

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

**NiMnGa ALAŞIMININ FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNE TERMAL
YAŞLANDIRMANIN ETKİSİ VE X IŞINI MİKROTOMOĞRAFİ ANALİZİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Canan YALÇIN

(102114103)

Anabilim Dalı: Fizik

Programı: Katıhal Fiziğı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU

Aralık-2012

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

**NiMnGa ALAŞIMININ FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNE TERMAL
YAŞLANDIRMANIN ETKİSİ VE X IŞINI MİKROTOMOĞRAFİ ANALİZİ**

YÜKSEKLİSANS TEZİ

Canan YALÇIN

(102114103)

**Tezin Enstitüye Verildiğı Tarih : 04 Aralık 2012
Tezin Savunulduğı Tarih : 18 Aralık 2012**

**Tez Danışmanı : Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU (Fırat Üniversitesi)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Raşit ZENGİN(Fırat Üniversitesi)
Yrd. Doç. Dr. Fethi DAĞDELEN (Fırat Üniversitesi)**

ARALIK-2012

ÖNSÖZ

Bilimsel çalışmalarımın her safhasında ve yüksek lisans tez çalışmam sırasında maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen değerli hocam Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU' ya ve bana tavsiyesiyle yol gösteren ve yüksek lisansa başlamamda büyük katkısı olan Prof. Dr. M. Eyyuphan YAKINCI hocama teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans tezimin hazırlanması esnasında, tezimin tüm aşamalarında daha önceden edindiği tecrübe ve bilgi birikimini kullanmaktan kaçınmayarak bana elinden gelen tüm yardımı yapan sevgili arkadaşım Araş.Gör. Mediha KÖK'e teşekkürlerimi bir borç bilirim.

İnönü Üniversitesindeki çalışmalarım sırasında, yardımlarından dolayı Araş Gör. Olcay KIZILASLAN, Uzm. Emine ALTIN ve Uzm. Murat ÖZABACI' ya teşekkür ederim.

Değerli eşim ve aileme desteklerinden ve sabırlarından dolayı teşekkür ederim.

Canan YALÇIN
ELAZIĞ -2012

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ.....	II
İÇİNDEKİLER.....	III
ÖZET.....	V
SUMMARY.....	VI
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	VII
TABLolar LİSTESİ.....	VIII
KISALTMALAR LİSTESİ.....	IX
SEMBOLLER LİSTESİ.....	X
1. GİRİŞ	1
2. ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR	3
2.1. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Tarihçesi	3
2.2. Şekil Hatırlama Mekanizması	3
2.3. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Isıl Karakterizasyonu.....	5
2.4. Alaşımların Atom Basına Düşen Valans Elektron Sayısı (Elektron Konsantrasyonu).....	7
2.5. Şekil Hatırlama Etkisinin Belirlenmesi	7
2.5.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Ölçümü	8
2.5.2. Sabit Yük Altında Isıtıp Soğutma	8
2.5.3. Termal Çevrim Sayısı	9
2.6. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Üretimi.....	9
2.7. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Uygulama ve Kullanım Alanları	9
3. MANYETİK MALZEMELER.....	11
3.1. Manyetik Dipol Moment	11
3.2. Manyetik Duyarlılık.....	12
3.3. Manyetik Sınıflandırma	12
3.3.1. Diamanyetizma.....	12
3.3.2. Ferromanyetizma	14
3.3.3. Antiferromanyetizma	15
3.3.4. Ferrimanyetizma.....	15
3.3.5. Paramanyetizma	16
3.4. Histerisiz Çevirimi	17
3.5. Doyma Mıknatıslanması.....	19
4. FERROMANYETİK ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR.....	21
4.1. Ferromanyetik Şekil Hatırlama Olayı	21
4.2. Ferromanyetik Şekil Hatırlamalı İnce Filmler ile Yapılan Çalışmalar	22
4.3. Ferromanyetik Şekil Hatırlama Etkisi Gösteren Alaşımlar	24
5. X-IŞINI MİKROTOMOĞRAFİSİ.....	25
5.1. X-Işını Mikrotomografi Cihazı Nasıl Çalışır?	26
5.2. Görüntü Rekonstrüksiyonu	28
5.2.1. Çekim, çekim verilerinin oluşturulması	28
5.2.2. Rekonstrüksiyona başlama	29
5.2.3. Görüntü kesiti.....	29
5.5. Alaşımların X-Işını Mikrotomografi Cihazı İle Değerlendirilmesi.....	29
6. MATERYAL ve METOT.....	32

6.1. Materyal.....	32
7. BULGULAR.....	34
7.1. Martensit Dönüşüm Karakteristiğinin DSC İle Belirlenmesi.....	34
7.1.1. Termodinamik Parametrelere Yaşlandırmanın Etkisi	37
7.2. X-Işını Analizleri.....	39
7.3. Manyetik Ölçümler	42
7.4. Masaüstü X-Işını Mikrotomografi Analizi	45
8. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	46
ÖNERİLER	47
KAYNAKLAR	48
ÖZGEÇMİŞ.....	51

ÖZET

Bu çalışmada yaşlandırmanın (atomik yüzdeli) ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımın termal, kristal yapı ve manyetik özellikleri üzerine etkisi incelendi. Bu alaşımlara önce 900 °C’de 2 saat ısıtma işlemi uygulandı, daha sonra 300 °C’de, 400 °C’de ve 500 °C’de 1 saat yaşlandırma yapıldı. Bu alaşımların dönüşüm sıcaklığı, termodinamik parametreleri, aktivasyon enerjisi diferansiyel tarama kalorimetrisi (DSC) kullanılarak bulundu. Martensit durumunda kristal yapı tayini x ışını analiz cihazı ile yapıldı. Yaşlandırılmış alaşımların manyetik özelliklerinin incelenmesi için fiziksel özellikler ölçüm cihazı (PPMS) kullanıldı. Deneysel çalışmalar sonucunda yaşlandırma ile dönüşüm sıcaklığının arttığı tespit edildi. En yüksek dönüşüm sıcaklığı değeri 300 °C’de yaşlandırmaya tabi tutulan alaşımda görüldü. Entalpi ve Entropi değişiminin ise yaşlandırma sıcaklığı ile lineer bir şekilde arttığı bulundu. Alaşımların bütün durumlarda, kristal yapısında NM martensit faza ve gamma faza ait pikler olduğu x ışınları analizinden tespit edildi. Ayrıca en yüksek x ışını şiddeti 300 °C’de yaşlandırılan alaşımda görüldü. PPMS ölçümlerinden en yüksek saturasyon değeri yine 300 °C’de yaşlandırmaya maruz bırakılan alaşımda tespit edildi. Bu ölçümlere göre yaşlandırmanın Ni-%29,5Mn-%21Ga alaşımının termal, kristal yapı ve manyetik özellikleri üzerine etkisi olduğu görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: NiMnGa Alaşımları, ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar, Isıl işlem,

SUMMARY

In this study, the influence of aging on thermal, crystal structure and magnetic properties of Ni-29.5Mn-21Ga ferromagnetic shape memory alloys (by atomic percentage) were investigated. Firstly heat treatment was performed to these alloys at 900 °C for 2 hours, then was aging at 300 °C, 400 °C and 500 °C for 1 hour. Transition temperature, thermodynamic parameters, the activation energies of these alloys were found by using a differential scanning calorimetry (DSC). In case of martensite, Crystal structure was determined by X-ray analysis device. The physical properties measuring set (PPMS) was used to investigate of the magnetic properties of aged alloys. As a result of experimental studies, it was found that to increase of the transition temperature by aging. The highest transition temperature value was appeared in alloy which was subjected to aging at 300 °C. As for Enthalpy and Entropy variations were increased with the aging temperature in a linear. In all cases, the crystal structure of alloys; peaks which belong to the NM martensite phase and γ -phase were detected from the x-ray analysis. In addition, the highest X-ray intensity was observed in alloy which aging at 300 °C. The highest saturation value of PPMS measurements were detected in alloys which were exposed to aging at 300 °C again. According to these measurements, on thermal, crystal structure and magnetic properties of Ni-29.5Mn-21Ga alloys were found to be the effect of aging.

Key Words: NiMnGa Alloys, Ferromagnetic shape memory alloys, Heat treatment,

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 2.1. Şekil Hatırlama Etkisi.....	4
Şekil 2.2 . Farklı Sıcaklıklarda Dönüşüme İlişkin Tipik Gerilme-Gerinim Eğrileri.....	5
Şekil 2.3. Nikel Esaslı Bir Alaşımda Isıl İşlem Öncesi a) ve Sonrası (b) Yapı Görünümü.....	7
Şekil 3.1. Manyetik Sistemlerin Özellikleri.....	13
Şekil 3.2. Histerisiz Çevrimi ve Genel Özellikleri.....	18
Şekil 3.3. Doyma Mıknatıslanmasının Sıcaklıkla Değişimi.....	20
Şekil 4.1. Ferromagnetik Şekil Hatırlama Etkisi.....	22
Şekil 5.1. Bilgisayarlı Mikrotomografi Cihazı.....	25
Şekil 5.2. X-Işını Bilgisayarlı Mikrotomografi Cihazının Çalışma Prensibi.....	26
Şekil 5.3. X -Işını Geometrisi Modifikasyonu.....	27
Şekil 5.4. Konik Işın Oluşum Geometrisi.....	28
Şekil 5.5. AlSi ₇ Mg'un incelenen Belirli Bir Hacim İçinde Gözenekli Yapısı.....	31
Şekil 5.6. a) Düşük büyütme Optik Görüntüde Küçük Gözenekler ve Seçilen Geniş Gözenek Yapısı sergileniyor. b) Yüksek büyütme bir optik görüntü c) Bir Bilgisayarlı mikrotomografi görüntüsünün 3-D kesiti gösterilmektedir.....	31
Şekil 7.1. Isıl işlemli Ni-29,5Mn-21Ga Alaşımının DSC Eğrisi.....	34
Şekil 7.2. 300 °C de 1 saat Yaşlandırılmış Alaşımının DSC Eğrisi.....	35
Şekil 7.3. 400 °C de 1 saat Yaşlandırılmış Alaşımının DSC Eğrisi.....	35
Şekil 7.4. 500 °C de 1 saat yaşlandırılmış Alaşımının DSC Eğrisi.....	36
Şekil 7.5. Yaşlandırma Sıcaklığı ile, Entalpi ve Entropinin Değişimi.....	38
Şekil 7.6. Isıl işlem ve Yaşlandırma Yapılmış Ni-Mn-Ga Alaşımının X-ışınları difraktogramı....	40
Şekil 7.7. Isıl işlemli Ni-29,5Mn-21Ga Alaşımının Oda Sıcaklığındaki M-H Eğrisi.....	43
Şekil 7.8. 300 °C de 1 saat Yaşlandırılmış Alaşımın Oda Sıcaklığındaki M-H Eğrisi.....	43
Şekil 7.9. 400 °C de 1 saat Yaşlandırılmış alaşımın Oda sıcaklığındaki M-H Eğrisi.....	44
Şekil 7.10. 500 °C de 1 saat Yaşlandırılmış Alaşımın Oda sıcaklığındaki M-H eğrisi.....	44
Şekil 7.11. Ni-29,5Mn-21Ga Alaşımından Oluşan numunelerin Bilgisayarlı mikrotomografi Görüntüleri.....	45

TABLÖLAR LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 3.1. Manyetik Nicelikler ve Birimleri.....	20
Tablo 6.1. Ni-29,5Mn-21Ga Alaşımının Atomikçe ve Ağırlıkça Element Oranları.....	32
Tablo 7.1. Ni-Mn-Ga Alaşımının Yaşlandırmadan Önce ve Sonraki Dönüşüm Sıcaklıkları.....	36
Tablo 7.2. Yaşlandırmadan Önce ve Sonra Ni-Mn-Ga Alaşımının Termodinamik Parametreleri.....	37
Tablo 7.3. Ni-29,5Mn-21Ga Alaşımının Isıl İşlemli ve Yaşlandırılmış Durumda Kissinger ve Ozawa ya Göre Hesaplanan Aktivasyon Enerjisi Değerleri.....	39
Tablo 7.4. Ni-29,5Mn-21Ga Alaşımının Yaşlandırmadan Önce ve Sonraki Örgü Parametreleri.....	41
Tablo 7.5. Ni-29,5Mn-21Ga Alaşımının Yaşlandırmadan Önce ve Sonraki Kristal Boyutları.....	42
Tablo 7.6. Isıl işlemli ve Yaşlandırılmış Alaşımın Saturasyon ve Koerzivite Değerleri.....	42

KISALTMALAR LİSTESİ

FSMA	: Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar
DSC	: Diferansiyel tarama kalorimetresi
PPMS	: Fiziksel özellikler ölçüm sistemi
k.b.	: Keyfi birim

SEMBOLLER LİSTESİ

As	: Austenit başlama sıcaklığı
Af	: Austenit bitiş sıcaklığı
Ms	: Martensit başlama sıcaklığı
Mf	: Martensit başlama sıcaklığı
Ap	: Maksimum austenit sıcaklığı
Mp	: Maksimum martensit sıcaklığı
B	: İç manyetik alan
M	: Mıknatıslanma
H	: Dış manyetik alan
μ	: Manyetik geçirgenlik
C	: Curie sabiti
Tc	: Curie sıcaklığı
Tm	: Martensit dönüşüm sıcaklığı
Cp	: Sabit basınçta ısı kapasitesi
Ni	: Nikel
Mn	: Mangan
Ga	: Galyum

1. GİRİŞ

Teknolojinin gelişmesiyle ortaya çıkan yeni ürünler, dünya pazarından pay almak isteyen ülkeler için ekonomilerini geliştirme aracı olarak değerlendirilmektedir. Teknik ve teknolojik ürünlerin günlük yaşamda ağırlığının artması ve toplumun bu tür ürünlere olan talebinin yoğunluğu, ülkemizin dış ticaret dengesini olumsuz yönde etkilemektedir. Ülkemizde üretilen ürünlerin düşük birim maliyetli fakat yüksek kalitede olması gerektiği bilinen bir gerçektir. Türkiye’de teknolojik olarak katma değeri yüksek olan ürünlerin kullanımı artmaktadır. Malzeme teknolojisindeki gelişimle birlikte, ortaya çıkan yeni ürün ve yeni pazar oluşumları tüm sektörleri etkilemektedir (Özcömert, 2005).

Son yıllarda giderek önem kazanan bir ileri teknoloji alanı olarak “İleri Malzemeler” özelliklerini daha ağırlıklı olarak hissettirmektedirler. Etkinliği ve güvenilirliği geliştirilmiş fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikleri daha üstün, daha hafif, daha az yer kaplayan, daha ucuz ve yeni işlevlere daha uygun, üstün performans gösteren, katma değeri yüksek malzeme ihtiyacı artmaktadır (Özcömert, 2005).

İleri malzemeleri en geniş anlamda “yüksek saflıkta, yüksek teknolojik performansa ve yüksek bilgi içeriğine sahip ve dünya ekonomisine giderek artan bir ölçekte katkıda bulunan yüksek katma değerli malzemeler” olarak tanımlamak mümkündür (Özcömert, 2005).

Mevcut geleneksel metal malzemelere daha üstün özellikler kazandırmak amacıyla, toz metalurjisi, vakumda ergitme gibi yeni üretim teknolojileri geliştirilmiş, mevcut geleneksel malzemelerin yüzey kalitelerinin arttırılması için lazer, kimyasal ve fiziksel kaplamalar gibi yeni yüzey teknikleri geliştirilmiş ayrıca yeni alaşımlamalar yapılarak daha üstün özelliklere sahip yeni metalik malzemeler elde edilmiştir (Özcömert, 2005).

Yeni malzemeler üretilirken malzemeye üretim aşamasında atomik düzeyde müdahale edilerek malzemenin yapısı kontrol edilebilmekte ve istenen tokluk, kırılgenlik, sertlik, sıcaklık dayanımı, korozyon dayanımı gibi özellikler elde edilebilmektedir.

Niobyum, vanadyum ve titanyum ile mikroalaşımlanmış çelikler, dubleks alaşımlanmış paslanmaz çelikler, ultra-daya anımlı çelikler, nikel, kobalt ve titanyum bazlı süper alaşımlar, intermetalik malzemeler, alüminyum lityum alaşımları gibi ileri hafif alaşım malzemeleri önemli örneklerdir. Diğer taraftan alüminyum alaşımlarının ve magnezyum alaşımlarının otomotiv sektöründeki uygulamaları, düşük yoğunlukta

geliştirilmiş olan alüminyum-lityum alaşımlarının havacılıktaki uygulamaları ileri metalik malzemelerin günlük hayatımıza girişine örnek teşkil etmektedir.

Nikel – titanyum alaşımlarında sağlanan ve adına şekil hatırlamalı alaşımlar (shape memory alloys) denen yeni malzemeler belli sıcaklıklarda geometrik şekil değişikliği göstermekte bu davranışı hafızasına alarak tekrarlayabilmektedir (Özcömert, 2005). Şekil hatırlamalı alaşımlar, malzeme biliminde uygun bir ısı prosedür ile gerçek şekline veya boyutuna geri dönebilme yeteneğine sahip metalik malzemeler olarak isimlendirilirler. Şekil hatırlamalı alaşımlar, ısı değişimlere duyarlı fonksiyonel malzemelerdir. Temel karakteristikleri, kritik dönüşüm sıcaklığının üzerinde ve altında iki farklı şekil veya kristal yapısına sahip olmalarıdır. Nispeten düşük sıcaklıklarda deforme edilen bu malzemeler, daha yüksek sıcaklıklarda deformasyon öncesi şekillerine dönebilmektedirler. Bu malzemeler sadece ısıtma halinde tek yönlü şekil hatırlamaya sahip malzemeler olarak tanımlanırken, yeniden soğutma halinde ise iki yönlü şekil hatırlamalı malzemeler olarak tanımlanmaktadır (Akdoğan ve Nurveren, 2002).

Şekil hatırlamalı alaşımlarda görülen şekil hatırlama etkisi, termomekanik davranış ve ferromanyetik şekil hatırlama etkisi ile karakterize edilebilir. Ferromanyetik malzemedeki şekil hatırlama etkisi, malzemeye bir manyetik alan uygulandığını gösterir. Ferromanyetik şekil hatırlama etkisi düşük sıcaklık martensit fazdaki tek kristal Ni₂MnGa alaşımının manyetik alanla zorlanma oluşturma çalışmaları sırasında ilk olarak Ulakko ve grubu tarafından bildirilmiştir. Ferromanyetik demir, nikel, kobalt gibi metaller üzerinde yapılan çalışmalar sonucu yeni manyetik alaşımlar elde edilerek çok yüksek çekim kuvvetine sahip sürekli magnetler yapılabilmektedir (Özcömert, 2005).

Bir x-ışını radyografi sistemi bütün dahili üç boyutlu yapıların iki boyutlu gölge görüntülerini gösterir. Fakat tek iki boyutlu yansılarda derin bilgiye ulaşmak karışıktır. Sadece bir x-ışını tomografisi bize kimyasal karışım ve numune hazırlama olmadan komple üç boyutlu nesne yapısını ölçmemize ve izlememize izin veriyor. Bilgisayarlı x-ışını mikrotomografi sistemi 5µm boyutsal çözünürlüğe yakın olanak sağlıyor. Bilgisayarlı x-ışını mikrotomografi cihazı ile Makro CT tarayıcılar gibi dahili yapılara zarar vermeden rekonstrüksiyon(yeniden yapılandırma) yapılabilir ve analiz edilebilir (SkyScan1172, 2005).

2. ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR

2.1. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Tarihçesi

Malzeme biliminde uygun bir ısıtma işlemi uygulanarak orijinal şekline geri dönebilme özelliğine sahip alaşımlar, şekil hatırlamalı alaşımlar olarak isimlendirilir. Şekil hatırlamalı alaşımlar, ısıtma işlemlere duyarlı fonksiyonel malzemelerdir. Kritik bir dönüşüm sıcaklığının üzerinde ve altında iki farklı kristal yapıya sahip olmaları bu alaşımların en önemli özelliğidir. Şekil hatırlamalı alaşımlar düşük sıcaklıklarda deforme edildikten sonra yüksek sıcaklıklara ısıtıldığında deformasyon öncesi şekline geri dönebilmektedirler. Şekil hatırlama olayı ilk kez AuCd alaşımlarında 1932 yılında Chang ve Read tarafından anlaşılmış, 1938' de söz konusu yapısal dönüşümün pirinç malzemesinde de olduğu görülmüştür. 1951 yılında ise AuCd alaşımlı bir çubukta şekil hatırlama özelliği tespit edilmesinden sonra 1962' de Buehler ve arkadaşları tarafından eş-atımlu nikel titanyum alaşımlarda şekil hatırlama etkisi belirlenmiştir. Günümüzde şekil hatırlama özelliği sergileyen alaşımlar üzerine yapılan çalışmalar artarak devam etmektedir. Bu alaşımlar günümüz teknolojisinde uzay teknolojisinden, sağlık sektörüne kadar her alanda yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır. (Akdoğan ve Nurveren, 2003).

2.2. Şekil Hatırlama Mekanizması

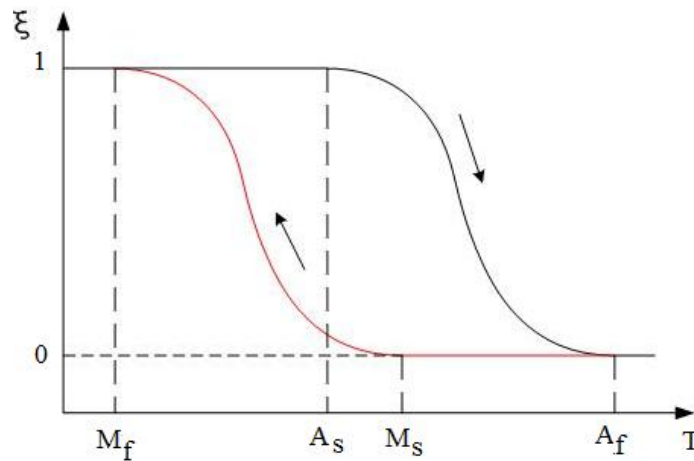
Şekil hatırlama olayı sergileyen bir alaşım belirli bir kristal yapıya sahip olmalıdır. Bu yapı martensit haldeyken sıcaklık ve zora bağlı olarak değişebilir. Şekil hatırlama özelliğine sahip alaşımdan yapılmış bir çubuk, martensit dönüşüm sağladıktan sonra yonca yaprağı şeklinde eğilirse ve daha sonra ısıtılırsa austenit halde tekrar çubuk haline döner. Görüldüğü gibi şekil hatırlama olayı gösteren alaşım için martensit faz dönüşümü esastır (Aydoğdu, 1995). Şekil hatırlamalı alaşımlardaki etki austenit ve martensit olarak bilinen iki yapı arasındaki katı-katı faz transformasyonunun bir sonucudur (Smith ve Hashemi, 2006). Difüzyonsuz gerçekleşen bu dönüşüm düzlemsel kayma benzeri bir mekanizma ile çalışır.

Austenit faz soğutulurken martensit forma dönüşür. Martensit faz birbirine zıt plakaların ardışık kırıklar oluşturarak bir araya gelmesi ile oluşan bir yapı görünümündedir

(Smith ve Hashemi, Fourth Edition). Bu nedenle stres altında bu yapıyı deforme etmek oldukça kolaydır. Kuvvet altında düzlemsel formunu alan martensit yapısı ısıtılarak tekrar austenit şekline geri döner.

Martensit ve austenit faz arasındaki geçişler sıcaklıkla belli bir yolu takip ederler. Şekil 2.1’de görülen sıcaklıklar, M_s : Martensit başlangıç (% 100 austenit); M_f : Martensit bitiş (% 0 austenit); A_s : Austenit başlangıç (% 100 martensit); A_f : Austenit bitiş (% 0 martensit) için tanımlanmıştır.

Şekil 2.1’de de görüldüğü gibi soğutularak elde edilen martensit tekrar ısıtıldığında austenit faza doğru giderken aynı yolu takip etmez ve bir histerisiz oluşturarak daha düşük sıcaklıklarda faz geçişini gerçekleştirir. Süperelastisite ise; A_f sıcaklığının üzerinde malzemenin strese maruz kalması halinde martensit forma geçişi ve stresin ortadan kalkması ile birlikte austenit fazındaki şekline, hiçbir bozulmaya uğramadan geri dönmesi olarak bilinir. Bunun nedeni stresin ortadan kalkması halinde A_f sıcaklığının üzerinde kararlı olmayan martensit formun hızlı bir geçiş yapmasıdır. Stres-bazlı martensit dönüşümü olan süperelastik davranış kayma için kritik stres aşılmadığı sürece geçerlidir. Malzemenin termomekanik muamelelerle işlenmesi sonucu kritik stres arttırılabilir (Otsuka ve Kakeshita, 2002).



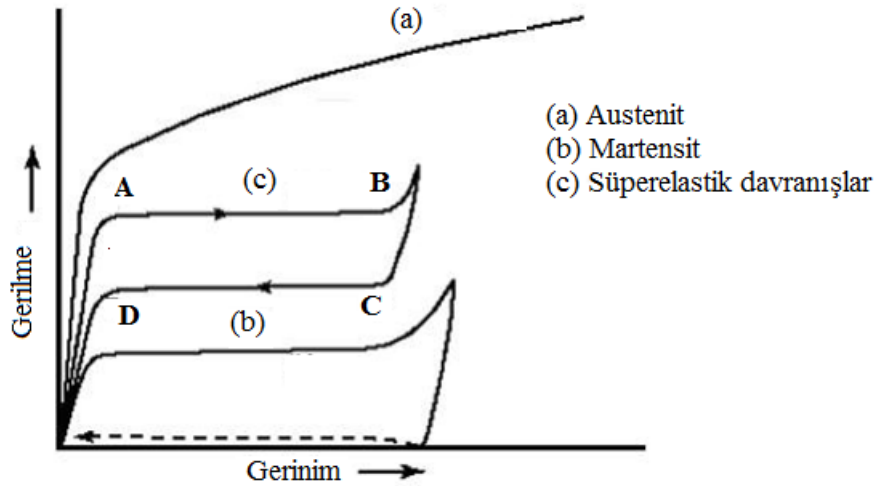
Şekil 2.1. Şekil hatırlama etkisi (Otsuka ve Kakeshita, 2002)

Şekil hatırlama etkisi tek yönlü ve çift yönlü olabilir. Malzemenin sadece ısıtma ile austenit faza geçiş yapması tek yönlü, ısıtma ile austenit faza geçiş ve tekrar soğutma ile martensit faza geçiş yapması ve bu işlemin birçok kez tekrar edilebilmesi ise çift yönlü

şekil hatırlama etkisi olarak tanımlanır. Çift yönlü etki malzemenin işlenmesi sırasındaki mekanik-ısıl muameleler ve bu muamelelerin kontrolü ile mümkün olabilir (Otsuka ve Kakeshita, 2002).

2.3. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Isıl Karakterizasyonu

Şekil hatırlamalı alaşımların mekanik özellikleri, belirli bir sıcaklık aralığında gerçekleşen yapısal dönüşümlerine bağlı olarak büyük ölçüde değişir. Bu durum, nikel-titanyum alaşımına ait gerilme-gerinim eğrisinde kolayca görülebilir (Şekil 2.2).

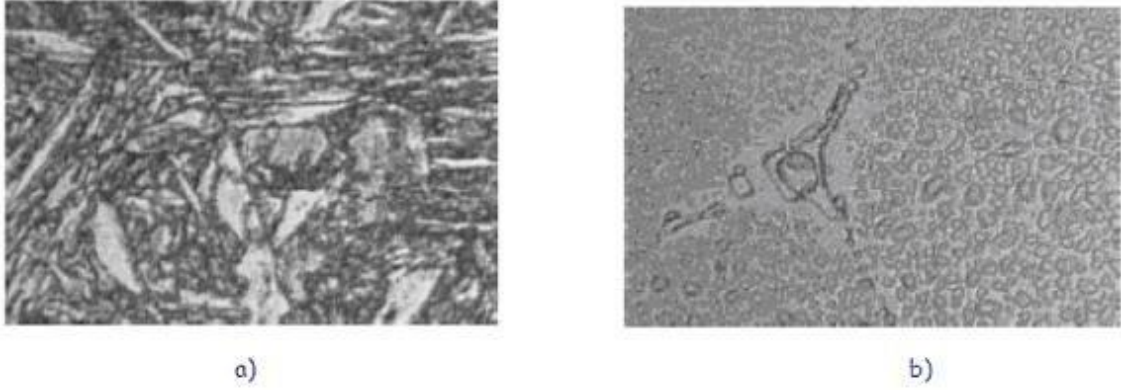


Şekil 2.2 . Farklı sıcaklıklarda dönüşüm ilişkine ilişkin tipik gerilme-gerinim eğrileri (Akdoğan ve Nurveren, 2003).

Bu şekil, alaşıma ait dönüşüm sıcaklık aralığında, dönüşüm sıcaklığının altında ve üzerinde NiTi alaşımlı numuneye çekme testi uygulanması sonucunda oluşturulmuştur. Bilindiği gibi martensit, oldukça düşük bir gerilme değerinde dahi birkaç yüzde gerinim üretecek şekilde kolaylıkla deforme edilebilmektedir. Oysa yüksek sıcaklık fazı olan austenit fazı daha fazla akma dayanımına sahip olduğundan kolaylıkla deforme edilemez özellik gösterir. Şekilde martensit eğrisi üzerindeki kesikli çizgi gerilmenin ortadan kalkmasından sonra ısıtma durumunu işaret etmektedir. Numunenin malzeme yapısı austenite döndüğünde şekil değişiminin olmadan önceki şeklini hatırlaması ile orijinal boyutları korunur.

Austenit fazda iken ısıtma veya gerinme olması geri kazanılabilir bir şekil tutumu sağlamaz. Çünkü yapıda faz değişimi meydana gelmemektedir (Ih  lcz, 2001). Şekil 2.2.a'da malzeme austenit sıcaklığının  zerinde, Şekil 2.2.b'de austenit sıcaklığında incelenmiştir. Şekil 2.2.c.'de ise martensit sıcaklığında incelenmiştir. Bu sıcaklıkta, martensit gerilme kaynaklı olabilmekte ve hemen şekil değiştirmeye başlayarak, AB hattı boyunca sabit bir gerilme altında artan bir gerinim sergilemektedir. Y ks z durumda azalan gerilmeye rağmen malzeme CD hattı boyunca g r leceđi  zere daha d ş k bir gerilme seviyesinde austenite d n şerek şeklini alır. Şekil kazanımı ısı uygulanmasından deđil gerilme azalmasından dolaydır. Bu etki malzemenin aşırı elastik olmasının bir sonucudur ve s perelastisite olarak bilinir. S perelastiklik lineer olmayıp, s z konusu sıcaklık aralığında hem gerilme hem de gerinime bađlı olduđundan alařımın Young mod l n n belirlenmesi  ok zordur.  ođu durumda şekil hatırlama etkisi tek y nl d r. Yani sođutma durumunda şekil hatırlamalı alařım, yapısal olarak martensit fazlı yapıya d n şmesine rağmen herhangi bir şekil deđişimi sergilemez. Martensit yapıdaki gerinim miktarı birkaç y zde deđerinde olup malzeme ısınmaya kadar b nyede tutulur ve ısı uygulanınca şekil kazanımı ger ekleşir. Yeniden sođutma durumunda şekil deđişimi kendiliğinden olamayacađından eđer şekil kazanımı isteniliyorsa o zaman malzeme, harici olarak gerinmeye maruz bırakılır. Şekil hatırlamalı alařımların bazılarında iki y nl  şekil hatırlamayı g rmek m mk nd r. Bu tip alařımlarda hem ısıtma hem sođutma durumunda şekil deđişimi s z konusudur. Burada şekil deđişiminin b y kl đ  daima tek y nl  hatırlamalı alařımlardan elde edilene nispeten olduk a azdır. Alařım  ok k  k gerilme kullanarak d ş k sıcaklıktaki şekline d nmeye  alışır. Isıtma durumunda şekil deđişimi i in tek y nl  alařımlara g re  ok y ksek gerilmeler harcanabilir.  te yandan yapılan ısıl iřlemlerin ve uygulanan mekaniksel metodların  ođu iki y nl  şekil hatırlama etkisine sahip alařımlar  retmeye y neliktir. Ama  tam ve net bir şekil deđişimi elde etmeyi sađlayacak olan mikroyapısal gerilmeler  retmektir. Bunun i inde sođuk halde malzeme şekillendirilerek yapıda d zg n sıralı, yođun martensit tabakaları oluřturulmalıdır. Şekil 2.3'de nikel esaslı şekil hatırlamalı bir alařımda ısıl iřlem uygulanmadan  nce ve sonra elektron tarama mikroskopunda 1000 kez b y tme ile  ekilmiş yapılar g r lmektedir (Akdođan ve Nurveren, 2003). Alařımın kimyasal bileřimi, Ni 65.5%, Cr 9.2 %, Co 9.1%, Al 5.1%, Ti 4.5%, Mo 2.5%, Fe 0.06 % ve C<0.02 % şeklindedir. Şekil 2.3'den g r leceđi

gibi, ısıtılardan önce iğnemi bir yapıya sahip olan alaşımda sisteminde, ısıtılardan sonra alışılagelmiş alaşımlarla mukayese edilebilir derecede küresel tanecikler teşekkül etmiştir. Bu yeni yapı sünekliliğe sahiptir. Bu aşırı çözebilme yeteneği sayesinde muhtemelen işlem koşulları ile birlikte düşük soğutma alaşımda sisteminin hem dönüşüm özelliklerinin hem de hızının bir sonucudur.



Şekil 2.3. Nikel esaslı bir alaşımda ısıtılardan önce (a) ve sonrası (b) yapı Görünümü (Akdoğan ve Nurveren, 2003).

2.4. Alaşımların Atom Basına Düşen Valans Elektron Sayısı (Elektron Konsantrasyonu)

Atomların temel kuantum seviyesinin en dıştaki elektronlarına valans elektronu denir. Geçiş metaller için; valans elektronları, atomun d ve s orbitallerindeki elektron sayısıdır.

Martensit dönüşüm sıcaklığı M_s , alaşımda elementlerinin elektronik yapısıyla bağlantılıdır. Bu deneysel olarak valans elektron konsantrasyonu olarak tanımlanır (e/a). Genel olarak M_s nin e/a 'ya lineer olarak bağlı olduğu söylenebilir. Alaşımların manyetik özelliği de elektron konsantrasyonuna bağlı olabilmektedir (Kök, 2011).

2.5. Şekil Hatırlama Etkisinin Belirlenmesi

Şekil hatırlamalı alaşımların, şekil hatırlama etkisini belirlemede kullanılan yöntemler aşağıda kısaca verilmiştir.

2.5.1. Diferansiyel taramalı kalorimetre ölçümü

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), şekil hatırlamalı alaşımların faz dönüşüm sıcaklığını belirlemede en çok kullanılan 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 (Kök, 2011).

2.5.2. Sabit yük altında ısıtıp soğutma

Şekil hatırlamalı alaşımların en çok kullanılan mekanik ölçüm yöntemlerinden biri de malzemeye sabit bir yük altında ve dönüşüm 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, bilindiği üzere gerilme uygulanması ile dönüşüm sıcaklığı artmaktadır. Ana fazın plastik deformasyonu martensit oluşumuna etki eder. Gerilmeler arttığı için martensitin çekirdeklenmesi kolaylaşır. Bunun sonucu olarak plastik deformasyona uğrayan şekil hatırlamalı alaşımlarda M_s yükselir. 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, 2009).

2.5.3. Termal çevrim sayısı

Çevrim sayısının bilinmesi kullanım alanına uygun şekil hatırlamalı alaşımların seçilmesinde önemli bir kriterdir. Termal çevrim sayısı malzemeye uygulanan yük ve yük kaldırıldıktan sonra ısıtma ile şekil hatırlamalı malzemenin eski haline gelme sayısıdır. Çevrim sayısı, uygulanan yük 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 ölçü 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, 2009; Kök, 2011).

2.6. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Üretimi

Şekil hatırlamalı alaşımların dönüşüm sıcaklığı malzemenin işlenmesi ve üretimi sırasında uygulanan yöntemlere bağlı olarak değişir. Örneğin, NITINOL içindeki nikel-titanyum atomlarının kompozisyonlarındaki %1'lik değişim dönüşüm sıcaklığında 10 °C kaymaya neden olur. İşleme esnasında oluşabilecek oksitleri ve sisteme katılabilecek safsızlıkları önlemek amacıyla genelde vakum ortamında eritme gerçekleştirilir ve oluşan külçe bilinen dövme, haddeleme, ekstrüzyon gibi diğer yöntemlerle işlenir. Fakat bu tür klasik yöntemler genelde yeterli olmadığından sıcak işleme takip eden soğuk işleme yöntemi kullanılır. Böylece aşamalı olarak ısıtılarak kontrollü şekillendirilen malzeme, şekil hatırlama veya süperelastisite özelliği kazanır (Stoeckel, 2001).

2.7. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Uygulama Ve Kullanım Alanları

Süperelastik ve şekil hatırlama etkili malzemeler günümüzde pratik ve ileri düzey birçok uygulamada tercih edilmektedirler. Bu malzemeler, makine-teçhizat ve yapı malzemeleri, medikal aygıtlar ve araçlar gibi endüstriyel ve tıbbi uygulamaların yanı sıra; elektronik aygıtlar, uzay araçları gibi ileri düzey uygulamalarda ve süperelastik gözlük çerçeveleri, telefon antenleri gibi günlük hayatı kolaylaştıran birçok üründe

kullanılmaktadırlar. Son yıllarda robotik alanında yapılan uygulamalar da yaygınlaşmaktadır (URL-1).

Nitinol yüksek biyouyumluluk ve süperelastiklik göstermesi nedeniyle intravasküler bir tıbbi gereç olan kalp stentlerinde kullanılır (Chung vd., 2004). Dönüşüm sıcaklığı genelde 30 °C olan bu stentler vücut içerisinde Af sıcaklığının üzerinde süperelastik davranış gösterirler (Stoeckel vd., 2004). Damar içi esnek davranışı ve operasyon kolaylığı nedeniyle tercih edilmektedirler. Ayrıca kataterler ve çeşitli operasyonlarda kullanılan yönlendirici kablolar için de bu malzemeler yaygın olarak kullanılır.

Makine-teçhizat ve yapı gereçleri özellikle şekil hatırlamalı alaşımların sık tercih edildiği alanlardır. Sıcaklık etkisi ile mekanik davranış gösteren bu malzemeler ısıyı hissederek tepki veren sensörler olarak uygulama bulurlar. Sıcak su ve soğuk su girişleri birbirlerine bir yay sistemi ile bağlanmış olan termal vanalarda, karışım suyu sıcaklığının artması durumunda, şekil hatırlama etkili yay geriye doğru açılarak sıcak su girişini kısıtlar ve sıcaklığın ayarlanmasını sağlar. Sıcaklığın azalması ve yayın martensitik geçiş sıcaklığına gelmesi durumunda ise yay tekrar daralarak eski formunu alır. Böylece malzemenin geçiş sıcaklığına dayalı bir termal kontrol sağlanmış olur (Otsuka ve Ren, 1999).

