisindeki ve spin yörünge etkileşimindeki artışın bir sonucudur [95] [96].

BaFe₁₂O₁₉ yapısında bulunan Fe atomlarının atomik yarı çapı 122 pm iken yerine eklenen Gd ve Nd atomları sırasıyla 233 pm ve 203 pm atomik yarı çapa sahiptir. Bu nedenle kristal örgü içerisinde demir atomlarının yerine yerleşen Gd ve Nd atomları kristal örgü içerisinde bir gerilmeye neden olmaktadır. Bu gerilme sıkı bağlı düzlemler içerisinde büyük farklara neden olmasada düzlemler arasındaki etkileşimler daha zayıf olduğundan c yönünde daha büyük bir strese bunun sonucu olarak da zaten bu yönde olan kristal anizotropisinde artışa neden olmaktadır. Ayrıca f grubu atomlar sahip oldukları yüksek orbital açısal momentumu (L=3) nedeniyle divalent demir iyonuna göre (L= 2) daha yüksek spin yörünge etkileşimine sahiptir. Buda c yönündeki düzenlenimi arttırarak bu yöndeki anizotropiye katkı sağlar. Dolayısıyla toplam anizotropideki artış koerzivitede artış olarak karşımıza çıkar.

Şekil 41,42,43'te dikkati çeken bir başka davranış ise kuru öğütülmüş örneklerde düşük alan değerlerinde manyetizasyon 2 adımda azalmasıdır. Bunun nedeni parçacıklar arasındaki etkileşimin azalması olabileceği gibi öğütlemeyle beraber parçacık büyüklüğü dağılımındaki farklılığın bir sonucu olarak malzeme içerisinde süperparamanyetik limitin altında parçacık büyüklüğüne sahip olan ve süperparamanyetik özellik gösteren parçacıklar olabilir. Bunun belirlenmesi amacıyla örneklerin manyetizasyonunun sıcaklığa bağlı değişimleri incelenmiştir. Bunun için farklı sürelerde öğütülen örnekler önce sıfır alan altında 10 K e soğutulup (ZFC) daha sonra 500 Oe alan altında oda sıcaklığına ısıtılırken manyetizasyonlarının sıcaklığa bağlı değişimi ölçülmüştür. Daha sonra alan altında soğutularak (FC) manyetizasyonun sıcaklıkla değişimi yeniden gözlenmiştir (şekil 44). Öğütülmemiş örnekte sıcaklıktaki azalmayla birlikte manyetizasyon artarken 2 ve 4 saat öğütülmüş örneklerde manyetizasyonun bir maksimumdan geçtiği gözlenmiştir. Bu maksimum, engelleme sıcaklığı olarak adlandırılır ve yalnızca süperparamanyetik yapılara özgüdür. Engelleme sıcaklığında kristalitlerin ısı rastgeleliklerden dolayı sahip olduğu enerji manyetik anizotropi enerjisine eşit olur ve bu sıcaklığın altında malzeme Ferro/ferrimanyetik özellik göstermeye başlar. Baryum ferrit için süperparamanyetik limit 9 nm'dir. Örneklerde engelleme sıcaklığının görülmesi ölçülen yapı içerisinde süperparamanyetik bir fazın varlığının bir göstergesidir. Öğütlemeyle birlikte azalan ortalama kristalite büyüklüğünün yanı sıra parçacık dağılımıda artmaktadır ve örnek içerisinde süperparamanyetik limitin

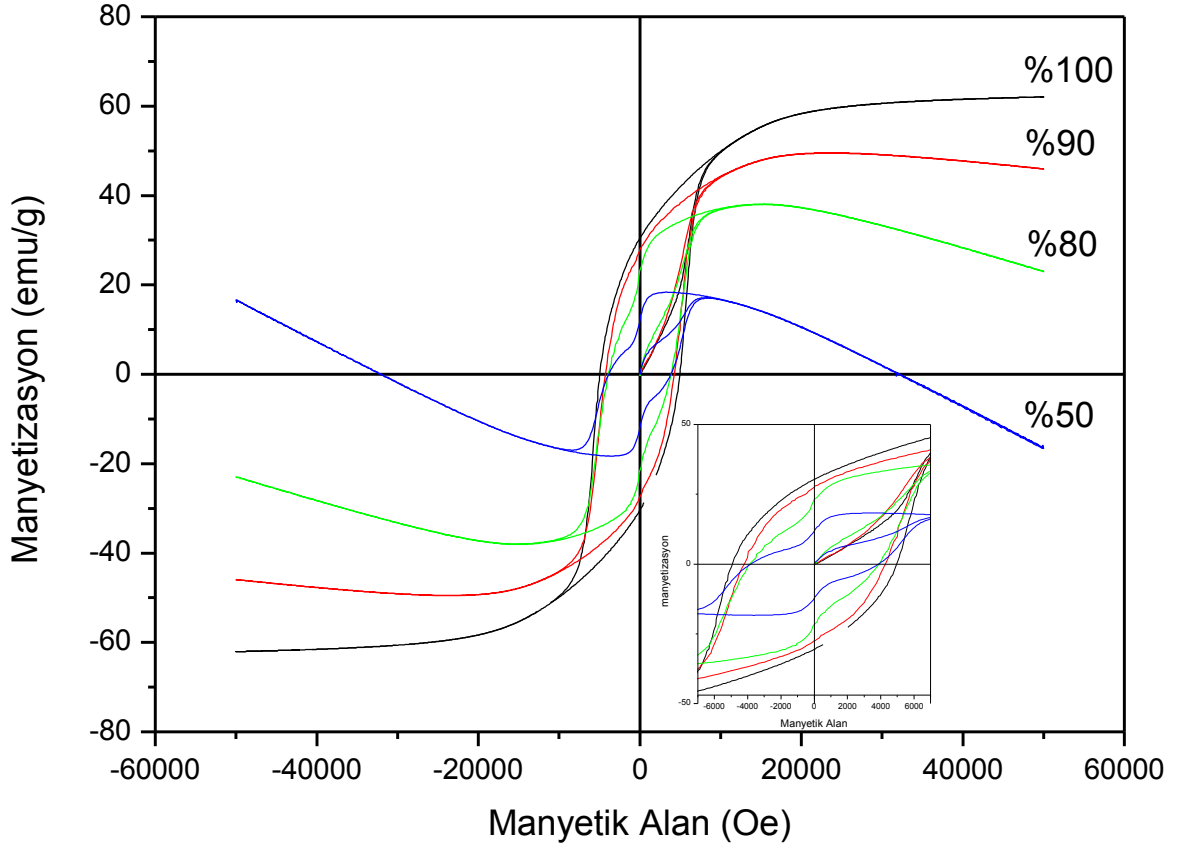
altında kristalit büyüklüğüne sahip bölgeler oluşmaktadır. 2 saat öğütülmüş örnekte engelleme sıcaklığı 60 K iken 4 saat öğütme sonunda ortalama kristalite boyutunun 50 nm den 8 nm ye düşmesiyle 150 K e kadar yükselmiştir.



Şekil 44 katkısız örnekler için manyetizasyonun sıcaklıkla değişimi a) öğütülmemiş (Ba-01) b) 2 saat (Ba-02) c) 4 saat öğütülmüş (Ba-03)

Hazırlanan örneklerin manyetik özellikleri mikrodalga soğurma uygulamaları için uygun gözükse de malzemeler polimer matris içerisinde dağıtılarak kullanılacağından dağıtım oranının örneklerin manyetik özelliklerine dolayısıyla da mikrodalga soğurma özelliklerine etkisi belirlenmelidir. Bilindiği gibi nanomalzemelerin manyetik özellikleri parçacık büyüklüğüne [97], parçacıkların şekillerine [98], parçacıkların dağılımına [99] parçacıklar arası etkileşimlere [100] ve hatta sentezlenme tekniklerine bağlıdır. Özellikle nanokristal manyetik malzemelerde parçacıklar arası etkileşimler oldukça önemlidir türünün ve etkin mesafesinin belirlenmesi gereklidir. Bu amaçla öğütülmemiş saf baryum ferrit örneği polimer içerisine kütlece %90, %80 ve % 50 oranında dağıtılarak oluşan bu kompozit yapıların manyetizasyonunun manyetik alana bağlı değişimi incelendi. Karışımlar hazırlanırken karışıma polimerin çözülmesine yetecek kadar su

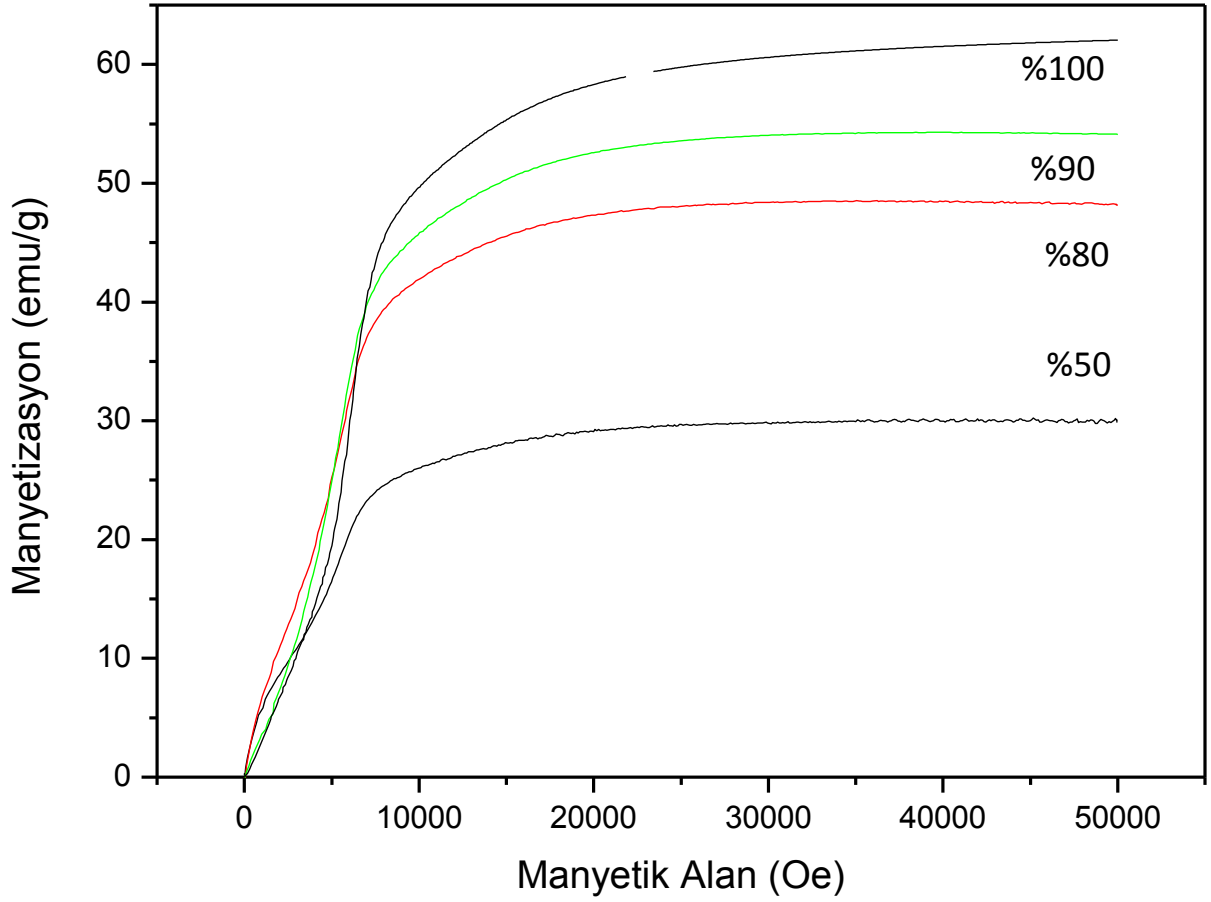
katılarak karışım homojen renk alıncaya dek agat havan içerisinde karıştırıldı ve bu karışım oda sıcaklığında 24 saat kurumaya bırakıldı. Hazırlanan farklı doldurma oranına sahip örneklerin VSM kullanılarak sabit sıcaklıktaki (300.0 K) manyetizasyonunun alana bağlı değişimi şekil 45’de verilmektedir.



