

**Ni-Mn-Ga FERROMANYETİK ŞEKİL HATIRLAMALI
ALAŞIMININ FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
ALAŞIM ORANI VE ISIL İŞLEM ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

Mediha KÖK

**Doktora Tezi
Fizik Anabilim Dalı**

**Danışman: Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU
AĞUSTOS-2011**

**T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Ni-Mn-Ga FERROMANYETİK ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMININ FİZİKSEL
ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ALAŞIM ORANI VE ISIL İŞLEM ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Mediha KÖK

(06114202)

Anabilim Dalı: Fizik

Programı: Katıhal Fiziği

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU

AĞUSTOS-2011

**T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Ni-Mn-Ga FERROMANYETİK ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMININ FİZİKSEL
ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ALAŞIM ORANI VE ISIL İŞLEM ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Mediha KÖK

(06114202)

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 22 Temmuz 2011
Tezin Savunulduğu Tarih : 12 Ağustos 2011**

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU (Fırat Üniversitesi)

Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. M. Eyyuphan YAKINCI (İnönü Üniversitesi)

Prof. Dr. Sinan SAYDAM (Fırat Üniversitesi)

Doç. Dr. Raşit ZENGİN(Fırat Üniversitesi)

Yrd. Doç. Dr. Ş. Nevin BALO (Fırat Üniversitesi)

AĞUSTOS-2011

ÖNSÖZ

Bilimsel çalışmalarımın her safhasında ve Doktora tez çalışmam sırasında maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen değerli hocam Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU' ya ve bana başarabilme güvenini veren Prof. Dr. Ayşe AYDOĞDU hocama teşekkürlerimi sunarım.

Deneyisel çalışmalarımın temeli olan ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlarının temini esnasında tereddütsüz yardım eden Hv. Müh. Yb. Gürsev PİRGE' ye teşekkürü bir borç bilirim.

İnönü Üniversitesindeki çalışmalarım sırasında, yardımlarından dolayı Prof. Dr. M. Eyyuphan YAKINCI, Doç. Dr. Mehmet Ali AKSAN, Yrd. Doç. Dr. Serdar ALTIN, Uzm. Emine ALTIN ve Uzm. Murat ÖZABACI' ya teşekkür ederim.

Bana her zaman güvenip, destek olan, üzerimizdeki emeklerini ödeyemeyeceğimiz ve özel hayatımdaki sorumluluklarımı hafifleten anneme, babama ve eşimin anne ve babasına saygılarımı sunarım.

Eşim Yrd. Doç. Dr. Baha Vural KÖK' e, huzur kaynağım ve sabırla işlerimin bitmesini bekleyen kızım İpek Bahar KÖK' e anlayış ve varlıklarından dolayı teşekkür ederim.

Bu tez Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından **TÜBİTAK 106T583** nolu proje kapsamında,

Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi FÜBAP tarafından **FÜBAP 1866** nolu proje olarak desteklenmiştir.

Mediha KÖK
ELAZIĞ - 2011

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ	II
İÇİNDEKİLER	III
ÖZET	VI
SUMMARY	VII
ŞEKİLLER LİSTESİ	VIII
TABLolar LİSTESİ.....	XIV
KISALTMALAR LİSTESİ.....	XVI
SEMBOLLER LİSTESİ.....	XVII
1. GİRİŞ	1
2. ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR	5
2.1. Martensit Dönüşüm	6
2.2. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Makroskobik Davranışları	7
2.2.1. Süperelastiklik.....	7
2.2.2. Şekil Hatırlama Etkisi	8
2.3. Alaşımların Atom Başına Düşen Valans Elektron Sayısı (Elektron Konsantrasyonu).....	10
2.4. Şekil Hatırlama Etkisinin Belirlenmesi	10
2.4.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Ölçümü	11
2.4.2. Elektriksel Direnç Ölçümü	11
2.4.3. Sabit Yük Altında Isıtıp Soğutma	12
2.4.4. Termal Çevrim Sayısı.....	12
2.5. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Kullanım Alanları	12
3. MANYETİK MALZEMELER.....	14
3.1. Manyetik Dipoller	14
3.2. Manyetik Duygunluk.....	14
3.3. Manyetizmada Kullanılan Birimler	15
3.4. Manyetizma Türleri.....	16
3.4.1. Diyamanyetizma.....	17
3.4.2. Paramanyetizma	17
3.4.3. Ferromanyetizma.....	18
3.4.3.1. Sıcaklığın Mıknatıslanmaya Etkisi.....	18
3.4.3.2. Manyetik Malzemelerde Domen (Bölge) Yapısı	19
3.4.3.3. Manyetik Histerisiz ve Çevrimi	20
3.4.4. Antiferromanyetizma	21
3.4.5. Ferrimanyetizma.....	21
3.5. Yumuşak Manyetik Malzemeler	21
3.6. Sert Manyetik Malzemeler	22
3.7. Manyetositriksiyon (Manyetik Alanla Şekil Değişimi).....	23
4. HEUSLER ALAŞIMLAR.....	24
4.1. Heusler Alaşımların Yapısal Özellikleri	24
5. FERROMANYETİK ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR (FSMA)	26
5.1. Ferromanyetik Şekil Hatırlama Etkisi	27
5.2. Ferromanyetik Şekil Hatırlama Etkisi Gösteren Alaşımlar	29

	<u>Sayfa No</u>
5.2.1. Ni-Mn-Ga.....	29
5.2.2. Co-Ni-Al.....	29
5.2.3. Ni-Mn-Al.....	30
5.3. FSMA' ların Diğer Akıllı Malzemelerle Karşılaştırılması.....	30
5.4. Ferromanyetik Şekil Hatırlamalı Alaşımların Davranışlarının Sınıflandırılması.....	32
5.5. Ferromanyetik Şekil Hatırlamalı Alaşımların Kristal Yapısı	34
5.6. Kullanım Alanları	38
6. MATERYAL ve METOT	39
6.1. Materyal.....	39
6.2. ICP-OES Analizi.....	39
6.3. Isıl İşlem.....	40
6.4. X-Işınları Analizi.....	40
6.5. TG/DTA ölçümleri.....	40
6.6. DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Ölçümleri.....	41
6.6.1. Termodinamik Hesaplamalar.....	42
6.6.2. Isı Kapasitesi	44
6.7. Metalografik Gözlemler	45
6.8. SEM (Scanning Electron Microscopy) analizi	46
6.9. Manyetik Ölçümler	46
7. BULGULAR.....	47
7.1. ICP-OES Kimyasal Analiz Yöntemi	47
7.2. X-Işını Analizleri.....	47
7.2.1. S1 Alaşımının X-Işını Analizi.....	48
7.2.2. S2 Alaşımının X-Işını Analizi.....	51
7.2.3. S3 Alaşımının X-Işını Analizi.....	54
7.2.4. S4 Alaşımının X-Işını Analizi.....	57
7.3. DTA Ölçümleri.....	59
7.4. Martensit Dönüşüm Karakteristiğinin DSC İle Belirlenmesi.....	62
7.4.1. S1 Alaşımının DSC Ölçümleri	62
7.4.2. S2 Alaşımının DSC Ölçümleri	66
7.4.3. S3 Alaşımının DSC Ölçümleri	70
7.4.4. S4 Alaşımının DSC Ölçümleri	74
7.5. Termodinamik Parametrelerin Belirlenmesi	78
7.5.1. S1 Alaşımının Termodinamik Parametreleri.....	78
7.5.2. S2 Alaşımının Termodinamik Parametreleri.....	79
7.5.3. S3 Alaşımının Termodinamik Parametreleri.....	80
7.5.4. S4 Alaşımının Termodinamik Parametreleri.....	81
7.6. Aktivasyon Enerjisinin Hesaplanması	82
7.6.1. S1 Alaşımının Aktivasyon Enerjisi.....	82
7.6.2. S2 Alaşımının Aktivasyon Enerjisi.....	86
7.6.3. S3 Alaşımının Aktivasyon Enerjisi.....	90
7.6.4. S4 Alaşımının Aktivasyon Enerjisi.....	94
7.7. Isı Kapasitesi Ölçümleri	98
7.8. Optik Mikroskop ve SEM Ölçümleri.....	101
7.8.1. S1 Alaşımının Yüzey Morfolojisi.....	101

	<u>Sayfa No</u>
7.8.2. S2 Alaşımının Yüzey Morfolojisi.....	104
7.8.3. S3 Alaşımının Yüzey Morfolojisi.....	106
7.8.4. S4 Alaşımının Yüzey Morfolojisi.....	109
7.9. Manyetik Ölçümler	111
7.9.1. S1 Alaşımının M-H Eğrisi	111
7.9.2. S2 Alaşımının M-H eğrisi	115
7.9.3. S3 Alaşımının M-H eğrisi	118
7.9.4. S4 Alaşımının M-H eğrisi	122
7.10. TG/DTA ile Curie Sıcaklığı Ölçümü	125
8. SONUÇ VE TARTIŞMA	135
ÖNERİLER	143
KAYNAKLAR	144
ÖZGEÇMİŞ	150

ÖZET

Bu çalışmada, alaşım oranı ve ısıtılma işleminin sırasıyla S1, S2, S3 ve S4 kodları verilen Ni-%29Mn-%21Ga, Ni-%29,5Mn-%20Ga, Ni-%28,5Mn-%20,5Ga ve Ni-%29,5Mn-%21Ga (atomik yüzdeli) ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımların fiziksel özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir.

Martensit durumdaki kristal yapı tayini için x-ışını analiz cihazı, yüzey morfolojisi incelemesinde optik mikroskop ve SEM, ısıtılma işlemli ve ısıtılma işlemsiz alaşımların martensit-austenit dönüşüm sıcaklıkları, termodinamik parametreler ve aktivasyon enerjisini belirlemek için diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) kullanılmıştır. Diferansiyel termal analiz cihazı (TG/DTA) yüksek sıcaklıkta alaşımlarda meydana gelen faz geçişini ve ferromanyetiklikten paramanyetikliğe geçiş olan Curie sıcaklığını tespit etmek için kullanılmıştır. Alaşımların dış manyetik alanla değişen mıknatıslanmasını ölçmek için fiziksel özellikler ölçüm cihazı (PPMS) kullanılmıştır. Deneysel çalışmalar sonucunda alaşımlarda, NM martensit ve γ faz birlikte görülmüş ve x-ışını difraktogramları ile optik mikroskop ve SEM fotoğraflarının uyum içinde olduğu, alaşımların ağırlıkça Nikel oranının $S3>S2>S1>S4$ şeklinde sıralandığı ve bu sıralama ile dönüşüm sıcaklığı arasında bir doğru orantı olduğu, artan az miktardaki Nikel oranı ile dönüşüm sıcaklığının arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca, ısıtılma işlem sıcaklığıyla martensit dönüşüm sıcaklıklarının değiştiği gözlenmiştir. PPMS ölçümlerinden en yüksek saturasyon ve koerzivite değeri 1000 °C'de ısıtılma işlem görmüş alaşımlarda görülmüştür.

Bu ölçümlere göre, NiMnGa alaşımlarında, elementlerinin oranının ve ısıtılma işlem sıcaklığının fiziksel özellikler üzerinde önemli derecede etkisi olduğu, aynı element oranındaki alaşımlara sadece ısıtılma işlem uygulanması sonucunda farklı element oranındaki alaşımların fiziksel özelliklerine sahip olabileceği tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: NiMnGa Alaşımları, ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar, Isıtılma işlem, Nonmodulated martensit yapı, Curie Sıcaklığı, Saturasyon, Koerzivite.

SUMMARY

In this study, the effect of alloy content and heat treatment on physical properties of Ni-29Mn-21Ga, Ni-29,5Mn-20Ga, Ni-28,5Mn-20,5Ga and Ni-29,5Mn-21Ga (by atomic percent) ferromagnetic shape memory alloys represented by S1, S2, S3 and S4 respectively were investigated.

X-ray analyse system was used for determining the crystal structure in martensite case, optic microscope and SEM was used for the investigation of surface morphology, differential scanning calorimetry (DSC) was used for determining the martensite-austenite transformation temperatures, thermodynamic parameters and activation energy of alloys with and without heat treatment. Differential thermal analysis system (TG/DTA) was used to determine the phase transition at high temperature and also the Curie temperature where the transition from ferromagnetic to paramagnetic occurred. Physical property measurement system (PPMS) was used to determine the magnetic properties by applying an external magnetic field. According to experimental results obtained the NM and γ phase were seen together, x ray diffractograms, optic microscop and SEM photographs were matched well. Nickel content was sequenced as S3>S2>S1>S4 by weight and there was an linear relation between this sequence and transformation temperature, transformation temperature was increased with a little increase of Nickel content. Furthermore, it was observed that the martensite transformation temperatures were changed with the heat treatment. According to PPMS measurements the highest saturation and coercivite value were obatined at 1000 °C heat treated alloys according to PPMS measurements.

As a result of these measurements, it was concluded that contents of elements and heat treatment temperature had a significant effect on physical properties of NiMnGa alloys and the alloys in same element contents will have same physical properties with the alloys in different element contents by applying only heat treatment cycle.

Key Words: NiMnGa Alloys, Ferromagnetic shape memory alloys, Heat treatment, Nonmodulated martensite Structure, Saturation, Coercivite.

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 2.1. Şekil Hatırlamalı alaşımların farklı fazları (Darjan, 2007).....	6
Şekil 2.2. Süperelastiklik. A_s , A_f , M_s ve M_f sıcaklıklarında zor-zorlanma eğrisi (Machado ve Savi, 2003).	8
Şekil 2.3. Şekil hatırlama etkisi (Machado ve Savi, 2003).	9
Şekil 2.4. İki yönlü şekil hatırlama etkisi (Machado ve Savi, 2003).	9
Şekil 2.5. Şekil hatırlamalı alaşımların elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi (Braunovic ve Labrecqu, 1995).	11
Şekil 3.1. Manyetik davranış çeşitleri (Erdoğan, 2001).	16
Şekil 3.2. Sıcaklığın Doyma mıkanatıslığı üzerine etkisi (Smith, 1969).	18
Şekil 3.3. Domenlerin Hareketi (Erdoğan, 2001).	19
Şekil 3.4. Ferromanyetik histerisiz döngüsü (Erdoğan, 2001).	20
Şekil 3.5. Yumuşak ve sert manyetik malzemelerin manyetizasyon eğrisinin şematik gösterimi (Calister, 2004).	22
Şekil 4.1. a) Yarı- heusler ve tam heusler yapı için kristal yapı gösterimi. b) B2 tip düzensiz yapıda, Y ve Z alt örgülerinin üç farklı bulunma konfigürasyonu (Şaşıoğlu, 2006).	24
Şekil 5.1. Manyetik şekil hatırlama etkisinin şematik gösterimi (Couch, 2006).	28
Şekil 5.2. Ferromanyetik şekil hatırlama etkisinin şematik gösterimi (Heil, 2005).	28
Şekil 5.3. Şekil hatırlamalı alaşımlar ve manyetik şekil hatırlamalı alaşımlar arasındaki ilişki (Straka, 2007).	31
Şekil 5.4. Üç çeşit FSMA davranışının faz diyagramının şematik gösterimi Heill,2005) ..	33
Şekil 5.5. Ni-Mn-Ga alaşım sisteminin üçlü faz diyagramı(Borisenko vd.,2005).	34
Şekil 5.6. B2 tipi kristal yapı (β_2 ana faz) (Miyazaki ve Otsuka ,1989).	35
Şekil 5.7. DO ₃ tipi kristal yapı (Miyazaki ve Otsuka ,1989).	35
Şekil 5.8. a) B2 Austenit yapının martensit L1 ₀ yapısı b) Kübik eksenle L1 ₀ hücre arasında örgü uygunluğu (Pons vd.,2000; Bartova vd.,2008).	35
Şekil 5.9. NiMnGa alaşımlarının soğutma sırasında dönüşümleri (Roth vd., 2008).	36
Şekil 5.10. Bazı modulated martensit fazların şematik gösterimi (Hamilton vd.,2007).	37
Şekil 5.11. (a) Martensit fazların karalılığı (b) Dönüşüm sıcaklığı M_s ile ilk martensit yapı arasındaki ilişki (Enkovaara vd., 2004).	38
Şekil 6.1. Curie sıcaklığı ölçmede kullanılan TGA düzeneği (Brown, 2004).	41
Şekil 6.2. Şekil hatırlamalı alaşımlarda tipik bir DSC eğrisi.	42
Şekil 6.3. Isı kapasitesi ölçümleri için, a) Boş kabın DSC eğrisi, b)referans malzemenin DSC eğrisi, c)Numunenin DSC eğrisi.	44
Şekil 6.4. Metalurji mikroskoplarında görüntünün oluşumu (Salman ve Gülsoy, 2004)... ..	45
Şekil 7.1. Isıl işlemsiz S1 alaşımının X ışınları difraktogramı.	48
Şekil 7.2. 800 °C de ısıtılmış S1 alaşımının X ışınları difraktogramı.	49
Şekil 7.3. 900 °C de ısıtılmış S1 alaşımının X ışınları difraktogramı.	49
Şekil 7.4. 1000 °C de ısıtılmış S1 alaşımının X ışınları difraktogramı.	49
Şekil 7.5. Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S1 alaşımının X ışınları difraktogramı.	50
Şekil 7.6. Isıl işlemsiz S2 alaşımının X ışınları difraktogramı.	51

Şekil 7.7. 800 °C de ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	52
Şekil 7.8. 900 °C de ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	52
Şekil 7.9. 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	52
Şekil 7.10. Isıtıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlili S2 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	54
Şekil 7.11. Isıtıl işlemsiz S3 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	55
Şekil 7.12. 800 °C de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	55
Şekil 7.13. 900 °C de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	55
Şekil 7.14. 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	56
Şekil 7.15. Isıtıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlili S3 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	56
Şekil 7.16. Isıtıl işlemsiz S4 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	57
Şekil 7.17. 800 °C de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	57
Şekil 7.18. 900 °C de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	58
Şekil 7.19. 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	58
Şekil 7.20. Isıtıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlili S4 alaşımlarının X ışınları difraktogramı.	59
Şekil 7.21. S1 alaşımlarının 20 ile 1000 °C aralığında DTA eğrisi.	60
Şekil 7.23. S3 alaşımlarının 20 ile 1000 °C aralığında DTA eğrisi.	61
Şekil 7.24. S4 alaşımlarının 20 ile 1000 °C aralığında DTA eğrisi.	61
Şekil 7.25. Isıtıl işlemsiz S1 alaşımlarının DSC eğrisi.	63
Şekil 7.26. 800 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımlarının DSC eğrisi.	63
Şekil 7.27. 900 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımlarının DSC eğrisi.	64
Şekil 7.29. Isıtıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlili (800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat) S1 alaşımlarının 10 °C/dak. ile alınan DSC eğrilerinin birlikte gösterimi.	66
Şekil 7.30. Isıtıl işlemsiz S2 alaşımlarının DSC eğrisi.	67
Şekil 7.31. 800 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımlarının DSC eğrisi.	67
Şekil 7.32. 900 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımlarının DSC eğrisi.	68
Şekil 7.33. 1000 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımlarının DSC eğrisi.	68
Şekil 7.34. Isıtıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlili (800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat) S2 alaşımlarının 10 °C/dak. ile alınan DSC eğrilerinin birlikte gösterimi.	70
Şekil 7.35. Isıtıl işlemsiz S3 alaşımlarının DSC eğrisi.	71
Şekil 7.36. 800 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımlarının DSC eğrisi.	71
Şekil 7.37. 900 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımlarının DSC eğrisi.	72
Şekil 7.38. 1000 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımlarının DSC eğrisi.	72
Şekil 7.39. Isıtıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlili (800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat) S3 alaşımlarının 10 °C/dak. ile alınan DSC eğrilerinin birlikte gösterimi.	74
Şekil 7.40. Isıtıl işlemsiz S4 alaşımlarının DSC eğrisi.	75
Şekil 7.41. 800 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlarının DSC eğrisi.	75
Şekil 7.42. 900 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlarının DSC eğrisi.	76
Şekil 7.43. 1000 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlarının DSC eğrisi.	76
Şekil 7.44. Isıtıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlili (800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat) S4 alaşımlarının 10 °C/dak. ile alınan DSC eğrilerinin birlikte gösterimi.	78
Şekil 7.45. Isıtıl işlemsiz S1 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25- 30 °C/dak. ısıtılma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	82
Şekil 7.46. 800 °C de ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtılma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	83

Şekil 7.47. 900 °C de ısıtma işlemi görmüş S1 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	83
Şekil 7.48. 1000 °C de ısıtma işlemi görmüş S1 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	84
Şekil 7.49. Isıl işlemsiz ve ısıtma işlemli S1 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Kissinger eğrisi.	84
Şekil 7.50. Isıl işlemsiz ve ısıtma işlemli S1 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Ozawa eğrisi.	85
Şekil 7.51. Isıl işlemsiz S2 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	86
Şekil 7.52. 800 °C de ısıtma işlemi görmüş S2 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	87
Şekil 7.53. 900 °C de ısıtma işlemi görmüş S2 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	87
Şekil 7.54. 1000 °C de ısıtma işlemi görmüş S2 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	88
Şekil 7.55. Isıl işlemsiz ve ısıtma işlemli S2 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Kissinger eğrisi.	88
Şekil 7.56. Isıl işlemsiz ve ısıtma işlemli S2 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Ozawa eğrisi.	89
Şekil 7.57. Isıl işlemsiz S3 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	90
Şekil 7.58. 800 °C de ısıtma işlemi görmüş S3 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	91
Şekil 7.59. 900 °C de ısıtma işlemi görmüş S3 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	91
Şekil 7.60. 1000 °C de ısıtma işlemi görmüş S3 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	92
Şekil 7.61. Isıl işlemsiz ve ısıtma işlemli S3 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Kissinger eğrisi.	92
Şekil 7.62. Isıl işlemsiz ve ısıtma işlemli S3 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Ozawa eğrisi.	93
Şekil 7.63. Isıl işlemsiz S4 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	94
Şekil 7.64. 800 °C de ısıtma işlemi görmüş S4 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	95

Şekil 7.65. 900 °C de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	95
Şekil 7.66. 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.	96
Şekil 7.67. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlı S4 alaşımlı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Kissinger eğrisi.	96
Şekil 7.68. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlı S4 alaşımlı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Ozawa eğrisi.	97
Şekil 7.69. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlı S1 alaşımlının ısı kapasitesinin sıcaklıkla değişimi.	100
Şekil 7.70. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlı S2 alaşımlının ısı kapasitesinin sıcaklıkla değişimi.	100
Şekil 7.71. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlı S3 alaşımlının ısı kapasitesinin sıcaklıkla değişimi.	101
Şekil 7.72. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemlı S4 alaşımlının ısı kapasitesinin sıcaklıkla değişimi.	101
Şekil 7.73. Isıl işlemsiz S1 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	102
Şekil 7.74. 800 °C’de ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) S1 alaşımlının SEM görüntüsü.	102
Şekil 7.75. 900 °C’de ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	103
Şekil 7.76. 1000 °C’de ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	104
Şekil 7.77. Isıl işlemsiz S2 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	104
Şekil 7.78. 800 °C’de ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	105
Şekil 7.79. 900 °C’de ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	105
Şekil 7.80. 1000 °C’de ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	106
Şekil 7.81. Isıl işlemsiz S3 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	107
Şekil 7.82. 800 °C’de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	107
Şekil 7.83. 900 °C’de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	108
Şekil 7.84. 1000 °C’de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	108
Şekil 7.85. Isıl işlemsiz S4 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	109
Şekil 7.86. 800 °C’de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	109
Şekil 7.87. 900 °C’de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	110

Şekil 7.88. 1000 °C’de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.	110
Şekil 7.89. Isıl İşlemsiz S1 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	112
Şekil. 7.90. 800 °C’ de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	113
Şekil 7.91. 900 °C ısıt işlem görmüş S1 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	113
Şekil 7.92. 1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	114
Şekil 7.93. Isıl işlemsiz ve ısıt işlemlili S1 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	114
Şekil 7.94. Isıl işlemsiz S2 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	116
Şekil 7.95. 800 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	116
Şekil 7.96. 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	117
Şekil 7.97. 1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	117
Şekil 7.98. Isıl işlemsiz ve ısıt işlemlili S2 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	118
Şekil 7.99. Isıl işlemsiz S3 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	119
Şekil 7.100. 800 °C de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	120
Şekil 7.101. 900 °C de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	120
Şekil 7.102. 1000 °C de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	121
Şekil 7.103. Isıl işlemsiz ve ısıt işlemlili S3 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	121
Şekil 7.104. Isıl işlemsiz S4 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	123
Şekil 7.105. 800 °C de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	123
Şekil 7.106. 900 °C de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	124
Şekil 7.107. 1000 °C de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	124
Şekil. 7.108. Isıl işlemsiz ve ısıt işlemlili S4 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.	125
Şekil 7.109. Isıl işlemsiz S1 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.	127
Şekil 7.110. 800 °C’ de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi	127
Şekil 7.111. 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.	128
Şekil 7.112. 1000 °C’ de Isıl işlem görmüş S1 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.	128
Şekil 7.113. Isıl işlemsiz S2 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.	129
Şekil 7.114. 800 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.	129

Sayfa No

Şekil 7.115. 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımlının manyetik alandaki TG eğrisi. ...	130
Şekil 7.116. 1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımlının manyetik alandaki TG eğrisi. .	130
Şekil 7.117. Isıt işlemsiz S3 alaşımlının manyetik alandaki TG eğrisi.	131
Şekil 7.118. 800 °C’ de ısıt işlem görmüş S3 alaşımlının manyetik alandaki TG eğrisi. ...	131
Şekil 7.119. 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S3 alaşımlının manyetik alandaki TG eğrisi. ...	132
Şekil 7.120. 1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S3 alaşımlının manyetik alandaki TG eğrisi. .	132
Şekil 7.121. Isıt işlemsiz S4 alaşımlının manyetik alandaki TG eğrisi.	133
Şekil 7.122. 800 °C’ de ısıt işlem görmüş S4 alaşımlının manyetik alandaki TG eğrisi. ...	133
Şekil 7.123. 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S4 alaşımlının manyetik alandaki TG eğrisi. ...	134
Şekil 7.124. 1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S4 alaşımlının manyetik alandaki TG eğrisi. .	134

TABLolar LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 3.1. Manyetizmada birim sistemi (Jiles, 2003).....	16
Tablo 4.1. Heusler alařımların literatürden alınan kimyasal yapısı, manyetik düzeni ve kristal yapısı.(FM: ferromanyetik, FM*:ferrimanyetik, PM:Paramanyetik, AFM: Antiferromanyetik) (Şaşıoğlu, 2006).	25
Tablo 4.2. Heusler alařımlar ve bazı Huesler benzeri alařımların yapısal özellikleri ve işgal ettikleri bölgeler (URL-3).	25
Tablo 5.1. Aktif malzemelerin zor, zorlanma ve işletme frekanslarının kıyaslaması, PT: faz dönüşümü, VR: varyant yönelimi (Karaca, 2007).	32
Tablo 6.1. S1, S2, S3 ve S4 alařımının dökülmeden önce hazırlanan atomikçe ve kütlece elementlerinin oranları.	39
Tablo 7.1. S1, S2,S3 ve S4 alařımlarının ICP-OES sonuçları.	47
Tablo 7.2. 800 °C ve 900 °C ısıt işlem görmüş S1 alařımının örgü parametreleri.	51
Tablo 7.3. Isıt işlemsiz, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C ısıt işlem görmüş S2 alařımının örgü parametreleri.	53
Tablo 7.4. Isıt işlemsiz, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C ısıt işlem görmüş S3 alařımının örgü parametreleri.	56
Tablo 7.5. 800 °C, 900 °C ve 1000 °C ısıt işlem görmüş S4 alařımının örgü parametreleri.	59
Tablo 7.6. S1 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki dönüşüm sıcaklıkları.	65
Tablo 7.7. S2 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki dönüşüm sıcaklıkları.	69
Tablo 7.8. S3 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki dönüşüm sıcaklıkları.	73
Tablo 7.9. S4 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki dönüşüm sıcaklıkları.	77
Tablo 7.10. S1 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki termodinamik parametreleri.	79
Tablo 7.11. S2 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki termodinamik parametreleri.	80
Tablo 7.12. S3 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki termodinamik parametreleri.	81
Tablo 7.13. S4 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki termodinamik parametreleri.	81
Tablo 7.14. S1 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki Kissinger ve Ozawa ya göre hesaplanan aktivasyon enerjisi değerleri	85
Tablo 7.15. S2 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki Kissinger ve Ozawa ya göre hesaplanan aktivasyon enerjisi değerleri	89
Tablo 7.16. S3 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki Kissinger ve Ozawa ya göre hesaplanan aktivasyon enerjisi değerleri.	93
Tablo 7.17. S4 alařımının ısıt işleminden önce ve sonraki Kissinger ve Ozawa ya göre hesaplanan aktivasyon enerjisi değerleri.	97
Tablo 7.18. Isıt işlemsiz ve ısıt işlemlı S1, S2, S3 ve S4 alařımının oda sıcaklığındaki ısı kapasitesi değerleri	99
Tablo 7.19. Isıt işlemsiz ve ısıt işlem görmüş S1 alařımının saturasyon ve koerzivite değerleri.	112
Tablo 7.20. Isıt işlemsiz ve ısıt işlem görmüş S2 alařımının saturasyon ve koerzivite değerleri.	115
Tablo 7.21. Isıt işlemsiz ve ısıt işlem görmüş S3 alařımının saturasyon ve koerzivite değerleri.	119

Sayfa No

Tablo 7.22. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlarının saturasyon ve koerzivite değerleri.	122
Tablo 7.23. DSC ve TG ile ölçülen Curie sıcaklıklarının kıyaslanması.	126

KISALTMALAR LİSTESİ

FSMA	: Ferromanyetik Şekil Hatırlamalı Alaşımlar
DSC	: Diferansiyel Tarama Kalorimetresi
TG/DTA	: Termal Gravimetri ve Diferansiyel Termal Analiz Cihazı
ICP-OES	: İndüktif Eşleşmiş Plazma-Optik Emisyon Spektrometresi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
PPMS	: Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi
k.b.	: Keyfi Birim

SEMBOLLER LİSTESİ

A_s	: Austenit başlama sıcaklığı
A_f	: Austenit bitiş sıcaklığı
M_s	: Martensit başlama sıcaklığı
M_f	: Martensit başlama sıcaklığı
A_p	: Maksimum austenit sıcaklığı
M_p	: Maksimum martensit sıcaklığı
B	: İç manyetik alan
M	: Manyetizasyon
H	: Dış manyetik alan
χ	: Manyetik duygunsuzluk
μ	: Manyetik geçirgenlik
C	: Curie sabiti
T_c	: Curie sıcaklığı
T_m	: martensit dönüşüm sıcaklığı
e/a	: Elektron konsantrasyonu
bct	: Cisim merkezli kübik yapı
fcc	:Yüzey merkezli kübik yapı
bcc	: Cisim merkezli kübik
fcc	: Yüzey merkezli kübik
C_p	: Sabit basınçta ısı kapasitesi
Ni	: Nikel
Mn	: Mangan
Ga	: Galyum

1. GİRİŞ

Teknolojik gelişmeler açısından, yeni malzemelerin elde edilmesi ve geliştirilmesi büyük önem arz etmektedir. Bu gelişmeler, sadece yeni malzemeler elde etmek için değil malzemelerin kullanılabilirliğini ve fonksiyonelliğini arttırmaya da yöneliktir. Bu tür teknolojik malzemelere en önemli örnek şekil hatırlamalı alaşımlardır.

Şekil hatırlama davranışı, ilk olarak 1932’ de Ölander’in Altın-Kadmiyumda ‘rubber like effect’ çalışmasında ve 1938’ de Greninger ve Mooradian’ nın Pirinç (Bakır – Çinko) alaşım çalışmasında gözlemlenmiştir. Yıllar sonra (1951 de) Chang ve Read şekil dönüşümü (Shape Recovery) terimini ilk kez kullanmışlardır. 1962’ de William J. Buehler ve çalışma arkadaşları, Naval Ordnance laboratuvarında Nikel-Titanyum alaşımlarının şekil hatırlama etkisini keşfetmişlerdir. Bu alaşıma NiTiNOL (Nikel-Titanyum Naval Ordnance laboratuvarı) ismi verilmiştir. Bu çalışmadan sonra, malzemelerin ana davranışının mekanizmasını açıklayan yoğun araştırmalar yapılmıştır (Darjan, 2007) ve günümüzde de devam etmektedir.

Şekil hatırlamalı alaşımların makroskobik davranışları iki önemli olgu olarak ayrılabilir. Birincisi lineer olmayan esnek davranış gösteren pseudo-esnekliğidir (süperelastiklik). Bu durumda küçük bir kuvvet ile oldukça fazla bir deformasyon oluşabilir buna rağmen yük malzeme üzerinden kaldırılırsa, malzeme ısıtmaya gerek kalmaksızın orijinal şekline geri dönebilir. Diğer olgu ise şekil hatırlama etkisidir. Şekil hatırlama etkisi de kendi içinde ikiye ayrılır. Eğer şekil hatırlamalı alaşımda tek yönlü şekil hatırlama etkisi meydana gelirse, yükleme ve yüklememe dönüşünden sonra artan gerilme gösterir. Sıcaklığın artması ile bu gerilme eski haline basitçe dönebilir. Malzemenin sadece ısıtma ile şeklini hatırlayabilmesi olarak da tanımlanabilir. Bazı malzemeler ısıtmayı takiben tekrar soğutulduklarında da değişim gösteriyorsa bu iki yönlü şekil hatırlama etkisidir (Fred ve Aboudi, 2009; Baksan ve Gürler, 2006).

Sıcaklık ve zora bağlı durumlarda şekil hatırlamalı alaşımlar farklı fazlarda bu yeteneğini gösterebilirler. Bu fazlar arasında en önemli iki tanesi austenit ve martensit fazdır. Austenit faz (yüksek simetri fazı) yüksek sıcaklık ya da düşük zor altında karardır. Tam tersi martensit faz (düşük simetri fazı) düşük sıcaklık ya da yüksek zor altında karardır (Heil, 2005). Martensit faz dönüşümü, yüksek simetri fazından düşük simetri fazına difüzyonsuz olarak atomların ortak hareketidir (Thamburaja ve Nikabdullah, 2009).

Aktüatör (çalıştırıcı), medikal cihazlar ve akıllı yapıların uygulamalarında sıkça kullanılan şekil hatırlamalı alaşımlara son yirmi yıldır büyük bir ilgi vardır. Çünkü bu malzemeler zor sonucu meydana gelen gerginliğin düzeltilebilme özelliği ile austenit ve martensit faz arasında faz dönüşümü (sıcaklık ile) oluşturma özelliği gösterirler (Fred ve Aboudi, 2009). Şekil hatırlamalı alaşımlar martensit dönüşümünden dolayı özel bir sıcaklıkta ısıtıldığında deforme olmuş halden orijinal hale dönmesi nedeniyle tıbbi alanda ve mühendislikte de kullanılmaktadır (Omori vd., 2006).

Yaşamımızın her alanında kullanılan manyetik malzemelerin özelliklerini araştırmak için günümüz mühendisleri oldukça çaba sarfetmektedir. Bu malzemelerin uygulama alanlarından bazıları; ses, video ve bilgisayar teknolojisi, telekomünikasyon, otomobil sensörleri, elektrik motorları ve enerji kaynaklarıdır (Lacheisserie vd., 2005). Malzemelerde mıknatıslanmanın oluşmasına, elektronların atom çekirdeği çevresinde yörünge hareketi yaparken ayrıca kendi eksenleri etrafında dönmeleri sebep olur. Dönme yönüne bağlı olarak her elektronda bir manyetik kutup çifti oluşur. Bu nedenle her elektron bir mıknatıs sayılabilir. Bir elektron çekirdek etrafında yörünge hareketi yaparken atomun çevresinde bir manyetik alan oluşturur. Ancak aynı enerji düzeyinde yörünge hareketi yapan iki elektronun dönme yönleri zıt olduğundan birbirlerinin alanlarını yok ederler dolayısıyla net bir manyetik alan oluşamaz (Onaran, 2006). Bir atomlar topluluğuna bir manyetik alan uygulandığında pek çok davranış tipi gözlemlenebilir. Bu davranışlar;

a) Diyamanyetik davranış; Herhangi bir atom üzerinde bir manyetik alan etkidiğinde yörünge elektronlarından dolayı manyetik momenti etkilemekle bütün atomlar için bir manyetik kutup çifti oluşur. Bu kutup çiftleri manyetik alana karşı koyarak mıknatıslanmanın sıfırdan daha az olmasına neden olur. Bu davranış diamanyetizma diye adlandırılır.

b) Paramanyetizma; bu tip manyetik malzemeler, çift olmayan elektronlara sahip olduğunda net bir manyetik moment, her atomla ilgili elektron dönüşümünden dolayıdır. Manyetik alan uygulandığında kutup çiftleri alanla hizaya gelerek pozitif bir mıknatıslanmaya neden olur. Buna karşı kutup çiftleri etkileşmediğinden, kutup çiftlerinin hizaya getirmek için büyük bir manyetik alan gereklidir. Paramanyetizma denilen bu etki sadece yüksek sıcaklıklarda meydana gelir.

c) Ferromanyetik davranış; 3d seviyesindeki (demir, nikel ve kobalt) veya 4f seviyesindeki (gadolinium) doldurulmamış enerji seviyelerinden dolayıdır. Ferromanyetik malzemelerde kalıcı çift manyetik alanda kutup çiftlerinden dolayı kolayca hizaya gelirler. Uygulanan alanın çok büyük bir kısmı, yüksek bir nispi geçirgenlik sağlayan küçük manyetik

alanlar için bile üretilir (Erdoğan, 2001). Alaşımların manyetik özelliği kimyasal bağ yapısına ve elektron konsantrasyonuna güçlü bir şekilde bağlıdır (Kulkova vd., 2004). Manyetik özellik gösteren alaşım çeşitlerinden biri Heusler alaşımlardır.

Üçlü metalik bileşim olan Heusler alaşımları ilk olarak, Friedrich Heusler tarafından 1898’ de bulunmuş ve kendi adıyla anılmaya başlanmıştır. Heusler’in keşfi ile ilgili en önemli şey, üçlü ferromanyetik olmayan elementlerden oluşan alaşımın (Cu, Mn ve Sn) yüksek değerdeki saturasyon manyetikliğine ve Curie sıcaklığına sahip ferromanyetik özellik göstermesidir. Bu alaşımlar ve aynı yapıdaki birçok malzeme sonraki yıllarda geniş bir şekilde çalışılmış, Heusler yapıda ve manyetik özelliklerde birçok değişik bileşimler bulunduğu için oldukça dikkat çekmişlerdir.

Son zamanlarda, şekil hatırlama etkisi ile ferromanyetik davranışı aynı anda gösteren yeni bir akıllı malzeme olan ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlara oldukça talep vardır. Bu malzemelerin çoğu aynı zamanda Heusler alaşım özelliği de göstermektedir. Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar (FSMA) ilk kez Webster (Goryczka vd., 2008) tarafından bildirildikten sonra geniş bir şekilde çalışılmış ve manyetik şekil hatırlama etkisi ise ilk kez 1996 da Ullakko tarafından çalışılmıştır (Pirge vd., 2009). Paramanyetik olan geleneksel şekil hatırlamalı alaşımların şekil hatırlama etkisi, uygulanan sıcaklıkla veya zorla ya da herikisi ile değişirken aynı etki, ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlarda sadece sıcaklıkla ve zorla değil uygulanan manyetik alanla da değişir. Bu yüzden bu alaşımlara aktif malzemeler arasında oldukça büyük bir talep vardır. Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar eş zamanlı olarak şekil hatırlama etkisi ve manyetiklik gösteren ilginç malzemelerdir (Xuan vd.,2008). Uygulanan manyetik alan, sıcaklığa göre daha çabuk arttırılıp azaltılabildiği için bu alaşımlar hızlı aktüatör olarak da adlandırılabilirler.

Ferromanyetik malzemelerin en popülerleri Ni_2MnGa Heusler alaşımlardır. Bunun dışındaki yaygın olarak üzerinde çalışılmış olan Fe-Pb, Fe-Pt, Ni-Mn-(Al, Sn, Sb, In), Co-Ni-(Al,Ga), Ni-Fe-(Al,Ga), Cu-Mn-(Al, Ga) alaşımları bulunmaktadır (Tanaka vd., 2006;Liu vd., 2005;Liu vd., 2006). Bu alaşımlar içinde Ni-Mn-Ga alaşımları yoğunlukla çalışılmıştır. Bu alaşımlar, geniş manyetokristal anizotropi, yüksek ikiz sınır mobilitesi ve FSMA larda beklenen ayarlanabilir manyetik ve martensit geçiş sıcaklığı gibi özellikler gösterirler (Jin, 2009). Ni-Mn-Ga sisteminde şekil hatırlama etkisinin manyetik alanla kontrolü, deneysel olarak ilk kez 1996’ da Ulakko ve arkadaşları tarafından keşfedildi. (Straka, 2007).

Bu tez çalışmasının amacı, dört farklı oranda NiMnGa ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlarının kristal yapısı, yüzey morfolojisi, martensit dönüşüm sıcaklığı, aktivasyon

enerjisi, sıcaklıkla manyetik özelliğinin değişiminin göstergesi Curie sıcaklığının ve manyetik histerisizinin ısı işlemleri ve alaşım oranlarına bağlı olarak nasıl değiştiğini incelemektir.

2. ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR

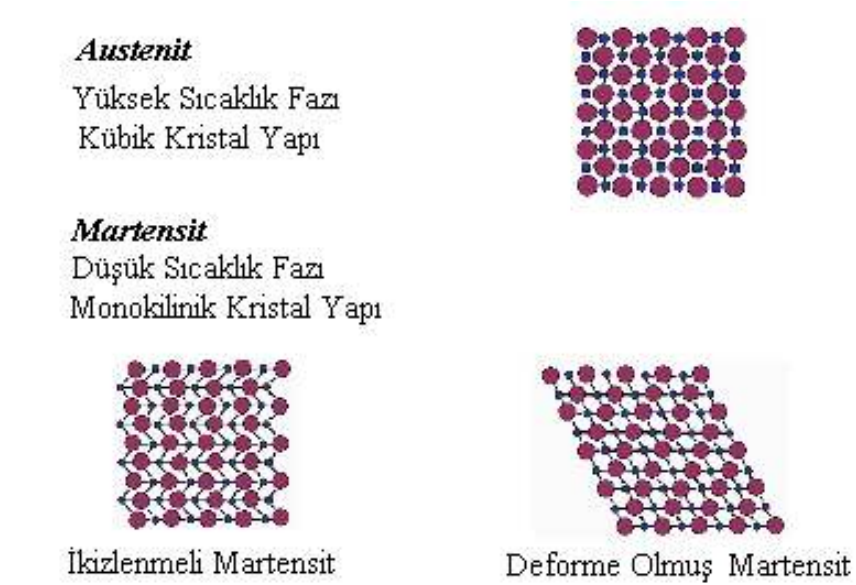
Şekil hatırlama davranışı, ilk olarak 1932’ de Ölander’in Altın-Kadmiyumda ‘rubber like effect ‘ çalışmasında ve 1938’ de Greninger ve Mooradian’ nın Pirinç (Bakır – Çinko) alaşımlar çalışmasında gözlemlenmiştir (Schetky, 1980). Yıllar sonra (1951 de) Chang ve Read şekil dönüşümü (Shape Recovery) terimini ilk kez kullanmışlardır. Onlar da Altın-Kadmiyum çalışmışlardır. 1962’ de William J. Buehler ve çalışma arkadaşları, Naval Ordnance laboratuvarında Nikel-Titanyum alaşımlarının şekil hatırlama etkisini keşfetmişlerdir. Bu alaşıma NiTiNOL (Nikel-Titanyum Naval Ordnance laboratuvarı) ismini vermişlerdir. Günümüze kadar geçen süre içerisinde şekil hatırlama etkisi üzerine yoğun şekilde çalışmalar yapılmış ve bu alaşımlar çeşitli sektörler (mühendislik, sağlık, askeri gibi) tarafından kullanılmaya başlanmıştır. Bu alaşımların fiziksel davranışlarının kontrol edilmesi üzerine çalışmalar devam etmektedir (Darjan, 2007).

1970 lerde, şekil hatırlamalı alaşımların potansiyel olarak kullanımının farkına varılmış ve şekil hatırlamalı alaşımların üretimi artmıştır. 1971’ de Sawyer, yapay kalbi harekete geçirmek için Ni-Ti alaşımı kullanmıştır. 1982’ de Sharp, şekil hatırlamalı alaşımı, elektrik fırınında aktüatör olarak kullanmıştır. 1983’ de Matsushita, klimalarda, hava delikleri için aktüatör olarak şekil hatırlamalı alaşımları kullanmıştır (Söylemez, 2009).

Şekil hatırlamalı alaşımlar, belli bir sıcaklığın üstüne ısıtıldığında belirgin şekil değişimi gösteren metal alaşımlarıdır. Bu alaşımlar özel bir sıcaklıkta şeklini ve boyutunu hatırlar. Bu davranışından dolayı, bu tarz malzemeler akıllı malzemeler olarak da adlandırılabilirler. Genel olarak bu malzemeler, oldukça düşük sıcaklıklarda plastik olarak deforme edildikten sonra, daha yüksek sıcaklıklara maruz kaldıklarında deformasyondan önceki şekillerine geri dönerler (Darjan, 2007; Sharma vd., 2008; Baksan, 2006). Şekil hatırlamalı alaşımlar Şekil 2.1 de görüldüğü gibi iki faza sahiptirler. Biri yüksek sıcaklık fazı - Austenit – (İsmi İngiliz metalurjist William Chandler Austen’ den almıştır) diğeri ise düşük sıcaklık fazı – Martensit – (İsmi Alman metalograf Adolf Martens’ ten almıştır) dir (Darjan, 2007; Chatterjee vd., 2008).

Martensit’ten Austenit’e, Austenit’ten Martensit’e meydana gelen faz dönüşümlerinin dört geçiş sıcaklığı şu şekilde isimlendirilir. Martensit bitiş (M_f), Martensit başlangıç (M_s), Austenit bitiş (A_f), Austenit başlangıç (A_s) dir. Sıcaklık sıralaması $M_f < M_s < A_s < A_f$ dir.

$M_s < T < A_f$ sıcaklığı aralığında herhangi bir faz farkı görülmemektedir ve $M_f < T < A_f$ sıcaklığında martensit ve austenit fazı birlikte olduğu bilinmektedir (Rahman, 2008).



Şekil 2.1. Şekil Hatırlamalı alaşımların farklı fazları (Darjan, 2007).

2.1. Martensit Dönüşüm

Martensit dönüşüm ilk olarak, demir bazlı alaşımlarda (çelik) keşfedildi. Yapısal dönüşümü, yüksek sıcaklık fcc fazın (γ faz-austenit), düşük sıcaklık bcc faza (α faz-martensit) dönüşümü olarak açıklanmaktadır.

Martensit dönüşüm, difüzyonsuz yapısal faz geçişidir. Böyle dönüşümlerin karakteristik özellikleri, atomik ayrışmalardan daha küçük mesafelerde atom komşularının işbirliği ile yerdeğiştirmesi, başlangıç ve bitiş fazlarının örgüleri arasındaki şiddetli kristalografik bağlantı ve dönüşüm bölgesindeki şekil değişikliğidir (Vasil'ev vd.,2003).

Martensit dönüşüm, difüzyonsuz bir şekilde, bir kristal yapıdan yeni bir kristal yapıya dönüşüm olarak tanımlanabilir. Difüzyonsuz martensit dönüşümler metaller, alaşımlar ve bileşiklerde gözlenmiştir. “Martensit dönüşüm” katılarda bir faz dönüşümünü ifade eder ve metal ve alaşımlarda görülen birinci mertebeden bir yapısal faz dönüşümü olup austenit (ana) faza dışarıdan uygulanan sıcaklık ve zorun ayrı ayrı veya birlikte etkisiyle martensit (ürün) fazın elde edilmesi olayıdır.

Martensit dönüşümlerin genel karakteristikleri sırasıyla şöyledir.

- 1) Martensit faz, ara bir katı çözeltili fazıdır.
- 2) Kristaldeki atomların dönüşüm öncesindeki komşulukları dönüşüm sonrasında da korunur yani dönüşüm difüzyonsuzdur.
- 3) Sınırlı bir şekil değişikliğinde dönüşüm meydana gelir. Ana faz durumunda, numunenin yüzeyi düzeltilip parlatıldıktan sonra sıcaklığı düşürülürse yüzey üzerinde meydana gelen martensit fazlı bazı bölgeler kabartılar şeklinde gözlenir ve bu kabartılar optik mikroskopta gözlenir.
- 4) Bir martensit dönüşümde bozulmamış olarak kalan ve ana faz ile ürün fazı ayıran düzleme yerleşme düzlemi (habit plane) denir.
- 5) Austenit faz ile martensit faz arasında sınırlı bir dönme bağıntısı vardır.
- 6) Dönüşümde kristal örgü kusurları da oluşur.

Martensit fazı, alaşımın cinsine bağlı olarak ince plaka, iğne, kama ve benzeri şekillerde oluşabilir. Martensit plakalar, kristalografik ikizlenme ve dislokasyonlardan kaynaklanan kristal kusurları içerebilir.

Martensit dönüşümler, termoelastik ve termoelastik olmayan şeklinde ikiye ayrılır. Şekil hatırlamalı alaşımlar termoelastik martensit dönüşüm gösterirler (Aydoğdu, 1995).

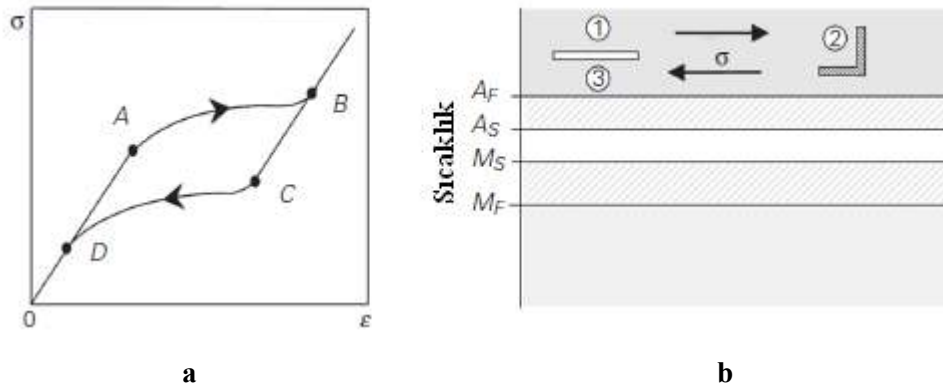
2.2. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Makroskobik Davranışları

Şekil hatırlamalı alaşımlar, bilinen geleneksel malzemelerden farklı olarak fonksiyonlu malzemeler olup süperelastiklik ve şekil hatırlama etkisi şeklinde iki önemli özellik sergilerler (Rahman, 2008).

2.2.1. Süperelastiklik

Şekil hatırlamalı alaşımlarda lineer olmayan esnek davranış pseudo-esnekliktir (süperelastiklik). Bu durumda küçük bir kuvvet ile oldukça fazla bir deformasyon oluşabilir buna rağmen yük malzeme üzerinden kaldırılırsa, malzeme ısıtmaya gerek kalmaksızın orijinal şekline geri dönebilir (Fred vd.,2009; Baksan 2006). Süperelastiklik, şekil hatırlamalı alaşımlarda A_f sıcaklığının üstünde meydana gelir. Şekil 2.2.a, şekil hatırlamalı alaşımların süperelastikliğini göstermektedir. Mekaniksel yükleme, A noktasında kritik değere ulaşıncaya

kadar elastik cevaba neden olur. B noktasının sonuna kadar martensit dönüşüm (Austenit-Martensit) meydana gelir. Bu noktada numunenin kristal yapısı deforme olmuş martensittir. Yüksek zor değerleri için, şekil hatırlamalı alaşım lineer bir cevap verir. Yüklenmeme durumunda numune elastik dönüşüm gösterir (B→C). C' den D' ye ters martensit dönüşüm (martensit-austenit) meydana gelir. D noktasının üstünde numune elastik boşalma gösterir. Yükleme-yüklenmeme durumu bittiği zaman şekil hatırlamalı alaşım artan zorlanmaya sahip olmaz (Machado ve Savi, 2003).



Şekil 2.2. Süperelastiklik. A_s , A_f , M_s ve M_f sıcaklıklarında zor-zorlanma eğrisi (Machado ve Savi, 2003).

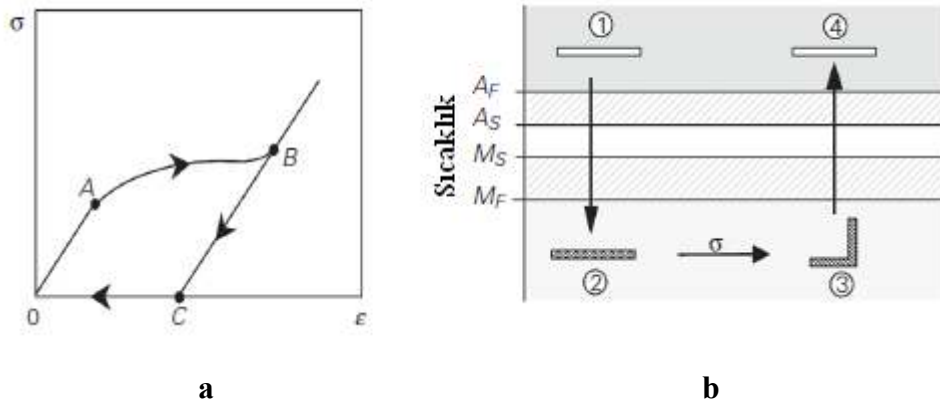
Süperelastik etkisinin gözlemlendiği diğer bir yolda Şekil 2.2.b de görülmektedir. (1) durumunda sadece (austenit gibi) bir faz vardır. Sabit sıcaklıkta, mekaniksel yükleme deforme olmuş martensit dönüşüm olana kadar uygulanır. (2)' de, yüklenmeme durumunda ters dönüşüm yer değiştirir (deforme olmuş martensit→austenit). (3) durumda; numune artan zorlanma göstermez (Machado ve Savi., 2003).

2.2.2. Şekil Hatırlama Etkisi

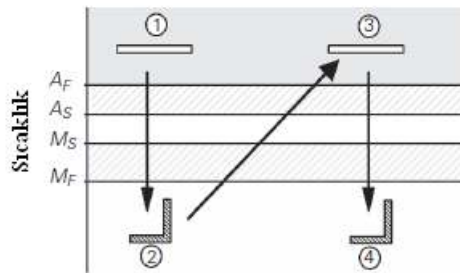
Şekil hatırlamalı alaşımlarda görülen ikinci termomekaniksel davranış şekil hatırlama etkisidir. Şekil 2.3.a şekil hatırlama etkisinin görüldüğü düşük sıcaklıklarda zor-zorlanma eğrisi görülmektedir. Numune mekaniksel yüklemeye tabii tutulduğunda, zor A noktasındaki kritik değerine ulaşır. İkizlenmeli martensit, deforme olmuş martensite dönüşme zamanı B noktasının sonuna kadardır. Yükleme-yüklemenin kaldırılması durumu bittiği zaman şekil hatırlamalı alaşım artan zorlanma gösterir (C noktası). Bu artan zorlanma ve ısıtma ile

numunede ters faz dönüşümü meydana gelir. Bu şekil hatırlama etkisidir ve tek yönlü şekil hatırlama etkisi olarak tanımlanır. Bu olgu ilk Şekil 2.2.a daki histerisiz eğrisinin hareketinden anlaşılır. Sıcaklık düştüğü zaman, histerisiz eğrisi de düşer.

Şekil 2.3.b şekil hatırlama etkisinin incelenebileceği alternatif yoldur. Öncelikle, Şekil hatırlamalı alaşımın sıcaklığı A_f sıcaklığının üstündedir. (1) Bu sıcaklıkta numune sadece austenit fazdadır. Şekil hatırlamalı alaşımın sıcaklığı düştüğü zaman faz dönüşümü yer değiştirmeye başlar ve ikizlenmiş martensit, austenit ile yer değiştirir. Bu dönüşüm sıcaklığın M_f nin altında olduğunda gerçekleşir (2). Sabit sıcaklık altında, mekanik yükleme uygulanır $\{(2) \rightarrow (3)\}$ deforme olmuş martensit artar. Yükleme kaybolduğu zaman numune artan zorlanma gösterir (3). Numunenin en son şekli, martensit dönüşüme (deforme olmuş martensit $\rightarrow$ austenit) sebep olan ısıtma ile düzelmektedir (Machado ve Savi, 2003).



Şekil 2.3. Şekil hatırlama etkisi (Machado ve Savi, 2003).



Şekil 2.4. İki yönlü şekil hatırlama etkisi (Machado ve Savi, 2003).

Şekil 2.4 iki yönlü şekil hatırlama etkisini şematik olarak göstermektedir. (1) durumunda, A_f sıcaklığının üstündeki şekil hatırlamalı alaşım görülmektedir. Şekil değişikliğine sebep

olan faz deęiřimi (Austenit→Martensit) numune soęutulduęunda meydana gelir (2). Numunenin sıcaklıęı A_f sıcaklıęının üstüne ısıtıldıęında numunede yine faz dönüşümü meydana gelir ve orijinal řekline geri döner {(2)→(3)}. Dięer soęutma numuneyi kendi düşük sıcaklık řekline geri çevirir. Tek yönlü řekil hatırlama etkisinin tersine, düşük sıcaklıkta numunenin řeklini deęiřtirmek için mekanik yükleme yapmaya gerek yoktur (Machado ve Savi, 2003).

2.3. Alařımların Atom Bařına Düşen Valans Elektron Sayısı (Elektron Konsantrasyonu)

Atomların temel kuantum seviyesinin en dıřtaki elektronlarına valans elektronu denir. Geçiř metalleri için; valans elektronları, atomun d ve s orbitallerindeki elektron sayısıdır. Örnek olarak, atomca eřit NiTi alařımında Ti ve Ni elektron konsantrasyonu Ti: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^2$, Ni: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^8$ ve bu elementlerin valans elektronlarının sayısı (e_v), $e_v^{Ti} = 4$, $e_v^{Ni} = 10$ dır. Alařımın atom bařına düşen ortalama elektron sayısı $e_v/a = (4+10)/2 = 7$. Üçlü ve dörtlü alařımların valans elektronları řöyle hesaplanır.

$$\frac{e_v}{a} = f_{Ni} e_v^{Ni} + f_{Ti} e_v^{Ti} + f_T e_v^T + f_Q e_v^Q \quad (3.1.)$$

f_{Ni} , f_{Ti} , f_T ve f_Q alařım içindeki Ni, Ti, üçüncü ve dördüncü elementin atomik oranıdır ve e_v^{Ni} , e_v^{Ti} , e_v^T ve e_v^Q Ni, Ti, üçüncü ve dördüncü elementin sırasıyla valans elektron sayısıdır (Zarinejad ve Liu, 2008).

Martensit dönüşüm sıcaklıęı M_s , alařımın elementlerinin elektronik yapıyla baęlantılıdır. Bu deneysel olarak valans elektron konsantrasyonu olarak tanımlanır (e/a). Genel olarak M_s nin e/a 'ya lineer olarak baęlı olduęu söylenebilir (Krenke vd.,2007). Alařımların manyetik özellięi de elektron konsantrasyonuna baęlı olabilmektedir (Kulkova vd.,2004).

2.4. řekil Hatırlama Etkisinin Belirlenmesi

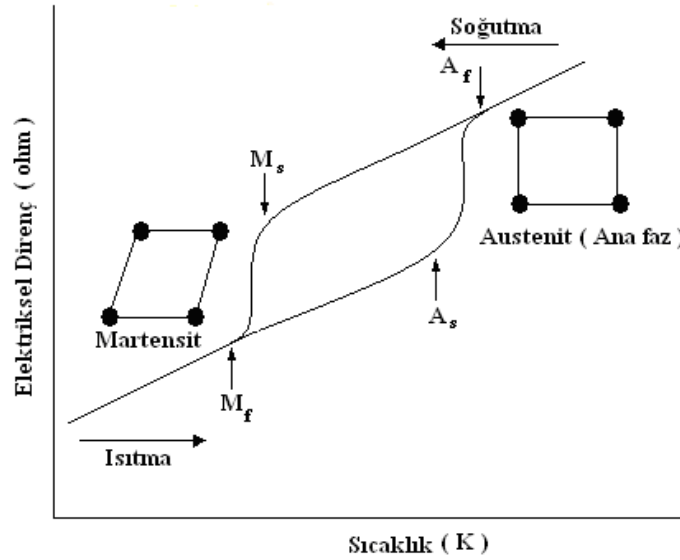
řekil hatırlamalı alařımların, řekil hatırlama etkisini belirlemede kullanılan yöntemler vardır.

2.4.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Ölçümü

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), şekil hatırlamalı alaşımların faz dönüşüm sıcaklığını belirlemede en çok kullanılan cihazdır (Wee Choon vd.,2007).

2.4.2. Elektriksel Direnç Ölçümü

Bilindiği gibi metalik malzemelerde içyapı değişikçe (alaşımlandırma, soğuk işlem, faz dönüşümü vb.) malzemenin genellikle ısı ve elektriksel iletkenliği değişir. Bu ölçüm yöntemi de numunenin ısıtılıp soğutulması sırasında elektriksel direncin ölçümü esasına dayanır. Şekil hatırlamalı alaşımlarda meydana gelen, austenit → martensit veya martensit → austenit dönüşüm sıcaklıklarında faz dönüşümü nedeniyle malzemenin elektriksel direnci değişir (Şekil 2.5) ve ölçümlerde elektriksel direnç bu dönüşüm sıcaklıklarında pikler gösterir (Aygahoğlu vd, 2009).



Şekil 2.5. Şekil hatırlamalı alaşımların elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi (Braunovic ve Labrecqu, 1995).

Ölçülen faz değişiklikleri ile elektriksel dirençteki değişimler her zaman tutarlı olmamaktadır. Malzeme dönüşüm sıcaklıkları arasında tekrarlı bir şekilde ısıtılıp soğutulursa elektrik direnç eğrilerinde büyük değişimler görülmektedir (Aygahoğlu vd, 2009).

2.4.3. Sabit Yk Altında Isıtıp Soğutma

Şekil hatırlamalı alaşımların en çok kullanılan mekanik ölçm yöntemlerinden biri de malzemeye sabit bir yk altında ve dönüşm sıcaklıklarını kapsayacak bir alanda, ısıtma ve soğutma ile malzemedeki her iki yönde oluşan gerilmelerin kaydedilmesidir. Bu yöntemle elde edilen M_s ve A_f sıcaklıkları DSC taraması ile elde edilen değerlerden biraz daha yüksektir. Bunun nedeni, DSC taraması, gerilme uygulanmamış numunelerle yapılır, böylece gerilme altında martensit oluşmamış olur, bilindiğı üzere gerilme uygulanması ile dönüşm sıcaklığı artmaktadır. Ana fazın plastik deformasyonu martensit oluşumuna etki eder. İç gerilmeler arttığı için martensitin çekirdeklenmesi kolaylaşır. Bunun sonucu olarak plastik deformasyona uğrayan şekil hatırlamalı alaşımlarda M_s yükselir (Aygahoğlu vd, 2009).

Bu yöntem şekil hatırlama etkisi kullanarak mekanik çalışan cihaz yapımında tasarım aşamasında faydalı olabilecek kriterlerin belirlenmesini sağlar. Bu deneyin dezavantajı, deney numunelerinin yapımının zor oluşu ve deney şartlarının oldukça duyarlı oluşudur (Aygahoğlu vd, 2009).

2.4.4. Termal Çevrim Sayısı

Çevrim sayısının bilinmesi kullanım alanına uygun şekil hatırlamalı alaşımların seçilmesinde önemli bir kriterdir. Termal çevrim sayısı malzemeye uygulanan yk ve yk kaldırıldıktan sonra ısıtma ile şekil hatırlamalı malzemenin eski haline gelme sayısıdır. Çevrim sayısı, uygulanan yk ve maksimum şekil değişimi miktarları ile doğrudan ilişkilidir.

Şekil hatırlamalı alaşımlar mükemmel yorulma özelliğine sahiptirler. Klasik alaşımlarla kıyaslandığında 10 kat daha fazla şekil değişimine maruz kalırlar. Bununla birlikte, eğer ölç aleti gibi bir parça aşırı yüklenirse ve uzun periyotlar için alaşımların çalışma alanının dışındaki sıcaklıklara maruz kalırsa, metal termal veya mekanik yorulma ile hasara uğrayabilir veya şekil hatırlama etkisi zayıflayabilir (Aygahoğlu vd, 2009).

2.5. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Kullanım Alanları

Şekil hatırlamalı alaşımlar, son birkaç yıldır çeşitli teknolojik alanlarda başarılı bir şekilde kullanılmaktadır. Şekil hatırlamalı alaşımlar, elektrik ve termal uyarımlara kolayca cevap

verdiğinin farkına varıldıktan sonra yakın bir gelecekte şekil hatırlamalı alaşımların aktüatör teknolojisinde kullanılabileceği umut vericidir (Kneissl vd., 2006). Şekil hatırlamalı alaşımlar mühendislikte özellikle robot üretimi, havacılık, titreşim kontrol alanlarında kullanılmaktadır (Wee Choon vd.,2007).

Şekil hatırlamalı alaşım martensit durumdayken deforme edildiğinde serbest enerjiye sahip olur ve ısıtıldığı zaman bünyesinde bulundurduğu bu serbest enerjiyi kullanarak minimum iş yaptığı önceki şekline geri döner. Bu fonksiyonel davranıştan yararlanarak biyomedikal uygulamalarda damarlar içindeki kan pıhtılarını yakalayan bir filtre geliştirilmiştir. NiTi alaşımlı telden yapılmış çapa şeklindeki filtre damar içine sokulmadan önce düz bir tel haline getirilir. Damar içine yerleştirildikten sonra tel, vücut ısısı harekete geçerek filtre fonksiyonu sağlayacak orijinal şekline döner ve toplardamarın içinde geçmekte olan pıhtıları tutar. Filtrenin çapları, malzeme martensit fazda iken genişletilir, montaj yapılır ve daha sonra ısıtılarak austenit faza getirilir. Böylece çap yeniden daralıp eski boyutuna dönmeye çalışır ve sıkı bir şekilde metal tüpe monte edilir. Metal oluşan gerilme sayesinde kaynak işlemi ile elde edilen bir bağlantıya eşdeğer üstün bir birleşme sağlanmış olur (Makado ve Savi, 2003).

Bazı durumlarda şekil hatırlamalı alaşımlar, güç üretmek amacıyla kullanılır. Elektrikle çalışan sistemde şekil hatırlamalı aktüatör, cihaz ısındığı zaman bir yayı açmak için kuvvet oluşturmak amaçlı kullanılırlar. Aynı prensibe göre çalışan CuAlZn şekil hatırlamalı alaşımların bu alanda birçok uygulamaları vardır. Mesela, yangın durumunda yangıcı ve zehirli gazların çıkışını kapatacak şekilde dizayn edilmiştir (Sakoğlu ve Özbecene, 2007)

Şekil hatırlamalı alaşımların süperelastik özelliklerinden dolayı piyasaya sürülmüş birçok ürün vardır. Çok büyük deformasyonları izole eden NiTi gözlük çerçeveleri, Ayrıca dişlere geniş bir hareket imkanı sağlayan ortodontik düzeltme işlevli kavisli teller NiTi şekil hatırlamalı alaşımlarından yapılmıştır (Sakoğlu ve Özbecene, 2007).

Havacılık sanayinde de şekil hatırlamalı alaşımlara ihtiyaç vardır. Şekil hatırlamalı alaşımlar kullanılarak uçak kanadı yapmak planlanmıştır. Bu sayede uçağın uçuş şartlarına göre aerodinamik kayıpları minimize ederek en verimli kanat profiliyle uçuşu mümkün olacaktır (URL-1).

Bahsedilen kullanım alanları, şekil hatırlamalı alaşımların bir kısmını içermektedir. Bunun dışında daha birçok kullanım alanı vardır.

3. MANYETİK MALZEMELER

Elektronlar atom çekirdeği çevresinde yörünge hareketi yaparken ayrıca kendi eksenleri etrafında dönebilirler. Dönme yönüne bağlı olarak her elektronda bir manyetik kutup çifti (dipol) oluşur, bu nedenle her elektron bir mıknatıs sayılabilir. Bir elektron çekirdek etrafında yörünge hareketi yaparken atomun çevresinde bir manyetik alan oluşturur. Ancak aynı enerji düzeyinde yörünge hareketi yapan iki elektronun dönme yönleri zıt olduğundan birbirlerinin alanlarını yok ederler dolayısıyla net bir manyetik alan oluşamaz (Onaran, 2006).

3.1. Manyetik Dipoller

Atom içindeki her elektron iki manyetik momente sahiptir. Manyetik moment manyetik alanın şiddetidir ve manyetik momentler, çekirdeğin etrafında elektronların yörünge hareketlerinden ve elektronların kendi eksenleri etrafında dönmelerinden meydana gelir (Erdoğan, 2001). Serbest bir elektronun manyetik momenti başlıca üç sebepten kaynaklanabilir: elektronların sahip oldukları spinden, elektronların çekirdek etrafındaki yörünge açısal momentumundan ve bir dış manyetik alanda kazandıkları yörünge momentinden (Kittel, 1996).

3.2. Manyetik Duygunluk

Bir dış manyetik alan (B) içerisine bırakılan numune M mıknatıslanmasını (manyetizasyonu) kazanır. Numune içerisindeki $B_{iç}$ manyetik alanı, B ve M ye

$$B_{iç}=B+\mu_0M \quad (3.1)$$

şeklinde bağlıdır. Numune aşırı iletken halde iken $B_{iç}$ sıfır olacaktır. Manyetik bir malzemenin M manyetizasyonu birim hacimdeki manyetik moment olarak tanımlanır. Manyetik alan şiddeti

$$\mathbf{H} = \mathbf{B} / \mu_0 \quad (3.2.)$$

dir. Burada μ_0 serbest uzayın geçirgenliğidir. Buradan hareketle birim hacimdeki manyetik duygunluk ise,

$$\chi = \mathbf{M} / \mathbf{H} \quad (3.3.)$$

dır. Manyetik duygunluk numunenin türünü belirleyici bir niceliktir. Örneğin negatif duygunluğa sahip maddeler diyamanyetik, pozitif olanlar ise paramanyetik olarak sınıflandırılır (Şerefoğlu, 2006). Denklem 3.3' ü Denklem 3.1 de yerine yazarsak dış manyetik alan,

$$\mathbf{B} = \mu_0 (\mathbf{H} + \mathbf{M}) = \mu_0 (\mathbf{H} + \chi \mathbf{H}) = \mu_0 (1 + \chi) \mathbf{H} \quad (3.4.)$$

ve

$$\mu = \mu_0 (1 + \chi) = \mathbf{B} / \mathbf{H} \quad (3.5.)$$

olarak alınır

$$\mathbf{B} = \mu \mathbf{H} \quad (3.6.)$$

denklemini elde edilir. μ sabitine maddenin manyetik geçirgenliği adı verilir. Paramanyetik maddelerde $\mu > \mu_0$, Diyamanyetik maddelerde $\mu < \mu_0$, Ferromanyetik maddelerde $\mu \gg \mu_0$ şeklindedir (Shockelford, 2005).

3.3. Manyetizmada Kullanılan Birimler

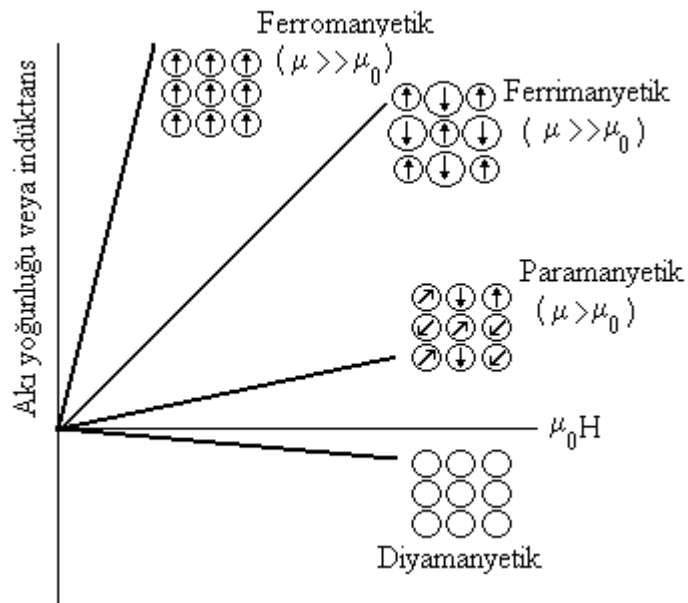
Tablo 3.1 de verildiği gibi manyetizmada kullanılan üç temel birim sistemi vardır. Bu üç temel birim sistemi; (Gauss) sistemi, MKS birim sistemi (Kennelly) ve Sommerfeld-Kennelly kurallarıdır (Jiles, 2003).

Tablo 3.1. Manyetizmada birim sistemi (Jiles, 2003).

Nicelik		SI	SI	EMU
		(Sommefeld)	(Kennelly)	(Gauss)
Manyetik Alan	(H)	A/m	A/m	Oersteds
İndüksiyon	(B)	Tesla	Tesla	Gauss
Manyetizasyon	(M)	A/m	-----	emu/cc
Akı	(Φ)	Weber	Weber	Maxwell
Moment	(m)	Am ²	Weber metre	emu
Kutuplanma Şiddeti (p)		Am	Weber	emu/cm
Alan Denklemleri		$B=\mu_0(H + M)$	$B=\mu_0 H + 1$	$B=H + 4\pi M$
Moment Enerjisi		$E=-\mu_0 m H$	$E=-m H$	$E=-m H$
Moment deki Tork		$\tau=\mu_0 m \times H$	$\tau= m \times H$	$\tau= m \times H$

3.4. Manyetizma Türleri

Malzemelere bir manyetik alan uygulandığında pek çok davranış tipi gözlenir. Şekil 3.1 de diyamanyetik, paramanyetik, ferrimanyetik ve ferromanyetik malzemelerin manyetik davranışları görülmektedir (Erdoğan, 2001).

**Şekil 3.1.** Manyetik davranış çeşitleri (Erdoğan, 2001).

3.4.1. Diyamanyetizma

Bir malzeme üzerine bir manyetik alan uygulandığında, yörünge elektronların manyetik momentleri etkilenmekte ve malzemenin bütün atomları için bir manyetik moment çifti oluşturmaktadır. Oluşan bu manyetik moment çiftleri manyetik alana karşı koyarak manyetikliğin sıfırdan daha az olmasına neden olur. Bu davranış diyamanyetizma olarak adlandırılır, yaklaşık 0,01 geçirgenlik sağlar. Bu nedenle, diyamanyetik davranış, manyetik malzemeler veya cihazların uygulamaları için önemli değildir (Erdoğan, 2001).

Bakır, gümüş, kurşun, antimon, bizmut gibi metaller, bütün yarımetaller ve organik maddelerin çoğu diyamanyetiktir (URL-2).

