



**HIZLI KATILAŞTIRILMIŞ ŞEKİL HAFIZALI  
Cu-Al-Be ALAŞIMLARININ ÜRETİMİ ve  
KARAKTERİZASYONU**

**Semra ERGEN**

**Doktora Tezi  
Fizik Anabilim Dalı  
Danışman: Prof. Dr. Orhan UZUN  
2014  
Her hakkı saklıdır**

T.C.  
GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
FİZİK ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

HIZLI KATILAŞTIRILMIŞ ŞEKİL HAFIZALI Cu-Al-Be  
ALAŞIMLARININ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Semra ERGEN

TOKAT  
2014

Her hakkı saklıdır

Prof. Dr. Orhan UZUN danışmanlığında, Semra ERGEN tarafından hazırlanan bu çalışma 31/01/2014 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Fizik Anabilim Dalı'nda Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Orhan UZUN

İmza :

Üye : Prof. Dr. Saffet NEZİR

İmza :

Üye : Prof. Dr. Ahmet KARADAĞ

İmza :

Üye : Prof. Dr. Uğur KÖLEMEN

İmza :

Üye : Yrd. Doç. Dr. Hüseyin TOPAKLI

İmza :

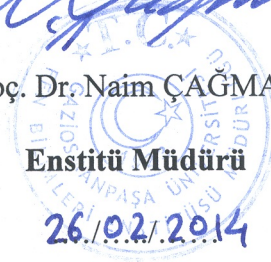
**Yukarıdaki sonucu onaylarım**

*N. Çagman*

Doç. Dr. Naim ÇAGMAN

**Enstitü Müdürü**

26.02.2014



## **TEZ BEYANI**

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduđunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduđunu, tezin içerdđi yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadıđını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadıđını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadıđını beyan ederim.

Semra ERGEN

## ÖZET

Doktora Tezi

### HIZLI KATILAŞTIRILMIŞ ŞEKİL HAFIZALI Cu-Al-Be ALAŞIMLARININ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Semra ERGEN

Gaziosmanpaşa Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Orhan UZUN

Sunulan araştırmada üretim yöntemi ve berilyum miktarının Cu-ağ%12Al-ağ%xBe (x: 0,4, 0,5 ve 0,6) alaşımlarında şekil hafıza özellikleri üzerine etkisi araştırıldı. Bu amaçla Cu-Al-Be alaşımları ark-eritme tekniği ile mastır alaşım ve hızlı katılaştırma yöntemlerinden biri olan eriyik eğirme tekniği (melt-spinning) ile de şerit formunda olmak üzere iki farklı yöntem kullanılarak üretildi. Hem mastır alaşımların hem de şerit formlarının faz dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek adına diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizleri yapıldı. DSC analizleri sonucu yalnızca şerit numunelerin faz dönüşümüne uğradığı ve Be miktarındaki artışın martensit ve ostenit dönüşüm sıcaklıklarında azalmaya neden olduğu tespit edildi. XRD ile birlikte SEM analizlerinden mastır alaşımların oda sıcaklığında ostenit yapıda olduğu, şerit numunelerin ise tümüyle martensit yapıya sahip olduğu belirlendi. Yüksek sıcaklık XRD ve SEM analizleri, şeritlerin geçiş sıcaklıklarının üzerinde sahip oldukları faz yapısını ve mikroyapısını açığa çıkarmak için yürütüldü. Yüksek sıcaklık XRD ve SEM analizlerinden belirlenen dönüşüm sıcaklıklarının küçük bir sapma dışında birbirleriyle uyumlu olduğu görüldü. Ayrıca, yüksek sıcaklık SEM analizleri artan sıcaklıkla birlikte martensit ve ostenit fazların eş zamanlı olarak gözlenmesine olanak sağladı. Oda sıcaklığında martensit yapıda bulunan şerit numunelerin TEM analizleri alındı ve martensit plaka kalınlıklarının artan Be miktarı ile azaldığı gözlemlendi. Cu-Al-Be şeritlerin mekanik özellikleri (sertlik ve elastik modülleri, sönümlenme davranışı) AFM ilaveli nanoçentme cihazı ile karakterize edildi. Alaşımların sertlik ve elastik modülü değerlerinin artan Be miktarı ile azaldığı tespit edildi. Sonuç olarak, eriyik eğirme tekniğinin martensit yapı oluşumu üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu ve Cu-12Al alaşımlarına Be ilavesinin geçiş sıcaklıklarını yüksek sıcaklıktan oda sıcaklığı civarına düşürdüğü belirlendi.

**2014, 184 sayfa**

**Anahtar Kelimeler:** Şekil bellekli alaşımlar, Martensit dönüşüm, Eriyik eğirme, Mekanik özellikler

## ABSTRACT

Ph.D. Thesis

### PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF RAPIDLY SOLIDIFIED SHAPE MEMORY Cu-Al-Be ALLOYS

Semra ERGEN

Gaziosmanpasa University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Physics

Supervisor: Prof. Dr. Orhan UZUN

In this research, we have investigated the effect of Be amount and production method on shape memory properties of the Cu-12Al-xBe (x: 0,4, 0,5 ve 0,6) alloys. For this purpose, Cu-Al-Be alloys were produced by using different techniques, namely arc-melting and melt-spinning. Firstly, the alloys with nominal composition of Cu-12Al-xBe (x: 0,4; 0,5; 0,6) were obtained as master alloys by arc-melting technique. The master alloys were then rapidly solidified by melt-spinning technique to obtain melt-spun ribbons. Differential scanning calorimetry (DSC) analysis were performed to determine the phase transition temperatures of the alloys. The phase transformation was only observed for the melt-spun ribbons. Also it was found that the temperatures of martensite and austenite transformation significantly decreased with increasing Be amount. SEM observations together with XRD analysis showed that the structure of the ribbons is completely martensite while that of master alloys is austenite at room temperature. High temperature XRD and SEM analysis were carried out to reveal the phase structure and microstructure of the ribbons above transition temperature, respectively. The transformation temperatures obtained from high-temperature XRD and SEM analysis were found to be agreement with DSC results with a slight deviation. High-temperature SEM also allowed us the simultaneous observation of the martensite and austenite phases with increasing temperature. TEM observations showed that the thickness of martensite plate in ribbons decreased with increasing Be amount. Mechanical properties, i.e. hardness, reduced modulus, damping behaviour, were characterized by means of nanoindentation apparatus. It was found that the hardness and reduced modulus of the alloys decreased with increasing the amount of Be. As a conclusion, we found that the melt-spinning has a distinct effect on the formation of martensite structure and the addition of Be in Cu-12Al alloys decreased the transition temperature from the high temperature to near room temperature.

**2014, 184 pages**

**Keywords:** Shape memory alloys, Martensite transformation, Melt-spinning, Mechanical properties

## ÖNSÖZ

Doktora eğitimim süresince her konuda bilgi ve desteğini esirgemeyerek bana yön veren değerli hocam Prof. Dr. Orhan UZUN' a en içten duygularıyla teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam süresince bilgi ve tecrübelerinden faydalandığım Prof. Dr. Uğur KÖLEMEN' e teşekkürlerimi bir borç bilirim. Prof. Dr. Cemil ALKAN' a ve Prof. Dr. Ahmet KARADAĞ' a tez çalışmasına sundukları katkılarından dolayı teşekkür ederim.

Çalışmalarım boyunca yardımlarını esirgemeyen ve hiçbir zaman bilgilerimi paylaşmaktan kaçınmayan çalışma arkadaşlarım Arş. Gör. Fikret YILMAZ ve Yrd. Doç. Dr. Necati BAŞMAN' a çok teşekkür ederim.

Şerit numunelerin TEM analizlerinin yapıldığı Kongju Ulusal Üniversitesine ( Kongju National University (Güney Kore)) ve yüksek sıcaklık XRD ve SEM analizlerinin alınmasına yardımcı olan PANalytical ve ANATEK firmalarına teşekkürlerimi sunarım.

Tüm hayatım boyunca bana her türlü desteği sağlayan canım aileme çok teşekkür ederim.

Yaşadığım her anda yanımda olmaktan vazgeçmeyerek, sonsuz sabır ve özveri gösteren sevgili eşim Özgen ERGEN' e tüm kalbimle teşekkür ederim.

Ve hayatımın anlamı biricik kızım; uykusuz bıraktığım her gecenin yüzündeki bir tek gülümsemeye değer olduğunu ve her anı birlikte yaşamaktan mutluluk duyduğumu bilmeni isterim.

Semra ERGEN

Ocak, 2014

Bu çalışma, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (Proje No: 2009/54) tarafından desteklenmiştir.

*Kızım Berra'ya*



## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
<b>ÖZET</b> .....	i
<b>ABSTRACT</b> .....	ii
<b>ÖNSÖZ</b> .....	iii
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	iv
<b>SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ</b> .....	vii
<b>ŞEKİLLER DİZİNİ</b> .....	ix
<b>ÇİZELGELER DİZİNİ</b> .....	xvi
<b>1. GİRİŞ</b> .....	1
<b>2. KURAMSAL TEMELLER</b> .....	6
2.1. Martensitik Faz Dönüşümü.....	9
2.1.2. Martensitik Dönüşümlerin Genel Karakteristiği.....	11
2.1.3. Martensitik Dönüşüm Çeşitleri.....	13
2.1.4. Termoelastik ve Termoelastik Olmayan Martensitik Dönüşüm.....	14
2.1.5. Martensitik Dönüşümün Termoninamiği.....	16
2.2. Şekil Bellek Mekanizması ve Süperelastiklik.....	18
2.2.1. Tek ve Çift Yönlü Şekil Bellek Mekanizması.....	20
2.3. Deformasyon Mekanizması.....	25
2.3.1. İkizlenme (Twinning).....	25
2.3.2. Martensitik Fazda Deformasyon Mekanizması.....	29
2.4. Şekil Bellekli Alaşımlar.....	31
2.4.1. NiTi- Esaslı Şekil Bellekli Alaşımlar.....	32
2.4.2. Cu-Esaslı Şekil Bellekli Alaşımlar.....	33

2.4.3	Cu-Esaslı Alaşımlarda Faz Diyagramları.....	33
2.4.4	Cu-Esaslı Alaşımların Kristal Yapısı.....	35
2.5.	Şekil Bellekli Alaşımların Üretim Teknikleri.....	39
2.6.	Şekil Bellekli Alaşımların Teknolojideki Önemi.....	43
<b>3.</b>	<b>MATERYAL ve YÖNTEM.....</b>	<b>56</b>
3.1.	Ark-Eritme (Arc-Melting) Metodu .....	56
3.2.	Eriyik Eğirme (Melt-Spinning) Metodu .....	57
3.3.	Mastır Alaşımların Üretimi.....	58
3.4.	Mastır Alaşımların Yüksek Sıcaklık Fırınında Homojenizasyonu.....	60
3.5.	Mastır Alaşımların Küçük Parçalara Ayrılması .....	60
3.6.	Şerit Numunelerin Üretimi.....	62
3.7.	Mikroyapı ve Mekanik Analizler İçin Numunelerin Hazırlanması.....	63
3.7.1.	Numunelerin Kalıplanması.....	63
3.7.2.	Numunelerin Parlatılması.....	64
3.7.3.	Numunelerin Dağlanması.....	65
3.7.4.	Numunelerin Kaplanması.....	65
3.8.	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi.....	66
3.9.	Optik Mikroskop Analizi.....	67
3.10.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi.....	67
3.11.	Enerji Dağılımlı X-Işını (EDX) Analizi.....	70
3.12.	Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Analizi.....	70
3.13.	X-Işını Kırınım (XRD) Analizi.....	72
3.14.	Yüksek Sıcaklık XRD (HT- XRD) Analizi.....	73

3.15.	Mekanik Karakterizasyon.....	76
3.16.	Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizi.....	83
<b>4.</b>	<b>BULGULAR VE TARTIŞMA.....</b>	<b>85</b>
4.1.	DSC ile Faz-Dönüşüm Sıcaklığı Analizi.....	85
4.2.	Optik Mikroskop ile Yüzey Analizi.....	92
4.3.	SEM ile Mikroyapı Analizi.....	99
4.4.	Sıcaklık Değişimi Altında SEM Analizi.....	111
4.5.	Renkli Haritalama Analizi (RHA).....	129
4.6.	Enerji Dağılımlı X-Ray (EDAX) Analizi.....	131
4.7.	XRD ile Faz Analizi .....	135
4.8.	Yüksek Sıcaklık XRD (HT-XRD) ile Faz Dönüşüm Sıcaklığı Analizi...	138
4.9.	TEM Analizi.....	146
4.10.	Mekanik Karakterizasyon .....	148
4.11.	AFM Analizi.....	166
<b>5.</b>	<b>SONUÇLAR.....</b>	<b>170</b>
<b>6.</b>	<b>ÖNERİLER .....</b>	<b>175</b>
<b>7.</b>	<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>176</b>
	<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>184</b>

## SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

<b>Simgeler</b>	<b>Açıklama</b>
$a_0$	Ostenit yapının örgü parametresi
$A_f$	Ostenit bitiş sıcaklığı
$A_{max}$	Ostenit dönüşümünün maksimum olduğu sıcaklık
$A_s$	Ostenit başlama sıcaklığı
bcc	Cisim merkezli kübik yapı
bct	Cisim merkezli tetragonal yapı
d	Kristal yapıda düzlemler arası mesafe
E	Sistemin potansiyel ve kinetik enerjileri toplamı
$E_a$	Aktivasyon enerjisi
fcc	Yüz merkezli kübik yapı
hkl	Miller indisleri
$M_d$	Gerilme esaslı martensit başlangıç sıcaklığı
$M_f$	Martensit bitiş sıcaklığı
$M_{max}$	Martensit dönüşümünün maksimum olduğu sıcaklık
$M_s$	Martensit başlama sıcaklığı
$T_0$	Denge sıcaklığı
$\beta$	Kübik ostenit faz yapısı
$\beta_1$	DO <sub>3</sub> türü ana faz yapısı
$\beta_2$	B2 türü ana faz yapısı
$\beta_3$	L2 <sub>1</sub> türü ana faz yapısı
$\beta_1'$	18R tipinde martensit yapı
$\gamma_2$	Çökelme fazı
$\theta$	Kırınım açısı
$\Delta H_{M \rightarrow A}$	Martensit-ostenit entalpi değişimi
$\Delta H_{A \rightarrow M}$	Ostenit-martensit entalpi değişimi
$\Delta S_{M \rightarrow A}$	Martensit-ostenit entropi değişimi
$\Delta S_{A \rightarrow M}$	Ostenit-martensit entropi değişimi
$\Delta G$	Serbest Enerji Değişimi

<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklama</b>
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
ÇYD	Çift Yönlü Şekil Bellek Davranışı
DSC	Diferansiyel Tarama Kalorimetresi
EDAX	Enerji Dağılımlı X-Işını
HT-XRD	Yüksek Sıcaklık X ışını Kırınımı
RHA	Renkli Haritalama Analizi
SE	Süper Elastisite
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
ŞBE	Şekil Bellek Etkisi
ŞBA	Şekil Bellekli Alaşım
ŞBÖ	Şekil Bellek Özelliği
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
TGA	Termogravimetrik Analiz
TYD	Tek Yönlü Şekil Bellek Davranışı
XRD	X-Işını Kırınımı

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa

Şekil 2.1.	Ostenit ve martensit fazların kimyasal serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi	10
Şekil 2.2.	Kristalografik yapının sıcaklığa bağlı olarak değişimi	11
Şekil 2.3.	Ostenit ve martensit yapısı arasındaki sınırlı şekil değişimi	12
Şekil 2.4.	Martensitik dönüşümün difüzyonsuz gerçekleşmesine bağlı olarak düzlem ve doğrultulardaki değişim	12
Şekil 2.5.	Martensit oluşum yüzdesinin sıcaklık ve zamana bağlı değişimi	14
Şekil 2.6.	A Tipi ve B Tipi martensitlerin histeresiz eğrileri	15
Şekil 2.7.	Martensitik dönüşüm ve süperelastisite	19
Şekil 2.8.	Tek yönlü şekil hatırlama olayının şematik gösterimi	21
Şekil 2.9.	Çift yönlü şekil hatırlama olayının şematik gösterimi	22
Şekil 2.10.	Çift yönlü şekil bellek etkisi elde etmek için ısı işlemi	24
Şekil 2.11.	Çift yönlü şekil bellek etkisi (dışarıdan yük uygulanmadığı durumda)	24
Şekil 2.12.	İkizlenmenin şematik ve mikroskopik görüntüsü	25
Şekil 2.13.	Şekil bellekli alaşımın tane sınırları ve ikizlenmiş yapılar	26
Şekil 2.14.	Şekil bellekli alaşımın tane sınırı ve ikizlenmiş yapılarının şematik gösterimi	26
Şekil 2.15.	Büyürken ikizlenmiş bir pirit (FeS <sub>2</sub> ) kristali	27
Şekil 2.16.	Mekanik ikizlenme	28
Şekil 2.17.	Mekanik ve tavlama ikizlenmesi	29
Şekil 2.18.	İkili Cu-Al alaşımının faz diyagramı	34
Şekil 2.19.	B2 fazının temel yapısı ve (110) düzleminde AB tabakalarındaki atom görünümü	36
Şekil 2.20.	Ana faz (0 $\bar{1}\bar{1}$ ) $\beta$ ve martensit fazın (001) düzlemlerinin yığılım düzeni	37
Şekil 2.21.	DO <sub>3</sub> $\rightarrow$ 18R dönüşümü, a) Martensit temel düzlemi, b) DO <sub>3</sub> yapısında (110) düzlemlerinin sıralanışı, c) 18R martensit yapısında (001) düzlemleri	38

Şekil 2.22.	Ti-Ni ve Cu-Zn-Al alaşımlarının üretim prosesleri	39
Şekil 2.23.	Hızlı Soğutma Cihazı	42
Şekil 2.24.	Ortodontik Gerdirme Telleri	43
Şekil 2.25.	Endodontik uygulamalarda kullanılan NiTi döner kök kanalı aleti	44
Şekil 2.26.	Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların ortopedik kullanımı	44
Şekil 2.27.	Damar tıkanıklığında kullanılan NiTi stent örnekleri	45
Şekil 2.28.	Bağlantı elemanının kullanılma şekli	46
Şekil 2.29.	Hidrolik boru bağlama bileziği	46
Şekil 2.30.	Şekil Bellekli Alaşım Cıvata Koparma Aparatı	46
Şekil 2.31.	ŞBA'dan yapılmış güneş enerji panelli uydu	47
Şekil 2.32.	Elektrik ile hareket alan ŞBA uygulamaları	48
Şekil 2.33.	Termik hareket alan ŞBA uygulamaları	48
Şekil 2.34.	Ortamın sıcaklığına göre gömleğin kollarının uzunluğunun değişmesi	48
Şekil 2.35.	Yapımında ŞBA kullanılmış şapka	49
Şekil 2.36.	ŞBA'ların ayakkabının topuk kısmına uygulanması	49
Şekil 2.37.	ŞBA'dan yapılmış gözlük çerçeveleri	50
Şekil 2.38.	Shinkansen hızlı trenlerinde otomatik yağlama ünitesinde ŞBA'nın uygulanması	51
Şekil 2.39.	ŞBA kullanılmış robot el	51
Şekil 2.40.	İTÜ Robot El ve robot elle yapılan bir uygulama	52
Şekil 2.41.	Otomatik kurutma cihazı	52
Şekil 2.42.	Buhar sterilizasyon cihazı	53
Şekil 2.43.	ŞBA'nın pilav tenceresinde kullanımı	53
Şekil 2.44.	ŞBA'nın kahve makinesinde kullanımı	54
Şekil 2.45.	ŞBA'dan yapılmış vana	54
Şekil 3.1.	Ark-Eritme Fırını	56

Şekil 3.2.	Eriyik Eğirme (Melt-Spinning) Sistemi	57
Şekil 3.3.	Ark-eritme ile üretilen mastır alaşımlar	59
Şekil 3.4.	Yüksek Sıcaklık Fırını	60
Şekil 3.5.	Kesme Cihazı	61
Şekil 3.6.	Mastır alaşımlardan plaka şeklinde kesilmiş numuneler	61
Şekil 3.7.	Eriyik-eğirme yöntemi ile üretilen şeritler numuneler	62
Şekil 3.8.	Kalıba alınan şerit numune	63
Şekil 3.9.	Otomatik parlatma cihazı	64
Şekil 3.10.	Faz dönüşüm sıcaklıkları analizinin yapıldığı DSC Cihazı	67
Şekil 3.11.	Elektron demeti ile numune arasındaki etkileşim	68
Şekil 3.12.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Cihazı	69
Şekil 3.13.	Jeol marka Jem-2100F (HR) model geçirimli elektron mikroskobuna (TEM) ait fotoğraf (NANO Natio-nal NanoFab Center / Daejeon /GüneyKore)	71
Şekil 3.14.	X-Işını Kırınım (XRD) Cihazı	73
Şekil 3.15.	Yüksek Sıcaklık XRD (HT-XRD) Cihazı	75
Şekil 3.16.	HT-XRD cihazında numune tutucu	75
Şekil 3.17.	Vickers sertlik testi a) Ucun numuneye batması b) Açılan izin üstten görünüşü	77
Şekil 3.18.	a) Ucun numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon, b) Deformasyona bağlı olarak DDÇ testinden elde edilen tipik bir P-h eğrisi şeması. Burada: $h_{maks}$ , maksimum derinliği; $h_{min}$ , minimum derinliği; $h_c$ , kontak derinliğini; S, kontak katılığını ve $\epsilon$ , geometrik faktörü göstermektedir	79
Şekil 3.19.	Atomik Kuvvet Mikroskobu monte edilmiş Nanoçentme Cihazı	83
Şekil 3.20.	AFM'nin temel parçalarının şematik gösterimi	84
Şekil 4.1.	Cu-Al-Be mastır alaşımların birlikte DSC grafiği	86
Şekil 4.2.	Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait DSC grafiği	87
Şekil 4.3.	Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait DSC grafiği	88



Şekil 4.4.	Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait DSC grafiği	89
Şekil 4.5.	Cu-Al-Be şeritlerin birlikte DSC grafikleri	90
Şekil 4.6.	Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımına ait optik mikroskop görüntüleri	93
Şekil 4.7.	Cu-12Al-0,5Be mastır alaşımına ait optik mikroskop görüntüleri	94
Şekil 4.8.	Cu-12Al-0,6Be mastır alaşımına ait optik mikroskop görüntüleri	95
Şekil 4.9.	Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait optik mikroskop görüntüleri	96
Şekil 4.10.	Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait optik mikroskop görüntüleri	97
Şekil 4.11.	Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait optik mikroskop görüntüleri	98
Şekil 4.12.	Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (2000X)	100
Şekil 4.13.	Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (4000X)	100
Şekil 4.14.	Cu-12Al-0,5Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (2500X)	101
Şekil 4.15.	Cu-12Al-0,5Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (5000X)	101
Şekil 4.16.	Cu-12Al-0,6Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (2600X)	102
Şekil 4.17.	Cu-12Al-0,6Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (10000X)	102
Şekil 4.18.	Mastır alaşımlarına ait SEM görüntüsü	103
Şekil 4.19.	Cu-12Al-0,4Be şerit numunenin SEM görüntüsü (2500X)	106
Şekil 4.20.	Cu-12Al-0,4Be şerit numunenin SEM görüntüsü (5000X)	106
Şekil 4.21.	Cu-12Al-0,5Be şerit numunenin SEM görüntüsü (2500X)	107
Şekil 4.22.	Cu-12Al-0,5Be şerit numunenin SEM görüntüsü (5000X)	107
Şekil 4.23.	Cu-12Al-0,6Be şerit numunenin SEM görüntüsü (2500X)	108
Şekil 4.24.	Cu-12Al-0,6Be şerit numunenin SEM görüntüsü (5000X)	108
Şekil 4.25.	Şerit numunelere ait SEM görüntüsü	109
Şekil 4.26.	Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait ısıtma sırasında alınan SEM görüntüleri	112
Şekil 4.27.	Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait soğutma sırasında alınan SEM görüntüleri	114
Şekil 4.28.	Cu-12Al-0,4Be şerit numunenin a) dönüşüm öncesi ve b) dönüşüm sonrası SEM görüntüleri	116

Şekil 4.29.	Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait ısıtma sırasında alınan SEM görüntüleri	117
Şekil 4.30.	Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait soğutma sırasında alınan SEM görüntüleri	119
Şekil 4.31.	Cu-12Al-0,5Be şerit numunenin a) dönüşüm öncesi ve b) dönüşüm sonrası SEM görüntüleri	121
Şekil 4.32.	Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait ısıtma sırasında alınan SEM görüntüleri	123
Şekil 4.33.	Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait soğutma sırasında alınan SEM görüntüleri	125
Şekil 4.34.	Cu-12Al-0,6Be şerit numunenin a) dönüşüm öncesi ve b) dönüşüm sonrası SEM görüntüleri	127
Şekil 4.35.	Mastır alaşımlara ait renkli haritalama analiziyle elde edilmiş yüzey fotoğrafları	129
Şekil 4.36.	Şerit numunelere ait renkli haritalama analiziyle elde edilmiş yüzey fotoğrafları	130
Şekil 4.37.	Mastır alaşımlara ait EDAX analizleri	132
Şekil 4.38.	Şerit numunelere ait EDAX analizleri	133
Şekil 4.39.	Mastır alaşımlara a) Cu-12Al-0,4Be c) Cu-12Al-0,5Be e) Cu-12Al-0,6Be ve şerit numunelere b) Cu-12Al-0,4Be d) Cu-12Al-0,5Be f) Cu-12Al-0,6Be ait XRD analizleri	136
Şekil 4.40.	Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait 25 °C ve 185 °C sıcaklık aralığında alınan X-ışını kırınım desenleri	140
Şekil 4.41.	Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait 25°C ve 185°C’de alınan XRD grafiği	141
Şekil 4.42.	Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait 25°C ‘ de ısıtmadan önce ve sonra alınmış XRD desenleri	142
Şekil 4.43.	Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait 25°C ve 115°C sıcaklık aralığında alınan X-ışını kırınım desenleri	143
Şekil 4.44.	Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait 25°C ve 115°C’de alınan XRD grafiği	144
Şekil 4.45.	Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait 25°C‘ de ısıtmadan önce ve sonra alınmış XRD desenleri	145
Şekil 4.46.	Şerit numunelere ait TEM analizleri	147
Şekil 4.47.	Cu-Al-Be şerit numunelerin yük-yerdeğiştirme eğrileri	149

Şekil 4.48.	Cu-Al-Be şerit numunelere ait sertlik eğrileri	150
Şekil 4.49.	Cu-Al-Be şerit numunelere ait elastik modülü eğrileri	151
Şekil 4.50.	Cu-Al-Be şerit numunelere ait SLU eğrileri	153
Şekil 4.51.	Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait a) loop alanları (Wloop), b) Toplam alanlar (Wtoplam), c) Normalize harcanan enerji (Wloop/Wtoplam)	154
Şekil 4.52.	Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait a) loop alanları (Wloop), b) Toplam alanlar (Wtoplam), c) Normalize harcanan enerji(Wloop/Wtoplam)	155
Şekil 4.53.	Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait a) loop alanları (Wloop), b) Toplam alanlar (Wtoplam), c) Normalize harcanan enerji(Wloop/Wtoplam)	156
Şekil 4.54.	Cu-Al-Be şerit numunelere ait normalize harcanan enerji (Wilmek/Wtoplam) grafiği	157
Şekil 4.55.	Cu- 12Al-0,4Be kesit numunenin çevrimsel yükleme altında a) Yük- yerdeğiştirme eğrisi b) Çevrim davranışının ayrıntılı gösterimi	158
Şekil 4.56.	Cu-12Al-0,5Be kesit numunenin çevrimsel yükleme altında a) Yük- yerdeğiştirme eğrisi, b) Çevrim davranışının ayrıntılı gösterimi	159
Şekil 4.57.	Cu-12Al-0,6Be kesit numunenin çevrimsel yükleme altında a) Yük- yerdeğiştirme eğrisi b) Çevrim davranışının ayrıntılı gösterimi	160
Şekil 4.58.	Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait çevrimsel yükleme altında çevrim sayısına bağlı a) Sertlik b) Elastik Modülü eğrileri	163
Şekil 4.59.	Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait çevrimsel yükleme altında çevrim sayısına bağlı a) Sertlik b) Elastik Modülü eğrileri	164
Şekil 4.60.	Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait çevrimsel yükleme altında çevrim sayısına bağlı a) Sertlik b) Elastik Modülü eğrileri	165
Şekil 4.61.	Cu-12Al-0,6Be şerit numunenin yüzeyinde 50 mN yük altında açılan izin optik görüntüsü	166
Şekil 4.62.	Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait 50mN yük altında açılan izin a) 2-boyutlu b) 3-boyutlu AFM görüntüsü	167
Şekil 4.63.	Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait 50mN yük altında açılan izin a) 2-boyutlu b) 3-boyutlu AFM görüntüsü	168
Şekil 4.64.	Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait 50mN yük altında açılan izin a) 2-boyutlu b) 3-boyutlu AFM görüntüsü	169

## ÇİZELGELER DİZİNİ

	<b><u>Sayfa</u></b>
Çizelge 2.1. Bazı şekil bellekli alaşımlar ve martensitik dönüşüm sıcaklıkları	32
Çizelge 2.2. Bazı Ni-Ti esaslı şekil bellekli alaşımlara ait dönüşüm sıcaklıkları	33
Çizelge 3.1. Alaşımların % wt, % at ve e/a oranları	59
Çizelge 3.2. HT-XRD Analiz Şartları	74
Çizelge 3.3. Yaygın olarak kullanılan çenticiler için geometrik sabit ( $\epsilon$ )	82
Çizelge 4.1. Cu-Al-Be şeritlerin faz dönüşüm sıcaklıkları ve entalpi değişimleri	90
Çizelge 4.2. Cu-Al-Be şeritlerin entalpi ve entropi değişimleri	91
Çizelge 4.3. Cu-Al-Be numunelerine ait EDAX analizlerinden elde edilen Cu, Al oranları ve fazların kimyasal kompozisyonları	134
Çizelge 4.4. Cu-Al-Be şerit numunelere ait ostenit dönüşüm sıcaklıkları	145

## 1. GİRİŞ

Teknolojinin gelişimi ve hızlı bir şekilde ilerlemesi, günlük hayatımızda ve endüstriyel alandaki gereksinimlerimizin de çeşitlenmesini sağlamıştır. Bu çeşitlenme bilim adamları ve mühendisleri keşfedilen malzemelerin özelliklerini iyileştirmeye, yeni ürünler ve üstün özellikli yeni malzemeler üretmeye yöneltmiştir. Akıllı malzemeler, kendi içinde ve çevresindeki değişimlere tepki vererek belirli işlevleri anında ve sürekli olarak yerine getirebilen malzemelerdir. Akıllı malzemelerin bir sınıfını oluşturan şekil bellekli (hafızalı) alaşımlar (ŞBA), uygun ısı ve/veya mekanik işleme maruz kaldığında, önceki şekil veya boyutuna geri dönebilme yeteneğine sahip metalik malzemeler olarak bilinmektedir. Temel karakteristikleri, alaşıma giren elementlerin oranlarına bağlı olarak değişen kritik bir dönüşüm sıcaklığının üzerinde ve altında farklı iki şekle ve kristal yapıya sahip olabilmeleridir. Söz konusu sıcaklığın üzerinde ostenitik yapı (anafaz), altında ise martensitik yapı meydana gelir. Martensitik yapıya sahip olan bir şekil bellekli alaşım deformasyona maruz bırakıldıktan sonra dönüşüm sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklığa ısıtılırsa, martensit faz ana faza dönüşürken alaşım da ilk şekline geri dönecektir. ŞBA'ların sıcaklık veya zor etkisiyle faz değişimine uğramaları ve buna bağlı olarak şekil değiştirmeleri, bu alaşımlara çok farklı avantajlar kazandırmaktadır. Bu tür şekil bellek özelliği gösteren alaşımlar, yüksek esneklik kabiliyetleri, çok iyi mekanik özellikleri, yüksek korozyon dirençleri ve uygun maliyetleri nedeniyle havacılık ve otomotiv sektörlerinin yanı sıra özellikle biyomedikal uygulamalar için çok çekici hale gelmişlerdir (Hsu ve ark., 2008). ŞBA'lar, makine teçhizat ve yapı malzemeleri, medikal aygıtlar ve araçlar gibi endüstriyel ve tıbbi uygulamaların yanı sıra; elektronik aygıtlar, uzay araçları gibi ileri düzey uygulamalarda ve süperelastik gözlük çerçeveleri, telefon antenleri gibi günlük hayatı kolaylaştıran birçok üründe kullanılmaktadır. Son yıllarda robotik alanda yapılan uygulamalarda da ŞBA'ların kullanımı yaygınlaşmaktadır. Bununla birlikte savunma sanayinin birçok kolunda da ŞBA'ların kullanımı diğer sistemlere tercih edilir hale gelmiştir.

Tüm bu uygulama alanları ŞBA'ların sahip olduğu şekil bellek ve süperelastik özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Şekil bellek özelliği, ilk kez AuCd alaşımlarında 1932 yılında Arne Olander tarafından keşfedilmiş, 1938'de ise Greninger ve Mooradian söz konusu yapısal dönüşümün pirinç malzemedeki de ortaya çıktığını görmüşlerdir. 1951

yılında ise Chang ve Read tarafından AuCd alaşımlı bir çubukta gözlenen şekil bellek olayından sonra 1962’de Buehler ve arkadaşları tarafından eş-atomlu nikel titanyum alaşımlarında da şekil bellek etkisinin gözlemlendiği belirlenmiştir (Srinivasan ve ark., 2001).

ŞBA’ların çoğu termoelastik martensitik yapı sergileyen malzemelerdir. Martensit faz dönüşümlerine ait ilk gözlemler 1864’de Sorby, 1866’da Tschernoff ve 1878’de Martens tarafından demir esaslı alaşımlarda yapılmıştır. 1895 yılında Osmond, Martens’in tarifine uygun bir gözlem yapmış ve elde ettiği ürün faza martensit, bunun yüksek sıcaklık fazına ostenit ve bu dönüşüme de martensitik faz dönüşümü adını vermiştir. Daha sonra yapılan çok sayıda araştırma ile büyük bir öneme sahip olan martensitik dönüşümler, demir esaslı alaşımların yanı sıra geniş çapta soy metal bakır esaslı alaşımlarda ve metalik özellik taşımayan bazı malzemelerde de gözlenmiştir (Zengin, 2002).

Şekil bellekli alaşımlar, 1960 ve 1970’lerde nikel ve bakır esaslı şekil bellekli alaşımların keşfine kadar fazla uygulama alanı bulamamıştır. Teknolojinin gelişimine paralel olarak bakır ve nikel esaslı alaşımların üretim yöntemlerinin gelişmesi, alaşımların fiziksel ve mekanik özelliklerini iyileştirmiş, endüstriyel alanda daha kullanılabilir hale getirmiştir. Bu alaşımlar özellikle son 20 yıl içerisinde ileri teknoloji malzemeleri sınıfına girmiştir. Bu bağlamda sunulan araştırmada şekil bellekli alaşımların üretim yöntemlerinin geliştirilmesine katkı sunmak, alaşımların fiziksel ve mekanik özelliklerinin iyileştirilerek endüstriyel alanda daha kullanılabilir hale getirmek amaçlanmıştır ve bu doğrultuda seçilen malzeme, üretim yöntemleri ve yapılan analizler bu bölümde kısaca özetlenmiştir.

Uygulamalarda şekil bellek etkisi gösteren çok sayıda alaşım olduğu bilinmekle beraber bunlar arasında en çok ilgi görenler nikel-titanyum ve Cu-esaslı alaşımlardır. Ni-Ti alaşımlarının korozyon direncinin iyi olmasına karşın üretimlerinin oldukça zor ve pahalı olması bu alaşımlara alternatif olarak Cu-temelli alaşımların kullanımının artmasına neden olmaktadır. Bununla birlikte Cu-temelli alaşımların maliyetlerinin düşük, üretimlerinin kolay olması ve daha geniş potansiyel dönüşüm sıcaklıklarına sahip olmaları dolayısıyla bugün birçok uygulamada Ni-Ti alaşımlarından çok daha kullanışlı hale gelmişlerdir (Wu, 1990).

Cu-temelli alaşım grubuna giren ikili alaşımlar Cu-Al, Cu-Zn ve Cu-Mn şeklinde gruplandırılabilir. Temel bileşenleri Cu-Al olan şekil bellekli alaşımlara, Be,

Mn ve Ni gibi üçüncü element ilavesinin  $\beta$  faz kararlılığında etkili olduğu ve martensitik dönüşüm sıcaklığını azalttığı bildirilmiştir (Recarte ve ark., 2002). Be ilavesinin ise Cu-temelli alaşımlarda şekil bellek etkisine zarar vermeksizin termal kararlılığı arttırdığı ve martensitik dönüşüm sıcaklığını büyük ölçüde azalttığı rapor edilmiştir (Balo ve Ceylan, 2002; Gonzales ve ark., 2003).

Bakır bazlı diğer alaşımlarda olduğu gibi tez çalışmamızda üretilen Cu-Al-Be alaşımlarında da şekil bellek olayı görülen kompozisyon aralığı, yüksek sıcaklıklardaki  $\beta$  faz bölgesidir. Cu-Al-Be alaşımlarının faz diyagramları Cu-Al alaşımının faz diyagramıyla temelde aynıdır. Bu bağlamda Cu-Al-Be alaşımlarının yüksek sıcaklık bölgelerinde ağırlıkça (%11-12)Al kompozisyonu civarında şekil bellek özelliği göstermesi ve şekil bellek özelliklerinin alaşımın Be miktarındaki değişime önemli derecede duyarlı olması da göz önüne alındığında tez kapsamında üretilen şekil bellekli alaşım grubu Cu-ağ%12Al-ağ% $x$ Be ( $x$ : 0,4, 0,5 ve 0,6) olarak belirlenmiştir.

Literatürde yapılan çalışmalarda, tane boyutu ve kimyasal kompozisyonun Cu temelli ŞBA'ların özelliklerini belirleyen iki temel faktör olduğu ve özellikle kaba tane boyutunun büyük martensit boyutuna neden olarak zayıf şekil bellek kapasitesine yol açtığı bildirilmiştir (Sure ve Brown, 1984). Çok yüksek soğuma hızları dolayısıyla hızlı katılaştırma tekniklerinin genel olarak ince taneli alaşımların üretilmesi ve böylelikle kaba taneli mikroyapılara eşlik eden çeşitli problemlerin azaltılması için uygun bir üretim yöntemi olduğu bilinmektedir (Gögebakan ve ark., 2003; Uzun ve ark., 2003; Uzun ve ark., 2004, Karaköse ve ark., 2008). Bu nedenle çalışmada sunulan Cu-Al-Be şekil bellekli alaşımların hızlı katılaştırma tekniklerinden biri olan ve oldukça yüksek soğuma hızlarının elde edildiği eriyik eğirme (melt spinning) yöntemi ile üretilmesi amaçlanmıştır.

Çalışmamızda, Cu-Al-Be alaşımları öncelikle ark-eritme (arc-melting) yöntemi ile mastır alaşım olarak üretilerek eriyik eğirme (melt- spinning) metodu için hazır hale getirildi. Üç farklı bileşime sahip olarak üretilen mastır alaşımların hızlı katılaştırılmış karışımları da eriyik eğirme tekniği kullanılarak şerit formunda üretildi.

Hem mastır alaşımların hem de hızlı katılaştırılmış karışımlarının ısıl analizleri DSC cihazı ile yapılarak şekil bellek özelliği için gerekli olan martensitik dönüşümün gerçekleşip gerçekleşmediği belirlendi. Eriyik eğirme tekniği ile üretilen şeritlerin martensit ve ostenit dönüşüm sıcaklıklarının Be miktarına bağlı değişimi gözlemlendi.

Şekil bellekli Cu-Al-Be alaşımların yüzey morfolojileri optik mikroskop ile incelendi. Her iki yöntemle üretilen alaşımlarda dağlamamanın mikro yapıya etkisini incelemek için dağlamadan önce ve her bir dağlama aşamasından sonra numunelerin optik fotoğrafları alındı.

Cu-Al-Be mastır alaşımların ve şerit formlarının mikro yapılarını incelemek için taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri yapıldı. SEM görüntülerinden hem mastır alaşımların hem de şerit formlarının oda sıcaklığında mikroyapıları incelendi.

Şekil bellek özelliği gösteren şerit numunelerin faz dönüşümü gösterip göstermediğini anlamak ve yüksek sıcaklıkta sahip olduğu mikro yapıyı incelemek için sıcaklık değişimi altında SEM analizleri alındı. Bununla birlikte söz konusu analizlerden martensit ve ostenit dönüşüm sıcaklıkları belirlenmeye çalışıldı.

Cu-Al-Be mastır alaşımlar ve şerit numuneler için alaşımı oluşturan bileşenlerin mikroyapı içerisindeki dağılımını belirlemek adına renkli haritalama analizi (RHA) yapıldı.

Hem mastır alaşımların hem de şerit numunelerin yapısında oluşan fazların elementer içeriklerini tespit edebilmek için EDAX analizi yapıldı. Cu-Al-Be numunelerinin EDAX bölge analizleri sonucunda atomca ve ağırlıkça element oranları belirlendi ve EDAX spektrumları elde edildi.

Hem mastır alaşımların hem de hızlı katılaştırılmış karışımlarının oda sıcaklığındaki faz analizleri x-ışını kırınım (XRD) cihazı ile yapılarak, alaşımların mikro yapısında gözlenen fazlar belirlendi.

Cu-Al-Be şerit numunelerin hem faz dönüşüm sıcaklıklarının hem de yüksek sıcaklıkta sahip oldukları fazın belirlenmesi için yüksek sıcaklık XRD analizleri yapıldı.

Üç farklı bileşime sahip şerit numunelerin TEM analizleri yapıldı. Şerit numunelerde Be miktarındaki artışın martensit plaka kalınlığını nasıl etkilediği TEM analizlerinden bulundu.

Şekil bellekli alaşımların en önemli karakteristiklerinin başında, onlara diğer alaşımlara kıyasla büyük avantajlar sağlayan mekanik özellikleri gelmektedir. Bu bağlamda, şekil bellekli alaşımların mekanik özelliklerinin ayrıntılı ve hassas bir şekilde belirlenebilmesi, bu alaşımların endüstriyel kullanımları açısından son derece önemlidir.



Sunulan bu alıřmada hızlı katılařtırma yntemi ile retilen Cu-Al-Be řeritlerin mekanik zellikleri (sertlik, elastik modl, snmleme) nanoentme cihazı kullanılarak karakterize edildi.

Atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ise yzey morfoloji incelemesinden daha ok sertlik deneylerinde alařımın yzeyinde oluřturulan izlerin analizinde kullanıldı.

## 2. KURAMSAL TEMELLER

ŞBA'lar tıp alanı (ortodontik diş telleri, endodontik uygulamalarda kullanılan aletler, damar tıkanıklıklarının ameliyatsız tedavisinde kullanılan stentler, ortopedik bağlantı elemanları), robot ve hareketlendirici teknolojisi, uzay araçları, sönümlenme elemanları, elektrik bağlantıları, ince film uygulamaları ve mikro-elektro-mekanik sistemler gibi pekçok uygulama alanına sahiptir. 1980'lerde yangın alarmları gibi çok farklı sahalarda kullanılmaya başlanmıştır. Geleneksel bimetal termostatlardan daha güvenilir ve uzun ömürlü olduğundan; merkezi ısıtma sistemlerinde, seralarda da kullanım alanı bulmuştur. Şekil bellekli alaşımların şekil değiştirme anındaki yüksek güçleri Japon Şekil Bellekli Alaşımlar Birliği tarafından kayaların parçalanmasında kullanılmasını, alaşımın hafifliği ise NASA'nın uzay araştırmalarında ağır makinelerin yerine, şekil bellekli alaşımları tercih etmesini sağlamıştır. 1994 yılında Mars gezegenine gönderilen Pathfinder mobil robotu üzerinde güneş panellerinin kapak hareketinin sağlanması için şekil bellekli alaşımlar kullanılmıştır.

Akıllı malzemeler sınıfına dahil olan ŞBA'ların ilk etapta kullanılması planlanan yerlerden biri kontrol yüzeyleridir. Mevcut menteşeli sistemin yerine ŞBA kullanılarak menteşesiz, kanadın devamı olarak gelen kontrol yüzeyleri geliştirilmiştir. Bir sonraki adımda ise tümüyle akıllı malzeme kullanılarak yapılmış kanatlar hedeflenmektedir.

ŞBA'ların uygulamalarına bir örnek de alaşımın robotik uygulamalarda kullanılması ile ilgilidir. Savunma sanayinde, mayın temizleme, patlamamış mühimmat ve tuzaklanmış sistemler gibi risk taşıyan bölgelerde görev yapacak robot sistemlerinin hafif, ekonomik ve basit çalışma prensibine sahip olması gerekmektedir. Bu alanda ABD'den ithal edilen NiTi ŞBA'lar kullanılarak prototipi geliştirilen ŞBA İTÜ Robot El; şekil bellekli alaşımların geleneksel hareketlendirici sistemleri yanında bir alternatif olarak kullanılabileceğini göstermektedir.

ŞBA'lar biyomedikal uygulamalarda da oldukça fazla kullanım alanına sahiptir. Bu uygulamalardan biri olan ortodontik diş telleri, çarpık dişleri dış kuvvet uygulayarak düşey mesafede uygun aralığa yerleştirmekte kullanılmaktadır. ŞBA'ların biyomedikal alandaki farklı bir kullanım örneği de kalp damar tıkanıklıklarının ameliyatsız tedavisinde kullanılan stentlerdir. Stentler radyal bir yay şekline sahip olup, damar tıkanıklığının bulunduğu bölgeye, martensitik yapıda büzülmüş olarak bir baloncuk vasıtasıyla yerleştirilirler. Baloncunun çekilmesi ile vücut sıcaklığına ulaşan stent şekil

bellek etkisi ile, dönüşüm göstererek, büzüştürülmeden önceki çapına genişlemek ister ve damara genişleme yönünde bir kuvvet uygular. Damar çeperinin genişlemesi ile neticelenen bu süreç, tıkanık olan damarın yüksek oranda açılmasını sağlar.

Uzay araştırmalarında, tıpta, otomotiv endüstrisinde, mikro-elektro-mekanik gibi pek çok alanda çeşitli uygulamalarda kullanılan akıllı malzemelerin seçiminde en önemli faktörlerden biri, malzemenin ortamla olan uyumluluğunun iyi sonuçlar vermesidir. Şekil bellekli alaşımlar, geniş iş yoğunluğu kapasitesi ve büyük birim şekil değiştirme özelliklerine sahip olmasından ötürü bu kategoriye girmektedir. Bu malzemeler içyapısındaki yapısal değişiklikler sonucunda meydana gelen süperelastik ve şekil bellek etkisi gibi üstün özellikleri bünyesinde bulundurması nedeniyle, endüstriyel uygulamalarda alternatif bir eyleme geçirici (aktüatör) olarak kullanılmaktadır. Endüstrinin gelişim süreci içerisinde talep edilen ürünün üretilmesi veya geliştirilmesinde daha esnek, hafif ve minyatürleşme yönündeki yönelme, hareket iletim organlarında da bir gelişim sürecine girilmesine sebep olmuştur. Bu bağlamda ŞBA'ların deformasyonlar sonucunda minimum iş yaparak önceki şekline geri dönebilmesinin yanında, faz dönüşümleri sırasında ürettiği güç ile birlikte performans oranının oldukça iyi olması önemlidir. Bu malzemelerin içyapılarının yani faz dönüşümlerinin kontrol altına alınması sonucu birçok uygulamada aktüatör olarak kullanılabilmesi performans kriterleri olarak diğer sistemlere göre avantaj sağlayacaktır.

Söz konusu uygulamalarda kullanılmak üzere uygun bir tasarım geliştirebilmek amacıyla şekil bellekli malzemelerin doğasını anlamak ve tahmin etmek önemlidir. Bu sebeple, histerezis, direnç ve mikro yapıdaki değişimler, süperelastik gibi etkileri bünyesinde taşıyan ve oldukça karmaşık bir yapıya sahip olan ŞBA'ların mikro yapılarını incelemek ve şekil bellek özelliklerini iyileştirmek adına analizler yapılmalıdır.

Bu doğrultuda tez çalışmasının içeriğini oluşturan şekil bellekli Cu-Al-Be alaşımları üzerine literatürde mevcut çalışmalardan bazıları aşağıda sunulmaktadır;

Cu-Al-Be alaşımlarında dönüşüm sıcaklıkları üzerine yapılan araştırmalar sonucunda, ötektoidal kompozisyon civarında seçilen Be miktarının şekil bellek etkisine zarar vermeksizin termal kararlılığı arttırdığı ve martensit dönüşüm sıcaklığını büyük ölçüde azalttığı rapor edilmiştir (Belkahla ve Guenin, 1991; Zengin, 2002).

Hızlı katılaştırma yöntemlerinden biri olan eriyik eğirme (melt-spinning) tekniğinin kullanıldığı Cu-Al-Be ŞBA' larda teker hızının tane boyutu üzerine etkisi

incelenmiş ve istenilen tane boyutunu elde edebilmek için bu tekniğin uygun bir yöntem olduğu anlaşılmıştır (Balo ve Ceylan, 2002).

Cu-Al-Be alaşımlarında zor etkisi üzerine yapılan çalışmalar sonucu zorun etkisinin sadece dönüşüm sıcaklıklarının değişimiyle sınırlı kalmadığı, termal etki ile oluşan martensitin farklı morfoloji ve kristal yapılı yeni martensitlerin test sıcaklığına bağlı zor etkili olarak meydana geldiği görülmüştür. Bu alaşımlarda martensit dönüşüme bağlı olan şekil bellek özelliğinin uygulanan zor ile kuvvetli bir şekilde değiştiği sonucuna varılmıştır. Şekil bellek özelliğinin alaşımın içerdiği element sayısı ve miktarının yanında uygulanan zorun büyüklüğü ile de kontrol edilebileceği anlaşılmıştır. Ayrıca yapılan birçok zor-zorlanma deneyleri ile alaşımın mekanik özellikleri araştırılmıştır (Balo ve ark., 2001; Kaouache ve ark., 2004; Kaouache ve ark., 2006; Lara-Rodriguez ve ark., 2006).

Şekil bellekli Cu-Al-Be alaşımlarında yapı içerisinde oluşan çökelmelerin martensit dönüşüm üzerine etkisinin araştırılması sonucu, çökelme miktarının arttıkça martensit dönüşümün daha yüksek zor değerlerinde oluştuğu görülmüştür (Montecinos ve Cuniberti, 2008; Cuniberti ve ark., 2009).

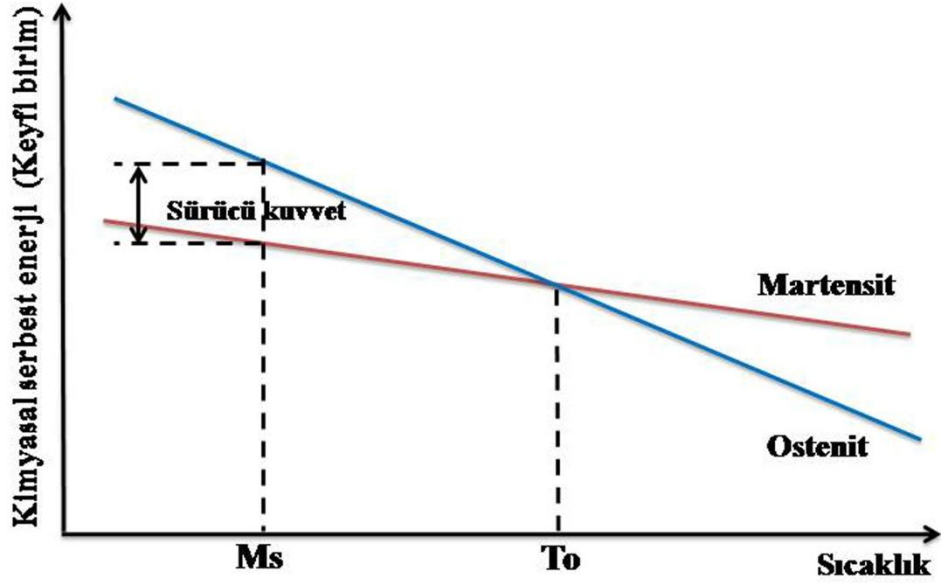
Cu-Al-Be alaşımlarında düzen-düzensizlik geçişleri ile ilgili araştırmalar incelendiğinde, düzenlenme sıcaklığının alaşım kompozisyonuna bağlılığının önemli olmadığı ve düzensiz A2 süper örgülü yapıdan düzenli DO3 süper örgü yapısına birinci dereceden bir geçişin meydana geldiği tespit edilmiştir (Ochoa-Lara ve ark., 2006; Lanzini ve ark., 2008).

## 2.1. Martensitik Faz Dönüşümü

Martensitik dönüşüm, ostenit faz olarak adlandırılan dönüşüm öncesi kristal yapının, sıcaklık ve uygulanan basıncın ayrı ayrı veya birlikte etkisiyle martensit yapıya dönüşmesi olayıdır. Pekçok metal ve alaşım sisteminde gözlenen birinci mertebeden yapısal bir faz dönüşümüdür. Bu dönüşümlerin en önemli özelliği, dönüşüm sonrasında atomların ilk komşuluklarının korunması yani dönüşümün difüzyonsuz olarak gerçekleşmesidir. Böylece martensit fazdaki atomların komşulukları, dönüşüm öncesi komşuluklar ve kristalin kompozisyonu değişmez kalmaktadır (Ortin ve Planes, 1989).

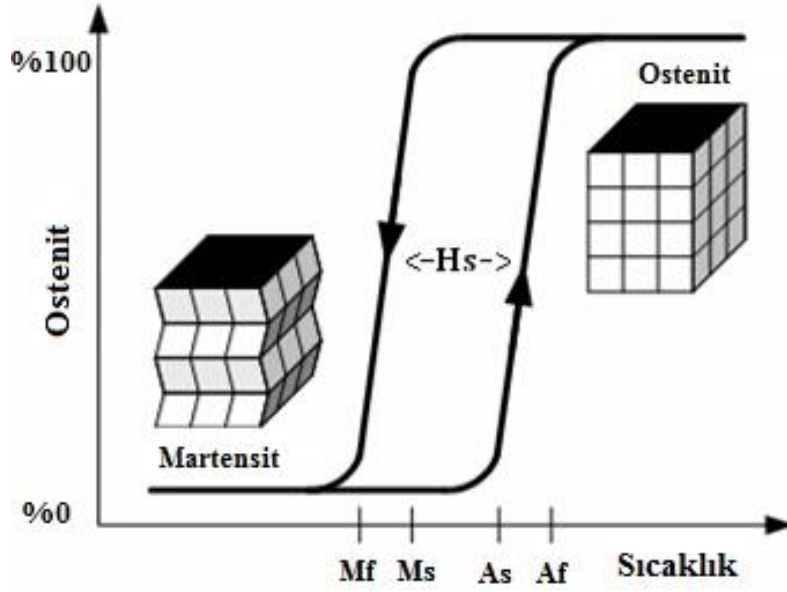
Difüzyonsuz faz dönüşümlerine ait ilk gözlemler 1864'de Sorby, 1866'da Tschernoff ve 1878'de Martens tarafından demir esaslı alaşımlarda gözlenmiştir. 1895 yılında Osmond, Martens'in tarifine uygun bir gözlem yapmış ve elde ettiği ürün faza martensit, bunun yüksek sıcaklık fazına ostenit ve bu dönüşüme de martensitik faz dönüşümü adını vermiştir. Daha sonra yapılan çok sayıda araştırma ile büyük bir öneme sahip olan martensitik dönüşümler, demir esaslı alaşımların yanı sıra geniş çapta soy metal bakır esaslı alaşımlarda ve metalik özellik taşımayan bazı malzemelerde de gözlenmiştir (Zengin, 2002).

Martensitik faz dönüşümü, numune sıcaklığının hızla düşürülmesi veya ostenit yapıya dıştan uygulanan bir mekanik zor ya da her ikisinin aynı anda uygulanmasıyla meydana gelir. Ostenit kristal yapı, bir  $T_0$  sıcaklığında termodinamik dengededir. Kristal yapı bu sıcaklıktan hızla soğutulursa kritik bir  $M_s$  sıcaklığından sonra, ostenit kristal yapı içerisinde martensit yapı oluşmaya başlar. Bu  $M_s$  sıcaklığına martensit başlama sıcaklığı denir ve değişik alaşımlar için farklı değerlere sahiptir.  $(T_0 - M_s)$  sıcaklık farkı, fazlar arasındaki kimyasal serbest enerjiyi, bu enerji de dönüşüm için gerekli sürücü kuvveti doğurur (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. Ostenit ve martensit fazların kimyasal serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi (Christian, 1975; Funakubo, H., 1987)

Bu anda dışarıdan uygulanacak bir mekanik zor ile  $M_s$  sıcaklığı  $T_0$  sıcaklığının çok altına düşmeden dönüşüm başlayabilir. Dışarıdan uygulanan bu mekanik zor  $M_s$ 'yi artırdığı gibi dönüşüm hacim miktarını da artırır (Christian, 1975; Funakubo, 1987).  $M_s$  sıcaklığında başlayan martensit dönüşüm belli bir sıcaklık aralığında devam eder ve durur. Dönüşümün bittiği bu sıcaklığa martensit bitiş sıcaklığı ( $M_f$ ) denir. Martensit haldeki dönüşmüş numune ısıtılınca tekrar ana faz olan ostenit yapıya dönüşür. Bu nedenle martensit dönüşüm tersinir bir olaydır. Ters dönüşüm de martensit dönüşümde olduğu gibi belli bir sıcaklıkta başlayıp belli bir aralıkta devam ettikten sonra tamamlanır. Bu sıcaklıklar da ostenit başlama ( $A_s$ ) ve ostenit bitiş ( $A_f$ ) sıcaklıkları olarak adlandırılır. Bu dönüşüm sıcaklıkları değişik alaşımlar için farklı değerlere sahiptir. Sıcaklığa bağlı olarak, kristal yapıdaki değişim ve dönüşüm sıcaklıkları Şekil 2.2'de verilmiştir.



Şekil 2. 2. Kristalografik yapının sıcaklığa bağlı olarak değişimi

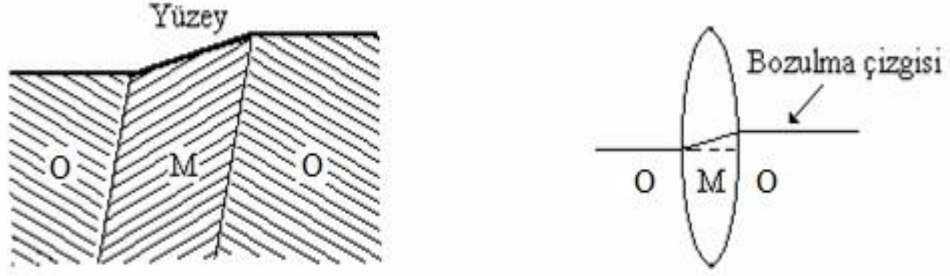
### 2.1.2. Martensitik dönüşümlerin genel karakteristiği

Martensitik dönüşüm, difüzyonsuz tabiatının yanı sıra bir kristal yapıdan yeni bir kristal yapıya dönüşümle karakterize edilir. Difüzyonsuz martensitik dönüşümler çoğu metaller, alaşımlar ve bileşiklerde gözlenmiştir. Martensitik dönüşüm katılardaki bir katı-katı faz dönüşümünü ifade eder.

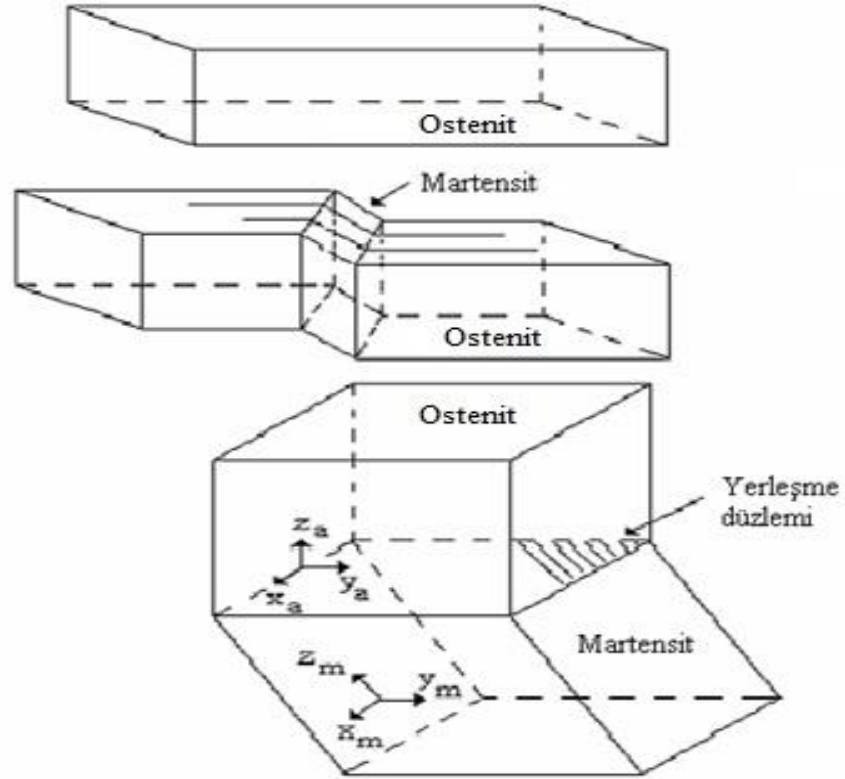
Martensitik dönüşümlerin genel karakteristikleri şu başlıklar altında özetlenebilir.

- Martensitik faz, ara bir katı çözeltilidir.
- Kristal atomlarının dönüşüm öncesi ve sonrası komşulukları korunur. Bu nedenle dönüşüm difüzyonsuzdur.
- Dönüşüm, sınırlı bir şekil değişikliğiyle meydana gelir. Ana fazdaki numune yüzeyi düzelterip parlatıldıktan sonra sıcaklığı düşürülürse, yüzey üzerinde meydana gelen martensitik bölgeler kabartılar şeklinde gözlenir (Şekil 2.3.a). Ostenit yapı ile martensit yapı arasındaki sınırdaki bozulma çizgisi ortaya çıkar (Şekil 2.3.b).

- Martensitik dönüşümde, bozulmamış olarak kalan ve ana faz ile ürün fazı ayıran düzleme “yerleşme düzlemi” (habit plane) denir. Yerleşme düzlemi değişmez bir düzlemdir ve bu düzlem üzerindeki doğrultular bozulmamıştır (Şekil 2.4).
- Ostenit faz ile martensit fazın örgüleri arasında sınırlı bir dönme bağıntısı vardır.
- Dönüşümde kristal örgü kusurları da oluşur.



**Şekil 2.3.** Ostenit ve martensit yapı arasındaki sınırlı şekil değişimi  
(a) Martensitik yüzey kabartması, (b) Bozulma çizgisinin kırılması



**Şekil 2. 4.** Martensitik dönüşümün difüzyonsuz gerçekleşmesine bağlı olarak düzlemve doğrultulardaki değişim (Funakubo, 1987; Ortin ve Planes, 1989)



Kısaca martensitik dönüşümde; bir ara yüzeyin atomik hareketler anlamında düzenli ve hızlı ilerleyerek büyümesiyle ürün faz oluşur. Böyle bir ara yüzey hareketi, ürün yapının çabuk oluşmasına yardım eden dislokasyonları kapsar (Barrett ve Massalski, 1980). Ara yüzeyin büyümesiyle düz bir yüzeyde kabartı şeklinde değişimler gözlenir. Bu kabartı martensitin varlığını gösteren önemli bir özelliktir (Bilby ve Christian, 1961).

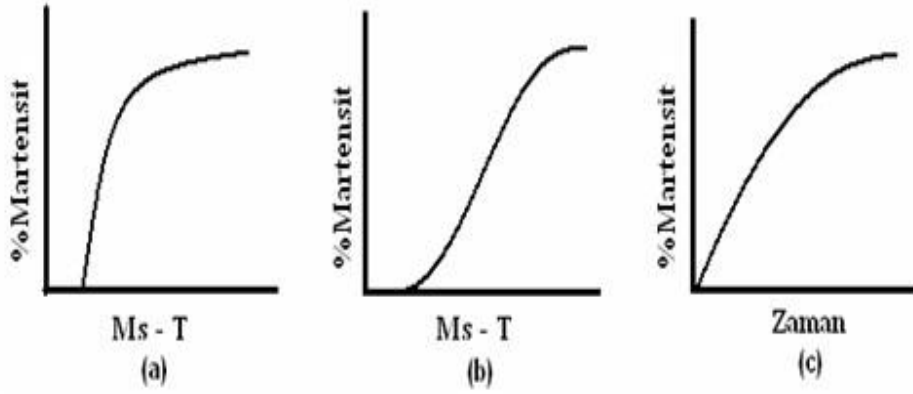
### 2.1.3. Martensitik dönüşüm çeşitleri

Martensitik dönüşüm termoelastik (örneğin Au-Cd) ve termoelastik olmayan (örneğin Fe-Ni) olmak üzere ikiye ayrılır. Termoelastik martensitik dönüşümler ise izotermal ve atermal olmak üzere iki gruba ayrılır. Şekil bellekli alaşımlar izotermal martensitik dönüşüm özelliği gösterirler (Kayalı, 1993; Otsuka ve Wayman, 1998). Bunun yanında şekil bellek özelliğinin oluşması için ana faz düzenli olmalıdır. Ayrıca dönüşümün gerçekleşmesi için deformasyon, dislokasyon kayması ile değil ikizlenme benzeri bir mekanizma ile olmalıdır (Porter ve Easterling, 1992).

İzotermal martensit dönüşüm, sıcaklığın düşürülmesi sonucu bir kritik sıcaklığa ( $M_s$ ) ulaşıldığı zaman martensit plakaların çekirdeklenmesi ile başlar. Sıcaklık düşüşüyle birlikte martensit plakaların sayısı artmaya devam eder. Martensit bitiş sıcaklığına ( $M_f$ ) ulaşıldığında dönüşüm tamamlanır. Dönüşüm tersinirdir. İzotermal martensit dönüşümlerde;  $M_s$  sıcaklığından daha aşağı sıcaklıklarda yeni martensit kristalleri oluşacağı gibi daha önce oluşanlar da hacimce büyüme gösterebilir (Young ve Wayman, 1984). İzotermal özellikli martensitik faz dönüşümünde oluşan martensit yüzdesinin zamana bağlı olarak değişimi Şekil 2.5.c'de görülmektedir. Eğer sıcaklık yükseltirse plakalar kaybolmaya başlar. Ostenit başlama sıcaklığında ( $A_s$ ) bu defa martensit faz içerisinde ostenit faz oluşmaya başlar. Ostenit bitiş sıcaklığında ( $A_f$ ) dönüşüm tamamlanır.  $A_s$  sıcaklığı ile  $M_f$  sıcaklığı aynı değerde değildir. Bazı alaşımlarda  $A_s$ -  $A_f$  arası yaklaşık 400 °C kadar geniş, bazı alaşımlarda ise 15 °C kadar dardır. İzotermal dönüşümün gerçekleşebilmesi için ortamın sıcaklığının değiştirilmesi ya da dışarıdan bir zor uygulanması gerekmektedir.

Atermal dönüşümde ostenit durumdaki numune soğutularak  $M_s$  sıcaklığına geldiğinde ostenit yapı martensit yapıya dönüşmeye başlar. Numune soğutulmaya devam edilirse  $M_f$  sıcaklığına gelindiğinde dönüşecek oranın tamamı martensit'e

dönüşmüş olur. Atermal dönüşüm iki gruba ayrılarak incelenebilir. Şekil 2.5.a'da görüldüğü gibi dönüşüm çok yüksek hızlarda patlama şeklinde tamamlanabilir ya da Şekil 2.5.b'deki gibi martensit oluşum yüzdesi sıcaklığa üstel bir bağımlılık gösterebilir (Machlin ve Cohen, 1951; Kaufman ve Cohen, 1958; Tomato, 1963). Sıcaklık değişimi ile oluşan martensit fazın oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha aşağı sıcaklıklarda yeni patlamalar olabilir ancak bir kez oluşan martensit düşük sıcaklıklarda büyüme göstermez (Young ve Wayman, 1984). Bu dönüşüm esnasında şekil bellek olayı gözlenmez.



Şekil 2.5. Martensit oluşum yüzdesinin sıcaklık ve zamana bağlı değişimi  
a) Patlamalı atermal b) Atermal c) İzotermal

#### 2.1.4. Termoelastik ve termoelastik olmayan martensitik dönüşüm

Termoelastik davranış gösteren birçok demirdışı martensit mevcut olup martensitlerin büyüme mekanizmasının genel olarak incelenmesi gerekir. Bunun için martensitler A ve B olmak üzere kesme bileşenlerinin büyüklüğüne göre iki ana gruba ayırarak ele alınabilir.

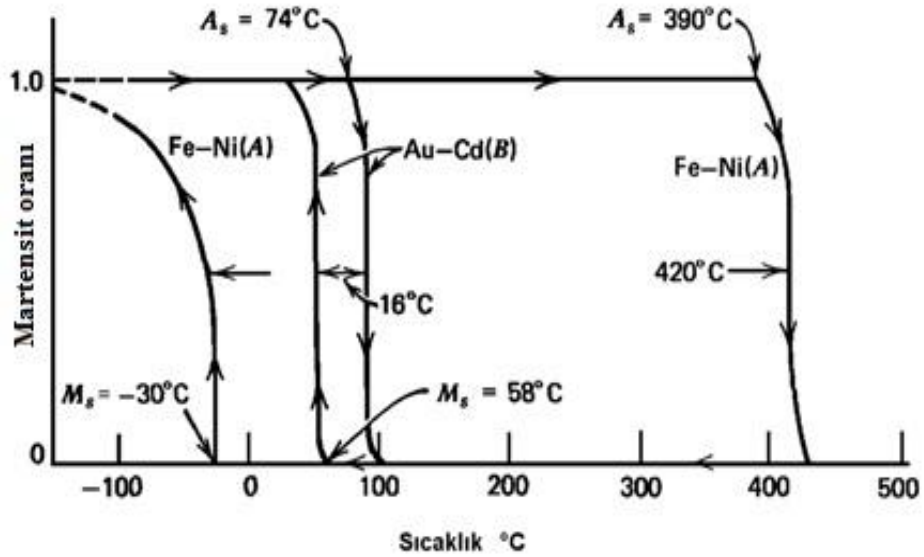
A: Büyük kesme bileşenlerine sahip, örnek Fe-C ( $\gamma = 0,19$ ), Fe-30Ni ( $\gamma = 0,20$ )

B: Küçük kesme bileşenlerine sahip, örnek Au-Cd ( $\gamma = 0,05$ ), In-Tl ( $\gamma = 0,02$ )

Martensitler tekrar dönüşüme uğratıldığında, hızla büyüyen martensit tipinde bir dönüşüm mekanizması ile ostenite dönüşür. Bu şekilde dönüşüme uğrayan Fe-30Ni (A tipi) ve Au-Cd (B tipi) martensitlerin dönüşüm eğrileri Şekil 2.6'da verilmiştir. Tersine martensitik dönüşüm, ısıtma etkisi ile yüksek sıcaklık fazına doğru, ostenit başlangıç sıcaklığı denilen  $A_s$  sıcaklığında başlar.  $A_s$  sıcaklığı,  $M_s$  sıcaklığının oldukça üstünde bir sıcaklıktır ve dönüşüm eğrileri Şekil 2. 6'daki gibi bir histeresiz oluşturur. Görüldüğü

gibi A tipi martensitlerde histeresiz daha büyüktür, histeresizin genişliği Fe-Ni için yaklaşık 420 °C olarak tesbit edilmiştir. Bu değer Au-Cd için 16 °C civarındadır. Ostenit oluşum reaksiyonu martensit oluşum reaksiyonunun tersidir ve denge sıcaklığının  $M_s$  ve  $A_s$  arasında kaldığı kabul edilir. Bu histeresiz eğrilerinden  $T_E$  tayin edilebilir. Buradan martensit reaksiyonunun  $\Delta G_{\gamma-M}(\text{başlangıç}) = \Delta S_f(\Delta T(\text{çevrim}))/2$ , eşitliğine uygun bir şekilde başlaması için gerekli serbest enerji kolaylıkla hesaplanabilir ve  $\Delta T$  (çevrim) histeresizin sıcaklık aralığıdır. A tipi martensitlerin başlaması için daha büyük serbest enerji gereklidir çünkü bu tip martensitlerin oluşabilmesi için daha büyük kesme kuvvetlerine gerek vardır.

A ve B tipi martensitlerin oluşumunda belirgin bir fark vardır. Her iki tip martensit için, sıcaklık  $M_s$  sıcaklığının altına düşürülürse, plakalar oluşur ve belli bir büyüklüğe kadar hızla büyür.



Şekil 2.6. A tipi ve B tipi martensitlerin histeresiz eğrileri (Verhoeven, 1975; Balo ve Ceylan, 2002)

Sıcaklığın daha da aşağı düşürülmesi ile yeni plakaların oluşumu ve önceden oluşmuş B tipindeki martensitlerin büyümesi ile daha fazla dönüşüm gerçekleşir.

A tipi martensitlerde daha fazla martensit sadece yeni plakaların oluşması ile gerçekleşir. Önceden oluşmuş olan plakalar düşük sıcaklıklarda daha fazla büyümmez. B tipindeki martensitlerde önceden oluşmuş plakaların büyümesi ani hareketlerle devam eder. Bu şekildeki plakaların büyüme hızı martensitik dönüşümlerde olduğu gibi çok

yüksek değerlerdedir fakat büyüme kısa mesafelerde sıcaklığın düşürülmesi ile açığa çıkan serbest enerji sonucu gelişir.

Yeteri kadar plastik hareket olursa, hızlı büyümeye neden olan ostenit ve martensit arasındaki arayüzey parçalanır ve büyüme durur. Daha fazla büyüme oldukça güçtür ve sistemde eski plakaların büyümesinden daha çok yeni plakaların çekirdeklenmesi daha kolaylaşır. A tipi martensitlerde kesme hareketi ve aşırı soğutma  $T_E - M_s$  büyüktür, bu nedenle kalıcı büyümenin durma mekanizmasının devreye girdiği düşünülür. Hâlbuki B tipi martensitlerde daha küçük kesme hareketi ve daha küçük aşırı soğutma vardır. Plastik hareket oluşmadığı durumda ve elastik deformasyon enerjisi ile serbest enerji arasında bir dengeye ulaşıldığında, martensit fazının düşük serbest enerji durumuna gelmesi sağlanmış olur. Oluşan bu martensite, termoelastik martensit denir.

B tipi martensitler genellikle termoelastik özelliktedir. Sıcaklık düşürüldükçe, serbest enerji miktarı artar ve martensit oluşma eğilimi artar. Plakalar, yeteri kadar deformasyon enerjisi, yeni bir denge oluşturana kadar büyür. Kütle ara yüzeyinin hızı sıcaklığın azaltılması ile artar. Bunun yanı sıra arayüzey kendi kendine kısa atlamalar şeklinde çok yüksek hızda büyür, bu nedenle ara yüzeyde bir hareket gözlenir.

