

CuAIMn BAZLI ŞEKİL HAFIZALI ALAŞIMLARININ MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ

Nazım BABACAN

DOKTORA TEZİ MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

EYLÜL 2017

Nazım BABACAN tarafından hazırlanan "CuAlMn BAZLI ŞEKİL HAFIZALI ALAŞIMLARININ MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ ile Gazi Üniversitesi Makina Mühendisliği Anabilim Dalında DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Osman Selim TÜRKBAŞ Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum. İkinci Danışman: Doç.Dr. Benat KOÇKAR Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Hacettepe Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum. Başkan: Prof.Dr. Bedri TUÇ Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Başkent Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum. Üye: Prof.Dr. Can ÇOĞUN Mekatronik Mühendisliği Anabilim Dalı, Çankaya Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum. Üye: Prof.Dr. Mustafa YURDAKUL Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum. Üye: Prof.Dr. Arcan DERİCİOĞLU Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, ODTÜ Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum. Üye: Doç.Dr. Yusuf USTA Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

Tez Savunma Tarihi: 15/09/2017

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Doktora Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

.....

Prof. Dr. Hadi GÖKÇEN Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmasında yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Nazım BABACAN 15/09/2017

(Doktora Tezi)

Nazım BABACAN

GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Eylül 2017

ÖZET

Bu tez çalışmasında, yaşlandırmanın, ısıtma-soğutma testlerinde malzemenin ısıtıldığı en yüksek sıcaklık olan üst çevrim sıcaklığının (ÜÇS'nin), tane boyutunun ve soğuk deformasyonun Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ (% atomik) şekil hafizalı alaşımlarının (ŞHA'nın) şekil hafiza özelliklerine olan etkileri incelenmiştir. Yapılan yaşlandırmalar sonucunda östenit fazının düzenlilik derecesini en kararlı duruma getiren işlemin 150 °C'de gerçekleştirilen ve ardından suda soğutma vapılan yaslandırma islemi olduğu tespit edilmistir. Cevrimsel diferensiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve eş basınçlı ısıtma-soğutma deneylerinde ÜÇS değiştirilerek dinamik yaşlandırmanın mikroyapı, dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm gerinimi üzerindeki etkisi araştırılmıştır. ÜÇS olarak 120 °C seçildiğinde malzemenin cevrimsel kararlılığa sahip olduğu ve bu sıcaklık seviyelerine kadar eyleyici olarak kullanılabileceği görülmüştür. ÜÇS 145 °C değeri için östenit fazı düzenliliğindeki artıştan dolayı dönüşüm sıcaklıkları azalmıştır. ÜÇS 175 ve 205 °C'ye çıkarıldığında ise mikroyapıda beynit ve α oluşumu gözlenmiş olup dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm gerinimi azalmıştır. Homojenize durumda 900 µm olan tane boyutu, soğuk haddeleme ve ardından gerçekleştirilen yeniden kristalleşme tekniğiyle 260 µm'ye indirilmiştir. Tane boyutunun ve soğuk deformasyonun Cu73Al16Mn11 alaşımının boyutsal kararlılığına olan etkisi süperelastisite ve eş başınçlı ısıtma-soğutma deneyleri ile araştırılmıştır. Yalnızca soğuk deformasvonun malzemenin boyutsal kararlılığını olumsuz vönde etkilediği gözlemlenmiştir. Tane boyutu küçülmesinin ise eş basınçlı deneylerde boyutsal kararlılığı arttırırken süperelastisite deneylerinde ise bir iyileşme tespit edilememiştir. Bu farklı sonuclar her iki deney esnasındaki malzemelere uygulanan gerilme seviyelerindeki farklılıklarla ilişkilendirilmiştir. Malzemenin daha yüksek gerilmelere maruz kaldığı süperelastisite deneylerinde bakır bazlı alaşımların sahip olduğu yüksek elastik anizotropi küçük tane boyutlu alaşımın boyutsal kararlılığını olumsuz olarak etkilemiştir. Daha düşük gerilmeler altında gerçekleştirilen eş başınçlı ısıtma-soğutma deneylerinde ise tane boyutu küçülmesinin malzemeyi güçlendirici etkisi plastik gerinimleri azaltarak malzemenin boyutsal kararlılığının artmasına neden olmuştur.

| Bilim Kodu | : | 91421 |
|-------------------|---|---|
| Anahtar Kelimeler | : | Martensitik dönüşüm, Şekil hafızalı alaşımlar, Cu-Al-Mn |
| Sayfa Adedi | : | 100 |
| Danışman | : | Yrd. Doç. Dr. Osman Selim TÜRKBAŞ |
| İkinci Danışman | : | Doç. Dr. Benat KOÇKAR |

ENHANCEMENT OF MECHANICAL PROPERTIES OF CuAlMn BASED SHAPE MEMORY ALLOYS

(Ph. D. Thesis)

Nazım BABACAN

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

September 2017

ABSTRACT

In this thesis study, the effect of aging, upper cycle temperature (UCT) which is the maximum temperature that the material is heated in the heating-cooling tests, grain size and cold working on the shape memory properties of Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ (% atomic) shape memory alloys (SMAs) were investigated. At the end of the aging studies, the process that brings the degree of ordering of the austenite phase to its steady state was determined as 150 °C aging with subsequently water quenching treatment. The effect of dynamic aging on microstructure, transformation temperatures and transformation strain were investigated by changing the UCTs in the differential scanning calorimetry (DSC) and isobaric heatingcooling tests. When the UCT was chosen as 120 °C, it was observed that material has cyclic stability and this material can be used as an actuator until that temperature levels. Transformation temperature increased due to the increase in the degree of order of the austenite phase for the UCT of 145 °C. When the UCT was increased to 175 and 205 °C, bainite and α phase formation were seen in the microstructure and transformation temperatures and transformation strain decreased. While the grain size is 900 µm, it was decreased to 260 µm with the cold rolling and subsequently recrystallization technique. The effect of the grain size and cold working on the dimensional stability of Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ were investigated with the superelasticity and isobaric heating-cooling experiments. It was observed that only pure cold working affects the dimensional stability of the material negatively. While the dimensional stability increased in the isobaric experiments, no improvement was found in the superelasticity experiments with the grain refinement. These two different results were associated with the difference in applied stress levels during both experiments. The high elastic anisotropy that Cu-based alloys have affected the dimensional stability of the alloy with the small grain size in the superelasticity experiments where the materials were exposed to the higher stresses. The strengthening of the grain size reduction on the material led an increase in dimensional stability of the material reducing the plastic strains in the isobaric heating-cooling experiments which were performed under lower stresses.

| Science Code | : | 91421 |
|---------------|---|---|
| Key Words | : | Martensitic transformation, Shape memory alloys, Cu-Al-Mn |
| Page Number | : | 100 |
| Supervisor | : | Asst. Prof. Osman Selim TÜRKBAŞ |
| Co-Supervisor | : | Assoc. Prof. Benat KOÇKAR |

TEŞEKKÜR

Öncelikle doktora sürem boyunca bana yol gösteren, bilimsel olarak vizyonumun gelişmesini sağlayan, her konuda bana danışman ve yol gösteren olan değerli danışman hocam Doç.Dr. Benat KOÇKAR'a ve desteklerini benden hiçbir zaman esirgemeyerek öğretici tavırlarıyla bana büyük katkı sağlayan değerli danışman hocam Yrd.Doç.Dr. Osman Selim TÜRKBAŞ'a teşekkür ederim. Tez çalışmalarımı gerçekleştirmek üzere Texas A&M'deki eşsiz araştırma grubuna beni kabul edip bana sonsuz imkânlar sunan ve benden hiçbir zaman desteklerini esirgemeyen değerli hocam Prof.Dr. İbrahim KARAMAN'a teşekkür ederim. Tez izleme komitemde yer alarak bana çalışmalarımda yol gösteren değerli hocalarım Prof.Dr. Can ÇOĞUN ve Doç.Dr. Yusuf USTA'ya ve ayrıca doktora tez jürimde yer alan diğer tüm hocalarıma teşekkür ederim.

Texas A&M'deki çalışmalarım boyunca benimle bilimsel bilgilerini ve önerilerini paylaşan değerli Dr. Ji MA'ya, çalışmalarımda bana yardımcı olan Wahaz NASIM, Ceylan HAYRETTİN ve Bilal ARSHAD başta olmak üzere tüm değerli grup arkadaşlarıma teşekkür ederim. Hasan Hüseyin SAYGILI ve Halil Onat TUĞRUL başta olmak üzere Hacettepe Üniversitesi'nde bulunan tüm laboratuvar arkadaşlarıma bana destekleri için ayrıca teşekkür ederim. Gazi Üniversitesi'de Makine Mühendisliği Bölümü'nde Arş. Gör. olarak çalışan büttün mesai arkadaşlarıma da yardımları için çok teşekkür ederim.

Bu tezi hazırlamam için 2211/A ve 2214/A programlarıyla bana büyük destek veren TÜBİTAK'a çok teşekkür ederim.

Benim bugünlere gelmemde en büyük emek sahibi kişiler olan canım annem Zeliha BABACAN ve canım babam Mehmet Zafer BABACAN'a teşekkür ederim. Ayrıca varlıklarıyla bana büyük bir güç veren canım ablam Yrd.Doç.Dr. Öznur Begüm GÖKÇEK, canım eniştem Doç.Dr. Murat GÖKÇEK ve canım yeğenim Saffet Kutay GÖKÇEK'e teşekkür ederim. Bu günlere gelmemde büyük emekleri olan bu yıl kaybettiğim biricik babaannem Mürvet BABACAN'a da sonsuz teşekkürlerimi gönderiyorum. Son olarak en büyük varlığım ve desteğim olan yol arkadaşım canım karım Fatma BABACAN'a ve birkaç ay sonra inşallah aramıza katılarak hayatımıza yeni anlamlar katacak canım kızım Defne BABACAN'a çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

vii

| ÖZET | iv |
|---|------|
| ABSTRACT | V |
| TEŞEKKÜR | vi |
| İÇİNDEKİLER | vii |
| ÇİZELGELERİN LİSTESİ | ix |
| ŞEKİLLERİN LİSTESİ | X |
| SİMGELER VE KISALTMALAR | xiii |
| 1. GİRİŞ | 1 |
| 2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI | 5 |
| 2.1. Martensitik Faz Dönüşümleri | 5 |
| 2.2. Şekil Hafızalı Alaşımlar | 8 |
| 2.2.1. Şekil hafızalı alaşımların özellikleri | 9 |
| 2.2.2. Şekil hafızalı alaşımlarda sıcaklık kaynaklı martensitik faz dönüşümleri | 12 |
| 2.2.3. Şekil hafızalı alaşımların çevrimsel kararlılığı | 14 |
| 2.3. Yaygın olarak Kullanılan Şekil Hafızalı Alaşımlar | 15 |
| 2.3.1. Ni-Ti şekil hafızalı alaşımları | 16 |
| 2.3.2. Demir bazlı şekil hafızalı alaşımlar | 17 |
| 2.3.3. Bakır bazlı şekil hafızalı alaşımlar | 17 |
| 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR | 33 |
| 3.1. Malzemeler ve Yapılan Termo-mekanik İşlemler | 33 |
| 3.2. DSC Testleri | 35 |
| 3.3. Mekanik Testler | 36 |
| 3.3.1. Sabit sıcaklık tek eksenli çekme testleri | 37 |

Sayfa

viii

| 3.3.2. Süperelastisite testleri | 38 |
|---|----|
| 3.3.3. Eş basınçlı (izobarik) ısıtma-soğutma testleri | 38 |
| 3.3.4. Mikroyapı analiz deneyleri | 39 |
| 4. YAŞLANDIRMANIN Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ ŞEKİL HAFIZALI ALAŞIMININ DÖNÜŞÜM SICAKLIKLARI VE MİKROYAPISI ÜZERİNE ETKİSİ | 41 |
| 5. DİNAMİK YAŞLANDIRMANIN Cu73Al16Mn11 ŞEKİL HAFIZALI ALAŞIMININ ÇEVRİMSEL KARARLILIĞINA ETKİSİ | 51 |
| 5.1. DSC Analizi | 51 |
| 5.2. Eş Basınçlı İsıtma-Soğutma Analizleri | 54 |
| 5.3. Mikroyapısal Analizler | 59 |
| 6. TANE BOYUTUNUN VE SOĞUK DEFORMASYONUN Cu73Al16Mn11 ŞEKİL HAFIZALI ALAŞIMININ ŞEKİL HAFIZA ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ | 65 |
| 6.1. Tane Boyutunu Kontrol Etme Çalışmaları | 65 |
| 6.2. Soğuk Deformasyon | 72 |
| 6.3. DSC Analizi | 72 |
| 6.4. Sabit Sıcaklık Tek eksenli Çekme Analizleri | 75 |
| 6.5. Süperelastisite Analizleri | 78 |
| 6.6. Eş Basınçlı Isıtma-Soğutma Analizleri | 81 |
| 7. SONUÇ VE ÖNERİLER | 87 |
| KAYNAKLAR | 91 |
| ÖZGEÇMİŞ | 99 |

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

| Çizelge | S | Sayfa |
|--------------|--|-------|
| Çizelge 2.1. | Cu-Al-Mn, Ni-Ti, Cu-Zn-Al ve Cu-Al-Ni alaşımlarının şekil hafıza özellikleri | 21 |
| Çizelge 4.1. | Farklı yaşlandırma işlemleri sonucunda hesaplanan $\Delta H_{d\ddot{u}zenlilik}$ değerleri | 43 |
| Çizelge 5.1. | Farklı ÜÇS değerlerine ısıtılmış yaşlandırılmış Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ numunelerinin DSC deneylerinin 1. ve 5. çevrimlerinden hesaplanan dönüşüm sıcaklıkları ve entalpi değerleri | 53 |
| Çizelge 5.2. | 60 MPa gerilme altındaki yaşlandırılmış Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ alaşımının farklı termal çevrimlerinde elde edilen dönüşüm sıcaklıkları ε_{gkd} ve ε_{kal} değerleri | 57 |
| Çizelge 5.3. | 60 MPa gerilme altındaki yaşlandırılmış Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ alaşımının artan ÜÇS için farklı termal çevrimlerinde elde edilen dönüşüm sıcaklıkları, ε_{gkd} ve ε_{kal} değerleri | 58 |
| Çizelge 5.4. | α fazından elde edilen EDX analizi sonuçları | 63 |
| Çizelge 6.1. | Farklı boyutlarda bulunan ve farklı terrmo-mekanik işlemler görmüş alaşımların ortalama tane boyutları | 68 |
| Çizelge 6.2. | Homojenize edilmiş, yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin 1. ve 5. DSC çevrimlerinden hesaplanan dönüşüm sıcaklıkları ve termal histerisiz değerleleri | 75 |
| Çizelge 6.3. | Yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numuneleri için Şekil 6.5.b'den hesaplanan σ_{SIM} (martensitin elde edildiği gerilme değeri), σ_Y^M (martensitin akma daynımı) ve $\Delta \sigma (\sigma_Y^M$ ile σ_{SIM} arasındaki gerilme farkı) | 77 |
| Çizelge 7.1. | Tane boyutu küçültmesiyle mekanik özelliklerde görülen değişiklikler | 87 |

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

| Şekil | S | Sayfa |
|-------------|---|-------|
| Şekil 2.1. | Östenitten martensite şematik olarak dönüşüm mekanizmaları | 6 |
| Şekil 2.2. | Östenit ve martensit fazlarının Gibbs serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlı leğişimlerinin şematik gösterimi | 8 |
| Şekil 2.3. | ŞHA'da östenit ve martensit fazlarının mikroskobik görünümleri | 9 |
| Şekil 2.4. | Süperelastisiteyi temsil eden tipik bir gerilme-gerinim grafiği | 10 |
| Şekil 2.5. | Şekil hafıza etkisini temsil eden tipik bir gerilme-gerinim-sıcaklık grafiği. | 11 |
| Şekil 2.6. | Gerilme olmadan gerçekleşen sıcaklık kaynaklı martensitik faz dönüşümünün şematik olarak gösterimi | 12 |
| Şekil 2.7. | Gerilme altında gerçekleşen sıcaklık kaynaklı martensitik faz dönüşümünün şematik olarak gösterimi | 13 |
| Şekil 2.8. | ŞHA'nın eyleyici gerilmesi, gerinimi ve iş çıktılarının diğer aktif malzemelerle karşılaştırılması | 14 |
| Şekil 2.9. | İzobarik termal çevrim sonucunda elde edilen tipik bir gerilme-gerinim grafiği | 15 |
| Şekil 2.10. | Cu-Al-%10 (at.) Mn alaşımının Al değişimine göre faz diyagramı | 20 |
| Şekil 2.11. | (a) d/D=6,0 ve (b) d/D=0.217 değerleri için süperelastisite grafikleri | 22 |
| Şekil 2.12. | Cu _{71.9} Al _{16.6} Mn _{9.3} Ni ₂ B _{0.2} (% atomik) alaşımının (a) su verilmiş durumdaki mikroyapı resmi (b) 200 °C (c) 230 °C (d) 250 °C (e) 300 °C'de 30 dakika yaşlandırmadan sonraki mikoyapı resimleri | 26 |
| Şekil 2.13. | Cu _{71.9} Al _{16.6} Mn _{9.3} Ni ₂ B _{0.2} (% atomik) alaşımının (a) su verilmiş durumdaki DSC eğrisi, 230 °C'de (b) 5 dakika (c) 10 dakika (d) 15 dakika (e) 25 dakika yaşlandırmadan sonra elde edilen DSC eğrileri | 26 |
| Şekil 2.14. | Şekil geri kazanma oranının hesaplanması için temsili çizim | 27 |
| Şekil 2.15. | Şekil geri kazanım oranının termal çevrim sayısına göre değişimi | 28 |
| Şekil 2.16. | Cu-Al-Ni alaşımında yüksek elastik anizotropiden dolayı tane sınırlarında oluşan çatlak başlangıcı | 31 |
| Şekil 2.17. | (a) Rasgele tane dizilimine sahip (b) Tek katmanlı direksi tane dizilimine sahip Cu-Al-Ni alaşımlarında tane sınırlarındaki gerilmelerin şematik gösterimi | 32 |

| Şekil Sa | yfa |
|---|-----|
| Şekil 3.1. Ortalama tane boyutu hesaplanmasındaki tane sayımını gösteren örnek | 34 |
| Şekil 3.2. TA marka Q2000 modeli DSC cihazı | 35 |
| Şekil 3.3. Deneylerde kullanılan çekme numunesinin ölçüleri | 37 |
| Şekil 4.1. Farklı yaşlandırma işlemlerine maruz bırakılmış Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ numunelerinin (a) birinci ısıtma sırasında elde edilen DSC eğrileri (b) Birinci ısıtma eğrilerinin 80 ile 180 °C arasındaki ayrıntılı görünümü | 42 |
| Şekil 4.2. Farklı yaşlandırma işlemlerine maruz bırakılmış Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ numunelerinin ikinci ısıtma sırasında elde edilen DSC eğrileri | 45 |
| Şekil 4.3. (a) Homojenize edilmiş (b) 150 °C'de 20 dakika yaşlandırıldıktan sonra havada soğutulmuş (c) 150 °C'de 20 dakika yaşlandırıldıktan sonra suda soğutulmuş numunelerin oda sıcaklığındaki optik mikroskop resimleri | 46 |
| Şekil 4.4. Yaşlandırılmış Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ numunelerinin 120 °C ÜÇS değeri kullanılarak DSC testinden elde edilen ilk ve ikinci ısıtma eğrileri | 47 |
| Şekil 4.5. Homojenize edilmiş ve 150 °C'de 20 dakika yaşlandırıldıktan sonra su verilen numunelerin beş çevrim DSC davranışları | 48 |
| Şekil 5.1. Yaşlandırılmış Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ numunelerinin a) 120 ve 145 °C b) 175 ve 205 °C ÜÇS kullanılarak elde edilen DSC sonuçları | 52 |
| Şekil 5.2. Yaşlandırılmış Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ alaşımının eş basınçlı termal çevrim sonuçları (a) Sabit gerilme değerleri altında gerinim-sıcaklık davranışı (b) Uygulanan gerilmenin fonksiyonu olarak ε_{gkd} ve ε_{kal} değerleri (c) ε_{gkd} ve ε_{kal} değerlerinin belirlenmesinin şematik gösterimi | 55 |
| Şekil 5.3. Yaşlandırılmış Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ alaşımının 105 °C ÜÇS kullanılarak 60 MPa gerilme altında 10 çevrim gerinim-sıcaklık davranışo | 57 |
| Şekil 5.4. Yaşlandırılmış Cu ₇₃ Al ₁₆ Mn ₁₁ alaşımının artan ÜÇS kullanılarak 60 MPa gerilme altında döngüsel gerinim-sıcaklık davranışı | 58 |
| Şekil 5.5. (a), (c) Herhangi bir teste tâbi tutulmamış yaşlandırılmış malzemenin (b), (d) 60 MPa altında 105 °C sıcaklığa ısıtılarak termal çevrim uygulanan yaşlandırılmış malzemenin oda sıcaklığındaki optik mikroskop resimleri | 60 |
| Şekil 5.6. (a) Farklı ÜÇS kullanılarak 60 MPa altında termal çevrim uygulanan yaşlandırılmış malzemenin oda sıcaklığındaki optik mikroskop resmi, (b) Beynit bölgesinin (c) Kalıntı martensit + beynit bölgesinin SEM ile elde (c) edilen daha yüksek büyütmeli resimleri | 62 |

| $\mathbf{\alpha}$ | 1 *1 |
|-------------------|------|
| N 6 | 171 |
| 20 | /NII |
| | |

| Şekil 5.7. | Oda sıcaklığında bulunan (a) herhangi bir teste tabi tutulmamış yaşlandırılmış malzemenin (b) farklı ÜÇS kullanılarak 60 MPa altında termal çevrim uygulanan yaşlandırılmış malzemenin XRD sonuçları | 64 |
|------------|--|----|
| Şekil 6.1. | Tane boyutunu kontrol etmek için gerçekleştirilen termo-mekanik işlemlerin şematik olarak gösterimi | 66 |
| Şekil 6.2. | Farklı terrmo-mekanik işlemler görmüş alaşımların optik resimleri | 69 |
| Şekil 6.3. | (a) Homojenize edilmiş (b) 70CR-ST numunelerinin oda sıcaklığındaki optik mikroskop resimleri | 72 |
| Şekil 6.4. | Yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin DSC davranışları | 74 |
| Şekil 6.5. | Yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin (a) (Mf -10) °C (b) (Af +20) °C sıcaklıklarında elde edilen gerilme-gerinim grafikleri | 77 |
| Şekil 6.6. | (a) Yaşlandırılmış (b) 10CR-yaşlandırılmış (c) 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin (Af+20) °C sıcaklığındaki süperelastisite davranışları | 79 |
| Şekil 6.7. | Yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numuneleri için Şekil 6.6'dan hesaplanan uygulanan gerinime karşılık gelen kalıntı gerinim (ε_{kal}) değerleri | 81 |
| Şekil 6.8. | (a) Yaşlandırılmış (b) 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin artan sabit gerilmeler altındaki gerinim-sıcaklık davranışları | 82 |
| Şekil 6.9. | Uygulanan gerilmenin bir fonksiyonu olarak (a) geri kazanılan dönüşüm gerinim (ε_{gkd}) ve kalıntı gerinim (ε_{kal}) (b) termal histerisiz değerleri | 83 |
| Şekil 6.10 | İzobarik ısıtma-soğutma ve süperelastisite testlerindeki geri dönüşebilirlik kabiliyetinin farklı olmasının nedenini gösteren şematik bir temsil | 85 |

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

| Simgeler | Açıklamalar |
|-----------------|---|
| | |
| g | gram |
| Hv | Vickers sertliği |
| j | joule |
| mm | milimetre |
| mm ² | milimetreküp |
| MPa | Megapascal |
| Ν | Newton |
| °C | Santigrat derece |
| μm | Mikrometre |
| | |
| Kısaltmalar | Acıklamalar |
| | |
| at. | Atomik |
| A_s | Östenit başlangıç sıcaklığı |
| A_f | Östenit bitiş sıcaklığı |
| D | Tane çapı |
| D | Numune çapı |
| DSC | Diferansiyel taramalı kalorimetre |
| EDX | Enerji dağılımlı X-ışını spektrometresi |
| G | Gibbs serbest enerjisi |
| G^m | Martensitin Gibbs serbest enerjisi |
| G^p | Östenitin Gibbs serbest enerjisi |
| M_s | Martensit başlangıç sıcaklığı |
| M_{f} | Martensit bitiş sıcaklığı |
| SEM | Taramalı elektron mikroskobu |
| ŞHA | Şekil hafızalı alaşımlar |

| Kısaltmalar | Açıklamalar | | | |
|--|---|--|--|--|
| Т | Sıcaklık | | | |
| t _i | Malzemenin ilk kalınlığı | | | |
| <i>t_s</i> Malzemenin son kalınlığı | | | | |
| ÜÇS | Üst çevrim sıcaklığı | | | |
| XRD | X-ray kırınım ölçer | | | |
| Ζ | Zener oranı | | | |
| $\Delta G^{p 	o m}$ | Martensitin çekirdeklenmesi için gerekli itici kuvvet | | | |
| ΔG_c | Kimysasal enerji | | | |
| ΔG_e | Martensit etrafındaki elastik enerji | | | |
| ΔG_{nc} | Kimysasal olmayan enerji | | | |
| ΔG_s | Östenit ve martensit arasındaki yüzeysel enerji farkı | | | |
| Δ <i>H</i> _{düzenlilik} Düzenlilik dönüşümündeki entalpi değişir | | | | |
| $\Delta H^{A/M}$ Östenitten martensite dönüşüm entalpis | | | | |
| $\Delta H^{M/A}$ Martenistten östenite dönüşüm entalpisi | | | | |
| $\Delta \boldsymbol{\sigma}$ $\sigma_{Y}{}^{M}$ ile σ_{SIM} arasındaki fark | | | | |
| ε_{gkd} | Geri kazanılan dönüşüm gerinimi | | | |
| ε_{kal} | Geri kazanılamayan kalıntı gerinimi | | | |
| σ^{Af} | Östenit oluşumunun tamamlandığı gerilme değeri | | | |
| σ^{As} | Östenit oluşumunun başladığı gerilme değeri | | | |
| σ^{Mf} Martensit oluşumunun tamamlandığı gerilme o | | | | |
| σ^{Ms} Martensit oluşumunun başladığı gerilme değeri | | | | |
| σ_f İkizlenmiş martensitin bozulmasının bittiği gerilm | | | | |
| σ_s | İkizlenmiş martensitin bozulmaya başladığı gerilme | | | |
| $\sigma_Y{}^M$ | Martensitin akma daynımı | | | |
| σ_{SIM} | Martensitin elde edildiği gerilme değeri | | | |

1. GİRİŞ

Bir mekanik tasarımda en önemli unsurlardan olan malzeme seçimi ve seçilen malzemenin sahip olduğu özellikler önemli bir mühendislik konusudur. Başlıca mühendislik malzemeleri metaller, seramikler, plastikler ve kompozitlerdir. Yüksek dayanımının yanı sıra sahip olduğu süneklik özelliğinden dolayı kullanılan metal malzemelerin çoğu ise demir esaslı malzemelerdir. Demirin icadının MÖ 4000 yıllarına dayandığı göz önüne alınacak olunursa bu malzemeler hakkında şu ana kadar birçok bilimsel çalışma yapılmıştır. Demir esaslı malzemelerin yanı sıra endüstriyel uygulamalarda oldukça sık kullanılan alüminyum ve alaşımları gibi birçok konvansiyonel malzemeler, akıllı malzemeler gibi daha yenilikçi malzeme teknolojileri üzerinde durulmaktadır. Akıllı malzemeler potansiyel fark, sıcaklık farkı veya manyetik alan etkisiyle şekil değiştiren malzemelerdir.

Şekil hafizalı alaşımlar (ŞHA), akıllı malzeme türlerinden birisidir ve 1963 yılında Ni-Ti (Nitinol) alaşımlarında şekil hafiza etkisi tespit edildikten sonra [1] birçok farklı alaşımın şekil hafiza özelliğine sahip olduğu ortaya çıkmıştır. Şekil hafiza özelliği, genel olarak, düşük sıcaklıkta şekli değiştirilen malzemenin ısıtıldıktan sonra yüksek sıcaklıktaki şeklini hatırlayıp o şekle dönmesidir. Son derece ilginç ve farklı olan bu özellik, bu malzemelere olan ilgiyi yıllar geçtikçe arttırmaktadır. Ayrıca ŞHA, faz dönüşümü esnasında yüksek miktarda deformasyona dayanabilmekte ve bu deformasyon kaldırıldıktan sonra eski haline dönebilmektedir. İleri ve geri faz dönüşümü esnasında ise enerjide bir kayıp oluşmaktadır. Bu özelliğinden dolayı, bu alaşımlar titreşim ve gürültü sönümleyici elemanı olarak kullanılabilmektedir.

Ni-Ti alaşımları, boyutsal kararlılıklarının yüksek olmasının yanında sahip oldukları mükemmel süperelastisite ve şekil hafıza özellikleri sayesinde ŞHA içerisinde en çok kullanılan alaşımlardır. Bu alaşımlar otomotiv, robotik, hava-uzay ve biyomedikal uygulamalarında kullanılmakla birlikte bu alaşımların pahalı olması ve ayrıca işlenebilirliklerinin oldukça zor olması uygulama alanlarını kısıtlamaktadır [2,3]. Bu nedenle son yıllarda daha ekonomik olan demir ve bakır bazlı ŞHA üzerine çalışmalar yoğunlaşmıştır. Fakat bu alaşımların Ni-Ti alaşımları kadar yüksek mekanik özelliklere ve kararlıklara sahip olmayışları önemli bir sorundur.

