

Prof.Dr. Nuran Ay
Araş. Gör. H. Boğaç Poyraz

Anadolu Üniversitesi, Malzeme Bilimi
ve Mühendisliği Bölümü,
İki Eylül Kampüsü, Eskişehir

Prof.Dr. Nuran Ay
Research Assist.H. Boğaç Poyraz

Anadolu University, Department
of Materials Science and Engineering,
İki Eylül Campus, Eskişehir

Düzeltilme

Ocak Şubat sayısının Bilim
Teknoloji bölümündeki Prof. Dr.
Nuran Ay ve Araştırma Gör.
H.Boğaç Poyraz'ın "Stronsiyum
hekzaferit seramik mıknatıs
üretimi" adlı makalesindeki hatalı
grafik basımından dolayı özür
diliyor, düzeltilmiş makaleyi tekrar
yayın ediyoruz.

Correction

We give our apologies for the
incorrect graphic print in the article
by Prof. Nuran Ay, Ph.D. and
Research Asst. H. Boğaç Poyraz
titled "Strontium Hexaferrite
Ceramic Magnet Production" in
the Science Technology section of
January February issue and we are
republishing the corrected article.

Stronsiyum hekzaferit seramik mıknatıs üretimi

Production of strontium
hexaferrite ceramic magnet

ÖZET

Ferrit olarak adlandırılan manyetik seramik malzemeler ilave bir metalik iyon içeren demir oksitli bileşiklerdir. Genellikle ferritler, yumuşak ve sert ferritler olmak üzere iki gruba ayrılırlar. Bu çalışmayla, iyi demanyetizasyon dirençlerinin yanı sıra, maliyetleri de düşük olan stronsiyum ferrit kalıcı seramik mıknatısların üretimi incelenmiştir. Demir oksit (Fe_2O_3) kaynağı olarak hematit (~% 99,97 Fe_2O_3), stronsiyum oksit (SrO) için stronsiyum karbonat ($SrCO_3$) ve tane büyümesi kontrolü için silika (~% 99 SiO_2) kullanılmıştır. Stokiyometrik olmayan $SrO.4Fe_2O_3$, $SrO.5Fe_2O_3$, $SrO.5.5Fe_2O_3$ ve stokiyometrik $SrO.6Fe_2O_3$ bileşiklerinin karışımları hazırlanmış ve karıştırma, öğütme, kalsinasyon, şekillendirme, bağlayıcı uzaklaştırma, sinterleme ve manyetizasyon işlemleri uygulanmıştır. Kalsinasyon 1000, 1100 ve 1200 °C'de 4 saat olarak yapılmıştır. Kalsine edilen tozlarda oluşan fazlar X-ışınları kırınım cihazı (XRD) ile belirlenmiştir. Bütün numuneler aynı sıcaklıkta ve rejimde sinterlenmişlerdir. Daha sonra yüzey düzgünlükleri sağlanıp, manyetizör yardımı ile manyetik hale getirilmişlerdir. Elde edilen son ürün olan stronsiyum hekzaferit seramik mıknatısların yoğunlukları ve manyetik özellikleri tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler : Manyetik seramikler, ferrit, stronsiyum hekzaferit üretimi, manyetik özellikler.

1. GİRİŞ

Ferritlerin yapısında demir oksit (Fe_2O_3) ve çeşitli ilave metal iyonları bulunur. Fe_2O_3 ile birleşen iyonlar kristal yapısı ve ferritin tipini belirler. Yumuşak ferritler manyetik alandan çıkarıldıktan sonra manyetik özelliklerini yavaş yavaş kaybetmeye başlarlar yani gecici manyetiklik sergilerler. Yumuşak ferritlerin çoğu ters spinel yapısında olup, $MO.Fe_2O_3$ veya MFe_2O_4 genel bileşimine sahiptirler. M iki değerlikli metal iyonunu, (Fe^{+2} , Mn^{+2} , Ni^{+2} veya Zn^{+2}) göstermektedir. Yumuşak ferritler dakikada bir çok kez manyetizasyon kullanılmaya başlanmıştır. Sert ferrit seramik kalıcı mıknatıslar düşük maliyetlerinden dolayı elektrik

