

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**FeMnSi ALAŞIMLARININ MEKANİK VE TERMAL ETKİLER
ALTINDA ŞEKİL HATIRLAMA ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

Murat ESKİL

Tez Yöneticisi

Prof. Dr. Mehmet CEYLAN

DOKTORA TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

ELAZIĞ
Ocak, 2006

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**FeMnSi ALAŞIMLARININ MEKANİK VE TERMAL ETKİLER
ALTINDA ŞEKİL HATIRLAMA ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

Murat ESKİL

Bu çalışma, Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi (FÜBAP)
tarafından desteklenmiştir.
(FÜBAP-Proje No: 775)

DOKTORA TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**FeMnSi ALAŞIMLARININ MEKANİK VE TERMAL ETKİLER
ALTINDA ŞEKİL HATIRLAMA ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

Murat ESKİL

DOKTORA TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

Bu tez,.....tarihinde aşağıda belirtilen jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile başarılı / başarısız olarak değerlendirilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Mehmet CEYLAN

Üye: Prof. Dr. Osman ADIGÜZEL

Üye: Prof. Dr. Tahsin KILIÇOĞLU

Üye: Doç. Dr. Ayşe AYDOĞDU

Üye: Yrd. Doç. Dr. Halidun KELEŞTEMUR

Bu tezin kabulü, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunun/...../..... tarih ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

ÖZET
Doktora Tezi

**FeMnSi ALAŞIMLARININ MEKANİK VE TERMAL ETKİLER ALTINDA ŞEKİL
HATIRLAMA ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Murat ESKİL

Fırat Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı
2006, Sayfa: XX+175

Demir bazlı bazı alaşımlar, dönüşüm öncesi ve sonrası uygulanan termal ve mekanik işlemlere çok duyarlıdır. Bu tür etkiler alaşımların kristaloğrafik, morfolojik ve mekanik özelliklerinde veya diğer dönüşüm parametrelerinde önemli değişimlere sebep olabilir. Bu çalışmada, uygulanan farklı termal ve mekaniksel işlemler etkisiyle dört farklı kompozisyona sahip FeMnSi alaşımının bazı dönüşüm parametrelerinde ortaya çıkan değişimler X-ışını difraksiyonu, diferansiyel tarama kalorimetresi, mössbauer spektroskopisi, geçirmeli elektron mikroskobu (TEM), taramalı elektron mikroskobu (SEM), EDAX analizleri, optik metalografi, çekme deneyleri, sertlik ölçümü ve bükme deneyleri aracılığı ile incelendi. Yüksek sıcaklık γ faz bölgesinden farklı ortamlarda soğutulan alaşım numunelerinde $\gamma \rightarrow \epsilon$, $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$, $\gamma \rightarrow 18R$ martensitik dönüşümünün gerçekleştiği tespit edildi. Fcc γ ve hcp ϵ yapılarının örgü parametreleri ve bunların soğutma hızıyla değişimleri belirlendi. Diferansiyel tarama kalorimetresi ölçümlerinden termal çevrimler sonucu austenitik ve martensitik dönüşüm sıcaklıklarında meydana gelen değişimler incelendi. Mössbauer spektrometresi yardımıyla malzeme içerisinde gerçekleşen faz dönüşümleri ve malzemenin manyetik özellikleri incelendi. Geçirmeli elektron mikroskobu yardımıyla malzeme içerisindeki fazlar tayin edildi ve difraksiyon desenleri yardımıyla bu fazların örgü parametrelerinin X-ışınlarından bulunan değerlerle uyumlu olduğu görüldü. Taramalı elektron mikroskobu ve optik mikroskop olmak üzere iki farklı teknikle gerçekleştirilen morfolojik gözlemlerde tane yapıları incelendi. Numunelerde farklı morfolojide martensitler, çökelti fazları ve mikroçatlaklar tespit edildi. EDAX analizi yardımıyla tespit edilen bu fazların bazılarının kompozisyonları incelendi. Çekme ve bükme deneyleri yardımıyla numunelerin şekil hatırlama özellikleri incelendi. Bazı termal ve mekaniksel işlemlerin etkisiyle numunelerin sertliklerinde ortaya çıkan değişimler gözlemlendi. Bu değişimlerle şekil hatırlama davranışlarının arasında bağlantı olduğu belirlendi.

Anahtar Kelimeler: FeMnSi alaşımları, şekil hatırlama olayı, ϵ , α' ve 18R martensitler, soğutma hızı etkileri, dönüşüm sıcaklıkları, manyetik özellikler, martensit morfolojisi, çökelti kinetikleri, zorlanma, Vickers mikro sertliği.

SUMMARY

Ph.D Thesis

INVESTIGATION OF SHAPE MEMORY PROPERTIES OF FeMnSi ALLOYS UNDER MECHANICAL AND THERMAL EFFECTS

Murat ESKİL

Fırat University
 Graduate School of Natural and Applied Sciences
 Department of Physics
 2006, Page: XX+175

Some Iron-based alloys are very sensitive to the thermal and mechanical effects before and after the transformation, and these effects may cause important changes on crystallographic, morphologic and mechanical properties or the other transformation parameters of the alloys. In this study, the changes which occurred on some transformation parameters of four FeMnSi alloys with different composition due to the effects of various thermal and mechanical procedures have been investigated by using X-ray diffraction, differential scanning calorimetry, Mössbauer spectroscopy, transmission electron microscope (TEM), scanning electron microscope (SEM), EDAX analysis, optical metallography, tension tests, hardness measurements and bending tests. At the alloy specimens cooled to different conditions from high temperature γ phase region, the $\gamma \rightarrow \varepsilon$, $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, $\gamma \rightarrow 18R$ martensitic transformations were observed. The lattice parameters of fcc γ and hcp ε structures were determined and the changes occurred upon to cooling rate on the lattice parameters were found. From the differential scanning calorimetry, the austenitic and martensitic transformation temperatures were determined. The phase transformations and the magnetic properties of the sample were investigated by using Mössbauer spectroscopy. The phases in the materials were found by using the transmission electron microscope and the lattice parameters of these phases were investigated by electron diffraction patterns. At the microscopic observations performed by two different methods; scanning electron microscope and optical microscope, the grain structures of martensites in different morphology, precipitation phases and microcracks were observed. The compositions of the phases in the structures are found were examined by using EDAX analysis. The shape memory properties of the specimens were examined by using tension and bending tests. The changes which has occurred on the hardness of the specimens by the effect of some thermal and mechanical processes were examined. With all these results the shape memory behavior of the alloys were examined.

Key Words: FeMnSi alloys, shape memory effect, ε , α' and 18R martensitic structure, cooling rate effects, transformation temperatures, magnetic properties, martensite morphology, precipitation kinetics, stress-strain, Vickers micro hardness.

TEŞEKKÜR

“FeMnSi Alaşımlarının Mekanik ve Termal Etkiler Altında Şekil Hatırlama Özelliklerinin İncelenmesi” adlı doktora tezimin hazırlanmasında ilgi ve yardımlarından dolayı hocam Prof. Dr. Mehmet CEYLAN ve üzerimde emeği olan yüksek lisans hocam Yrd. Doç. Dr. Nejdet KAYALI’ ya saygı ve şükranlarımı sunarım.

Ayrıca, yapmış olduğum TEM incelemelerinde, Prof. Dr. Şakir BOR ve Yrd. Doç. Dr. Elif TARHAN’a, mössbauer ölçümünün alınmasında Arş. Gör. Hakan GÜNGÜNEŞ ve bu ölçümlerin yorumlanmasında Prof. Dr. Ömer Faruk BAKKALOĞLU’na teşekkürlerimi sunarım. Bunun dışında yetişmemde emeği geçen tüm hocalarıma, metalografik yorumlarında yardımlarını esirgemeyen Yrd. Doç. Dr. Halidun Keleştimur’a, manevi katkılarını esirgemeyen Arş. Gör. Sefa Kazanç, Fırat Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyelerine, aileme ve çalışmamda maddi, manevi emeği geçenlere en içten saygılarımı sunar ve teşekkür ederim.

Murat ESKİL

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖZET.....	IV
SUMMARY.....	V
TEŞEKKÜR.....	VI
İÇİNDEKİLER.....	VII
ŞEKİL LİSTESİ.....	X
TABLO LİSTESİ.....	XVII
SİMGE LİSTESİ.....	XIX
EKLER LİSTESİ.....	XX
1. GİRİŞ.....	1
2. KATILARDA MARTENSİTİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİ.....	4
2.1 Ana Fazın Yapısı ve Kararlılığı.....	4
2.2 Demir Bazlı Alaşımlarda Martensitik Dönüşümler.....	7
2.2.1 Martensit fazda yapısal oluşumlar	7
2.2.2 Termoelastik ve termoelastik olmayan dönüşümler.....	8
2.2.3 Fe-Mn-Si alaşımlarında martensit yapıları.....	11
2. 2. 3. 1 Fcc→bct dönüşümlerinde ikizlenme bandlarının genişliğine etki eden faktörler.....	12
2.3 Faz Diyagramları.....	13
3. DEMİR BAZLI ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLARIN DÖNÜŞÜM DAVRANIŞLARI VE KARAKTERİSTİK ÖZELLİKLERİ.....	17
3.1 Demir Bazlı Alaşımlarda Şekil Hatırlama Etkisinin mekanizması.....	17
3.2 Şekil Hatırlama Davranışına fcc↔hcp Dönüşümlerinin Etkisi.....	18
3.3 Dönüşüm Sıcaklıkları.....	20
4. MARTENSİT FAZIN KARARLILIĞI VE ÇEVİRİMLEME ETKİLERİ.....	22
4.1 Martensit Fazın Kararlılığı.....	22
4.2 Dönüşüm Çevrimlemesi.....	23
5. DENEYSEL İŞLEMLER	26
5. 1 X-ışını Difraksiyonu Ölçümleri	27
5. 2 Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri	28
5. 3 Mössbauer Spektroskopisi Ölçümleri.....	28
5. 4 Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM).....	29

VIII

5. 5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri.....	29
5.6 Optik Mikroskop Gözlemleri.....	29
5. 7 Çekme Deneyleri.....	30
5. 8 Vickers Mikrosertlik Ölçümleri	30
5. 9 Bükme Deneyleri.....	30
6. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	32
6.1 X-Işını Difraksiyonu Sonuçları	32
6.1.1 1 Alaşımından elde edilen X-ışını sonuçları.....	34
6.1.2 2 Alaşımından elde edilen X-ışını sonuçları.....	37
6.1.3 3 Alaşımından elde edilen X-ışını sonuçları.....	40
6.1.4 4 Alaşımından elde edilen X-ışını sonuçları.....	43
6. 2 Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Sonuçları.....	48
6. 2. 1 Alaşımı için DSC sonuçları.....	48
6.2.1.1 1A numunesi için DSC sonuçları	49
6.2.1.2 1B numunesi için DSC sonuçları	52
6.2.1.3 1C numunesi için DSC sonuçları	56
6.2.1.4 1D numunesi için DSC sonuçları	59
6. 2. 2 Alaşımı için DSC sonuçları	61
6.2.2.1 2A numunesi için DSC sonuçları.....	61
6.2.2.2 2B numunesi için DSC sonuçları.....	63
6.2.2.3 2C numunesi için DSC sonuçları.....	65
6.2.2.4 2D numunesi için DSC sonuçları.....	68
6. 2. 3 3 Alaşımı için DSC sonuçları.....	70
6.2.3.1 3A numunesi için DSC sonuçları.....	70
6.2.3.2 3B numunesi için DSC sonuçları.....	72
6.2.3.3 3C numunesi için DSC sonuçları.....	75
6.2.3.4 3D numunesi için DSC sonuçları.....	76
6. 2. 4 4 Alaşımı için DSC sonuçları.....	78
6.2.4.1 4A numunesi için DSC sonuçları.....	78
6.2.4.2 4B numunesi için DSC sonuçları.....	82
6.2.4.3 4C numunesi için DSC sonuçları.....	85
6.2.4.4 4D numunesi için DSC sonuçları.....	87
6. 3 Mössbauer Spektroskopisi Ölçüm Sonuçları.....	91
6. 4 Geçirmeli Elektron Mikroskobu Gözlemleri.....	98
6. 5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri	105
6. 5. 1 Alaşım 1 numuneleri üzerinde SEM gözlem sonuçları	105
6. 5. 2 Alaşım 2 numuneleri üzerinde SEM gözlem sonuçları.....	110

6. 5. 3 Alařım 3 numuneleri üzerinde SEM gözlem sonuçları.....	112
6. 5. 4 Alařım 4 numuneleri üzerinde SEM gözlem sonuçları.....	115
6. 6 Optik Mikroskop Gözlem Sonuçları	121
6. 6. 1 Alařım 1 üzerinde optik mikroskop gözlem sonuçları.....	121
6. 6. 2 Alařım 2 üzerinde optik mikroskop gözlem sonuçları	124
6. 6. 3 Alařım 3 üzerinde optik mikroskop gözlem sonuçları.....	127
6. 6. 4 Alařım 4 üzerinde optik mikroskop gözlem sonuçları	130
6. 7 Çekme Deneyleri ve Ölçüm Sonuçları.....	134
6. 8 Sertlik Ölçümü Sonuçları	145
6. 9 Bükme Deneyi Sonuçları.....	153
7. SONUÇLAR	160
8. İLERİ ÇALIřMALAR İÇİN ÖNERİLER.....	168
9. KAYNAKLAR	169
ÖZGEÇMİř	175

ŞEKİLLER LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 1.1: Şekil hatırlama davranışının şematik gösterimi [11].....	3
Şekil 2. 1: Farklı dislokasyon istiflenmeleri örnekleri, (a) Birbiri ile uyumlu istiflenme. (b) Tek yönlü istiflenme [18].....	5
Şekil 2.2: Bir ε faz plakasının termal gelişimini açıklayan bir model, (a) Shockley kısmi dislokasyonlarının birbiri ile uyumlu dağılımının kayması ile çoğalan ilk ince temel tabakalarının bir tane sınırından çekirdeklenmesi, (b) Bu tabakaların diğer tane sınırına doğru hareketi, (c) Çekirdeklenme ile ε fazının sıkışması ve yeni tabakaların oluşumu, (d) Geniş ε plakasının tabakalaşmış son yapısı [19].....	6
Şekil 2.3: Termoelastik (AuCd) ve termoelastik olmayan (FeNi) martensitik dönüşümlerin histerisiz eğrileri [2].....	9
Şekil 2. 4: 5H yapısı için sıkı paket düzlemlerin kesme mekanizması [17].....	12
Şekil 2. 5: Fe-Mn alaşımlarının dönüşüm sıcaklıkları [27].....	14
Şekil 2. 6: 1000°C de tavlandıktan sonra havada soğutulan düşük C lu Fe-Mn alaşımlarının dönüşüm ürün miktarları [1].....	15
Şekil 2. 7: Fe-Mn faz diyagramında basıncın etkisi [1].....	15
Şekil 3. 1: Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç çeşit deformasyon modunu gösteren şematik resimler, (a) Martensit plakasının oluşumu ve uygulanan zor ile kalınlaşması. (b) Uygulanan zor ile martensit varyantları arasındaki hareket. (c) Uygulanan zor ile bir martensit yapıdan diğer martensit yapıya dönüşüm [6].....	18
Şekil 4. 1: ε martensit fazı ve γ austenit fazı arasındaki dönme ilişkisini gösteren şematik çizim [30].....	22
Şekil 4. 2: Mikroyapısal değişimlerin şematik gösterimi, (a) tavllanmış ve (b) termal çevrimlemeye tabi tutulmuş numune [37].....	24
Şekil 6. 1: 1A numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	35
Şekil 6. 2: 1B numunesinden elde edilen X-ışını difraktoğramı.....	35
Şekil 6. 3: 1C numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	36
Şekil 6.4: 1D numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	36
Şekil 6.5: 2A numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	38
Şekil 6.6: 2B numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	38

Şekil 6.7: 2C numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	39
Şekil 6.8: 2D numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	39
Şekil 6.9: 3A numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	41
Şekil 6.10: 3B numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	41
Şekil 6.11: 3C numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	42
Şekil 6.12: 3D numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	42
Şekil 6.13: 4A numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	44
Şekil 6.14: 4B numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	44
Şekil 6.15: 4C numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	45
Şekil 6.16: 4D numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.....	45
Şekil 6.17: 1A numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	49
Şekil 6.18: 1A numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	50
Şekil 6.19: 1A numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	50
Şekil 6.20: 1A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	51
Şekil 6.21: 1B numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	53
Şekil 6.22: 1B numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	53
Şekil 6.23: 1B numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	54
Şekil 6.24: 1B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	55
Şekil 6.25: 1C numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	57
Şekil 6.26: 1C numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	57
Şekil 6.27: 1C numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	58
Şekil 6.28: 1C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	58
Şekil 6.29: 1D numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	59
Şekil 6.30: 1D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	60
Şekil 6.31: 2A numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	61
Şekil 6.32: 2A numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	62
Şekil 6.33: 2A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	62

Şekil 6.34: 2B numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	64
Şekil 6. 35: 2B numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	64
Şekil 6.36: 2B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	65
Şekil 6.37: 2C numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	67
Şekil 6. 38: 2C numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	67
Şekil 6. 39: 2C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	68
Şekil 6. 40: 2D numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	69
Şekil 6. 41: 2D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	69
Şekil 6. 42: 3A numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	71
Şekil 6. 43: 3A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	71
Şekil 6.44: 3B numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	73
Şekil 6. 45: 3B numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	73
Şekil 6. 46: 3B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	74
Şekil 6. 47: 3C numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	75
Şekil 6. 48: 3C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	76
Şekil 6. 49: 3D numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	77
Şekil 6. 50: 3D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	77
Şekil 6. 51: 4A numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	79
Şekil 6. 52: 4A numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	79
Şekil 6. 53: 4A numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	80
Şekil 6. 54: 4A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	81
Şekil 6. 55: 4B numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	83
Şekil 6. 56: 4B numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	83

Şekil 6. 57: 4B numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.....	84
Şekil 6. 58: 4B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	84
Şekil 6. 59: 4C numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	85
Şekil 6. 60: 4C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	86
Şekil 6.61: 4D numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.....	87
Şekil 6. 62: 4D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.....	88
Şekil 6. 63: Geçirimli tipte mössbauer spektroskopisi için şematik bir çizim [65].....	93
Şekil 6. 64: Kaynak ve Numune etkileşimi sonucunda meydana gelen a) isomer kayma ve b) isomer kayma sonucu elde edilen spektrum [63].....	94
Şekil 6. 65: Nükleer enerji seviyeleri ve quadrupole yarılma a) Soğurucu enerji seviyeleri: uyarılmış seviye ($I=3/2$) quadrupole ilişki nedeniyle ikiye ayrılmış durumda b) quadrupol yarılma sonucu elde edilen mössbauer spektrumu [63].....	94
Şekil 6. 66: ^{57}Fe de mağnetik ve quadrupol yarılma a) mağnetik ve quadrupol yarılma için enerji düzeyi diyagramı b) sonuç mössbauer spektrum [63].....	96
Şekil 6. 67: 4A numunesine ait mössbauer spektrumu.....	97
Şekil 6. 68: Havada soğutma işlemine tabi tutulmuş 1A numunesine ait elektron mikrografı (x29000).....	99
Şekil 6. 69: Şekil 6. 81 deki mikrografın elektron difraksiyon deseni (fcc $\langle 0\ 2\ 2 \rangle$ zonu).....	99
Şekil 6. 70: 2A numunesine ait elektron mikrografı (x14000).....	101
Şekil 6. 71: Şekil 6. 83 deki mikrografın elektron difraksiyon deseni (hcp $\langle 0\ 2\ 0 \rangle$ zonu).....	101
Şekil 6. 72: 3A numunesine ait elektron mikrografı (x19000).....	102
Şekil 6. 73: Şekil 6. 85 deki mikrografın elektron difraksiyon deseni (fcc $\langle 00\ 6 \rangle$ zonu).....	102
Şekil 6. 74: 4A numunesine ait elektron mikrografı (x48000).....	103
Şekil 6. 75: Şekil 3 deki mikrografın elektron difraksiyon deseni (hcp $\langle 010 \rangle$ zonu).....	103
Şekil 6. 76: 1A numunesine ait morfoloji (x1000).....	106
Şekil 6. 77: 1A numunesine ait tane sınırlarında bulunan çökeltileri fazları (x4500).....	107
Şekil 6. 78: 1A numunesine ait tane sınırlarında bulunan martensit plakaları ve süreksiz çökeltiler (x4500).....	107

Şekil 6. 79: 1A numunesine ait tane sınırlarında bulunan martensit plakaları ve süreksiz çökeltiler (x9000).....	108
Şekil 6.80: 1B numunesinin genel yapısı (x3200).....	108
Şekil 6. 81: 1C numunesinde sıkı istiflenmiş martensit plakaları (x2500).....	109
Şekil 6. 82: 1D numunesine ait martensit plakaları ve çökelti fazları (x4000).....	109
Şekil 6. 83: 2A numunesine ait morfoloji (x1500).....	110
Şekil 6. 84: 2B numunesine ait bir yapı (x4000).....	111
Şekil 6. 85: 2C numunesinde boydan boya uzanan martensit plakaları (x6000).....	111
Şekil 6. 86: 2D numunesine ait yüzey kabartıları (x4000).....	112
Şekil 6. 87: 3A numunesine ait morfoloji (x4000).....	113
Şekil 6. 88: 3B numunesinin genel yapısı (x2500).....	113
Şekil 6. 89: 3C numunesinde görülen yüzey kabartıları (x8000).....	114
Şekil 6. 90: 3D numunesine ait yüzey kabartıları ve çökelti fazları (x3000).....	114
Şekil 6. 91: 4A numunesine ait morfoloji (x2000).....	115
Şekil 6. 92: 4B numunesine ait bir yapı a) (x1000) b) (x3000) c) (x4000).....	116-117
Şekil 6. 93: Şekil 6. 50 de görülen 4B numunesinin EDAX analizleri (a) matrix üzerinden alınmış (b) tane sınırında bulunan süreksiz çökeltiden ve (c) martensit plakasından.....	118
Şekil 6. 94: 4C numunesinde boydan boya uzanan martensit plakaları (x4000).....	119
Şekil 6. 95: 4D numunesine ait yüzey kabartıları (x6000).....	120
Şekil 6. 96: 1A numunesi içerisinde kayma düzlemleri (x500).....	122
Şekil 6. 97: 1B numunesine ait martensit morfolojisi (x1000).....	123
Şekil 6. 98: 1C numunesine ait farklı yönelime sahip ince plakalar (thin plate martensite) (x500).....	123
Şekil 6. 99: 1D numunesi içerisinde çökelti oluşumu ve ince plakalar (x500).....	124
Şekil 6.100: 2A numunesine ait tane ve plaka yapıları (x500).....	125
Şekil 6.101: 2B numunesine ait martensit morfolojisi (x500).....	126
Şekil 6.102: 2C numunesine ait morfoloji (x200).....	126
Şekil 6.103: 2D numunesindeki tane yapılanması (x500).....	127
Şekil 6.104: 3A numunesi içerisinde martensit yapısı (x500).....	128
Şekil 6.105: 3B numunesine ait martensit morfolojisi a) (x500) b) (x1000).....	129
Şekil 6.106: 3C numunesine ait farklı yönelime sahip martensit plakalar (x1000).....	129
Şekil 6. 107: 3D numunesine ait morfoloji (x500).....	130
Şekil 6. 108: 4A numunesine ait martensit yapıları (x1000).....	131

Şekil 6.109: 4B numunesine ait yüzey morfolojisi (x500).....	132
Şekil 6.110: 4C numunesine ait martensit morfolojisi (x1000).....	132
Şekil 6.111: 4D numunesinde görülen martensit yapıları (x200).....	133
Şekil 6. 112: Alaşım 1 in %2 deforme edilmesi ile elde edilen zor-zorlanma eğrisi.....	135
Şekil 6. 113: %2 deforme edilerek üç çevrim yapılan Alaşım 2 ye ait zor-zorlanma eğrisi.....	138
Şekil 6.114: %2, %2,5 ve %3 deforme edilen Alaşım 2 ye ait zor-zorlanma eğrisi.....	139
Şekil 6. 115: %2 deforme edilerek üç çevrim yapılan Alaşım 3 e ait zor-zorlanma eğrisi.....	139
Şekil 6. 116: %2, %2,5 ve %3 deforme edilen Alaşım 3 e ait zor-zorlanma eğrisi.....	140
Şekil 6. 117: %2 deforme edilerek üç çevrim yapılan Alaşım 4 e ait zor-zorlanma eğrisi.....	142
Şekil 6. 118: %2, %2,5 ve %3 deforme edilen Alaşım 4 e ait zor-zorlanma eğrisi.....	142
Şekil 6.119: Havada soğutma işlemine göre Alaşımların Vickers mikrosertlik değerleri.....	146
Şekil 6.120: Doğrudan buzlu suda soğutma işlemine göre Alaşımların Vickers mikrosertlik değerleri.....	147
Şekil 6.121: Havada soğutulduktan sonra sıvı azot içerisine atılan Alaşımların Vickers mikrosertlik değerleri.....	147
Şekil 6.122: Doğrudan sıvı azot içerisine atılan Alaşımların Vickers mikrosertlik değerleri.....	148
Şekil 6.123: Alaşım 1 e ait Vickers mikrosertlik değerleri.....	150
Şekil 6.124: Alaşım 2 ye ait Vickers mikrosertlik değerleri.....	150
Şekil 6.125: Alaşım 3 e ait Vickers mikrosertlik değerleri.....	151
Şekil 6.126: Alaşım 4 e ait Vickers mikrosertlik değerleri.....	151
Şekil 6.127: 120 dakika buzlu suda soğutma işlemine göre Alaşımların Vickers mikrosertlik değerleri.....	152
Şekil 6. 128: Termomekaniksel işlem yapılan numune a) deforme edilmeden önce b) Deforme edildikten sonra c) Isıl işleminden sonra.....	154
Şekil 6. 129: 800°C de yapılan homojenleştirme işlemi sonrası uygulanan termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.....	155
Şekil 6. 130: 900°C de yapılan homojenleştirme işlemi sonrası uygulanan termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.....	156
Şekil 6. 131: 1000°C de yapılan homojenleştirme işlemi sonrası uygulanan termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.....	156
Şekil 6. 132: Buzlu suda soğutma sonrası uygulanan termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.....	157

Şekil 6. 133: Hava ortamında soğutulduktan sonra sıvı azot içerisine atılan numunenin termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.....157

Şekil 6. 134: Sıvı azot içerisinde soğutma sonrası uygulanan termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.....158

TABLOLAR LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 2. 1: Martensitik dönüşüm tiplerinin genel karakteristikleri [3].....	9
Tablo 2. 2: Şekil hatırlama ve sunielastiklik özelliği gösteren bazı alaşımlar [26, 6].....	10
Tablo 5. 1: Bu çalışmada kullanılan alaşımların ağırlık yüzdeleri.....	27
Tablo 5. 2: Bu çalışmada kullanılan 1, 2, 3 ve 4 numunelerine uygulanan ısıtma işlemleri.....	27
Tablo 5. 3: Bu çalışmada kullanılan numunelerin adları.....	27
Tablo 6. 1: Tüm numunelere ait fcc ana austenit fazı için hesaplanan a_γ örgü sabitleri.....	46
Tablo 6. 2: Tüm numunelere ait hcp ϵ martensit fazı için hesaplanan a_ϵ ve c_ϵ örgü sabitleri ve c_ϵ/a_ϵ oranları.....	46
Tablo 6. 3: Tüm numunelerde bulunan fazlar.....	47
Tablo 6. 4: 1A numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	52
Tablo 6. 5: 1B numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	55
Tablo 6. 6: 1C numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	59
Tablo 6. 7: 1D numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	60
Tablo 6. 8: 2A numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	63
Tablo 6. 9: 2B numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	65
Tablo 6. 10: 2C numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	68
Tablo 6. 11: 2D numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	70
Tablo 6. 12: 3A numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	72
Tablo 6. 13: 3B numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	74

Tablo 6. 14: 3C numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	76
Tablo 6. 15: 3D numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	78
Tablo 6. 16: 4A numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	81
Tablo 6. 17: 4B numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	85
Tablo 6. 18: 4C numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	86
Tablo 6. 19: 4D numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.....	88
Tablo 6. 20: Tüm numunelerin 15°C/dak ısıtma ve soğutma hızı ile elde edilen eğrilerden hesaplanan dönüşüm parametreleri.....	89
Tablo 6. 21: Neel sıcaklığı ve alaşımın bu sıcaklıkta faz yapısı.....	97
Tablo 6. 22: 1A, 2A, 3A ve 4A numunelerinin elektron difraksiyonu ile hesaplanan γ fazına ait örgü parametrelerinin ve X-ışını difraksiyonu yardımıyla elde edilen örgü parametreleri ile karşılaştırılması.....	104
Tablo 6. 23: 2A ve 4A numunelerinin ϵ fazına ait elektron difraksiyonu ile hesaplanan örgü parametrelerinin ve X-ışını difraksiyonundan elde edilen örgü parametrelerinin karşılaştırılması.....	104
Tablo 6. 24: 4B numunesine ait EDAX Analizi.....	119
Tablo 6. 25: Alaşım 1, Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 için çevrim sayısına ve artan zorlanma değerlerine göre şekil hatırlama oranı ve termomekaniksel işlemler sonucu numunelerin mikrosertlik ortalaması.....	143
Tablo 6. 26: Tüm numunelerin VSN cinsinden ortalama sertlik değerleri	152
Tablo 6. 27: Farklı ısıtma işlemleri uygulanmış numunelerin bükme deneyleri sonucu elde edilen şekil hatırlama oranları (%).....	159

SİMGE LİSTESİ

A_s	: Martensit→austenit dönüşümünde austenit başlama sıcaklığı.
A_f	: Martensit→austenit dönüşümünde austenit yapının tamamlandığı sıcaklık.
M_s	: Austenit → martensit dönüşümünde martensit başlama sıcaklığı.
M_f	: Austenit → martensit dönüşümünde martensit yapının tamamlandığı sıcaklık.
T_N^γ	: Austenit → martensit dönüşümünde Neel sıcaklığı.
d	: Kristal yapıda düzlemlerarası mesafe.
bcc	: Hacim merkezli kübik yapı.
fcc	: Yüzey merkezli kübik yapı.
fct	: Yüzey merkezli tetragonal yapı.
bct	: Hacim merkezli tetragonal yapı.
hcp	: Hekzagonal sıkı paket yapı.
a	: Kristal yapıda x-ekseni boyunca örgü parametresi.
b	: Kristal yapıda y-ekseni boyunca örgü parametresi.
c	: Kristal yapıda z-ekseni boyunca örgü parametresi.
hkl	: Kristal yapıda düzlemleri belirleyen indis sistemi (Miller indisleri).
γ	: Austenit fazı.
ϵ	: hcp kristal yapıya sahip martensit fazı
α'	: bct kristal yapıya sahip martensit fazı.
E_a	: Aktivasyon enerjisi.
R	: Gaz sabiti.
T	: Sıcaklık (°K).
α	: Isıtma ve soğutma hızı.
$\hbar$	: Planck sabiti.
c	: Işık hızı.
L_{n-1}	: Numunenin hiçbir etkiye tabi tutulmadan önce ölçülen boyu.
L_n	: Numuneye çekme zoru uygulandıktan sonra numunenin ölçülen boyu.
L_{n+1}	: Numuneye çekme zoru uygulanıp, ısıtma işlemine tabi tutulduktan sonra numunenin ölçülen boyu.

EKLER LİSTESİ

EK 1: Örnek X-ışını difraksiyon piki

EK 2: 4A numunesine ait mössbauer spektrumu.

1. GİRİŞ

Su ile soğutulmuş çeliklerin özellikleri ve yapısı teknolojik önemlerinden dolayı eskiden beri incelenmektedir [1]. İlk olarak, 1888 yılında Amerikan metalurjist Howe çelik içerisinde farklı mikroyapılar bulunduğunu göstermiştir. Onun bu yeni mikroyapılara vermiş olduğu ferrit, perlit ve sementit isimleri kalıcı oldu; fakat onun vermiş olduğu isimlerden “hardenit”, Adolph Martens’in adını alarak “martensit” (martensite) olarak kullanılmaya başlandı [2]. Buna Roberts-Austen’dan sonra Osmond’un teklifiyle austenit (austenite) terimi de eklendi. Martensit terimi ilk önce sertleşmiş fakat tavlanmamış çeliklerin mikroyapısını göstermek için kullanılmıştır. Fakat su ile soğutulmuş çeliğin gerçek yapısı anlaşıldıkça bu terimin anlamı, aynı özellikleri gösteren ve demirsiz alaşımları da kapsayacak şekilde genişletildi. Çok sert çeliklerde genellikle sertlikler önemli ölçüde martensitin varlığına bağlıdır. Martensitik çeliklerdeki sertliğin kaynağı, katıhal fiziki ve fiziksel metalurjide özellikle son yıllarda büyük ilgi odağı haline gelmiştir [1].

Bir yapı içerisindeki homojen yapı topluluğuna sahip bölgelere genellikle “faz” adı verilir. Çelikte, martensitik dönüşüm, austenit faz olarak adlandırılan fcc kristal yapının, sıcaklık ve uygulanan zorun ayrı ayrı veya birlikte etkisiyle martensit yapıya dönüşmesi olayıdır. Birçok metal ve alaşım sisteminde gözlenen ve birinci mertebeden yapısal bir faz dönüşümü olan bu dönüşümlerin en önemli özelliği, atomların ilk komşuluklarının dönüşüm sonrasında korunarak difüzyonsuz olarak gerçekleşmesidir. Bu dönüşümler, termoelastik ve termoelastik olmayan martensitik dönüşümler olmak üzere ikiye ayrılır. Termoelastik martensitik dönüşüm sergileyen bazı özel alaşımlar süperelastiklik, tek ve çift yönlü şekil hatırlama etkisi gibi bazı mekanik etkiler gösterebilir [3].

Şekil hatırlama olayının mekanizması Şekil 1.1 de şematik olarak gösterilmiştir. Şekil hatırlamalı alaşım (SMA) terimi, uygun termomekanik işlemler gerçekleştirildiğinde önceden belirlenmiş şekil ya da boyuta tekrar dönebilme özelliğine sahip olabilen bir grup alaşım sistemine verilen isimdir [4]. Şekil hatırlamalı bir alaşım, düşük sıcaklıktaki martensit fazında deforme edildikten sonra üzerindeki zor kaldırıldığında (genellikle M_f sıcaklığının altında), martensit fazdan ana faza dönüşecek şekilde A_f sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklara kadar ısıtıldığında kendi orijinal austenitik şeklini hatırlar. % 6-8 arasındaki zorlanmalar tamamıyla hatırlanır [2].

Şekil hatırlamalı dönüşümler hakkında ilk inceleme 1932 yılında Chang ve Read tarafından yapılmıştır. Chang ve Read, AuCd alaşımında metalografik gözlemler ve mukavemetindeki değişikliklere dayanarak dönüşümün ters çevrilebilirliğinden bahsetmişler ve 1951 yılında eğilmiş

bir AuCd çubuk üzerinde şekil hatırlama etkisini gözlemişlerdir. Şekil hatırlamalı dönüşüm 1938 yılında CuZn alaşımında da gözlenmiş fakat Buehler ve arkadaşlarının eşit atomlu NiTi alaşımı üzerinde şekil hatırlama etkisini keşfettikleri 1962 yılına kadar ortaya atılmamıştır. Orijinal şekli tekrar hatırlama olayı, deforme olmuş martensit fazının geri dönüşümü ile ilgilidir [5, 6].

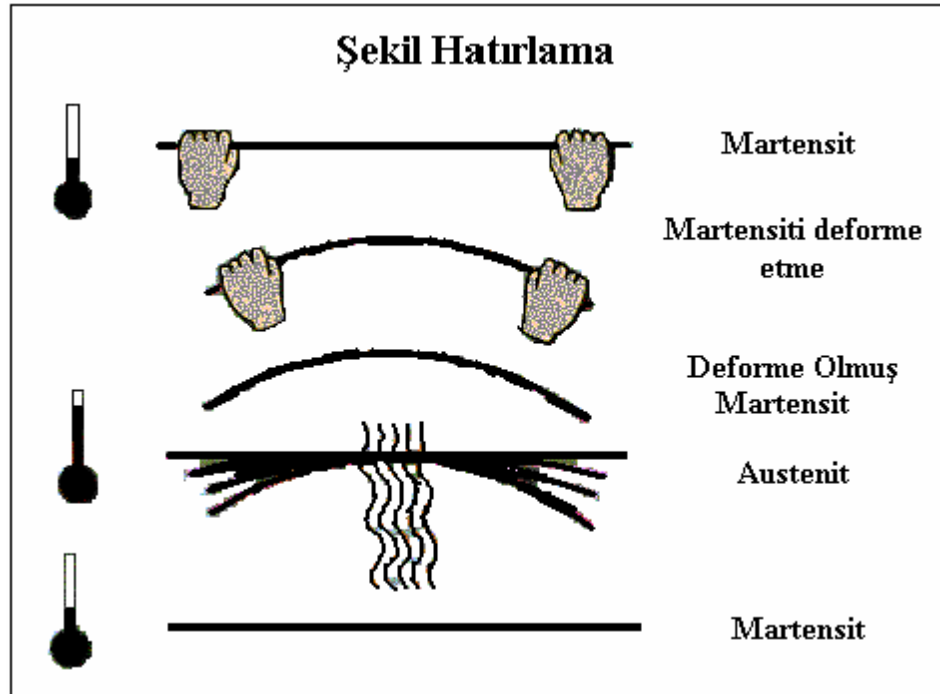
Genellikle, düşük sıcaklık fazında deforme edilen numune yüksek sıcaklıklarda deformasyon öncesi durumuna geri döner. Numune tekrar soğutulduğunda deforme edilmeden önceki şeklini almıyorsa, bu olaya “tek yönlü şekil hatırlama olayı” denir. Tek yönlü şekil hatırlama olayında, çift yönlü şekil hatırlama olayına nazaran eski şekli hatırlama kapasitesi daha yüksektir [2]. Bazı alaşımlar ise tekrarlanan ısıtma $\leftrightarrow$ soğutma çevrimleri sonrası tekrar şekil değişimine uğrarlar. Bu olaya da “çift yönlü (tersinir) şekil hatırlama olayı” denir. Şekil hatırlamalı malzemeler mekanik, ısı, elektriksel ve kimyasal işlemler ve çevresel şartlar altında alışılmamış termomekanik, ve termoelektriksel davranış sergilerler [5].

TiNi ve Cu bazlı şekil hatırlamalı alaşımların yanısıra yeni bulunan FeMnSi bazlı şekil hatırlamalı alaşımlar da endüstride kullanım alanı bulmaya çalışmaktadır. Fe bazlı şekil hatırlamalı alaşımlar diğerlerine göre daha ucuz olmaları sebebi ile son yıllarda diğer şekil hatırlamalı alaşımlara göre daha fazla ilgi çekmektedirler. Fakat demir bazlı şekil hatırlamalı alaşımların sanayide kullanım alanlarında önemli bir gelişme görülmemektedir [6]. Bunun sebebi ise FeMnSi alaşımlarının TiNi yada bakır bazlı şekil hatırlamalı alaşımlara göre daha az şekil hatırlama özelliği göstermesidir. Fe bazlı alaşımlardan iyi bir şekil hatırlama etkisi elde etmek oldukça güçtür [7]. FeMnSi şekil hatırlamalı alaşımlarında iyi bir şekil hatırlama etkisi elde etmek için zor etkili bir martensitik dönüşümün gerçekleşmesi gerekmektedir. Fakat bu durum malzemenin üretim maliyetini arttıracak gibi karmaşık bir şekle sahip malzemelerde zor etkili dönüşüm gerçekleştirmenin de zorlukları vardır [8]. FeMnSi şekil hatırlamalı alaşımları γ (fcc) $\rightarrow$ ϵ (hcp) martensitik dönüşümleri ile yakından ilgilidir [9]. TiNi ve bakır bazlı şekil hatırlamalı alaşımların aksine FeMnSi alaşımları termoelelastik olmayan martensitik dönüşüm gösterirler [10].

Bu çalışmanın amacı, ticari saflıkta dört farklı FeMnSi alaşımı dökerek, bazı mekanik ve termal etkiler altında bu alaşımlardaki şekil hatırlama davranışlarını ve özelliklerini değişik deneysel yöntemler kullanarak incelemektir.

Bu dört farklı kompozisyonda dökülen FeMnSi alaşımı üzerinde uygulanan bazı mekanik ve termal etkiler altında ortaya çıkan şekil hatırlama özellikleri, diğer yapısal, kinetik ve morfolojik değişimler çeşitli deneysel yöntemler kullanılarak incelendi. Martensit faz bölgesinde soğutulan numunelerin X-ışını difraksiyonu desenleri elde edilerek indislendi. Bu desenler kullanılarak

martensit yapıların örgü parametreleri elde edildi. Bölüm 5 de belirtilen ısı işlemler uygulanarak alaşım numunelerinin dönüşüm sıcaklıklarında, dönüşüm entalpilerinde ve dönüşüm histerisizinde ortaya çıkan değişimler diferansiyel tarama kalorimetresi tekniği kullanılarak incelendi. Ayrıca ileri ve ters dönüşümler için aktivasyon enerjileri de bu teknikle hesaplandı. Malzemelerin manyetik yapıları hakkında bilgi elde etmek için, mössbauer spektrumu alınarak incelendi. Geçirmeli elektron mikroskobu kullanarak malzemelerin içerisindeki fazlar tayin edildi ve elektron difraksiyon desenleri yardımı ile tespit edilen fazların kristal örgü sabitleri hesaplandı. Farklı ısı işlemler sonucunda numunelerin morfolojilerinde ortaya çıkabilecek değişimler, taramalı elektron mikroskobu ve optik mikroskop kullanılarak incelendi ve bazı bölgelerden EDAX analizleri alındı. Çekme ve bükme deneyleri ile incelenen numunelerin şekil hatırlama oranları belirlendi. Malzemelerin sertliklerinde malzemenin kompozisyonuna ve malzemeye uygulanan farklı mekanik ve ısı işlemlere göre ortaya çıkan değişimler ise Vickers sertlik ölçümleriyle belirlendi. Martensitik dönüşüm karakteristikleri ile yukarıda incelendiği belirtilen tüm özelliklerle şekil hatırlama özelliğinin ilgisi araştırıldı.



Şekil 1.1. Şekil hatırlama davranışının şematik gösterimi [11].

2. KATILARDA MARTENSİTİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİ

Genellikle, metal ve alaşımlar atomlarının difüzyonlu bir oluşumla yer değiştirmeyecekleri kadar hızlı bir şekilde soğutulduklarında (veya ısıtıldıklarında) difüzyonsuz faz dönüşümü gösterirler [12]. Bu tür bir oluşum martensitik faz dönüşümü olarak tanımlanır ve son yıllarda yapılan araştırma sonuçlarına göre metaller yanında metalik özellik taşımayan kristallerde, bazı minerallerde ve bileşiklerde de gözlenebilir. Difüzyonsuz özellikleri nedeni ile martensitik faz dönüşümleri, kristaloğrafik olarak, atomların atomlar arası uzaklıklardan daha küçük uzaklıklarda yer değiştirdikleri dönüşümler şeklinde de tanımlanabilirler [12].

Austenite ana kristal yapının martensit ürün faza dönüşmesi ile gerçekleşen martensitik dönüşümler ilk önce çeliğin su verilerek sertleştirilmesi şeklinde ortaya çıkan teknolojik açıdan önemli bir oluşum olması nedeni ile üzerinde yoğun çalışmalar yapılan bir konu oldu. Daha sonra, yapısal, kristaloğrafik, termodinamik, kinetik ve mekanik özellikleri nedeni ile teknolojik olduğu kadar bilimsel açıdan da ilgi çekici bir araştırma konusu durumuna geldi. Martensitik dönüşüm, atomların dönüşüme uğrayan bölgede bir zorlanma altında topluca hareket ettikleri, yer değiştirme içeren bir reaksiyondur. Kısaca martensitik dönüşüm, atomların topluca hareket edebildikleri bir faz geçişidir. Başlangıçta çeliğin sertleştirilmesi sırasında önemli rolü ile dikkati çeken austenit-martensit faz dönüşümleri, şimdilerde şekil hatırlama özelliğine (Shape Memory Effect) sahip yeni malzemelerin yapımında kullanılmalarından dolayı büyük teknolojik önem taşımaktadırlar [12].

2.1 Ana Fazın Yapısı ve Kararlılığı

γ fazının mikroyapısının, Fe-Mn-Si alaşımlarında şekil hatırlama etkisi üzerinde çok büyük bir önemi vardır. Şekil hatırlama etkisinin, $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitik dönüşümünden daha çok γ fazının mikroyapısında bulunan yüksek yoğunluktaki dislokasyonların oluşturduğu enlemesine yayılmış istiflenme hatalarına bağlı olduğu anlaşılmıştır. Zaten $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümü bu istiflenme hatalarına bağlı olarak gerçekleşir [13]. Yüksek sıcaklıkta birçok dislokasyonun oluşmasından dolayı austenit fazı daha çok sertleşir [14]. Bunun dışında, ana fazın sertleştirilmesi C, N ve Ti gibi katkı elementleri ile de artırılabilir [15, 16].

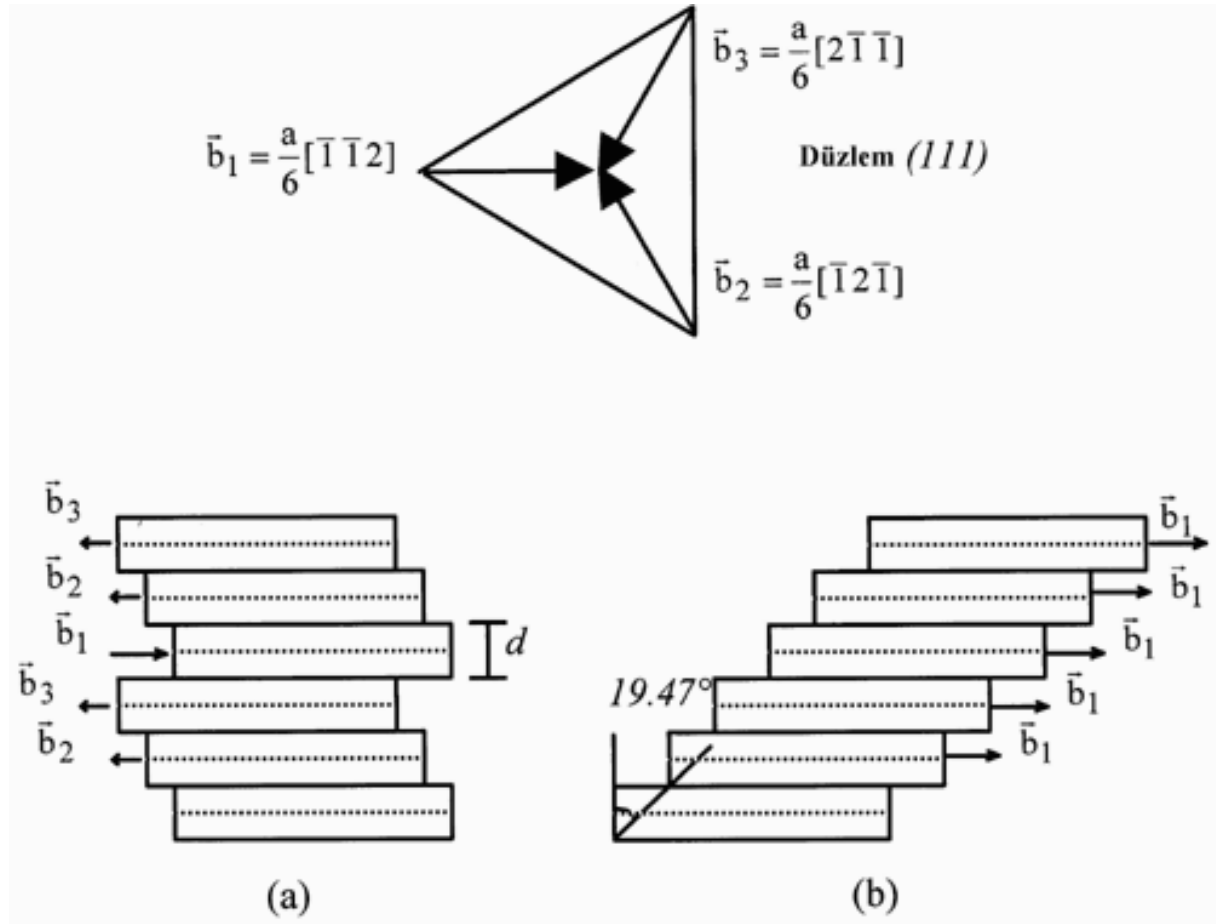
Sıkı paket yapıya sahip olan yüz merkezli kübik kristal ABCABC....düzeninde {111} düzlemleri üzerinde istiflenerek inşa edilmiştir. Bu yapı içerisindeki istiflenme hataları, her zaman

{111} düzlemi üzerinde bulunur [17]. Fcc yapının tüm {111} düzlemleri muhtemel kesme düzlemleridir. Bu düzlemlerin herbiri Şekil 2. 1 de üstte gösterilen üç adet $\langle 112 \rangle$ kesme doğrultusu içerir. Bir düzlem içerisinde Shockley dislokasyonlarına ait Burgers vektörlerinin üç doğrultusu olduğundan, farklı bazı istiflenmeler aşağıda belirtildiği gibi düşünülebilir [18]:

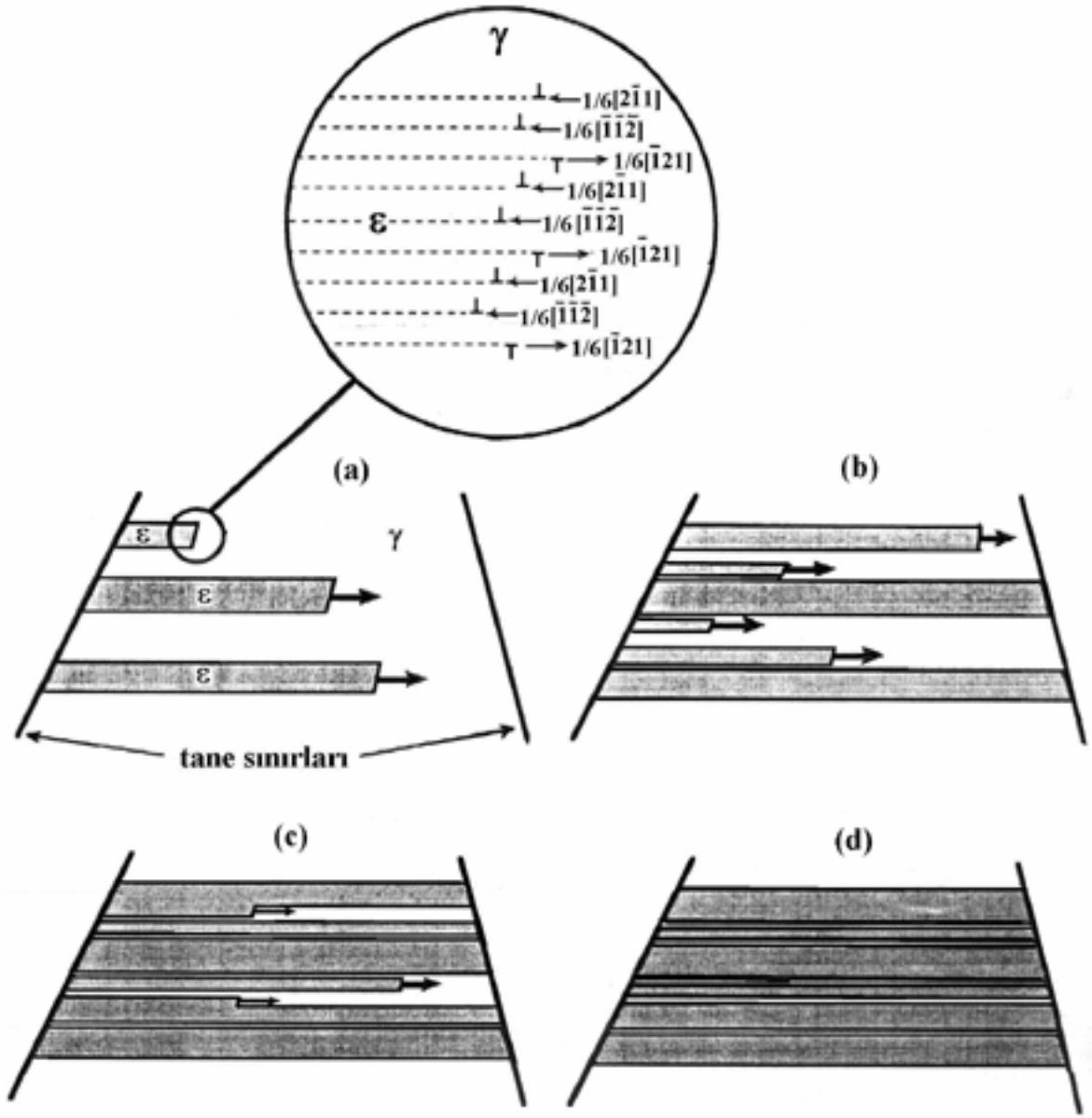
a) Şekil 2. 1(a) da, bir {111} düzlemindeki üç kesme doğrultusu öyle yönlenmiştir ki, tüm varyantların kesme zorlanması toplamı vektörel olarak sıfır makroskopik şekil değişimi oluşturmaktadır. Bu duruma birbirini ile uyumlu istiflenme denir.

b) Şekil 2. 1(b) de tek bir doğrultudaki kesmelerin sebep olduğu istiflenmeleri gösterir. Bu istiflenmeler, örgünün şeklinde en fazla değişime sebep olur.

Şekil 2. 2 de ise Shockley dislokasyonlarından meydana gelen termal ϵ martensit fazının oluşumunu anlatan şematik bir çizim sunulmuştur.



Şekil 2.1: Farklı dislokasyon istiflenmeleri örnekleri, (a) Birbirini ile uyumlu istiflenme. (b) Tek yönlü istiflenme [18].



Şekil 2. 2: Bir ϵ faz plakasının termal gelişimini açıklayan bir model, (a) Shockley kısmi dislokasyonlarının birbirini ile uyumlu dağılımının kayması ile çoğalan ilk ince temel tabakalarının bir tane sınırından çekirdeklenmesi, (b) Bu tabakaların diğer tane sınırına doğru hareketi, (c) Çekirdeklenme ile ϵ fazının sıklaşması ve yeni tabakaların oluşumu, (d) Geniş ϵ plakasının tabakalaşmış son yapısı [19].

γ ana austenit fazının kararlılığı, austenitik fazda meydana gelen ve yüksek sıcaklıklardan Neel sıcaklığının (T_N) altına kadar yapılan soğutmalarda paramagnetiklikten antiferromagnetikliğe geçişi sağlayan magnetik bir dönüşüm ile gerçekleşir. Neel sıcaklığı ise bu magnetik geçişin

meydana geldiği sıcaklık noktasına verilen addır. Neel sıcaklığı, düşük Mn konsantrasyonlarında düşük değerlere sahiptir. Mn miktarı arttıkça Neel sıcaklığında da artış olur. Kritik bir Mn konsantrasyonunda Neel sıcaklığı ile M_s sıcaklığı aynı değere sahip olur [20]. Ana fazın kararlılığını etkileyen en önemli faktör T_N sıcaklığının artması ve dolayısıyla malzeme içerisindeki Mn miktarının yüksek olmasıdır. Bu durum ana fazın Gibbs serbest enerjisini düşürür. Malzemeye Si eklenmesi ise, şekil hatırlama etkisini artırırken T_N sıcaklık değerini de düşürür [21].

2. 2 Demir Bazlı Alaşımlarda Martensitik Dönüşümler

2. 2. 1 Martensit fazda yapısal oluşumlar

Dönüşüm koşullarına bağlı olarak, özellikle demir bazlı alaşımlarda oluşan martensit kristalleri çok geniş bir yapısal çeşitlilik gösterirler. Gerek yapısal ve gerekse kristaloğrafik açıdan, demirli alaşımlarda oluşum mekanizmasını genel modellerle eksiksiz açıklamak henüz başırlanmamış bir konudur. Kristaloğrafik teoriler, faz dönüşümü sırasında ortaya çıkan şekil bozulmasını açıklarken, önce homojen bir örgü zorlanması, sonrada kristal örgüyü bozmadan oluşan heterojen özellikli bir zorlanmanın varlığını öngörürler. Bu çeşit bir homojen zorlanma, ana fazın kristal birim hücrelerini ürün fazın birim hücrelerine dönüştürür. Doğal olarak bu tür bir dönüşüm, kristal yapıda bozulmamış bir arayüzün varlığını sağlayamaz. Gözlemler böyle bir ara yüzün var olduğunu gösterdiği için, ikinci bir zorlanma ile bunun gerçekleşmiş olması gerekir. İşte bu ikinci zorlanma, ikizlenme (twinning) veya kayma (slip) gibi birim hücreyi bozmadan hacimsel yapı bozukluğu oluşturabilen bir oluşumdur. Mikroskopik gözlemler bu tür oluşumların varlığını baştan beri kanıtlamıştır. Bilindiği gibi, austenit-martensit faz dönüşümünün oluşumunu gerçekleştiren etken, iki faz arasındaki serbest enerji farkıdır, bu fark bir sürücü kuvvet ortaya çıkartır ve dönüşüm oluşur. Sıcaklık değişimleri gibi, ana faza uygulanan dış mekanik zorlar da bu etkiyi sağlayabilir. Hem sıcaklık, hem de dış zor yapıyı aynı anda etkilerse yine aynı geçiş olabilir. Kısaca, yapısal olarak, tek bir alaşımda bile aynı tür dönüşümlerin ne kadar farklılıklar ortaya koyabileceği görülmektedir [12].

Fe-Mn-Si alaşımlarında zor etkili dönüşümler, malzeme içerisinde rastgele dağılmış ince ε plakaların oluşumlarıyla karakterize edilir. Yüzey kabartısı, birçok paralel çizikten oluşmaktadır. Martensit plakaları bazı durumlarda tane içerisinde bir sınırdan diğer sınıra kadar uzanabilir. Bazı durumlarda da tane sınırına ulaşan martensit plakalarının kalınlığı tane sınırına yaklaştıkça daha da

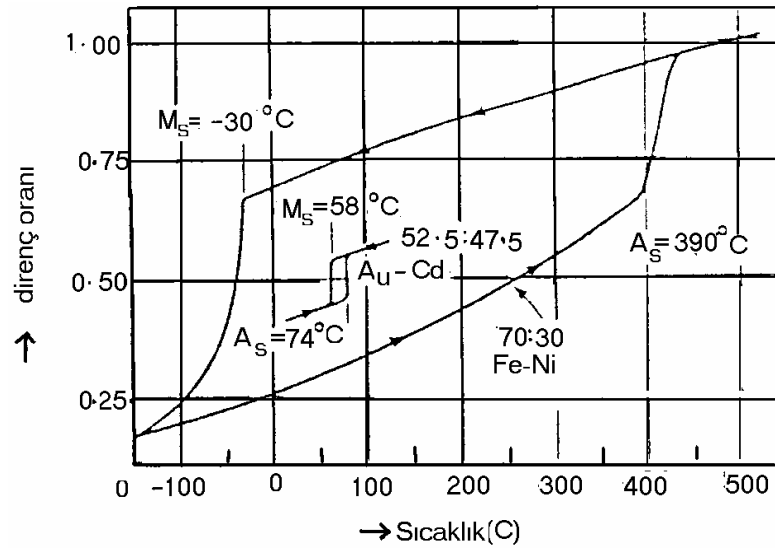
incelir ve böylece martensit şeridi sivri uçlu yada yarı sivri uçlu (tip shaped or semi tip shaped) bir görünüme sahip olur. Bu incelmeye bazen çok ince martensit plakaların çapraz bir yerleşime sahip olmalarından dolayı gerçekleşebilir. Genellikle martensit plakası ne kadar ince olursa, plakanın ucuda o kadar sivri olur. Termal martensit, birbiri ile uyumlu istiflenmeler şeklinde oluşur. Zor etkili ve termal martensit plakalar arasındaki farklardan biriside zor etkili martensit plakaların tane sınırına doğru giderek incelmeye ve sivri bir uç oluşturmalarıdır. Ancak termal martensit tane sınırına geldiğinde zor etkili martensit morfolojisinde olduğu gibi daha da incelmeyiz. Bu morfolojik fark, sıcaklık değişimi ile plakaların hareketini etkileyen faktörlerden birisidir [7, 18]. Martensit plakasındaki sivri ucun uzunluğu, sivri uca kümelenmiş Shockley kısmi dislokasyonlarına uygulanan kuvvet (τ) ile doğru orantılıdır. Bu kuvvet, malzemeye uygulanan dış zor ve istiflenme hatası enerjisinin bir fonksiyonudur [22].

2. 2. 2 Termoelastik ve Termoelastik olmayan dönüşümler

Şekil hatırlama olayı, martensitik dönüşüm sergileyen bazı alaşım sistemlerinde gözlenir. Termoelastik martensitik dönüşüm sırasında, sıcaklık düşürüldükçe martensit plakaları devamlı olarak oluşup büyürler. Aynı işlemin tersi olarak eğer sıcaklık yükseltirise plakalar kaybolmaya başlar. Burada dönüşümün gerçekleşebilmesi için ortamın sıcaklığının değiştirilmesi ya da dışarıdan bir zor uygulanması gerekmektedir. Termoelastik alaşımların bir diğer özelliği de suniesneklik hareketidir. Suniesneklik hareketinde de atermal dönüşümde olduğu gibi bir martensitik dönüşüm olayından bahsedilebilir [23]. Şekil 2. 3 ve Tablo 2.1 de martensitik dönüşümlerin termoelastik olan ve olmayan tipleri karşılaştırılmıştır. Şekil 2. 3 de büyük histerisize sahip Fe-Ni alaşımı termoelastik olmayan ve küçük histerisize sahip Au-Cd alaşımı ise termoelastik dönüşüm gerçekleştirmektedirler. Tablo 2.2 de ise şekil hatırlama olayı gösteren bir grup alaşım ve bazı özellikleri verilmiştir.

Fe-Mn-Si alaşımlarında gerçekleşen en genel dönüşümler $\gamma \rightarrow \epsilon$ şeklinde meydana gelir. Fe-Mn-Si esaslı alaşımlarda fcc (γ) $\rightarrow$ hcp (ϵ) dönüşümleri, yarı-termoelastik dönüşümler olarak sınıflandırılabilirler çünkü γ/ϵ arayüzeyi ve $a/6 < 11\bar{2} >$ Shockley kısmi dislokasyonları geriye doğru hareket edebilir ancak bu hareket 100 K den daha yüksek bir termal histerisiz ile gerçekleşir. Bu konuda yapılan TEM çalışmaları da termal olarak oluşan ϵ martensitlerin ısıtma sonucu oluşan geri dönüşümde büzüldüklerini kanıtlamıştır. İnce hcp martensit plakalarına sahip bir malzemenin iyi bir

şekil hatırlama etkisi göstermesinin sebebi, deforme edilmiş malzeme içerisinde dislokasyon yapısının matris ile tane içerisinde kalarak termoelastik bir denge sağlayıcı gibi davranmasıdır [6, 24]. $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitik dönüşümleri termoelastik olmamasına rağmen, Yang ve arkadaşları, bu tür dönüşümlerde süperelastik bir etki fark ettiler. Bu etkinin büyüklüğü malzemenin deforme edildiği sıcaklığa bağlıdır. Sivri uçlu martensit plakaların geri dönüşümü süperelastiklik özelliğini artırır. Deformasyon oranı arttıkça süperelastiklik etkisi azalır [18]. Aynı ϵ martensit fazında olduğu gibi α' martensit fazında da ince plaka martensit arayüzeyi, hareketli olduğu sürece termoelastik martensit gibi davranır [25].



Şekil 2.3: Termoelastik (AuCd) ve termoelastik olmayan (FeNi) martensitik dönüşümlerin histerisiz eğrileri [2].

Tablo 2.1: Martensitik dönüşüm tiplerinin genel karakteristikleri [3].

Tip	Çekirdeklenme	Büyüme	Kristal kusurları
Termoelastik	Soğutma etkisi	Sıcaklık düşüşüyle orantılı	Dönüşüm etkili
Termoelastik olmayan	Soğutmanın ani etkisi	Ani ve hızlı, soğutma hızından bağımsız	Dönüşüm etkili ve plastik deformasyonla

Tablo 2.2: Şekil hatırlama ve sunielastiklik özelliği gösteren bazı alaşımlar [26, 6].

Alaşım	Kompozisyon (atomik %)	Yapı değişimi	Sıcaklık histerisizi (°C)	Düzen durumu
Fe-Mn-Si	14-32 Mn 1-6 Si	$FCC \rightarrow HCP$ $FCC \rightarrow BCT$ $FCC \rightarrow FCT$	~100-200	düzensiz
Au-Cd	46.5~50Cd	$B2 \rightarrow 2H$	~15	düzenli
Cu-Zn	38.5~41.5Zn	$B2 \rightarrow 9R$, rombohedral M9R	~10	düzenli
Cu-Zn-X (X=Si, Sn, Al, Ga)	Birkaç at. %	$(DO_3) \rightarrow 9R (18R)$ $B2 (L2_1) \rightarrow M9R (M18R)$	~10	düzenli
Cu-Al-Ni	28~29Al 3~4.5Ni	$DO_3 \rightarrow 2H$	~35	düzenli
Cu-Sn	~15Sn	$DO_3 \rightarrow 2H, 18R$	—	düzenli
Cu-Au-Zn	23~28Au 45~47Zn	$Heusler \rightarrow 18R$	~6	düzenli
Ni-Al	36~38Al	$B2 \rightarrow 3R$	~10	düzenli
Ti-Ni	49~51Ni	$B2 \rightarrow Monoklinik$ $B2 \rightarrow Rombohedral$	20~100 1~2	düzenli
In-Tl	18~23Tl	$FCC \rightarrow FCT$	~4	düzensiz
Ag-Cd	44~49Cd	$B2 \rightarrow 2H$	~15	düzenli
Mn-Cu	5~35 Cu	$FCC \rightarrow FCT$	—	düzensiz

Martensit plakaların atermal olarak oluşmaya başladığı sıcaklık (M_s) değeri soğutma hızından bağımsızdır [27]. Geçen yüzyılın ortalarından bu yana austenit-martensit faz dönüşümleri üzerinde yapılan yoğun çalışmalarda, dönüşüm olayının, atermal olarak, sesin katılardaki yayılma hızı ile saniyenin 10^{-7} de biri kadar zamanda, duyulabilir bir ses eşliğinde olduğu veya izotermal

olarak gözle izlenebilecek bir hız ile ortaya çıktığı bulunmuştur. Bu farklılık, genellikle değişik alaşımlarda gözlenirken, Fe-Mn veya Fe-Ni-Mn gibi bazı demir içeren alaşımlarda, aynı alaşımda elementlerin bulunma oranlarına bağlı olarak da ortaya çıkabilmektedir [12].

2. 2. 3 Fe-Mn-Si alaşımlarında martensit yapıları

Fe-Mn-Si esaslı alaşımlarda martensitlerin yapısı alaşım sistemine ve alaşımın kompozisyonuna bağlıdır. Demir bazlı alaşımların teknolojik olarak kullanılabilir olanlarının birçoğu fcc→bct, fcc→hcp ve fcc→fct dönüşümleri ile ilgilidir. Fcc→bct dönüşümlerinde, bct martensit yapının tetragonalliğinin büyük olması tercih edilir. Bunun sebebi martensitteki ikizlenme eşik enerjisinin düşük tutulmak istenmesidir. Bu durum ise dönüşüm esnasında martensit plakaların daha iyi hareket etmesini sağlar. Martensitte düşük bir ikiz sınır enerjisi, dislokasyonların yoğunluğunu düşürmek için önemli bir faktördür [6].

Genellikle hcp yapıya sahip ϵ martensit fazının termal ya da zor etkili olarak meydana geldiği ve α' martensit fazının ise daha çok düşük Mn içeren kompozisyonlarda, ϵ martensit plakalarının arasında olduğu bilinir. Bununla birlikte Fe-Mn-Si alaşımlarında özellikle termomekaniksel işlemler sonucu ya da farklı işlemler sonucu başka tiplerde martensit fazları veya dönüşüm fazları da görülebilir. Wang ve arkadaşları, bazı mekaniksel işlemler sonucu Fe-30Mn-6Si alaşımında 8H dönüşüm fazına, aynı işlemler sonucunda Fe-28Mn-6Si-5Cr alaşımında ise 4H ve 6H yapılarına rastladıklarını belirttiler. Tabiki diğer martensit yapılarında olduğu gibi bu yapıların çekirdeklenmesi de bir istiflenme hatası mekanizmasına dayanmaktadır. İstiflenme hataları, fcc ana fazında her bir $\{111\}$ düzlemi üzerinde yığılırlar ancak buna ilaveten $\langle 111 \rangle$ fcc doğrultusunda farklı tekrarlanan periyotlarda yığılırlar. n değerinin periyodik bir yapı içerisinde birbirini tekrar eden katmanları temsil ettiğini düşünelim. $n=2$ olduğunda, ABAB.... sırasını takip eden hcp martensit yapısı meydana gelir. 2H martensit yapısının, her bir $\{111\}$ sıkı paket düzleminde Shockley kısmi dislokasyonlarının kayması ile çekirdeklendiği bilinmektedir. $n=5$ olduğunda, 5H martensit yapısı, fcc ve hcp fazlarının birer biriminin birleşmesi (ABC+AB) ile meydana gelir. Şekil 2. 4 de, bu durumda meydana gelen istiflenme sonucu, fcc fazın her bir dördüncü sıkı paket düzlemde kısmi dislokasyonların kayması ile martensit yapının oluştuğunu göstermektedir [17].

$n=6$ olduğunda, tekrarlanan istiflenme ABCACB şeklinde gerçekleşir. n değerinin 6 dan yüksek olduğu durumlarda, oluşan uzun periyotlu istiflenmelere göre, 8H ve 18R gibi martensitik yapılar meydana gelebilir [17].

ABCABABCABABCABABCABA... 5H yapısı

↑↑↑↑↑↓↓↓↓↓

ABCABABCABABCABABCABC... FCC yapısı

Şekil 2. 4: 5H yapısı için sıkı paket düzlemlerin kesme mekanizması [17].

2. 2. 3. 1 fcc→bct dönüşümlerinde ikizlenme bandlarının genişliğine etki eden faktörler

Küçük bir termal histerisizle martensitik dönüşümde, geri dönebilen hareketli bir austenit-martensit arayüzeyine sahip alaşımlar için üç durumun gerekli olduğu söylenebilir. İlk önce martensit yapının cisim merkezli tetragonal (bct) olması gerekir. İkinci olarak alaşımın düzenli yapıya sahip olması arzu edilir. Martensit oluşum sıcaklığında, martensitteki kritik kayma zoru oldukça yüksek olmalıdır. Bu şartları kısmen de olsa sağlayan az miktarda demir bazlı alaşım vardır [6].

Farklı α' martensit yapıları içerisinde sadece ince plakalı martensitlerin mükemmel bir şekil hatırlama özelliği gösterdiği iyi bilinmektedir. Bu martensit türü çok ince ve düzlemsel bir ara yüzey ile karakterize edilir ve martensitteki dönüşüm ikizleri bir arayüzeyden diğerine boyluboyunca uzanır. Bunun dışında, martensit fazının oluşmadığı bölgelerde, ana austenit fazı nadiren dislokasyon içerir. Bu durum ise, austenitteki dönüşüm zorlanmasının elastik uyumlu olduğunu gösterir. Bu hal, diğer α' martensit tiplerinde yapılan gözlemlerin tam tersidir. İnce martensit plakaların arayüzeyi termal histerisiz ile hareket eder ve martensit plakaları soğutma sırasında kalınlaşır ve ısıtma sırasında ise küçülür. Bu davranış diğer α' martensit tiplerinde gözlenmez. Martensitte tamamiyle genişlemiş dönüşüm ikizlerinin oluşumu, arayüzeylerin geri dönüşebilir hareketleri için önemli olabilir [25].

İnce plakalı α' martensitlerin, tamamiyle ikizlenmiş olması ve austenitte mükemmel elastik uyumu, demir esaslı alaşımlarda ince plakalı martensitlerin oluşumunu şu dört faktörün destekleyebileceğini düşündürür [25]:

a) Austenit fazının yüksek miktarda dayanımı (strength)

b) Dönüşüm sonrası örgüde meydana gelen küçük bir hacim değişimi ve bu hacim değişiminden dolayı oluşan zorlanma

c) M_s nin olabildiğince düşük bir sıcaklıkta olması

d) Martensit fazına ait kristalin yüksek bir tetragonaliteye sahip olması

Martensit fazına ait kristalin tetragonalliğinin artması, küçük bir ikizlenme kesmesi, kristalin hacim değişikliğinden dolayı meydana gelen zorlanma ve düşük bir ikiz sınır enerjisi ile ilgilidir [25].

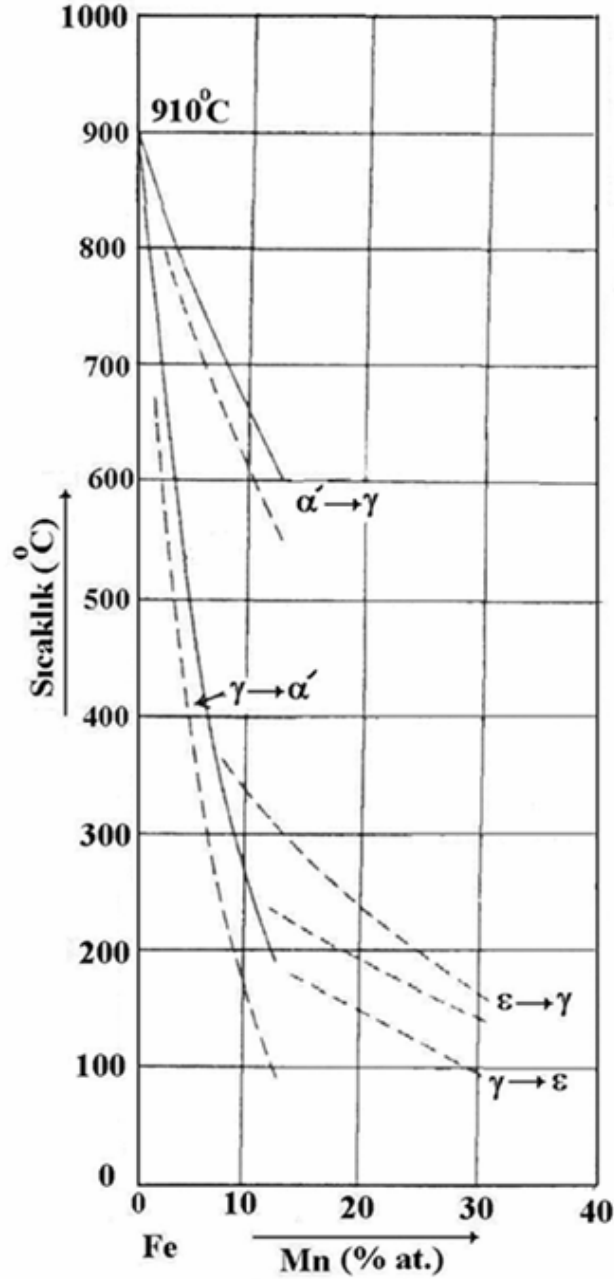
Tüm bu bilgilerden yola çıkarak, ince plakalara sahip martensit fazının termal histerisizini daraltmak için yapılabilecek en önemli işlemin, martensit fazındaki dönüşümden dolayı meydana gelebilecek ikizlerinin kalınlığını bazı işlemler yoluyla azaltmak olduğu düşünülebilir. Austenit fazının yüksek direnci ve bct martensit kristalinin yüksek tetragonallığı, martensit fazın içerisindeki ikizlerin kalınlığını düşürecektir [25].