ŞHA, bir mekanizmaya oldukça yüksek kuvvet aktarabilip bu mekanizmayı hareket ettirme kabiliyetine sahip oldukları için eyleyici kullanımlarında ilgi çeken malzemelerdendir. Ni-Ti alaşımı yüksek dayanım ve mükemmel bir şekilde eski şekline geri dönme yeteneğine sahip olduğundan eyleyici uygulamalarında ŞHA için ticari olarak en çok kullanılan alaşımlardır [4,5]. Fakat Ni-Ti alaşımlarının yanı sıra Cu-Al-Ni ve Cu-Zn-Al alaşımları gibi bakır bazlı alaşımlar da kelepçe mekanizmaları veya duman dedektörleri gibi eyleyici uygulama alanlarında kullanılmaktadır [4,6,7].

ŞHA, eyleyici olarak kullanıldıklarında bir sisteme hareket kazandırabilmeleri için sürekli olarak ısıtılmalı ve soğutulmalıdır. Yapılan bu ısıtma ve soğutma ile alaşımda sırasıyla geri ve ileri faz dönüşümleri olur. Eğer dışarıdan ŞHA'ya uygulanan bir kuvvet var ise martensite dönüşüm sırasında (malzeme soğutulurken) önemli bir dönüşüm gerinimi meydana gelir. Bu dönüşüm sırasında bir plastik deformasyon oluşmuyorsa östenite dönüşüm (ısıtma) ile birlikte malzeme eski haline gelir (dönüşüm gerinimi geri kazanılır). Böylelikle yapılan ısıtma ve soğutma ile birlikte bir sistem veya mekanizma sürekli olarak istenilen şekilde hareket ettirilir.

Bakır bazlı alaşımlar genel olarak yüksek elastik anizotopiye ve tane boyutlarına sahip oldukları için bu alaşımlar kırılgan olmaktadır ve ayrıca bu alaşımların soğuk işlenebilirlikleri de oldukça zordur [8,9]. Ayrıca Cu-Zn-Al alaşımları birkaç kullanımdan sonra zarar görmekte ve düşük sıcaklıklarda östenit dışındaki diğer fazlara ayrışmaktadır [10]. İlk defa Kainuma ve diğerlerinin [11,12] 1990'lı yılların ortalarında yaptıkları çalışmalar sonucu %16 ile %18 arasında alüminyum oranına sahip Cu-Al-Mn alaşımlarının sünekliklerinin istenilen düzeyde olduğu tespit edilmiş ve bu alaşımların geliştirilmesi üzerine çalışmalar yapılmıştır.

Cu-Al-Mn alaşımlarının termal ve çevrimsel stabilitelerinin çok fazla olmaması bu alaşımların bir dezavantajıdır. Bu nedenle tekrarlı kullanımlarında problem oluşmakta ve malzeme istenilen özellikleri gösterememektedir. Bu problemin ortadan kaldırılması önemli bir eksiği giderecek ve bu malzemelerin kullanım alanlarını arttıracaktır. Ayrıca, çeşitli ısıl işlemler ve/veya plastik deformasyon işlemlerin uygulanması Cu-Al-Mn alaşımlarının boyutsal kararlılıklarını artıracaktır.

Isıtma sırasında malzemenin şekil hafiza özelliklerini koruyabildikleri limitleri bilmek son derece önemlidir. Malzeme eğer bu limitlerin üzerindeki bir değere ısıtılırsa eyleyici özelliğini yavaş yavaş veya birden kaybeder. Cu-Al-Mn ŞHA'da belirli sıcaklıkların üzerinde meydana gelen yaşlandırma ile çökelti oluşumu ve ana fazın düzen derecesinin değişiminden kaynaklanan mikroyapısal değişimler malzemenin eyleyici özelliğini kaybettiren önemli bir problemdir.

Tane boyutu da ŞHA'nın mekanik ve şekil hafiza özellikleri için oldukça önemli bir parametredir. Cu-Al-Mn alaşımlarında tane boyutu büyütülerek yapılan çalışmalarda komşu taneler tarafından kısıtlanan tane sayıları azaltılmıştır. Böylelikle tane sınırları gerilme olarak rahatlayarak geri kazanılabilen gerinim miktarları artmıştır [13-15]. Öte yandan Ni-Ti alaşımları üzerine yapılan çalışmalar, tane boyutunun küçülmesiyle kayma için gerekli kritik gerilme miktarı artırılarak şekil hafiza ve süperelastisite özelliklerinin kararlılığının arttığını göstermiştir [16-18]. Tane boyutunun küçülmesiyle tane sınırları alanı artar ve böylelikle dislokasyon hareketleri de daha da sınırlandırılarak kayma için gerekli kritik gerilme miktarı artırılmış olur. Tane boyutu plastik deformasyon, alaşıma başka bir metalin eklenmesi, eriyiğe hızlıca su verme (rapid melt quenching) veya soğuk deformasyonun ardından yapılan yeniden kristalleşme gibi bazı üretim, ısıl işlem ve işleme teknikleri ile kontrol edilebilir [14,16,19,20].

Bakır bazlı alaşımlar plastik deformasyona elverişli olduklarından dolayı bu alaşımların kaymaya karşı dirençlerinin artırılması gerekmektedir [21]. Tane boyutunu küçülmesinin yanı sıra bazı çalışmalar soğuk deformasyonun da kayma için kritik gerilme değerini arttırdığını göstermektedir [22,23]. Soğuk deformasyon ile birlikte malzeme içerisindeki dislokasyon yoğunluğu artmakta ve dislokasyon-dislokasyon karşılaşması daha fazla olduğu için dislokasyonlar birbirlerinin hareketini engellemektedir. Böylece malzemenin dayanımı artmaktadır.

Bu çalışmada, Al oranı %16 ile %18 arasında olduğundan dolayı oldukça sünek olan ve bu nedenle işlenebilirliği kolay olan Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ (% at.) ŞHA'da öncelikle yaşlandırmanın etkisi incelenmiştir. Ayrıca sıcaklık artışı ile birlikte meydana gelen mikroyapısal değişikler de incelenmiştir. Tane boyutu değişimi ve soğuk deformasyon yöntemleri kullanılarak eyleyici özellikleri başta olmak üzere bu alaşımların mekanik özelliklerini geliştirmek için

çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Bu tez ile birlikte Cu-Al-Mn ŞHA'nın eyleyici özellikleri literatürde ilk defa çalışılmıştır.

Bu tez kapsamında farklı yaşlandırma sıcaklıkları ve yaşlandırmadan sonraki soğutma yöntemlerinin Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımının dönüşüm sıcakıkları üzerine etkisi Bölüm 4'te incelenmiştir. Ayrıca farklı yaşlandırma yöntemlerinin mikroyapı üzerine etkisi araştırılmıştır. Bu çalışma sonucunda malzemenin termal çevrimsel kararlılığını sağlayan en uygun yaşlandırma yöntemi tespit edilmiştir.

Bölüm 5'te ise ŞHA'nın eyleyici özelliklerinden faydalanıldığı sırada ısıtıldığı yüksek sıcaklık olan ve üst çevrim sıcaklığı (ÜÇS) olarak adlandırılan sıcaklık değerleri değiştirilerek mikroyapıda ve boyutsal kararlılıkta meydana gelen değişimler incelenmiştir. Bu çalışmada ısıtma ve soğutma çevrimleri sırasında ÜÇS'nin artırılması esnasında oluşan ikincil faz oluşumları "dinamik yaşlandırma" olarak isimlendirilmiştir.

Soğuk haddeleme ve ardından yapılan yeniden kristalleşme işlemi ile birlikte tane boyutu kontrol edilerek Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımının süperelastisite ve eyleyici özelliklerinin değişimi üzerine yapılan çalışmalar Bölüm 6'da sunulmuştur. Ayrıca soğuk deformasyonun da bu özellikler üzerine etkisi yine bu bölümde incelenmiştir.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1. Martensitik Faz Dönüşümleri

ŞHA'da dönüşüm mekanizması martensitik faz dönüşümü olduğundan bu dönüşümün temel özelliklerini ve teorisini açıklamak, ŞHA'nın sahip olduğu karakteristik özelliklerin daha iyi anlaşılmasını sağlayacaktır. Martensitik faz dönüşümü, metalik, polimerik ve seramik sistemleri de içeren bir dizi malzeme sisteminde yaygın olarak görülen faz dönüşümlerinden birisidir. Bu faz dönüşümünde, östenit (ana) fazından daha düşük sıcaklıkta kararlı olan martensit (ürün) fazına difüzyonsuz gerçekleşen bir dönüşüm söz konusudur. Malzeme, daha yüksek bir kristalografik simetriye sahip fazdan (östenit) daha düşük bir simetriye sahip faza (martensit) bir dönüşüm gerçekleştirir. Martensit daha düşük simetriye sahip olduğundan dolayı, bu dönüşüm sırasında farklı yönlerde martensit yapıları oluşabilmektedir. Elde edilen her bir yapıya martensit varyantları denilmektedir [1].

Martensit ismini 1800'lü yılların sonlarında yaşamış Alman bilim adamı Adolf Martens'ten almaktadır. Bu terim, orijinal olarak su verilmiş çeliklerdeki sert bileşeni tanımlamak için kullanılmıştır. Ama daha sonraları, çelikler dışında bazı demir dışı alaşımlarda, saf metallerde, seramiklerde, minerallerde, inorganik bileşiklerde, katılaştırılmış gazlarda ve polimerlerde de martensit fazının oluştuğu tespit edilmiştir [24].

Martensitik dönüşüm birinci dereceden bir faz dönüşümü olduğundan, çekirdeklenme ve ardından büyüme ile gerçekleşmektedir. Martensit kesme tarzındaki bir mekanizmayla oluşurken, martensit etrafında büyük gerinmeler oluşur. Bu gerinmeleri azaltmak için deformasyon iki farklı şekilde olmaktadır. Bunlar Şekil 2.1'de gösterildiği gibi dislokayon kayması veya ikizlenmedir. Kaymada atomlar bir veya birden fazla atomik boşlukta hareket ederken, ikizlenmede bir atomik boşluğun belli bir kısmı olarak hareket eder [25].



Şekil 2.1. Östenitten martensite şematik olarak dönüşüm mekanizmaları

Martensit oluşumu izotermal veya atermal olarak gerçekleşebilir. "Atermal" dönüşüm, genellikle düşünüldüğü gibi "sıcaklıktan bağımsız" anlamı taşımamaktadır. "Atermal" kelimesi en iyi olarak "termal aktivasyonun olmadığı" şeklinde ifade edilebilir. Termal aktivasyonun olmadığı işlemler zamana bağlı değildir ve bu işlemlerin başlaması için bazı parametrelerin belli bir aktivasyon eşiğini aşmasını beklemeye gerek yoktur. Termal olarak aktive edilen martensitler ise literatürde izotermal martensit olarak ifade edilir. "İzotermal" kelimesinden "sabit sıcaklık" anlaşılabilir. Aslında bu tip martensitler genellikle sürekli soğumayla elde edilir [26]. İzotermal martensit oluşumunda sıcaklık M_s (martensit başlangıç) sıcaklığına düşürüldüğü zaman izotermal martensit plakaları çekirdeklenerek oluşmaya başlar. Sıcaklık düşürülmeye devam edilirse martenit plakaları giderek artar ve M_f (martensit bitiş) sıcaklığına varıldığında martensitik dönüşüm tamamlanmış olur. Malzeme martenisitik dönüşümü tamamlandıktan sonra ısıtılmaya başlanırsa A_s (östenit başlangıç) sıcaklığında oluşan martensit plakaları kaybolmaya başlar ve A_f (östenit bitiş) sıcaklığına gelindiğinde bütün martensit plakaları kaybolur ve malzeme tamamen östenit fazına geçer. A_file M_s arasındaki fark ise dönüşüm histerisizi olarak adlandırılmaktadır. Atermal martensit oluşumunda ise termal aktivasyon yoktur ve martensit yapısı ani bir patlama ile gerçekleşir. Oluşan martensitin hepsi M_s sıcaklığında oluşur [27].

Martensitik dönüşümler, termoelastik ve termoelastik olmayan dönüşümler olarak ikiye ayrılır. Termoelastik dönüşümler tersinirdir ve dönüşüm histerisiz değerleri küçüktür. Çelik gibi termoelastik olmayan martensitik dönüşüm geçiren malzemelerde ise dönüşüm tersinmezdir. Bunun yanı sıra, histerisiz değerleri 200 °C ile 400 °C arasında olup oldukça yüksektir. Çeliklerde östenitten hızlı su verme işlemi ile martensit elde edilebilir. Fakat ısıtma ile martensitten östenite doğrudan dönüşüm gerçekleşemez. Çünkü martensit oluşumundan sonra, östenit ile martensit arasındaki ara yüzey sabitlenir ve ısıtma sırasında hareket etmez. Ana faz çekirdeklenme ile martensit plakalarından gerçekleşir ve tamamıyla

östenit fazı elde edilemez. Tersinir geri dönüşümde ise ara yüzeyin hareketi sayesinde martensit fazının geri çekilmesiyle tekrar östenit fazı elde edilir [27,28].

Östenit ve martensit fazlarının sıcaklığa bağlı olarak Gibbs serbest enerji (G) değişimleri Şekil 2.2'de gösterilmiştir. T₀ sıcaklığı iki fazın termodinamik olarak dengede oldukları sıcaklığı belirtmektedir. G^m ve G^p ise sırasıyla martensitin ve östenitin Gibbs serbest enerjilerini göstermektedir. T₀ sıcaklığının üzerinde martensitin enerjisi daha düşük olduğu için martensit daha kararlıdır, T₀ sıcaklığının üzerinde ise östenit daha kararlıdır. Eş. 2.1'de görülen $\Delta G^{p \to m}$, martensitin çekirdeklenmesi için gerekli olan itici kuvveti ifade etmektedir.

$$\Delta G^{p \to m} = G^m - G^p \tag{2.1}$$

Martensitik dönüşüm gerçekleştiren bir malzemede sistemin Gibbs serbest enerjisinin değişimi Eş. 2.2'deki gibi yazılabilir.

$$\Delta G = \Delta G_c + \Delta G_s + \Delta G_e = \Delta G_c + \Delta G_{nc} \tag{2.2}$$

Burada, ΔG_c ; östenitten martensite dönüşüm sırasındaki yapısal değişiklikten kaynaklanan kimysasal enerjiyi, ΔG_s ; östenit ve martensit arasındaki yüzeysel enerji farkını, ΔG_e ise martensit etrafındaki elastik enerjiyi tanımlamak için kullanılmıştır. ΔG_s ve ΔG_e terimlerinin toplamı aynı zamanda kimyasal olmayan enerji olan ΔG_{nc} terimine karşılık gelmektedir. Birçok martensitik dönüşümde, ΔG_{nc} , ΔG_c kadar yüksektir. Bundan dolayı, martensitin çekirdeklenmesi için ΔT_s kadar soğutma gereklidir. Ayrıca geri dönüşümün olması için de fazladan bir ısıtmaya ihtiyaç vardır. Soğutma gibi başka bir itici kuvvet olmadığı sürece martensitin etrafındaki elastik enerji, martensitin büyümesini engellediğinden M_s ile M_f aynı olmamaktadır.



Şekil 2.2. Östenit ve martensit fazlarının Gibbs serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlı değişimlerinin şematik gösterimi [25]

2.2. Şekil Hafızalı Alaşımlar

ŞHA, termoelastik martensitik faz dönüşümü gösteren, bu dönüşüm sırasında genellikle ikizlenmiş martensit yapıların elde edildiği alaşımlardır. İlk olarak Vernon tarafından 1941 yılında kullanılan "şekil hafizalı" terimi, bu malzemelerin deformasyon gibi dış etkenlerden dolayı bozulan şekillerini belli bir sıcaklığın üzerine ısıtma ile tekrar kazanabilme kabiliyetine sahip oldukları için kullanılmaktadır [29]. Ayrıca ŞHA, faz dönüşümü esnasında yüksek miktarda deformasyona dayanabilmekte ve bu deformasyon kaldırıldıktan sonra eski haline dönebilmektedir ŞHA, yüksek güç yoğunluğuna, aktüatör özelliğine, yüksek sönümleme kapasitesine, yüksek dayanıklılığa ve yorulma direncine sahip olduklarından dolayı birçok uygulama ve alanda kullanılmaktadır [30]. Bu alanlardan bazıları; otomotiv, uzay, robotik ve biyomedikal sektörleridir [31].

ŞHA'da Şekil 2.3'te görüldüğü gibi östenit fazı tek tip kristal yapıya sahip olabilirken martensit fazı, ikizlenmiş martensit (kendiliğinden konumlanmış) ve ikizlenemesi bozulmuş martensit (yeniden yönlendirilmiş) olmak üzere iki farklı kristal yapıya sahip olabilir [31]. Martensitik faz dönüşümü sırasında herhangi bir gerilme uygulanmıyorsa ikizlenmiş martensit oluşurken, gerilme arttıkça oluşan martensit yapısındaki ikizlenmesi bozulmuş martensitik yapı oranı artar. İkizlenmiş martensit oluşumu sırasında herhangi bir gerilme uygulanmıyorsa ikizlenmiş martensitik yapı oranı artar.

makroskopik şekil değişikliği olmazken, ikizlenmesi bozulmuş martensit yapı oluşurken dönüşüm gerinim miktarı kadar malzemede makroskopik bir deformasyon meydana gelir.



Şekil 2.3. ŞHA'da östenit ve martensit fazlarının mikroskobik görünümleri

2.2.1. Şekil hafızalı alaşımların özellikleri

ŞHA, süperelastisite ve şekil hafiza etkisi olarak adlandırılan kendine has özgün iki temel özelliğe sahiptir. Süperelastisitede, A_f sıcaklığının üzerindeki malzeme yüklemeyle birlikte deforme edildikten sonra yüklemenin kaldırılması ile birlikte malzemenin eski makroskopik görünümünü tekrar alması durumudur. M_f sıcaklığının altında bulunan ŞHA'ya deformasyon uygulanıp daha sonra A_f sıcaklığının üzerine ısıtılması ile malzemenin deformasyon uygulanmadan önceki şekline geri dönmesi durumu ise ŞHA'nın sahip olduğu şekil hafiza etkisinin bir sonucudur [30].

<u>Süperelastisite</u>

ŞHA'da faz dönüşümü sıcaklık veya gerilme değişimiyle kontrol edilebilir. Süperelastisite, tamamen gerilme kaynaklı martensitik dönüşümünün neden olduğu bir özelliktir. Şekil 2.4'te bir ŞHA'ya uygulanan yükleme ve yüklemenin kaldırılması ile ortaya çıkan süperelastisiteyi gösteren tipik bir gerilme-gerinim grafiği görülmektedir. Şekil 2.4'te detaylı olarak incelenecek olunursa, malzeme A_f sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklıktadır ve yükleme başlamadan önce A noktasında tamamen östenit fazındadır. Yükleme başladıktan sonra B noktasına kadar östenit fazı elastik olarak deforme olur. Belirli bir gerilme seviyesine gelindiği zaman (B noktası) martensitik dönüşüm başlar. Bu gerilme seviyesi σ^{Ms} ile grafikte gösterilmiştir. Gerilme kaynaklı martensitik dönüşümde elastik olmayan büyük gerinimler oluşmaktadır. C noktasına gelindiği zaman martensitik dönüşüm sonlanmaktadır. Oluşan martensit fazı ikizlenmesi bozulmuş yapıya sahiptir. C noktasındaki gerilme değeri ise σ^{Mf} ile sembolize edilmektedir. C noktasından D noktasına kadar martensit elastik olarak deforme olmaktadır. D noktasına gelindiğinde yükleme kaldırılmaya başlanmaktadır. D'den E noktasına kadar martensit fazı elastik olarak yükünü boşaltmaktadır. E (σ^{As}) noktasına gelindiğinde ise geri faz dönüşümü başlamaktadır. F (σ^{Af}) noktasına kadar östenit fazına geri dönüşüm sürmektedir. En son olarak östenit fazı elastik olarak yükünü boşaltır [2]. Yükleme durumundaki ve yüklemenin kaldırılmasındaki ileri ve geri faz dönüşümleri esnasında gerilme değerleri aynı değildir ve belli bir histerisiz değeri vardır. Bu esnada enerji harcanımı meydana gelmektedir. Bu nedenle ŞHA, birçok uygulamada sönümleyici olarak da kullanılabilmektedir.



Şekil 2.4. Süperelastisiteyi temsil eden tipik bir gerilme-gerinim grafiği [2]

Tek yönlü şekil hafiza etkisi

Şekil hafiza etkisinde ise Şekil 2.5'te gösterildiği gibi öncelikle malzeme östenit fazındadır (A noktası). Daha sonra bu malzeme soğutularak M_s sıcaklığının altında ikizlenmiş martensit yapısı (B noktası) elde edilir. Bu soğutma esnasında gözle görünen herhangi bir şekil değişikliği olmaz. Bir ŞHA'nın şekil hafiza etkisi özelliğinden faydalanmak için süperelastisiteden farklı olarak martensit fazında yükleme yapılması gerekmektedir. σ_s gerilme değerine gelince ikizlenmiş martensit yapısı bozulmaya başlar ve martensit yapısı yüklemenin yapıldığı yön boyunca hareket ederek yeniden konumlanmaya başlar. σ_f gerilme değerine gelinceye kadar ikizlenmesi bozulmuş martensit oluşumu devam eder. σ_s ile σ_f değerleri arasında kücük bir fark olmasına rağmen martensit fazı yük boyunca kendini yeniden konumlandırdığından büyük bir şekil değişikliği gözlemlenir. C noktasında malzeme tamamen ikizlenmesi bozulmuş martensit yapıya sahiptir. Daha sonra uygulanan yük kaldırılırsa martensit fazı elastik olarak yükünü boşaltır ve Şekil 2.5'te görüldüğü gibi önemli bir kalıntı gerinim malzeme özerinde kalır. Eğer bu noktadan sonra malzeme ısıtılırsa öncelikle A_s sıcaklığına gelindiğinde (E noktasında) geri faz dönüşümü başlar. A_f sıcaklığının üzerine çıkıldığında ise eğer malzeme yükleme esnasında kalıcı bir plastik deformasyona uğramamışsa deforme olmadan önceki ilk haline geri döner. Tarif edilen bu özellik tek yönlü şekil hafiza etkisidir [2].



Şekil 2.5. Şekil hafıza etkisini temsil eden tipik bir gerilme-gerinim-sıcaklık grafiği [2]

İki yönlü şekil hafıza etkisi

Tek yönlü şekil hafıza etkisine ek olarak ayrıca ŞHA iki yönlü şekil hafıza etkisi özelliğine sahiptir. ŞHA'ya uygulanan çevrimsel termo-mekanik işlemler aynı zamanda bu alaşımların "eğitilmesine" olanak sağlamaktadır. Bu eğitim sayesinde zamanla martensit fazı içerisinde kalıntı gerilme alanları oluşur ve herhangi bir gerilme uygulanmadığı zaman malzeme soğutularak martensit fazına geçtiğinde kendiliğinden eğitildiği pozisyona doğru deforme olur. Böylece malzeme, östenit fazındaki şeklinin yanı sıra martensit fazındaki şeklini de hatırlayan bir yeteneğe sahip olur [32].

2.2.2. Şekil hafızalı alaşımlarda sıcaklık kaynaklı martensitik faz dönüşümleri

ŞHA'da sıcaklık değişiminden kaynaklı faz dönüşümleri gerilme altında veya herhangi bir gerilme olmadan gerçekleşebilir. Gerilmesiz gerçekleşen faz dönüşümü şematik olarak Şekil 2.6'da gösterilmiştir. Şekil 2.6'da görülen eğri DSC (diferansiyel taramalı kalorimetre) testi sonucunda elde edilen tipik bir eğridir. DSC testinde malzemede ısı akısının geçirdiği reaksiyonlar, bu reaksiyonların gerçekleştiği sıcaklıklar ve bu reaksiyonlar sırasındaki entalpi değişimleri tespit edilebilmektedir. ŞHA'da östenitten martensite dönüşüm sırasında endotermik bir pik ve martensitten östenite dönüşüm sırasında ekzotermik bir pik görülmektedir. Bu piklerin altında kalan alanlar da dönüşüm entalpilerini belirtmektedir. Örneğin soğutma ile gerçekleşen martensitik faz dönüşüm sırasındaki dönüşüm entalpisi $\Delta H_{soğutma}$ ile gösterilmiştir. Soğutma sırasında M_s sıcaklığına gelindiğinde martensitik dönüşüm başlamakta ve M_f sıcaklığına ulaşıldığında bu dönüşüm tamamlanmaktadır. Gerilme olmayan durumlarda kendiliğinden konumlanmış (ikizlenmiş) martensit oluşmaktadır. Bu dönüşüm esnasında herhangi bir makroskopik şekil değişikliği gerçekleşmemektedir. Isıtma sırasında ise A_s sıcaklığına gelindiğinde östenite dönüşüm başlamakta ve A_f sıcaklığında ise malzeme tamamen östenit haline geri gelmektedir [33].



Sicaklik (°C)

Şekil 2.6. Gerilme olmadan gerçekleşen sıcaklık kaynaklı martensitik faz dönüşümünün şematik olarak gösterimi

Şekil 2.7'de sabit bir gerilme altında (izobarik) ısıtma ve soğutmayla ile gerçekleştirilen faz dönüşümünün şematik bir gösterimi mevcuttur. Gerilme altında yapılan soğutma işleminde ŞHA'da *M_s* sıcaklığına (gerilme arttıkça Clausius-Clapeyron eşitliğine göre dönüşüm sıcaklıkları da artar) gelindiğinde martensitik dönüşüm başlar. Oluşan martensitik yapı, uygulanan gerilme yönünde kendini konumlandırdığından bu yapı yeniden yönlendirilmiş (ikizlenmesi bozulmuş) martensit olarak adlandırılmaktadır. Bu nedenle faz dönüşümü başladıktan sonra dönüşümün geriniminden dolayı gözle görülür bir şekil değişikliği de meydana gelmeye başlar. M_f sıcaklığının altına gelindiği zaman uygulanan gerilmenin miktarına göre ya tamamen ikizlenmesi bozulmuş martensit ya da kısmen ikizlenmesi bozulmuş yapı elde edilir. Gerilmenin artması ikizlenmesi bozulmuş yapının oranının artmasını sağlar. Yine aynı gerilme altında bu malzeme ısıtılırsa eğer uygulanan gerilme miktarı plastik gerilmeye neden olmuyorsa A_f sıcaklığının üzerinde malzeme makroskopik olarak tamamen eski haline döner ve tekrar östenit fazı elde edilir. Eğer faz dönüşümü esnasındaki oluşan kusur gibi etmenlerden dolayı plastik deformasyon meydana gelirse geri dönüşemeyen bir kalıntı gerinim (ε_{kal}) olur. Malzemenin dönüşen kısmındaki gerinim ise geri kazanılan dönüşüm gerinimi (ε_{gkd}) olarak adlandırılmaktadır [33].



Şekil 2.7. Gerilme altında gerçekleşen sıcaklık kaynaklı martensitik faz dönüşümünün şematik olarak gösterimi

Şekil 2.6 ve Şekil 2.7'de gösterildiği gibi dönüşüm sıcaklıkları tanjant kesişme metodu kullanılarak tespit edilmektedir. Gerilmesiz durumda termal histerisiz hesaplanırken A_f ile M_s arasındaki fark kullanılırken, gerilme olan durumda ise ısıtma ve soğutmada faz dönüşümünün yaklaşık olarak yarısının tamamlandığı noktalar arasındaki farktan yararlanılmaktadır.

2.2.3. Şekil hafızalı alaşımların çevrimsel kararlılığı

Eyleyici (aktüatör), bir sistem ya da mekanizmanın hareket etmesini sağlayan parçalalara verilen addır. Hidrolik eyleyici, pnömatik araçlar veya elektrik motorları gibi konvansiyonel eyleyiciler ile karşılaştırıldığında, sahip oldukları yüksek kuvvet kapasitesi, düşük ağırlık, ürettikleri yüksek eyleyici gerilmesi ve gerinimi gibi özelliklerden dolayı ŞHA, eyleyici uygulamalarında oldukça cazip bir alternatif olmaktadır [34]. ŞHA'nın eyleyici olarak üretebildikleri gerilme ve gerinim değerleri ile iş çıktıları eyleyici özelliği olan başka malzemelerle karşılaştırmalı olarak Şekil 2.8'de verilmiştir. Şekil 2.8'de gösterilen MŞHA, manyetik şekil hafizalı alaşımları temsil etmektedir. ŞHA, eyleyici olarak kullanıldıklarında 400 MPa'a kadar gerilme üretebilirken, %10'a yakın da gerinim üretebilmektedir. Aynı zamanda yaklaşık 10 MJ/m³'lük de iş üretimi sağlayabilmektedir.



Şekil 2.8. ŞHA'nın eyleyici gerilmesi, gerinimi ve iş çıktılarının diğer aktif malzemelerle karşılaştırılması [35]

Çok kristalli ŞHA'nın davranışı bu alaşımların termo-mekanik geçmişine oldukça bağımlıdır. Plastik deformasyona veya fazla ısıtılmaya maruz kalmış bir ŞHA'nın tüm şekil hafıza özellikleri değişebilir. Bir dönüşüm çevrimi boyunca dönüşümden kaynaklı plastik gerinimler oluşabilmektedir. Bu durum ise çevrimsel olarak boyutsal kararsızlığa yol açmaktadır. ŞHA'da oluşan plastik gerinimlerin temel nedeni dönüşüm sırasında östenit ve

martensitin birbiriyle uyumsuz olmasından dolayı malzeme içerisinde yerel plastik bölgelerin oluşmasıdır [16].