### **2.1.5. Martensitik dönüşümün termoninamiği**

Ostenit kristal yapı, bir  $T_0$  sıcaklığında termodinamik olarak denge durumundadır. Denge sıcaklığında ostenit ve martensit fazın serbest enerjileri eşittir. Kristal yapı bu  $T_0$  denge sıcaklığından hızlı soğutulursa kritik bir  $M_s$  sıcaklığından sonra, ostenit kristal yapı içerisinde martensit yapı oluşmaya başlar. Denge sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda iki faz arasındaki serbest enerji farkı sıfırdan büyüktür ve martensit fazın serbest enerjisi daha küçük olduğundan, minimum enerji kuralına göre martensit faz daha kararlıdır. Denge sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda ise ostenit faz daha kararlıdır (Aydoğdu, 1995). Kapalı bir sistemin, sabit bir basıncına karşı hacmi  $V_1$ ' den  $V_2$ ' ye kadar değiştirilecek olursa, enerji de (termodinamiğin birinci kanununa göre)  $E_1$ ' den  $E_2$ ' ye değişmiş olur. Bu durumda da  $\Delta E$  enerji değişimi;

$$\Delta E = E_2 - E_1 = \Delta Q - P(V_2 - V_1) \quad (2.1)$$

olur. Böyle bir deęişim esnasında sistemin  $\Delta Q$  ısı enerjisi deęişimi, yukarıdaki ifadeden hesaplanınca;

$$\Delta Q=(E_2+PV_2)-(E_1+PV_1) \quad (2.2)$$

bulunur. Görülüyor ki, sabit P basıncına karşı iş yaparak hacim deęiştiren bu kapalı sistemin, ısı enerjisinde meydana gelen  $\Delta Q$  farkı, iki ifade farkına eşittir. (  $E + PV$  ) terimlerinden ibaret olan bu ifadeye sistemin entalpisi denir. Bu tarife göre, sistemin ısı enerjisindeki deęişimi, ilk ve son termodinamik durumlardaki entalpilerin farkına eşittir. Genel olarak entalpi H harfiyle gösterildiğine göre;

$$H = E + PV \quad (2.3)$$

$$\Delta Q = H_2 - H_1 \quad (2.4)$$

bağıntıları yazılabilir (Aytekin, 1966). Salzbrenner ve Cohen tarafından kabul edilen  $T_0$  denge sıcaklığı;

$$T_0(1)=1/2 (M_s + A_s) \quad (2.5)$$

şeklindedir. Burada  $M_s$  martensit başlama sıcaklığı,  $A_s$  ostenit başlama sıcaklığıdır (Salzbrenner ve Cohen, 1978).  $T_0$  denge sıcaklığı Tong ve Wayman'a göre,

$$T_0(2)=1/2 (M_s + A_f) \quad (2.6)$$

olarak alınmıştır. Burada  $A_f$  ostenit bitiş sıcaklığıdır ve  $T_0$  denge sıcaklığı  $M_s$  sıcaklığının altında ve  $A_s$  sıcaklığının üzerindedir (Aytekin, 1966; Jena ve Chaturvedi, 1992).

Ergime, buharlaşma, demirin  $\alpha$ - $\beta$  allotropik dönüşümü gibi faz dönüşümleri tabiatta, genellikle sabit basınç altında (veya 1 atm basınçta) ve sabit sıcaklıklarda olmaktadır. Bu bakımdan sabit sıcaklıkta entropi deęişiminin hesaplanması önemlidir. Buna göre sabit basınçta entalpi ifadesinin türevidir;

$$\Delta H = \Delta E + P\Delta V \quad (2.7)$$

şeklindedir. Buna göre, termodinamiğin birinci kanunundan faydalanarak,  $\Delta E = \Delta Q - P\Delta V$  yazıldığında;

$$\Delta H = \Delta Q \quad (2.8)$$

bulunur. O halde, sabit basınçta;

$$\Delta S = \Delta Q/T = \Delta H/T \quad (2.9)$$

denklemleri yardımıyla, entalpi değişimi bilinirken, entropi değişimi hesaplanabilir (Aytekin, 1966).

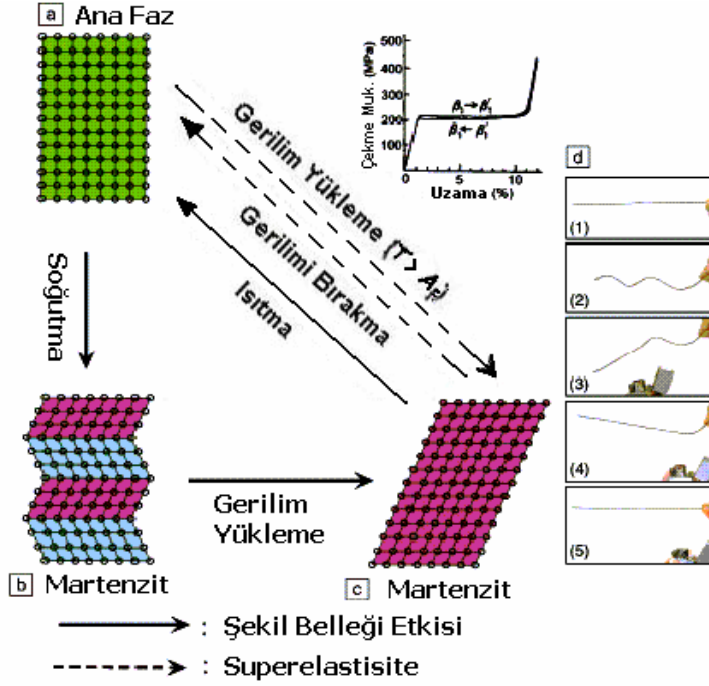
$$\text{Salzbrenner ve Cohen} \quad \Delta S(1) = \Delta H/T_0(1) \quad (2.10)$$

$$\text{Tong ve Wayman} \quad \Delta S(2) = \Delta H/T_0(2) \quad (2.11)$$

## 2.2. Şekil Bellek Mekanizması ve Süperelastiklik

Şekil bellek olayı, martensit fazdayken deforme edilen alaşımların, ısıtıldığında deformasyon öncesi orijinal şeklini tekrar kazanma yeteneğidir. Şekil bellekli alaşımların ortak özelliği termoelastik martensitik dönüşüm göstermeleridir (Perkins ve Sponholz, 1984). Bu alaşımlar kritik bir dönüşüm sıcaklığının altında ve üstünde iki ayrı şekil ve konfigürasyon gösterirler.  $M_f$  sıcaklığının altında tamamen martensit fazdaki bir numuneye dışarıdan bir zorun uygulanmasıyla şekli değişir. Uygulanan zor ortadan kaldırılınca numune deforme edilmiş şeklini korur. Oluşan plastik deformasyonun ortadan kaldırılması için deforme edilmiş numunenin sıcaklığı  $A_f$ 'nin üzerinde olacak şekilde arttırılır. Numune uygulanan bu ısıl işlem sonucunda ostenit yapıya geçer ve ostenit fazda sahip olduğu orijinal şeklini geri kazanır. Böyle bir dönüşüm mekanizması ile numunenin orijinal şeklini tekrar kazanması “şekil bellek olayı” olarak adlandırılır.

Şekil bellek etkisi (ŞBE), Şekil 2.7d 'de tipik ve yaygın olarak kullanılan Ti-Ni tel için açıkça gösterilmektedir. 1 numaralı resimde tel martensitik yapıdadır ve malzemenin şekli ana fazın şekli ile aynıdır. Eğer malzeme oda sıcaklığında deforme edilirse, 3-5 numaralı fotoğraflarda görüldüğü üzere malzeme  $A_f$  sıcaklığının üzerine ısıtıldığında tersinir dönüşümden dolayı malzeme tekrar eski haline geri döner.



Şekil 2.7. Martensitik dönüşüm ve süperelastisite (Otsuka ve Kakeshita, 2002)

Bu ilginç olay, Şekil 2.7a, 2.7b ve 2.7c'de basitleştirilmiş bir şekilde gösterilmektedir. Şekil 2.7a'daki ana faz  $M_f$  sıcaklığının altına soğutulduğunda martensit oluşumları Şekil 2.7b'de gösterildiği ve daha önce bahsedildiği gibi kendiliğinden yan yana olur.

Eğer malzemeye bir gerilme uygulanırsa, deformasyon ikiz sınırlarından hareket ederek ilerler (Şekil 2.7b-c). Malzeme  $A_f$  sıcaklığının üzerine ısıtılırsa martensit oluşumları ana fazdaki yönelmelerine uygun bir biçimde tekrar yönelir. Bu dönüşüm termoelastik olursa mümkündür, çünkü termoelastik martensitik dönüşümler kristallografik olarak tersinirdir.

Eğer malzeme  $A_f$  sıcaklığının üzerinde deforme edilirse, süperelastiklik denilen olay meydana gelir. Ostenit bitiş sıcaklığı üzerinde uygulanan bir gerilim, elastik deformasyonun enerjisini düşürür ve martensit dönüşüme neden olur. ŞBE'nin aksine süperelastiklik, sıcaklıkta bir değişim olmaksızın meydana gelir. Ostenit bitiş sıcaklığı üzerinde bir ŞBA üzerine yük uygulanırsa yükün artması ile birlikte ostenitten martensite dönüşüm gerçekleşir. Yük martensit fazı tarafından absorbe edilir, fakat yük kaldırıldığı zaman tekrar ostenit faz oluşur. Çünkü malzemenin sıcaklığı halen  $A_f$  sıcaklığı üzerindedir ve malzeme orijinal şekline geri döner. Şekil 2.7a ve 2.7c'deki şekiller kullanılarak bu durum açıklanabilir.

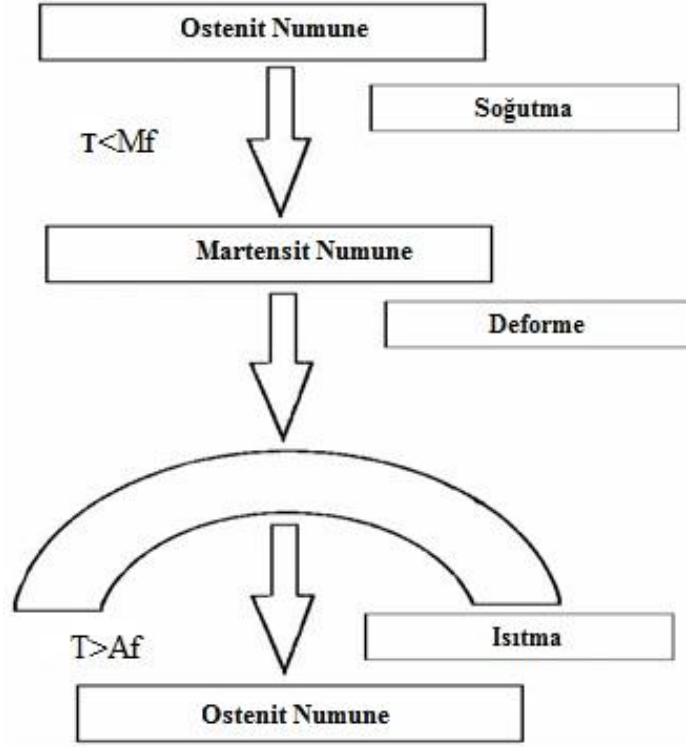
Martensitik dönüşüm kesmeye benzer bir mekanizma olmasına rağmen, eğer gerilme uygulanırsa,  $M_s$ 'nin üzerinde görülmesi mümkündür. Buna gerilme altında oluşan martensitik dönüşüm denir. Uygulanan gerilmeye rağmen kayma olmaksızın  $A_f$  sıcaklığının üzerinde gerilme ile ilerleyen dönüşüm görülmesi mümkündür. Herhangi bir gerilme yokken  $A_f$  sıcaklığının üzerinde martensit tamamen kararsız yapıdadır. Bundan dolayı malzeme üzerinden yük kaldırıldığı anda tersinir dönüşüm mutlaka görülür. Eğer bu işlemde kayma yoksa deformasyon termoelastik dönüşümden dolayı tamamen giderilir. Buradan kayma için yüksek oranda kritik gerilmenin, süperelastisite için oldukça önemli olduğu görülür. Kayma için kritik gerilme miktarı uygun termomekanik işlemlerle artırılabilir. ŞBA'larda şekil bellek etkisi ve süperelastisite, uygulanan sıcaklığa bağlı olarak görülür (Otsuka ve Kakeshita, 2002).

### **2.2.1. Tek ve çift yönlü şekil bellek mekanizması**

Tek yönlü şekil bellek olayında  $M_f$  sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta deforme edilen alaşım uygulanan zorun kaldırılması halinde orjinal şekline geri dönemez. Deforme edilmiş numune ancak ısıtılıp, kritik bir sıcaklığın üzerine çıkarılınca orjinal şekline geri dönebilir. Sıcaklığın tekrar düşürülmesi, numuneyi deforme edilmiş şekline döndüremez. Isıtma-soğutma sonucunda deformasyon öncesi orjinal ana faz yöneliminin tekrar elde edilebilmesi, tek yönlü şekil bellek olayının temel mekanizmasıdır (Friend, 1986). Tek yönlü şekil bellek olayı NiTi, TiNb, NiAl, CuZn, CuZnSi, CuZnSn, FePt ve FeMnC gibi birçok alaşım sisteminde görülmektedir (Honna, 1986; Sade ve ark., 1988; Tautzenberger, 1989).

Tek yönlü şekil bellek olayına tersinmez şekil bellek olayı da denir. Örnek olarak, ostenit haldeki bir çubuk sıcaklık düşürülerek martensit hale döndürüldüğünde şeklini değiştirmez. Fakat martensit haldeki bu çubuğa bir deformasyon uygulanırsa şekli bozulur. Bu şekil bozukluğunun Şekil 2.8' deki gibi kavisli şekilde olduğu kabul edilirse, numune ısıtıldığında tekrar çubuk şeklini alarak ostenit fazdaki orijinal şeklini alır.

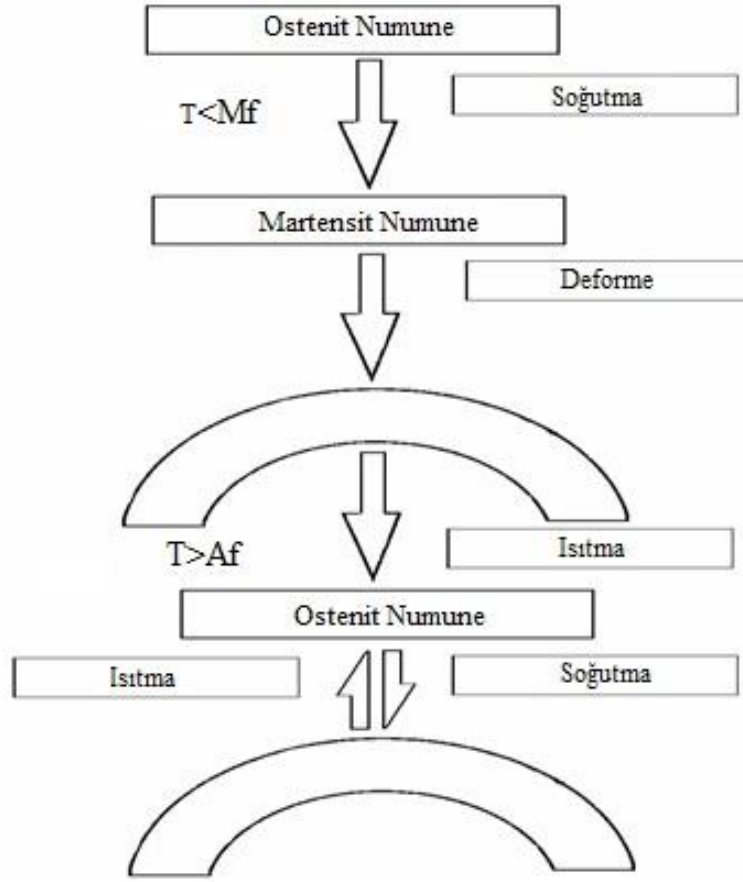




Şekil 2.8. Tek yönlü şekil bellek olayının şematik gösterimi (Friend, 1986)

Şekil bellekli alaşımlarda gözlenen martensit dönüşümler uygulanan zor ve sıcaklık etkisine bağlı olarak çift yönlülük (tersinirlik) gösterirler. Tersinirlik nedeniyle bu alaşımlar diğer alaşım sistemlerinden farklı mekaniksel davranış sergilerler (Delaey ve ark., 1974).

Tersinir şekil bellek olayının mekanizması Şekil 2.8’de şematik olarak gösterildiği gibidir.  $T < M_f$  sıcaklığında tamamen martensit fazdaki bir numuneye dışarıdan zor uygulanmakla istenilen uygun bir şekil verilebilir. Yapılan bu plastik deformasyon sonucunda, uygulanan zorun kaldırılmasıyla numune deforme edilmiş şeklini korur. Deforme edilmiş numunenin sıcaklığı  $T > A_f$  ye yükseltince plastik deformasyon ortadan kalkar ve deformasyon öncesi şekle ulaşılır. Numunenin sıcaklığı tekrar  $T < M_f$  sıcaklığına düşürülürse daha önceki deforme edilmiş şeklini alır (Şekil 2.9). Bu da tersinir şekil bellek olayının bir sonucudur.



Şekil 2.9. Çift yönlü şekil bellek olayının şematik gösterimi (Delaey ve ark., 1974)

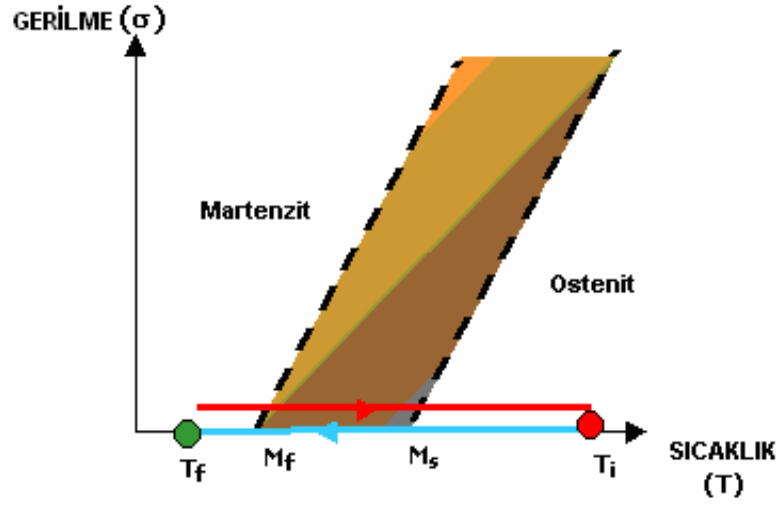
Isı düzenleyicilerin ısı hassasiyet ve ısı hareket ettirici elemanlarının üretimi için, geri çevrilebilir şekil bellek etkisine sahip (iki yönlü ŞBE) alaşımların kullanımı çok daha pratik olmaktadır. Bu alaşımlar şekilleri değiştiğinde tamamen eski hallerine dönebildikleri için ısı kontrollerinde hem ısı detektörü hem de kontrol cihazı olarak kullanılabilirler. Böyle alaşımlarda sıcaklık hassasiyetinin oluşumu martensitin plastik deformasyonunun sonucudur. Deforme edilmiş numunenin şeklindeki değişiklik, ısıtmada ters martensitik dönüşüm işlemi, soğutmada ise doğrudan martensitik dönüşüm nedeniyle meydana gelir. Bu alaşımlardaki iki yönlü termo deformasyon, şeklin geri dönüş işlemindeki ters martensitik dönüşümde gözlenen yönlü iç gerilmelerin bir sonucudur. Bu gerilmeler şeklin geri dönüşümünün neden olduğu tekdüze (uniform) olmayan deformasyondan dolayı görülür. Bazı ŞBA'lar iki yönlü şekil belleği gösterir.

İki yönlü şekil belleği olmayan şekil bellekli bazı alaşımların iki yönlü şekil bellek etkisi gösterebilmesi için aşağıdaki işlem adımlarından oluşan (Şekil 2.10-2.11) karmaşık bir şekil bellek eğitimi (training) yaptırılır (Otsuka ve Wayman, 1999).

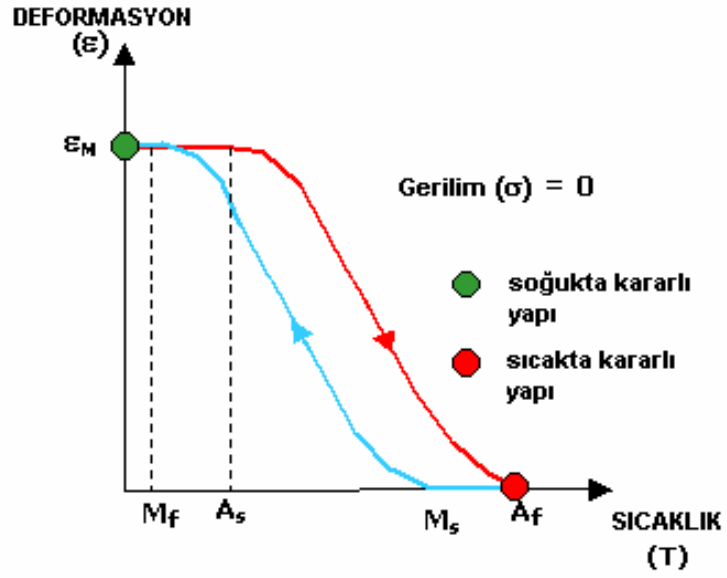
- Martensitik durumda aşırı deformasyon
- Şekil bellek çevrimi (Soğutma>Deformasyon>Isıtma>Tekrarlama)
- Pseudo-elastik çevrim (Yukleme>Yuku Bosaltma>Tekrarlama)
- Birleştirilmiş şekil belleği ve pseudo-elastik çevrim
- Deforme edilmiş martensitin zorlama ve sıcaklık etkisi altında çevrime sokulması
- Uzun zaman dönemleri içinde sınırlanmış yaşlanma (tamamen şekil bellek etkisine neden olur, iki yönlü şekil bellek etkisinden çok az farklıdır).

İki yönlü şekil belleği eldesinde dikkat edilmesi gereken bazı sınırlamalar vardır ve bunlar;

- Tekrar geri döndürülebilir deformasyon genellikle % 2 civarında kalır. Bu oran tek yönlü şekil belleğinde (% 6) görülenlerden daha azdır.
- Soğutma sırasındaki dönüşüm kuvvetleri oldukça küçüktür.
- Şekil belleği çok az aşırı ısıtma ile kaybedilebilir (250°C'den az)
- Uzun dönem kırılma ve kararlılık özellikleri çok iyi bilinmemektedir.
- Isıtma ve soğutma dönüşümleri sırasında kalıcı bir sıcaklık histeresizi vardır.



Şekil 2.10. Çift yönlü şekil bellek etkisi elde etmek için ısıl işlem (A2IM, 2000)



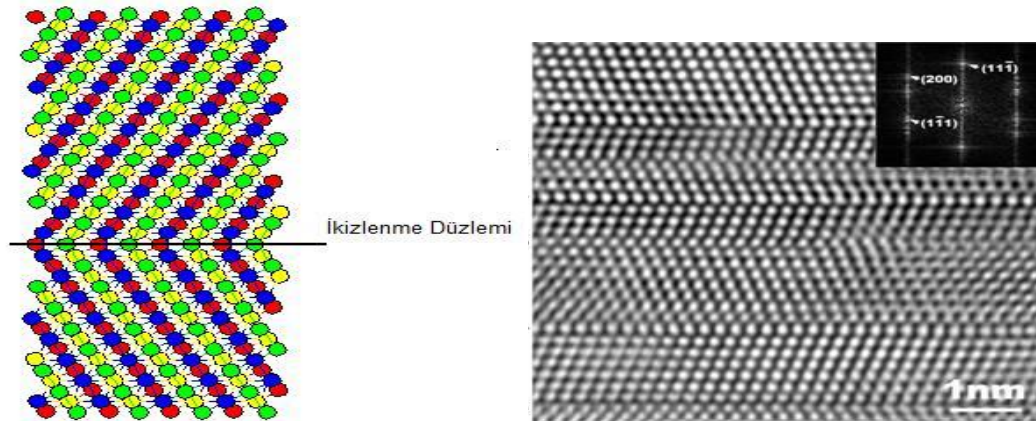
Şekil 2.11. Çift yönlü şekil bellek etkisi (dışarıdan yük uygulanmadığı durumda) (A2IM, 2000)

## 2.3. Deformasyon Mekanizması

### 2.3.1. İkizlenme (Twinning)

Kristal yapılarda plastik şekil değişimini meydana getiren iki mekanizma vardır. Bunlar, kayma ve ikizlenme mekanizmalarıdır. Kayma mekanizmasında, kristalin bir kısmı bitişik kısma kıyasla bu iki kısmı ayıran düzlem (kayma düzlemi) içindeki bir doğrultu (kayma doğrultusu) boyunca ötelenir. Ötelenme miktarı kayma doğrultusunda atomlar arası uzaklığın tam katıdır. Kaymanın başlaması için, kristale etkiyen dış kuvvetlerin kayma düzlemi içinde kayma doğrultusunda doğrudukları kayma gerilmesi kritik bir değere ulaşmalıdır (Çapan, 1999).

İkizlenme, çoğunlukla hacim merkezli kübik ve sıkı düzen hegzagonal metallerde, şekil değiştirme hızının yüksek (darbeli yükleme) veya sıcaklığın düşük olması, şekil değiştirme sertleşmesi (pekleşme) gibi nedenlerle kaymanın güç olduğu hallerde görülmektedir. İkizlenme, kristalin bir kısmının, şekil değişiminden sonra, diğer kısmının bir kristal düzlemine göre aynadaki görüntüsü şeklini almasıdır. Şekil 2.12.' de ikizlenme olayının şematik gösterimi bulunmaktadır. Atom düzlemlerinin simetrik duruma geldikleri, diğer bir tabirle yansımanın olduğu kristal düzlemine ikizlenme düzlemi denir.



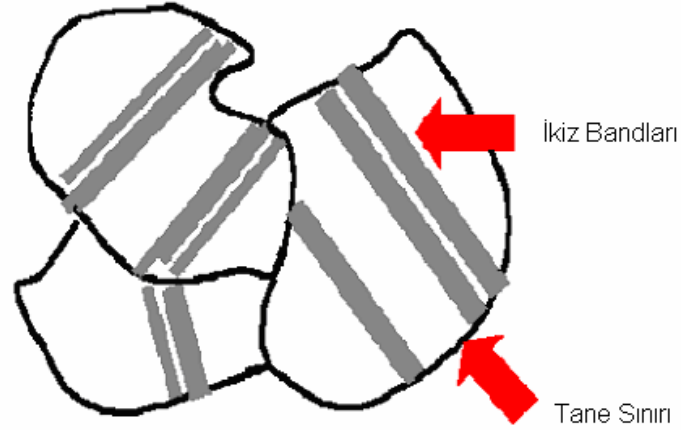
Şekil 2.12. İkizlenmenin şematik ve mikroskobik görüntüsü (Anonim, 2013)

İkizlenmede atomların hareket miktarı atomlar arası uzaklıktan çok küçüktür. Bu nedenle ikizlenme ile büyük plastik şekil değişimleri elde edilemez. Şekil 2.13 ve Şekil

2. 14' de şekil bellekli alaşımların tane sınırları ve ikizlenmiş yapıların gerçek ve şematik görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 2.13. Şekil bellekli alaşımların tane sınırları ve ikizlenmiş yapılar (Sarı, 2009)



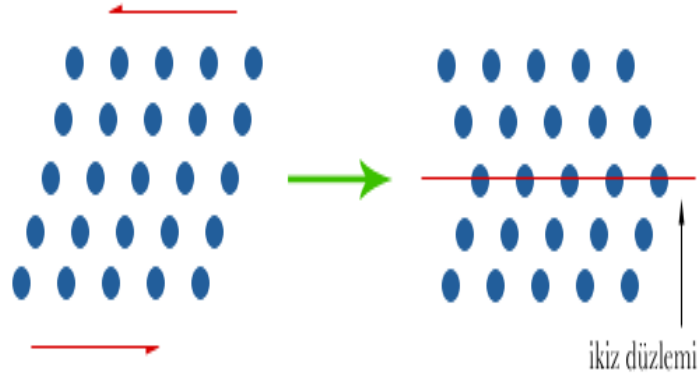
Şekil 2.14. Şekil bellekli alaşımların tane sınırı ve ikizlenmiş yapılarının şematik gösterimi (Novotny ve Kipli, 2010)

Kristal yapılar üç farklı şekilde; kristal oluşumu esnasında, mekanik kuvvet uygulanmasıyla ya da tavlama işlemi sırasında ikizlenebilir. Kristal büyürken oluşan ikizlenmelere büyüme ikizi adı verilir. Kristal yapı oluşurken, bir nedenden dolayı kristalin büyüme yönü değişim gösterebilir. Eğer kristal yapının bu yön değiştiren kısmı, daha önce oluşan kısım ile ortak kafes noktalarını paylaşabilecekleri bir düzlemde başlayarak farklı bir yöne doğru büyüyebilirse, kristal yapı o düzlem üzerinde ikizlenmiş olur. Şekil 2.15' de büyürken ikizlenmiş bir pirit ( $FeS_2$ ) kristali gösterilmektedir.



**Şekil 2.15.** Büyürken ikizlenmiş bir pirit ( $\text{FeS}_2$ ) kristali (Anonim, 2012)

Kristallerin bir miktar mekanik yüke maruz kaldıklarında oluşan ikizlenmeler mekanik (deformasyon) ikizlenmeleri olarak bilinir. Mekanik ikizlenme birkaç mikro saniyede oluşan çok hızlı bir olaydır. Dislokasyon işleyişinin gerçekleşmesinin zor olduğu bazı durumlarda, malzemeler uygulanan yük karşısında şekil değiştirebilmek için ikizlenme yoluna gider. Mekanik ikizlenmenin nasıl gerçekleştiğini Şekil 2.16 üzerinde tarif etmeye çalışalım. Kristal üzerine bir miktar kesme kuvveti uygulandığında, eğer bu kuvvet belli bir seviyenin üzerindeyse, uygulanan kuvvete paralel konumlanan bir düzlem üzerindeki atomlar, düzlemin iki tarafı simetrik olacak şekilde konum değiştirebilir. Bu işlem gerçekleşirken, ikiz düzleminin üzerinde yer alan atom kümesi, dislokasyon hareketinde tarif edildiği gibi teker teker düzlemlerin yer değiştirmesiyle değil, toplu şekilde hareket ederek bir anda konum değiştirir. Bu konum değişimi sonrasında kristal yapıda herhangi bir yapısal değişim (kübik yapıdan hegzagonal yapıya geçiş gibi) gözlemlenmemektedir. Bu konum değişimi sonrasında yalnızca, kristalin bir bölümünün yöneliminin diğerine kıyasla değiştiği görülür.

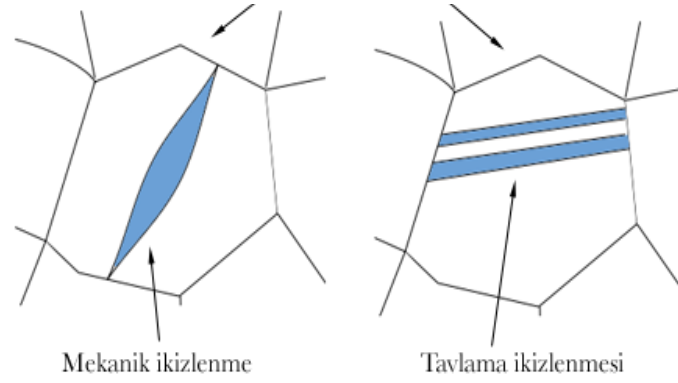


Şekil 2.16. Mekanik ikizlenme

Mekanik ikizlenmeler, ikizlenmenin hangi düzlem üzerinde ve hangi yönde gerçekleştiğini belirterek adlandırılır. Örneğin hacim merkezli kübik (HMK) yapıya sahip bir malzemede  $\{112\}$  düzlemi üzerinde ve  $\langle 111 \rangle$  yönünde bir ikizlenme gerçekleşmişse, bu ikizlenme  $\{112\}\langle 111 \rangle$  ikizi olarak adlandırılır. Mekanik ikizlenme, malzemelerde ciddi bir şekil değişimi ortaya çıkarmaz. Özellikle dislokasyon hareketinin yaratabildiği şekil değişimiyle kıyaslandığında, ikizlenmenin yarattığı şekil değişimi çok daha küçük kalır. İkizlenmenin şekil değişimi açısından önemli olmasının nedeni, yarattığı şekil değişiminin miktarı değil, kristalin yönelimini değiştirerek, kuvvet uygulandığında dislokasyonların hareket edebildiği düzlemleri istenen açılara taşıyabiliyor olmasıdır. İkizlenmenin, sağladığı bu avantaj sayesinde, hegzagonal gibi, kayma düzlemlerinin az sayıda olduğu kristallerde oldukça sık gerçekleştiği bilinmektedir.

Tavlama ikizleri sırasında oluşan ikizlenmeler ise tavlama ikizlenmeleri olarak bilinir. Bu tür ikizlenmeler tavlama sırasında, malzeme yeniden kristallenirken (recrystallization) ya da tanelerin büyümesi sırasında ortaya çıkan bazı sorunlardan kaynaklanmaktadır. Özellikle yüzey merkezli kübik yapıya sahip metal ve alaşımlarda görülen bu ikizlenme türü, mikroskop altında incelendiğinde tane boyunca uzanan düz sınırlarla kendini gösterir. Mekanik ve tavlama ikizlerinin mikroskop altındaki yapıları, biraz abartılı bir çizimle, Şekil 2.17 'de gösterilmektedir (Anonim, 2012).





Şekil 2.17. Mekanik ve tavlama ikizlenmesi

### 2.3.2. Martensitik fazda deformasyon mekanizması

Martensitik dönüşüm, sıcaklık değişimi ve/veya zorun etkisiyle oluşabilir. Sıcaklık değişimiyle oluşan dönüşüm termal etkili, zor etkisiyle oluşan dönüşüm ise zor etkili martensitik dönüşüm olarak adlandırılır.

Ostenit fazda bulunan numuneye kritik değer üzerinde bir dış zor uygulandığında ostenit yapı martensit yapıya dönüşür. Martensit faza sahip bir numuneye bir dış zor uygulandığında ise martensit yapı başka bir martensit yapıya dönüşebilir.  $M_s$  sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklık aralığında ostenit faza veya ostenit+martensit faz karışımına uygulanan zor, dönüşüm için bir tetikleme görevi yapar. Dönüşüm, termal etkiyle önceden oluşmuş çekirdeklenme yerlerinde fakat zor etkisiyle gerçekleşir. Yani, uygulanan zor ile yeni çekirdeklenme oluşmaz ancak zor öncesi varolan çekirdeklenme noktalarında oluşum gerçekleşir. Bu şekilde oluşan martensit, zor- etkili (stres-induced) martensit olarak isimlendirilir. Şayet dönüşüm, plastik deformasyon ile yeni çekirdeklenmeler oluşarak meydana geliyorsa bu durumda oluşan martensit, zorlanma- etkili (strain-induced) martensit olarak adlandırılır. Zor- etkili ve zorlanma- etkili martensitler birbiriyle kıyaslandığında her ikisi de zor etkisi ile oluşmasına karşılık çekirdeklenmelerinin farklı olduğu görülür (Sarı, 2004; Gall ve ark.,1998; Karaman ve ark., 1998).

Dönüşüm sonrası mikroyapıda gözlenen martensit plakalar arasında bazı farklılıklar vardır. Zor ve termal etkili martensit plakalar arasındaki farklardan biri zor-etkili martensit plakaların tane sınırına doğru giderek incelmesi ve sivri bir uç oluşturmasıdır. Ancak termal martensit tane sınırına geldiğinde zor-etkili martensit morfolojisinde olduğu gibi daha da incelmez (Şekil 2.17). Bu morfolojik fark, sıcaklık değişimi ile plakaların hareketini etkileyen faktörlerden birisidir (Eskil, 2006; Bergeon, 1998a,b). Alaşımların martensitik durumda plastik deformasyona uğratılması sonucu oluşabilecek söz konusu mikroyapısal değişiklikler; ikizlenmeler, martensit varyantlara ait ara yüzey hareketleri ve varyantların uygun yönelimlerde birleşimi, martensit plakalar arasında deformasyon etkili yeni martensit plakaların oluşması (stres-induced martensit) ve mevcut martensit yapının bir başka martensit yapıya (martensit-martensit faz dönüşümü) dönüşmesi şeklindeki oluşumlardır. Bu oluşumlardan aşağıda ayrıntılı bir şekilde bahsedilmiştir.

Martensit varyantlara ait ara yüzey hareketleri ve varyantların uygun yönelimlerde birleşimi: Martensit yapı deforme edildiğinde martensit plakaların yeniden düzenlendiği, martensit plakaların zorun etkisiyle en uygun tercihli yönelimlerde meydana geldiği ve artan deformasyon miktarı ile farklı yönelim sayısının azaldığı bilinmektedir. Ayrıca martensit varyantlarının yönelimini belirlemede tanelerin yöneliminin etkili olduğu martensit varyantların oluşumunun tanelerin kristalografik yönelimine bağlı ve varyantların uygulanan zor altında en uygun yönelimde çekirdeklenecek büyüdüğü bilinmektedir. Martensit yapı deformasyona uğratılmasına rağmen bazı termal etkili martensit plakaların morfolojilerini koruyabilirken bazı plakaların kayma yönünde birleşerek daha kalın plakalar meydana getirdiği bilinmektedir (Sarı, 2004).

Martensit plakalar arasında deformasyon etkili yeni martensit plakaların oluşması (stres-induced martensit): Alaşıma uygulanan deformasyon sonucunda termal etkili martensit plakalar arasında yeni morfolojilerde yeni martensit plakalar meydana gelebilir.

Mevcut martensit yapının bir başka martensit yapıya ( martensit-martensit faz dönüşümü) dönüşmesi: Cu bazlı alaşımlarda dış zor veya plastik deformasyon ile ostenit-martensit dönüşümü meydana geldiği gibi martensit-martensit dönüşümü de oluşabilir. Bu tür dönüşümler için sürücü kuvvet mekanikselidir. Bilindiği gibi bu alaşımlarda dönüşüm sonrası uzun periyotlu yığılan martensit yapıları görülür. f.c.c. ve

h.c.p. örgü bazlı bu sıkı paket katman yapıları arasındaki enerji farkı çok küçüktür ve katmanlar boyunca kayma kolaylıkla meydana gelebilir. Bu nedenle uygulanan zorun etkisi ile sıkı-paket yapıların birinden diğerine dönüşüm rahatlıkla gerçekleşebilir. (Nishiyama, 1978).

#### **2.4. Şekil Bellekli Alaşımlar**

Bütün metallerin ŞBE göstermesi söz konusu değildir ve ancak belirli koşulları sağlayan alaşımlar bu özelliğe sahiptir.

- Martensitik dönüşüm termoelastiktir.
- Ana ve martensitik fazlar düzenli yapıdadır.
- Martensitik fazdaki uzamalar dislokasyonlar ile değil, ikiz oluşumları veya dizi kusurları ile ilgilidir.
- Eğer yapının düzenli olması göz önüne alınmazsa, ana faz HMK, martensitik faz ise HSP (Hegzagonal sıkı paket) yapıya sahiptir (Selimbeyoğlu, 1992).

Şekil bellekli alaşımların şekil bellek davranışlarında yapı kararlı olmalıdır. Bazı şekil bellekli alaşımlarda üretim esnasında ana fazdan martensite dönüşüm hızlı yapılmalıdır ki, ara fazların oluşumu önlenerek yapının kararlılığı sağlansın. Ayrıca yapının kararlılığını bozacak çalışma alanlarından kaçınılmalıdır (Fındık, 1995). Bazı şekil bellekli alaşımlara ait martensitik dönüşüm sıcaklıkları Çizelge 2.1' de verilmektedir. Ticari anlamda en çok kullanılan şekil bellekli alaşım grubu ise NiTi ve Cu-esaslı alaşım gruplarıdır.

**Çizelge 2.1.** Bazı şekil bellekli alaşımlar ve martensitik dönüşüm sıcaklıkları (Funakubo, 1987)

Alaşım	Bileşim Oranı	Martensitik Dönüşüm Sıcaklığı $M_s$ (°C)	Histerisis
AgCd	% 44/49 Cd (at.)	-190 ile -50 arası	~ 15
AuCd	% 46,5/50 Cd (at.)	30 ile 100 arası	~ 15
<b>Bakır Esaslı</b>			
CuZn	% 38,5/41,5Zn(ağ.)	-180 ile -10 arası	~ 10
CuAuZn	% 23~28Au,%45~47Zn(at.)	-140 ile 100 arası	~ 35
CuAlNi	% 14 Al , % 3,5 Ni (ağ.)	-150 ile 200 arası	~ 35
CuSn	~ %15 Sn (at.)	-120 ile 30 arası	~ 10
Cu Mn	% 5/35 Cu (at.)	-250 ile 180 arası	~ 25
Cu-Al-Be	% 10-12Al,%0,4-1,0Be(ağ)	-200°C ile 200 °C	~ 20
<b>Nikel Esaslı</b>			
NiTi	% 49-51 Ni (at.)	-50 ile 100 arası	~ 30
NiAl	% 36-38 Al (at.)	-180 ile 100 arası	~ 10
<b>Demir Esaslı</b>			
FeMnSi	% 32 Mn, % 6 Si	-200 ile 150 arası	~ 100
FePt	% 25 Pt (at.)	~ -130	~ 4

#### 2.4.1. NiTi- esaslı şekil bellekli alaşımlar

Nikel-Titanyum (Ni-Ti) alaşımında şekil bellek etkisi 1962’de W.J.Buehler ve arkadaşları tarafından A.B.D. Deniz Savaş Araçları Laboratuvarında keşfedilmiştir (Dilibal, 2003). Ticari ismiyle Nitinol (Ni-Ti Naval Ordnance Laboratory) olarak adlandırılan bu alaşım, eşit sayıda atoma sahip metaller arası Ni-Ti bileşiklerinden oluşmaktadır. Bazı Ni-Ti esaslı ŞBA’ların dönüşüm sıcaklıkları Çizelge 4.1’de gösterilmiştir. Tek yönlü ŞBE’nin yanı sıra süper-elastisite bu alaşımın en iyi bilinen özellikleridir. Korozyon direnci açısından ve biyolojik olarak insan bünyesine uyumlu olması, biyomedikal uygulamalarda kullanılmasına imkân sağlamıştır. Bu alaşımın bazı özelliklerini daha da iyileştirebilmek amacıyla çok küçük miktarlarda üçüncü alaşım elementi ilave edilebilir.

NiTi alaşımları büyük korozyon direnci sergilemelerine rağmen; üretimleri oldukça pahalıdır. Birçok uygulamada Cu bazlı alaşımları hazırlamak NiTi alaşımlarına alternatif olarak daha ekonomiktir. Gelişen teknolojiyle beraber Cu bazlı alaşımların

mekaniksel özelliklerinin iyileştirilmeye çalışılması, kolay şekil alabilme özellikleri ve düşük maliyetleri nedeniyle uygulamalarda Cu bazlı alaşımlar NiTi alaşımlarından daha kullanışlıdır (Lee ve Kim, 1990; Wu, 1990).

**Çizelge 2.2.** Bazı Ni-Ti esaslı şekil bellekli alaşımlara ait dönüşüm sıcaklıkları (Zeren ve Zeren, 1991)

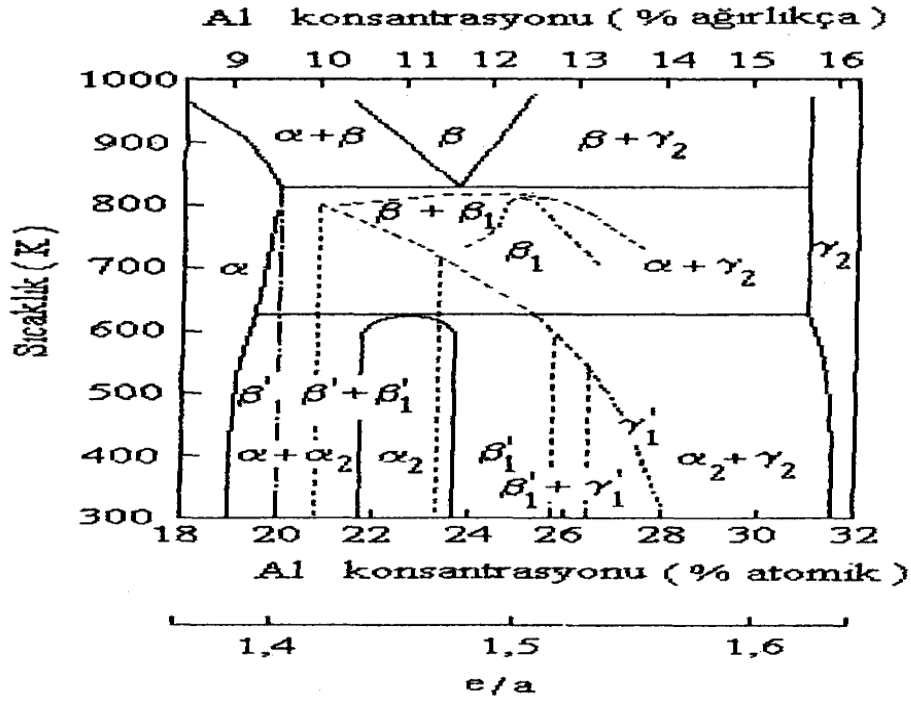
Nominal Bileşim	M <sub>s</sub> (°C)	M <sub>f</sub> (°C)	A <sub>s</sub> (°C)	A <sub>f</sub> (°C)
54,5 Ni-45,5 Ti	57	5	63	166
54,8 Ni-45,2 Ti	20	-20	39	77
55,5 Ni-44,5 Ti	-30	-53	-12	0
51,4Ni-44,8Ti-3,6Cu	0	-50	-10	30
49Ni-44Ti-5Cu-2Fe	-106	-58	-31	75

#### 2.4.2. Cu-esaslı şekil bellekli alaşımlar

Cu-esaslı şekil bellekli alaşımlar, nitinolden daha ucuz, daha yüksek elektrik ve ısı iletkenliği, daha küçük histerisiz, daha iyi işlenebilirlik ve seri üretimlerinin daha da kolay olması nedeniyle geniş bir uygulama potansiyeline sahiptirler (Hansen, 1988; Tadaki, 1999). Bazı alaşımlardan ince teller üretmek mümkündür. Ayrıca çok ince şeritler üretilebildiği için mikro-mekanik uygulamalarında rahatlıkla kullanılabilir (Tadaki, 1999).

#### 2.4.3. Cu-esaslı alaşımlarda faz diyagramları

Faz diyagramları, faz dönüşümleri neticesinde oluşturulur. Ergime, katılaşma, buharlaşma ve katı halde kristal yapının değişmesi (allotropik dönüşüm) gibi olaylara faz dönüşümü adı verilir (Serway ve Beichner, 2002). Sıcaklığa ve malzemenin içindeki yabancı maddelere bağlı olarak malzemede meydana gelen değişikliklerin gösterildiği şemalara faz diyagramları denir. Şekil 2.18'de Cu-Al alaşımının faz diyagramı verilmiştir.



Şekil 2.18. İkili Cu-Al alaşımlarının faz diyagramı

Cu-Al bazlı diğer alaşımlarda olduğu gibi Cu-Al-Be alaşımlarında da şekil bellek olayı görülen kompozisyon aralığı, yüksek sıcaklıklardaki  $\beta$  faz bölgesidir. Cu-Al-Be alaşımlarının faz diyagramları Şekil 2.18.'de verilen Cu-Al alaşımlarının faz diyagramıyla temelde aynıdır. Yüksek sıcaklık bölgelerinde ağırlıkça %12 Al kompozisyonu civarında bcc yapılı  $\beta$  faz bölgesi vardır.  $\beta$  fazı (b.c.c.) yüksek sıcaklıklarda oldukça geniş bir katı çözeltili aralığına sahiptir. Fakat sıcaklığın azalması ile katı çözeltili aralığı daralır ve  $\beta$  fazın kararlılığı azalır. Belli bir sıcaklığın altına düşürüldüğünde bu faz bozulur. Bir denge durumunda;  $\beta$  faz, ötektik ayrışma ile 838 K'de  $\gamma_2$  ve  $\alpha$  faza (fcc) ayrılmış olur. Eğer numune  $\beta$  faz bölgesinden hızlı olarak soğutulursa ötektik ayrışım önlenir ve  $M_s$ 'nin altındaki sıcaklıklarda martensit dönüşüm ortaya çıkar. Al konsantrasyonu %11 den daha yüksek olunca, düzensiz  $\beta$  faz düzenli  $\beta_1$  faza ( $DO_3$  ( $Fe_3Al$ ) tipi yapı) dönüşür.

Cu-Al sisteminde Al oranı yüksek olunca  $\beta$  faz bölgesinden uzaklaşılır, termoelastik martensit dönüşüm ortaya çıkmaz ve  $\gamma_2$  fazının çökmesi hızlı soğutmayla da önlenemeyebilir (Aydoğdu, 1995).

#### 2.4.4. Cu-esaslı alaşımların kristal yapısı

Bakır esaslı alaşımların  $\beta$ -fazları şekil bellek olayı gösterirler (Wayman, 1980). Bu olay birçok metalik alaşım türünde görülür. Daha önce belirtildiği gibi şekil bellek olayı tamamen termoelastik martensit dönüşümüne bağlıdır. Termoelastik martensit dönüşümü olmadığında şekil bellek olayı düşünülemez. Şekil bellek olayı gösteren alaşımlarda aşağıdaki kristaloğrafik özellikler görülür (Otsuka ve Shimizu, 1970);

- a) Kristal yapı düzenli ve süper örgülüdür.
- b) Eğer düzenlilik dikkate alınmazsa matris faz bir bcc yapıya ve martensit faz ise hcp yapıya sahiptir.
- c) Martensit fazdaki sabit örgü zorlanmaları ikizlenmedir, dislokasyon değildir.
- d) Martensit dönüşüm düşen sıcaklıkla belli bir değere kadar termoelastik olarak ilerler.

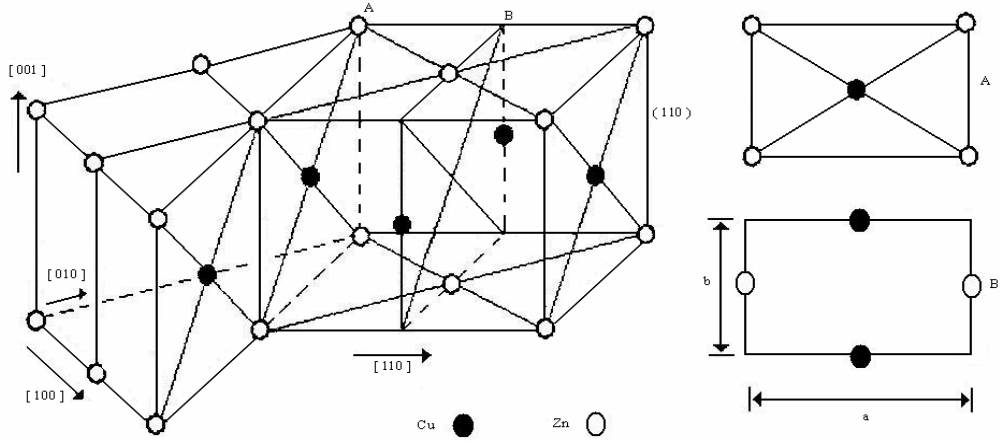
Şekil bellek olayı gözlenmeyen alaşımlarda süper örgü görülmez ve bu tür alaşımlar düzensiz yapıya sahiptirler. Bu alaşımlarda atomların dağılımı düzensizdir. Şekil bellek olayı, süper örgü yapısına sahip alaşımlar da görülür. Düzenli bir atom dağılımı söz konusudur. Bu olay genellikle bakır, gümüş, altın gibi periyodik tablonun B-alt grubundaki elementler esas alınarak yapılan alaşımlarda görülür (Delaey ve ark., 1974). Bu tür alaşımların e/a oranı 1,5 e yakın olduğu zaman  $\beta$ -faz alaşımları elde edilir (Miyazaki ve Otsuka, 1989).

Şekil bellek olayı gösteren pek çok katı çözelti, yüksek sıcaklıkta düzensiz yapıda iken düşük sıcaklıklarda düzenli yapıya geçerler. Düzenli yapılarda, atomlar yerleşebileceği yerlere belli bir düzen dâhilinde yerleşirler. Süper örgülü yapılar genellikle düşük sıcaklıklarda uzun periyoda sahip olabilir. AB ve AB<sub>3</sub> tipindeki kompozisyonlar uzun periyotluluğa yatkındır. Kritik bir değer üzerindeki sıcaklıklarda rasgelelik hâkimdir. Sıcaklık kritik değer altına düşünce düzen kurulur ve sıcaklık düştükçe düzen derecesi artar. Şekil bellek özelliğine sahip alaşımlarda süper örgülerin temeli bcc örgülerdir.

Martensit dönüşümü, difüzyonsuz tabiatının yanı sıra bir kristal yapıdan yeni bir kristal yapıya dönüşümle karakterize edilir. Katılarda, ostenit fazdaki kristal yapı, dönüşümle difüzyonsuz olarak martensit faz olarak adlandırılan yeni bir kristal yapı

kazanır. Ostenit fazdaki B2 ve  $D0_3$  tipi kristal yapılar martensit dönüşüm sonrası fcc, ortorombik veya hegzagonal yapılara dönüşür. Burada ortorombik yapının ( martensit yapı ) temel düzlemi, bcc yapının ( ostenit yapı )  $\{110\}$  düzlemlerinden biri üzerine oturtulmuştur. Ostenit yapının  $\{110\}$  düzlemlerinden biri martensit yapının temel düzlemi olan  $\{001\}$  düzlemleridir. Eğer oluşan martensit yapının birbirini takip eden her bir düzleminde bazı yer değiştirmeler olursa 2H, 3R, 6H, 9R, 18R tipi martensit yapılar meydana gelir (Delaey ve ark., 1974).

B2 tipli düzenli bir yapıya örnek olarak Şekil 2.19' da görüldüğü gibi, Cu-Zn alaşımındaki (110) düzleminde A ve B tabakaları verilebilir (Kubo ve Hirano, 1973).



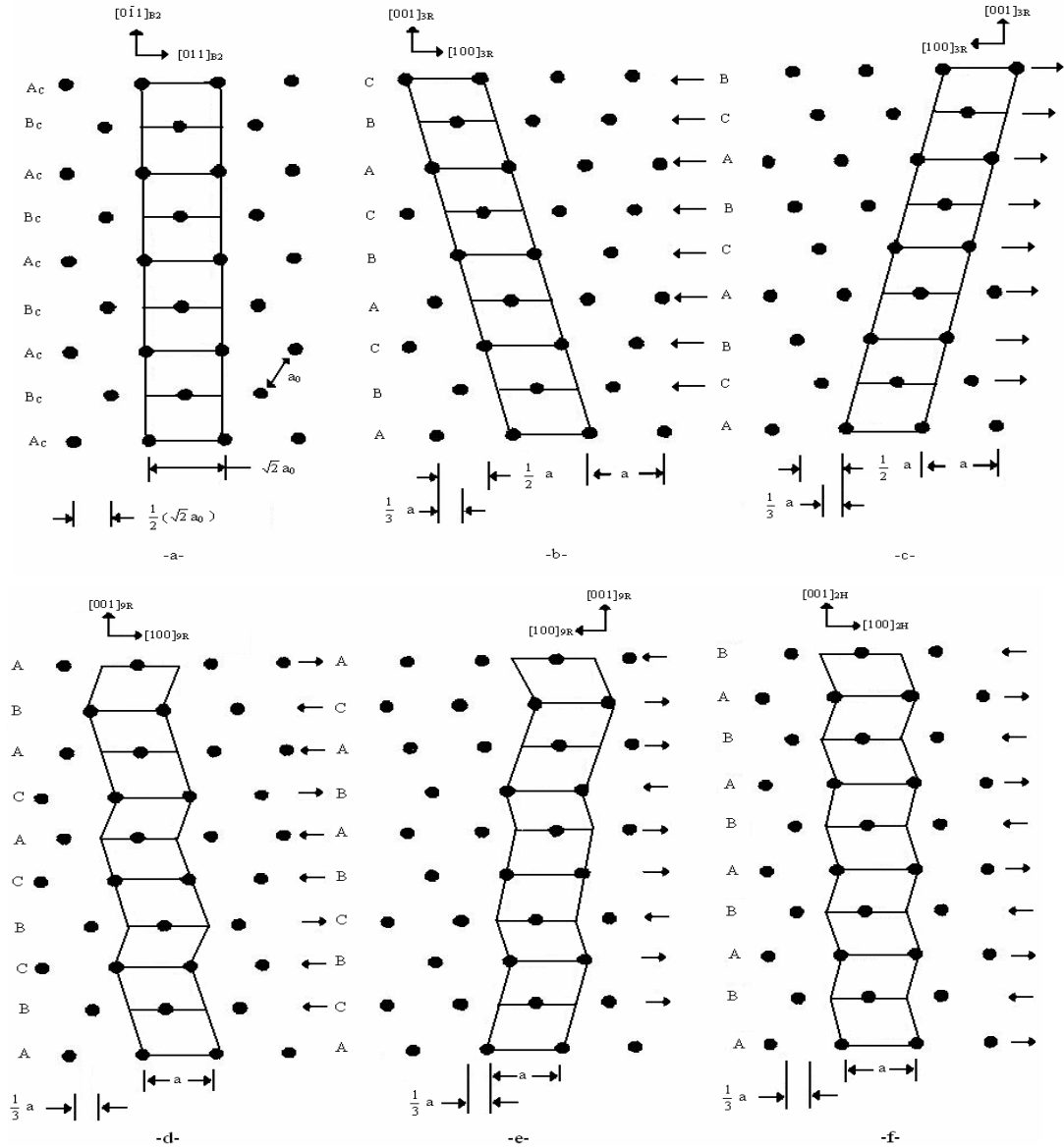
Şekil 2.19. B2 fazının temel yapısı ve (110) düzleminde AB tabakalarındaki atom görünümü

Ana fazın  $(011)\beta$  temel düzlemleri ve  $(001)$  martensit düzlemlerinin yığılma düzeni Şekil 2.20'de verilmiştir. İki bitişik düzlem arasındaki relatif yer değiştirme  $1/2(2a_0)$ 'dır. Eğer örgüye  $(011)_{B2}$  de,  $(011)$  yönünde bir kesme uygulanırsa 3R(ABC) yapısı elde edilir ve Şekil 2.20' b de görüldüğü gibi her düzlemde  $(1/3) a'$  lık bir kayma görülür.

Ana fazın  $(011)$  baz düzlemleri üzerinde  $-(1/6) a$  ve  $(1/6) a$  kesmelerinden birincisi ard arda iki tabakada uygulandıktan sonra ikinci kesme uygulanır ve bu sıra temel düzlemler üzerinde periyodik şekilde devam ederse ABCBCACAB şeklindeki 9R martensit yapı oluşur (Saburi ve ark., 1979). Görüldüğü gibi 3R yapısında  $(001)_M$  doğrultusunda C boyunca üç ara düzlem, 9R de dokuz ve 18R de ise on sekiz ara düzlem vardır.

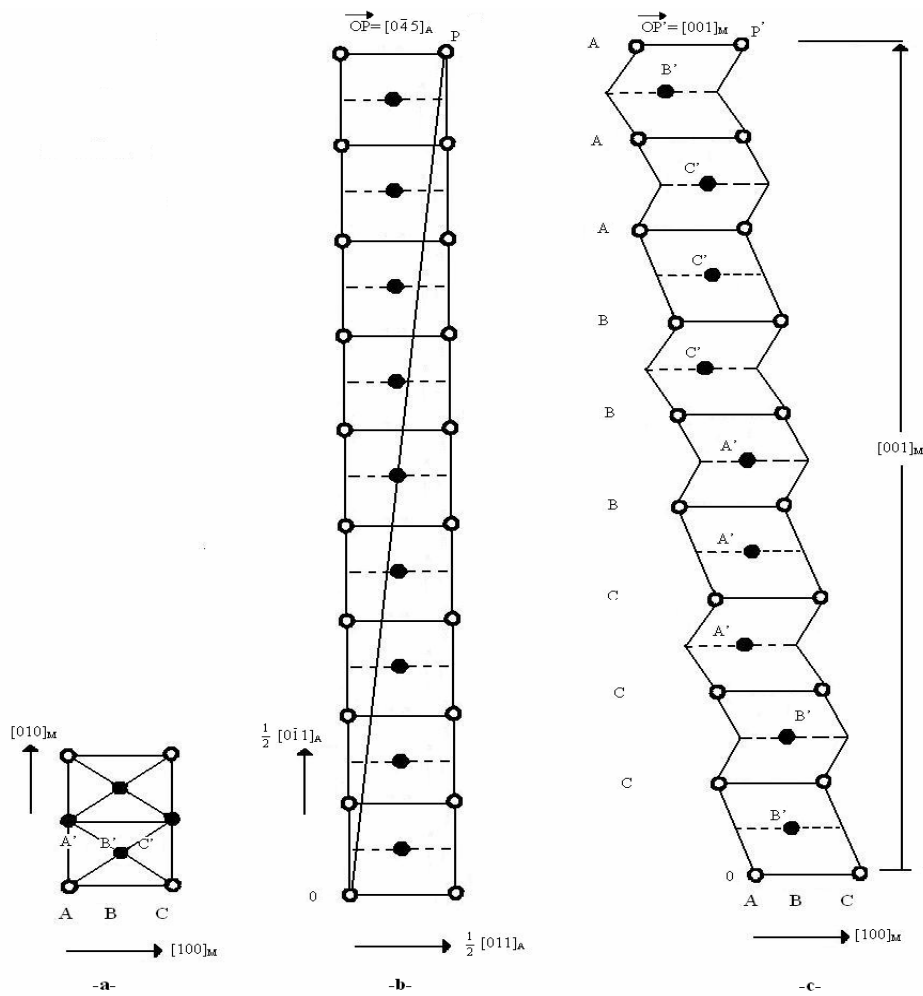


Yüksek sıcaklıkta Cu-Al-Ni alaşımı düzensiz bcc  $\beta$ -fazından düzenli fcc  $\beta_1$ -fazına ( $DO_3$  tipi) düzenli-düzensiz dönüşümü gösterir.  $\beta_1$ -fazı dengesiz bir faz olmasına rağmen, yüksek sıcaklık  $\beta$ -fazından soğutulduktan sonra elde edildiğinden oda sıcaklığında kararlı kalır. Daha düşük sıcaklıkta  $\beta_1$ -fazı martensit dönüşüme uğrayarak ortorombik  $\gamma$ -fazına geçer (Dvorack ve ark., 1983; Morris, 1992).



Şekil 2.20. Ana faz  $(0\bar{1}\bar{1})\beta$  ve martensit fazın  $(001)$ düzlemlerinin yığılım düzeni;  
a) B2, b) 3R(ABC), c) 3R(ACB), d) 9R(ABCBCACAB),  
e) 9R(ACBCBABAC), f) 2H(AB)

DO<sub>3</sub> düzenine sahip kristal yapıdan 18R tipi martensit yapının nasıl meydana geldiği Şekil 2.21’de görülmektedir. Martensit yapının (001)<sub>M</sub> temel düzlemi ostenit yapının (011)<sub>A</sub> temel düzleminde meydana gelir. Burada martensitik yapı, (011)<sub>A</sub> yönündeki bir kesme uygulanmasıyla oluşur. Diğer doğrultular arasındaki bağıntı 1/2 (011)<sub>A</sub> dan (100)<sub>M</sub>, (100)<sub>A</sub> dan (010)<sub>M</sub>, (045)<sub>A</sub> dan (001)<sub>M</sub> meydana gelir (Otsuka ve Shimizu, 1986; Andrade ve Delaey, 1984).



Şekil 2.21. DO<sub>3</sub> → 18R dönüşümü a) Martensit temel düzlemi b) DO<sub>3</sub> yapısında (110) düzlemlerinin sıralanışı c) 18R martensit yapısında (001) düzlemleri

## 2.5. Şekil Bellekli Alaşımların Üretim Teknikleri

Şekil bellekli alaşımların üretim teknikleri alaşımın tipine göre ve üretim kolaylığı açısından farklılık göstermektedir. Başlıca üretim teknikleri aşağıdaki gibi sınıflanabilir.

- Döküm ve tel çekme
- Toz metalurjisi
- Hızlı soğutma(rapid quenching; melt spinning) tekniği

### Döküm ve Tel Çekme

Alaşımın tipine göre döküm işlemi ve döküm sonrası işlemler farklılık göstermektedir. Örneğin; Ti alaşımlarının dökümü, oksijene karşı büyük ilgisinden dolayı kesinlikle oksijen olmayan asal gaz atmosferinde veya vakumda gerçekleştirilirken, Cu-Zn-Al alaşımlarının bir curuflaştırıcı kullanarak dökümü mümkündür (Şekil 2.22). Fakat Cu alaşımında da Zn'nun buharlaşması veya Al'un yoğunluk farkı nedeniyle yüzeyde birikmesi söz konusu olabilmektedir. Bu alaşımların eritme işlemi, curuflaştırıcı ilavesi ve karıştırmanın daha etkin olabilmesi için çekirdeksiz tip indüksiyon ocaklarında gerçekleştirilir.



Şekil 2.22. Ti-Ni ve Cu-Zn-Al alaşımlarının üretim prosesleri

Sıcaklık işlemi ile malzemeye büyük oranda şekil değişimi yaptırabilmek mümkündür. Sıcak işlem ile büyüyen tanelerin küçültülebilmesi için en uygun yöntemlerden biri soğuk deformasyondur. Bu nedenle sıcak işlemi ( haddeleme, dövme gibi) takiben soğuk işlem uygulanır. Cu-Zn-Al alaşımları gerilmeli korozyona karşı çok hassas olduğu için Ti-Ni alaşımlarından farklı olarak yüzeyin korunması için ince bir kalay tabakası ile kaplama işlemi yapılır.

### Toz Metalurjisi

Toz metalürjisi (T/M), metal tozlarının uygun basınçlarda preslenmesi ve sonrasında fırınlanmasından oluşan parça üretim yöntemidir. T/M, bitmiş parçaları direk olarak şekillendirebilen ve çok karmaşık parçaların üretimini mümkün kılan ileri bir teknolojidir. T/M; toz üretimi, presleme, sıcak presleme, sıcak izostatik presleme, toz enjeksiyon kalıplama, mekanik alaşımlama gibi konularda sürekli gelişmektedir. Bu gelişim T/M ürünlerinin kullanım alanlarını da her geçen gün çoğaltmaktadır.

Toz metalurjisi çeşitli metal işleme teknolojileri arasında en farklı üretim tekniğidir. Yüksek kaliteli ve karmaşık parçaların ekonomik olarak üretilebilmesi toz metalurjisini cazip kılmaktadır. T/M farklı boyut, şekil, paketleme özelliğine sahip metal tozlarını sağlam, hassas ve yüksek performanslı parçalara dönüştürür. Bu işlem; şekillendirme veya presleme ve daha sonra parçacıkların sinterleme yoluyla ısıl bağlanması basamaklarını içerir. T/M nispeten düşük enerji tüketimine, yüksek malzeme kullanımına ve düşük maliyete sahip otomatikleşmiş işlemleri verimlice kullanır. Sahip olunan bu özellikler ile T/M verimlilik, enerji ve hammadde gibi günümüz kaygılarını ortadan kaldırır. Bunların sonucu olarak T/M konusu sürekli gelişmekte ve geleneksel metal şekillendirme operasyonlarının yerini almaktadır. T/M'nin uygulamaları oldukça geniştir. Tungsten lamba filamentleri, dişçilik, dişli çarklar, yağlamasız yataklar, elektrik kontakları, nükleer güç yakıt elemanları, ortopedik gereçler, ofis makinaları, yüksek sıcaklık filtreleri, uçak fren balataları, akü elemanları ve jet motor parçaları metal tozlarından üretilen parçalara örnek olarak verilebilir. Ayrıca metal tozları boyalar, gözenekli betonlar, basılmış devre levhaları, zenginleştirilmiş un, patlayıcılar, kaynak elektrodları, roket yakıtları, baskı mürekkepleri, lehimleme aletleri ve katalizörlerin üretilmesinde de kullanılmaktadır.

Hemen hemen bütün malzemeler toz haline getirilebilir fakat tozları üretmek için seçilen yöntemler malzeme özelliklerine bağlıdır. Bunlar;

- Öğütme
- Elektroliz
- Kimyasal İndirgeme
- Atomizasyon yöntemleri olmak üzere dört grupta toplanabilir. Bu üretim metodlarına ilave olarak, bazı seçilmiş malzemeler için toz üretim teknikleri de kullanılır. Endüstride kullanılan tozların %60'dan fazlası atomizasyon yöntemi ile üretilmektedir. Toz metalurjisinin avantajları sıralanacak olursa;
- Yüksek üretim hızları, düşük malzeme firesi
- Düşük maliyet
- Bitmiş parçada istenilen hassas toleransı yakalama
- Karmaşık şekilli parçaların imalatı
- Kendiliğinden yağlama özelliği verme
- Yüksek yoğunluğa sahip parça üretimi şeklinde sıralanabilir.

#### Hızlı Soğutma

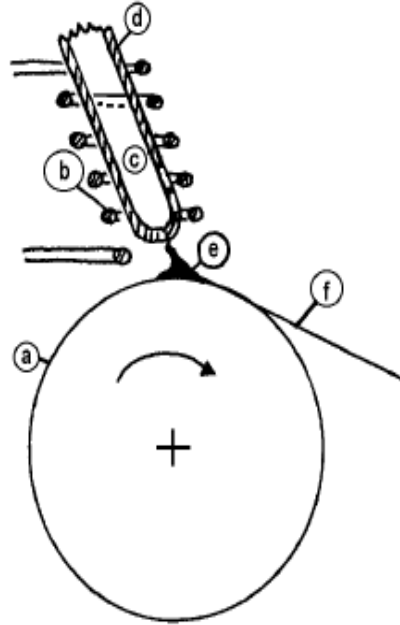
Bu işlem indüksiyon akımları veya rezistans teli yardımıyla ergitilmiş metal veya alaşımın, itici bir gaz vasıtasıyla küçük bir deliği (0,5-1,5 mm çapında) olan uygun bir pota (kuartz veya seramik potalar) tüp içinden hızla dönen bakır yüzeyli bir tambur üzerine düşürülerek metal şerit elde edilmesi esasına dayanır (Şekil 2.23). Soğuma hızını daha da arttırabilmek için dönen tambur karbondioksit veya sıvı azot gibi, çeşitli ortamlar kullanarak soğutulabilir. Böylece çok büyük soğuma hızı elde edilebilir. Bu soğuma hızı  $10^4$ - $10^{10}$  K/s mertebelerindedir.

Hızlı soğutma metodunun ŞBA üretimi üzerine avantajları;

- Bu yöntemle malzemenin ostenit fazına çıkartılması doğrudan ergimiş metal ile sağlanmakta, yarı kararlı martensit fazına geçiş ise herhangi ilave bir ısıl işleme gerek kalmaksızın tek bir işlem kademesiyle, hızlı soğutma tekniği ile sağlanabilmektedir.
- Bu teknikle üretimin diğer bir avantajı, bilinen haddeme teknikleri ile haddelenmesinde problem olan gevrek malzemelerin çok ince şeritler halinde

üretimimin kolaylıkla yapılabilmesidir. Örneğin Ti-Ni-Cu alaşımında bakır miktarı %10' dan fazla olursa, sıcak haddeleme yapılamayacak kadar gevrek olur.

- Bu üretim tekniği ile üretilen şeritlerin ŞBA'ların bir özelliği olan tersinirliğe karşı alışlagelmiş tekniklerle üretilmiş malzemelere göre daha iyi cevap vermesi, önemli bir özelliktir. Bunun da nedeni malzeme yapısı ve hızlı soğutma sırasında oluşan yaklaşık  $10^{12}$  dislokasyon/cm<sup>2</sup> gibi çok fazla dislokasyon yoğunluğudur.
- Hızlı soğutma işleminin diğer bir faydası da termomekanik işlem, mekanik alaşımlama, toz metalurjisi gibi ilave bir işleme gerek kalmaksızın tane inceltme işleminin yapılabilmesidir.
- Diğer bir avantajı, ŞBA'ların en büyük problemi olan yorulma ve bunun sonucu kırılma problemine karşılık olarak mikroyapının iyileştirilmesinin sağlanmasıdır. Çünkü tanelerin bu yöntemle küçültülmesi ile kırılma ve yorulma ömrü belirgin bir ölçüde iyileşmektedir.



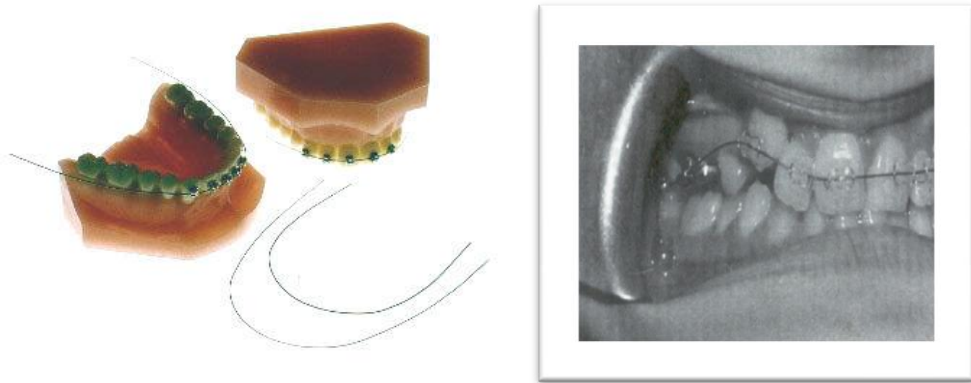
**Şekil 2.23.** Hızlı Soğutma Cihazı , (a) Bakır Tekerlek, (b) Yüksek Frekans İndüksiyon Bobini veya Rezistans Teli, (c) Ergimiş Metal, (d) Kuartz Cam Ergitme Kabı, (e) Ergimiş Metal Birikintisi, (f) Katılaşmış Şerit (Baksan ve Gürler, 2006)

## 2.6. Şekil Bellekli Alaşımların Teknolojideki Önemi

Şekil bellekli alaşımların teknolojik önemi, şekil bellek etkisi ve süperelastik özellik göstermelerinden kaynaklanmaktadır. Bu özellikler sıcaklık ve gerilmeye bağlı olarak kristal yapının martensit ve ostenit fazlarına dönüşümü ile oluşur. İlk olarak 1930'larda Au-Cd da gözlemlenmiş olan şekil bellek etkisi (ŞBE), 1960 ve 70'lerde nikel ve bakır esaslı şekil bellekli alaşımların (ŞBA) keşfine kadar fazla uygulama alanı bulamamıştır. ŞBA'lar üretim yöntemlerinin de gelişimi ile birlikte, özellikle son 20 yıl içerisinde önemli teknolojik malzemeler sınıfına dahil olmuşlardır. Artık elektronikte sensör sistemlerinden, tıpta damar tıkanıklığında kullanılan stentlere, otomotivde radyatör fanlarından, robotikte çok bacaklı mobil robot sistemlerine kadar değişik alanlarda şekil bellekli alaşımların kullanıldığını görmek mümkündür. Bahsi geçen uygulama alanları aşağıda verilmektedir.

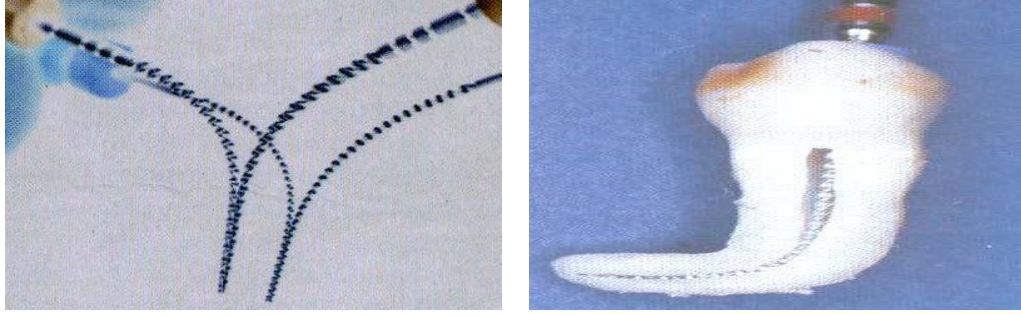
### Biyomedikal Uygulamalar

Diş gerdirme telleri: Şekil 2.24' da görülen teller biyolojik uyum özelliğine sahip Ni-Ti alaşımından yapılmıştır. Burada alaşımın süper-elastiklik özelliğinden faydalanılır. Bu sayede gerdirilmiş teller hastanın dişlerini çok iyi kavrar ve böylece hastanın çok sık diş hekimine gitmesine gerek kalmaz.