3. MANYETİK MALZEMELER

“Manyetik” kelimesi ilk olarak Gilbert tarafından ferromanyetizma olayları için bir isim olarak kullanılmıştır. Bu kelime, eski Yunanlıların batı Anadolu’daki “Magnesia” bölgesinin adından gelmektedir; manyetik demir filizi (manyetit) Dünya’da orada bulunur. Doğal mıknatısların arasındaki kuvvetler de eski Yunan filozoflarınca bilinmekteydi (Pollack ve Stump, 2004).

Manyetizma üzerine yapılan ilk gerçek bilimsel çalışma İngiliz William Gilbert tarafından, 1540-1630 yılları arasında yapılmıştır. Bu çalışma "On The Magnet " isimli kitap olarak yayınlandı. 18.yy da ise çelik bileşimli magnetler yapıldı.

Manyetizma, elektrik yüklerinin hareketi ile medyana gelmektedir. Çok az da olsa tüm malzemeler manyetik özellik gösterirler. Bir malzemenin manyetik özelliğinin sebebi, elektronların hareketine bağlı olarak iki şekilde meydana gelir. Bunlardan bir tanesi elektron spinlerinin, yüklü kürecikler gibi davranması ile oluşan manyetizma, diğeri ise elektronun atomun çekirdeği etrafında dönmesi ile oluşan manyetizmadır. Bir malzemenin manyetik momenti, o malzemenin dipole’ü ile belirlenir. Yani atomların sahip oldukları elektronlara bağlı bir manyetik momentin varlığından söz edebiliriz. Bu manyetik moment elektronların yörünge hareketinden ve spinlerinden kaynaklanır (Chikazumi vd., 1987).

Manyetik davranışlar beş ana grupta toplanabilir. Bunlar, ferromanyetik, antiferromanyetik, ferrimanyetik, diamanyetik, paramanyetik yapılarıdır. Diamanyetik ve paramanyetik malzemeler manyetik düzenlenim ve manyetik etkileşim sergilemezler, fakat ferromanyetik, antiferromanyetik ve ferrimanyetik malzemeler belli bir sıcaklık altında manyetik düzenlenim sergilerler (Chantrell ve Freeman, 1991).

3.1. Manyetik Dipol Moment

Manyetik bir malzemeye bir B manyetik alanı uygulandığında malzeme manyetik olarak kutuplanmış olur. Başka bir deyişle, mıknatıslanma adı verilen birim hacim başına bir M(x) manyetik dipol momenti oluşturur. Mıknatıslanma, manyetik moment yoğunluğu diyebileceğimiz bir yoğunluktur. M’nin boyutu $A \text{ m}^2/\text{m}^3$ veya A/m ‘dir.

Elektronlar maddenin makroskobik manyetik özelliklerinin mikroskobik kaynağıdır. Her elektron, spin’i ile ilgili bir m_{spin} manyetik momentine sahip küçük bir

mıknatıstır. Spin elektronların iç açısal momentumudur. Elektronlar için m_{spin} yönü spin yönüne terstir (Pollack ve Stump, 2004).

3.2. Manyetik Duyarlılık

Maddelerin manyetik özellikleri manyetik duyarlık ölçümleri ile incelenir. Manyetik duyarlık(X), manyetikleşmenin (M) uygulanan manyetik alana(H) oranıdır. Diğer bir deyişle, manyetik alana konan maddelerin manyetikleşme derecesine manyetik duyarlık denir. Boyutsuz bir büyüklüktür (Berg ve Chapman, 2001).

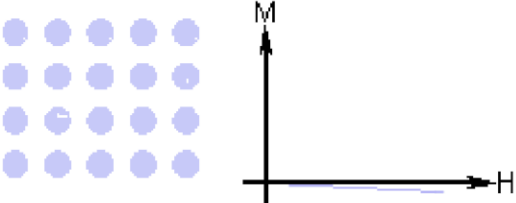
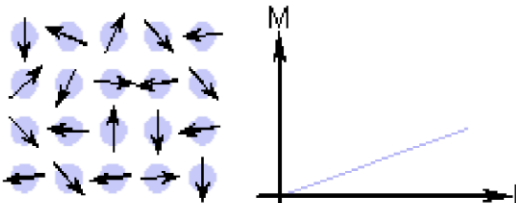
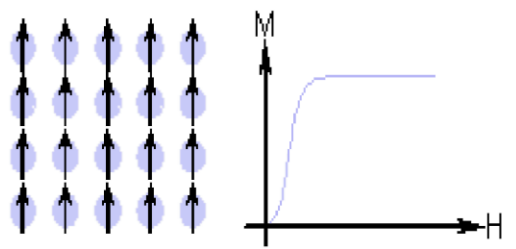
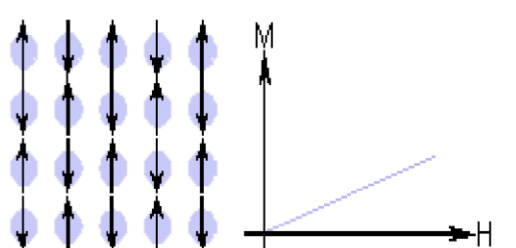
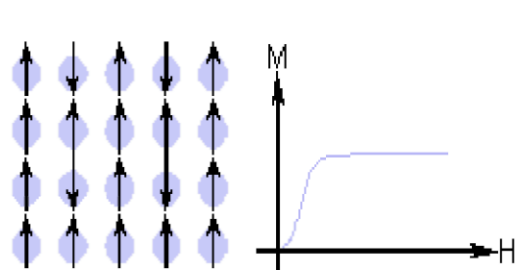
$$X = \frac{|M|}{|H|} = \mu_0 \frac{|M|}{|B_0|} \quad (3.1.)$$

3.3. Manyetik Sınıflandırma

Maddeler manyetik alana verdikleri tepkilere göre diyamanyetik, ferromanyetik, antiferromanyetik, ferrimanyetik, paramanyetik olarak sınıflandırılır. Şekil 3.1.'de bu maddelerin özellikleri belirtilmektedir.

3.3.1. Diamanyetizma

Elektronik yapılarından dolayı net manyetik momenti olmayan bir çok malzeme vardır. Moleküller görece olarak yoğun sıvı ya da katı oluştursa bile dışardan manyetik alan uygulamadıkça çoğu malzemenin M mıknatıslanması sıfırdır. Ama dışardan bir manyetik alan uygulandığında moleküllerin, küçük de olsa bir manyetik momentleri oluşur. Moleküllerin bu manyetik momentlerini dışardan uygulanan alan indükler. İndüklenmiş manyetik moment uygulanan manyetik alana zıt yöndedir. Böylece maddenin mıknatıslanması manyetik alana zıt yönde oluşur. Bu tür maddelere diyamanyetik maddeler denir. Diyamanyetik maddeler dış manyetik alanın yönü ne olursa olsun alana zıt yönlü mıknatıslanma edinirler ve alanın daha zayıf olduğu yöne doğru kaçarlar. Bu olaya diyamanyetizma denir (Emen, 2005). Manyetik alan uyguladığımız her madde atom ve moleküllerden oluştuğu için bir ölçüde diyamanyetiktir. Genellikle soygazlar gibi tüm yörüngeleri dolu olan maddelerde diyamanyetizmayı görebiliriz. Çünkü diğer manyetik özellikler ancak atomun dolmamış elektron yörüngeleri varsa ortaya çıkar.

<i>Manyetizma Türü</i>	<i>Duygunluk</i>	<i>Atomik / Manyetik Davranış</i>
Diamanyetizma	Küçük ve negatif	
Paramanyetizma	Küçük ve pozitif	
Ferromanyetizma	Büyük ve pozitif	
Antiferromanyetizma	Küçük ve pozitif	
Ferrimanyetizma	Büyük ve pozitif	

Şekil 3.1. Manyetik sistemlerin özellikleri (Emen, 2005).

Diyamanyetik bir maddeyi alan dışına iten kuvvetin büyüklüğü çok küçük olduğundan böyle malzemelerin manyetik alanla etkileşmelerini gözlemlemek oldukça zordur. Yapılan araştırmalar maddelerin diyamanyetik özelliklerinin temelde sıcaklıktan bağımsız olduklarını ve manyetik momentin genellikle alanla orantılı olduğunu göstermiştir. Diamanyetik maddenin duygunluğu negatiftir ($\chi < 0$) ve M ve H zıt yönlüdür (Emen, 2005).

3.3.2. Ferromanyetizma

Demir (Fe), Nikel (Ni), Kobalt (Co), Gadolinyum (Gd) ve Disprosyum (Dy) manyetik olarak oldukça kuvvetli maddeler olup bu maddelere ferromanyetik maddeler denir.. Bu maddeler zayıf bir dış manyetik alan içinde bile birbirlerine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik dipol momentlere sahiptirler. Dış manyetik alan kaldırılrsa bile madde içerisinde paralel olarak yönelen dipol momentler aynı yönde sürekli olarak kalmaya devam ederler. Bu etki manyetik dipol momentlerinin birbirleriyle etkileşimden kaynaklanır. Bu etkileşimler, kuantum mekaniksel etkileşimlerin bir sonucudur. Bu yaklaşım komşu momentlerin paralel olmasına enerji açısından izin verir (Emen, 2005). Ferromanyetik maddelere etkiyen çekme kuvveti oldukça büyüktür. Diyamanyetik ve paramanyetik maddelere etkiyen kuvvet dış alan şiddetinin karesiyle orantılı olduğu halde , ferromanyetiklerde doğrudan alan şiddetiyle orantılıdır. Dolayısıyla ferromanyetik maddeler dış alan değişmelerinden diğer manyetik maddeler kadar etkilenmez.

Ferromanyetik maddeler domain (bölge) denilen yapılara ayrılmıştır. Bu bölgelerin her biri tam olarak kendiliğinden mıknatıslanmıştır. Yani bölgelerin her birindeki manyetik momentlerin tamamı belirli bir yöne dizilmişlerdir. Bunların mıknatıslanma yönleri uygulanan alanla değiştirilebilir. Fakat büyüklükleri çok az değiştirilebilir. Sıcaklık artırılarak bu bölgelerin mıknatıslanmaları belirli bir sıcaklığın üzerinde kaldırılabilir. Bu sıcaklığa Curie sıcaklığı denir. Ferromanyetik maddeler çok küçük manyetik alanlarda (10e gibi) doyuma ulaşabilirler. Domaindeki kendiliğinden mıknatıslanmayı oluşturan iç alanların kaynağı manyetik etkileşimler değildir. Bu kuvvetlerin kaynağı değiş-tokuş denilen bir etkileşimdir. Bu etkileşim 1926 yılında Heisengerg tarafından keşfedilmiştir. Bu kuantum mekaniksel bir sonuçtur. Bu etkileşim hareket durumlarına bağlı olarak iki komşu elektronun spinlerinin paralel veya antiparalel

yönelmesine neden olur. Spinler antiparalel ise, tüm bu kuvvetlerin toplamı çekicidir ve yapı karalıdır. Spinler paralel ise, atomlar birbirini iter. Değiş-tokuş etkileşimi olarak tanımlayacağımız bu etkileşim Pauli dışarlama etkisini de içermektedir. Bu değiş tokuş etkileşimi elektrostatik kaynaklı olup manyetik kuvvetlerden çok büyüktür (Emen, 2005). Ferromanyetik maddeler kendi içerisinde sert ve yumuşak ferromanyetler diye sınıflandırılır. Sürekli olarak mıknatıslanma durumunu koruyan ferromanyetlere sert ferromanyetik, mıknatıslanmasını sürekli olarak korumayan ferromanyetlere de yumuşak ferromanyetler denir. Örnek olarak demir verilebilir (Emen, 2005).

3.3.3. Antiferromanyetizma

Manyetik maddelerin bir türü de ferromanyetik maddenin tersi bir türdür. Ferromanyetlerde spin yönelimleri aynı yönde iken antiferromanyetlerde birbirine zıt olacak şekilde spin yönelimleri vardır. Antiferromanyetizmanın kuramı ilk kez Neel tarafından verilmiştir. Antiferromanyetik bir maddenin manyetik duygunluğu, tüm sıcaklıklarda pozitif ve küçüktür. Fakat sıcaklık azaldıkça duygunluk önce artar ve $T=T_N$ 'dır. Neel sıcaklığında pek keskin olmayan bir maksimumdan geçerek azalmaya başlar. Madde T_N Neel sıcaklığının üstünde paramanyetik, altında antiferromanyetiktir (Emen, 2005). Antiferromanyetik maddelerde, T_N kritik sıcaklığının altında spinlerin birbirine zıt yönelme eğilimleri, bu sıcaklık aralığındaki termal enerjiye oranla oldukça büyüktür. Bu nedenle antiferromanyetik maddeye iç içe girmiş ve zıt yönlerde mıknatıslanmış iki alt örgüden oluşmuş gözüyle bakabiliriz. Burada, her bir alt örgü aynı ferromanyetizmada olduğu gibi, kendiliğinden mıknatıslanmış örgüler olarak düşünülebilir.

Antiferromanyetik madde, net bir kendiliğinden mıknatıslanmaya sahip değildir. Antiferromanyetik maddelerin büyük bir kısmı, iyonik bileşiklerdir; oksitler, sülfidler, kloritler v.b. Bu maddeler ticari öneme pek sahip değildirler; bilimsel yönden zengindirler (Emen, 2005).

3.3.4. Ferrimanyetizma

İki farklı manyetik iyonu bulunan bileşiklerdir. Bazı seramik malzemelerde değişik tür iyonlar farklı manyetik momentlere sahiptir ve bu manyetik momentler birbirlerine ters

yönde paralel dizilmiştir. Bileşke manyetik moment ise zıt yöndeki manyetik momentlerin farkına eşittir. Manyetik alan etkisinde ferromanyetlere benzer davranış gösterirler (Emen, 2005). Ferromanyetik, ferrimanyetik ve antiferromanyetik maddelerin manyetik momentleri bir tür iç etkileşimden dolayı kendiliğinden sıralanmış duruma gelirler. Ferromanyetik maddelerde manyetik momentleri paralel hale getirmeye çalışan bu etkileşim pozitif iken ferrimanyetik ve antiferromanyetik maddeler için negatiftir. Ferrimanyetik ve antiferromanyetik maddeler iç içe geçmiş birbirine zıt yönde sıralanmış manyetik momentlere sahiptirler. Ferrimanyetik maddelerde bu momentlerin büyüklükleri farklı olduğundan ferromanyetikler gibi kendiliğinden mıknatıslanma gösterirler. Ancak antiferromanyetiklerde böyle bir durum yoktur. Her üç manyetik katıda da her moment diğerinden kaynaklanan bir ortalama alan görür. İşte bu etkin iç alana molekül alan denir. Bu alan maddenin mıknatıslanmasıyla orantılıdır. Ancak molekül alan modelleri manyetizmanın tam teorisi olarak düşünülmemelidirler. Çünkü sıralamayı sağlayan kuvvetlerin kaynağını araştırmaz (Emen, 2005).

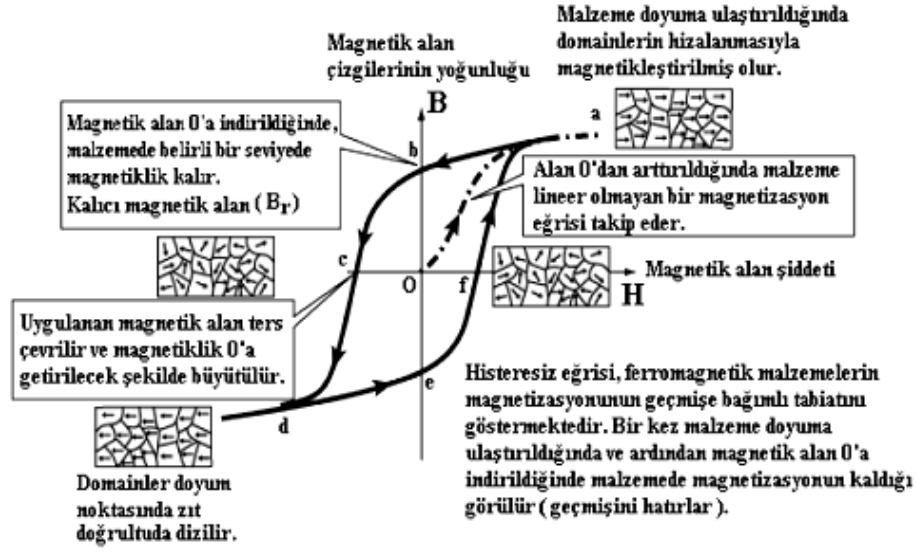
3.3.5. Paramanyetizma

Serbest elektronlar da bulundukları malzemenin manyetik özelliklerine katkıda bulunurlar (Emen, 2005). Bir ya da daha çok çiftlenmiş elektronu olan moleküllerden Al, O₂ ve Fe bunlara örnek olup, bu moleküllerin kalıcı manyetik momentleri vardır. Eğer manyetik alan uygulanmıyorsa bu tür molekülleri içeren bir çok malzemede moleküllerin manyetik momentleri geliş güzel yönlerde sıralanır ve mıknatıslanma, vektörel olarak sıfır olur. Çünkü çok sayıda molekül üzerinden toplam alınmaktadır. Ancak malzemeye manyetik alan uygulandığında rastgele yönlerde yönelmiş olan momentlerin yönelimi değişerek alanla aynı yönü almaya çalışırlar ve manyetik dipolün enerjisi azalır. Uygulanan manyetik alan kaldırılırsa mıknatıslanma tekrar sıfır olur. Bu nitelikli maddelere paramanyetik maddeler denir. Paramanyetik maddeler dış alan içinde alanın daha şiddetli olduğu yere hareket eder. Paramanyetik denilen bu maddelere alan içine doğru çeken bir kuvvetin etkidiği düşünülür. Büyüklük bakımından bu kuvvet, hemen bütün paramanyetik maddeler için, diyamanyetik maddelere etkiyen itme kuvvetinden pek farklı değildir. Yalnız paramanyetik maddelere etkiyen kuvvet sıcaklık düştükçe büyür ve mutlak sıfır

noktası yakınlarında çok büyük değerlere ulaşabilir. Paramanyetik bir maddenin mıknatıslanması sıcaklığa ve manyetik alana bağlıdır. Bu ilişki ilk olarak Piere Curie (1859-1906) tarafından gözlenmiştir. P. Curie paramanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının manyetik alanla doğru , mutlak sıcaklıkla ters orantılı olduğunu bulmuştur. Bu bağıntıyı; $M = C H/T$ şeklinde Curie yasasıyla vermiştir. Curie sabiti denilen C, malzemeye özgü olup moleküllerin manyetik momentine bağlıdır. Çok yüksek manyetik alanlar ya da çok düşük sıcaklıklarda tüm moleküllerin manyetik momentleri alanla aynı yöne geldiklerinde mıknatıslanma bir doyum değerine ulaşır. Bu durumda paramanyetik maddede M , H ile doğru orantılı olmaz (Emen, 2005). Manyetik maddelerin (örneğin ferro- veya ferrimanyetik) sıcaklığı, curie sıcaklığı denilen kritik sıcaklığa ulaştığında veya bu sıcaklık değerini geçtiğinde madde paramanyetik duruma geçer. Bu olay manyetik faz geçişini işaret eder (Tekerek, 2007).