Eyleyici olarak kullanılan ŞHA, hareket kabiliyetini çevrimler boyunca sağlayabilmelidir. Örneğin bir mekanizma yardımıyla bir valfi birçok defa açıp kapatabilmeleri istenilen bir ŞHA'nın her çevrim sonucunda aynı geometrik şekle gelmesi gerekmektedir. Dönüşüm sırasında oluşan plastik gerinimler ise bu duruma problem teşkil edebilmektedir. Gerilme altında yapılan tekrarlı ısıtma-soğutma işlemlerinde ilk çevrimlerde faz dönüşümü sırasında kusurlar (defects) oluşmakta ve bu ilk çevrimler sonucunda Şekil 2.9'da görüldüğü gibi ε_{kal} meydana gelmektedir. Birçok ŞHA'da, yeterli çevrim sayısına ulaştıktan sonra plastik gerinim oluşumu durur ve artık malzeme belli bir kararlılığa ulaşır. Ama çevrim sayısı arttıkça malzeme kararlı hale gelmekte ve koyu renkle gösterilen son çevrime kadar gerinimsıcaklık eğrileri birbirine gittikçe yaklaşmaktadır. Fakat bu davranışın aksine eğer bir ŞHA'da termal çevrimler boyunca plastik gerinim oluşumu devam eder ve ε_{kal} belli bir değerin üzerine çıkarsa döngüsel kararlılık bozulur. Böyle bir davranış sergileyen malzemeler eyleyici olarak kullanılamaz [34,36].



Şekil 2.9. İzobarik termal çevrim sonucunda elde edilen tipik bir gerilme-gerinim grafiği [34]

2.3. Yaygın olarak Kullanılan Şekil Hafızalı Alaşımlar

ŞHA, ilk olarak 1932 yılında Ölander tarafından Au-Cd üzerine yapılan bir araştırma sonucunda bulunmuştur [37]. Fakat bu malzemelerin önemi ilk olarak 1963 yılında Ni-Ti

(Nitinol) alaşımlarında şekil hafıza etkisi tespit edildikten sonra anlaşılmıştır [1]. Genel olarak üç farklı alaşım kategorisi ŞHA olarak uygulamalarda kullanılmaktadır. Ni-Ti alaşımları üzerinde en fazla çalışma yapılmış ve günümüzde birçok uygulamada en çok tercih edilen ŞHA'dır. Ancak, demir bazlı ve bakır bazlı ŞHA üzerine de birçok araştırma yapılmış ve bu alaşımlar da farklı avantajlara sahip olduklarından kendilerine bazı uygulamalarda yer edinmişlerdir.

2.3.1. Ni-Ti şekil hafızalı alaşımları

Bu alaşımlar çok iyi tek yönlü ve iki yönlü şekil hafıza etkisi ve süperelastisite özelliklerine sahiptir. Aynı zamanda korozyona karşı oldukça dayanıklıdır. Bu malzemeler biyouyumlu olduklarından medikal alanda da en çok kullanılan ŞHA'dır. Uygulanan ısıl işlemler sonucunda termo-mekanik ve kristalografik davranışlarının değişimi göreceli olarak daha az kullanılan ŞHA'ya göre daha iyi anlaşılmıştır [2].

Ni-Ti alaşımları düzenli metaller arası bir bileşiktir. Ni-Ti alaşımları nikelce zengin, titanyumca zengin veya eş atomlu olabilir. Nikelce zengin alaşımlarda dönüşüm sıcaklıkları kimyasal kompozisyona oldukça bağlıdır. Bu alaşımların *M*_s sıcaklıkları oda sıcaklığının altındadır. Kompozisyondaki nikel oranı arttıkça dönüşüm sıcaklıkları düşmektedir. Ayrıca, nikelce zengin bileşiklerde yaşlandırma ile çökeltiler oluşur. Bu çökeltiler matris kompozisyonunu değiştirdiğinden dönüşüm sıcaklıkları da değişir. En yüksek dönüşüm sıcaklığı eş atomluya yakın Ni-Ti alaşımlarında görülürken titanyumca zengin alaşımlarda kompozisyon değişikliğinden dönüşüm sıcaklıkları çok aşırı etkilenmez. Titanyumca zengin ve tamamen tavlanmış eş atomlu Ni-Ti alaşımlarda martensitik dönüşüm sırasında kübik B2 fazı monoklinik B19' fazına dönüşür. Yani, dönüşüm tek kademelidir. Nikelce zengin alaşımlar ise iki kademeli bir martensitik dönüşüm sergilemektedir. B2 östenit fazı öncelikle R fazına dönüşür. R fazı ise B19' martensit fazına dönüşür [38,39].

Özellikle son yıllarda otomotiv, uzay ve enerji arama endüstrilerinde kullanılan mekanik parçaların 100 °C'den yüksek sıcaklıklarda çalışma verimlerinin iyileştirilmesi gereksinimi artmıştır. İkili Ni-Ti alaşımlarının dönüşüm sıcaklıkları 100 °C'den düşük olduğu için bu alaşımlar beklentilere cevap verememektedir. Bu nedenle, Au, Pd, Pt, Hf gibi farklı elementler ikili alaşımlara ilave edilerek üçlü alaşım oluşturma yoluna gidilmiştir. İlave edilen metaller sayesinde Ni-Ti alaşımlarının dönüşüm sıcaklıkları artmakta ve istenilen alanlara uygun ŞHA geliştirilmektedir [40].

Ni-Ti alaşımları % 10'a kadar süperelastisiteye, yüksek dayanımı, biyouyumluluğa ve göreceli olarak düşük elastik anizotropiye sahip olmalarına karşın bu alaşımların yüksek maliyette olması ve işlenebilirliğinin zor olması yaygınlığını ve kullanılabilirliğini sınırlamaktadır [41].

2.3.2. Demir bazlı şekil hafızalı alaşımlar

Demir bazlı ŞHA, daha ucuz metallerden oluştuklarından ve daha kolay işlenebilirliğe sahip olduklarından dolayı Ni-Ti bazlı alaşımlara göre ekonomik olarak oldukça avantajlıdır. Fakat, Ni-Ti ve bakır bazlı alaşımlara göre bu alaşımlar daha az şekil hafiza kapasitesine sahiptir. Aynı zamanda geniş dönüşüm histerisize sahip olmaları bu alaşımların uygulama alanlarını kısıtlamaktadır. Demir bazlı alaşımlarda martensitik dönüşüm çoğunlukla yüzey merkezli kübik yapıdan ya hacim merkezli tetragonal yapıya ya da altıgen sıkı dizilimli yapıya olacak şekilde gerçekleşmektedir [1].

Demir bazlı ŞHA, genel olarak iki gruba ayrılabilirler. Fe-Pt, Fe-Pd ve Fe-Ni-Co-Ti alaşımları, yaklaşık olarak 10 °C'den küçük termal histerisizlere sahiptir ve bu alaşımlar tipik termoelastik martensitik dönüşüm göstermektedir. Fe-Ni-C ve Fe-Mn-Si alaşımları ise sahip oldukları özelliklerden dolayı ikinci bir grubu oluşturmaktadır. Bu alaşımlar, yaklaşık 150 °C gibi büyük termal histerisize sahip olmakla birlikte yine de şekil hafiza etkisi göstermektedir. Fe-Mn-Si alaşımı şu ana kadar endüstriye başarılı şekilde adapte edilmiş tek alaşım sistemidir. Bu alaşımın, paslanmaz çeliğin sahip olduğu birçok özelliğe sahip olmakla birlikte şekil hafiza etkisine de sahip olması endüstriyel pazarda kullanılmasına yol açmaktadır [42].

2.3.3. Bakır bazlı şekil hafızalı alaşımlar

Cu-Zn ve Cu-Al alaşımlarındaki kübik β fazı martensitik dönüşüm sergilemektedir. Fakat Cu-Zn alaşımının dönüşüm sıcaklıkları -50 °C'nin altında, Cu-Al alaşımlarının dönüşüm sıcaklıkları ise 100 °C'nin üstündedir. Bunun yanında, bu alaşımlara farklı bir üçüncü elementin farklı kompozisyonlarda eklenmesiyle dönüşüm sıcaklıkları çok geniş bir aralık

içerisinde ayarlanılabilmektedir. β fazı bu alaşım sistemlerinde 500 °C sıcaklığın üzerinde kararlıdır. Şekil hafiza etkisi ise 200 °C altında oluşabilmektedir. Bu nedenle, β fazından suyla soğutma (quenching) gerçekleştirilmelidir. Böylelikle dönüşüm sıcaklıklarında yarı kararlı bir β fazı elde edilmektedir. Fakat buradaki su vermedeki amaç, çeliklerdeki martensit elde etmedeki su vermedeki amaçtan farklıdır. Çeliklerde, γ fazından yapılan su vermede martensitik dönüşüm sıcaklıklarındaki γ fazı elde edilmekte birlikte bu sırada karbon difüzyonunun sementit formunda olması da önlenir. Karbon, matris içerisinde hızlıca difüze olabildiğinden çeliklerde su verme işlemi çok hızlı bir şekilde yapılmalıdır. Bakır bazlı ŞHA'da ise su verme işleminin difüzyon reaksiyonlarını engelleyecek bir sürede yapılması yeterlidir. Örneğin, bazı Cu-Zn-Al alaşımlarında havada yapılan soğutma işlemlerinde bile martensitik dönüşüm sağlanabilmektedir [43].

Bakır bazlı alaşımlar, en çok kullanım alanı olan Ni-Ti bazlı alaşımlarının ekonomik değerinin %10'u ile %30'u arasındadır [44]. Ayrıca demir bazlı alaşımlara göre daha iyi şekil hafıza etkisi ve süperelastisite özelliklerine sahiptir [8]. Genel olarak bakır bazlı ŞHA'nın en bilinenleri Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni ve Cu-Al-Mn alaşımlarıdır [31].

Cu-Zn-Al şekil hafizalı alaşımları

Cu-Zn-Al ŞHA'da yüksek sıcaklık fazı düzensiz yüzey merkezli kübik yapıdaki β fazıdır. Oda sıcaklığına yapılan su verme işlemi ile birlikte kristal yapı düzenli B2 veya DO₃ (veya L2₁) fazlarına dönüştükten sonra alaşımın kompozisyonuna göre daha fazla soğutulma yapılarak veya yapılmadan 9R (6M) veya 18R (6M) martensit fazlarına dönüşüm gerçekleşir. Al oranı fazla ise β fazı 700 K civarında α ve γ fazlarına ayrışmaya eğilimli hale gelir [25].

Cu-Zn alaşımı oldukça sünektir ve diğer bakır bazlı alaşımlara göre taneler arası kırılmaya direnci daha fazladır. Dönüşüm sıcaklıkları oldukça düşük olan bu alaşımların alüminyum (Al) katkısı ile dönüşüm sıcaklıkları arttırılır. Ağırlıkça %5 ile %10 arasındaki Al ilavesi ile M_s sıcaklığı -180 °C'den 100 °C'ye çıkarılabilir [2]. Cu-Zn-Al ŞHA'nın en büyük problemi 130 °C ve daha yüksek sıcaklıklarda kararlı yapıya sahip olmamalarıdır. Bu nedenle endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılamamaktadır. Bu sıcaklıkların üzerinde β fazı termodinamik dengede değildir ve başka fazlara ayrışmaya başlamaktadır. Böylece

öncelikle dönüşüm sıcaklıkları düşmektedir. Daha sonra ise şekil hafıza etkisi özellikleri kaybolmaktadır [43].

Cu-Al-Ni şekil hafızalı alaşımları

Cu-Al alaşım sistemindeki β fazı 565 °C'de ötektoid ayrışma ile α ve γ_2 fazlarına ayrışır. Fakat β fazından oda sıcaklığına su verme ile soğutulursa martensitik dönüşüm meydana gelir. Eğer bu ikili alaşım sistemine nikel (Ni) ilave edilirse Ni tarafından Cu ve Al'un difüzyonu engellendiğinden γ_2 çökelti oluşumu etkin bir şekilde önlenebilir. Cu-Al-Ni alaşımlarından ağırlıkça yaklaşık olarak %14'lük Al oranı ile çok iyi bir şekil hafıza etkisi özelliği elde edilebilmektedir. Fakat nikel oranı arttıkça bu alaşım kırılgan hale gelmektedir. Bu nedenle Ni kompozisyonu ağırlıkça yaklaşık olarak %3 ile %4,5 arasında tutulmaktadır [25].

Ağırlıkça %14'ten az Al oranına sahip Cu-Al-Ni alaşımlarında 9R kristal yapısındaki martensit fazı oluşurken, %14'ten fazla Al oranına sahip alaşımlarda 2H martensit fazı oluşmaktadır. M_s sıcaklığını 50 °C civarını düşürebilmek için Al oranını %14'e çıkarmak gerekmektedir. Öte yandan, %14'ten fazla Al içeren alaşımlar kırılgan olmaktadır. Bu nedenle uygulamalarda kullanılan Cu-Al-Ni ŞHA'nın M_s sıcaklığı 50 °C'den düşük olmamaktadır [43].

Cu-Al-Ni ŞHA, Cu-Zn-Al alaşımlarından farklı olarak 200 °C'ye kadar yüksek sıcaklıklara karşı iyi dirence sahiptir. Fakat β fazı yaklaşık olarak 600 °C'nin altındaki sıcaklıklarda yeterince sünek olmadıklarından bu alaşımlar sadece yüksek sıcaklıklarda şekillendirilebilirler [43].

Cu-Al-Mn şekil hafizalı alaşımları

Cu-Al-Mn alaşımlarında, Şekil 2.10'da görüldüğü gibi yüksek sıcaklıklarda düzensiz, hacim merkezli kübik yapıdaki β fazı kararlı halde iken su verme ile bu faz martensit fazına dönüşmektedir. β fazında ayrıca kendi içerisinde sıcaklık azaldıkça sırasıyla β (A2) \rightarrow β 2 (B2) \rightarrow β 1 (L2₁) düzenli-düzensiz dönüşümleri gerçekleşmektedir. Al ve Mn oranına bağlı olarak ise üç farklı martensit fazı oluşabilir. Bunlar; α '₁ (3R), β '₁ (18R) ve γ '₁ (2H) fazlarıdır. Düşük alüminyum miktarlarında β '₁ kararlı iken, alüminyum miktarı arttıkça yapı içerisinde

 γ'_1 fazı da bulunur. Mangan oranının artması östenit fazının kararlılığını arttırmaktadır. Böylelikle β fazı daha düşük sıcaklıklarda da kararlı hâle gelmektedir [45]. α fazı ise oldukça sünek ve düzensiz olup yüzey merkezli kübik yapıya sahiptir [46].

Kainuma ve diğerleri atomik olarak %18'den az Al içeren Cu-Al-Mn ŞHA'nın, L2₁ ana fazının düzen derecesi düşük olduğundan oldukça sünek olduğunu bulduktan sonra bu alaşımlara önem verilmeye başlanmıştır [11, 12]. Elde edilen sonuçlar neticesinde Cu-Al-Mn alaşımlarının Çizelge 2.1'de görüldüğü gibi Ni-Ti ile yarışabilecek mekanik özelliklere sahip olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca soğuk işlenebilirliğinin yüksek olması ve geniş dönüşüm sıcaklığı aralığına sahip olması önemli avantajlarıdır [47].



Şekil 2.10. Cu-Al-%10 (at.) Mn alaşımının Al değişimine göre faz diyagramı [47]

| | Dönüşüm Sıcaklığı (°C) | Soğuk işlenebilirlik (%) | Süperelastisite (%) | Tek Yönlü Şekil Hafıza Etkisi, % | Sönümleme Özelliği, (tanØ) |
|----------|------------------------------|--------------------------------|------------------------|---|----------------------------------|
| Cu-Al-Mn | -200 ile 150 arası | >60 | 7.5 | 10 | 0.54 |
| Ni-Ti | -40 ile 100 arası | ~30 | 8 | 8 | 0.1 |
| Cu-Zn-Al | -200 ile 120 arası | ~30 | 2 | 5 | 0.12 |
| Cu-Al-Ni | -200 ile 170 arası | ~10 | 2 | 5 | - |

Çizelge 2.1. Cu-Al-Mn, Ni-Ti, Cu-Zn-Al ve Cu-Al-Ni alaşımlarının şekil hafiza özellikleri [47]

Cu-Al-Mn ŞHA üzerinde yapılan bu zamana kadarki araştırmalarda daha çok bu alaşımların süperelastisite ve sönümleme özellikleri ile şekil geri kazanım oranları üzerine odaklanılmıştır. Cu-Al-Mn alaşımlarının şekil hafıza özelliklerinin farklı parametrelere bağlı olarak değişiminin yanı sıra yaşlandırmanın etkisi üzerine de litaratürde çalışmalar bulunmaktadır. Ayrıca şu ana kadar yapılan yayınlarda bazı uygulamalar üzerinde araştırmalar yapılmıştır.

Cu-Al-Mn ŞHA'nın süperelastisite özelliği üzerine yapılan çalışmalar

Son yirmi yılda yapılan süperelastisite çalışmaları genellikle tane büyüklüğü ve dokusunun değişimine göre süperelastisitenin değişimi üzerinedir. d/D (tane çapı/numune çapı) oranının artması sünekliği arttırmakta, akma dayanımını ve ε_{res} miktarını ise azaltmaktadır [8,13,14,47]. Bu sonuçların ortaya çıkmasında taneler boyunca oluşan kısıtlanmış gerinimler oldukça önemli rol almaktadır. d/D oranı büyüdükçe çevredeki taneler üç boyutlu moddan bir boyutlu moda geçtiği için bu tanelerin meydana getirdiği kısıtlanmış gerinimler de azalmaktadır. Böylelikle süperelastisite artmaktadır [8].

Sutou ve diğerleri yapmış oldukları çalışmada çözündürme sıcaklığını 800 ve 950 °C arasında, süresini de 60 ve 900 saniyeleri arasında değiştirerek farklı tane büyüklüğüne sahip Cu-Al-Mn telleri elde etmişlerdir. d/D oranı 6 ve 0.217 değerlerine sahip tellerin (M_s + 50)
°C sıcaklıkta ve 1.66 x 10⁻⁴ s⁻¹ gerinim hızı kullanılarak yapılan artırımlı çevrimsel çekme testleri sonucunda Şekil 2.11'de görülen gerilme-gerinim grafiklerini elde etmişlerdir. d/D oranı 6 olan bambu-tipi tane yapısına sahip Cu-Al-Mn alaşımında ε_{rec} değerinin d/D oranı 0.217 olan alaşıma göre oldukça fazla olduğu, bunun yanı sıra martensit oluşumu için kritik gerilme değerinin (σ_{SIM}) daha düşük olduğu Şekil 2.11'de açıkça görülmektedir [13]. Bu sonuçlar d/D oranı arttıkça süperelastisite özelliğinin arttığının bunun yanı sıra dayanımın da azaldığını göstermektedir.

Tek kristalli ŞHA'nın süperelastisite gerinimi yükleme yönüne oldukça bağlı olduğundan, çok kristalli alaşımlarda dokunun kontrol edilmesi süperelastisite gerinimini arttırmak için çok önemlidir. Cu-Al-Mn alaşımlarında Ni ilavesi ve soğuk haddeleme ile <110> dokusuna sahip malzemeler üretilmektedir. En yüksek süperelastisite gerinimi ise yükleme yönü ile haddeleme yönü arasında 45° açı olduğu zaman elde edilmiştir [8,47].



Şekil 2.11. (a) d/D=6,0 ve (b) d/D=0.217 değerleri için süperelastisite grafikleri [13]

Süperelastik davranışın test edildiği deneyler genellikle alaşımın A_f (östenit bitiş) sıcaklığının yaklaşık olarak 20-30°C üzerindeki sıcaklıklarda yapılmaktadır. Mallik ve diğerleri bazı alaşımlara sırasıyla %2, %4, %6 ve %8 gerinim uygulayarak çekme testleri yapmışlardır [45]. Bazı Cu-Al-Mn alaşımlarında %2 ve %4 gerinim uygulandıktan sonra malzemenin eski halini geri aldığı, fakat %6 ve %8 gerinim uygulandığı zaman yükleme bırakıldıktan sonra ε_{res} kaldığı sonucunu bulmuşlardır. Birkaç farklı alaşımda ise Ni-Ti alaşımları ile yarışacak seviyede %8 süperelastik gerinim değeri elde etmişlerdir. Sonuç olarak Al ve Mn oranlarındaki ufak bir değişimin bile süperelastisite davranışını çok fazla etkileyebildiği gözlemlenmiştir.

Kompozisyon değişiminin ve ilave element eklenmesinin Cu-Al-Mn alaşımlarının şekil hafiza özelliklerine etkisi

Alüminyum ve mangan oranlarının da Cu-Al-Mn alaşımlarının şekil hafiza özellikleri üzerinde önemli etkisi vardır. Kompozisyon içerisinde alüminyum oranı ağırlıkça %1 arttırıldığı zaman M_f sıcaklığı yaklaşık olarak 21 °C azalmaktadır. Aynı şekilde mangan oranı da ağırlıkça %1 arttırıldığı zaman M_f sıcaklığı yaklaşık olarak 13 °C azalmaktadır. Bunun yanı sıra, alüminyum ve mangan oranı arttıkça şekil hafiza etkisi durumunda ε_{rec} miktarı daha fazla olmaktadır. Çünkü yüksek alüminyum ve mangan oranlarında daha fazla bulunan γ'_I fazının martensitten östenite dönüşümü β'_I fazına göre daha kolaydır [45]. Alüminyum oranının düşük, mangan oranının fazla olduğu alaşımlarda ise süperelastisitenin daha yüksek olduğu görülmüştür. Çünkü alüminyumun artmasıyla gevreklik artmakta ve yapıda mikro çatlaklar oluşmaktadır [45,47].

Cu-Al-Mn alaşımlarına dördüncü bir elementin ilave edilmesi alaşımın mikroyapısal ve dolayısıyla mekanik ve şekil hafiza özelliklerine önemli bir şekilde tesir edebilmektedir. Örneğin boron (B) ilavesi, dağınık MnB parçacıkları oluşturduğundan ve bu parçacıklar da tane sınırlarında bulunarak tanelerin büyümelerini engellediklerinden bu element tane boyutunu küçültme işlevi görür. Bu durumun tersine kobalt (Co) ilavesi ise ikincil kristalizasyonu arttırdığından çok büyük tanelerin oluşmasına neden olmaktadır. Nikel (Ni) de doku gelişimi (texture development) için eklenmektedir [13].

Çinko (Zn) ve Ni, bakır içinde tamamen çözülebildiğinden ve katı çözelti oluşturabildiklerinden çözünme sertleşmesinden dolayı dönüşüm sıcaklıklarını arttırır. Demir (Fe), krom (Cr), titanyum (Si), silisyum (Si) ve magnezyum (Mg) ise ince çökelti parçacık oluşumuna neden olduklarından matrisin kompozisyonunun değişimine ve dönüşüm sıcaklığının düşmesine neden olur [48].

Cu-Al-Mn ŞHA'nın sönümleme özelliği üzerine yapılan çalışmalar

Cu-Al-Mn alaşımlarının sönümleme özellikleri bir başka çalışma alanı konusudur. ŞHA'da bilinen üç farklı sönümleme mekanizması vardır. Östenit-martensit ara yüzeyinin kayması, martensitik varyantların yeniden konumlanması ve martensitik ikizlerin hareketleri bu mekanizmaları oluşturmaktadır [49]. Yani martensit fazının sönümleme kabiliyeti östenit

fazına göre daha iyidir [8,50]. Çözündürme ısıl işleminden sonra martensit miktarında artış olursa sönümleme kapasitesi oldukça artmaktadır. Fakat çözündürme ısıl işlemi yüksek sıcaklıklarda yapılırsa oluşan martensit plakaları daha kalın olmaktadır. Bu durum da martensitik varyantlar arasındaki ara yüzey miktarını azalttığından sönümleme kapasitesi azalmaktadır [9]. Ayrıca yüksek alüminyum oranlarında β'_1 ve γ'_1 olmak üzere farklı iki martensit fazı oluştuğundan ara yüzey ve ikiz tane sınırı sayısı artmakta, böylece sönümleme de artmaktadır [51]. Alaşıma yaşlandırma yapıldıktan sonra ise oluşan çökelti fazları ara yüzeylerin hareketliliğini azalttığından malzemenin sönümleme kapasitesine olumsuz etkisi olmaktadır [51,52]. Yüksek sıcaklıktan düşük sıcaklığa doğru yapılan su verme işlemleri ve hızlı soğutma ise ikiz sayısı ve tane sınırını arttırdığından sönümlemeyi arttırmaktadır [53]. Bunlara ek olarak, d/D oranının artması da dinamik sönümlemeyi artırmaktadır. Çünkü östenit-martensit ara yüzeyi ve ikizler arasındaki tane sınırlarının hareketliliği artmaktadır [8].

Cu-Al-Mn ŞHA'da yaşlandırmanın etkisi

Cu-Al-Mn alaşımlarında mukavemeti arttırmanın en önemli yollarından bir tanesi yaşlandırma ısıl işlemidir. Bunun için öncelikle malzeme, tek fazlı β bölgesindeki bir sıcaklığa ısıtılır ve belli bir süre bu sıcaklıkta bekletilerek homojenize edilir. Homojenizasyon işlemi katılaşma sırasında oluşan kimyasal bileşim farklarını yayınım ile gidermek için uygulanmaktadır. Daha sonra su verme işlemi gerçekleştirilerek β fazının doygun çözeltisi oluşturulur. Yapılan ısıtma işlemi (yapay yaşlandırma) işlemi ile birlikte α fazının çökeltileri oluşturulmaktadır. Bu durum da malzemenin mukavemetini arttırmaktadır. Öte yandan, yaşlandırmada oluşan çökeltilerin fazla olması termoelastik martensitik dönüşümü engelleyebilmektedirler [51]. Bundan dolayı Cu-Al-Mn alaşımlarının yüksek sıcaklıklarda kullanılması sınırlanmakta ve termo-mekanik çevrimsel kararlılığı zarar görmektedir.

Kısa süreli yapılan yaşlandırmalarda, martensitik dönüşüm sıcaklıkları arttığından dolayı (martensit oluşumu daha düşük gerinimlerde başlar) düzen derecesi artar ve böylece elastisite modülü ve gerilme ile oluşan martensitik faz dönüşümün kritik gerilme değeri yani faz dönüşümün başladığı gerilme değeri azalmaktadır [54]. Yaşlandırma süresinin artmasıyla oluşan Cu₂MnAl çökeltilerinin hacim oranı artmaktadır. Ayrıca yaşlandırma

süresi ve sıcaklığı arttıkça elastisite modülü, kritik gerilme değeri, histerisiz ve çekme dayanımı artmakta, çekme uzaması ise azalmaktadır [54-56].

Ağırlıkça % 5'de az içeren Cu-Al-Mn alaşımlarında yaşlandırma ile birlikte γ_2 çökeltisi oluşurken, atomik olarak % 6 ile % 12 arasında Mn içeren ve düşük Al oranlarına sahip Cu-Al-Mn alaşımlarında yaşlandırma ile beynit oluşumu meydana gelmektedir. Beynit fazı matrise göre daha fazla Cu ve daha az Al ve Mn içermektedir. Beynit oluşumu ile birlikte matristeki Al ve Mn oranı arttığından dönüşüm sıcaklıkları azalmaktadır [57].

Sutou ve diğerleri yapmış oldukları çalışmada 200-300 °C arasında yapılan yaşlandırma neticesinde Cu_{71.9}Al_{16.6}Mn_{9.3}Ni₂B_{0.2} (% atomik) alaşımında Şekil 2.12'de görüldüğü gibi plaka tipi beynit oluşumunu tespit etmiştir [58]. Yalnızca su verilmiş alaşımda (Şekil 2.12.a) beynit fazı görülmezken 200, 230 ve 250 °C'de 30 dakika yapılan yaşlandırılmalar sonucunda beynit hacminin tüm hacme oranı sırasıyla 0.06, 0.75 ve 0.86 olarak ölçülmüştür. Beynit oranı da arttıkça sertlikte artış meydana gelmiştir. Su verilmiş alaşımda sertlik 235 Hv (Vickers) iken 230 °C'de 30 dakika yaşlandırılmış alaşımda sertlik 358 Hv'e çıkmıştır. Yaşlandırma süresi sabit tutularak sıcaklık 300 °C'ye çıkarıldığında ise sertlik 372 Hv olarak ölçülmüştür. Aynı zamanda yaşlandırma sıcaklığı sabit tutularak süre arttırıldığında da beynitik oluşum difüzyonal bir oluşum olduğundan daha fazla beynit oluşumu meydana gelmiştir ve sertlik yine artmıştır. Örneğin yaşlandırma sıcaklığı 250 °C'de yapılan deneylerde 5 dakikadaki yaşlandırma sonucunda malzeme 237 Hv sertliğe sahipken 20 dakikadaki yaşlandırmada sertlik 347 Hv olarak ölçülmüştür.