ABSTRACT

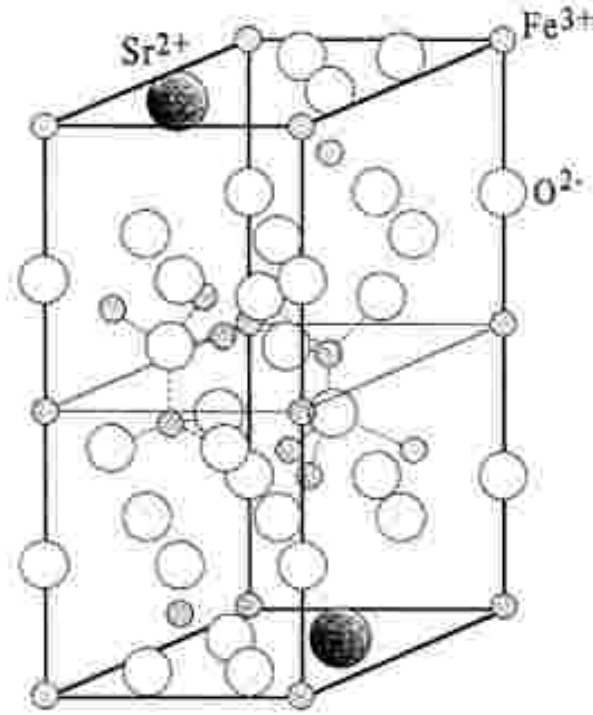
Magnetic ceramics classified, as ferrites are iron oxide compounds that contain an additional metallic ion. Ferrites are commonly divided into two groups such as soft and hard ferrites. In this study, the production of strontium hexaferrite ceramic permanent magnets was investigated because of their low cost besides good resistance to demagnetisation. Hematite (Fe_2O_3 with ~% 99,97 purity), strontium carbonate ($SrCO_3$) as SrO source and silica (SiO_2 ~% 99 purity) as a grain growth-controlling agent were used for the experimental work. Stoichiometric compound of $SrO.6Fe_2O_3$ and a series of non-stoichiometric compounds $SrO.4Fe_2O_3$, $SrO.5Fe_2O_3$, $SrO.5.5Fe_2O_3$ were prepared by using classical ceramic processing route. Calcination was done at 1000, 1100 and 1200 °C for 4 hours. Phases in the calcined powders were determined by X-ray diffractometer (XRD). All samples were sintered obeying the same thermal regimes. After surface preparation for smoothness, the samples were magnetized by using magnetizer. The densities and magnetic properties of the final products were investigated by using the relevant techniques.

Key Words: Magnetic ceramics, Ferrite, Production of strontium hexaferrite, Magnetic properties.

1. INTRODUCTION

Iron oxide (Fe_2O_3) and various additional metallic ions are present in the structure of ferrites. Ions combining with Fe_2O_3 determine the crystal structure and ferrite type. Soft ferrites are going to loose their magnetic properties slowly after removing them from magnetic field. In other words, they exhibit temporary magnetization. Most soft ferrites have inverse spinel structure and have the general composition $MO.Fe_2O_3$ or MFe_2O_4 , where M is a divalent metal ion such as Fe^{+2} , Mn^{+2} , Ni^{+2} veya Zn^{+2} . Soft ferrites are the obvious choice for applications requiring ac power and high frequency operation since they must be magnetized and demagnetised many times per second. Some of the most important uses for soft ferrites are low-signal levels, memory-core, audiovisual, and recording-head applications. Hard ferrites show permanent magnetic behaviour. Most of the hard ferrites, which are used for permanent magnets, have the general chemical formula of $MFe_{12}O_{19}$ or $MO.6Fe_2O_3$ and these are hexagonal in crystal

motorlarında, jeneratörlerde, rölelerde ve motorlarda geniş bir uygulama alanı bulur. Elektrik uygulamalarına örnek olarak hoparlör mıknatısları, telefon zilleri ve alıcıları gösterilebilir. Bunlar aynı zamanda kapı kapama tutaçlarında, contalarında ve mandalarında ve çeşitli oyuncaklarda kullanılırlar. [1-5]. Şekil 1'de stronsiyum hekzaferritin ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ veya $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$) kristal yapısı gösterilmektedir [6].



Şekil 1: Stronsiyum hekzaferritin ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) kristal yapısı.
Figure 1: The crystal structure of strontium hexaferrite ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$).

Seramik mıknatıslar önemli bir özellik olan yüksek elektriksel direncin sağlanması için yoğun, homojen ve kristalin yapıda metal oksitlerin kimyasal olarak bağlanmasıyla elde edilmektedirler [7]. Normalde seramik mıknatıs yapımında hammadde olarak demir oksit ve Ba, Sr gibi karbonatlar kullanılır. Ferritlerin manyetik özellikleri çoğunlukla sentezlenen tozların üretim yöntemlerine bağlıdır [7]. İlgili konularda pek çok çalışma mevcuttur. Stronsiyum hekzaferrit tozları geleneksel olarak, SrCO_3 ve Fe_2O_3 'ün yüksek kalsinasyon sıcaklıklarında ($\sim 1200^\circ\text{C}$) katı-hal reaksiyonu sonucu elde edilirler [8]. Bunun dışında ultra-ince $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ tozu hazırlamak için hidrotermal [9-10], tuz-ergitme (salt-melt) [11], birlikte-çöktürme [12-15], sol-jel [16] ve sonokimyasal [17] gibi düşük sıcaklık kimyasal yöntemleri de kullanılmaktadır. Seramik mıknatıslar genelde BaO veya BaCO_3 veya Sr bileşiklerinin Fe_2O_3 ile karıştırılması ve bu tozların $1000-1200^\circ\text{C}$ arasında kalsinasyon işlemi yapıldıktan sonra şekillendirilip $1200-1300^\circ\text{C}$ sinterlenmesiyle üretilirler

structure. The most important ferrite of this group is barium hexaferrite ($\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$), which was introduced by the Philips Company in 1952 under the trade name Ferroxdure. In recent years, the barium hexaferrites have been replaced to some extent by the strontium hexaferrites