Şekil 45 Manyetizasyonun doldurma oranına bağlı değişimi.

Çizelge 5 Örneklerin histerisis eğrilerinden belirlenen M_r , M_s , M_r/M_s ve H_c değerleri,

Örnek	M_s (emu/g)	M_r (emu/g)	H_c (Oe)	M_r/M_s
100%	62	30,7	4900 ± 50	0,495
90%	54	26,9	4200 ± 50	0,498
80%	48	22,7	3900 ± 50	0,472
50%	30	12,2	3840 ± 50	0,406



Şekil 46 Diamanyetik etki çıkarıldıktan sonraki manyetizasyon eğrileri

Şekil 45' te görüldüğü gibi kompozit örnekteki $BaFe_{12}O_{19}$ miktarı azalıp vinil asetat homopolimerinin miktarı arttıkça doyum manyetizasyonu azalırken diamanyetik katkı artmaktadır. Bunun nedeni vinil asetat homopolimerinin diamanyetik bir malzeme olmasıdır.

Diamanyetik bir malzemenin manyetizasyonunun dış alanla lineer arttığı ve dış alana ters olduğu bilindiğinden polimerin ölçümlere katkısının çıkarılabilmesi amacıyla eğrilerin 2 T ile 5 T arasındaki lineer bölümlerine Origin programı yardımı doğrusal fit yapıldı. Elde edilen doğrular manyetizasyon eğrilerinden çıkarılarak Şekil 46'daki eğriler elde edildi. Bu işlemde sonra elde edilen eğrilerden doyum manyetizasyonları hesaplandı. Kalıcı manyetizasyon ve koersivite değerleri orijinal grafiklerden okundu (Çizelge 5) Hazırlanan örneklerde

%90 dan daha düşük doldurma oranlarında Mr/Ms değerinin 0,5 ten uzaklaştığı görülmektedir. Ayrıca doldurma oranının düşmesiyle koersivite ciddi şekilde azalmaktadır. Buda bize öğütme sonunda görülen etkiye benzer şekilde parçacıklar arası etkin etkileşimin dipolar etkileşim olduğunu ve %90 doldurma oranından daha büyük doldurma oranlarında bozulmadığını göstermektedir [97]. Bu etki aynı zamanda düşük doldurma oranlı örneklerin manyetizasyon eğrilerinde küçük alanlarda kalıcı mıknatıslanma değeri civarın 2 adımlı bir geçişe neden olmuştur. Bu örneklerde kristalit büyüklüğü dağılımının yüksek olması nedeni ile bazı kristalitler kritik büyüklüğün altında yani süperparamanyetikdir. Yüksek doldurma oranlı örneklerde tüm kristalitler yakın bir etkileşim içerisindeyken süperparamanyetik özellik gösteren kristalitler dipolar etkileşim nedeniyle ferromanyetik kristalit bölgelerle etkileşir ve onlarla birlikte hareket eder. Ancak doldurma oranı düşürülerek kristalit bölgeler arasındaki mesafeler arttırıldığında dipolar etkileşim zayıflar ve dış manyetik alan kaldırıldığında ferromanyetik kristalitler kalıcı mıknatıslanma gösterirken küçük boyutlu süperparamanyetik kristalitler hızla relakse olur ve net manyetizasyon düşer. Bunun sonucu olarak iki adımlı bir geçiş gözlenir.

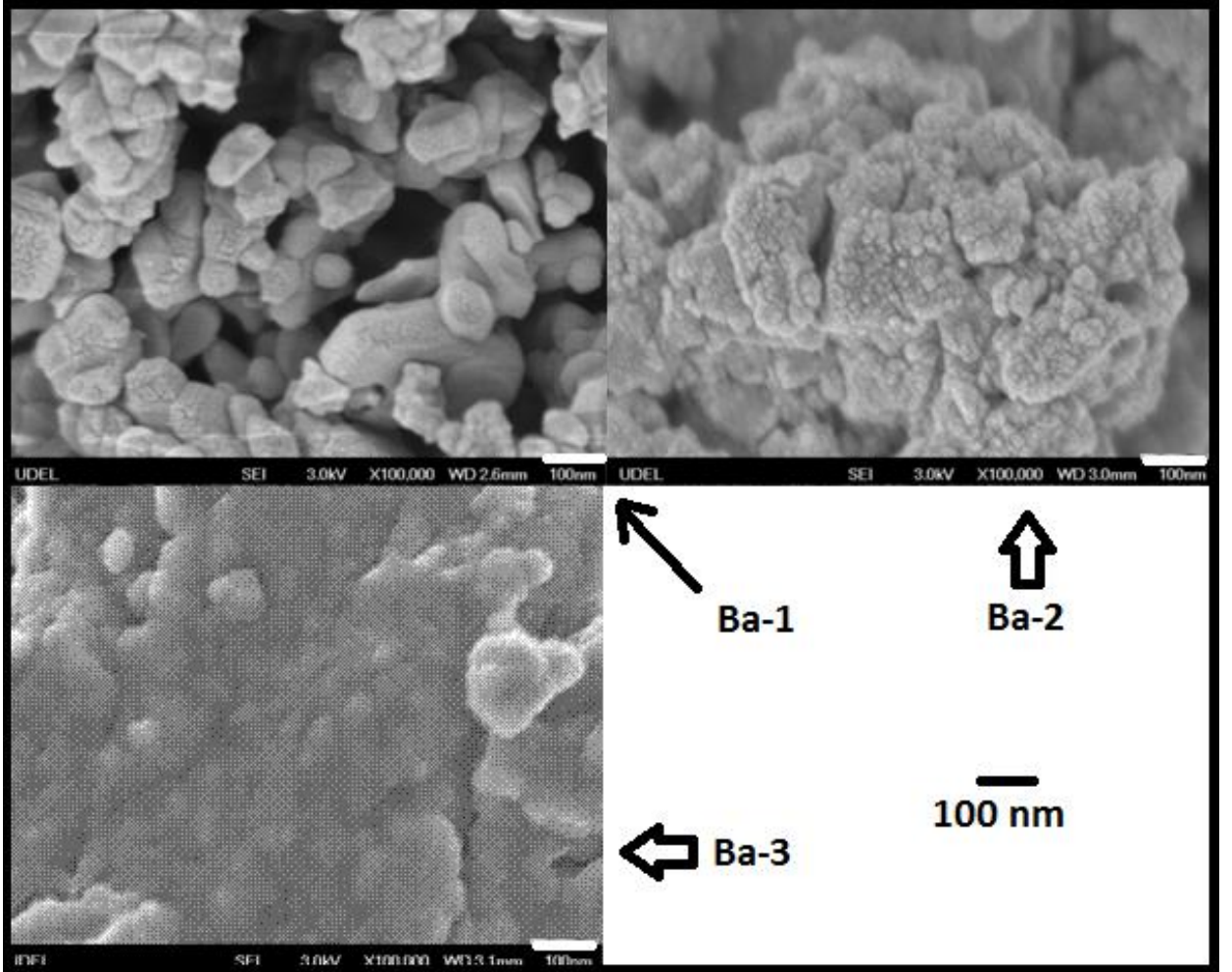
Parçacıklar arası etkileşimin bozulması toplam anizotropi enerjisini düşüreceğinden ve buda mikrodalga soğurma özelliklerini negatif yönde etkileyeceğinden doldurma oranının %90'dan yüksek olması öngörülmüştür. Daha yüksek doldurma oranlarında kompozit işlenebilecek kadar sert elde edilemediğinden mikrodalga ölçümlerinde kullanılacak kompozit yapının doldurma oranı %90 seçilmiştir.

3.4. Elektron Mikroskopisi İncelemeleri

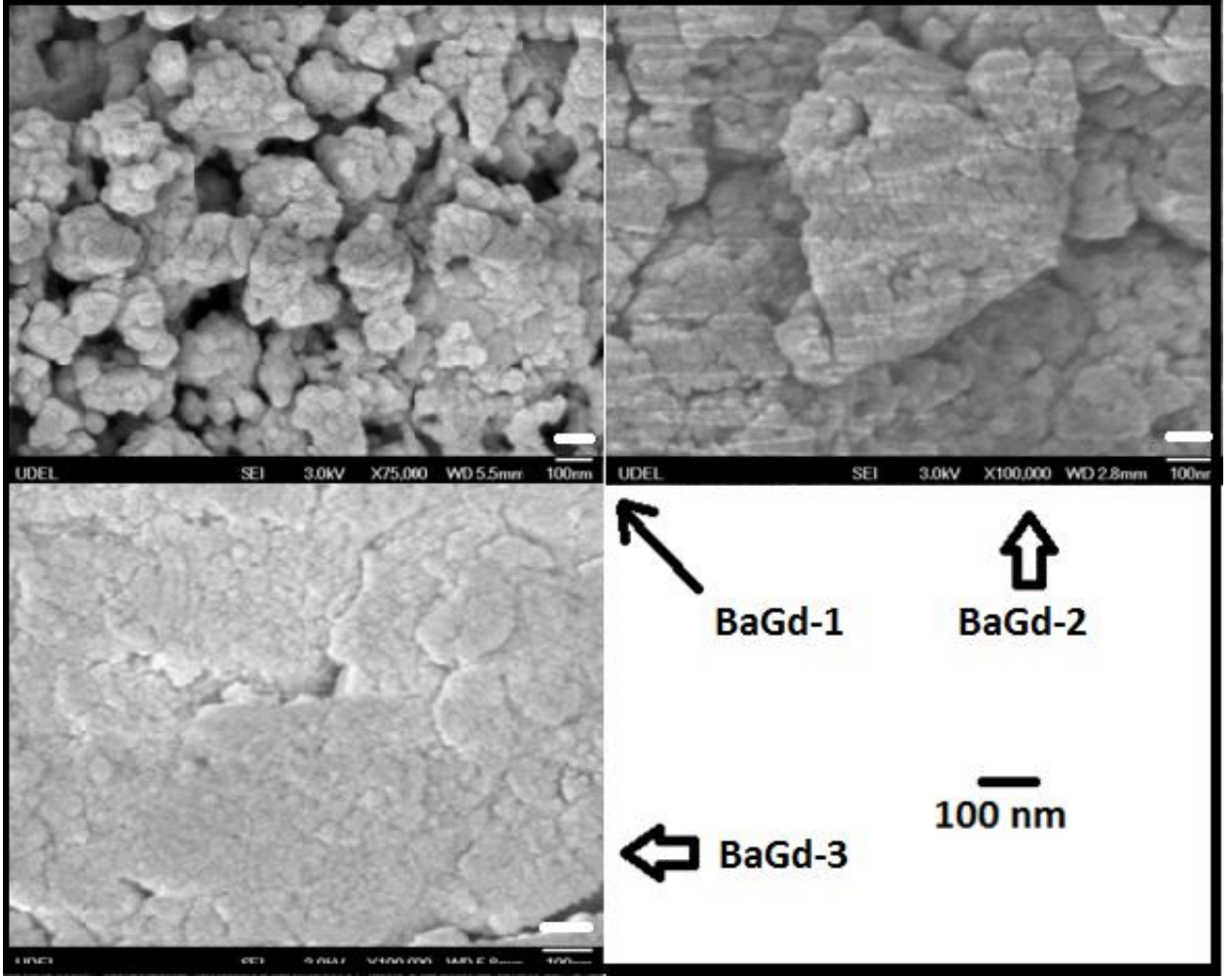
Manyetizasyon ölçümlerinden öngörülen düzensiz bölgelerle ayrılmış kristalit yapının doğrulanması ve örneklerin morfoljisini belirlemek amacıyla örneklerin SEM ve TEMi görüntüleri elde edildi.