Sutou ve diğerleri ayrıca bu çalışmasında farklı yaşlandırma sıcaklığına ve süresine bağlı olarak martensitik dönüşüm sıcaklıklarının değişimi de incelenmiştir [58]. Şekil 2.13'te su verilmiş ve aynı zamanda farklı sürelerde 230 °C'de yaşlandırılmış alaşımların DSC eğrileri görülmektedir. 5 dakika yapılan yaşlandırma sonucunda dönüşüm sıcaklıklarında artış tespit edilmiştir. Bu artış, kısa süreli yapılan yaşlandırmalardaki düzen derecesindeki artışın bir sonucu olarak değerlendirilmiştir. Yaşlandırma süresi arttıkça beynit oluşumunun artmasıyla matris kompozisyonundaki değişimle birlikte dönüşüm sıcaklıkları artmıştır. Şekil 2.13.e'de görüldüğü yaşlandırma süresinin 25 dakikaya çıkmasıyla beynit hacmi oldukça arttığından ve bu durum östenit-martensit ara yüzeylerinin hareketini engellediğinden herhangi bir martensitik dönüşüm görülememiştir.



β



(c) 230 °C

Şekil 2.12. Cu71.9Al16.6Mn9.3Ni2B0.2 (% atomik) alaşımının (a) su verilmiş durumdaki mikroyapı resmi (b) 200 °C (c) 230 °C (d) 250 °C (e) 300 °C'de 30 dakika yaşlandırmadan sonraki mikoyapı resimleri [58]



Şekil 2.13. Cu_{71.9}Al_{16.6}Mn_{9.3}Ni₂B_{0.2} (% atomik) alaşımının (a) su verilmiş durumdaki DSC eğrisi, 230 °C'de (b) 5 dakika (c) 10 dakika (d) 15 dakika (e) 25 dakika yaşlandırmadan sonra elde edilen DSC eğrileri [58]

Bir ŞHA'nın eyleyici olarak bir sistem veya mekanizmada kullanılması isteniyorsa termal kararlılığının çok iyi olması gereklidir. Bu nedenle, ŞHA'nın ısıtma-soğutma sonucunda şekil hafıza özelliklerini çevrimler boyunca muhafaza etmesi istenmektedir. Fakat şu ana kadar literatürde Cu-Al-Mn ŞHA'nın eyleyici özelliklerini inceleyen herhangi bir çalışma mevcut değildir. Yalnızca farklı kompozisyonlara sahip bazı Cu-Al-Mn alaşımlarının termal kararlılıkları üzerine bazı çalışmalar bulunmaktadır.

Moghaddam ve diğerleri biriktirmeli hadde yapıştırması (accumulative roll bonding (ARB)) işleminden sonra tavlama ile elde edilmiş Cu₇₂Al_{19.5}Mn_{8.5} (% atomik) alaşımının döngüsel kararlılığını homojenize edilmiş aynı alaşımın döngüsel kararlılığı ile karşılaştırmıştır [59]. Elde edilen malzemelerin kararlı olup olmadıklarına termal çevrim sayısına göre şekil geri kazanım oranı değişimi göz önüne alınarak karar verilmiştir. Hazırlanmış numunenin oda sıcaklığında (M_f sıcaklığının altında) dairesel bir silindir etrafında eğilerek deforme edilip daha sonra A_f sıcaklığının hemen üzerine ısıtılması her bir termal çevrimi temsil etmektedir. Numunenin Şekil 2.14'te temsili olarak gösterildiği gibi deforme edildikten sonraki açının φ ve ısıtıldıktan sonraki kalıntı açının θ olduğu varsayılırsa şekil geri kazanma oranı (ζ) Eş. 2.4'teki gibi hesaplanmaktadır.

$$\zeta = \left(1 - \frac{\theta}{\varphi}\right) \times 100 \tag{2.4}$$



~

Şekil 2.14. Şekil geri kazanma oranının hesaplanması için temsili çizim [59]

Şekil 2.15'te görüldüğü gibi ARB metodu ile hazırlanmış ve daha sonra tavlanmış alaşımın şekil geri kazanım oranı artan çevrim sayısına karşın belirgin bir değişiklik göstermemiştir. Öte yandan, homojenize edilmiş alaşımın şekil geri kazanım oranı 1. termal çevrimden sonra %90 iken, bu değer 16. çevrimden sonra %40'a düşmüştür. Bu sonuçlardan homojenize edilmiş alaşımın ilk çevrim sonucunda daha iyi şekil geri kazanma oranına sahip olmasına rağmen termal çevrimlerle birlikte bu özelliğini kaybettiğinden dolayı bir sistem veya mekanizmada eyleyici olarak kullanılamayacağı görülmektedir. ARB metodu ile elde edilen döngüsel kararlıktaki artış, ana fazın tane boyutunun küçülmesiyle elde edilen dayanımdaki artışa dayandırılmaktadır. Çünkü dayanım arttıkça termal çevrimler sırasındaki faz dönüşümleri sırasında dislokasyonların oluşması engellenmiştir ve böylelikle termal kararlılık artmıştır.



Şekil 2.15. Şekil geri kazanım oranının termal çevrim sayısına göre değişimi [59]

Zarubova ve Novak çalışmalarında Cu_{70.9}Al_{20.4}Mn_{8.7} (A alaşımı) ve Cu_{70.6}Al_{25.3}Mn_{4.1} (B alaşımı) (atomik %) alaşımlarını farklı sıcaklıklara ısıtmışlardır ve daha sonra dönüşüm sıcaklıklarında nasıl bir değişim olduğunu gözlemlemişlerdir [60]. A alaşımının *A_f* sıcaklığı 22 °C iken B alaşımının 0 °C'dir. A alaşımı 275 °C'de belli bir süre tavlandıktan sonra DSC testi ile dönüşüm sıcaklıklarının değişimine bakılmak istenmiş, fakat herhangi bir dönüşümün olmadığı tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra B alaşımı 300 °C'de tavlansa dâhi su verilmiş aynı alaşıma göre dönüşüm sıcaklıklarında önemli bir değişiklik olmadığı ancak tavlama sıcaklığı 350 °C'ye çıkarıldığı zaman dönüşümün kaybolduğunu gözlemlenmiştir. Bu sonuçlardan Cu-Al-Mn alaşımlarında termal çevrim sırasında malzemelerin ısıtıldığı ÜÇS'nin oldukça önemli olduğu görülmektedir. Aynı zamanda farklı Al ve Mn oranlara

sahip alaşımların aynı sıcaklıklardaki ısıtmalardan farklı şekilde etkilenebilecekleri anlaşılmaktadır. Çünkü faz diyagramlarına göre farklı kompozisyonlar için ikincil faz oluşumu veya düzenlilik derecesinin değişimi gibi mikroyapısal değişimler farklı sıcaklılarda meydana gelmektedir. Mikroyapıdaki ufak bir değişimin bile şekil hafıza özelliklerini çok fazla etkileyebileceği bilindiğine göre ÜÇS oldukça önemli olmaktadır.

Cu-Al-Mn ŞHA'nın literatürdeki uygulama alanları

Cu-Al-Mn alaşımlarının endüstride bilinen geniş kapsamlı bir uygulaması yoktur. Fakat bazı bilimsel çalışmalarda araştırmaları ve deneyleri yapılmış uygulamalar mevcuttur. Tıp alanında kateter, stent gibi tüplerin vücut içerisinde konumlandırılmasını sağlayan kılavuz teller Cu-Al-Mn alaşımlarından yapılabilmektedir. Sutou ve diğerleri birkaç çalışmasında bu kılavuz tel uygulaması hakkında çalışmalar yapmıştır [8,47,60]. Cu-Al-Mn alaşımlarının yüksek süneklik ve şekil hafiza özelliklerine sahip olmasının yanı sıra kolay üretilebilir olması kılavuz tel olarak kullanabilmesi için önemli bir etkendir. Ayrıca bu alaşımlar, mikroyapı kontrolü ile kademeli özelliklere sahip olabilmesinden dolayı uç kısmı vücut içerisinde kolaylıkla hareket ettirebilmek için esnek ve yüksek süperelastisiteye, tutulan kısmı ise yüksek rijitliğe sahip olması gereken kılavuz tel malzemesi olarak kullanılabilmesi için oldukça uygundur. Cu-Al-Mn alaşımlarının biyomedikal alanında kullanıldıkları diğer bir uygulama da tırnak batmalarını önlemek için tasarlanan bir cihazdır [61,62]. Bu alaşımlar, süperelastisite özelliklerinden dolayı ayak tırnaklarını düzeltici bir kuvvet sayesinde şekli bozulmuş tırnakların düzelmesini sağlar.

Cu-Al-Mn alaşımlarının yüksek sönümleme özelliğine sahip olması ise inşaat sektöründe depreme dayanıklı malzemeler olarak kullanılması hakkında fikirler ortaya çıkarmıştır. Yapılan çalışmalarda bu alaşımdan çubuk şeklinde üretilen parçaların Ni-Ti alaşımları gibi daha yüksek maliyete ve daha düşük işlenebilirliğe sahip malzemelere göre sismik uygulamalarda kullanım için daha yüksek potansiyele sahip olduğu belirtilmiştir [44,63]. Yine aynı şekilde beton kirişlerde takviye elamanları olarak kullanılan Cu-Al-Mn alaşımları çelik takviye elemanları ile karşılaştırıldığı zaman sarsıntı sırasında oluşan çatlakların kapanma oranı oldukça yüksektir [64,65]. Böylelikle depreme karşı daha emniyetli betonlar imal edilebilir. Çelik çerçeveli yapılarda bağlantı elemanları olarak kullanılan Cu-Al-Mn alaşımları ise yapılan dinamik deneylerde her bir yükleme çevrimi sonucunda kalıntı deformasyon oluşmamasını sağlamaktadır [66].

Bakır bazlı ŞHA'nın tane boyutu ve diziliminin önemi

Çok taneli bakır bazlı ŞHA, büyük taneli yapıya sahip olmalarının yanı sıra B2, DO₃ veya L2₁ kristal yapısındaki ana fazlarının yüksek düzen derecede olması ve ana fazdaki yüksek elastik anizotopiden dolayı taneler arası kırılmadan zarar görmektedirler [67].

Bir kübik sistemde birbirinden bağımsız elastik sabit sayısı üçtür. Bir malzemede anizotropiklik seviyesi Eş. 2.3'te Zener oranı (Z) olarak gösterilen anizotropi oranı ile belirlenir. C_{ij} , malzemenin rijitlik matrisinin elemanlarını temsil etmektedir. İzotropik malzemelerde Z değeri "1" olmaktadır ve birbirinden bağımsız elastik sabit sayısı ikiye inmektedir [68].

$$Z = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \tag{2.3}$$

Örneğin Cu-Al-Ni ŞHA'da Z değeri 13, Cu-Zn-Al ŞHA'da ise bu değer 15'tir. Bu anormal şekilde yüksek olan anizotropiklikten dolayı taneler arasında elastik ve plastik gerinim uyumsuzluklar oluşmakta ve bu durum da tane sınırlarında gerilme yığılmalarına neden olmaktadır [25].

Miyazaki ve diğerleri ise yüksek elastik anizotropiden kaynaklanan tane sınırlarında oluşan gerilme yığınlarını Cu-Al-Ni alaşımlarında Şekil 2.16'da bulunan mikroyapı resimleri ile göstermişlerdir [69]. Deforme edilen malzemede elastik anizotropiden dolayı özellikle üçlü tane sınırlarında gerilme dağılımı oldukça kompleks olmakta ve gerilme kolay bir şekilde yumuşatılamamaktadır. Östenit durumda iken yapılan yükleme ile çatlağın tam üçlü birleşme noktasında başladığı ve tane sınırları boyunca ilerlediği görülmektedir. Her bir yüklemenin kaldırılması esnasında bu çatlaklarla birlikte kalıntı martensitler de görülmektedir. Aşırı gerilme birikiminden dolayı martensite dönüşen kısımlar daha sonra tekrar östenite geri dönememiş ve çatlakların başladığı bölgeler kalıntı martensit olarak kalmıştır.



Şekil 2.16. Cu-Al-Ni alaşımında yüksek elastik anizotropiden dolayı tane sınırlarında oluşan çatlak başlangıcı [69]

Bakır bazlı ŞHA'da taneler arası kırılmayı azaltmak için özellikle tane boyutu ve dizilimlerini değiştirerek birçok çalışma yapılmıştır. Lojen ve diğerleri elastik anizotropinin mikroyapısal etkilerini farklı tane dizilimlerine sahip Cu-Al-Ni alaşımlarında şematik olarak Şekil 2.17'deki gibi ifade etmişlerdir [70]. Rasgele tane dizilimine sahip alaşımlarda (Şekil 2.17.a) birbirine komşu taneler yükleme yönünde birbirinden çok farklı mekanik özelliklere sahip oldukları için tane sınırlarında gerilme yığılmaları oluşmaktadır. Öte yandan eriyik eğirme (melt spinning) sistemi ile çok hızlı bir şekilde katılaştırılarak üretilen tek katmanlı direksi tane dizilimine sahip Cu-Al-Ni alaşımlarında ise birbirine komşu taneler yükleme yönünde birbirine komşu taneler yükleme dizilimine sahip Cu-Al-Ni alaşımlarında ise birbirine komşu taneler yükleme yönünde birbirine komşu taneler yükleme dizilimine sahip Cu-Al-Ni alaşımlarında ise birbirine komşu taneler yükleme yönünde birbirine komşu taneler yükleme dizilimine sahip Cu-Al-Ni alaşımlarında ise birbirine komşu taneler yükleme yönünde birbirine çok yakın mekanik özelliklere sahip olmakta ve tane sınırlarındaki gerilme yığılması azalmaktadır. Böylece taneler arası kırılma gerçekleşme olasılığı oldukça düşmektedir.

Bölüm 2.3.3.1'de Cu-Al-Mn alaşımlarının süperelastisite özelliklerini artırmak için Sutou ve diğerleri tarafından d/(D veya t) (tane çapı/(numune çapı veya numune kalınlığı)) oranını büyütmek için yapılan çalışmalarda da asıl amaç, bakır bazlı alaşımların yüksek elastik anizotropiye sahip olmalarından kaynaklanan taneler arası uyumsuzlukların olumsuz etkisini, tane sınırı alanlarını azaltıp tek yönde dizilmiş tane dizilimine sahip alaşımlar üreterek kompanse etmektir [8,13,14,47].



Şekil 2.17. (a) Rasgele tane dizilimine sahip (b) Tek katmanlı direksi tane dizilimine sahip Cu-Al-Ni alaşımlarında tane sınırlarındaki gerilmelerin şematik gösterimi [70]

Chen ve diğerleri ise bambu-tipi tane yapıları elde ederek Cu-Al-Ni mikro tellerinin süperelastisite özelliklerini geliştirmişlerdir [71]. Bu tane yapısında normal çok kristalli tane yapılarına göre birim hacimde çok daha az tane sayısı bulunmaktadır. Aynı zamanda üçlü bağlantı bölgeleri hiç olmamaktadır. Böylelikle dönüşme sırasında oluşan gerilmeler serbest yüzeylerde rahatlamaktadır ve teller birçok çevrim boyunca kırılmadan martensitik dönüşüm sergileyebilmektedir.

Bütün bu tane boyutlarını büyütüp ve aynı dizilimlere sahip taneler üreten çalışmalardan farklı olarak tane boyutunu küçülmesinin malzemedeki dayanımı arttırdığı bilinmektedir. Çünkü tane boyutu küçüldükçe tane sınırları artmakta ve dislokasyonlar tane sınırlarında yön değiştirirken hareketleri kısıtlanmaktadır. Böylelikle malzemeyi deforme etmek zorlaşmakta ve dayanım artmaktadır. Genel olarak bütün malzemeler için geçerli olan bu kavram, ŞHA'da da dönüşüm sırasında plastik yani ε_{res} oluşmaması için büyük bir öneme sahiptir. Tane boyutu küçüldükçe kayma için gerekli kritik gerilme değeri artmaktadır. Bu sayede dönüşüm sırasında oluşan gerilmelerin kayma için kritik gerilme seviyesinin altında olma ihtimali güçlenmektedir ve şekil hafiza özelliklerinin kararlılığı artmaktadır [16-18].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Malzemeler ve Yapılan Termo-mekanik İşlemler

Bu çalışmada vakumlu indüksiyon ergitme ile üretilen Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ (% atomik) alaşımı kullanılmıştır. Öncelikle malzeme %50 oranında oda sıcaklığında haddelenmiştir. Daha sonra hava ortamında 900 °C'de 3 saat boyunca rezistans yardımı ile ısıtılan firınında homojenize edilmiş ve hemen ardından oda sıcaklığındaki suda su verilme işlemi yapılmıştır. Bu işlemlerden geçirilen malzeme tezde "homojenize edilmiş" malzeme olarak bahsedilecektir.

Farklı homojenize numuneler daha sonra 100, 150 ve 200 °C'de 20'şer dakika yaşlandırılmış ve yaşlandırmanın ardından havada soğutulmuştur. Başka bir homojenize numune de 150 °C'de yaşlandırıldıktan sonra suda soğutulmuştur. Bu termal işlemden geçmiş malzemeler ise bu tezde "yaşlandırılmış" malzeme terimi kullanılarak bahsedilecektir.

Homojenize edilmiş malzemelerin bir kısmı ise soğuk deformasyon ve yeniden kristalleşme işlemleri için kullanılmıştır. Testere ile farklı boyuttaki parçalara kesilmiş homojenize malzemeler, hadde ile oda sıcaklığında %10, % 50 ve %70 oranlarında haddelenmiştir. Belirtilen hadde oranları parçaların kalınlığındaki küçülmeyi belirtmekte olup Eş. 3.1.'deki gibi hesaplanmaktadır.

Haddeleme oranı (%) =
$$\frac{t_i - t_s}{t_i} \times 100$$
 (3.1)

Eş. 3.1'deki t_i ; malzemenin ilk kalınlığını, t_s ise malzemenin son kalınlığını göstermektedir. %50 oranında soğuk haddelenen malzemeler, tane boyutunu kontrol etme çalışmaları için kullanılmıştır. Bu malzemeler, Farklı β tane boyutları elde etmek için küp fırında hava ortamında 800 °C ile 950 °C arası sıcaklıklarda ve farklı sürelerde yeniden kristalleşme işlemine tabi tutulmuşlardır. %70 oranında haddelenmiş parça ise 950 °C'de 1 dakika 20 saniye ısıtılmıştır. Yeniden kristalleşme işlemi için bütün ısıtılan malzemeler daha sonra suda soğutulmuştur. Tane boyutu hesaplanırken Sutou ve diğerlerinin [13] çalışmalarında kullanmış oldukları doğrusal kesişme yönteminden faydalanılmıştır. Şekil 3.1'de mikroyapı içerisinde hayali üç çizgi boyunca bulunan tane sayımını gösteren şematik bir temsil bulunmaktadır. Eğer bu hayali çizgilerin geçtiği tanelerin tamamı mikroyapıdan alınan resimde gözleniyorsa (içi dolu dairelerle gösterilmiş) bu taneler "1", çizgilerin geçtiği tanelerin bir kısmı gözleniyorsa bu taneler "1/2" değerinde sayılır. Örneğin Şekil 3.1'de gösterilen 1. Çizgi boyunca 4 tam tane ve 2 tane yarım tane gözlemlenmktedir. Dolayısıyla bu çizginin toplam 4+(1/2)x2=5 taneden geçtiği varsayılır.



Şekil 3.1. Ortalama tane boyutu hesaplanmasındaki tane sayımını gösteren örnek [13]

Elde edilen mikroyapı resimlerinden en az 10 adet hayali çizgi geçirilerek tane sayımı yapılmıştır. Daha sonra Eş. 3.2'deki denklemlerden faydalanarak tane boyutları hesaplanmıştır.

$$d_i = \frac{L}{N_i}, \qquad d = \frac{\sum_{i=1}^n d_i}{n}$$
(3.2)

 d_i ; *i*. çizgiden geçen ortalama tane boyutunu, *d*; numunenin ortalama tane boyutunu, *L*; her bir çizginin uzunluğunu, N_i ise *i*. çizgide bulunan tane sayısını temsil etmektedir.

Tezde anlatımda kolaylık olması açısından, %10 haddelenmiş malzeme "10CR", %70 oranında haddelenen ve 950 °C'de 1 dakika 20 saniye ısıtıldıktan sonra su verilen malzeme ise "70CR-ST" kısaltmaları kullanılarak bahsedilecektir. Aynı zamanda bu malzemeler 150

°C'de 20 dakika ısıtılmış ve suda soğutulmuştur. Bu malzemeler ise "10CR-yaşlandırılmış" ve "70CR-ST-yaşlandırılmış" kısaltmalarıyla kullanılacaktır.

3.2. DSC Testleri

Dönüşüm sıcaklıklarını ve dönüşüm entalpilerini belirlemek için yapılan Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) testlerinde Şekil 3.2'de resmi gösterilen TA marka Q2000 modeli DSC cihazı kullanılmıştır. Oda sıcaklığının altında yapılan soğutma için bu cihaza bağlanan sıvı azottan faydalanılmıştır. Otomatik numune alma cihazı sayesinde testleri yapılması istenen numuneler test başlamadan önce cihaza yerleştirilmekte ve her bir numunenin testi bittikten sonra cihaz herhangi bir dış müdahaleye gerek kalmadan bir sonraki numunenin gerekli konuma yerleşimini sağlayabilmektedir. DSC testlerinde kullanılan numuneler 30 ile 100 mg arasında kütlelere sahip olacak şekilde hazırlanmıştır. Analiz edilen numuneleri hazırlanan malzemelerden kesmek için elmas disk kullanılmış olup düşük dönme hızıyla kesilen parçaların yüzeyleri DSC cihazına yerleştirilmeden önce silisyum karbür (SiC) aşındırıcılı 400 numaralı zımparalar ile zımparalanmıştır. Bütün ısıtma ve soğutma işlemlerinde 10 °C/dakika ısıtma ve soğutma hızı kullanılmıştır.



Şekil 3.2. TA marka Q2000 modeli DSC cihazı

Bu tezde kullanılan DSC cihazında, referans bir numune, test edilen numune ile birlikte ısıtılır veya soğutulur. Isıtma sırasında numune ve referans tek bir ısıtma kaynağı yardımıyla aynı hızda ısıtılmaktadır. Soğutma ise sıvı azot ile gerçekleşmektedir. Numune ve referansın sıcaklıkları arasındaki fark kaydedilmekte ve güç farkına dönüştürülmektedir. Bu güç farkı ısı akısındaki farkı vermektedir. Testlerde referans numune olarak alüminyum ve oksidaysonu engellemek için de asal gaz kullanılmıştır.

Öncelikle DSC testleri farklı yaşlandırma işlemlerinin dönüşüm sıcaklıkları üzerine etkisini incelemek üzere gerçekleştirilmiştir. Bütün yaşlandırılmış numuneler -100 °C'ye soğutulduktan sonra 200 °C'ye ısıtılmış ve işlem bir kez daha tekrar edilmiştir. Her iki ısıtma çevrimi sırasındaki eğriler kaydedilmiştir. Daha sonra homojenize numune ile 150 °C'de 20 dakika yaşlandırılıp suda soğutulan (yaşlandırılmış) numune DSC testinde 120 °C sıcaklığa ısıtıldıktan sonra -50 °C'ye soğutulmuştur. Bu sıcaklıklar arasında toplam beş soğutma-ısıtma çevrimi için veriler elde edilmiştir.

Dinamik yaşlandırmanın etkisini incelemek için yaşlandırılmış numuneler farklı üst çevrim sıcaklığı (ÜÇS) seçilerek döngüsel olarak ısıtılıp soğutulmuştur. ÜÇS, döngüsel testlerde numunelerin ısıtıldığı maksimum sıcaklık olup, DSC deneylerinde 120 °C, 145 °C, 175 °C ve 205 °C ÜÇS değerleri kullanılmıştır. Bu değerler, artan ÜÇS'nin dönüşüm sıcaklıkları ve entalpisi üzerine nasıl etki edeceğini incelemek için seçilmiştir. Numuneler öncelikle ÜÇS değerlerine ısıtılmış ve daha sonra -50 °C ile belirlenen ÜÇS arasında beş soğutma-ısıtma döngüsü gerçekleştirilmiştir. Her bir ÜÇS değerinde numune bir dakika bekletilmiştir.

Dinamik yaşlandırmanın etkisinin incelenmesinin yanı sıra 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numuneler de DSC cihazı ile öncelikle 120 °C sıcaklığa ısıtılmış ve daha sonra -50 ile 120 °C sıcaklıkları arasında beş çevrim soğutulmuş ve ısıtılmışlardır. Bütün testler sonucunda elde edilen veriler kullanılarak, dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm entalpileri "TA Universal Analysis" programı ile hesaplanmıştır.

3.3. Mekanik Testler

Bu tez kapsamında gerçekleştirilen bütün testler MTS servo hidrolik test cihazı kullanılarak yapılmıştır. Uzama değerleri MTS yüksek sıcaklık ekstansometre cihazı ile ölçülmüştür.

Kullanılan çekme numuneleri ise Şekil 3.3'te gösterilen geometriye sahip olacak şekilde öncelikle tel erozyon (wire EDM) cihazı kullanılarak kesilmiştir. Belirtilen ölçüler mm cinsindendir. 1.56 mm çapa sahip delikler ise freze ile delinmiştir. Numunelerin üst ve alt kısımlarının aynı hizada olması deliklerin içerisinden geçirilen pimler yardımıyla sağlanmıştır. Numunelerin üst ve alt kısımlarının çekme cihazının çenelerine sabitlenmesi ise numunenin çeneler ile hazırlanmış bir parçanın arasına cıvata ile sıkıştırılması ile yapılmıştır.

Numunelerin gage uzunluğu ve eni sırasıyla 8 ve 3 mm olup numune kalınlıkları 1 ile 1,5 mm arasında değişmektedir. Numunelerin toplam boyu ise 25 mm'dir. Numunelerin genellikle kullanılan çekme numunelerine göre küçük olmasının nedeni ısıtma ve soğutma sırasında numunenin her bölgesinde çok yakın sıcaklık değerleri elde etmektir. Yapılan deneyler sıcaklık kontrollü olduğu için ve sıcaklığın gerinimi oldukça etkilediği bilindiği için bu boyutlarda numune kullanımı deney sonuçlarının sağlıklı olması için oldukça önemlidir.



Şekil 3.3. Deneylerde kullanılan çekme numunesinin ölçüleri

3.3.1. Sabit sıcaklık tek eksenli çekme testleri

Yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numuneler sabit 10⁻⁴ s⁻¹ gerinim hızı kullanılarak tek eksenli çekme testlerine tabi tutulmuşlardır. Bu deneyler DSC testlerinin birinci çevrim değerlerine göre bulunan dönüşüm sıcaklıkları dikkate alınacak

şekilde her bir numunenin hesaplanan (M_f -10) °C ve (A_f +20) °C sıcaklıklarına karşılık gelen sıcaklıklarda yapılmıştır. Numunelerin deney boyunca sıcaklıklarını ölçmek için inceltilmiş ölçüm bölgelerinin tam orta kısımlarına yüksek sıcaklıklara dayanıklı kanthal teli yardımıya K tipi termokupl bağlanmıştır. Belli bir sıcaklık değerleri değil de dönüşüm sıcaklıklarını baz alarak deney sıcaklıklarının seçilmesinin nedeni malzemelerin termodinamik olarak eşit durumlarda olmasını sağlamaktır [72]. Deneyleree başlamadan önce her bir numune tutma çenelerine sarılan ısıtma bantları ile öncelikle yaklaşık 100 °C sıcaklığa ısıtılmış, daha sonra deneyin yapılacağı sıcaklığa soğutma işlemi yapılmıştır. Bu işlemin yapılmasının nedeni DSC testlerinde birinci çevrim sıcaklık değerlerinin ilk bir ön ısıtma sonrasında elde edilmesidir. Böylelikle çekme testlerinin yapıldığı (M_f -10) °C ve (A_f +20) °C sıcaklık değerleri daha doğru bir şekilde hesaplanmaktadır.

3.3.2. Süperelastisite testleri

Sabit sıcaklıkta yapılan çekme testlerinde olduğu gibi yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin süperelastisite özelliklerini belirleyebilmek için gerinim artırımlı süperealastisite testleri gerçekleştirilmiştir. ŞHA'nın süperelastisite özelliği östenit fazındayken görüldüğü için testler (A_f +20) °C sıcaklıklarında yapılmıştır. Gerinim kontrollü gerçekleştirilen testlerde gerinim hızı olarak 10⁻⁴ s⁻¹ değeri kullanılmıştır. Öncelikle bütün numuneler %1 gerinime karşılık gelecek çekme uzamasına kadar yüklenmiş ve daha sonra yükleme kaldırılmıştır. Daha sonra sırasıyla numuneler %2, %3, %4, %5, %6, %8 ve %10 gerinim değerlerine karşılık gelecek çekme uzaması değerlerine ulaşıncaya kadar yüklenmiş ve her yükleme yapıldıktan sonra yükleme kaldırılmıştır.

3.3.3. Eş basınçlı (izobarik) ısıtma-soğutma testleri

Eş basınçlı deneylerde öncelikle numuneler herhangi bir yükleme yapılmadan belirlenen ÜÇS değerlerine ısıtılmıştır. Daha sonra istenilen gerilme değerine karşılık gelecek yükte numuneler çekilmiş ve yük sabitlenerek numuneler 10 °C/dakika hız ile soğutulup ısıtılmışlardır. Artırımlı çekme gerilmeleri altında yapılan deneylerde sabit gerilme altındaki soğutma-ısıtma işlemi yapıldıktan sonra gerilme numune ÜÇS değerinde iken istenilen seviyeye artırılmış ve yeni bir soğutma-ısıtma çevrimi gerçekleştirilmiştir.

