

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Fe-Mn-Si ESASLI ŞEKİL BELLEK ALAŞIMLARIN İLERİ TOZ
METALURJİSİ YÖNTEMLERİ İLE ÜRETİMİ**

DOKTORA TEZİ

Ahmet Umut SÖYLER

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Doktora Programı

MAYIS 2014

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Fe-Mn-Si ESASLI ŞEKİL BELLEK ALAŞIMLARIN İLERİ TOZ
METALURJİSİ YÖNTEMLERİ İLE ÜRETİMİ**

DOKTORA TEZİ

**Ahmet Umut SÖYLER
(506072403)**

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Doktora Programı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Burak ÖZKAL

MAYIS 2014

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 506072403 numaralı Doktora Öğrencisi Ahmet Umut SÖYLER, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “Fe-Mn-Si ESASLI ŞEKİL BELLEK ALAŞIMLARIN İLERİ TOZ METALURJİSİ YÖNTEMLERİ İLE ÜRETİMİ” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Doç Dr. Burak ÖZKAL**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Sebahattin GÜRMEN
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Müzeyyen MARŞOĞLU
Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Gökhan ORHAN
İstanbul Üniversitesi

Teslim Tarihi : **04 Şubat 2014**
Savunma Tarihi : **12 Mayıs 2014**





Damla'ya,



ÖNSÖZ

Çalışmalarım süresince, bana değerli bilgisi ve deneyimleri ile ihtiyaç duyduğumda desteğini hiç eksik etmeyen, çalışmalarımda her zaman en üst düzeyde ilgili ve yol gösterici olan ayrıca doktora çalışmamı birlikte yapmış olmaktan sonsuza dek gurur ve onur duyacağım, akıl hocam, saygı değer danışmanım sayın Doç. Dr. Burak ÖZKAL'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans danışmanın ve doktora çalışmalarım boyunca desteğini ve yardımlarını eksik etmeyen sayın hocam Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU'na teşekkür ederim.

Doktora çalışmalarım süresince bilgi ve tecrübeleriyle bana destek olan sayın Prof. Dr. Leandru G. BUJOREANU ve çalışma ekibine teşekkürlerimi sunarım.

Deneysel çalışmalarım boyunca her türlü laboratuvar kullanımı konusunda bana yardımcı olan Dr. Hasan GÖKÇE'ye ve laboratuvar çalışma arkadaşlarım Şeyma Duman, Ceren İMER, Ar. Gör. Didem OVALI ve Ar. Gör. Emre TEKOĞLU'na ve tüm Partikül Malzemeler Laboratuvarı üyelerine teşekkürü bir borç bilirim.

Yaptığım çalışma boyunca her zaman yanımda olup bana destek olan değerli dostlarım Berk ALKAN, Canhan ŞEN, Tuğba UÇAR DEMİR, Zeynel KEÇELİ YAŞAR, Aziz GENÇ, Dr. Selim COŞKUN, Ar. Gör. Onur TAZEGÜL, Ar. Gör. Önder GÜNEY, Dr. Burçak EBİN, ve Dr. Duygu BOZKURT'a teşekkür ederim.

Tüm yaşantım boyunca bana destek olan sevgili annem Emine SÖYLER ve babam Dursun SÖYLER'e ve her zaman yaptıkları ile bana örnek olan ve yol gösteren ablam Ş. Güneş SÖYLER'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak, sevgili eşim Damla SÖYLER'e bana sonsuz desteği için teşekkür ederim.

Şubat 2014

Ahmet Umut SÖYLER
Metalurji ve Malzeme
Yüksek Mühendisi



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
ÖZET.....	xxi
SUMMARY	xxiii
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı	2
1.2 Literatür Araştırması	2
1.2.1 Şekil bellek alaşımlar	2
1.2.2 Metalik sistemlerde şekil bellek etkisi	5
1.2.3 Demir esaslı sistemlerde şekil bellek etkisi	7
1.2.4 Fe-Mn-Si esaslı sistemler ve şekil bellek etkisi	9
1.2.4.1 Fe-Mn-Si üçlü sistemi	9
1.2.4.2 Cr ve Ni alaşım elementlerinin etkisi.....	11
1.2.5 Martenzitik Dönüşüm Mekanizması	12
1.2.5.1 Demir esaslı alaşımlarda martenzitik dönüşümde etkili parametreler.....	17
1.2.5.2 Martenzitik dönüşümünde istif hatalarının etkisi.....	20
1.2.6 Fe-Mn-Si esaslı alaşımlarda şekil bellek etkisinin geliştirilmesi.....	21
1.2.6.1 Bileşim Kontrolü.....	22
1.2.6.2 Termomekanik işlem.....	23
1.2.7 Toz Metalurjisi	24
1.2.7.1 Tozların hazırlanması.....	27
1.2.7.2 Mekanik Alaşımlama	27
1.2.7.3 Tozların kompaktlanması.....	34
1.2.7.4 Kompaktlanan tozların sinterlenmesi.....	35
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	41
2.1 Deneysel Yöntem	41
2.2 Malzeme Seçimi ve Deneysel Bileşimlerin Belirlenmesi	43
2.3 Mekanik Alaşımlama Çalışmaları	44
2.4 Toz Karakterizasyon Deneyleri.....	45
2.4.1 Partikül boyut ölçümü	45
2.4.2 X-ışınları analizi.....	46
2.4.3 Taramalı elektron mikroskopu çalışmaları	47
2.5 Tozların kompaktlanması	48
2.5.1 Yoğunluk ölçümleri	48
2.6 Sinterleme Çalışmaları	49
2.6.1 Dilatometre çalışmaları	49
2.6.2 Numunelerin sinterlenmesi	50
2.7 Sinter Sonrası Karakterizasyon çalışmaları.....	51

2.7.1 Numune hazırlama	51
2.7.2 Yoğunluk ölçümleri.....	52
2.7.3 Mikrosertlik ölçümleri.....	52
2.7.4 Korozyon dayanımı	53
2.8 Şekil Bellek Etkisinin Hesaplanması.....	53
2.8.1 Eğme test yöntemi	53
2.8.2 Basma test yöntemi	55
3. DENEYSEL SONUÇLARIN İRDELENMESİ.....	57
3.1 Başlangıç Tozlarını Karakterizasyonu	57
3.2 Mekanik Alaşımlama Parametrelerinin İncelenmesi.....	58
3.3 Mekanik Alaşımlanmış Tozların Karakterizasyonu	79
3.3.1 Mekanik alaşımlanmış numunelerin SEM analizleri	84
3.4 Şekillendirme Sonrası Karakterizasyon	89
3.4.1 Preslenmiş numunelerin yoğunluk ölçümleri.....	90
3.5 Sinterleme Çalışmaları	92
3.5.1 Dilatometre ölçümleri	92
3.6 Sinter Sonrası Karakterizasyon Çalışmaları	94
3.6.1 Yoğunluk ölçümleri.....	94
3.6.2 Faz analizleri	97
3.6.3 Elektron mikroskobu analizleri	101
3.6.4 Sertlik sonuçları.....	103
3.7 Şekil bellek etkisi	105
3.8 Korozyon dayanım testleri	115
4. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	123
4.1 Mekanik Alaşımlama.....	123
4.2 Numunelerin Şekillendirilmesi.....	124
4.3 Numunelerin Sinterlenmesi	124
4.4 Şekil Bellek Etkisi	124
4.5 Korozyon Dayanımı	125
KAYNAKLAR.....	127
ÖZGEÇMİŞ.....	137

KISALTMALAR

ε	: hsp martensit yapı
γ	: ymk östenit yapı
α'	: hmk martensit yapı
As	: Östenit başlangıç
Af	: Östenit bitiş
Ms	: Martensit başlangıç
Mf	: Martensit bitiş
ŞBE	: Şekil bellek etkisi
ΔG	: Serbest enerji değişimi
ΔF	: Kimyasal itici güç ve sürtünme kuvveti
η	: Toplam istif hatası enerjisi
T_0	: Denge sıcaklığı
T/M	: Toz metalurjisi
MA	: Mekanik Alaşımlama
PBA	: Partikül boyut analizi
XRD	: X-ışınları analizi
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
EDS	: Enerji dağılım spektrometresi
Br	: Kristalit boyutundaki azalma miktarı
λ	: Dalga boyu
L	: Kristalit boyutu
k	: Sabit
θ	: Difraksiyon açısı
r	: Şekil bellek oranı
θ_f	: Deformasyon sonrası eğrilik açısı
θ_b	: Isıl işlem sonrası eğrilik açısı



ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 1.1 : Akıllı malzeme grupları ve özgün özellikleri.....	3
Çizelge 1.2 : Demir esaslı şekil bellek alaşımları.....	8
Çizelge 1.3 : Demir esaslı şekil bellek alaşımları.....	22
Çizelge 2.1 : Fe-Mn-Si bileşim oran tablosu ve numune kodlaması.....	41
Çizelge 2.2 : Fe-Mn-Si-Ni-Cr bileşim oran tablosu ve numune kodlaması	41
Çizelge 3.1 : Fe ₁₆ Mn ₇ Si sisteminin farklı mekanik alaşımlama sürelerinde pres basıncına göre rölatif yoğunluk değişim tablosu	91
Çizelge 3.2 : Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni sisteminin farklı mekanik alaşımlama sürelerinde pres basıncına göre rölatif yoğunluk değişim tablosu	91
Çizelge 3.3 : Mn ve Si miktarına bağlı olarak, pres basıncına göre rölatif yoğunluk değişim tablosu	91
Çizelge 3.4 : Cr ve Ni ilavesine bağlı olarak pres basıncına göre rölatif yoğunluk değişim tablosu.....	91
Çizelge 3.5 : Mn ve Si miktarına bağlı olarak, pres basıncına göre rölatif yoğunluk değişim tablosu	96
Çizelge 3.6 : Cr ve Ni ilavesine bağlı olarak pres basıncına göre rölatif yoğunluk değişim tablosu.....	96



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1 : (a) Yapay elastik etki, σ_1 durumdaki yüksek gerilmenin düşük yüklemelerde geri dönüşü. (b) Tek yönlü etki, ε_1 şekil değişimi sonucu σ - ε çevriminden sonra, A_s ile A_f arası sıcaklığa ısıtılması ile geri dönüşü. (c) İki yönlü etki, A_s ile A_f arası sıcaklığa ısıtıldığında ε_2 durumundaki boyutsal değişim, M_s ile M_f arası sıcaklığa soğutulması ile geri kazanımıdır.	5
Şekil 1.2 : $\gamma \rightarrow \text{hsp}(\varepsilon)$ Martenzitik dönüşümünde meydana gelen ikizlenmede yerleşik düzlem ve farklı varyant yapıların şematik gösterimi.	6
Şekil 1.3 : $\text{YMK} \rightarrow \text{HSP}$ martenzitik dönüşümünde, YMK yapısında, parçalı Shockley dislokasyonlarının $1/6\langle 112 \rangle$ hareketi (a), üç parçanın hareketi ile kendi kendine yerleşme sonucunda sıfır şekil değişimi olmaktadır (b-d), bu durum termal ya da ani eş zamanlı martenzit durumunda olmaktadır. Gerilme temelli martenzit tek bir parçanın hareketi ya da tek bir varyantın tercihli büyümesi durumunda olmaktadır (e-g).	7
Şekil 1.4 : Fe-Mn ikili denge diyagramı.	10
Şekil 1.5 : Fe-MnSi likidüs yüzey projeksiyonu üçlü denge diyagramı.	11
Şekil 1.6 : $\gamma \rightarrow \text{hsp}(\varepsilon)$ martenzitik dönüşümünde meydana gelen kutup mekanizması.	13
Şekil 1.7 : Ymk birim hücrede $\{111\}$ düzlemi ve $\{111\}$ düzleminde b_1 Burgers vektörünün b_2 ve b_3 vektörlerine bölünmesi.	14
Şekil 1.8 : γ yapısının atomik dizilimi (ABCABC...) ve $[111]$ boyunca (111) düzlemlerinde meydana gelen çakışma, $\text{hsp}(\varepsilon)$ yapısının atomik dizilimi (ABABAB...) ve $[0001]$ boyunca (0001) düzlemlerinde meydana gelen çakışma.	15
Şekil 1.9 : Ymk ile hsp kristal yapıları arasındaki oryantasyon ilişkisi.	15
Şekil 1.10 : $\gamma \rightarrow \text{hsp}$ dönüşümü için 12 kayma sistemini ve 12 ön $\{111\}\langle 1\bar{1}2 \rangle \varepsilon$ varyantını gösteren stereografik projeksiyon.	16
Şekil 1.11 : Sıcaklığa bağlı olarak östenit ve martenzitin kimyasal serbest enerjilerinin şematik gösterimi.	19
Şekil 1.12 : Uygulanan gerilme A, θ ve α arasındaki ilişki. N, P yerleşik düzleminin normali, S martenzitik dönüşüm için şekil gerilim yönü ve S_m yerleşik düzlem üzerindeki maksimum şekil gerilim yönü.	19
Şekil 1.13 : YMK yapısının istif hataları diziliminin örnek gösterimi.	20
Şekil 1.14 : Toz metalurjisi akım şeması.	25
Şekil 1.15 : Toz metalurjisi üretim yöntemlerinin sınıflandırılması.	26
Şekil 1.16 : Mekanik alaşımlama amacıyla kullanılan karıştırma sistemi ve öğütme süresine göre mikro yapısal değişim.	28
Şekil 1.17 : Mekanik alaşımlama için kullanılan kavanoz sistemi ve öğütme ortamının şematik gösterimi.	29

Şekil 1.18 : Mekanik alaşımlama esnasında yüksek enerjili bilya toz çarpışmasının şematik gösterimi.	29
Şekil 1.19 : Mekanik alaşımlama esnasında tozlarda meydana gelen deformasyon.	30
Şekil 1.20 : Mekanik alaşımlama prosesinin sonucunda oluşan mikro yapıların şematik gösterimi.	31
Şekil 1.21 : Mekanik alaşımlama için kullanılan yüksek enerjili öğütme sistemi.....	32
Şekil 1.22 : Mekanik alaşımlama amacıyla kullanılan gezegen tipi karıştırıcı.	32
Şekil 1.23 : Tek yönlü presleme ile üretim kademeleri.	34
Şekil 1.24 : Presleme esnasında tozların paketlenme görünümü.	35
Şekil 1.25 : Sinterlemenin farklı kademelerinin şekilsel gösterimi.	37
Şekil 1.26 : Sinterleme esnasında tozlarda meydana gelen boyun oluşumu.	37
Şekil 1.27 : Farklı sinterlenme mekanizmalarının faz diyagramında temsili gösterimi.	38
Şekil 1.28 : Katı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesi şekilsel gösterimi.	38
Şekil 2.1 : Deneysel çalışmaların akım şeması.	42
Şekil 2.2 : (a) yüksek enerjili öğütme sistemi, (b) kapalı ortam kutusu	45
Şekil 2.3 : Lazer partikül boyut ölçüm cihazı	46
Şekil 2.4 : X-ışınları difraktometresi	47
Şekil 2.5 : Taramalı elektron mikroskobu	47
Şekil 2.6 : Tek eksenli hidrolik el presi	48
Şekil 2.7 : Helyum gaz piknometresi	49
Şekil 2.8 : Dilatometre cihazı	49
Şekil 2.9 : Atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırını	50
Şekil 2.10 : Numunelere uygulanan sinterleme rejimi	51
Şekil 2.11 : (a) bakalite alma sistemi, (b) numune parlatma sistemi	52
Şekil 2.12 : Arşimet kitli hassas terazi sistemi.	52
Şekil 2.13 : Vickers uçlu mikrosertlik test sistemi	53
Şekil 2.14 : Şekil bellek etkisinin incelenmesi amacıyla kullanılan eğme test yöntemi	54
Şekil 2.15 : Şekil bellek etkisinin incelenmesi amacıyla kullanılan ısıtma işlem fırını	54
Şekil 2.16 : Numunelerin deformasyonu amacıyla kullanılan basma test cihazı	55
Şekil 2.17 : Şekil bellek etkisinin incelenmesi amacıyla kullanılan basma test yöntemi	56
Şekil 3.1 : Başlangıç tozlarının SEM fotoğrafları a) Fe, b) Mn, c) Si, d) Cr, e) Ni... ..	57
Şekil 3.2 : Farklı T/B oranlarına ait MA sonrası SEM görüntüleri.	59
Şekil 3.3 : T/B oranına bağlı olarak partikül boyut değişimi.....	59
Şekil 3.4 : Değişen T/B oranına bağlı olarak görünür yoğunluk değişimi.	60
Şekil 3.5 : Değişen T/B oranlarına göre karşılaştırmalı XRD grafiği.	61
Şekil 3.6 : Farklı T/B oranlarına göre ortalama tane boyutu değişimi.	61
Şekil 3.7 : Yüzey katışığı miktarına bağlı olarak öğütme sonrası tozların SEM görüntüleri.....	62
Şekil 3.8 : Yüzey katışığı miktarının değişimine oranla görünür yoğunluk değişimi.	62
Şekil 3.9 : SA ilavesinin değişimine oranla ortalama partikül boyut değişim grafiği.	63
Şekil 3.10 : Yüzey katışığı ilavesinin değişimine göre Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesi için karşılaştırmalı XRD grafiği.....	63

Şekil 3.11 : Yüzey katışığı miktarının değişimine oranla ortalama tane boyutu değişimi.....	64
Şekil 3.12 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₈ Mn ₇ Si alaışımının partikül boyut dağılım grafikleri, (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA (g) yapılan partikül boyut ölçümlerinin toplu gösterimi.	65
Şekil 3.13 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₆ Mn ₇ Si alaışımının partikül boyut dağılım grafikleri, (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA (g) yapılan partikül boyut ölçümlerinin toplu gösterimi.	66
Şekil 3.14 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₃₂ Mn ₇ Si alaışımının partikül boyut dağılım grafikleri, (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA (g) yapılan partikül boyut ölçümlerinin toplu gösterimi.	68
Şekil 3.15 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni alaışımının partikül boyut dağılım grafikleri, (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA (g) yapılan partikül boyut ölçümlerinin toplu gösterimi.	69
Şekil 3.16 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₈ Mn ₇ Si alaışımının XRD grafikleri,.....	70
Şekil 3.17 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₆ Mn ₇ Si alaışımının XRD grafikleri,.....	71
Şekil 3.18 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₃₂ Mn ₇ Si alaışımının XRD grafikleri,.....	72
Şekil 3.19 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni alaışımının XRD grafikleri.	73
Şekil 3.20 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₈ Mn ₇ Si alaışımının mekanik alaşımlama süresine göre hesaplanan kristalit boyutu değişimi.	74
Şekil 3.21 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₆ Mn ₇ Si alaışımının mekanik alaşımlama süresine göre hesaplanan kristalit boyutu değişimi.	74
Şekil 3.22 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₃₂ Mn ₇ Si alaışımının mekanik alaşımlama süresine göre hesaplanan kristalit boyutu değişimi.	74
Şekil 3.23 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni alaışımının mekanik alaşımlama süresine göre hesaplanan ortalama kristalit boyutu değişimi.....	76
Şekil 3.24 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₆ Mn ₇ Si alaışımının elektron mikroskobu görüntüleri (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA.	77
Şekil 3.25 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni tozlarının elektron mikroskobu görüntüleri (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA.	78
Şekil 3.26 : 4 saat mekanik alaşımlanmış (a) Fe ₈ Mn-7Si, (b) Fe ₁₆ Mn ₇ Si, (c) Fe ₃₂ Mn ₇ Si alaışımının partikül boyut dağılım grafikleri.	80
Şekil 3.27 : 4 saat mekanik alaşımlanmış (a) Fe ₁₈ Mn ₁ Si, (b) Fe ₁₆ Mn ₁ Si, (c) Fe ₃₂ Mn ₁ Si alaışımının partikül boyut dağılım grafikleri.	81
Şekil 3.28 : (a) Fe ₈ Mn ₆ Si ₅ Cr ₃ Ni, (b) Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₅ Cr ₃ Ni, (c) Fe ₃₁ Mn ₆ Si ₅ Cr ₃ Ni alaışımının partikül boyut dağılım grafikleri.	82
Şekil 3.29 : (a) Fe ₈ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni, (b) Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni, (c) Fe ₃₁ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni alaışımının partikül boyut dağılım grafikleri.	83

Şekil 3.30 : Harmanlanmış Fe ₁₆ Mn ₇ Si tozlarının EDS analizi.	84
Şekil 3.31 : 4 saat mekanik alaşımlanmış Fe ₁₆ Mn ₇ Si tozlarının EDS analizleri.	84
Şekil 3.32 : Harmanlanmış Fe ₁₆ Mn ₇ Si tozlarının EDS haritalandırma sonuçları.	85
Şekil 3.33 : 4 saat mekanik alaşımlanmış Fe ₁₆ Mn ₇ Si tozlarının EDS haritalandırma sonuçları.	86
Şekil 3.34 : Harmanlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni tozlarının EDS analizi.	86
Şekil 3.35 : Mekanik alaşımlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni tozlarının EDS analizi.	87
Şekil 3.36 : Harmanlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni tozlarının haritalandırma analizi. ...	88
Şekil 3.37 : Mekanik alaşımlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni tozlarının haritalandırma analizi.	89
Şekil 3.38 : 12 mm çapında kalıp ile preslenmiş numunelerin makro görüntüsü.	90
Şekil 3.39 : Eğme test numunesinin makro görüntüsü.	90
Şekil 3.40 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni alaışımının mekanik alaşımlama süresine göre dilatometre eğrileri.	93
Şekil 3.41 : Farklı atmosferik koşullarda Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni alaışımının dilatometre eğrileri.	94
Şekil 3.42 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₆ Mn ₇ Si numunelerin sinterleme öncesi ve sinter sonrası karşılaştırmalı rölatif yoğunluk değişimleri.	95
Şekil 3.43 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunelerin sinter öncesi ve sinterleme sonrası rölatif yoğunluk değişimleri.	95
Şekil 3.44 : Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesinin, sinter sonrası ve deformasyon sonrası gerçekleştirilen XRD grafikleri.	98
Şekil 3.45 : Harmanlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni ve 4 saat MA'lanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunelerin sinterleme sonrası ve deforme edildikten sonra elde edilen XRD grafikleri.	99
Şekil 3.46 : Sinterlenmiş Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesinin farklı ön deformasyon miktarlarına göre XRD grafikleri.	100
Şekil 3.47 : (a) 4 saat MA'lanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni ve (b) harmanlanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunelerinin sinterleme sonrası SEM görüntüleri.	101
Şekil 3.48 : Sinterlenmiş (a) Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni-4MA ve (b) Fe ₃₁ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunelerinin SEM görüntüleri.	101
Şekil 3.49 : Sinterlenmiş Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesinin EDS analizi.	102
Şekil 3.50 : Sinterlenmiş Fe ₃₁ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesinin EDS analizi.	102
Şekil 3.51 : Sinterlenmiş (a) Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni-4MA ve (b) Fe ₃₁ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunelerinin SEM görüntüleri.	103
Şekil 3.52 : Fe ₈ Mn ₁ Si, Fe ₁₆ Mn ₁ Si ve Fe ₃₂ Mn ₁ Si numunelerinin sinter sonrası, basma testi sonrası ve toparlanma ısı işlemi sonrası sertlik değişimi.	104
Şekil 3.53 : Fe ₈ Mn ₇ Si, Fe ₁₆ Mn ₇ Si ve Fe ₃₂ Mn ₇ Si numunelerinin sinter sonrası, basma testi sonrası ve toparlanma ısı işlemi sonrası sertlik değişimi.	104
Şekil 3.54 : Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesinin MA süresinin artması ile sinterleme sonrası sertlik değerleri değişimi ve standart sapma miktarları.	105
Şekil 3.55 : (a) Sinterlenmiş, (b) deformasyon sonrası ve (c) ısı işlem sonrası Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni-4MA numunesinin makro görüntüleri.	106
Şekil 3.56 : Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni-4MA numunesinin (a) 50 °C, (b) 200 °C (c) 600 °C sıcaklıklarda kaydedilmiş yüksek sıcaklık optik dilatometre görüntüleri.	106

Şekil 3.57 : Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni ve Fe ₁₅ Mn ₆ Si ₅ Cr ₃ Ni numunelerinin eğme testi ile hesaplanan şekil bellek oranları.	107
Şekil 3.58 : Fe ₁₄ Mn ₁ Si ₉ Cr ₅ Ni ve Fe ₁₅ Mn ₁ Si ₅ Cr ₃ Ni numunelerinin ön deformasyon miktarına göre, eğme testi ile hesaplanan şekil bellek oranları.	107
Şekil 3.59 : Fe ₇ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesinde ön deformasyon miktarına bağlı olarak hesaplanan şekil bellek oranı.	108
Şekil 3.60 : Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni-4h numunesine ait, deformasyon miktarına bağlı olarak XRD karşılaştırma grafiği.	108
Şekil 3.61 : Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesine ait sinter sonrası, deformasyon sonrası ve ısıtılma işlem sonrası karşılaştırmalı XRD grafiği.	109
Şekil 3.62 : Fe ₂₇ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesine ait sinter sonrası, deformasyon sonrası ve ısıtılma işlem sonrası karşılaştırmalı XRD grafiği.	110
Şekil 3.63 : (a) Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni ve (b) Fe ₂₇ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunelerine ait deformasyon sonrası alınmış SEM görüntüleri.	110
Şekil 3.64 : Fe ₃₂ Mn ₆ Si numunesinde basma miktarına bağlı olarak ölçülen şekil değişimi ve dilatometre eğrisi.	111
Şekil 3.65 : Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesinde ön deformasyon miktarına bağlı olarak hesaplanan şekil bellek oranı.	111
Şekil 3.66 : Fe ₁₆ Mn ₆ Si ve Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunelerinin eğitim sonrası şekil bellek etkisindeki değişim oranları.	112
Şekil 3.67 : Fe ₃₂ Mn ₆ Si ve Fe ₂₇ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunelerinin eğitim sonrası şekil bellek etkisindeki değişim oranları.	113
Şekil 3.68 : Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesine ait basma testi öncesi ve basma testi sonrası karşılaştırmalı XRD grafikleri.	114
Şekil 3.69 : %16 Mn ve %32 Mn içeren numune setleri için farklı Si miktarı ve Cr+Ni ilavesinin, şekil geri kazanım oranına etkisi.	114
Şekil 3.70 : 4 saat MA'lanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni ve Fe ₁₆ Mn ₆ Si numunelerinin tuz sisi testi öncesi maskelenen yüzey makro görüntüleri.	115
Şekil 3.71 : 4 saat MA'lanmış Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri.	116
Şekil 3.72 : Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesinin 96 saat sonunda elde edilen yüzeyden gerçekleştirilen çizgisel EDS analizi.	116
Şekil 3.73 : 4 saat MA'lanmış Fe ₁₆ Mn ₆ Si numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri Ni.	117
Şekil 3.74 : Fe ₁₆ Mn ₆ Si numunesinin 96 saat sonunda elde edilen yüzeyden gerçekleştirilen çizgisel EDS analizi.	118
Şekil 3.75 : Harmanlanmış tozlardan elde edilen Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni ve Fe ₁₆ Mn ₆ Si numunelerinin tuz sisi testi öncesi maskelenen yüzey makro görüntüleri.	118
Şekil 3.76 : Harmanlanmış tozlardan elde edilen Fe ₁₄ Mn ₆ Si ₉ Cr ₅ Ni numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri.	119
Şekil 3.77 : Harmanlanmış tozlardan elde edilen Fe ₁₆ Mn ₆ Si numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri.	120

- Şekil 3.78 :** MA'lanmış $\text{Fe}_{15}\text{Mn}_6\text{Si}_5\text{Cr}_3\text{Ni}$ ve harmanlanmış tozlardan elde edilen $\text{Fe}_{15}\text{Mn}_6\text{Si}_5\text{Cr}_3\text{Ni}$ numunelerinin tuz sisi testi öncesi maskelenen yüzey makro görüntüleri. **120**
- Şekil 3.79 :** MA'lanmış $\text{Fe}_{15}\text{Mn}_6\text{Si}_5\text{Cr}_3\text{Ni}$ numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri..... **121**
- Şekil 3.80 :** MA işlemi uygulanmamış $\text{Fe}_{15}\text{Mn}_6\text{Si}_5\text{Cr}_3\text{Ni}$ numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri. **122**



Fe-Mn-Si ESASLI ŞEKİL BELLEK ALAŞIMLARIN İLERİ TOZ METALURJİ YÖNTEMLERİ İLE ÜRETİMİ

ÖZET

Malzemelerdeki şekil bellek etkisi yıllardır birçok araştırma için ilgi çekici bir konu olmuştur. Kullanım alanı olarak her geçen gün daha fazla yer bulan şekil bellek alaşım sistemleri ilgi çekici özellikleri sayesinde gelecekte de popülerliğini koruyacağı düşünülmektedir. Bu tarz malzemelerdeki şekil bellek etkisi temelde tersinir martenzitik dönüşüme dayanmaktadır. Uygulanan deformasyon ile kristal yapısı değişen malzeme, uygulanan uygun ısı işlem ardından ilk kristal yapısını kazanırken bir yandan da ilek şeklini geri kazanmaktadır. Fe-Mn-Si esaslı alaşımlar Ni-Ti ve Cu esaslı alaşımlara oranla düşük maliyetlerinden dolayı tercih edilmesine karşın, alternatiflerine göre en genel sorun, şekil bellek etkisinin arttırılmasıdır. Güncel olarak yapılan çalışmaların odağında yüksek oranda şekil bellek etkisine ulaşılması hedefi bulunmaktadır.

Fe-Mn-Si esaslı şekil bellek alaşımların toz metalurjisi ile üretimi konusunda oldukça sınırlı sayıda çalışma vardır ve bunların çok azı yüksek enerjili öğütme sistemleri ile gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada, yüksek enerjili öğütme sistemi olarak mekanik alaşımlama tekniği tercih edilmiştir. Uygulanan teknik ile yapı içerisinde yüksek oranda elementlerin homojenizasyonunu sağlanmıştır. Buna ek olarak kompozisyon kontrolü hassas bir şekilde gerçekleştirilebilmektedir. Mekanik alaşımlama ile şekil bellek etkisi artmaktadır, bunun sebebi artan istif hatalarının yani dönüşüm için itici gücün artmasıdır. Mekanik alaşımlamanın bir diğer etkisi tane küçülmesi sağlamak ve bu sayede malzemenin dayanımının harmanlanmış tozlara oranla arttırmasıdır.

Fe-Mn-Si alaşımların mekanik alaşımlama ile üretimimin incelenmesinde öncelikli olarak farklı demir, mangan ve silisyum oranlarında alaşımlar hazırlanmıştır. Seçilen bileşimler farklı mekanik alaşımlama sürelerinde öğütülerek karakterize edilmiştir. Yapılana karakterizasyon çalışmaları sonucunda 4 saatlik mekanik alaşımlama süresinin farklı kompozisyonlardaki Fe-Mn-Si alaşımları için genel olarak uygun mekanik alaşımlama süresi olarak kullanılabileceği deneysel olarak sunulmuştur. Buna ek olarak yine farklı oranlarda Cr ve Ni ilavesi yapılarak korozyon dayanımı arttırılmaya çalışılmıştır. Cr ve Ni ilave edilmiş matris malzemeler yine farklı sürelerde mekanik alaşımlamaya tabi tutulmuş ve bu çalışmalarda da 4 saatlik mekanik alaşımlama ile yeterli bir homojenizasyonunu sağlandığı gözlemlenmiştir.

Elde edilen alaşımların sinterleme parametreleri dilatometre yardımıyla incelenmiş, farklı sinter sıcaklıkları ve atmosfer koşulları denenmiştir. Bu çalışmaların sonucunda 1150 °C üzeri sıcaklıklar Fe-Mn-Si esaslı alaşımların sinterlenmesinde yeterli yoğunlaşmayı sağlamaktadır. Buna ek olarak farklı atmosfer koşullarının sinterlemeye ciddi bir olumlu ya da olumsuz etkisi gözlemlenmemiştir. Sinterleme çalışmaları daha ekonomik olması sebebiyle argon atmosferinde gerçekleştirilmiş ancak çalışmalarda oksit redüksiyonu amacıyla kısa süreli H₂ atmosferi kullanılmıştır.

Alařım elementlerinin etkisinin yanı sıra ön soėuk deformasyonun da řekil bellek üzerine etkisi incelenmiřtir. Buna gre %30 kalınlık azalmasına kadar uygulanan n soėuk deformasyon řekil bellek etkisini arttırırken bunun st seviyelerde yapı ařırđ deformasyon sertleřmesi sebebiyle ok kırılđan bir hal almakta ve řekil deėiřimi yapılamadan hasara uėramaktadır.

řekil bellek etkisinin incelenmesi amacıyla standartlařmıř bir test yntemi bulunmamakla beraber iki farklı yaklařım bulunmaktadır. Bunlardan ilki basma testi ardından uygulanan ısıl iřlem ile řekil bellek oranının hesaplanmasıdır. Bir diėer yntem ise silindir etrafına eėme iřleminin ardından ısıl iřlem sonucunda řekil bellek oranının hesaplanmasıdır. İki yntemde alıřmalarda řekil bellek karakterizasyonu amacıyla kullanılmıřtır.

Deneyisel alıřmalar sonucunda Fe-Mn-Si esaslı alařımlar bařarılı bir řekilde mekanik alařımlama yntemi ile retilmiřtir ve dkm ile retilen muadillerin gre yakın řekil bellek etkisini bařarı ile gstermiřlerdir. Hassas bileřim kontrol ve yksek homojenizasyon sebebiyle uygulanan tekniėin Fe-Mn-Si esaslı alařımların retiminde kullanılabileceėi deneyisel olarak ortaya konmuřtur.

PRODUCTION OF Fe-Mn-Si BASED SHAPE MEMORY ALLOYS VIA ADVANCED POWDER METALLURGY TECHNIQUES

SUMMARY

Shape memory alloys takes consideration for a long time because of their unique property. The shape memory effect in these type of materials are due to reversible martensitic transformation. These systems can undergo large deformations and reverting back to original shape with a proper heat treatment. While the recovery of shape memory system takes place, a solid phase transformation, which named as martensitic transformation happens. Mainly stress induced austenite to martensite ($\gamma \rightarrow \epsilon$) transformation and reversion of martensite to austenite is the main mechanism of shape memory behavior. To achieve a good shape memory effect compositional homogeneity is crucial in production of alloy systems. Compositional segregation is unfavorable in shape memory materials. Because of that, proper production technique must be performed in order to produce practically useable shape memory materials. This study offers a highly prospering technique in production of Fe-Mn-Si based shape memory alloy materials.

Shape memory alloys commonly used in mechanical, medical, aerospace and commercial industry. Some of the most popular application of shape memory alloys are the glass frames, artery stent, smart clothes, couplings and more examples can be given as application of shape memory systems. In addition, area of utilization of shape memory areas increases day after day as a result in demand for smart material with different application. This scenario increases the need for economic and accessible alternative materials like iron-based systems. Similarities of Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloy system with stainless steel and presence of shape memory effect in this materials, makes them potential replicates for some stainless steel applications like armor steel and structural applications as seamless pipe couplings, tendon rods in pre-stressed concretes and fishplates for joining railroad rails.

Shape memory effect in materials are in the center of interest to many researches in recent years. Most of the studies concentrate in Ni-Ti based shape memory alloy systems for their two-way shape memory effect. The major challenge in Fe-Mn-Si based shape memory alloy is increasing the shape memory effect of these metallic systems, compared to Ni-Ti and Cu based alloys.

Another drawback is the corrosion resistance of Fe-Mn-Si alloy system compared to steel and its alloys. Generally, Cr is added to the Fe-Mn-Si alloy in order to enhance corrosion resistance. However, increased Cr content lead to increase brittleness in the structure, therefore Ni is added to increase toughness of Fe-Mn-Si systems commonly.

Fe-Mn-Si alloys mostly produced via conventional metallurgy and very few studies done in production of Fe-Mn-Si based alloys by powder metallurgy technique and very less with high-energy ball milling technique. One of the main drawback in manufacturing of these alloy systems are difficulties in production of small amount of homogenous alloys and this study proposes an alternative production technique for

rapid sampling and batch production for small amount of materials. In this study, mechanical alloying chosen as a high energy milling technique which pave the way for very high ratio of homogenization of elements in material. In addition, the compositional control achieved efficiently. With mechanical alloying samples showing shape memory effect is prepared successfully. Another effect of mechanical alloying is the grain refinement in the material, which also effect the microstructure of final products.

Production of shape memory alloys with different ratios of iron, manganese and silicon were investigated in mechanical alloying studies. Selected compositions were mechanically alloyed for different durationss in order to determine the optimum process parameters. Characterization studies showed that, 4 hours of mechanical alloying time is sufficient for homogenization and favorable to be used in production of these alloys.

In addition, to enhance the corrosion resistance of the alloys, different amount of Cr and Ni are added. As similar to Fe-Mn-Si alloys, Cr and Ni added alloys were mechanical alloyed for different times in order to define suitable milling time for the samples. Experimental results showed that 4 hour of mechanical alloying time is also applicable to the Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloy system.

Sintering parameters of produced alloys were determined by dilatometric experiments. Different sintering temperatures and sintering atmospheres tested to maintain the sintering behavior of shape memory alloys. Change in atmosphere does not have a significant effect in sintering behavior of Fe-Mn-Si alloys. As a result of the conducted studies, 1150 °C and higher sintering temperatures are suitable for achieving enough densification in Fe-Mn-Si based alloy systems. Sintering studies performed under argon atmosphere and H₂ used for a limited time in sintering to achieve reduction of surface oxides in the compacted samples.

After preparation of sampes, shape memory behavior of samples are characterized by two different method. There is no standard testing method prepared for calculating shape memory ratios by two different types of shape recovery tests performed in the literature. Most commonly used one is the compression test followed by heat treatment in order to calculate volumetric shape change in the sample. Another method is the bending of sample around a rod and subsequently performing proper heat treatment and calculating shape recovery ratio by changes in curvature of bend samples. Both methods were used in experimental studies in the thesis. In addition to the alloy composition optimization, the alloy composition, different parameters as of pre-deformation and training also inspected for effect in shape memory recovery ratios. For this purpose, a laboratory type cold rolling device was used with a little elongation in the sample to enhance transformation behavior of samples. Moreover, the bend tests performed in order to deform the samples. According to the results up to 30% of thickness reduction in cold deformation of samples improved shape recovery ratios, but higher deformation ratios enhances excessive deformation hardening and resulting of fracture of samples before bending.

Additively, compression tests performed to the samples followed by dilatometric studies to calculate the shape recovery ratios. Samples compressed with a universal test machine with maximum of 4 % plastic deformation. After that, deformed samples subjected to heat treatment in dilatometer and shape recovery ratios calculated by dilatometric curves.

By this study, Fe-Mn-Si based shape memory alloys produced by powder metallurgy via mechanical alloying technique. Related study showed experimentally that most of the disadvantages in conventional techniques could be eliminated by mechanical alloying techniques.

Shape memory alloys produced with powder metallurgy showed similar and at some compositions increased shape memory effect in consideration of results obtained for as cast samples from literature. Because of advantages like delicate compositional control and sufficient homogeneity, mechanical alloying technique can be used as an alternative production method in fabrication of iron based shape memory alloy systems. In addition, batch production can be carried out, samples relatively in small amounts can be produced rapidly by mechanical alloying, and these advantages get an edge over conventional production techniques.





1. GİRİŞ

Teknolojik gelişme, farklı durumlarda kullanılabilecek yeni malzemelerin geliştirilmesi konusunda en önemli itici güçtür. Bu sebeple modern mühendislik tasarımlarında yeni malzeme gruplarına talep her geçen gün biraz daha artmaktadır ve bu talebe karşılık olarak, farklı ve eşsiz özellikler barındıran birçok yeni malzemeler geliştirmektedirler. Özellikle geleneksel malzemelerde elde edilemeyen şekil bellek etkisi sayesinde, şekil bellek alaşımlar (ŞBA) uzun bir süredir ilgi çekici bir malzeme grubu olarak dikkat çekmektedir. Bu tip malzemeler; mühendislik uygulamaları, sağlık, hava ve kara araçları gibi oldukça farklı alanlarda kullanım yeri bulabilmekte ve geleneksel malzemelerin yerine alternatif uygulamalar üretilebilmektedir.

Şekil bellek alaşımlar, uygun termomekanik işlem sonrasında, önceden belirlenmiş bir şekil ya da boyuta geri dönme kabiliyeti olan malzeme grubunu tanımlamaktadır. Oda sıcaklığında deforme edilen malzeme, uygulanan gerilmenin etkisi ile kristal yapısını değiştirmekte ve devamında uygulanan uygun ısı işlem ile kristal yapısını geri kazanırken, ilk şeklini de belli oranda geri kazanmaktadır. Bu eşsiz şekil bellek etkisini gösteren Ni-Ti, Cu ve Fe esaslı çeşitli alaşım sistemleri bulunmaktadır.

Farklı tipte şekil bellek malzeme ve alaşımların arasında Fe-Mn-Si esaslı alaşımlar oldukça dikkat çekici durumdadır. Demir esaslı sistemlerde şekil bellek etkisi (ŞBE) Shockley kısmi dislokasyonların ısıtma ile birlikte tersinir hareketi ile gerçekleşmektedir (Bergeon, 1998). Özellikle Fe-Mn-Si-Ni-Cr östenitik paslanmaz çelik alaşımları yüksek oranda şekil bellek etkisi göstermektedir ve son yıllardaki araştırmalar benzer sistemler üzerine yoğunlaşmaktadır (Otubo, 2002; Bergeon, 1997; Kajivara, 1990). Farklı tipte ŞBA'lara oranla daha düşük maliyet sunmasının yanında daha yüksek korozyon direnci ve mekanik dayanıma sahip olması Fe-Mn-Si esaslı ŞBA'ları çeşitli uygulamalar için önemli bir alternatif olarak ön plana çıkartmaktadır. Fe-Mn-Si-Ni-Cr alaşımları özellikle bağlantı ve kitleme sistemlerinde büyük oranda kullanım imkânı bulsa da, Ni-Ti alaşımlara göre kullanım alanları nispeten daha sınırlıdır.

1.1 Tezin Amacı

Geleneksel metalurjik proseslere göre önemli avantajlar barındıran toz metalürjisi ve mekanik alaşımlama gibi ileri toz metalürji teknikleri ile Fe-Mn-Si esaslı ŞBA'ların üretimi konusunda çok sınırlı sayıda çalışma yapılmıştır. Büyük oranda döküm prosesleri ile elde edilen alaşımların, homojenizasyon ve küçük miktarlardaki üretimlerinde zorluklar yaşanmaktadır. Şekil bellek etkisinde homojen yapı eldesi kritik öneme sahiptir. Kullanılması hedeflenen mekanik alaşımlama tekniği düşük öğütme sürelerinde yüksek bileşimsel homojenizasyona ulaşılabilecek ve hassas bileşim kontrolünün sağlanabileceği bir üretime imkân verebilecek olması sebebiyle geleneksel üretimde karşılaşılan sorunlara çözüm üretebilecek bir durumdadır. Mekanik alaşımlama tekniği ile üretilmesi literatürde önemli bir boşluğu doldurmanın yanı sıra, farklı bileşimlerin hızlı bir şekilde incelenebilmesi ve endüstriyel uygulama alanı olan Fe-Mn-Si esaslı ŞBA malzeme için daha hassas bileşim kontrolü ve maliyet etkin bir proses önerilebilecektir. Ek olarak, uygulanan prosesin sağladığı avantajların şekil bellek üzerine etkisi incelenmiştir.

1.2 Literatür Araştırması

1.2.1 Şekil bellek alaşımlar

Şekil bellek alaşımlar özellikle son yıllarda oldukça fazla araştırmaya konu olmuş bir malzeme grubu olarak öne çıkmaktadır. Şekil bellek etkisi (ŞBE) malzemeyi elastik limiti üzerine deforme ettikten sonra uygulana ısıtma işlemi ile orijinal şekline geri dönmesi ile tanımlanan fiziksel olaydır. Bu tarz karakteristik davranış gösteren malzemeler akıllı malzemeler olarak adlandırılan genel bir grubun alt üyesidir. Akıllı malzemeler, dışarıdan bir uyarılma sonrasında, en az bir malzeme özelliği ile geleneksel olmayan, tekrarlanabilir ya da sabit tepki gösteren malzeme grubu olarak tanımlanmıştır (Borges ve Cristina, 2013). Çizelge 1.1'de farklı tipte akıllı malzemeler ve bunların özellikleri sunulmuştur.

İlk defa şekil bellek etkisi Chang ve Reed (1951) tarafından Au-Cd alaşımında gözlemlenmiştir. İlk bulunduğu tarihten itibaren yoğun ilgi gören şekil bellek alaşımlar hem akademik hem ticari birçok çalışmaya konu olmuştur (Worden ve diğ., 2003). Buna rağmen şekil bellek davranış gösteren alaşımlar ile ilgili daha çok yakın tarihli çalışmalar bulunmaktadır.

Çizelge 1.1 : Akıllı malzeme grupları ve özgün özellikleri (Borges ve Cristina, 2013).

Akıllı Malzeme Grubu	Özellik
Şekil bellek alaşımlar ve şekil bellek polimerler	Deformasyon ile şekil değişimi sonrası gerilmenin ortadan kalkması ya da sıcaklık ile şekil geri kazanımı.
Manyetik şekil bellek alaşımlar	Manyetik alan değişimine tepki vererek şekil değiştiren malzemeler.
Piezoelektrik malzemeler	Gerilme uygulanması ile voltaj yaratan malzemeler.
Manyetorestriktif malzemeler	Manyetik alan ile şekil değiştiren malzemeler.
pH hassas polimerler	pH değişimi ile hacimsel değişim gösteren malzemeler.
Sıcaklık-tepkili polimerler	Sıcaklık ile değişim gösteren özellikte malzemeler.
Halokromik malzemeler	Asiditeye göre renk değiştiren malzemeler.
Kromojenik malzemeler	Elektrik, optik yada termal etki ile renk değiştiren malzemeler.
Fotomekanik malzemeler	Işık etkisi ile şekil değiştiren malzemeler.
Kendi kendini onaran malzemeler	Malzemenin kullanım sonucu oluşan hasarı içsel kabiliyet ile tamir edebilen malzemeler.
Dielektrik elastomerler	Elektrik alan ile yüksek oranda şekil değişimi gösterebilen malzemeler.
Manyetokalorik malzemeler	Manyetik alan etkisi sonucu sıcaklık değişimi gösteren malzemeler.
Termoelektrik malzemeler	Sıcaklık farkını elektriğe dönüştürme kabiliyeti olan malzemeler.

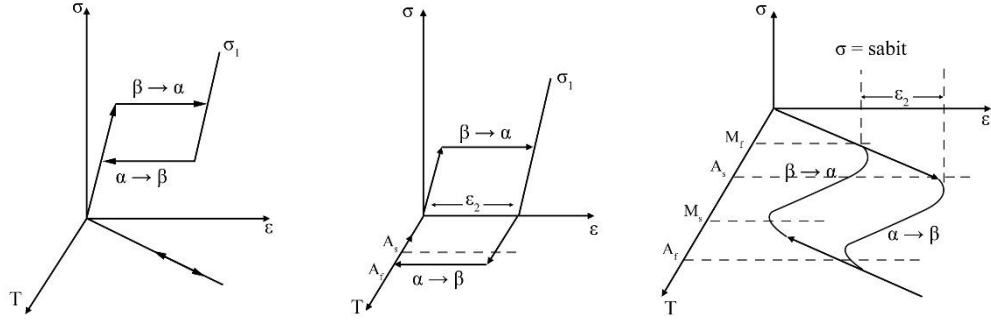
Metalik sistemlerde 3 ana grup alaşım sisteminden söz edilebilmektedir. Bu alaşım sistemleri Ni-Ti (Wang ve diğ, 1965, Guenin, 1997), Cu esaslı (Wield ve diğ, 1972) ve Fe-Mn esaslı (Enami ve diğ, 1975; Sato ve diğ. 1982, Robinson ve diğ, 1990) alaşımlardır. Bu alaşım sistemleri içerisinde Fe-Mn-Si alaşımları yüksek dayanım, düşük maliyet ve tasarım esnekliği gibi avantajları ile zamanla şekil bellek cihazlarda

çok daha fazla kullanım alanı bulacağı düşünülmektedir (Robinson ve diğ, 1990, Cismasiu, 2010, Wessel, 2004, Perkins, 1975).

Metalik sistemlere ek olarak şekil bellek etkisi gösterebilen polimerik sistemler de geliştirilmektedir. Termal olarak uyarıldığında katı halden oldukça elastik bir hale geçen polimer, soğuma ile tekrar katı hale geçerek rijit bir yapı kazanmaktadır. Elastik halde iken dış yükleme bulunmaması durumunda şekil bellek etki ile orijinal şekline geri dönmektedir. Elastik yapıdayken bükülebilir, katlanabilir, şekillendirilebilir ve % 200 oranlarında uzamayı tolere edebilmektedir. Şekil bellek alaşımlardan farklı olarak şekil geri dönüş esnasında son derece elastik bir yapı almaktadır (Huang, 2010; Wei ve diğ, 1998; Sun ve diğ, 2012; Otsuka ve Wayman, 1998).

Şekil bellek malzemeler yapısal özelliklerine göre 3 farklı fonksiyonda incelenmektedir. Bu fonksiyonlar gerilme (σ) - gerinim (ϵ) - sıcaklık (T) diyagramları ile kategorize edilmekte ve tanımlanmaktadır (Eucken, 1992).

- Sahte elastisite ya da kauçuk benzeri davranış, β (östenit) $\leftrightarrow$ α (martenzit) dönüşümüne dayalı büyük miktarda gerilmenin, yüklemenin bırakılması ile geri dönüşü şeklindedir (Şekil 1.1a). Gözlük çerçevesi bu tarz davranış gösteren malzeme uygulamaları için bir örnektir.
- Tek yönlü etki gerilim destekli östenit $\rightarrow$ martenzit dönüşümü ile devamında A_s (östenit başlangıç) A_f (östenit bitiş) sıcaklıkları arasında uygulanan ısıtma etkisiyle ters α (martenzit) $\rightarrow$ β (östenit) dönüşümü şeklindedir (Şekil 1.1b). Bu tip davranışa örnek metalik bağlantı ve sıkıştırma elemanları verilebilir.
- İki yönlü şekil bellek etkisi ise sadece sıcaklık değişimleri ile oluşmaktadır ve dış kuvvet uygulama gereği yoktur. A_s ile A_f arasındaki bir sıcaklığa ısıtma ile meydana gelen şekil değişimi, M_s (martenzit başlangıç) ve M_f (martenzit bitiş) arası bir sıcaklığa soğutulduğunda ilk şekle geri dönüş ile gerçekleşen durumdur (Şekil 1.1c). Anahtar ve aktivatör uygulamaları bu tarz malzemelere örnek gösterilebilir (Eucken, 1992).

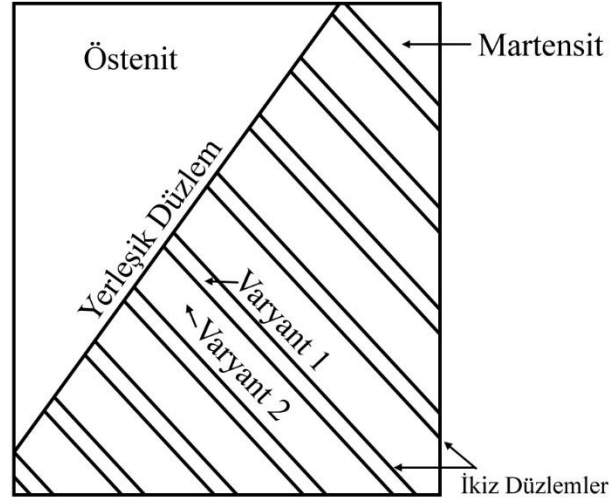


Şekil 1.1 : (a) Yapay elastik etki, σ_1 durumundaki yüksek gerilmenin düşük yüklemelerde geri dönüşü. (b) Tek yönlü etki, ε_1 şekil değişimi sonucu σ - ε çevriminden sonra, A_s ile A_f arası sıcaklığa ısıtılması ile geri dönüşü. (c) İki yönlü etki, A_s ile A_f arası sıcaklığa ısıtıldığında ε_2 durumundaki boyutsal değişim, M_s ile M_f arası sıcaklığa soğutulması ile geri kazanımıdır (Eucken, 1992).

1.2.2 Metalik sistemlerde şekil bellek etkisi

Östenit, martenzit dönüşümü difüzyon olmadan, latis yapısının kayma distorsiyonu (atomların orijinal pozisyonlarına göre yerlerinin değişmesi) ile gerçekleşen bir dönüşümdür. Martenzitik dönüşümün bu mekanizması, onu diğer dönüşüm sistemlerinden ayırmaktadır. Tek kristal bir malzemede (ör. Polikristal bir malzemede tek bir tane), kayma distorsiyonu yerleşik düzlem adı verilen ve östenit ile martenzit faz arasındaki ara yüzeyi oluşturan, spesifik bir düzlem boyunca meydana gelir. Dönüşüm esnasında yerleşik düzlem yönelme ya da deformasyona uğramamaktadır. Şekil 1.2, östenit/martenzit ara yüzeyini ve östenit bölgesi ile martenzit bölgesini ayıran yerleşik düzlemi, şematik olarak göstermektedir (Dimitris, 2008; Yamauchi ve diğ, 2011).

Şekil bellek alaşımlarda deformasyonun, sıcaklık ile geri çevrilebilir olabilmesi için, kayma yerine özel bir mekanizma ile gerçekleşmelidir. Farklı metalik alaşım sistemleri için şekil bellek etkisi atomların, bir düzlemin fraksiyonu olarak hareketi ile gerçekleşen ikizlenme (Ni-Ti) ve atomların bir ya da daha çok atomik boşluğa hareketi ile gerçekleşen kayma (Cu-Zn) olarak iki farklı yapısal mekanizma ile gerçekleşmektedir (Schroeder ve Wayman, 1977).



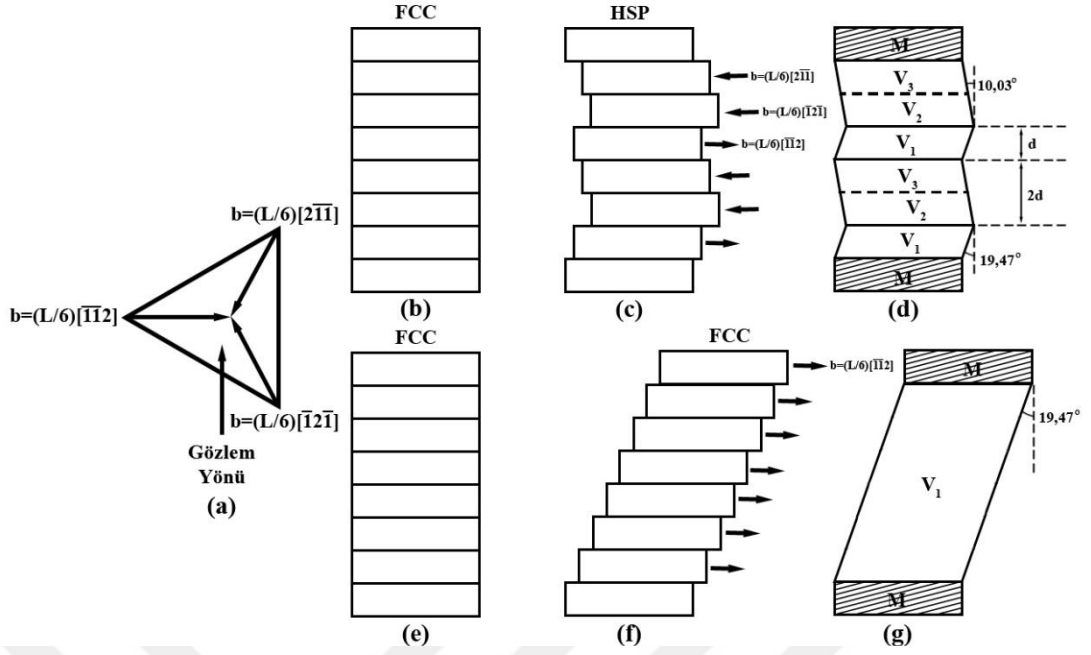
Şekil 1.2 : $ymk(\gamma) \rightarrow hsp(\epsilon)$ Martenzitik dönüşümünde meydana gelen ikizlenmede yerleşik düzlem ve farklı varyant yapıların şematik gösterimi (Dimitris, 2008).

Gerçekleşen iki mekanizma da, malzemede hacim değişimi olmadan martenzit oluşumunu desteklemektedir (Dimitris, 2008).

Alaşımelerde şekil bellek etkisi farklı yapısal olaylar eşliğinde gerçekleşmektedir.

- Değişik kristalografik varyantlarda martenzit fazın soğuma esnasında kendi kendine yerleşmesi,
- En tercih edilebilir varyantın oluşabilmesi için farklı varyantların birleşmesi.
- Yüklemin kalkması ve ısıtma ile şekil toparlanması.

Kendi kendine yerleşme mekanizması matristeki ortalama şekil-gerilme değişiminin, gerilme bileşenlerini minimize etmektedir ve farklı varyantlarda birbiriyle uyumlu kristalografik birleşik düzlemler oluşturur. $Ymk \rightarrow hsp$ faz dönüşümü için bu durum Şekil 1.3'te şematik olarak gösterilmektedir. Kendi kendine yerleşme ile bir arada duran farklı varyantlar tek bir tercih edilebilir varyant halini almakta ve bu sayede deformasyon sonrası maksimum şekil geri dönüşümü makroskopik ölçüde sağlanabilmektedir. Kendi kendine yerleşme olmadığı durumlarda farklı yönde varyantlar birbirini sönümleyerek şekil geri kazanımını azaltmaktadır. Belirtilen kendi kendine yerleşmiş varyant sistemi gerilmeye uğradığında varyant birleşmesi meydana gelir ve malzeme uygulanan gerilmeye göre en tercih edilebilir martenzit varyantında tek kristal gibi davranır. Kristalografik olarak, tüm varyantlar farklı yapı düzlemlerinden kaynaklansa da, birbirlerine ikizlenme temelli bağlantılıdır (Schroeder ve Wayman, 1977; Wang ve diğ, 1965 Dimitris, 2008; Yamauchi ve diğ, 2011).



Şekil 1.3 : YMK→HSP martenzitik dönüşümünde, YMK yapısında, parçalı Shockley dislokasyonlarının 1/6<112> hareketi (a), üç parçanın hareketi ile kendi kendine yerleşme sonucunda sıfır şekil değişimi olmaktadır (b-d), bu durum termal ya da ani eş zamanlı martenzit durumunda olmaktadır. Gerilme temelli martenzit tek bir parçanın hareketi ya da tek bir varyantın tercihli büyümesi durumunda olmaktadır (e-g) (Dimitris, 2008).

Tek bir varyantın tercihli olarak oluşumu ile şekil bellek alaşımlarda deformasyon prosesinin tersinir bir şekilde gerçekleşebilmektedir (Schroeder ve Wayman, 1977; Yamauchi ve diğ, 2011).

1.2.3 Demir esaslı sistemlerde şekil bellek etkisi

Şekil bellek etkisi birçok Fe esaslı alaşımda görülmektedir. Şekil bellek etkisi gösteren farklı demir alaşımları Çizelge 1.2’de verilmiştir. Buna ek olarak farklı birçok alaşım sistemi içerisinde Fe-Mn-Si esaslı alaşımlar düşük maliyet ve yüksek şekil toparlanma oranı sebebiyle teknolojik uygulamalar için daha ilgi çekici bir konumdadır.

