



T.C.

HİTİT ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

Ti' un $\text{Ni}_{55}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}$ ALAŞIMI ÜZERİNE ETKİSİ

Yüksek Lisans Tezi

Mehmet ÖZER

Çorum - 2023

Ti' un Ni₅₅Fe₁₈Ga₂₇ ALAŞIMI ÜZERİNE ETKİSİ

Mehmet ÖZER

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

TEZ DANIŞMANI

Prof. Dr. Hakan GÜNGÜNEŞ

Çorum 2023

KABUL ONAY SAYFASI

Mehmet ÖZER tarafından hazırlanan “Ti’ un Ni₅₅Fe₁₈Ga₂₇ ALAŞIMI ÜZERİNE ETKİSİ” adlı tez çalışması 18/01/2023 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından oy birliği ile Hitit Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Hakan GÜNGÜNEŞ

.....

Doç. Dr. Serhat Fevzi ÖZEREN

.....

Doç. Dr. Yasin Göktürk YILDIZ

.....

Hitit Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulunun 20/01/2023 tarih ve 2023/202 sayılı kararı ile Mehmet ÖZER’ ın Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans derecesi alması onanmıştır.

Prof. Dr. Muhammed Asif YOLDAŞ

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdür Vekili

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını beyan ederim.

Mehmet ÖZER

Ti' un Ni₅₅Fe₁₈Ga₂₇ ALAŞIMI ÜZERİNE ETKİSİ

Mehmet ÖZER

ORCID: 0000-0001-8008-9110

HİTİT ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Yüksek Lisans Tezi

Ocak 2023

ÖZET

Bu çalışmada Ti elementinin Ni-37.79Ga-14.46Fe alaşımlarının morfolojik, termal, mekanik ve manyetik özellikler üzerine yaptığı etki araştırıldı. Alaşımların fiziksel karakterizasyonu için; taramalı elektron mikroskobu (SEM), vickers mikro sertlik, basma testi, diferansiyel tarama kalorimetrisi (DSC), titreşimli numune manyetometre (VSM) ve mössbauer spektrometrisi kullanıldı. DSC sonuçlarına göre 0-600 °C aralığında bir faz geçişi gözlenmedi. Ti miktarının artması ile vickers sertliğinin azaldığı tespit edildi. Alaşımların Mössbauer spektrumları 2 ikili ve 1 altılıdan oluşmuştur. Mössbauer sonuçlarına göre Ti miktarının artması ile izomer kayma değeri değişmediği bununla birlikte çekirdeğin kubik simetrisinin bozulduğu ve paramanyetik faz miktarının arttığı belirlendi. Ti artması ile mekanik özelliklerin azaldığı basma testleri ile belirlenmiştir. Sünekliği en büyük alaşım Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti olarak tespit edilmiştir. Alaşımlarda Ti miktarının artması ile MS, Mr ve HC değerinin azaldığı oda sıcaklığında alınan Manyetizasyon eğrileri ile belirlenmiştir.

Anahtar Kavramlar: Martensite, Şekil hatırlamalı alaşımlar, Mössbauer, Vickers Mikro Sertlik, Manyetizasyon

Bilim Kodu: 20210

EFFECT OF Ti ON ALLOYS Ni₅₅Fe₁₈Ga₂₇

Mehmet ÖZER

ORCID: 0000-0001-8008-9110

HITIT UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL

Master of Science Thesis

January 2023

ABSTRACT

In this study, the effect of Ti element on the morphological, thermal mechanical and magnetic properties of Ni-37.79Ga-14.46Fe alloys were investigated. For the physical characterization of alloys; Scanning electron microscopy (SEM), Vickers micro hardness, differential scanning calorimetry (DSC), vibrating sample magnetometer (VSM) and mössbauer spectrometry were used. According to DSC results, no phase transition was observed in the 0-600 oC range. It was determined that the vickers hardness decreased with the increase of Ti amount. The Mössbauer spectra of the alloys composed of 2 doublet and 1 sextet. According to Mössbauer results, it was determined that the isomer shift values did not change with the increase of Ti amount, however, the cubic symetry of the nucleus is disordered and amount of paramagnetic phase increased with increased Ti amount. It was determined by compression tests that the mechanical properties decreased with the increase of Ti. The alloy with the greatest ductility was determined as Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti. It was determined by magnetization curves obtained at room temperature that the Ms, Mr and Hc values decreased with the increase of Ti amount in the alloys.

Key Terms: Martensite, Shape Memory Alloys, Mössbauer, SEM, Vickers Micro Hardness, Magnetization

Science Code: 20210

TEŐEKKÜR

Deęerli tez danıőmanım sayın Prof. Dr. Hakan GÜNGÜNEŐ hocama, deneysel alıőmalarımda desteęini esirgemeyen Öęr. Gör. Dr. Bünyamin IEK hocama ve yetiőmemde emeięi geen anne ve babama, hibir desteęini esirgemeyen eőim Esra ÖZER ve oęlum M. Cihangir ÖZER'e sonsuz teőekkür ederim.

Mehmet ÖZER



Bu tez çalışmasına, FEF19004.21.005 numaralı proje kapsamında vermiş oldukları destekten dolayı, Hitit Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü' ne teşekkür ederiz.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
TABLolar DİZİNİ.....	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
RESİMLER DİZİNİ	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR	xv
GİRİŞ.....	1

1. BÖLÜM

KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI

1.1. Çalışmanın Amacı	3
1.2. Şekil Hafızalı Alaşım lar	3
1.3. Martensit Dönüşüm	4
1.4. Şekil Hafızalı Alaşım ların Makroskobik Davranış ları.....	5
1.4.1. Süperelastiklik.....	6
1.4.2. Şekil hafıza etkisi.....	6
1.5. Alaşım ların Atom Başına Düşen Valans Elektron Sayısı (Elektron Konsantrasyonu).....	8
1.6. Şekil Hafıza Etkisinin Belirlenmesi	8
1.6.1. Diferansiyel taramalı kalorimetre ölçümü	8
1.6.2. Elektriksel direnç ölçümü.....	9
1.6.3. Sabit yük altında ısıtıp soğutma.....	9
1.6.4. Termal çevirim sayısı	10
1.7. Şekil Hatırlamalı Alaşım ların Kullanım Alan ları.....	10

2. BÖLÜM

MANYETİK MALZEMELER

2.1. Manyetik Madde Çeşitleri	12
2.1.1. Ferromanyetik malzeme	13
2.1.2. Diyamanyetik malzeme	13
2.1.3. Paramanyetik malzeme	13
2.1.4. Ferrimanyetik malzeme	14
2.1.5. Antiferromanyetik malzeme.....	14
2.2. Manyetik Histerisiz.....	14
2.2.1. Yumuşak manyetik malzemeler.....	15
2.2.2. Sert manyetik malzemeler	16

3. BÖLÜM

FERROMANYETİK ŞEKİL HATIRLAMALI ANLAŞIMLAR (FSMA)

3.1. Ferromanyetik Şekil Hafıza Etkisi	18
3.2. Ferromanyetik Şekil Hafıza Etkisi Gösteren Alaşımalar	20
3.3. Ferromanyetik Şekil Hatırlamalı Alaşımaların Kristal Yapısı.....	20

4.BÖLÜM

MATERYAL VE YÖNTEM

4.1. Alaşımaların Hazırlanması.....	23
4.1.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri için alایشımların hazırlanması	23
4.1.2. Diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ölçümleri için alایشımların hazırlanması.	23
4.1.3. Mössbauer spektrometresi ölçümleri için alایشımların hazırlanması.....	24
4.1.4. Mikro sertlik ölçümleri için alایشımların hazırlanması.....	24
4.1.5. Basma testi ölçümleri için alایشımların hazırlanması	24
4.1.6. Manyetizasyon ölçümleri için alایشımların hazırlanması	24
4.2. Yöntem.....	24
4.2.1. DSC (Diferansiyel taramalı kalorimetre sistemi).....	24

4.2.2. SEM (Taramalı elektron mikroskobu).....	25
4.2.3. Mössbauer spektrometresi sistemi	26
4.2.4 Aşırı ince etkileşimler ve mössbauer parametreleri	26
4.2.5. Manyetizasyon ölçümü.....	29
4.2.6. Curie sıcaklığı.....	30
4.3. Mekanik Karakterizasyon	31
4.3.1. Sertlik yöntemi.....	31
4.3.2. Çekme yöntemi	33
4.3.3. Çekme özellikleri.....	33

5. BÖLÜM

ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

5.1. Alaşımlarının Mikro Yapısının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi.	36
5.2. Alaşımlarının Mekanik Özellikleri.....	40
5.2.1 Alaşımların sertlik ölçümleri.....	40
5.2.2 Alaşımların basma testi ölçümleri	41
5.3 Alaşımların Termal Özellikleri.....	43
5.4 Alaşımların Manyetik Özellikleri.....	43
5.4.1 Alaşımların mössbauer analizleri.....	43
5.4.2 Alaşımların Manyetizasyon Analizleri.....	46
SONUÇ VE ÖNERİLER.....	51
KAYNAKÇA	53

TABLULAR DİZİNİ

Tablo	Sayfa
Tablo 4.1. Bazı maddeler için Curie sıcaklık değerleri aşağıda gösterilmiştir	31
Tablo 5.1. Ni-37.79Ga-14.46Fe alaşımında 3 farklı bölgede elde edilen ağırlıkça element oranı.....	37
Tablo 5.2. Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti alaşımında 3 farklı bölgede elde edilen ağırlıkça element oranı.....	38
Tablo 5.3. Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti alaşımında 6 farklı bölgede elde edilen ağırlıkça element oranı.....	39
Tablo 5.4. Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımında 3 farklı bölgede elde edilen ağırlıkça element oranı.....	40
Tablo 5.5. Alaşımların Oda Sıcaklığında Vickers Mikro Sertlik değerleri	40
Tablo 5.6. Alaşımların Oda Sıcaklığındaki Mekanik Özellik Parametreleri.....	42
Tablo 5.7. Alaşımların Mössbauer Parametreleri (I.S: İzomer Kayma, Q.S: Kuadropol Kayma, Γ : Çizgi genişliği, H_{eff} : iç Manyetik Alan, Area: Fazların Kısmi Alanı)	46
Tablo 5.8. Alaşımların Magnetizasyon parametreleri.....	49

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Şekil hatırlamalı alaşımların farklı fazları, a) Östenit, yüksek sıcaklık fazı, kristal kübik yapı, b) Martensit, düşük sıcaklık fazı, monoklinik kristal yapı, ikizlenmeli martensit, c) Deforme olmuş martensit .	4
Şekil 1.2. Süperelastiklik Af, As, Mf, Ms sıcaklığında zor zorlanma eğrisi	6
Şekil 1.3. Şekil hatırlama etkisi	7
Şekil 1.4. İki yönlü şekil hafıza etkisi	7
Şekil 1.5. Şekil hatırlamalı alaşımlarda elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi	9
Şekil 2.1. Manyetik davranış çeşitleri	12
Şekil 2.2. Ferromanyetik histerisiz döngüsü	15
Şekil 2.3. Yumuşak ve sert manyetik malzemelerin manyetizasyon eğrisinin şematik gösterimi	16
Şekil 3.1. Manyetik şekil hafıza etkisinin şematik gösterimi	19
Şekil 3.2. Ferromanyetik şekil hatırlama etkisinin şematik gösterimi	19
Şekil 3.3. a) B2 Östenit yapının martensit Ll_0 yapısı b) Kübik eksenle Ll_0 hücre arasında örgü uygunluğu	20
Şekil 3.4. NiMnGa alaşımlarının soğutma sırasında dönüşümleri	21
Şekil 3.5. Bazı modulated martensit fazların şematik gösterimi	21
Şekil 3.6. (a) Martensit fazların kararlılığı (b) Dönüşüm sıcaklığı M_s ile ilk martensit yapı arasındaki ilişki	22
Şekil 4.1. Kaynak ve soğurucu arasındaki farklı s-elektron yoğunlukları, zeminin ve uyarılmış bölgelerin enerji seviyelerini değiştirir ve bir mössbauer spektrumunda izomer kayması verir	27
Şekil 4.2. ^{57}Fe 'nin uyarılmış halinin $I=3/2$ ile dört kutuplu bölünmesi ve mössbauer spektrumlarının gösterilmesi	28
Şekil 4.3. ^{57}Fe manyetik dipol geçişleri ve mössbauer spektrumlarını görüntüleme	29
Şekil 4.4. B-H eğrisi	29

Şekil	Sayfa
Şekil 4.5. B-H eğrisinde ve kalıcı mıknatıslık değeri.....	30
Şekil 4.6. Vickers sertlik deneyi.....	32
Şekil 4.7. Çekme deneyi	34
Şekil 4.8. Zor zorlanma eğrisi (https://www.muhendisbeyinler.net/katilarin-esneklik-ozellikleri)	35
Şekil 5.1. Ni-37.79Ga-14.46Fe Alaşımının oda sıcaklığındaki gerilim gerinme grafiği	41
Şekil 5.2. Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti Alaşımının oda sıcaklığındaki gerilim gerinme grafiği	41
Şekil 5.3. Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti Alaşımının oda sıcaklığındaki gerilim gerinme grafiği	42
Şekil 5.4. Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti Alaşımının oda sıcaklığındaki gerilim gerinme grafiği	42
Şekil 5.5. (a) Ni-37.79Ga-14.46Fe (b) Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti (c) Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti (d) Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımlarının DSC grafikleri	44
Şekil 5.6. (a) Ni-37.79Ga-14.46Fe (b) Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti (c) Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti (d) Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımlarının oda sıcaklığında elde edilen mössbauer spektrumları.....	45
Şekil 5.7. Ni-37.79Ga-14.46Fe alaşımının oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrisi.....	47
Şekil 5.8. Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti alaşımının oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrisi.....	47
Şekil 5.9. Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti alaşımının oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrisi.....	48
Şekil 5.10. Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımının oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrisi.....	48
Şekil 5.11. Alaşımların oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrisi.....	49

RESİMLER DİZİNİ

Resim	Sayfa
Resim 4.1. DSC cihazı.....	25
Resim 4.2. a) Curie sıcaklığının altında, b) Curie sıcaklığının üstünde manyetik momentlerin yönelmesi	31
Resim 5.1. Ni-37.79Ga-14.46Fe Alaşımının SEM görüntüsü	36
Resim 5.2. Ni _{15.55} Fe _{36.93} Ga-0.12Ti alaşımının SEM görüntüsü	37
Resim 5.3. Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti alaşımının SEM görüntüsü.....	38
Resim 5.4. Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımının SEM görüntüsü.....	39



SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

e_{γ}	Valans elektron sayısı
e/a	Valans elektron konsantrasyonu
σ_{Ak}	Akma dayanımı
σ_{ζ}	Çekme dayanımı
U_f	Rezilyans modülü

Kısaltmalar

Af	Östenit bitiş sıcaklığı
As	Östenit başlama sıcaklığı
B	Dış manyetik alan
bcc	α faz martensit
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetre
EDS	Elektron dispersiyon spektroskopisi
fcc	γ faz östenit
FSMA	Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşım
H	Manyetik alan
Hs	Histerisiz
Hv	Vickers sertlik değeri
M	Mıknatıslanma
Mf	Martensit bitiş sıcaklığı
Ms	Martensit başlama sıcaklığı
R	Remanans
S	Kesme modülü
SEM	Taramalı elektron mikroskobu

SMA	Şekil hatırlamalı alaşım
Tc	Curie sıcaklığı
Y	Elastikiyet modülü



GİRİŞ

Teknolojinin çoğu alanında kullanılan şekil hatırlamalı alaşımlar (SMA) kritik dönüşüm sıcaklığının üstünde östenit ve altında ise martensit adı verilen farklı iki kristal yapıya sahiptir. Sıcaklık değeri düştüğünde deforme olan bu alaşımlar sıcaklık değeri yükseldiğinde ise deformasyondan önceki şekline dönüşebilmektedir. Östenit yapı yüksek sıcaklıklarda, martensit yapı ise düşük sıcaklıklarda daha karalıdır. Herhangi bir sistem kararlı olmadığı bir durumdan kararlı bir duruma yönelmeye başlar. Sistemin kararlılık durumunu sıcaklık, basınç ve kompozisyona ek olarak boşluk, arayer, dislokasyon ve arafaz yüzeyleri gibi kristal kusurları en çok etkiler. Isıtma ve soğutma esnasında meydana gelen faz dönüşümleri esnasında dönüşüm sıcaklıkları arasındaki fark H_s ile gösterilir ve histerisiz olarak tanımlanır. Burada farkın az olması dönüşüm için olması gereken enerjinin az ve dönüşüm yüzdesinin de büyük olduğunu gösterir. Bu tip alaşımların kırılğan olması ise teknolojik kullanımını engelleyen bir durumdur.

Teknolojide kullanılan şekil hatırlamalı alaşımlar NiTi, bakır bazlı ve demir bazlı ve diğer alaşımlar olmak üzere 4'e ayrılır. Bu alaşımlar arasında Nitinol olarak bilinen NiTi şekil hatırlamalı alaşımları küresel bazda en çok hacmi olan alaşımlardır. Dönüşüm sıcaklıkları 40 °C civarında olması ve yüzde yüze yakın şeklini hatırlaması bu alaşımları popüler hale getirmiştir (Akdoğan ve Nurveren, 2002). Son yıllarda otomotiv, boru bağlantı noktalarında, medikal implantlarda, havacılık, biyo mühendislik ve elektrik bağlantı noktalarında kullanılmak üzere pek çok şekil hatırlamalı malzemeler geliştirilmiştir (Sutou ve ark., 2004). Uzay ve otomotiv endüstrisi gibi çoğu mühendislik uygulamasında yüksek sıcaklıkta (200 °C den yüksek) uygulanabilecek SMA ihtiyaç duyulmaktadır. (HTSMA). Bu alaşımlar özellikle yüksek martensit dönüşüm sıcaklığına ve alaşımın sünekliğin de kararlılığa ihtiyaç duymaktadır. Özellikle yüksek sıcaklıkta pratik uygulama gösterebilmesi için pek çok termal döngü sonucu karalı bir sünekliğe ve martensit dönüşüm sıcaklığına ihtiyaç duymaktadır. Son yıllarda ferromanyetik davranış ile şekil hatırlama özelliğini birlikte barındıran yeni tip ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar (FSMA) geliştirilmiştir. Ni-Mn-Ga, Ni-Mn-In, Ni-Mn-Sn, Ni-Fe-Ga alaşımları bu tip alaşımlardır. (Sutou ve ark., 2004; Kainuma ve ark., 2006; Oikawa ve ark., 2002). Bu alaşımlar manyetik alan altında ferromanyetik faz geçişi gösteren alaşımlardır. Bu alaşımlar aynı zamanda manyetik domainlerin aktif olmadığı durumlarda geleneksel şekil hatırlamalı alaşımlarla aynı özelliği gösterir. Son yıllarda bu tip alaşımlara eklenecek farklı elementlerin etkisi üzerine yoğun çalışmalar yapılmaktadır. Bundan dolayı bu tez çalışmasında Ti elementinin bazı Ni-Fe-Ga alaşımını morfolojik, manyetik, termal ve mekanik özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır.

1. BÖLÜM

KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI

1996' da keşfedilen intermetalik Ni-Mn-Ga temelli ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlar gözlemlenen büyük manyetik alan kaynaklı zorlar (MFIS) nedeniyle yüksek performanslı aktüatörler ve sensör malzemeleri olarak son yıllarda büyük ilgi görmüştür (Ullako ve ark., 1996). Fakat Ni₂MnGa kristalinin kırılğan yapısı bu alaşımların teknolojik kullanımında bir sorundur. Bu alaşımlardan farklı olarak 2004 yılında Ni-Mn-Z (Z=In, Sn, Sb) alaşımlarının keşfedilmesinden bu yana yeni bir tür ferromanyetik şekil-hatırlamalı alaşım (FSMA) olarak son yıllarda büyük bir ilgi görmüştür (Sutou ve ark., 2004). Bu tip alaşımlarının kırılğanlık özelliğini biraz daha düzeltmek amacı ile NiFeGa alaşımları üzerine çalışmalar bulunmaktadır. Bu çalışmaları kısaca özetlersek;

Ni₂FeGa alaşımının kubik yapıdan ortorombik yapıya termoelastik martensitik faz dönüşümüne uğradığını ve %0,3'lük bir deformasyon ile iki yönlü %100'lük şekil hatırlama özelliği olduğu gösterilmiştir (Liu ve ark., 2003).

Ni-27Ga-(20-22) Fe alaşımlarında manyetik faz geçişleri üzerine çalışmalar yapmış ve fe miktarının artması martensite başlama sıcaklığının azaldığı gösterilmiştir. (Oikawa ve ark., 2002).

Ni_{56,5-x}Fe₁₇Ga_{26,5}Gex alaşımında Ge miktarının artması ile martensite başlama sıcaklığının azaldığı gösterilmiştir (Yu ve ark., 2009).

Ni₅₆Fe₁₇Ga_{27-x}Co_x alaşımında Co miktarının artması ile Curie ve martensite başlama sıcaklığının artmasının yanı sıra mekanik özelliklerinin de arttığı tespit edilmiştir. (Sui ve ark., 2008).

Ni₅₄Fe_{20-x}Ga₂₆Co_x alaşımında Co miktarının 0 dan 9 a kadar artması ile martensite başlama sıcaklığının -70 °C den 120 °C' ye arttığı, doyum manyetizasyonunun 60 dan 43 Am²/kg azaldığı tespit edilmiş ve Ni-23.2 Fe-24.4 Ga alaşımının %4 deformasyon ile süper elastik özellik gösterdiğini belirlemişlerdir. (Chernenko ve ark., 2009).

Ni₅₅Fe₁₉Ga₂₆ Alaşımında sıcaklığa bağlı oluşan faz yüzdeleri Mössbauer spektrometresi ile belirlenmiştir (Gutierrez ve ark., 2006).

Ni₅₁Fe₂₂Ga₂₇ Alaşımında Martensite başlama ve östenite bitiş sıcaklığının ısıl işlem sıcaklığının artması ile arttığını, Curie sıcaklığının ise azaldığını göstermişlerdir (Oikawa., 2004).

Ni_{49,3} Fe₁₈Ga₂₇Co_{5,7} Alaşımında 573 K' de süper elastik özellik gösterdiği bulunmuştur (Yang ve ark., 2017).

Ni-Fe-Ga-Co tek kristallerinin 123-423 K sıcaklık aralığında süper elastik özelliği gösterdiği belirlenmiştir (Chen ve ark., 2020).

1.1. Çalışmanın Amacı

Ni-Mn-Ga ve Ni-Mn-In ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımların manyetik kontrollü aktüatör ve manyetik sensör olarak kullanımında yüksek kırılgenlikleri kullanımını kısıtlamaktadır. Ni-Fe-Ga alaşımlarının kullanımı ile mekanik özelliklerinin biraz iyileştirilmesi ile bu alaşımlara farklı elementler özellikle Co eklenmesi sonucu çalışmalar yoğunlaşmıştır. Bundan dolayı bu çalışmada bazı NiFeGa alaşımlarına Ti eklenmesi sonucu alaşımın bazı fiziksel özelliklerinin değişimi incelenecektir.