2. 3 Faz Diyagramları

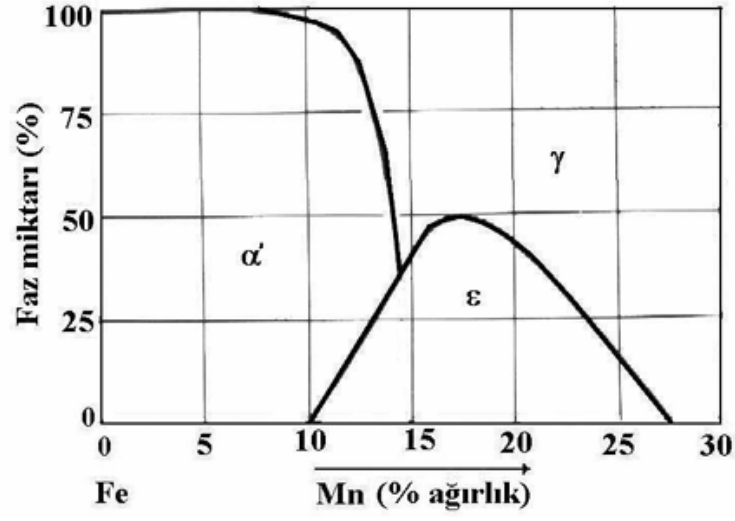
Ağırlıkça %40 a kadar Mn içeren ikili Fe-Mn alaşımlarının faz diyagramı Şekil 2. 5 de gösterilmiştir. 1000°C de tavlandıktan sonra havada soğutulan düşük C lu Fe-Mn alaşımlarının dönüşüm ürün miktarlarını gösteren faz diyagramı Şekil 2. 6 da ve basıncın faz dönüşümüne etkisi ise Şekil 2. 7 de verilmiştir. Fe-Mn alaşım sistemleri üzerinde birçok çalışma olmasına rağmen, bu alaşımların faz diyagramları hakkında bilgi yetersizdir. Bu durumun sebebi, Fe-Mn alaşımlarında birçok farklı kristal yapılanmanın olması ve incelemeler için yüksek saflıkta Fe ve Mn elde etmenin zor olmasıdır [28].

%3,2 den daha çok Mn ihtiva eden Fe-Mn alaşımlarında γ fazında, soğutma sonucu meydana gelen dönüşüm esnasında kompozisyona bağlı olarak en çok oluşan martensitler α' bct aşırıdoymuş katı çözeltilisi ile hcp ϵ aşırıdoymuş katı çözeltilisidir [27]. γ ana austenit fazı yüz merkezli kübik (fcc) kristal yapıya sahiptir ve malzemenin kompozisyonunda artan Mn konsantrasyonu ile birlikte bu faza ait örgü parametresi de artar. Yarıkararlı ϵ fazı hcp dir [28]. Her iki fazın da kompozisyonu kendilerini oluşturan γ ana austenit fazıyla aynıdır. Isıtma ile meydana gelen değişim geri dönüşümlüdür. Geri dönüşümün başladığı sıcaklık A_s ise M_s sıcaklığından çok yüksektir. Kompozisyon içerisindeki Mn oranı arttıkça, $\gamma \rightarrow \alpha'$ dönüşümünün sıcaklık histerisizi de artar. $\gamma \rightarrow \alpha'$ dönüşümüne göre $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümünün sıcaklık histerisizi daha küçüktür. % 10 dan fazla

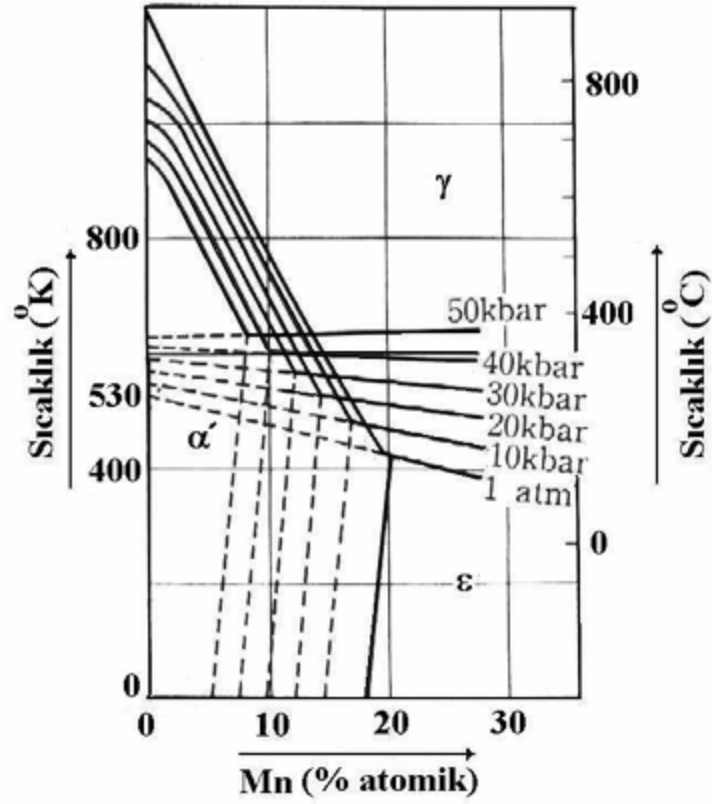
Mn içeren yapılarda diğer yapılarla birlikte ana austenit fazının da bulunma (retained) ihtimali vardır [27]. % 14 den daha fazla Mn içeren alaşımlarda γ fazı kısmi olarak ε fazına dönüşme eğilimindedir. Bunun sebebi, malzemenin elastik limitinin düşük, plastik limitinin ise yüksek olmasıdır [28]. Kompozisyonunda % 20 den daha çok Mn ihtiva eden alaşımlarda ε martensit yapısına α' martensit yapısından çok daha fazla rastlanır [27].



Şekil 2. 5: Fe-Mn alaşımlarının faz diyagramı [27].



Şekil 2. 6: 1000°C de tavlandıktan sonra havada soğutulan düşük C lu Fe-Mn alaşımlarının dönüşüm ürün miktarları [1].



Şekil 2. 7: Fe-Mn faz diyagramında basıncın etkisi [1].

Fe-Mn alařımlarının yeniden kristallenme sıcaklıęı artan Mn konsantrasyonuyla artar. %26,6 Mn ieren bir alařım iin yeniden kristallenme sıcaklıęı 595°C iken, %48 Mn ieren bir alařım iin yeniden kristallenme sıcaklıęı 705°C dir [28].

Malzeme ierisindeki Mn, demir ve elięin korozyon direncini hem atmosfere karřı hemde suya karřı olduka dřürür [28].

3. DEMİR BAZLI ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLARIN DÖNÜŞÜM DAVRANIŞLARI VE KARAKTERİSTİK ÖZELLİKLERİ

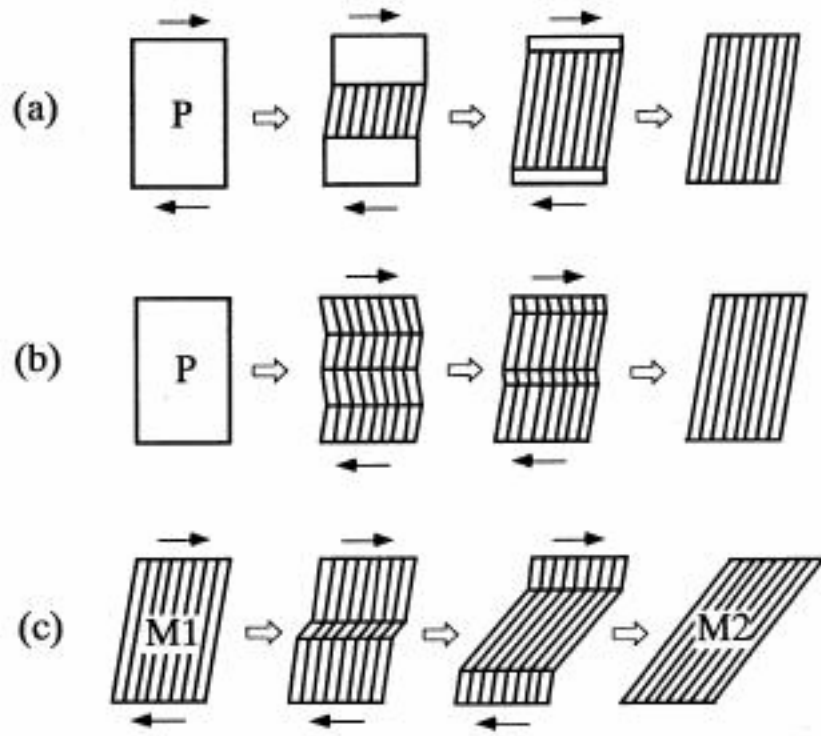
Ti-Ni ve Cu bazlı şekil hatırlamalı alaşımların yanısıra yeni bulunan FeMnSi bazlı şekil hatırlamalı alaşımlar da endüstride kullanım alanı bulmaya başlamıştır. Fe bazlı şekil hatırlamalı alaşımlar diğerlerine göre daha ucuz olmaları nedeniyle tercih edilmektedirler [6]. Ancak Fe-Mn-Si alaşımlarının çalışılmasındaki zorluk, bu alaşımların şekil hatırlama özelliğini daha çok zor etkili dönüşümler gerçekleştiğinde göstermesidir. Bu yüzden, bu alaşımlar, şekil hatırlama davranışları için sanayide daha çok termomekaniksel işlemlerde kullanılabilirler. Bu durumda Fe-Mn-Si alaşımlarına ilk önce bir miktar zor uygulanmalı, daha sonra da ısıtılma tabi tutulmalıdır [8].

3. 1 Demir Bazlı Alaşımlarda Şekil Hatırlama Etkisinin Mekanizması

Şekil hatırlamalı alaşımlara bir dış zor uygulandığında Şekil 3. 1 de gösterildiği gibi üç deformasyon modundan söz edilebilir. Bunlar [6]:

- (a) Zor etkili martensitik dönüşümler,
- (b) Martensit varyantlarının arasındaki sınırların hareketleri,
- (c) Martensit fazına ait olan uzun periyot istiflenmesinin bir varyantından diğer varyanta zor etkili dönüşüm.

Zor etkili martensitik dönüşümlerde martensit plakası, uygulanan bir zorla oluşur ve bu zorun artırılması ile plakalar büyür. Isıtma ile austenit-martensit arayüzeyi geri hareket eder ve orijinal şeklini hatırlar. Martensit varyantlarının arasındaki sınırların hareketleri ise birbiriyle uyumlu (self accommodating) martensit plakaları M_f sıcaklığının altına kadar soğutulması ile başlar ve uygulanan zorların etkisi ile plakalar büyür. Tekrar ısıtma ile de orijinal faza geri döner. Martensite ait olan uzun periyot istiflenmesinin bir varyantından diğer varyanta zor etkili dönüşümün gerçekleşmesi durumunda ise değişik bir istiflenme düzeni ile uzun periyotlu bir istiflenme yapısı uygulanan zor ile oluşur ve zorun artması ile büyür. Martensit varyantlarının arasındaki sınırlar hareket ettiklerinde, şekil değişimi diğer durumlara göre daha yüksek bir mertebededir. Demir dışı şekil hatırlamalı alaşımların aksine demir bazlı alaşımlar, daha çok zor etkili dönüşümler geçirirler ve geri dönüşüm daha zor gerçekleşir. Bu durumda demir bazlı alaşımların austenit-martensit arayüzey hareketlerinin davranışları çok önemli hale gelmektedir [6].



Şekil 3.1: Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç çeşit deformasyon modunu gösteren şematik resimler, (a) Martensit plakasının oluşumu ve uygulanan zor ile kalınlaşması. (b) Uygulanan zor ile martensit varyantları arasındaki hareket. (c) Uygulanan zor ile bir martensit yapıdan diğer martensit yapıya dönüşüm [6].

Fcc→hcp martensitik dönüşümü gerçekleştiren demir bazlı şekil hatırlamalı alaşımlarda martensit genellikle ince plakalar şeklinde oluşur. Bu durumun sebebi muhtemelen austenit-martensit arayüzey enerjisinin çok düşük olmasıdır [6].

3. 2 Şekil Hatırlama Davranışına Fcc↔Hcp Dönüşümlerinin Etkisi

Fcc→hcp martensitik dönüşümü gösteren birçok alaşım sistemleri olmasına rağmen, bu dönüşüm sistemine şekil hatırlama etkisi için çok az ilgi gösterilmiştir. Fe-Mn-Si alaşımları için %28-30 Mn ve %4-7 Si içeren kompozisyonlarda oda sıcaklığında bükme testleri için %70-90 arasında şekil hatırlama oranları tespit edilmiştir [6]. Yüksek manganlı Fe-Mn alaşımlarında mükemmel bir şekil hatırlama etkisi elde etmek için malzemeye Si eklenmesi esaslı bir çözüm olarak düşünülebilir. Bu tür alaşımlarda malzemeye Si eklenmesi, malzemenin manyetik dönüşüm

sıcaklığı olan Neel sıcaklığını ve austenit fazına ait istiflenme hatası enerjisini düşürür. Austenit fazında Neel sıcaklık noktasının düşmesi, $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümü için gerekli olan sürücü kuvveti artırır ve ϵ martensitinin oluşumu için gerekli zor miktarının düşük olmasını sağlar. Malzemeye Si eklenmesi mükemmel bir şekil hatırlama etkisi için gerekli olan Shockley kısmi dislokasyonlarının geriye doğru hareketini kolaylaştırır. Aynı Si eklenmesi işleminde olduğu gibi malzemeye C eklenmesi de şekil hatırlama etkisini geliştirmek için çok önemli bir etkidir. Bunun sebebi ise C ve N gibi arayer atomlarının yüksek manganlı çeliklerde austenit fazının direncini daha da arttırmasıdır [25]. Fe-Mn-Si alaşımlarında Cr ve Ni kullanmak korozyondan korunmayı sağlar. Bu tür dönüşümlerde martensit plakaları çok ince bir görünümde oluşur. Bu dönüşümde kalın gibi görünen plakalar bile aslında çok ince plakaların birleşmesiyle oluşmuşlardır. Buradan şunu anlıyoruz ki bu tür alaşımlarda iyi bir şekil hatırlama etkisi gözlemleyebilmek için malzememizin olabildiğince ince plakalardan oluşması gerekmektedir. İnce bir görünüme sahip martensit plakaları, fcc yapıdaki ana faza ancak ileri dönüşümle oluşan Shockley dislokasyonlarının geri hareket etmesiyle tekrar dönüşebilir. Bu yüzden bu çok ince martensit plakalarının oluşum mekanizmasını bilmek çok önemlidir. İnce plakaların oluşum mekanizması düşünüldüğünde, şu iki temel soru akla gelebilir [6]:

- (a) Niçin hcp martensit plakanın kalınlaşması çok ince kalınlıkta plakalar oluşturacak şekilde erkenden duruyor?
- (b) Niçin hcp martensitlerin içerisinde yüksek oranda istiflenme hataları oluşuyor?

İstiflenme hataları Shockley kısmi dislokasyonlarının hareketiyle oluşur [29]. Bu alaşımlarda deformasyon bazı uzun periyot istiflenme hatalarının oluşumuna sebebiyet vermektedir. Uygulanan zor arttıkça oluşan ince plakalar kalınlaşacağına bu plakaların yanına yeni ince plaka oluşumları meydana gelir. Bu oluşum süreci termomekaniksel işleme tabi tutulmuş malzemeler için zor etkili martensitik dönüşümün de ana oluşum modunu meydana getirir [6]. Fe-Mn-Si alaşımlarında termomekaniksel işlem, yaklaşık %2,5 luk bir deformasyon ve ardından 600°C de tavlama işlemi ile ortaya çıkar ve be işlemin belli bir sayıda tekrarı şekil hatırlama etkisini artırır [25].

Şekil 2.1 de gösterilen $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitik dönüşümleri, her bir (111) austenit düzlemi üzerinde bir $a/6\langle 211 \rangle$ kısmi dislokasyonunun hareketinden oluşur. Bu durumda, (111) $_{\gamma}$ düzlemi için mümkün üç kesme doğrultusu vardır. Bu üç kesme sistemi, hcp kristallerinin aynı yönelime

sahip olmasını sağlar. Kendiliğinden oluşan yada termal etkili ε martensit plakaları genellikle birbiriyle uyumlu yapıları olarak bilinirler. Termal ε bandı, genellikle dönüşmüş bölgenin toplam şekil zorlanmasını azaltmak için farklı kesme doğrultularına sahip üç varyanttan oluşur. Aksine, zor-etkili ε martensit, uygulanan zorun yönüne doğru tek bir tip Shockley kısmi dislokasyonun hareketini gerçekleştirir. Bundan dolayı, zor etkili ε bandı tek bir varyant içerir. Termal etkili ε band oluşumunda, üç tip varyantın uyumu ile toplam şekil zorlanması sıfır olur. Zor etkili ε bandı, şekil hatırlama etkisi için şekil deformasyonu gerçekleştiren geniş bir dönüşüm kesmesi üretir [25].

$\varepsilon \rightarrow \gamma$ geri dönüşümü, $\gamma \rightarrow \varepsilon$ ileri dönüşümünde olduğu gibi üç tip eşit kesme doğrultusu ile Shockley kısmi dislokasyonların hareketiyle meydana gelir. $(0001)_\varepsilon$ düzlemine düşen üç tip kesme doğrultusu, ileri dönüşümdeki aynı yönelim ile fcc kristalinin oluşumuna sebep olur. Bununla birlikte ε martensite ait dönüşüm zorlanmasının ancak geri dönüşüm sırasında, ileri dönüşüme yol açan kısmi dislokasyonların tersine hareket etmesi ile tamamiyle eski durumunu hatırlayacağı vurgulanmalıdır [25].

3. 3 Dönüşüm Sıcaklıkları

Fe-Mn-Si şekil hatırlamalı alaşımları için faz dönüşüm sıcaklıkları çok önemli parametrelerdir. Bu dönüşüm sıcaklıklarından özellikle M_s sıcaklığının oda sıcaklığı civarında olması çok önemlidir. Faz dönüşüm sıcaklıkları genel olarak mikroyapı farklılıkları ve malzemeye uygulanan farklı işlemlerden etkilenebilirler [30]. M_s sıcaklığı, tavlama sıcaklığı arttıkça yükselir [31]. Yapısal dönüşümün yanında, Fe-Mn-Si alaşımlarında paramagnetik düzenden antiferromagnetik düzene magnetik bir dönüşüm söz konusudur. Bu dönüşümün gerçekleştiği sıcaklığa Neel sıcaklığı (T_N) adı verilir. T_N sıcaklığının, M_s sıcaklığına göre durumu dönüşüm davranışını ve şekil hatırlama etkisini değiştirebilir [32]. Paramagnetizma $\rightarrow$ antiferromagnetizma dönüşümü ikinci dereceden bir dönüşüm olduğundan (hacim genişlemesi vb. sonuçlar yoktur) uygulanan zor ile ilişkisi yoktur. Bu yüzden uygulanan zor direkt olarak dönüşümü etkiler [21]. Bu alaşımlarda Mn içeriğindeki artış Neel sıcaklığının yükselmesine sebep olur ve γ fazının kararlılığını artırır [33, 34]. Düşük miktarda Mn içeren Fe-Mn-Si alaşımlarında kütlece her %1 Mn artışında T_N sıcaklığı 10°C artar ve A_s sıcaklığı 10°C azalır [21]. T_N sıcaklığı malzeme içerisinde artan Si konsantrasyonu ile azalır [33]. Si katkısı istifleme hatası enerjisini artırır ve austenit fazının kararlılığını azaltır [35]. Cr ve Al elementleride aynı Si gibi malzemenin T_N sıcaklığını

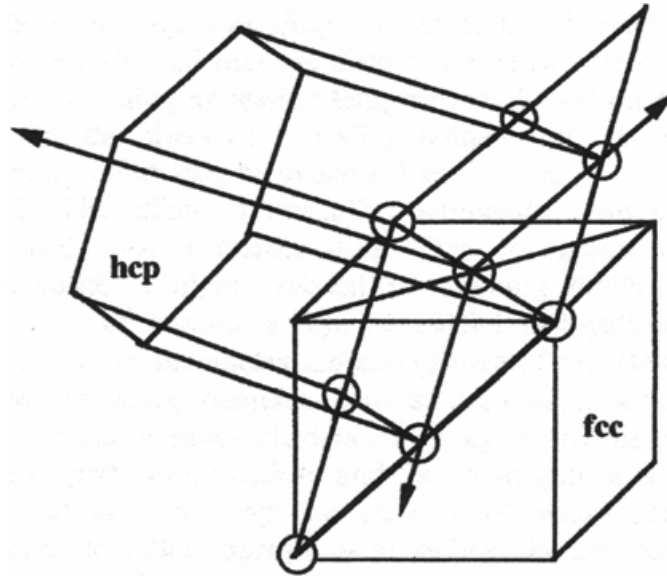
düşürür. Ayrıca Al malzemenin M_s sıcaklığını düşürebilecek en etkili elementlerden birisidir [9, 36]. Termal çevrimleme ile M_s sıcaklığı azalırken A_s ve A_f artar [32, 37].

4. MARTENSİT FAZIN KARARLILIĞI VE ÇEVİRİMLEME ETKİLERİ

4. 1 Martensit Fazın Kararlılığı

Kararlılığa yol açan etkenlerin en önemlilerinden birisinin atomik yapının düzenlenmelerindeki değişikliklerin olduğu açık bir şekilde anlaşılmıştır. Buna rağmen, yapısal değişimin detayları hala net değildir [38; 39]. Kararlılığa etki eden pek çok faktör mevcuttur. Yaşlanma ve çökelti fazlarının oluşumu da martensit kararlılığına etki edebilir. Çökelti faz oluşumunda difüzyon çok önemlidir [3]. Bir Fe-Mn-Si alaşımında zor etkili martensit oluşumu esnasında meydana gelen plastik deformasyon, martensit fazını kararlı hale getirir. Bunun dışında termal çevrimleme de ϵ martensiti kararlı hale getirir. Artan termal çevrimleme kalıcı martensit oranını artırır. Yapı içerisinde kalan martensit, ikinci ya da daha sonraki çevrimlemelerde martensit çekirdeklenmesine ihtiyacı azaltır [31].

ϵ hcp fazına ait sıkı paket istiflenme dizilimi ABABABABAB.... şeklindedir. Bu dizilim austenit fazına ait ABCABABCABCA.... diziliminin istiflenme hatasından hcp yapının bir embriyosu olarak ortaya çıkar. Bu tür bir yapının üst üste binmesi bulk ϵ martensit fazını oluşturur. Fcc ve hcp istiflenme dizilimleri düşük serbest enerji ve istiflenme hatası enerjisi farklarına sahiptir. Şekil 4.1 de gösterildiği gibi ana faz ile martensit faz arasındaki dönme ilişkisi $\{111\}_{fcc} // \{0001\}_{hcp}$, $\langle 110 \rangle_{fcc} // \langle 1120 \rangle_{hcp}$ şeklinde olabilir [30].

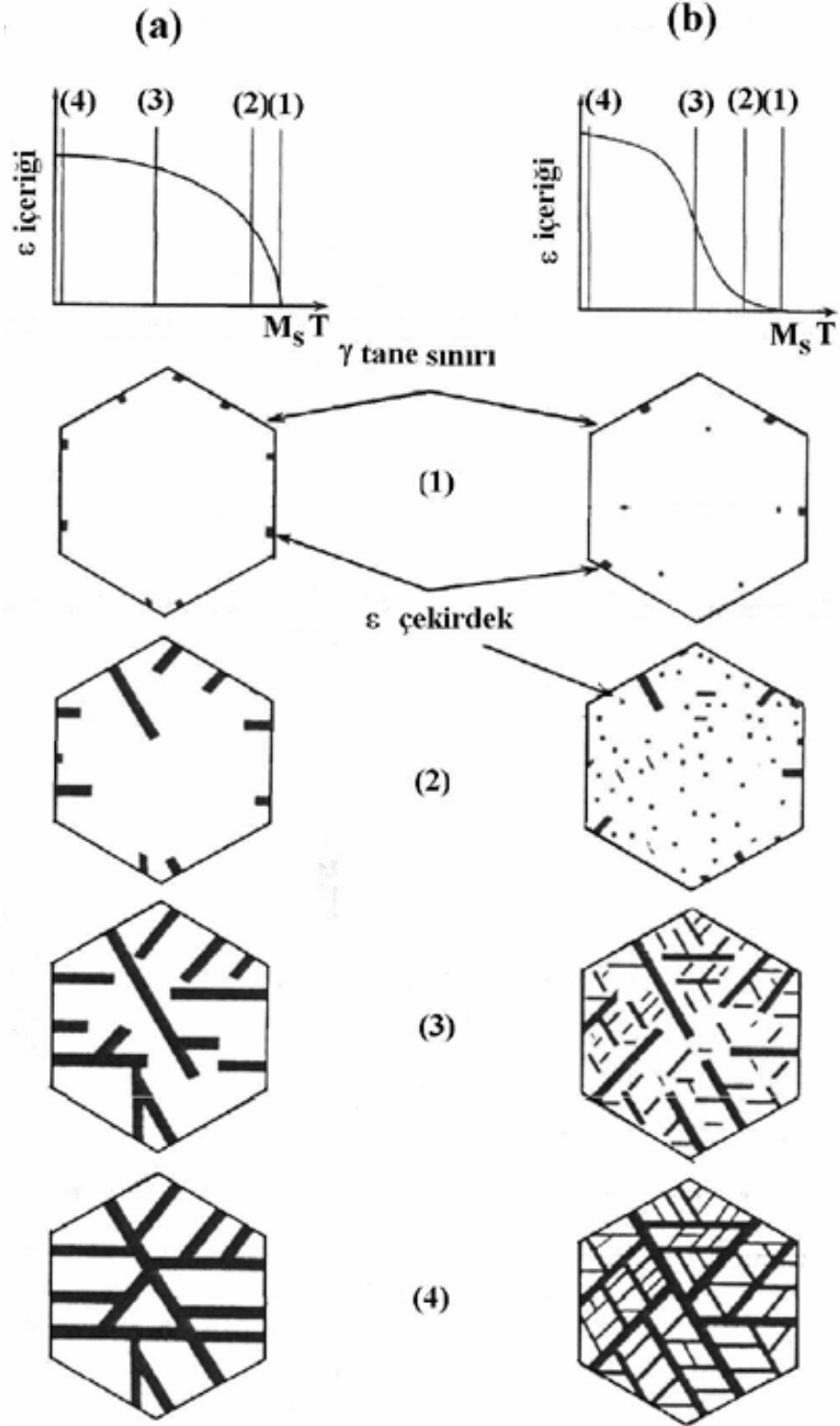


Şekil 4.1: ϵ martensit fazı ve γ austenit fazı arasındaki dönme ilişkisini gösteren şematik çizim [30].

Bu sonuç elektron difraksiyonu yöntemiyle de doğrulanmıştır. ϵ martensit plakaları detaylı bir şekilde incelendiğinde, istiflenme hatalarının diziliminin homojen bir martensit yapı oluşturmadığı martensit plakalarının band yapısı görülebilir. Bu istiflenme hataları, $\epsilon \rightarrow \gamma$ dönüşümü esnasında da aynı $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümünde, ϵ fazı embriyosu olarak davrandıkları gibi γ fazının bir embriyosu gibi davranırlar [30].

4. 2 Dönüşüm Çevrimlemesi

Şekil hatırlamalı martensitik alaşımlardan yapılmış cihazlar çok sayıda termal dönüşüm çevrimlemesine, kararlı bir yapıya ve güvenilir şekil hatırlama etkilerine sahip olmalıdır [40]. Fe-Mn-Si alaşımlarında iyi bir şekil hatırlama etkisi oluşturabilmek için alaşım özel bir termomekaniksel işleme tabi tutulmalıdır. Bu termomekaniksel işlem birkaç termal çevrimleme içerir. Bu çevrimlemelerin her birinde numune oda sıcaklığı civarında bir miktar deformasyona tabi tutulur. Bu deformasyonlar sonucu malzeme içerisinde zor-etkili martensitik dönüşümler meydana gelir. Bu işlemin sonunda malzeme geri dönüşüm sıcaklığının üzerinde bir sıcaklığa kadar ısıtılır. Bu işlemlerin tümü termomekaniksel işlemi oluşturur ve aşağıda belirtilecek tüm termomekaniksel işlem terimleri bu çalışma sistemini anlatmaktadır. Böyle bir termomekaniksel işlemin şekil hatırlama etkisi kullanılarak çalıştırılacak bir cihaz tasarımı için ne kadar zor ve pahalı bir uygulama olduğu açıktır [41]. Zhao, Fe-Mn-Si-Cr-Ni alaşımları üzerinde yaptığı çalışmada, şekil hatırlama etkisinin ilk üç termomekaniksel çevrimde (bükme testi) artış gösterdiğini fakat bu çevrimleri takip eden iki çevrimde ilk üç çevrime göre bir miktar daha küçük bir artış olduğunu tespit etmiştir [42]. Çevrimleme miktarı arttıkça, zor etkili ϵ martensit plakalarının uçları daha da sivrilerek mızrak şeklini alır ve plakaların kalınlığı yavaş yavaş azalır. Ayrıca martensit plakalarının içerisindeki istiflenme hataları artar [43]. Şekil 4. 2 de, tavllanmış ve termal çevrimlemeye tabi tutulmuş numunelerde $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitik dönüşümü esnasında mikroyapıdaki değişikliklerin şematik bir gösterimi sunulmuştur. Şekil 4. 2 (a), her bir çevrimde tavlama sonucu ortaya çıkan mikroyapıyı, Şekil 4. 2 (b) ise her bir çevrimde deforme edilen numuneye ait mikroyapıyı ifade etmektedir. Yukarıdan aşağıya sıralanan numaralar ise tekrarlanan her bir çevrimi gösterir. Bu şematik gösterimler yüksek sıcaklıkta tavlanan numunelerin oda sıcaklığına kadar soğutularak termal çevrimlemeye tabi tutulmaları sonucu elde edilen optik mikrografları temel alınarak çizilmiştir.



Şekil 4.2: Mikroyapısal değişimlerin şematik gösterimi, (a) tavlanmış ve (b) termal çevrimlemeye tabi tutulmuş numune [37].

Artan sayıdaki termomekaniksel işlemler sonucu [44],

- a) Martensit plakaları giderek inceler ve daha homojen dağılmışlardır,
- b) Deformasyon ikizlerinin oluşumu engellenir.

Tekrarlanan çevrimlemeler sonucu oluşan zor etkili ϵ martensitlerinin çekirdeklenmesini temsil eden istiflenme hatası şeritlerinin yoğunluğunda kayda değer bir artış meydana gelir. İkinci ve daha sonra meydana gelen çevrimlemelerde birinci çevrimlemeye göre çok daha küçük kalıcı zorlanma oluşur [44].Yapılan çalışmalardan artan sayıdaki termal çevrimlemeler sonucu Fe-Mn-Si alaşımlarında malzemenin eski şekline geri dönüşebilme kapasitesinde artış olduğu gözlenmiştir [45].

5. DENEYSEL İŞLEMLER

Şekil hatırlama özellikleri incelenen dört adet FeMnSi alaşımı, TÜBİTAK MAM'da hazırlandı. Ergitme işleminde Balzers VSG02 model vakum indüksiyon ocağı ve Zirkonya esaslı ZR93TC pota kullanıldı. Numunelerin dökümü esnasında, ergitme işleminde Fe ve Mn elementleri pota içerisine, Si, Cr ve Al elementleri ise ocak içerisindeki alaşım katkı bölmesine yerleştirildi. Vakumlama yapıldıktan sonra 200 Torr argon atmosferinde ergitme yapıldı. Pota içerisindeki karışım ergidikten sonra Si ve alaşım türüne göre Cr veya Al ilave edildi. Döküm sıcaklığına gelindiğinde vakum kaldırılıp kapak açıldı ve önceden ısıtılmış seramik kalıba döküm yapıldı. Sıcaklık bu aşamada 1500°C ile 1600°C arasında kontrol edildi. Alaşımların, bir Spectrolab marka M5 model cihaz kullanılarak yapılan analizleri Tablo 5. 1 de verilmiştir.

Kullanılan 1, 2, 3 ve 4 numaralı numunelere Tablo 5. 2 de belirtilen ısı işlemleri uygulandı.

Tablo 5. 3 de belirtilen numunelerin tümünün X-ışınları difraksiyonu pikleri elde edildi. İncelenen numunelerin ısıtma ve soğutma DSC eğrileri elde edildi. İmkansızlıklardan dolayı sadece 4A numunesinin mössbauer spektrumu çekildi. 1A, 2A, 3A ve 4A numunelerinin TEM resimleri çeşitli büyütmelerde çekildi ve önemli bölgelerin difraksiyon (kırınım) desenleri elde edildi. Tüm numunelerin SEM fotoğrafları çeşitli büyütmelerde çekildi. 2A ve 4B numunelerinin farklılıklar gösteren bölgeleri için EDAX analizleri yapıldı. Numunelerin tümünün optik mikroskop görüntüleri elde edildi. Şekil hatırlama özelliklerine ışık tutmak üzere 1A, 2A, 3A ve 4A numunelerinde çekme deneyleri yapıldı. Tüm numunelerin bükme deneyleri gerçekleştirildi. Buna ilaveten 1A, 2A, 3A ve 4A numuneleri 900°C de ve 800°C de 60 dakika tavlanıp havada soğutulmasından elde edilen 8 ayrı numuneye de bükme işlemleri uygulandı. Bu ilave deneyin amacı da numunelerimizin şekil hatırlama oranlarında önemli farklılıkların oluşup oluşmadığını tespit etmektir. Yine sertlikteki değişimlerin şekil hatırlama davranışı ile ilgisini araştırmak üzere tüm numunelerin (16 numune) sertlik ölçümleri yapıldı. Numunelerin çekme ve bükme deneyleri yardımıyla şekil hatırlama oranları belirlendi.

Bu çalışma boyunca incelenen Fe-Mn-Si alaşım numunelerinin çeşitleri ve uygulanan ısı işlemleri de gösteren örnekler Tablo 5. 3 de verilmiştir. İlerideki yazımlarda numune adları bu tabloya göre ifade edilmiştir.

Tablo 5.1: Bu çalışmada kullanılan alaşımların ağırlık yüzdeleri

Alaşım No	Fe	Mn	Si	Cr	Al	V	C	Nb	Ni	Cu	S	P
1	71,9000	24,6200	3,2800	0,0647	0,0020	0,0897	0,0020	0,0020	0,0147	0,0102	0,0010	0,0025
2	68,7400	28,2700	2,2600	0,0484	0,4850	0,1120	0,0020	0,0020	0,0010	0,0086	0,0034	0,0061
3	67,8000	28,7100	2,2700	1,0300	0,0020	0,1310	0,0020	0,0021	0,0010	0,0094	0,0015	0,0070
4	69,2700	27,7900	2,7200	0,0425	0,0023	0,1200	0,0020	0,0020	0,0010	0,0122	0,0020	0,0080

Tablo 5.2: Bu çalışmada kullanılan 1, 2, 3 ve 4 numunelerine uygulanan ısıt işlemler.

A	1000°C de 60 dakika homojenleştirilip açık havada soğutma yapıldı.
B	1000°C de 60 dakika süre ile homojenleştirildikten sonra buzlu suda doğrudan ani soğutma yapıldı.
C	1000°C de 60 dakika homojenleştirildikten sonra hava ortamında soğutulup, sonra da 1 saat süreyle sıvı azot içerisinde soğutma yapıldı.
D	1000°C de 60 dakika homojenleştirilip sonra sıvı azot içerisinde ani soğutma yapıldı.

Tablo 5.3: Bu çalışmada kullanılan numunelerin adları.

Tablo 2 deki Isıl İşlem Türleri	Tablo 1 deki Alaşım Numaraları			
	1	2	3	4
A	1A	2A	3A	4A
B	1B	2B	3B	4B
C	1C	2C	3C	4C
D	1D	2D	3D	4D

5. 1 X-ışını Difraksiyonu Ölçümleri

İlk önce, alaşımlardan disk şekilde parçalar kesilmek suretiyle 1, 2, 3 ve 4 numuneleri elde edildi. Her bir numune (1, 2, 3 ve 4), A, B, C ve D ile gösterilen ısıtma işlemine tabi tutuldu. X-ışını difraktoqramlarının elde edilmesi için bilgisayar kontrollü bir RIGAKU RADB DMAX-III X-ışını difraktometresi kullanıldı. Difraktometrede süzölmüş 1,54056 Å dalga boylu Cu-K α ışını kullanıldı. Alınan tüm difraktoqramlar esnasında difraktometrenin 2 θ açısı için tarama hızı 6°/dakika olarak seçildi.

Tablo 5. 3 de verilen numunelerden elde edilen X-ışını difraksiyon pikleri indislendi, tüm numunelerin örgü parametreleri ve kristal yapıları belirlendi.

5. 2 Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri

İncelediğimiz numunelerin ters ve ileri dönüşüm sıcaklıklarının tayin edilmesi için bilgisayar kontrollü bir Perkin Elmer Pyris 6 DSC termal analizörü kullanıldı. Burada numunelere iki değişik deneysel işlem uygulandı:

(a) Tablo 5. 3 de verilen tüm numuneler için 15°C/dak ısıtma ve soğutma programı uygulandı. Bu programdan elde edilen dönüşüm eğrileri kullanılarak ters ve ileri dönüşümler için dönüşüm sıcaklıkları, dönüşüm entalpileri ve aktivasyon enerjileri belirlendi. Aktivasyon enerjilerinin tespitinde Stava ve Sestak metodu kullanıldı.

(b) Yine Tablo 5. 3 de verilen tüm numuneler için 30°C/dak ısıtma ve soğutma programı uygulanıp üç kez termal dönüşüm çevrimlemesine tabi tutularak, DSC ölçümleri alındı. Elde edilen ısıtma ve soğutma eğrilerinden, dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm entalpileri belirlendi ve çevrimlemenin şekil hatırlama davranışına etkisi belirlendi.

5. 3 Mössbauer Spektroskopisi Ölçümleri

Sadece 4A örneğinden mössbauer ölçümleri için yaklaşık 0.040 mm kalınlıkta bir numune hazırlandı. Geçirimli ⁵⁷Fe Mössbauer spektrumu, bir sabit-ivme spektrometresi ile ⁵⁷Co(Rh) kaynağı kullanılarak oda sıcaklığında, 256 kanal üzerinden elde edildi. Cihaz, mössbauer spektrumu için oda sıcaklığında α -Fe e ait bir ince tabaka kullanılarak kalibre edilmiştir. Kalibrasyon sabiti 0,0702

olarak bulundu. Ölçümler esnasında 14,413 KeV lik yüksek enerjili γ -ışınları kullanıldı. Mösbauer spektrumu, WissEl GmbH şirketi tarafından sağlanan Normos Mösbauer Fitting programı kullanılarak deneysel sonuçlar ve teorik eğriler karşılaştırıldı. Numuneden spektrum almak için numune γ ışını kaynağına doğru sabit bir hızda hareket ettirildi ve ölçümler sırasında numunenin γ ışını kaynağına doğru olan sabit hızı -8,96 mm/s olarak alındı. Hız değeri, numune kaynağa doğru hareket ettiğinden pozitif olarak değerlendirildi [46].

5. 4 Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM)

Tablo 5. 3 de verilen örneklerden sadece 1A, 2A, 3A ve 4A numuneleri bir tel erezyon cihazı kullanılarak 100 μ m kalınlığına kadar inceltildi ve kesildi. Kesme işlemi sulu ortamda gerçekleştirildi. Daha sonra STRUERS TENUPOL 3 elektro parlatma cihazında %20 sülfürik asit ve %80 metanol çözeltisi elektrolit olarak kullanılarak delme işlemi gerçekleştirildi. Bu işlem oda sıcaklığında 8 V gerilim ve 0,2 Amperlik bir akım uygulanarak yapıldı. Geçirmeli Elektron Mikroskobu, (JEOL JEM 100 CX-II, 100 kV) kullanılarak TEM fotoğrafları çekildi ve difraksiyon desenleri elde edildi.

5. 5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri

Martensitik yapıların ve çökeltilerin gözlenmesi amacıyla Tablo 5. 1 de verilen alaşımlara Tablo 5. 2 de verilen ısıtma işlemleri uygulandı. Farklı ortamlarda soğutulan ve Tablo 5. 3 de verilen numuneler önce bakalit içine gömüldü. Daha sonra 1/4 mikron elmas içeren ve Wirtz marka pasta sürülen disk kullanılarak parlatıldı. Parlatılan bu numuneler %3 nital-alkol çözeltisiyle dağlandıktan sonra SEM incelemeleri yapıldı. Farklı soğutma ortamlarına göre martensit morfolojisinde ve çökelti yoğunluklarında meydana gelen değişimler gözlemlendi ve numunelerin yüzey fotoğrafları elde edildi. Bu gözlemlerde Philips XL30 SFEG model taramalı elektron mikroskobu kullanıldı.

5. 6 Optik Mikroskop Gözlemleri

Tablo 5. 3 de verilen numunelerin optik mikroskop gözlemleri için numuneler SEM numunelerine benzer şekilde hazırlandı. Farklı soğutma ortamlarına göre martensit morfolojisinde meydana gelebilecek değişimler gözlemlendi, ve yüzey fotoğrafları çekildi. Optik mikroskop gözlemleri için Olympus GX 51 marka bir metal mikroskobu kullanıldı.

5. 7 Çekme Deneyleri

1, 2, 3 ve 4 alaşımlarından 29,0x10,1x2,5 mm boyutlarında levha halindeki örnekler elde edildi ve bu levhalara A ile gösterilen ısıtma işlemi uygulandı. Elde edilen 1A, 2A, 3A ve 4A numuneleri bilgisayar kontrollü INSTRON 5569 marka çekme cihazı ile 5 tonluk yük altında %2 deformasyona tabi tutuldu. Bu işlemin ardından 1A, 2A, 3A ve 4A numuneleri 300 s süre ile 600 °C de tavlandı. Bu numunelerin deformasyona tabi tutulmadan önce, deformasyona tabi tutulduktan sonra ve ısıtma işleminden sonra sertlik ölçümleri yapıldı. Sertlik ölçümleri için “Instron Wolpert Testor 2100” marka cihaz kullanıldı. Tüm bu işlemler, incelenen numuneler üzerinde çevrim sayısının etkisini belirlemek için 3 kez tekrarlandı. 4. çevrimde numuneler % 2,5 deformasyona tabi tutuldu. 5. çevrimde de aynı numunelere % 3 deformasyona tabi tutuldu. Burada numunelerin deformasyon yüzdesine bağlı olarak şekil hatırlama oranlarındaki farklılıklar belirlendi [47].

5. 8 Vickers Sertlik Ölçümleri

Tablo 5. 3 de verilen numunelerin Vickers sertlik ölçümleri yapıldı. Vickers sertlik ölçümleri için bir “Instron Wolpert Testor 2100” cihazı kullanıldı. Tüm sertlik ölçümleri 10kg lık sabit bir yük kullanılarak yapıldı ve her numuneden bir ölçme anında beş ölçüm alındı. Sertlik ölçümlerindeki değişimlerle şekil hatırlama özelliği arasındaki ilgi belirlendi.

5. 9 Bükme Deneyi

Tablo 5. 1 de gösterilen alaşımlardan tel erozyonu yöntemiyle 34,6x2,4x0,3mm ebatlarında şerit numuneler kesildi. Bu şeritlerden dördü A ile tanımlanan ısıtma işlemine tabi tutuldu. Bu şeritlerden diğer dördü 900°C de 60 dakika tavlandıktan sonra havada soğutuldu. Yine bu şeritlerden dördü

800°C de 60 dakika süreyle tavlandıktan sonra havada soğutuldu. Yukarıda bahsedilen ısıt işlemlere tabi tutulan şeritler metal bir silindirin çevresine sarılarak deforme edildi. Serbest bırakılınca hafif açılan çembersel şeritlerin 600°C de 300s tavlandıktan sonra sahip oldukları son şekilleri incelendi ve buradan şekil hatırlama oranları belirlendi.

1., 2., 3. ve 4. alaşımlardan elde edilen şeritlere Tablo 5. 2 de gösterilen tüm ısıt işlemler uygulandı. Herbir şerit metal silindirin çevresine sarıldı. Serbest bırakılan bükülmüş çembersel şeritler tekrar 600°C de 300s tavlandıktan sonra şekil hatırlama oranları belirlendi ve sonuçlar birbiri ile karşılaştırıldı [42, 47, 48].

6. BULGULAR VE TARTIŞMA

6. 1 X-Işını Difraksiyonu Sonuçları

Termoelastik olmayan martensitik dönüşüme uğrayan FeMnSi alaşımlarında şekil hatırlama mekanizması hakkında mevcut bilgileri artırmak için X-ışını difraksiyonu çalışmaları çok önemlidir. Bu alaşımlar, yüksek sıcaklık γ faz bölgesinde yüz merkezli kübik örgüye sahiptirler. Bu yapılardaki ana fazın sıcaklık düşüşü ile martensit faza dönüşmesi sonucu hcp, ϵ martensit fazı, α' , bct martensit fazı, 18R ortorombik martensit fazı yada intermetalik bir faz oluşabilir [1, 49]. Bu alaşımlar dönüşüm öncesi termal etkilere çok duyarlı olup bu etkiler dönüşüm davranışını değiştirebilir. Soğutma hızına ve soğutma sonrası ana ve martensit fazdaki yaşlandırma etkilerine bağlı olarak alaşımların kristaloğrafik yapıları etkilenebilir.

1, 2, 3 ve 4 alaşımlarından disk şeklinde parçalar kesilerek, üretilen numunelerin farklı ısı işlemlere tabi tutulmasıyla elde edilen Tablo 5. 3 deki 16 numunenin X-ışını difraktoğramları elde edildi.

Bu çalışmada incelenen dört farklı FeMnSi alaşımının, değişik soğutma ortamlarında ve dolayısıyla farklı hızlarda soğutulan numunelerinden oda sıcaklığında alınan X-ışını difraksiyonu desenlerinden, yapılarının genel olarak değişmeksizin kısmen farklı olduğu görülmüştür. Alaşımlar γ faz bölgesinde homojenleştirilip değişik soğutma işlemine tabi tutulduktan sonra alınan X-ışını difraktoğramlarının deneysel verileri kullanılarak

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)}{a^2} \quad (6. 1)$$

eşitliği yardımıyla fcc γ austenit yapının örgü parametreleri;

$$\frac{1}{d^2} = \left(\frac{4}{3a^2} \right) (h^2 + k^2 + hk) + \frac{l^2}{c^2} \quad (6. 2)$$

eşitliği yardımıyla hcp ϵ martensit yapının örgü parametreleri hesaplandı.

Hcp yapıya sahip martensit fazı hem zor-etkili hem de termal olarak oluşabilir. Özellikle termomekanik işlemlere tabi tutulduklarında Fe-Mn-Si alaşımlarında farklı yapılarda martensit fazları ortaya çıkabilir. Otsuka ve arkadaşları, bir HRTEM (High Resolution Transmission Electron Microscope) yardımıyla bazı Fe-14Mn-6Si-9Cr-5Ni alaşımlarında uzun periyotlu türden istiflenme

hatası olarak sayılabilecek fcc fazına ait ince tabakaların hcp martensit plakaları içerisinde olduğunu gözlemlədiler. Fe-Mn-Si alaşımlarında yapı içerisinde oluşan tüm fazların çekirdeklenmesi fcc ana fazı içerisinde {111} düzlemi üzerinde sıralanan ve tabiki <111> doğrultusunda yönelmiş istiflenme hatalarının farklı dizilişleri sonucu meydana gelir. Eğer n tekrar eden istif sayısını temsil ederse, n nin 6 dan büyük olduğu durumlarda, n nin her artan değeri için farklı yapılarda 8H ve 18R gibi bazı martensit yapılarının oluşması mümkündür [17]. Nishiyama, bir çalışmada Oka ve arkadaşlarının Fe-Mn alaşımlarında, bir başka çalışmada ise Lysak ve arkadaşlarının kütlece Fe-16,5Mn-0,26C içeren alaşımlarda 18R martensit yapıya rastladıklarını bildirmiştir [1]. Tüm bu çalışmalardan 18R martensit yapının oluşum mekanizması, C atomlarının bazı ısıt işlemler sonucunda çekilmesi ve salkımlanan (cluster) bu C çekeltilerinin büzülmesi (shrink) sonucunda stabilize olan istiflenme hatalarının muntazaman sıralanmaları sonucuna varılmıştır. 15R ve 18R gibi uzun periyod istiflenme düzen yapıları, Fe-Mn alaşımlarında C olmadan meydana gelmez. Buradan, bu tip sistemlerde C atomlarının uzun periyod istiflenme düzen yapılarının oluşumunda önemli bir rol oynadığı düşünülebilir [1]. Fe-Mn alaşım sisteminde Mn miktarının artırılması fcc γ fazını stabilize eder ancak oda sıcaklığına yada daha düşük sıcaklıklara kadar soğutma sonucu bir martensitik dönüşüm gerçekleşir ve genellikle de hcp ϵ martensit fazına geçiş gerçekleşir. Fcc ve hcp kristal yapıları arasındaki yakın benzerlikten dolayı, $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitik geçişi {111}<112> sistemi üzerinden Shockley kısmi dislokasyonlarının hareketi sonucu geri dönüşümlüdür. Fe-Mn alaşımlarındaki $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitik dönüşümü, sisteme Si ve Al gibi elementlerin eklenmesiyle şekil hatırlama özelliği kazandırır [33, 21]. Fcc $\rightarrow$ hcp dönüşümünün gerçekleşebilmesi için (111) düzleminde atomik yerdeğiştirme sonucu $1/2[11\bar{2}]$ kesme vektörü üzerinde bir kesme oluşur. Kesme, 6 düzleme yayılır ve ideal $c/a_e=1,633$ oranını sağlayan hcp fazı oluşur [50]. Fe-Mn-Si şekil hatırlamalı alaşımlarının istiflenme hatası enerjisi o kadar düşüktürki dislokasyonlar kolayca iki $1/6<112>$ kısmi dislokasyonlarına ayrılabilirler. Bu dislokasyonlar $<110>_{fcc}$ doğrultusunda $(111)_{fcc}$ düzlemi boyunca uzar. Böylece $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümünün gerçekleşmesinin istiflenme hatalarına bağlı olduğu görülebilir [30]. Düşük sıcaklıklarda ϵ hcp martensit fazından başka α' bct mrtensit fazı da oluşabilir. Böyle durumlarda α' martensit fazı şekil hatırlama etkisini azaltır ya da tamamiyle yok eder. α' fazının oluşum ihtimali Mn konsantrasyonu artırılarak azaltılabilir fakat bu durumda da ϵ fazının oluşma ihtimalide azalır [21].

Martensitik faz içeren çelikler m^2 ye $\sim 10^{16}$ dan 10^{18} e kadar değişen miktarlarda dislokasyonlar içeren kompleks mikroyapılarla karakterize edilirler. Bu yüzden küçük hacimli

çökeltilerin birçoğunu ayırt etmek çok zordur. Martensitik faz içeren C çeliklerinde özellikle iki tür karbür görülür; hegzagonal ϵ -karbür ve ortorombik sementit. Bu karbürler, soğutma, tavlama ve yaşlandırma esnasında oluşabilirler. Normal olarak, ϵ -karbür 200°C nin altındaki yaşlandırmalarda özellikle de malzeme içerisinde Si, Al ve Ni eksikliğinde ortaya çıkar ve daha yüksek tavlama sıcaklıklarında ise yerini sementite bırakır [51]. Wen ve arkadaşları, şekil hatırlama etkisini inceledikleri FeMnSi alaşımlarında bu tür yapılardan herhangi bir karbür çeşidi ayrımı yapmadan ve bu karbidlerin kristal yapılarını belirtmeden sadece karbür adlandırmasını kullanmışlardır [52, 53].

6. 1. 1 1 Alaşımından elde edilen X-ışını sonuçları

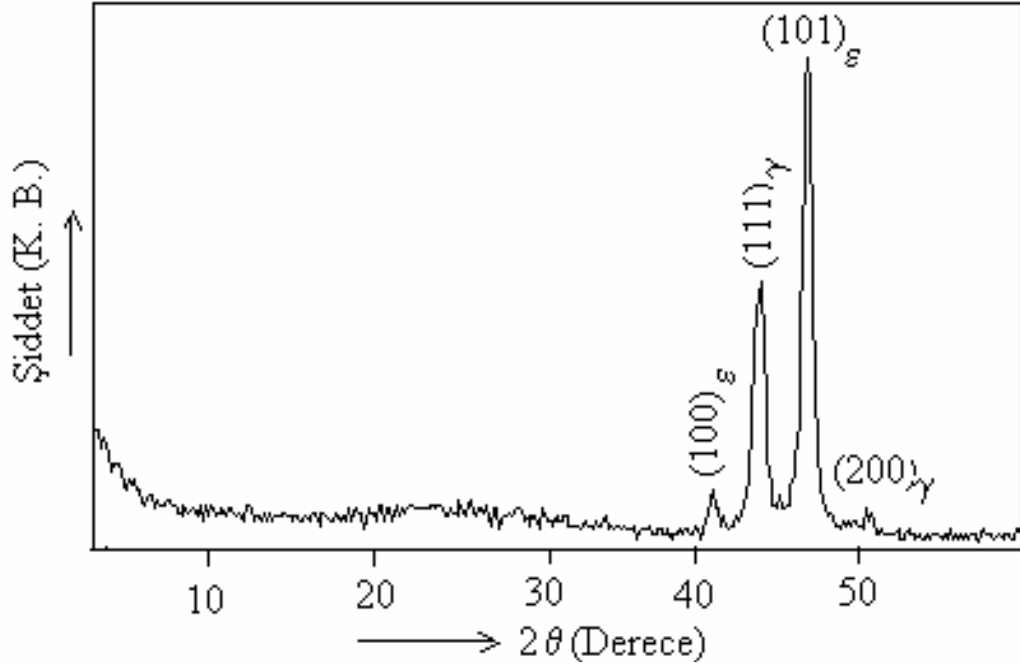
1A numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı indislenmiş haliyle Şekil 6.1 de gösterilmiştir. Bu X-ışını difraktoğramından 1A numunesi içerisinde iki farklı fazın mevcut olduğu tespit edildi. Bu fazlar, fcc yapıya sahip olan γ austenit fazı ve hcp yapıya sahip olan ϵ martensit fazlarıdır. Bu fazlar Şekil 6.1 deki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ austenit fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,57079\text{\AA}$ olarak; $(100)_\epsilon$ ve $(101)_\epsilon$ piklerinden de, ϵ martensitin örgü parametreleri, $a_\epsilon=2,54807\text{\AA}$ ve $c_\epsilon=4,09594\text{\AA}$ olarak bulundu.

1B numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6.2 de gösterilmiştir. Bu işlemin sonucunda elde edilen X-ışını difraktoğramından üç farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar fcc austenit fazı, hcp martensit fazı ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır [49]. Şekil 6.2 de difraksiyon deseninin $(111)_\gamma$ pikinden γ fazın örgü parametresi $a_\gamma=3,57997\text{\AA}$ olarak bulundu. ϵ martensite ait $(100)_\epsilon$ ve $(101)_\epsilon$ piklerinden $a_\epsilon=2,54669\text{\AA}$ ve $c_\epsilon=4,12546\text{\AA}$ olarak bulundu.

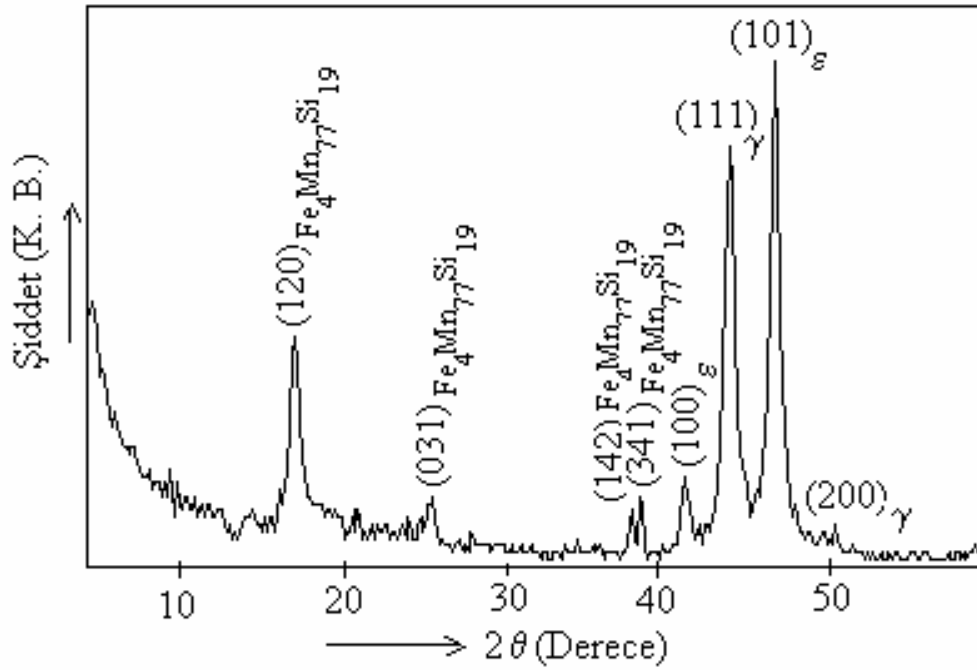
1C numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6.3 de gösterilmiştir. Bu X-ışını difraktoğramından üç farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, fcc austenit fazı, hcp ϵ martensit fazı ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6.3 deki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,59960\text{\AA}$ olarak hesaplandı, ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)_\epsilon$ ve $(101)_\epsilon$ piklerinden elde edilen örgü parametreleri $a_\epsilon=2,53849\text{\AA}$ ve $c_\epsilon=4,08248\text{\AA}$ olarak hesaplandı.

1D numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6. 4 de gösterilmiştir. Bu işlemin sonucunda elde edilen X-ışını difraktoğramından üç farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, fcc austenit fazı, hcp ϵ martensit fazı ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6. 4 deki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ ana fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,61820\text{\AA}$

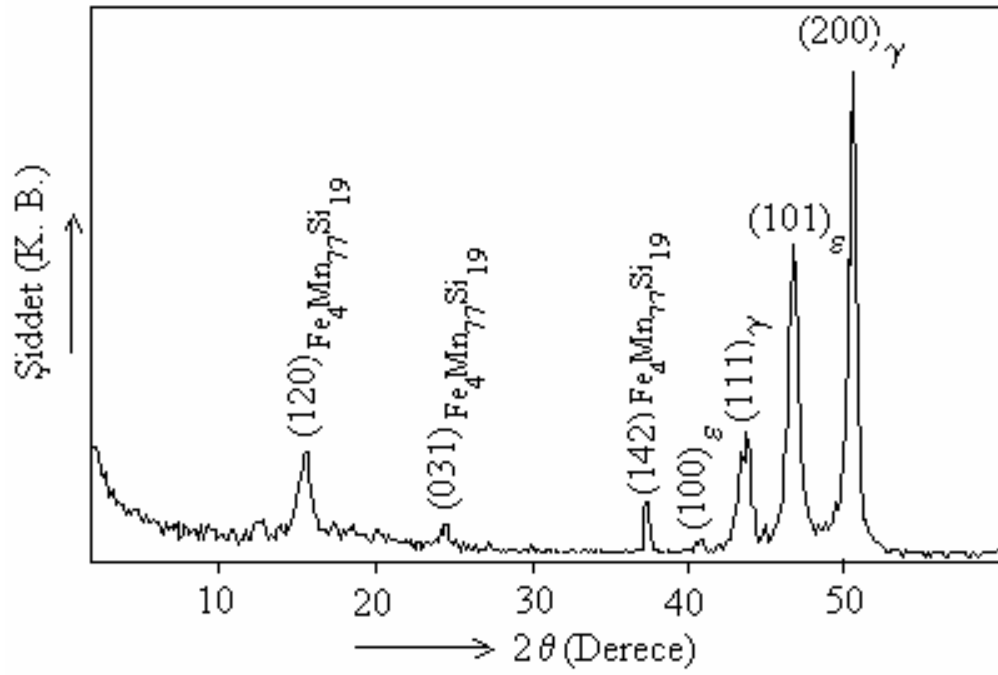
olarak hesaplandı, ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)\epsilon$ ve $(101)\epsilon$ piklerinden ϵ fazın örgü parametreleri, $a_\epsilon = 2,55154\text{\AA}$ ve $c_\epsilon = 4,05620\text{\AA}$ olarak hesaplandı.



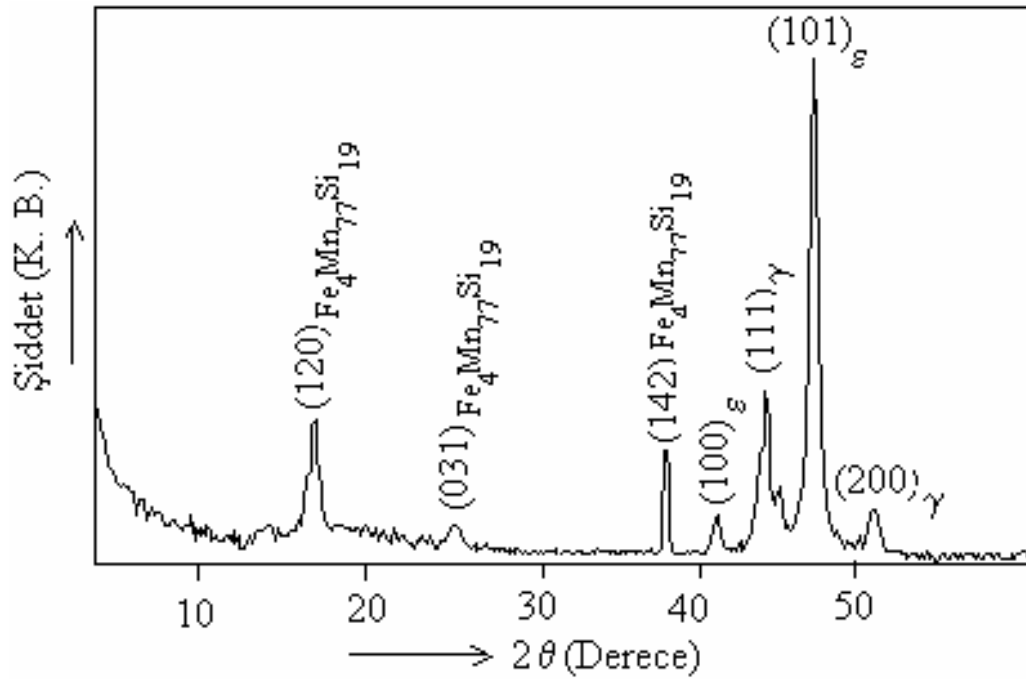
Şekil 6. 1: 1A numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6. 2: 1B numunesinden elde edilen X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6. 3: 1C numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6.4: 1D numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.

6. 1. 2 2 Alaşımından elde edilen X-ışını sonuçları

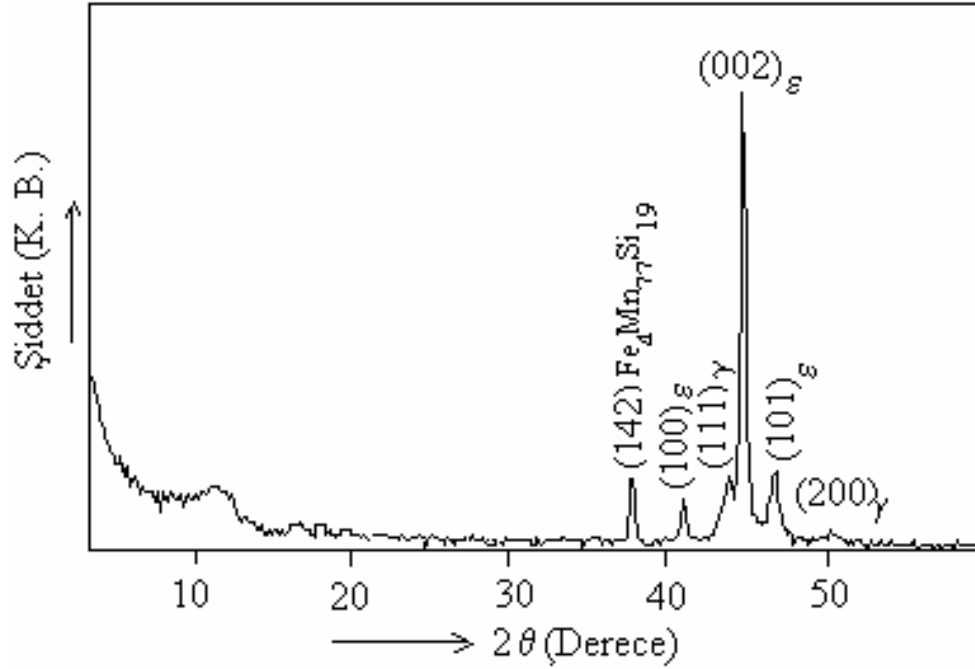
2A numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6. 5 de gösterilmiştir. Bu işlemin sonucunda elde edilen X-ışını difraktoğramından üç farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, fcc austenit fazı, hcp ϵ martensit fazı ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6. 5 deki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ ana fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,62900\text{\AA}$ olarak hesaplandı, ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)_\epsilon$ ve $(002)_\epsilon$ piklerinden ϵ fazın örgü parametreleri $a_\epsilon=2,55165\text{\AA}$ ve $c_\epsilon=4,05820\text{\AA}$ olarak hesaplandı. Bu sonuçlar, uygulanan havada soğutma ısıtma işlemi sonunda fcc γ ana fazından hcp ϵ fazına büyük oranda bir martensit dönüşümünün gerçekleştiğini gösterir.

2B numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6. 6 da gösterilmiştir. Bu X-ışını toz difraktoğramından üç farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, fcc austenit fazı, hcp ϵ martensit fazı ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6. 6 daki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ ana fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,62220\text{\AA}$ olarak hesaplandı, ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)_\epsilon$ ve $(002)_\epsilon$ piklerinden ϵ fazın örgü parametreleri $a_\epsilon=2,55535\text{\AA}$ ve $c_\epsilon=4,05640\text{\AA}$ olarak hesaplandı. Bu sonuçlar, uygulanan havada soğutma ısıtma işlemi sonunda fcc γ ana austenit fazından hcp ϵ fazına büyük oranda bir martensit dönüşümünün gerçekleştiğini gösterir.

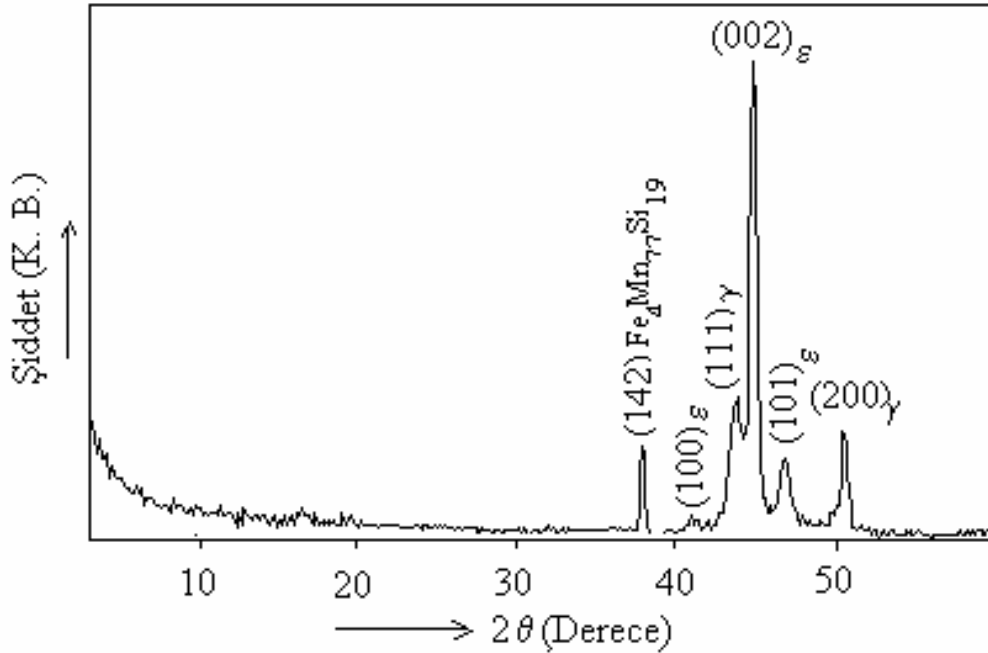
2C numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6. 7 de gösterildi. Bu X-ışını difraktoğramından üç farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar da, aynı diğer numunelerden elde edilen fazlar gibi, fcc austenit fazı, hcp ϵ martensit fazı ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6.7 deki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ ana fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,62380\text{\AA}$ olarak hesaplandı, ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)_\epsilon$ ve $(101)_\epsilon$ piklerinden ϵ fazın örgü parametreleri $a_\epsilon=2,55881\text{\AA}$ ve $c_\epsilon=4,06616\text{\AA}$ olarak hesaplandı. Bu sonuçlar, uygulanan kademeli soğutma ısıtma işlemi sonunda fcc γ ana fazının, hcp ϵ fazına oranla daha baskın olduğunu gösterir.

2D numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6. 8 de gösterilmiştir. Bu X-ışını difraktoğramından iki farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, fcc austenit fazı ve hcp ϵ martensit fazlarıdır. Şekil 6.8 deki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ ana fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,58430\text{\AA}$ olarak hesaplandı, ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)_\epsilon$ ve $(002)_\epsilon$ piklerinden ϵ fazın örgü parametreleri $a_\epsilon=2,56609\text{\AA}$ ve $c_\epsilon=4,06680\text{\AA}$ olarak hesaplandı. Bu sonuçlar, uygulanan sıvı azot içerisinde soğutma ısıtma işlemi sonunda fcc γ ana austenit fazından hcp

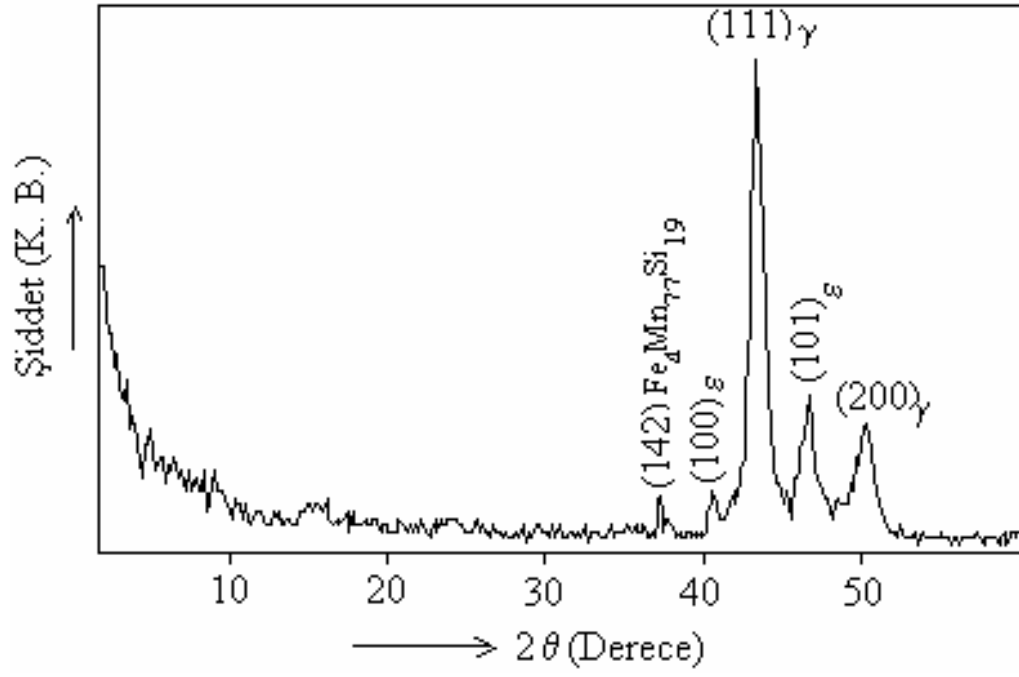
ϵ fazına büyük oranda bir martensit dönüşümünün gerçekleştiğini gösterir. ϵ martensit piklerinin çok kuvvetli olması ve $(111)_\gamma$ pikinin martensit piklerine göre çok zayıf olması bu sonucu kuvvetli şekilde doğrulamaktadır.



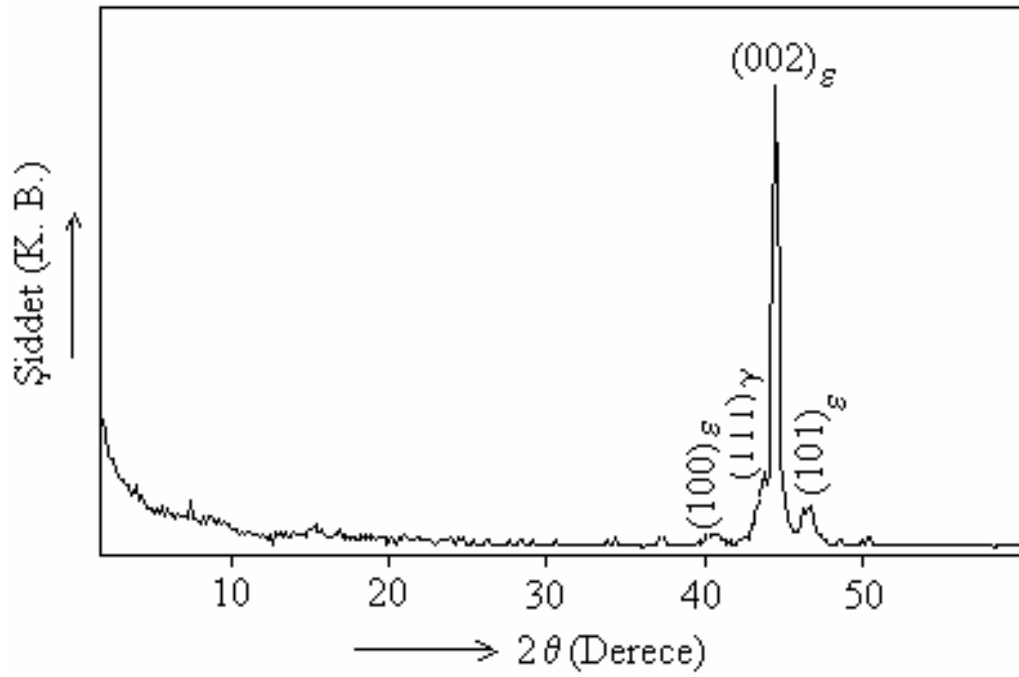
Şekil 6. 5: 2A numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6.6: 2B numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6.7: 2C numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6.8: 2D numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.