Fe-Mn sisteminde 3 farklı kristal yapı şekil bellek üzerinde etkin rol almaktadır. Bunlar γ (östenit), ϵ (martenzit) ve α' (martenzit) fazlarıdır.

Östenit faz, demir esaslı sistemlerde dominant ve kararlı faz olarak tanımlanmaktadır. Kübik kristal yapıya sahip faz kristalografik olarak endüstriyel AISI 304 paslanmaz çelik ile benzer özellikler göstermektedir. Yüzey merkezli kübik kristal yapısına sahiptir ve Fm-3m uzay grubundadır.

Gerilme destekli dönüşüm sonucunda iki farklı yarı kararlı martenzitik faz elde edilebilmektedir. ϵ -martenzit-fazı, östenit ile tersinir martenzitik dönüşüm gösterdiği için şekil bellek etkisinin temelini oluşturmaktadır. Hegzagonal sıkı paket yapısında bulunmakta olan ϵ -martenzit fazı termal ya da gerilme destekli olarak oluşturulabilmektedir. α' -martenzit fazı ise yine gerilme destekli olarak oluşturulabilirken, tersinir bir dönüşüm göstermemektedir ve ŞBE üzerine etkisi bulunmamaktadır.

Çizelge 1.2 : Demir esaslı şekil bellek alaşımları.

Alaşım Sistemi	Martenzit Yapısı	Morfoloji	Dönüşüm Çeşidi	Referans
Fe-Pt	HMT	İnce plaka	Termoelastik	Wayman, 1971 Foos ve diğ, 1975
Fe-Pd	YMK	“	“	Sohmura ve diğ, 1980
Fe-Ni	HMK	“	“	Kajiwara, 1980
Fe-Ni-C	HMK	“	“	Kajiwara, 1985 Kajiwara, 1990
Fe-Ni-Co-Ti	HMK	“	“	Maki ve diğ, 1984 Maki ve diğ, 1989
Fe-Mn	HSP	“	Termoelastik olmayan	Enami ve diğ, 1975 Adachi ve Perkins, 1986
Fe-Mn-Si	HSP	“	“	Sato ve diğ, 1982 Robinson, 1990
Fe-Mn-Si-Cr-Ni	HSP	“	“	Inagaki, 1992 Rong, 1995 Ohtsuka, 1995
Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co	HSP	“	“	Moriya, 1991

Fe-Mn-Si şekil bellek alaşımlarda, şekil bellek etkisi $\gamma \rightarrow \epsilon$ martenzitik faz dönüşümü ve tersinir dönüşüm mekanizmasına dayanmaktadır (Bergeon ve diğ, 1997, Baruj ve diğ, 1951).

Cu esaslı ve Ni-Ti alaşımlarında şekil bellek davranışı, termoelastik martenzit dönüşüm ile domine edilmektedir. Termoelastik martenzitik dönüşüm esnasında martenzit plakaları oluşmakta ve sıcaklık düştükçe sürekli olarak büyümektedir. Sıcaklık artışı ile tam tersi bir formasyon ile kaybolmaktadır. Tüm dönüşüm süresince sistemde kimyasal itici güç ve elastik güç devamlı olarak birbirine karşı dengededir. Bunun aksine Fe-Mn-Si esaslı alaşımlarda ŞBE termoelastik olmayan ϵ -martenzit dönüşümü ve gerilim destekli $\gamma \rightarrow \epsilon$ martenzitik dönüşümü ile gerçekleşmektedir (Bergeon ve diğ, 1998, Wang ve diğ, 1995)).

1.2.4 Fe-Mn-Si esaslı sistemler ve şekil bellek etkisi

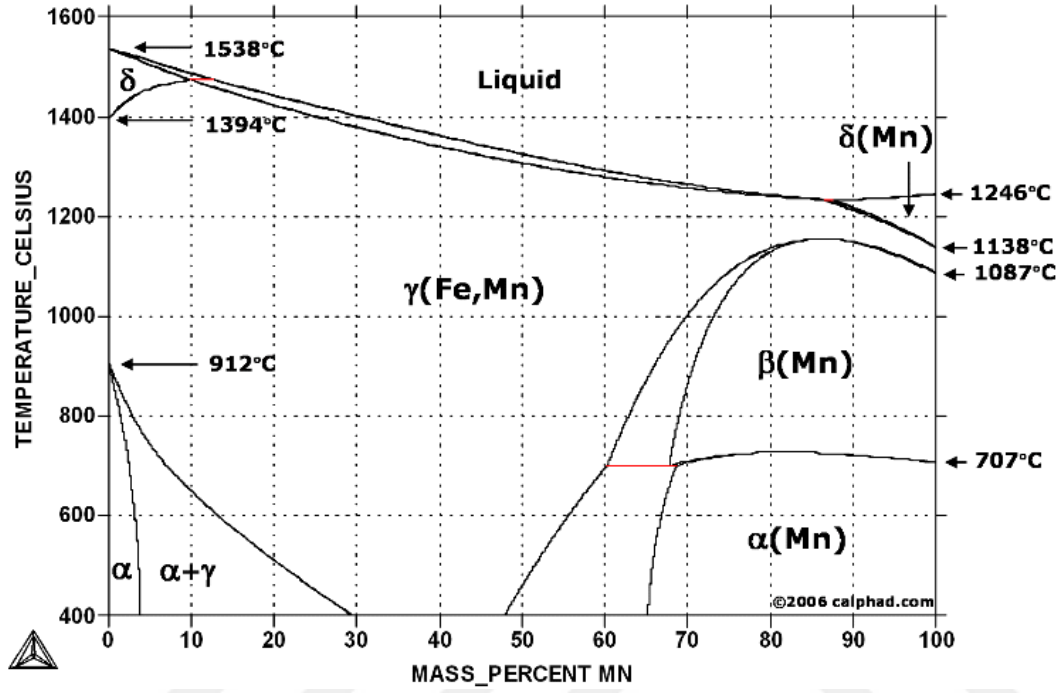
1.2.4.1 Fe-Mn-Si üçlü sistemi

Fe-Mn-Si sistemleri şekil bellek malzemelerin endüstriyel uygulamaları konusunda yüksek bir potansiyele sahip olması sebebiyle son dönemde birçok çalışmaya konu olmuş ve önemli geliştirmeler başarılmıştır. Örnek olarak büyük miktartlı kullanım sıkıştırıcılar ve boru bağlantı elemanları olarak endüstriyel uygulamaları bulunmaktadır (Wen ve diğ, 2005; Bujoreanu ve diğ, 2009). Cr ve Ni ilavesi ile şekil bellek etkisinin arttırılmasının yanı sıra korozyon direnci de geliştirilebilmektedir. Alaşımın martenzit başlangıç (M_s) sıcaklığının altına düşürülmesi ile martenzitik dönüşüm $\gamma \rightarrow \epsilon$ gerçekleşmektedir. Bir başka durumda M_s sıcaklığının üstünde dahi olsa gerilmenin etkisi ile martenzit fazı oluşabilmektedir. Diğer taraftan östenit başlangıç (A_s) sıcaklığının üzerine çıkıldığında $\epsilon \rightarrow \gamma$ tersinir martenzitik dönüşümü gerçekleşmektedir (Bergeon ve diğ, 1998; Kajiwara ve Ogawa, 2000, Arruda ve diğ, 1999, Watanabe ve diğ, 1993).

Fe-Mn-Si, yüksek oranda şekillendirilebilirlik, iyi işlenebilirlik, düşük elektrik direnci, kimyasal kararlılık, oksidasyon direnci, düşük hammadde maliyeti ve toksin olmaması gibi birçok önemli özelliğe sahiptir. Buna ek olarak termoelektrik olarak 927 °C sıcaklığa kadar kullanım için uygun bir alternatiftir. Ancak geleneksel Ni-Ti ve Cu-esaslı alaşımlara oranla Fe-esaslı sistemlerin gerime geri dönüşümü düşüktür, bu durum pratik uygulamaları sınırlandırmaktadır (Dai ve diğ, 2002). Bu sebeple termomekanik işlemler, bileşim değişimi, doplama prosesi gibi farklı çalışmalar ile şekil bellek etkisi arttırılmaya çalışılmaktadır (Lebrun, 1994).

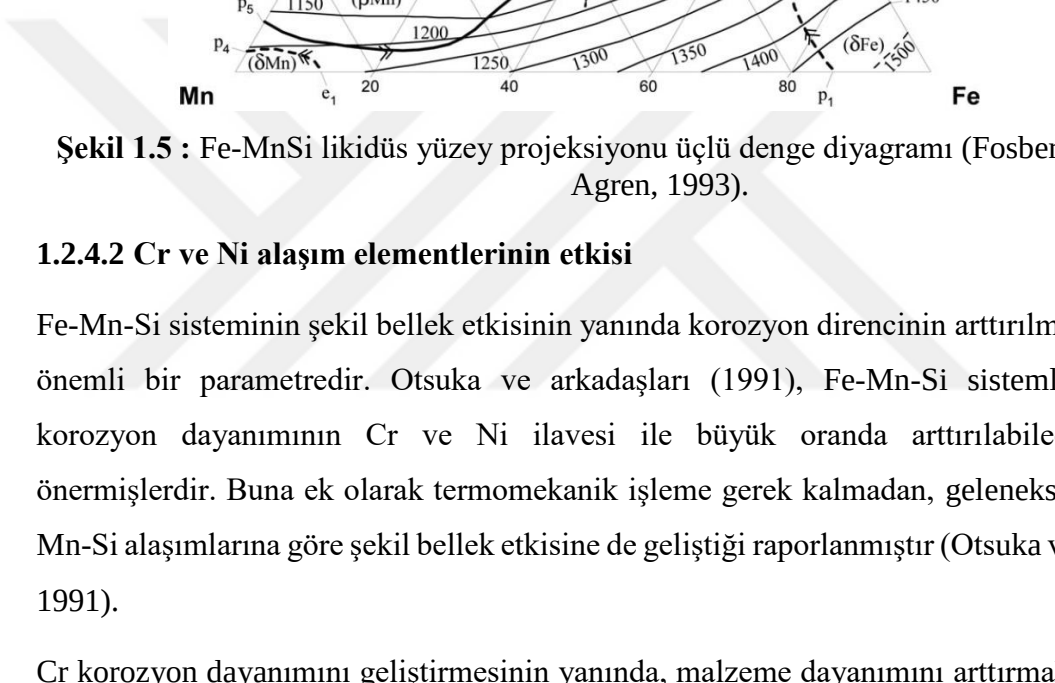
Fe-Mn sistemi için ikili faz diyagramı Şekil 1.4'te sunulmuştur. Diyagrama göre ağırlık % 0-100 arası Mn miktarlarında γ -östenit fazı elde etmek mümkündür. Ancak şekil bellek

etkisinin temelini oluşturan ve yarı kararlı bir faz olarak sınıflandırılan ϵ -martenzit fazı sadece ağırlık % 12-30 Mn arasında elde edilebildiği raporlanmıştır (Okamoto ve diğ., 1992). Benzer şekilde yine yarı kararlı bir faz olan gerilme destekli α' -martenzit fazı ağırlık % 3-18 arası Mn oranlarında oluşabildiği raporlanmıştır.



Şekil 1.4 : Fe-Mn ikili denge diyagramı (Wang ve diğ., 2011).

Fe-Mn-Si sistemi için likidüs yüzey projeksiyonu üçlü denge diyagramı Şekil 1.5'te sunulmaktadır.



2.4.2 Cr ve Ni alaşım elementlerinin etkisi

Cr korozyon dayanımını geliştirmesinin yanında, malzeme dayanımını arttırmakta ve istif hatası enerjisini azaltmaktadır. Ancak ağı. %20 üzerinde kullanılan miktarlar ferrit oluşumunu tetikleme ihtimali ve işlenebilirliği azaltması sebebiyle kullanılmamaktadır (Humbeeck, 1994, Cederstrom ve diğ., 1995).

Cr ve Ni ilavesi ile şekil belle etkisindeki artışın temel sebebi olarak alaşım elementlerinin ilavesi ile matris dayanımının artması ve istif hata enerjisinin azalması gösterilmesinin yanında en genel olarak c/a oranının artması olarak açıklanmaktadır.

Yapıda c/a oranının artması ikizlenmelerin oluşumunu ve ε -martenzit oluşumunu kolaylaştırmaktadır (Rong ve diğ, 1995, Humbeeck, 1997).

1.2.5 Martenzitik Dönüşüm Mekanizması

Demir esaslı sistemlerde ŞBE kristalin fazların dönüşümü ve tersinir hareketi ile ilişkilendirilmiştir. Bu faz dönüşümü aşağıda verilen eşitlik 1.1'deki gibi 3 farklı şekilde olabilmektedir.

$$\gamma(ymk) \leftrightarrow \varepsilon(hsp), \gamma(ymk) \rightarrow \alpha'(hmk) \text{ veya } \varepsilon(hsp) \rightarrow \alpha'(hmk) \quad (1.1)$$

Hangi dönüşüm mekanizmasının dominant olarak oluşacağı malzemenin bileşimine, termomekanik işlem, uygulanan deformasyon gibi parametrelere bağlıdır. α' (martenzit) fazı hacim merkezli kübik yapıdadır ve γ (östenit) ile tersinir dönüşüm göstermez. Sadece ε (martenzit) tersinir etkiye sahiptir. Her ne kadar α' -martenzit şekil bellek üzerine etkisi bulunmadığı kabul edilse de yapıdaki α' -martenzit miktarının yüksek oranda artması, γ -östenit ve ε -martenzit fraksiyonunu azalttığı için şekil bellek etkisinde bir miktar düşüşe yol açtığı bazı çalışmalarda raporlanmıştır (Dai ve diğ, 2002).

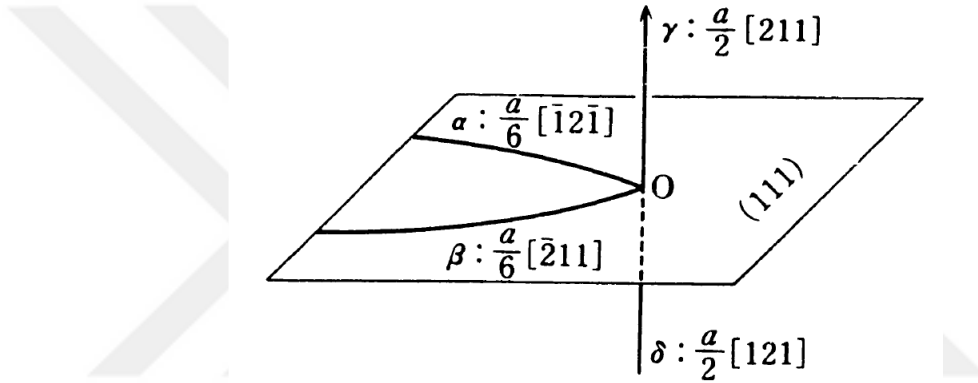
Martenzitik dönüşüm, aynı kimyasal bileşimde, birbiriyle uyumlu iki fazın difüzyon olmadan, homojen latis kayması mekanizması ile meydana gelen dönüşüm olayıdır.

Bu tip bir dönüşüm M_s olarak adlandırılan martenzit başlangıç sıcaklığının altına soğutulması ile başlamakta ve martenzit bitiş (M_f) sıcaklığının üstündeki bir sıcaklıkta sonlanmaktadır. Dönüşüm, bileşim ve uygulanan ısı işlem koşullarından etkilenmektedir. Bu koşulda oluşan martenzit yapı, ısıl martenzit olarak adlandırılmaktadır.

Martenzit faz, deformasyonun etkisi ile M_s sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda da oluşabilmektedir. Bu durumda martenzitik dönüşüm gerilim destekli martenzit olarak adlandırılır.

Martenzitik faz dönüşümlerinde dislokasyonların etkisi birçok çalışmada incelenmiştir (Zener, 1948; Christian, 1951; Brooks ve diğ. 1979, Venables, 1961; Olson ve Cohen, 1976). Ağırılıkça %10 ile %35 Mn içeren Fe-Mn alaşımlarına, düşük istif hatası enerjisi ($\sim 10 \text{ mj/m}^2$), $ymk(\gamma) \rightarrow hsp(\varepsilon)$ tarzı bir martenzit dönüşümünü tetiklemektedir. Farklı martenzitik dönüşümler arasında en basitlerinden biri olan $ymk \rightarrow hsp$ dönüşümü, $\{111\}\gamma$ -düzleminde latis kayması olmadan ve hacimde bir miktar değişim ile atomik

dizilim sırasındaki değişime dayanmaktadır. Bu dönüşüm için önerilen dislokasyon mekanizmaları (i) kutup mekanizması ve (ii) istif hatası mekanizmasıdır (Soni, 2001). Kısmi dislokasyonların $\{111\}$ östenit düzlem ailesi için, birbiri üstüne binmesi ile direk olarak ε -martenzit oluşturması kutup mekanizması olarak adlandırılmıştır (Seeger, 1956; Nishiyama, 1971; Hoshino ve diğ, 1992). Şekil 1.6, şematik olarak $\gamma \rightarrow \varepsilon$ dönüşüm mekanizmasını göstermektedir. Bu mekanizmaya göre ymk kristalin (111) düzleminde bulunan $a/2[110]$ tipi bir düzgün dislokasyon, Burgers vektörleri $a/6[\bar{1}2\bar{1}]$ ve $a/6[\bar{2}11]$ olan sırasıyla α ve β şeklinde iki kısmi dislokasyona ayrılır. Bu kısmi dislokasyonlar “O” noktasında bir düğüm oluşturarak Burgers vektörleri $a/2[211]$ ve $a/2[121]$ olan γ ve δ dislokasyonları ile kesişir.



Şekil 1.6 : ymk(γ) $\rightarrow$ hsp(ε) martenzitik dönüşümünde meydana gelen kutup mekanizması (Soni, 2001).

$$\gamma: a/2 [211] = 2a/3 [111] + a/6 [2\bar{1}\bar{1}] \quad (1.2)$$

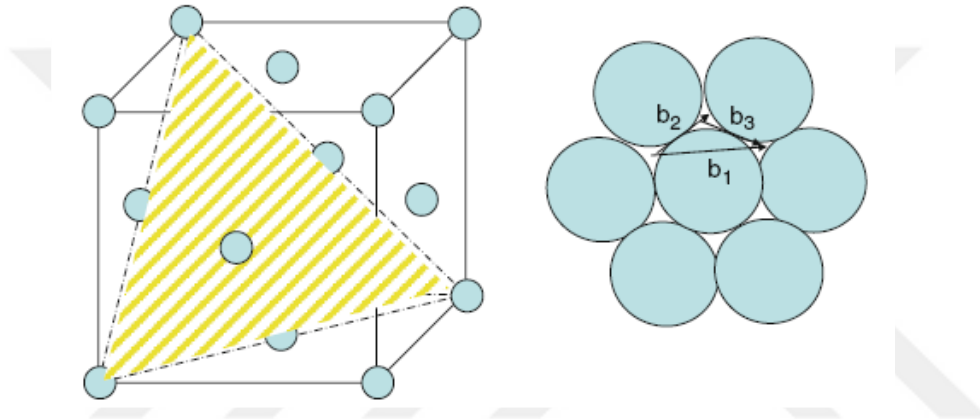
$$\delta: a/2 [121] = 2a/3 [111] + a/6 [\bar{1}2\bar{1}] \quad (1.3)$$

Bu durumda α kısmi dislokasyonu γ etrafında saat yönünde döngü oluşturarak Burgers vektörü $2a/3[111]$ olacak şekilde yukarı doğru yer değiştirir. Bu çift atom katmanı kadar bir tırmanmaya denktir. Bu döngünün tekrarlanması ile (111) düzleminin üst kısmı hsp yapısına dönüşür. Burada γ bir kutup dislokasyonu ve α kayan dislokasyondur. Eğer δ ve β kutup ve kayan dislokasyon olarak davranırsa, β saat yönünün tersine olacak şekilde δ etrafında döngü oluşturur ve düzlemin alt kısmı hsp yapısına dönüşür. Ancak bu teori, kutup mekanizması esnasında γ ve δ 'dan hangisinin çekirdekleneceğini tanımlamaz. Hashino ve diğ. (1992) , tek kristal Fe-31Mn-6Si ile yaptıkları elektron mikroskobu çalışmasında, eş zamanlı deformasyon ve ısıtma

deneylerinde kutup dislokasyonunun aşağıda verilen eşitlik 1.4'te, Burgers vektörü ile düşük açılı tane sınırlarında meydana geldiğini bulmuşlardır.

$$(a/2)[1\bar{1}0] + (a/2)[011] + (a/2)[0\bar{1}1] \rightarrow (2a/3)[1\bar{1}1] + (a/6)[\bar{1}12] \quad (1.4)$$

Eşitliğin sol tarafı düzgün dislokasyonları tanımlarken, sağ taraftaki $(2a/3)[1\bar{1}1]$ Burgers vektörü kutup dislokasyonunun tanımlarken en son terim kısmi dislokasyona aittir. Ymk birim hücrede $\{111\}$ düzlemi ve $\{111\}$ düzleminde b_1 Burgers vektörünün b_2 ve b_3 vektörlerine bölünmesi Şekil 1.7'de şematik olarak gösterilmektedir. Genel olarak kutup mekanizması ile oluşan hatasız ϵ -martenzit yapı, kısmi dislokasyon hareketleri sonucu oluşmaktadır (Hashino ve diğ, 1992).

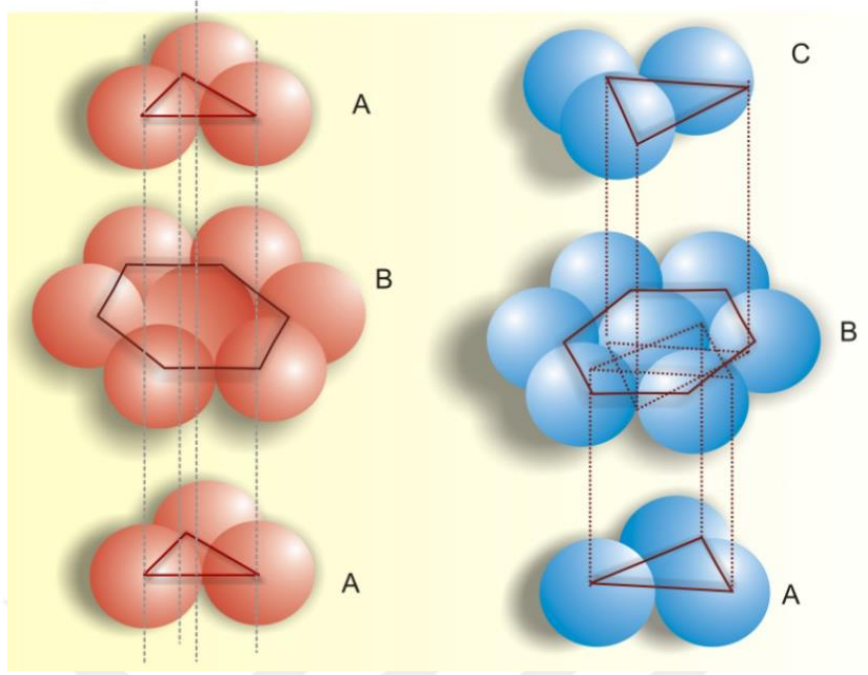


Şekil 1.7 : Ymk birim hücrede $\{111\}$ düzlemi ve $\{111\}$ düzleminde b_1 Burgers vektörünün b_2 ve b_3 vektörlerine bölünmesi (Hashino ve diğ, 1992).

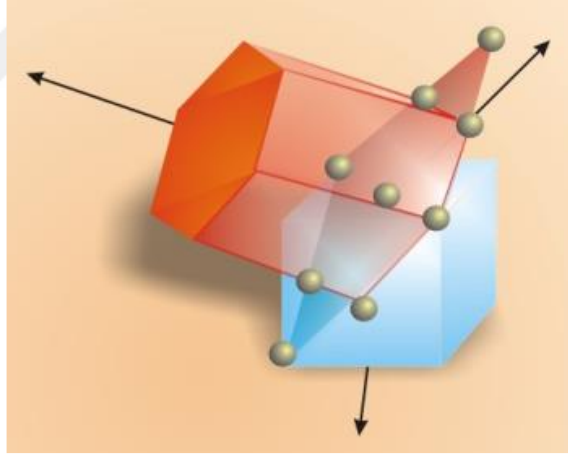
Ymk yapısında atomik dizilim ABCABCABC ve hsp fazında ABABAB şekilde olmaktadır. İstif hataları üzerine yapılan çalışmalara göre martenzit fazın oluşabilmesi için, ymk yapısında embriyo görevi görececek istif hatalarının bulunması gerekmektedir. İstif hatalarının çakışması bir hsp hacmi oluştururken Shockley kısmi dislokasyonlarının ters hareketi meydana gelmektedir (Vlack, 1998).

Şekil 1.8 kübik yapıda ve hegzagonal yapıda bulunan sistemlerde dizilim sırasını göstermektedir.

Şekil 1.9 ymk ile hsp kristal yapıları arasındaki oryantasyon ilişkisini şematik olarak göstermektedir.



Şekil 1.8 : ymk(γ) yapısının atomik dizilimi (ABCABC...) ve $[111]$ boyunca (111) düzlemlerinde meydana gelen çakışma, hsp(ϵ) yapısının atomik dizilimi (ABABAB...) ve $[0001]$ boyunca (0001) düzlemlerinde meydana gelen çakışma (Vlack, 1998).



Şekil 1.9 : Ymk ile hsp kristal yapıları arasındaki oryantasyon ilişkisi (Huijun, 1999).

İstif hatası mekanizması, düşük istif hatası enerjili alaşım sistemlerinde geçerlidir. Uygun termomekanik işlemler sonucu bu alaşımlarda gerçekleşen dönüşüm mekanizması aşağıdaki adımları içermektedir (Fujita ve Ueda, 1972; Huijun, 1999; Christian, 1951).

- $a/2[110]$ tipi düzgün dislokasyonunun, $a/6[211]$ tip iki Shockley kısmi dislokasyona bölünmesi,
- $\{111\}$ YMK düzleminde geniş istif hatalarının oluşumu

- c) İstif hatalarının, $\{111\}$ kayma düzlemlerinde üst üste binerek ε -martenzit plakaları oluşturmaları.

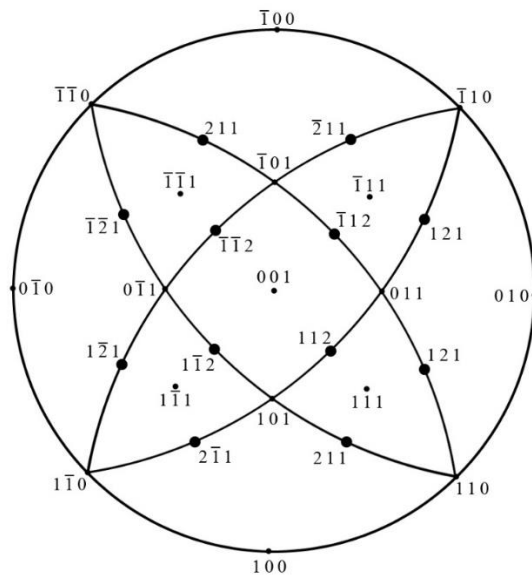
Yapısal kayma sebebiyle bir düzgün dislokasyon, aradaki hata şeridi ile iki adet Shockley kısmi dislokasyonuna ayrılır. İstif hatalarının birçok (111) düzlemlerinde üst üste binmesi HSP yapısını meydana getirir. Fe-Mn esaslı şekil hafızalı alaşımlar için istif hataları mekanizması, kutup mekanizmasına göre literatürde daha çok kabul gören bir teoridir (Fujita ve Ueda, 1972; Brooks ve diğ., 1979; Inagaki ve Inoue, 1992).

İstif hatası mekanizması ilk olarak Fujita ve Ueda, (1972) tarafından TEM çalışması ile deneysel olarak gözlenmiştir. HSP ile YMK arasındaki yönlenme ilişkisi eşitlik 1.5'te görüldüğü şekilde ifade edilmektedir:

$$(111)_{ymk} \parallel (0001)_{hsp}, [11\bar{2}]_{ymk} \parallel [1\bar{1}00]_{hsp}, \text{ veya } [1\bar{1}0]_{ymk} \parallel [11\bar{2}0]_{hsp} \quad (1.5)$$

Bu ifade Shoji-Nishiyama (S-N) ilişkisi olarak adlandırılmaktadır. İki sistemin latis benzerliği birbirine çok yakındır ve sadece %0,3'lük bir hacim farkı bulunmaktadır.

Ymk sistemi için $[100]$ stereografik projeksiyonu Şekil 1.10'da sunulmuştur. YMK, HSP dönüşümünü sağlayan olası $\{111\} \langle 1\bar{1}2 \rangle$ kayma düzlemleri görülmektedir. Her biri üç adet $\langle 1\bar{1}2 \rangle$ dönüşümü barındıran dört oktahedral dönüşüm kayma düzlemi bulunmaktadır. Toplamda 12 ε -martenzit varyantına karşılık 12 kayma sistemi denk gelmektedir (Sato ve diğ., 2000; Fujita ve Ueda, 1972; Inagaki ve Todayaman, 1992).



Şekil 1.10 : ymk→hsp dönüşümü için 12 kayma sistemini ve 12 ön $\{111\} \langle 1\bar{1}2 \rangle$ ε varyantını gösteren stereografik projeksiyon (Sato ve diğ., 2000).

12 varyant, $\sim 70,5^\circ$ açı ile ayrılmış 4 $\{111\}$ düzlemi ile temsil edilen dört temel varyant grubuna indirgenebilir. Şekil 1.2’de görüldüğü gibi deformasyon ile birlikte tek tipte kayma ile toplamda $19,47^\circ$ ’lik bir kaymaya sebep olur. Eğer üç vektör aynı kalınlıkta yığılırsa toplam dönüşüm deformasyonu sıfır olur.

İki ϵ -martenzit bandının etkileşimi sonucu 3 farklı olay meydana gelebilir; (i) gerilme destekli α -martenzit (HMK yapı) bantların ara yüzeyinde oluşabilir (Yang ve Wayman, 1995), (ii) gerilme sertleşmesi (Hsu, 2000) ve ara yüzey geriliminin kombinasyonuna göre, birbiriyle uyumlu bantlar ile ikincil varyantların oluşumu (Yang ve diğ, 1992; Dimitri, 2001). Bu olayların meydana gelmesi tersinir martenzitik dönüşümü etkileyebilir. Bunun sebebi geri dönüş için kullanılacak gerilmenin bu olayların gerçekleşmesi için harcanması ve martenzit ara yüzeyleri arasındaki uyuşmanın kaybolmasıdır (Yang ve diğ, 1992).

1.2.5.1 Demir esaslı alaşımlarda martenzitik dönüşümde etkili parametreler

Martenzitik faz dönüşümün belli bir sıcaklık ve basınç etkisinde kendiliğinden ilerleyebilmesi, serbest enerjisinde azalma ile beraber devam etmelidir. Martenzit ile östenit fazları arasındaki serbest enerji farkı, martenzitik dönüşüm için itici kuvvet olarak addedilmektedir. Genel olarak östenit martenzit dönüşümü sabit bir denge sıcaklığında (T_0) gerçekleşmez ve literatürde östenit bitiş (A_f) ile martenzit başlangıç (M_s) sıcaklıkları arasında 400°C ’ye kadar farklılık gözlemlenmiştir. Bu farklılık martenzit ara yüzlerinin hareketini etkileyen çekirdeklenme bariyeri, ara yüzey enerjisi, elastik zorlama (ara yüzey hareketine karşı koyarak yanal büyümeyi engellemektedir) ve sürtünme kuvvetleri gibi parametreler sebebiyle oluşmaktadır. $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümü gibi bir martenzitik dönüşümünün gerçekleşebilmesi için gerekli koşullar eşitlik 1.6’da gösterildiği şekilde yazılabilir.

$$\Delta F_{kimyasal}^{\gamma \rightarrow \epsilon} + \Delta F_{sürtünme}^{\gamma \rightarrow \epsilon} < 0 \quad (1.6)$$

Bu denklemde $\Delta F_{kimyasal}$ martenzitik dönüşümü için kimyasal itici kuvvet ve $\Delta F_{sürtünme}$ dönüşüm bariyeri olarak davranan sürtünme kuvvetlerini (nokta hataları, dislokasyonlar, çökelti fazlar, tane ve ikiz sınırları vb.) tanımlamaktadır.

Martenzitik faz dönüşümleri birinci derece dönüşümlere örnektir. Bu dönüşümlerde temel faz bir denge sıcaklığında (T_0) ürün faz ile dengede bulunmaktadır. Bu sıcaklık

F= 0 olduğu sıcaklığa karşılık gelmekte ve eşitlik 1.7 şeklinde tanımlanmaktadır (Chalmers ve King, 1958):

$$T_0 = \frac{A_s + M_s}{2} \quad (1.7)$$

Burada A_s ve M_s , sırasıyla östenit ve martenzit başlangıç sıcaklıklarıdır. Diğer önerilen denge durumunda ise $\Delta F_{\text{kimyasal}} + \Delta F_{\text{sürtünme}} = 0$ ve T_0 ' eşitlik 1.8'de aşağıdaki şekilde tanımlanmıştır (Tong ve Wayman, 1974):

$$T'_0 = \frac{A_f + M_s}{2} \quad (1.8)$$

Burada A_f östenit bitiş ve M_s martenzit başlangıç sıcaklığıdır.

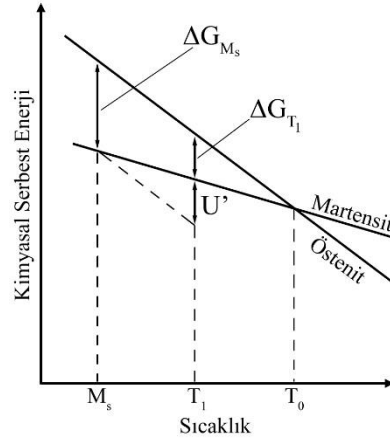
Demir esaslı sistemlerde itici kuvvetlerin kimyasal bölümünün iki bileşeni olduğu kabul görmektedir. Bunlar (i) manyetik ve (ii) antimanyetik bileşenlerdir (Chalmers ve King, 1965). Bunun sebebi demirin manyetik bir malzeme olması ve alaşımlarda kullanılan Ni, Cr ve Mn gibi alaşım elementlerinin kullanımıyla manyetik düzenin değişebilmesidir. Manyetik düzen değişimi, martenzitik dönüşümün bastırılması ve M_s sıcaklığının düşmesi açısından önem arz etmektedir (Chalmers ve King, 1965; Wayman, 1975).

Gerilme destekli martenzit için dış gerilmelerin etkisiyle oluşan ara yüz hareketi deformasyon ve dönüşüm prosesinin bir kombinasyonudur ve bu sebeple dış gerilmeler net serbest enerji hesaplanması ya da itici güç hesaplanması esnasında kimyasal serbest enerji ile birlikte hesaplanır. Buna göre eğer dönüşüm M_s sıcaklığında başlıyorsa, gerilme altında dönüşüm daha yüksek olan bir T_1 sıcaklığında başlar. Buna göre T_1 'den M_s sıcaklığına soğutma ile oluşan kimyasal itici güçteki artış, kritik mekanik itici güce (U') eşittir. Bu durum Şekil 1.11'de gösterilmiştir (Wayman, 1975).

Mekanik itici güç, U , gerilmenin ve oluşan martenzit tabakalarının oryantasyonunun bir fonksiyonudur ve eşitlik 1.9'deki gibi ifade edilmektedir (Patel ve Cohen, 1953).

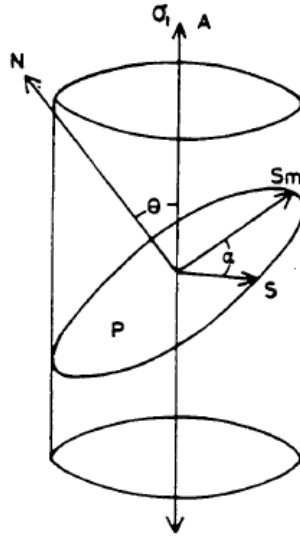
$$U = \tau\gamma_0 + \sigma\varepsilon_0 \quad (1.9)$$

Bu eşitlikte τ martenzit yerleşik düzleminin, dönüşüm kayma yönündeki kayma gerilimi, γ dönüşüm kayma gerinimi, σ düzleme dik olan normal gerilim ve ε_0 dönüşüm şekil geriniminin dilatasyonel bileşenidir.



Şekil 1.11 : Sıcaklığa bağlı olarak östenit ve martenzitin kimyasal serbest enerjilerinin şematik gösterimi (Wayman, 1975).

Malzeme martenzit düzleminde, Şekil 1.12’de gösterildiği gibi, σ_1 kadar bir gerilime maruz kaldığında τ ve σ Schmid kanunu kullanılarak ilişkilendirilebilir (Olson ve Owen, 1992).



Şekil 1.12 : Uygulanan gerilme A, θ ve α arasındaki ilişki. N, P yerleşik düzleminin normali, S martenzitik dönüşüm için şekil gerilim yönü ve S_m yerleşik düzlem üzerindeki maksimum şekil gerinim yönü (Olson ve Owen, 1992).

Schmid kanununa göre;

$$\tau = 1/2 \sigma_1 \sin 2\theta \cos \alpha \quad (1.10)$$

$$\sigma = \pm 1/2 \sigma_1 (1 + \cos 2\theta) \quad (1.11)$$

Burada σ_1 uygulanan gerilmenin mutlak değeri, θ yerleşik düzlemin normali ile uygulanan gerilme yönü arasındaki açı ve α yerleşik düzlemin üzerindeki dönüşüm

kayma yönü ile uygulanan gerilme arasındaki açı. Buna göre uygulanan σ_1 gerilmesi sonucu oluşan mekanik itici güç eşitlik 1.12 şeklinde yazılabilir.

$$U = 1/2 \sigma_1 \{ \gamma_0 \sin 2\theta \cos \alpha \pm \varepsilon_0 (1 + \cos 2\theta) \} \quad (1.12)$$

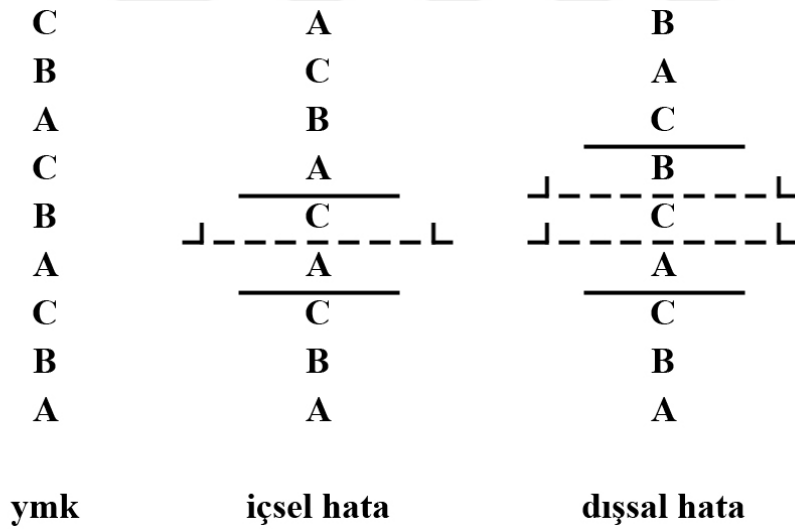
Kritik mekanik itici güç, U' , $\alpha=0$ ve $dU/d\theta=0$ olduğu durumda elde edilir.

$$U' = 1/2 \sigma'_1 \{ \gamma_0 \sin 2\theta' \cos \alpha \pm \varepsilon_0 (1 + \cos 2\theta') \} \quad (1.13)$$

σ'_1 martenzit dönüşümün başlaması için uygulanacak kritik gerilme (Olson ve Owen, 1992).

1.2.5.2 Martenzitik dönüşümünde istif hatalarının etkisi

YMK yapısındaki içsel istif hataları, ε -martenzit fazı (HSP yapı) için başlangıç noktalarını ve dışsal hatalar ikizlenme için başlangıç noktalarını oluşturmaktadır. Şekil 1.13'de istif hata dizilimlerinin örnek gösterimi verilmiştir.



Şekil 1.13 : YMK yapısının istif hataları diziliminin örnek gösterimi (Humbeeck, 1994).

Demir esaslı sistemlerde ymk→hsp martenzitik dönüşümü birçok çalışmaya konu olmuştur (Fujita ve Ueda, 1972; Humbeeck, 1994; Tisone, 1973; Hsu, 2000; Senoo ve diğ., 2008). Fe ve Ni esaslı alaşımlar için yapılan çalışmada, her iki sistem için de ymk→hsp martenzitik dönüşümün içsel istif hatalarıyla kontrol edildiği raporlanmıştır (Tisone, 1973). YMK yapısındaki Fe-Mn esaslı alaşımların ymk→hsp faz dönüşümünün düşük istif hatası enerjisi ile ilişkilendirilmiştir (Remy, 1977; Dash ve Otte, 1963).

YMK yapısındaki istif hataları, ince HSP tabakaları olarak kabul edilmektedir. Ericsson, sistemin istif hata enerjisini üç adımda eşitlik 1.14'te tanımlamıştır (Ericsson, 1966).

$$\eta = \eta_b + \eta_m + \eta_s \quad (1.14)$$

Burada η_b malzemenin bulk yapısından gelen istif hatası enerjisi, η_m istif hatasına manyetik katkı ve η_s malzemenin matris ve tane sınırlarının konsantrasyon farkından (segregasyon vb.) kaynaklanan istif hata enerjisidir. Bu bağlantı $\gamma \rightarrow \epsilon$ faz dönüşümü için serbest enerji değişimleri cinsinden aşağıdaki eşitlik 1.15 şeklinde tekrar yazılabilir (Ishida ve diğ, 1977),

$$\eta = \frac{1}{8,4V^{2/3}} (\Delta G_b^{\gamma \rightarrow \epsilon} + \Delta G_m^{\gamma \rightarrow \epsilon} + \Delta G_s^{\gamma \rightarrow \epsilon}) \quad (1.15)$$

Burada V alaşımın molar hacmi, ΔG_b malzemenin bulk yapısından gelen serbest enerji, ($\Delta G_b = \Delta G_\epsilon - \Delta G_\gamma$, ΔG_ϵ ve ΔG_γ sırasıyla hsp ve ymk fazlarının serbest enerjileri), ΔG_m manyetik enerji değişimi ve ΔG_s malzemedeki alaşım elementlerinin segregasyonundan kaynaklı serbest enerji. Alaşımların $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümü için istif hatası enerjilerinin belirlenmesinde, farklı serbest enerji katkılarının hesaplanması gerekmektedir.

1.2.6 Fe-Mn-Si esaslı alaşımlarda şekil bellek etkisinin geliştirilmesi

Fe-Mn-Si tek kristalinde şekil bellek etkisinin gözlemlenmesinden bu yana tam şekil bellek etkisinin eldesi amacıyla alaşım elementlerinin değişimi ve uygun ısı işlem koşullarının belirlenmesi konusunda çalışmalar yapılmaktadır. Bileşimsel ayarlamalar ile yapıda yeterli miktarda ϵ -martenzit eldesi ve dayanımı arttırmaya yönelik çalışmalar olmuştur (Sato ve diğ, 1984; Murakami ve diğ, 1987; Gu ve diğ; 1994; Inagaki ve Inoue, 1995). Fe-30Mn-6Si (Tek kristal) (Sato ve diğ, 1984), Fe-32Mn-6Si (Murakami ve diğ; 1987), Fe-28Mn-6Si-5Cr (Otsuka ve diğ, 1990), Fe-20Mn-5Si-8Cr-5Ni (Otsuka, 1995), Fe-16Mn-5Si-12Cr-5Ni, (Otsuka, 1991), Fe-28Mn-6Si-5Cr-0.5Nb-0.06C (Kajiwara, 2000), Fe-28Mn-6Si-5Cr-0.5V-0.04N (Farjami ve diğ, 2004) sistemleri günümüze kadar çalışılan Fe-Mn-Si esaslı sistemlerden bazı örneklerdir.

Fe-Mn-Si alaşımlarındaki en önemli sorunlardan biri polikristalin yapıda tam şekil bellek etkisinin elde edilememesidir. Inagaki (1992) ürettiği Fe-18Mn-6Si-9Cr-6Ni alaşımında %4,5 deformasyon sonrası %45 ve %9 deformasyon sonrası %21'lik şekil geri kazanımı elde etmiştir.

Fe-Mn-Si alaşımlarında şekil bellek etkisinin artırılması amacıyla iki farklı yaklaşım benimsenmiştir. Bunlar bileşim kontrolü ve termomekanik işlemlerdir.

1.2.6.1 Bileşim Kontrolü

Fe-Mn alaşımlarında $\gamma \rightarrow \epsilon$ dönüşümü 14-37 %ağ. arası Mn konsantrasyonunda gözlemlenmiştir. Düşük Mn konsantrasyonlarında martenzitik dönüşüm için itici güç çok düşük seviyelerde kalmaktadır. Buna karşılık Mn konsantrasyonunun çok artması ile alaşımdaki manyetik dönüşüm sebebiyle faz dönüşümünün bastırıldığı raporlanmıştır (Gartstein ve Rabinkin, 1979).

Inagaki ve arkadaşları'nın (1992) çalışmalarına Mn miktarının ama dayanımı ve şekil bellek etkisine olan ilişkisini incelemiştir. Yapılan çalışmaya göre şekil bellek etkisi ile akma dayanımının birbiri ile orantılı olduğu belirtilmiş ve Fe-Mn şekil bellek alaşımlar için en uygun Mn konsantrasyonun yapılan çalışmalarda 16-18 %ağ. olarak raporlanmıştır. Belirtilen Mn konsantrasyonlarında %60 oranında şekil bellek etkisi elde edilmiştir. Mn miktarının artışı ile şekil bellek etkisinde şiddetli düşüş gözlemlenmiştir.

Si miktarının şekil bellek etkisi de yapılan çeşitli çalışmalarla incelenmiştir. Buna göre ağ. %4-6 arası Si ilavesinin akma dayanımının arttırdığı, istif hata enerjisini düşürmesi ve Neel sıcaklığını (T_N) düşürmesi sebebiyle şekil bellek etkisine olumlu katkı yaptığı raporlanmıştır (Murakami ve diğ., 1987). İlgili çalışmada, T_N sıcaklığının M_s sıcaklığının üstünde olması durumunda gerilme destekli martenzit fazının elde edilemeyeceği ve bu bağlamda şekil bellek etkisinin elde edilemeyeceği raporlanmıştır.

Moriya ve arkadaşları (1991) iyi bir şekil bellek etkisi elde edilebilmesi için istif hata enerjisinin düşürülmesi, α martenzit fazının oluşumunun engellenmesi ve alaşımın dayanımının artırılması gerekliliğini bildirmişlerdir.

Farklı alaşımlama elementlerinin ŞBE üzerine etkisi Çizelge 1.3'te verilmiştir (Humbeeck, 1994; Moriya ve diğ., 1991(a); Moriya ve diğ., 1991(b)).

Çizelge 1.3 : Demir esaslı şekil bellek alaşımları.

Element	Alaşım Sistemine Etkisi
Cr	Korozyon dayanımı, yüksek sıcaklık korozyon dayanımını ve akma dayanımını artırır. Yüksek oranlarda ferrit yapıcıdır. Ferrit fazının oluşumu işlenebilirliği, tokluğu ve şekil bellek etkisini olumsuz etkilemektedir.
Ni	Ferrit oluşumunu etkilerken, γ stabilizasyonu sağlamaktadır.
Cu	γ oluşturuşu bir elementtir. Korozyon dayanımını geliştirirken, istif hatası enerjisini arttırmaktadır. Ağ.%3 oranını üstünden ϵ -martenzit oluşumunu bastırmaktadır.
Co	Östenit oluşturuşu bir elementtir. Ms sıcaklığı üzerine etkisi yoktur, farklı östenit yapıcı elementler yerine kullanılabilir.
N	Ağırlıkça %0,4 oranına kadar oksidasyon direncini ve akma dayanımını arttıran etki göstermektedir. Bunun üstündeki oranlarda nitrür oluşumu meydana gelmektedir.
P,S	Empürite olarak bulunabilir ve %0,1 düzeyinin altında tutulması önerilmektedir.
C	Şekil bellek etkisini arttırmasının yanında %1 seviyesinin geçilmesi ile malzeme dayanımı şiddetli bir şekilde düşmektedir.

1.2.6.2 Termomekanik işlem

Şekil bellek alaşımların termomekanik eğitimi %4'ten düşük bir deformasyon sonrasında alaşımların 500-700 K arası bir sıcaklığa çıkarılması ile yapılmaktadır (Murakami ve diğ, 1967; Otsuka ve diğ, 1989). Bu ısı işlem ile östenit matrisin kayma dayanımını artırırken martenzit oluşumu için gerekli kritik gerilmeyi azaltmaktadır. Bu iki etkinin birleşimi oluşan plastik deformasyonun büyük oranda martenzit dönüşüm ile gerçekleşmesini ve buna bağlı olarak ta şekil bellek etkisinin arttırılması sağlanmaktadır. Termomekanik eğitim mekanizmasının optimizasyonu üzerine birçok çalışma gerçekleştirilmiştir (Wang ve diğ, 1995). Buna göre uygun termomekanik işlem kayma deformasyonunu bastırırken, östenit matrisin dayanımını arttırmaktadır Bunun yanında dislokasyon yapıları oluşturarak ϵ -martenzit oluşumu için tercihli alanlar oluşturarak, gerekli kritik gerilmeyi düşürmektedir (Wang ve diğ, 1995; Andersen ve Agren, 1995, Otsuka ve diğ, 1989).

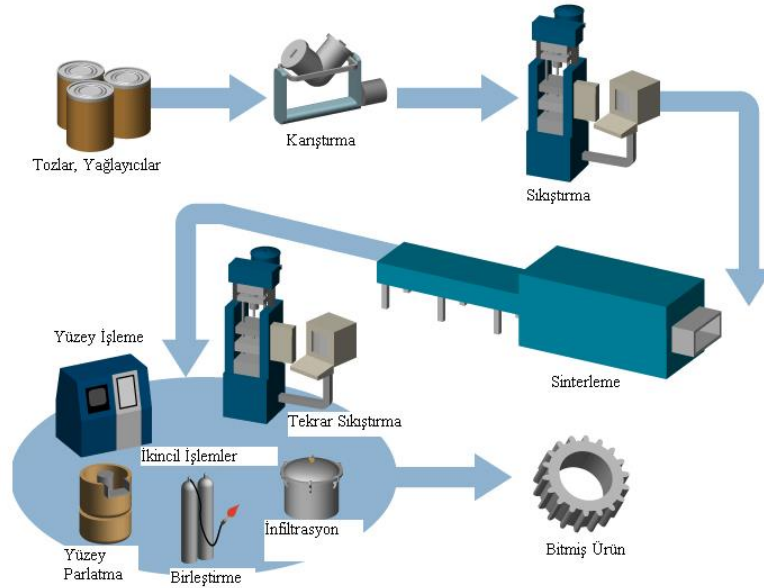
1.2.7 Toz Metalurjisi

Birçok metal işleme yöntemleri içerisinde toz metalurjisi çok farklı bir yere sahiptir. Toz metalurjisini ilgi çekici yapan özelliklerinden birisi yüksek kalitede, karmaşık şekilli ve düşük boyutsal toleranslara sahip parçaların ekonomik olarak üretilmesidir. Toz metalurjisinde önemli kademe tozların preslenmesi ve ardından iyi bir bağlanma sağlanması için sinterleme işlemidir. Bu yöntem nispeten otomatikleşmiş operasyonları düşük enerji tüketimi, yüksek malzeme kullanım verimi ve düşük toplam maliyetle kullanır. Bu karakteristiği toz metalurjisini verim, enerji ve ham madde konuları göze alındığında daha ilgi çekici bir pozisyona sokmaktadır. Toz metalurjisi gelişmekte ve geleneksel üretim yöntemlerini değiştirmektedir. Böylece daha esnek üretim sağlayarak geniş bir alanda yeni malzemelerin geliştirilmesi ve üretilmesi sağlanabilmektedir (German, 1994; Smit ve Dijk, 2009).

Toz metalurjisinin tarihçesi metal ve seramiklerin sinterlenmeye başlanması ile eş zamanlıdır. Sinterleme sert metal ya da seramik parçaların tozlardan başlanarak üretilmesini içermektedir (Kainer, 2006). Metal tozlarının tarihte ilk dünya üzerindeki kullanımları incelendiğinde; İnkalar altın tozlarını pişirerek mücevher yapmışlardır, Mısırlılar demir tozlarını milattan önce 3000 yıllarında kullanmışlardır. Bir başka örnek milattan sonra 300 yıllarında yapılan Hindistan'daki Delhi sütunudur. Bu yapı yaklaşık olarak 6,5 ton demir tozu kullanılarak yapılmıştır. 1800'lerde toz metalurjisinin kullanımı gelişmeye başlamıştır. Platin laboratuvar malzemelerine olan ihtiyaçtan dolayı yüksek sıcaklıklara çıkılmadan gerçekleştirilebilecek üretim yöntemlerinin geliştirilmesi bu konuda yeni bir rotanın çizilmesini sağlamıştır. Benzer çalışmalar İngiltere ve Rusya'da da yapılmış ve tozların sıcak işleme şekillendirilerek yüksek sıcaklıklara gerek duyulmadan üretim yapılması döküm ile üretilen parçaların üretiminde alternatif bir yöntem olduğunu da ortaya çıkarmıştır. Aynı zamanlarda paralar da toz halinde bakır, gümüş ve kurşun malzemelerin preslenip sinterlenmesi ile üretilmekteydi. Toz metalurjisinin modern çağı Edison'un tungsten tozlarından dayanıklı bir lamba filamanı yapması ile başlamıştır. Sonradan sement karbürler, poroz bronz ve bakır-grafit elektrik iletkenleri 1930'larda üretilmiştir. 1940'larda toz metalurjisi tungsten alaşımları, yapısal ferro alaşımlar ve refrakter malzemelerin üretimini de içermeye başladı. En genel yapısal toz metalurjisi parçaları demir tabanlıdır. Ayrıca nükleer, uçak, uzay sanayi, elektrik ve manyetik uygulamalar

için de toz metalurjisi kullanılmaktadır (German, 1994; Gessinger, 1984; Angelo ve Subramanian, 2008).

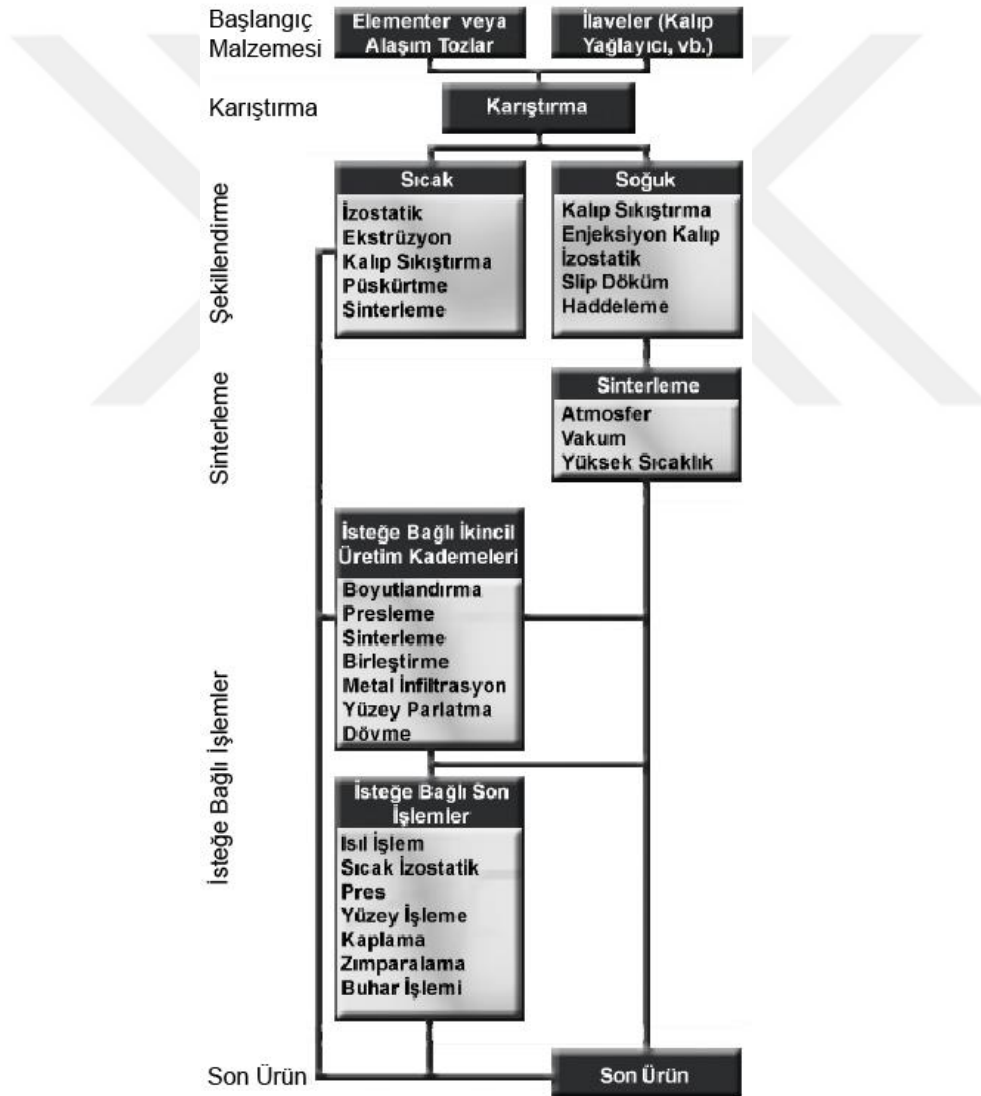
Bu gelişimin en etkileyici yanı uygulamalardaki devrimsel gelişmedir. Toz metalurjisi kullanılmasıdaki amaç tarihsel süreçte değişmiştir. İlk zamanlarda toz metalurjisi ile üretilen malzemeler düşük maliyetlerinden dolayı tercih edilmekteydiler. Günümüze gelindikçe toz metalurjisi yönteminin tercih edilmesindeki amaç arttırılmış kalite, homojenizasyon ve özelliklerin çekici maliyetler ve üretim kolaylığı ile birleşmesidir. Yüksek sıcaklık nikel temelli süper alaşımlar, yüksek dayanımlı alüminyum uçak alaşımları, kontrollü termal genleşmeli alüminyum kompozitler bu gelişmenin örnekleridir. Sadece üretim maliyetleri konusunda toz metalürjisinin sağladığı avantajın yanında kimyasal yapının ve mikro yapının kontrolünü de mümkün kılmaktadır. Daha saf ve eşsiz özelliklere sahip malzemeler üretilme ihtiyacı devam ettikçe toz metalurjisi de o alanlara doğru genişlemeye devam edecektir (German, 1994; Upadhyaya ve Shankar, 2011; Bouvard, 2007). Toz metalurjisinin üretim akış şeması ve üretim yöntemlerinin sınıflandırılması, sırasıyla Şekil 1.14 ve 1.15’de gösterilmektedir.



Şekil 1.14 : Toz metalurjisi akım şeması (German, 1994).