Taramalı elektron mikroskopisi görüntüleri manyetizasyon ölçümlerini destekler şekilde kuru öğütmeyle beraber morfoljinin giderek parçacıklı yapıdan sürekli yapıya geçtiğini göstermektedir (Şekil 47, 48, 49). Oysa x-ışını toz kırınımı analizlerinden kristalite büyüklüğünün öğütme süresindeki artışla beraber azaldığını görülmüştür. Bu iki sonuç manyetizasyon ölçümlerinden elde edilen ve manyetik bölgeler arasında etkileşimin öğütme süresi arttıkça azaldığını gösteren

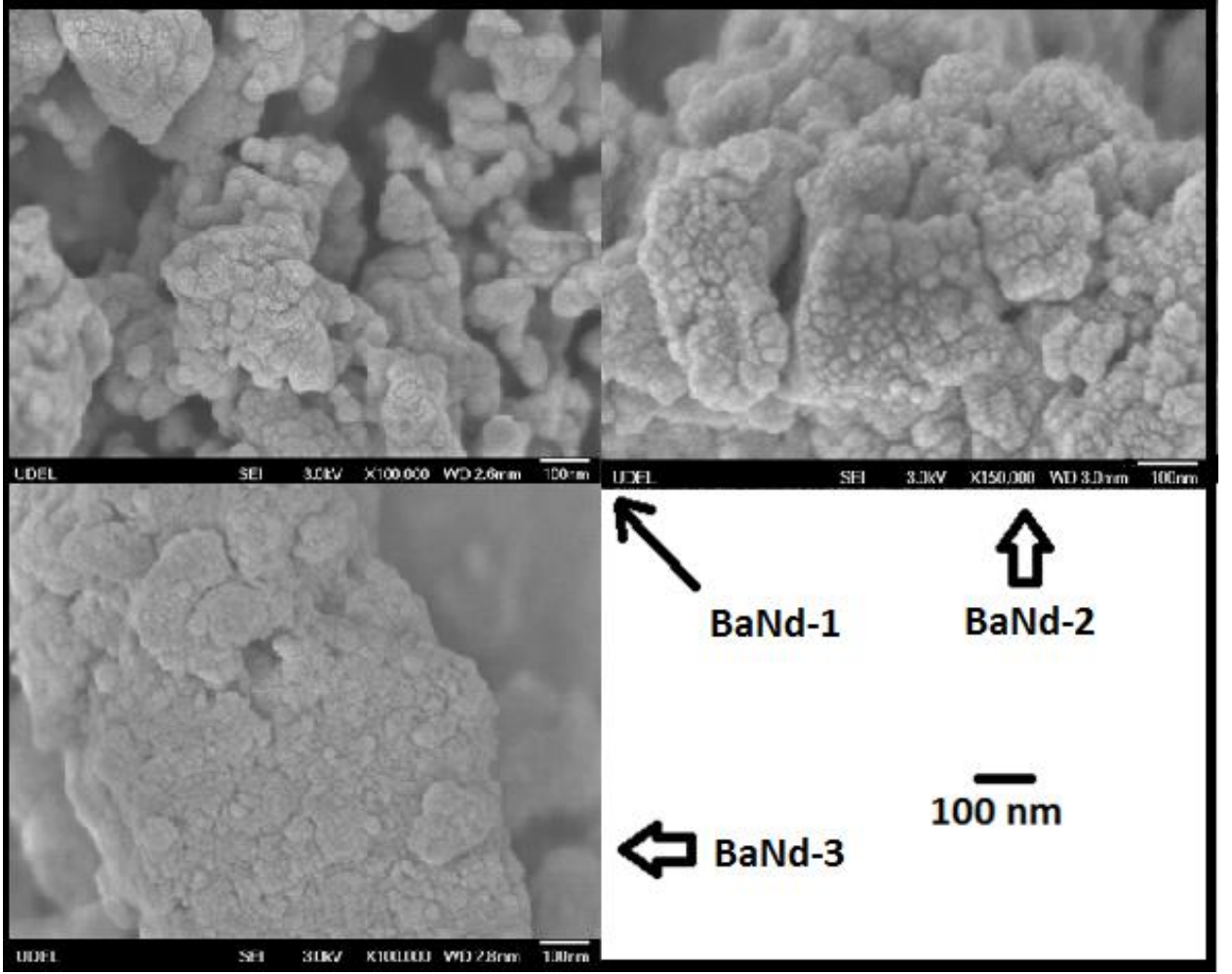
sonularla beraber dşnldğnde ğtlmş rneklerin yksek kusur sayısına sahip ya da tamamen amorf blgelerle birbirine baėlanmıř kristalit blgelerden oluřtuėu sonucunu ortaya koyar.



řekil 47 Saf rnekler iin SEM grntleri



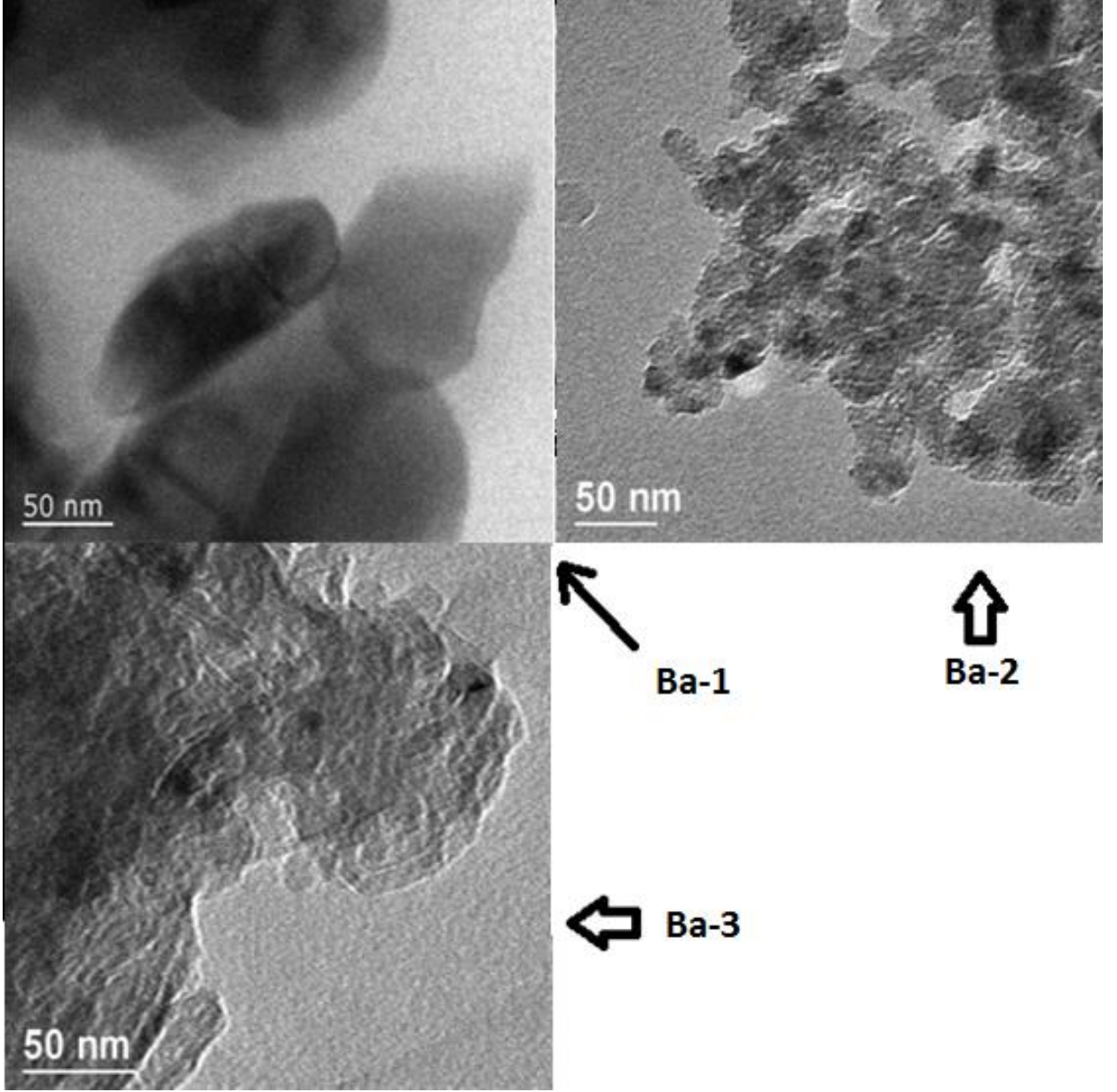
Şekil 48 Gd katkılı örnekler için SEM görüntüleri



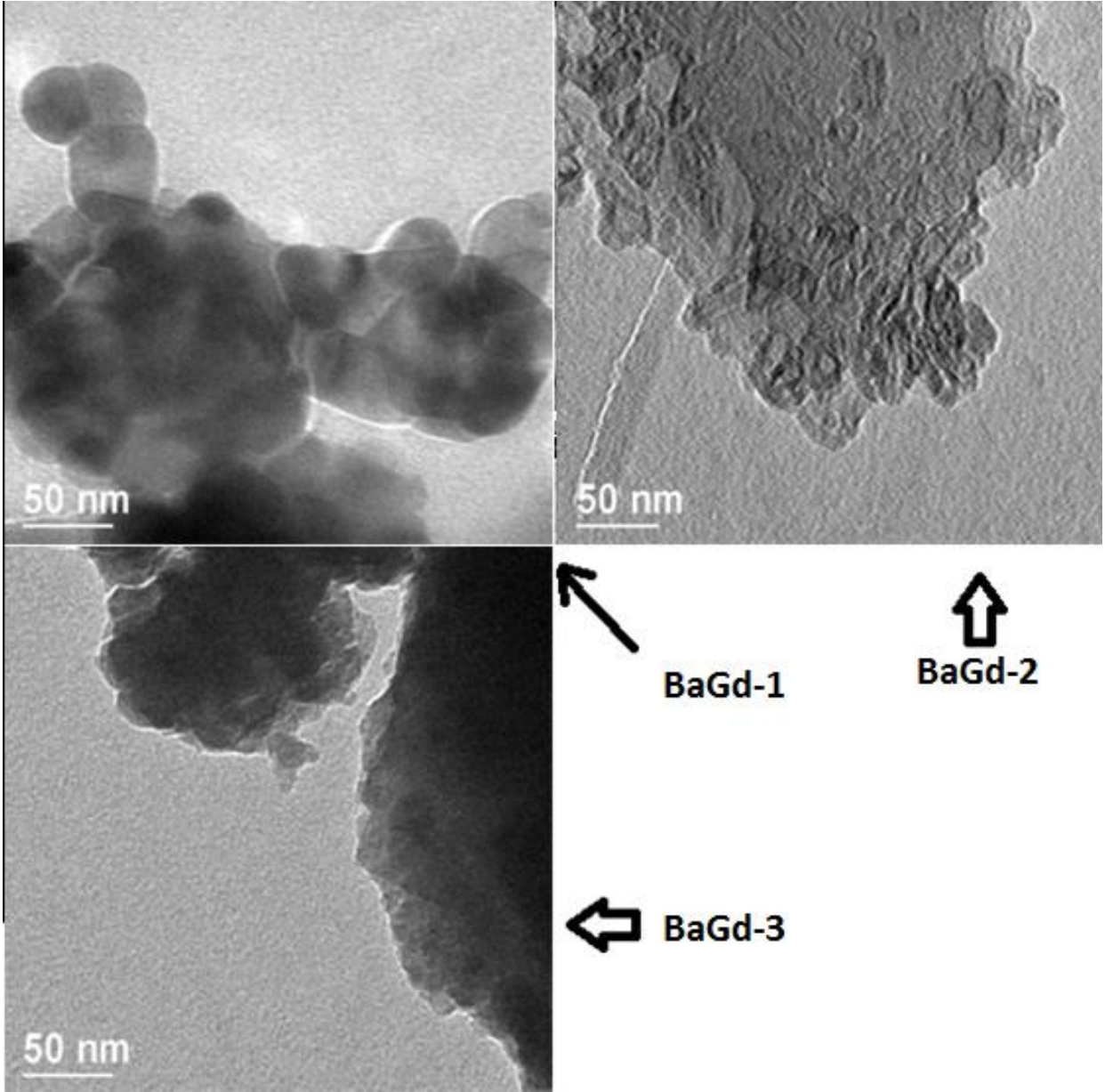
Şekil 49 Nd katkılı örnekler için SEM görüntüleri

Öngörülen bu kristalit yapının daha detaylı incelenmesi amacıyla örnekler alkol içerisinde ultrasonik sonda yardımıyla seyreltildi ve seyreltilen bu örneklerden geçirmeli elektron mikroskobu görüntüleri alındı. Şekil 50, 51, 52'de her üç grup örneğin TEM ölçüm sonuçları verilmektedir.