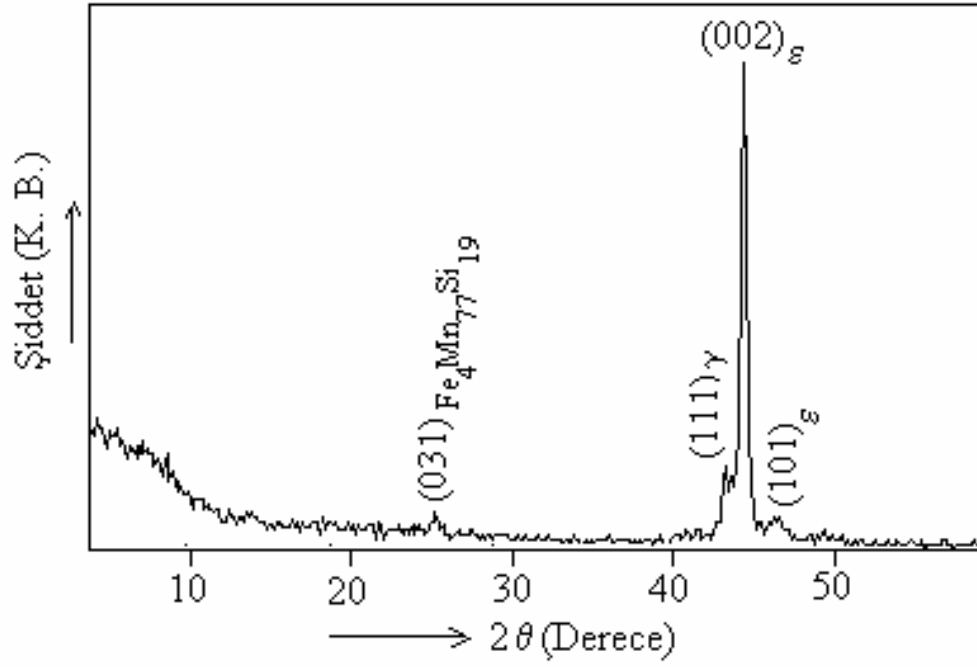
6. 1. 3 3 Alaşımından elde edilen X-ışını sonuçları

3A numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6. 9 da gösterilmiştir. Bu X-ışını difraktoğramından üç farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, fcc austenit fazı ve hcp ϵ martensit ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6. 9 daki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ ana fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,60820\text{\AA}$ olarak hesaplandı, ϵ martensit fazına ait olan ve $(002)_\epsilon$ ve $(101)_\epsilon$ piklerinden ϵ fazın örgü parametreleri $a_\epsilon=2,57013\text{\AA}$ ve $c_\epsilon=4,06320\text{\AA}$ olarak hesaplandı. Bu sonuçlar, uygulanan havada soğutma ısı işlemi sonunda fcc γ ana fazından hcp ϵ fazına büyük oranda bir martensit dönüşümünün gerçekleştiğini gösterir. ϵ martensit piklerinin dışında başka martensit piklerinin görülmemesi bu sonucu kuvvetli şekilde doğrulamaktadır.

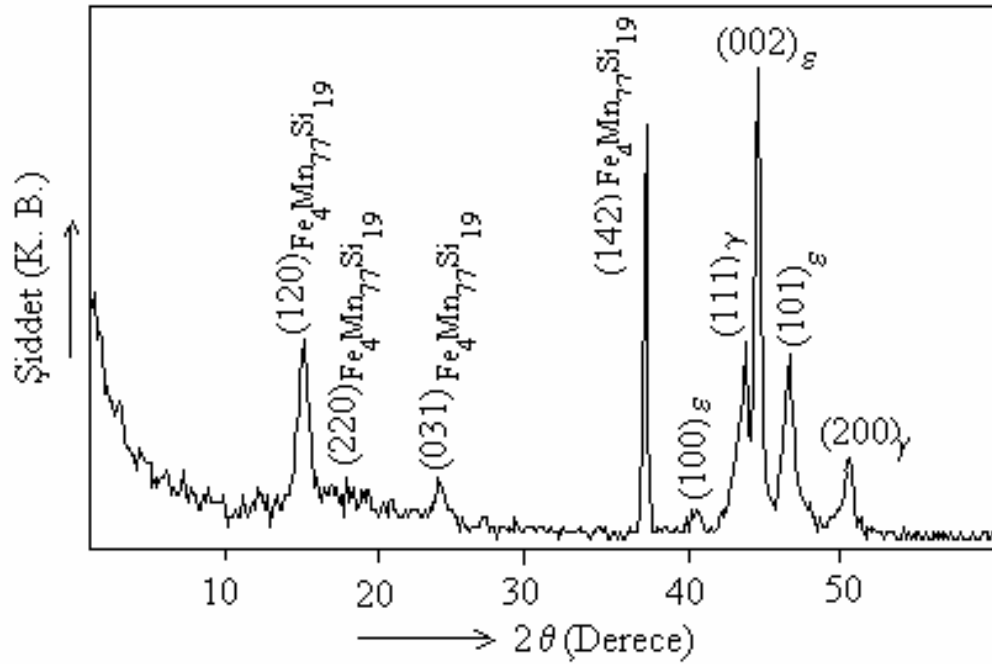
3B numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6.10 da gösterilmiştir. Bu işlemin sonucunda elde edilen X-ışını difraktoğramından üç farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, fcc austenit fazı, martensit yapıya sahip olan hcp ϵ ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6. 10 daki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ ana fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,60740\text{\AA}$ olarak; ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)_\epsilon$ ve $(101)_\epsilon$ piklerinden hesaplanan örgü parametreleri ise $a_\epsilon=2,54784\text{\AA}$ ve $c_\epsilon=4,05120\text{\AA}$ olarak bulunmuştur.

3C numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı Şekil 6. 11 de gösterilmiştir. Bu X-ışını difraktoğramından dört farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, fcc austenit fazı, hcp ϵ ve bct α' martensit fazları ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazıdır. Şekil 6.11 deki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ austenit fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,63440\text{\AA}$ olarak; ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)_\epsilon$ ve $(101)_\epsilon$ piklerinden hesaplanan örgü parametreleri ise $a_\epsilon=2,55550\text{\AA}$ ve $c_\epsilon=4,09050\text{\AA}$ olarak bulundu.

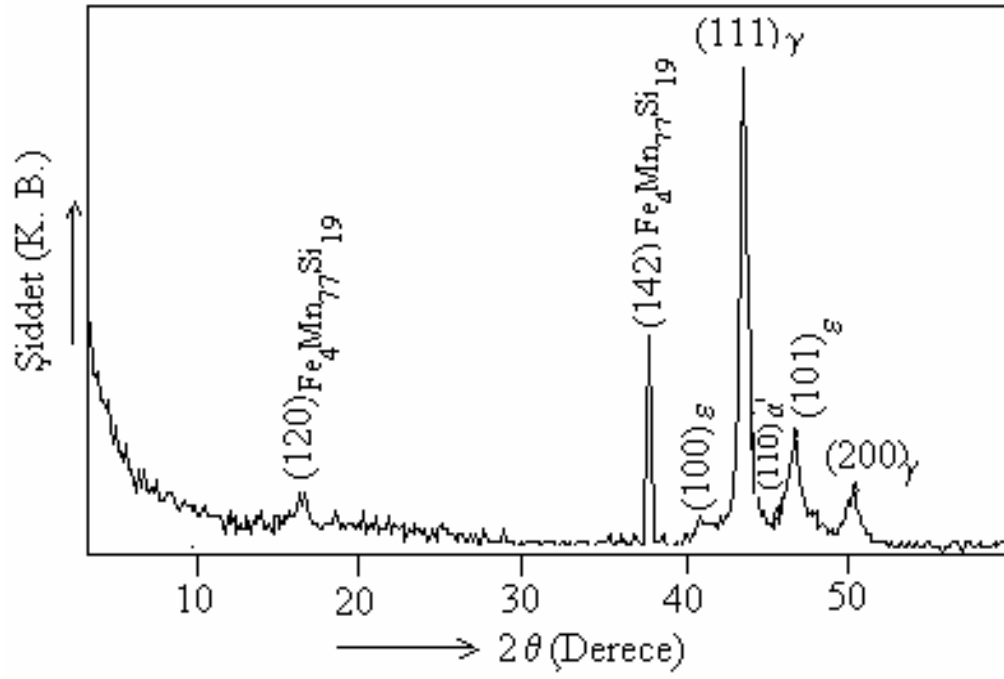
3D numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6. 12 de gösterilmiştir. Bu X-ışını difraktoğramından iki farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, hcp ϵ martensit ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6. 12 deki X-ışını difraktoğramının hcp ϵ martensit fazına ait olan ve $(002)_\epsilon$ pikinden hesaplanan örgü parametresi de $c_\epsilon=4,05980\text{\AA}$ olarak tespit edilmiştir. Bu sonuçlar, uygulanan sıvı azot içerisinde soğutma ısı işlemi sonunda fcc γ fazından hcp ϵ fazına büyük oranda bir martensit dönüşümünün gerçekleştiğini gösterir. ϵ martensit pikinin çok kuvvetli olması bu sonucu doğrulamaktadır.



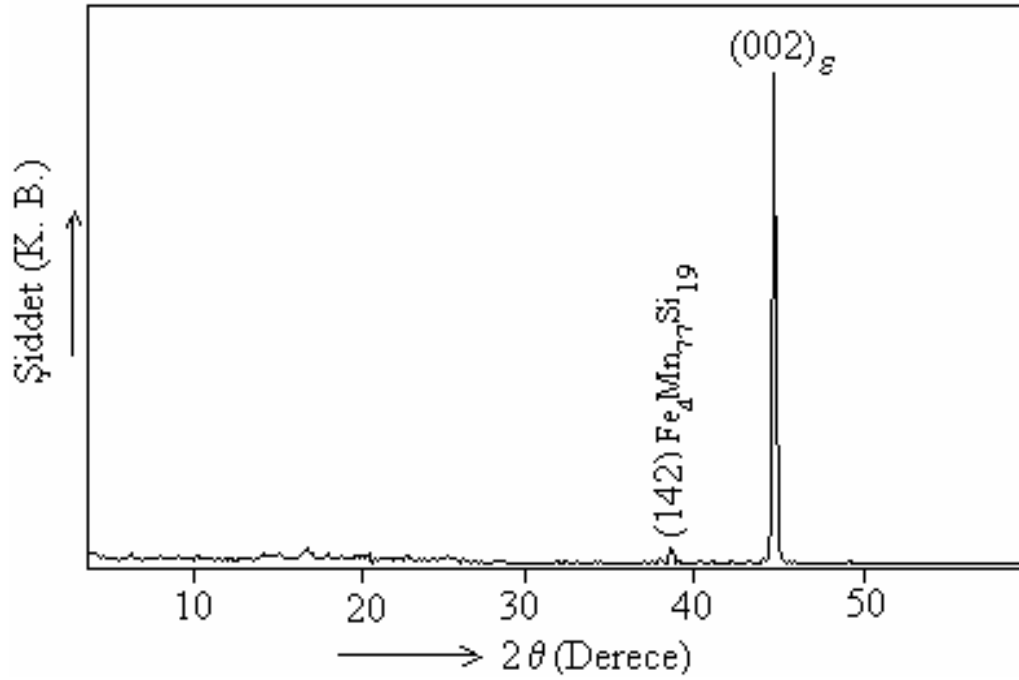
Şekil 6.9: 3A numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6.10: 3B numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6. 11: 3C numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6. 12: 3D numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı

6. 1. 4 4 Alaşımından elde edilen X-ışını sonuçları

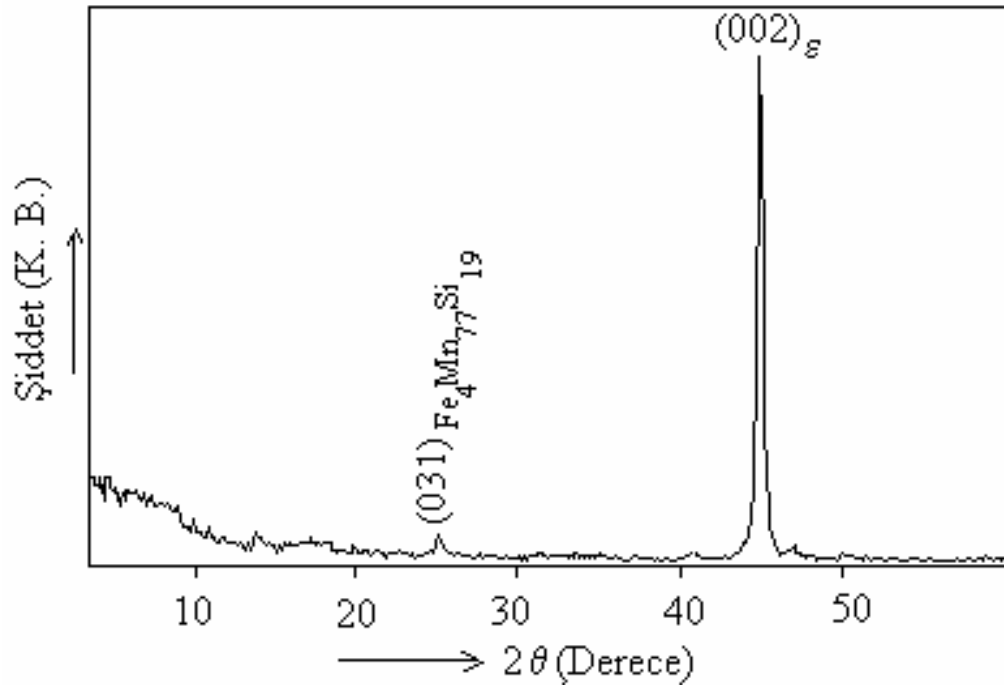
Fe-27,79Mn-2,72Si ağırlık yüzdeli Alaşım 4 e aynı homojenleştirme işlemi uygulandı. Daha sonra bu alaşıma ait farklı numuneler farklı soğutma ortamlarında soğutularak X-ışını difraksiyon desenleri elde edildi.

4A numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6.13 de gösterilmiştir. Bu X-ışını difraktoğramından iki farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, hcp ϵ martensit fazı ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6.13 deki X-ışını difraktoğramının hcp ϵ martensit fazına ait olan ve $(002)_\epsilon$ pikinden hesaplanan örgü parametresi $c_\epsilon=4,06500 \text{ \AA}$ olarak tespit edilmiştir. Bu sonuçlar, uygulanan havada soğutma ısıl işlemi sonunda fcc γ ana fazından hcp ϵ fazına büyük oranda bir martensit dönüşümünün gerçekleştiğini gösterir. ϵ martensit piklerinin dışında monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik faza ait çok küçük bir pikten başka pikin görülmemesi bu sonucu kuvvetli şekilde doğrulamaktadır.

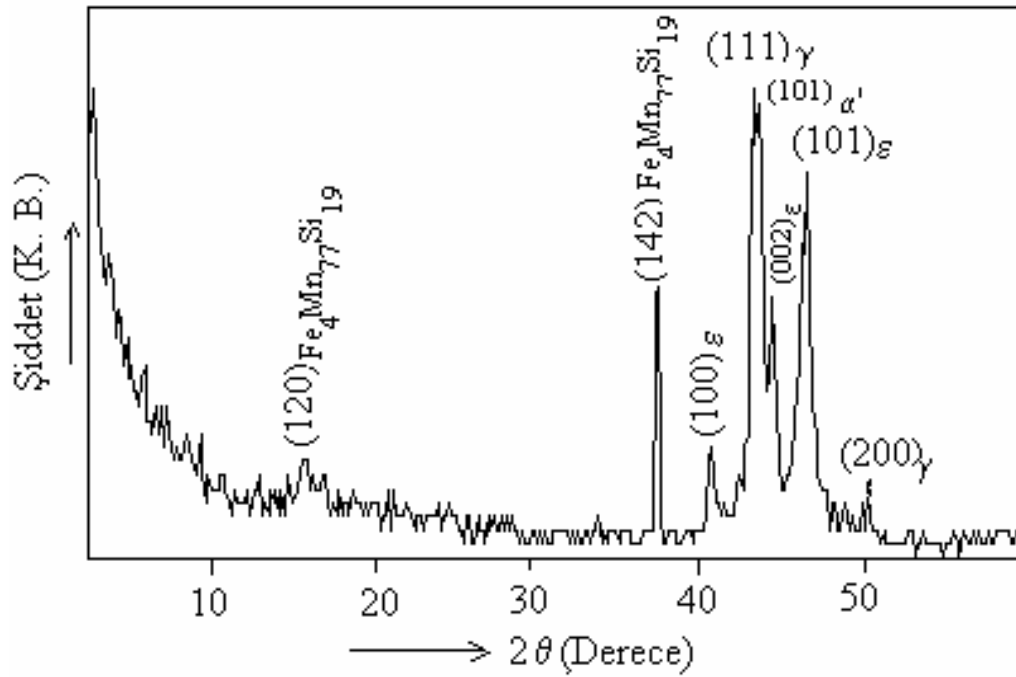
4B numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6. 14 de gösterilmiştir. Bu işlemin sonucunda elde edilen X-ışını difraktoğramından dört farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazı, fcc austenit fazı, hcp ϵ ve bct α' martensit fazlarıdır. Şekil 6.14 deki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ austenit fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,61020 \text{ \AA}$ olarak; ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)_\epsilon$ ve $(101)_\epsilon$ piklerinden hesaplanan örgü parametreleri ise $a_\epsilon= 2,55154 \text{ \AA}$ ve $c_\epsilon= 4,04766 \text{ \AA}$ olarak bulunmuştur.

4C numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6. 15 de gösterilmiştir. Bu işlemin sonucunda elde edilen X-ışını difraktoğramından üç farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, fcc austenit fazı, hcp ϵ martensit fazı ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6. 15 deki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ ana fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,61140 \text{ \AA}$ olarak; ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)_\epsilon$ ve $(101)_\epsilon$ piklerinden hesaplanan örgü parametreleri ise $a_\epsilon= 2,52798 \text{ \AA}$ ve $c_\epsilon= 4,14929 \text{ \AA}$ olarak bulunmuştur.

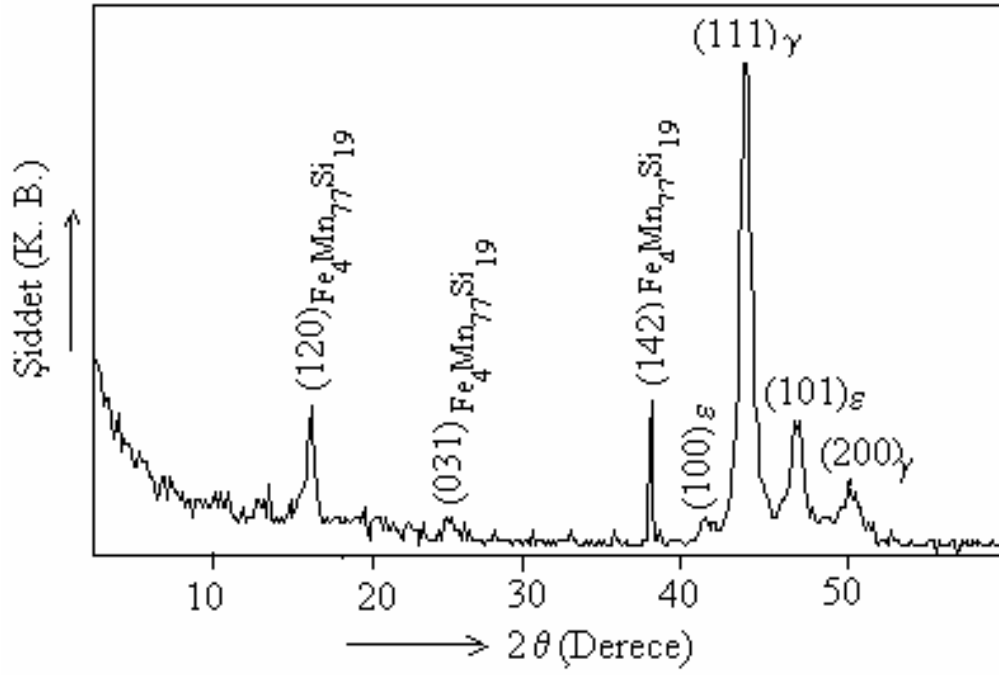
4D numunesinden alınan difraktoğram indislenmiş haliyle Şekil 6. 16 da gösterilmiştir. Bu X-ışını difraktoğramından üç farklı faz tespit edilmiştir. Bu fazlar, fcc austenit fazı, hcp ϵ martensit fazı ve monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazlarıdır. Şekil 6.16 deki X-ışını difraktoğramının $(111)_\gamma$ pikinden, γ fazına ait örgü parametresi $a_\gamma=3,60340 \text{ \AA}$ olarak; ϵ martensit fazına ait olan ve $(100)_\epsilon$ ve $(101)_\epsilon$ piklerinden hesaplanan örgü parametreleri ise $a_\epsilon= 2,55027 \text{ \AA}$ ve $c_\epsilon= 4,05437 \text{ \AA}$ olarak bulunmuştur.



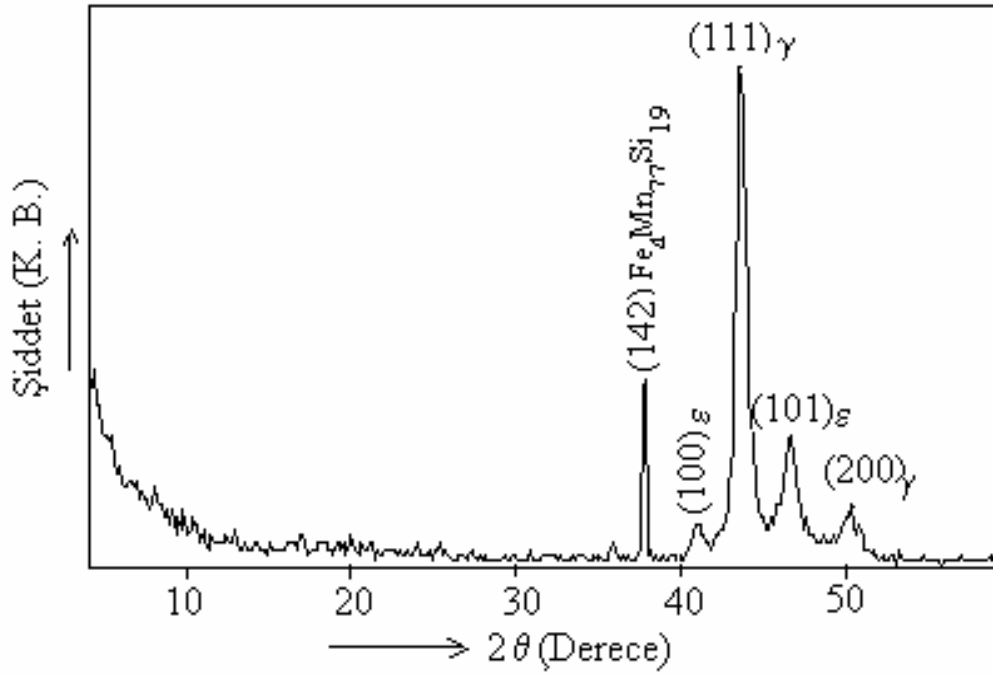
Şekil 6. 13: 4A numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6. 14: 4B numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6. 15: 4C numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.



Şekil 6. 16: 4D numunesinden alınan X-ışını difraktoğramı.

Tablo 6. 1: Tüm numunelere ait fcc ana austenit fazı için hesaplanan a_γ örgü sabitleri.

	1	2	3	4
A	3,57079 Å	3,62900 Å	3,60820 Å	-
B	3,57997 Å	3,62220 Å	3,60740 Å	3,61020 Å
C	3,59960 Å	3,62380 Å	3,63440 Å	3,61140 Å
D	3,61820 Å	3,58430 Å	-	3,60340 Å

Tablo 6. 2: Tüm numunelere ait hcp ϵ martensit fazı için hesaplanan a_ϵ ve c_ϵ örgü sabitleri ve c_ϵ/a_ϵ oranları.

	1			2			3			4		
	a_ϵ (Å)	c_ϵ (Å)	c_ϵ/a_ϵ	a_ϵ (Å)	c_ϵ (Å)	c_ϵ/a_ϵ	a_ϵ (Å)	c_ϵ (Å)	c_ϵ/a_ϵ	a_ϵ (Å)	c_ϵ (Å)	c_ϵ/a_ϵ
A	2,54807	4,09594	1,60746	2,55165	4,05820	1,59042	2,57013	4,06320	1,58093	-	4,06500	-
B	2,54669	4,12546	1,61993	2,55535	4,05640	1,58741	2,54784	4,05120	1,59005	2,55154	4,04766	1,58635
C	2,53849	4,08248	1,60823	2,55881	4,06616	1,58908	2,55550	4,09050	1,60066	2,52798	4,14929	1,64134
D	2,55154	4,05620	1,58970	2,56609	4,06680	1,58482	-	4,05980	-	2,52798	4,14929	1,58978

Tablo 6. 3: Tüm numunelerde bulunan fazlar.

	1	2	3	4
A	ε, γ	$\varepsilon, \gamma, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$	$\varepsilon, \gamma, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$	$\varepsilon, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$
B	$\varepsilon, \gamma, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$	$\varepsilon, \gamma, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$	$\varepsilon, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}, \gamma$	$\gamma, \alpha', \varepsilon, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$
C	$\gamma, \varepsilon, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$	$\gamma, \varepsilon, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$	$\gamma, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}, \varepsilon, \alpha'$	$\gamma, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}, \varepsilon$
D	$\varepsilon, \gamma, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$	ε, γ	$\varepsilon, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$	$\gamma, \text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}, \varepsilon$

1, 2, 3 ve 4 numunelerine uygulanan tüm ısıt işlemler sonucu alınan ve yukarıda verilen X-ışını difraktoğramlarından elde edilen örgü parametreleri Tablo 6. 1 ve Tablo 6. 2 de görülmektedir. Tablo 6. 3 de ise herbir numunede tespit edilen fazlar belirtilmiştir. Tüm bu verilerden aşağıdaki sonuçlar çıkarılmıştır:

- A grubuna ait tüm numunelerde en baskın faz ε martensit fazıdır.
- Tüm numunelerin tüm ısıt işlemlerinde ε fazına rastlanmıştır. Buda tüm numuneler için $\gamma \rightarrow \varepsilon$ martensitik dönüşümünün gerçekleştiğini gösterir.
- C grubu numunelerin tümünde baskın faz özellikle Alaşım 2 ve Alaşım 3 de başta olmak üzere ana austenit fazıdır. Bu durumda yapılan bu ısıt işlemin, $\gamma \rightarrow \varepsilon$ martensitik dönüşümü için elverişsiz bir işlem olduğu söylenebilir.
- Alaşım 1A ve 2D dışında tüm numunelerde monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazına rastlanmıştır.
- Yapılan tüm ısıt işlemlerde, Alaşım 2 ve Alaşım 3 e ait ε martensit fazının a örgü sabiti genel olarak en yüksek değerleri almışlardır. Bu yüzden c/a_ε oranları en yüksek numuneler Alaşım 1 ve Alaşım 4 e aittir. İdeal c/a_ε oranına en yakın numuneler Alaşım 1 ve Alaşım 4 e aittir [50].
- Hcp faz için Alaşım 1 ve Alaşım 4 ün c/a_ε diğer numunelere göre daha yüksek çıkmasının diğer bir nedeni de bu malzemelerdeki Si miktarının Alaşım 2 ve Alaşım 3 e göre daha yüksek olmasıdır [34].
- 3C ve 4B numunelerinde α' fazına rastlanmıştır. α' fazı şekil hatırlama kalitesini düşürür [21, 54]. Bu yüzden bu numunelerin diğer numunelerle kıyaslandığında şekil hatırlama etkisini gözlemlemek açısından kaliteleri daha düşük olabilir.

Burada elde edilen X-ışını sonuçlarının, diğer araştırmacıların sonuçları ile uyum içinde olduğu gözlenmiştir [1, 21, 34, 49, 50, 54].

6. 2 Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Sonuçları

Üzerinde çalışılan Tablo 5. 3 de verilen numunelere ait T'_N , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f değerlerinin, dönüşüm entalpilerinin (ΔH) ve aktivasyon enerjilerinin (E_a) belirlenmesi için diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) tekniği kullanıldı. Tüm alaşımlar için Coats-Redform-Sestak metodu ile aşağıda verilen denklem kullanılarak ters ve ileri dönüşümler için aktivasyon enerjileri hesaplandı [55]:

$$n^{-1} \ln[-\ln(1-x)] = \ln(k_0 R / n E_a \alpha) - E_a / RT \quad (6. 3)$$

Burada E_a aktivasyon enerjisi, k_0 hız sabiti, R evrensel gaz sabiti, n kristalizasyon düzeni ve α ısıtma ve soğutma hızıdır.

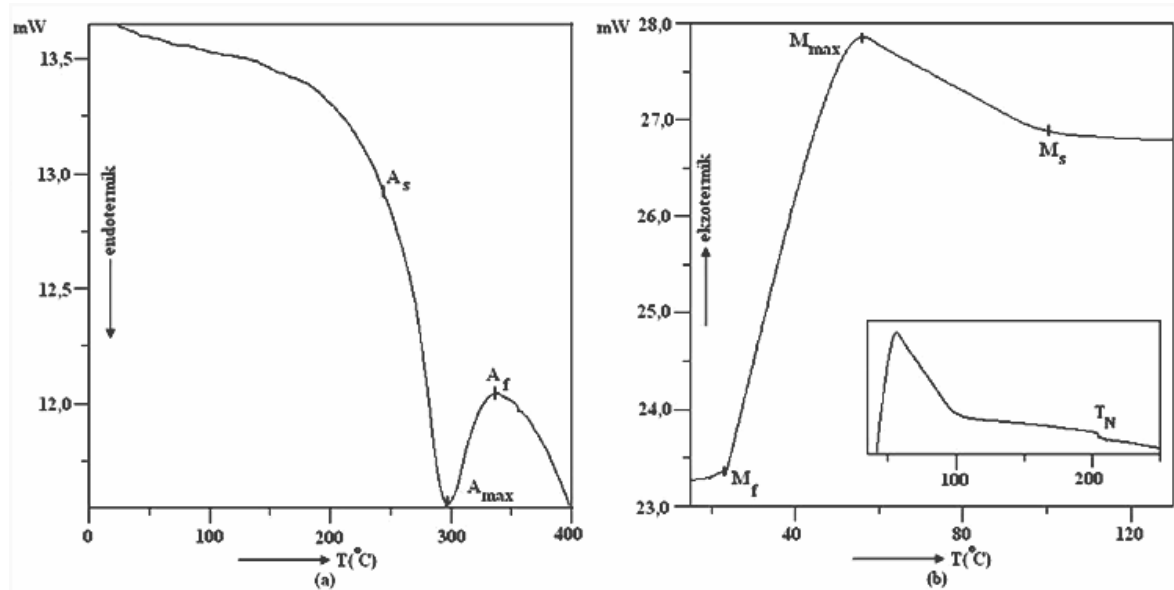
6.2 1 1 Alaşımı için DSC sonuçları

Tablo 5. 1 de ağırlık yüzdesi verilen Alaşım 1 numunesine ait Tablo 5. 3 de verilen farklı her soğutma işlemi için ileri ve ters dönüşümün gerçekleşmesinde gerekli olan aktivasyon enerjisini tespit etmek amacıyla 15°C/dak. hız ile alınan ısıtma ve soğutma DSC eğrileri ve termal çevrimlemenin dönüşüm sıcaklıklarına etkilerini incelemek amacıyla 30°C/dak hız ile alınan 1., 2., ve 3 üncü termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri aşağıdaki bölümlerde sırasıyla incelenmiştir. Bu eğrilerden, martensit (ϵ : hcp yapı)→austenit (γ : fcc yapı) ters dönüşümünün endotermik, austenit→martensit ileri dönüşümünün ise ekzotermik bir reaksiyonla ortaya çıktığı görülmektedir. Ayrıca hemen hemen tüm ileri dönüşüm eğrilerinde görüldüğü gibi M_s sıcaklığının üzerinde bir bölgede küçük başka bir dönüşümün daha gerçekleştiği görülmektedir. Bu durum γ fazında paramagnetiklikten antiferromagnetikliğe geçişten dolayı ortaya çıkar ve bu geçiş

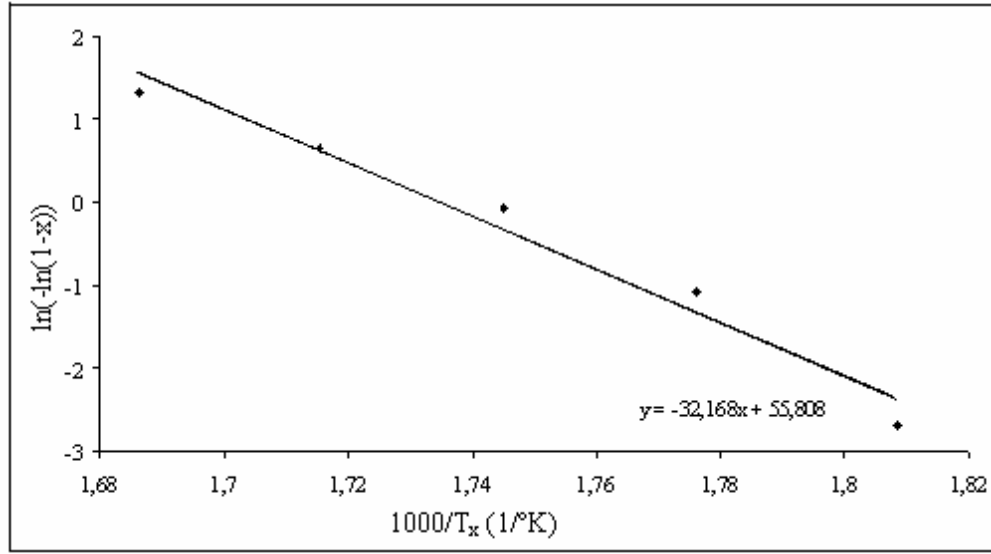
sıcaklığına Neel sıcaklığı yada Curie sıcaklığı adı verilir, T_N^γ şeklinde gösterilir [56, 57]. Antiferromagnetik dönüşüm ikinci dereceden bir dönüşüm olduğundan malzemeye uygulanan zorun bu dönüşüme hiç etkisi olmaz [21].

6. 2. 1. 1 1A numunesi için DSC sonuçları

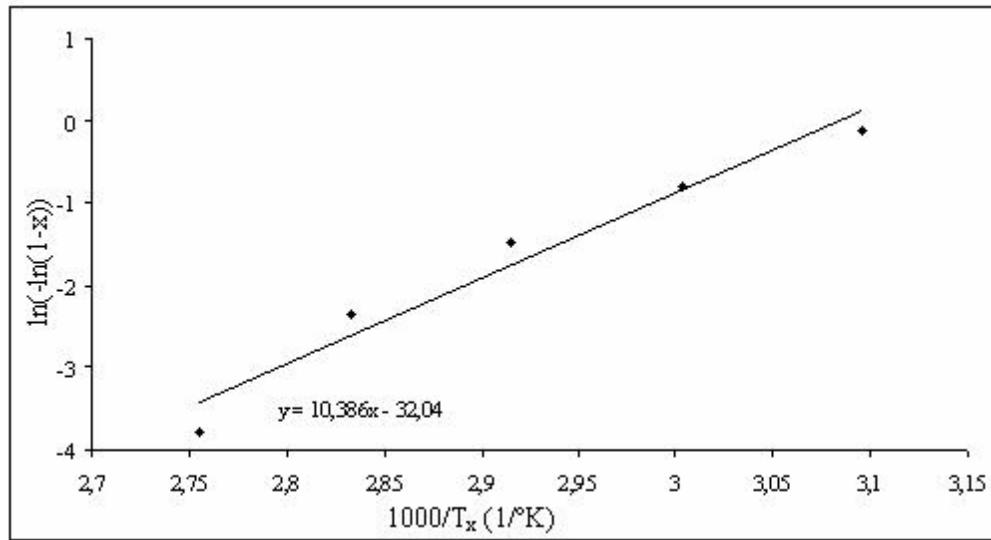
58,6 mg lık 1A numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6.17 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan elde edilen dönüşüm sıcaklıkları T_N^γ , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sırasıyla 207,3°C, 100,6°C, 54,1°C, 22,9°C, 211,4°C, 294,9°C ve 326,7°C olarak belirlenmiştir. Coats-Redform-Sestak metodu kullanılarak, 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızına göre DSC piklerinden elde edilen ve dönüşümün gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjilerinin hesaplandığı eğriler sırasıyla Şekil 6.18 ve Şekil 6.19 da gösterilmiştir. Alaşım 1A için bu eğrilerden elde edilen ısıtma ve soğutma aktivasyon enerjileri sırasıyla -267,444 kJ/mol ve 86,349 kJ/mol dur.



Şekil 6. 17: 1A numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6. 18: 1A numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.

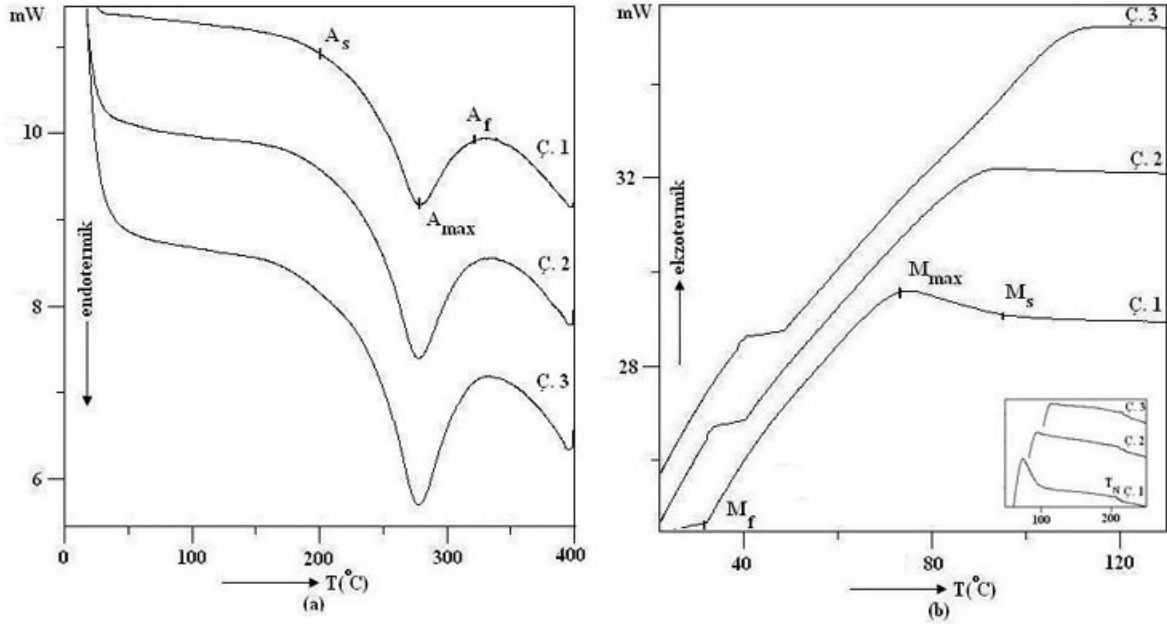


Şekil 6. 19: 1A numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.

1A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 20 (a) ve (b) de gösterilmiştir. $30^\circ\text{C}/\text{dak}$ hız ile yapılan ilk termal ısıtma eğrisine göre daha sonra gerçekleşen ısıtma işlemlerinde elde edilen eğrilerin bir miktarda olsa giderek daha büyük bir alana yayıldıkları Tablo 6. 4 deki ΔH değerlerinden anlaşılmaktadır. Aynı durum soğutma eğrileri için incelendiğinde ilk dönüşüme göre diğer dönüşüm eğrilerinin daha küçük alanlar ihtiva ettiği

görülebilir. DSC eğrilerine ait alanın genişliği, DSC ölçümleri esnasında ısıtma yada soğutma işlemleri için faz dönüşümünün ne oranda gerçekleştiği hakkında bilgi verebilir. DSC ölçümlerinden elde edilen eğri ne kadar genişse meydana gelen faz dönüşümü de o kadar fazladır [58]. Bu eğrilerden de görüldüğü gibi, hem ısıtma eğrilerindeki ilk termal çevrimdeki ters dönüşüm sıcaklıkları hem de ileri dönüşüm sıcaklıklarında çevrim sayısı ile ortaya çıkan dönüşüm sıcaklığı değişimlerinin çok küçük miktarlarda bir artış gösterdiği tespit edilmiştir.

Alaşım 1A numunesinin 30°C/dak. da gerçekleştirilen ilk termal çevrim için T_N' , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 207,5°C, 97,2°C, 71,3°C, 32,2°C, 198,6°C, 276,3°C ve 324,8°C olarak belirlenmiştir. İkinci termal çevrimden elde edilen T_N' , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 212,2°C, 98,7°C, 86,6°C, 40,7°C, 202,2°C, 276,6°C ve 325,2°C dir. Hem ileri hem de ters dönüşüm sıcaklıklarında 2. çevrimde çok küçük artışlar tespit edilmiştir. Üçüncü termal çevrim için ise T_N' , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 205,0°C, 113,8°C, 70,8°C, 48,8°C, 205,0°C, 276,4°C ve 326,7°C olarak belirlenmiştir (Şekil 6. 20 (a) ve (b)). İleri ve ters dönüşüm sıcaklıklarında birinci ve ikinci çevrimler arasında olduğu gibi üçüncü çevrimde de yüksek bir değişim olmamıştır. 15°C/dak. için gerçekleştirilen tek çevrim ve daha sonra 30°C/dak. için gerçekleştirilen üç çevrim için DSC eğrilerinden elde edilen veriler toplu olarak Tablo 6. 4 de verilmiştir.



Şekil 6.20: 1A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

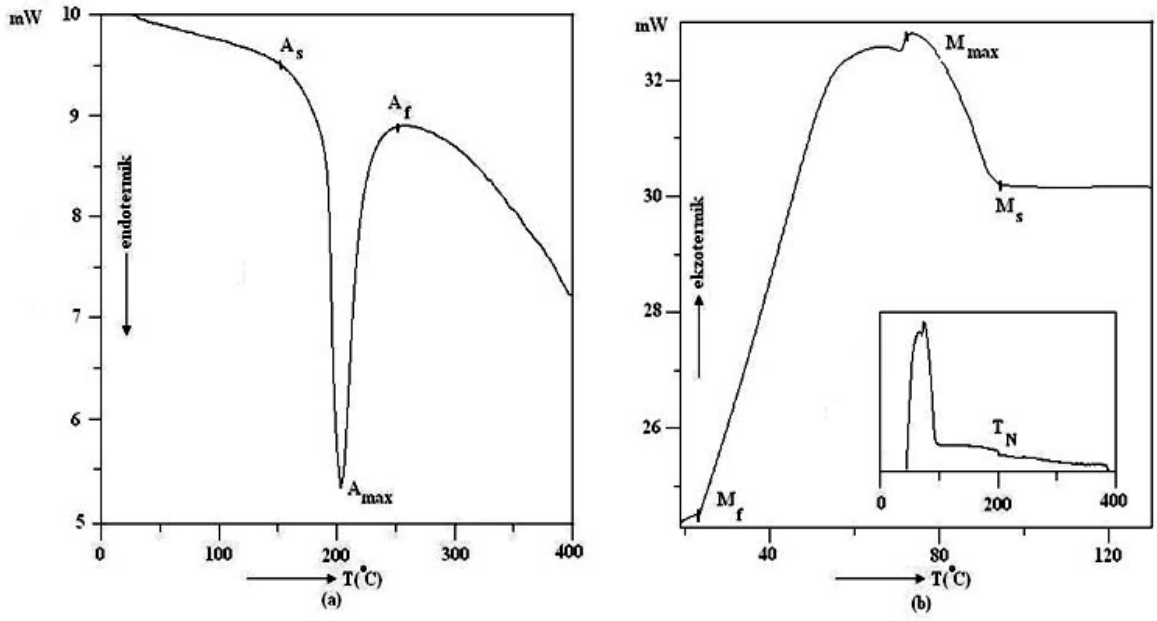
Tablo 6. 4: 1A numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A_s (°C)	A_{max} (°C)	A_f (°C)	T_N^* (°C)	M_s (°C)	M_{max} (°C)	M_f (°C)	$\Delta H_{is.}$ (J/g)	$\Delta H_{soğ.}$ (J/g)	A_m-M_m (°C)
-	15	226,9	294,9	326,7	207,3	100,6	54,1	22,9	-1,44	8,56	240,8
1	30	198,6	276,3	324,8	207,5	97,2	71,3	32,2	-2,79	3,99	205,0
2	30	202,2	276,6	325,2	212,2	98,7	86,6	40,7	-2,97	0,44	190,0
3	30	205,0	276,4	326,7	205,0	113,8	70,8	48,8	-2,96	0,34	205,6

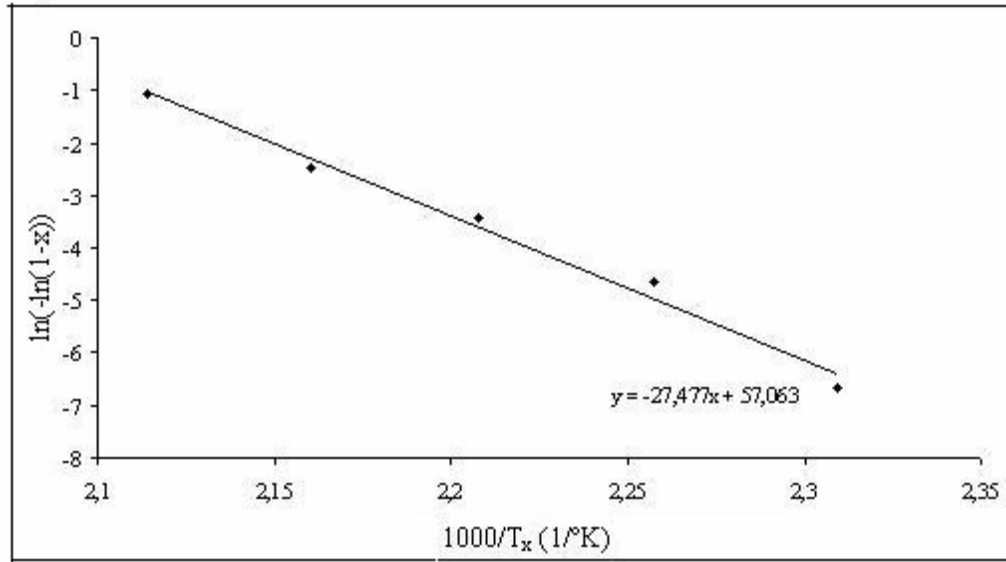
A_s ve A_f sıcaklıklarının son termal çevrim için en yüksek değeri almaları nedeniyle bu alaşımın son çevrimde en kararlı durumda olduğu sonucuna varılmıştır [26]. 1., 2. ve 3. çevrimler için $A_f - A_s$ sıcaklık histerisizleri sırasıyla 126,2°C, 123,0°C ve 121,7°C dir. Buna göre, ters dönüşüm sıcaklık aralığı daralmaktadır ve dönüşüm giderek daha erken tamamlanmaktadır. Bununla beraber 1., 2. ve 3. çevrimler için $M_s - M_f$ değerleri sırasıyla 65°C, 58°C ve 65°C dir.

6.2.1.2 1B numunesi için DSC sonuçları

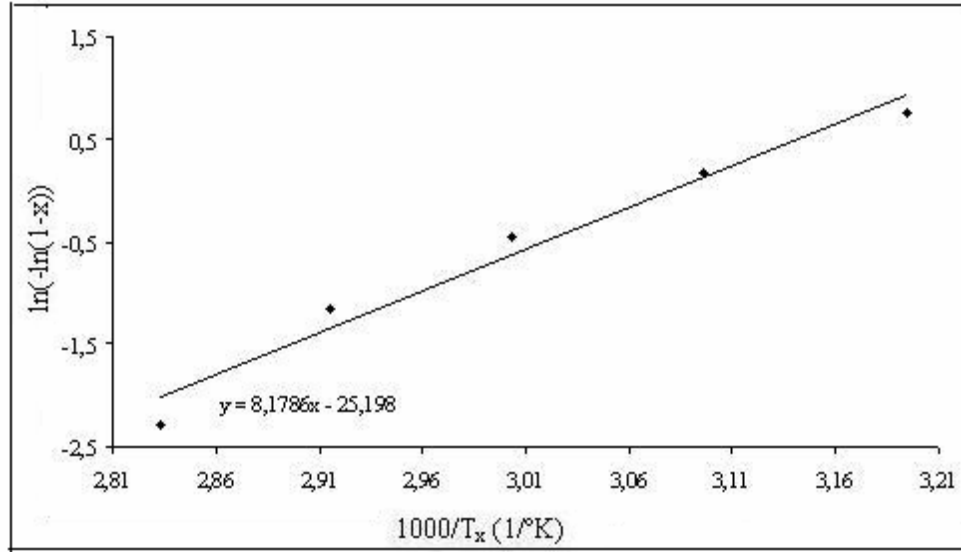
77,4 mg lık 1B numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 21 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan elde edilen dönüşüm sıcaklıkları T_N^* , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sırasıyla 200,9°C, 92,9°C, 57,0°C, 23,2°C, 149,1°C, 203,8°C ve 253,4°C olarak belirlenmiştir. Coats-Redform-Sestak metodu kullanılarak, 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızına göre DSC piklerinden elde edilen ve dönüşümün gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjilerinin hesaplandığı eğriler sırasıyla Şekil 6. 22 ve Şekil 6. 23 de gösterilmiştir. Alaşım 1B için bu eğrilerden elde edilen ısıtma ve soğutma aktivasyon enerjileri sırasıyla -248,443 kJ/mol ve 67,996 kJ/mol dur.



Şekil 6. 21: 1B numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6. 22: 1B numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))$ -1000/ T_x grafiği.

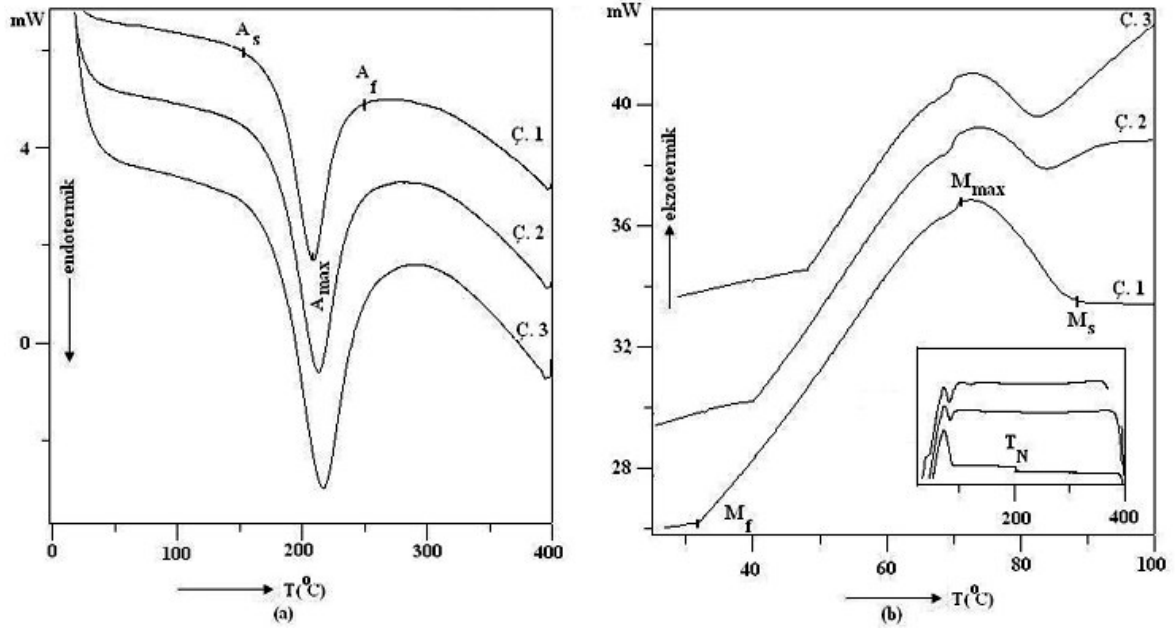


Şekil 6. 23: 1B numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.

1B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 24 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan ilk termal ısıtma eğrisine göre daha sonra gerçekleşen ısıtma işlemlerinde elde edilen eğrilerin bir miktarda olsa giderek daha büyük bir alana yayıldıkları Tablo 6.6 daki ΔH değerlerinden anlaşılmaktadır. Aynı durum soğutma eğrileri için incelendiğinde ilk dönüşüme göre diğer dönüşüm eğrilerinin daha küçük alanlar ihtiva ettiği görülebilir. Bu eğrilerden de görüldüğü gibi, ısıtma eğrilerindeki ilk termal çevrimdeki ters dönüşüm sıcaklıkları bir miktar artış göstermiştir. İleri dönüşüm sıcaklıklarında çevrim sayısı ile ortaya çıkan dönüşüm sıcaklığı değişimleri ise M_s ve M_{max} ın azalması, M_f nin ise artış göstermesi yönündedir.

Alaşım 1B numunesinin 30°C/dak. da gerçekleştirilen ilk termal çevrim için T'_N , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 205,3°C, 87,8°C, 71,1°C, 31,7°C, 154,4°C, 200,4°C ve 258,6°C olarak belirlenmiştir. İkinci termal çevrimden elde edilen T'_N , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 212,2°C, 82,8°C, 70,7°C, 40,1°C, 158,1°C, 212,7°C ve 274,8°C dir. Buradan da görülebileceği gibi ters dönüşüm sıcaklıklarında 2. çevrimde bir miktar artış tespit edilmiştir. İleri dönüşüm sıcaklıklarından M_s ve M_{max} azalırken M_f sıcaklığında ise bir artma söz konusudur. Üçüncü termal çevrim için ise T'_N , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 221,7°C, 82,3°C, 70,2°C, 48,3°C, 161,8°C, 216,6°C, ve 282,9°C olarak belirlenmiştir. İleri ve ters dönüşüm

sıcaklıklarındaki değişimler birinci ve ikinci çevrimler arasında olduğu gibi üçüncü çevrimde de aynı yöndeki artış ve azalmalar şeklinde gözlenmiştir. 15°C/dak. için gerçekleştirilen tek çevrim ve daha sonra 30°C/dak. için gerçekleştirilen üç çevrim için DSC eğrilerinden elde edilen veriler toplu olarak Tablo 6. 5 da verilmiştir.



Şekil 6. 24: 1B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 5: 1B numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcaklı. Proğ. (°C/dak)	A_s (°C)	A_{max} (°C)	A_f (°C)	T_N' (°C)	M_s (°C)	M_{max} (°C)	M_f (°C)	$\Delta H_{is.}$ (J/g)	$\Delta H_{soğ.}$ (J/g)	A_m-M_m (°C)
-	15	149,1	203,8	253,4	200,9	92,9	57,0	23,2	-4,80	10,42	146,8
1	30	154,4	200,4	258,6	205,3	87,8	71,1	31,7	-4,84	6,38	129,3
2	30	158,1	212,7	274,8	212,2	82,8	70,7	40,1	-5,50	2,95	142,0
3	30	161,8	216,6	282,9	221,7	82,3	70,2	48,3	-6,14	2,57	146,4

A_s ve A_f sıcaklıklarının son termal çevrim için en yüksek değeri almaları nedeniyle bu alaşımın son çevrimde en kararlı durumda olduğu sonucuna varılmıştır [26]. 1., 2. ve 3. çevrimler için $A_f - A_s$ sıcaklık histerisizleri sırasıyla 104,2°C, 116,7°C ve 121,1°C dir. Buna göre, ters dönüşüm sıcaklık aralığı genişlemekte ve dönüşüm giderek daha geç tamamlanmaktadır. Bununla beraber 1., 2. ve 3. çevrimler için $M_s - M_f$ değerleri sırasıyla 56,1°C, 42,7°C ve 34,0°C dir.

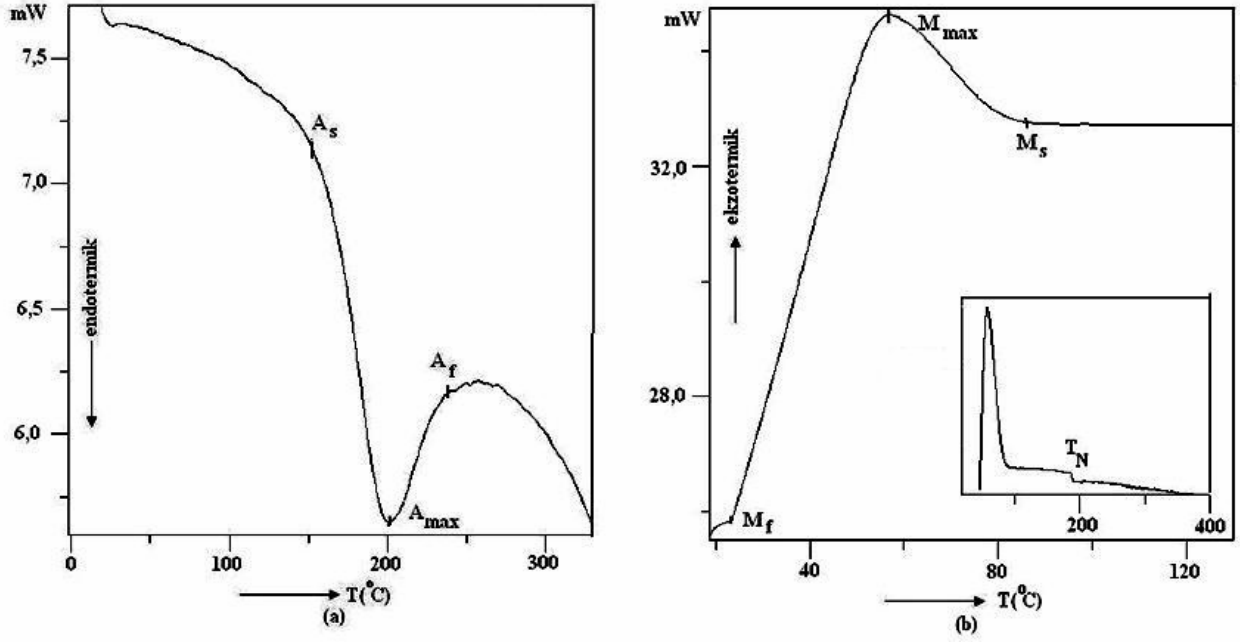
6. 2. 1. 3 1C numunesi için DSC sonuçları

91,5 mg lık 1C numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6.25 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan elde edilen dönüşüm sıcaklıkları T_N^* , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f için sırasıyla 187,9°C, 86,4°C, 55,1°C, 23,2°C, 151,3°C, 198,3°C ve 238,5°C olarak belirlenmiştir. Coats-Redform-Sestak metodu kullanılarak, 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızına göre DSC piklerinden elde edilen ve dönüşümün gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjilerinin hesaplandığı eğriler sırasıyla Şekil 6. 26 ve Şekil 6. 27 de gösterilmiştir. Alaşım 1C için bu eğrilerden elde edilen ısıtma ve soğutma aktivasyon enerjileri sırasıyla -169,580 kJ/mol ve 108,705 kJ/mol dur.

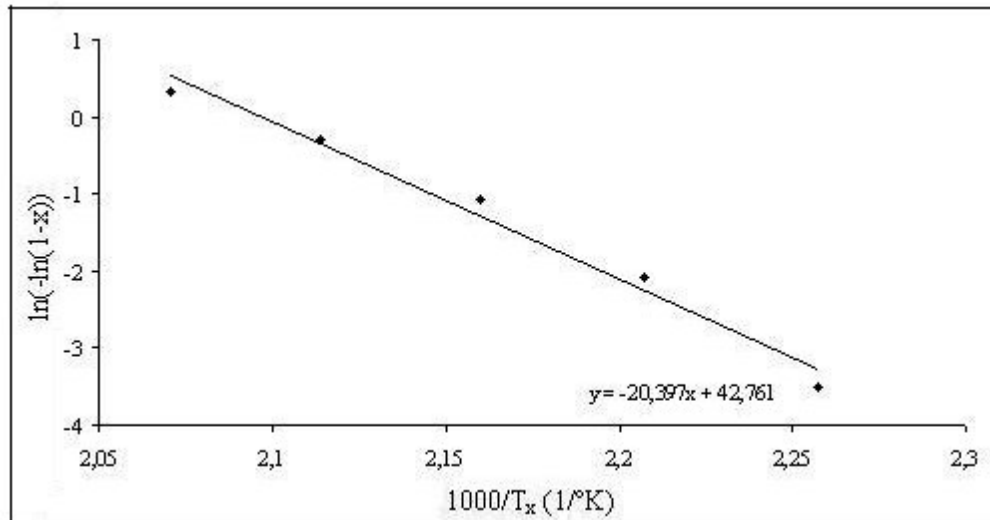
1C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 28 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan ilk termal ısıtma eğrisine göre daha sonra gerçekleşen ısıtma işlemlerinde elde edilen eğrilerin bir miktarda olsa giderek daha büyük bir alana yayıldıkları Tablo 6. 6 deki ΔH değerlerinden anlaşılmaktadır. Aynı durum soğutma eğrileri için incelendiğinde ilk dönüşüme göre diğer dönüşüm eğrilerinin daha küçük alanlar ihtiva ettiği görülebilir. Bu eğrilerden de görüldüğü gibi, ısıtma ve soğutma eğrilerindeki ilk termal çevrimdeki ters ve ileri dönüşüm sıcaklıkları bir miktar artış göstermiştir.

Alaşım 1C numunesinin 30°C/dak. da gerçekleştirilen ilk termal çevrim için T_N^* , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 191,6°C, 79,4°C, 69,9°C, 32,1°C, 153,0°C, 202,1°C ve 242,2°C olarak belirlenmiştir. İkinci termal çevrimden elde edilen T_N^* , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 202,7°C, 163,8°C, 205,2°C ve 245,9°C dir. Buradan da görülebileceği gibi ters ve ileri dönüşüm sıcaklıklarında 2. çevrimde bir miktar artış tespit edilmiştir. Üçüncü termal çevrim için ise T_N^* , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 203,8°C, 164,6°C, 210,7°C, ve 288,1°C olarak belirlenmiştir. İleri ve ters dönüşüm sıcaklıklarındaki değişimler birinci ve ikinci çevrimler arasında olduğu gibi üçüncü çevrimde de aynı yöndeki artışlar gözlenmiştir. 15°C/dak. için gerçekleştirilen

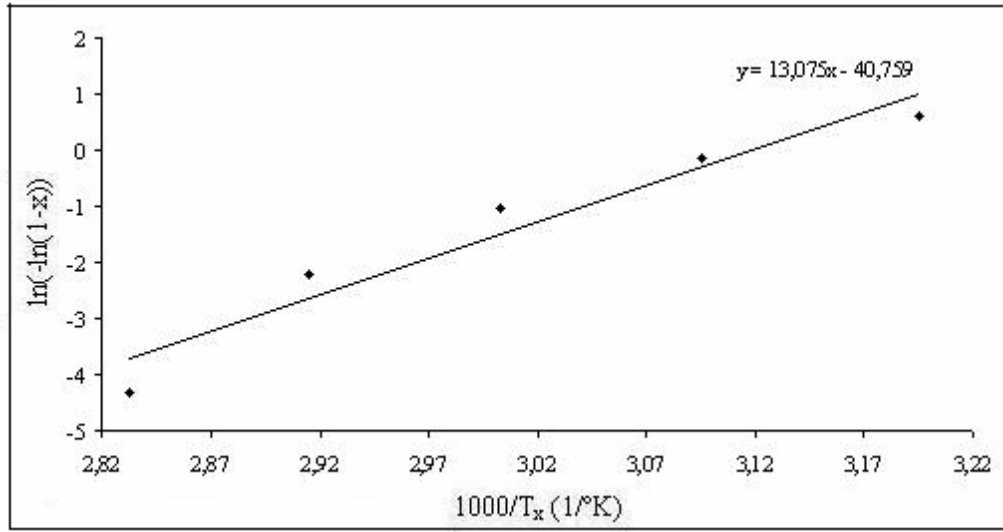
tek çevrim ve daha sonra 30°C/dak. için gerçekleştirilen üç çevrim için DSC eğrilerinden elde edilen veriler toplu olarak Tablo 6. 6 de verilmiştir.



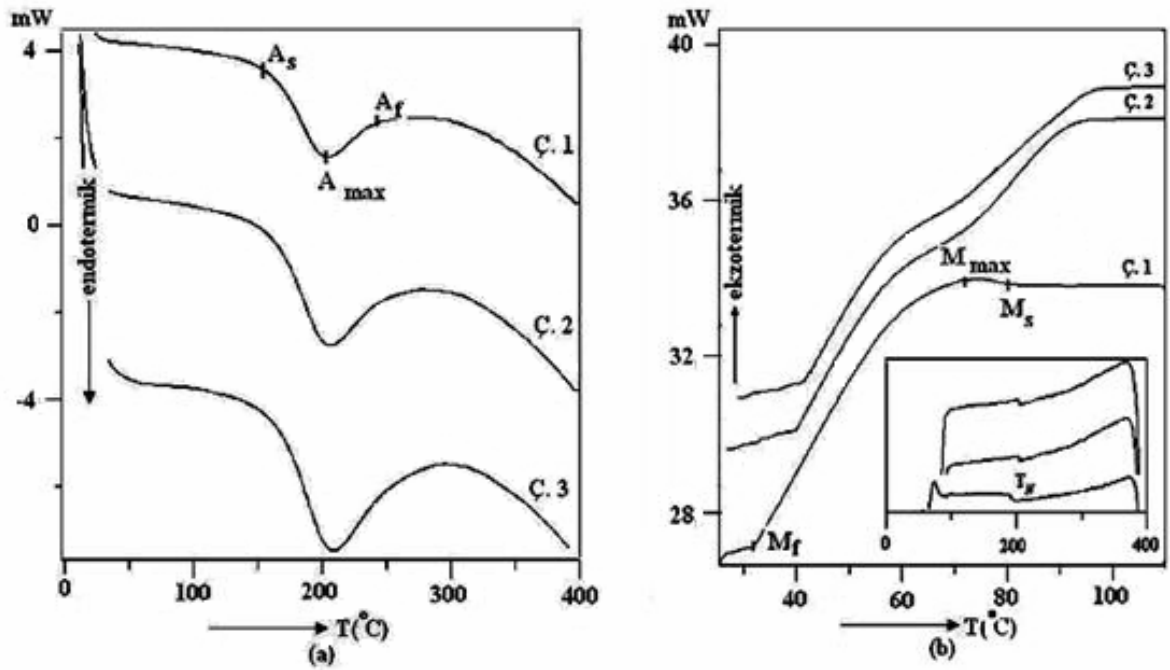
Şekil 6. 25: 1C numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6. 26: 1C numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.



Şekil 6. 27: 1C numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.



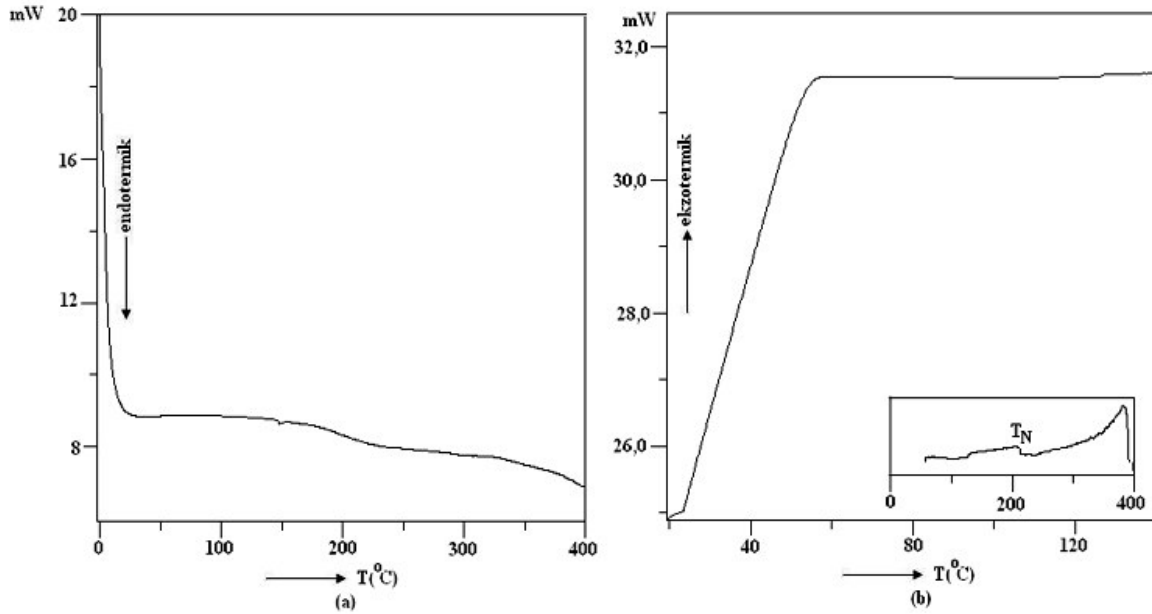
Şekil 6. 28: 1C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 6: 1C numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A _s (°C)	A _{max} (°C)	A _f (°C)	T _N ' (°C)	M _s (°C)	M _{max} (°C)	M _f (°C)	ΔH _{ıs.} (J/g)	ΔH _{soğ.} (J/g)	A _m -M _m (°C)
-	15	151,3	198,3	238,5	187,9	86,4	55,1	23,2	-1,69	7,10	143,2
1	30	153,0	202,1	242,2	191,6	79,4	69,9	32,1	-2,15	2,39	132,2
2	30	163,8	205,2	245,9	202,7	-	-	-	-2,84	-	-
3	30	164,6	210,7	288,1	203,8	-	-	-	-3,54	-	-

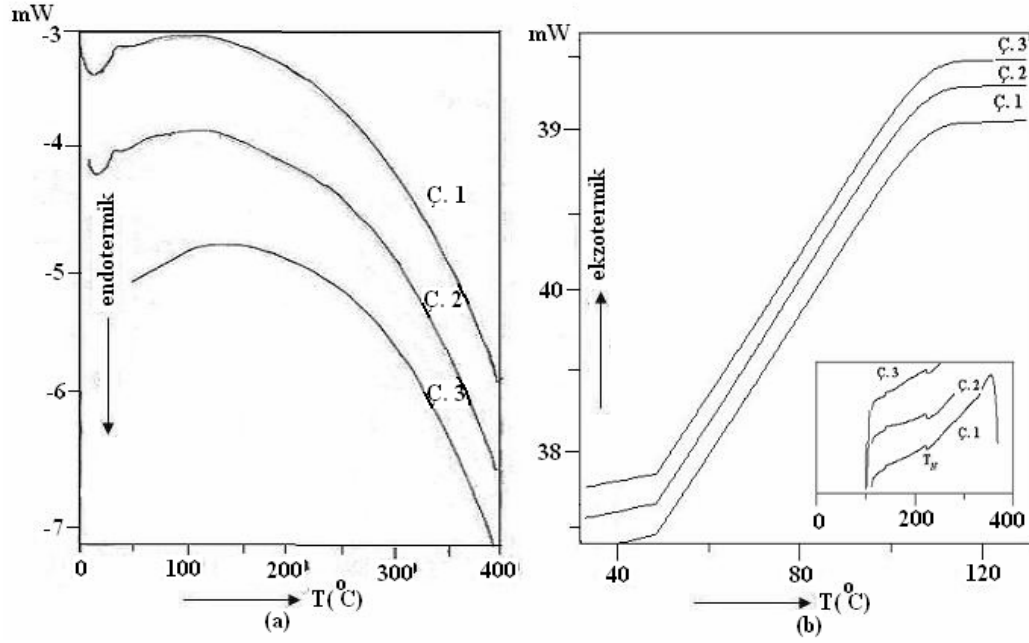
6. 2. 1. 4 1D numunesi için DSC sonuçları

86,8 mg lık 1D numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 29 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan tüm ısıtma ve soğutma işlemleri için T_N' sıcaklık değerleri dışında ileri ve ters dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir. Tespit edilebilen T_N sıcaklık değerleri Tablo 6. 7 de belirtilmiştir.



Şekil 6. 29: 1D numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.

1D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 30 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan tüm termal ısıtma ve soğutma eğrilerine göre dönüşüm gözlenememiştir.



Şekil 6. 30: 1D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 7: 1D numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

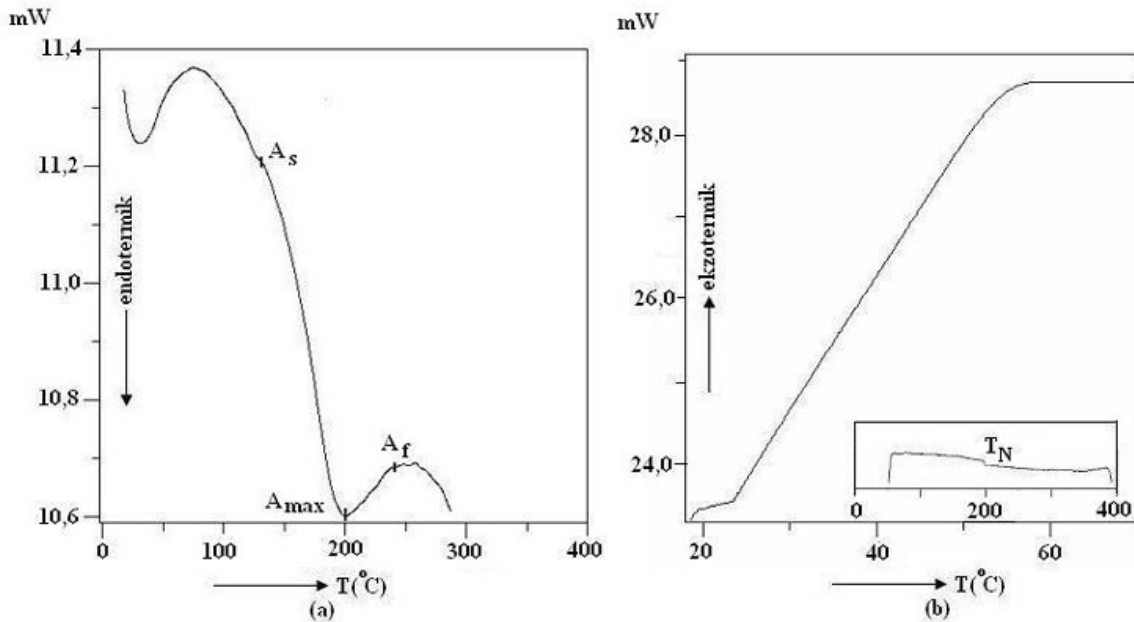
Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A_s (°C)	A_{max} (°C)	A_f (°C)	T_N' (°C)	M_s (°C)	M_{max} (°C)	M_f (°C)	$\Delta H_{is.}$ (J/g)	$\Delta H_{soğ.}$ (J/g)	A_m-M_m (°C)
-	15	-	-	-	213,0	-	-	-	-	-	-
1	30	-	-	-	214,1	-	-	-	-	-	-
2	30	-	-	-	215,5	-	-	-	-	-	-
3	30	-	-	-	225,7	-	-	-	-	-	-

6. 2. 2 2 Alaşımı için DSC sonuçları

Fe-28,27Mn-2,268Si-0,48Al ağırlık yüzdesine sahip Alaşım 2 nin farklı her ısıtma işlemi için ileri ve ters dönüşümün gerçekleşmesine gerekli olan aktivasyon enerjisini tespit etmek amacıyla 15°C/dak. hız ile alınan ısıtma ve soğutma DSC eğrileri ve termal çevrilmemenin dönüşüm sıcaklıklarına etkilerini incelemek amacıyla 30°C/dak hız ile alınan 1., 2., ve 3 üncü termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri aşağıdaki bölümlerde sırasıyla incelenmiştir.

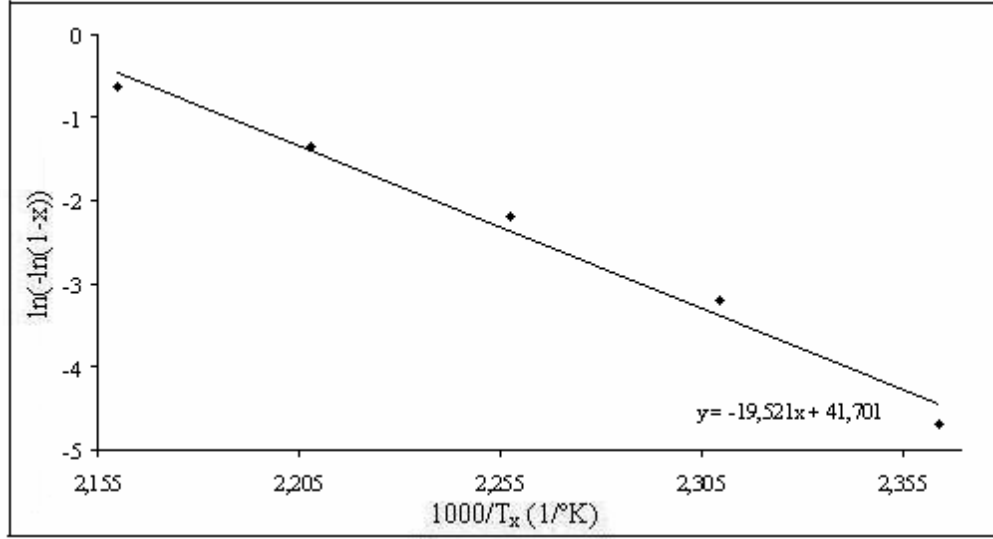
6. 2. 2. 1 2A numunesi için DSC sonuçları

70,6 mg lık 2A numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6.31 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan elde edilen dönüşüm sıcaklıkları Tablo 6. 8 da da belirtildiği gibi T_N , A_s , A_{max} ve A_f için sırasıyla 191,8°C, 141,8°C, 199,8°C ve 238,0°C olarak belirlenmiştir. Numuneye ait ileri dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir. Coats-Redform-Sestak metodu kullanılarak, 15°C/dak. ısıtma hızına göre DSC pikinden elde edilen ve dönüşümün gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjisinin hesaplandığı eğri Şekil 6. 32 de verilmiştir. Alaşım 2A ya ait ters dönüşümün gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjisi -162,555 kJ/mol olarak tespit edilmiştir.