Temelde her türlü malzeme toz haline getirilebilir. Bu işlem farklı yöntemler ile gerçekleştirilebilir. Bunlar mekanik yöntemler, kimyasal yöntemler, fiziksel ve elektrolitik yöntemler olarak gruplanabilir. En genel olarak kullanılan atomizasyon tekniği mekanik yöntemlere dahil bir tekniktir. Bunların içinde en genel olarak

kullanılanı atomizasyon yöntemidir. Atomizasyon ergimiş metalin sprey ile aniden soğutularak toz haline getirilmesidir. Bunun için çeşitli yöntemler vardır. Ergimiş metal akarken su püskürtülerek ani soğutma ile küçük partiküller elde edilmesidir bunlardan biridir. Su atomizasyonu metali çok hızlı soğutur bu sebeple daha düzensiz şekilli parçalar elde edilir. Su aynı zamanda bazı metalleri oksitler. Daha uygun bir atomizasyon yöntemi ergimiş metal ile birlikte inert bir gaz püskürtülmesidir. Bu yöntemle malzeme daha yavaş soğutulur, böylece daha yuvarlak şekilli tozlar elde edilebilir. Bir başka yöntem de ergimiş metali dönen bir disk üzerine dökülmesi ile yapılır. Bu şekilde malzeme dönen diskten fırlayarak kabın duvarlarına yapışır ve toz elde edilir (Clyne, 2001).



Şekil 1.15 : Toz metalurjisi üretim yöntemlerinin sınıflandırılması (German, 1994).

Kimyasal indirgeme metal tozları üretimi için bir başka yöntemdir. Farklı kimyasal reaksiyonlar içeren bu yöntemle metalin elementel toz haline indirgenmesidir.

Elektroliz de bir başka toz üretim tekniğidir. Bu yöntem elektriği kullanarak metali çözüp çok ince toz haline getirme işlemidir. Bu yöntemle oldukça yüksek saflıkta tozlar elde edilebilir. Sistemde anot, toz elde edilmek istenen malzemeden üretilir. Sistem iyonları anottan katoda taşır ve kolayca yıkanabilen bir film üstüne yapıştırır. Bu filmler temizlenip kurutularak istenilen toz elde edilmiş olunur (Newkirk ve Kosher, 2004)

1.2.7.1 Tozların hazırlanması

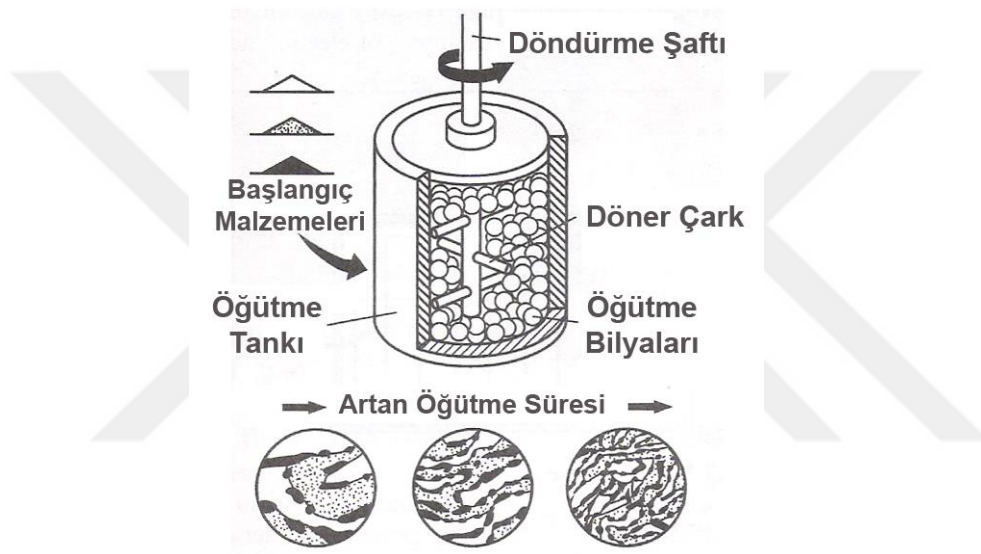
Uygun malzeme seçiminin ardından gelen kademe, tozların karıştırılmasıdır. Prosesin bundan sonraki aşamalarında istenilen özellikte parçalar elde edilmesi için tozlar iyi bir şekilde karıştırılıp öğütülmelidir. Öğütme aynı kimyasal bileşime sahip tozların partikül boyutlarının küçültülmesidir. Karıştırma ise farklı kimyasal bileşime sahip tozların karıştırılarak alaşımlanması işlemidir (Newkirk, 2004).

1.2.7.2 Mekanik Alaşımlama

Mekanik alaşımlama ilk olarak 1968 yılında J.S. Benjamin tarafından laboratuvar ortamında gerçekleştirilmiştir. Endüstriyel olarak ilk defa International Nickel Company tarafından oksit disperse edilmiş alaşımların üretilmesi amacıyla kullanılmıştır (Suryanarayana, 2001). Mekanik alaşımlama öncesi ergime sıcaklıkları arasında büyük farklılıklar bulunan (Ör; W-Co) alaşımların üretimi oldukça zor gerçekleştirilmekteydi. Örnek olarak yüksek ergime sıcaklığı olan tungsten nispeten düşük ergime sıcaklığına sahip olan Kobalt ile alaşımlanması esnasında erken katılan tungsten partiküllerin heterojen karışması en çok karşılanan sorunlardandır. Benjamin ve arkadaşları, bu tarz problemleri elimine etmek amacıyla mekanik alaşımlama tekniğini geliştirmişlerdir (Benjamin, 1974; Benjamin, 1976). Mekanik alaşımlama tekrarlı olarak deformasyon, kırılma ve tekrar kaynama aşamalarının gerçekleştirildiği bir yüksek enerjili öğütme prosesidir (Benjamin, 1976; Eskandary, 2001, Soni, 2001). Mekanik alaşımlama, bir öğütme bilyaları, bu öğütme ortamının karıştırılmasını sağlayan bir cihaz ve tozlar ile öğütme bilyalarının yerleştirildiği kap sisteminden oluşmaktadır. Bu proses ile tozların deformasyon sonucu deformasyon sertleşmesi meydana gelir. Öğütmenin devamında tozlar gevrek ve kırılğan bir yapıya kavuşurlar. Kırılma sonucunda difüzyonun kolaylıkla gerçekleşebileceği temiz yüzeyler açığa çıkmaktadır. Öğütme bilyaları ile öğütülen malzemelerin çarpışması esnasında ani sıcaklık artışları meydana gelir ve bu sıcaklık artışı alaşım

elementlerinin, malzemenin temiz yüzeyine difüzyonu ile birbirine kaynamasını sağlar (Benjamin, 1974).

Öğütme hızı, öğütme süresi, yükleme oranı (bilya - toz oranı) ve öğütme sıcaklığı prosesi etkileyen en önemli parametrelerdir. Bu parametreler sistemin enerjisini belirlemekte ve parametrelerin değişimi proses verimini etkilemektedir (Suryanarayana, 2001; Eskandarany, 2001, Soni, 2001). Şekil 1.16'de karıştırıcının şematik bir gösterimi verilmiştir. Bu şekilde altta mikroskobik boyutta meydana gelen homojenizasyon gösterilmektedir. Resimde görüldüğü üzere başlangıç tozları lamine hale gelerek pekiştirici faz ana matris fazı içerisinde homojen bir şekilde dağılmıştır



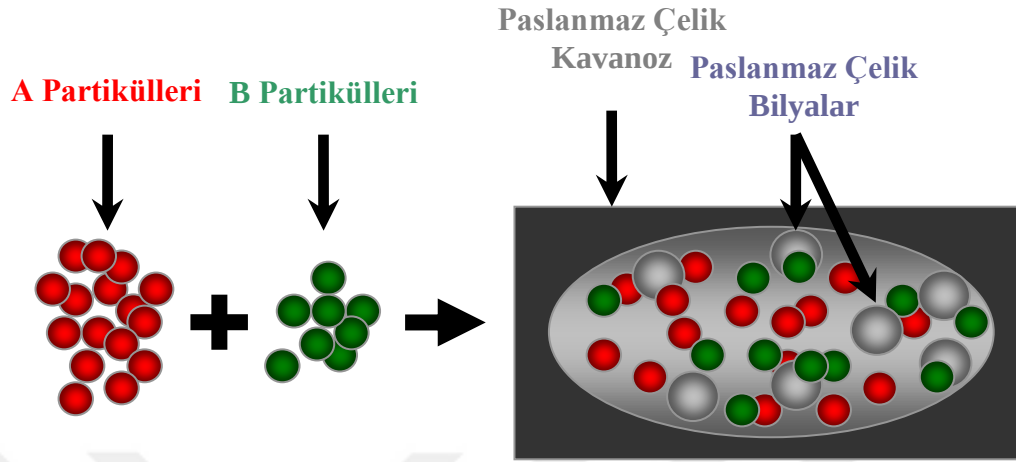
Şekil 1.16 : Mekanik alaşımlama amacıyla kullanılan karıştırma sistemi ve öğütme süresine göre mikro yapısal değişim (German, 2001).

Diğer alaşımlama tekniklerinde olduğu gibi mekanik alaşımlamada da kirlenme bir sorundur. Bu sorun aynı malzemeden bilyalar karıştırıcı ve tank kullanılarak azaltılabilir. Mekanik alaşımlama esnasında organik bir sıvı ortamı kullanmak öğütme ve kaynama işlemleri arasındaki dengeyi kurmak için önemlidir. Buna ek olarak tozlar yüksek oranda deformasyon sertleşmesine maruz kalmaktadır (German, 1994; Soni, 2001). Mekanik alaşımlamada kullanılan kavanoz sisteminin şematik gösterimi Şekil 1.17'de verilmiştir

Mekanik alaşımlama esnasında meydana gelen fiziksel değişimi anlamak amacıyla bu alaşımlama prosesini üç ya da dört aşamada incelemek uygun olacaktır.

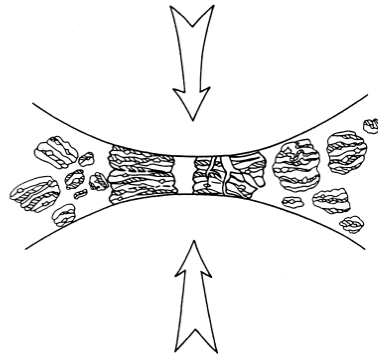
Başlangıç kademelerinde tozlar daha yumuşaktır ve birbiri ile kaynayarak daha büyük boyutlu parçalar oluşturma eğilimleri daha yüksektir. Bu aşamada başlangıç tozlarına

oranla üç kat daha büyük boyutlu parçalar meydana gelebilir. Kompozit partiküllerinin bu aşamada karakteristik olan katmanlı görüntüsü oluşur.



Şekil 1.17 : Mekanik alaşımlama için kullanılan kavanoz sistemi ve öğütme ortamının şematik gösterimi.

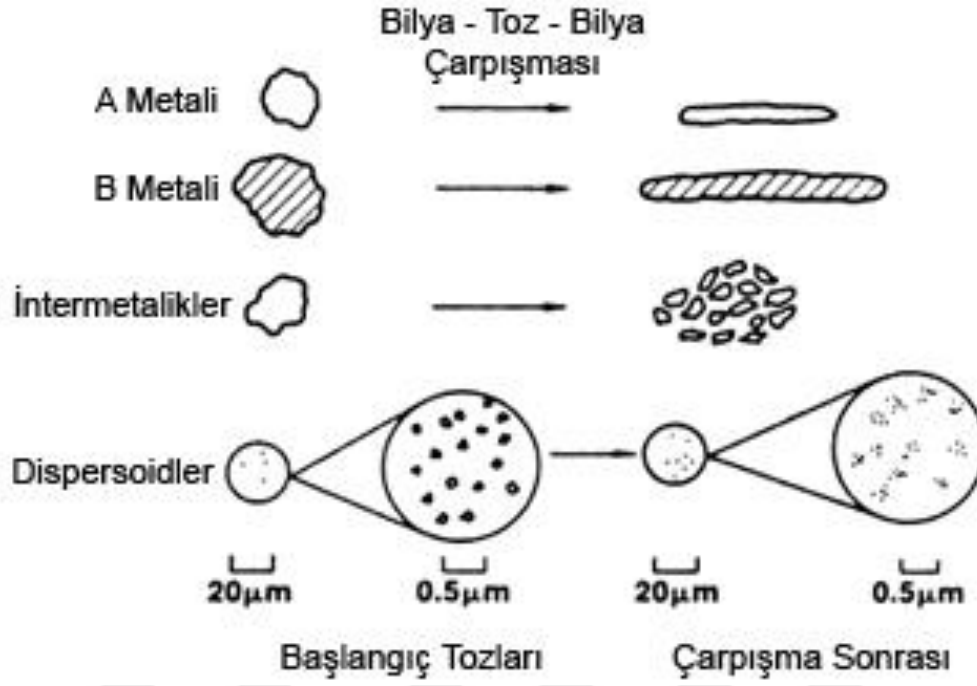
Şekil 1.18’de bilyaların tozlar ile çarpışma şekli şematik olarak gösterilmiştir (Suryanarayana, 2001; Eckert ve diğ, 1996).



Şekil 1.18 : Mekanik alaşımlama esnasında yüksek enerjili bilya toz çarpışmasının şematik gösterimi (Suryanarayana, 2001).

Metalik faz bu çarpışmalar esnasında düzleşip üst üste bindikçe atomik düzeyde temiz yüzeyler birbiri ile temas eder ve birbirine soğuk şekilde kaynar. Aynı aşamada kırılğan fazlar bu kaynayan yüzeyler arasında sıkışarak kaplanır ve yapıya karışır. Şekil 1.19’da başlangıç tozlarının mekanik alaşımlama esnasında uğradıkları deformasyon gösterilmektedir (Koch, 1990; Suryanarayana, 2001)

Orta kademedeki devamlı olan kırılma ve kaynama aşamalı sonucu tozlar deformasyon sertleşmesine maruz kalmış ve pekiştirici fazlar sürekli bir hal almıştır. Partikül boyutunda meydana gelen azalma mikro yapıdaki karışmayı hızlandırır.



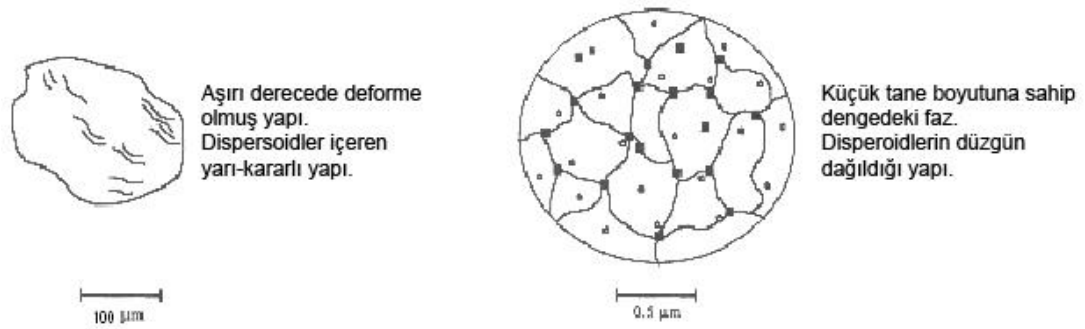
Şekil 1.19 : Mekanik alaşımlama esnasında tozlarda meydana gelen deformasyon (Suryanarayana, 2001).

Mekanik alaşımlamada bilyalar tarafından absorblanan kinetik enerjinin etkisi ve ısı artışı ile metalik matriste çözünme meydana gelir. Bu kademedeki atomik düzeyde difüzyonun artması sonucu yeni fazlar meydana gelebilmektedir (Suryanarayana, 2004).

Son kademe düzenli yapı elde edilmiş ve partikül boyutunun yükselmesine sebep olan kaynama seviyesi ile partikül boyutunu düşürücü etkiye sahip kırılma mekanizmaları arasında dengeye ulaşılmıştır. Sonuçta küçük partiküller ile büyük boyutlu partiküller birbiri ile karışarak boyutsal olarak homojenleşmiş bir yapıyı oluştururlar (Suryanarayana, 2004).

Şekil 1.20’de mekanik alaşımlama prosesinin son kademesinde oluşan yapı gösterilmektedir.

Bu kademedeki elde edilen yapı başlangıç bileşimi ile aynıdır. İlk kademelerde oluşan lamelli yapı artık görülmemektedir. Bu aşamadan sonra daha fazla alaşımlamanın dispersoidlerin daha homojen dağılımına etkisi olmayacaktır (Suryanarayana, 2004; Soni, 2001).



Şekil 1.20 : Mekanik alaşımlama prosesinin sonucunda oluşan mikro yapıların şematik gösterimi.

Partikül boyut dağılımı aralığı daralmıştır. Büyük partiküller ortalama boyuta indirgenmiş, küçük boyutlu partiküller de aglomere olarak bu seviyeye yükselmiştir (Suryanarayana, 2001; Suryanarayana, 2004; Soni, 2001).

Mekanik alaşımlama teknolojik üstünlüklerinden dolayı oldukça verimli bir tekniktir. En önemli avantajlarından birisi yeni alaşımların sentezlenebilmesi veya normal yöntemlerle alaşımlanamayacak elementlerin alaşımlanabilmesidir. Bunun sebebi mekanik alaşımlama tamamıyla katı halde meydana gelen bir işlemdir ve faz diyagramlarında belirtilen sınırlamalar mekanik alaşımlama işleminde geçerli değildir (Heggen, 2010; Suryanarayana, 2001; Murty, 1995)

Farklı çeşitlerde yüksek enerjili bilyalı öğütücüler mekanik alaşımlama işlemlerinde kullanılmaktadır. Bunlar; Spex™ yüksek enerjili öğütücüler, gezegen tipi öğütücüler ve çeşitli atritörlerdir. Hepsinin farklı kapasiteleri, öğütme verimleri ya da ısıtma soğutma amaçlı düzenlemeleri vardır (Suryanarayana, 2004; Eskandarany, 2001). Spex tipi yüksek enerjili öğütücüler laboratuvar tipi olarak en genel kullanılan öğütücü tüpleridir.

Yüksek enerjili öğütme sistemleri, yaklaşık olarak 10-20 gram toz öğütebilme kapasitesine sahiptirler. Bu tip öğütücüler malzemenin ve bilyaların içine konacağı kavanozdan, kilit mekanizması ve dakikada 1200 devir ile sarsıntı üreten karıştırma cihazından meydana gelmektedir. Ayrıca kullanılabilecek sertleştirilmiş çelik, alümina, tungsten karbür, zirkonya, paslanmaz çelik, silisyum nitrür, agat, plastik gibi farklı tip kavanozlar mevcuttur. Şekil 1.21’de bu tip öğütücülere bir örnek görülmektedir



Şekil 1.21 : Mekanik alaşımlama için kullanılan yüksek enerjili öğütme sistemi.

Bunun dışında kullanılan bir diğer öğütücü cihaz gezegen tipi değirmendir. Bu tip öğütücülerde birkaç yüz gram toz öğütülebilmektedir. Ancak bu tip öğütücüler spex tipi yüksek enerjili bilyalı öğütücülerle karşılaştırıldığında düşük enerjili öğütücü olarak adlandırılmaktadır (Suryanarayana, 2001). Şekil 1.22’de gezegen tipi öğütücü gösterilmektedir.



Şekil 1.22 : Mekanik alaşımlama amacıyla kullanılan gezegen tipi karıştırıcı.

Öğütücülerin endüstriyel tipte olanları yukarıda bahsedilen öğütücülere oranla çok daha büyük hacimlere sahiptir. Mekanik alaşımlama için endüstriyel bir üretim yüksek kapasiteli bilyalı öğütücülerle yapılmaktadır (Suryanarayana, 2004; German, 2009). Artan enerji ile öğütme süresi azalmaktadır. Buna göre spex tipi bir öğütücüde birkaç dakika sürecek bir öğütme işlemi atritör tipi bir öğütücüde saatler sürebilirken endüstri tipi bir öğütücüde bu süre günler seviyesindedir. Öğütücünün cinsine göre mekanik alaşımlama prosesi etkileyen çeşitli parametreler vardır. Bunlar öğütücü haznesinin malzemesi ve öğütme ortamının cinsi, bilya-toz oranı, öğütme atmosferi, öğütme süresi ve kullanılan bağlayıcı cinsidir (Suryanarayana, 2001).

Kullanılan öğütücü kabın malzemesinin önemi büyüktür. Bunun sebebi öğütme esnasında kabın iç duvarlarında az miktarda olsa aşınma meydana gelebilmektedir. Bu aşınma sonucunda kopan parçalar üretilmekte olan tozu kirletmekte ve kimyasal bileşimini değiştirebilmektedir. Eğer kullanılan öğütücü ile öğütülen malzeme çok farklıysa üretilen tozlar içerisinde bu kap malzemesi çözünebilir. Eğer aynı tip malzemeler seçilirse bu çözünme meydana gelse bile sistemi çok fazla etkilemeyecektir (Suryanarayana, 2004; Eskandarany, 2001, Soni, 2001). Bu sebeple üretilen malzemeye uygun bir öğütme sistemi seçilmelidir. Buna ek olarak öğütme işleminde seçilen malzeme öğütmenin gerçekleşebilmesi için gerekli etkiyi gösterecek kadar da yoğun bir malzeme olmalıdır (Suryanarayana, 2001).

Bir diğer önemli parametre bilya-toz oranıdır. Bu oran 1:1 den 22:1 e kadar değişen oranlarda kullanılabilir. Genel olarak Spex™ tipi düşük malzeme kapasiteli bir öğütücüde kullanılan oran 10:1'dir. Bilya toz oranı istenilen sürede istenilen düzeyde bir öğütmenin meydana gelebilmesinin sağlanması açısından önemli bir parametredir (Suryanarayana, 2004; Soni, 2001).

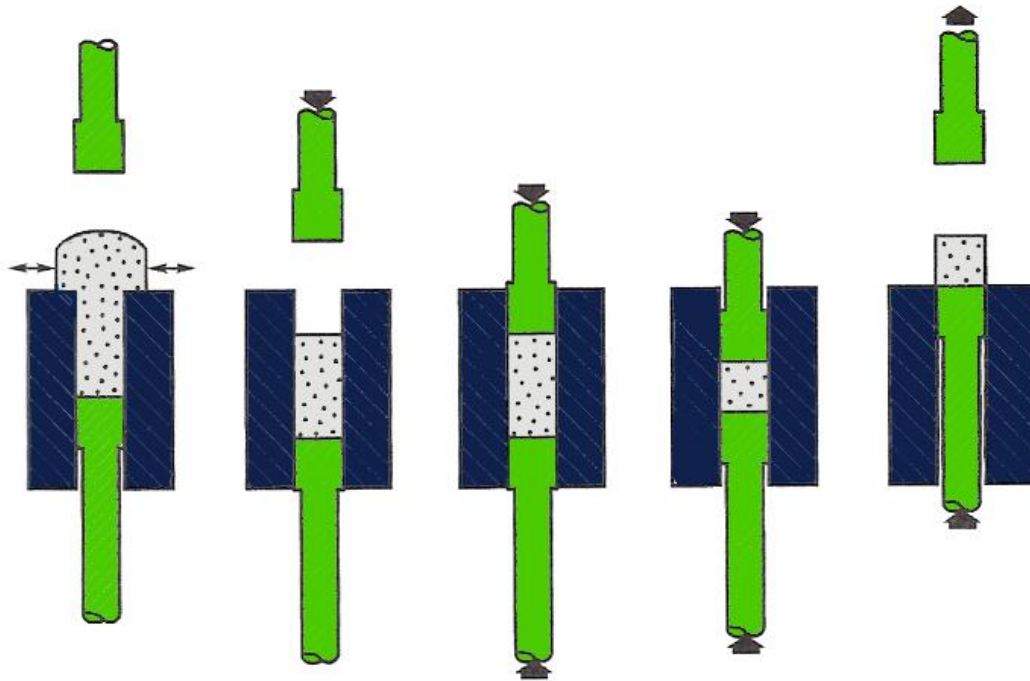
Öğütme atmosferi de öğütme prosesi için önemli bir parametredir. Öğütme atmosferinin en önemli etkisi kirlenmedir. Bu sebeple tozlar genellikle vakum ya da inert gazlar olan argon veya helyum atmosferinde yapılmaktadır. Yüksek saflıkta argon oksidasyonu ve kirlenmeyi önlemeye yönelik en genel kullanılan gazdır. Öğütme kabında bulunan oksijen malzemede öğütme esnasında oksit ya da nitrür oluşumuna sebep olabilir. Bu sebeple tozların öğütücüye konulması ve öğütücüden alınması koruyucu bir gaz atmosferinde yapılmalıdır (Hightower, 1997; Suryanarayana, 2001).

Öğütme süresi en önemli parametredir. En genel olarak iç yapıda meydana gelen düzen (partikül boyutu, kristal boyutu gibi) mekanik alaşımlama süresine bağlıdır ve başlangıç tozlarının boyutu önemini kaybetmektedir. Normalde tozların kırılma ve kaynama sonucunda kararlı fazın oluşturması için yeterli miktarda süre öğütme işlemi yapılır. Ancak bu süre kullanılan öğütücü cinsine, bilya-toz oranına, öğütme verimine ve öğütme sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir. Bu süre tüm bu parametreler göz önüne alınarak belirlenmelidir. Buna ek olarak uzun süren mekanik alaşımlama süreleri sonunda kirlenme seviyesi artabilir ve istenmeyen fazlar sistemde oluşabilir. Bu nedenle üretilmek istenen toz gerektiği kadar bir süre öğütülmelidir (Suryanarayana, 2001).

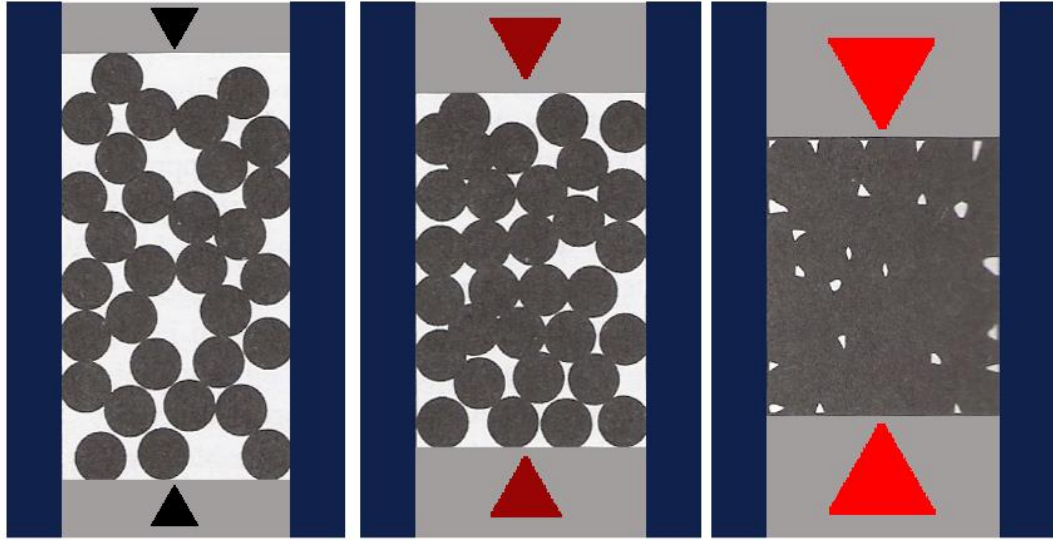
Bağlayıcı benzeri kontrol ajanlarının kullanımı mekanik alaşımlamada bir diğer parametredir. Genel olarak sünek malzemeler oluşan yüksek miktardaki plastik deformasyonun etkisi ile birbirine soğuk kaynarlar. Ancak uygun alaşımlama soğuk kaynama ve kırılma arasındaki denge sağlandığında gerçekleşir. Bu nedenle proses kontrol ajanlarının ilavesi ile soğuk kaynama miktarı azaltılmaktadır. Bunlar katılar, sıvılar ya da gazlar olabilir. Genellikle yüzey aktif organik bileşikler olup malzeme yüzeyini kaplayarak toz partikülleri arasındaki soğuk kaynamayı azaltmakta ayrıca aglomerasyonu da engellemektedir (Suryanarayana, 2001; Eskandarany, 2001, Soni, 2001; German, 2009).

1.2.7.3 Tozların kompaktlanması

Karıştırma ve öğütme işleminin ardından tozlar sinter öncesi şekillendirilmek amacıyla preslenirler. Bu aşama toz metalurjisinde en kritik aşamadır çünkü bu kademede elde edilecek ürünün yoğunluğu ve yoğunluk dağılımının düzgün olması sağlanmaktadır. Son ürün özellikleri yoğunluğa bağlıdır ve iyi özellikler elde edebilmek için homojen bir yoğunluk dağılımı sağlanmalıdır (Newkirk, 2004). Şekil 1.23’de presleme kademeleri gösterilmektedir. Şekil 1.24’de ise uygulanan kuvvetin artması ile partiküllerin davranışı görülmektedir (German, 1994).



Şekil 1.23 : Tek yönlü presleme ile üretim kademeleri (German, 2001).



Şekil 1.24 : Presleme esnasında tozların paketlenme görünümü (German, 1994).

Presleme kademesinin şu temel fonksiyonları vardır:

- Tozları istenen şekle getirme,
- Mümkün olduğunca sinterleme kademesi de göz önünde bulundurularak istenen son boyutlarda malzeme üretimini sağlamak,
- İstenen düzeyde porozite miktarına sahip malzeme üretmek,
- Bir sonraki aşamaya taşıma için yeterli dayanımı sağlamak.

Geleneksel presleme yöntemlerinde basınç genellikle tek yönlü olarak uygulanır. Birçok mekanik ya da hidrolik preste sabit kalıplar kullanılmaktadır. Presleme işlemi sonrasında sadece fiziksel bağlanma meydana gelir ve preslenmiş numuneler oldukça fazla porozite içermektedir (Upadhyaya, 2011; German 1994).

1.2.7.4 Kompaktlanan tozların sinterlenmesi

Sinterleme, ısı enerjisi uygulayarak metal ya da seramik tozlarından oluşan bileşimlerden yoğun malzemeler elde etme tekniğidir. Son yıllardaki malzeme gelişimi, malzeme sentezinin ve üretim süreçlerinin önemini arttırdıkça malzeme üretiminde sinterlemenin önemi artmıştır (Kang, 2005).

Sinterleme insan tarihindeki en eski teknolojilerden birisidir ve çanak, çömlek pişirilmesi ile başlamaktadır. Ayrıca sünger demirden yapılan aletler de sinterleme sayesinde üretilmiştir. Ancak 1940’lardan sonra sinterleme temel ve bilimsel olarak araştırma konusu olmaya başlamıştır. Bu tarihten itibaren sinterleme teknolojisinde dikkate değer ilerlemeler olmuştur. Modern endüstride sinterlemenin

en önemli ve yararlı kullanım alanları toz metalurjisi ya da seramik içerikli her türlü sinterlenmiş parçanın üretimine imkan vermesidir (Kang, 2005).

Sinterlemenin temel amacı kompakt malzemedeki porozitelerin azaltılmasıdır (Upadhyaya, 2000). Sinterleme, genel olarak $T > 0,5T_m$ (K) olacak sıcaklıklarda toz kompaktlara ısıtma işlemi uygulanmasına denir. Uygulanan sıcaklıklarda difüzyon kontrollü kütle taşınımının meydana gelmelidir. Ancak sinterleme bölgesel olarak sadece tanelerin temas eden yüzeylerinde meydana gelmektedir (Chen, 2000).

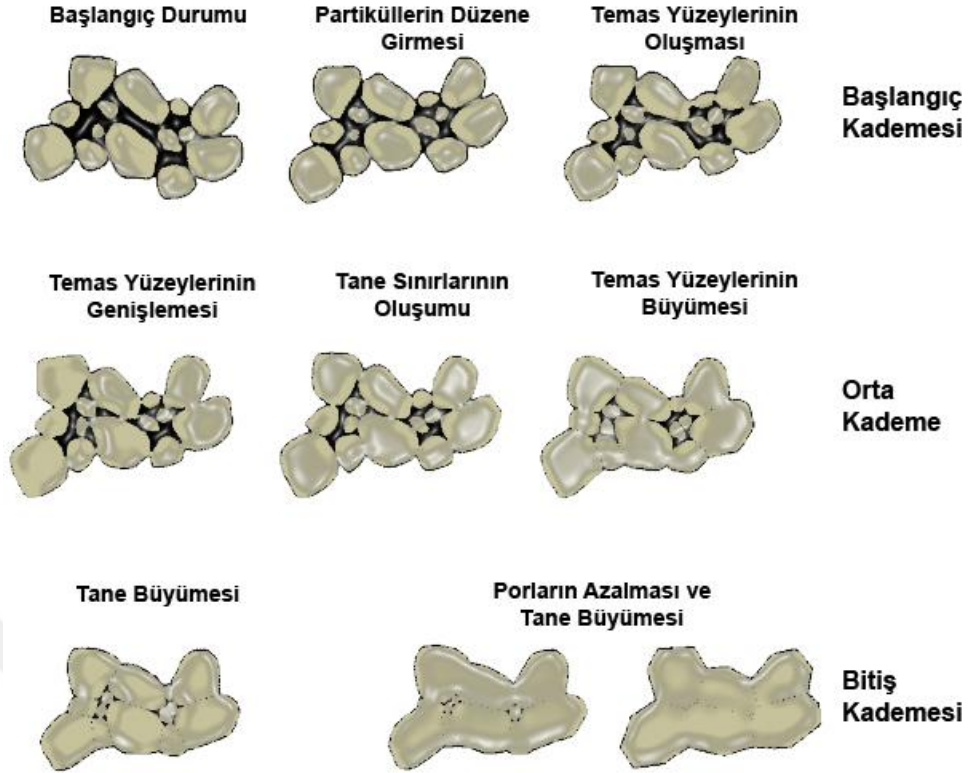
Sinterleme süreçleri malzemelerde bazı istenen ya da istenmeyen gelişmelerle birlikte oluşmaktadır.

En büyük değişimler:

- Dayanım, elastik modül,
- Sertlik, kırılma tokluğu,
- Elektrik ve termal iletkenlik,
- Sıvı ve gaz geçirgenliği,
- Ortalama tane sayısı, boyutu ve şekli,
- Tane sınırlarının ve şeklinin dağılımı,
- Ortalama por boyutu ve şekli,
- Por boyutu ve şeklinin dağılımı,
- Kimyasal bileşim ve kristal yapı.

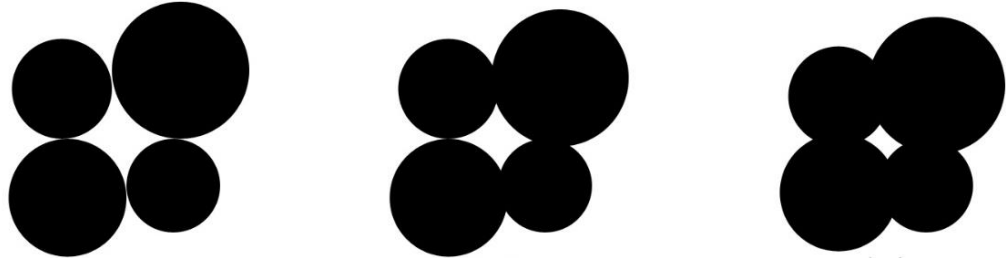
Sinterleme çok genel olarak kullanılmasına rağmen oldukça karmaşık bir mekanizmadır. Sinterlemenin temel mekanizması günümüzde halen bir tartışma konusu olmaya devam etmektedir. Sinterleme mekanizmaları üzerine yapılan çalışmalar güncelliğini korumaktadır.

Şekil 1.25'te sinterleme kademeleri şekilsel olarak gösterilmektedir. Sinterleme esnasında malzemede bulunan por miktarındaki ve geometrisindeki değişim çeşitli tekniklerle dilatometre çalışmaları, gaz absorpsiyonu, porozimetre, mikroskopi gibi tekniklerle kontrol ve karakterize edilebilir.



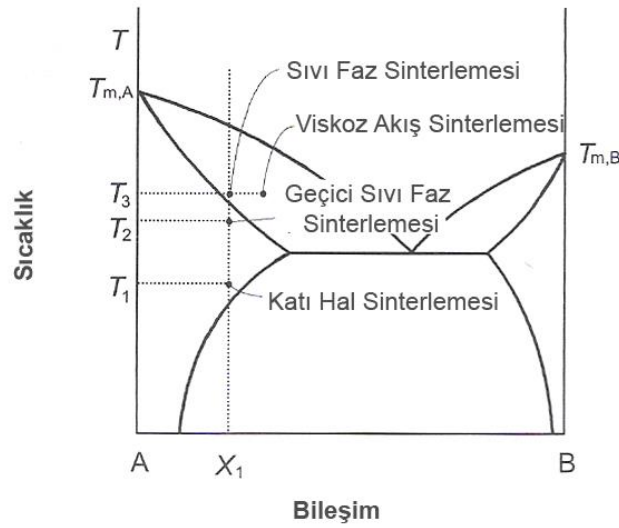
Şekil 1.25 : Sinterlemenin farklı kademelerinin şekilsel gösterimi (Kang, 2005).

Şekil 1.26’da sinterleme esnasında partiküller arasında meydana gelen boyun oluşumunu şematik olarak gösterilmiştir (German, 2009).



Şekil 1.26 : Sinterleme esnasında tozlarda meydana gelen boyun oluşumu (German, 2009).

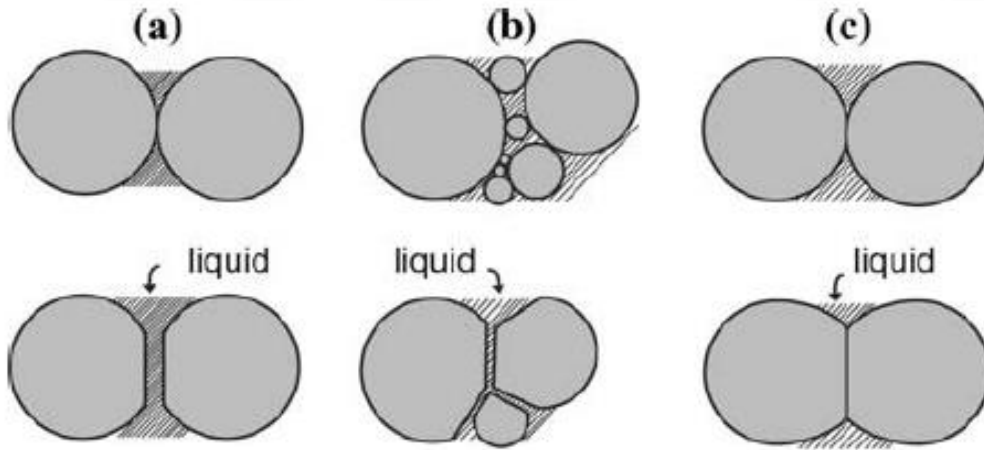
Temel olarak sinterleme prosesi iki gruba ayrılabilir. Bunlar katı hal sinterlenmesi ve sıvı faz sinterlemesidir. Katı hal sinterlemesi toz kompaktın uygulanan sinterleme sıcaklığında katı haldeyken yoğunlaşmasıdır, sıvı faz sinterlemesinde ise sinterleme esnasında toz kompaktta sıvı fazın oluşması durumudur. Katı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesinin yanında viskoz akış sinterlemesi ve geçici sıvı faz sinterlemesi gibi yöntemlerde uygulanabilmektedir. Şekil 1.27’te değişik sinterleme mekanizmalarının faz diyagramı üzerinde örneklenmiştir.



Şekil 1.27 : Farklı sinterlenme mekanizmalarının faz diyagramında temsili gösterimi (Kang, 2005).

Bu şekilde T_1 sıcaklığında ve X_1 bileşiminde A ve B malzemeleri arasında kırtı hal sinterlemesi meydana gelmektedir. T_3 sıcaklığında ise aynı bileşimdeki malzemede sıvı faz sinterlemesi meydana gelmektedir (Kang, 2005).

Şekil 1.28’de kırtı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesi için şematik partikül yapıları görölmektedir (German, 2009).



Şekil 1.28 : Kırtı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesi şekilsel gösterimi (German, 2009).

Sinterleme kinetiği genel olarak bazı parametreler ile belirlenmektedir. Bunlar preslenmiş yoğunluk, malzeme, partikül boyutu, sinterleme atmosferi ve sinterleme sıcaklığıdır. Çalışma büyük oranda koruyucu gaz atmosferinde gerçekleştirilmektedir. Metal ve alaşımların ergime sıcaklığının %60 - %90 düzeyi bir sıcaklıkta sinterleme işlemi yapılmaktadır. Ancak düşük ergime sıcaklığına sahip malzemelerde bu sinterleme sıcaklığı ergime sıcaklığından daha yüksek seçilebilmektedir. Buna bağlı

olarak ta sıvı faz sinterlemesi uygulanmış olmaktadır ancak malzeme şeklini bozmamak amacıyla da oluşacak sıvı faz miktarı da kontrol edilmelidir. Doğru sinterleme sıcaklığının seçilmesi de malzemeye yoğunluk kazandırmada önemli bir parametredir. Yüksek sıcaklıklar daha hızlı yoğunlaşmayı sağlarken bozulma miktarını da arttırmaktadır. Bu bozulma miktarı arttıkça aşırı tane büyümesi ve buna bağlı olarak büyük tanelerin arasına sıkışmış porlar oluşabilmektedir. Bu prosesi hızlı olmasından dolayı sinter sonrası ulaşılabilinecek yoğunluk sınırlanmış olabilir (Aikin, 1991; Upadhyaya, 2000).

Sinterleme çalışması birçok değişkenin göz önünde bulundurularak belirlenmesi gereken bir yöntemdir (Kang, 2005). Sinterlemede ısıtma rejiminin, sıcaklığın, sürenin ve atmosferin kontrolü tekrarlanabilir sonuçlar almak açısından önemlidir (German, 1994).



2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1 Deneysel Yöntem

Demir esaslı şekil bellek alaşım sistemleri genel olarak geleneksel metalürjik süreçler ile üretilmektedir ve toz metalürjisi kullanılarak gerçekleştirilen üretim çalışmaları oldukça az sayıdadır. Buna ek olarak mekanik alaşımlama gibi ileri toz metalürji tekniği ile üretimi ile ilgili literatürde çok büyük bir boşluk vardır ve günümüze kadar yapılmış çalışmalar yok denecek kadar azdır. Döküm yöntemi ile üretimde segregasyon oluşumu riski çok yüksektir. Malzeme de meydana gelen bu şekilde homojen olmayana bölgelerin varlığı, malzemedeki şekil bellek etkisini etkilemekte bu durumda malzemenin beklenen şekil bellek etkisinin gösterememesi anlamına gelmektedir. Bu nedenle malzeme homojenizasyonunun çok daha kolay bir şekilde gerçekleştirilebileceği toz metalürjisi tekniği yöntem olarak seçilmiştir. Yüksek enerjili öğütme teknikleri, toz metalürji yöntemleri içerisinde homojenizasyonun en verimli şekilde gerçekleştirilebildiği sistemlerin başında gelmektedir bu amaç doğrultusunda mekanik alaşımlama (MA) toz metalürjisi üretim yöntemi olarak seçilmiştir.

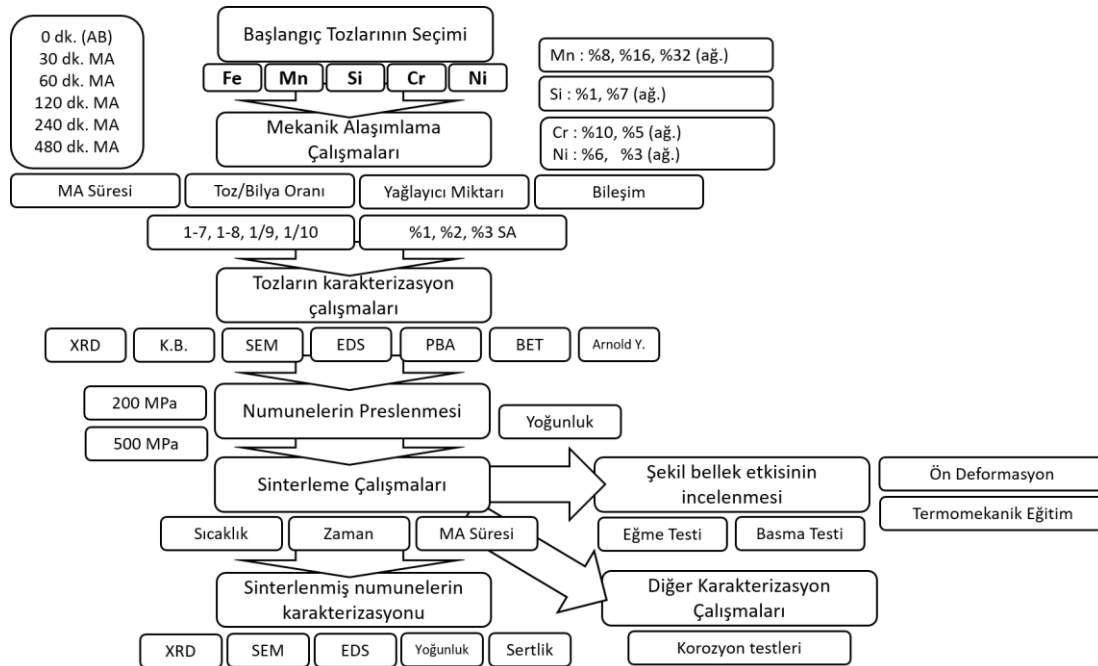
Çalışma kapsamında seçilmiş bileşimde toz karışımları, farklı sürelerde mekanik alaşımlanmıştır. MA sonucu elde edilen tozların karakterizasyonu ile uygun mekanik alaşımlama süresi optimize edilmiştir. Buna ek olarak mekanik alaşımlama parametresi olarak yağlayıcı ilavesinin prosese etkisi incelenmiştir. Proses optimizasyon çalışmaları esnasında tozların karakterizasyonu amacıyla X-ışınları difraktometresi (XRD), optik mikroskop (OM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları yanında partikül boyut analizi (PBA), yüksek çözünürlüklü yüzey alanı ölçümleri (BET) ve piknometrik toz yoğunluk ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

Şekillendirme amacıyla tek eksenli soğuk presleme seçilmiştir. Düşük maliyetli bir sistem olmasının yanında farklı bileşimde malzemelerin standart olarak üretilebilmesi için de uygun bir yöntem olarak seçilmiştir. Numuneler basma deneyleri ve genel karakterizasyon çalışmaları için uygun bir şekil olması bakımından silindir şeklinde

kompaktlanmıştır. Bunun yanında şekil bellek oranlarının hesaplanması amacıyla özel olarak yaptırılan dikdörtgen kalıp kullanılarak şekillendirilmiştir. Presleme çalışmaları sonrası yoğunluk ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

Presleme sonrası numunelerin sinterlenme koşullarının belirlenmesi amacıyla dilatometrik ölçümler gerçekleştirilmiştir. Dilatometre sonucunda uygunluğuna karar verilen sinterleme koşulu devam eden çalışmalarda kullanılacak tüm numune sinterleme çalışmalarında standart olarak kullanılmıştır. Sinter sonrası numunelere faz analizleri ve elektron mikroskobisi testleri gerçekleştirilmiştir. Buna ek olarak numunelerin piknometrik yoğunluk ölçümleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlarla sinterlenme oranının hesaplanmıştır.

Numunelerin şekil bellek etkisinin incelenmesinde standartlaşmış bir test yöntemi olmamasının yanı sıra literatürde en genel olarak kullanılan teknik basma testi ile numunelerin deformasyonu ve sonrasında uygulanan ısıtıl işlem sonra geri kazanılan şekil etkisinin hesaplanmasına dayanmaktadır. Bunun yanında eğme testi ile gerçekleştirilen deformasyon sonrası numunelere ısıtıl işlem uygulanması ve şekil bellek oranları tespiti de deneysel çalışmalar kapsamında farklı bir yöntem olarak uygulanmıştır. Üretilen ŞBA'ların mekanik alaşımlama, presleme, sinterleme ve karakterizasyon süreçlerine yönelik akım şeması Şekil 2.1.'de gösterilmiştir



Şekil 2.1 : Deneysel çalışmaların akım şeması.

2.2 Malzeme Seçimi ve Deneysel Bileşimlerin Belirlenmesi

Çalışma Fe-Mn-Si esaslı sistemlerde şekil bellek etkisinin uygulanan üretim yöntemi olan mekanik alaşımlama proses parametrelerinin etkisi incelenecektir. Buna ek olarak elde edilen alaşımların korozyon dayanımını arttırmak ve şekil bellek oranına etkisini incelemek amacıyla Cr ve Ni ilavesi gerçekleştirilecektir.

Çalışma kapsamında 3 farklı Mn (%8, %16, %32) ilavesi miktarı ve 2 farklı Si (%1, %7) ilavesi Fe matris içerisine karıştırılacak şekilde denenmiştir. Seçilen bileşimlere ayrıca iki farklı oranda Cr (%5, %10) ve Ni (%3, %6) ilavesi gerçekleştirilmiştir. Cr ve Ni ilavesi gerçekleştirilirken Fe-Mn-Si bileşimi sabit kalacak şekilde oran hesabı yapılmıştır. Denenen Fe-Mn-Si ve Fe-Mn-Si-Cr-Ni bileşimleri Çizelge 2.1 ve 2.2’de verilmiştir.

Ayrıca proses optimizasyon çalışmaları kapsamında polimer yağlayıcı ilavesinin öğütme çalışmalarına etkisi incelenmiştir. Buna ek olarak farklı mekanik alaşımlama süreleri incelenmiş ve farklı bilya-toz oranları kullanılarak en verimli öğütme parametreleri seçilmeye çalışılmıştır.

Çizelge 2.1 : Fe-Mn-Si bileşim oran tablosu ve numune kodlaması.

Numune Kodu	Fe (%ağ.)	Mn(%ağ.)	Si(%ağ.)
Fe8Mn7Si	85	8	7
Fe8Mn1Si	91	8	1
Fe16Mn7Si	77	16	7
Fe16Mn1Si	83	16	1
Fe32Mn7Si	61	32	7
Fe32Mn1Si	67	32	1

Çizelge 2.2 : Fe-Mn-Si-Ni-Cr bileşim oran tablosu ve numune kodlaması.

Numune Kodu	Fe(%ağ.)	Mn(%ağ.)	Si(%ağ.)	Cr(%ağ.)	Ni(%ağ.)
Fe7Mn6Si9Cr5Ni	73	7	6	9	5
Fe8Mn6Si5Cr3Ni	78	8	6	5	3
Fe7Mn1Si9Cr5Ni	78	7	1	9	5
Fe8Mn1Si5Cr3Ni	83	8	1	5	3
Fe14Mn6Si9Cr5Ni	66	14	6	9	5
Fe15Mn6Si5Cr3Ni	71	15	6	5	3
Fe14Mn1Si9Cr5Ni	71	14	1	9	5
Fe15Mn1Si5Cr3Ni	76	15	1	5	3
Fe31Mn6Si9Cr5Ni	49	31	6	9	5
Fe32Mn6Si5Cr3Ni	54	32	6	5	3
Fe31Mn1Si9Cr5Ni	54	31	1	9	5
Fe32Mn1Si5Cr3Ni	59	32	1	5	3

2.3 Mekanik Alaşımlama Çalışmaları

Bu çalışmada üretilen kompozit tozlar Spex™ 8000D model (Şekil 2.2a) öğütücü kullanılarak 1200 devir/dakika hızda mekanik olarak alaşımlanmışlardır. MA ile 30, 60, 120, 240 ve 480 dakika sürelerde öğütülmüş numuneler üretilmiştir. Öğütücü ortam olarak paslanmaz çelik öğütücü kap ve paslanmaz çelik bilyalar (~6 mm çap) kullanılmıştır. Yapılan çalışmalarda aşınma ve kontaminasyon durumunun kontrolü için her öğütme çalışması sonrası temizlenen bilyalar ve kaplar ayrı olarak tartılmış ve Fe-Mn-Si esaslı sistemler için kullanılan paslanmaz çelik sistemde aşınma olmadığı ve ilgili sistem için uygun bir malzeme olduğuna karar verilmiştir. Çalışmada kullanılacak bilya/toz oranı olarak 1/6, 1/7, 1/8, 1/9 ve 1/10 oranları denenmiş sonuç olarak 1/10 oranında öğütme çalışmalarının en verimli şekilde gerçekleştirildiği belirlenmiştir. Bunun üstündeki bilya oranlarında kaplar içerisinde yeterli miktarda boşluk kalmadığı gözlemlenmiş bu sebeple yüksek oranlar tercih edilmemiştir. Bilya toz oranının seçilmesinin ardından öğütme prosesine yağlayıcı ilavesinin etkisi incelenmiştir. Bu amaçla %1, %2 ve %3 oranlarında bağlayıcı ilave edilmiştir. Bağlayıcı ilavesi düşük bir miktarda partikül boyutunda düşüş sağlasa da katı hal çözelti oluşumuna kritik bir etkisi gözlemlenmemiştir. Bu sebeple malzemeyi karbon kontaminasyonu riskinden korumak ve ek bağlayıcı giderme prosesine ihtiyacın kaldırılması amacıyla öğütme çalışmalarında bağlayıcı kullanılmamasına karar verilmiştir. Tüm koşullarda öğütme kaplarında sıvanma ve aşınma gibi sorunların oluşmadığı gözlemlenmiştir. Oksitlenme Fe-Mn-Si esaslı sistemlerin öğütülmesinde kaçınılması gereken ve istenmeyen bir durumdur. MA esnasında tozların hava ile teması ile oluşabilecek oksitlenmeleri önlemek amacıyla öğütme işlemine başlanmadan önce tozlar “Plaslabs™” (Şekil 2.2b) marka kapalı ortam kutusuna alınmıştır. Mekanik pompa yardımıyla kapalı ortam kutusundaki hava vakumlandıktan sonra yüksek safiyette argon (Ar) gazı ile doldurulmuştur. Tozlar öğütme kavanozlarına bu ortam altında yerleştirilmişlerdir ve kavanozlar kapalı ortam kutusunda kapatılmış ve hava ile tozların teması engellenmiştir. Mekanik alaşımlama işlemleri bittikten sonra, tozlar yine aynı şartlar altında açılarak yapılacak deneyler için gerekli miktarlarda çıkarılmıştır. Şekil 2.2a’da mekanik alaşımlama işlemlerinin gerçekleştirildiği çift kavanozlu Spex™ 8000D yüksek enerjili bilyalı öğütücü cihazı ile tozların hava şartlarından etkilenmemesi için harmanlanıp, kavanoza konuldukları

ve mekanik alaşımlama işlemleri sonrasında kavanozlardan çıkartıldıkları “Plaslabs™” kapalı ortam kutusu Şekil 2.2’de görülmektedir.



Şekil 2.2 : (a) Yüksek enerjili öğütme sistemi, (b) kapalı ortam kutusu.

2.4 Toz Karakterizasyon Deneyleri

2.4.1 Partikül boyut ölçümü

Başlangıç tozlarının ve mekanik alaşımlanmış tozlarının partikül boyut dağılım ölçümleri Malvern Instruments™ marka Mastersizer 2000 (Şekil 2.3) model lazer partikül boyut ölçüm cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Işığın kırınımı prensibi ile çalışan lazer partikül boyut ölçümü en verimli ve kolay partikül boyut ölçüm yöntemlerinden birisidir. Çözelti içerisinde asılı halde duran partiküller pompa yardımı ile lazer kaynağının önündeki merceklerden geçer. Bu aşamada kırılan ve geri saçılan lazer ışınlarının açısı ve şiddeti detektörler yardımı ile ölçülür. Elde edilen verilerden Mie teorisi yardımıyla partikül boyut dağılımı hesaplanır (German, 1994). Başlangıçta bu sistemlerin çalışma aralığı 1-250 μm gibi dar bir aralıkta bulunmasına rağmen gelişen sensör teknolojileri yardımıyla efektif olarak 0,01 ile 5000 μm arası partikül boyut ölçümleri gerçekleştirilebilmektedir (Ironi, 1963). Partikül boyut ölçümlerinde dikkat edilmesi gereken bazı hususlar bulunmaktadır. Öncelikli olarak partiküllerin sıvı içerisinde homojen ve aglomere olmadan dağıtılması gerekmektedir. Partikül boyut ölçümleri içilebilir seviyede işlenmiş su ortamında yapılmıştır. Cihazda ölçüme başlamadan önce tozlar Bandalin Sonorex marka ultrasonik banyo ve homojenizatörde bekletilerek aglomerasyonların dağıtılması amaçlanmıştır. Tozlarda meydana gelen aglomerasyonları engellemek amacıyla tozlar 10 dakika ultrasonik banyoda bekletilmiş ve ardından ultrasonik homojenizatör kullanılarak aglomerasyonların

mümkün olduğunca dağıtılması sağlanmıştır bundan sonra partikül boyut ölçümleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.3 : Lazer partikül boyut ölçüm cihazı.

2.4.2 X-ışınları analizi

Karakterizasyon çalışmaları kapsamında üretilen mekanik alaşımlanmış tozların faz analizleri BRUKER™ D8-Advance X-ışınları difraktometresi (Şekil 2.4) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Standart $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda_{\text{K}\alpha 1} = 0,154056 \text{ nm}$), 40 kV ve 40 mA şartlarında 2θ , $20\text{-}120^\circ$ aralığında $0,02^\circ$ adım aralığı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Mekanik alaşımlama ile tozlarda meydana gelen kristalografik değişimler X-ışınları analizi ile gözlemlenmiştir. Tozların yanında sinterlenmiş numunelerde de faz analizleri X-ışınları tekniği ile gerçekleştirilmiştir. Buna ek olarak deneysel çalışmalarda kullanılan malzemenin kristalit boyutları TOPAS 3 (Bruker AXS) programı kullanılarak hesaplanmıştır. Kristalit boyutları hesaplanmasında XRD piklerinin genişlemesi prensibine dayanan eşitlik 2.1’de verilen modifiye Scherrer formülasyonu kullanılmıştır (Suryanarayana ve Norton, 1998).

$$B_r = \frac{k\lambda}{L \cdot \cos \theta} + \eta \quad (2.1)$$

Burada B_r kristalit boyut azalması ve latis gerilmesi sebebiyle oluşan toplam pik genişlemesi, λ X-ışını dalga boyu, L kristalin boyutu, k sabit ve θ difraksiyon açısı.

Sinter sonrası numunelerin karakterizasyon çalışması yine aynı koşullarda X-ışınları difraksiyon cihazı kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 2.4 : X-ışınları difraktometresi.

2.4.3 Taramalı elektron mikroskobu çalışmaları

Taramalı elektron mikroskobu partiküllerin boyut, şekil ve elementlerin yapı içerisindeki dağılımının incelenmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir. Toz morfolojisinin öğütme süresine bağlı olarak değişimi incelenmiştir. Numune hazırlanması aşamasında elde edilen alaşım tozları küçük bir karbon bant üzerine ince bir tabaka oluşturacak şekilde serpilmiştir. Taramalı elektron mikroskop çalışmaları (SEM) Jeol™-JCM-6000 model cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Şekil 2.5’de Jeol™-JCM-6000 cihazı görülmektedir.

Sinterlenmiş numuneler metalografik olarak elle hazırlandıktan sonra HF çözeltisi ile dağlanmış, ardından elektron mikroskobu çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Sinterlenmiş numunelerin SEM çalışmaları ikincil elektron (SE) ve geri saçılan elektron (BEI) modları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Numunelere ayrıca enerji dağılım spektrometresi (EDS) kullanılarak kantitatif analiz yapılmıştır.



Şekil 2.5 : Taramalı elektron mikroskobu.