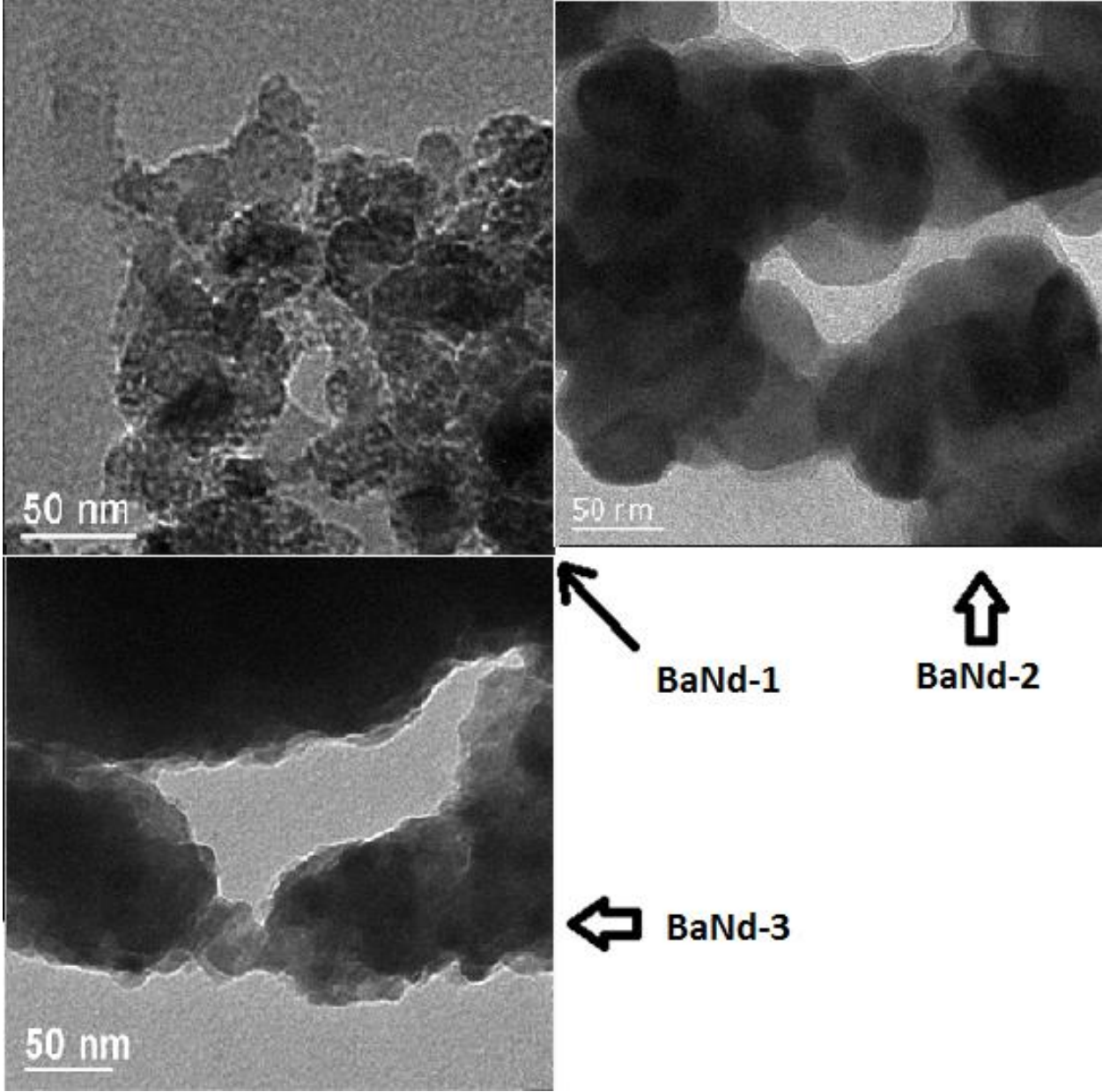
TEM görüntüleri tüm yapılarda öğütülmemiş örneklerin parçacıklı yapıda olduğu ancak parçacık büyüklüğünün x-ışını toz kırınım ölçümlerinden belirlenen kristalit büyüklüğünden farklı olarak 100 nm olduğu görülmektedir. X-ışını toz kırınım ölçümlerinden belirlenen kristalit büyüklüğünün 50 nm olduğu düşünüldüğünde yapıların fırınlamadan hemen sonra çoklu kristalit yapıda olduğunu anlaşılmaktadır. Öğütmeye birlikte ise daha önceki kesimlerde öngörüldüğü gibi örneklerin parçacıklı yapılarını giderek kaybedip ve nanokristalit bölgelerden oluşan yığın yapıya geçtiği görülmektedir.



Şekil 50 Saf Örneklerin TEM Görüntüleri



Şekil 51 Gd katkılı örneklerin TEM Görüntüleri



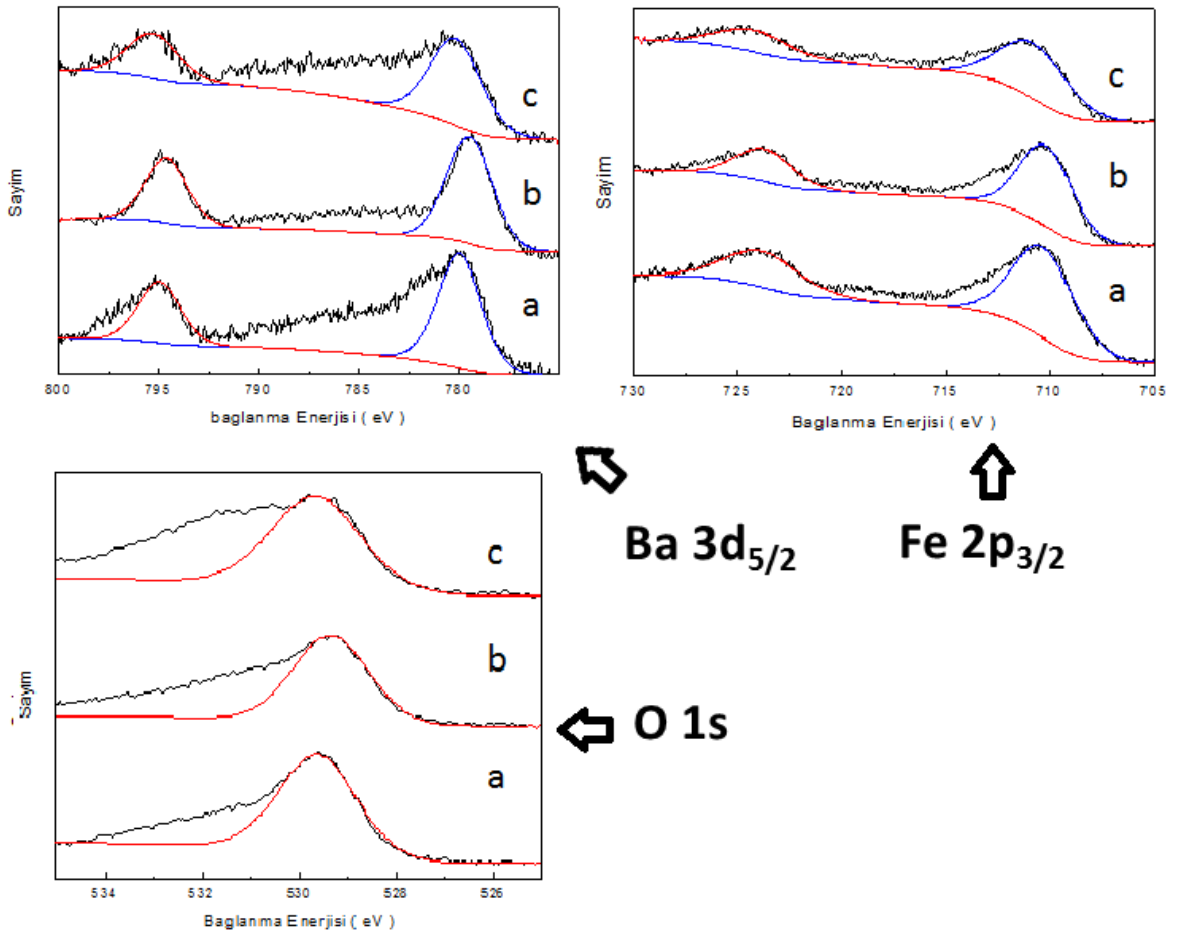
Şekil 52 Nd katkılı örneklerin TEM görüntüleri

Öğütülmemiş örneklerde parçacıklı yapı korunmakla beraber örneklerin sahip olduğu yüksek kalıcı mıknatıslanma nedeniyle parçacıklar birbirinden tam olarak ayıramamıştır. Öğütülmemiş örneklerde beklendiği gibi parçacık yüzeyleri düşük poroziteye sahiptir. Ancak öğütlemeyle birlikte yüzey porozitesi artmaktadır. Bunun yanı sıra öğütme süresinin 4 saate çıkmasıyla kristalit sınırları TEM fotoğraflarında görülemez hale gelmektedir. Bunun başlıca nedeni düşük kristalit boyutu ve bu kristalit bölgeleri birbirine bağlayan düzensiz ara bölgelerin varlığıdır. Aslında tüm bu sonuçlar mekanik öğütme tekniğinin doğasından kaynaklanmaktadır. Islak ve

ardışık kuru öğütme sonrasında benzer davranışın sergilendiği çalışmalar literatürde bulunmaktadır. [30] [102] [103]

3.5. X-ışını Fotoelektron Analizleri

X-ışını fotoelektron spektrumunda elde edilen ve atomların iç yörünge elektronlarının bağ enerjilerini veren desenler aynı zamanda o atomların içinde buldukları kimyasal ortamdan ve atomun almakta olduğu değerlikten de etkilenir. Bu etki genellikle etkilenen atomun yörüngelerine karşı gelen piklerin enerji değerlerinde küçük kaymalar şeklindedir. Bu etkiler atomların bir kısmını etkileyecek şekilde sınırlı kalırsa etkinin türüne göre enerji pikinin sağında ya da solunda bir uydu pik ya da hörgüç oluşmaya başlar. Dolayısıyla bu etki hazırlanan örneklerde öğütme süresiyle birlikte atomların çevreleriyle etkileşimlerinin nasıl değişeceğini belirlemede kullanılabilir. Bu amaçla katkısız örnekler için Ba, Fe ve oksijen piklerinin öğütme süresiyle değişimi incelenmiştir (Şekil 53).