3.4.2. Paramanyetizma

Paramanyetik malzemeler, çift olmayan elektronlara sahip olduğundan manyetik moment, atomların elektron dönüşünden meydana gelir. Manyetik alan uygulandığında, kutup çiftleri alanla hizaya gelir ve pozitif bir manyetikleşmeye neden olur. Kutup çiftlerini hizaya getirmek amacıyla oldukça büyük bir manyetik alan gereklidir. Paramanyetizma olarak adlandırılan bu etki sadece yüksek sıcaklıklarda etkilidir. Paramanyetik malzemelerin geçirgenliği 0,01' den daha azdır (Erdoğan, 2001).

Bazı koşullar altında paramanyetik maddelerin mıknatıslanmasının alanla doğru, mutlak sıcaklıkla ters orantılı olduğu Pierre Curie tarafından bulunmuştur. Bu bağıntı

$$M = C \frac{B}{T} \quad (3.7.)$$

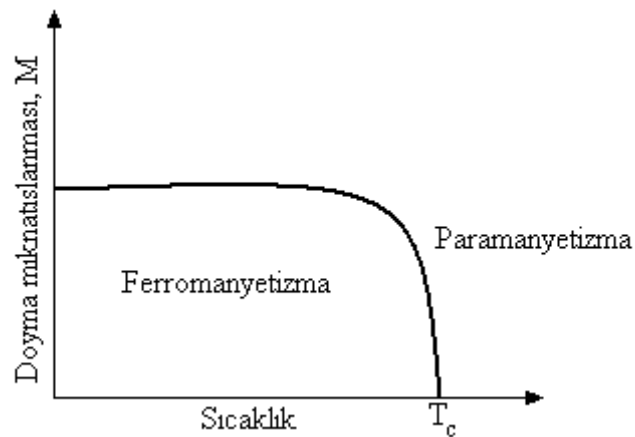
şeklinde olup, Burada Burada M mıknatıslanma, B dış manyetik alan, C Curie sabiti, T sıcaklıktır. Bu denklem mıknatıslanmanın artan dış manyetik alan ve azalan sıcaklıkla arttığını göstermektedir. B=0 da mıknatıslanma sıfırdır ve bu durumda dipol momentler rastgele yönelmişlerdir. Çok yüksek dış etkili alanlar ve düşük sıcaklıklarda mıknatıslanma maksimum ve doyum değerine ulaşır. Bu durumda bütün manyetik dipol, dış alan yönünde dizilmiş olur (Buschow ve Boer, 2003).

3.4.3. Ferromanyetizma

Malzemelerin ferromanyetik davranışı, 3d seviyesindeki (demir, nikel ve kobalt) veya 4f seviyesindeki (gadolinium) doldurulmamış enerji seviyelerinden kaynaklanmaktadır. Ferromanyetik malzemelerde kalıcı olmayan kutup çiftleri manyetik alandan dolayı kolayca hizaya gelirler ve yüksek bir nispi geçirgenliğe sahiptirler (Erdoğan, 2001).

3.4.3.1. Sıcaklığın Mıknatıslanmaya Etkisi

0 °K üstündeki herhangi bir sıcaklıkta, termal enerji, ferromanyetik bir malzemenin manyetik momentlerinin mükemmel paralel dizilişini bozar. Ferromanyetik malzemelerde manyetik momentlerin dizilmesine neden olan değişim enerjisi, termal enerjinin dizilmeyi rastgele hale getiren etkisini dengelemektedir (Smith, 1969) (Şekil 3.2). Sonuç olarak, sıcaklık arttıkça ferromanyetik bir malzeme de, manyetiklik tamamen yok olur. Bu sıcaklığa Curie sıcaklığı denir. Ferromanyetik malzemeler *Curie sıcaklığı*'na (T_c) na ulaştınca kendiliğinden mıknatıslığı kaybolur ve madde paramanyetik duruma geçer. Curie sıcaklığı' nın altında, manyetik momentler paralel dizildiklerinden dolayı malzeme ferromanyetiktir. Curie sıcaklığının üstünde ise dipoller gelişigüzel yönelmekte ve madde paramanyetik olmaktadır (URL-2).



Şekil 3.2. Sıcaklığın doyma mıknatıslığı üzerine etkisi (Smith, 1969).

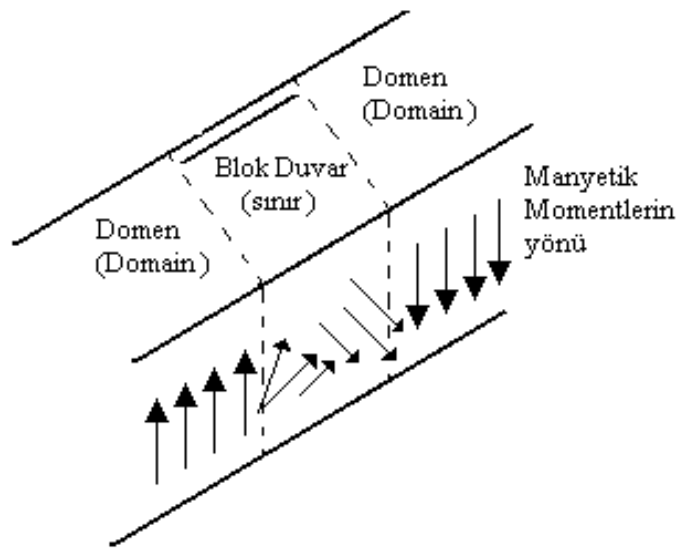
Ferromanyetik bir malzeme, curie sıcaklığının üstündeki bir sıcaklığa soğutulursa, malzeme tekrar mıknatıslanır ve ferromanyetik hale gelir. Fe, Co ve Ni' in Curie sıcakları sırasıyla 770, 1123 ve 358 °C dir (Smith, 1969).

Antiferromanyetizmada, bu davranışa karşılık gelen sıcaklığa Neel sıcaklığı denir. Bu sıcaklığın altındaki sıcaklıkta, malzeme antiferromanyetik veya paramanyetiktir (Calister, 2004).

3.4.3.2. Manyetik Malzemelerde Domen (Bölge) Yapısı

Ferromanyetik malzemeler, komşu atomların kutup çiftleri arasında pozitif etkileşmelerinden dolayı mıknatıslanma üzerine kuvvetli bir etkiye sahiptir. Ferromanyetik bir malzemenin tane yapısı içerisinde manyetik domenlerden oluşan bir alt yapı, dış manyetik alanın yokluğunda bile vardır. Domen bölgesinde bütün kutup çiftleri hizadadır. Manyetik alan uygulanmamış bir malzemede bireysel domenler rast gele bir yönelmeye sahiptir. Buna rağmen malzemedeki net manyetikleşme bütün olarak sıfırdır.

Blok duvarlar, tane sınırları gibi bireysel domenleri ayırır. Blok duvarları, manyetik moment yönünün yavaş yavaş ve sürekli olarak bir domenden diğerine değiştiği dar bölgelerdir (Şekil 3.3). Bu domenler tipik olarak çok küçüktür, yaklaşık olarak 0,005 cm ve blok duvarlar $1000 \text{ \AA}$ kalınlıktadır (Erdoğan, 2001).

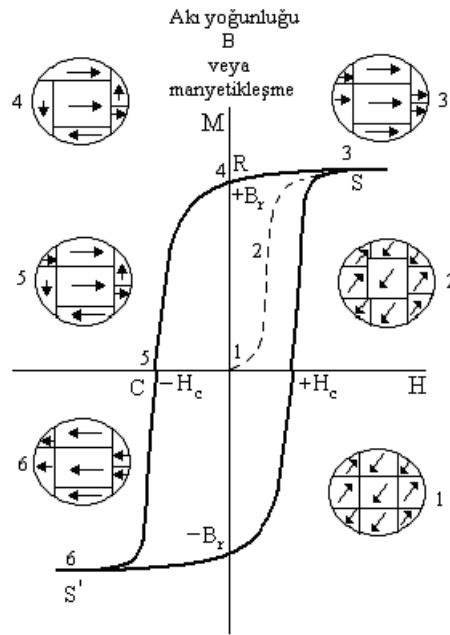


Şekil 3.3. Domenlerin hareketi (Erdoğan, 2001).

3.4.3.3. Manyetik Histerisiz ve Çevrimi

Manyetik alan uygulanmamış ferromanyetik bir malzemenin mıknatıslanması sıfır değerinden itibaren devamlı arttırılırsa $B=f(H)$ mıknatıslanma eğrisi elde edilir (Şekil 3.4) (URL-2).

Dış manyetik alan malzemeye uygulandığında, alanla hizaya gelen domenler hizaya gelmemiş domenlerin uzantısında büyür ve bu nedenle blok duvarları hareket etmek zorunda kalır. Uygulanan manyetik alan duvarların göç etmesi için gerekli kuvveti sağlar. Manyetik alanın şiddeti yükseldiğinde uygun bir şekilde yönlendirilmiş domenler büyümeye devam eder ve büyük bir net mıknatıslanma olur (Şekil 3.4). Mıknatıslanmanın doyuma ulaşması bütün domenler uygun bir şekilde yönlendiğinde görülür böylece malzemede, büyük miktarda bir mıknatıslanma elde edebilir (Erdoğan, 2001).



Şekil 3.4. Ferromanyetik histerisiz döngüsü (Erdoğan, 2001).

Uygulanan alan sıfırdan yükseldikçe (M) 2 eğrisi boyunca yükselir ve S noktası, doyma noktasına ulaşır. Uygulanan alan sıfıra düşürüldüğünde dönüş eğrisi başlangıçtaki manyetizasyon eğrisini izlemez, artık mıknatıslanma (remanans) R, denen bir mıknatıs akı yoğunluğu malzeme üzerinde kalır. Akı yoğunluğunu sıfıra düşürmek için, H_c miktarında, baskı kuvveti (koerzivite) denen ters (eksi) bir alan uygulamak gerekir (C noktası). Şayet uygulanan eksi alan daha da artırılacak olursa, sonunda malzeme ters alanda, S' tekrar doyum

mıknatıslanmasına ulaşır. Ters alanın kaldırılması halinde mıknatıs akı yoğunluğu B_r noktasındaki artık mıknatıslanma akı yoğunluğuna ulaşacak ve artı alanın uygulanmasıyla M-H eğrisi, B_rH_cS noktalarını takip ederek halkayı kapatacaktır (Smith,1969).

3.4.4. Antiferromanyetizma

Bazı malzemelerde manyetik momentler, manyetik alanda her bir kutup çiftinin dayanımı çok yüksek olmasına rağmen komşu kutup çiftlerinin birbirine zıt dizilmesinden oluşur. Ferromanyetizma ile antiferromanyetizma arasındaki fark, komşu kutup çiftleri arasındaki etkileşimlerdir. Komşu kutup çiftleri birinden diğerini takviye eder veya zıtlasır (Erdoğan, 2001).

3.4.5. Ferrimanyetizma

Seramik malzemelerde, farklı iyonlar farklı manyetik momentlere sahiptir. Manyetik alanda bir çeşit iyon kutup çiftleri, alanla hizaya gelirken diğer iyonlarının kutup çifti alana karşı koyar. Kutup çiftlerinin dayanımı eşit olmadığı için net bir mıknatıslanma meydana gelir (Erdoğan, 2001).

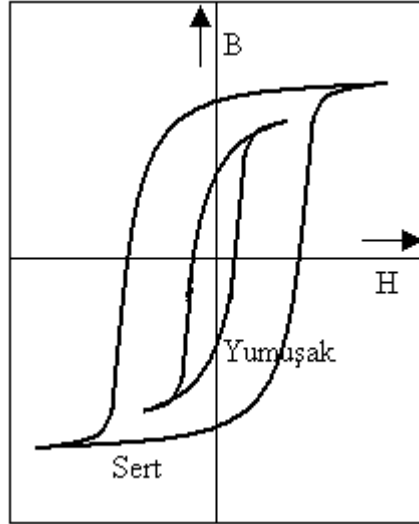
3.5. Yumuşak Manyetik Malzemeler

Ferrimanyetik ve ferromanyetik malzemeler için histerisiz eğrisinin şekli ve boyutu büyük bir öneme sahiptir. Döngü içindeki alan, her manyetik-manyetik olmayan çemberde malzemenin birim hacimdeki manyetik enerji kaybını göstermektedir. Bu enerji kaybı kendi sıcaklığı ile artan ve manyetik bölgeler içinde üretilen ısı olarak gösterilebilir.

Ferromanyetik ve ferrimanyetik malzemeler histerisizlerinin karakteristik özelliklerine göre yumuşak ve sert olarak sınıflandırılabilirler. Yumuşak manyetik malzemeler değişen manyetik alana maruz kalan ve enerji kaybının düşük olduğu transformatör nüvesinden oluşan alışılmış cihazlarda kullanılmaktadır. Bu sebepten dolayı, histerisiz döngüsü içindeki ilgili bölgenin küçük olması gerekir. Bu alan ince veya dar olarak karakterize edilebilir (Şekil 2.5). Sonuç olarak yumuşak manyetik malzemeler yüksek başlangıç geçirgenliği ve düşük

koerziviteye sahiptir. Bu özelliğe sahip malzemeler oldukça düşük uygulanan manyetik alanla doyum mıknatıslanmasına ulaşırlar (kolayca manyetik ve demanyetik olurlar) ve hala enerji kaybının düşük olduğu düşük histerisize sahip olurlar (Calister, 2004).

Yumuşak manyetik malzemeler, jeneratörlerde, motorlarda, dinamolarda ve devre anahtarlarında kullanılırlar (Calister, 2004).



Şekil 3.5. Yumuşak ve sert manyetik malzemelerin manyetizasyon eğrisinin şematik gösterimi (Calister, 2004).

Yumuşak manyetik malzemeler, tipik olarak yaklaşık 400 A m^{-1} (5 Oe) ile $0,16 \text{ A m}^{-1}$ (0,002 Oe) değerleri arasında koerzivite değeri gösterirler (Jiles, 2003).

3.6. Sert Manyetik Malzemeler

Sert manyetik malzemeler demanyetizasyona yüksek direnç göstererek kalıcı manyetiklik sağlarlar. Histerisiz davranışı bakımından, sert manyetik malzemeler, yüksek başlangıç geçirgenliği ve yüksek histerisiz enerji kaybı kadar yüksek remanans, koerzivite ve saturasyona sahiptir. Sert manyetik malzemeler, 10 kA m^{-1} (125 Oe) ile 1 MA m^{-1} (12 kOe) değerleri arasında koerziviteye sahiptirler (Calister, 2004; Jiles, 2003). Yumuşak ve sert manyetik malzemelerin karşılaştırılması Şekil 3.5 deki histerisiz eğrisinde görülmektedir (Calister, 2004).

3.7. Manyetositriksiyon (Manyetik Alanla Şekil Değişimi)

Ferromanyetik malzemelerin bir özelliği de manyetik alana maruz kaldıklarında şekil değişimine uğrayabilmeleridir. Joule etkisi olarak da bilinen bu özellik 1842 yılında James Joule tarafından Nikel elementi üzerinde deneyler yaptığı sırada tespit edilmiştir.

Ferromanyetik malzemelerde, domenlerin her biri homojen kutuplanmış bölgelerdir. Numuneye bir manyetik alan uygulandığında domenler arasındaki sınırlarda bir kayma olur ve domenler dönerler. Bu kayma ve kayma etkisi malzemenin boyutlarında bir değişiklik meydana getirir ve bu durum manyetik alanla şekil değişimi olarak adlandırılır.

Manyetik alanla şekil değiştirebilen malzemeler manyetositriktif malzemeler olarak adlandırılır. Bu malzemeler manyetik enerjiyi kinetik enerjiye, kinetik enerjiyi de manyetik enerjiye dönüştürür. Bu özellikleri sayesinde aktüatör ve sensör yapımında kullanılmaktadır.

Co oda sıcaklığında en yüksek manyetositriksiyon değerine sahip elementtir (60 microstarin). Alaşımlar içinde ise en yüksek manyetositriksiyon değerine sahip alaşım Terfenol-D dir (Ter: Terbiyum; Nol: Naval; D: Dysprosium; Ordnance laboratuvarı).

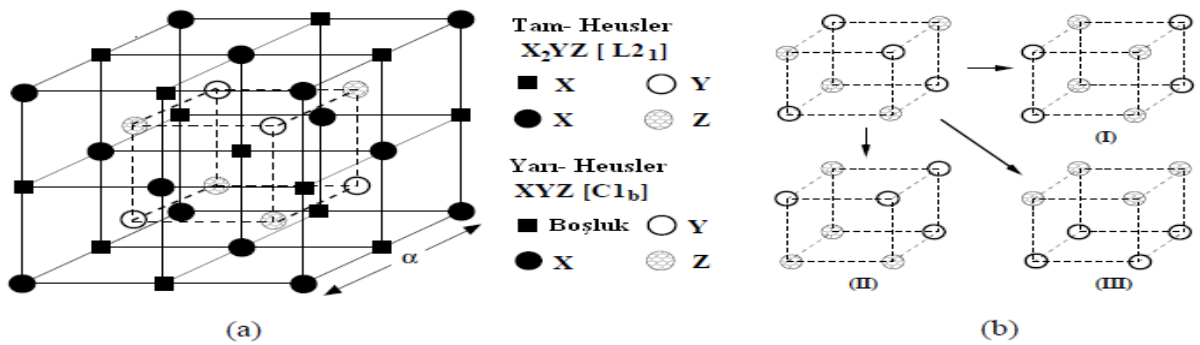
Oda sıcaklığında Terfenol-D ($Tb_xDy_{1-x}Fe_2$) 2kOe (160/kA/m) lik bir manyetik alanda yaklaşık 2000 microstarin (uzama) lik bir manyetositriksiyona sahiptir. Bu kadar yüksek bir manyetositriksiyon gösteren Terfenol-D alaşımı bu sebeple en çok kullanılan malzemelerdendir (Şerefoğlu, 2006).

4. HEUSLER ALAŞIMLAR

Üçlü metalik bileşim olan Heusler alaşımlar ilk olarak, Friedrich Heusler tarafından 1898’ de bildirilmiştir ve Heusler’ in ilk çalışması da Cu-Mn-Sn alaşımı üzerinedir. Heusler’in keşfi ile ilgili en çok merak uyandıran şey, üçlü ferromanyetik olmayan elementlerden oluşan alaşımın (Cu, Mn ve Sn) yüksek değerdeki saturasyon manyetikliğine ve Curie sıcaklığına sahip ferromanyetiklik göstermesidir. Bu alaşımlar ve aynı yapıdaki birçok malzeme sonraki yıllarda geniş bir şekilde çalışılmış, Huesler yapıda ve manyetik özelliklerde birçok değişik bileşimler bulunduğu için oldukça dikkat çekmişlerdir. 1970’ lerin ortasında Chen, 70 yıllık Heusler alaşımlarının hala oldukça talep gördüğü üzerinde durmuştur. Aynı şey 30 yıl sonra bile hala söylenebilmektedir. Bu alaşımlar üzerinde son zamanlarda yapılan çalışmalarda; metal-yalıtkan geçişleri, şekil hatırlama etkisi ve manyeto-optiksel özellikleri üzerinedir (URL-3).

4.1. Heusler Alaşımların Yapısal Özellikleri

Heusler alaşımlar üçlü intermetalik bileşimdir. Stikiyometrik bileşime göre ikiye ayrılırlar. Tam heusler alaşımlar (X_2YZ) $L2_1$ yapıdadır ve yarı heusler alaşımlar (XYZ) $C1_b$ (Şekil 4.1) yapıdadır (burada X,Y ve Z elementleri Tablo 4.1 de gösterilmiştir). Heusler yapı için birkaç olası konum işgali meydana gelebilir ve bunların da önemli olanları Tablo 4.2 de özetlenmiştir (Şaşıoğlu, 2006). Örgü 4 fcc yapının içiçe geçmesi sonucu meydana gelmiştir. Yarı heusler alaşımlar için dört yapıdan biri boşluktur. Eğer bütün atomlar aynı olursa, örgü bcc yapı olur.



Şekil 4.1. a) Yarı- heusler ve tam heusler yapı için kristal yapı gösterimi. b) B2 tip düzensiz yapıda, Y ve Z alt örgülerinin üç farklı bulunma konfigürasyonu (Şaşıoğlu, 2006).

Tablo 4.1. Heusler alaşımların literatürden alınan kimyasal yapısı, manyetik düzeni ve kristal yapısı.
(FM: ferromanyetik, FM*:ferrimanyetik, PM:Paramanyetik, AFM: Antiferromanyetik)
(Şaşıoğlu, 2006).

Y	X	Z	Manyetik Düzen	Kristal Yapı
V	Mn	Al, Ga	FM*	L2 ₁
	Fe	Al, Ga	FM	L2 ₁
	Fe	Si	PM	L2 ₁
	Co	Al, Ga, Sn	FM	L2 ₁
Cr	Co	Al, Ga	FM	L2 ₁
	Fe	Al, Ga	FM	L2 ₁
Mn	Cu	Al, In, Sn	FM	L2 ₁
	Cu	Sb	AFM	C1 _b
	Ni	Al	AFM	B2
	Ni	Sb	FM	C1 _b
	Ni	Al, Ga, In, Sn, Sb	FM	L2 ₁
	Co	Al, Si, Ga, Ge, Sn	FM	L2 ₁
	Co	Sb	FM*	C1 _b
	Fe	Al, Si	FM	L2 ₁
	Pd	Al	AFM	B2
	Pd	In	AFM	L2 ₁ - B2
	Pd	Ge, Sn, Sb	FM	L2 ₁
	Pd	Sb	FM	C1 _b
	Pd	Te	AFM	C1 _b
	Rh	Al, Ga, In	FM	B2
	Rh	Ge, Sn, Pb	FM	L2 ₁
	Rh	Sb	FM	C1 _b
	Ru	Ga	FM	C1 _b
	Au	Zn, Cu	AFM	B2
	Au	Al, Ga, In	AFM	L2 ₁
	Au	Sb	FM	C1 _b
	Pt	Al, Ga	AFM	L2 ₁
	Pt	Ga	FM	C1 _b
	Ir	Al	AFM	L2 ₁
	Ir	Ga	AFM	C1 _b
Fe	Fe	Al, Si	FM	D0 ₃
	Co	Al, Si, Ga	FM	L2 ₁
Co	Fe	Ga	FM	L2 ₁
Ni	Fe	Al, Ga	PM	L2 ₁

Tablo 4.2. Heusler alaşımlar ve bazı Huesler benzeri alaşımların yapısal özellikleri ve işgal ettikleri bölgeler (URL-3).

Yapı Tipi	Uzay Grubu	Bileşimi	■ Konumu	○ Konumu	● Konumu	⊗ Konumu
L2 ₁	<i>Fm3m</i>	X ₂ YZ	X	Y	X	Z
B2	<i>Pm3m</i>	XY	X	Y	X	Y
C1 _b	<i>F43m</i>	XYZ	X	Y	Boşluk	Z
D0 ₃	<i>Fm3m</i>	X ₃ Z	X	Z	X	Z

5. FERROMANYETİK ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR (FSMA)

Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımların geniş bir şekilde manyetik alan etkisinin incelendiği ilk çalışma 1996' da Ulakko ve arkadaşları tarafından yapılmıştır. Zorsuz NiMnGa tek kristal üzerindeki zorlanmanın % 0,2 civarında olduğu deneysel gözlemler sonucu tespit edilmiştir. Ni₂MnGa kompozisyonu civarında intermetalik bileşiğin tam katlı olmayan oranları üzerinde yapılan deneysel çalışmada geniş alanda meydana gelen %6' lık zorlanma Murray & arkadaşları (2000) tarafından ve %10 nun üzerindeki zorlanma O' Handley & arkadaşları ve Sozinov & arkadaşları (2003) tarafından bulunmuştur. İkinci alaşım FePb, detaylı olarak, Cui ve arkadaşları (2004); James ve Wutting (1998); Shield (2003); Yamamoto ve arkadaşları (2004) tarafından bulunmuştur. Bunun dışında FeNiCoTi, FePt, CoNiGa, NiMnAl gibi alaşımlar Murray ve arkadaşları (1999); Fujita ve arkadaşları (2000); Kakeshita ve arkadaşları (2000); Wutting ve arkadaşları (2000, 2001); Sozinov ve arkadaşları (2003) tarafından incelenmiştir. CoNiAl alaşımları, Karaca ve arkadaşları (2003) ve Morito ve arkadaşları tarafından incelenmiştir (Oikawa vd., 2006; Kicfer ve Lagoudas, 2005).

Paramanyetik olan geleneksel şekil hatırlamalı alaşımların şekil hatırlama etkisi, uygulanan sıcaklıkla veya zorla ya da herikisi ile değişir. Aynı etki, ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlarda sadece sıcaklıkla ve zorla değil uygulanan manyetik alanla da değişir. Bu yüzden bu alaşımlara aktif malzemeler arasında oldukça büyük bir talep vardır. Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar eş zamanlı olarak şekil hatırlama etkisi ve manyetiklik gösteren ilginç malzemelerdir (Xuan vd.,2008). Geleneksel olarak sıcaklık ve strese (zor) ilave olarak uygulanan manyetik alan ile şekil hatırlama etkisini kontrol edebiliriz (Kicfer ve Lagoudas,2005; Morito vd.,2002). Diğer aktif malzemelerle kıyaslandığı zaman FSMA lar belirgin avantajlara sahiptir. Örneğin, bilinen şekil hatırlamalı alaşımlara göre daha hızlı aktüatörlerdir.

Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımları son yıllarda teknolojik önemi ve fiziksel özelliklerinin ilginçliği dolayısıyla çok cazip malzemeler olarak dikkat çeker, uzay uygulamaları ve diğer alanlarda harekete geçiriciliği ve duyarlılığı ile son yıllarda sıklıkla araştırılmıştır (Dhaka vd.,2009;Yu vd.,2009). FSMA larında, deformasyon numuneye kuvvet uygulayarak değil manyetik alan uygulayarak oluşur ve manyetik alana verilen yanıt yeterince hızlı olabilir (Murakami vd.,2002). T_c, Curie sıcaklığının altında, alaşımlarda ferromanyetik fazdan (P), manyetik olmayan faza dönüş meydana gelir.

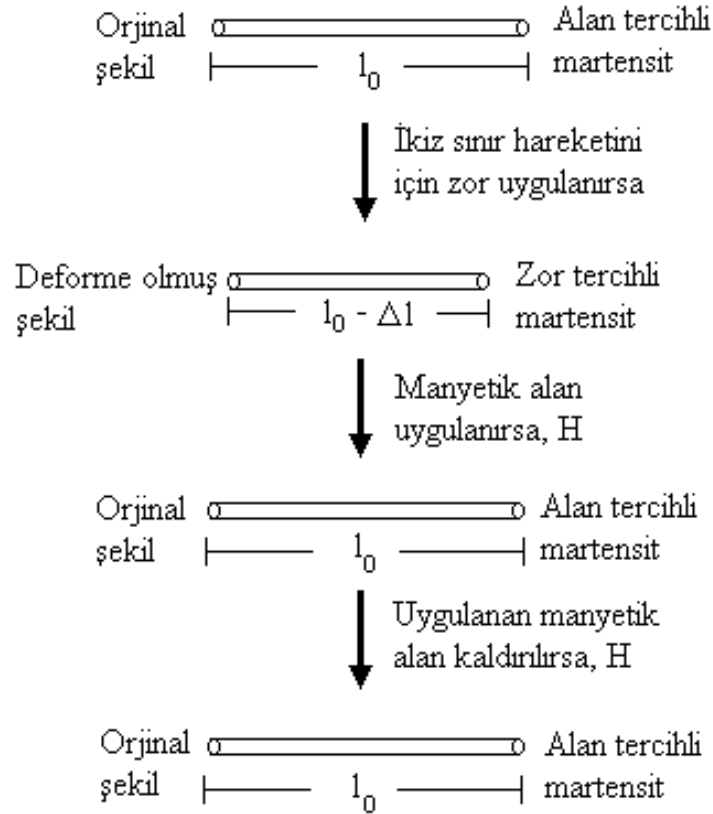
anyetik olmayan fazın anlamı manyetikliğin kendiliğinden meydana gelmemesidir. Bu olay martensit dönüşümün meydana gelmesiyle birleştirilebilir. Bu alaşımların, martensit başlangıç sıcaklığı M_s ve ters dönüşümün bitiş sıcaklığı A_f manyetik alanın uygulanmasıyla hızlı bir şekilde düşer (Umetsu vd., 2009). Yani, ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlarda, deformasyon numuneye dokunmadan manyetik alanın etkisiyle olmalıdır ve manyetik alana cevabı yeterince hızlı olmalıdır bu özellik bilinen şekil hatırlamalı alaşımlardan farklıdır (Heill, 2005). Ferromanyetik malzemelerin en popülerleri Ni_2MnGa Heusler alaşımlardır. Bunun dışındaki diğer alaşımlar, Fe-Pb, Fe-Pt, Ni-Mn-(Al, Sn, Sb, In), Co-Ni-(Al,Ga), Ni-Fe-(Al,Ga), Cu-Mn-(Al, Ga) dir (Tanaka vd., 2006; Liu vd.,2005; Liu vd.,2006). Bu alaşımlar içinde Ni-Mn-Ga alaşımları yoğunlukla çalışılmıştır. Bu alaşımlar, geniş manyetokristal anizotropi, yüksek ikiz sınır mobilitesi ve FSMA' larda beklenen ayarlanabilir manyetik ve martensitik geçiş sıcaklığı gibi özellikler gösterirler (Jin vd., 2009).

5.1. Ferromanyetik Şekil Hatırlama Etkisi

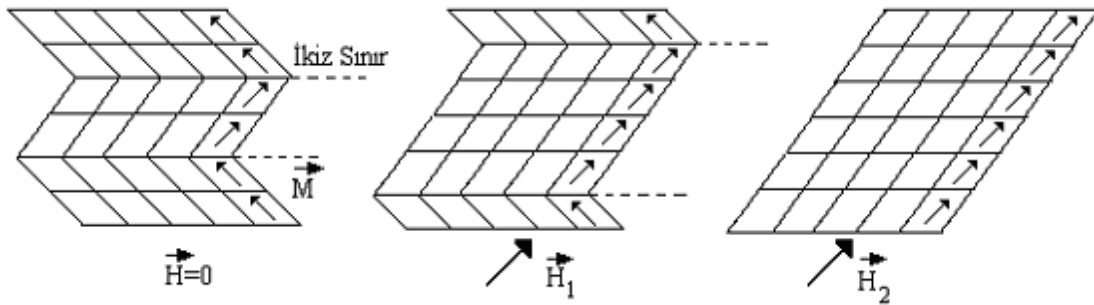
$NiMnGa$ daki tek yönlü manyetik şekil hatırlama etkisi şöyle tanımlanabilir. Alan etkili yönelim içindeki FSMA sıfır manyetik alanda, 3 MPa dan daha fazla bir basınç altında yüklendiği zaman ikiz sınır hareketi, aktüatöre sebep olan ikizlenmiş martensit olması için meydana gelir. Ni-Mn-Ga alaşımındaki plastik zorlanmanın yaklaşık değeri %6 dır. İkizlenme sınırı ile bağlantılı zorlanma etkisinin teorik sınırı, örgü distorsiyon parametresi “ $1-c/a$ ” ya bağlıdır. Burada c ve a sırasıyla kolay ve zor manyetizasyon yönelimlerini gösteren örgü parametreleridir. İkizlenmiş martensit dizilimin sonucu zor etkili yönelim olarak bilinir. Etkiyen zorlanmayı geri getirmek için gerekli olan, sıfır zorda uygulanan dış manyetik alan 2-3 kOe dir. Bu uygulanan manyetik alan martensit ikiz değişimini düzenler ve aktüatörü orijinal şekline yani alan etkili dizilime çevirir. Bu olay manyetik şekil hatırlama etkisi olarak tanımlanır. Tek yönlü manyetik şekil hatırlama etkisinin şematik tanımı Şekil 5.1 de gösterilmiştir (Couch, 2006).

Daha detaylı bir şekilde ferromanyetik şekil hatırlama etkisinin şematik gösterimi Şekil 5.2 de dir. İkiz sınırlar arasındaki bölge, FSMA da martensitin değişimi göstermektedir. Küçük oklar bu martensit değişimindeki manyetizasyonun yönlerini göstermektedir. Farklı büyüklükte manyetik alan uygulanırsa, alaşımda toplam zorlanma sonucu olan sıralanmış değişimlerin hacimsel parçalarını artırmak için ikiz sınırlar hareket eder (Heil, 2005).

Bu alaşımların bazılarında, şekil hatırlama davranışının temeli olan termoelastik martensit dönüşüm gerçekleşmektedir. Bunlar arasında en önemlilerden biri Ni-Mn bazlı alaşımlar ailesidir (Moya vd., 2006). Bu alaşımları, Heusler tipi FSMA olarak tanımlayabiliriz. Bu tarz alaşımlarda martensit dönüşüm sıcaklığı ve Curie sıcaklığı elektron konsantrasyonunun artmasıyla artar (Fu vd., 2009).



Şekil 5.1. Manyetik şekil hatırlama etkisinin şematik gösterimi (Couch, 2006).



Şekil 5.2. Ferromanyetik şekil hatırlama etkisinin şematik gösterimi (Heil, 2005).

5.2. Ferromanyetik Şekil Hatırlama Etkisi Gösteren Alaşımlar

5.2.1.Ni-Mn-Ga

Ni-Mn-Ga sisteminde şekil hatırlama etkisinin manyetik alanla kontrolü, deneysel olarak ilk kez 1996’ da Ulakko ve arkadaşları tarafından keşfedildi. Bu ekip, Ni_2MnGa nın tek kristalinin alan etkili zorlanması %2 bulmuştur (Straka, 2007). Ni-Mn-Ga diğer FSMA (FePt, FePd, CoNiAl, CoNiGa ve NiFeGa) lara göre sıklıkla araştırılan bir alaşımdır (Karaca vd., 2007).

5.2.2. Co-Ni-Al

Enami ve Nenno; B2 yapıdaki Ni-Al alaşımının şekil hatırlama etkisi sergilediğini bulmuşlardır. Ni-Al alaşımının şekil hatırlama olayına Kobalt katkısının etkisi Kainuma ve arkadaşları tarafından çalışılmış ve Co-Ni-Al alaşımlarının termoelastik martensit dönüşüm verdikleri ve martensit dönüşüm sıcaklığının artan Kobalt miktarı ile azaldığını bulmuşlardır. Araştırmacılar bu alaşımlardaki austenit fazın iki katı faz geçişi olduğunu bulmuşlardır (Vasil’ev vd., 2003).

Son zamanlarda, Co-Ni-Al ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar geliştirilmiştir. Bu alaşımlar, ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar içinde gelecek vaat eden alaşımlardandır. Çünkü, termal uygulamalar boyunca şekillendirilmek için yeterli süneklilik meydana gelir. Alaşımı meydana getiren bileşenler diğer FSMA lara göre ucuzdur ayrıca dönüşüm sıcaklığını ve Curie sıcaklığını (T_c) kumanda etme yeteneğine sahiptirler (Karaca vd., 2007).

Co-Ni-Al alaşımları B2 (kübik) yapıdan, $L1_0$ (tetragonal $c/a=0,816$) yapıya termoelastik martensit geçiş göstermektedir (Moya vd., 2006). β tabanlı Co-Ni-Al ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar sıcak-soğuk kullanılabilirliği ile geniş alanda dikkat çekmektedir. Bu alaşımların T_c Curie sıcaklığı artan Co miktarı ile artmaktadır. T_c sıcaklığı martensit dönüşüm sıcaklığından yüksek olduğu zaman, martensit faz dönüşümü manyetik alandan meydana gelir ve ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşım üretilir. Co-Ni-Al klasik şekil hatırlamalı alaşımdır fakat bu alaşımın şekil değişimi sadece %0,06 dır (Guo-Fu vd., 2006).

Son zamanlarda, Co-Ni-Al alaşımı, Ni-Mn-Ga ve Ni-Fe-Ga alaşımlarına alternatif olarak kullanılmaktadır. Çünkü iyi bir sünekliliğe sahiptir. Tane sınırlarında γ fazın çökmesi iyi

sünekliğin temelidir. γ faz numunenin kesme ve çekme sonrası sıcaklık uygulaması ile yer değiştirebilir. Curie sıcaklığı (T_c) ve özellikle martensit dönüşüm sıcaklığı ayrı ayrı, değişen Co ve Al oranı ile -150 ile 200 °C aralığında kontrol edilebilir. Co-Ni-Al alaşımı için önerilen kompozisyon sınırı Al için %20' den %30' a, Co için %40' tan azdır (Maziarz vd., 2008).

5.2.3. Ni-Mn-Al

Heusler alaşımlardan Ni_2MnGa ve Ni_2MnAl alaşımlarında kompozisyonlarındaki ufak bir değişim dönüşüm sıcaklığı hızlıca değişmektedir (Mehaddena vd., 2008).

Ni-Mn-Al alaşımları dikkat çekici ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlardandır. Ni-Al ikili alaşımları bilinen yüksek sıcaklık alaşımlarından biridir. Mn gibi bir geçiş metalin ilavesi, sadece Ni-Al ikili alaşımların sünekliği arttırmakla kalmaz, manyetik özelliklerini de ortaya çıkarmaktadır. Kainuma ve arkadaşları, Ni-Mn-Al alaşımlar çeşitli kompozisyonda, martensit dönüşüm gösterdiklerini bulmuşlardır (Sarivostava ve Chatterjee, 2009).

Ni-Mn-Al alaşımları B2 yapıdan 14M, 10M ve $L1_0$ yapıya geçiş gösterebilirler. Kainuma ve arkadaşları Ni-Mn-Al B2' den $L1_0$ yapıya geçişini düşük Al ve düşük Mn oranında bulmuşlardır. 10M ve 14M geçişini yüksek Al ve yüksek Mn oranında bulmuşlardır (Liu vd., 2007).

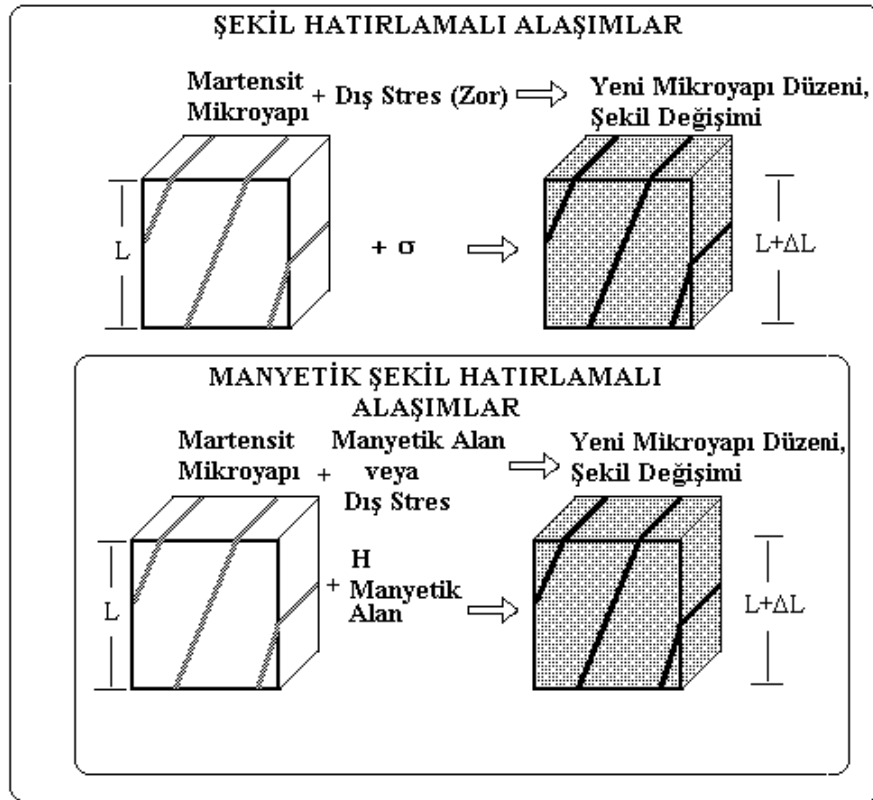
Ni-Mn-X bazlı Heusler alaşımlarda manyetizma, Mn civarındaki manyetik atomlarla temel olarak belirlenir ve iletken elektronlar aracılığı ile lokalize manyetik momentler arasındaki doğrudan değişim etkileşimi olarak tanımlanır. Bu nedenle, elektronik yapı, iletken elektron konsantrasyonu ve atomik etkileşim mesafesi, kristal faz karalılığını, manyetik düzeni ve manyetik yapıyı etkiler (Dubenko vd., 2009).

5.3. FSMA' ların Diğer Akıllı Malzemelerle Karşılaştırılması

Şekil hatırlamalı alaşımlar aktüatör malzemelerin geniş zorlanmaya sahip olmasını geliştirmiştir. Ancak şekil hatırlamalı aktüatörlerin dezavantajı, termal kontrolden dolayı özellikle soğutmada yavaş cevap vermesidir. Düşük enerji dönüşümü, şekil hatırlamalı aktüatörlerin uygulayabilmelerinde bir sınırdır. Manyetostriktif malzemeler, şekil hatırlamalı alaşımlara göre daha yüksek işletim frekansına sahiptir fakat zorlanmaları küçüktür. Manyetik kontrollü şekil hatırlamalı alaşımlar, termal kontrolü aktüatörlere göre çok daha hızlı cevap

verir. Manyetik alanla şekil hatırlamalı alaşımların kontrolü bazı ferromanyetik malzemelerde görülür (Ting vd., 1999). Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımları sıradan şekil hatırlamalı alaşımlarla (sıcaklığa bağlı) göre daha hızlı cevap verir. Şöyle ki; ısıtma özellikle de soğutma, uygulanan manyetik alandan daha yavaştır ancak bilinen şekil hatırlamalı alaşımlar yüksek zor ve zorlanmaya sahiptirler (URL-4, Karaca vd., 2007).

Manyetik şekil hatırlamalı alaşımlarla, sıradan şekil hatırlamalı alaşımları birbirinden ayıran nedir sorusunun cevabının şematik gösterimi Şekil 5.3 de verilmiştir (Straka, 2007).



Şekil 5.3. Şekil hatırlamalı alaşımlar ve manyetik şekil hatırlamalı alaşımlar arasındaki ilişki (Straka, 2007).

Geleneksel şekil hatırlamalı alaşımların dezavantajı olan yavaş cevap vermesi ferromanyetik özellik gösteren şekil hatırlamalı alaşımlarla giderilebilir. Bu malzemeler çok fonksiyonlu malzemeler sınıfındadır ve ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşım olarak adlandırılır. FSMA lar termoelastik martensit dönüşümle birlikte ferromanyetik özellik gösterirler (Chernanko ve Bosseghuni, 2008).

FSMA' lar, piezoelektrik ve manyetostriktif malzemeler gibi bilinen aktüatör malzemelere göre hızlı cevap verme ve yüksek aktüatör zor seviyesine sahiptirler. Piezoelektrik ve

manyetostriktif malzemeler küçük zorlanmaya sahiptirler. Örneğin Terfenol-D manyetostriktif malzemenin zorlanması $<0,2\%$ ve piezoseramik malzeme olan (lead zirconate titanate) $\sim 0,1\%$ zorlanmaya sahiptir. Bunların tersine şekil hatırlamalı alaşımlar, 8% gibi yüksek aktüatör zoruna ve zorlanmasına sahiptirler fakat ısı transferi ile sınırlandıkları için geç cevap verme özelliğine sahiptirler. Bu aktüatör malzemeler arasında FSMA geniş aktüatör zorlanmasına ve kHz mertebesinde hızlı cevap vermeye sahiptirler (Karaca vd., 2007).Bunu Tablo 5.1 ile açıklayabiliriz.

Tablo 5.1. Aktif malzemelerin zor, zorlanma ve işletme frekanslarının kıyaslaması, PT: faz dönüşümü, VR: varyant yönelimi (Karaca, 2007).

		Zorlanma %	Zor MPa	İşletme Frekansı Hz
Isı	Şekil Hatırlamalı Alaşım(Ni-Ti)	2-8	400	1
Elektrik	Ferroelektrik	0,1	3	100000
Alan	Piezoelektrik (PZT)	0,2	70	100000
Manyetik	Magnetositriktif (Terfenol-D)	0,2	80	10000
Alan	FSMA	VR	5-10	5
	(Ni ₂ MnGa)	PT	0,5-4	20-100

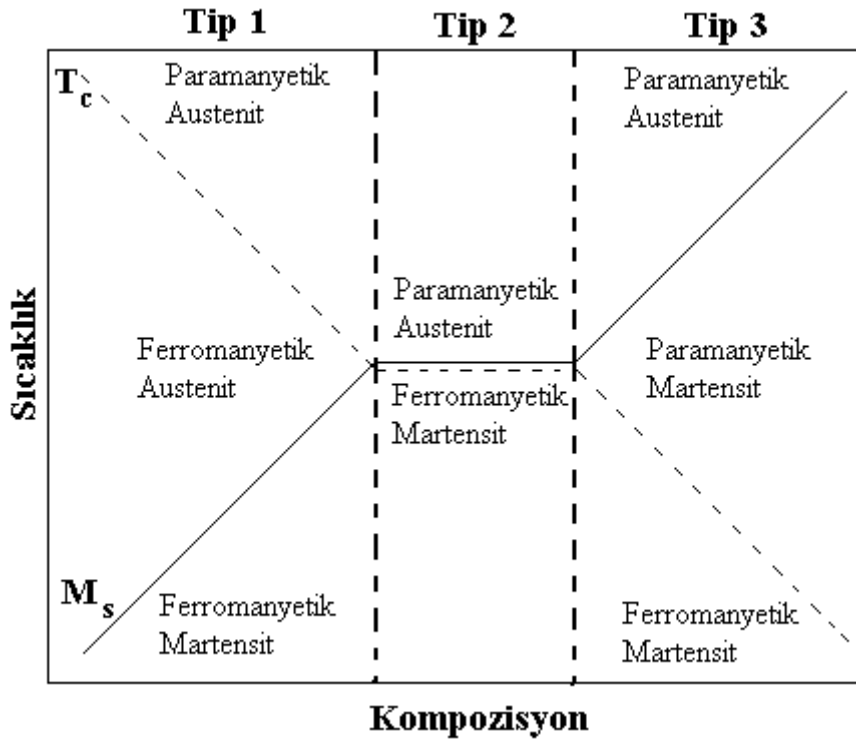
5.4. Ferromanyetik Şekil Hatırlamalı Alaşımların Davranışlarının Sınıflandırılması

Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlarda meydana gelen dönüşümlerin uygun tarifi için beş sıcaklık değerine ihtiyaç vardır. Bunlardan dördü tersinir martensit dönüşümü, beşincisi ferromanyetiklikten paramanyetik davranışa dönüşüm sıcaklığı olan Curie T_c sıcaklığıdır.

Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlarda tersinir martensit faz dönüşümü tek sıcaklık değerinde değil bir sıcaklık aralığında meydana gelir. Her faz dönüşümü için iki sıcaklık değeri tarif etmek gereklidir. Soğutma esnasında martensit başlama (M_s) ve martensit bitiş (M_f) tanımlanır. Isıtma esnasında austenit başlama (A_s) ve austenit bitiş (A_f) tanımlanır.

Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımları, martensit ve manyetik davranışa göre sınıflandırmayı Oikawa ve arkadaşları üç farklı çeşit halinde gruplandırmışlardır. Bu davranışlar tip1, tip2 ve tip3 olarak adlandırılmıştır. Martensit ve manyetik dönüşümün devamını Oikawa ve arkadaşları, ‘yüksek sıcaklıktan düşük sıcaklığa geçişte bu dönüşümler

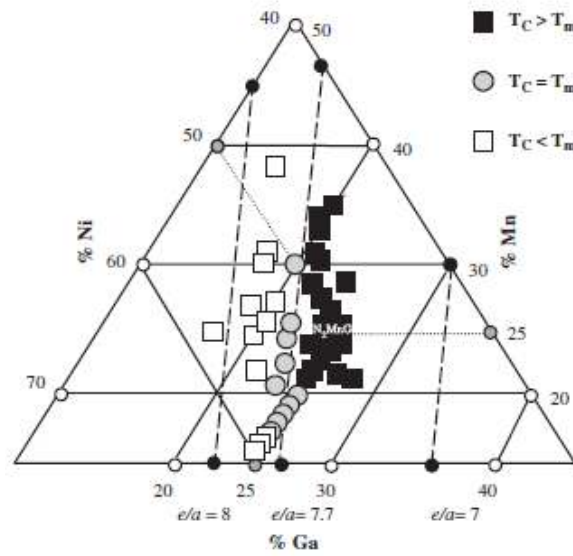
meydana gelir' diye tanımlamışlardır. Tip 1 FSMA da; paramanyetik austenit manyetik dönüşümle ferromanyetik austenit olur. Tip 2 FSMA' larda, paramanyetik austenit, martensit ve manyetik dönüşüm olarak (eş zamanlı olarak) ferromanyetik martensit olur. Tip 3 FSMA' larda, paramanyetik austenit martensit olarak paramanyetik martensit'e, sonra manyetik dönüşümle ferromanyetik martensit'e dönüşür. Şekil 5.4 de bütün FSMA davranışların manyetik ve martensit geçişleri şematik olarak verilmiştir (Heill, 2005).



Şekil 5.4. Üç çeşit FSMA davranışının faz diyagramının şematik gösterimi (Heill 2005).

Şekil.5.5 de, Ni-Mn-Ga sisteminin üçlü faz diyagramında, T_c Curie sıcaklığı, T_m martensit dönüşüm sıcaklığı olmak üzere; kompozisyonlara göre T_c ve T_m sıcaklıklarının değişimi görülmektedir. Bu şekle göre dolu kareler, $T_m < T_c$ yi, boş kareler $T_m > T_c$ yi, dolu daireler $T_m \approx T_c$ gösterirken dikey çizgilerde valans elektron konsantrasyonunun aynı olduğu izoelektronik yüzeyleri göstermektedir. Alaşımın elementlerinde hesaplanan elektron konsantrasyonu için, Ni-10, Mn-7, Ga-3 tür. Bu diyagramda üç farklı bölge tartışılmıştır. Birinci bölge; $e/a < 7,65$ olan bölgedir. Bu bölgede $T_m < T_c$ ve ferromanyetik durumda martensit dönüşüm vardır. İkinci bölgede alaşımlarda çift manyetoyapısal geçiş gözlenir ($T_m \approx T_c$). Bu kompozisyonel aralıktaki ferromanyetik geçiş, manyetizasyonun, manyetik

alana ve sıcaklığa bağlı $M(H)$, $M(T)$ histerisinde belirgin olarak gösterilmiştir. Bu alaşımların böyle nadir gözüken manyetik özellikleri, martensit ve ferromanyetik dönüşümün eş zamanlı olduğunun göstergesidir. Son olarak, elektron konsantrasyonunun $e/a > 7,65$ olduğu üçüncü bölgede, martensit dönüşüm paramanyetik bölgede olur. Genel olarak; Bu bölgedeki alaşımlar, 650 K kadar yüksek martensit dönüşüm sıcaklığına ve $T_c < 350$ K düşük Curie sıcaklığına sahiptir. Bu alaşımların, bu bölgede, yüksek sıcaklıkta martensit dönüşüm sıcaklığının olması yüksek sıcaklık şekil hatırlamalı malzemelerin uygulamalarında cazip bir özellik olarak ortaya çıkmaktadır (Borisenko vd., 2005).



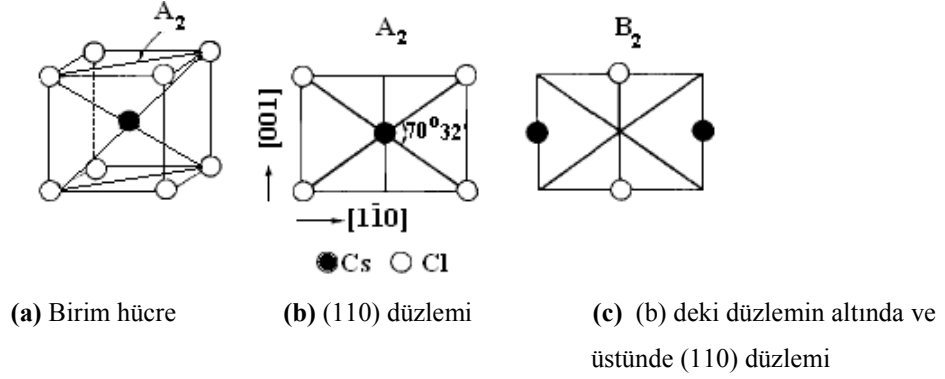
Şekil 5.5. Ni-Mn-Ga alaşım sisteminin üçlü faz diyagramı (Borisenko vd.,2005).

5.5. Ferromanyetik Şekil Hatırlamalı Alaşımların Kristal Yapısı

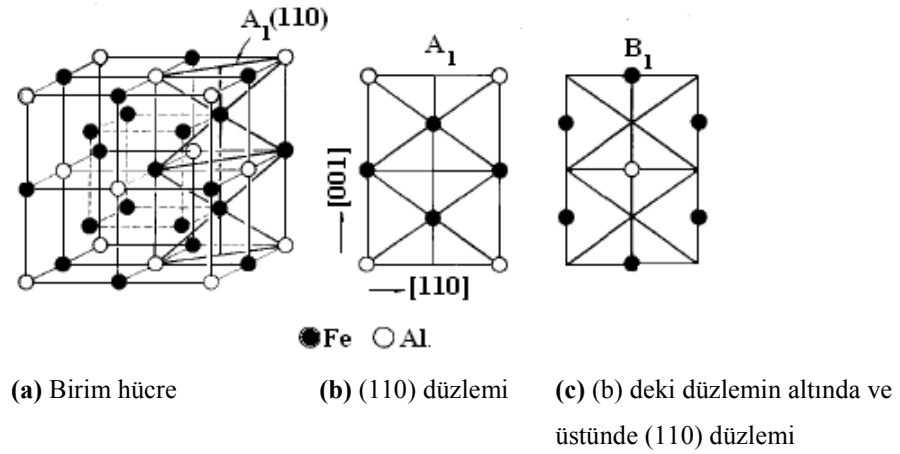
Co-Ni-Al alaşım sistemi, β faz (B2 cisim merkezli kübik) austenit yapıdan, $L1_0$ (tetragonal) martensit yapıya 93 ile 393 K aralığında kompozisyona bağlı olarak dönüşmektedir (Bartova vd., 2008). $L1_0$ yapı 2M yapı olarak da adlandırılabilir (Sutou vd., 1998).

Birçok β faz alaşımlar, süperörgü ve kompozisyonlarına göre ikiye ayrılırlar. Birincisi β_2 faz olarak gösterilir. Bu faz, kompozisyon oranı yaklaşık 50:50 olan CsCl tipi B2 süperörgü yapısına sahiptir. İkincisi ise, β_1 faz olarak ifade edilir. Bu faz, yaklaşık 75:25 kompozisyon

oranına sahip ve Fe_3Al tipi DO_3 süper örgü yapısına sahiptir. İki kristal yapı Şekil 5.6 ve Şekil 5.7 de gösterilmiştir (Miyazaki ve Otsuka ,1989).

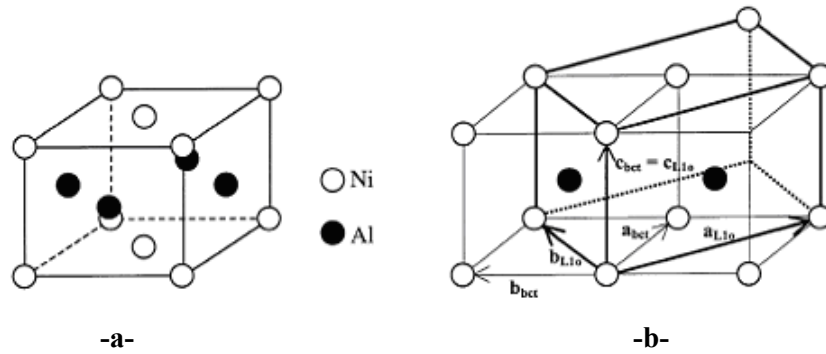


Şekil 5.6. B2 tipi kristal yapı (β_2 ana faz) (Miyazaki ve Otsuka ,1989).



Şekil 5.7. DO_3 tipi kristal yapı (Miyazaki ve Otsuka ,1989).

B2 austenit yapının, martensit L1_0 yapısı Şekil 5.8 de gösterilmiştir.

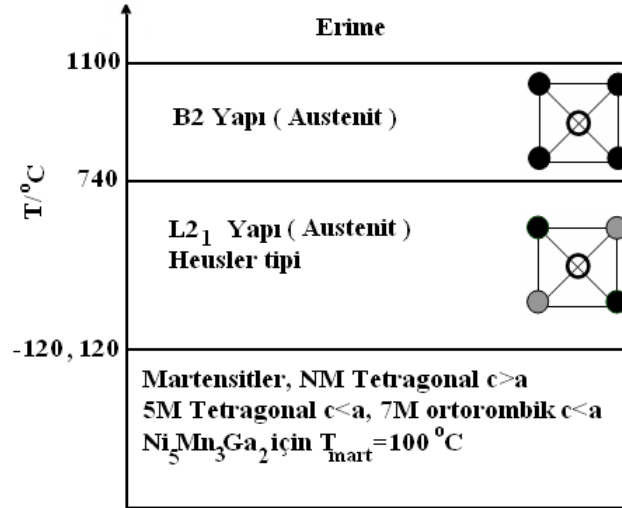


Şekil 5.8. a) B2 Austenit yapının martensit L1_0 yapısı b) Kübik eksenle L1_0 hücre arasında örgü uygunluğu (Pons vd.,2000; Bartova vd.,2008).

Ni₂MnGa heusler alařımı, yüksek sıcaklıkta bcc L2₁ yapı sergiler ve soğutulduđu zaman martensit dönüşüm karakteri gösterirler. Bu martensit dönüşüm yapısı nonmodulated ve modulated olmak üzere iki grup altında sınıflandırılabilir. Birincisi; tetragonal simetri ile nonmodulated (NM) martensittir. Non modulated matrensit c/a oranına göre ikiye ayrılır. c/a>1 için bct (cisim merkezli tetragonal) ve c/a<1 için fct (yüz merkezli tetragonal) dir. İkinci yapı L1₀ yapı olarak da adlandırılır. L1₀ yapı ile bct yapı arasında şöyle bir ilişki vardır.

$$a_{L10} = \sqrt{2}a_{bct} = \sqrt{2}0,552nm = 0,781nm \quad \text{ve} \quad c_{L10} = c_{bct} = 0,644nm$$

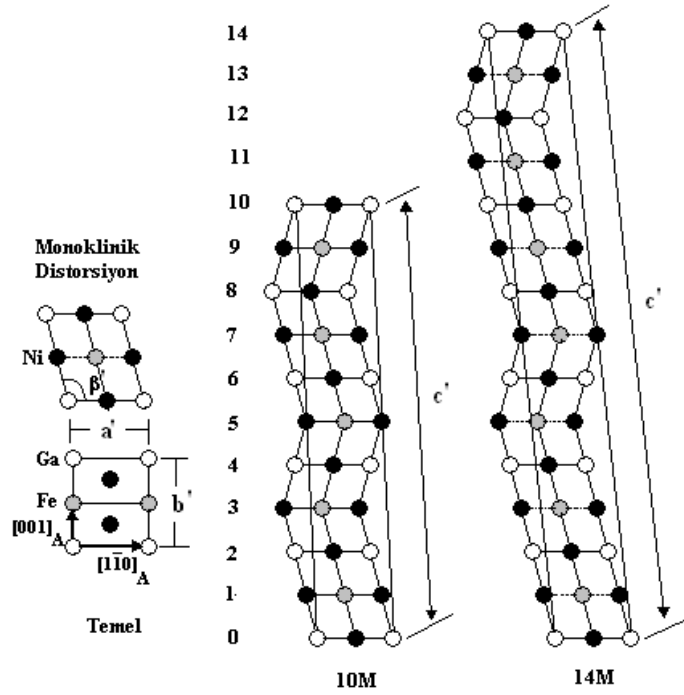
Burada $c_{L10}/a_{L10}=0,825$ (<1) ve $c_{bct}/a_{bct}>1$ dir (Pons vd., 2000).



Şekil 5.9. NiMnGa alařımlarının soğutma sırasında dönüşümleri (Roth vd., 2008).

Modulated yapı, tetragonal simetri ile 5 birim hücre aralıkları ile değıřen 5M (10M) modulated martensit c<a ve ortorombik simetride 7 birim hücre aralıkları ile değıřen 7M (14M) modulated martensit c<b<a olmak üzere ikiye ayrılır (Söderberg vd., 2004; Roth vd., 2008; Sozinov vd., 2002).

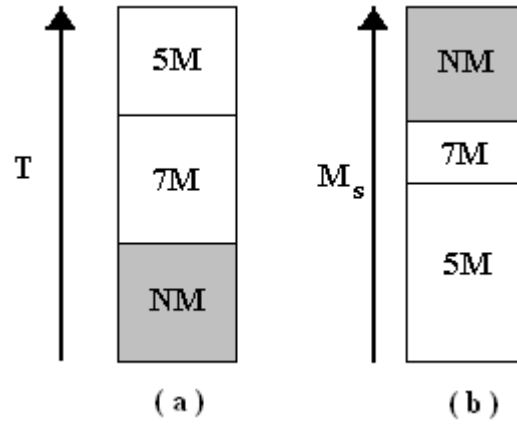
NiMnGa alařımlarının soğutma sırasında dönüşüm eğrisine göre; (Şekil 5.9) B2 yapı bölgesinde Ni atomların kübün merkezine, Mn ve Ga atomları ise kübün köşelerine rast gele dağılmışlardır. 740 °C civarı B2 yapı L2₁ (Heusler tipi) yapıya dönüşmüştür burada Mn ve Ga atomları artık rastgele dağılmamıştır. Her atom türü, diğeri atom türü ile komşuluk kurma eğilimindedir (Roth vd., 2008).



Şekil 5.10. Bazı modulated martensit fazların şematik gösterimi (Hamilton vd.,2007).

Şekil 5.10 birim hücresi monoklinik kristal yapılardan oluşmuş modulated martensit fazları göstermektedir. Bu şekilde gösterilen modulated martensit fazlar, 10M ve 14M fazlarıdır. Birim hücre monoklinik distorsiyon göstermektedir. (açı β , a' , b' , c' örgü parametrelerini gösterir) modulated faz için, temel (bazal) düzlem $[1\bar{1}0]_A$ ve $[001]_A$ ile yayılmaktadır ve $[110]_A$ doğrultusu boyunca yığılmaktadır. Modulated fazlarda, bazal düzlem $[1\bar{1}0]_A$ doğrultusu boyunca değişmektedir. Bu değişim 10M faz üretmek için 5 düzlemde bir, 14M faz üretmek için 7 düzlemde bir tekrarlamaktadır (Hamilton vd., 2007).

Soğutma esnasında görülen ilk martensit kompozisyona bağlıdır fakat soğutma sırasında görülen sabit kristal yapı düzeni her zaman aynıdır. Bu şematik olarak Şekil.5.11. de gösterilmiştir. NM yapı, 7M yapı öncesindeki en kararlı yapıdır. Eğer 5M yapı gözlenirse, austenit yapıdan direk dönüşüm var demektir. Ayrıca, austenit-martensit dönüşüm sıcaklığı ile ilk martensit yapı arasındaki deneysel korelasyon Şekil.5.11.b de görülmüştür. Dönüşüm sıcaklığı curie sıcaklığından yüksek olan tipik alaşım dönüşümlerinde NM yapı gözlenir ve 7M yapı sadece dar bir sıcaklık aralığında meydana gelir (Enkovaara vd., 2004).



Şekil 5.11. (a) Martensit fazların karalılığı (b) Dönüşüm sıcaklığı M_s ile ilk martensit yapı arasındaki ilişki (Enkovaara vd., 2004).

5.6. Kullanım Alanları

Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımların çoğunlukla kullanım alanı 3 kategoriden oluşur. 1) aktüatör 2) sensör 3) Pasif (eylemsiz) enerji soğurucu. Aktüatörler, sualtı ses üreten transducerlerde, kompakt pompalarda, valf (subab), anahtarlarda, sürgülerde veya kilitlerde ve titreşimi ve sesi azaltan yüksek hızlı sürücüler içeren motor gibi uygulamalarda kullanılırlar. Sensör uygulaması olarak manyetometre ve titreşim sensörlerinde kullanılır. Pasif enerji soğurucu olarak, kompozit malzemelerde kullanılır. Kompozit malzemeler içindeki FSMA parçacıkları, kaplama (polimer matriks), yapısal bileşen (sert matriks) olarak kullanılır (O' Handley vd., 2003).

6. MATERYAL ve METOT

6.1. Materyal

Bu çalışmada, Sofisticated Alloys firması tarafından üretilen farklı oranlarda Ni, Mn ve Ga elementleri içeren NiMnGa alaşımları kullanılmıştır. S1, S2, S3 ve S4 olarak adlandırılan alaşımların, yüzde olarak atomikçe (%at) ve ağırlıkça (%wt) Ni, Mn ve Ga içerikleri Tablo 6.1.' de verilmiştir. Bu numunelerin elektron konsantrasyonları Eşitlik 6.1. ile hesaplandı.

$$e/a = \frac{\%atNi \times 10 + \%atMn \times 7 + \%atGa \times 3}{100} \quad (6.1.)$$

Tablo 6.1. S1, S2, S3 ve S4 alaşımının dökülmeden önce hazırlanan atomikçe ve ağırlıkça elementlerinin oranları.

	Ni		Mn		Ga		e/a
	%at	%wt	%at	%wt	%at	%wt	
S1	50	48,59	29	26,62	21	24,79	7,660
S2	50,5	49,18	29,5	27,15	20	23,67	7,715
S3	51	49,58	28,5	26,17	20,5	24,21	7,710
S4	49,5	48,11	29,5	27,08	21	24,80	7,645

6.2. ICP-OES Analizi

ICP-OES, bir çok elementin aynı anda nicel tayininde kullanılan analitik metodlardan birisidir. Düşük derişim seviyelerinin tayininde oldukça kullanışlı bir analitik yöntemdir.

ICP-OES ölçümleri Nikel için 216 nm, Mangan için 257 nm ve Galyum için 294 nm dalga boyuna sahip lambalar kullanılarak VARIAN 725-ES ICP-OES (indüktif eşleşmiş plazma-optik emisyon spektrometresi) ile alaşım içindeki yüzde ağırlık olarak Ni, Mn ve Ga elementlerinin oranları belirlendi.

6.3. Isıl İşlem

Isıl işlem, alaşımlar üzerinde uygulanan ısıtma ve soğutma sonucunda fiziksel ve mekanik özelliklerinin değişmesine neden olur. Bu ısıtma ve soğutma işlemleri, temel olarak tavlama, çözeltiye alma, yaşlandırma ve soğuk işlem gibi kademeleri içermekte olup, alaşımların kimyasal yapılarına ve kazandırılmak istenilen özelliklere göre çeşitlilik göstermektedir.

Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımların yapısı, alaşımların kompozisyonuna ve termal prosedüre bağlıdır. Bu nedenle ısıtma işlemi alaşımların mikroyapısını, dönüşüm davranışını ve şekil hatırlama etkisini değiştirir.

Bu çalışmada; S1, S2, S3 ve S4 numunelerine 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat argon atmosferinde ısıtma işlemi uygulandı ve ısıtma işleminden sonra numuneler tuzlu buzlu suda ani soğutuldu.

6.4. X-Işınlari Analizi

Malzemelerin amorf ya da kristal yapıda olup olmadığını belirlemede ve kristal yapıda olanların kristal yapı parametrelerini tespit etmede de x-ışını kırınımı yöntemi kullanılır. Bu yöntemin temeli Bragg yasasına $2d\sin\theta = n\lambda$ dayanır. Temelde gönderilen x-ışını numune üzerinden yansır ve bir dedektör yardımıyla algılanan ışın yazılıma aktararak yansıma şiddetine karşılık 2θ değerinde grafiğe geçirilir (Altın, 2009)

X-ışınları difraksiyon yöntemleri ile herhangi bir kristaldeki birim hücrenin kesin boyutlarını ölçmek ve kristal yapıdaki atomların düzenini saptamak mümkündür.

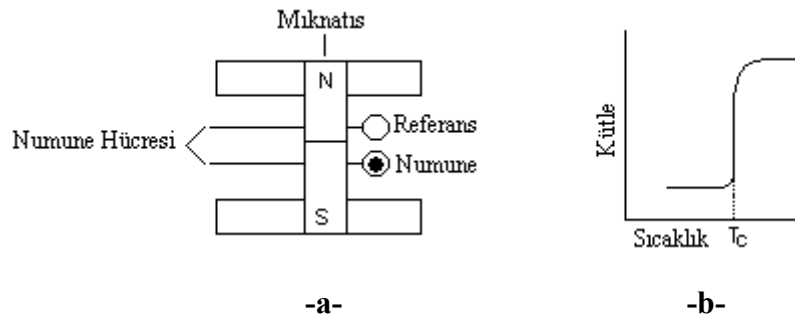
Bu çalışmada ısıtma işlemi ve ısıtma işlemi görmüş numunelerin (800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat) x-ışınları analizleri Rigaku RadB-DMAX II bilgisayar kontrollü x-ışını difraktometresi ile $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5405 \text{ \AA}$) radyasyonu kullanılarak alınmıştır. Ölçümler $2\theta=20-80^\circ$ arasında $2^\circ/\text{dak}$ sabit tarama hızı ile yapıldı. X-ışınları difraktometresi ile alaşımların ısıtma işleminden önce ve sonra örgü parametreleri ve faz değişimi belirlendi.

6.5. TG/DTA ölçümleri

Diferansiyel Termal Analiz (DTA) cihazı, DSC de gözlemlediğimiz martensit dönüşüm sıcaklığının yanında daha yüksek sıcaklıklarda alaşımda meydana gelen değişimler hakkında

bilgi verir. Ayrıca numunelerin DTA sına bakarak numuneye uygulamamız gereken ısı işlem sıcaklıkları hakkında bilgi sahibi olunabilir.

Termogravimetri (TG) ile manyetik malzemelerin Curie sıcaklığı tespit edilebilir. TG cihazı Şekil 6.1.a daki gibi dizayn edilirse Curie sıcaklığı gözlenir. TGA fırınının üzerine mıknatıs yerleştirilirse numunenin kütlesi bilinen kütlesinden daha az görülür. Tam Curie sıcaklığının olduğu yerde numunenin mıknatıslığı kaybolur (yani numune ferromanyetiklikten paramanyetikliğe geçerse) numunenin TG de görünen kütlesinde ise ani bir artış olur (Şekil 6.1.b)(Brown, 2004).



Şekil 6.1. Curie sıcaklığı ölçmede kullanılan TGA düzeneği (Brown, 2004).

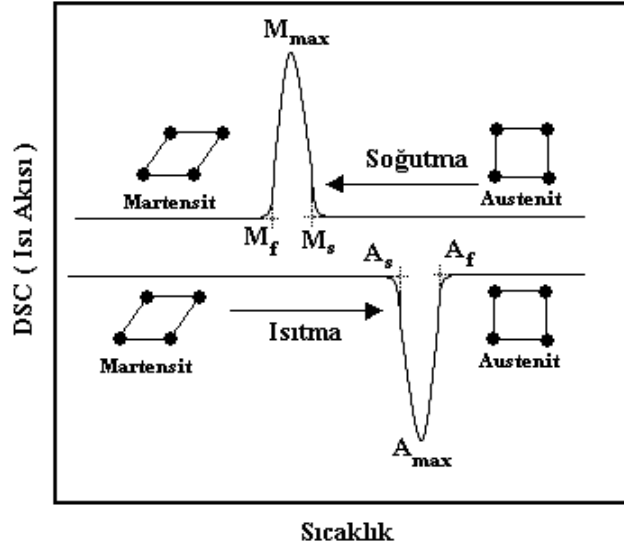
S1, S2, S3, S4 alaşımlarının ısı işlematsız haldeki numunelerinin TG/DTA ölçümleri, hava atmosferinde 20 – 1000 °C aralığında 10 °C /dak ısıtma hızıyla Perkin Elmer Pyris TG/DTA cihazı ile alındı.

6.6. DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Ölçümleri

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), şekil hatırlamalı alaşımların faz dönüşüm sıcaklığını belirlemede sıklıkla kullanılan bir cihazdır (Choon vd., 2007).

En çok kullanılan ve en önemli şekil hatırlamalı alaşım karakterizasyon yöntemi DSC ile malzemelerden alınan çok küçük numunelerin ısıtılması ve soğutulması yolu ile absorbe ettiği veya verdiği ısının ölçülmesi ile dönüşüm sıcaklık alanları bulunur. Kullanılan malzemeler çok küçük miktarda (miligram bazında) kullanılır ve numuneler herhangi bir gerilme altında olmadığından ölçüm sonuçları malzemenin gerilmesiz durumdaki dönüşüm sıcaklıklarını verir. Dönüşüm nedeniyle numunenin absorbe ettiği veya verdiği enerjiler endotermik ve ekzotermik pikler olarak hem soğutma hem de ısıtma esnasında ölçülebilir. Piklerin başlangıç

ve bitiş noktaları numunenin faz dönüşüm sıcaklıklarını verir: Şekil 6.2. de numunelerin austenit ve martensit dönüşümün DSC eğrileri verilmiştir (Aygahoğlu vd.,2009).



Şekil 6.2. Şekil hatırlamalı alaşımlarda tipik bir DSC eğrisi.

Bu çalışmada, S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının dönüşüm sıcaklıkları belirlemek için DSC ölçümleri 10 °C/dak. ısıtma hızıyla azot gazı atmosferinde Perkin Elmer Sapphire DSC ile alındı.

6.6.1. Termodinamik Hesaplamalar

Denge dönüşüm sıcaklığı T_0 olduğu zaman, austenit fazdan martensit faza hacimsel serbest enerji değişimi

$$\Delta G_v = \Delta H - T_0 \Delta S = 0 \quad (6.3.)$$

olarak ifade edilir. Burada sırasıyla, ΔG_v hacimsel serbest enerji, ΔH entalpi, ΔS entropi değişimidir.

$$\Delta S = \frac{\Delta H}{T_0} \quad (6.4.)$$

Burada $T_0 = \frac{1}{2} (A_s - M_s)$ ye eşittir (Sofronie vd., 2010).

Martensit dönüşüm pik sıcaklığında (M_p) Gibbs serbest enerjisi değişimi

$$\Delta G_v = \Delta H - M_p \Delta S < 0 \quad (6.5.)$$

şeklindedir. Denklem 6.3 ve Denklem 6.5' in birleşiminden

$$\Delta G_v = \frac{\Delta H \Delta T}{T_0} \quad (6.6.)$$

Gibbs serbest enerjisi hesaplanır. Burada ΔT soğutma esnasında ($T_0 - M_p$) değerine sahiptir. ΔH ise soğutma anındaki entalpi değeridir (Jiang vd., 2004).