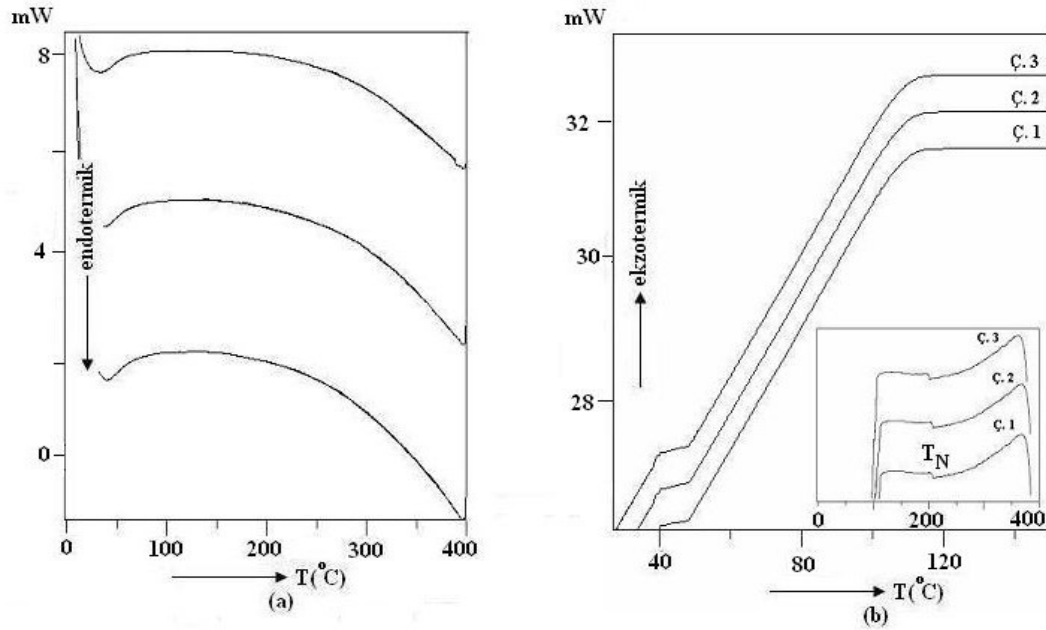


Şekil 6. 31: 2A numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.

2A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 33 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan tüm termal ısıtma ve soğutma eğrilerine göre dönüşüm gözlenememiştir.



Şekil 6. 32: 2A numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))$ - $1000/T_x$ grafiği.



Şekil 6. 33: 2A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerinde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 8: 2A numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

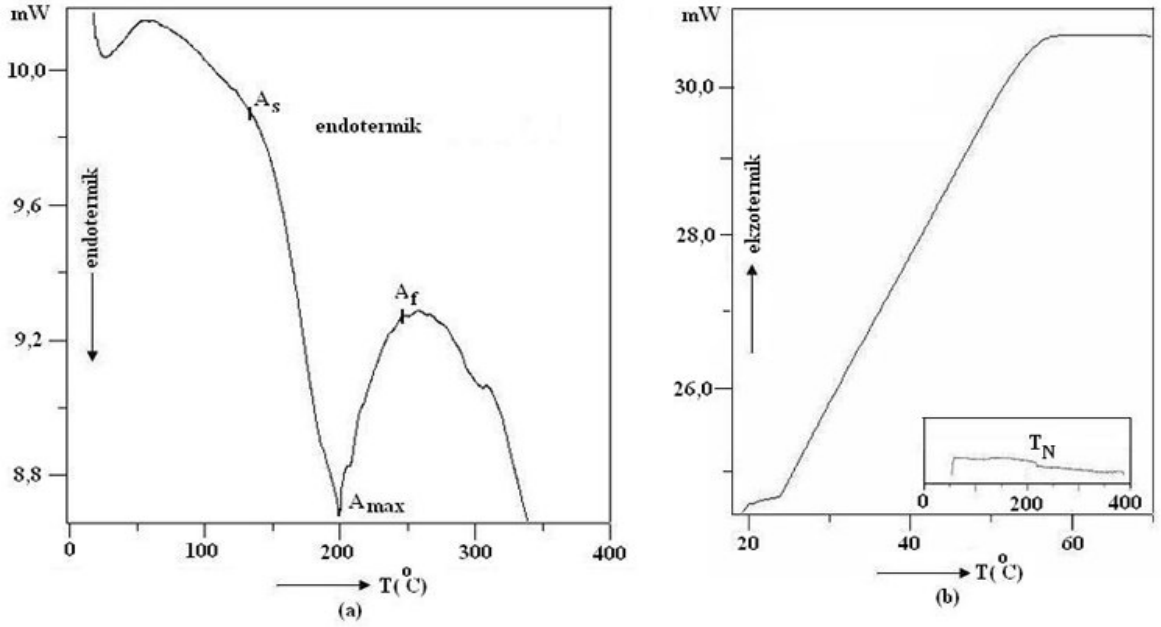
Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A _s (°C)	A _{max} (°C)	A _f (°C)	T _N ^γ (°C)	M _s (°C)	M _{max} (°C)	M _f (°C)	ΔH _{ıs.} (J/g)	ΔH _{soğ.} (J/g)	A _m -M _m (°C)
-	15	141,8	199,8	238,0	191,8	-	-	-	-0,78	-	-
1	30	-	-	-	199,9	-	-	-	-	-	-
2	30	-	-	-	200,0	-	-	-	-	-	-
3	30	-	-	-	203,7	-	-	-	-	-	-

6. 2. 2. 2 2B numunesi için DSC sonuçları

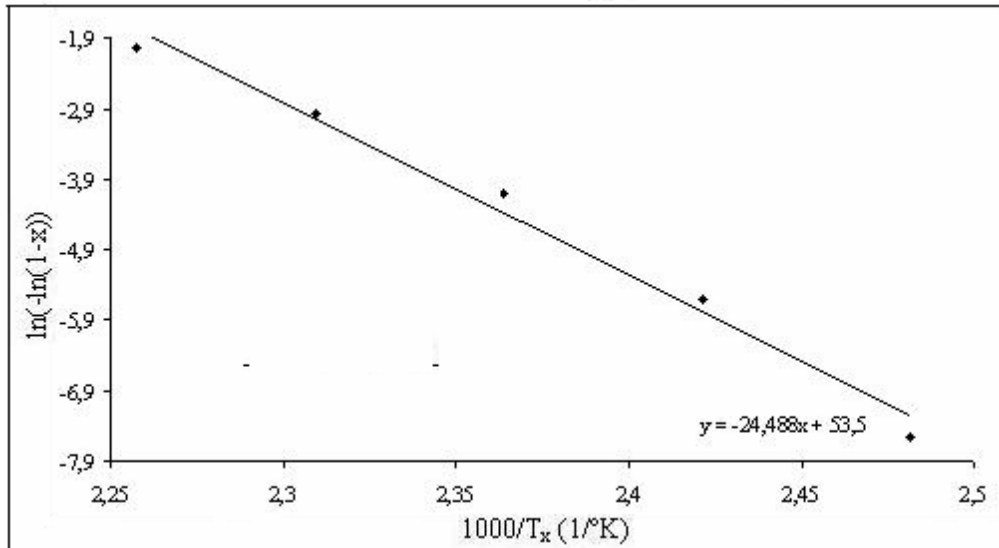
74,0 mg lık 2B numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6.34 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan elde edilen dönüşüm sıcaklıkları Tablo 6. 9 da da belirtildiği gibi T_N^γ, A_s, A_{max} ve A_f sırasıyla 216,7°C, 124,3°C, 200,2°C ve 259,2°C olarak belirlenmiştir. Numuneye ait ileri dönüşüm sıcaklıklarını tespit edilememiştir. Coats-Redform-Sestak metodu kullanılarak, 15°C/dak. ısıtma hızına göre DSC pikinden elde edilen ve dönüşümün gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjisinin hesaplandığı eğri Alaşım 2B için elde edilerek gerekli aktivasyon enerjisi bulunmuş ve bu eğri Şekil 6.35 de gösterilmiştir. Soğutma işlemine ait anlamlı bir pik elde edilemediğinden martensitik dönüşümün gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjisi hesaplanamamıştır. Isıtma işlemine göre bulunan aktivasyon enerjisi -203,593 kJ/mol olarak tespit edilmiştir.

Alaşım 2B numunesinin 30°C/dak. da gerçekleştirilen ilk termal çevrim için T_N^γ, A_s, A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 220,0°C, 141,1°C, 169,5°C, 190,8°C olarak belirlenmiştir. İkinci termal çevrimden elde edilen T_N^γ, A_s, A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 202,2°C, 153,1°C, 171,0°C, 191,1°C olarak belirlenmiştir.. Numuneye ait ileri dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir. Üçüncü termal çevrim için ise T_N^γ, A_s, A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 204,1°C, 152,1°C, 175,5°C, 191,8°C olarak belirlenmiştir. Şekil 6. 36 (a) ve (b) de ters dönüşüm sıcaklıklarında genel olarak bir artışın olduğu gözlenmiştir. 15°C/dak. için gerçekleştirilen tek çevrim ve daha sonra 30°C/dak. için gerçekleştirilen üç çevrim için DSC eğrilerinden elde edilen veriler toplu olarak Tablo 6. 9 da verilmiştir.

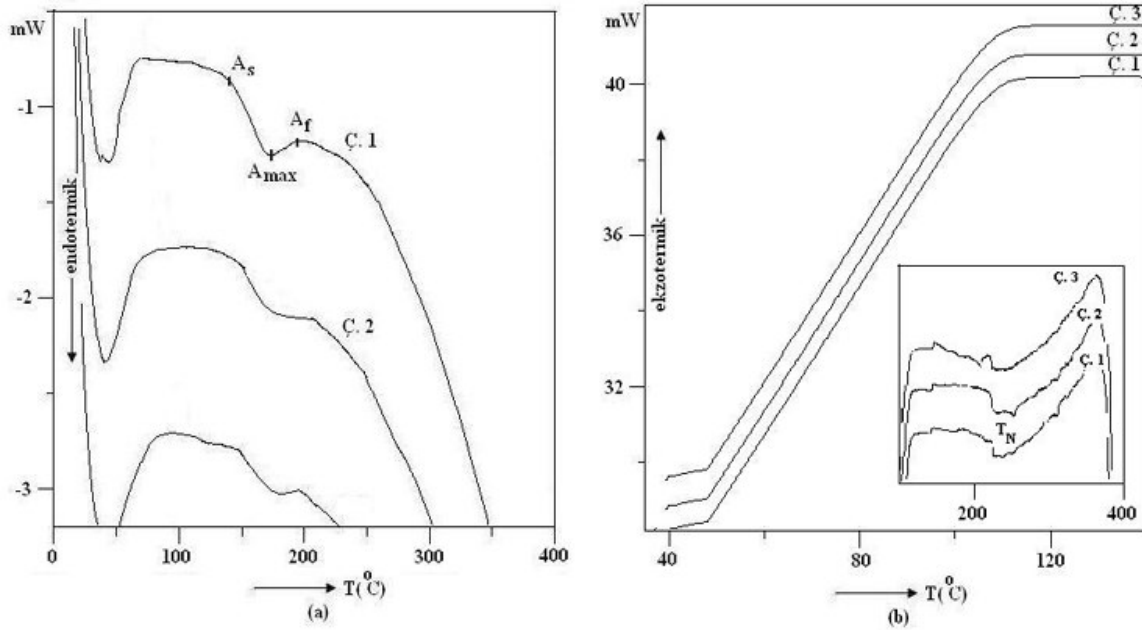
2B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 36 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan tüm termal ısıtma eğrilerine göre dönüşüm azda olsa gözlenmiştir. 1., 2. ve 3. dönüşümler için A_f - A_s sırasıyla 49,7°C, 39°C ve 39,7°C olarak tespit edilmiştir. Aynı durum soğutma eğrileri için incelendiğinde, dönüşümün gerçekleşmediği görülmektedir.



Şekil 6.34: 2B numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6. 35: 2B numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))$ -1000/ T_x grafiği.



6. 36: 2B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 9: 2B numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A_s (°C)	A_{max} (°C)	A_f (°C)	T_N^{γ} (°C)	M_s (°C)	M_{max} (°C)	M_f (°C)	$\Delta H_{is.}$ (J/g)	$\Delta H_{soğ.}$ (J/g)	A_m-M_m (°C)
-	15	124,3	200,2	259,2	216,7	-	-	-	-2,47	-	-
1	30	141,1	169,5	190,8	220,0	-	-	-	-0,13	-	-
2	30	153,1	171,0	191,1	202,2	-	-	-	-0,02	-	-
3	30	152,1	175,5	191,8	204,1	-	-	-	-0,02	-	-

6. 2. 2. 3 2C numunesi için DSC sonuçları

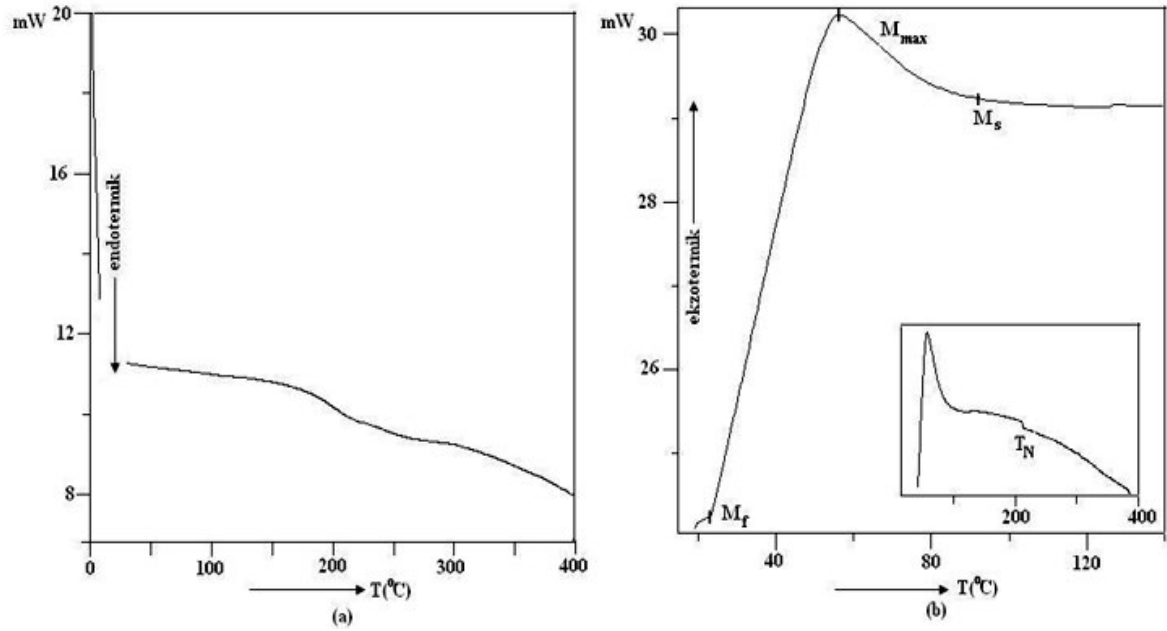
78,6 mg lık 2C numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6.37 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan elde edilen dönüşüm sıcaklıkları T_N^{γ} , M_s , M_{max} ve M_f sırasıyla 204,3°C, 90,0°C, 54,5°C ve 23,5°C olarak belirlenmiştir. Coats-Redform-

Sestak metodu kullanılarak, 15°C/dak. soğutma hızına göre DSC piklerinden elde edilen ve dönüşümün gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjilerinin hesaplandığı eğri Şekil 6.38 de gösterilmiştir. Alaşım 2C için bu eğriden elde edilen soğutma aktivasyon enerjisi 90,830 kJ/mol dur.

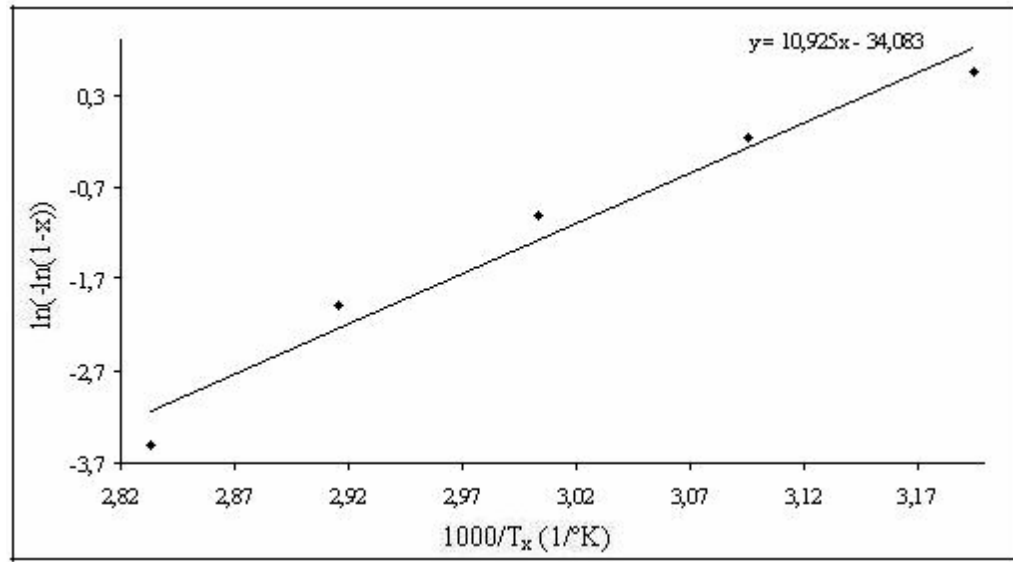
2C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 39 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan ilk termal ısıtma eğrisine göre daha sonra gerçekleşen ısıtma işlemlerinde elde edilen eğrilerin bir miktarda olsa giderek daha büyük bir alana yayıldıkları Tablo 6.11 deki ΔH değerlerinden anlaşılmaktadır. Aynı durum soğutma eğrileri için incelendiğinde ilk dönüşüme göre diğer dönüşüm eğrilerinin daha küçük alanlar ihtiva ettiği görülebilir. DSC eğrilerine ait alanın genişliği, DSC ölçümleri esnasında ısıtma yada soğutma işlemleri için faz dönüşümünün ne oranda gerçekleştiği hakkında bilgi verebilir. DSC ölçümlerinden elde edilen eğri ne kadar genişse meydana gelen faz dönüşümü de o kadar fazladır [59]. Bu eğrilerden de görüldüğü gibi, ısıtma eğrilerindeki ilk termal çevrimdeki ters dönüşüm sıcaklıkları çevrim sayısı ile azalırken, ileri dönüşüm sıcaklıklarında çevrim sayısı ile ortaya çıkan dönüşüm sıcaklığı değişimlerinin bir miktar artış gösterdiği tespit edilmiştir.

Alaşım 2C numunesinin 30°C/dak. da gerçekleştirilen ilk termal çevrim için T_N^* , M_s , M_{max} , M_f sıcaklıkları sırasıyla 213,4°C, 152,3°C, 219,5°C ve 324,0°C olarak belirlenmiştir. İkinci termal çevrimden elde edilen T_N^* , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 215,7°C, 165,3°C, 307,2°C ve 320,2°C dir. Buradan da görülebileceği gibi ileri dönüşüm sıcaklıklarında 2. çevrimde bir miktar artış tespit edilmiştir. Ters dönüşüm sıcaklıklarından A_{max} artarken, A_s ve A_f sıcaklıklarında ise düşüş gözlenmektedir. Üçüncü termal çevrim için ise T_N^* , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 220,1°C, 164,4°C, 217,0°C ve 314,8°C olarak belirlenmiştir. İleri ve ters dönüşüm sıcaklıklarında birinci ve ikinci çevrimler arasında olduğu gibi üçüncü çevrimde de dönüşüm sıcaklıklarında meydana gelen değişim aynı yöndedir. 15°C/dak. için gerçekleştirilen tek çevrim ve daha sonra 30°C/dak. için gerçekleştirilen üç çevrim için DSC eğrilerinden elde edilen veriler toplu olarak Tablo 6. 10 da verilmiştir.

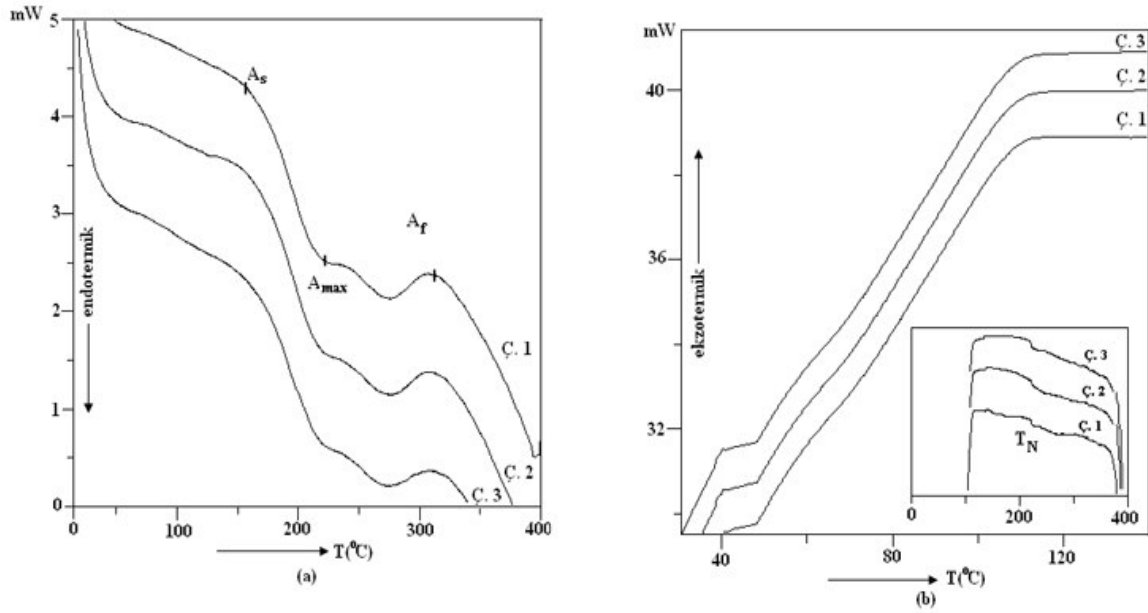
1., 2. ve 3. çevrimler için A_f - A_s sıcaklık histerisizleri sırasıyla 153,7°C, 154,9°C ve 150,4°C dir. Bununla beraber 1., 2. ve 3. çevrimler için M_s – M_f değerleri sırasıyla 61,3°C, 57,3°C ve 61,8°C dir.



Şekil 6. 37: 2C numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6. 38: 2C numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.



Şekil 6. 39: 2C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

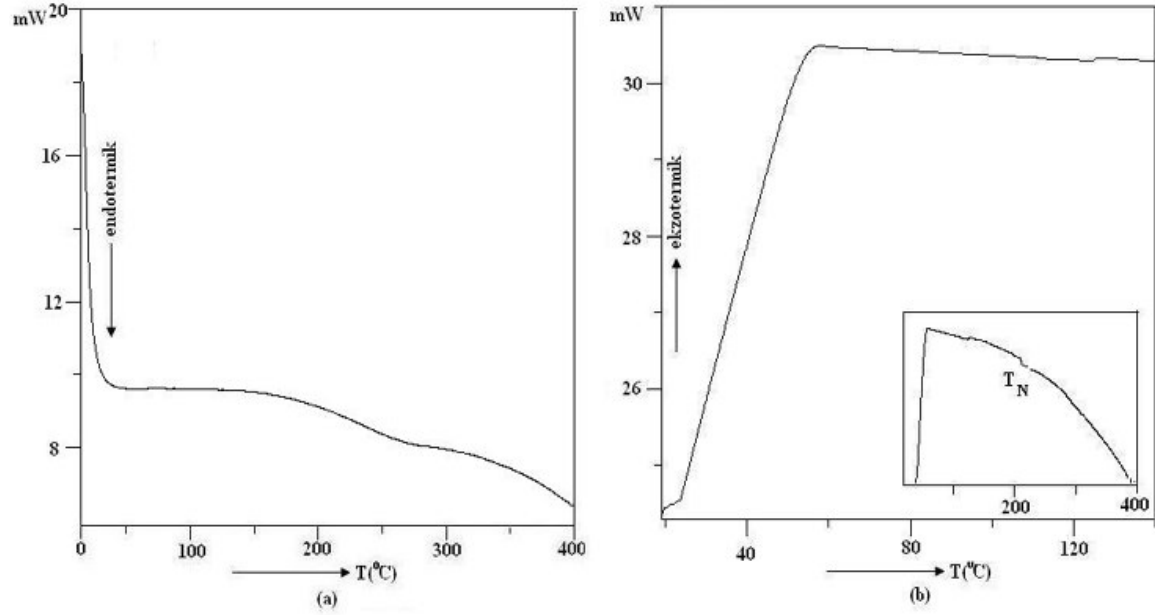
Tablo 6. 10: 2C numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcaklı. Proğ. (°C/dak)	A_s (°C)	A_{max} (°C)	A_f (°C)	T_N^γ (°C)	M_s (°C)	M_{max} (°C)	M_f (°C)	$\Delta H_{is.}$ (J/g)	$\Delta H_{soğ.}$ (J/g)	$A_m - M_m$ (°C)
-	15	-	-	-	204,3	90,0	54,5	23,5	-	5,94	-
1	30	152,3	219,5	324,0	213,4	-	-	-	-1,99	-	-
2	30	165,3	307,2	320,2	215,7	-	-	-	-2,26	-	-
3	30	164,4	217,0	314,8	220,1	-	-	-	-2,16	-	-

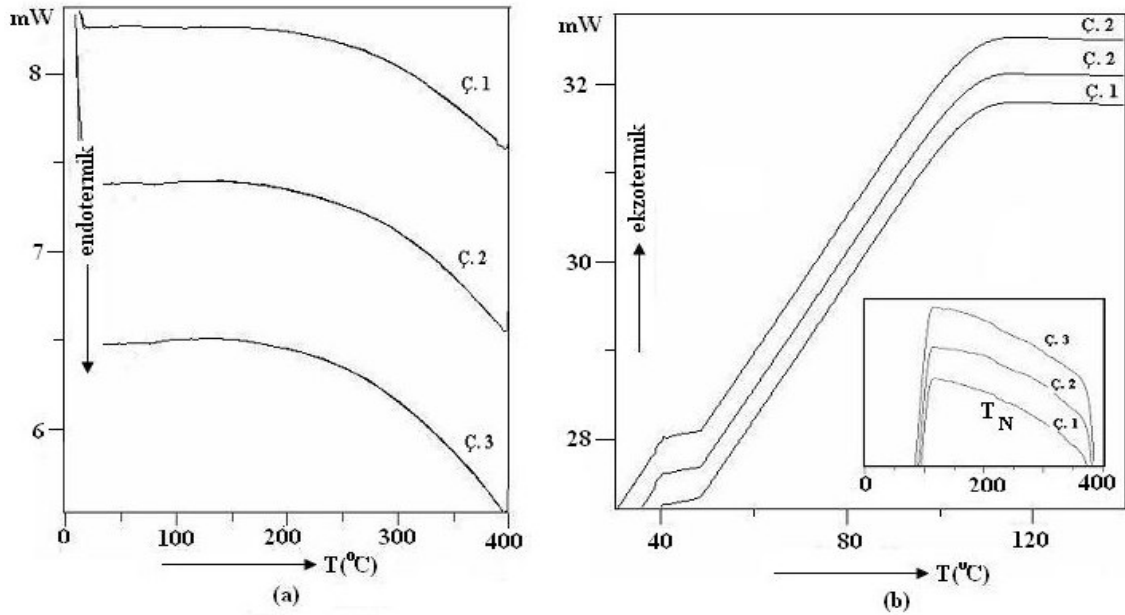
6. 2. 2. 4 2D numunesi için DSC sonuçları

78,5 mg lık 2D numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6.40 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan tüm ısıtma ve soğutma işlemleri için T_N^γ sıcaklık değerleri dışında ileri ve ters dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir. Tespit edilebilen T_N^γ sıcaklık değerleri Tablo 6. 11 de belirtilmiştir.

2D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 41 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan ısıtma eğrilerinde dönüşüm gözlenememiştir. Soğutma eğrilerinde ise dönüşümün gerçekleşmediği görülmektedir.



Şekil 6. 40: 2D numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6.41: 2D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 11: 2D numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcaklı. Proğ. (°C/dak)	A _s (°C)	A _{max} (°C)	A _f (°C)	T _N ^γ (°C)	M _s (°C)	M _{max} (°C)	M _f (°C)	ΔH _{ıs.} (J/g)	ΔH _{soğ.} (J/g)	A _m -M _m (°C)
-	15	-	-	-	211,4	-	-	-	-	-	-
1	30	-	-	-	211,8	-	-	-	-	-	-
2	30	-	-	-	212,3	-	-	-	-	-	-
3	30	-	-	-	212,5	-	-	-	-	-	-

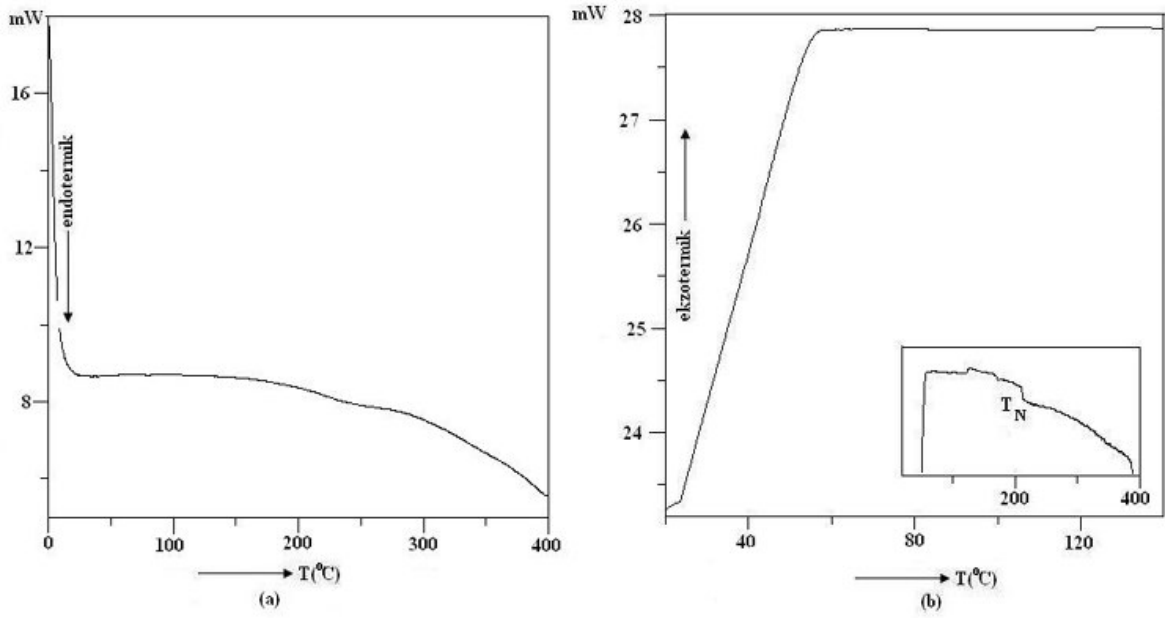
6. 2. 3 3 Alaşımı için DSC sonuçları

Tablo 5. 1 de ağırlık yüzdesi verilen Alaşım 3 ün farklı her ısıl işlemi için ileri ve ters dönüşümün gerçekleşmesine gerekli olan aktivasyon enerjisini tespit etmek amacıyla 15°C/dak. hız ile alınan ısıtma ve soğutma DSC eğrileri ve termal çevrilmemenin dönüşüm sıcaklıklarına etkilerini incelemek amacıyla 30°C/dak hız ile alınan 1., 2., ve 3 üncü termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri aşağıdaki bölümlerde sırasıyla incelenmiştir.

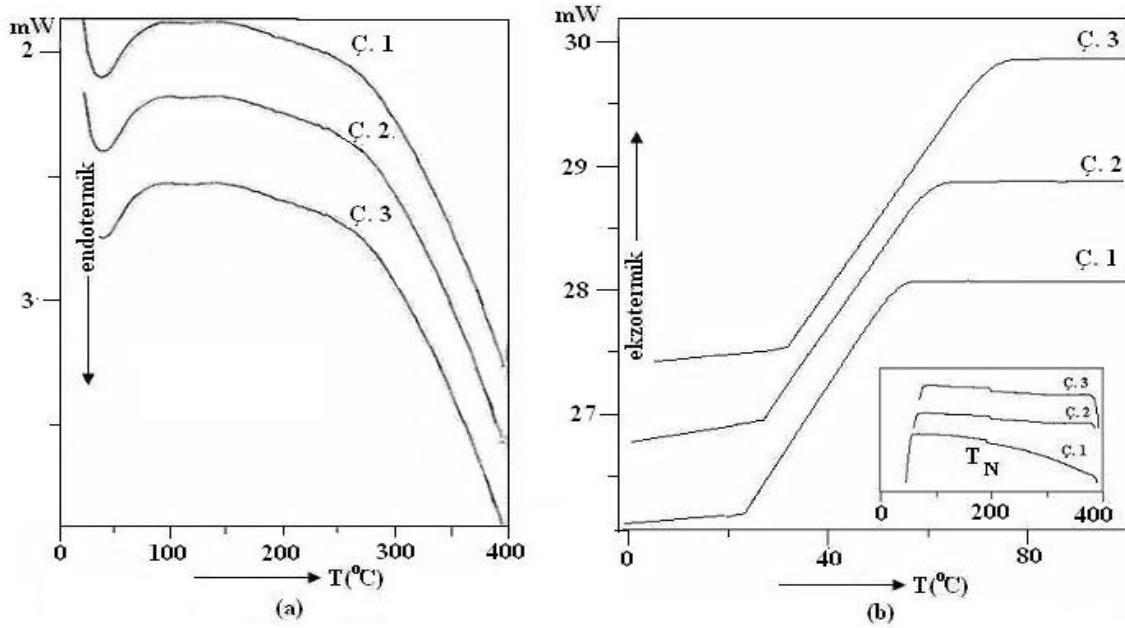
6. 2. 3. 1 3A numunesi için DSC sonuçları

79,8 mg lık 3A numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6.42 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan tüm ısıtma ve soğutma işlemleri için T_N^γ sıcaklık değerleri dışında ileri ve ters dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir. Tespit edilebilen T_N^γ sıcaklık değeri Tablo 6. 12 de belirtilmiştir.

3A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 43 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan tüm termal ısıtma ve soğutma eğrilerine göre dönüşüm gözlenememiştir. Ancak her dönüşüm için T_N^γ sıcaklıkları 1., 2. ve 3. çevrimler için sırasıyla 198,0°C, 198,3°C ve 198,7°C olarak tespit edilmiştir. Bu numune için T_N^γ sıcaklıklarındaki bu değişim ise malzemenin magnetik dönüşüm sıcaklığının çevrim ile az da olsa artış gösterdiği şeklinde düşünülebilir.



Şekil 6. 42: 3A numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6.43: 3A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 12: 3A numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

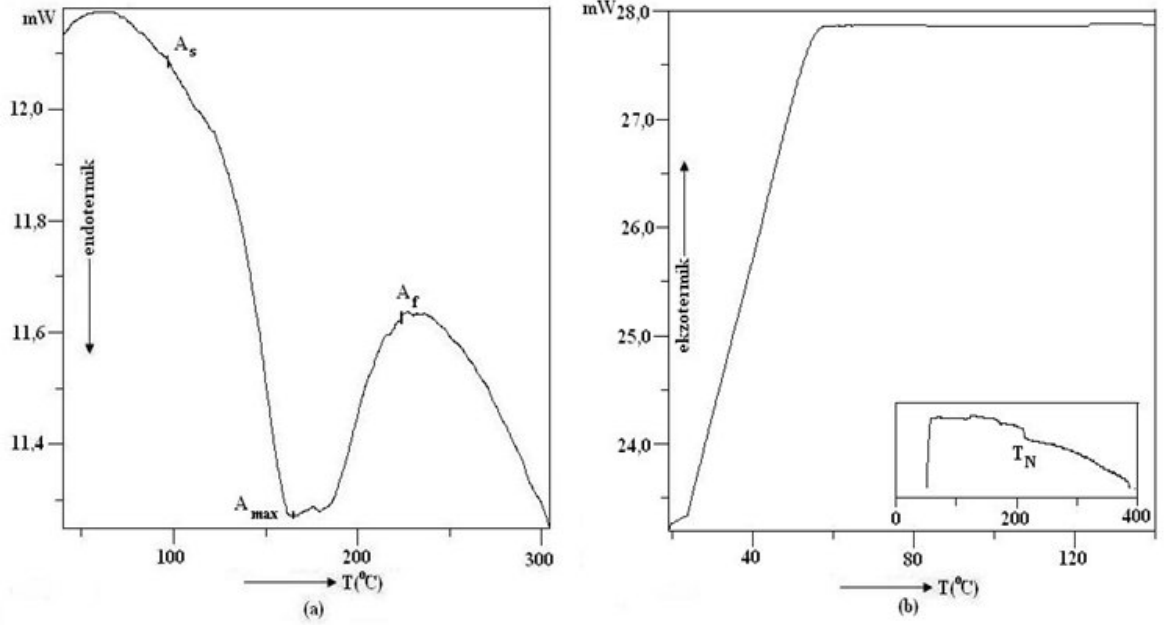
Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A _s (°C)	A _{max} (°C)	A _f (°C)	T _N ' (°C)	M _s (°C)	M _{max} (°C)	M _f (°C)	ΔH _{is.} (J/g)	ΔH _{soğ.} (J/g)	A _m -M _m (°C)
-	15	-	-	-	190,4	-	-	-	-	-	-
1	30	-	-	-	198,0	-	-	-	-	-	-
2	30	-	-	-	198,3	-	-	-	-	-	-
3	30	-	-	-	198,7	-	-	-	-	-	-

6. 2. 3. 2 3B numunesi için DSC sonuçları

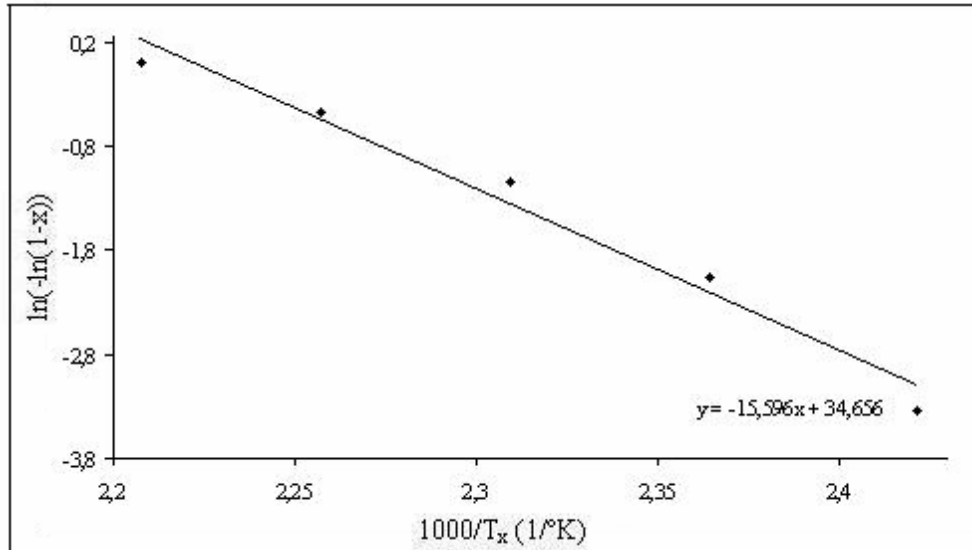
59,9 mg lık 3B numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 44 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan elde edilen dönüşüm sıcaklıkları T_N', A_s, A_{max} ve A_f sırasıyla 210,0°C, 124,7°C, 161,9°C ve 223,8°C olarak belirlenmiştir. Numuneye ait ileri dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir. Numune için elde edilen dönüşüm sıcaklıkları Tablo 6. 13 de belirtilmiştir. Coats-Redform-Sestak metodu kullanılarak, 15°C/dak. ısıtma hızına göre DSC pikinden elde edilen ve dönüşümün gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjisinin hesaplandığı eğri Alaşım 3B için elde edilerek gerekli aktivasyon enerjisi bulunmuş ve bu eğri Şekil 6. 45 de gösterilmiştir. Isıtma işlemine göre bulunan aktivasyon enerjisi -129,665 kJ/mol dür.

3B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 46 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Alaşım 3B numunesinin 30°C/dak. da gerçekleştirilen ilk termal çevrim için T_N', A_s, A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 222,0°C, 117,6°C, 149,9°C, 174,1°C olarak belirlenmiştir. İkinci termal çevrimden elde edilen T_N', A_s, A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 222,1°C, 112,8°C, 147,9°C, 168,6°C dir. Üçüncü termal çevrim için ise T_N', A_s, A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 222,3°C, 117,5°C, 147,9°C, 166,4°C olarak belirlenmiştir. Şekil 6. 51 den de görüldüğü gibi 30°C/dak. Hızlarla gerçekleştirilen çevrimlerde ileri dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir. 15°C/dak. için gerçekleştirilen tek çevrim ve daha sonra 30°C/dak. için gerçekleştirilen üç çevrim için DSC eğrilerinden elde edilen veriler toplu olarak Tablo 6.14 de verilmiştir.

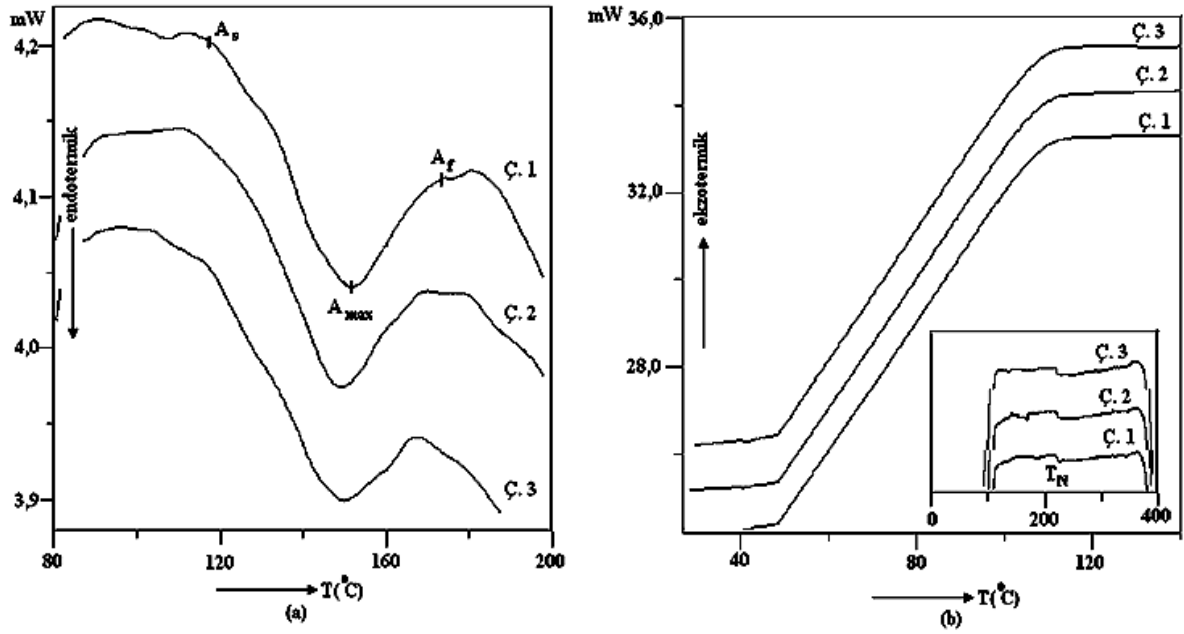
1., 2. ve 3. çevrimler için A_f - A_s sıcaklık histerisizleri sırasıyla 56,5°C, 55,8°C ve 48,9°C dur. Buna göre, ters dönüşüm sıcaklık aralığı daralmakta ve dönüşüm giderek daha erken tamamlanmaktadır.



Şekil 6. 44: 3B numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6. 45: 3B numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.



Şekil 6. 46: 3B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

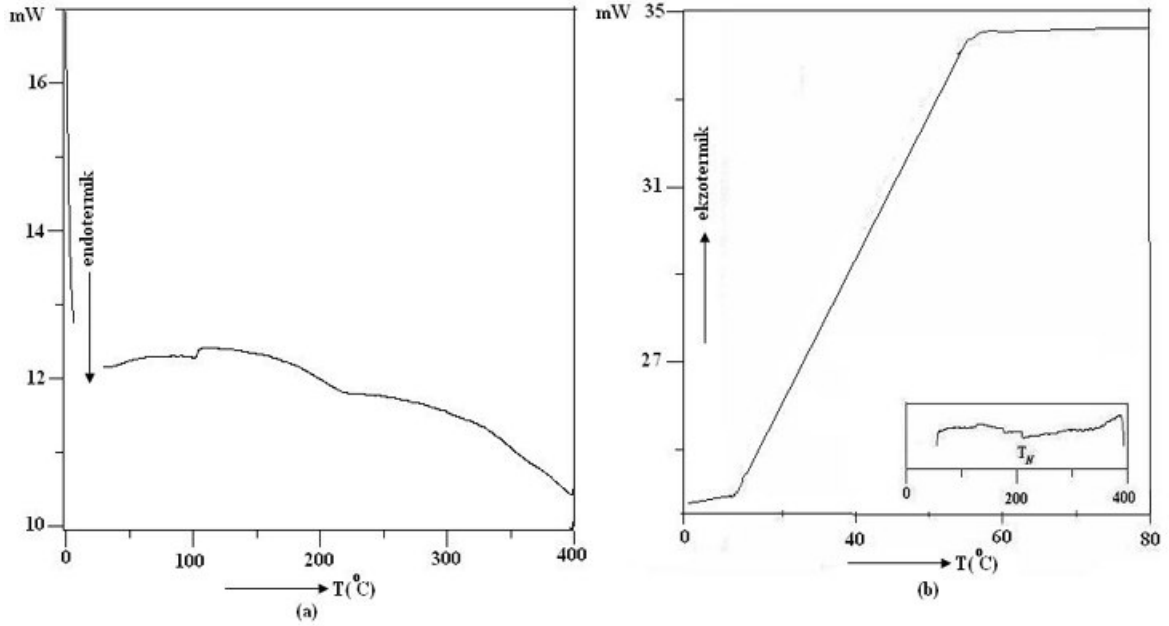
Tablo 6. 13: 3B numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A_s (°C)	A_{max} (°C)	A_f (°C)	T_N^* (°C)	M_s (°C)	M_{max} (°C)	M_f (°C)	$\Delta H_{is.}$ (J/g)	$\Delta H_{soğ.}$ (J/g)	$A_m - M_m$ (°C)
-	15	124,7	161,9	223,8	210,0	-	-	-	-1,89	-	-
1	30	117,6	149,9	174,1	222,0	-	-	-	-0,09	-	-
2	30	112,8	147,9	168,6	222,1	-	-	-	-0,08	-	-
3	30	117,5	147,9	166,4	222,3	-	-	-	-0,08	-	-

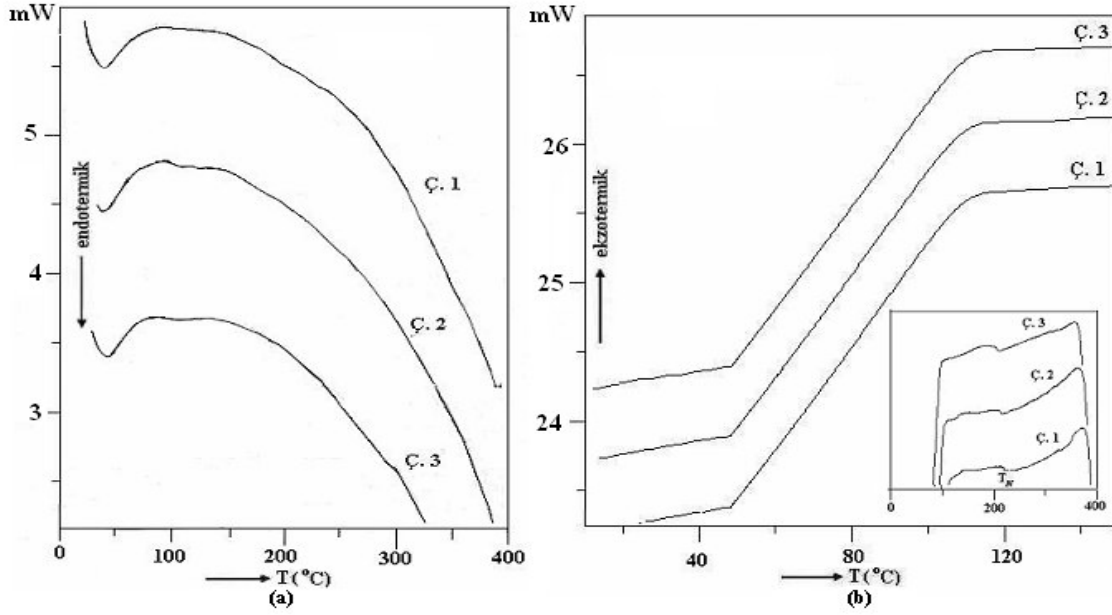
6.2.3.3 3C numunesi için DSC sonuçları

69,2 mg lık 3C numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 47 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan tüm ısıtma ve soğutma işlemleri için T_N^{γ} sıcaklık değerleri dışında ileri ve ters dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir.

3C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 48 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan tüm termal ısıtma ve soğutma eğrilerinde dönüşüm gözlenememiştir. Tespit edilebilen T_N^{γ} sıcaklık değerleri Tablo 6. 14 de belirtilmiştir.



Şekil 6. 47: 3C numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6. 48: 3C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 14: 3C numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

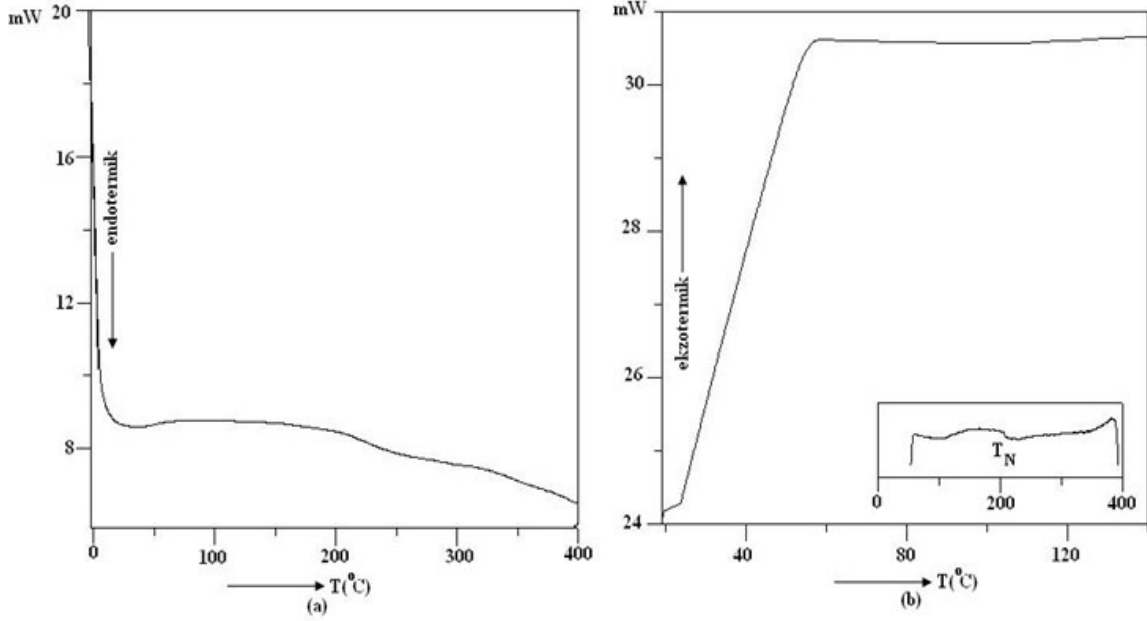
Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A_s (°C)	A_{max} (°C)	A_f (°C)	T_N^γ (°C)	M_s (°C)	M_{max} (°C)	M_f (°C)	$\Delta H_{is.}$ (J/g)	$\Delta H_{soğ.}$ (J/g)	A_m-M_m (°C)
-	15	-	-	-	205,3	-	-	-	-	-	-
1	30	-	-	-	221,2	-	-	-	-	-	-
2	30	-	-	-	224,1	-	-	-	-	-	-
3	30	-	-	-	223,1	-	-	-	-	-	-

6.2.3.4 3D numunesi için DSC sonuçları

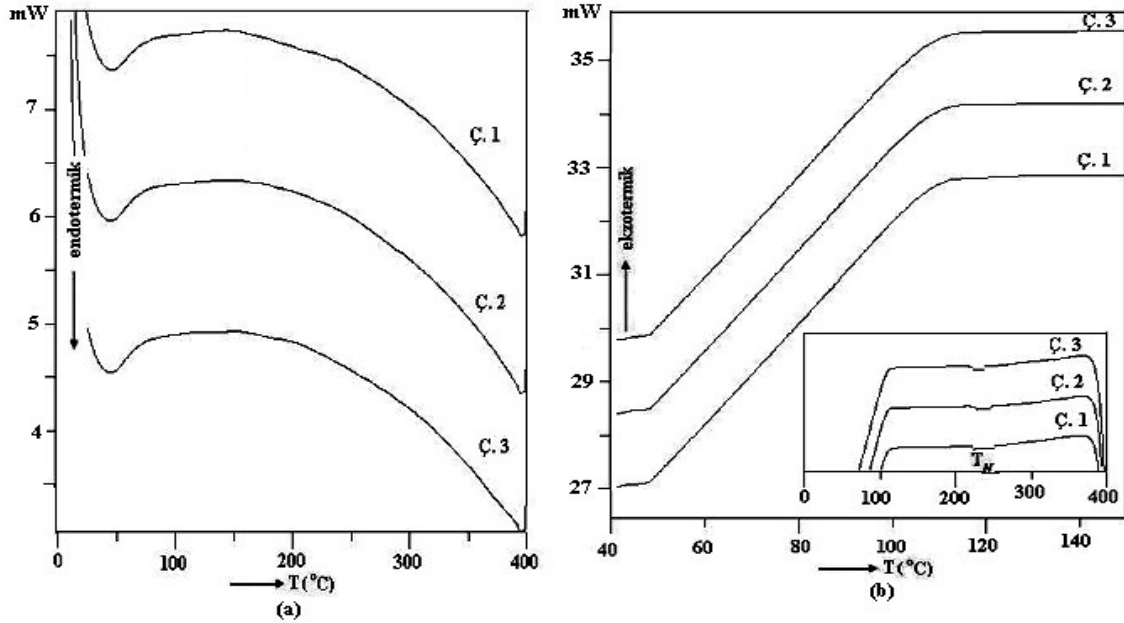
94,6 mg lık 3D numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 49 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan tüm ısıtma ve soğutma işlemleri için T_N^γ sıcaklık değerleri dışında ileri ve ters dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir.

3D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 50 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan tüm termal ısıtma ve soğutma

eğrilerine göre dönüşüm gözlenememiştir. Tespit edilebilen T_N^{γ} sıcaklık değerleri Tablo 6. 15 de belirtilmiştir.



Şekil 6. 49: 3D numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6.50: 3D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 15: 3D numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

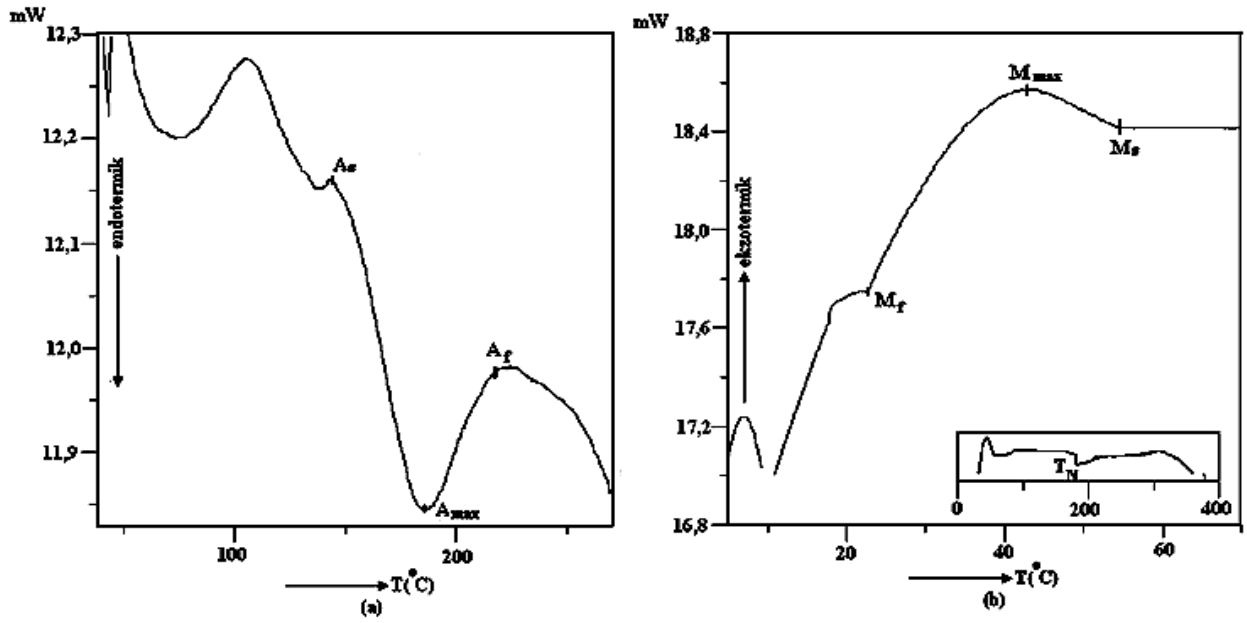
Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A _s (°C)	A _{max} (°C)	A _f (°C)	T _N ^γ (°C)	M _s (°C)	M _{max} (°C)	M _f (°C)	ΔH _{ıs.} (J/g)	ΔH _{soğ.} (J/g)	A _m -M _m (°C)
-	15	-	-	-	207,5	-	-	-	-	-	-
1	30	-	-	-	221,2	-	-	-	-	-	-
2	30	-	-	-	224,1	-	-	-	-	-	-
3	30	-	-	-	223,1	-	-	-	-	-	-

6. 2. 4 4 Alaşımı için DSC sonuçları

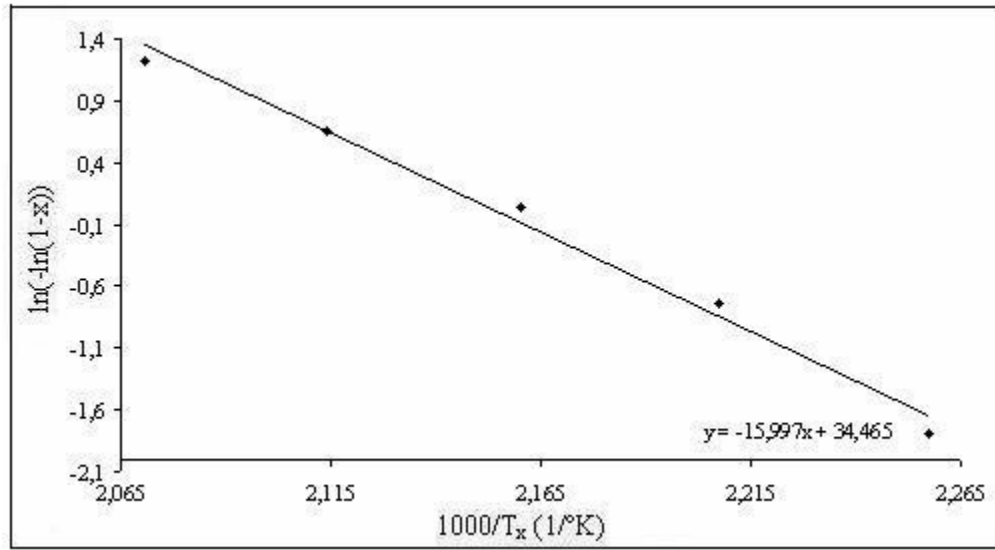
Tablo 5. 1 de ağırlık yüzdesi verilen Alaşım 4 ün farklı her ısıl işlemi için ileri ve ters dönüşümün gerçekleşmesine gerekli olan aktivasyon enerjisini tespit etmek amacıyla 15°C/dak. hız ile alınan ısıtma ve soğutma DSC eğrileri ve termal çevrimlemenin dönüşüm sıcaklıklarına etkilerini incelemek amacıyla 30°C/dak hız ile alınan 1., 2., ve 3 üncü termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri aşağıdaki bölümlerde sırasıyla incelenmiştir.

6.2.4.1 4A numunesi için DSC sonuçları

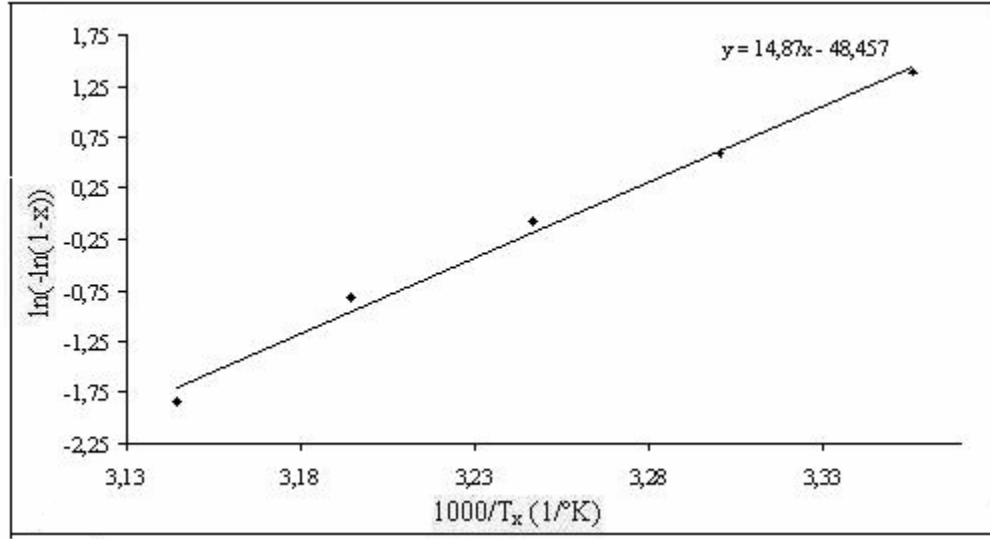
61,2 mg lık 4A numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 51 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan elde edilen dönüşüm sıcaklıkları T_N^γ, M_s, M_{max}, M_f, A_s, A_{max} ve A_f sırasıyla 180,7°C, 54,6°C, 39,4°C, 23,1°C, 147,4°C, 183,8°C ve 220,8°C olarak belirlenmiştir. Coats-Redform-Sestak metodu kullanılarak, 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızına göre DSC piklerinden elde edilen ve dönüşümün gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjilerinin hesaplandığı eğriler sırasıyla Şekil 6.52 ve Şekil 6. 53 de gösterilmiştir. Isıtma ve soğutma işlemlerine göre bulunan aktivasyon enerjileri sırasıyla -132,999 kJ/mol ve 123,629 kJ/mol dür.



Şekil 6. 51: 4A numunesinin 15 $^{\circ}C$ /dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6. 52: 4A numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.

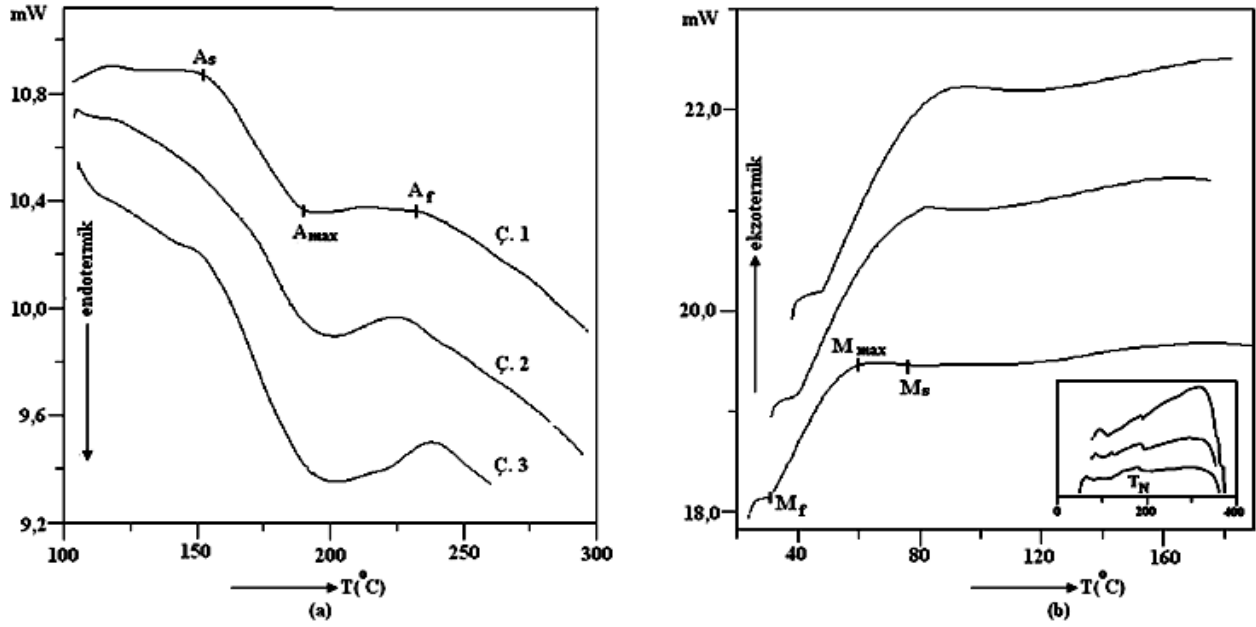


Şekil 6. 53: 4A numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.

4A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 54 (a) ve (b) de gösterilmiştir. 30°C/dak hız ile yapılan ilk termal ısıtma ve soğutma eğrilerine göre daha sonra gerçekleşen ısıtma ve soğutma işlemlerinde elde edilen eğrilerin bir miktarda olsa giderek daha küçük bir alan kapladıkları Tablo 6. 16 daki ΔH değerlerinden anlaşılmaktadır. DSC eğrilerine ait alanın genişliği, DSC ölçümleri esnasında ısıtma yada soğutma işlemleri için faz dönüşümünün ne oranda gerçekleştiği hakkında bilgi verebilir. DSC ölçümlerinden elde edilen eğri ne kadar genişse meydana gelen faz dönüşüm oranında o kadar fazladır [26].

4A numunesinin 30°C/dak. da gerçekleştirilen ilk termal çevrim için T_N^* , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 184,6°C, 72,0°C, 54,6°C, 31,1°C, 150,8°C, 192,7°C ve 234,8°C olarak belirlenmiştir. İkinci termal çevrimden elde edilen T_N^* , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 187,4°C, 86,3°C, 69,1°C, 40,1°C, 170,3°C, 197,1°C ve 223,3°C dir. Buradan da görülebileceği gibi hem ileri hem de ters dönüşüm sıcaklıklarında 2. çevrimde belirgin artışlar tespit edilmiştir. Üçüncü termal çevrim için ise T_N^* , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 191,1°C, 109,0°C, 80,5°C, 48,2°C, 172,2°C, 197,1°C ve 224,3°C olarak belirlenmiştir. İleri ve ters dönüşüm sıcaklıklarında birinci ve ikinci çevrimler arasında olduğu gibi üçüncü çevrimde de bir miktar artış gözlenmiştir. 15°C/dak. için gerçekleştirilen tek çevrim ve daha sonra

30°C/dak. için gerçekleştirilen üç çevrim için DSC eğrilerinden elde edilen veriler toplu olarak Tablo 6. 16 da verilmiştir.



Şekil 6. 54: 4A numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 16: 4A numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A_s (°C)	A_{max} (°C)	A_f (°C)	T_N^* (°C)	M_s (°C)	M_{max} (°C)	M_f (°C)	$\Delta H_{is.}$ (J/g)	$\Delta H_{soğ.}$ (J/g)	A_m-M_m (°C)
-	15	147,4	183,8	220,8	180,7	54,6	39,4	23,1	-0,51	0,72	144,4
1	30	150,8	192,7	234,8	184,6	72,0	54,6	31,1	-0,71	0,65	138,1
2	30	170,3	197,1	223,3	187,4	86,3	69,1	40,1	-0,18	0,47	128
3	30	172,2	197,1	224,3	191,1	109,0	80,5	48,2	-0,18	1,18	116,6

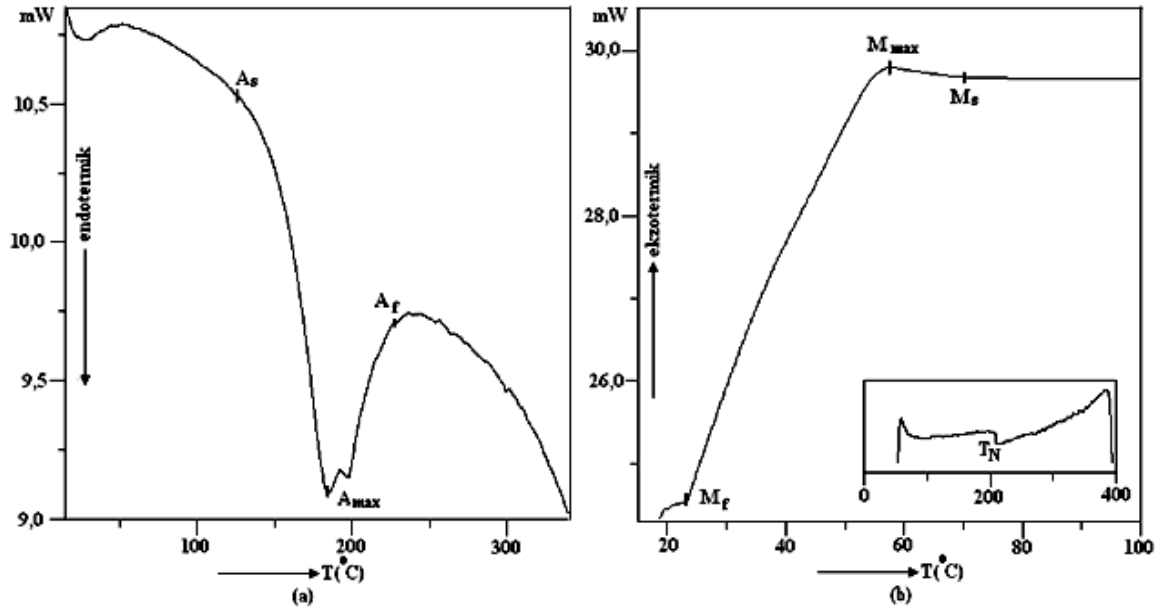
A_s ve A_f sıcaklıklarının son termal çevrim için en yüksek değeri almaları nedeniyle bu alaşımın son çevrimde en kararlı durumda olduğu sonucuna varılmıştır [26]. 1., 2. ve 3. çevrimler için A_f - A_s sıcaklık histerisizleri sırasıyla 84,0°C, 53,0°C ve 52,1°C dir. Buna göre, ters dönüşüm sıcaklık aralığı daralmaktadır ve dönüşüm giderek daha erken tamamlanmaktadır. Bununla beraber 1., 2. ve 3. çevrimler için $M_s - M_f$ değerleri sırasıyla 40,9°C, 46,2°C ve 60,8°C dir. Ters dönüşümün aksine ileri dönüşüm sıcaklık aralığı genişlemekte ve dönüşüm giderek daha geç tamamlanmaktadır.

6. 2. 4. 2 4B numunesi için DSC sonuçları

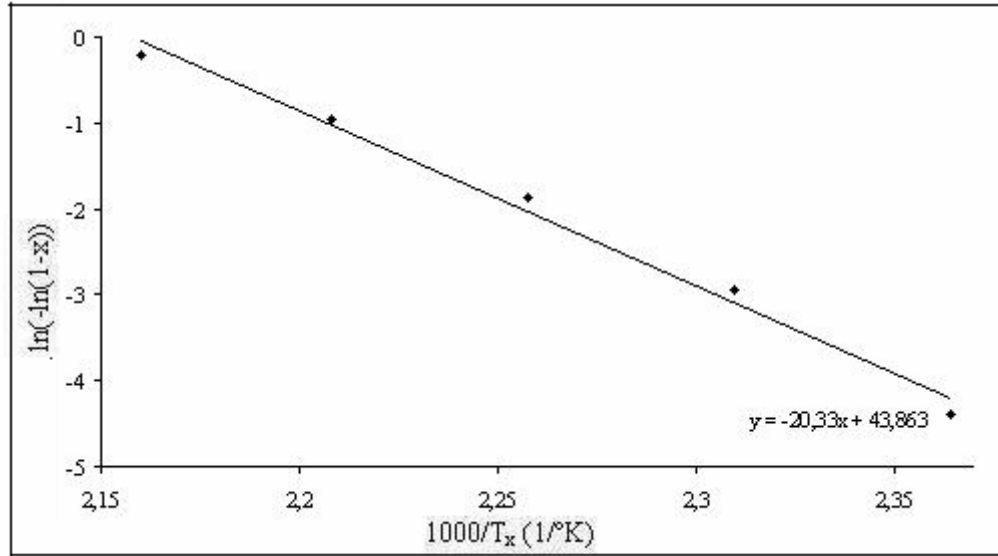
80,2 mg lık 4B numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 55 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan elde edilen dönüşüm sıcaklıkları T_N^* , M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} ve A_f sırasıyla 209,0°C, 74,8°C, 55,4°C, 23,8°C, 126,0°C, 183,5°C ve 234,5°C olarak belirlenmiştir. Coats-Redform-Sestak metodu kullanılarak, 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızına göre DSC piklerinden elde edilen aktivasyon enerjilerinin hesaplandığı eğrileri sırasıyla Şekil 6. 56 ve Şekil 6. 57 de gösterilmiştir. Isıtma ve soğutma işlemlerine göre bulunan aktivasyon enerjileri sırasıyla -169,023 kJ/mol ve 106,552 kJ/mol dür.

4B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 58 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Alaşım 4B numunesinin 30°C/dak. da gerçekleştirilen ilk termal çevrim için T_N^* , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 223,9°C, 121,3°C, 177,0°C, 127,5°C olarak belirlenmiştir. İkinci termal çevrimden elde edilen T_N^* , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 221,9°C, 122,9°C, 176,0°C, 225,0°C dir. Üçüncü termal çevrim için ise T_N^* , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 219,4°C, 124,5°C, 176,0°C, 221,8°C olarak belirlenmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi ileri dönüşüm sıcaklıkları hakkında net bir bilgi vermek doğru olmayabilir. 15°C/dak. için gerçekleştirilen tek çevrim ve daha sonra 30°C/dak. için gerçekleştirilen üç çevrim için DSC eğrilerinden elde edilen veriler toplu olarak Tablo 6. 17 de verilmiştir.