2.5 Tozların kompaktlanması

Mekanik alaşımlanmış tozlar 500 MPa basınç altında yaklaşık 12 mm çapında silindirik paslanmaz çelik kalıplar içerisinde, kalıp duvarları yağlanmış 10 tonluk hidrolik el presi (MSE marka) kullanımı ile soğuk preslenmişlerdir. Buna ek olarak şekil bellek oranının hesaplanabilmesi için 4x40 mm boyutlarında dikdörtgen özel bir kalıp yaptırılmıştır. Bu kalıp kullanılarak tozlar 200 ve 500 MPa basınç ile preslenmiştir. Şekil 2.6’da bu çalışmalarda kullanılan hidrolik pres görülmektedir



Şekil 2.6 : Tek eksenli hidrolik el presi.

2.5.1 Yoğunluk ölçümleri

Preslenmiş tozların yaş yoğunlukları ve sinter yoğunlukları Şekil 2.7’de görülen Micromeritics marka AccuPyc II 1340 model helyum gaz piknometresi yardımıyla ölçülmüştür. Piknometre yoğunluğu, ağırlığı bilinen bir tozun ya da malzemenin bilinen bir hacimdeki gaza oranla kapladığı hacmin hesaplanması ile elde edilir. Piknometre çalışmalarında gerçekleştirilen hacim hesabında yapıdaki açık porlar da dâhil olur. Gazın ulaşamayacağı kapalı porlar ya da iç boşluklar bulunmaması durumunda bu yoğunluk gerçek yoğunluğa eşittir. Genellikle kullanılan helyum gazı yüksek yayınlılık göstermesinden dolayı büyük oranda açık porlar gaz ile doldurulabilmektedir.



Şekil 2.7 : Helyum gaz piknometresi.

2.6 Sinterleme Çalışmaları

Sinterleme çalışmalarına başlanmadan önce ilk olarak numunelerin sinterlenme davranışları incelenmesi amacıyla dilatometrik ölçümler gerçekleştirilmiştir. Dilatometre çalışmalarının sonucunda uygun sinterlenme rejiminin belirlenmesi ile birlikte üretilen tüm numuneler aynı ısıl işlem koşullarında sinterlenmiştir.

2.6.1 Dilatometre çalışmaları

İndirgeyici sinterleme atmosferine sahip olan Anter™1700 dilatometresi ile mekanik alaşımlanan (MA) tozların genel sinterleme davranışları ve boyutsal değişimleri test edilmiştir. Kullanılan dilatometre sisteminin görüntüsü Şekil 2.8’de sunulmuştur.



Şekil 2.8 : Dilatometre cihazı.

2.6.2 Numunelerin sinterlenmesi

Preslenmiş ham numunelerin sinterleme işlemleri hidrojen (H_2), azot (N_2) ve argon (Ar) gazları altında çalışan Linn™ 1800-M Vac Graphite kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen mekanik alaşımlanmış alaşımlar için dilatometre deneyleri sonucunda, uygun sinterleme sıcaklığı olarak 1150 °C belirlenmiştir. Sinterleme argon koruyucu gaz atmosferinde yapılmıştır. Buna ek olarak 800 °C sıcaklığında redüksiyon amacıyla H_2 gazı yarım saat süreyle sisteme verilmiştir. Şekil 2.9’da 1800 M Vac Graphite Linn™ fırınının fotoğrafı verilmiştir.

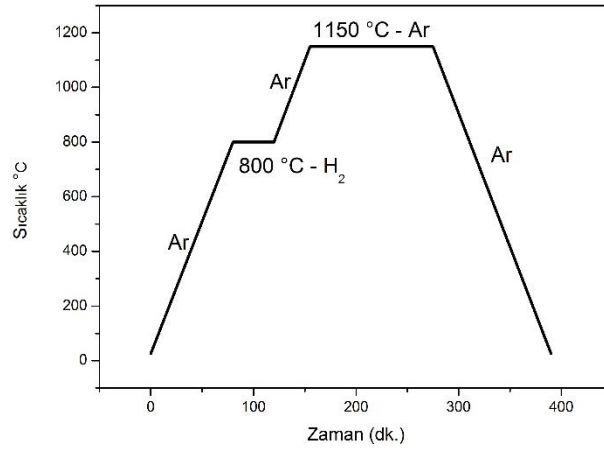
Yapılan deneylerde farklı atmosferlerin sinterleme davranışı üzerine etkisi incelenmiş ve sonuçta sinterleme davranışında ciddi bir değişim gözlenmemiştir. Buna ek olarak çeşitli numunelere uygulanan termal boyut değişimi deneyleri sonucunda her numunede boyutsal değişimin belirlenen 850 °C sıcaklığında meydana gelmeye başladığı gözlemlenmiştir. 850 °C sıcaklığına ulaşılmadan kısa bir süre önce boyutsal değişimin başladığı farklı alaşımlarda gözlenmiştir. Nispeten daha düşük sıcaklıklarda ciddi bir boyutsal farklılaşma meydana gelmemektedir. Bu yapılan deneyler doğrultusunda Şekil 4.21’de verilen sinterleme rejiminin numuneler için uygun bir sinterleme rejimi olduğuna karar verilmiştir.

Buna ek olarak sinterleme esnasında numunelerin mümkün olduğunca yüksek bir yoğunluğa ulaşılabilmesi için difüzyonun gerçekleşebilmesi için yeterli zaman olmalıdır bunun için en yüksek sıcaklık olan 1150 °C’ta 120 dakika beklenmiştir



Şekil 2.9 : Atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırını.

Numunelere uygulanan sinterleme rejimi Şekil 2.10’da verilmiştir.



Şekil 2.10 : Numunelere uygulanan sinterleme rejimi.

Numunelere uygulanan sinterleme rejimi incelendiğinde başlangıçta fırın 10 °C/dakika ısıtma hızında 150 °C’ye ulaşana kadar vakuma alınmıştır. Ardından argon koruyucu gazı sisteme verilerek yine 10 °C/dakika ısıtma hızı ile 800 °C’ye çıkılmış, bu sıcaklıkta yeterli miktarda redüksiyonun meydana gelebilmesi için 30 dakika beklenmiştir. Ardından sinter sıcaklığına 10 C/dak. ısıtma hızı ile Ar atmosferinde çıkılmıştır. Bu aşamada yeterli yoğunlaşmanın sağlanabilmesi için argon gazı altında 2 saatlik bir bekleme süresi uygulanmıştır. Ardından fırın yine argon gazı altında oda sıcaklığına kadar 10 °C/dakika’lık soğutma hızında soğutularak sinterleme işlemi tamamlanmıştır.

2.7 Sinter Sonrası Karakterizasyon çalışmaları

Sinterlenmiş numuneler uygun şekilde hazırlandıktan sonra yoğunluk ölçümleri, Faz ve mikro yapı analizleri gerçekleştirilmiştir.

2.7.1 Numune hazırlama

Sinterlenmiş numunelerin karakterizasyonunda 300, 600, 800 ve 1200’lük SiC zımparalarla yüzeyi hazırlanan numuneler çuha ile, 3µm’lik Al₂O₃ kullanılarak parlatılmıştır. Numuneler SEM çalışması öncesinde HF çözeltisi kullanılarak (100 ml saf su, 3ml HF) dağlanmıştır. Mikro yapı ve faz karakterizasyonları optik mikroskop (OM), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve X-ışınları difraktometresi (XRD) destekli analizler ile gerçekleştirilmiştir. Sinterlenmiş numuneler öncelikle Struers™ Labopress-1 bakalite alma cihazı (Şekil 2.11.a) ile Struers™ Epofix reçine yardımıyla

metalografik işlemler için soğuk bakalite alınmışlar ve Struers™ Tegrapol-15 (Şekil 2.11.b) parlatma cihazı kullanımı ile mikroyapısal gözlemler için parlatılmışlardır



Şekil 2.11 : (a) bakalite alma sistemi, (b) numune parlatma sistemi.

2.7.2 Yoğunluk ölçümleri

Numunelerin sinter sonrası yoğunluk ölçümleri Precisa marka hassa terazinin arşimet yoğunluk ölçümü ekipmanları kullanılarak ve helyum gaz piknometresi kullanılarak hesaplanmıştır. Şekil 2.12’de kullanılan hassas terazi görülmektedir



Şekil 2.12 : Arşimet kitli hassas terazi sistemi.

2.7.3 Mikrosertlik ölçümleri

Sinterlenmiş alaşımların mikrosertlik ölçümleri, Shimadzu™ Mikrosertlik test ekipmanında Vickers uç kullanımı tozlar için 1 kg’lık yük altında 10 saniye süre ile gerçekleştirilmiş olup, en az 10 başarılı sertlik ölçümünün ortalaması alınarak

hesaplanmıştır. Şekil 2.13’de mikrosertlik ölçümlerinin gerçekleştirildiği cihaz olan Shimadzu™ Mikrosertlik test cihazı görülmektedir



Şekil 2.13 : Vickers uçlu mikrosertlik test sistemi.

2.7.4 Korozyon dayanımı

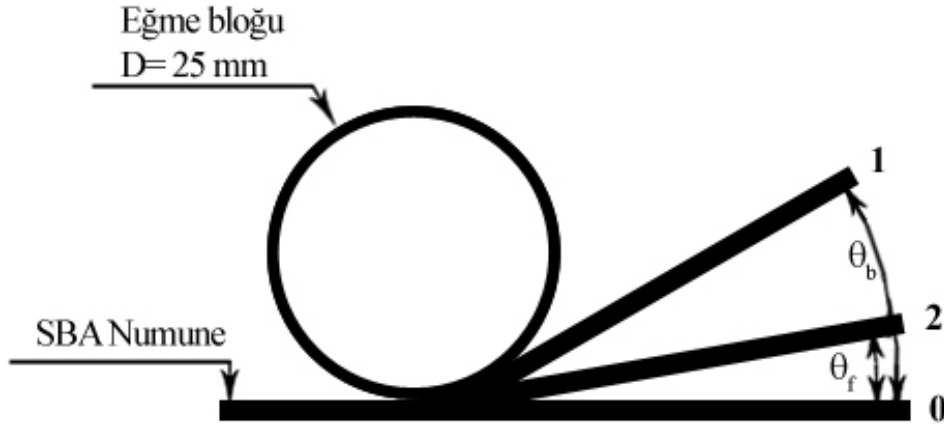
Numunelerin korozyon dayanımı tuz spreyi tekniği kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Buna göre kurulan deney düzeneğinde ağırlıkça %3,5’lik bir tuz banyosu oluşturulmuş. Bir yüzeyi film ile kapatılmış numuneler banyo üzetine yerleştirilmiştir. Tuz banyosu ısıtılıp karıştırılırken numuneler 48 saat süre bekletilmiş ardından malzemelerin korozyon davranışları incelenmiştir.

2.8 Şekil Bellek Etkisinin Hesaplanması

2.8.1 Eğme test yöntemi

Elde edilen numunelerin şekil bellek etkilerinin incelenmesinde standartlaşmış bir karakterizasyon tekniği bulunmaması sebebiyle özgün bir yöntem tasarlanmıştır. Numuneler 4x40 mm boyutlarında preslenip sinterlendirdikten sonra zımpara ile dış yüzeyi temizlenmiş ve numune yüksekliği yaklaşık 300 µm numune kalınlığına indirilmiştir. Literatürde standart olarak bir test numunesi ölçüsü bulunmadığından bu ölçüler numuneler arası karşılaştırma yapılabilmesi amacıyla benzer tutulmuştur. Elde edilen numuneler 25 mm çapında silindir çevresine 90° eğme açısına ulaşacak şekilde deforme edilmiştir. Kullanılan eğme test düzeneğinin şematik gösterimi Şekil 2.14’te

gösterilmektedir. Test düzeneğine göre θ_b deformasyon sonrası ölçülen eğrilik açısı ve θ_f ısıl işlem sonrası ölçülen eğrilik açısıdır.



Şekil 2.14 : Şekil bellek etkisinin incelenmesi amacıyla kullanılan eğme test yöntemi.

90°'lik ortalama deformasyon açısına göre numunelere uygulanan deformasyon miktarı eşitlik 2.1 yardımı ile hesaplanmıştır. Buna göre numuneler ortalama %3,2 civarında deformasyona uğratılmıştır.

Numunler tüp fırında 600 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen 10 dakikalık ısıl işlem sonrası eğrilik değişiminin ölçülmesi ile hesaplanmıştır. Kullanılan tüp fırın sistemi Şekil 2.15'te verilmiştir.



Şekil 2.15 : Şekil bellek etkisinin incelenmesi amacıyla kullanılan ısıl işlem fırını.

Eğme testi ile şekil bellek oranının hesaplanması çalışmaları numunelerin ısıtıl işlem sonucunda eğrilik açısındaki değişimin ölçülmesi ile hesaplanmıştır. Eğme testi yönteminde numunelerin şekil bellek oranı [%r] eşitlik 2.2 yardımıyla hesaplanmıştır.

$$r[\%] = \left[1 - \frac{\theta_f}{\theta_b} \right] \times 100 \quad (2.2)$$

θ_b deformasyon sonrası eğrilik açısı ve θ_f ısıtıl işlem ve toparlanma sonrası eğrilik açısıdır.

2.8.2 Basma test yöntemi

Şekil bellek etkisinin hesaplanmasında eğme testine alternatif ikinci bir teknik olarak basma testi gerçekleştirilmiştir. Basma deneyleri ShimadzuTM marka AG100KNG model (Şekil 2.16) 100KN maksimum kuvvetli üniversal test sistemi ile oda sıcaklığı koşullarında 0,5 mm/dak. basma hızında gerçekleştirilmiştir.

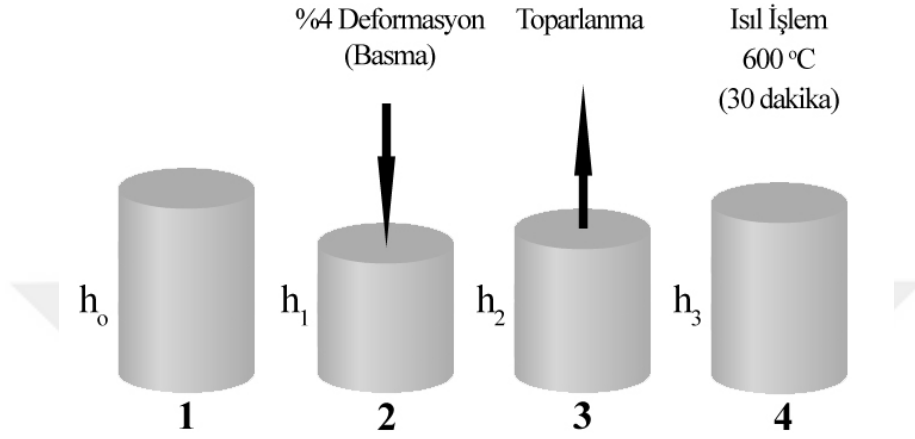


Şekil 2.16 : Numunelerin deformasyonu amacıyla kullanılan basma test cihazı.

Test esnasında maksimum %4'lük plastik deformasyon olacak şekilde numunelere yük uygulanmıştır. Yükün kaldırılması ile bir miktar elastik toparlanma meydana gelmiştir.

Deforme edilmiş numunelere dilatometrede 600 °C sıcaklığa ısıtılarak 10 dakika süreyle toparlanma ısıl işlemi uygulanmıştır.

Dilatometrik eğriler ile hesaplanan % şekil değişimi oranları kullanılarak, şekil bellek oranı hesaplanmıştır. Uygulanan basma test sisteminin şematik gösterimi Şekil 2.17’de verilmiştir.

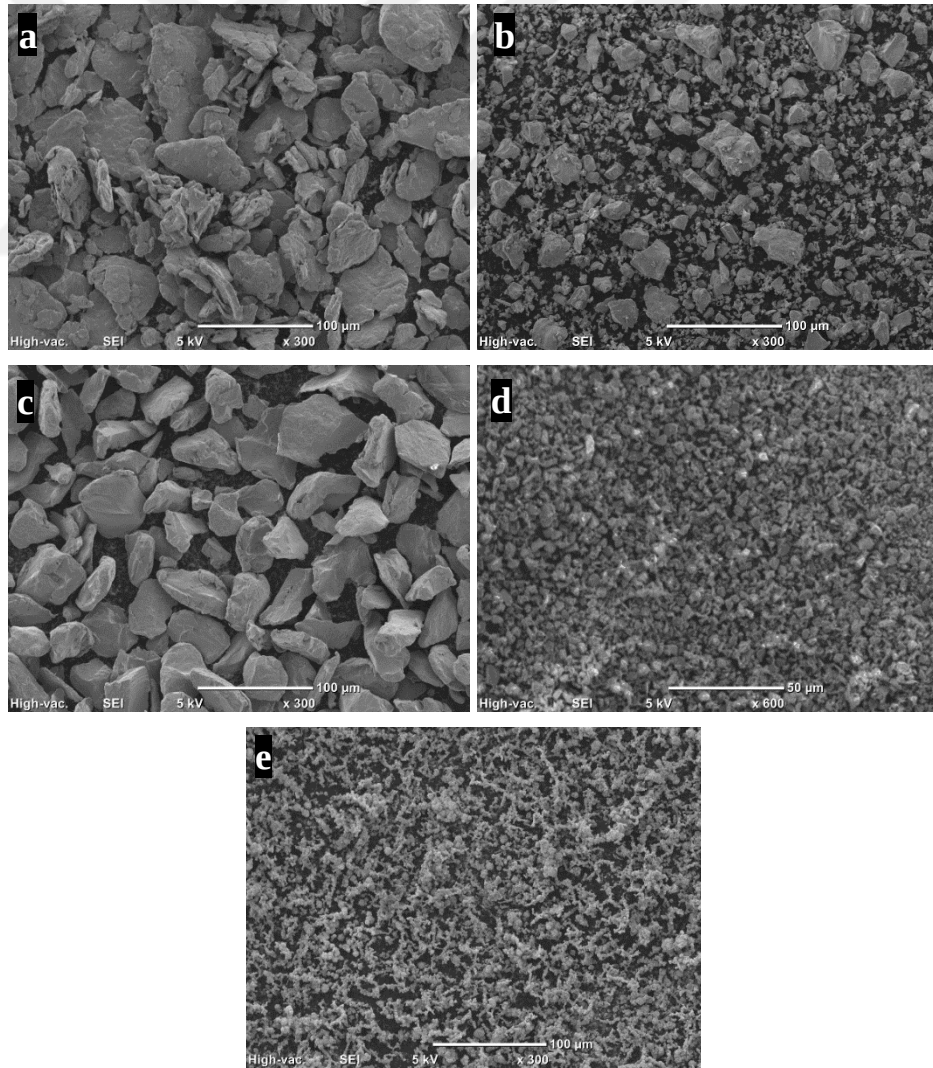


Şekil 2.17 : Şekil bellek etkisinin incelenmesi amacıyla kullanılan basma test yöntemi.

3. DENEYSEL SONUÇLARIN İRDELENMESİ

3.1 Başlangıç Tozlarını Karakterizasyonu

Sunulan tez çalışmasının deneysel süreçlerinde başlangıç tozları olarak Fe (74 μm , %99+ Alfa AesarTM), Mn (44 μm , %99,5 Alfa AesarTM), Si (44 μm , %99,9 Alfa AesarTM), Cr (44 μm , %99,9 Alfa AesarTM), Ni (3-5 μm , %99,9Alfa AesarTM) kullanılmıştır. Gerçekleştirilen SEM analizi ile başlangıç tozlarının partikül boyutları ve morfolojik görüntüleri incelenmiştir. Başlangıç tozların elektron mikroskobu görüntüleri Şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3.1 : Başlangıç tozlarının SEM fotoğrafları a) Fe, b) Mn, c) Si, d) Cr, e) Ni.

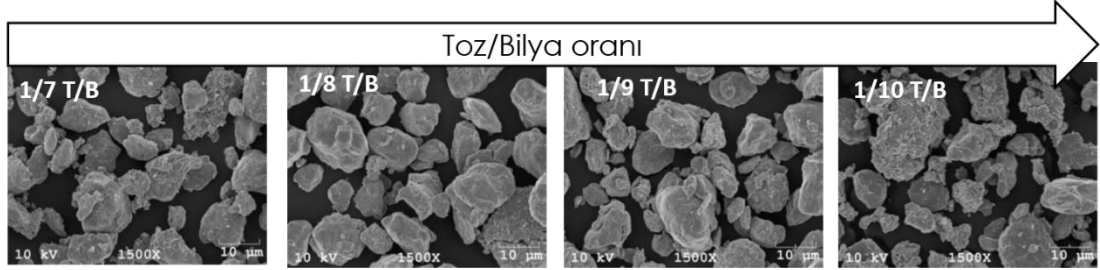
Bu fotoğraflara göre, başlangıç tozları partikül boyut ölçümleri ile yakın partikül boyut dağılımına sahip olduğu görülmektedir. Cr tozu büyük partiküllerin yanı sıra küçük fraksiyonda daha ince yapıda tozlarda barındırmaktadır. Bu çalışmada kullanılan toz malzemelerin partikül boyut ölçümleri işlenmiş su ortamında gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen partikül boyut ölçümü sonuçlarına göre Fe tozları (Şekil 3.1a) ortalama 72,9 μm partikül boyutuna sahiptir, demir tozu için d_{10} değeri ise 22 μm civarındadır. Elektron mikroskobu çalışmalarında nispeten küçük partiküller görülmesinin sebebi olarak tozlarda bir miktar aglomerasyon olması ve partikül boyut ölçümleri esnasında bunların dağıtılamamış olması ihtimali göz önünde bulundurulmalıdır. Mn tozu (Şekil 3.1b) ortalama 37,9 μm olarak ölçülmüştür ve bu durum elektron mikroskobisi çalışmaları ile uyushmaktadır. Silisyum tozunun ortalama partikül boyutu 43 μm (Şekil 3.1c) olarak ölçülmüş d_{10} , d_{50} ve d_{90} değerleri sırasıyla 24,3, 41,5 ve 62,9 μm 'dir. Krom tozunun (Şekil 3.1d) ortalama partikül boyutu 18,4 μm civarındadır ancak d_{10} değeri 4,8 μm ve d_{50} 16,9 μm seviyelerine kadar düşmektedir. Bu durum numunede büyük miktarda küçük partikül boyutu farksiyonu olduğunun bir göstergesidir ve SEM çalışmalarında görülen küçük partikülleri açıklayıcı niteliktedir. Nikel tozunun (Şekil 3.1e) ortalama partikül boyutu 3,6 μm olarak hesaplanmıştır. Genel olarak tozların dağılımı da 1,1 μm ile 6,2 μm arasında değişmektedir ve bu sonuç hem toz spesifikasyonları hem de SEM çalışmaları ile uyum göstermektedir.

3.2 Mekanik Alaşımlama Parametrelerinin İncelenmesi

Mekanik alaşımlama çalışmalarında en kısa süreli alaşımlama ile en yüksek verim ile malzeme üretiminin sağlanabilmesi amacıyla alaşımlama çalışmalarının optimizasyonu gerekli bir çalışmadır.

Bu amaç doğrultusunda öncelikle sistemin genel olarak MA davranışının belirlenmesinde çeşitli ön çalışmalar yapılmıştır. Burada incelenen parametreler farklı sistemler için denenmiş ve genel olarak tez çalışması kapsamında kullanılan tüm bileşimler için sabit tutulmuştur. İncelenen Toz/Bilya oranı ve bağlayıcı ilavesi tüm sistemler için değişken bir parametre olarak incelenmesi elde edilecek numune sayısını çok arttıracığından, tez çalışması kapsamında sabit parametreler olarak benimsenmiştir.

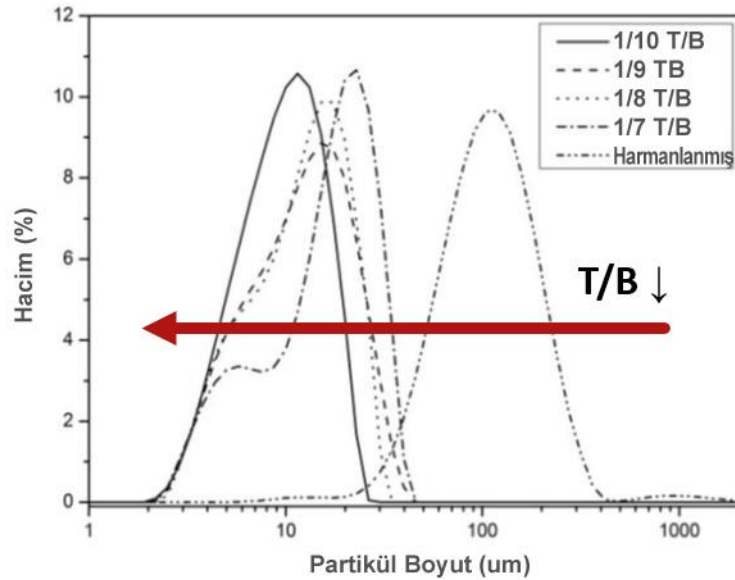
Çalışma kapsamında 1/7, 1/8, 1/9 ve 1/10 oranlarında bilya/toz miktarları denenmiştir. Buna bağlı olarak gerçekleştirilen MA çalışmaları sonucunda elde edilen toz morfolojilerine ait SEM görüntüleri Şekil 3.2’de sunulmuştur.



Şekil 3.2 : Farklı T/B oranlarına ait MA sonrası SEM görüntüleri.

Artan biya toz oranı ile, toz morfolojisinde ciddi bir değişim gözlemlenmemekle beraber, 1/10 T/B oranında, SEM görüntülerinde küçük partiküllerin aglomere yapıya kavuştuğu gözlemlenmektedir. Ayrıca tozlara EDS analizleri gerçekleştirilmiş ve ilave elementlerin EDS piklerinin artan T/B oranıyla kaybolmaya başladığı gözlemlenmiştir. Bu durum katı halde çözünme davranışının arttığını destekleyici niteliktedir.

T/B oranına bağlı olarak elde edilen partikül boyut ölçümleri değişimi Şekil 3.3’te sunulmuştur.

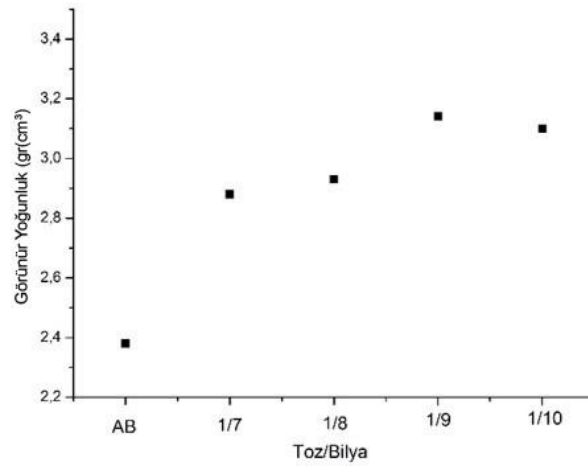


Şekil 3.3 : T/B oranına bağlı olarak partikül boyut değişimi.

Artan T/B oranı ile aynı MA süresi sonucunda ortalama partikül boyutlarının azaldığı gözlemlenmiştir. Harmanlanmış tozlarda 105 µm olan ölçülen ortalama partikül boyutu 1/7 T/B oranında 26 µm ve 1/10 T/B oranında 12 µm seviyelerine indiği

gözlemlenmiştir. Azalan bilya/toz oranları ile, daha ince partikül boyut dağılımına doğru bir eğilim gözlemlenmiştir. Bu durum SEM çalışmalarında gözlemlenen, 1/10 T/B oranı için, aglomere olmuş düşük boyutlu partiküllerin varlığını destekler niteliktedir.

Tozların görünür yoğunluk ölçümleri, minyatürize Arnold yoğunluk ölçüm kiti ile gerçekleştirilmiştir. Farklı T/B oranları için görünür yoğunluk değişimi şekil 3.4'te verilmiştir.



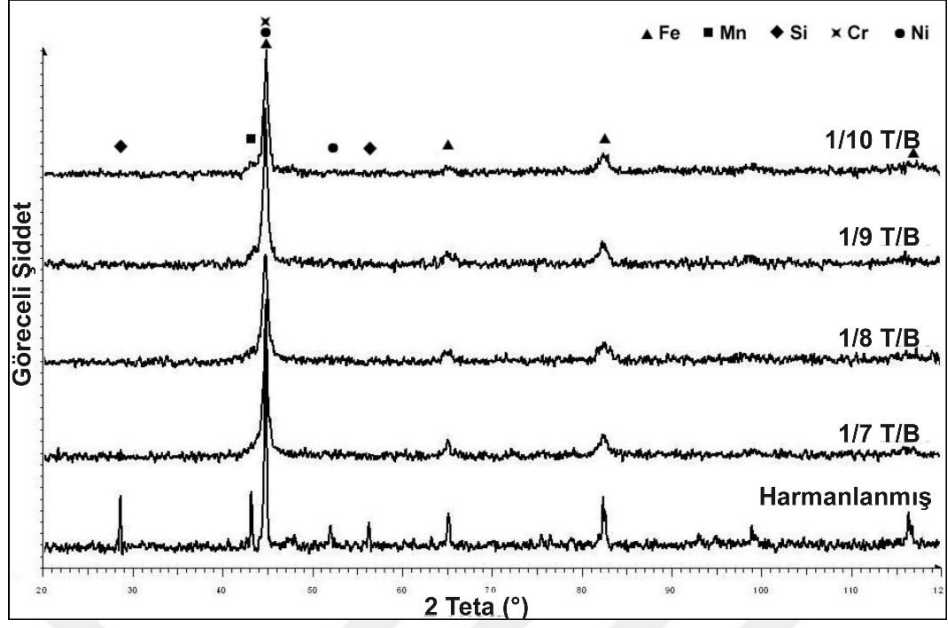
Şekil 3.4 : Değişen T/B oranına bağlı olarak görünür yoğunluk değişimi.

Azalan T/B oranı ile görünür yoğunluk değerlerinin harmanlanmış tozlarda $2,36 \text{ g/cm}^3$ değerinde iken 1/7 T/B oranında $2,91 \text{ g/cm}^3$ ve 1/10 T/B oranında $3,13 \text{ g/cm}^3$ değerine ulaştığı gözlemlenmiştir.

Şekil 3.5'te farklı T/B oranlarına göre XRD paternleri verilmiştir.

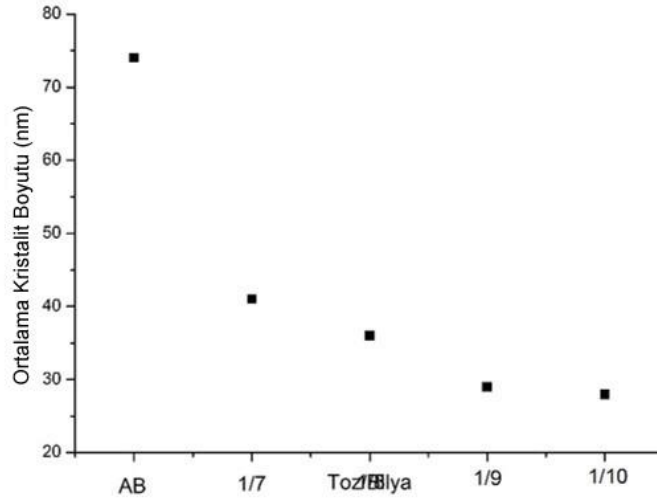
4 saat süresince gerçekleştirilen MA çalışmaları sonucunda sadece Fe'ye ait pikler gözlemlenebilmektedir. Buna göre tüm T/B oranlarında mekanik alaşımlama ile kompozisyonel homojenizasyonun yapıda sağlanabildiği söylenebilir.

Bir diğer gözlemlenen durum ise pik şiddetleri azalmaktadır. Azalan T/B oranları ile MA sonrası pik şiddetleriazalmakta ve pikler genişlemektedir. Bu durum MA veriminin arttığı yönünde yorumlanabilir. Artan bilya miktarı ile sistemde aynı süredeki çarpışma miktarı artmış ve buna bağlı olarak da MA verimi yükselmiştir. 1/10 T/B oranının Ma çalışmalarında daha tercih edilebilir olduğu belirlenmiştir. Gerçekleştirilen çalışmalarda bu oran tüm sistemler için sabit bir parametre olarak incelenecektir.



Şekil 3.5 : Değişen T/B oranlarına göre karşılaştırmalı XRD grafiği.

Şekil 3.6’da farklı T/B oranlarına bağlı olarak ortalama kristalit boyutunun değişimi sunulmaktadır. Ortalama tane boyutları TOPAS 3 programı kullanılarak XRD sonuçlarından hesaplanmıştır.

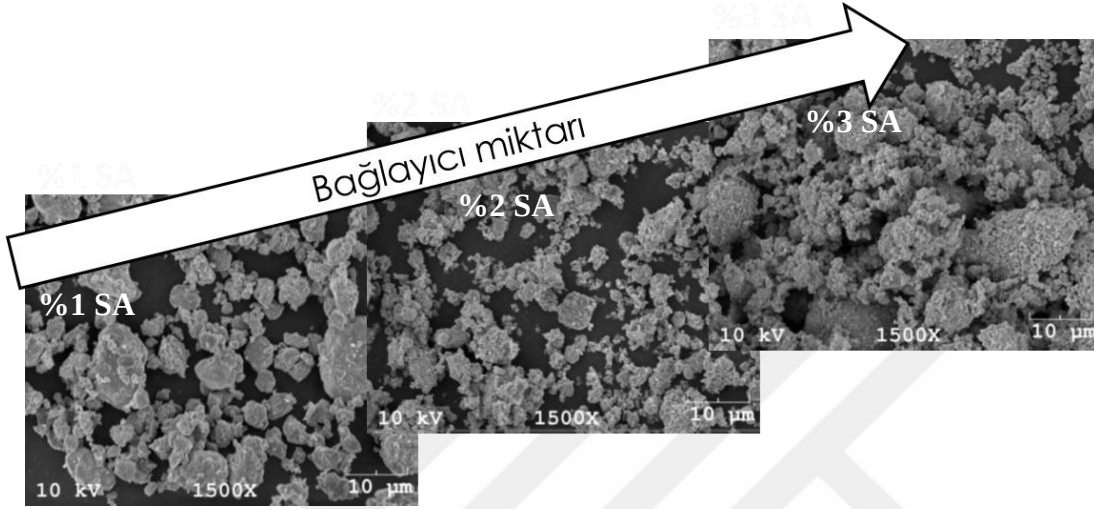


Şekil 3.6 : Farklı T/B oranlarına göre ortalama tane boyutu değişimi.

Elde edilen sonuçlara göre, harmanlanmış tozlar ortalama 73,1 nm tane boyutuna sahipken, azalan T/B oranı ile azalmakta, 1/7 T/B oranında 26,5 nm seviyesine inmekte ve 1/10 T/B oranında ise 17,8 nm seviyesine düşmektedir.

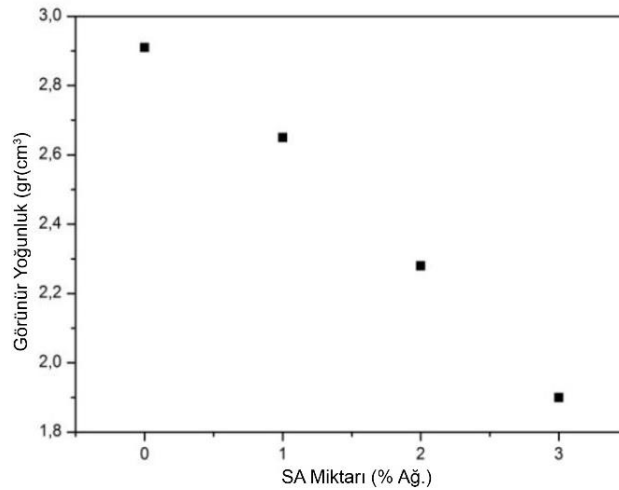
Bir diğer incelenen parametre, MA sırasında sisteme yapılan bağlayıcı ilavesidir. Bu inceleme için %1, %2 ve %3 oranlarında Stearik Asit (SA) ilavesi gerçekleştirilmiştir. Bu çalışma esnasında yine MA süresi sabit tutulmuştur.

Şekil 3.7’de, yüzey katışığı, SA ilavesinin MA’da elde edilen morfolojiye etkisinin incelendiği SEM görüntüleri sunulmaktadır. SEM çalışması sonucunda elde edilen görüntülere göre, SA ilavesi ile daha ince partiküller elde edilmiş ve mikroyapısal olarak partiküllerin homojenizasyonunun büyük oranda sağlandığı gözlemlenmiştir. Bunun yanında bazı aglomere bölgeler yine SEM görüntülerinde gözlemlenmektedir.



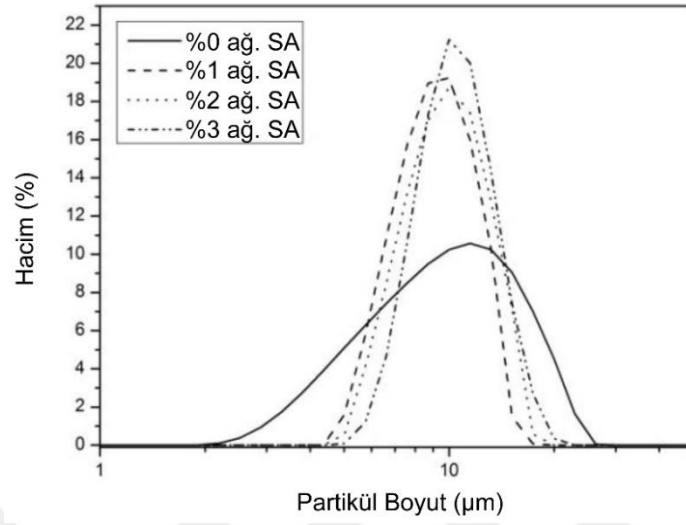
Şekil 3.7 : Yüzey katışığı miktarına bağlı olarak öğütme sonrası tozların SEM görüntüleri.

Şekil 3.8’de SA ilavesinin görünür yoğunluklar üzerine etkisini gösteren grafik sunulmuştur. Buna göre artan SA miktarı ile görünür yoğunluk değerleri doğrusal bir azalma göstermektedir. SA ilavesi yapılmayan numunelerde $2,91 \text{ g/cm}^3$ görünür yoğunluk değeri hesaplanırken %3 SA ilavesi ile görünür yoğunluk değeri $1,89 \text{ g/cm}^3$ seviyesine inmiştir. Bu azalma daha önceki sonuçlar ile korelasyon içerisinde olup, gerçekleşen partikül boyut incelmeleri ve artan yüzey alanı ile orantılıdır.



Şekil 3.8 : Yüzey katışığı miktarının değişimine oranla görünür yoğunluk değişimi.

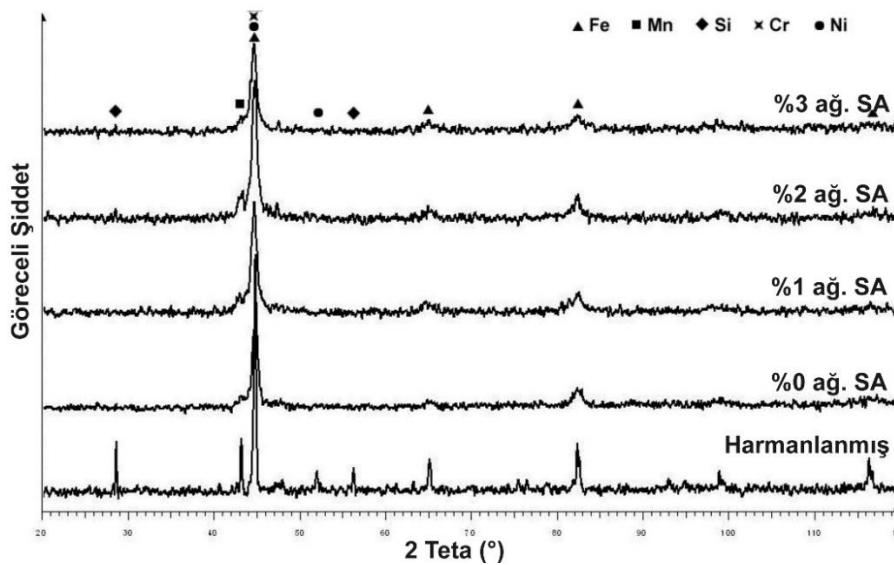
Şekil 3.9’da farklı SA ilavesi ile partikül boyut dağılımının değişimi karşılaştırmalı olarak verilmektedir.



Şekil 3.9 : SA ilavesinin değişimine oranla ortalama partikül boyut değişim grafiği.

SA ilavesi ile ortalama partikül boyutları düşük bir miktarda azalma gösterse de, yapılan ilavenin partikül boyut değişimine ciddi bir etkisi gözlemlenmemiştir. Bunun yanında saha önemlisi, SA ilavesi ile partikül boyut dağılımları daha dar bir dağılım göstermeye başlamaktadır. Bu durum daha homojen bir partikül boyut dağılımının daha dar bir aralıkta elde edilmesi ve SEM çalışmalarını destekler niteliktedir.

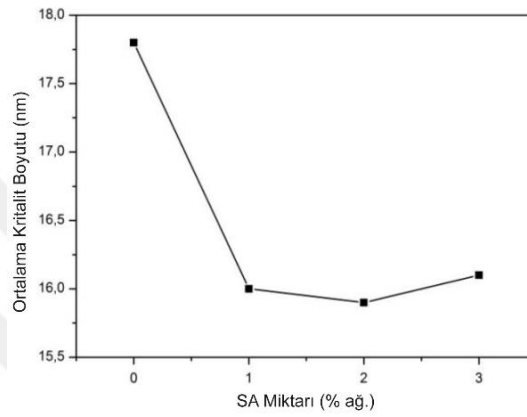
Şekil 3.10’da farklı SA ilavesi oranlarına göre Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesine ait XRD paternleri verilmiştir.



Şekil 3.10 : Yüzey katışığı ilavesinin değişimine göre Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesi için karşılaştırmalı XRD grafiği.

XRD grafiğine göre MA ile sadece Fe'ye ait pikler gözlemlenebilmekte ve diğer pik şiddetleri azalmaktadır. Bu durumda daha önce belirtilen alaşım elementlerinin Fe içerisinde çözünmesi davranışını destekler niteliktedir.

Şekil 3.11'de SA ilavesinin ortalama tane boyutundaki değişime etkisi gösterilmektedir. Buna göre ortalama tane boyutunda SA ilavesi ile ciddi bir değişim gözlemlenmemiş olup, 17,8 nm seviyesinden %3 SA ilavesi ile 16 nm seviyesine gerilemiştir.



Şekil 3.11 : Yüzey katışığı miktarının değişimine oranla ortalama tane boyutu değişimi.

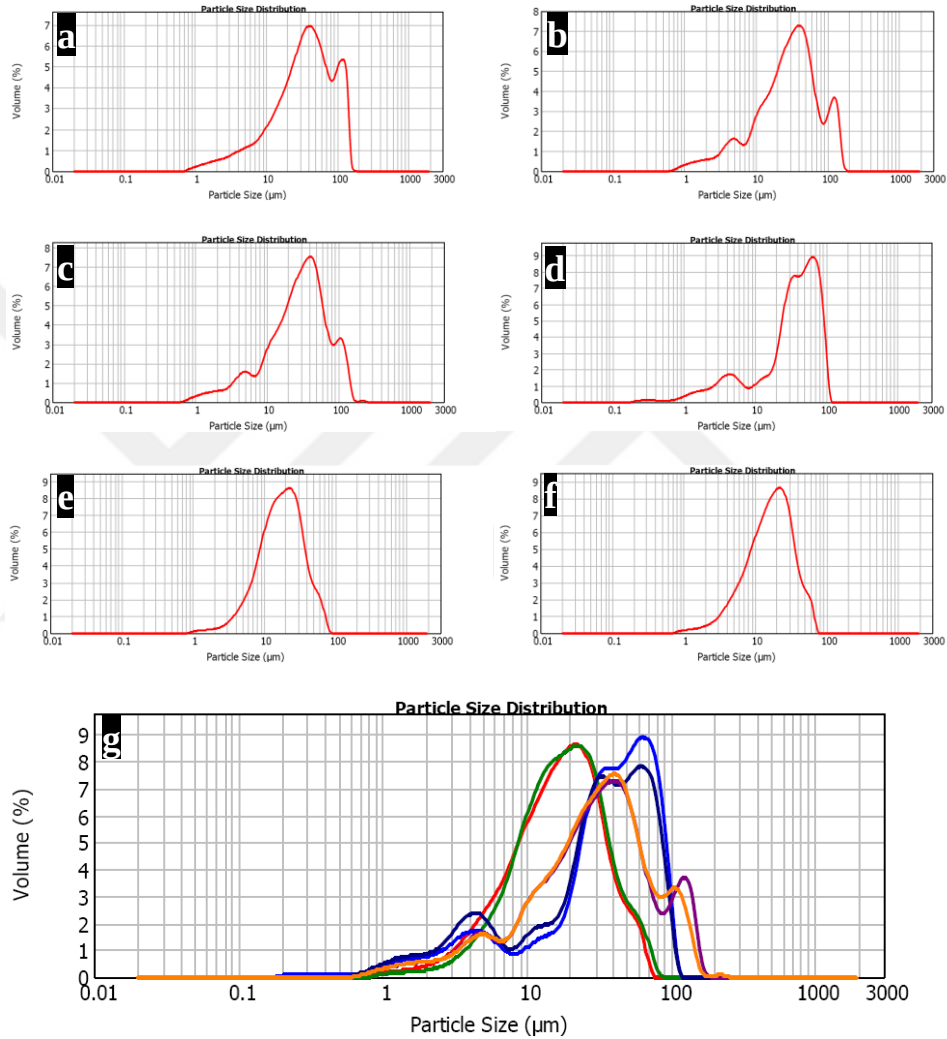
Gerçekleştirilen T/B oranı incelemeleri ile en yüksek MA veriminin 1/10 T/B oranında gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Bu sebeple çalışmada gerçekleştirilen tüm MA çalışmalarında 1/10 T/B oranı sabit tutulmuştur. Bunun yanında SA ilavesinin MA verimine düşük oranda olumlu etkisinin olduğu gözlemlenmesine karşın prosesin ilerleyen aşamalarında bağlayıcı giderme işlemine ihtiyaç duyulacağı ve bu aşamanın hem prosesi uzatacağı hem de kirlenme ve kontaminsayona açık bir ortam oluşturacağı için, çalışma esnasında gerçekleştirilen MA süreçlerinde SA ilavesi yapılmamasına karar verilmiştir.

Gerçekleştirilen T/B oranı ve yüzey katışığı ilavesi ile ilgili bulgular TMS 2010'da sunulmuştur (Söyler, 2010).

MA aşamalarında en etkili parametrelerden birisini MA süresi ve katkı maddelerinin sistemin MA davranışına etkisidir (Murty, 1995; German 1994). Bu amaçla ilk olarak seçilen farklı Mn bileşimlerdeki sistemlerde ve ek olarak Cr, Ni ilavesi yapılmış bileşimde farklı mekanik alaşımlama süreleri incelenmiştir. Gerçekleştirilen

çalıřmalarda 30, 60, 120, 240 ve 480 dakikalık mekanik alařımlama süreleri incelenmiřtir.

Gerçekleřtirilen öğütme çalıřmalarında ilk olarak Fe-8Mn-7Si bileřiminin farklı mekanik alařımlama sürelerindeki davranıřı incelenmiř bu amaçla ilk olarak partikül boyut analizleri gerçekleřtirilmiřtir. Yapılan ölçümler sonucunda elde edilen partikül boyut dağılım grafikleri řekil 3.12’de verilmiřtir.

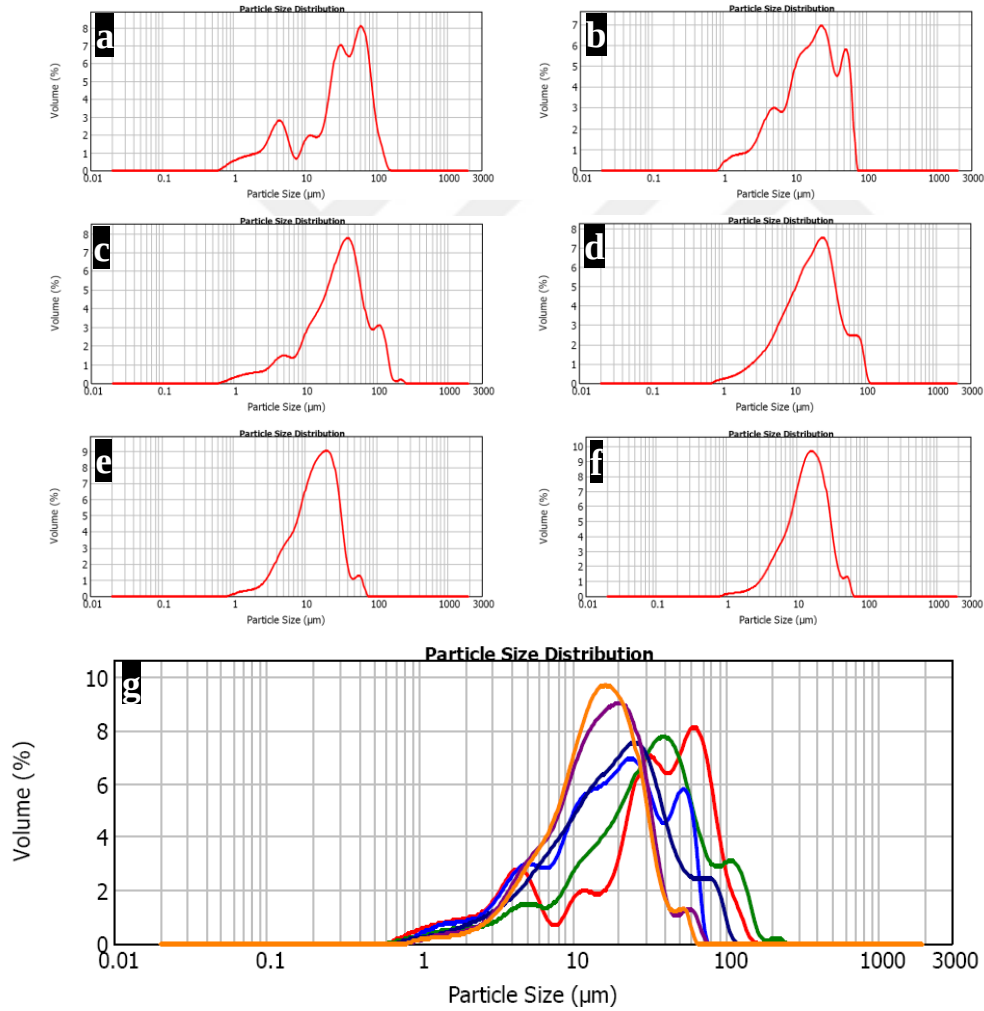


řekil 3.12 : Farklı sürelerde mekanik alařımlanmıř Fe8Mn7Si alařımının partikül boyut dağılım grafikleri, (a) harmanlanmıř tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA (g) yapılan partikül boyut ölçümlerinin toplu gösterimi.

Elde edilen partikül boyut analizlerine göre MA süresinin artması ile birlikte partikül boyutları azalmaya bařlamıřtır. Mekanik alařımlanmamıř, sadece harmanlanmıř bařlangıç bileřiminde ortalama 47,8 μm partikül boyutu ve yapıda 110,1 μm’den büyük partiküller bulunurken, Mekanik alařımlamanın ilk kademelerinde 40,8 μm ortalama partikül boyutu ve 98,7 μm üzeri partiküller yapıda bulunmaktadır. 120

dakikalık mekanik alaşımlama süresi sonunda ortalama 38,8 μm boyutunda partikül dağılımı ölçülmektedir. 240 dakikalık mekanik alaşımlama süresine gelindiğinde ortalama partikül boyutunda ani bir azalma gözlemlenmektedir. Bu aşamada $d(50)$, 17,9 μm ve $d(90)$ 40,7 μm seviyesindedir. 480 dakikalık mekanik alaşımlama süresine ulaşıldığında partikül boyutlarının bir miktar daha azaldığı görülmektedir 8 saatlik mekanik alaşımlama sonucunda $d(50)$, 17,0 μm ve $d(90)$ 38,4 μm 'dur.

Çalışmalarda kullanılacak bir başka bileşim olan yüksek mangan oranına sahip Fe-16Mn-7Si bileşiminin farklı mekanik alaşımlama sürelerindeki davranışı incelenmiştir. Yapılan ölçümler sonucunda elde edilen partikül boyut dağılım grafikleri Şekil 3.13'de verilmektedir.



Şekil 3.13 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe16Mn7Si alaşımlarının partikül boyut dağılım grafikleri, (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA (g) yapılan partikül boyut ölçümlerinin toplu gösterimi.

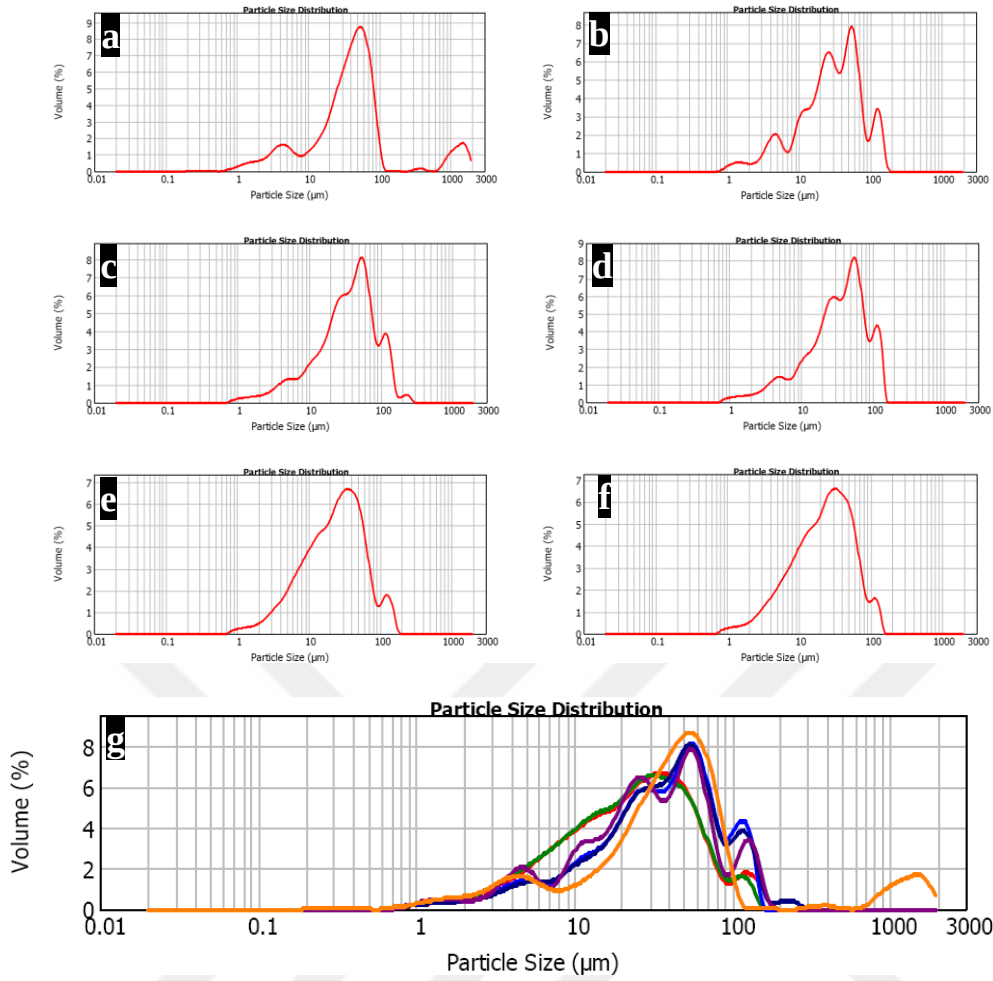
Elde edilen partikül boyut analizlerine göre MA süresinin artması ile birlikte partikül boyutları azalmaya başlamıştır. Mekanik alaşımlanmamış, sadece harmanlanmış başlangıç bileşiminde ortalama 38,9 μm partikül boyutu ve yapıda 79,6 μm 'den büyük partiküller bulunurken, Mekanik alaşımlamanın ilk kademelerinde 17,7 μm ortalama partikül boyutu ve 50 μm üzeri partiküller yapıda bulunmaktadır. Mekanik alaşımlamanın son kademelerinde ortalama partikül boyutları 14,5 μm seviyelerine inmiş ve tozların hacimce % 90'ı 29,5 μm seviyesinin altına inmiştir. Başlangıçta malzemenin farklı partikül boyutlarının etkisiyle çoklu piklerden oluşan bir partikül boyut dağılımı bulunmasına rağmen mekanik alaşımlama süresinin artması ile birlikte tek pik görünümü ile birlikte homojen bir partikül boyut dağılımına ulaşıldığı gözlemlenmiştir.

Çalışmalarda kullanılacak bir başka bileşim olan yüksek mangan oranına sahip Fe-32Mn-7Si bileşiminin farklı mekanik alaşımlama sürelerindeki davranışı incelenmiştir. Yapılan ölçümler sonucunda elde edilen partikül boyut dağılım grafikleri Şekil 3.14'de sunulmuştur.

Elde edilen partikül boyut analizlerine göre MA süresinin artması ile birlikte partikül boyutları azalmaya başlamıştır. Mekanik alaşımlanmamış, sadece harmanlanmış başlangıç bileşiminde D(50) 40,7 μm , D(90) 95,2 μm olarak ölçülmüştür. Sistemde yüksek partikül boyutunda bir pik gözlemlenmektedir ancak bu yüksek partikül boyut fraksiyonunu aglomerasyon sebebiyle oluştuğu düşünülmektedir. Mekanik alaşımlamanın ilk kademelerinde D(50) değeri az bir miktar düşüş göstererek 37,3 μm seviyesine inerken, D(90) değerinde bir miktar yükselme olduğu ve 103,5 μm seviyesine yükseldiği gözlemlenmiştir.

1 ve 2 saatlik mekanik alaşımlama sürelerinde partikül boyutlarından az miktarda azalma gözlemlenirken, 4 saatlik mekanik alaşımlama sonucunda D(50) 24,7 μm , D(90) 68,1 μm değerlerine ulaşılmıştır. 8 saatlik mekanik alaşımlama sonucunda D(50) az miktar düşüş göstererek 23,6 μm seviyesine ulaşmıştır.

Fe-Mn-Si içeren numunelere yapılan tüm partikül boyut ölçümleri sonucunda 4 saatlik mekanik alaşımlama süresine ulaşıldığında partikül boyutlarında hızlı bir azalma olduğu daha uzun mekanik alaşımlama sürelerinin partikül boyut dağılımına nispeten düşük bir etkisinin olduğu gözlemlenmiştir.