Isıtma ve soğutma süresinde K tipi termokupl yardımıyla ölçülen numune sıcaklıklarına

karşılık gelen gerinim değerleri kaydedilmiştir. Numuneler, tutma çenelerine sarılan ısıtma bantlarının sağladığı ısı iletimi yardımıyla ısıtılmıştır. Soğutma işlemi ise tutma çenelerinin etrafına sarılan sarmal bakır borularından geçen sıvı azot sayesinde gerçekleştirilmiştir. Deney sırasında ortam sıcaklığının numune sıcaklığını etkilememesi için numunenin etrafına cam elyaf parçalar uygun bir şekilde sarılarak yalıtım sağlanmıştır.

Yaşlandırılmış numuneler için aşağıda belirtilen iki tip deney yapılmıştır:

- 1) 20 MPa artırımlı 20 MPa'dan 100 MPa'a çekme gerilmesi altında eş basınçlı ısıtmasoğutma deneyleri (Amaç ε_{gkd} ve ε_{kal} gibi şekil hafiza özelliklerini gerilmenin bir fonksiyonu olarak bulmak ve belirgin ε_{kal} elde edildiği eşik gerilme değerinin tespiti; ε_{gkd} ve ε_{kal} değerlerinin neyi ifade ettiği Bölüm 5'te açıklanacaktır.)
- 2) Sabit ve artan ÜÇS (DSC deneylerindeki kullanılan 120 °C, 145 °C, 175 °C ve 205 °C ÜÇS değerleri seçilmiştir.) kullanılarak 60 MPa çekme gerilmesi altında 10 çevrime kadar eş basınçlı termal döngüsel deneyler (Belirgin ε_{kal} miktarı ilk olarak 60 MPa çekma gerilmesi altında tespit edildiği için bu değer kullanılmıştır.)

Daha sonra tane boyutunun etkisini inceleyebilmek için yaşlandırılmış ve 70CR-STyaşlandırılmış numuneler 20 MPa artırımlı olarak 20 MPa'dan 140 MPa'ya kadar ısıtılıp soğutulmuşlardır.

3.3.4. Mikroyapı analiz deneyleri

Mikroyapısal olarak analiz edilen numunelerin kesimi için elmas disk kullanılmıştır. Bütün numuneler en son 1200 numaralı SiC parçacıklı kağıtlarla zımparalandıktan sonra yüzey parlatma işlemi 1 mikronluk elmas süspansiyon kullanılarak tamamlanmıştır. Numunedeki fazların görülmesini sağlayan dağlama işlemi ise 5 g Fe₃Cl, 12.5 ml HCl ve 50 ml saf su kullanılarak hazırlanan çözeltiye numunenin daldırılması ve 5 saniye bekletilmesi ile gerçekleştirilmiştir.

Optik mikroskop resimleri dijital Keyence VH-Z100 optik mikroskobu kullanılarak elde edilmiştir. Bu cihaz ile görüntüye 1000X büyütmeye kadar yakınlaşılabilmektedir. Daha ayrıntılı resimler için FEI Quanta 600 ve FEI Quanta 400F taramalı elektron mikroskopları

(SEM) kullanılmıştır. Ayrıca FEI Quanta 400F SEM cihazına bağlı olarak bulunan Enerji Dağılımlı X-ışını Spektrometresi (EDX) ile mikroyapıdaki fazların kompozisyonları tespit edilmiştir. λ =1.54059A° dalga boyundaki Cu Kα radyasyonu kullanarak çalışan Rigaku Ultima-IV X-ray kırınımölçer (XRD) cihazı ile ise fazlar belirlenmiştir.

4. YAŞLANDIRMANIN Cu73Al16Mn11 ŞEKİL HAFIZALI ALAŞIMININ DÖNÜŞÜM SICAKLIKLARI VE MİKROYAPISI ÜZERİNE ETKİSİ

Bu çalışmadaki amaç, tezde kullanılan malzemenin mekanik testler yapılmadan önce daha kararlı hale gelmesini sağlayacak uygun yaşlandırma işlemini bulmaktır. Bu kapsamda, homojenizasyon işleminden sonra gerçekleştirilen düşük sıcaklık yaşlandırma işleminin ve yaşlandırma sonrasında yapılan soğutma şeklinin dönüşüm sıcaklıkları üzerine etkisi incelenmiştir. Ayrıca, yaşlandırma işleminin dönüşüm sıcaklıklarının çevrimsel kararlılığına etkisi de araştırılmıştır.

Cu-Al-Mn alaşımlarında dönüşüm sıcaklıklarının çevrimsel olarak kararlılığının sağlanabilmesi için homojenizasyondan sonra düşük sıcaklıklarda yaşlandırma işlemi gerçekleştirilir. Çünkü homojenizasyon işleminden sonra yapılan hızlı soğutma sırasında düzenlilik-düzensizlik (order-disorder) dönüşümlerinden birinci dereceden olan $\beta \rightarrow \beta_2$ dönüşümü gerçekleşmesine rağmen $\beta_2 \rightarrow L2_1$ dönüşümü ikinci dereceden olduğu için tamamlanamamaktadır. Ayrıca, yine hızlı soğutmadan kaynaklı oluşan atomik boşluklar malzemenin kararlı olmasını engellemektedir [73]. Bu malzemelerin kararlılığa ulaşabilmeleri için oda sıcaklığının üzerinde bir sıcaklıkta (genellikle 100 ile 200 °C arasında) yapılan yaşlandırma işlemi ile birlikte oluşan boşlukların giderilmesi ve östenit düzenliliğinin bulunduğu sıcaklıktaki sahip olduğu kararlılığa ulaşması gerekmektedir.

Bu çalışmada öncelikle farklı sıcaklıkta gerçekleştirilen yaşlandırmaların dönüşüm sıcaklıkları üzerine etkisi incelenmiştir. Bu amaçla oda sıcaklığında %50 haddelenmiş ve 900 °C'de 3 saat ısıl işlemden sonra oda sıcaklığında su verilerek hızlıca soğutulmuş numuneler 100, 150 ve 200 °C'de 20'şer dakika yaşlandırılmıştır. Yaşlandırmadan sonra numuneler havada soğutulmaya bırakılmıştır. Ayrıca, homojenize edilmiş farklı bir numune de 150 °C'de 20 dakika yaşlandırmanın ardından suda soğutulmuştur. Daha sonra bu malzemelerin dönüşüm sıcaklıkları karakteristiklerini incelemek için DSC testleri gerçekleştirilmiştir. DSC numuneleri öncelikle -100 °C sıcaklığa soğutulmuş daha sonra 200 °C'ye kadar ilk ısıtma gerçekleştirilmiştir. İlk ısıtmada elde edilen DSC eğrileri Şekil 4.1.a'da görülmektedir. Ayrıca karşılaştırma için homojenize edilmiş numunenin ilk ısıtma eğrisi de Şekil 4.1.a'da görülmektedir.



Şekil 4.1. Farklı yaşlandırma işlemlerine maruz bırakılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ numunelerinin (a) birinci ısıtma sırasında elde edilen DSC eğrileri (b) Birinci ısıtma eğrilerinin 80 ile 180 °C arasındaki ayrıntılı görünümü

Farklı şekilde yaşlandırılmış numunelerin ilk ısıtma sonucunda elde edilen dönüşüm sıcaklıkları birbirinden oldukça farklıdır. Homojenize edilmiş numunenin östenite dönüşüm sıcaklıkları olan *A_s* ve *A_f* sıcaklıkları diğer numunelerden daha düşük olmakla birlikte en yüksek dönüşüm sıcaklıkları 150 °C'de yaşlandırıldıktan sonra havada soğutulmuş numunede gözlemlenmiştir. Yaşlandırmadan sonra havada soğutulan numuneler arasında en yüksek dönüşüm sıcaklıkları 150 °C'de yaşlandırılan numunede görülmüş olup daha sonra sırasıyla 200 ve 100 °C'de yaşlandırılmış numuneler gelmektedir.

| Yaşlandırma işlemi | Δ <i>H_{düzenlilik}</i> (j/g) |
|-------------------------------------|---------------------------------------|
| Homojenize edilmiş | 2.89 |
| 100 °C 20 dakika-Havada soğutulmuş | 2.28 |
| 150 °C 20 dakika- Havada soğutulmuş | 1.41 |
| 100 °C 20 dakika- Suda soğutulmuş | - |
| 200 °C 20 dakika-Havada soğutulmuş | 1.66 |

Çizelge 4.1. Farklı yaşlandırma işlemleri sonucunda hesaplanan $\Delta H_{d\ddot{u}zenlilik}$ değerleri

Şekil 4.1.a'da okla belirtilen bölge Şekil 4.1.b'de daha ayrıntılı olarak gösterilmiştir. Yaklaşık olarak 100 ile 160 °C sıcaklıkları arasında endotermik bir dönüşüm gerçekleşmektedir. Bu dönüşümün düzenlilik dönüşümünü temsil ettiği düşünülmektedir. Düzenlilik dönüşümü sırasında oluşan entalpi değişimi $\Delta H_{düzenlilik}$ ile ifade edilmiştir ve bu değer için örnek bir hesaplama 200 °C'de yaşlandırılmış numunenin DSC sonucu üzerinde gösterilmiştir. Bütün numuneler için hesaplanan $\Delta H_{düzenlilik}$ değerleri ise Çizelge 4.1'de ayrıca sunulmuştur. DSC eğrilerinde böyle bir endotermik dönüşümün görülmesi yaşlandırılmış numunelerde dâhi düzenlileşme işleminin bitmediğinin bir göstergesidir. Yalnızca 150 °C'de yaşlandırılmış ve suda soğutulmuş numunede bu dönüşüm tam olarak görülmemiştir. Bu durum da düzenliliğin artması için suda soğutma yönteminin havada soğutma yönteminden daha etkili olduğunu göstermektedir. Bu durumun nedeni tam olarak anlaşılamasa da bu yaşlandırma yönteminde dönüşüm sıcaklıklarında diğer numunelere göre daha fazla artış sağlaması bu numunenin düzenliliğinin daha çok artıp daha kararlı hale geldiğinin diğer bir göstergesidir. Çünkü düzenlilikteki artış dönüşüm sıcaklıklarını arttırmaktadır. Kainuma ve diğerleri [12] hızlı soğutulmuş ve yaşlandırılmış Cu-Al-Mn numunelerinin kırınım dokularını (diffraction patterns) karşılaştırmış ve M_s sıcaklığındaki artışa 150 °C'deki yaşlandırmadan sonra meydana gelen düzenlilik derecesindeki artışın neden olduğunu çalışmalarında göstermiştir.

Çizelge 4.1'de gösterilen $\Delta H_{düzenlilik}$ değerleri incelenirse en yüksek değer homojenize edilmiş malzemede görülmektedir. Herhangi bir yaşlandırma işlemine maruz kalmamış bu malzemede ilk ısıtma sırasında düzenlilikteki artış miktarı beklenildiği üzere en yüksek çıkmıştır. Şekil 4.1.b'de gösterilen endotermik dönüşümlere göre düzenlilik dönüşümünün yaklaşık olarak 100 °C sıcaklıkta başladığı görülmektedir. Homojenize edilmiş numuneye göre 100 °C'de yapılan yaşlandırma sonrasında dönüşüm sıcaklıklarındaki artışın 150 °C'deki yaşlandırma sonrasındaki artışa kıyasla çok daha az olması östenitin düzenliliğindeki artışın 100 °C'deki yaşlandırmada çok fazla gerçekleşmediğinin bir göstergesidir. Ayrıca 150 °C'de yapılan yaşlandırma sonrasındaki ilk ısıtmada $\Delta H_{düzenlilik}$ değerinin daha düşük olması bu malzemenin yaşlandırma sırasında düzenliliğinin 100 °C'deki yaşlandırmaya göre daha çok arttığının diğer bir göstergesidir.

Düzenlilik dönüşümü yaklaşık olarak 150 °C'de tamamlandığı için bu sıcaklığın üzerindeki yaşlandırma işleminin 150 °C'de yapılan yaşlandırmaya nazaran dönüşüm sıcaklıklarında çok fazla değişiklik yapmayacağı sonucu öngörülebilir. Nitekim 200 °C'de yapılan yaşlandırma neticesinde elde edilen dönüşüm sıcaklıkları 150 °C'de yapılan yaşlandırma sonucunda (sonrasında havada soğutulan) elde edilen dönüşüm sıcaklıklarına oldukça yakındır. Ayrıca, bu iki numunenin $\Delta H_{düzenlilik}$ değerlerinin birbirine yakın olması da yukarıda bahseliden nedenlerden kaynaklanmaktadır. 150 °C'de yaşlandırılmış numunede östenite dönüşümün iki kademede gerçekleşmesi bu numunenin tam homojenize olmadığının bir belirtisi olabilir. Bu durum da dönüşüm sıcaklıklarını az da olsa etkilemektedir. Numuneler arasındaki varyasyon da elde edilen farklılığa sebep olmuş olabilir. Cünkü DSC numuneleri aynı malzemeden de kesilmis olsa bu numuneler oldukca küçük olduklarından az sayıda taneye sahip olmaktadır. Farklı tanelerdeki küçük farklı kompozisyonal farklılıklarından martensitik dönüşüm sıcaklıklarda gerçekleşebildiğinden numunelerin dönüşüm sıcaklıkları arasında küçük de olsa farklılık gözlenebilmektedir.

Homojenize edilmiş numune ve bütün yaşlandırılmış numuneler ilk ısıtmada 200 °C sıcaklığa ısıtıldıktan sonra -100 °C sıcaklığa soğutulmuş ve daha sonra bütün numuneler tekrardan 200 °C sıcaklığa ısıtılırken DSC eğrileri tekrardan kaydedilmiştir. İkinci ısıtma sırasında 0 ile 60 °C arasında kaydedilen DSC verileri Şekil 4.2'de görülmektedir. Bu ısıtma sırasında bütün numunelerin A_s ve A_f sıcaklıkları neredeyse aynıdır. Ayrıca 200 °C sıcaklığa kadar başka bir endotermik dönüşüm gözlemlenmemiştir. Bu sonuçlardan bütün numunelerin 200 °C'ye yapılan ilk ısıtma ve sonrasında yapılan soğutma sonrasında sahip olması gereken düzenlilik derecesine geldikleri sonucu çıkmaktadır. Homojenizasyondan sonra 20 dakika gerçekleştirilen 200 °C'deki yaşlandırma sonucunda dâhi malzeme istenilen düzenliliğe ulaşamazken sonrasında 200 °C'ye yapılan tek bir ısıtma bu malzemenin

düzenliliğini gerekli seviyeye çıkarması bu sonuçlardan elde edilen ilginç bir bulgudur. Bu durumun iki farklı nedeni olabilir. Bunlardan ilki, yaşlandırmadan sonraki havada soğutmanın malzemenin düzenliliğinin artmasına bir engel teşkil etmesi olabilir. Çünkü suda yapılan soğutma sonrasında düzenlilikteki artış daha fazla olmuştur. İkinci neden ise termal çevrim sırasında gerçekleşen faz dönüşümünün yaşlandırma sırasında gerçekleşen dönüşüme göre daha yavaş gerçekleşiyor olmasıdır. Bu durum, yavaş faz dönüşümü sırasındaki düzenlilikteki artışın daha etkili bir biçimde olmasına atıf edilebilir.



Şekil 4.2. Farklı yaşlandırma işlemlerine maruz bırakılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ numunelerinin ikinci ısıtma sırasında elde edilen DSC eğrileri

Homojenize edilmiş, 150 °C' de 20 dakika yaşlandırıldıktan sonra havada soğutulmuş ve 150 °C' de 20 dakika yaşlandırıldıktan sonra suda soğutulmuş numunelerin herhangi bir DSC testi yapılmadan önce oda sıcaklıklarında kaydedilen optik mikroskop resimleri Şekil 4.3'te yer almaktadır. Homojenize edilmiş numune oda sıcaklığında östenit fazındayken, 150 °C' de 20 dakika yapılan yaşlandırma ve su verme işlemin ardından dönüşüm sıcaklıkları artmakta ve numune oda sıcaklığında martensit fazında bulunmaktadır. Şekil 4.1.a'da yer alan ilk ısıtma eğrilerinden çıkarılan A_s ve A_f sıcaklıkları bu malzemelerin fazları hakkında bilgi vermektedir. A_s ve A_f sıcaklıkları, havada soğutulmuş numuneye göre daha düşük olan 150 °C' de yaşlandırıldıktan sonra havada soğutulan numunelerde östenit ve martensitin birlikte bulunması da, DSC eğrilerindeki sonuçlar göz önüne alınacak olunursa beklenen bir durumdur.



46





(c)

150 °C'de yaşlandırılan ve suda soğutulan numune daha ayrıntılı bir şekilde incelenmek istenmiştir. Bu amaçla başka bir numune bu yaşlandırma işleminden sonra DSC testinde 120 °C üst çevrim sıcaklığına (ÜÇS) kadar ısıtılmıştır. Numunenin 120 °C'ye kadar ısıtılmasının nedeni düzenliliğin arttığı daha yüksek sıcaklıklardan kaçınarak bu yaşlandırma işleminin malzemeyi kararlılığa ulaştırıp ulaştırmadığını test etmektir. İlk ısıtmadan sonra numune - 50 °C'ye soğutulmuş ve ısıtma-soğutma işlemi toplam beş çevrim buyunca gerçekleştirilmiştir. DSC testinden elde edilen ilk ve ikinci ısıtma eğrisi Şekil 4.4'te görülmektedir. İlk ısıtma eğrisindeki dönüşüm sıcaklıkları ikinci ısıtma eğrisine göre yaklaşık 20 °C daha fazla çıkmıştır. Bu sonuç 200 °C'ye kadar ısıtılan numunede elde edilen sonuçla aynıdır. Bu sonucun nedeni 150 °C'de 20 dakika yapılan yaşlandırmadan ve su verme sonrasında meydana gelen atomik boşlukların martensit stabilizasyonuna yol açması ve böylece ilk çevrimde östenite dönüşümün daha geç olması olarak açıklanabilir [74]. Bu

yaşlandırmadan sonra diğer yaşlandırmalardan farklı olarak malzeme Şekil 4.3.c'de görüldüğü gibi martensit fazında bulunmaktadır.



Şekil 4.4. Yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ numunelerinin 120 °C ÜÇS değeri kullanılarak DSC testinden elde edilen ilk ve ikinci ısıtma eğrileri

Homojenize numunenin de yaşlandırılmış numune gibi 120 °C ÜÇS değeri kullanılarak beş çevrim boyunca DSC testleri gerçekleştirilmiştir ve her iki numunenin birinci ısıtma eğrisi dahil edilmeden elde edilen sonuçları Şekil 4.5'te görülmektedir. Yaşlandırılmış numune ilk ısıtmadan sonra kararlılığa ulaşmakta ve bu numunenin dönüşüm sıcaklıkları diğer çevrimlerde hemen hemen hiç değişmemektedir. Şekil 4.4'te görüldüğü gibi ikinci ısıtma eğrisindeki A_s ve A_f sıcaklıkları birinci çevrimdeki değerlere göre daha az çıkmakla birlikte, Şekil 4.5'te görülen birinci ve ikinci soğutma eğrilerinden elde edilen M_s ve M_f sıcaklıklarında herhangi bir fark gözlenmemiştir. Çünkü DSC testinde görülen ilk soğutma eğrisi aslında malzeme için ikinci soğutma eğrisidir. Martensite ilk dönüşüm, yaşlandırmadan sonraki su verme işlemi sırasında gerçekleşmekte olup ölçülemeyen o sıcaklıklar muhtemelen DSC testinde görülen birinci soğutma eğrisindeki sıcaklıklardan farklı olacaktır. Dönüşüm sıcaklıklarındaki farkın yanı sıra ilk ısıtma eğrisinde zikzaklı bir davranış gözlemlenmektedir. Bu durum, Mn atomları ile su vermeden kaynaklanan kusurların etkileşimi ile oluşan boşlukların bir sonucu olarak, martensitten östenite dönüşümün malzeme içerisinde bazı bölgelerde kademe kademe meydana gelmesinden kaynaklanmış olabilir. İlk ısıtma ile birlikte bu boşluklar kaybolduğundan dolayı bundan sonraki çevrimlerde herhangi bir zikzaklı yapı gözlemlenmemiştir [73].



Şekil 4.5. Homojenize edilmiş ve 150 °C'de 20 dakika yaşlandırıldıktan sonra su verilen numunelerin beş çevrim DSC davranışları

200 °C'ye ısıtılan homojenize numunenin ikinci ısıtma eğrisindeki dönüşüm sıcaklıkları Sekil 4.2'de görüldüğü gibi diğer yaşlandırılmış numunelerin dönüşüm sıcaklıkları ile aynı iken her çevrim sırasında 120 °C'ye kadar ısıtılan homojenize edilmiş numunenin ana faz düzenliliği bir ısıtma çevriminde tamamen olması gereken dereceye gelemediğinden her ısıtılma sırasında ana fazın düzenliliği kademeli olarak artmaktadır. Bundan dolayı Şekil 4.5'te görüldüğü gibi her bir çevrimden sonra dönüşüm sıcaklıkları artmaktadır. Çünkü, DSC testindeki her bir ısıtma ile bir bakıma yaşlandırma gerçekleşmektedir. Fakat DSC'de ÜÇS 120 °C gibi çok yüksek bir sıcaklık değeri olmadığı için hızlı soğutmadan kaynaklanan boşluklar tamamen kaybolamamakta ve bunun yanı sıra ana fazın düzen derecesi tek bir çevrimde kararlı bir hâle ulaşamamaktadır. Beş çevrim sonucunda bile homojenize edilmiş numunenin dönüşüm sıcaklıklarının kararlı bir duruma ulaşamadığı gözlemlenmektedir. Bu nedenle homojenizasyon sonrasında yapılan yaşlandırma işlemi herhangi bir termal veya termo-mekanik çevrim gerektiren kullanımlar öncesinde oldukça önemlidir. Bu çalışmada da mekanik testler yapılmadan önce bütün numuneler 150 °C'de 20 dakika yaşlandırıldıktan sonra suda soğutulmuştur. Bu bölümde elde edilen çalışmalar neticesinde 200 °C'de yapılacak yaşlandırma ve suda soğutma işleminin de 150 °C'deki yaşlandırmayla aynı etkiyi sergileyeceği öngürülebilir. Fakat Bölüm 5'de yapılan çalışmalarda, 200 °C sıcaklıkta mikroyapısal farklılıkların oluşabildiği gözlemlenmiştir. Mikroyapı farklılıkları ile birlikte

malzemenin şekil hafiza özellikleri oldukça değişmektedir. Bu nedenle, çevrimsel kararlılığın sağlandığı 150 °C'de 20 dakika yaşlandırma ve ardından suda soğutma işleminin kullanılan alaşım için daha uygun bir yaşlandırma olduğu düşünülmektedir.



5. DİNAMİK YAŞLANDIRMANIN Cu73Al16Mn11 ŞEKİL HAFIZALI Alaşımının çevrimsel kararlılığına etkisi

Bu çalışmada yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ malzemesinin farklı üst çevrim sıcaklıkları (ÜÇS) kullanılarak DSC ve eş basınçlı ısıtma-soğutma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Testleri yapılan bazı numuneler optik mikroskopta ve SEM cihazında görüntülenmiş, ayrıca fazları analiz etmek için XRD deneyinden elde edilen sonuçlardan faydalanılmıştır. Eyleyici olarak kullanım için en önemli test olan eş basınçlı ısıtma-soğutma deneyi literatürde ilk defa bir Cu-Al-Mn ŞHA için yapılmış olup aynı zamanda bu çalışmada yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ malzemesinin çevrimsel olarak boyutsal kararlılığı test edilmiştir.

5.1. DSC Analizi

Farklı ÜÇS değerleri kullanılarak yapılan yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımının DSC sonuçları Şekil 5.1'de gösterilmiştir. Numuneler öncelikle belirlenen ÜÇS değerlerine ısıtılmış ve ilk soğutmayla birlikte 1. çevrim kaydedilmeye başlanmıştır. DSC deneyinde 1. ve 5. çevrimlerden hesaplanan dönüşüm sıcaklıkları ve entalpileri Çizelge 5.1'de gösterilmiştir. $\Delta H^{M/A}$; martenistten östenite dönüşüm entalpisini $\Delta H^{A/M}$; östenitten martensite dönüşüm entalpisini göstermektedir.



Şekil 5.1. Yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ numunelerinin a) 120 ve 145 °C b) 175 ve 205 °C ÜÇS kullanılarak elde edilen DSC sonuçları

Çizelge 5.1'de görüldüğü gibi ÜÇS, 120 °C alınarak yapılan DSC deneyinde 1. ve 5. çevrimden elde edilen dönüşüm sıcaklık ve entalpi değerlerinin birbirine oldukça yakın olması şekil hafiza davranışının döngüsel kararlılığa sahip olduğunun bir göstergesidir. Diğer taraftan, 145 °C ÜÇS'ye ısıtılan numunenin dönüşüm sıcaklığı, çevrim sayısı arttıkça artmıştır. Bu duruma hızlı soğutmadan kaynaklanan boşluk yoğunluğunun düşük sıcaklıktaki yaşlandırmayla azalması ve östenit fazı düzenliliğindeki artış neden olmuştur. Dönüşüm sıcaklıklarının aksine, dönüşüm entalpileri ise 145 °C ÜÇS kullanılarak yapılan DSC testinde pek değişmemiştir.

| ÜÇS (°C) | Çevrim Numarası | <i>M</i> _f (°C) | <i>M</i> s (°C) | A _s (°C) | <i>A_f</i> (°C) | $\varDelta H^{M/A}(j/g)$ | $\Delta H^{A/M}(j/g)$ |
|----------|--------------------|----------------------------|--------------------|------------------------|---------------------------|--------------------------|-----------------------|
| 120 | 1 | 13 | 32 | 28 | 48 | 3.65 | 3.55 |
| 120 | 5 | 12 | 32 | 27 | 46 | 3.55 | 3.34 |
| 145 | 1 | 13 | 33 | 29 | 48 | 4.78 | 4.45 |
| 145 | 5 | 20 | 38 | 37 | 55 | 4.71 | 4.32 |
| 175 | 1 | 7 | 30 | 26 | 46 | 4.09 | 3.91 |
| | 5 | 8 | 34 | 34 | 51 | 3.2 | 2.96 |
| 205 | 1 | 8 | 26 | 27 | 41 | 4.28 | 3.2 |
| | 5 | - | - | - | - | - | - |

Çizelge 5.1. Farklı ÜÇS değerlerine ısıtılmış yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ numunelerinin DSC deneylerinin 1. ve 5. çevrimlerinden hesaplanan dönüşüm sıcaklıkları ve entalpi değerleri

ÜÇS 175 °C'ye çıkarıldığında ise dönüşüm entalpi değerlerinde 5. çevrime kadar yaklaşık %20 değerinde kayıp yaşanmıştır. Dönüşüm entalpilerindeki düşüş östenit ve martensit fazlarının dönüşüm gösteren hacim oranlarındaki azalmayla ilişkili olduğu için, östenit fazının martensite değil de beynite dönüştüğü sonucu ortaya çıkmaktadır. Matris kompozisyonuna göre daha fazla Cu ve daha az Al ve Mn içeren beynit fazının oluşumu 175 °C'de artan difüzyon hızı ile oluşan dinamik yaşlandırmadan kaynaklı olabilir. Çökelti oluşumundan dolayı dönüşüm sıcaklıklarında düşüş olması beklenmektedir. ÜÇS, 175 °C seçilerek yapılan DSC testinde 1. çevrimde elde edilen dönüşüm sıcaklıkları, ÜÇS, 120 ve 145 °C seçilerek yapılan DSC testlerindeki 1. çevrim değerlerine göre daha düşük çıkmıştır. Bunun yanında her çevrimdeki ısıtma sırasında beynit oluşumu devam ettiği için dönüşüm sıcaklıklarının artan çevrim sayısı ile birlikte azalması beklenen bir durumdur. Fakat DSC deneylerinde numuneler ÜÇS değerinde yalnızca 1 dakika tutulmuştur. Ayrıca bu sıcaklıklarda halen östenitin düzenliliğindeki artış meydana gelmektedir. Sonuç olarak ÜÇS 175 °C seçilerek gerilme olmadan gerçekleştirilen ısıl çevrimlerde östenitin düzenliliğindeki değişimin dönüşüm sıcaklıkları üzerindeki etkisi beynit oluşumundan kaynaklı kompozisyon değişiminin etkisine göre daha fazla olmuş ve çevrim sayısı arttıkça dönüşüm sıcaklıkları artmıştır.

ÜÇS 30 °C daha artırılıp 205 °C yapıldığında ise, dönüşüm entalpilerindeki düşüş çevrim sayısı arttıkça çok keskin olmuştur. Dinamik yaşlandırmanın etkisinin hızlanmasıyla, beynit fazının hacim oranı artmış ve bununla birlikte martensitik dönüşüm kaybolmuştur. Hem kompozisyon değişiminden hem de martensitik dönüşümün engellenmesinden dolayı dönüşüm sıcaklıkları çevrim sayısı arttıkça azalmıştır.