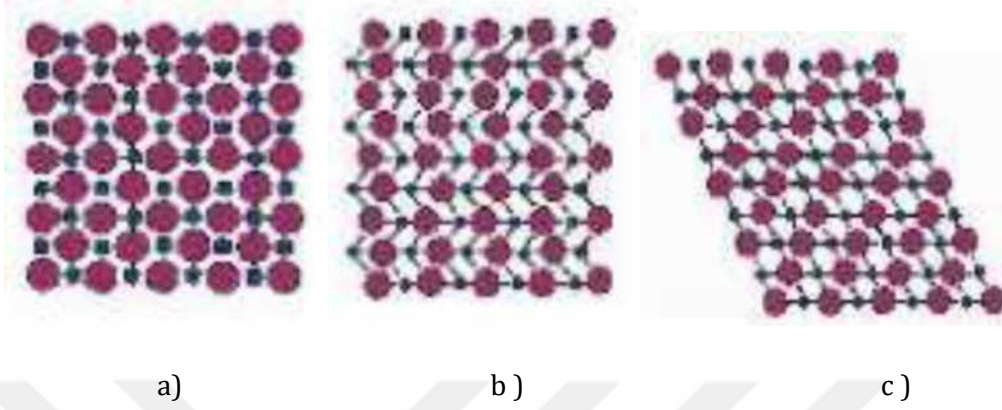
1.2. Şekil Hafızalı Alaşımlar

Şekil Hafızalı alaşımlar, ilk kez 1932 yılında Ölander' in "Rubber Like Effect" çalışmasında kullandığı Altın-kadmiyumda ve Greninger ve Mooradian' nın 1938' de Pirinç (Bakır - Çinko) alaşım çalışmalarında gözlemlenmiştir (Schetky, 1980). Sonraki yıllarda Chang ve Read (1951 de) altın kadmiyum çalışmasında (Shape Recovery) şekil dönüşümü terimini ilk defa kullanmışlardır. Nikel-Titanyum alaşımlarının şekil hafıza özelliğini Ordnance laboratuvarında William J.Buehler ve arkadaşları 1962' de keşfetmişlerdir. Keşfettikleri bu alaşıma NİTİNOL (Nikel- Titanyum Naval Ordnance Laboratuvarı) adını vermişlerdir. Keşfedildiği yıldan bugüne kadar şekil hafıza özelliği alanında sayısız çalışmalar yapılmış keşfedilen bu alaşımlar (mühendislik sağlık, askeri vb.) çeşitli alanlarda kullanılmıştır. Bu tür alaşımların fiziksel davranışlarının kontrol edilmesi üzerine çalışmalar sürdürülmektedir (Darjan, 2007).

1970' li yıllarda şekil hafızalı alaşımların çeşitli kullanım alanlarının farkında olunmuş ve şekil hafızalı alaşımlarının üretiminde artış olmuştur. Sawyer 1971' de Ni-Ti alaşımını kullanarak yapay kalbin çalışmasını sağlamıştır. Sharp 1982 'de şekil hafızalı alaşımı elektrik fırınında aktüatör olarak kullanmıştır. Matsushita 1983' te klimaların hava deliklerinde şekil hafızalı alaşımları aktüatör olarak kullanmıştır (Söylemez, 2009).

Şekil hafızalı alaşımlar ısıtılıp belirli bir sıcaklık üstünde çıkıldığında bariz şekil değişimine uğrayan alaşımlardır. Şekil hafızalı alaşımlar kritik bir sıcaklık değerinde boyutunu ve şeklini hatırlarlar. Görülen bu özellik nedeniyle bu tür malzemelerin akıllı malzemeler olarak isimlendirilmiştir. Genellikle böyle alaşımlar, sıcaklık değeri düşükken plastik olarak deforme edildikten sonra, sıcaklık değeri yükseldiğinde ise deformasyondan önceki şekillerine geri dönüşürler (Darjan, 2007; Sharma vd., 2008; Baksan, 2006). Şekil hafızalı alaşımlar Şekil 1.1' de görüldüğü üzere iki faza sahiptirler. Biri- Östenit - yüksek sıcaklık fazı (İsmi İngiliz metalurjist William Chander Austen' den almıştır) diğeri ise - Martensit - düşük sıcaklık fazı (İsmi Alman metalograf Adolf Martens'ten almıştır) (Darjan, 2007; Chatterjee vd., 2008). Östenit'ten Martensit'e, Martensit'ten Östenit'e meydana gelen faz dönüşümleri için dört geçiş sıcaklığı Martensit başlangıç (Ms), Martensit bitiş (Mf), Östenit başlangıç (As), Östenit bitiş (Af) şeklinde isimlendirilirler. Sıcaklık sıralaması bunlar arasında $Mf < Ms < As < Af$ şeklindedir.

Martensit ve östenit faz farkı $M_f < T < A_f$ sıcaklığı aralığında birlikte olduğu bilinirken, $M_s < T < A_f$ sıcaklık aralığında faz farkı görülmemektedir (Rahman, 2008).



Şekil 1.1. Şekil hatırlamalı alaşımların farklı fazları, a) Östenit, yüksek sıcaklık fazı, kristal kübik yapı, b) Martensit, düşük sıcaklık fazı, monoklinik kristal yapı, ikizlenmeli martensit, c) Deforme olmuş martensit (Darjan, 2007).

1.3. Martensit Dönüşüm

Herhangi bir malzemenin iç yapı durumu açısından farklı olan bölümleri faz olarak bilinir. Her bir faz atomun homojen dizilmesi sonucu belirli yapısı olur. Homojen bir şekilde dizilen atomlar kararlı denge durumunda belirli oluştururlar. Fakat uygulanan fiziksel etki ile enerji değeri farklılaşır, denge değişir, atomlar daha düşük enerjili farklı bir denge durumuna geçer ve başka bir durumda dizilir böylece yeni bir faz meydana gelir. Belirli fazlardan meydana gelen denge durumundan farklı fazlardan meydana gelen farklı bir denge yapısı oluşumu olayı faz dönüşümüdür. Katılarda faz dönüşümü sırasında yeni faz oluştururken atomlar yer değiştirir. Atomların komşulukları değişimi sonucu oluşan faz dönüşümleri "difüzyonlu" iken komşulukları değişmeden oluşan faz dönüşümleride "difüzyonsuz" dönüşümlerdir. Katıhal fiziği açısından çok önemlidir bu dönüşümler. 19 yy. sonlarında doğru ilk defa Alman bilim adamı A. Martens tarafından incelenmesi sonucunda martensitik faz dönüşümü olarak bilinir. (Güngüneş, 2005).

Martensit dönüşüm demir ve demir dış malzemelerin kristal yapısını aşırı soğutma sonucu farklı bir kristal yapıya fiziksel olarak kayma ile (difüzyonsuz) dönüşümüdür. Aşırı soğutmanın yüksek oluşu ile ses hızına yakın hızda oluşan dönüşüm, tamamen ara yüzey kontrollü olup difüzyon şartlarından bağımsızdır. Martensit dönüşüm 1895 yılında Adolf Martens tarafından ilk defa demir bazlı (çelik) alaşımlarda keşfedilmiştir. Bu yapısal dönüşümü, yüksek sıcaklık fcc fazdan (γ faz-austenit), düşük sıcaklık bcc faza (α faz-martensit) dönüşümü şeklinde tanımlanmıştır.

Martensit dönüşüm, difüzyonsuz yapısal faz dönüşümüdür. Bu dönüşümün belirgin özelliği, atomik ayrışmalardan daha küçük aralıklarda bitişik atom işbirliği ile yer değiştirmesi, başlangıç ve bitişik fazların örgüler arası güçlü kristalografik bağlantı ve dönüşüm bölgesinde şekil değişmesidir (Vasil'ev ve ark., 2003).

Difüzyonsuz bir durumda, herhangi kristal bir yapıdan farklı başka bir kristal yapıya dönüşüm, martensite dönüşüm olarak tanımlanır. Difüzyonsuz bu dönüşümler alaşımlar, metaller ve bileşiklerde gözlemlenmiştir. "Martensite faz dönüşümü" katılarda gözlemlenen bir faz dönüşümünü ifade eder ve alaşım, metallerde gözlemlenen birinci dereceden yapısal bir faz dönüşümü olup, ana faz olan östenit faza zor ve sıcaklığın ya da birlikte ikisinin etkisiyle ürün fazı olarak bilinen martensite fazın oluşturulması olayıdır.

Martensite dönüşümlerin genel karakteristiklerini aşağıdaki gibi sıralayabiliriz.

- 1) Martensit faz, ara bir katı çözeltili fazıdır.
- 2) Kristal içindeki atomların komşulukları dönüşüm öncesi ve sonrası korunur sonuç olarak bu dönüşüm difüzyonsuzdur.
- 3) Numunenin yüzeyi ana faz durumunda düzeltilip, parlatılıp ve daha sonra sıcaklık düşürülürse yüzey üzerinde oluşan martensit fazlı bazı bölgelere optik mikroskopla bakıldığında bu bölgelerin kabartılar şeklinde olduğu gözlemlenir.
- 4) Bir martensit dönüşümde ana fazı ürün fazından ayıran bozulmamış olarak kalan düzleme yerleşme düzlemi (habit plane) denir.
- 5) Östenit faz ile martensit faz arasında kısıtlı bir dönme bağıntısı bulunur.
- 6) Martensite faz dönüşümünde kristal örgü kusurları da meydana gelir.

Martensit faz, alaşımın türüne göre kama, iğne, ince plaka ve benzeri şekillerde oluşabilir. Martensit plakalarda dislokasyon ve kristalografik ikizlenmeden kaynaklanan kristal kusurları da bulunabilir.

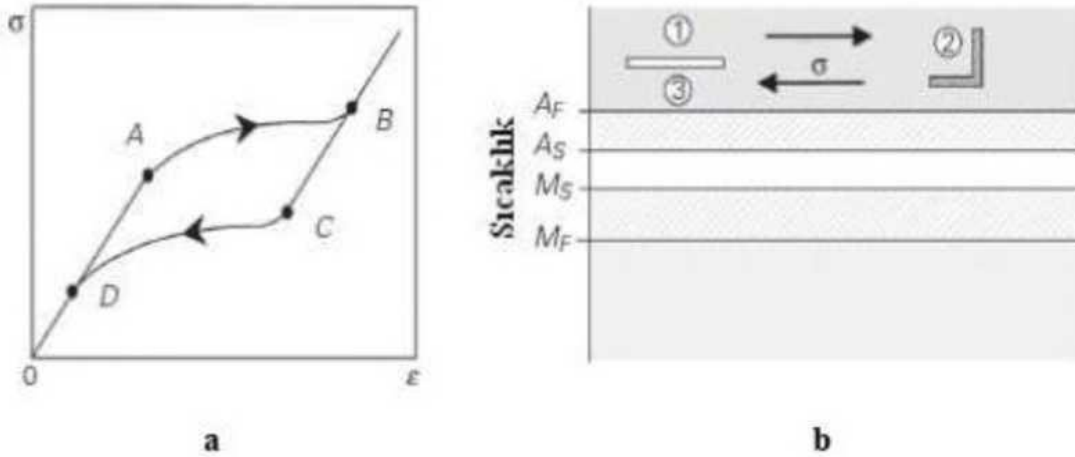
Martensite faz dönüşümleri, termoelastik olan ve termoelastik olmayan şekilde ikiye ayrılır. Şekil hafızalı alaşımlar termoelastik olan martensit dönüşüm gösterirler (Aydoğdu, 1995).

1.4. Şekil Hafızalı Alaşımların Makroskobik Davranışları

Bilindik sıradan malzemelerden farklı olarak şekil hafızalı alaşımlar çok fonksiyonlu malzemelerdir ve bu alaşımlar farklı iki önemli özellik gösterir bunlardan biri şekil hatırlama etkisi diğeri de süperelastiklidir (Rahman, 2008).

1.4.1. Süperelastiklik

Şekil hafızalı alaşımlarda lineer olmayan esnek davranışa pseudo-esneklik (süperelastiklik) denir. Bu durumda düşük bir kuvvet uygulayarak çok daha büyük bir deformasyon oluşturulabilir buna rağmen malzeme üzerinden yük çekilirse, malzeme ısıtılmaya gerek kalmadan orijinal haline dönüşebilir (Fred ve ark., 2009; Baksan, 2006). A_f sıcaklığının üstünde şekil hafızalı alaşımlarda süperelastiklik oluşur. Süperelastiklik şekil hafızalı alaşımlarda Şekil 1.2.a, görülmektedir. Mekaniksel olarak yapılan yükleme, A noktasında kritik değere ulaşana kadar elastiklik cevaba sebep olur ve martensit dönüşüm (Östenit-Martensit) B noktasının sonuna kadar meydana gelir. Burada B noktası numunenin kristal yapısı deforme olmuş martensittir. Zor değerleri yüksek olması şekil hafızalı alaşımlarda lineer bir cevaba sebeptir. Süperelastiklik olayı değişik sıcaklıklarda yüklememe-yükleme deneyi ile belirlenir. Yüklenmeme halinde numune ters martensit dönüşüm (B→C). C' den D' ye (Martensit-Östenit) gerçekleşir. Malzemede D noktasının üstündeki değerlerde elastik boşalma gözlemlenir. Yükleme ve yüklenmeme sonuçlandığında şekil hafızalı alaşım artan zorlanmaya sahip olmaz. Şekil 1.2.b de süperelastiklik etkinin gözlemlendiği farklı bir yoldur. (1) durumunda yalnızca östenit gibi faz vardır. Mekaniksel yükleme belirli sıcaklıkta, deforme olmuş martensit dönüşüm gerçekleşene kadar uygulanır. (2)' de, yüklenmeme halinde ters dönüşüm yer değiştirir (deforme olmuş martensit→östenit). (3)' te ise artan zorlanma göstermez malzeme (Machado ve Savi, 2003).



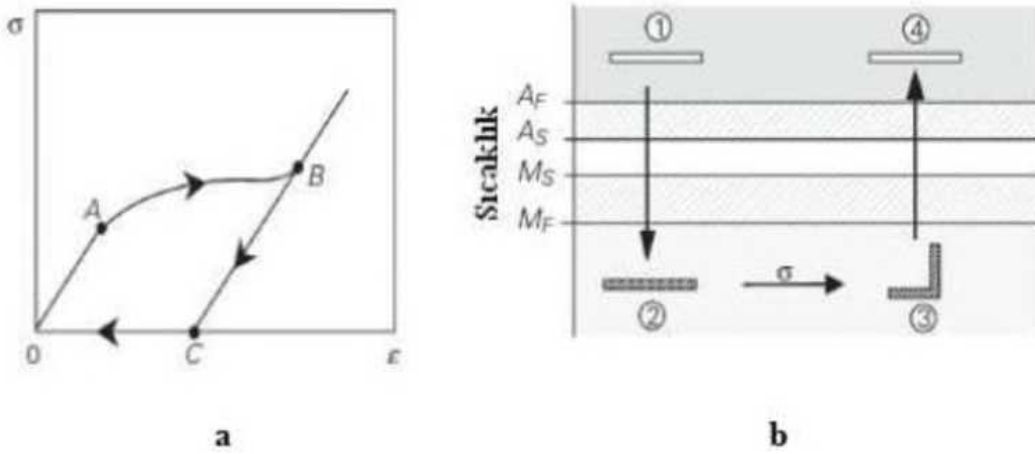
Şekil 1.2. Süperelastiklik A_f , A_s , M_f , M_s sıcaklığında zor zorlanma eğrisi

1.4.2. Şekil hafıza etkisi

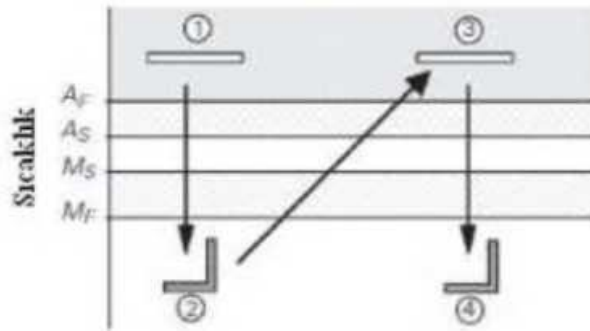
Şekil hafıza etkisi şekil hafızalı alaşımlarda görülen ikinci termomekaniksel davranıştır. Şekil 1.3.a şekil hafıza etkisinin gözlemlendiği zor-zorlanma eğrisi bu eğri düşük sıcaklıklarda görülür. Mekaniksel yükleme yapıldığında malzemeye, A noktasında zor kritik değere ulaşır. İkizlenmeli martensit B noktasının sonuna kadar olan süre deforme olmuş martensite

dönüşme süresidir. Şekil hafızalı alaşım, yüklenme-yüklemenin kaldırılması durumu sonlandığında C noktasında artan zorlanma gösterir. Malzemede ısıtma ve bu artan zorlanma ile ters farz dönüşümü oluşur. Bu durum şekil hafıza etkisidir ve aynı zamanda tek yönlü şekil hafıza etkisi olarak ifade edilir. Bu durum Şekil 1.3.a da histerisiz eğrisinin hareketinde ilk olarak görülür. Histerisiz eğrisi sıcaklık düştüğü anda düşer.

Şekil 1.3.b şekil hafıza etkisinin inceleneceği başka bir yoldur. (1 durumu) şekil hafızalı alaşımın sıcaklığı A_F sıcaklığının üstündedir. Bu sıcaklık değerinde malzeme yalnızca östenit fazdadır. Malzemenin sıcaklık değeri azaldığı zaman malzemenin faz dönüşümü yer değiştirmeye başlar. Sıcaklık değeri M_F nin altında olduğunda bu dönüşüm gerçekleşir böylece ikizlenmiş martensit, östenitle yer değiştirir (2 durumu). Sabit sıcaklıkta mekanik yüklenme uygulanırsa [(2)→(3)] deforme olmuş martensit yükselir. Yüklenme sona erdiğinde malzeme artan zorlanma gösterir (3 durumu). Malzemenin son hali, martensit dönüşümü neden olan ısıtma ile düzelmektedir (Machado ve Savi, 2003).



Şekil 1.3. Şekil hatırlama etkisi (Machado ve Savi, 2003)



Şekil 1.4. İki yönlü şekil hafıza etkisi (Machado ve Savi, 2003)

Şekil 1.4'te şematik olarak çif yönlü şekil hafıza etkisi gösterilmektedir. (1) durumunda, Af sıcaklığının üstündeki şekil hafızalı alaşım görülmektedir. Şekil değişiminin nedeni olan faz değişimi (Östenit→Martensit) malzeme soğutulduğunda gerçekleşir (2). Malzeme Af sıcaklığının üstüne ısıtıldığında malzemede tekrar faz dönüşümü görülür böylece orijinal haline geri döner [(2)→(3)]. Diğer soğutma durumu malzemeyi kendi düşük sıcaklık haline geri çevirir. Tek yönlü şekil hafıza etkisinin tersine, düşük sıcaklıkta malzemenin şeklini değiştirmek için mekanik yükleme yapmaya ihtiyaç yoktur (Machado ve Savi, 2003).

1.5. Alaşımların Atom Başına Düşen Valans Elektron Sayısı (Elektron Konsantrasyonu)

Valans elektronu, atomların temel kuantum düzeyinin en dış yörüngedeki elektronlarıdır. Geçiş elementlerinde atomun d ve s orbitallerindeki elektronlar valans elektronların sayısıdır. Örneğin NiTi alaşımında Ni ve Ti elektron dizilişi Ni: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^8$, Ti: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^2$ şeklinde ve bunların valans elektron sayısı (e_v), $e_v^{Ti} = 4$, $e_v^{Ni} = 10$ dır. NiTi alaşımının atom başına düşen ortalama elektron sayısı $e_v / a = (10+4)/2 = 7$, Üçlü ve dördümlü alaşımların valans elektronları ise aşağıda belirtilen formülle hesaplanır.

$$e_v / a = f_{Ni} e_v^{Ni} + f_{Ti} e_v^{Ti} + f_T e_v^T + f_Q e_v^Q \quad (1.1)$$

f_{Ni} , f_{Ti} , f_T ve f_Q alaşım içindeki Ni, Ti, 3. ve 4. Elementin atomik oranıdır ve e_v^{Ni} , e_v^{Ti} , e_v^T ve e_v^Q Ni, Ti üçüncü ve dördüncü elementin valans elektron sayısıdır (Zarinejad ve Liu, 2008).

Martensit dönüşüm sıcaklığı M_s , alaşımın elementlerinin elektronik yapısı ile ilgilidir. Bu durum deneysel olarak valans elektron konsantrasyonu olarak ifade edilir (e/a). Genellikle M_s nin e/a 'ya lineer olarak bağlı olduğu ifade edilebilir (Krenke ve ark., 2004).

1.6. Şekil Hafıza Etkisinin Belirlenmesi

Şekil hafızalı alaşımların, şekil hafıza etkisini tespit etmek için kullanılan bazı yöntemler vardır. Bu yöntemlerden aşağıda bahsedilmiştir.

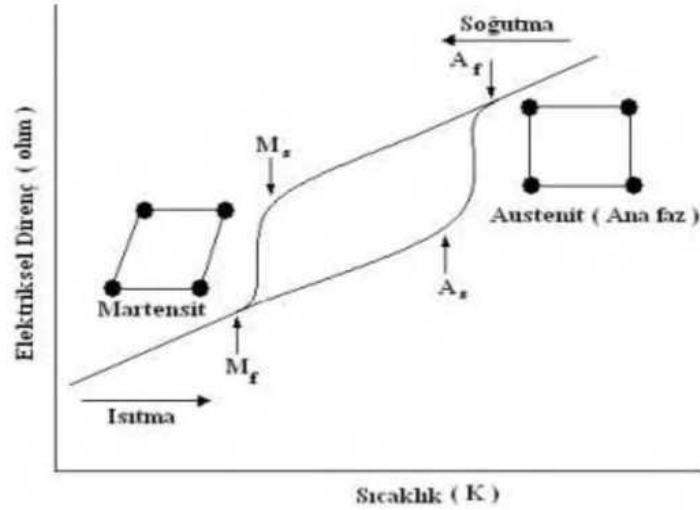
1.6.1. Diferansiyel taramalı kalorimetre ölçümü

Diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı, numune soğutulurken, ısıtılırken ya da sabit sıcaklıkta tutulurken salınan veya soğurulan enerji değerini ölçer. Bu teknikte, numune ile referanstan gelen veya uzaklaşan ısı farkı sıcaklığa ya da zamana bağlı olarak gösterilir.

Şekil hafızalı alaşımların faz dönüşüm sıcaklığını hesaplamak için diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı en fazla kullanılan cihazdır (Choon ve ark., 2007).

1.6.2. Elektriksel direnç ölçümü

Metalik malzemeler incelendiğinde metalik malzemelerin içyapısı değişikçe (soğuk işlem, faz dönüşümü, alaşımlandırma vb.) genellikle malzemenin ısı ve elektriksel iletkenlik değerinde de değişim gözlemlenir. Bu değerlerin ölçüm şekli, malzemenin ısıtılıp soğutma durumunda elektriksel direncin ölçümü sonucuna dayanır. Şekil hatırlamalı alaşımlarda oluşan, östenit → martensit veya martensit → östenit dönüşüm sıcaklıklarında faz dönüşümü sebebiyle malzemenin elektriksel direnci değişir. Şekil 1.5'te ölçümlerde elektriksel direnç bu dönüşüm sıcaklıklarında pikler gösterir. Ölçülen faz değişiklik sonuçları ile elektriksel dirençteki değişim sonuçları her zaman uyumlu olmamaktadır. Malzeme dönüşüm sıcaklıkları arasında tekrarlı bir şekilde ısıtılıp soğutulursa elektrik direnç eğrilerinde büyük farklılıklar görülmektedir (Aygahoğlu ve ark., 2009).