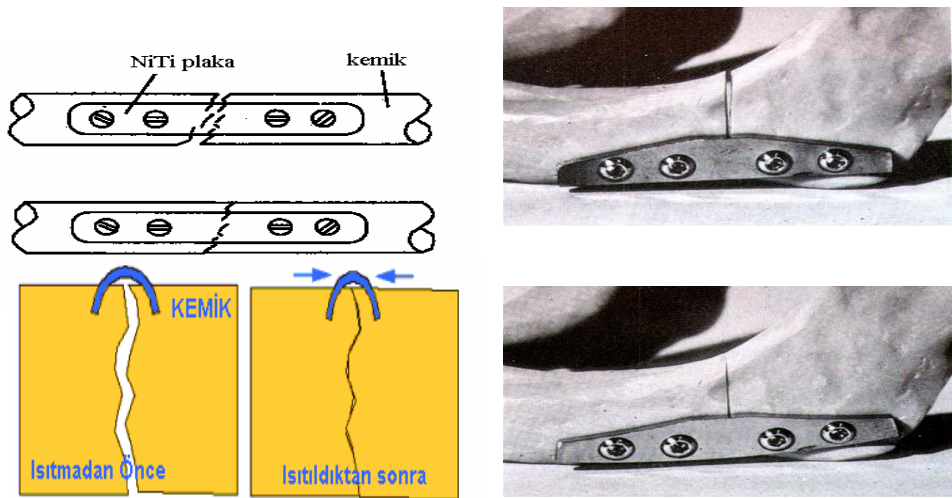
Şekil 2.24. Ortodontik Gerdirme Telleri (Otsuka ve Wayman, 1998)

Döner kök kanalı aparatı: Kanal tedavisinde kullanılan NiTi döner kök kanalı aleti normaline göre çok daha esneklik sağladığından uygulamada rahatlık sağlamaktadır (Şekil 2.25)



Şekil 2.25. Endodontik uygulamalarda kullanılan NiTi döner kök kanalı aleti

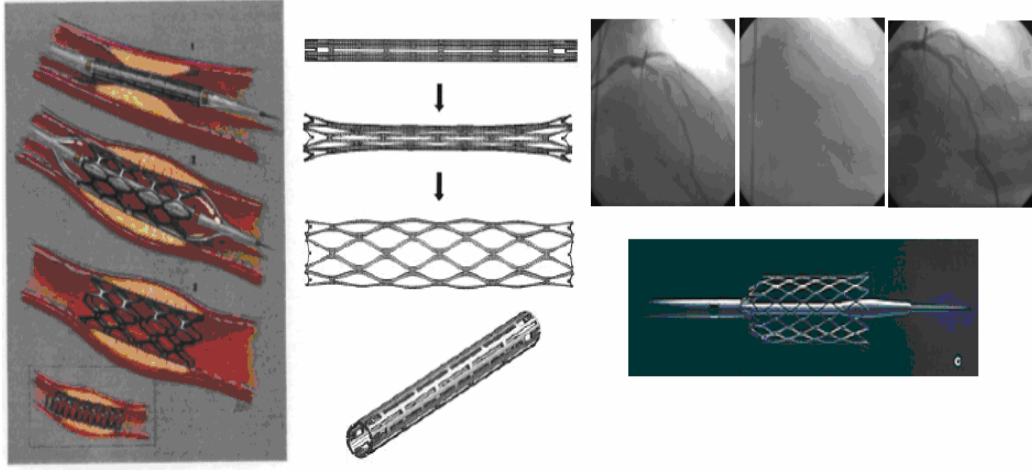
Klipsler: Kırılmış olan kemiğe vidalanan NiTi plakalar vücut sıcaklığına ulaştığında iki parçayı sıkıştırma yönünde kuvvet uygulayarak kırık olan kemiğin birleşmesini sağlamaktadır. Burada tek yönlü ŞBE etkisinden faydalanılır. Kullanılan klipsler insan vücut sıcaklığında şeklini koruyacak şekilde imal edilir. Böylece kemiklerin daha kısa sürede birbirine kaynaması sağlanır (Şekil 2.26).



Şekil 2.26. Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların ortopedik kullanımı



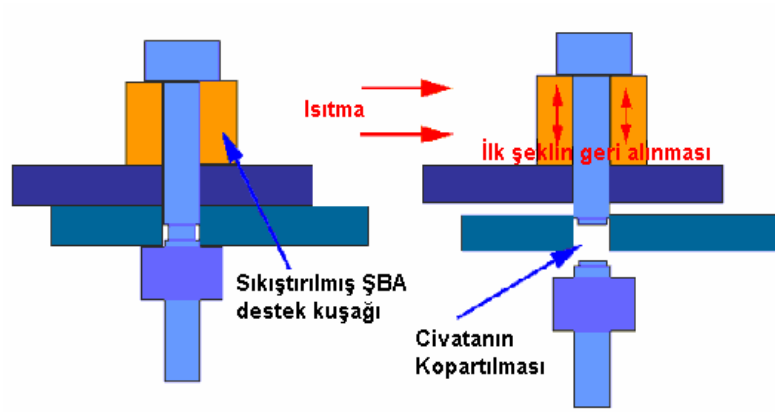
Stentler: Nitinolun biyomedikal alandaki farklı bir kullanım örneği de kalp damar tıkanıklıklarının ameliyatsız tedavisinde kullanılan stentlerdir. Stentler, şekilde gösterildiği gibi radyal bir yay şekline sahip olup, damar tıkanıklığının bulunduğu bölgeye martensitik yapıda büzülmüş olarak bir baloncuk vasıtasıyla yerleştirilirler. Baloncunun çekilmesi ile vücut sıcaklığına ulaşan stent şekil bellek etkisi ile dönüşüm göstererek büzüştürülmeden önceki çapına genişlemek ister ve damara genişleme yönünde bir kuvvet uygular. Damar çeperinin genişlemesi ile neticelenen bu süreç tıkanık olan damarın yüksek oranda açılmasını sağlar (Şekil 2.27).



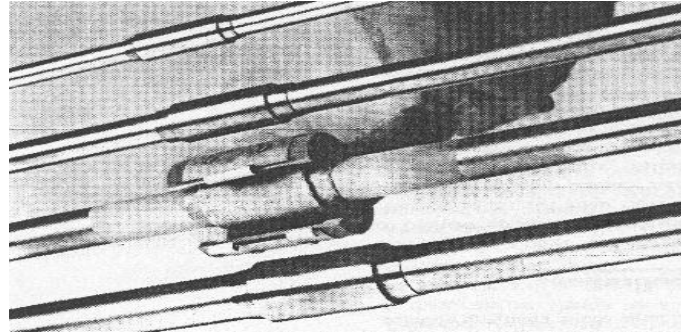
**Şekil 2.27.** Damar tıkanıklığında kullanılan NiTi stent örnekleri (Auricchio, 2002)

### Havacılık ve Uzay Sanayi Uygulamaları

Birleştirme elemanları: İlk kez 1969'da F-14 jet uçaklarında hidrolik boru bağlama bileziği olarak kullanılmıştır. Şekil belleği verilmiş bilezik sıvı nitrojen içerisinde martensit fazda bulunurken çıkartılıp hidrolik boru üzerine takıldığında ortam sıcaklığına ulaşmasıyla birlikte hidrolik boru üzerine sıkı bir şekilde oturur (Şekil 2.28 ve Şekil 2.29). Bağlama bileziği sıvı nitrojen içerisindeki çok düşük sıcaklığa artık normal koşullarda ulaşamayacağından her zaman boru üzerinde sıkı bir şekilde takılı olarak kalır. Endüstride benzer uygulamalar birbirlerine bağlantıları zor olan parçaların birleştirilmesinde kullanılmıştır.

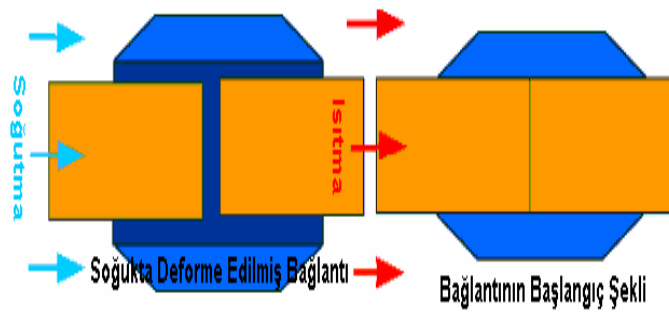


Şekil 2.28. Bağlantı elemanının kullanılma şekli



Şekil 2.29. Hidrolik boru bağlama bileziği (Dilibal, 2005)

Civata koparma aparatı: Bu sistem ısıtma ile civatayı çıkarma imkanı olmayan yerlerde kullanılan bir yöntemdir. ŞBA ilk şekline gelecek sıcaklığa kadar ısıtılır. Bu civata üzerinde bir basınç oluşturularak kırılmasına neden olur (Şekil 2.30).



Şekil 2.30. Şekil Bellekli Alaşım Civata Koparma Aparatı

Güneş Enerjisi Panelleri: Bazı uyduların güneş enerjisi panelleri tek yönlü ŞBA'lerden yapılır. Uzay sıcaklığına gelindiğinde panel açılarak büyür (Şekil 2.31).



Şekil 2.31. ŞBA' dan yapılmış güneş enerji panelli uydu

Mars Gezgininin kapak menteşesi: Mars'a gönderilen ilk robotta, güneş enerjisi panelini açabilmek için kullanılan menteşe sisteminde iki yönlü elektrik enerjisi ile hareket ettirilebilen Nitinol'den imal edilmiş menteşe kullanılmıştır.

#### Otomotiv Sanayi Uygulamaları

Otomobillerde ŞBA kullanımının bazı avantajları şunlardır.

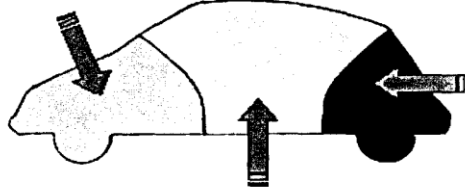
- ✓ Daha az karışıklık
- ✓ Bileşenler arasında daha iyi bir uyum
- ✓ Sessiz çalışma
- ✓ Belli bir sistem için daha az parça kullanma imkanı

ŞBA' lar bundan dolayı elektrik ve termik hareket vericiler olarak kullanılabilirler.

Şekil 2.32 ve 2.33'de otomotiv üzerinde ŞBA kullanımına uygun yerler gösterilmektedir.

### Ön Taraf

- Kaputun Kilit Mekanizması
- Dönüş Lambaları
- Klima Ayar Mekanizmaları
- Cam silmeği baskı sensörleri
- Dikiz aynası ayar mekanizması



### Arka Taraf

- Ayarlanabilir Amortisörler
- Yakıt Tankı Kapağı
- Arka Kaputun Kilit Mekanizması

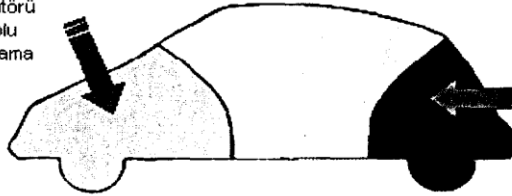
### Yolcu Bölümü

- Merkezi Kilit Mekanizması
- Koltuk Ayar Mekanizmaları

Şekil 2.32. Elektrik ile hareket alan ŞBA uygulamaları (Melton, 1999)

### Ön Taraf

- Radyatör Açma Kapama
- Ventilator Kavrama
- Klima Regülatörü
- Motor Kontrolü
- Sessiz Kavrama



### Arka Taraf

- Ayarlanabilir Amortisörler

Şekil 2.33. Termik hareket alan ŞBA uygulamaları (Melton, 1999)

## Giyim Sektöründeki Uygulamalar

Giyim eşyalarında: ŞBA'ların süperelastisite özelliği giyim eşyalarının kullanımında rahatlık sağlar. Yıkama esnasında katlanmasına engel olur (Şekil 2.36).



Şekil 2.34. Ortamın sıcaklığına göre gömleğin kollarının uzunluğunun değişmesi

Şapkalarda: Süper elastik alaşımların kullanılması şapkaların katlanmasına engel olur ve kolaylıkla eski haline gelmesini sağlar (Şekil 2.35).



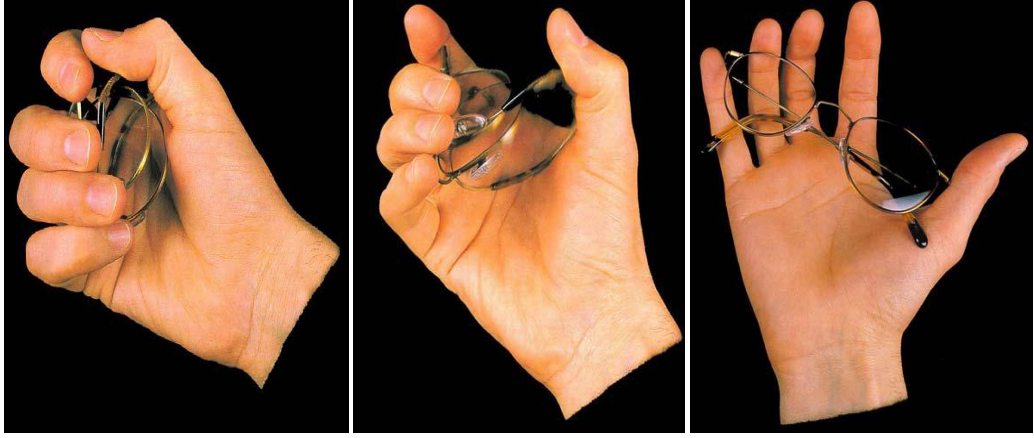
Şekil 2.35. Yapımında ŞBA kullanılmış şapka

Ayakkabılarda: Şekil bellekli malzemeler ayakkabıların topuk kısımlarında katlanmayı önlemek için kullanılır (Şekil 2.36).



Şekil 2.36. ŞBA'ların ayakkabının topuk kısmına uygulanması

Gözlük çerçeveleri: ŞBA' ların gözlük sektöründe kullanımı çok büyük başarıdır. Burada ŞBA'nın süper elastisitesinden faydalanılır. Çerçevelerde NiTi veya Cu alaşımı kullanılabilir. Bakır esaslılar daha sıklıkla kullanılır. Çünkü esneklikleri çok fazladır (Şekil 2.37).

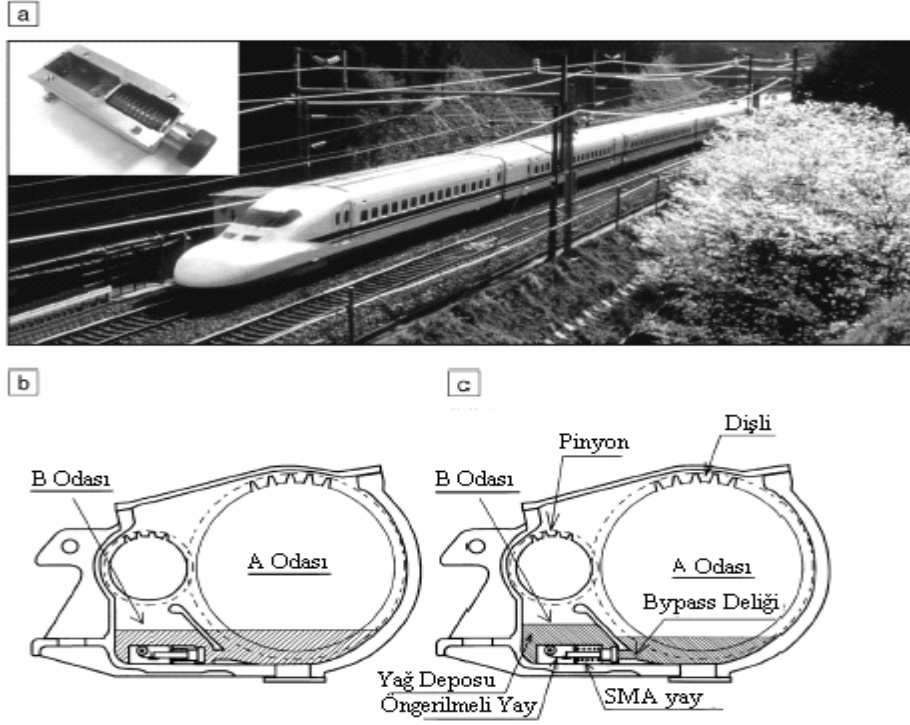


Şekil 2.37. ŞBA' dan yapılmış gözlük çerçeveleri

### Taşımacılık Alanındaki Uygulamalar

Taşımacılık alanında Shinkansen hızlı treninde otomatik yağlama ünitesinde otomatik yağ seviye ayarlayıcı olarak kullanılmaktadır (Şekil 2.38).

Otomatik yağ seviye ayarlayıcı: Tren yüksek hızlara ulaştığında ortamdaki sıcaklığın artması ile ŞBA'dan yapılan yayın tetiklenmesiyle valfin açılması sağlanır. Buradaki amaç iki odaya ayrılan dişli kutusunun arasındaki bağlantıyı sağlayan deliğin açma kapamasının yağın sıcaklık değeriyle sistemin kontrolünü sağlamaktır. Düşük sıcaklıklarda iki oda arasındaki bağlantısı sınırlandırma yoluna giderek akışkan basıncı ayarı yapılmaktadır.



**Şekil 2.38.** Shinkansen hızlı trenlerinde otomatik yağlama ünitesinde ŞBA'nın uygulanması.(a) Otomatik yağlama ünitesinin uygulandığı Shinkansen Nozomi-700 hızlı trenin fotoğrafı ve kullanılan ŞBA valfi (b),(c) SMA'dan yapılan valfin iç yapısının düşük ve yüksek sıcaklıklardaki durumu (Otsuka ve Kakeshita, 2002)

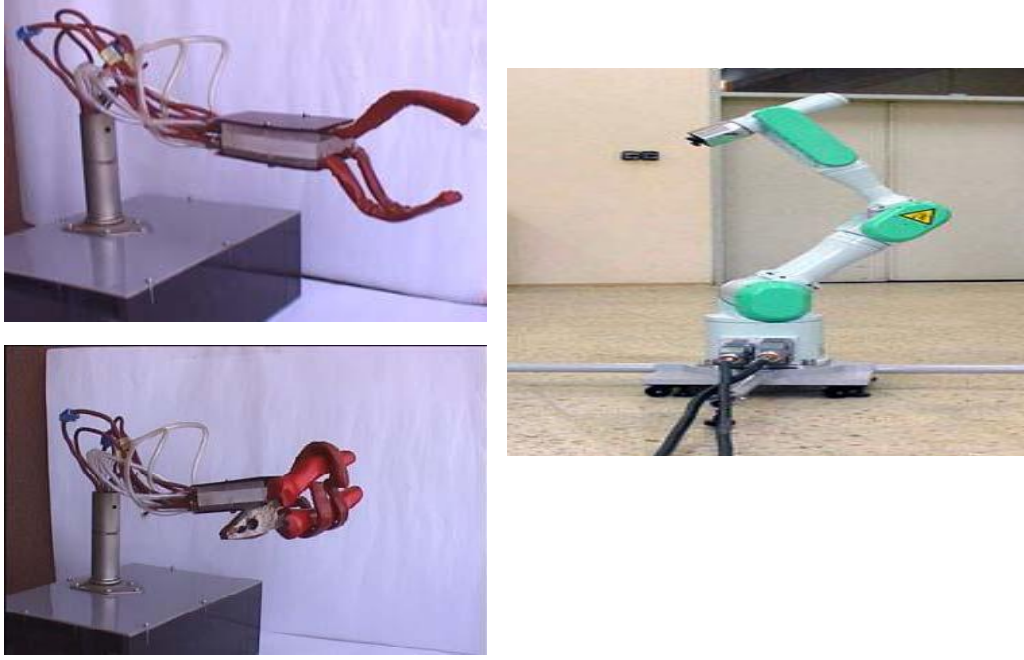
### Robotik Alanda Uygulamalar

Şekil bellekli alaşım hareketlendiricisi kullanılmış robot el örneği Şekil 2.39' de gösterilmiştir. ITUHand robot el prototipi ROB3i' de (Şekil 2.40) dünyada kullanımı hızla artmakta olan NiTi ŞBA kullanılmıştır. ITUHand robot el sisteminin en büyük avantajı sistemin basit ve ekonomik olmasıdır.



**Şekil 2.39.** ŞBA kullanılmış robot el

Sistemin gürültü yapmadan, çevreyi kirletmeden çalışması diğer bir avantajıdır. Mayın temizleme, patlamamış mühimmat ve tuzaklanmış sistemler gibi risk taşıyan bölgelerde görev yapacak robot sistemlerinin hafif, ekonomik ve basit çalışma prensibine sahip olması oluşturulacak prototip çalışmada her zaman istenilen özelliklerdir.



Şekil 2.40. İTÜ Robot El ve robot elle yapılan bir uygulama

### Endüstriyel Uygulamalar

Otomatik kurutma cihazı: İlk seri üretimi Japonya’da yapılmıştır. ŞBA yayı kutu içindeki nemi boşatmak için kapının açılmasını ve kapanmasını sağlar (Şekil 2.41).



Şekil 2.41. Otomatik kurutma cihazı



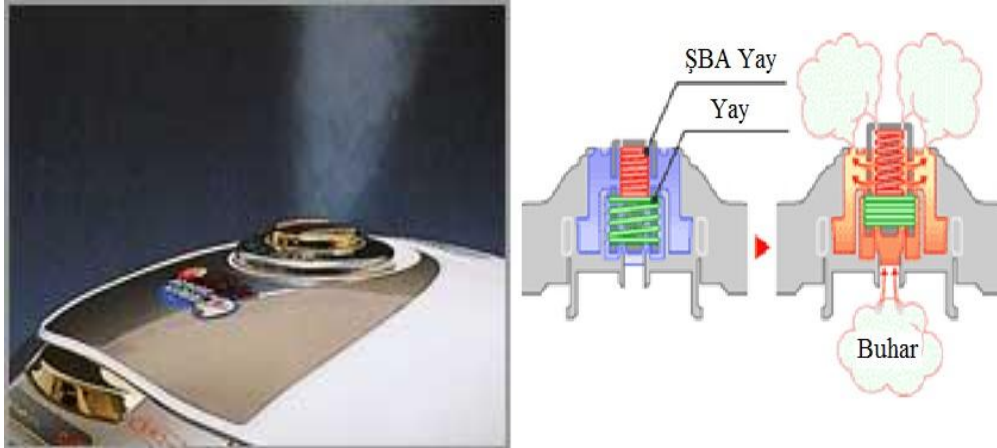
Buhar sterilizasyon cihazı: Makinenin üzerindeki ŞBA yayı, ısıtma sırasında hava geçirmez.ve sonra yüksek sterilizasyon etkisiyle 62°C’de havalandırma için serbest bırakır (Şekil 2.42).



Şekil 2.42. Buhar sterilizasyon cihazı

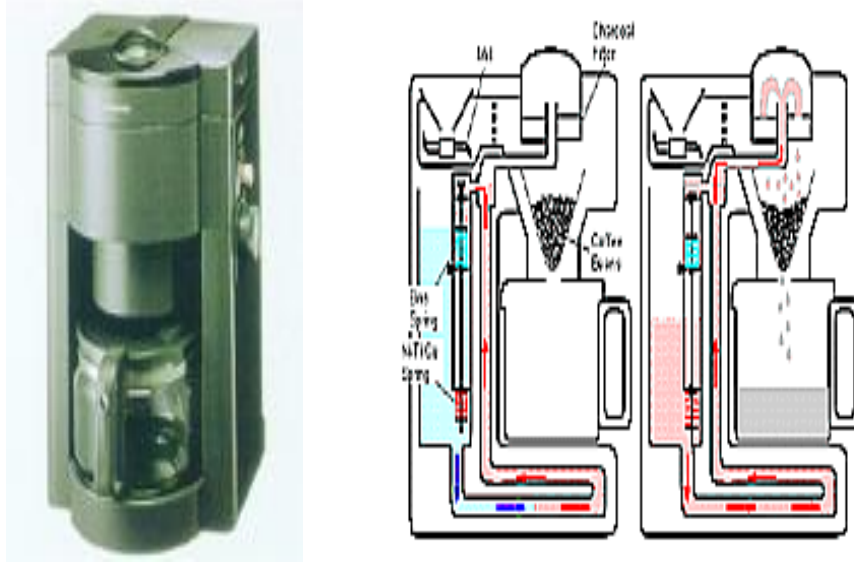
### Ev Gereçleri Uygulamaları

Pilav tenceresi: ŞBA yayı belli sıcaklığa ulaştığında basınç kontrol vanasını açarak buhar çıkışına izin verir (Şekil 2.43).



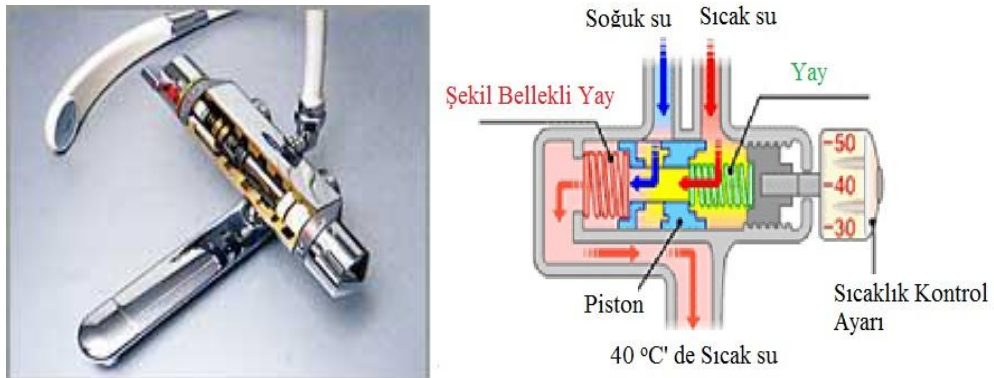
Şekil 2.43. ŞBA'nın pilav tenceresinde kullanımı

Kahve makinesi: ŞBA yayı su kaynadığında kahve üzerine dökmek için sıcak su çıkışına izin verir (Şekil 2.44).



Şekil 2.44. ŞBA'nın kahve makinesinde kullanımı

Çıkış sıcaklığı ayarlanabilir vana: ŞBA yayı sıcak ve soğuk su oranını kontrol ederek suyun sıcaklığının aşırı değişimini önler. Sistemin çalışma prensibi; içerisinde bulunan yayların soğuk ve sıcak su girişlerini kayan bir parça vasıtasıyla açıp kapatarak istenilen sıcaklıkta sıvı çıkışını sağlamaktır. Sonuçta uygun yay oranları seçilerek istenilen sıcaklıkta sıvı çıkışı sağlanabilmektedir (Şekil 2.45).



Şekil 2.45. ŞBA'dan yapılmış vana (Otsuka ve Wayman, 1998)

## Diğer Şekil Bellekli Alaşım Uygulamaları

Mimari ve inşaat: ŞBA' ların en yaygın uygulaması darbe sönümleme özelliğinden dolayı depreme karşı dayanıklı binalardadır. Tarihi eserlerin tamirinde hasar görmüş bölgeyi her hangi bir riske sokmadan tamir etme imkanı vardır.

Güvenlik: Aşağıda belirtilen güvenlik uygulamalarında ŞBA' lar başarılı olarak kullanılmaktadır, Bunlar;

Duman boşaltma kapak menteşeleri: Bazı bina ve fabrikalarda iki yönlü ŞBA kullanılarak yangın sırasında kritik sıcaklık aşıldığında menteşenin açılarak gerekli müdahalenin yapılması sağlanır.

Yangın Söndürme Fıskiyeleri: Kritik sıcaklık aşıldığında ŞBA'dan yapılmış yay hareket ederek suyun geçmesi sağlanır

Gaz Devreleri için Vanalar: Yine yangın sırasında kritik sıcaklık aşıldığında gaz geçişini kapatan vanalarda ŞBA kullanılır. Böylece yangının büyümesi ve patlama tehlikesi azalır.

### 3. MATERYAL VE YÖNTEM

Tez çalışmasında belirtilen şekil bellekli Cu-ağ%12Al-ağ%xBe (x:0,4, 0,5 ve 0,6) alaşımları öncelikle geleneksel döküm yöntemlerinden ark-eritme (arc-melting) metodu ile mastır alaşım olarak üretildi. Daha sonra hızlı katılaştırma metodunun eriyik-döndürme (melt-spinning) tekniği kullanılarak şerit formları elde edildi. Hem mastır hem de şerit formunda üretilen şekil bellekli Cu-Al-Be alaşımlarının mikroyapıları ve mekanik özellikleri çeşitli karakterizasyon yöntemleri kullanılarak araştırıldı.

#### 3.1. Ark-Eritme (Arc-Melting) Metodu

Ark-eritme cihazının dıştan görünüşü ve cihaz içinde eritmenin yapıldığı su soğutmalı dairesel bakır kalıplar Şekil 3.1’de görülmektedir.



Şekil 3.1. Ark-eritme fırını

### 3.2. Eriyik Eğirme (Melt-Spinning) Metodu

Tez kapsamında belirtilen Cu-Al-Be alaşımlarının şerit formlarını elde edebilmek için hızlı katılaştırma yöntemlerinden biri olan eriyik eğirme metodu kullanıldı. Bu metod, yüksek vakum altında hızlı katılaştırılmış amorf ya da nanokristal şerit üretebilmek adına numunenin uygun bir potada indüksiyon yoluyla eritilerek, eriyiğin dönmekte olan bakır teker üzerine basınç yardımıyla püskürtülmesi esasına dayanmaktadır. Şekil 3.2’de verilen eriyik eğirme sistemi, temel olarak pota/diskini bulduğu vakum odası, yüksek vakum pompalama sistemi (difüzyon ve rotary pompası), RF jeneratörü ve su soğutma ünitesinden oluşmaktadır.



Şekil 3.2. Eriyik-eğirme (Melt-Spinning) sistemi

Hızlı katılaştırma esnasında eriyiğin dış etkenlerden izole edilmesi için bakır disk ve eritme potası cam kapaklı bir hazne içerisine hapsedilmektedir. Bakır diskin

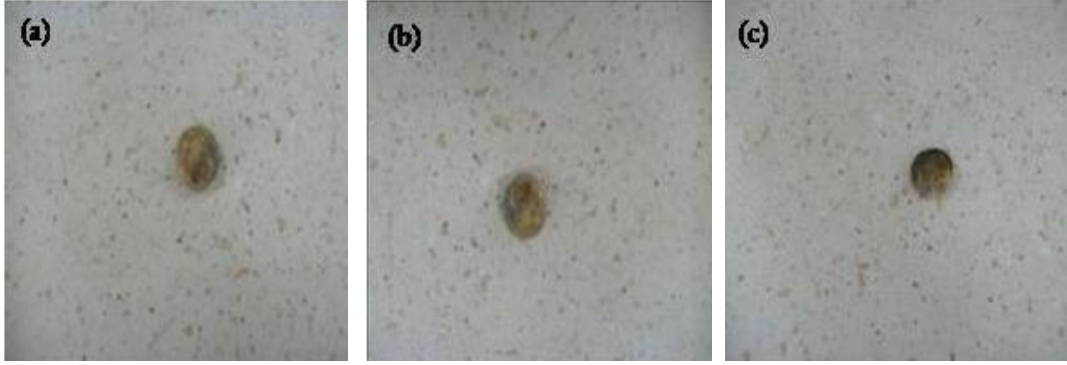
dönüşü sistemdeki 3000 dev/dk'lık motorla sağlanmaktadır. Disk hızı (maksimum 60 m/s) cihaz üzerinde bulunan dijital göstere sayesinde hassas bir şekilde ayarlanabilmektedir. RF jeneratörüyle ısıtma sistemine kontrollü akım verilerek potanın yavaş ve homojen bir şekilde ısıtılması sağlanmaktadır. Pota ağzıyla, disk arasındaki mesafe 0.002-0.2mm aralığında uygun şekilde ayarlanabilmektedir. Eriyik disk üzerine dökülmeden önce disk ve potanın bulunduğu hazne  $10^{-7}$  bar'a kadar vakumlanabilmekte ve hazne argon gazıyla doldurulmaktadır. Böylelikle etkileşimsiz (inert) bir ortam oluşturularak, ortamda bulunabilecek gazlarla eriyiğin reaksiyona girmesi önlenmektedir. Isınan pota içerisindeki numune eritildikten sonra argon basıncı verilerek eriyiğin disk üzerine püskürtülmesi sağlanmaktadır. Püskürtme sonucunda açığa çıkan şerit numuneler, şerit toplama haznesinde toplanmaktadır.

### 3.3. Mastır Alaşımların Üretimi

Tez çalışmamızda belirtilen şekil bellekli Cu-ağ%12Al-ağ%xBe (x: 0,4, 0,5 ve 0,6) alaşımları için % 99.99 saflıkta Cu, Al ve Be elementleri Alpha-Easer firmasından temin edilmiştir. Üç farklı kompozisyona sahip Cu-Al-Be alaşımı hazırlamak için her bir element % 0.1 hassasiyetli elektronik terazide tartılarak istenilen alaşım değerleri elde edildi. Bu değerler her üç alaşım için de toplam 100 g olacak şekilde tespit edildi. Cu-Al-Be mastır alaşımlarını hazırlamak için daha önce ayrıntılı bir şekilde bahsedilen ark eritme fırını (Arc melting, Anlage AM, Endmunda Bühler) kullanıldı. Mastır alaşım için hazırlanan numuneler, bakır pota içerisine yerleştirildi. Eritme işlemine başlamadan önce cihaz içindeki havanın boşaltılabilmesi için öncelikle düşük vakum 'Rotary' (RP) pompası çalıştırıldı. Fırın içindeki basınç  $4 \times 10^{-3}$  mbar değerine düştükten sonra RP kapatıldı ve fırın içerisine argon gazı gönderildi. Daha sonra yüksek vakum 'difüzyon' pompası (DP) kullanılarak fırın içi basıncı  $1 \times 10^{-5}$  mbar değerine düşmesi sağlandı. Basınç düşürüldükten sonra DP kapatıldı ve fırın içerisi 800 mbar basınca ulaşana kadar argon gazı ile dolduruldu. Böylece sistem eritme işlemine hazır duruma getirildi.

Alaşımları eritme işlemine başlamadan önce, fırın içindeki (argon gazı) oksitleyici molekülleri yok etmek amacıyla "toplayıcı" (getter) malzemesi olarak sürekli fırında tutulan bir saf Ti parçası 60A akım altında eritildi. Daha sonra Cu-Al-Be alaşımlarını eritmek için 45A'lık ark her bir potada bulunan mastır alaşımlara 1 dk'lık süreyle uygulandı. Üretilen mastır alaşımların homojen olmasını sağlamak amacıyla

bakır potada bulunan alaşımlar en az dört kez ters çevrilerek eritildi. Çevirme işlemi numuneyi dışarı çıkartmadan dışarıdan kumanda edilebilen çevirici kol ile yapıldı. Böylece tez çalışmamızda da belirtildiği gibi üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be alaşımları ark-eritme metodu kullanılarak mastır alaşım olarak elde edildi (Şekil 3.3).



**Şekil 3.3.** Ark-eritme yöntemi ile üretilen mastır alaşımlar

a) Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be c) Cu-12Al-0,6Be

Çizelge 3.1' de üretilen Cu-Al-Be mastır alaşımlarının kütlece ve atomik ağırlıkları ve e/a oranları verilmektedir.

**Çizelge 3.1.** Mastır alaşımların % wt, % at ve e/a oranları

Mastır Alaşım	% wt			% at			e/a
	Cu	Al	Be	Cu	Al	Be	
Cu-Al-Be	87,6	12	0,4	74,00	23,64	2,36	1,54
	87,5	12	0,5	73,54	23,53	2,93	1,55
	87,4	12	0,6	73,11	23,39	3,50	1,57

### 3.4. Mastır Alařımların Yksek Sıcaklık Fırınında Homojenizasyonu

Homojenizasyon iřlemleri iin, retilen mastır alařımlar asal bir ortamda (Ar atmosferinde) 120 saat ısıl iřleme tabi tutuldu. Oksidasyon problemini nlemek amacıyla, alařımlar ncelikle havası bořaltılmıř kuartz bir ampul iine alındı ve daha sonra yatay tpl yksek sıcaklık fırınına yerleřtirildi. Homojenizasyon iřlemi iin Gaziosmanpařa niversitesi Katıhal Laboratuarında bulunan yatay tpl yksek sıcaklık fırını kullanıldı (řekil 3.4).



řekil 3.4. Yksek sıcaklık fırını

### 3.5. Mastır Alařımların Kk Paralara Ayrılması

Alařımların mikroyapısal ve nanomekanik zelliklerinin incelenmesi iin ncelikle karakterizasyon cihazlarında kullanılabilen boyutlarda numunelerin hazırlanması gerekmektedir. Ark-eritme metodu ile retilen mastır alařımlardan daha kk paralar elde edebilmek iin Gaziosmanpařa niversitesi Fizik Blm Katıhal Laboratuarında bulunan kesme cihazı kullanıldı (řekil 3.5).





Şekil 3.5. Kesme cihazı

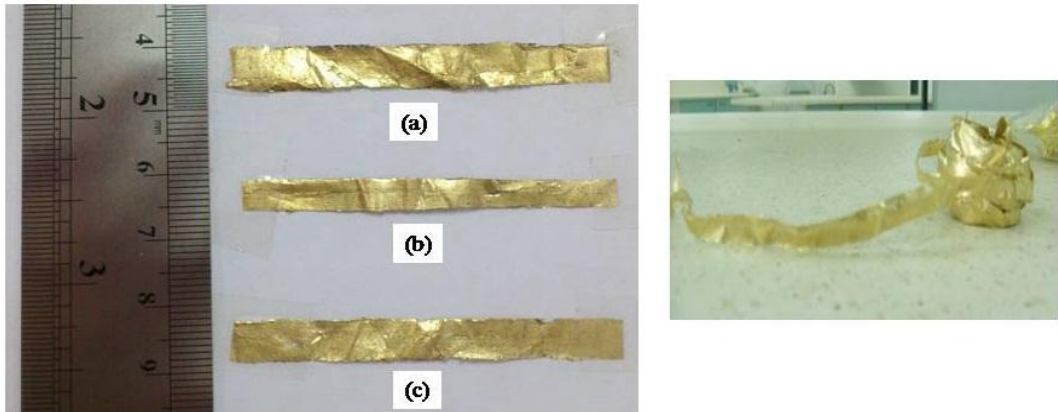
Alaşımlar kesme cihazı yardımı ile plaka şeklinde parçalara ayrıldıktan sonra bir kısmı mastır alaşımların hızlı katılaştırılmış karışımlarının üretiminde kullanılırken diğer bir kısmı da, karşılaştırma amacıyla çeşitli analizler (mikroyapı, ısıl analizler vb) için kullanılmıştır. Özellikle mikroyapı analizlerinde kullanılacak parçaların çok düzgün yüzeylere sahip olması dolayısıyla kesme işlemi çok hassas biçimde yapıldı. Şekil 3.6' da, Cu-Al-Be mastır alaşımlarının plaka şeklindeki deney numuneleri görülmektedir. Plaka şeklindeki numunelerden maksimum 5g tartıldıktan sonra tüp içerisine alındı ve aseton ile temizlenip kurutularak eriyik eğirme sisteminde kullanılmak üzere hazır hale getirildi.



Şekil 3.6. Mastır alaşımlardan plaka şeklinde kesilmiş numuneler

### 3.6. Şerit Numunelerin Üretimi

Hızlı katılaştırılmış Cu-12Al-xBe (x: 0,4, 0,5 ve 0,6) şeritlerin üretilmesinde, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fizik Bölümü Katıhal Laboratuvarında bulunan Eriyik Eğirme (Edmund Bühler, Melt Spinner SC) sistemi kullanılmıştır (bkz. Şekil 3.2). Daha önce belirtildiği gibi eriyik eğirme sistemi için hazır hale getirilen yaklaşık 5g'lık ağırlığa sahip plaka şeklindeki Cu-Al-Be mastır alaşımları, boron nitrat pota içerisinde yerleştirildi. Daha sonra numunenin de içinde bulunduğu boron-nitrat pota cam kapaklı hazne içerisinde bulunan etrafı sarmal yaylarla çevrili bölme monte edildi. Pota ağzıyla disk arasındaki mesafe 0.2mm olacak şekilde ayarlandı ve haznenin kapağı kapatıldı. Eriyik disk üzerine dökülmeden önce, disk ve potanın içerisinde bulunduğu hazne yaklaşık  $10^{-7}$  bar'a kadar vakumlandıktan sonra, hazne argon gazıyla dolduruldu ve disk devir hızı her bir alaşım için 20 m/s olacak şekilde ayarlandı. Daha sonra Cu-Al-Be mastır alaşımları, boron-nitrat potanın içerisinde eritilerek, bakır disk üzerine yaklaşık 200 mbar'lık bir basınçla püskürtüldü. Püskürtme sonucunda pota içerisinde eriyen alaşım döner disk üzerine değdiği anda şerit numuneler elde edildi ve şerit toplama ünitesine aktarıldı. Bu işlemler her üç bileşime sahip numune için aynı şartlarda tekrarlandı. Sonuç olarak eriyik eğirme metodu ile üretilen üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be şerit numuneler yaklaşık 50µ kalınlığa ve 3mm genişliğe sahip olarak elde edildi (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. Eriyik-eğirme yöntemi ile üretilen şerit numuneler

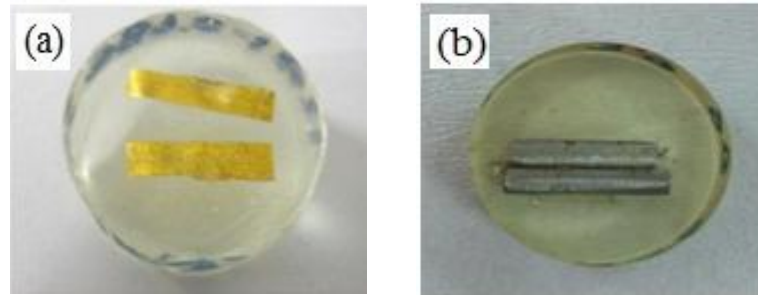
a) Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be c) Cu-12Al-0,6Be

### 3.7. Mikroyapı ve Mekanik Analizler için Numunelerin Hazırlanması

Gerek mastır alaşımların gerekse hızlı katılaştırılmış karışımlarının mikroyapı ve mekanik özelliklerinin incelenmesi için mikroskop altında incelenebilecek düzgün formlara (bakalite alma veya kalıplama) getirilmesi gerekmektedir. Bu bağlamda hem mastır alaşımların hem de şerit formlarının mikroyapı ve mekanik analizler için hazırlanması, kalıplama, parlatma ve dağlama olmak üzere üç aşamadan oluşmaktadır.

#### 3.7.1. Numunelerin kalıplanması

Mikroyapı ve mekanik analizlerde oldukça önemli olan parlatma işleminin yapılabilmesi için öncelikle numunelerin uygun boyut ve şekillerde kalıplanması gerekmektedir. Kalıplama işlemi sıcak ve basınç altında veya soğukta olmak üzere iki farklı şekilde yapılmaktadır. Şekil bellekli alaşımların sıcaklık ve basınca karşı oldukça duyarlı olmaları sebebiyle, tez kapsamında belirtilen numuneler için ikinci yöntem olan soğuk kalıplama tercih edilmiştir. Soğuk kalıplama işleminin kullanıldığı bu aşamada, 15 birim epoksi ve 2 birim sertleştirici karışım haline getirildi ve bu karışım 15 dakika boyunca karıştırıldı. İçinde kabarcıkların oluşmaması için, karışımın tek yönde ve yavaşça karıştırılmasına dikkat edildi. Hem mastır alaşımlar hem de şerit formları kalıp içerisine yatay konumda yerleştirildi.



Şekil 3.8. Kalıba alınan a) Şerit numune b) Kesit numune

Bununla birlikte şerit numunelerin kalınlıklarının çok az olması sebebiyle (yaklaşık 50 $\mu$ ) nanomekanik analizler sırasında oluşabilecek herhangi bir sorun için kesit yüzeyleri de kalıba alındı. Kesitlerin kalıba alınması sırasında düzgün

durabilmeleri için kesitin her iki tarafına metal bir malzeme ile destek sağlandı. Hazırlanan sıvı karışım, önceden kalıp içine konulmuş numunelerin üzerine döküldü ve tamamen sertleşmesi için yaklaşık 24 saat bekletildi. 3cm çapında ve 9mm yüksekliğinde tabletler halinde kalıplanan numuneler bu süre sonunda kalıptan çıkarıldı. Kalıplanan numunelere örnek Şekil 3.8’ de verilmiştir.

### 3.7.2. Numunelerin parlatılması

Numuneler kalıba alındıktan sonra mikroyapı ve mekanik analizler için parlatma işlemine tabi tutulmuşlardır. Parlatma işlemi çeşitli kademelerden oluşmaktadır. Her kademenin numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon ve çiziği en aza indirmek için, her kademe bir öncekinde kullanılan aşındırıcıdan daha ince aşındırıcı kullanılmaktadır. Sunulan tezde numunelerin parlatma işlemi Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fizik Bölümü Katıhal Laboratuvarında bulunan Gripo-2V cihazında yapıldı (Şekil 3.9).



Şekil 3.9. Otomatik parlatma cihazı

Tez kapsamında üretilen mastır alaşımların yüzeylerinin şerit formlarına göre çok daha pürüzlü olması sebebiyle alaşımların yüzeyleri farklı parlatma kademelerinde yapıldı. Mastır alaşımlar için parlatma işlemi sırasıyla 800, 1000, 1200, 2400 ve 4000

mesh'lik zımparalarla yapılırken şerit formları yalnızca 2400 ve 4000 mesh'lik zımparalarla parlatıldı. Bu işlemler esnasında, numunenin ısınmasını önlemek için zımpara kâğıtlarına sürekli su tatbik edildi. Mekanik parlatmanın ikinci aşamasında ise, hem mastır alaşımlar hem de şerit formları için sırasıyla 3, 1 ve 0.25 µm boyutlarındaki elmas süspansiyonlar kullanıldı. Bu aşamada malzemenin ısınmasını önlemek için su yerine yağlayıcı (lubricant) kullanıldı. Bütün parlatma kademelerinde çarkın devir hızı 320 devir/dk olarak ayarlandı. Her kademededen sonra, numune yüzeyinde kalan parçacıkların bir sonraki kademedeki çizici etkisini engellemek için, numuneler bol suyla yıkandı. Aynı zamanda numune yüzeyindeki tek yönlü aşınmayı önlemek için belirli aralıklarla malzemenin çark üzerindeki tutulma yönü değiştirildi. Bir sonraki (daha ince olan) kademeye geçildikçe numunelerin çarka tutulma süreleri uzatıldı. Numune yüzeylerine her bir aşamadan sonra optik mikroskopla bakılarak, aşınma miktarları kontrol edildi.

### **3.7.3. Numunelerin dađlanması**

Parlatma işleminin sonrası numuneler, yüzeylerinin oldukça parlak olması sebebiyle mikroskobun ışığını eşit oranda yaymaktadır. Dolayısıyla numunelerin mikroyapıları mikroskop altında yeterince ayırt edilememektedir. Bu bağlamda parlatılan numunelerin optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobunda daha net görüntü verebilmesi için yüzeylerinin dađlanması gerekmektedir. Dađlama işlemi için hazırlanan kimyasal sıvı çözelti alaşımın cinsine bađlı olarak farklılık göstermektedir. Yapılan literatür araştırması sonucu Cu-Al-Be alaşımları için *95 ml methanol + 2 g FeCl<sub>3</sub> + 2 ml HCl* kompozisyonuna sahip kimyasal çözeltinin uygun olduđu belirlendi ve parlatılan numuneler çözelti içerisinde 5'er s'lik sürelerle iki farklı aşamada toplam 10 s süre ile dađlandı. Dađlanan numunelerin yüzeyleri su ile temizlendikten sonra kurumaya bırakılarak dađlama işlemi tamamlandı.

### **3.7.4. Numunelerin kaplanması**

Dađlama sonrası numunelerin optik mikroskop incelemeleri yapılabilmesine karşın SEM analizleri için ayrıca yüzeylerinin kaplanması gerekmektedir.

SEM analizlerinde numune üzerine gelen elektron demetinin bir bölümü numune ile etkileştikten sonra geri saçılmakta ve ikincil elektronlar olarak vakuma geri yayılmakta iken diğer bir bölümü soğrulan elektronlar olarak toprağa aktarılmaktadır. İletken numunelerde bu aktarım gerçekleşirken yalıtkan veya yeterince homojen olmayan numunelerde yüzeyde yük birikmesine neden olmaktadır. Yük birikmesi sonucu oluşan elektrostatik yük, sinyali etkileyerek kontrastın bozulmasına ve dolayısıyla numune yüzeylerinden istenilen kontrasta sahip görüntünün elde edilememesine neden olmaktadır. Bu bağlamda yüksek çözünürlüğe ve kontrasta sahip numune görüntüsü elde edebilmek için, incelenecek numunelerin yüzeylerine kaplama işlemi uygulanmaktadır. Kaplama işlemi için genellikle karbon ya da yüksek atom numaralı metaller (Au, Pt, vb.) kullanılmaktadır. Tez çalışmamızda üretilen metal alaşımların yüzeylerine numune ve stub arasında iletkenliği sağlamak için karbon bant yapıştırıldı.

### **3.8. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi**

Diferansiyel taramalı kalorimetre tekniği malzemelerin ısıl analizi için kullanılan termoanalitik bir yöntemdir. Ölçme prensibi, numune ile referans arasındaki ısı akı farkının ölçümü esasına dayanmaktadır. Çok küçük ısı farklarının algılanabilmesi için bu işlem dış ortama karşı iyi izole olmuş bir hücre içinde yapılmaktadır. Sıcaklık değıştikçe ısı akımı değerlerinde de değışim görölmektedir. Dolayısıyla ısı akı değışimlerinin kolaylıkla tespit edilebilmesi için kullanılan numune miktarının küçük olması gerekmektedir. DSC cihazı ile malzemelerin entalpi, ergime enerjileri, özgül ısıları, camsı nokta, kristalleşme, termal kararlılık, yaşlanma, saflık, faz dönüşümleri ve ötektik nokta gibi fiziksel özellikleri belirlenebilmektedir.

Tez kapsamında üretilen Cu-Al-Be alaşımlarının martensit ve ostenit faz dönüşüm sıcaklıkları ve ekzotermik, endotermik dönüşüm entalpilerinin tespit edilmesi amacıyla yapılan DSC analizlerinde Gaziosmanpaşa Üniversitesi Katihal Fiziği Araştırma Laboratuvarında bulunan SETARAM DSC131 diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.10). Bu cihaz (-150°C) - (600°C) sıcaklık aralığında analiz yapabilmektedir. Sunulan çalışmada DSC analizlerinde kullanılan numune miktarları yaklaşık 10-12 mg olacak şekilde ayarlandı ve ısıtma ve soğutma hızı 30°C/dk olarak belirlendi.



Şekil 3.10. Faz dönüşüm sıcaklıkları analizinin yapıldığı DSC Cihazı

### 3.9. Optik Mikroskop Analizi

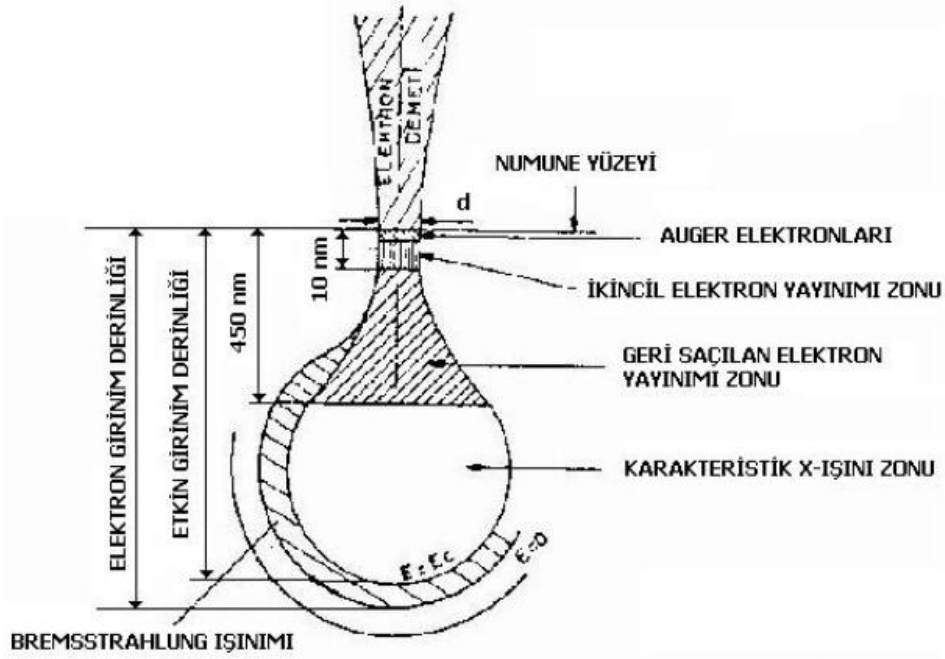
Malzemenin özellikleri ve performansı malzemenin mikroyapısına bağlıdır. Mikroyapı ise üretim ve üretim sonrası uygulanan işlemlere bağlı olarak şekillenir. Bu mikroyapıları karakterize ederek malzemenin uygulanacağı yerde uygun hizmet koşullarını oluşturup oluşturmayacağı belirlenebilir. Optik mikroskop analizi, numunelerin metalografik muayenesi için kullanılan birincil derecede bir yöntemdir. Tez kapsamında üretilen numunelerde martensit ve ostenit tabakaları incelemek ve çökelme fazlarının varlığını tespit edebilmek amacıyla optik mikroskop analizleri Gaziosmanpaşa Üniversitesi Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan DDÇ cihazına bağlı üsten aydınlatmalı optik mikroskopla X2500 büyütme altında alındı.

### 3.10. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Malzemelerin içyapılarında optik mikroskop ile gözlenemeyen yapısal özellikler, optik mikroskoptan daha yüksek çözünürlüğe ve odak derinliğine sahip olan taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenebilmektedir.

Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin

numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Yüksek voltaj altında ivmelendirilen elektron demeti ile numune arasındaki etkileşim sonuçları Şekil 3.11' de şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 3.11. Elektron demeti ile numune arasındaki etkileşim

Bu girişim hacmi su damlası görünümü olarak tanımlanır. Yüksek enerjili demet elektronları numune atomlarının dış yörünge elektronları ile elastik olmayan girişimi sonucunda düşük enerjili Auger elektronları oluşur. Bu elektronlar numune yüzeyi hakkında bilgi taşır ve Auger Spektroskopisinin çalışma prensibini oluşturur. Yine yörünge elektronları ile olan girişimler sonucunda yörüngelerinden atılan veya enerjisi azalan demet elektronları numune yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanırlar. Bu elektronlar ikincil elektronlar (seconder electrons) olarak tanımlanır. İkincil elektronlar numune odasında bulunan sintilatörde toplanarak ikincil elektron görüntüsü sinyaline çevrilir. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10 nm veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır. Numune üzerine odaklanan elektron demeti, numune atomları ile ayrıca elastik girişimlerde de bulunabilir. Bu girişimlerde demet



elektronları, numune atomlarının çekirdeğinin çekim kuvveti ile saptırılarak numune yüzeyinden geri saçılmaktadır. Bu elektronlar geri saçılmış (back scattered) elektronlar olarak tanımlanır ve objektif merceğin altında yer alan özel üç adet silikon dedektörde (A, B, C) toplanarak görüntü oluşumunda kullanılır. Böyle bir görüntü geri saçılmış (back scattered) elektron görüntüsü olarak tanımlanır. Geri saçılmış elektron miktarı, numunenin atom numarasıyla orantılıdır. Bu nedenle geri saçılmış elektron görüntüsü özellikle çok fazlı sistemlerde atom numarası farkına dayanan kontrast içerir. Geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlara göre numune yüzeyinin daha derin bölgesinden geldiği için görüntünün ayırım gücü düşük olmaktadır. Bu nedenle geri saçılmış elektron görüntüleri en fazla x2000 büyütmeye kadar olan incelemelerde kullanılmaktadır.

SEM ekranında oluşan görüntüde hangi tip elektronlara ait sinyal kullanılmışsa oluşan görüntü o tür elektronun ismiyle anılır. Tez çalışmasında kullanılan SEM fotoğrafları numunelerin ikincil elektron görüntülerine ait fotoğraflardır. Bu çalışmada, numunelerin mikroyapısını incelemek ve yapıda oluşan fazların elementer içeriklerini tespit edebilmek için Bilkent Üniversitesi UNAM’da bulunan Quanta 200 FEG model SEM cihazı kullanıldı (Şekil 3.12). Sıcaklık değişimi altında alınan SEM analizleri de söz konusu cihazın ESEM modunda alındı.



Şekil 3.12. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı

### **3.11. Enerji Dağılımlı X-Işını (EDX) Analizi**

Enerji dağılımlı x-ışını analizi, malzemelerin elementel bileşimini belirlemek için kullanılan bir x-ışını tekniğidir. EDS, EDAX veya EDX olarak da ifade edilen analiz tekniği ile elde edilen veriler, numuneyi oluşturan elementlere karşılık gelen pikleri içeren spektrumu oluşturmaktadır. Bu spektrumda numune içindeki elementlerin yüzdeleri, elementlerin piklerinin altındaki alanlarla orantılıdır. Her element karakteristik bir emisyonla sahip olduğundan, EDX numuneden yansıyan X ışını tutma temeline dayanmaktadır. Geleneksel EDX detektörü, lityum (Li), yığılmış silisyum (Si) ve berilyum (Be) soğutucu madde şartları altında mikroskop ve spektrometre ayırmayı sağlamaktadır. Numuneden yansıyan X ışınları silisyum–lityum (Si-Li) detektörü tarafından toplanmaktadır.

Sunulan çalışmada, hem mastır alaşımların hem de şerit numunelerin yapısında oluşan fazların elementer içeriklerini tespit edebilmek için Bilkent Üniversitesi UNAM’da bulunan Quanta 200 FEG model SEM cihazına bağlı olan EDX sistemi kullanıldı. Cu-Al-Be numunelerinin EDX bölge analizleri sonucunda atomca ve ağırlıkça element oranları belirlendi ve EDX spektrumları elde edildi.

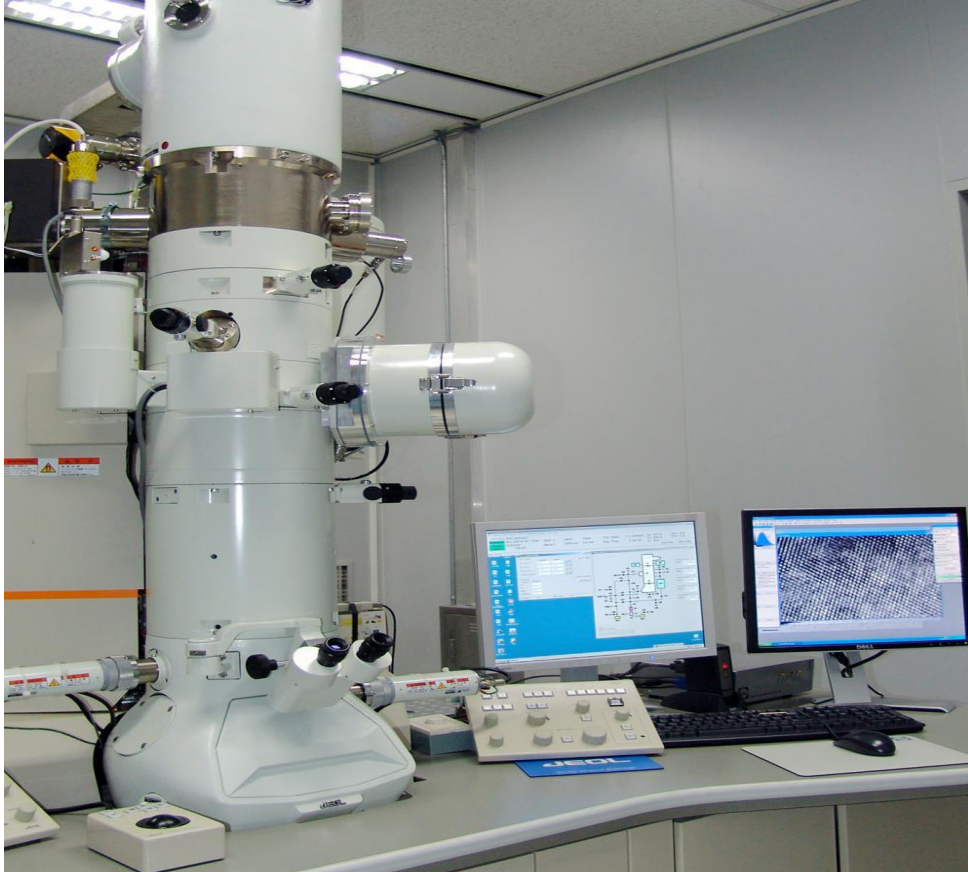
### **3.12. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Analizi**

Yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlar yeterince ince numune üzerine gönderildiğinde elektronların bir kısmı etkileşmeden numune yüzeyinden dışarı çıkmaktadır. Numune içinden geçen elektronlar malzeme içindeki atomlar ile etkileşime bağlı olarak hem atomik yapı hemde malzeme kusurları hakkında bilgi vermektedir. Bu tür elektronları kullanarak numunenin iç yapısının incelenmesi Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) ile yapılabilmektedir.

Kristal yapı malzemelerin TEM analizlerinde elektron kırınım görüntüsü, aydınlık alan ve karanlık alan görüntüleri olmak üzere üç çeşit temel görüntü kullanılmaktadır. Elektron kırınım görüntüsü numune üzerine düşüp kırınım uğramış elektronların oluşturduğu görüntüdür ve bu görüntü üzerindeki noktalar (hkl) miller indisleri ile gösterilen atomik düzlemleri temsil eder. Numune içinden etkileşmeden geçen ve kırınım uğrayan elektronların birlikte oluşturduğu görüntü ise aydınlık alan görüntüsü olarak bilinir. Bu tür görüntüde, elektronların numune ile etkileşmeden

geçtiği bölgeler aydınlık ve kırınımın olduğu bölgeler ise karanlık olarak izlenir. Karanlık alan görüntüsünde ise tersi olarak kırınımına neden olan bölgeler parlak, diğer bölgeler ise karanlık olarak görülmektedir.

TEM analizleri sadece seçilen şerit numuneler için gerçekleştirilmiş olup, geleneksel döküm numunelerden TEM görüntüleri alınmamıştır. Tez kapsamında üretilen Cu-Al-Be şerit numunelerin TEM analizleri Daejeon/ Güney Kore’de NANO National NanoFab Center’ da bulunan Jeol Jem-2100F (HR) model TEM (Şekil 3.13) cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Seçilen hızlı katılaştırılmış şeritler üzerinde TEM analizleri yapılabilmesi için, şeritlere odaklanmış iyon ışını öğütmesi (Focused Ion Beam Milling) tekniği uygulanmıştır. TEM analizlerinde 200kV hızlandırma voltajı tatbik edilmiştir.



**Şekil 3.13.** Jeol marka Jem-2100F (HR) model geçirimli elektron mikroskobu (TEM) cihazı (NANO Natio-nal NanoFab Center / Daejeon /Güney Kore).

### 3.13. X-Işını Kırınım (XRD) Analizi

X-ışınları, ivmeli ve enerjili elektronların metal hedefteki atomlarla çarpışarak yavaşlamasıyla veya bu çarpışmalarla atomların iç yörüngelerindeki elektronların geçişleriyle oluşan kısa dalga boylu elektromanyetik dalgalarıdır. X-ışınları dalga boyu  $0.1 \text{ \AA} < \lambda < 100 \text{ \AA}$  aralığındadır ve  $\gamma$  - ışınları ile ultraviyole (morötesi) bölge arasında yer alırlar. X-ışınları, az girici yani yumuşak (dalga boyu büyük) ve çok girici yani sert (dalga boyu küçük) olmak üzere ikiye ayrılabilirler. Kırınımında kullanılan x-ışınlarının dalga boyları yaklaşık  $0,5 \text{ \AA}$  ile  $2,5 \text{ \AA}$  arasındadır.

XRD analizleri için kristal halindeki bir madde toz haline getirilerek, çok sayıda küçük kristallerden meydana gelmiş bir numune elde edilmektedir. Toz halindeki numune üzerine  $\lambda$  dalga boyunda ince bir monoklinik X- ışını dalgası düşürülür. Toz kristaller belli bir tarama hızı ile döndürüldüğünde Bragg kanununa uygun olarak verilen açı değerlerine uygun düzlemlerden kırınım gerçekleşir. Bu şekilde elde edilen uygun açı ve şiddet değerleri bir grafiğe dökülerek  $2\theta$  açılara karşılık şiddet pikleri elde edilir. Bu pikleri sağlayan (hkl) düzlemleri belirlenerek yapı analizi gerçekleştirilir. Böylece X- ışını analiz yönteminde atomla etkileşen X-ışını dalgalarının oluşturduğu kırınım desenleri incelenerek kristalin yapısı hakkında bilgi sağlanabilmektedir. Yani bu teknik ile numuneye ait kristal örgü parametreleri, farklı sıcaklıklarda oluşan faz yapıları ve farklı faz bileşenleri belirlenebilmektedir.

Tez çalışmamızda hem geleneksel döküm yöntemi ile mastır alaşım olarak hem de eriyik eğirme (melt-spinning) tekniği ile şerit formunda üretilen üç farklı bileşime sahip  $\text{Cu-12Al-xBe}$  ( $x=0,4; 0,5$  ve  $0,6$ ) alaşımlarının kristal yapı analizleri İnönü Üniversitesi Araştırma Laboratuvarında bulunan Rigaku RadB-DMAX II marka X-ışını kırınımı (XRD) cihazı ile yapıldı (Şekil 3.14). Alaşımların XRD analizlerinde dalga boyu  $\lambda=1,54056 \text{ \AA}$  olan Cu-K $\alpha$  radyasyonu kullanılmış olup tüm ölçümler için difraktometrenin tarama hızı  $6^\circ/\text{dakika}$  olarak alınmıştır. Hem mastır alaşımların hem de hızlı katılaştırılmış karışımlarının oda sıcaklığında alınan X-ışını kırınım desenlerinden yapı içerisinde oluşan fazlar belirlendi. Faz analizlerinde JCPDS-ICDD (Joint Committee on Powder Diffraction Standarts - International Center of Diffraction Data) referans veri tabanı kullanılmıştır.



Şekil 3.14. X-Işını Kırınım (XRD) Cihazı

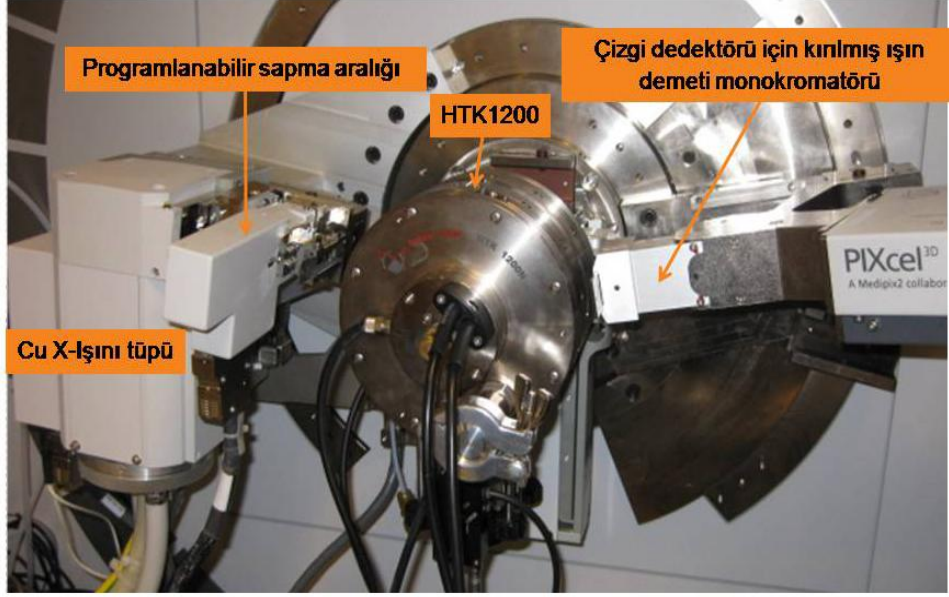
### 3.14. Yüksek Sıcaklık XRD (HT- XRD) Analizi

XRD, katı ve toz haldeki malzemelerin faz analizinde kullanılan temel tekniklerden biridir. X-ışını difraktometresi ile malzemedeki fazlar, fazların miktarı, kristal boyutu, latis parametreleri, yapıdaki değişimler, kristal yönlenmesi ve atom pozisyonları hakkında bilgi alınabilmektedir. Yüksek sıcaklık X-ışını kırınım (HT-XRD) cihazında farklı olarak yüksek sıcaklıklarda (25-2300°C) XRD çekimleri yapılabilmektedir.

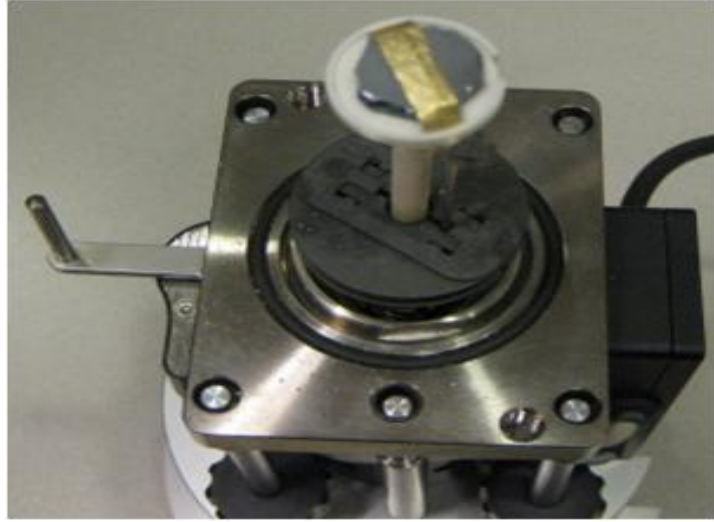
**Çizelge 3.2.** HT-XRD analiz şartları

<b>Cihaz Tipi</b>	
Tüp	Seramik Cu
Odak	Çizgi
Uygulanan Güç	45 kV, 40 mA
Difraktometre Çapı	240 mm
Gonyometre	$\theta$ - $\theta$
<b>Işın demeti optikleri</b>	
Programlanabilir Sapma Aralığı	12; 8mm
Işın demeti (eksenel ışın demeti boyutu)	5; 10
Soller aralık (eksenel ışın demeti sapma)	0,04 rad
Anti-saçma aralık	4°
<b>Numune tablası</b>	
	HTK 1200
<b>Kırılan ışın demeti optikleri</b>	
Kırılmış ışın demeti monokromatörü	Cu radyasyon
Anti-saçma aralık	10,4mm
Soller aralık (eksenel ışın demeti sapma)	0,04rad
Detektör	PIXcel <sup>3D</sup> (1D mod, uzunluk-3,34 °)

Tez çalışmamızda üretilen Cu-12Al-0,5Be ve Cu-12Al-0,6Be şerit numunelerin yüksek sıcaklık XRD analizleri PANalytical' ın Empyrean cihazında alındı (Şekil 3.15; Şekil 3.16). Analiz şartları Çizelge 3.2' de verilmektedir.



Şekil 3.15. Yüksek sıcaklık XRD (HT-XRD) cihazı



Şekil 3.16. HT-XRD cihazında numune tutucu

### 3.15. Mekanik Karakterizasyon

Endüstriyel gelişmelere paralel olarak, 20. yüzyılın başlangıcıyla birlikte sertlik, malzemelerin mekanik özelliklerini değerlendirmede en çok ihtiyaç duyulan özellik olmaya başlamıştır. Sertlik, genel olarak malzemelerin lokal bir deformasyona karşı direncinin bir ölçüsü olarak tanımlanır. Çentik testleri, sertlik ölçümlerinde kullanılan standart metodların başında gelir. Çentik testi prensip olarak, kişinin parmağını bir malzeme yüzeyine bastırıp, onu sert veya yumuşak olarak nitelendirmesine benzer. Çentik testlerindeki tek fark bu işin parmakla değil katı bir uçla yapılıyor oluşudur. İlk çentik testini dizayn eden Brinell, uç olarak düz ve küresel bir uç kullanmıştır. Brinell testinin endüstriyel bir analiz metodu olarak benimsenmesinden sonra, Vickers, Knoop ve Berkovich gibi makro ve mikro çentik testleri geliştirilmiştir. Bahsedilen bütün testlerin temel mantığı aynıdır: test numunesi üzerine çentici bir uçla uygulanan yük (kuvvet) bir plastik deformasyona sebep olur. Uç kaldırıldıktan sonra geride kalan izden numunenin sertlik tayini yapılır (Tabor, 1951; Bhushan, 2000). Sertliğin genel ifadesi

$$H = \frac{P}{A} \quad (3.1)$$

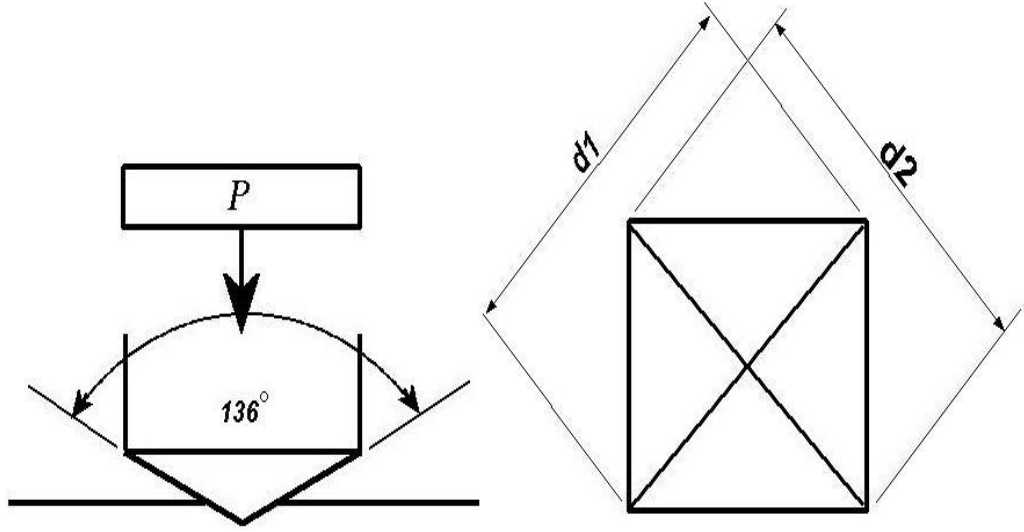
P, uygulanan yük, A uç tarafından açılan yüzeyin alanıdır. Burada A'nın kullanılan ucun geometrisine bağlı olarak değişeceğine dikkat edilmelidir. Diğer taraftan, çentik testlerinden elde edilen sonuçlar bir malzeme sabiti olarak kullanılamaz. Bunun iki önemli sebebi vardır. Birincisi farklı uçlarla yapılan testlerde farklı sonuçların elde edilmesi, ikincisi ise viskoelastik etkilerin, yükleme hızına bağlı olarak malzeme yüzeyinde farklı miktarda deformasyon meydana getirmesidir. Bununla beraber, çentik testleri malzemelerin mekanik özelliklerini karşılaştırma imkânı sağlaması açısından, araştırmalarda olduğu kadar endüstriyel alanda da yoğun olarak kullanılmaktadır.



Teknolojideki gelişmelere paralel olarak yeni test tekniklerinin geliştirilmesiyle birlikte, çentik testleri, geleneksel (statik) çentik testleri ve derinlik duyarlı (dinamik/nanoçentme) çentik (DDÇ) testleri olarak sınıflandırılmıştır.

#### Geleneksel Çentik Testleri:

Sertlik ( $H$ ) veya ortalama basınç ( $P_o$ ), uygulanan yükün, uç-numune arasındaki kontak alanına ( $A$ ) bölünmesiyle hesaplanır. Kontak alanı, yüzey kontak alanı (Brinell, Rockwell ve Vickers çentici için) veya izdüşüm (projected) kontak alanı (Knoop ve Berkovich çentici için) olarak ifade edilebilir. Geleneksel çentik testlerinde  $H$ , kontak alanının optik mikroskop kullanılarak ölçülmesiyle hesaplanır. Örneğin, Vickers sertlik testinde, Şekil 3.17’de gösterildiği gibi, izin köşegen uzunlukları optik olarak ölçülüp ortalaması alınır ve bulunan değer Eşitlik 3.2’ de yerine yazılarak sertlik hesabı yapılır.