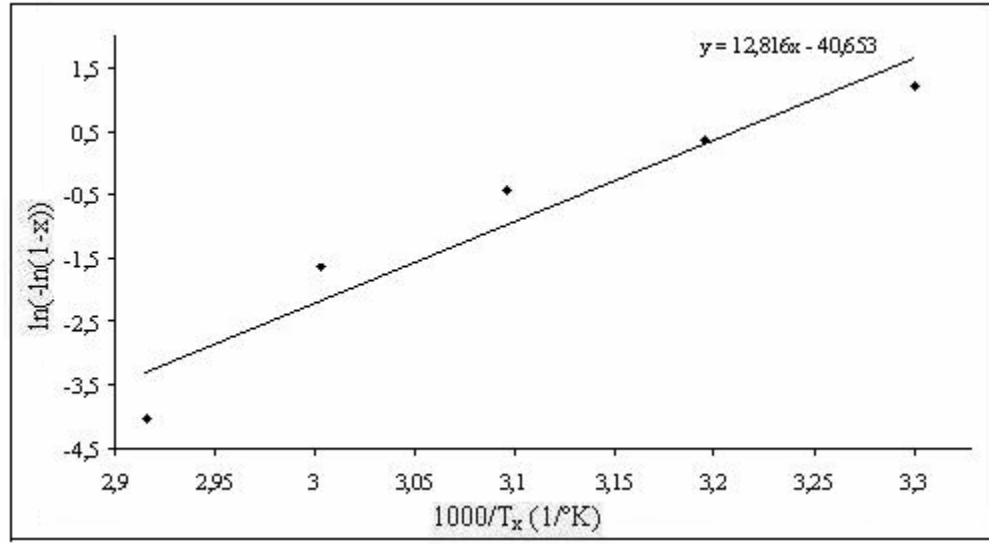
A_s ve A_f sıcaklıklarının son termal çevrim için en yüksek değeri almaları nedeniyle bu alaşımın son çevrimde en kararlı durumda olduğu sonucuna varılmıştır [26]. 1., 2. ve 3. çevrimler için A_f - A_s sıcaklık histerisizleri sırasıyla 106,2°C, 102,1°C ve 97,3°C dir. Buna göre, ters dönüşüm sıcaklık aralığı daralmaktadır ve dönüşüm giderek daha erken tamamlanmaktadır.



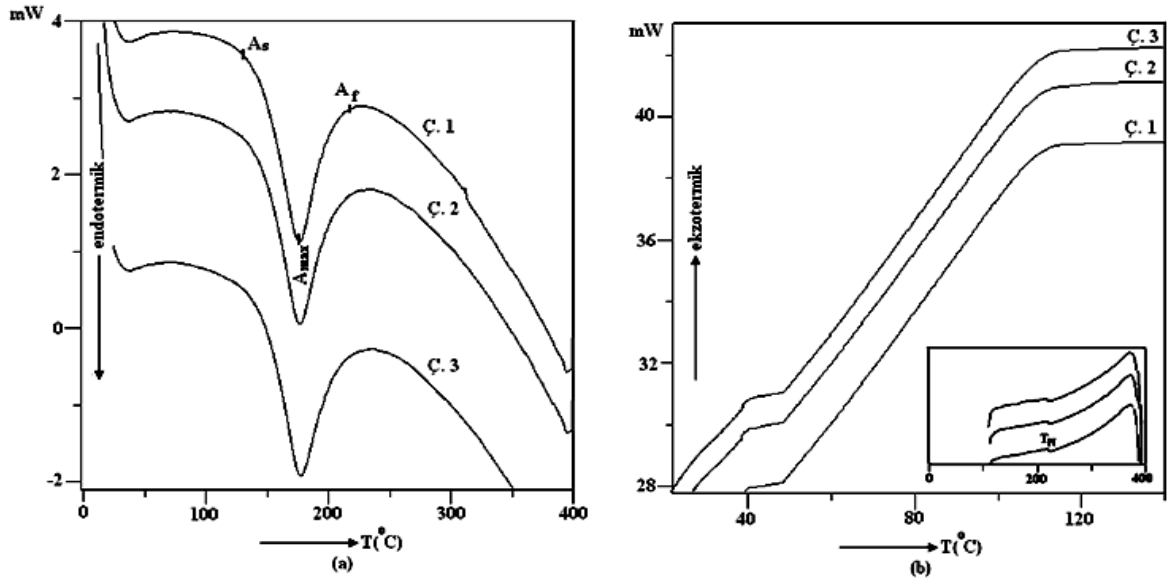
Şekil 6. 55: 4B numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6. 56: 4B numunesine ait endotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))$ -1000/ T_x grafiği.



Şekil 6. 57: 4B numunesine ait ekzotermik reaksiyon için $\ln(-\ln(1-x))-1000/T_x$ grafiği.



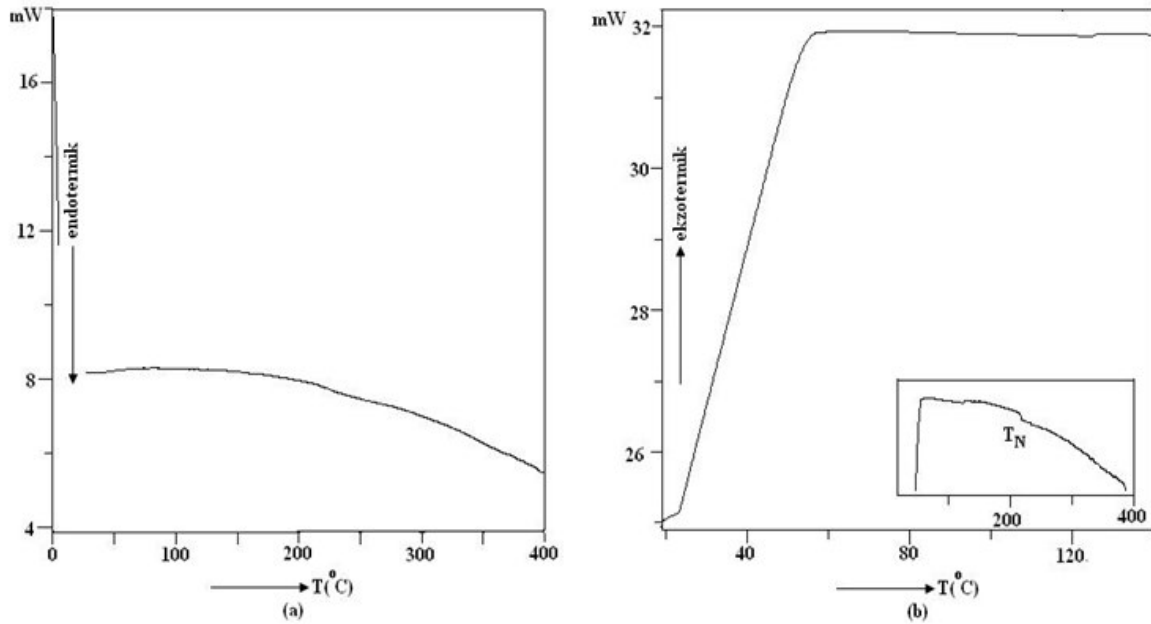
Şekil 6. 58: 4B numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 17: 4B numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A _s (°C)	A _{max} (°C)	A _f (°C)	T _N ' (°C)	M _s (°C)	M _{max} (°C)	M _f (°C)	ΔH _{ıs.} (J/g)	ΔH _{soğ.} (J/g)	A _m -M _m (°C)
-	15	126,0	183,5	234,5	209,0	74,8	55,4	23,8	-2,11	2,36	128,1
1	30	121,3	177,0	227,5	223,9	-	-	-	-1,90	-	-
2	30	122,9	176,0	225,0	221,9	-	-	-	-1,94	-	-
3	30	124,5	176,0	221,8	219,4	-	-	-	-1,91	-	-

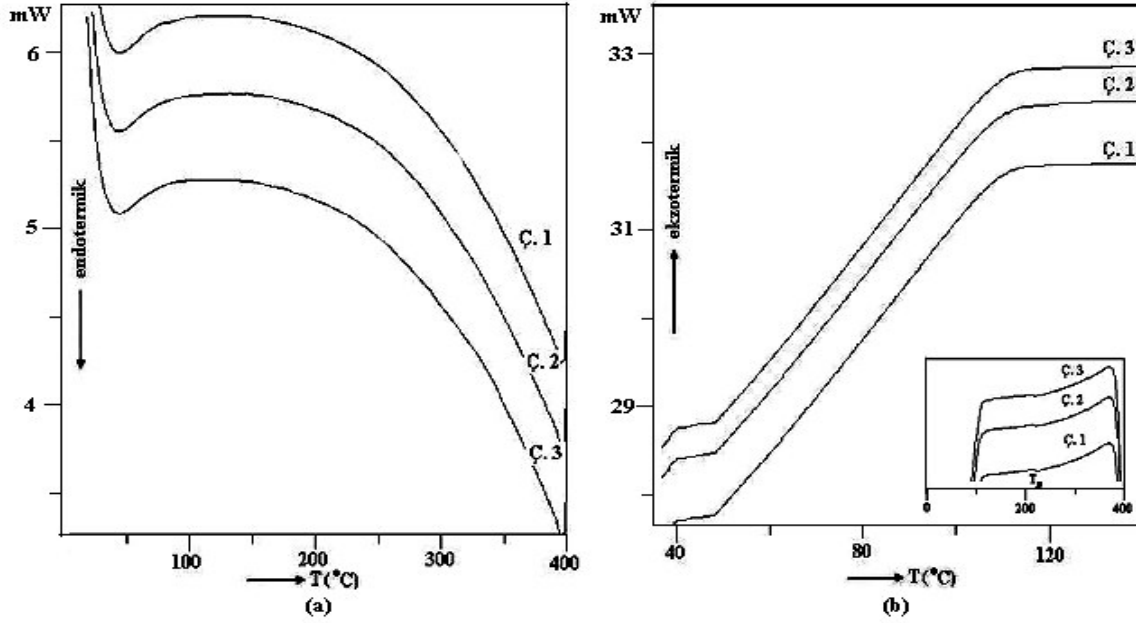
6. 2. 4. 3 4C numunesi için DSC sonuçları

89,8 mg lık 4C numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 59 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan tüm ısıtma ve soğutma işlemleri için T_N' sıcaklık değerleri dışında ileri ve ters dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir. Tüm işlemler için elde edilen T_N' sıcaklık değerleri toplu olarak Tablo 6. 18 de verilmiştir.



Şekil 6. 59: 4C numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.

4C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 60 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Alaşım 4C numunesinin 30°C/dak. da gerçekleştirilen tüm termal çevrimler için ileri ve ters dönüşümün gerçekleşmediği tespit edilmiştir.



Şekil 6. 60: 4C numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

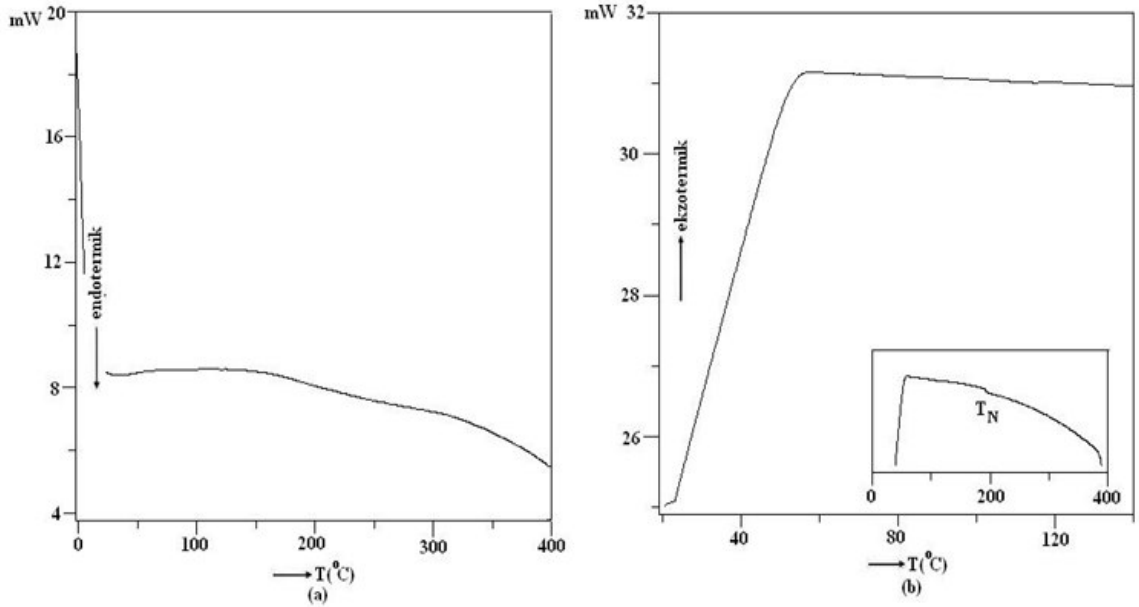
Tablo 6. 18: 4C numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A_s (°C)	A_{max} (°C)	A_f (°C)	T_N^* (°C)	M_s (°C)	M_{max} (°C)	M_f (°C)	$\Delta H_{is.}$ (J/g)	$\Delta H_{soğ.}$ (J/g)	A_m-M_m (°C)
-	15	-	-	-	218,3	-	-	-	-	-	-
1	30	-	-	-	229,4	-	-	-	-	-	-
2	30	-	-	-	229,2	-	-	-	-	-	-
3	30	-	-	-	229,1	-	-	-	-	-	-

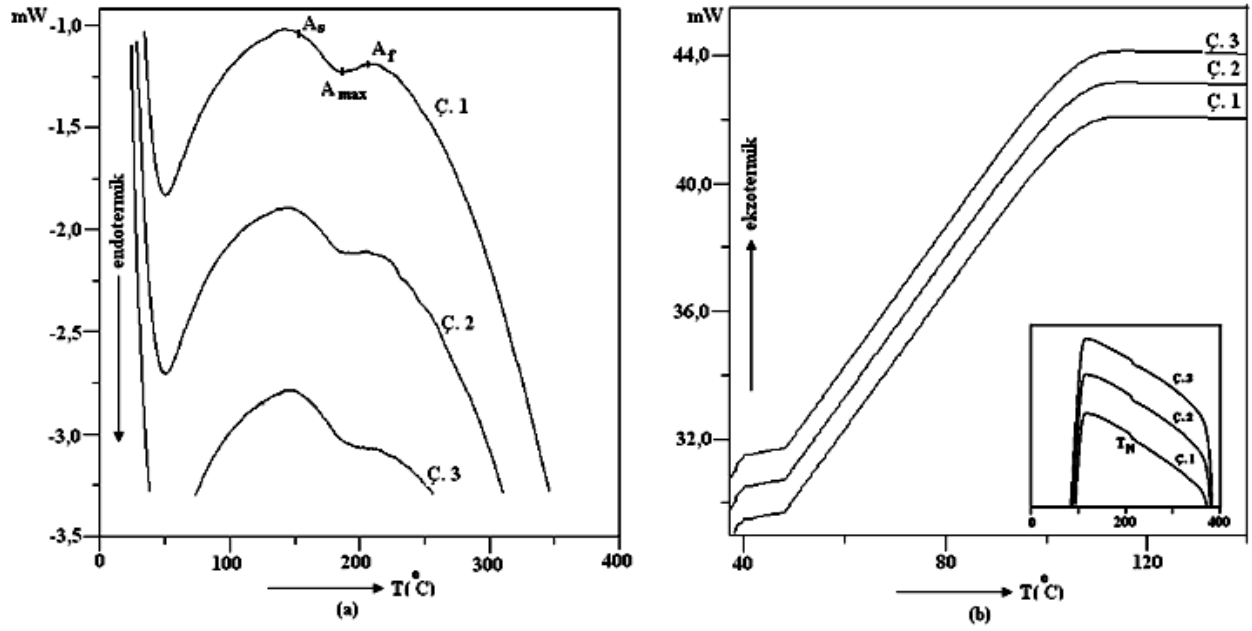
6.2.4.4 4D numunesi için DSC sonuçları

89,8 mg lık 4D numunesi için 15°C/dak. ısıtma ve soğutma hızlarına ait DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6.61 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Buradan tüm ısıtma ve soğutma işlemleri için T_N^{γ} sıcaklık değerleri dışında ileri ve ters dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir. Tüm işlemler için elde edilen T_N^{γ} sıcaklık değerleri toplu olarak Tablo 6. 19 da verilmiştir.

4D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerine ait ısıtma ve soğutma DSC eğrileri sırasıyla Şekil 6. 62 (a) ve (b) de gösterilmiştir. Alaşım 4D numunesinin 30°C/dak. da gerçekleştirilen ilk termal çevrim için T_N^{γ} , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 212,0°C, 154,1°C, 187,5°C, 227,6°C olarak belirlenmiştir. İkinci termal çevrimden elde edilen T_N^{γ} , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 213,7°C, 152,6°C, 184,0°C, 205,4°C dir. Üçüncü termal çevrim için ise T_N^{γ} , A_s , A_{max} ve A_f sıcaklıkları sırasıyla 216,1°C, 152,6°C, 181,5°C, 205,5°C olarak belirlenmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi ileri dönüşüm sıcaklıkları tespit edilememiştir. 15°C/dak. için gerçekleştirilen tek çevrim ve daha sonra 30°C/dak. için gerçekleştirilen üç çevrim için DSC eğrilerinden elde edilen veriler toplu olarak Tablo 6. 19 da verilmiştir.



Şekil 6.61: 4D numunesinin 15°C/dakika a) ısıtma b) soğutma hızları için DSC eğrileri.



Şekil 6. 62: 4D numunesinin 1., 2. ve 3. termal çevrimlerde 30°C/dakika a) ısıtma ve b) soğutma hızı için DSC eğrileri.

Tablo 6. 19: 4D numunesi için çevrim sayısı ve uygulanan ısıtma ve soğutma programı için elde edilen deneysel sonuçlar.

Çevr. Say.	Sıcakl. Proğ. (°C/dak)	A_s (°C)	A_{max} (°C)	A_f (°C)	T_N' (°C)	M_s (°C)	M_{max} (°C)	M_f (°C)	$\Delta H_{is.}$ (J/g)	$\Delta H_{soğ.}$ (J/g)	A_m-M_m (°C)
-	15	-	-	-	197,5	-	-	-	-	-	-
1	30	154,1	187,5	227,6	212,0	-	-	-	-0,06	-	-
2	30	152,6	184,0	205,4	213,7	-	-	-	-0,04	-	-
3	30	152,6	181,5	205,5	216,1	-	-	-	-0,05	-	-

1., 2. ve 3. çevrimler için $A_f - A_s$ sıcaklık histerisizleri sırasıyla 73,5°C, 52,8°C ve 52,9°C dir. Buna göre, ters dönüşüm sıcaklık aralığı daralmıştır ve dönüşüm daha erken tamamlanmıştır

Tablo 6. 20: Tüm numunelerin 15°C/dak ısıtma ve soğutma hızı ile elde edilen eğrilerden hesaplanan dönüşüm parametreleri.

Isıl İşlem		Alaşım No			
		1	2	3	4
A	A_s (°C)	211,4	141,8	-	147,4
	A_{max} (°C)	294,9	190,2	-	183,8
	A_f (°C)	326,7	238,0	-	220,8
	T_N^f (°C)	207,3	191,8	190,4	180,7
	M_s (°C)	100,6	-	-	54,6
	M_{max} (°C)	54,1	-	-	39,4
	M_f (°C)	22,9	-	-	23,1
	ΔH_{is} (J/g)	-1,44	-0,78	-	-0,51
	$\Delta H_{soğ}$ (J/g)	8,56	-	-	0,72
	A_m-M_m (°C)	240,8	-	-	144,4
	E_g (ısıtma)	-267,4	-162,5	-	-132,9
	E_g (soğutma)	86,3	-	-	123,6
B	A_s (°C)	149,1	124,3	124,7	126,0
	A_{max} (°C)	203,8	200,2	161,9	183,5
	A_f (°C)	253,4	259,2	223,8	234,5
	T_N^f (°C)	200,9	216,7	210,0	209,0
	M_s (°C)	92,9	-	-	74,8
	M_{max} (°C)	57,0	-	-	55,4
	M_f (°C)	23,2	-	-	23,8
	ΔH_{is} (J/g)	-4,80	-2,47	-1,89	-2,11
	$\Delta H_{soğ}$ (J/g)	10,42	-	-	2,36
	A_m-M_m (°C)	146,8	-	-	128,1
	E_g (ısıtma)	-248,4	-203,5	-129,6	-169,0
	E_g (soğutma)	67,9	-	-	106,5
C	A_s (°C)	151,3	162,1	-	-
	A_{max} (°C)	198,3	221,2	-	-
	A_f (°C)	238,5	309,0	-	-
	T_N^f (°C)	187,9	204,3	205,3	218,3
	M_s (°C)	86,4	90,0	-	-
	M_{max} (°C)	55,1	54,5	-	-
	M_f (°C)	23,2	23,5	-	-
	ΔH_{is} (J/g)	-1,69	-1,11	-	-
	$\Delta H_{soğ}$ (J/g)	7,10	5,94	-	-
	A_m-M_m (°C)	143,2	116,7	-	-
	E_g (ısıtma)	-169,5	-95,3	-	-
	E_g (soğutma)	108,7	90,8	-	-
D	A_s (°C)	171,7	159,0	-	161,3
	A_{max} (°C)	230,5	263,0	-	238,5
	A_f (°C)	322,6	320,4	-	311,5
	T_N^f (°C)	213,0	211,4	207,5	197,5
	M_s (°C)	-	-	-	-
	M_{max} (°C)	-	-	-	-
	M_f (°C)	-	-	-	-
	ΔH_{is} (J/g)	-0,91	-0,76	-	-0,30
	$\Delta H_{soğ}$ (J/g)	-	-	-	-
	A_m-M_m (°C)	-	-	-	-
	E_g (ısıtma)	-162,2	-186,3	-	-80,7
	E_g (soğutma)	-	-	-	-

Yukarıda verilen Tablo 6. 20 de 15°C/dak ısıtma ve soğutma işlemleri için hesaplanan aktivasyon enerji değerleri verilmiştir. Alaşım 1, 2, 3 ve 4 numunelerinden elde edilen DSC bulgularından aşağıdaki sonuçlar çıkartılabilir:

a) Tüm alaşımlar için bir genelleme yapılırsa, manyetik geçiş sıcaklığı olan T_N^γ nin 180°C-230°C arasında olduğu, ileri dönüşümün 22°C-100°C sıcaklıkları arasında gerçekleştiği, ters dönüşümün ise 124°C-326°C aralığında gerçekleştiği tespit edilmiştir. Bunun yanında ters dönüşüme ait piklerin Alaşım 1 ve Alaşım 4 için alınan ölçümlerde diğer numunelere göre daha belirgin bir şekilde meydana geldiği tespit edilmiştir.

b) Yüksek Mn içeriği T_N^γ sıcaklığının M_s sıcaklığının üzerinde çıkmasına sebeptir. Bu ise fcc fazını hcp fazına dönüşmeden önce antiferromagnetik olarak düzenler [20, 33, 57]. Ölçümünü aldığımız tüm numunelerde T_N^γ sıcaklığı M_s sıcaklığının üzerindedir.

c) T_N^γ sıcaklığının M_s sıcaklığının çok üzerinde olması zor etkili martensitik dönüşümün gerçekleşmesini güçleştirir çünkü antiferromagnetik düzenlenme austenit fazını stabilize eder ve şekil hatırlama etkisini bastırır [10]. T_N^γ - M_s farkının en düşük olduğu numuneler genel olarak Alaşım 1 ve Alaşım 4 de görülmüştür. Bu yüzden şekil hatırlama etkisinin en yüksek bir şekilde Alaşım 1 e ve Alaşım 4 e ait numunelerde görülmesi beklenir.

d) Üzerinde çalışılan alaşımların geneli için havada soğutulan numunelerde T_N^γ sıcaklığının en düşük değerlere sahip olduğu tespit edilmiştir.

e) Tüm ölçümlerde gözlenebilen M_s sıcaklığının oda sıcaklığının üzerinde olduğu tespit edilmiştir. M_s sıcaklığının oda sıcaklığının üzerinde olması termal-etkili martensitik dönüşümün gerçekleşmesini kuvvetli bir şekilde destekler. Bu durum ise zor-etkili martensitik dönüşüm oranını termal-etkili martensitik dönüşüme göre azalttığı için şekil hatırlama etkisini zayıflatacaktır [10]. Dönüşüm sıcaklığına göre yapılmış bu tespit burada ölçümleri alınan numuneler içinde bir fikir verir.

f) Isıtma deneylerinden hesaplanan aktivasyon enerjisi değerlerinin, soğutma için hesaplanan aktivasyon enerjisi değerlerinden çok daha büyük olduğu gözlenmiştir [3].

g) Tüm alaşımlardan alınan sonuçlar göz önünde bulundurulduğunda A_s ve M_f sıcaklıklarının genel olarak termal çevrimleme ile bir artış gösterdiği belirlenmiştir. Bu sonuçlar literatür ile uyum içerisindedir [59].

h) Şekil hatırlama özelliğine sahip diğer alaşımlara kıyasla Fe-Mn-Si alaşımlarında görülen martensitik dönüşümler termoelastik olmayan ve genellikle A_f - M_s sıcaklık farkı 100°C den daha

geniş bir histerisize sahiptir [9]. Bu çalışmada incelenen tüm alaşımlardan alınan sonuçların hepsi için A_F-M_s sıcaklık farkları 100°C nin çok üzerindedir.

Burada elde edilen DSC sonuçlarının, diğer araştırmacıların sonuçları ile uyum içerisinde olduğu gözlenmiştir [3, 9, 10, 20, 26, 33, 57 ve 59].

6. 3 Mössbauer Spektroskopisi Ölçüm Sonuçları

Fe bazlı alaşımlarda gözlenen austenit-martensit faz dönüşümü olayının fiziksel özellikleri tümü ile ortaya konulurken, manyetik özelliklerin de çeşitli yöntemlerle irdelenmesi gereği ortaya çıkar. Bu yöntemlerden birisi de mössbauer spektroskopisidir (Nükleer γ rezonans) [60, 61]. Mössbauer etkisi, γ -ışınlarının malzeme tarafından soğurulması sonucu atom çekirdeklerindeki enerji seviyeleri arasındaki geçişlerden doğar. Şekil 6. 63 de mössbauer spektrometresine ait basit şematik bir çizim gösterilmiştir. Bu etki sayesinde malzemenin [1];

- a) Çevresel atomlardan etkilenen çekirdekteki manyetik alanı
- b) Kristal örgü ve elektron orbitallerindeki bozulmadan dolayı potansiyel enerjide meydana gelen farkı temsil eden elektrik kuadropol yarılmaları
- c) Çekirdek ve s elektronları arasındaki ilişki değişimlerini ifade eden isomer kayması
- d) Ayrıca yine komşu atomlarla elektron değişimine duyarlılığı da temsil eden isomer kayması

ile ilgili bilgi sahibi olunabilir. Şekil 6. 64 de gösterilen δ isomer kaymasının temeli çekirdekteki yük dağılımları ile s elektronlarının coulomb etkileşimlerine dayanır. Kaynaktan γ ışınlarını yayınlayan çekirdeğe ait s elektron yoğunluğu ve numuneye ait s elektron yoğunluğu kimyasal etkileşim sonucu değişebilir. Temel durum ve uyarılma durum seviyeleri ve hem kaynağa ait hem de numuneye ait nükleer geçiş enerjileri coulomb etkileşimi sonucunda değişebilir. Kaynağa ve numuneye ait geçiş enerjileri arasındaki fark, isomer kayma olarak kabul edilir [62]. İsoomer kayma, ^{57}Fe atomlarının kimyasal komşuluklarını ve kristalografik durumlarını anlatan bir fonksiyondur. İsoomer kaymanın oluşma sebebi, faz dönüşümü sonucu ana austenit fazdaki tüm Fe atomlarının eski atomsal komşuluklarını koruyamamasından dolayıdır. Birçok austenitik çelik için alaşımlama elementlerinin ^{57}Fe atomunun bölgesel simetrisini bozması, bu alaşımlama elementlerinin çevresine bir elektrik alan uygulayarak pikleri genişletmesinden ve quadropol yarılmalara sebebiyet

vermesinden anlaşılabilir [46]. İsoomer kaymada, artan Si miktarı ile bir azalma görülür ve bu durum Fe 3d kabuğundan kaynaklanmaktadır [63]. Şekil 6. 65 de gösterilen quadropol yarıma ise, γ ışınlarını soğuran numunede uyarılan enerji seviyesinin ikiye ayrılması sonucu olur [61].

I spinine sahip bir çekirdek, Denklem 6. 4 de de gösterilen ve U_N ile ifade edilen bir magnetik dipol momente sahiptir [61].

$$U_N = g_N \frac{e\hbar}{2mc} I \quad (6. 4)$$

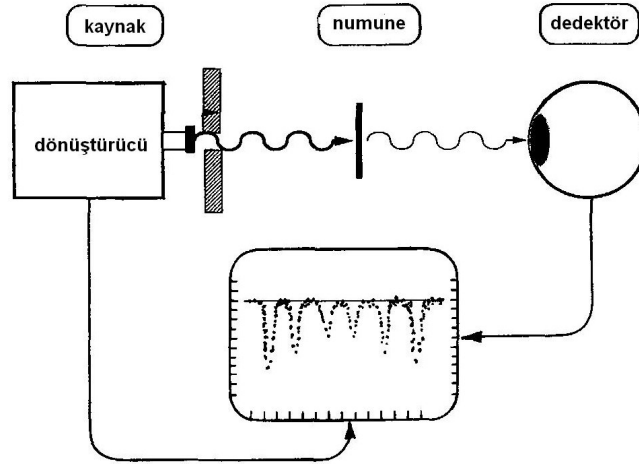
Burada g_N , nükleer Lande g faktörü, e ve m protonun yükü ve kütlesi, $\hbar$ planck sabiti ve c ise ışık hızıdır. Bu magnetik dipol moment, çekirdekteki bölgesel magnetik alanlarla etkileşir ve nükleer enerji düzeylerinin tamamı Şekil 6. 66 da olduğu gibi ayrışır. ^{57}Fe için, temel ve uyarılmış durumdaki g_N değerleri farklı işaretlidir ve $\Delta m_I = 0, \pm 1$ seçim kuralları simetrik, altı çizgili bir spektrum oluşturur. Şekil 6. 66 de gösterilen bu duruma magnetik yarıma denir [61].

Bu altı pike ait pik genişlikleri genellikle eşit fakat şiddetleri çok farklıdır. Bundan dolayı bu altı pike ait pik alanları farklı olmakla birlikte ilk pikten itibaren 3:2:1:1:2:3 şeklinde alan oranlarına sahiptir [61].

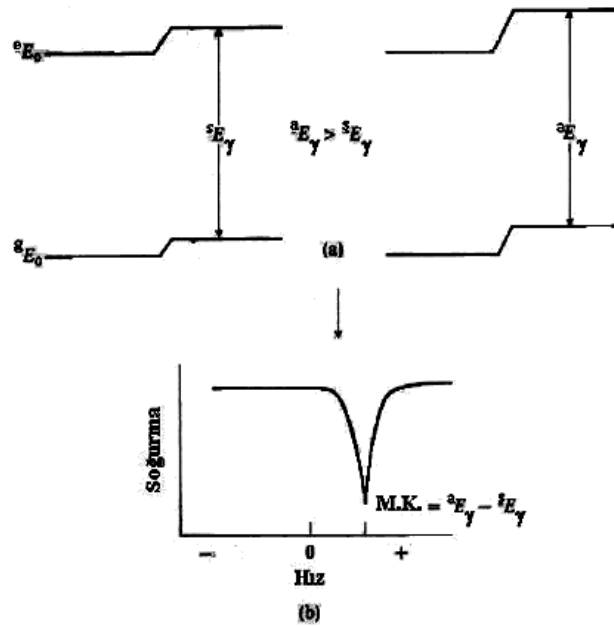
Mössbauer spektrometresi, Fe-Mn-Si alaşımı için yapılan işleme göre Fe atomunun bölgesel durumu hakkında bilgi verebilir. Hem Fe hem de Mn elementleri periyodik tabloda birbirine çok yakın, hatta komşu olarak yerleşmiş geçiş metallere aittir. İki element çok küçük bir karışım entalpisine sahiptir ($\Delta H_{\text{mix}} = 1 \text{ kJ/mol}$). Öyleki Fe-Mn alaşımı için gerekli sürücü kuvvet ihmal bile edilebilir. Ayrıca her iki elementin benzer bcc yapıdaki formları ve atomik büyüklükleri de birbirine çok yakındır. Fe-Mn ikili alaşım sisteminde, Mn konsantrasyonuna bağlı olarak, martensitik dönüşümle birlikte bcc, hcp ve fcc fazlar görülebilir. Sisteme Mn eklenmesi sonucu bcc Fe atomları, fcc $\gamma\text{-Fe(Mn)}$ katı çözeltisini oluşturur [64]. Geçiş elementi olmayan Al, Si ve Ge gibi elementlerin antiferromagnetik Fe-Mn alaşımlarına eklenmesi bu alaşımlarının elektriksel dirençlerini değiştirir [63].

Elektronu, hareket halinde yüklü bir tanecik olarak kabul eden Bohr, bir H atomundaki elektronun sadece belirli bazı enerjilere sahip olabileceğini varsaydı. Heisenberg'in belirsizlik ilkesine göre elektron kadar küçük bir cismin aynı anda tam olarak yerini ve momentumunu saptamak imkansızdır. Schrödinger dalga denklemi, elektron için bir dalga fonksiyonu olan Ψ cinsinden yazılır. Denklem H atomunun elektronu için çözüldüğünde bir seri dalga fonksiyonları

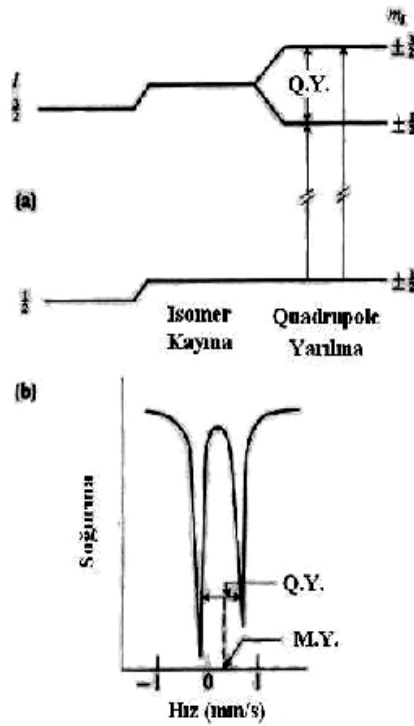
elde edilir. Bu dalga fonksiyonlarından herbiri elektronun belli bir enerji haline karşılık gelir ve elektronun bulunabileceği bölge ile ilişkilidir. Bir elektronun dalga fonksiyonu bir orbitali tanımlar. Bir orbital içerisinde bulunan bir elektron ancak kendi eksenini etrafında döndüğü varsayılarak açıklanabilen bazı özelliklere sahiptir. Elektron için sadece $+1/2$ ve $-1/2$ dönme yönlerinden bahsedilebilir. Dönmekte olan bir yük manyetik alan oluşturur. Bundan dolayı her elektronun dönmelerinden oluşan ve kendisine ait olan bir manyetik moment vardır. Ters yönde dönen iki elektronun manyetik momentleri birbirini yok eder. Bu yüzden her orbital ancak spinleri ters olan iki elektron barındırabilir. Paramagnetik malzemelerde spinleri bir yönde olan elektronların sayısı diğer yönde olanlardan fazladır yani paramagnetik maddeler eşleşmemiş elektronlar içerirler. Manyetik moment atomda bulunan eşleşmemiş elektron sayısına bağlıdır. Spinleri aynı yönde olan fazla elektronlar, atom ve moleküllerin bir mıknatıs gibi davranmasına yol açar. Ferromagnetik maddelerin en önemlisi demirdir ve ferromagnetizma, paramagnetizmadan çok daha güçlüdür. Antiferromagnetik malzemeler ise hiç mıknatıslık özelliği göstermez [65].



Şekil 6. 63: Bilinen geçirimli tipte mössbauer spektroskopisi için şematik bir çizim [66].



Şekil 6. 64: Kaynak ve Numune etkileşimi sonucunda meydana gelen a) isomer kayma ve b) isomer kayma sonucu elde edilen spektrum [61].

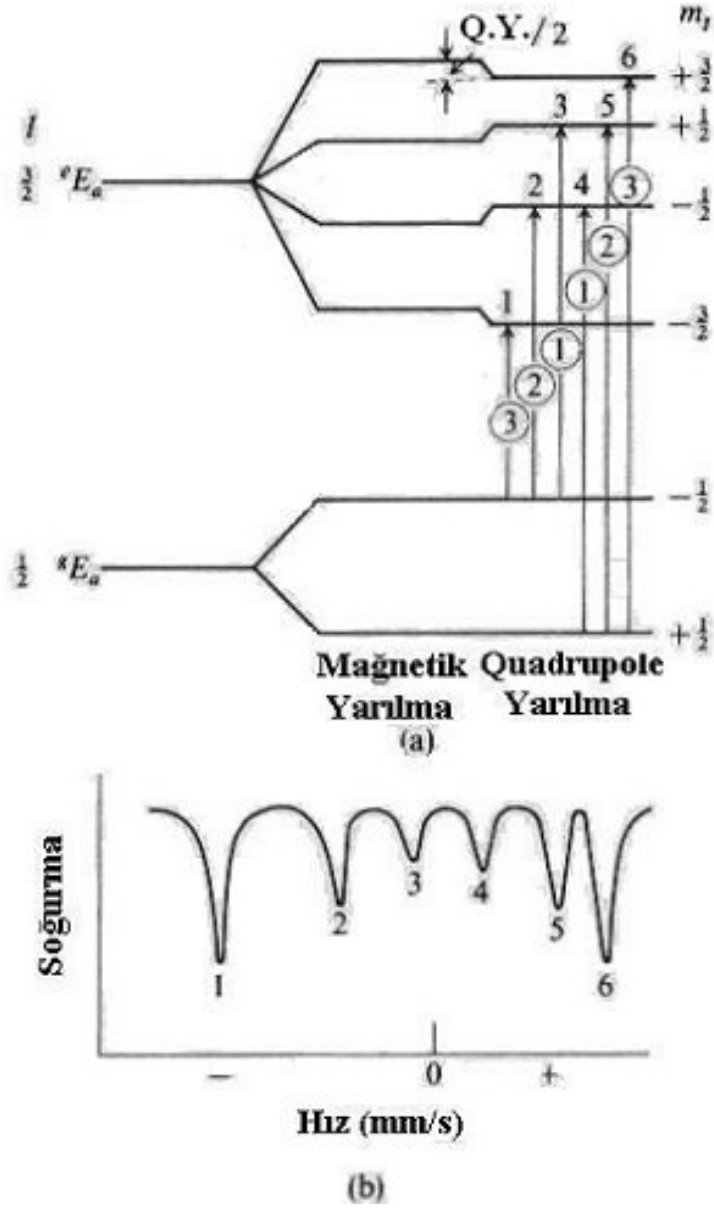


Şekil 6. 65: Nükleer enerji seviyeleri ve quadrupole yarımla a) Soğurucu enerji seviyeleri: uyarılmış seviye ($I=3/2$) quadrupole ilişki nedeniyle ikiye ayrılmış durumda b) quadrupol yarımla sonucu elde edilen mössbauer spektrumu [61].

4A numunesine ait mössbauer spektrumundan α' martensit faza ait iç mağnetik alanın 32,0899 T, α' martensit faza ait isomer kayma değerinin -0,196458 mm/s ve γ austenit faza ait izomer kaymanın -0,139299 mm/s olduğu belirlenmiştir. Malzemeye ait spektrumda küçük bir quadropole yarıma vardır. Bu yarıma artan Si konsantrasyonu ile artış gösterir ve bu yarımadaki artış ile orantılı olarak malzemenin örgü parametrelerinin de küçüldüğü söylenebilir. Ayrıca Si konsantrasyonunun artmasıyla Neel sıcaklığı düşer [63].

4A numunesi için Tablo 6. 21 de görülen DSC sonuçlarından anlaşılmıştır ki, yüksek sıcaklıklardan itibaren 54, 675 °C ye kadar olan sıcaklıklarda ana austenit fazı vardır. Martensit faza ancak bu sıcaklığın altındaki sıcaklıklarda rastlanabilir. Şekil 6. 67, numuneden geçen γ -ışınları ölçümlerinden alınan spektrumları göstermektedir. Şekilde de görüldüğü gibi ve diğer Fe-Mn alaşımlarında olduğu gibi gözlenen spektrum altı pike ayrılmamıştır fakat spektrum antiferromağnetik düzene sahip yapıya ait çok küçük bir yarılmaya uğramıştır. Spektrumun bu şekilde oluşu yarıkararlı fcc yapıya ait paramağnetikliği simgeler [63]. Fe-Mn-Si alaşımlarında ana austenit faz paramağnetik, hcp yapıya sahip ϵ martensit fazı antiferromağnetik ve bct yapıya sahip α' martensit fazı ise ferromağnetiktir [1, 67]. Fe-Mn-Si alaşımlarında düşük sıcaklık fazı olarak çok büyük oranda antiferromağnetik ϵ martensit fazı hakimdir. Dönüşüm mekanizması çok küçük bir oranda da $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ şeklinde de gerçekleşebilir. Bu durumda malzeme içerisinde az miktarda α' fazı da görülebilir. α' fazı ise ferromağnetiktir. Bu yüzden Fe-Mn-Si alaşımlarında büyük oranda paramağnetikliğe ait tipik tek pik, çok küçük miktarda da α' fazına ait tipik ferromağnetik altı pikli yarılmalar görülür. Ölçüm alınmış numunedeki α' martensit fazı miktarı % 1,136 kadardır.

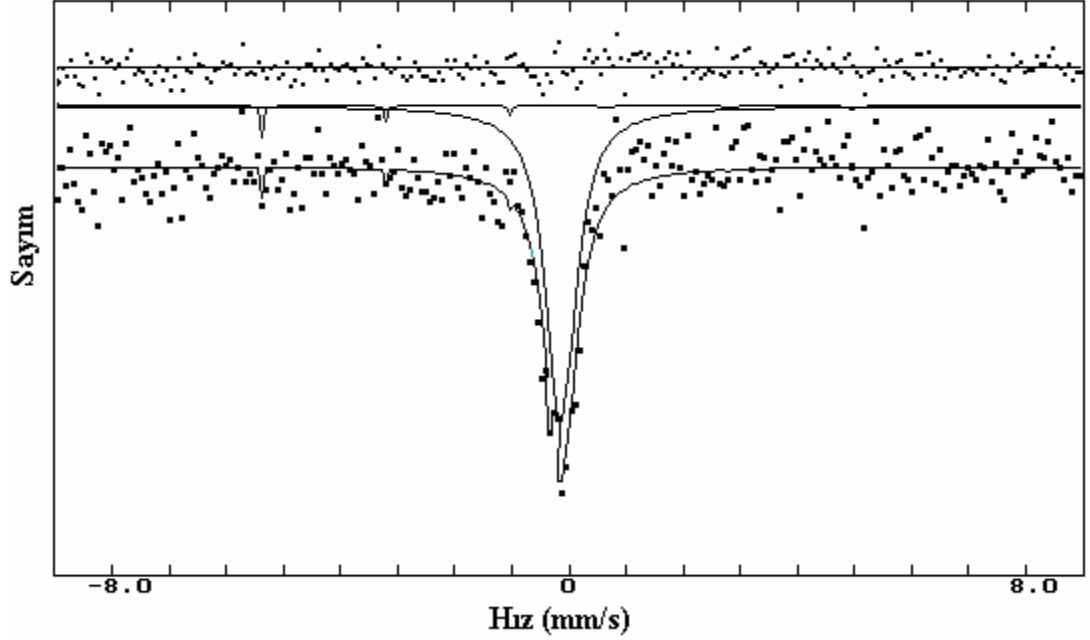
Numuneye ait gözlenen 1. alt spektrumda martensit faza ait çok küçük yarılmalara uğramış altı pikli bir spektrum vardır. İzomer kaymalarının değerleri artan Si konsantrasyonu ile azalır. Si atomunun çapı Fe atomundan küçük olduğundan Si eklendikçe Fe-Mn austenit fazına ait örgü parametresi küçülür. İzomer kaymada, artan Si miktarı ile bir azalma görülmesi Fe 3d kabuğundan kaynaklanmaktadır. Kabuktaki 3d elektronları, çekirdekdeki s elektronlarının yük yoğunluğuna dahil olan atomik 3s ve 4s elektronlarını Fe çekirdeğinden korur. Bunun için Fe-Mn alaşımına Si eklendiğinde, Fe çekirdeğinde 3d elektron yoğunluğu düşer ve s elektron yoğunluğu artar ve böylece izomer kaymasında bir düşme gözlenir. İzomer kayma değerleri bu numune için negatiftir. İzomer kaymadaki sıcaklığa bağlılık hemen hemen lineerdir. Bu durum Fe atomunun hacminde meydana gelen genişlemeden dolayıdır [63].



Şekil 6. 66: ^{57}Fe de mağnetik ve quadrupol yarılma a) mağnetik ve quadrupol yarılma için enerji düzeyi diyagramı b) sonuç mössbauer spektrum [61].

Tablo 6. 21: 4A numunesi için DSC den bulunan Neel sıcaklığı ve alaşımanın bu sıcaklıkta faz yapısı

Neel sıcaklığı (°C)	Faz yapısı
180,7	γ



Şekil 6. 67: 4A numunesine ait mössbauer spektrumu

Sonuç olarak;

- Malzeme içerisinde bulunan % 2,720 oranında Si dan dolayı malzemedan alınan spektrumda küçük bir kuadrapol yarımla gözlenmiştir [63].
- Yukarıda belirtilen spektrumda meydana gelen küçük yarımla aynı zamanda malzeme yapısında antiferromagnetik bir fazın bulunduğunu gösterir [63].
- İlk iki sonuçdan yola çıkarak malzemede Si miktarının artışının antiferromagnetik bir faz oluşumunu destekleyeceği düşünülebilir.
- Fe-Mn alaşımlarına Si atomlarının eklenmiş olması Fe çekirdeğinin çevresinde güçlü bir etki oluşturur. Malzemeye Si eklenmesi izomer kaymayı düşürür ve bu düşüş Fe 3d kabuğunun işlevinde meydana gelen değişiklikten kaynaklandığı düşünülebilir [63].

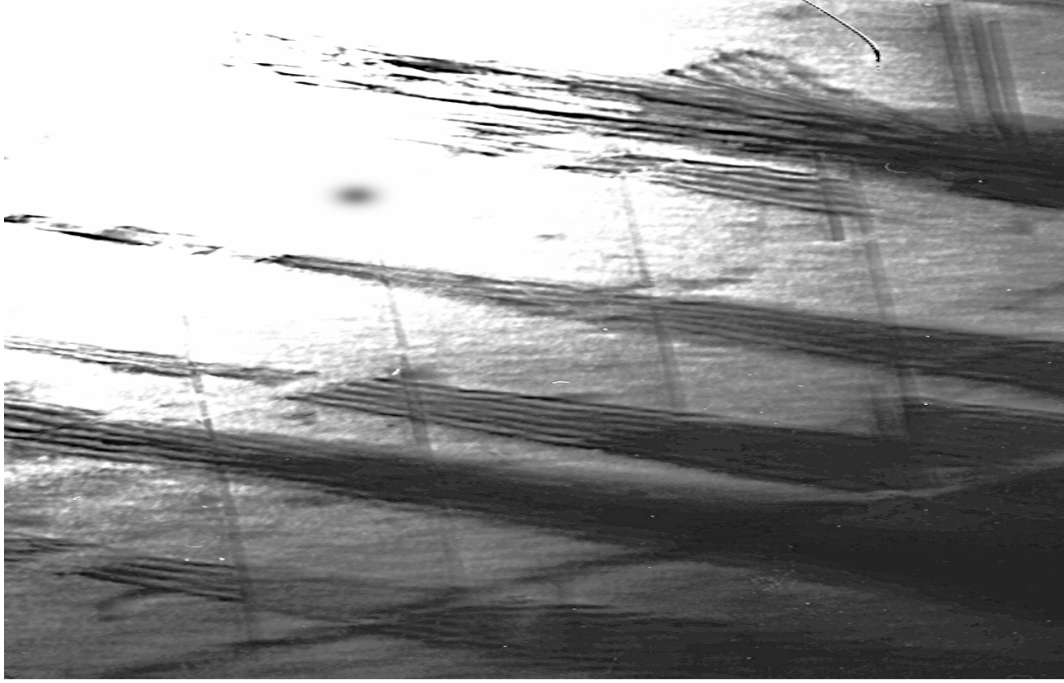
e) Alınan ölçümlerden malzeme içerisinde ferromagnetik fazı temsil eden ve $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ faz dönüşümleri yoluyla oluşan α' fazının % 1,136 miktarında oluştuğu tespit edilmiştir.

6. 4 Geçirmeli Elektron Mikroskobu Gözlemleri

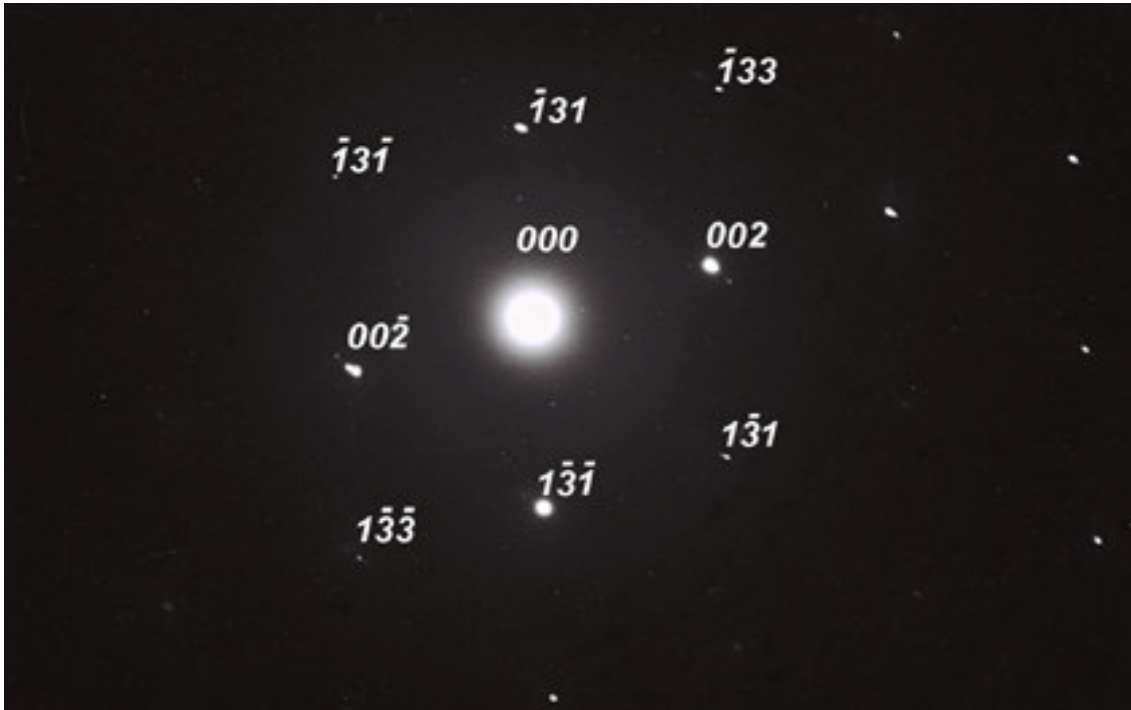
Fe-Mn-Si alaşımları en çok yüksek sıcaklık fazı olan fcc γ ana austenit fazından daha düşük sıcaklıklarda hcp ϵ martensit fazına dönüşüm gösterirler. Şekil hatırlama etkisinin kalitesi açısından genellikle M_s sıcaklığının altına yapılan soğutma sonucu oluşan termal martensit ve M_s sıcaklığının üzerinde yapılan deformasyon sonrası oluşan zor-etkili martensit arasında farklılıklar vardır. Bu yüzden birçok çelikte dönüşüm sonrası meydana gelen mikroyapı, geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) yardımıyla birçok araştırmacı tarafından incelenmiştir [19]. TEM sayesinde Fe-Mn-Si alaşımlarında martensitik dönüşüm için çok önemli olan fcc ve hcp fazlara ait istiflenme hataları görüntülenebilmektedir [7].

Bu çalışmada 1A, 2A, 3A ve 4A numunelerinin TEM fotoğrafları ve elektron difraksiyon desenleri çekildi. Şartlardan dolayı 1A ve 3A numunelerine ait yalnızca birer adet elektron mikrografı ve elektron difraksiyon deseni alınabildi. Bu yüzden bu numunelerden alınan görüntülerden farklı farklı yapıları sunabilmek mümkün olmamıştır.

1A numunesinin geçirmeli elektron mikrografı Şekil 6. 68 de verilmiştir. Şekildeki mikrograftan da anlaşılacağı gibi yapıda birçok istiflenme hatası görülmektedir. İstiflenme hataları Fe-Mn-Si alaşımlarında $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümünün gerçekleşmesi için gerekli yapılarıdır. İstiflenme hatalarının bu kadar geniş yer kapsamasının sebebi istiflenme hatası enerjisinin düşük olmasındandır [56]. Şekil 6. 69 da, Şekil 6. 68 de gösterilen elektron mikrografına ait elektron difraksiyon deseni görülmektedir. Şekildeki difraksiyon deseni fcc fazının istiflenme hatalarına aittir. Yapılan hesaplamalarda buradaki fcc faza ait örgü parametresi 3,66666 Å olarak bulunmuştur. İstiflenme hataları, ϵ martensit yapının oluşup doğal halini alabilmesi için bir başlangıçtır. Düzensiz bir şekilde bölünmüş istiflenme hataları, ϵ plakası olarak görünen bir γ/ϵ lamel bandı oluştururlar. Eğer numuneye, istiflenme hatalarının yayılma doğrultusuna paralel bir zor uygulanırsa bu istiflenme hatalarının ϵ martensit plakalarına dönüşmesi kolaylaşır. Aksi halde ϵ martensit fazının oluşumu engellenir ve bu durumdan malzemenin şekil hatırlama kapasitesi olumsuz yönde etkilenir. Oluşan γ/ϵ lamel yapı bandları Shockley kısmi dislokasyonlarının, hareket olarak geri dönüşebilirliğini destekler [68].



Şekil 6. 68: Havada soğutma işlemine tabi tutulmuş 1A numunesine ait elektron mikrofrafı (x29000).

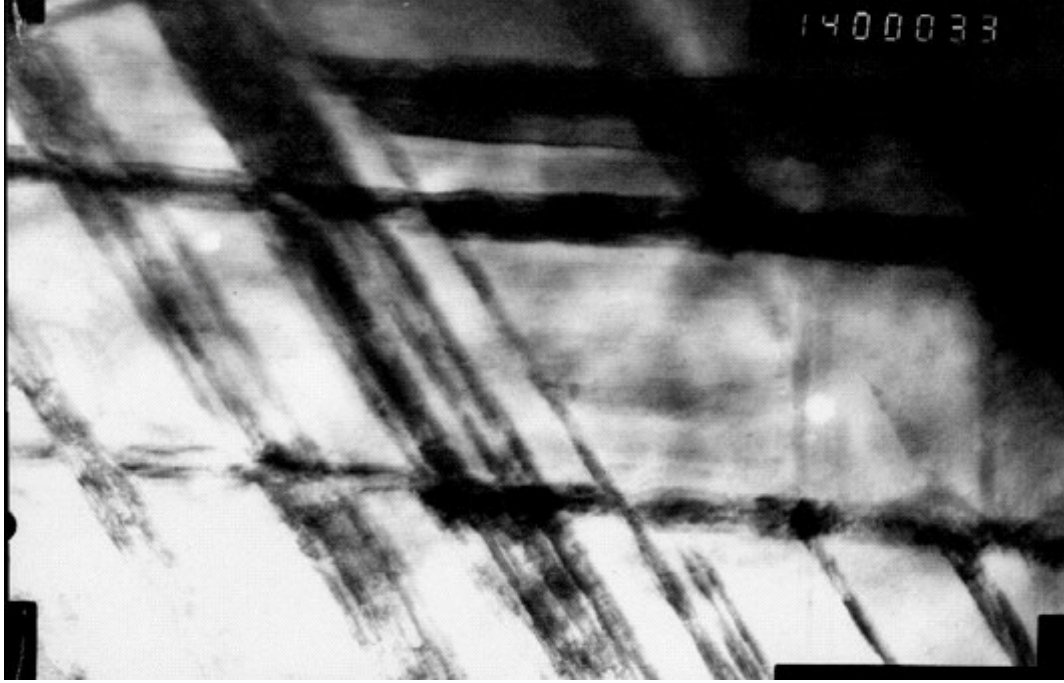


Şekil 6. 69: Şekil 6. 68 deki mikrofrafın elektron difraksiyon deseni (fcc $\langle 310 \rangle$ zonu).

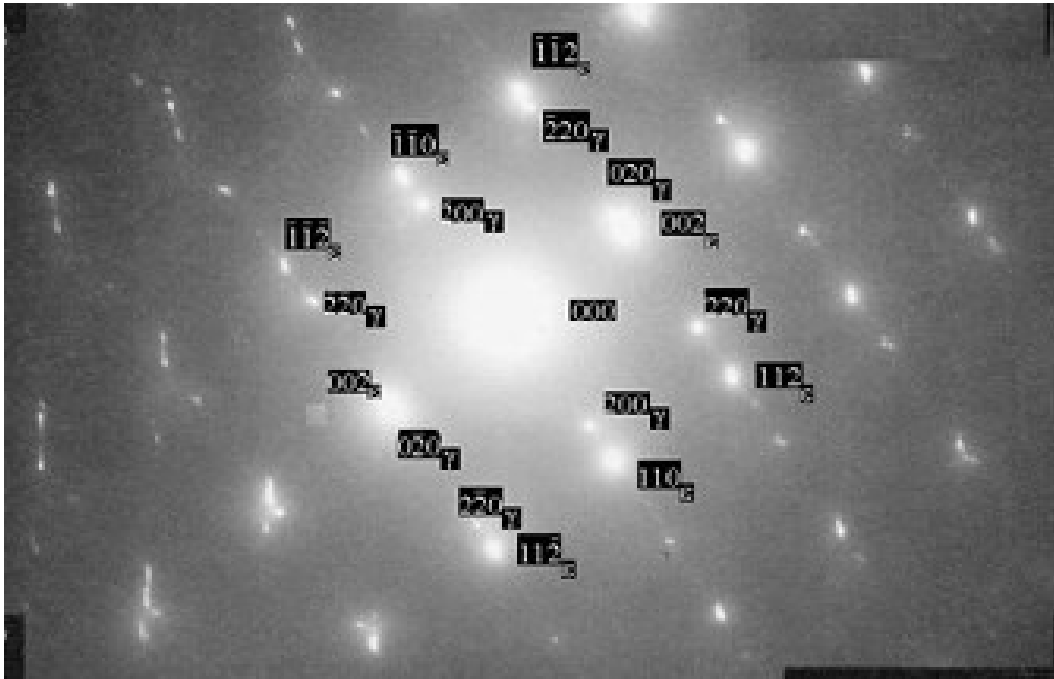
2A numunesine ait geçirmeli elektron mikroskopi Şekil 6. 70 de verilmiştir. Şekildeki mikroskoptan da anlaşılacağı gibi yapıda birbirini belli bir açıyla kesen sağdan sola ve yukarıdan aşağıya birçok martensit plakası görülmektedir. Şekil 6. 71 de, Şekil 6. 70 da gösterilen elektron mikroskopiye ait elektron difraksiyon desenleri görülmektedir. Şekildeki difraksiyon desenleri de Şekil 6. 70 de görülen plakaların ϵ martensit fazına ait olduğunu ispatlamaktadır. Yapılan hesaplamalarda buradaki fcc faza ait örgü sabiti $3,65450 \text{ \AA}$ olarak bulunmuştur. ϵ martensit fazına ait örgü sabitleri ise $a_{\epsilon}=2,66885 \text{ \AA}$ ve $c_{\epsilon}=4,02344 \text{ \AA}$ olarak hesaplanmıştır.

3A numunesinin geçirmeli elektron mikroskopi Şekil 6. 72 de verilmiştir. Şekildeki mikroskoptan da anlaşılacağı gibi 1A numunesine ait mikroskopta olduğu gibi Şekil 6. 72 ye ait mikroskopta da birçok istiflenme hataları görülmektedir. Görünen morfoloji incelendiğinde mikroskop içerisinde geniş bir alana yayılmış uzun istiflenme hataları bulunmaktadır. Bu istiflenme hataları numuneden zor uygulanarak çok kolay bir şekilde martensit plakaları elde edilebileceğinin de kanıtıdır. Sonuç olarak aynı 1A numunesinde olduğu gibi geniş bir alana yayılmış istiflenme hataları, istiflenme hatası enerjisinin düşük olduğunu gösterir. Bu durum ise ϵ martensit fazının çekirdeklenmesi için en uygun ortamdır [14]. Tüm bunlar malzemede şekil hatırlama etkisi özelliğini artırıcı bir etki oluşturur [14]. Şekil 6. 73 deki elektron mikroskopiinden yapılan hesaplamalarda buradaki fcc faza ait örgü parametresi $3,69756 \text{ \AA}$ olarak bulunmuştur. Fe-Mn alaşımlarında malzemeye Cr ve Si eklenmesi malzemenin istiflenme hatası enerjisini düşürür. Mn eklenmesi ise Si ve Cr un aksine istiflenme hatası enerjisini yükseltir [69]. Ana austenit faz içerisindeki istiflenme hataları, $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümünü gerçekleştirecek şekilde ϵ fazı çekirdeklenmesi şeklinde adlandırılabilir. Bu yüzden zor etkili $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümlerinde istiflenme hataları çok büyük rol oynarlar [15].

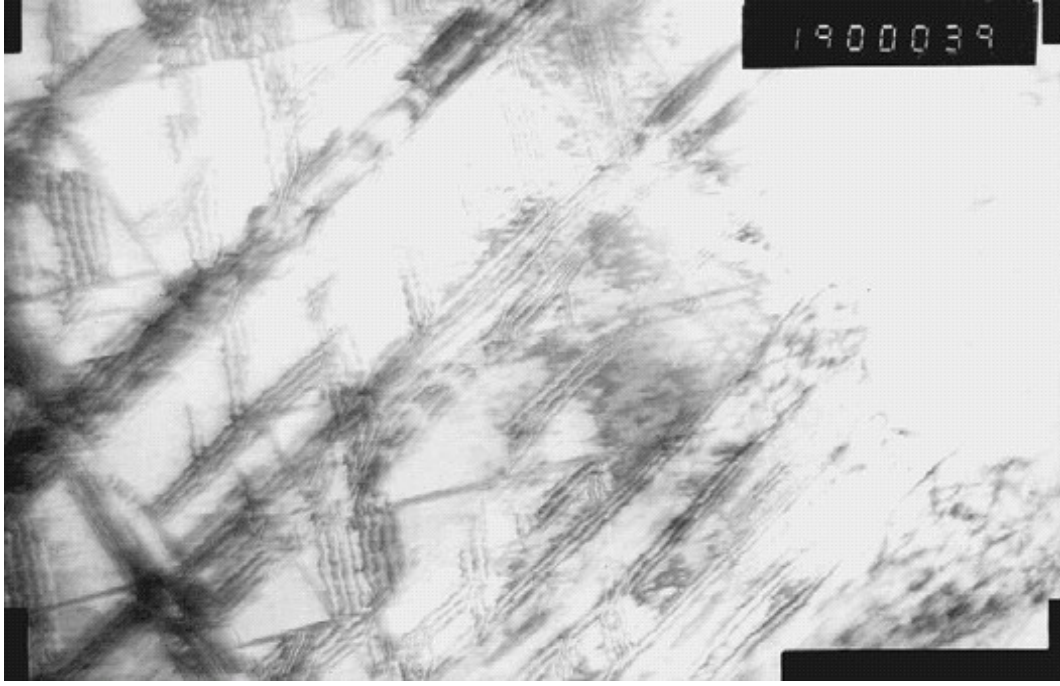
4A numunesinin geçirmeli elektron mikroskopi Şekil 6. 74 de verilmiştir. Şekildeki mikroskoptan da anlaşılacağı gibi yapıda parmak şeklinde ve doğrultuları aynı olan üç plaka vardır. Bu mikroskopiin büyütmesi diğerlerinin iki-üç katı kadar olduğundan burada görülen plakalar diğerlerinden daha kalın bir görüntü vermektedir. Bu plakaların içerisinde kendilerine dik bazı küçük uzanımların olduğu görülmektedir. Şekil 6. 75 de, Şekil 6. 74 de gösterilen elektron mikroskopiine ait elektron difraksiyon deseni görülmektedir. Şekilde difraksiyon deseni görülen oluşumların hepsi yapıda olduğu anlaşılmıştır. Bu ise bu plakaların ϵ martensit fazına ait olduğunu göstermektedir. Buradaki ϵ martensit fazına ait örgü sabitleri ise $a_{\epsilon}=2,54157 \text{ \AA}$ ve $c_{\epsilon}=4,08879 \text{ \AA}$ olarak hesaplanmıştır.



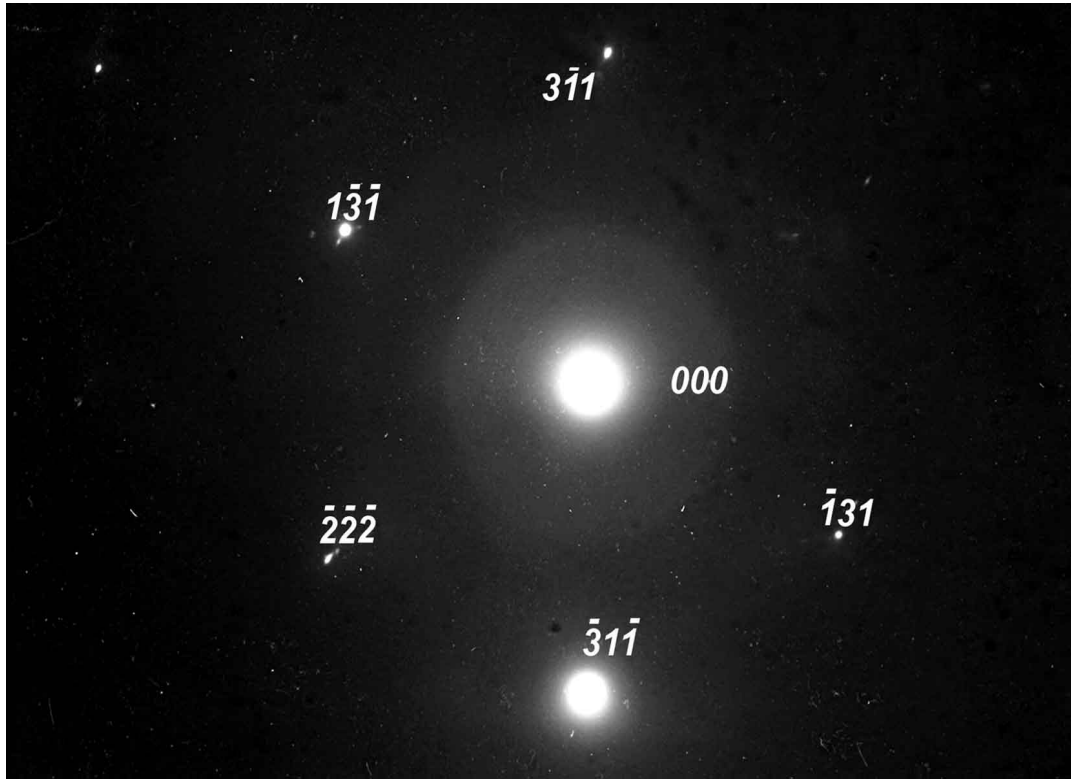
Şekil 6. 70: 2A numunesine ait elektron mikrografı (x14000).



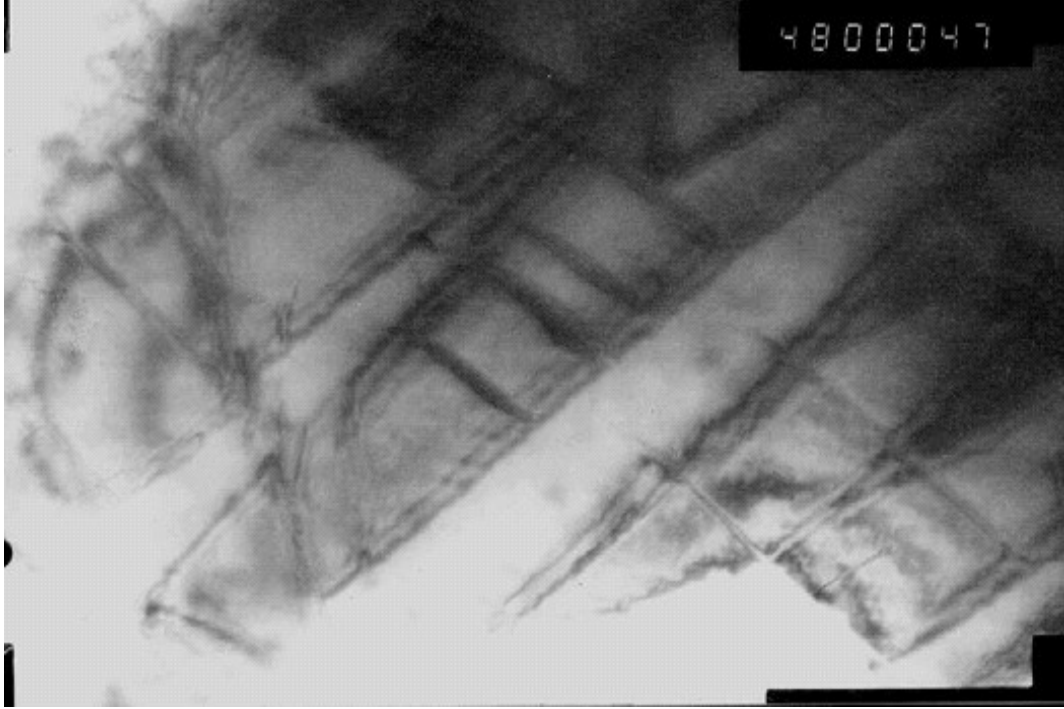
Şekil 6. 71: Şekil 6. 70 deki mikrografın elektron difraksiyon deseni (hcp $\langle 2\bar{2}0 \rangle$ zonu).



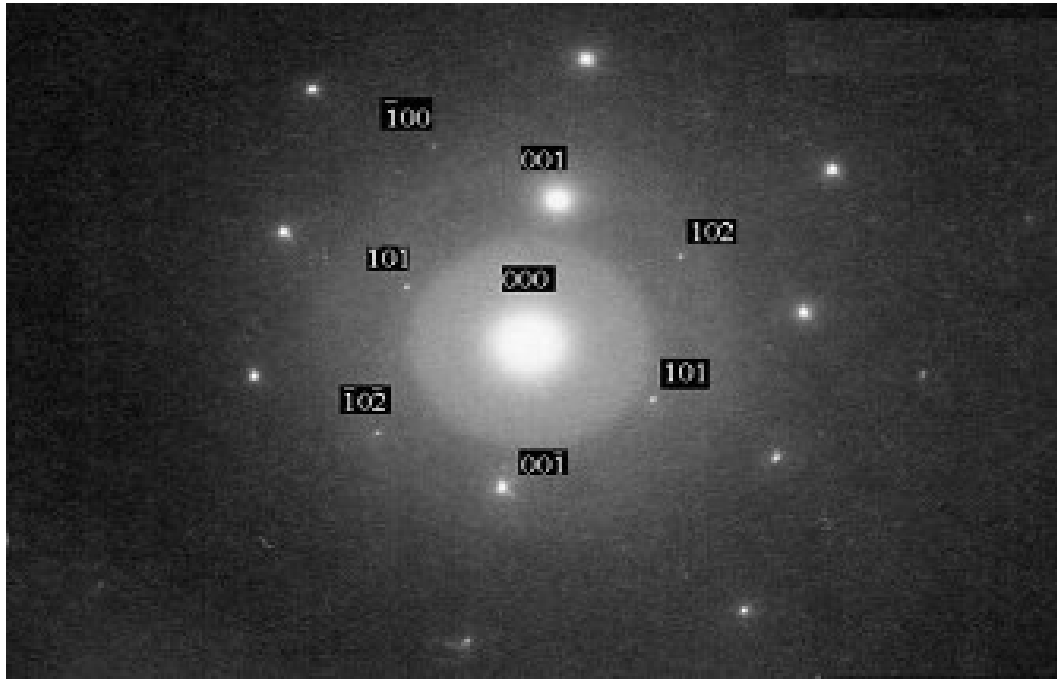
Şekil 6. 72: 3A numunesine ait elektron mikrografı (x19000).



Şekil 6. 73: Şekil 6. 72 deki mikrografın elektron difraksiyon deseni (fcc $\langle 44\bar{8} \rangle$ zonu).



Şekil 6. 74: 4A numunesine ait elektron mikrografı (x48000).



Şekil 6. 75: Şekil 6. 74 deki mikrofrafın elektron difraksiyon deseni (hcp $\langle 0\bar{1}0 \rangle$ zonu).

Tablo 6. 22: 1A, 2A, 3A ve 4A numunelerinin elektron difraksiyonu ile hesaplanan γ fazına ait örgü parametrelerinin ve X-ışını difraksiyonu yardımıyla elde edilen örgü parametreleri ile karşılaştırılması.

γ	X-Işını	TEM Difraksiyonu
1A	3,57079 Å	3,66666 Å
2A	3,62900 Å	3,65450 Å
3A	3,60820 Å	3,69756 Å
4A	3,61890 Å	-

Tablo 6. 23: 2A ve 4A numunelerinin ε fazına ait elektron difraksiyonu ile hesaplanan örgü parametrelerinin ve X-ışını difraksiyonundan elde edilen örgü parametrelerinin karşılaştırılması.

ε	X-Işını			TEM Difraksiyonu		
	a_{ε} (Å)	c_{ε} (Å)	$c_{\varepsilon}/a_{\varepsilon}$	a_{ε} (Å)	c_{ε} (Å)	$c_{\varepsilon}/a_{\varepsilon}$
2A	2,55165	4,05820	1,59042	2,66885	4,02344	1,50755
4A	-	4,06500	-	2,54157	4,08879	1,60876

Sonuç olarak;

a) Ana austenit faz içerisindeki istiflenme hataları, $\gamma \rightarrow \varepsilon$ dönüşümünü gerçekleştirecek şekilde ε fazının çekirdeklenmesi şeklinde adlandırılabilir [15]. Alaşım 1 ve Alaşım 3 de çok geniş bir alana yayılmış istiflenme hatalarına rastlanmıştır. Zhao ve arkadaşlarının tespitine göre Alaşım 1 ve Alaşım 3 de görülen istiflenme hatalarının ε martensit oluşturmak için uygun bir yapı olduğu söylenebilir.

b) Alaşım 2 ve Alaşım 4 de ise Fe-Mn-Si alaşımlarında şekil hatırlama etkisi için var olması gereken en önemli unsur olan ε martensit plakalarına rastlanmıştır.

c) Özellikle Alaşım 2 ye ait mikrograftan tespit edilen baskın ε fazına ait yapı ile X-ışınları difraksiyon ölçümlerinde Alaşım 2 de tespit edilen yapıyla birbirlerini destekleyecek şekildedir.

d) TEM incelemesi sonucu, aynı numune içerisinde oluşan farklı martensit plakalarının örgü parametreleri farklı olur ancak artan Si konsantrasyonu ile $c_{\varepsilon}/a_{\varepsilon}$ oranında da bir artış meydana gelir [34]. Difraksiyon desenini aldığımız numunelerden Alaşım 2 ve Alaşım 4 e ait görüntülerden görülen ε fazlarına ait $c_{\varepsilon}/a_{\varepsilon}$ oranları sırasıyla 1,50755 ve 1,60876 olarak hesaplanmıştır. Görüldüğü gibi Si miktarı daha yüksek olan Alaşım 4 ün ε fazına ait $c_{\varepsilon}/a_{\varepsilon}$ oranı daha yüksek çıkmıştır ve Sato

ve arkadaşlarının yapmış olduğu tespitle uyushmaktadır. Ayrıca her iki alaşıma ait c_e/a_e oranları karşılaştırıldığında, Alaşım 4 ün bu oran için ideal 1,633 [34, 49] değerine çok yakın olduğu anlaşılır.