Şekil 1.5. Şekil hatırlamalı alaşımlarda elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi (Braunovic ve Labrecqu, 1995)

1.6.3. Sabit yük altında ısıtılıp soğutma

Şekil hafızalı alaşımların en sık tercih edilen mekanik ölçüm yöntemlerinden biri malzemeye belirli bir yük altında ve dönüşüm sıcaklık değerlerini de kapsayacak bir alanda, ısıtma ve soğutma ile malzemedeki her iki yönde meydana gelen gerilmelerin kayıt edilmesidir. Bu şekilde elde edilen M_s ve A_f sıcaklıkları DSC taraması ile oluşturulan değerlerden biraz daha yüksektir. Buna sebep, DSC taraması, gerilme uygulanmamış malzemelerle yapılmasıdır, bu şekilde gerilme altında martensit oluşmamış olur. Bilindiği gibi gerilme uygulanması ile dönüşüm sıcaklık değeri artmaktadır. Ana fazda oluşan plastik deformasyon martensit oluşumunu tetikler. İç gerilme artması sonucu martensitin çekirdeklenmesi kolaylaşır. Bunun sonucunda plastik deformasyona uğrayan şekil hafızalı alaşımlarda M_s yükselir (Aygahoğlu ve ark., 2009).

1.6.4. Termal çevirim sayısı

Kullanım durumuna uygun şekil hafızalı alaşım belirlenirken çevrim sayısının bilinmesi önemli bir kriterdir. Malzemeye uygulanan yük ve yük kaldırılması sonucu ısıtma ile şekil hafızalı malzemenin eski şekline gelme sayısı termal çevirim sayısı olarak tanımlanır. Termal çevirim sayısı malzemeye uygulanan yük ve maksimum şekil değişiklik sayısı ile doğrudan ilgilidir.

Şekil hafızalı alaşımların yorulma özelliği vardır. Sıradan alaşımlara göre şekil hafızalı alaşımlar 10 kat fazla şekil değişimi görülür. Bununla aynı zamanda ölçü aleti gibi bir parça oldukça fazla yüklenirse ve artan süreler için alaşımın çalışma alanının dışındaki sıcaklıklara maruz kalırsa metal, mekanik veya termal yorulma ile hasar görebilir veya şekil hafıza etkisi düşebilir (Aygahoğlu ve ark., 2009)

1.7. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Kullanım Alanları

Şekil hafızalı alaşımlar, son yıllarda teknoloji alanında oldukça başarılı bir şekilde uygulanmaktadır. Şekil hafızalı alaşımlar, elektrik ve termal uyarımlara kolay cevap vermesi keşfedildikten sonra kısa bir zaman içinde aktüatör teknolojisinde kullanılabilmesi umut verici olmuştur. Mühendislik, havacılık, robot imalatı ve titreşim kontrol bölümlerinde şekil hafızalı alaşımlar uygulanmaktadır (Choon vd., 2007).

Şekil hafızalı alaşımlar martensit durumda bozulma olduğunda serbest enerjileri vardır ve alaşım ısıtıldığında üzerinde taşıdığı bu serbest enerjiyi harcayarak minimum iş yaptığı eski haline dönüşür. Bu özellik sayesinde Biyomedikal alanda damar içinde kan pıhtılarını bulan bir filtre geliştirilmiştir. Yaklaşık olarak 50 yıldır NiTi alaşımının şekil hafıza özelliği keşfedileli bu alanda çalışmalar artırılmıştır. Son zamanlarda elektrik bağlantı noktalarında, boru bağlantı noktalarında, medikal implantlarda kullanılmak üzere çok sayıda şekil hafızalı malzemeler geliştirilmiştir. Mühendislik uygulamalarında örneğin otomotiv ve uzay endüstrisi alanlarında yüksek sıcaklıkta (200 C den yüksek) uygulanabilecek SMA İhtiyaç vardır. Böyle alaşımlar yüksek martensite dönüşüm sıcaklığına ve alaşımın sünekliğinde kararlılığa ihtiyaç duymaktadır. Genellikle yüksek sıcaklıklarda hızlı uygulama göstermesi için çok sayıda termal döngü sonucunda kararlı bir sünekliğe ve martensite dönüşüm sıcaklığına ihtiyaç vardır.

Şekil hafızalı alaşımlar süper elastiklik özelliği göstermesi nedeniyle çok sayıda ürün geliştirilmiştir. Oldukça fazla deformasyonları izole eden NiTi gözlük çerçeveleri, dişlere hareket kabiliyeti veren ortodontik onarma amaçlı kavisli teller NiTi alaşımları kullanılarak üretilmiştir (Sakaoğlu ve Özbenece, 2007).

Havacılık alanında şekil hafızalı alaşımlar kullanılması düşünülmüştür. Özellikle şekil hafızalı alaşımlar kullanılması ile uçak kanadı üretimi düşünülmüştür. Bu sayede uçuş koşullarına göre

uçakta aerodinamik kayıpları düşürerek en iyi kanat şekli ile uçağın uçuşu mümkün olacaktır (URL-1).

Bazı hallerde güç üretmek içinde şekil hafızalı alaşımlar kullanılır. Şekil hafızalı aktüatör elektrikle çalışan sistemde cihaz ısındığı anda bir yayı açmak için kuvvet üretmek amacıyla kullanılır. Bu teknikle işleyen CuAlZn şekil hafızalı alaşımların bu alanda uygulamaları vardır. Örneğin yangın anında zehirli ve yanıcı gazların ortama yayılımını önlemek amaçlı dizayn edilmiştir (Sakoğlu ve Özbecene, 2007).

Şekil hafızalı alaşımların burada bahsetmiş olduğumuz kullanım alanları dışında çok sayıda kullanım alanları da vardır.



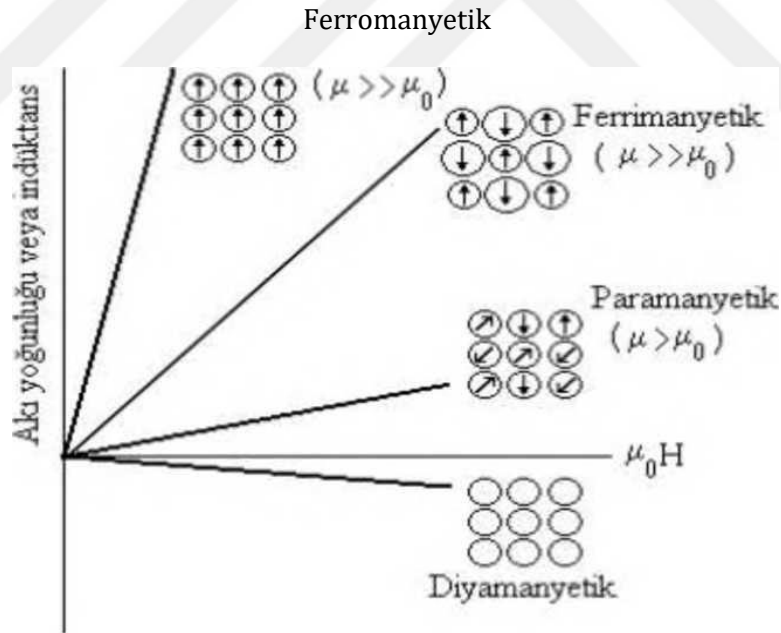
2. BÖLÜM

MANYETİK MALZEMELER

Elektronlar atomun çekirdeği etrafında dairesel hareketle dolaşırken aynı anda da kendi eksenleri çevresinde de dönerler. Dönme yönüne göre her elektron için bir manyetik kutup çifti (dipol) oluşur, bu sebeple her elektron için bir mıknatıs diyebiliriz. Bir elektron çekirdek etrafında dairesel hareket yaparken atomun etrafında da bir manyetik alan oluşturur. Fakat enerji düzeyleri aynı olan elektronlar yörünge hareketi yaparken dönme yönleri zıt olduğunda birbirlerinin alanlarını yok ederek sonuç olarak net bir manyetik alan oluşturulamaz (Onaran, 2006).

2.1. Manyetik Madde Çeşitleri

Dış bir manyetik alan bir malzemeye uygulandığında birçok davranış şekli gözlemlenir. Şekil 2.1'de ferromanyetik, ferrimanyetik, paramanyetik ve diyamanyetik malzemelerin davranış biçimleri gösterilmektedir (Erdoğan, 2001).



Şekil 2.1. Manyetik davranış çeşitleri (Erdoğan, 2001)

2.1.1. Ferromanyetik malzeme

Ferromanyetik özellik malzemelerin, 3d seviyesindeki (nikel, demir ve kobalt) veya 4f seviyesindeki (gadolinium) doldurulmamış enerji düzeyinden kaynaklanmaktadır. Ferromanyetik malzemeler için kalıcı olmayan kutup çiftleri manyetik alandan kaynaklı basitçe hizalanır ve yüksek bir nispi geçirgenliğe sahip olurlar (Erdoğan, 2001).

2.1.2. Diyamanyetik malzeme

Malzeme manyetik alana maruz kaldığında, yörüngede dolaşan elektronların manyetik momenti etkilenir ve malzemenin tüm atomları için manyetik moment çifti oluşur. Oluşan bu manyetik moment çiftler manyetik alana karşı gelerek manyetikliğin sıfırdan daha az olmasına sebep olur. Bu durum diyamanyetizma diye tanımlanır ve aşağı yukarı 0,01 geçirgenlik sağlar. Bu sebeple, diyamanyetik davranış, manyetik malzemeler veya cihaz uygulamaları için önemli değildir (Erdoğan, 2001). Kurşun gümüş, bizmut, bakır, antimon gibi metaller, yarı metallerin hepsi ve organik maddelerin geneli diyamanyetik maddelerdir (Anonim), <http://www.Sciart.karaelmas.edu.tr/bolumler/fizik/ders%20Notlan/E10.pdf> (19.12.2019).

2.1.3. Paramanyetik malzeme

Paramanyetik malzeme, herhangi bir mıknatısın manyetik alanı etkisindeyken o mıknatısın manyetik alan çizgileri ile aynı doğrultuda mıknatıslanabilen magnezyum, kalsiyum, krom, alüminyum bakır gibi malzemelerdir. Bu malzemeler, kendisini mıknatıslastıran madde tarafından çekilir. Paramanyetik malzemeler, elektronları çift olmadığından manyetik moment, atomların elektron dönüşünden meydana gelir. Manyetik alan paramanyetik malzemelere etki ettiğinde, manyetik alanla kutup çiftleri aynı hizada hizalanır ve pozitif bir manyetikleşmeye sebep olur. Manyetik alanla kutup ciflerini aynı sıraya hizalamak için güçlü bir manyetik alan olmalıdır. Paramanyetizma diye bilinen bu etki bir tek yüksek sıcaklık değerlerinde etkindir. Paramanyetik malzemelerde geçirgenlik 0,01 den daha düşüktür (Erdoğan, 2001).

Ferromanyetik malzemeler, Curie sıcaklığının (T_c) üzerindeki sıcaklıklarda paramanyetik malzeme gibi davranırlar. Bazı durumlar içerisinde paramanyetik malzemelerinin mıknatıslanmasının manyetik alanla doğru, mutlak sıcaklıkla ters orantılı olduğunu Pierre Curie bulmuştur. Bu denklem $M=C.(B/T)$ şeklinde formüle edip, burada M mıknatıslanma, B dış manyetik alan, C curie sabiti, T sıcaklıktır. Bu denkleme baktığımızda mıknatıslanmanın, dış manyetik alanın artması ve sıcaklığın azalması ile arttığını görürüz. $B=0$ iken mıknatıslanmada sıfırdır sonuç olarak bu durumda dipol momentler rasgele dizilmişlerdir. Dış etkili manyetik alanın çok yüksek değerlerinde ve düşük sıcaklık değerlerinde mıknatıslanma maksimum olur ve doyum değerine ulaşır. Sonuç olarak burada paramanyetik maddedeki dipoller, dışardan etki eden manyetik alan yönünde dizilirler (Buschow ve Boer, 2003).

2.1.4. Ferrimanyetik malzeme

Ferrimanyetizma seramik malzemelerin bazılarının kalıcı olarak manyetikleşme göstermesidir. Makro birimde ferrimanyetiklerin ve ferromanyetiklerin manyetik özellikleri benzerdir. İkisi arasında ki fark manyetik moment kaynağıdır. Ferromanyetik malzemelerin doyma manyetikleşmesi ferrimanyetik malzemelerin doyma manyetikleşmesinden fazladır. Ferritlerin elektriksel olarak yalıtkan olması seramik malzeme olmalarından kaynaklıdır. Bazı alanlarda örneğin yüksek frekanslı transformatörler için elektrik iletkenliği düşük olması istenir (Callister, 2013).

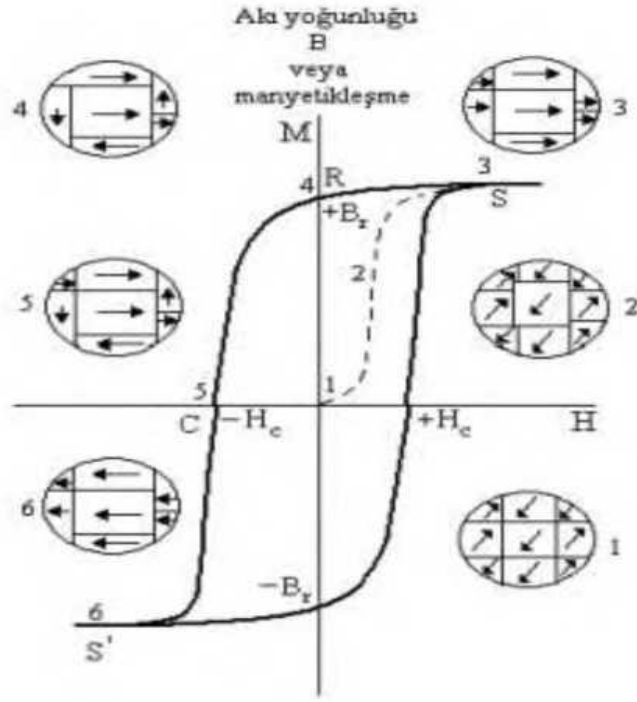
2.1.5. Antiferromanyetik malzeme

Antiferromanyetizma, iyon veya komşu atom çiftinin spin momentlerinin hepsinin birbirine ters şekilde dizilme olayıdır. Antiferromanyetizma durumu, ferromanyetik malzeme haricinde malzemelerin komşu atomları ve iyonlar arasında meydana gelir (Callister, 2013).

2.2. Manyetik Histerisiz

Ferromanyetik bir malzeme manyetik alana uğramadan mıknatıslanması sıfır değerinden sonra artırılırsa $B=f(H)$ mıknatıslanma eğrisi Şekil 2.2'deki gibi oluşur.

Dış manyetik alan uygulandığında malzemeye bu uygulanan dış manyetik alanla hizalanan domenler hizada olmayan domenlerin devamında güçlenerek blok duvarların hareketlenmesine sebep olur. Blok duvarların göç etmesi için gerekli olan kuvvet uygulanan dış manyetik alanla sağlanır. Dış manyetik alanın şiddeti artıkça, uygun şekilde yönlenmiş domenler büyümelerini sürdürür böylece büyük bir mıknatıslanmaya neden olur (Şekil 2.2). Tüm domenlerin uygun şekilde yönelmesi mıknatıslanmayı doyuma ulaştırır. Sonuç olarak büyük bir mıknatıslanma malzeme için oluşmuş olur (Erdoğan, 2001).



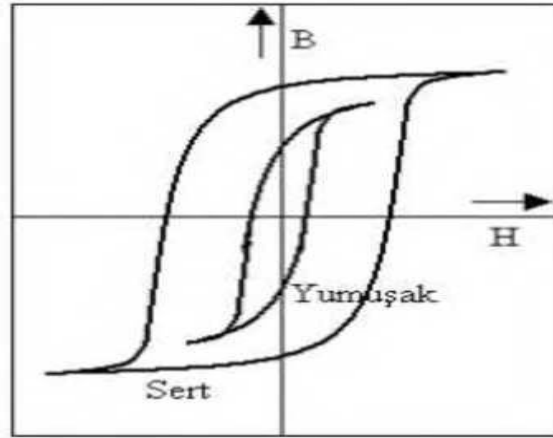
Şekil 2.2. Ferromanyetik histerisiz döngüsü (Erdoğan, 2001)

S noktası burada doyma noktasını ifade eder, etki eden alan sıfırdan sonra artırıldıkça (M) 2 eğri çizgi boyunca yükselir ve S noktasında doyuma erişir. Burada uygulanan alan düşürülüp sıfıra gelindiğinde ise dönüş çizgisi başlangıçtaki manyetizasyon çizgisini takip etmez. Artık mıknatıslanma (remanans) R olarak ifade edilen mıknatıs akı yoğunluğu malzemenin üzerinde durur. Burada malzemenin üstündeki akı yoğunluk değerini sıfıra indirmek için, H_c miktarında, baskı kuvveti olarak ifade edilen ters (eksi) bir alan uygulanmalı (C noktası). Uygulanan eksi alan biraz daha artırılır ise, sonunda malzeme malzeme ters alanda, S^1 tekrar doyum mıknatıslanmasına ulaşır. Ters alanın kaldırılması halinde mıknatıs akı yoğunluğu B_r noktasında artı mıknatıslanma, akı yoğunluğuna erişecek ve artı alanın uygulanması ile M-H eğri çizgisi, $B_r H_c S$ noktalarını izleyerek halkayı tamamlayacaktır (Smith, 1969).

2.2.1. Yumuşak manyetik malzemeler

Histerisiz eğrisinin şekli ve boyutu ferrimanyetik ve ferromanyetik malzemeler için oldukça önemlidir. Histerisiz eğrisi içinde kalan alan manyetik ve manyetik olmayan çemberde malzemenin birim hacim başına düşen enerji kaybını gösterir. Burada kayıp enerji, manyetik malzemenin içerisinde ısı olarak görülür ve sonuç olarak bu durum malzemenin sıcaklık değerini yükseltebilir. Ferrimanyetik ve ferromanyetik malzemeler histerisiz özelliklerine göre sert ve yumuşak malzemeler olarak ayrılır. Enerji kayıplarının minimum olmasını istenen ve değişken manyetik alanlara maruz kalan transformatörlerde kullanılır. Bu sebeple histerisiz

eğrisi içinde alan küçük olmalı. Histerisiz eğrisi yumuşak manyetik malzemeler için dar ve incedir (Şekil 2.3). Sonuç olarak yumuşak manyetik malzeme, düşük koerzivite kuvvete ve yüksek bir başlangıç geçirgenliğe sahip olmalıdır. Bu değerlere sahip malzemeler, az bir manyetik alanla doyma manyetikleşme değerine ulaşır ve histerisiz enerji kaybı az olur. Anahtar devrelerinde, dinomolarda, jenaratörlerde ve motorlarda yumuşak manyetik malzemeler kullanılır (Callister, 2013).



Şekil 2.3. Yumuşak ve sert manyetik malzemelerin manyetizasyon eğrisinin şematik gösterimi (Callister, 2013)

2.2.2. Sert manyetik malzemeler

Demanyetizasyona karşı yüksek direnç göstererek sert manyetik malzemeler kalıcı mıknatıslarda kullanılır. Histerezis döngüsü sert manyetik malzemeler için kare şekli gibidir. Histeriz davranış yönünden sert manyetik malzemelerin, histerisiz enerji kayıpları yüksek, başlangıç geçirgenliği düşük, kalıcı mıknatıslanma özelliği, koerzivite ve doyma akı yoğunluğu yüksektir. Bir dış alan sert manyetik malzemelere etki ettiğinde yumuşak manyetik malzemelere göre daha etkili mıknatıslanma özelliği gösterirler. Dış alan kaldırılrsa da sert manyetik malzemeler manyetizma içerecektir yukardaki Şekil 2.3'deki histerisiz eğrisinde sert ve yumuşak manyetik malzemelerin karşılaştırılması görülmektedir (Callister, 2013).

3. BÖLÜM

FERROMANYETİK ŞEKİL HATIRLAMALI ANLAŞIMLAR (FSMA)

Ulakko ve arkadaşları, 1996 yılında ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımların manyetik alan etkisini ilk defa inceleyip ortaya koymuşlardır. Deneysel gözlemlerle zorsuz NiMnGa da tek kristal üzerindeki zorlanmanın %2 gibi olduğu tespit edilmiştir. Ni₂MnGa kompozisyonunda intermetalik bileşiğin tam katlı olmayan oranları üzerinde yapılan çalışmada geniş alanda oluşan %6'lık zorlanma Murray vd., (2000) tarafından ve %10' nun üzerindeki zorlanma O'Handley & arkadaşları ve Sozinov & arkadaşları (2003) tarafından bulunmuştur. İkinci alaşım FePb, detaylı olarak, James ve Wutting (1998); Cui ve arkadaşları (2004); Shield (2003); Yamamoto ve arkadaşları (2004) tarafından bulunmuştur. Bunun dışında FePt, FeNiCoTi, NiMnAl gibi alaşımlar Fujita ve arkadaşları (200); Kakeshita ve arkadaşları (2000); Wutting ve arkadaşları (2000, 2001); Sozinov ve arkadaşları (2003) tarafından araştırılmıştır. CoNiAl alaşımları, Karaca ve arkadaşları ve Morito ve arkadaşları tarafından araştırılmıştır (Oikava ve ark., 2006; Kicfer ve Lagoudas, 2005).

Ferromanyetik şekil hafızalı alaşımlar son zamanlarda fiziksel özelliklerinin ilginç olması ve teknolojik önemi nedeniyle çok ilgi gören malzemelerdir. Uzay çalışmaları ve diğer alanlarda duyarlılığı sebebiyle son yıllarda sıkça araştırılmaya başlanmıştır (Dhaka ve ark., 2009; Yu ve ark., 2009). Ferromanyetik şekil hafızalı alaşımlarda malzemeye kuvvet uygulamadan manyetik alan uygulayarak deformasyon oluşur ve manyetik alana verilen yanıt oldukça hızlı olabilir (Murakami ve ark., 2002). Ferromanyetik fazdan (P), manyetik olmayan faza dönüşüm alaşımlarda T_c, Curie sıcaklığının altında oluşur. Manyetikliğin kendinden olmaması, manyetik olmayan fazdır. Bu durumu martensit dönüşümün meydana gelmesiyle ilişkilendirilebilir. Martensit dönüşümün oluşması ile bu durum ilişkilendirilebilir. Bu alaşımlarda, manyetik alanın uygulanması ile M_s martensit başlangıç sıcaklığı ve A_r ters dönüşüm bitiş sıcaklığı hızlıca düşer (Umetsu ve ark., 2009). Ferromanyetik şekil hafızalı alaşımlarda, numuneye dokunmadan manyetik alanın etkisiyle deformasyon olmalı ve manyetik alana cevabı hızlıca olmalıdır bu özellik bilinen şekil hafızalı alaşımlardan farklıdır (Heill, 2005). NiMnGa Heusler alaşımlar ferromanyetik alaşımların en popüleridir. Bunun haricindeki diğer alaşımlar , Fe-Pt, Fe-Pb, Ni-Mn-(Al, Sn, Sb, In), Ni-Fe-(Al,Ga), Co-Ni-(Al,Ga), Cu- Mn-(Al, Ga) dir. Bu alaşımlar içinde en fazla Ni-Mn-Ga alaşımları çalışılmıştır. Bu alaşımlar, geniş manyetokristal anizotropi, yüksek ikiz sınır mobilitesi ve ferromanyetik şekil hafızalı alaşımlarda tahmini ayarlanabilir manyetik martensitik ve geçiş sıcaklığı gibi özellikler gösterirler.