[18]. Genelde kalsinasyon sıcaklığı $1100-1200^\circ\text{C}$ arasında iken daha iyi manyetik özellikler elde edilmektedir [7]. Yapılan bir çalışma sonucunda $1200-1250^\circ\text{C}$ 'de sinterlenen mıknatıslarda tane büyümesinin düşük ve tane yapısının çok düzgün olduğu belirlenmiştir [19]. En yüksek yoğunluğa ise 1250°C 'de sinterlenmiş numunelerde ulaşılmıştır [19]. Stronsiyum hekzaferritte $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SrO}$ oranının manyetik özelliklere etkisinin incelendiği bir başka çalışmayla en iyi manyetik özelliklerin (kontrollü SiO_2 ve CaO ilaveleri ile) optimum oranın $5,75-5,85$ olması sonucu ortaya çıktığı belirlenmiştir [20]. Murillo ve arkadaşları [21] manyetik partiküllerin hizalanması amacıyla manyetik alan altında toz enjeksiyon kalıplama sonucu sinterleme yapıp anizotropik Sr-ferrit kalıcı mıknatıslarını üretmiş ve yüksek manyetik özelliklere sahip malzemeler elde etmişlerdir.

($\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$), which have superior magnetic properties compared with the barium hexaferrites. Hard ferrite ceramic permanent magnets find widespread use in electrical motors, generators, relays and motors. Electronic applications include magnets for loudspeakers, telephone ringers and receivers. They are also used for holding devices for door closers, seals, and latches and in many toy designs [1-5]. Crystal structure of strontium hexaferrite is shown in Figure 1 [6].

Ceramic magnets consist of chemically combined mixtures of metallic oxides that produce a dense, homogeneous, crystalline structure possessing the important property of high resistivity [7]. The raw materials for making ferrite magnets are normally iron oxide and carbonates of Ba or Sr. The magnetic properties of ferrites are largely dependent on the processing routes of the synthesized powders [7]. There have been many studies on the related subjects. Traditionally, strontium hexaferrite powders are synthesized by a mixed oxide ceramic method, which involves the solid-state reaction between SrCO_3 and Fe_2O_3 at a high calcination temperature ($\sim 1200^\circ\text{C}$) [8]. Besides this, to prepare ultra-fine $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ powder low temperature chemical methods such as hydrothermal [9-10], salt-melt [11], co-precipitation [12-15], sol-gel [16] and sonochemical [17] have been also employed. Ceramic magnets are produced by mixing Fe_2O_3 with BaO , BaCO_3 or Sr compounds followed by calcination at $1000-1200^\circ\text{C}$ and shaping and sintering at $1200-1300^\circ\text{C}$ [18]. In general, better magnetic properties are obtained when the calcination temperature is in between $1100-1200^\circ\text{C}$ [7]. In the result of a study it was determined that grain growth is low and grain structure is fine in the magnets, which were sintered in $1200-1250^\circ\text{C}$ [19]. The samples sintered at 1250°C had the highest density achieved [19]. With the other study of which the effect of ratio of SrO to Fe_2O_3 in strontium hexaferrite on magnetic properties was investigated, the best magnetic properties was obtained (with controlled addition of SiO_2 and CaO) by the optimum $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SrO}$ ratio varying from 5.75 to 5.85 [20]. Murillo et. al. [21] produced permanent anisotropic magnets by powder injection moulding under magnetic field in order to align the magnetic particles. Sintering followed this procedure and highly magnetic materials were obtained.

In this existing study, strontium hexaferrite ceramic magnets have been produced by the result of calcination, sintering and magnetization processes of stoichiometric and non-stoichiometric mixtures.

2. EXPERIMENTAL STUDIES

In this study, strontium carbonate (Aldrich Chemicals, % 98 SrCO_3), hematite ($\sim 99,97\%$ Fe_2O_3) provided from Kale Maden and amorphous silica (SIGMA-Aldrich Chemicals, $\sim 99\%$ SiO_2) that has a particle size between $0.5-10\ \mu\text{m}$ were used as raw materials. Figure 2 shows the production flow chart of strontium hexaferrite ceramic magnets. $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SrO}$ molar ratio in the recipe prepared was determined as 4, 5, 5.5 and 6. 1 wt. % SiO_2 was added to each composition in order to prevent grain growth. The samples were coded as H-4, H-5, H-5.5 and H-6 depending on the $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SrO}$ molar ratios. After mixing in dry medium, raw materials were milled for 4 hours.