Dönüşüm aktivasyon enerjisi, değişik ısıtma hızlarıyla alınan DSC eğrilerinden faydalanarak Kissinger yöntemine göre şöyle hesaplanır.

$$\frac{d(\ln(\alpha / T_p^2))}{d(\ln 1 / T_p)} = -\frac{E}{R} \quad (6.7.)$$

Ozawa yöntemine göre ise

$$\Delta E \cong -2.19R \frac{d \lg \alpha}{d(1/T_p)} \quad (6.8.)$$

Burada R genel gaz sabiti ($R=8,314$ J/mol), E kristalizasyon aktivasyon enerjisi, α ısıtma hızı oranı, DSC eğrisinde dönüşüm esnasındaki maksimum pike karşılık gelen sıcaklık T_p dir (Tong vd., 2003; Guilli vd., 1996).

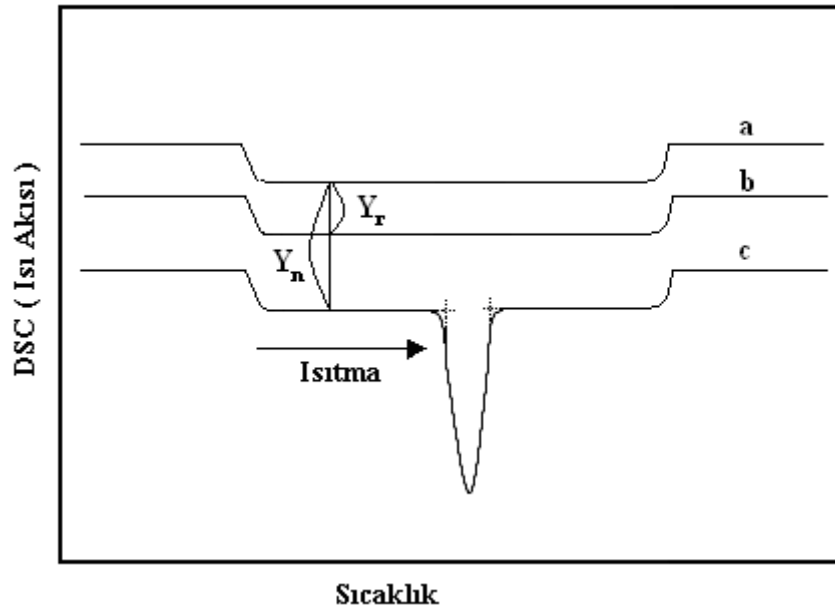
Bu çalışmada, ısıtma işlemi ve ısıtma işlemli S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak. ısıtma hızlarıyla azot gazı atmosferinde DSC ölçümleri alındı.

6.6.2. Isı Kapasitesi

DSC ile malzemelerin ısı kapasitelerini bulabilmek için üç ölçümün verilerine ihtiyaç vardır. Bunlar; boş kabın verisi, ısı kapasitesi bilinen bir referans malzemenin verisi ve numunenin verisidir. Bu verileri kullanarak aşağıdaki formülden ısı kapasitesi hesaplanabilir.

$$C_{pn} = \frac{Y_n}{Y_r} \frac{m_r}{m_s} C_{pr} \quad (6.9.)$$

Şekil 6.3 den de anlaşılacağı gibi Y_n boş kap ile numune arasındaki DSC eğrisinin farkı, Y_r referans malzeme ile boş kap arasındaki DSC eğrisinin farkıdır. C_{pn} , C_{pr} sırasıyla numunenin ısı kapasitesi ve referans malzemenin ısı kapasitesidir. m_s numunenin kütlesi, m_r referans malzemenin kütlesidir.



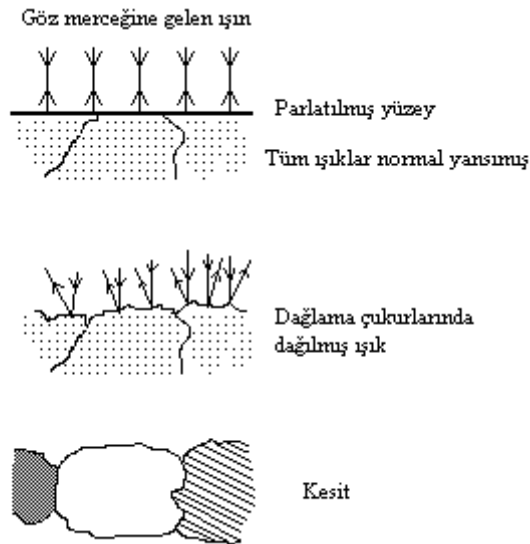
Şekil 6.3. Isı kapasitesi ölçümleri için, a) Boş kabın DSC eğrisi, b) referans malzemenin DSC eğrisi, c) Numunenin DSC eğrisi.

Bu çalışmada, ısı kapasitesi hesaplamaları için; alaşımların, boş kabın ve referans malzemenin 10°C/dak. ısıtma hızıyla azot gazı ortamında DSC ölçümleri alındı.

6.7. Metalografik Gözlemler

Optik mikroskop, metal ve alaşımların yüzey morfolojisini incelenmesinde kullanılan mikroskoplardır. Işık kaynağından alınan ışık demetleri yansıtıcı aynalar üzerinden önceden hazırlanmış numune yüzeyine düşürülür. Numune yüzeyinden farklı açılarda yansıyan ışık demetleri, objektif ve okülerden geçerek görüntü olarak belirirler.

Sadece mükemmel olarak parlatılmış numune yüzeylerinden iç yapı ile alakalı, sağlıklı görüntüler almak güçtür. Çünkü, tüm numune yüzeyi düz olduğundan ve yüzeyden yansıyan ışık demetleri aynı açıda yansıyacağından görüntü tek fazdaki renkte oluşur. Dağlanmış numune yüzeylerinde ise durum böyle değildir. Dağlanmış yüzeyin değişik ayrıntı ve konumlarına göre yansımalar farklılaşır ve görüntü anlam kazanır. Metalurji mikroskoplarında görüntünün oluşumu Şekil 6.4 de verilmiştir (Salman ve Gülsoy, 2004).



Şekil 6.4. Metalurji mikroskoplarında görüntünün oluşumu (Salman ve Gülsoy, 2004).

Isıl işlemsiz ve ve 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat ısıtım görmüş S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının optik mikroskop ölçümleri yapılabilmesi için poliestere reçine ile soğuk kalıplama yapıldı. Soğuk kalıplama yapılan alaşımlar ipek ve kadife çuha ile parlatma işleminden sonra, 50 ml HCl, 10 g CuSO₄ ve 50 ml saf su ile hazırlanan çözelti (Marble çözeltisi) ile kimyasal dağlama yapıldı. Bu şekilde hazırlanan alaşımların optik mikroskop ölçümleri LEICA DM2500 marka cihaz ile alındı.

6.8. SEM (Scanning Electron Microscopy) analizi

SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu), malzemelerin şekil, boyut ve parçacıkların dizilimi (Morfoloji), malzemenin yüzey özelliğini ve yapısını belirleme (topoloji), kompozisyonel farklılık, kristal yönelimi ve kusurların görüntüsünü belirleme hakkında bilgi edinmemizi sağlayan çok yönlü kullanıma sahip önemli bir cihazdır (Ghimbeu, 2007).

Elektron mikroskobu yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronların malzeme yüzeyine çarptırılıp yansıması prensibine dayanır. Bu yansıyan elektronlar kullanılarak yüzeyin topografisi elde edilir. İncelenecek numunenin iletken ya da yalıtkan olmasına göre yüzey Au-Pb yada karbon kaplamaları yapılarak örnek ile elektron demeti arasında iletim sağlanıp net görüntü elde edilebilir (Altın, 2009).

Elektron mikroskobu görüntüleri, Marble çözeltisi ile dağlanan alaşımların dış yüzeylerinden alınmıştır. SEM analizleri için Leo Evo-40xVP model elektron mikroskobu kullanıldı.

6.9. Manyetik Ölçümler

Manyetik ölçümler Şekil hatırlamalı alaşımların analizinde çok önemli bir yere sahiptir. Bu bağlamda fazlar arası geçiş veya manyetik özelliklerindeki ani değişimler oldukça hassas bir şekilde tespit edilip değerlendirilebilmektedir.

S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının; manyetik ölçümler, ısıtım işlemi görmeden önce ve 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de ısıtım işlemi gördükten sonra Quantun Dizayn PPMS 7 (Physical Properties Measurement System) ile oda sıcaklığında, -2 Tesla ve 2 Tesla manyetik alan aralığında alındı.

7. BULGULAR

7.1. ICP-OES Kimyasal Analiz Yöntemi

ICP-OES (indüktif eşleşmiş plazma-optik emisyon spektrometresi) yöntemi kullanılarak tespit edilen alaşımlar içindeki yüzde ağırlıkça Ni, Mn ve Ga elementlerinin oranları Tablo 7.1 de verildi. ICP-OES cihazının uluslararası standarta göre maksimum hatası $\pm\%3$ olarak kabul edilmektedir. Bu hata oranları da Tablo 7.1. de verildi.

Tablo 7.1. S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının ICP-OES sonuçları.

Alaşım	Ni (ağı%) $\pm\%3$	Mn (ağı%) $\pm\%3$	Ga (ağı%) $\pm\%3$
S1	50,18	26,85	24,05
S2	49,98	25,70	22,23
S3	50,02	25,40	23,51
S4	46,80	25,69	23,00

7.2. X-Işını Analizleri

Isıl işlemli ve ısıtılmamış S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının x-ışınları ölçümü 2°/dak. tarama hızı ile 0-80° aralığında alınmıştır. X-ışınları ölçümlerinden elde edilen sonuçlarla tetragonal kristal yapıda, örgü parametreleri,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (7.1.)$$

denkleminde bulunur. Buradan birim hücre hacmi

$$V = a^2 c \quad (7.2.)$$

olarak hesaplanır.

Ortorombik kristal yapıda, örgü parametreleri a, b, c şu şekilde hesaplanır.

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (7.3.)$$

denklemleri kullanılarak bulunur ve birim hücre hacmi

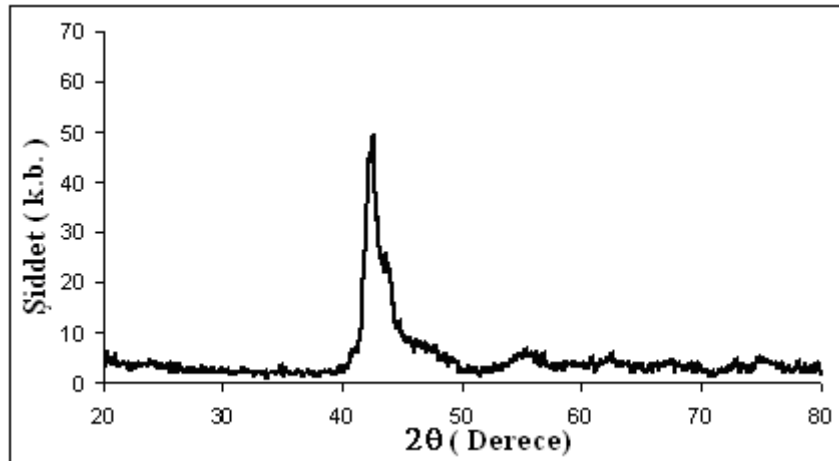
$$V = a.b.c \quad (7.4.)$$

eşitliği ile bulunur.

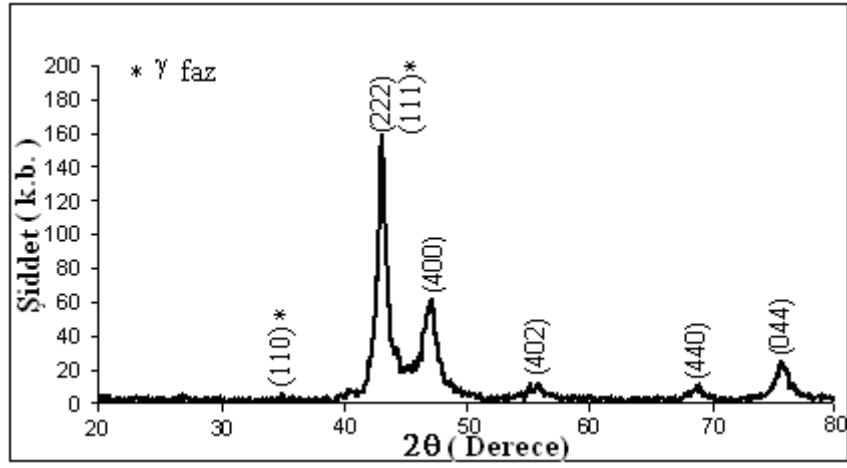
c/a oranına bakıp alaşımların martensit yapısı hakkında bilgi sahibi olunabilir. Meydana gelen martensit dönüşüm daha öncede bahsettiğimiz gibi nonmodulated ve modulated martensit yapı diye ikiye ayrılır. Nonmodulated martensit, tetragonal bir yapıdır ve c/a>1 olduğu zaman cisim merkezli tetragonal (bct), c/a< 1 olduğu zaman yüzey merkezli tetragonal (fct) dir. fct nonmodulated yapı L₁₀ yapı olarak da adlandırılır. Nonmodulated yapıda c_{L10}/a_{L10}=0,825 (<1) ve c_{bct}/a_{bct}>1 dir. Modulated martensit yapı kendi arasında ikiye ayrılır. Bu yapılar 5M tetragonal ve 7M ortogonal yapıdır. 5M yapıda c/a<1, 7M yapıda c/a>1 dir (Gaitzsh, 2006).

7.2.1. S1 Alaşımının X-Işını Analizi

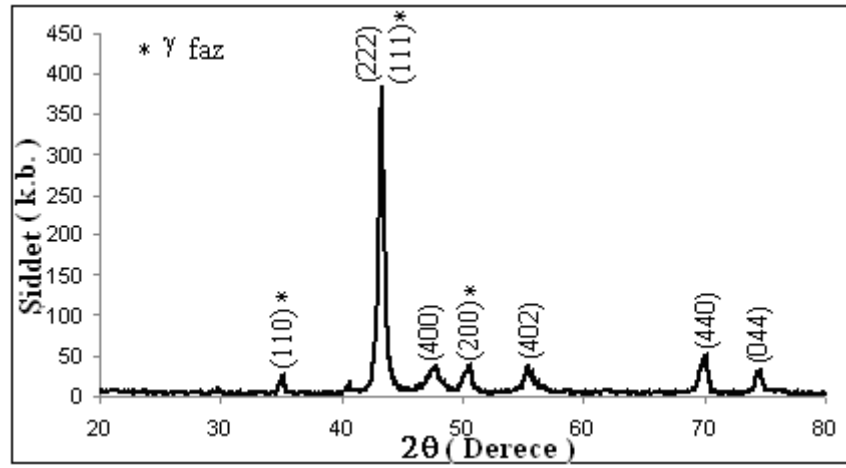
Isıl işlemsiz ve 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat ısıtılma tabii tutulmuş S1 alaşımının x-ışınları ölçümü 2°/dak. tarama hızı ile 0-80° aralığında alındı. Alaşımların x-ışını difraktogramları Şekil 7.1-7.4 de ve üstüste binmiş hali ise Şekil 7.5 de verildi.



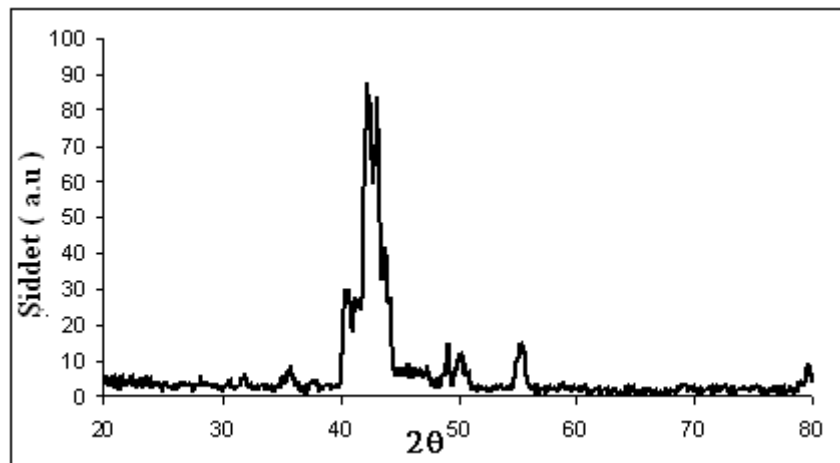
Şekil 7.1. Isıl işlemsiz S1 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



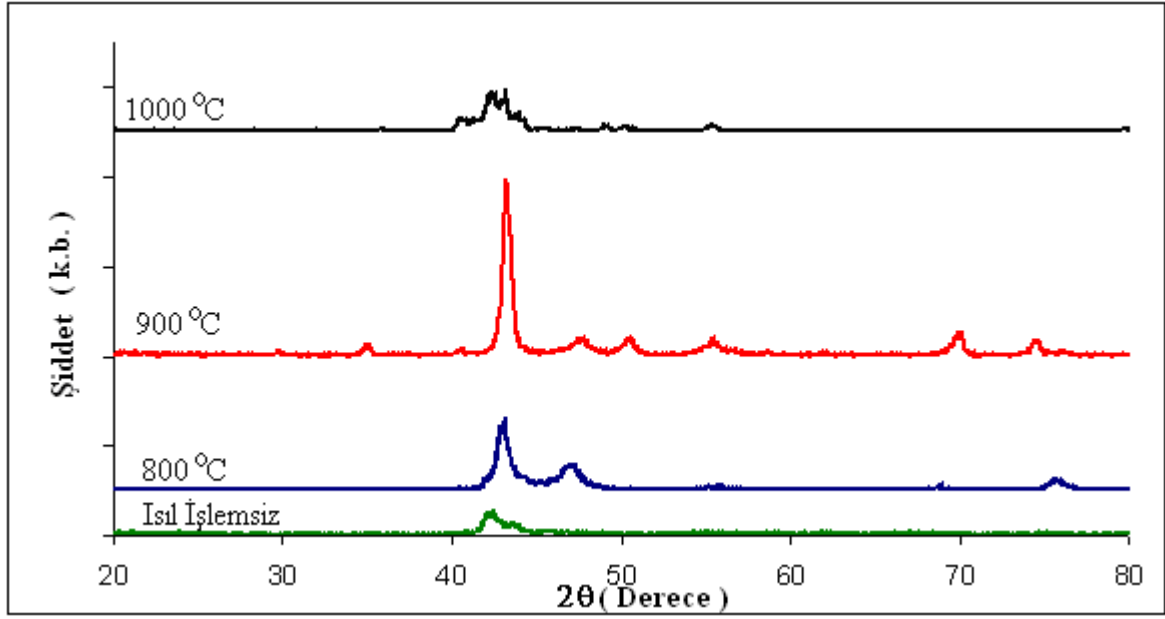
Şekil 7.2. 800 °C de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.3. 900 °C de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.4. 1000 °C de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.5. Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S1 alaşımının x-ışınları difraktogramı.

Isıl işlemsiz ve 1000 °C de ısıtılmış S1 alaşımının x-ışını difraktogramları incelendiğinde yayvan ve şiddeti düşük tek pik görülmektedir (Şekil 7.1). Bu ısıtılmış ve 1000 °C de ısıtılmış S1 alaşımının tek fazlı yapıya sahip olduğunu ancak kristal yapının tamamlanmadığını dolayısıyla amorf fazla birlikte bulunabileceği görülmektedir. 800 °C ve 900 °C ısıtılmış S1 alaşımına ait difraksiyon pikleri incelendiğinde ise alaşımın kristal yapının daha iyi olduğu görülmektedir. Pons ve arkadaşlarının yaptığı çalışmadan faydalanılarak alaşımın kristal yapısının tetragonal yapıda olduğu bulundu ve tetragonal yapıya göre indislendi (Pons vd., 2000). 800 °C ve 900 °C ısıtılmasından sonra alınan x-ışını difraktogramlarında 43° civarı gözlenen (222) pikinin keskinliğinin arttığı ve ısıtılmış halde tek olan pikte yarılmaların meydana geldiği göstergesidir. Piklerin şiddetinin ve sayısının artması kristal fazın daha düzenli olduğunun göstermektedir. 1000 °C ısıtılmış S1 alaşımına ait difraktogramda pik şiddetinin düştüğü ve pikin yayvanlaştığı açıkça görülmektedir. 1000 °C deki numune, ısıtılmış numuneyle benzer özellik gösterdiğinden kristal yapının tekrar bozulmaya başladığı ve yapının düzensiz bir forma kaydığı söylenebilir. Isıl işlemle S1 numunesinin kristal yapısındaki değişim Şekil 7.5 de açıkça görülmektedir.

Alaşımın tetragonal yapıya göre Denklem 7.1 den hesaplanan örgü parametreleri ve c/a oranı ile Denklem 7.2 kullanılarak hesaplanan birim hücre hacimleri Tablo 7.2 de verilmiştir. 800 °C ve 900 °C de ısıtılmış S1 alaşımının sırasıyla c/a oranı 0,85 ve 0,87 olduğundan sergiledikleri martensit yapının NM (nonmodulated) yapı olduğu söylenebilir (Pons vd.,

2000). Pons ve arkadaşlarına göre e/a 7,67 - 8,10 aralığında olan NiMnGa alaşımları oda sıcaklığında L₁₀ yapı sergilemektedir (Pons vd., 2000). Buna göre, S1 alaşımının e/a değeri 7,66 olduğu için martensit yapının L₁₀ yapıda olduğu söylenebilir. Bu durum, yukarıda verilen c/a oranına göre, bulunan sonuçlarla uyum içerisindedir.

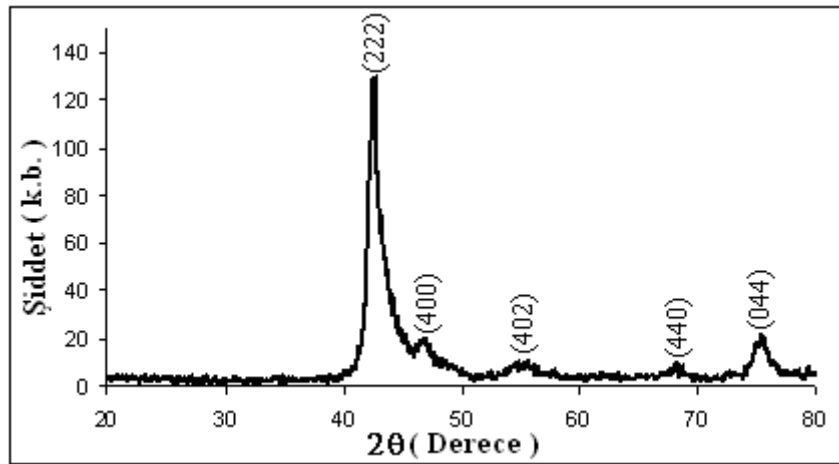
800 °C de ve 900 °C de ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımlarının x-ışını difraktogramlarında NM yapıya uymayan difraksiyon pikleri görülmektedir. Bu piklerin numune yüzeyinde meydana gelen oksitlenmeden veya çökelmeden kaynaklandığı, γ faza ait pikler olduğu literatürle desteklenmektedir (Yang vd., 2011).

Tablo 7.2. 800 °C ve 900 °C ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımının örgü parametreleri.

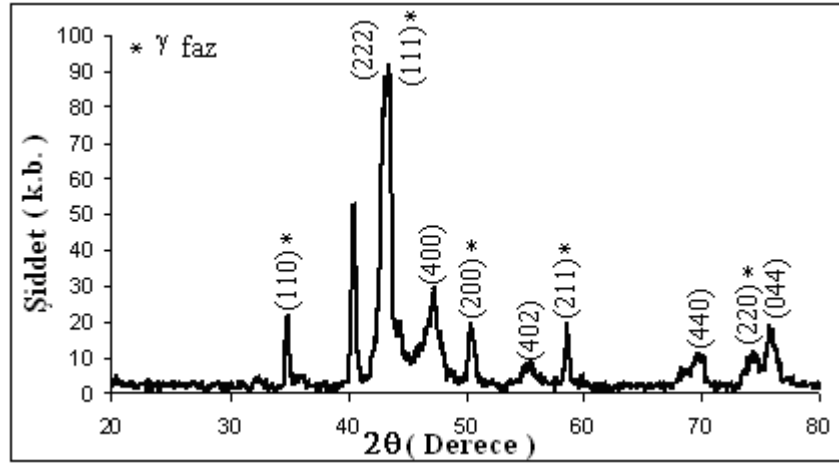
S1 Alaşımı	Kristal yapı	a=b (nm)	c (nm)	c/a	Birim hücre hacmi (nm ³)
800 °C	Tetragonal	0,772	0,656	0,85	0,390
900 °C	Tetragonal	0,760	0,663	0,87	0,382

7.2.2. S2 Alaşımının X-İşını Analizi

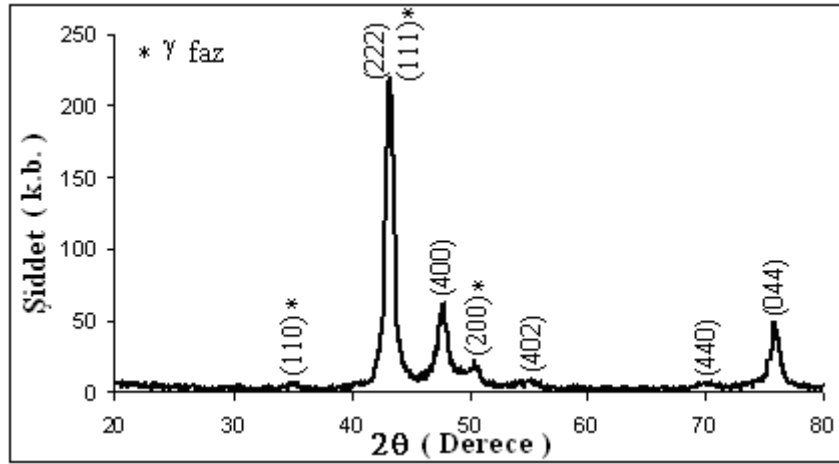
Isıl işlemsiz ve 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat ısıtıl işleme tabii tutulmuş S2 alaşımın x-ışınları ölçümü 2°/dak. tarama hızı ile 0-80° aralığında alındı. Alaşımların x-ışını difraktogramları Şekil 7.6-7.9 da ve üstüste binmiş hali ise Şekil 7.10 da verildi.



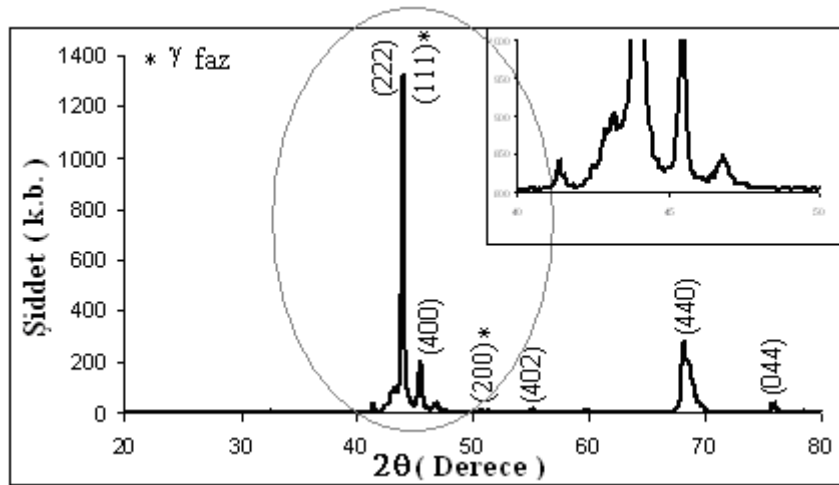
Şekil 7.6. Isıl işlemsiz S2 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.7. 800 °C de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.8. 900 °C de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



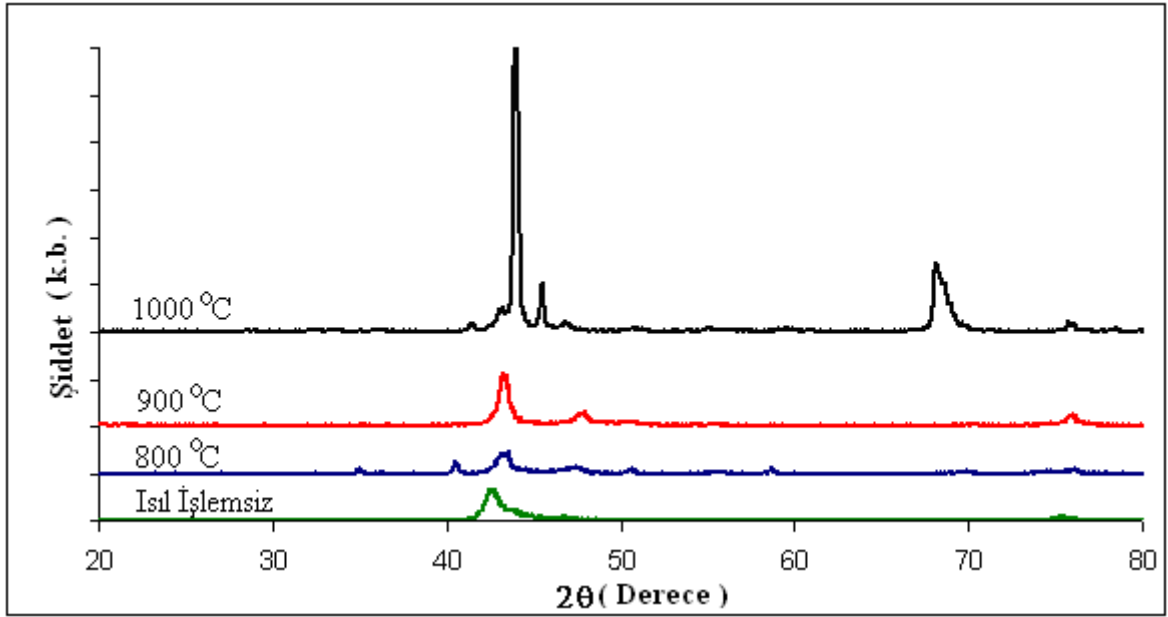
Şekil 7.9. 1000 °C de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının x-ışınları difraktogramı.

Isıl işlemsiz S2 alaşımlarının oda sıcaklığındaki x-ışınları difraktogramına bakıldığında martensit yapı sergilediği tespit edildi ve bunun literatürle uyum içinde olduğu görüldü (Wedel ve Itagaki, 2001). Isıl işlemsiz örneğin x-ışınları difraktogramına bakıldığında 42° civarı şiddeti büyük (222) piki, 46° civarı (400) piki, 55° civarı (402) piki, 68° civarı (440) piki ve 75° civarı (044) piki gözlenmektedir. Bu pikler S2 alaşımlarının karakteristik pikleri olup Pons ve arkadaşlarının çalışmalarında da gözlenen piklerle uyum içindedir. Bu ısılsız S2 alaşımlarının L₁₀ martensit yapı sergilediği görülmektedir. 800 °C de ısılsız işlem görmüş S2 alaşımlarının x-ışınlarına bakıldığında, piklerde yarılmaların arttığı ve keskinleştiği görülmektedir ve bu 800 °C ısılsız işleminden sonra S2 alaşımlarında yeni bir fazın ortaya çıktığının bir göstergesidir. Yapılan çalışmalarla karşılaştırıldığında, bu fazın γ faz olduğu düşünülmektedir (Wedel ve Itagaki, 2001). 900 °C de ısılsız işlem görmüş S2 alaşımlarında temel pik olan (222) piki ile diğer piklerin şiddetlerinde ısılsız ve 800 °C de ısılsız işlem uygulanmış S2 alaşımlarındaki piklere göre artış gözlenmiştir. 1000 °C de ısılsız işlem görmüş S2 alaşımlarında (222) pikinin şiddetinin değeri yaklaşık 1400 k.b. olduğu için pikler net görülmemektedir. Bu durumu açığa çıkarmak için x-ışını difraktogramının sadece 40° ile 50° arası çizilecek olursa başka piklerin varlığı ortaya çıkmaktadır (Şekil 7.9. küçük pencere). Genel itibarıyla 1000 °C’ de ısılsız işlem görmüş S2 alaşımlarını NM yapı sergilerken, arada bulunan 45° civarındaki iki pik 7M martensit yapıyı işaret etmektedir (Ivester, 2002).

Tablo 7.3 e bakıldığında c/a oranı ve birim hücre hacminin ısılsız işlemle arttığı görülmektedir. 1000 °C de ısılsız işlem görmüş alaşımların c/a oranı 1’ den büyük olduğu için bu alaşımların artık bct NM martensit yapı (L₁₀ yapıdan) yerine fct NM martensit yapı sergilediği kabul edilmektedir (Pons vd., 2000). Buradan, artan ısılsız işlemle S2 numunesinde bir faz dönüşümü olduğu ortaya çıkarılmıştır.

Tablo 7.3. Isıl işlemsiz, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C ısılsız işlem görmüş S2 alaşımlarının örgü parametreleri.

S2 Alaşımı	Kristal yapı	a=b (nm)	c (nm)	c/a	Birim hücre hacmi (nm ³)
Isıl İşlemsiz	Tetragonal	0,789	0,655	0,83	0,407
800 °C	Tetragonal	0,769	0,655	0,85	0,387
900 °C	Tetragonal	0,760	0,664	0,87	0,383
1000 °C	Tetragonal	0,660	0,961	1,46	0,418

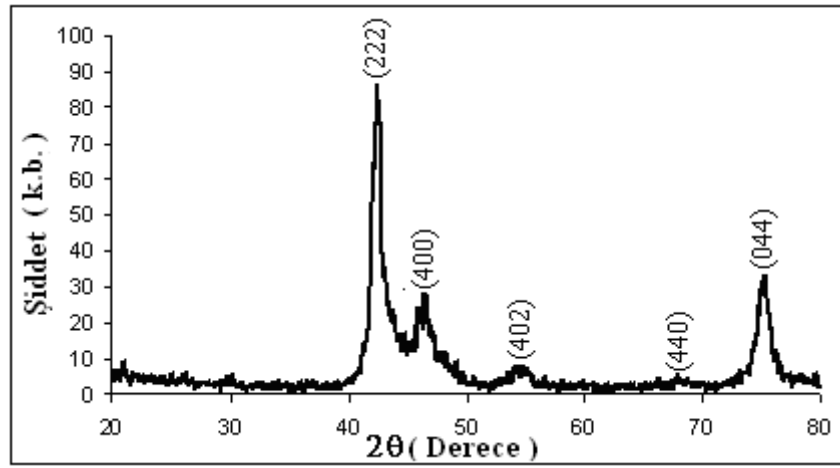


Şekil 7.10. Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S2 alaşımının x-ışınları difraktogramı.

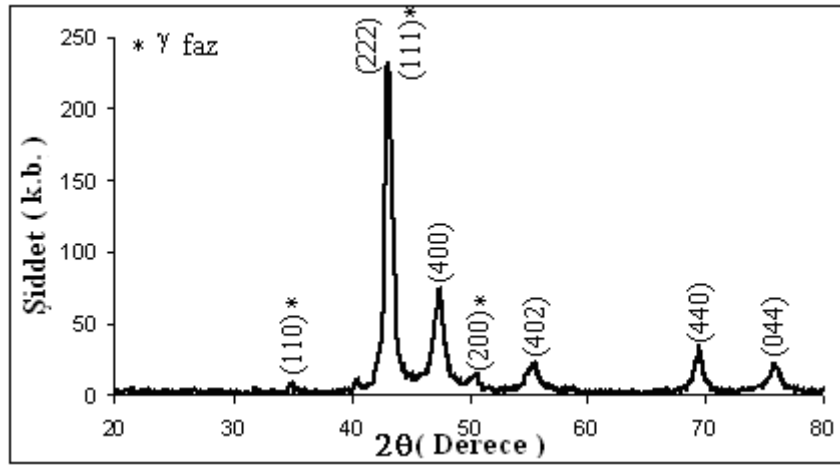
7.2.3. S3 Alaşımının X-ışını Analizi

Isıl işlemsiz ve 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat ısıtılma tabii tutulmuş S3 alaşımın x-ışınları ölçümü 2°/dak. tarama hızı ile 0-80° aralığında alındı ve Şekil 7.11-7.14 de verildi ve bu x-ışınları difraktogramlarının üstüste binmiş hali de Şekil 7.15 de görülmektedir.

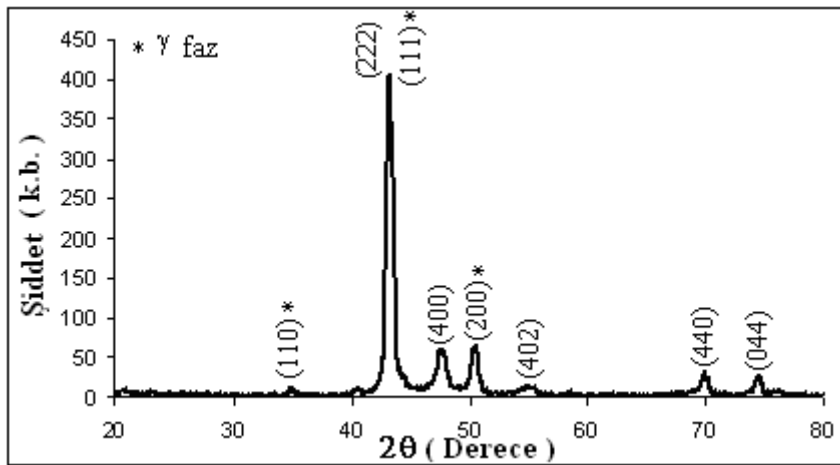
Isıl işlemsiz S3 alaşımının oda sıcaklığında martensit durumunda x-ışını difraktogramına bakıldığında (Şekil 7.11) L_{10} martensit yapı sergilediği görülmektedir. Bu yapı ve elde edilen bütün piklerin Pons ve arkadaşlarının çalışmalarındaki piklerle uyum içinde olduğu görülmüştür (Pons vd., 2000). 800 °C ısıtılma sonra S3 alaşımının x-ışını difraktogramında, Nonmodulated martensit ve γ fazın aynı anda yapıda bulunduğu görülmüştür. Bu ısıtılma, ısıtılma örneğe göre 800 °C ısıtılma sonucunda yeni piklerin ortaya çıktığı, piklerin şiddeti de arttığı saptanmıştır. Bu yeni piklerin γ faza ait olduğu tespit edilmiştir. 900 °C de ısıtılma görmüş S3 alaşımı, 800 °C de ısıtılma görmüş alaşımla benzer x-ışını piklerine sahiptir ancak 900 °C ısıtılma gören alaşımın piklerinin şiddetinin daha fazla olduğu bulunmuştur. 1000 °C de ısıtılma görmüş S3 alaşımında da NM martensit faz ve γ faz birlikte bulunmaktadır. S3 alaşımının en yüksek x-ışınları şiddeti değerinin 1000 °C ısıtılma sıcaklığında ısıtılma gören alaşım olduğu tespit edildi.



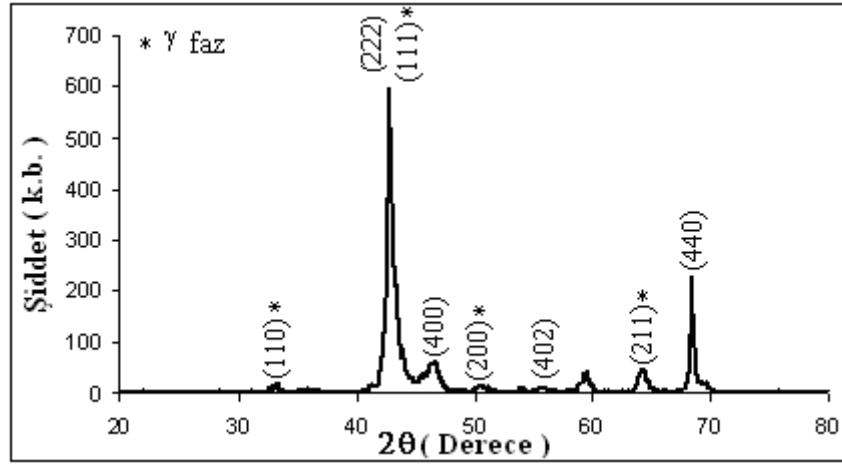
Şekil 7.11. Isıl işlemsiz S3 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



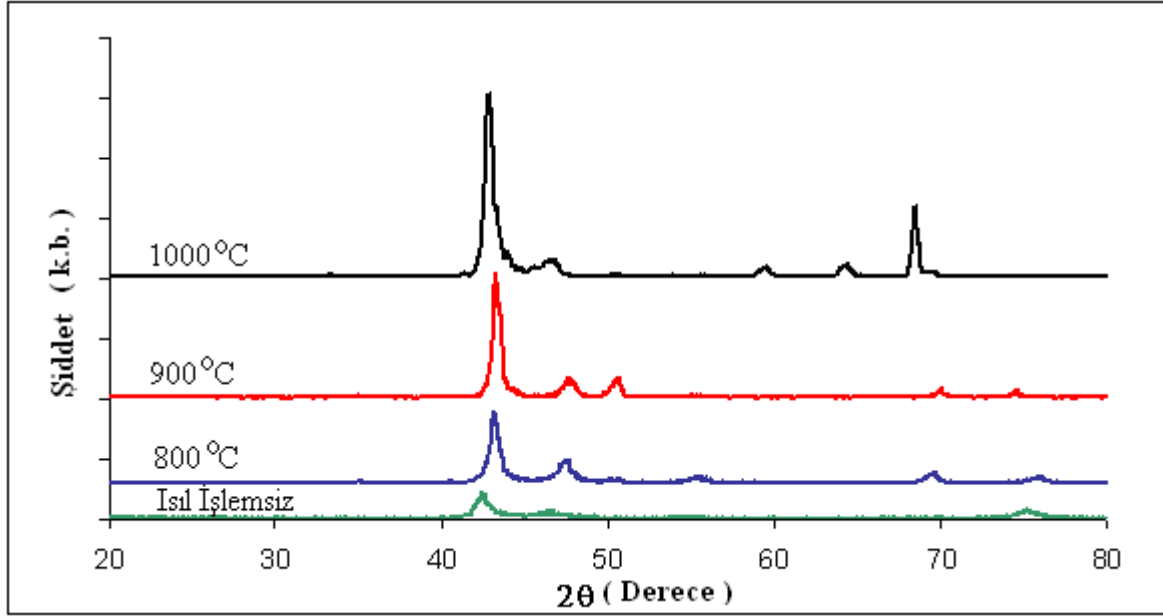
Şekil 7.12. 800 °C de ısıl işlem görmüş S3 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.13. 900 °C de ısıl işlem görmüş S3 alaşımının X ışınları difraktogramı.



Şekil 7.14. 1000 °C de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.15. Isıl işlemsiz ve ısıt işlemli S3 alaşımının x-ışınları difraktogramı.

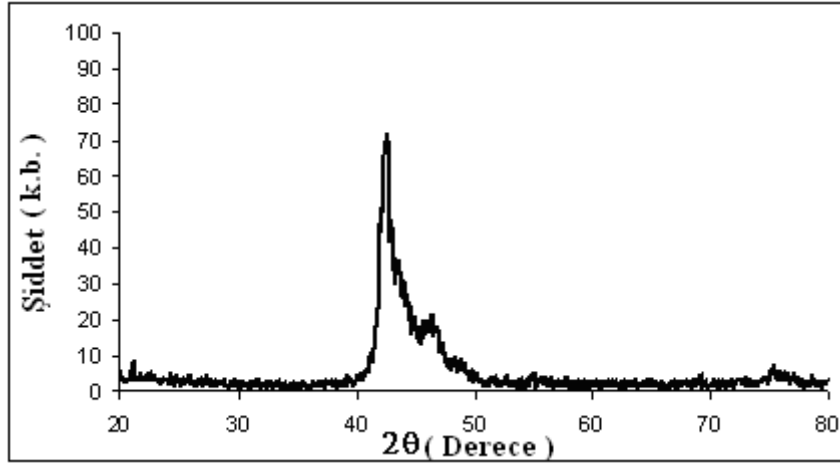
Tablo 7.4. Isıl işlemsiz, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C ısıt işlem görmüş S3 alaşımının örgü parametreleri.

S3 Alaşımı	Kristal yapı	a=b (nm)	c (nm)	c/a	Birim hücre hacmi (nm ³)
Isıl İşlemsiz	Tetragonal	0,798	0,650	0,81	0,414
800 °C	Tetragonal	0,770	0,657	0,85	0,389
900 °C	Tetragonal	0,764	0,663	0,87	0,386
1000 °C	Tetragonal	0,780	0,638	0,82	0,388

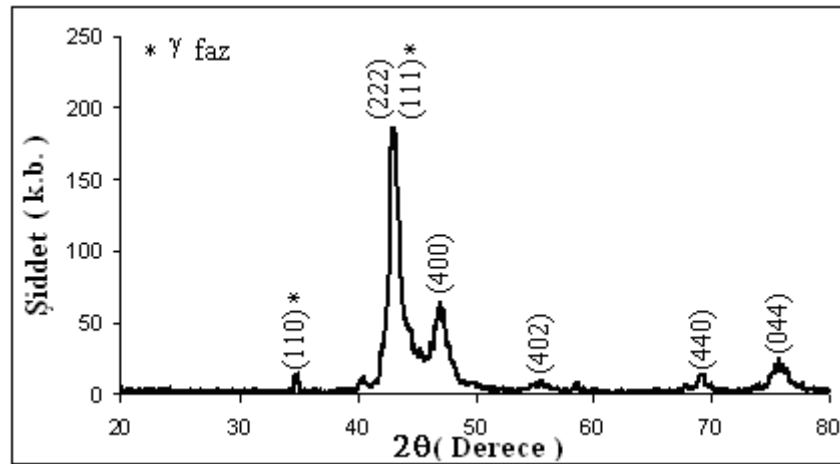
Tablo 7.4 de c/a oranı ve birim hücre hacminin ısıtma işlemiyle değişimi verildi. Bu tabloya göre c/a oranının 1000 °C ısıtma işlem sıcaklığına kadar arttığı, 1000 °C de ise azaldığı görüldü. Isıtma işlemli alaşımlar için, birim hücre hacmi aynı olduğu ve ısıtma işlemli alaşıma göre düştüğü gözlemlendi.

7.2.4. S4 Alaşımlarının X-Işını Analizi

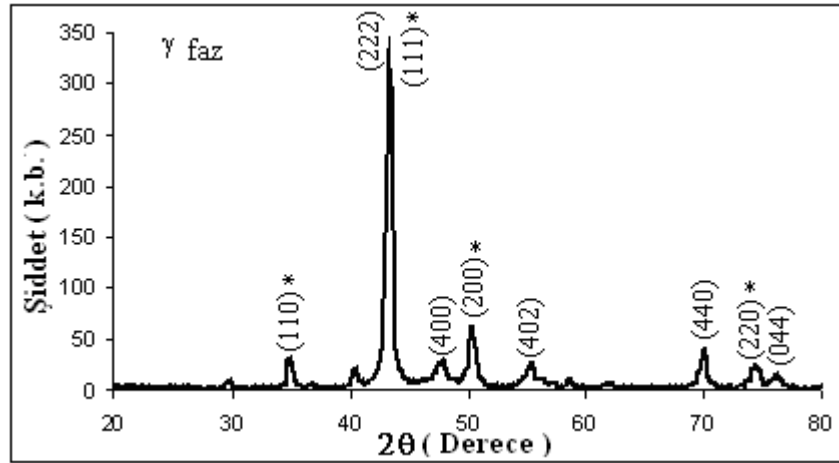
Isıtma işlemli ve 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat ısıtma işlemi tabii tutulmuş S4 alaşımların x-ışınları ölçümü 2°/dak. tarama hızı ile 0-80° aralığında alındı ve Şekil 7.16-7.19 da verildi. S4 alaşımlarının dört farklı durum için üstüste binmiş hali Şekil 7.20 de görülmektedir.



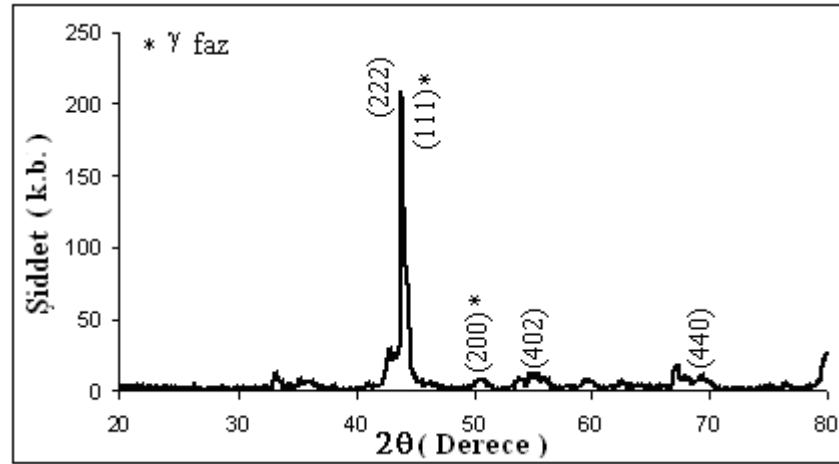
Şekil 7.16. Isıtma işlemli S4 alaşımlarının x-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.17. 800 °C de ısıtma işlem görmüş S4 alaşımlarının x-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.18. 900 °C de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının x-ışınları difraktogramı.



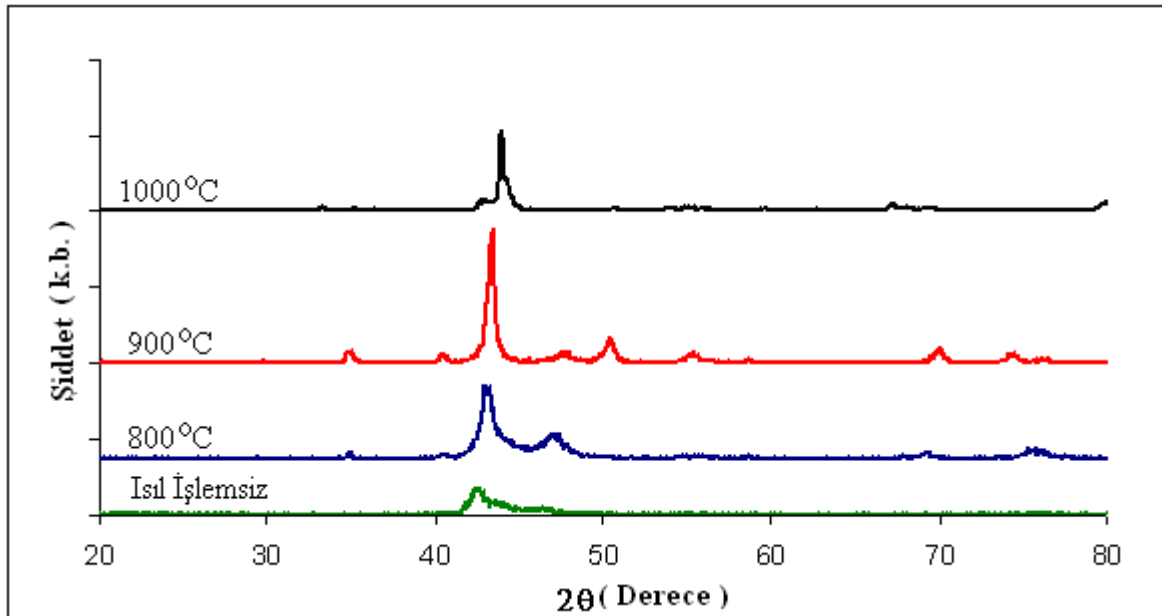
Şekil 7.19. 1000 °C de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının x-ışınları difraktogramı.

Isıl işlemsiz S4 alaşımının x-ışını difraktogramında (222) ana piki ve (400) ile (044) pikleri fark edilmekte ancak net olarak görülmemektedir. Bu alaşımın x-ışını şiddeti çok düşüktür, (222) piki ile (400) piki arasında yarılmama olarak meydana gelmediği için yapı ‘amorfa yakın bir yapıdır’ denebilir. 800 °C de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının x-ışını difraktogramına bakıldığında x-ışının şiddetinin arttığı ve bu alaşımda iki faz olduğu görülmektedir. Biri Nonmodulated (L_{10}) martensit fazı, diğeri γ fazıdır ancak NM faza ait pik sayısı daha fazladır. 900 °C de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının x-ışını difraktogramından, piklerin şiddetinin arttığı ve pikler belirgin hale geldiği görüldü. Burada da (L_{10}) martensit fazı ve γ faz birlikte görülmektedir. Aynı zamanda γ faza ait piklerin sayısının arttığı da gözlenmiştir. 1000 °C de ısıt işlem gören S4 alaşımının x-ışını piklerinin şiddeti düşüktür ve kristal yapısı bct nonmodulated (NM) martensit yapıdan fct nonmodulated (NM) yapıya dönüştüğü Tablo 7.5 deki c/a oranındaki değişimden açıkça görülmektedir (Pons ve vd., 2000).

Tablo 7.5' e bakıldığında, 800 °C ve 900 °C deki c/a oranı hemen hemen birbirine eşit, 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımında ise c/a oranı birden büyüktür ve en büyük birim hücre hacmi değeri, 1000 °C de ısıtıl işlem gören S4 alaşımında görülmektedir.

Tablo 7.5. 800 °C, 900 °C ve 1000 °C ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımının örgü parametreleri.

S4 Alaşımı	Kristal yapı	a=b (nm)	c (nm)	c/a	Birim hücre hacmi (nm ³)
800 °C	Tetragonal	0,766	0,666	0,87	0,390
900 °C	Tetragonal	0,763	0,656	0,86	0,382
1000 °C	Tetragonal	0,632	1,057	1,67	0,422

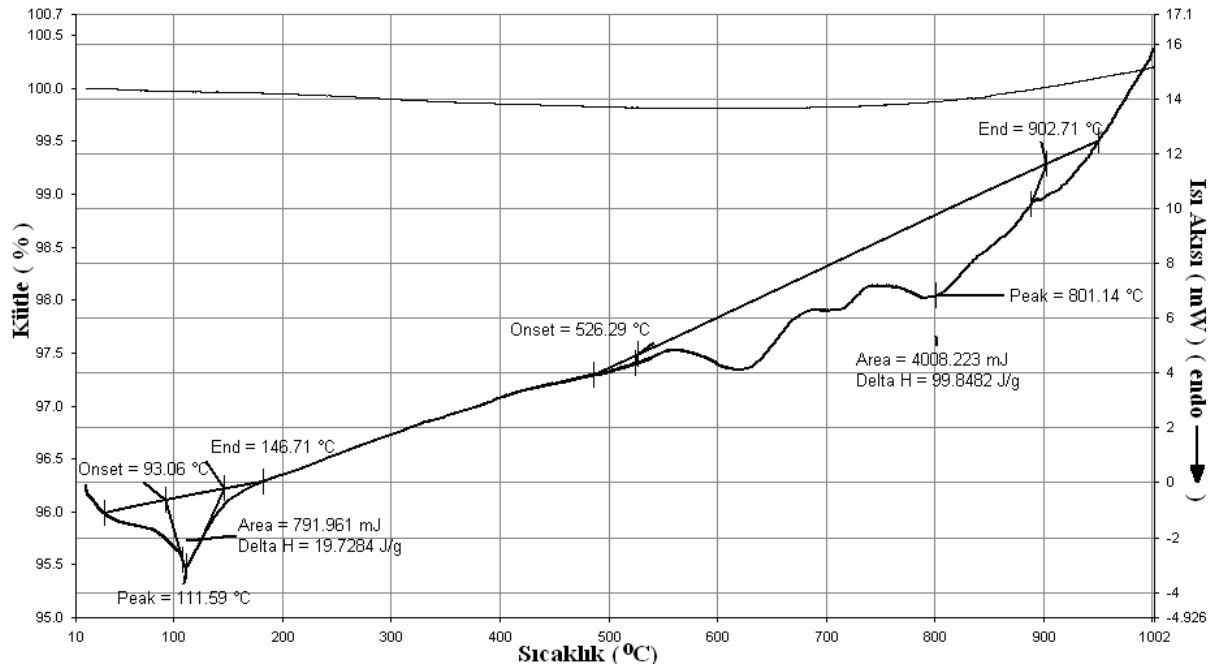
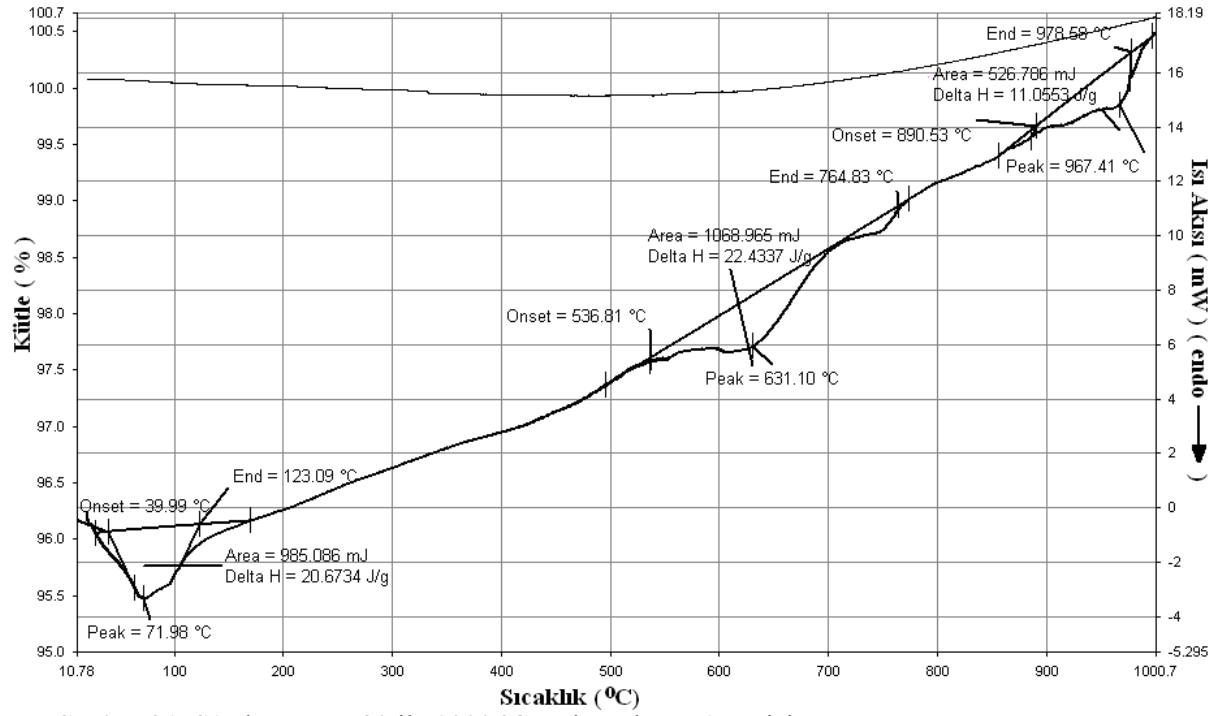


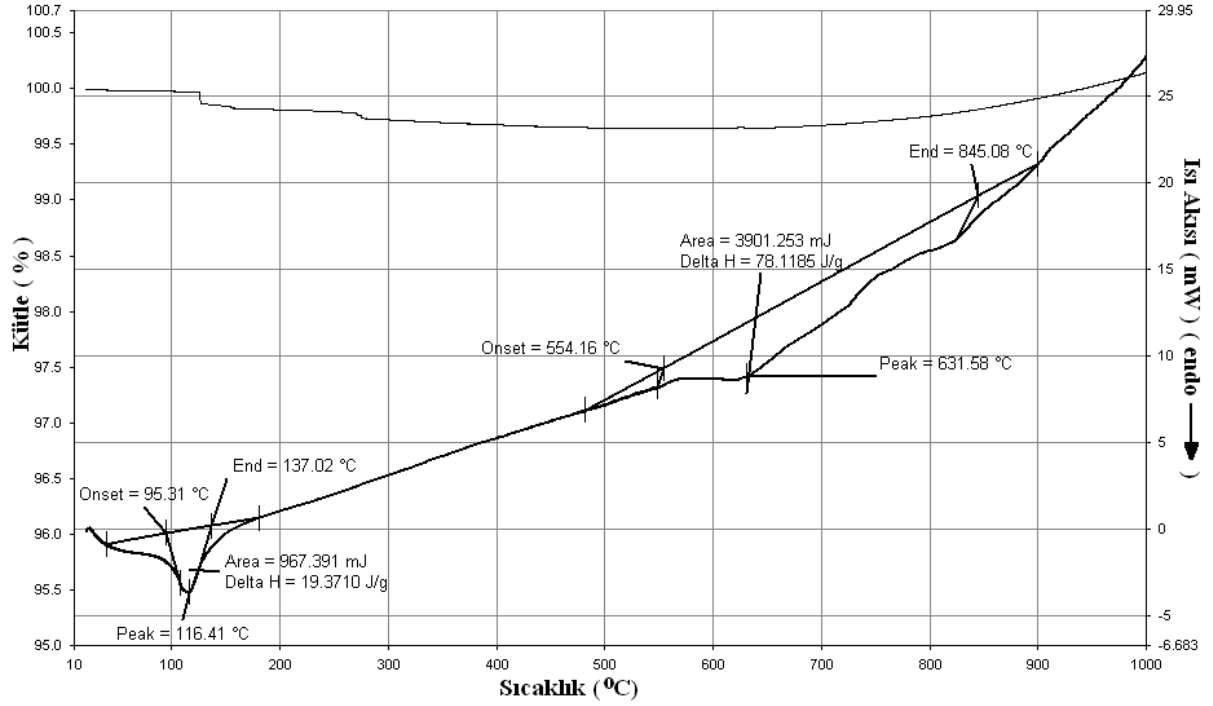
Şekil 7.20. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemli S4 alaşımının x-ışınları difraktogramı.

7.3. DTA Ölçümleri

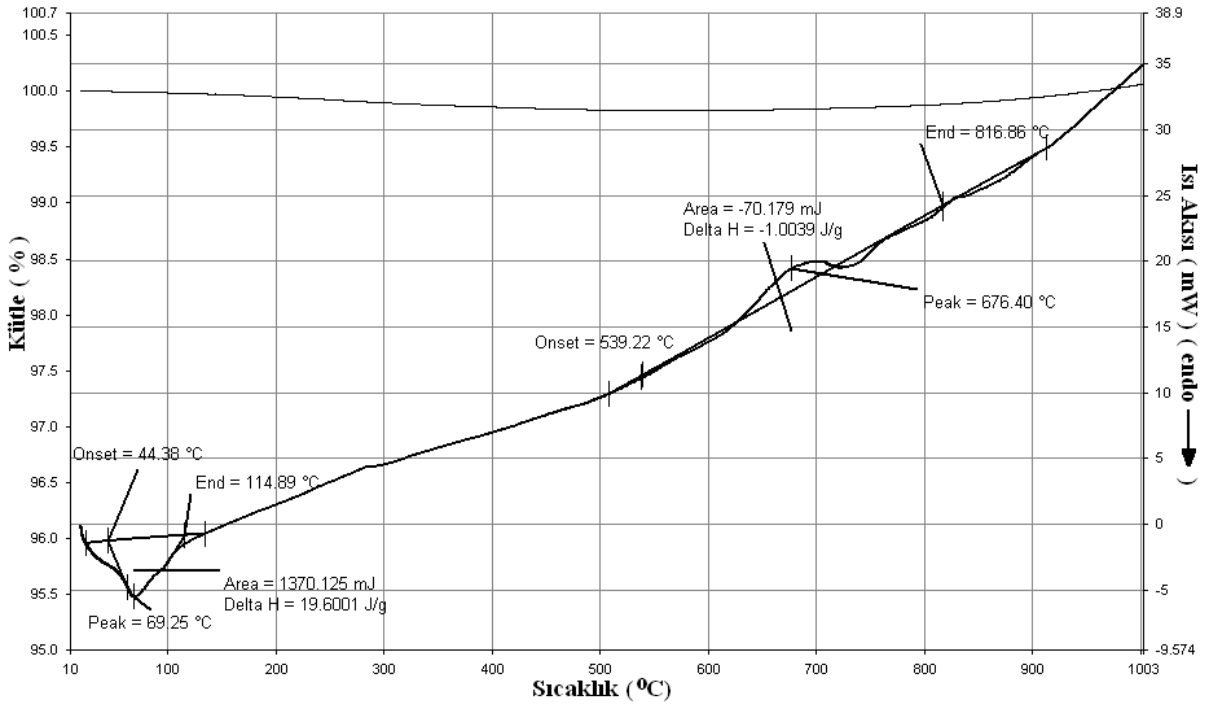
Yüksek sıcaklık diferansiyel termal analiz cihazı (DTA) ile ısıtıl işlemli S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının 20 °C/dak. ısıtılma hızı ile hava atmosferinde 20-1000 °C aralığında ısı akısı eğrisi elde edildi (Şekil 7.21-7.24). Bu eğrilerden numunelerin iki faz geçişi tespit edildi. S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının TG/DTA eğrilerinde kütle kaybı meydana gelmediği için ilk faz dönüşümü; L₂₁ yapıdan NM (nonmodulated) martensit yapıya geçiş olarak adlandırılabilir. S1 için T_p=71,98 °C, S2 için T_p=111,59 °C, S3 için T_p=116,41 °C ve S4 için T_p=69,40 °C dir.

Tablo 6.1 de Nikel oranlarının ağırlıkça sıralaması yapılırsa, $S4 < S1 < S2 < S3$ tür. Bu oranla T_p sıcaklıkları kıyaslanırsa, Nikel oranının artması ile pik sıcaklığını arttırdığı sonucuna varılmıştır.





Şekil 7.23. S3 alaşımının 20 ile 1000 °C aralığında DTA eğrisi.



Şekil 7.24. S4 alaşımının 20 ile 1000 °C aralığında DTA eğrisi.

-120 ile 120 °C aralığında NiMnGa alaşımları NM tetragonal, 5M tetragonal veya 7M ortorombik martensit yapıdan L2₁ austenit yapıya geçiş göstermektedir. 120 °C ile ~740 °C aralığında austenit L2₁ yapı sergilemektedir. 740 °C ile 1100 °C aralığında L2₁ austenit yapıdan B2' austenit yapıya geçiş göstermektedir. 1100 °C den sonra ise NiMnGa alaşımları

erimektedir (Şekil 5.9) (Roth vd., 2008). Her dört alaşımın DTA eğilerine bakıldığında yaklaşık 500 °C civarında enerjisi düşük ve düzensiz ikinci bir dönüşüm meydana gelmektedir. Bu dönüşümün x-ışınları difraktogramlarında da rastlanan γ faza ait olduğu düşünülmektedir. 700 °C civarı görülen dönüşüm $B2' \rightarrow L2_1$ geçişinin meydana geldiği sıcaklıktır (Aalto vd., 2003).

7.4. Martensit Dönüşüm Karakteristiğinin DSC İle Belirlenmesi

Isıl işlemsiz ve 800 °C, 900 °C ve 1000 °C’ de 2 saat ısıtma işlem görmüş S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının martensit dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek için DSC (Perkin Elmer Sapphire) ölçümleri 10 °C/ dak. ısıtma hızıyla azot gazı atmosferinde alındı.

Dönüşüm sıcaklıklarından martensit dönüşüm sıcaklığı (T_m)

$$T_m = \frac{M_s + M_f + A_s + A_f}{4} \quad (7.5.)$$

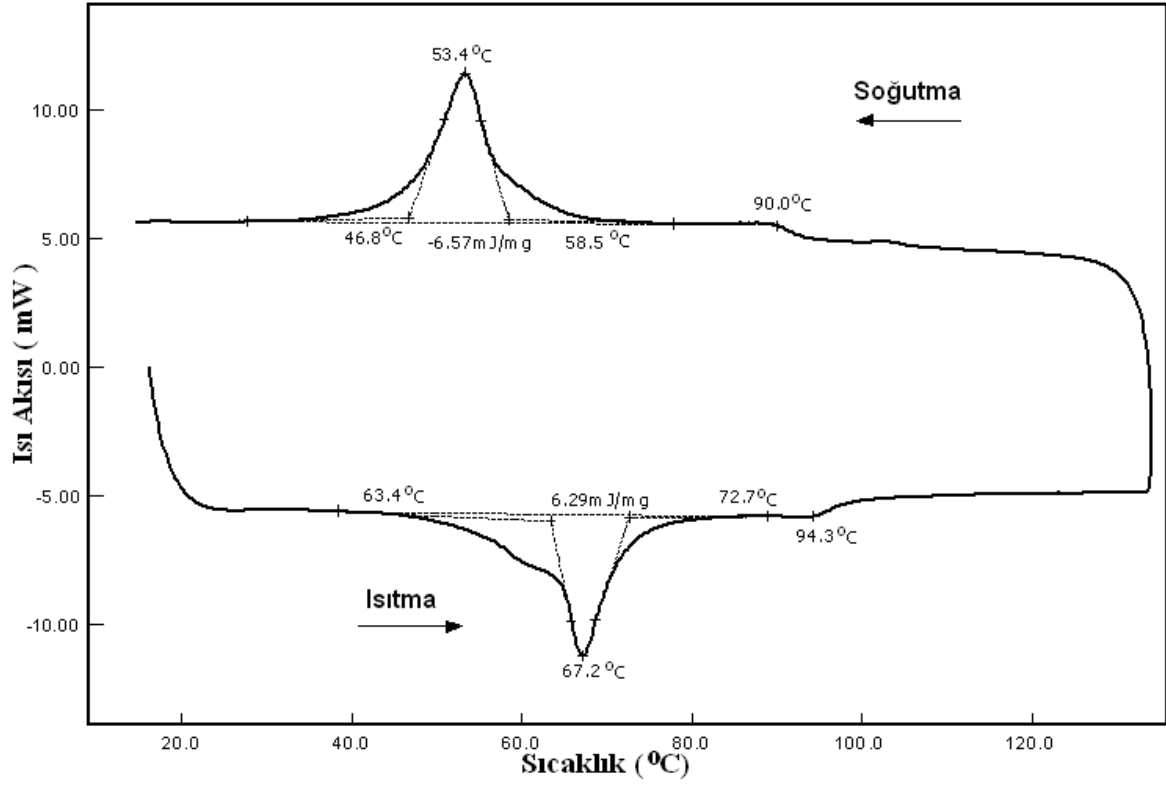
denklemleri ile hesaplanır (Cong vd., 2008).

7.4.1. S1 Alaşımının DSC Ölçümleri

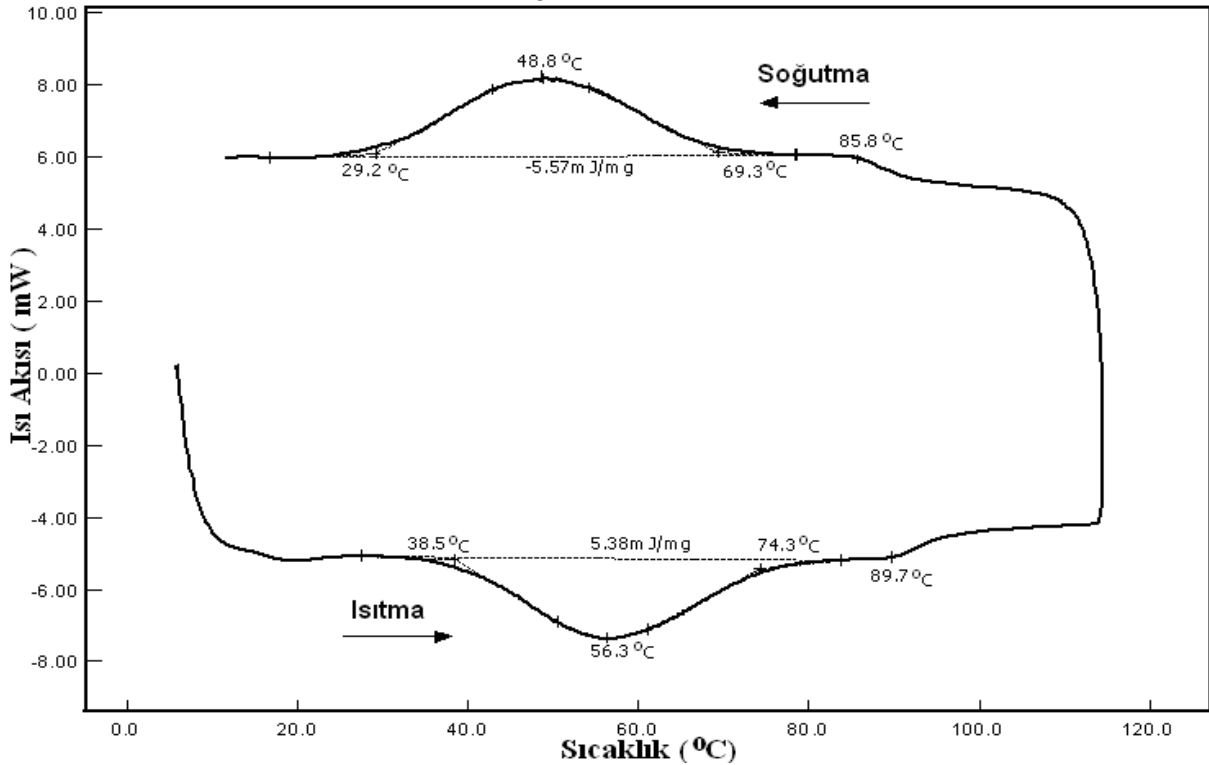
Isıl işlemsiz, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de ısıtma işlem görmüş S1 alaşımının 10 °C/dak. ısıtma hızıyla, 100 ml/dak. azot gazı akışı altında DSC ölçümleri alındı. Alınan bu ölçüm eğrileri Şekil 7.25-7.28 de verildi. Bu grafiklerden ısıtma ve soğutma esnasında meydana gelen faz dönüşümü (A_s, A_f, M_s, M_f) sıcaklıkları ve Curie sıcaklığı belirlendi. Bulunan değerler Tablo 7.6 da verildi.