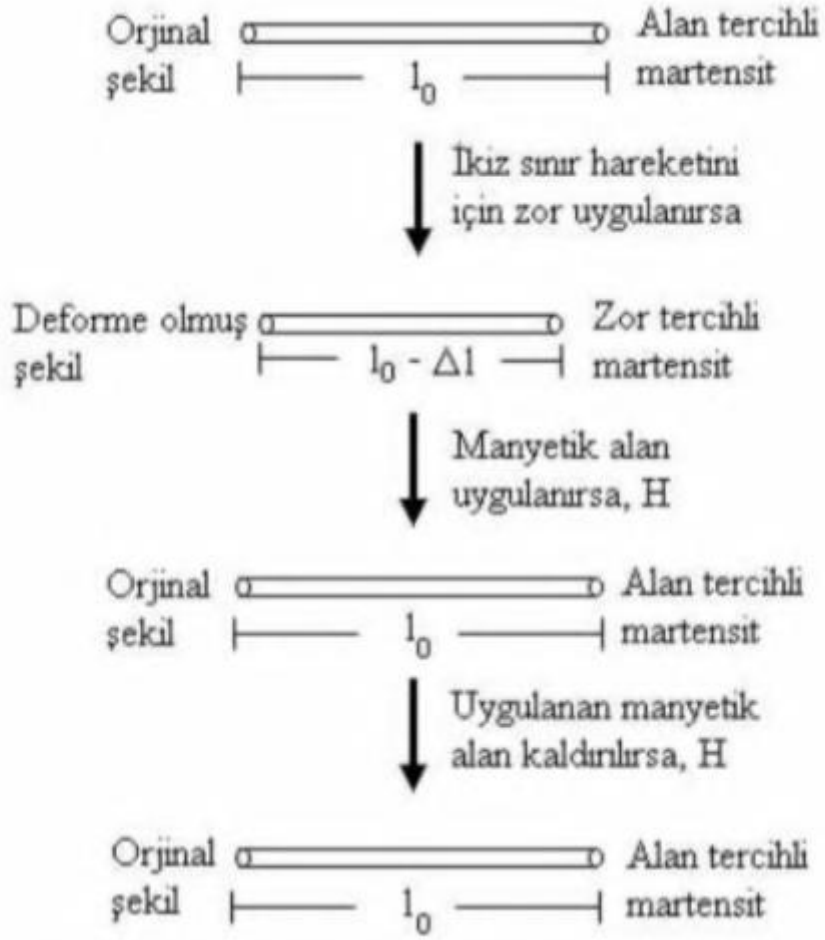
Uygulanan sıcaklık, zorla ya da her ikisi ile paramanyetik olan şekil hatırlamalı alaşımların şekil hatırlama etkisi değişiklik gösterir. Ferromanyetik şekil hafızalı alaşımlarda benzer etki, zor veya sıcaklıkla değil uygulanan manyetik alanla da değişir. Bu özelliklerinden dolayı bu alaşımlara çok istek vardır. Ferromanyetik şekil hafızalı alaşımlar aynı anda manyetiklik ve şekil hatırlama özelliği gösteren ilginç malzemelerdir (Xuan ve ark., 2008).

3.1. Ferromanyetik Şekil Hafıza Etkisi

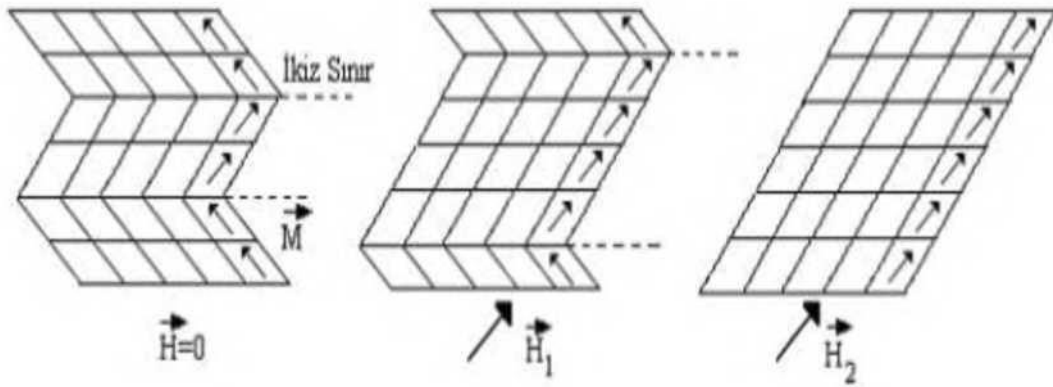
Tek yönlü manyetik şekil hafıza etkisi NiMnGa için şöyle ifade edilebilir. Alan etkili yönelim içerisindeki FSMA sıfır manyetik alan içinde, 3 MPa dan yüksek bir basınç altında yüklendiği an ikiz sınır hareketi, aktüatöre neden olan ikizlenmiş martensit olması için meydana gelir. Ni-Mn-Ga alışımda plastik zorlanma değeri tahmini %6'dır. İkizlenme sınırı ve bağlantılı zorlanma etkisinin teorik sınırı, örgü distorsiyon parametresi "1-c/a" ya bağlıdır. Bu ifadede yer alan a ve c değerleri sırasıyla zor ve kolay manyetizasyon yönelimini gösteren örgü parametreleridir. Zor etkili yönelim olarak ifade edilen, ikizlenmiş martensit dizilimin sonucudur. Etkiyen zorlanmayı geri almak için olması gereken, sıfır zorda etki eden dış manyetik alan değeri 2-3 kOe olmalıdır. Burada etki eden dış manyetik alan martensit ikiz değişimini düzenler ve alan etkili dizilime yani orijinal haline geri getirir. Bu durum manyetik şekil hatırlaması olarak bilinir. Şekil 3.1'de tek yönlü manyetik şekil hafıza etkisi gösterilmiştir (Couch, 2006).

Şekil 3.2'de ferromanyetik şekil hafıza etkisinin daha detaylı şematik gösterimi gösterilmiştir. Şekil hafızalı alaşımların martensitin değişimini ikiz sınırlar arasındaki alan göstermektedir. Bu martensit değişimindeki manyetizasyonun yönünü küçük oklar göstermektedir. Değişik büyüklükte dış manyetik alan uygulanırsa, alaşımdaki toplam zorlanma sonucu oluşan sıralı değişimin hacimsel parçalarını çoğaltmak için ikiz sınırlar hareketlenir (Heil, 2005).

Termoelastik martensit dönüşüm, şekil hafıza davranışının özünü oluşturur, bu alaşımların bir kısmı bu dönüşümü gerçekleştirir. Ni-Mn bazlı alaşımlar bunlar arasında en ilgi görendir (Moya ve ark., 2006). Heusler tipi ferromanyetik şekil hafızalı alaşımlar olarak ifade edebiliriz bu alaşımları. Elektron konsatrasyonun yükselmesi ile birlikte bu tür alaşımların curie sıcaklığı ve martensite dönüşüm sıcaklığı yükselir (Fu ve ark., 2009).

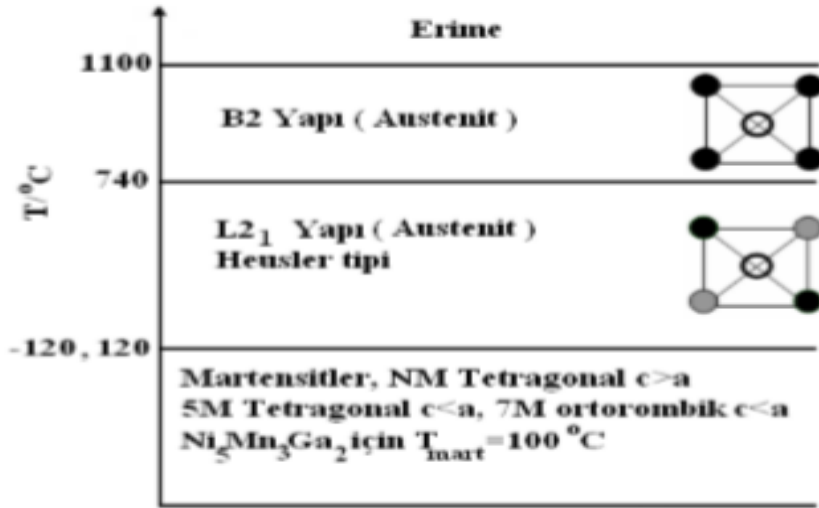


Şekil 3.1. Manyetik şekil hafıza etkisinin şematik gösterimi (Couch, 2006)

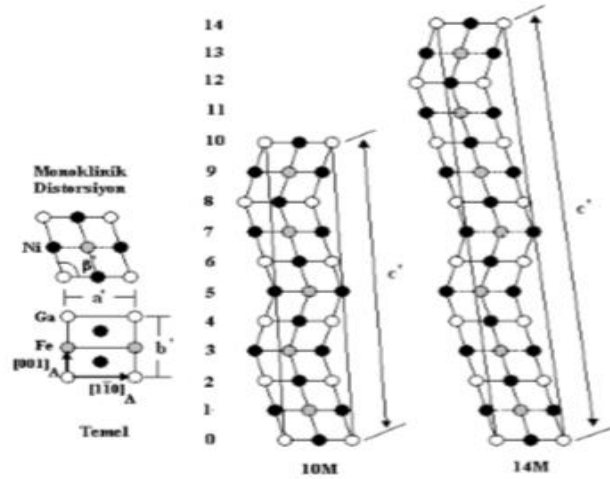


Şekil 3.2. Ferromanyetik şekil hatırlama etkisinin şematik gösterimi (Heil, 2005)

Soğutma anında dönüşüm eğrisine göre NiMnGa alaşımında B2 yapı içinde Ga ve Mn atomları küpün köşelerine gelişigüzel dağılmışken Ni atomu küpün merkezindedir. B2 Yapı 740 °C gibi L2₁ (Heusler tipi) yapıya dönüşmüştür bu durumda Ga ve Mn atomları artık gelişigüzel dağılım göstermemektedir. Her atom cinsi, başka atom cinsleri ile komşuluk kurmak için meyil etmektedir (Roth ve ark., 2008).



Şekil 3.4. NiMnGa alaşımlarının soğutma sırasında dönüşümleri (Roth ve ark., 2008)

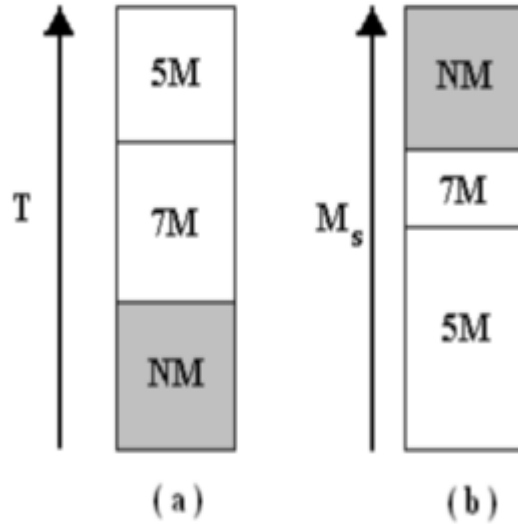


Şekil 3.5. Bazı modulated martensit fazların şematik gösterimi (Hamilton vd., 2007)

Birim hücreleri monoklinik kristal yapılardan oluşan modulated martensit fazlar Şekil 3.5'te gösterilmektedir. Yukarıda şekilde gösterilen modulated martensit fazlar, 14M ve 10M

fazlardır. Monoklinik distorsiyon birim hücre göstermektedir. (örgü parametreleri açı β , a^1 , b^1 , c^1 ile gösterilir). Modulated faz, $[110]_A$ ve $[001]_A$ temel (bazal) düzlemce yayılır ve $[110]_A$ doğrultusunda da yığılmaktadır. Bazal düzlem modulated fazlarda $[110]_A$ doğrultusunda değişmektedir. 5 düzlemde 10M faz, 7 düzlemde 14M faz üretmek için bu değişim tekrarlanmaktadır (Hamilton vd., 2007).

Sabit kristal yapı şekli soğutma anında hep aynıdır ve soğutma durumunda oluşan ilk martensit kompozisyona bağlıdır. Şekil 3.6'da bu durum görünmüştür. 7M yapı öncesi en kararlı yapı NM yapısıdır. Fakat 5M yapı gözlemlenirse, austenit yapıdan direk dönüşüm olduğu izlenmektedir. Ayrıca Şekil 3.6.a'da, ilk martensit yapı ile austenit-martensit dönüşüm sıcaklığı arasındaki deneysel korelasyon izlenmiştir. Tipik alaşım dönüşümlerde NM yapı, dönüşüm sıcaklığı curie sıcaklığından yüksek olduğunda gözlemlenir ve dar bir sıcaklık bölgesinde yalnızca 7M yapı oluşur (Enkovaara vd., 2004).



Şekil 3.6. (a) Martensit fazların kararlılığı (b) Dönüşüm sıcaklığı M_s ile ilk martensit yapı arasındaki ilişki (Enkovaara ve ark., 2004)

4.BÖLÜM

MATERYAL VE YÖNTEM

4.1. Alaşımın Hazırlanması

Tezin çalışmasında kullanılacak olan Ni-37.79Ga-14.46Fe, Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti, Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti ve Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımlarını oluşturmak için elementler %99,5 ve üstü aralıktaki metal tozlar uygun ağırlık oranlarında karıştırılarak hazırlanmıştır. Hazırlanan tozlar paslanmaz çelikten yapılmış 1 cm çapında silindir yuvalara doldurularak pres'te 4 ton basınç uygulayarak tablet şekline getirilmiştir. Sonrasında Fizik bölümü malzeme araştırma laboratuvarında bulunan ark fırınına koyulan tabletler argon gazı atmosferinde yüksek akımda ergitilerek alaşım haline getirilmiştir. Alaşımların homojenliğinin kontrolü için ark fırınında 4 defa tekrar ergitilerek soğutulmuştur. Oluşturulan alaşımların kompozisyonu Karabük Üniversitesi MARGEM merkez laboratuvarında CARL ZEISS ULTRA PLUS GEMINI FESEM marka Taramalı Elektron Mikroskobuna monte edilmiş EDS (Electron Dispersion Spectroscopy) ile yüzey üzerinde 10 farklı yerden alınan ölçümlerin ortalaması hesaplanarak belirlenmiştir. Daha sonra alaşımların ısı işlem esnasında oksitlenmesini önlemek amacıyla yüksek sıcaklık değerlerine dayanıklı silica cam tüpler içine alınmıştır. Daha sonra alaşımlar ısı işlem fırınında 900 C' de 24 saat homojeniz edildikten sonra buzlu su içinde direk olarak soğutulmuştur.

4.1.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri için alaşımların hazırlanması

Isıl işlemleri biten alaşımlar daha sonrasında hassas kesme cihazında elmas kesiciler yardımı ile 1 cm kalınlık boyutlarında kesilmiştir. Kesilen numuneler ilk önce 800, 1000, 1200, 2500 ve 4000 mikronluk zımparalarla zımparalanıp daha sonra 3 ve 1 mikronluk elmas pastalar kullanılarak keçelerde yüzeyi parlatılmıştır. Parlatılan numuneler 99 ml metanol + 2ml nitrik asit + 5g demir klorür içeren kimyasal solüsyonlar ile yüzeyleri SEM gözlemlenmeleri için dağlanmıştır. Yüzeyleri dağlanarak hazırlanan alaşımların yüzey karakterizasyonu Karabük Üniversitesi MARGEM merkez laboratuvarında CARL ZEISS ULTRA PLUS GEMINI FESEM marka Taramalı Elektron Mikroskop kullanılarak yapılmıştır.

4.1.2. Diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ölçümleri için alaşımların hazırlanması

Alaşımların faz dönüşüm sıcaklık değerlerini saptamak için ısı işlemlerini tamamlanmış alaşımlar tahmini 20 mg'lık parçalar şeklinde 60-80 µm kalınlığına kadar inceltirilmiştir. Hazırlanan alaşımların DSC ölçümleri için yapılmıştır. Bu ölçümlerde ısıtma ve soğutma hızı 10 °C/ dakika şeklinde belirlenmiştir. DSC ölçümleri sonucuna göre ısı akışı (heat flow) – sıcaklık eğrileri çizilmiştir.

4.1.3. Mössbauer spektrometresi ölçümleri için alaşımların hazırlanması

Isıl işlemleri tamamlanmış oda sıcaklığındaki ve sıvı azot içerisine atılan alaşımlar mössbauer spektrometresi deneyleri için ince ağızlı bir eğe ile toz şekline getirilmiştir. Mössbauer spektrumları Wissel marka Mössbauer spektrometresi ile Rh içine diffuze edilmiş 10 mCi' lik ⁵⁷Co kaynağı kullanılarak oda sıcaklığında oluşturulmuştur. Kaynağın hızı α - Fe kullanılarak lazer interferometre kullanılarak kalibre edilmiş ve oluşturulan spektrumlar Win Normos en küçük kareleri fit etme programı kullanılarak incelenmiştir.

4.1.4. Mikro sertlik ölçümleri için alaşımların hazırlanması

Tezin çalışmasında alaşımların yüzeyi ilk önce sırası ile 800, 1000, 1200, 2500 ve 4000' lük zımparalarla sonrasında ise keçelerde 3 ve 1 mikronluk elmas pastalarla parlatılmıştır. Alaşımların sertlik değeri Karabük Üniversitesi MARGEM merkez laboratuvarında Qness / Q250 MS marka Universal sertlik cihazında 20N' luk kuvvet uygulanarak yüzeyden 8 farklı bölgeden sertlik ölçümü alınmış ve ortalamaları hesaplanarak sertlik değerleri bulunmuştur.

4.1.5. Basma testi ölçümleri için alaşımların hazırlanması

Sıkıştırma testi için alaşımlar 5 mm çapında ve 30 mm yüksekliğinde silindir halinde oluşturulmuştur. Oluşturulan alaşımların sıkıştırma testleri oda sıcaklığında Shimadzu EHF-EV101K1-040-0A yorulma test cihazı ile sıkıştırma hızı 5mm/dakika olacak şekilde ayarlanmıştır.

4.1.6. Manyetizasyon ölçümleri için alaşımların hazırlanması

Isıl işlemleri tamamlanana alaşımlar 5x5x10 mm prizma şeklinde hazırlanmıştır. Alaşımların Manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrileri Kastamonu Üniversitesi MERLAB Merkezi araştırma laboratuvarında bulunan Lake Shore 7407 marka Titreşimli Numune Manyetometresi cihazında oda sıcaklığında maksimum 2T uygulanarak elde edilmiştir

4.2. Yöntem

4.2.1. DSC (Diferansiyel taramalı kalorimetre sistemi)

E.S Watsson ve M.J.O'Neil ikisi birlikte 1960 yılında diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) geliştirilmiştir. DSC sisteminde malzeme ısıtılırken, soğutulurken ya da sabit sıcaklıkta tutulurken soğurulan ya da salıverilen enerji değeri ölçülmektedir. DSC sisteminde referans ile örnekten gelen ya da uzaklaşan ısı farkı, sıcaklığa veya zamana bağlı olarak gösterilir. Eğer

örnek ile referans arasında sıcaklık farkı olursa, sıcaklığı sabit tutmak için örneğe verilen enerji miktarı değiştirilir. Bu yöntemle örnekteki faz değişimi sırasındaki ısı transferi miktarı belirlenebilir (Uslu, 2016). Resim 4.1’de laboratuvarlarda kullanılan örnek bir diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı gösterilmiştir.



Resim 4.1. DSC cihazı

Şekil hatırlamalı alaşımların faz dönüşüm sıcaklık değerini belirlemede DSC cihazı sıklıkla kullanılır (Choon ve ark., 2007).

En önemli ve sık kullanılan şekil hatırlamalı alaşım karakterizasyon yöntemi diferansiyel taramalı kalorimetre ile malzemelerden elde edilen oldukça küçük örneklerin ısıtılması ve soğutulması ile absorbe ettiği ya da yaydığı ısının ölçülmesi sonucunda dönüşüm sıcaklık alanları bulunmasıdır. Kullanılacak malzemeler miligram bazında kullanılır ve numuneler herhangi bir gerilme altında olmadığından, yapılan ölçüm sonuçları malzemenin gerilmesiz durumdaki dönüşüm sıcaklıklarını verir. Soğutma ve ısıtma sırasında, dönüşüm sebebiyle numunenin absorbe ettiği ya da verdiği enerji, endotermik ve ekzotermik pikler olarak ölçülebilir. Bu piklerin başlangıç ve bitiş noktaları, malzemenin faz dönüşüm sıcaklık değerlerini verir. (Aygahoğlu ve ark., 2009).

Diferansiyel taramalı kalorimetre ile malzemenin erime ve kaynama noktası, kristalleşme sıcaklığı ve zamanı, reaksiyonların ve füzyonun ısısı, özgül ısı ve özgül kapasitesi, kürleşme derecesi ve oranı, reaksiyon kinetiği ve malzemenin saflık değerleri belirlenmektedir.

4.2.2. SEM (Taramalı elektron mikroskobu)

Taramalı elektron mikroskobu (SEM); malzemelerin şekil, boyut, ve parçacıklarının dizilimini (Morfoloji), malzemelerin yüzey yapısını ve özelliğini tesbit etmede (Topoloji), kompozisyondaki farklılık, kristal yönelim ve kusurların görüntüsünü belirlemede bilgi sahibi olmamıza neden olan, çok fonksiyonlu bir cihazdır (Ghimbeu, 2007).

SEM'in çalışma prensibi, yüksek voltajda hızlanmış elektronları malzeme yüzeyine çarptırıp yansıtılması ilkesine dayanır. Yansıyan bu elektronlar kullanılarak kullanılan malzemenin yüzey topografisi bulunur. İncelenen malzeme iletken ya da yalıtkan olmasına göre malzemenin yüzeyi Au-Pb ya da karbon kaplaması yapılarak, örnek ile elektron demeti arasında iletim sağlanarak görüntü oluşturulabilir (Altın, 2009).