6. 5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri

Üzerinde çalışılan alaşım numuneleri Tablo 5. 2 de belirtilen ısıt işlemlere tabi tutulmuştur. Bu işlemlerin ardından bu numuneler parlatıldıktan ve FeMnSi alaşımları için Bölüm 5 de belirtilen dağlama çözeltisi ile dağlandıktan sonra SEM incelemeleri yapıldı. Polikristal olan bu numunelerin tane yapıları ve martensit morfolojileri gözlemlendi. Soğutma ortamına bağılı olarak ortaya çıkabilen martensit morfolojileri ve çökelti fazları belirlendi. Bu çökeltilerin soğutma ortamına göre çökelti yoğunluklarının değişimleri incelendi. SEM fotoğraflarının incelenmesi sırasında bahsedilen çökelti fazlarının büyük ihtimalle $Fe_4Mn_{77}Si_{19}$ intermetalik fazı olduğu X-ışınları difraksiyon desenlerinden belirlenmiştir. Ayrıca bu gözlemlerin yapıldığı cihazın EDAX bileşeni yardımıyla, kristal yapının ilgilenilen bölgelerinde element analizi yapıldı.

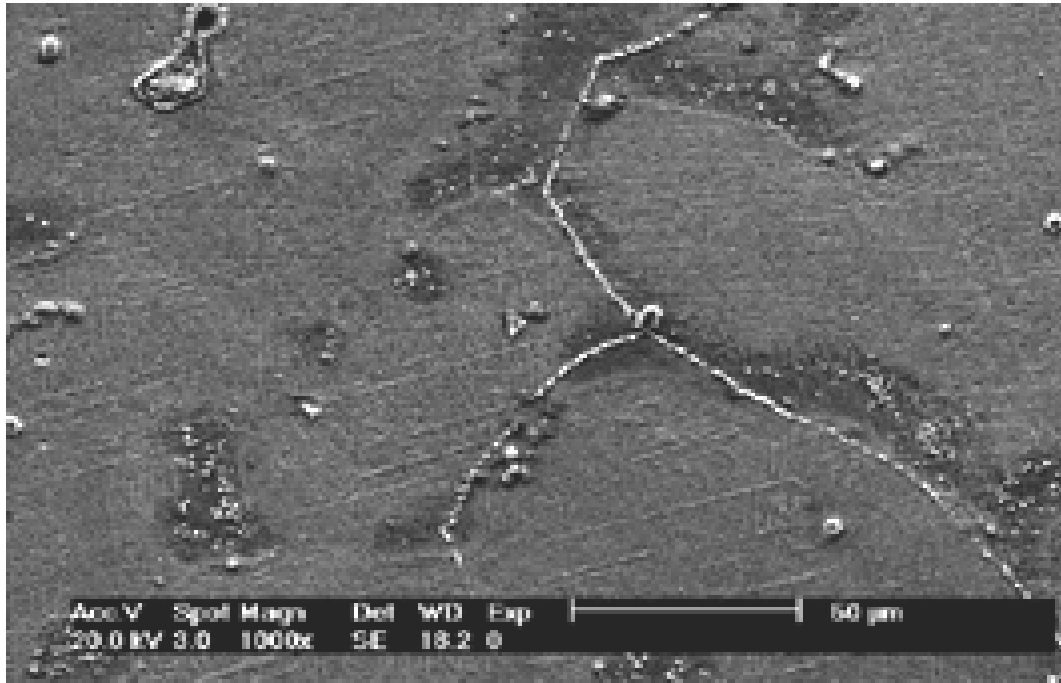
6 .5. 1 Alaşım 1 numuneleri üzerinde SEM gözlem sonuçları

1A numunesine ait mikrograflar Şekil 6.76-79 de verilmiştir. Bu mikrografiklerdeki martensit plakalarının, kesim 6.1 de verilen X-ışını sonuçlarına göre hcp yapıya sahip ϵ martensitine ait olduğu sonucuna varılmıştır. Şekil 6.76 da üç farklı tanenin morfolojik yapısı ve birleşme noktası görölmektedir. Taneler içerisinde oluşan plakalar o kadar ince bir yapıya sahiplerki x1000 büyötmeye sahip mikrografta dikkatli bakılmayınca fark edilememektedirler. Ayrıca bu plakalar o kadar iç içe geçmiş durumdalarki Şekil 6. 76 da, tane içlerindeki martensit morfolojisinden dolayı tane içleri tane sınırlarına göre biraz daha az siyah, düz bir alan gibi görölmektedir. Bunun dışında tane sınırlarında boydan boya adeta bir boncuk gibi dizilmiş küçük ve çökelti olduğu tahmin edilen bir oluşum meydana gelmiştir. Şekil 6. 77, Şekil 6. 76 nın 4,5 kat büyötölmüş halidir. Şekil 6. 77 de görölen plakaların çok sık olarak ve birbiri ile paralellik gösterdikleri, birbirleriyle paralel biçimde istiflenenlere dik bir o kadar daha birbirine paralel istiflenmiş ince plaka olduğu görölmektedir. Şekil 6. 78 de bir önceki mikrografta olduğu gibi iki farklı tane görölmektedir. Bu fotoğrafta tıpkı Şekil 6. 77 daki mikrografta olduğu gibi Şekil 6. 76 nın 4,5 kat büyötölmüş halidir. Dikkatli bakılırsa mikrografın sağ tarafındaki tane ile alt tarafındaki tanelerin sınırının üst kısmında bir bölge

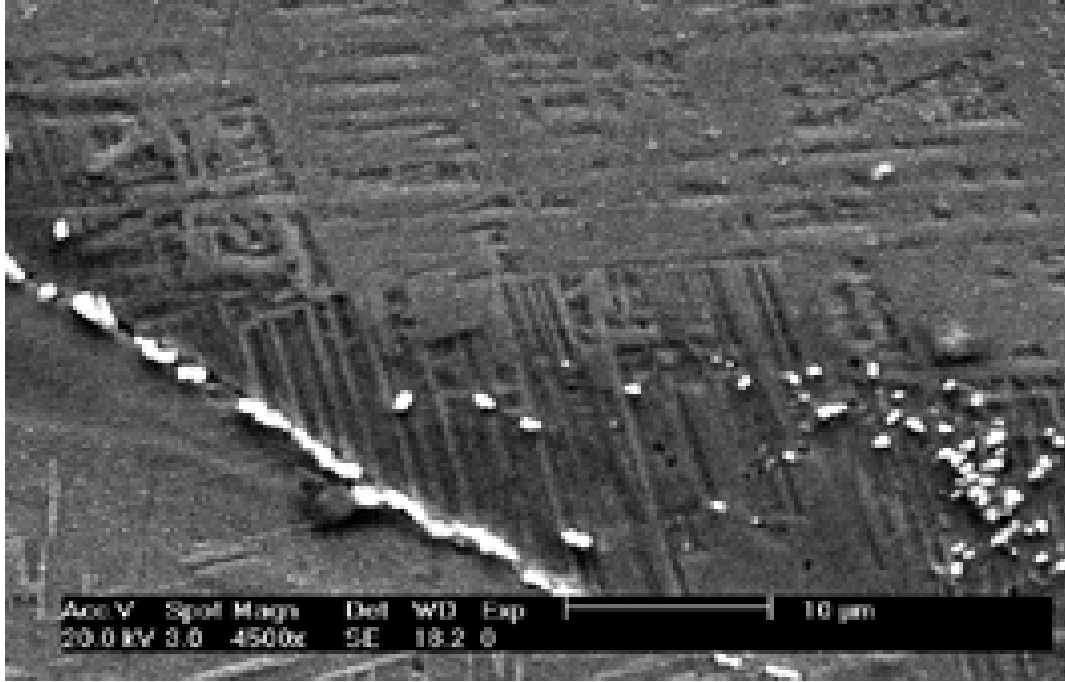
büyütülerek çekilmiştir. Şekilde tane sınırlarındaki süreksiz çökelti oluşumu daha net görülmektedir. Numunelerde oluşan çökelti fazlarının örgü parametrelerinin değişmesine ve sertlikte artışlara neden olduğu bilinmektedir [70, 71, 72]. Şekil 6. 79 da ise Şekil 6. 76 daki mikrografın tam 9 katı büyütülmüş ve Şekil 6. 78 in 2 kat büyütülmüş hali görülmektedir. Burada artık Şekil 6. 76 de görülemeyen ve tane içerisinde çok yoğun bir şekilde istiflenmiş martensit plakalarının uçlarının tane sınırlarında bir ok ucu gibi kırılmış hali çok net bir şekilde görülmektedir.

1B numunesine ait mikrograf Şekil 6. 80 de verilmiştir. Burada numuneye ait bir tanenin (grain) bir kısmı görülmektedir. Martensit plakalarının, tane içerisinde bir hasır örgüsü gibi oldukça yoğun şekillenimleri görülmektedir. X-ışını yapısal analizlerine göre bu plakalar büyük bir oranda ϵ martensit yapıya ait plakalar olarak özelleştirilebilir.

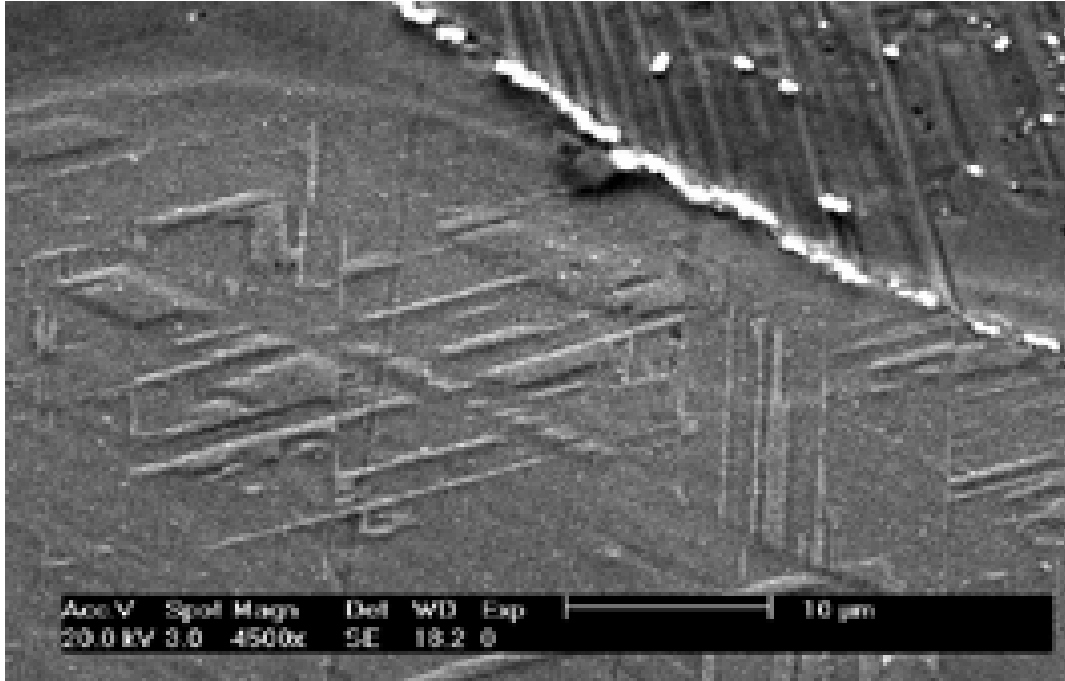
1C numunesine ait mikrograf Şekil 6. 81 de verilmiştir. Yine bu mikrografta, numuneye ait bir tanenin bir kısmı görülmektedir. Bu mikrografta da elde edilen yapılanma, doğrudan buzlu su içerisinde soğutulan numunede olduğu gibi iç içe geçmiş ince martensit plakaları şeklinde gözlenmiştir. Bu numuneye ait mikrografta doğrudan buzlu su içerisinde soğutulan numuneye ait mikrograftan farklı olarak tane içerisinde martensit plakaların dışında çökelti fazlarına rastlanmamıştır. Aynı numunenin X-ışını yapısal analizlerinde de çökelti fazlarına rastlanmamıştır.



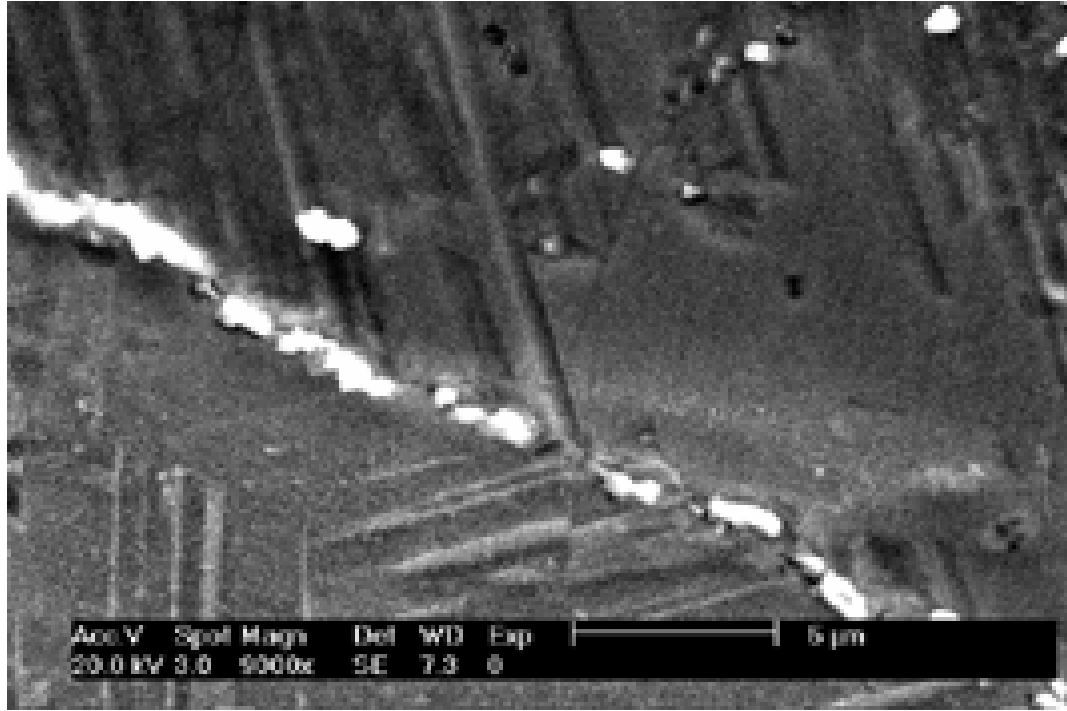
Şekil 6. 76: 1A numunesine ait morfoloji (x1000).



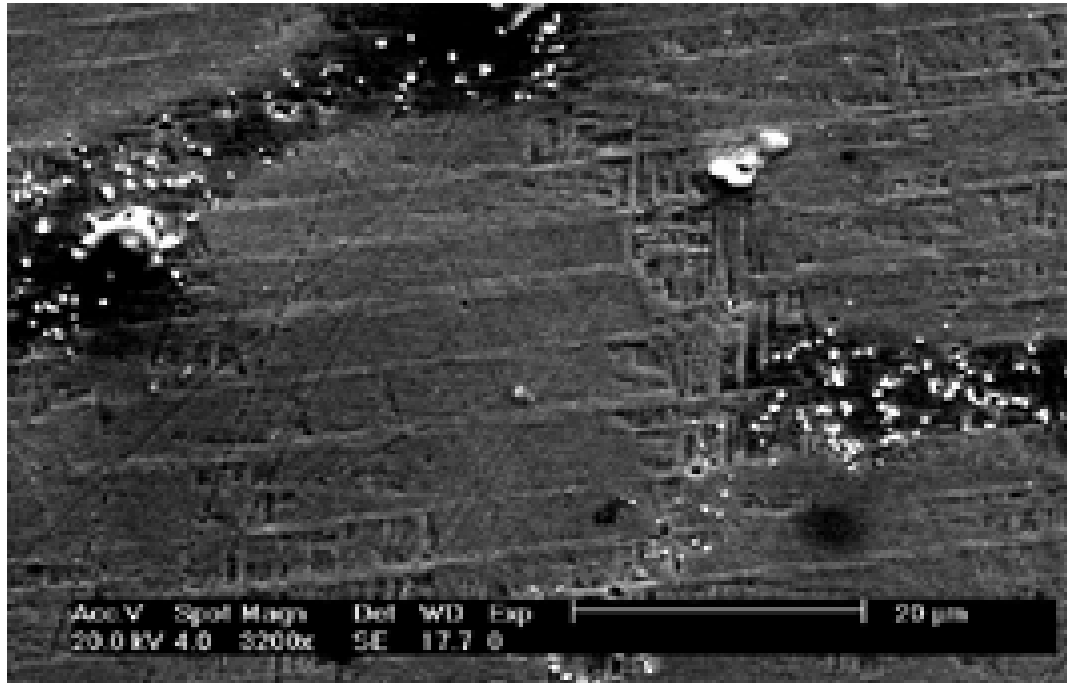
Şekil 6. 77: 1A numunesine ait tane sınırlarında bulunan çökeltileri fazları (x4500).



Şekil 6. 78: 1A numunesine ait tane sınırlarında bulunan martensit plakaları ve süreksiz çökeltiler (x4500).

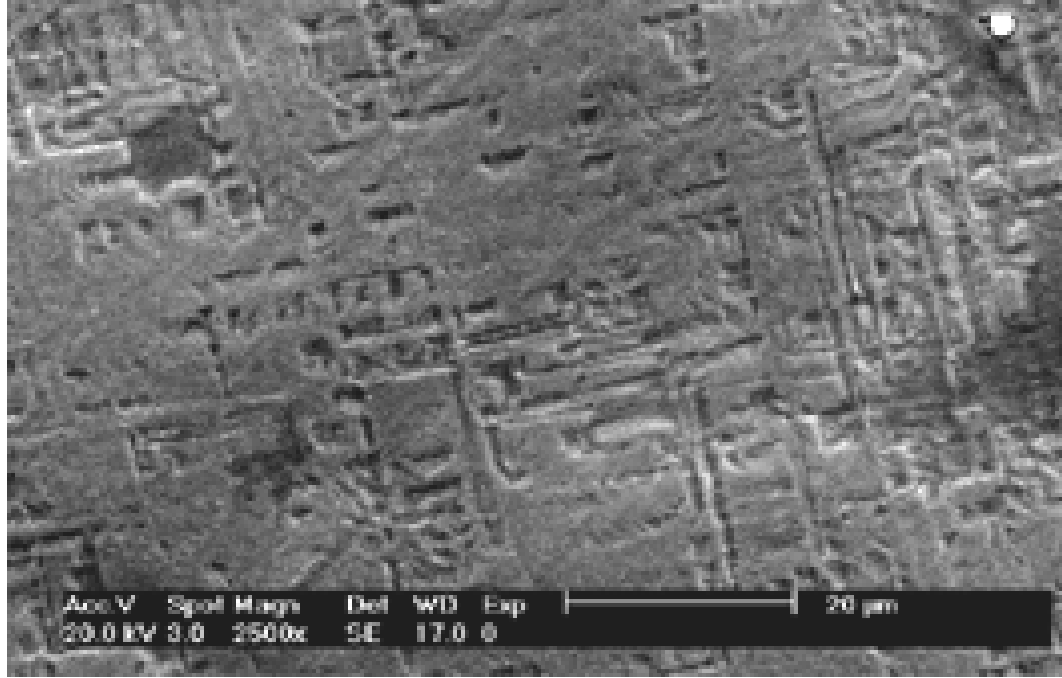


Şekil 6. 79: 1A numunesine ait tane sınırlarında bulunan martensit plakaları ve süreksiz çökeltiler (x9000).

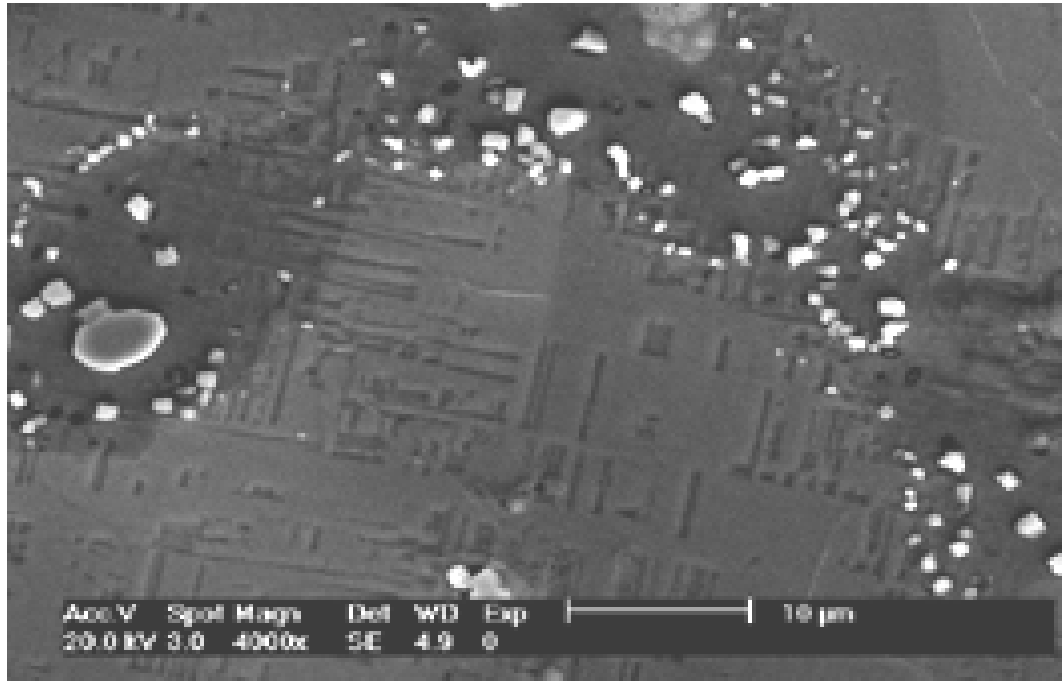


Şekil 6. 80: 1B numunesinin genel yapısı (x3200).

1D numunesine ait mikrograf Şekil 6. 82 de verilmiştir. Şekilde bir tanenin bir kısmı görülmektedir. Tane içerisinde oluşmuş plakaların sıklığı diğer numunelerde gözlenen plakalara göre farklı değildir. Bu yapı içerisinde de belirgin bir çökelti oluşumu gözlenmekte olup, bu çökeltilerin oluşumu ısıtılma işlemine bağlıdır.



Şekil 6. 81: 1C numunesinde sıkı istiflenmiş martensit plakaları (x2500).



Şekil 6. 82: 1D numunesine ait martensit plakaları ve çökelti fazları (x4000).

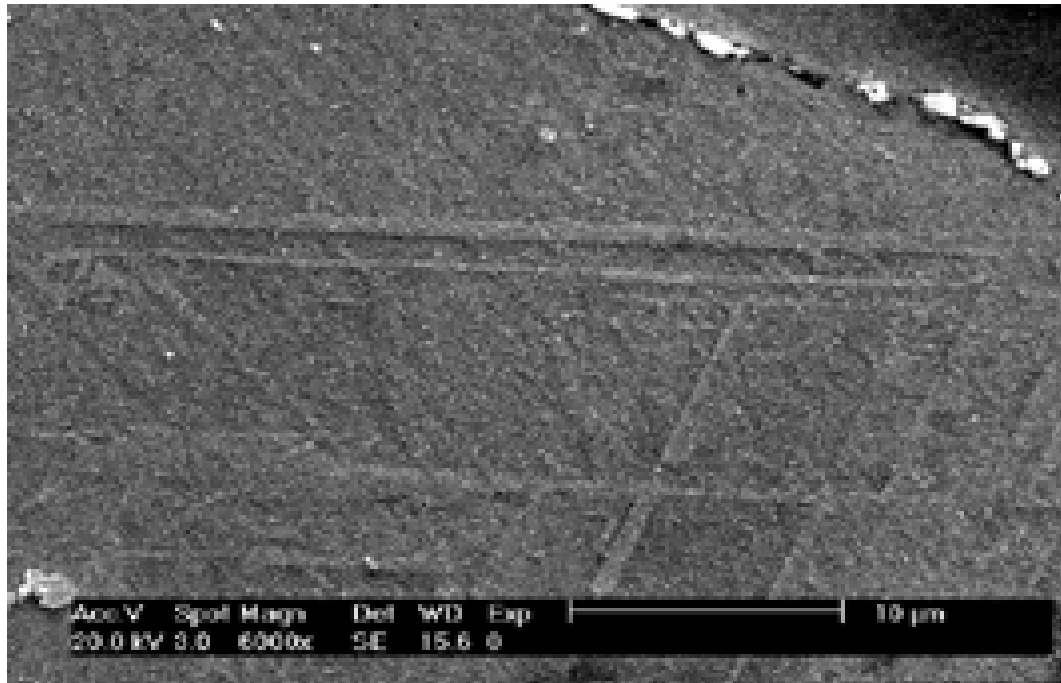
6. 5. 2 Alaşım 2 numuneleri üzerinde SEM gözlem sonuçları

Tablo 5. 1 de ağırlık yüzdeleri verilen Alaşım 2 ye ait her bir numune Tablo 5. 2 de verilen ısıtılma işlemlere tabi tutulmuştur.

2A numunesine ait mikrograf Şekil 6.83 de verilmiştir. Bu mikrografteki martensit plakalarının, kesim 6. 1 de verilen X-ışını sonuçlarında olduğu gibi hcp yapıya sahip ϵ martensitine ait olduğu sonucuna varılmıştır. Çünkü Alaşım 2 nin tüm numunelerinden alınan X-ışını ölçümlerinin tamamında ϵ martensit fazından başka bir martensit yapıya rastlanmamıştır. Şekil 6. 83 de iki farklı tanenin morfolojik yapısı ve birleşme noktası görülmektedir. Şeklin alt kısmında bir taneye ait büyük bir kesit ve üst tarafta ise diğer taneye ait çok küçük bir kesit görülmektedir.

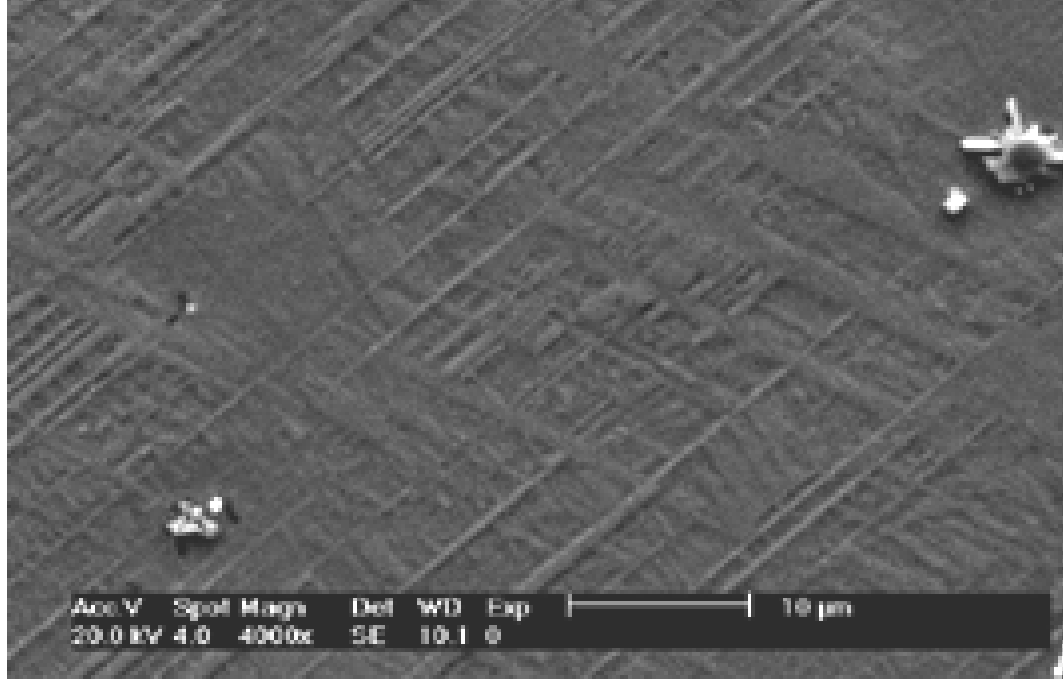
2B numunesine ait mikrograf Şekil 6.84 de verilmiştir. Bu fotoğrafta tek bir tanenin içerisi görülmektedir. Şekilden de görüleceği gibi tane içerisinde oluşan plakalar ince ve sık bir yapıya sahiptir ve oldukça belirgindir. Birbirine paralel istiflenmiş plakalar ile hemen hemen onlara dik ve aynı sıklıkta istiflenmiş başka plakalar üst üste istiflenmişlerdir.

2C numunesine ait mikrograf Şekil 6. 85 de görülmektedir. Şekilden de görüleceği gibi, mikrografın bir köşesinden diğer köşesine boydan boya uzanmış ve aynı yöne doğru yönelmiş martensit plakaları vardır.



Şekil 6. 83: 2A numunesine ait morfoloji (x6000).

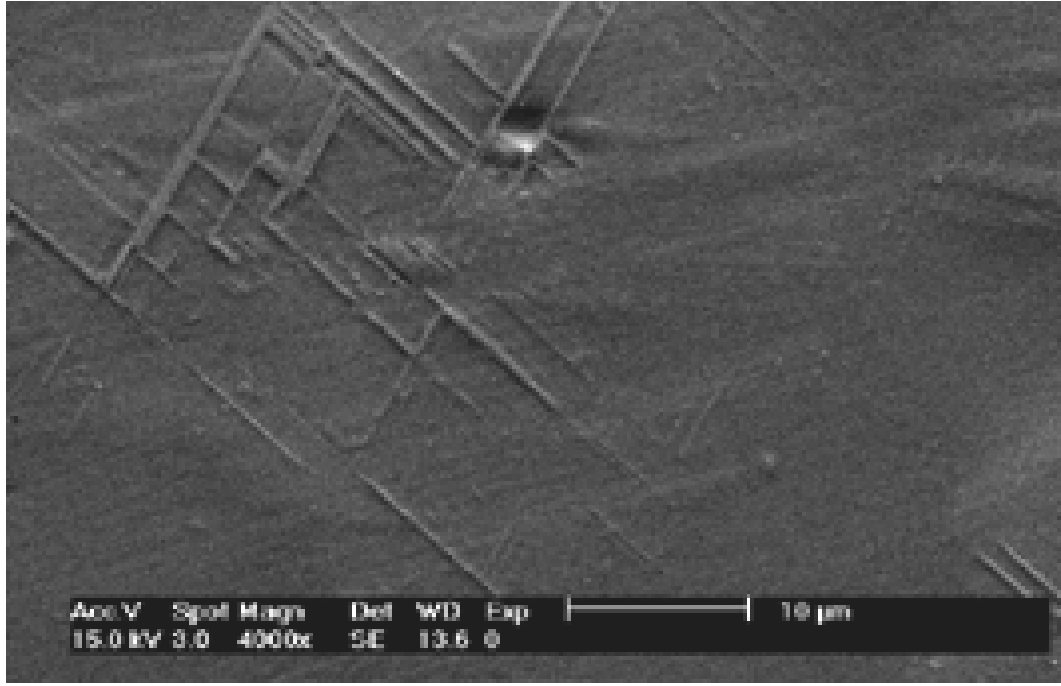
2D numunesine ait mikrograf Şekil 6. 86 de görülmektedir. Şekilden de görüleceği gibi, düz bir yüzey alan üzerinde özellikle mikrografın sol üst köşesine doğru toplanmış yüzey kabartıları vardır. Bu yüzey kabartıları birbiri ile belli bir açı yapacak şekilde yerleşmişlerdir.



Şekil 6. 84: 2B numunesine ait bir yapı (x4000).



Şekil 6. 85: 2C numunesinde boydan boya uzanan martensit plakaları (x6000).



Şekil 6. 86: 2D numunesine ait martensit plakaları (x4000).

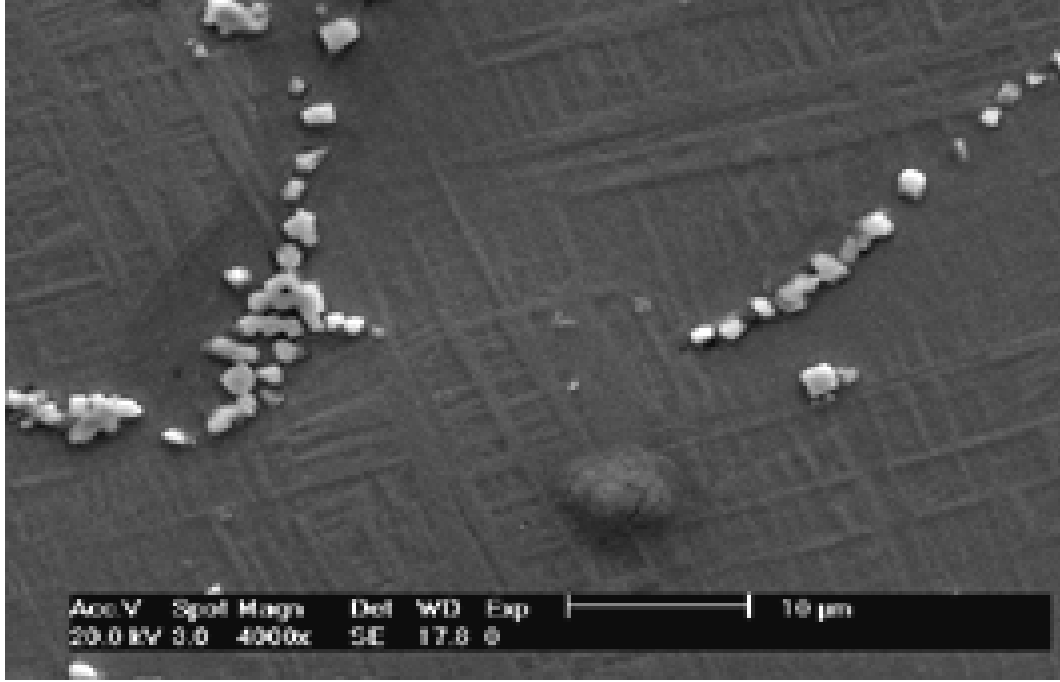
6. 5. 3 Alaşım 3 numuneleri üzerinde SEM gözlem sonuçları

3A numunesine ait mikrograf Şekil 6. 87 de verilmiştir. Bu mikrografikteki martensit plakalarının, kesim 6.1 de verilen X-ışını sonuçlarına göre hcp yapıya sahip ϵ martensitine ait olduğu sonucuna varılmıştır. Şekil 6. 87 de tek bir tanenin morfolojik yapısı görülmektedir. Mikrografta görülen bu plakalar iç içe geçmiş durumdadırlar. Bunun dışında yine diğer numunelerde olduğu gibi tane içerisinde boydan boya adeta bir boncuk gibi dizilmiş küçük ve çökelti olduğu tahmin edilen oluşumlar görülmektedir.

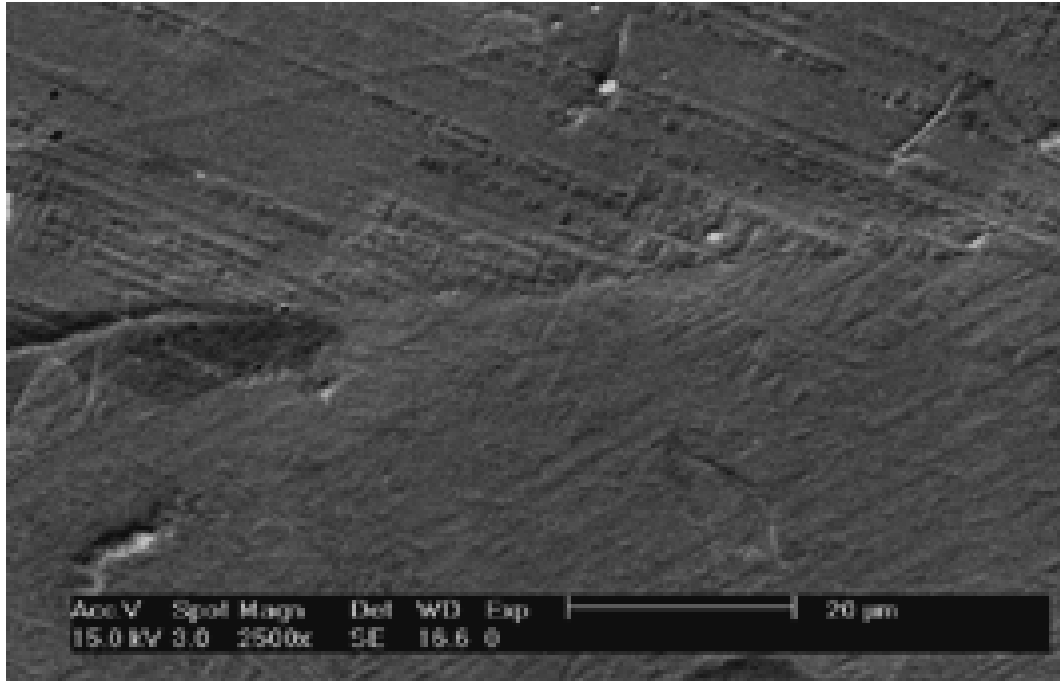
3B numunesine ait mikrograf Şekil 6. 88 de verilmiştir. Burada numuneye ait iki tane (grain) ve aralarındaki tane sınırı görülmektedir. Martensit plakaları, her iki tane içerisinde de sanki tane sınırı bir düzlemin normaliymiş ve martensit plakaları da bu düzleme çarpan ışınlanmış gibi birbirleri ile tane sınırında belli bir açı yapacak şekilde yönelmişlerdir. Ayrıca bu mikrografta görülen tane sınırında diğer numunelerde tane sınırında görülen çökelti fazlarına da rastlanmamıştır. Bu durum X-ışını yapısal analizleri ile de uyum içerisindedir.

3C ye ait mikrograf Şekil 6. 89 da verilmiştir. Yine bu mikrografta da, numuneye ait bir tanenin bir kısmı görülmektedir. Bu mikrografta da elde edilen yapılanma da, yüzey kabartıları

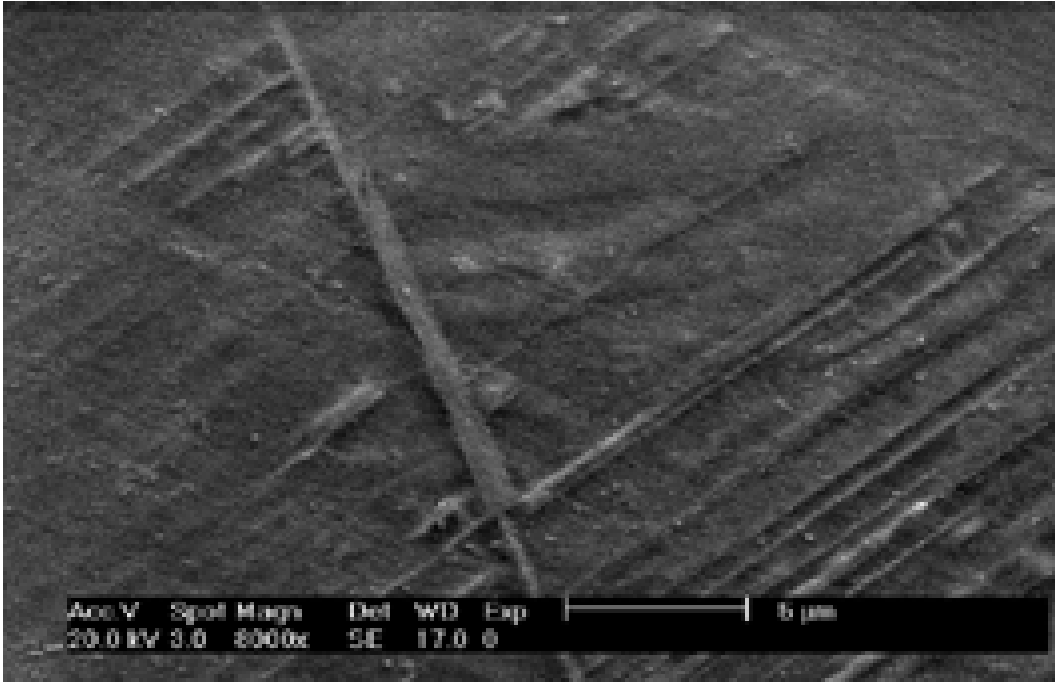
şeklinde gözlenmiştir. Bu numuneye ait mikrografta doğrudan buzlu su içerisinde soğutulan numuneye ait mikrografta olduğu gibi tane içerisinde martensit plakaların dışında çökelti fazlarına rastlanmamıştır. Aynı numunenin X-ışını yapısal analizlerinde de çökelti fazlarına rastlanmamıştır.



Şekil 6. 87: 3A numunesine ait morfoloji (x4000).



Şekil 6. 88: 3B numunesinin genel yapısı (x2500).



Şekil 6. 89: 3C numunesinde görülen martensit plakaları (x8000).



Şekil 6. 90: 3D numunesine ait martensit plakaları ve çökelti fazları (x3000).

3D numunesine ait mikrograf Şekil 6. 90 da verilmiştir. Şekilde iki tane ve bu tanelerin süreksiz çökelti fazlarından oluşmuş tane sınırı görülmektedir. Bunun dışında fotoğrafın alt kısmında bulunan tanenin içerisinde martensitik yapı olduğu görülen yüzey kabartıları görülmektedir.

6. 5. 4 Alaşım 4 numuneleri üzerinde SEM gözlem sonuçları

Tablo 5. 1 de verilen ağırlık yüzdesine sahip Alaşım 4 e, Tablo 5. 2 deki ısıt işlemler uygulanmıştır.

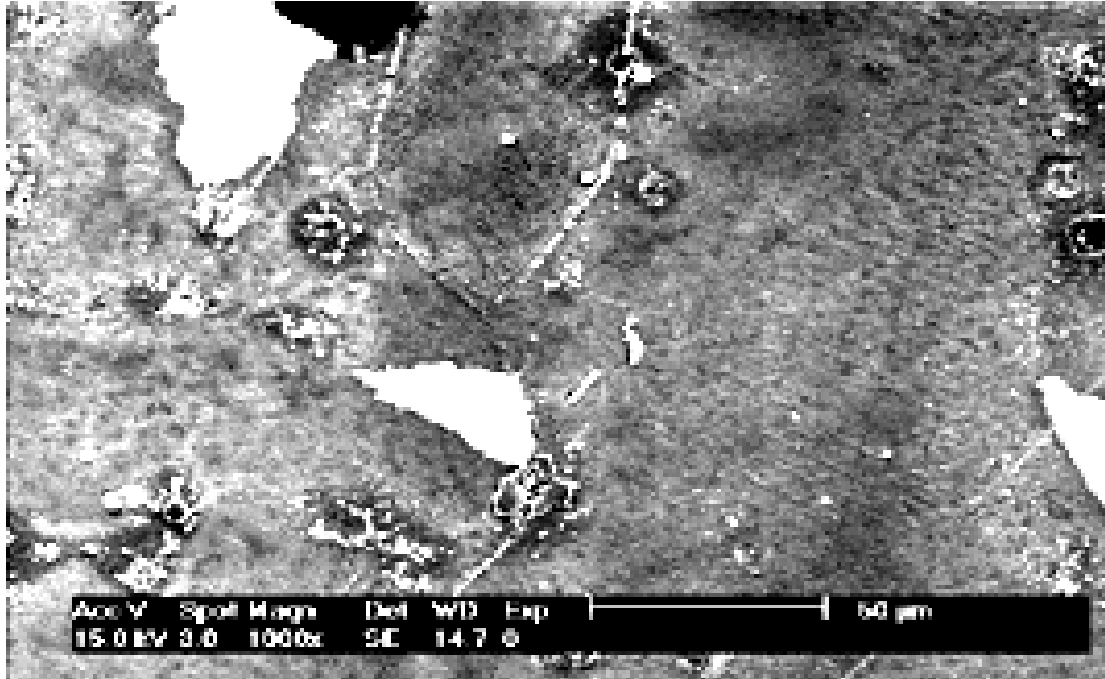
4A numunesine ait mikrograf Şekil 6. 91 de verilmiştir. Bu mikrografikteki martensit plakalarının, kesim 6.1 de verilen X-ışını sonuçlarında olduğu gibi hcp yapıya sahip ϵ martensitine ait olduğu sonucuna varılmıştır. Çünkü Alaşım 4 ün bu numunesinden alınan X-ışını ölçümünde ϵ martensit fazından başka bir martensit yapıya rastlanmamıştır. Şekil 6. 91 de tek bir tanenin iç morfolojik yapısı görülmektedir. Bu tane içerisinde çökelti fazına fazla rastlanmamıştır. Mikrografta görünen tane içerisinde bulunan birçok ince yüzey kabartısına rastlanmıştır.



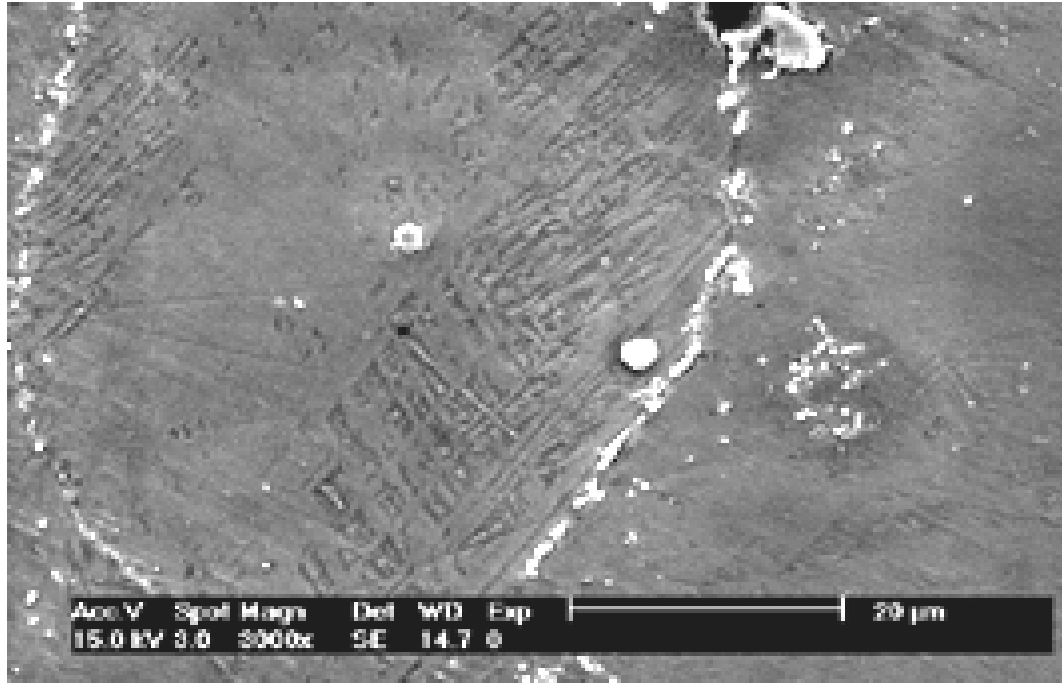
Şekil 6. 91: 4A numunesine ait morfoloji (x2000).

4B numunesine ait mikrograflar Şekil 6. 92 de verilmiştir. Şekil 6. 92 (a) daki fotoğrafta çevresi süresiz çökeltilerle çevrilmiş bir tane görülmektedir. Bu tanenin altında tane sınırını oluşturan bu çökeltilerin aşağıya doğru inerek daha büyük başka iki taneyede sınır oldukları görülmektedir. Tane sınırları ve yapı bozukluklarının çevresinde artık çökelti olmaktan çıkmış yeni faz oluşumları görülmektedir. Üst taraftaki tanenin içerisinde Şekil 6. 92 (b) ve Şekil 6. 92 (c) da daha iyi görülebilen martensit plakalarına rastlanmıştır. Bu plakalar bu küçük tanenin daha çok sağ tane sınırı boyunca yerleşmiş olmakla birlikte yine tanenin diğer tarafında da bir miktar martensit plakasına rastlanmıştır.

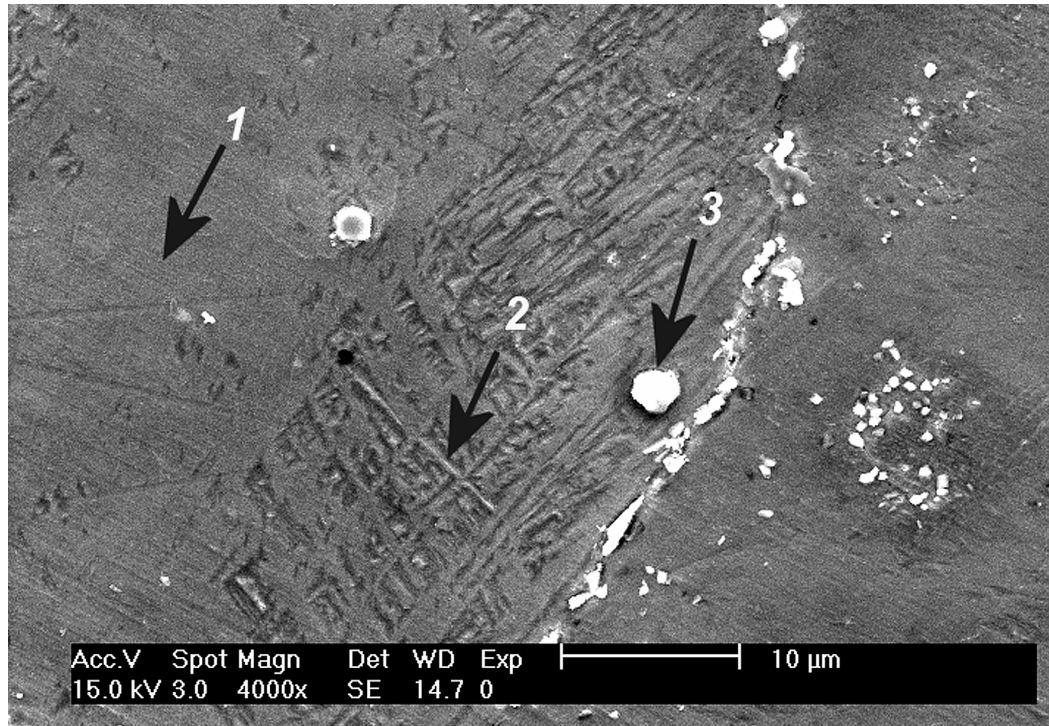
Tane sınırları boyunca devam eden süresiz çökeltilerin ve martensit plakaların yapılarını daha iyi anlayabilmek için Şekil 6. 92 (c) de sağ tarafta uzanan tane sınırında bulunan bir çökeltiden, tane sınırının hemen sol tarafında kalan martensit plakalarının bir tanesinin tam üzerinden ve plakaların görülmediği daha düz bir bölgeden (austenit bölge) EDAX analizi alınmıştır. Alınan EDAX analizleri Şekil 6. 93 de ve bu analizlerden alınan malzeme oranları Tablo 6. 24 da açıkça görülmektedir.



(a)

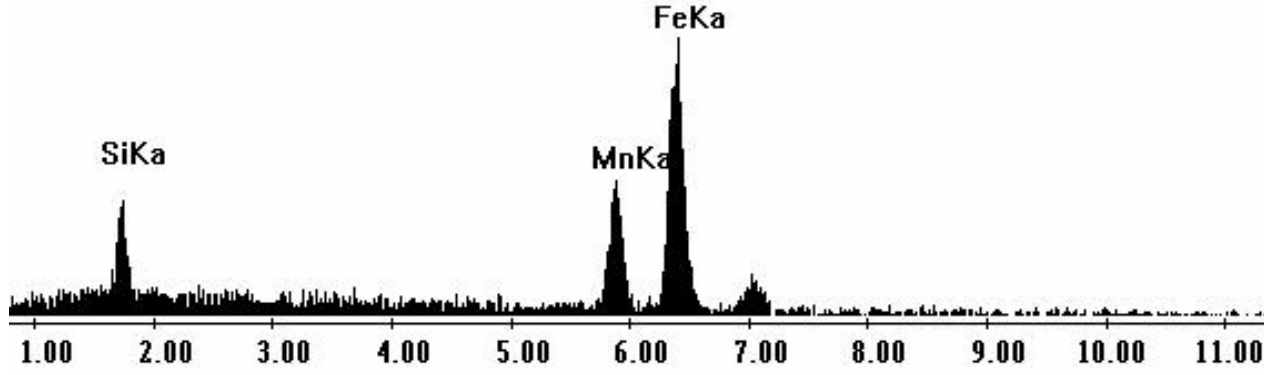


(b)

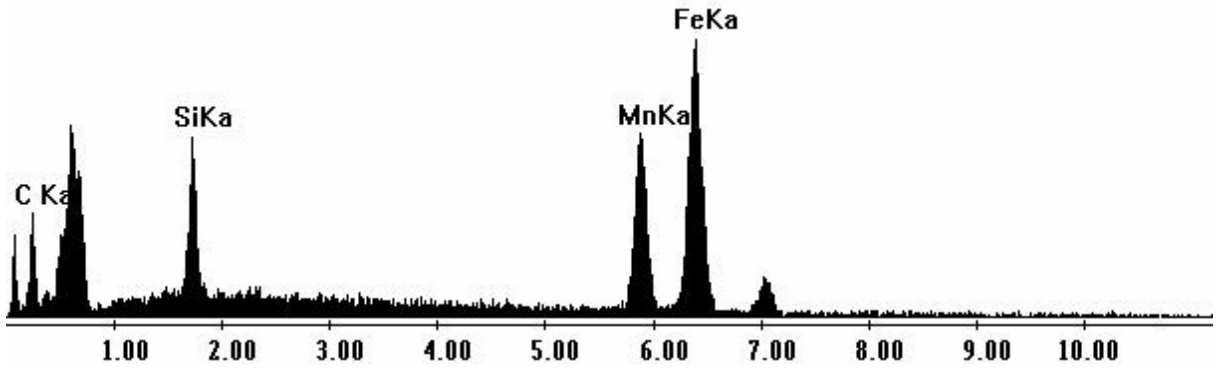


(c)

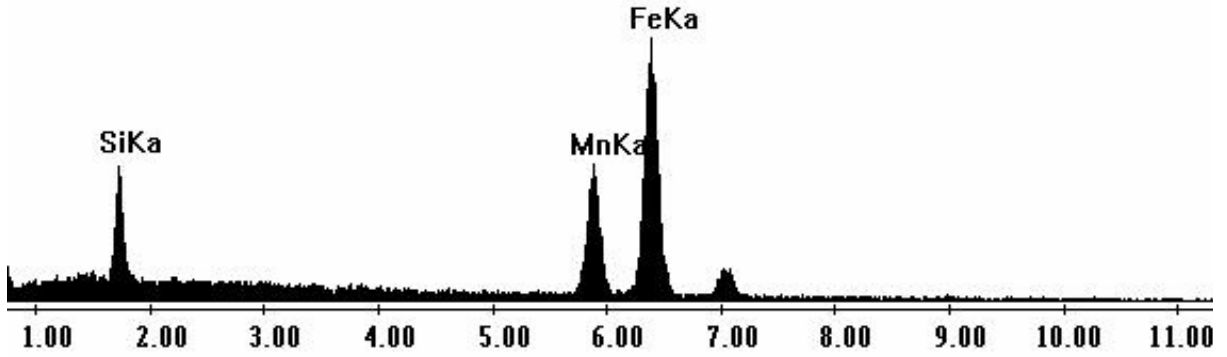
Şekil 6. 92: 4B numunesine ait bir yapı a) (x1000) b) (x3000) c) (x4000).



(a)



(b)



(c)

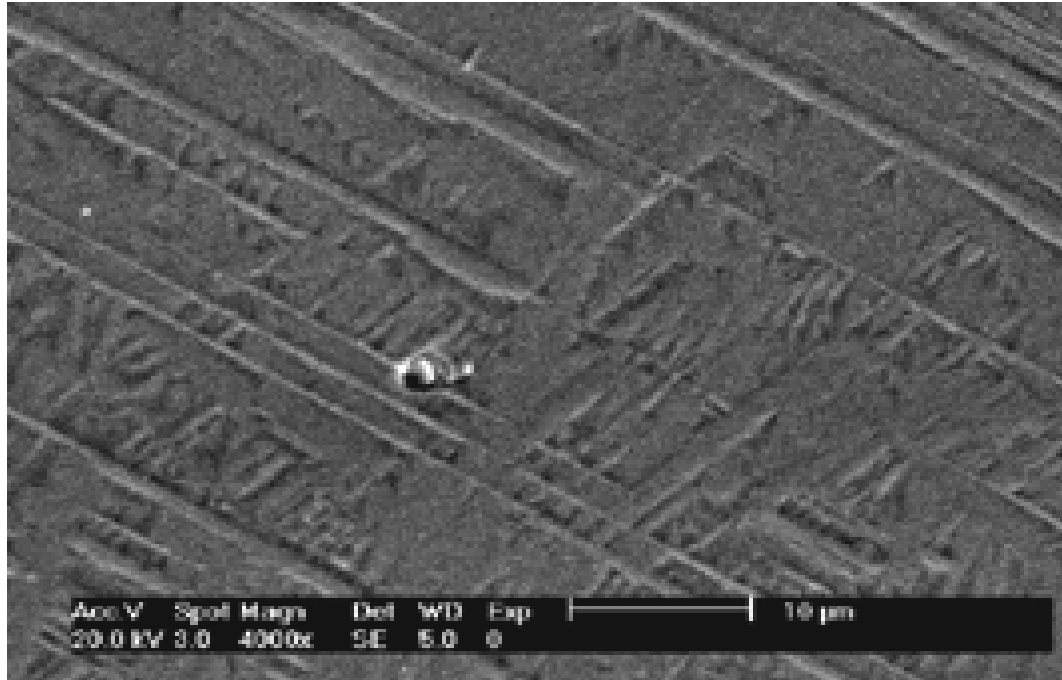
Şekil 6. 93: Şekil 6. 92 de görülen 4B numunesinin EDAX analizleri (a (1)) austenit bölge üzerinden alınmış (b (3)) tane sınırında bulunan süreksiz çökeltilerden ve (c (2)) martensit plakasından

Tablo 6. 24: 4B numunesine ait EDAX Analizi (1. sütunda parantez içerisinde verilen rakamlar Şekil 6. 92 de gösterilen bölgelere aittir.

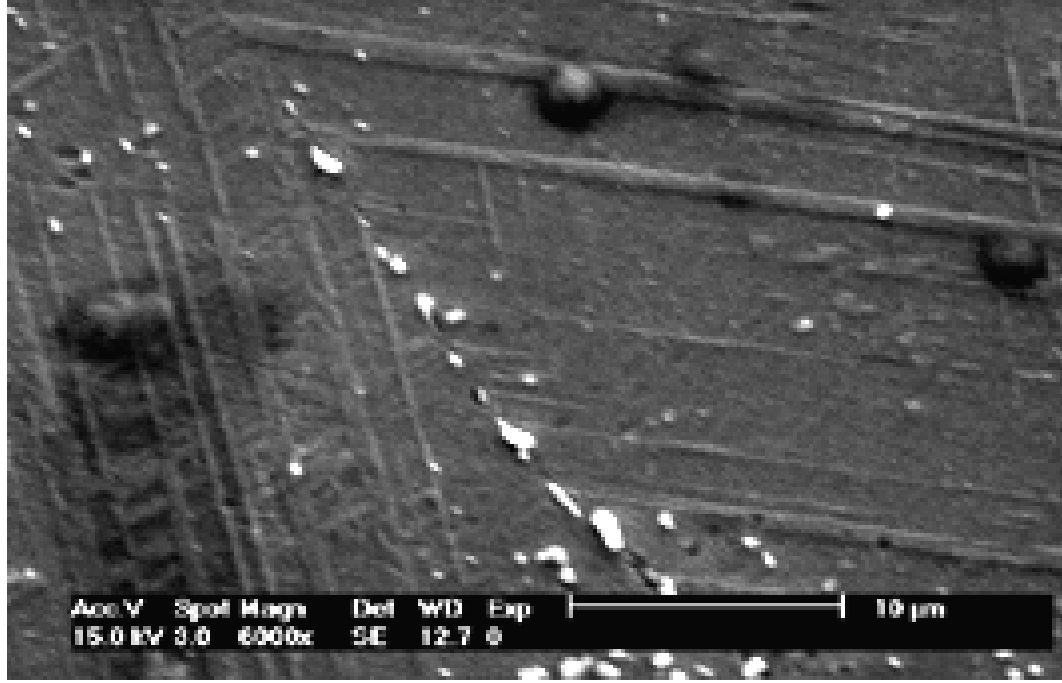
Bulunduğu Yer	Fe		Mn		Si		C	
	(wt%)	(at%)	(wt%)	(at%)	(wt%)	(at%)	(wt%)	(at%)
Austenit Bölge (1)	67,16	63,95	28,24	27,33	4,61	8,72	-	-
Martensit Plakası (2)	65,33	59,61	28,57	26,50	4,93	8,94	1,17	4,95
Süreksiz Çökelti (3)	57,49	46,50	32,07	26,37	5,64	9,07	4,80	18,06

4C numunesine ait mikrograf Şekil 6. 94 de görülmektedir. Şekilden de görüleceği gibi, aynı Alaşım 2 de olduğu gibi ancak bu sefer ters yöne yönelmiş ve mikrografın bir köşesinden diğer köşesine boydan boya uzanmış ve çok ince martensit plakaları vardır.

4D numunesine ait mikrograf Şekil 6. 95 de görülmektedir. Şekilden de görüleceği gibi iki tanenin süreksiz çökeltilerden oluşmuş tane sınırında martensit plakaları birbiri ile belli bir açı yapacak şekilde kesişmişlerdir.



Şekil 6. 94: 4C numunesinde boydan boya uzanan martensit plakaları (x4000).



Şekil 6. 95: 4D numunesine ait martensit plakalar (x6000).

SEM incelemelerinden elde edilen verilerden şu sonuçlar çıkarılmıştır:

(a) X-ışını yapısal analizlerinden yararlanarak ana fazdaki yüksek sıcaklıklardan yapılan yavaş soğutma işlemleri sonunda (havada soğutma) numune yüzeyinde görülen tüm martensit plakaların ϵ martensit fazına ait olduğu anlaşılmıştır. Ayrıca Alaşım 2 ye ait tüm numunelerde de yine X-ışını yapısal analizlerinden yararlanarak tüm martensit plakaların ϵ martensit fazına ait olduğu görülmüştür.

(b) Bir çok numunede özellikle tane sınırlarında yüksek miktarlarda süreksiz ve adeta bir boncuk gibi sıralanmış çökelti fazlarına rastlanmıştır. Bazı numunelerde ise bu çökelti fazlarının özellikle yine tane sınırlarında ve yapı bozukluklarının çevresinde neredeyse artık çökelti fazı olarak bahsedemeyeceğimiz kadar büyük olduğu gözlenmiştir.

(c) 1C, 3C, 4C ve 3B numunelerinde hiç çökelti fazına rastlanmamıştır. Ayrıca 1B, 2A ve 3D numunelerinde çökelti fazlarına rastlanmıştır. Tüm bu gözlemler X-ışını yapısal analizleri ile uyum içerisindedir.

(d) 15% ve üzeri Mn içeren alaşımlarda oluşan martensit, ince martensit (sheet martensit) olarak adlandırılır. İnce martensitin yapısı her zaman hcp dir ve fcc→hcp dönüşümünün basit doğası gereği {111} austenit düzlemlerine paralel bir şekilde oluşur. İnce martensitler o kadar incedirlerki, morfolojik yapı tayini yapmak mümkün olmayabilir yada çok zordur [73]. Yapılan tüm gözlemlerde plakalar o kadar iç içe geçmiş durumdalarki tane içlerindeki martensit morfolojisinden dolayı tane içleri düz bir alanmış gibi görülmektedir. Bir çok numunede görülen plakaların çok sık olarak ve birbiri ile paralellik gösterdikleri, birbirleriyle paralel biçimde istiflenmelere dik bir o kadar daha birbirine paralel istiflenmiş ince plaka olduğu görülmektedir.

(e) 1A numunesinde tane sınırında süreklilik gösteren çizgisel çökelti yapısının hemen altında ise kalın ve bir kama ucunu andıran mızrak uçlu plakalar (tip-shaped) tespit edilmiştir. Bu martensit plakaları yüksek miktarda dislokasyon içerir. Bir dış etki sonucu dislokasyonların hareketi ise termoelastik olmayan Fe-Mn-Si şekil hatırlamalı alaşımlarda yarı termoelastik bir mekanizma oluşturur [6, 7, 18, 24, 74].

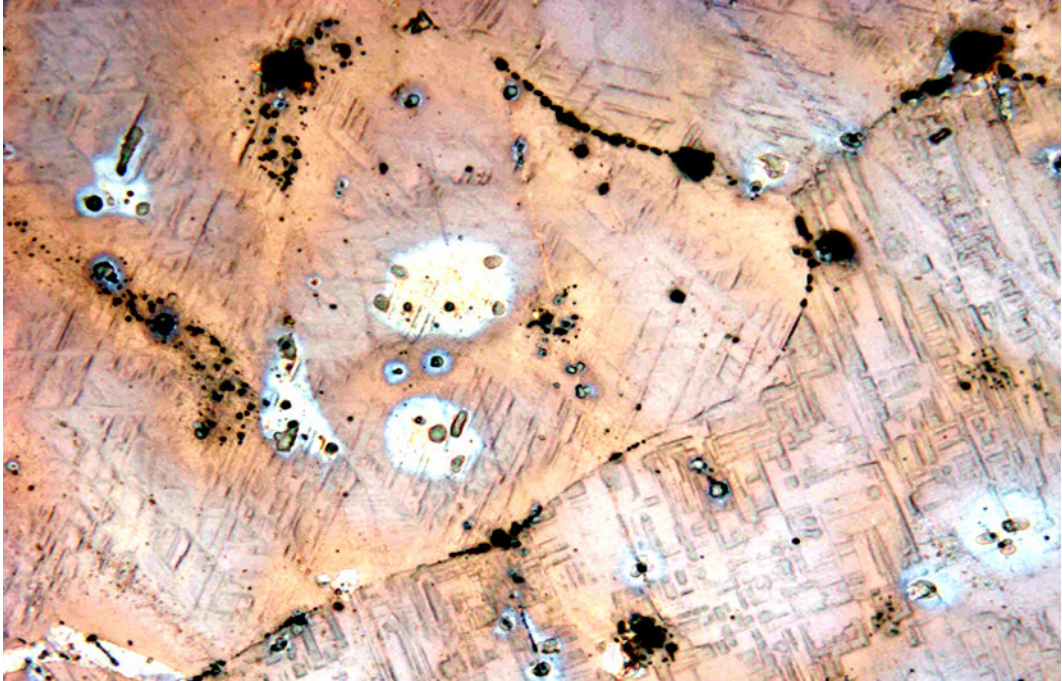
6. 6 Optik Mikroskop Gözlem Sonuçları

Tablo 5. 1 de verilen tüm alaşımlar, Tablo 5. 2 de gösterilen ısı işlemlere tabi tutulup, parlatıldıktan ve FeMnSi alaşımları için Bölüm 5 de belirtilen dağlama çözeltisi ile dağlandıktan sonra optik mikroskopta metalografik olarak incelendi. Polikristal olan bu numunelerin tane yapıları ve martensit morfolojileri gözlemlendi. Soğutma ortamına bağlı olarak ortaya çıkan çökelti fazları gözlemlendi. Bu çökeltilerin soğutma ortamına göre çökelti yoğunluklarının değişimleri incelendi. Önceki kısımlarda bahsedilen X-ışınları sonuçlarına göre buradaki çökelti fazlarının da büyük bir ihtimalle $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalığı olduğu tahmin edilmektedir.

6. 6. 1 Alaşım 1 üzerinde optik mikroskop gözlem sonuçları

Şekil 6. 96, 1A numunesine aittir. Şekil 6. 96 da mikrografın alt kısmında 2 tane, bu tanenin üst kısmında çok küçük bir bölgede bir tanenin küçük bir bölümü görülmektedir. Tane içlerinde yoğun olmamakla birlikte bir miktar çökelti oluşumu mevcuttur. Tane sınırlarında da sürekli olmasa da bir miktar çökelti gözlenmektedir. Tüm tanelerin içerilerinde çok sayıda martensitik yapılar gözlenmektedir.

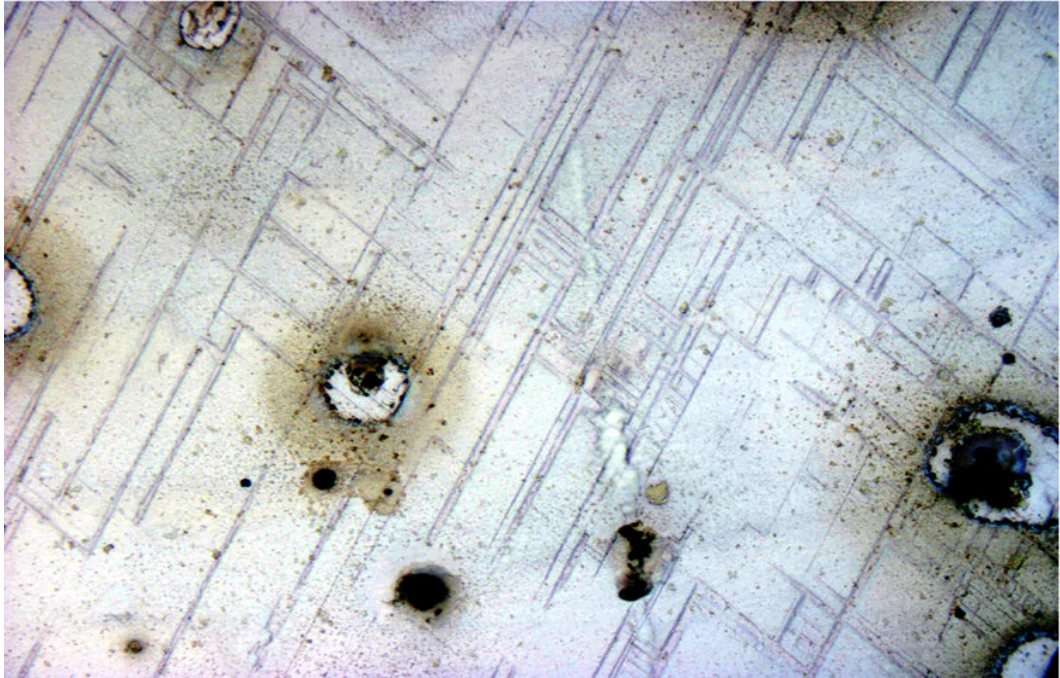
Şekil 6. 97 de gösterilen mikrografi 1B numunesine aittir. Burada 3 tane mevcuttur. Özellikle ortadaki büyük tanede ve bu tanenin hemen sağında ve solundaki tanelerde görülen martensit plakalarının çok farklı yönelimlere sahip oldukları görülmektedir. Bu şekilde meydana gelen martensit plakaları bir dış zor uygulanması veya bu zorun kaldırılması üzerine ileri ve geri doğru hareket ederler. Birbirleriyle uyumlu kabartı grupları genellikle γ -faz bölgesinden ani soğutma işlemleri sonunda ortaya çıktıkları gibi M_s sıcaklığının üstündeki bir sıcaklıktan soğutma ile de oluşabilirler. Mikrograftan da görüleceği gibi tane sınırlarında süreklilik göstermeyen çökeltiler mevcuttur. Şekilde bazı martensit plakaları üzerinde, özelliklede sağ taraftaki tane içerisinde bulunan martensit plakalarında oluşan bazı bandlar görülmektedir. Ortaya çıkan bu bandlar, numunenin çok yüksek sıcaklıklardan ani soğutulması esnasında büyük sıcaklık değişimi sonucunda meydana gelmektedir [26]. Soğutma işlemi esnasında numune büyük bir iç gerilme göstermekte ve bu gerilmeler plakalar üzerinde böyle bandların oluşmasına sebep olmaktadır.



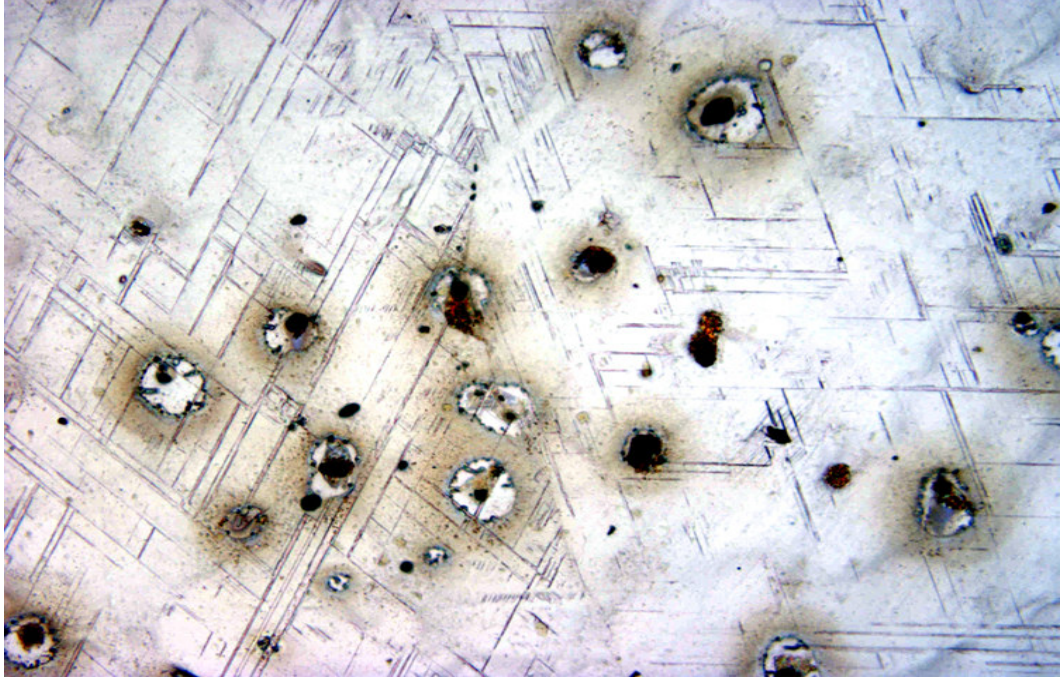
Şekil 6. 96: 1A numunesi içerisinde martensit morfolojisi (x500).



Şekil 6. 97: 1B numunesine ait martensit morfolojisi (x1000).



Şekil 6. 98: 1C numunesine ait farklı yönelime sahip ince martensit plakalar (thin plate martensite) (x500).



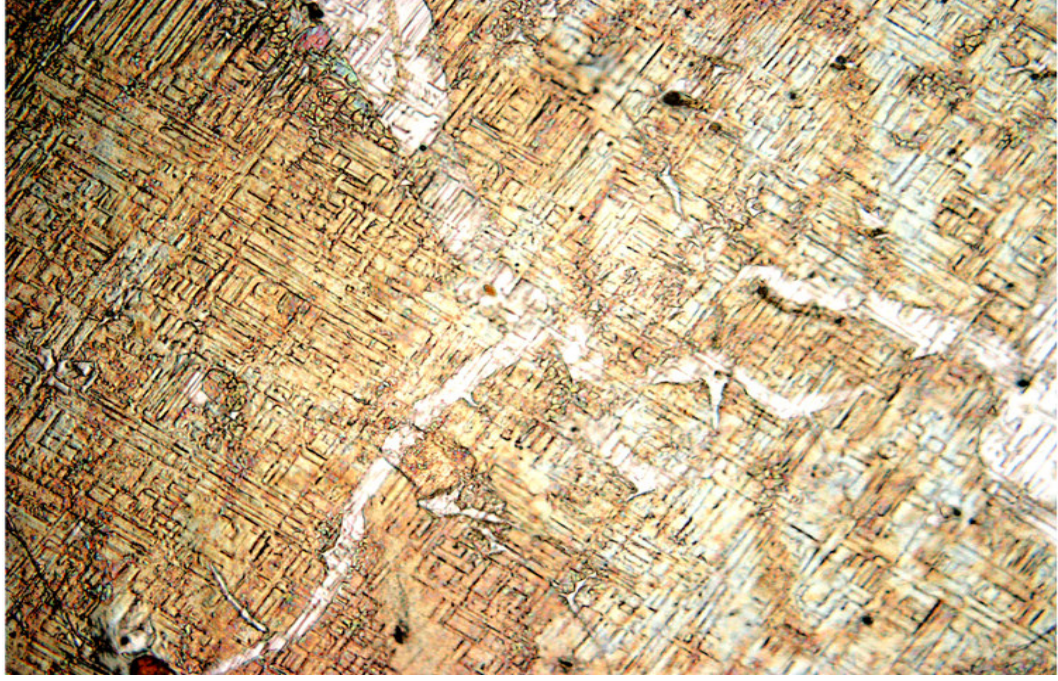
Şekil 6. 99: 1D numunesi içerisinde çökelti oluşumu ve ince martensit plakalar (x500).