Isıl işlem uygulanmamış S1 alaşımının austenit başlama ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla 63,4 °C ve 72,7 °C, martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise sırasıyla 58,5 °C ile 46,8 °C olarak bulundu. Ayrıca manyetik şekil hatırlamalı alaşımların Curie sıcaklığı martensit dönüşüm sıcaklığından büyük veya küçük ise ($T_c < T_m$ veya $T_c > T_m$) DSC eğrilerinden Curie sıcaklığını görülebildiğinden bu eğride bulunan küçük pikin tepe değeri Curie sıcaklığı $T_c=94,3$ °C olarak alınabilir. Elektron konsantrasyonu göre $e/a < 7,7$ ise $T_m < T_c$, $e/a > 7,7$ ise $T_m > T_c$ ve $e/a \sim 7,7$ ise $T_m = T_c$ olduğu literatürde belirtilmiştir (Gaitzsch vd., 2006; Singh vd.,

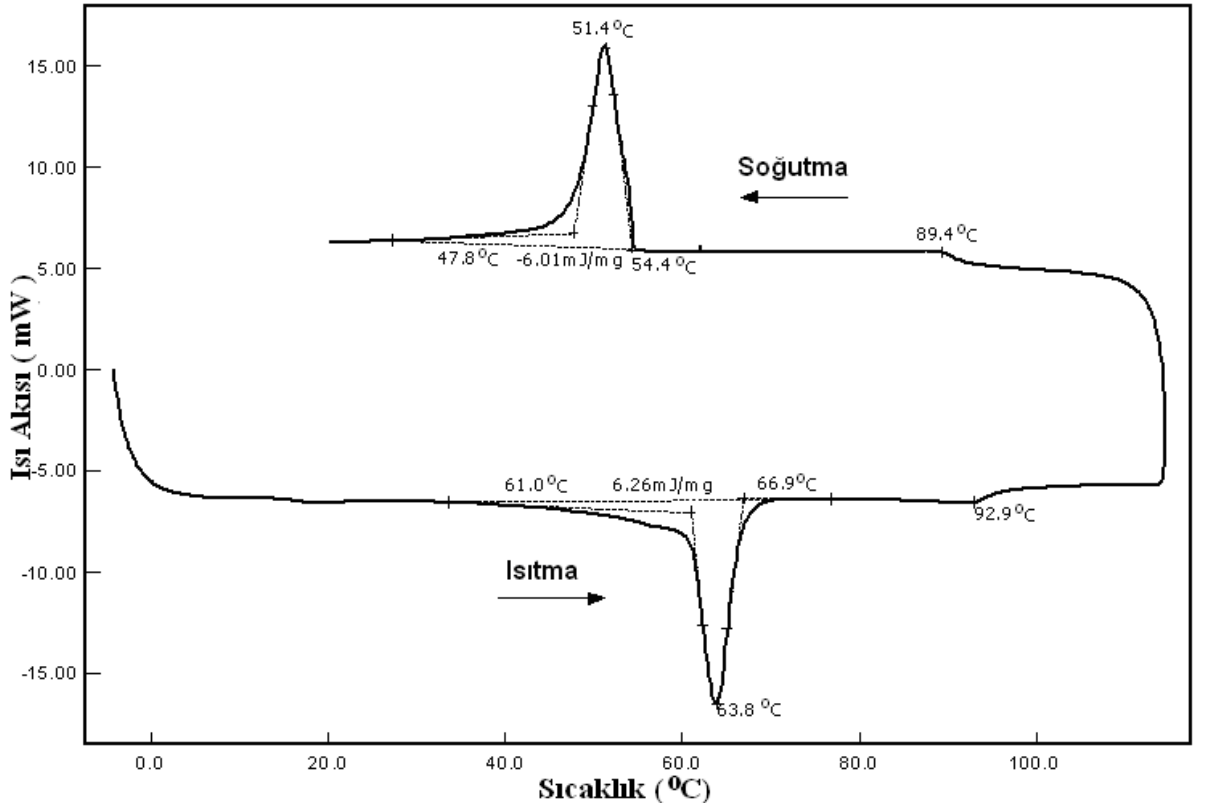
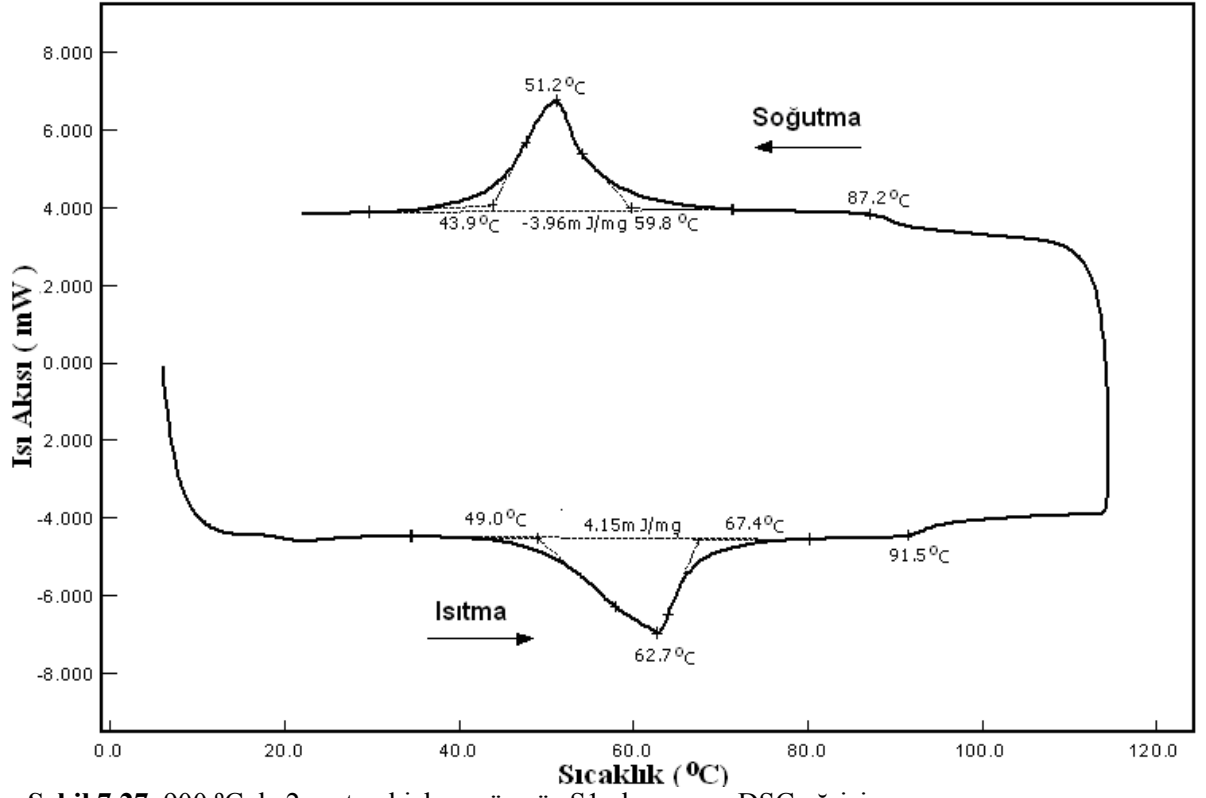
2008; Borisenko vd.,2006). S1 alařımının hesaplanan e/a deęeri 7,66 dir Ferromanyetik řekil hatırlamalı alařımlar Curie sıcaklıęının, martensit dđnüşüm sıcaklıęına göre kıyaslanması ile üçe ayrılmıřlardır. Buna göre S1 alařımı 1. tip FSMA dır (Heill, 2005).



řekil 7.25. Isıl iřlemsiz S1 alařımının DSC eęrisi.



řekil 7.26. 800 °C de 2 saat ısıl iřlem gđrmüş S1 alařımının DSC eęrisi.



800 °C de 2 saat ısıtım işlem görmüş numunelerin 10 °C/dak. ısıtma hızı ile alınan DSC eğrilerinden (Şekil 7.26); austenit başlama, bitiş sıcaklıkları sırasıyla 38,5 °C ve 74,3 °C ve martensit başlama, bitiş sıcaklıkları ise sırasıyla 69,3 °C ile 29,2 °C iken Curie sıcaklığı $T_c=89,7$ olarak bulundu. Isıl işlemsiz S1 alaşımına göre, 800 °C ısıtım işlemli alaşım için austenit başlama sıcaklığı ve Curie sıcaklığında bir düşüş görülmektedir.

900 °C de 2 saat ısıtım işlem görmüş S1 alaşımının 10 °C/dak. ile alınan DSC eğrisinden (Şekil 7.28); austenit başlama ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla 49,0 °C ve 67,4 °C, martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise sırasıyla 59,5 °C ile 43,9 °C ve Curie sıcaklığı $T_c=91,5$ °C olarak bulundu. Yine bu değerler ısıtım işlemsiz S1 alaşımına göre genel olarak düşüş gösterirken, 800 °C ısıtım işlemi tabi tutulmuş alaşıma göre dönüşüm sıcaklığı değeri artmış ve DSC piki keskinleşmiştir.

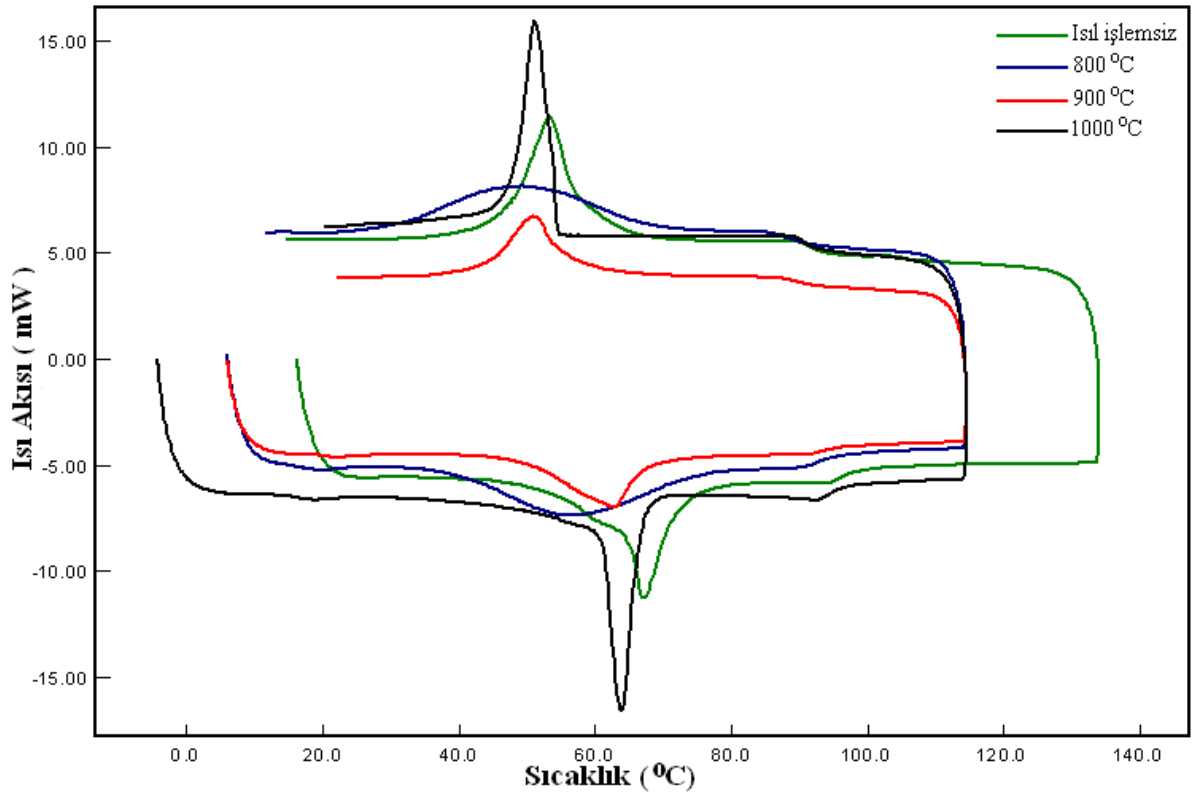
1000 °C de 2 saat ısıtım işlem görmüş alaşımların 10 °C/dak. ile alınan DSC eğrisinden (Şekil 7.28); austenit başlama ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla 61,0 °C ve 66,9 °C, martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise sırasıyla 54,4 °C ile 47,8 °C olarak bulundu. Ayrıca yine DSC eğrilerinden görülen küçük pik (Curie sıcaklığı) $T_c=92,0$ °C dir. Bu değerler, ısıtım işlemsiz S1 alaşımına göre düşüş gösterirken, 800 °C ve 900 °C ısıtım işlemli alaşımlara göre artış göstermiştir.

Isıl işlemsiz ve 800 °C, 900 ve 1000 °C de 2 saat ısıtım işlem uygulanmış S1 alaşımının DSC eğrilerine göre (Şekil 7.29); 800 °C de ısıtım işlem görmüş numunenin martensit dönüşümü geniş bir sıcaklık aralığında başlayıp bitmektedir. Ayrıca 800 °C ısıtım işlemi maruz kalmış S1 alaşım, ısıtım işlemsiz alaşım, 900 °C ve 1000 °C ısıtım işlem görmüş alaşımlar ile kıyaslandığında austenit başlama sıcaklığının düştüğü görüldü (Şekil 7.29). Buradan şu sonuç çıkartılabilir: S1 alaşımında, ısıtım işlem sıcaklığı düştüğünde martensit dönüşüm sıcaklığı oda sıcaklığı değerine yaklaşmıştır. Bununla birlikte ısıtım işlem sıcaklığının azalmasıyla manyetik özelliğinin değişiminin göstergesi olan T_c curie sıcaklığının azaldığı tespit edilmiştir.

Tablo 7.6. S1 alaşımının ısıtım işleminden önce ve sonraki dönüşüm sıcaklıkları.

S1	A_s (°C)	A_p (°C)	A_f (°C)	M_s (°C)	M_p (°C)	M_f (°C)	T_c (°C)
Isıl İşlemsiz	63,4	67,2	72,7	58,5	53,4	46,8	94,3
800 °C	38,5	56,3	74,3	69,3	48,8	29,2	89,7
900 °C	49,0	62,7	67,4	59,8	51,2	43,9	91,5
1000 °C	61,0	63,8	66,9	54,4	51,4	47,8	92,0

S1 alařımının dönüşüm sıcaklık aralığı (TTR) A_f-M_f denkleminde bulundu. Buna göre ısıtılma işlemi S1 alařımı için bu değeri 26,4 °C, 800 °C de ısıtılma işlemi S1 alařımı için 45,1 °C, 900 °C de ısıtılma işlemi görmüş S1 alařımı için 23,5 °C ve 1000 °C de ısıtılma işlemi görmüş alařım için 16 °C olarak bulunmuştur.

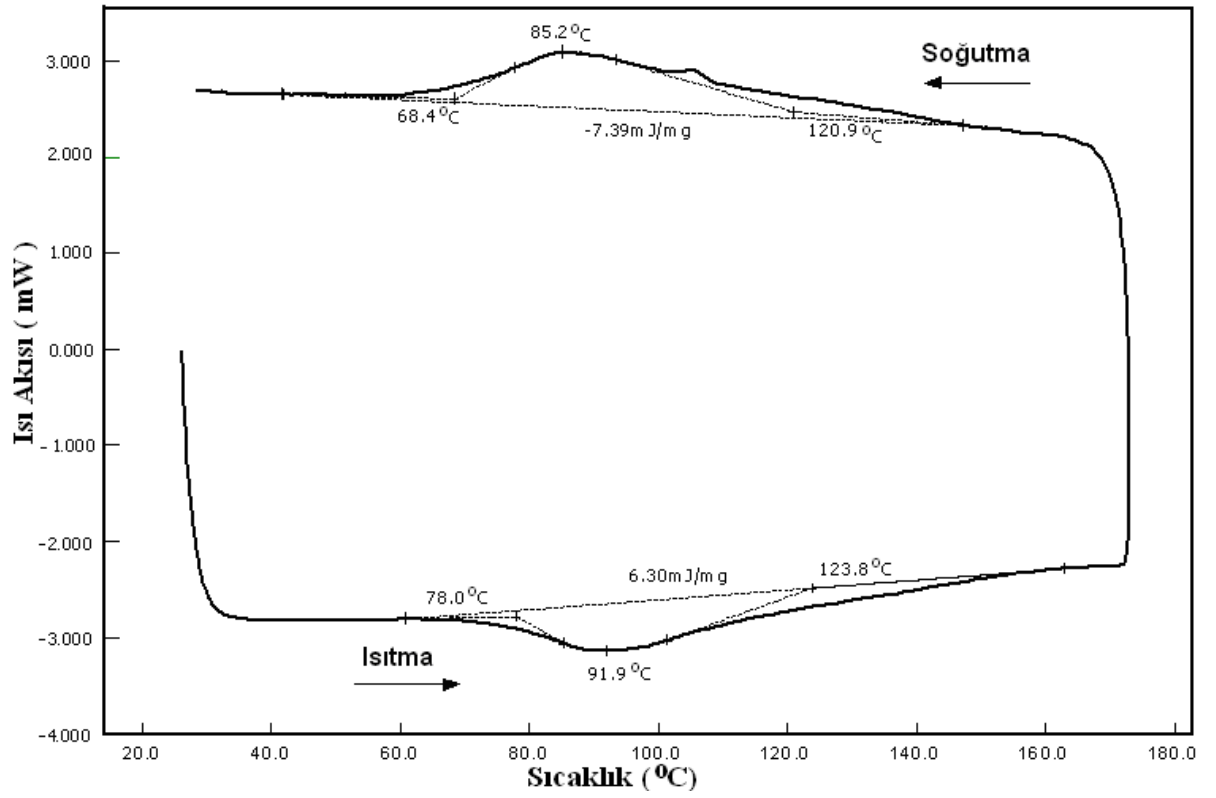


Şekil 7.29. Isıtılma işlemi ve ısıtılma işlemi (800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat) S1 alařımının 10 °C/dak. ile alınan DSC eğrilerinin birlikte gösterimi.

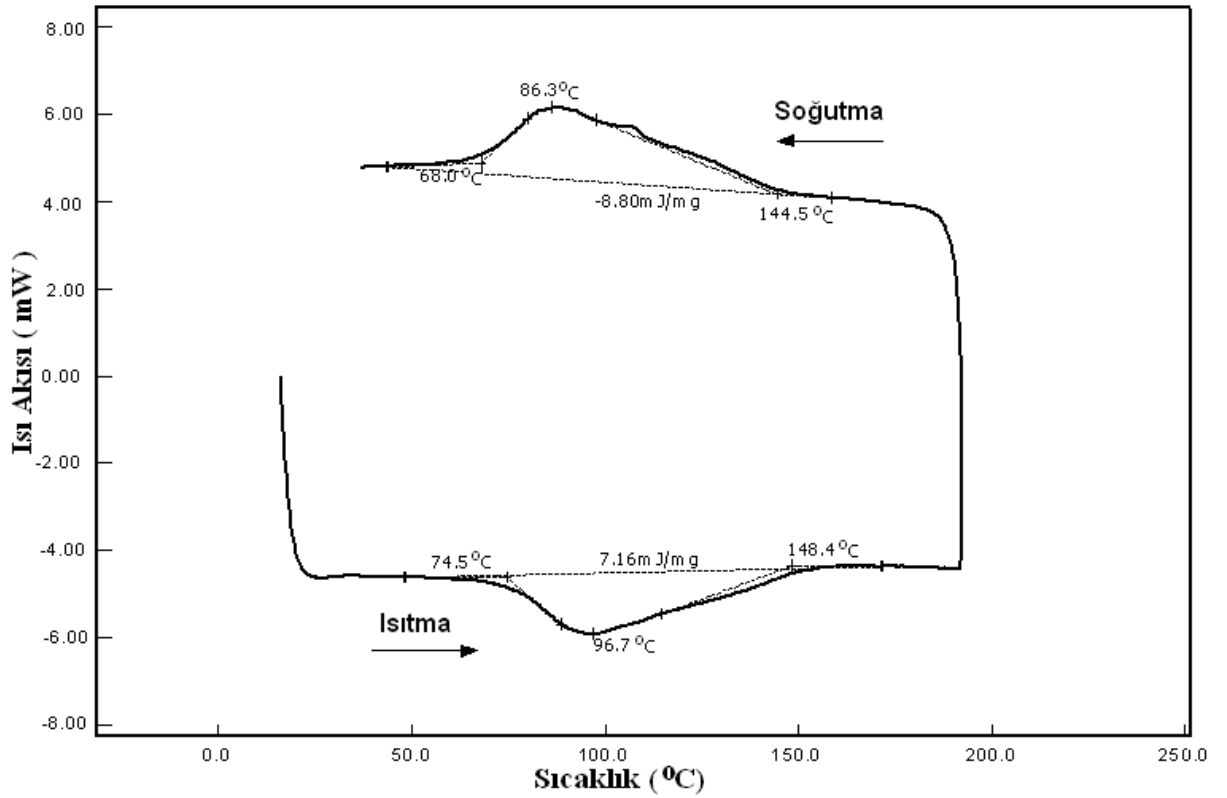
7.4.2. S2 Alařımının DSC Ölçümleri

Isıtılma işlemi, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de ısıtılma işlemi görmüş S2 alařımının 10 °C/dak. ısıtılma hızıyla, 100 ml/dak. azot gazı akışı altında DSC ölçümleri alındı. Alınan bu ölçüm eğrileri Şekil 7.30-7.33 de verildi. Bu grafiklerden ısıtılma ve soğutılma esnasında meydana gelen faz dönüşümü (A_s, A_f, M_s, M_f) sıcaklıkları ve Curie sıcaklığı belirlendi. Bulunan değeri Tablo 7.7 de verildi.

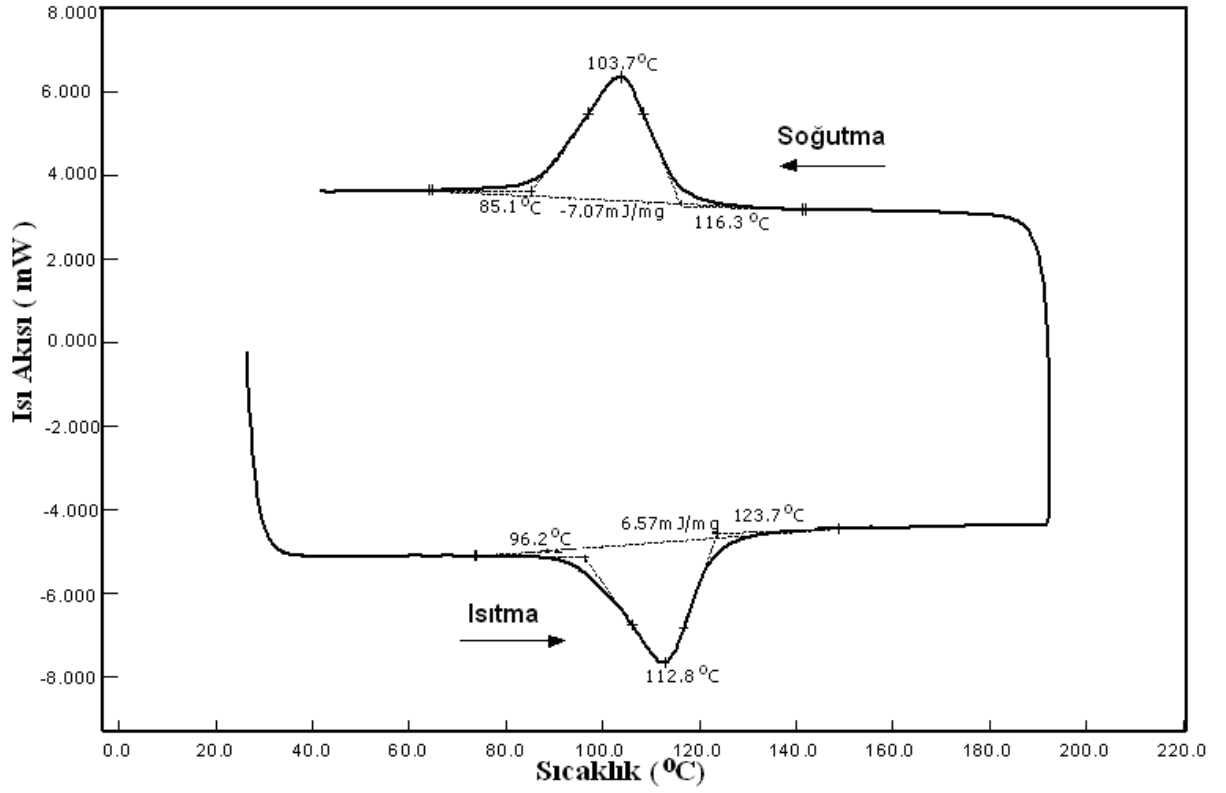
Isıtılma işlemi halde, S2 alařımının austenit başlama ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla; 78,0 ve 123,8 °C, martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise; 120,9 ve 68,4 °C olarak bulundu.



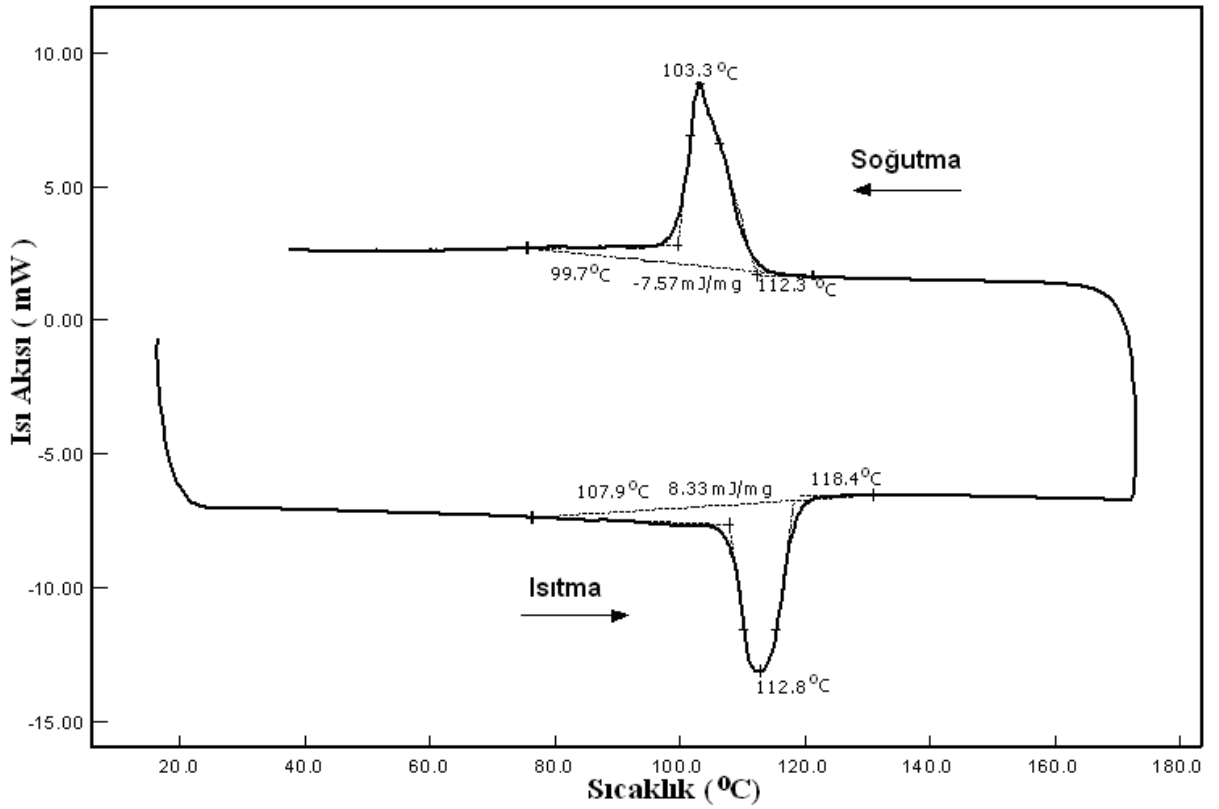
Şekil 7.30. ısıtılmış S2 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.31. 800 °C de 2 saat ısıtılmış S2 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.32. 900 °C de 2 saat ısıt işlem görmüş S2 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.33. 1000 °C de 2 saat ısıt işlem görmüş S2 alaşımının DSC eğrisi.

S2 alařımında, T_m den nce veya sonra Curie sıcaklıęı gzlenmemiřtir. Bu durum literatrde de belirtildięi gibi, elektron konsantrasyon deęeri (e/a) 7,7 ye yakın olan NiMnGa alařımlarında $T_m=T_c$ olduęu iin Curie sıcaklıęının martensit dnřm sıcaklıęı ile karıřmıř olduęu řeklinde aıklanabilir ve eęer $T_m=T_c$ ise 2. tip ferromanyetik řekil hatırlamalı alařım davranıřı gzlenir (Heill, 2005). Buna gre Denklem 7.5 den T_m yani T_c deęeri; 97,77  C olarak hesaplanmıřtır.

800  C de ısıl iřlem grmř alařımların austenit bařlama bitiř sıcaklıkları; 74,5 ve 148,4  C, martensit bařlama ve bitiř sıcaklıkları ise; 144,5 ve 68  C ve Curie sıcaklıęı ($T_m=T_c$) 108,85  C olarak hesaplanmıřtır.

900  C de ısıl iřlem grmř alařımların austenit bařlama bitiř sıcaklıkları; 96,2 ve 123,7  C, martensit bařlama ve bitiř sıcaklıkları ise; 116,8 ve 85,1  C ve manyetik geiř sıcaklıęı yani Curie sıcaklıęı ($T_m=T_c$) 105,45  C olarak hesaplanmıřtır. 900  C de ısıl iřlem gren alařım, Isıl iřlemsiz ve 800  C de ısıl iřlem grmř S2 alařım ile kıyaslandıęı zaman martensit dnřm sıcaklıęının arttıęı gzlenmiřtir.

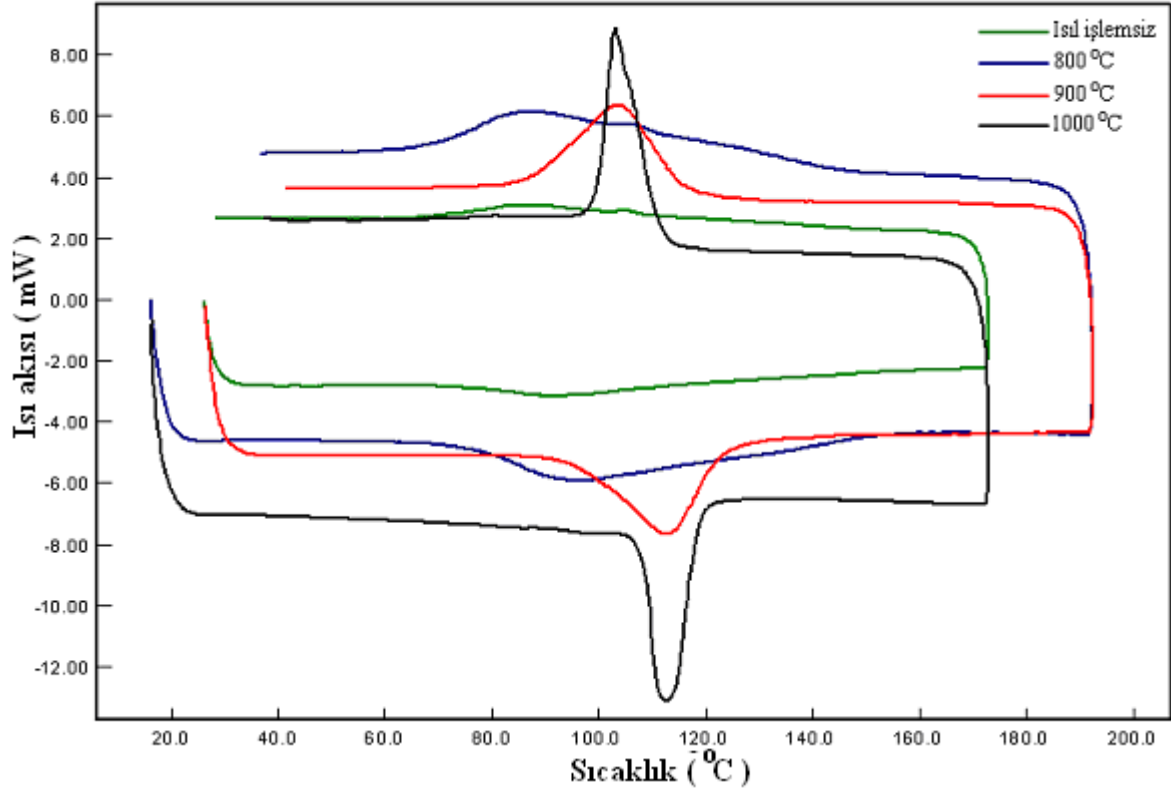
1000  C de 2 saat ısıl iřlem grmř S2 alařımının DSC eęrisinden gzlenen austenit bařlama bitiř sıcaklıkları; 107,9 ve 118,4  C, martensit bařlama ve bitiř sıcaklıkları ise; 112,3 ve 99,7  C dir. Bu ısıl iřlemde bulunan ferromanyetiklikten paramanyetiklięe geiř sıcaklıęı olan Curie sıcaklıęı ($T_m=T_c$) 109,57  C olarak hesaplanmıřtır. Martensit dnřm ve manyetik dnřm sıcaklıęı deęerlerine bakılınca, ısıl iřlemsiz alařıma gre bir artıř olduęu ve DSC pikinin ısıl iřlemsiz alařıma gre daha keskin ve dzgn bir hal aldıęı grlmektedir.

Isıl iřlem grmř alařımlar kendi aralarında kıyaslanırsa; en keskin ve dzgn DSC piki 1000  C de 2 saat ısıl iřlem grmř alařımda rastlandı (řekil 7.34). Bununla birlikte, bu alařımın martensit ve manyetik dnřm sıcaklıęı en yksek deęere sahiptir. 800  C de ısıl iřlem grmř alařım dięer ısıl iřlem grmř alařımlarla (900  C ve 1000  C) karřılařtırıldıęında en dřk dnřm sıcaklıęı deęerlerine sahiptir. Ayrıca bu alařımın DSC piki, ısıl iřlemsiz alařım gibi yayvan bir řekildedir.

Tablo 7.7. S2 alařımının ısıl iřlemden nce ve sonraki dnřm sıcaklıkları.

S2	A_s (�C)	A_p (�C)	A_f (�C)	M_s (�C)	M_p (�C)	M_f (�C)	$T_m=T_c$ (�C)
Isıl İřlemsiz	78,0	91,9	123,8	120,9	85,2	68,4	97,77
800 �C	74,5	96,7	148,4	144,5	86,3	68,0	108,85
900 �C	96,2	112,8	123,7	116,8	103,7	85,1	105,45
1000 �C	107,9	112,8	118,4	112,3	103,3	99,7	109,57

Tablo 7.7 e göre austenit pik sıcaklığı ve martensit pik sıcaklığının 800 °C ve 900 °C de ısıtma işlemle arttığı ve 1000 °C de ısıtma işlemdeki değerlerinin 900 °C ile aynı olduğu görüldü.



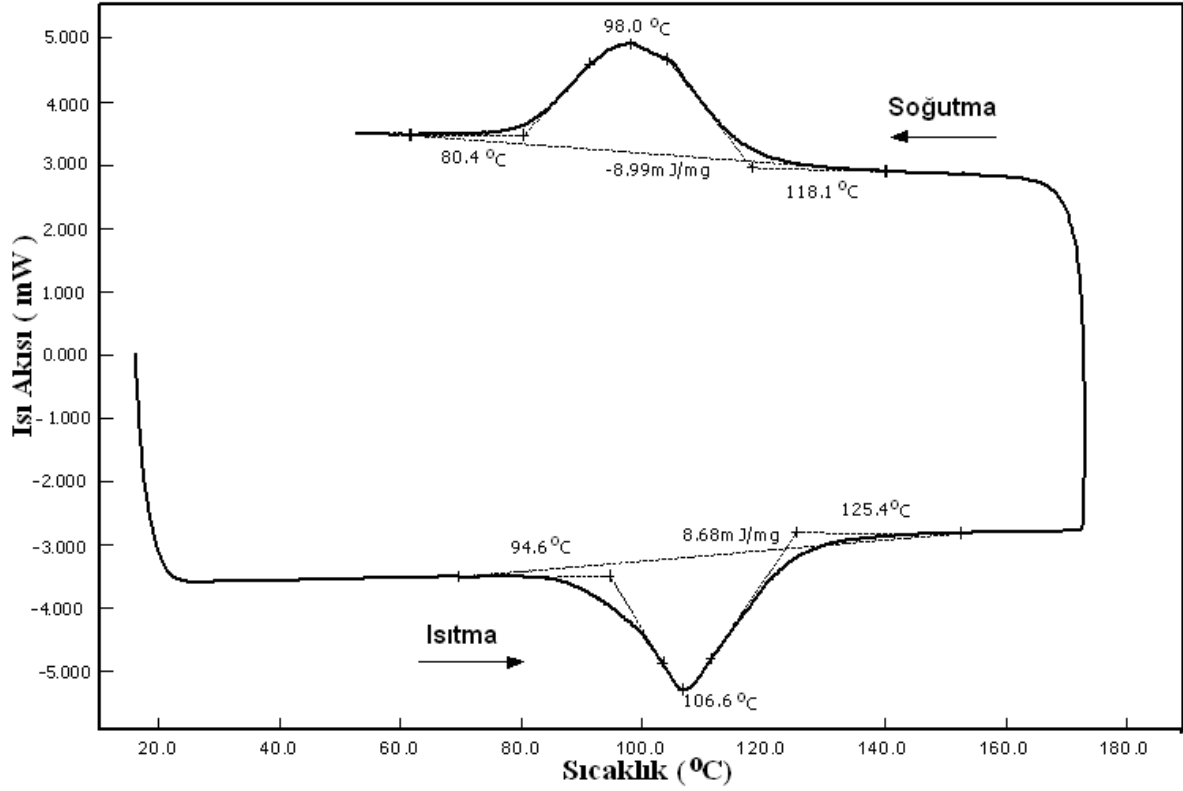
Şekil 7.34. Isıl işlemsiz ve ısıtma işlemli (800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat) S2 alaşımlarının 10 °C/dak. ile alınan DSC eğrilerinin birlikte gösterimi.

S2 alaşımı için hesaplanan TTR değeri sırasıyla; ısıtma işlemsiz için 55,4 °C, 800 °C de ısıtma işlem görmüş alaşım için 80,4 °C, 900 °C de ısıtma işlem görmüş alaşım için 38,6 ve 1000 °C de ısıtma işlem görmüş alaşım için 18,7 olarak bulundu. Bu sonuçlardan, en geniş aralığa sahip alaşımın 800 °C de ısıtma işlem görmüş olan alaşım olduğu sonucuna varılır. Bu Şekil 7.34. de de açıkça görülmektedir.

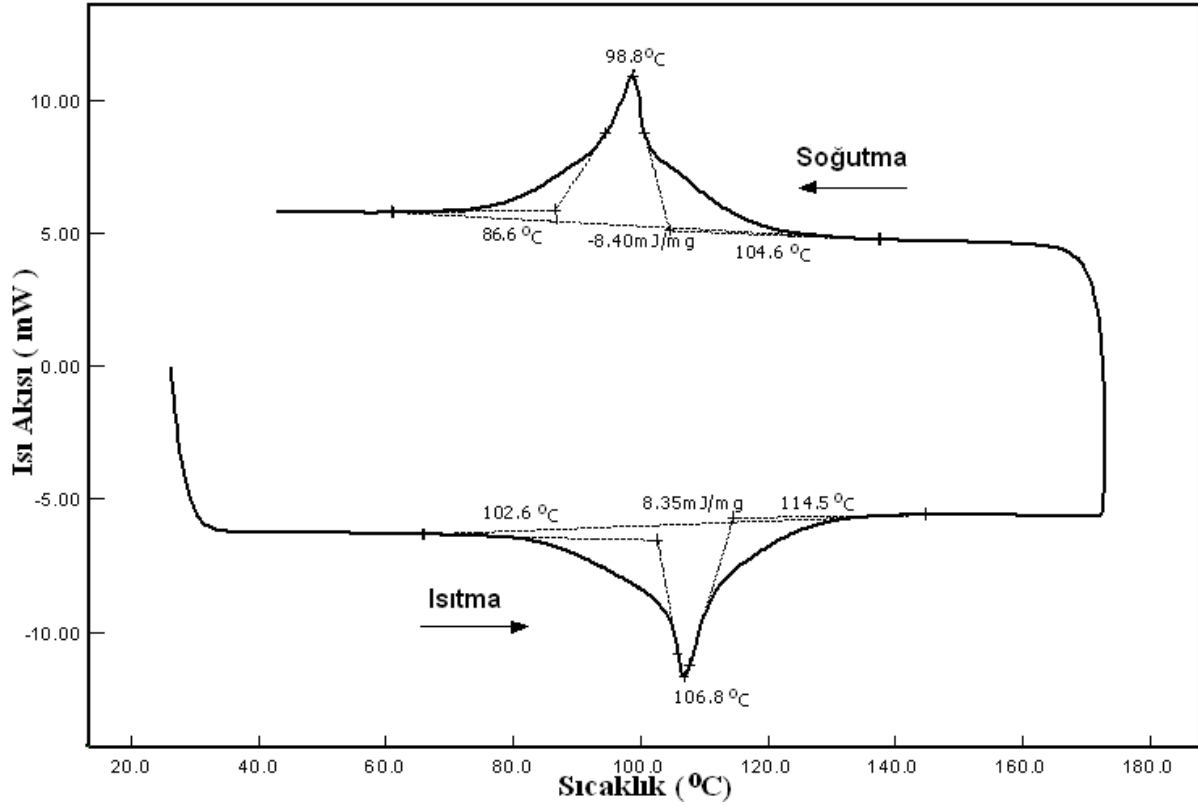
7.4.3. S3 Alaşımının DSC Ölçümleri

Isıl işlemsiz, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de ısıtma işlem görmüş S3 alaşımının 10 °C/dak. ısıtma hızıyla, 100 ml/dak. azot gazı akışı altında DSC ölçümleri alındı. Alınan bu ölçüm eğrileri Şekil 7.35-7.38 de verildi. Bu grafiklerden ısıtma ve soğutma esnasında meydana

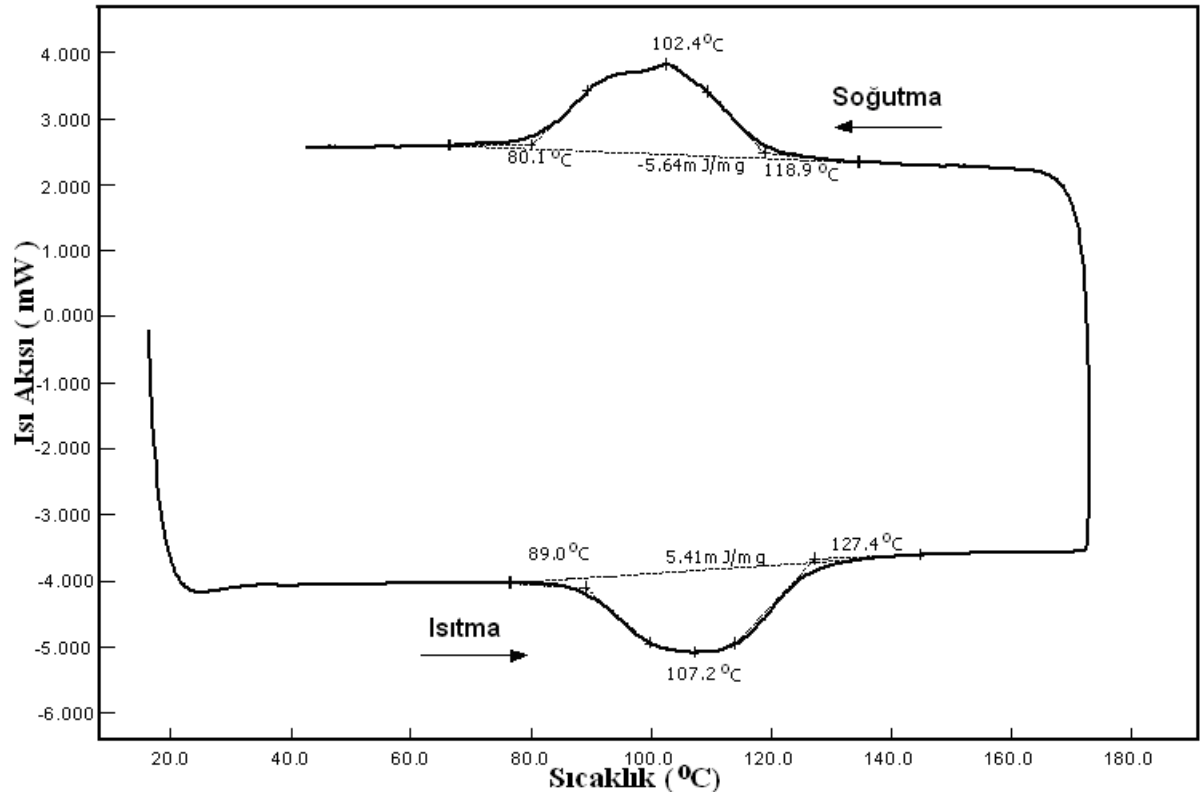
gelen faz dönüşümü (A_s, A_f, M_s, M_f) sıcaklıkları ve Curie sıcaklığı belirlendi. Bulunan değerler Tablo 7.8 de verildi.



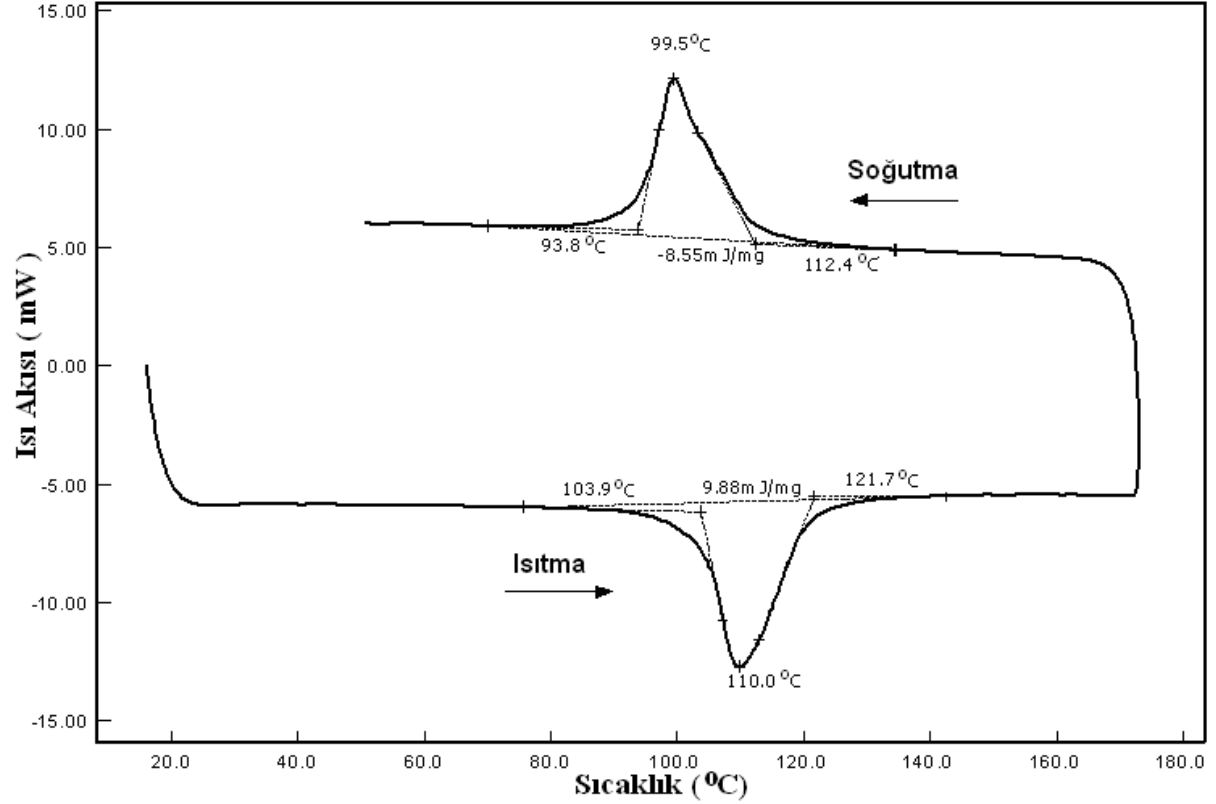
Şekil 7.35. Isıl işlemsiz S3 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.36. 800 °C de 2 saat ısıtım işlem görmüş S3 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.37. 900 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.38. 1000 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımının DSC eğrisi.

Isıl işlemsiz S3 numunesinin, austenit başlama ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla 94,6 °C ve 125,4 °C, martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise sırasıyla 118,1 °C ile 80,4 °C olarak DSC eğrilerinden bulunmuştur. S3 numunesinin elektron konsantrasyonu değeride S2 alaşımı gibi (e/a) yaklaşık 7,7 dir. Bu alaşım da 2.tip ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşıma bir örnektir. Bu tip alaşımlarda $T_m=T_c$ olduğu için, ısıt işlemsiz S3 alaşımı için hesaplanan T_c curie sıcaklığı değeri 104,62 °C olarak bulundu.

800 °C de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının austenit başlama bitiş sıcaklıkları; 102,6 ve 114,5 °C, martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise; 104,6 ve 86,6 °C ve Curie sıcaklığı da ($T_m=T_c$) 105,12 °C olarak hesaplanmıştır. 800 °C ısıt işlem S3 alaşımının dönüşüm sıcaklığının, ısıt işlemsiz alaşıma göre arttığı Şekil 7.39 da açıkça görülmektedir.

900 °C de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının austenit başlama, bitiş sıcaklıkları; 89,0 ve 127,4 °C, martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise; 118,9 ve 80,1 °C ve Curie sıcaklığı (T_c) 104,37 °C olarak hesaplanmıştır. Martensit dönüşüm sıcaklığı ısıt işlemsiz alaşım ile kıyaslandığında azalmış ve DSC piki de genişlemiştir.

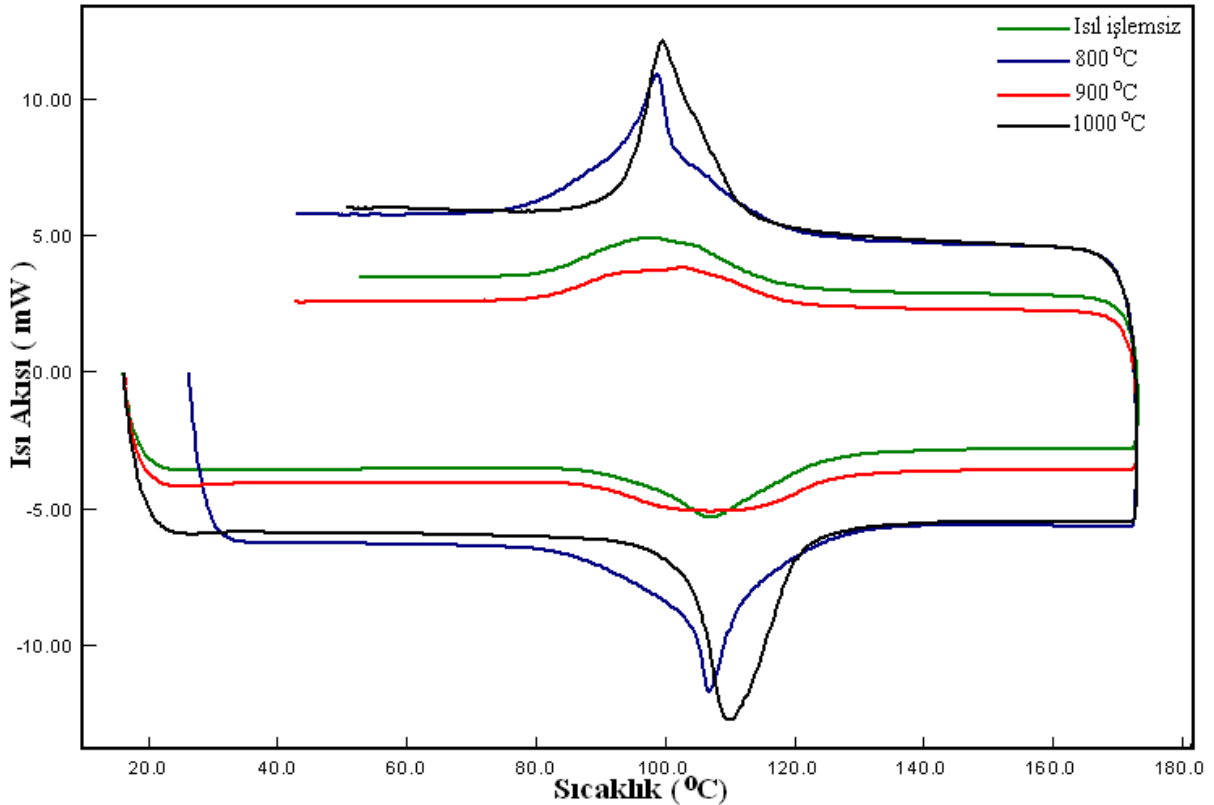
1000 °C de 2 saat ısıt işlem görmüş S3 alaşımının DSC de gözlenen austenit başlama - bitiş sıcaklıkları; 103,9 ve 121,7 °C, martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise; 112,4 ve 93,8 °C dir. Ferromanyetiklikten paramanyetikliğe geçiş sıcaklığı olan Curie sıcaklığı ($T_m=T_c$) 107,95 °C olarak hesaplanmıştır. Martensit dönüşüm ve manyetik dönüşüm sıcaklığı değerlerine bakılınca, ısıt işlemsiz alaşıma göre bir artış olduğu ve DSC pikinin daha keskin ve düzgün olduğu görülmektedir.

Isıl işlem görmüş alaşımlar kendi aralarında kıyaslanınca 800 °C ve 1000 °C de ısıt işlem görmüş alaşımların martensit ve manyetik dönüşüm sıcaklıkları 900 °C ye göre yüksek ve DSC piki daha keskindir (Şekil 7.39). Isıt işlemsiz ve ısıt işlemlili S3 alaşımlarının Curie sıcaklıkları kıyaslandığında da, önemli bir değişiklik olmadığı görülmüştür.

Tablo7.8. S3 alaşımının ısıt işlemden önce ve sonraki dönüşüm sıcaklıkları.

S3	A_s (°C)	A_p (°C)	A_f (°C)	M_s (°C)	M_p (°C)	M_f (°C)	$T_m=T_c$ (°C)
Isıl İşlemsiz	94,6	106,6	125,4	118,1	98,0	80,4	104,62
800 °C	102,6	106,8	114,5	104,6	86,6	98,8	105,12
900 °C	89,0	107,2	127,4	118,9	102,4	80,1	104,37
1000 °C	103,9	110,0	121,7	112,4	99,5	93,8	107,95

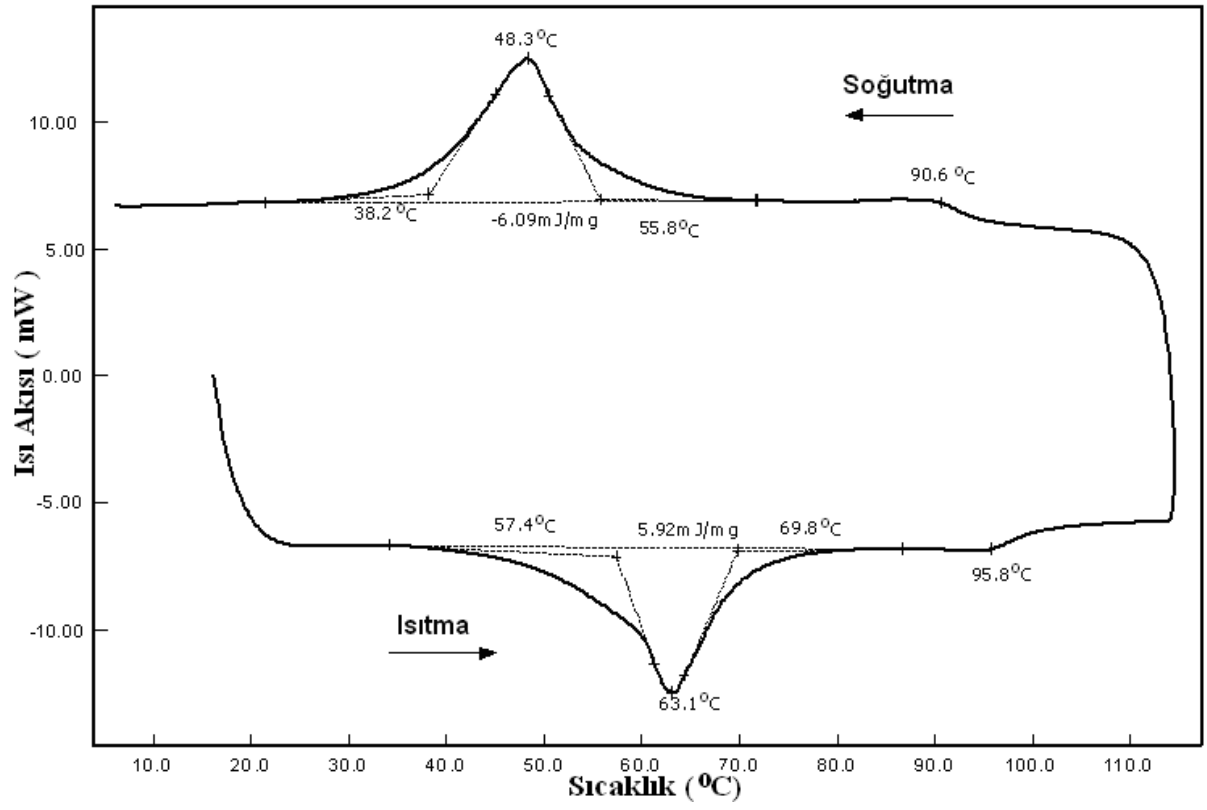
S3 alařımının dönüşüm sıcaklık aralığına bakıldığında (TTR), ısıl işlemsiz alařım için 45 °C, 800 °C de ısıl işlem görmüş alařım için 15,7 °C, 900 °C de ısıl işlem görmüş alařım için 47,3 °C ve 1000 °C de ısıl işlem görmüş alařım için 18,6 °C olarak bulundu. Isıl işlemsiz S3 alařımı ile 900 °C de ısıl işlem görmüş alařımın ve 800 °C de ısıl işlem görmüş alařımla 1000 °C de ısıl işlem görmüş alařımın TTR sinin hemen hemen aynı olduđu görüldü.



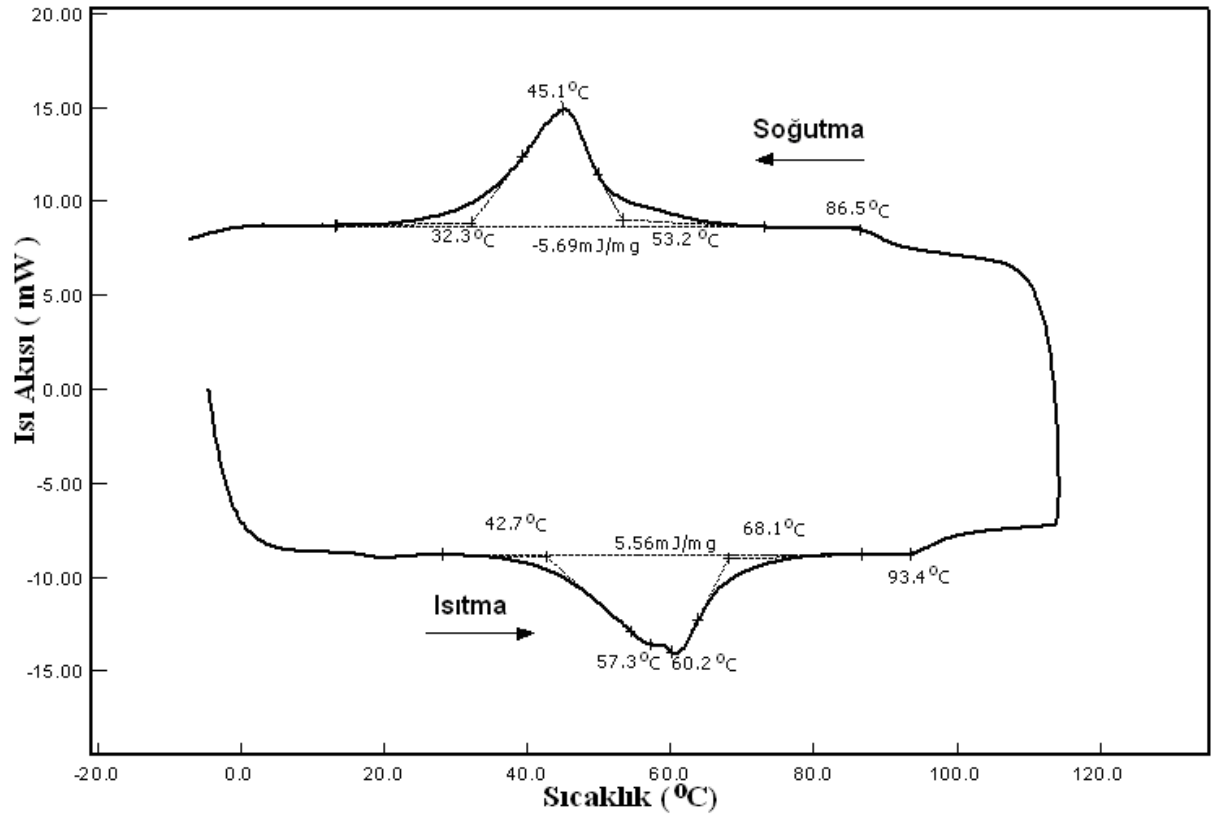
Şekil 7.39. Isıl işlemsiz ve ısıl işlemlili (800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat) S3 alařımlarının 10 °C/dak. ile alınan DSC eğrilerinin birlikte gösterimi.

7.4.4. S4 Alařımının DSC Ölçümleri

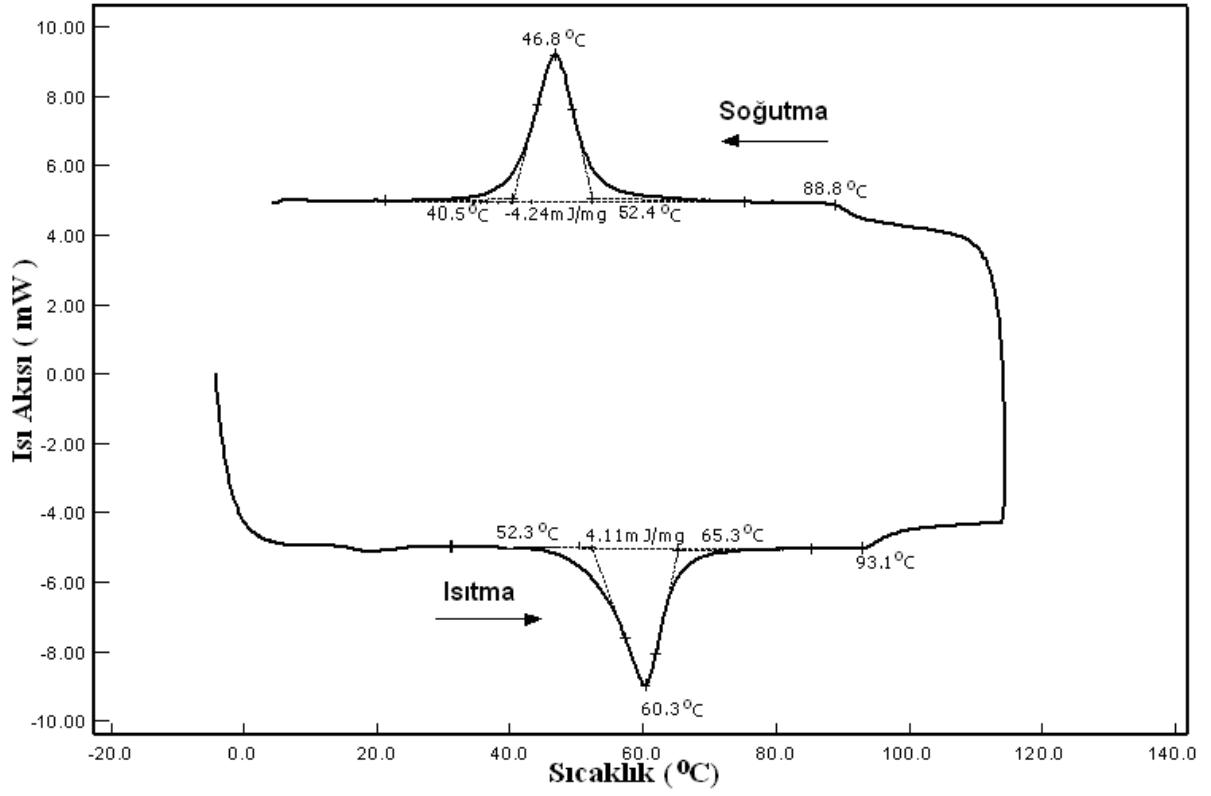
Isıl işlemsiz, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de ısıl işlem görmüş S4 alařımının 10 °C/dak. ısıtma hızıyla, 100 ml/dak. azot gazı akışında DSC ölçümleri alındı. Alınan bu ölçümün eğrileri Şekil 7.40-7.43 de verildi. Bu grafiklerden ısıtma ve soğutma esnasında meydana gelen faz dönüşümü (A_s, A_f, M_s, M_f) sıcaklıkları ve Curie sıcaklığı belirlendi. Bulunan değerler Tablo 7.9 de verildi.



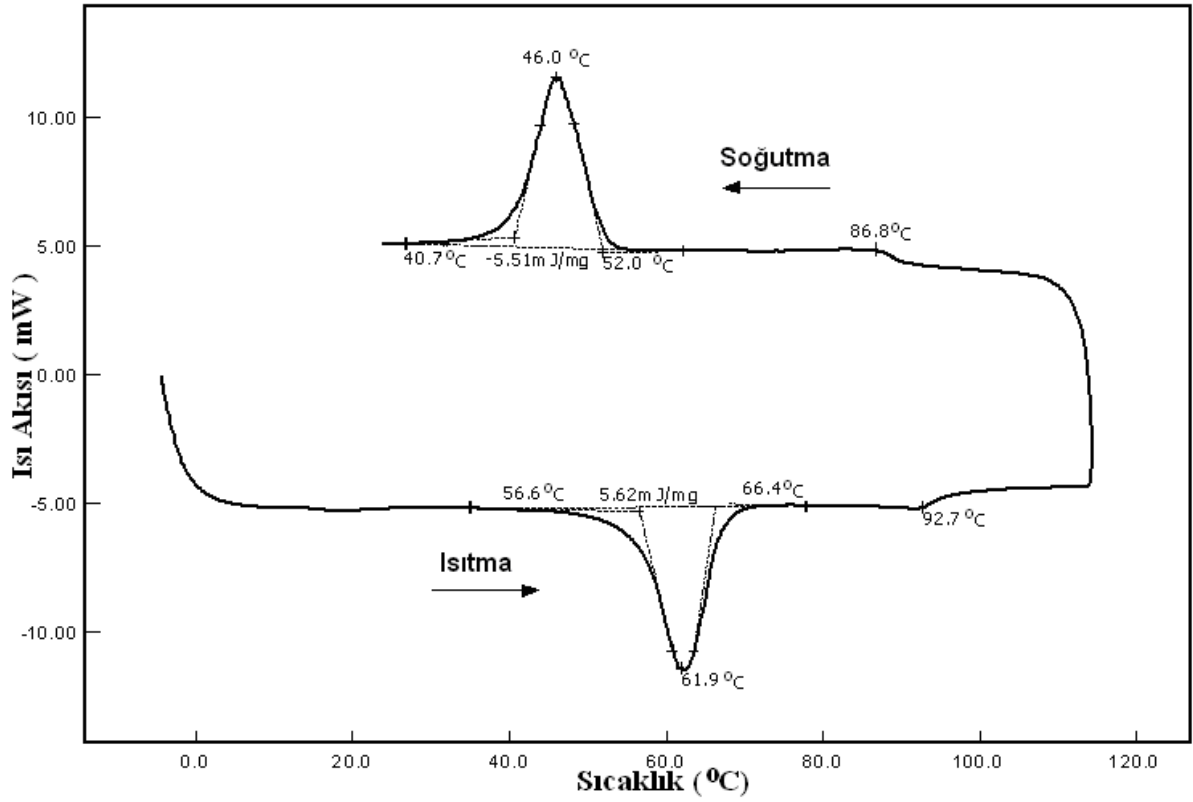
Şekil 7.40. Isıl işlemsiz S4 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.41. 800 °C de 2 saat ısıtım görmüş S4 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.42. 900 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.43. 1000 °C de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımının DSC eğrisi.

Isıl işlemsiz S4 alaşımlarının, austenit başlama ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla 57,4 °C ve 69,8 °C iken martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise sırasıyla 55,8 °C ile 38,2 °C, DSC eğrisinde görülen manyetik dönüşüm sıcaklığı (Curie sıcaklığı) $T_c=95,8$ °C olarak bulundu. S4 alaşımlarının da S1 alaşımı gibi Curie sıcaklığı değeri, martensit dönüşüm sıcaklığı değerinden büyüktür. Bunun nedeni elektron konsantrasyonu değerinin 7,7 den küçük olmasıdır. Dolayısıyla, S4 alaşımı, 1. tip ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar sınıfına girmektedir.

800 °C de 2 saat ısıtım işlem görmüş S4 alaşımlarının DSC de gözlenen austenit başlama bitiş sıcaklıkları; 42,7 ve 68,1 °C , martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise; 86,5 ve 32,3 °C dir. Bu ısıtım işlemde bulunan Curie sıcaklığı (T_c) 93,4 °C dir.

900 °C de 2 saat ısıtım işlem görmüş S4 alaşımlarının DSC de gözlenen austenit başlama bitiş sıcaklıkları; 52,3 ve 65,3 °C, martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise; 52,4 ve 40,5 °C bununla birlikte Curie sıcaklığı (T_c) 93,1 °C olarak bulundu.

1000 °C de 2 saat ısıtım işlem görmüş S4 alaşımlarının DSC de gözlenen austenit başlama bitiş sıcaklıkları; 56,6 ve 66,4 °C, martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları ise; 52,0 ve 40,7 °C dir. Bu ısıtım işlemde bulunan Curie sıcaklığı(T_c) 92,0 °C dir. Isıl işlemsiz S4 alaşımı ile kıyaslandığında, martensit ve manyetik dönüşüm sıcaklığının az miktarda azaldığı ve DSC pikinin daha keskin ve düzgün bir şekil aldığı görüldü.

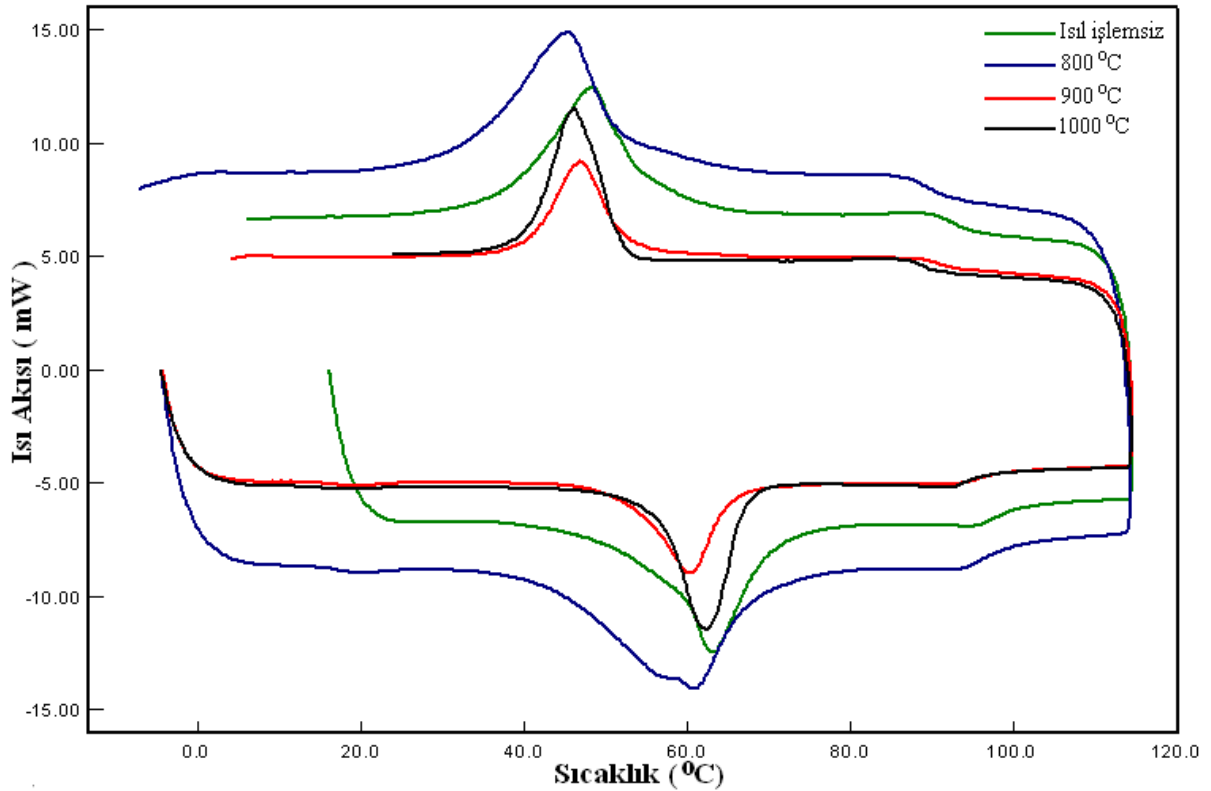
Isıl işlem görmüş alaşımlar kendi aralarında kıyaslanırsa (Şekil 7.44); 800 °C de ısıtım işlem görmüş S4 alaşımlarının, martensit dönüşümün sıcaklığı, diğer ısıtım işlem görmüş alaşımlara göre azalmaktadır. 800 °C ısıtım işleme maruz kalmış alaşımların DSC piki diğerlerine göre yayvan ve keskinliği azdır. 900 °C ısıtım işleme maruz kalan alaşım, 1000 °C ısıtım işleme tutulmuş alaşım ile kıyaslandığında austenit başlama sıcaklığının düştüğü görüldü. DSC piki 1000 °C de ısıtım işlemli S4 alaşımı gibi keskin ve düzgündür. Manyetik dönüşüm sıcaklığı da 1000 °C de ısıtım işlemli S4 alaşımı ile hemen hemen aynıdır.

Tablo 7.9 a göre Isıl işlemsiz ve 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de ısıtım işlem görmüş S4 alaşımlarının martensit başlama sıcaklıklarının hemen hemen aynı olduğu görülmektedir.

Tablo 7.9. S4 alaşımlarının ısıtım işleminden önce ve sonraki dönüşüm sıcaklıkları.

S4	A_s (°C)	A_p (°C)	A_f (°C)	M_s (°C)	M_p (°C)	M_f (°C)	T_c (°C)
Isıl İşlemsiz	57,4	63,1	69,8	55,8	48,3	38,2	95,8
800 °C	42,7	60,2	68,1	53,1	45,1	32,3	93,4
900 °C	52,3	60,3	65,3	52,4	46,8	40,5	93,1
1000 °C	56,6	61,9	66,4	52,0	46,0	40,7	92,7

Tablo 7.9 daki değerlerden faydalanarak S4 alaşımı için hesaplanan dönüşüm sıcaklık aralığı TTR, ısıtma işlemi için 31,6 °C, 800 °C de ısıtma işlem görmüş alaşım için 35,8 °C, 900 °C de ısıtma işlem görmüş alaşım için 24,8 °C ve 1000 °C de ısıtma işlem görmüş alaşım için 25,7 °C olarak hesaplandı.



Şekil 7.44. Isıtma işlemi ve ısıtma işlemli (800 °C, 900 °C ve 1000 °C de 2 saat) S4 alaşımlarının 10 °C/dak. ile alınan DSC eğrilerinin birlikte gösterimi.