Şekil 3.17. Vickers sertlik testi a) Uçun numuneye batması b) Açılan izin üstten görünüşü

$$H_V = 1.854 \frac{P}{\left(d_1 + d_2/2\right)^2} \quad (3.2)$$

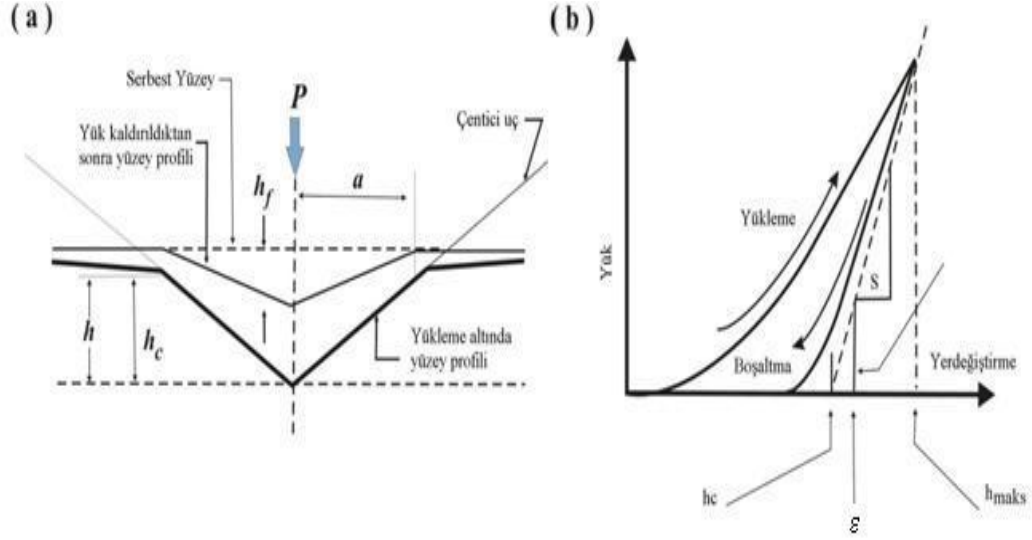
Burada “1,854” katsayısı ucun geometrisinden kaynaklanan sabittir. Geleneksel çentik testlerinin, günümüzde sertlik analizlerinde hala tercih edilmesine rağmen iki önemli dezavantajı vardır. Bunlar:

1. Optik mikroskoplarla görülemeyecek kadar küçük izlerin hatalı ölçülmesi,
2. Küçük izler ölçülse (örneğin SEM veya AFM ile) bile çentik esnasında meydana gelen elastik katkıların gözlenemeyişi, hesaplanan sertlik değerlerinin hatalı çıkmasına sebep olur.

#### Derinlik Duyarlı Çentik (DDÇ) Testi

Derinlik duyarlı çentik testleri, özellikle çok küçük boyutlu malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemede artan bir öneme sahip olmuştur. Geleneksel çentik testiyle arasındaki en önemli fark; DDÇ testinde, numune ve çentici arasındaki kontak derinliğinin ( $h_c$ ), test esnasında kaydedilen yük-yerdeğiştirme (P-h) eğrisinden doğrudan hesaplanabilmesidir (Oliver ve Pharr, 1992; Li ve Bhushan, 2002). Bu sebepten DDÇ, malzeme araştırmalarında kullanılan önemli bir teknik olmuştur. DDÇ tekniği kullanılarak farklı tipte mekanik özellikler belirlenebilir. Sertlik (H) ve elastik modülü (E), DDÇ tekniğiyle kolaylıkla ölçülebilen iki önemli malzeme parametresidir. Bunların yanında, sürünme (*creep*), viskoelastiklik, zorlanma hızı duyarlılığı (*strain rate sensitivity*), kırılma tokluğu (*fracture toughness*) ve film-altaş yapışma kuvveti (*film-substrate adhesion*) gibi pek çok özelliklik bu teknikle karakterize edilebilir (Yılmaz, 2008)

Şekil 3.18’de, DDÇ testinden elde edilmiş tipik bir P-h eğrisi verilmektedir. Yukarıda sözü edilen mekanik özelliklerin tayini bu eğrinin analiziyle mümkündür. Literatürde, P-h eğrisinin analiziyle ilgili çeşitli yaklaşımlar vardır. Bunlar arasında, Dorner-Nix (1986), Oliver-Pharr (1992), Field-Swan (1993), Cheng-Cheng (1998) ve Enerji yaklaşımı (Sakai, 1993; Tuck ve ark. 2001) en önemlileridir.



**Şekil 3.18.** a) Uçun numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon b) Deformasyona bağlı olarak DDÇ testinden elde edilen tipik bir P-h eğrisi şeması. Burada:  $h_{maks}$ , maksimum derinliği;  $h_{min}$ , minimum derinliği;  $h_c$ , kontak derinliğini; S, kontak katılığını ve  $\epsilon$ , geometrik faktörü göstermektedir

### Oliver-Pharr Yaklaşımı (OP)

Oliver ve Pharr (1992), Sneddon (1965)'un çalışması ışığında, malzemede çentik testi esnasında meydana gelen elastik geri kazanım ve işlem şartleşmesini de (work hardening) dikkate alarak bir analiz metodu geliştirmiştir. OP'ye göre çentici ucun batması ve kaldırılması esnasında numune yüzeyinde meydana gelen deformasyon Şekil 3.18'de olduğu gibi kabul edilir. Şekildeki  $h_c$ , yükleme altındaki çentik (kontak) derinliğidir. Yüzeyin elastik yerdeğiştirmesinin ( $h_s$ ), toplam derinlikten çıkarılmasıyla kontak derinliği elde edilir (bkz. Şekil 3.18 b).

$$h_c = h_{maks} - h_s \quad (3.3)$$

Şekil 3.18'de görüldüğü gibi maksimum yükleme altında, yük  $P_{maks}$ , yerdeğiştirme  $h_{maks}$ , uç-numune arasındaki kontak alanının yarıçapı ise  $a$ 'dır. Yükün tamamen geri kaldırılmasından sonra, numunenin elastik geri kazanımından dolayı geride kalan izin derinliği ise  $h_f$ 'dir.

Gerçek çentecilerin tamamıyla katı (rijit) olmayışı P-h eğrilerini etkilemektedir. Tabor (1948) ve Stillwell ve Tabor (1961)'un DDÇ testi gözlemlerine göre, rijit olmayan bir uç, numune ve uç modüllerini birleştirerek açıklanabilir. Böylece indirgenmiş elastik modülü ( $E_r$ );

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_c^2)}{E_c} + \frac{(1-\nu_n^2)}{E_n} \quad (3.3)$$

Burada,  $E_c$  ve  $\nu_c$  çenticiye,  $E_n$  ve  $\nu_n$  numuneye ait Young's modülü ve Poisson oranıdır. Sneddon (1965) tarafından, kontak katılığı ( $S$ ), şekli belli rijit bir çentici ile homojen izotropik bir yarı-boşluk (half-space) arasındaki kontak için aşağıdaki gibi tanımlanmıştır.

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (3.5)$$

Burada,  $A_c$  uç-numune arasındaki kontak alanıdır ve  $A_c = \pi a^2$  şeklinde ifade edilebilir. Pharr ve ark. (1992), Eşitlik 2.5' i farklı geometri çentecilere uygulanabileceğini göstermiştir. King (1987), Vickers, Berkovich ve küp köşeli çenteciler için bir  $\beta$  faktörü ekleyerek bu denklemi genelleştirmiştir. Sonlu elemanlar analizinden Berkovich ve küp köşeli çenteciler için  $\beta$  faktörü 1,034 olarak hesaplanmıştır. Buna göre Eşitlik 3.5 tekrar düzenlenerek  $E_r$  ifadesi,

$$E_r = \beta \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (3.6)$$

$S$ , Şekil 3.18 b'de şematik olarak gösterildiği gibi boşaltma eğrisinin eğiminden elde edilebilir. Bununla beraber, Oliver ve Pharr (1992) bu yolla  $S$ ' yi elde etmenin sürünme etkilerine bağlı olabileceğini ve boşaltma eğrisinin ne kadarlık kısmının kullanılacağını bulmuşlardır. Sneddon (1965)'un elastik deformasyonlar için bulduğu üs yasasına (power law) benzer şekilde bu denklemin başlangıç boşaltma eğrisine fit edilebileceğini ortaya koydular.

$$P = \alpha(h - h_f)^m \quad (3.7)$$

$\alpha$  ve  $m$  fit parametreleri  $h_f$  ise boşaltmadan sonra geride kalan izin derinliğidir. Böylece  $S$ , Eşitlik 3. 7' nin maksimum girme derinliğinde türevi alınarak hesaplanır.

$$S = \frac{dP}{dh}(h = h_{maks}) = m\alpha(h_{maks} - h_f)^{m-1} \quad (3.8)$$

Eşitlik 3. 7' ye göre, tamamıyla elastik çentmeler için Sneddon,

$$\frac{dP}{P} = m \frac{dh}{h} \quad (3.9)$$

denklemini türetmiştir. Böylece çentik derinliği aşağıdaki gibi yazılabilir.

$$h = m \frac{P}{S} \quad (3.10)$$

Kontak alanı  $A_c$ 'nin,  $h_c$ 'nin fonksiyonu olarak ifade edilebileceği gösterilmiştir (Pethica ve ark., 1983; Oliver ve ark., 1986; Oliver ve Pharr, 1992).

$$A_c = f(h_c) \quad (3.11)$$

$f$  fonksiyonu çentici geometrisine bağlıdır ve  $E_r$ 'si bilinen bir malzemeye çeşitli yükler altında çentik deneyleri yapılarak bulunur.  $h_c$ 'yi hesaplamak için Eşitlik 3.10 kullanılır. Bu denklemdeki  $h_{maks}$  değeri direkt olarak P-h eğrisinden elde edilebilir. Elastik geri kazanım çentici geometrisine bağlıdır. Varolan bir çentiğe Sneddon (1965) eşitliği uygulanırsa (Eş. 3.9),  $h_s$ ;

$$h_s = \varepsilon \frac{P}{S} \quad (3.12)$$

olarak bulunur.  $\varepsilon$  çentici şekline bağlı bir sabittir. Çeşitli çentimler için  $\varepsilon$  değerleri Çizelge 3.3’de verilmektedir.

**Çizelge 3.3.** Yaygın olarak kullanılan çentimler için geometrik sabit ( $\varepsilon$ )

Çentici tipi	m	$\varepsilon$
Silindir	1,0	1,0000
Koni	2,0	0,7268
Küre	1,5	0,7500
Parabolit	1,5	0,7500

Eğer boşaltma işleminin başlangıcında tamamıyla elastik geri kazanım mevcutsa,  $h_c$  Eşitlik 3.12’ nin Eşitlik. 3.11’ de yerine yazılmasıyla elde edilen denklemle hesaplanabilir.

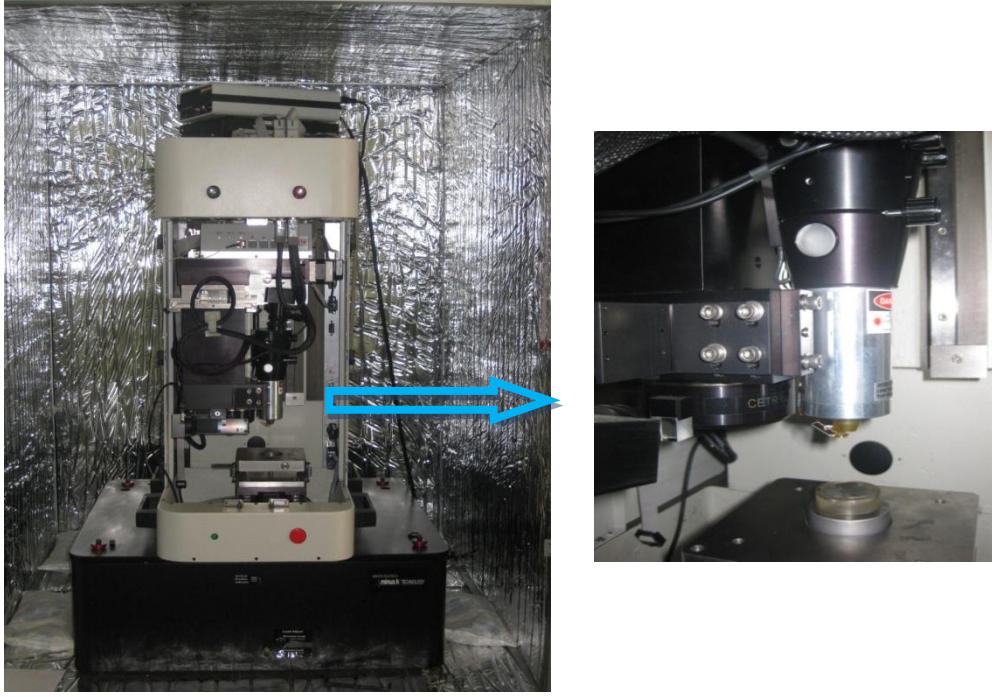
$$h_c = h_{maks} - \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (3.13)$$

Alan fonksiyonu  $f(h_c)$ ’nin uygun olarak belirlenmesi şartıyla, kontak alanı  $A_c$ , elde edilen  $h_c$ ’nin Eşitlik 3.13’te yerine yazılmasıyla bulunur. Eşitlik 3.8’den elde edilen  $S$  ve  $h_{maks}$  yer değiştirme değerini kullanarak Eşitlik 3.6’dan numunenin  $E_r$ ’si hesaplanır. H ise,  $P_{maks}$ ’ın uç-numune arasındaki izdüşüm kontak alanına ( $A_c$ ) bölünmesiyle elde edilir.

$$H = \frac{P_{maks}}{A_c} \quad (3.14)$$

Tez çalışmamızda üç farklı bileşime sahip olarak üretilen Cu-Al-Be şerit numunelerin mekanik karakterizasyon analizleri Gaziosmanpaşa Üniversitesi Katıhal Araştırma Laboratuvarında bulunan Nanoçentme (NH-2 Nanoindenter, CETR) cihazı ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.19). Ölçümlerde Berkoviç uç kullanılmıştır. 1-50 mN arasında 10 mN’luk artışlarla değişen yükler için step-load unload (SLU) eğrileri elde

edilmiş ve elde edilen bu eğriler Oliver-Pharr (1992) metoduyla analiz edilerek numunelere ait sertlik ve elastik modülü değerleri hesaplanmıştır. Şekil bellekli alaşımlarda önemli olan çevrimsel yük altındaki analizleri de şerit numuneler için incelenmiştir.



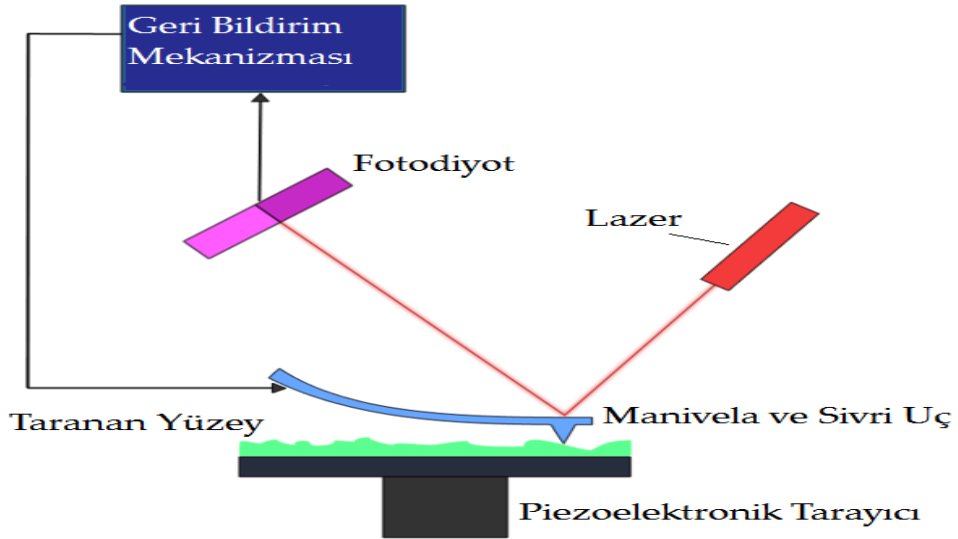
Şekil 3.19. Atomik Kuvvet Mikroskobu monte edilmiş Nanoçentme Cihazı

### 3. 16. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizi

Atomik kuvvet mikroskobu (Atomic Force Microscope; AFM), yüzey topografyasını çok yüksek çözünürlükte verebilen taramalı bir kuvvet mikroskobudur. Bu teknik ilk olarak 1986'da Gird Binnig, Calvin F. Quate ve Christopher Herber tarafından icat edilmiştir. AFM, 3 boyutlu bir yüzey görüntüsü üzerinde inceleme yapmaya olanak sağlamakla birlikte, yüzey pürüzlülüğü parametrelerini rakamsal olarak da verebilir. (Silikas ve ark., 1999; Teixeira ve ark., 2005; Tholt ve ark., 2006; Yılmaz, ve ark. 2007). AFM diğer mikroskopi tekniklerinden oldukça farklıdır. Çünkü bir optik ya da elektron mikroskobu gibi ışığı ya da elektronları bir yüzeye odaklayarak bir resim oluşturmaz. Bir AFM bir örneğin yüzey haritasını, birkaç atoma kadar inceltilebilir keskin

bir uç ile fiziksel olarak hissederek çıkarır. Elde edilen veriler ışık gölgelemeleri, perspektif, vb. ile örneğin şeklini bir resme çevrilebilir. AFM geleneksel mikroskopi tekniklerine göre pek çok avantaj sağlar. AFM örneği üç boyutta inceler. Böylelikle örnek yüzeyinin üç boyutlu görüntüsünü verir. Temiz ve çok pürüzlü olmayan yüzeylerde çözünürlük x-y düzleminde 0.1-10 nm aralığında iken z-yönünde (yüzeğe dik) 0.01 nm (atomik çözünürlük) mertebelerinde olabilir. Teknik herhangi bir numune hazırlama işlemi ya da vakum ortamı gerektirmez ve ortam koşullarında rahatlıkla kullanılabilir. AFM ile incelenen numunenin yüzey pürüzlülüğü, yüzey kusurları, yüzeydeki tane büyümeleri ve tane boyutları hakkında bilgi edinilebilir. Bu avantajları ile AFM, malzeme bilimi, kimya, biyoloji, fizik ve bazı yarıiletken alanlarında çok önemli bir yere sahiptir (Başman; 2013)

Tipik bir AFM'nin çalışması prensibi şu şekildedir. Manivelanın (cantilever) sonuna yerleştirilmiş birkaç atom sivrilikteki uç ile numune yüzeyi taranır. Tarama esnasında uç-yüzey arasındaki atomlar arası kuvvetler manivelanın sapsmasına neden olur. Bu sapma bir sensörle ölçülerek numune yüzeyinde taranan alanın yüzey topografisi elde edilir (Şekil 3.20). Bu özel tarayıcı uçlar fotolitografi yöntemiyle elde edilirler ve silikon ya da silikon nitritten ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) yapılırlar. Bu uçların, farklı uzunlukta tipleri vardır (Aydın, 2001; Mironov, 2004).



Şekil 3.20. AFM'nin temel parçalarının şematik gösterimi



## 4. BULGULAR ve TARTIŞMA

### 4.1. DSC ile Faz-Dönüşüm Sıcaklığı Analizi

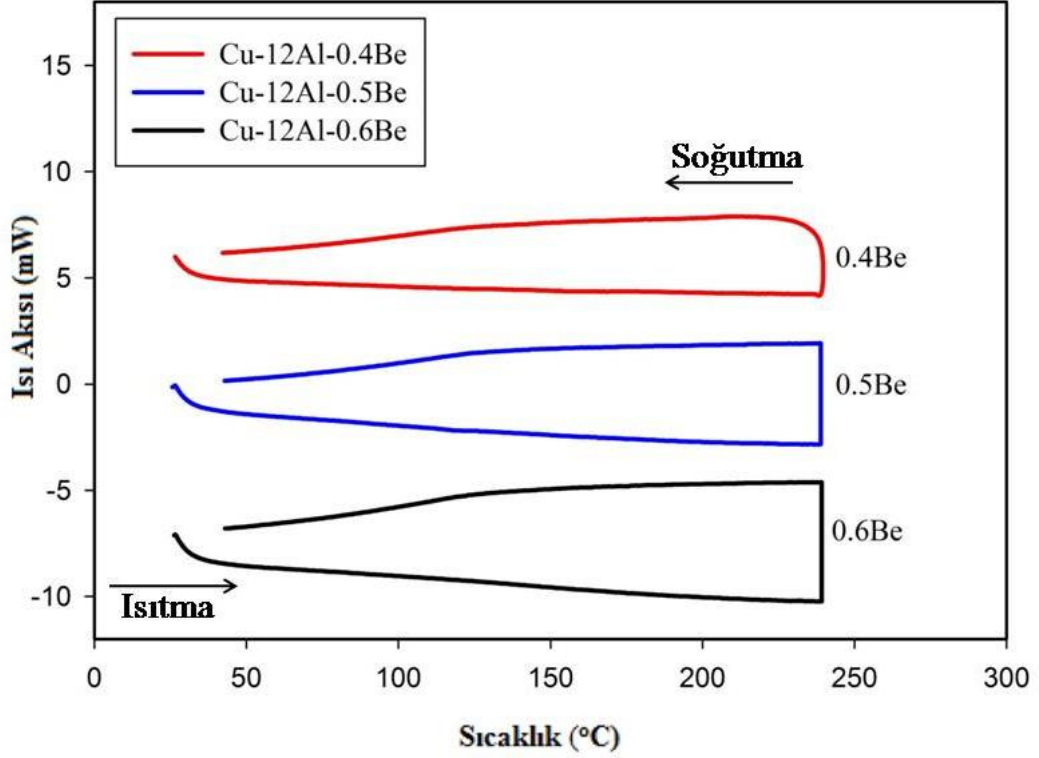
Üç farklı bileşime sahip olarak üretilen hem mastır alaşımların hem de hızlı katılaştırılmış şeritlerin martensitik dönüşüm gösterip göstermediğini belirlemek için DSC analiz tekniği kullanıldı.

Bölüm 2' de belirtildiği gibi Cu-Al-Be alaşımlarında martensitik dönüşüm sıcaklıklarını etkileyen en önemli faktörün alaşımın kompozisyonu olduğu bilinmektedir. Özellikle Be miktarındaki çok küçük bir değişimin dönüşüm sıcaklıklarını büyük ölçüde değiştirdiği bildirilmiştir (Balo ve Ceylan, 2002; Gonzales ve ark., 2003). Bununla birlikte dönüşüm sıcaklıkları malzemenin üretim yöntemine ve yapılan ısıl işlemlere bağlı olarak da değişiklik göstermektedir. Bu bağlamda tez çalışmamızda iki farklı üretim tekniği kullanılarak hem mastır alaşım hem de şerit formunda üretilen Cu-12Al-xBe (x: 0,4, 0,5 ve 0,6) alaşımlarının martensitik dönüşüm gösterip göstermediği ve dönüşüm sıcaklıklarının kompozisyona bağlılığı DSC analizleri ile incelendi.

Serbest gerilme durumunda şekil bellek etkisinin temelini oluşturan martensitik dönüşüm, dört değişim sıcaklığına sahiptir. Bu sıcaklıklar martensit-ostenit ve ostenit-martensit dönüşümünü sağlayacak enerji değişimlerini de karşılar. Martensit fazının ilk görünmeye başladığı sıcaklık  $M_s$ , ana fazın tamamen martensite dönüştüğü sıcaklık  $M_f$  olarak adlandırılır. Aynı şekilde ısıtma sırasında martensitin ana faza dönüşmeye başladığı sıcaklık  $A_s$ , tamamen ana faza dönüştüğü sıcaklık  $A_f$  olarak adlandırılır ve bu sıcaklıklar  $M_f < M_s < A_s < A_f$  şeklindedir.  $A_f$  sıcaklığının üstünde malzeme tamamen ostenitik ve  $M_f$  sıcaklığının altında tamamen martensitiktir. En çok kullanılan ve en önemli ŞBA karakterizasyon metodu olan DSC'de kullanılan numuneler herhangi bir gerilme altında olmadığından ölçüm sonuçları malzemenin gerilmesiz durumdaki dönüşüm sıcaklıklarını vermektedir.

Cu-12Al-xBe (x: 0,4; 0,5 ve 0,6) mastır alaşımlarına ait DSC eğrileri incelendiğinde herhangi bir dönüşüm pikine rastlanmadığı görüldü (Şekil 4.1). Bu durum ark-eritme tekniği ile üretilen Cu-Al-Be mastır alaşımları için martensitik dönüşümün gerçekleşmediğini göstermektedir. Mastır alaşımların şekil bellek özelliği

kazanabilmeleri bu alaşımlara uygulanacak ısıl işlemlere bağlıdır . Ancak sunulan tez çalışmasında mastır alaşımlara herhangi bir ısıl işlem uygulanmamıştır.



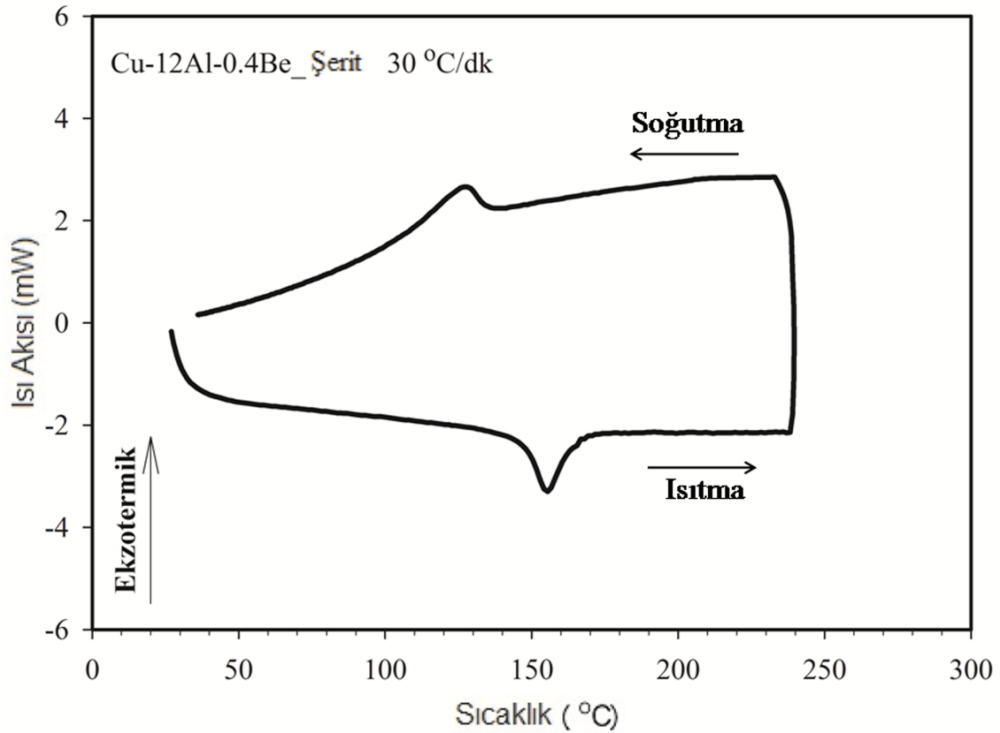
Şekil 4.1. Cu-Al-Be mastır alaşımların birlikte DSC grafikleri

Mastır alaşımların aksine bir diğer üretim yöntemi olan hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen Cu-Al-Be şerit numunelerin DSC analizlerinde, şekil bellek özelliğine sahip olmalarını sağlayan martensitik faza ait dönüşüm piklerinin varlığına rastlanmıştır (Şekil 4.2-4). Şerit formlarında bu özellik görülürken mastır alaşımlarda neden gözlenmediğini açıklamak adına alaşımların mikroyapısında meydana gelen değişimlerin analiz edilmesi gerektiği düşünülmüş ve XRD, SEM analizleri ile mikroyapı aydınlatılmaya çalışılmıştır. Üç farklı bileşime sahip olarak üretilen şerit numunelerin şekil bellek özelliği göstermesi üzerine asıl hedefimize ulaşılmış ve mastır alaşımlara farklı ısıl işlem kademeleri uygulanmamıştır. Bunun sebebi literatürde mastır alaşımların şekil bellek özelliği kazanabilmeleri adına ısıl işlem uygulamalarını içeren pek çok çalışmanın mevcut olmasıdır. (Montecinos ve ark., 2006, 2009, Hsu ve ark.; 2009). Literatürde yapılan araştırmalar sonucunda mastır alaşımların aksine hızlı katılaştırılmış (eriyik eğirme; melt-spinning) Cu-Al-Be şerit numunelere ait çok az çalışma bulunmaktadır (Lara-Rodriguez; 2006). Bu nedenle sunulan tez çalışmasında

yürütülen diğer analizler (mekanik karakterizasyon, in-situ XRD, in-situ SEM, TEM) yalnızca şerit numuneler üzerinde gerçekleştirilmiş ve hızlı katılaştırmanın şekil bellek özelliği üzerine etkisi detaylı bir şekilde incelenmeye çalışılmıştır.

Mastır alaşımların aksine Cu-12Al-xBe (x:0,4, 0,5 ve 0,6) şerit numunelerin DSC eğrileri incelendiğinde martensitik ve ostenitik dönüşümlerin her ikisine ait piklerin varlığına rastlanmaktadır. Şerit numunelerin 30°C/dk ısıtma ve soğutma hızında alınmış DSC eğrileri Şekil 4.2-4' de verilmektedir.

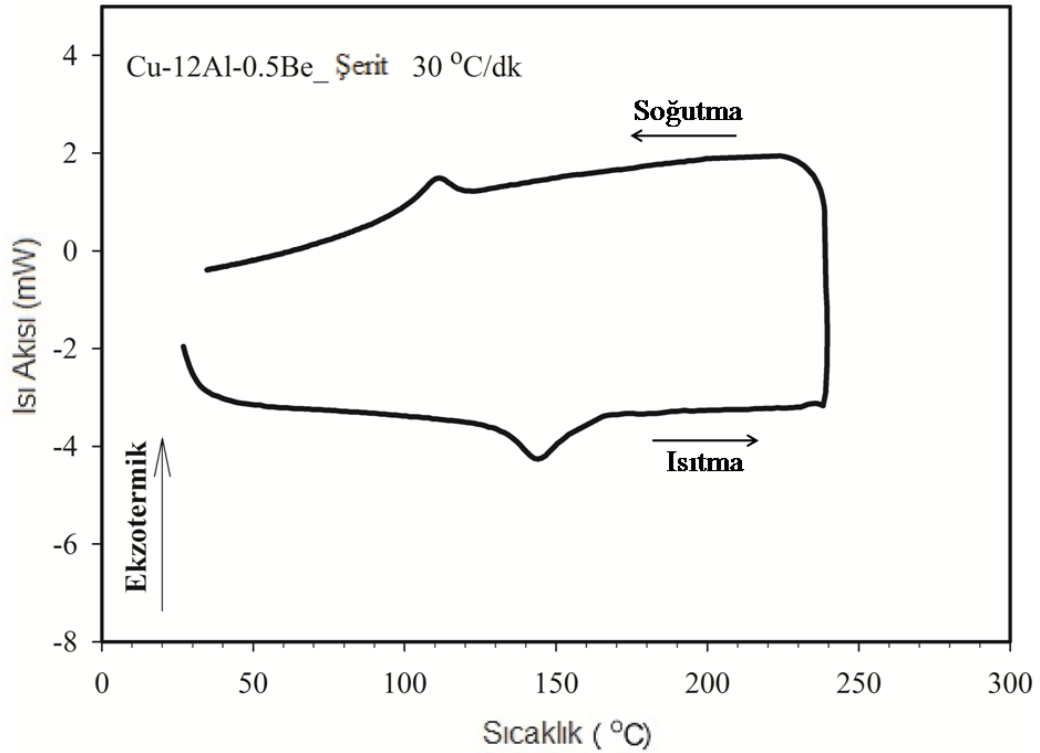
Her üç şerit numune için alınan DSC analizlerinin herbirinde sıcaklık 0°C'den 250°C'ye kadar çıkarıldığında numunenin belli sıcaklık aralıklarında endotermik reaksiyon gösterdiği yani sistemden enerji aldığı görülmüştür. Soğutma sırasındaki ekzotermik pikler ise numuneden sisteme enerji verildiğini gösterir. Endotermik ve ekzotermik reaksiyon pikleri bu bölgelerde numunede faz dönüşümünün olduğuna işaretler. Isıtma sırasında numune martensit fazdan ostenit faza, soğutma sırasında ise ostenit fazdan martensit faza dönüşüm göstermektedir. Bu faz dönüşümlerinden, martensit-ostenit ters dönüşümünün endotermik, ostenit-martensit ileri dönüşümünün ise ekzotermik bir reaksiyonla ortaya çıktığı görülmektedir. Piklerin başlangıç ve bitiş noktaları faz dönüşüm sıcaklıklarını vermektedir.



Şekil 4.2. Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait DSC grafiği

Şekil 4.2' de Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait DSC analizinden, endotermik davranışın başlangıç sıcaklığı olan ostenit başlangıç sıcaklığı ( $A_s$ ) 146°C olarak tespit edilmiştir. Bu sıcaklığın üzerinde alaşım ostenit faza dönüşmeye başlar. Endotermik davranışın sona erdiği sıcaklık olan 165°C ise ostenit bitiş sıcaklığı ( $A_f$ )'dir. Bu sıcaklıktan itibaren alaşım tamamen ostenitik yapıdadır. Ekzotermik davranışın başlangıç sıcaklığı olan 135°C alaşımın ostenitik yapıdan martensit yapıya geçiş sıcaklığı yani martensit başlama sıcaklığı ( $M_s$ )'dir. Ekzotermik davranışın sona erdiği sıcaklık olan 110°C ise martensit bitiş sıcaklığı ( $M_f$ )'dir. Bu sıcaklığın altında numune tamamen martensitik yapıdadır. Martensit-ostenit ve ostenit-martensit faz dönüşümleri için hesaplanan entalpi değerleri ise sırasıyla 9.21 J/g ve -5.22 J/g'dır.

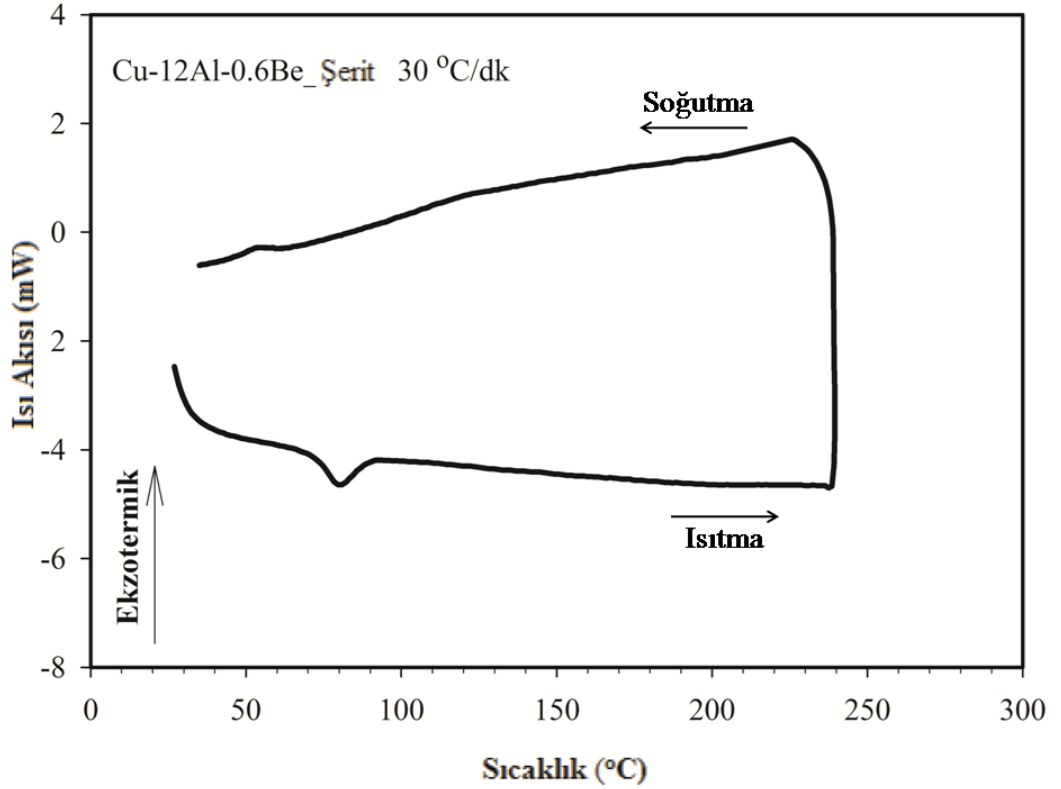
Şekil 4.3' de Cu-12Al-0,5Be şerit numune için DSC analizi incelendiğinde martensit başlama sıcaklığı  $M_s = 120^\circ\text{C}$ , martensit bitiş sıcaklığı  $M_f = 105^\circ\text{C}$ , ostenit başlama sıcaklığı  $A_s = 130^\circ\text{C}$  ve ostenit bitiş sıcaklığı  $A_f = 160^\circ\text{C}$  olarak tespit edilmiştir.



Şekil 4.3. Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait DSC grafiği

Cu-12Al-0,5Be şerit numunenin martensit-ostenit faz dönüşümüne ait entalpi değeri 8.09 J/g ve ostenit-martensit faz dönüşümüne ait entalpi değeri ise -6.04 J/g dır.

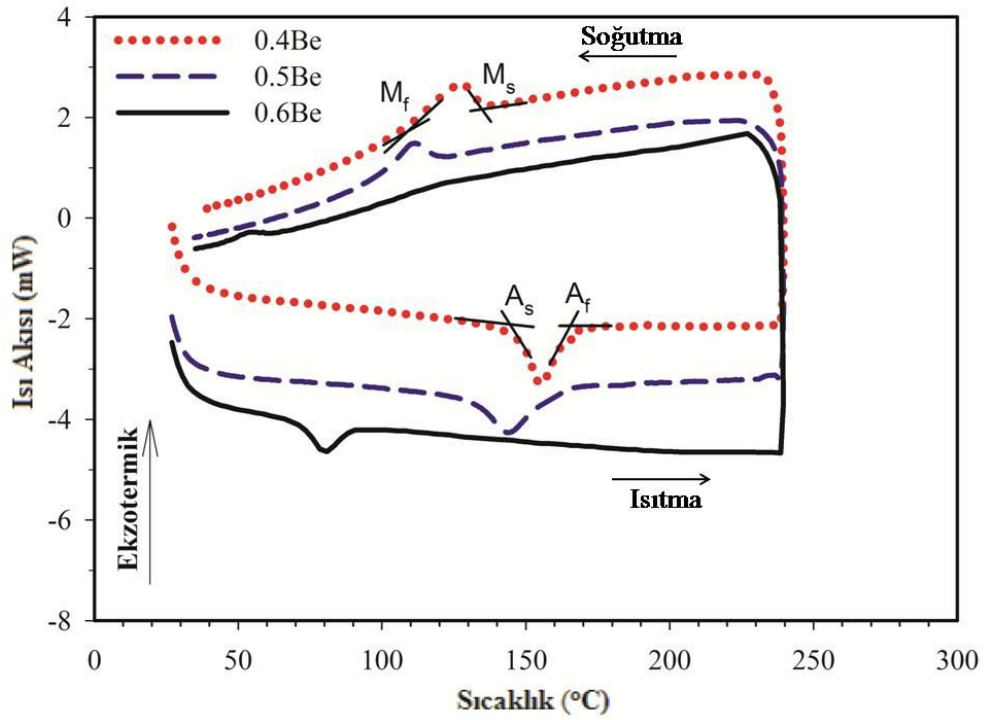
Şekil 4.4' de Cu-12Al-0,6Be şerit numune için DSC analizi incelendiğinde martensit başlama sıcaklığı  $M_s = 60^\circ\text{C}$ , martensit bitiş sıcaklığı  $M_f = 48^\circ\text{C}$ , ostenit başlama sıcaklığı  $A_s = 71^\circ\text{C}$  ve ostenit bitiş sıcaklığı  $A_f = 90^\circ\text{C}$  olarak tespit edilmiştir. Bu verilerden martensit-ostenit faz dönüşümünün  $71^\circ\text{C}$ ' de başladığı ve  $90^\circ\text{C}$  sıcaklıkta tamamlandığı ve entalpi değerinin 4.13 J/g olduğu görülmektedir. Diğer taraftan ostenit-martensit faz dönüşümünün  $60^\circ\text{C}$  başladığı ve  $48^\circ\text{C}$  sıcaklığında tamamlandığı ve entalpisinin -11,59 J/g olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.4. Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait DSC grafiği

Üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be şerit numunelere ait DSC analizleri Şekil 4.5 de birlikte verilmiştir. Her bir numuneye ait DSC analizleri incelendiğinde numunelerin oda sıcaklığında martensit faza sahip oldukları görülmektedir. Bununla birlikte Cu-Al-Be şerit numunelerin dönüşüm sıcaklıklarında belirgin bir kayma saptanmıştır. Bu kayma, Be miktarındaki artış sonucu dönüşüm sıcaklıklarında meydana gelen azalma ile açıklanabilmektedir. Şekil 4. 5'den Cu-Al-Be şerit numunelerde Be içeriğindeki % 0.2

lik bir artışın martensitik dönüşüm sıcaklığını 70°C'ye varacak ölçüde azalttığı görülmektedir. Bu azalmanın Be içeriğinin Cu-Al alaşımlarında tane inceltme özelliğine sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Recarte ve ark., 2002; Wu, 1990). Be miktarındaki artışın mikroyapıda tane boyutunun küçülmesine, dolayısıyla dönüşüm sıcaklığının azalmasına neden olduğu ön görülmektedir (Balo ve Ceylan, 2002; Gonzales ve ark., 2003).



Şekil 4.5. Cu-Al-Be şeritlerin birlikte DSC grafikleri

Çizelge 4.1 Cu-Al-Be şeritlerin faz dönüşüm sıcaklıkları ve entalpi değişimleri

Şerit Numune	$A_s$ (°C)	$A_f$ (°C)	$M_s$ (°C)	$M_f$ (°C)	$\Delta H_{M \rightarrow A}$ (J/g)	$\Delta H_{A \rightarrow M}$ (J/g)
Cu-12Al-0,4Be	146	165	135	110	9,21	-5,22
Cu-12Al-0,5Be	130	160	120	105	8,09	-6,04
Cu-12Al-0,6Be	71	90	60	48	4,13	-11,59

Çizelge 4.1 üç farklı kompozisyona sahip Cu-Al-Be şeritlerin faz dönüşüm sıcaklıklarını ve entalpi değişimlerini vermektedir. Çizelge 4.1'deki  $\Delta H_{M \rightarrow A}$  martensit-ostenit,  $\Delta H_{A \rightarrow M}$  ise ostenit-martensit dönüşümünde entalpi değişimini ifade eder.

Cu-Al-Be şerit numunelere ait DSC ölçümlerinden elde edilen entalpi değişim değerleri ve Eş. 2.9'dan yararlanılarak hesaplanan entropi değişim değerleri Çizelge 4.2'de yer almaktadır. Çizelge 4.2'deki  $\Delta H_{M \rightarrow A}$  martensit-ostenit,  $\Delta H_{A \rightarrow M}$  ise ostenit-martensit dönüşümünde entalpi değişimini ifade eder. Aynı şekilde  $\Delta S_{M \rightarrow A}$  martensit-ostenit,  $\Delta S_{A \rightarrow M}$  ise ostenit-martensit dönüşümündeki entropi değişimini gösterir.  $\Delta S_{M \rightarrow A}(1)$ ,  $\Delta S_{A \rightarrow M}(1)$ ; Eş. 2.10 denklemine göre hesaplanmış entropi değişimleri,  $\Delta S_{M \rightarrow A}(2)$ ,  $\Delta S_{A \rightarrow M}(2)$  ise Eş. 2.11 denklemine göre hesaplanmış entropi değişimleridir.

**Çizelge 4.2.** Cu-Al-Be şeritlerin entalpi ve entropi değişimleri

Şerit Numune	$\Delta H_{M \rightarrow A}$ (J/g)	$\Delta H_{A \rightarrow M}$ (J/g)	$\Delta S(1)_{M \rightarrow A}$ (J/kg°C)	$\Delta S(2)_{M \rightarrow A}$ (J/kg°C)	$\Delta S(1)_{A \rightarrow M}$ (J/kg°C)	$\Delta S(2)_{A \rightarrow M}$ (J/kg°C)
Cu-12Al-0,4Be	9,21	-5,22	65,50	61,40	37,15	34,80
Cu-12Al-0,5Be	8,09	-6,04	64,72	57,78	48,32	43,14
Cu-12Al-0,6Be	4,13	-11,59	63,05	55,06	136,90	154,5

Çizelge 4.2 incelendiğinde, entalpi ve entropi değişim değerlerinin Be miktarına bağlı olarak farklılık gösterdiği görülür. 0.4Be ve 0.5Be içerikli şerit numuneler için martensit-ostenit dönüşümündeki entropi değişim değerlerinin, ostenit-martensit dönüşümündeki entropi değişim değerlerinden daha büyük olduğu görülmektedir. 0.6Be içerikli şerit numune de ise tersi bir durum söz konusudur. 0.6Be içerikli şerit numuneye ait martensit-ostenit dönüşümündeki entropi değişim değerlerinin, ostenit-martensit dönüşümündeki entropi değişim değerlerinden daha küçük olduğu görülmektedir. Bu durum, ostenitten martensite dönüşüm için gerekli enerjinin, martensitten ostenite dönüşüm için gerekli enerjiden daha büyük olduğu anlamına gelir. 0.6Be içerikli şerit numunenin, ostenitten martensite dönüşüm sırasında sahip olduğu entropi değişim değerlerindeki bu artışın, martensit-ostenit dönüşüm sonrası malzeme yapısında meydana gelen bozulmalar neticesinde ostenit-martensit dönüşümün gerçekleşebilmesi için daha fazla enerji harcanması gerekliliğinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

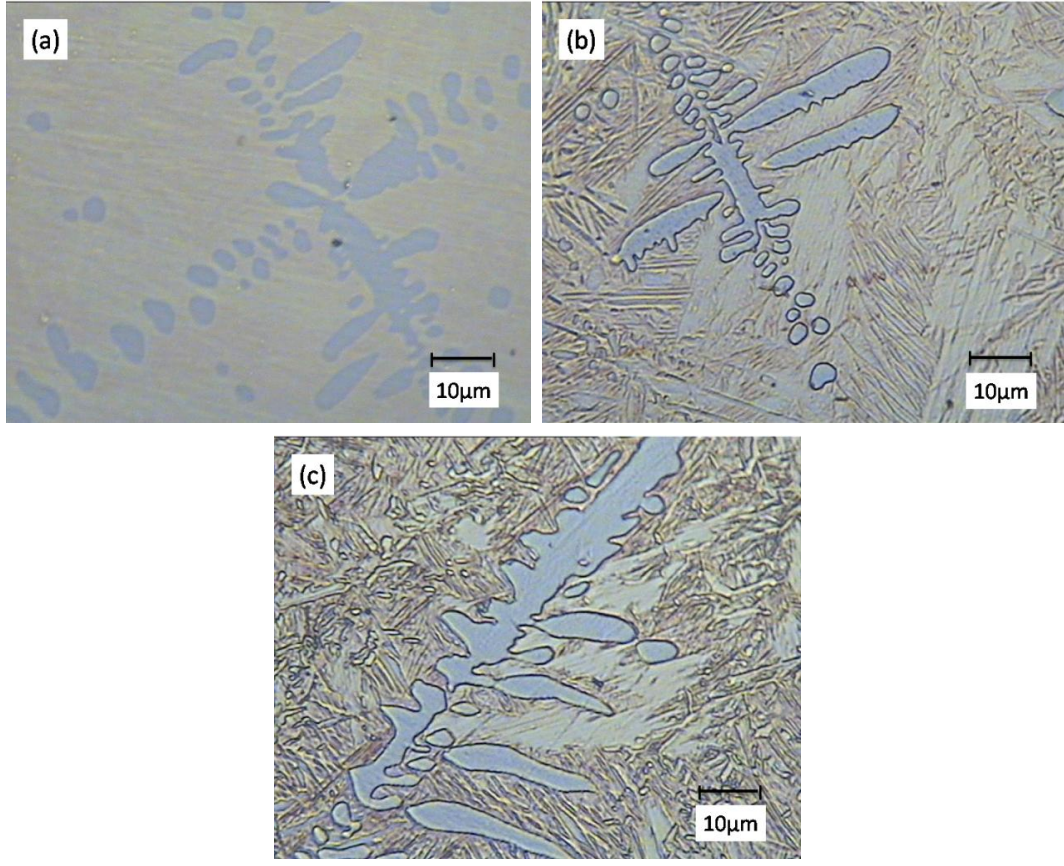
## 4.2. Optik Mikroskop ile Yüzey Analizi

Tez çalışmamızda iki farklı üretim yöntemi ile üretilen Cu-12Al-xBe (x: 0,4, 0,5 ve 0,6) alaşımlarında dağlamanın mikroyapıya etkisini incelemek için dağlamadan önce ve her bir dağlama aşamasından sonra numunelerin optik mikroskop görüntüleri alındı. Hem mastır alaşımlar hem de şerit numuneler her biri 5 s olmak üzere üst üste iki dağlama işlemine tabi tutuldu. Her bir numune *95 ml metanol + 2 g of FeCl<sub>3</sub> + 2 ml HCl* dağlayıcı ile toplamda 10 s dağlandı.

Şekil 4.6a'da Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımının dağlama işlemine tabi tutulmadan önce çekilen optik mikroskop görüntüsü verilmektedir. Şekil 4.6b ve Şekil 4.6c ise Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımının sırasıyla 1. ve 2. dağlama işlemi sonrası farklı bölgelerden alınan optik mikroskop görüntülerini göstermektedir.

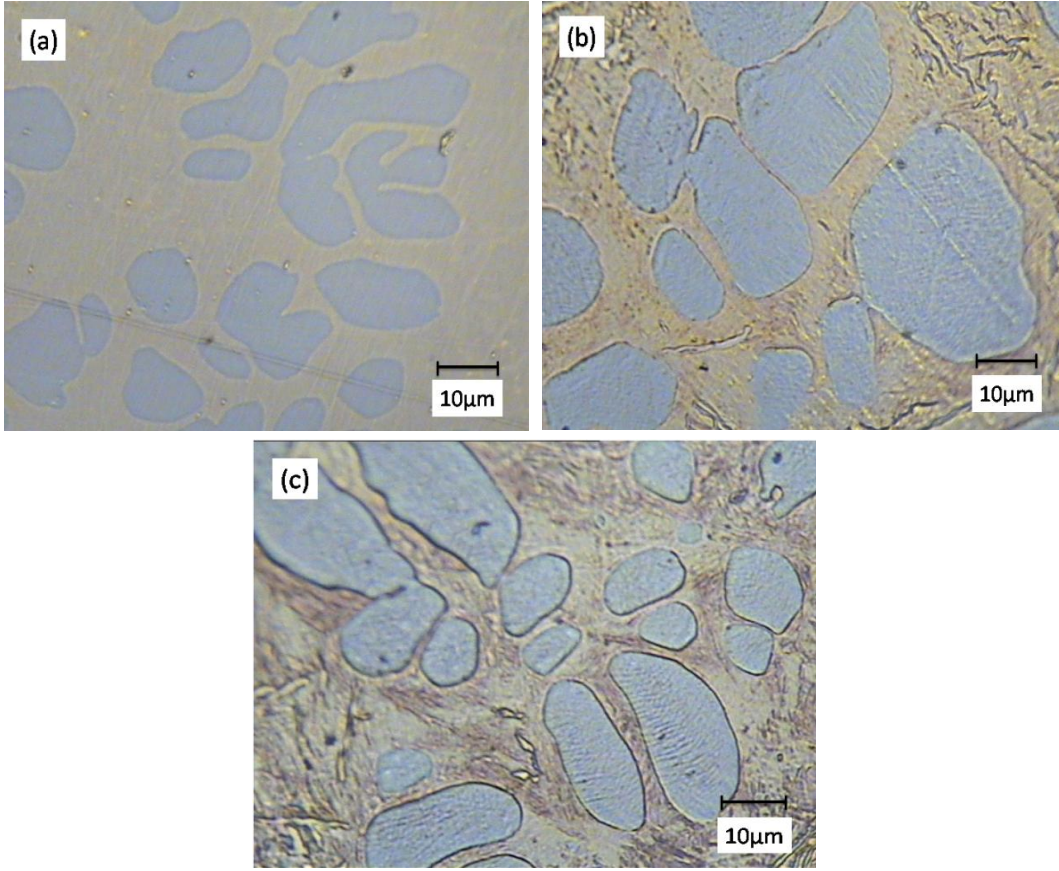
Şekil 4.6'da Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımının dağlama sürecine ait optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, dağlamadan önce (Şekil 4.6.a) mikroyapıda yalnızca çökeltme fazlarının varlığı tespit edilebildi. Bu fazların dentritik şekilli olduğu net olmamakla birlikte dağlamadan önce de gözlenebilmektedir. Numune 5s'lik bir dağlama işlemine tabi tutulduktan sonra ( Şekil 4.6.b ) mikroyapıda dendritik çökeltme fazlarının yanısıra çizgi şeklinde beliren martensit fazların varlığına rastlandı. Ancak mikroyapı içerisindeki fazların daha belirgin hale gelebilmesi ve daha net bir görüntü elde edebilmek için numuneler 5s süreyle ikinci kez (Şekil 4.6.c) dağlandı. Yapılan dağlama işleminden sonra mikroyapıyı oluşturan fazlar daha belirgin bir şekilde gözlenmeye başladı. Bu aşamadan sonra ilave bir dağlama işleminin numunenin mikroyapısına zarar vereceği düşünüldüğünden dağlama işlemi mastır alaşımlar için iki aşamayla sonlandırıldı.





**Şekil 4.6.** Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımına ait optik mikroskop görüntüleri  
a) Dağlamadan önce b) 1. Dağlamadan sonra c) 2. Dağlamadan sonra

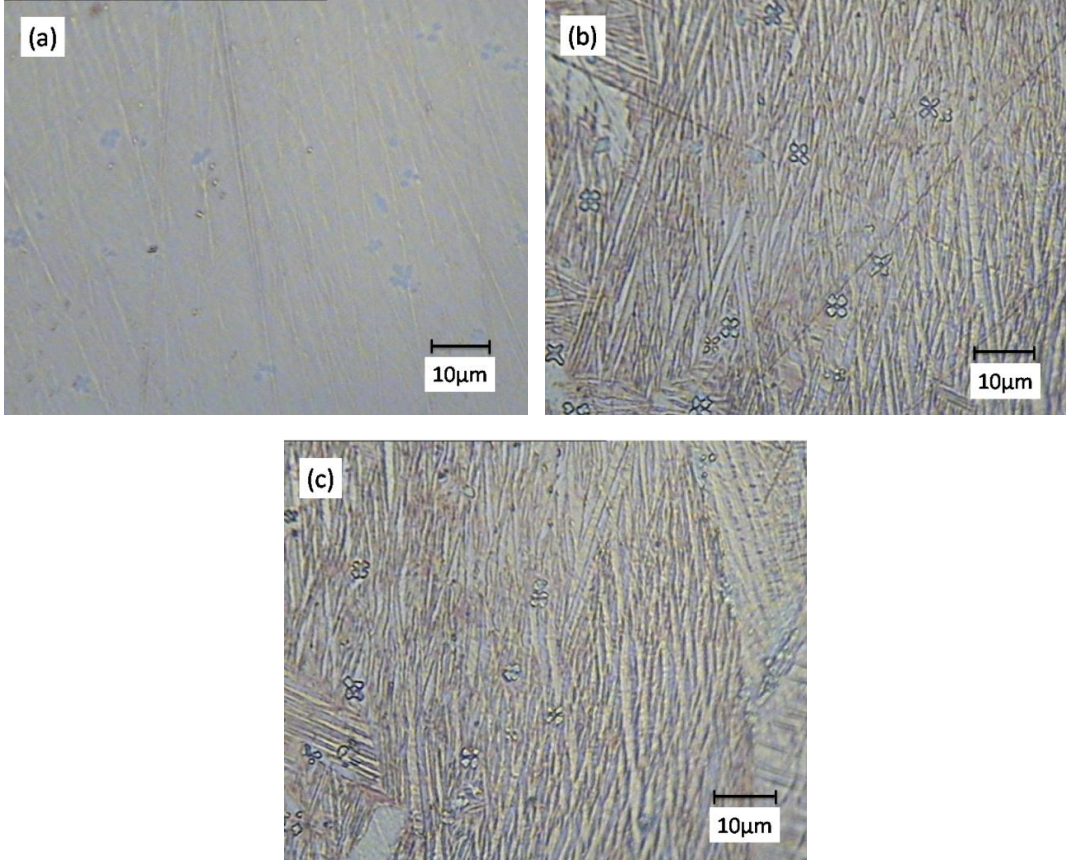
Şekil 4.7’de Cu-12Al-0,5Be mastır alaşımına ait optik mikroskop görüntüleri verilmektedir. Şekil 4.7a, b ve c ise Cu-12Al-0,5Be mastır alaşımının sırasıyla 0., 1. ve 2. dağlama işlemi sonrası farklı bölgelerden alınan optik mikroskop görüntülerini vermektedir. Dağlama işleminden önce mikroyapıyı oluşturan fazlar net olmamakla birlikte gözlenebilmektedir. 1. dağlama işlemi sonrası ise çökelme fazlarının varlığı daha net ortaya çıkmaktadır. 2. dağlama işlemine tabi tutulduktan sonra ise 0,5 Be içerikli mastır alaşımın mikroyapısında beliren fazlar net bir şekilde ayırt edilebilmektedir.



**Şekil 4.7.** Cu-12Al-0,5Be mastır alaşıma ait optik mikroskop görüntüleri  
a) Dağlamadan önce b) 1. Dağlamadan sonra c) 2. Dağlamadan sonra

Şekil 4.8’de verilen Cu-12Al-0,6Be mastır alaşıma ait dağlama sürecine ait optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde ise, dağlamadan önce (Şekil 4.8a) mikroyapıda çok küçük ve belirgin olmayan bazı ikincil fazların varlığı tespit edilmiştir. Cu-12Al-0,6Be mastır alaşımı 1.dağlama işlemine tabi tutulduktan sonra (Şekil 4.8b) mikroyapıda oluşan ikincil fazların yonca yaprağı şekline sahip çökeltme fazları olduğu gözlemlendi. Bununla birlikte dağlamadan önce mikroyapıda gözlenmeyen martensit fazların 1. dağlama aşamasından sonra ortaya çıktığı ve 2. dağlama aşaması (Şekil 4.8.c) ile daha net bir görüntü elde edildiği görüldü.

Üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be mastır alaşımlarına ait optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde 0,4Be içerikli alaşımın mikroyapısında dentritik şekilli çökeltme fazları gözlenirken 0,5 Be içerikli alaşımda oluşan çökeltme fazlarının pati izine benzer bir şekle ve 0,6Be içerikli alaşımda ise yonca yaprağı şekline sahip olduğu belirlendi.

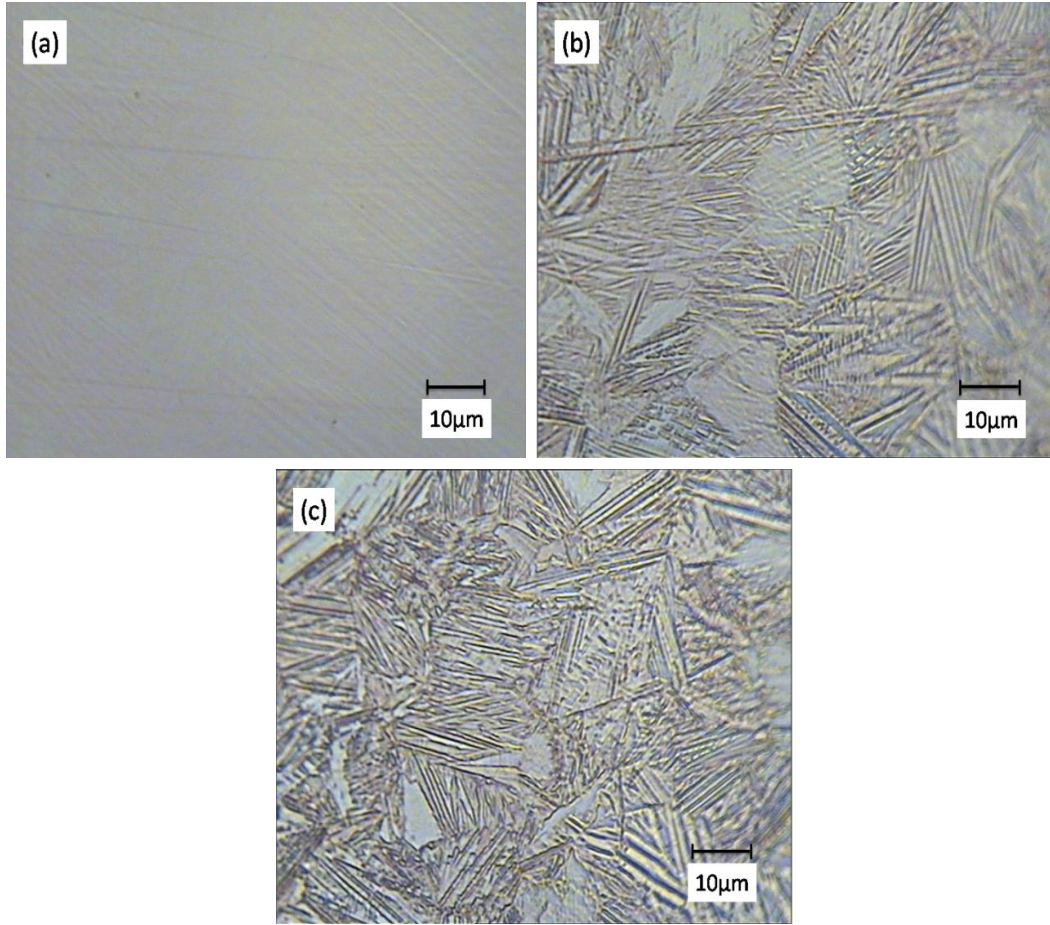


**Şekil 4.8.** Cu-12Al-0,6Be mastır alaşımına ait optik mikroskop görüntüleri  
a) Dağlamadan önce b) 1. Dağlamadan sonra c) 2. Dağlamadan sonra

Bununla birlikte oluşan çökelme fazlarının hacimsel oranları da farklılık göstermektedir. 0,4 ve 0,5 Be içerikli mastır alaşımların mikroyapılarında gözlenen çökelme fazları oranı, ana faz ile kıyaslandığında oldukça büyük iken, 0,6Be içeriğine sahip mastır alaşımında ise çok daha küçük hacime sahiptir. Oda sıcaklığında alınan optik mikroskop görüntülerinden çökelme fazlarının yanı sıra mastensit fazların varlığı da dikkat çekmektedir. 0,4 ve 0,5Be içerikli mastır alaşımların mikroyapısı ile kıyaslandığında 0,6Be içeriğine sahip alaşımın mikroyapısında gözlenen martensit faz miktarı daha fazladır. Cu-Al-Be mastır alaşımlarında çökelme fazlarının Be içeriğine bağlı olarak farklı morfolojiye ve hacimsel orana sahip olması Be'un mikroyapı üzerine etkisi olabileceğini göstermektedir. Bu bağlamda üç farklı bileşime sahip olarak ark-eritme tekniği ile üretilen Cu-Al-Be mastır alaşımlarında gözlenen bu değişimin nedeninin, Be içeriğindeki farklılaşmadan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Şekil 4.9'da hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait optik mikroskop görüntüleri verilmektedir. Şerit numune dağlama işlemine tabi

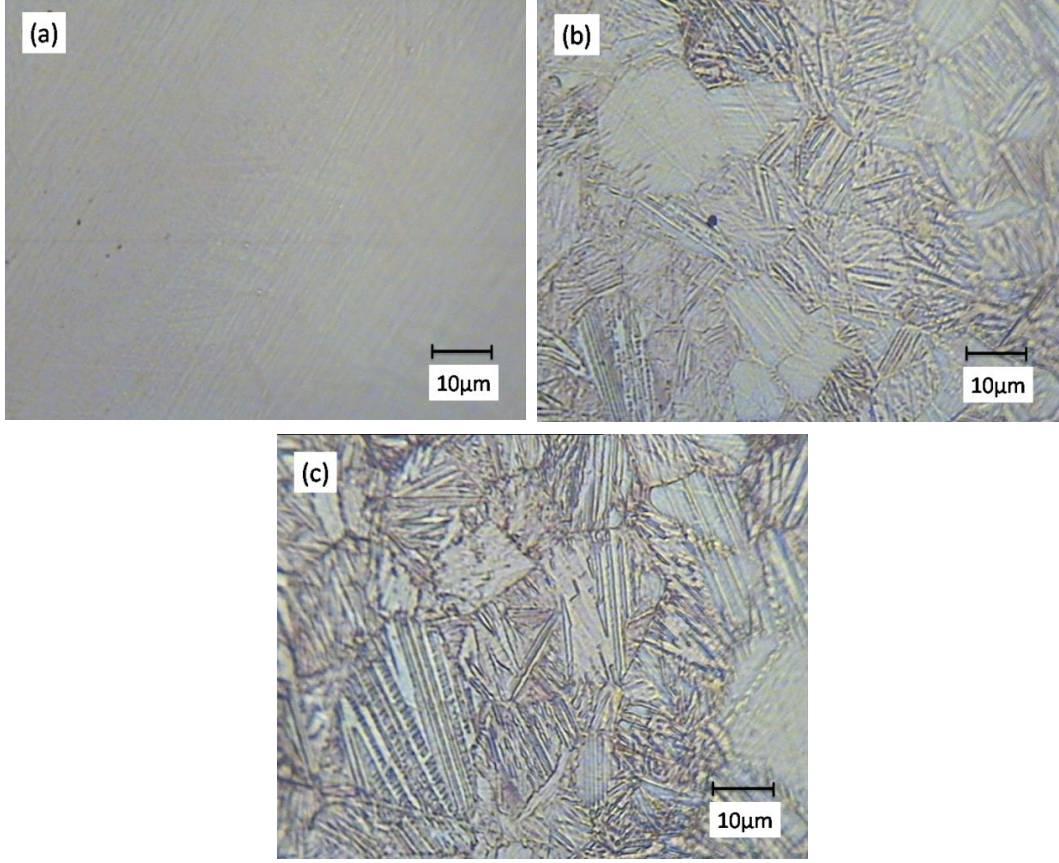
tutulmadan önce (Şekil 4.9a) mikroyapıda herhangi bir faz gözlenmemektedir. 1. dağlama işleminden sonra (Şekil 4.9b) martensit fazların varlığı tespit edilebilmiş ancak istenilen net görüntü hala elde edilememiştir. Numuneler 5s süreyle ikinci kez dağlama işlemine tabi tutulduktan sonra (Şekil 4.9c) mikroyapıyı oluşturan fazlar daha belirgin bir şekilde gözlenmeye başladı. Bu aşamadan sonra ilave bir dağlama işleminin numunenin mikroyapısına zarar vereceği düşünüldüğünden dağlama işlemi mastır alaşımlarda olduğu gibi şerit numuneler için de iki aşamayla sonlandırıldı.



**Şekil 4.9.** Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait optik mikroskop görüntüleri  
a) Dağlamadan önce b) 1. Dağlamadan sonra c) 2. Dağlamadan sonra

Şekil 4.10'da ise Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait optik mikroskop görüntüleri verilmektedir. Cu-12Al-0,5Be şerit numunenin dağlama sürecine ait optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, dağlamadan önce (Şekil 4.10a) mikroyapıda belli belirsiz martensit fazların varlığına rastlanmaktadır. Şerit numune 5s'lik bir dağlama işlemine

tabi tutulduktan sonra (Şekil 4.10b) ise mikroyapıda oluşan martensit fazlar belirginleşmeye başlamıştır.

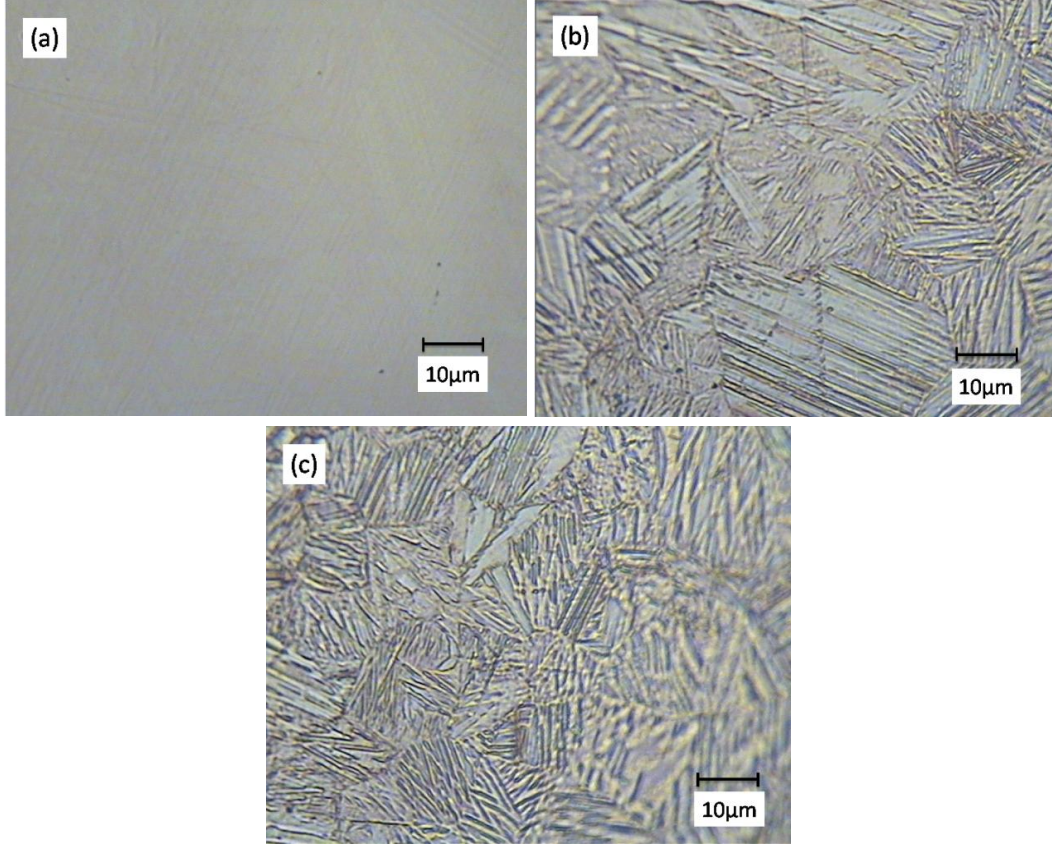


**Şekil 4.10.** Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait optik mikroskop görüntüleri  
a)Dağlamadan önce b) 1. Dağlamadan sonra c) 2. Dağlamadan sonra

Ancak mikroyapı içerisindeki fazların daha da net bir görüntüsü numuneler 5s süreyle ikinci kez dağlandığında elde edildi (Şekil 4.10c). İkinci kez dağlama işleminden sonra mikroyapıyı oluşturan fazlar daha belirgin bir şekilde gözlenmeye başladı. Bu aşamadan sonra ilave bir dağlama işleminin numunenin mikroyapısına zarar vereceği düşünüldüğünden dağlama işlemi 0,4Be içerikli şerit numunede olduğu gibi 0,5Be içerikli şerit numune için de iki aşamayla sonlandırıldı.

Şekil 4.11, Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait optik mikroskop görüntülerini vermektedir. Şerit numunenin dağlama sürecine ait optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, dağlamadan önce (Şekil 4.11a) mikroyapıda gözlenmeyen martensit fazların 5s'lik bir dağlama işlemine tabi tutulduktan sonra ( Şekil 4.11b) belirgin bir şekilde ortaya çıktığı görüldü. İkinci bir 5s'lik dağlama işlemi ile bu fazlar daha net

şekilde gözlemlendi. Böylelikle Cu-12Al-0,6Be şerit numune için de dağlama işlemi iki aşamayla sonlandırıldı.



Şekil 4.11. Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait optik mikroskop görüntüleri  
a) Dağlamadan önce b) 1. Dağlamadan sonra c) 2. Dağlamadan sonra

Böylelikle hızlı katılaştırma tekniği ile üretilmiş üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be şerit numunelerin optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde dağlama öncesi mikroyapıda herhangi bir fazın varlığına rastlanmazken her üç numune içinde birinci dağlama işleminden sonra martensit fazların varlığı tespit edildi. Martensit fazların daha net gözlenebilmesi adına şerit numuneler ikinci kez dağlama işlemine tabi tutuldu. İstenilen net görüntü elde edildiği ve bir sonraki dağlamanın mikroyapıya zarar vereceği düşünüldüğü için dağlama işlemi iki aşamayla sonlandırıldı.

### 4.3. SEM ile Mikroyapı Analizi

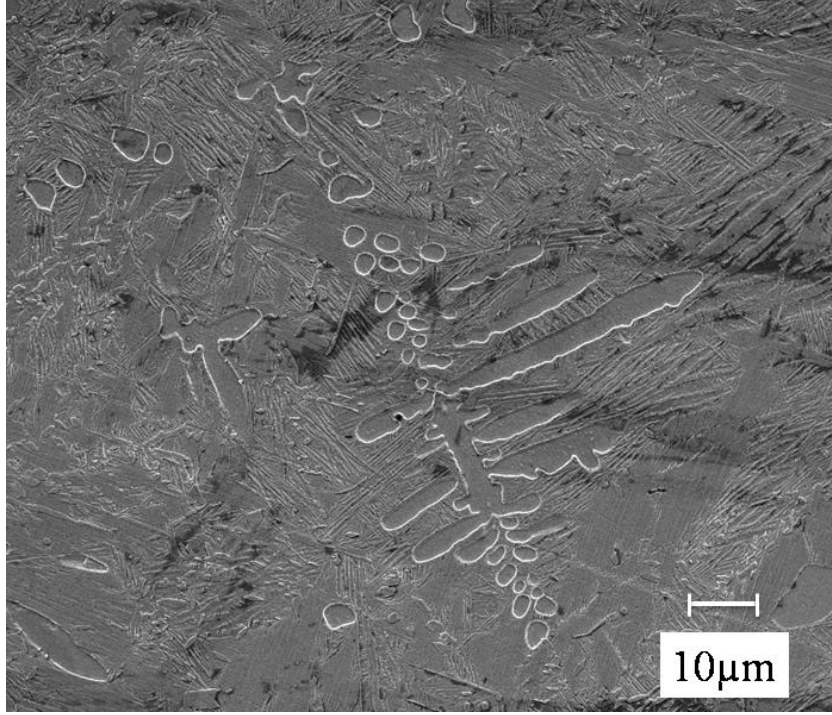
Tez kapsamında üretilen numuneler, mikroyapılarının daha net ve düzgün görülebilmesi, mevcut fazlar ve bu fazların mikroyapı içerisindeki dağılımlarını belirleyebilmek için optik mikroskoptan daha yüksek çözünürlüğe ve odak derinliğine sahip olan taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

Ark-eritme tekniği ile mastır alaşım olarak üretilen üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be numunelerine ait SEM görüntüleri Şekil 4.12-17'de verilmektedir.