4.2.3. Mössbauer spektrometresi sistemi

Rudolf Ludwig Mössbauer tarafından 1957 yılında keşfedilen "Mössbauer Olayı" daha sonra 1961 yılında Robert Hofstadter ile birlikte yaptıkları çalışmalarla Nobel Fizik ödülüne layık görülmüştür (Önal, 2018). Kısaca Mössbauer olayı kristal örgü içerisinde bulunan uyarılmış atom çekirdeğinden enerji kaybı olmadan γ fotonu salınması olarak ifade edilir (Hull, 1965). Mössbauer Spektrometresi Sistemi ile kristal içerisindeki östenit-martensit faz dönüşümleri açıklanır. Ayrıca katıhal fiziği, kimya, biyoloji ve metalurji gibi birçok alanda geniş uygulama alanına sahiptir. Mössbauer olayı ile atomların parçalanma şemalarının incelenmesi, enerji seviyeleri arası geçişler, enerji seviyelerinin genişlikleri, çekirdek quadrupol momentleri ve çekirdekdeki manyetik dipol momentlerinin ölçülmesi mümkündür (Yaşar, 2005).

Fotonların katı bir malzemeye gömülü belirli atomların çekirdeği tarafından geri tepmesiz emisyonu ve absorpsiyonu olarak bilinen Mössbauer etkisi, Rudolf L. Mössbauer tarafından 191Ir'nin 129 keV'lik γ -ışınının saçılması hakkındaki doktora tezi üzerinde çalışırken keşfedildi 1958'de. Bu etkinin keşfi günümüzde fizik, biyoloji, kimya, arkeoloji, metalurji, mineraloji gibi birçok doğa biliminde malzemenin atomik düzeyde elektronik, manyetik, kimyasal bağ özellikleri ve yapısal özellikleri hakkında aydınlatıcı bilgiler sağlayan spektroskopik bir yöntemdir ve diğer disiplinler. Bu keşif ona 1961'de Nobel Fizik Ödülü'nü kazandırdı.

Mössbauer etkisinin gözlenebilmesi için γ -ışını yayan kaynak çekirdeğin ve soğuran çekirdeğin aynı olması önemlidir. Mössbauer etkisinin oluşma olasılığı γ -ışınının enerjisine bağlı olduğundan, bu etki düşük uyarılmış enerji seviyelerine sahip bazı izotoplarda gözlenir. Mössbauer izotopları arasında en yaygın kullanılan Mössbauer çekirdeği ^{57}Fe 'dir.

4.2.4 Aşırı ince etkileşimler ve mössbauer parametreleri

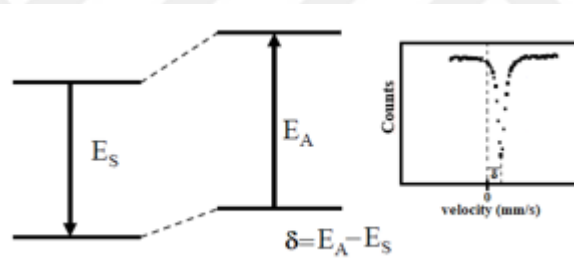
Aşırı ince etkileşim, bir nükleer spin ile onu çevreleyen elektron spini arasındaki etkileşim olarak yapılır. Bu etkileşimlerin enerji seviyelerinden çok daha düşük ve enerji seviyelerinde kaymaya neden olabilir. Bu kayma, Mössbauer spektrumlarının şekillerini yansıtmaktadır. Çekirdek ve elektronlar arasında üç tür aşırı ince etkileşim gözlemlenir. Bu etkileşimler bileşenleri:

4.2.4.1. Elektrik Monopol Etkileşimi

Elektrik monopol etkileşimi, çekirdeğin protonları ile nükleer hacimdeki elektronlar (yalnızca s-elektronlarının çekirdekte sıfır olmayan olasılığı vardır) arasındaki Coulomb etkileşimidir. İzomer kayması (δ) bu etkileşimin sonucudur. Elektrik monopol etkileşiminde, çekirdeğin yük dağılımının küresel olduğu varsayılmıştır. Uyarılmış durumdaki ve temel durumdaki çekirdek yarıçapı birbirinden farklıdır ($R_e \neq R_g$). Bir mössbauer deneyinde, kaynak ve soğurucu genellikle farklı bir elektronik ortama sahiptir. Bu durumda, s elektronlarının elektronik yoğunlukları, kaynağın ve soğurucunun çekirdeğinde farklıdır.

Bu nedenle geçiş enerjileri E_A ve E_S farklıdır. Dolayısıyla γ rezonans, izomer kayması olarak adlandırılan δ miktarında kaymıştır. İzomer kayması denklem $3(1+\cos 2\theta):4\sin 2\theta:(1+\cos 2\theta)$ ile verilmiştir.

İzomer kaydırma değerleri, spin durumu, değerlik durumu, oksidasyon durumu ve bağlanma özellikleri hakkında bilgi verir. Bir mössbauer deneyinde izomer kaydırma değeri, Şekil 4.1'de gösterildiği gibi $v=0$ noktası ile soğurma çizgisi arasındaki mesafeden mm/s cinsinden elde edilir.



Şekil 4.1. Kaynak ve soğurucu arasındaki farklı s-elektron yoğunlukları, zeminin ve uyarılmış bölgelerin enerji seviyelerini değiştirir ve bir mössbauer spektrumunda izomer kayması verir.

4.2.4.2. Elektrik Quatropol Etkileşim Enerjisi

Spin kuantum sayısı $I > 1/2$ olan bir çekirdek, küresel olmayan bir yük dağılımına sahiptir. Bu, bir nükleer elektrik dört kutuplu moment (eQ) üretir. Çekirdek etrafındaki kübik olmayan değerlik elektron dağılımı ve/veya kübik olmayan kafes bölgesi simetrisi, çekirdekte asimetric bir elektrik alanına neden olur ve elektrik alan gradyanı (∇E) adı verilen bir tensör miktarı ile karakterize edilir.

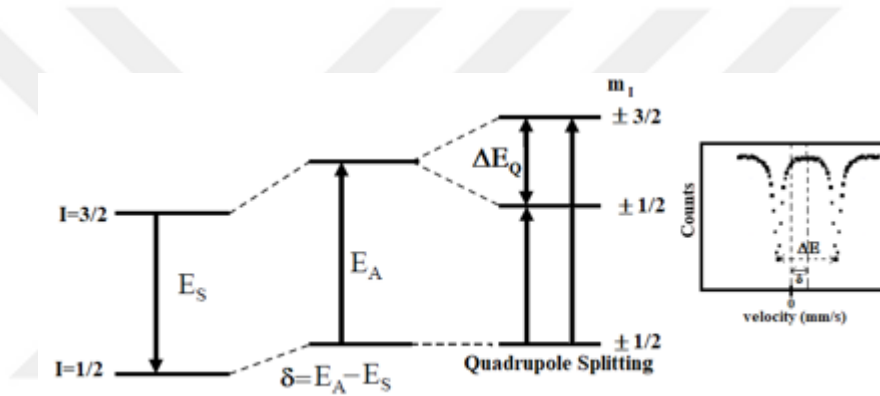
Nükleer elektrik dört kutuplu moment ve elektrik alan gradyanı arasındaki elektrik dört kutuplu etkileşim, mössbauer spektrumunda dört kutuplu bölünme olarak adlandırılan nükleer enerji seviyelerinde bölünmeye neden olur. Elektrik dört kutuplu etkileşimde, çekirdek dört kutuplu moment vektörüne sahiptir ve elektrik alan gradyan eksenini etrafında

devinim hareketi yapar. Bu durumda, enerji seviyesi dejenere olanı manyetik spin kuantum sayısı $m_I = I, I-1, \dots, -I$ olan $(2I+1)$ manyetik alt durumlara böler. Dört kutuplu etkileşim enerjileri aşağıdaki EQ denklemi ile verilmiştir.

$$E_Q(I, m_I) = \frac{eQV_{zz}}{4I(2I-1)} \{3m_I^2 - I(I+1)\} \left(1 + \frac{\eta^2}{3}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (4.1)$$

Mössbauer spektrumunda gözlemlenen iki rezonans çizgisi, dört kutuplu ikili olarak adlandırılır. Dört kutuplu ayrılma parametresi ΔE_Q , Mössbauer atomunun oksidasyon durumu, kusurları, bağ özellikleri, spin durumu ve yerel simetrisi hakkında bilgi sağlar.

Şekil ^{57}Fe 'nin uyarılmış durumunun $I=3/2$ ile bölünmesini göstermektedir. Mössbauer spektrumunda gözlemlenen iki rezonans çizgisi, dört kutuplu ikili olarak adlandırılır.



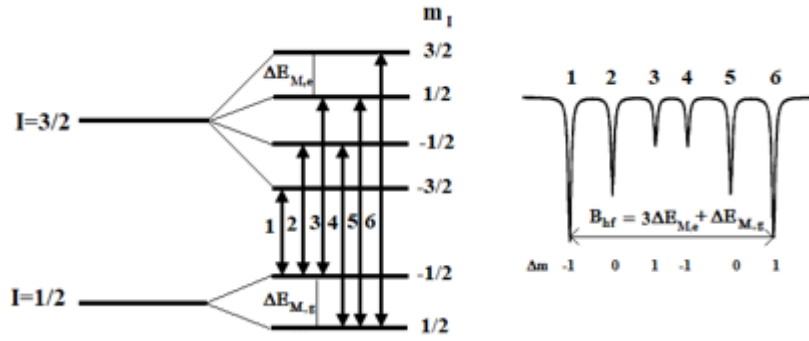
Şekil 4.2. ^{57}Fe 'nin uyarılmış halinin $I=3/2$ ile dört kutuplu bölünmesi ve mössbauer spektrumlarının gösterilmesi

4.2.4.3. Manyetik Dipol Etkileşimi Ve Manyetik Ayırma

Manyetik dipol etkileşimi, spin kuantum sayısı $I > 0$ olan çekirdeğin manyetik dipol moment μ ile çekirdekdeki etkin manyetik alan arasındaki etkileşimdir.

Manyetik dipol etkileşiminde, çekirdeğin manyetik dipol moment vektörü, yönü asal z eksenini olarak kabul edilen manyetik alan etrafında devinim hareketi yapar. Bu etkileşim, spini I olan nükleer seviyelerin, m_I manyetik spin kuantum sayıları ile karakterize edilen $2I+1$ alt durumlarına bölünmesine yol açar. Bu durumda $I = 3/2$ olan uyarılmış durum $m_I = 3/2, 1/2, -1/2, -3/2$ olarak dörde ve $I = 1/2$ olan temel durum aşağıdaki gibi iki alt duruma ayrılır $m_I = 1/2, -1/2$. Alt seviyelerin enerjileri denklem $E_M(m_I) = -g_N \beta_N B m_I$ verilebilir.

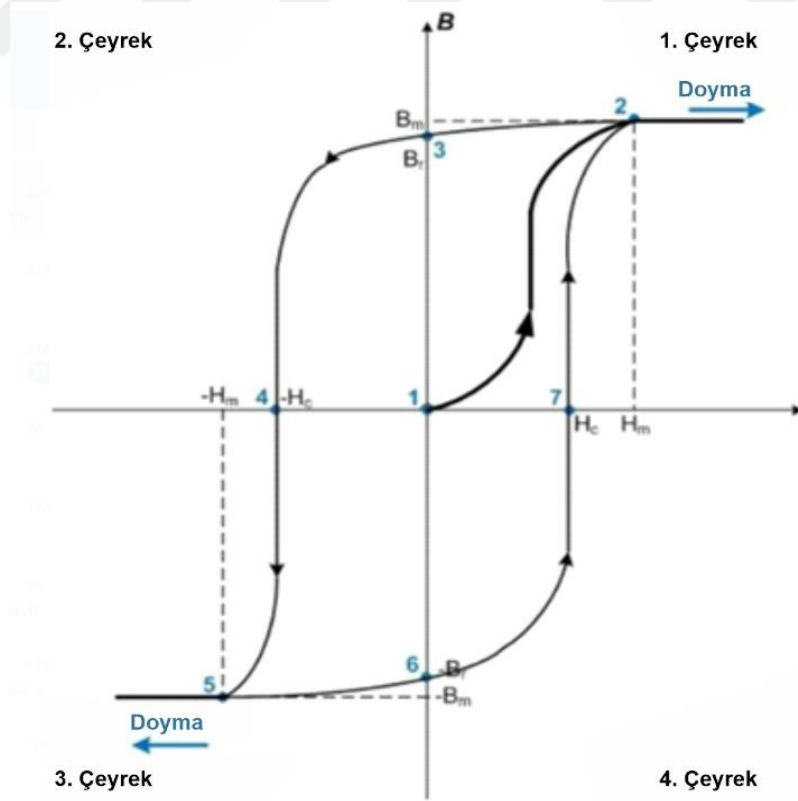
Uyarılmış ve temel haller arasında izin verilen gama geçişleri, manyetik dipol geçişi ile ilgili seçim kuralları tarafından verilmektedir: $\Delta I = \pm 1, \Delta m_I = +1, 0, -1$. ^{57}Fe için altı olası geçiş Şekil 4.3'te gösterilmiştir.



Şekil 4.3. ^{57}Fe manyetik dipol geçişleri ve mössbauer spektrumlarını görüntüleme

4.2.5. Manyetizasyon ölçümü

Bir malzemeye manyetik alan uygulandığında o malzemede manyetik dipollerin hizalanmasına neden olacaktır yalnız uygulanan alan kaldırılırsa malzemenin dipollerinin yönün ne derecede değişeceği yani mıknatıslık özelliğini malzeme ne derecede koruyacağı malzemeye ait B-H eğrisinden okunabilir.

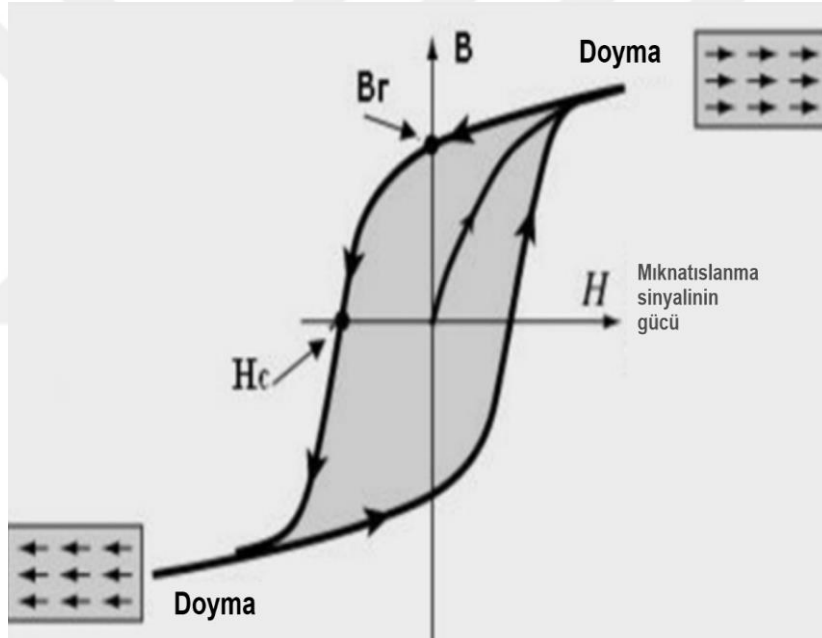


Şekil 4.4. B-H eğrisi

H_m ile gösterilen bölüm malzemeye uygulanan maksimum alan şiddetini verir karşılığı olan dikey eksende B_m ise malzemenin maksimum oluşturacağı manyetik alanı verir bu iki değer in kesişim noktasında doyum noktası olarak ifade edilir.

B_{sat}=B_m 3. Bölge için de bu eşitlik aynıdır. Farklı olan sadece manyetik dipollerin zıt bir şekilde hizalanmasıdır.

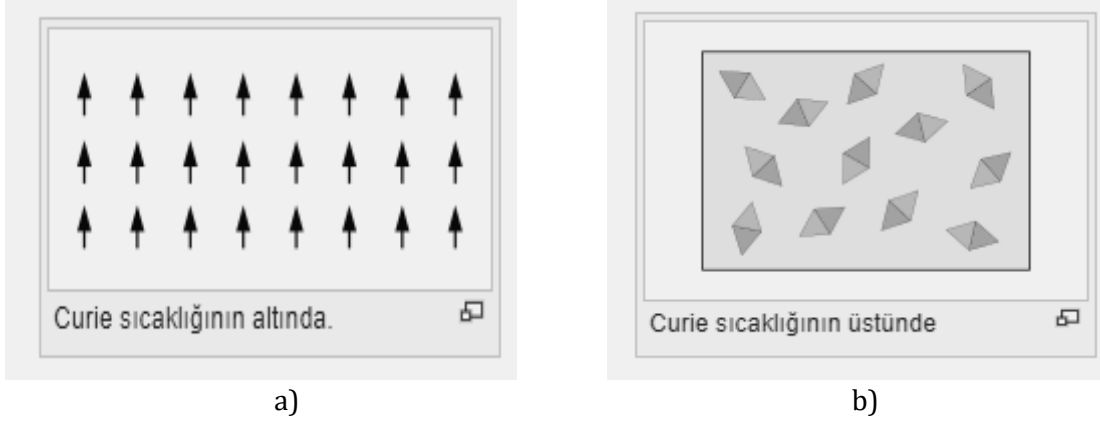
Uyguladığımız manyetik alan sıfırdan maksimuma ve maksimumdan yeniden sıfıra düşürüldüğü zaman oluşan eğrinin bir öncekine göre farklı olduğu görülmüştür. Uyguladığımız alan şiddeti sıfır olduğu zaman eğrinin dikey iz düşümde kestiği noktada okunan manyetik alan değeri B_r kalıcı mıknatıslık olarak bilinir. Bu değer sadece malzemenin kendi manyetik alanının yani dışardan manyetik alan uygulanmadan oluşturabileceği maksimum alan değerini verir.



Şekil 4.5. B-H egrisinde ve kalıcı mıknatıslık değeri

4.2.6. Curie sıcaklığı

Ferromanyetik bir malzemenin kalıcı mıknatıslık değerini kaybedip paramanyetik duruma geçtiği kritik sıcaklık Curie sıcaklığı ya da Curie noktası olarak ifade edilir. Curie sıcaklığının üzerinde ısı enerji manyetik momentlerin karışık yönelmelerine neden olur ve bu şekilde madde paramanyetik duruma geçer Pierre Curie anısına bu sıcaklık değerine Curie sıcaklığı olarak ifade edilmektedir.



Resim 4.2. a) Curie sıcaklığının altında, b) Curie sıcaklığının üstünde manyetik momentlerin yönelmesi

Tablo 4.1. Bazı maddeler için Curie sıcaklık değerleri aşağıda gösterilmiştir

Ferromanyetik madde	Sıcaklık (Kelvin)
Demir	1043
Kobalt	1394
Nikel	631
Gadolinyum	317
Fe ₂ O ₃ (en)	1394

4.3. Mekanik Karakterizasyon

4.3.1. Sertlik yöntemi

Sertlik, malzemenin batma ve çizilmeye karşı gösterdiği direncin bir ölçüsüdür. Küçük bir ucun kontrollü bir şekilde, malzeme yüzeyine belirli bir yük ve hız ile batırılması ile sertlik ölçme yöntemleri geliştirilmiştir. Ucu batırılması ile oluşan izin derinliği ya da genişliği ölçülmek suretiyle sertlik değerleri bulunur. Malzemede oluşan izin derinliği ya da genişliği ne kadar büyükse malzeme o kadar yumuşak ve sertlik değeri de o kadar düşük olur. Ölçülen sertlikler, yapılan ölçümlere göre değişir ve farklı teknikler kullanılarak yapılan ölçümlerdeki değerler birbiri ile karşılaştırılır. Sertlik deneyleri; basit ve düşük maliyetli olmaları (özel bir numune hazırlanmasına gerek duyulmaz ve sertlik ölçme cihazı ucuzdur), malzemede hasar ya da aşırı deformasyonun meydana gelmemesi (tek deformasyon küçük bir izdir), çoğu zaman mekanik özelliklerden çekme dayanımının sertlik verileri kullanılarak açıklanması gibi nedenlerden dolayı diğer mekanik deneylere göre çok daha yaygın şekilde kullanılır (Callister, 2013). Sertlik ölçme deneyleri 4 grupta incelenebilir;

1. Malzemeye kuvvet altındaki sert bir cismi batırmak suretiyle yapılan sertlik deneyleri,
2. Malzemenin yüzeyini sert bir cisimle çizerek yapılan sertlik deneyleri,

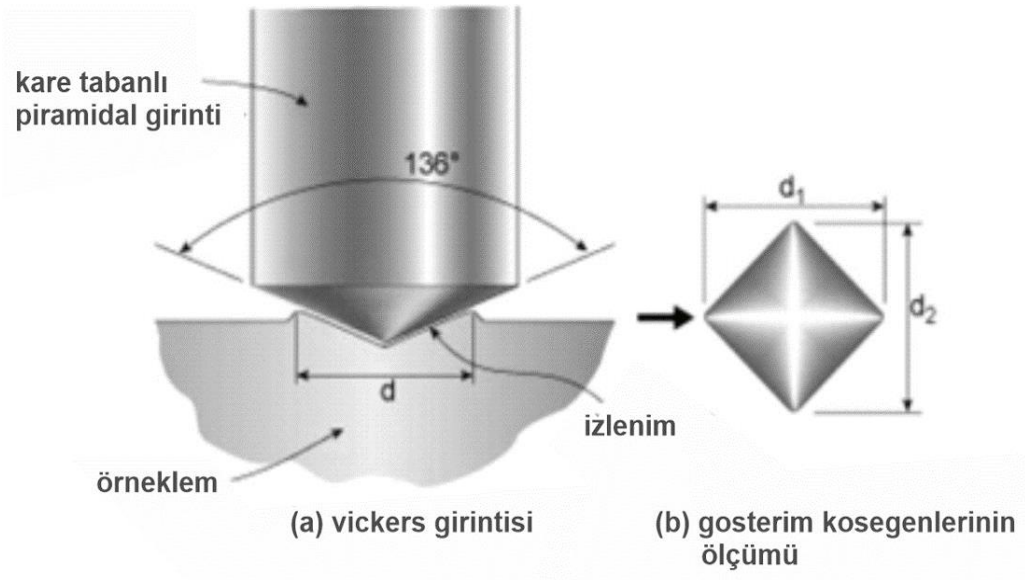
3. Malzeme üzerine sert bir bilyeyi düşürmek ve sıçratmak suretiyle yapılan sertlik deneyleri,
4. Malzemeye bir cismin darbeli bir yük ile batırılması sonucu yapılan sertlik deneyleri.

4.3.1.1. Vickers Sertlik Ölçme Deneyleri

Bu yöntemlerin her ikisinde de piramit şeklinde çok küçük bir elmas uç, sertliği ölçülecek malzemenin yüzeyine batırılmaya zorlanır. Uygulanan yükler, Rockwell ve Brinell ölçme yöntemlerindeki gibi çok küçük olup 1 ile 1000 g arasında değişir. Ölçüm sonucunda yüzeyde oluşan izin boyutu mikroskop ile ölçülerek sertlik değerine çevrilir. Malzeme yüzeyinde belirgin bir iz oluşturulması ve bu oluşan izin doğru bir şekilde ölçülebilmesi için, malzeme yüzeyinin zımparalanması ve parlatılması gerekir. Bu yöntemde küçük batıcı uç ve hafif yükler kullanılır (Callister, 2013).