7.5. Termodinamik Parametrelerin Belirlenmesi

7.5.1. S1 Alaşımının Termodinamik Parametreleri

Isıtma işlemi uygulanmamış ve ısıtma işlemi uygulanmış S1 alaşımlarının 10 °C/dak ısıtma hızıyla alınan DSC ölçümlerinden elde edilen grafiklerden (Şekil 7.25-7.28), entalpi değişimleri ve martensit dönüşüm sıcaklıklarından faydalanarak T_0 denge sıcaklığı değerleri belirlendi. Denklem 6.4 kullanılarak S1 alaşımları için entropi değişimleri hesaplandı ve Denklem 6.6 kullanılarak hesaplanan Gibbs serbest enerjisi değerleri ile birlikte topluca Tablo 7.10 da verildi. Isıtma ve soğutma durumlarındaki entalpi değişimlerinin birbirine eşit olmadığı

görüldü. Bu küçük farklılığın sebebinin, ısıtma ve soğutma esnasında dönüşüm boyunca meydana gelen akustik emisiyondan kaynaklandığı bilinmektedir (Da Silva, 1999).

800 °C ve 900 °C ısıtma işlemi maruz kalan alaşımların entalpi değişiminin ısıtma işlemi S1 alaşımına göre düştüğü görüldü. 1000 °C de ısıtma işlemi görmüş S1 alaşımında entalpi değeri ise ısıtma işlemi S1 alaşım ile hemen hemen aynıdır. Bununla birlikte entropi değişimi (ΔS), entalpi değişimi (ΔH) ve soğutma esnasında Gibbs serbest enerji değişiminin (ΔG_v) en yüksek değeri 900 °C de ısıtma işlemi gören S1 alaşımında görüldü. 1000 °C de ısıtma işlemi görmüş alaşımların Gibbs serbest enerjisi değeri, ısıtma işlemi S1 alaşıma yakın bir değere sahiptir.

Martensit dönüşüm esnasındaki entalpi değişiminin, örgü distorsiyonundan meydana geldiği ve aktif fazın dönüşüm miktarı ile ilişkili olduğu bilinmektedir (Sofronie vd., 2010). S1 alaşımının 4 farklı ısıtma işlemi şartında x-ışını difraktogramına göre, 900 °C de ısıtma işlemi görmüş alaşımda NM faz ile birlikte γ faza ait pikler bulunmaktadır. Bu durumda doğal olarak aktif fazın miktarının azalması beklenir. Bunun sonucunda da entalpi değerinin azaldığı düşünülmektedir.

Tablo 7.10. S1 alaşımının ısıtma işlemi önce ve sonraki termodinamik parametreleri.

S1	$\Delta H_{\text{ısıtma}}$ (J/g)	$\Delta H_{\text{soğutma}}$ (J/g)	T_o (°C)	$\Delta S_{\text{ısıtma}}$ (J/g°C)	$\Delta S_{\text{soğutma}}$ (J/g°C)	ΔG_v (J/g)
Isıtma işlemi	6,29	-6,57	60,95	0,091	-0,095	-0,81
800 °C	5,38	-5,57	53,90	0,099	-0,103	-0,53
900 °C	4,15	-3,96	54,40	0,076	-0,073	-0,23
1000 °C	6,26	-6,01	57,70	0,108	-0,104	-0,65

7.5.2. S2 Alaşımının Termodinamik Parametreleri

Isıtma işlemi S2 ve 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de ısıtma işlemi uygulanmış S2 alaşımının 10 °C/dak. ısıtma hızıyla alınan DSC ölçümlerinden, ısıtma ve soğutma anında bulunan entalpi değişimi ve martensit dönüşüm sıcaklıklarından faydalanan entropi değişimi değerleri ve Gibbs serbest enerjisi değerleri Tablo 7.11 de verildi.

Isıtma işlemi S2 alaşımının entalpi ve entropi değişimi ile ısıtma işlemi S2 alaşımları kıyaslandığında; en düşük entalpi değeri ve en yüksek entropi değeri ısıtma işlemi S2 alaşımında görüldü ve bu alaşımların Gibbs serbest enerjisi değerinin ise -1 civarı olduğu bulundu. Isıtma

işlemlili alaşımlar da ise entalpi değışiminin en büyük değeri 1000 °C de ısııl işlem görmüş S2 alaşımda görüldü. ısııl işlem uygulanmış S2 alaşımlarının entropi değeriinin hemen hemen aynı olduđu ve Gibbs serbest enerjisi en yüksek olan alaşımlın 900 °C ısııl işlemlili, en düşük olanın ise 800 °C ısııl işlemlili S2 alaşımlı olduđu tespit edildi.

Tablo 7.11. S2 alaşımlının ısııl işlemliden önce ve sonraki termodinamik parametreleri.

S2	$\Delta H_{\text{ısıılma}}$ (J/g)	$\Delta H_{\text{soğutma}}$ (J/g)	T_o (°C)	$\Delta S_{\text{ısıılma}}$ (J/g°C)	$\Delta S_{\text{soğutma}}$ (J/g°C)	ΔG_v (J/g)
ısııl işlemlisiz	6,30	-7,39	99,45	0,063	-0,074	-1,06
800 °C	7,16	-8,80	109,5	0,065	-0,065	-1,86
900 °C	6,57	-7,70	106,5	0,061	-0,066	-0,20
1000 °C	8,33	-7,57	110,1	0,081	-0,068	-0,47

7.5.3. S3 Alaşımlının Termodinamik Parametreleri

ısııl işlemlili ve ısııl işlemlisiz S3 alaşımlarının 10 °C/dak ısıılma hızıyla alınan DSC ölçümlerinden elde edilen grafiklerden (Şekil 7.33-7.38), ısıılma ve soğutma anındaki entalpi değışimi, martensit dönüşüm sıcaklıklarından faydalanarak hesaplanan entropi değışimi değeri ve soğutma esnasındaki Gibbs serbest enerjisi değeri Tablo 7.12 de verildi.

ısııl işlem görmüş S3 alaşımları arasında, en yüksek entalpi değeriine sahip olan alaşıml 1000 °C ısııl işleme maruz kalan S3 alaşımlı, en düşük entalpi değeriine sahip alaşıml ise 900 °C de ısııl işlemlili görmüş S3 alaşımlıdır. 800 °C de ısııl işlem görmüş S3 alaşımlın entalpi değeri ısııl işlemlisiz ile hemen hemen aynıdır ve bununla birlikte entropi değeri de birbirine yakındır. Entropi değeri en düşük olan alaşıml 900 °C ısııl işleme maruz kalan S3 alaşımlıdır. Soğutma esnasındaki entalpi değışimi ve denge sıcaklıkları değeriilerinden, hesaplanan Gibbs serbest enerji değeri en büyük olan alaşıml 900 °C de ısııl işlemlili görmüş S3 alaşımlı iken 1000 °C ısııl işleme maruz kalmış S3 alaşımlın Gibbs serbest enerjisi değeri, ısııl işlemlisiz alaşımla hemen hemen aynıdır.

900 °C de ısııl işlem gören S3 alaşımlında, aktif fazın dönüşümünün diğer ısııl işlem görmüş alaşımlara göre daha hızlı olmasından dolayı entalpi değeriinin düşük olduđu düşünülmektedir.

Tablo 7.12. S3 alařımının ısıı iřlemnden nce ve sonraki termodinamik parametreleri.

S3	$\Delta H_{ısıtma}$ (J/g)	$\Delta H_{soęutma}$ (J/g)	$T_o(^{\circ}C)$	$\Delta S_{ısıtma}$ (J/g $^{\circ}C$)	$\Delta S_{soęutma}$ (J/g $^{\circ}C$)	ΔG_v (J/g)
Isıl İřlemsiz	8,68	-8,99	106,35	0,081	-0,084	-0,70
800 $^{\circ}C$	8,35	-8,40	103,60	0,080	-0,081	-1,37
900 $^{\circ}C$	5,41	-5,64	103,95	0,052	-0,054	-0,08
1000 $^{\circ}C$	9,88	-8,55	108,10	0,091	-0,079	-0,68

7.5.4. S4 Alařımının Termodinamik Parametreleri

Isıl iřlem uygulanmamıř ve ısıı iřlem uygulanmıř S4 alařımının 10 $^{\circ}C/dak.$ ısıtma hızıyla alınan DSC lmlerinden ısıtma ve soęutma anında elde edilen entalpi deęiřimi, martensit dnřm sıcaklıklarından faydalanarak hesaplanan entropi deęiřimi deęerleri ve soęutma anındaki Gibbs serbest enerji deęerleri Tablo 7.13 de verilmiřtir.

Isıl iřlemsiz ile ısıı iřlemlili S4 alařımları entalpi deęiřim deęerleri bykten kęe sıralanırsa, $\Delta H_{ısılısız} > \Delta H_{1000^{\circ}C} > \Delta H_{800^{\circ}C} > \Delta H_{900^{\circ}C}$ olduęu grlr. Entropi deęeri en dřk olan S4 alařımı ise 900 $^{\circ}C$ de ısıı iřlem grmř alařımdır. Soęutma anındaki ΔG_v deęeri en yksek olan alařım 800 $^{\circ}C$ ısıı iřleme maruz kalan alařım iken en dřk deęer ise ısıı iřlemsiz ve 1000 $^{\circ}C$ ısıı iřleme maruz kalan S4 alařımı olduęu tespit edildi.

Isıl iřlemsiz ve ısıı iřlemlili S4 alařımının x-ıřınları difraktogramına gre bu alařımlardaki γ fazın en belirgin řekilde grldę alařım 900 $^{\circ}C$ de ısıı iřlem gren alařımdır. Bu sonu, en dřk entalpi deęiřim deęerinin 900 $^{\circ}C$ de ısıı iřlem gren alařımda grlmesiyle uyum iindedir. nk, aktif fazın (NM) miktarının azalması entalpi deęiřimi deęerinin dřmesine neden olur (Sofronie vd., 2010).

Tablo. 7.13. S4 alařımının ısıı iřlemnden nce ve sonraki termodinamik parametreleri.

S4	$\Delta H_{ısıtma}$ (J/g)	$\Delta H_{soęutma}$ (J/g)	$T_o(^{\circ}C)$	$\Delta S_{ısıtma}$ (J/g $^{\circ}C$)	$\Delta S_{soęutma}$ (J/g $^{\circ}C$)	ΔG_v (J/g)
Isıl İřlemsiz	6,29	-6,57	56,60	0,111	-0,116	-0,96
800 $^{\circ}C$	5,56	-5,69	47,95	0,116	-0,118	-0,34
900 $^{\circ}C$	4,11	-4,24	52,35	0,078	-0,080	-0,45
1000 $^{\circ}C$	5,62	-5,51	54,30	0,103	-0,101	-0,84

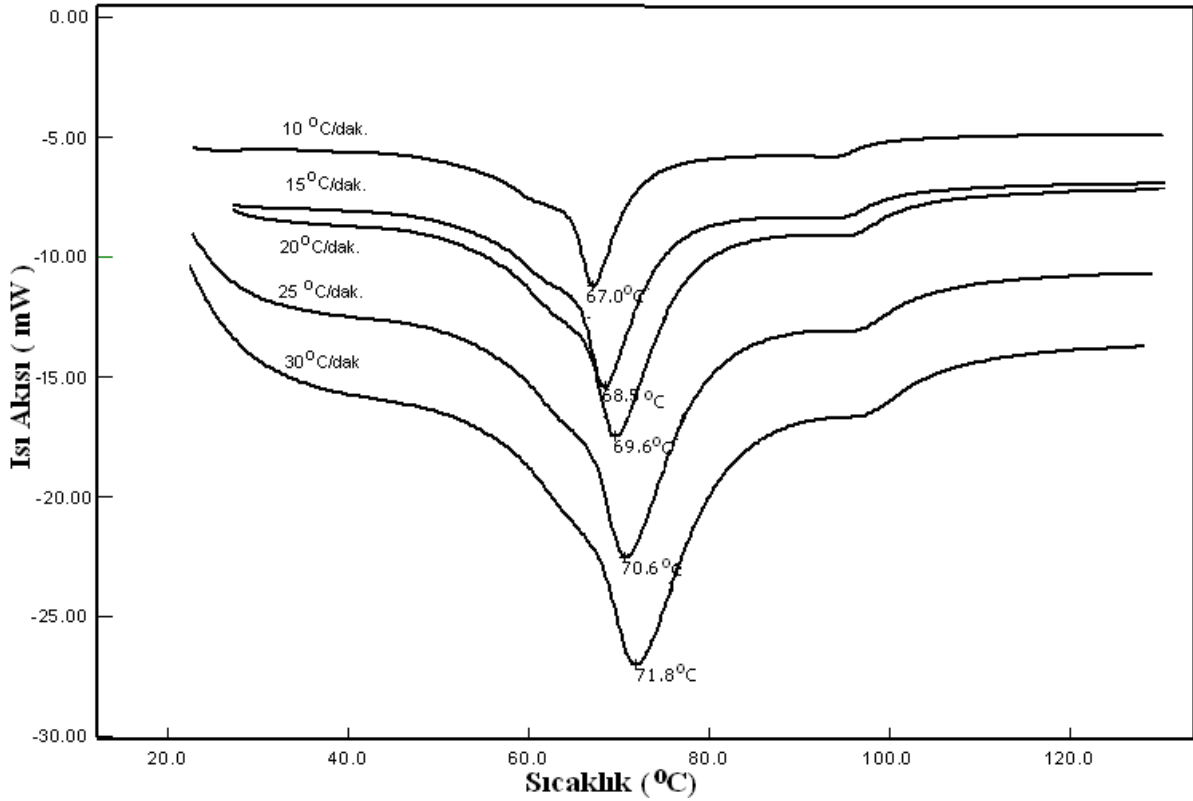
7.6. Aktivasyon Enerjisinin Hesaplanması

7.6.1. S1 Alaşımının Aktivasyon Enerjisi

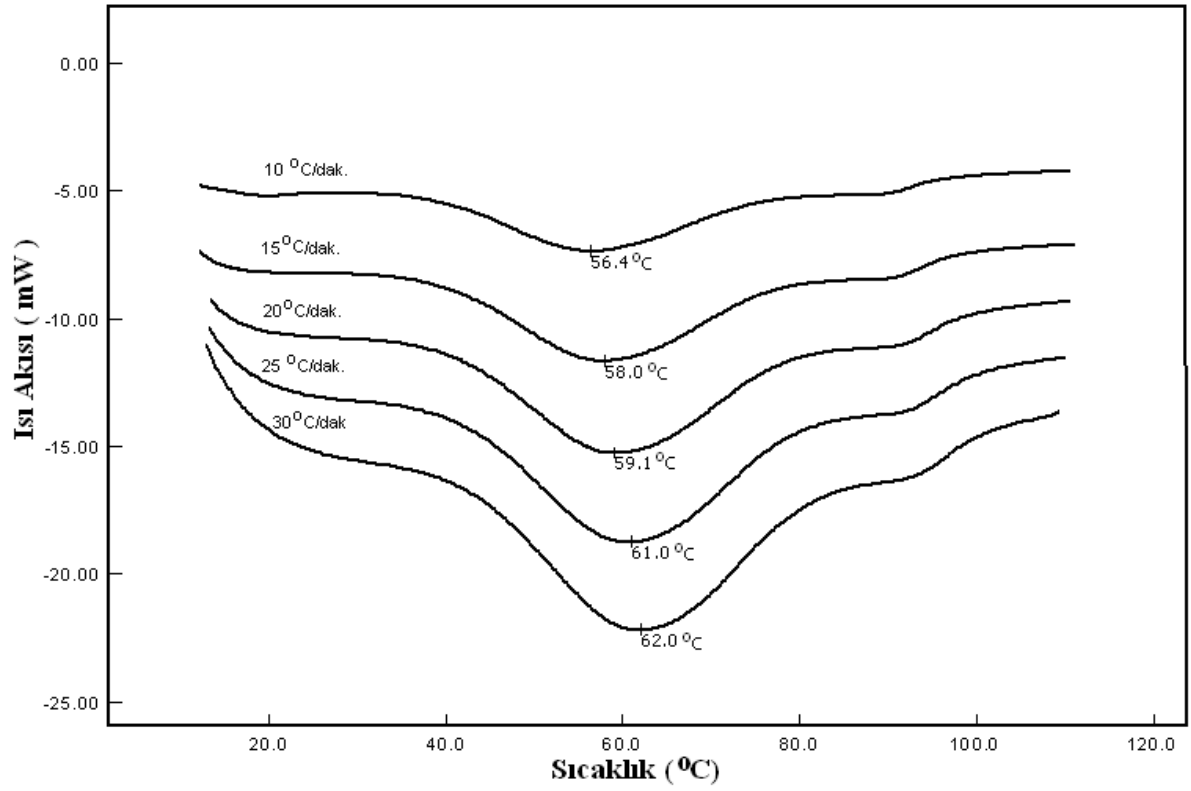
Isıl işlemsiz ve ısıtma uygulanmış (800, 900 ve 1000 °C) S1 alaşımının aktivasyon enerjilerinin hesaplanması amacıyla her numune için ayrı ayrı 10-15-20-25-30 °C/dak. ısıtma hızları altında DSC ölçümleri alındı (Şekil 7.45-7.48). Artan ısıtma hızı ile çekirdeklenmenin artmasına bağlı olarak DSC pik şiddetinin arttığı görüldü (Tong vd., 2008).

Şekil 7.45-48 de bulunan T_p değerleri kullanılarak, Kissinger yöntemine göre $\ln\alpha/T_p^2$ 'nin $1/T_p$ ye (Şekil 7.49) ve Ozawa yöntemine göre $\log\alpha$ 'nın $1/T_p$ ye (Şekil 7.50) karşı grafikleri çizildi. Grafiklerin eğiminden Denklem 6.7-6.8 kullanılarak ısıtma işlemsiz ve ısıtma işlemli S1 alaşımlarının aktivasyon enerjisi hesaplandı ve bulunan değerler Tablo 7.14 de verildi.

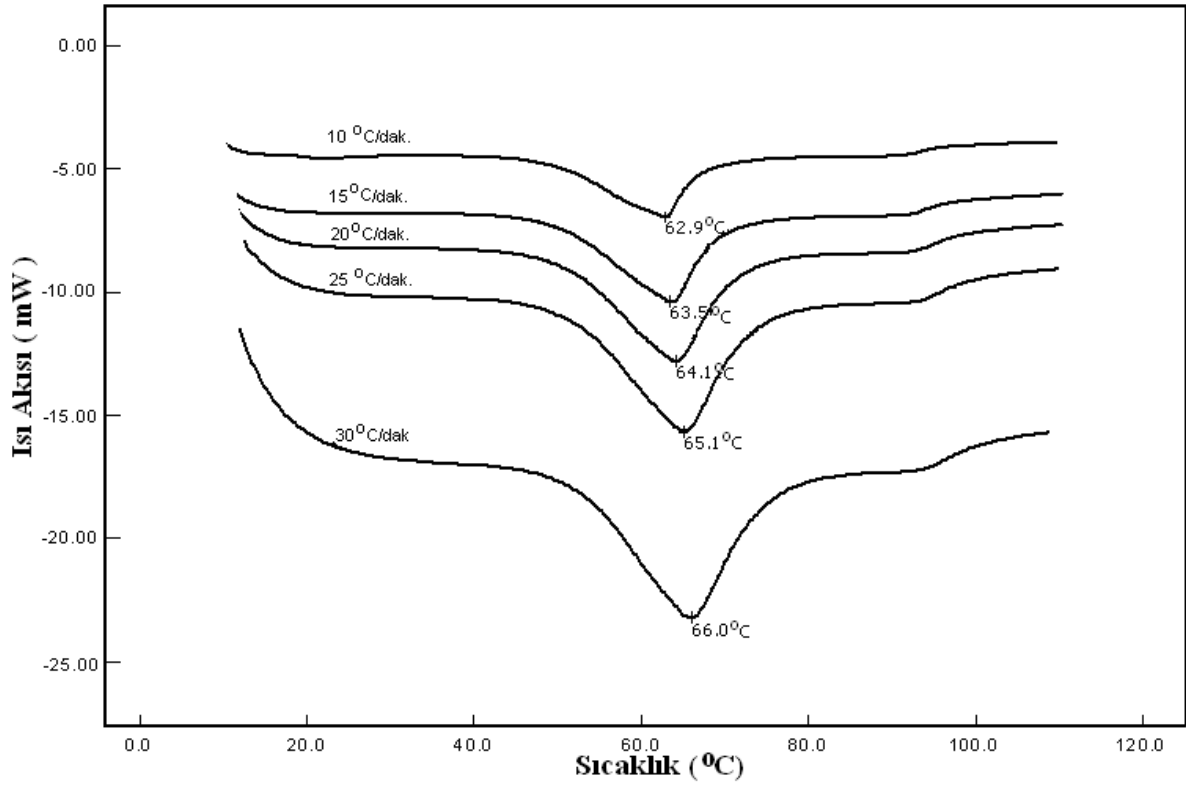
Aktivasyon enerjisi, şekil hatırlamalı alaşımlarda krsitalizasyon davranışı hakkında bilgi verir. Aktivasyon enerjisini bu alaşımlar için hesaplanmasının amacı, martensit dönüşüm gerçekleşirken numune için gerekli olan enerjiyi tespit etmektir. Bu enerjinin miktarı bize alaşımın ne kadar kararlı yapı sergilediğini gösterir.



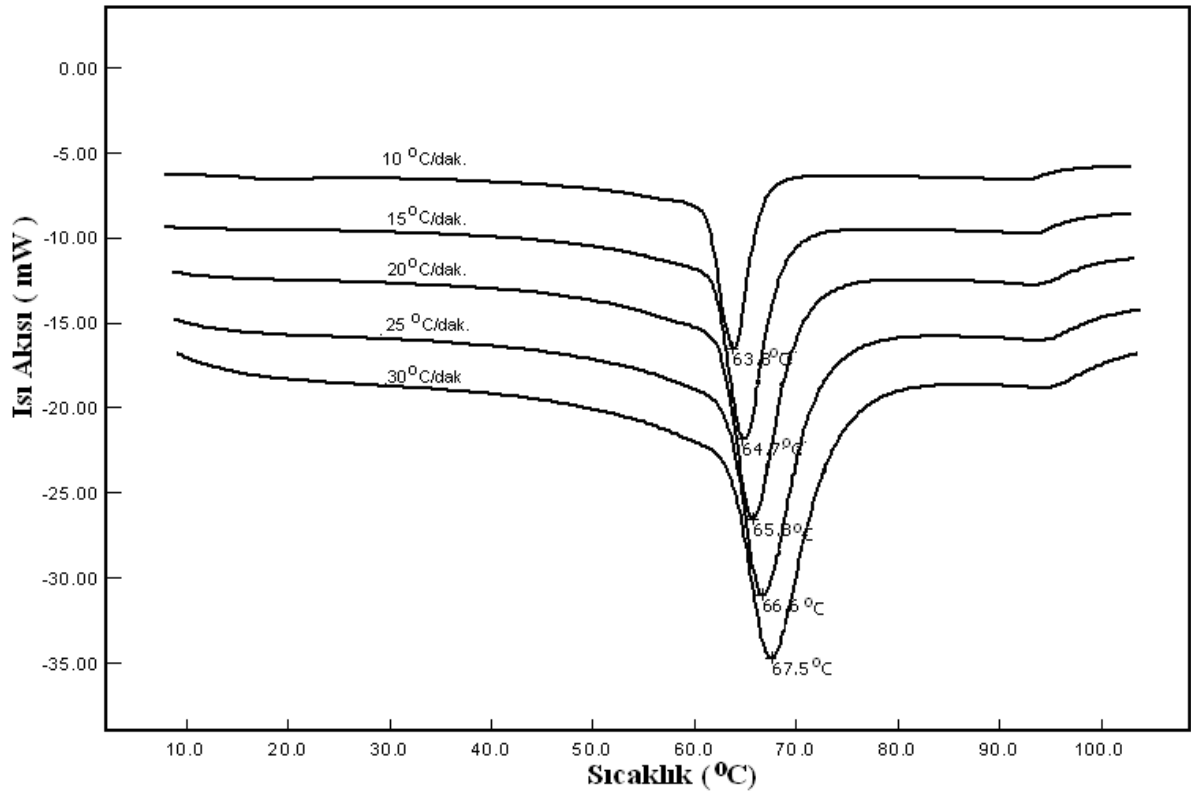
Şekil 7.45. Isıl işlemsiz S1 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak. ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



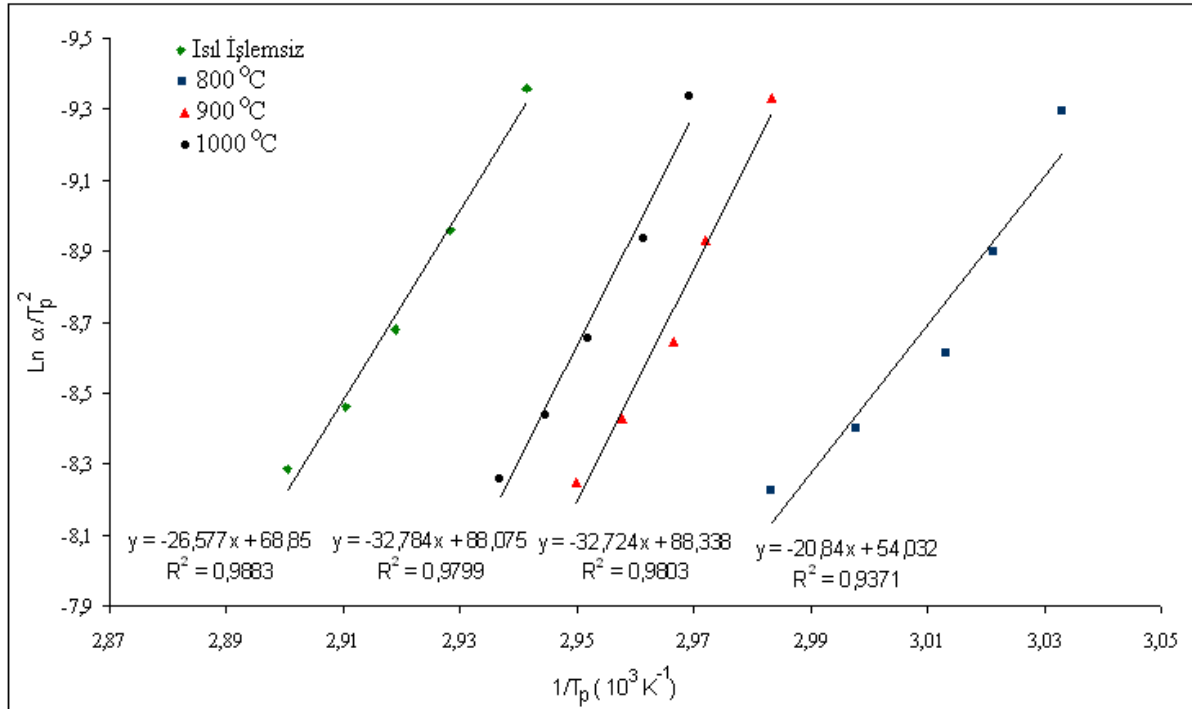
Şekil 7.46. 800 °C de ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımlının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değışim eğrileri.



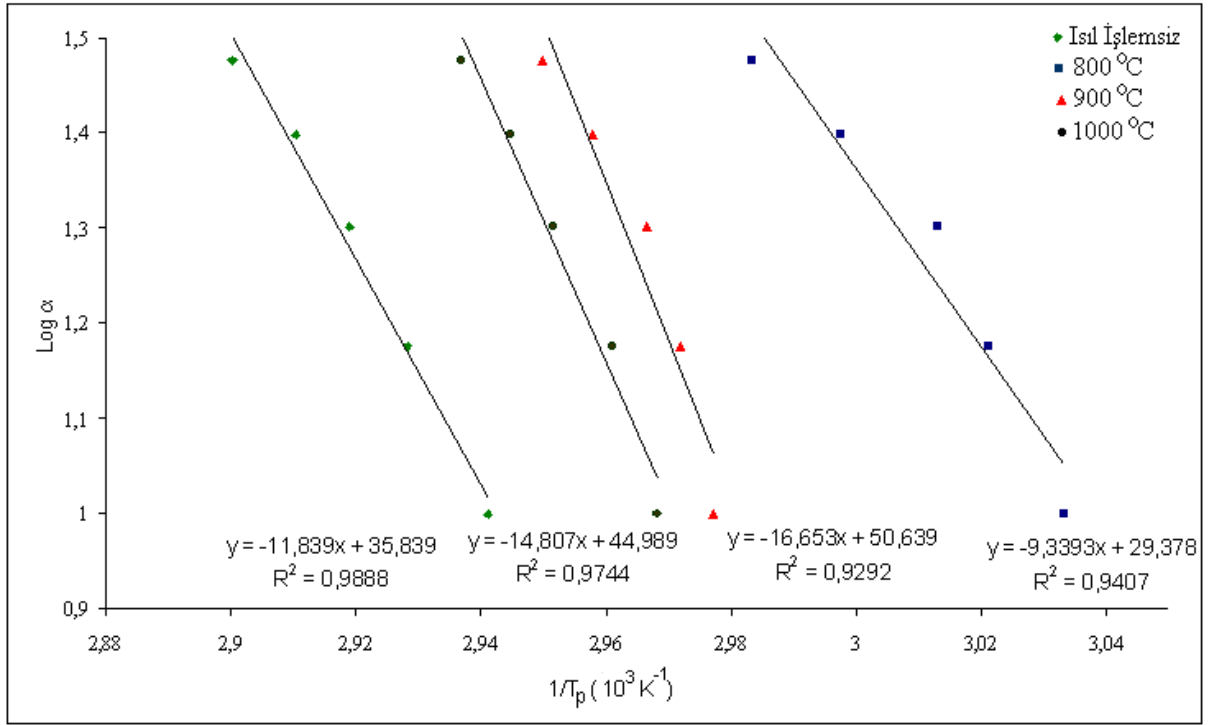
Şekil 7.47. 900 °C de ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımlının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değışim eğrileri.



Şekil 7.48. 1000 °C de ısıtılmış S1 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



Şekil 7.49. Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S1 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Kissinger eğrisi.



Şekil 7.50. Isıl işlemsiz ve ısıl işlemlili S1 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Ozawa eğrisi.

Tablo 7.14. S1 alaşımının ısıl işlem öncesi ve sonrası Kissinger ve Ozawa ya göre hesaplanan aktivasyon enerjisi değerleri.

S1	E_a	E_a
	<u>Kissinger</u> <u>yöntemine</u> <u>göre</u> (kJ/mol)	<u>Ozawa</u> <u>yöntemine</u> <u>göre</u> (kJ/mol)
Isıl İşlemsiz	200,96	215,47
800 °C	173,26	169,97
900 °C	313,18	303,08
1000 °C	272,56	264,48

Tablo 7.14 e göre en yüksek aktivasyon enerjisinin 900 °C de ısıl işlem görmüş S1 alaşımda gözlemlendiğinde düzgün bir kristalleşme için en fazla enerjiye ihtiyaç duyan ısıl işlem

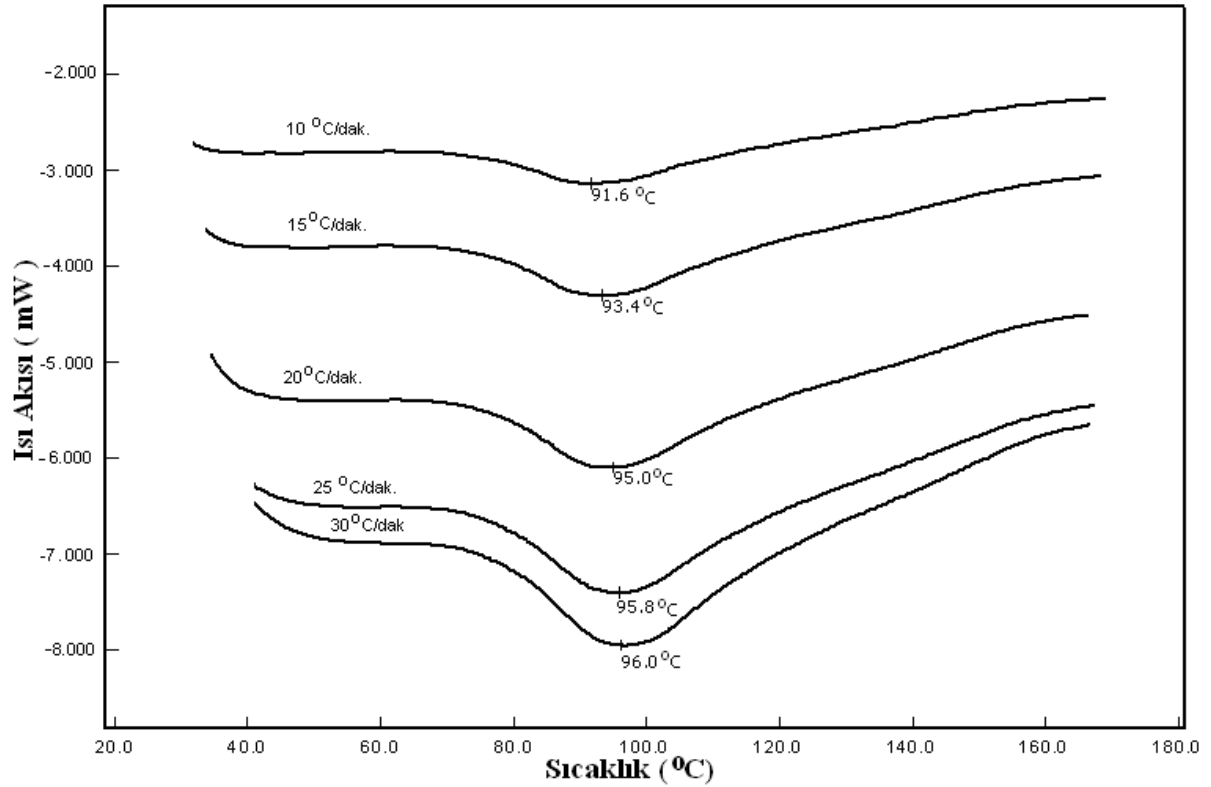
şartının 900 °C olduğu sonucuna varılabilir. Isıl işlemle aktivasyon enerjisinin değişimi, Şekil 7.50 ve Şekil 7.49 da açık bir şekilde görülmektedir.

7.6.2. S2 Alaşımının Aktivasyon Enerjisi

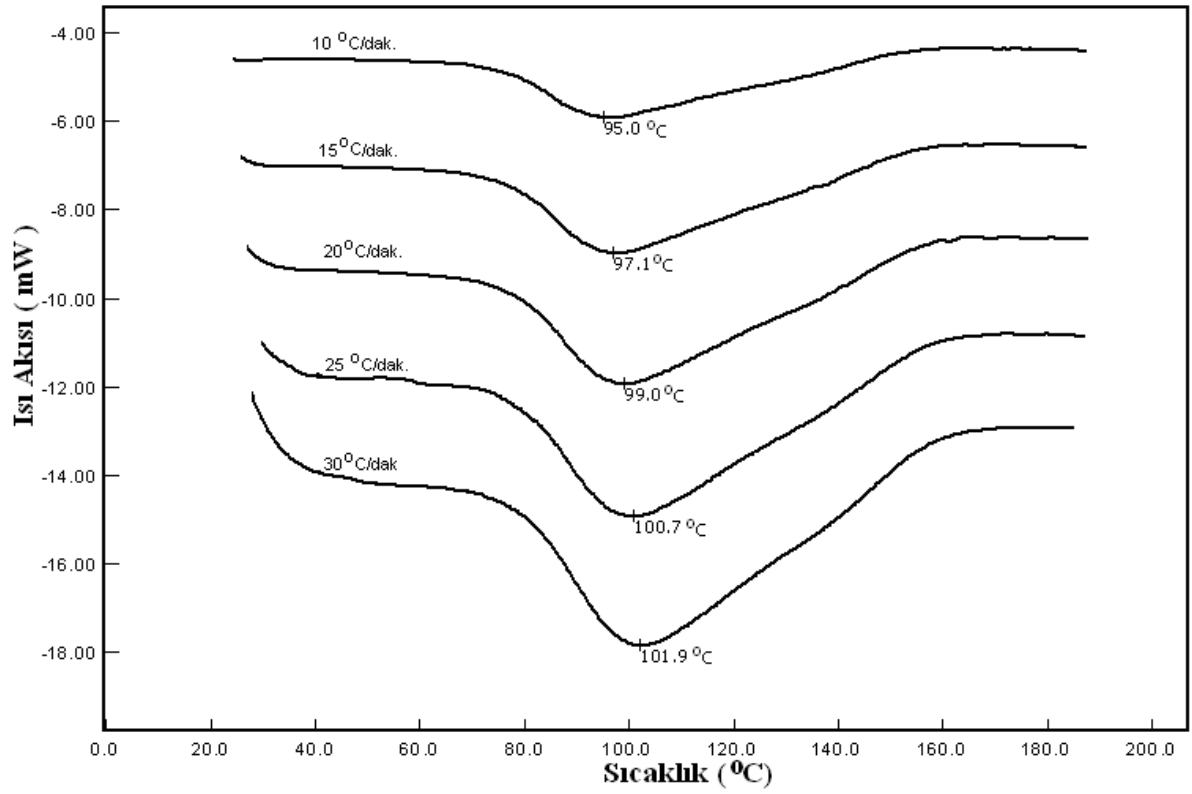
Isıl işlemsiz ve ısıtma işlem uygulanmış (800, 900 ve 1000 °C) S2 alaşımının aktivasyon enerjilerinin hesaplanması için 10-15-20-25 ve 30 °C/dak ısıtma hızlarıyla DSC ölçümleri alındı (Şekil 7.51-7.54).

Şekil 7.51-54 de bulunan T_p değerleri kullanılarak, Kissinger yöntemine göre $\ln\alpha/T_p^2$ 'nin $1/T_p$ ye (Şekil 7.55) ve Ozawa yöntemine göre $\log\alpha$ 'nın $1/T_p$ ye (Şekil 7.56) karşı grafikleri çizildi. Grafiklerin eğiminden Denklem 6.7-6.8 kullanılarak ısıtma işlemsiz ve ısıtma işlemli S2 alaşımlarının aktivasyon enerjisi hesaplandı ve bulunan değerler Tablo 7.15 de verildi.

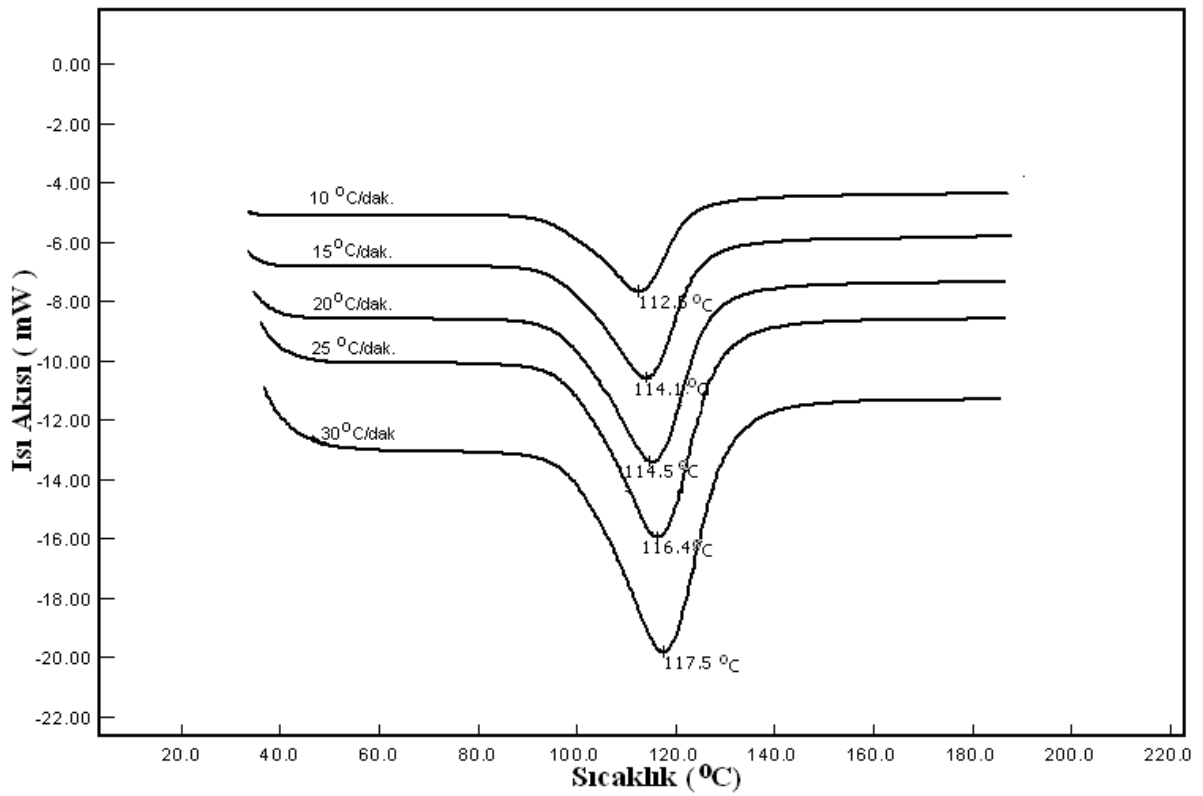
Şekil 7.55 ve 7.56 da ve Tablo 7.15 e göre en yüksek aktivasyon enerjisi değeri 1000 °C de ısıtma işlem görmüş S2 alaşımında görülürken, en düşük aktivasyon enerjisi değeri 800 °C de ısıtma işlem görmüş alaşımda gözlenmektedir. Isıl işlemsiz ve 900 °C de ısıtma işlem gören S2 alaşımında hesaplanan aktivasyon enerjisi değerleri 1000 °C deki alaşıma daha yakın değerdedir.



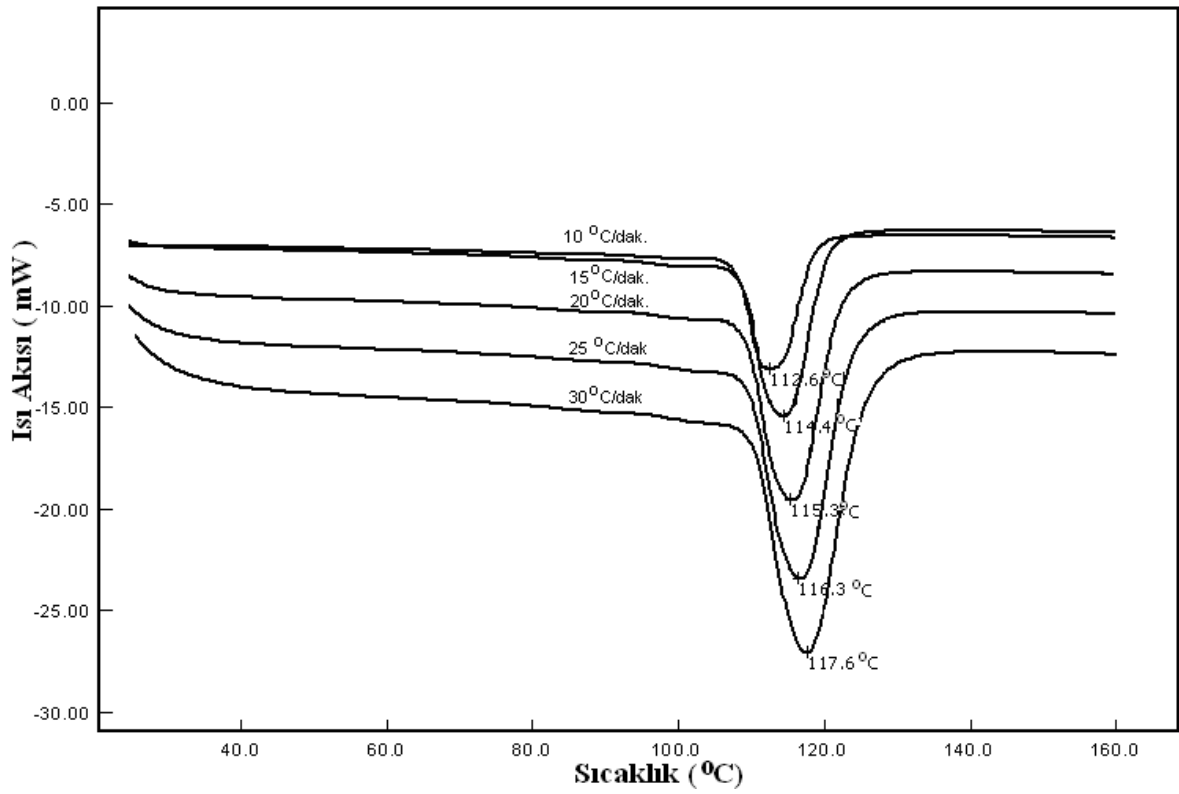
Şekil 7.51. Isıl işlemsiz S2 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



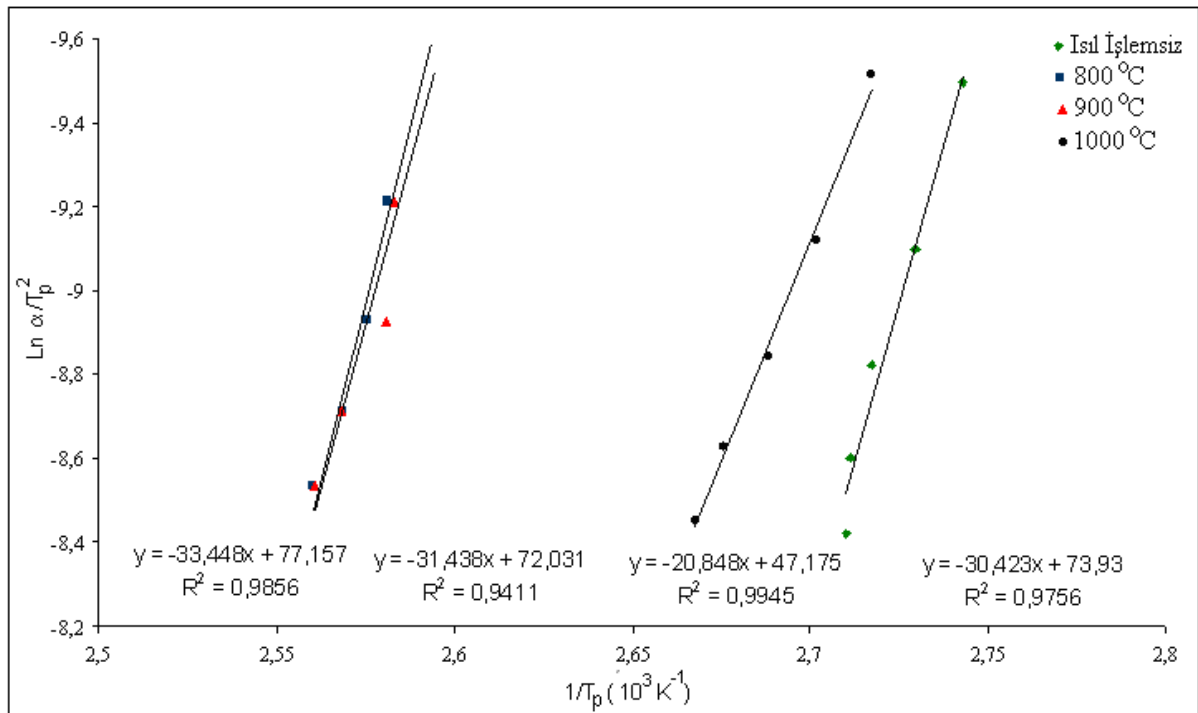
Şekil 7.52. 800 °C de ısıtılmış S2 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



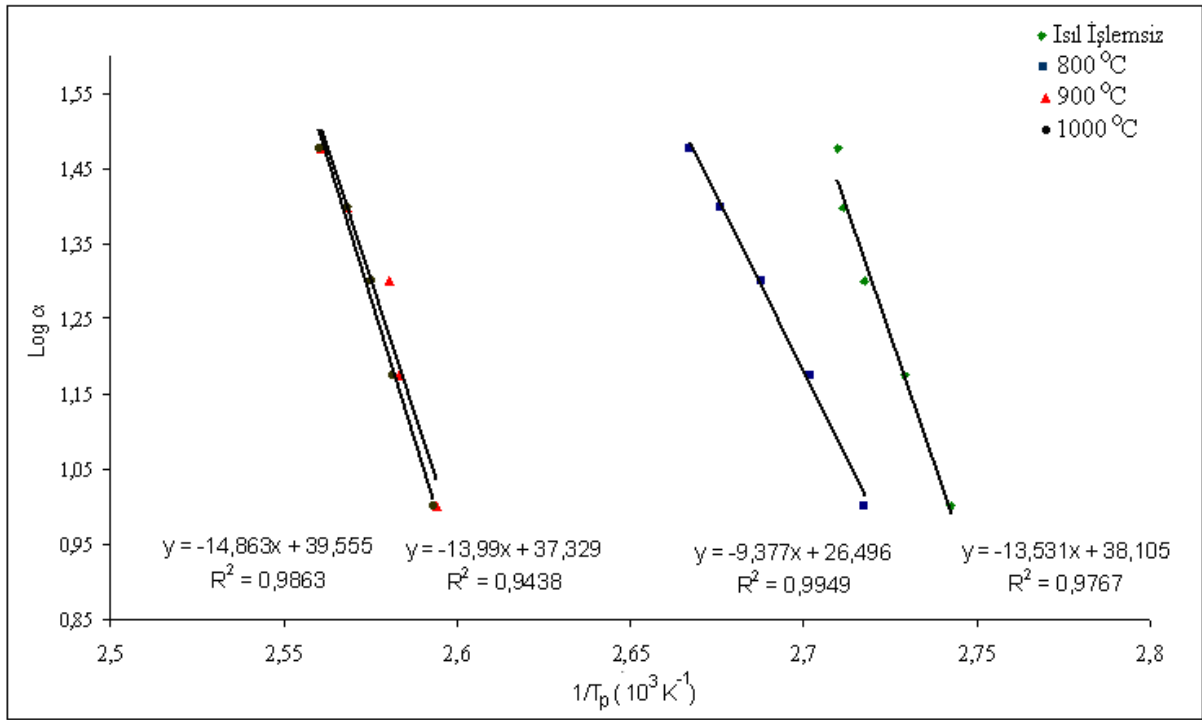
Şekil 7.53. 900 °C de ısıtılmış S2 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



Şekil 7.54. 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



Şekil 7.55. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemli S2 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Kissinger eğrisi.



Şekil 7.56. Isıl işlemsiz ve ısıl işlemlili S2 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Ozawa eğrisi.

Tablo 7.15. S2 alaşımının ısıl işlemlemeden önce ve sonraki Kissinger ve Ozawa ya göre hesaplanan aktivasyon enerjisi değerleri

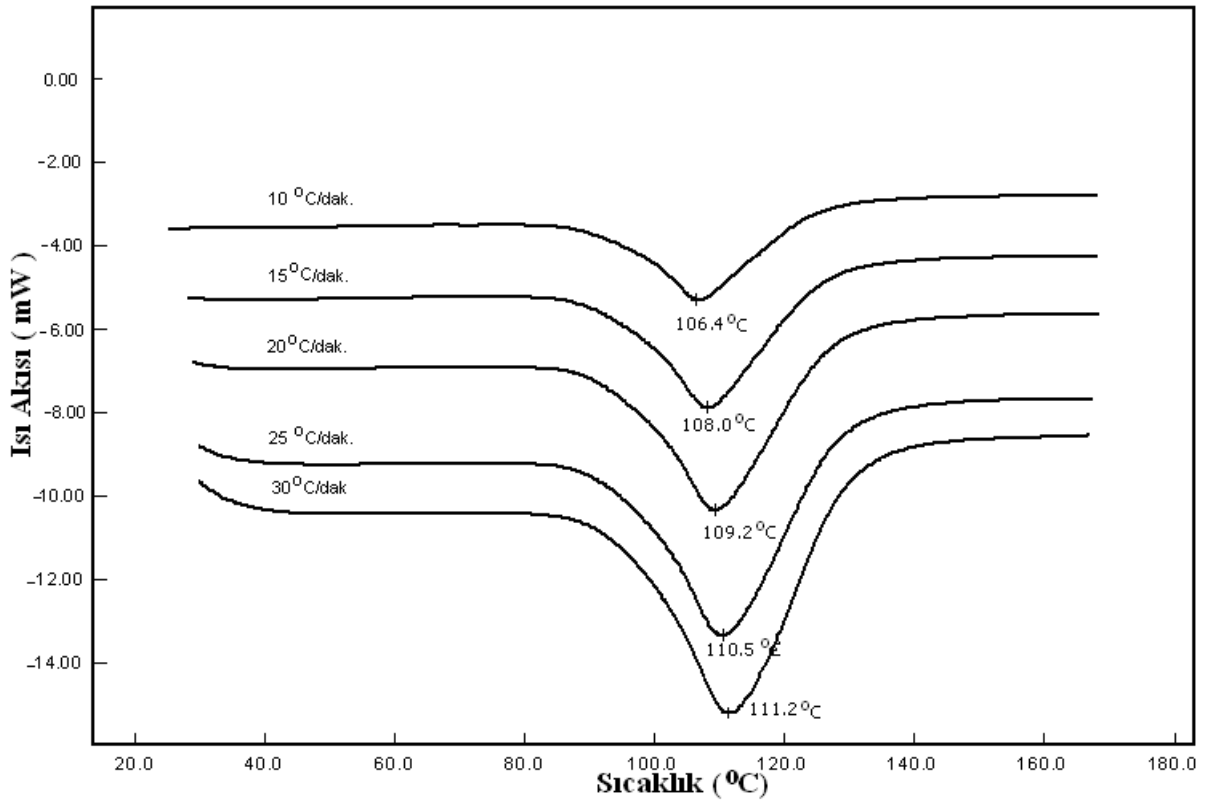
S2	E _a	E _a
	<u>Kissinger</u> <u>yöntemine</u> <u>göre</u> (kJ/mol)	<u>Ozawa</u> <u>yöntemine</u> <u>göre</u> (kJ/mol)
Isıl İşlemsiz	252,93	246,26
800 °C	173,33	170,66
900 °C	261,37	254,61
1000 °C	279,60	270,51

7.6.3. S3 Alařımının Aktivasyon Enerjisi

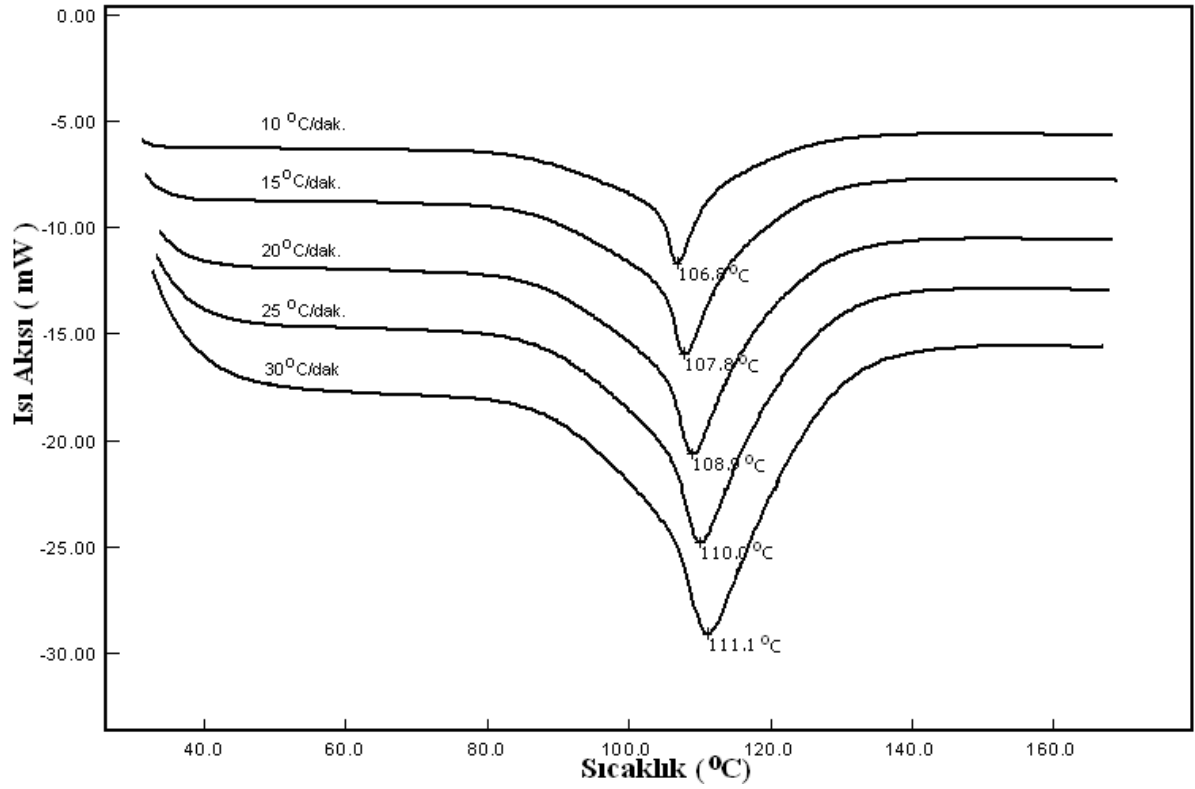
Isıl iřlemsiz ve ısıt ıřlem uygulanmıř (800, 900 ve 1000 °C) S3 alařımının aktivasyon enerjilerinin hesaplanması iin 10-15-20-25 ve 30 °C/dak ısıtma hızlarıyla DSC mleri alındı (řekil 7.57-7.60).

řekil 7.57-60 de bulunan T_p deęerleri kullanılarak, Kissinger yntemine gre $\ln\alpha/T_p^2$ 'nin $1/T_p$ ye (řekil 7.61) ve Ozawa yntemine gre $\text{Log}\alpha$ 'nın $1/T_p$ ye (řekil 7.62) karřı grafikleri izildi. Grafiklerin eęiminden Denklem 6.7-6.8 kullanılarak ısıt ıřlemsiz ve ısıt ıřlemlili S3 alařımlarının aktivasyon enerjisi hesaplandı ve bulunan deęerler Tablo 7.16 da verildi.

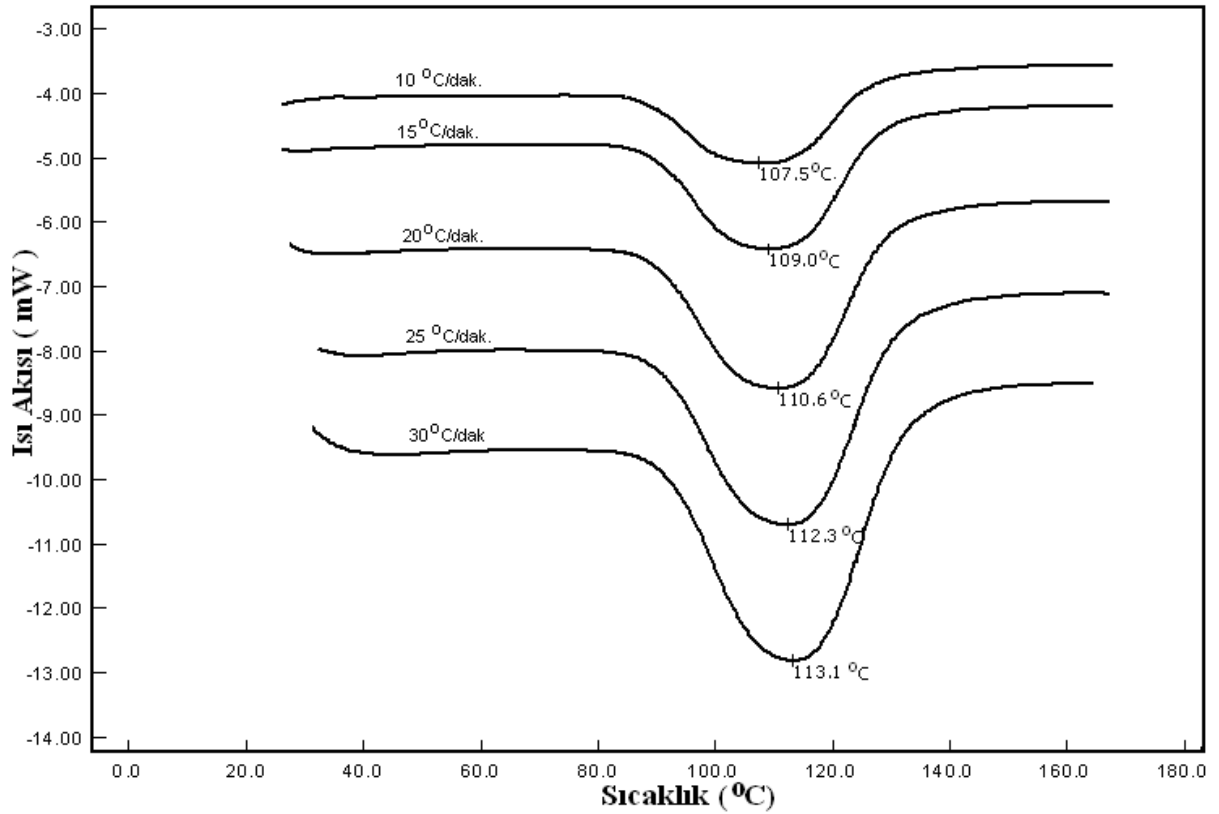
Tablo 7.16 ya gre, S3 alařımının ısıt ıřlemsiz ve ısıt ıřlemlili numunelerinin aktivasyon enerjilerine gre, en yksek aktivasyon enerjisine sahip alařımın 800 °C de ısıt ıřlem grmř alařım olduęu grld. En dřk aktivasyon enerjisi deęerine sahip S3 alařımının ise 1000 °C de ısıt ıřlem gren alařım olduęu tespit edildi.



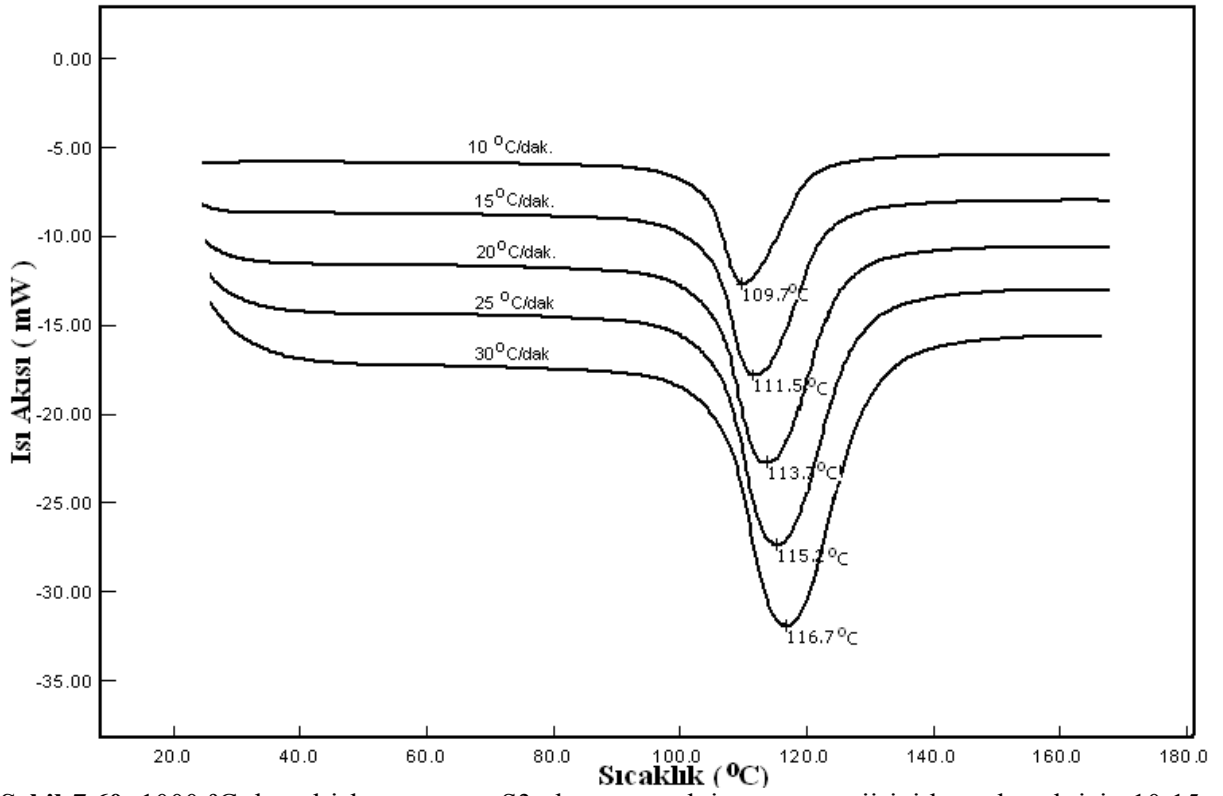
řekil 7.57. Isıl iřlemsiz S3 alařımının aktivasyon enerjisini hesaplamak iin 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla deęiřim eęrileri.



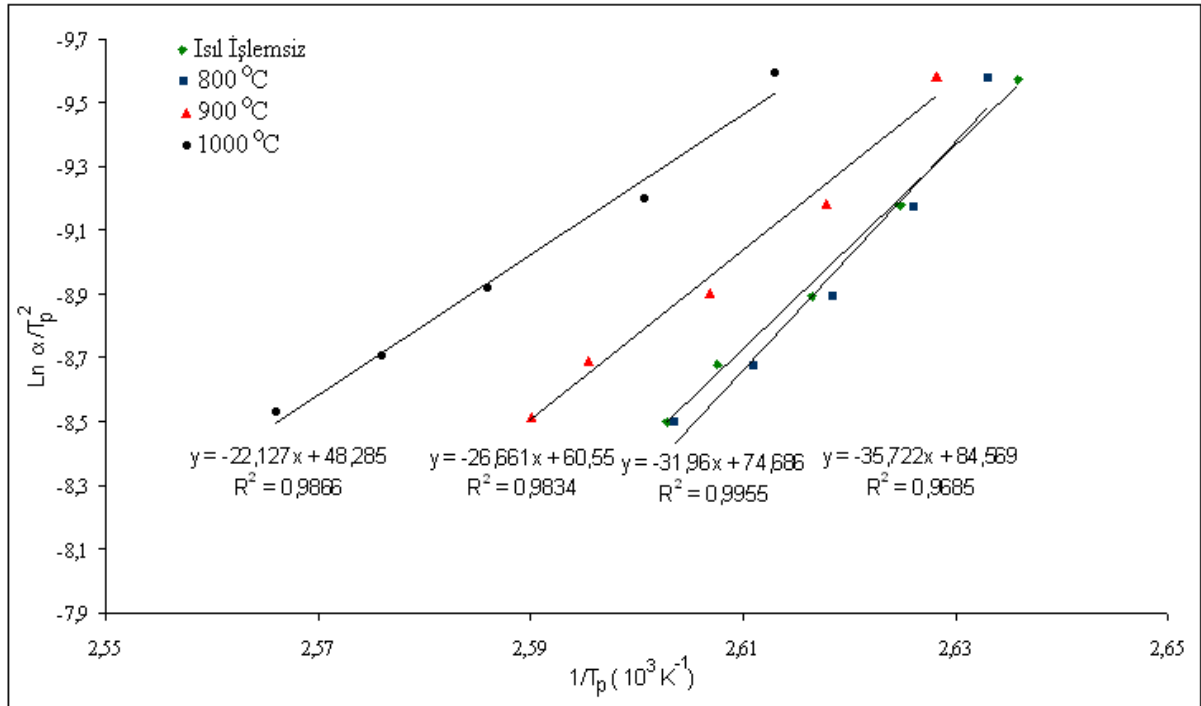
Şekil 7.58. 800 °C de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



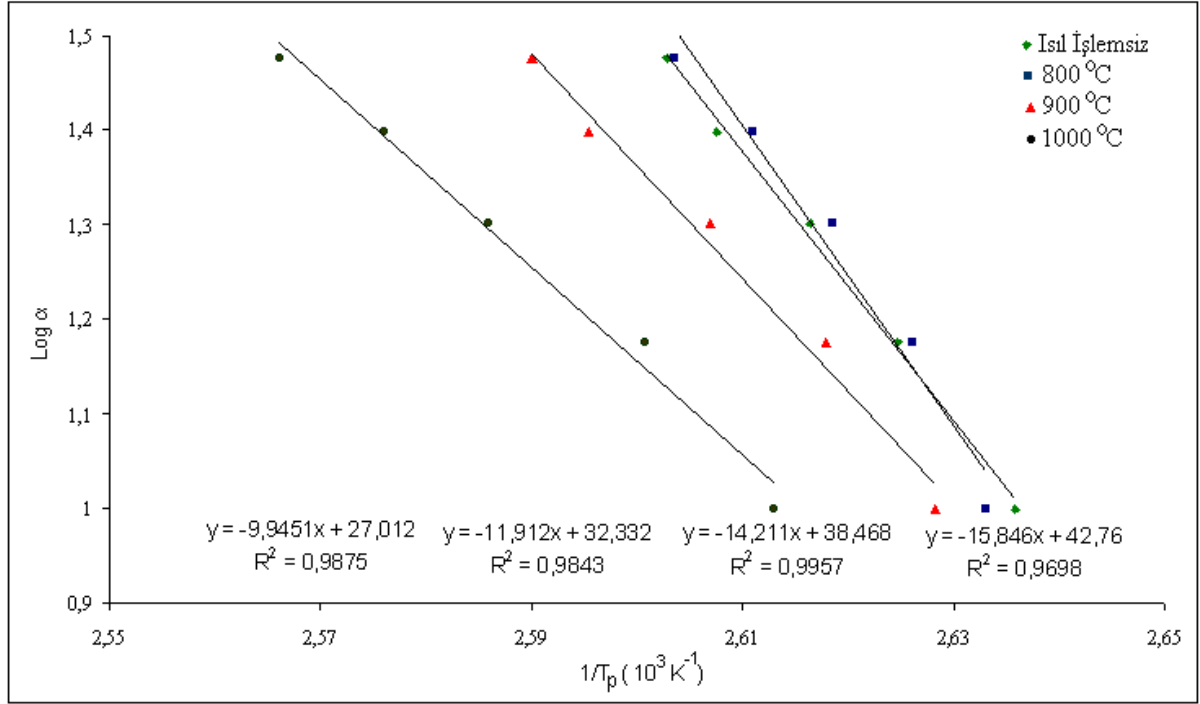
Şekil 7.59. 900 °C de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



Şekil 7.60. 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



Şekil 7.61. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemli S3 alaşımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Kissinger eğrisi.



Şekil 7.62. Isıl işlemsiz ve ısıl işlemlı S3 alaşıımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Ozawa eğrisi.

Tablo 7.16. S3 alaşıımının ısıl işlemlden önce ve sonraki Kissinger ve Ozawa ya göre hesaplanan aktivasyon enerjisi değlerleri.

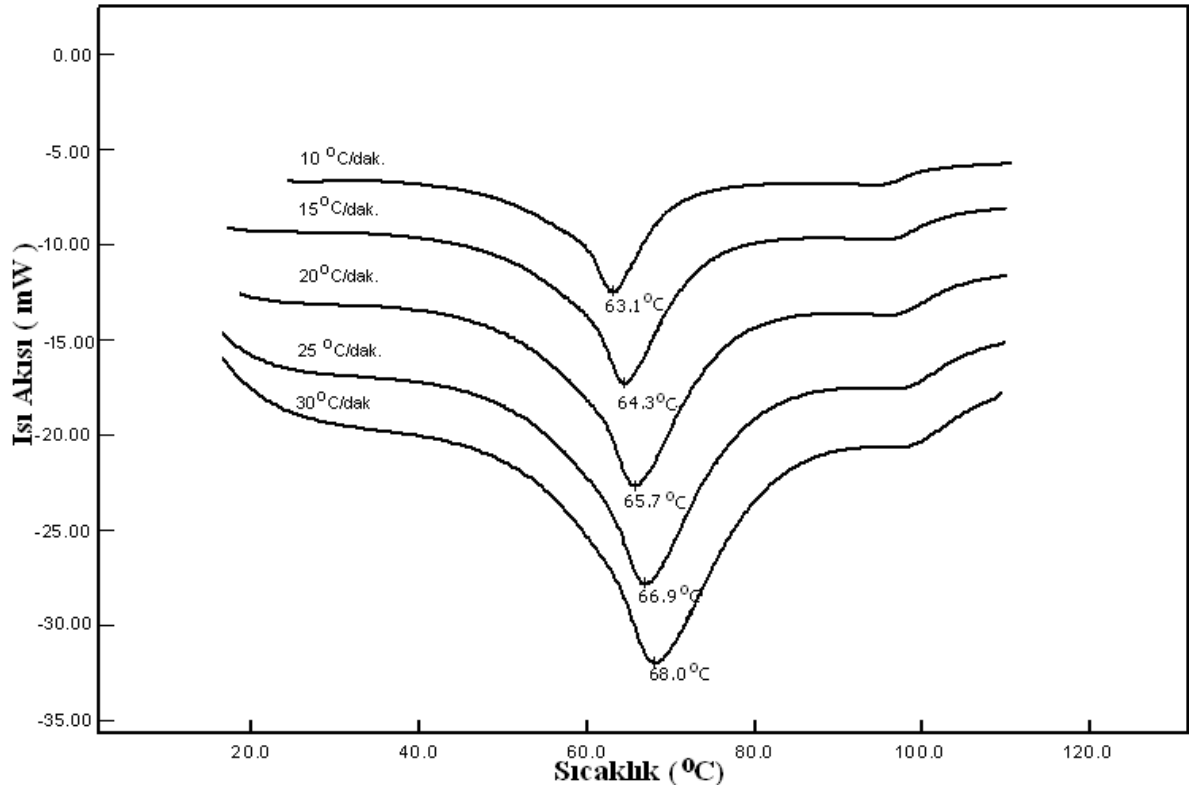
S3	E_a	E_a
	<u>Kissinger</u> <u>yöntemine</u> <u>göre</u> (kJ/mol)	<u>Ozawa</u> <u>yöntemine</u> <u>göre</u> (kJ/mol)
Isıl İşlemsiz	265,71	258,64
800 °C	296,99	288,39
900 °C	221,66	216,79
1000 °C	183,96	181,00

7.6.4. S4 Alaşımının Aktivasyon Enerjisi

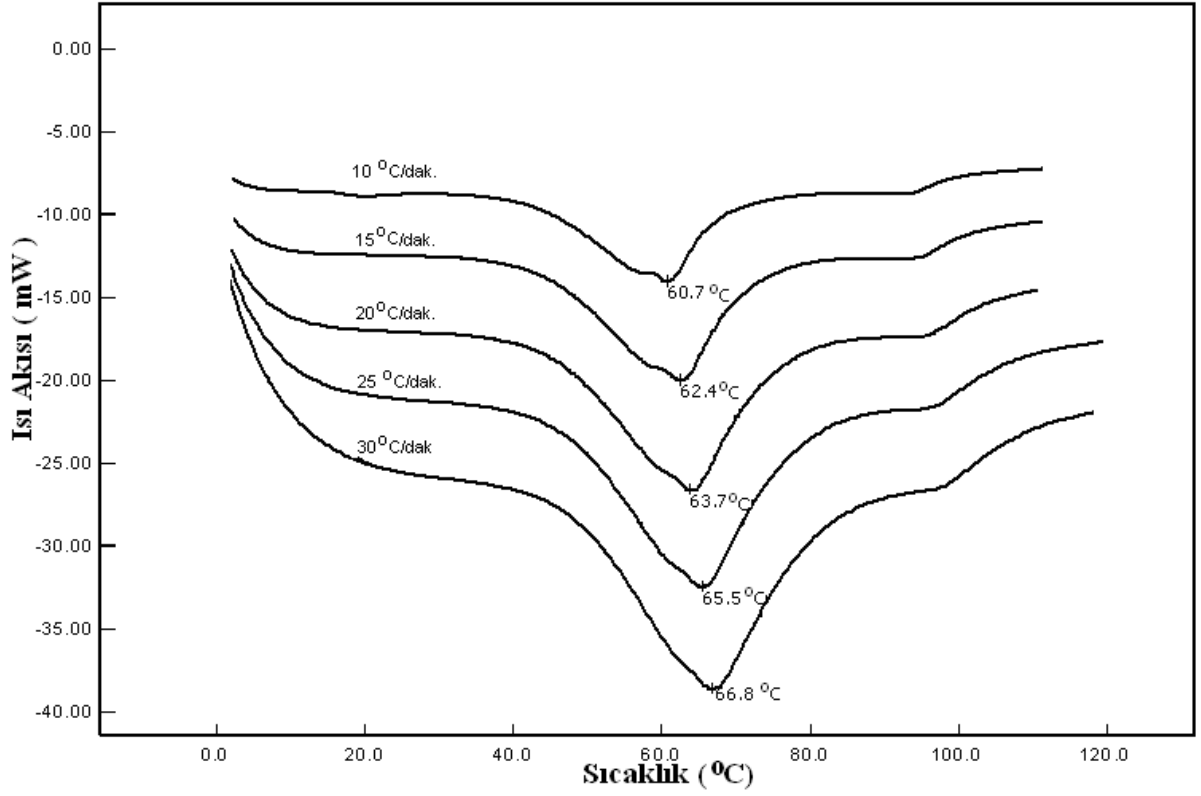
Isıl işlemsiz ve ısıtılmış (800, 900 ve 1000 °C) S4 alaşımının aktivasyon enerjilerinin hesaplanması için 10-15-20-25 ve 30 °C/dak ısıtma hızlarıyla DSC ölçümleri alındı (Şekil 7.63-7.66).