Şekil 6. 98 deki mikrograf, 1C numunesinden alınmıştır. Şekilde, bir tanenin içerisinde bir bölüm görülmektedir. Tüm mikrograf içerisinde ince martensit yapılanmaları homojen bir şekilde dağılım göstermişlerdir.

Şekil 6. 99 daki mikrografik 1D numunesinden alınmıştır. Şekilde 2 tane mevcuttur. Tanelerin içerisinde bulunan plakaların yönelimi birbirinden farklıdır ve burada da özellikle tane sınırına doğru olan bölgelerde çökelti fazları mevcuttur. Ancak bu çökelti fazlarının çok azı tam olarak tane sınırında bulunmaktadır.

6. 6. 2 Alaşım 2 üzerinde optik mikroskop gözlem sonuçları

Şekil 6.100, 2A numunesine aittir. Dikkatli bakıldığında Şekil de oluşan plakalar o kadar ince ve o kadar sıkı ki tane sınırlarını bile belirlemek çok güçtür. Ancak mikrografın tümünü dolduran plakalar aynı taramalı elektron mikroskobunda elde edilen görüntülerin bazılarında olduğu gibi sadece tek yönde istiflenmemişler, aynı zamanda bir yönde istiflenen plakalara dik bir şekilde aynı sıklıkta ikinci bir istiflenme daha gerçekleştirmişlerdir. Bu tespit taramalı elektron mikroskobu incelemelerinin sonuç kısmında da yapılmıştır. Bu numune çökelti fazları yok denecek kadar azdır.



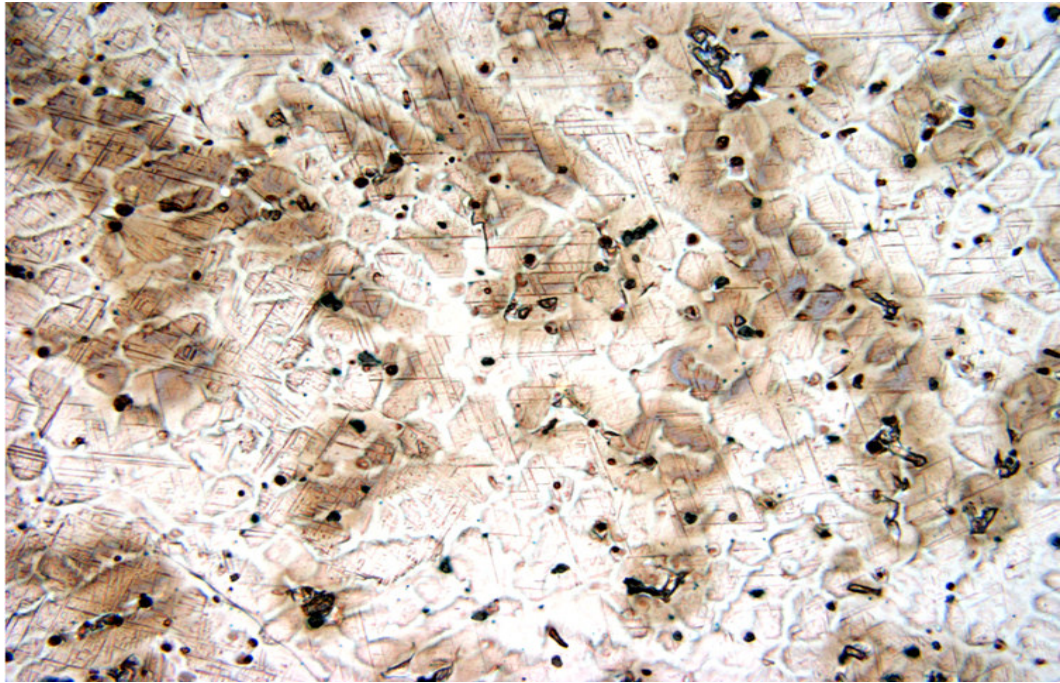
Şekil 6. 100: 2A numunesine ait tane ve plaka yapıları (x500).

Şekil 6.101 mikrografı, 2B numunesinden alınmıştır. Martensit morfolojisini gösteren tipik örnek Şekilde görülmektedir. Burada 2 tane mevcuttur. Her iki tanedeki plakaların farklı yapılaraya sahip oldukları açıkça görülmektedir. Üstteki tane içerisinde mızrak ucu şekilli martensit plakaları yoğun olarak oluşmuştur. Ayrıca, alt taraftaki tanenin plakalarının tüm tane boyunca yatay olarak tane sınırına kadar ince şeritler şeklinde meydana geldiği açıkça görülmektedir. Numune içerisinde özellikle tane sınırında dizilmiş süreksiz çökelti fazları ve her iki tane içerisinde çok yoğun olmasada bir miktar çökelti fazının varlığı görülmektedir.

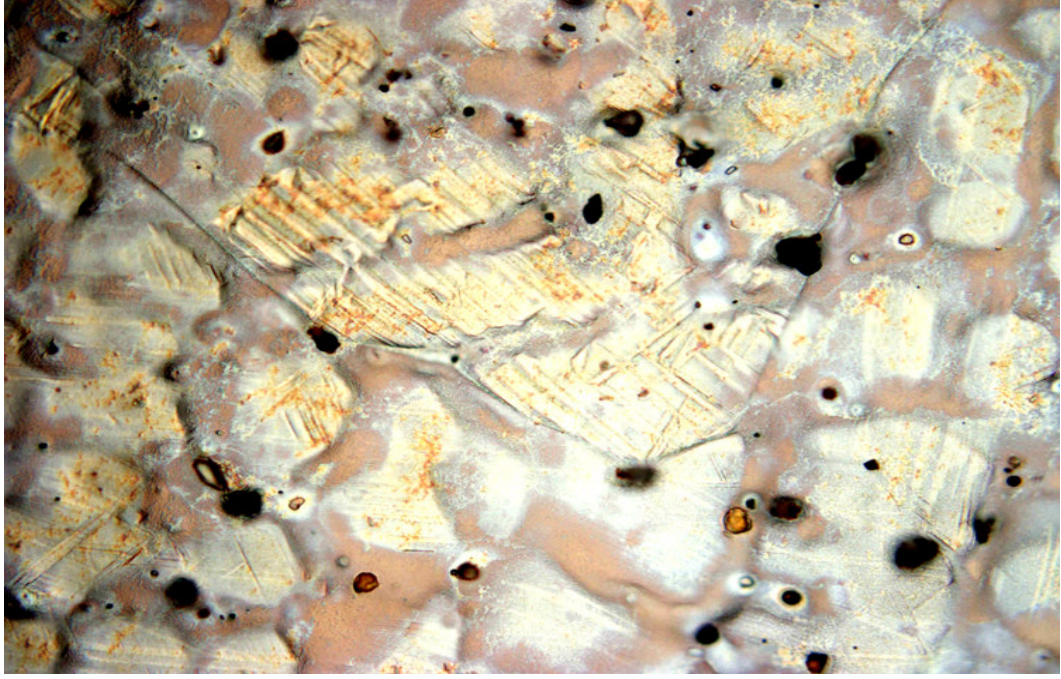
Şekil 6.102, 2C numunesinden alınmıştır. Bu mikrograf, tek tane içerisinde bir bölgenin fotoğrafıdır. Bu numuneye ait mikrografda çok küçük, ince ve farklı yönelimli plakalar görülmektedir. Ayrıca diğer birçok numunede olduğu gibi bu numunede tane içerisinde birçok küçük çökelti fazı görülmektedir. Ancak yine de bu çökelti fazları genel görüntü içerisinde çok fazla yer işgal etmemektedirler.



Şekil 6. 101: 2B numunesine ait martensit morfolojisi (x500).



Şekil 6. 102: 2C numunesine ait morfoloji (x200)

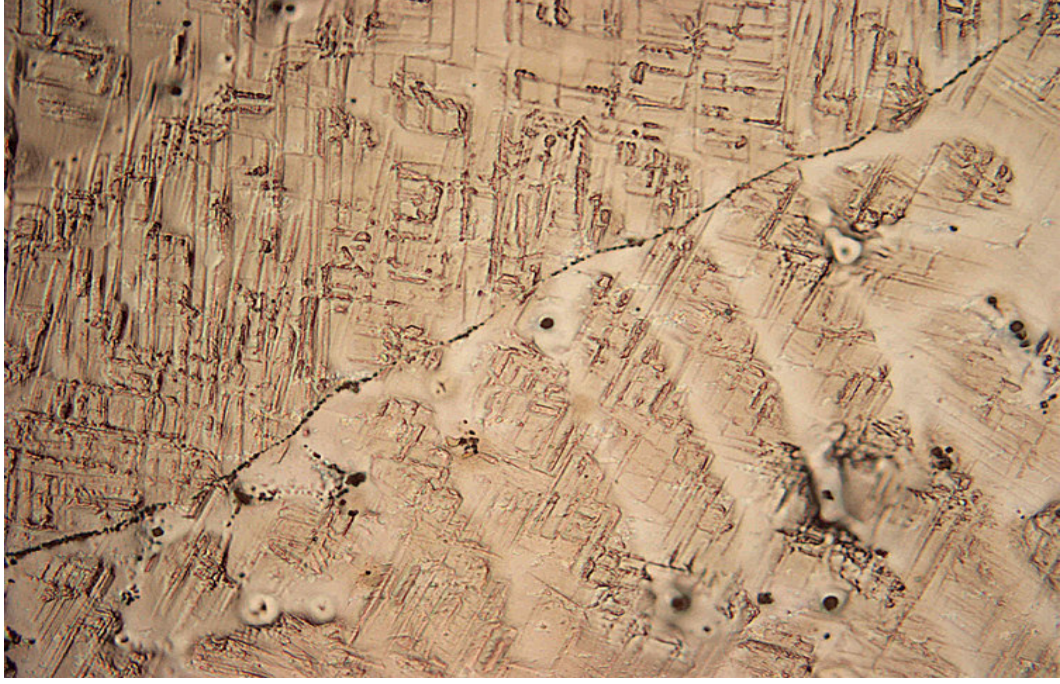


Şekil 6. 103: 2D numunesindeki tane yapılanması (x500).

Şekil 6.103 de gösterilen mikrograf, 2D numunesinden alınmıştır. Fotoğrafta 2 tane mevcuttur. Üst kısımdaki tane bir uzantı şeklinde alt kısımdaki taneye doğru yayılmıştır. Bu numuneye ait mikrografta çok az miktarda çökelti fazları görülmesine rağmen, tane sınırı boyunca devam eden çökelti fazları yerine bu oluşumların taneler içerisine dağılmış oldukları gözlenmektedir. Ancak tane sınırında da birkaç tane çökelti vardır. Bu mikrograftan da görülebileceği gibi üst kısımdaki tane içerisinde bir miktar plaka yapılanması bulunmaktadır.

6.6. 3 Aşım 3 üzerinde optik mikroskop gözlem sonuçları

Şekil 6.104, 3A numunesine aittir. Şekilde 2 tane mevcuttur. Taneler içerisinde çökelti fazları hemen hemen yok gibidir. Ancak tane sınırları boyunca süresiz küçük çökelti fazları görülmektedir. Tane içlerinde martensit plakaları çok belirgindir. Bu martensit plakaları o kadar yoğunurki neredeyse iç içe girmişlerdir.

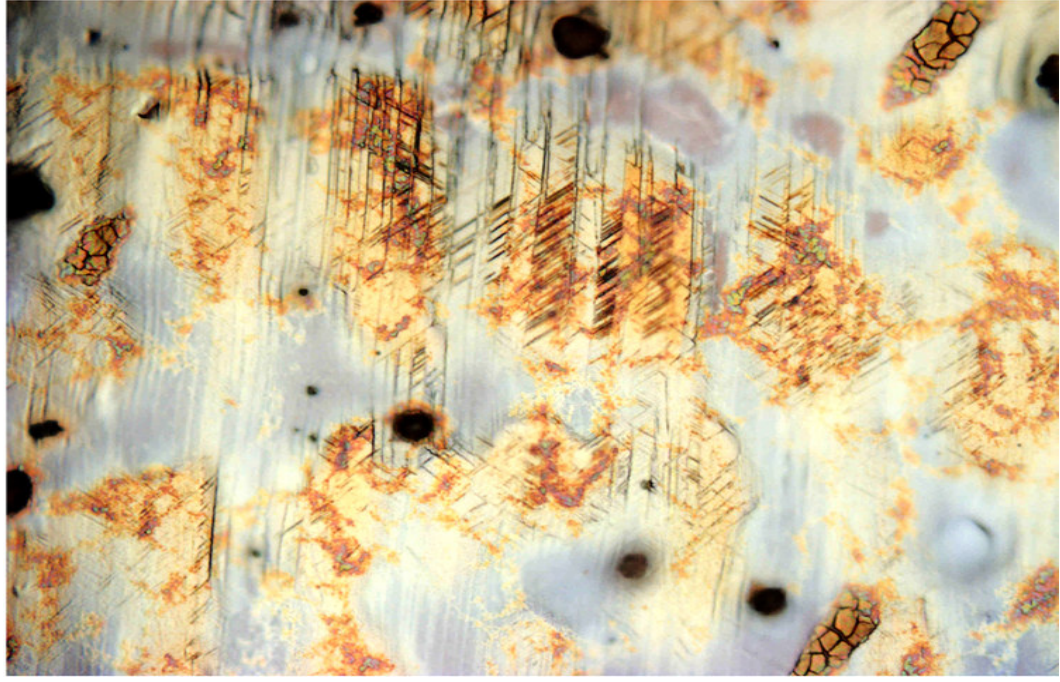


Şekil 6. 104: 3A numunesi içerisinde martensit yapısı (x500).

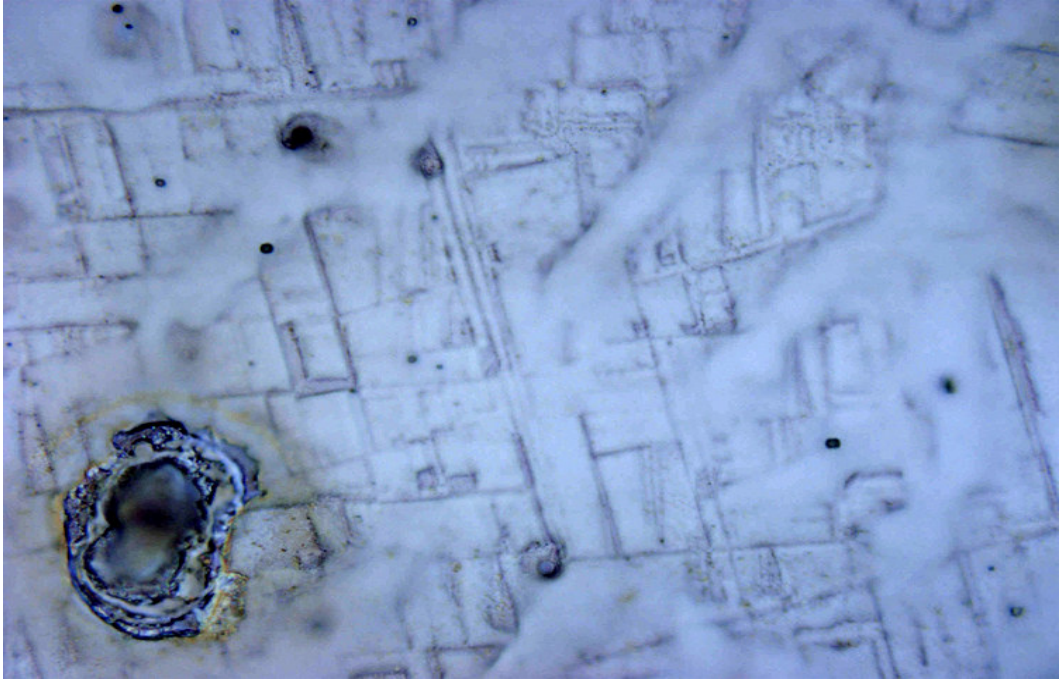
Şekil 6.105 de gösterilen mikrograf 3B numunesine aittir. Burada 1 tanenin içerisinde bir bölge gösterilmektedir. Mikrograftan da görüleceği gibi özellikle ortada bazı martensit plakaları üzerinde oluşan ve enine olarak plakayı bütünüyle geçen bazı bandlar görülmektedir. Ortaya çıkan bu bandlar, numunenin çok yüksek sıcaklıklardan ani soğutulması esnasında büyük sıcaklık değişimi sonucunda meydana gelmektedir. Soğutma işlemi esnasında numune büyük bir iç gerilme göstermekte ve bu gerilmeler plakalar üzerinde böyle bandların oluşmasına sebep olmaktadır [26]. Bunun dışında yoğun olmamakla birlikte yüzey üzerinde bir miktar çökelti fazı görülmektedir.

Şekil 6.106 deki mikrograf, 3C numunesinden alınmıştır. Şekilde, bir tanenin içerisinde bir bölge görülmektedir. Yapılan bu soğutma işleminin sonunda, numunelerin içerisinde bir hasır gibi örülmüş ve çok sık martensit plakaları oluşmuştur

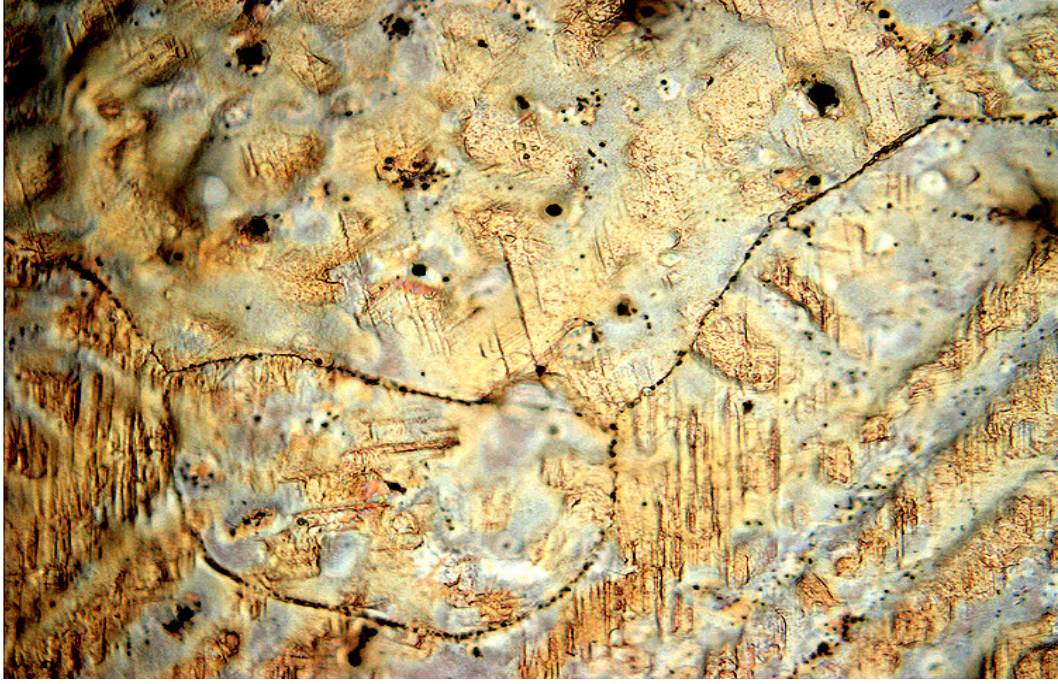
Şekil 6.107 deki mikrografı 3D numunesine aittir. Şekilde 4 tane mevcuttur. Alt ve üst kısımda iki büyük tane, ortada onlara nispeten daha küçük bir tane ve üst sağ köşede başka bir tanenin küçük bir kısmı görülmektedir. Tane sınırları tamamiyle süresiz küçük çökeltilerden oluşmuştur. Özellikle alt kısımda bulunan büyük tane ve ortada bulunan küçük tanenin içerisinde plakalar görülmektedir. Alt kısımdaki tane ile ortada bulunan küçük tanenin içerisindeki plakalar birbirlerine göre farklı yönelime sahiptirler.



Şekil 6. 105: 3B numunesine ait martensit morfolojisi (x1000).



Şekil 6. 106: 3C numunesine ait farklı yönelime sahip martensit plakalar (x1000).



Şekil 6. 107: 3D numunesine ait morfoloji (x500).

6. 6. 4 Alaşım 4 üzerinde optik mikroskop gözlem sonuçları

Üzerinde metalografik inceleme yapılan Alaşım 4 numunelerinin hepsi, önce 1000°C deki γ -faz bölgesinde 60 dakika süre ile homojenleştirme işlemine tabi tutuldu. Daha sonra da farklı ortamlarda soğutuldu veya soğutma ortamlarında 1 saat süreyle bekletildi.

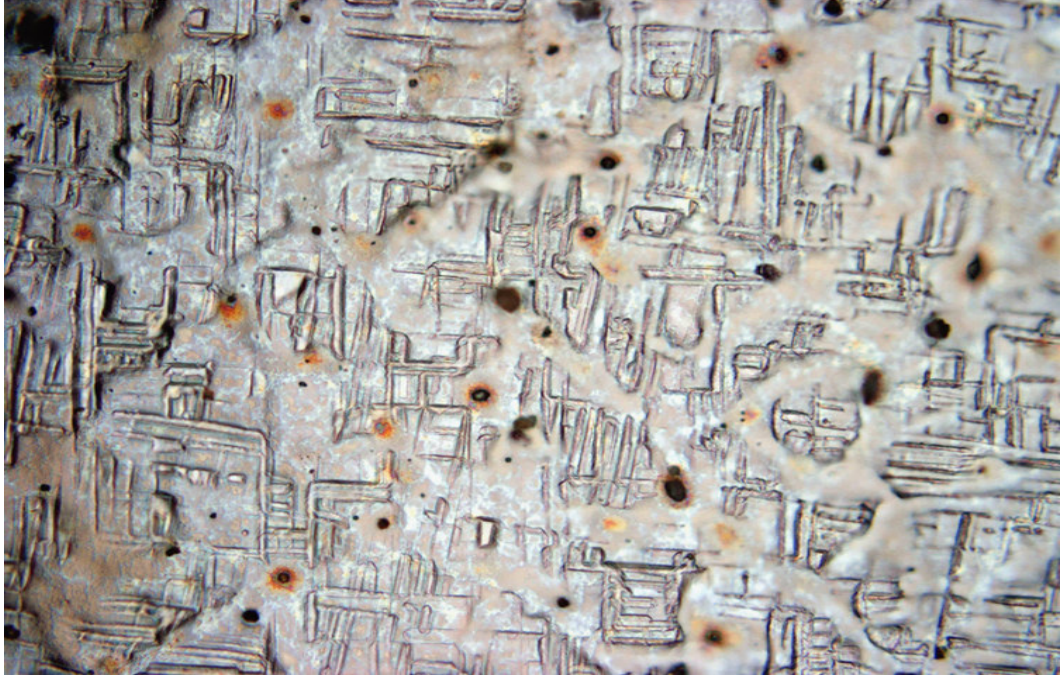
Şekil 6.108, 4A numunesine aittir. Şekilde, bir tanenin içerisinde bir kısmın gösterildiği mikrograf görülmektedir. Şekilde oluşan martensit yapılar tüm mikrografın alanını kapsayacak şekilde her tarafa dağılmışlardır ve bu alan içerisinde çok yoğunlardır. Yapıda görünen çökelti miktarı çok azdır.

Şekil 6.109 mikrografı, 4B numunesinden alınmıştır. Mikrografigin üst kısmında iki büyük, alt kısmında bir büyük, ortasında ve sağ kısmında ise iki küçük tane olmak üzere 5 tane görülmektedir. Tane sınırlarını diğer bazı numunelerde olduğu gibi küçük süresiz çökelti dizilimleri belirlemiştir. Sağ taraftaki tanenin alt kısmını belirleyen tane sınırını yoğun çökelti fazları belirlemiştir. Özellikle üst kısımdaki iki büyük tane içerisinde boydan boya uzanmış ince şerit şeklinde plaka yapılanmaları görülmektedir. Her iki tanenin ortak tane sınırında kesişen

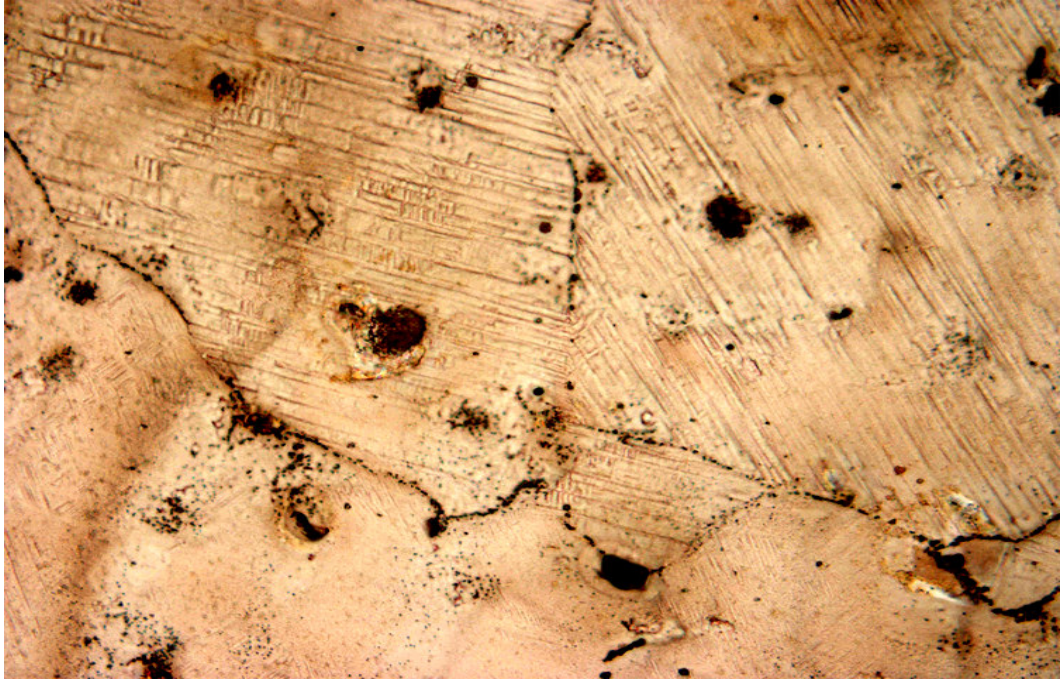
plakaların yönelimleri birbirleriyle belli bir açı yapacak şekildedir. Bunun dışında bu plaka yapılanmalarına ortadaki küçük tane içerisinde de rastlamaktayız.

Şekil 6.110, 4C numunesinden alınmıştır. Bu mikrograf tek tane içerisinden bir bölgenin fotoğrafıdır. Bu numuneye ait mikrografda tıpkı bir mızrak ucu gibi oluşmuş yapılanmalar yoğun ve tüm mikrografı kaplayacak şekilde göze çarpmaktadır.

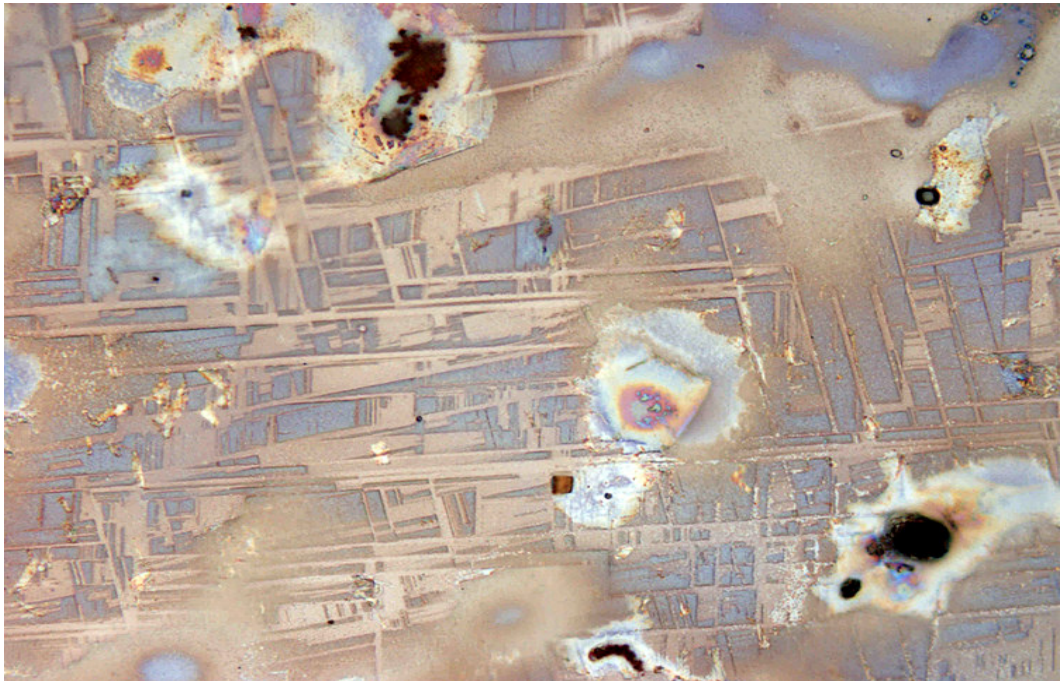
Şekil 6.111 de gösterilen mikrograf, 4D numunesinden alınmıştır. Fotoğrafta 2 tane mevcuttur ve çökelti fazı görülmemektedir. Sağ taraftaki tane içerisinde yönelimleri farklı ve birbiriyle uyumlu yoğun bir şekilde istiflenmiş martensit plakaları görülmektedir. Sağ taraftaki tane ise martensit plakalarının yoğunluğu açısından çok daha zengin ve bir o kadar da karmaşıktır. Bu tane içerisinde sadece ince plakalar değil mızrak ucunu andıran martensit plakaları da yapıya bir yoğunluk kazandırmıştır.



Şekil 6. 108: 4A numunesine ait martensit yapıları (x1000).



Şekil 6. 109: 4B numunesine ait yüzey morfolojisi (x500).



Şekil 6. 110: 4C numunesine ait martensit morfolojisi (x1000)



Şekil 6. 111: 4D numunesinde görülen martensit yapıları (x200).

Sonuç olarak;

a) Metalografik incelemeler malzemelerin morfolojisinde birçok yüzey kabartılarının olduğunu göstermiştir. Bu gözlem sonuçları X-ışını analizleri ile birleştirilince, bu morfolojik gözlemlerin martensit yapıları olduğu kesin bir şekilde anlaşılmaktadır.

b) Tüm fotoğraflar karşılaştırıldığında numunelerin morfolojilerinde birbirine benzer birçok yapının olduğu görülmektedir. Bu durum X-ışınlarından da görülmektedir.

c) Özellikle tane sınırlarında olmak üzere bazı numunelerde çökelti fazlarına rastlanmıştır.

d) Cr katkılı 3B numunesine ait bazı martensit plakaları üzerinde oluşan ve enine olarak plakayı bütünüyle geçen bazı bandlar tespit edilmiştir. Ortaya çıkan bu bandlar, numunenin çok yüksek sıcaklıklardan ani soğutulması esnasında büyük sıcaklık değişimi sonucunda meydana gelmektedir. Soğutma işlemi esnasında numune büyük bir iç gerilme göstermekte ve bu gerilmeler plakalar üzerinde böyle bandların oluşmasına sebep olmaktadır [26].

6. 7 Çekme Deneyleri ve Ölçüm Sonuçları

Tablo 5. 1 de ağırlık yüzdeleri verilen alaşımların her birine Tablo 5. 2 de gösterilen ısıtma işlemlerinden yalnızca A grubu uygulandı. Bu alaşımların şekil hatırlama davranışlarını incelemek amacıyla aşağıda belirtilen termomekaniksel işlemler gerçekleştirildi.

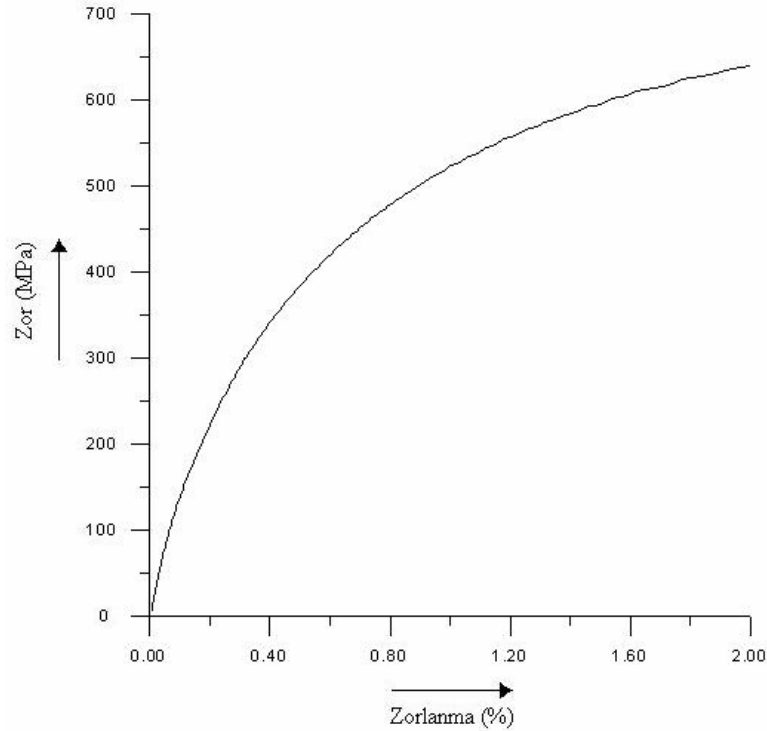
Zor uygulayarak termomekaniksel çevrimin etkisini inceleyebilmek için 29x10,10x2,50 mm ebatlarındaki numunelere %2 lik bir deformasyon uygulandı ve daha sonra 300 s fırın içerisinde bekletildi. Fırın sıcaklığı 600 °C de tutuldu. Bu işleme tekrar tekrar üç kez devam edildi. Numunenin, çekme işlemine tabi tutulmadan önce boyu (L_{n-1}) ölçülmüş, ardından çekme işlemi bittikten sonra boyu ölçülmüş (L_n) ve ısıtma işleminden hemen sonra boyu (L_{n+1}) ölçülmüştür. Numuneye uygulanan farklı zorların etkilerini görebilmek için ise aynı işlemler her bir çevrimde numunenin deformasyon oranını değiştirmek suretiyle yenilenmiştir. Numunenin sertliğinde meydana gelen değişimler, çekme işlemi gerçekleşmeden önce, çekme işleminden hemen sonra ve ısıtma işlemi uygulandıktan sonra, Vickers sertlik ölçümleri alınarak incelenmiştir. Tüm sertlik ölçümlerde uygun ölçüm mekanizmasının sağlanabilmesi için 10kg lık sabit bir yük kullanılmıştır. Bu deneyler gerçekleştirilirken Alaşım 1 e ait numune ikinci çekme işlemini yapmak amacıyla cihaza bağlanma esnasında kopmuştur. Yeterince numune olmadığından, Alaşım 1 e ait çekme ölçümleri birinci ölçüm alındıktan sonra alınamamıştır.

Genel olarak metallerin deforme edilmesi sonucu dislokasyonların çoğalması ile ilgili olan elastik ve plastik iki bölge olduğu iyi bilinir. Fakat bu konuda şekil hatırlamalı alaşım olarak bilinen malzemeler biraz daha farklı özellik gösterirler. FeMnSi alaşımları zor-etkili şekil hatırlamalı alaşım olduğundan bu süreç iki değil üç kısıma ayrılır. Bu süreçler elastik şekil değiştirme, $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitik dönüşüm süreci ve plastik şekil değiştirme sürecidir. Fe-Mn-Si alaşımlarında, şekil hatırlama olayı, Shockley kısmi dislokasyonlarının geri hareketiyle fcc (γ) $\leftrightarrow$ hcp (ϵ) dönüşümlerinin gerçekleşmesiyle meydana gelir. Mekanik deneyleri, Fe-Mn-Si alaşımlarında şekil hatırlama etkisinin zor-etkili dönüşümlerde, termal dönüşümlere göre yaklaşık on kat daha kaliteli olduğunu göstermiştir. Fe-Mn-Si alaşımlarında genellikle şekil hatırlama etkisi geri dönüşebilen zorlanma yüzdesiyle yada geri dönüşebilme oranı (recovery rate), η ile tespit edilir [47]. Geri dönüşebilme oranı, η

$$\eta = (L_n - L_{n+1}) / (L_n - L_{n-1}) \quad (6.5)$$

şeklinde hesaplanır [47]. Şekil hatırlama oranı ise $100 \times \eta$ şekilde bulunur [68]. Son yıllarda, Fe-Mn-Si alaşımlarının şekil hatırlama etkisinin termomekaniksel işlemlerden etkilendiği artık doğrulanmıştır. Bu yüzden birçok çalışmalarda malzemeye oda sıcaklığında küçük miktarlarda zor uygulanıp daha sonrada 500-600°C derecelerde ısıtıl işlem uygulayarak, şekil hatırlama etkisi ölçülmeye çalışılmaktadır [10, 48].

Şekil 6. 112 de %2 deformasyon uygulanan Alaşım 1 e ait zor-zorlanma eğrisi görülmektedir. İlk ölçümden sonra 2. ölçüm başlarken numune koptuğundan daha sonraki ölçümler alınamamıştır. Numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 640 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 267 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 273 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtıl işlem uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 281 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %47 şeklinde hesaplanmıştır.



Şekil 6. 112: Alaşım 1 in %2 deforme edilmesi ile elde edilen zor-zorlanma eğrisi.

Şekil 6. 113 de, %2 deformasyon uygulanarak üç çevrim yapılan Alaşım 2 ye ait zor-zorlanma eğrisi görülmektedir. 1. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 371 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 227 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 251 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 212 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %88 şeklinde hesaplanmıştır. 2. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 342 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 212 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 237 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 210 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise % 68 olarak hesaplanmıştır. 3. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 340 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 210 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 233 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 212 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %80 şeklinde hesaplanmıştır.

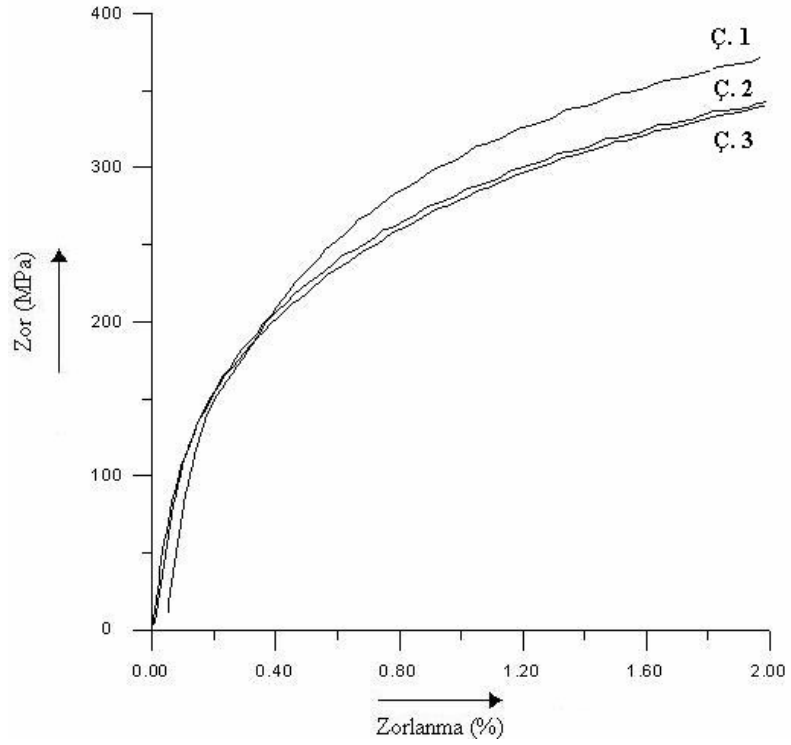
Şekil 6. 114 de, %2, %2,5 ve %3 deformasyon uygulanarak üç çevrim yapılan Alaşım 2 ye ait zor-zorlanma eğrisi görülmektedir. 1. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 340 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 210 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 233 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 212 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %80 şeklinde hesaplanmıştır. 2. çevrimde numuneyi %2,5 deforme edebilmek için numuneye 357 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 212 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 245 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 216 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %77 şeklinde hesaplanmıştır. 3. çevrimde numuneyi %3 deforme edebilmek için numuneye 378 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 216 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 253 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 216 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %77 şeklinde hesaplanmıştır.

işlem uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalaması 228 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %66 şeklinde hesaplanmıştır.

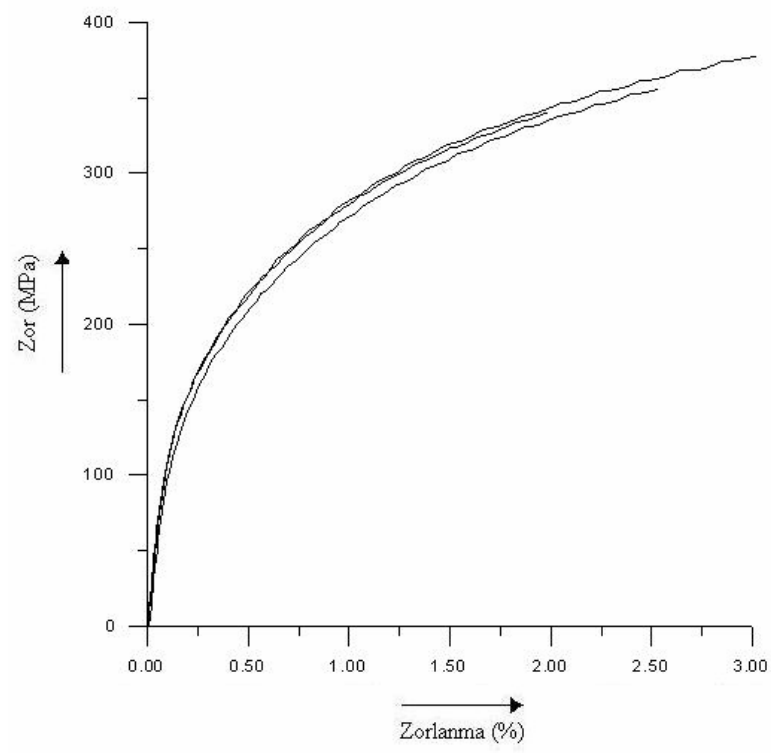
Şekil 6. 115 de, %2 deformasyon uygulanarak üç çevrim yapılan Alaşım 3 e ait zor-zorlanma eğrisi görülmektedir. 1. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 451 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 217 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 242 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalaması 217 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %64 şeklinde hesaplanmıştır. 2. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 389 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 217 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 254 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalaması 222 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %75 şeklinde hesaplanmıştır. 3. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 347 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 222 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 251 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalaması 222 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %76 şeklinde hesaplanmıştır.

Şekil 6. 116 da, %2, %2,5 ve %3 deformasyon uygulanarak üç çevrim yapılan Alaşım 3 e ait zor-zorlanma eğrisi görülmektedir. 1. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 347 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 222 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 251 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalaması 222 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %76 şeklinde hesaplanmıştır. 2. çevrimde numuneyi %2,5 deforme edebilmek için numuneye 354 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 222 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 256 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalaması 231 VSN dir. Numuneye ait

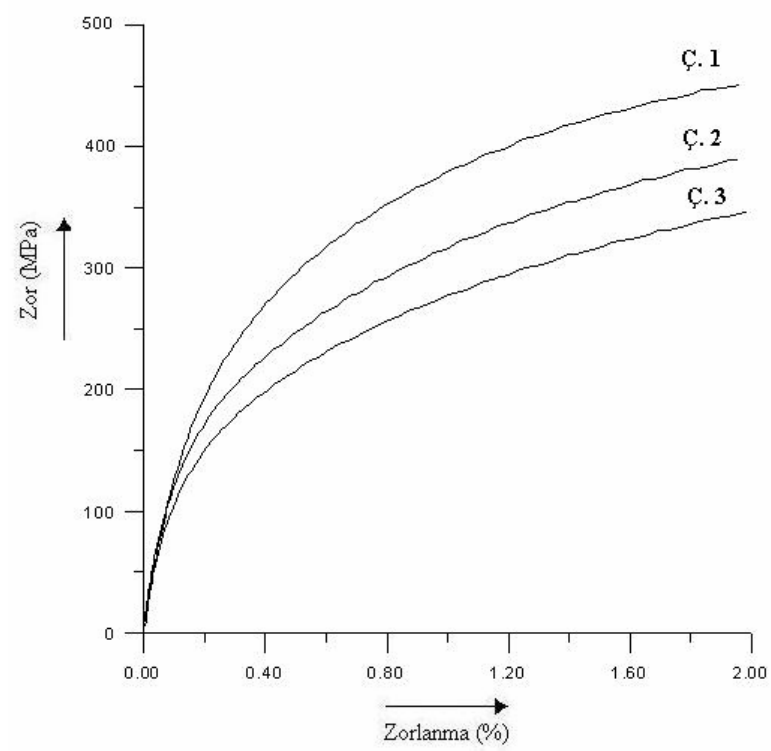
şekil hatırlama oranı ise %79 şeklinde hesaplanmıştır. 3. çevrimde numuneyi %3 deforme edebilmek için numuneye 370 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 231 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 262 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtıl işlem uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 226 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %80 şeklinde hesaplanmıştır.



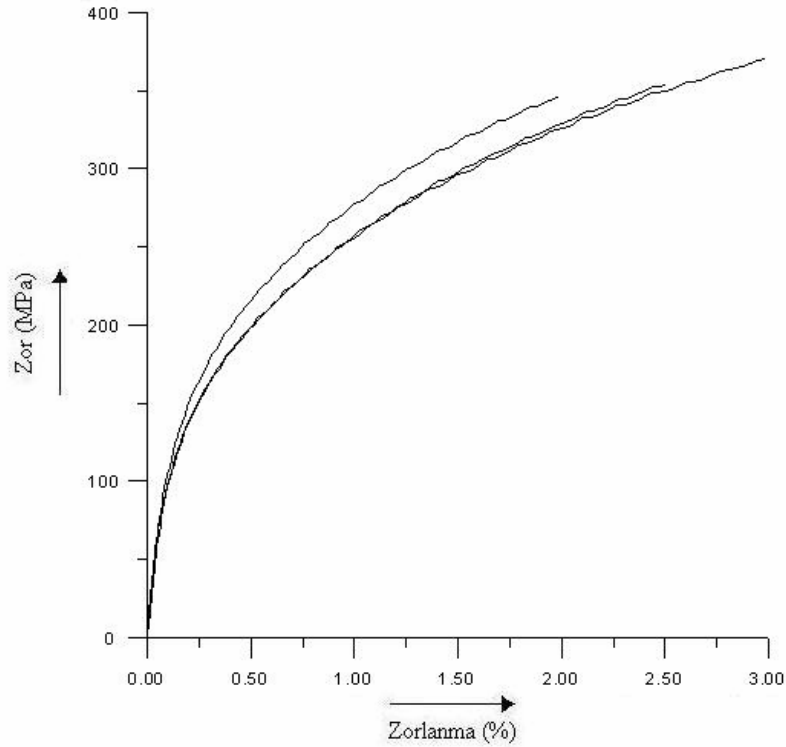
Şekil 6. 113: %2 deforme edilerek üç çevrim yapılan Alaşım 2 ye ait zor-zorlanma eğrisi.



Şekil 6.114: %2, %2,5 ve %3 deforme edilen Alaşım 2 ye ait zor-zorlanma eğrisi.



Şekil 6. 115: %2 deforme edilerek üç çevrim yapılan Alaşım 3 e ait zor-zorlanma eğrisi.



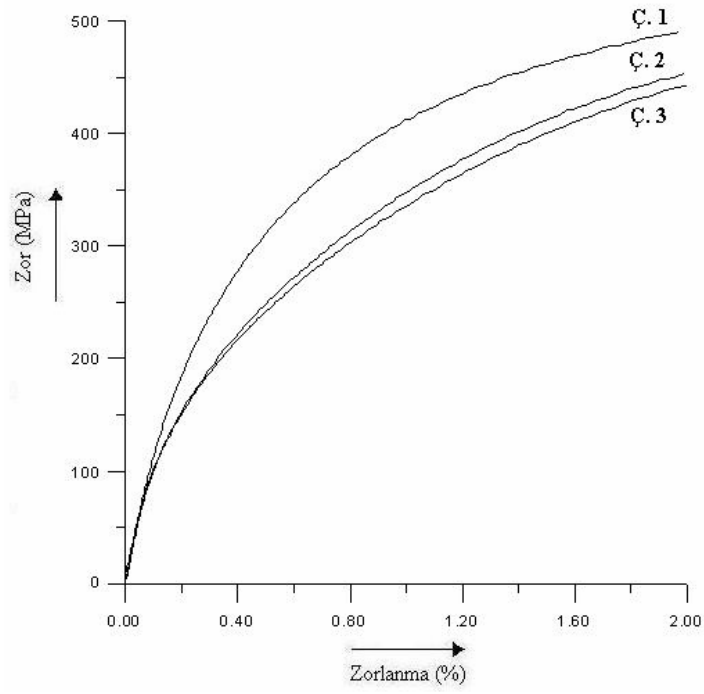
Şekil 6. 116: %2, %2,5 ve %3 deforme edilen Alaşım 3 e ait zor-zorlanma eğrisi.

Şekil 6. 117 de, %2 deformasyon uygulanarak üç çevrim yapılan Alaşım 4 e ait zor-zorlanma eğrisi görülmektedir. 1. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 490 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 260 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 295 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 266 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %64 şeklinde hesaplanmıştır. 2. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 453 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 266 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 278 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 265 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %85 şeklinde hesaplanmıştır. 3. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 443 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 265 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 282 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtma işlemi uygulandıktan

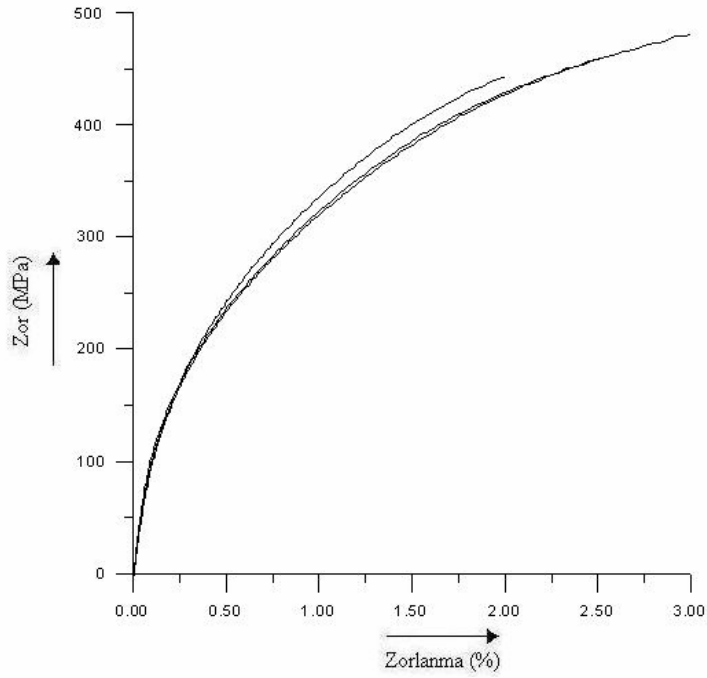
sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 251 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %77 şeklinde hesaplanmıştır.

Şekil 6. 118 de, %2, %2,5 ve %3 deformasyon uygulanarak üç çevrim yapılan Alaşım 4 e ait zor-zorlanma eğrisi görülmektedir. 1. çevrimde numuneyi %2 deforme edebilmek için numuneye 443 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 265 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 282 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtıl işlem uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 251 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %77 şeklinde hesaplanmıştır. 2. çevrimde numuneyi %2,5 deforme edebilmek için numuneye 359 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 251 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 278 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtıl işlem uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 272 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %78 şeklinde hesaplanmıştır. 3. çevrimde numuneyi %3 deforme edebilmek için numuneye 482 MPa lık bir zor uygulanmıştır. Numune çekme işlemine tabi tutulmadan önce numuneden alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması 272 VSN, numune çekme işlemine tabi tutulduktan sonra alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması, 303 VSN ve numuneye 600°C de 300s ısıtıl işlem uygulandıktan sonra alınan sertlik değerlerinin ortalamasıda 269 VSN dir. Numuneye ait şekil hatırlama oranı ise %68 şeklinde hesaplanmıştır.

Tablo 6. 25 de çevrim sayısına ve artan zorlanma miktarlarına göre numunelere uygulanan zor miktarları, her bir işlem sonucunda numunelerin şekil hatırlama oranları ve uygulanan termomekaniksel işlemler için numunelerin çekme testi uygulanmadan ölçülen sertlik değerleri ortalamaları (n-1)., çekme testi uygulandıktan sonra (n). sertlik ortalamaları ve numuneye ısıtıl işlem uygulandıktan sonra numuneden alınan sertlik değerlerinin ortalaması (n+1) ile verilmiştir. Tablolardan da görüldüğü gibi ısıtıl işlemler sonunda alınan sertlik değerleri, çekme testi uygulanmadan önce elde edilen sertlik ortalaması değerlerine çok yakındır. Bu ise sertlik ortalamalarının şekil hatırlama özelliğini incelemek için kullanılabileceğini göstermektedir.



Şekil 6. 117: %2 deforme edilerek üç çevrim yapılan Alaşım 4 e ait zor-zorlanma eğrisi.



Şekil 6. 118: %2, %2,5 ve %3 deforme edilen Alaşım 4 e ait zor-zorlanma eğrisi.

Tablo 6. 25: Alaşım 1, Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 için çevrim sayısına ve artan zorlanma değerlerine göre şekil hatırlama oranı ve termomekaniksel işlemler sonucu numunelerin sertlik ortalaması (Her bir çevrim içerisinde (n-1) çekme işleminden önce, n çekme işleminden sonra ve (n+1) ise 600°C ısıtıl işlem uygulandıktan sonra alınan sertlik ortalamalarını göstermektedir).

		A1a1m 1				A1a1m 2			
Çevr. Say.	Zorlanma (%)	Zor (MPa)	Şekil Hatırlama Oranı (%)	Serlik Ortalaması (VSN)		Zor (MPa)	Şekil Hatırlama Oranı (%)	Serlik Ortalaması (VSN)	
1	2	640	47	(n-1).	267	371	88	(n-1).	227
				n.	273			n.	251
				(n+1).	281			(n+1).	212
2	2	-	-	(n-1).	-	342	68	(n-1).	212
				n.	-			n.	237
				(n+1).	-			(n+1).	210
3	2	-	-	(n-1).	-	340	80	(n-1).	210
				n.	-			n.	233
				(n+1).	-			(n+1).	212
-	2,5	-	-	(n-1).	-	357	77	(n-1).	212
				n.	-			n.	245
				(n+1).	-			(n+1).	216
-	3	-	-	(n-1).	-	378	66	(n-1).	216
				n.	-			n.	253
				(n+1).	-			(n+1).	228
		A1a1m 3				A1a1m 4			
Çevr. Say.	Zorlanma (%)	Zor (MPa)	Şekil Hatırlama Oranı (%)	Serlik Ortalaması (VSN)		Zor (MPa)	Şekil Hatırlama Oranı (%)	Serlik Ortalaması (VSN)	
1	2	451	64	(n-1).	217	490	64	(n-1).	260
				n.	242			n.	295
				(n+1).	217			(n+1).	266
2	2	389	75	(n-1).	217	453	85	(n-1).	266
				n.	254			n.	278
				(n+1).	222			(n+1).	265
3	2	347	76	(n-1).	222	443	77	(n-1).	265
				n.	251			n.	282
				(n+1).	222			(n+1).	251
-	2,5	354	79	(n-1).	222	359	78	(n-1).	251
				n.	256			n.	278
				(n+1).	231			(n+1).	272
-	3	370	80	(n-1).	231	482	68	(n-1).	272
				n.	262			n.	303
				(n+1).	226			(n+1).	269

Sonuç olarak;

(a) Zhang ve arkadaşları Fe-Mn-Si alaşımlarında çekme deneyleri yardımıyla çevrim sayısının termomekaniksel işlemlere etkisini incelerken özellikle ilk çevrim sonrasında olmak üzere çevrim sayısı arttıkça zor-zorlanma eğrilerinde bir alçalma gözlemişlerdir. Bu durumu malzemenin özellikle ilk deformasyondan sonra yapılan ısıtıl işlemde yumuşamasına bağlamışlardır [47]. Çevrim sayısının etkilerini incelediğimiz alaşımlara ait eğrilerden, özellikle ilk işlemde sonra malzemeye uygulanmak istenen deformasyona ulaşmak için daha az zor uygulandığı görülür.

(b) İlk çevrimden sonra gelen çevrimlerde yukarıda bahsedilen ve yapılan her çevrimde meydana gelen yumuşama giderek azalmıştır. Lin ve arkadaşları bu durumu her çevrim esnasında M_f sıcaklığının üzerinde yapılan ısıtıl işlem sonucu meydana gelen tane büyümesine ve tane sınırlarında meydana gelen yeni faz oluşumlarına bağlamışlardır [10].

(c) Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 den alınan şekil hatırlama oranlarının birbirlerine yakın olduğu görülmektedir. Alaşım 1 in ilk çevriminden alınan şekil hatırlama oranının diğer alaşımlardan çok daha düşük çıkmasının sebebinin hazırlanan numunenin incelemeler esnasında kopmasındanda anlaşılacağı gibi iç yapısında büyük çatlaklar yada buna benzer bozuklukların olması ihtimaline bağlanabilir.

(d) Alınan tüm sertlik ölçümlerine bakıldığında çekme deneyleri sonrasında sertliğin arttığı, M_f sıcaklığının üzerinde ısıtıl işlem yapıldığında da sertlik değerlerinin azaldığı görülmektedir. Numuneye zor uygulandıktan sonra numunenin sertliğindeki artış, uygulanan zorun etkisiyle malzemenin iç yapısında meydana gelen $\gamma \rightarrow \epsilon$ ve bazende $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ martensitik dönüşümlerin meydana gelmesine bağlanabilir [54, 75].

(e) Literatürde yapılan incelemelerde termomekaniksel çevrimlerin her safhasında sertlik incelemelerine rastlanmamıştır. Bu çalışmada çekme testlerinden önce alınan sertlik değerleri, çekme testleri sonrasında alınan sertlik değerleri ve çekme testleri sonrası uygulanan ısıtıl işlemlerin ardından alınan sertlik değerleri incelendiğinde sertlik sonuçlarında eski değerlerine yaklaşık olarak geri döndüğü görülmüştür. Bu sonuçlar göz önüne alındığında termomekaniksel işlemler sırasında alınan sertlik değerlerindeki malzemenin şekil hatırlama özelliğinin kalitesini mukayese etmek için kullanılabileceği düşünülebilir.

(f) Diğer alaşımlara göre Cr içeriği fazla olan Alaşım 3 de hem termomekaniksel çevrimleme ile hemde artan zor miktarı ile malzemenin şekil hatırlama oranının arttığı gözlenmiştir. Al oranı fazla olan Alaşım 2 de ise uygulanan zor miktarındaki artışla şekil hatırlama oranının azaldığı gözlenmiştir. Alaşım 4 de ise bu etkiler sonucu çevrim sayısı ile 2. çevrimde meydana

gelen belirgin artış dışında şekil hatırlama etkisinde azalma yada artma yönünde bir değişimin olmadığı görülmüştür.

6. 8 Sertlik Ölçümü Sonuçları

Tablo 5. 1 de ağırlık yüzdeleri verilen FeMnSi alaşımlarına Tablo 5. 2 de gösterilen ısıtma işlemleri uygulandı. Tüm ölçümlerde uygun ölçüm mekanizmasının sağlanabilmesi için 10kg lık sabit bir yük kullanıldı.

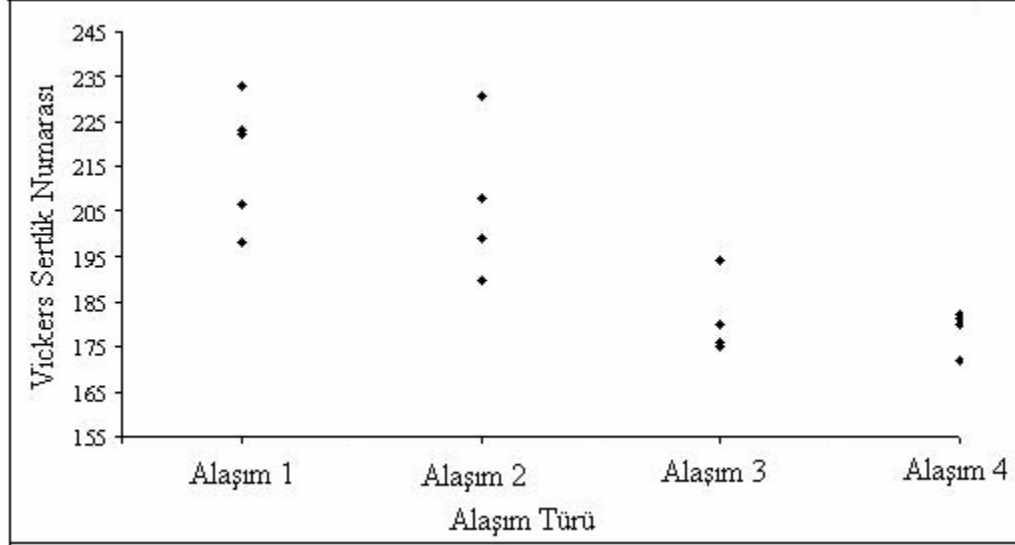
Şekil 6. 119 da Alaşım 1, Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 ün Tablo 5. 2 de verilen A grubu ısıtma işleme tabi tutulmuş numunelerine ait sertlik ölçümleri görülmektedir. Havada soğutma işlemi sonucu malzemelerin ortalama sertlik değerlerinin büyükten küçüğe doğru sırasıyla Alaşım 1, Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 şeklinde olduğu açıkça görülmektedir. Bu işlem sonucunda Alaşım 3 ile Alaşım 4 ün sertliklerinin birbirine çok yakın olduğu anlaşılmıştır. Havada soğutma işlemi uygulandığında numunelerin sertliklerinin 172 VSN ile 233 VSN arasında değerler aldığı görülmüştür. Bu işlem sonunda Alaşım 1 e ait sertlik ortalaması, 217 VSN, Alaşım 2 ye ait sertlik ortalaması, 207 VSN, Alaşım 3 e ait sertlik ortalaması, 184 VSN, Alaşım 4 e ait sertlik ortalaması, 177 VSN olarak bulunmuştur. Vickers sertliğinin artması, daha kararsız durumdan daha kararlı duruma geçişin bir ölçüsüdür [72]. Bu tespiti göre hava ortamında soğutma işleminde en kararlı yapı Alaşım 1 e aittir.

Şekil 6. 120 de Alaşım 1, Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 ün Tablo 5. 2 de verilen B grubu ısıtma işleme tabi tutulmuş numunelerine ait sertlik ölçümleri görülmektedir. Buzlu suda soğutma işlemi sonucu malzemelerin ortalama sertlik değerlerinin büyükten küçüğe doğru sırasıyla Alaşım 4, Alaşım 1, Alaşım 2 ve Alaşım 3 şeklinde olduğu açıkça görülmektedir. Buzlu suda soğutma işlemi uygulandığında numunelerin sertliklerinin 180 VSN ile 237 VSN arasında değerler aldığı görülmüştür. Bu işlem sonunda Alaşım 4 e ait sertlik ortalaması, 229 VSN, Alaşım 1 e ait sertlik ortalaması, 204 VSN, Alaşım 2 ye ait sertlik ortalaması, 200 VSN, Alaşım 3 e ait sertlik ortalaması, 183 VSN olarak bulunmuştur. Bu tespiti göre buzlu suda soğutma işleminde en kararlı yapı Alaşım 4 e aittir.

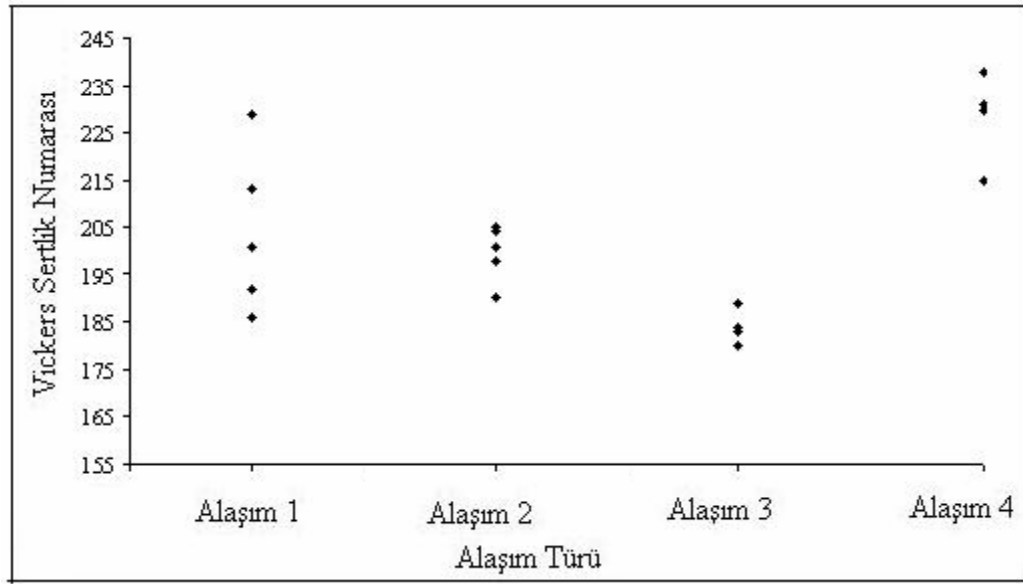
Şekil 6. 121 de Alaşım 1, Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 ün Tablo 5. 2 de verilen C grubu ısıtma işleme tabi tutulmuş numunelerine ait sertlik ölçümleri görülmektedir. Bu soğutma işlemi sonucu malzemelerin ortalama sertlik değerlerinin büyükten küçüğe doğru sırasıyla Alaşım 1, Alaşım 4, Alaşım 3 ve Alaşım 2 şeklinde olduğu açıkça görülmektedir. Havada soğutulduktan sonra

sıvı azot içerisinde kademeli soğutma işlemi uygulandığında numunelerin sertliklerinin 159 VSN ile 232 VSN arasında değerler aldığı görülmüştür. Bu işlem sonunda Alaşım 1 e ait sertlik ortalaması, 216 VSN, Alaşım 4 e ait sertlik ortalaması, 196 VSN, Alaşım 3 e ait sertlik ortalaması, 184 VSN, Alaşım 2 ye ait sertlik ortalaması, 166 VSN olarak bulunmuştur. Bu tespiti göre bu soğutma işleminde en kararlı yapı Alaşım 1 e aittir.

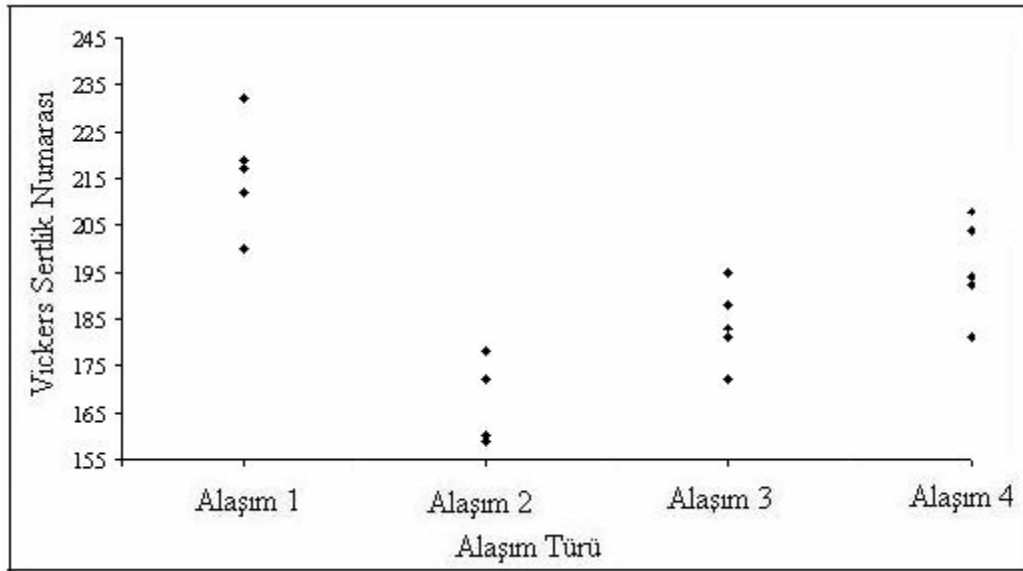
Şekil 6. 122 de Alaşım 1, Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 ün Tablo 5. 2 de verilen D grubu ısıtma işleme tabi tutulmuş numunelerine ait sertlik ölçümleri görülmektedir. Sıvı azot içerisinde soğutma işlemi sonucu malzemelerin ortalama sertlik değerlerinin büyükten küçüğe doğru sırasıyla Alaşım 4, Alaşım 1, Alaşım 3 ve Alaşım 2 şeklinde olduğu görülmektedir. Aslında Alaşım 1 ve Alaşım 4 ün sertlik ortalamaları birbirlerine çok yakındır. Sıvı azot ile soğutma işlemi uygulandığında numunelerin sertliklerinin 164 VSN ile 230 VSN arasında değerler aldığı görülmüştür. Bu işlem sonunda Alaşım 4 e ait sertlik ortalaması, 215 VSN, Alaşım 1 e ait sertlik ortalaması, 214 VSN, Alaşım 3 e ait sertlik ortalaması, 194 VSN, Alaşım 2 ye ait sertlik ortalaması, 174 VSN olarak bulunmuştur. Bu tespiti göre sıvı azot ile yapılan soğutma işleminde en kararlı yapı Alaşım 4 e aittir.



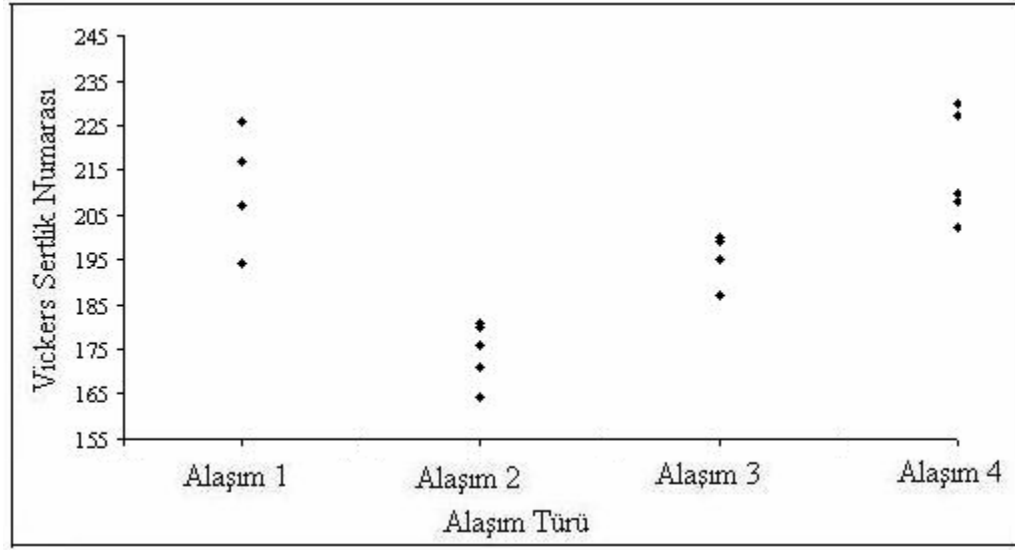
Şekil 6.119: (A) Havada soğutma işlemine göre Alaşımların Vickers sertlik değerleri.



Şekil 6.120: (B) Doğrudan buzlu suda soğutma işlemine göre Alaşımların Vickers sertlik değerleri.



Şekil 6. 121: (C)Havada soğutulduktan sonra sıvı azot içerisine atılan Alaşımların Vickers sertlik değerleri.



Şekil 6. 122: (D) Doğrudan sıvı azot içerisine atılan Alaşımların Vickers sertlik değerleri.

Aynı alaşımların farklı ısıtma işlemlere göre sertliklerindeki değişim ise aşağıda incelendi ve tüm bu sonuçlar Tablo 6. 26 da verildi. Alaşımların tümü 1000°C de 60 dakika homojenleştirme işlemine tabi tutulduktan sonra farklı sıcaklık ortamlarında bekletildiler ve bu durum sonucu sertliklerindeki farklar karşılaştırıldı.

Şekil 6. 123 de 1A, 1B, 1C ve 1D numunelerine ait sertlik ölçümleri görülmektedir. Alaşım 1 in tüm soğutma ortamlarında sertlik değerlerinin birbirine çok yakın olduğu görülmektedir. Buna rağmen en yüksek sertlik değerleri A grubu işlem görmüş numuneye aittir. Tüm soğutma ortamları için numunelerin sertliklerinin 186 VSN ile 232 VSN arasında değerler aldığı görülmüştür. 1A numunesine ait sertlik ortalaması, 217 VSN, 1C numunesine ait sertlik ortalaması, 216 VSN, 1D numunesine ait sertlik ortalaması, 214 VSN, 1B numunesine ait sertlik ortalaması, 204 VSN olarak bulunmuştur. Bu tespiti göre Alaşım 1 e ait en kararlı yapı 1A numunesine aittir.

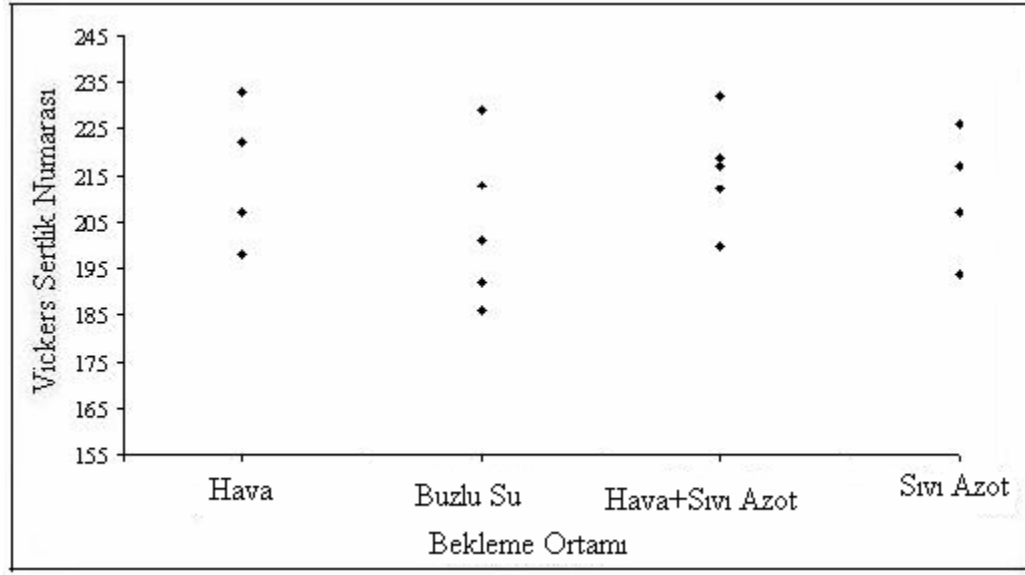
Şekil 6. 124 de 2A, 2B, 2C ve 2D numunelerine ait sertlik ölçümleri görülmektedir. Alaşım 2 ye ait en yüksek sertlik değerleri 2A numunesine aittir. Buna rağmen 2B numunesine ait sertlik değerleri de 2A numunenin sertlik değerlerine yakındır. Tüm soğutma ortamları için numunelerin sertliklerinin 159 VSN ile 231 VSN arasında değerler aldığı görülmüştür. 2A numunesine ait sertlik ortalaması, 207 VSN, 2B numunesine ait sertlik ortalaması, 200 VSN, 2D numunesine ait sertlik ortalaması, 174 VSN, 2C numunesine ait sertlik ortalaması, 166 VSN olarak bulunmuştur. Bu tespiti göre en kararlı yapı hava ortamında 60 dakika bekletilen numuneye aittir.