Şekil 53 Katkısız örnekler için XPS spektrumları a) öğütülmemiş b) 2 saat c) 4 saat öğütülmüş

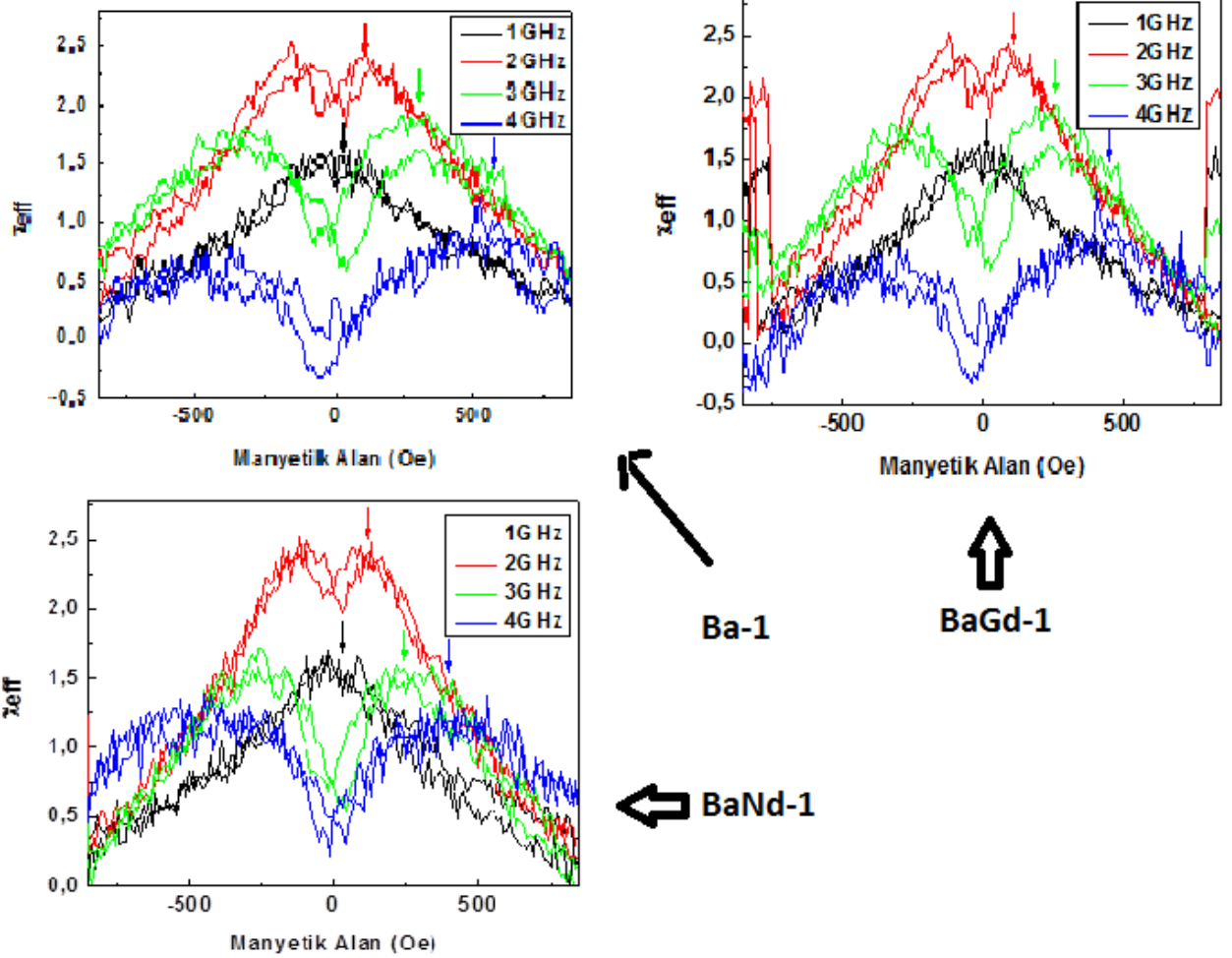
Öğütme süresindeki artışla birlikte örneklerde oluşan kusurlara bağlı olarak atomik bağlardada deformasyonlar ve kopmalar başlar. Bunun sonucu şekil 53'te görülen xps piklerinde düşük bağlanma enerjisi yönünde bir hörgüç oluşmaktadır. Bunun yanı sıra Çizelge 6'da da verildiği gibi piklerin enerji değeri ve $J=3/3$ ve $J=5/2$ pikleri arasındaki enerji farkı (Δ) giderek serbest atoma doğru kaymaktadır bu sonuç bize öğütle birlikte atomlar arasında kopuk bağlar oluştuğunu yani kusurlar oluştuğunu gösterir.

Çizelge 6 örnekleri XPS'den elde edilen bağ enerjileri

	Ba $3d_{5/2}$	Ba Δ	Fe $2p_{3/2}$	Fe Δ	O $1s$
Öğütülmemiş	780.01	15.02	710.54	13.50	529.65
2 saat öğütülmüş	779.56	15.12	710.38	13.37	529.39
4 saat öğütülmüş	780.38	14.95	711.10	13.52	529.71

3.6. FMR ölçümleri ve Örneklerde jiromanyetik oran tayini

Örneklerde uygulanan dış alandan soğurulan enerjinin bir ölçütü olan Gilbert soğurma katsayılarının belirlenebilmesi için yapıya eklenen f grubu atomların molekülün jiromanyetik oran sabitini nasıl etkilediği bilinmelidir.



Şekil 54 FMR ölçümleri

Daha önceki kesimlerde tartışıldığı şekilde farklı dış manyetik alanlar altında ferromanyetik bir malzemede manyetik momentler farklı frekanslarda salınmayı tercih ederler [98] [99]. Uygulanan alan ile salınım frekansı doğru orantılıdır. Ve orantı sabiti ise malzemenin jromanyetik oranına eşittir. Bu nedenle örneğe sabit frekanslı bir elektromanyetik dalga uygulanırken dışarıdan örnek üzerine bir manyetik alan uygulanırsa, alanın değerine bağlı olarak bir soğurma gözlenir ve bu soğurma malzemenin tercih ettiği frekans/manyetik alan oranında maksimum olur [100]. Farklı uyarma frekansları için bu deney tekrarlanırsa elde edilecek verilerle çizilecek grafiğin eğimi 2.4.3.2 kesiminde anlatıldığı gibi jromanyetik oranı verecektir. Şekil 54'te tüm yapılar için fırınlama sonrası elde edilen örneklerin FRM ölçümleri verilmiştir. Jromanyetik oran doğrudan moleküle bağlı olduğundan öğütmeyle kristal yapıda oluşan değişimlerden etkilenmez bu nedenle kuru öğütülmüş örneklerin FMR ölçümleri yapılmamıştır. Fırınlama sonrası elde edilen

örneklerde 1,2,3 ve 4 GHz uyarma frekansı için rezonans alan değerleri ölçüldü (Şekil 54) elde edilen bu lineer doğrular fit edilerek eğim değerleri elde edildi ve dolayısıyla jiromanyetik oranlar elde edildi (Çizelge 7).

Çizelge 7 jiromanyetik oran değişimi

Örnek	γ (MHz/Oe)	R^2
Ba-1	2,39	0,98
BaGd-1	2,88	0,98
BaNd-1	2,97	0,99

Örneklere eklenen f grubu metalleri ile birlikte jiromanyetik oranın arttığı görülmektedir. Benzer bir etki Co katkılanmış baryum ferrit örneklerde gözlenmiştir [101]. Yu ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada Co katkısındaki artışla birlikte jiromanyetik oranda artış olduğu görülmüştür. Jiromanyetik oran bir sistemde spin yörünge etkileşimin ne denli büyük olduğunu gösterir. Örneklere f grubu metallerin eklenmesiyle jiromanyetik oranı dolayısıyla spin yörünge etkileşimi beklenildiği gibi artmıştır. Bu yüksek simetriye sahip f grubu metallerinde elektronların çekirdeğe çok sıkı bağlı olmalarından kaynaklanır. Bu sonuçlar M-H ölçüm sonuçları ile de uyumludur.

3.7. Mikrodalga Soğurma Ölçümleri

Yapılan manyetizasyon ölçümlerinde kuru öğütmenin ve Gd, Nd katkısının malzemenin manyetik özelliklerini etkilediği görülmüştür. Bu sonuç kuru öğütme ve Nd, Gd katkılama sonrasında mikrodalga soğurma özelliklerinin de değişeceğini gösterir. Bu nedenle tüm örnekler için mikrodalga soğurma ölçümleri yapıldı. Hazırlanan örneklerde mikrodalga soğurma ölçümlerinin yapılabilmesi amacıyla kütlice %90 doldurma oranında polimer ile karıştırıldı. Bu karışıma polimerin çözülebileceği kadar su katılarak agat havanda renk farkları ortadan kalkana dek karıştırıldı ve hamur kıvamına getirildi. Elde edilen bu karışım 5 ton basınç altında 12 mm çaplı silindirler halinde preslendi ve 24 saat kurumaya bırakıldı. Kuruyan silindirler torna yardımıyla iç çapı 3 mm dış çapı 10 mm ve kalınlığı 4,5 mm olan toroidler şeklinde işlendi (şekil 55).



Şekil 55 Mikrodalga soğurma ölçümü için hazırlanmış örnekler

Hazırlanan toroidler N-tipi konektör içerisinde paketlenerek vektör network analizör yardımıyla saçılma matrisi parametreleri belirlendi. Bu parametreler yardımıyla Nicolson-Ross-Wier (NRW) modeline uygun olarak toplam kayıp (T.K.) hesaplandı.

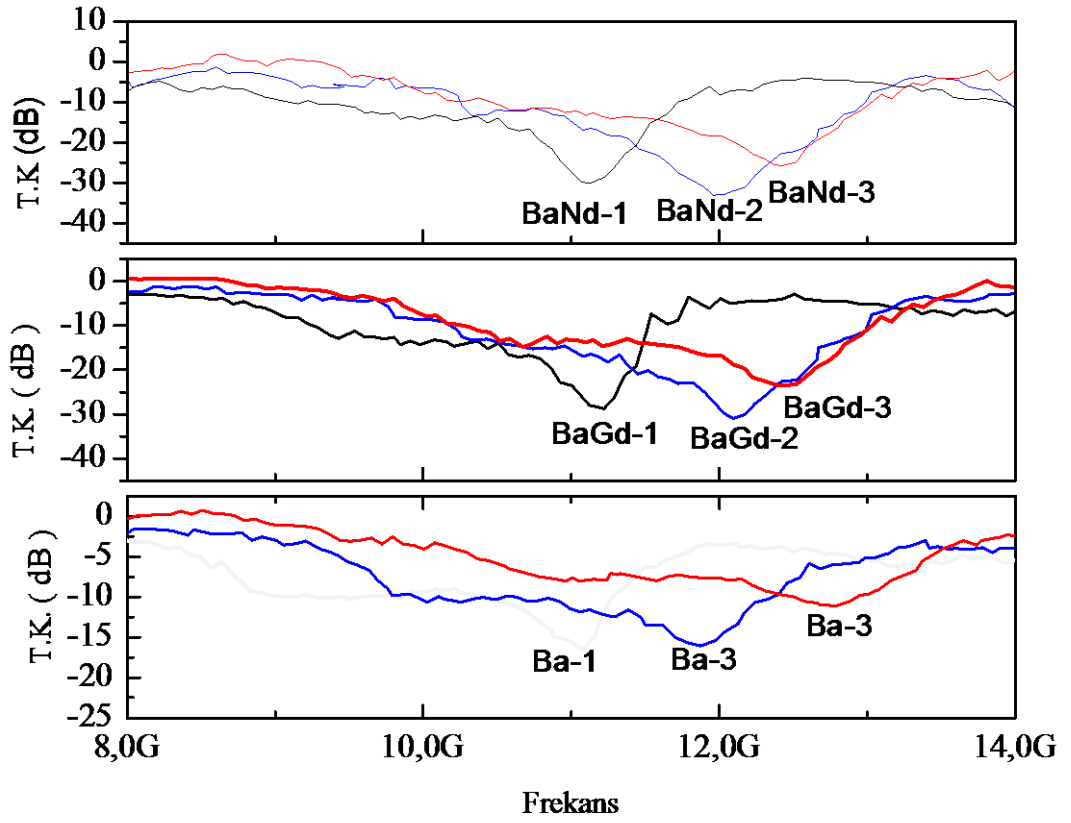
Şekil 56'da görüldüğü gibi örneklerde 8-14 GHz aralığında yapılan ölçümlerde hem arka fon soğurması hemde 11-13 GHz aralığında değişen konumlarda ferromanyetik rezonans soğurma pikleri gözlemlendi. Rezonans soğurmasının frekansı kuru öğütme süresinin 4 saate artmasıyla 11 GHz den 12.4 GHz e kadar artmıştır. Bunun temel nedeni kristalit büyüklüğündeki azalma ve yüzey spinlerinin sayısındaki artış sonucu artan düzensiz bölgeler ve bu bölgelerde çakılan spinlerdir. Kristalit büyüklüğü azalıp düzensiz bölgeler arttıkça yüzey spinlerindeki çakılmalar artmaktadır bu çakılmalardaki artış hacim spinlerinin hareketlerini de etkileyerek bu spinlere etkiyen kuvvetleri artıracağından rezonans frekansı yüksek frekanslara doğru kaymaktadır. Öğütme süresindeki artışla beraber artan parçacık

büyüklüğü dağılımındaki artış rezonans piklerinin pik genişliklerinde 0.5 GHz den 0.8 GHz kadar artışa neden olmaktadır.