Şekil 7.63-66 dan bulunan T_p değerleri kullanılarak, Kissinger yöntemine göre $\ln\alpha/T_p^2$ 'nin $1/T_p$ ye (Şekil 7.67) ve Ozawa yöntemine göre $\log\alpha$ 'nın $1/T_p$ ye (Şekil 7.68) karşı grafikleri çizildi. Grafiklerin eğiminden Denklem 6.7-6.8 kullanılarak ısıtılmış ve ısıtılmamış S4 alaşımlarının aktivasyon enerjisi hesaplandı ve bulunan değerler Tablo 7.17 de verildi.

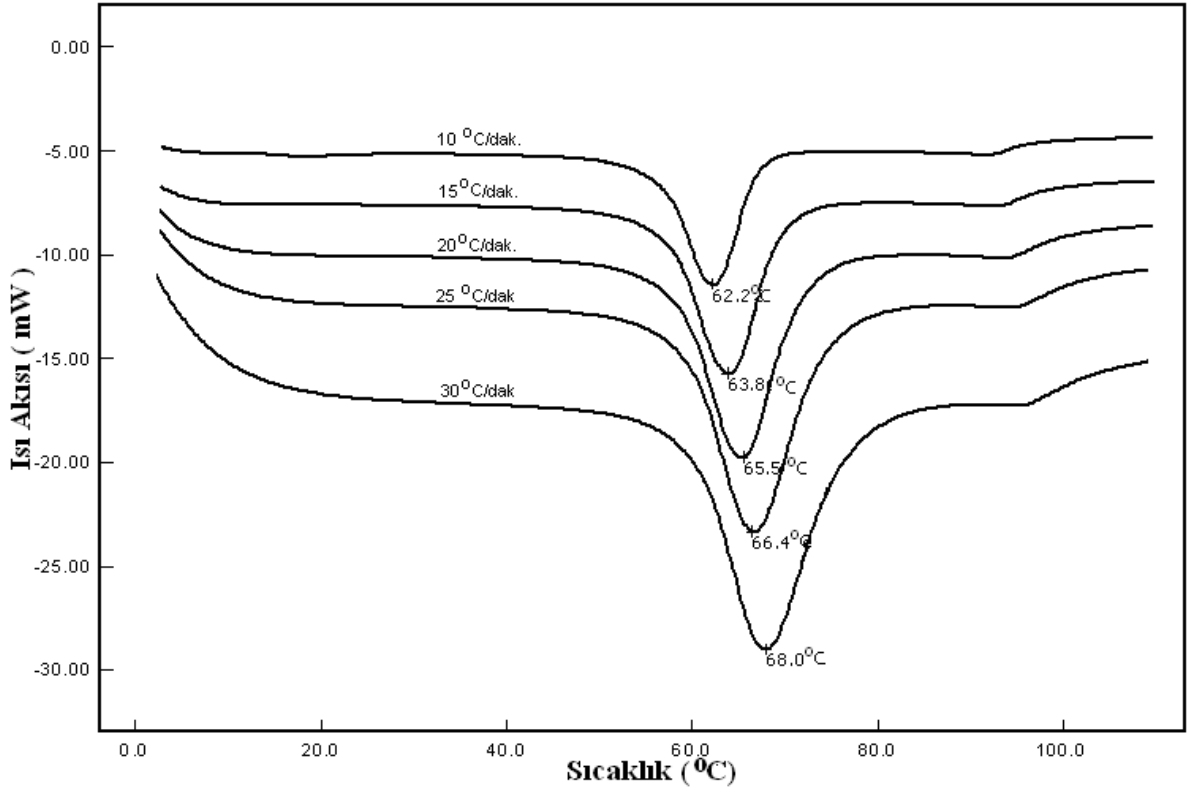
S4 alaşımında, S1 alaşımı gibi en yüksek aktivasyon değeri 900 °C de ısıtılmış alaşım için hesaplandı buna göre, S4 alaşımının martensit dönüşüm meydana getirebilmesi için en yüksek enerjiye ihtiyaç duyduğu durum, 900 °C de 2 saat ısıtılmış olduğu durumdur.



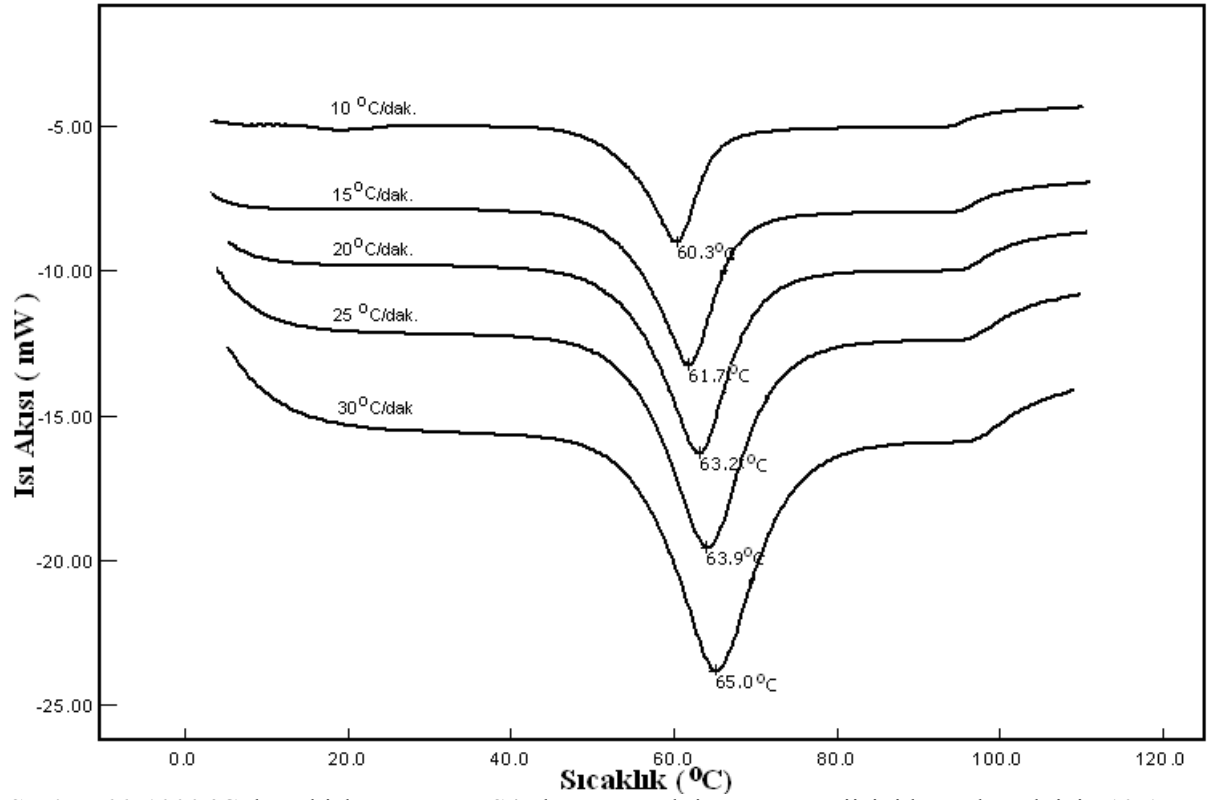
Şekil 7.63. Isıl işlemsiz S4 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



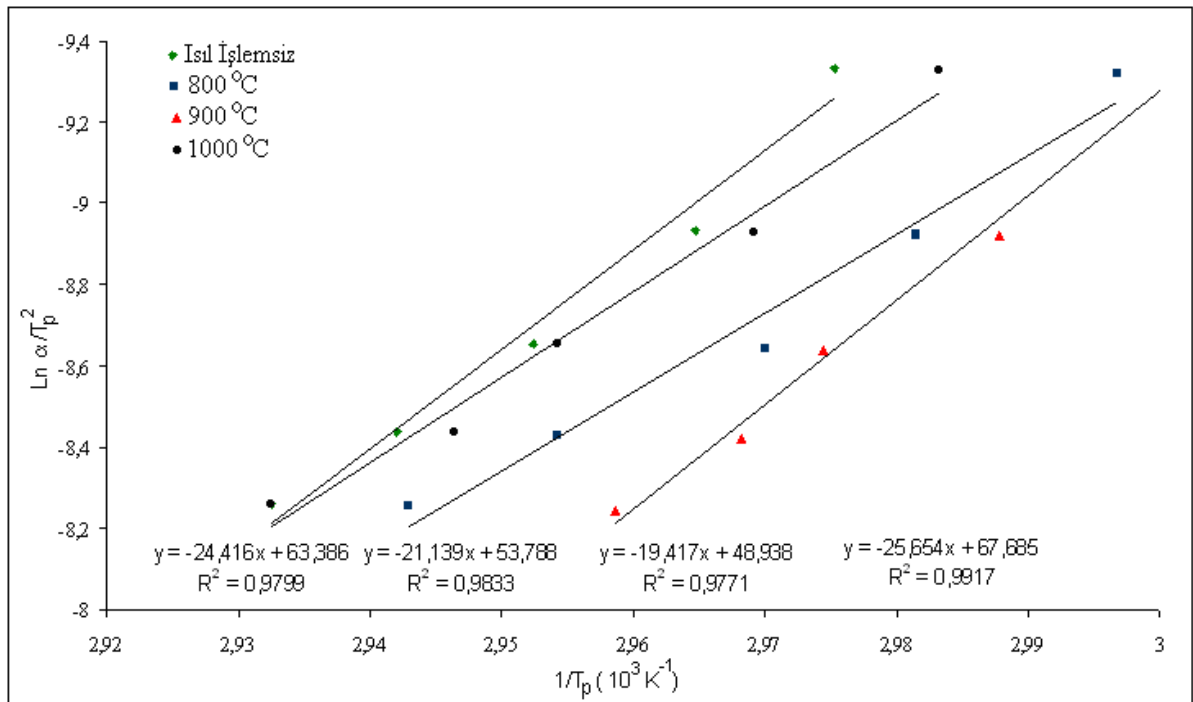
Şekil 7.64. 800 °C de ısıtılmış S4 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



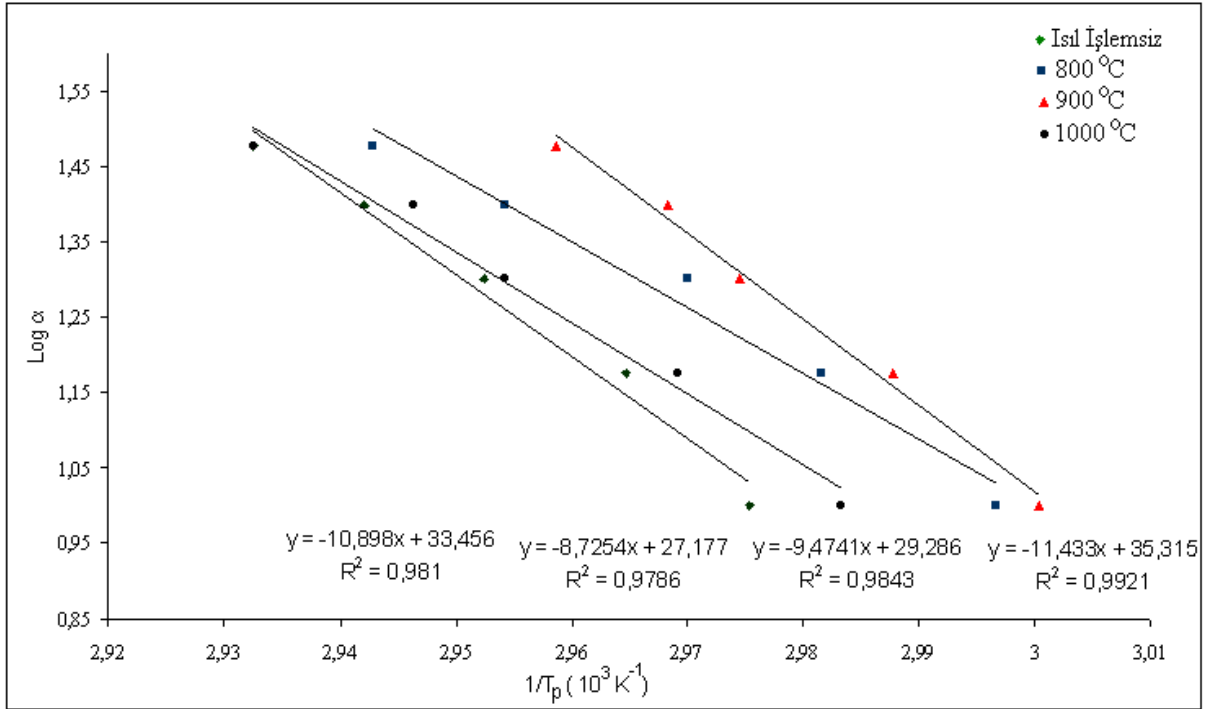
Şekil 7.65. 900 °C de ısıtılmış S4 alaşımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



Şekil 7.66. 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S4 alaışımının aktivasyon enerjisini hesaplamak için 10-15-20-25-30 °C/dak ısıtma hızıyla alınan ısı akısının sıcaklıkla değişim eğrileri.



Şekil 7.67. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemli S4 alaışımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Kissinger eğrisi.



Şekil 7.68. Isıl işlemsiz ve ısıl işlemlı S4 alaşıımı için 5 farklı ısıtma hızından elde edilen Ozawa eğrisi.

Tablo 7.17. S4 alaşıımının ısıl işlemten önce ve sonraki Kissinger ve Ozawa ya göre hesaplanan aktivasyon enerjisi değerleri.

S4	E _a	E _a
	<u>Kissinger</u> <u>yöntemine</u> <u>göre</u> (kJ/mol)	<u>Ozawa</u> <u>yöntemine</u> <u>göre</u> (kJ/mol)
Isıl İşlemsiz	208,47	198,34
800 °C	161,43	158,80
900 °C	213,28	208,08
1000 °C	175,75	172,43

V. Sanchez –Alarcos ve arkadaşları, NiMnGa ile yaptıkları çalışmada 873 K (600 °C) de ve 1073 K (800 °C) de ısıl işlem görmüş NiMnGa alaşıımının aktivasyon enerjisilerini

hesaplamışlardır. Yaptıkları hesaplamalarda, 873 K de ısıtma işlemi gören alaşımların aktivasyon enerjisi değeri 1073 K (800 °C) de ısıtma işlemi gören NiMnGa alaşımlarının aktivasyon enerjisinden daha yüksek bulmuşlardır. Bu durum, dengede olmayan boşluklardan veya yapı kusurlarından kaynaklanmaktadır (Alarcos vd., 2010). Buna göre, S1, S2 ve S4 alaşımlarında dengede olmayan boşluklar en fazla 800 °C de ısıtma işlemi görmüş alaşımda mevcut iken, S3 alaşımlarında dengede olmayan boşluklar en fazla 1000 °C de ısıtma işlemi maruz kalan alaşımda bulunmaktadır.

7.7. Isı Kapasitesi Ölçümleri

Isıtma işlemi gören S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının ısı kapasitesi ölçümleri (C_p) hava atmosferinde 10 °C/dak. ısıtma hızıyla 20-200 °C sıcaklık aralığında alındı. Bu ölçüm için Perkin Elmer Sapphire DSC (Differential Scanning Calorimeter) kullanıldı. Malzemenin C_p ölçümü için boş kap, standard malzeme ve numunelerin ısı akısı eğrileri kullanıldı ve üç sıcaklık basamağında DSC ölçümleri yapıldı. Bunlar;

- 1) 20 °C de 5 dakika izotermal,
- 2) 20°C den 200°C ye 10 °C/dak ısıtma hızıyla artan sıcaklık,
- 3) 200 °C de 5 dakika izotermal

Bu üç basamak gözönüne alınarak; öncelikle boş kabın (baseline), daha sonra standard malzemenin ve son olarakta numunenin ısı akısı eğrisi elde edildi. Sıcaklığa bağlı ısı kapasitesi, bu eğrilerden PKI Muse standard analiz programı kullanılarak bulundu ve bulunan sonuçlar Tablo 7.18 de verildi.

S1 alaşımlarının ısıtma işlemi gören ve ısıtma işlemi gören numunelerinin ısıtma esnasındaki sıcaklığa bağlı ısı kapasitesi eğrileri toplu olarak Şekil 7.69 da verildi. C_p - T eğrisinde görünen şiddeti yüksek pik martensit fazdan austenit faza geçişi ve basamak şeklindeki küçük pik ise manyetik geçişi göstermektedir. Isıtma işlemi gören ve ısıtma işlemi gören (800, 900 ve 1000 °C) S1 alaşımlarının oda sıcaklığındaki ısı kapasitesi değerleri sırasıyla, 0,72 J/g°C, 0,66 J/g°C, 0,78 J/g°C ve 0,86 J/g°C olarak bulundu. 1000 °C de ısıtma işlemi görmüş S1 alaşımlarında en yüksek ısı kapasitesi değeri ve martensit dönüşüm esnasında en büyük ΔC_p değeri gözlemlendi.

Isıtma işlemi gören ve ısıtma işlemi gören (800, 900 ve 1000 °C) S2 alaşımlarının ısı kapasitelerinin sıcaklıkla değişimi Şekil 7.70 de verildi. S2 alaşımları için oda sıcaklığındaki ısı kapasitesi değerleri sırasıyla, 0,67 J/g°C, 0,61 J/g°C, 0,67 J/g°C ve 1,047 J/g°C olarak bulundu. 1000 °C

de ısıt ıřlem g rm ř S2 alařımında martensit d n ř m esnasında en b y k ΔC_p deęeri g zlendi.

Isıl iřlemsiz ve ısıt ıřlemlı (800, 900 ve 1000  C) S3 alařımlarının ısı kapasitesinin sıcaklıkla deęiřim eęrileri řekil 7.71 de verildi. Bu alařımların oda sıcaklıęındaki ısı kapasitesi deęerleri, sırasıyla 0,60 J/g C, 0,61 J/g C, 0,69 J/g C ve 0,89 J/g C olarak bulundu. Martensit d n ř m esnasındaki en b y k ΔC_p deęeri 1000  C de ısıt ıřlem g rm ř alařımda g zlendi.

Isıl iřlemsiz ve ısıt ıřlemlı (800, 900 ve 1000  C) S4 alařımlarının ısı kapasitesi eęrileri řekil 7.72 de verildi. Bu alařımların oda sıcaklıęındaki ısı kapasitesi deęerleri, sırasıyla 0,82 J/g C, 1,06 J/g C, 0,72 J/g C ve 0,96 J/g C olarak bulundu. Martensit d n ř m esnasındaki en b y k ΔC_p deęeri 1000  C de ısıt ıřlem g rm ř S4 alařımda g zlendi.

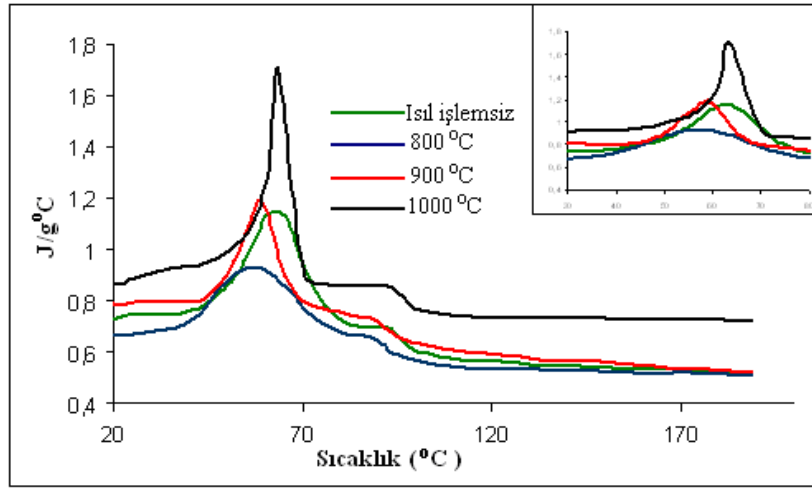
Tablo 7.18. Isıl iřlemsiz ve ısıt ıřlemlı S1, S2, S3 ve S4 alařımının oda sıcaklıęındaki ısı kapasitesi deęerleri

<u>S1 Alařımı</u>	Isıl iřlemsiz	800 �C	900 �C	1000 �C
Isı Kapasitesi	0,72 J/g�C	0,66 J/g�C	0,78 J/g�C	0,86 J/g�C
<u>S2 Alařımı</u>	Isıl iřlemsiz	800 �C	900 �C	1000 �C
Isı Kapasitesi	0,67 J/g�C	0,61 J/g�C	0,67 J/g�C	1,047 J/g�C
<u>S3 Alařımı</u>	Isıl iřlemsiz	800 �C	900 �C	1000 �C
Isı Kapasitesi	0,60 J/g�C	0,61 J/g�C	0,69 J/g�C	0,89 J/g�C
<u>S4 Alařımı</u>	Isıl iřlemsiz	800 �C	900 �C	1000 �C
Isı Kapasitesi	0,82 J/g�C	1,06 J/g�C	0,72 J/g�C	0,96 J/g�C

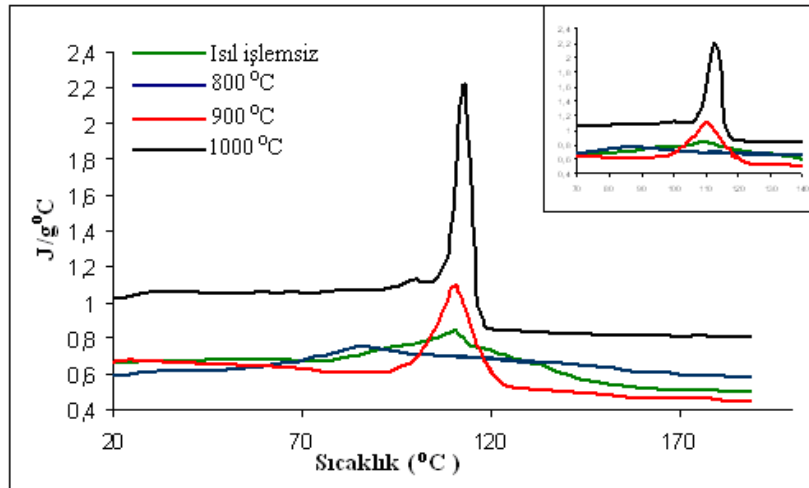
S1, S2, S3 ve S4 alařımları i inde ısı kapasitesi deęerleri arttık a entropi deęiřimi (ΔS) deęerinin de tespit edildi. Bu sonu  ařaęıdaki denklemlle uyum i indedir (Tian ve Wu, 2000).

$$S(T) = \int_0^T \frac{C_p}{T} dT \quad (7.6.)$$

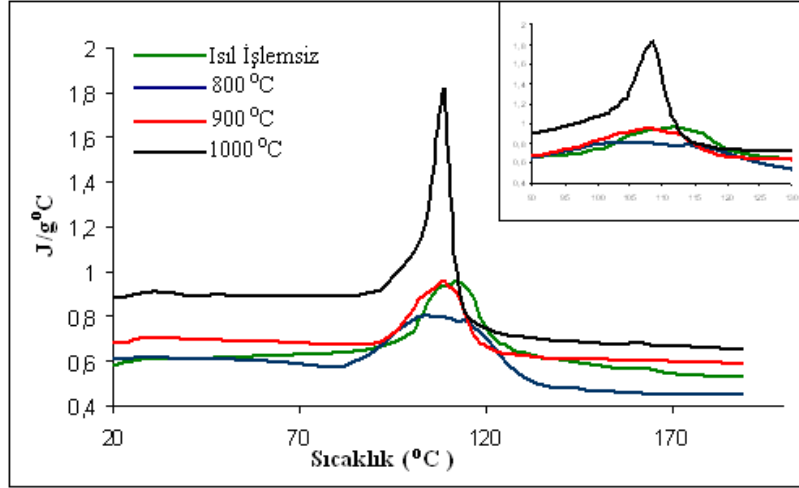
Bu çalışmadan elde edilen ısı kapasitesi sonuçları, entropi değişimi ile kıyaslanırsa arada bir doğru orantı olduğu gözlenebilir. S1, S2 ve S3 alaşımları için oda sıcaklığında en yüksek ısı kapasitesi değeri ve entropi değişimi değeri 1000 °C’ de ısıl işlem görmüş alaşımda gözlemlendi. S4 alaşımı için en yüksek ısı kapasitesi ve entropi değişimi ise 800 °C’ de ısıl işlem görmüş alaşımda gözlemlendi.



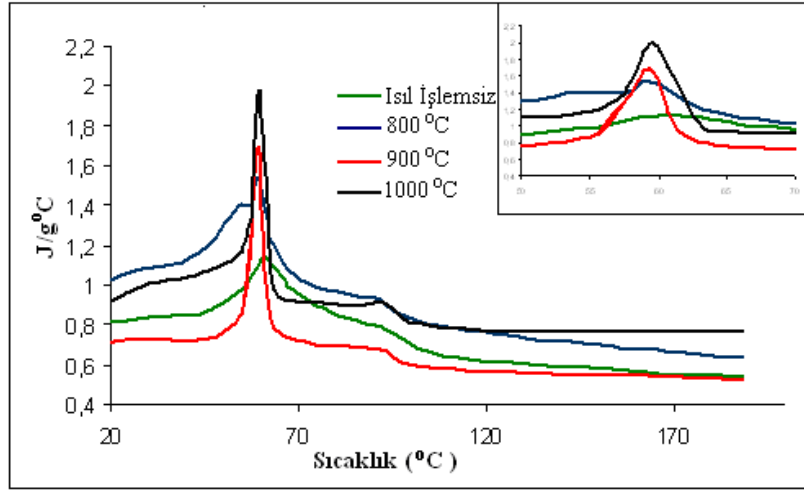
Şekil 7.69. Isıl işlemsiz ve ısıl işlemlili S1 alaşımlarının ısı kapasitesinin sıcaklıkla değişimi.



Şekil 7.70. Isıl işlemsiz ve ısıl işlemlili S2 alaşımlarının ısı kapasitesinin sıcaklıkla değişimi.



Şekil 7.71. Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S3 alaşımının ısı kapasitesinin sıcaklıkla değişimi.



Şekil 7.72. Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S4 alaşımının ısı kapasitesinin sıcaklıkla değişimi.

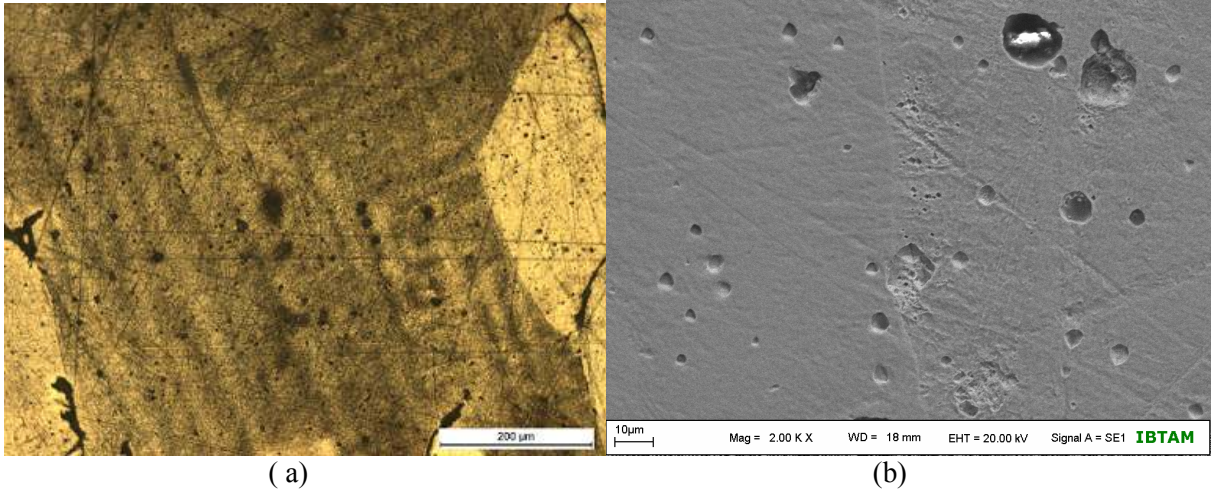
7.8. Optik Mikroskop ve SEM Ölçümleri

Isıl İşlemsiz ve ısıtılmış S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının poliestere gömülen parçaları parlatılıp dağlandıktan sonra optik mikroskopi ve SEM fotoğrafları alındı. Bu fotoğraflardan alaşımların yüzey morfolojisi incelendi.

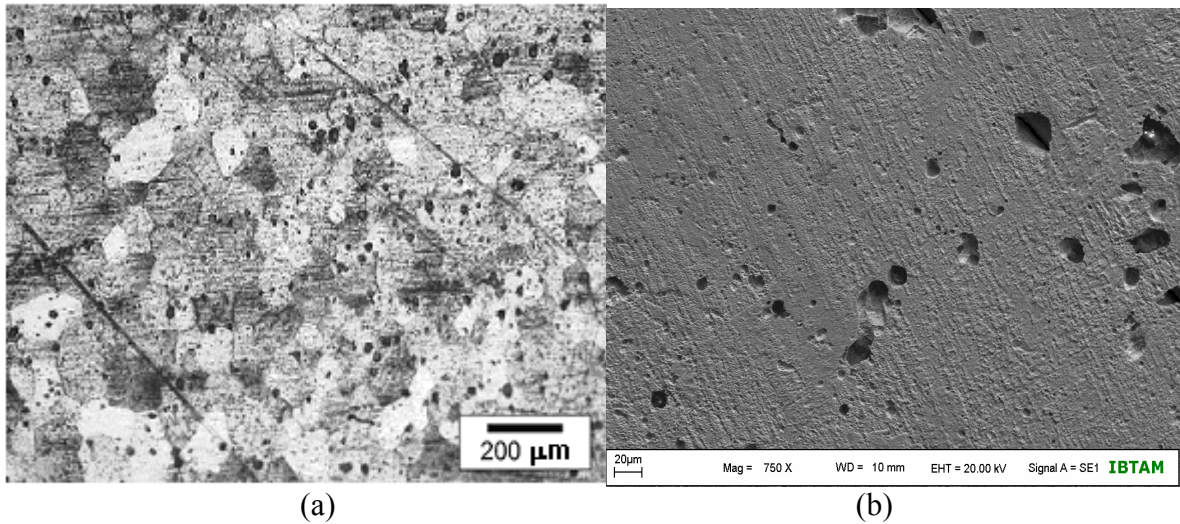
7.8.1. S1 Alaşımının Yüzey Morfolojisi

Şekil 7.73-7.76 da ısıtılmış ve ısıtılmamış S1 alaşımlarına ait optik mikroskop ve SEM fotoğrafları görülmektedir.

Şekil 7.73.a da ısıt işlemsiz S1 alaşımının elde edilen görüntülerinde tane sınırları görülürken martensit plakalar düzenli ve net değildir. Optik mikrografta, koyu renkli bölgede martensit plakaların birbiriyle, bir sınırdaki belli bir açı yapacak şekilde yöneldiği görülmektedir. SEM görüntülerinden ise, iki tane arasındaki sınır açık bir şekilde görülmektedir.



Şekil 7.73. Isıt işlemsiz S1 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

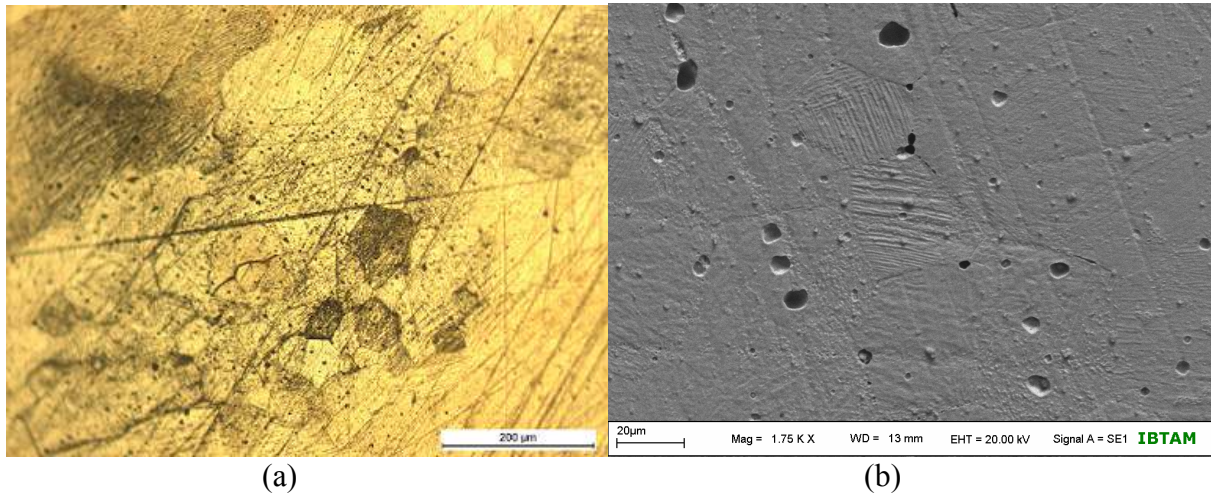


Şekil 7.74. 800 °C’de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) S1alaşımının SEM görüntüsü.

Şekil 7.74.a da 800 °C’ de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının optik mikrografından tane boyutunun ısıt işlemsize göre küçüldüğü görülmektedir. Mikrograftaki açık renk ve koyu renk olan bölgelerin farklı fazları işaret ettiği ve koyu renk olan bölgenin martensit faz ve açık renk olan bölgenin γ faz olduğu düşünülmektedir. Çünkü, x-ışını difraktogramından da farklı faz

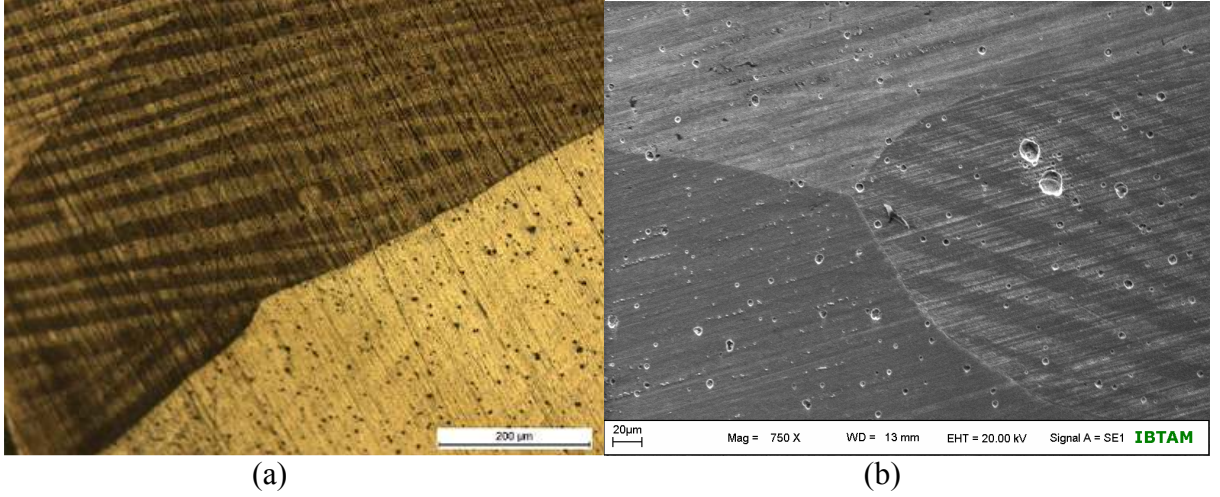
olan γ faza ait piklere rastlandı. Bununla birlikte, siyah noktaların, parlatma veya dağlamadan kaynaklanan boşluklar veya çökelti fazları olduğu düşünülmektedir.

Şekil 7.75.a da 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının optik mikroskop görüntüsünde farklı büyüklükte taneler göze çarparken 800 °C ısıt işlem uygulanmış S1 alaşımına göre boşlukların azaldığı görülmektedir. Ayrıca optik mikrograftan, martensit fazla birlikte başka bir fazında meydana geldiği söylenebilir ve bu fazların martensit faz ve γ faz olduğu düşünülmektedir. Bu sonuç, x-ışını difraktogramı ile uyum içindedir. X-ışını difraktogramında γ faza ait pikler görüldü. Şekil 7.75.b de 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S1 numunesine ait SEM resiminde, taneler içerisinde iğnemi ve V tipi martensitler gözlenmektedir.



Şekil 7.75. 900 °C’de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

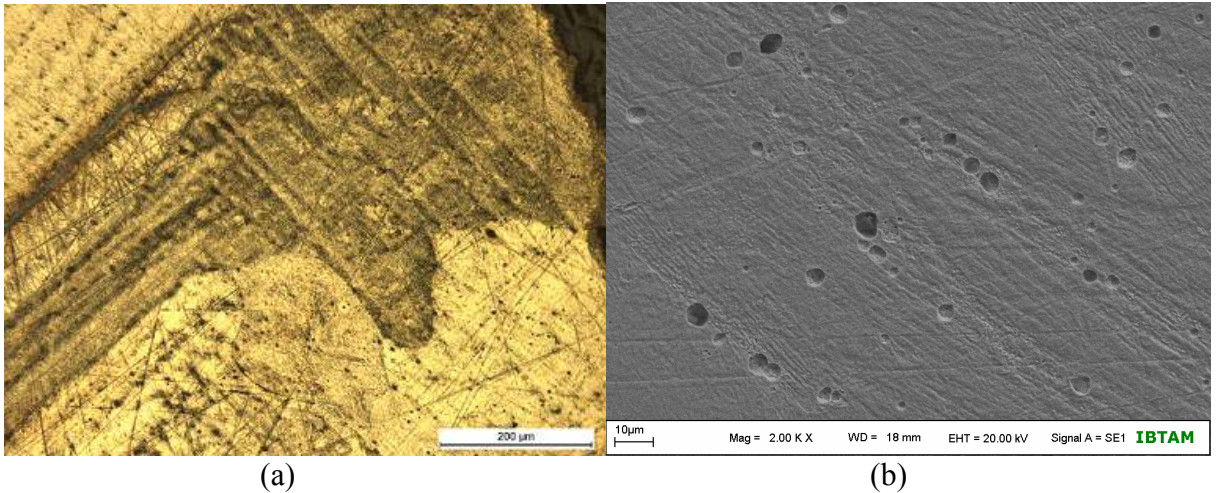
1000 °C’de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının optik mikroskop görüntüsünde, koyu renkli bölgede uyumlu martensit plakalar varken, açık renk bölge γ fazı işaret etmektedir (Şekil 7.76) (Aydoğdu, 1995). Birbiriyle uyumlu plakalar genellikle alaşımın yüksek sıcaklıktan ani soğutmasıyla elde edilmektedir. Ani soğutmayla elde edilen uyumlu plakalar grubunun ortaya çıkması çok sık gözlenen bir olaydır (Yunqing Ma vd., 2007; Kayalı, 1993). 1000 °C de ısıt işlem uygulanmış S1 alaşımının tane büyüklüğü, 800 ve 900 °C de ısıt işlem uygulanmış S1 alaşımlara göre artmıştır. SEM fotoğrafında üç tanenin keştiği yerde tane sınırı görülmektedir. Üstteki ve sağ taraftaki tanelerde birbiriyle paralel martensit plakalar görülürken sol taraftaki tanede martensit yapı görülmemektedir. Bu tanenin yapısının γ faz olduğu düşünülmektedir.



Şekil 7.76. 1000 °C’de ısıt işlem görmüş S1 alaşımlarının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

7.8.2. S2 Alaşımlarının Yüzey Morfolojisi

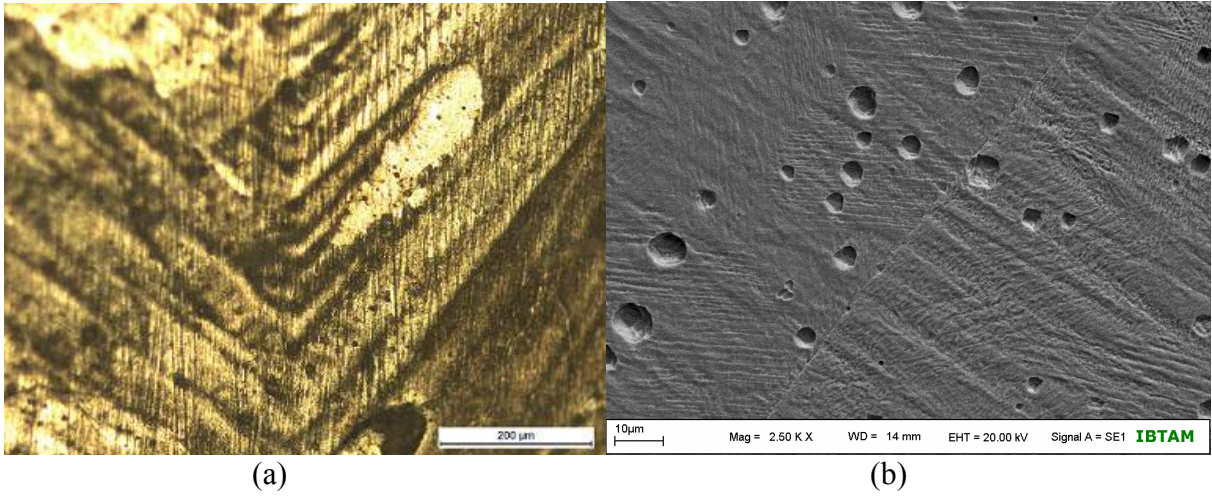
Isıl işlemsiz S2 alaşımlarının optik mikrofrafı ve SEM fotoğrafları sırasıyla Şekil 7.77.a ve b de verilmiştir. Optik mikrofrafı göre, iki farklı martensit plaka belli bir açıyla iç içe girmiş şekilde görülmektedir. Şekil 7.77.b de ise SEM fotoğraflarında değişik yönelimlere sahip martensit plakalar belirgin bir şekilde görülmektedir.



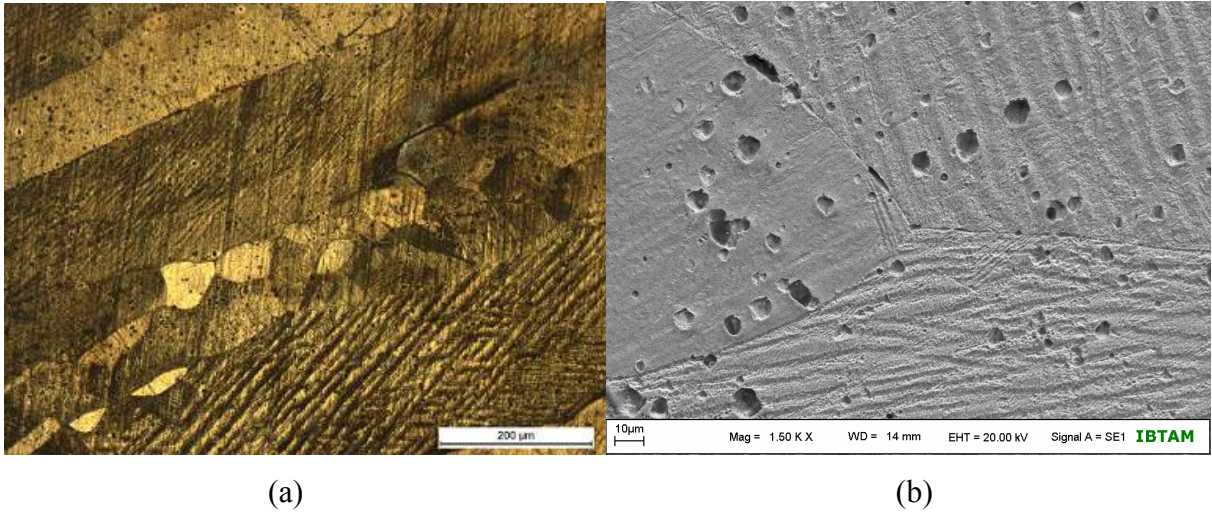
Şekil 7.77. Isıl işlemsiz S2 alaşımlarının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

800 °C’ de ısıt işlem gören S2 alaşımlarının optik mikrofrafında ise (Şekil 7.78.a), ısıt işlemsiz S2 alaşımlarıyla benzer şekilde belli bir açıyla iç içe geçmiş martensit plakalar görülmektedir. Optik mikrofrafın tam ortasında açık renkteki bölgenin martensit faz dışında

başka bir faz olduğu düşünülmektedir. Bu fazın γ fazı olduğu kabul edilmiştir. SEM fotoğraflarına bakıldığında (Şekil 7.78.b) iki tane arasındaki sınır açık bir şekilde görülmekte ve sol taraftaki tanede V tipi martensit yapı, sağ taraftaki tanede ise iğne tipi martensit ve V tipi martensit içiçedir.



Şekil 7.78. 800 °C’de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.



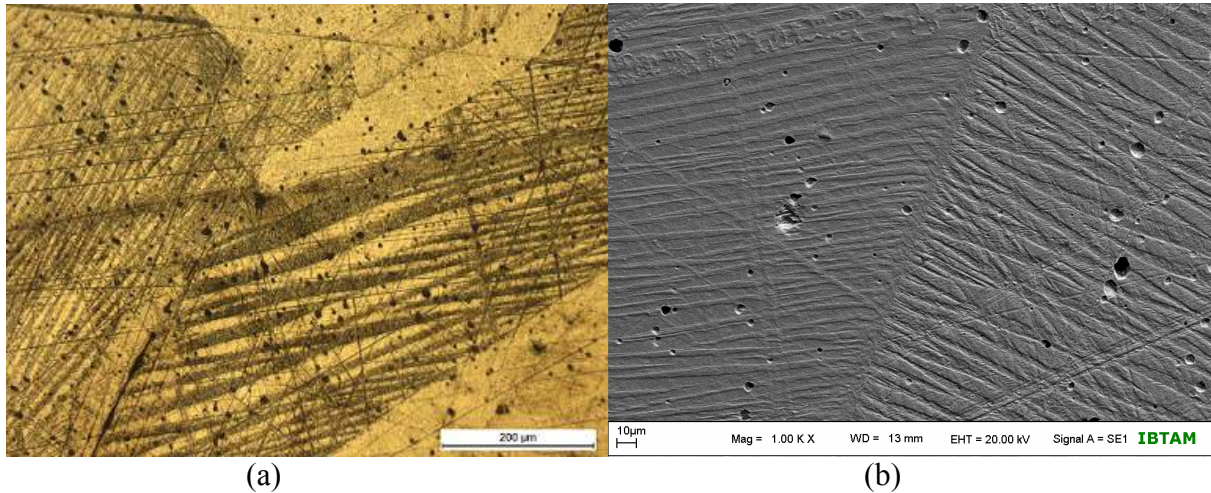
Şekil 7.79. 900 °C’de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

900 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının optik mikrofrafında bakıldığında (Şekil 7.79.a) orta kısımda açık renk ve koyu renkte bölgeler görülmektedir. Optik mikrofrafın alt kısmında baklava dilimini andıran kabartılar vardır. Ani soğutma yapılan numunelerde birbiriyle uyumlu olan bazı martensit plaka grubu ortaya çıkabilir. Bu plaka yapısı baklava dilimini andıran kabartılar şeklindedir. Bu tür mikroyapılar dört farklı şekilde yönelmiş

martensit plaklarının alt grubundan meydana gelir (Kayalı, 1993). SEM fotoğrafında üç tanenin kesiştiği nokta görülmektedir (Şekil 7.79.b). Bu üç farklı tanede de farklı yönelimlere sahip martensit yapı açık bir şekilde görülmektedir.

1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının Şekil 7.80.a ve b’ de verilen optik mikrofotografında değişik büyüklükte tanelerin mevcut olduğu ve bu taneler içinde uyumlu martensit plakalarının varlığı tespit edilmiştir. SEM fototografında ise iki tane artasındaki sınır açıkça görülmektedir. Sol tarafta ince martensit yapı görülürken, sağ tarafta mızrak uçlu martensit yapı görülmektedir.

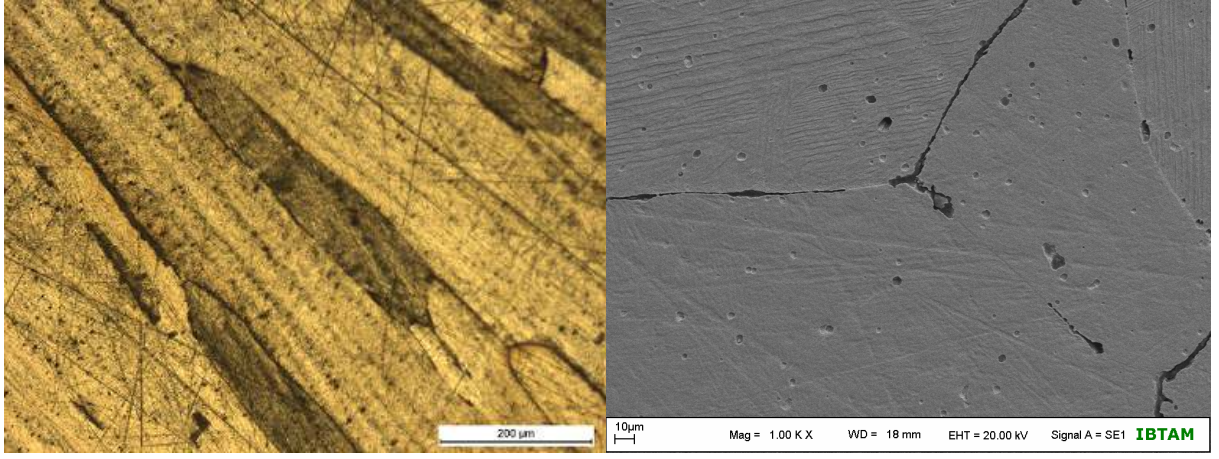
800 °C’de, 900 °C’ de ve 1000 °C’ de ısıt işlem gören S2 alaşımlarının yüzey morfolojisilerinin incelenmesinden ısıt işlem sıcaklığının artmasına bağılı olarak tane boyutunun arttığı açıkça görülmektedir. Tanecik büyüklüğünün sıcaklığa bağılı olarak değişimi aslında bu tür metalik alaşımlarda beklenen ve olması gereken bir yapılanma türüdür



Şekil 7.80. 1000 °C’de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

7.8.3. S3 Alaşımının Yüzey Morfolojisi

Isıt işlemsiz S3 alaşımının optik mikrofotografisi ve SEM fototrafı Şekil 7.81.a ve b de görülmektedir. Optik mikrofotografda değişik yönelime sahip martensit plakalar gözlenmekte ancak tane sınırları net bir şekilde görülmemektedir. SEM fototrafında ise üç tanenin bir noktada kesiştiği ve üst tanede ince martensit plakalarının oluştuğu görülmektedir. Uçta görülen tanede ise V tipi martensitler göze çarpmaktadır.

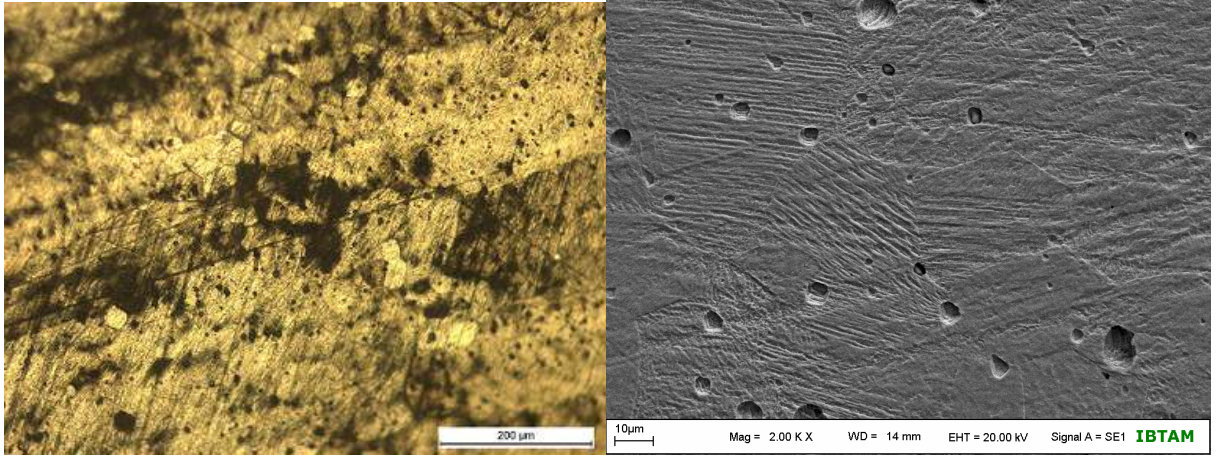


(a)

(b)

Şekil 7.81. Isıl işlemsiz S3 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

800 °C ısıtma işlemi uygulanmış S3 numunesine ait Şekil 7.82.a da verilen optik mikrografta tanelerin küçüldüğü ve tane sınırlarının belirginleştiği görülmektedir. Açık renk ve koyu renkli bölgeler, martensit fazın yanında başka bir fazın varlığını gösterir. Tanelere ait SEM fotoğrafı (Şekil 7.82.b) incelendiğinde, martensit plakalar görülmektedir. Belli bir açıyla farklı yönelimlere sahip olan martensit plakalar olmuştur.



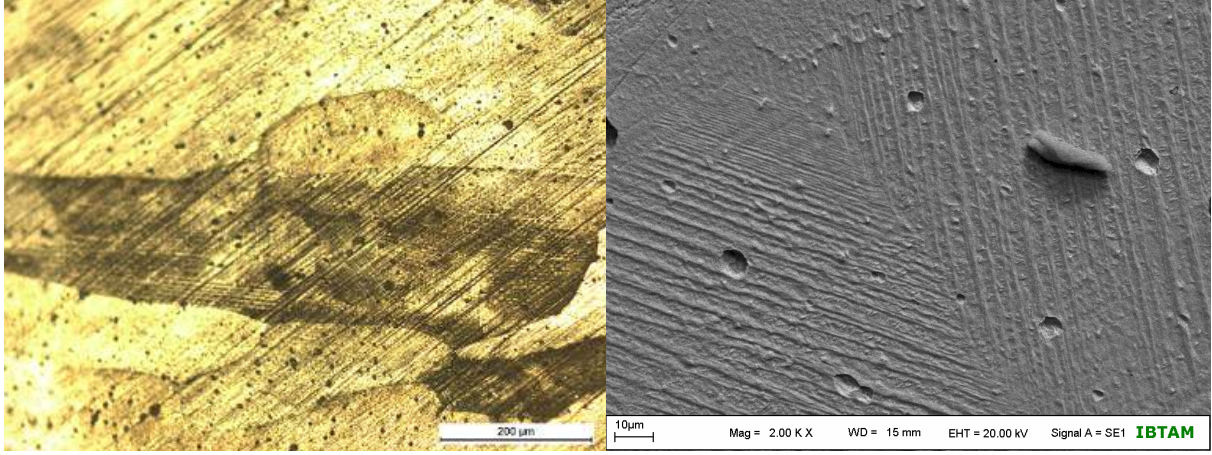
(a)

(b)

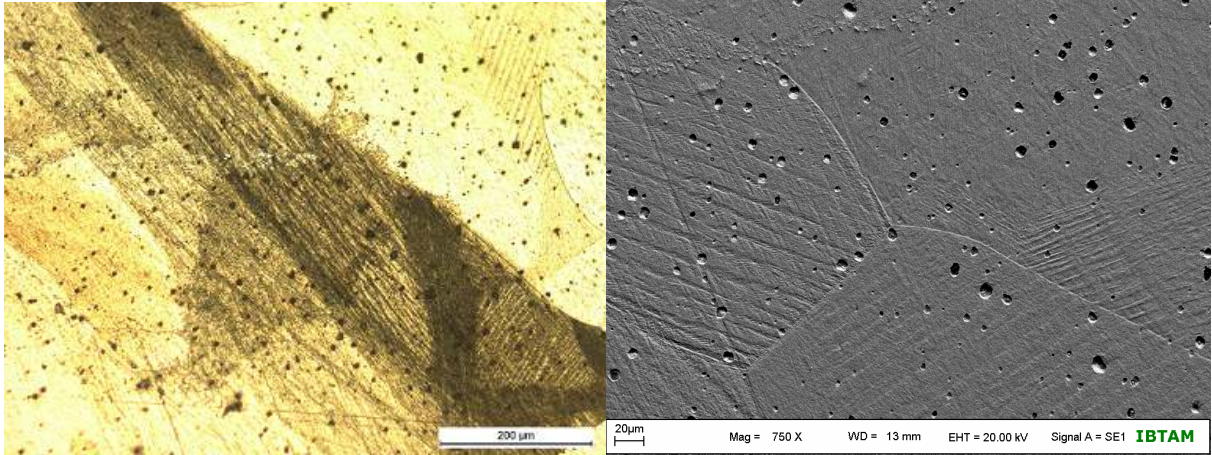
Şekil 7.82. 800 °C'de ısıtma işlemi görmüş S3 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

900 °C'de ısıtma işlemi görmüş S3 alaşımının optik mikrografı ve SEM fotoğrafları Şekil 7.83'de görülmektedir. Şekil 7.83.a da gözlenen ve büyüklükleri farklı olan açık renkli ve koyu renkli bölgeler iki farklı fazı göstermektedir. Bu fazlardan birinin γ faz olduğu x-ışınları

analiz sonuçlarına göre söylenebilir. SEM fotoğraflarında belli bir açıyla yönelmiş V tipi martensit görünümünde olan ince martensit plakalar görülmektedir.



(a) (b)
Şekil 7.83. 900 °C’de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.



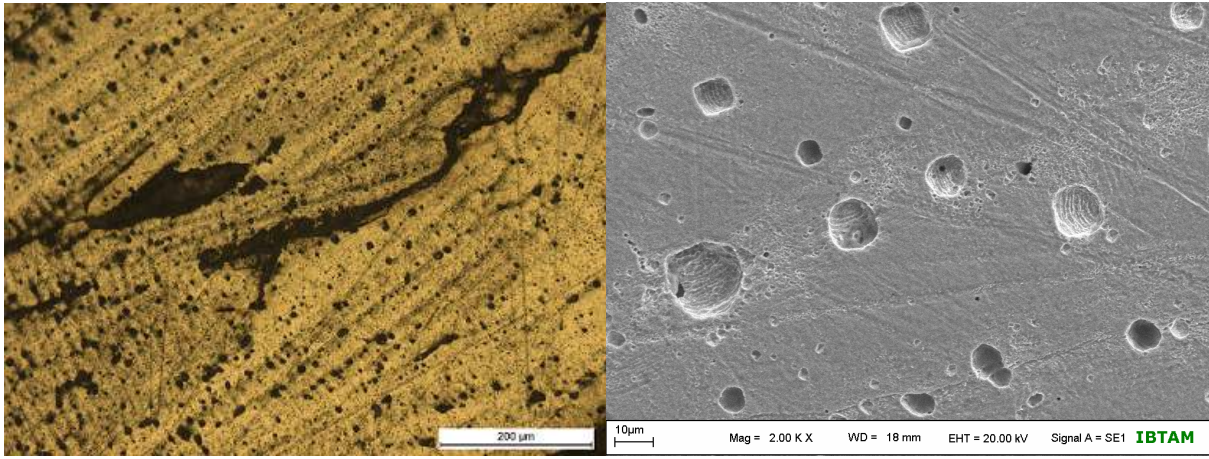
(a) (b)
Şekil 7.84. 1000 °C’de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının optik mikrografında (Şekil 7.84.a) iki faz aynı anda görülmektedir. Koyu renkli bölgede V tipi martensit ve plaka şeklindeki martensit faz iç içe girmiştir. Açık renk olan bölge ise γ fazı gösterir. SEM fotoğrafından (Şekil 7.84.b) alttaki üç tanede martensit plakalar görülürken, üstteki tanede martensit faz ve γ faz birlikte görülmektedir.

800 °C’de, 900 °C’ de ve 1000 °C’ de ısıt işlem gören S3 alaşımlarının yüzey morfolojisi incelendiğinde ısıt işlem sıcaklığının artması ile tane boyutunun arttığı görülmüştür.

7.8.4. S4 Alaşımının Yüzey Morfolojisi

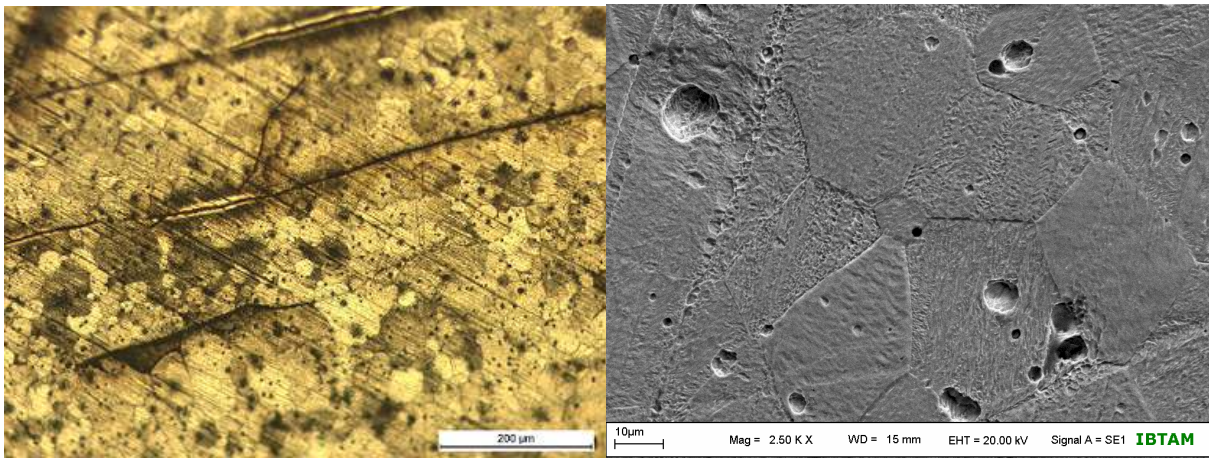
Isıl işlemsiz S4 alaşımına ait optik mikroskop ve SEM fotoğraflarında herhangi bir tanecikli yapılanmaya rastlanmamıştır (Şekil 7.85.a ve b). Ancak, optik mikrografta martensit plakalar görülmektedir.



(a)

(b)

Şekil 7.85. Isıl işlemsiz S4 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

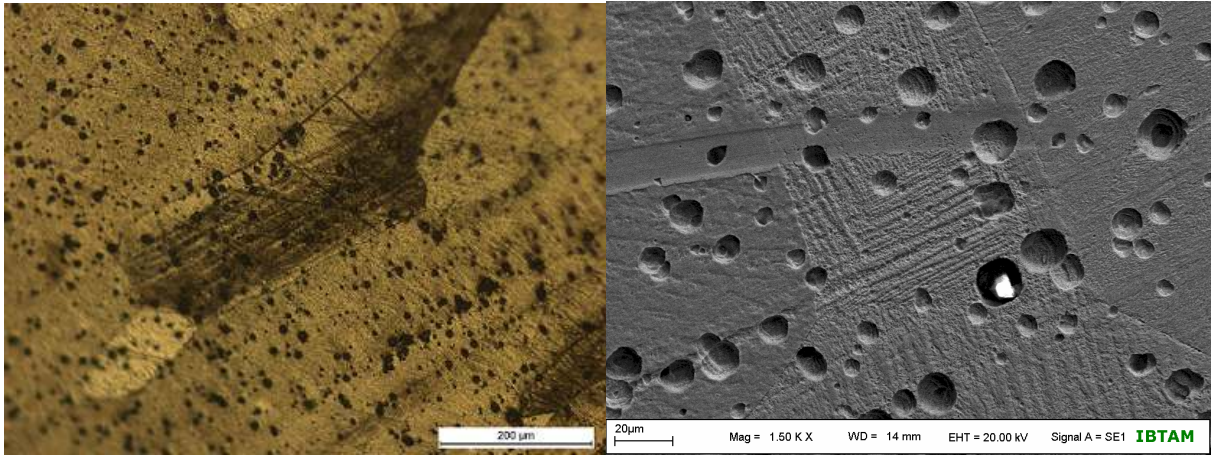


(a)

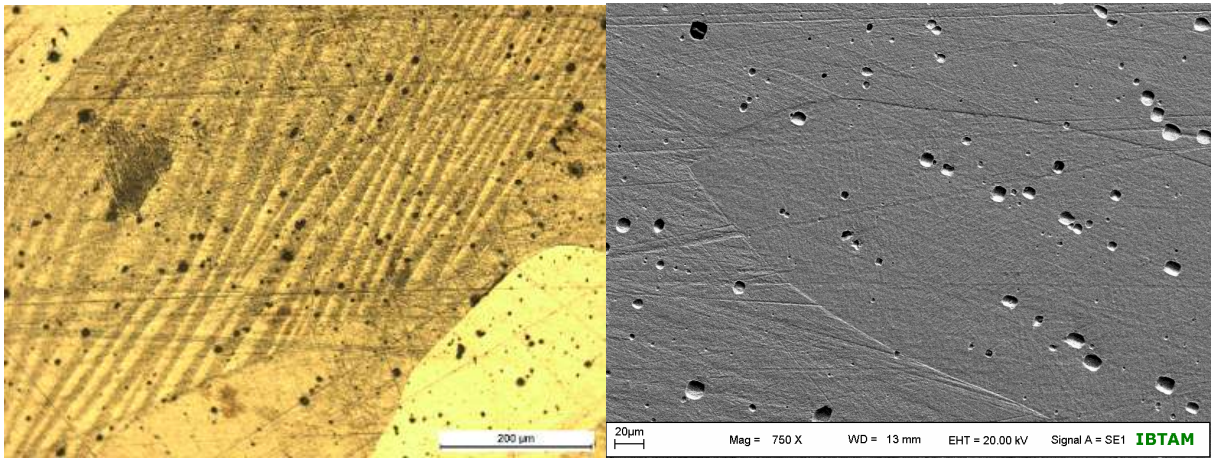
(b)

Şekil 7.86. 800 °C’de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının a) optik mikroskop görüntüsü b) SEM görüntüsü.

800 °C’ de ısıt ışılem g rm ş S4 alaşımlının optik mikroskopunda tane yapılarının belirginleştii g r lmektedir (Şekil 7.86.a). Farklı iki faza ait açık renkli ve koyu renkli iki çeşit bölge bulunmaktadır. Biri martensit faz, diğeri ise γ fazdır. X-ışını difraktogramında da bu iki faza ait pikler g r lmektedir. SEM fotoğrafına bakıldığında (Şekil 7.86.b) bazı tanelerde martensit plakalar g r l rken, bazı tanelerde martensite g zlenmemektedir bunun γ faz olduđu d ş n lmektedir.



(a) (b)
Şekil 7.87. 900 °C’de ısıt ışılem g rm ş S4 alaşımlının a) optik mikroskop g r nt s  b) SEM g r nt s .



(a) (b)
Şekil 7.88. 1000 °C’de ısıt ışılem g rm ş S4 alaşımlının a) optik mikroskop g r nt s  b) SEM g r nt s .

900 °C’ de ısıt ışılem g rm ş S4 alaşımlının optik mikroskafı ve SEM fotoğrafı Şekil 7.87.a ve b’ de g r lmektedir. Optik mikroskafda ortadaki iki farklı bölge g ze  arpmaktadır. Koyu renkli bölge i inde biribirine paralel martensit plakalar varken, açık renkli b lgede martensit

plakaya rastlanmamaktadır. Yine bu bölgenin γ faza ait bölge olduğu düşünülmektedir ve bu x-ışını difraktogramı ile uyum içindedir. SEM fotoğraflarına bakıldığında orta kısımda iki farklı tane görülmektedir. Üstteki tanede V tipi martensitler görülürken alttaki tanede paralel plakalı martensit görülmektedir.

1000 °C’ de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımlarının optik mikroskopisinde (Şekil 7.88.a) ortadaki tanede uyum içinde martensit plakalar, alt köşede ise γ fazı gösteren tane görülmektedir.

S4 alaşımı için, ısıtıl işlemsiz durumda tane sınırları belli değilken, ısıtıl işlemle tane sınırları belirginleşmiş ve ısıtıl işlem sıcaklığı arttıkça tane boyutu artmıştır.

7.9. Manyetik Ölçümler

Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlemli S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının -2 Tesla ve +2 Tesla dış manyetik alana karşılık mıknatıslanma (M-H) histerisizi elde edildi.

7.9.1. S1 Alaşımlarının M-H Eğrisi

Isıl işlemsiz, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C’ de 2 saat ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımlarının -20000 Oe (-2T) ve +20000 Oe (+2T) aralığında martensit durumunda ve oda sıcaklığında yapılan ölçümlerinden bulunan manyetik histerisiz eğrileri Şekil 7.89-7.92 de verildi.

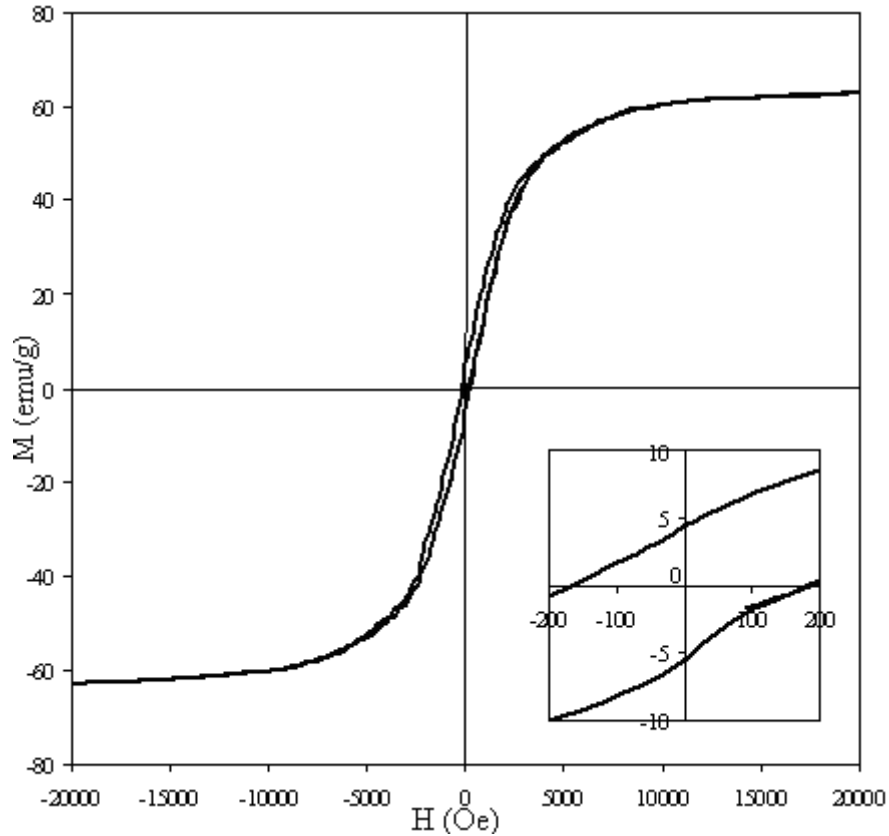
Şekil 7.89-92 de S1 alaşımlarının saturasyon alanı yaklaşık 2 Tesla olduğu görülmektedir. Isıl işlemsiz S1 alaşımlarının saturasyon değeri 62,7 emu/g, koerzivite değeri 140 Oe, artık mıknatıslanma değeri (remenans) ise yaklaşık 5 emu/g dır. 800 °C de ısıtıl işlem görmüş alaşımların saturasyon değeri 53,9 emu/g, koerzivite değeri 393 Oe ve remenans değeri yaklaşık 7 emu/g dır. 900 °C de ısıtıl işlem görmüş alaşımların saturasyon değeri 57,65 emu/g, koerzivite değeri 544 Oe, remenans değeri ise 8 emu/g dır. 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş alaşımların saturasyon değeri 63,76 emu/g, koerzivite değeri 590 Oe ve remenans değeri ~13 emu/g dır. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlem uygulanmış S1 alaşımlarının ölçülen koerzivite değerleri 125 Oe üzeri olduğu ve uzunca bir saturasyon alanına sahip oldukları (~10000 Oe) için bu alaşımların sert manyetik malzeme özelliği sergiledikleri söylenebilir (Jiles, 2003). S1 alaşımı için bulunan bu değerler Tablo 7.19 da verildi.

Tablo. 7.19. Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S1 alaşımının saturasyon ve koerzivite değerleri.