Mevcut çalışmada ise stokiyometrik ve stokiyometrik olmayan karışımların kalsinasyon, sinterleme ve manyetizasyon işlemleri sonucu stronsiyum hekzaferrit seramik mıknatısları üretilmiştir.

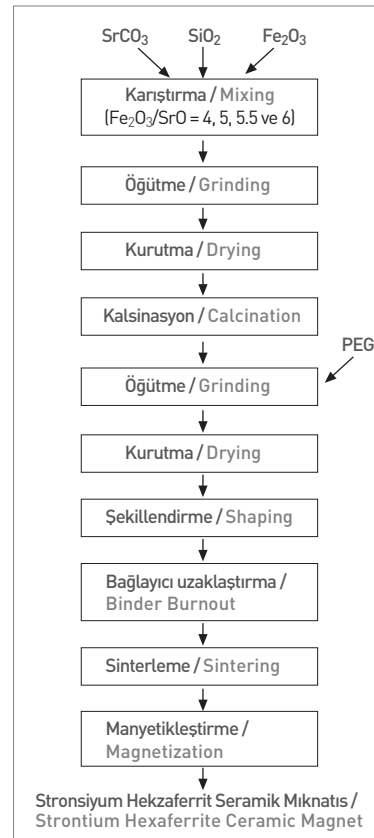
2. DENEYSEL ÇALIŞMA

Deneylerde, stronsiyum karbonat (Aldrich Chemicals, % 98 SrCO₃), Kale Maden'den temin edilen hematit (~% 99,97 Fe₂O₃) ve tane boyutu 0,5-10 µm olan amorf SiO₂ (SIGMA-Aldrich Chemicals, ~%99 SiO₂) hammaddeleri kullanılmıştır. Stronsiyum hekzaferrit seramik mıknatısları üretim akım şeması Şekil 2'de görülmektedir. Karışımlardaki Fe₂O₃/SrO oranları 4, 5, 5,5 ve 6 olarak belirlenmiş ve reçeteler hazırlanmıştır. Her bir reçeteye tane büyümesinin kontrolü için ağırlıkça % 1 kadar da SiO₂ ilâve edilmiştir. Kullanılan Fe₂O₃/SrO oranlarına göre numunelere H-4, H-5, H-5,5 ve H-6 kodları verilmiştir. Hammaddeler kuru olarak karıştırıldıktan sonra Zr-bilyeli değirmende saf su ile 4 saat yaş öğütülmüştür. Öğütülen malzemeler Nüve marka FN 500 model etüvde kurutulup Nabertherm marka N 20/HR model 1340 °C'lik fırında kalsine edilmiştir. Kalsinasyon işlemi alümina krozelerde, 5 °C/dak ısıtma hızıyla 1000 °C, 1100 °C ve 1200 °C gibi farklı sıcaklıklara çıkılıp bu sıcaklıklarda 4 saat süreyle yapılmıştır. Kalsinasyon işlemi sonrası elde edilen toz, Zr-bilyeli değirmende saf su ile 4 saat öğütülmüştür. Öğütme işlemi bitiminde, karışıma tozun ağırlıkça % 0,3'ü kadar Poli Etil Glikol (PEG) bağlayıcı katılıp, değirmen 15-20 dakika daha karıştırılmıştır. Değirmenden alınan malzeme etüvde kurutulup sonrasında agat havan yardımıyla tozlaştırılmıştır. Bu tozların XRD analizleri ile stronsiyum hekzaferrit fazının varlığı aranmıştır. Stronsiyum hekzaferrit tozlarından 3'er gramlık tartımlar alınıp tek eksenli el presinde 50 kg/cm² basınçla presleme yapılmıştır. Her bir bileşimden altışar adet pelet hazırlanmıştır. Nabertherm marka N 20/HR model 1340 °C'lik fırında, preslenen peletler 4,5 °C/dak hızla 450 °C'ye çıkarılıp 1 saat bekletilmiş ve 100 dakikada soğutulup bağlayıcı uzaklaştırılmıştır. Bağlayıcı uzaklaştırma işleminden sonra numuneler aynı fırında 5 °C/dak hızla 1250 °C'ye çıkarılıp 4 saat süre ile

sinterlenmişlerdir. Sinterlenen numunelerin yoğunlukları Arşimed yöntemi ile ölçülmüştür. Sinterlenen numunelerin yüzey düzgünlükleri sağlandıktan sonra, Newport Pagnell England marka bir manyetizör yardımıyla 15 A – 30 V ile yaklaşık 1 Tesla'lık manyetik alan içinde 10 saniye kadar tutulup manyetikleştirilmişlerdir. Bu işlemden sonra, kalıcı manyetik özelliklere sahip stronsiyum hekzaferrit seramik mıknatısları elde edilmiştir.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Farklı sıcaklıklarda kalsinasyon işlemi yapılmış tozların X-ışınları kırınım analizi alınarak, oluşan fazlar incelenmiştir. Literatüre göre beklenen temel fazlar SrFe₁₂O₁₉, Fe₂O₃ ve Sr₇Fe₁₀O₂₂'dir [22, 23]. Yapılan XRD analizleri sonucu, tüm reçeteler için bütün kalsinasyon sıcaklıklarında stronsiyum hekzaferrit (SrFe₁₂O₁₉) manyetik fazının oluştuğu belirlenmiştir (Şekil 3-6).