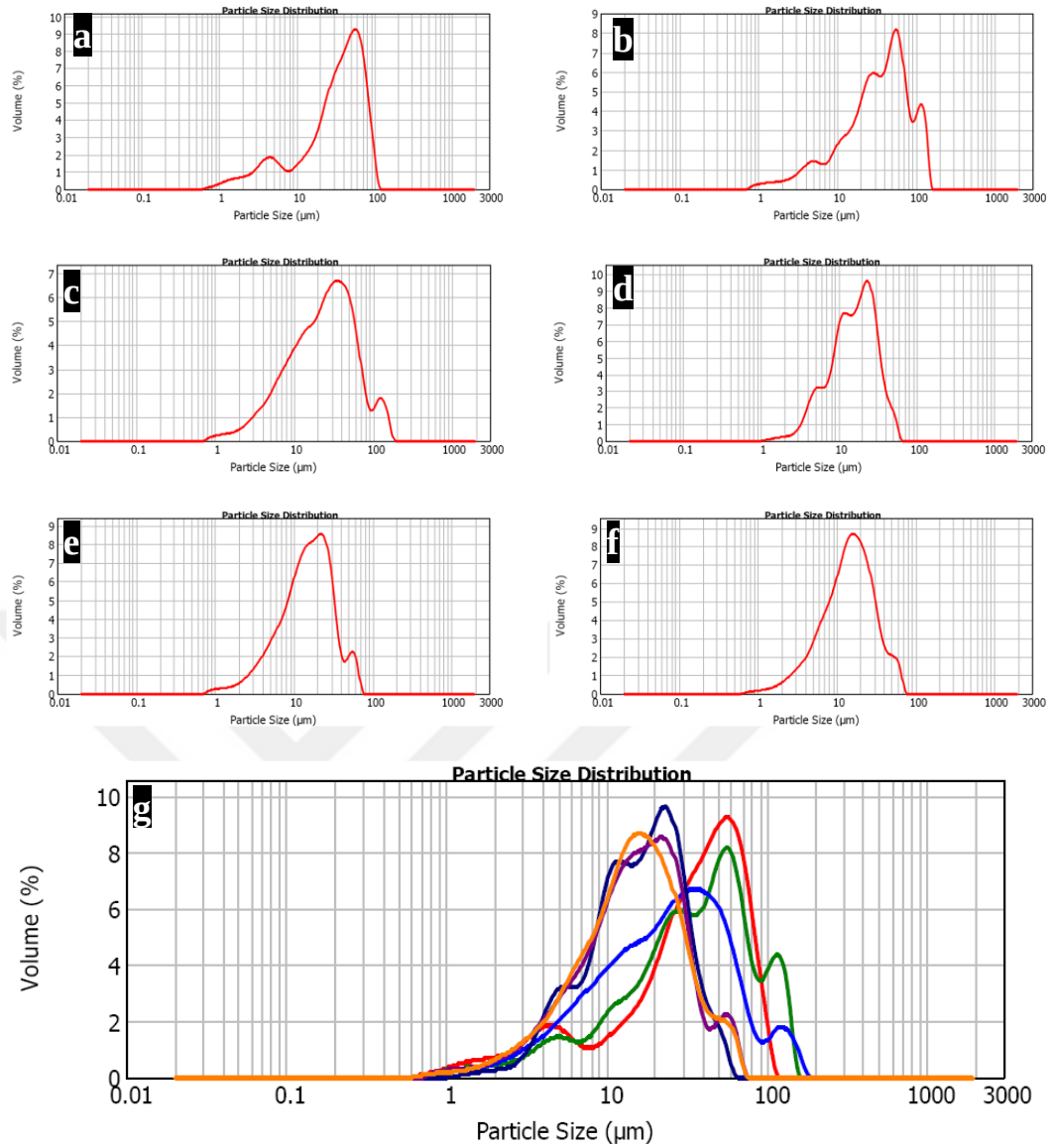


Şekil 3.14 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₃₂Mn₇Si alaşımının partikül boyut dağılım grafikleri, (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA (g) yapılan partikül boyut ölçümlerinin toplu gösterimi.

Mekanik alaşımlama ile büyük oranda düşük partikül fraksiyonuna sahip partiküller elde edilebilmiştir. Bu sonuçlar Liu ve arkadaşlarının (1999) yapmış olduğu çalışmada elde edilen bulgular ile paralellik göstermektedir.

Bu çalışmalara ek olarak yüksek oranda Cr ve Ni ilavesi gerçekleştirilmiş Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni sistemi için benzer şekilde farklı mekanik alaşımlama süreleri incelenmiştir. Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni sistemi için farklı MA sürelerinde elde edilen partikül boyut dağılımları Şekil 3.15'te sunulmuştur.

Cr ve Ni içeren alaşımların partikül boyut dağılımları Fe-Mn-Si alaşımına benzer bir davranış göstermiştir. Elde edilen partikül boyut analizlerine göre MA süresinin artması ile birlikte partikül boyutları azalma meydana gelmiştir.



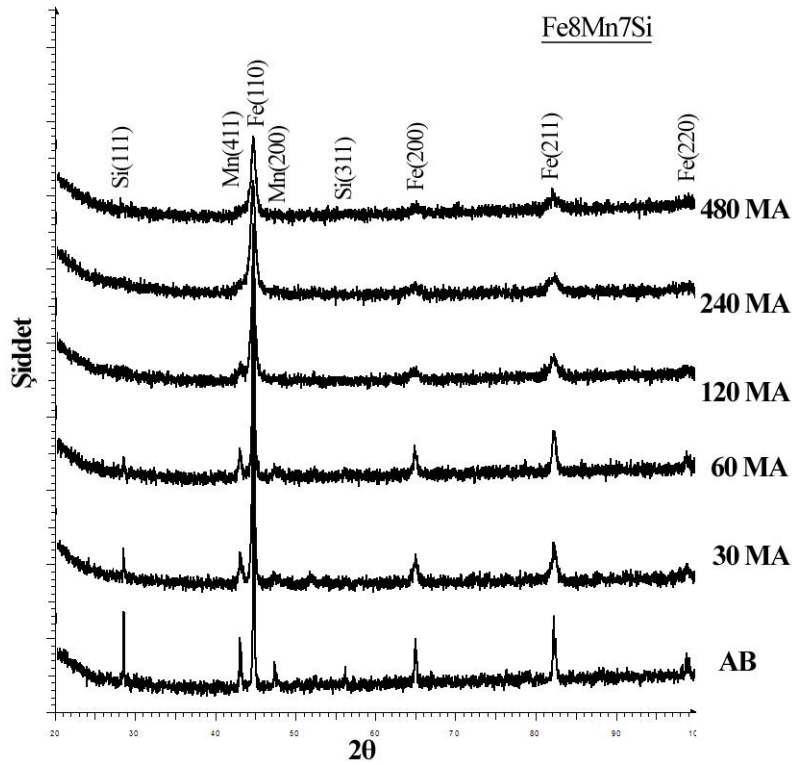
Şekil 3.15 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni alaşımının partikül boyut dağılım grafikleri, (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA (g) yapılan partikül boyut ölçümlerinin toplu gösterimi.

Harmanlanmış başlangıç bileşiminde 38,7 μm ortalama partikül boyutu hesaplanmış ve yapıda 75,3 μm'den büyük partiküller bulunduğu gözlemlenmiştir. Mekanik alaşımlama ile birlikte öncelikle ortalama partikül boyutu 33,0 μm seviyesine inmiş bunun yanı sıra 68,0 μm üzeri partiküller yapıda bulunmaktadır. Mekanik alaşımlamanın son kademelerinde ortalama partikül boyutları 17,8 μm seviyelerine inmiş ve tozların hacimce % 90'ı 34,5 μm seviyesinin altına inmiştir. Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni bileşiminin farklı sürelerde incelenmiş partikül boyut dağılımlarına göre de başlangıçta malzemenin çoklu piklerden oluşan bir partikül boyut dağılımı bulunmasına karşılık mekanik alaşımlama süresinin artması ile birlikte

tek bir pikten oluşan yani boyutsal dağılım olarak yakın partikül boyut aralığında ve homojen bir partikül boyut dağılımına ulaşıldığı gözlemlenmiştir.

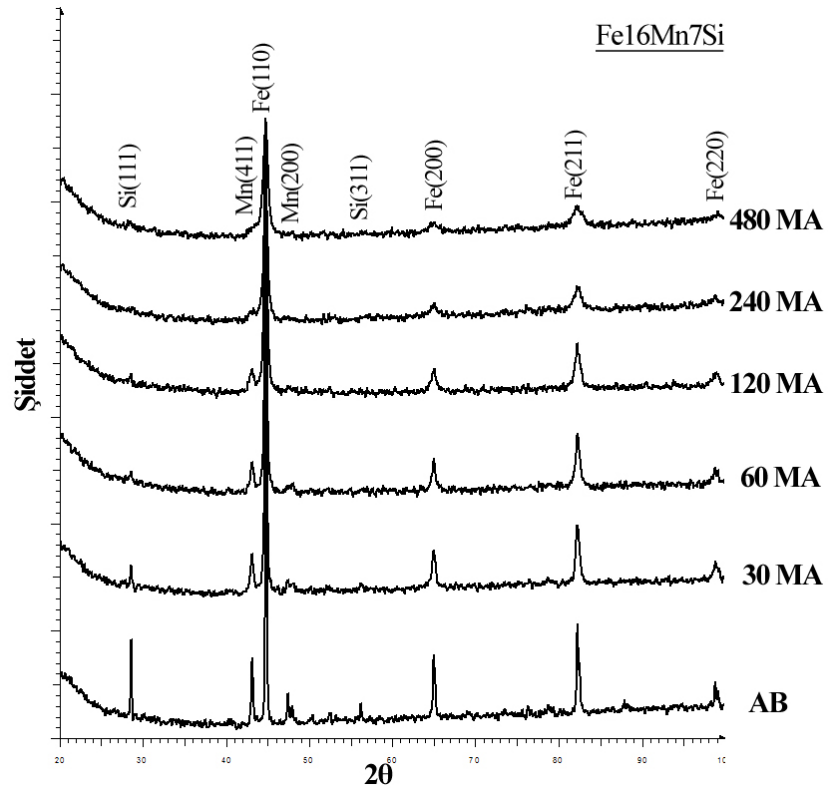
Mekanik alaşımlama ile çok geniş bir aralıkta dağılım göstermeyen ancak homojen bir dağılımda sahip partiküller 4 saatlik mekanik alaşımlama süresinin sonucunda elde edilebilmiştir. Artan mekanik alaşımlama süresi ile birlikte partikül boyutlarında az miktarda bir düşüş olmasının yanında ciddi bir azalma gözlemlenmemiştir. Cr ve Ni ilavesi partikül boyutlarında bir miktar düşüşe sebep olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum Fe sistemlerine Cr ilavesi ile elde edilen sertlik artışına bağlı olarak (Trivedi, 2009; Soni, 2001) mekanik alaşımlamada gevrek kırılma miktarının artması (Nagesha, 2013; Soni, 2001) ve buna bağlı olarak daha düşük partikül boyutlarına ulaşılması olarak açıklanabilmektedir. Bu durum literatürdeki benzer alaşım sistemleri ile örtüşmektedir. Genel olarak Cr ve Ni ilavesi ile elde edilen tüm sistemlerde yakın ve benzer partikül boyut dağılımları ve mekanik alaşımlama eğilimi elde edilmektedir.

Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₈Mn₇Si, Fe₁₆Mn₇Si ve Fe₃₂Mn₇Si numunelerinin alaşımlama süresine bağlı olarak yapısal değişimlerinin incelenmesi amacıyla XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen XRD grafikleri sırasıyla Şekil 3.16, 3.17 ve 3.18’de sunulmuştur.



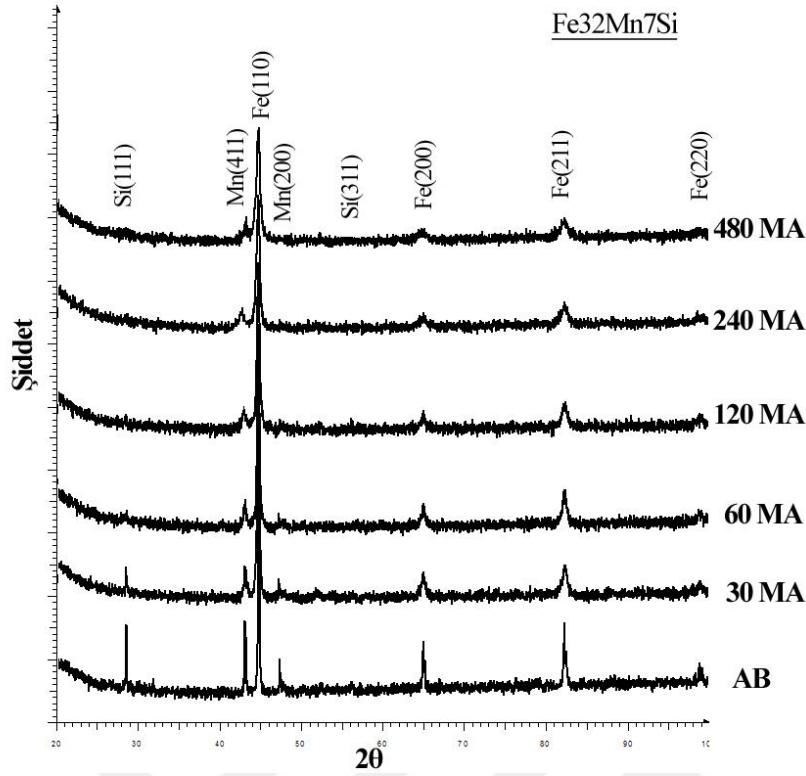
Şekil 3.16 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₈Mn₇Si alaşımının XRD grafikleri.

Fe₈Mn₇Si numunesinin farklı mekanik alaşımlama sürelerine göre gerçekleştirilen X-ışınları analizine göre harmanlanmış numunelerde tüm elementlerin pikleri tanımlanabilmektedir. Mekanik alaşımlamanın başlamasıyla birlikte piklerde kristalit boyutunun azalmasına bağlı olarak bir genişleme meydana gelmekte ve pik şiddetleri azalmaya başlamaktadır. Buna ek olarak artan mekanik alaşımlama süresi ile birlikte alaşım elementlerinin demir matris içerisinde çözünmesi sebebiyle pikler kaybolmaya başlamış ve düşük Mn miktarının da etkisiyle 2 saatlik mekanik alaşımlama süresinin sonrasındaki XRD grafiklerinde sadece demir pikleri XRD paternlerinde görünür olarak kalmıştır.



Şekil 3.17 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₁₆Mn₇Si alaşımının XRD grafikleri.

Fe₁₆Mn₇Si alaşımında da benzer şekilde zamana bağlı olarak piklerde genişleme ve 4 saatlik mekanik alaşımlama süresi sonucunda katı çözelti oluşumuna bağlı olarak sadece demir piklerinin sistemde mevcuttur. Bu durum gerçekleştirilen benzer çalışmalar ile uyum göstermektedir (Liu ve diğ, 1999; Enzo ve diğ, 1996; Bergheul ve diğ, 2006).

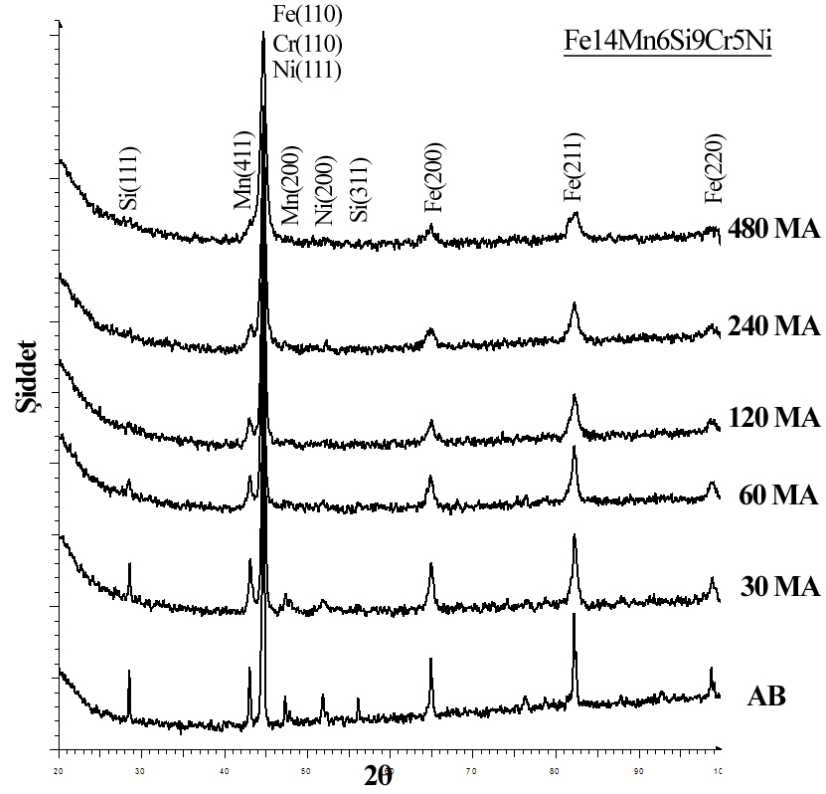


Şekil 3.18 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₃₂Mn₇Si alaışımının XRD grafikleri.

Fe₃₂Mn₇Si sisteminde ise yüksek Mn miktarı sebebiyle 8 saatlik mekanik alaşımlama süresi sonrasında dahi Mn pikleri yapıda gözlemlenmektedir. Ayrıca mekanik alaşımlama süresinin artması ile piklerde genişleme ve pik şiddetlerinde azalma gözlemlenmiştir. Bu durum kristalin boyuttaki azalmaya bağlı olarak mekanik alaşımlama çalışmalarında karakteristik olarak gözlemlenen bir durumdur (Soni, 2001; Lü, 1998, El-Eskandarny, 2001). Mekanik alaşımlama ile kristalin boyut değişimlerinin incelenmesi ilerleyen bölümde sunulmaktadır.

Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni bileşiminin farklı mekanik alaşımlama süreleri için XRD grafikleri Şekil 3.19’da verilmiştir.

Bu sistem içinde Fe₁₆Mn₇Si sistemine benzer bir davranıştan söz etmek mümkündür. Mekanik alaşımlama çalışmalarının başlangıcında Mn ve Si’ye ilaveten Cr ve Ni’ye ait tüm pikler rahatlıkla tanımlanabilirken artan mekanik alaşımlama süresi ile birlikte görünür pikler kaybolmuştur. Tüm alaşım elementlerinin 4 saatlik MA süresinin ardından tamamen demir içerisinde çözüldüğü gözlemlenmiştir. Gözlemlenen bu durum literatürde benzer birçok çalışma ile uyum göstermektedir. (Enzo ve diğ, 1996; Bergheul ve diğ, 2006; Liu ve diğ, 1999; Saito ve diğ, 2010).



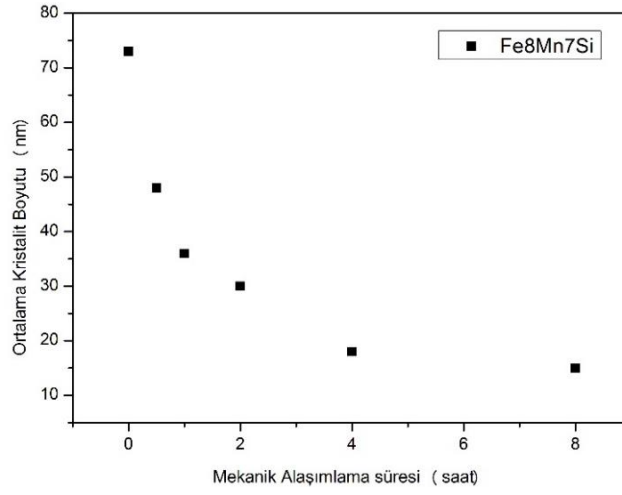
Şekil 3.19 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni alaşımlarının XRD grafikleri.

Ek olarak XRD analizlerinde farklı bir faz oluşumuna rastlanmamıştır. Benzer bileşimdeki öğütme kapları ve bilyaların ağırlıkları düzenli olarak tartıldığından öğütme ortamından gelen herhangi bir kontaminasyon olduğu düşünülmektedir. Bunun yanında öğütme esnasında malzemelerde herhangi bir oksitlenme davranışı gözlemlenmemiştir.

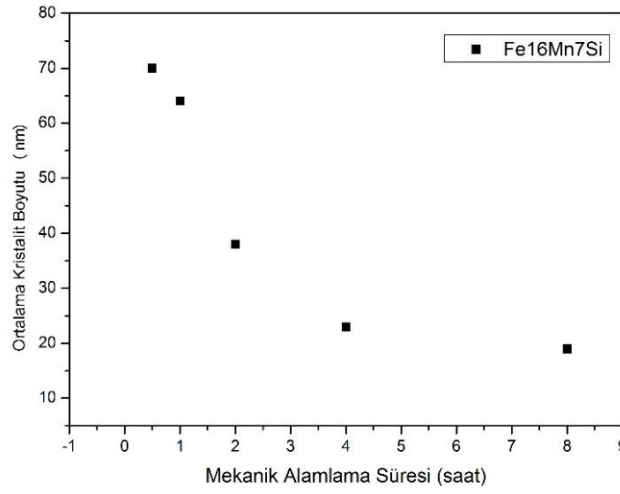
Yapılan XRD analizlerine sonucunda 4 saatlik mekanik alaşımlama süresinin Fe-Mn-Si bileşimleri için optimum mekanik alaşımlama zamanı olarak seçilmiştir.

Faz analizlerinin yanı sıra XRD grafikleri TOPAS 3 programı kullanılarak modifiye Scherrer formülasyonu ile kristalit boyut analizleri gerçekleştirilmiştir.

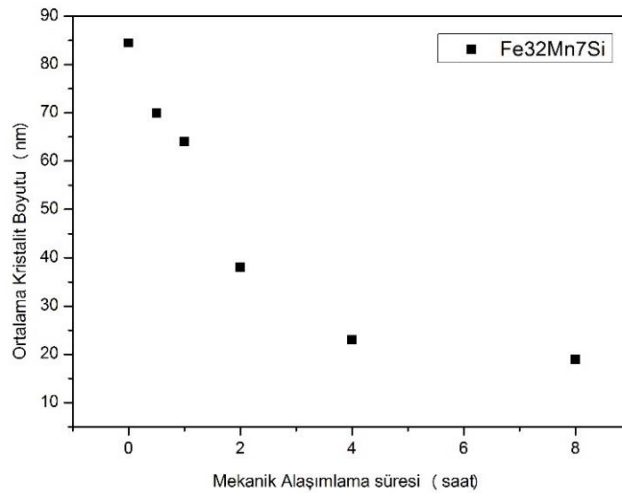
Gerçekleştirilen hesaplamalara göre Fe₁₆Mn₇Si sistemi için mekanik alaşımlama süresin bağlı olarak elde edilen tane boyut değişimi grafikleri Şekil 3.20, 3.21 ve 3.22’de verilmiştir.



Şekil 3.20 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe8Mn7Si alaşımlarının mekanik alaşımlama süresine göre hesaplanan kristalit boyutu değişimi.

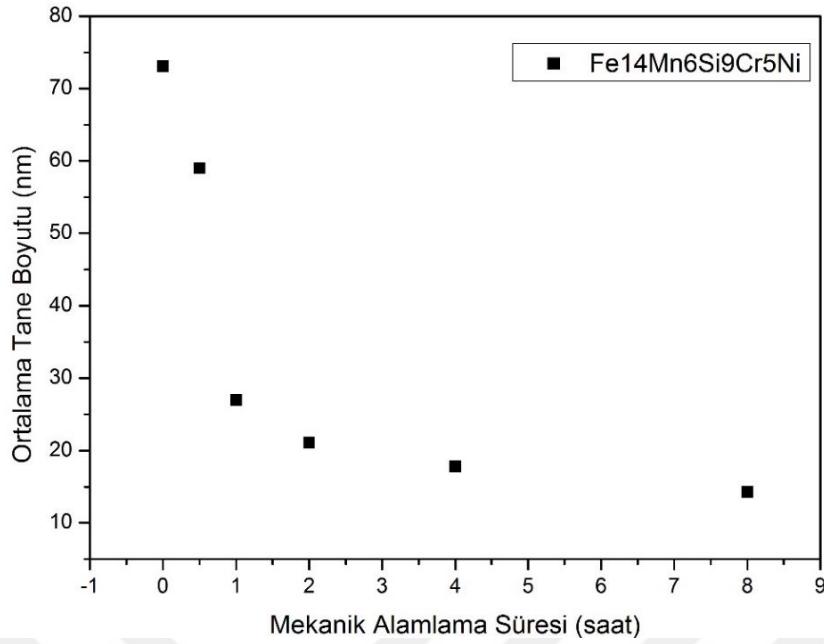


Şekil 3.21 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe16Mn7Si alaşımlarının mekanik alaşımlama süresine göre hesaplanan kristalit boyutu değişimi.



Şekil 3.22 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe32Mn7Si alaşımlarının mekanik alaşımlama süresine göre hesaplanan kristalit boyutu değişimi.

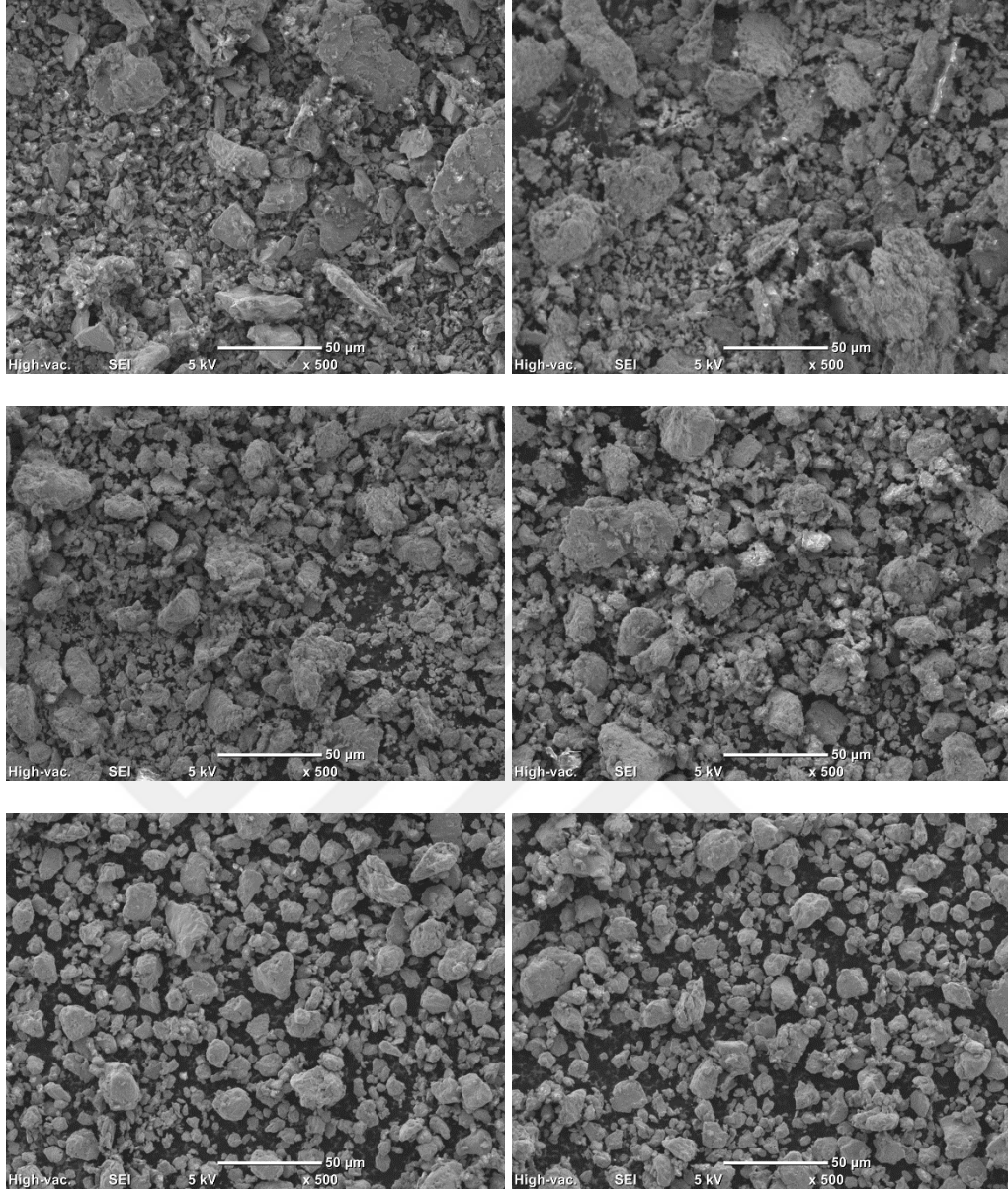
Topas™ 3.0 programı ile XRD grafikleri kullanılarak hesaplanan kristalit boyutlarına göre Fe₈Mn₇Si bileşiminde harmanlanmış tozlar yaklaşık 70 nm civarında ortalama kristalit boyutuna sahiptir. Mekanik alaşımlamanın başlaması ile birlikte ani bir düşüş ile 50 nm seviyelerine düşmektedir. 4 saatlik mekanik alaşımlama süresine ulaşıldığında 20 nm altı seviyeye inmiş ve 8 saat mekanik alaşımlama sonrasında 15 nm kristalit boyutu seviyesine indiği yapılan ölçümlerde gözlemlenmiştir. Fe₁₆Mn₇Si sisteminin mekanik alaşımlama süresinin başlangıcında 80 nm civarında olan ortalama tane boyutu mekanik alaşımlamanın ilerleyen kademelerinde ani bir düşüş göstermiş ve 50 nm seviyelerine inmiştir. 2 saatlik mekanik alaşımlama süresine kadar ciddi bir değişim gözlemlenmemesine karşın 2 saatlik mekanik alaşımlama süresine ulaşıldığında 25 nm seviyelerine inmiş ve 4 saat MA sonrasında ise 20 nm'nin altına kristalit boyutlarına ulaşılmıştır. 4 saat ile 8 saat mekanik alaşımlama süreleri arasında birkaç nm farklılık gözlemlenmiştir. Fe₃₂Mn₇Si sisteminin mekanik alaşımlama süresinin başlangıcında 85-90 nm civarında olan ortalama kristalit boyutu Fe₁₆Mn₇Si sistemine benzer şekilde 2 saatlik mekanik alaşımlamanın ardından 40 nm seviyelerine inmiş ve 4 saat MA sonunda 20 nm'nin biraz yukarısında kristalit boyutuna ulaşılmıştır. 4 saat ile 8 saat mekanik alaşımlama süreleri arasında birkaç nm farklılık meydana gelmiş ve ortalama 20 nm civarında kristalit boyutuna ulaşılmıştır. Kristalit boyutunun azalması malzemede dislokasyon hareketini engelleyici bir etki yapmakta ve bu sayede öğütme verimi artmakta ve partikül boyutu azalmaktadır. Gözlemlenen bu durum Lü ve arkadaşlarının (1998) yaptıkları çalışmalar ile Suryanarayana'nın (2004) elde ettiği sonuçlar ile örtüşmektedir. Elde edilen partikül boyut dağılımı sonuçları da bu gözlem ile uyushmaktadır. Mekanik alaşımlama çalışmalarında soğuk işlem sonucu meydana gelen kristalit boyutu küçülmesi ve buna bağlı deformasyon sertleşmesi etkili mekanizma olarak görülmektedir. Benzer durum daha önce gerçekleştirilen, Soni ve diğ. (2001) ve German (2009) yayınlarında da belirtilmiştir. Fe₁₄Mn₆Si₉CrNi alaşımı için hesaplanan ortalama kristalit boyutu değişimi grafiği şekil 3.23 da verilmiştir.



Şekil 3.23 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni alaşımının mekanik alaşımlama süresine göre hesaplanan ortalama kristalit boyutu değişimi.

Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni alaşımı için de XRD analizlerine benzer olarak Cr ve Ni ilavesi ortalama kristalit boyutlarında ciddi bir değişikliğe sebep olmamaktadır. Farklı mekanik alaşımlama sürelerin göre verilmiş ortalama kristalit boyut grafiğine göre başlangıçta 75 nm civarı olan kristalit boyutu mekanik alaşımlamanın başlamasıyla az miktarda bir düşüş göstermiş ve 30 dakikalık mekanik alaşımlama sonucunda 60 nm seviyesinin altına inmiştir. 1 saatlik mekanik alaşımlama süresin ulaşıldığından daha keskin bir düşüş göstererek 25 nm seviyelerine inmiştir. Budan sonra az miktarda azalma gözlemlenmiş ve 8 saatlik mekanik alaşımlama süresine ulaşılırken toplamda 10 nm’lik bir azalma meydana gelmiş ve yaklaşık 15 nm seviyelerinde tane boyutuna ulaşılmıştır.

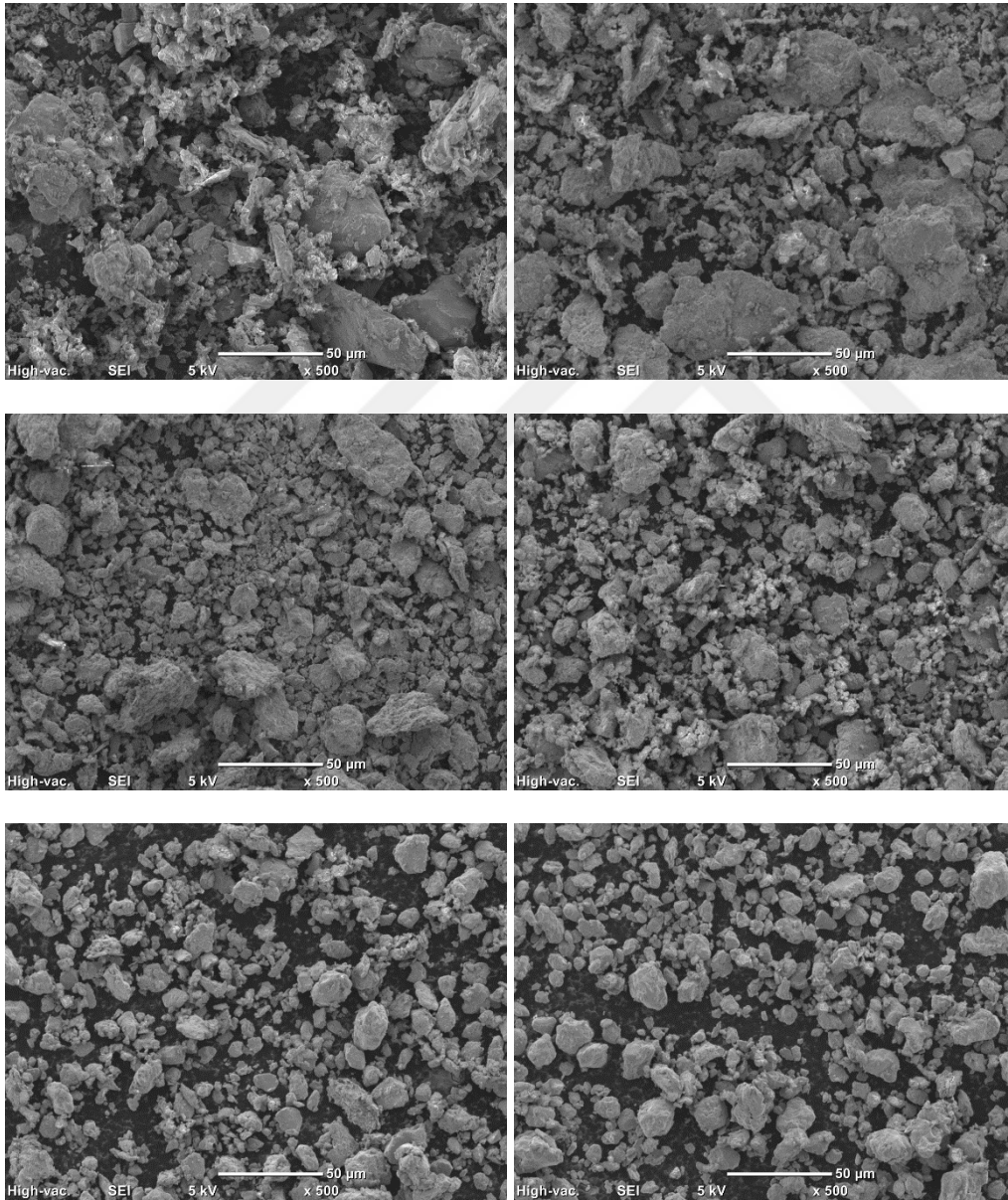
Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış tozlara yapılan SEM çalışmalarına ait fotoğraflar Şekil 3.24’te verilmiştir. SEM çalışmalarında 30, 60, 120, 240 ve 480 dakika MA’lanmış numuneler 500x büyütmede toz morfolojilerinin değişimini görüntülemek amacıyla incelenmiştir. SEM çalışmaları SEI modunda 5 kV hızlandırma voltajı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elektron mikroskobu görüntülerinin yanı sıra EDS analizleri gerçekleştirilerek numunelerdeki bileşim homojenizasyonunun oranı tespit edilmeye çalışılmıştır. Buna ek olarak EDS çalışmalarında haritalandırma yapılarak elementlerin yapı içerisinde dağılımı incelenmiştir.



Şekil 3.24 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₁₆Mn₇Si alaşımının elektron mikroskobu görüntüleri (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA.

Harmanlanmış tozların SEM görüntüleri Şekil 3.24a’da sunulmaktadır. Buna göre farklı partikül boyutlarında tozların bir arada olduğu bir yapı gözlemlenmektedir. Farklı tozlar rahatlıkla ayırt edilebilmektedir. Mekanik alaşımlamanın başlaması ile birlikte toz morfolojisi değişmeye ve partikül boyutları küçülmeye başlamıştır. 120 dakikalık mekanik alaşımlama süresine ulaşıldığında elementlerin Fe matris içerisine difüzyonunun hızlandığı ve farklı elementlerin toz morfolojisinden ayırt edilmesinin zorlaştığı görülmektedir. 4 saatlik mekanik alaşımlama süresine ulaşıldığında ise XRD analizi ile örtüşen bir görüntü karşımıza çıkmaktadır. Tüm alaşım elementleri Fe matris içerisinde çözülmüş ve birbirine benzer morfolojide partiküllerin bulunduğu bir

yapı oluşmuştur. Elde edilen sonuçlar literatürde gerçekleştirilmiş benzer çalışmalarla benzerlik göstermektedir (Zhang ve diğ, 2003; He ve diğ, 2006; Zhang ve diğ, 2004). Başlangıç tozlarına oranla partikül boyutlarının 10-20 μm arasına indiği gözlemlenmiştir. Bu sonuç partikül boyut analizlerini destekler durumdadır. 8 saatlik mekanik alaşımlama süresinde toz morfolojisinde 4 saate göre ciddi bir değişiklik gözlemlenmezken partikül boyutlarında bir miktar daha düşüş olduğu görülmektedir. Farklı mekanik alaşımlama sürelerine göre Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni tozlarının SEM görüntüleri Şekil 3.25’de sunulmaktadır.



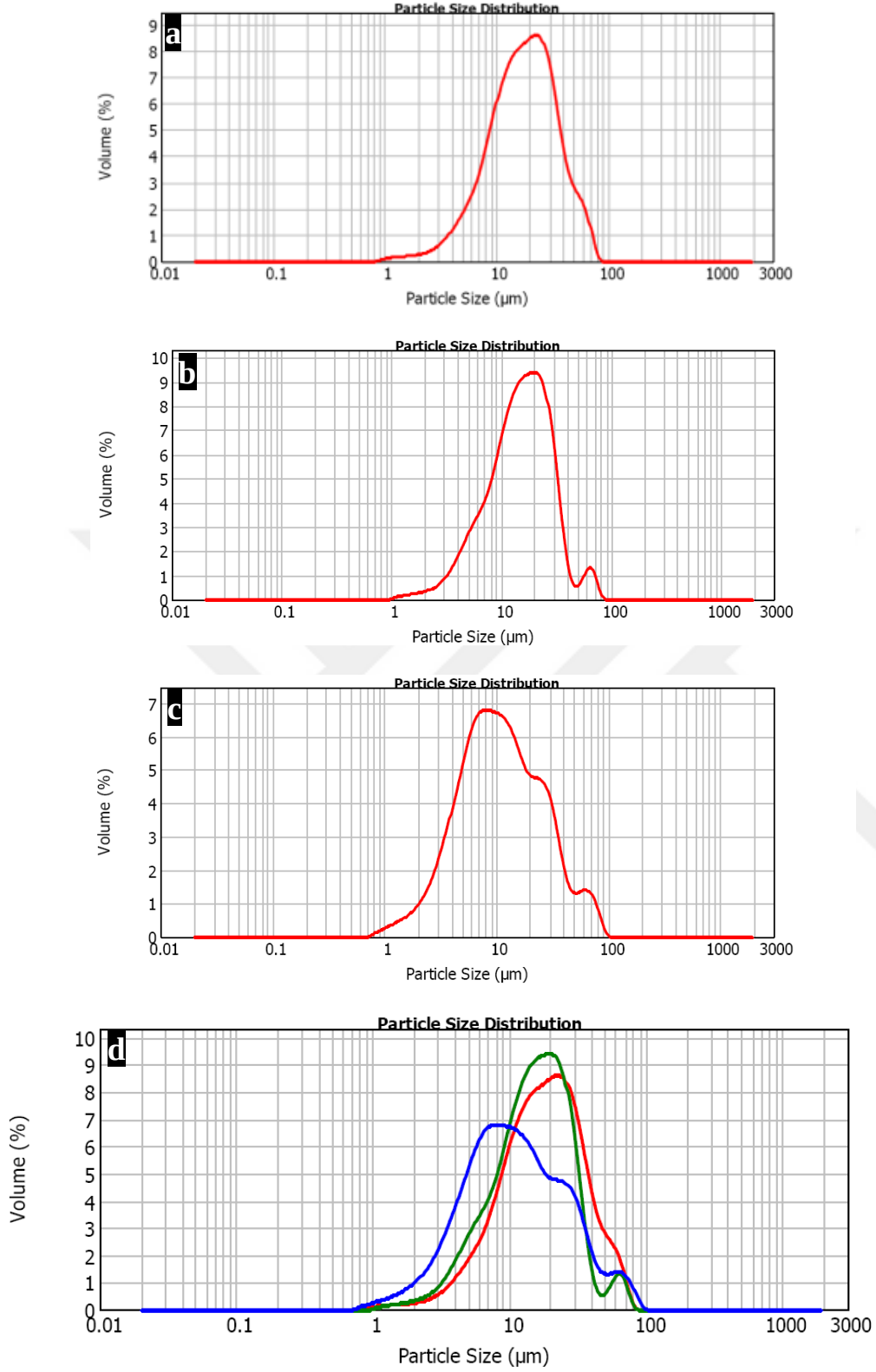
Şekil 3.25 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni tozlarının elektron mikroskobu görüntüleri (a) harmanlanmış tozlar, (b) 30 dak. MA, (c) 60 dak. MA, (d) 120 dak. MA (e) 240 dak. MA (f) 480 dak. MA.

Buna göre Fe₁₆Mn₇Si bileşimine benzer olarak farklı partikül boyutlarında tozların bir arada olduğu bir yapı gözlemlenmektedir. Bu durum benzer sistemlerde yapılan çalışmalar ile uyum göstermektedir (Hightower ve diğ, 1997; Zhang ve diğ, 2003). Elementel tozların morfolojik görüntülerinden elde edilen bilgi doğrultusunda, farklı tozlar rahatlıkla ayırt edilebilmektedir. Bir önce gerçekleştirilen analizle aynı şekilde mekanik alaşımlamanın başlaması ile birlikte toz morfolojisi değişmeye ve partikül boyutları küçülmeye başlamıştır. 120 dakikalık mekanik alaşımlama süresine ulaşıldığında elementlerin Fe matris içerisine difüzyonunun hızlandığı ve farklı elementlerin toz morfolojisinden ayırt edilmesinin zorlaştığı görülmektedir. 4 saatlik mekanik alaşımlama süresine ulaşıldığında bileşimsel olarak homojenizasyonun sağlandığı görülmektedir. Tüm alaşım elementleri Fe matris içerisinde çözülmüş ve birbirine benzer morfolojide partiküllerin bulunduğu bir yapı oluşmuştur. Benzer gözlemler Li ve diğ, (1999) ile Soni ve diğ, (2001) tarafından Fe-Mn-Si sistemlerinde yapılan çalışmalarda gözlemlenmiştir. Başlangıç tozlarına oranla partikül boyutlarının 10-20 µm arasına indiği gözlemlenmiştir. Bu sonuç partikül boyut analizlerini destekler durumdadır. 8 saatlik mekanik alaşımlama süresinde toz morfolojisinde 4 saate göre ciddi bir değişiklik gözlemlenmezken partikül boyutlarında bir miktar daha düşüş olduğu görülmektedir.

3.3 Mekanik Alaşımlanmış Tozların Karakterizasyonu

4 saatlik mekanik alaşımlama süresi ile standart olarak hazırlanmış tozların partikül boyut analizleri gerçekleştirilmiştir. Ağırlıkça %7 Si içeren numunelerin farklı Mn miktarlarına göre gerçekleştirilen partikül boyut analizleri Şekil 3.26'da sunulmaktadır. Bu analizlere göre Mn miktarının artması ile ortalama partikül boyutları bir miktar düşüş olduğu gözlemlenmiştir.

Farklı mangan miktarlarının tozların öğütme davranışlarına etkisi incelendiğinde %8 ve %16 Mn içeren bileşimlerin benzer partikül boyut dağılımına sahip olduğu gözlemlenmiştir ve yaklaşık olarak 20 µm civarında ortalama partikül boyutuna sahip olduğu deneysel çalışmalarda gözlemlenmiştir. Mn miktarının ağırlıkça %32 seviyesine artması ile birlikte partikül boyut dağılımlarında aynı koşullarda gerçekleştirilen öğütme işleminde belirgin bir düşüş olduğu gözlemlenmiştir.

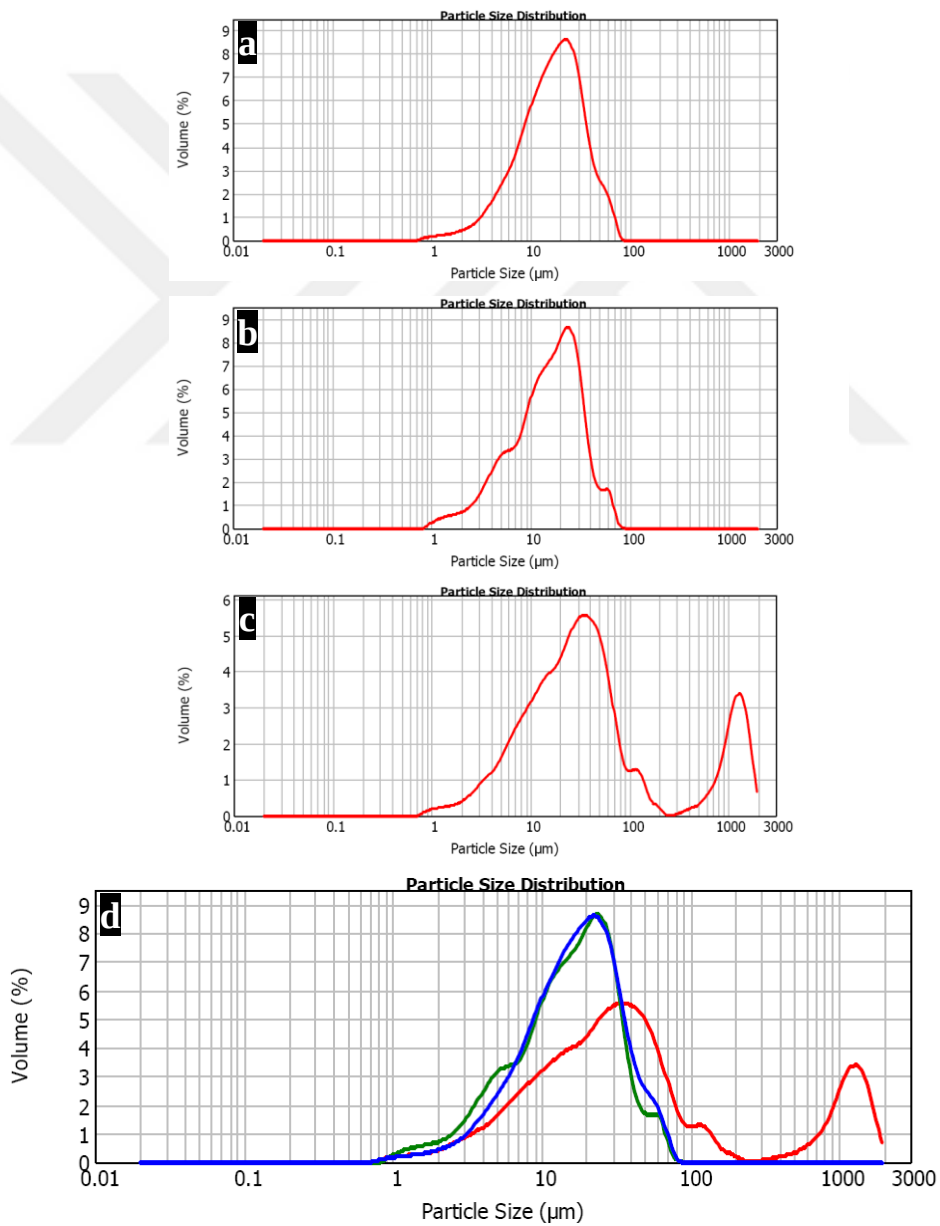


Şekil 3.26 : 4 saat mekanik alaşımlanmış (a) Fe₈Mn-7Si, (b) Fe₁₆Mn7Si, (c) Fe₃₂Mn7Si alaşımlarının partikül boyut dağılım grafikleri.

Yaklaşık 20 μm civarı beklenen ortalama partikül boyutu 10,4 μm seviyesine inmiştir. Bu durumun sebebinin artan Mn miktarı ile malzemenin kırılganlığının artması ve buna bağlı olarak mekanik alaşımlama esnasında kaynamadan daha çok kırılma

mekanizmasının etkin olması ve partikül boyutunun düşmesi olduğu düşünülmektedir. Soni (2001) ve Eskandarany (2001) yaptıkları yayınlarda MA mekanizmasının benzer etkisini belirtmektedir.

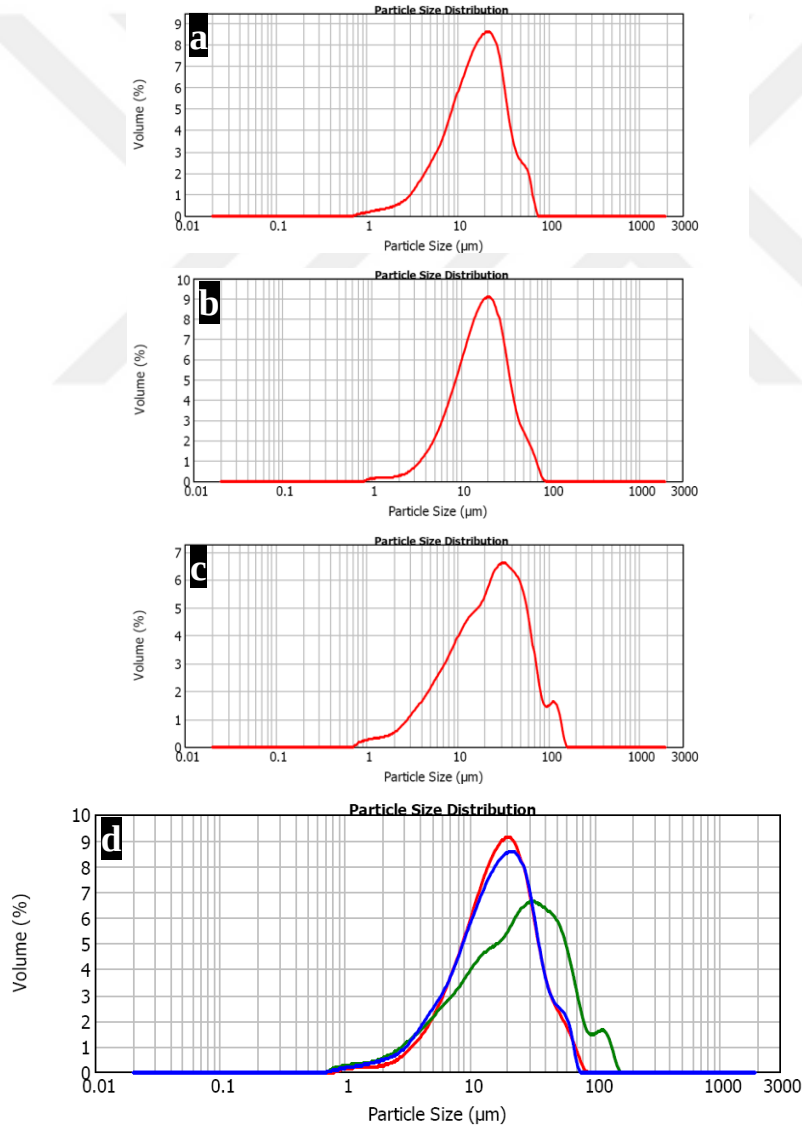
Mn miktarına ek olarak farklı Si ilavelerinin de öğütme verimine etkisi incelenmiştir. Buna göre 4 saatlik mekanik alaşımlama süresinde hazırlanmış tozların partikül boyut analizleri gerçekleştirilmiştir. Ağırlıkça %1 Si ve farklı oranlarda Mn içeren numunelerin gerçekleştirilen partikül boyut analizleri Şekil 3.27’de sunulmaktadır. Bu analizlere göre Si miktarının azalması ile ortalama partikül boyutları önemli bir farklılık gözlemlenmemiştir.



Şekil 3.27 : 4 saat mekanik alaşımlanmış (a) Fe18Mn1Si, (b) Fe16Mn1Si, (c) Fe32Mn1Si alaşımlarının partikül boyut dağılım grafikleri.

Elde edilen partikül boyut dağılımları %7 Si içeren numuneler ile benzer davranış göstermektedir. %8 ve %16 Mn içeren numunelerde ortalama partikül boyutu 20 μm civarında iken D(50) değeri 15-17 μm seviyelerindedir. %32 Mn içeren numunede ortalama partikül boyutları 30 μm olarak ölçülmüş bunun yanında 1000 μm civarında büyük boyutlu partiküllerin olduğu bir bölüm gözlemlenmiştir. Yapılan tekrarlı ölçümlerde aynı sistem için benzer sonuçlar alınmıştır. Ancak SEM analizlerinde 1000 μm seviyelerinde partiküllere rastlanmamış ve genel olarak 10-20 μm aralığında partiküller yapıda bulunmaktadır.

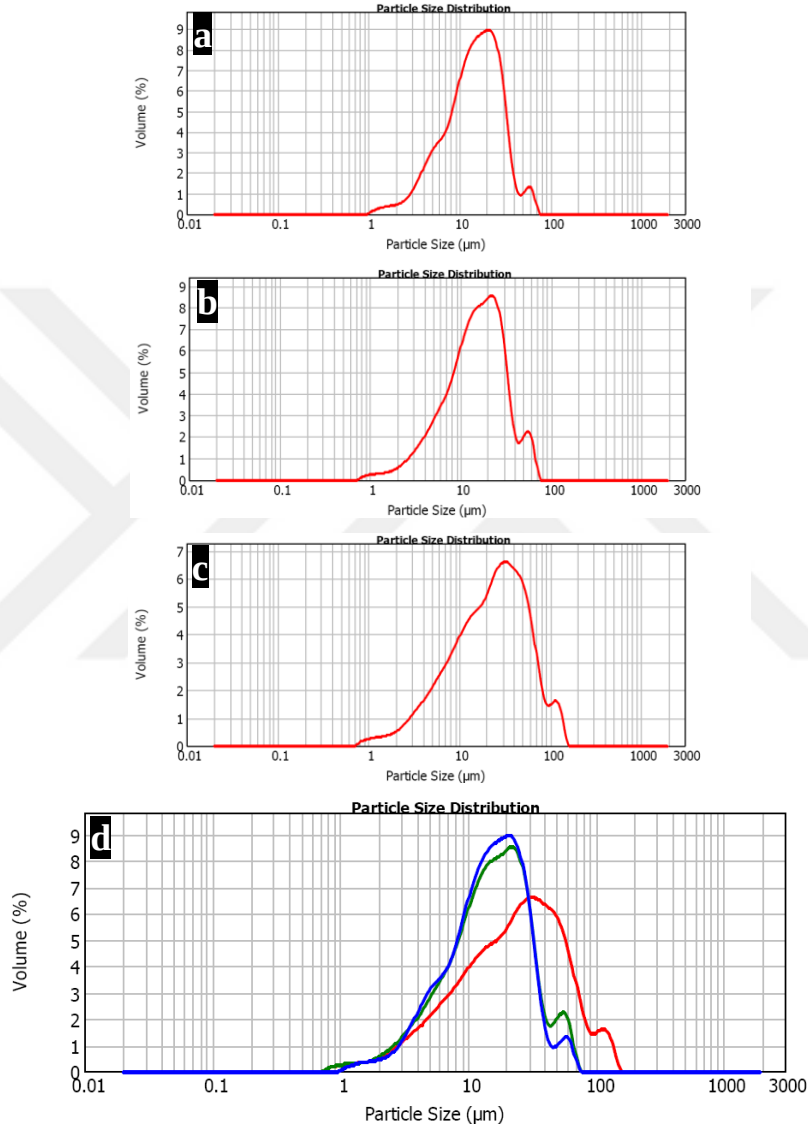
%5 Cr ve %3 Ni içeren numunelerin partikül boyut dağılımları Şekil 3.28’de sunulmuştur.



Şekil 3.28 : (a) Fe₈Mn₆Si₅Cr₃Ni, (b) Fe₁₄Mn₆Si₅Cr₃Ni, (c) Fe₃₁Mn₆Si₅Cr₃Ni alaışımının partikül boyut dağılım grafikleri.

Benzer partikül boyut dağılım davranışı Cr ve Ni ilave edilmiş sistemlerde de gözlemlenmektedir. Artan Mn miktarı ile birlikte ortalama partikül boyutlarında düşüş meydana gelmektedir.

%9 Cr ve %5 Ni içeren numunelerin partikül boyut dağılımı grafikleri şekil 3.29'da sunulmuştur.



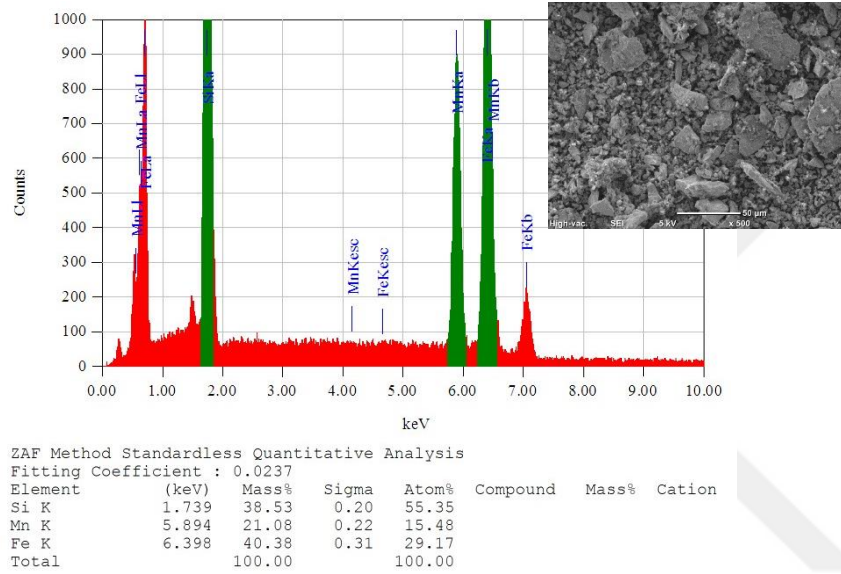
Şekil 3.29 : 4 saat mekanik alaşımlanmış (a) Fe₈Mn₆Si₉Cr₅Ni, (b) Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni, (c) Fe₃₁Mn₆Si₉Cr₅Ni alaışımının partikül boyut dağılım grafikleri.