3.4. Histerisiz Çevirimi

Bir malzemede, domenlerin yapılarını ve davranışlarını, ferromanyetik maddenin mıknatıslanma eğrisi belirler. Bu eğriye şekil 3.2’de görüldüğü gibi "*histerisiz eğrisi* " denir. Mıknatıslığını tamamen kaybetmiş bir malzemeye değişken bir dış manyetik alana maruz bırakıldığında, bu dış alan ile akı yoğunluğu ölçülerek histerisiz eğrisi elde edilebilir. Histerisiz eğrisinin düşey eksen **B** malzemedeki akı yoğunluğu, **H** ise uygulanan manyetik alan şiddetini ifade etmektedir. Eksenlerin kesim noktası **0**, mıknatıslanmanın olmadığı ve hiçbir kuvvetin uygulanmadığı anı temsil eder. Manyetik alan şiddetini arttırdığında, akı yoğunluğu önce hızlı, sonra maksimum ya da doyma noktasına ulaşınca kadar yavaşlayarak artar. Manyetik alan şiddetinin daha fazla artırılması akı yoğunluğunda bir artış meydana getirmez. Akı yoğunluğunun yükselişi şekil 3.2.’de noktalı çizgi ile gösterilmiştir.



Şekil 3.2. Histeresiz çevrimi ve genel özellikleri (URL-2).

Şekil 3.2. deki histeresiz eğrisinin temel özellikleri şu şekilde özetlenmektedir:

1. Manyetik alan şiddeti ters yönde 0 'a düşürüldüğünde b noktasında malzemede bir miktar mıknatıslanma mevcut kalır. Buna malzemenin artık mıknatıslığı (**remanans**) adı verilir.
2. Mıknatıslanma akımı ters çevrilerek yavaşça 0 'a düşürüldüğünde malzemedeki akı yoğunluğu azalır. Artık mıknatıslık (**c**) noktasında 0 olur. Yatay eksendeki mesafe, giderme kuvveti (**koersitif**) olarak adlandırılır.
3. Giderme kuvveti mıknatıslanma sonrasında malzemelerdeki manyetik akı yoğunluğu 0 'a indirmek için gerekli olan manyetik alan şiddeti değeridir. Bu noktadan manyetik alan şiddeti daha da arttırılırsa malzeme tekrar doyuma ulaşır.(**d**)
4. Manyetik alan şiddeti tekrar yavaş yavaş 0 'a düşürüldüğünde, akı yoğunluğu bir miktar azalır (**e**).
5. (**e**) noktasında da malzemede bir miktar artık mıknatıslanma görülür.
6. Manyetik alan ilk yönde arttırılmaya devam edilirse artık akı yoğunluğu azalır ve (**f**) noktasında 0 olur.

7. (f) noktasından manyetik alan arttırılmaya devam edilirse başlangıç doyma noktasına (a) ulaşır (URL-3).

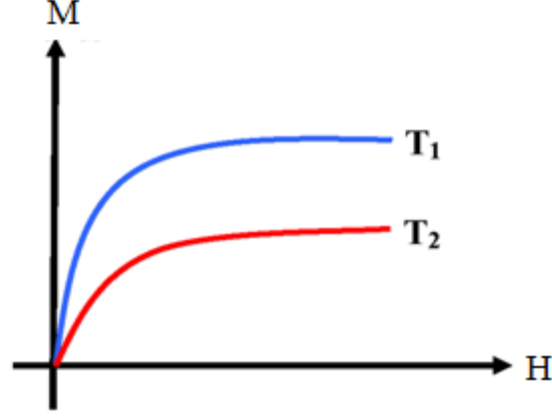
Elde edilen histerisiz eğrileri malzeme hakkında aşağıdaki bilgileri verir;

1. Çok ince manyetik filmlerde, histerisiz eğrisi kareye benzer bir görünüm alır. Mr/Ms değeri, histerisiz eğrisinin kareselliği olarak adlandırılır. Eğri kareselleştikçe, oran 1' e yaklaşır.
2. Elde edilen histerisiz eğrisinin alanı küçükse yüksek manyetik geçirgenlik ve düşük zorlayıcı kuvvete sahiptir. Bu tür malzemeler yumuşak mıknatıslardır. Bu tür malzemeler primer ve sekonder arasındaki akım değişen transformatör çekirdeklerinde kullanışlı bir özelliktir. Bunun dışında bilgisayarlardaki gibi, yüksek anahtarlanma hızlı devrelerde de kullanışlıdır.
3. Büyük alanlı bir histerisiz eğrisi sert bir manyetik malzeme göstergesidir. Bu tür malzemelere sert mıknatıs denir. Bu tür mıknatıslar, manyetik kilit, hoparlör ve küçük motorlar için kullanılır. Sonuç olarak; histerisiz eğrisinin daralması malzemenin kolay mıknatıslanabileceğini ve düşük artık mıknatıslığa sahip olacağını, genişlemesi ise malzemenin zor mıknatıslanabileceğini ve daha kuvvetli bir artık mıknatıslığa sahip olacağını göstermektedir (URL-3; URL-4).

3.6. Doyma Mıknatıslanması

Doyma mıknatıslanması bir manyetik malzemedan elde edilebilecek en büyük mıknatıslanma değeridir. En büyük mıknatıslanma değeri malzeme içerisindeki manyetik bölgelerin hepsinin paralel olması ve aynı yöne yönelmesiyle elde edilir. Mıknatıslanma daha fazla artamaz, çünkü atomik manyetik momentler birbirine paralel yönelmiştir. Doyma mıknatıslanması sıcaklıktan etkilenen bir özelliktir, sıcaklık arttığı zaman doyma mıknatıslanması değeri düşerken, sıcaklık azaldığı zaman artar. Bunun nedeni ısısal titreşimlerden dolayı atomların manyetik momentlerinin yönelimlerinin değişmesi ve toplam mıknatıslanmanın azalmasıdır. Doyma mıknatıslanması kavramı sadece “ferromanyetik” ve ferrimanyetik malzemelerde görülmektedir. Diğer manyetik malzemelerde ise bu doyum halinin olmamasının nedeni ısısal titreşimler veya değiş tokuş etkileşimleri gibi etkilere bağlıdır. Çünkü bu tip etkileşimler örgü içerisindeki atomların manyetik momentlerinin aynı yönde olmalarına izin vermemektedirler. Şekil 3.3’ de

ferromanyetik bir malzemenin iki farklı sıcaklıktaki M-H eğrileri verilmiştir. Burada T_2 , T_1 sıcaklığından yüksektir ve bundan dolayı T_2 sıcaklığına ait doyma mıknatıslanması daha düşük bir değerdedir (Tekerek, 2007).



($T_2 > T_1$)

Şekil 3.3. Doyma mıknatıslanmasının sıcaklıkla değişimi (Tekerek, 2007).

Tablo 3.1. Manyetik nicelikler ve birimleri (Hook ve Hall, 1999).

Nicelik	Gösterimi	SI Birimi	CGS Birimi (Gaussian)
Manyetik Alan	$\vec{H}$	A/m	Oersted
Akı yoğunluğu (Manyetik İndüksiyon)	$\vec{B}$	Tesla	Gauss
Manyetik Duygunluk	χ	m^3/kg	cm^3/g , emu/g
Manyetizasyon	$\vec{M}$	A/m	emu/cm^3

4. FERROMANYETİK ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR

4.1. Ferromanyetik Şekil Hatırlama Olayı

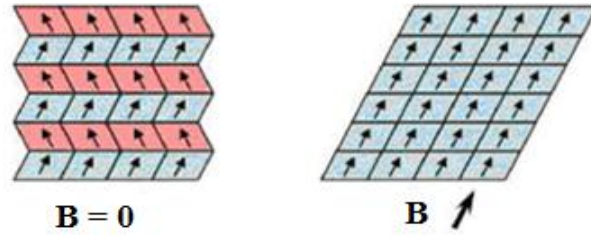
Şekil hatırlamalı alaşımlarda görülen şekil hatırlama etkisi, termomekanik davranış, pseudoelastik davranış ve ferromanyetik şekil hatırlama etkisi ile karakterize edilebilir. Ferromanyetik malzemedeki şekil hatırlama etkisi, malzemeye bir manyetik alan uygulandığını gösterir.

Ferromanyetik şekil hatırlama etkisi düşük sıcaklık martensit fazdaki tek kristal Ni_2MnGa alaşımının manyetik alanla zorlanma oluşturma çalışmaları esnasında ilk olarak Ullakko (Ullakko vd., 1997) ve grubu tarafından bildirilmiştir.

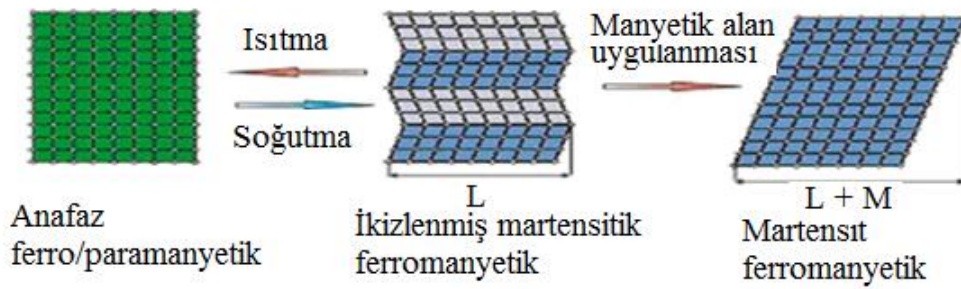
Ferromanyetik malzemeler atomik düzeyde uzun mesafeli manyetik düzen görüntüsü sergilerler. Bu görüntü bir alanda çiftlenmemiş elektron spinlerinin birbirleri ile paralel olarak sıralanmasına neden olur.

Bazı akıllı malzemeler aktüatör uygulamalarında başarılı olmuşlardır. Akıllı malzemeleri çekici kılan şey onların yüksek enerji yoğunluklarının ve yüksek harekete geçirme frekansı gibi özelliklere sahip olmalarıdır (Tan ve Elahinia, 2008).

Ni-Mn-Ga gibi ikili değişkenlerin manyetik alan etkisiyle yeniden düzenleniş gösterdiği bulunduğu beri FSMA, yüksek performanslı manyetik kontrollü aktüatör malzemelerden dolayı büyük bir ilgi çekmektedir. Manyetik şekil hatırlamalı aktüatörlerin harekete geçiriciliği oldukça hızlıdır (Koeda vd., 2005).



Ferromanyetik şekil hatırlama etkisi



Şekil 4.1. Ferromanyetik şekil hatırlama etkisi

4.2. Ferromanyetik Şekil Hatırlamalı İnce Filmler ile Yapılan Çalışmalar

Yapılan bir çalışmada; ferromanyetik şekil hatırlamalı aşlımlar arasında Ni-Mn-Ga, Co-Ni-Ga, Ni-Mn-Fe-Ga, Fe-Pd, Fe-Pt alaşımlar potansiyel çok fonksiyonlu materyaller olarak elde edildi. Bu alaşımlar termoelastik martensitik dönüşüme sahiptirler. Ayrıca ferromanyetik geçiş ve manyetik alanla indüklenmiş büyük gerginliğe sahiptirler. Ni-Mn-Ga alaşımlarındaki bu gerginlik, onlar ferromanyetik durumda olduklarında bir dış manyetik alan uygulaması altında martensite varyantlarının yeniden düzenlenmesinden kaynaklanır. 5 yada 7 katmanlı hafifleştirilmiş martensitik yapılı Ni-Mn-Ga tek kristallerde %6 ve %10'a kadar manyetik alanla indüklenmiş gerginliğin olduğu bulundu. (Liu vd., 2008)

Ni-Mn-Ga FSMA ince filmlerinin mikroeletromekanik sistemlerdeki potansiyel uygulamalarından dolayı onlarla ilgili çalışmalara ağırlık verilmiştir. Ni-Mn-Ga ince filmlerinin martensitik dönüşüm sıcaklıklarının film kalınlığına ve bileşenine güçlü bir şekilde bağlı olduğu ortaya çıkmıştır. Mn bakımından zengin konsantre edilen Ni-Mn-Ga

ince filmlerinde martensitik dönüşüm başlama sıcaklığı oda sıcaklığından daha yüksek olduğu görülmüştür. Bununla birlikte Ni-Mn-Ga alışımlarındaki aşırı mangan atomlarının manyetik özelliklere zarar verebildiği ortaya çıkmıştır. Ni bakımından zengin Ni-Mn-Ga ince filmlerinde varyant sınırları hareketliliği değerlendirildi ve varyantların mikroyapısı araştırıldı. Miknatıslanmanın sıcaklığa bağlılığı keşfedildi. (Liu vd., 2008)

Başka bir çalışmada ise; altı tane Ni-Mn-Ga ve bir tane Co-Ni-Ga FSMA ince filmleri cam malzemede yatırıldı. Filmlerin yapısal ve manyetik durumları, x ışınları kimyasal analizi, x ışınları dağılımı ve elektron mikroskopuyla, manyetik ve öz direnç ölçümleri belirlendi. Filmler karakterize edildikten sonra Ga bakımından zengin NMG filmlerinde elektron konsantrasyonu 7.4 den daha az olarak ortaya çıktı (Chung vd., 2004).

Başka bir çalışmada Ni-Mn-Ga-Fe şekil hatırlamalı filmlerin miknatıssal alanla direnç değişimi incelendi. Filmler farklı Fe bileşimiyle fişkırtma metoduyla hazırlandı. Elde edilen filmler Ar gazının akışında bir saat içinde 1073 K de hazırlandı. Miknatıssal alanla direnç değişimi, manyetik alan ± 150 Oe değiştirilerek sabit sıcaklıkla dört nokta metoduyla ölçüldü. Fe bileşimi arttırılmasıyla Tc curie sıcaklığı, manyetik doygunluk, martensitik değişim sıcaklığı arttı. Sıcaklığın arttırılmasıyla 15kOe nin manyetik alanında manyetik alanla direnç değişiminde artış gözlemlendi. Fe bileşiminin arttırılmasıyla manyetik alanla direnç değişimi arttı. Tc altında filmlerin manyetik alanla direnç değişimi 77 K de olduğundan daha büyüktü. Manyetik alanla direnç değişiminin sıcaklığa bağlı olduğu anlaşıldı (Koike vd., 2007).

Yapılan bir çalışmada, bir $\text{Ni}_{54}\text{Mn}_{25.7}\text{Ga}_{20.3}$ ferromanyetik şekil hatırlamalı ince film magnetron püskürtme tekniği kullanılarak üretildi. Filmin yapısal ve manyetik özellikleri sistematik olarak araştırıldı. Sonuçlar gösterdi ki film, 370 K (Tc) Curie sıcaklığı ile oda sıcaklığında martensit durumunda ferromanyetiktir. Filmin manyetik doygunluğu (M_s), 300 K de, 45 emu/gr'a ulaşır. Tüm materyal NiMnGa un büyüklüğü %80 kadardır. Manyetizasyon histerisiz eğrileri sıcaklığa önemli ölçüde bağlıdır. Artık manyetikleşme (M_r) ve zorlayıcı kuvvet (H_c), sıcaklığın azalmasıyla artar. Taneler filmde homojen bir şekilde dağılır. Filmin mikroyapısı martensite plakalar arasında oluşur. Martensite varyantları ile arayüz arası açık ve düzgündür, iyi bir hareketlilik belirtir (Liu vd., 2008).

Yapılan başka bir çalışmada, NiMnGa ince filmleri, 36 W'lık sabit bir fişkırtma gücünde (cam ve Si) iyi temizlenmiş yüzeylerde magnetron püskürtme yöntemiyle yatırıldı. Püskürtme yöntemiyle hazırlanmış ince filmlerin bileşiminde yapısal ve manyetik özelliklerinde, püskürtme basıncının etkisi rapor edildi. Filmler 335 emu/cc de yüksek doyum manyetizasyonda ve yüksek sıcaklıkta tavlandıktan sonra ferromanyetik davranış gösterdiler. Fişkırtma basıncının artmasıyla ince filmlerin tavlanması martensitik mikroyapının evrimi gözlemlendi. 339-374 K de termo manyetik eğrileri (sadece manyetik geçiş) sergiledi. İnce film 0.025 mbar yüksek fişkırtma basıncında, austenit fazda L2₁ de düzenli olduğu bulundu (Annadurai vd., 2009).

4.3. Ferromanyetik Şekil Hatırlama Etkisi Gösteren Alaşımlar

Ni-Mn-Ga sisteminde şekil hatırlama etkisinin manyetik alanla kontrolü, deneysel olarak ilk kez 1996' da Ulakko ve arkadaşları tarafından keşfedildi. Bu ekip, Ni₂MnGa'nın tek kristalinin alan etkili zorlanması % 2 bulmuştur (Straka vd., 2002). Ni-Mn-Ga diğer FSMA (FePt, FePd, CoNiAl, CoNiGa ve NiFeGa) lara göre sıklıkla araştırılan bir alaşımdır (Karaca vd., 2007; Kök, 2011).

Son zamanlarda, Co-Ni-Al alaşımı, Ni-Mn-Ga ve Ni-Fe-Ga alaşımlarına alternatif olarak kullanılmaktadır. Çünkü iyi bir sünekliliğe sahiptir. Tane sınırlarında . fazın çökmesi iyi sünekliliğin temelidir. 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, 2008).

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

5. X-IŞINI MİKROTOMOGRAFİSİ

X-ışını bilgisayarlı mikrotomografi sistemleri yeni neslin bir temsilcisidir (Şekil 5.1.). Hem numune yatağının hem de X-ışını kamerasının hareketli olduğu alışılmamış mimarisi, görüntü çözünürlüğünün, numune boyutu uyumunun, tarama hızının ve numune verimliliğinin görülmemiş bir kombinasyonunu sunar.



Şekil 5.1. Masaüstü bilgisayarlı mikrotomografi cihazı (SkyScan 1172, 2005)

Uygulama alanlarından bazıları şöyledir:

- Biyomedikal araştırmalar,
- Malzeme bilimi,
- Farmasötik ilaç geliştirme ve üretimi,
- Kompozitler,
- Dental araştırmalar,
- Elektronik bileşenler,
- Jeoloji, zooloji, botanik,
- İnşa malzemeleri,
- Kağıt üretimi ve bir çok farklı alan.

SkyScan 1172'nin bu yenilikçi tarayıcı geometrisi özellikle taramanın sabit kaynak-detektör tasarımına sahip eski tarayıcılara kıyasla yaklaşık on kat hızlı olduğu (aynı veya daha yüksek görüntü kalitesi sağlarken) ara çözünürlük seviyelerinde yüksek avantaj sağlar.

1172 iki x-ışını kamera seçeneğine sahiptir:

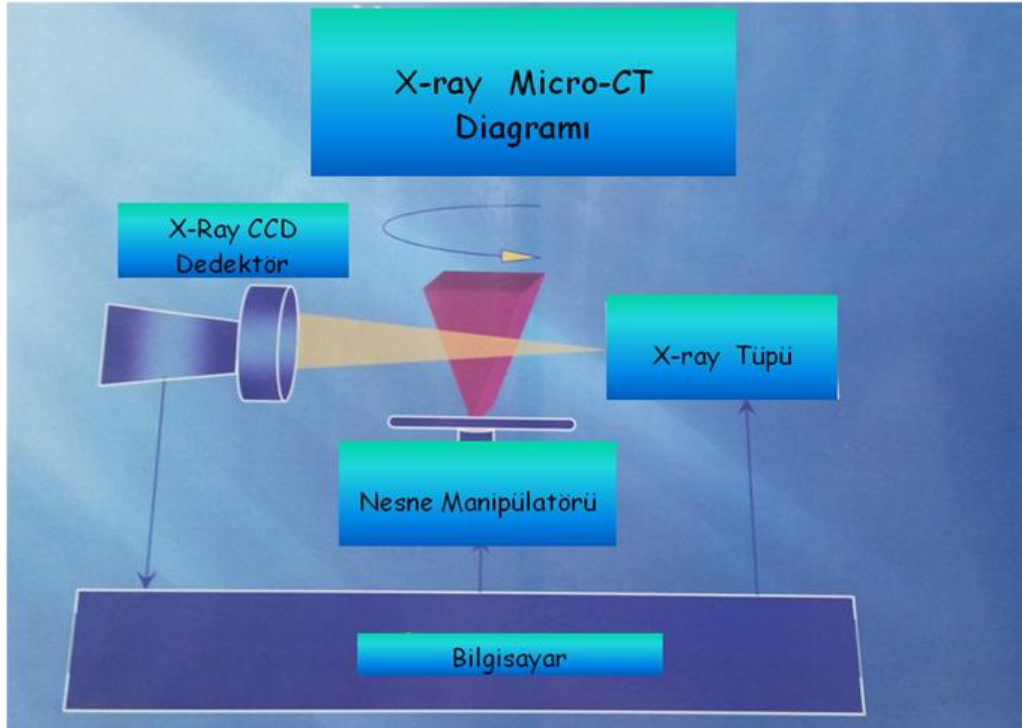
- ✓ Yüksek performanslı 10 Megapiksel (Mp) seçeneği

- ✓ Ekonomik 1.3 Megapiksel seçeneği.