5.2. Eş Basınçlı Isıtma-Soğutma Analizleri

Eş basınçlı ısıtma-soğutma deneyleri çekme numunelerinin sabit çekme gerilmesi altında 10 °C/dak hızında soğutulması ve ısıtılması ile gerçekleştirilmiştir. Her bir ısıtma-soğutma çevriminden sonra gerilme miktarı 20 MPa artırılmış ve 100 MPa gerilme değerine kadar bu artıma devam edilmiştir. Numuneye yapılan yükleme her seferinde malzeme östenit fazındayken gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.2.a'da yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımının farklı gerilme değerleri altında termal döngüsel davranışları bulunmaktadır. Gerinim-sıcaklık grafiğinden elde edilen geri kazanılan gerinim (ε_{gkd}) ve kalıntı gerinim (ε_{kal}) miktarları gerilmenin bir fonksiyonu olarak Şekil 5.2.b'de gösterilmiştir. Şekil 5.2.c'de ise bu değerlerin tek bir eş basınçlı termal çevrimden nasıl elde edildiği şematik olarak ifade edilmiştir.

Yaşlandırılmış alaşım 60 MPa'lık gerilmeye kadar hemen hemen tamamen geri dönüşüm gösterebilmiştir. Fakat 100 MPa çekme gerilmesi altında, %1 gibi büyük bir değerde ε_{res} gözlemlenmiştir. 100 MPa gibi çok da yüksek olmayan bir gerilme altında, böyle bir ε_{res} değerinin oluşmasının nedeni bakır bazlı ŞHA'nın malzemenin sahip olduğu kayma (slip) için kritik kesme (shear) gerilmesi değerinin düşük olmasıdır. Bu nedenle, ikizlenme mekanizmasının yerine kayma öne çıkmaktadır. Ayrıca, termal çevrimler sırasında dönüşüm kaynaklı plastisitenin meydana getirdiği dislokasyon oluşumu ve kalıntı martensit birikiminin kalıntı gerinime neden olduğu da literatürde görülmektedir [75].



Şekil 5.2. Yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımının eş basınçlı termal çevrim sonuçları (a) Sabit gerilme değerleri altında gerinim-sıcaklık davranışı (b) Uygulanan gerilmenin fonksiyonu olarak ε_{gkd} ve ε_{kal} değerleri (c) ε_{gkd} ve ε_{kal} değerlerinin belirlenmesinin şematik gösterimi

Şekil 5.2.a'da bütün gerilme değerleri içerisinden ilk fark edilebilir ε_{kal} , 60 MPa gerilme uygulandığında görüldüğü için sonraki sabit gerilme altındaki döngüsel deneyler 60 MPa çekme gerilmesi uygulanarak yapılmıştır. Şekil 5.3, yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ çekme numunesinin 60 MPa sabit gerilme altında termal ısıtma-soğutma çevrimlerinde elde edilen gerinim-sıcaklık sonuçlarını göstermektedir. Herhangi bir gerilme uygulanmadan numune, öncelikle 105 °C ÜÇS değerine ısıtılmıştır. Daha sonra bu sıcaklıkta yani numune östenit fazındayken 60 MPa çekme gerilmesi uygulanmıştır. Daha sonra numune 10 defa soğutulup ısıtılmıştır. 10. ısıtmadan sonra numune üzerindeki gerilme boşaltılmıştır ve oda sıcaklığına soğutulmuştur. Şekil 5.3'teki grafikte gösterilen 1., 4., 7. ve 10. çevrimden hesaplanan dönüşüm sıcaklıkları ile ε_{gkd} ve ε_{kal} değerleri ise Çizelge 5.2'de ayrıca sunulmuştur. Dönüşüm sıcaklıkları Şekil 5.2.c'de olduğu gibi tanjant kesişim metoduyla bulunmuştur. İlk çevrimde % 0,9 olan ε_{gkd} değeri 4. çevrimden sonra %1,4 civarında yaklaşık olarak kararlı hale gelmiştir. İlk çevrimde elde edilen % 0,05 ε_{kal} değeri ise son çevrimde % 0,03'e düşmüştür. Yaşlandırılmış numunede 10 çevrim sonucunda 60 MPa gibi düşük bir gerilme değeri altında bile küçük de olsa ε_{kal} birikimi gözlenmiştir.

Termal çevrimler süresince dönüşüm sıcaklıkları 4. çevrime kadar yaklaşık 10-15 °C artmıştır. 4. çevrimden sonra *A_f* dışında diğer dönüşüm sıcaklıklarında küçük artışlar olmuştur. Sabit gerilme altında dönüşüm sıcaklıklarında görülen artış, özellikle ilk çevrimlerde meydana gelen dislokasyon oluşumundan kaynaklanmış olabilir. Dislokasyon oluşumundan dolayı martensitten östenite dönüşümün gerçekleşmesi için malzeme daha yüksek sıcaklıklara ısıtılmalıdır. İlk 4 çevrimden sonra ise dislokasyon oluşumu azaldığından dolayı dönüşüm sıcaklıklarındaki artış oranı düşmüş ve malzeme çevrimsel olarak daha kararlı hâle gelmiştir. Sağlanan bu döngüsel kararlılıktan yola çıkılacak olunursa, Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımı 105 °C servis sıcaklığına kadar eyleyici uygulamalarında yakın gelecekte kullanılabilecek ucuz ve uygun bir aday olabilir.



Şekil 5.3. Yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımının 105 °C ÜÇS kullanılarak 60 MPa gerilme altında 10 çevrim gerinim-sıcaklık davranışı

Çizelge 5.2. 60 MPa gerilme altındaki yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımının farklı termal çevrimlerinde elde edilen dönüşüm sıcaklıkları ε_{gkd} ve ε_{kal} değerleri

| Çevrim Numarası | M_f (°C) | $M_s(^{\circ}\mathrm{C})$ | $A_s(^{\circ}\mathrm{C})$ | A_f (°C) | E _{gkd} | $arepsilon_{kal}$ |
|--------------------|------------|---------------------------|---------------------------|------------|------------------|-------------------|
| 1 | -13 | 26 | 21 | 45 | 0.83 | 0.05 |
| 4 | 4 | 39 | 29 | 58 | 1.40 | 0.03 |
| 7 | 4 | 39 | 30 | 64 | 1.41 | 0.03 |
| 10 | 8 | 43 | 32 | 67 | 1.48 | 0.03 |

Eş basınçlı ısıtma-soğutma deneyleri kullanılarak ayrıca dinamik yaşlandırmanın döngüsel kararlılığa olan etkisi de araştırılmıştır. Yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ malzemesin 60 MPa sabit gerilme altında artan ÜÇS kullanılarak elde edilen gerinim-sıcaklık sonuçları Şekil 5.4'te gösterilmektedir. Farklı çevrimlerden hesaplanan dönüşüm sıcaklıkları, ε_{gkd} ve ε_{kal} değerleri ise Çizelge 5.3'te gösterilmiştir. İlk dört çevrim mümkün olduğunca yaşlandırma etkisinden uzak durmak için ÜÇS 120 °C değeri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. 4. çevrim sonucunda kararlılık hemen hemen sağlanmıştır. Bu durumdan dinamik yaşlandırmanın 120 °C'de etkili olmadığı sonucu çıkarılabilir. İlk dört çevrimde meydana gelen dönüşüm sıcaklıklarındaki artış bir önceki deneyde görüldüğü gibi ana fazın düzenliliğindeki artıştan kaynaklanmaktadır.


Şekil 5.4. Yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımının artan ÜÇS kullanılarak 60 MPa gerilme altında döngüsel gerinim-sıcaklık davranışı

Çizelge 5.3. 60 MPa gerilme altındaki yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımının artan ÜÇS için farklı termal çevrimlerinde elde edilen dönüşüm sıcaklıkları, ε_{gkd} ve ε_{kal} değerleri

| ÜÇS (°C) | Çevrim Numarası | <i>M</i> _f (°C) | <i>M</i> s (°C) | <i>A</i> s (°C) | <i>A</i> _f (°C) | \mathcal{E}_{gkd} (%) | $rac{arepsilon_{kal}}{(\%)}$ |
|----------|--------------------|----------------------------|--------------------|--------------------|-------------------------------|-------------------------|-------------------------------|
| 120 | 1 | -6 | 35 | 32 | 60 | 0.42 | 0.07 |
| 120 | 4 | 5 | 41 | 38 | 68 | 0.71 | 0.03 |
| 145 | 5 | 12 | 47 | 44 | 76 | 0.71 | 0.03 |
| 145 | 6 | 15 | 47 | 46 | 74 | 0.69 | 0.03 |
| 175 | 7 | 3 | 32 | 38 | 62 | 0.61 | 0.02 |
| 175 | 8 | 2 | 34 | 37 | 60 | 0.49 | 0.02 |
| 205 | 9 | -30 | 17 | 14 | 44 | 0.07 | 0 |
| | | | | | | | |

5. ve 6. çevrimde ÜÇS artırılmış ve bu çevrimler sırasında numuneler 145 °C sıcaklığına ısıtılmıştır. Dönüşüm sıcaklıklarında 6-8 °C bir artış meydana gelmiş olup ε_{kal} değerinde bir değişiklik olmamıştır. ε_{gkd} değerinde ise çok küçük bir düşüş gözlemlenmiştir. Bu azalış beynit oluşumunun başladığının bir göstergesidir. Bunun yanında, dönüşüm sıcaklıklarının artması, östenit fazının düzenliliğindeki artışın ve soğutma kaynaklı boşluklardaki azalışın, dönüşüm sıcaklıkları üzerinde beynit oluşumunun etkisine göre daha etkili olduğu sonucunun çıkarılmasına neden olmaktadır.

7. ve 8. çevrimler ise 175 °C ÜÇS kullanılarak gerçekleştirilmiş ve dönüşüm sıcaklıkları ile ε_{gkd} değerleri azalmıştır. Eş basınçlı ısıtma-soğutma deneyinde numuneler ÜÇS'de üç dakika bekletilmiştir. Hatırlatmak gerekirse, bu süre DSC deneylerinde ise bir dakikadır. Beynit oluşumu difüzyon kontrollü bir dönüşüm olduğu için zamanın artması dönüşüm hacim miktarını da artırmaktadır. Bu nedenle, yaşlandırmanın dönüşüm sıcaklıkları, ε_{gkd} ve ε_{kal} gibi şekil hafiza özelliklerine olan etkisinin eş basınçlı deneylerde DSC deneylerine göre daha fazla olduğu düşünülebilir. ÜÇS 175 °C iken eş basınçlı deneylerde dönüşüm sıcaklıklarının azalıp Çizelge 5.1'de görüldüğü gibi DSC testlerinde çevrim sayısına bağlı olarak artış gözlemlenmesi bu durumun bir göstergesidir.

Son olarak 205 °C ÜÇS kullanılarak yapılan 9. çevrimde dönüşüm sıcaklıkları ile ε_{gkd} değerlerinde çok büyük düşüşler gözlemlenmiştir ve martensit dönüşümü neredeyse yok olmuştur. Bu nedenle 9. çevrimden sonra deneye devam edilmemiştir.

ÜÇS değerinin ve bu sıcaklıkta bulunma süresinin yanında elde edilen sonuçlar gerilmenin de dinamik yaşlandırmayı ve dolayısıyla Cu-Al-Mn alaşımlarının çevrimsel kararlılığını etkileyen bir parametre olduğunu göstermiştir. Şekil 5.4'te görüldüğü gibi özellikle 5. çevrimden başlayarak numuneyi ÜÇS değerine ısıtıp o değerde bekleme esnasında gerinim değerlerinde bir artış meydana gelmiştir. Gerinimdeki bu artış ÜÇS artırıldığı zaman daha da belirgin hâle gelmiştir. Bu davranış, Takezawa ve Sato'nun Cu-Zn-Al ŞHA'yı detaylı olarak inceledikleri çalışmalarında [76] gerilme altında meydana gelen beynitik dönüşüm sırasında gerinimde gözlemlenen değişikliğe oldukça benzerdir. Takezawa ve Sato çalışmalarında martensitik dönüşümde olduğu gibi beynitik dönüşümün de kesme (shear) mekanizmasıyla oluştuğunu tespit etmişlerdir. Fakat martensitik dönüşümün aksine beynitik dönüşüm tersinmezdir. Bu çalışma ile birlikte Cu-Al-Mn ŞHA'da gerilme altında gerçekleşen beynitik dönüşümler sırasında oluşan gerinim artışı literatürde ilk defa gösterilmiştir.

5.3. Mikroyapısal Analizler

Şekil 5.5.a ve c'de yaşlandırılmış malzemede kendiliğinden konumlanmış (selfaccommodated) martensit yapısı görülmektedir. Yaşlandırılmış malzemenin tane boyutu, doğrusal kesiştirme metodu kullanılarak 900 µm olarak hesaplanmıştır. 60 MPa gerilme altında, 105 °C ÜÇS değeri kullanılarak 10 ısıtma-soğutma çevrimi geçirmiş alaşımda ise Şekil 5.5.b ve d'de görüldüğü gibi, göreceli olarak daha yönlenmiş martensit yapısı dikkat çekmektedir. Herhangi bir termo-mekanik işlem görmemiş numunede gözlemlenen kendiliğinden konumlanmış martensit yapısı termo-mekanik çevrimlerle birlikte daha yönlenmiş bir yapıya doğru değişim göstermiştir. Termo-mekanik çevrimlerin ŞHA'da yönlenmiş iç gerilme alanlarını oluşturup martensitin de şeklini hatırlayabileceği bir duruma getirmesi iki yönlü şekil hafiza etkisi oluşmasına katkı bulunduğu bilinmektedir [77]. Bowers ve diğerleri [78] aynı davranışı gerilme altında termal çevrim gerçekleştirdikleri NiTi alaşımları için gözlemlemiş ve elde edilen bu değişimi dislokasyonların birikiminden kaynaklanan iç gerilme alanlarına dayandırmıştır. Bu çalışmada da termo-mekanik çevrimlerle birlikte yönlenmiş martensit elde edilmiştir. Yönlenmiş martensit yapısından dolayı, martensit fazı östenite göre daha fazla iç gerinimlere neden olmaktadır. Bu durum da östenit-martensit arasında gerinim farkına neden olarak iki yönlü şekil hafıza etkisinin oluşmasına yol açmaktadır. Bütün bu bilgilerden yola çıkılacak olursa, bu alaşım herhangi bir gerilme uygulanmadan sadece soğutulur ve ısıtılırsa büyük bir olasılıkla eyleyici özelliği gösterecektir şeklinde yorum yapılabilir.



Şekil 5.5. (a), (c) Herhangi bir teste tâbi tutulmamış yaşlandırılmış malzemenin (b), (d) 60 MPa altında 105 °C sıcaklığa ısıtılarak termal çevrim uygulanan yaşlandırılmış malzemenin oda sıcaklığındaki optik mikroskop resimleri

60 MPa altında ÜÇS arttırılarak yapılan ve son ÜÇS değeri olarak da 205 °C değerinin kullanıldığı eş basınçlı ısıtma-soğutma deneyine maruz kalan çekme numunesinin optik mikroskop kullanılarak elden edilen resmi Şekil 5.6.a'da bulunmaktadır. Bu numunenin Şekil 5.4'te görüldüğü gibi son çevrimde neredeyse hiç martensitik dönüşüm göstermediğini hatırlamak gereklidir.

Şekil 5.6.a'da görülen iki farklı bölge daha sonra SEM kullanılarak daha yüksek büyltme ile görüntülenmiştir. Şekil 5.6.b'de tane içlerinde plaka tipi şekle sahip beynitin kalıntı martensitlerin arasında bulunduğu görülmektedir. Ayrıca bazı beynitlerin α fazına dönüştüğü saptanmıştır. Şekil 5.6.c'de ise tane sınırlarında sadece α fazının konumlandığı gözlemlenmektedir. Dinamik yaşlandırma ile oluşan beynit ve α fazı, martensitik dönüşümünü engellemektedir. Buna ek olarak, tane içlerinde kalıntı martensit yapısı ile beynitin birlikte bulunduğu tespit edilmiştir.

Döngüsel deneyin son çevriminde M_s sıcaklığı 17 °C olmasına rağmen mikroyapıda beynit fazı ile birlikte kalıntı martensit bulunması ilginç bir sonuçtur. 9. çevrimin sonucunda 205 °C'den oda sıcaklığına soğutulan numunede en son soğutma çevriminde tespit edilen M_s sıcaklığı oda sıcaklığından daha düşük olmasından dolayı normal olarak martensit fazı görülmemesi beklenmektedir. Kalıntı martensitin mikroyapıda görülmesinin nedeni olarak, beynit oluşumuyla birlikte martensitten östenite dönüşümün gerçekleşememesi ve dönüşemeyen martensitin kalıntı martensit olarak mikroyapıda kalması olarak düşünülmüştür.



Şekil 5.6. (a) Farklı ÜÇS kullanılarak 60 MPa altında termal çevrim uygulanan yaşlandırılmış malzemenin oda sıcaklığındaki optik mikroskop resmi, (b) Beynit bölgesinin (c) Kalıntı martensit + beynit bölgesinin SEM ile elde edilen daha yüksek büyütmeli resimleri

SEM analizleri sırasında matris (beynit ve α fazının bulunmadığı bölgeler) ve α fazı arasındaki kompozisyon farklılıklarını tespit edebilmek için EDX analizi yapılmış ve sonuçlar Çizelge 5.4'te sunulmuştur. Hem matris hem α fazı için 4 farklı noktadan alınan analiz sonuçlarının ortalaması alınmış ve standart sapması hesaplanmıştır. EDX sonuçları α fazının matrise göre yaklaşık % 5 (at.) daha fazla Cu içerdiğini göstermektedir. Dolayısıyla matristeki Cu oranı azalmaktadır. ÜÇS'nin artırılması ile α ve beynit fazlarının oluşumuyla meydana gelen Cu oranındaki bu azalış, dönüşüm sıcaklığının azalmasına neden olmaktadır.

| Element | Matris (at.%) | α fazı (at.%) |
|---------|----------------|----------------|
| Cu | 72.6 ± 0.2 | 77.9 ± 1.1 |
| Al | 16.6 ± 0.2 | 11.9 ± 0.6 |
| Mn | 10.8 ± 0.2 | 10.2 ± 0.8 |

Çizelge 5.4. α fazından elde edilen EDX analizi sonuçları

Dinamik yaşlandırmayla birlikte oluşan mikroyapısal değişimi daha iyi analiz edebilmek için, herhangi bir teste tabi tutulmamış ve farklı ÜÇS kullanılarak 60 MPa altında termal çevrim uygulanan yaşlandırılmış malzemelerin faz analizleri XRD ile yapılmış ve sonuçlar Şekil 5.7'de sunulmuştur. XRD ile elde edilen her bir pik üzerine bu pikin hangi atomik düzlemi ve kristal yapısını temsil ettiği yazılmıştır. Yaşlandırılmış numunede gözlemlenen pikler bu malzemede sadece 6M (9R) kristal yapısına sahip martensit fazı bulunduğunu göstermektedir. Diğer taraftan, farklı ÜÇS kullanılarak 60 MPa altında termal çevrim uygulanan yaşlandırılmış malzemede ise düzensiz yüzey merkezli kübik (ymk) yapıya sahip a fazının bulunduğu doğrulanmıştır. 205 °C gibi a fazının oluşumu için düşük kabul edilen sıcaklıklarda bu fazın görülmesi aslında beklenmedik bir durumdur. Fakat termal çevrimlerle birlikte gerilmenin de bulunması, beynit fazından a fazının oluşumu için bir itici kuvvet meydana getirmiş olabilir.

Beynit ve martensit fazı aynı kristal yapısına sahip olduklarından (6M veya 9R) iki faz için de elde edilen kırınım pikleri de aynı olmaktadır [58]. Bu nedenle XRD sonuçlarıyla bu iki fazı ayırmak oldukça zordur. Fakat Şekil 5.6.b'de bulunan SEM resminden martensit fazıyla birlikte beynit fazının bulunduğu açıkça görülmektedir.



Şekil 5.7. Oda sıcaklığında bulunan (a) herhangi bir teste tabi tutulmamış yaşlandırılmış malzemenin (b) farklı ÜÇS kullanılarak 60 MPa altında termal çevrim uygulanan yaşlandırılmış malzemenin XRD sonuçları

6. TANE BOYUTUNUN VE SOĞUK DEFORMASYONUN Cu73Al16Mn11 ŞEKİL HAFIZALI ALAŞIMININ ŞEKİL HAFIZA ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Bu çalışmada öncelikle soğuk haddeleme ve ardından yeniden kristalleşme işlemleri ile farklı tane boyutlarına sahip Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımları elde edilmiştir. Daha sonra farklı tane boyutlarına sahip malzemelerin mekanik ve şekil hafiza özelliklerini karşılaştırmak için tek eksenli çekme, süperelastisite ve eş basınçlı ısıtma-soğutma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca sadece soğuk deformasyona uğramış malzeme için de aynı deneyler tekrarlanmıştır. Böylelikle tane boyutu ve soğuk deformasyonun Cu-Al-Mn alaşımlarının özellikle eyleyici özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir.

6.1. Tane Boyutunu Kontrol Etme Çalışmaları

Tane boyutu kontrol çalışmaları Şekil 6.1'de şematik olarak gösterilen termo-mekanik işlemler kullanılarak gerçekleşirilmiştir. Öncelikle oda sıcaklığında %50 haddeleme işlemi uygulanmış malzeme 900 °C'de 3 saat homojenize edilmiştir. Homojenize edilmiş parçaların bir kısmı oda sıcaklığında %50 oranında, bir kısmı ise %70 oranında haddelenmiştir. %50 haddelenen malzeme farklı boyutlara kesilmiş ve bu parçalar 800 ile 950 °C arasındaki yeniden kristalleşme sıcaklıklarında farklı sürelerde tavlanmıştır. %70 oranında haddelenen malzeme ise sadece 950 °C'de çözündürme işlemine tabi tutulmuştur. Bütün malzemeler ayrıca son olarak 150 °C'de 20 dakika boyunca bekletilmiştir.



Şekil 6.1. Tane boyutunu kontrol etmek için gerçekleştirilen termo-mekanik işlemlerin şematik olarak gösterimi

Soğuk deformasyondan sonra yapılan tavlama işlemi boyuca mikroyapıda üç temel değişiklik gözlenmektedir. Bunlar sırasıyla toparlanma, yeniden kristalleşme ve tane büyümesi süreçleridir. Plastik deformasyon işlemi esnasında malzeme tarafından depolanan iç gerinim enerjisinin bir kısmı toparlanma sürecinde malzeme tarafından geri verilerek bir rahatlama sağlanır. Toparlanma süreci tamamlandıktan sonra taneler göreceli olarak hâlâ yüksek gerinim enerjisine sahip durumdadırlar. Yeniden kristalleşme ile birlikte gerinmesiz yeni eş eksenli taneler oluşmaya başlar. Böylece plastik deformasyondan önceki düşük dislokasyon enerjili yapıya dönüşüm gerçekleşir. Bu dönüşüm için itici güç, gerinmiş ve gerinmemiş malzeme arasındaki iç enerji farkıdır. Yeni taneler, küçük çekirdekler hâlinde oluşmaya başlar ve belli bir ısıtma sonucunda bütün malzemeyi oluşan yeni taneler kaplar. Yeniden kristalleşme tamamlandıktan sonra ise malzeme yüksek sıcaklıkta tutulmaya devam edilirse oluşan taneler büyümeye başlar ve zaman geçtikçe bu büyüme devam eder [79].

Bu çalışmadaki amaç olabildiğince küçük tane boyutunu elde etmektir. Bunu sağlarken de yeniden kristalleşmenin tamamlanması istenmektedir. Soğuk deformasyondan sonra yeniden kristalleşmenin tamamlanabilmesi için belli bir süre geçmesi gereklidir. Yeniden kristalleşme tamamlandıktan sonra tavlama devam ederse taneler büyümeye başlar.

Yeniden kristalleşmenin tamamlanmasının istenmesinin yanı sıra diğer bir hedef de mikroyapı içerisinde ikincil bir faz bulunmasını engellemektir. Şekil 2.10'da gösterilen Cu-Al- %10 (at.) Mn alaşımının faz diyagramında %16 Al oranına sahip alaşımlarda β tekli fazını oluşturmak için yaklaşık olarak 800 ile 950 °C sıcaklığa malzemenin ısıtılması gerektiği görülmektedir. 800 °C'nin altında ise α ikincil fazı oluşmaktadır. Bir malzeme firina konulduktan sonra ayarlanan sıcaklığa ulaşması malzemeninin boyutuna bağlı olarak belli bir vakit aldığı için bu sıcaklığa ulaşana kadar ikincil fazlar oluşmaktadır. Bu nedenle malzemenin ısıl işlem gördüğü kalan sürede bu ikincil fazların tamamen kaybolup malzemenin tek fazlı yapıya dönüşmesi gerekmektedir. α fazının mikroyapıda istenilmemesinin nedeni bu fazın martensite dönüşmemesidir. Cu-Al-Mn alaşımlarında yalnızca β östenit fazı martensite dönüşmekte ve ikincil fazların bulunması martensite dönüşen hacmi azaltmaktadır.

Bu tez kapsamında gerçekleştirilen soğuk deformasyon ve ardından yapılan yeniden kristalleşme tavı işlemlerinde genel amaç hem yeniden kristalleşmenin tamamlanmasını sağlayıp hem de ikincil fazların oluşmasını engelleyecek şekilde malzemeyi minimum sürede ısıtmaktır. Bu süre geçtikten sonra devam edilen ısıtma, tanelerin büyümesini sağlayacağı için olabildiğince aşırı ısıtmadan kaçınılmaya çalışılmıştır. Bunun için farklı boyutlardaki malzemelerle yeniden kristalleşme sıcaklığını ve süresini değiştirerek çalışmalar yapılmıştır ve küçük taneli yapıyı elde edebilmek için en uygun termo-mekanik işlemler bulunmaya çalışılmıştır.

Termo-mekanik işlemler görmüş alaşımların ortalama tane boyutları doğrusal kesişme yöntemi ile belirlenmiştir ve sonuçlar Çizelge 6.1'de gösterilmiştir. Tane boyutunun daha doğru olarak hesaplanabilmesi için olabildiğince çok sayıda veri incelenilmeye çalışılmıştır. Bundan dolayı her bir hesaplama için numunelerin yüzeyindeki birçok bölgeden alınan optik mikroskop resimlerinden faydalanılmıştır. Bazı alaşımların tane boyutları ise yeniden kristalleşme tamamlanmadığı için tespit edilememiştir. Çizelge 6.1'de uygulanan termo-mekanik işlemi, boyutu ve tane boyutu belirtilen malzemelerin bir çoğunun optik mikroskop resimi Şekil 6.2'de görülmektedir. Bu resimlerin şekil numaraları ve harfleri de çizelgede yer almaktadır.

| Termo-mekanik işlem | | | Boyut (mm x mm x mm) | Ortalama Tane Boyutu (µm) | Optik Mikroskop Resmi |
|---------------------|--------|-----------------------|-------------------------|------------------------------|-----------------------------|
| Homojenize edilmiş | | | | 900 | |
| | 800 °C | 5 dakika | 21x17x1 | - | Şekil 6.2.a |
| | | 15 dakika | 16x5x0.5 | 930 (α fazı var) | Şekil 6.2.b |
| | 850 °C | 3 dakika | 9x8x1 | - | Şekil 6.2.c |
| | 050 C | 5 dakika | 12x8x1 | 540 | Şekil 6.2.d |
| | | 1 dakika | 13x4x1 | / | Şekil 6.2.e |
| | | 2 dakika | 4x4x2 | - | Şekil 6.2.f |
| | 900 °C | 4 dakika | 6x5x2 | 335 | Şekil 6.2.g |
| | | 5 dakika | 10x5x1 | 675 | Şekil 6.2.h |
| 50% | | 5 dakika | 78x33x2 | 715 | |
| Soğuk | 950 °C | 15 saniye | 10x5x2 | | Şekil 6.2.i |
| Haddeleme | | 30 saniye | 10x5x2 | 215 | Şekil 6.2.j |
| + | | 30 saniye | 125x19x2 | - | Şekil 6.2.k |
| | | 1 dakika | 7.5x5x2 | 400 | |
| | | 1.5 dakika | 7.5x5x2 | 480 | |
| | | 1.5 dakika | 56x18x2 | 340 | Şekil 6.2.1 |
| | | 2 dakika | 9x5x2 | 520 | |
| | | 2 dakika (1) | 42x28x4 (yüzeyden) | 270 | Şekil 6.2.m |
| | | 2 dakika (1) | 42x28x4 (orta kesitten) | 240 | Şekil 6.2.n |
| | | 2 dakika (2) | 42x28x4 | 320 | Şekil 6.2.0 |
| 70% Soğuk | 950 °C | 1 dakika 5 saniye | 63x22x2.5 | - | Şekil 6.2.p |
| Haddeleme + | | 1 dakika 20 saniye | 63x22x2.5 | 260 | |

Çizelge 6.1. Farklı boyutlarda bulunan ve farklı terrmo-mekanik işlemler görmüş alaşımların ortalama tane boyutları

Homojenize edilmiş ve herhangi bir termo-mekanik işlem görmemiş alaşımın tane boyutu 900 µm olarak tespit edilmiştir. Şekil 6.2.a, c, f, i ve p'de optik resimleri görülen ve Çizelge 6.1'de ayrıntıları yer alan malzemelerde ise yeniden kristalleşmenin tamamlanmadığı gözlemlenmektedir. Daha düşük sıcaklıklarda yeniden kristalleşme yüksek sıcaklıklara göre daha uzun sürede tamamlanmaktadır. Şekil 6.2.e ve k'da ise toparlanmanın daha bitmediği gözlemlenmektedir. Dolayısıyla yeniden kristalleşme daha başlamamıştır.