Şekil 2:
Stronsiyum hekzaferrit seramik mıknatıs
üretimi akım şeması.

Figure 2:
Flow chart of strontium hexaferrite
ceramic magnet production.

Deionised water and Zr balls were used as milling media. Milled materials were dried in Nüve FN 500 drying oven and then calcinated at 1340 °C in Nabertherm N 20/HR furnace. Calcination process was performed using alumina crucibles at temperatures 1000 °C, 1100 °C and 1200 °C. Holding time was determined 4 hours and heating rate was 5 °C/min. The powder obtained at the end of the calcinations process was milled for 4 hours in a medium containing Zr balls and deionised water.

Milling process was continued for 15-20 minutes more after adding 0.3 wt. % polyethyleneglycol (PEG) as binder. After drying in drying oven, the resulting material was grinded in agate mortar. Presence of strontium hexaferrite in obtained powders was investigated by XRD analysis. Six strontium hexaferrite pellets for each composition were prepared by uniaxial pressing at 50 kg/cm². After debinding process, samples were sintered at 1250 °C for 4 hours. Heating rate was 5 °C/min. The bulk densities of the sintered and then parallel polished specimens were measured by using Archimedes method. Holding in a magnetic field magnetized the sintered samples with smoothed surfaces with approximately 1 Tesla for 10 seconds. The current and the voltage were 15 A and 30 V, respectively. Newport Pagnell England magnetizer was used for this application. Strontium hexaferrite permanent ceramic magnets were obtained as a result of this procedure.

3. RESULTS AND DISCUSSIONS

The phases, which were determined by the X-ray diffraction analysis of calcined powder in different temperatures, have been examined. According to the literature expected basic phases are SrFe₁₂O₁₉, Fe₂O₃ and Sr₇Fe₁₀O₂₂ [22, 23]. As a result of XRD analysis, strontium hexaferrite (SrFe₁₂O₁₉) magnetic phase has been determined for all recipes at the calcination temperatures (Figure 3-6). Hematite (Fe₂O₃) and Sr₇Fe₁₀O₂₂ (7SrO.5Fe₂O₃) phases were also observed. As the calcination temperature increased, it has been determined that value of peak intensity of undesired and unreacted hematite phase (Fe₂O₃) decreased and

Bunun yanında hematit (Fe_2O_3) ve $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ ($7\text{SrO} \cdot 5\text{Fe}_2\text{O}_3$) fazları da tespit edilmiştir. Kalsinasyon sıcaklığının artmasıyla, yapıdaki istenmeyen ve tepkimeye girmemiş olan hematit (Fe_2O_3) fazına ait pik şiddeti değerlerinin azaldığı ve $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ manyetik fazının arttığı belirlenmiştir. Stokiyometrik stronsiyum hekzaferrit reçetesi (H-6) hariç diğer tüm reçetelere ait yapılarda kalsinasyon sıcaklığının artmasıyla, $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ fazının pik şiddeti değerinin arttığı görülmüştür. H-4 reçetesinde bu fazın en yüksek değerde olduğu bulunmuştur. Sonuç olarak, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ manyetik fazına ait pik şiddeti değerleri kalsinasyon sıcaklığı ile artmaktadır. Manyetik fazın içeriği ne kadar fazla ise, son ürünün manyetik özellikleri de o kadar iyi olmaktadır.

Çizelge 1’de stokiyometrik olmayan ($\text{SrO} \cdot 4\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{SrO} \cdot 5\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{SrO} \cdot 5,5\text{Fe}_2\text{O}_3$) ve stokiyometrik ($\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$) miktatlarının yoğunlukları ve manyetik özellikleri görülmektedir. Günümüz ferrit teknolojisinde hemen hemen $4,9 \text{ g/cm}^3$ yoğunluk elde edilmektedir. Bu çalışma sonucu, ortalama $4,4 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğa ulaşılmıştır. Yüksek manyetizasyon ve kalıcı manyetizasyon değerleri elde etmek için malzeme mümkün olduğu kadar yoğun olmalıdır [7]. Lineer output hall effect sensörü (3501) yardımıyla, üretilen miktatların N ve S kutuplarındaki yüzey voltaj farkından hesaplanan tahmini kalıcı manyetizasyon değerlerine (Br) göre en fazla kalıcı manyetizasyona sahip numunelerin H-5.III ($641,43 \text{ G}$) ve H-5,5.III ($651,43\text{G}$) olduğu bulunmuştur. Ayrıca, genel olarak kalsinasyon sıcaklığının artmasıyla, kalıcı manyetiklik değeri de artmıştır. Yani, en iyi manyetizasyon gösteren numuneler kalsinasyon sıcaklığı $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ olan numunelerdir.

4. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

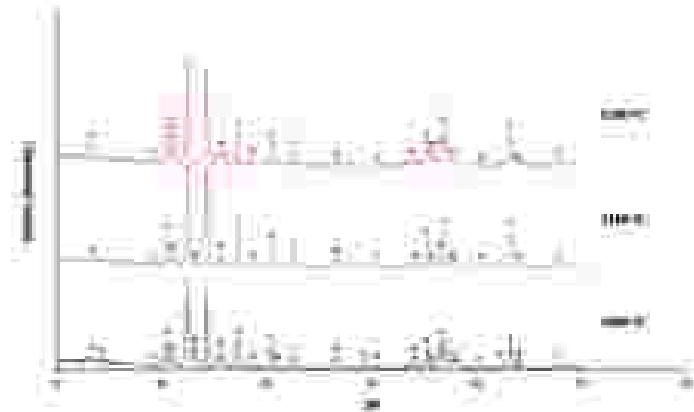
Stronsiyum hekzaferrit seramik miktatlarının üretimi başarıyla gerçekleştirilmiş ve elde edilen bulgulara göre şu sonuçlara varılmıştır :

In Table 1, densities and magnetic properties of non-stoichiometric ($\text{SrO} \cdot 4\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{SrO} \cdot 5\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{SrO} \cdot 5,5\text{Fe}_2\text{O}_3$) and stoichiometric ($\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$) magnets can be seen. Obtained densities are nearly $4,9 \text{ g/cm}^3$ in today’s ferrite manufacturing technology. As a conclusion of this study, approximately $4,4 \text{ g/cm}^3$ density has been reached. To get high magnetization and permanent magnetization values, material should be as denser as it is possible [7]. Approximate permanent magnetization values are calculated from the difference between surface voltages of N and S poles using linear output Hall effect sensor (3501). According to these calculations, the highest magnetization values are found to belong to the samples H-5.III ($641,43 \text{ G}$) and H-5.5.III ($651,43\text{G}$). Furthermore, with the increase of calcination temperature generally, the value of permanent magnetization has been increased. Namely, the samples showing the best magnetization are the samples having calcination temperature $1200 \text{ }^\circ\text{C}$.

4. CONCLUSIONS AND SUGGESTIONS

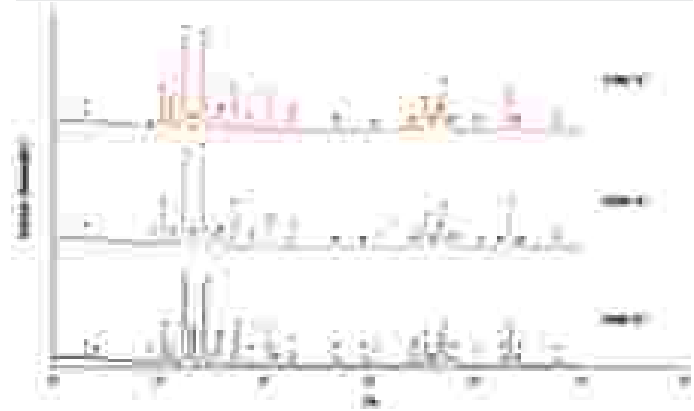
The production of strontium hexaferrite has been done successfully and we have the following conclusions:

1. By increasing the calcination temperature, it has been seen that magnetic phase in the structure was increased and this increase influenced the magnetic properties of the final product. The best results were obtained at the $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ calcinations temperature. Calcination temperature and the amount of magnetic phase depend on this effects the magnetic properties of the last product, magnet.



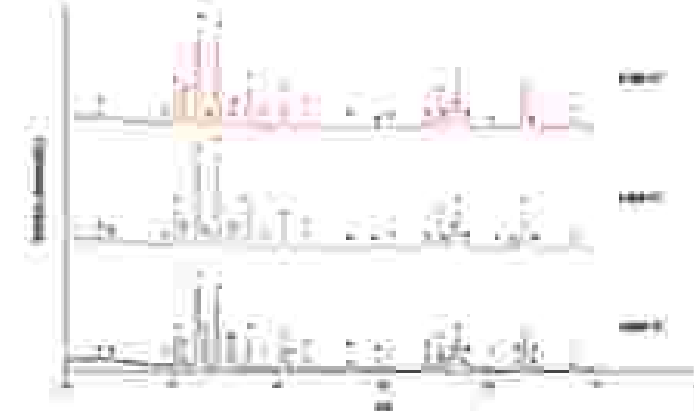
Şekil 3: H-4 tozunun farklı kalsinasyon sıcaklıklarındaki XRD analizi sonuçları (+ : $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, • : Hematit (Fe_2O_3), □ : $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$).

Figure 3: XRD analysis results of H-4 powder at different calcination temperatures. (+ : $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, • : Hematit (Fe_2O_3), □ : $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$).