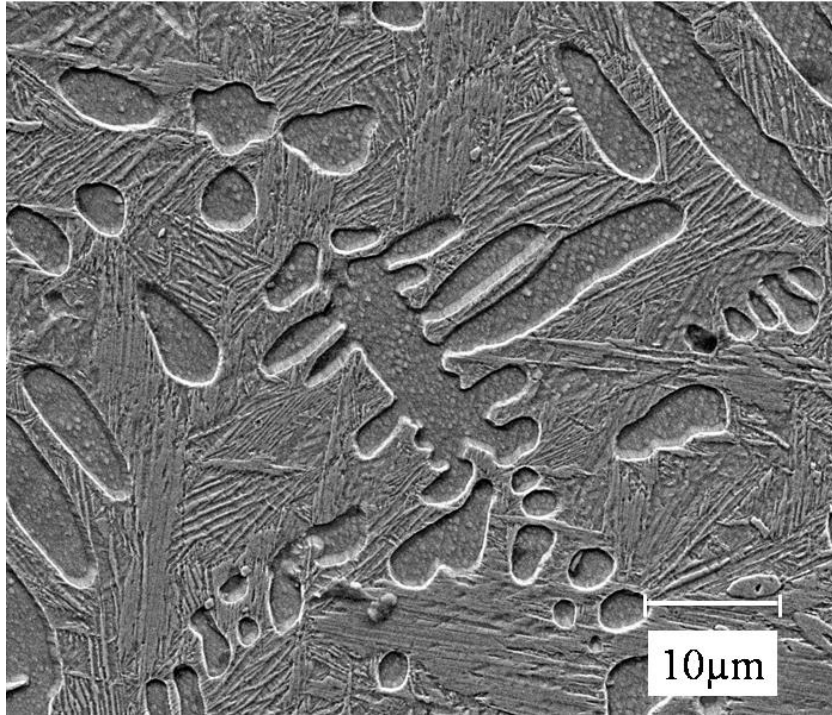
Şekil 4.12' de verilen Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımına ait 2000X büyütmede alınmış SEM görüntüsü incelendiğinde ostenit yapı (ana faz- $\beta_1$ ) içerisinde  $\gamma_2$  çökeltme fazlarının olduğu görülmektedir. Mikroyapının daha ayrıntılı incelenebilmesi için 4000X büyütmede alınmış Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü Şekil 4.13' de verilmektedir. 4000X büyütmede alınan SEM görüntüsünde, ostenit yapı (ana faz- $\beta_1$ ) içerisinde gözlenen  $\gamma_2$  çökeltme fazlarının yanısıra bir miktar  $\beta_1'$  martensit fazın varlığı da tespit edilmiştir.

Şekil 4.14' de Cu-12Al-0,5Be mastır alaşımına ait 2500X büyütmede ve Şekil 4.15' de ise 5000X büyütmede alınmış SEM görüntüleri verilmektedir. SEM fotoğraflarından  $\gamma_2$  çökeltme fazlarının ostenit yapı (ana faz- $\beta_1$ ) içerisinde dağıldığı ve bir miktar  $\beta_1'$  martensit fazlarının da olduğu görülmektedir.

Şekil 4.16 ve 4.17' de Cu-12Al-0,6Be mastır alaşımına ait 2600X ve 10000X büyütmede alınmış SEM görüntüsü verilmektedir. 0,6Be içerikli mastır alaşımına ait mikroyapı analizinden ostenit yapı (ana faz- $\beta_1$ ) içerisinde oluşan  $\gamma_2$  çökeltme fazlarının ve  $\beta_1'$  martensit fazların varlığı tespit edilebilmektedir.

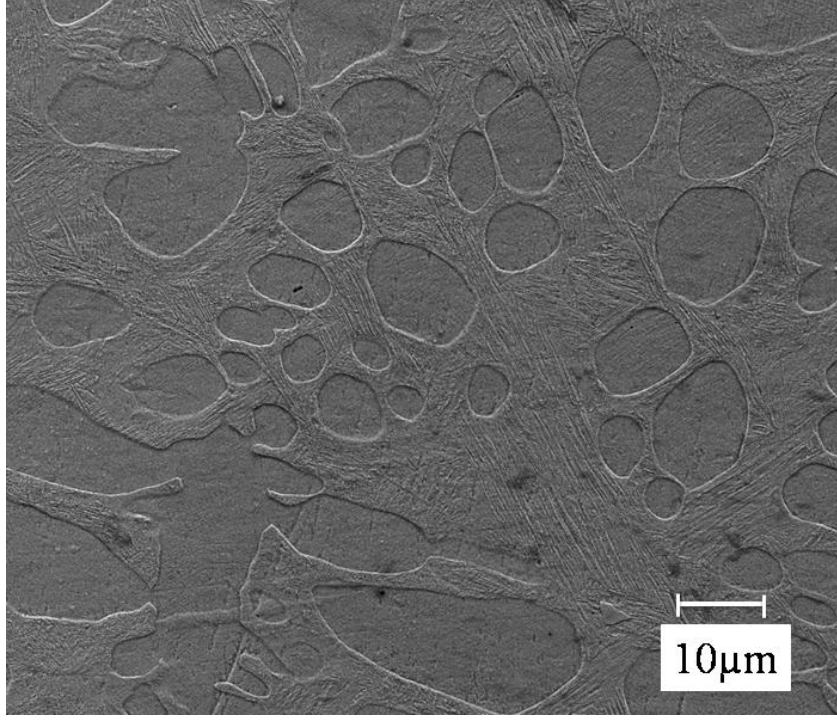


Şekil 4.12. Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (2000X)

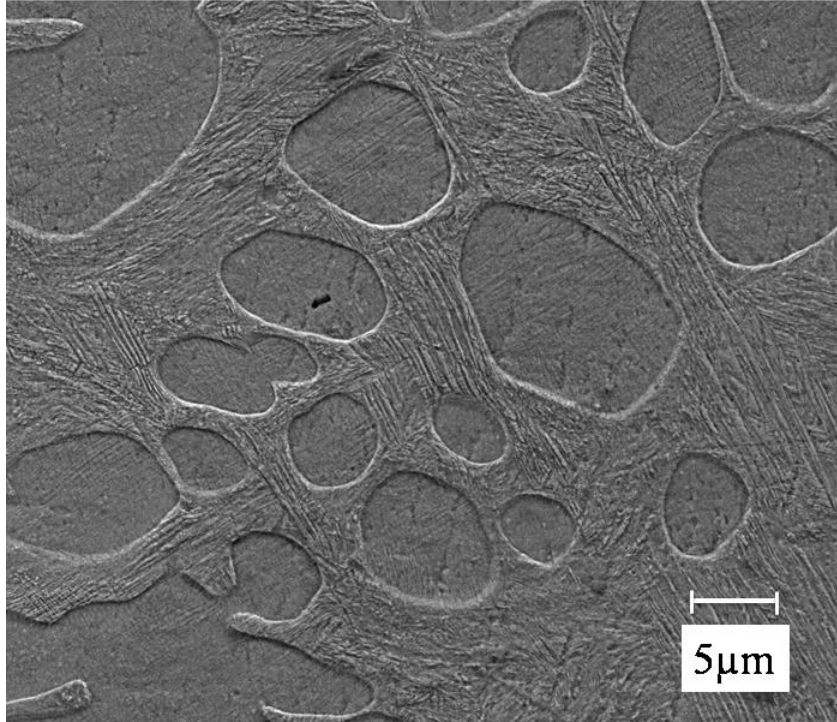


Şekil 4.13. Cu-12Al-0,4Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (4000X)

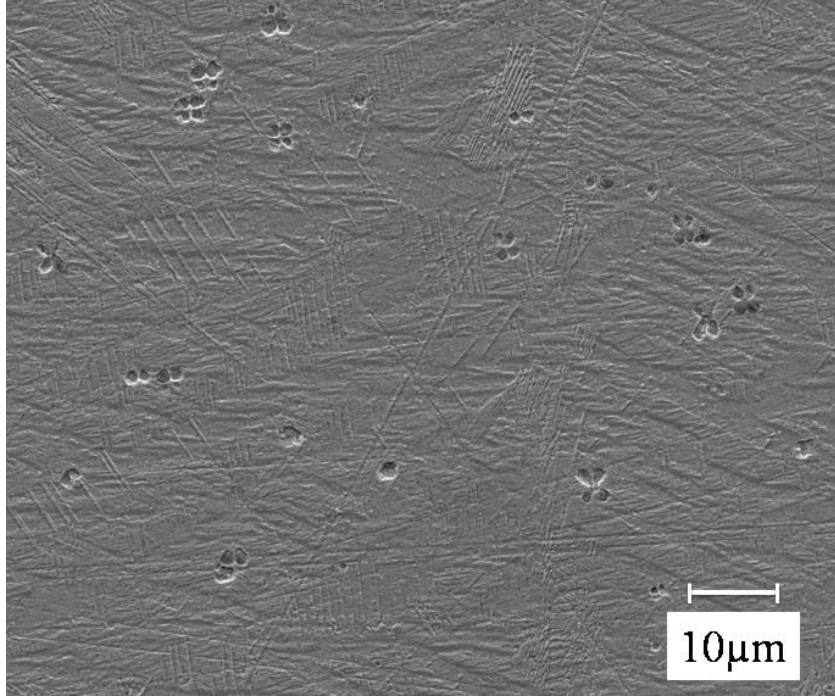




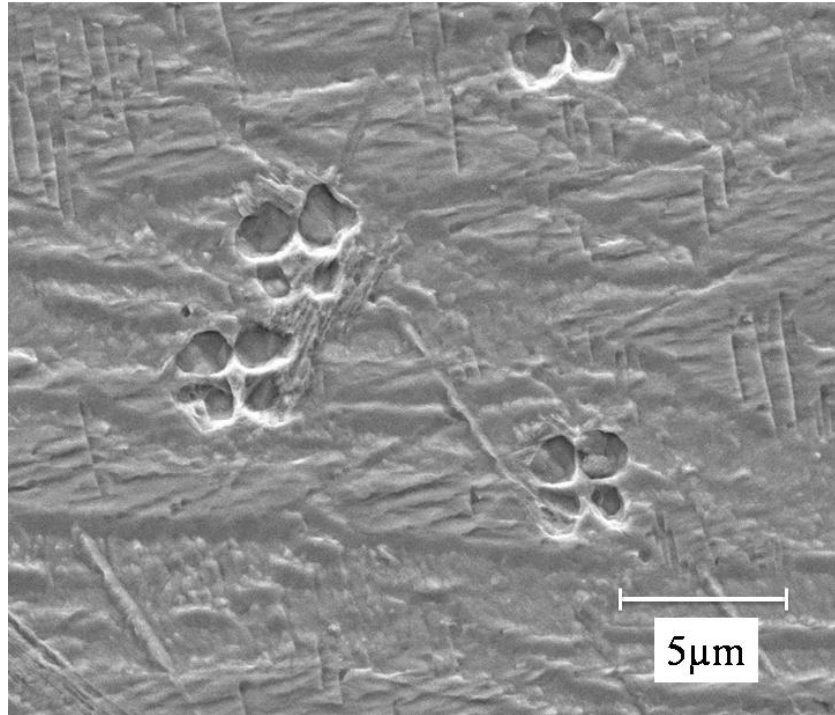
Şekil 4.14. Cu-12Al-0,5Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (2500X)



Şekil 4.15. Cu-12Al-0,5Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (5000X)

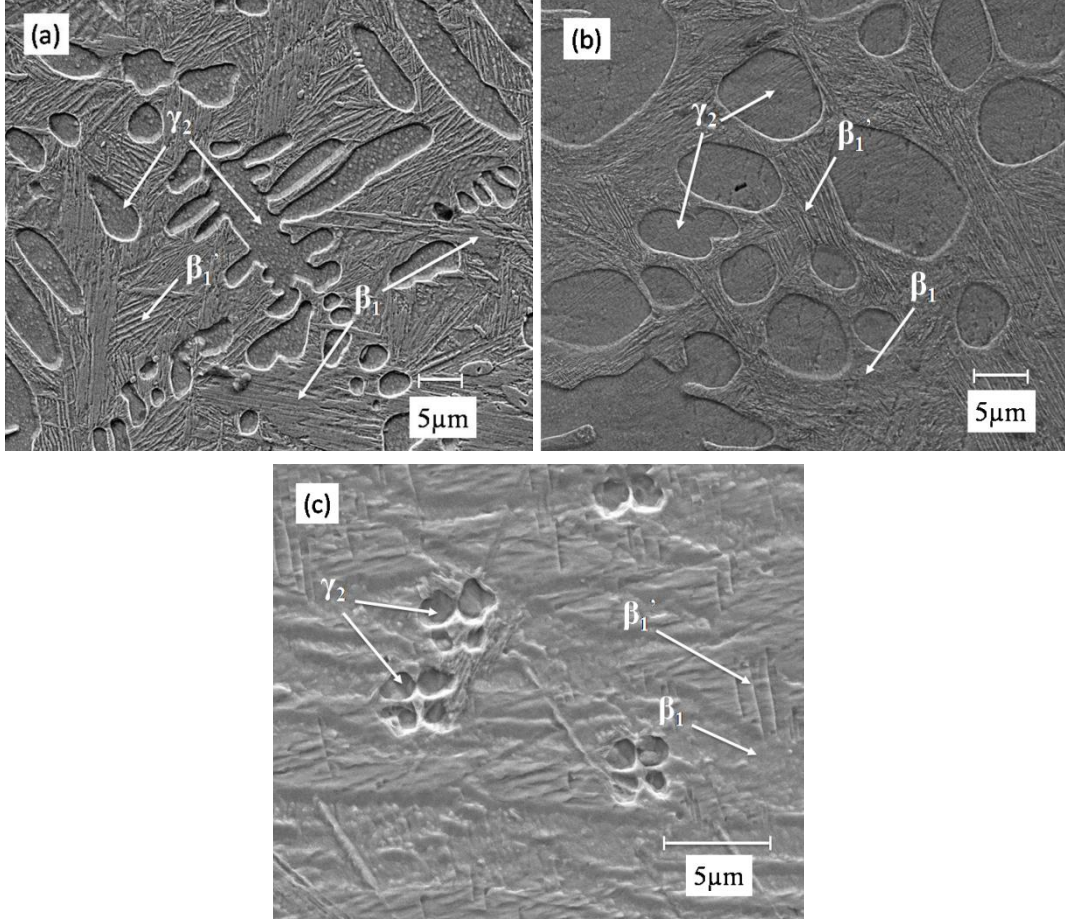


Şekil 4.16. Cu-12Al-0,6Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (2600X)



Şekil 4.17. Cu-12Al-0,6Be mastır alaşımına ait SEM görüntüsü (10000X)

Ark-eritme tekniđi ile üretilen üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be mastır alaşımların mikroyapıları arasındaki benzerlik ve farklılıkların daha iyi gözlenebilmesi için her bir alaşıma ait SEM görüntüleri Şekil 4.18’de birlikte verilmektedir.



**Şekil 4.18.** Mastır alaşımlarına ait SEM görüntüsü

a) Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be c) Cu-12Al-0,6Be

Şekil 4.18’de verilen mastır alaşımlara ait SEM görüntülerinden her üç bileşime sahip alaşımların mikroyapılarının  $\beta_1$  ostenit faz (ana faz),  $\gamma_2$  çökelme fazı ve  $\beta_1'$  martensit fazlarını içerdiği görülmektedir.

Cu-12Al-0,4Be alaşımına ait SEM görüntüsü incelendiğinde  $\beta_1$  ostenit faz içerisinde oluşan  $\gamma_2$  çökelme fazının dentritik şekilli olduğu görülmektedir. Cu-12Al-0,5Be mastır alaşımında ise oluşan çökelme fazlarının pati izine benzer bir şekle sahip iken Cu-12Al-0,6Be mastır alaşımında  $\gamma_2$  çökelme fazı yonca yaprağına benzer bir şekle sahiptir. Aynı üretim yöntemi ve şartlarına sahip olarak üretilen Cu-Al-Be mastır

alaşımalarında  $\gamma_2$  çökeltme fazlarının morfolojilerinde meydana gelen bu değişimin Be ilavesine bağlı olduğu düşünülmektedir. Bununla birlikte Cu-Al-Be mastır alaşımlarına ait mikroyapılarda  $\gamma_2$  çökeltme fazının morfolojisinde meydana gelen değişimin yanı sıra hacimsel orandaki değişim de dikkat çekmektedir (Şekil 4.18). 0,4 ve 0,5Be içerikli alaşımlarda gözlenen sırasıyla dentritik ve pati izi şekillerindeki  $\gamma_2$  çökeltme fazlarının hacim oranlarının, 0,6Be içerikli alaşımın yonca yaprağı şeklindeki  $\gamma_2$  çökeltme fazının hacim oranı ile kıyaslandığında oldukça fazla olduğu görülmektedir. Bu bağlamda Cu-Al mastır alaşımlarına ilave edilen Be miktarının yalnızca  $\gamma_2$  çökeltme fazının morfolojisini değiştirmedeği aynı zamanda  $\gamma_2$  çökeltme fazının hacim oranına da etki ettiği düşünülmektedir.

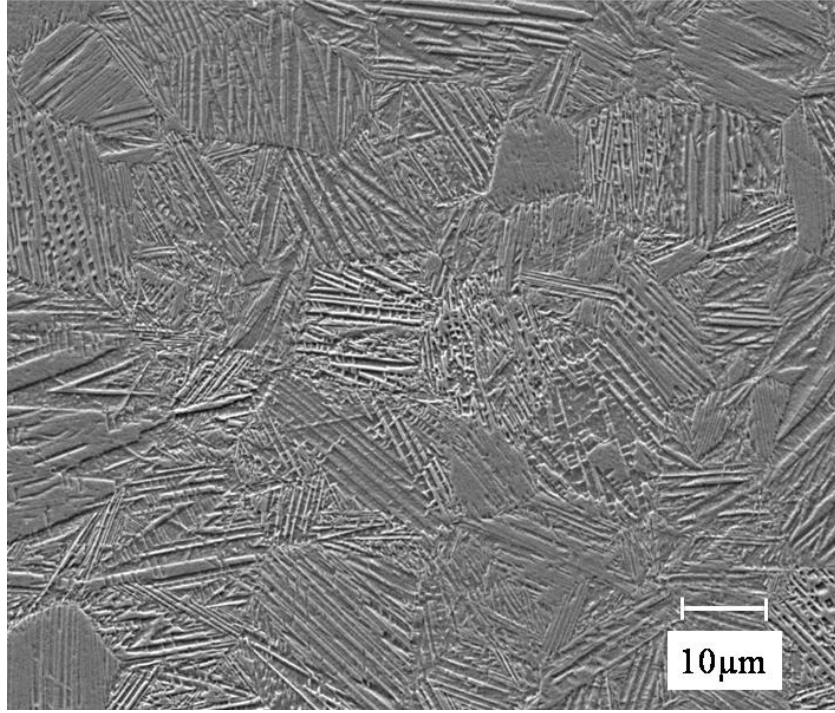
Her üç bileşime sahip mastır alaşımların mikroyapılarında gözlenen bir diğer faz  $\beta_1'$  martensit fazıdır.  $\beta_1'$  martensit fazı mastır alaşımların XRD analizlerinden tespit edilebilmektedir (bkz Şekil 4.39) . Ancak XRD analizlerinden belirlenen  $\beta_1'$  martensit fazına ait piklerin oldukça zayıf olduğu görülmektedir. XRD sonuçlarının aksine SEM görüntülerinde  $\beta_1'$  martensit fazın oldukça fazla miktarda varolmasının analiz öncesi numunelere uygulanan parlatma işleminden kaynaklandığı tahmin edilmektedir. Parlatma işlemine tabi tutulan numune yüzeyi, teğetsel ve sürtünme kuvvetleri tarafından deforme olmaktadır (Montecinous, 2011). Daha önceki bölümlerde ayrıntılı bir şekilde bahsedildiği gibi dış kuvvetlerden dolayı oluşan martensitik faz zor-etkili martensitik faz olarak isimlendirilmektedir (Gedouin, 2010). Cuniberti  $\gamma_2$  çökeltme fazının oluşumunun zor-etkili martensitik dönüşümü etkilediğini ve oluşan martensitik fazın miktarının,  $\gamma_2$  çökeltme fazının hacim oranının azalması ile arttığını bildirmiştir (Cuniberti 2009). Görüldüğü üzere bu durum bizim sonuçlarımız ile uyum içerisindedir. Bununla birlikte mastır alaşımlarda gözlenen  $\gamma_2$  çökeltme fazının alaşımların şekil bellek özelliğini bozduğu bilinmektedir (Montecinous, 2011). Bu bağlamda tez kapsamında üretilen mastır alaşımların mikroyapılarında oluşan  $\gamma_2$  çökeltme fazlarının alaşımların şekil bellek özelliklerini kaybetmelerine neden olduğu ve bu nedenle DSC analizlerinde martensit faza ait herhangi bir pike rastlanmadığı sonucuna varılabilmektedir.

Tez çalışmamızda belirtildiği üzere mastır alaşımlara kıyasla hızlı katılaştırma (eriyik-eğirme; melt-spinning) tekniği ile şerit formunda üretilen numunelere ait SEM görüntüleri Şekil 4.19-24' de verilmektedir.

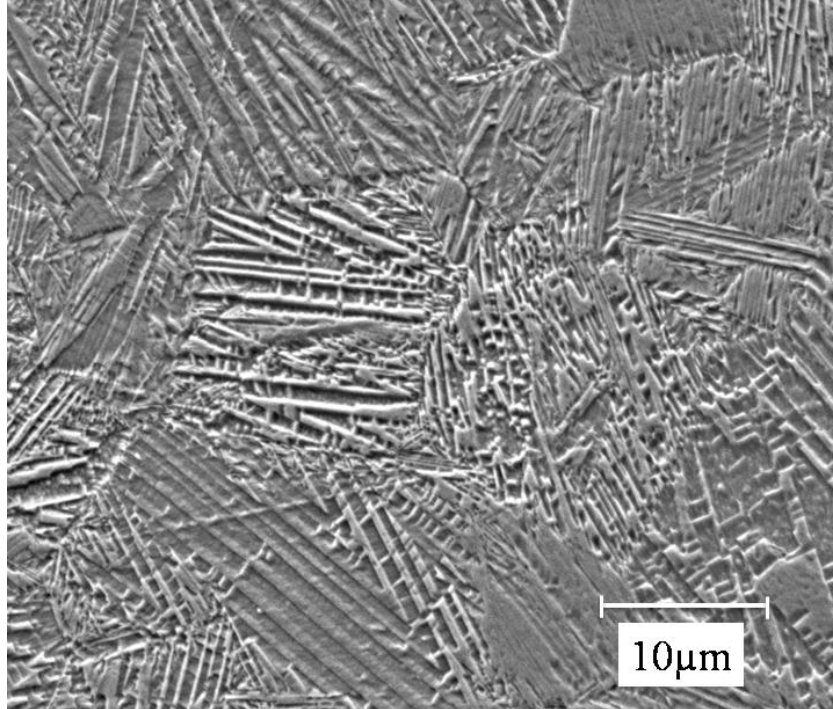
Şekil 4.19 ve Şekil 4.20' de eriyik eğirme tekniği ile üretilen Cu-12Al-0,4Be şerit numunelerin 2500X ve 5000X büyütmede alınmış SEM görüntüleri verilmektedir.

Oda sıcaklığında alınan söz konusu SEM görüntüleri incelendiğinde şerit numunenin tümüyle martensit yapıya sahip olduğu görülmektedir (Şekil 4.19-20). Martensit yapıyı oluşturan plakalar kimi yerde iğnemi kimi yerde v şeklinde kendini göstermektedir. Bununla birlikte 0,4Be içerikli şerit numunede martensit plakalardan oluşan varyantların farklı yönelimlere sahip olduğu da görülmektedir. Bu farklı yönelimler SEM görüntülerinde tanelerin farklı gri tonlarda görünmesine neden olmaktadır.

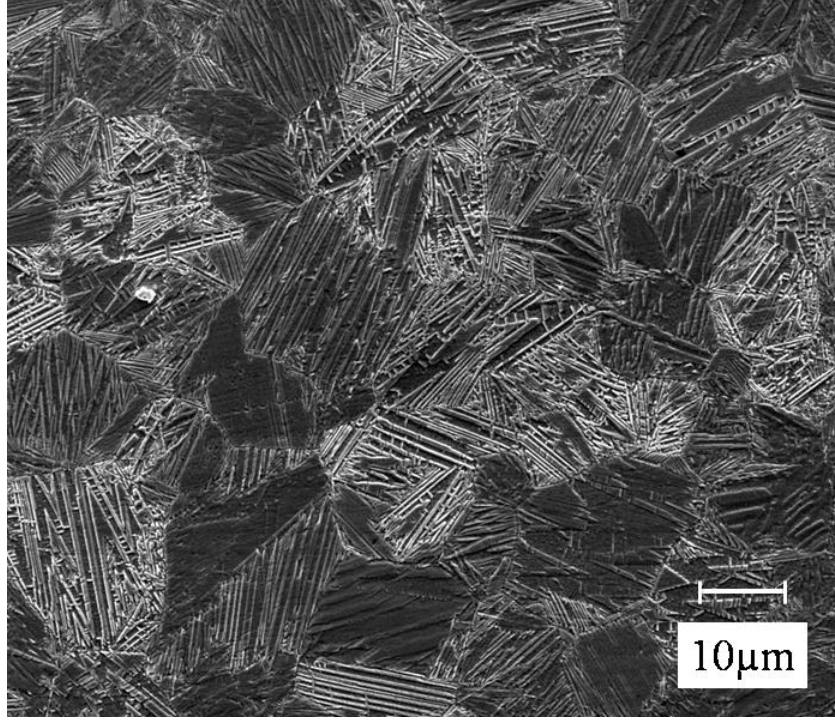
Şekil 4.21-24'de Cu-12Al-0,5Be ve Cu-12Al-0,6Be şerit numuneler için verilen SEM görüntülerinden numunelerin oda sıcaklığında tümüyle martensit yapıya sahip olduğu ve 0,4Be içerikli şerit numunede olduğu gibi farklı yönelimlere sahip varyantlardan oluştuğu görülmektedir. Her bir varyantın farklı gri tonlarda gözlenmesi daha önce de belirtildiği gibi tanelerin yönelim farkından kaynaklanmaktadır. Oda sıcaklığında gözlenebilen ve taneler içerisine yoğun bir şekilde dağılmış olan martensit faz yapısı kimi yerde 'v' kimi yerde iğne şeklinde ortaya çıkmıştır. Elde edilen metalografik gözlemlerin literatür ile uyum içinde olduğu belirlenmiştir (Aydoğdu, 2002; Recarte ve ark., 2004).



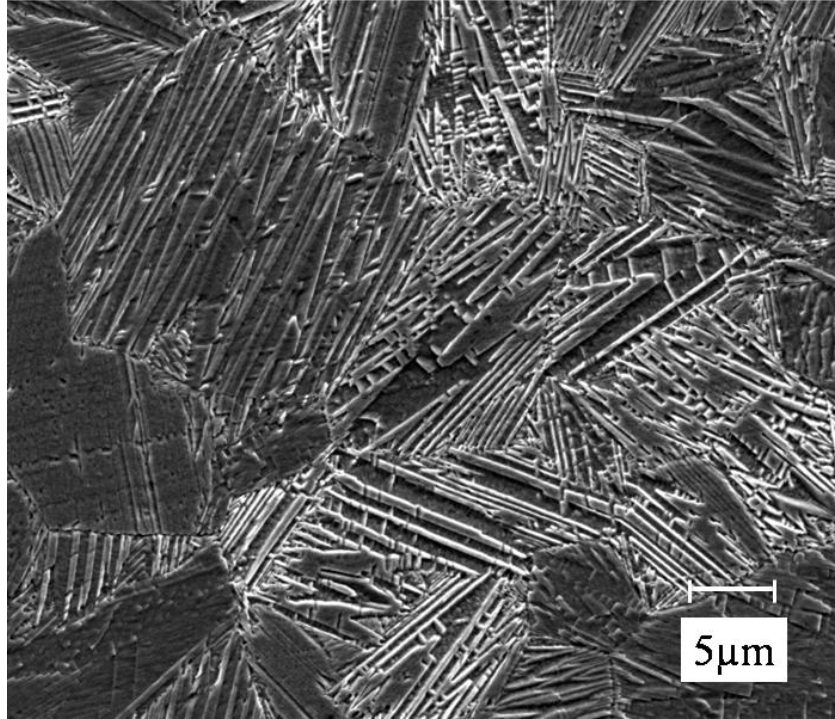
**Şekil 4.19.** Cu-12Al-0,4Be şerit numunenin SEM görüntüsü (2500X)



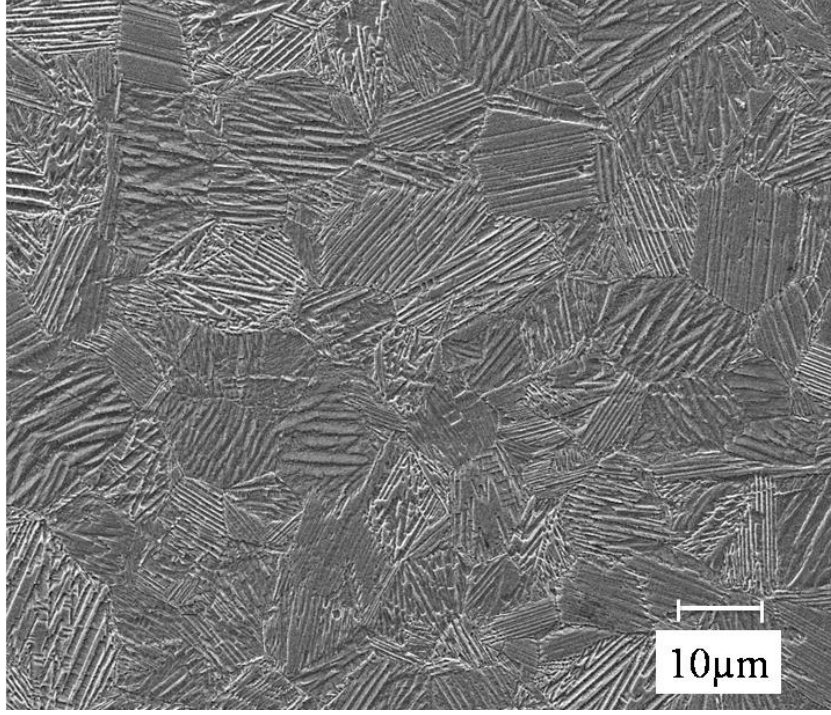
**Şekil 4.20.** Cu-12Al-0,4Be şerit numunenin SEM görüntüsü (5000X)



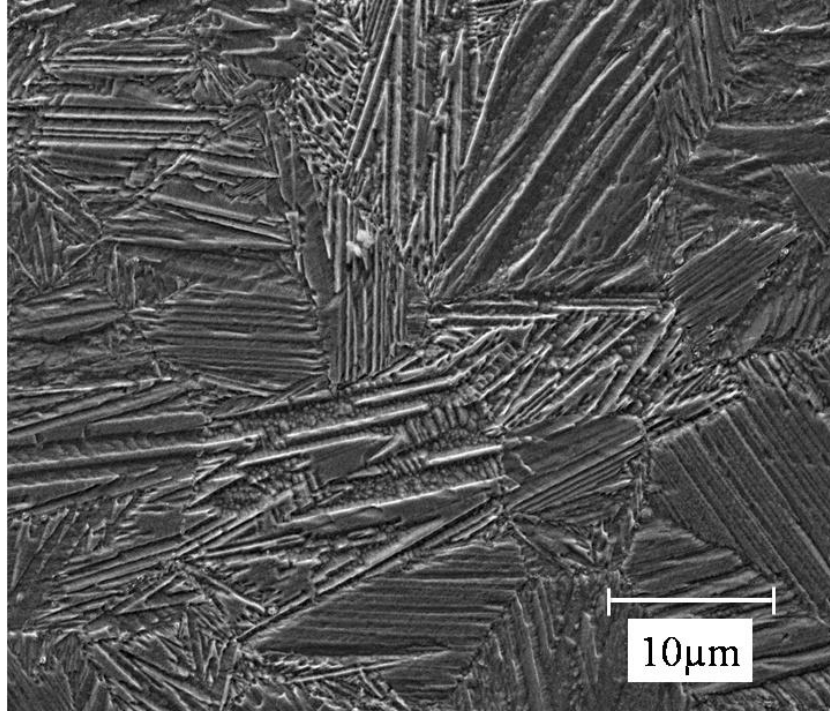
Şekil 4.21. Cu-12Al-0,5Be şerit numunenin SEM görüntüsü (2500X)



Şekil 4.22. Cu-12Al-0,5Be şerit numunenin SEM görüntüsü (5000X)



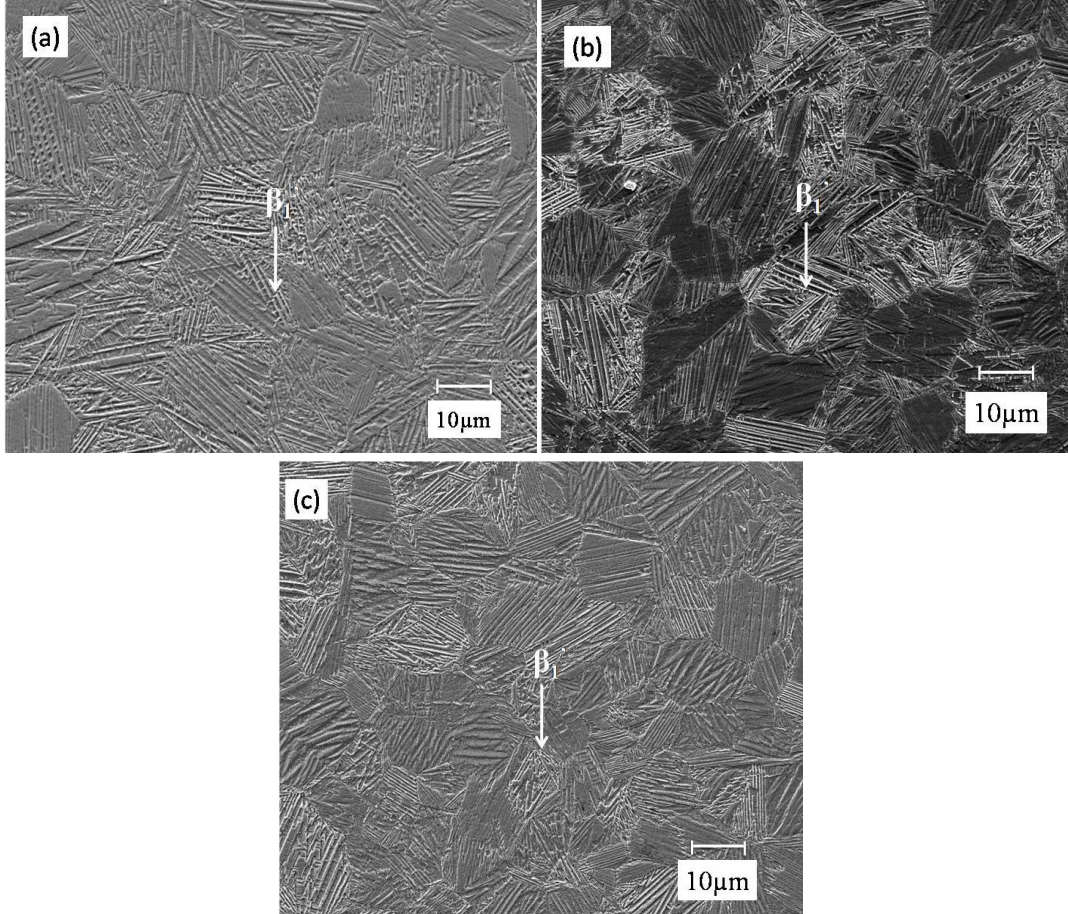
Şekil 4.23. Cu-12Al-0,6Be şerit numunenin SEM görüntüsü (2500X)



Şekil 4.24. Cu-12Al-0,6Be şerit numunenin SEM görüntüsü (5000X)



Eriyik eęirme teknięi ile retilen  farklı bileşime sahip şerit numunelerin mikroyapılarının daha iyi karşılaştırılabilmesi için SEM görüntüleri Şekil 4.25’de birlikte verilmiştir.



Şekil 4.25. Şerit numunelere ait SEM görüntüsü  
a) Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be b) Cu-12Al-0,6Be

0,4Be, 0,5Be ve 0,6Be içerikli şeritlerin oda sıcaklığında tümüyle martensit yapıya sahip ve her  numunede de martensit plakaların farklı yönelimli olduęu görlmektedir. Bilindięi gibi martensit kristalleri mikroyapı içerisinde kristal yapı kusurlarının bulunduęu bölgelerde çekirdeklenmektedir. Böylece kusur olarak işlev gören tane sınırlarının her biri çekirdeklenme merkezi olarak davranmakta ve farklı martensitik plakalar farklı noktalarda çekirdeklenebilmektedir. Bu nedenle taneler içinde farklı yönetime sahip martensit plakaları görlmektedir. Bununla birlikte sunulan çalışmada numunelerin üretiminde kullanılan hızlı katılaştırma teknięinin yüksek soęuma hızına sahip olması aşırı dislokasyon yoğunluęuna neden olmakta ve

martensitik dönüşüm için sayısız heterojen çekirdeklenme bölgesi oluşturmaktadır (M. Izadina, 2011). Bu durum çalışmamızda üretilen şerit numunelerin mikroyapısında gözlenen varyantların neden farklı yönelime sahip martensit plakalardan oluştuğunu açıklayabilmektedir. Bununla birlikte ark-eritme tekniği ile üretilen mastır alaşımlara kıyasla şerit numunelerin mikroyapıyı oluşturan fazlar ve fazların yapı içerisindeki dağılımı bağlamında daha homojen bir mikroyapıya sahip oldukları da görülmektedir. Bu durum hızlı katılaştırma tekniğinin ince taneli ve homojen mikroyapıya sahip alaşım üretimi için oldukça uygun bir yöntem olduğunu göstermektedir (Malerria, 2003, Uzun ve ark., 2004).

SEM görüntüleri üzerinden hesaplanan Cu-12Al-0,4Be, Cu-12Al-0,5Be ve Cu-12Al-0,6Be şerit numunelerin ortalama tane boyutu sırasıyla 19 µm, 17 µm ve 14 µm olarak tespit edilmiştir. Görüldüğü üzere Be içeriğinin artması tane boyutunun azalmasına neden olmuştur. Şerit numunelerde Be miktarının artmasına bağlı olarak tane boyutunda meydana gelen bu azalma Be'un tane inceltme özelliğine atfedilmektedir (Recarte ve ark., 2002; Wu, 2000).

Mastır alaşımların aksine üç farklı bileşime sahip şerit numunelerin mikroyapı analizlerinden martensit yapının aynı yüzey morfolojisine sahip olduğu gözlenmiştir. (Şekil 4.25). Cu-12Al-0,4Be, Cu-12Al-0,5Be ve Cu-12Al-0,6Be şerit numunelerin üçü de kimi yerde iğne şekilli kimi yerde de 'v' şekilli martensit morfolojiye sahiptir. Görüleceği üzere, %0,4-0,6 arasında değişen Be katkısı için, artan Be katkısı tane boyutunu düşürürken, martensit morfolojisinde belirgin bir değişikliğe neden olmamıştır.

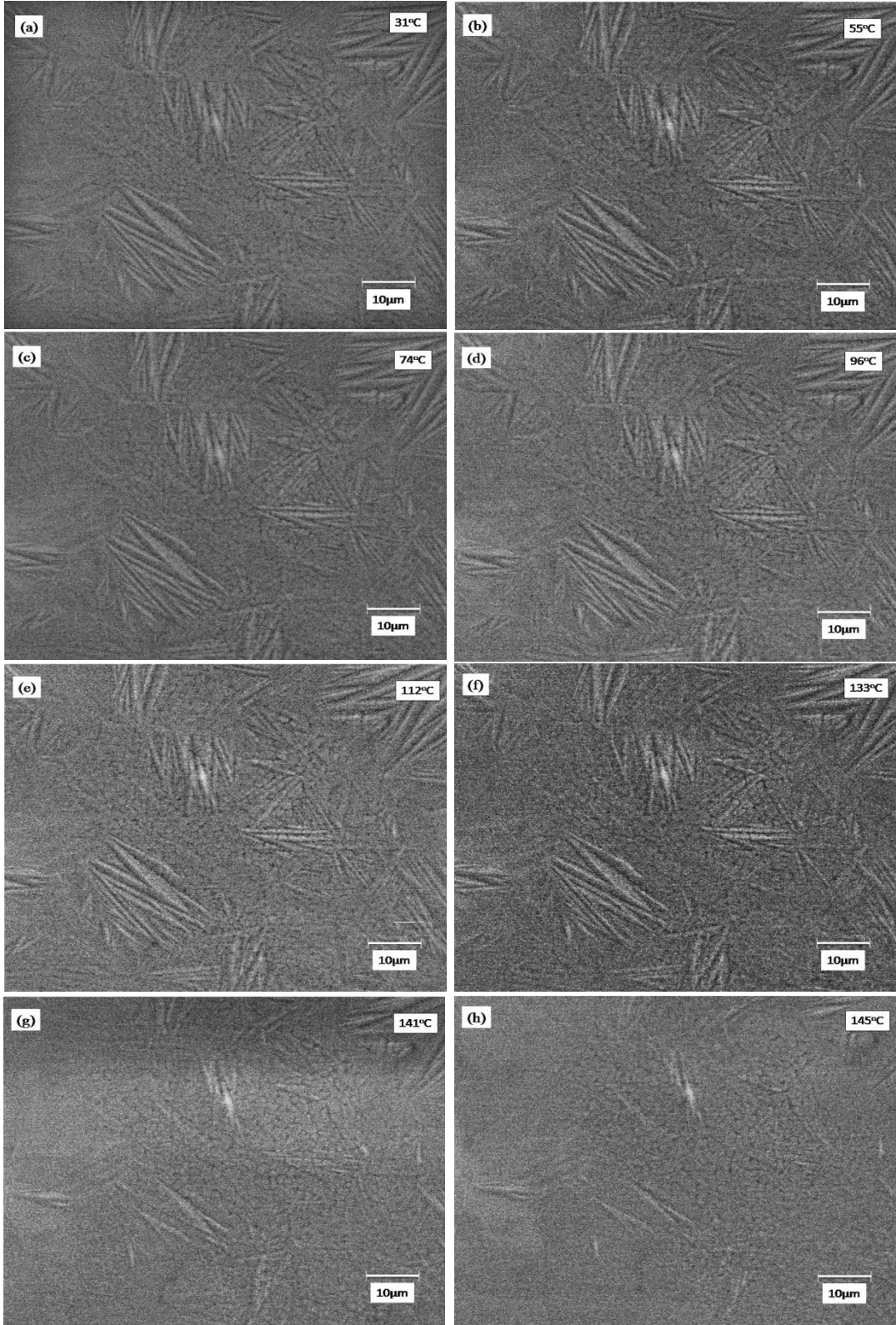
Mastır alaşımlara kıyasla şerit numunelerde oda sıcaklığında alınan SEM görüntülerinden çökeltme fazlarının varlığına rastlanmamıştır. Şerit numunelerin üretiminde kullanılan hızlı katılaştırma işlemi süresince termodinamik dengeye ulaşma ve atomların difüzyonu için zamanın çok kısa oluşu, numunelerin mikroyapısında çökeltme fazlarının oluşmasını engellemiş ve aşırı ince bir mikroyapıya sahip olmasını sağlamıştır (Das S.K., 1985). Sonuç olarak şekil bellek özelliğinin kaybolmasına neden olan çökeltme fazları şerit numuneler için gözlenmemiş ve hızlı katılaştırma tekniklerinden biri olan eriyik eğirme yöntemi üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be şeritlerin şekil bellek özelliği göstermesine neden olmuştur. Bu bağlamda elde edilen bu sonuç eriyik eğirme yönteminin önemini vurgulamaktadır.

#### 4.4. Sıcaklık Değişimi Altında SEM Analizi

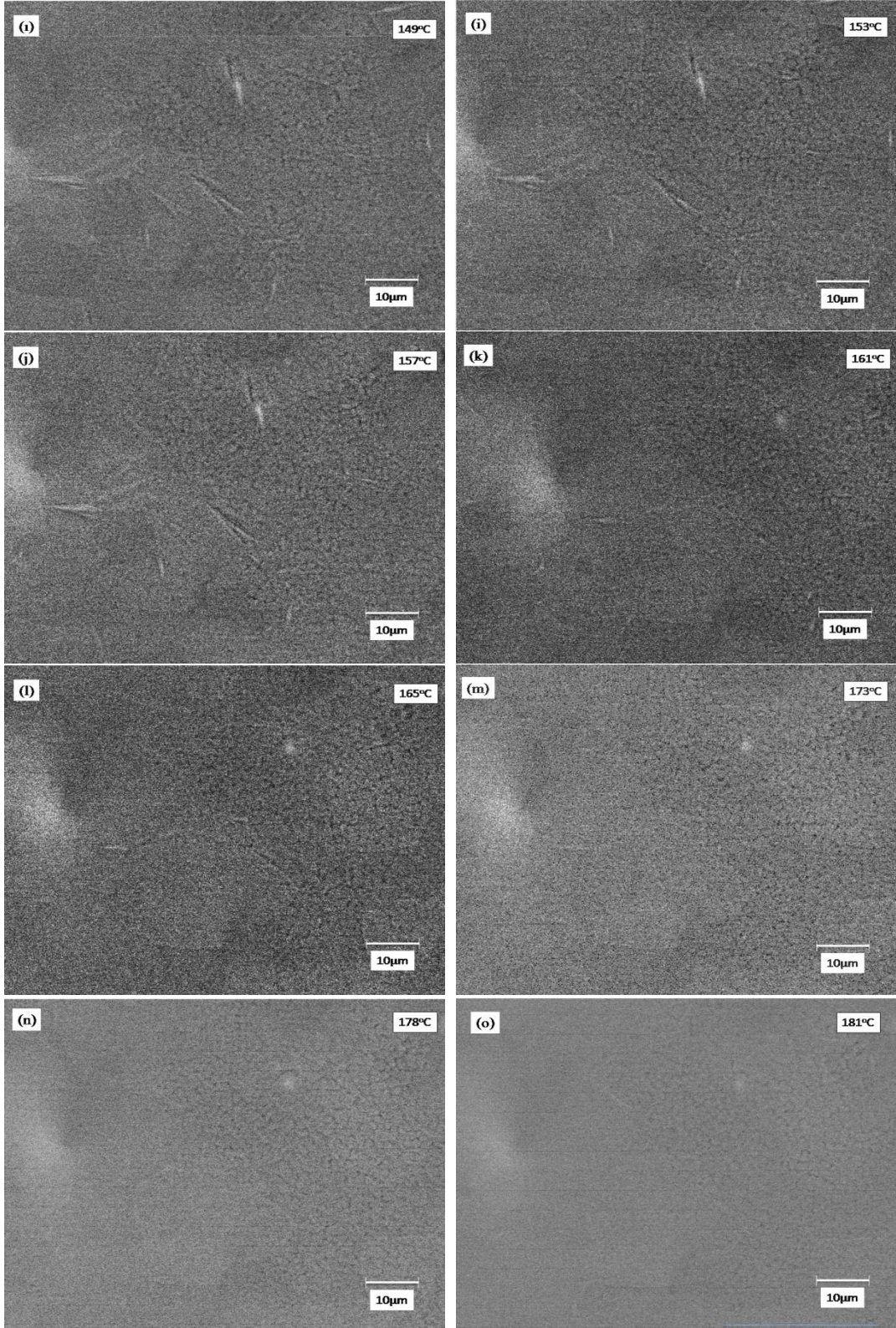
Şekil bellekli alaşımlar, alaşıma giren elementlerin oranlarına bağlı olarak değişen kritik bir dönüşüm sıcaklığının üzerinde ve altında farklı iki şekle ve kristal yapıya sahiptir. Çalışmamızda üretilen Cu-Al-Be şerit numunelerin bahsi geçen bu kritik dönüşüm sıcaklığının altında martensit fazda olduğu XRD ile birlikte SEM analizlerinden belirlenmiş olup mikroyapısı oda sıcaklığında alınan bu analizler ile aydınlatılmıştı (Şekil 4.25). Söz konusu kritik dönüşüm sıcaklığının üzerinde sahip oldukları mikroyapılarını incelemek için ise sıcaklık değişimi altında SEM analizleri yapıldı. Analizler Bilkent Üniversitesi UNAM’da bulunan Quanta 200 FEG model SEM cihazında ESEM modunda alındı.

Şekil 4.26’da Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait 31-181°C sıcaklık aralığında yaklaşık 20°C’ lik artışlar sonucu alınan SEM görüntüleri verilmektedir. Şekil 4.26’ dan görüldüğü üzere 31°C’de tümüyle martensit yapı hakimdir. Sıcaklığın artırılması ile yaklaşık 133°C’de iğnemsiz şekilli martensit plakaların kaybolmaya başladığı ve yaklaşık 173°C’ye ulaşıldığında ise tümüyle kaybolduğu gözlemlendi. Söz konusu sıcaklıklar ostenit başlama;  $A_s = 133^\circ\text{C}$  ve ostenit bitiş;  $A_f = 173^\circ\text{C}$  sıcaklıklarıdır.

Şerit numuneler 181°C’ye yani ostenit bitiş sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklığa ısıtıldıktan sonra tekrar soğutma işlemine tabi tutuldu. Isıtma ve soğutma işlemi sırasında her 10°C’lik sıcaklık değişiminde SEM görüntüleri kaydedildi. Böylece hem ostenit ve martensit dönüşüm sıcaklıkları belirlenmeye çalışılmış hem de başlangıçta numunenin sahip olduğu martensit mikroyapısının yeniden oluşup oluşmadığı tespit edilmiştir.

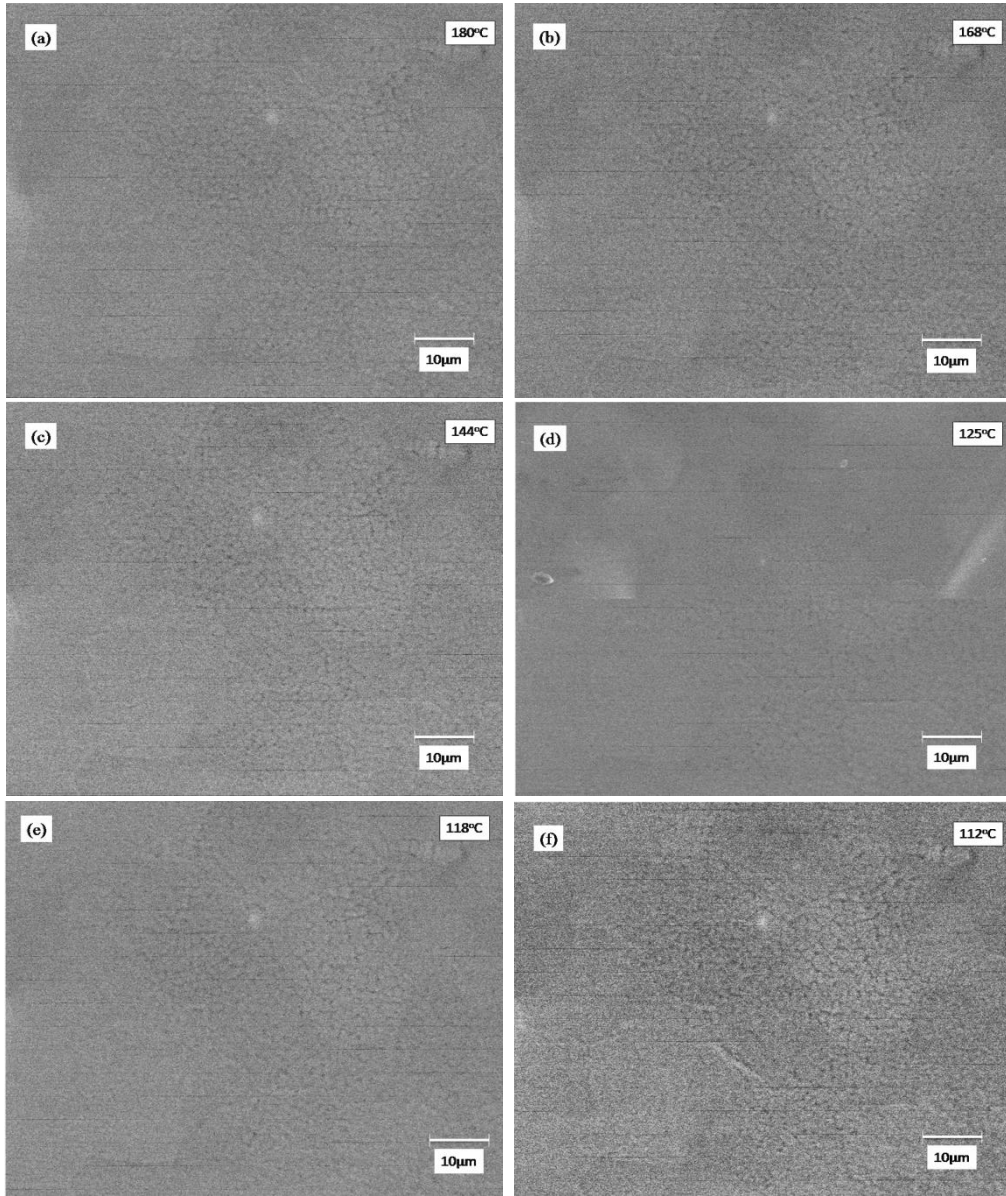


**Şekil 4.26.** Cu-12Al-0,4Be şerit numuneyle ilgili ısıtma sırasında alınan SEM görüntüleri  
a) 31°C b) 55 °C c) 74 °C d) 96 °C e) 112 °C f) 133 °C g) 141 °C h) 145 °C

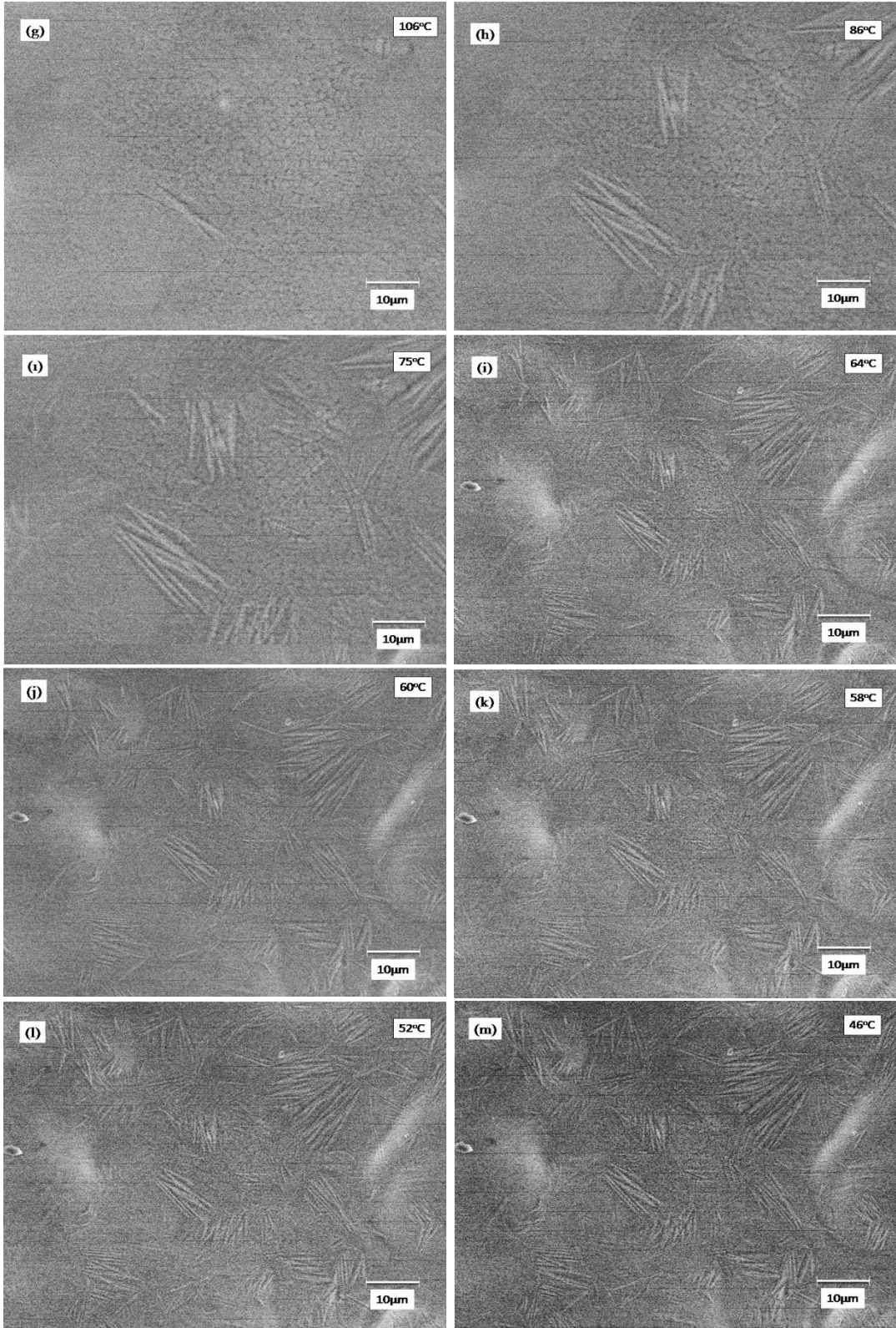


Şekil 4.26. (Devamı) Cu-12Al-0,4Be şerit numuneyle ilgili ısıtma sırasında alınan SEM görüntüleri  
i) 149 °C i) 153 °C j) 157 °C k) 161 °C l) 165 °C m) 173 °C n) 175 °C o) 181 °C

Şekil 4.27’de, Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait 180°C’den 46°C’ye soğutma sırasında kaydedilen SEM görüntüleri verilmektedir. SEM analizlerinden şerit numuneye ait martensit başlama sıcaklığı yaklaşık  $M_s = 112^\circ\text{C}$  olarak bulunmuştur. Bu sıcaklıkta martensit plakaların oluşmaya başladığı görülmektedir. Sıcaklık yaklaşık 64°C’ye düştüğünde ise martensit faz oluşumunun tamamlandığı görülmekte ve martensit bitiş sıcaklığı yaklaşık  $M_f = 64^\circ\text{C}$  olarak belirlenmektedir.

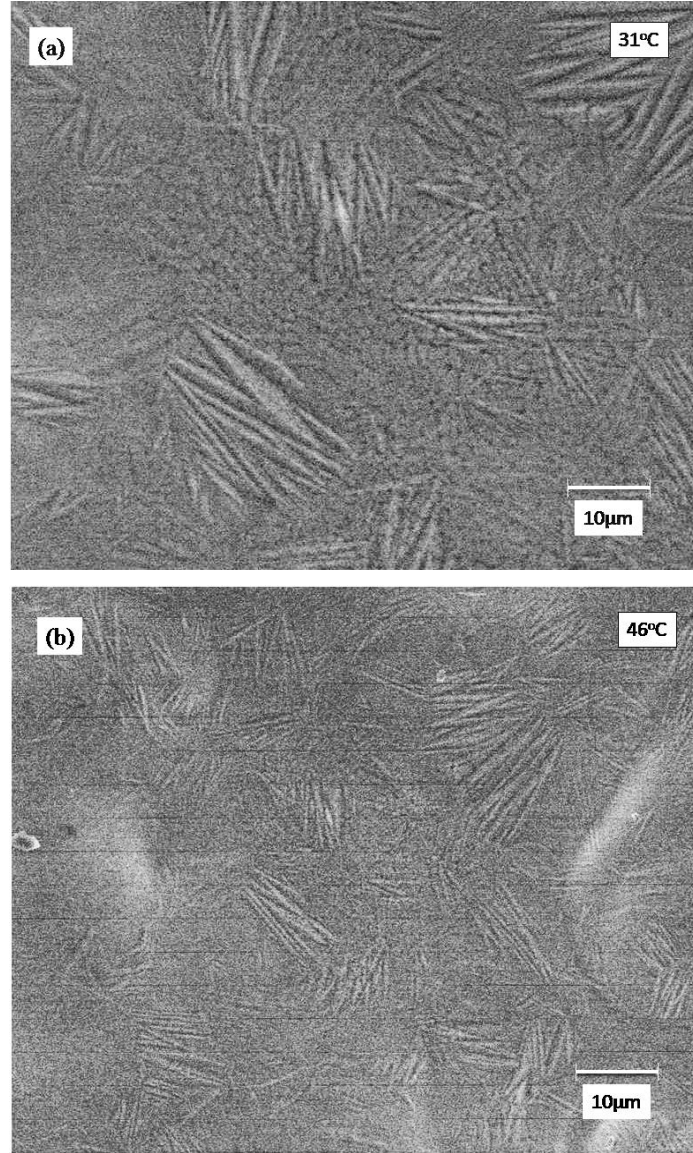


Şekil 4.27. Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait soğutma sırasında alınan SEM görüntüleri  
a) 180 °C b) 168 °C c) 144 °C d) 125 °C e) 118 °C f) 112 °C



Şekil 4.27. (Devamı) Cu-12Al-0,4Be şerit numuneyle ait soğutma sırasında alınan SEM görüntüleri  
g) 106°C h) 86°C i) 75°C j) 64°C k) 60°C l) 58°C m) 52°C n) 46°C

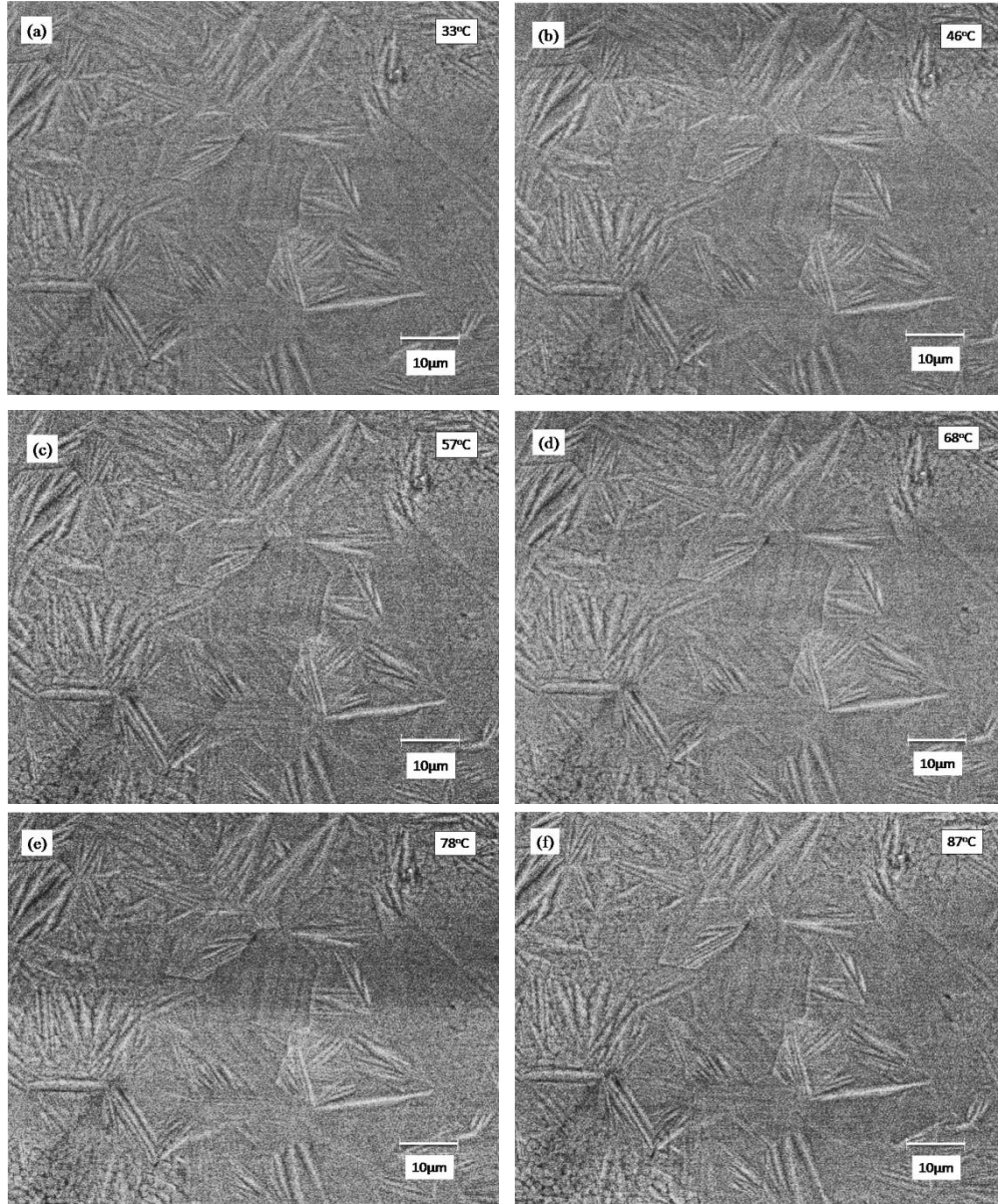
0,4Be ierikli řerit numunenin dnüşüm öncesi ve sonrası SEM görüntüleri Şekil 4.28’de verilmektedir. Söz konusu SEM görüntüleri farklı bölgelerden alınmıştır. Şerit numuneye ait SEM görüntülerinden ısıtma ve ardından soğutma işlemi sonrası numunenin başlangıçta sahip olduğu mikroyapıyı hatırladığı tespit edilmiş olup şekil bellek özelliği gösterdiği belirlendi.



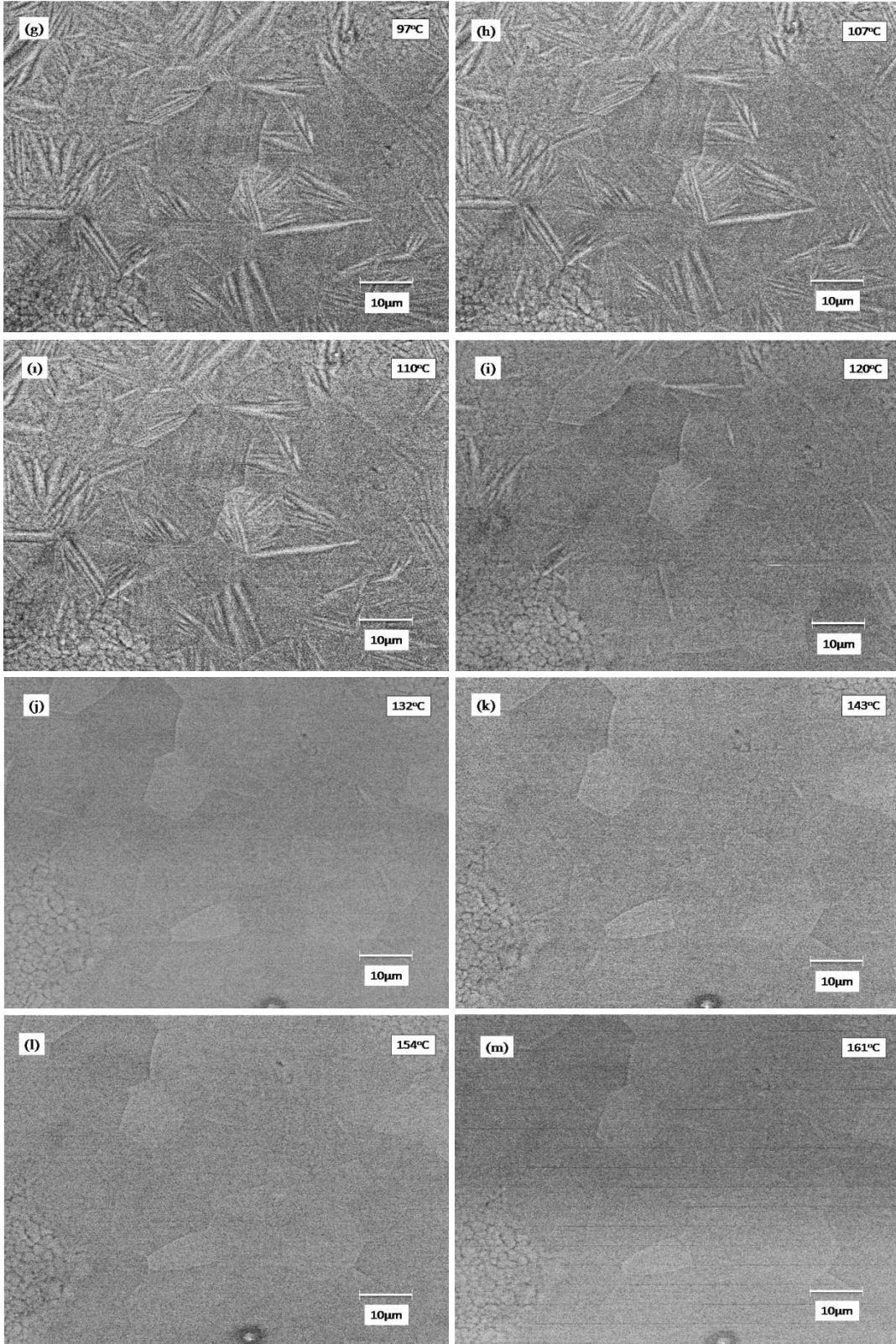
**Şekil 4.28.** Cu-12Al-0,4Be řerit numunenin a) dnüşüm öncesi ve b) dnüşüm sonrası SEM görüntüleri



Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait sıcaklık deęiřimi altında alınan SEM analizleri Őekil 4.29'da verilmektedir. Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait SEM analizleri yaklaşık 20°C' lik artışlarla 33-161°C sıcaklık aralığında alınmıştır.



**Őekil 4.29.** Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait ısıtma sırasında alınan SEM görüntüleri  
a) 46°C b) 33°C c) 57°C d) 68°C e) 78°C f) 87°C

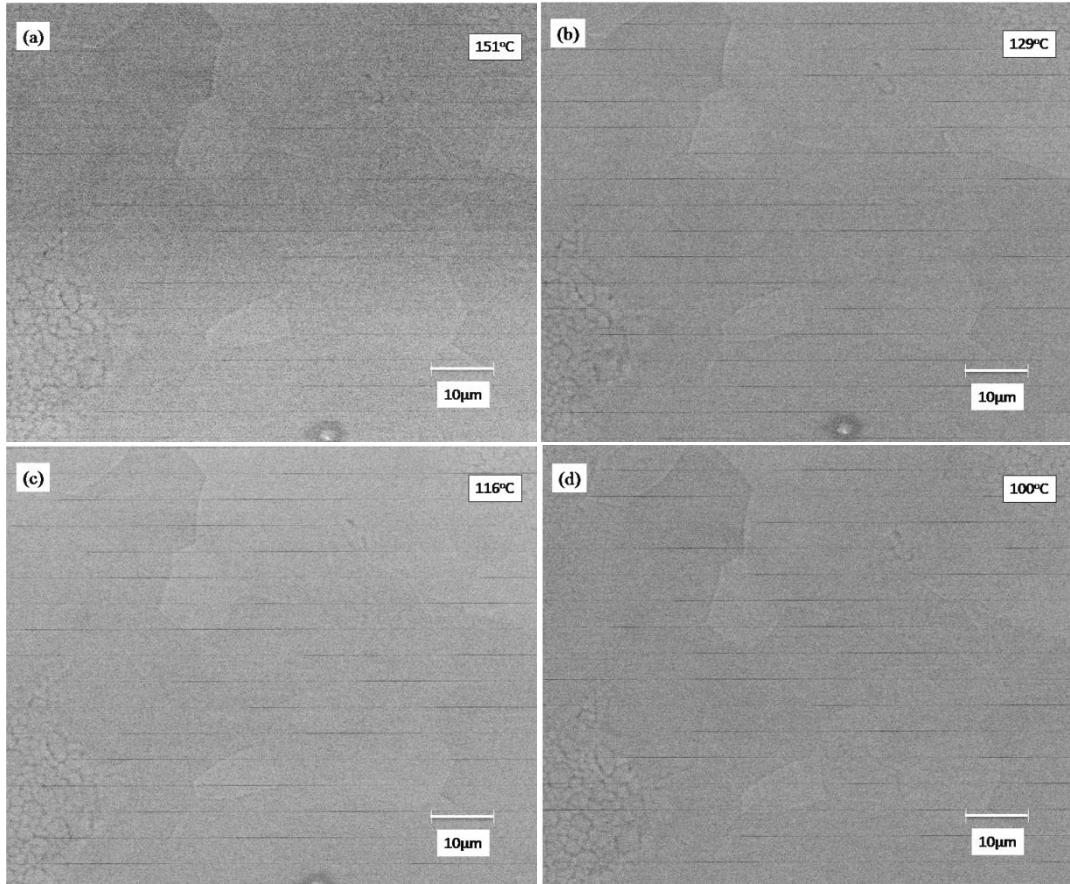


**Şekil 4.29. (Devamı)** Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait ısıtma sırasında alınan SEM görüntüleri  
g) 97 °C h) 107 °C i) 110 °C j) 120 °C k) 132 °C l) 143 °C m) 154 °C n) 161 °C

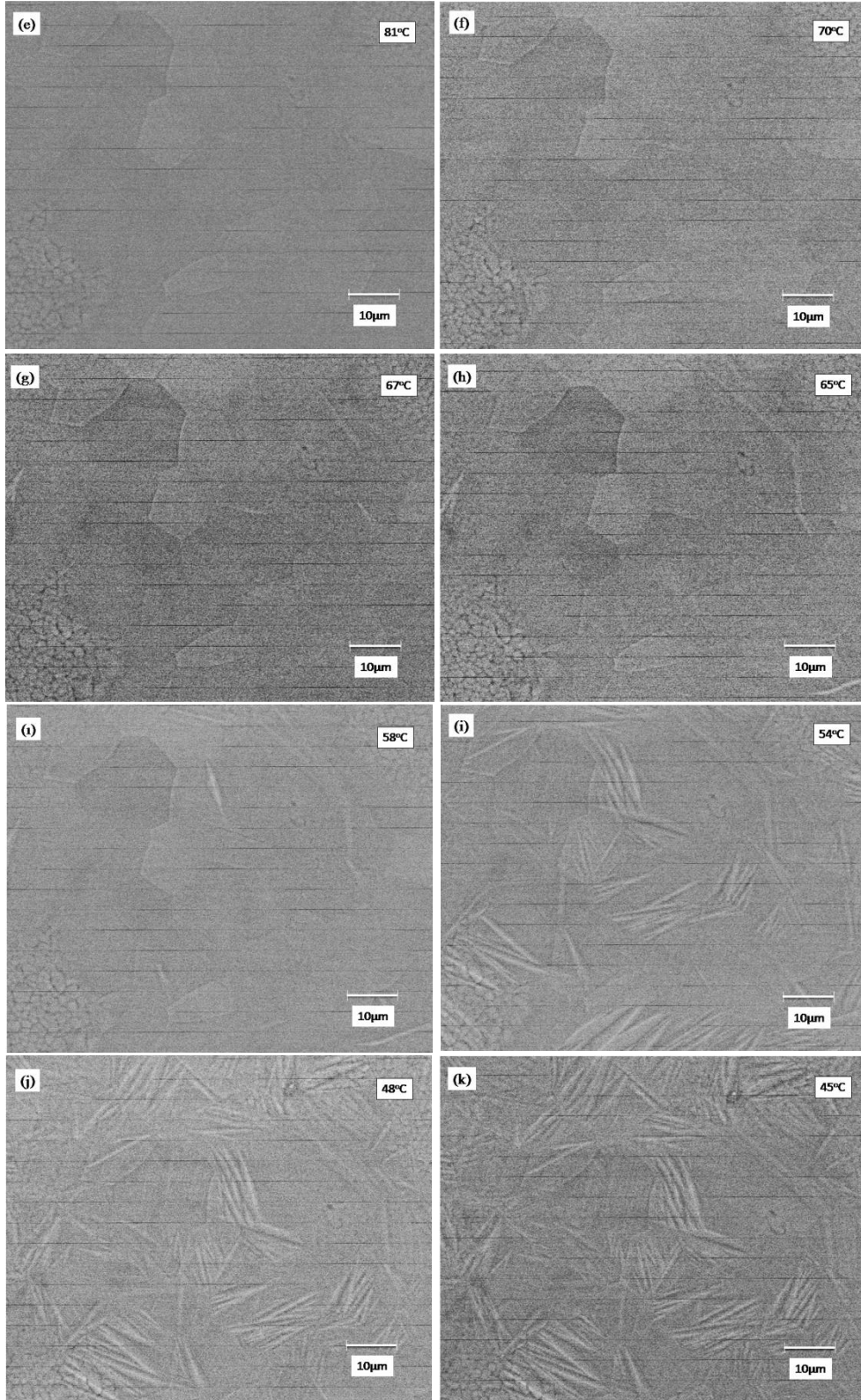
Şekil 4.29'dan görüldüğü üzere 31°C'de tümüyle martensit yapıya sahip numunede sıcaklığın arttırılması ile yaklaşık 107°C'de iğnemsî şeklindeki martensit plakalar kaybolmaya başlamaktadır. Sıcaklık yaklaşık 161°C'ye ulaştığında ise martensit plakaların çok büyük ölçüde kaybolduğu görülür. Söz konusu sıcaklıklar ostentit başlama;  $A_s = 107^\circ\text{C}$  ve ostentit bitiş;  $A_f = 161^\circ\text{C}$  sıcaklıklarıdır.