Cr ve Ni ilavesi ortalama partikül boyutunda az bir miktar düşüşe yol açmaktadır. 4 saatlik mekanik alaşımlama sonrasında her iki sistem için de 17-19 μm seviyelerinde ortalama partikül boyutu elde edilmiştir. %32 Mn içeren numunede ise 32 μm civarı

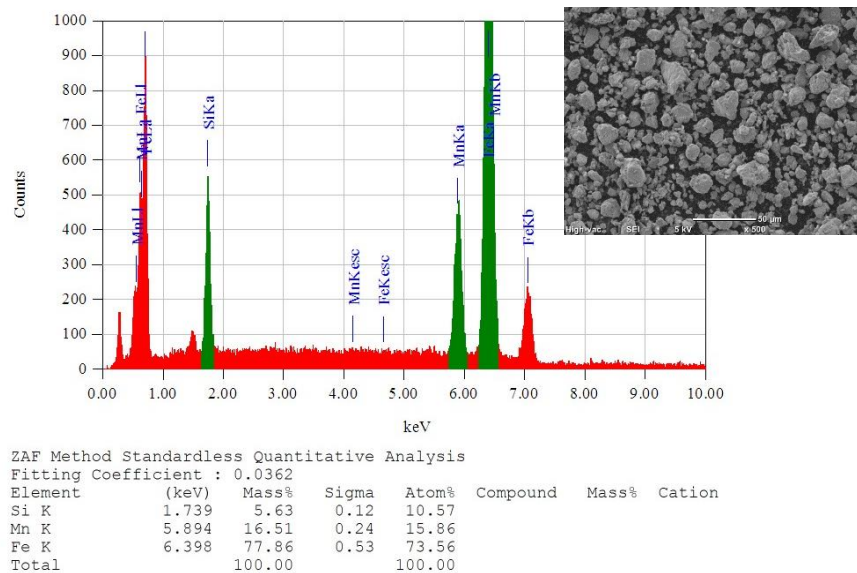
ortalama partikül boyutu elde edilmiştir. FeMnSi sistemine benzer olarak, Mn miktarına bağlı olarak tüm sistemlerde benzer eğilim göstermektedir

3.3.1 Mekanik alaşımlanmış numunelerin SEM analizleri

Farklı SEM analizleri yapılan Fe₁₆Mn₇Si numunelerinin harmanlanmış ve 4 saat mekanik alaşımlanmış tozlara ait EDS analizleri sırasıyla Şekil 3.30 ve Şekil 3.31’de verilmiştir.



Şekil 3.30 : Harmanlanmış Fe₁₆Mn₇Si tozlarının EDS analizi.

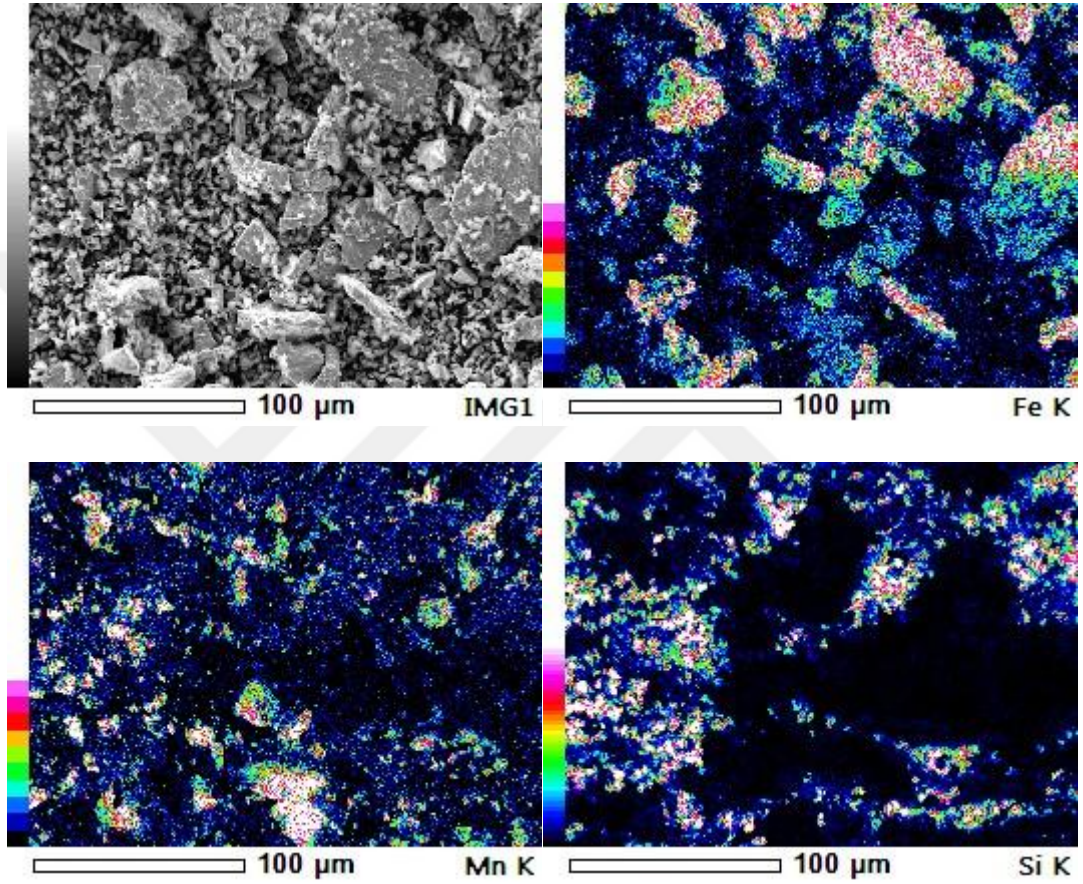


Şekil 3.31 : 4 saat mekanik alaşımlanmış Fe₁₆Mn₇Si tozlarının EDS analizleri.

Şekil 3.30 ve Şekil 3.31’de verilen EDS analizlerine göre harmanlanmış sırasıyla tozlarda homojen bir yapıya rastlanamamaktadır. Gerçekleştirilen elementel analiz

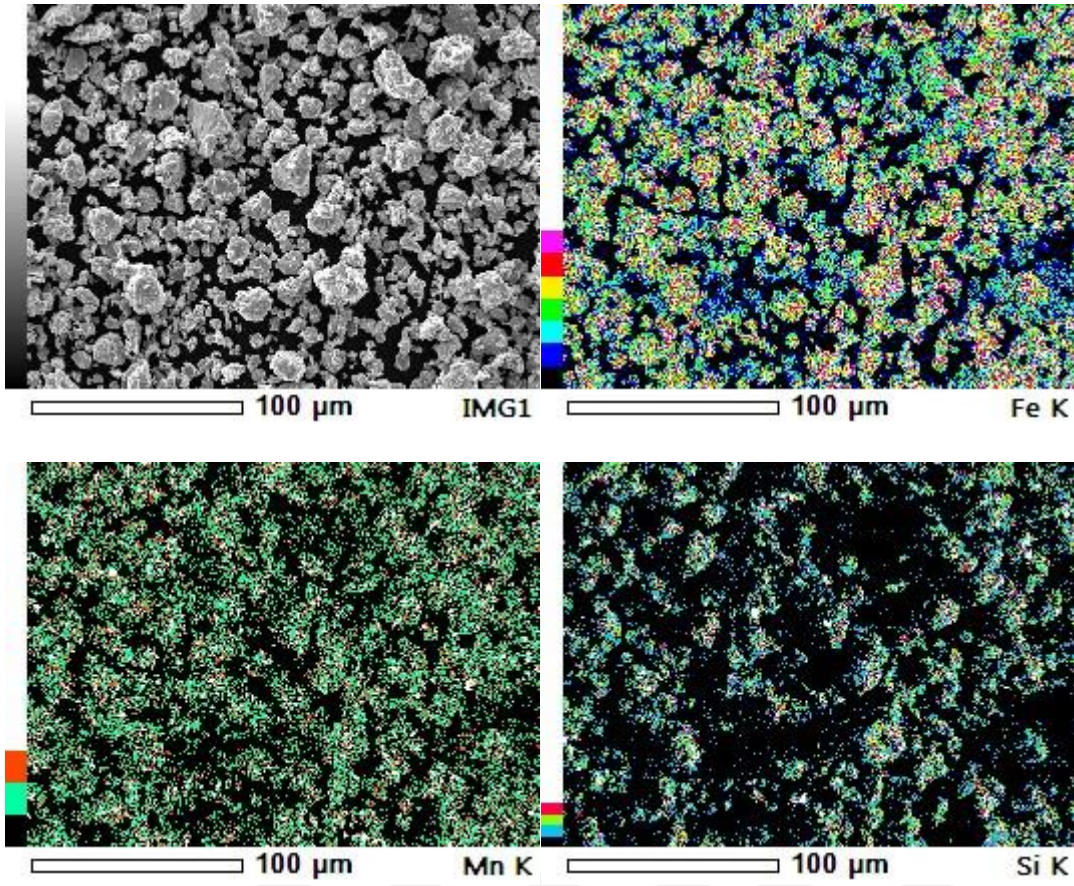
sonucunda başlangıç bileşiminde büyük sapma görülmektedir. 4 saat mekanik alaşımlanmış tozların EDS analiz sonuçları ise elde edilmek istenen hedef bileşime son derece yakındır.

Fe16Mn7Si bileşiminin harmanlanmış tozlardan elde edilen ve 4 saat mekanik alaşımlanmış EDS haritalandırma sonuçları sırasıyla Şekil 3.32 ve Şekil 3.33’de sırasıyla sunulmaktadır.



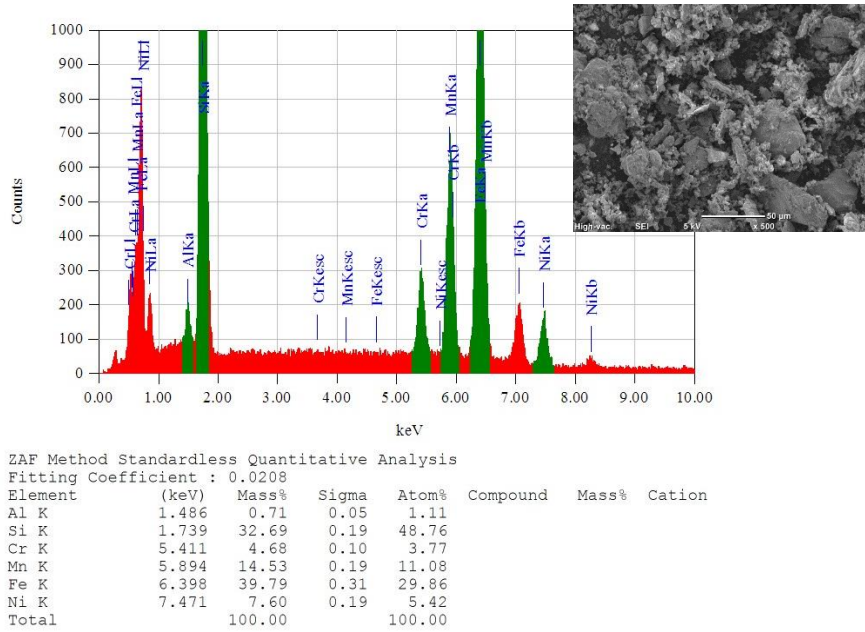
Şekil 3.32 : Harmanlanmış Fe16Mn7Si tozlarının EDS haritalandırma sonuçları.

EDS analizi esnasında gerçekleştirilen haritalandırma çalışmaları sonucunda harmanlanmış tozların farklı bölgelerinden farklı elementel analiz verileri alınmaktadır. Bu durum yapının homojen olmadığına kesin bir göstergesidir. 4 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda ise tüm elementel verilerin her noktadan alınabilmektedir. Yapılan EDS analizleri bileşimsel homojenizasyonun tüm malzemede yeterli oranda sağlandığını göstermiştir.

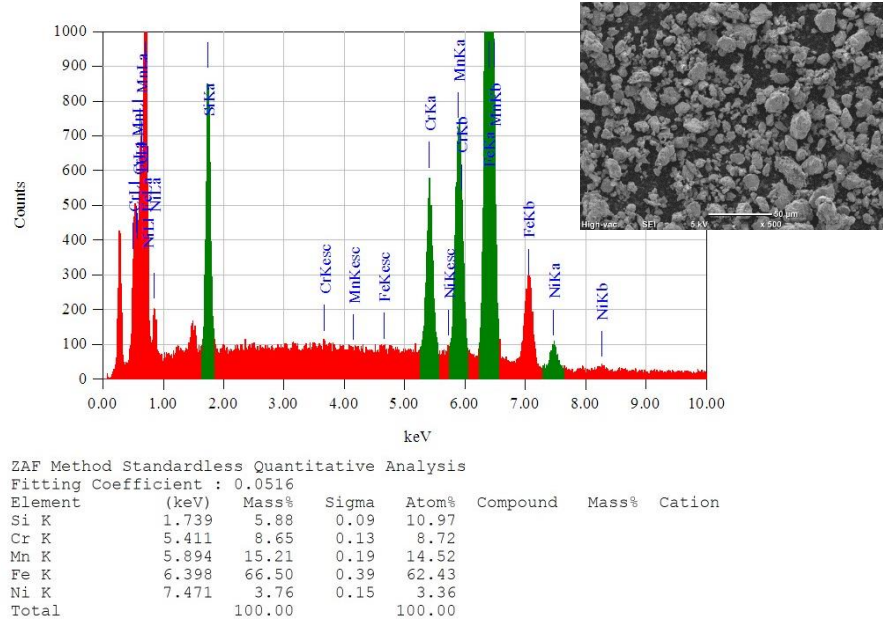


Şekil 3.33 : 4 saat mekanik alaşımlanmış Fe₁₆Mn₇Si tozlarının EDS haritalandırma sonuçları.

Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinin harmanlanmış ve 4 saat mekanik alaşımlanmış tozlara ait EDS analizleri Şekil 3.34 ve Şekil 3.35’de verilmiştir.



Şekil 3.34 : Harmanlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni tozlarının EDS analizi.



Şekil 3.35 : Mekanik alaşımlanmış Fe14Mn6Si9Cr5Ni tozlarının EDS analizi.

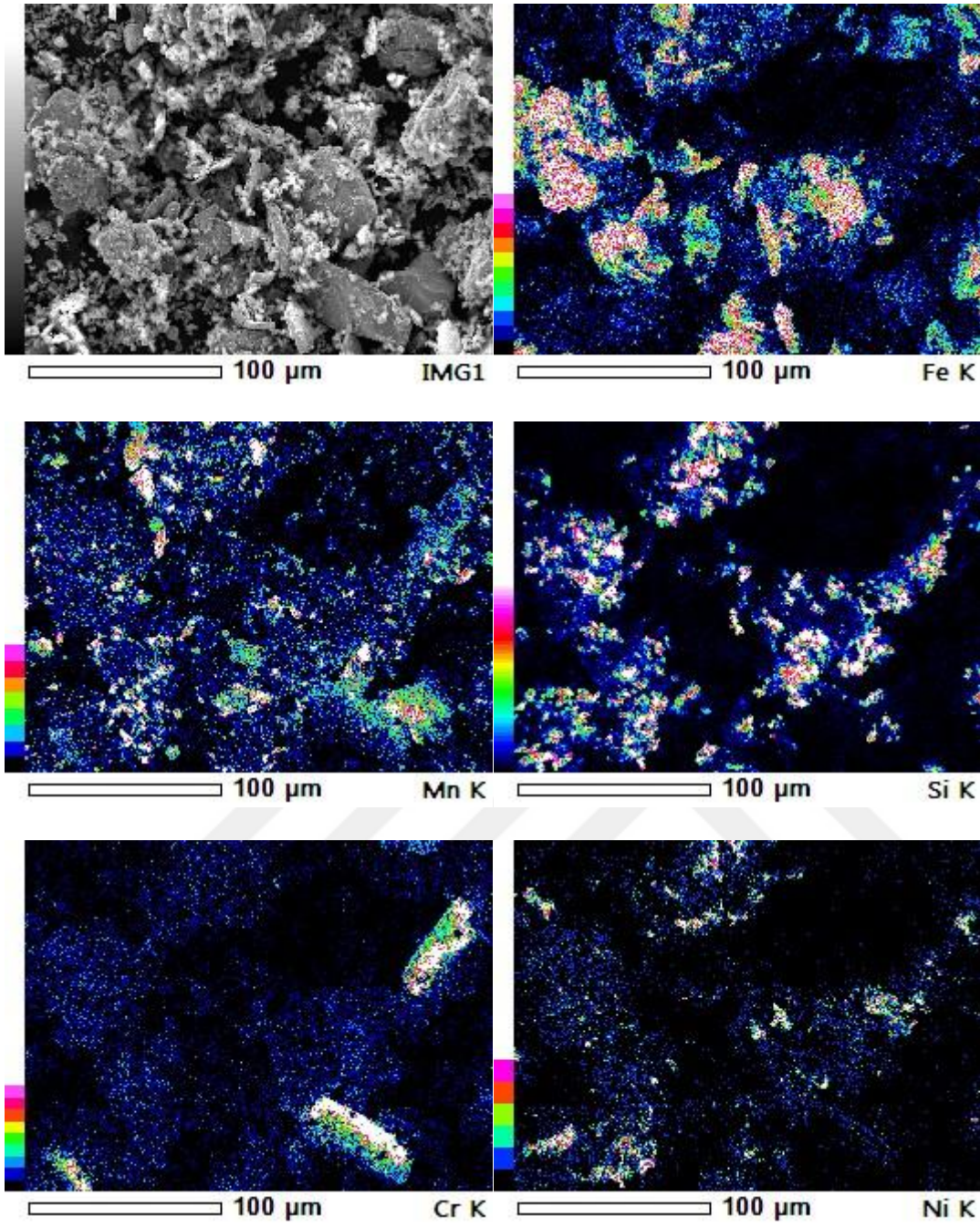
EDS analizlerine göre harmanlanmış tozlarda homojen bir yapıya rastlanamamaktadır. Gerçekleştirilen elementer analiz sonucunda başlangıç bileşiminde büyük sapma görülmektedir. 4 saat mekanik alaşımlanmış tozların EDS analiz sonuçları ise daha önce elde edilen sonuçlara benzer olarak, elde edilmek istenen hedef bileşime son derece yakındır.

Fe14Mn6Si9Cr5Ni tozlarının harmanlanmış ve 4 saat mekanik alaşımlanmış EDS haritalandırma sonuçları sırasıyla Şekil 3.36 ve Şekil 3.37’de verilmiştir.

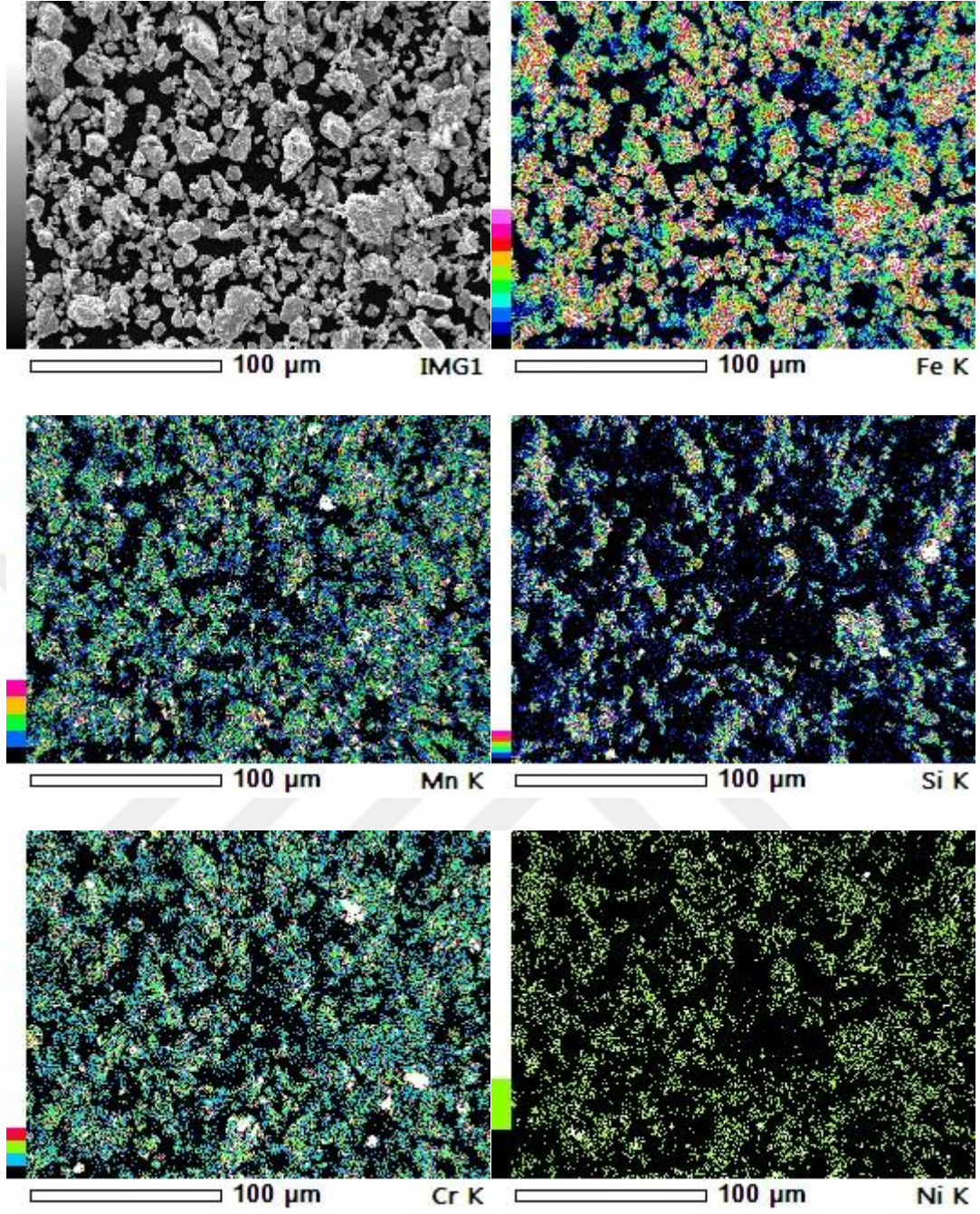
EDS analizi esnasında numunelere gerçekleştirilen alan haritalandırma çalışmaları sonucunda harmanlanmış tozların farklı bölgelerinden farklı elementel analiz verileri alınmakta olduğu tespit edilmiştir. Bu durum yapının homojen olmadığı kesin bir göstergesidir.

4 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda ise tüm elementel veriler her noktadan benzer şekilde alınabilmektedir. Farklı noktalardan gerçekleştirilen noktasal EDS analizleri ile haritalandırma sonucu elde edilen EDS analizleri ile belirlenen bileşimsel kompozisyonlar birbirine son derece yakınlık göstermektedir.

Yapılan EDS analizlerinde elde edilen bulgular, bileşimsel homojenizasyonun, MA sonrasında elde edilen tozlarda tüm malzemede yeterli oranda sağlandığını göstermektedir.



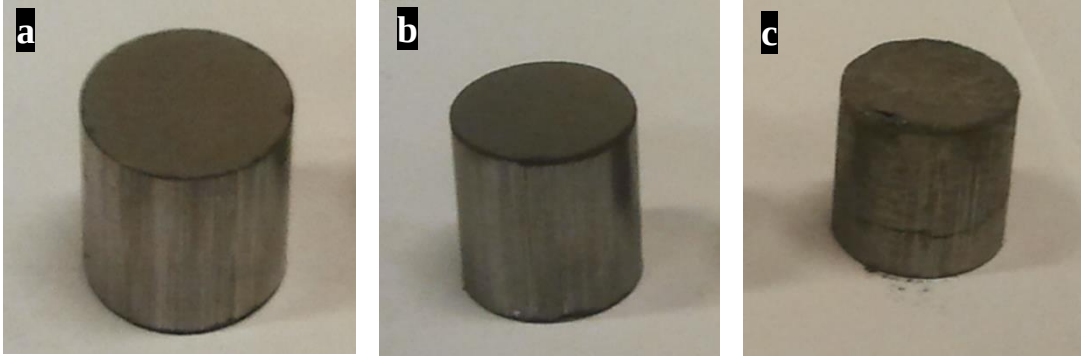
Şekil 3.36 : Harmanlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni tozlarının haritalandırma analizi.



Şekil 3.37 : Mekanik alaşımlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni tozlarının haritalandırma analizi.

3.4 Şekillendirme Sonrası Karakterizasyon

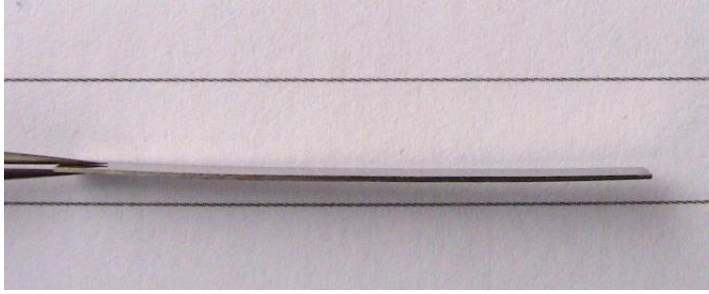
Mekanik alaşımlanmış numuneler daha sonra sinterleme işlemi öncesi şekil verilmek amacıyla el presi ile 200 MPa ve 500 MPa basınçla preslenmiştir. Presleme işleminde çapı 12mm olan kalıplar kullanılmıştır. Şekil 3.38’de preslenmiş farklı Mn oranlarındaki numunelerin makro görüntüleri verilmiştir.



Şekil 3.38 : 12 mm çapında kalıp ile preslenmiş numunelerin makro görüntüsü.

%8 ve %16 Mn içeren numuneler sorunsuz olarak preslenirken %32 Mn içeren numunenin preslenebilirliği konusunda sorunlar yaşanmaktadır. Gerçekleştirilen şekillendirme çalışmalarında laminasyon ve kalıptan çıkarma esnasında kırılmalar gözlemlenmiştir.

Eğme testi amacıyla 4x40 mm boyutlarında dikdörtgen bir kalıp yaptırılmıştır. Kalıp ile yaklaşık 0,6 mm yüksekliğinde numuneler preslenmiştir. Silindirik numunelere benzer şekilde %32 Mn içeren numunelerin preslenmesinde yaşanan zorluklar sebebiyle eğme testlerinde kullanılmak üzere %32 Mn içeren numuneler üretilmemiştir. %8 ve %16 Mn içeren numuneler sorunsuz bir şekilde üretilebilmiştir. Elde edilen dikdörtgen numuneler için örnek resim Şekil 3.39’da sunulmuştur.



Şekil 3.39 : Eğme test numunesinin makro görüntüsü.

3.4.1 Preslenmiş numunelerin yoğunluk ölçümleri

Preslenmiş numunelerin ölçülen ham yoğunlukları Çizelge 3.1 ve Çizelge 3.2’te farklı mekanik alaşımlama süresine göre Fe16M7Si ve Fe14Mn6Si9Cr5Ni numuneleri için verilmiştir. Yoğunluk değerleri mekanik alaşımlama süresinin artması ile artmaktadır. Çizelge 3.3’de farklı Mn ve Si miktarlarına göre 4 saat mekanik alaşımlanmış Fe-Mn-Si sisteminin şekillendirme sonrası yoğunluk değerleri sunulmuştur. Numuneler Cr ve Ni ilavesisonrası elde edilen yoğunluk değerleri Çizelge 3.4’da sunulmuştur.

Çizelge 3.1: Fe16Mn7Si sisteminin farklı mekanik alaşımlama sürelerinde pres basıncına göre rölatif ham yoğunluk değişim tablosu.

MA Süresi	200 MPa	500 MPa
0	75,03	82,24
30	71,36	76,90
60	65,29	71,99
120	66,25	72,30
240	66,33	73,05
480	64,88	72,94

Çizelge 3.2: Fe14Mn6Si9Cr5Ni sisteminin farklı mekanik alaşımlama sürelerinde pres basıncına göre rölatif ham yoğunluk değişim tablosu.

MA Süresi	200 MPa	500 MPa
0	78,68	83,43
30	74,32	79,81
60	68,69	76,90
120	68,54	74,40
240	68,12	74,05
480	68,49	74,04

Çizelge 3.3: Mn ve Si miktarına bağlı olarak, pres basıncına göre rölatif ham yoğunluk değişim tablosu.

Bileşim	200 MPa	500 MPa
Fe8Mn1Si	68,96	73,20
Fe8Mn7Si	68,32	73,68
Fe16Mn1Si	67,01	74,77
Fe16Mn7Si	66,33	73,05
Fe32Mn1Si	67,41	73,99
Fe32Mn7Si	65,98	74,64

Çizelge 3.4: Cr ve Ni ilavesine bağlı olarak pres basıncına göre rölatif yoğunluk değişim tablosu.

Bileşim	200 MPa	500 MPa
Fe7Mn6Si9Cr5Ni	65,11	73,80
Fe8Mn6Si5Cr3Ni	66,52	70,07
Fe7Mn1Si9Cr5Ni	64,01	74,70
Fe8Mn1Si5Cr3Ni	64,21	73,29
Fe14Mn6Si9Cr5Ni	68,12	74,05
Fe15Mn6Si5Cr3Ni	71,33	75,00
Fe14Mn1Si9Cr5Ni	71,21	75,63
Fe15Mn1Si5Cr3Ni	68,70	76,74
Fe31Mn6Si9Cr5Ni	70,45	75,79
Fe32Mn6Si5Cr3Ni	69,73	74,85
Fe31Mn1Si9Cr5Ni	70,90	75,31
Fe32Mn1Si5Cr3Ni	68,02	75,64

Tozların presleme sonrası ham yoğunluk değerleri incelendiğinde düşük mekanik alaşımlama sürelerinde daha yüksek yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Bu kademedeki tozlar daha yumuşak karakterli ve farklı boyutlarda olduğu için boşluklar daha iyi doldurulmuş ve daha yüksek yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Mekanik alaşımlama süresinin artması ile yapıda, partikül boyutları daha küçük ve daha sert yapıda tozlar bulunduğu için bu tozların preslenebilirliği azalmıştır. Kim ve arkadaşları (2011) yaptıkları çalışmalarda benzer yorumlar yapmış ve Soni (2001) kitabında MA'nın benzer etkisinden bahsetmektedir. Preslenebilirliğin düşmesi ile pres sonrası yoğunluklar bir miktar düşük çıkmaktadır.

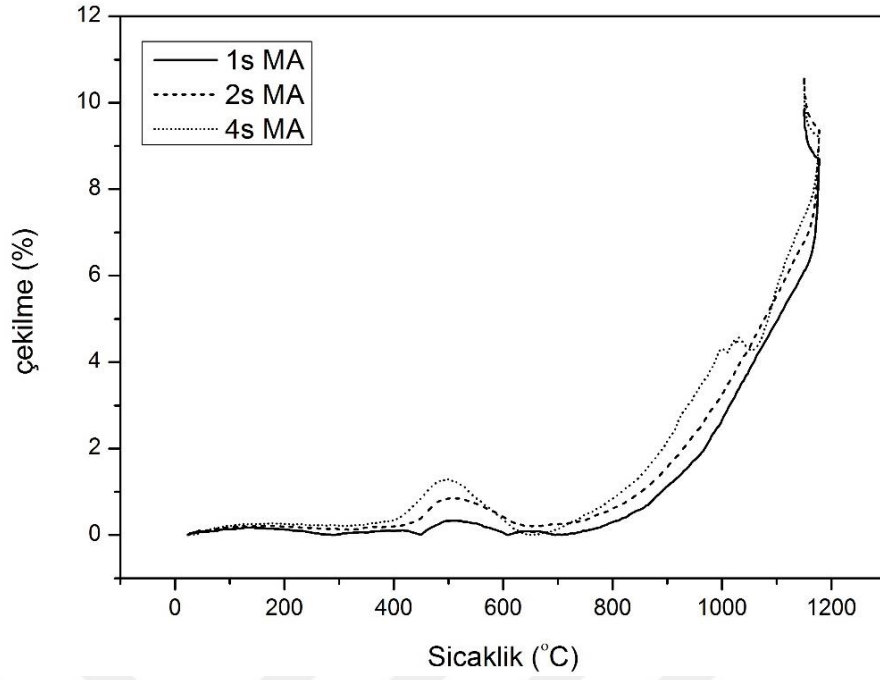
Düşük Mn miktarının 500 MPa pres basıncı ile şekillendirilen silindirik numuneler % 73 civarı relatif ham yoğunluğa sahiptir. Mn miktarının artması ile rölatif ham yoğunluk değerlerinde ciddi miktarda bir artış olmamakla beraber %74 civarı ortalama rölatif yoğunluk değerlerine ulaşılmaktadır. Literatürde belirtildiği üzere ağırlıkça %4 oranında Mn miktarı kırılmalı sert bir yapıdadır (Humbrecht, 1994). Mn miktarı %6-8 seviyelerine yaklaştıkça kırılmalı azalmaktadır. %14-18 aralığında Mn seviyeleri uygun işlenebilirlik özelliğine sahip sistemler olarak belirtilmektedir ve artan Mn miktarı malzemenin işlenebilirliğinde etkili bir değişime sebep olmadığı benzer şekilde raporlanmıştır (Humbrecht, 1994; Moriya, 1990). Buna göre sünnek demir miktarının yüksek olduğu düşük Mn içeren alaşımların preslenebilirliğinin düşük olmasının sebebi Mn içeriğine bağlı olarak değişen bu davranış sebebiyle olduğu yorumlanabilir.

Cr ve Ni ilavesi ile tozların preslenebilirliği %1-3 arasında artmaktadır. Bu durum özellikle Ni ilavesinin yapının sünnekliliğini artırması ile yorumlanabilir. Trivedi ve arkadaşları (2009) ve Li ve arkadaşları (1999) çalışmalarında benzer bulgular sunmuşlardır.

3.5 Sinterleme Çalışmaları

3.5.1 Dilatometre ölçümleri

Malzemelerin sinterlenme davranışının incelenmesi amacıyla dilatometre çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.40'da 500 MPa pres basıncı ile kompaktlanmış numunelerin, mekanik alaşımlama süresi bağlı olarak dilatometre eğrileri verilmiştir.

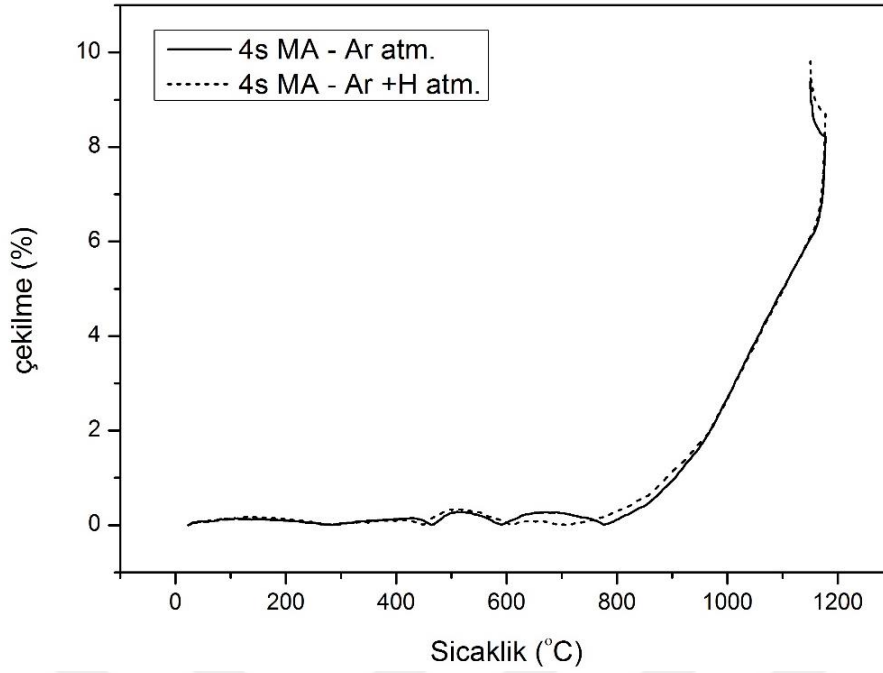


Şekil 3.40 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni alaşımının mekanik alaşımlama süresine göre dilatometre eğrileri.

Elde edilen dilatometre eğrilerine göre mekanik alaşımlama miktarının artması ile sinterlenme davranışında birkaç değişim meydana gelmektedir. Bunlardan ilki 400-600 °C aralığında belli bir miktar çekilme gözlemlenmektedir. Bu durumun yeniden kristallenme sebebiyle oluştuğu düşünülmektedir. Bir diğer farklılık ise grafiğin sağ tarafında bulunan sinterlenme davranışındadır. Mekanik alaşımlama süresinin artması ile birlikte numune daha erken şekilsel çekilmeye başlamıştır. Bu durum mekanik alaşımlama esnasında depolanan yüksek enerjinin salınımıyla birlikte sinterlenme sıcaklığındaki düşüş olarak açıklanmaktadır.

Numunelerde ayrıca farklı atmosferik koşullarda sinterlenme özellikleri incelenmiştir. Bu analizin dilatometre grafiği şekil 3.41’de verilmiştir.

Yapılan çalışmada düz çizgi ile gösterilen deney tamamen Ar atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Buna karşılık kesikli çizgilerle gösterilen deney yine Ar atmosferinde gerçekleştirilmesinin yanında 800 °C sıcaklığında yarım saat süre ile H₂ gazı sisteme verilmiştir. Numunelerin yüksek oksitlenme davranışları sebebiyle sinterleme esnasında oksijenin giderilmesi amacıyla redüksiyon yapılması genel bir yöntemdir. Bu sebeple H₂ ile sinterlenme davranışı incelenmiştir.



Şekil 3.41 : Farklı atmosferik koşullarda Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni alaşımının dilatometre eğrileri.

Numunelerin farklı atmosferik koşullarda sinterlenme davranışlarında ciddi değişiklikler tespit edilmemiştir. Bunun yanında farklı bileşimler için de benzer sinterlenme davranışları gözlemlenmiştir. Dilatometre çalışmaları sonucunda numunelerin 1150 °C sıcaklığında 2 saat süreli sinterlenmelerinin yeterli olduğuna karar verilmiştir. Bunun yanında 800 °C sıcaklığında 30 dakika süreyle H₂ ile numunelerdeki muhtemel yüzey oksitlerinin giderilmesi amacıyla redüksiyon yapılmıştır.

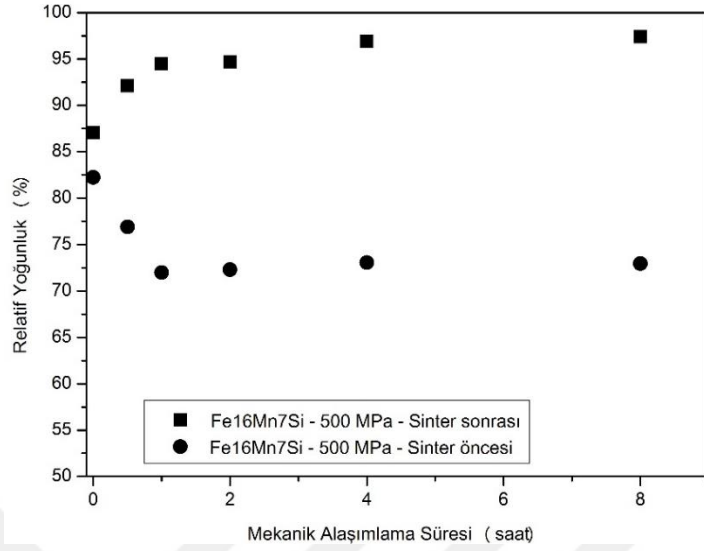
3.6 Sinter Sonrası Karakterizasyon Çalışmaları

Sinterleme işlemi atmosfer kontrollü grafit ısıtıcılı yüksek sıcaklık fırınında gerçekleştirilmiştir. Numuneler toplu olarak sinterleme işlemine tabi tutulmuş bu şekilde sinterlenme çalışmaları arasında oluşabilecek farklılıkların önüne geçilmeye çalışılmıştır.

3.6.1 Yoğunluk ölçümleri

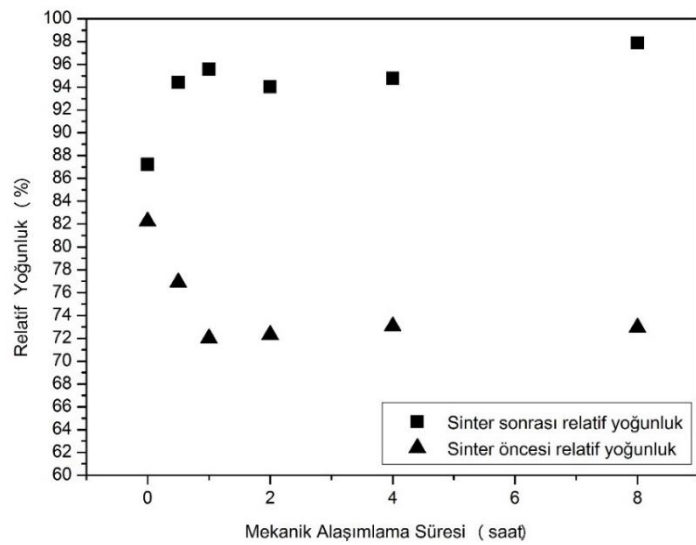
Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk ölçümleri Arşimet yoğunluk prensibi ve helyum gaz piknometresi ile karşılaştırmalı olarak gerçekleştirilmiştir. İki ölçüm sonucunda da benzer yoğunluk değerlerine ulaşılmış bu sebeple helyum gaz piknometresi ile elde edilen yoğunluk değerleri grafiklerde kullanılmıştır. 500 MPa basınç ile preslenen

sinterlenmiş numunelerin, sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yoğunluk değerlerinin değişimi Şekil 3.42 ve 3.43’de sunulmuştur.



Şekil 3.42 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe16Mn7Si numunelerin sinterleme öncesi ve sinter sonrası karşılaştırmalı rölatif yoğunluk değişimleri.

Mekanik alaşımlama süresinin artması ile numunelerin preslenebilirliği olumsuz yönde etkilenmektedir ancak sinterleme işlemi sonrasında %94 üzeri yoğunluk değerlerine ulaşılmakta ve 4 saatlik mekanik alaşımlama sonrasında %97 oranında rölatif sinter yoğunluk değerlerine ulaşılmaktadır. Mekanik alaşımlama malzemenin yoğunlaşmasında pozitif yönde bir etki yapmış ve yüksek yoğunluk değerleri artan mekanik alaşımlama süresi ile elde edilmiştir.



Şekil 3.43 : Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunelerin sinter öncesi ve sinterleme sonrası rölatif yoğunluk değişimleri.

Fe-Mn-Si sistemine benzer şekilde artan mekanik alaşımlama ile sinter sonrası numune yoğunluklarının arttığı tespit edilmiştir. 1 saatlik mekanik alaşımlama sonucunda %94 seviyelerinde rölatif yoğunluk değerleri elde edilirken 4 saatlik mekanik alaşımlama sonrasında %97-98 seviyelerinde rölatif yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Bu durum dilatometre çalışmalarında elde edilen mekanik alaşımlamanın sinterleme davranışı üzerine olumlu etkisini destekler niteliktedir. Elde edilen bulgular TMS 2011’de sunulmuştur (Söyler, 2011).

Elde edilen tüm numunelerin sinter öncesi ve sinter sonrası rölatif yoğunluk değişimleri Çizelge 3.5 ve 3.6’de sunulmuştur.

Çizelge 3.5: Mn ve Si miktarına bağlı olarak, pres basıncına göre rölatif yoğunluk değişim tablosu.

Bileşim	Sinter Öncesi		Sinter Sonrası	
	200 MPa	500 MPa	200 MPa	500 MPa
Fe8Mn1Si	68,96	73,20	95,2	98,1
Fe8Mn7Si	68,32	73,68	95,4	97,8
Fe16Mn1Si	67,01	74,77	94,9	98,0
Fe16Mn7Si	66,33	73,05	94,6	98,2
Fe32Mn1Si	67,41	73,99	95,5	98,4
Fe32Mn7Si	65,98	74,64	94,6	97,6

Çizelge 3.6: Cr ve Ni ilavesine bağlı olarak pres basıncına göre rölatif yoğunluk değişim tablosu.

Bileşim	Sinter Öncesi		Sinter Sonrası	
	200 MPa	500 MPa	200 MPa	500 MPa
Fe7Mn6Si9Cr5Ni	65,11	73,80	94,4	98,2
Fe8Mn6Si5Cr3Ni	66,52	70,07	94,5	98,2
Fe7Mn1Si9Cr5Ni	64,01	74,70	95,0	98,0
Fe8Mn1Si5Cr3Ni	64,21	73,29	94,8	97,5
Fe14Mn6Si9Cr5Ni	68,12	74,05	94,6	97,9
Fe15Mn6Si5Cr3Ni	71,33	75,00	94,4	97,7
Fe14Mn1Si9Cr5Ni	71,21	75,63	95,0	98,3
Fe15Mn1Si5Cr3Ni	68,70	76,74	94,9	97,8
Fe31Mn6Si9Cr5Ni	70,45	75,79	93,8	98,2
Fe32Mn6Si5Cr3Ni	69,73	74,85	93,9	97,4
Fe31Mn1Si9Cr5Ni	70,90	75,31	94,7	97,6
Fe32Mn1Si5Cr3Ni	68,02	75,64	94,4	97,9

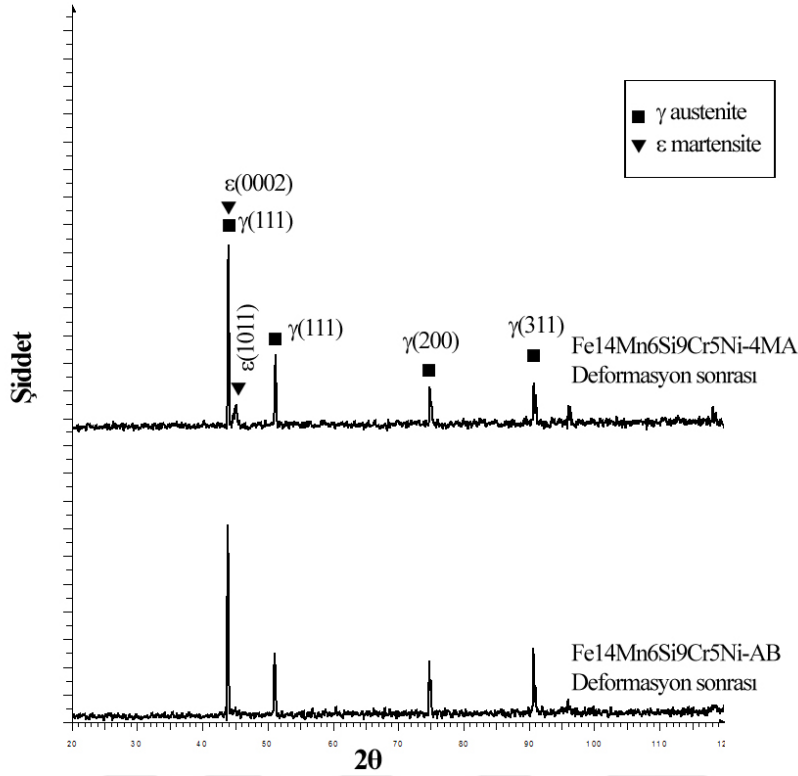
4 saat mekanik alaşımlanmış Fe-Mn-Si alaşımlarında sinter öncesi yoğunluk değerleri %73-75 seviyelerinde iken sinterleme sonrasında %97-98 seviyelerinde rölatif yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. 200 MPa ile preslenen numunelerin sinter sonrası yoğunluk değerleri %94 seviyelerinde kalmıştır ve yapıda yüksek oranda porozite bulunmaktadır. Arşimet terazisi prensibine göre yapılan ölçüleri desteklemek amacıyla helyum gaz piknometresi ile ölçümler gerçekleştirilmiş ve benzer seviyelerde sonuçlar elde edilmiştir.

Cr ve Ni ilavesi gerçekleştirilmiş numunelerde 200 MPa ile preslenen numunelerin sinter öncesi yoğunluk değerleri %65-70 seviyelerinde iken sinter sonrasında %93-95 aralığı seviyelere ulaşmıştır. 500 MPa basınç ile preslenen numunelerde sinter öncesinde %70-75 aralığında yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Sinterleme sonrasında yoğunluk değerleri %98 seviyelerine ulaşmıştır. Numunelerde bir miktar porozite bulunmasının yanında, kullanılan sinterleme rejimi ile numunelerde genel olarak yüksek oranda yoğunlaşma sağlanmıştır.

3.6.2 Faz analizleri

Sinterlenmiş numunelerde faz karakterizasyonu X-ışınları difraktometresi ile yapılmıştır. Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinin sinter sonrası ve deformasyon uygulandıktan sonra gerçekleştirilen XRD grafikleri Şekil 3.23'te verilmiştir. Verilen XRD analizlerine göre sinterlenmiş numunede γ östenit fazı görülmektedir ve ϵ -martenzit fazı yapıda gözlemlenmemiştir. Numune eğme testi ile deforme edildikten sonra gerçekleşen XRD analizinde ϵ -martenzit fazına ait pik gözlemlenmiştir. ϵ -martenzit Fe-Mn-Si esaslı sistemlerde tersinir dönüşüm özelliği sayesinde şekil bellek etkisinin gerçekleşmesini sağlamaktadır. Bu fazın varlığı malzemelerde şekil bellek etkisinin olduğunun da bir göstergesi durumundadır. Buna ek olarak yine gerilme destekli oluşan fakat tersinir dönüşüm göstermeyen α' -martenzit fazına grafiklerde rastlanmamıştır.

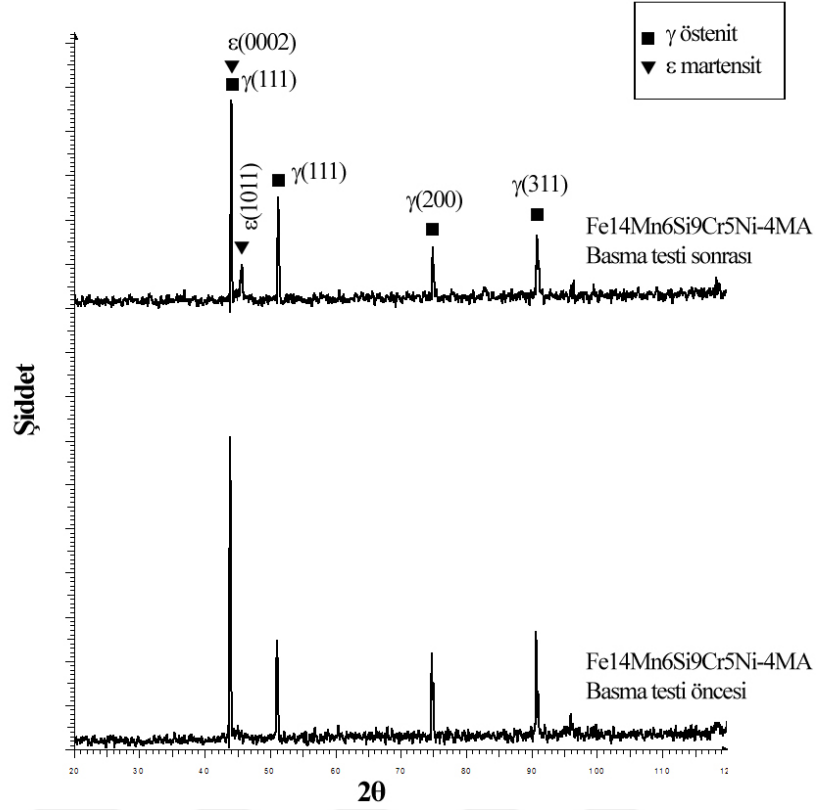
Şekil 3.44'de Sinterleme sonrasında, harmanlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni ve 4 saat MA'lanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunelerin deforme edildikten sonra elde edilen XRD grafikleri sunulmaktadır.



Şekil 3.44 : Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinin, sinter sonrası ve deformasyon sonrası gerçekleştirilen XRD grafikleri.

Harmanlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni ve 4 saat MA'lanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunelerin sinterleme sonrası ve deformasyon uygulandıktan sonra gerçekleştirilen XRD analizleri incelendiğinde deformasyon ile mekanik alaşımlanmış numunelerde şekil bellek etkisinden sorumlu olan ε-martenzit fazı XRD analizlerin gözlemlenebilmektedir. Harmanlanmış tozlardan elde edilen numunelerde ise deformasyon ile birlikte gerilme destekli ε-martenzit fazının oluşmadığı görülmektedir. Bunun en önemli sebebi yeterli homojenizasyonun sağlanamaması sebebiyle şekil bellek etkisinin kısmi olarak kaldığı ve tüm yapının şekil bellek etkisi gösterememesi olduğu düşünülmektedir. Benzer bulgular Wen ve arkadaşları (2005) tarafından gerçekleştirilen çalışmada da gözlemlenmiştir. Harmanlanan tozlardan elde edilen numunelerden genel olarak benzer XRD grafikleri elde edilmektedir ve hiçbir numunede uygulanan deformasyon ile oluşan ε-martenzit fazı XRD grafiklerinde gözlemlenmemiştir.

4 saat mekanik alaşımlanmış Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinin basma testi öncesi ve sonrasında gerçekleştirilen X-ışınları analiz sonuçları Şekil 3.45'te sunulmuştur. .

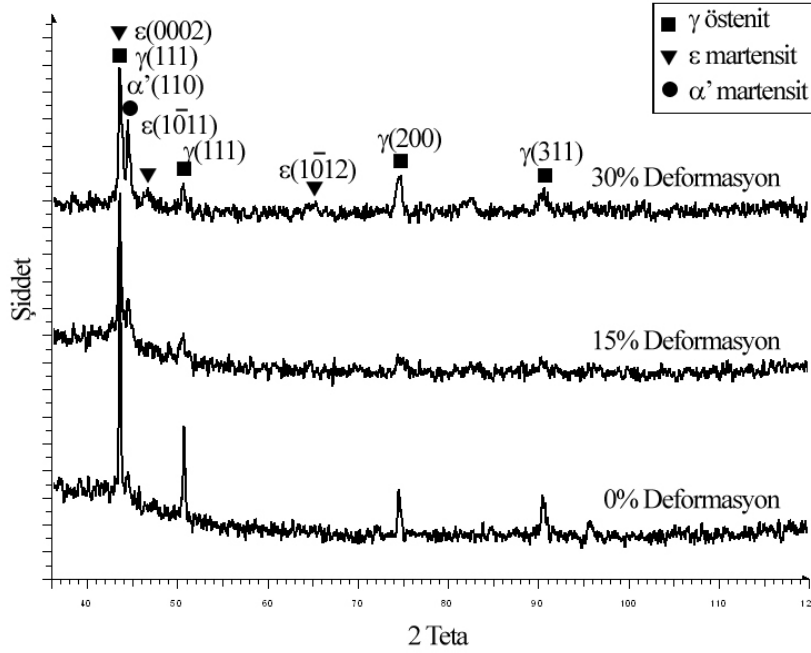


Şekil 3.45 : Harmanlanmış Fe14Mn6Si9Cr5Ni ve 4 saat MA'lanmış Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunelerin sinterleme sonrası ve deforme edildikten sonra elde edilen XRD grafikleri.

Elde edilen grafiklere göre uygulanan %4 oranında plastik deformasyonun ardından numunede ϵ -martenzit piki belirgin bir şekilde gözlemlenmiştir. Numuneler uygulanan basma testi sonucunda da yüksek oranda şekil bellek etkisi gösteren numunelerin elde edilen XRD grafikleri deneysel sonuçlar ile uyum içerisinde.

Numunelerin şekil bellek etkisinin incelenmesinde, etkin mekanizmanın belirlenmesinde faz analizleri önemli bir karakterizasyon tekniğidir. Bu amaçla deformasyon ve yeniden toparlanma aşamalarında malzemenin faz yapısının incelenmesi gerekmektedir.

Sinterlenmiş Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesinin %0, %15 ve %30 kalınlık azalması olacak şekilde ön deformasyon uygulanmış, ardından her aşamada X-ışınları analizleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.46'da farklı ön deformasyon oranlarının uygulanmasının ardından gerçekleştirilen eğme testleri sonucu elde edilen X-ışınları grafikleri sunulmaktadır.



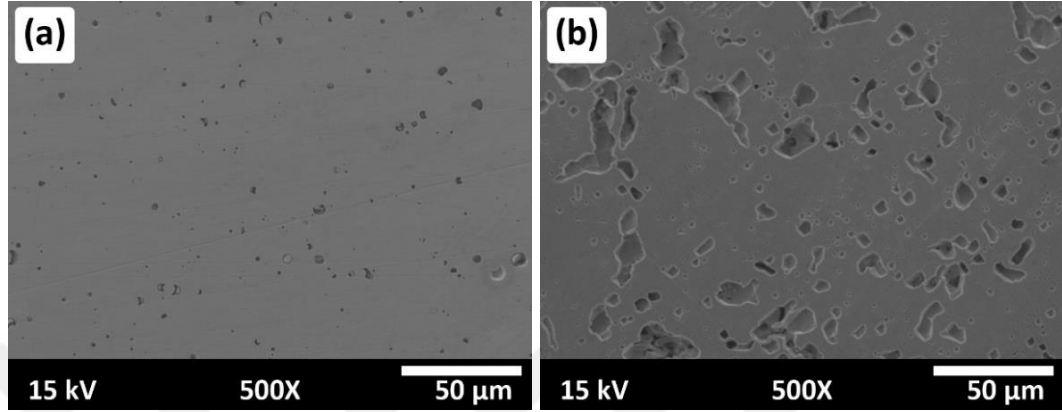
Şekil 3.46 : Sinterlenmiş Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinin farklı ön deformasyon miktarlarına göre XRD grafikleri.

Ön deformasyonun şekil bellek davranışına etkisinin incelenmesi amacıyla malzemeye soğuk hadde işlemi uygulanmıştır. Soğuk hadde laboratuvar tipi bir el haddesi ile gerçekleştirilmiştir.

Elde edilen XRD grafiklerinde %0 ve %15 deformasyon miktarlarında ϵ -martenzit fazı gözlemlenmemiştir. %30 deformasyon miktarı uygulandığında yapıda ϵ -martenzit fazı gözlemlenmeye başlamıştır. Uygulanan ön deformasyon ile elde edilen ϵ -martenzit fazı şekil bellek oranının olumlu etkide bulunduğu gözlemlenmiştir. Benzer sistemlerde yapılan çalışmalarda elde edilen bulgular bunu destekler niteliktedir (Andersson ve Agren, 1995; Yang ve Wayman, 1992). ϵ -martenzit fazının yanında tersinir olmayan α' -martenzit fazı da gözlemlenmiştir. α' -martenzit fazının şekil bellek etkisine olumlu ya da olumsuz katkısının bulunmamasının yanında aşırı deformasyonun uygulanması sebebiyle ϵ -martenzit fazı α' -martenzit fazına dönüşmektedir ve tersinir olmayan fazın yapıda kalması ile sonuçlanmaktadır (Bujoreanu ve diğ., 2009). Dai ve arkadaşlarının (2002) gerçekleştirdikleri çalışmalara göre, ϵ -martenzit fazının α' -martenzit fazına dönüşmesi toplam dönüşecek $\epsilon \rightarrow \gamma$ tersinir dönüşümünün miktarını azaltmakta bu da çevrim miktarının azalmasına yol açmaktadır.