42x28x4 mm³'lük 950 °C'de 2 dakika ısıl işlem görmüş (1) numunenin dışında bütün tane boyutu hesaplamaları numunelerin sadece yüzeylerinden elde edilen optik resimler kullanılarak yapılmıştır. Numune kalınlığı boyunca tane boyutu dağılımını gözlemlemek için yukarıda belirtilen numunenin orta kesitinden de (kalınlığı boyunca ikiye kesildekten sonra) tane boyutu (Şekil 6.2.n) hesaplanmıştır. Malzemenin iç kesimleri daha geç ısındığından dolayı tane büyümesi, bu bölgelerde dış yüzeylerdekine kıyasla daha geç olmaktadır. Bu nedenle orta kesitte daha küçük tane boyutu elde edilmiştir.



Şekil 6.2. Farklı terrmo-mekanik işlemler görmüş alaşımların optik resimleri (harflerin hangi termo-mekanik işleme ait mikroyapı olduğu Çizelge 6.1'de belirtilmiştir.)



Şekil 6.2. (devam) Farklı terrmo-mekanik işlemler görmüş alaşımların optik resimleri (harflerin hangi termo-mekanik işleme ait mikroyapı olduğu Çizelge 6.1'de belirtilmiştir.)

Çizelge 6.1'de yer alan bütün tane boyutları karşılaştırıldığı zaman en küçük tane boyutlarının 950 °C'de yapılan yeniden kristalleşme işlemleri sonucunda elde edildiği görülmektedir. 850 ve 900 °C'de yapılan yeniden kristalleşme işlemlerinde ikincil fazlardan kaçınmak için daha uzun sürelere ihtiyaç vardır. Fakat bu süre içerisinde de taneler

büyümektedir. Buna karşın 950 °C'deki ısıl işlemlerde tekli β fazı daha kısa sürede elde edilmektedir. Bu sıcaklıkta tane büyümesi daha hızlı olmasına rağmen ısıl işlemler daha küçük tane boyutu elde edilerek tamamlanabilmiştir.

Yeniden kristalleşme sıcaklığı ve süresinin yanı sıra tane boyutunu etkileyen bir diğer önemli etken de malzemenin boyutudur. Aynı ısıl işlem sıcaklığı ve süresi için daha büyük numunelerde daha küçük tane boyutları elde edilmiştir. Çünkü daha geniş hacimli bir numuneyi ısıtmak daha fazla zaman almakta ve tane büyümesi daha geç başlamaktadır. Örneğin 950 °C 2 dakika ısıl işlemiyle 9x5x2 mm³ boyutuna sahip numunede elde edilen tane boyutu, 42x28x4 mm³ boyutuna sahip malzemede elde edilen tane boyutunun yaklaşık iki katıdır.

Aynı ölçülere sahip iki numune (Çizelge 6.1'de (1) ve (2) olarak ifade edilmiş) deneyin tekrarlanabilirliğini test etmek için aynı termo-mekanik işlemlerden geçirilmiştir. Fakat ölçülen tane boyutları arasında küçük de olsa fark ortaya çıkmaktadır (270 ve 320 µm). Bu durum soğutma hızlarındaki farklardan ve/veya fırının kapağının açıldığı ve kapatıldığı zamanlar arasındaki süre farklarından bile kaynaklanmış olabilir. Malzemelerin mikroyapıları bu tür küçük değişikliklerden kolayca etkilenmektedir.

Homojenize edilmiş malzeme, %50 haddelemeden farklı olarak ayrıca %70 oranında da haddelenmiştir. 950 °C'de yapılan ısıl işlem için aynı tane boyutu, %70 oranında haddelenmiş malzemede % 50 haddelenmiş durumdaki malzemeye göre daha kısa sürede elde edilmiştir. Çünkü soğuk deformasyon oranı arttıkça yeniden kristalleşme hızı da artmaktadır. %70 oranında haddelenmiş aynı boyuta sahip parça 1 dakika 20 saniyeden farklı olarak ayrıca 1 dakika 5 saniye ısıl işlemden geçirilmiş fakat yeniden kristalleşme bu süre içerisinde başlamamıştır.

Yapılan termo-mekanik işlemlerin sonucunda bütün numunelerin içinde (mekanik incelemeler için numune kesecek kadar büyüklükte olan) elde edilen en küçük tane boyutu (260 µm) %70 haddelenmiş ve ardından 950 °C 1 dakika 20 saniye ısıl işlem görmüş "70CR-ST" şeklinde kısaltılan malzemeye aittir. Yapılan çalışmalarda, tane boyutunun malzemenin dayanımı ile süperelastisite ve eş basınçlı ısıtma-soğutma deneylerinde boyutsal kararlılığı üzerine olan etkisini incelemek için bu parça kullanılmıştır. Homojenize edilmiş ve ve 70CR-ST numunelerinin optik resimleri Şekil 6.3'te ayrıca sunulmuştur.



Şekil 6.3. (a) Homojenize edilmiş (b) 70CR-ST numunelerinin oda sıcaklığındaki optik mikroskop resimleri

6.2. Soğuk Deformasyon

Soğuk deformasyonun Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ ŞHA'nın şekil hafıza özelliklerine olan etkisini incelemek için homojenize edilmiş malzeme oda sıcaklığında %10 oranında haddelenmiştir. Elde edilen malzeme daha önce de belirtildiği gibi "10CR" ismiyle bu tezde kullanılmaktadır.

Tavlama işlemi gerçekleştirilmeden soğuk deformayon miktarı arttırılırsa oluşan dislokasyonlar, ikiz sınırlarının hareketini engellediği için malzemelerin sünekliği azalır [80]. Bundan dolayı, soğuk deformasyon oranı %10 ile sınırlandırılmıştır. Cu-Al-Mn alaşımlarında dislokasyonların istenmeyen etkisini azaltmak için tavlama işlemi yaklaşık olarak 200 ile 750 °C arasında gerçekleştirilebilir. Fakat bu tez kapsamında kullanılan kompozisyon gibi Al oranı %16-18 at. arasında ve Mn oranı da %8 at.'den fazla olan kompozisyonlarda 200 ile 400 °C arasında beynitik dönüşüm görülmekte ve 400 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ise α fazı oluşmaktadır [46,47]. Bu fazların oluşması da martensite dönüşen hacim miktarını azaltmaktadır. Bu sebepten, çalışma sırasında soğuk deformasyondan sonra tavlama yapılmamıştır.

6.3. DSC Analizi

70CR-ST, 10-SH malzemeleri homojenize malzemeyle birlikte belli bir kararlılığa ulaşmaları için 150 °C'de 20 dakika yaşlandırılmış ve ardından suda soğutulmuştur. Daha

sonra bu malzemelerden kesilen numunelerin dönüşüm sıcaklıklarını ve termal çevrimsel kararlılıklarını incelemek için 5 çevrim DSC testleri gerçekleştirilmiştir. Öncelikle numuneler 120 °C ÜÇS'ye ısıtılmıştır. Daha sonra -50 °C ile 120 °C arasında toplam beşer kez soğutma ve ısıtma çevrimleri gerçekleştirilmiştir.

Sekil 6.4.a'da görüldüğü gibi yaşlandırılmış numunenin termal kararlılığı oldukça iyidir. DSC testlerinden elde edilen dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm histerisizi değerleri Çizelge 6.2'de ayrıca sunulmuştur. 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin dönüsüm sıcaklıkları ise 1. çevrimden 5. çevrime kadar yaklaşık olarak 5 °C artmıştır. 150 °C sıcaklıkta 20 dakika süre boyunca yapılan yaşlandırma işlemi bu numunelerde düzenliliğin kararlı bir duruma gelmesine yetmemiş olabilir. Aynı zamanda 10CRyaşlandırılmış numunesinde DSC çevrimlerindeki ısıtma çevrimleri sırasında, dislokasyon tavlanmasının gerçekleşmesi de dönüşüm sıcaklıklarındaki artışın nedeni olabilir. 10CRyaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerinin DSC testlerinde çevrimler boyunca dönüşüm sıcaklıkarı artsa bile son çevrimlerde elde edilen dönüşüm sıcaklıkları yaşlandırılmış numunenin dönüşüm sıcaklıklarına göre hâlâ düşük seviyededir. Mikroyapıda bulunan dislokasyonlar, martensit fazını elde edilmesi için daha fazla soğumayı gerektirmesinden dolayı 10CR-yaşlandırılmış numunesinde dönüşüm sıcaklakları yaşlandırılmış numuneye göre daha düşük olmaktadır. 70CR-ST-yaşlandırılmış numunede ise yaşlandırılmış malzemeye göre daha fazla tane ve dolayısıyla daha fazla tane sınırı bulunmaktadır. Tane sınırları dönüşüm bariyerleri olarak rol aldıklarından dolayı dönüşümü zorlaştırmaktadır. Bu nedenle bu numunenin dönüşüm sıcaklıkları da daha büyük tanelere sahip olan yaşlandırılmış numuneye göre daha düşük olmaktadır [16].



Şekil 6.4. Yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin DSC davranışları

Çizelge 6.2'de gösterilen $A_f - M_s$ ile ifade edilen termal histerisiz değerleri ise bütün numunelerde birbirine çok yakındır. Aynı zamanda bu değerler yapılan beş çevrim sonucunda da çok değişmemiştir. Bu durum yapılan termo-mekanik işlemlerin termal histerisizi pek etkilemediğini göstermektedir. Termal histerisizin 15 °C gibi bir şekil hafiza alaşım için düşük sayılabilecek bir değerde olması da eyleyici uygulamaları için önemli bir avantajdır. Çünkü uygulama sırasında ısıtma ve soğutma sıcaklıkları arasında çok fark bulunmaması bu işlemleri gerçekleştirmek için harcanan enerji miktarını düşürmektedir. Böylece maliyet azalmaktadır.

| Numunenin İsmi | Çevrim Sayısı | <i>M</i> _f (°C) | <i>M</i> s (°C) | As (°C) | A _f (°C) | Termal Histerisiz (°C) $(A_f - M_s)$ |
|----------------------|------------------|----------------------------|--------------------|------------|------------------------|--|
| Yaşlandırılmış | 1 | 13 | 32 | 28 | 48 | 16 |
| | 5 | 12 | 32 | 27 | 46 | 14 |
| 10CP veslendurilmus | 1 | -1 | 16 | 16 | 29 | 13 |
| 10CK-yaşıandırınınış | 5 | 5 | 21 | 21 | 34 | 13 |
| 70CR-ST- | 1 | 5 | 18 | 18 | 33 | 15 |
| yaşlandırılmış | 5 | 10 | 22 | 26 | 38 | 16 |

Çizelge 6.2. Homojenize edilmiş, yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-STyaşlandırılmış numunelerin 1. ve 5. DSC çevrimlerinden hesaplanan dönüşüm sıcaklıkları ve termal histerisiz değerleleri

6.4. Sabit Sıcaklık Tek eksenli Çekme Analizleri

Farklı termo-mekanik işlem görmüş malzemelerin hem martensit fazındaki hem de östenit fazındaki dayanımlarını ölçmek için sabit sıcaklıkta tek eksenli çekme deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deneyler (M_f -10) °C ve (A_f +20) °C sıcaklıklarında gerçekleştirilmiştir. Bu sıcaklıklar malzemelerin ilk DSC testlerinde elde edilen dönüşüm sıcaklıklarına göre belirlenmiştir.

ŞHA'da tek eksenli çekme testi malzeme ilk durumda martensit fazındayken yapılırsa belli bir gerilme değerine kadar martensit fazı elastik olarak uzar. Kendiliğinden konumlanmış martensit yapıları kritik bir gerilme değerinden sonra yeniden konumlanmaya başlar ve martensit varyantlarından hangisi çekme yönünde bulunmaya daha uygun ise o varyant malzeme içerisinde daha baskın olarak yer alır. Bu gerilme değeri "martensitin yeniden konumlandırılmasının başladığı kritik gerilme" olarak adlandırılır. Gerilme-gerinim grafiğinde eğimin ilk değişmeye başladığı bölge bu gerilmenin tespiti için kullanılabilir. Şekil 6.5.a'da sounuçları görülen (M_f -10) °C sıcaklıklarındaki yapılan çekme testlerine göre 10CR-yaşlandırılmış numunesinde bu gerilme değeri diğer numunelere göre daha yüksektir. Yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerindeki bu kritik gerilme değeri ise birbirine oldukça yakındır. Bunun yanında, 10CR-yaşlandırılmış numunesinde martensitin 76

fazının akma gerilmesi 70CR-ST-yaşlandırılmış numunesinin akma gerilmesi kadar yüksek değildir.

Malzemelerin süperelastisite davranışları için (A_f +20) °C sıcaklığında yapılan ve sonuçları Şekil 6.5.b'de gösterilen tek eksenli çekme deneyleri daha önemlidir. Çünkü ŞHA'nın süperelastisite özelliğinden faydalanmak için numune gerilme uygulanmadan önce östenit fazında olmalıdır. σ_{SIM} (martensitin elde edildiği gerilme değeri) ile σ_Y^M (martensitin akma dayanımı) arasındaki gerilme farkı ($\Delta\sigma$) malzemelerin dayanımının bir ölçüsü olarak kabul edilir [81]. Bu değerlerin gerilme-gerinim grafiğinden nasıl elde edildiği yaşlandırılmış numunenin sonuçlarından yola çıkılarak Şekil 6.5.b'de gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlar ise Çizelge 6.3'te ayrıca sunulmuştur. Bu değerlerin elde edilişi Şekil 6.5.a'daki martensitin yeniden konumlandırılmasının başladığı kritik gerilme ile martensit fazının akma gerilmesinin grafikten elde edilmesiyle aynı temele dayanmaktadır. Tek fark ilk durumaki malzemelerin bulundukları fazdır. İlk durumda malzeme martensit fazında ise gerilme belli bir değere ulaşınca martensitin yeniden oryantasyonu başlamakta iken malzeme ilk durumda östenit ise gerilme kaynaklı martensit dönüşümü olmaya başlar. İkinci durumda yükleme bırakılırsa dönüşüm gerinimi tekrar kazanılarak malzeme eski haline dönebilirken ilk durumda malzeme eski şekline geri dönememektedir.



Şekil 6.5. Yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin (a) (M_f-10) °C (b) (A_f+20) °C sıcaklıklarında elde edilen gerilme-gerinim grafikleri

Çizelge 6.3. Yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numuneleri için Şekil 6.5.b'den hesaplanan σ_{SIM} , (martensitin elde edildiği gerilme değeri) σ_Y^M (martensitin akma daynımı) ve $\Delta\sigma$ (σ_Y^M ile σ_{SIM} arasındaki gerilme farkı)

| Numunenin ismi | σ_{SIM} (MPa) | σ_Y^M (MPa) | Δσ (MPa) | |
|------------------------|----------------------|--------------------|----------|--|
| Yaşlandırılmış | 150 | 380 | 230 | |
| 10CR-yaşlandırılmış | 320 | 520 | 200 | |
| 70CR-ST-yaşlandırılmış | 270 | 735 | 465 | |

 $(A_f + 20)$ °C sıcaklığında yapılan çekme testlerinde soğuk deformasyondan kaynaklanan dislokasyon artışı östenitten martensite dönüşümü zorlaştırmıştır. Aynı şekilde, tane

sınırlarındaki artış da östenit-martenist ara yüzeylerinin hareketini sınırlandırmıştır. Bundan dolayı hem 10CR-yaşlandırılmış numunesinin hem de 70CR-ST-yaşlandırılmış numunesinin σ_{SIM} değerleri yaşlandırılmış numunenin σ_{SIM} değerinden daha yüksektir.

Şekil 6.5.b'de görüldüğü gibi %10'luk bir soğuk deformasyon malzemeyi oldukça kırılgan hâle getirmiştir. Şekildeki okla gösterilen bölgede ŞHA'da martensitin ikizlenmelerinin bozulması beklenmektedir. Fakat, 10CR-yaşlandırılmış numunesinde bu durum gerçekleşmeyip malzeme erken kırılmaktadır. Böylece malzeme tam olarak σ_Y^M değerine ulaşamamaktadır ve malzemenin $\Delta \sigma$ değeri küçük olmaktadır.

Testi gerçekleştirilen üç numune arasında σ_Y^M (735 MPa) değeri en yüksek olan 70CR-STyaşlandırılmış numunesidir. Tane boyutunun küçülmesiyle birlikte kaymanın gerçekleştiği kritik kesme gerilmesinin arttığı gözlenmektedir ve bu artış soğuk deformasyonun σ_Y^M üzerine etkisine göre daha fazla olmuştur. σ_Y^M değerinin büyük olması $\Delta \sigma$ değerinin de büyük olmasına neden olmuştur.

6.5. Süperelastisite Analizleri

Artırımlı gerinimlerin uygulandığı süperelastisite testlerinde deney sıcaklığı olarak (A_f +20) °C seçilmiştir. Süperelastisite özelliğinin görülebilmesi için ŞHA, östenit fazında olmalıdır. Diğer yandan, seçilen sıcaklıktan daha yüksek sıcaklıklarda deney yapılırsa, alaşımın martensit fazına dönüşemeden östenit fazında iken plastik deformasyona uğrama riski vardır. Bu nedenle deney, (A_f +20) °C sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Numuneler sırasıyla %1, %2, %3, %4, %5, %6, %8 ve %10 çekme gerinmesi ile çekilmiştir ve her bir gerinim uygulandıktan sonra uygulanan gerinim kaldırılmıştır. Yapılan yükleme gerinim kontrollü iken yükleme boşaltımı yük kontrollü olarak yük 0 N'a ininceye kadar yapılmıştır. Elde edilen gerilme-gerinim grafikleri Şekil 6.6'da görülmektedir. Diğer iki numuneden farklı olarak 10CR-yaşlandırılmış numunesi %10'luk gerinim değeri uygulanmadan önce %8'lik gerinim uygulandığı esnada kırılmıştır.



Şekil 6.6. (a) Yaşlandırılmış (b) 10CR-yaşlandırılmış (c) 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin (A_f+20) °C sıcaklığındaki süperelastisite davranışları

Uygulanan gerinime bağlı olarak Şekil 6.6'daki her bir grafikten elde edilen ε_{kal} değerleri Şekil 6.7'de karşılaştırmalı olarak ayrıca gösterilmiştir. 10CR-yaşlandırılmış numunesi üç numune arasında ε_{kal} değerleri en yüksek olan malzemedir. Diğer iki numunenin aynı uygulanan gerinime karşılık gelen ε_{kal} değerleri ise birbirine oldukça yakındır. Tane boyutu küçülmesiyle birlikte malzemenin dayanımı artmış olsa bile süperelastisite davranışları sırasında elde edilen ε_{kal} değeri azalmamıştır. Aslında ilk bakışta tane boyutunun küçülmesi dislokasyon kayması için kritik kesme gerilmesini arttırdığından, termo-mekanik çevrimler boyunca dönüşümden kaynaklı oluşan kusurların azalacağı düşünülmektedir [16]. Fakat bakır bazlı ŞHA'da, tane sınırı alanlarının artması bu alaşımların sahip oldukları yüksek elastik anizotropiden dolayı gerilme konstantrasyonlarına neden olmaktadır. Bu sebeple de taneler arası kırılma meydana gelmektedir [82]. Özellikle tanelerin üçlü kesişim noktalarında gerinim uyuşmazlığından kaynaklanan gerilme yığılmalarının, malzeme üzerindeki olumsuz etkisi tane küçülmesinden kaynaklı dayanım artışının olumlu etkisini baskılamaktadır. Bundan dolayı, süperelastisite testlerinde 70CR-yaşlandırılmış numunede elde edilen geri kazanılabilirlik yaşlandırılmış numuneye göre daha fazla değildir.

Süperelastisite testleri sonucunda ε_{kal} değerinin soğuk haddelenmiş numunede diğer numunelere göre daha yüksek olmasının nedeni numunelerdeki dislokasyon yoğunluğu miktarı ile ilişkilidir. Soğuk deformasyonla birlikte oluşan yüksek dislokasyon yoğunluğu, östenit ve martensit ara yüzeyinin hareketliliğini kısıtlamaktadır. Bu nedenle martensitik dönüşüm yerine plastik deformasyon meydana gelmektedir.

 σ_{SIM} değeri ve süperelastiste aşamasındaki gerilme-gerinim eğrisinin eğimi ise 70CRyaşlandırılmış numunesinde, sadece yaşlandırılmış numuneye göre daha büyüktür. σ_{SIM} değerinin büyük olması tek eksenli çekme testlerinden elde edilen sonuçlarla uyumludur. Aynı şekilde, 70CR-yaşlandırılmış numunesinde martensitik dönüşüm sırasında, aynı gerinim değerine karşılık gelen gerilme miktarı, yaşlandırılmış numuneye kıyasla daha fazla olduğu için gerilme-gerinim eğrisinin eğimi de daha büyük olmaktadır.



Şekil 6.7. Yaşlandırılmış, 10CR-yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numuneleri için Şekil 6.6'dan hesaplanan uygulanan gerinime karşılık gelen kalıntı gerinim (ε_{kal}) değerleri

6.6. Eş Basınçlı İsıtma-Soğutma Analizleri

Eş basınçlı ısıtma-soğutma deneyleri, 20 MPa artırımlı şekilde 40 MPa ile 140 MPa arasındaki çekme gerilmeleri altında gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.8, yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numuneleri için elde edilen gerinim-sıcaklık sonuçlarını göstermektedir. Ayrıca 10CR-yaşlandırılmış numunesinin de eş basınçlı deneyi gerçekleştirilmiştir. Fakat bu deney sırasında farklı gerilme değerleri altında herhangi bir dönüşüm gerinimi tespit edilmediğinden sonuçlar burada gösterilmemiştir. %10 soğuk haddelemeyle birlikte artan dislokasyon yoğunluğunun, martensitin yeniden oryante olmasını engellemesinin bu sonuca neden olduğu düşünülmektedir. Böylece, martensitin ve östenitin gerinimleri arasında pek bir fark olmamakta ve dönüşüm gerinimi tespit edilememektedir.



Şekil 6.8. (a) Yaşlandırılmış (b) 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerin artan sabit gerilmeler altındaki gerinim-sıcaklık davranışları

Şekil 6.8'deki her bir ısıtma-soğutma çevriminden hesaplanan ε_{gkd} ve ε_{kal} değerleri uygulanan gerilmenin bir fonksiyonu olarak Şekil 6.9.a'da gösterilirken, yine her bir çevrimden hesaplanan termal histerisiz değerleri Şekil 6.9.b'de sunulmuştur.



Şekil 6.9. Uygulanan gerilmenin bir fonksiyonu olarak (a) geri kazanılan dönüşüm gerinim (ε_{gkd}) ve kalıntı gerinim (ε_{kal}) (b) termal histerisiz değerleri

Eş basınçlı ısıtma-soğutma deneylerinde 70CR-ST-yaşlandırılmış numunesinin ε_{kal} değerleri süperelastisite testlerinden farklı olarak yaşlandırılmış numuneden daha azdır. Yine aynı şekilde her gerilme altındaki termal histerisiz değeri 70CR-ST-yaşlandırılmış numunesinde daha azdır.

Şekil 6.7 ve Şekil 6.9.a'dan tane küçülmesinin, izobarik testlerde ε_{kal} değerlerinde azalmaya neden olduğu, süperelastisite testlerinde ise boyutsal kararlıkta herhangi bir gelişmeye sebep olmadığı gözlemlenmektedir. ε_{kal} değerlerindeki bu çelişkili sonuçlar deneyler sırasındaki gerilme farklılıklarına dayandırılmaktadır. Süperelastisite testlerindeki yüklemeler gerinim kontrollüdür ve sıcaklık etkisinden bağımsız olarak gerçekleşen martensitik faz dönüşümü eş basınçlı deneylere göre daha yüksek gerilme değerlerinde başlamıştır. Örneğin 70CR-STyaşlandırılmış numunesi için süperelastisite testinde martensit dönüşümü yaklaşık olarak 300 MPa'da başlarken, eş basınçlı deneylerinde en yüksek 140 MPa altında ısıtma ve soğutma yardımıyla dönüşüm olmaktadır.

Es basınclı ve süperelastisite testlerinde elde edilen sonuçların farklı olmasını daha iyi açıklayabilmek için Şekil 6.10'da gsunulan şematik hazırlanmıştır. Bu grafik, yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numuneleri için uygulanan gerilmeye bağlı olarak tane sınırlarında oluşan gerilmelerin niteliksel eğilimini göstermektedir. Tane boyutunun küçülmesi, hem düşük hem de yüksek gerilmeler altında malzemenin plastik deformasyona karşı direncini artırmaktadır. Bundan dolayı, daha küçük tane boyutlarına sahip 70CR-STyaşlandırılmış numunesi malzemeye uygulanan gerilmeden bağımsız olarak bağımsız olarak yaşlandırılmış numuneden daha yüksek akma dayanımına sahip olmaktadır. Fakat bakır bazlı ŞHA'nın sahip olduğu yüksek elastik anizotropiden dolayı, dönüşüm sırasındaki yüksek gerilme değerleri daha fazla tane sınırlarına sahip malzemede daha fazla gerilme yığılmasına neden olmaktadır. Sonuç olarak, tane boyutu küçülmesinin güçlendirici etkisi izobarik ısıtma-soğutma deneylerinde aynı ε_{gkd} değerlerini elde etmek için daha düşük gerilme uvgulandığından dolayı boyutsal kararlılığı artırmıştır. Buna karşın, süperelastisite testlerinde yüksek gerilme yığılmalarının boyutsal kararlılık üzerindeki olumsuz etkisi tane etkisini baskıladığından küçülmesinin olumlu değerlerinde bir gelisme \mathcal{E}_{kal} gözlemlenmemiştir.



Şekil 6.10. İzobarik ısıtma-soğutma ve süperelastisite testlerindeki geri dönüşebilirlik kabiliyetinin farklı olmasının nedenini gösteren şematik bir temsil

DSC testlerinde yaşlandırılmış ve 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerinin termal histerisiz değerleri birbirine oldukça yakın iken eş basınçlı deneylerde 70CR-ST-yaşlandırılmış numunelerinin termal histerisiz değerleri daha düşük çıkmıştır. Bunun nedeni DSC testlerinden doğrudan dönüşümün entalpisine bağlı olarak dönüşüm sıcaklıkları hesaplanırken, eş basınçlı deneylerde gerinimdeki değişiklikler temel alınarak dönüşüm sıcaklıkları sıcaklıkları hesaplanmaktadırm [83].

Her iki numunede de 40 MPa altında ε_{kal} neredeyse görülmediğinden bu gerilme altındaki her iki numunenin de termal histerisiz değerleri birbirine yakındır. Fakat gerilme değeri 100 MPa değerine çıkarıldığı zaman yaşlandırılmış numunede nispeten önemli bir ε_{kal} (%0.26) oluşmaktadır. 70CR-ST-yaşlandırılmış numunesinde ise aynı değer %0.06'dır. ε_{kal} değerlerindeki bu farktan dolayı termal histerisiz değerleri arasındaki fark da artmış ve 13 °C değerine çıkmıştır. 70CR-ST-yaşlandırılmış numunesinin dayanımı daha fazla olduğu için dislokasyon kaymalarına karşı direnci daha fazladır. Bu nedenle enerji harcanımı ve dolayısıyla termal histerisiz değeri de dayanımı daha az olan yaşlandırılmış numuneye göre daha düşük olmaktadır [84].



7. SONUÇ VE ÖNERİLER

Öncelikle Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımı için yaşlandırmanın ana fazın düzenliliğine ve dolayısıyla dönüşüm sıcaklıklarına etkisi incelenmiştir. Bu tezde daha sonra, eyleyici uygulamalarında boyutsal kararlılığını görebilmek için yaşlandırılmış Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ ŞHA'nın termo-mekanik döngüsel davranışları araştırılmıştır. Gerilmeden bağımsız ve gerilme altında ısıtma-soğutma deneyleriyle malzemeler farklı üst çevrim sıcaklıklarına (ÜÇS'lere) ısıtılarak dinamik yaşlandırmanın etkisi incelenmiştir. ÜÇS 105, 120, 145, 175 ve 205 °C seçilmiş ve sonuçların değerlendirilmesi bu sıcaklıklarda oluşabilecek mikroyapısal değişimler dikkate alınarak yapılmıştır.