161°C'ye ısıtılan şerit numunelerin ardından soğutma işlemine tabi tutularak bu işlem sırasında yaklaşık her 10°C'lik sıcaklık değişiminde SEM görüntüleri kaydedilmiştir. Böylece hem ostentit ve martensit dönüşüm sıcaklıkları belirlenmeye çalışılmış hem de başlangıçta numunenin sahip olduğu martensit mikroyapısının yeniden oluşup oluşmadığı tespit edilmiştir.

Şekil 4.30, Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait 151°C'den 45°C'ye soğutma sırasında kaydedilen SEM görüntüleri verilmektedir.



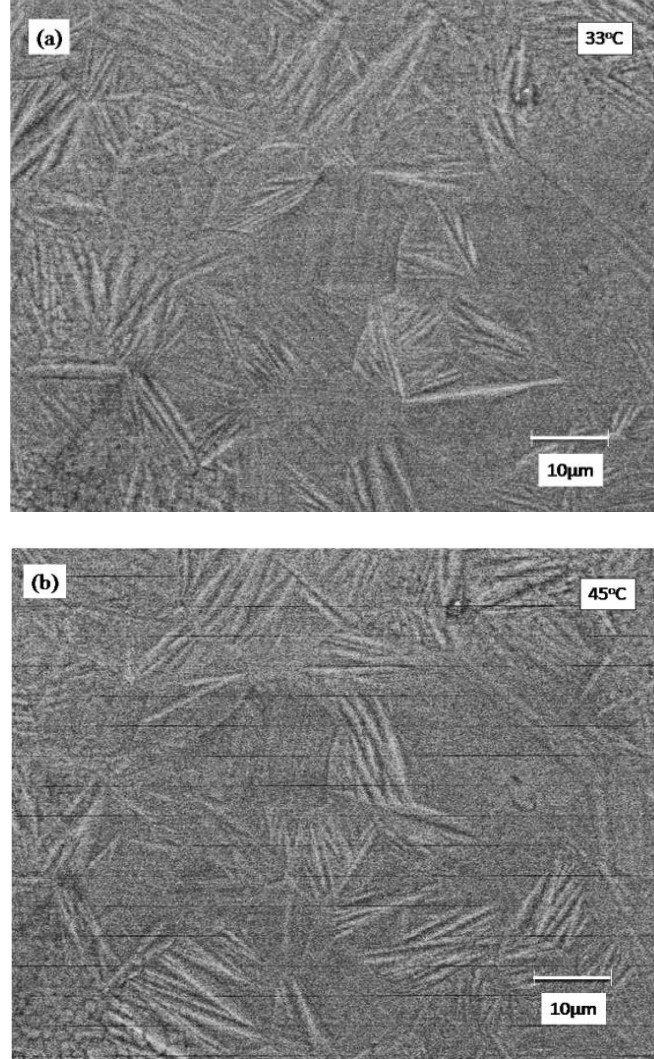
**Şekil 4.30.** Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait soğutma sırasında alınan SEM görüntüleri  
a) 151 °C b) 129 °C c) 116 °C d) 100 °C



**Şekil 4.30. (Devamı)** Cu-12Al-0,5Be şerit numuneyle ilgili soğutma sırasında alınan SEM görüntüleri  
e) 81 °C f) 70 °C g) 67 °C h) 65 °C i) 58 °C j) 54 °C k) 48 °C l) 45 °C

SEM analizlerinden şerit numunenin ostenit yapıdan martensit yapıya geçişin başladığı sıcaklık olan martensit başlama sıcaklığı yaklaşık  $M_s = 70^\circ\text{C}$  olarak tespit edildi. Bu sıcaklıkta martensit plakaların oluşmaya başladığı gözlemlendi. Sıcaklık yaklaşık  $48^\circ\text{C}$ 'ye düştüğünde ise martensit faz oluşumunun tamamlandığı görüldü ve martensit bitiş sıcaklığı yaklaşık  $M_f = 48^\circ\text{C}$  olarak belirlendi.

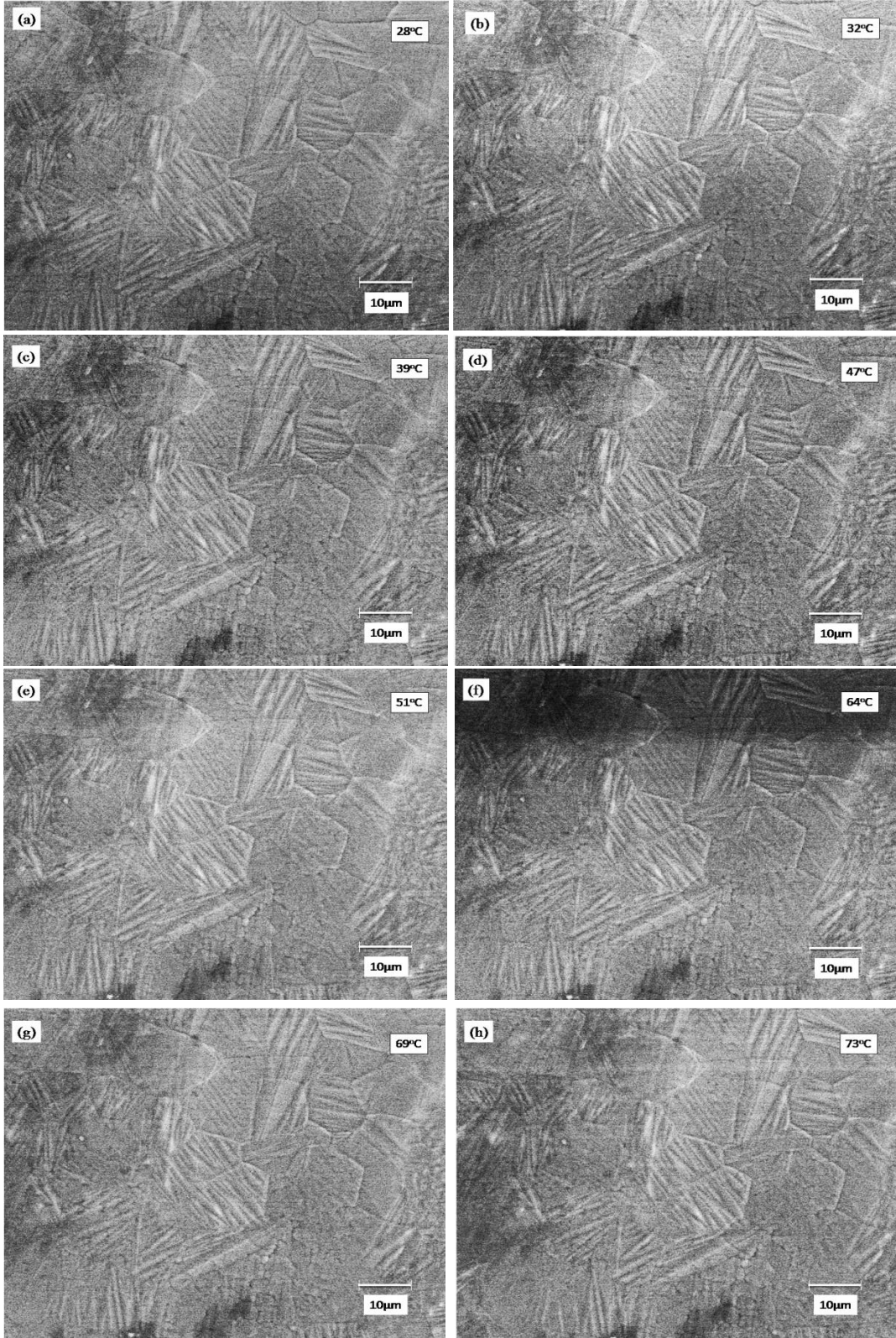
0,5Be içerikli şerit numunenin dönüşüm öncesi ve sonrası SEM görüntüleri Şekil 4.31'de verilmektedir. Söz konusu SEM görüntüleri farklı bölgelerden alınmıştır. Şerit numuneye ait SEM görüntülerinden ısıtma ve ardından soğutma işlemi sonrası numunenin başlangıçta sahip olduğu mikroyapıyı hatırladığı tespit edilmiş olup şekil bellek özelliği gösterdiği belirlendi. 0.5Be içerikli şerit numune için elde edilen bu sonuçların yüksek sıcaklık XRD (HT-XRD) ile de uyumlu olduğu görüldü (Şekil 4.42).



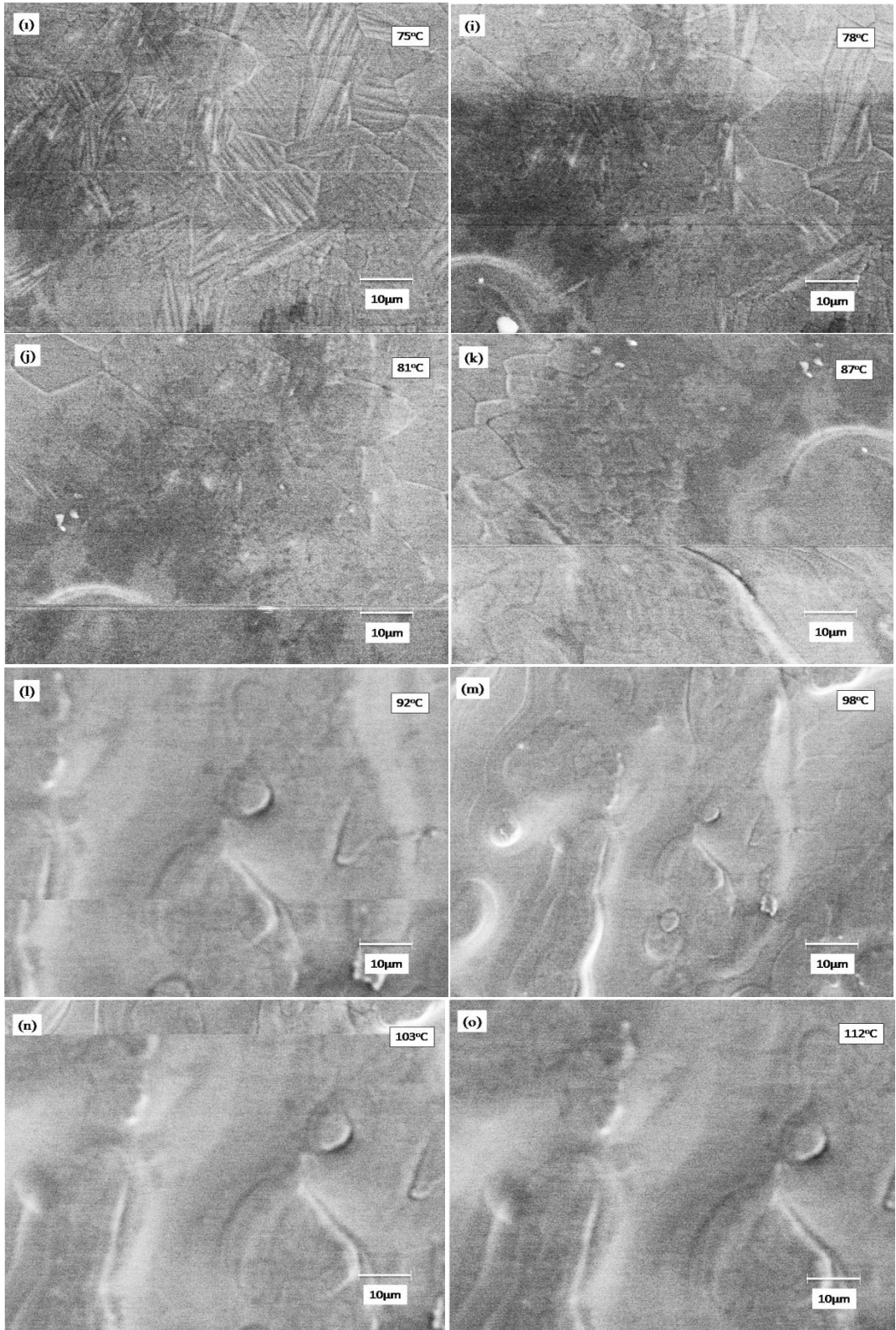
**Şekil 4.31.** Cu-12Al-0,5Be şerit numunenin a) dönüşüm öncesi ve b) dönüşüm sonrası SEM görüntüleri

Şekil 4.32’de Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait 28-112°C sıcaklık aralığında yaklaşık 20°C’ lik artışlar sonucu alınan SEM görüntüleri verilmektedir. Şekil 4.32’ den görüldüğü üzere 28°C’de mikroyapı tümüyle martensit fazdan oluşmaktadır. Sıcaklığın artırılması ile yaklaşık 69°C’de iğnemi şeklindeki martensit plakaların kaybolmaya başladığı ve yaklaşık 92°C’ye ulaştığında ise tümüyle kaybolduğu gözlemlendi. Söz konusu sıcaklıklar ostenit başlama;  $A_s = 69^\circ\text{C}$  ve ostenit bitiş;  $A_f = 92^\circ\text{C}$  sıcaklıklarıdır. Ostenit bitiş sıcaklığının üzerinde numunenin tümüyle ostenit fazda olması beklenirken mikroyapısında bazı değişiklikler olduğu görüldü. 0,6Be içerikli şerit numunede gözlenen bu değişimlerin çökelme fazları olabileceği düşünülmektedir. Oluşan çökelmeler ostenit fazdan soğutma sonrası martensit yapıya geri dönüşü engellemekte ve numunenin başlangıçta sahip olduğu mikroyapının elde edilememesine neden olmaktadır.

Sıcaklık artışı altında SEM görüntüleri alındıktan sonra 0,6Be içerikli şerit numune soğutma işlemine tabi tutuldu. Isıtma ve ardından soğutma işlemi sırasında yaklaşık her 10°C’lik sıcaklık değişiminde SEM görüntüleri kaydedildi. Böylece hem ostenit ve martensit dönüşüm sıcaklıkları belirlenmeye çalışılmış hem de başlangıçta numunenin sahip olduğu martensit mikroyapının yeniden oluşup oluşmadığı tespit edilmiştir.



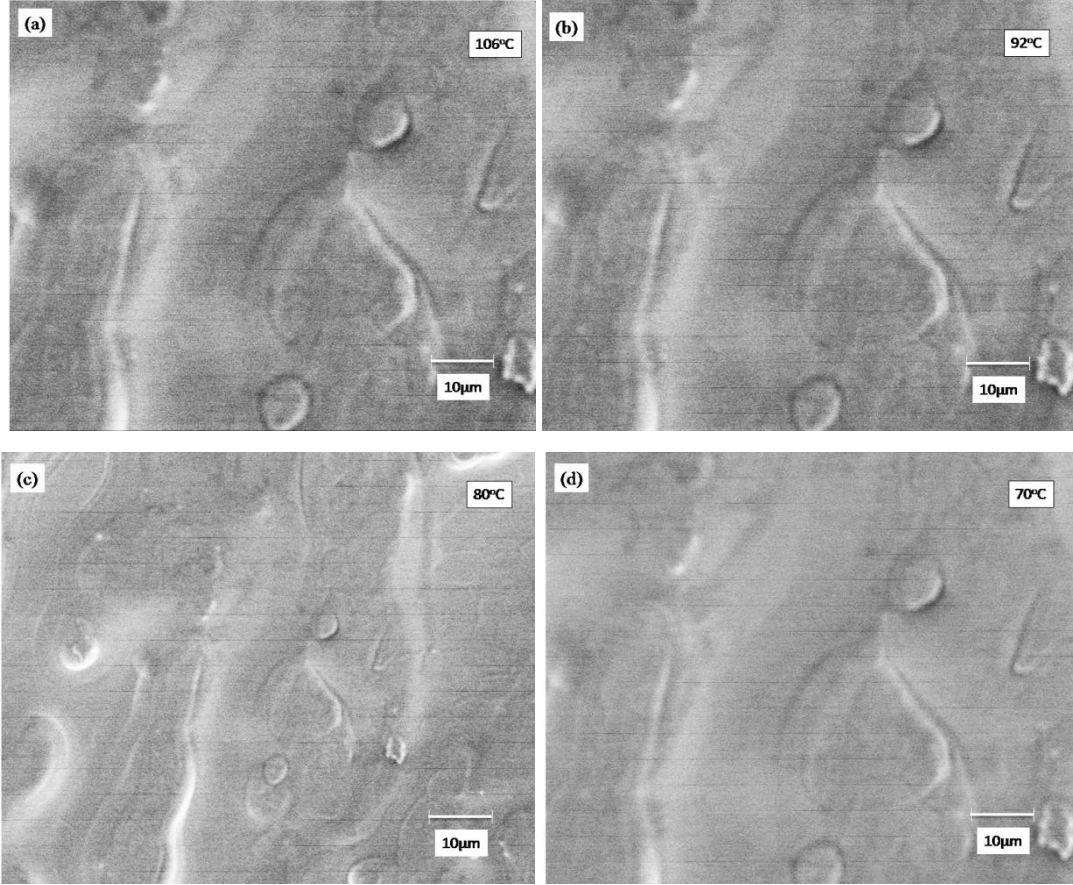
**Şekil 4.32.** Cu-12Al-0,6Be şerit numuneyle ilgili ısıtma sırasında alınan SEM görüntüleri  
a) 28 °C b) 32 °C c) 39 °C d) 47 °C e) 51 °C f) 64 °C g) 69 °C h) 73 °C



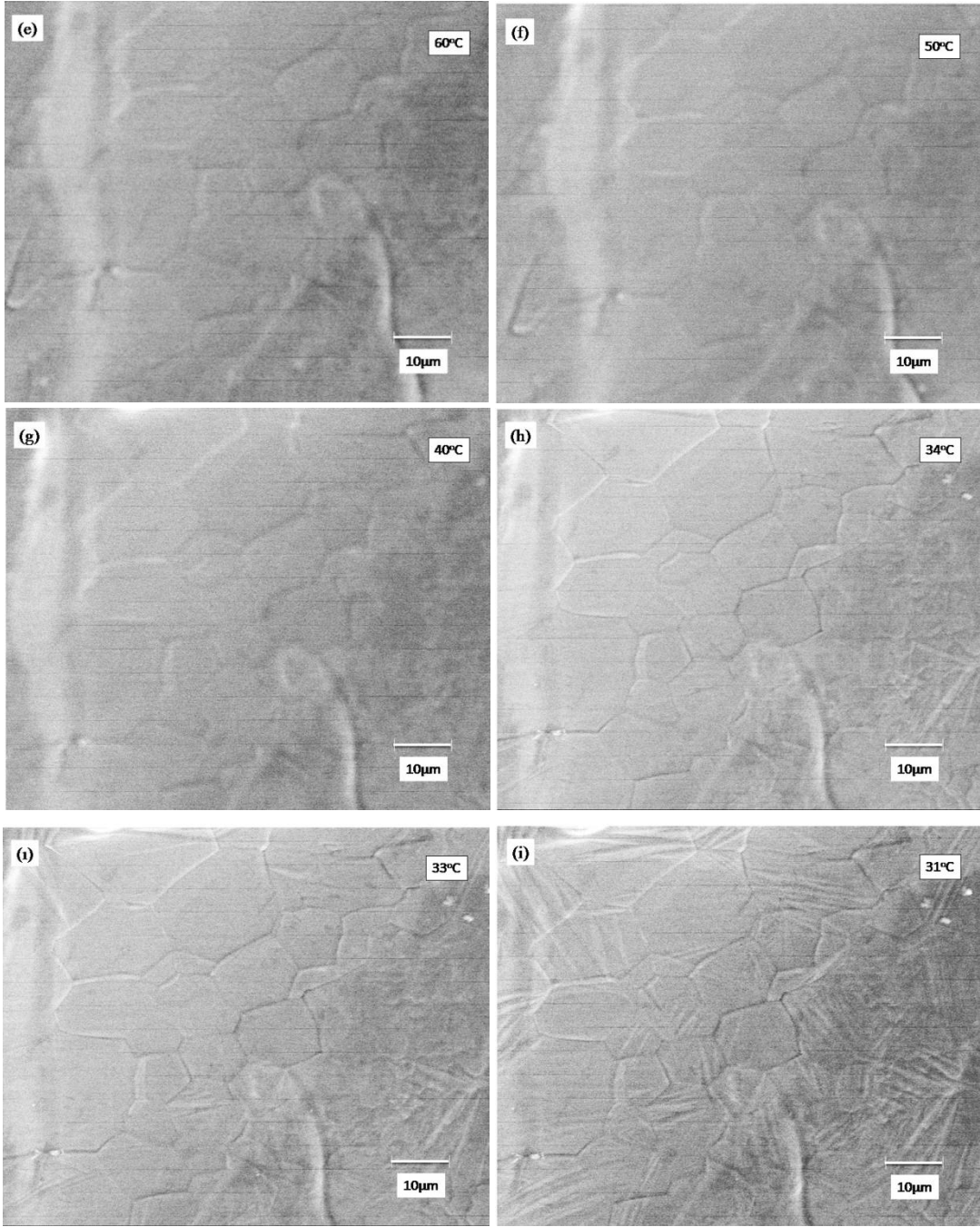
**Şekil 4.32. (Devamı)** Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait ısıtma sırasında alınan SEM görüntüleri  
i) 75 °C j) 78 °C k) 81 °C l) 87 °C m) 92 °C n) 98 °C o) 103 °C p) 112 °C



Şekil 4.33, Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait 106°C'den 31°C'ye soğutma sırasında kaydedilen SEM görüntülerini göstermektedir. SEM analizlerinden şerit numunenin ostenit yapıdan martensit yapıya geçişin başladığı sıcaklık olan martensit başlama sıcaklığı yaklaşık  $M_s = 60^\circ\text{C}$  olarak bulunmuştur. Bu sıcaklıkta martensit plakaların oluşmaya başladığı görülmektedir. Sıcaklık yaklaşık 31°C'ye düştüğünde ise martensit faz oluşumunun tamamlandığı görülmekte ve martensit bitiş sıcaklığı yaklaşık  $M_f = 31^\circ\text{C}$  olarak belirlenmektedir. Ancak  $M_f$  sıcaklığına ulaşıldığında yapının tümüyle martensit faza dönüşemediği gözlenmiştir.

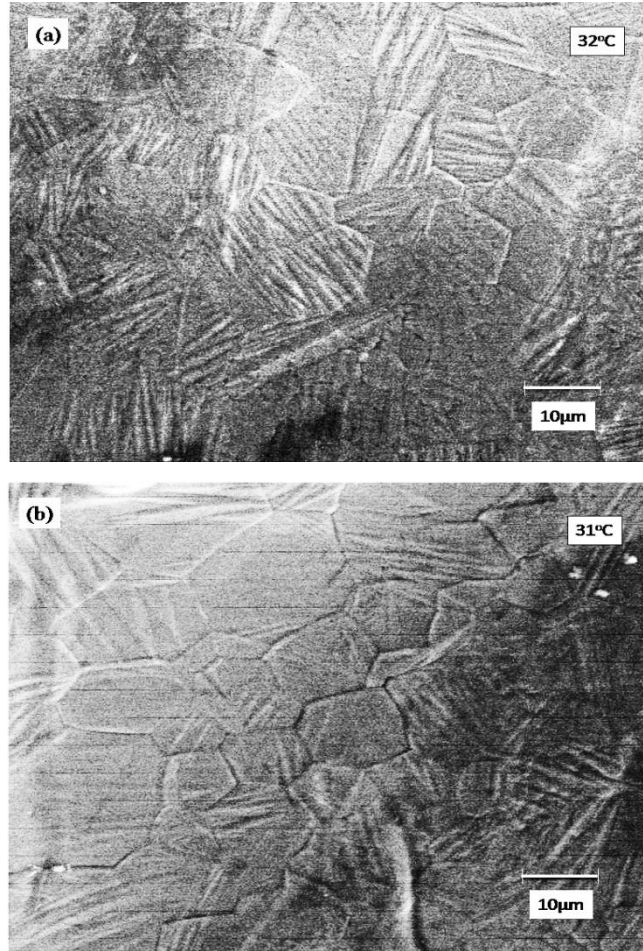


**Şekil 4.33.** Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait soğutma sırasında alınan SEM görüntüleri  
a) 106 °C b) 92 °C c) 80 °C d) 70 °C



**Şekil 4.33. (Devamı)** Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait soğutma sırasında alınan SEM görüntüleri  
e) 60 °C f) 50 °C g) 40 °C h) 34 °C i) 33 °C j) 31 °C

0,6Be içerikli şerit numunenin dönüşüm öncesi ve sonrası SEM görüntüleri Şekil 4.34’de verilmektedir. Söz konusu SEM görüntüleri farklı bölgelerden alınmıştır. Şerit numuneye ait SEM görüntülerinden ısıtma ve ardından soğutma işlemi sonrası numunenin başlangıçta sahip olduğu mikroyapıya tümüyle geri dönemediği gözlenmiştir. Bu durum 0,6Be içerikli şerit numunenin 0,4Be ve 0,5Be içerikli şerit numunelerin aksine başlangıçta sahip olduğu mikroyapıyı hatırlayamadığı anlamına gelmektedir. Bu bağlamda Cu-12Al-0,6Be şerit numunenin şekil bellek özelliğinin Cu-12Al-0,4Be ve Cu-12Al-0,5Be şerit numunelere göre daha zayıf olduğu söylenebilir. Bunun nedeninin numunenin yüksek sıcaklık SEM analizlerinde ostenit bitiş sıcaklığının üzerinde gözlenen çökeltme fazlarından kaynaklandığı düşünülmektedir. 0.6Be içerikli şerit numune için elde edilen bu sonuçlar, yüksek sıcaklık XRD (HT-XRD) analizleri ile de uyum içerisindedir (bkz. Şekil 4.45).

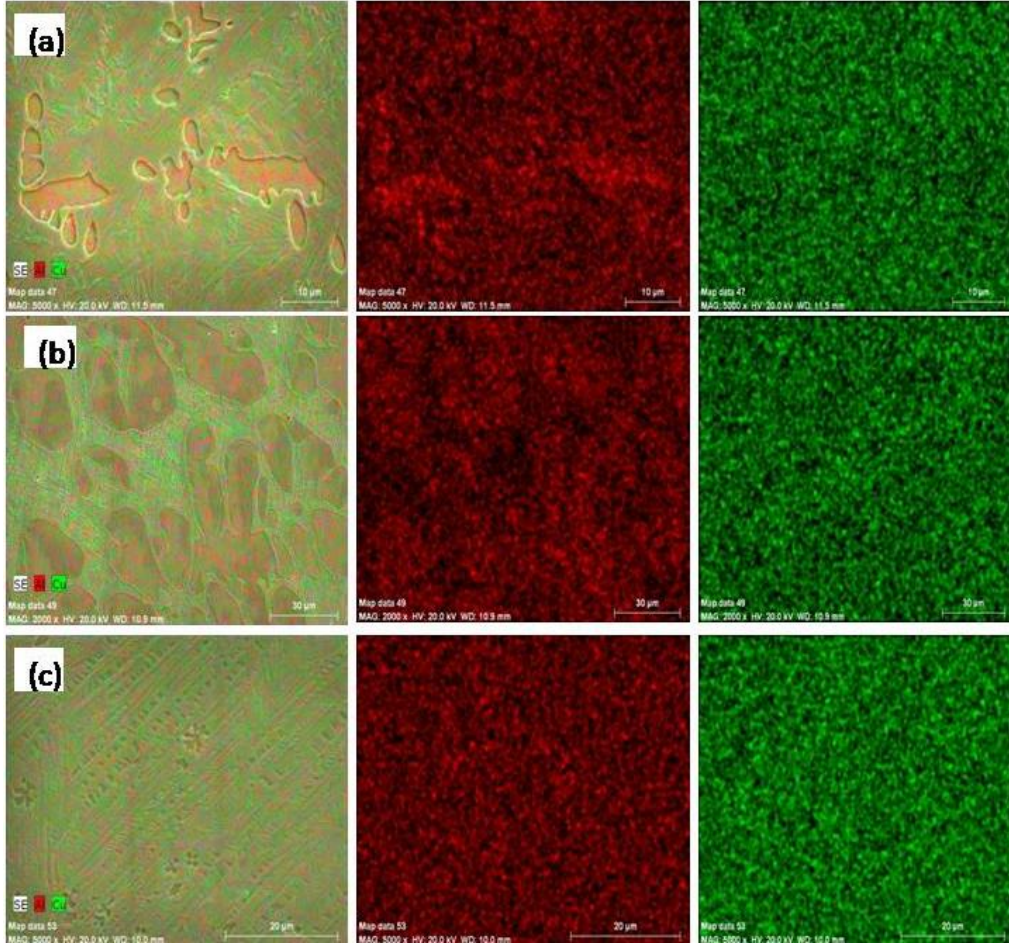


**Şekil 4.34.** Cu-12Al-0,6Be şerit numunenin a) dönüşüm öncesi ve b) dönüşüm sonrası SEM görüntüleri

Sıcaklık deęiřimi altında alınan SEM analizleri sonucu řerit numunelerin martensit bařlama ve bitiř sıcaklıkları, ostenit bařlama ve bitiř sıcaklıkları belirlenmeye alıřıldı. Sz konusu sıcaklıklar daha nce DSC analizlerinden tespit edilmiř olup sıcaklık deęiřimi altında SEM analizlerinden elde edilen dnřm sıcaklıkları ile karřılařtırıldı. Sonu olarak SEM analizlerinden elde edilen sıcaklıkların DSC analizlerinden elde edilen dnřm sıcaklıklarından biraz farklı olduęu grld. Bilindięi zere DSC analizleri sırasında numune herhangi bir zora maruz kalmamakta ve numunenin tamamı (btn) zerinden hesaplama yapılmaktadır. Dolayısıyla DSC analizleri daha gvenilir sonu vermektedir. Sıcaklık deęiřimi altında alınan SEM analizlerinde ise numune hem analiz ncesi birtakım zora maruz kalabilmekte hem de numunenin kk bir blgesinden yapılan gzleme dayanılarak bir tahmin yapılmaktadır. ok kk bir blgeden yapılan tahminin numunenin btnn temsil etmesi mmkn deęildir. Bununla birlikte sz konusu SEM analizlerinden faz dnřm sıcaklıkları gz kararı ile belirlenmeye alıřılmaktadır. Dolayısıyla bu analizlerin dnřm sıcaklıklarını belirlemede ok da saęlıklı olduęu sylenemez. Sıcaklık deęiřimi altında SEM analizlerinin alınmasındaki asıl ama srit numunelerin řekil bellek zellięi gstermelerini saęlayan faz dnřmlerini gzlemleyebilmektir. Bu baęlamda řerit numuneler iin sz konusu SEM analizleri olduka bařarılıdır. Her  řerit numune iin de oda sıcaklıęından bařlayıp ostenit dnřm sıcaklıęının zerine ısıtma ve ardından oda sıcaklıęına soęutma sırasında her 1 derecelik sıcaklık artıřı ve azalması sırasında SEM grntlerinin video kaydı yapılmıř ve SEM grntleri fotoęraf olarak kaydedilmiřtir. SEM grntleri incelendięinde her  řerit numunenin de oda sıcaklıęında martensit yapıya sahip olduęu gzlenmiřtir. Sıcaklıęın arttırılması ile ostenit dnřm sıcaklıęının zerine ıkıldıęında ise yapının tmyle ostenite dnřtę gzlenebilmektedir. Isıtma iřleminin ardından soęutma iřlemi gerekleřtirilmiřtir. Oda sıcaklıęına kadar soęutma iřlemi sonrası mikroyapıların bařlangıta varolan mikroyapıyla aynı olup olmadıęı tespit edilmiřtir. Bununla birlikte soęutma sırasında her 1 derecelik sıcaklık dřř sırasında ostenit fazdan martensit faza geiř de gzlenebilmektedir. Bylece řekil bellekli alařımlar iin geerli olan martensit-ostenit ve ostenit- martensit faz geiřlerinin mikroyapı zerinde neden olduęu deęiřimler izlenebilmiřtir.

#### 4.5. Renkli Haritalama Analizi (RHA)

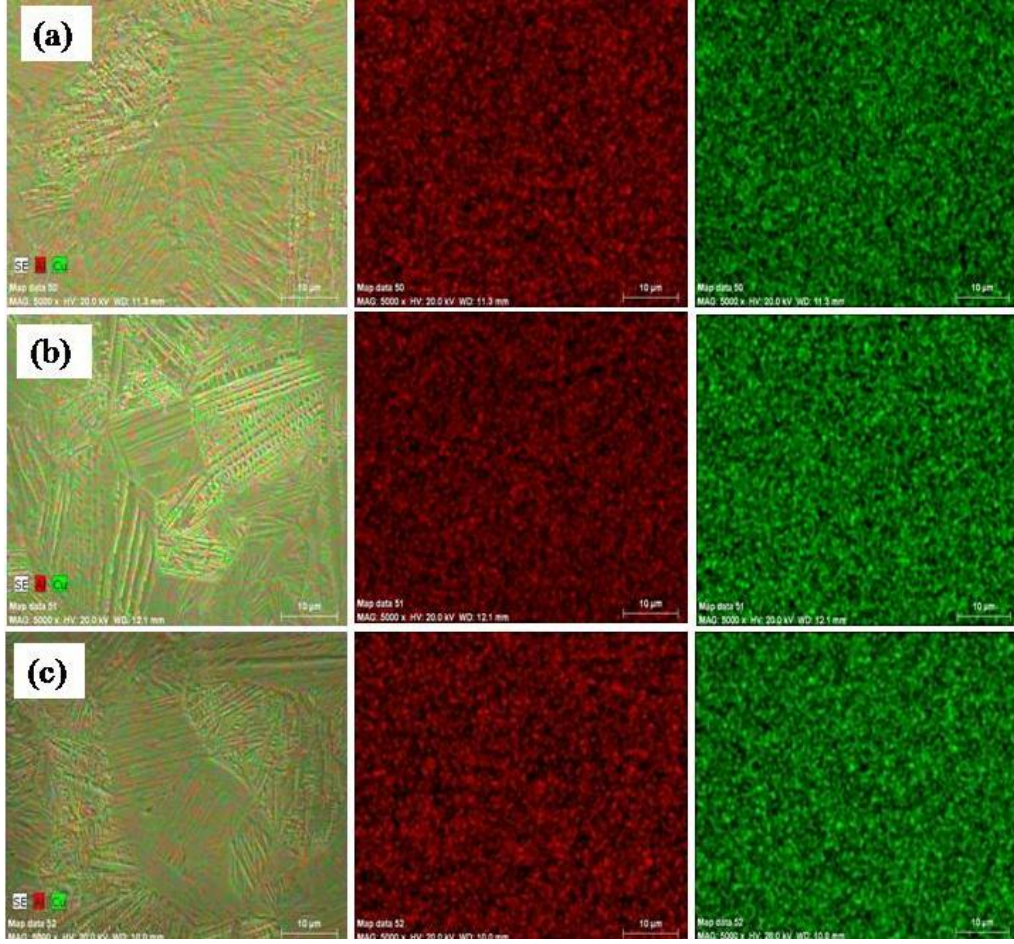
Renkli haritalama analizi, alaşımı oluşturan bileşenlerin mikroyapı içerisindeki dağılımının daha kolay gözlenebilmesine olanak sağlayan bir yöntemdir. Şekil 4.35’ de Cu-Al-Be mastır alaşımlarına ait RHA fotoğrafları görülmektedir. Numunelerin yapısında bulunan her bir element bilgisayar yazılımı tarafından farklı renklerle gösterilmiştir (Yeşil: Cu, Kırmızı: Al). Üç farklı bileşime sahip mastır alaşımlara ait renkli haritalama analiz fotoğraflarında ilk sütun, numunelerin genel bir görüntüsü olup Cu ve Al fazlarının bir arada verildiği fotoğrafa aittir.



Şekil 4.35. Mastır alaşımlara ait renkli haritalama analiziyle elde edilmiş yüzey fotoğrafları  
a)Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be c) Cu-12Al-0,6Be

Şekil 4.35’de üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be mastır alaşımlara ait renkli haritalama fotoğrafları incelendiğinde, mikroyapıda gözlenen çökelme fazının, ostenit (ana faz) faza oranla daha kırmızımsı renkte olduğu görülmektedir. Bu durum ostenit

faz ( $\text{Cu}_3\text{Al}$ ) ile kıyaslandığında çökeltme fazının ( $\text{Cu}_9\text{Al}_4$ ) Al'ca daha zengin olduğunu göstermektedir.



**Şekil 4.36.** Şerit numunelere ait renkli haritalama analiziyle elde edilmiş yüzey fotoğrafları  
a) Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be c) Cu-12Al-0,6Be

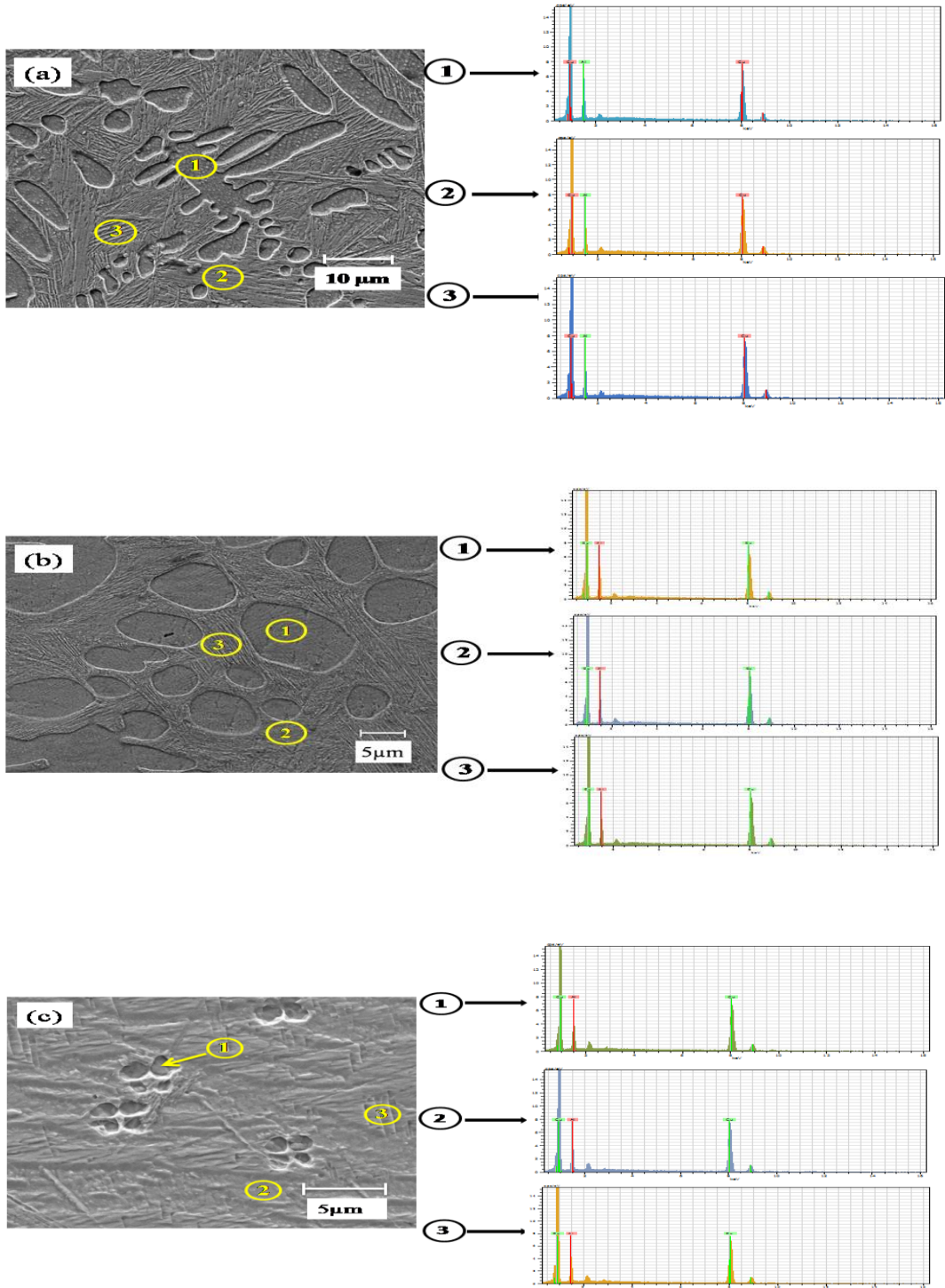
Şekil 4.36’da Cu-Al-Be şerit numunelere ait RHA fotoğrafları görülmektedir. Üç farklı bileşime sahip şerit numunelere ait renkli haritalama analiz fotoğraflarında ilk sütun, numunelerin genel bir görüntüsü olup hem Cu hem de Al fazlarının bir arada verildiği fotoğrafa aittir. Şekil 4.36’ da verilen renkli haritalama fotoğraflarından Cu-Al-Be şerit numunelerini oluşturan fazların mikroyapıya oldukça homojen olarak dağıldığı gözlenmektedir. Bu durumun hızlı katılaştırmanın bir sonucu olduğu düşünülmektedir. Yapılan analizlerde Be’un varlığına rastlanmamasının nedeni EDAX ile kütle numarası Berilyum’a kadar olan elementlerin tespit edilebilmesidir. Dolayısıyla alınan analizlerde Be içeriği görülmemekte ancak Be’un etkisi DSC analizlerinden belirgin bir şekilde gözlenmektedir (bkz. Şekil 4. 4).

#### 4.6. Enerji Dağılımlı X-Ray (EDAX) Analizi

Şekil 4.37’de mastır alaşımlara, Şekil 4.38’de ise hızlı katılaştırılmış alaşımlara ait EDAX grafikleri ve analizlerin yapıldığı bölgelerin SEM fotoğrafları verilmektedir. EDAX ölçümlerinde mastır numunelere ait  $\gamma_2$  çökeltme fazı, ostenit faz ve martensit faz bölgelerinden analiz yapılmıştır. Ancak hızlı katılaştırılmış şerit numunelerin mikroyapılarının oldukça ince olması sebebiyle, cihaz seçilen bölgede iyi odaklanamamıştır. Bu nedenle şerit numuneler için sadece genel bir bölgeye ait elemental analiz yapılabilmektedir.

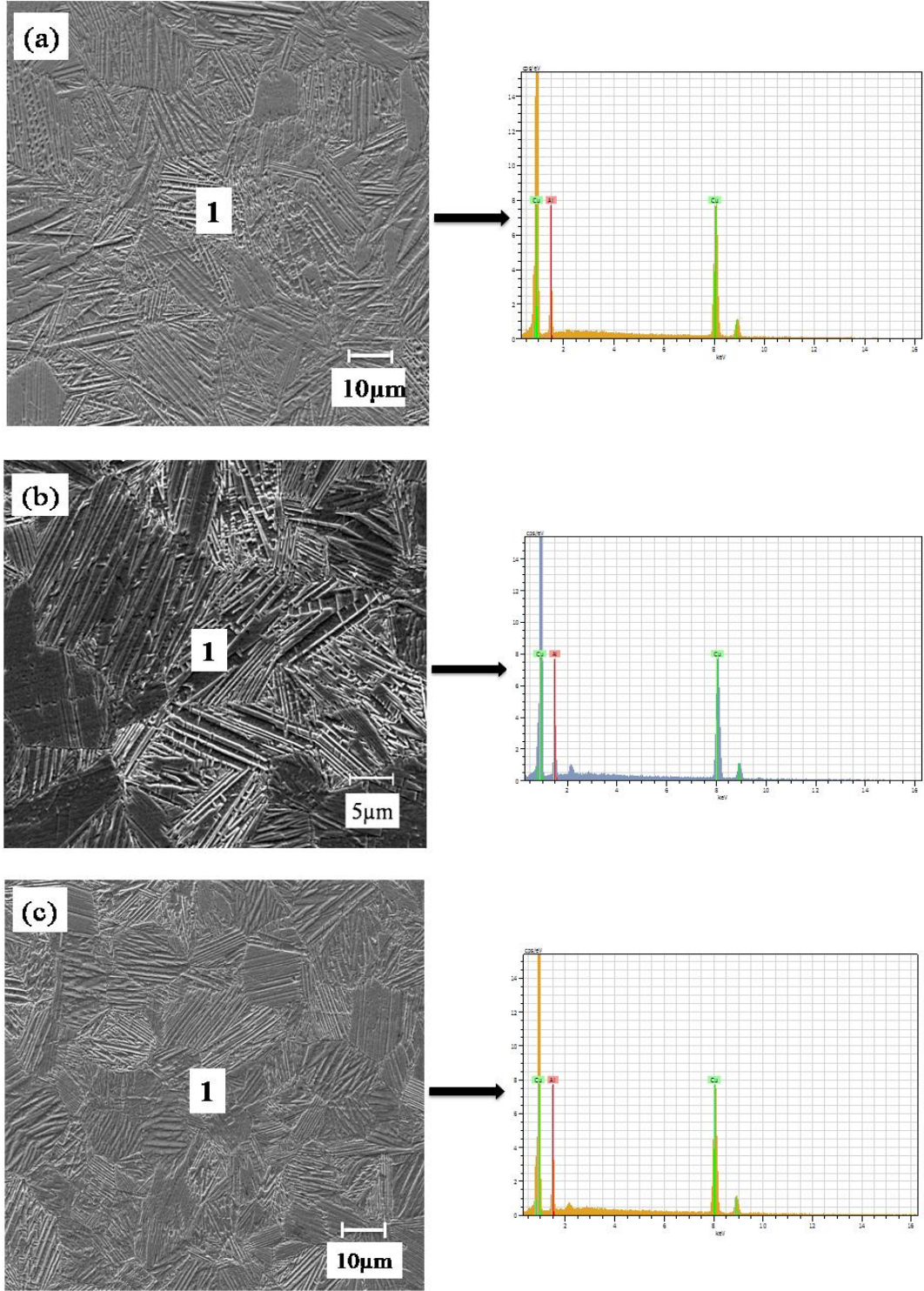
Şekil 4.37’de görüldüğü üzere Cu-Al-Be mastır alaşımların mikroyapılarında oluşan fazları belirleyebilmek için her bir farklı faz üzerinden EDAX analizi alınmıştır. Böylece çökeltme fazından (1 numaralı bölge), martensit plakaların bir tanesinin üzerinden (3 numaralı bölge) ve daha düz bir bölge olan ostenit (2 numaralı bölge) faz üzerinden olmak üzere üç farklı bölgeden analiz yapılmıştır. Alınan EDAX analizleri sonucunda çökeltme fazının (1 numaralı bölge)  $Cu_9Al_4$ , düz bir bölge olarak görünen ostenit fazın (2 numaralı bölge) ise  $Cu_3Al$  oranına sahip olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.3). 3 numara ile işaretlenmiş bölge ise martensit faza aittir.

Şekil 4.38’de şerit numunelere ait EDAX grafiği ve analizin yapıldığı bölgenin SEM fotoğrafı verilmektedir. Şekil 4.38’de verilen Cu-Al-Be şerit numunelere ait EDAX analizleri incelendiğinde yapının tek bir faz içerdiği ve bu fazın  $Cu_3Al$  oranına sahip martensit faz olduğu belirlenmiş olup söz konusu fazın tamamı 1 numaralı sayı ile gösterilmektedir. Çizelge 4. 3 de martensit faza ait oranlar verilmektedir.



**Şekil 4.37.** Master alaşımlara ait EDAX analizleri  
a) Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be c) Cu-12Al-0,6Be





**Şekil 4.38.** Şerit numunelere ait EDAX analizleri  
 a) Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be c) Cu-12Al-0,6Be

Hem mastır alaşımlara hem de şerit numunelere ait elemental analiz sonuçları Çizelge 4.3’de verilmektedir.

**Çizelge 4.3.** Cu-Al-Be numunelerine ait EDAX analizlerinden elde edilen Cu, Al oranları ve fazların kimyasal kompozisyonları

	Bölge	Al % at.	Hata Payı %	Cu % at.	Hata Payı %	Kimyasal Formül	Faz
<b>Mastır Alaşımlar</b>							
Cu-12Al-0,4Be	1	26,78	0,6	73,22	2,1	Cu <sub>9</sub> Al <sub>4</sub>	$\gamma_2$
	2	21,82	0,5	78,18	2,2	Cu <sub>3</sub> Al	$\beta_1$
	3	20,19	0,5	79,81	2,2	Cu <sub>3</sub> Al	$\beta_1'$
Cu-12Al-0,5Be	1	27,38	0,6	72,62	2,1	Cu <sub>9</sub> Al <sub>4</sub>	$\gamma_2$
	2	20,38	0,5	79,62	2,2	Cu <sub>3</sub> Al	$\beta_1$
	3	19,65	0,4	80,35	2,1	Cu <sub>3</sub> Al	$\beta_1'$
Cu-12Al-0,6Be	1	23,54	0,5	76,46	2,1	Cu <sub>9</sub> Al <sub>4</sub>	$\gamma_2$
	2	21,05	0,4	78,95	2,2	Cu <sub>3</sub> Al	$\beta_1$
	3	20,60	0,4	79,40	2,1	Cu <sub>3</sub> Al	$\beta_1'$
<b>Şerit Numuneler</b>							
Cu-12Al-0,4Be	1	22,53	0,5	77,47	2,2	Cu <sub>3</sub> Al	$\beta_1'$
Cu-12Al-0,5Be	1	21,65	0,5	78,35	2,2	Cu <sub>3</sub> Al	$\beta_1'$
Cu-12Al-0,6Be	1	22,72	0,5	77,28	2,2	Cu <sub>3</sub> Al	$\beta_1'$

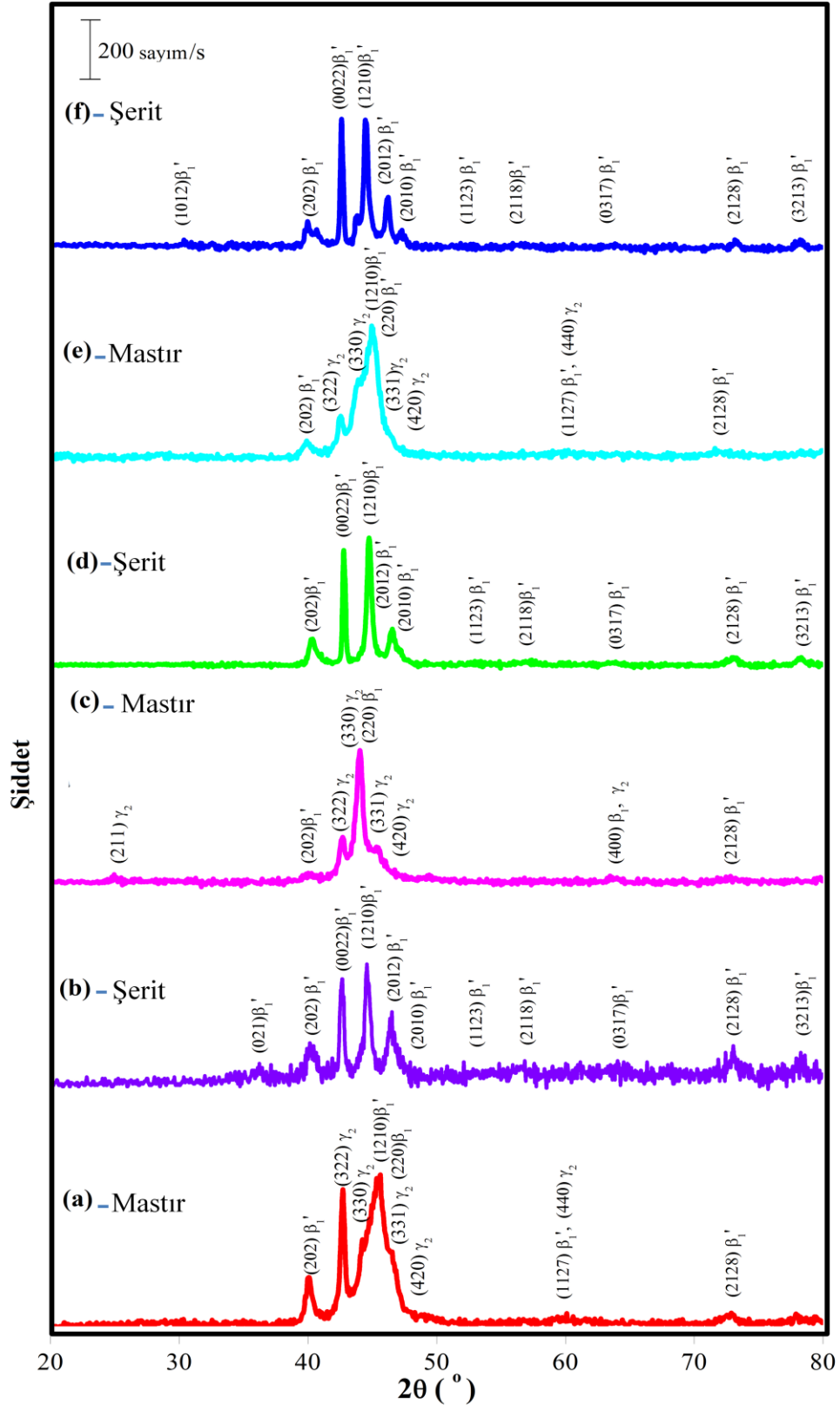
#### 4.7. XRD ile Faz Analizi

Cu-Al-Be alařımlarının Őekil-bellek zelliđi kazanmaları, i yapılarında oluŐacak faz dnŐmleriyle mmkndr. Dolayısıyla, alařımın bu zelliđi kazanıp kazanmadıđını belirlemek iin kullanılabilecek deneysel yntemlerden biri de XRD ile numunede bulunan fazların saptanmasıdır. Cu-Al-Be alařımlarına Őekil-bellek zelliđini veren, yaklaŐık 560°C'nin zerindeki sıcaklıklarda kararlı olan ostenit fazı ( $\beta$ -beta) ile dŐk sıcaklıklarda kararlı olan martensit fazı arasındaki geri-dnŐtrlebilir faz dnŐmleridir (Otsuka ve Ren, 2005).

Őekil 4.39'da hem ark-eritme tekniđi ile mastır hem de hızlı katılaŐtırma tekniđi ile Őerit formunda retilen  farklı bileŐime sahip Cu-Al-Be alařımlarının oda sıcaklıđında alınan XRD analizlerine ait grafikler verilmektedir. Literatrde yapılan araŐtırmalar sonucu XRD paternlerinden elde edilen pikler indislenmiŐtir.

Őekil 4.39a, Őekil 4.39c ve Őekil 4.39e' de verilen Cu-12Al-xBe (x:0,4, 0,5 ve 0,6) mastır alařımlara ait oda sıcaklıđında alınmıŐ XRD paterni incelendiđinde,  farklı fazın varlıđı tespit edildi. Analizlerden elde edilen bu fazlar  $\beta_1$  ostenit fazı, Al ca zengin  $\gamma_2$  kelme fazı ve zayıf pike sahip  $\beta_1'$  martensit fazıdır. Sz konusu analizlerden mastır alařımların oda sıcaklıđında ostenit fazda olduđu ve yapı ierisinde  $\gamma_2$  kelme fazının oluŐtuđu grlmektedir. XRD paterninden elde edilen bu sonular SEM analizleri ile de uyum ierisinde (bkz. Őekil 4.18).

Mastır alařımlara ait SEM fotođraflarında  $\beta_1'$  martensit faz miktarının ostenit faz ile karŐılaŐtırıldıđında hemen hemen yakın oranlara sahip olduđu grlmektedir (bkz. Őekil 4.18). XRD analizlerinde ise martensit faza ait birkaç zayıf pik gzlenmiŐtir. Bu durum daha nce SEM analiz sonularında da belirtildiđi gibi numune hazırlama aŐamalarından biri olan parlatma iŐlemi sırasında malzeme yzeyinin zora maruz kalması ve zor altında martensit oluŐması ile aıklanabilmektedir (Montecinos ve Simison, 2011). Őekil bellekli alařımlarda dıŐ kuvvetler sonucu mikroyapıda oluŐan bu tr martensitik fazlar zor etkili martensitik faz olarak bilinmektedir (Gedouin ve ark., 2010).



Şekil 4.39. Mastır alaşımlara a) Cu-12Al-0,4Be c) Cu-12Al-0,5Be e) Cu-12Al-0,6Be ve şerit numunelere b) Cu-12Al-0,4Be d) Cu-12Al-0,5Be f) Cu-12Al-0,6Be ait XRD analizleri

Şekil 4.39b, Şekil 4.39d ve Şekil 4.39f' de verilen Cu-Al-Be şerit numunelere ait XRD desenleri incelendiğinde, yapının tümüyle martensit faza ait piklerden oluştuğu görülmektedir. Bunun yanı sıra mastır alaşımların aksine şerit numunelerde  $\gamma_2$  çökelme fazına ait piklere rastlanmamıştır. Şerit numunelerin aksine mastır alaşımlarda çökelme fazlarının gözlenmesinin nedeni ark-eritme tekniği ile üretimin düşük soğuma hızına sahip olmasından ileri gelmektedir. Şekil bellekli Cu-Al alaşımları için verilen faz diyagramı (bkz. Şekil 2.18) göz önüne alındığında ötektoid kompozisyona yakın Cu-Al alaşımlarında 560°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ostenit faz oluştuğu gözlenmektedir. Bu sıcaklığın altında  $\beta_1$  fazının düşük soğutma hızı sonucu  $\alpha$  ve  $\gamma_2$  çökelme fazlarına ayrıştığı görülmektedir. Montecinos ve ark. (2009), Cu-Al alaşımları için 100°C/dk'dan daha düşük soğutma hızlarında ostenit fazın  $\gamma_2$  çökelme fazına ayrıştığını rapor etmişlerdir. Bu bağlamda Cu-Al-Be şerit numunelerin üretiminde kullanılan hızlı katılaştırma tekniğinde ise soğutma hızının oldukça yüksek olması dolayısıyla tümüyle martensit faza sahip numuneler elde edilmiştir.

#### 4.8. Yüksek Sıcaklık XRD (HT-XRD) ile Faz Dönüşüm Sıcaklığı Analizi

Bölüm 4.7’de hem ark-eritme tekniği ile mastır hem de hızlı katılaştırma tekniği ile şerit formunda üretilen üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be alaşımlarının oda sıcaklığında alınan XRD analizleri sonucu mikroyapıyı oluşturan fazlar belirlenmişti. Söz konusu analizlerin oda sıcaklığında alınmış olması numunelerin yalnızca bu sıcaklıkta sahip oldukları fazların belirlenmesini sağlamıştır. Yüksek sıcaklık durumunda sahip oldukları faz yapılarının belirlenebilmesi için ise yüksek sıcaklık XRD analizleri yapıldı.

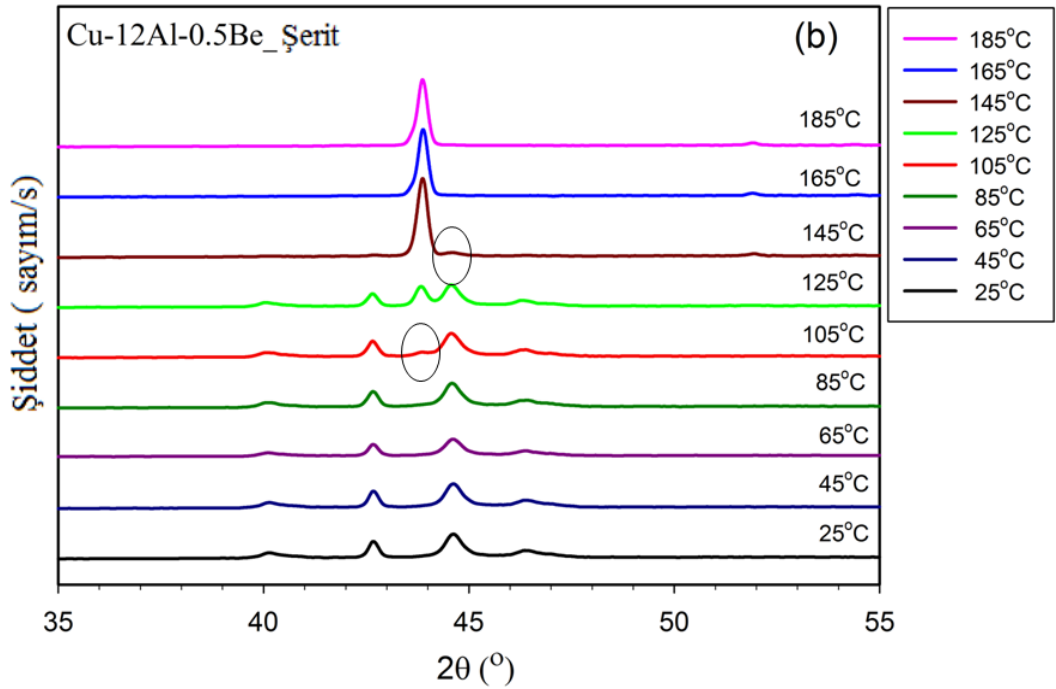
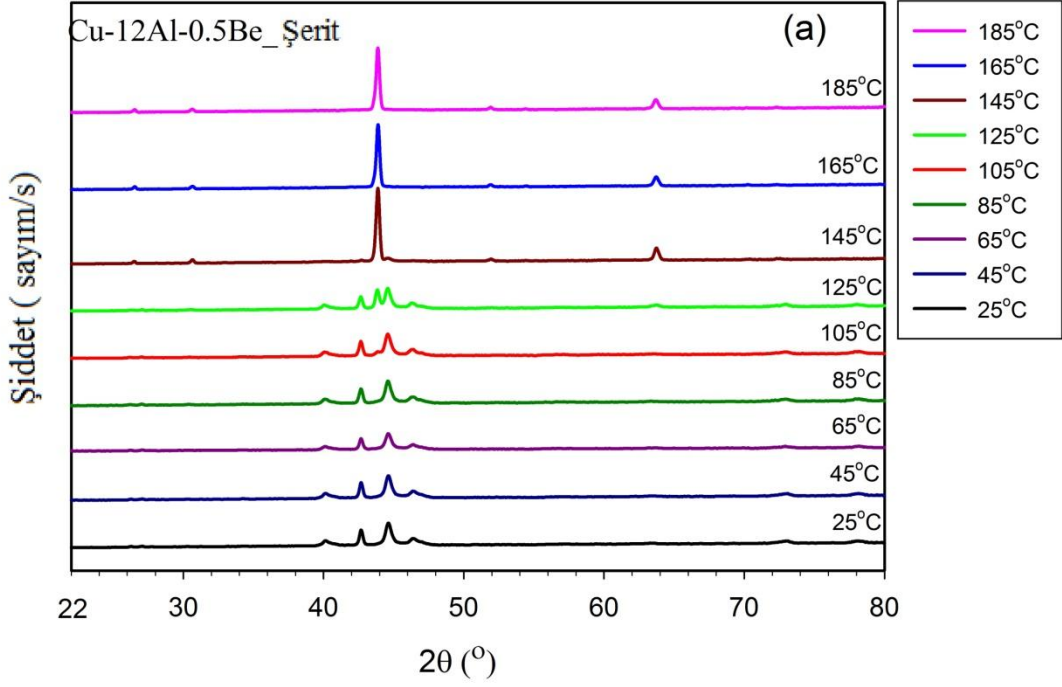
Bilindiği üzere şekil bellekli alaşımlar, alaşıma giren elementlerin oranlarına bağlı olarak değişen kritik bir dönüşüm sıcaklığının üzerinde ve altında farklı iki şekle ve kristal yapıya sahiptir. Söz konusu sıcaklığın üzerinde ostenitik yapı (anafaz), altında ise martensitik yapı (ürün faz) meydana gelir. Yüksek sıcaklık fazı ostenit fazdan düşük sıcaklık fazı martensit faza geçiş iki sıcaklık değeri arasında gerçekleşir ve martensit faz dönüşümü olarak bilinir. Martensit faz dönüşümünün başladığı sıcaklık  $M_s$ , martensit faz dönüşümünün bittiği sıcaklık ise  $M_f$  olarak adlandırılır. Martensitik dönüşüm tersinir bir süreçtir. Bu bağlamda martensit fazdan ostenit faza dönüş de iki sıcaklık değeri arasında gerçekleşir ve ostenit dönüşüm olarak adlandırılır. Ostenit dönüşüm başlangıç sıcaklığı  $A_s$ , bitiş sıcaklığı ise  $A_f$  ile gösterilir.

Cu-Al-Be şerit numunelerin bahsi geçen bu dönüşüm sıcaklıkları daha önce DSC analizi ile belirlenmişti (bkz. Çizelge 4. 1). Söz konusu dönüşüm sıcaklıkları dikkate alındığında numunelerin oda sıcaklığında düşük sıcaklık fazı olan martensit fazda buldukları tespit edildi. Cu-Al-Be numunelerinin DSC analizlerinden belirlenen faz dönüşüm sıcaklıkları, sıcaklık değişimi altında alınan X-ışını kırınım analizleri ile de belirlenmeye çalışıldı. Bunun için XRD ölçümleri sıcaklık kontrollü Empyrean (XRD) difraktometresinde Cu-K $\alpha$  ( $\lambda=1,5406 \text{ \AA}$ ) ışınması kullanılarak 0,5Be ve 0,6Be içerikli şerit numuneler için sırasıyla 0,0788° ve 0,0525° lik adımlarla alındı ve XRD deseninde gözlenen pikler ICCD PDF+4 ile indislenerek her bir sıcaklık için mevcut fazlar belirlendi.

Daha önce belirtildiği üzere oda sıcaklığında martensit yapıda bulunan Cu-Al-Be şerit numunelerin yüksek sıcaklık fazı olan ostenit faza geçiş sıcaklıklarını belirlemek ve fazları tayin edebilmek için sıcaklık değişimi altında XRD analizi yapılması amaçlandı. Bu nedenle 0,5 ve 0,6 Be içerikli şerit numuneler için sırasıyla her 20°C ve

10°C' lik sıcaklık artışı sonrası XRD paternleri alındı. Şerit numuneler sıcaklığın artmasıyla martensit fazdan tümüyle ostenit faza dönüştükten sonra tekrar soğutma işlemi gerçekleştirildi. Isıtma ve ardından soğutma sonrası elde edilen XRD deseni ile başlangıçta oda sıcaklığında alınan XRD desenleri karşılaştırıldı. Böylelikle şerit numunelerin ısıtma ve ardından soğutma sonrası tekrar aynı yapıya sahip olup olmadığı belirlendi.

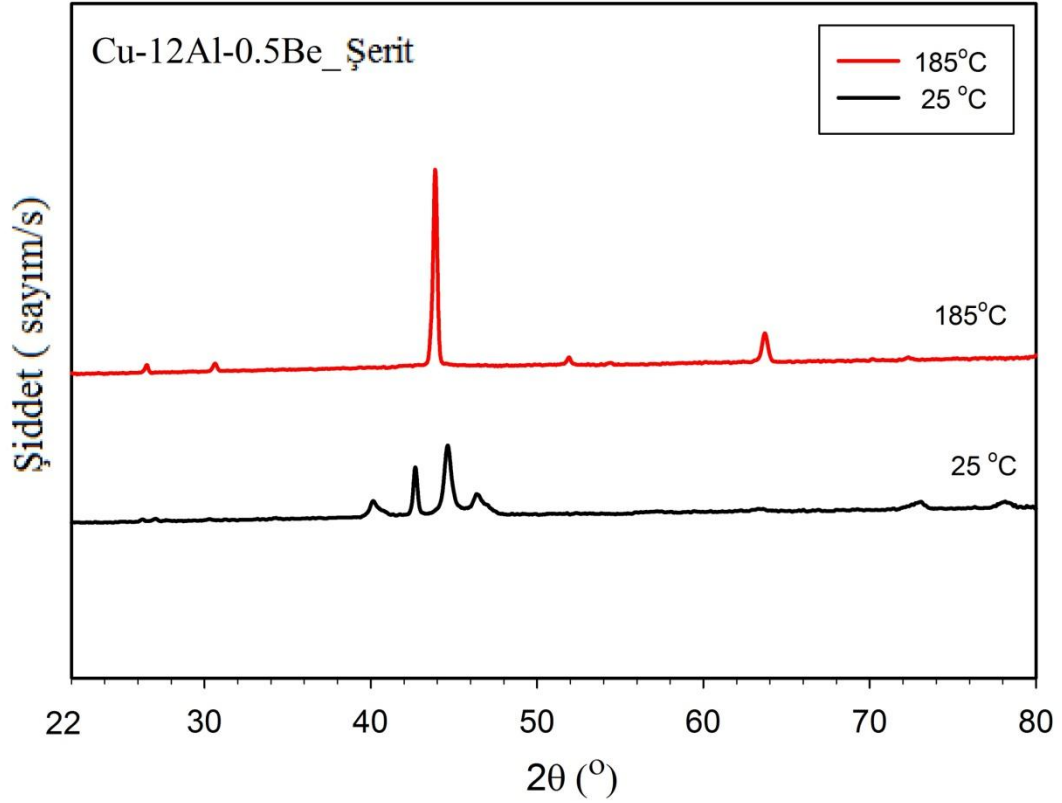
Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait 25-185°C sıcaklık aralığında alınan XRD grafiği Şekil 4.40'da verilmektedir. Şekil 4.40 incelendiğinde, 25°C ile 105°C sıcaklık aralığındaki ölçümlerde, pik değerlerinin aynı olduğu görülmektedir. 105°C'de alınan ölçümde  $2\theta = 43,8^\circ$ 'de yeni bir pik oluşmaya başlamıştır.  $2\theta = 43,8^\circ$ 'de oluşmaya başlayan bu piki daha iyi görebilmek için Şekil 4.40a'da 20-80° tarama aralığında alınan XRD paternleri 35° ile 55°'lik tarama aralığında yeniden çizdirilmiştir. Şekil 4.40 b'de daire ile işaretlenen bu yeni pik, martensit fazdan ostenit faza dönüşümün bu sıcaklıkta başladığını göstermekte ve ostenit başlama sıcaklığı  $A_s = 105^\circ\text{C}$  olarak belirlenmektedir. 105°C ile 165°C arasındaki ölçümlerde  $2\theta = 40,1^\circ$ ,  $2\theta = 42,6^\circ$ ,  $2\theta = 44,5^\circ$ ,  $2\theta = 46,4^\circ$ ,  $2\theta = 73,6^\circ$ 'deki piklerin kaybolduğu görülmektedir. 145°C'de  $2\theta = 44,5^\circ$ 'deki martensit faza ait son pikin de 165°C'de kaybolduğu (Şekil 4.40 b) ve ostenit faza ait  $2\theta = 43,8^\circ$ 'deki pikin 165°C' de maksimum şiddete ulaştığı görülmektedir. Bu durum martensit fazdan ostenit faza geçişin 165°C'de tamamlandığını göstermektedir. Böylece ostenit bitiş sıcaklığı  $A_f = 165^\circ\text{C}$  olarak belirlenmektedir. Bunun yanısıra 105°C ile 165°C sıcaklık aralığında  $2\theta = 30,6^\circ$ ,  $2\theta = 43,8^\circ$ ,  $2\theta = 51,8^\circ$  ve  $2\theta = 63,6^\circ$  değerlerinde de ostenit faza ait yeni pikler oluşmuştur. Oluşan bu yeni piklerin şiddetleri 145°C deki ölçümde artmaktadır. Özellikle 105°C'de oluşmaya başlayan  $2\theta = 43,8^\circ$  pikin şiddeti daha önce de belirtildiği gibi 165°C'de alınan ölçümlerde maksimum değerine ulaşmıştır. Sıcaklığın artmasıyla  $2\theta$  değerlerinde görülen değişimler malzeme yapısında meydana gelen dönüşüme işaretlerdir. 105°C ile 165°C arasında meydana gelen bu değişimler faz dönüşümün bu sıcaklık aralığında gerçekleştiğini gösterir. Böylece ostenit faza geçişin başladığı ilk sıcaklık  $A_s = 105^\circ\text{C}$  ve ostenit faza geçişin tamamlandığı sıcaklık ise  $A_f = 165^\circ\text{C}$  olarak belirlenmiştir.



**Şekil 4.40.** Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait 25 °C ve 185 °C sıcaklık aralığında alınan X-ışını kırınım desenleri a) 22° ile 80 ° tarama aralığında b) 35 ° ile 55 ° tarama aralığında

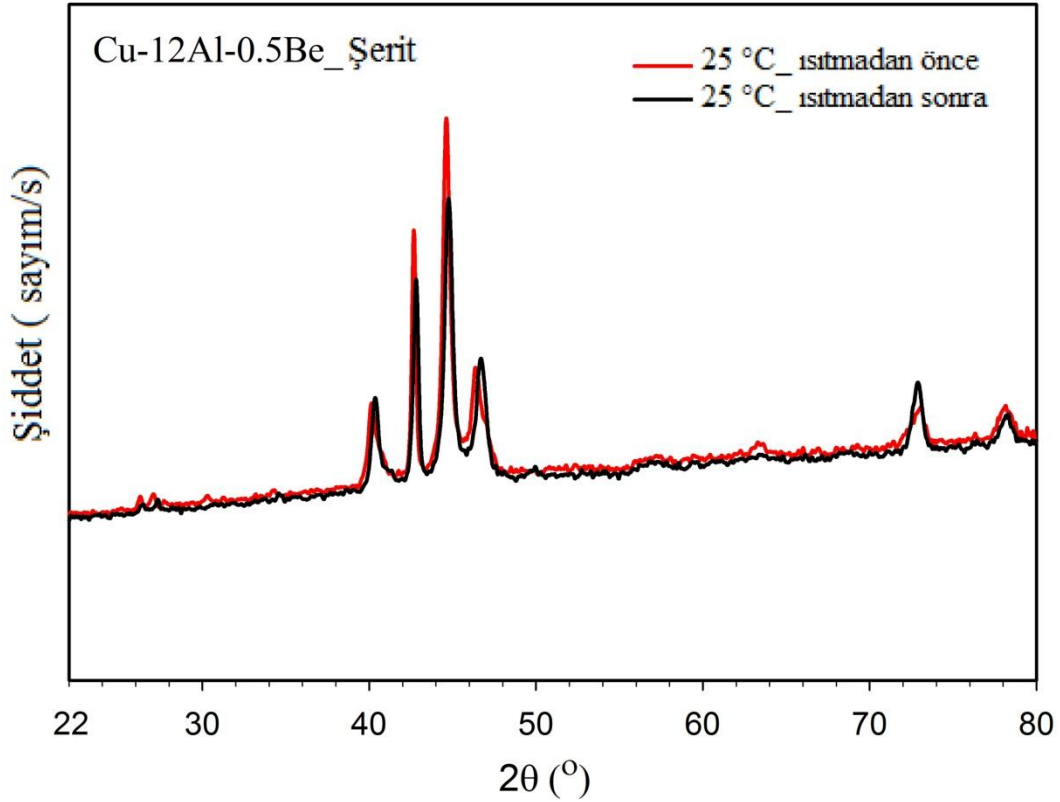


Diğer taraftan Cu-12Al-0,5Be şerit için dönüşüm öncesi sıcaklık aralığında yer alan 25°C ve dönüşüm sonrası sıcaklık aralığında yer alan 185°C’ de alınan ölçümler de karşılaştırılmıştır. 25°C ve 185°C’de 0,5Be içerikli şerit numune için alınan x-ışını toz kırınım desenleri Şekil 4.41’de birlikte verilmektedir.