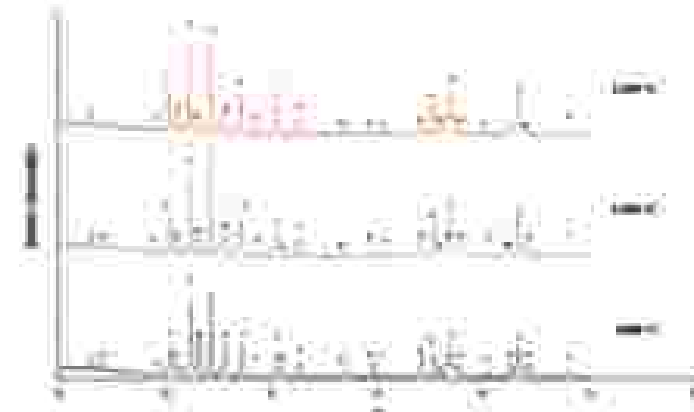
Şekil 4: H-5 tozunun farklı kalsinasyon sıcaklıklarındaki XRD analizi sonuçları (+ : $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, • : Hematit (Fe_2O_3), □ : $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$).

Figure 4: XRD analysis results of H-5 powder at different calcination temperatures. (+ : $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, • : Hematit (Fe_2O_3), □ : $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$).



Şekil 5: H-5,5 tozunun farklı kalsinasyon sıcaklıklarındaki XRD analizi sonuçları (+ : $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, • : Hematit (Fe_2O_3), □ : $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$).

Figure 5: XRD analysis results of H-5,5 powder at different calcination temperatures. (+ : $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, • : Hematit (Fe_2O_3), □ : $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$).



Şekil 6: H-6 tozunun farklı kalsinasyon sıcaklıklarındaki XRD analizi sonuçları (+ : $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, • : Hematit (Fe_2O_3), □ : $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$).

Figure 6: XRD analysis results of H-6 powder at different calcination temperatures. (+ : $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, • : Hematit (Fe_2O_3), □ : $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$).

1- Kalsinasyon sıcaklığının artmasıyla, yapıdaki manyetik fazın arttığı ve bu artışın son üründeki manyetik özellikleri etkilediği görülmüştür. En iyi sonuçlar 1200 °C kalsinasyon sıcaklığında elde edilmiştir. Kalsinasyon sıcaklığı ve buna bağlı olarak manyetik fazın miktarı son ürün olan mıknatısın manyetik özelliklerini etkilemektedir.

2- Numunelerde istenilen yoğunluğa tam olarak ulaşılammıştır. Daha yüksek sıcaklıklarda sinterleme ile veya soğuk izostatik presleme (CIP) ile daha yüksek yoğunluklara ulaşılabilir.

3- Manyetik özellik testi sonucu en iyi kalıcı manyetizasyonu, 1200 °C'de kalsine edilmiş H-5 (III) ve H-5,5 (III) numuneleri göstermiştir.

Teşekkür

Bu çalışmada manyetikleştirme ve manyetik özelliklerin test edilmesinde gösterdikleri yardımlardan dolayı ODTÜ Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nden Sayın Doç.Dr. Ali Kalkanlı ve Uzman İbrahim Çam'a teşekkür ederiz.

2. Actually it wasn't reached to the desired densities in the samples. Higher densities can be reached with the sintering in high temperatures or with the cold isostatic pressing (CIP).

3. As a result of magnetic property test, H-5 (III) and H-5.5 (III) samples that have been calcined at 1200 °C showed the best permanent magnetization.

Acknowledgement

The authors would like to thank Assoc. Prof. Dr. Ali Kalkanlı and İbrahim Çam, METU, Department of Metallurgical and Materials Science for their help in magnetization process and magnetic properties testing to accomplish this study.

Numune Sample	Kalsinasyon sıcaklığı (°C) Calcination temperature (°C)	Sinterleme sıcaklığı (°C) Sintering temperature (°C)	Yığınsal (bulk) yoğunluk (gr/cm ³) Bulk density (gr/cm ³)	Relatif Br (mV) Relative Br (mV)	Kalıcı manyetizasyon (G : gauss) Permanent magnetization
H-4 (I)	1000	1250	4,66	4,13	590
H-5 (I)	1000	1250	4,13	3,77	538,57
H-5,5 (I)	1000	1250	4,22	3,68	525,71
H-6 (I)	1000	1250	4,36	3,52	478,57
H-4 (II)	1100	1250	4,77	4,29	612,86
H-5 (II)	1100	1250	4,28	4,00	571,43
H-5,5 (II)	1100	1250	4,33	3,79	541,43
H-6 (II)	1100	1250	4,50	3,65	512,86
H-4 (III)	1200	1250	4,93	3,78	540
H-5 (III)	1200	1250	4,81	4,49	641,43
H-5,5 (III)	1200	1250	4,71	4,56	651,43
H-6 (III)	1200	1250	4,80	4,14	591,43

Çizelge 1: Üretilen stronsiyum hekzaferit seramik mıknatıslarının bazı özellikleri
Table 1: Some properties of produced strontium hexaferrite ceramic magnets.