10 megapiksel kamera 68 mm (çift görüntü kamera kaydırma modunda) veya 35 mm (standart tek kamerayla görüntüleme modunda) görüntü alanı genişliği ile maksimum tarama çok yönlülüğünü sağlar. 1 μ m altında nominal çözünürlük (piksel boyutu) elde edilebilir. Yaklaşık 70 mm taranabilir yükseklik, büyük numunelerin taranmasına veya küçük numunelerden oluşan bir sütunun taranmasına izin verir (SkyScan 1172, 2005).

5.2. Bilgisayarlı Mikrotomografi Cihazı Nasıl Çalışır?

Nesne yüksek kesinlikli bir yatakta dönerken, sistem nesnenin farklı açılardan birden fazla X-ışını gölge geçiş görüntüsünü alır. Bu gölge görüntüler kullanılarak, değiştirilmiş bir Feldkamp konik ışın algoritması kullanılarak nesnenin kesit görüntülerinin rekonstrüksiyonu işlenir ve geçiş görüntülerinde seçilen yükseklik aralığındaki iç mikroyapı ve yoğunluğun tam 3D temsili oluşturulur. En iyi micro-CT(bilgisayarlı mikrotomografi) görüntüleri mikroyapının numune içerik materyalleri X-ışını absorpsiyon kontrastı ile çakıştığı nesnelerden elde edilir.

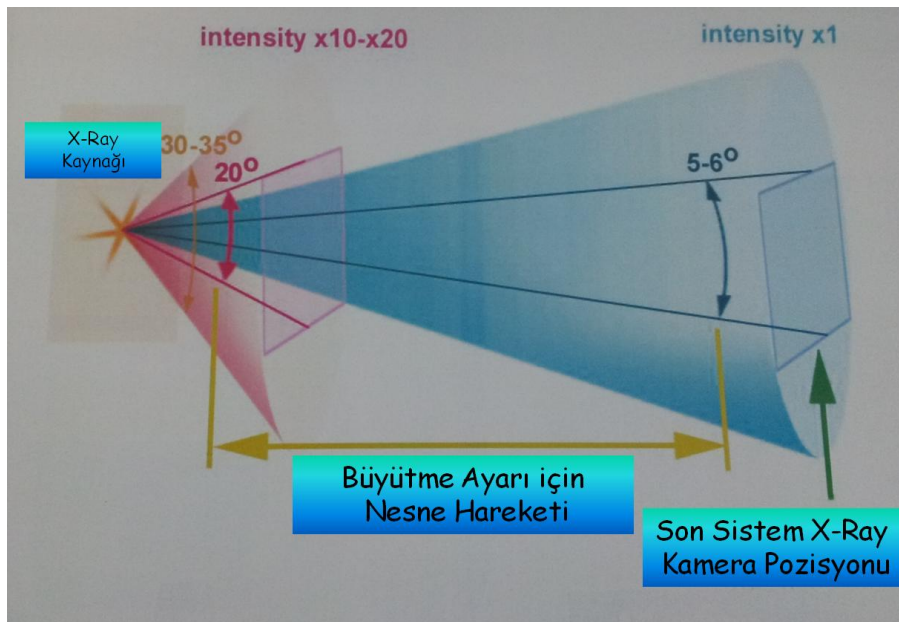


Şekil 5.2. X-ışını bilgisayarlı mikrotomografi cihazının çalışma prensibi (SkyScan 1172, 2005)

Ekipman, yüksek voltaj güç kaynaklı bir X-ışını hassas odaklanma tüpü, kesinlik manipülatörlü bir numune yatağı, çerçeve yakalayıcıya bağlı iki boyutlu bir X-ışını CCD kamera ve LCD monitörlü bir Dual Intel Xeon bilgisayar içerir.

SkyScan 1172’de, 8 μm odak noktalı X-ışını hassas odaklanma tüpü 20-80 kV ve 100 μA akımla çalışırken, 20-100 kV ve 0-250 μA akımla çalışan kaynak 5 μm nokta boyutuna sahiptir. Özel X-ray CCD kamera, X-ışını sintilatörüne fiber optik bağlantılı 4000 $\times$ 2300 (10 Mp) veya 1280 $\times$ 1024 (1.3 Mp) soğutmalı CCD sensörü üzerine kuruludur. 10Mp kamerada, X-ışını gölge projeksiyonları 4096 parlaklık kademeleriyle (12 bit) 1000 $\times$ 575 ila 8000 $\times$ 2300 piksel olarak basamaklandırılır. Yeniden oluşturulmuş kesitler, 1000 $\times$ 1000 ila 8000 $\times$ 8000 piksel (kayan nokta) formatına sahiptir. Piksel boyutu izotropiktir ve 0.9 μm ila 35 μm arasında sürekli değişkendir (SkyScan 1172, 2005).

Rekonstrüksiyon (yeniden yapılandırma) için, bir, birkaç veya tüm kesitlerin rekonstrüksiyonu için volümetrik (konik ışın) rekonstrüksiyonu veya ilgi bölgesi (ROI) rekonstrüksiyonu kullanılabilir. Seri rekonstrüksiyon sonrasında, kesitler ekranda gösterilebilir veya nesne modelini “döndürme” veya “kesme” imkanları sunan gerçekçi bir 3D görüntüyü yeniden oluşturabilirler. Bu modelde, iç morfolojik parametreler hesaplanabilir.

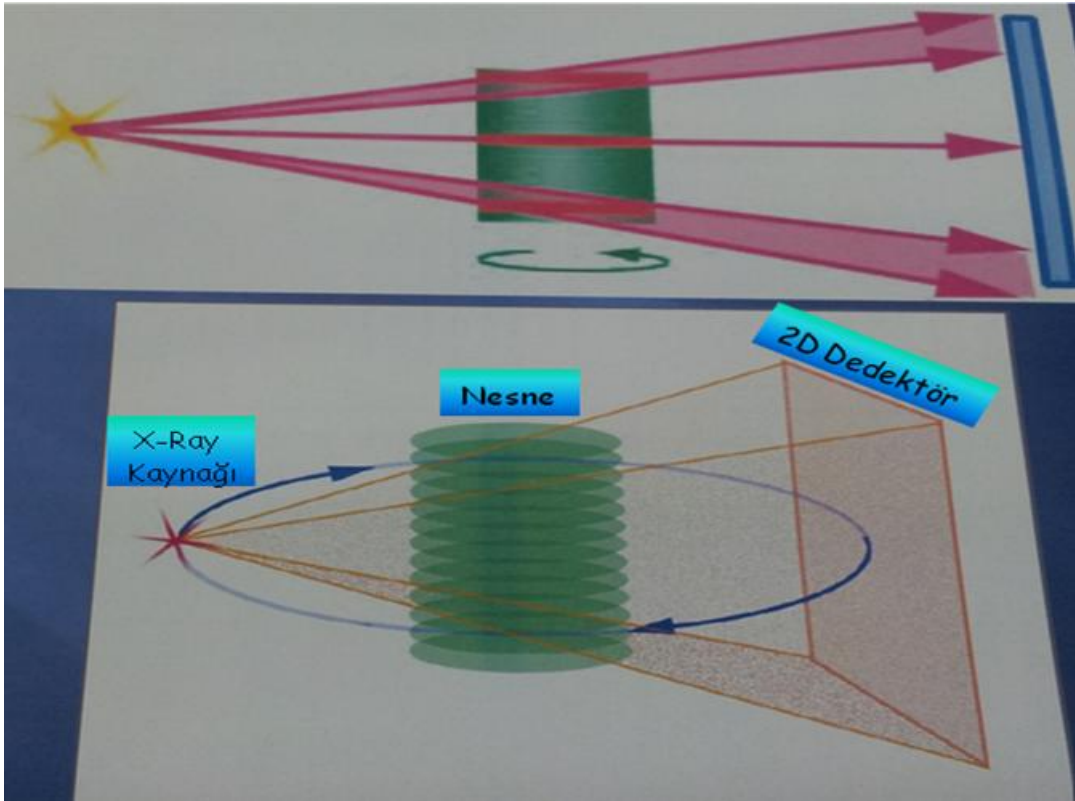


Şekil5.3. X -Işını geometrisi modifikasyonu (SkyScan 1172, 2005)

5.3. Görüntü Rekonstrüksiyonu

5.3.1. Çekim ve çekim verilerinin oluşturulması

Çekim esnasında, nesne sabit dönme adımlarıyla 180 veya 360 derece döndürülecektir. Her açı pozisyonunda, bir gölge görüntüsü veya geçiş görüntüsü çekilecektir. Konik ışın çekimi, tüm bu projeksiyon görüntülerini diske 16 bit TIFF dosyaları olarak kaydedecektir. Tarama sonrasındaki veri dizisi, bir dizi normal geçiş X-ışını görüntüsünden oluşur. Bu çekim sonrasındaki dosya sayısı, seçilen döndürme hızına ve seçilen toplam dönüşe bağlı olarak farklılık gösterir. 180 derece tarama için 0.9 derece döndürme açısı belirlendiğini varsayarsak, 200 görüntü artı X-ışını fan telafisi için görüntülerden yeni numune alımı için birkaç ek görüntü olacaktır.



Şekil 5.4. Konik ışın oluşum geometrisi (SkyScan 1172, 2005)

5.3.2. Rekonstrüksiyona başlama

Çekim tamamlandığında, rekonstrüksiyona başlanabilir. Elde edilen 16 bit TIFF gölge görüntüler, nesnenin tamamı boyunca sanal dilimlerin rekonstrüksiyonu için kullanılacaktır. Ardından, rekonstrüksiyon algoritması kullanılarak ham veri kesiti geliştirilir. Ancak bu ham veriler görüntü değildir, rekonstrüksiyonu yapılan kesitteki absorpsiyon değerlerini tutan bir kayan nokta matrisidir.

Matrisin boyutu, bir kesitteki veya CCD dizisindeki piksel sayısı gibidir (n, gölge görüntünün bir çizgisinde veya CCD dizisindeki piksel sayısıdır).

Rekonstrüksiyonu tamamlanan kesiti rekonstrüksiyon sonrasındaki zayıflama değerlerini göz önünde bulundurarak kayan nokta matrisi olarak kaydedebilir veya sonraki bölümde açıklandığı şekilde 256 gri değerli (8 bit) görüntüye dönüştürebiliriz.

5.3.3. Görüntü kesiti

Ham veri kesiti rekonstrüksiyonundan sonra, bir görüntü oluşturmamız gerekir. 8 bit görüntülerde, 256 gri ölçek kullanılır. Bu nedenle, kayan nokta matrisinden elde edilen verileri gri ölçekli görüntüye dönüştürmemiz gerekir.

Minimum ve maksimum değerler seçilir. Bunlar arasındaki tüm değerler açık tonla gösterilecektir. Normal bir görüntüde, minimumun altına düşen tüm zayıflama değerleri beyaz olurken, maksimumu aşan tüm değerler siyah olarak gösterilecektir. Rekonstrüksiyonu tamamlanan dizi seçili yoğunluk aralığında 256 gri ölçeğe lineer olarak dönüştürülen kesitin açık tonlamalı görüntüsü olarak gösterilecektir. Windows ortamında kullanılan SkyScan sistemlerinde, oluşturulan nihai görüntü BMP (8 bit), Tiff (16 bit) olarak dışa aktarılabilir .

5.5. Alaşımların X-Işını Mikrotomografi Cihazı İle Değerlendirilmesi

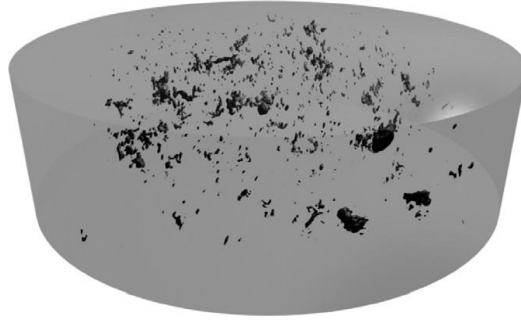
Materyallerin geleneksel mikro yapı incelemesi, çalışma materyalinin 2 boyutlu kesilip daha sonra ışık mikroskopunda veya taramalı-elektron mikroskopunda incelenmesini içermektedir. Fakat bu kesitler hazırlanırken zor olması ve 3 boyutlu hale getirilmesi sırasında fazla vakit harcanmasından dolayı dezavantajları vardır, Çünkü uygun

sayıda örnek derinliğinin nanometrik basamaklarında sonraki dilimlerin makul sayısı gerekmektedir. 3 boyutlu bilgi elde edilmesi için heterojenöz materyalin boyutsal olarak iç yapısının belirlenmesi gerekmektedir. Bu belirleme kompleks şekillerin kendi aralarındaki boyutsal dağılımını, orientasyonu ve/veya bağlantısını içerecek şekilde olmalıdır (Kastner vd., 2011).

X-ışını bilgisayarlı tomografi (XCT) 1980'lerden beri Al-alışımlarının karakterizasyonu için kullanılmaktadır. XCT'nin ilk uygulamalarından birinde döküme benzer üretim süreçlerini doğrulamak için hafif metallerde gözeneklerin ve çatlakların tespiti yapıldı. Bundan dolayı sanayide, özellikle otomotiv sektöründe ve hafif malzeme kullanılan diğer sanayi dallarında XCT standart bir uygulama haline geldi. XCT'nin bir başka önemli uygulamasıda hücrel malzemelerin 3D-karakterizasyonu içindir. XCT bu hücrel materyallerin 3D mimarisinin iyi ve kolay görüntülenmesi ve değerlendirilmesini sağlar. Her özel hücrenin konumu, çap, şekil hacim ve duvarların ve köşelerin boyutları gibi yapısal parametrelerin yaygın çeşitliliği XCT-DATA'dan elde edilebilir (Kastner vd., 2011).

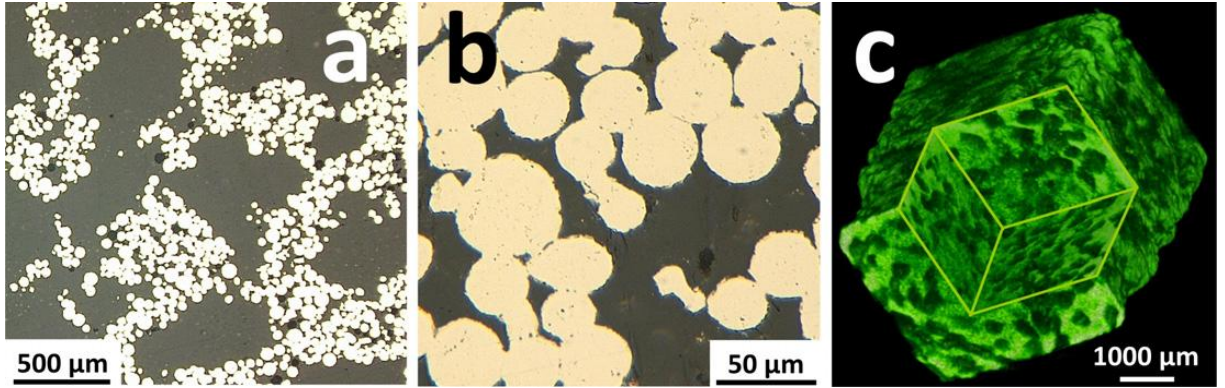
Son yıllarda, Buffiere ve arkadaşları, yüksek çözünürlükte Sinkrotron X-ışını bilgisayarlı tomografi (X-CT)'nin dökme Al-Si alaşımları ve grafitli dökme demirde gözenek karakterizasyonu için kullanımına öncülük ettiler. X-CT uygulaması belli bir hacimdeki alüminyum alaşımın içindeki gözeneklerin doğru tahribatsız 3-D rekonstrüksiyonunu (ör; dağılımı, boyutu ve morfolojisi) sağlar (Nicoletto vd., 2012).

Yapılan bir çalışmada X-CT, AlSi7Mg içindeki döküm gözeneklerin 3-D dağılımını rekonstrükte etmek için kullanılmıştır. Son derece düzensiz şekilli büzülme gözenekleri, sonlu element modeli kullanılarak gerilme konsantrasyonu açısından konstrükte edilmiş ve değerlendirilmiştir. Hacmin farklı geometride ve boyutta, çok sayıda gözenek ile doldurulduğu gözlenmiştir. Porozite ve gözeneklerle ilişkili istatistiklerin genel bir değerlendirilmesi, kolaylıkla kullanılan yazılım vasıtasıyla elde edilmiştir (Nicoletto vd., 2012).



Şekil 5.5. AlSi_7Mg 'un incelenen belirli bir hacim içinde gözenekli yapısı (Nicoletto vd., 2012).

Monroe ve arkadaşlarının yaptıkları bir çalışmada büyük boyutlu gözeneklerin dağılımının ve birleşimlerinin üç boyutlu (3-D) gösterimini araştırmak için gözenekli numune üzerinde X-ışını mikro-bilgisayarlı tomografi (mikro-CT) uygulanırken, optik mikroskop, tozla sinterlenen materyali incelemek için kullanıldı. Nokta sayma ve eşikleme teknikleri sırasıyla optik ve micro CT görüntülerinden pörözite içeriğini belirlemek için kullanıldı (Monroe vd., 2012).



Şekil 5.6. a) Düşük büyütme optik görüntüde küçük gözenekler ve seçilen geniş gözenek yapısı sergileniyor. b) Yüksek büyütme optik görüntü c) Bir mikro-CT görüntünün 3-D kesiti gösterilmektedir (Monroe vd., 2012).

6. MATERYAL ve METOT

6.1. Materyal

Atomik ve ağırlık yüzde oranları verilen NiMnGa alaşımı Sofisticated Alloys firması tarafından üretilmiştir.

Numunenin elektron konsantrasyonu

$$e/a = \frac{\%atNi \times 10 + \%atMn \times 7 + \%atGa \times 3}{100}$$

(6.1.)

denklemleri ile bulunmuştur.

Tablo 6.1. Ni-29,5Mn-21Ga Alaşımının atomikçe ve ağırlıkça element oranları

Ni		Mn		Ga		e/a
%at	%wt	%at	%wt	%at	%wt	
49,5	48,04	29,5	26,76	21	25,18	7,645

Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımların martensit yapısı, alaşımların termal prosedürüne bağlıdır. Bu nedenle ısıtma işlemi ve yaşlandırma şartlarını incelemek, alaşımın mikroyapısını, dönüşüm davranışını ve şekil hatırlama etkisini kontrol etmeyi sağlar. Bu çalışmada; Ni-Mn-Ga manyetik şekil hatırlamalı alaşım numunelerine 900 °C 2 saat ısıtma işlemi uygulandı. Isıtma işleminden sonra numuneler tuzlu buzlu suda ani soğutuldu. Isıtma işlemi uygulanmış numuneler 300 °C, 400 °C ve 500 °C 1 saat yaşlandırmaya maruz bırakıldı.