3.6.3 Elektron mikroskobu analizleri

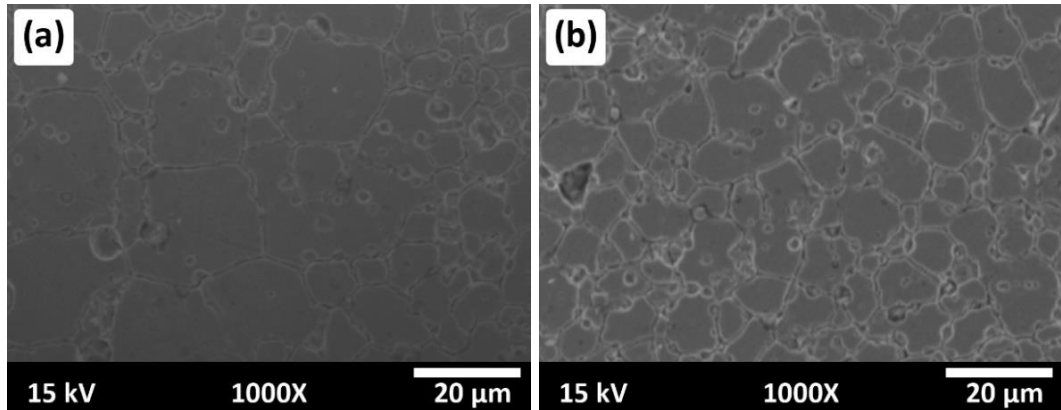
Harmanlanmış $\text{Fe}_{16}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ ve 4 saat MA'lanmış $\text{Fe}_{16}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ numunelerinin sinter sonrası elde edilen elektron mikroskobu görüntüleri Şekil 3.47'de verilmiştir.



Şekil 3.47 : (a) 4 saat MA'lanmış $\text{Fe}_{14}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ ve (b) harmanlanmış $\text{Fe}_{14}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ numunelerinin sinterleme sonrası SEM görüntüleri.

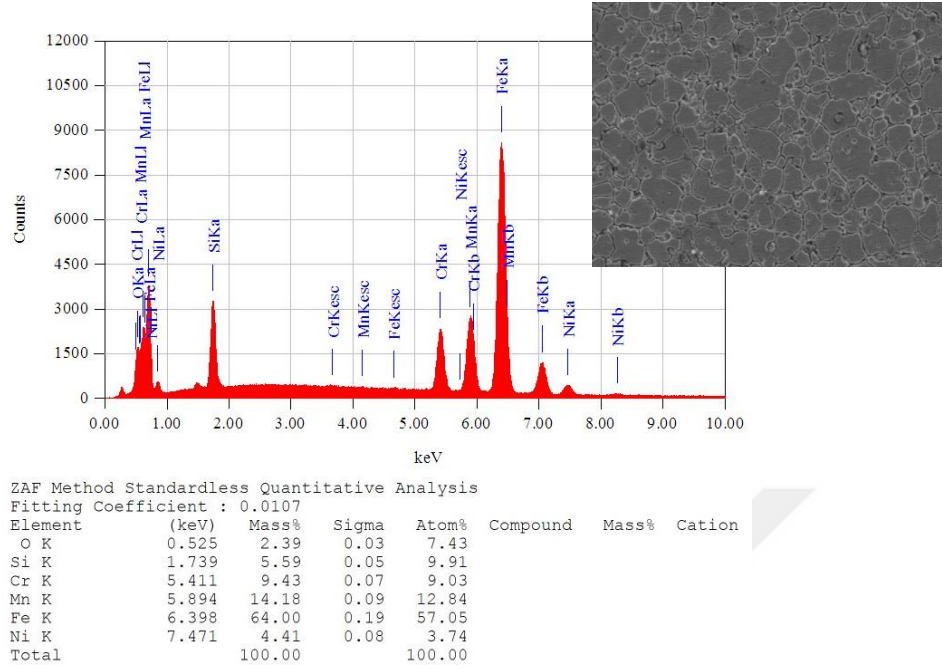
Verilen SEM görüntülerin göre doğrudan harmanlanmış tozlardan hareketle preslenen tozların sinterlenmesi sonrası yeterli yoğunlaşma sağlanamamış ve yapıda büyük poroziteler gözlemlenmiştir. 4 saat mekanik alaşımlanmış numunede ise yüksek miktarda yoğunlaşma sağlandığı görülmektedir. Yapıda bölgesel olarak poroziteler olmakla beraber çok büyük oranda yoğunlaşma gerçekleşmiştir. Gerçekleştirilen elektron mikroskobu çalışmaları sinter sonrası gerçekleştirilen yoğunluk ölçümleri ile uyum içerisinde.

Şekil 3.48'de dağlanmış $\text{Fe}_{14}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ ve $\text{Fe}_{31}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ numunelerin SEM görüntüleri sunulmaktadır.

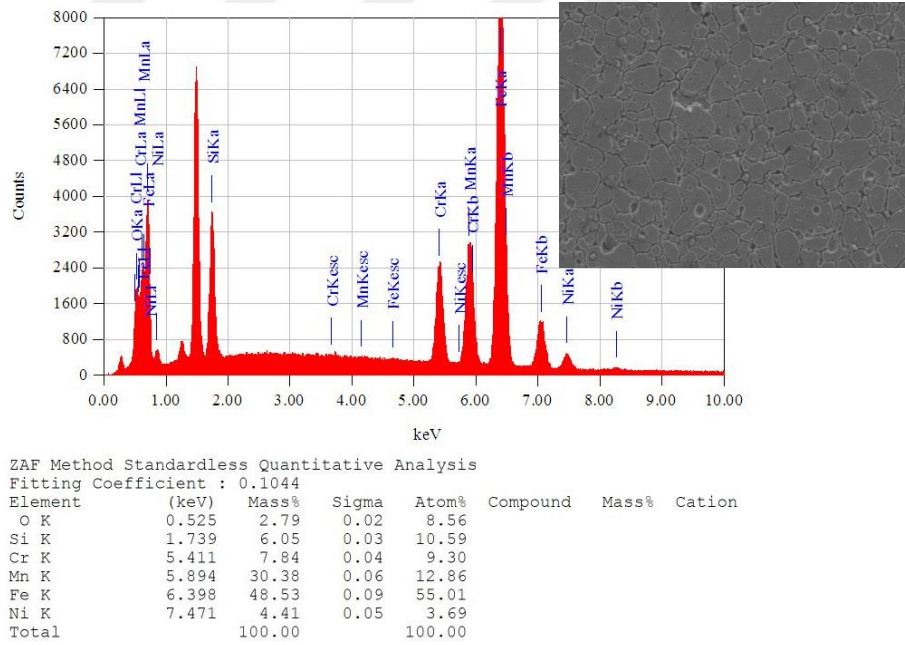


Şekil 3.48 : Sinterlenmiş (a) $\text{Fe}_{14}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ -4MA ve (b) $\text{Fe}_{31}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ numunelerinin SEM görüntüleri.

Şekil 3.49’da Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni ve Şekil 3.50’de Fe₃₁Mn₆Si₉Cr₅Ni numunelerinin sırasıyla EDS analizleri verilmiştir.

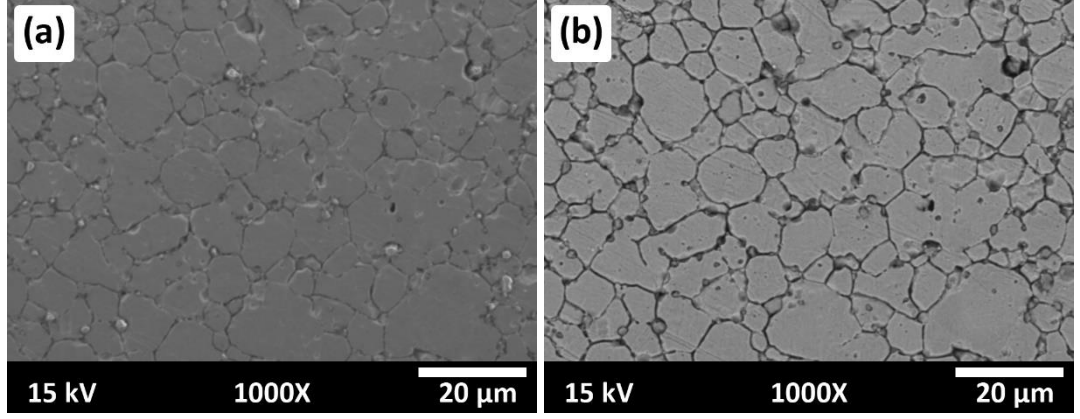


Şekil 3.49 : Sinterlenmiş Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinin EDS analizi.



Şekil 3.50 : Sinterlenmiş Fe₃₁Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinin EDS analizi.

Şekil 3.51’de Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinde gerçekleştirilen ikincil elektron ve geri saçılan elektron görüntüleri verilmiştir.



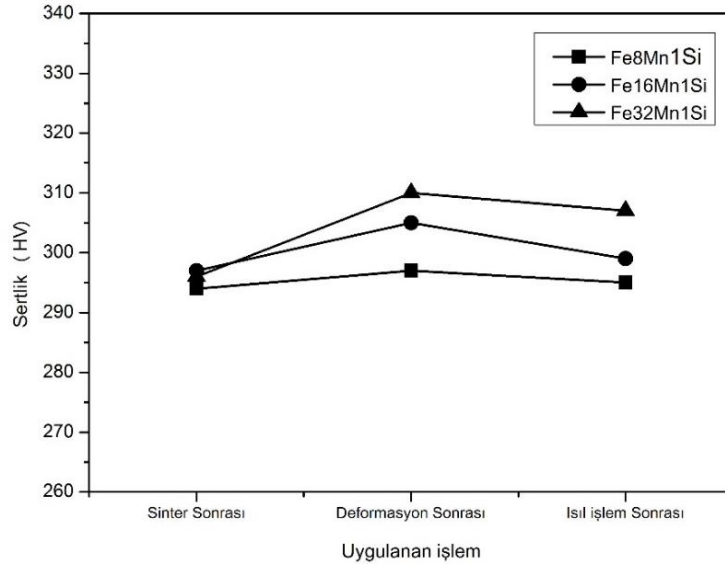
Şekil 3.51 : Sinterlenmiş (a) Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni-4MA ve (b) Fe₃₁Mn₆Si₉Cr₅Ni numunelerinin SEM görüntüleri.

Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinden alınan ikincil elektron ve geri saçılan elektron görüntülerine göre genel olarak tek fazlı bir yapının ve X-ışınları sonuçlarına göre de γ -östenit fazının yapıda bulunduğu görülmektedir. EDS analizlerinde gözlemlenen bir miktar oksijen yapıda görülen 500 nm civarı büyüklüklerdeki küresel SiO₂ oluşumu kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Sinterleme sonrası ortaya çıkan ve muhtemelen sinterleme aşamasında yapıda kalan az miktar oksijen ile reaksiyon sonucu oluşan kararlı SiO₂ fazı genel olarak tane sınırlarına yerleşmekte olduğu çalışmalarda gözlemlenmiştir. Benzer bulgular Wang ve arkadaşları (1999) tarafından yapılan çalışmada da raporlanmıştır. Yapılan çalışmalarda, SiO₂ miktarının yükselmesi şekil bellek etkisini olumsuz etkilemektedir. Bu nedenle numunelerin oksit oluşumuna karşı korunması kritik öneme sahiptir.

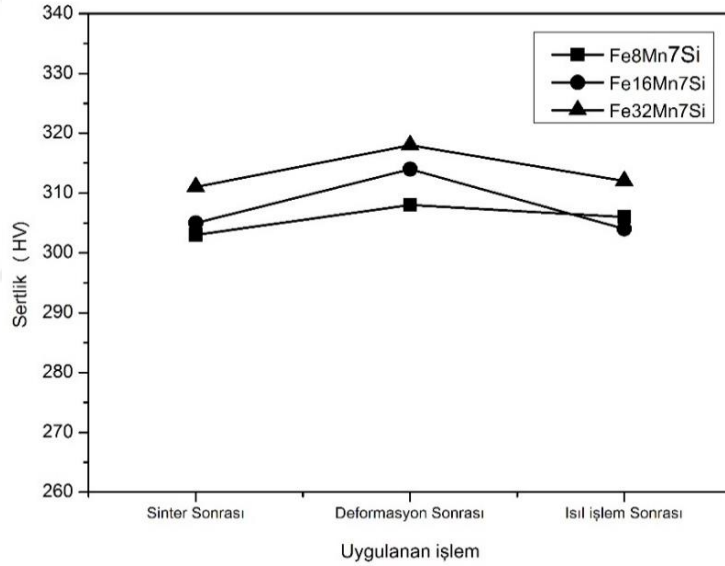
3.6.4 Sertlik sonuçları

Sinterleme sonrası, deformasyon sonrası ve toparlanma ısı işlemi sonrası numunelerin sertlik değişimini takip etmek amacıyla Vickers sertlik testi gerçekleştirilmiştir. Numunelerin faz dönüşümleri ve deformasyona bağlı olarak mekanik özelliklerinin değişimin incelenmesi amacıyla sertlik deneyleri gerçekleştirilmiştir.

Numunelerin sinter sonrası, deformasyon sonrası ve ısı işlem sonrası sertlik değerleri değişimi Şekil 3.52 ve Şekil 3.53'te verilmiştir.



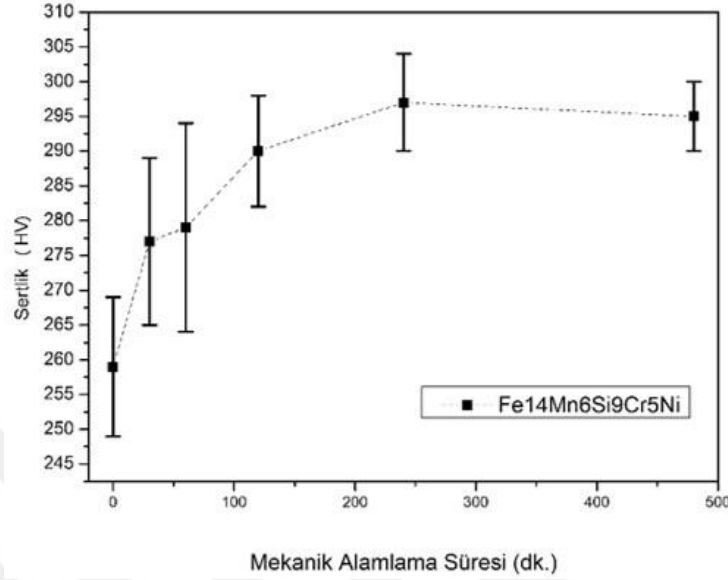
Şekil 3.52 : Fe8Mn1Si, Fe16Mn1Si ve Fe32Mn1Si numunelerinin sinter sonrası, basma testi sonrası ve toparlanma ısıtma işlemi sonrası sertlik değişimi.



Şekil 3.53 : Fe8Mn7Si, Fe16Mn7Si ve Fe32Mn7Si numunelerinin sinter sonrası, basma testi sonrası ve toparlanma ısıtma işlemi sonrası sertlik değişimi.

Numunelerin sinter sonrası sertlik değerleri 290-300 HV arasında bulunurken uygulanan soğuk deformasyon ile sertlik değerleri bir miktar artmaktadır. Ardından uygulanan toparlanma ısıtma işlemi ile yapıda tekrar γ -östenit fazı kararlı hale geldiğinden sertlik değerleri tekrar başlangıç seviyelerine yaklaşmıştır. Elde edilen sertlik değerleri literatür araştırmasında bulunan değerler ile örtüşmektedir (Borges ve Cristina, 2003).

Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinin MA süresinin değişimi ile sinterleme sonrası elde edilen sertlik değerleri değişimi ve buna bağlı standart sapma miktarları Şekil 3.54'te sunulmuştur.



Şekil 3.54 : Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinin MA süresinin artması ile sinterleme sonrası sertlik değerleri değişimi ve standart sapma miktarları.

Harmanlanmış tozlarda ve düşük MA sürelerinde standart sapma değerlerinin oldukça yüksek olduğu ancak 2 saatlik MA süresi sonrasında belirgin bir şekilde standart sapma değerlerinin azaldığı bunun yanında sertlik değişimininde başlangıç MA sürelerine göre azaldığı gözlemlenmiştir. Bu durum, çalışmada daha önce de bahsedilen, MA'nın yapısal homojenizasyona olumlu etkisi ile açıklanabilir.

3.7 Şekil bellek etkisi

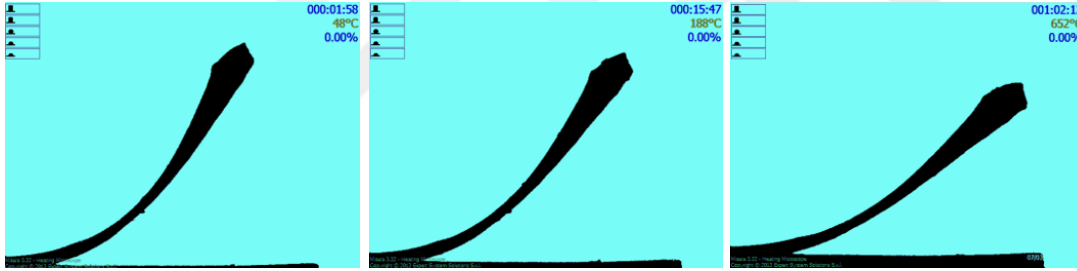
Elde edilen numunelerin şekil bellek etkilerinin incelenmesinde standartlaşmış bir karakterizasyon tekniği bulunmaması sebebiyle özgün bir yöntem tasarlanmıştır. Numuneler 4x40 mm boyutlarında preslenip sinterlendikten sonra zımpara ile dış yüzeyi temizlenmiş ve numune yüksekliği yaklaşık 300 µm numune kalınlığına indirilmiştir. Literatürde standart olarak bir test numunesi ölçüsü bulunmadığından bu ölçüler numuneler arası karşılaştırma yapılabilmesi amacıyla benzer tutulmuştur. Kullanılan numunelerin eğme testi sonrası ve ısıtıl işlem sonrası çekilen örnek makro fotoğrafları Şekil 3.55'te verilmiştir.



Şekil 3.55 : (a) Sinterlenmiş, (b) deformasyon sonrası ve (c) ısıtıl işlem sonrası Fe14Mn6Si9Cr5Ni-4MA numunesinin makro görüntüleri.

Başlangıçta 40 mm uzunlukta çubuklar şeklinde, düz olarak üretilen numuneler, 25 mm çapında metal silindir çevresinde bükülmüştür. Ardından 600 °C sıcaklıkta 10 dakikalık ısıtıl işlemine tabi tutulmuş ve şekil geri kazanımlar hem görsel olarak incelenmiş hem de eşitlik 2.1 yardımı ile hesaplanmıştır.

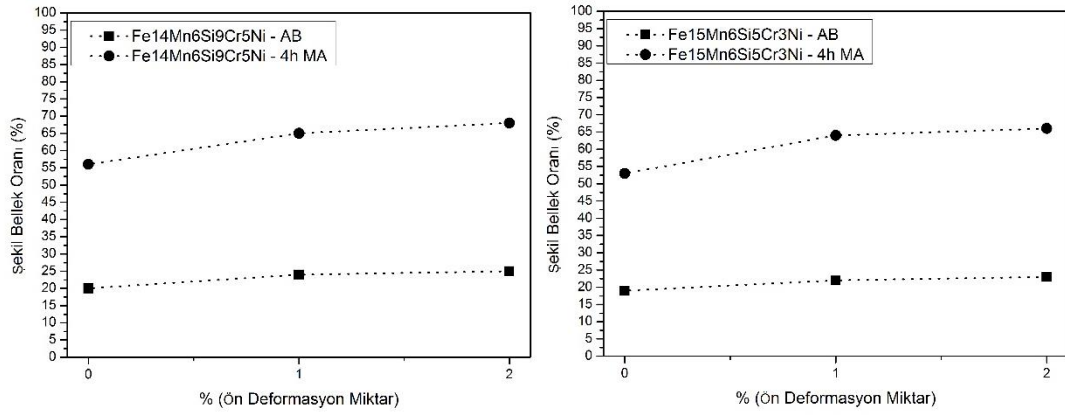
Ek olarak, yüksek sıcaklık optik dilatometre kullanılarak ısıtıl işlem esnasında deformasyon sonrası şekil geri kazanım davranışı incelenmiş ve sıcaklığa bağlı olarak değişim görsel video olarak kaydedilmiştir. Kaydedilen video görüntülerine ait alınmış ekran görüntüleri Şekil 3.56’da verilmiştir.



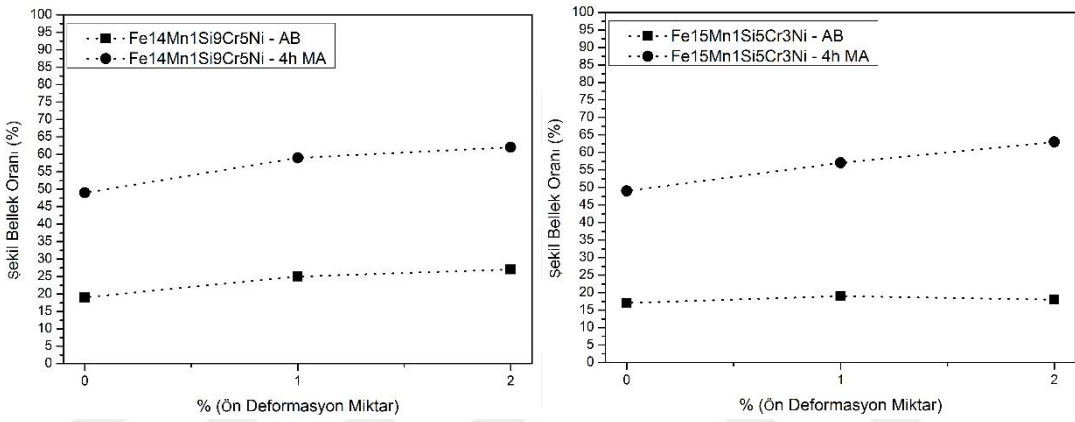
Şekil 3.56 : Fe14Mn6Si9Cr5Ni-4MA numunesinin (a) 50 °C, (b) 200 °C (c) 600 °C sıcaklıklarda kaydedilmiş yüksek sıcaklık optik dilatometre görüntüleri.

Ortam sıcaklığından 600 °C sıcaklığa kadar geçen ısıtıl işlem sürecinde malzemede meydana gelen şekil geri kazanım net olarak yüksek sıcaklık optik dilatometresinde de gözlemlenmiştir.

Eğme testi yöntemi ile hesaplanan şekil bellek oranları Şekil 3.57 ve Şekil 3.58 sunulmuştur. Eğrilik çapındaki değişime göre hesaplanan şekil bellek oranlarına göre Fe14Mn6Si9Cr5Ni sisteminde sinterlenmiş numunelerde %55 oranında şekil bellek etkisi hesaplanırken uygulanan ön deformasyon artışıyla şekil bellek oranları %65 seviyelerine kadar arttırılmıştır. Benzer davranış Fe15Mn6Si5Cr3Ni numunesinde de gözlemlenmiş Cr ve Ni miktarının azalması ile bir miktar şekil bellek oranları azalmıştır. Harmanlanmış numunelerde ise %20 seviyelerinde şekil bellek etkisi gözlemlenebilmiştir.



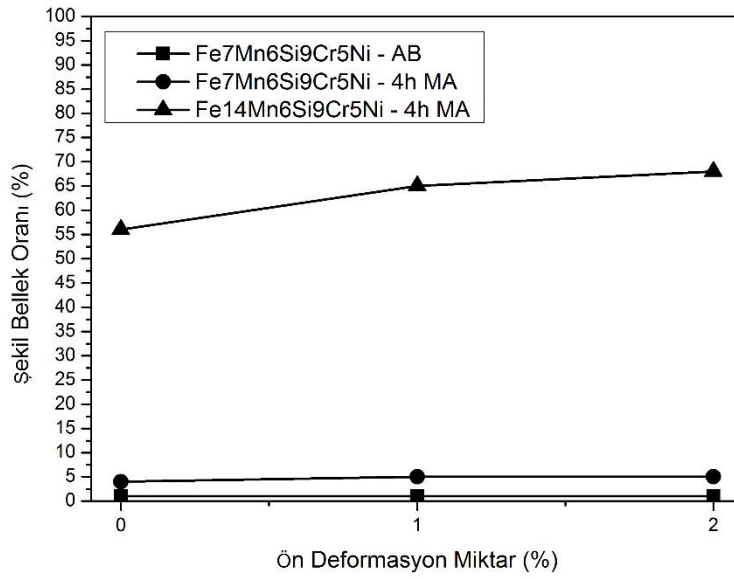
Şekil 3.57 : Fe14Mn6Si9Cr5Ni ve Fe15Mn6Si5Cr3Ni numunelerinin eğme testi ile hesaplanan şekil bellek oranları.



Şekil 3.58 : Fe14Mn1Si9Cr5Ni ve Fe15Mn1Si5Cr3Ni numunelerinin ön deformasyon miktarına göre, eğme testi ile hesaplanan şekil bellek oranları.

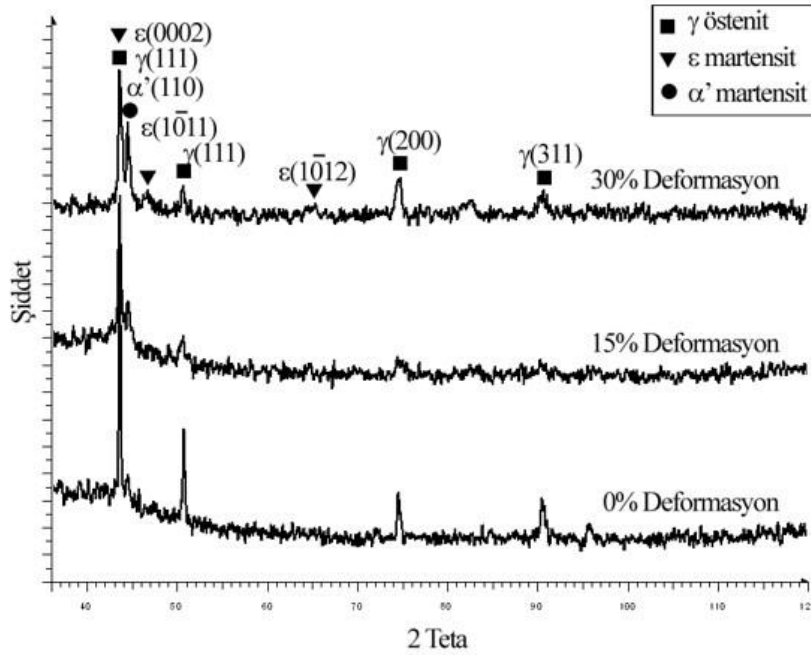
Farklı Mn miktarı ve MA'lanmış numunelere ait ön deformasyon miktarına bağlı olarak hesaplanan şekil bellek oranları Şekil 3.59'da sunulmaktadır.

Ön deformasyonun miktarının artması ile şekil bellek oranlarında artış gözlemlenmektedir. Sinter sonrası işlem görmemiş Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesinde eğme testi sonucu %55 oranında şekil geri kazanım hesaplanırken %1'lik ön deformasyon sonucu %65 seviyelerinde şekil bellek kazanımı ve %2'lik ön deformasyon sonrası %70 seviyelerinde şekil bellek kazanımı hesaplanmıştır. Bu davranış literatürdeki örneklerle benzerlik göstermektedir (Caenagem ve diğ, 2008; Zhao, 1999).



Şekil 3.59 : Fe7Mn6Si9Cr5Ni numunesinde ön deformasyon miktarına bağlı olarak hesaplanan şekil bellek oranı.

Deformasyon miktarına bağlı olarak Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesine ait XRD grafiği Şekil 3.60’da sunulmuştur.



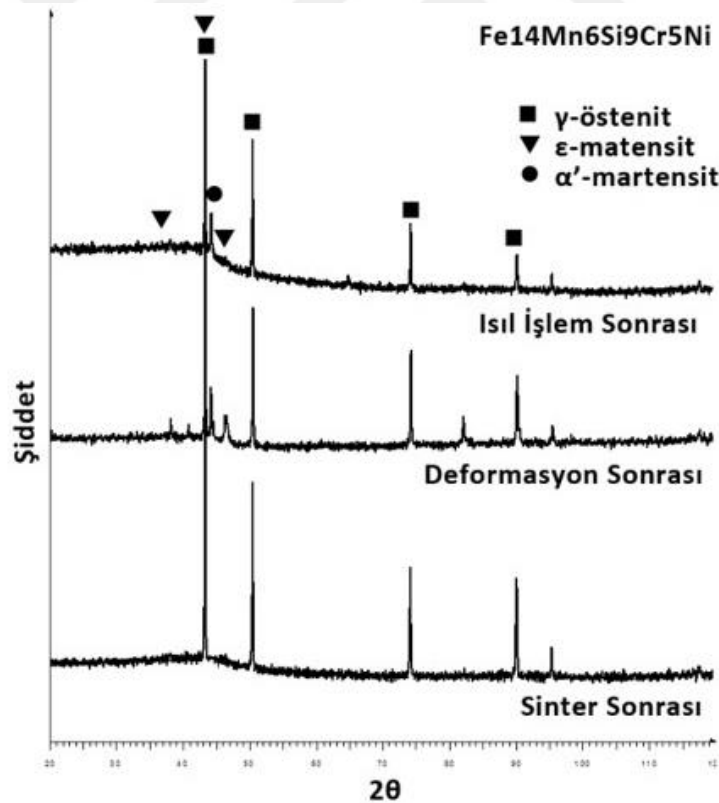
Şekil 3.60 : Fe14Mn6Si9Cr5Ni-4h numunesine ait, deformasyon miktarına bağlı olarak XRD karşılaştırma grafiği.

Elde edilen XRD grafiklerine göre deformasyon öncesi yapıda ϵ -martenzit fazına rastlanmazken deformasyonun %30 seviyesine çıkması ile yapıda şekil geri kazanımında etkin mekanizmaya sahip olan ϵ -martenzit fazı XRD grafiğinde net bir şekilde gözlemlenmeye başlamıştır. Bu davranış, literatürde benzer sistemlerde

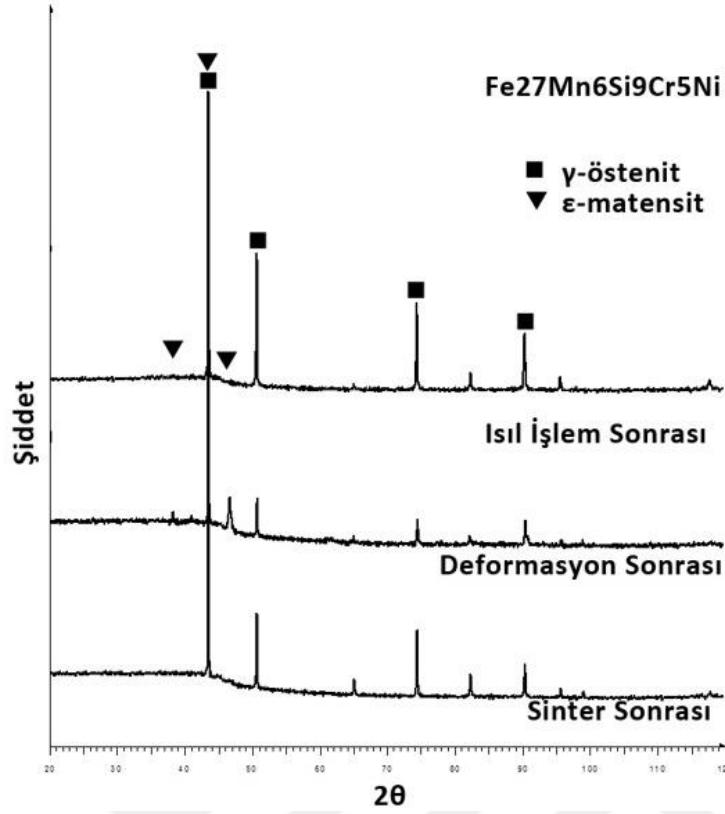
yapılan çalışmalarda da raporlanmıştır (Guenin, 1997; Lee ve Choi, 2000). Benzer durum yüksek Mn içeren farklı bileşimlerde de aynı şekilde gözlemlenmektedir.

Farklı deformasyon miktarlarına ek olarak yüksek deformasyonun ardından yapılan ısıtıl işlem ve şekil geri kazanım sonrası elde edilen XRD grafikleri karşılaştırmalı olarak Fe14Mn6Si9Cr5Ni-4h numunesi için Şekil 3.61 ve Fe27Mn6Si9Cr5Ni-4h numunesi için Şekil 3.62’de sunulmuştur.

Elde edilen karşılaştırmalı XRD grafiğine göre orta ve yüksek Mn içeren sistemlerde deformasyon ile ϵ -martenzit fazının XRD grafiklerinde belirgin bir şekilde gözlemlendiği daha önce belirtilmişti. Isıtıl işlem sonrasında ise ϵ -martenzit fazının tekrar γ östenit fazına tersinmesi sonucu tekrar XRD grafiklerinde ϵ -martenzit fazına rastlanmamış ve şekil geri kazanımda etkin mekanizma olan $\epsilon \rightarrow \gamma$ dönüşümün meydana geldiği gözlemlenmiştir. İlgili mekanizma benzer alaşımlarda şekil bellek etkisi incelemesi yapılan çalışmalarda da belirtilmiştir (Lee ve Choi, 2000; Andersson ve Argen, 1995; Bergeon ve diğ, 1998).

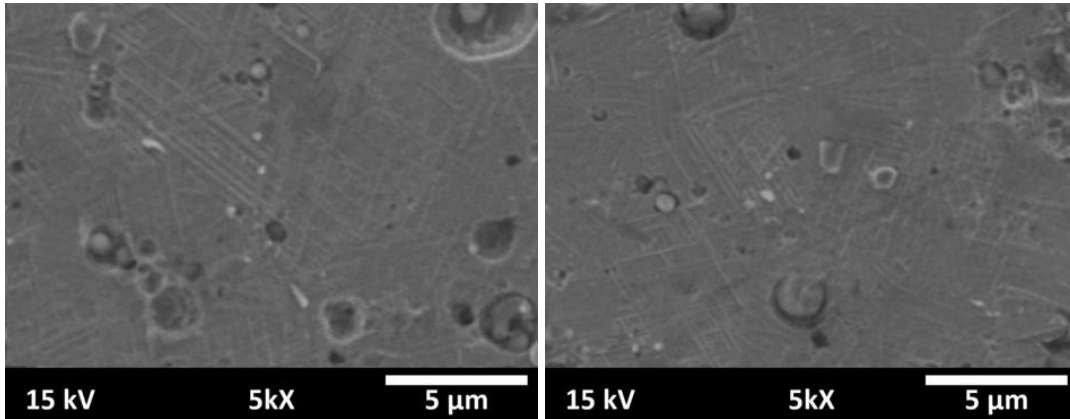


Şekil 3.61 : Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesine ait sinter sonrası, deformasyon sonrası ve ısıtıl işlem sonrası karşılaştırmalı XRD grafiği.



Şekil 3.62 : Fe27Mn6Si9Cr5Ni numunesine ait sinter sonrası, deformasyon sonrası ve ısıt işlem sonrası karşılaştırmalı XRD grafiği.

Şekil 3.63’de Fe14Mn6Si9Cr5Ni (a) ve Fe27Mn6Si9Cr5Ni (b) numunelerine ait deformasyon sonrası gerçekleştirilmiş SEM çalışmalarına ait görüntüler sunulmaktadır.

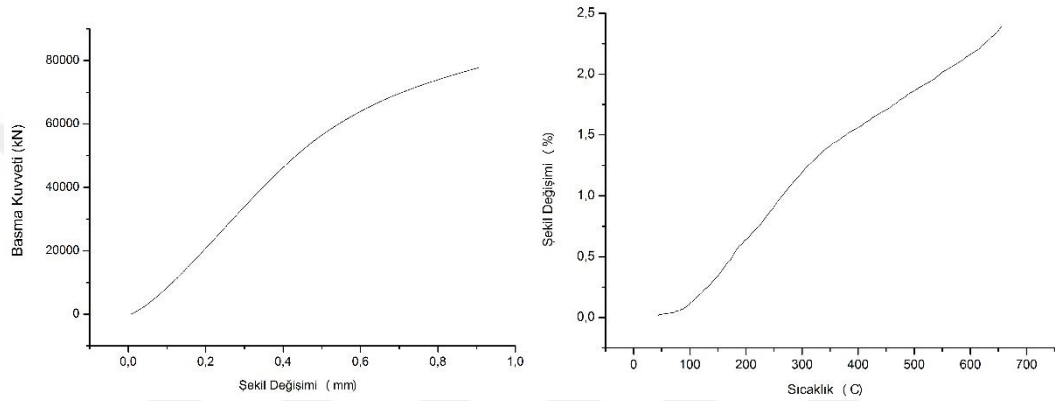


Şekil 3.63 : (a) Fe14Mn6Si9Cr5Ni ve (b) Fe27Mn6Si9Cr5Ni numunelerine ait deformasyon sonrası alınmış SEM görüntüleri.

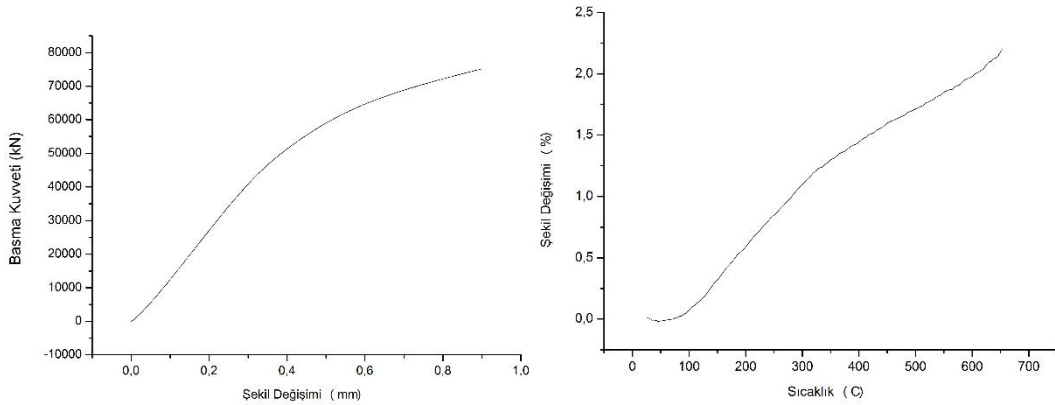
Şekil 3.63(a) ve Şekil 3.63 (b)’de deformasyon ile oluşan martenzit plakalarının oluşumu gözlemlenmektedir. Oluşan martenzit plakaları yüksek deformasyon miktarlarında gözlemlenebilmiştir.

Fe7Mn6Si9Cr5Ni numunesinde ise hem harmanlanmış hem de mekanik alaşımlanmış numunelerde şekil bellek etkisi çok düşük oranda olduğundan gözlemlenememiştir. Numunelerdeki düşük Mn miktarından dolayı gerilme destekli ε -martenzit fazı da benzer şekilde gözlemlenememiştir.

İkinci bir test yöntemi olarak basma testi ve ardından gerçekleştirilen dilatometrik analizler ile şekil bellek oranları hesaplanmıştır. Elde edilen gerilme, şekil değişimi ve 600 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen dilatometre eğrileri Fe32Mn6Si ve Fe14Mn6Si9Cr5Ni numuneleri için sırasıyla Şekil 3.64 ve 3.65’de sunulmuştur.



Şekil 3.64 : Fe32Mn6Si numunesinde basma miktarına bağlı olarak ölçülen şekil değişimi ve dilatometre eğrisi.

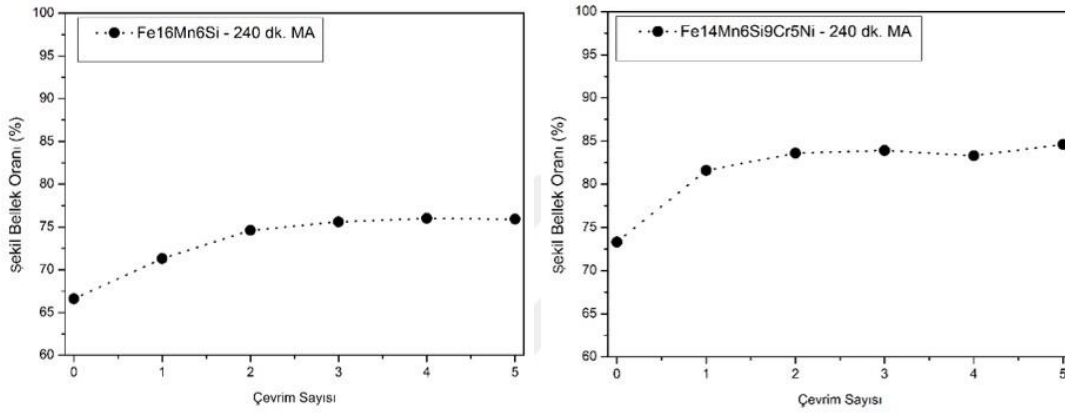


Şekil 3.65 : Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesinde ön deformasyon miktarına bağlı olarak hesaplanan şekil bellek oranı.

Şekil 3.64’de Fe32Mn6Si numunesine ait eğme ve dilatometre grafikleri verilmiştir. Fe32Mn6Si numunesi %3 plastik deformasyon sonrası uygulanan ısıtma işlem sonrasında, %79,6 seviyesi ulaşan şekil bellek oranı göstermektedir. Buna karşılık olarak Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesi %73,3 oranında şekil bellek etkisi göstermiştir. %50 üzeri şekil bellek etkisinin pratik uygulamalar için tercih edilebilir düzeyde olduğu Fe-Mn-Si sistemleri için herhangi bir termo-mekanik işlem uygulanmadan elde

edilmiş olan şekil bellek oranları son derece yeterli ve literatürde elde edilen değerlere oranla tercih edilebilir düzeydedir (Zhao, 1999; Rong ve diğ, 1994, Stanford ve Dunne, 2010).

Çalışma kapsamında şekil bellek etkisinin maksimuma çıkartılması amacıyla numunelere eğitim çevrimi uygulanmıştır. Şekil 3.66'da orta Mn içeren Fe16Mn6Si ve Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunelerinin 5 çevrim sonrası şekil bellek etkisindeki değişim oranları grafik şeklinde verilmiştir.



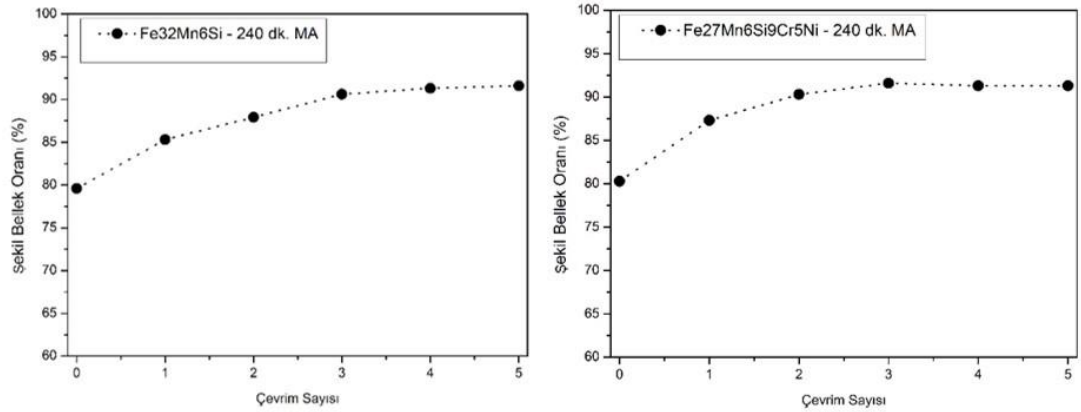
Şekil 3.66 : Fe16Mn6Si ve Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunelerinin eğitim sonrası şekil bellek etkisindeki değişim oranları.

Termomekanik işlem, şekil hafızalı alaşımlarda şekil bellek etkisinin artırılmasında kullanılan genel bir tekniktir. Deformasyon sonrası uygulanan ısıtma işlemi çevriminin birden fazla tekrarlanarak gerçekleştirilen eğitim adı verilen yöntem, malzemenin şekil bellek etkisinin geliştirilmesi amacıyla kullanılmaktadır. Termomekanik işlem literatürde birçok çalışmada kullanılmıştır. (Kajiwara ve Ogawa, 2000; Liu ve diğ, 2000; Wang ve diğ, 1995; Zhao, 1999).

İlk çevrimin ardından şekil bellek etki tüm numunelerde benzer bir şekilde yüksek oranda artış göstermiştir. Devam eden termomekanik çevrim ile şekil bellek oranları tüm numunelerde artmaya devam etmiştir.

Fe16Mn6Si numunesinde başlangıçta %65 seviyelerinde olan şekil bellek etkisi ilk çevrim sonucunda %72 seviyelerine ulaşmış ve 5. Çevrim sonrasında %75 seviyelerine ulaşmıştır. Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesinde ise %73 seviyelerinde başlayan şekil bellek etkisi ilk çevrim ile %82 oranına ulaşmış ve artan çevrimler ile %85 seviyesine yükselmiştir.

Yüksek Mn içeren Fe₃₂Mn₆Si ve Fe₂₇Mn₆Si₉Cr₅Ni numunelerine ait çevrim sayısına bağlı olarak elde edilen şekil bellek oranları Şekil 3.67’de sunulmuştur.

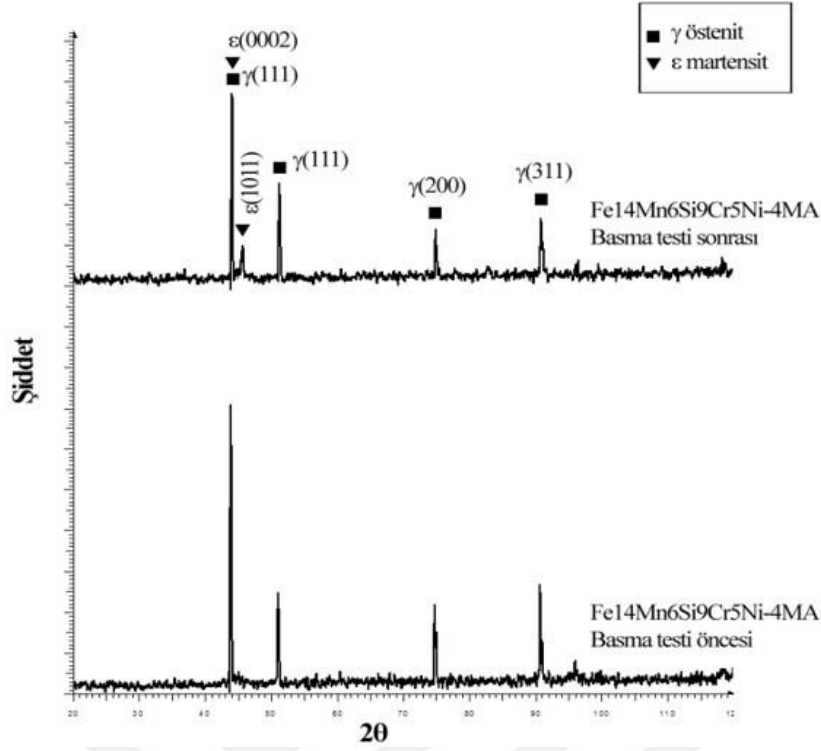


Şekil 3.67 : Fe₃₂Mn₆Si ve Fe₂₇Mn₆Si₉Cr₅Ni numunelerinin eğitim sonrası şekil bellek etkisindeki değişim oranları.

Artan Mn oranı ile birlikte basma testleri ile elde edilen şekil bellek oranları artmaktadır. Fe₃₂Mn₆Si numunesinde, eğitim öncesi %79 seviyelerinde şekil bellek oranı varken 5 çevrim sonrasında bu oran %90 seviyelerine çıkmıştır. Benzer şekilde Fe₂₇Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesinde de başlangıçta %80 olan şekil bellek etkisi, eğitim çalışmasının ardından %90 üzerine çıkmış ve tez kapsamında üretilen numuneler içerisinde en yüksek değerlere ulaşmıştır.

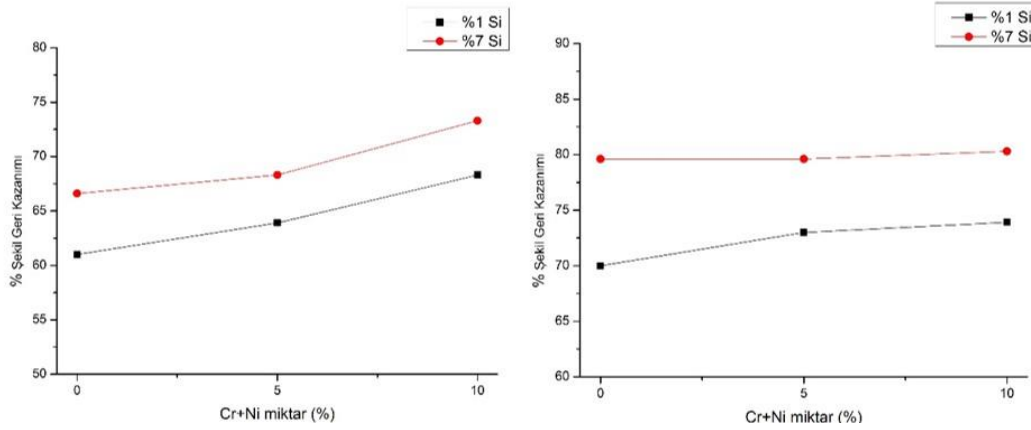
Basma testi ile gerçekleştirilen şekil bellek oranı hesaplamalarında XRD analizleri de gerçekleştirilmiştir. Buna göre Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesine ait basma testi öncesi ve basma testi sonrası karşılaştırmalı olarak XRD grafikleri Şekil 3.68’de sunulmaktadır.

Elde edilen XRD karşılaştırmasına göre, eğme testi ile benzer bir sonuç elde edilmektedir. Deformasyon öncesi ϵ -martenzit fazı yapıda gözlemlenmezken, deformasyon sonrası ϵ -martenzit fazına ait pik net bir şekilde gözlenmiştir. Basma yöntemi ile elde edilen XRD grafikleri, eğme yöntemi esnasında elde edilen XRD grafikleri ile uyum göstermektedir. Orta ve yüksek Mn içeren tüm numunelerde benzer davranış gözlemlenmiştir. Düşük Mn içeren numunelerde ise belirgin bir şekil bellek etkisi gözlenememiştir ya da çok düşük oranda kalmıştır.



Şekil 3.68 : Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesine ait basma testi öncesi ve basma testi sonrası karşılaştırmalı XRD grafikleri.

Karşılaştırmalı olarak sırasıyla %16 Mn ve %32 Mn içeren numune setleri için farklı Si miktarı ve Cr+Ni ilavesinin, şekil geri kazanım oranına etkisi Şekil 3.69’da sunulmaktadır.



Şekil 3.69 : %16 Mn ve %32 Mn içeren numune setleri için farklı Si miktarı ve Cr+Ni ilavesinin, şekil geri kazanım oranına etkisi.

Elde edilen karşılaştırmalı grafiklere göre Si miktarının artması ile şekil bellek etkisinde önemli oranda artış meydana gelmektedir. %16 Mn içeren sistemde düşük Si ve Cr+Ni içeren sistemde %60 seviyelerinde olan şekil bellek etkisi sadece Si miktarının artması ile %66 seviyelerine yükselmiş ve Cr+Ni miktarının artması ile

%73 seviyesine ulaşmıştır. Benzer sistemlerde yapılan çalışmalarda, Koyama ve arkadaşlarının (2011) çalışmalarında ve Wen ve arkadaşlarının (2005) çalışmalarında sisteme yapılan ilavelerin şekil bellek üzerine etkisinde benzer bulgular sunulmuştur. Benzer artış yüksek Mn içeren sistemlerde de gözlemlenmektedir. %32 Mn içeren sistemde düşük Si ve Cr+Ni bileşiminden %70 seviyelerinde olan şekil bellek etkisi artan Si ilavesi ile %79 seviyesine yükselmiş ve Cr+Ni oranının artması ile eğitim çevrimi yapılmadan önceki en yüksek şekil bellek etkisine sahip sistem olarak Fe27Mn6Si9Cr5Ni bileşimindeki sistemde %81 seviyesine ulaşmıştır.

3.8 Korozyon dayanım testleri

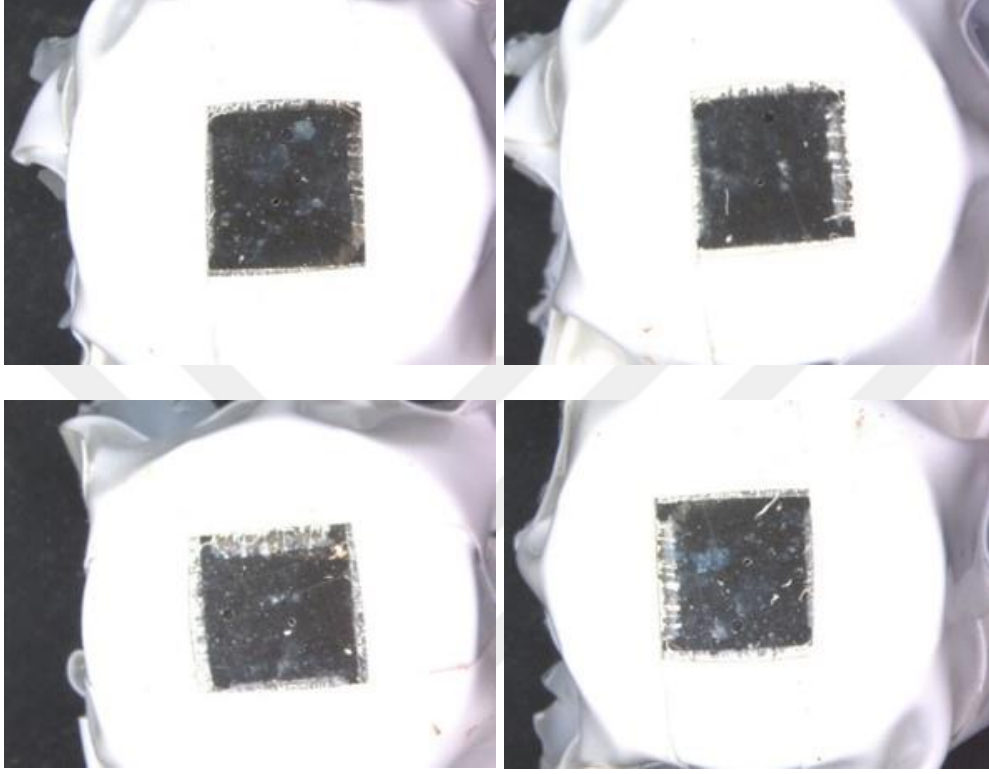
Fe-Mn-Si sistemi korozyon dayanımı nispeten düşük bir sistemdir ve korozyon dayanımının artırılması amacıyla genel olarak Cr ilavesi yapılmaktadır. Literatürde, benzer sistemlerde Cr ilavesinin etkisi ile ilgili çalışmalara rastlanabilmektedir (Charfi, 2009). Tuz sisi, korozyon dayanım testleri “ASTM B 117 - Practice for Operating Salt Spray (Fog) Testing Apparatus” standardına göre gerçekleştirilmiştir. Buna göre kurulan deney düzeneğinde ağırlıkça %3,5’lik bir tuz banyosu oluşturulmuş, 50 °C sıcaklıkta 24, 48, 72 ve 96 saat sürelerinde numuneler bekletilmiştir. Ardından stereo mikroskop kullanılarak makro incelemeler gerçekleştirilmiştir. Ek olarak elektron mikroskobunda çizgisel EDS analizleri gerçekleştirilerek yüzeyde, oksijen miktarının değişimi incelenmiştir.

Şekil 3.70’de tuz sisi testi öncesi maskelenen, 4 saat MA’lanmış Fe14Mn6Si9Cr5Ni ve Fe16Mn6Si numunelerinin yüzeyleri görüntülenmektedir. Tüm numunelere yaklaşık 5mm x 5mm’lik yüzey açıkta kalacak şekilde polimer bant ile maskelenmiştir. Tüm yüzeyler öncesinde metalografik olarak parlatılmış ve temizlenmiştir.



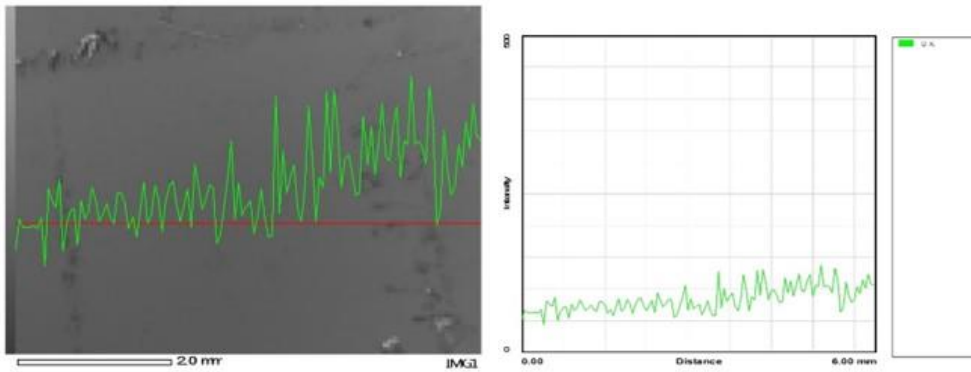
Şekil 3.70 : 4 saat MA’lanmış Fe14Mn6Si9Cr5Ni ve Fe16Mn6Si numunelerinin tuz sisi testi öncesi maskelenen yüzey makro görüntüleri.

Şekil 3.71’de Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 3.72’de ise 96 saat sonra elde edilen yüzeyden gerçekleştirilen çizgisel EDS analizine ait grafikler sunulmuştur.



Şekil 3.71 : Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri.

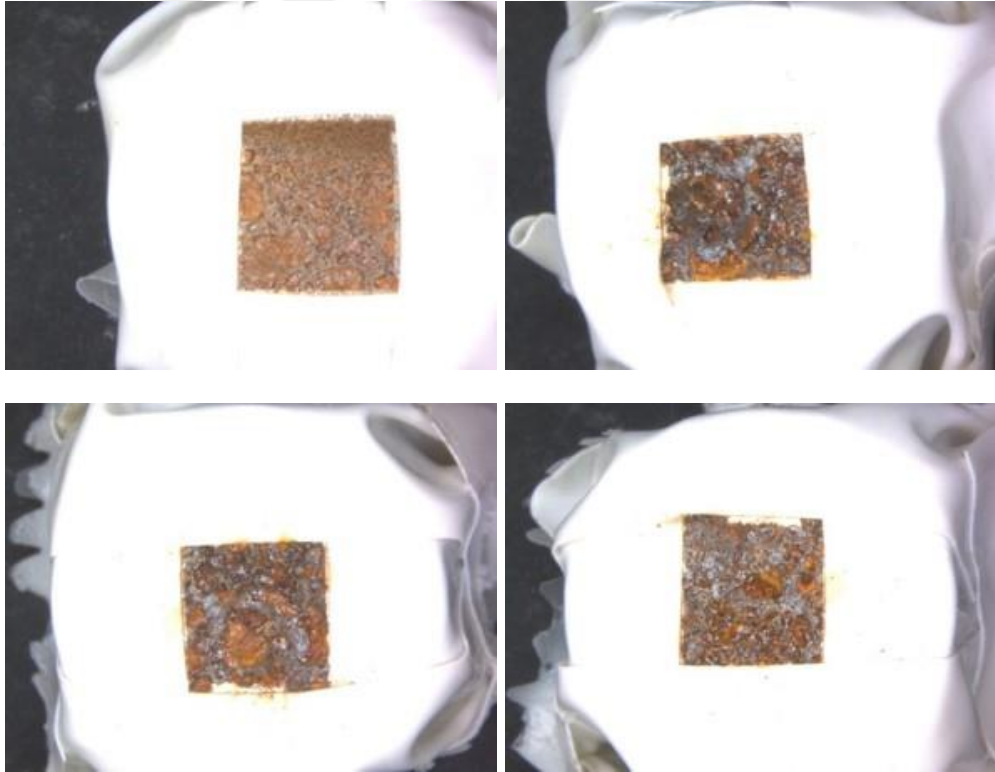
Tuz sisi testi sonrasında Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesinde ciddi bir oksitlenme görülmemiştir. Burada oksitlenmeye karşı kullanılan Cr ilavesinin başarılı bir şekilde yapıya katıldığı ve oksidasyon dayanımının üst düzeyde olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 3.72 : Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesinin 96 saat sonunda elde edilen yüzeyden gerçekleştirilen çizgisel EDS analizi.