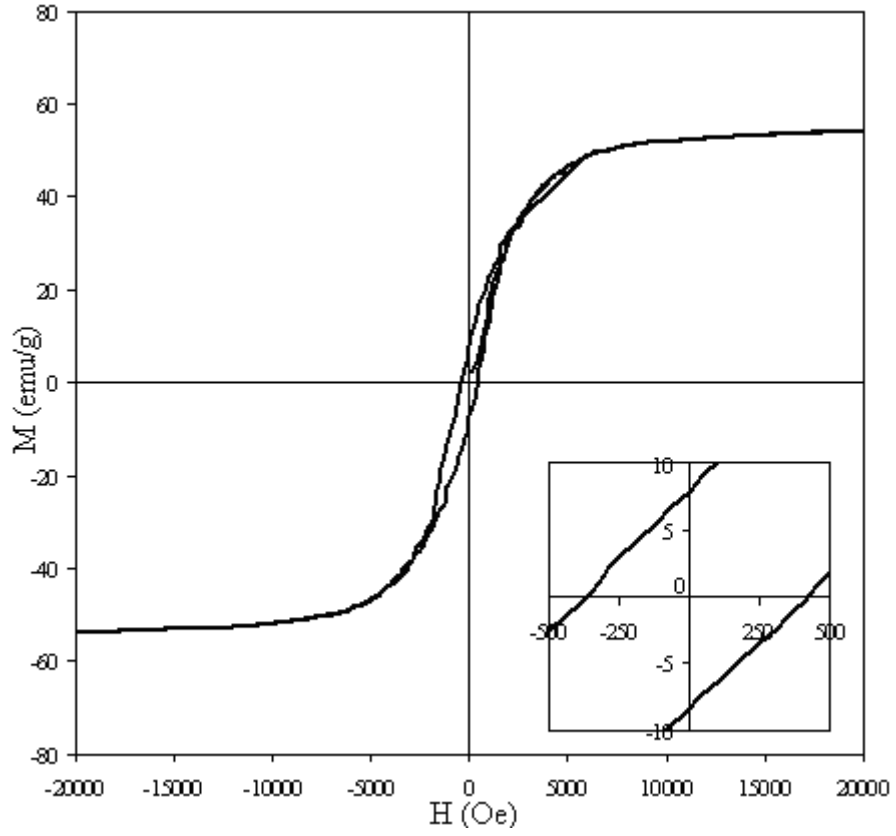
S1	Isıl işlemsiz	800 °C	900 °C	1000 °C
Saturasyon(emu/g)	62,7	53,9	57,65	63,76
Koerzivite (Oe)	140	393	544	590

1000 °C ısıtılmış S1 alaşımında en geniş, ısıtılmış S1 alaşımında ise en dar manyetik histerisiz olduğu görüldü.

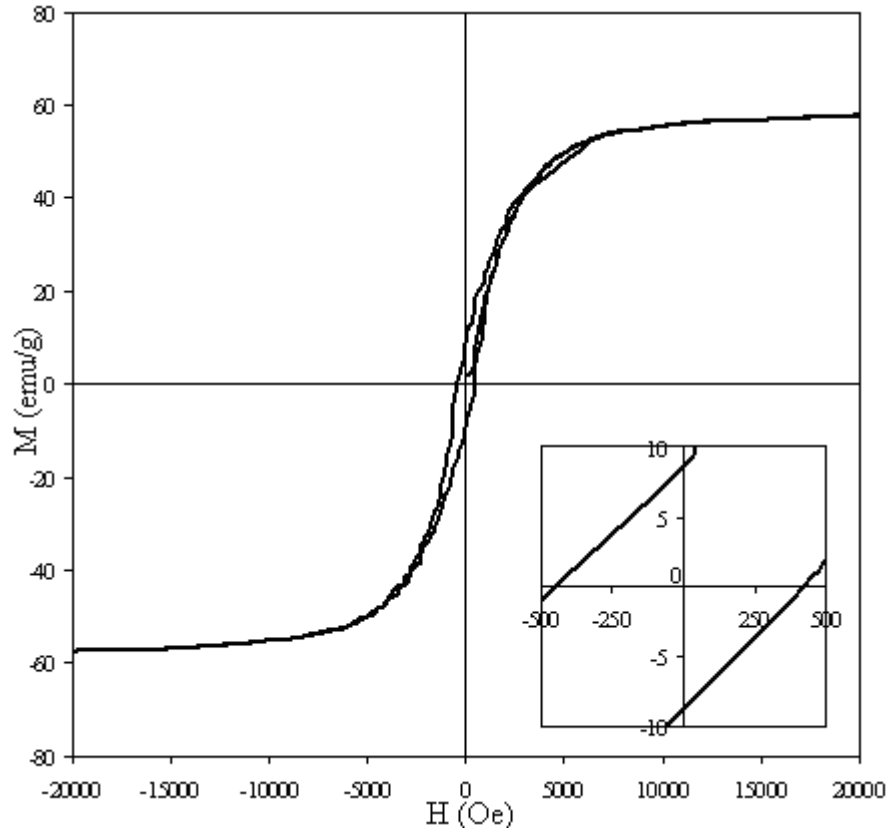
800 °C ve 900 °C ısıtılmış S1 alaşımlarının saturasyon değeri ısıtılmış alaşıma göre düşerken, koerzivite ve remanans değerleri artmıştır. 1000 °C’ de ise hem saturasyon değeri hemde koerzivite ve remanans değerleri artmıştır. Bunun sebebi, ısıtılmış esnasında tane sınırlarının artması ve bundan dolayı domen duvarlarının ve spin rotasyonunun kolayca hareket etmesidir (Peruman vd., 2010). Bu durum saturasyon değerinin artmasını sağlar. Bununla birlikte tavlama Mn-Mn ferromanyetik etkileşimine neden olur (Peruman vd., 2010). 800 °C ve 900 °C’ de ısıtılmış S1 alaşımında saturasyon değeri düşmüştür (Şekil 7.23). Bunun nedeni bu ısıtılmalarda tane boyutunun 1000 °C ısıtılma göre küçülmesidir.



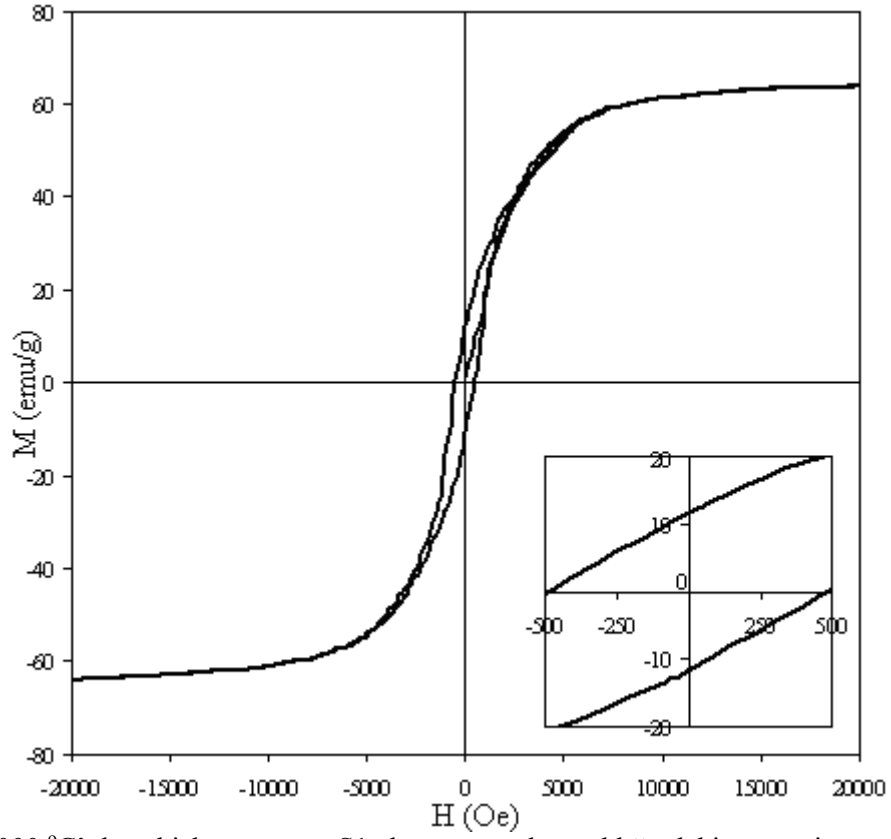
Şekil 7.89. Isıl işlemsiz S1 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



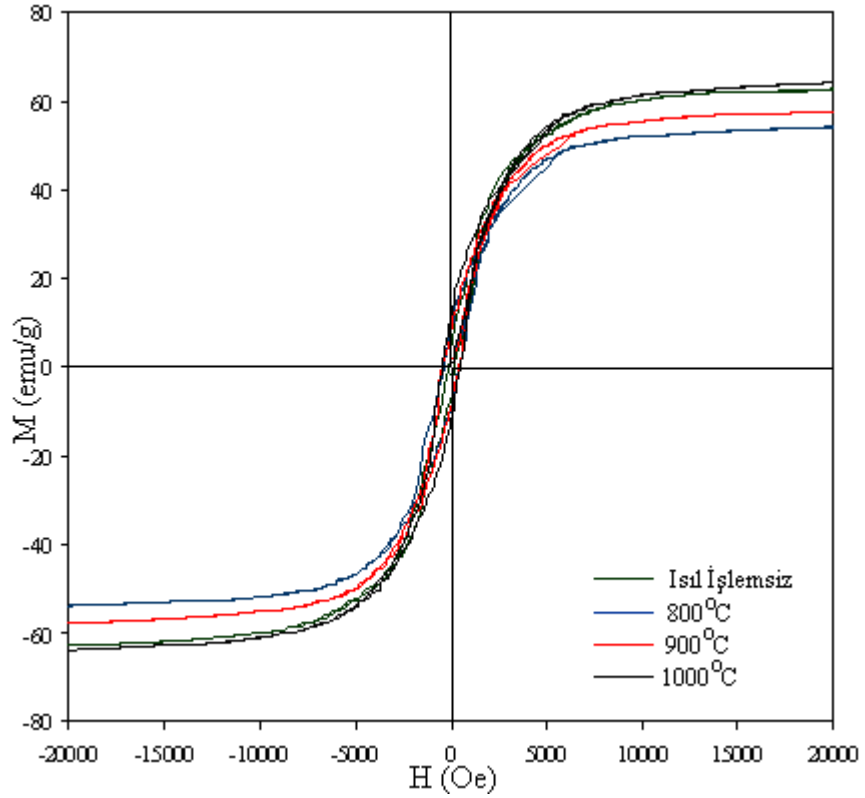
Şekil. 7.90. 800 °C’ de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.91. 900 °C ısıt işlem görmüş S1 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.92. 1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.93. Isıl işlemsiz ve ısıt işlemli S1 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.

7.9.2. S2 Alařımının M-H eęrisi

S2 alařımının ısıı işlemsiz, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C’ de 2 saat ısıı işlem görmüş numunelerinin manyetik histerisizi Şekil 7.94-7.97 de görölmektedir. Bu ölçümler -20000 Oe (-2T) ve +20000 Oe yani (+2T) aralıęında numunelerin martensit durumunda olduęu oda sıcaklıęında alındı.

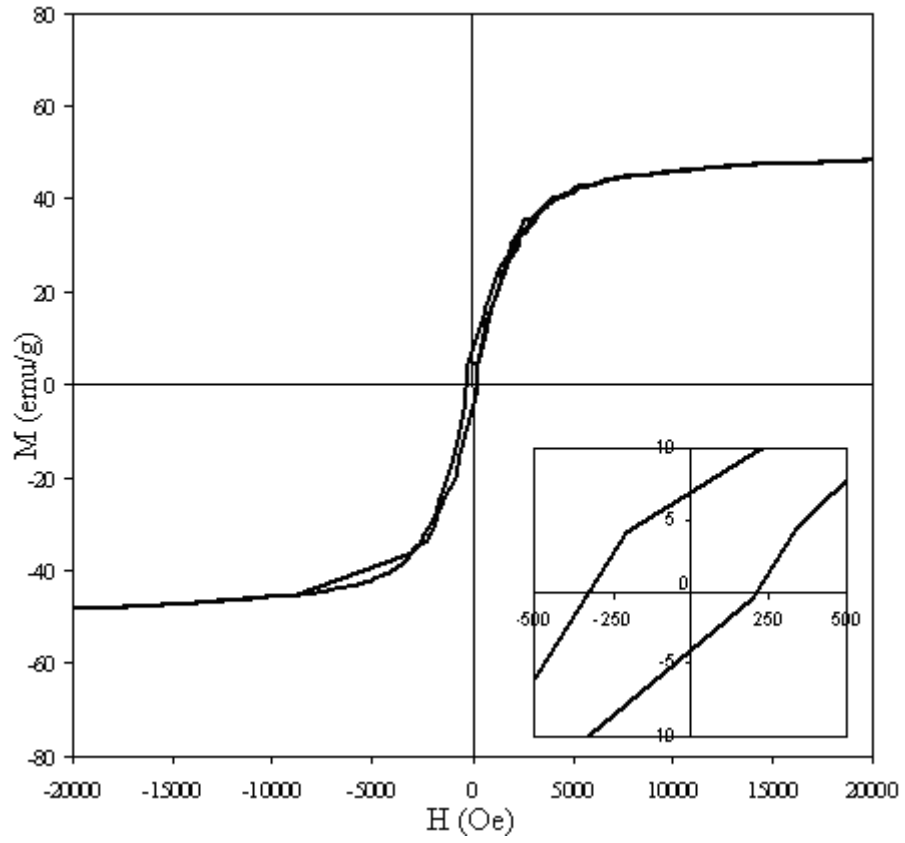
S2 alařımı için, saturasyon alanı yaklaşık 20000 Oe dir. Isıl işlemsiz S2 alařımının saturasyon değeri 48,15 emu/g, koerzivite değeri 250 Oe ve remenans değeri ~7 emu/g dir. 800 °C’ de ısıı işlem görmüş S2 alařımının saturasyon değeri 39,75 emu/g, koerzivite değeri 325 Oe ve remenans değeri ~7 emu/g dir. 900 °C ısıı işlem görmüş alařımın saturasyon değeri 39,35 emu/g, koerzivite değeri 320 Oe, remenans değeri ise 4,5 emu/g dir. 1000 °C’ de ısıı işlemli alařımın saturasyon değeri 51,71 emu/g, koerzivite değeri 350 Oe ve remenans değeri 8 emu/g dir. Manyetik histerisiz eęrileri daha küçük bir ölçekte incelendięinde koerzivite değeri net bir şekilde görölmüştür (Şekil 7.94-7.97 küçük pencere). Bu alařımların koerzivite değeri 125 Oe’ den fazla olduęu ve geniş bir saturasyon alanına sahip olduęu için sert manyetik malzemeler sınıfına girmektedir. Koerzivite değeri 125 Oe’ den fazla olduęu ve geniş bir saturasyon alanına sahip olduęu için sert manyetik malzemeler sınıfına girmektedir. Koerzivite değeri 125 Oe’ den fazla olduęu ve geniş bir saturasyon alanına sahip olduęu için sert manyetik malzemeler sınıfına girmektedir. Koerzivite değeri 125 Oe’ den fazla olduęu ve geniş bir saturasyon alanına sahip olduęu için sert manyetik malzemeler sınıfına girmektedir. Bu değeri Tablo 7.20 da özetlendi.

Tablo 7.20. Isıl işlemsiz ve ısıı işlem görmüş S2 alařımının saturasyon ve koerzivite değeri.

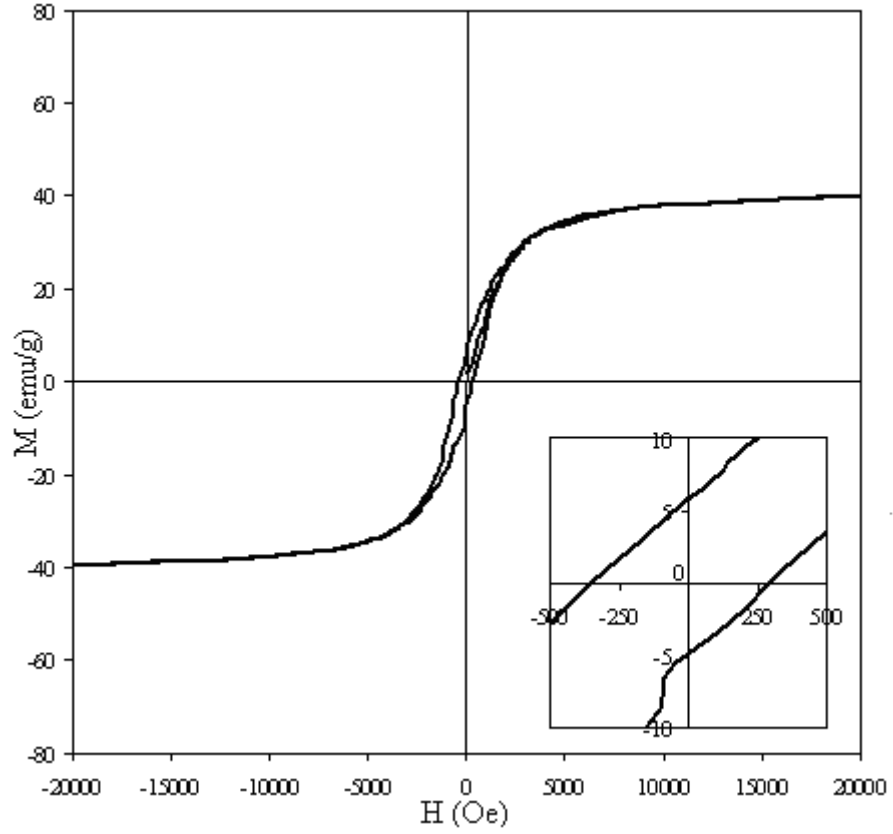
S2	Isıl işlemsiz	800 °C	900 °C	1000 °C
Saturasyon(emu/g)	48,15	39,75	39,35	51,71
Koerzivite (Oe)	250	325	320	350

800 °C ve 900 °C ısıı işlemli S2 alařımının saturasyon değeri ısıı işlemsiz alařıma göre düşerken, 1000 °C de ise saturasyon değeri artmıştır. En yüksek saturasyona değeri 1000 °C ısıı işleme tabi tutulmuş S2 alařımda göröldü. 1000 °C’ de ısıı işlemde tane sınırı arttıęı için domenler rahat hareket eder ve manyetik moment artar. NiMnGa alařımlarında toplam manyetik momente temel katkı 3,49 μ_B ye sahip Mangan atomundan kaynaklanır. Dięer atomların katkısı çok daha düşüktür ve sırasıyla Nikel ve Galyum için 0,33 μ_B ve -0,05 μ_B dir (Singh vd.,2008).

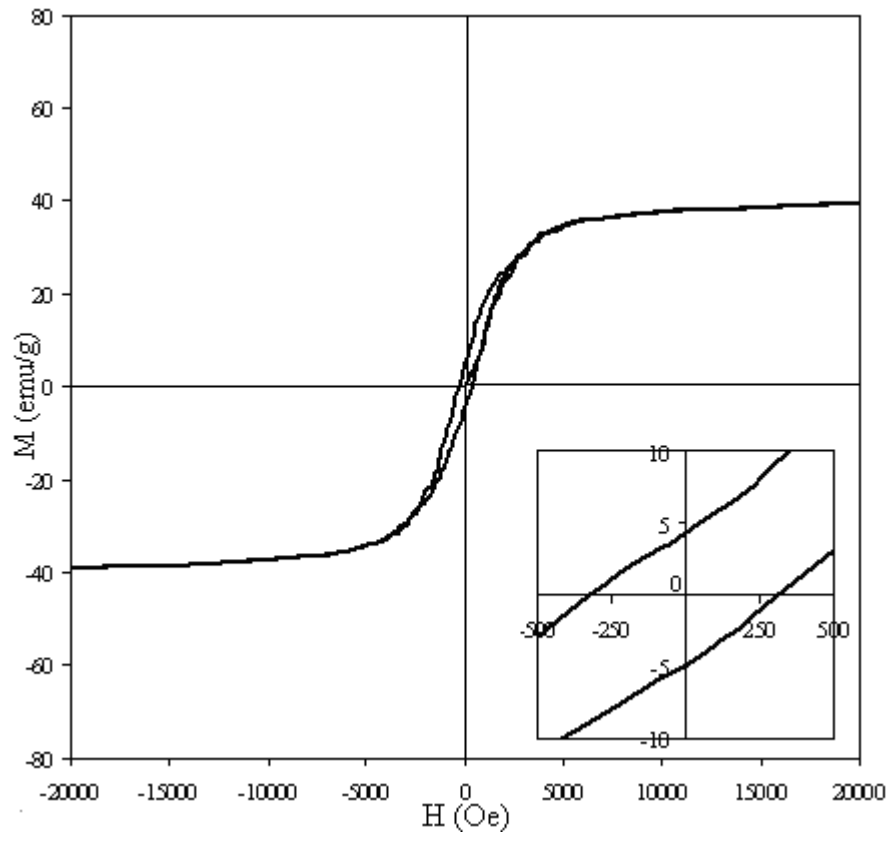
En geniş manyetik histerisiz 800 °C de ısıı işlem görmüş S2 alařımda gözlemlendi. En dar histerisiz ise ısıı işlemsiz S2 alařımında görölmektedir.



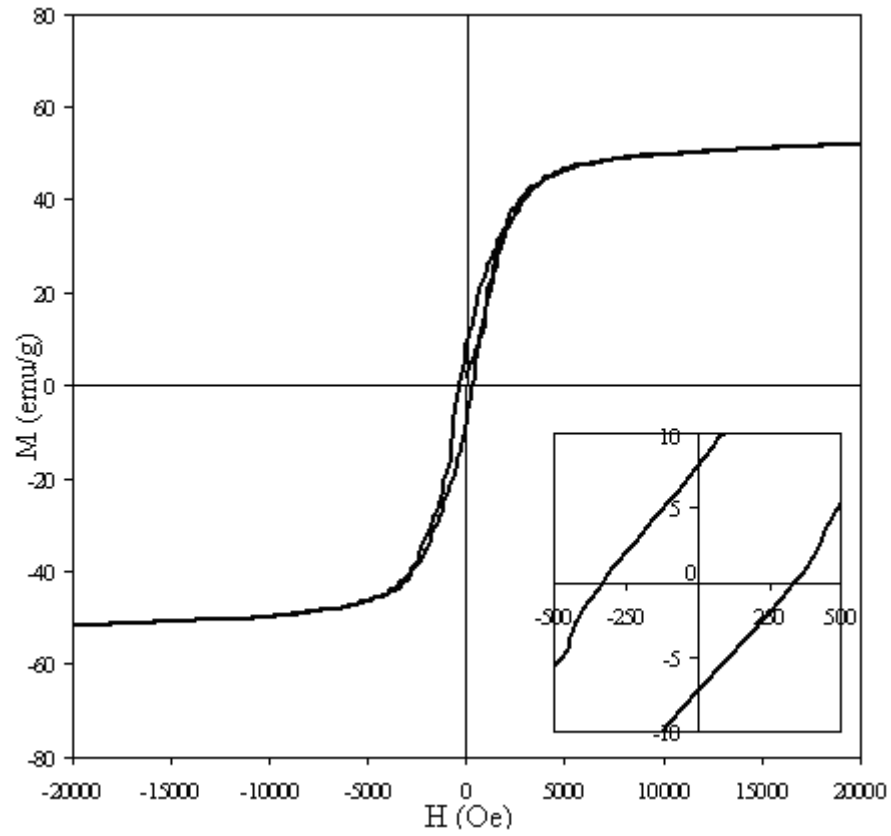
Şekil 7.94. Isıl işlemsiz S2 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



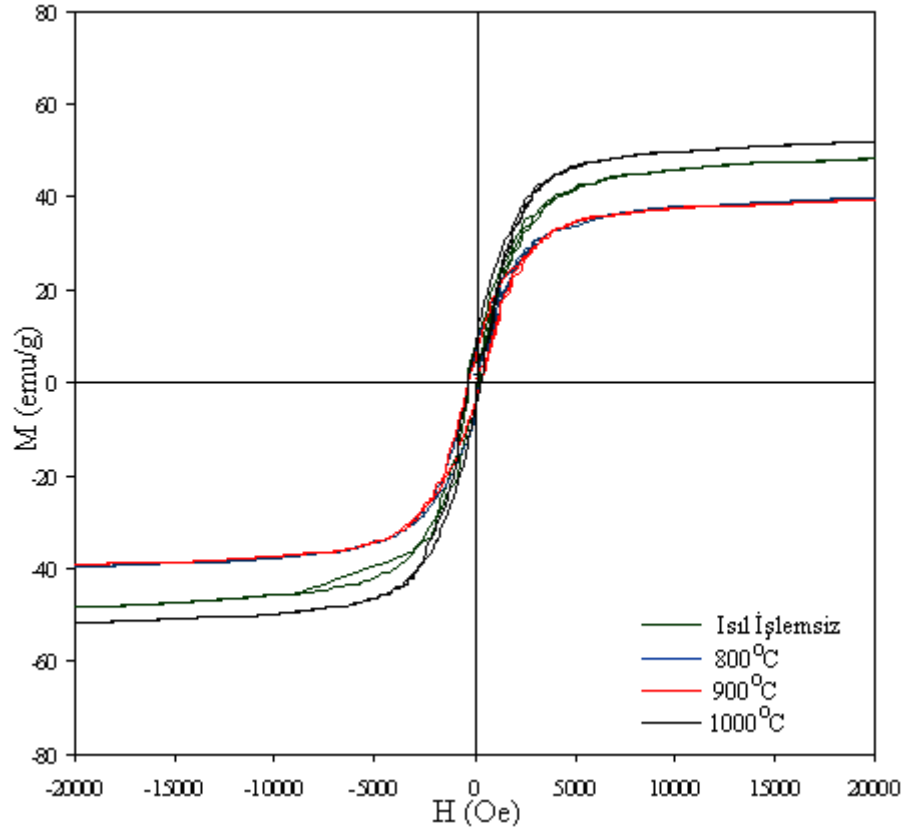
Şekil 7.95. 800 °C' de ısıl işlem görmüş S2 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.96. 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.97. 1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.98. Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S2 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.

7.9.3. S3 Alaşımının M-H eğrisi

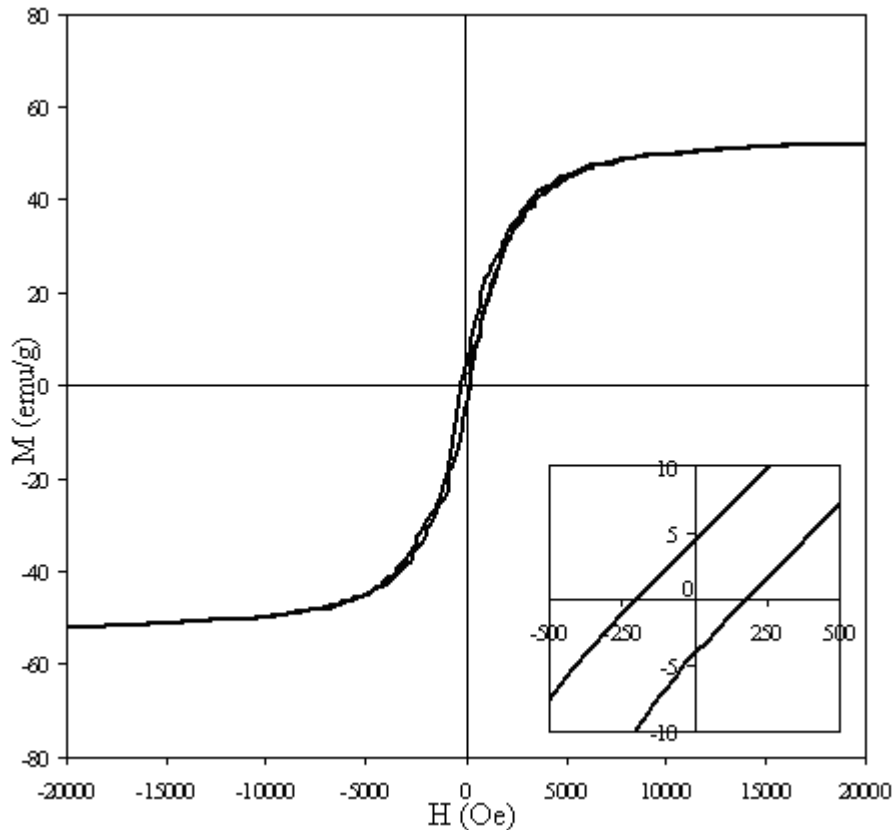
S3 alaşımının ısıtılmış, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C’ de 2 saat ısıtım görmüş numunelerinin manyetik histerisizi Şekil 7.99-7.102 de görülmektedir. Bu ölçümler -20000 Oe (-2T), 20000 Oe (+2T) aralığında numunelerin martensit durumunda iken oda sıcaklığında alındı.

Isıtılmış S3 alaşımının saturasyon değeri 52,09 emu/g, koerzivite değeri 200 Oe ve remanans değeri 4,5 emu/g dir. 800 °C de ısıtım görmüş alaşımın saturasyon değeri 47,98 koerzivite değeri yaklaşık 300 Oe, remanans değeri ise 3 emu/g dir. 900 °C de ısıtım görmüş alaşımının saturasyon değeri 43,70, koerzivite değeri 320 Oe ve remanans değeri 9 emu/g dir. 1000 °C de ısıtım görmüş S3 alaşımının saturasyon değeri 52,37 emu/g, koerzivite değeri 270 Oe ve remanans değeri ~7 emu/g dir. Isıtılmış S3 alaşımı ile ısıtılmış S3 alaşımları yaklaşık 20000 Oe lik manyetik alan içinde saturasyona ulaşırlar. Buna saturasyon alanı denir. Saturasyon ve koerzivite değerleri Tablo 7.21 de özetlendi.

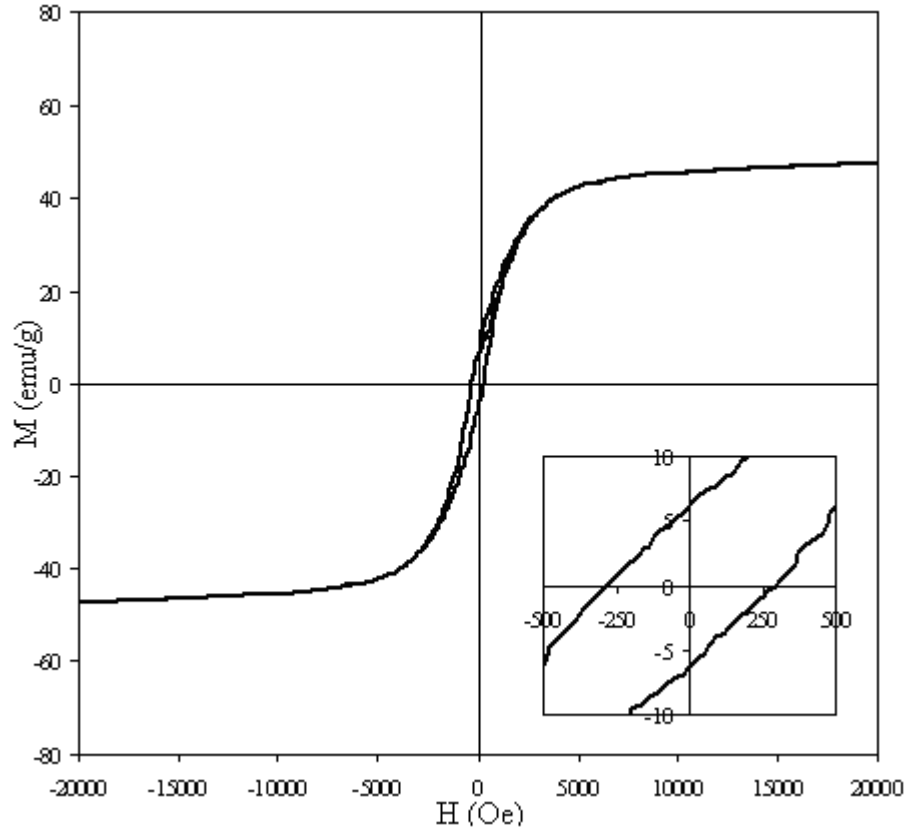
Tablo 7.21. Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S3 alaşımlarının saturasyon ve koerzivite değerleri.

S3	Isıl işlemsiz	800 °C	900 °C	1000 °C
Saturasyon(emu/g)	52,09	47,98	43,70	52,37
Koerzivite (Oe)	200	300	320	270

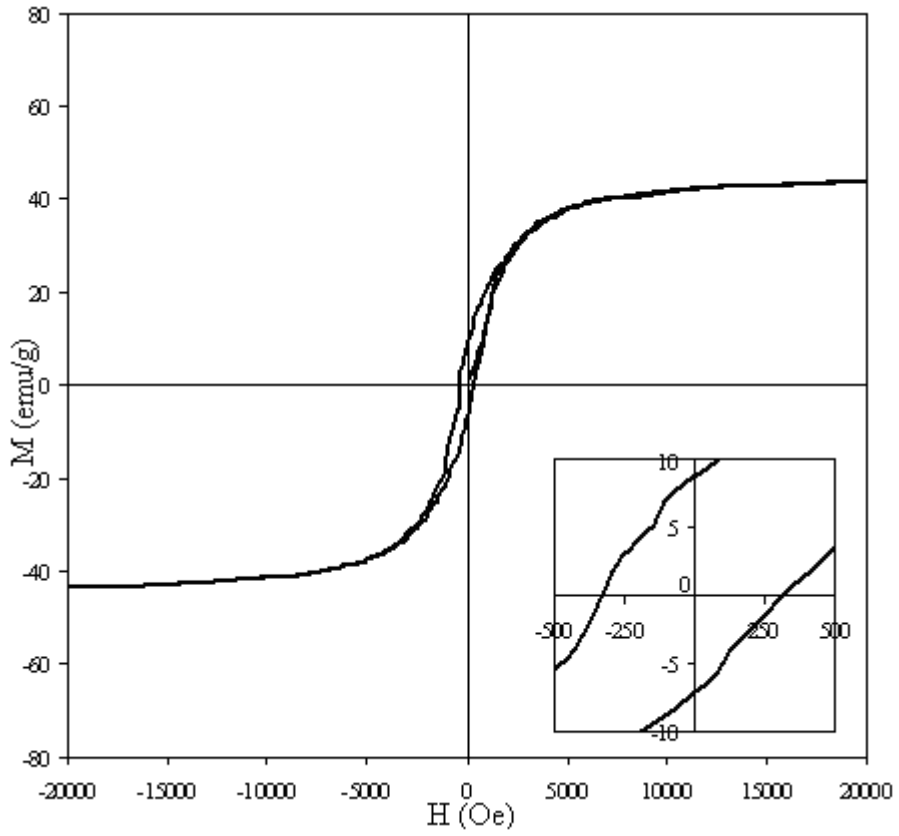
Tablo 7.21 e göre, en yüksek saturasyon değeri 1000 °C de ısıtılmış S3 alaşımında görülürken, en düşük saturasyon değeri 900 °C de ısıtılmış S3 alaşımında görülmektedir. Buna göre, 1000 °C ısıtılma sıcaklığının alaşımın tane boyutunu arttırdığı dolayısıyla manyetik momentlerin daha rahat hareket etmesi saturasyonun artmasına neden olmuştur. Koerzivite değerlerine bakıldığında histerisiz eğrisinin darlığı genişliği hakkında bilgi sahibi olunabilir. Buna göre en dar histerisiz sahip alaşımı, ısıtılmamış S3 alaşımıdır. Koerzivite değerlerinin hepsi 150 Oe den büyük olduğu ve geniş saturasyon alanına sahip olduğu için bu alaşımlar sert manyetik malzemeler sınıfına girer.



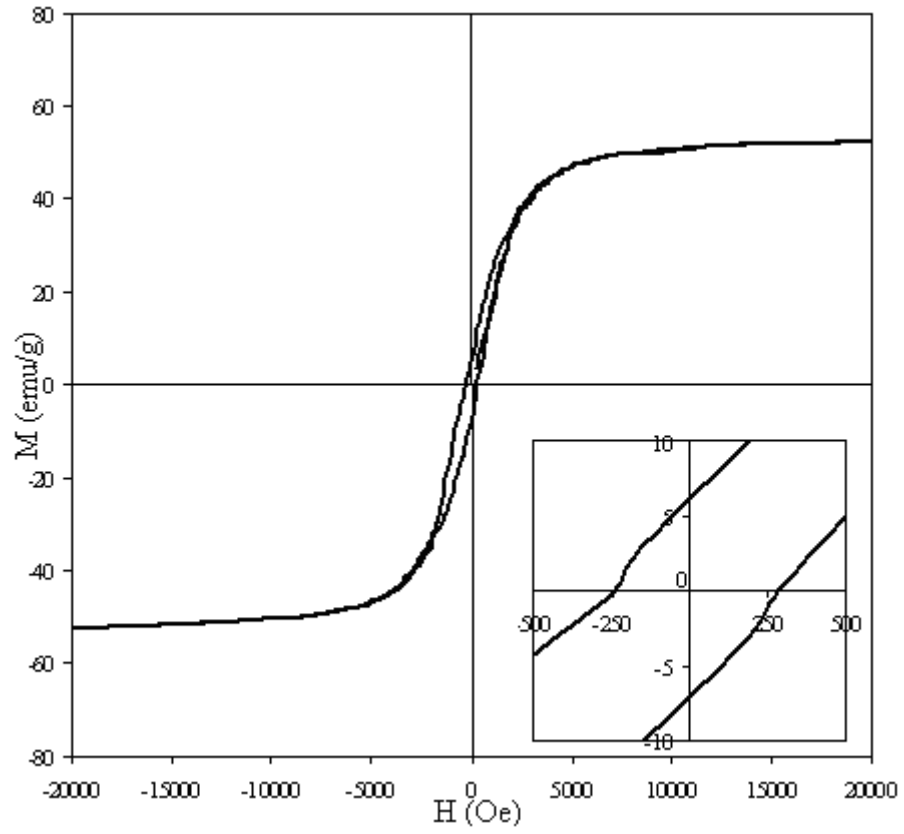
Şekil 7.99. Isıl işlemsiz S3 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



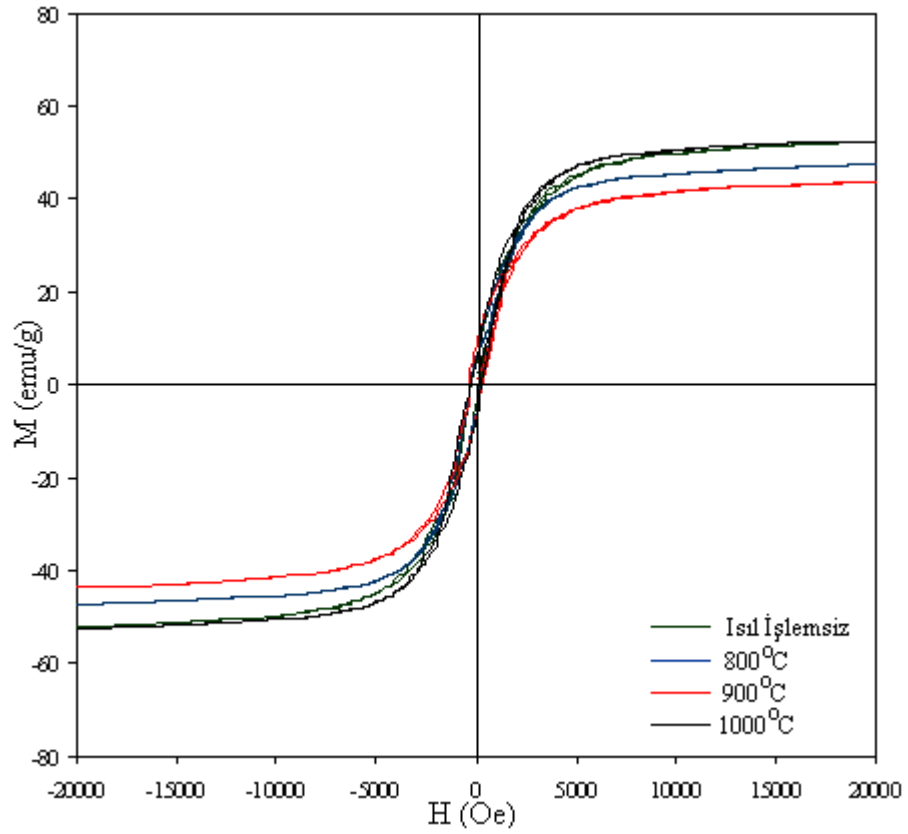
Şekil 7.100. 800 °C de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.101. 900 °C de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.102. 1000 °C de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.103. Isıl işlemsiz ve ısıt işlemli S3 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.

Isıl işlemsiz S3 alaşımı ile ısıtıl işlemlili alaşımlar kıyaslandığı zaman 800 °C ve 900 °C için saturasyon değeri düşmüş, 1000 °C’ de ısıtıl işlem sıcaklığı için ise artmıştır. En yüksek saturasyon değeri 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımında gözlemlendi. Manyetik histerisizin en geniş olduğu alaşım, 900 °C de ısıtıl işlemlili S3 alaşımı iken en dar manyetik histerisize sahip alaşım, ısıtıl işlemsiz S3 alaşımıdır.

7.9.4. S4 Alaşımının M-H eğrisi

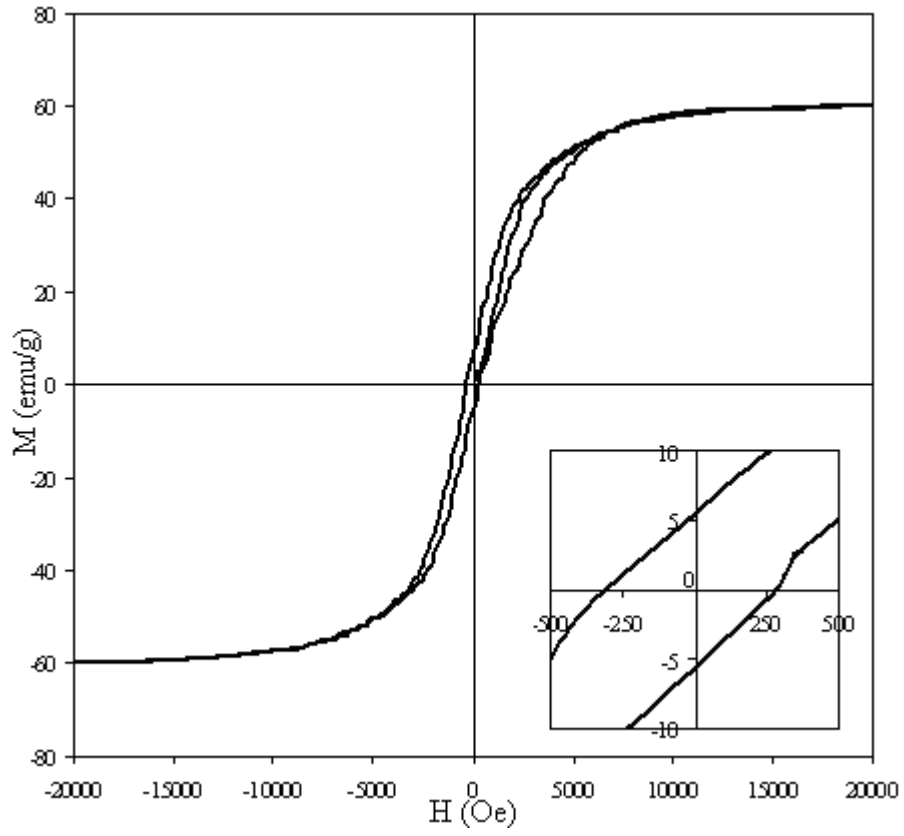
S4 alaşımının ısıtıl işlemsiz, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C’ de 2 saat ısıtıl işlem görmüş numunelerinin manyetik histerisizi Şekil 7.104-7.107 de görülmektedir. Bu ölçümler -20000 Oe (-2T) ve 20000 Oe (+2T) aralığında numunelerin martensit durumunda (oda sıcaklığında) alındı.

S4 alaşımının saturasyon alanı yani artan manyetik alanla doyuma ulaştığı manyetik alan değeri 20000 Oe dir. Isıl işlemsiz S4 alaşımı için saturasyon değeri 59,92 emu/g, koerzivite değeri 300 Oe ve remenans değeri 5,5 emu/g dir. 800 °C’ de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımının saturasyon değeri 58,70 emu/g, koerzivite değeri 500 Oe, remenans değeri ise 9 emu/g dir. 900 °C ısıtıl işlemlili alaşımda saturasyon değeri 57,60 emu/g, koerzivite değeri 400 Oe ve remenans değeri 8 emu/g dir. 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş alaşımın saturasyon değeri 65,24, koerzivite değeri 425 Oe ve remenans değeri 10 emu/ g dir. En yüksek manyetik saturasyona sahip alaşım 1000 °C ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımıdır. Bu değerler Tablo 7.22 de özetlendi.

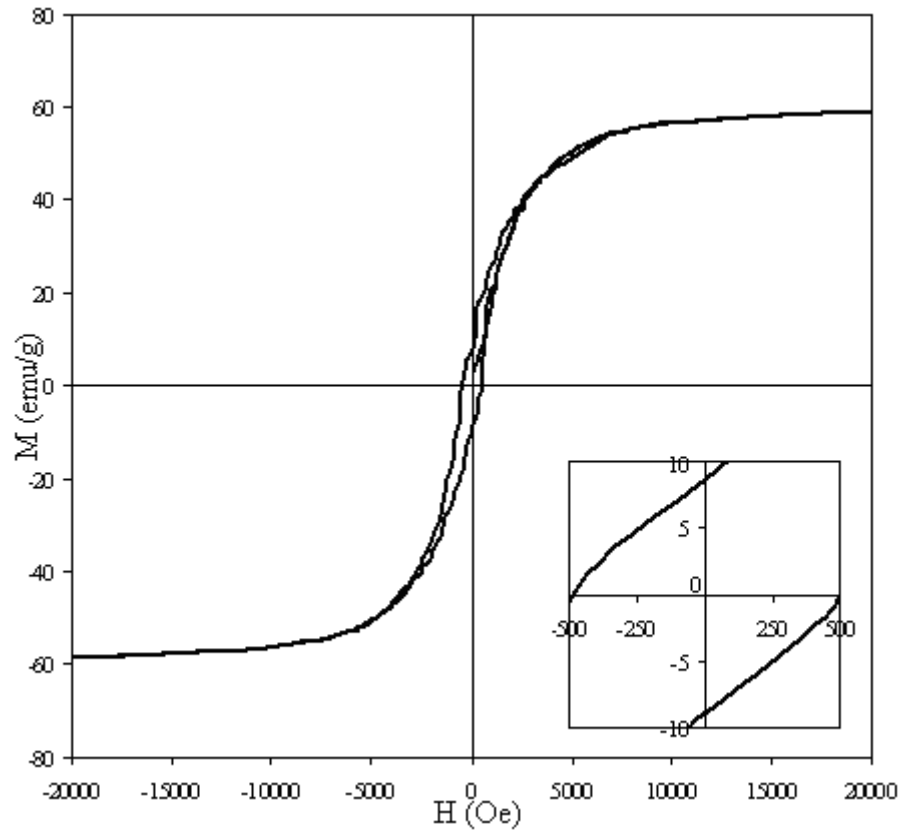
En geniş manyetik histerisize sahip alaşım 800 °C de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımıdır. En dar histerisize sahip alaşım ise ısıtıl işlemsiz S4 alaşımıdır. Isıl işlemlili ve ısıtıl işlemsiz S4 alaşımının koerzivite değerleri 150 Oe den büyük olduğu için, bu dört farklı durumda da S4 alaşımı sert manyetik malzeme özelliği gösterir.

Tablo 7.22. Isıl işlemsiz ve ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımının saturasyon ve koerzivite değerleri.

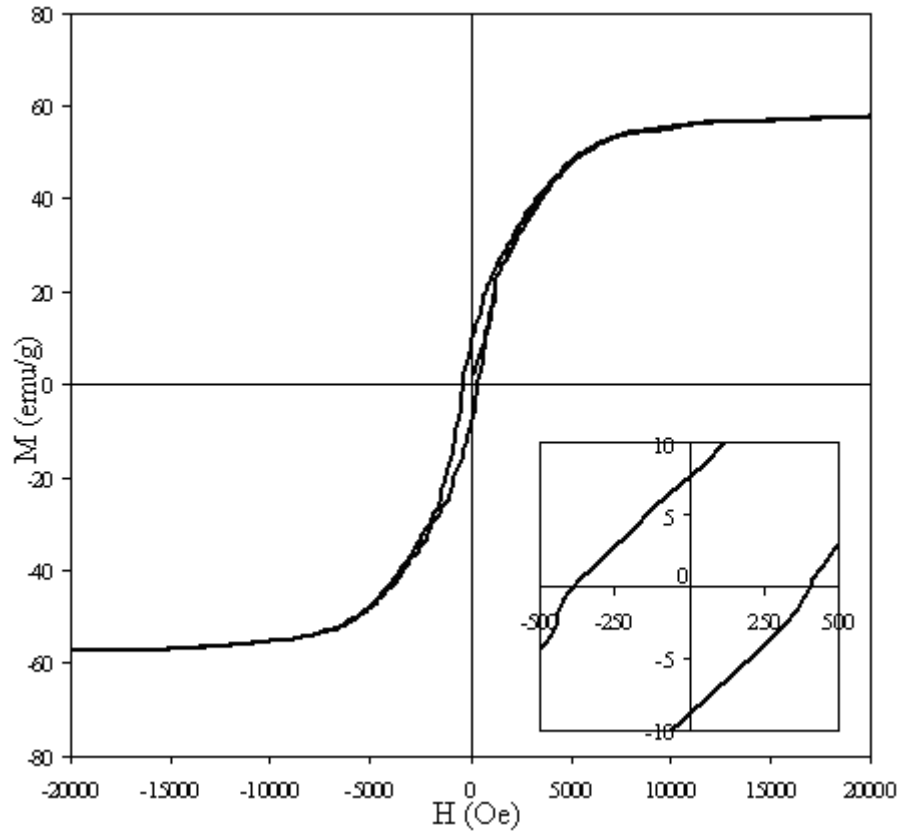
S4	Isıl işlemsiz	800 °C	900 °C	1000 °C
Saturasyon(emu/g)	59,92	58,70	57,60	65,24
Koerzivite (Oe)	300	500	400	425



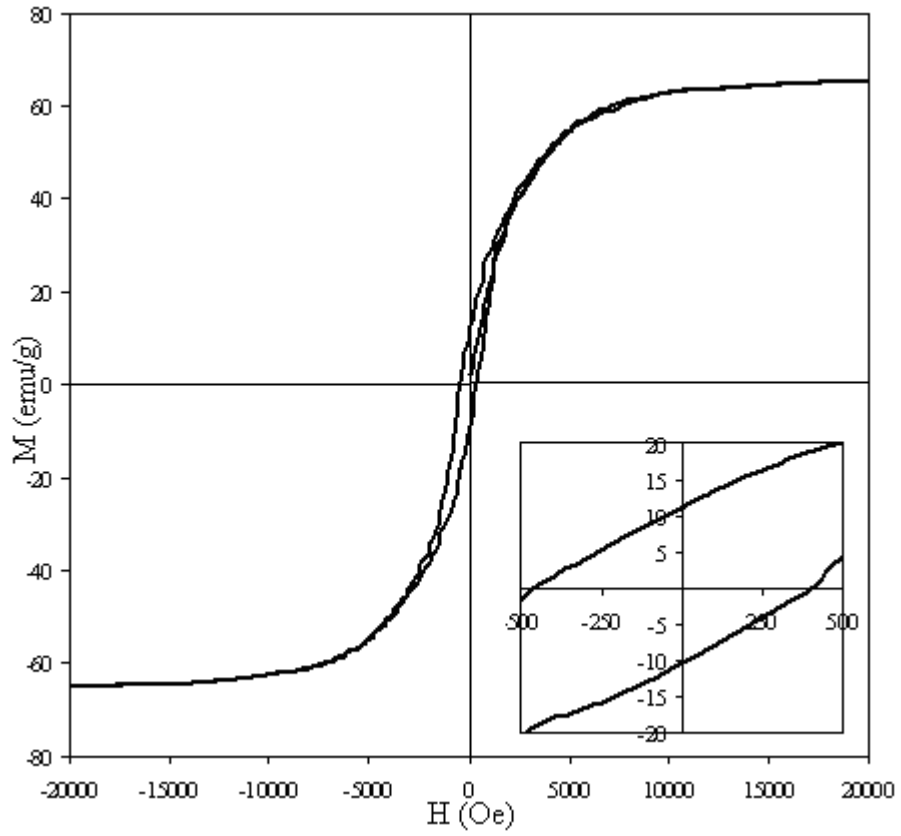
Şekil 7.104. ısıt işlemsiz S4 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



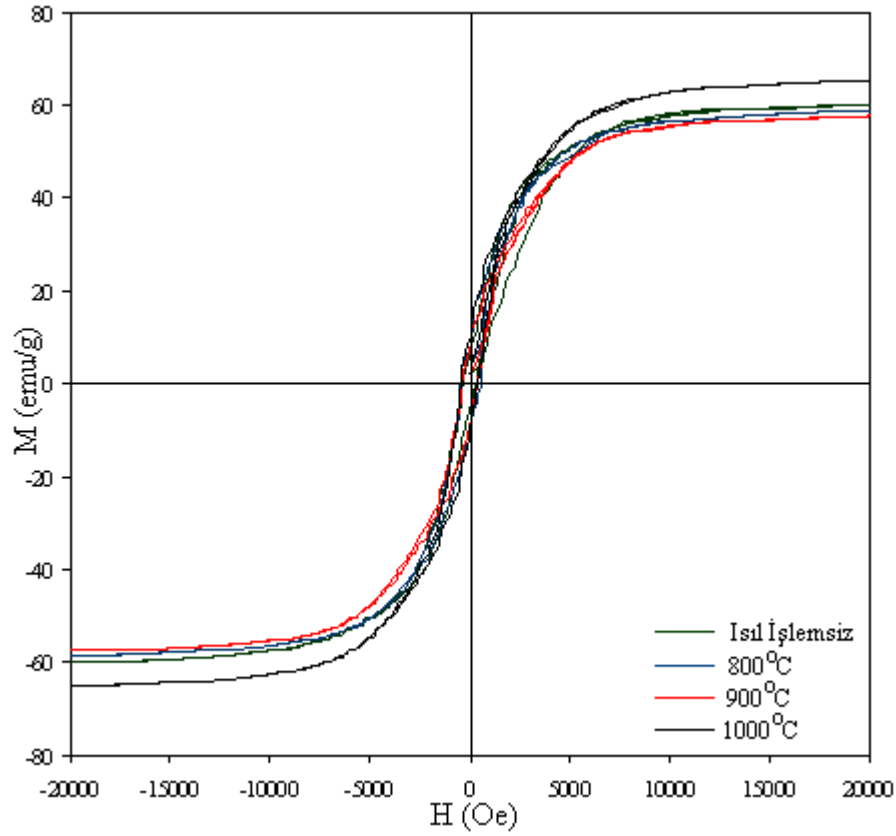
Şekil 7.105. 800 °C de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.106. 900 °C de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil 7.107. 1000 °C de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.



Şekil. 7.108. Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S3 alaşımlarının oda sıcaklığındaki manyetizasyon eğrisi.

7.10. TG/DTA ile Curie Sıcaklığı Ölçümü

Manyetik özellik gösteren ısıtılmış ve ısıtılmamış S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının Curie sıcaklığı TG/DTA cihazı kullanılarak ölçüldü. Ölçümler 10 °C/dak. ısıtma hızıyla hava atmosferinde gerçekleştirildi. TG/DTA cihazı Curie sıcaklığını ölçmek için özel bir şekilde dizayn edilip, ferromanyetik malzemenin sıcaklıkla paramanyetik hale geçmesinden faydalanılmıştır.

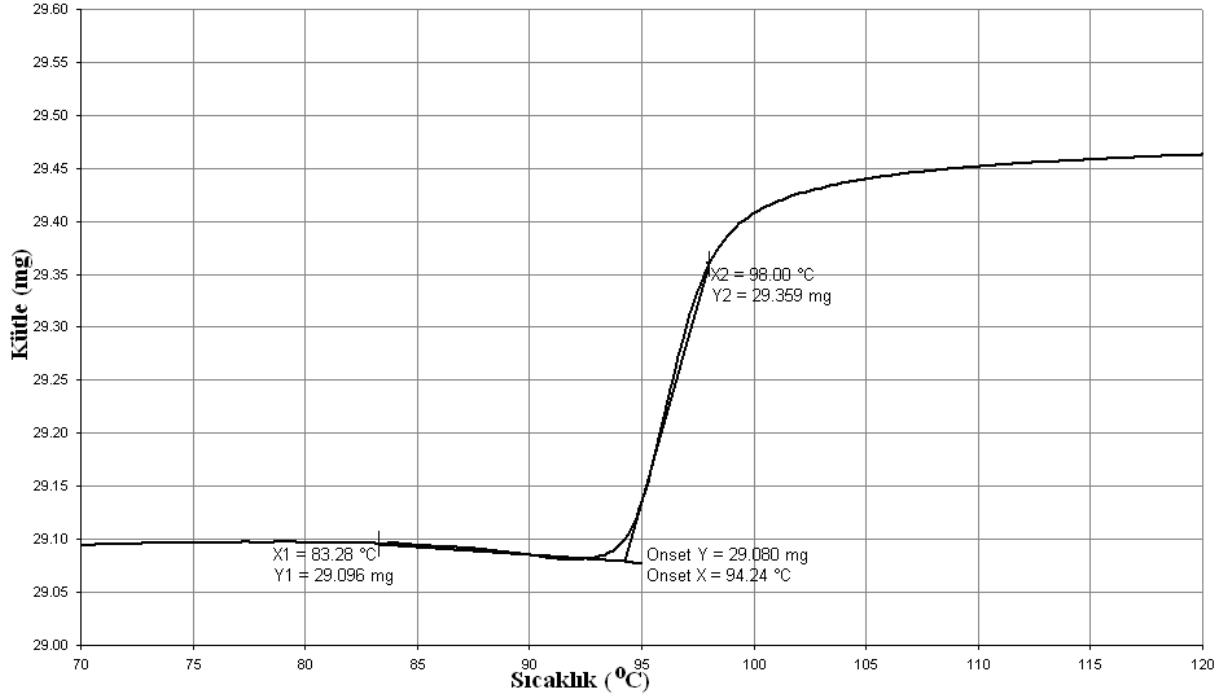
Belli bir manyetik alan içinde alaşımlar ısıtıldığı zaman Curie sıcaklığının üstünde paramanyetik özellik sergilemiştir ve bu olay TG/DTA eğrisinde gözlemlendi (Şekil 7.109-7.124). Bu ölçüm sonuçları daha önceden DSC ile bulunan sonuçlarla kıyaslandı (Tablo 7.23).

S1 alaşımı ve S4 alaşımı, ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar sınıfında 1. tip alaşım özelliği ($T_m < T_c$) sergiledikleri için Curie sıcaklığı DSC eğrilerinden açık bir şekilde görülmektedir. Bununla birlikte TG ölçümlerinden de gözlenebilmektedir. DSC ve TG cihazları ile ölçülen Curie sıcaklık değerleri birbirine çok yakın çıkmıştır. Bu da her iki yöntemin S1 ve S4 alaşımlarının Curie sıcaklığını ölçmede uygun olduğunu göstermektedir.

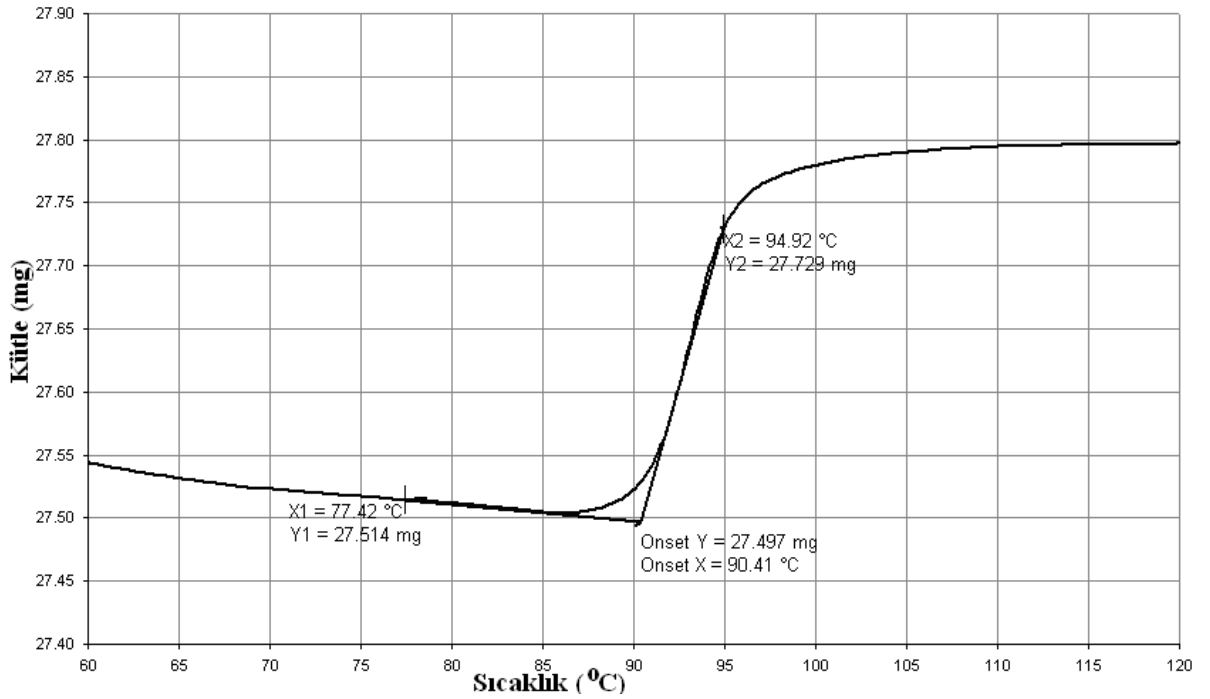
S2 ve S3 alaşımları, ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar sınıfında $T_m=T_c$ olduğundan 2. tip özellik sergiler. Bu özelliğinden dolayı DSC de gözlenen martensit dönüşüm sıcaklığı içinde Curie sıcaklığının da olduğu için açık bir şekilde görüldü. Bu nedenle, Denklem 7.5. den hesaplanan değerler yaklaşık olarak ‘Curie sıcaklığına eşittir’ diye düşünülebilir. Bu nedenle S2 ve S3 alaşımının Curie sıcaklığının en net ölçüldüğü cihaz TG/DTA cihazıdır. 2. tip alaşımlar için, burada bulunan Curie değerlerinin en doğru sonuç olduğu söylenebilir.

Tablo 7.23. DSC ve TG ile ölçülen Curie sıcaklıklarının kıyaslanması.

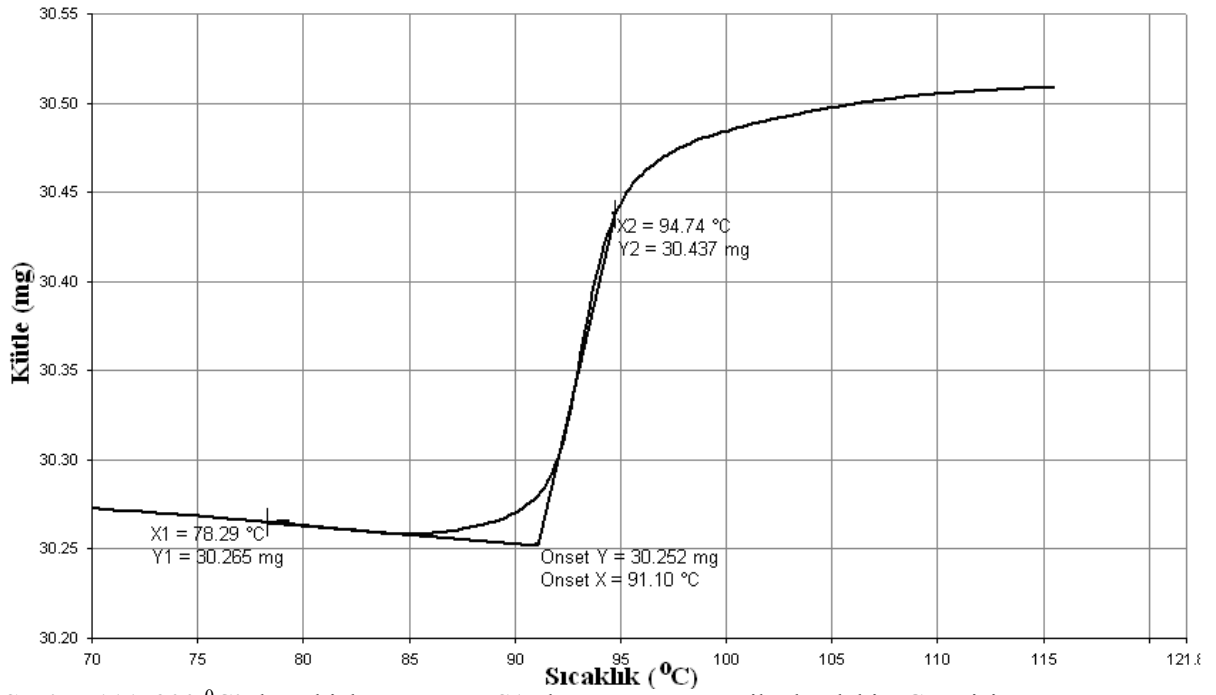
Alaşım	T_c (DSC ile)	T_c (TG/DTA ile)
<u>S1</u>		
Isıl İşlemsiz	94,30 °C	94,24 °C
800 °C ısıtıl işlemli	89,70 °C	90,41 °C
900 °C ısıtıl işlemli	91,50 °C	91,10 °C
1000 °C ısıtıl işlemli	92,00 °C	93,75 °C
<u>S2</u>		
Isıl İşlemsiz	97,77 °C	98,46 °C
800 °C ısıtıl işlemli	108,85 °C	95,30 °C
900 °C ısıtıl işlemli	105,45 °C	97,25 °C
1000 °C ısıtıl işlemli	109,57 °C	98,67 °C
<u>S3</u>		
Isıl İşlemsiz	104,62 °C	105,26 °C
800 °C ısıtıl işlemli	105,12 °C	95,51 °C
900 °C ısıtıl işlemli	104,37 °C	102,17 °C
1000 °C ısıtıl işlemli	107,95 °C	104,70 °C
<u>S4</u>		
Isıl İşlemsiz	95,80 °C	94,58 °C
800 °C ısıtıl işlemli	93,40 °C	94,22 °C
900 °C ısıtıl işlemli	93,10 °C	91,77 °C
1000 °C ısıtıl işlemli	92,70 °C	94,45 °C



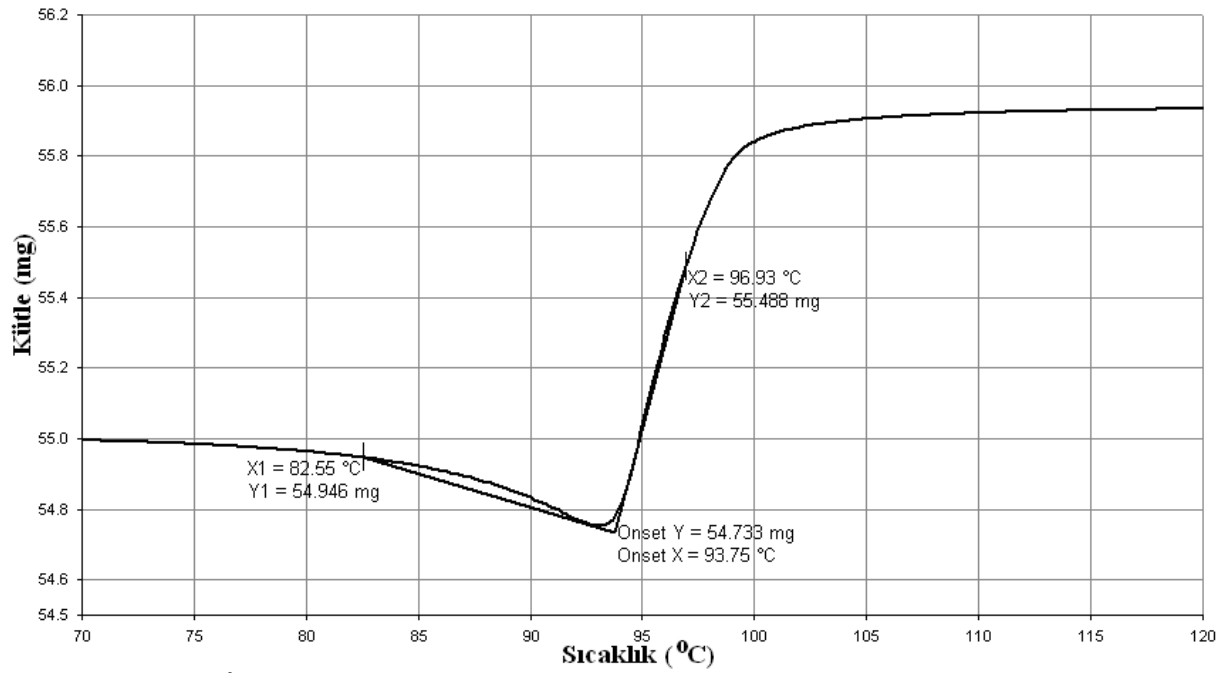
Şekil 7.109. Isıl işlemsiz S1 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



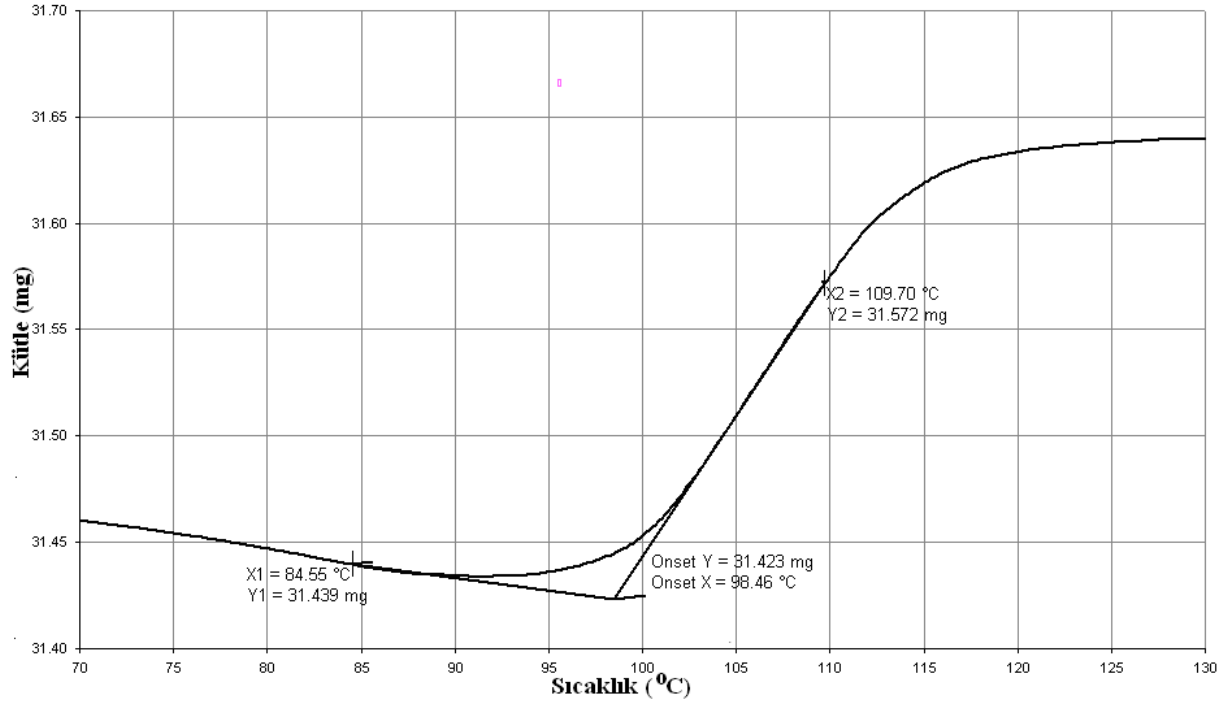
Şekil 7.110. 800 °C' de ısıl işlem görmüş S1 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



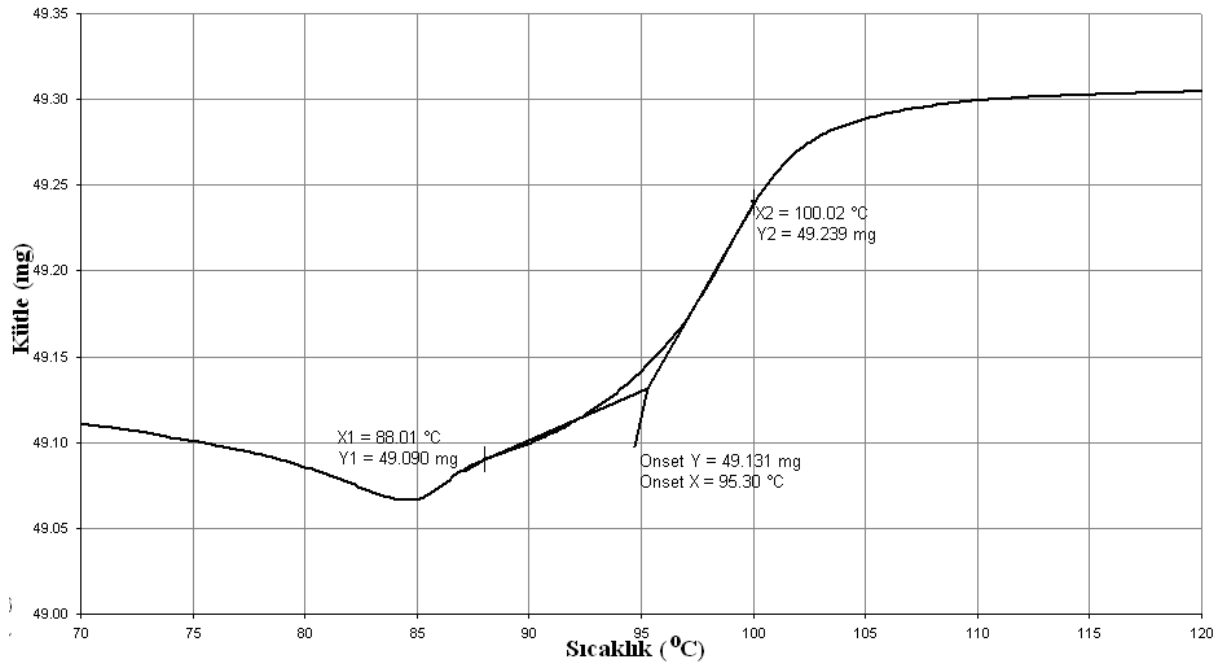
Şekil 7.111. 900 °C' de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



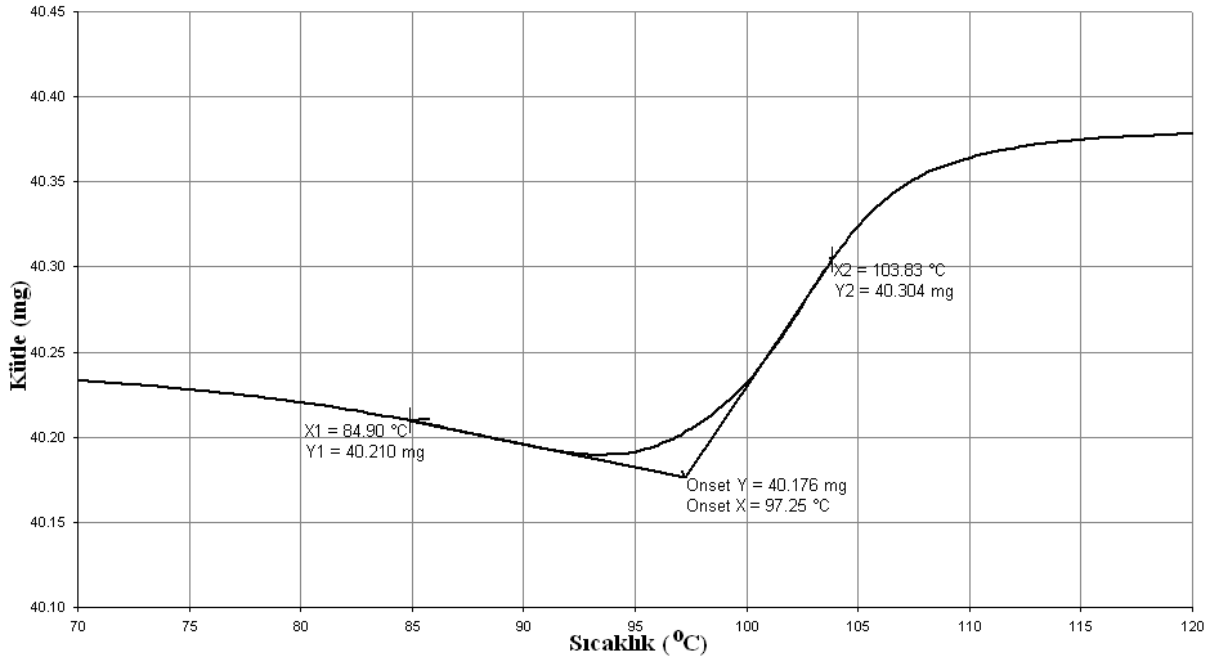
Şekil 7.112. 1000 °C' de ısıt işlem görmüş S1 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



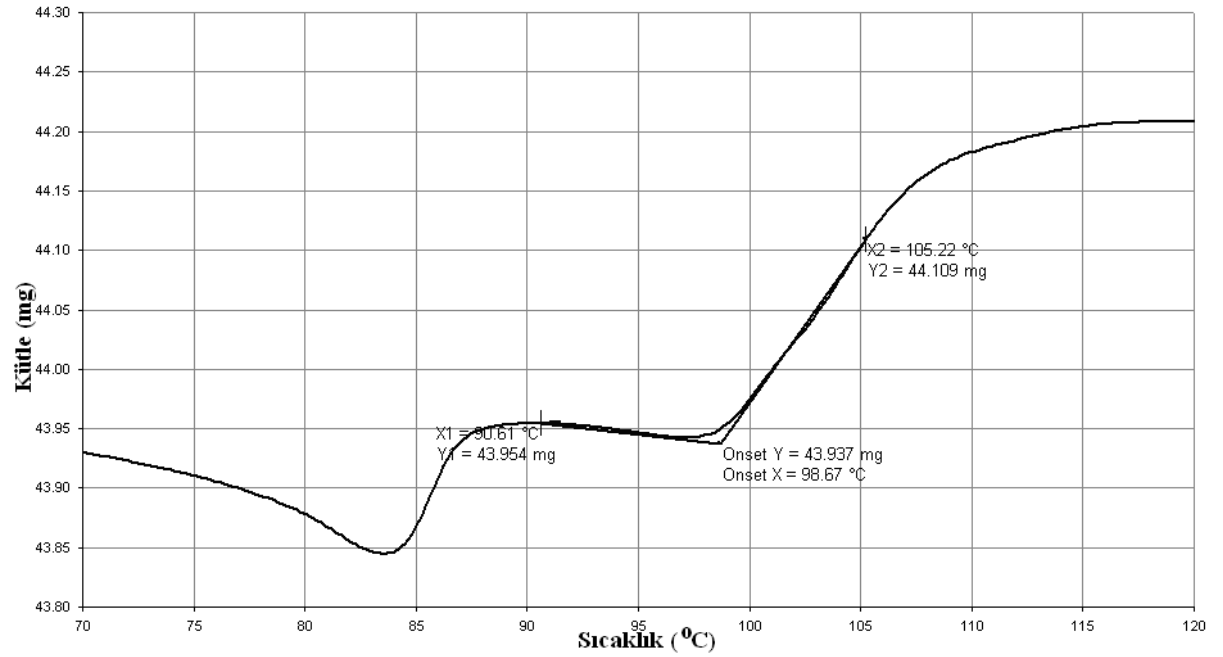
Şekil 7.113. Isıl işlemsiz S2 alaışımının manyetik alandaki TG eğrisi.