Yaşlandırma yapılmış ve yapılmamış numunelerin x ışınları analizleri Rigaku RadB-DMAX II bilgisayar kontrollü x ışını difraktometresi ile CuK_{α} ($\lambda=1,5405 \text{ \AA}$) radyasyonu kullanılarak alınmıştır. Ölçümler $2\theta=20-80^{\circ}$ arası $2^{\circ}/\text{dak}$ sabit tarama hızı kullanılmıştır.

Yaşlandırma yapılmış ve yapılmamış numunelerin manyetik ölçümleri PPMS (Physical Properties Measurement System) ile oda sıcaklığında, -3T ve 3T manyetik alan aralığında alınmıştır.

Masaüstü X-Işını mikrotomografi cihazı yüksek voltaj güç kaynaklı bir x-ışını hassas odaklanma tüpü, kesinlik manipülatörlü bir numune yatağı, çerçeve yakalayıcıya bağlı iki boyutlu bir x-ışını CCD kamera ve LCD monitörlü bir Dual Intel Xeon bilgisayar içeriğiyle görüntü alan bir cihazdır. Kullanılan cihazın çeşidi SkyScan 1172 Micro-CT' dir.

Bu çalışmada ısıtıl işlem yapılmış Ni-29,5Mn-21Ga alaşımından oluşan numunelere 300 °C, 400 °C ve 500 °C' de 1 saat yaşlandırma işlemi uygulandı. Bir gruba da herhangi bir yaşlandırma işlemi uygulanmadı. Daha sonra bütün grupların bilgisayarlı mikrotomografi cihazında görüntüleri alındı.

Dört numunenin çekim parametreleri şu şekildedir;

- ✓ Kaynak voltajı:100Kv
- ✓ Kaynak akımı:100 μ A
- ✓ Filtre:Al+Cu
- ✓ Görüntüyü döndürme açısı:0.4
- ✓ Döndürme derecesi:180
- ✓ Tarama süresi:1 saat

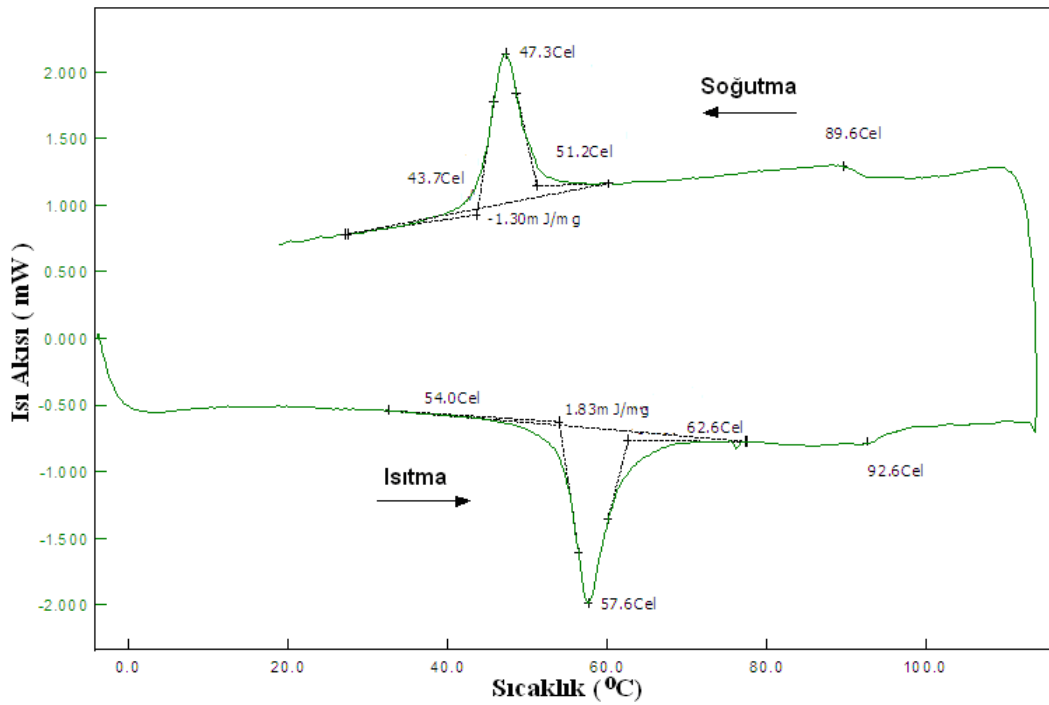
Görüntü alırken nesne yüksek kesinlikli numune yatağına yerleştirildi. Çekim tamamlandıktan sonra görüntüler rekonstrüksiyon (yeniden yapılandırma) programıyla üç boyutlu hale getirildi. Micro-CT analiz programıyla iç morfolojik parametrelere bakıldı.

7. BULGULAR

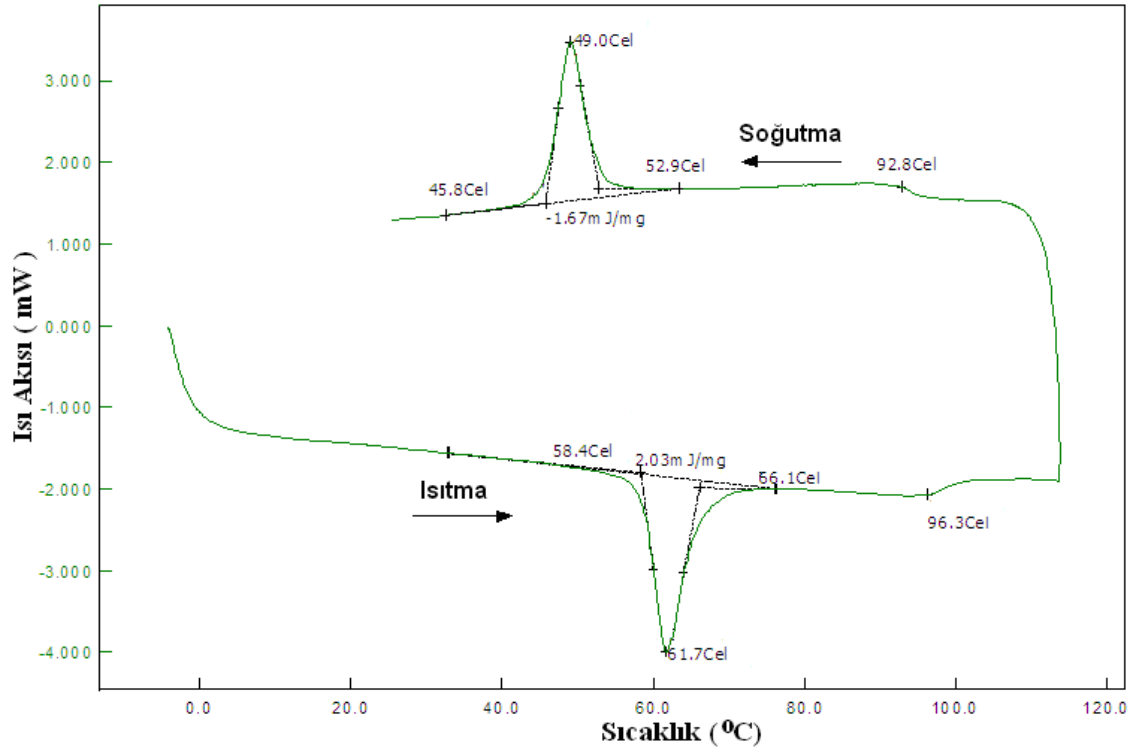
7.1. Martensit Dönüşüm Sıcaklıklarının DSC İle Belirlenmesi

Isıl işlemli ve 300 °C, 400 °C ve 500 °C’ de 1 saat yaşlandırmaya maruz bırakılmış Ni-29,5Mn-21Ga alaşımının martensit dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek için DSC (Perkin Elmer Sapphire) ölçümleri 10 °C/ dak. ısıtma/soğutma hızıyla azot gazı atmosferinde alındı. Bu şartlar altında alaşımın sıcaklığa karşı ısı akısı eğrisi Şekil 7.1-7.4 de verilmiştir. Bu eğrilere bakıldığı zaman, ısıtma soğutma esnasında austenit, martensit dönüşüm sıcaklığı ve bununla birlikte ferromanyetiklikten paramanyetikliğe geçişin işareti olan Curie sıcaklığı görülmektedir. Curie sıcaklığı, DSC eğrilerinde görülen küçük pikin maksimum değeridir.

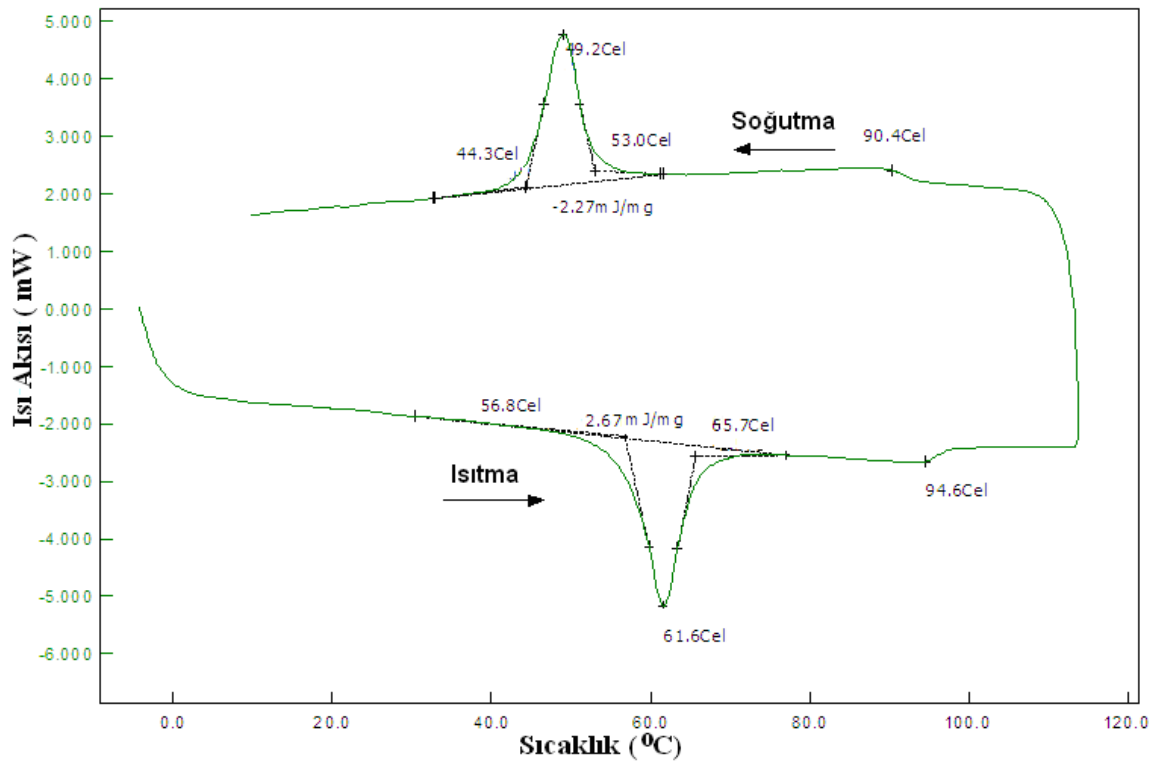
Alaşımın dönüşüm sıcaklıklarına bakıldığında, ısıl işlemli alaşımı ile 300 °C ve 400 °C de yaşlandırılmış alaşımlarda ısıtma esnasında tek ve keskin bir dönüşüm meydana gelirken, 500 °C de yaşlandırmaya maruz bırakılan alaşımda ısıtma esnasında ara fazın göstergesi olan ikinci dönüşümünü tamamlayamayan bir pik görülmüştür. Bu pik literatürde kompleks pik olarak ifade edilmektedir (Chen vd., 2006; Khovailo vd., 2004; Santamarta vd., 2010).



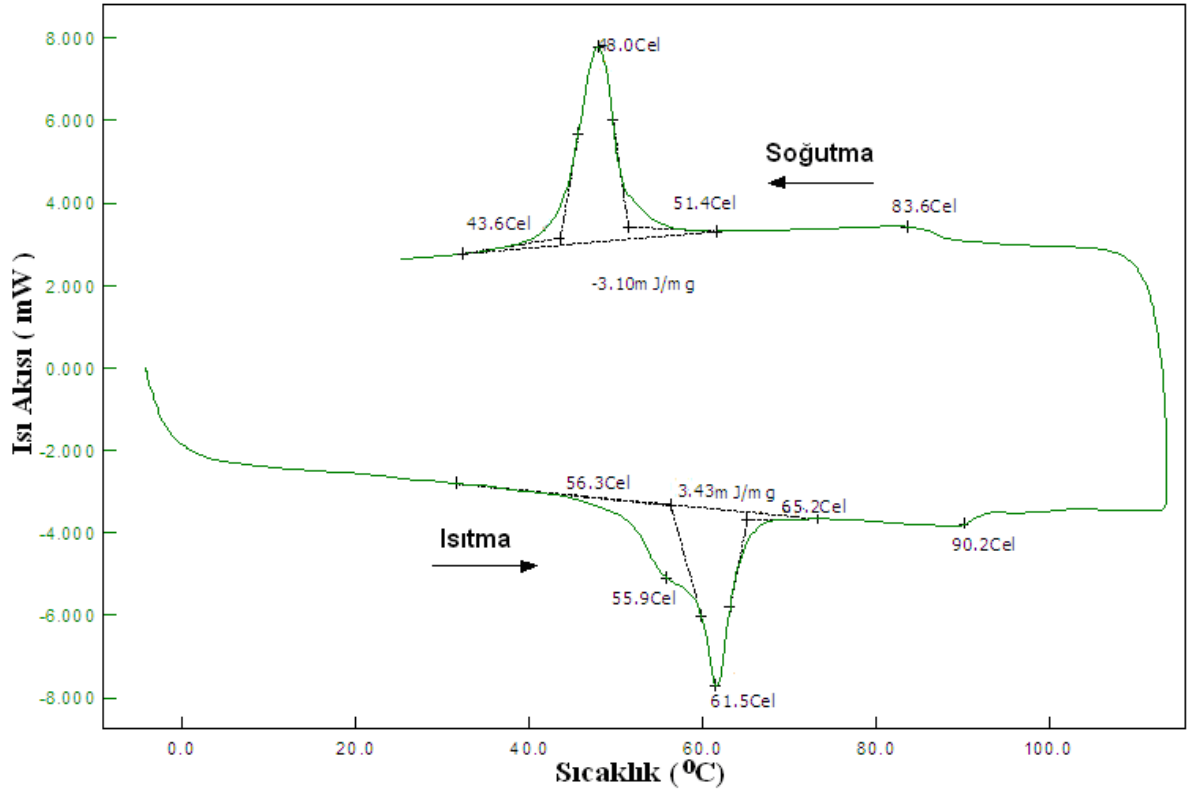
Şekil 7.1. Isıl işlemli Ni-29,5Mn-21Ga alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.2. 300 °C de 1 saat yaşlandırılmış alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.3. 400 °C de 1 saat yaşlandırılmış alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 7.4. 500 °C de 1 saat yaşlandırılmış alaşımların DSC eğrisi.

Tablo 7.1' e göre ısıtma işlemi alaşımla, yaşlandırılmış alaşımların dönüşüm sıcaklıkları kıyaslanırsa, yaşlandırma ile austenit ve martensit dönüşüm sıcaklığının arttığı görülmüştür. Yaşlandırılmış alaşımlar kendi aralarında incelendiğinde, yaşlandırma sıcaklığı artınca austenit dönüşüm sıcaklığının arttığı görüldü. En büyük dönüşüm sıcaklığı değeri 300 °C de yaşlandırılmış alaşımda görülürken, en küçük değeri 500 °C de yaşlandırılan alaşımda görülmüştür. Curie sıcaklığı değerlerine bakılırsa, yine en büyük değeri 300 °C de, en küçük değeri 500 °C yaşlandırılan alaşımda görülmüştür.

Tablo 7.1. Ni-Mn-Ga alaşımlarının yaşlandırmadan önce ve sonraki dönüşüm sıcaklıkları.

	A_s (°C)	A_p (°C)	A_f (°C)	M_s (°C)	M_p (°C)	M_f (°C)	T_c (°C)
Isıl İşlemli	54,0	57,6	62,6	51,2	47,3	43,7	92,6
300 °C	58,4	61,7	66,1	52,9	49,0	45,8	96,3
400 °C	56,8	61,6	65,7	53,0	49,2	44,3	94,6
500 °C	56,3	61,5	65,2	51,4	48,0	44,3	90,2

7.1.1. Termodinamik Parametrelere Yaşlandırmanın Etkisi

900 °C de 2 saat ısıtıl işlem yapılan ve ani soğutma uygulanan ısıtıl işlemde sonra oda sıcaklığında bekletildi ve 300 °C, 400 °C ve 500 °C de 1 saat yaşlandırmaya bırakılan Ni-29,5Mn-21Ga alaşımının 10 °C/dak. ısıtma hızıyla alınan DSC ölçümlerinden faydalanılmaktadır.

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

$$\Delta G_v = \Delta H - T_0 \Delta S = 0 \quad (7.1)$$

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

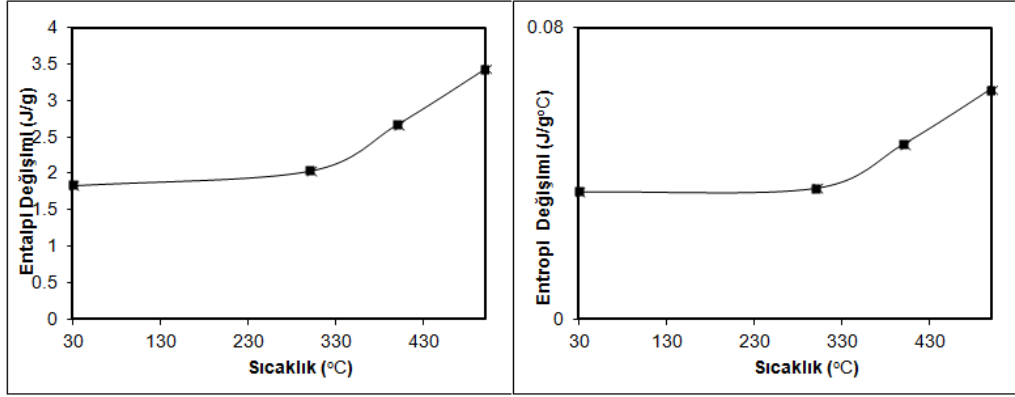
$$\Delta S = \frac{\Delta H}{T_0} \quad (7.2)$$

Burada $T_0 = \frac{1}{2} (A_s + M_s)$ ye eşittir (Sofronie vd., 2010). Isıtma ve soğutma anında elde edilen entalpi değişimi ve martensit dönüşüm sıcaklıklarından faydalanarak denklem 7.2 'ye göre hesaplanan entropi değişimi değerleri Tablo 7.2 de verilmiştir.

Tablo 7.2.'ye göre; entalpi ve entropi değişimi ısıtıl işlemli hale göre yaşlandırma sıcaklığının artmasıyla artmıştır.

Tablo 7.2. Yaşlandırmadan önce ve sonra Ni-29,5Mn-21Ga alaşımının termodinamik parametreleri.