Vickers mikro sertlik yöntemi kullanılarak alaşımların mekanik özellikleri belirlenmiştir. Sertlik bir malzemenin yüzeyine batırılan sert bir cisme karşı gösterdiği dirençtir. Vickers yönteminde batıcı uç tepe açısı 136 derece olan elmas bir pramit belli bir kuvvetle yüzeye batırılır. Yüzeyde şekilde görüldüğü gibi bir iz oluşur. Daha sonra mikroskopta d_1 ve d_2 değerleri hesaplanarak $d=(d_1+d_2)/2$ bulunur.

$VSD=1,8544 \times F/d^2$ formülü ile hesaplanır. Bu formülde F uygulanan yükü (kg), d iz köşegenlerinin ortalamasını (mm) verir.



Şekil 4.6. Vickers sertlik deneyi

4.3.2. Çekme yöntemi

Çekme deneyi ile bir çok mekanik özelliğin belirlenmesi mümkündür. Gerilme-birim şekil değişimi verilerinin elde edilmesi için uygulanan yöntemlerden biridir. Çekme deneyinde malzeme, eksenini doğrultusunda giderek artırılan şekilde uygulanan yükün etkisi altında kırılana kadar şekil değiştirir. Çekme deneyi, gerilme-birim şekil değişimi eğrisinin elde edileceği bir deney olup genelde bir iki dakika sürer ve deney sonucunda çoğu zaman kırılan malzeme, kalıcı bozulmaya uğrar (Callister, 2013)

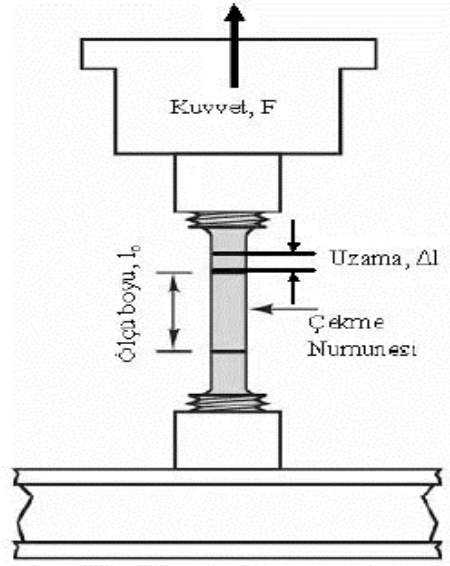
4.3.3. Çekme özellikleri

4.3.3.1. Akma ve Akma Dayanımı

Gerilme altında çoğu yapı elastik şekil değiştirecek şekilde tasarlanır. Bu yapılardan Plastik deformasyona (kalıcı olarak şekil değiştiren) uğrayanlar ise kendinden beklenen işlevi yerine getiremez

4.3.3.2. Çekme Dayanımı

Bir malzemenin ne kadar sağlam ya da belirli bir yük altında ne kadar dayanıklı ne kadar deforme oluyor gibi malzemenin özelliklerini Şekil 4.6'da gibi çekme deneyi ile belirleyebiliriz. Numunedeki malzeme sabit bir hızla çekildikçe, malzemenin belirli bir miktar uzaması için ne kadar yük gereklidir bu belirlenir. Sonuç olarak buradan yük ve uzama eğrisi elde edilir. Buradaki çekme dayanımı σ_c (MPa), mühendislik gerilmesi-birim şekil değişimi eğrisinde oluşan maksimum gerilmedir. Bu gerilme, çekme zorlanmasına maruz kalmış bir malzemenin taşıyabileceği maksimum gerilmeye karşılık gelir. Bu büyüklüğe sahip bir gerilmenin malzemeye bir süre daha etkimesi sonucunda malzemede kopma oluşacaktır. Gerilme kuvveti bu maksimum değere ulaştığında, malzemenin herhangi bir noktasında boyun verme olarak ifade edilen kesit daralması oluşur. Çekme deneyi numuneleri işlenirken bölgedeki kesit, homojen ve deney cihazının çeneleri arasında kalan kısma göre çok daha küçük olarak işlenir. Numunenin küçük kesit bu bölgesi ölçüm uzunluğu olarak bilinir. Bu bölge en fazla gerilmenin olduğu bölgedir sonuç olarak yüksek gerilme değerlerinde meydana gelen büyük deformasyonlar bu bölgede oluşur ve sonunda kırılma yine bu bölgede oluşur.



Şekil 4.7. Çekme deneyi

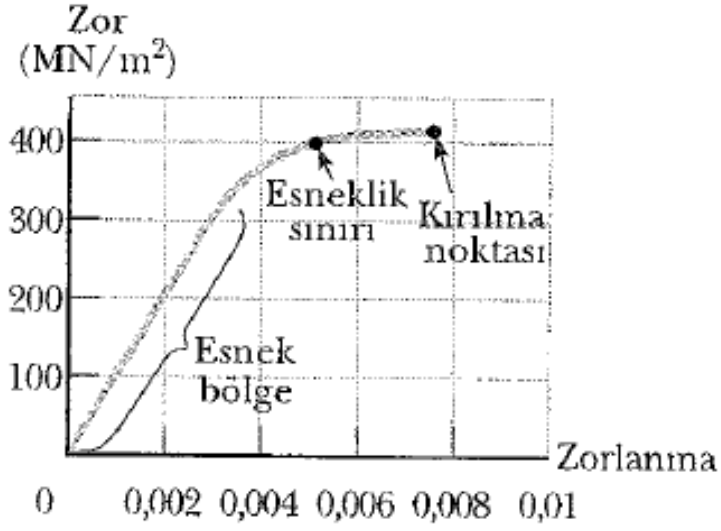
4.3.3.3. Süneklik

Kırılma anına kadar malzemede meydana gelebilecek plastik deformasyon miktarının bir ölçüsü süneklik olarak tanımlanır. Kırılma anına kadar herhangi bir plastik deformasyona uğramayan malzemeler gevrek olarak isimlendirilir. Bir malzeme için süneklik değerinin bilinmesi; tasarımcıya malzemenin hasara görmeden önce ne derecede deformasyona uyaracağı hakkında bilgi verir ve metale verilebilecek deformasyon miktarını belirler. Akma ve çekme dayanımının büyüklüğü artan sıcaklıkla azalırken, süneklik artan sıcaklıkla genelde artar.

4.3.3.4. Rezilyans

Bir malzemenin elastik şekil değiştirme esnasında enerji absorbe etme ve sonra da yük boşaltıldığında bu enerjiyi geri verebilme yeteneğidir. İlgili malzeme özelliği rezilyans modülü U_r olup yükleme öncesinden akma noktasına kadar birim hacim başına düşen birim şekil değiştirme enerjisini belirtir. Rezilyans modülü, Şekil 4.7'de görüldüğü üzere mühendislik gerilmesi-birim şekil değiştirme grafiğinde elastik bölgedeki eğrinin altında kalan alana eşittir. Doğrusal elastik davranış gösteren malzemeler için rezilyans değeri aşağıdaki denklemle hesaplanır.

$$U_r = \frac{1}{2} \sigma_{AK} \epsilon_{AK} = \frac{1}{2} \epsilon_{AK} \left(\frac{\sigma_{AK}}{E} \right) = \frac{\sigma_{AK}^2}{2E} \quad (4.2)$$



Şekil 4.8. Zor zorlanma eğrisi (<https://www.muhandisbeyinler.net/katilarin-esneklik-ozellikleri>)

4.3.3.5. Tokluk

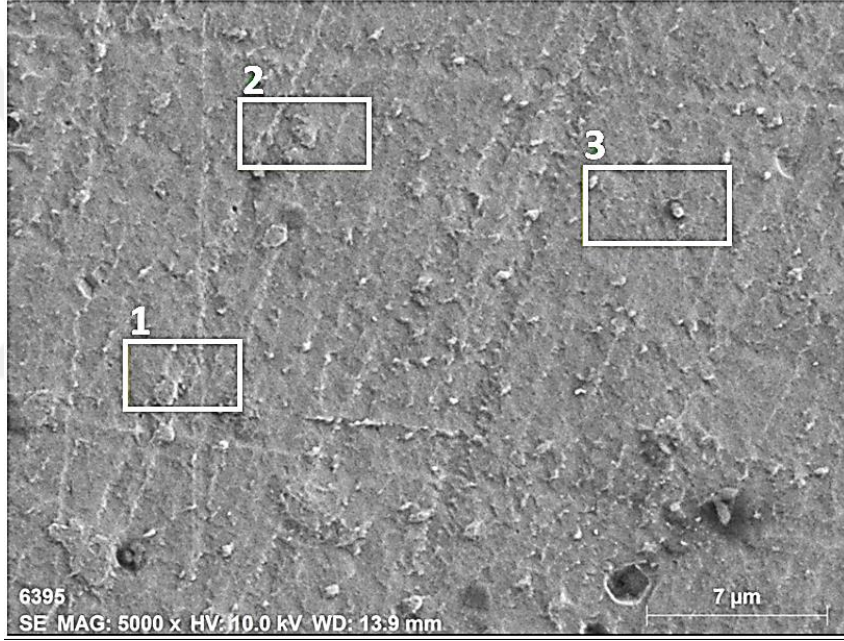
Tokluğun ölçüsü malzemenin kopuncaya kadar absorbe ettiği enerjidir. Tokluğun büyüklüğü ise mühendislik gerilme-birim şekil değişimi eğrisinin tamamının altında kalan alana karşılık gelir. Genellikle sünek olan metaller, gevrek olanlara göre daha toktur.

5. BÖLÜM

ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

5.1. Alaşımlarının Mikro Yapısının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi

Ni-37.79Ga-14.46Fe alaşımı üzerine Ti elementinin mikro yapı üzerine etkisi, taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmiştir. Isıl işlem fırınında 900 C° de 24 saat karıştırılarak doğrudan buzlu su içinde soğutulan alaşımlar metalografik işlemlerle yüzeyi parlatılarak 99 ml metanol + 2ml nitrik asid + 5g demir klorür içeren kimyasal solüsyonlar ile yüzeyleri SEM gözlemlenmeleri için dağlanmıştır. Ti içermeyen alaşımın oda sıcaklığındaki SEM görüntüsü aşağıdaki resimde gösterilmiştir.



Resim 5.1. Ni-37.79Ga-14.46Fe Alaşımının SEM görüntüsü

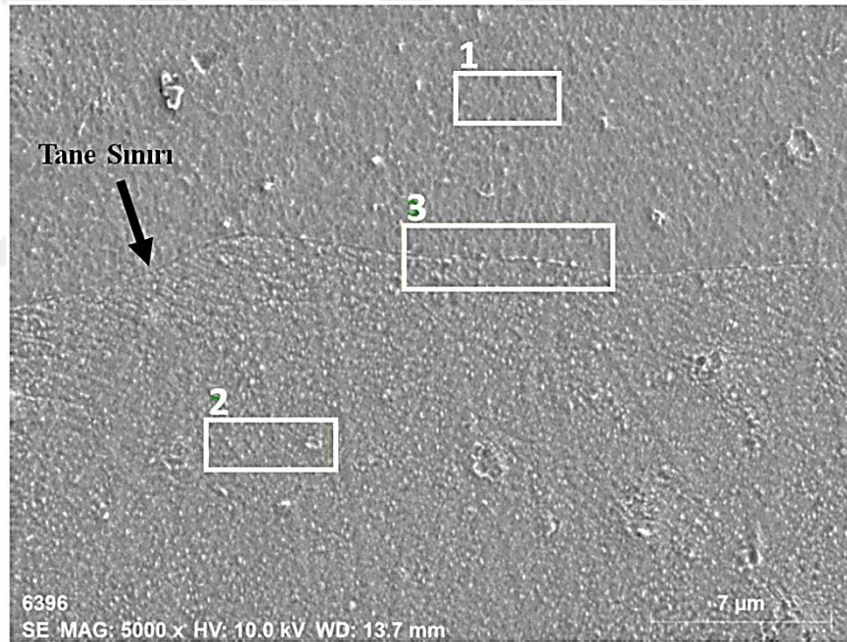
Resim 5.1’de görülen 3 farklı bölgeden alınan ağırlıkça EDX analiz sonuçları Tablo 5.1’de verilmiştir. Resim 5.1’de görülen küresel şekilli 500-700 nm boyutlu küçük partiküllerin Fe₃Ni veya FeNi fazları olduğu düşünülmektedir. Bu fazlar genellikle martensite’ dir (Retur ve ark. 1989).

Her 3 bölgede analiz sonucu elde edilen element oranları birbirine yakın olması alaşımın iyi homojenize olduğunu göstermektedir.

Tablo 5.1. Ni-37.79Ga-14.46Fe alařımında 3 farklı b3lgede elde edilen ađırlıkça element oranı.

B3lge	Fe	Ni	Ga
1	15,53	47,46	37,01
2	12,59	48,76	38,65
3	15,26	47,02	37,72
Ort	14,46	47,75	37,79

Alařıma ađırlıkça %0.12 Ti eklenmesi sonucu elde edilen Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti alařımının SEM g3r3nt3leri Resim 5.2 ve 3 farklı b3lgeden alınan ađırlıkça EDX analiz sonuçları Tablo 5.2'de verilmiřtir.



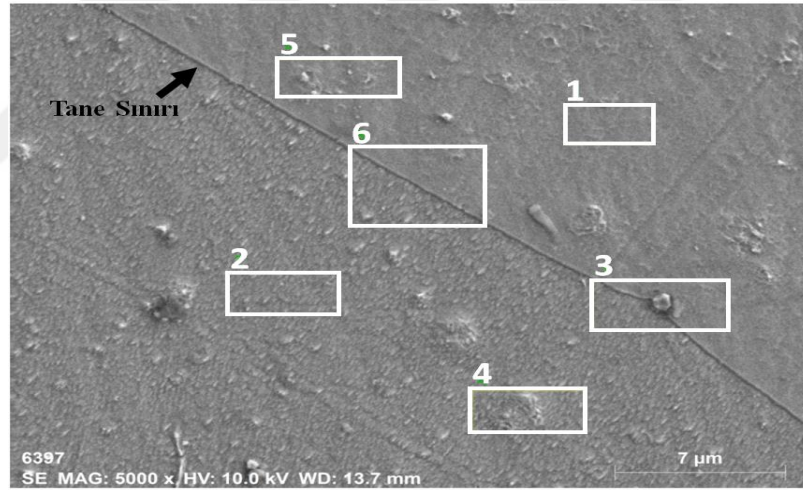
Resim 5.2. Ni15.55Fe36.93Ga-0.12Ti alařımının SEM g3r3nt3s3

Alařıma Ti eklenmesi sonucu alařımda tane sınırı g3zlemlenmiřtir. D3ř3k Ti ilavesi sonucu tane sınırına yakın b3lgelerde (3 numaralı b3lge) Ti g3zlenmemiřtir. Alařım ierisindeki farklı kompozisyona sahip taneler sođuma esnasında kristal yapının farklı dođrultuda y3nlenmesi sonucu tane sınırı oluřur. Her 3 b3lgedeki Ti miktarının fark edilir derecede farklı olması Ti miktarının katılařmaya etkisi olduđunu g3stermektedir.

Tablo 5.2. Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti alařımında 3 farklı bölgede elde edilen ađırlıkça element oranı

Bölge	Fe	Ni	Ga	Ti
1	15,16	48,02	36,55	0,28
2	16,56	46,63	36,73	0,08
3	14,91	47,58	37,5	0
Ort	15,55	47,4	36,93	0,12

Ti miktarının ađırlıkça %0,53 olması sonucu elde edilen Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti alařımının SEM görüntüleri Resim 5.3 ve 6 farklı bölgeden alınan ađırlıkça EDX analiz sonuçları Tablo 5.3'de verilmiřtir.

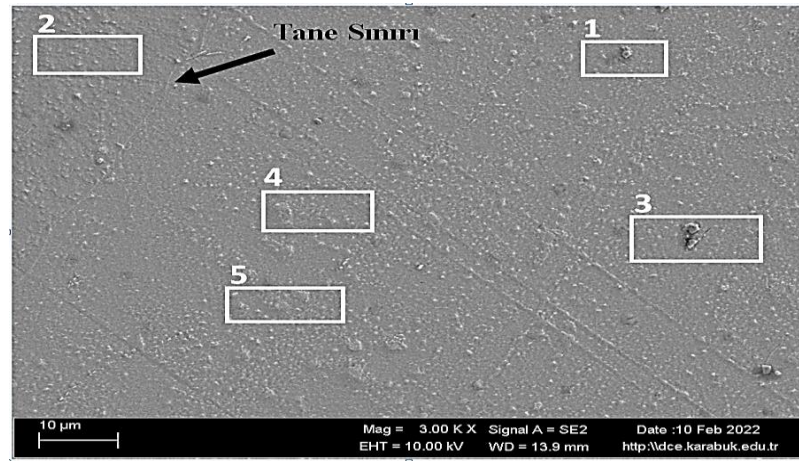


Resim 5.3. Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti alařımının SEM görüntüsü

Tablo 5.3. Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti alaşımında 6 farklı bölgede elde edilen ağırlıkça element oranı

Bölge	Fe	Ni	Ga	Ti
1	13,98	46,67	39,35	0
2	16,23	46,29	36,89	0,59
3	14,14	46,94	37,23	1,69
4	13,88	48,12	37,86	0,14
5	17,38	46,39	36,24	0
6	16,13	47,09	36	0,78
Ort	15,29	46,92	37,26	0,53

6 farklı bölgeden elde edilen sonucu göre tane sınırının üst noktasında Ti elementine karşılaşılmamışken tane sınırı bölgesinde daha yoğun bulunmaktadır. Bu sonuçta Ti miktarının katılaşma hızına etkisi olduğunu doğrulamaktadır. Özellikle 3 numaralı bölgede ki küresel şekilli aşağı yukarı 1µm büyüklüğündeki partikülün olduğu noktada en fazla Ti miktarı elde edilmiştir. Bununla Ti' lu bir bileşik olduğu düşünülmektedir.



Resim 5.4. Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımının SEM görüntüsü

Ti miktarının ağırlıkça %0,65 olması sonucu sonucu elde edilen Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımının SEM görüntüleri Resim 5.4 ve 5 farklı bölgeden alınan ağırlıkça EDX analiz sonuçları Tablo 5.4'de verilmiştir. Tane sınırı hala gözlenmiştir. Tane sınırının üstündeki 2 numaralı bölgedeki Ti oranı ile tane sınırının alt tarafındaki Ti oranı fark edilecek oranda farklı olması

diğer örneklerdeki sonuçlara benzer şekilde Ti miktarının katılma hızına etkisi olduğunu göstermektedir. 3 numaralı bölgeden elde edilen analiz sonucuna göre Ti miktarı daha yüksektir. Bu bölgede oluşan küresel partikül de Resim 5.3'de oluşana çok benzerdir. Buna yine bu bölgede Ti 'lu bir bileşik oluşumundan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Tablo 5.4. Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımında 3 farklı bölgede elde edilen ağırlıkça element oranı

Bölge	Fe	Ni	Ga	Ti
1	15,25	46,88	37,85	0,02
2	14,98	47,01	36,96	1,05
3	15,69	46,58	36,17	1,56
4	14,55	46,99	38,17	0,29
5	15,01	46,55	38,09	0,35
Ort	15,1	46,8	37,45	0,65

5.2. Alaşımalarının Mekanik Özellikleri

5.2.1 Alaşımalarının sertlik ölçümleri

Bu çalışmada yüzeyi parlatılan alaşımalarının sertlik değeri Hitit Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü mekanik test laboratuvarında bulunan Metkon DUROLINE-M mikro sertlik cihazında oda sıcaklığında 10N' luk kuvvet altında 20 s uygulanarak yüzeyden 6 farklı noktadan sertlik ölçümü alınmış ve ortalamaları alınarak bulunan sertlik değerleri Tablo 5.5'de verilmiştir.

Tablo 5.5. Alaşımalarının Oda Sıcaklığında Vickers Mikro Sertlik değerleri

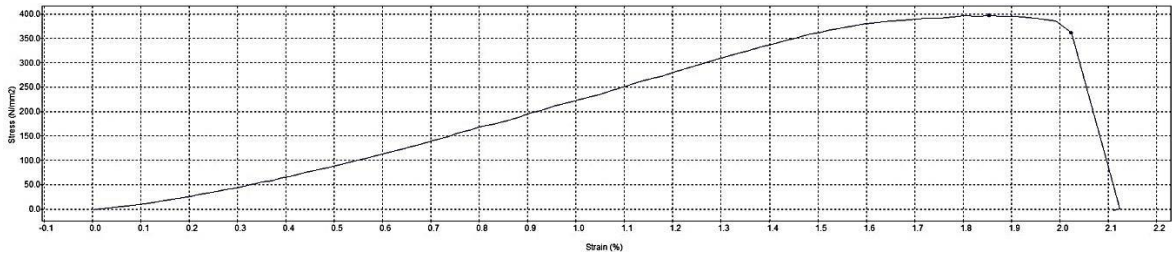
Alaşım	H _v
Ni-37.79Ga-14.46Fe	394
Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti	400,2
Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti	331,4
Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti	300

Tablo 5.5’de görüldüğü gibi alaşıma Ti eklenmesi ile sertlik değeri çok hafif artmış, Ti miktarının artması ile hissedilir derecede azalmıştır. Bir alaşımda sertlik değeri tane büyüklüğü ile alakalıdır. Büyük taneli alaşımlar daha yumuşaktır. Tane boyutu küçüldükçe sertlik hızla artar. Alaşımların tane büyüklükleri çok ince olduğu için bu alaşımların tane büyüklükleri SEM görüntüleri ile tespit edilememiştir.

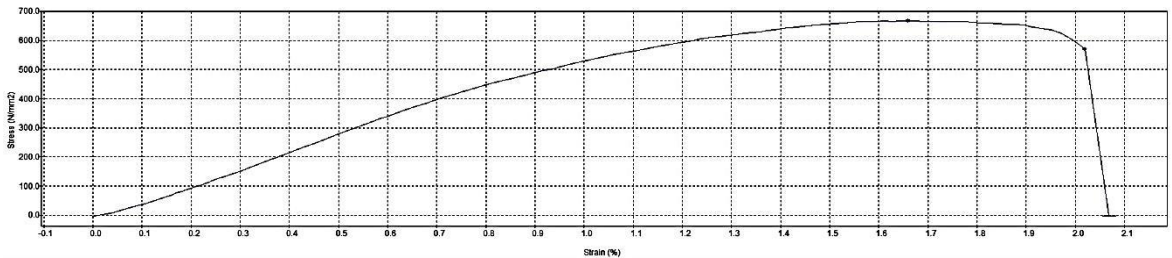
5.2.2 Alaşımların basma testi ölçümleri

Alaşımlara oda sıcaklığında basma testi yapılarak alaşımların mekanik özellikleri tespit edilmeye çalışılmıştır. Burada ısıtma işlemi sonlanan alaşımlar zımpara kullanılarak $5 \times 5 \times 25 \text{ mm}^3$ dikdörtgen prizmalar şeklinde hazırlanmıştır. Hazırlanan alaşımların basma testleri oda sıcaklığında Shimadzu EHF-EV101K1-040-0A yorulma test cihazı ile 100 kN altında sıkıştırma hızı 3 mm/dakika olarak ayarlanmıştır. Alaşımların gerilme gerinim grafikleri Şekil 5.1-5.4’de gösterilmiştir. Testin sonunda elde edilen mekanik parametreler ise Tablo 5.6’da verilmiştir.