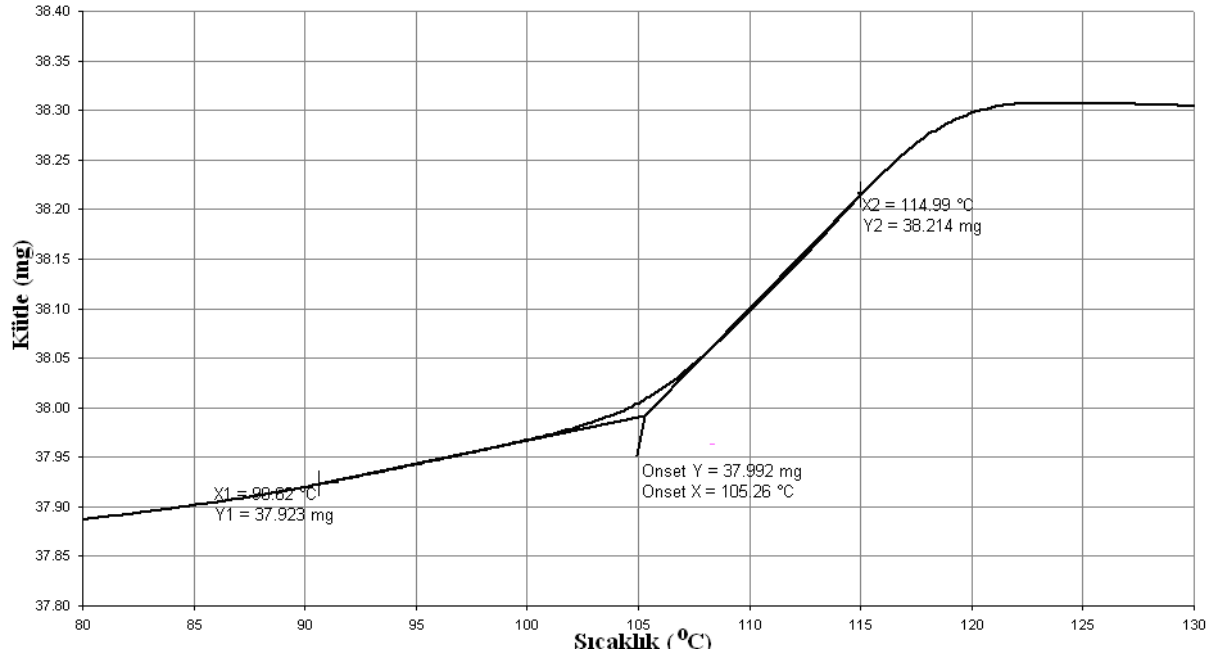
Şekil 7.114. 800 °C’ de ısıl işlem görmüş S2 alaışımının manyetik alandaki TG eğrisi.



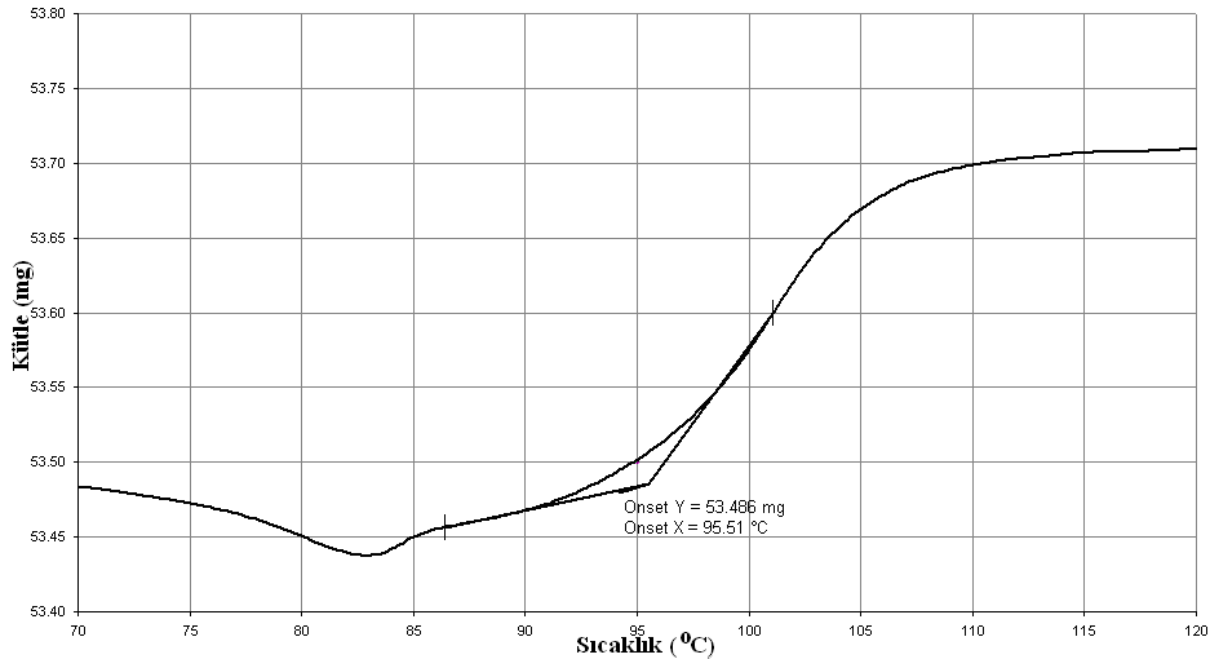
Şekil 7.115. 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



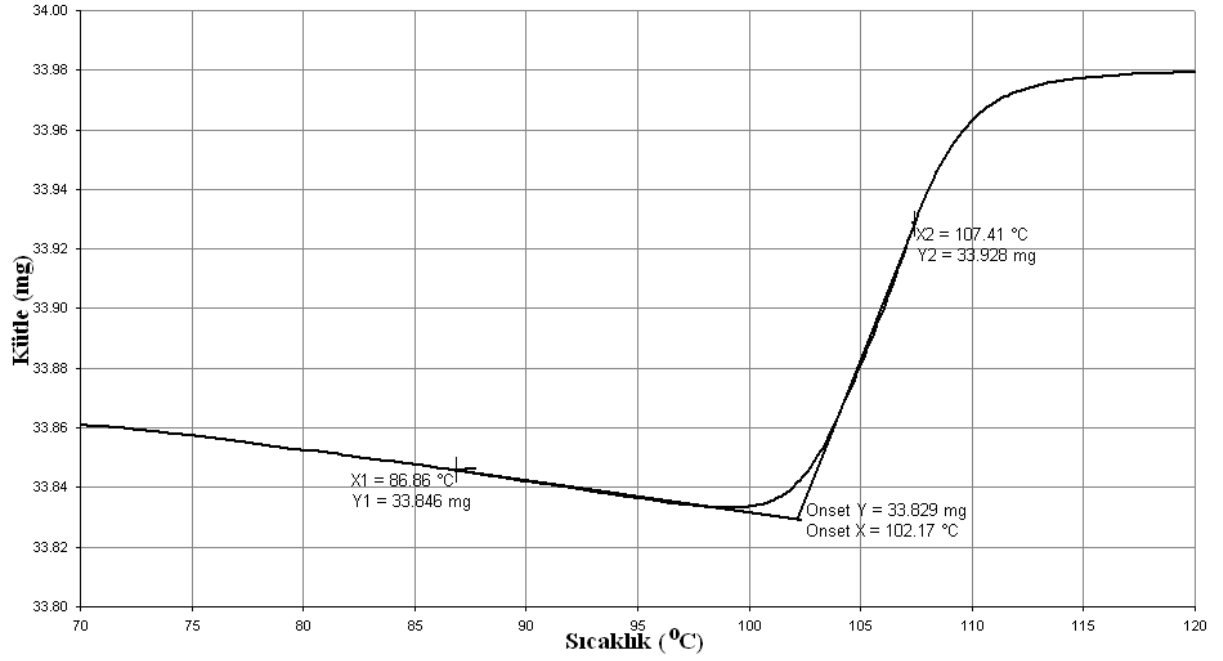
Şekil 7.116. 1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S2 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



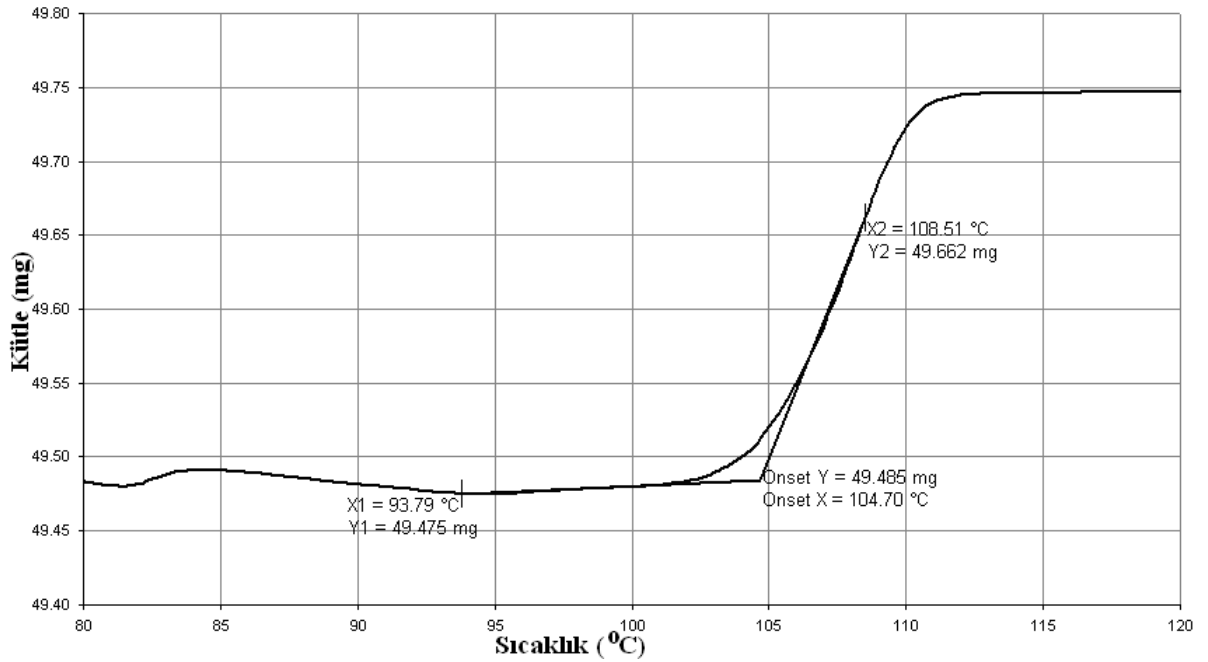
Şekil 7.117. Isıl işlemsiz S3 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



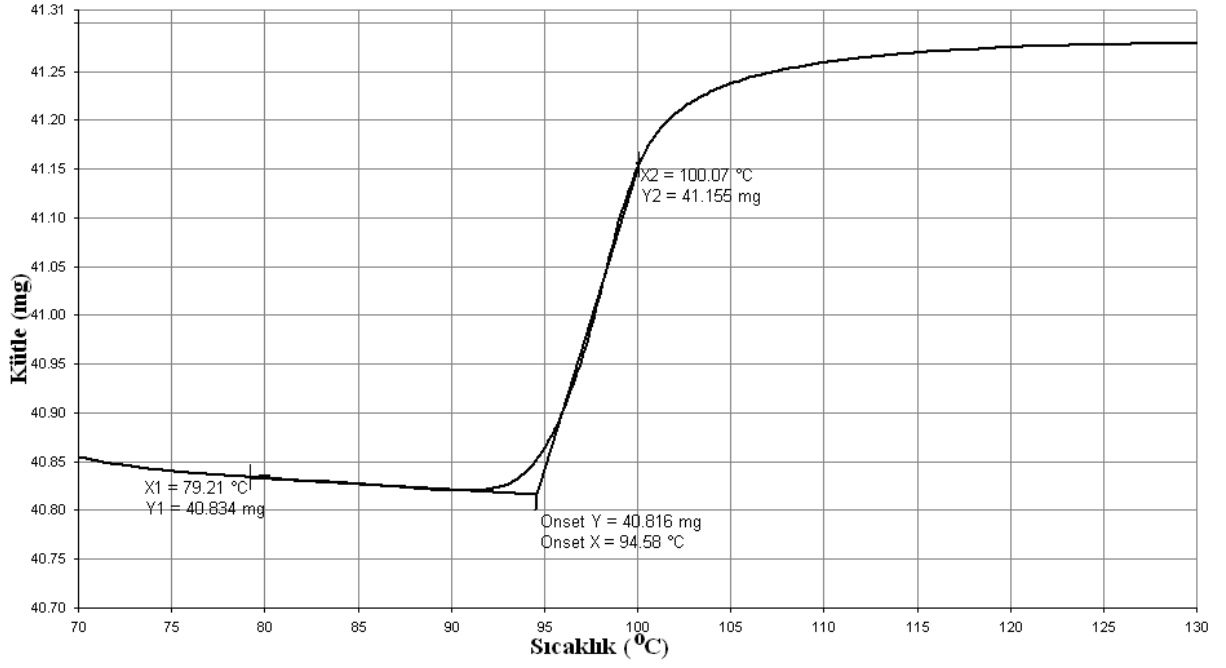
Şekil 7.118. 800 °C' de ısıtılmış S3 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



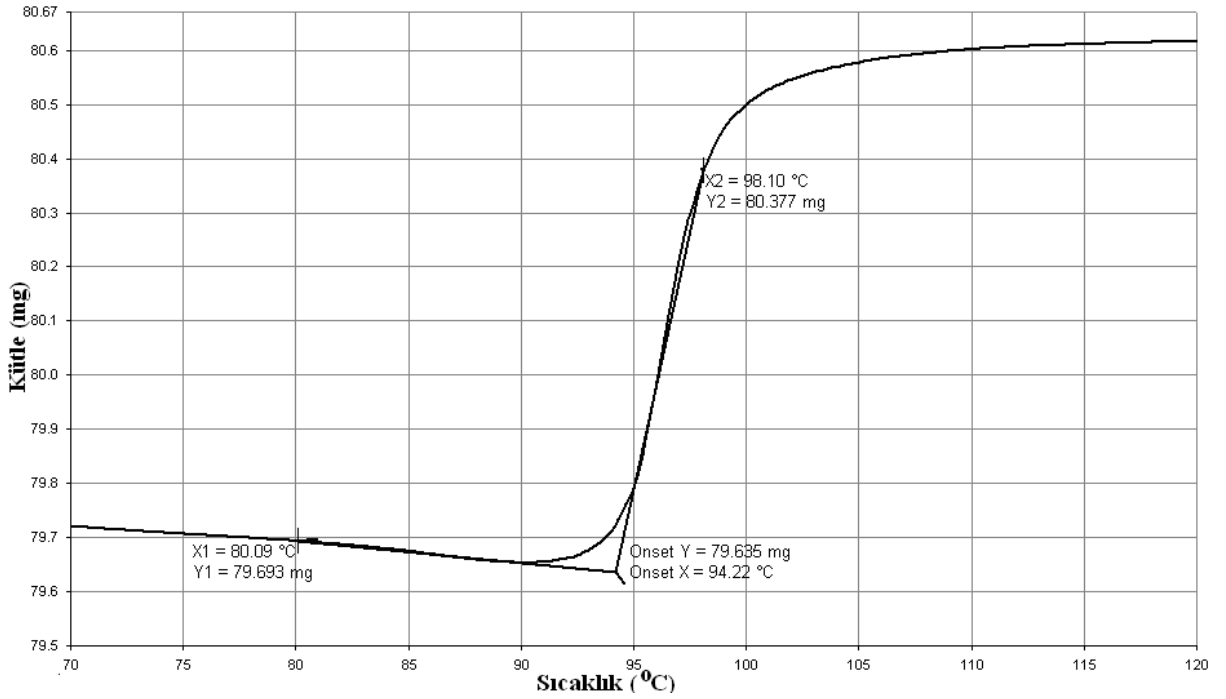
Şekil 7.119. 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



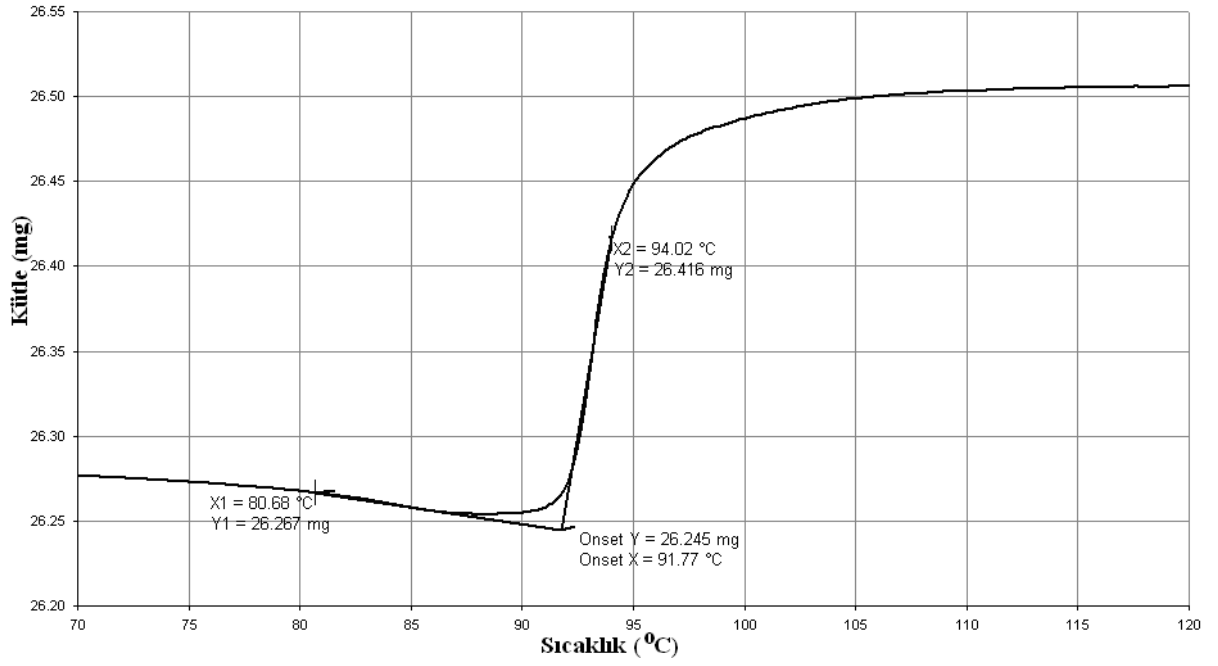
Şekil 7.120. 1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S3 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



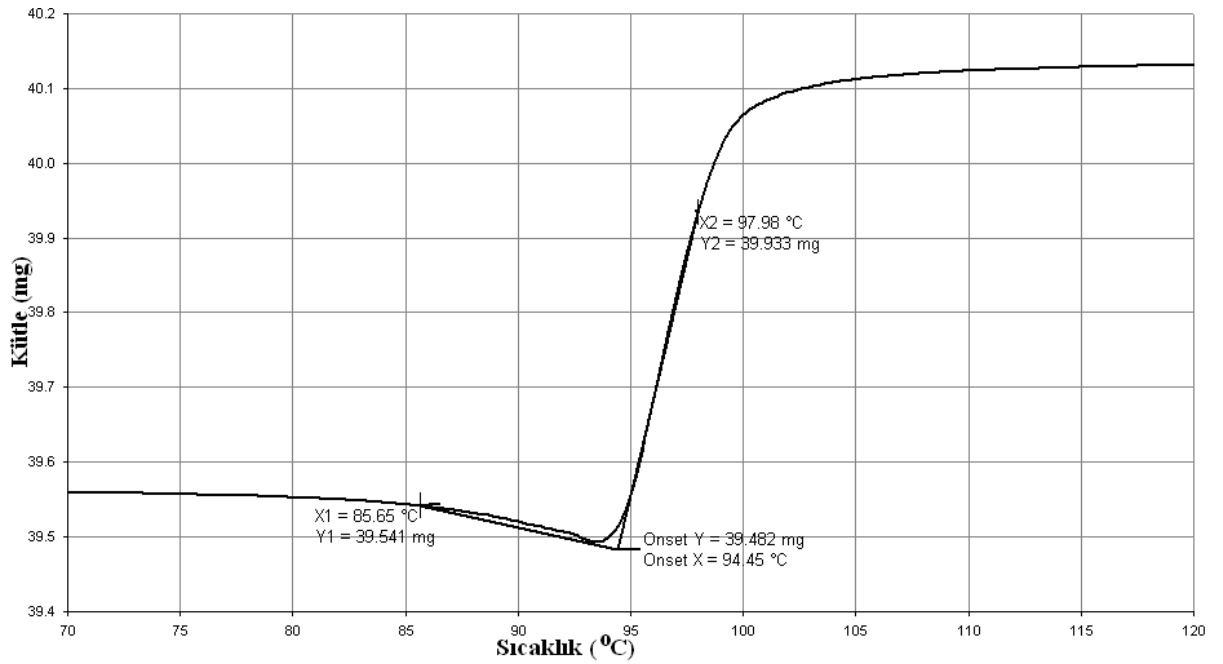
Şekil 7.121. Isıl işlemsiz S4 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



Şekil 7.122. 800 °C' de ısıl işlem görmüş S4 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



Şekil 7.123. 900 °C’ de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.



Şekil 7.124. 1000 °C’ de ısıt işlem görmüş S4 alaşımının manyetik alandaki TG eğrisi.

8. SONUÇ VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, Tablo 6.1 de atomikçe ve ağırlıkça Ni, Mn ve Ga oranları verilen S1, S2, S3 ve S4 kodlu ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlara 800 °C’ de, 900 °C’ de ve 1000 °C’ de 2 saat argon gazı atmosferinde ısıtılma işlemi uygulandı. Isıtılma işlemi uygulanan bu alaşımlar tuzlu buzlu suda ani soğutuldu. Bu şekilde hazırlanan ısıtılmalı ve ısıtılmaz S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarına Bölüm 6’ da belirtilen deneysel yöntemler uygulandı. Elde edilen sonuçlar, Bölüm 7’ deki bulgular bahsinde geniş bir şekilde literatüre dayalı olarak tartışıldı. Bu deneysel çalışmalar, x-ışını difraksiyonu incelemesi, diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ölçümleri, yüzey morfolojisi incelenmesi ve manyetik ölçümler olmak üzere farklı deney grupları halinde yapıldı. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki şekilde özetlendi.

I. X-Işını Ölçüm Sonuçları

S1, S2, S3 ve S4 alaşımının ısıtılma işlemi uygulamadan önce oda sıcaklığında alınan x-ışını difraktogramları sırasıyla Şekil 7.1, Şekil 7.6, Şekil 7.11, Şekil 7.16 da verildi. Bu şekillerden ısıtılmaz S1 ve S4 alaşımı için difraksiyon pikleri ayrı ayrı çıkmayıp geniş bir tepe görünümündedir. Burada difraksiyon pikleri belirgin olarak çıkmadığı için S1 ve S4 alaşımının ısıtılma işlemi tabii tutulmadan düzenli bir yapıya sahip olmadığı amorf özellik gösterdiği sonucu çıkar (Aydoğdu, 1995). Isıtılma işlemi S2 ve S3 alaşımlarının x-ışını difraktometresinde pikler belirgin olduğu için bu alaşımların düzenli bir kristal yapı gösterdiği söylenebilir.

S1 alaşımına 800 °C, 900 °C ve 1000 °C’ de ısıtılma işlemi uygulandığı zaman alınan x-ışını difraktogramları Şekil 7.2-7.4 de verildi. 800 °C de ve 900 °C de ısıtılma işlemi gören alaşımların difraktogramında görüldüğü gibi ısıtılmaz haldeki difraktograma göre yarılmalar meydana gelmiş ve pikler belirgin hale gelmiştir. Isıtılma işlemi öncesinde bu piklerin sanki kaybolup hepsinin tek bir pikmiş gibi çıktığı görülür. Isıtılma işlemi ile ortaya çıkan pikler indislendiğinde iki faza ait pikler bulunmuştur. Bu fazların birincisinin; martensit faz, ikincisinin ise γ faz olduğu tespit edildi. Bu sonuçlar, literatürle uyum içindedir (Prasad ve Phanikumar, 2009; Xu vd., 2006; Yung-Qing vd., 2011; Li vd., 2010). 800 °C ve 900 °C de ısıtılma işlemi görmüş alaşımların örgü parametrelerine bakılmış ve c/a oranı 0,85 civarı olduğu için Nonmodulated

martensit yapı sergilediği ortaya çıkmıştır. Pons ve arkadaşlarına göre e/a oranı 7,67 ile 8,10 aralığında olan NiMnGa alaşımları oda sıcaklığında bct nonmodulated yapı yani L_{10} yapı sergilemektedirler (Pons v., 2000). S1 alaşımının e/a oranı 7,66 olup bu aralığa çok yakın bir değerdedir. 1000 °C de ısıtıl işlem gören S1 alaşımının x-ışını difraktogramından, piklerinin kaybolduğu ve ısıtıl işlemsiz S1 alaşımı gibi şiddeti düşük ve yayvan bir pik gösterdiği bulunmuş bu da yapının düzenliliğinin 1000 °C ısıtıl işlemle yine bozulduğunu göstermiştir (Aydoğdu, 1995).

S2 alaşımının 800 °C, 900 °C ve 1000 °C’ de ısıtıl işlem uygulandığı zaman alınan x-ışını difraktogramları Şekil 7.7-7.9 da verildi. Bu üç ısıtıl işlem şartında da S2 alaşımı düzenli bir yapı özelliği göstermiş ve biri L_{10} martensit faz, diğeri γ faz olmak üzere iki faz birlikte görüldü. γ faza ait pikler en çok 800 °C de ısıtıl işlem görmüş alaşımın x-ışını difraktogramında görülmektedir. γ fazın ait piklerin çok ve şiddetinin yüksek olması istenmeyen bir durumdur (Yung-Qing vd., 2011). Bu durumda 800 °C ısıtıl işlem sıcaklığının S2 alaşımı için ideal olmadığı düşünülebilir. 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S2 alaşımının NM martensit faz ve γ fazın yanında 45° civarı tanımlamayan pikler görüldü. Literatürde bu piklerin 7M martensit yapıyı işaret ettiği bulunmuştur (Ivester, 2002). Bu ısıtıl işlem şartında c/a oranının diğerlerinden farklı olarak 1’ den büyük olduğu için artık bct NM (yani L_{10}) yapı yerine fct NM yapı sergilediği görüldü (Pons vd., 2000).

800 °C, 900 °C ve 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımının x-ışını difraktogramları Şekil 7.12-7.14 de verildi. Burada S3 alaşımında ısıtıl işlemle ikinci bir fazın ortaya çıktığı görülmektedir. İlk faz bct nonmodulated martensit faz, ikinci faz ise γ faz (düzensiz yüz merkezli kübik yapı fcc) dır (Yang vd., 2011). γ faza ait pikler en çok 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S3 alaşımında gözlenmiştir ve bu piklerin şiddeti de yüksektir.

S4 alaşımının 800 °C, 900 °C ve 1000 °C’ de ısıtıl işlem görmüş alaşımların x-ışını difraktogramı Şekil 7.16- 7.19 da verildi. Burada ısıtıl işlemsiz S4 alaşımında kristal yapının düzensiz olması durumunda, düzenli yapıyı işaret eden pikler ayrılmayıp üst üste gelmiştir. ısıtıl işlem sonrasında ise, bu pikte yarılmalar meydana gelmiş düzenli kristal yapının göstergesi pikler görüldü. Burada da martensit ve γ faz olmak üzere iki faz görülmektedir. 800 °C ve 900 °C de ısıtıl işlem görmüş numunelerde, c/a değerine göre bct nonmodulated yapı görülürken 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S4 alaşımında fct nonmodulated yapı görüldü.

ısıtıl işlem görmüş S1, S2, S3 ve S4 alaşımı kendi aralarında kıyaslanırsa, 1000 °C de ısıtıl işlem görmüş S1 alaşımı hariç, hepsinde martensit faz ve γ faz birlikte görüldü. Farklı orandaki NiMnGa alaşımlarının(S1, S2, S3 ve S4) x-ışınları difraktogramlarına bakıldığında;

en keskin pik olan (222) pikinin şiddetinin en yüksek değeri, 800 °C de ısıtım işlem görmüş alaşımlar arasında S3 alaşımında, 900 °C de ısıtım işlem görmüş alaşımlar arasında S1 ve S3 alaşımlarında, 1000 °C de ısıtım işlem görmüş alaşımlar arasında ise S2 alaşımında görüldü. X-ışını difraktogramlarında piklerin şiddetinin yüksek olması, kristal yapının düzenli olduğu anlamına gelebilir.

II. DTA Ölçüm Sonuçları

Isıtım işlemsiz S1, S2, S3 ve S4 alaşımının DTA eğrileri Şekil 7.21-7.24 de verilmiştir. Bu DTA eğrisinde de üç tane faz geçişi görülmektedir. 20-200 °C aralığında görülen birinci faz geçişi, L₂₁ yapıdan NM (nonmodulated) martensit yapıya geçiştir. 500 °C civarı görülen faz geçişi enerjisi düşük bir faz geçişidir. Bu dönüşümün bir ara faz olduğu düşünüldü. 700 °C civarı gözlenen üçüncü faz geçişi ise, B2' → L₂₁ faz geçişidir (Roth vd., 2008).

III. DSC Ölçüm Sonuçları

a) Martensit Dönüşüm Karakteristiği

Şekil 7.29 da S1 alaşımının ısıtım işlemsiz durumda ve 800 °C, 900 °C ve 1000 °C de ısıtım işlem gördükten sonra DSC eğrileri birlikte görülmektedir. 800 °C ve 900 °C ısıtım işleminden sonra, S1 alaşımının A_s sıcaklığı düşmüştür. En büyük düşüş 800 °C de ısıtım işlemli alaşımda görüldü. 1000 °C de ısıtım işlemle A_s sıcaklığının, ısıtım işlemsiz durumdaki A_s sıcaklığına yaklaştığı tespit edildi. Bu da alaşımın dönüşüm sıcaklığının kararlı duruma geldiğini gösterebilir. A_f değerine bakıldığında, ise en büyük değer 800 °C de ısıtım işlem görmüş durumda bulundu. Ferromanyetiklikten paramanyetikliğe geçişin göstergesi Curie sıcaklıklarına bakılırsa, yine ısıtım işlemsiz ile 1000 °C de ısıtım işlem gören alaşımın hemen hemen aynı değere sahip olduğu, en düşük Curie sıcaklığı değerinin ise 800 °C de ısıtım işlem gören alaşımda olduğu tespit edildi. Bulunan tüm Curie sıcaklıklarının, martensit dönüşüm sıcaklıklarından büyük olması bize S1 alaşımının 1. tip ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar grubuna girdiğini gösterir (Heill, 2005). Bununla birlikte, malzemenin austenit ve martensit durumda ferromanyetik bir özellik gösterdiği söylenebilir.

S2 alaşımın ısıtım işlemsiz durumda ve ısıtım işlem gördükten sonra DSC eğrileri Şekil 7.34 de görüldü. Isıtım işlemsiz S2 alaşımının A_s sıcaklığı, 800 °C de ısıtım işlem gören alaşımın A_s

değerine yakındır. Bu iki alaşımanın DSC eğrileri incelenirse, ikisinde geniş ve enerjisi düşük piklere sahiptir. 900 °C ve 1000 °C deki ısıtım sıcaklıkları ile A_s değerinin artışı ve piklerin keskinleştiği ve daraldığı gözlemlendi. S1 alaşımında olduğu gibi en büyük A_f değeri 800 °C de ısıtım gören S2 alaşımında görüldü. Dört farklı durumda S4 alaşımının Curie sıcaklığının göstergesi olan ikincil pike rastlanmamaktadır. Alaşımanın elektron konsantrasyonu 7,7 değerinde olduğu için, bu tip alaşımlara 2. tip ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar denir ve bu alaşımlarda Curie sıcaklığı, martensit dönüşüm sıcaklığı denen T_m değerine eşittir (Borisenko vd., 2006). Bu sebeple Curie sıcaklığı net gözlenemez. Hesaplanan T_m değerlerinden, en yüksek Curie sıcaklığı 1000 °C de ısıtım gören S2 alaşımında tespit edilmiştir. S2 alaşımı, austenit durumda paramanyetik, martensit durumunda ferromanyetik özellik gösterir.

S3 alaşımının, ısıtım işlemsiz ve ısıtım işlem gördükten sonraki dönüşüm sıcaklıkları Şekil 7.39 da birlikte görülmektedir. En düşük A_s değeri ve en yüksek A_f değeri 900 °C de ısıtım işlem görmüş alaşımda tespit edildi. 800 °C ve 1000 °C ısıtım işlemli alaşımların A_s dönüşüm sıcaklığı değeri hemen hemen aynı ve ısıtım işlemsiz alaşımda daha yüksek bir değere sahiptirler. ısıtım işlemsiz S3 alaşımı ile 900 °C de ısıtım işlem görmüş S3 alaşımının pik genişlikleri diğerlerine göre büyüktür. S3 alaşımının e/a oranı 7,71 olduğu için bu alaşımanın DSC eğrisinden Curie sıcaklığı gözlenememiş, hesaplanan T_m değeri ile bulundu. Bu na göre $T_m=T_c$ eşitliğinden faydalanarak, dört durumda da alaşımların Curie sıcaklığı 100 °C nin üzerindedir.

Şekil 7.44 de ısıtım işlemsiz ve ısıtım işlemli S4 alaşımının DSC eğrileri birlikte görülmektedir. 800 °C ve 900 °C de ısıtım işlemle, S4 alaşımının A_s dönüşüm sıcaklığının düştüğü görüldü. 1000 °C de ısıtım işlem gören alaşımanın A_s sıcaklığı, ısıtım işlemsiz alaşımla hemen hemen aynı değerdedir. S4 alaşımı, S1 alaşımı gibi 1. tip ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşım olduğu için, manyetik geçiş sıcaklığı (Curie sıcaklığı) DSC eğrisinde gözlenen ikincil piktir. Curie sıcaklığının ısıtım işlem sıcaklığı ile azaldığı görüldü.

Nikel oranına göre sıralama $S3>S2>S1>S4$ şeklindedir. Bu sıralama ile dönüşüm sıcaklığı arasında bir doğru orantı olduğu tespit edildi. Artan az miktardaki Nikel oranı ile dönüşüm sıcaklığının arttığı görüldü. Bu sonuç literatür ile uyum içindedir. Literature göre, sityometrik olmayan NiMnGa alaşımlarındaki artan Nikel içeriği ile oda sıcaklığında dönüşüm sıcaklığının arttığı görülmüştür (Wedel vd., 1999; Feng vd., 2002)

b) Termodinamik Parametreler

Isıl işlemsiz ve ısıtma işlemli S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının ısıtma ve soğutma anındaki entalpi ve entropi değişimi ve soğutma anında hesaplanan Gibbs serbest enerjisi değişimi Tablo 7.10-7.13 de özetlendi.

Bu tablolara bakılınca, ısıtma ve soğutma anındaki entalpi değişimlerinin birbirine eşit olmadığı az bir miktar farklılık olduğu görüldü. Bu küçük farklılığın sebebi, ısıtma ve soğutma anındaki dönüşüm boyunca meydana gelen akustik emisyon olarak açıklanabilir (Da Silva,1999).

Isıl işlemli S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının termodinamik parametreleri kıyaslanırsa en düşük entalpi değerinin 900 °C de ısıtma işlem görmüş numunelerinde bulunduğu tespit edildi. Martensit dönüşüm esnasındaki entalpi değişimi örgü distorsiyonundan meydana gelir ve aktif fazın dönüşüm miktarı ile ilişkilidir (Safronie vd., 2010). Burada 900 °C ısıtma işlemde bütün alaşımların aktif fazın yani etkili fazın miktarının azaldığı düşünülür.

c) Aktivasyon Enerjisi

Isıl işlemsiz ve ısıtma işlemli S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının Kissinger ve Ozawa yöntemiyle hesaplanan aktivasyon enerjisi değerleri Tablo 7.14-7.17 de verildi. Bütün alaşımlar için, aktivasyon enerji hesaplamalarının yapılması için 10-15-20-25-30 °C/dak. ısıtma hızlarıyla DSC ölçümleri alındı. Bu eğrilere bakıldığında artan ısıtma hızıyla austenit dönüşümde maksimum pik değerinin sağa kaydığı görüldü. Bunun nedeni araştırıldığında, ısıtma hızının artmasıyla çekirdeklenmenin artması olarak bulunmuştur (Tong vd., 2008).

NiMnGa alaşımların aktivasyon enerjisi ile ilgili yapılan bir çalışmada, 600 °C ve 800 °C de ısıtma işlem görmüş alaşımların aktivasyon enerjisi kıyaslanmış ve 600 °C de ısıtma işlem gören alaşımların aktivasyon enerjisi değeri daha yüksek olduğunu bulmuşlar ve düşük aktivasyon enerjisinin nedeninin, dengede olmayan boşluklardan kaynaklandığını söylemişlerdir (Alarcos vd., 2010). Buna göre S1, S2 ve S4 alaşımlarında dengede olmayan boşluklar, en çok 800 °C de ısıtma işlem görmüş numunelerinde varken S3 alaşımı için, 1000 °C de ısıtma işlem görmüş numunede var olduğu düşünülebilir.

Isıl işlemsiz S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının aktivasyon enerjileri kıyaslanırsa, elektron konsantrasyonu değerleri aynı olan ve benzer dönüşüm karakteristiği gösteren S1 ve S4

alaşımı ile, S2 ve S3 alaşımı hemen hemen aynı aktivasyon enerjisi değerlerine sahip olduğu sonucuna varılmıştır.

d) Isı kapasitesi

Isıl işlemsiz ve ısıtılmış S1, S2, S3 ve S4 alaşımının sıcaklıkla değişen ısı kapasitesi eğrileri Şekil 7.69- 7.72 de ve oda sıcaklığında ısı kapasitesi değerleri Tablo 7.17 de verildi. Isı kapasitesi eğrilerinde göze çarpan ilk şey dönüşüm sıcaklığındaki ani artış ve dönüşüm bittikten sonra azalıştır. Bu eğri ilk bakışta DSC eğrisiyle birebir aynıdır. Bunun nedeni, malzemelerde dönüşüm meydana geldiği zaman bir enerji soğurulması oluşur ve Bu da ısı kapasitesi eğrisinde gözlenebilir. Tabloya bakıldığında oda sıcaklığındaki ısı kapasitesinin en yüksek olduğu ısıtılmış sıcaklığının 1000 °C olduğu görülür. Termodinamik parametreler arasında yer alan entropi değişimi ile ısı kapasitesi arasındaki bağıntıya (Denklem 7.6) göre ısı kapasitesi arttıkça entropi değişiminin artması gerekmektedir. Isı kapasitesi sonuçları ile entropi değişimi sonuçları kıyaslanırsa ikisi arasında bir doğru orantı olduğu görülür.

S1, S2, S3 ve S4 alaşımları ısıtıldığı zaman, alaşımlarda kristal yapı dönüşümünden dolayı soğurulan ısı değişir. Isı kapasitesi eğrilerinde görülen ani zıplamanın nedeni de budur. Bütün malzemelerin ısı kapasitesine etki eden baskın katkı, örgü titreşimlerine verilen enerjiden ileri gelmektedir.

IV. Yüzey Morfolojisi

Isıl işlemli ve ısıtılmış S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının yüzey morfolojisini incelemek için optik mikroskop ve SEM görüntülerine bakıldı. Bu görüntülere göre ısıtılmış ısıtılmış durumda dört farklı alaşım da taneler belirgin değildir. Isıl işlemle taneleri belirginleşmiş ve martensit plakalar net bir şekilde görülmeye başlamıştır. 800 °C ısıtılmış S2 alaşımı dışındaki alaşımlarda tane boyutu çok küçüktür. Tane boyutunun, ısıtılmış sıcaklığı artmasıyla arttığı gözlemlendi. 1000 °C de ısıtılmış S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının optik mikrograflarından tane sınırının en büyük ve belirgin olduğu görülmektedir. Üç farklı ısıtılmış sıcaklığında, hepsinde ortak olan açık koyu bölgelere rastlanmıştır. Bu bölgelerde farklı fazları işaret eder. Koyu bölgenin nonmodulated martensit yapı, açık renk bölgenin ise γ faz olduğu x-ışını difraktogramı ile desteklenebilir. γ faz bölgesinin alaşım içinde bulunmasının olumlu bir etkisi olduğu ve malzemenin sünekliğini geliştirdiği literatürle

desteklenmektedir (Wang vd., 2010; Yang vd., 2010; Ma vd., 2008; Xin vd., 2010; Ma vd., 2009; Li vd., 2010).

V. Manyetik Özellikler

Isıl işlemli ve ısılsız S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarının saturasyon ve koerzivite değerleri Tablo 7.18-7.21 de özetlendi. Bu tablolardan ve grafiklerden anlaşılacağı gibi, saturasyon ve koerzivite değerleri artan ısı işlem sıcaklığı ile artmıştır. Bütün alaşımların koerzivite değerleri 125 Oe' den yüksek olduğu için bu alaşımların sert manyetik malzeme olduğu söylenebilir (Jiles, 2003). Manyetik histerizlere bakıldığında zaman histerisizinin ısı işlem sıcaklığıyla genişlediği görülmüştür. En yüksek saturasyon değerinin 1000 °C de ısı işlem gören S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarında tespit edildi. Bunu sebebinin artan ısı işlemle tane boyutunun artması ve bundan dolayı domen duvarlarının ve spin rotasyonunun hareket etmesidir. Bununla birlikte tavlama Mn-Mn ferromanyetik etkileşmesine neden olur (Peruman vd., 2010). NiMnGa alaşımlarında, toplam manyetik momente temel katkı 3,49 μ_B ye sahip Mangan atomundan kaynaklanır. Diğer atomların katkısı sırasıyla Nikel ve Galyum için 0,33 μ_B ve -0,05 μ_B dir (Sing vd., 2008; Khavalio vd., 2004).

S1, S2, S3 ve S4 alaşımların ferromanyetiklikten paramanyetikliğe geçiş sıcaklığı olan Curie sıcaklıkları, DSC ve TG ölçümlerine göre Tablo 7.22 de verildi. Bu tabloya göre $T_c > T_m$ olduğu durumda yani 1. tip ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşım özelliği gösterdiğinde (S1 ve S4 alaşımları için) DSC ile bulunan sonuç TG ile bulunan sonuçla aynıdır. Ancak $T_c = T_m$ olduğu 2. tip ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlarda (S2 ve S3 alaşımları için) DSC eğrisinden Curie sıcaklığı net gözlenemediği için TG aracılığı ile ölçülen sonuç daha doğrudur. Buradan çıkan sonuç, her tip ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar için en doğru Curie sıcaklığı sonucu TG aracılığı ile elde edilebilir.

Sonuç olarak, Şekil hatırlamalı alaşımlarda dönüşüm sıcaklığı, kompozisyondan hassas bir şekilde etkilenir ve kompozisyonla kontrol altına alınır. Bunun dışında dönüşüm sıcaklığını ayarlama daha iyi sonuç veren yöntem, üretimden sonra bu alaşımlara ısı işlem uygulamaktır. Isıl işlemin martensit dönüşüm üzerine etkisi nadir çalışılmıştır (Yu vd., 2009, Guiterrez vd., 2007; Liu vd., 2006). Isıl işlem sıcaklığı veya süresi dönüşüm sıcaklığını ayarlamayı sağlar (Guiterrez vd., 2007). Isıl işlemle dönüşüm sıcaklığını kontrol etmek alaşımların kompozisyon oranını değiştirmekten daha kolaydır. Bu nedenle, dördüncü bir element katkılama veya Ni, Mn veya Ga oranını değiştirmektense, NiMnGa alaşımların

martensit dönüşüm sıcaklığını, Curie sıcaklığını, kristal yapısını, manyetik özelliğini geliştirmek için ısıtım işlem uygulamasının doğru bir tercih olduğu görülmektedir.

γ Fazın Şekil hatırlamalı alaşım içinde meydana gelmesi, alaşımın sünekliliğini artırır (Liu vd., 2006). Örneğin bu nedenle, Ni-Al alaşımına Fe veya Co katılarak $\beta+\gamma$ faza sahip CoNiAl ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar elde edilmiştir. Benzer nedenlerle NiMnGa alaşımının sünekliliğini arttırmak için; Fe, Co, Cu, Ti gibi elementler gibi dördüncü element katılmış, ikinci fazla NiMnGa alaşımının sünekliliği arttırılmak istenmiştir. Bu nedenle yeterli miktarda γ faz, NiMnGa alaşımların sünekliliğini ve mekaniksel özelliklerini geliştirmiştir (Xin vd., 2007; Yung-Qing vd., 2011). Bu tez çalışmasında çıkan diğer önemli sonuç ise üç farklı ısıtım işlem sıcaklığında da γ faza rastlamaktır. S1, S2, S3 ve S4 alaşımlarında, uygulanan ısıtım işleminden sonra alınan x-ışınları, optik mikroskop, SEM ve EDX sonuçlarına göre γ faza rastlanmaktadır. Bu da bize NiMnGa alaşımlarının sünekliliğini arttırmak için daha zor olan dördüncü bir elementi katkılarmaktansa, daha kolay olan ısıtım işlem uygulamasının iyi bir sonuç verdiğini gösterir.

ÖNERİLER

Bu tez çalışmasının konusunu teşkil eden dört ferromanyetik şekil hatırlamalı NiMnGa alaşımı üzerinde yapılan deneyler ve elde edilen sonuçlar ışığında aşağıda önerilen çalışmalarda yapılabileceği sonucuna varılmıştır:

- 1) Uygulanan manyetik alan ile bu alaşımların dönüşüm sıcaklıklarının, kristal yapısının ve manyetik özelliklerinin değişimi incelenebilir.
- 2) Isıl işlem sıcaklıkları ve ısıl işlem şartları değiştirilerek alaşımların fiziksel özellikleri üzerine değişim daha detaylı bir şekilde araştırılabilir.
- 3) Bu alaşımlar üzerine zor uygulamanın dönüşüme etkisi incelenebilir.
- 4) Alaşımlar üzerine termal çevrim uygulanabilir ve etkisi incelenebilir.
- 5) Bu alaşımlara dördüncü bir element katılıp, etkisi incelenebilir.
- 6) Alaşımların sıcaklıkla elektriksel özelliklerinin değişimi ve dönüşüm sıcaklığı ile elektriksel özellikler arasındaki ilişki incelenebilir.

KAYNAKLAR

- Aaltio I., Söderberg O., Friman M., Glavatsky I., Ge Y., Glavatska N. Ve Hannula S-P,** 2009, EDP Sciences, ESOMAT 2009.
- Alarcos V.S., Landazabal J.P. ve Recarte V.,** 2008, Effect of Thermal Treatment on the Martensitic Transformation in Co- Containing Ni-Mn-Ga alloys, Materials Science and engineering, 481-482, 293-297.
- Alarcos V.S., Landazabal J.P., Recarte V., Velamazán J.A.R. ve Chernenko V.A.,** 2010, Effect of Atomic Order on the Martensitic and Magnetic Transformations in Ni-Mn-Ga Ferromagnetic Shape Memory Alloys, J. Phys. Condens. Matter, 22, 1-6
- Altın S.,** 2009, Süperiletken BSCCO Whiskerlerin Büyüme Mekanizması ve Farklı Katkılamalara Bağlı Olarak Elektriksel ve Manyetik Özellikleri, Doktora Tezi, İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Malatya
- Aydoğdu A.,** 1995, Şekil Hatırlamalı CuAlNi Alışımındaki Martensitik Dönüşümler Üzerindeki termal Yaşlandırma Etkileri, Doktora tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Aygahoğlu A. ve Gürler R.,** 2009, Şekil Bellekli Alaşımların Karakterizasyonu, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 20, 63-68.
- Baksan B. ve Gürler R.,** 2006, Bakır Esaslı Şekil Bellekli Alaşımların Üretimi ve Çekme Deneyi ile Karakterizasyonu, SAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü dergisi, 10,. Cilt.
- Bartova B., Wiese N., Schryvers D., Chapman J.N. ve Ignacova S.,** 2008, Microstructure of Precipitates and Magnetic Domain Structure in an Annealed Co₃₈Ni₃₃Al₂₉ Shape Memory Alloy, Acta Materialia, 56, 4470-4476
- Borisenko I.D., Koledov V.V., Khalovailo V.V. ve Shavrov V.G.,** 2006, Martensitic and Magnetic Phase Transition in Ternary Ferromagnetic alloys Ni-Mn-Ga, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 300, 486-488
- Braunovic M. ve Labrecque C.,** 1995, Electrical Contant, Proceeding of the Forty-First IEEE Holm Conference, Canada.
- Brown E.M.,** 2004, Introduction to Thermal Analysis Tecniques and Applications, Kluwer Academic, Newyork.
- Buscow K.H.J. ve de Boer F.R.,** 2003, Physics of Magnetism and Magnetic Materials, Kluwer Academic, Newyork
- Calister D.W.,** 2004, Fundamental Of Materials Science and Engineering, John Wiley&Son, Newyork
- Chatterjee S., Thakur M., Giri S., Majumdar S., Debd A.K., Deb S.K.,** 2008, Transport, magnetic and structural investigations of Co–Ni–Al shape memory alloy Journal of Alloys and Compounds 456, 96–100
- Chernenko V.A. ve Besseghini S.,** 2008, Ferromagnetic Shape Memory Alloys: Scientific and Applied Aspects, Sensors and Actuators, 142, 542-548
- Choon T.W., Salleh A.S., Jamian S. ve Ghazali I.,** 2007, World Academy of Science, Engineering and Technology, 25, 304-307.
- Cong D.Y., Wang S., Wang Y.D., Ren Y., Zuo L. Ve Esling C.,** Martensitic and Magnetic Transformation in Ni-Mn-Ga-Co Ferromagnetic Shape Memory Alloys, Materials Science and Engineering, 473, 213-218
- Couch R.N.,** 2006, Development of Magnetic Shape Memory Alloys Actuators for a Swashplateless Helicopter Rotor, Doktora Tezi, Maryland.

- Darjan C.**, 2007, Shape Memory Alloys, Seminer, Slovakyia.
- Da Silva E.P.**, 1999, Calorimetric obsevation on an NiTi alloy exhibiting two-way memory effect, *Materials Letters*, 38, 341-343.
- Dhaka R.S., D' Souza S.W., Marinaj M., Chakrabarti A., Schlagel D.L., Lograsso T.A. ve Barmam S.R.**, 2009, Photoemission study of the (100) Surface of NiMnGa and Mn₂NiGa ferromagnetic Shape memory Alloys, *Surface Science*, 1999-2004
- Dubenko I., Khan M., Pathak A.K., Gautam B.J., Stadler S. ve N.Ali**, 2009, Magnetocaloric Effect in Ni-Mn-X Based Heusler Alloys with X=Ga, Sb, In, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 329, 754-757
- Enkovaara J., Ayuela A., Zayak A.T., Entel P., Nordström L., Dube M., Jalkanen J., Impola J. ve Nieminen**, 2004, Magnetically Driven Shape Memory Alloys, *Materials Sceince and Engineering*, 378, 52-60.
- Etienne du TREMOLET de LACHEISSERIE, Damien GIGNOUX, Michel SCHLENKER**, 2005, *Magnetism Fundamentals*, Springer, France.
- Erdoğan M.**, 2001, (çeviri), *Malzeme Bilimi ve Mühendislik malzemeleri*, Nobel Yayın Dağıtım.
- Feng G., Jiang C., Liang T. Ve Xu H.**, 2002, Magnetic and Structral Transition of Ni_{50+x}Mn_{25-x/2}Ga_{25-x/2} (x=2-5) alloys, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 248, 312-317
- Fu H., Yu H.J., Teng B.H., Zhang X.Y., ve X.T. Zu X.T.**, 2009, Magnetic Properties and Magnetic Entropy Change of Co₅₀Ni₂₂Ga₂₈ Alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 595-597.
- Gaitzsch U., Roth S., Rellinghaus ve Schultz**, 2006, Adjusting the Crystal Structure of NiMnGa Shape Memory Ferromagnets, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 305, 275-277
- Ghimbeu C. M.**, 2007, Preperation and Characterization of Metal Oxide Semiconductor Thin Films for The Detection of Atmosferic Pollutant Gases, *Doktora Tezi*, Metz, Fransa
- Goryczka T., Lelatko J., G'orka-Kostrubiec B., Ochinn P., ve Morawiec H.**, 2008, Martensitic Transformation in Melt Spun Ni-Mn-Ga Ribbon, *The European Physical Journal Special Topic*, 131-136
- Guili G., Yujun B. ve Qifeng P.**, 1996, DSC study of martensitic tranformation kinetics in Cu-Zn-Al-Mn-Ni shape memory alloy, *Acta matalurgica sinica (English letter)*, 9-1, 56-58.
- Gutierrez J., Lazpita P., Barandiaran J.M., Fdez-Gubieda M.L., Chaboy J. ve Kawamura N.**, 2007, Annealing Influence on the Atomic Ordering and Magnetic Moment in a Ni-Mn-Ga alloy, *Journal of Magnetism and Magnetic materials*, 316, 610-613
- Jiang C., Muhammad Y., Deng L., Wu W. ve Xu H.**, 2004, Composition Dependence on the Martensitic Structures of the Mn-Rich NiMnGa alloys, *Acta Materialia*, 52, 2779-2785
- Jiles D.C.**, 2003, Recent Advances and Future Direction in Magnetic Materials, *Acta Materialia*, 51, 5907-5939
- Hamilton R.F., Şehitoğlu H., Efstathiou C. ve Maier H.J.**, 2007, Inter-Martensitic Transitions in Ni-Fe-Ga Single Crystals, *Acta Materialia*, 55, 4867-4876
- Heil T. M.**, 2005, *A Phase-Field Computer Model of Microstructure Evolution In a Ferromagnetic Shape Memory Alloy*, Blackburg, Virginia, USA

- Ivester R.H.C.**, 2002, Fabrication and Characterization of Ni-Mn-Ga Ferromagnetic Shape Memory Alloy Composites, Doktora tezi, MIT, USA
- Karaca H.E.**, 2007, Magnetic Field –Induced Phase Transformation and Variant Reorientation in NiMnGa and NiMnCoIn Magnetic Shape Memory Alloys, Doktora tezi, Texas, USA
- Karaca H.E., Karaman I., Lagoudas D.C., Maier H.J. ve Chumlyakov Y.I.**, 2003, Recorverable stres-Induced Martensitic Transformation in a Ferromagnetic CoNiAl Alloy, Scripta Materialia, 49, 831-836
- Karaca H.E., Karaman I., Başaran B., Lagoudas D.C., Chumlyakov Y.I. ve Maier H.J.**, 2007, On the Stress-Assisted Magnetic-Field-Induced Phase Transformation in Ni₂MnGa ferromagnetic Shape Memory Alloys, Acta Materialia, 55, 4253-4269.
- Kittel C.**, 2005, Introduction to Solid State Physics, John Wiley&Son, USA.
- Kayalı N.**, 1993, CuZnAl Alaşımlarında Martensit Stabilizasyonu ve Yaşlandırma Etkileri, Doktora Tezi, Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ
- Khovailo V.V., Chernenko V.A., Cherechukin A.A., Takagi T. Ve Abe T.**, 2004, An Efficient Control of Curie Temperature T_c in Ni-Mn-Ga Alloys, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 272-276, 2067-2068.
- Kicfer B. ve Lagoudas D.C.**, 2005, Magnetic Field-Induced Martensitic Variant Reorientation in Magnetic Shape memory Alloys, Philosophical Magazine, 1-34
- Kneissl C.A., Unterweger E. ve Lojen G.**, 2006, Functional Properties of Wires and Thin Ribbon of Several Shape Memory Alloys, Advanced Engineering Materials, 8, 11, 1113- 1118
- Krenke T., Moya X., Aksoy S., Acet M., Entel P., Manosa L., Planes A., Elerman Y., Yücel A. ve Wassermann E.F.**, 2007, Electronic aspects of the martensitic transition in Ni-Mn based Heusler alloys, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 310, 2788-2789
- Kulkav S.E., Ereemeev S.V. ve Kulkov S.S.**, 2004, Electronic Structure and magnetic Properties of Co- and Mn- Based Heusler alloys and thin filmsi Solid State Communication, 130, 793-797
- Li Y., Xin Y., Chai L., Ma Y. ve Xu H.**, 2010, Microstructure and Shape Memory Characteristics of Dual-phase Co-Ni-Ga High Temperature Shape Memory Alloys, Acta Materialia, 58,
- Liu H., Wang H.Y., S.Y. Yu, Dai X.F., Chen J.L., Wu G.H., Liu Y.**, 2006, Phase Equilibrium of ferromagnetic Shape Memory Alloy Co₃₉Ni₃₃Al₂₈, Scripta Materialia, 1299-1304.
- Liu C., Zhang W., Qian Z., Hua Z., Zhao Q., Sui Y., Su W., Zhang M., Liu Z., Liu G. ve Wu G.**, 2007, Magnetic and Structural Transition in the Melt-Spun Heusler alloy Ni₅₃Mn₂₅Al₂₂, Journal of alloys and Compounds, 433, 37-40
- Liu J., Zheng H.X., Xia M.X., Huang Y.L., Li J.G.**, 2005, Martensitic, Transformation and Magnetic Properties in Heusler CoNiGa Magnetic Shape Memory Alloys, Scripta Materialia, 935-938
- Ma Y., Jiang C., Li Y., Xu H., Wang C. ve Liu X.**, 2007, Study of Ni₅₀Mn₂₅Ga_{25-x}(x=2-11) as High Temperature Shape Memory Alloys, Acta Materialia, 55, 1533-1541,
- Ma Y., Lai S., Yang S., Wang C. ve Liu X.**, 2008, Tensile Characteristic and Shape Memory Effect of Ni₅₆Mn₂₁Co₄Ga₁₉ High Temperature Shape Memory Alloy, Scripta Materialia, 58, 918-921.

- Ma Y., Yang S., Jin W. ve Liu X.,** 2009, $\text{Ni}_{56}\text{Mn}_{25-x}\text{Cu}_x\text{Ga}_{19}$ ($x=0,1,2,4,8$) High-Temperature Shape Memory Alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 471, 570-574
- Ma Y., Lai S., Yang S., Luo Y., Wang C. ve Liu X.,** 2011, $\text{Ni}_{56}\text{Mn}_{25-x}\text{Cr}_x\text{Ga}_{19}$ ($x=0,2,4,6$) High Temperature Shape Memory Alloys, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 21, 96-101
- Machodo L.G. ve Savi M.A.,** 2003, Medical Application of Shape Memory Alloys, *Brazilian Journals of Medical and Biological Research*, 36, 683-691
- Maziarz W.,** 2008, Structure Changes of Co-Ni-Al Ferromagnetic Shape Memory Alloys After Vacuum Annealing and Hot Rolling, *Journal of Alloys and Compounds*, 448, 223-226
- Mehaddene T., Neuhaus J., Petry W., Hradil K., Bourges P. ve Hiess A.,** 2008, Phonon Dispersion of Ni-Mn-Al Shape Memory Alloys, *Materials Science and Engineering*, 481-482, 197-200.
- Miyazaki S. ve Otsuka K.,** 1989, Development of Shape Memory Alloys, *ISIJ International*, 29, 353-377
- Morito H., Fujita A., Fukamichi K., Kainuma R., Ishida K. ve Oikawa K.,** 2002, Magnetocrytalline Anisotropy in Single Crystal Co-Ni-Al Ferromagnetic Shape Memory alloy, *Applied Physics Letters*, 81, 9, 1657-1659
- Moya X., Mañosa L., Planes A., Krenke T., Acet M. ve Wassermann E.F.,** 2006, Martensitic transition and Magnetic Properties in Ni-Mn-X Alloys, *Materials Science and Engineering*, 911-915.
- Murakami Y., Shinko D., Oikawa K., Kainuma R., Ishida K.,** 2002, Magnetic Domain Structure in Co-Ni-Al Shape Memory Alloys Studied by Lorentz Microscopy and Electron Holography, *Acta materialia*, 2173-2184.
- Oikawa K., Ota T., Imano Y., Omori T., Kainuma R. ve Ishida K.,** 2006, *Journal of Phase Equilibria Diffusion*, 27, 1, 75-82
- Omori T., Sutou Y., Oikawa K., Kainuma R., Ishida K.,** 2006, Shape Memory and Magnetic Properties Co-Al Ferromagnetic Shape Memory Alloys, *Materials Science and Engineering*, 1045-1049.
- Onaran K.,** 2006, *Malzeme Bilimi, Bilim teknik Yayinevi.*
- O' Handley R.C., Henry C.P., Marioni M., Richard M., Feuchtwanger J., Peterson B., Bono D., Huang J.K., Paul D.I. ve Allen M.,** 2003, Ferromagnetic Shape Memory Alloys: Where might They be Useful?, *International Magnetic Conference, Boston.*
- Peruman V.K., Chokkalingam R. ve Mahedran M.,** 2010, Annealing Effect on Phase Transformation in Nano Structured Ni-Mn-Ga Ferromagnetic Shape Memory Alloy, *Phase Transition*, 83, 7, 509-517
- Pirge G., Hacıoğlu A., Ermiş M., Altıntaş S.,** 2009, Determination of Composition of NiMnGa Magnetic Shape Memory Alloys using Hybrid Evolutionary Algorithms, *Computational Materials Science*, 189-193
- Prasad S.V.R. ve Phanikumar G.,** 2009, Amorphous and Nano Crystalline Phase Formation in Ni_2MnGa Ferromagnetic Shape Memory Alloy Synthesized by Melt Spinning, *J. Mater. Sci.*, 44, 2553-2559
- Pons J., Chernenko V.A., Santamarta R. ve Cesari E.,** 2000, Crystal Structure of Martensitic Phases in Ni-Mn-Ga Shape Memory Alloys, *Acta Materialia*, 48, 3027-3038
- Rahman M.A.,** 2008, Patents On Superelastic Shape Memory Alloys, *Recent patents on Mechanical Engineering*, 1, 65-67

- Roth S., Gaitzsch U., Pötschke M. ve Schutz L.,** 2008, Magneto-mechanical Behaviour of Textured Polycrystals of NiMnGa Ferromagnetic Shape Memory Alloys, *Advanced Materials Research*, 52, 29-34.
- Sakoğlu P. ve Özbecene T.,** 2007, Şekil Bellekli Alaşımlar, *Hurdacı*, 2, 5-7
- Salman S. ve Gülsoy H.,** 2004, Metalografi Bilimi, Nobel dağıtım, İstanbul
- Sarivastava K.V. ve Chatterjee R.,** 2009, Physical Properties of Polycrystalline Ni₅₂Mn₂₆Al₂₂ around martensitic transformation, *Solid State Communication*, 149, 247-251.
- Schetky L.M.,** 1980, Shape Memory Alloys, *Scientific American*, 68-76
- Smith C.O.,** 1969, The Science of Engineering Materials, Pretice Hall, USA
- Sofronie M., Tolea F., Kuncser V. ve Valeanu M.,** 2010, Martensitic Transformation and Accompanying Magnetic Changes in Ni-Fe-Ga-Co Alloys, *Journal of Applied Physics*, 107, 113905-113908
- Söderberg O., Straka L., Novak V., Heczko O., Hannula S.P. ve Lindroos V.K.,** 2004, Tensile/Compressive Behaviour of Non-layered Tetragonal Ni_{52.8}Mn_{25.7}Ga_{21.5} Alloy, *Materials Science and Engineering*, 386, 27-33.
- Straka L.,** 2007, Magnetic and Magneto-Mechanical Properties of Ni-Mn-Ga Magnetic Shape Memory Alloys, Doktora tezi, Helsinki
- Şasioğlu E.,** 2006, First Principles Study of the Exchange Interactions and Curie Temperature in Heusler Alloy, Doktora tezi, Max-Plank Enstitüsü, Almanya.
- Şerefioğlu H.,** 2006, Heusler Tipi Alaşımların Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri
- Sharma S.V., Nayak M. M. Ve Dinesh N.S.,** 2008, *Sadhana*, 33-5, 699-712
- Singh R.K., Shamsuddin M., Gopalan R., Mathur R.P. ve Chandrasekaran V.,** 2008, Magnetic and Structural Transformation in off-Stoichiometric NiMnGa Alloys, *Materials Science and Engineering*, 476, 195-200
- Sozinov A., Likhachev A. A. ve Ullakko K.,** 2002, Crystal Structure and Magnetic Anisotropy Properties of Ni-Mn-Ga Martensitic Phases with Giant Magnetic – Field –Induced Strain, *IEEE Transactions on Magnetics*, 38, 5, 2814-2816
- Söylemez B.,** 2009, Design and Analysis of a Linear Shape Memory Alloy Actuator, Doktora tezi, ODTÜ Fen bilimleri Enstitüsü, Ankara
- Tanaka Y., Oikawa K., Sutou Y., Omori T., Kainuma R. ve Ishida K.,** 2006, Martensitic Transition and superelasticity of Co-Ni-Al ferromagnetic Shape memory Alloys with $\beta+\gamma$ two-phase structure, *Materials Science and Engineering*, 1054-1060.
- Tian Q.C. ve Wu J.S.,** 2000, Characteristics of Specific Heat Capacity of NiTi Alloy Phases, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 10, 6, 737-740
- Thamburaja P. Ve Nikabdullah N.,** 2009, A Macroscopic Constitutive Model For Shape Memory Alloys: Theory and Finite –Element Simulations, *Comput. Methods Appl. Mech. Engrg.*, 1074-1086.
- Tong Y., Liu Y. ve Miao J.,** 2008, Phase transformation in NiTiHf shape memory alloy thin films, *Thin Solid Films*, 516- 5393-5396.
- Umetsu R.Y., Ito W., Ito K., Koyama K., Fujita A., Oikawa K., Kanomata T., Kainumaa R. ve Ishida K.,** 2009, Anomaly in Entropy Change Between Parents and martensite Phases in the Ni₅₀Mn₃₄In₁₆ Heusler Alloys, *Scripta Materialia*, 25-28.
- URL-1, www.nitinol.com/media/reference-library/059.pdf (18.02.2009)
- URL-2, www.Sciart.karaelmas.edu.tr/bolumler/fizik/ders%20Notlari/E10.pdf (17.04.2009)
- URL-3, www.fizz.phys.dal.ca/~dunlap/index-files/c223_dunlap.pdf (27.04.2010)

- Vasil'ev A.N., Buchel'nikov V.D., Takagi T., Khovail V.V. ve Estrin E.I.,** 2003, Shape Memory Ferromagnet, *Physics Uspekhi*, 46 (6), 559-588,
- Wang J., Bai H., Jiang C., Li Y. ve Xu H.,** 2010, A Highly Plastic $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{25}\text{Cu}_{18}\text{Ga}_7$ High Temperature Shape Memory Alloy, *Materials Science and Engineering*, 527, 1975-1978
- Wedel B., Suzuki M., Murakami Y., Wedel C., Suzuki T., Shindo D. Ve Itagaki K.,** 1999, Low Temperature Crystal Structure of Ni-Mn-Ga alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 290, 137-143
- Wedel C. ve Itagaki,** 2001, High Temperature Phase Relations in the Ternary Ga-Mn-Ni System, *Journal of Phase Equilibria*, 22, 3, 324-330.
- Yang S., Ma Y., Jiang H. ve Liu X.,** 2011, Microstructure and Shape-Memory Characteristic $\text{Ni}_{56}\text{Mn}_{25-x}\text{Co}_x\text{Ga}_{19}$ ($x=4,8$) High-Temperature Shape Memory Alloys, *Intermetallics*, 19, 225-228
- Yongmei M. Jin,** 2009, Domain, Microstructure Evolution in Magnetic Shape Alloys: Phase-Field Model and Simulation, *Acta materialia*, 1-8.
- Yu H.J., Fu H., Sun J.X., Wang Z.G. ve Zu X.T.,** 2009, Transformation Temperatures in Polycrystalline $\text{Ni}_{56.5-x}\text{Fe}_{17}\text{Ga}_{26.5}\text{Ge}_x$ Ferromagnetic Shape Memory Alloys, *Journals of Alloys Compounds*, 477, 1-2, 628-631.
- Yu H.J., Zu X.T., Fu H., Zhang X.Y. ve Wang Z.G.,** 2009, Effect of Annealing and Heating/Cooling Rate on the Transformation Temperatures of NiFeGa alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 470, 237-240.
- Yuval Freed Y. ve Aboudi J.,** 2009, Micromechanical Prediction of The way-Way Shape Memory Effect in Shape Memory Alloy Composites, *International journals of Solids and Structures*, 1634-1647.
- Xin Y., Li Y., Chai L. ve Xu H.,** 2007, Shape Memory Characteristic of Dual –Phase Ni-Mn-Ga based High Temperature Shape Memory Alloys, *Scripta Materialia*, 57, 599-601
- Xin Y., Li Y. ve Liu Z.,** 2010, Thermal Stability of Dual Phase $\text{Ni}_{58}\text{Mn}_{25}\text{Ga}_{17}$ High Temperature Shape Memory Alloy, *Scripta Materialia*, 63, 35-38
- Xu H.B. ve Li Y. ve Jiang C.B.,** 2006, Ni-Mn-Ga High Temperature Shape Memory Alloys, *Materials Science and Engineering*, 438-440, 1065-1070
- Xu G.F., Yin Z.M., Luo F.H., Muo S.Z ve Oikawa K,** 2006, Martensitic and Magnetic Transformation of $\text{Co}_{41}\text{Ni}_{32}\text{Al}_{24}\text{Sb}_3$ and $\text{Co}_{41}\text{Ni}_{32}\text{Al}_{27}$ Alloys, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 16, 776-782.
- Xuan H.C, Wang D.H., Zhang C.L., Han Z.D., Gu X.B. ve Du Y.W.,** 2008, Boron's Effect on Martensitic Transformation and Magnetocaloric Effect in $\text{Ni}_{43}\text{Mn}_{46}\text{Sn}_{11}\text{B}_x$ alloys, *Applied Physics Letter* 92, 102503-102505.
- Zarinejad M. ve Liu Y.,** 2008, Dependence of Transformation Temperatures of NiTi-based Shape Memory Alloys on the Number and Concentration of Valence Electrons, *Advanced Functional Materials*, 18, 2789-2794.

ÖZGEÇMİŞ

Arş. Gör. Mediha KÖK

Kişisel Bilgiler:

Doğum Tarihi : 1980

Doğum Yeri : Elazığ

Uyruğu : T.C.

Medeni Hali : Evli

Eğitim:

İlköğretim: (1991)

Elazığ, Namık Kemal İlkokulu

Ortaöğretim: (1994)

İzmir, Çamkıran İlköğretim Okulu

Lise: (1997)

İzmir, Bornova Mustafa Kemal Lisesi

Lisans: (2003)

Ege Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü(İzmir)

Yüksek Lisans: (2006)

Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü(Elazığ)

Tez Konusu: **DSC ile Termal iletkenlik ölçümü ve uygulamaları**

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Yıldırım Aydoğdu (Fırat Üniversitesi)