	$\Delta H_{\text{ısıtma}}$ (J/g)	$\Delta H_{\text{soğutma}}$ (J/g)	T_0 (°C) ()	$\Delta S_{\text{ısıtma}}$ (J/g°C)	$\Delta S_{\text{soğutma}}$ (J/g°C)
Sadece ısıtıl işlemli	1,83	-1,30	52,6	0,035	-0,024
Isıtıl işlemli ve 300 °C'de yaşlandırılmış	2,03	-1,67	55,6	0,036	-0,030
Isıtıl işlemli ve 400 °C'de yaşlandırılmış	2,67	-2,27	54,9	0,048	-0,041
Isıtıl işlemli ve 500 °C'de yaşlandırılmış	3,43	-3,10	53,8	0,063	-0,057



Şekil 7.5. Yaşlandırma sıcaklığı ile, entalpi ve entropinin değişimi

Şekil 7.5'e göre, yaşlandırma sıcaklığının artmasıyla, entalpi ve entropi değişimi, başlangıç yaşlandırma sıcaklığı olan 300 °C den sonra lineer bir şekilde değişmiştir.

Aktivasyon Enerjisinin Hesaplanması

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

$$\frac{d(\ln(\alpha/T_p^2))}{d(\ln 1/T_p)} = -\frac{E}{R} \quad (7.3)$$

Ozawa yöntemine göre ise

$$\Delta E \cong -2.19R \frac{d \lg \alpha}{d(1/T_p)} \quad (7.4)$$

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., 2008).

Isıl işlemli ve yaşlandırmaya maruz bırakılan (300, 400 ve 500 °C) alaşımın aktivasyon enerjilerinin hesaplanması için 10,15,20 ve 25 °C/dak ısıtma hızlarıyla DSC ölçümleri alındı. Isıtma anında, alınan DSC ölçümleride T_p değerleri bulunarak, Kissinger

yöntemine göre $\ln\alpha/T_p^2$ 'nin $1/T_p$ ye ve Ozawa yöntemine göre $\text{Log}\alpha$ 'nın $1/T_p$ ye karşı grafiklerinin eğiminden denklem 7.3-7.4 kullanılarak Isıl işlemlili ve yaşlandırmaya maruz bırakılan Ni-29,5Mn-21Ga alaşımların aktivasyon enerjisi hesaplandı ve bulunan değerler Tablo 7.3 de verildi.

Tablo 7.3. Ni-29,5Mn-21Ga alaşımının ısı işlemlili ve yaşlandırılmış durumda Kissinger ve Ozawa metotlarına göre hesaplanan aktivasyon enerjisi değerleri.

	E_a	E_a
	<u>Kissinger Metodu</u>	<u>Ozawa Metodu</u>
	(kJ/mol)	(kJ/mol)
Sadece ısı işlemlili	257,40	249,95
Isıl işlemlili ve 300 °C'de yaşlandırılmış	236,65	230,30
Isıl işlemlili ve 400 °C'de yaşlandırılmış	221,14	215,67
Isıl işlemlili ve 500 °C'de yaşlandırılmış	244,53	237,80

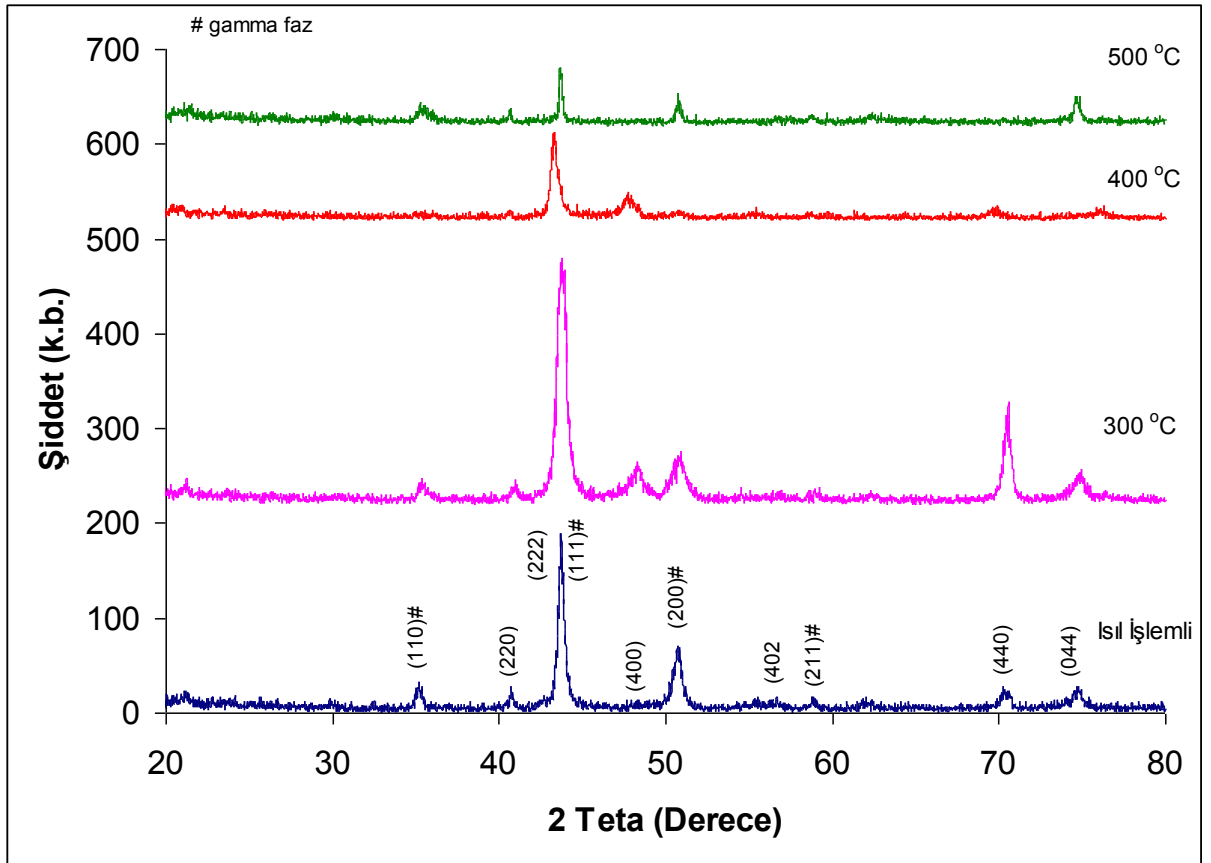
Aktivasyon enerjisi, şekil hatırlamalı alaşımların martensit dönüşüm meydana getirebilmesi için gerekli olan minimum enerji seviyesidir. Aktivasyon enerjisi değerleri kıyaslanırsa, 900 °C ısı işlem şartı, Ni-29,5Mn-21Ga alaşımı için martensit dönüşümün en zor meydana geldiği durum, en kolay gerçekleştiği durum ise 400 °C de yaşlandırmadır.

7.2. X-Işını Analizleri

Isıl işlemlili ve 300 °C, 400 °C ve 500 °C de 1 saat yaşlandırılmış Ni-29,5Mn-21Ga alaşımının x-ışınları ölçümü 2°/dak. tarama hızı ile 0-80° aralığında alındı. Alaşımın dört farklı durum için x ışınlari difraktogramının üstüste binmiş hali Şekil 7.6 da görülmektedir.

Isıl işlem yapılmış Ni-29,5Mn-21Ga alaşımına yaşlandırma yapılmasıyla kristal yapısındaki değişim Şekil 7.6.'da açıkça görülmektedir. 900 °C de 2 saat ısı işlem uygulanmış alaşımında tetragonal yapıya uygun martensit faza (nonmodulated martensit-NM) ve ara faz olan gamma faza ait piklere rastlanmıştır. Başlangıç yaşlandırma sıcaklığı

olan 300 °C de, piklerin şiddetinin arttığı ve belirginleştiği görülmüştür. Buradan alaşıma 300 °C yaşlandırma uygulamanın kristal yapıyı düzenli hale getirdiğini söyleyebiliriz. 400 °C de yaşlandırılan alaşımda, 300 °C' ye göre pik şiddeti düşmüş ve ara piklerin bazıları görünemez hale gelmiştir. Bu bize ısıtma işlemi yapılmış Ni-29,5Mn-21Ga alaşımının, 400 °C yaşlandırma sıcaklığının, kristal yapının düzensizliğinin arttığını gösterebilir. 500 °C de de x-ışının şiddetinin düştüğü, (400), (440) gibi ana martensit faza ait piklerin yok olduğu görülmüştür. Yani kristal yapı düzensizleşmiştir.



Şekil 7.6. Isıl işlem ve yaşlandırma yapılmış Ni-Mn-Ga alaşımının x-ışınları difraktogramı.

Gamma faz bir çeşit çökelti fazıdır ve genelde uygulanan ısıtma işlemiyle ortaya çıkmaktadır. Bu faz, alaşımın sünekliğini arttırmaktadır.

Tablo 7.4’ de, tetragonal simetriye göre, örgü parametreleri,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (7.5)$$

denkleminde ve birim hücre hacmi

$$V = a^2c \quad (7.6)$$

denkleminde hesaplandı.

c/a oranına bakıp alaşımların martensit yapısı hakkında bilgi sahibi olunabilir. Meydana gelen martensit dönüşüm 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. Tablo 7.4. göre, 4 farklı şartta da alaşım cisim merkezli tetragonal (bct) yapı sergiler.

Tablo 7.4. Ni-29,5Mn-21Ga alaşımının yaşlandırılmadan önce ve sonraki örgü parametreleri.

	Kristal yapı	a=b (nm)	c (nm)	c/a	Birim hücre hacmi (nm ³)
Sadece ısıtma işlemi	Tetragonal	0,626	1,170	1,86	0,456
Isıtma işlemi ve 300 °C’de yaşlandırılmış	Tetragonal	0,620	1,190	1,91	0,457
Isıtma işlemi ve 400 °C’de yaşlandırılmış	Tetragonal	0,540	0,920	1,70	0,268
Isıtma işlemi ve 500 °C’de yaşlandırılmış	Tetragonal	0,626	1,154	1,84	0,452

X-ışınları ölçümlerinden alaşımın kristal boyutu,

$$D = \frac{0,9\lambda}{b \cos \theta} \quad (7.7)$$

İle verilen Debye Scherrer f r m l nden faydalanarak hesaplanmıřtır. Burada D kristal boyutu, kullanılan x ışınının dalgaboyu (0,154  ), b maksimum pik yarıgeniřliđi, θ ise açıdır. Hesaplanan kristal boyutu Tablo 7.5. de verilmiřtir.

Tablo 7.5. Ni-29,5Mn-21Ga alařımının yařlandırmaadan  nce ve sonraki kristal boyutları

	Kristal boyutu (�)
Sadece ısı ıřlemli	222
Isıl ıřlemli ve 300 �C’de yařlandırılmıř	142
Isıl ıřlemli ve 400 �C’de yařlandırılmıř	201
Isıl ıřlemli ve 500 �C’de yařlandırılmıř	327

Tablo 7.5.’ e g re, yařlandırılmıř alařımlar kendi arasında kıyaslanırsa, kristal boyutunun yařlandırma sıcaklıđı arttıka, arttıđı g r ld .

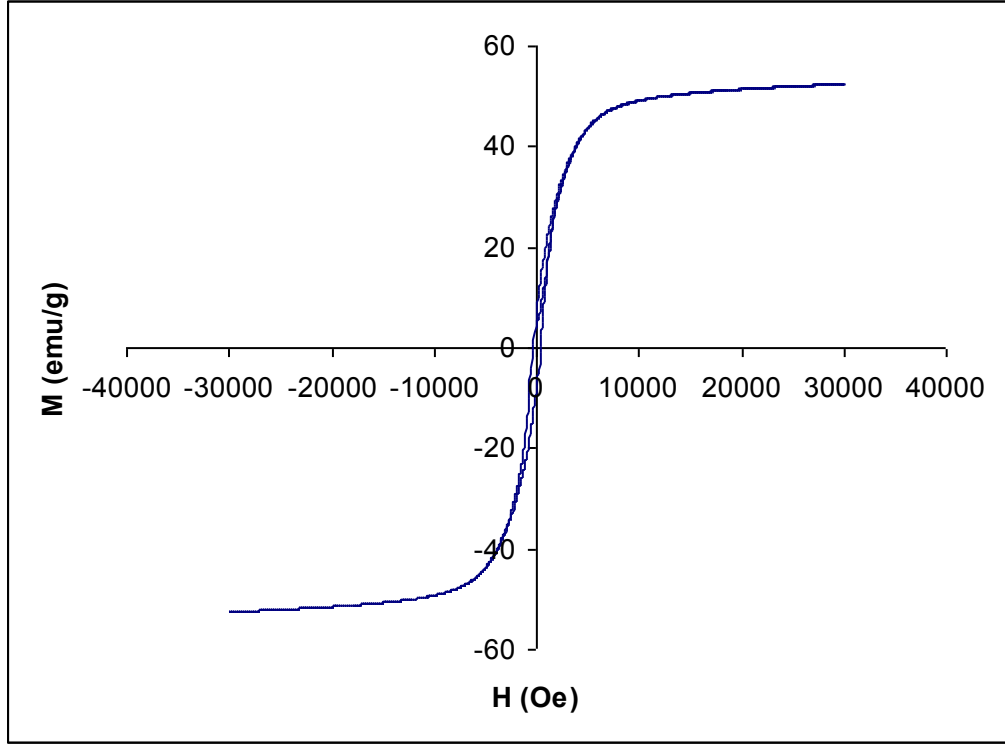
7.3. Manyetik  l  mler

Isıl ıřlemli ve yařlandırılmıř Ni-29,5Mn-21Ga alařımının -3 Tesla (-30000 Oe) ve +3 (30000 Oe) Tesla dıř manyetik alana karřılık mıknatıslanma (M-H) histerisizi elde edildi (řekil 7.7-7.10).

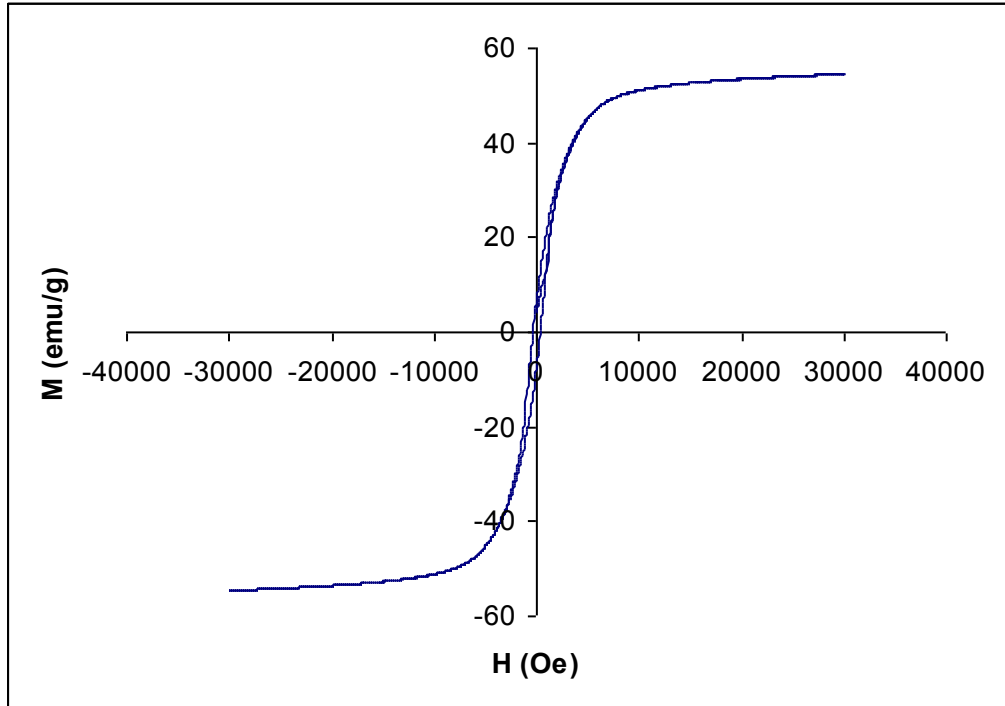
Alařımlara uygulanan dıř manyetik alan ile alařımların saturasyona (doyuma) ulařtıđı g r ld . Bu doyum deđerleri Tablo 7.6. de verildi. Tabloya g re en y ksek doyum deđer 54,58 emu/g ile 300  C de yařlandırmaya maruz bırakılan Ni-29,5Mn-21Ga alařımında g r lm řt r. Bunun sebebi, bu yařlandırma sıcaklıđında tane sınırlarının artması ve bundan dolayı domen duvarlarının ve spin rotasyonunun kolayca hareket etmesi olabilir (Peruman vd., 2010). 400  C ve 500  C de yařlandırılan alařımlarda doyum deđer  hemen hemen aynıdır (Yaklařık 51 emu/g).

Tablo 7.6. Isıl ıřlemli ve yařlandırılmıř alařımın doyum ve koerzivite deđerleri.

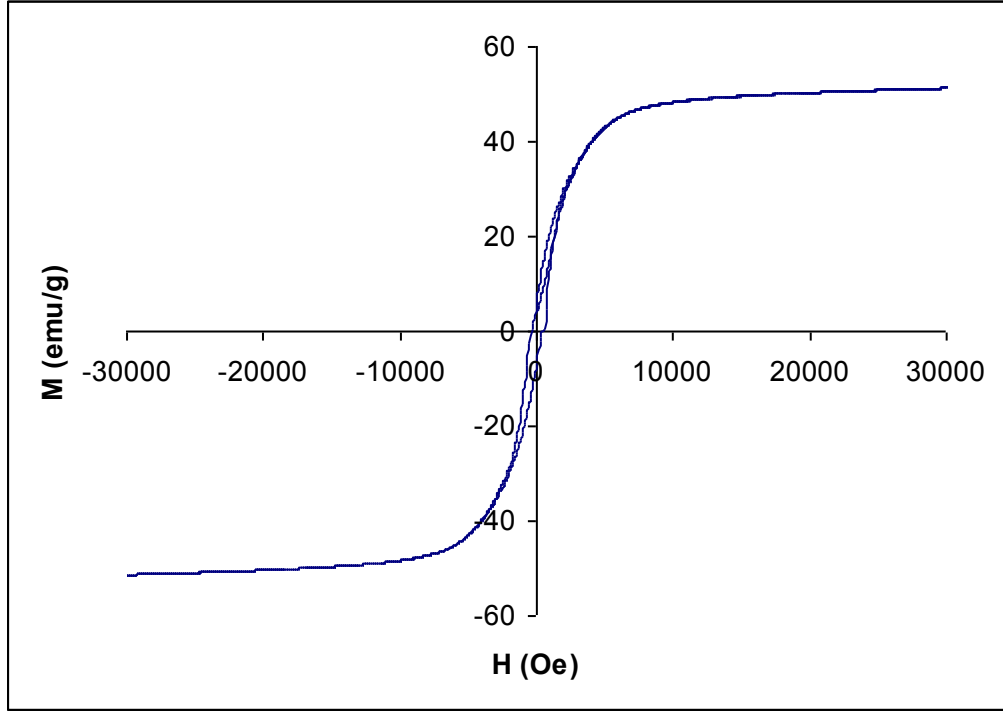
	Isıl ıřlemli	300 �C	400 �C	500 �C
Saturasyon(doyum) (emu/g)	52,46	54,58	51,28	51,95
Koerzivite (Oe)	382	387	341	357