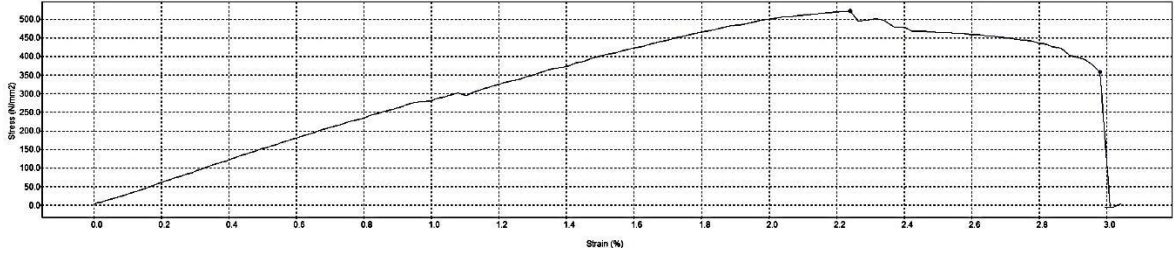
Bir malzemenin elastik şekil değişikliğine karşı gösterdiği direnç elastik modüldür. Elastik modül elastik bölgedeki gerilme gerinim eğrisinin eğimi alınarak bulunur. Yüksek elastik modül malzemeye uygulanan bir gerilme sonucu oluşan elastik birim şekil değişiminin küçük olacağını gösterir. Yüksek elastik modül aynı zamanda malzemenin rijit olduğunu gösterir. Mekanik özellik parametreleri incelendiğinde elastik modülü en yüksek alaşımın Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte sert malzemelerin elastik modülünün daha büyüktür.



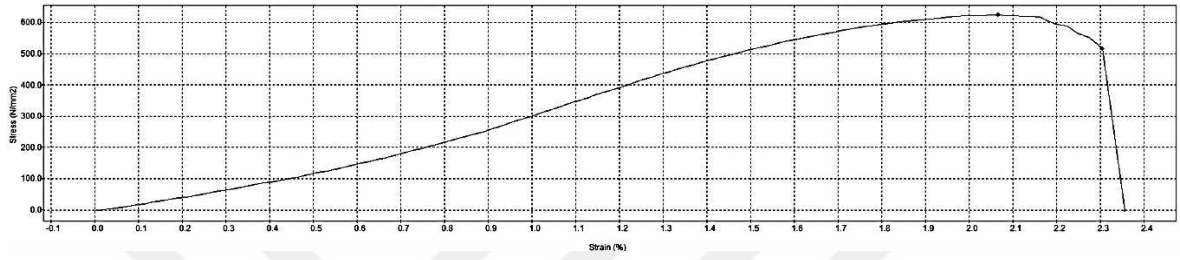
Şekil 5.1. Ni-37.79Ga-14.46Fe Alaşımının oda sıcaklığındaki gerilme gerinim grafiği



Şekil 5.2. Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti Alaşımının oda sıcaklığındaki gerilme gerinim grafiği



Şekil 5.3. Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti Alaşımının oda sıcaklığındaki gerilim gerinme grafiği



Şekil 5.4. Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti Alaşımının oda sıcaklığındaki gerilim gerinme grafiği

Tablo 5.6. Alaşımların Oda Sıcaklığındaki Mekanik Özellik Parametreleri

Alaşım	Elastik Modül (N/mm ²)	Akma Dayanımı (kN)	Enerji (J)	Kırılma Noktası (mm)	Gerilme Mukavemeti (kN)
Ni-37.79Ga-14.46Fe	28084,7	2,70485	0,64294	0,41096	2,71207
Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti	63399,7	3,66005	1,70953	0,60598	4,10874
Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti	25222,7	3,38096	1,54617	0,69169	3,44525
Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti	39614,2	3,9733	1,44553	0,63840	3,98332

Akma dayanımı malzemenin kalıcı deformasyonuna karşı direncinin bir ölçüsüdür. Basma ve çekme işlemleri sırasında ne kadar kolay şekillendirilebileceğini gösterir (James, 2015). Akma dayanımı ise malzemenin plastik olarak deforme olarak başladığı değerdir. Akma dayanımı %0,2 şekil değişimi değerinden elastik bölgeye paralel çizilen bir çizginin gerilme gerinim grafiğinde eğriyi kestiği nokta ile belirlenir. Elde edilen sonuçlara göre akma dayanımı ve sertlik değeri en büyük olan alaşım Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti alaşımıdır.

Bir malzemenin kırılmadan önce dayanabileceği maksimum gerilmesi gerilme mukavemetidir. Gerilme gerinim grafiğinin maksimum gerilme değeridir. Dayanıklı malzemelerin gerilme mukavemeti daha fazladır. Çizelge 1'den elde edilen sonuçlara göre gerilme mukavemeti en büyük alaşım 4,10874 kN ile Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti alaşımıdır. Gerilme mukavemeti ötesinde yapılacak plastik deformasyon mühendislik gerilmesinin düşmesinden dolayı alaşımı yumuşatacaktır ve gerçek gerilme kırılma noktasına kadar artmaya devam eder.

Enerji değeri ise bir malzemeyi kırmak için uygulanan enerji toplamıdır. Bu değer toplamı malzemelerde tokluk değeri olarak tanımlanır. Gerilme gerinim grafiğinin altında kalan alan hesaplanarak bulunur. Sünek malzemeler için tokluk değeri gevrek malzemelere göre daha fazladır. Farklı bir ifadeyle tokluk değeri ne kadar fazla ise o malzemenin dayanıklılığı daha iyidir. Elde edilen sonuçlara göre tokluk değeri en yüksek malzeme Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti alaşımıdır. Bu bulgulara göre Ni-37.79Ga-14.46Fe alaşımına düşük miktarda Ti eklenmesi alaşımın dayanımını arttırmış fakat Ti miktarının daha fazla artması sonucu dayanım azalmıştır.

Alaşımın kırılma noktalarına baktığımız zaman kırılma noktası en yüksek alaşım 0,69169 mm ile Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti alaşımıdır Sünek malzemelerin kırılma değeri daha yüksektir. Bu sonuçlarda Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti alaşımının daha sünek olduğunu göstermektedir.

5.3 Alaşımın Termal Özellikleri

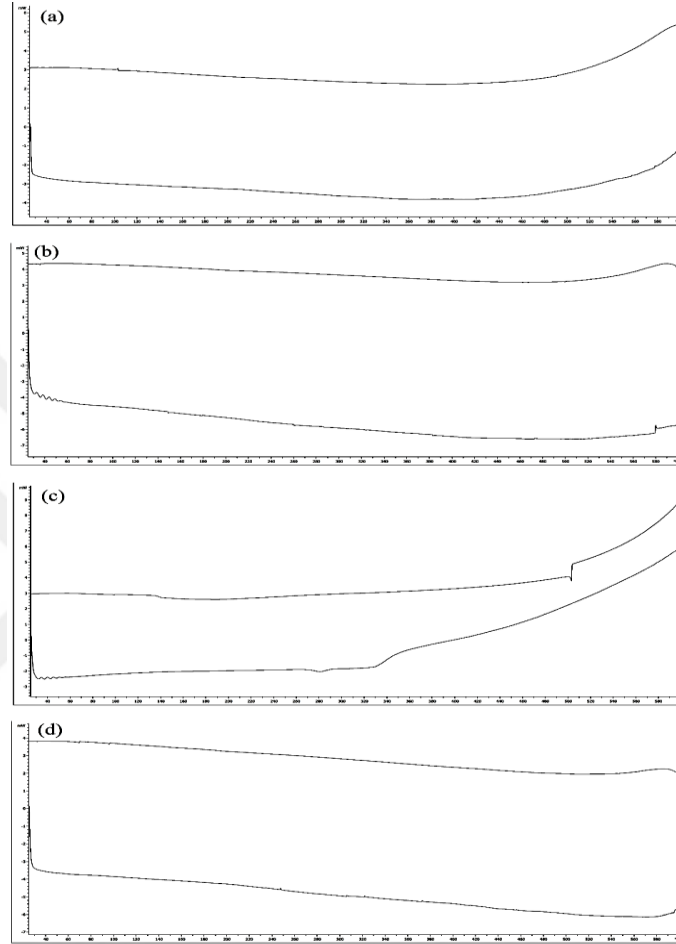
Ti miktarının faz değişim sıcaklığı üzerine etkisini saptamak için ısıtma işlemi bitmiş alaşımlar tahmini 20 mg'lık parçalar halinde 60-80 µm kalınlığına kadar inceltmiştir. Alaşımların termal özelliklerini saptamak için hazırlanan alaşımların DSC analizleri HÜBTÜAM merkez laboratuvarında Mettler – Toledo/DSC 1/700 marka cihaz ile dakikada ısıtma ve soğutma hızı 10 C° olacak şekilde ölçülmüştür. Alaşımlar oda sıcaklığından 600 C°'ye kadar ısıtılmıştır. Şekil 5.5'de görüldüğü gibi alaşımlarda herhangi bir faz geçişi gözlenmemiştir.

5.4 Alaşımların Manyetik Özellikleri

5.4.1 Alaşımların Mössbauer analizleri

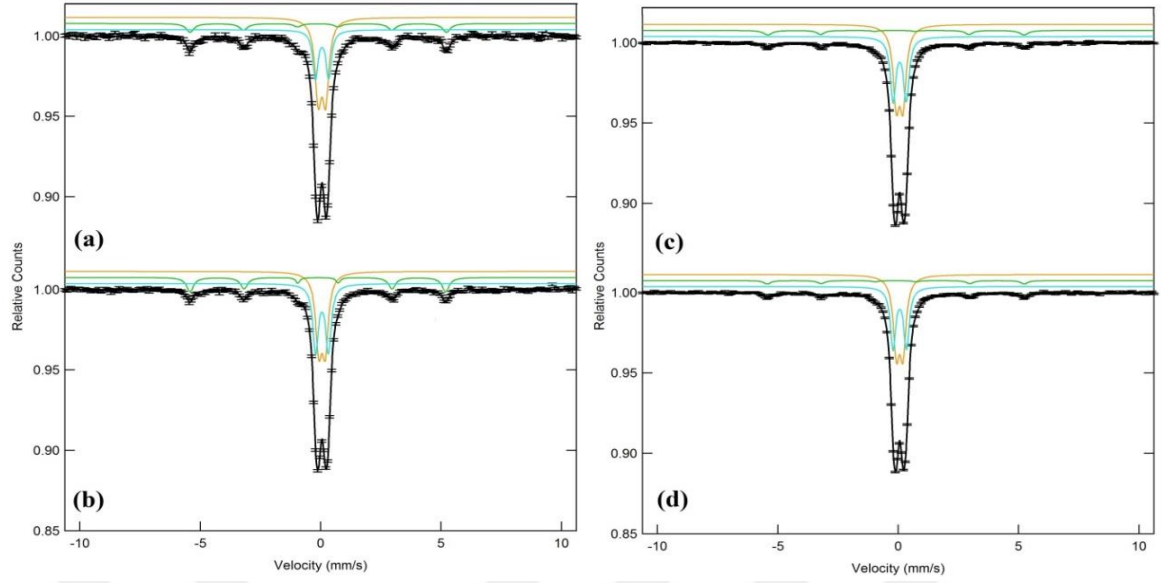
Alaşımın oda sıcaklığında elde edilen Mössbauer spektrumları şekil 5.5'de verilmiştir. Fit sonucu elde edilen izomer kayma, iç manyetik alan, kuadropol kayma, çizgi genişliği ve oluşan fazların kısmi alanı gibi Mössbauer parametreleri Tablo 5.7'de verilmiştir. Radyoaktif Kaynak olarak Co⁵⁷ kullanılması durumunda Mössbauer spektrometresi demir içeren metal, metal alaşım ve bileşiklerinin manyetik özelliklerini saptamak amacıyla kullanılan çok hassas bir tekniktir. Bu şekilde meydana gelen kristal örgülerin manyetik düzenlenişleri, çekirdek ile s yörüngesindeki elektron yoğunluğunun değişimini gösteren izomer kayma değeri, kristal

örgünün simetrisi hakkında bilgi veren kuadrupol kayma değeri, demir atomlarının valans durumları, çekirdeğin iç manyetik alanı, oluşan ferromanyetik ve paramanyetik fazların hacimsel oranları tespit edilebilmektedir.



Şekil 5.5. (a) Ni-37.79Ga-14.46Fe (b) Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti (c) Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti (d) Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımlarının DSC grafikleri

Şekil 5.6'de görüldüğü gibi Mössbauer spektrumu 2 doublet ve 1 sextet den oluşmuştur. Mössbauer spektrumlarında sextet oluşumu manyetik düzenlemeye sahip Fe atomlarından kaynaklanırken (Chae ve ark., 2012), doublet oluşumu paramanyetik özellikte Fe atomlarından yada süperparamanyetizma olarak bilinen nano boyutlu demirli kristallerden kaynaklanmaktadır (Ata Allah ve ark., 2006). Paramanyetik yapılar mössbauer spektrumunda tek veya doublet soğurma çizgisi ile kendisini gösterirken, ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlenimler altılı çizgi ile karakterize edilirler.



Şekil 5.6. (a) Ni-37.79Ga-14.46Fe (b) Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti (c) Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti (d) Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımlarının oda sıcaklığında elde edilen mössbauer spektrumları

Atom çekirdeği ve çekirdeğe en yakın konumdaki s elektron yoğunluğu arasındaki elektronik etkileşim izomer kaymaya sebep olur. İzomer kayma değeri hız değerinin o olduğu değer ile spektrumun pik noktası arasındaki fark hesaplanarak belirlenir. Demir atomunun uyarılmış durumdaki çekirdek yarıçapı taban durumun çekirdek yarıçapından daha küçük olduğundan dolayı; izomer kayma değerinde ki artış elektron yoğunluğundaki azalışa karşılık gelirken, azalış ise elektron yoğunluğundaki artışa karşılık gelir. Tablo 5.7. incelendiği zaman hem doublet hemde sextet' in izomer kayma değerleri Ti miktarına bağlı değişmemektedir. Buda Ti miktarının elektronik yapıya etkisi olmadığını göstermektedir.

Küresel simetrik olmayan bir yük dağılımı asimetrik bir elektrik alana sebep olur, buda nükleer enerji seviyelerinde bir kaymaya sebep olur. Nükleer enerji seviyeleri ile elektrik alan gradyenti arasındaki etkileşim Kuadropol kaymaya (Q.S) sebep olur. Spektrumda dublet olarak tanımlanan ikili bir pik ile görülür. Bu iki pik arasındaki mesafeden Q.S değeri belirlenir. Q.S değeri kristal yapının simetrisi ve yerel bozulma hakkında bilgi verir. Tablo 5.7'den görüldüğü gibi manyetik altılının Q.S değeri ihmal edilecek büyüklüktedir. Buda Ti' un ferromanyetik faza ait kristal yapının simetrisine çok etki etmediğini göstermektedir.

Bununla birlikte Db-1 yapının Q.S değeri Ti miktarının artması ile az miktarda arttığı gözlemlenmiştir. Alaşım içerisinde Ti' un yarıçapı (0,147nm) alaşım içerisindeki diğer elementlerin yarıçapından fazladır. Buda Ti' un Fe ile oluşturmuş paramanyetik fazın kübik simetrisinin, Ti miktarının artması ile bozulduğunu göstermektedir.

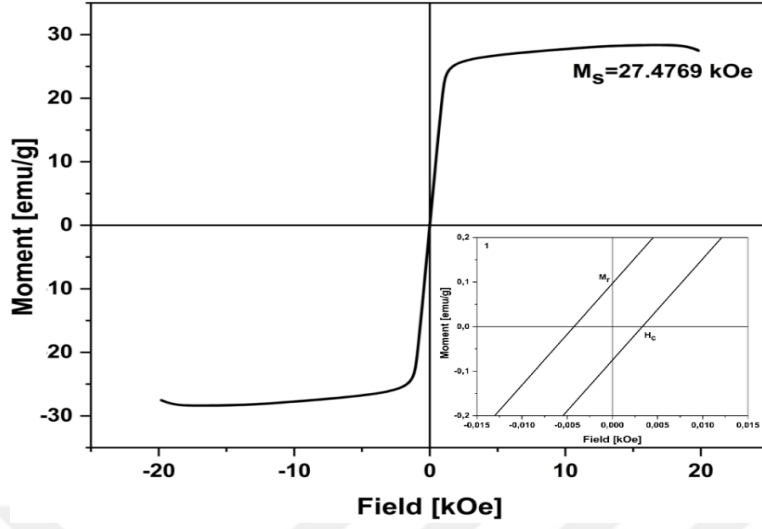
Tablo 5.7. Alaşımların Mössbauer Parametreleri (I.S: İzomer Kayma, Q.S: Kuadropol Kayma, Γ : Çizgi genişliği, H_{eff} : iç Manyetik Alan, Area: Fazların Kısmi Alanı)

Alaşım	Faz	H_{eff} (T) (± 0.04)	I.S.($mm\ s^{-1}$) (± 0.006)	Q.S.($mm\ s^{-1}$) (± 0.02)	Γ ($mm\ s^{-1}$) (± 0.004)	Area (%)
Ni-37.79Ga- 14.46Fe	Db-1	-	0.165	0.521	0.259	24.116
	Db-2	-	0.161	0.305	0.319	57.451
	Sextet	33.029	0	0.019	0.349	18.433
Ni-15.55Fe- 36.93Ga-0.12Ti	Db-1	-	0.164	0.533	0.274	36.497
	Db-2	-	0.163	0.269	0.309	49.549
	Sextet	32.922	-0.003	-0.008	0.192	13.851
Ni-15.29Fe- 37.26Ga-0.53Ti	Db-1	-	0.167	0.546	0.274	37.308
	Db-2	-	0.164	0.278	0.309	55.395
	Sextet	33.013	-0.007	0.046	0.271	7.297
Ni-15.1Fe- 37.45Ga-0.65Ti	Db-1	-	0.169	0.558	0.265	36.484
	Db-2	-	0.166	0.275	0.303	56.468
	Sextet	33.098	0.003	0.01	0.326	7.048

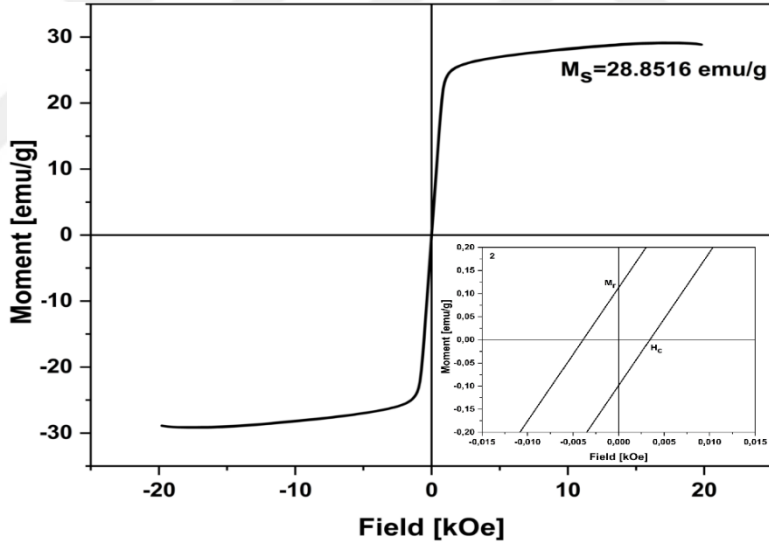
Çekirdeğin etrafında bir manyetik alan olması durumunda çekirdeğin manyetik dipol momenti manyetik alan ile etkileşmesi sonucu çekirdek enerji seviyeleri $2I+1$ alt enerji seviyeye ayrılır. Uyarılmış durumun $I=3/2$ taban durumun $I=1/2$ olduğu için uyarılmış durumdan taban duruma toplam 6 geçiş söz konusu olur. Bu durum Mössbauer spektrumunda 6 çizgili spektrum şeklinde kendini gösterir. Tablo 1 den görüldüğü gibi Ti eklenmesi sonucu ferromanyetik fazın iç manyetik alanı hemen hemen aynı kalmıştır. Ferromanyetik fazda izomer kayma değerleri hemen hemen sıfır olduğundan dolayı bu gaz α -Fe i ait olduğu açıktır. Bununla birlikte oluşan fazların kısmi alanları incelendiğinde Ferromanyetik faz miktarı Ti miktarının artması ile sürekli bir şekilde azalarak % 18,433 den % 7,048 e düşmüştür. Burdan Ti miktarının artması ile alaşımların paramanyetik özelliğinin arttığı bulunmuştur.

5.4.2 Alaşımların manyetizasyon analizleri

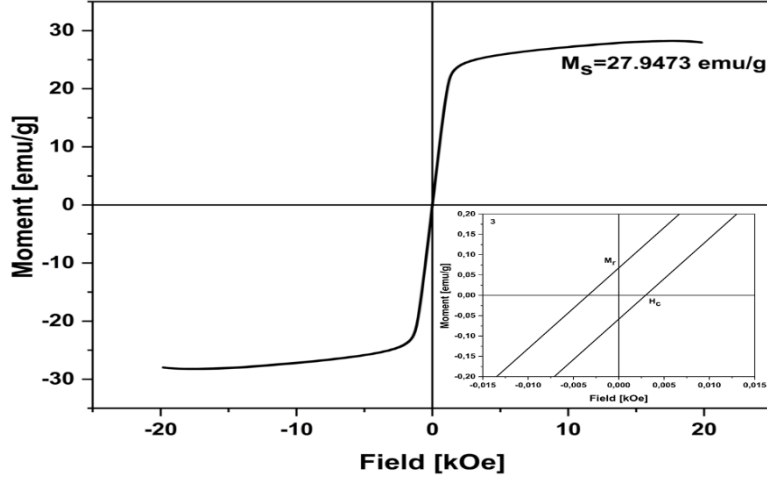
Magnetizasyon ölçümleri Kastamonu Üniversitesi Merkezi araştırma laboratuvarında bulunan Lake Shore 7407 marka Titreşimli Numune Manyetometresi cihazında oda sıcaklığında maksimum 2T uygulanarak elde edilmiştir. Ni-37.79Ga-14.46Fe, Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti, Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti ve Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımlarının oda sıcaklığında elde edilen M-H eğrileri sırasıyla Şekil 5.7 - Şekil 5.11'de, verilmiştir. Alaşımların elde edilen magnetizasyon parametreleri ise Tablo 5.8'de verilmiştir.