Ayrıca yapıya Nd ve Gd atomlarının eklenmesiyle soğurmada radikal bir artış gözlenmiştir. Divalent Gd ve Nd iyonları sahip oldukları yüksek orbital açısal momentumu ($L=3$) nedeniyle yüksek spin yörünge etkileşimine sahiptirler. Fe iyonları yerine yerleşen bu iyonlar Fe iyonuna benzer şekilde oksijen atomu üzerinde süper değiş tokuş etkileşimiyle düzlem içerisindeki Fe atomlarıyla etkileşirler. Bunun sonucu olarak ferrimanyetik düzenlenim bozulmayacak ancak c/a oranındaki artıştan dolayı magnetokristalite anizotropisi ve domain duvarlarının hareketi için gerekli enerjiyi artacaktır. Hem domain duvar enerjisindeki artış hemde spin orbital etkileşimindeki artış manyetoelastik etkileşim üzerinden örgüye aktarılacak enerjideki artışa ve de ölçümlerimizde soğrulan mikrodalga miktarında artışa neden olur.

Elde edilen soğurma desenlerinden feromanyetik rezonans soğurma piklerinin yarı genişlikleri rezonans frekansları belirlenmiş ve bu değerler ve daha önceki kesimlerden elde edilen jromanyetik oran değerleri ile birlikte kullanılarak örneklerin Gilbert soğurma katsayıları hesaplanmıştır (Çizelge 8).

Öğütme süresinin 4 saate kadar artması sonucunda gilbert soğurma katsayıları $5,12 \times 10^{-3}$ ten 7.7×10^{-3} e kadar artmıştır. Ancak asıl artış divalent Nd ve Gd iyonlarının eklenmesiyle arka fon soğurmasında olmuş ve 3 mm kalınlığında örnekler için toplam kayıp -30 dB e kadar çıkmıştır. Bunun yanı sıra Katkısız örnekler için -10 dB bandı katkılı örnekler içinse -20 dB bandı 2 GHz den daha geniştir. Ayrıca parçacık büyüklüğünün 50 nm den 8 nm düşmesiyle birlikte rezonans soğurma frekansının 11 GHz le 12.4 GHz arasında değişmesi bize parçacık büyüklüğünü kontrol ederek soğurma frekansını kontrol etme imkanı vermektedir. Böylelikle farklı parçacık büyüklüğüne sahip örnekler bir arada kullanılarak geniş soğurma frekans aralığına sahip mikrodalga soğurucu kompozitler hazırlanabilecektir.



Şekil 56 Örneklerin toplam yansıtma ve geçirme kayıpları

Çizelge 8 Malzemelerin temel soğurma özellikleri

Örnek Adı	f (GHz)	Δf (GHz)	Gilbert Katsayısı
Ba-1	11	0,5	5,43E-03
Ba-2	11,8	0,6	6,08E-03
Ba-3	12,4	0,8	7,71E-03
BaGd-1	11,2	0,4	5,14E-03
BaGd-2	12,1	0,6	7,14E-03
BaGd-3	12,3	0,8	9,37E-03
BaNd-1	11,1	0,4	5,35E-03
BaNd-2	11,9	0,6	7,49E-03
BaNd-3	12	0,8	9,90E-03

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu tez kapsamında nanokristalit saf ve demir yerine Nd, Gd katkılanmış baryum ferrit yapıları literatürde ilk defa metalik Fe, Nd, Gd ve baryum karbonattan başlayarak ıslak öğütme – fırınlama yöntemiyle hazırlanmıştır. Islak öğütme sonrası elde edilen ara ürün TGA yardımıyla incelendiğinde baryum ferrit yapısının oluşum sıcaklığının 850 °C ye düştüğü gözlenmiştir. Oysa baryum ferritin yığın malzemelerden katı hal tepkimesiyle hazırlanabilmesi için gerekli sıcaklık 1350 °C dir. Bu durum ıslak öğütme süresince oluşan metal hidroksitlerin ve baryum karbonatın ısıl işleme hızla bozularak ortama serbest metal iyonları vermelerinden kaynaklanır. Hidroksitlerin bozulmasıyla serbest kalan metal iyonları hızla tepkimeye girerek Baryum ferrit yapısını oluştururlar. Bunun yanı sıra ıslak öğütme sırasında başlangıç malzemelerinin tanecik boyutunun küçülmesi ve yapı içerisinde kusurlar oluşmasında yüzey hacim oranını arttırdığından başlangıç malzemelerinin reaktivitesini artırır. Ayrıca başlangıç malzemelerinin tanecik büyüklüğünün küçük olması katı hal reaksiyonundan farklı olarak fırınlama sonrasında yığın malzeme yerine nano yapılı malzemeler elde edilmesini sağlamıştır. Fırınlamadan hemen sonra elde edilen malzemenin kristalit büyüklüğü tüm yapılar için 50 nm civarındadır.

Kristalit büyüklüğünün mikrodalga soğurma özelliklerine etkisinin incelenebilmesi amacıyla başlangıç örnekleri kuru olarak farklı sürelerde öğütülerek farklı tanecik büyüklüklerinde malzeme elde edilmiştir. Bunun sonucunda 4 saatlik öğütmeyle birlikte kristalit büyüklüğünün 10 nm ye kadar düştüğü gözlenmiştir.

Kristal yapının belirlenmesi ve kuru öğütmeye bağlı olarak kristal parametrelerindeki değişimin incelenebilmesi amacıyla örneklerin x-ışını toz kırınım desenleri elde edilmiş ve elde edilen bu desenlere Maudlab programı yardımı ile Rietveld analizi yapılmıştır. Bu analiz sonucunda kuru öğütmeyle birlikte kristalit büyüklüğünün azalmasının yanı sıra c/a oranının da arttığı görülmüştür.

Baryum Ferrit temel örgüsünü oluşturan R ve S blokları ve bu blokları oluşturan oksit katmanları a,b kristal düzlemleri yönünde yüksek simetriye sahiptir ve sıkı iyonik bağlarla birbirine bağlı metal ve oksijen atomlarından oluşurlar. Ancak bu katmanlar c yönünde dizilirken daha zayıf bağlarla birbirine bağlıdır. Bunun sonucu

olarak kuru öğütme sırasında oluşan kusurlar genellikle bu tabakaların, blokların birbiri üzerinde kayma ya da dönmesi şeklinde oluşur. Bu nedenle kristal örgü içerisinde oluşan stres genellikle c doğrultusunda ortaya çıkar. Buda c parametresindeki artışın nedenidir. Kristal örgü c yönünde gerildiğinde ise bu yöndeki bağlarda uzamaya ve dolayısıyla bu bağları oluşturan elektronların atomlar üzerinde daha az zaman geçirmesine neden olacaktır. Dolayısıyla a,b yönündeki bağları oluşturan elektronlar atomlar tarafından daha sıkı çekilecektir ve bunun sonucu olarakta bu yönlerdeki bağlar kısılacaktır yani a,b parametreleri azalacaktır. Buda c/a oranında artışa neden olmaktadır.

Aynı zamanda stresteki bu anizotropik artış, kristalit büyüklüğündeki azalma ile birlikte pik yarı genişliklerinde hızla artmaya neden olmaktadır. Bilindiği gibi izotropik stres artışı pik genişlemesine neden olmak yerine yalnızca pik konumlarında küçük değişimlere neden olur. Stresin pik yarı genişliğini değiştirebilmesi için anizotropik olması şarttır. Bu sonuçta öğütle birlikte c/a oranındaki artışı desteklemektedir. Bunun yanı sıra öğütle beraber baryum ferrit piklerinin bulunduğu bölgelerde hörgüçler oluşmaya başlamaktadır. Bu örnek içerisinde amorf bölgelerin oluştuğunun bir işaretidir.

Nd ve Gd katkılanmış örneklerde pik konumları değişmemekte ancak pik şiddetlerinin oranı değişmektedir. Bu sonuç demire göre daha büyük bir yapı faktörüne sahip Nd ve Gd atomlarının hedeflendiği gibi kristal örgüye yerleştiğini gösterir. Katkılamayla birlikte tüm a,b ve c parametrelerinde artış gözlenmektedir bunun nedeni demire göre daha büyük çaplı Nd ve Gd atomlarının demir atomunun yerine örgüye yerleştiklerinde örgüde oluşan strestir.

Hazırlanan örneklerin hedeflendiği şekilde nano yapıları olduğunu göstermektedir. Ancak bu desenler örnekler nanoparçacıklardan mı oluşmakta yoksa örnekler nano kristalitlerden oluşan yığın bir yapıda mı göstermemektedir.

Bu sorunun cevabını bulabilmek adına alınan taramalı ve geçirmeli elektron mikroskobu görüntüleri örneklerin fırınlamadan hemen sonra tanecikli yapıda olduğunu ve tanecik büyüklüğünün de x-ışını toz kırınımı desenlerinden hesaplandığı gibi 50 nm civarında olduğunu göstermektedir. Ancak görüntüler göstermektedir ki, kuru öğütle birlikte örneği oluşturan parçacıklar birleşerek sürekli bir yapıya geçmektedir. Bu sonuç x-ışını toz kırınım desenlerinden elde

edilen bilgilerle birlikte değerlendirildiğinde örneklerin kuru öğütmeyle birlikte giderek birbirlerine düzensiz (amorf) bölgelerle bağlı nanokristalitlerden oluşan yığın yapıya geçtiği anlaşılmaktadır.

Kristal yapıları belirlenen örneklerin manyetik özelliklerinin de belirlenebilmesi amacıyla manyetik alana bağlı manyetizasyon ve sıcaklığa bağlı manyetizasyon ölçümleri yapılmıştır. Kuru öğütme sonrasında elde edilen örneklerin sıcaklığa bağlı manyetizasyon ölçümlerinde gözlenen bloklanma sıcaklığı malzeme içerisinde süperparamanyetik limitin altında kristalit büyüklüğüne sahip bölgelerin bulunduğunu göstermektedir. Bu mekanik öğütme sonucunda oluşan geniş parçacık büyüklüğü dağılımının doğal bir sonucudur.

Tüm örneklerde kuru öğütmeyle birlikte doyum manyetizasyonu azalmaktadır. Bilindiği gibi manyetik bir malzemenin yüzey spinleri yüzeyden dışarı doğru yönelmeyi tercih eder. Kuru öğütmeyle birlikte kristalit büyüklüğündeki azalma yüzey hacim oranında artışa dolayısıyla uygulanan dış alanla uyumlu şekilde yönelemeyen yüzey spinlerinde artışa neden olur. Bu artış doyum manyetizasyonundaki düşüşün temel nedenlerinden biridir. Bunun yanında kuru öğütmeyle birlikte nanokristalitler arasında oluşan düzensiz bölgeler ve kusurlarda o bölgedeki spinlerde çakıllara neden olacağından doyum manyetizasyonunu düşürür. Yine kuru öğütmeye birlikte Mr/Ms oranında bir azalma gözlenmektedir. Bu azalma kristalitler arasındaki etkileşimin öğütme süresindeki artışla birlikte azaldığını göstermektedir. Bu durum malzeme içerisinde kristalit bölgeleri birbirinden ayıran düzensiz bölgeler nedeniyle ortaya çıkmaktadır. Öğütme süresindeki artışla birlikte azalan bir diğer parametre koersivitedir. Bunun iki temel nedeni vardır. Birincisi kristalit büyüklüğünün küçülmesiyle birlikte tek domain büyüklüğünün (48 nm) altına inilmesidir. Bir malzemeyi oluşturan kristalit bölgelerin büyüklüğü o malzeme içerisinde oluşabilecek domainlerin maksimum değerinden küçükse kristalit bölgelerin her biri içerisinde tek bir manyetik domain bulunur ve kristalit büyüklüğü dolayısıyla manyetik domain büyüklüğü azaldıkça, manyetik domainler ısı etkilerden daha kolay etkilenirler bunun sonucu olarak koersivite azalır. Koersiviteyi etkileyen bir diğer nedense kristalitler arası etkileşimdir. Eğer bir malzemedeki parçacıklar arasındaki baskın etkileşim dipolar etkileşimse bu etkileşim azaldıkça koersivitenin azaldığı gözlenir.