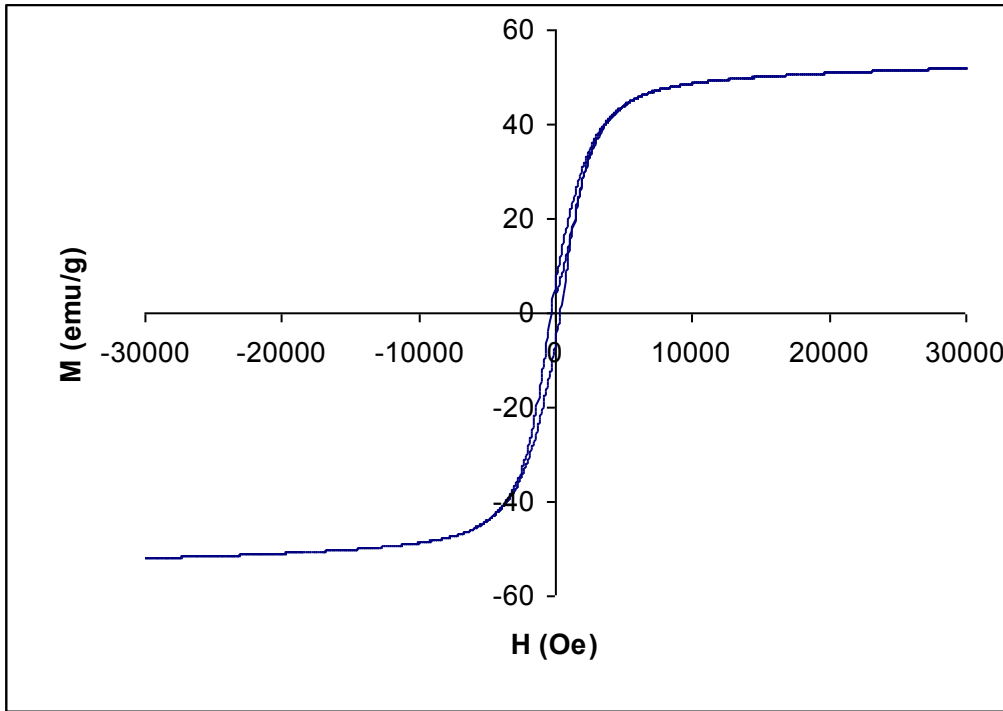
Şekil 7.7. Isıl işlemlı Ni-29,5Mn-21Ga alaşımlının oda sıcaklıđındaki M-H eğrisi



Şekil 7.8. 300 °C de 1 saat yaşlandırılmış alaşımlının oda sıcaklıđındaki M-H eğrisi



Şekil 7.9. 400 °C de 1 saat yaşılandırılmış alaşımın oda sıcaklığındaki M-H eğrisi

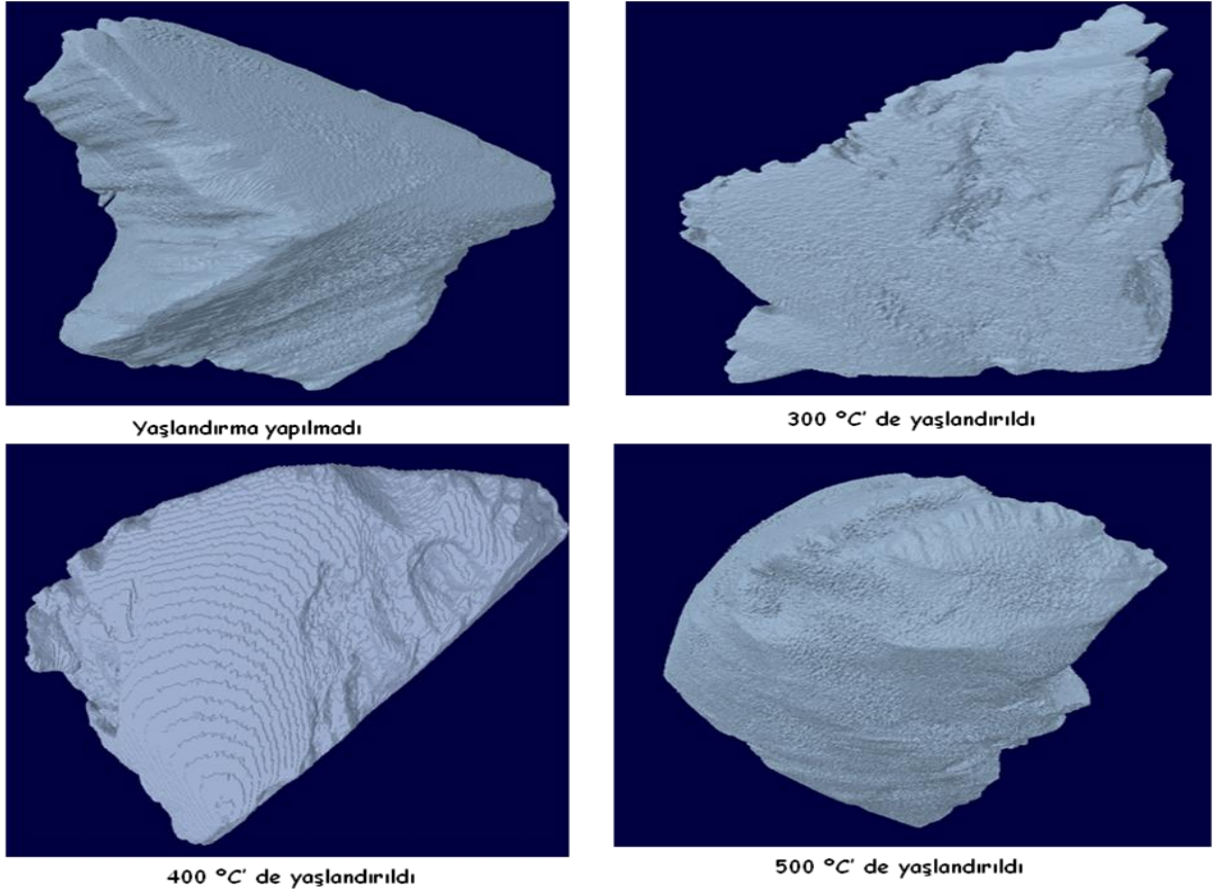


Şekil 7.10. 500 °C de 1 saat yaşılandırılmış alaşımın oda sıcaklığındaki M-H eğrisi

Manyetik malzemeler koerzivite değerlerine ve doyum alanına göre 2 tip özellik gösterir. Birincisi yumuşak manyetik malzemeler, ikincisi sert manyetik malzemelerdir. Yumuşak manyetik malzemelerde, koerzivite değeri 125 Oe 'den küçük ve doyum alanı dardır. Sert manyetik malzemelerde ise, doyum değeri 125 Oe 'den büyük ve geniş bir doyum alanı vardır (Jiles, 2003). Elde edilen sonuçlara göre, ısıtılmalı ve yaşlandırılmış Ni-29,5Mn-21Ga alaşımı koerzivite değeri ve doyum alanı değeri yüksek olduğu için sert manyetik malzeme olarak adlandırılabilir.

7.4. X-Işını Mikrotomografi Analizi

Yapılan analiz sonucunda herhangi bir yaşlandırma işlemi uygulanmamış ve 300 °C, 400 °C, 500 °C' de 1 saat yaşlandırma işlemi uygulanmış numuneler karşılaştırıldığında numunelerin iç yapısında herhangi boşluk yada çatlak gözlenmedi (Şekil 7.11).



Şekil 7.11. Ni-29,5Mn-21Ga alaşımından oluşan numunelerin Micro-CT görüntüleri

8. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, Ni-29,5Mn-21Ga ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşıma, 900 °C’ de 2 saat ısıtıl işlem uygulandı. Isıtıl işlem uygulanan bu alaşımlar tuzlu buzlu suda ani soğutuldu. Bu şekilde hazırlanan ısıtıl işlemli alaşımların bir kısmına 300 °C, 400 °C ve 500 °C de 1 saat yaşlandırma yapıldı ve alaşımlara Bölüm 6’ da belirtilen deneysel yöntemler uygulandı. Elde edilen sonuçlar, Bölüm 7’ deki bulgular tartışıldı. Bu deneysel çalışmalar, diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ölçümleri, x-ışını difraksiyonu incelemesi, manyetik ölçümler ve mikro- tomografi olmak üzere farklı deney grupları halinde yapıldı. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki şekilde özetlendi.

- DSC ölçümleri iki aşamada gerçekleşti. Birinci aşamada ısıtıl işlem uygulanan ve yaşlandırılan alaşımların dönüşüm sıcaklıkları ve Curie sıcaklığı belirlendi. Bu sonuçlara göre yaşlandırılan alaşımların hepsinde austenit dönüşüm sıcaklığında artış meydana geldi. Curie sıcaklığı da ilk duruma göre artış gösterdi. İkinci aşamada entalpi, entropi değişimi ve aktivasyon enerjisi incelendi. Entalpi ve entropi değişimlerinin yaşlandırma sıcaklığı ile arttığı gözlemlendi. Aktivasyon enerjisi değerlerinde ise azalma meydana geldi.
- X ışınları ölçüm sonuçlarına göre, alaşımda oda sıcaklığında iki faz görüldü. Bu fazların birinin yüzey merkezli tetragonal martensit faz, diğerinin ise alaşımda dayanıklılığı arttıran gamma faz olduğu tespit edildi. 300 °C de yaşlandırma yapılan alaşımda (222) indisli maksimum pikin şiddetinin diğer alaşımlara göre şiddetinin yüksek olduğu görüldü.
- Ni-29,5Mn-21Ga alaşımları manyetik alaşımlar olduğu için manyetik özelliklerinin incelenmesi oldukça önemlidir. Isıtıl işlemli ve yaşlandırılmış alaşımların hepsinde koerzivit değeri 125 Oe den fazla olduğu görüldü. Bu sonuca göre alaşım sert manyetik özellik gösterir. Ayrıca bütün alaşımların doyum değerinin 50 emu/g üzerinde olduğu tespit edildi. En yüksek doyum değeri 300 °C de yaşlandırılan alaşımda olduğu tespit edildi.
- Yapılan Mikro-CT sonucunda herhangi bir yaşlandırma işlemi uygulanmamış ve 300 °C, 400 °C, 500 °C’ de 1 saat yaşlandırma işlemi uygulanmış numuneler karşılaştırıldığında numunelerin iç yapısında herhangi boşluk ya da çatlak gözlenmedi.

ÖNERİLER

Bu tez çalışmasının konusunu teşkil eden Ni-29,5Mn-21Ga alaşımı üzerinde yapılan deneyler ve elde edilen sonuçlar ışığında aşağıda önerilen çalışmaların da yapılabileceği sonucuna varılmıştır:

- 1) Uygulanan yaşlandırma sıcaklıkları sabit tutulup, yaşlandırma zamanı değiştirilerek alaşımın fiziksel özelliklerindeki zamanla değişim incelenebilir.
- 2) Yaşlandırma sıcaklıkları değiştirilebilir.
- 3) Alaşım üzerine zor uygulayarak, dönüşüme etkisi incelenebilir.
- 4) Alaşım üzerine termal çevrim uygulanabilir ve etkisi incelenebilir.
- 5) Alaşımın yaşlandırma ile elektriksel özelliklerinin değişimi ve dönüşüm sıcaklığı ile elektriksel özellikleri arasındaki ilişki incelenebilir.

KAYNAKLAR

- Aygahoğlu A. ve Gürler R.**, 2009, Şekil Bellekli Alaşımların Karakterizasyonu. Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 20, 63-68.
- Akdoğan A. ve Nurveren K.**, 2002, Akıllı Malzemeler ve Uygulamaları. Makina Tek. 57, 34-39.
- Akdoğan A. ve Nurveren K.**, 2003, Şekil Hafızalı Alaşımlar. Mühendis ve Makina, 521, 35-45.
- Annadurai A., Nandakumar AK., Jayakumar S., Kannan MD., Raja MM., Bysak S., Gopalan R., Chandrasekaran V.**, 2009, Composition, structure and magnetic properties of sputter deposited Ni-Mn-Ga ferromagnetic shape memory thin films. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 321, 630-634.
- Aydoğdu A.**, 1995, Şekil hatırlamalı CuAlNi alaşımlarındaki Martensitik Dönüşümler Üzerinde Termal Yaşlandırma Etkileri, Fırat Üniversitesi, Elazığ.
- Berg KCd. ve Chapman KJ.**, 2001, J. Chem. Ed., 78, 670.
- Chantrell R. ve Freeman AJ**, 1991, Journal of Magnetism and Magnetic-Materials. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 95, U249-U249.
- Chen F., Wang HB., Meng XL., Gao ZY., Cai W., Zhao LC**, 2006, Effect of aging on transformation temperatures and microstructure of an Fe-doped Ni-Mn-Ga ferromagnetic shape memory alloy. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 438, 982-985.
- Chikazumi S., Taketomi S., Ukita M., Mizukami M., Miyajima H., Setogawa M., Kurihara Y.**, 1987, Physics of Magnetic Fluids. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 65, 245-251.
- Choon TW., Salleh AS., Jamian S., Ghazali MI.**, 2007, Phase Transformation Temperatures for Shape Memory Alloy Wire. Proceedings of World Academy of Science, Engineering and Technology, Vol 19, 19, 304-307.
- Chung CY., Chernenko VA., Khovailo VV., Pons J, Cesari E., Takagi T.**, 2004, Thin films of ferromagnetic shape memory alloys processed by laser beam ablation. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 378, 443-447.
- Dubenko I., Khan M., Pathak AK., Gautam BR., Stadler S., Ali N.**, 2009, Magnetocaloric effects in Ni-Mn-X based Heusler alloys with X = Ga, Sb, In. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 321, 754-757.
- Emen F.**, 2005, +3 Değerli Demir ve Nikel İyonları İçeren LiFe1 XNi_xO₂ Bileşiklerinin Manyetik Özellikleri, Çukurova Üniversitesi, Adana.
- Groenbaek J. ve Nielsen EB.**, 1994, New Developments in the Design of High-Performance, Stripwound Cold-Forging Tools. Journal of Materials Processing Technology, 46, 87-97.
- Hook JR. ve Hall HE.**, 1999, Katıhal Fiziği, Literatür Yayıncılık.

- Ihálcz IM.**, 2001, Fundamental characteristics and design method for nickel-titanium shape memory alloy, In, Periodica Polytechnica Mechanical Engineering The Technical University of Budapest, 75-86.
- Jiles DC.**, 2003, Recent advances and future directions in magnetic materials. Acta Materialia, 51, 5907-5939.
- Karaca HE., Karaman I., Basaran B., Lagoudas DC., Chumlyakov YI, Maier HJ.**, 2007, On the stress-assisted magnetic-field-induced phase transformation in Ni₂MnGa ferromagnetic shape memory alloys. Acta Materialia, 55, 4253-4269.
- Kastner J., Harrer B., Degischer HP.**, 2011, High resolution cone beam X-ray computed tomography of 3D-microstructures of cast Al-alloys. Materials Characterization, 62, 99-107.
- Khovailo VV., Kainuma R., Abe T., Oikawa K., Takagi T.**, 2004, Aging-induced complex transformation behavior of martensite in Ni_{57.5}Mn_{17.5}Ga₂₅ shape memory alloy. Scripta Materialia, 51, 13-17.
- Koeda N., Sutou Y., Omori T., Oikawa K., Kainuma R., Ishida K.**, 2005, Martensitic transformation of Cu-10at.%Al-9at.%Ga-11at.%Mn ferromagnetic beta alloy. Scripta Materialia, 52, 1153-1156.
- Koike K., Ohtsuka M., Honda Y., Katsuyama H., Matsumoto M., Itagaki K., Adachi Y., Morita H.**, 2007, Magnetoresistance of Ni-Mn-Ga-Fe ferromagnetic shape memory. Jms. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 310, E996-E998.
- Kök M.**, 2011, Ni-MN-GA Ferromanyetik Şekil Hatırlamalı Alaşımının Fiziksel Özellikleri Üzerine Alaşım Oranı ve Isıl İşlem Etkisinin İncelenmesi, Fırat Üniversitesi, Elazığ
- Liu C., Gao ZY., An X., Saunders M., Yang H., Wang HB., Gao LX., Cai W.**, 2008, Microstructure and magnetic properties of Ni-rich Ni₅₄Mn_{25.7}Ga_{20.3} ferromagnetic shape memory alloy thin film. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 320, 1078-1082.
- 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.
- Monroe JA., Cruz-Perez J., Yegin C., Karaman I., Geltmacher AB., Everett RK., Kainuma R.**, 2012, Magnetic response of porous NiCoMnSn metamagnetic shape memory alloys fabricated using solid-state replication. Scripta Materialia, 67, 116-119.
- Nicoletto G., Konecna R., Fintova S.**, 2012, Characterization of microshrinkage casting defects of Al-Si alloys by X-ray computed tomography and metallography. International Journal of Fatigue, 41, 39-46.
- Otsuka K. ve Ren XB.**, 1999, Recent developments in the research of shape memory alloys. Intermetallics, 7, 511-528.
- Otsuka K. ve Kakeshita T.**, 2002, Science and technology of shape-memory alloys. New developments. Mrs Bulletin, 27, 91-100.

- Özcömert M.**, 2005: İleri Malzeme Teknolojileri Sektör Raporu.
- Peruman KV., Chokkalingam R., Mahendran M.**, 2010, Annealing effect on phase transformation in nano structured Ni-Mn-Ga ferromagnetic shape memory alloy. Phase Transitions, 83, 509-517.
- Pollack GL. ve Stump DR.**, 2004, Electromagnetism, Addison-Wesley .
- Santamarta R., Cesari E., Muntasell J., Font J., Pons J., Ochin P.**, 2010, Thermal and microstructural evolution under ageing of several high-temperature Ni-Mn-Ga alloys. Intermetallics, 18, 977-983.
- SkyScan 1172.**, 2005, Desktop X-ray microtomograph Instruction Manual, Publisher.
- Smith W. ve Hashemi J.**, 2006, Foundations of Materials Science and Engineering Foundations of Materials Science and Engineering, Texas Tech University.
- Sofronie M., Tolea F., Kuncser V., Valeanu M.**, 2010, Martensitic transformation and accompanying magnetic changes in Ni-Fe-Ga-Co alloys. Journal of Applied Physics, 107.
- Stoeckel D.**, 2001, New Developments in Forging Technology, In: Siegert K (Hrsg.), Forming Nitinol - A Challenge, USA, 119-134.
- Stoeckel D., Pelton A., Duerig T.**, 2004, Self-expanding nitinol stents: material and design considerations. European Radiology, 14, 292-301.
- Straka L., Heczko O., Lanska N.**, 2002, Magnetic properties of various martensitic phases in Ni-Mn-Ga alloy. Ieee Transactions on Magnetics, 38, 2835-2837.
- Tan H. ve Elahinia MH.**, 2008, A nonlinear model for ferromagnetic shape memory alloy actuators. Communications in Nonlinear Science and Numerical Simulation, 13, 1917-1928.
- Tekerek AŞ.**, 2007, LaMn₂Si₂ Alaşımının Nanoparçacıklarının Manyetik ve Yapısal Özellikleri, Ankara Üniversitesi, Ankara.
- Tong YX., Liu Y., Miao JM.**, 2008, Phase transformation in NiTiHf shape memory alloy thin films. Thin Solid Films, 516, 5393-5396.
- Ullakko K., Huang JK., Kokorin VV., OHandley RC.**, 1997, Magnetically controlled shape memory effect in Ni₂MnGa intermetallics. Scripta Materialia, 36, 1133-1138
- URL-1**, <http://www.nickel-titanium.com/puplications.asp>.
- URL-2**, http://www.tmmndt.com/download/MPI_demagnetizasyon.pdf.
- URL-3**, [hTtp://www.sciort.karaelmas.edu.tr/bölümler/fizik/fizik-bölümü.html](http://www.sciort.karaelmas.edu.tr/bölümler/fizik/fizik-bölümü.html).
- URL-4**, <http://www.galvoteknik.org>.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler:

Doğum Tarihi : 1980

Doğum Yeri : KOCAELİ

Uyruğu : T.C.

Medeni Hali : Evli

Eğitim:

İlköğretim: (1991)

İzmit Türk Pirelli İlkokulu

Ortaöğretim: (1994)

Trabzon Kanuni Orta Okulu

Lise: (1997)

İzmit Gazi Lisesi

Lisans: (2001)

Selçuk Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, Fizik Öğretmenliği Bölümü(Konya)