Şekil 6. 125 de 3A, 3B, 3C ve 3D numunelerine ait sertlik ölçümleri görülmektedir. Alaşım 3 e ait en yüksek sertlik değerleri 3D numunesine aittir. Diğer numunelerin sertlik değerleri ise birbirine çok yakındır. Alaşım 3 e ait sertlik ölçüm değerleri diğer numunelerle karşılaştırıldığında düşük değerlere sahiptir. Tüm soğutma ortamları için numunelerin sertliklerinin 172 VSN ile 200 VSN arasında değerler aldığı görülmüştür. 3D numunesine ait sertlik ortalaması, 194 VSN, 3C numunesine ait sertlik ortalaması, 184 VSN, 3A numunesine ait sertlik ortalaması yine 184 VSN, 3B numunesine ait sertlik ortalaması, 183 VSN olarak bulunmuştur. Bu tespiti göre en kararlı yapı sıvı azot ortamında 60 dakika bekletilen numuneye aittir.

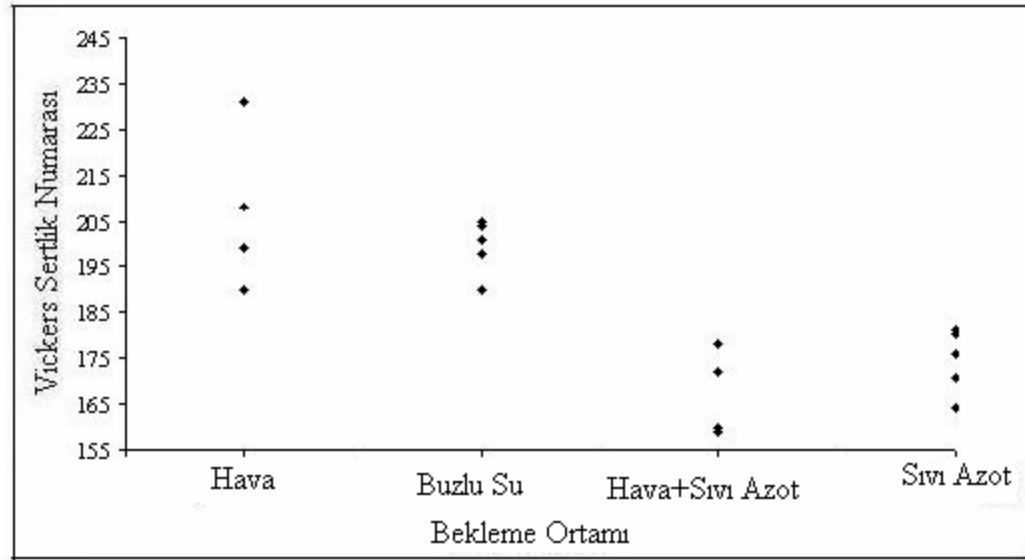
Şekil 6. 126 da Alaşım 4 ün, 4A, 4B, 4C ve 4D numunelerine ait sertlik ölçümleri görülmektedir. Alaşım 4 e ait en yüksek sertlik 4B numunesine aittir. Tüm soğutma ortamları için numunelerin sertliklerinin 172 VSN ile 237 VSN arasında değerler aldığı görülmüştür. 4B numunesine ait sertlik ortalaması, 229 VSN, 4D numunesine ait sertlik ortalaması, 215 VSN, 4C numunesine ait sertlik ortalaması, 196 VSN, 4A numunesine ait sertlik ortalaması, 177 VSN olarak bulunmuştur. Bu tespiti göre en kararlı yapı buzlu su ortamında 60 dakika bekletilen numuneye aittir.

Soğutma ortamı sıcaklığında farklı bekleme sürelerinin etkisini görebilmek için buzlu suda 60 dakika bekletildikten sonra sertlik ölçümleri alınan numuneler daha sonra buzlu su ortamında 60 dakika daha tutuldular ve yine herbirinin sertlik değeri ölçüldü. Şekil 6. 127 de Alaşım 1, Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 ün homojenleştirme işlemine tabi tutulduktan sonra doğrudan buzlu su ortamında 120 dakika bekleyen numunelere ait sertlik ölçümleri görülmektedir. Bu işlem sonunda Alaşım 1 e ait sertlik 211 VSN, Alaşım 2 ye ait sertlik 205 VSN, Alaşım 3 e ait sertlik 186 VSN, Alaşım 4 e ait sertlik 230 VSN olarak bulunmuştur. Bu tespiti göre malzemelerdeki sertlik sırası değişmemiştir ancak tüm alaşımaların sertliklerinde bir miktar artış olmuştur.

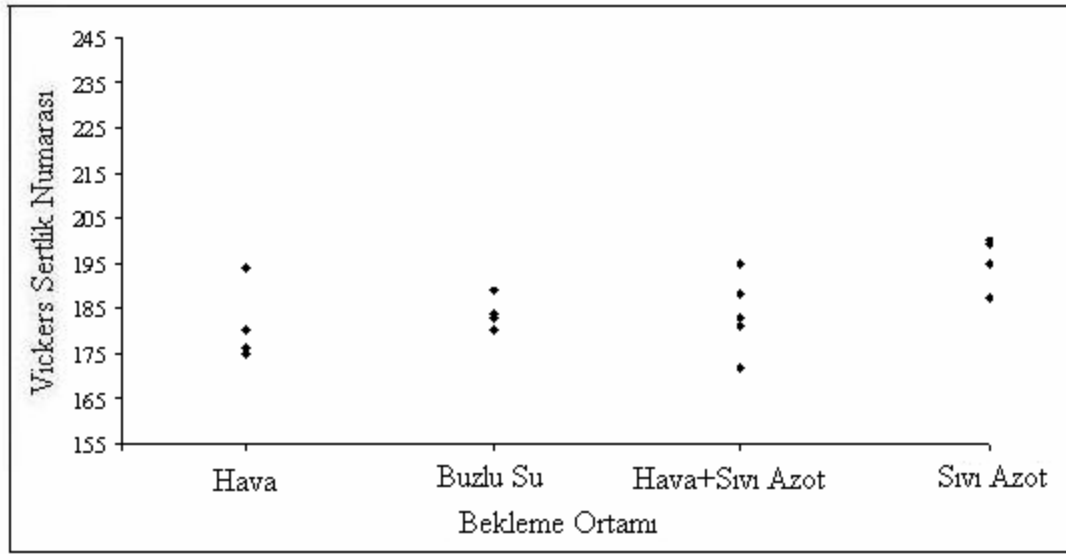
Tablo 6. 26 da tüm alaşımaların farklı ısı işlemleri için sertlik ortalama değerleri verilmiştir.



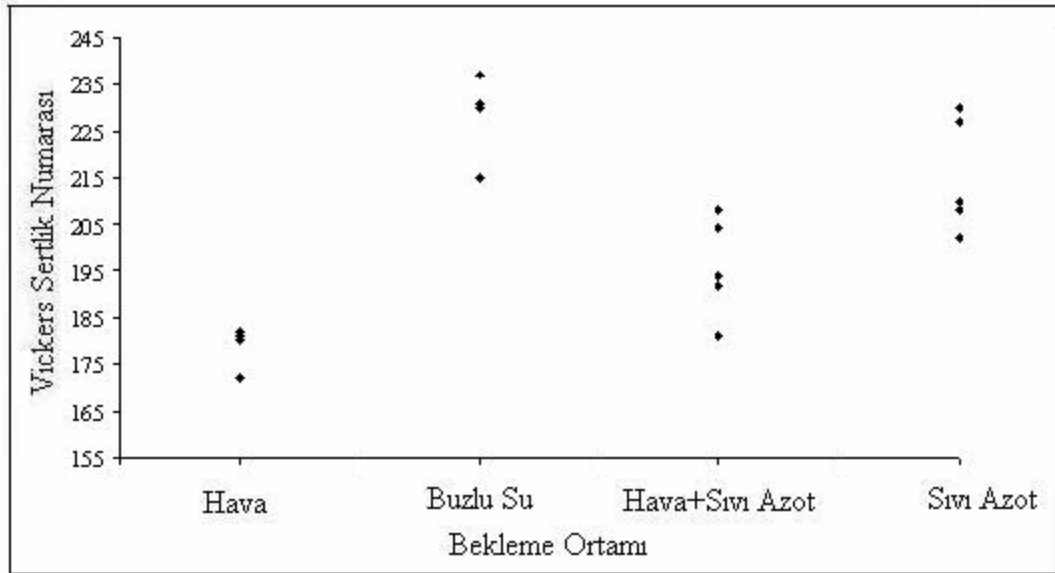
Şekil 6. 123: Alaşım 1 (A, B, C, D) e ait Vickers sertlik değerleri.



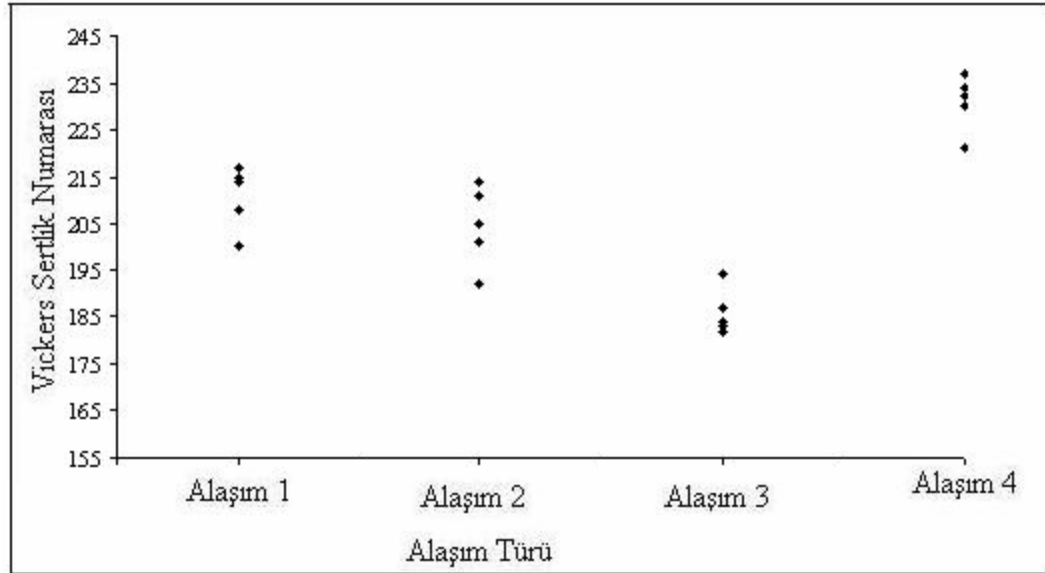
Şekil 6. 124: Alaşım 2 (A, B, C, D) ye ait Vickers sertlik değerleri.



Şekil 6.125: Alaşım 3 (A, B, C, D) e ait Vickers sertlik değerleri.



Şekil 6.126: Alaşım 4 (A, B, C, D) e ait Vickers sertlik değerleri.



Şekil 6. 127: (B)120 dakika buzlu suda soğutma işlemine göre Alaşımın Vickers sertlik değerleri.

Tablo 6. 26: Tüm numunelerin VSN cinsinden ortalama sertlik değerleri.

	1	2	3	4
A	217	207	184	177
B	204	200	183	229
B (120 dk. soğutma)	211	205	186	230
C	216	166	184	196
D	214	174	194	215

Böylece, dört alışımdan aldığımız ölçümler doğrultusunda yapılan ısı işlemlerin alışımların kararlılık derecesini ne derece arttırdığı sonucuna varabiliriz [3]. Yapılan termal işlemler sonucunda sertlikte meydana gelen artışlarda aşağıdaki faktörlerin etkin olduğu sonucuna varılmıştır:

(a) Yapı içerisinde bazı fazların çökmesi sertlikte artışa neden olur [3]. Bu fazların çökmesi metalografik incelemelerde gözlenmiştir.

(b) İncelenen FeMnSi alaşımlarının sertliklerinde termal çevrimleme etkisiyle meydana gelen artışlar, çevrimleme esnasında uygulanan farklı ısıtma işlemlerinden dolayı numunelerde meydana gelen yapı kusurlarından kaynaklanmaktadır.

(c) Dört alaşımda da aynı ısıtma işlem sonrasında elde edilen sertlik değerlerinin birbirinden farklı olmasının sebebi, bileşim oranlarının farklı olmasından, alınan ölçümlerin farklı tanelerden veya yapılardan elde edilebilmesinden kaynaklanmaktadır.

(d) Isıtma işlemine tabi tutulan numunelerde sertlikte meydana gelen artışlar kararlılık derecesinin bir ölçüsü olarak yorumlanmıştır [3].

(e) Tüm alaşımlar kıyaslandığında sertlik ölçümü değerleri en yüksek olanlar Alaşım 1 ve Alaşım 4 tür. Alaşım 3 Cr içermesine rağmen ve Cr da genel olarak malzemeye korozyonu önlemek için eklenmesine rağmen [10] Alaşım 3 sertlik olarak en düşük malzemedir. Otuba ve arkadaşları yüksek sertlik değerlerini ϵ martensit fazının oluşum oranına bağlamışlardır. Martensit oluşumunun fazla olmasında dislokasyonların yoğunluğunun fazlalığına bağlamışlardır. Ayrıca FeMnSi alaşımlarında sertlikte meydana gelen artış kısmi dislokasyonların hareketini engelleyen kalıcı örgü kusurlarının miktarında artırır [54]. Ayrıca örgü kusurlarının konsantrasyonunu daha da arttıran α' martensit fazı malzemenin sertlik miktarını ϵ martensit fazına göre çok daha fazla artırır [75].

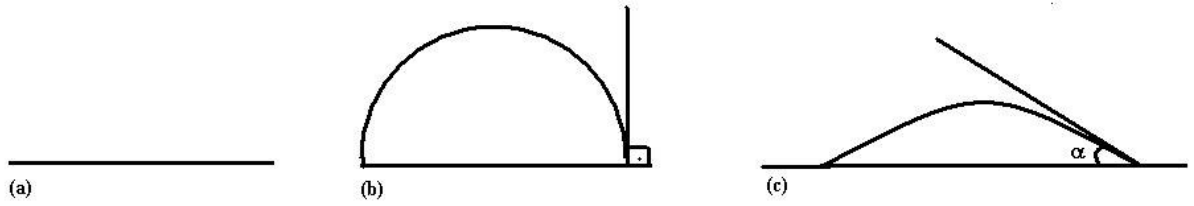
(f) Buzlu su ortamında soğutma işlemine tabi tutulan numunelerin sertliklerinde azda olsa bir miktar artış olmuştur. Bu durum martensit fazın bir miktar stabilize olması ile açıklanabilir.

6. 9 Bükme Deneyi Sonuçları

Termomekanik işlemler ile şekil hatırlama davranışlarını incelediğimiz dört farklı kompozisyona sahip alaşımların her biri için 34,6x2,4x0,3mm ebatlarında kesilen numuneler önce 1000°C de homojenize edildi daha sonrada hava ortamında soğutuldu. Numunelerin tamamı 22 mm çapında hazırlanmış silindirik şeklinde bir metalin çevresine Şekil 6. 128 (b) deki gibi sıvandılar. Deforme edilen numuneler 600°C de 300s bekletildiler ve Şekil 6. 128 (c) deki gibi yatayla dik olarak yaptıkları açı ölçüldü. Elde edilen bu açı değerleri kullanılarak şekil hatırlama oranları, η_{SME} hesaplandı. Şekil hatırlama oranı;

$$\eta_{SME}=[(90-\alpha)/90]\times 100\% \quad (6. 6)$$

formülü kullanılarak hesaplandı [76]. Bu işlemler beş kez aynı şekilde tekrarlandı ve her seferinde numunelerin şekil hatırlama oranı tayin edildi.



Şekil 6. 128: Termomekaniksel işlem yapılan numune a) deforme edilmeden önce b) Deforme edildikten sonra c) Isıl işlemten sonra [42].

800°C de 60 dakika homojenize edilen farklı kompozisyona sahip tüm alaşımlar hava ortamında soğutuldu. Daha sonra yukarıda belirtilen termomekaniksel işlemlere tabi tutuldu. Bu sonuçlara göre elde edilen şekil hatırlama oranında meydana gelen değişim grafiği Şekil 6. 129 de verilmiştir. Tüm bu işlemler sonucu Alaşım 1 in 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim sonucu şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 41, 44, 46, 50 ve 57 olarak tespit edilmiştir. 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim için Alaşım 2 nin şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 34, 45, 51, 52 ve 56, Alaşım 3 için sırasıyla 39, 43, 54, 56 ve 58 ve Alaşım 4 için sırasıyla 38, 47, 53, 55 ve 58 dır.

900°C de 60 dakika homojenize edilen farklı kompozisyona sahip tüm alaşımlar hava ortamında soğutuldu. Daha sonra yukarıda belirtilen termomekaniksel işlemlere tabi tutuldu. Bu sonuçlara göre elde edilen şekil hatırlama oranında meydana gelen değişim grafiği Şekil 6. 130 da verilmiştir. Tüm bu işlemler sonucu Alaşım 1 in 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim sonucu şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 35, 41, 47, 53 ve 56 olarak tespit edilmiştir. 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim için Alaşım 2 nin şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 41, 51, 56, 57 ve 60, Alaşım 3 için sırasıyla 51, 53, 57, 58 ve 59 ve Alaşım 4 için sırasıyla 50, 53, 57, 59 ve 61 dir.

1000°C de 60 dakika homojenize edilen farklı kompozisyona sahip tüm alaşımlar hava ortamında soğutuldu. Daha sonra yine yukarıda belirtilen termomekaniksel işlemlere tabi tutuldu. Bu sonuçlara göre elde edilen şekil hatırlama oranında meydana gelen değişim grafiği Şekil 6. 131 de verilmiştir. Tüm bu işlemler sonucu Alaşım 1 in 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim sonucu şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 44, 46, 49, 51 ve 64 olarak tespit edilmiştir. 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim için Alaşım 2 nin şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 48, 49, 54, 55 ve 59, Alaşım 3 için sırasıyla 51, 53, 57, 58 ve 59 ve Alaşım 4 için sırasıyla 50, 53, 57, 59 ve 61 dir.

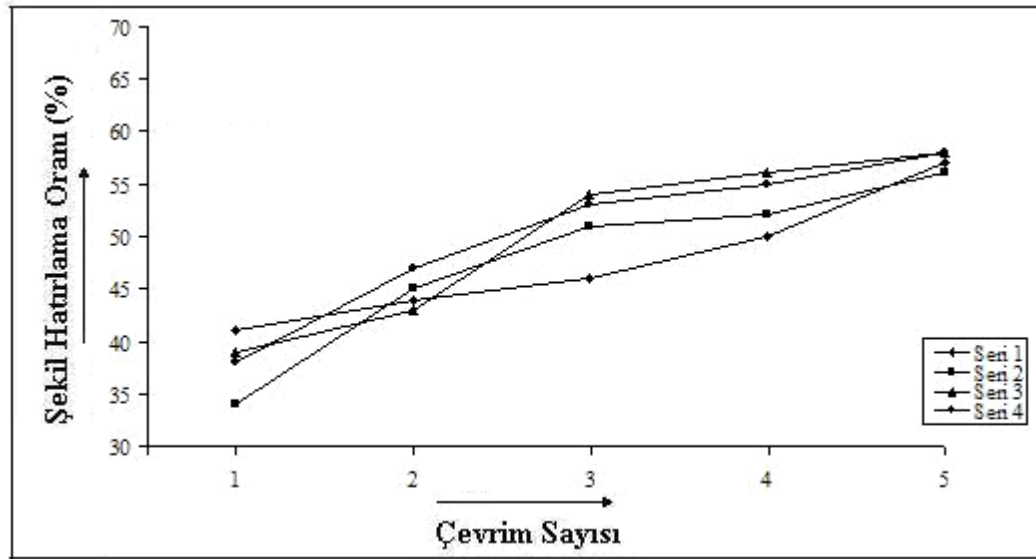
Tablo 5. 2 de belirtilen B grubu ısıl işlemi tüm alaşımlara uygulandıktan sonra bükme deneyi için belirtilen termomekaniksel işlemlere tabi tutuldu. Bu sonuçlara göre elde edilen şekil hatırlama oranında meydana gelen değişim grafiği Şekil 6. 132 de verilmiştir. Tüm bu işlemler sonucu Alaşım 1 in 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim sonucu şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 51,

54, 57, 58 ve 61 olarak tespit edilmiştir. 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim için Alaşım 2 nin şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 46, 55, 62, 63 ve 65, Alaşım 3 için sırasıyla 50, 57, 62, 64 ve 66 ve Alaşım 4 için sırasıyla 58, 59, 60, 61 ve 63 dür.

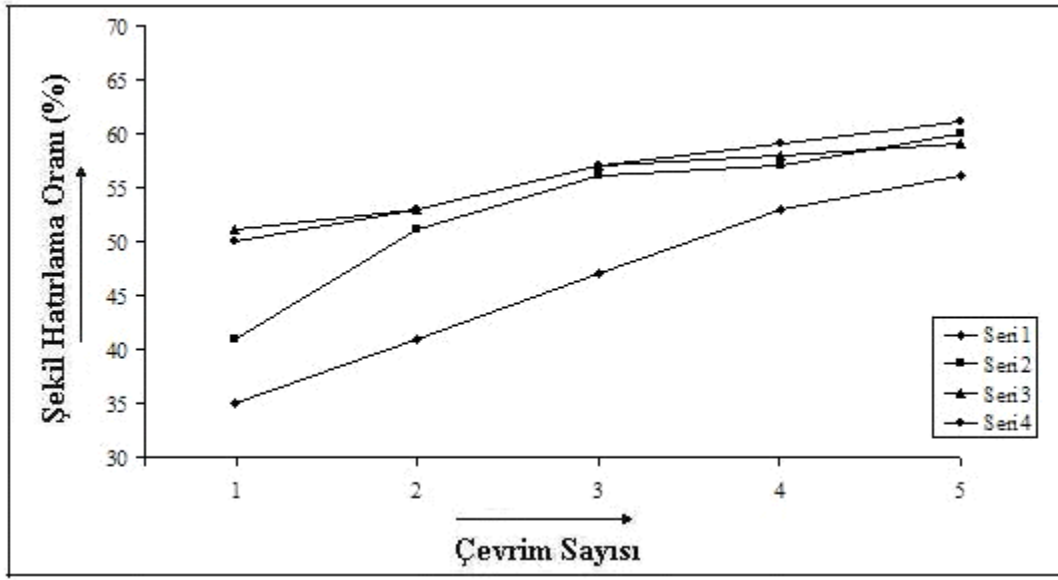
Tablo 5. 2 de belirtilen C grubu ısıt işlemleri tüm alaşımlara uygulandıktan sonra bükme deneyi için belirtilen termomekaniksel işlemlere tabi tutuldular. Bu sonuçlara göre elde edilen şekil hatırlama oranında meydana gelen değişim grafiği Şekil 6. 133 de verilmiştir. Tüm bu işlemler sonucu Alaşım 1 in 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim sonucu şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 42, 44, 46, 49 ve 51 olarak tespit edilmiştir. 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim için Alaşım 2 nin şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 43, 46, 47, 48 ve 49, Alaşım 3 için sırasıyla 43, 45, 46, 49 ve 52 ve Alaşım 4 için sırasıyla 47, 51, 53, 54 ve 55 dir.

Tablo 5. 2 de belirtilen D grubu ısıt işlemleri tüm alaşımlara uygulandıktan sonra bükme deneyi için belirtilen termomekaniksel işlemlere tabi tutuldular. Bu sonuçlara göre elde edilen şekil hatırlama oranında meydana gelen değişim grafiği Şekil 6. 134 de verilmiştir. Tüm bu işlemler sonucu Alaşım 1 in 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim sonucu şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 41, 43, 46, 47 ve 48 olarak tespit edilmiştir. 1., 2., 3., 4., ve 5. çevrim için Alaşım 2 nin şekil hatırlama oranları % olarak sırasıyla 41, 43, 47, 48 ve 50, Alaşım 3 için sırasıyla 42, 44, 47, 49 ve 50 ve Alaşım 4 için sırasıyla 46, 50, 53, 54 ve 56 dır.

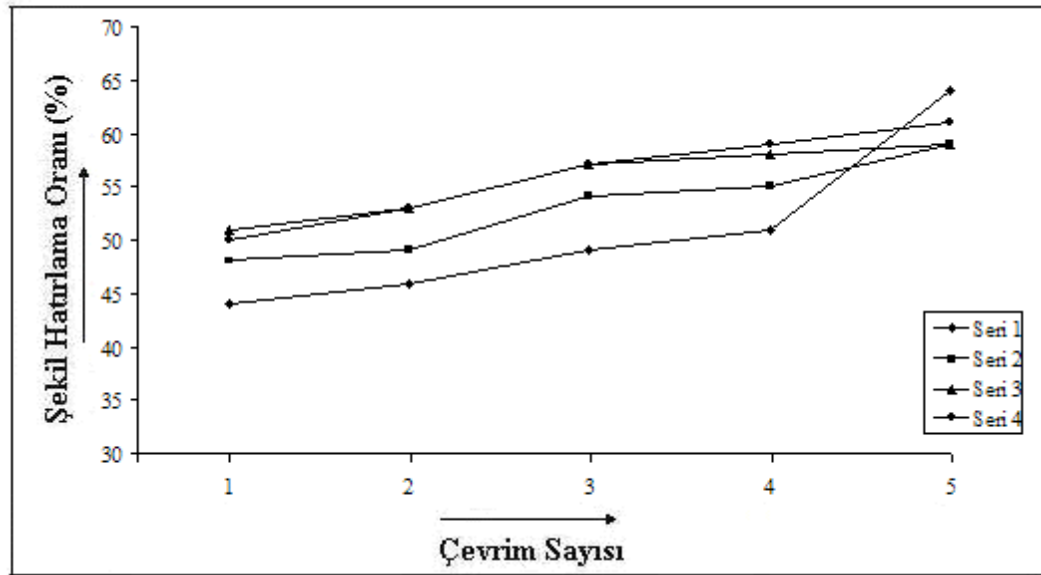
Tablo 6. 27 de tüm alaşımların uygulanan ısıt işlemlere göre her bir çevrim için şekil hatırlama oranları verilmiştir.



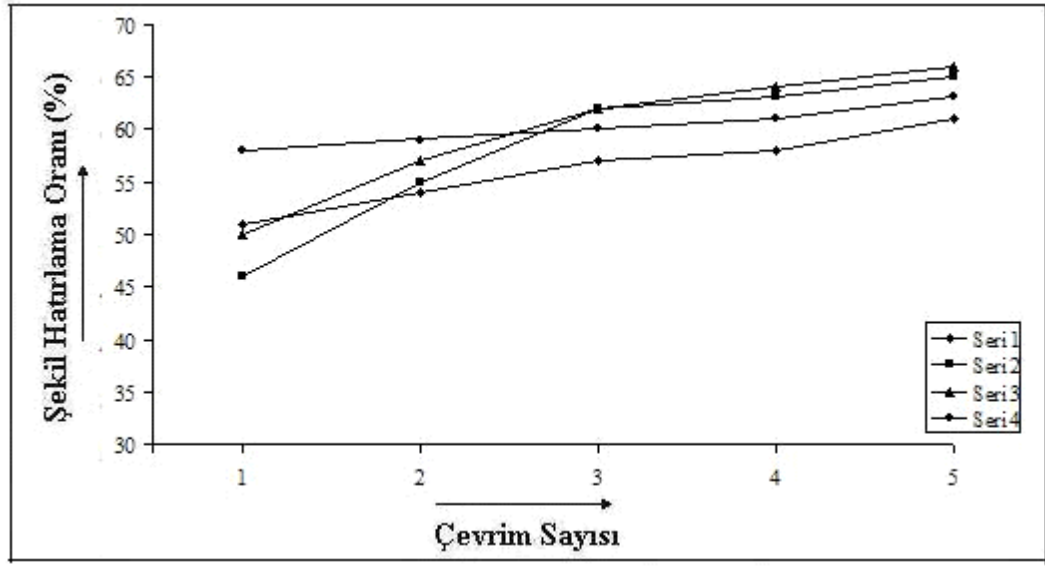
Şekil 6. 129: 800°C de yapılan homojenleştirme işlemi sonrası uygulanan termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.



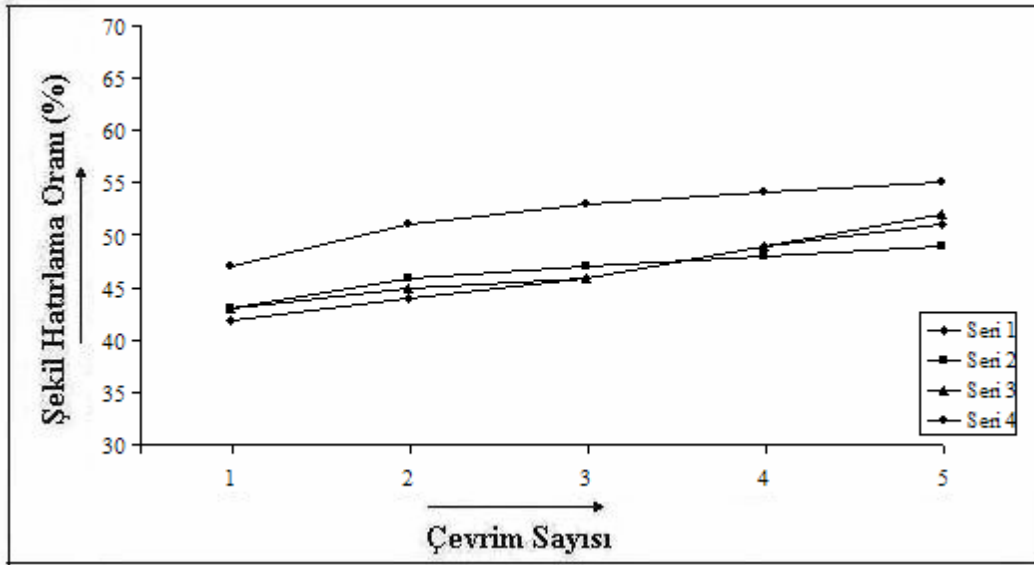
Şekil 6. 130: 900°C de yapılan homojenleştirme işlemi sonrası uygulanan termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.



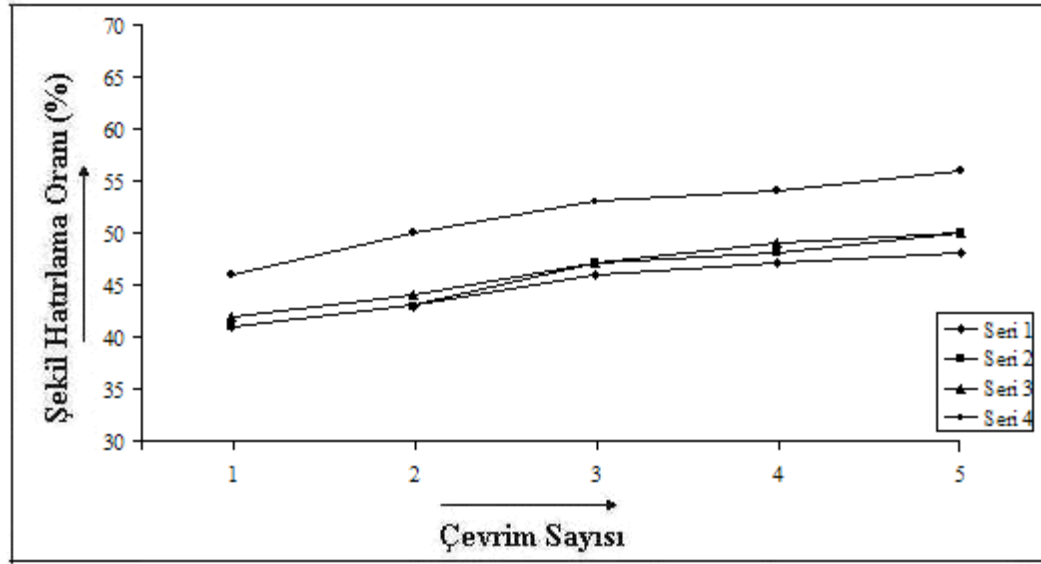
Şekil 131: 1000°C de yapılan homojenleştirme işlemi sonrası uygulanan termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.



Şekil 6. 132: Buzlu suda soğutma sonrası uygulanan termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.



Şekil 6. 133: Hava ortamında soğutulduktan sonra sıvı azot içerisine atılan numunenin termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.



Şekil 6. 134: Sıvı azot içerisinde soğutma sonrası uygulanan termomekaniksel çevrim ile elde edilen şekil hatırlama oranları.

Sonuç olarak;

a) Termomekaniksel çevrimleme ile alaşımların şekil hatırlama davranışlarında bir kazanımı olduğu görülmüştür.

b) Malzemelere uygulanan tavlama sıcaklıklarının şekil hatırlama davranışlarına etkisi incelendiğinde, en iyi sonuçların en iyiden kötüye doğru sırasıyla 1000°C, 900°C ve 800°C olduğu görülmüştür.

c) Termomekaniksel işlemler sonucunda şekil hatırlama davranışı açısından en iyi sonuçlar havada ve buzlu suda soğutulan numunelerde görülmüştür.

d) Yapılan bükme deneyleri incelendiğinde, şekil hatırlama davranışı açısından en iyi sonuçlar genel olarak sırasıyla Alaşım 1, Alaşım 3, Alaşım 2 ve Alaşım 4 de görülmüştür.

e) Yapılan bu çalışmada malzemenin ilk beş termomekaniksel çevrim sonucunda şekil hatırlama davranışları incelenmiştir. Ancak, Xia ve arkadaşları, termomekaniksel işlemler sonucunda elde edilen kazanımın ilk beş çevrime kadar olduğu daha sonra şekil hatırlama davranışı oranlarının düştüğünü savunmuşlardır [77].

f) Yapılan ilk üç çevrimde şekil hatırlama davranışında daha sonraki çevrimlere göre daha fazla artış görülmüştür. Zhao bu durumu martensit plakalarının oluşumuna ve hareket etmesine sebep olan dislokasyonların oluşumunun ilk çevrimlerde daha yoğun olmasına bağlamıştır [42].

Bu sonuçlar literatür ile uyum içerisindedir [42, 76, 77].

Tablo 6. 27: Farklı ısıt işlemler uygulanmış numunelerin bükme ve sonra 600°C de 300s bekletme deneyleri sonucu elde edilen şekil hatırlama oranları (%).

Isıl İşlem	Çevrim Sayısı	Alaşım No			
		1	2	3	4
800°C de homojenleştirme +Havada soğutma	1	41	34	39	38
	2	44	45	43	47
	3	46	51	54	53
	4	50	52	56	55
	5	57	56	58	58
900°C de homojenleştirme +Havada soğutma	1	35	41	51	50
	2	41	51	53	53
	3	47	56	57	57
	4	53	57	58	59
	5	56	60	59	61
1000°C de homojenleştirme +Havada soğutma	1	44	48	51	50
	2	46	49	53	53
	3	49	54	57	57
	4	51	55	58	59
	5	64	59	59	61
1000°C de homojenleştirme +Buzlu suda soğutma	1	51	46	50	58
	2	54	55	57	59
	3	57	62	62	60
	4	58	63	64	61
	5	61	65	66	63
1000°C de homojenleştirme +Hava+ Sıvı azotta soğutma	1	42	43	43	47
	2	44	46	45	51
	3	46	47	46	53
	4	49	48	49	54
	5	51	49	52	55
1000°C de homojenleştirme +Sıvı azotta soğutma	1	41	41	42	46
	2	43	43	44	50
	3	46	47	47	53
	4	47	48	49	54
	5	48	50	50	56

7. SONUÇLAR

Bu araştırmada, üzerinde çalışılan Alaşım 1, Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 numunelerinin ağırlıkça bileşim oranları Bölüm 5 de belirtilen Tablo 5. 1 de verilmiştir. Tüm alaşımlara Bölüm 5 de belirtilen deneysel metotlar uygulandı. Elde edilen sonuçlar, Bölüm 6 daki bulgular bahsinde geniş bir şekilde literatüre de dayalı olarak tartışıldı. Bu deneysel çalışmalar; X-ışını difraksiyonu incelemesi, diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) incelemesi, mössbauer spektrometresi incelemesi, geçirmeli elektron mikroskobu (TEM), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve optik metalografi incelemeleri, çekme, bükme ve sertlik ölçümleri olmak üzere farklı deney grupları halinde yapıldı. Elde edilen sonuçlar, toplu olarak aşağıdaki şekilde özetlenebilir:

I. X-ışını Difraksiyon Sonuçları

(I) Fe-Mn-Si alaşımlarında, % 10 dan fazla Mn içeren yapılarda diğer yapılarla birlikte ana austenit fazının da bulunma (retained) ihtimali vardır [27]. 3D ve 4A numunesi dışında bu çalışmada incelenen numunelerin tamamında diğer yapılar ile birlikte γ fazına rastlanmıştır.

(II) İncelenen bu numunelerde, γ fazından martensit faza geçiş en çok $\gamma \rightarrow \varepsilon$ şeklinde olmaktadır. Isıl işlemler sonunda görülen diğer martensit yapısı ise α' fazıdır.

(III) Hava ortamında soğutulan tüm numunelerde en baskın faz ε martensit fazıdır.

(IV) C grubu numunelerin tümünde baskın faz özellikle Alaşım 2 ve Alaşım 3 de başta olmak üzere ana austenit fazıdır. Bu durumda yapılan bu ısıl işlemin, $\gamma \rightarrow \varepsilon$ martensitik dönüşümü için elverişsiz bir işlem olduğu söylenebilir.

(V) Alaşım 2 ve Alaşım 3 e uygulanan tüm ısıl işlemlerde ε martensit fazının a örgü sabiti genel olarak en yüksek değerleri almışlardır. Bu durumda $c_{\delta}/a_{\varepsilon}$ oranları en yüksek ve ideal $c_{\delta}/a_{\varepsilon}$ oranı olan 1,633 değerine en yakın numuneler Alaşım 1 ve Alaşım 4 e aittir [49].

(VI) Alaşım 1 ve Alaşım 4 ün $c_{\delta}/a_{\varepsilon}$ değerleri diğer numunelere göre daha yüksek çıkmasının muhtemel nedenlerinden birisi bu alaşımlardaki Si miktarının Alaşım 2 ve Alaşım 3 e göre daha yüksek olmasıdır [34].

(VII) 3C ve 4B numunelerinde α' martensit fazına rastlanmıştır. α' fazı şekil hatırlama kalitesini düşürür [21, 54]. Bu yüzden bu numunelerin diğer numunelerle kıyaslandığında şekil hatırlama etkisini gözlemlemek açısından kaliteleri daha düşük olabilir.

(VIII) Alaşım 1A ve 2D dışında tüm numunelerde monoklinik $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetalik fazına rastlanmıştır.

(IX) Bu alaşımlar, dönüşüm öncesi ve sonrası termal etkilere çok duyarlı olup soğutma hızına bağlı olarak alaşımların kristaloğrafik yapıları etkilenebilir.

II. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Sonuçları

Üzerinde çalışılan alaşımların ters ve ileri dönüşüm sıcaklıklarının farklı soğutma ortamlarına göre ve dönüşüm çevrimlemesine göre değişimlerinin belirlenmesi için diferansiyel tarama kalorimetresi tekniği kullanıldı. Elde edilen bulgular şöyle özetlenebilir:

(I) Üzerinde çalışılan alaşımların termal çevrilmemelerine ait DSC eğrilerinden austenit→martensit dönüşümünün ekzotermik, martensit→austenit ters dönüşümünün ise endotermik bir reaksiyonla ortaya çıktığı görülmüştür.

(II) A_s ve M_f sıcaklıklarının, tüm numuneler göz önünde bulundurulduğunda genel olarak termal çevrimleme ile bir artış gösterdiği belirlendi. Bu sonuçlar literatür ile uyum içerisindedir [60].

(III) Fe-Mn-Si alaşımlarında görülen martensitik dönüşümler termoelastik olmayan ve genellikle A_f - M_s sıcaklık farkı 100°C den daha geniş bir histerisize sahiptir [9]. Bu çalışmada incelenen tüm alaşımlardan alınan sonuçların hepsi için A_f - M_s sıcaklık farkları 100°C nin çok üzerindedir.

(IV) Ölçüm alınan tüm alaşımlar için bir genelleme yapılırsa, T_N' sıcaklığının, 180°C - 230°C arasında olduğu, ileri dönüşümün 22°C - 138°C sıcaklıkları arasında gerçekleştiği, ters dönüşümün ise 112°C - 316°C aralığında gerçekleştiği tespit edilmiştir. Alaşım 1 ve Alaşım 4 ün ters dönüşüme ait piklerinin, diğer numunelere göre daha belirgin bir şekilde meydana geldiği tespit edilmiştir.

(V) Tüm alaşımlar için yapılan termal çevrimler sonucu elde edilen A_s sıcaklıkları oda sıcaklığının üzerinde olduğundan, alaşımların yapılarında oda sıcaklığında martensit faza rastlanabileceği söylenebilir.

(VI) Ölçümünü aldığımız tüm numunelerde T'_N sıcaklığı M_s sıcaklığının üzerindedir. Bu ise numuneler içerisinde oluşan yapının termal martensit olduğunu gösterir. Termal martensit oluşumu ise Fe-Mn-Si alaşımlarında şekil hatırlama davranışının bastırılmasını sağlayan en önemli faktörlerden bir tanesidir [10]. Malzeme içerisinde Mn içeriği yükseldikçe, T'_N sıcaklığının da, M_s sıcaklığının üzerinde çıkması ihtimali artar. Bu ise fcc fazının, hcp fazına dönüşmeden önce antiferromagnetik olarak düzenlenmesini sağlar [20, 33, 57].

(VII) Ayrıca, T'_N sıcaklığının M_s sıcaklığının çok üzerinde olması zor etkili martensitik dönüşümün gerçekleşmesini güçleştirir çünkü antiferromagnetik düzenlenme austenit fazını stabilize eder ve şekil hatırlama etkisini bastırır [10]. T'_N - M_s farkının en düşük olduğu numuneler genel olarak Alaşım 1 de görülmüştür. Bu yüzden şekil hatırlama etkisinin en yüksek bir şekilde Alaşım 1 e ait numunelerde görülmesi beklenir.

(VIII) Üzerinde çalışılan alaşımların geneli için havada soğutulan numunelerde T'_N sıcaklığının en düşük değerlere sahip olduğu tespit edilmiştir.

(IX) Numunelerin tamamında, M_s sıcaklığının oda sıcaklığının üzerinde olduğu tespit edilmiştir. M_s sıcaklığının oda sıcaklığının üzerinde olması termal-etkili martensitik dönüşümün gerçekleşmesini kuvvetli bir şekilde destekler. Bu durum ise zor-etkili martensitik dönüşüm oranını termal-etkili martensitik dönüşüme göre azalttığı için şekil hatırlama etkisini zayıflatacaktır [10]. Dönüşüm sıcaklığına göre yapılmış bu tespit burada ölçümleri alınan numuneler içinde bir fikir verir.

(X) Isıtma deneylerinden hesaplanan aktivasyon enerjisi değerlerinin, soğutma için hesaplanan aktivasyon enerjisi değerlerinden çok daha büyük olduğu gözlenmiştir [3].

IV. Mössbauer Spektroskopisi Ölçüm Sonuçları

(I) Malzeme içerisinde bulunan % 2,720 oranında Si dan dolayı malzemeden alınan spektrumda küçük bir kuadrapol yarıma gözlenmiştir [63]. Numuneden alınan spektrumda meydana gelen küçük yarıma aynı zamanda malzeme yapısında antiferromagnetik bir fazın bulunduğunu gösterir [63]. Bu tespitlerden yola çıkarak malzemede Si miktarının artışının antiferromagnetik bir faz oluşumunu destekleyeceği düşünülebilir.

(II) Fe-Mn alaşımlarına Si atomlarının eklenmiş olması Fe çekirdeğinin çevresinde güçlü bir etki oluşturur. Malzemeye Si eklenmesi izomer kaymayı düşürür ve bu düşüş Fe 3d kabuğunun görevinde meydana gelen değişiklikten kaynaklanır şeklinde düşünülebilir [63].

(III) Alınan ölçümlerden malzeme içerisinde ferromagnetik fazı temsil eden ve $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ faz dönüşümleri yoluyla oluşan α' fazının % 1,136 miktarında olduğu tespit edilmiştir.

V. Geçirmeli Elektron Mikroskobu Gözlemleri

(I) Austenit faz içerisindeki istiflenme hataları, $\gamma \rightarrow \varepsilon$ dönüşümünü gerçekleştirecek şekilde ε fazının çekirdeklenmesi şeklinde adlandırılabilir [15]. Alaşım 1 ve Alaşım 3 de çok geniş bir alana yayılmış istiflenme hatalarına rastlanmıştır. Zhao ve arkadaşlarının tespitine göre Alaşım 1 ve Alaşım 3 de görülen istiflenme hatalarının ε martensit oluşturmak için uygun bir yapı olduğu söylenebilir.

(II) Alaşım 2 ve Alaşım 4 de ise Fe-Mn-Si alaşımlarında şekil hatırlama etkisi için var olması gereken en önemli unsur olan ε martensit plakalarına rastlanmıştır.

(III) Özellikle Alaşım 2 ye ait mikrograftan tespit edilen ε fazına ait yapı ile X-ışınları difraksiyon ölçümlerinde Alaşım 2 de tespit edilen yapıyla birbirlerini destekleyecek şekildedir.

(IV) TEM incelemesi sonucu, aynı numune içerisinde oluşan farklı martensit plakalarının örgü parametreleri farklı olur ancak artan Si konsantrasyonu ile $c_\varepsilon/a_\varepsilon$ oranında da bir artış meydana gelir [34]. Difraksiyon desenini aldığımız numunelerden Alaşım 2 ve Alaşım 4 e ait görüntülerden görülen ε fazlarına ait $c_\varepsilon/a_\varepsilon$ oranları sırasıyla 1,50755 ve 1,60876 olarak hesaplanmıştır. Görüldüğü gibi Si miktarı daha yüksek olan Alaşım 4 ün ε fazına ait $c_\varepsilon/a_\varepsilon$ oranı daha yüksek çıkmıştır. Bu sonuç, Sato ve arkadaşlarının yapmış olduğu tespitle uyumaktadır. Ayrıca her iki alaşıma ait $c_\varepsilon/a_\varepsilon$ oranları kıyaslandığında, Alaşım 4 ün bu oran için ideal 1,633 [34, 49] değerine çok yakın olduğu anlaşılr.

VI. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Metalografik Gözlem Sonuçları

Çeşitli soğutma işlemlerine tabi tutulan numuneler parlatıldıktan ve Fe-Mn-Si alaşımları için Bölüm 5 de belirtilen dağlama çözeltisi ile dağlandıktan sonra SEM ve optik mikroskop incelemeleri yapıldı. Metalografik incelemelerden elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir:

(I) X-ışını yapısal analizlerinden yararlanarak ana fazdaki yüksek sıcaklıklardan yapılan yavaş soğutma işlemleri sonunda (havada soğutma) numune yüzeyinde görülen tüm martensit plakaların ε martensit fazına ait olduğu anlaşılmıştır. Ayrıca Alaşım 2 ye ait tüm numunelerde de

yine X-ışını yapısal analizlerinden yararlanarak tüm martensit plakaların ε martensit fazına ait olduğu görülmüştür.

(II) Metalografik incelemeler malzemelerin yüzeyinde birçok yüzey kabartılarının olduğunu göstermiştir. Bu gözlem sonuçları X-ışını analizleri ile birleştirilince, bu morfolojik gözlemlerin martensit yapıları olduğu kesin bir şekilde anlaşılmaktadır.

(III) 15% ve üzeri Mn içeren alaşımlarda oluşan martensit, ince martensit (sheet martensit) olarak adlandırılır. İnce martensitin yapısı her zaman hcp dir ve fcc→hcp dönüşümünün basit doğası gereği {111} austenit düzlemlerine paralel bir şekilde oluşur. İnce martensitler o kadar incedirlerki, morfolojik yapı tayini yapmak mümkün olmayabilir yada çok zordur [73]. Yapılan tüm gözlemlerde plakalar o kadar iç içe geçmiş durumdalarki tane içlerindeki martensit morfolojisinden dolayı tane içleri düz bir alanmış gibi görülmektedir. Bir çok numunede görülen plakaların çok sık olarak ve birbiri ile paralellik gösterdikleri, birbirleriyle paralel biçimde istiflenenlere dik bir o kadar daha birbirine paralel istiflenmiş ince plaka olduğu görülmektedir.

(IV) 1A numunesinde tane sınırında süreklilik gösteren çizgisel çökelti yapısının hemen altında kalın ve bir kama ucunu andıran mızrak uçlu plakalar (tip-shaped) tespit edilmiştir. Bu martensit plakaları yüksek miktarda dislokasyon içerir. Bir dış etki sonucu dislokasyonların hareketi ise termoelastik olmayan Fe-Mn-Si şekil hatırlamalı alaşımlarda yarı termoelastik bir mekanizma oluşturur [6, 7, 18, 24, 74].

(V) Cr katkılı 3B numunesine ait bazı martensit plakaları üzerinde oluşan ve enine olarak plakayı bütünüyle geçen bazı bandlar tespit edilmiştir. Ortaya çıkan bu bandlar, numunenin çok yüksek sıcaklıklardan ani soğutulması esnasında büyük sıcaklık değişimi sonucunda meydana gelmektedir. Soğutma işlemi esnasında numune büyük bir iç gerilme göstermekte ve bu gerilmeler plakalar üzerinde böyle bandların oluşmasına sebep olmaktadır [26].

(IV) Bir çok numunede özellikle tane sınırlarında süresiz ve adeta bir boncuk gibi sıralanmış çökelti fazlarına rastlanmıştır. Bazı numunelerde ise bu çökelti fazlarının özellikle yine tane sınırlarında ve yapı bozukluklarının çevresinde neredeyse artık çökelti fazı olarak bahsedemeyeceğimiz kadar büyük olduğu gözlenmiştir. X-ışını difraksiyon incelemelerinden, bu çökelti fazlarının çoğunun $\text{Fe}_4\text{Mn}_{77}\text{Si}_{19}$ intermetaliği olduğu belirlendi. Martensitik faz içeren çelikler m^2 ye $\sim 10^{16}$ dan 10^{18} e kadar değişen miktarlarda dislokasyonlar içeren kompleks mikroyapılarla karakterize edilirler. Bu yüzden küçük hacimli çökeltilerin birçoğunu ayırt etmek çok zordur [51].

VII. Çekme Deneyleri ve Ölçüm Sonuçları

(I) Zhang ve arkadaşları Fe-Mn-Si alaşımlarında çekme deneyleri yardımıyla çevrim sayısının termomekaniksel işlemlere etkisini incelerken özellikle ilk çevrim sonrasında olmak üzere çevrim sayısı arttıkça zor-zorlanma eğrilerinde bir alçalma gözlemişlerdir. Bu durumu malzemenin özellikle ilk deformasyondan sonra yapılan ısıtıl işleminde yumuşamasına bağlamışlardır [47]. Çevrim sayısının etkilerini incelediğimiz alaşımlara ait eğrilerden, özellikle ilk işlemde sonra malzemeye uygulanmak istenen deformasyona ulaşmak için daha az zor uygulandığı görülür.

(II) İkinci ve daha sonra gelen çevrimlerde yukarıda bahsedilen ve yapılan her çevrimde meydana gelen yumuşama giderek azalmıştır. Lin ve arkadaşları bu durumu her çevrim esnasında M_f sıcaklığının üzerinde yapılan ısıtıl işlem sonucu meydana gelen tane büyümesine ve tane sınırlarında meydana gelen yeni faz oluşumlarına bağlamışlardır [10].

(III) Alaşım 2, Alaşım 3 ve Alaşım 4 den alınan şekil hatırlama oranlarının birbirlerine yakın olduğu görülmektedir. Alaşım 1 in ilk çevriminden alınan şekil hatırlama oranının diğer alaşımlardan çok daha düşük çıkmasının sebebinin hazırlanan numunenin incelemeler esnasında kopmasından da anlaşılabileceği gibi iç yapısında büyük çatlaklar yada buna benzer bozuklukların olması ihtimaline bağlanabilir.

(IV) Alaşım 1 dışında, alınan tüm sertlik ölçümlerine bakıldığında çekme deneyleri sonrasında sertliğin arttığı, M_f sıcaklığının üzerinde ısıtıl işlem yapıldığında da sertlik değerlerinin azaldığı görülmektedir. Numuneye zor uygulandıktan sonra numunenin sertliğindeki artış, uygulanan zorun etkisiyle malzemenin iç yapısında meydana gelen $\gamma \rightarrow \epsilon$ ve bazende $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ martensitik dönüşümlerin meydana gelmesine bağlanabilir [54, 75].

(V) Hem termomekaniksel çevrimleme ile hemde artan zor miktarı ile Alaşım 3 ün şekil hatırlama oranının arttığı gözlenmiştir. Alaşım 2 de ise uygulanan zor miktarındaki artışla şekil hatırlama oranının azaldığı gözlenmiştir. Alaşım 4 de ise bu etkiler sonucu şekil hatırlama etkisinde azalma yada artma yönünde bir değişimin olmadığı görülmüştür.

VIII. Sertlik Ölçümü Sonuçları

(I) Yapı içerisinde bazı fazların çökmesi sertlikte artışa neden olur [3]. Bu fazların çökmesi metalografik incelemelerde gözlenmiştir.

(II) İncelenen FeMnSi alaşımlarının sertliklerinde termal çevrimleme etkisiyle meydana gelen artışlar, çevrimleme esnasında uygulanan farklı ısıtma işlemlerinden dolayı numunelerde meydana gelen yapı kusurlarından kaynaklanmaktadır.

(III) Dört alaşımda da aynı ısıtma işlemi sonrasında elde edilen sertlik değerlerinin birbirinden farklı olmasının sebebi, bileşim oranlarının farklı olmasından, alınan ölçümlerin farklı tanelerden veya yapılardan elde edilebilmesinden kaynaklanmaktadır.

(IV) Isıtma işlemi tabii tutulan numunelerde sertlikte meydana gelen artışlar kararlılık derecesinin bir ölçüsü olarak yorumlanmıştır [3].

(V) Tüm alaşımlar kıyaslandığında sertlik ölçümü değerleri en yüksek olanlar Alaşım 1 ve Alaşım 4 tür. Alaşım 3 Cr içermesine rağmen ve Cr genel olarak malzemeye korozyonu önlemek için eklenmesine rağmen [10] Alaşım 3 sertlik olarak en düşük malzemedir. Otuba ve arkadaşları yüksek sertlik değerlerini ϵ martensit fazının oluşum oranına bağlamışlardır. Martensit oluşumunun fazla olmasında dislokasyonların yoğunluğunun fazlalığına bağlamışlardır. Ayrıca FeMnSi alaşımlarında sertlikte meydana gelen artış kısmi dislokasyonların hareketini engelleyen kalıcı örgü kusurlarının miktarını da artırır [54]. Ayrıca örgü kusurlarının konsantrasyonunu daha da arttıran α' martensit fazı malzemenin sertlik miktarını ϵ martensit fazına göre çok daha fazla artırır [75].

(VI) Buzlu su ortamında soğutulmuş numunelerin sertliklerinde azda olsa bir miktar artış olmuştur. Bu durum martensit fazın bir miktar stabilize olması ile açıklanabilir.

IX. Bükme Deneyi Sonuçları

(I) Termomekaniksel çevrimleme ile alaşımların şekil hatırlama davranışlarında bir kazanım olduğu görülmüştür.

(II) Malzemelere uygulanan tavlama sıcaklıklarının şekil hatırlama davranışlarına etkisi incelendiğinde, en iyi sonuçların en iyiden kötüye doğru sırasıyla 1000°C, 900°C ve 800°C olduğu görülmüştür.

(III) Termomekaniksel işlemler sonucunda şekil hatırlama davranışı açısından en iyi sonuçlar havada ve buzlu suda soğutulan numunelerde görülmüştür.

(IV) Yapılan bükme deneyleri incelendiğinde, şekil hatırlama davranışı açısından en iyi sonuçlar genel olarak sırasıyla Alaşım 1, Alaşım 3, Alaşım 2 ve Alaşım 4 de görülmüştür.

(V) Yapılan bu çalışmada malzemenin ilk beş termomekaniksel çevrim sonucunda şekil hatırlama davranışları incelenmiştir. Ancak, Xia ve arkadaşları, termomekaniksel işlemler sonucunda elde edilen kazanımın ilk beş çevrime kadar olduğu daha sonra şekil hatırlama davranışı oranlarının düştüğünü savunmuşlardır [77].

(VI) Yapılan ilk üç çevrimde şekil hatırlama davranışında daha sonraki çevrimlere göre daha fazla artış görülmüştür. Zhao bu durumu martensit plakalarının oluşumuna ve hareket etmesine sebep olan dislokasyonların oluşumunun ilk çevrimlerde daha yoğun olmasına bağlamıştır [42].

8. İLERİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

- (1) Fe-Mn-Si Alaşımlarının Şekil Hatırlama Etkisine ve Dönüşüm Sıcaklıklarına, Tane Büyüklüğünün Etkileri
- (2) Fe-Mn-Si Alaşımlarında Şekil Hatırlama Özelliklerini Etkileyen Kristaloğrafik Dönüşüm Parametrelerinin İncelenmesi
- (3) Fe-Mn-Si Alaşımlarında Neel Sıcaklığının ve Tavlama Sıcaklıklarının Şekil Hatırlama Davranışı Üzerine Etkileri
- (4) Fe-Mn-Si Alaşımlarındaki Şekil Hatırlama Davranışlarının Mössbauer Spektroskopisi ile İncelenmesi
- (5) Fe-Mn-Si Alaşımlarının Mekaniksel Alaşımlama Yöntemiyle Üretimi ve Şekil Hatırlama Davranışlarının Karakterizasyonu
- (6) Fe-Mn-Si Alaşımlarının Farklı Termal ve Mekaniksel İşlemler Altında Örgü Parametrelerindeki Değişimin Şekil Hatırlama Davranışı Üzerine Etkileri
- (7) Şekil Hatırlamalı Fe-Mn-Si Alaşımlarının Zor-Zorlanma Eğrilerinin Analizleri
- (8) Fe-Mn-Si Alaşımlarında Çökelti Oluşumunun Şekil Hatırlama Davranışı Üzerine Etkileri
- (9) Fe-Mn-Si Alaşımlarında Dönüşüm Sıcaklıklarının şekil Hatırlama Davranışı Üzerine Etkileri
- (10) Bazı Fe-Mn-Si Alaşımlarında Faz Kararlılığı ve Şekil Hatırlama Etkileri
- (11) Fe-Mn-Si Alaşımlarında Şekil Hatırlama Etkisini Kontrol Eden Fiziksel Özellikler
- (12) Fe-Mn-Si Alaşımlarında İstiflenme Hatalarının Şekil Hatırlama Davranışı Üzerine Etkileri ve TEM Gözlemleri

KAYNAKLAR

1. Nishiyama, Z., 1978, Martensitic Transformation, Academic Press, New York, 10-276p.
2. Olson, G.B. ve Owen, W.S., 1992, Martensite, The Materials Information Society, U.S.A, 50-200p.
3. Eski, M., 2002, Şekil hatırlamalı CuZnAl alaşımlarında soğutma hızı etkileri ve çökelti kinetikleri, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ, 1s.
4. Humbeeck, J. V., 1999, Non-medical applications of shape memory alloys, Materials Science and Engineering A, 22, p 134-148.
5. Otsuka, K. ve Ren, X., 1999, Recent developments in the search of shape memory alloy, Intermetallics, 7, 511-528.
6. Kajiwar, S., 1999, Characteristic features of shape memory effect and related transformation behavior in Fe-based alloys, Materials Science and Engineering A273-275, 67-88.
7. Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., 1998, Microstructural analysis of the stress-induced ϵ martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy Part II: Transformation reversibility, Materials Science and Engineering A242, 87-95.
8. Kajiwar, S., Liu, D., Kikuchi T. ve Shinya, N., 2001, Remarkable improvement of shape memory effect in Fe-Mn-Si based shape memory alloys by producing NbC precipitates, Scripta Materialia, Vol. 44, 2809-2814.
9. Wu X., ve Hsu T., Y., (Xu Zuyao), 2000, Effect of the neel temperature, T_N , on martensitic transformation in Fe-Mn-Si-based shape memory alloys, Materials Characterization, Volume 45, 137-142.
10. Lin, H., C., Lin C., S., Lin K., M. ve Chuang y. C., 2001, An investigation of grain-boundary phase in Fe-30Mn-6Si-5Cr shape memory alloy , Journal of Alloys and Compounds, Vol. 319, 283-289.
11. Flint, E., M., Melcher, J., Halsenka, H., 1996, The promise of smart materials for small satellites, Acta Astronautica, 39, 809-814.
12. Durlu, T. N., 2000, Difüzyonsuz faz dönüşümü üzerine yeni gözlemler, Türk Fizik Derneği 19. Fizik Kongresi, Elazığ, 4s.
13. Wang, Y. Q., Wang, Z., Yang, J. H., Zhao, L. C., 1997, Effect of microstructure of austenite on the shape memory effect in an Fe-Mn-Si-Ni alloy, Scripta Materialia, Vol. 36, No. 7, 741-745.
14. Rong, L. J., Li, Y. Y., Shi, C. X., 1996, Improvement of shape memory effect in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloy, Scripta Materialia, Vol. 34, No. 6, 993-745.
15. Zhao, C., Liang, G., Li, C., Jin, Z., 1998, Influence of cerium, titanium and nitrogen on shape memory effect of Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloys, Scripta Materialia, Vol. 38, No. 7, 1163-1168.

16. Bliznuk, V. V., Gavriljuk, V. G., Shanina, B. D., Konchits, A. A., Kolesnik, 2003, Effect of nitrogen and carbon on electron exchange and shape memory in a Fe-Mn-Si base shape memory alloy, *Acta Materialia*, 51, 6095-6103.
17. Wan, J. F., Chen, S. P., Hsu T., Y., (Xu Zuyao), 2001, Group theory analyses of transition structures related to the $\gamma \rightarrow \epsilon$ transformation in Fe-Mn-Si based alloys, *Materials Chemistry and Physics*, 71, 90-93.
18. Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., 1998, Microstructural analysis of the stress-induced ϵ martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy: part I-calculated description of the microstructure, *Materials Science and Engineering A242*, 77-86.
19. Putaux, J. L., Chevalier, J. P., 1996, HREM study of self-accommodated thermal ϵ -martensite in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy, *Acta Mater.*, Vol. 44, No. 4, 1701-1716.
20. Andersson, M., Stalsman, R., Ågren, J., 1998, Unified thermodynamic analysis of the stress-assisted $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation in Fe-Mn-Si alloys, *Acta Mater.*, Vol. 46, NO. 11, 3883-3891.
21. Chen, S., Chung, C. Y., Yan, C., Hsu T., Y., (Xu Zuyao), 1999, Effect of f.c.c. antiferromagnetism on martensitic transformation in Fe-Mn-Si based alloys, *Materials Science and Engineering A264*, 262-268.
22. Matsumura, O., Sumi, T., Tamura, N., Sakao, K., Furukawa, T., Otsuka, H., 2000, Pseudoelasticity in an Fe-28Mn-6Si-5Cr shape memory alloy, *Materials Science and Engineering A279*, 201-206.
23. Bloor, D., Brook, R.J., Flemings, M.C., Mahajan, S. and Cahn, R.W., 1994, *The Encyclopedia of Advanced Materials*, Cambridge University Press, Cambridge, England, 2439-2441.
24. Hsu, T. Y. and Zuyao, X., 1999, Martensitic transformation in Fe-Mn-Si based alloys, *Materials Science and Engineering A273*, 494-497.
25. Otsuka, K. ve Wayman, C., M., 1999, *Shape Memory Materials*, Cambridge University Press, Cambridge, United Kingdom, 117-131.
26. Kayalı, N., 1993, CuZnAl alaşımlarında martensit stabilizasyonu ve yaşlandırma etkileri”, *Doktora Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ*, 1-35s.
27. Hansen, P. M., 1958, *Constitution of Binary Alloys*, McGraw-Hill Book Company, New York, USA, 664-667.
28. Ageev, N., V., 1967, *Handbook of Binary Metallic Systems (Structure and Properties)*, Vol. 2, Israel Program for Scientific Translations, Jerusalem, 485-499p.
29. Nishimura, F., Watanabe, N., Tanaka, K., 1998, Back Stress and Shape Recoverability During Reverse Transformation in an Fe-Based Shape Memory Alloy, *Materials Science and Engineering, A247*, 275-284.

30. Li, H., Dunne, D. ve Kennon, N., 1999, Factors influencing shape memory effect and phase transformation behaviour of Fe-Mn-Si based shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A* 273-275, 517-523.
31. Reyhani, M. M., McCormick, P. G., 1993, Mechanical and shape memory behaviour in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloy, *Materials Science and Engineering A* 160, 57-61.
32. Andrade, M. S., Osthus, R. M., Arruda, G. J., 1999, The influence of thermal cycling on the transition temperatures of a Fe-Mn-Si shape memory alloy, *Materials Science and Engineering A* 273-275, 512-516.
33. King, H. W., Peters, M. A., 1997, Predictive equations for martensitic and antiferromagnetic transformations in Fe-Mn-Al-Si alloys, *Canadian Metallurgical Quarterly*, Vol. 36, No. 2, 137-141.
34. Sato, A., Yamaji, Y., Mori, T., 1986, Physical properties controlling shape memory effect in Fe-Mn-Si alloys, *Acta Metall.*, Vol. 34, No. 2, 287-294.
35. Zhang, Y. S., Lu, X., Tian, X., Qin, Z., 2002, Compositional dependence of the neel transition, structural stability, magnetic properties and electrical resistivity in Fe-Mn-Al-Cr-Si alloys, *Materials Science and Engineering A* 334, 19-27.
36. Lu, X., Zhang, B., Qin, Z., Zhang, Y., Ding, B., Hu, Z., 2003, Microstructure and mechanical properties of Fe-Mn-Ge alloys, *Materials Science and Engineering A* 347, 258-264.
37. Lee, Y., Choi, C., 2000, Effects of thermal cycling on the kinetics of the $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation in an Fe-17 wt pct Mn alloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 31A, 2735-2738.
38. Tsuchiya, K., Miyoshi, D., Tateyama, K., Takezawa, K. ve Marukawa, K., 1994, Changes in the ordered structure of Cu-Zn-Al martensite by isothermal aging, *Scripta Metall. Mater.*, 31, 455-460.
39. Adıgüzel, O., 1995, Martensite ordering and stabilization in copper based shape memory alloys, *Mater. Res. Bull.*, 30(6), 755-760.
40. Morin, M. and Trivero, F., 1995, Influence of thermal cycling on the reversible martensitic transformation in a Cu-Al-Ni shape memory alloy, *Mater. Sci. Eng.*, A196, 177-181.
41. Bergeon, N., Kajiwar, S. and Kikuchi, 2000, Atomic force microscope study of stress-induced martensite formation and it's reverse transformation in a thermomechanically treated Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloy, *Acta Mater.* 48, 4053-4064.
42. Zhao, C., 1999, Improvement of shape memory effect in Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 30A, 2599-2604.
43. Wang, X. X., Zhao, L. C., 1992, The effect of thermal-mechanical training on the formation of stress-induced ϵ martensite in an Fe-Mn-Si-Ni-Co alloy, *Scripta Metallurgica*, Vol. 26, 1451-1456.

44. Liu, D. Z., Kajiwar, S., Kikuchi, T., Shinya, N., 2003, Atomic force microscopy study on microstructural changes by 'training' in Fe-Mn-Si-based shape memory alloys, *Philosophical Magazine*, Vol. 83, No. 25, 2875-2897.
45. Reyhani, M. M., McCormick, P. G., 1994, Effect of thermomechanical cycling in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 31, No. 7, 875-878.
46. Marcus, H., Schwartz, L. H. and Fine, M., E., 1966, *Transactions of ASM*, Vol 59, 339-349p.
47. Zhang, J., Chen, S., Li, L., Hsu, T. Y. (Xu Zuyao), 1998, Analysis of the stress-strain curves of a Fe-Mn-Si shape memory alloy, *Materials Characterization*, 40, 37-41.
48. Chou, T. S., Lin, H. C., Lin, K. M., Wu, S. K., 2000, Characterization of internal friction of Fe-30Mn-6Si-5Cr, *Scripta Mater.* 42, 445-450.
49. Raynor, G. V. ve Rivlin, V., G., 1988, *Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys*", The Institute of Metals, London, 363-377.
50. Guo, Z., Rong, Y., Chen, S., Hsu, T., Y., 1999, Crystallography of fcc(γ) $\rightarrow$ hcp(ϵ) martensitic transformation in Fe-Mn-Si based alloys", *Scripta Materialia*, Vol. 41, No. 2, 153-158.
51. Thomas, G., Goringe, M., J., 1981, *Transmission electron microscopy of materials*, John Wiley and Sons, Inc., New York, 200-450p.
52. Wen, Y., H., Yan, M., Li, N., 2004, Effects of Carbon Addition and Aging on the Shape Memory Effect of Fe-Mn-Si-Cr-Ni Alloys, *Scripta Materialia*, 50, 441-444.
53. Wen, Y., H., Yan, M., Li, N., 2004, Remarkable Improvement of Shape Memory Effect in Fe-Mn-Si-Cr-Ni-C Alloy by Aging With Deformation, *Scripta Materialia*, 50, 835-838.
54. Otubo, J., Mei, P., R., Koshimizu, S., Shinohara, A., H., Suzuki, C., K., 1999, Relationship between thermomechanical treatment, microstructure and α' martensite in stainless Fe-based shape memory alloys", *Mater. Sci. Eng.*, A273-275, 533-537.
55. Yakuphanoglu, F., Aydoğdu, Y., Schatzschneider, U., Rentschler, E., 2003, Electrical conductivity, dielectric permittivity and thermal properties of the compound aqua[bis(2-dimethylaminomethyl-4-NIT-phenolato)] copper(II) including NaCl impurity, *Physica B*, 334, 443-450.
56. Barrett, C., S., Massalski, T., B., 1966, *Structure of Metals*, McGraw-Hill Book Company, New York, 250-475p.
57. Cotes, S., Sade, M., ve Guillerment, A., F., 1995, Fcc/Hcp martensitic transformation in the Fe-Mn system: experimental study and thermodynamic analysis of phase stability, *Metall. Mater. Trans. A*, 26A, 1957-1969.
58. Ariapour, A., Yakubtsov, I., Perovic, D., D., 1999, Effect of nitrogen on shape memory effect of a Fe-Mn-based alloy", *Mater. Sci. Eng.*, A262, 39-49.

59. Marinelli, P., Baruj, A., Pons, J., Sade, M., Guillerment, A. F., Cesari, E., 2006, The enthalpy change of the hcp→fcc martensitic transformation in Fe-Mn alloys: composition dependence and effects of thermal cycling, *Mater. Sci. Eng.*, Baskıda.
60. Jin, X., J., Hsu, T., Y., 1999, Thermodynamic consideration of antiferromagnetic transition on fcc(γ)→hcp(ϵ) martensitic transformation in Fe-Mn-Si shape memory alloys, *Materials Chemistry and Physics*, 61, 135-138.
61. Bancroft, G. M., 1973, *Mössbauer Spectroscopy (An Introduction for Inorganic Chemists and Geochemists)*, McGraw-Hill Book Company (UK) Limited, Maidenhead, Berkshire, England, 3-10p.
62. Gonser, U., 1975, *Mössbauer Spectroscopy (Topics in Applied Physics, Vol 5)*, Springer-Verlag, New York, 1-40p.
63. Zuoxiang, Q., ve Yansheng, Z., 1988, Mössbauer effect study of antiferromagnetic Fe-Mn-Si alloys, *Hyperfine Interactions*, 116, 225-235.
64. Liu, T., Liu, H. Y., Zhao, Z. T., Ma R. Z., Hu T. D. ve Xie Y. N., 1999, Mechanical alloying of Fe-Mn and Fe-Mn-Si, *Mater. Sci. Eng. A*, A271, 8-13.
65. Altınata, T., 1990, *Modern Üniversite Kimyası, Çağlayan Kitabevi, İstanbul*, 1-74s.
66. Fujita, F. E., 1999, Recent developments in mössbauer spectroscopy, *Contemporary Physics*, Vol. 40, 5, 323-337p.
67. Lu, X., Qin, Z., Zhang, Y., Ding, B. ve Hu, Z., 2000, The anamalous expansion of lattice parameter as a function of temprature for a Fe-24Mn alloy during $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation, *Scripta Mater.*, 42, 433-437.
68. Yamaguchi, K., Morioka, Y., Tomato, 1996, Anisotropiy in the shape memory effect in thermomechanically treated Fe-Mn-Si alloys”, *Scripta Mater.*, Vol. 35, No. 10, 1147-1152.
69. Li, J., C., Zhao, M., Jiang, Q., 2000, Alloy design of FeMnSiCrNi shape-memory alloys related to stacking-fault energy, *Metall. And Mater. Trans.*, Vol. 31A, 581-584.
70. Funakubo, H., 1987, *Shape Memory Alloys*, Japoncadan İngilizceye Çeviri, J.B. Kennedy 1987, Gordon and Breach Science Publishers, London, 1-40p.
71. Kayalı, N., Özgen, S. ve Adıgüzel, O., 1997, Ageing effects on ordering degree and morphology of 18R-type martensite in shape memory CuZnAl alloys, *Mater. Res. Bull.*, 32, 569-578.
72. Kayalı, N., Özgen, S. ve Adıgüzel, O., 1997, The influence of ageing on martensite morphology in shape memory CuZnAl alloys, *J. Phys. IV*, 7(C5), 317-322.
73. Lyman, T., 1973. *Metals Handbook (ASM), Metallography, Structures and Phase Diagrams*, Vol. 8, 199p.

74. Wang, Z., Zhu, J., 2004, Cavitation erosion of Fe-Mn-Si-Cr shape memory alloys, *Wear*, 256, 66-72.
75. Samuels, L., E., 1992, *Optical Microscopy of Carbon Steels*, American Society for Metals, Metals Park, Ohio 44073, 174-533p.
76. Li, C., L., Cheng, D., J. ve Jin, Z., H., 2002, Influence of deformation temperature on shape memory effect of Fe-Mn-Si-Ni-Cr alloy, *Mater. Sci. and Eng. A*, A325, 375-379.
77. Xia, R., D., Liu, G., W. ve Liu, T., 1997, The effect of thermal training on prestrained Fe-30Mn-6Si-5Cr shape memory alloy, *Materials Letters*, 32, 131-136.

ÖZGEÇMİŞ

29.10.1974 yılında İzmit’ te doğdum. İlk okulu Anadolu İlkokulunda, ortaokul ve liseyi Seymen Lisesinde okudum. 1997 yılında Ondokuz Mayıs Üniversitesi Eğitim Fakültesi Fizik Öğretmenliği bölümünü bitirdim. Aynı yıl Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde Fizik Anabilim dalında yüksek lisansa başladım. 20.03.1998 tarihinde Elazığ İli, Karakoçan İlçesine Fen Bilgisi öğretmeni olarak atandım. 2000 yılında yüksek lisansı bitirdim ve aynı yıl Fen Bilimleri Enstitüsünde doktora öğrenimime başladım.

Murat ESKİL