Kaynakça / Bibliography

- 1- Smith, W. F., "Materials Science and Engineering", 2nd Edition, McGraw-Hill, s: 809-856 (1993).
- 2- Lloyd, A., "Applications of Hard and Soft Ferrites", Key Engineering Materials, Vols. 122-124, s:175-182 (1996).
- 3 - Schneider, S. J., "Ceramics and Glasses (Engineered Materials Handbook)", Part : Magnetic Ceramics (Ferrites), ASM International, 1161-1165 (1991).
- 4- W.D. Kingery, H.K. Bowen, D.R. Uhlmann, "Introduction to Ceramics", John Wiley and Sons, (1960).
- 5- Levinson, L.M., "Electronic Ceramics : Properties, Devices and Applications", General Electric Company, Marcel Dekker, Inc., New York, (1988).
- 6- Smith, J. & Wijn, H. P. J., "Ferrites", Philips Research Laboratories, Philips Technical Library, s: 177-184 (1959).
- 7- Valenzuela, R., "Magnetic Ceramics", Cambridge University Press, s: 98-120 (1994).
- 8- Haberey, F., and Kockel, A., "The Formation of Strontium Hexaferrite SrFe₁₂O₁₉ from Pure Iron Oxides and Strontium Carbonate", IEEE Trans. Magn., Mag-12 (1976) 983-985.
- 9- Ataie, A., Haris, I. R., Ponton, C. B., "Magnetic Properties of Hydrothermal Synthesized Strontium Hexaferrite as a Function of Synthesis Conditions", Journal of Materials Science, 30 (1995) 1429-1433.
- 10-Wang, J. F., Ponton, C. B., Haris, I. R., "A Study of the Magnetic Properties of Hydrothermally Synthesized Sr-Hexaferrite with Sm Substitution", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 234 (2001) 233-240.
- 11-Guo, Z. B., Ding, W. P., Zhong, W., Zhang, J. R., Du, Y. W., "Preparation and Magnetic Properties of SrFe₁₂O₁₉ Particles Prepared by the Salt-Melt Method", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 175 (1997) 333-336.
- 12- Calleja, A., Tijero, E., Martinez, B., Pinol, S., Sandiumenge, F., Obradors, X., "Hexaferrite Particles by Co-Precipitation and Lyophilization", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 196-197 (1999) 293-294.
- 13- Ataie, A., Heshmati-Manesh, S., "Synthesis of Ultra-Fine Particles of Strontium Hexaferrite by a Modified Co-Precipitation Method", Journal of European Ceramic Society, 21 (2001) 1951-1955.
- 14-Chen, D. H., Chen, Y. Y., "Synthesis of Strontium Ferrite Nanoparticles by Co-Precipitation in the Presence of Polyacrylic Acid", Materials Research Bulletin, 37 (2002) 801-810.
- 15-Wang, J. F., Ponton, C. B., Haris, I. R., "Ultrafine SrM Particles with High Coercivity by Chemical Coprecipitation", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 242-245 (2002) 1464-1467.
- 16-Martinez Garcia, R., Reguera Ruiz, E., Estevez Rams, E., "Structural Characterization of Low Temperature Synthesized SrFe₁₂O₁₉", Materials Letters, 50 (2001) 183-187.
- 17-Sivakumar, M., Gedanken, Zhong, W., Du, Y. W., Bhattacharya, D., Yeshurun, Y., Fehner, I., "Nanophase Formation of Strontium Hexaferrite Fine Powder by the Sonochemical Method Using Fe(CO)₅", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 268 (2004) 95-104.
- 18-Davis, J. R., "Metals Handbook" (Desk Edition), ASM International, 20.5-20.11, (1999).
- 19-King, H. W., Payzant, E. A., Wallace, J. B., Smith, S. W. and 20- Arnold, D. F., "Solid State Phenomena", Vol. 25 & 26 (1992) 157-164.
- 21-Choroust, V., "Effect of Silicon and Calcium Oxides on Strontium Ferrite", Pokroky Praskove Metal., Vol 35, No 1 (1997) 24-29.
- 22- Murillo, N., Gonzales, J., Guraya, C., Gutierrez, M., Seco, F. J., "Structural and Magnetic Properties of Sintered Sr-Ferrites Fabricated by Powder Injection Molding", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 203 (1999) 165-168.
- 23-Kaczmarek, W. A., Idzikowski, B., Müller, K.-H., "XRD and VSM Study of Ball-Milled SrFe₁₂O₁₉ Powder", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 177-181, (1998) 921-922.
- 24-Seyyed Ebrahimi, S. A., "Optimisation of Hydrogen Treatment of Strontium Hexaferrite Powder", Key Engineering Materials, Vols. 224-226 (2002) 155-158.