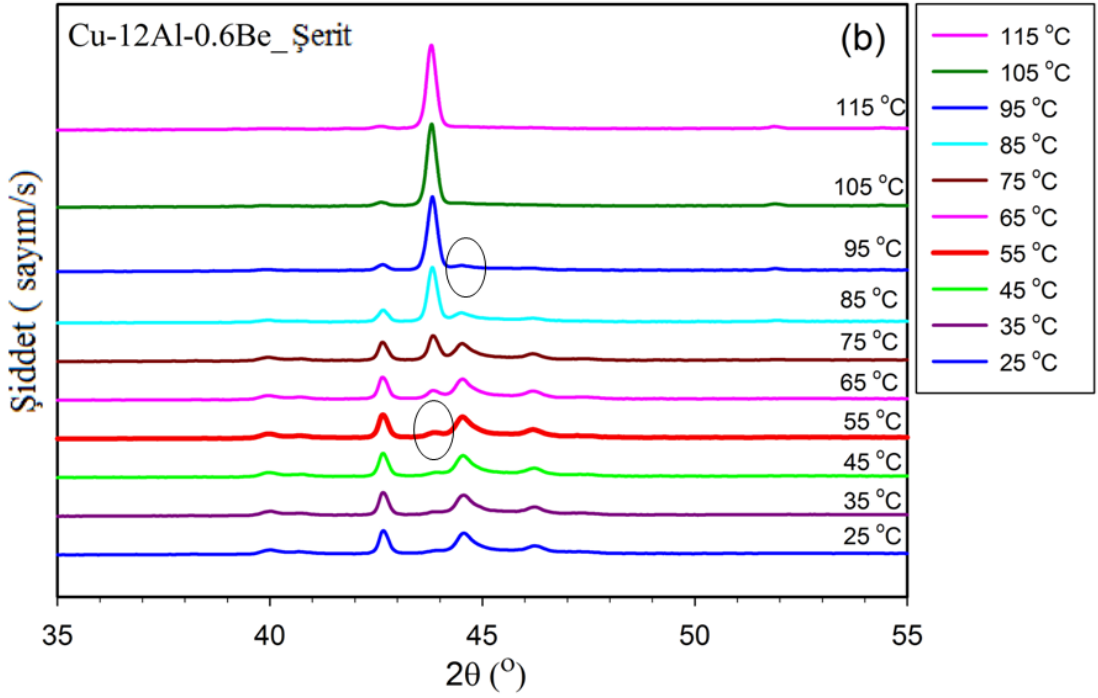
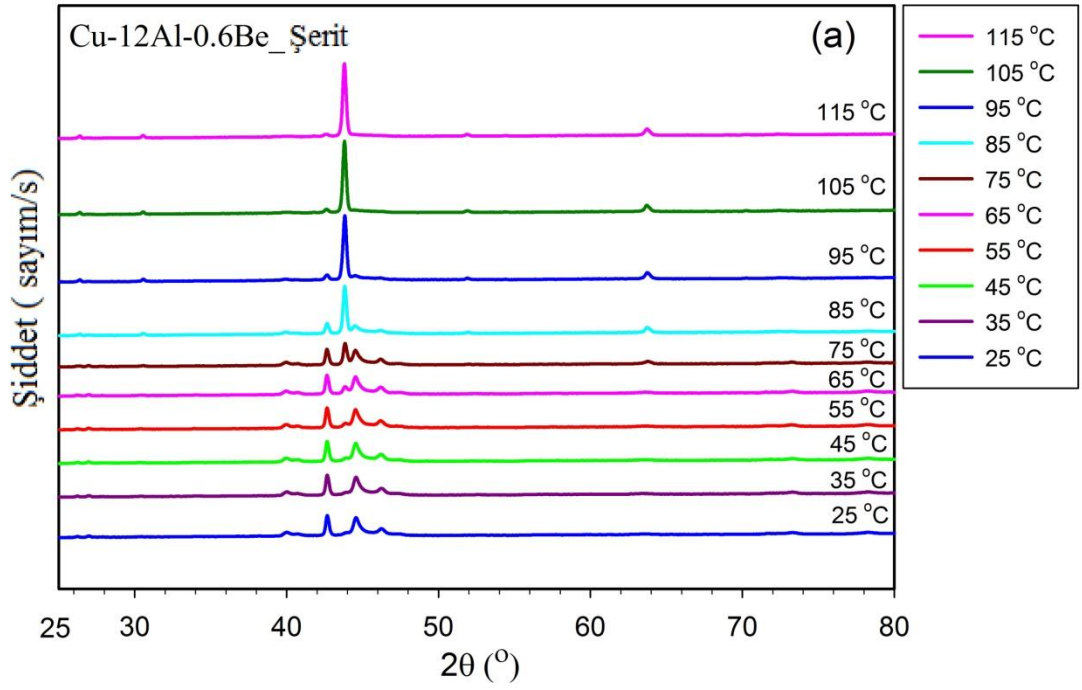
Şekil 4.41. Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait 25°C ve 185°C’de alınan XRD grafiği

Şekil 4.42’de Cu-12Al-0,5Be şerit numune için oda sıcaklığında alınan XRD grafiği ve ısıtma ve ardından soğutma sonrası elde edilen XRD grafiği birlikte verilmektedir. Şekil 4.42 incelendiğinde her iki XRD desenlerinin çok küçük bir sapma dışında hemen hemen üst üste çakıştığı görülmektedir. Oluşan bu küçük sapmanın XRD analizi sırasında sıcaklığın artması ile şerit numunenin hareket etmesi sonucu kaynaklandığı düşünülmektedir. Çok küçük bir sapma dışında XRD desenlerinin bu şekilde üst üste çakışması 0,5Be içerikli şerit numunenin başlangıçta oda sıcaklığında sahip olduğu faza tümüyle geri dönebildiğini göstermekte ve oldukça iyi şekil bellek özelliğine sahip olduğu anlamına gelmektedir. Elde edilen bu sonuç daha önce sıcaklık değişimi altında alınan SEM analizleri ile de uyum içindedir (bkz. Şekil 4.31).



Şekil 4.42. Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait 25°C ' de ısıtmadan önce ve sonra alınmış XRD desenleri

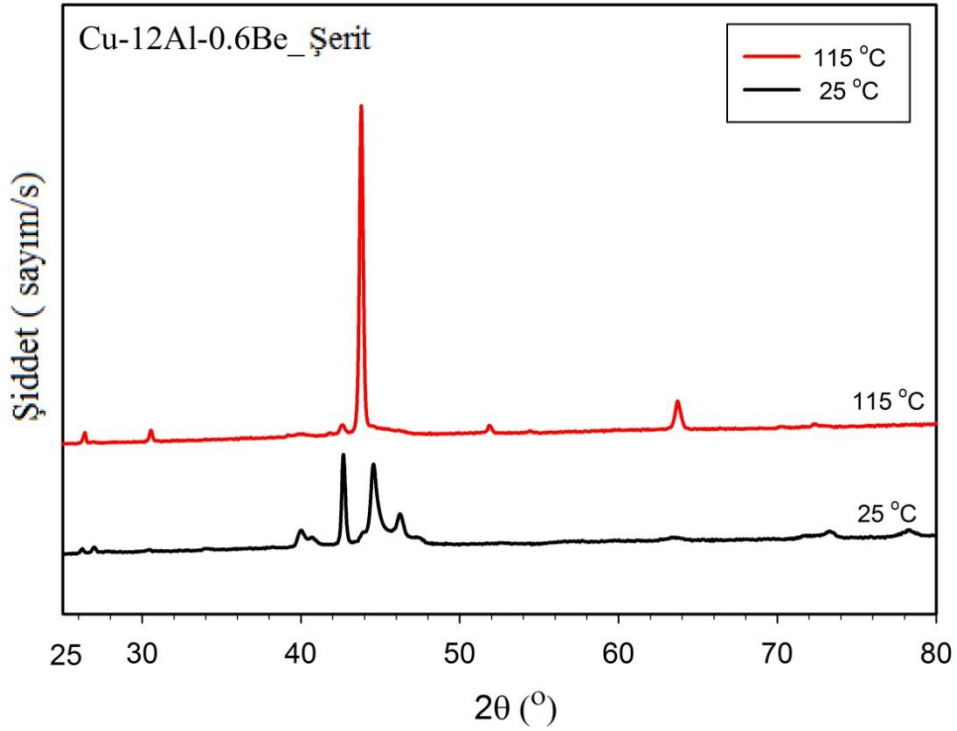
Cu-12Al-0,6Be şerit numune için 25-115°C sıcaklık aralığında alınan X ışını toz kırınım desenleri Şekil 4.43'de verilmektedir. Şekil 4.43 incelendiğinde, 25°C ile 55°C sıcaklık aralığındaki ölçümlerde, pik değerlerinin aynı olduğu görülmektedir. 55°C'de alınan ölçümde  $2\theta = 43,8^\circ$ 'de yeni bir pik oluşmaya başlamıştır.  $2\theta = 43,8^\circ$  de oluşmaya başlayan bu pikin daha iyi görülebilmesi için Şekil 4.43b' de 25-80° tarama aralığında alınan XRD paternleri 35° ile 55°'lik tarama aralığında yeniden çizdirilmiştir. Şekil 4.43b' de daire ile işaretlenen bu yeni pik, martensit fazdan ostenit faza dönüşümün bu sıcaklıkta başladığını göstermekte ve ostenit başlama sıcaklığı  $A_s = 55^\circ\text{C}$  olarak belirlenmektedir. 55°C ile 105°C arasındaki ölçümlerde  $2\theta = 40,1^\circ$ ,  $2\theta = 42,6^\circ$ ,  $2\theta = 44,5^\circ$ ,  $2\theta = 46,4^\circ$ ,  $2\theta = 72,5^\circ$ , piklerinin kaybolduğu görülmektedir. 95°C'de  $2\theta = 44,5^\circ$ 'deki martensit faza ait son pikin de 105°C'de kaybolduğu (Şekil 4.43b) ve ostenit faza ait  $2\theta = 43,8^\circ$ 'deki pikin 105°C'de maksimum şiddete ulaştığı görülmektedir. Bu durum martensit fazdan ostenit faza geçişin 105°C'de tamamlandığını göstermektedir.



Şekil 4.43. Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait 25 °C ve 115 °C sıcaklık aralığında alınan X-ışını kırınım desenleri a) 22° ile 80 ° tarama aralığında b) 35 ° ile 55 ° tarama aralığında

Böylece ostenit bitiş sıcaklığı  $A_f = 105^\circ\text{C}$  olarak belirlenmektedir. Bunun yanısıra  $55^\circ\text{C}$  ile  $105^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında  $2\theta = 30,6^\circ$ ,  $2\theta = 43,8^\circ$ ,  $2\theta = 51,8^\circ$  ve  $2\theta = 63,6^\circ$  değerlerinde de ostenit faza ait yeni pikler oluşmuştur. Oluşan bu yeni piklerin şiddetleri  $95^\circ\text{C}$  deki ölçümde artmaktadır. Özellikle  $55^\circ\text{C}$ 'de oluşmaya başlayan  $2\theta=43,8^\circ$  pikinin şiddeti dah önce de belirtildiği gibi  $105^\circ\text{C}$ 'de alınan ölçümlerde maksimum değerine ulaşmıştır. Böylece XRD desenlerinden  $A_s = 55^\circ\text{C}$  ve  $A_f = 105^\circ\text{C}$  olarak elde edilmiştir.

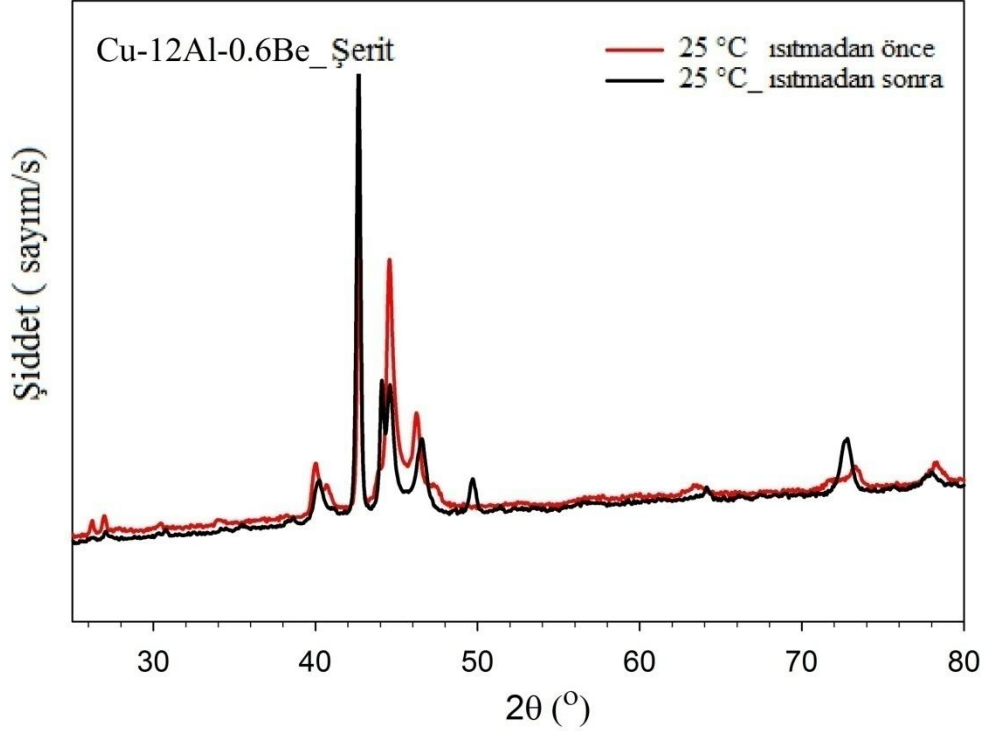
Şekil 4.44'de Cu-12Al-0,6Be şerit numune için dönüşüm öncesi ve sonrası sıcaklık aralığında yer alan  $25^\circ\text{C}$  ve  $115^\circ\text{C}$  sıcaklıklarında alınan ölçümler karşılaştırılmıştır. 0,6Be içerikli şerit numunenin  $25^\circ\text{C}$ 'deki (yani oda sıcaklığında) XRD grafiğinde tümüyle martensit faza ait pikler mevcut iken,  $115^\circ\text{C}$ 'deki XRD grafiğinde ise ostenit faza ait pikler görülmektedir.



Şekil 4.44. Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait  $25^\circ\text{C}$  ve  $115^\circ\text{C}$ 'de alınan XRD grafiği

Cu-12Al-0,6Be şerit numunenin başlangıçta oda sıcaklığında alınan XRD grafiği ısıtma ve ardından oda sıcaklığına soğutma sonrası alınan XRD grafiği ile birlikte Şekil 4.45'de verilmektedir. 0,6Be içerikli şerit numuneye ait bu grafikten görüleceği üzere XRD desenleri üst üste çakışmamakta ve bir miktar farklılık göstermektedir. Bu durum ısıtılan şerit numunenin oda sıcaklığına soğutma sonrası orjinal faza tümüyle geri

dönemediğini göstermektedir. 0.6Be içerikli şerit numune için elde edilen bu sonuç daha önce sıcaklık değişimi altında alınan SEM analizleri ile de uyum içerisinde (bkz. Şekil 4.34).



Şekil 4.45. Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait 25°C' de ısıtmadan önce ve sonra alınmış XRD desenleri

Cu-Al-Be şerit numunelere ait ostenit dönüşüm sıcaklıkları hem DSC hem de yüksek sıcaklık XRD analizleri sonucu tespit edilmiştir. Her iki analiz yöntemiyle elde edilen ostenit dönüşüm sıcaklıkları Çizelge 4.4' de birlikte verilmektedir.

Çizelge 4.4. Cu-Al-Be şerit numunelere ait ostenit dönüşüm sıcaklıkları

Şerit Numune	DSC		XRD	
	A <sub>s</sub> (°C)	A <sub>f</sub> (°C)	A <sub>s</sub> (°C)	A <sub>f</sub> (°C)
<b>Cu-12Al-0,5Be</b>	130	160	105	165
<b>Cu-12Al-0,6Be</b>	71	90	55	105

Çizelge 4.4 incelendiğinde DSC analizi ile yüksek sıcaklık XRD analizinden elde edilen değerlerin bir miktar farklı olduğu görülmektedir. Daha önce de belirtildiği üzere DSC analizleri numunelerin herhangi bir gerilme altında olmadığı durumda

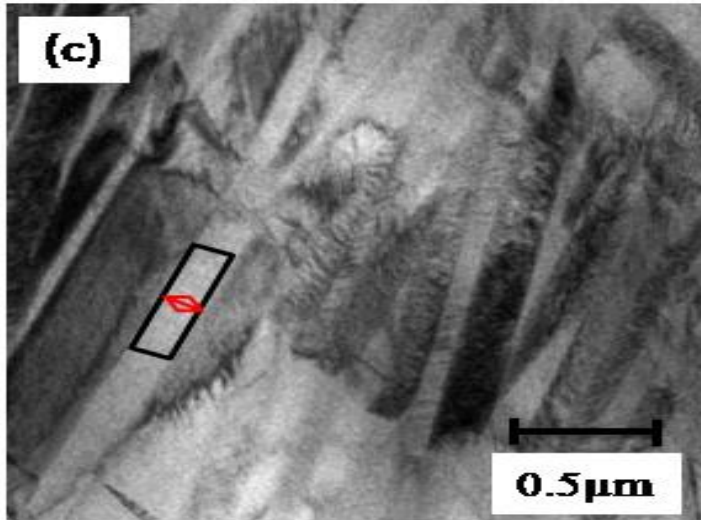
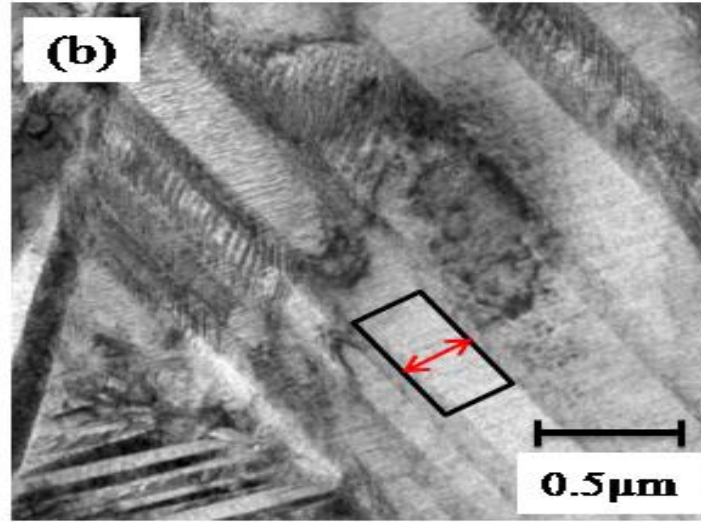
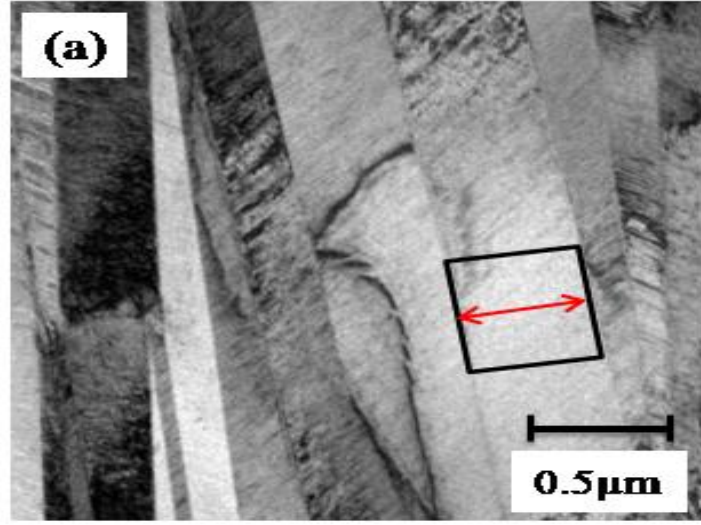
alınmaktadır. Şekil bellekli alaşımların faz dönüşüm sıcaklıkları uygulanan zor altında değişiklik gösterebilir. Bununla birlikte XRD analizlerinde ısıtma hızının DSC analizlerindeki ısıtma hızı (30°C/dk) ile farklı olması da söz konusu değerlerin farklı çıkmasına neden olabilir. Böylece yüksek sıcaklık XRD analizleri için şerit numunelerin bir miktar zora maruz kalması veya ısıtma ve soğutma hızlarının farklı olması sonucu dönüşüm sıcaklıklarının değişebileceği düşünülmektedir.

#### 4.9. TEM Analizi

Hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen Cu-Al-Be şerit numunelere ait geçirimli elektron mikroskop görüntüleri Şekil 4.46'da verilmektedir. Aydınlık alan TEM görüntülerinden görüldüğü gibi martensit yapı yan yana dizilmiş plaka varyantlardan oluşmaktadır. Farklı tonlara sahip bantlar farklı martensit varyantları göstermektedir (Nishiyama 1978; Morris 1992). Plaka varyantların bu şekilde dizilimi Cu temelli şekil bellekli alaşımlarda martensitin önemli bir özelliğidir (Sarı 2008).

Şekil 4.46'da üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be şerit numuneler için verilen aydınlık alan görüntülerinden martensit plakaların farklı kontrastlarda olduğu görülmektedir. Bu farklılık plakalar arasındaki yönelim farkından kaynaklanmakta ve farklı yönelimli plakaları birbirinden ayırmaktadır.

Şerit numunelerin TEM görüntülerinden martensit plaka kalınlıklarının bileşime bağlı olarak değiştiği gözlenmektedir (Şekil 4.46). 0,6Be içerikli şerit numunenin martensit plaka kalınlığı 0,4Be ve 0,5Be içerikli şerit numunelerin martensit plaka kalınlığı ile karşılaştırıldığında oldukça küçüktür. Bu bağlamda Cu-Al-Be şerit numuneler için Be miktarındaki artışın martensit plaka kalınlığını azalttığı sonucuna varılabilir. Martensit plaka kalınlığındaki bu azalmanın tane boyutuyla ilişkili olduğu düşünülmektedir. Daha önceki bölümde, şerit numuneler için alınan SEM analizlerinden Be miktarı arttıkça tane boyutunun azaldığı sonucuna varılmıştı (bkz. Şekil 4.25). Tane boyutundaki bu azalma tane sınırlarının artmasına neden olmaktadır. Tane sınırları da martensit varyantların ara yüzey hareketini sınırlamakta ve martensit plakaların büyümesini engellemektedir. Bu bağlamda hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen üç farklı bileşime sahip şerit numunelerde Be miktarındaki artışın martensit plaka kalınlığını azalttığı sonucuna varılmaktadır.



Şekil 4.46. Şerit numunelere ait TEM analizleri  
a) Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be c) Cu-12Al-0,6Be

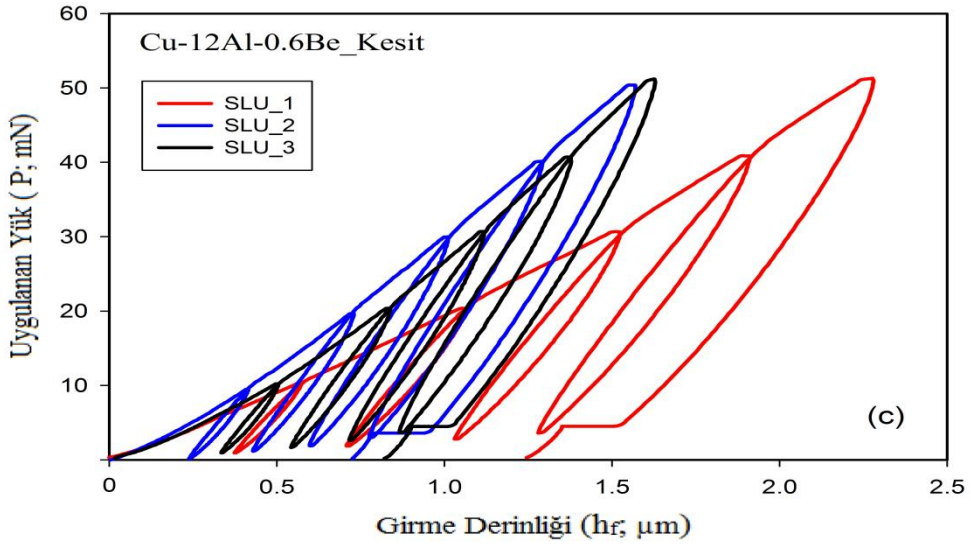
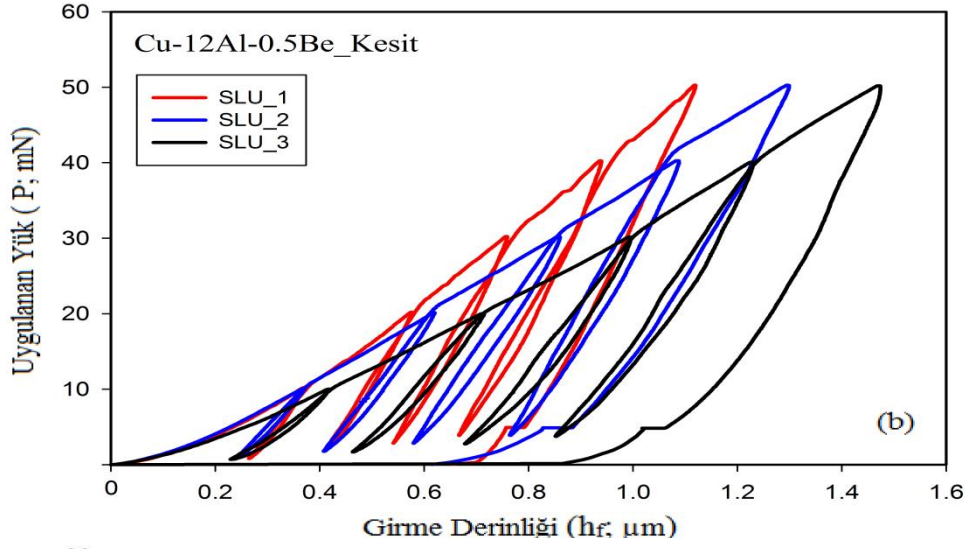
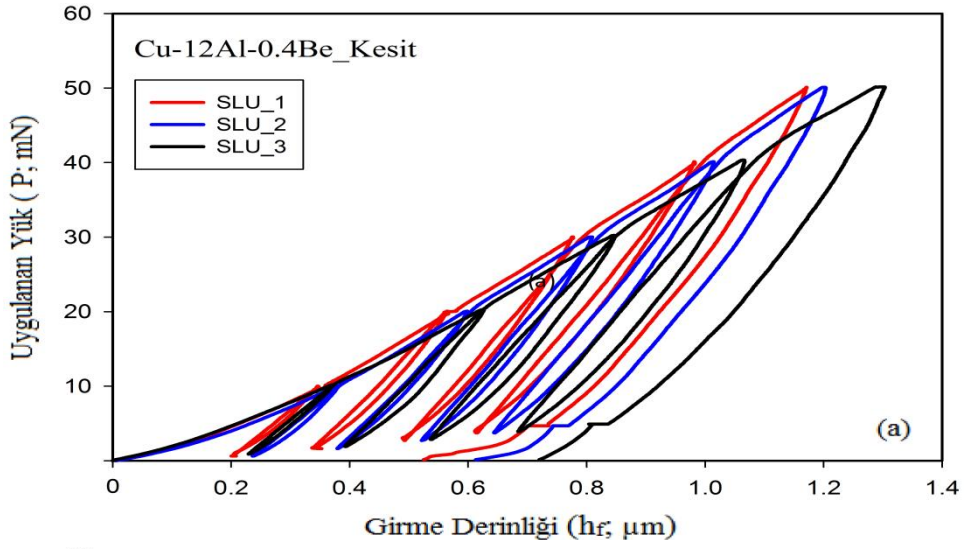
#### 4.10. Mekanik Karakterizasyon

Hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen Cu-12Al-xBe (x: 0,4, 0,5, 0,6) şerit numunelerin mekanik karakterizasyonunda (sertlik, elastiklik modülü, çevrimsel yük altındaki davranışları) Berkoviç uçlu nano-sertlik cihazı kullanıldı. Şerit kalınlığının yaklaşık 50 µm olması nedeniyle oluşabilecek altlık etkisine karşın tüm ölçümler şeritlerin kesitlerinden alındı. Ölçümler basamaklı (step load-unload (SLU)) yükleme-boşaltma modunda alındı. Yükleme hızı 5 mN/s olarak ayarlandı. Numunelere 0-50 mN aralığında (10 mN'luk artışlarla) yük uygulandı. Oluşabilecek deneysel hatalara karşı, her bir SLU için ortalama 6-8 ölçüm alındı. Aynı zamanda her üç şerit numuneye 10-50 mN aralığında olmak üzere toplam 30 kez tekrarlı yük uygulanarak çevrim (cycle) davranışları ayrıntılı bir şekilde incelendi.

Şekil 4.47, Cu-Al-Be şerit numunelere ait SLU eğrilerini göstermektedir. Her bir numune için yaklaşık 6-8 kez SLU analizi alınmış olup bunlardan yalnızca üçü aynı grafik üzerinde gösterilmiştir. Şekil 4.47'de SLU eğrilerinin üst üste binmediği ve her bir yükleme altında derinliklerin farklı olduğu görülmektedir. SLU sonuçlarının bu şekilde üst üste çakışmaması tekrarlanabilirlik göstermediği anlamına gelmektedir. Bu durum polikristal ŞBA'lar da yaygın olarak gözlenen bir davranıştır. Bu tür malzemelerde tekrarlanabilirliğin gözlenmemesinin nedeni, her bir tanedeki martensit plakaların farklı tercihi yönelime sahip olmalarından kaynaklanmaktadır ( Arciniegas ve ark., 2009).

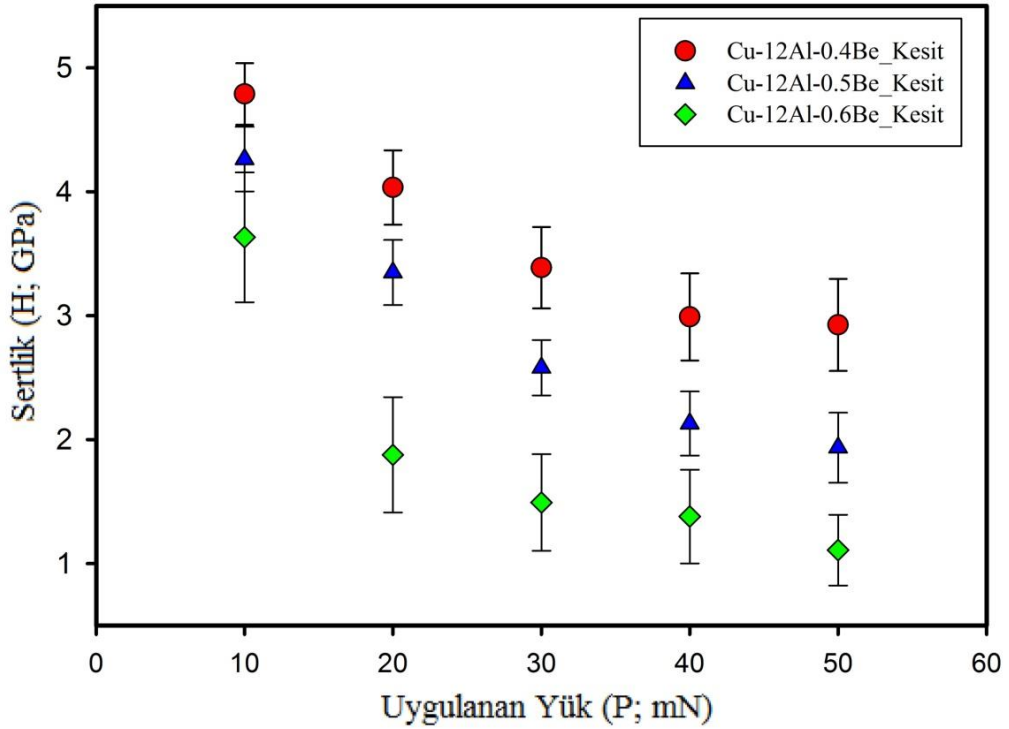
Şekil bellekli Cu-Al-Be şerit numuneler üzerinde yapılan çentme deneylerinde, çentici tarafından çentilen alan tane boyutundan daha küçüktür ve her bir çentme işleminde çentici farklı tanelere denk gelebilmektedir. Böylece her bir tanedeki plakaların yönelimine bağlı olarak da farklı davranışlar elde edilir. SLU eğrilerinde gözlenen bu tür değişimler (tekrarlanabilirlik göstermemesi) bu eğrilerden hesaplanan elastik modülü ve sertlik değerlerinde de aynı malzeme için farklı değerlerin bulunmasına ve bu değerlerde oldukça yüksek değişimlere neden olmaktadır. Bu nedenle sertlik ve elastik modülü hesaplamalarında tüm (6-8 ölçüm) SLU analizlerinin ortalaması alınmıştır.



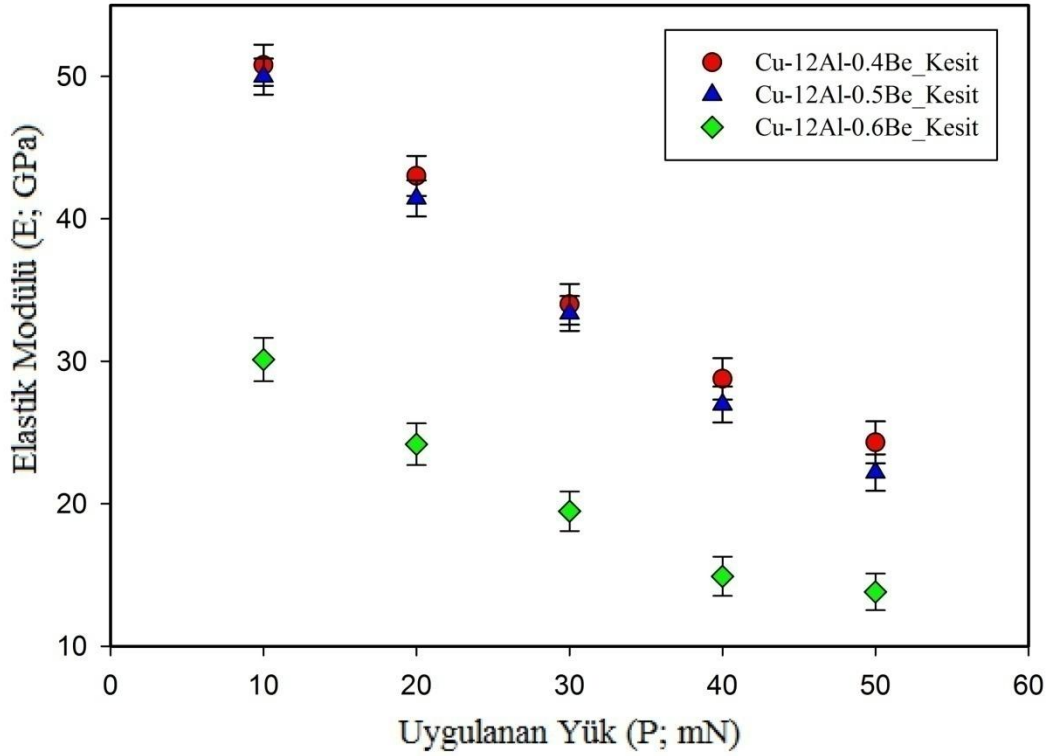


Şekil 4.47. Cu-Al-Be şerit numunelerin yük-yerdeğiştirme eğrileri  
a) Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be c) Cu-12Al-0,6Be

Şekil 4.48 ve Şekil 4.49, Cu-Al-Be ŞBA'lara ait SLU eğrilerinden hesaplanan sertlik ve elastik modülü değerlerinin yüke bağlı değişim grafiklerini göstermektedir. Sertlik ve elastik modülü değerlerinde artan yükte görülen azalma pek çok seramik ve metal alaşımlarda gözlenen çentik boyutu etkisi (ISE) tipi bir davranış göstermektedir. (Uzun ve ark., 2005; Kolemen ve ark., 2006; Rios ve ark., 2009). Literatürde ISE davranışı, çentici kusurları, çentici körlüğü veya çentici kalibrasyon hatası, diğer deneysel belirsizlikler (yüzey pürüzlülüğü, ilk kontak noktası belirsizliği vb.), yüzey sertleşmesi veya numunenin yüzeyinde oluşan oksit tabakası gibi etkenlere atfedilmiştir. ŞBA'lar ile ilgili nanoçentme çalışmalarında ise sertlik ve elastik modülünün yüke bağlı değişimi ile ilgili çalışmalar yok denecek kadar azdır (Linmao ve ark., 2005; Cai ve ark., 2011). Linmao ve ark. ŞBA'larda gözledikleri ISE davranışını zor-etkili faz dönüşümüne bağlamışlardır (Linmao ve ark., 2005).



Şekil 4.48. Cu-Al-Be şerit numunelere ait sertlik eğrileri

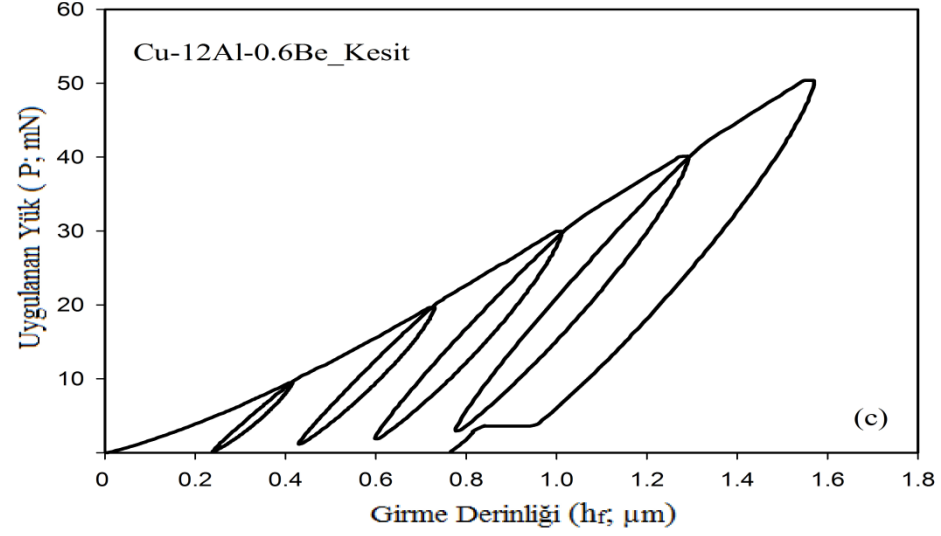
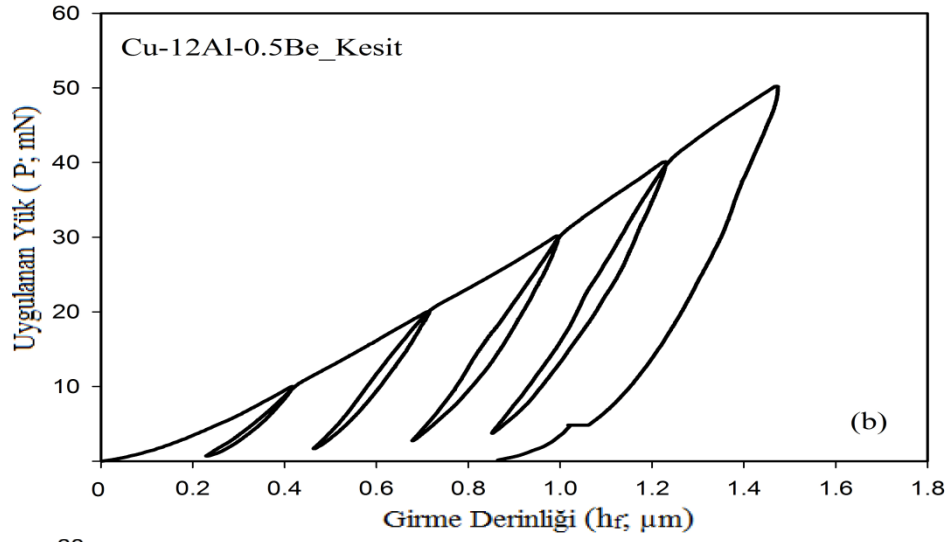
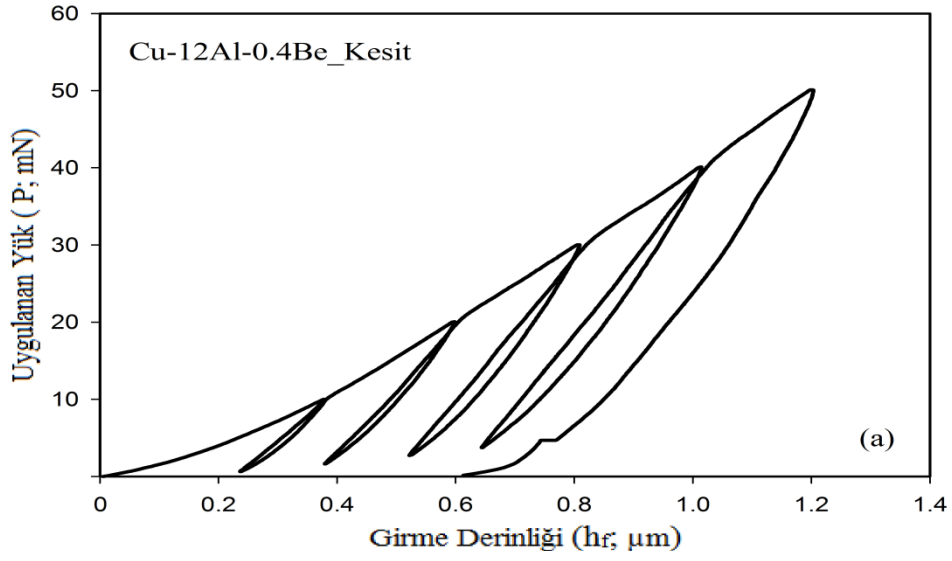


Şekil 4.49. Cu-Al-Be şerit numunelere ait elastik modülü eğrileri

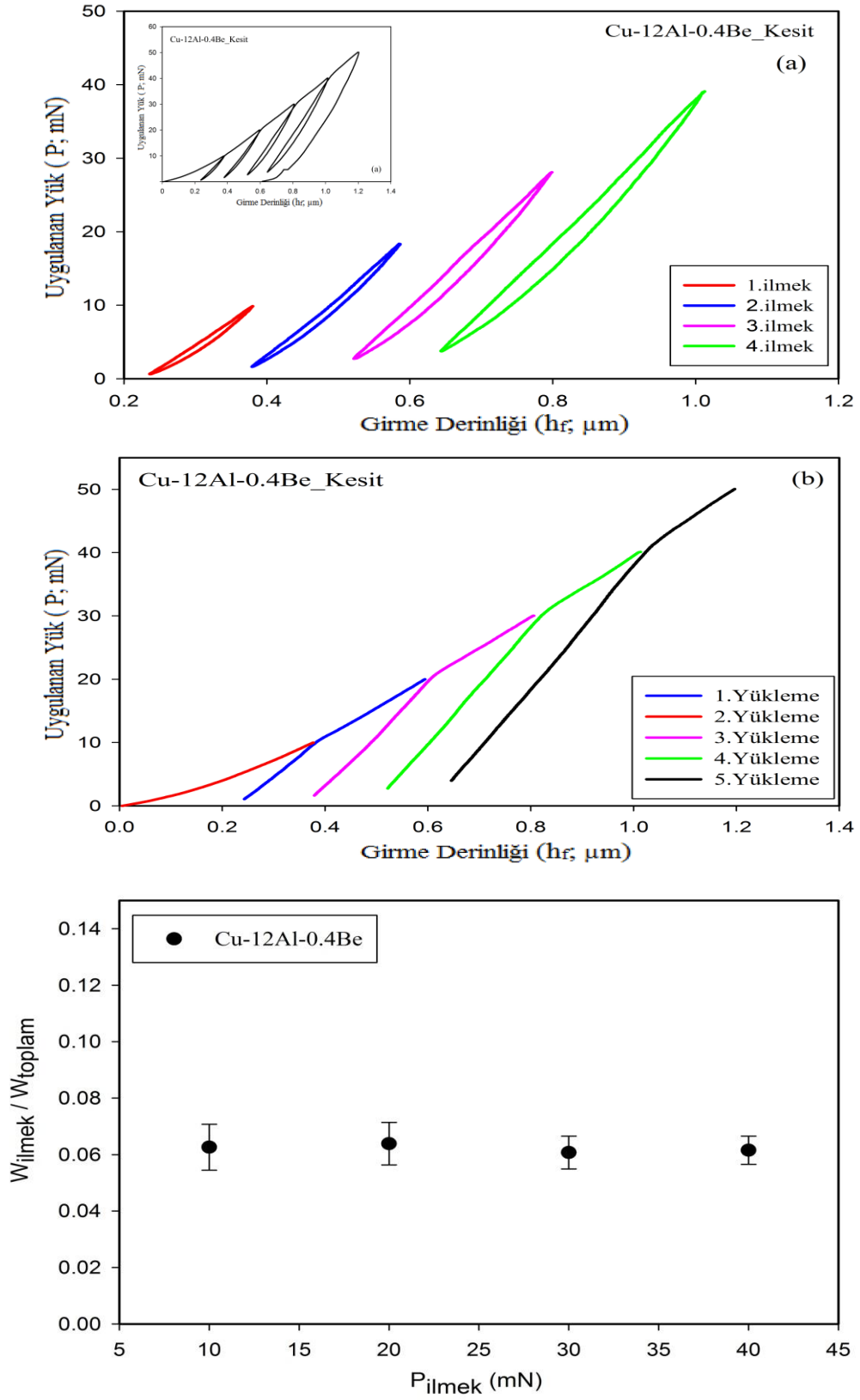
Şekil 4.50’de verilen Cu-Al-Be şerit numunelere ait SLU eğrilerinde boşaltma (unloading) ve yeniden yükleme (reloading) eğrileri arasında histerisis ilmekleri (loops) oluşmaktadır. Bu etki maksimum yük arttıkça daha net gözlenmektedir. Literatürde boşaltma ve yeniden yükleme eğrileri arasında kalan bu kapalı histerisis ilmekleri faz dönüşümlerinin açık bir işareti olarak değerlendirilmektedir. (Gogotsi ve ark., 2004; Frick ve ark., 2006; Arciniegas ve ark., 2009). ŞBA’lar da bu durum yükleme esnasında oluşan ve boşaltma süresince tekrar eski haline geri dönen zor-etkili martensitik dönüşüme (stress-induced martensitic transformation) atfedilmektedir (Maletta ve ark., 2012). Dönüşmeyen malzemelerde çevrimsel yükleme altında SLU eğrisinin boşaltma kısmı tümüyle elastiktir ve ardışık yeniden yükleme boşaltma kısmı ile aynı yolu izler. Diğer taraftan, dönüşen malzemelerde ise yük kaldırıldığı zaman hem elastik davranış hem de sürekli dönüşüm eğiliminde olan faz dönüşümü geri kazanıma katkıda bulunur ve ardışık yeniden yükleme süresince farklı bir zor durumu dönüşümü tekrar harekete geçirir. Bu durum SLU eğrilerinde ilmeklerin oluşmasına neden olur (Arciniegas ve ark., 2009).

Şekil 4.50’de verilen SLU eğrilerinden plastik deformasyon, elastik deformasyon ve malzemede harcanan enerjiler hesaplanabilmektedir. Nanoçentme testlerinde çentici numune yüzeyine batarken iş yapmış olur. Yapılan mekanik iş yük- yer değiştirme eğrisinin alanından belirlenir. Bu nedenle yükleme eğrisinin altında kalan alan çenticingin malzemeye batması için harcanan toplam enerjiye karşılık gelir. Boşaltma eğrisinin altında kalan alan ise, boşaltma esnasında malzeme tarafından geri kazanılan elastik enerjiyi temsil etmektedir. Bu iki alan arasındaki fark geri kazanılamayan (harcanan) enerjiye karşılık gelir.

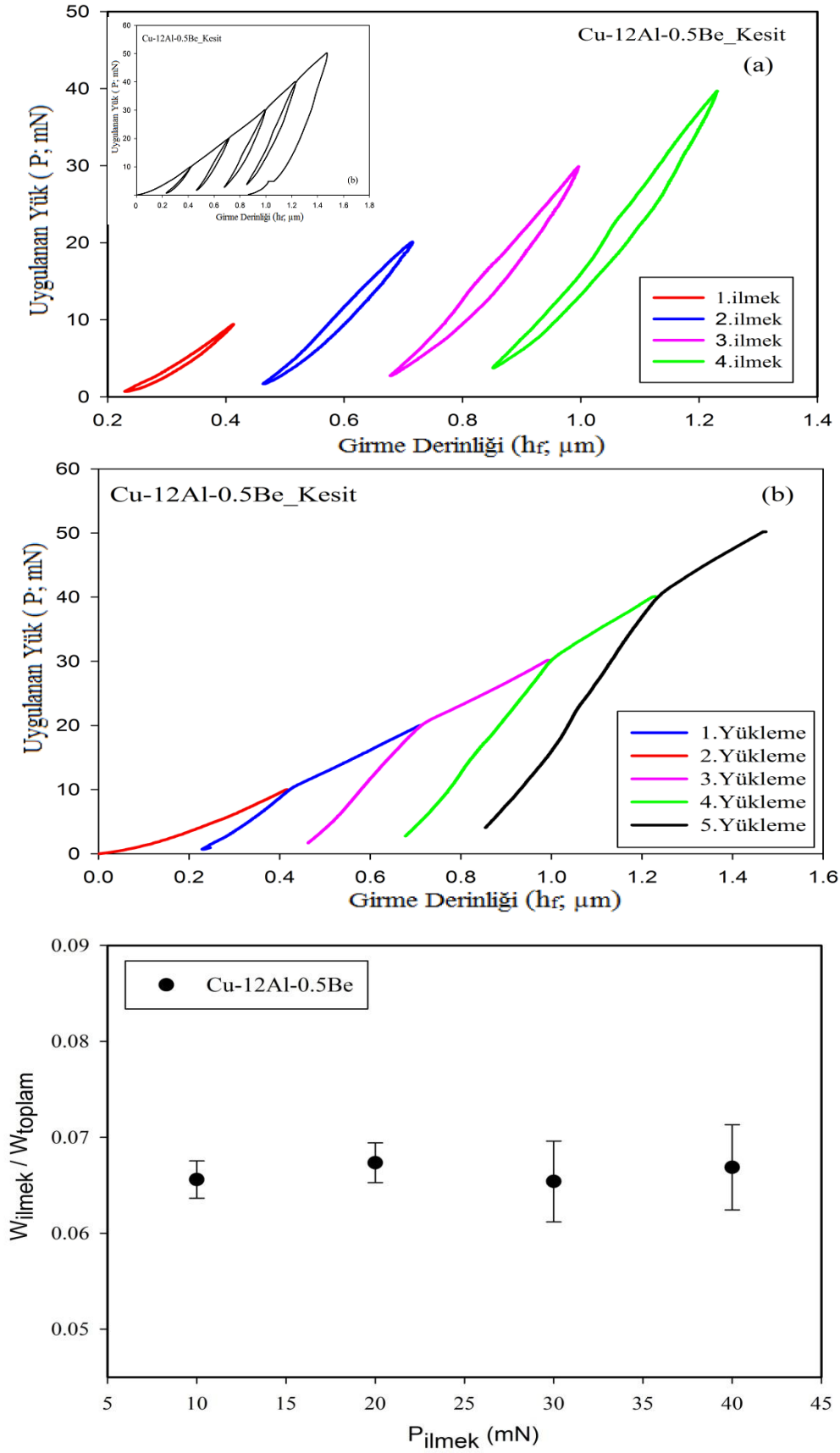
Nanoçentme testinden elde edilen SLU eğrileri (Şekil 4.50) malzemenin anelastik deformasyonunu karakterize etmek için kullanılmıştır. Üç farklı oranda üretilen şerit numunelerin her biri için, alınan tüm (6-8 ölçüm) SLU analizlerinden ayrı ayrı ilmek (loop) alanları ve toplam alanlar bulunmuş ve ortalamaları alınarak  $W_{loop}/W_{toplam}$  yani normalize harcanan enerji değerleri hesaplanmıştır. Şekil 4.51-53’de Cu-Al-Be şerit numunelerin her biri için, Şekil 4.50’de verilen SLU eğrileri temsili olarak seçilmiş ve bu eğrilerden yukarıda bahsi geçen loop alanları ( $W_{loop}$ ), toplam alanlar ( $W_{toplam}$ ) ve normalize harcanan enerjinin ( $W_{loop}/W_{toplam}$ ) nasıl hesaplandığı gösterilmiştir. Şekilde verilen SLU eğrilerinde 5 yükleme sonucu 4 ilmek oluşmaktadır. Her ilmeğin alanının toplam yükleme eğrisine oranı bize normalize harcanan enerjiyi verecektir.



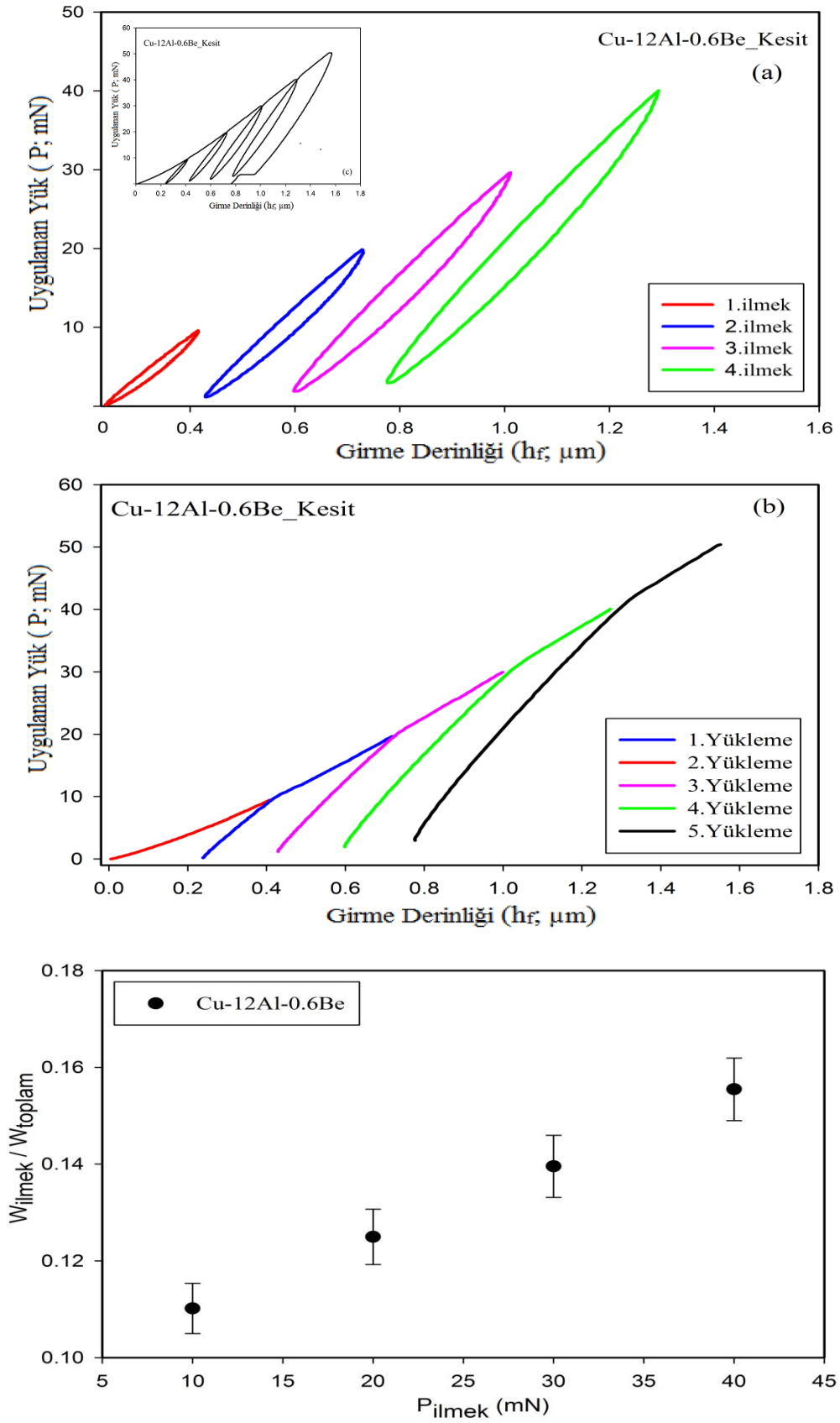
Şekil 4.50. Cu-Al-Be şerit numunelere ait SLU eğrileri  
a) Cu-12Al-0,4Be b) Cu-12Al-0,5Be c) Cu-12Al-0,6Be



Şekil 4.51. Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait a) loop alanları (W<sub>loop</sub>) b) Toplam alanlar (W<sub>toplamlar</sub>) c) Normalize harcanan enerji (W<sub>loop</sub>/W<sub>toplamlar</sub>)



**Şekil 4.52.** Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait a) loop alanları (Wloop) b) Toplam alanlar (Wtoplam) c) Normalize harcanan enerji (Wloop/Wtoplam)

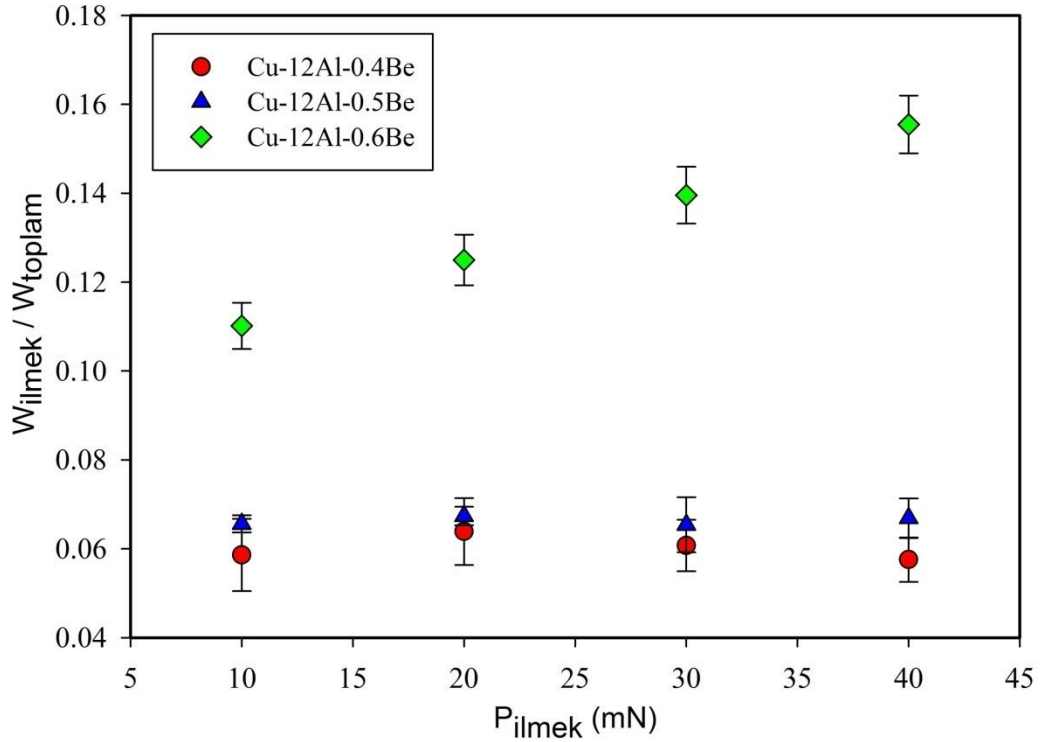


**Şekil 4.53.** Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait a) loop alanları (Wloop) b) Toplam alanlar (Wtoplam) c) Normalize harcanan enerji (Wloop/Wtoplam)



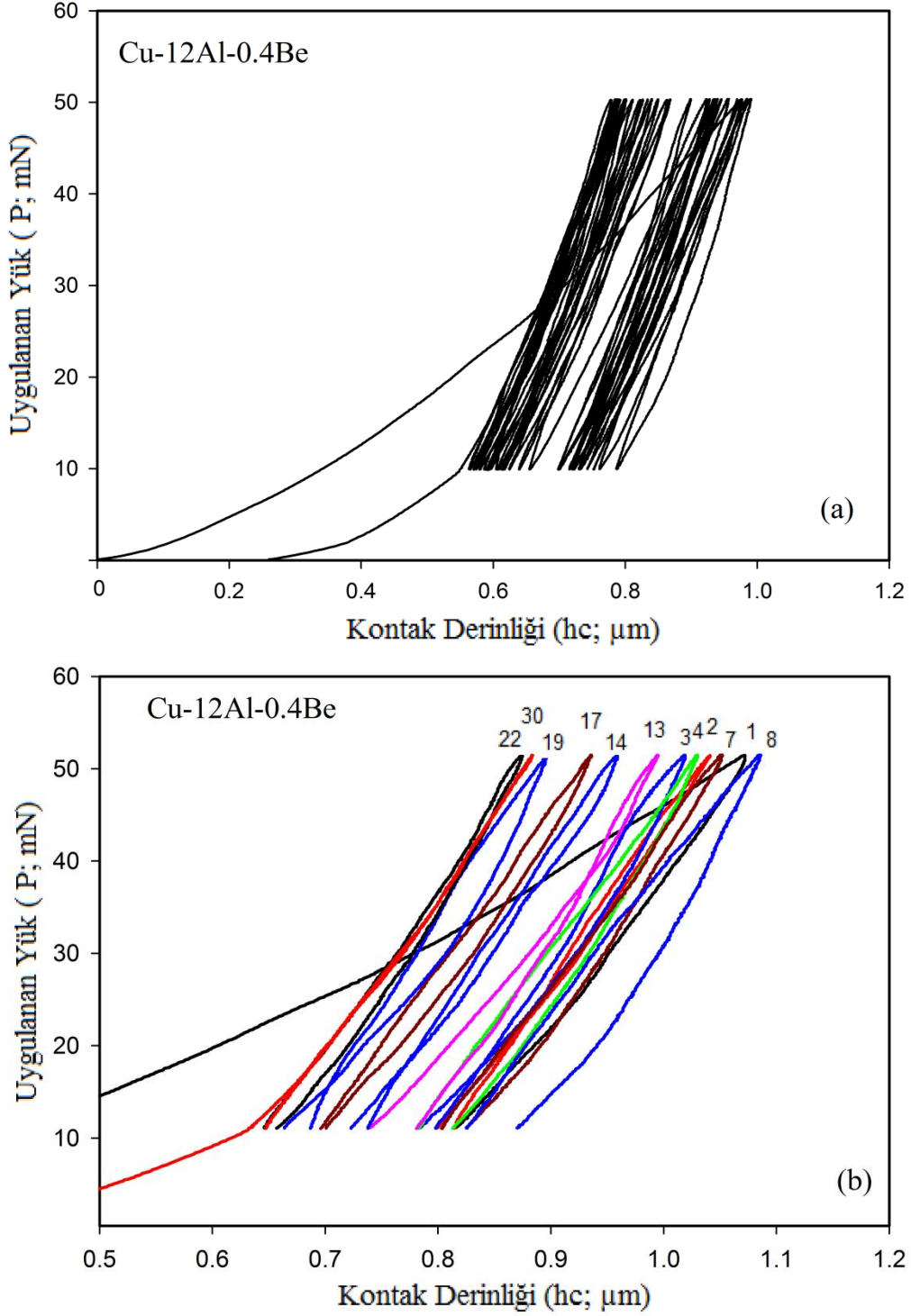
Şekil 4.54, üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be şerit numuneler için SLU testlerinden elde edilen normalize harcanan enerjinin yüke bağlı değişimini göstermektedir. Şekilden görüldüğü üzere normalize harcanan enerji değerlerinin 0.4 ve 0.5Be içerikli şerit numunelerde bütün yükler için çok az değişim gösterdiği neredeyse sabit bir değerde olduğu görülmektedir. Bu sonuç enerji absorpsiyonunun yükten bağımsız bir sabit değeri olduğunu göstermektedir. Bu oranın uygulanan yükten bağımsız oluşu literatürde önerilen malzemeyi karakterize eden ayırt edici bir özellik olabileceğini göstermektedir (Tweedie ve ark., 2005; Uzun ve ark., 2010).

0.6Be içerikli şerit numune için ise normalize harcanan enerji değerleri artan yüklerle birlikte artış göstermektedir. Bu durum 0.6Be içerikli şerit numune için artan yüklerle birlikte mikroyapısal değişikliklerde de artış olduğu anlamına gelebilmektedir.  $W_{ilme} / W_{topl}am$  0,4Be ve 0,5Be içerikli şerit numuneler için sırasıyla  $\sim 0,06$  ve  $\sim 0,07$  iken, 6Be içerikli şerit numune için  $\sim 0,1$ 'in üzerindeki değerlerde olduğu bulunmuştur.

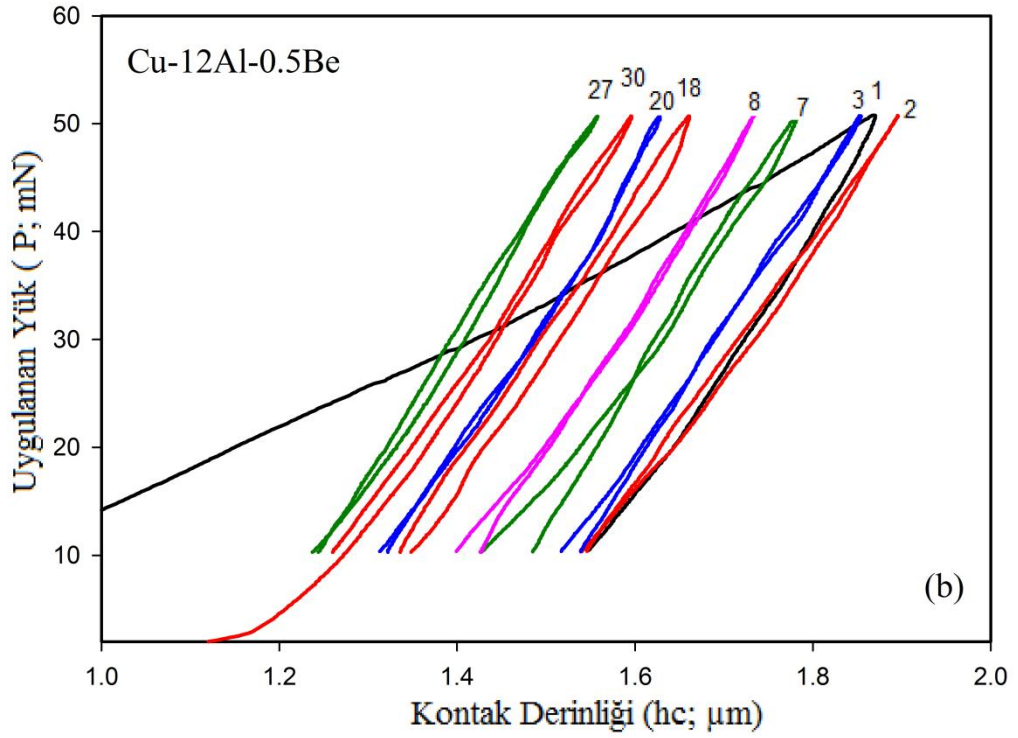
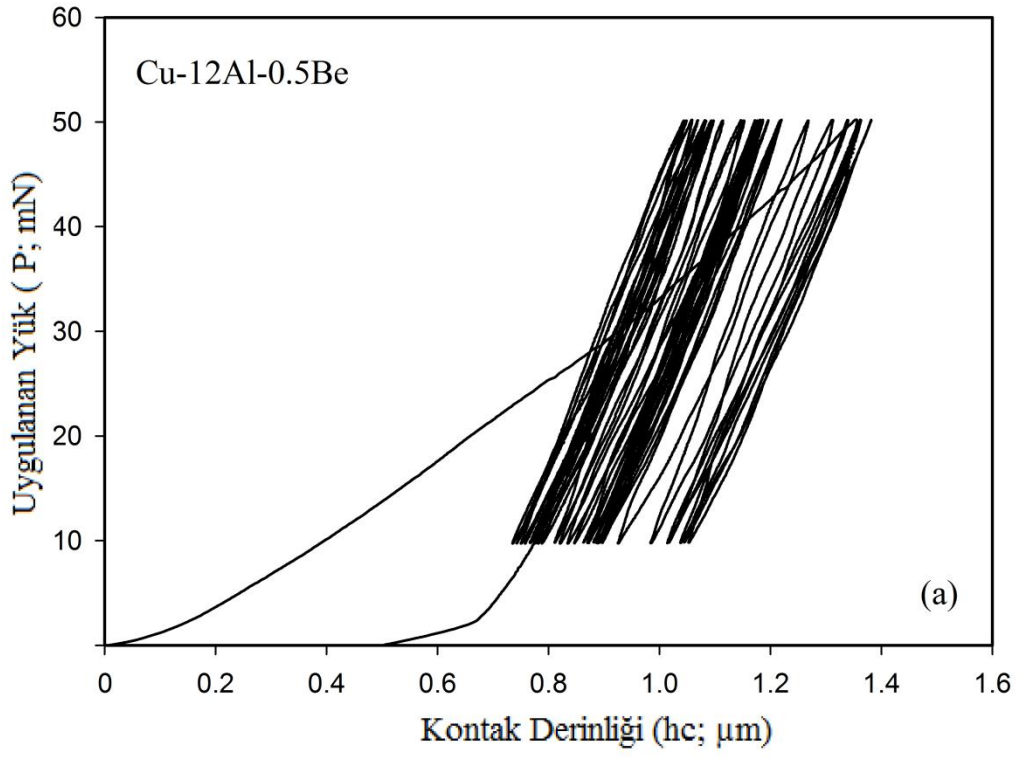


Şekil 4.54. Cu-Al-Be şerit numunelere ait normalize harcanan enerji ( $W_{ilme} / W_{topl}am$ ) grafiği

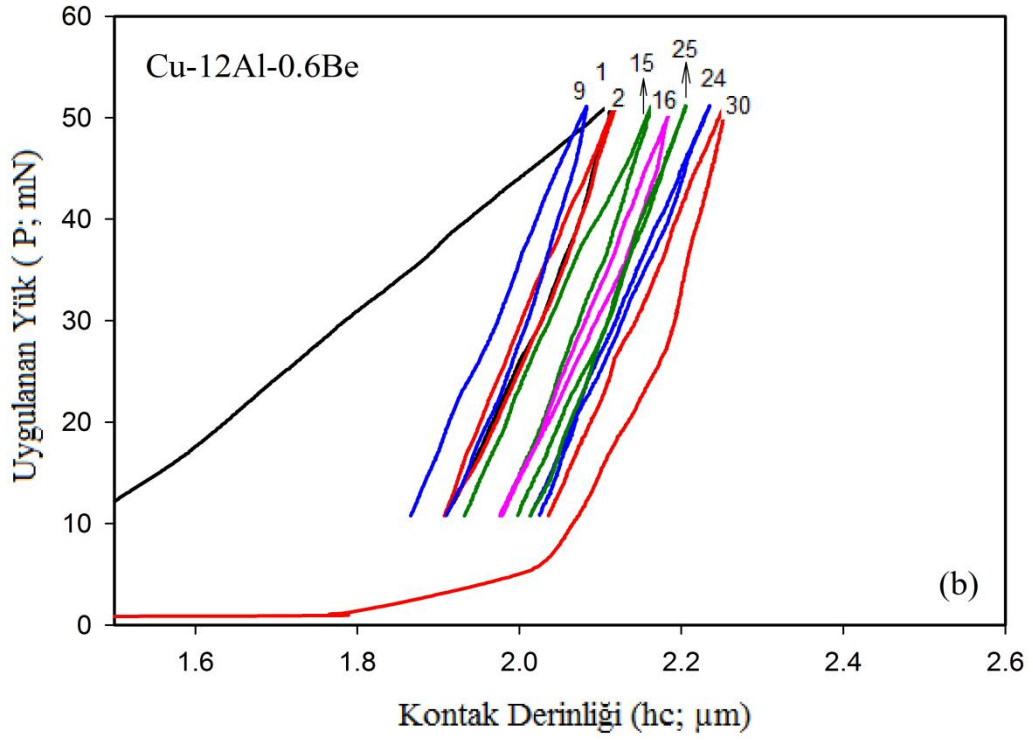
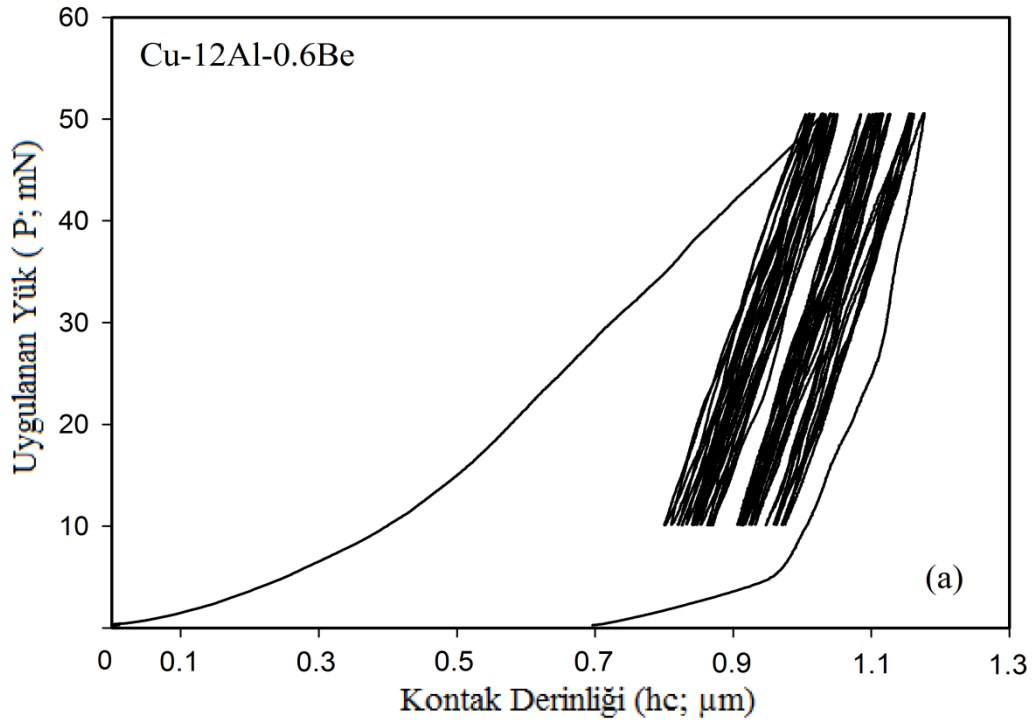
Şeritlerin sönümlenme özelliklerinin belirlenebilmesi için tekrarlı yük uygulaması yapıldı. Şekil 4.55-57, Cu-Al-Be şerit numunelerin 10-50 mN yükleme aralığında alınan tipik çevrimsel (cyclic) nanoçentme testinin yük-yer değiştirme eğrilerini göstermektedir.



Şekil 4.55. Cu-12Al-0,4Be kesit numunenin çevrimsel yükleme altında a)yük- yerdeğiştirme eğrisi b) Çevrim davranışının ayrıntılı gösterimi



Şekil 4.56. Cu-12Al-0,5Be kesit numunenin çevrimsel yükleme altında  
a)yük- yerdeğiştirme eğrisi b) Çevrim davranışının ayrıntılı gösterimi



Şekil 4.57. Cu-12Al-0,6Be kesit numunenin çevrimsel yükleme altında a)yük- yerdeğiştirme eğrisi b) Çevrim davranışının ayrıntılı gösterimi

Çevrim testinde derinliğin, çevrim sayısı arttıkça lineer bir artış göstermediği bazı çevrimlerde azaldığı görülür. Bu davranışın daha net gözlenebilmesi için bazı çevrimler daha büyük ölçekte verilmektedir (Şekil 4.55b, Şekil 4.56b ve Şekil 4.57b). Çevrimler üzerindeki numaralar çevrim sayısını göstermektedir. Şekil 4.55’de, birinci çevrimden hemen sonra ikinci ve üçüncü çevrimlerde toparlanma (geri kazanım) olduğu daha sonraki çevrimlerde tekrar bir derinlik artışı olduğu ve bunun ilerleyen çevrimlerde düzensiz bir şekilde devam ettiği görülmektedir.

Malzemenin çevrim sayısına bağlı olarak gösterdiği bu tepki pek çok polimerik ve seramik malzemelerin davranışlarından farklıdır. Bir malzemede farklı deformasyon mekanizmalarının varlığı malzemenin çentmeye gösterdiği tepkiyi değiştirebilmektedir. Bu malzemelerde çentmeye gösterilen farklı tepki de farklı bir deformasyon mekanizmasına işaret etmektedir (Gall, 2001). Cu-Al-Be alaşımlar test sıcaklığı, zorlanma seviyesi ve uygulanan zora (stress) bağlı olarak elastik ya da plastik olarak deforme olurlar. Bu deformasyonlarda etkin mekanizmalar dislokasyon hareketleri, zor kaynaklı martensitik dönüşüm ya da martensit yeniden düzenlenmeleri olabilmektedir.