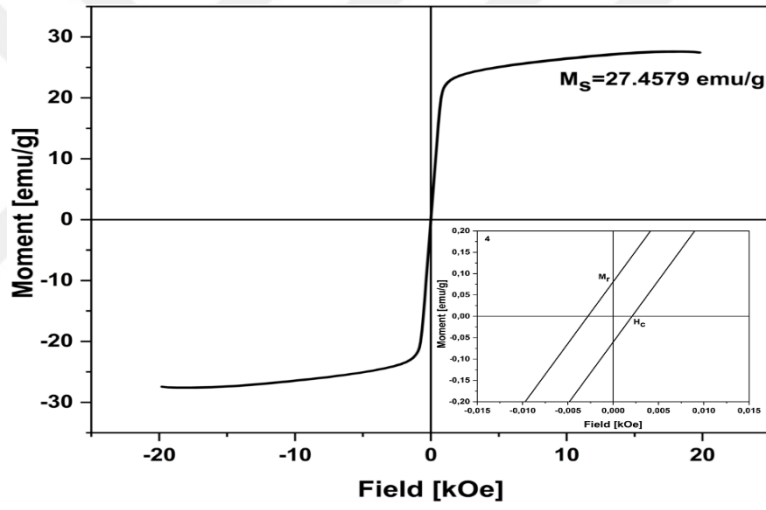
Şekil 5.7. Ni-37.79Ga-14.46Fe alaşımının oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrisi



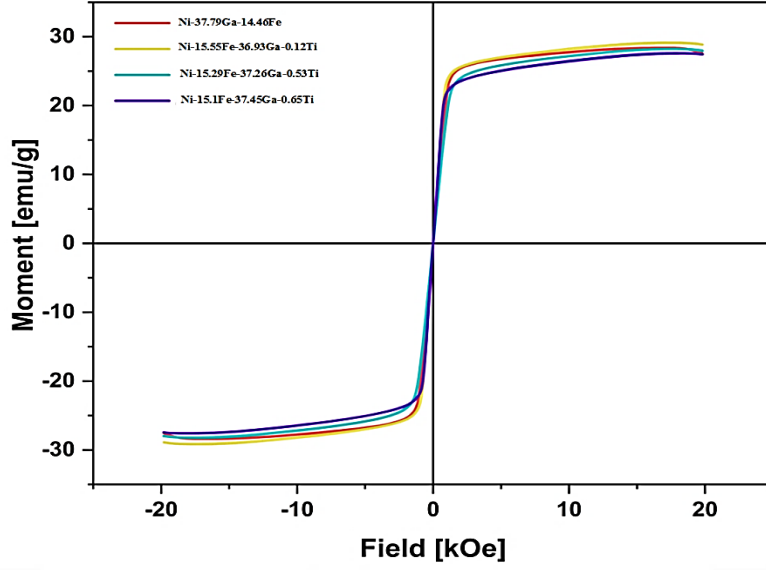
Şekil 5.8. Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti alaşımının oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrisi



Şekil 5.9. Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti alaşımının oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrisi



Şekil 5.10. Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti alaşımının oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrisi



Şekil 5.11. Alaşımların oda sıcaklığında uygulanan manyetik alana bağlı manyetizasyon eğrisi

Şekil 5.11’de görüldüğü gibi alaşımların hepsi tipik ferromanyetik karakter göstermektedir. Tablo 5.8’den elde edilen verilere göre 4 alaşımında doyum manyetizasyonu (M_s) hemen hemen aynıdır. Alaşımlara arasında en büyük M_s değeri Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti alaşımında 29.155 emu/g olarak bulunmuş ve Ti miktarının artması ile M_s azaldığı tespit edilmiştir.

Tablo 5.8. Alaşımların Magnetizasyon parametreleri

Alaşım	M_r (emu/g)	H_c (Qe)	M_s (emu/g)	Enerji(Erg/g)
Ni-37.79Ga-14.46Fe	0,0883	3,8727	28,392	14,523
Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti	0,1057	3,6661	29,155	2108,659
Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti	0,0629	3,1724	28,229	975,633
Ni-15.1Fe-37.45Ga-0.65Ti	0,0705	2,4379	27,608	1801,28

Uygulanan manyetik alanın kaldırılması durumunda alaşımlar kalıcı bir manyetikliğe sahiptir (M_r). M_r değeri en büyük olan alaşım 0,1057 emu/g ile yine Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti alaşımıdır. Aynı şekilde Ti miktarının artması ile M_r değerinin azaldığı tespit edilmiştir. Kalıcı manyetikliği gidermek için ters yönde manyetik alan uygulanmalıdır. Bu şekilde uygulana alan koersif alan (H_c) olarak adlandırılır. Manyetik malzemelerin sınıflandırılması H_c değerine göre yapılır. H_c değeri 1kA/m’ nin altında ise yumuşak, 1kA/m’ nin üzerinde ise sert manyetik malzeme olarak sınıflandırılır. Yumuşak manyetik malzemelerin oldukça dar bir histerezise

sahiptir. Bu malzemeler kolayca mıknatıslanır ve bir manyetik alan varlığında manyetikliklerini gösterirler. İdeal bir yumuşak manyetik malzemede; H_c küçük, M_s büyük, M_r ve histerezise enerji kaybı sıfıra yakın olmalıdır (Gill ve Sharma, 2012).

Sert manyetik malzemeler ise mıknatıslanması zor olan malzemelerdir. Sert manyetik malzemelerin H_c , M_s , M_r ve histerezise enerji kaybı sıfıra yüksektir. Bu malzemeler oldukça geniş bir histerezise sahiptir. Şekil 6.11' den görüldüğü gibi 4 alaşımda yumuşak manyetik malzeme olarak sınıflandırılır. Bununla birlikte alaşımlarda Ti miktarı arttıkça H_c ' nin azaldığı tespit edilmiştir. Histerezis eğrisinin alanı bir çevrimde harcanan enerjiyi verir. Zamanla değişen bir manyetik alan tarafından indüklenen eddy akımlarından dolayı enerji kaybı doğrudan Joule ısısından kaynaklanır. Histerezis eğrisinin alanının küçük olması enerji kaybının minimum seviyede olmasını sağlar. Bundan dolayı transformatörlerde yumuşak manyetik malzeme kullanılır. Alaşımlar arasında enerji kaybı en düşük malzeme Ni-37.79Ga-14.46Fe alaşımıdır. Bununla birlikte Ti miktarının eklenmesi enerji kaybını anlamlı bir şekilde arttırdığı tespit edilmiştir.

SONUÇ VE ÖNERİLER

Şekil hatırlamalı alaşımların 2018 yılında küresel piyasalardaki pazarı 3,4 milyar, 2020 yılında ise 9,2 milyar dolar iken 2030 yılında 19,5 milyar dolara ulaşacağı düşünülmektedir (<https://www.alliedmarketresearch.com/shape-memory-alloy-market-A07697>).

Biyomedikal sanayi, uzay ve savunma sanayi, otomotiv endüstrisi ve ev aletleri gibi alanlar şekil hatırlamalı alaşımların en çok uygulama sahası bulunduğu alandır. Bunlar içinde özellikle manyetik soğutucu ve manyetik sensör olarak kullanılan ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımların değeri gün geçtikçe artmaktadır. Geleneksel Ni-Mn-Ga ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlardan sonra Ni-Mn-In alaşımlarında dönüşüm fazları arası manyetizasyon değerinin oldukça yüksek olması, manyetik alanın neden olduğu zorların çok daha yüksek olması ve neredeyse tamamen şekil hatırlama özelliği göstermesi özelliklerinden dolayı son yıllarda oldukça ilgi görmüştür. Yalnız uygulamada bu alaşımların oldukça kırılgan olması nedeniyle kırılganlığı daha az olan Ni-Fe-Ga alaşımları ortaya çıkmıştır. Bu çalışmada Ni-37.79Ga-14.46Fe alaşımına Ti eklenerek elde edilen 4 farklı alaşımın morfolojik, mekanik, termal ve manyetik özellikleri bazı fiziksel yöntemler kullanılarak incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre;

1. Alaşımların morfolojik özellikleri SEM ve elementle analiz ise EDX ile incelenmiştir. Alaşımlara Ti eklenmesi sonucu tane sınırları belirgin hale gelmiştir. Yapılan EDX analizleri sonucu Ti elementinin daha çok tane sınırlarına yakın bölgelere yerleştiği belirlenmiştir. 4 alaşımda da farklı bölgelerden yapılan analiz sonucu Ti miktarı farklı çıkmış, diğer elementler ise hemen hemen homojen dağılmıştır. Buda Ti miktarının katılma üzerine etkisi olduğunu göstermektedir. Alaşımlarda küresel şekilli partiküllerin olduğu bölgelerde yapılan EDX sonuçlarına göre; bu bölgelerde Ti oranı yüksek çıkmıştır. Bu partiküllerin Ti' lu bir bileşik olduğu düşünülmektedir.

2. Alaşımların mekanik özellikleri vickers sertliği ve basma testleri yapılarak belirlenmiştir. Alaşımlara az miktarda Ti eklenmesi ile sertlik değeri artmış, Ti miktarının artması ile anlamlı şekilde azalmıştır. Alaşımların mekanik özellik parametreleri Ti miktarına göre rastgele değişmiştir. Buna göre Ni-15.29Fe-37.26Ga-0.53Ti alaşımı sünekliği en fazla alaşım olarak tespit edilmiştir. Elastik modülü, gerilme mukavemeti ve tokluk değeri en yüksek alaşımın Ni-15.55Fe-36.93Ga-0.12Ti olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlardan alaşımlara düşük miktarda Ti eklenmesi sonucu alaşımların mekanik özellikleri artmış, Ti miktarının artması ile azalmıştır

3. Alaşımlar oda sıcaklığından 600 C⁰ ye kadar ısıtılmış ve alaşımlarda herhangi bir faz geçişi gözlenmemiştir.

4. Alaşımların manyetik özellikleri Mössbauer spektrometresi ile belirlenmiştir. 4 Alaşımında Mössbauer spektrumu 2 doublet ve 1 sextet den oluşmuştur. Mössbauer spektrumlarında

sextet oluşumu manyetik düzenlemeye sahip Fe atomlarından kaynaklanırken, doublet oluşumu paramanyetik özellikte Fe atomlarından ya da süperparamanyetizma olarak bilinen nano boyutlu demirli kristallerden kaynaklanmaktadır. Oluşan sextet fazın parametreleri α -Fe' e çok yakın olduğundan dolayı bu fazın α -Fe' den kaynaklandığı düşünülmektedir. İzomer kayma çekirdeğin etrafındaki s elektron yoğunluğunun değişiminden kaynaklanır. Alaşımlarda oluşan fazların izomer kayma değeri Ti miktarına göre hemen hemen değişmemiştir. Buda Ti miktarının elektronik yapıya etkisi olmadığını göstermektedir. Çekirdeğin Elektrik alan grandyenti ile etkileşmesi Kuadropol kaymaya sebep olur. Db-1 yapının Q.S değeri Ti miktarının artması ile az miktarda arttığı gözlemlenmiştir. Alaşım içerisinde Ti' un yarıçapı (0.147nm) alaşım içerisindeki diğer elementlerin yarıçapından fazladır. Buda Ti' un Fe ile oluşturmuş paramanyetik fazın kubik simetrisinin, Ti miktarının artması ile bozulduğunu göstermektedir. Bununla birlikte oluşan fazların kısmı alanları incelendiğinde Ferromanyetik faz miktarı Ti miktarının artması ile sürekli bir şekilde azalarak %18,433 den %7,048' e düşmüştür. Buradan Ti miktarının artması ile alaşımların paramanyetik özelliğinin arttığı bulunmuştur.

Alaşımların oda sıcaklığında elde edilen M-H grafiğine göre alaşımların hepsi tipik ferromanyetik karakter göstermektedir. Histerezis eğrilerinden alaşımların hepsi yumuşak manyetik malzeme olarak sınıflandırılır.

KAYNAKÇA

- Akdoğan, A. and Nurveren, (2002). K. Şekil Hafızalı Alaşımlar, Vol. 14.
- Akkera, H., S., Singh, I., D. Kaur, D. (2015). Journal of Alloys and Compounds 642 53-6.
- Altın S. (2009). Süperiletken BSCCO Whiskerlerin Büyüme Mekanizması ve Farklı Katkılamalara Bağlı Olarak Elektriksel ve Manyetik Özellikleri, Doktora Tezi, İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Malatya.
- Anonim, [http:// www.Sciart.karaelmas.edu.tr/bolumler/fizik/ders%20Notlan/E10.pdf](http://www.Sciart.karaelmas.edu.tr/bolumler/fizik/ders%20Notlan/E10.pdf) (19.12.2019).
- Anonim, <https://www.alliedmarketresearch.com/shape-memory-alloy-market-A07697> (2020).
- Anonim, <https://www.muhendisbeyinler.net/katilarin-esneklik-ozellikleri> (2021).
- Ata-Allah S.S. ve Hashhash A., Magn j. (2006). Mater. 307 191-197.
- Aydoğdu, A. (1995). Şekil Flatırlamalı CuAlNi Alaşımlarındaki Martensitik Dönüşümler Üzerindeki Termal Yaşlandırma Etkileri, Doktora Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Aygahoğlu A. Ve Gürler R. (2009). Şekil Bellekli Alaşımların Karakterizasyonu, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Baksan B., ve Gürler R. (2006). Bakır Esaslı Şekil Bellekli Alaşımların Üretimi ve Çekme Deneyi ile Karakterizasyonu, SAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 10, Cilt.
- Bartova B., Wiese N., Schryvers D., Chapman J.N. ve Ignacova S. (2008). Microstructure of Precipitates and Magnetic Domain Structure in an Annealed. C038Ni33Al29 Shape Memory Alloy, Acta Materialia, 56, 44704476.
- Braunovic M. Ve Labrecqu C. (1995). Electrical Contact, Proceeding of the Forty- First IEEE Holm Conference, Canada.
- Buscow K.H.J. ve de Boer F.R. (2003). Physics of Magnetism and Magnetic Materials, Kluwer Academic, Newyork.
- Callister, W.D., Rethwisch, D.G. (2013). Materials Science and Engineering, John Wiley & Sons (Asia) Pte Ltd. All Rights Reserved. Newyork, USA. 153-185 P.
- Chae K.P. Kwon. W.H., Lee J.G. (2012). Journal of Magnetism and Magnetic Materials 324 2701-2705.
- Chatterjee S., Thakur M., Giri S., Majumdar S., Debd A.K., Deb S.K. (2008). Transport, magnetic and structural investigations of Co-Ni-Al shape memory alloy Journal of Alloys and Compounds 456, 96-100.
- Chen H.Y., Wang Y.D., Nie Z.H., R.G. Li, Cong D.Y., Liu W.J., et al. (2020). Unprecedented non-hysteretic superelasticity of [001]-oriented NiCoFeGa single crystals, Nat. Mater. 19 1-7.
- Chernenko V. A., Oikawa K., Cheielus M., Besseghini S., Villa E., Albertini F, Roghi L., Paoluzi A., Mullner P., Kainuma R., Ishida K. (2009). J. Mater. Eng. Perform. 18, 548-553.
- Choon T.W., Salleh A.S., Jamian S. Ve Ghazali I. (2007). World Academy of Science, Engineering and Technology, 25, 300-304.
- Dahaka R.S., D' Souza S.W., Marinaj M., Chakrabarti A., Schlagel D.L., Lograsso T.A., ve Barman S.R. (2009). Photoemission study of the (100) Surface of NiMnGa and MnNiGa ferromagnetic Shape memory Alloys, Surface Science, (1999-2004). Y., Miyazaki, S., 2009.
- Darjan C. (2007 a, b, c, d). Shape Memory Alloys, Seminar, Slovakia.
- Enkovaara I, Ayuela A., Zayak A.T., Entel P., Nordstrom L., Dube M., Jalkanen J., Impola J. ve Nieminen, (2004). Magnetically Driven Shape Memory Alloys, Materials Science and Engineering, 378, 52-60.
- Erdoğan M. (2001). (Çeviri), Malzeme Bilimi Ve Mühendislik Malzemeleri, Nobel Yayın Dağıtım.

- Fu H., Yu H.J., Teng B.H., Zhang X.Y., ve X.T. Zu X.T. (2009). Magnetic Properties and Magnetic Entropy Change of $\text{Co}_{2.2}\text{Ni}_{2.2}\text{Ga}_{2.8}$ Alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 595-597.
- Ghimbeu C. M. (2007). Preparation and Characterization of Metal Oxide Semiconductor Thin Films for The Detection of Atmospheric Pollutant Gases, Doktora Tezi, Metz, Fransa. (1993). *Aluminum and Aluminum Alloys*. USA.
- Gill, B. S. ve Sharma, P. G., 2012. Effect of the particle size on the magnetic properties of barium hexaferrite bonded magnets, PhD, Thapar University, School of Physics and Material Science, Patiala.
- Güngüneş, H. (2005). Fe %24,5Ni-%4,5Si Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerinde Çalışmalar. Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- Gutierrez j., Lazpita P., Barandiaran J.M., Garitaonandia J.S., Plazaola F., Legarra E. (2006) V.A. Chernenko, T. Kanomata, *Hyperfine Interact.* 168: 1207-1210.
- Hamilton R.F., Şehit oğlu H., Efstathiou C. ve Maier H. J. (2007). Inter-Martensitic Transitions in Ni-Fe-Ga Single Crystals, *Acta Materialia*, 55, 4867-4876.
- Heil T. M. (2005). A Phase-Field Computer Model of Microstructure Evolution In a Ferromagnetic Shape Memory Alloy, Blackburg, Virginia, USA.
- Hull, D. (1965). *Introduction to Dislocation*, Pergamon Pres, London, 43-55.
- James F. (2015). Shackelford, *Introduction to Materials Science For Engineers*, 8. Baskı, Pearson Higher.
- Kainuma, R., Imano, Y., Ito, W., Sutou, Y., Morito, H., Okamoto, S., Kitakami, O., Oikawa, K., Fujita, A., Kanomata, T., Ishida, K. (2006). *Nature* 439 957-959.
- Kiefer B. ve Lagoudas D.C. (2005). Magnetic Field-Induced Martensitic Variant Reorientation in Magnetic Shape Memory Alloys, *Philosophical Magazine*, 1-34.
- Krenke T., Moya X., Aksoy S., Acet M., Entel P., Manosa L., Planes A., Elerman Y., Yücel A. ve Wasserman E.F. (2004). Electric aspects of the martensitic transition in Ni-Mn based Heusler alloys, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 310, 2788-2789.
- Liu C., Zhang W., Qian Z., Hua Z., Zhao Q., Sui Y., Su W., Zhang M., Liu Z., Liu G. ve Wu G. (2007). Magnetic and Structural Transition in the Melt-Spun Heusler alloy $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{25}\text{Al}_{22}$, *Journal of alloys and Compounds*, 433, 37-40.
- Machado L.G. ve Savi M.A. (2003). Medical Application of Shape Memory Alloys, *Brazilian Journals of Medical and Biological Research*, 36, 683-691.
- Moya X., Manosa L., Planes A., Krenke T., Acet M. ve Wasserman E.F. (2006). Martensitic transition and Magnetic Properties in Ni-Mn-X Alloys, *Materials Science and Engineering*, 911-915.
- Murakami Y., Shinko D., Oikawa H., Kainuma R., Ishida K. (2002). Magnetic Domain Structure in Co-Ni-Al Shape Memory Alloys Studied by Lorentz Microscopy and Electron Holography, *Acta Materialia*, 2173-2184.
- Oikawa K., Ota T., Imano Y., Omori T., Kainuma R. ve Ishida K. (2006). *Journal of Phase Equilibria Diffusion*, 27,1, 75-82.
- Oikawa K., Ota T., Omori T., Morito H., Fujita A., Kainuma R., Fukamichi K., Ishida K. (2002). *Appl. Phys. Lett.* 81 5201-5203.
- Onal, O. (2018). Fe-280/oNi-xo/oTi Alaşımlarında Ti Elementinin Bazı Fiziksel Özellikler Üzerine Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Çorum.
- Onaran K. (2006). *Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayın Evi*.
- Pons J., Chernenko V.A., Santamarta R. ve Cesari E. (2000). Crystal Structure of Martensitic Phases in Ni-Mn-Ga Shape Memory Alloys, *Acta Materialia*, 48, 3027-3038.

- Rahman M.A., 2008. Patents On Superelastic Shape Memory Alloys, Recent patents on Mechanical Engineering, 1, 65-67.
- Reuter, K.B., Williams, D.B. & Goldstein, J.I. (1989). Determination of the Fe–Ni phase diagram below 400°C. *Metall Mater Trans A* 20, 719–725.
- Roth S., Gaitzsch U., Pötschke M. ve Schütz L. (2008). Magneto-Mechanical Behaviour of Textured Polycrystals of NiMnGa Ferromagnetic Shape Memory Alloys, *Advanced Materials Research*, 52,29-34.
- Sakaoğlu P. ve Özbenece T. (2007). Şekil Bellekli Alaşımlar, *Flurdacı*, 2, 5-7.
- Schetky L.M. (1980). Shape Memory Alloys, *Scientific American*, 68-76.
- Smith C.O. (1969). *The Science of Engineering Materials*, Prentice Hall, USA.
- Söderberg O., Straka V., Heczko O., Hannula S.P. ve Lindross V.K. (2004). Tensile/Compressive Behaviour of Non-layered Tetragonal Ni_{2.8}Mn_{25.7}Ga_{2i.5} Alloy, *Materials Science and Engineering*, 386, 27-33.
- Söylemez B. (2009). Design and Analysis of a Linear Shape Memory Alloy Actuator, Doktora tezi, ODTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Sui J., Gao Z., Yu H., Zhang Z., Cai W. (2008). *Scripta Materialia* 59 874–877.
- Sutou, Y., Imano, Y., Koeda, N., Omori, T., Kainuma, R., Ishida, K., Oikawa, K. (2004 a, b). *Appl. Phys. Lett.*, Vol.85, 4358-4360.
- Ullako, K., Huang, J., Kantner, C., O’Handley, R., C., Kokorin, V., V. (1996). *Appl. Phys. Lett.* 69 (1966-1968).
- Umetsu R.Y., Ito W., Ito K., Koyama K., Fujita A., Oikawa K., Kanomata T., Kainumaa R. ve Ishidab K. (2009). Anomaly in Entropy Change Between Parents and martensite Phases in the Ni₅₀Mr⁴I₅₀e Fleusler Alloys, *Scripta Materialia*, 25-28.
- Uslu, İ. (2016). Termik Analiz Yöntemleri, <https://www.slideshare.net/iuslu/termik-analiz-yontemleri-62142161>, (11.11.2019).
- Vasil’ev A.N., Buchel’nikov V.D., Takagi T., Khovail V.V. ve Estrin E.I. (2003). Shape Memory Ferromagnet, *Physics Uspekhi*, 46 (6), 559-588.
- Yang, S., Y., Liu, Y., D., Wang, C., P., Lu, Y., Wang, J., M., Shi, Z., X.J. Liu, X.J. (2015). *Journal of Alloys and Compounds*, 619 498-504.
- Yaşar, E. (2005). Fe-%30Ni-%XMo Alaşımlarında Atermal ve İzotermal Martensitik Dönüşümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- Yu H.J., Fu H., Wang Z.G., Zu X.T. (2009). *Materials Science and Engineering A* 507 37–41.
- Xuan H.C., Wang D.H., Zhang C.L., Han Z.D., Gu X.B. ve Du Y.W. (2008). Boron’s Effect on Martensitic Transformation and Magnetocaloric Effect in Ni₄₃Mn₄₆Sn₁B_x alloys, *Applied Physics Letter* 92, 102503-102505.
- Zarinejad M. ve Liu Y. (2008). Dependence of Transformation Temperatures of NiTi- based Shape Memory Alloys on the Number and Concentration of Valence Electrons, *Advanced Functional Materials*, 18, 2789-2794.