Tez kapsamında son olarak Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ ŞHA'da tane boyutunun ve soğuk deformasyonun alaşımın şekil hafiza özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Tane boyutunun kontrolü soğuk deformasyon ve ardından gerçekleştirilen yeniden kristalleşme işlemleri ile sağlanmıştır. Tane boyutu 900 μ m olan yaşlandırılmış malzemenin tane boyutu termo-mekanik işlemlerle 260 μ m'ye indirgenmiştir ve Çizelge 7.1'deki gibi mekanik özelliklerde iyileşme sağlanmıştır.

| Test | Mekanik Özellik | Yaşlandırılmış (900 µm) | 70CR-ST- yaşlandırılmış (260 µm) | |
|---|-------------------------|----------------------------|--|--|
| (A_f+20) °C | σ_{SIM} (MPa) | 150 | 270 | |
| sıcaklığında gerceklestirilen tek | σ_Y^M (MPa) | 380 | 735 | |
| eksenli çekme testi | $\Delta\sigma$ (MPa) | 230 | 465 | |
| Eş basınçlı ısıtma- soğutma testi (120 MPa altında) | ε _{kal} (%) | 0.61 | 0.12 ± 0.06 | |
| Eş basınçlı ısıtma- soğutma testi (140 MPa altında) | ε_{kal} (%) | 0.56 | 0.19 ± 0.06 | |

| Cizelge 7.1. | Tane boy | utu küc | ültmesiv | le mekanik | özelliklerde | görülen | değisiklikler |
|--------------|----------|---------|--|------------|--------------|---------|---------------|
| 7 | | | ······································ | | | 0 | |

Ayrıca, bütün çalışmalar sonucunda deneysel veriler sonucunda aşağıdaki çıktılar elde edilmiştir:

- Homojenizasyondan sonraki hızlı soğutma sırasında β₂→L2₁ dönüşümü tamamlanamadığından östenit fazı bulunduğu sıcaklıkta sahip olması gereken düzenliliğe tam olarak erişememiştir.
- 2) Yaşlandırmadan sonra havada soğutma yapılan numunelerde, ana fazın düzenliliğininin tam olarak sağlanmadığı, DSC testlerindeki ısıtma sırasında gözlemlenen endotermik dönüşümlerden anlaşılmıştır. Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımlarında düzenlilik dönüşümünün 100-160 °C sıcaklıkları arasında gerçekleştiği tespit edilmiştir.
- 3) Düzenliliğin artmasıyla birlikte faz dönüşüm sıcaklıklarında artış gözlemlenmiştir. Düzenliliğin istenilen seviyeye çıkmasını sağlayan en etkili yaşlandırma yöntemi, 150 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen ve sonrasında suda soğutmanın yapıldığı yaşlandırma işlemidir.
- 4) ÜÇS değerine göre, alaşım iki farklı gerinim davranışı sergilemiştir. ÜÇS 105, 120 ve 145 °C seçildiğinde ε_{gkd} çevrimler boyunca kararlı olmuştur. Fakat 175 °C ÜÇS'ye çıkıldığında ε_{gkd} çevrimlerle birlikte azalmıştır. ÜÇS olarak 205 °C seçildiğinde ise dönüşüm tamamen yok olduğundan, dönüşüm gerinimi de elde edilememiştir. Sonuç olarak, özellikle 145 °C'nin üzerine çıkılmayan eyleyici uygulamaları için çevrimsel kararlılık sağlanabildiğinden, Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımları uygun bir tercih olabilir.
- 5) Mikroyapısal incelemeler, dinamik yaşlandırma etkisi ile birlikte beynit ve α fazının oluştuğu ve bunun sonucunda martensit-östenit arası sınırların hareketliliğinin azalması nedeniyle martensitik dönüşümün yok olduğunu göstermiştir.
- 6) ÜÇS değerine ve ÜÇS'de bulunma süresine ek olarak gerilmenin de beynitik dönüşümü tetikleyen diğer bir unsur olduğu tespit edilmiştir. Gerilme, beynitik dönüşüm boyunca gözle görülebilir şekil değişikliğine sebep olan bir faktör olmuştur ve ÜÇS arttıkça bu etkisini de giderek artırmıştır.

- 7) ÜÇS değerine bağlı olarak dönüşüm sıcaklıklarındaki değişimin, dislokasyon ve/veya beynit oluşumundan ve östenit fazının düzenliliğindeki değişimden kaynaklandığı görülmüştür. ÜÇS, 105, 120 ve 145 °C seçildiğinde östenitin düzenliliğindeki artış veya gerilme altındaki dislolasyon yoğunluğundaki artıştan dolayı dönüşüm sıcaklıkları artmıştır. Buna karşın, 175 ve 205 °C ÜÇS'lerde dönüşüm sıcaklıkları beynit oluşumu nedeniyle azalmıştır. Sonuç olarak, beynit oluşumu, östenitin düzenliliğindeki değişim veya dislokasyon oluşumu mekanizmalarından hangisi veya hangileri daha baskınsa Cu-Al-Mn alaşımlarında dönüşüm sıcaklıkları da o yönde bir değişim sergilemektedir.
- 8) Oda sıcaklığındaki %50 haddelemeden sonra 850, 900 ve 950 °C'de gerçekleştirilen ısıl işlemler karşılaştırıldığı zaman, en başarılı tane boyutunu küçültme işleminin 950 °C'de yapılan ısıl işlemlerde gerçekleştiği görülmüştür. Çünkü bu sıcaklıkta tanelerin büyümesi sırasında ikincil faz oluşumu gerçekleşmemiştir. Oda sıcaklığında homojenize edilmiş numuneye yapılan % 70 haddeleme ve ardından 950 °C'de 1 dakika 20 saniye yapılan ısıl işlem sonucu %70 oranında tane boyutunda küçülme elde edilmiştir.
- 9) Tane boyutundaki küçülme malzemenin dayanımını oldukça arttırmıştır. Malzemenin dayanımının bir ölçüsü olan $\Delta \sigma$ değeri 70CR-ST-yaşlandırılmış numunede yaşlandırılmış numunenin yaklaşık olarak iki katı olarak tespit edilmiştir. %10 oranında yapılan soğuk deformasyon sonucunda ise $\Delta \sigma$ değeri artmamıştır. Süperelastisite testlerinin sonucunda oluşan ε_{kal} değerlerinin fazla olması ve eş basınçlı deneyler sırasında herhangi bir dönüşüm gerinimin gözlenmemesi sadece soğuk deformasyon işleminin Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımlarının şekil hafiza özelliklerini geliştirmede faydalı olmadığını göstermiştir.
- 10) Tane boyutundaki küçülme süperelastisite özelliğini geliştirmede herhangi bir etkisi olmamıştır. Fakat eş basınçlı ısıtma-soğutma deneylerindeki boyutsal kararlılığı arttırmıştır. İki mekanizmanın bu durum üzerinde etkili olduğu düşünülmektedir. Taneler içerisindeki gerilme miktarına göre bu mekanizmadan biri diğerine göre baskın olmaktadır. Daha yüksek gerilmenin olduğu süperelastisite testlerinde, büyük tanelerden kaynaklanan tane sınırları alanındaki azalma geri dönüşülebilirliği

artırmakta iken daha düşük gerilmelerin olduğu eş basınçlı deneylerde tane boyutunun büyümesiyle dayanımdaki azalma geri dönüşülebilirliği azaltmaktadır.

Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımlarda çevrimsel kararlılığı sağlamak için mutlaka ön bir düşük sıcaklık yaşlandırması yapılmalıdır. 150 °C'nin yaşlandırma için en uygun sıcaklık olduğu görülmekle birlikte mutlaka bu ısıtma işleminden sonra malzeme suda soğutulmalıdır. Havada yapılan soğutmalar çevrimsel kararlılığı sağlamaya yeterli olmamaktadır.

ŞHA'nın süperelastisite özelliğinin kullanıldığı uygulamalarda tane küçültmenin Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ alaşımında mekanik özellikleri geliştirmede faydalı olmadığı tespit edilmiştir. Bunun yerine, tane boyutlarını kullanılan malzemenin çapı veya kalınlığına eşit oluncaya kadar büyütmek, tane sınırlarını azaltacağından süperelastisite özelliğini artırmak için daha etkili olacaktır.

Eyleyici olarak kullanılan Cu₇₃Al₁₆Mn₁₁ ŞHA'da boyutsal kararlılığı arttırmak için ise tane boyutunu küçültme yöntemi kullanabilir. Fakat bu durumda, malzemenin eyleyici geriniminde bir miktar düşüş göze alınmalıdır. Ayrıca bu alaşımlar eyleyici olarak kullanıldıklarında 145 °C sıcaklığın üzerine ısıtılmalıdır. Çünkü bu sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda beynit ve α fazları oluşumuyla birlikte malzemenin mikroyapısı ve mekanik özellikleri değişmeye başlamakta ve belli süre sonra malzeme, şekil hafiza özelliğini kaybetmektedir.

KAYNAKLAR

- 1. Buehler, W.J, Gilfrich. J.V, and Wiley R.C. (1963). Effect of low-temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. *Journal of Applied Physics*, 34, 1475–1477.
- 2. Lagoudas, D.C. (2008). *Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications*. USA: Springer.
- Tseng, L. W., Ma, J., Wang, S. J., Karaman, I., Kaya, M., Luo, Z. P., & Chumlyakov, Y. I. (2015). Superelastic response of a single crystalline FeMnAlNi shape memory alloy under tension and compression. *Acta Materialia*, 89, 374–383.
- 4. Reynaerts, D., and Brussel, H. Van. (1998). Design aspects of shape memory actuators. *Mechatronics*, 8, 635–656.
- Singh, K., Sirohi, J., and Chopra, I. (2003). An improved shape memory alloy actuator for rotor blade tracking. *Journal of Intelligent Materials Systems and Structures*, 14(12), 767–786.
- 6. Leary, M., Huang, S., Ataalla, T., Baxter, A., and Subic, A. (2013). Design of shape memory alloy actuators for direct power by an automotive battery. *Materials and Design*, 43, 460–466.
- 7. Razali, M. F., and Mahmud, A. S. (2015). Gradient deformation behavior of NiTi alloy by ageing treatment. *Journal of Alloys and Compounds*, 618, 182–186.
- 8. Sutou, Y., Omori, T., Wang, J. J., Kainuma, R., and Ishida, K. (2004). Characteristics of Cu–Al–Mn-based shape memory alloys and their applications. *Materials Science and Engineering A*, *378*(1-2), 278–282.
- 9. Jiao, Y. Q., Wen, Y. H., Li, N., He, J. Q., and Teng, J. (2010). Effect of solution treatment on damping capacity and shape memory effect of a CuAlMn alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 491(1-2), 627–630.
- 10. Dutkiewicz, J. (1999). Superelasticity and shape memory effect in copper base alloys. *Acta Physica Polonica A*, 96(2), 197–212.
- 11. Kainuma, R., Takahashi, S., and Ishida, K. (1995). Ductile shape memory alloys of the Cu-Al-Mn system. *Journal de Physique IV*, 5 (C8), 961-966.
- 12. Kainuma R, Takahashi S, Ishida K. (1996). Thermoelastic martensite and shape memory effect in ductile Cu-Al-Mn alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27, 2187–2195.
- 13. Sutou, Y., Omori, T., Yamauchi, K., Ono, N., Kainuma, R., and Ishida, K. (2005). Effect of grain size and texture on pseudoelasticity in Cu–Al–Mn-based shape memory wire. *Acta Materialia*, *53*(15), 4121–4133.

- Sutou, Y., Omori, T., Kainuma, R., and Ishida, K. (2013). Grain size dependence of pseudoelasticity in polycrystalline Cu–Al–Mn-based shape memory sheets. *Acta Materialia*, 61(10), 3842–3850.
- 15. Sutou, Y., Omori, T., Wang, J. J., Kainuma, R., and Ishida, K. (2003). Effect of grain size and texture on superelasticity of Cu-AI-Mn-based shape memory alloys. *Journal de Physique IV (Proceedings)*, 112, 511–514.
- Kockar, B., Karaman, I., Kim, J. I., Chumlyakov, Y. I., Sharp, J., and Yu, C. M. (2008). Thermomechanical cyclic response of an ultrafine-grained NiTi shape memory alloy. *Acta Materialia*, 56(14), 3630–3646.
- 17. Kockar, B., Atli, K. C., Ma, J., Haouaoui, M., and Karaman, I. (2010). Role of severe plastic deformation on the cyclic reversibility of a Ti_{50.3}Ni_{33.7}Pd₁₆ high temperature shape memory alloy. *Acta Materialia*, *58*(*19*), 6411–6420.
- Tong, Y. X., Guo, B., Chen, F., Tian, B., Li, L., Zheng, Y. F., Prokoviec, E.A., Gunderov, D.V., and Valiev, R. Z. (2012). Thermal cycling stability of ultrafine-grained TiNi shape memory alloys processed by equal channel angular pressing. *Scripta Materialia*, 67(1), 1–4.
- 19. Dutkiewicz, J., Czeppe, T., and Morgiel, J. (1999). Effect of titanium on structure and martensic transformation in rapidly solidified Cu–Al–Ni–Mn–Ti alloys. *Materials Science and Engineering A*, 273–275, 703–707.
- Kostornov, A. G., Klimenko, V. N., Serov, M. M., Neganov, L. M., and Kozyrev, M. M. (2012). Properties of Cu–Al–Mn shape memory alloy fibers produced by melt quenching. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 51(3–4), 186–190.
- 21. Sehitoglu, H., Wang, J., & Maier, H. J. (2012). Transformation and slip behavior of Ni₂FeGa. *International Journal of Plasticity*, 39, 61–74.
- 22. Miller, D. A., and Lagoudas, D. C. (2001). Influence of cold work and heat treatment on the shape memory effect and plastic strain development of NiTi. *Materials Science and Engineering A*, 308(1–2), 161–175.
- 23. Sharifi, E. M., Karimzadeh, F., and Kermanpur, A. (2014). The effect of cold rolling and annealing on microstructure and tensile properties of the nanostructured Ni₅₀Ti₅₀ shape memory alloy. *Materials Science and Engineering A*, 607, 33–37.
- 24. Bhadeshia, H. K. D. H., and Wayman, C. M. (2014). Phase Transformations: Nondiffusive. In: Laughlin, D.E., and Hono, K. (Eds.), *Physical Metallurgy*: (Fifth Edition). Netherlands: Elsevier.
- 25. Otsuka, K., and Wayman, C.M. (Eds.) (1998). *Shape Memory Materials*. United Kingdom: Cambridge University Press.
- 26. Laughlin, D.E., Jones, N.J., Schwartz, A.J., and Massalski, T.B. (2008). *Thermally activated martensite: Its relationship to nonthermally activated (athermal) martensite.* In: Proceedings of the international conference on martensitic transformations. Santa Fe, NM USA, June 29–July 5.

- 27. Kaya, M., Çakmak, Ö., Saygılı, T.Y. ve Atlı, K.C. (2016). Şekil hafızalı alaşımlarda martensitik faz dönüşümü ve şekil hafıza mekanizması. *Selçuk Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Teknik-Online Dergi*, 15(3), 157-172.
- 28. Berveiller, M. and Fischer, F.D. (Eds.) (1997). *Mechanics of Solids with Phase Changes*. USA: Springer, 75.
- 29. Vernon, L.B., Vernon, H.M. (1941). Process of manufacturing articles of thermoplastic synthetic resins. In: *US Patent 2234993*.
- 30. Song, G., Ma, N., and Li, H.-N. (2006). Applications of shape memory alloys in civil structures. *Engineering Structures*, 28(9), 1266–1274.
- Mohd Jani, J., Leary, M., Subic, A., and Gibson, M. A. (2014). A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials & Design*, 56, 1078– 1113.
- 32. Boyd, J. G., and Lagoudas, D. C. (1996). A thermodynamical constitutive model for shape memory materials. Part I: the monolithic shape memory alloy. *International Journal of Plasticity*, 12(6), 805–842.
- 33. Saghaian, S. M. (2015). Shape memory behavior of single crystal and polycrystalline Ni-rich NiTiHf high temperature shape memory alloys, Doktora Tezi, University of Kentucky, College of Engineering, Lexington, Kentucky, USA.
- 34. Hartl, D. J., and Lagoudas, D. C. (2007). Aerospace applications of shape memory alloys. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part G-Journal of Aerospace Engineering*, 221(G4), 535–552.
- 35. Karaca, H. E., Karaman, I., Basaran, B., Ren, Y., Chumlyakov, Y. I., and Maier, H. J. (2009). Magnetic field-induced phase transformation in NiMnColn magnetic shapememory alloys-a new actuation mechanism with large work output. *Advanced Functional Materials*, 19(7), 983–998.
- 36. Atli, K. C., Karaman, I., and Noebe, R. D. (2014). Influence of tantalum additions on the microstructure and shape memory response of Ti_{50.5}Ni_{24.5}Pd₂₅ high-temperature shape memory alloy. *Materials Science and Engineering A*, 613, 250–258.
- 37. Ölander, A. (1932). An electrochemical investigation of solid cadmiumegold alloys. *Journal of the American Chemical Society*, 54, 3819-3833.
- 38. Kohl, M. (2004). Shape Memory Microactuators, Berlin: Springer.
- 39. Thoma, P., Blok, A., and Kao, M. (1992). Pushing the limit to achieve NiTi SMA actuating members that are dimensionally stable and have high transformation temperatures. *In Proceedings Materials Research Society Symposium*, 246, 321-330.
- 40. Evirgen, A., Karaman, I., Santamarta, R., Pons, J., and Noebe, R. D. (2015). Microstructural characterization and shape memory characteristics of the Ni_{50.3}Ti_{34.7}Hf₁₅ shape memory alloy. *Acta Materialia*, 83, 48–60.
- Ozcan, H., Ma, J., Wang, S., Karaman, I., Chumlyakov, Y. I., Brown, J., and Noebe, R. D. (2017). Effects of cyclic heat treatment and aging on superelasticity in oligocrystalline Fe-Mn-Al-Ni shape memory alloy wires. *Scripta Materialia*, 134, 66–70.
- 42. Maruyama, T., and Kubo, H., (2011) In: Yamauchi, K., Ohkata, I., Tsuchiya, K., and Miyazaki, S. (Eds), *Shape memory and superelastic alloys: technologies and applications*, UK: Cambridge, 141–159.
- 43. Lexcellent, C. (2013). *Shape-memory Alloys Handbook*. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc.
- 44. Araki, Y., Endo, T., Omori, T., Sutou, Y., Koetaka, Y., and Kainuma, R. (2011). Potential of superelastic Cu – Al – Mn alloy bars for seismic applications. *Earthquake Engineering & Structural Dynamics*, 40, 107–115.
- 45. Mallik, U. S., and Sampath, V. (2008). Influence of aluminum and manganese concentration on the shape memory characteristics of Cu–Al–Mn shape memory alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 459(1-2), 142–147.
- 46. Omori, T., Koeda, N., Sutou, Y., Kainuma, R., and Ishida, K. (2007). Superplasticity of Cu-Al-Mn-Ni Shape Memory Alloy. *Materials Transactions*, 48(11), 2914–2918.
- 47. Sutou, Y., Omori, T., Kainuma, R., and Ishida, K. (2008). Ductile Cu-Al-Mn based shape memory alloys: general properties and applications. *Materials Science and Technology*, 24(8), 896–901.
- 48. Mallik, U. S., and Sampath, V. (2009). Influence of quaternary alloying additions on transformation temperatures and shape memory properties of Cu–Al–Mn shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 469(1–2), 156–163.
- 49. Wang, Q., Han, F., Hao, G., and Wu, J. (2006). Influence of heat treatment on the damping behaviour of a Cu-Al-Mn shape memory alloy. *Physica Status Solidi (a)*, 203(5), 825–830.
- 50. Koeda, N., Omori, T., Sutou, Y., Suzuki, H., Wakita, M., Kainuma, R., and Ishida, K. (2005). Damping Properties of Ductile Cu-Al-Mn-Based Shape Memory Alloys. *Materials Transactions*, 46(1), 118–122.
- Mallik, U. S., and Sampath, V. (2008). Effect of composition and ageing on damping characteristics of Cu–Al–Mn shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, 478(1-2), 48–55.
- 52. Hao, G., Xu, Q., Wang, H., and Wang, W. (2013). Grain-boundary relaxation peak correlated to the precipitation in Cu-20.4Al-8.7Mn shape-memory alloy. *Physica Status Solidi (a)*, 210(4), 814–818.
- 53. Wang, Q., Han, F., and Cui, C. (2010). Effect of heat treatment on the two internal friction peaks in a Cu–Al–Mn shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 492(1-2), 286–290.

- Sutou, Y., Koeda, N., Omori, T., Kainuma, R., and Ishida, K. (2009). Effects of aging on stress-induced martensitic transformation in ductile Cu–Al–Mn-based shape memory alloys. *Acta Materialia*, 57(19), 5759–5770.
- 55. Kozlova, L. E., and Titenko, A. N. (2006). Stress-induced martensitic transformation in polycrystalline aged Cu–Al–Mn alloys. *Materials Science and Engineering A*, 438-440, 738–742.
- Kokorin, V. V., Kozlova, L. E., and Titenko, A. N. (2002). Temperature hysteresis of martensite transformation in aging Cu–Mn–Al alloy. *Scripta Materialia*, 47(8), 499– 502.
- 57. Dutkiewicz, J., and Cesari, E. (1995). Phase Transitions During Continuous Heating of Martensitic CuAlMn Alloys, *Journal de Physique IV*, 5 (C2), 199-204.
- Sutou, Y., Koeda, N., Omori, T., Kainuma, R., and Ishida, K. (2009). Effects of ageing on bainitic and thermally induced martensitic transformations in ductile Cu–Al–Mnbased shape memory alloys. *Acta Materialia*, 57(19), 5748–5758.
- 59. Moghaddam, A. O., Ketabchi, M., and Afrasiabi, Y. (2014). Accumulative Roll Bonding and Post-Deformation Annealing of Cu-Al-Mn Shape Memory Alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 23(12), 4429–4435.
- 60. Zárubová, N., and Novák, V. (2004). Phase stability of CuAlMn shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, 378(1-2), 216–221.
- 61. Sutou, Y., Omori, T., Furukawa, A., Takahashi, Y., Kainuma, R., Yamauchi, K., Yamashita, S., and Ishida, K. (2004). Development of medical guide wire of Cu-Al-Mnbase superelastic alloy with functionally graded characteristics. *Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials*, 69(1), 64–69.
- Ishibashi, M., Tabata, N., Suetake, T., Omori, T., Sutou, Y., Kainuma, R., Yamauchi, K., and Ishida, K. (2008). A simple method to treat an ingrowing toenail with a shape-memory alloy device. *The Journal of Dermatological Treatment*, 19(5), 291–292.
- Shrestha, K. C., Araki, Y., Nagae, T., Omori, T., Sutou, Y., Kainuma, R., and Ishida, K. (2013). Effectiveness of superelastic bars for seismic rehabilitation of clay-unit masonry walls. *Earthquake Engineering & Structural Dynamics*, 42, 725–741.
- 64. Shrestha, K. C., Araki, Y., Nagae, T., Yano, H., Koetaka, Y., Omori, T., Sutou, Y., Kainuma, R., and Ishida, K. (2012). Application of Cu-Al-Mn superelastic alloy bars as reinforcement elements in concrete beams. *Sensors and Smart Structures Technologies for Civil, Mechanical, and Aerospace Systems*, 8345, 83452K-1- 83452K-10.
- 65. Shrestha, K. C., Araki, Y., Nagae, T., Koetaka, Y., Suzuki, Y., Omori, T., Sutou, Y., Kainuma, R., and Ishida, K. (2013). Feasibility of Cu–Al–Mn superelastic alloy bars as reinforcement elements in concrete beams. *Smart Materials and Structures*, 22(2), 025025.
- 66. Araki, Y., Shrestha, K. C., Maekawa, N., Koetaka, Y., and Yoshida, N. (2012). *Cu-Al-Mn Super-elastic Alloy Bars as Dissipative Brace System in Structural Steel Frame*. In:

Proceedings of 15th World Conference on Earthquake Engineering, Lisbon, Portugal, September 24– September 28.

- 67. Liu, J.-L., Huang, H.-Y., and Xie, J.-X. (2014). The roles of grain orientation and grain boundary characteristics in the enhanced superelasticity of Cu_{71.8}Al_{17.8}Mn_{10.4} shape memory alloys. *Materials & Design*, 64, 427–433.
- Lethbridge, Z. A. D., Walton, R. I., Marmier, A. S. H., Smith, C. W., and Evans, K. E. (2010). Elastic anisotropy and extreme Poisson's ratios in single crystals. *Acta Materialia*, 58(19), 6444–6451.
- 69. Miyazaki, S., Otsuka, K., Sakamoto, H., and Shimizu K., (1981). The fracture of Cu– Al–Ni shape memory alloy. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 22(4), 244– 252.
- Lojen, G., Anzel, I., Kneissl, A., Krizman, A., Unterweger, E., Kosec, B., and Bizjak, M. (2005). Microstructure of rapidly solidified Cu-Al-Ni shape memory alloy ribbons. *Journal of Materials Processing Technology*, 162–163, 220–229.
- Chen, Y., Zhang, X., Dunand, D.C., and Schuh, C.A. (2009). Shape memory and superelasticity in polycrystalline Cu-Al-Ni microwires. *Applied Physics Letters*, 95(17), 8–11.
- 72. Kockar, B., (2007). Shape memory behavior of ultrafine grained NiTi and TiNiPd shape memory alloys, Doktora Tezi, Texas A&M University, Mechanical Engineering, College Station, Texas, USA.
- 73. Tarhan, E. (2004). Ageing Characteristics of Copper Based Shape Memory Alloy, Doktora Tezi, ODTÜ, The Department of Metallurgical and Materials Engineering, Ankara, Turkey.
- 74. Segui, C., and Cesari, E. (1995). Ordering and stabilization in quenched CuAlNiMnB alloys. *Journal of Materials Science*, 30(22), 5770–5776.
- 75. Kockar, B., Karaman, I., Kim, J. I., and Chumlyakov, Y. (2006). A method to enhance cyclic reversibility of NiTiHf high temperature shape memory alloys, *Scripta Materialia*, 54, 2203–2208.
- 76. Takezawa, B. K., and Sato, S. (1988). Macroscopic shape change due to bainitic transformation in Cu-Zn-Al alloys, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 29, 894–902.
- 77. Atli, K. C., Karaman, I., and Noebe, R. D. (2011). Work output of the two-way shape memory effect in Ti50.5Ni24.5Pd25 high-temperature shape memory alloy. *Scripta Materialia*, 65(10), 903–906.
- 78. Bowers, M.L., Gao, Y., Yang, L., Gaydosh, D.J., Graef, M. D., Noebe, R.D., Wang, Y., and Mills, M.J. (2015). Austenite grain refinement during load-bBiased thermal cycling of a Ni_{49.9}Ti_{50.1} shape memory alloy. *Acta Materialia*, 91. 318–29.
- 79. Callister, W. D. And Rethwisch, D.G. (2013). *Materials science and engineering: An introduction* (9th edition). USA: John Wiley & Sons.

- Kazemi-Choobi, K., Khalil-Allafi, J., and Abbasi-Chianeh, V. (2012). Investigation of the recovery and recrystallization processes of Ni_{50.9}Ti_{49.1} shape memory wires using in situ electrical resistance measurement. *Materials Science and Engineering A*, 551, 122–127.
- 81. Hornbogen, E. (1999). Ausforming of NiTi. *Journal of Materials Science*, 34, 599–606.
- 82. Dar, R. D., Yan, H., and Chen, Y. (2016). Grain boundary engineering of Co-Ni-Al, Cu-Zn-Al, and Cu-Al-Ni shape memory alloys by intergranular precipitation of a ductile solid solution phase. *Scripta Materialia*, 115, 113–117.
- Atli, K.C., Karaman, I., Noebe, R.D., Garg, A., Chumlyakov, Y.I., and Kireeva. I.V. (2011). Shape memory characteristics of Ti_{49.5}Ni₂₅Pd₂₅Sc0.5 high-temperature shape memory alloy after severe plastic deformation. *Acta Materialia*, 59 (12), 4747–4760.
- 84. Kockar, B., Karaman, I., Kulkarni, A., Chumlyakov, Y., and Kireeva, I. V. (2007). Effect of severe ausforming via equal channel angular extrusion on the shape memory response of a NiTi alloy. *Journal of Nuclear Materials*, 361, 298–305.



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

| Soyadı, adı | : BABACAN, Nazım |
|----------------------|----------------------------|
| Uyruğu | : T.C. |
| Doğum tarihi ve yeri | : 27.07.1988, Ankara |
| Medeni hali | : Evli |
| Telefon | : 0 (312) 582 34 61 |
| e-mail | : nazimbabacan@gazi.edu.tr |



Eğitim

| Derece | Eğitim Birimi | Mezuniyet tarihi |
|---------------|---|------------------|
| Doktora | Gazi Üniversitesi / Makina Mühendisliği | Devam Ediyor |
| Yüksek lisans | TOBB ETÜ /Makina Mühendisliği | 2013 |
| Lisans | TOBB ETÜ / Makina Mühendisliği | 2010 |
| Lise | Sivas Fen Lisesi | 2005 |
| Lise | Sivas Fen Lisesi | 2010 |

İş Deneyimi

| Yıl | Yer | Görev |
|------------|------------------------|---------------------|
| 2012-Halen | Gazi Üniversitesi | Araştırma Görevlisi |
| 2015-2016 | Texas A&M Üniversitesi | Araştırmacı |
| 2010-2012 | TOBB ETÜ | Asistan |

Yabancı Dil

İngilizce

Yayınlar

Babacan, N., Atli, K.C., Turkbas, O.S., Karaman, I., and B. Kockar. (2017). The effect of dynamic aging on the cyclic stability of $Cu_{73}Al_{16}Mn_{11}$ shape memory alloy. *Materials Science and Engineering A*, 701, 352-358.

Ozsoy, I.B., and Babacan, N. (2016). Finite element simulations of microstructure evolution in stress-induced martensitic transformations. *International Journal of Solids and Structures*, 81, 361–72.

Babacan, N., and Ozsoy, I.B. (2013). Uniaxial mechanical response of polycrystalline shape memory alloys. *Applied Mechanics and Materials*, 390, 537–541.

Babacan, N., Gunel, I., and Ozsoy, I.B. (2012). Martensitic phase transformations in CuAlNi shape memory alloys. *Advanced Materials Research*, 445, 1076–1081.

Hobiler

Spor müsabakalarını takip etmek, Film izlemek, Bağlama çalmak



GAZİ GELECEKTİR...