Görsel olarak yapılan incelemenin yanı sıra EDS ile gerçekleştirilen çizgisel analizlerde de, tuz sisine maruz bırakılan yüzey ile maskelenen yüzey arasında ciddi bir oksijen değişimi gözlemlenmemektedir. EDS analizi, görsel olarak elde edilen oksitlenme dayanımını destekler niteliktedir.

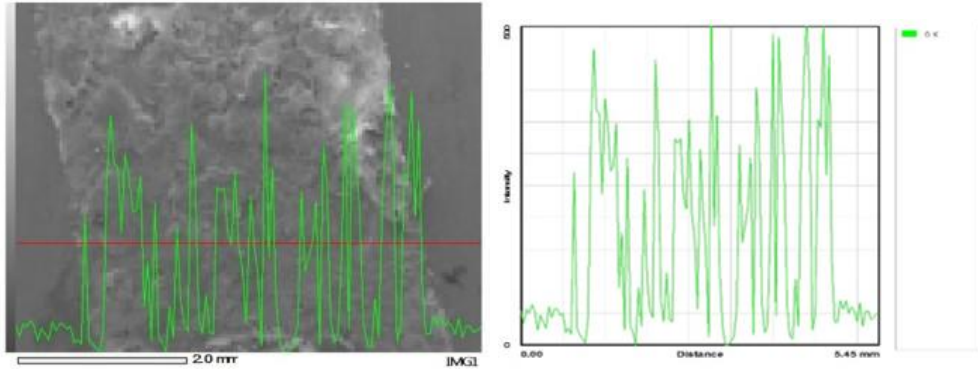
Şekil 3.73'te, Fe16Mn6Si bileşimindeki numunenin, 24-96 saat arasında gerçekleştirilen tuz sisi ile elde edilen makro görüntüleri verilmiştir. Şekil 3.73'e göre 24 saatlik tuz sisi sonrasında görsel olarak numunenin açık kalan tüm yüzeyinde homojen bir oksit tabakası oluşmuştur. Artan tuz sisine maruz kalma süresi ile oksit tabakasının kalınlaştığı gözlemlenmektedir. Yukarıda verilen Fe14Mn6Si9Cr5Ni-4h numunesi ile net bir şekilde farklılık gösteren makro görüntülerde, Cr ilavesinin oksitlenme davranışına olan etkisi net bir şekilde gözlemlenmektedir. İki numune aynı sürelerde mekanik alaşımlanmış ve aynı sinterleme rejimine tabi tutulmuş, aynı oranlarda Mn ve Si içermesine rağmen sadece Cr ve Ni ilavesi ile korozyon dayanımı çok büyük oranda arttırılmıştır.



Şekil 3.73 : Fe16Mn6Si numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri Ni.

Gerçekleştirilen EDS analizlerinde ise maskelenmiş yüzey ile tuz sisine tabi tutulmuş yüzey arasında oksijen konsantrasyonunun büyük oranda farklılık gösterdiği

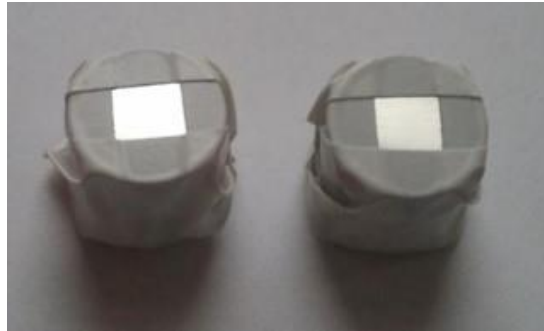
gözlemlenmiştir. Bu ölçüm, makro inceleme ile gözlemlenen oksitlenme davranışını destekler niteliktedir.



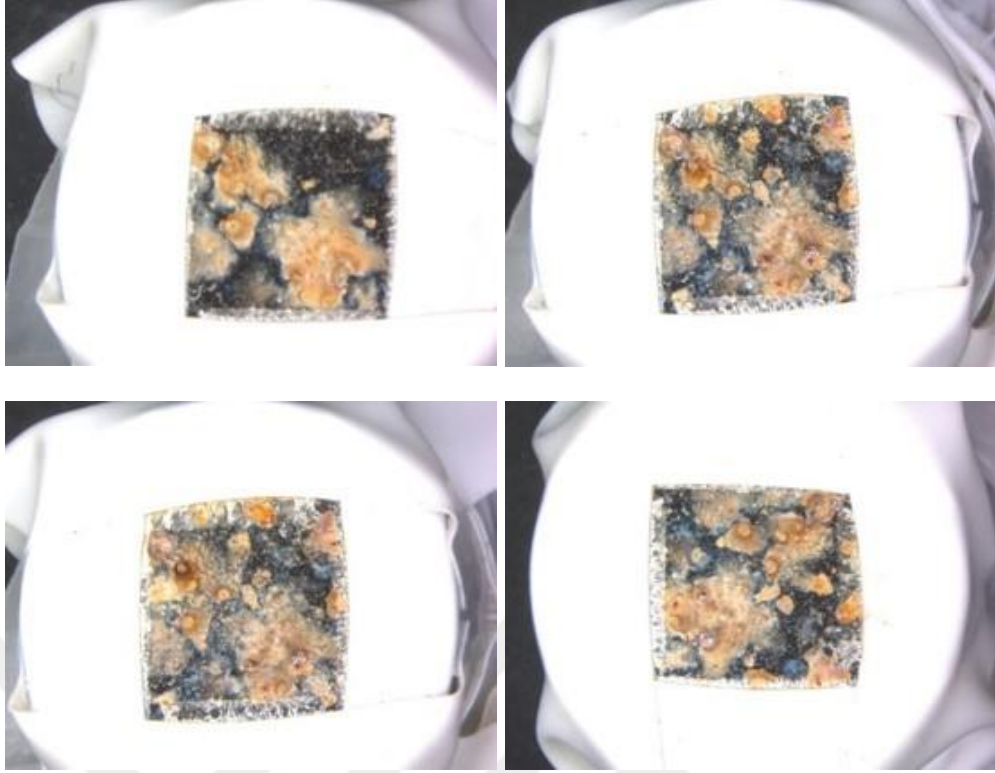
Şekil 3.74 : Fe16Mn6Si numunesinin 96 saat sonunda elde edilen yüzeyden gerçekleştirilen çizgisel EDS analizi.

Şekil 3.75’de tuz sisi testi öncesi maskelenen, harmanlanmış tozlardan hareketle üretilmiş ve MA işlemine tabi tutulmamış Fe14Mn6Si9Cr5Ni ve Fe16Mn6Si numunelerinin yüzeyleri görüntülenmektedir.

Şekil 3.76’da yine harmanlanmış tozlardan elde edilen Fe14Mn6Si9Cr5Ni numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekil 3.77’de ise harmanlanmış tozlardan elde edilen Fe16Mn6Si numunesine ait 24-96 saat arasında gerçekleştirilen tuz sisi sonrası elde edilen makro yüzey görüntüleri verilmiştir.



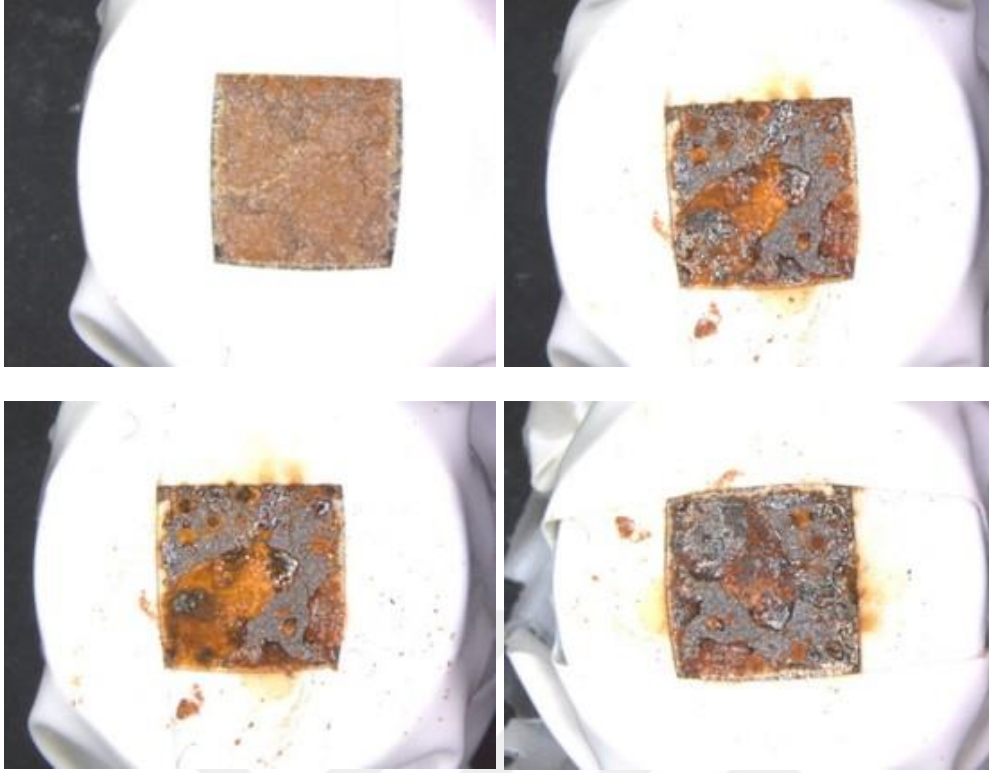
Şekil 3.75 : Harmanlanmış tozlardan elde edilen Fe14Mn6Si9Cr5Ni ve Fe16Mn6Si numunelerinin tuz sisi testi öncesi maskelenen yüzey makro görüntüleri.



Şekil 3.76 : Harmanlanmış tozlardan elde edilen $\text{Fe}_{14}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri.

Şekil 3.76'ya göre MA'lanmış $\text{Fe}_{14}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ numunesi ile harmanlanmış tozlardan elde edilen $\text{Fe}_{14}\text{Mn}_6\text{Si}_9\text{Cr}_5\text{Ni}$ numunesi arasında görsel olarak ciddi farklılıklar bulunmaktadır. 24 saat sonrasında yüzeyde bölgesel olarak oksit tabakası oluşmaya başlamış ve 96 saat sonunda tüm yüzey kaplanmamış olsa bile büyük bir oranda oksitlenme meydana geldiği gözlemlenmiştir. Bu durum, MA etkisi ile mikroyapısal ve bileşimsel homojenizasyonun daha verimli bir şekilde sağlandığını gösterir niteliktedir.

Şekil 3.77'ye göre harmanlanmış tozlardan hareketle üretilen $\text{Fe}_{16}\text{Mn}_6\text{Si}$ numunesi görsel olarak incelendiğinde, MA'lanmış $\text{Fe}_{16}\text{Mn}_6\text{Si}$ numunesine göre daha yüksek oranda oksitlendiği gözlemlenmektedir. Tuz sis testleri sonrasında yüzeydeki meydana gelen bozunmanın daha belirgin olduğu rahatlıkla gözlemlenebilmektedir. Özellikle 96 saatlik tuz sisi sonrasında elde edilen numunelerde, oksitlenmenin maskelenen yüzeylere dahi etki ettiği görülmektedir. Tuz sisi testlerine göre, harmanlanmış tozlardan hareketle üretilen $\text{Fe}_{16}\text{Mn}_6\text{Si}$ numunesinin oksitlenmeye karşı dayanımının oldukça düşük seviyede olduğu söylenebilir.



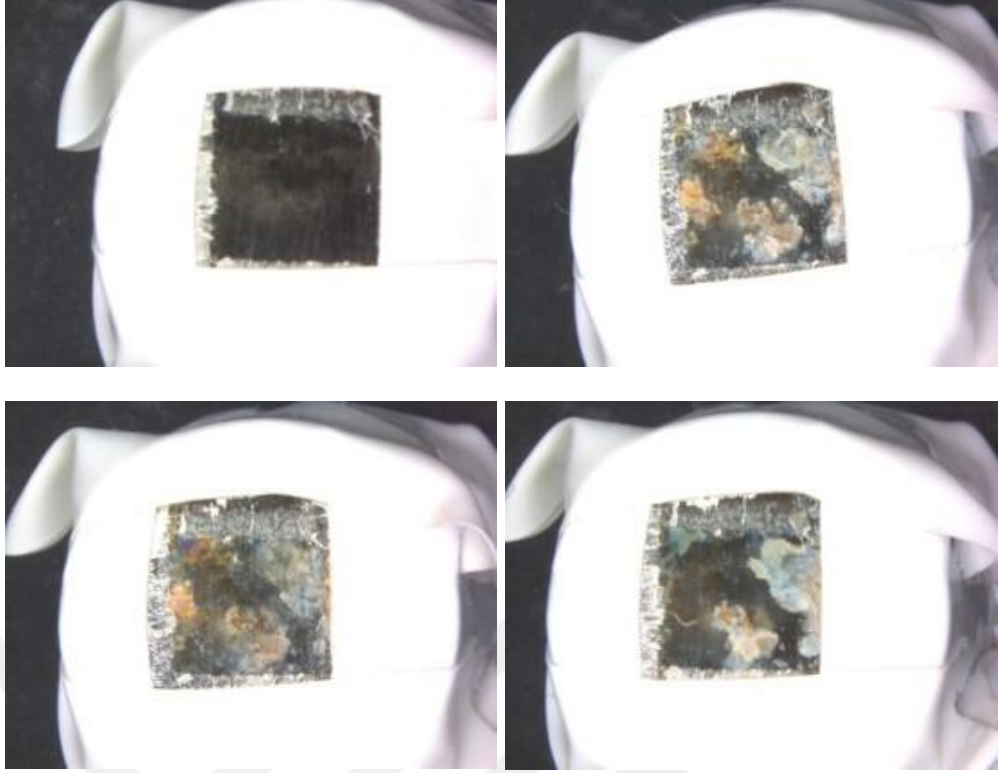
Şekil 3.77 : Harmanlanmış tozlardan elde edilen Fe16Mn6Si numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri.

Şekil 3.78’de düşük miktarda Cr içeren MA’lanmış Fe15Mn6Si5Cr3Ni numunesinin ve mekanik alaşımlanmamış Fe15Mn6Si5Cr3Ni numunesinin tuz sisi testi öncesinde maskelenmiş parlak yüzeylerinin makro görüntüleri verilmiştir.



Şekil 3.78 : MA’lanmış Fe15Mn6Si5Cr3Ni ve harmanlanmış tozlardan elde edilen Fe15Mn6Si5Cr3Ni numunelerinin tuz sisi testi öncesi maskelenen yüzey makro görüntüleri.

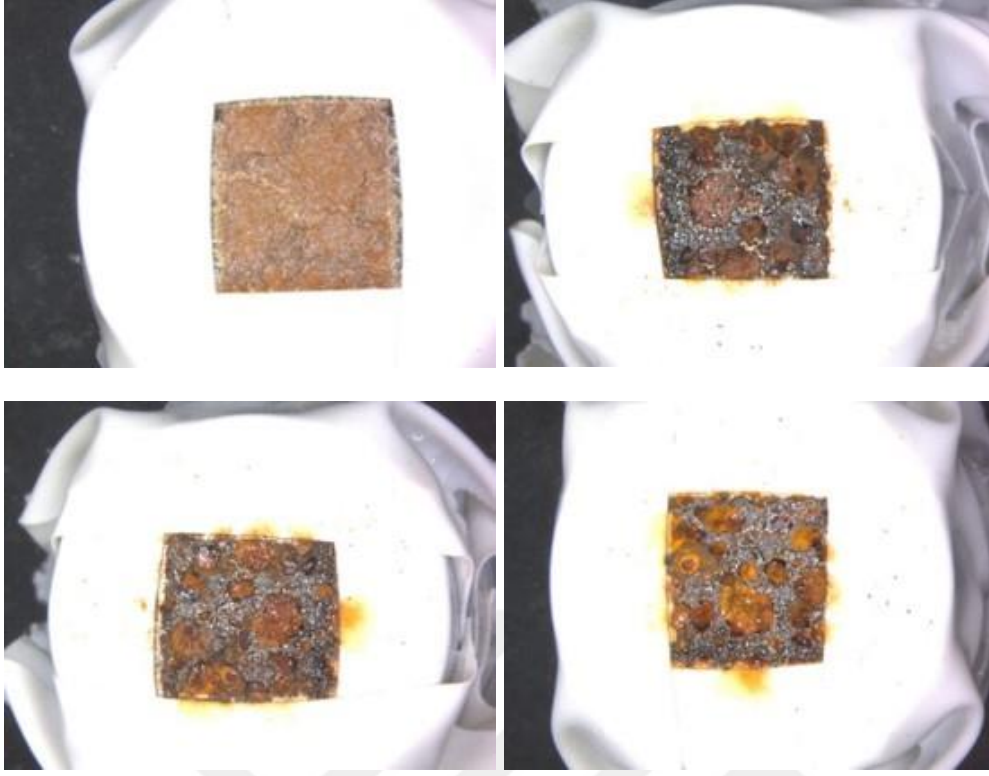
Şekil 3.79’da MA’lanmış Fe15Mn6Si5Cr3Ni numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri verilmiştir.



Şekil 3.79 : MA'lanmış Fe15Mn6Si5Cr3Ni numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri.

Düşük oranda Cr ilavesi ile elde edilen numunelerin yüzeysel olarak oksitlenmeye karşı bir miktar dayanım gösterdiği gözlemlenmiştir. Mekanik alaşımlanmamış ya da Cr içermeyen numunelere oranla çok daha az oksitlendiği gözlemlenen numunelerin yüzeyinde 48 saat sonra oluşan ince bir oksit tabakası gözlenmektedir. 24 saatlik tuz sisi testi sonunda oksit tabakası gözlemlenmemiştir. Cr ilavesinin düşük oranda olmasına rağmen oksitlenmeye karşı koruma sağladığı ancak yüksek Cr içeren numuneler kadar yüksek dayanım göstermediği makro incelemeler sonucunda gözlenmiştir.

Şekil 3.80'de ise MA işlemi uygulanmamış Fe15Mn6Si5Cr3Ni numunesine ait 24, 48, 72 ve 96 saat sürelerinde gerçekleştirilen tuz sisi sonrası elde edilen makro yüzey görüntüleri verilmiştir.



Şekil 3.80 : MA işlemi uygulanmamış Fe15Mn6Si5Cr3Ni numunesinin sırasıyla 24, 48, 72 ve 96 saat süresince gerçekleştirilen tuz sisi testi sonrasındaki makro yüzey görüntüleri.

Şekil 3.80’de sunulmuş olan makro görüntülere göre düşük Cr içeren MA’lanmamış bileşimlerin yüzeylerinin oksitlendiği gözlemlenmektedir. Yine mekanik alaşımlama ile yapısal homojenizasyonun daha verimli bir şekilde sağlandığı gözlemlenmektedir. Cr ilavesinin, özellikle MA’lanmış sistemlerin oksitlenme dayanımını ciddi bir şekilde arttırdığı yapılan tuz sisi testleri ile net bir şekilde gözlemlenmiştir.

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Gerçekleştirilen doktora çalışması kapsamında şekil bellek etkisi gösteren farklı bileşimde malzemeler, toz metalurjisi ve mekanik alaşımlam tekniği kullanılarak başarılı bir şekilde üretilmiştir.

Elde edilen sonuçlar toz metalurjisi ile malzeme üretimi ve şekil bellek alaşımların karakterizasyonu şeklinde iki genel bölüm altında özetlenebilir.

4.1 Mekanik Alaşımlama

Toz metalurjisi kullanılarak malzeme üretimi çalışmalarında, gerçekleştirilen mekanik alaşımlama ile homojen yapıda toz alaşımlarının üretilmesinde başarılı olunmuştur. Üretilmek istenen bileşimlerde 4 saatlik mekanik alaşımlama süresi optimum olarak belirlenmiş ve yeterli oranda bileşimsel homojenizasyonu sağladığı yapılan testler ile tespit edilmiştir.

Mekanik alaşımlama süresinin artması mikroyapısal homojenizasyonu sağlamasının yanında üretilen tozların morfolojisinde daha küresel bir hale getirmiştir. Buna ek olarak partikül boyutlarında azalma meydana geldiği yapılan lazer partikül boyut ölçümleri sonucunda gözlemlenmiştir.

Mekanik alaşımlama sonrasında gerçekleştirilen X-ışınları analizlerinde farklı bir faz oluşumuna rastlanmamıştır.

Bağlayıcı ilavesi ile partikül boyutları bir miktar düşmesine rağmen bileşimsel homojenizasyon ve MA süresi üzerine önemli bir etki gözlemlenmemiştir. Numuneleri kirlenmeye karşı korumak ve bağlayıcı giderme işleminin gerekliliğini ortadan kaldırmak amacıyla yağlayıcı ilavesi yapılmadan MA çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

Sinterleme çalışmaları kapsamında benzer ısı işlem rejimlerinin tüm malzeme gruplarının sinterlenmesi konusunda yeterli yoğunlaşmayı sağladığı deneysel çalışmalar ile gözlemlenmiştir.

Farklı bileşimde üretilen tozlar için benzer mekanik alaşımlama davranışları gözlemlenmiştir. Fe-Mn-Si esaslı sistemlerin yakın MA sürelerinde hedeflenen bileşim ve homojenizasyona ulaştığı belirlenmiştir.

4.2 Numunelerin Şekillendirilmesi

Numuneler için seçilen iki farklı pres basıncından 500 MPa basınç ile şekillendirilmiş numunelerin daha yüksek yoğunlaşmaya ulaşıldığı gözlemlenmiştir. Elde edilen tozların şekillendirilmesi konusunda %8 ve %16 Mn içeren numunelerde ciddi bir sorunla karşılaşılmazken, %32 Mn içeren numunelerin şekillendirilebilirliğinin zorlaştığı gözlemlenmiştir. Tüm elde edilen bileşimlerdeki numuneler, belirlenen presleme parametreleri ile şekillendirilebilmiştir.

4.3 Numunelerin Sinterlenmesi

Gerçekleştirilen sinterleme çalışmalarında farklı sinterleme sıcaklıkları denenmiş 1150 °C ve 1250 °C sıcaklıklarda benzer yoğunlaşma davranışları gözlemlenmiş 1050 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen sinterleme işleminin yeterli olmadığı gözlemlenmiştir.

Ortalama olarak 2 saatlik sinterleme süresi uygun sinter rejiminin belirlenmesinde tercih edilmiştir. Sinterlenmiş numunelerde yaklaşık olarak % 97 ve üstü oranında rölatif yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır.

Sinter sonrası gerçekleştirilen X-ışınları analizlerinde yapının östenit fazından oluştuğu gözlemlenmiş, farklı bir faz oluşumuna rastlanmamıştır.

Gerçekleştirilen SEM analizlerinde mekanik alaşımlanmış numunelerde düşük oranda porozite gözlemlenmesinin yanında harmanlama ile hazırlanmış numunelerde porozite miktarının yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Yoğunlaşma parametrelerindeki büyük farklılık bu durumu destekler niteliktedir. Mekanik alaşımlamanın, yoğunlaşma üzerine olumlu etki yaptığı deneysel çalışmalarda edilen bulgular ile tespit edilmiştir.

4.4 Şekil Bellek Etkisi

Şekil bellek etkisinin karakterizasyonu amacıyla gerçekleştirilen testlerde, mekanik alaşımlama ile üretilen ağırlıkça %16 Mn ve %32 Mn içeren numunelerde şekil bellek etkisi gözlemlenirken, %8 Mn içeren ve harmanlanmış tozlarla elde edilen

numunelerde oldukça zayıf ya da sıfıra yakın şekil bellek etkisi gözlemlenmiş. Numunelerin şekil bellek davranışları incelendiğinde Mn miktarının artması ile şekil bellek oranlarında artış gözlemlenmiştir. Ancak yüksek Mn içeren numunelerin şekillendirilebilirliğinin olumsuz etkilendiği.

Fe₂₇MnSi₉CrNi numunesi gerçekleştirilen basma testleri sonucunda yaklaşık %80 oranında şekil bellek etkisi göstermiştir. Fe₁₄Mn₆Si₉Cr₅Ni numunesi %74 oranında şekil bellek etkisi göstermiştir. %8 Mn içeren sistemler ise şekil bellek etkisi göstermemektedir. Literatürde, %50 üzeri şekil bellek etkisinin endüstriyel olarak kullanılabilir sınırlar içerisinde bulunması ve elde edilen sonuçların döküm ile elde edilen sonuçlar ile benzerlik göstermekte ve kullanılabilir seviyenin üstündedir.

Artan Si miktarı şekil bellek üzerine olumlu etki göstermiş ve %7 Si ilavesi ile orta Mn içeren sistemin şekil bellek oranları yaklaşık %5 oranında artmıştır. Yüksek Mn içeren sistemde ise etkinin daha az olduğu gözlemlenmemiştir.

Cr ilavesi korozyon dayanımını artırırken, şekil bellek davranış üzerine de olumlu etki yapmıştır ve Cr miktarının artması ile şekil bellek oranlarının arttığı gözlemlenmiştir.

Uygulanana termomekanik işlem ile 5. çevrim sonrasında yaklaşık %10 oranında şekil bellek etkisi arttırılmıştır.

Yüksek oranda bileşimsel homojenizasyonun, yüksek şekil bellek oranlarına ulaşılmasında kritik öneme sahip olduğu deneysel çalışmalarla belirlenmiştir.

Deformasyon miktarına bağlı olarak tersinir şekil bellek etkisinden sorumlu olan ϵ -martenzit fazı farklı bileşimlerde XRD analizlerinde gözlemlenmiştir.

Uygulanan ön deformasyon miktarı ϵ -martenzit oluşumunu tetiklemiştir. Soğuk deformasyon sonrası uygulanan şekil değişimin ardından ısı işlem ile geri kazanım miktarları sinterlenmiş numunelere oranla artmıştır. Ön soğuk deformasyonun şekil bellek etkisine olumlu etki gösterdiği deneysel yöntemlerle belirlenmiştir.

4.5 Korozyon Dayanımı

Numunelerin korozyon dayanımı Cr ilavesi ile arttırdığı gerçekleştirilen tuz spre y yöntemi ile deneysel olarak gözlemlenmiştir.

Test sonucunda sadece %10 Cr içeren numuneler 96 saatlik testi geçebilmiş bunun yanında %5 Cr içeren numunelerde düşük miktarda oksitlenme gözlemlenmiştir.

Sonu olarak retim yntemi olarak benimsenen toz metalrjisi tekniėi ekil bellek alaşımların retilmesinde geleneksel dkm yntemine gre alternatif olabilecek kalitede rn retme imkanı saėlamıřtır. Bunun yanında dřk miktarlarda rn retimi amacıyla ve farklı bileřimlerdeki malzeme sistemlerinin hızlı bir ekilde retme imkanı bulunması toz metalrjisi tekniėi olarak mekanik alaşımlamayı gl bir alternatif olarak sunabilmektedir.

Doktora alıřması kapsamında retilen tozlar, bu alıřmaya paralel olarak “The Gheorghe Asachi Technical University from Iasi” Romanya’da bulunan Prof. Dr. Leandru G. Bujoreanu ve alıřma ekibi tarafından gerekleřtirilen termomekanik ve ileri karakterizasyon alıřmalarında kullanılmıř ve bu alıřma grubu bnyesinde alıřan Bogdan Pricop doktora alıřmalarını tamamlamıřtır. Ek olarak, gerekleřtirilen ortak alıřmalar kapsamında eřitli uluslararası makale ve bildiriler doktora sresince yayınlanmıřtır.

KAYNAKLAR

- Adachi, K. ve Perkins, J.** (1986). Deformation of Martenzite in a Polycrystalline Cu-Zn-Al Alloy, *Metallurgical Transactions*, 17 A, 945-956.
- Aikin, B. J., Courtney T. H. ve Maurice, D. R.** (1991). Reaction Rates During Mechanical Alloying, *Materials Science and Engineering A*, 147 (2), 229-237.
- Andersson, M. ve Ågren J.** (1995). Effect of Prestraining and Training on the $\gamma \rightarrow \epsilon$ Transformation in Fe-Mn-Si Alloys, *International Conference on Martenzitic Transformations*, 05 C8, 457-462.
- Angelo, P. C., ve Subramanian, R.** (2008). *Powder Metallurgy: Science, Technology And Application*, PHI Learning Pvt. Ltd., Hindistan, 1-199.
- Arruda, G. J., Buono, V. T. L., ve Andrade, M. S.** (1999). The Influence of Deformation on the Microstructure and Transformation Temperatures Of Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloys, *Materials Science and Engineering A*, 273-275, 528-532.
- Baruj, A., Kikuchi, T., Kajiwara, S., ve Shinya N.** (1951). Effect of Pre-Deformation of Austenite on Shape Memory Properties in Fe-Mn-Si-based Alloys Containing Nb and C, *Mater. Trans.* 43 (3), 585-588.
- Benjamin, J. S.** (1970). Dispersion Strengthened Superalloys By Mechanical Alloying, *Metallurgical Transactions*, 1 (10), 2943-2954.
- Benjamin, J. S.** (1976). Mechanical Alloying, *Scientific American*, 234 (40), 19-37.
- Benjamin, J. S. ve Volin, T. E.** (1974). The Mechanism of Mechanical Alloying, *Metallurgical Transactions*, 5, 1929-1934.
- Bergeon, N., Guenin, G., ve Esnouf, C.** (1998). Microstructural Analysis of the Stress-Induced Epsilon Martenzite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloy Part II: Transformation Reversibility. *Mater. Sci. Eng. A*, 242, 87-95.
- Bergheul, S., Tafat H., ve Azzaz M.** (2006). Formation and Magnetic Properties of Nanocrystalline Fe₆₀Co₄₀ Alloys Produced by Mechanical Alloying. *J. Mater. Eng. Perform.*, 15, 349-351.
- Borges, N., Cristina F.** (2013). Iron Based Shape Memory Alloys: Mechanical and Structural Properties, Shape Memory Alloys – Processing, Characterization and Applications, *InTech, Ch.5*, 115-128.
- Brooks, J. W., Loretto, M. H., ve Shallman, R. E.** (1979). In Situ Observations of the Formation of Martenzite in Stainless Steel. *Acta Metallurgica*, 27 (12), 1829-1838.

- Bujoreanu L. G., Stanciu, S. Özkal, B. Comaneci, R. I. ve Meyer, M.** (2009). Comparative Study of the Structures of Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloys Obtained by Classical and by Powder Metallurgy, *ESOMAT-09, 5003*, 201-209
- Caenegem, N., Duprez, L., Verbeken, D., ve Segers, D.** (2008). Stresses Related to the Shape Memory Effect in Fe-Mn-Si-Based Shape Memory Alloys. *Mater. Sci. Eng. A*, 481-482, 183-189.
- Cederstrom, J. ve Van Humbeeck, J.** (1995). Relationship Between Shape Memory Material Properties and Applications. *Journal De Physique Iv*, C2, 335-341.
- Chalmers, B. ve King, R.** (1958). *Progress in Metal Physics* 7, Newark, OH, U.S.A., Sunset Books 165-199.
- Chang, L. C. ve Read, T. A.** (1951). Plastic Deformation and Diffusionless Phase Changes in Metals - The Gold-Cadmium Beta Phase, *Trans. AIME*. 189, 47-59.
- Charfi, A., Bouraoui, T., Feki, M., Bradai, C., ve Normand, B.** (2009). Surface Treatment and Corrosion Behavior of Fe-32Mn-6Si Shape Memory Alloy, *C. R. Chimie*. 12, 270-275.
- Chen I. W.** (2000). Low Temperature Processing and Kinetics of Ceramics and Ceramic Matrix Composites with Large Interfacial Areas. Department of Energy, Basic Energy Sciences. *Final Technical Report*, Philadelphia, USA : January 19.
- Christian J. W.** (1951). A Theory of the Transformation in Pure Cobalt, *Proc. Roy. Soc. Lond. A*. 206, 51-64.
- Cismasiu, C.** (2010). *Shape Memory Alloys*, India: Sciyo Press.
- Clyne T. W.** (2001). Metal Matrix Composites: Matrices and Processing, *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, p-8.
- Dai, Q. X., Cheng, X. N., Luo, X. M., ve Zhao, Y. T.** (2002). Structural Parameters of the Martenzite Transformation for Austenitic Steels, *Materials Characterization*, 49, 367–371.
- Dash J. ve Otte H. M.** (1963). The Martenzite Transformation in Stainless Steel, *Acta Metallurgica*, 11 (10), 1169-1178.
- Didier, B.** (2007). *Powder Metallurgy*, ISTE/Hermes Science Publishing.
- Dimitris C. L.** (2008). *Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications*, New York, U.S.A.: Springer Science+Business Media, LLC.
- Eckert J., Seidel M., ve Schultz L.** (1996). Formation of Amorphous Alloys With Significant Supercooled Liquid Region by Mechanical Alloying, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 205-207, 500-503.
- Enami K., Nagasawa A., ve Nenno, S.** (1975). Reversible Shape Memory Effect in Fe-Base Alloys. *Scripta Metall.* 9, 941-948.

- Enzo S., Frattini, R., Gupta, R. Macri, P. P., Principi, G., Schiffini, L., ve Scipione. G.,** (1995). X-Ray Powder Diffraction and Mössbauer Study of Nanocrystalline Fe-Al Prepared by Mechanical Alloying. *Acta Mater.* 44 (8), 3105-3113.
- Ericsson, T.** (1966). The Temperature and Concentration Dependence of the Stacking Fault Energy in the Co-Ni System, *Acta Metallurgica*, 14 (7), 853-865.
- Eskandarany, E. S.** (2001). *Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials*, Norwich, New York, U.S.A.: Noyes Publications - William Andrew Publishing.
- Eucken, S.** (1992). Shape Memory Effect in Alloys Produced by Meltspinning, *Progress in Shape Memory Alloys*, 1, 239-277.
- Farjami, S., Kubo, H., Nakamura, K., ve Maruyama, T.** (2004). Characterization of Fe-Mn-Si-Cr Shape Memory alloys Containing VN Precipitates, *Mater. Sci. & Eng. A*, 378, 343-348.
- Foos, M., Frantz, C., ve Gantois, M.** (1975). *Shape Memeory Effect in Alloys*, , New York, U.S.A.: J Perkins Plenum Press.
- Forsberg, A., ve Agren, J.** (1993). Thermodynamic Evaluation of the Fe-Mn-Si System and the gamma/epsilon Martensitic Transformation, *J. Phase Equilibria*, 14, 354.
- Fujita, H. ve Ueda, S.** (1972). Stacking Faults and f.c.c. (γ) $\rightarrow$ h.c.p. (ϵ) Transformation in-type Stainless Steel, *Acta Metallurgica*, 20 (5), 759-767.
- Gartstein, E. ve Rabinkin, A.** (1979). On the FCC-HCP Phase Transformation in High Manganese-Iron Alloys, *Acta Metall*, 27, 1053-1064.
- German R.** (2001). *Powder Metallurgy Science*, New Jersey, U.S.A.: Metal Powder Industries Federation.
- German, R. G., Suri, P., ve Park, S.J.** (2009). Review: Liquid Phase Sintering, *J Mater Sci*, 44, 1–39.
- Gessinger, G. H.** (1984). *Powder Metallurgy of Superalloys*, London: Butterworth and Co.
- Gilman, P. S., ve Benjamin, J. S.** (1983). Mechanical Alloying, *Ann. Rev. Mater. Sci.*, 13, 279-300.
- Gu, Q., Van Humbeeck, ve Delaey, L.** (1994). On the Improvement of Shape Memory Effect in Fe-16Mn-5Si-9Cr-4Ni Alloys by Thermomechanical Treatment, *Scripta Metall. and Mater.*, 30, 1587-1592.
- Guenin, G.** (1997). Shape Memory and Pseudoelastic Properties of Fe-Mn-Si and Ti-Ni Based Alloys, *J. Phys. IV France*, 5, 467-476.
- Han, X. D., Zou, W., Wang, R., Zhang, Z., Yang D., ve Wu K.H.** (1995). The Martenzite Structure and Aging Precipitates of a TiNiHf High Temperature Shape Memory Alloy, *J. Phys. IV, C8* (5), 753.

- He, Q. Jia, C. ve Meng J.** (2006). Influence of Iron Powder Particle Size on the Microstructure and Properties of Fe₃Al Intermetallics Prepared by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering, *Mater. Sci. Eng. A*, 428, 314-318.
- Heggen, M., Houben L. ve Feuerbacher, M.** (2010). Plastic-Deformation Mechanism in Complex Solids, *Nature Materials*, 9, 332–336.
- Hightower, A. Fultz, B. ve Bowman. R.C.** (1997). Mechanical Alloying of Fe and Mg, *J. Alloys Compd.*, 252, 238-244.
- Hoshino, Y. Nakaura, S., Ishikawa, N., Matsumoto S., Tanaka, Y., ve Sato, A.** (1992). *Material Transactions*, 33, 253.
- Hsu, T. Y.** (2000). Fe-Mn-Si Based Shape Memory Alloys, *Materials Sci Forum*, 327-328, 199-206.
- Huang, W. M., Ding, Z., Wang, C. C., Wei, J., Zhao, Y., ve Purnawali, H.** (2010). Shape Memory Materials, *Mater Today*, 13, 54-61.
- Humbeeck, J. V.** (1994). Damping Properties of Shape Memory Alloys During Phase Transformation, *Journal De Physique IV*, C8, 371-380.
- Humbeeck, J. V.** (1997). Shape Memory Materials: State of the Art and Requirements for Future Applications, *J. Phys. Iv Fmnce* 7, C5, 3-12.
- Inagaki, H. ve Todayama, A.** (1992). Rolling and Recrystallization Textures in High Purity Al Cold Rolled to Very High Rolling Reductions, *ICOMAT14: Textures of Materials, Pts 1 and 2*, 495-497, 603-608.
- Inagaki, H. ve Inoue, K.** (1994). Effect of Mn on the Shape-Memory Effect in Fe-Mn-SiCr-Ni Alloys, *Zeitschrift Für Metallkunde*, 85 (11), 790-795.
- Ironi, R., Callis, C.,** (1963). Particle Size Measurement, Interpretation, and Application, *John Wiley & Sons, New York*.
- Ishida, K., Kamejima, T., ve Matsui, J.,** (1977). Injection-Enhanced Dislocation Glide under Uniaxial Stress, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 16, 233-240.
- Kainer, K. U.** (2006). *Metal Matrix Composites-custom Made Materials for Automotive and Aerospace Engineering*, Weinheim, Germany: Wiley VCH-Verlag GmbH.
- Kajiwara, S.** (1980). Reversibility of shape deformation in the reverse martensitic transformation in Fe-Ni alloys, *Philosophical Magazine A*, 41 (3), 403-415.
- Kajiwara, S.** (1985). Nearly Perfect Shape Memory Effect in Fe-Ni-C Alloys, *Trans. Jap. Inst. Metals*, 26, 595-596.
- Kajiwara, S.** (1990). Characteristic Features of Shape Memory Effect and Related Transformation Behaviour of Fe-Based Alloys, *Mater. Sci. Eng. A*, 273-275, 67-88.
- Kajiwara, S. ve Ogawa, K.** (2000). Mechanism of Improvement of Shape Memory Effect by Training in Fe-Mn-Si-Based Alloys, *Mater. Sci. Forum*, 327-328, 211-214.
- Kang, S.J.L.** (2005). *Sintering: Densification, Grain Growth, and Microstructure*, Amsterdam: Elsevier, Butterworth-Heinemann.

- Kim, S. H. ve Kim, Y. D.** (2011). Warm Compaction of an Fe-Si/Fe Powder Mixture, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 28, 217-221.
- Koch, C. C.** (1990). Amorphization by Mechanical Alloying, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 118, 670-678.
- Koyama, M., Sawaguchi T., ve Tsuzaki K.** (2011). Si Content Dependence on Shape Memory and Tensile Properties in Fe-Mn-Si-C Alloys, *Mater. Sci. Eng. A*, 528, 2882-2888.
- Lagoudas, D., Mayes, J., ve Henderson, B.** (2001). An Experimental Investigation of Shape Memory Alloy Springs for Passive Vibration Isolation, *AIAA Space 2001 Conference and Exposition*, A01-39824, 1-7.
- Lebrun, N.** (1994). Fe-Mn-Si (Iron-Manganese-Silicon), *Journal of Phase Equilibria*, 15, 619-620.
- Lee, Y. ve Choi C.** (2000). Driving Force for $\gamma \rightarrow \epsilon$ Martenzitic Transformation and Stacking Fault Energy of γ in Fe-Mn Binary System, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31 (2), 355-360.
- Li, H., Dunne, D., ve Kennon, N.** (1999). Factors Influencing Shape Memory Effect and Phase Transformation Behaviour of Fe-Mn-Si Based Shape Memory Alloys, *Mater. Sci. Eng. A*, 273-275, 517-523.
- Li, J.C., Lü, X. X., ve Jiang, Q.** (1999). Composition Design of Iron-Base Shape Memory Alloys, *Journal Of Materials Science Letters*, 18, 857– 858.
- Liu, D., Kajiwar, T., Kikuchi, T., Shinya, N., ve Wang, D.** (2000). Mechanism of the Improvement of the Shape Memory Effect by “Training” and Ausforming in Fe-Mn-Si Based Shape Memory Alloys, *Mater. Trans*, 41 (5), 593-596.
- Liu, T., Liu, H. Y., Zhao, Z. T., Ma, R. Z., Hu, T. D., ve Xie, Y.N.** (1999). Mechanical Alloying of Fe-Mn and Fe-Mn-Si, *Mater. Sci. Eng. A*, 271, 8-13.
- Maki, T., Kobayashi K, Minato M and Tamura I.** (1984). Thermoelastic Martenzite in an ausaged Fe-Ni-Ti-Co alloy, *Csr. Metall*, 18, 1105-1109.
- Maki, T., Tsuzaki, K., Fukasaku, S., ve Tomota, Y.** (1989). Effect of Prior Deformation of Austenite on the $\gamma \rightarrow \epsilon$ Martenzitic Transformation in Fe-Mn Alloys, *JIM*, 32, 222-228.
- Moriya, Y., Kimura, H., Ishizaki, S., Hashizume, S., Suzuki, S., Suzuki, H., ve Sampei, T.** (1991)(a). Properties Of Fe-Cr-Ni-Mn-Si(-Co) Shape Memory Alloys, *Proc. European Symp. Martenzitic Transformation and Shape Memory Properties*, C4, 433-437.
- Moriya, Y., Suzuki, H., Hashizume, S., Sampei, T., ve Kozasu, I.** (1991)(b). Effect of Alloying Elements on Shape Memory Effect of Fe-CrNi-Mn-Si(-Co) Shape Memory Alloys, *Proc Int. Conf. Stainless Steels, ISIJ*, 4, 134-147.
- Murakami, M., Otsuka, H., Suzuki, H.G., ve Matsuda, S.** (1987). Complete Shape Memory Effect in Polycrystalline Fe-Mn-Si Alloys, *Proc. ICAOMAT-86*, 1, 985-990.

- Murty, B.S., M. Mohan Rao, ve S. Ranganathan.** (1995). Milling Maps and Amorphization During Mechanical Alloying, *Acta Metallurgica et Materialia*, 43 (6), 2443-2450.
- Newkirk, J. W. and Kosher, R. A.** (2004). Designing with Powder Metallurgy Alloys, *Handbook of Mechanical Alloy Design*, New York, USA.
- Nishiyama, Z.** (1978). *Martensitic Transformation*, Academic Press, 1-389.
- Okamoto, H., Oka, M., ve Tamura, I.** (1992). Coupling of Thin-Plate Martensites in an Fe-Ni-C Alloy, *Trans. Jap. Onst. Metals*, 19, 674-684.
- Olson, G. B. ve Cohen, M.** (1976)(a). A General Mechanism of Martenzitic Nucleation: Part I. General Concepts and the FCC-HCP Transformation, *Metall. Trans.* 7A, 1897-1904.
- Olson, G. B. ve Cohen, M.** (1976)(b). A General Mechanism of Martenzitic Nucleation: Part II. FCC-BCC and Other Martenzitic Transformations, *Metall. Trans.* 7A, 1905-1914.
- Olson, G. B. ve Cohen, M.** (1976)(c). A General Mechanism of Martenzitic Nucleation: Part III. Kinetics of Martenzitic Nucleation, *Metall. Trans.* 7A, 1915-1923.
- Olson, G. B. ve Cohen, M.** (1986). *Dislocation in Solids, Volume 7*, Amsterdam. Holland: Nabarro, F. R. N., Ed.
- Olson, G.B., Owen, W.S.** (1992). *Martenzite: A Tribute to Morris Cohen*, Ohio, USA.: ASM International.
- Otubo, J., Nascimento F. C., Mei P. R., Cardoso L. P., ve Kaufman M.** (2002). Influence of Austenite Grain Size on Mechanical Properties of Stainless Shape Memory Alloy. *Materials Transactions*, 43, 916-919.
- Otsuka, H., Murakami, M., ve Matsuda, S.** (1989). Improvement in the Shape Memory Effect of Fe-Mn-Si Alloys by the Thermomechanical Treatment, *Proc. MRS Int. Mtg. Adv Mater.*, 9, 451-456.
- Otsuka, H.** (1991). Fe-Mn-Si Based Shape Memory Alloys, *Materials Research Society*, 246, 309-315.
- Otsuka, H., Nagai, K., Kajiwarra, S., Kitaguchi, H. ve Uehara, M.** (1995). Effects of High Magnetic Field and Tensile Stress on Martenzitic Transformation Behavior and Microstructure at 4 K in Fe-Ni-C Alloys, *MRS Fall Meeting*, 389, 225-236.
- Otsuka, K. ve Wayman, CM.** (1998). *Shape Memory Materials*, New York, A.B.D.: Cambridge University Press.
- Patel, J. R. ve Cohen, M.** (1953). Criterion for the Action of Applied Stress in the Martenzitic Transformation, *Acta Metallurgica*, 1 (5), 531-538.
- Perkins, J.** (1975). *Shape Memory Effects in Alloys*, New York, U.S.A.: Springer Science+Business Media, LLC.
- Pricop, B., Söyler, A. U., Lohan, N. M., Özkal, B., Bujoreanu, L.G., Chicet, D., ve Munteanu C.** (2012). Thermal Behavior of Mechanically Alloyed Powders Used for Producing an Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloy, *J. Mater. Eng. Perform*, 21, 2407-2416.

- Remy, L.** (1977). Twin-Slip Interaction in f.c.c. Crystals, *Acta Metallurgica*, 25 (6), 711-714.
- Robinson, J. S., McCormick, P. G.** (1990). Shape Memory in an Fe-Mn-Si Alloy, *Mat. Sci. Forum*, 56, 649-653.
- Rong, L. J., Ping, D. H., Li, Y. Y., ve Shi, C. X.** (1995). Improvement of Shape Memory Effect in Fe-Mn-Si Alloy by Cr and Ni Addition, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 32 (12), 1905-1909.
- Saito, T., Gaska, K., Takasaki, A., ve Kapusta, C.** (2010), Fabrication of Fe-Mn-Si Alloy by Mechanical Alloying and Direct Current Sintering, *Jurnal Mekanikal*, 30, 62-67.
- Sato, A., Chishima, E., Soma, K., ve Mori T.** (1982). Shape Memory Effect in Gamma Reversible Epsilon Transformation in Fe-30Mn-1Si Alloy Single-Crystals, *Acta Metall.*, 30 (6), 1177-1183.
- Sato, A., Chishima, E., Yamaji, Y., ve Mori T.** (1984). Orientation and Composition Dependencies of Shape Memory Effect in Fe-Mn-Si Alloys, *Acta Metall*, 32 (4), 539-547.
- Sato, A., Masuya, T., Morishita, M., Kumai, S., ve Inoue A.** (2000). Strengthening of Fe-Mn-Si Based Shape Memory Alloys by Grain Size Refinement, *Mater. Sci. Forum*, 327-328, 223-226.
- Schroeder, T. ve Wayman. A.** (1977). The Formation of Martensite and the Mechanism of the Shape Memory Effect in Single Crystals of Cu-Zn Alloys, *Acta Metallurgica*, 25 (12), 1375-1381.
- Senoo, S., Shinoda, K., Sato, M., Maruyama, T., ve Suzuki, S.** (2008). Structural Characterization of Stress-Induced Martensitic Transformation in a Polycrystalline Austenitic Fe-Mn-Si-Cr Alloy, *Materials Transactions*, 49 (6), 1229-1234.
- Smit L. J., ve Van Dijk, J. H.** (2009). *Powder Metallurgy Research Trends*, U.S.A.: Nova Science Publishers.
- Sohmura, T., Oshima, R., ve Fujita, F. E.** (1980). Thermoelastic FCC-FCT Martensitic Transformation in Fe-Pd Alloy, *Scripta Met.*, 14, 855-871.
- Soni, P.R.** (2001). *Mechanical Alloying*, UK.: Cambridge International Science Publishing.
- Söyler A.U., Özkal, B. ve Bujoreanu. L.G.** (2010). Investigation of Mechanical Alloying Process Parameters on Fe-Mn-Si Based System, *TMS Suppl, Proc*, 3, 577-583.
- Söyler A. U., Özkal, B. ve Bujoreanu. L.G.** (2011). Sintering Densification and Microstructural Characterization of Mechanical Alloyed Fe-Mn-Si based Powder Metal System, *TMS Suppl, Proc*, 4, 785-792.
- Stanford N. ve Dunne, D.P.** (2010). Effect of Si on the Reversibility of Stress-Induced Martensite in Fe-Mn-Si Shape Memory Alloys, *Acta Metallurgica*, 58, 6752-6762.
- Sun, L., Huang, W. M., Ding, Z., Zhao, Y., Wang, C. C., ve Purnawali, H.** (2012). Stimulus-Responsive Shape Memory Materials: A Review, *Mater Des.*, 33, 577-640.

- Suryanarayana, C. ve Norton, M.G.** (1998). *X-Ray Diffraction: A Practical Approach*, New York, USA.: Plenum Press.
- Suryanarayana, C.** (2004). *Mechanical Alloying and Milling*, New York, A.B.D. Marcel Dekker.
- Suryanarayana, C.** (2001). Mechanical alloying and milling, *Progress in Materials Science*, 46 (1), 1-184.
- Tisone, T.C.** (1973). *Sintered Metallic and Ceramic Materials: Preparation, Properties, and Applications*, New York, A.B.D.: Wiley.
- Tong, H. C. ve Wayman, C. M.** (1974). Characteristic Temperatures and Other Properties of Thermoelastic Martenzites, *Acta Metall.*, 22, 887-896.
- Trivedi, S., Mehta, Y., Chandra, K., ve Mishra P.S.** (2009). Effect of Chromium on the Mechanical Properties of Powder-Processed Fe-0.35 wt% P Alloys, *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, 8 (8), 611-620.
- Upadhyaya, G. S.** (2000). Rolling and Recrystallization Textures in High Purity Al Cold Rolled to Very High Rolling Reductions, *ICOMAT14: Textures of Materials, Pts 1 and 2*, 495-497, 603-608
- Upadhyaya A. ve Shankar G.** (2011). *Powder Metallurgy: Science, Tech & Materials*, UK.: Taylor & Francis.
- Venables, J. A.** (1962). The Martensite Transformation in Stainless Steel, *Philosophical Magazine, Volume 7*, 73, 35-44.
- Vlack, H. V.** (1998). *Elements of Materials Science*, Brasil: Edgar Blucher.
- Wan, J. ve Chen S.** (2005). Martenzitic Transformation and Shape Memory Effect in Fe–Mn–Si Based Alloys, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, 9, 303-312.
- Wang, L., Wang, Z., Yang, H., ve Yang, G.** (1999). The Study of Thermal Stability of the SiO₂ Powders with High Specific Surface Area, *Materials Chemistry and Physics*, 57, 260-263.
- Wang, F. E., Buehler, W. J. ve Pickar, S. J.** (1965). Crystal structure and a Unique Martenzitic Transition of TiNi, *Journal of Applied Physics*, 36, 3232-3239.
- Wang D. F., Chen, Y. R., Gong, F. Y., Liu D. Z., ve Liu W.X.** (1995). The Effect of Thermomechanical Training on the Microstructures of Fe-Mn-Si Shape Memory Alloy, *J. Phys. IV France*, 05, C8-527-C8-530.
- Wang, P., Zhao, J., Du, Y., Xu, H., Gang, T., Fen, J., Zhang, L., He, C., Liu, S., ve Ouyang, H.** (2011). Experimental Investigation and Thermodynamic Calculation of the Fe–Mg–Mn and Fe–Mg–Ni Systems, *Int. J. Mat. Res.*, 102, 6-16.
- Watanabe, Y., Mori, Y., ve Sato, A.** (1993). Training Effect in Fe-Mn-Si Shape Memory Alloys, *Journal of Materials Science*, 28, 1509-1514.
- Wayman C.M.** (1971). On memory effects related to martenzitic transformations and observations in B-brass and Fe₃Pt, *Scr. Metall.*, 5, 489-492.

- Wayman C.M.** (1975). *Shape Memory Effects in Alloys*. New York, U.S.A.: Plenum Press.
- Wei, Z. G., Sandstrom, R., ve Miyazaki, S.** (1998). Shape-Memory Materials and Hybrid Composites for Smart Systems - Part I Shape-Memory Materials, *J Mater Sci*, 33 (15), 43-62.
- Wen, Y. H. Yan, M. ve Li, N.** (2004). Effects of Carbon Addition and Aging on the Shape Memory Effect of Fe–Mn–Si–Cr–Ni Alloys, *Scripta Mater.*, 50, 441-444.
- Wen, Y. H., Li, N., ve Xiong, L. R.,** (2005). Composition Design Principles for Fe–Mn–Si–Cr–Ni Based Alloys with Better Shape Memory Effect and Higher Recovery Stress, *Materials Science and Engineering: A*, 407, 31–35.
- Wessel, J. K.** (2004). *Handbook of Advanced Materials: Enabling New Designs*, New Jersey, U.S.A.: John Wiley & Sons.
- Wield, D. V. ve Gilliam, E.** (1972). Shape Memory Effect and Pseudoelasticity in CuZnSi, *Scripta Metallurgica*, 6 (12), 1157-1160.
- Worden, K., Bullough, W. A., ve Haywood, J.** (2003). *Smart Technologies*, U.S.A.: World Scientific.
- Yamauchi, K., Ohkata, I., Tsuchiya K., ve Miyazaki, S.** (2011). *Shape Memory and Superelastic Alloys: Technologies and Applications*, Cambridge, UK.: Woodhead Publishing Limited.
- Yang, J. H., Chen, H., ve Wayman, C. M.** (1992). Development of Fe-Based Shape Memory Alloys Associated with Face-Centered Cubic-Hexagonal Close-Packed Martenzitic Transformations: Part I. Shape Memory Behavior, *Metallurgical Transactions A*, 23 (5), 1431–1437.
- Yang, J. H. ve Wayman, C. M.** (1992)(a). Self-Accommodation and Shape Memory Mechanism of ϵ -Martenzite—I. Experimental Observations, *Materials Characterization*, 28 (1), 23–35.
- Yang, J. H. ve Wayman, C. M.** (1992)(b). Self-Accommodation and Shape Memory Mechanism Of ϵ -Martenzite—II. Experimental oObservations, *Materials Characterization*, 28 (1), 37–47.
- Zener C.** (1948). Theory of Strain Interaction of Solute Atoms, *Phys. Rev*, 74, 639-647.
- Zhang Z. ve Sandström R.** (2004). Fe–Mn–Si Master Alloy Steel by Powder Metallurgy Processing, *Journal of Alloys and Compounds*, 363, 199–207.
- Zhang, Z. Sandström R., Frisk K., ve Salwen A.** (2003). Characterization of Intermetallic Fe–Mn–Si Powders Produced by Casting and Mechanical Ball Milling, *Powder Tech*, 137, 139-147.
- Zhao, C.** (1999). Improvement of Shape Memory Effect in Fe-Mn-Si-Cr-Ni Alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30A, 2599-2604.



ÖZGEÇMİŞ



Ad-Soyad : Ahmet Umut SÖYLER
Doğum Tarihi ve Yeri : 11.03.1982 - Bursa
E-posta : umutsoyler@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2004, İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü.
- **Yüksek Lisans** : 2008, İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya Metalurji Fakültesi, Malzeme Mühendisliği Bölümü.

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- 2008-2014 yılları arasında İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya Metalurji Fakültesi'nde Araştırma Görevlisi olarak çalıştı.
- Powder Metal World Congress & Exhibition 2009, Las Vegas, Nevada, A.B.D. konferansında “Poster of Merit Award” kazandı.

DOKTORA TEZİNDEN TÜRETİLEN YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- **Söyler, A. U.**, Özkal, B, Bujoreanu, L.G. (2013). Improved Shape Memory Characteristics of Fe-14Mn-6Si-9Cr-5Ni Alloy Via Mechanical Alloying, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 23 (7), 2357–2361.
- Pricop B., **Söyler A. U.**, Özkal B., Lohan N.M., Paraschiv A.L., Suru M.G., Bujoreanu L.G. (2013). Influence of Mechanical Alloying on the Behaviour of Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloys Made by Powder Metallurgy, *Materials Science Forum*, 738-739.
- Pricop B., **Söyler A. U.**, Lohan N.M., Özkal B., Bujoreanu L.G., Chicet D., Munteanu C. (2012) “Thermal Behavior of Mechanically Alloyed Powders Used for Producing an Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloy”, *Journal of Materials*

Engineering Performance, 21 (11), 2407-2416.

- **Söyler, A.U.**, Özkal B., and Bujoreanu L.G. (2012) Effect of cold deformation on the microstructure and transformation properties of Fe-14Mn-6Si-9Cr-5Ni shape memory alloy, prepared by P/M route, *International Symposium on Novel and Nano Materials*,
- Pricop B., **Söyler A. U.**, Lohan N.M., Özkal B., Bujoreanu L.G. (2011) Mechanical Alloying Effects On The Thermal Behaviour Of A Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloy Under Powder Form , *Optoelectronics and Advanced Materials-Rapid Communications*, 5, 555–561.
- **Söyler A. U.**, Özkal B., Bujoreanu L.G. (2011) Investigation of Mechanical Alloying Process Parameters on Fe-Mn-Si Based System, *TMS 2011 - 140th Annual Meeting and Exhibition - Supplemental Proceedings*, 4, 577-583.
- Pricop B., **Soyler A. U.**, Comaneci R.I., Özkal B., Bujoreanu L.G. (2010). Mechanical Cycling Effects at Fe-Mn-Si-Cr-Ni SMAs Obtained by Powder Metallurgy, *Physics Procedia*, 10, 125-131.
- **Söyler A.U.**, Özkal B., Leandru G.B. (2010). Sintering Densification and Microstructural Characterization of Mechanical Alloyed Fe-Mn-Si Based Powder Metal System, *TMS 2010 - 139th Annual Meeting and Exhibition - Supplemental Proceedings*, 3, 785-792.