Yapıya Nd ve Gd atomlarının katkılanması sonucundaysa koersivitede artış gözlenmiştir. Bu artış tek eksenli kristal anizotropisindeki ve spin yörünge etkileşimindeki artışın bir sonucudur.

Kristal örgü içerisinde demir atomlarının yerine yerleşen Gd ve Nd atomları daha büyük çaplı olduğundan kristal örgü içerisinde bir gerilmeye neden olmaktadır. Bu gerilme sıkı bağlı düzlemler içerisinde büyük farklara neden olmasada düzlemler arasındaki etkileşimler daha zayıf olduğundan c yönünde daha büyük bir strese bunun sonucu olarak da zaten bu yönde olan kristal anizotropisinde artışa neden olmaktadır. Ayrıca f grubu atomların sahip olduğu yüksek spin yörünge etkileşimi c yönündeki düzenlenimi arttırarak bu yöndeki anizotropiye katkı sağlar. Dolayısıyla toplam anizotropideki artış koersivitede artış olarak karışımıza çıkar.

Örnekler mikrodalga soğurma ölçümleri için bir polimer matris içerisinde dağıtılarak kullanılacağından polimer matrisin örnekler üzerindeki etkisini belirlemek amacıyla Ba-1 örneği farklı oranlarda vinil asetat homopolimeri içerisinde dağıtılarak manyetik alana bağlı manyetizasyon ölçümleri tekrarlandı. Kullanılan polimer diamanyetik bir malzeme olduğundan bu etki origin programı yardımıyla çıkarıldıktan sonra örnek/polimer %90 dan daha azken doldurma oranının azalmasıyla birlikte Mr/Ms oranının ve koersivitenin azaldığı gözlendi. Bu sonuç tıpkı kuru öğütmeyle elde edilen sonuca benzemektedir. Buda bize kristalit bölgeler arasındaki etkileşimin daha öncede belirtildiği gibi dipolar etkileşim olduğunu göstermektedir. Dipolar etkileşimin kırılarak koersivitenin azalması soğurucu bir malzeme için istenen bir sonuç değildir. Bu nedenle doldurma oranı %90 olarak seçilmiş ve bu karışım koaksiyel iletim hattı metoduna uygun olarak preslenerek işlenmiştir.

İşlenen kompozit yapılar n-tipi koaksiyel konektör içerisinde paketlenerek saçılma parametreleri ölçülmüştür ve yönteme uygun olarak yansıma ve geçirme kayıpları hesaplanmıştır. Bu kayıpların toplamı örneğin gelen mikrodalganın ne kadarını soğurduğunun bir ölçüsüdür.

8-14 GHz aralığında yapılan ölçümlerde hem arka fon soğurması hemde 11-13 GHz aralığında değişen konumlarda ferromanyetik rezonans soğurması gözlenmiştir. Bu rezonans soğurmasının frekansı kuru öğütme süresinin artmasıyla birlikte artmaktadır. Bunun temel nedeni kristalit büyüklüğündeki

azalma ve yüzey spinlerinin sayısındaki artıştır. Kristalit büyüklüğü azalıp düzensiz bölgeler arttıkça yüzey spinlerindeki çakılmalar artmaktadır bu çakılmalardaki artış hacim spinlerinin hareketlerini de etkileyerek bu spinlere etkiyen kuvvetleri artıracığından rezonans frekansı yüksek frekanslara doğru kaymaktadır. Yine aynı nedenle öğütmeyle beraber gözlenen parçacık büyüklüğünün dağılımındaki artış rezonans piklerinin pik genişliklerindeki artış olarak karşımıza çıkmaktadır.

Ayrıca yapıya Nd ve Gd atomlarının eklenmesiyle soğurmada hızlı bir artış gözlenmiştir. Gd ve Nd atomları f grubu metallerdir ve yüksek spin yörünge etkileşimine sahiptirler. Fe atomu yerine yerleşen bu atomlar Fe atomuna benzer şekilde oksijen atomu üzerinde süper değiş tokuş etkileşimiyle düzlem içersindeki düzlemdeki Fe atomlarıyla etkileşeceklerdir. Bunun sonucu olarak ferrimanyetik düzenlenim bozulmayacak ancak c/a oranındaki artıştan dolayı magnetokristalite anizotropisi artacaktır dolayısıyla dışarıdan bir manyetik alan uygulandığında domain duvarlarının hareketi için gerekli enerjii artacaktır. Hem domain duvar enerjisindeki artış hemde spin orbital etkileşimindeki artış manyetoelastik etkileşim üzerinden örgüye aktarılacak enerjinin artması anlamına gelir. Sonuç olarak dışarıdan uygulanan alanın yani mikrodalganın enerjisinin daha büyük bir kesri kristal yapı üzerinde harcanır bu ölçümlerimizde soğrulan mikrodalga miktarında artış olarak gözlenmiştir.

Bunun yanı sıra Nd ve Gd atomlarının sahip oldukları yüksek spin orbital etkileşimi jromanyetik oranda artışa neden olmuş ve bu ferromanyetik rezonans ölçümleriyle de gözlenmiştir. Bu artış aynı zamanda mikrodalga soğurma ölçümlerinde rezonans pikinin şiddetinde artışla ortaya çıkmıştır.

Sonuç olarak bu tez kapsamında yapılan Nd ve Gd katkılarıyla yüksek mikrodalga soğurma kapasitesine sahip ve kristalit büyüklüğü değiştirilerek soğurma frekansı ayarlanabilen baryum-ferrit tabanlı polimer kompozit soğurucu bir malzeme geliştirilmiş ve mikrodalga soğurma özelliklerini etkileyen parametreler belirlenmiştir.

Bundan sonraki süreçte farklı sürelerde öğütülmüş örnekler bir arada kullanılarak daha geniş aralıkta rezonans soğurmasına sahip kompozit yapıların elde edilmesi hedeflenmektedir. Ayrıca farklı epoksiler kullanılarak örneklerin içerisinde

dağıtıldığı matrisin etkileri incelenecek ve askeri sistemlerde kullanıma uygun mikrodalga soğurma özelliğine sahip kompozit boyalar tasarlanacaktır.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- [1] R. L. Chang Mook Choi, A Study on the Absorption Properties of EM Wave *Journal of the Korean Physical Society*, cilt 50, p. 470, **2007**.
- [2] R. Loudon, The propagation of electromagnetic energy through an absorbing dielectric, cilt 3, p. 233, **1970**.
- [3] M. J. Junk, Assessing the Functional Structure of Molecular Transporters by EPR, Berlin: Springer-Verlag, **2012**.
- [4] H. Mingzhong Wu, «Electromagnetic and microwave absorbing properties of iron fibre–epoxy resin composites,» *Journal of Physics D: Appl. Phys*, cilt 33, p. 2398, **2000**.
- [5] J. Baker-Jawis, «Transmission/Reflection and Short-Circuit Line Methods for Measuring Permittivity and Permeability,» National Institute of Standards and Technology, Washington, **1993**.
- [6] O. Halpern.USA Patent: US Patent 2923934, **1960**.
- [7] K. Suetake.USA Patent: US Patent 3623099, **1971**.
- [8] S. Johansso.USA Patent: US3733606, **1972**.
- [9] P. Ufimtsev, «Method of Edge Waves in the Physical Theory of Diffraction,» FOREIGN TECHNOLOGY DIV WRIGHT-PATTERSONAFB, **1971**.
- [10] W. Roos, *Journal of Magnetism and magnetic materials.*, cilt 15, **1980**.
- [11] R. L. Fante ve M. McCormack, *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, cilt 36, p. 1443, **1988**.
- [12] J. R. Nortier, C. Van der Neut ve D. Baker, *Microwave Journal*, cilt 219, **1987**.
- [13] a. a. Sugimoto, *IEEE Transactions on Magnetics*, cilt 34, p. 3154, **1999**.
- [14] H. Cho ve S. Kim, *IEEE Transactions on Magnetics*, cilt 35, p. 3131, **1999**.
- [15] Kim, *IEEE Trans. Magn*, cilt 35, p. 3151, **1999**.
- [16] R. C. Pullar, *Progress in Materials Science*, cilt 57, p. 1191, **2012**.

- [17] S. K. Sun Chang, «Microwave absorption properties of Ce-substituted M-type bariumferrite,» *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, cilt 324, p. 802, **2012**.
- [18] H. S. Jianxun Qiu, «Microwave absorption of nanosized barium ferrite particles prepared,» *Powder Technology*, cilt 154, p. 116, **2005**.
- [19] M. G. Ying Liu, «Optimizing the methods of synthesis for barium hexagonal ferrite—An experimental and theoretical study,» *Materials Chemistry and Physics*, cilt 134, p. 266, **2012**.
- [20] H. Olmedo L, *Handbook of Organic Conductive Molecules and Polymers*, cilt 3, New York: John Wiley, **1997**.
- [21] A. D. Roselena Faez, «Microwave Absorbing Coatings Based on a Blend of Nitrile Rubber, EPDM Rubber and Polyaniline,» *Polymer Bulletin*, cilt 55, p. 299, **2005**.
- [22] M. A. A. Luiza de C. Folgueras, «Microwave absorbing paints and sheets based on carbonyl iron and polyaniline: measurement and simulation of their properties,» *Journal of Aerospace Technology and Management*, cilt 2, **2010**.
- [23] Y. D. Jingbo Guo, «Electromagnetic and Microwave Absorption Properties of Carbonyl-Iron/Fe₉₁Si₉ Composites in Gigahertz Range,» *Journal of Electromagnetic Analysis and Applications*, cilt 3, p. 140, **2011**.
- [24] E. Mayes, «Microwave absorbing structure». Patent: EP 1258055 A1, **2002**.
- [25] R. Vinod Kumar, «MICROWAVE ABSORPTION STUDIES ON COBALT IRON NANO-ALLOYS *International Union of Radio Science*, Chicago, 2008.
- [26] J. S. P. Byszewskia, «EPR and microwave absorption of alkali metal-doped fullerene superconductors,» *Journal of Molecular Structure*, cilt 269, p. 175, **1992**.
- [27] M. Xiao-Gang Sun¹, «Microwave Absorption Characteristics of Carbon Nanotubes,» %1 içinde *Nanotechnology and Nanomaterials* » "Carbon Nanotubes - Synthesis, Characterization, Applications, CC BY-NC-SA, **2011**.
- [28] C. Tanasoiu, «Preparation and magnetic properties of high coercivity strontium ferrite micropowders obtained by extended wet milling,» *Magnetics, IEEE Transactions*, cilt 12, no. 6, **1976**.
- [29] J. W. L.-M. G. Xiangyuan Liua, «An ultrafine barium ferrite powder of high coercivity from water-in-oil microemulsion,» *Journal of Magnetism and*

Magnetic Materials, cilt 184, p. 344, **1998**.

- [30] S. Ozcan, B. Kaynar, M. M. Can ve T. Firat, «Synthesis of ZnFe₂O₄ from metallic zinc and iron by wet-milling process,» *Materials Science and Engineering: B*, cilt 278, p. **2005**, 121.
- [31] A. «Mixed spinel structure in nanocrystalline NiFe₂O₄,» *PHYSICAL REVIEW B*, cilt 63, **2001**.
- [32] K. Raghunatha Rao, «Effect of Chemical Composition and Ferrite Content on Room Temperature SCC Behavior of Austenitic Weld Metals,» *CORROSION ENGINEERING*, cilt 49, **1993**.
- [33] Jingying Wanga, «Solvothelmal synthesis and magnetic properties of size-controlled nickel ferrite nanoparticles,» *Journal of Alloys and Compounds*, cilt 479, p. 791, **1999**.
- [34] Y. Z. Ying Gao, Jiao ve H. Li, Microemulsion-mediated solvothelmal synthesis of hollow Co-Ni ferrite nanoparticle tubes and their magnetic properties,» *Micro & Nano Letters*, cilt 8, no. 2, **2013**.
- [35] J. Gao Compounds, Solvothelmal synthesis and magnetic properties of size-controlled nickel ferrite nanoparticles,» *Jingying Wang, Fenglian Ren, Ran Yi, Aiguo Yan*, cilt 479, p. 791, 2009.
- [36] C.Dong-Hwang Chena, Synthesis of nickel ferrite nanoparticles by sol-gel method,» *Materials Research Bulletin*, cilt 36, p. 1369, **2001**.
- [37] C.Sivakumara, «Preparation and properties of nickel ferrite (NiFe₂O₄) nanoparticles via sol-gel auto-combustion method,» *Materials Research Bulletin*, cilt 46, p. 2204, **2011**.
- [38] S. Preparation and characterization of Ni-Zn ferrite + polymer nanocomposites using mechanical milling method, *Applied Nanoscience*, cilt 3, p. Applied Nanoscience, **2013**.
- [39] S. K. W. Campbell, E. Wu ve K. Jayasuriya, Surfactant assisted ball-milling of barium ferrite, *Magnetics, IEEE Transactions* , cilt 30, p. 742, **1994**.
- [40] L. Jiang, Nanocrystalline NiZn ferrite synthesized by high energy ball milling,» cilt 18, p. **1781**.
- [41] M. J. F. G. Nabiyouni, Characterization and Magnetic Properties of Nickel Ferrite Nanoparticles, *CHIN. PHYS. LETT*, cilt 27, **2010**.

- [42] M. N. Yoshikazu Todaka, «Synthesis of Ferrite Nanoparticles by Mechanochemical Processing,» *Materials Transactions*, cilt 44, **2003**.
- [43] S. Liao, «Effect of ball milling and post treatment on crystal defects and transport properties of Bi₂(Se,Te)₃ compounds,» *Journal of Applied Physics*, cilt 110, **2011**.
- [44] K. AKASH VERMA, «Combined Cryo and Room-Temperature Ball Milling to Produce Ultrafine Halide Crystallites,» *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A*, **2010**.
- [45] M.Vallal Peruman a, «Internal stress dependent structural transition in ferromagnetic Ni–Mn–Ga nanoparticles prepared by ball milling,» *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, cilt 71, p. 1540, **2010**.
- [46] S. L. B. D. Yong Ren, «Microwave absorption properties of cobalt ferrite-modified carbonized bacterial cellulose,» *Applied Surface Science*, cilt 311, **2014**.
- [47] K. Khan, «Microwave Absorption Properties of Radar Absorbing Nanosized Cobalt Ferrites for High Frequency Applications,» *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, cilt 27, p. 453, **2014**.
- [48] H.Yuanxun Li¹, «Rod-shaped polyaniline–barium ferrite nanocomposite: preparation, characterization and properties,» *Nanotechnology*, cilt 19, **2008**.
- [49] C. Guohong Mua, «Preparation and microwave absorption properties of barium ferrite nanorods,» *Materials Letters*, cilt 62, p. 840, **2008**.
- [50] A. Kumar, «EFFECT OF PARTICLE SIZE OF BaFe₁₂O₁₉ ON THE MICROWAVE ABSORPTION CHARACTERISTICS IN X-BAND,» *Progress In Electromagnetics Research*, cilt 29, **2013**.
- [51] B. W. Cong-Ju Li, «Magnetic and Microwave Absorbing Properties of Electrospun Ba(1-x)L_xFe₁₂O₁₉ Nanofibers,» *Journal of magnetism and Magnetic Materials*, cilt 324, **2012**.
- [52] V. Ghasemi, «Microwave Absorption Properties of Mn–Co–Sn Doped Barium Ferrite Nanoparticles,» *IEEE Transactions on Magnetics*, cilt 45, **2009**.
- [53] V Gairolaa, «Modified composition of barium ferrite to act as a microwave absorber in X-band frequencies,» *Solid State Communications*, cilt 150, p. 147, **2010**.
- [54] A. A. Seyed Hossein Hosseini, «Synthesis, Characterization, and Microwave-Absorbing Properties of Polypyrrole/MnFe₂O₄ Nanocomposite,»

Journal of Nanomaterials, p. 198973, **2012**.

- [55] C. D., *Introduction to Magnetic Materials*, London: Addison-Wesley, **1972**.
- [56] R. S. David Sellmyer, *Advanced Magnetic Nanostructures*, New York: Springer, **2006**.
- [57] H. Kronmuller, *Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials*, Wiley, **2007**.
- [58] B. K.H.J., *Physics of Magnetism and Magnetic Materials*, Kluwer Academic, **2003**.
- [59] W. Yuping, *DEVELOPMENT OF BARIUM HEXAFERRITE COMPOSITE MATERIALS FOR MICROWAVE ABSORPTION*, Beijing: NATIONAL UNIVERSITY OF SINGAPORE, **2006**.
- [60] M. v. Laue, «Concerning the detection of x-ray interferences,» %1 içinde *Nobel Lectures, Physics. 1901–1921*, **1914**.
- [61] «A New Method of X-ray Crystal Analysis,» *Physical review* , cilt 10, 1917.
- [62] A. Bandyopadhyay, *Nano Materials*, New Age International, **2007**.
- [63] B. Kima ve J. Im, *Carbon*, cilt 49, p. 2549, **2011**.
- [64] S. Link ve M. A. El-Sayed, *J. Phys. Chem. B*, cilt 103, p. 4213, **1999**.
- [65] V. E. Borisenko, *What is What in the Nanoworld*, Mörlenbach: Wiley-VLC, **2008**.
- [66] K. Honda, *Magnetic Properties of Matter*, Tokyo: Syokwabo, **1928**.
- [67] L. o. C. Chen, *Microwave Electronics*, Chichester: Wiley, 2004.
- [68] J.. Kwon, The microwave absorbing and resonance phenomena of Y-type hexagonal ferrite microwave absorbers, *Journal of Applied Physics*, cilt 75, p. 6019, **1994**.
- [69] H. C. a. S. Kim, *IEEE Trans. Magn*, cilt 35, p. 3151, **1999**.
- [70] A. Nedkov, *IEEE Trans. Magn*, cilt 26, p. 1483, **1990**.
- [71] J. Bao, *Material Science and Engineering B*, cilt 99, p. 98, **2003**.
- [72] L. Wang, *Journal of magnetism and magnetic materials*, cilt 257, p. 100,

2013.

- [73] R. C. Pullar, «Hexagonal ferrites: A review of the synthesis, properties and applications of hexaferrite ceramics,» *Progress in Materials Science*, cilt 57, p. 1191, **2012**.
- [74] N. Meshram, «Characterization of M-type barium hexagonal ferrite-based wide band microwave absorber,» *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, cilt 271, p. 207, **2004**.
- [75] A. H. Ghasemia, «Electromagnetic properties and microwave absorbing characteristics of doped barium hexaferrite,» *Journal Of Magnetism and magnetic materials*, cilt 302, p. 429, **2006**.
- [76] J. Goldstein, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, Springer, **2003**.
- [77] T. Rossing *Magnetic Materials*, Brent Fultz, Springer, **2008**.
- [78] D. Williams, *Transmission Electron Microscopy*, Springer, **2009**.
- [79] J. Slater, *Electromagnetism*, New York: Dover Publication Inc., **1947**.
- [80] D. Jiles, *Introduction to magnetism and magnetic materials*, Boca Raton: Chapman and Hall, **1998**.
- [81] M. Meade, *Lock in Amplifiers; Principles and applications*, London: Peter Peregrinus Ltd., **1983**.
- [82] T. D. Rossing, *Ferromagnetic Resonance in Permalloy Films*, Stanford University Press, **1962**.
- [83] X. Yong-qiang, D. Jian-ping, W. Pei-dong ve W. Zhi-zhong, *Acta Phys. Chim*, cilt 21, p. 758, **2005**.
- [84] R. I. Masel, *Principles of Adsorption and Reaction on Solid Surfaces*, Canada: John Wiley and Sons, **1996**.
- [85] H. Zheng ve Q. Jiang, *J. Phys. D: Appl. Phys*, cilt 40, p. 320, **2007**.
- [86] F. E. Luborsky ve P. E. Lawrence, «*J. Appl. Phys*,» cilt 32, p. 281, 1961.
- [87] T. Pradeep, *A text book on nanascience and nanotechnology*, New Delhi: McGraw-Hill, **2012**.
- [88] A. V. Smirnov, *Earth Planets Space*, cilt 61, p. 119, **2009**.

- [89] M. Rosoff, *Nano Surface Chemistry*, New York: Merceel Deker, **2002**.
- [90] N.. Babayan, «Combined effect of demagnetizing field and induced magnetic anisotropy on the magnetic properties of manganese–zinc ferrite composites,» *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, cilt 324, p. 161, **2012**.
- [91] J. L. Novak, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, cilt 272, p. **1557**, **2004**.
- [92] J. García-Otero, M. Porto, J. Rivas ve a. A. Bunde, *PHYSICAL REVIEW LETTERS*, cilt 84, **2000**.
- [93] D. Kechrakos ve K. Trohidou, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, cilt 262, p. 107, **2003**.
- [94] M. Bahianaa, J. P. Nunesa ve D. Altbir, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, cilt 281, no. 2, p. 372, **2004**.
- [95] V. Bhowmik, *Journal of Alloys and Compounds*, cilt 578, **2013**.
- [96] M. Rotter, «Magnetic properties of Gadolinium compounds,» Technical University of Dresden, Dresden, **2003**.
- [97] M. Mukadama ve S. Yusuf, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, cilt 272, p. 1401, **2004**.
- [98] N. Zhao ve W. Nie, *Small*, cilt 4, no. 1, p. 77, **2008**.
- [99] J. Gass ve P. Poddar, *Advanced Functional Materials*, cilt 16, no. 1, p. 71, **2006**.
- [100] W. C. Nunes ve L. M. Socolovsky, *Physical Review B*, cilt 72, p. 222413, **2005**.
- [101] D. Jamona ve F. Donatini, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, cilt 201, p. 174, **1999**.
- [102] O. Sadan, A. Serkan ve C. Abdullah, *Ceramics International*, cilt 39, p. 5335, **2013**.
- [103] T. Şimşek, S. Akansel ve Ş. Özcan, *Ceramics International*, cilt 40, p. 7953.
- [104] M. Henkelman, *NMR in biomedicine*, cilt 14, p. 57, **2001**.
- [105] B. Lamprecht ve G. Schider, cilt 84, no. 20, **2000**.

[106] k. Karim, *Magnetics, IEEE Transactions*, cilt 28, no. 5, **1992**.

[107] Y. Yu, *Magnetics, IEEE Transactions*, cilt 31, no. 6, **1995**.

ÖZGEÇMİŞ

Kimlik Bilgileri

Adı Soyadı : Mehmet BurakKaynar

Doğum Yeri : Ankara

Medeni Hali : Bekar

E-Posta : bkaynar@hacettepe.edu.tr

Adresi : Yuvamız Sit. B-Blok No:4 Ümitköy/Ankara

Eğitim

Lise : Özel Ayşeabla Okullar Gurubu 1996 -1999

Lisans : Hacettepe üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümü 1999-2004

Y. Lisans : Hacettepe üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümü 2004-2007

Doktora : Hacettepe üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümü 2007-2014

Yabancı Dil ve Düzeyi

İngilizce (iyi)

İş Tecrübesi

Araştırma Görevlisi (Hacettepe Üniversitesi) 2007-...

Deneyim Alanları

Nanomalzemeler, Katıların manyetik özellikleri, Yapısal ve Manyetik Karakterizasyon

Tezden Üretilmiş Projeler ve Bütçesi

--

Tezden Üretilmiş Yayınlar

--

Tezden Üretilmiş Tebliğ ve/veya Poster Sunumu ile Katıldığı Toplantılar

Mehmet Burak Kaynar, Şadan Ozcan, Ismat Shah, Microwave absorption properties of BaGdxFe12-xO19 nanoparticles synthesized by wet milling process, APS March Meeting 2013