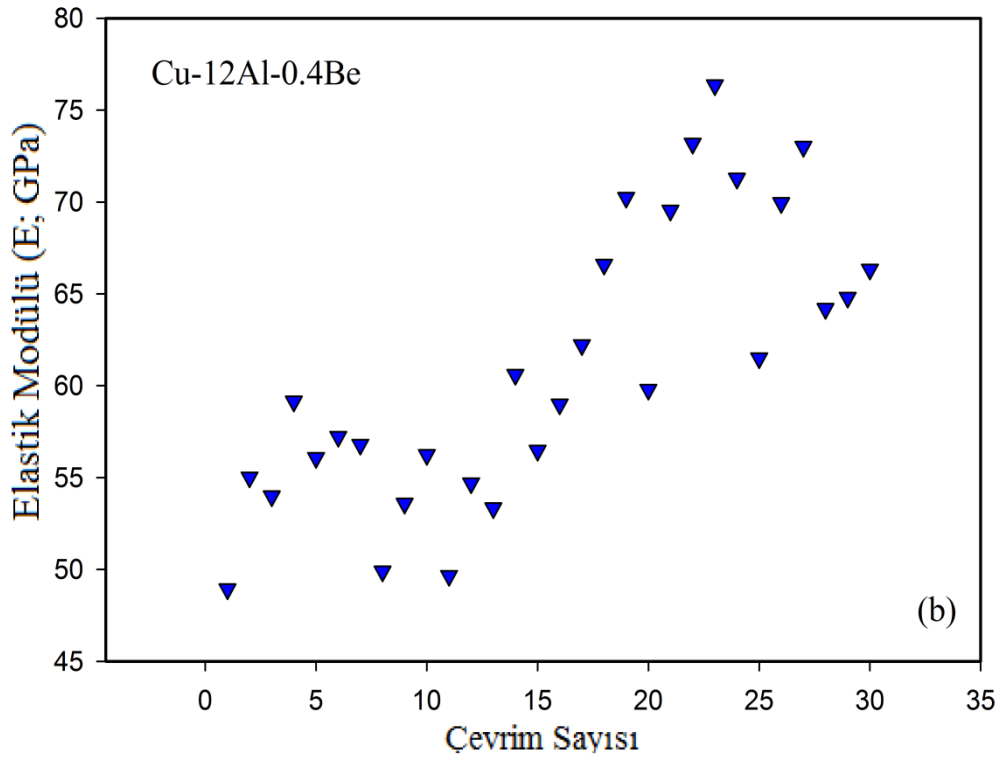
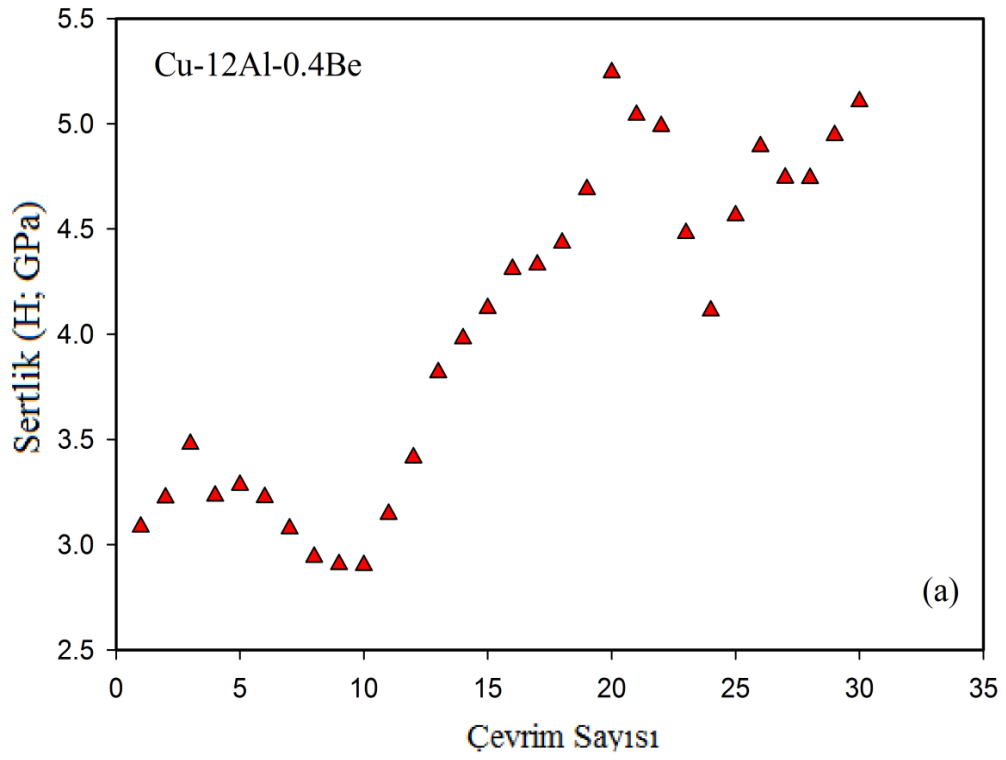
Boşaltma ve yeniden yüklemelerde yük-yerdeğiştirme eğrilerinin derinlik değerlerinin sürekli ileri-geri gitmesi şu şekilde açıklanır; Çentme testinin yükleme kısmında zor kaynaklı bir faz dönüşümü oluşur. Zor- etkili martensit oluşumu martensit sertleşmesine neden olur. Böylece derinlik azalır. Bununla birlikte numune üretimi sırasında oluşan ve belli bir enerji biriktiren mevcut termal martensitler de zor altında yeniden yönlendirilme eğilimindedirler. Ardışık sonraki yüklemelerde uygulanan zor belli bir kritik değere ulaştığında biriken enerji serbest kalır ve geri toparlanmaya neden olur (Arciniegas ve ark, 2009). Bu geri toparlanma sonrası yükleme ardışık olarak devam ettirildiği için bu olay kendini tekrarlar.

Şekil 4.55-57’de dikkat çekici bir diğer husus da, ilmek (loop) alanlarının çevrim sayısı ile artıp azalmasıdır. Örneğin Şekil 4.55’de, 19. çevrimin alanı 14. çevrimin alanından büyüktür. Bu durum her bir çevrimde absorplanan enerjinin farklı olduğunu ve polimer ya da diğer malzemeler gibi artan çevrim sayısı ile azalmadığını göstermektedir. Bu durum malzemenin önemli bir avantajını ortaya koymaktadır. Bu malzeme sürekli olarak enerji absorplamakta ve polimerlerde olduğu gibi bir azalma ya da tükenme söz konusu olmamaktadır.

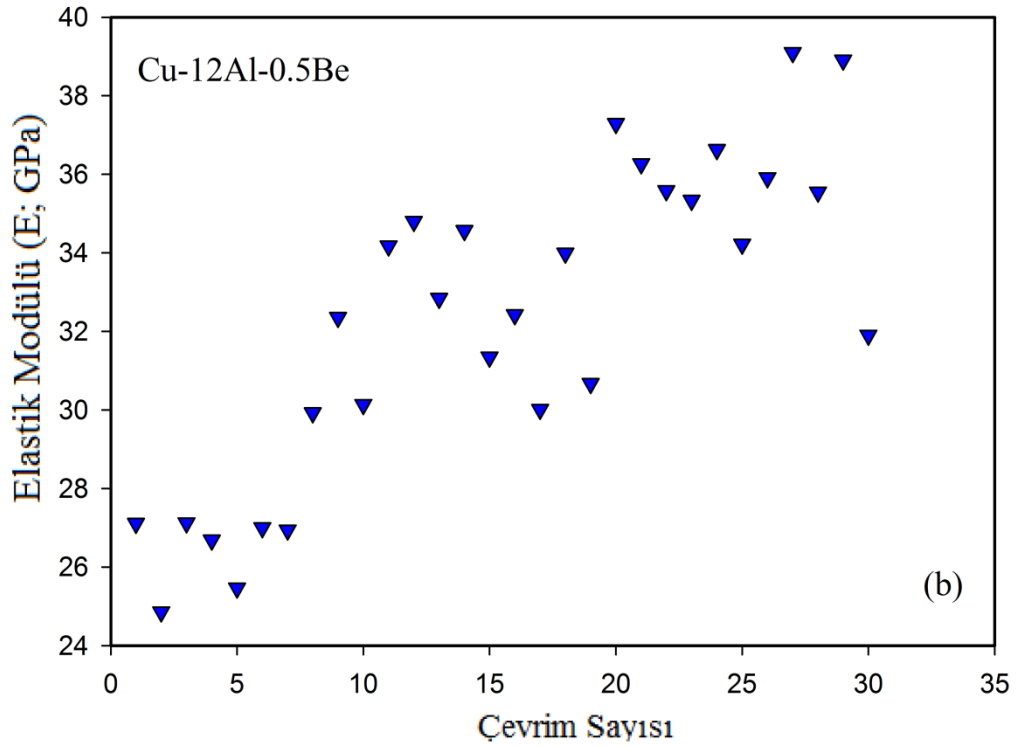
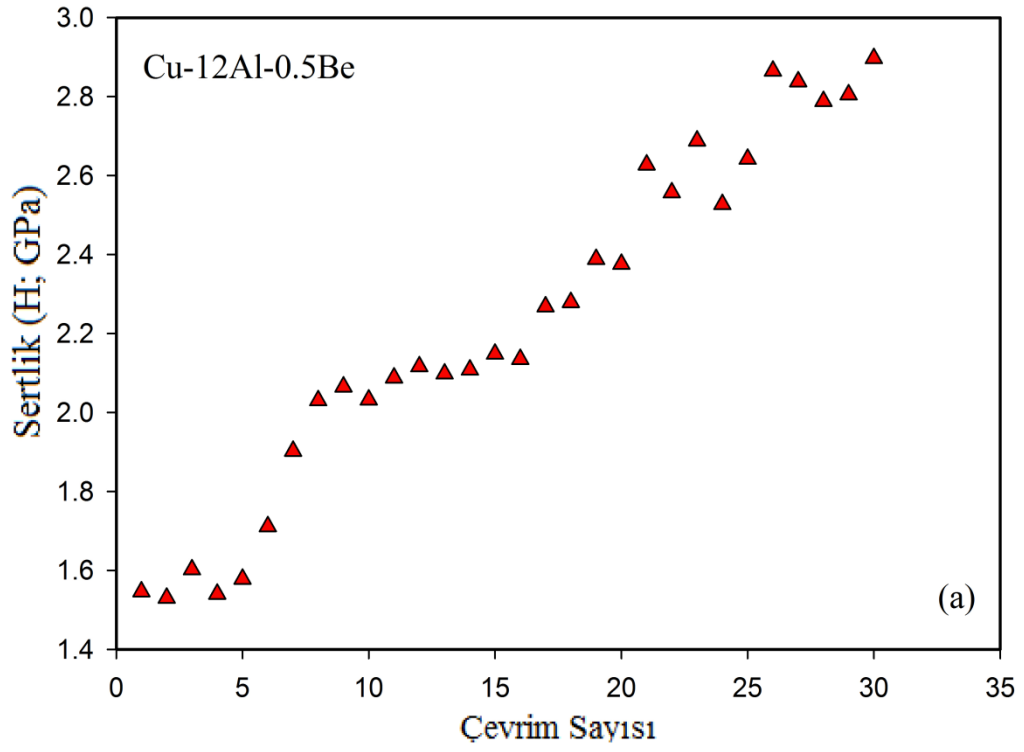
Cu-Al-Be şerit numunelerin çevrimlere (yeni yüklemelere) gösterdiği tepki farklı olduğu için bu çevrimlerden elde edilen sertlik ve elastiklik modülü değerleri de farklılık göstermektedir.

Cu-Al-Be şerit numunelere ait çevrim sayısına bağlı sertlik ve elastik modülü grafikleri Şekil 4.58-60' da verilmiştir. Dönüşümlü test boyunca elastik modülü ve sertlik değerleri artan ve azalan bir durum sergilemiştir. İlk çevrimden itibaren sertlik ve elastik modülünün artan ve azalan değerleri mikroyapısal değişiklikleri işaret etmektedir (Gloanec ve ark., 2013). Alaşımların martensitik durumda plastik deformasyona uğratılması sonucu oluşabilecek söz konusu mikroyapısal değişiklikler; ikizlenmeler, martensit varyantlara ait ara yüzey hareketleri ve varyantların uygun yönelimlerde birleşimi, martensit plakalar arasında deformasyon etkili yeni martensit plakaların oluşması (stres-induced martensit) ve mevcut martensit yapının bir başka martensit yapıya (martensit-martensit faz dönüşümü) dönüşmesi şeklindeki oluşumlar olabilmektedir.

Şekil 4.58 ve Şekil 4.59' da sırasıyla 0,4Be ve 0,5Be içerikli şerit numuneler için sertlik ve elastik modülü değerleri artma eğiliminde iken 0,6Be içerikli şerit numune için azalma eğilimi göstermektedir. Söz konusu azalmanın nedeninin çevrim yumuşaması (cyclic softening) olduğu düşünülmektedir. Çünkü çevrim (cyclic) yumuşamasının örgü kusurlarının yeniden düzenlenmesi ile ilişkili olduğu bilinmektedir. ŞBA'larda söz konusu örgü kusurları martensit ikizlerin yeniden yönelimine atfedilmektedir ve bu durum çevrim yumuşaması olayına neden olmaktadır. (Xie ve ark., 1998; Liu ve ark., 1998,1999). 0,4Be ve 0,5Be içerikli şerit numunelerde çevrim sayısı arttıkça sertlik ve elastik modülü değerlerinde gözlenen artışın ise çevrim (cyclic) sertleşmesine bağlı olduğu düşünülmektedir. Çevrim (cyclic) sertleşmesi yeni örgü kusurlarının oluşması ile ilişkilidir. ŞBA'larda söz konusu örgü kusurları zor etkili martensitlere atfedilmektedir. Zor altında oluşan martensit ikizler martensit zorlanma (strain) sertleşmesine neden olmaktadır. Martensit zorlanma sertleşmesi sonucu 0,4Be ve 0,5Be içerikli şerit numunelerde çevrim sayısı ile birlikte sertlik ve elastik modülü değerlerinde artma eğilimi görülmüştür.

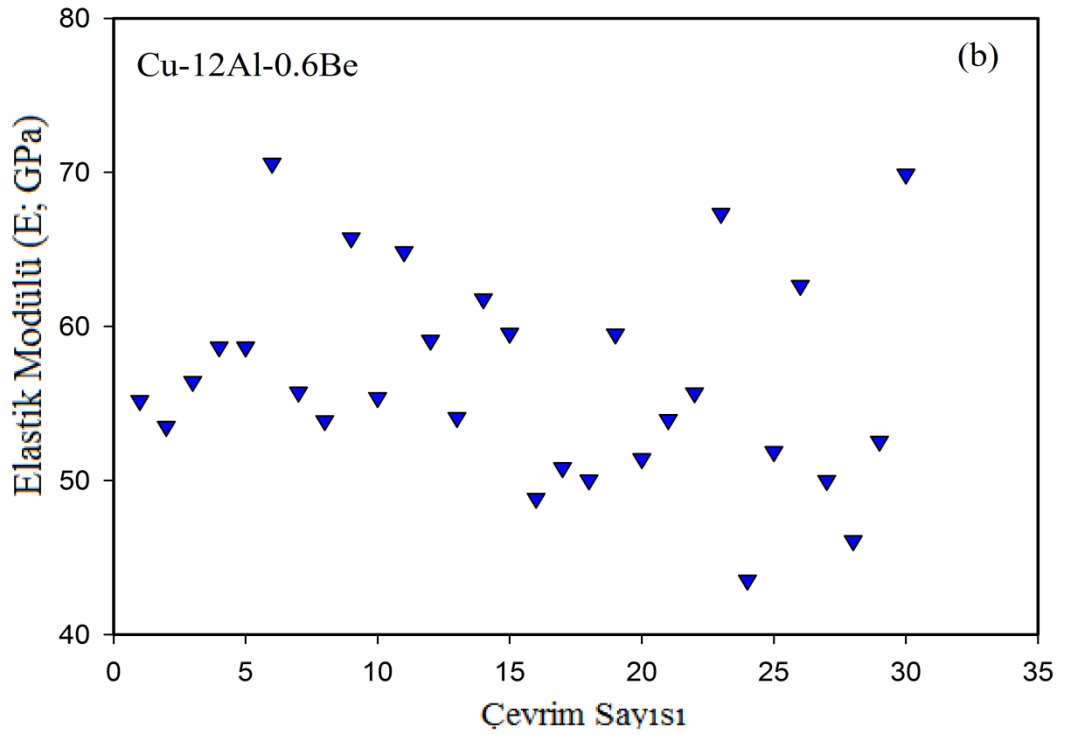
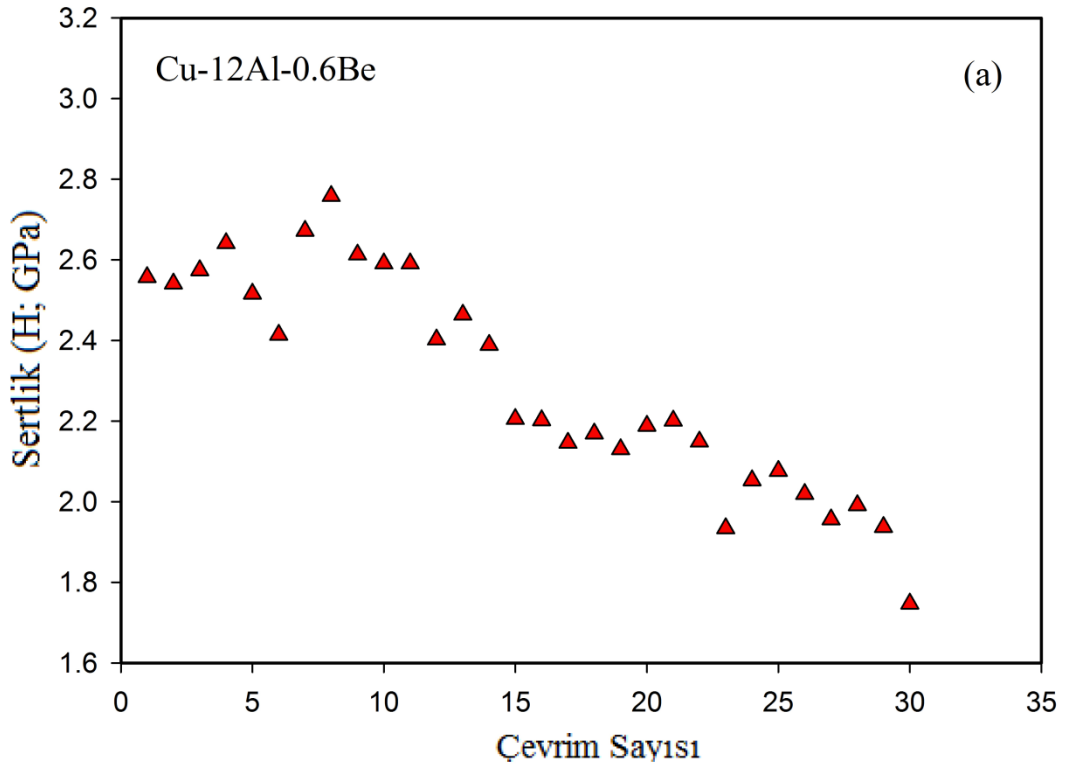


Şekil 4.58. Cu-12Al-0,4Be şerit numuneyle ait çevrimsel yükleme altında çevrim sayısına bağlı a) Sertlik b) Elastik Modülü eğrileri



Şekil 4.59. Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait çevrimsel yükleme altında çevrim sayısına bağlı a) Sertlik b) Elastik Modülü eğrileri

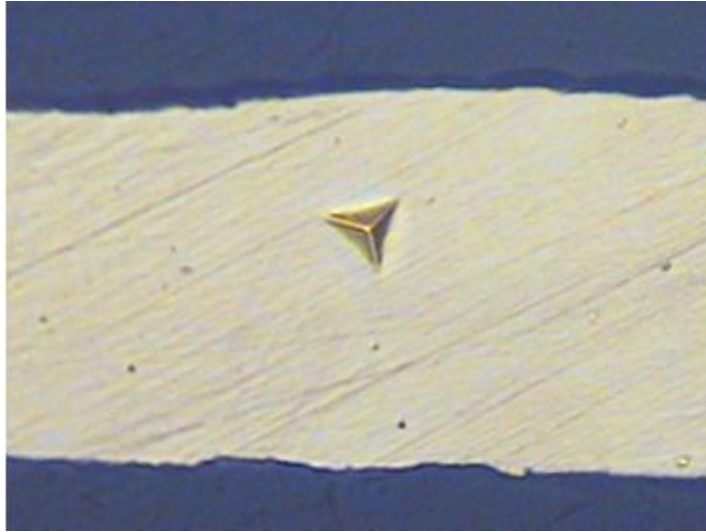




Şekil 4.60. Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait çevrimsel yükleme altında çevrim sayısına bağlı a) Sertlik b) Elastik Modülü eğrileri

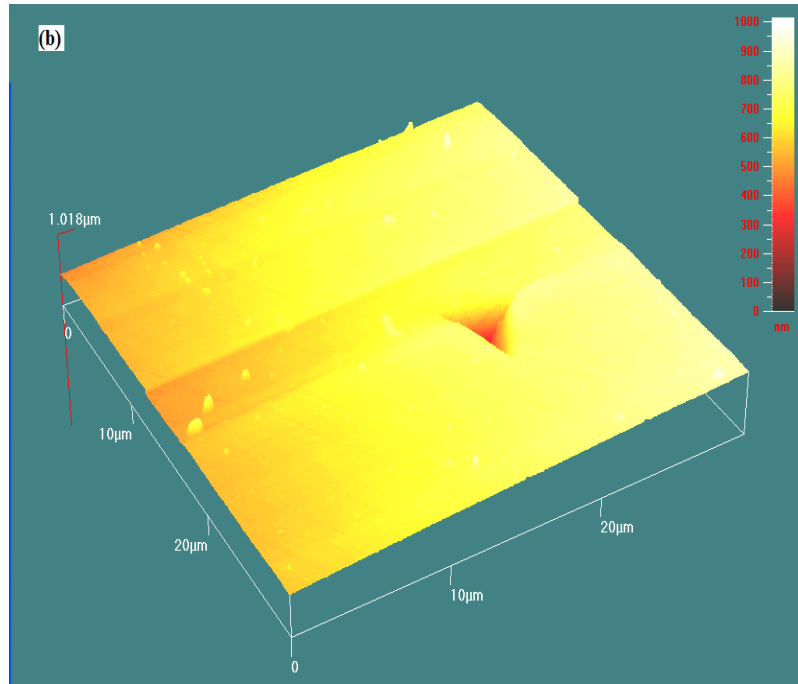
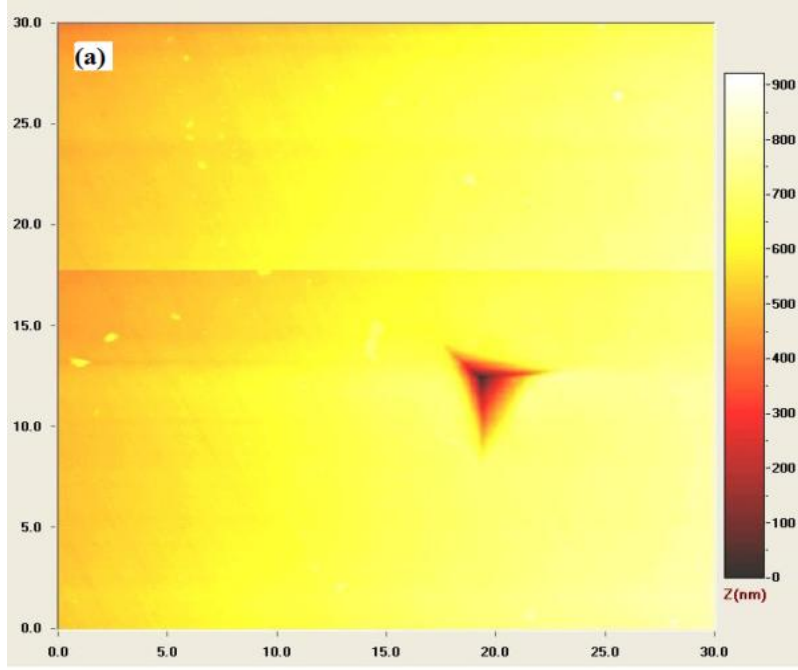
#### 4.11. AFM Analizi

Nanoçentme testlerinde, malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemek için izin doğrudan gözlenmesine gerek yoktur. Malzemelerin sertlik, elastik modülü, sürünme gibi pek çok özelliği nanoçentme testlerinden elde edilebilmektedir. Ancak bazı malzemelerde ucun etrafında meydana gelen yığılmalar (pile-up), teorik olarak hesaplanan değerlerin hatalı çıkmasına sebep olmaktadır (Mencik, 2006). İz etrafındaki yığılmalar optik yollarla tespit etmek mümkündür, ancak yığılmanın miktarının belirlenmesi olanaksızdır. Bu nedenle triboloji analizlerinde kullanılan AFM cihazları nanoçentme cihazlarıyla birlikte kullanılarak malzeme yüzeyinde açılan iz görüntülenmektedir. Şekil 4.61' de Cu-12Al-0,6Be şerit numune yüzeyinde Berkoviç uç ile 50 mN yük altında açılan izin optik görüntüsü verilmektedir. Şekil 4. 62-64'de hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen Cu-12Al-0,4Be, Cu-12Al-0,5Be ve Cu-12Al-0,6Be şerit numunelere ait 50 mN'luk yük altında Berkoviç uçla açılan izlerin 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM görüntüleri verilmektedir.

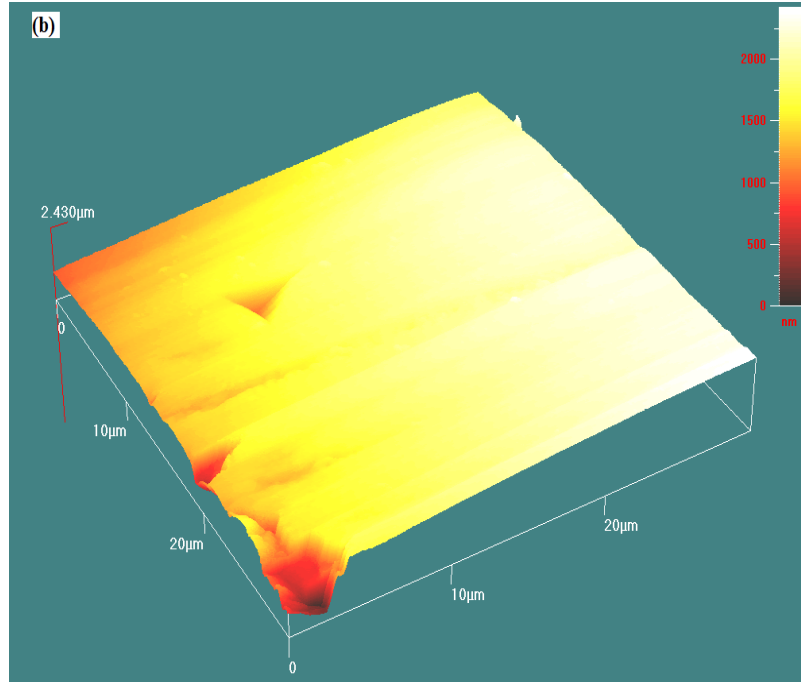
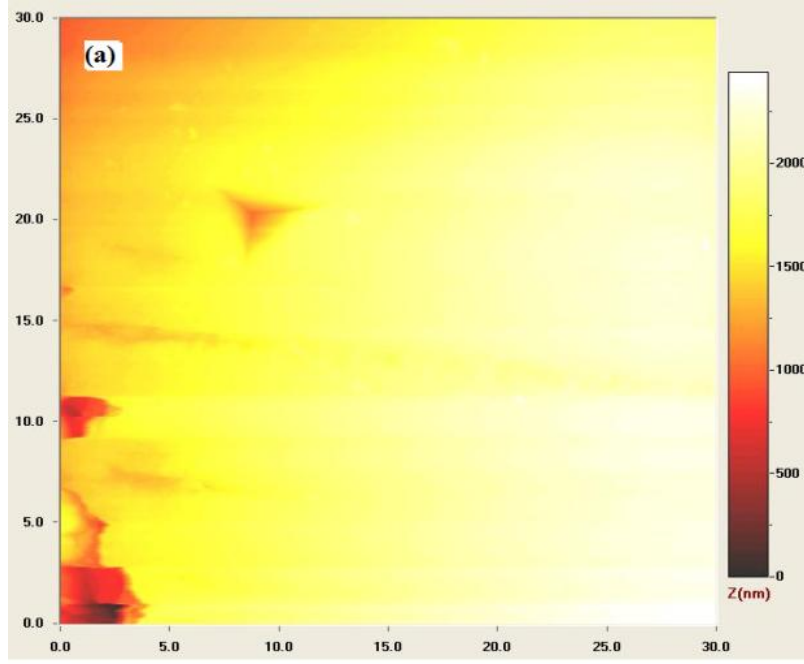


**Şekil 4.61.** Cu-12Al-0,6Be şerit numunenin yüzeyinde 50 mN yük altında açılan izin optik görüntüsü

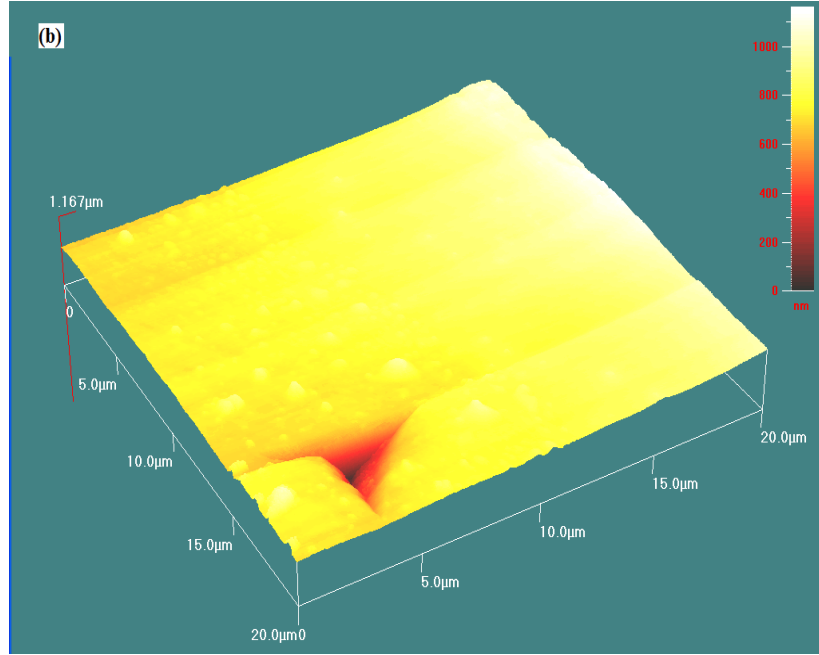
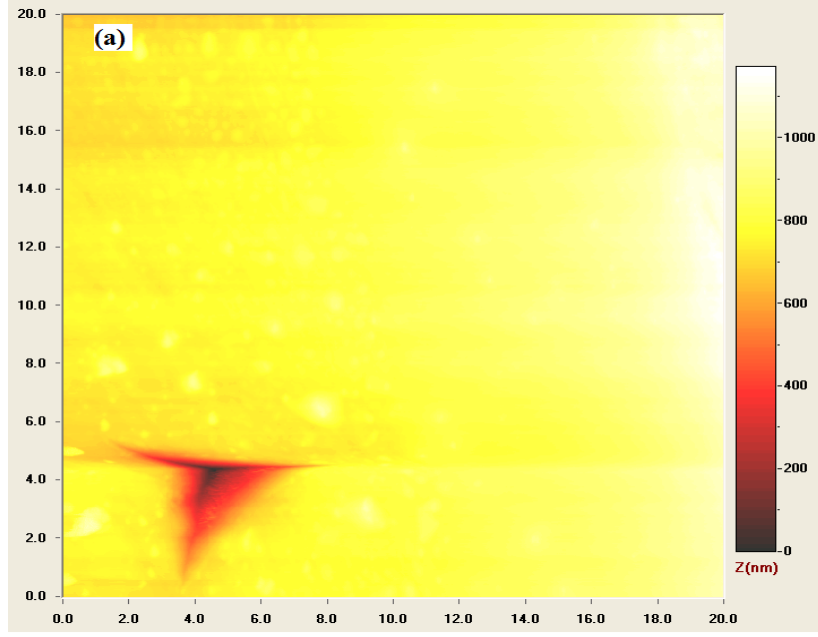
Şekil 4.62-64'de üç farklı bileşime sahip kesit numunelerin her biri için alınan AFM analizlerinde çentme sonucu açılan iz etrafında çatlak, kırılma, sing-in (çökme) veya pop-out (yığılma) gibi malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkileyecek herhangi bir durum ile karşılaşılmamıştır.



**Şekil 4.62.** Cu-12Al-0,4Be şerit numuneye ait 50mN yük altında açılan izin  
a) 2-boyutlu b) 3-boyutlu AFM görüntüsü



Şekil 4.63. Cu-12Al-0,5Be şerit numuneye ait 50mN yük altında açılan izin  
a) 2-boyutlu b) 3-boyutlu AFM görüntüsü



**Şekil 4.64.** Cu-12Al-0,6Be şerit numuneye ait 50mN yük altında açılan izin  
a)2-boyutlu b) 3-boyutlu AFM görüntüsü

## 5. SONUÇLAR

Sunulan tez çalışmasında şekil bellekli Cu-12Al-xBe (x: 0,4, 0,5 ve 0,6) alaşımları hem ark-eritme hem de hızlı katılaştırma tekniği olmak üzere iki farklı yöntemle üretilmiş ve alaşımların mikroyapı özellikleri ve mekanik karakterizasyonu incelenmiştir. Söz konusu tez çalışmasından elde edilen sonuçlar aşağıda sunulmaktadır.

- Öncelikle geleneksel döküm yöntemiyle (ark-eritme) üretilen Cu-12Al-xBe (x: 0,4, 0,5 ve 0,6) alaşımları daha sonra hızlı katılaştırma tekniklerinden biri olan eriyik eğiirme sistemi ile başarılı bir şekilde üretilmiş ve söz konusu analizler için uygun şerit numuneler elde edilmiştir.
- Hem geleneksel döküm yöntemiyle üretilen mastır alaşımlar hem de hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen şerit numuneler mikroyapı analizlerine hazır hale getirilmek üzere kalıplama işleminden sonra parlatma işlemine tabi tutulmuştur. Mikroyapı analizleri için oldukça önemli olan parlatma aşaması tüm numuneler için başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir.
- Üç farklı oranda üretilen hem mastır alaşımların hem de şerit formlarının şekil bellek özelliği için gerekli olan martensitik dönüşüm gösterip göstermediklerini belirlemek adına DSC analizleri yapıldı. DSC analizleri sonucu yalnızca şerit numunelerin martensitik dönüşüm gösterdiği tespit edilmiş olup, martensit ve ostenit dönüşüm sıcaklıkları belirlendi. Cu-Al-Be şerit numunelerde Be miktarındaki artışın dönüşüm sıcaklığını azalttığı ve 0,6Be içerikli şerit numunenin martensit bitiş sıcaklığının oda sıcaklığı civarında olduğu görüldü. Bu bağlamda şerit numunelerde Be miktarı arttıkça martensit ve ostenit dönüşüm sıcaklıklarının azaldığı sonucuna varıldı.
- Hem mastır alaşımlarda hem de şerit numunelerde dağlamanın mikroyapıya etkisini incelemek için her bir dağlama aşamasından sonra numunelerin optik mikroskop görüntüleri alındı. Optik görüntüler incelendiğinde her biri 5s'lik sürelerle olmak üzere 2. dağlama işleminin mikroyapıyı oluşturan fazları daha belirgin hale getirdiği sonucuna varıldı.
- Mastır alaşımların neden martensitik dönüşüm göstermediğini belirleyebilmek ve şerit numunelerin mikroyapısını incelemek için SEM analizleri yapıldı. Oda

sıcaklığında alınan SEM analizlerinden mastır alaşımların mikroyapılarında  $\gamma_2$  çökeltme fazının varlığına rastlanmış olup oluşan çökeltme fazlarının mastır alaşımlarda şekil bellek özelliğinin kaybolmasına neden olduğu sonucuna varıldı. Bununla birlikte üç farklı oranda üretilen mastır alaşımlarda şekil bellek özelliğinin kaybolmasına neden olan çökeltme fazlarının şekil ve hacimsel oranlarının farklı olduğu görüldü. Çökeltme fazlarının şekil ve hacimsel miktarında gözlenen bu farklılığın nedeninin Be içeriğine bağlı olduğu düşünüldü. Cu-Al-Be şerit numunelerin mikroyapılarında ise kimi yerde iğnemi kimi yerde 'v' şeklinde martensit plakalardan oluştuğu, mastır alaşımların aksine herhangi bir çökeltme fazı içermediği gözlemlendi. Bu bağlamda şerit numunelerin oda sıcaklığında tümüyle martensit faza sahip olmaları dolayısıyla şekil bellek özelliği gösterdikleri sonucuna varıldı.

- Cu-Al-Be şerit numunelerin martensit-ostenit ve ostenit-martensit faz dönüşümlerini mikroyapısal ölçekte gözlemleyebilmek adına sıcaklık değişimi altında SEM analizleri alındı. Bununla birlikte söz konusu analizlerden martensit başlama ve bitiş sıcaklıkları, ostenit başlama ve bitiş sıcaklıkları da belirlenmeye çalışıldı. Gözlenen faz dönüşüm sıcaklıklarının, DSC analizlerinden elde edilen sıcaklıklar ile karşılaştırıldığında biraz daha farklı olduğu görüldü. Sıcaklık değişimi altında alınan SEM analizlerinde, numunenin analiz öncesi birtakım zora maruz kalması ve analizlerin numunenin küçük bir bölgesinden alınmış olması dolayısıyla dönüşüm sıcaklıklarını değiştirmiş olabileceği sonucuna varıldı. Ayrıca yüksek sıcaklık SEM analizlerinden faz dönüşüm sıcaklıklarının göz kararı ile belirlenmiş olmasının da DSC ve SEM analizlerinden belirlenen dönüşüm sıcaklıkları arasında farklılığa neden olduğu düşünüldü.
- Cu-Al-Be alaşımlarında bileşenlerin mikroyapı içerisindeki dağılımının daha kolay gözlenebilmesi için renkli haritalama analizi (RHA) yapıldı. RHA fotoğraflarından mastır alaşımların mikroyapısında gözlenen çökeltme fazının ( $C_{10}A_{14}$ ), ostenit ( $C_{u3}Al$ ) faz ile kıyaslandığında Al'ca daha zengin olduğu belirlendi. Şerit numunelerde gözlenen martensit plakaların ise mikroyapıya homojen bir şekilde dağıldığı görüldü. Mastır alaşımların aksine şerit numunelerin sahip oldukları söz konusu homojen mikroyapının üretim yönteminden kaynaklandığı tespit edildi. Böylelikle hızlı katılaştırma tekniğinin

homojen bir mikroyapıya sahip Cu-Al-Be şekil bellekli alaşım üretiminde oldukça etkili olduğu sonucuna varıldı.

- Yapılan EDAX analizleri sonucu mastır alaşımların mikroyapısında gözlenen çökelme fazının  $Cu_9Al_4$ , ostenit fazın ise  $Cu_3Al$  oranına sahip olduğu belirlendi. Şerit numunelerin mikroyapısında gözlenen martensit fazın ise  $Cu_3Al$  oranına sahip olduğu belirlendi.
- Hem mastır alaşımların hem de hızlı katılaştırılmış şerit numunelerin mikroyapılarında oluşan fazların tespit edilebilmesi adına XRD analizleri alındı. Oda sıcaklığında alınan XRD analizlerinden, mastır alaşımlarda ostenit faza, çökelme fazına ve bir miktar da zayıf martensit faza ait piklerin varlığına rastlanırken şerit formların da ise tümüyle martensit faza ait pikler tespit edildi. Böylelikle şerit numunelerin oda sıcaklığında, şekil hafıza özelliği için gerekli olan martensit yapıya sahip olduğu görüldü. Mastır alaşımlarda gözlenen martensit faza ait zayıf piklerin ise XRD analizlerinin alınabilmesi için toz haline getirme işlemi sırasında numuneye uygulanan zor altında oluştuğu sonucuna varıldı. Hem mastır alaşımlara hem de şerit formlarına ait XRD analizlerinden tespit edilen fazların SEM analizlerinde gözlenen fazlar ile uyumlu olduğu belirlendi.
- Oda sıcaklığında alınan XRD analizleri sonucu martensit yapıda bulunduğu tespit edilen Cu-Al-Be şerit numunelerin yüksek sıcaklık fazı olan ostenit faza geçiş sıcaklıklarını belirlemek için yüksek sıcaklık XRD analizleri alındı. DSC analizinden elde edilen sıcaklık değerleri ile yüksek sıcaklık XRD analizinden elde edilen değerlerin bir miktar farklı olduğu belirlendi. DSC ve XRD analizleri sonucu elde edilen söz konusu sıcaklıklar arasındaki farkın, DSC ve XRD analizlerinin farklı ısıtma-soğutma hızlarına sahip olmalarından kaynaklandığı sonucuna varıldı. Bununla birlikte yüksek sıcaklığa ısıtma ve ardından soğutma sonrası alınan XRD analizlerinden 0,5Be içerikli şerit numunenin başlangıçta sahip olduğu yapıya tümüyle geri dönmesi oldukça iyi şekil bellek özelliğine sahip olduğunu gösterdi. 0,6Be içerikli şerit numuneye ait ısıtma ve ardından soğutma sonrası alınan XRD analizlerinden ise numunenin başlangıçta sahip olduğu yapıya tümüyle geri dönemediği görüldü. Bu durumun yüksek sıcaklığa çıkıldığında şerit numunenin mikroyapısında meydana gelen çökelmelerden kaynaklandığı düşünüldü. Bu bağlamda 0,5Be içerikli şerit numune 0,6Be



içerikli şerit numune ile kıyaslandığında çok daha iyi şekil bellek özelliğine sahip olduğu sonucuna varıldı. Söz konusu analizlerin sıcaklık değişimi altında alınan SEM analizleri ile de uyumlu olduğu görüldü.

- Üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be şerit numunelerin TEM analizleri yapıldı. Aydınlik alan TEM görüntülerinden martensit yapının yan yana dizilmiş plaka varyantlardan oluştuğu ve martensit plaka kalınlıklarının bileşime bağlı olarak değiştiği görüldü. Bu bağlamda hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen üç farklı bileşime sahip şerit numunelerde Be miktarındaki artışın martensit plaka kalınlığını azalttığı sonucuna varıldı.
- Hızlı katılaştırma tekniği ile üretilen Cu-12Al-xBe (x: 0,4, 0,5, 0,6) şerit numunelerin mekanik karakterizasyon analizleri yapılarak sertlik, elastiklik modülü, normalize harcanan enerji değerleri bulundu ve çevrimsel yük altındaki davranışları açıklanmaya çalışıldı. Şerit numunelere ait SLU analizlerinin üst üste çakışmaması sonucu numunelerin tekrarlanabilirlik göstermediği tespit edildi. Her bir tanedeki martensit plakaların farklı tercihli yönelime sahip olmalarından kaynaklanan bu durumun polikristal ŞBA'larda yaygın olarak gözlenen bir davranış olduğu belirlendi.
- Söz konusu SLU eğrilerinden Cu-Al-Be şerit numunelere ait sertlik ve elastik modülü değerleri hesaplandı. Sertlik ve elastik modülü değerlerinin artan yüklerle birlikte azalma gösterdiği ve bu azalmanın çentik boyutu etkisi (ISE) tipi bir davranıştan kaynaklandığı belirlendi. Cu-Al-Be şerit numunelerde gözlenen söz konusu ISE tipi bu davranışın zor-etkili faz dönüşümünden kaynaklandığı düşünüldü.
- Cu-Al-Be şerit numunelere ait SLU eğrilerinde boşaltma (unloading) ve yeniden yükleme (reloading) eğrileri arasında histerisis ilmekleri (loops) oluştuğu görüldü. Söz konusu eğriler arasında kalan bu kapalı histerisis ilmeklerinin yük kaldırıldığı zaman hem elastik davranış hem de sürekli dönüşüm eğiliminde olan faz dönüşümlerinden kaynaklandığı sonucuna varıldı.
- Üç farklı bileşime sahip Cu-Al-Be şerit numunelerin SLU analizlerinden Wloop/Wtoplam yani normalize harcanan enerji değerleri hesaplandı. Söz konusu değerlerin 0,4 ve 0,5Be içerikli şerit numuneler için artan yüklerle değişmediği hemen hemen sabit olduğu yani enerji absorpsiyonunun yükten

bağımsız olduğu belirlendi. Bu oranın uygulanan yükten bağımsız oluşu söz konusu malzemeyi karakterize eden ayırt edici bir özellik olabileceğini gösterdi. 0.6Be içerikli şerit numune için ise normalize harcanan enerji değerleri artan yüklerle birlikte artış gösterdi. 0.6Be için artan yüklerle birlikte mikroyapısal değişikliklerin de artmış olabileceği sonucuna varıldı.

- Şeritlerin nanoçentme derinlik geri kazanımı ve sönümlenme özelliklerinin belirlenebilmesi için tekrarlı yük (çevrim) uygulaması yapıldı. Çevrim testinde derinliğin, çevrim sayısı arttıkça lineer bir artış göstermediği bazı çevrimlerde azaldığı görüldü. Malzemenin çevrim sayısına bağlı olarak gösterdiği bu tepkinin pek çok polimerik ve seramik malzemelerin davranışlarından farklı olduğu belirlendi. Bu farklılığının farklı deformasyon mekanizmalarının varlığından kaynaklandığı sonucuna varıldı. Söz konusu deformasyon mekanizmalarının dislokasyon hareketleri, zor kaynaklı martensitik dönüşüm, martensit yeniden düzenlenmeleri veya ikizlenmeler olabileceği düşünüldü.
- Çevrimsel yük altında şerit numunelerde ilmek (loop) alanlarının çevrim sayısı ile kimi zaman artan kimi zaman ise azalan bir eğilim gösterdiği görüldü ve her bir çevrimde absorplanan enerjinin farklı olduğu sonucuna varıldı. Bu bağlamda şerit numunelerin sürekli olarak enerji absorpladığı ve söz konusu enerjide polimerlerde olduğu gibi bir azalma ya da tükenme olmadığı tespit edildi.
- Cu-Al-Be şerit numunelerin çevrim testlerine gösterdiği tepki farklı olduğu için bu çevrimlerden elde edilen sertlik ve elastiklik modülü değerlerinin de farklılık gösterdiği ve çevrim testi boyunca elastik modülü ve sertlik değerlerinin de artan ve azalan bir durum sergilediği görüldü. Bu durumun mikroyapısal değişikliklerden kaynaklandığı sonucuna varıldı. Söz konusu mikroyapısal değişikliklerin; martensit plakalar arasında deformasyon etkili yeni martensit plakaların oluşması (stres-induced martensit), martensit varyantlara ait ara yüzey hareketleri ve varyantların uygun yönelimlerde birleşimi şeklindeki oluşumların olabileceği düşünüldü.
- Mekanik analiz sonucu şerit numunelerin yüzeyinde açılan izi görüntülemek için AFM analizleri yapıldı. Açılan iz etrafında herhangi bir çatlak, kırılma, yığılma veya çökme olayına rastlanmadığı belirlendi.

- Tüm bu sonuçlar dikkate alındığında yalnızca Cu-Al-Be şerit numunelerin şekil bellek özelliği gösterdiği görüldü. Böylece hızlı katılaştırma yönteminin (eriyik-eğirme) şekil bellek özelliğini iyileştirdiği sonucuna varıldı. Bununla birlikte üç farklı oranda üretilen şerit numuneler arasında 0,4 Be ve 0,5Be içerikli şerit numunelerin 0,6Be içerikli şerit numuneye kıyasla daha iyi şekil bellek özelliğine sahip olduğu tespit edildi.

## 6. ÖNERİLER

Tez çalışmamızda CuAlBe şekil hafızalı alaşımların üretimi gerçekleştirilmiş olup mikroyapısal ve mekanik özellikleri incelenmiştir. İleriye dönük yapılabilecek çalışmalar aşağıda sunulmaktadır.

- ✓ Tez çalışmamızda mastır alaşımların aksine, yalnızca CuAlBe şerit numunelerin şekil hafıza özelliği kazandığı tespit edilmişti. Farklı ısıl işlem kademeleri uygulanarak mastır alaşımlara da şekil hafıza özelliği kazandırılabilir ve böylece mekanik karakterizasyon çalışmaları yapılabilir.
- ✓ Literatürde, şekil hafızalı CuAlBe mastır alaşımların aşınma (wear) ve çizik (scratch) testleri ile ilgili çok az çalışma bulunmaktadır. Bu nedenle söz konusu mastır alaşımların aşınma ve çizik testleri yapıp, ayrıntılı bir şekilde incelenerek literatüre katkı sunulabilir.
- ✓ Şekil hafıza özelliği kazandırılan CuAlBe mastır alaşımlardan, tel çekme yöntemi ile tel şeklinde numuneler elde edilebilir. Üretilen CuAlBe teller, pek çok yerde kullanım alanı bularak, NiTi tellere alternatif oluşturabilir.
- ✓ Hızlı katılaştırılmış şerit numuneler hacimsel formda (örneğin; spark plasma sintering tekniği ile) üretilerek yapısal ve mekanik özelliklerinin nasıl değiştiği araştırılabilir.

## 7. KAYNAKLAR

- Andrade, M., Delaey, L., 1984. The Displacement Vectors of the Antiphase Domain Boundaries Inherited by Copper-Based 18R Martensites. *Transaction of the Japon Institute of Metals*, 25 (11), 778–783.
- Anonim, 2012. İkizlenme.-[http://muhendishane.org/kutuphane/temel-malzeme\\_bilgisi/ikizlenme-](http://muhendishane.org/kutuphane/temel-malzeme_bilgisi/ikizlenme-) (12.08.2013).
- Anonim, 2013. Stacking Faults and Stacking Fault Energy, [http://en.wikipedia.org/wiki/Stacking\\_fault\\_energy](http://en.wikipedia.org/wiki/Stacking_fault_energy) (11.02.2013).
- Anonim, 2013. Nitinol, [www.memory-metalle.de/html/01\\_start/index\\_outer\\_frame.htm](http://www.memory-metalle.de/html/01_start/index_outer_frame.htm)
- Arciniegas, M., Gaillard, Y., Pena, J., Manero, J.M., Gil, F.J., 2009. Thermoelastic phase transformation in TiNi alloys under cyclic instrumented indentation. *Intermetallics*, 17, 784–791.
- Auricchio, F., 2002. Shape Memory Alloys, Applications and Finite-Element Modeling. *Meccanica Strutturale*, Università delgi Studi di Pavia, Italy.
- Aydın, A., 2001. Investigation of Fractal Dimension on Atomic Force Microscopic Images. Mastır's thesis, Middle East Technical University. Department of Physics, Ankara.
- Aydoğdu, A., 1995. Şekil Bellekli CuAlNi alaşımlarındaki Martensitik Dönüşümler Üzerinde Termal Yaşlandırma Etkileri. Doktora Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enst., Elazığ.
- Aytekin, V., 1966. Metalurji Termodinamiği. İ.T.Ü Yayınları, 313s, İstanbul.
- A2IM, Le Portal des Alliages a Mēmoire de Forme web sitesi [www.a2im.com](http://www.a2im.com), Nimesis Technopole, Metz 2000, 14 Rue Felix Savart, 57078 Metz Cedex, France.
- Balo, S. N., Ceylan, M., Aksoy, M., 2001. Effects of deformation on the microstructure of a Cu–Al–Be shape memory alloy. *Materials Science and EngineeringA*, 311, 151-156.
- Balo S. N., Ceylan M. J., 2002. Effect of Be content on some characteristics of Cu-Al-Be shape memory alloys. *Mater Sci Technol.*, 124, 200-208.
- Baksan B., 2004. Bakır Alüminyum Alaşımlarından Hızlı Soğutma Yöntemi ile Şekil Bellekli Malzeme Üretimi. Doktora Tezi, Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enst, Eskişehir.
- Baksan B., Gürler R., 2006. Bakır Esaslı Şekil Bellekli Alaşımların Üretimi ve Çekme Deneyi ile Karakterizasyonu, SAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi 10. Cilt, 1.sayı, Sakarya.
- Barrett, C. S., Massalski, T. B., 1980. *Structure of Metal*. Pergamon Pres, 270-276, Oxford.
- Batist R., 1983. *J. de Physique (Paris)*, Colloque C9, 44 (12), 39.
- Başman, N., 2012. Elektrokimyasal olarak sentezlenen poli(hidrokarbin)' den elde edilen elmas ve elmas-benzeri karbon filminin mekanik ve tribolojik özellikleri. Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen-Bilimleri Enstitüsü, TOKAT.
- Beegan, D., Chowdhury, S. ve Laugier, M.T., 2005. Work of indentation methods for determining copper film hardness. *Surf. Coat. Technol.*, 192 (1), 57-63.
- Belkahla, S., Guenin, G., 1991. Martensitic Transformation and metallurgical study of low temperature Cu-Al-Be Ternary alloy. *Journal de Physique IV*, 1 (C4), 145-150.
- Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., 1998, Microstructural analysis of the stress-induced-martensit in a Fe–Mn–Si–Cr–Ni shape memory alloy: part I-calculated

- description of the microstructure, *Materials Science and Engineering A242*, 77–86.
- Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., 1998, Microstructural analysis of the stress-induced- martensit in a Fe–Mn–Si–Cr–Ni shape memory alloy Part II: Transformation reversibility, *Materials Science and Engineering A242*, 87–95.
- Bilby, B.A., Christian, J. W., 1961. *The Cristallography of Martensitic Transformations*. J. Iron Steel Ins., 197, 122-131.
- Bhushan, B., 2000. *Handbook of Micro/nanotribology*. CRC Press, 880 p, Columbus, USA.
- Cai, J., Li, F., Liu, T., Chen, B., 2011. Microindentation study of Ti–6Al–4V alloy. *Materials and Design*, 32, 2756–2762
- Chartoff, R.P., 1997. *Thermal Characterisation of Polymeric Materials*, in: E.A. Turi (Ed.), Academic Press.
- Cheng, Y.T., Cheng, C.M., 1998. Relation between hardness, elastic modulus and the work of indentation. *Appl. Phys. Lett.*, 73, 614-620.
- Christian, J.K., 1975. *The Theory of Transformation in Metals and Alloys*. Pergamon Press, 525-548, Oxford.
- Christman ,T., Suresh, S., 1988. Age-hardening in composite. *Acta Metall. Mater.* 36, 1691-1704.
- Cuniberti, A., Montecinos, S., Lovey, F.C., 2009. Effect of  $\gamma_2$ -phase precipitates on the martensitic transformation of a  $\beta$ -Cu-Al-Be shape memory alloy. *Intermetallics*, 17, 435–440.
- Çapan, L., 1999. Tek kristalde şekil değişimi. *Metallerde Plastik Şekil Verme*, İstanbul Çağlayan Basımevi, sayfa 89-90.
- Delaey, L., Krishan, R.V., Tas, H. and Warlimont, H., 1974. Thermoelasticity, Pseudoelasticity and the Memory Effect Associated with Martensitic Transformations. *Journal of Materials Science*, 9, 521-1535.
- Dilibal S., 2003, *Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşımlar kullanılarak geliştirilen İTÜ Robot El propotipi ve performans analizleri*, Y.Lisans Tezi, İTÜ.
- Dilibal, S., 2005. *Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşım Üretimi ve Şekil Bellek Eğitimi*, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, İstanbul.
- Dillamore, I., Butler, E., Green, D., 1968. Crystal rotations under conditions of imposed strain and the influence of twinning and cross-slip. *Metal Science Journal*, 2 (1), 161-167.
- Doerner, M.F ve Nix, W.D., 1986. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instrumentes. *J. of Mater. Research.*, 1(4), 601-609.
- Dunand, D., Mortensen, A., 1991. Dislocation emission at fibers-I. Theory of longitudinal punching by thermal stresses. *Acta Metall. Mater.* 39, 1405-1416.
- Dvorack, M.A., Kuwand, N., Chen, H. and Wayman, CM., 1983. Decomposition of a  $\beta 1$ -Phase Cu-Al-Ni Alloy at Elevated Temperature. *Scripta Metall.* 17, 1333-1336.
- El-Danaf, E., 2012. Mechanical properties, microstructure and micro-texture evolution for 1050AA deformed by equal channel angular pressing (ECAP) and post ECAP plane strain compression using two loading schemes. *Materials and Design*, 34, 793-807.
- Eskil, M., 2006. *FeMnSi Alaşımların mekanik ve termal etkiler altında şekil hatırlama özelliklerinin incelenmesi*, Doktora tezi, Fizik Anabilim dalı, Elazığ.
- Field, J.S ve Swain, M.V., 1993. A Simple predictive model for spherical indentation, *J. Mater. Res.*, 8(2), 97-306.

- Friend, C.M., 1986. The Effect of Applied Stress on the Reversible Strain in CuZnAl Shape Memory Alloys. *Scripta Metall.*, 20, 995-1000.
- Frick, C.P., T.W., 2006. Stress-induced martensitic transformations and shape memory at nanometer scales. *Acta Materialia*, 54, 2223–2234.
- Funakubo, H., 1987. Application of shape memory alloys. *Shape Memory Alloys*, Funakubo, H., Kennedy J.B., Gordon and Breach Science, New York., 227–269.
- Gall, K., Sehitoglu, H., Maier, H.J., Jacobus, K., 1998. Stress-induced martensitic phase transformations in polycrystalline CuZnAl shape memory alloys under different stress states. *Metall. Mater. Trans. A*, 29A, 765-773.
- Gloanec, A., Bilotta, G., Gerland, M., 2013. Deformation mechanisms in a TiNi shape memory alloy during cyclic loading. *Materials Science and Engineering A*, 564, 351–358.
- Gogotsi, Y., Domnich, V., 2004. Experimental studies of phase transformations induced by contact loading. *High-pressure surface science and engineering*, Ed: Vladislav D., Daibin, G., Yury G., Drexel University, USA, 379-442.
- Gonzales C.H., Guenin G., Morin M., 2003. Effects of martensitic stabilisation in Cu-Al-Be shape memory alloys. *J.Phys. IV*, 112, 561-564.
- Gögebakan, M., Uzun, O., Karaaslan, T., Keskin, M., 2003. Rapidly solidified Al–6.5 wt.% Ni alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 142, 87-92.
- Groves, G., Kelly, A., 1963. Independent slip systems in crystals. *Philosophical Magazine*, 8, 89, 877-887.
- Hansen J., 1988, *Shape Memory Alloys*, Material Science, Hatırlayan Metaller, Bilim Teknik Dergisi.
- Heye, W., Wassermann, G., 1966. Mechanical twinning in cold-rolled silver crystals. *Physica Status Solidi*, 18 (2), K107-K111.
- Honna, T., 1986. The Mechanism of the All-Round Shape Memory Effect. *Shape Memory Alloys' 86*, Proceedings of the International Symposium on Shape Memory Alloys, China Academic Publishers, 83-88.
- Hsu C.A., Wang W. H., Hsu Y.F., Rehbach W.P., 2009. The Rifenement treatment of martensit in Cu-11.38 wt.%Al-0,43wt% Be shape memory alloys. *Journal of Alloys and Comp.*, 474, 455–462.
- Humbeek, J.V., 2003. Damping capacity of thermoelastic martensit in shape memory alloys. *J. Alloys Comp.* 355, 58-64.
- Jena, A.K., Chaturvedi, M.C., 1992. *Phase transformation im materials*. Michigan Üniversitesi, Prentice Hall pressing, 482s, USA.
- Johari, O., Thomas, G., 1964. Substrates in explosively deformed Cu and CU-Al alloys. *Acta Metallurgica* 12, (10), 1153-1159.
- Juan, J.S., No, M.L., 2003. Damping behavior during martensitic transformation in shape memory alloys. *J. Alloys Comp.* 355, 65-71.
- Kaouache, B., Berveiller, S., Inal, K., Eberhard,t A., Patoor, E., 2004. Stress analysis of martensitic transformation in Cu–Al–Be polycrystalline and single-crystalline shape memory alloy. *Materials Science and Engineering A*, 378, 232–237.
- Kaouache, B., Inal, K, Berveiller, S., Eberhard,t A., Patoor, E., 2006. Martensitic transformation criteria in Cu–Al–Be shape memory alloy—In situ analysis. *Materials Science and Engineering A*, 438–440, 773–778.
- Karaköse E., Karaaslan T., Keskin M., Uzun O., 2008. Microstructural evolution and microhardness of a melt-spun Al–6Ni–2Cu–1Si (in wt.%) alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 195, 58-62.

- Karaman, I., Sehitoglu, H., Maier, H.J., Balzer, M., 1998. Stress state effects on the stress induced martensitic transformation of carburized 4320 steel. *Metall. Mater. Trans. A*, 29A, 427-437.
- Kaufman, L. and Cohen, M., 1958. Thermodynamic and Kinetics of Martensitic Transformation, *Progr.Met. Phys.*, 7, 165-245.
- Kayalı, N., 1993, Cu-Zn-Al alaşımlarında martensit stabilizasyonu ve yaşlandırma etkileri, Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fırat Üniversitesi.
- King, R.B., 1987. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. *Int. J. Solids Structures*, 23, 1657-1664.
- Kölemen, U., Uzun, O., Yılmazlar, M., Güçlü N., Yanmaz, E., 2006. Hardness and microstructural analysis of Bi<sub>1.6</sub>Pb<sub>0.4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2-x</sub>Sm<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>y</sub> polycrystalline superconductors. *Journal of Alloys and Compounds*, 415, 300-306.
- Kubo, H. ve Hirano, K., 1973. Crystallography of Martensitic Transformation with Long Period Stacking Order. *Acta Metall.*, 21, 1669 -1675.
- Kustov S., Pons J., Cesari E., Morin M., Van Humbeeck J., 2004. Athermal stabilization of Cu-Al-Be  $\beta_1'$  martensit due to plastic deformation and heat treatment. *Mater. Sci. Eng. A*, 373, 328-338.
- Lanzini, F., Romero, R., Castro, M.L., 2008. Influence of Be addition on order-disorder transformations in  $\beta$  Cu-Al. *Intermetallics*, 16, 1090-1094.
- Lara-Rodriguez, G.A., Gonzalez, G., Flores-Zúñiga, H., Cortés-Pérez, J., 2006. The effect of rapid solidification and grain size on the transformation temperatures of Cu-Al-Be melt spun alloys. *Materials Characterization*, 57, 154-159.
- Lee, E. S., Kim, Y. G., 1990. Precipitation Kinetics in some Cu-Al-Ni Shape Memory Alloys. *Scripta Metal.*, 24, 745-750.
- Li, X.D., Bhushan, B., 2002. A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its application. *Materials Characterization*, 48(1), 11-36.
- Linmao, Q., Ming, L., Zhongrong, Z., Hui, Y., Xinyu, S., 2005. Comparison of nano-indentation hardness to microhardness. *Surface & Coatings Technology*, 195, 264- 271.
- Machlin, E. S. and Cohen, M., 1951. Burst Phenomenon in the Martensitic Transformation. *Journal of Metals*, 8, 746-754.
- Mackenzie, J.K., Bowles, J.S., 1954. The crystallography of martensitic transformations II. *Acta Met.*, 2, 138-147.
- Maletta, C., Furgiuele, F., Sgambitterra, E., Callisti, M., Mellor, B. G., Wood, R.J.K., 2012. Static and cyclic indentation of a NiTi shape memory alloy. *Forni di Sopra (UD)*, 1-3 Mart 2012, İtalya.
- Melton K.N., 1999. *General Applications of SMA's and Smart Materials*, Shape Memory Materials, Cambridge University Pres., Ch. 10, pp 220-239.
- Mencik, J., 2006. determination of mechanical properties by instrumented indentation. *Meccanica*, 42(1), 19-29.
- Mironov, V. L., 2004. *Fundamentals of Scanning Probe Microscopy*. The Russian Academy of Sciences Institute of Physics of Microstructures, Nizhniy Novgorod.
- Miyazaki S. and Otsuka, K., 1989. Development of Shape Memory Alloys. *ISIJ International*, 29 (5), 353-377.
- Montecinos, S., Moroni, M. O., Sepulveda, A., 2006. Superelastic behavior and damping capacity of Cu-Al-Be alloys. *Materials Science and Engineering A*, 419, 91-97.

- Montecinos, S., Cuniberti, A., 2008. Thermomechanical behavior of a Cu-Al-Be shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 457, 332–336.
- Montecinos, S., Cuniberti, A., Castro, M.L., Boeri, R., 2009. Phase transformations during continuous cooling of polycrystalline Cu-Al-Be alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 467, 278–283.
- Morris, M.A., 1992. High Temperature Properties of Ductile Cu-Al-Ni Shape Memory Alloys with Boron Additions. *Acta Metall.*, 40, 7, 1573-1586.
- Mukhopadhyay, N. K., Weatherly, G. C. ve Embury, J. D., 2001. An analysis of microhardness of single-quasicrystals in the Al-Cu-Co-Si system, *Mater. Sci. Eng. A*, 315 (1-2), 202-210.
- Nagy, P.M., Juhasz, A., Voros, G., Toth, A., Ujvari, T., 2004. *Mater. Sci. Eng. A*, 387, 525.
- Nishiyama, Z., 1978. Martensitic transformations. Academic Press., London.
- Nix, W.D. ve Gao, H., 1998. Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity. *J. Mech. Phys. Solids*, 46, 411-425.
- Nowick, A.S., Berry, B.S., 1972. *Anelastic Relaxation in Crystalline Solid*, Academic Press, London.
- Novotny, M., Kipli, J., 2010. novotny@ac.tut.fi
- Ochoa-Lara, M. T., Flores-Zuñiga, H., Rios-Jara, D., 2006. Study of  $\gamma_2$  precipitation in Cu–Al–Be shape memory alloys. *J Mater Sci.*, 41, 5455–5461.
- Oliver, W.C., Hutchings, R. ve Pethica, J.B., 1986. *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*. ASTM International. 889 s, West Conshohoken, PA.
- Oliver, W. C. ve Pharr, G. M., 2004. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology. *J. Mater. Res.*, 19 (1), 3-20.
- Ortin, J., Planes, A., 1989. Thermodynamics of Thermoelastic Martensitic Transformations. *Acta Metall.*, 37(5), 1433-1441.
- Otsuka K. ve Kakeshita T., 2002. Science and Technology of Shape Memory Alloys, New Developments, *MRS Bulletin*, 27, 91-98.
- Otsuka, K. and Shimizu K., 1970. Memory Effects and Thermoelastic Martensitic Transformation in Cu-Al-Ni Alloy. *Scripta Metall.*, 4, 469-472.
- Otsuka, K. and Shimizu K., 1974. Morphology and crystallography of thermoelastic CuAlNi martensite analyzed by the phenomenological theory. *Trans. JIM*, 15, 103-108.
- Otsuka, K. and Shimizu K., 1986. Pseudoelasticity and Shape Memory Effects in Alloys. *International Metals Reviews*, 31 (3), 93-114.
- Otsuka, K., Wayman, C.M., 1998. *Shape memory materials*, Cambridge University Press., 298, Cambridge.
- Otsuka K., Wayman, C.M., 1999. Mechanism of Shape Memory Effect and Superelasticity, *Shape Memory Materials*, Cambridge University Press, , Cambridge, 27-48.
- Perkins, J. ve Sponholz, R. O., 1984. Stress-Induced Martensitic Transformation Cycling And Two-Way Shape Memory Training in CuZnAl, *Metal Trans. A*, 14, 33-36.
- Pethica, J.B., Hutchings R., ve Oliver, W.C., 1983. Hardness measurement at penetration depth as small as 20 nm. *Philos. Mag. A.*, 48, 593-606.
- Pharr, G.M., Oliver, W.C. ve Brotzen, F.R., 1992. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *J. Mater. Res.*, 7(3), 613-617.



- Porter, D.A., Easterling, K.E., 1992, Phase transformations in metals and alloys, 1 Second Edition, Chapman-Hall, T.J. Press (Padstow) Ltd., UK.
- Qiang, P., Chongdu, C., 2008. Damping property of shape memory alloys. Inha University, Department of Mechanical Engineering, Incheon, South Korea.
- Recarte, V., Perez-Saez R. B., Bocanegra E.H., No M.L., San Juan J., 2002. Influence of Al and Ni concentration on the martensitic transformation in Cu-Al-Ni shape-memory alloys. *Metal. Mater. Trans. A*, 33, 2581–2591.
- Recarte, V., Pérez-Landazábal, J.I., Nó, M.L., San Juan, J. 2004. Study by resonant ultrasound spectroscopy of the elastic constants of  $\beta$  phase in Cu-Al-Ni shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, 370, 488-491.
- Rios, C.T., Coelho, A.A., Batista, W.W., Goncalves, M.C., Caram, R., 2009. ISE and fracture toughness evaluation by Vickers hardness testing of an Al<sub>3</sub>Nb–Nb<sub>2</sub>Al–AlNbNi in situ composite. *Journal of Alloys and Compounds*, 472, 65–70.
- Rohatgi, A., Vecchio, K., Gray, G., 2001. The influence of stacking fault energy on the mechanical behavior of Cu and Cu-Al alloy: Deformation twinning, work hardening, and dynamic recovery. *Metallurgical and Materials Transactions A* 32A, 135-145.
- Ritchie, I.G., Pan, Z. L., 1991. *Metall. Trans.* 22A , 607–616.
- Saburi, T., Nenno, S. ve Wayman, C.M., 1979. Shape Memory Alloys Proceedings of ICOMAT 79, Cambridge, Massachusetts, USA, 24-29 June, 619-632.
- Sade, M., Halter, K. and Hornbogen, E., 1988. The Effect of Thermal Cycling on the Transformation Behaviour of Fe-Mn-Si Shape Memory Alloys. *Z. Metallkunde*, 79, 487-491.
- Sakai, M., 1993. Energy Principle of the Indentation-induced inelastic surface deformation and hardness of brittle materials. *Acta Metall. Mater.*, 41(6), 1751-1758.
- Salzbrenner, R. J., Cohen, M., 1978. On the Thermodynamics of thermoelastic martensitic transformations. *Acta Metallurgica*, 27, 739-748.
- Sarı, U., 2004. Şekil bellekli Cu-%11.92Al-%3.78Ni alaşımında martensitik dönüşümler üzerinde termal ve mekanik etkiler, Doktora tezi, Fen-Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- Sarı, N., 2009. Şekil bellekli alaşımların kaynak karakteristiklerinin incelenmesi. Yüksek lisans tezi, Fen bilimleri enstitüsü, Makine Mühendisliği anabilim dalı, Manisa.
- Serway, R. A., Beichner, R. J., 2002, Fen ve mühendislik için fizik 1, Kemal Çolakoğlu. Palme yayıncılık, Ankara, 615-689.
- Selimbeyoğlu E., 1992. Design of Shape Memory Alloys Actuators, Doctor of Philosophy Thesis, Middle East Technical University, Ankara.
- Smallman, R., Green, D., 1964. The dependence of rolling texture on stacking fault energy. *Acta Metallurgica*, 12 (2), 145-154).
- Shieu, F.S., Sass, S.L., 1991. Dislocation Mechanisms for the Relaxation of Thermal Stress at *Metal-Ceramic* Interfaces. *Acta Metall. Mater.* 39, 539-547.
- Silikas, N., Watts, D.C., England, K.E.R., Jandt, K.D., 1999. Surface finestructure of treated dentine investigated with tapping mode atomic force microscopy (TMAFM). *Journal of Dentistry*, 27, 137–144.
- Sneddon, I.N., 1965. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Eng. Sci.*, 3, 47-56.
- Srinivasan A.V., McFarland D.M., 2001. Analysis and Design. Smart Structures, Cambridge University Press, Cambridge, Ch 3, pp 26-34.

- Sure G. N., Brown L. C., 1984. The mechanical properties of grain refined  $\beta$ -CuAlNi strain-memory alloys. *Metall. Trans A*, 15, 1613-1621.
- Stillwell, N. A., Tabor, D., 1961. Elastic recovery of conical indentations, *Phys. Proc. Soc.*, 78 (2), 169-179.
- Tabor, D., 1948. A Simple Theory of Static and Dynamic Hardness. *Proc. R. Soc. London. A.*, 192, 247-274.
- Tabor, D., 1951. *The Hardness of Metals*, Clarendon Press, 175 s, Oxford, UK.
- Tadaki T., 1999. Cu-based Shape Memory Alloys, *Shape Memory Materials*. Cambridge University Press, Cambridge, 97-116.
- Tautzenberger, P., 1989. Properties and Applications of Shape Memory Actuators, *The Martensitic Transformation in Science and Technology* (Eds. E. Hornbogen and N. Jost), DGM Informations Gesellschaft, Verlag, Germany, 213-222.
- Teixeria, E.C.N., Thompson, J.I., Piascik, J.R., Thompson, J.Y., 2005. In vitro toothbrush-dentifrice abrasion of two restorative composites. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 17, 172–182.
- Tholt, B., Miranda-Júnior, W.G., Prioli, R., Thompson, J., Oda, M., 2006. Surface roughness in ceramics with different finishing techniques using atomic force microscope and profilometer. *Operative Dentistry*, 31, 442–449.
- Thornton, P. R., Mitchell, T.E., Hirsch, P.B., 1962. The dependence of cross-slip on stacking fault energy in face centered cubic metals and alloys. *Philosophical Magazine*, 7, 80, 1349-1369.
- Tomato, M., Strum, and Morris, J. W., 1988. Tensile Deformation Behaviour of Mechanically Stabilized Fe-Mn Ostenit, *Metallurgical Transactions A*, 19, 1563.
- Toptaş, E., Akkuş, N., 2007. Sekil Bellekli Alasımlar ve Endüstriyel Uygulamaları, *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi* (4) 15-22.
- Tuck, J. R., Korsunsky, A. M., Bull, S. J. ve Davidson, R. I., 2001. On the application of the work of indentation approach to depth sensing indentation experiments in coated systems. *Surf. Coat. Technol.*, 137, 217-224.
- Tweedie, C.A., Smith, J.F., Van Vliet, K., 2005. Nanomechanical Quantification of Polymer Energy Absorption, *Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology III*, Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 841, 308, R5.6, Boston, Massachusetts, USA.
- Uzun, O., Karaaslan T., Keskin M., 2003. Hardness evaluation of Al–12Si–0,5Sb melt-spun ribbons. *Journal of Alloys and Compounds*, 358, 104-111.
- Uzun O., Karaaslan T., Gogebakan M., Keskin M., 2004. Hardness and microstructural characteristics of rapidly solidified Al–8–16 wt.%Si alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 376, 149–157.
- Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S., Güçlü, N., 2005. Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique. *Journal of the European Ceramic Society*, 25, 969–977.
- Uzun, O., Basman, N., Alkan, C., Kölemen, U., Yılmaz, F., 2010. Depth sensing indentation analysis of electrochemically synthesized polythiophene. *Materials Chemistry and Physics*, 124, 196–202.
- Venables, J. A., 1964. The electron microscopy of deformation twinning. *Journal of physics and chemistry solids*, 25, 685-690.
- Verhoeven, J. D., 1975. *Fundamentals of Physical Metallurgy*, John Wiley ve Sons, Ch.13. 457-512. New York.

- Wang, Q.Z., Han, F.S., Wu, J., Hao ,G.L., Gao, Z.Y., 2006. Effects of macroscopic defects on the damping behavior of CuAlMn shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds* 425, 200–205 .
- Wayman, C.M., 1980. Some Applications of Shape-Memory Alloys. *Journal of Metals*, 129-137.
- Wu, M. H., 1990. Cu-based shape memory alloys. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, Duering, T. W., Melton, K. N., Stöckel, D., Wayman, C.M., Butter Worth-Heinemann Ltd., London, 69-88.
- Yılmaz, K., 2007. Tekrarlanan Fırınlama işlemleri Uygulanan Farklı Yapıdaki Dental Seramiklerde Değişik Parlatma Yöntemlerinin Yüzey Prüzlülüğüne Etkisinin Atomik Kuvvet Mikroskobu ve Profilometre ile Değerlendirilmesi. (Doktora Tezi), Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü/Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı, Ankara.
- Yılmaz, F., 2008. Nanokristal Al-Si-Sb Alaşımlarının Enerji Yaklaşımı ile Mikromekanik Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Fen-Bilimleri Enstitüsü, Tokat.
- Young, D. Z. and Wayman, C. M., 1984. Slow Growth of Isothermal Lat. Martensit in an Fe-21Ni-4Mn Alloy, *Acta Metal.*, 32, 949.
- Zengin, R., 2002. Bakır bazlı alaşımların basınç ve radyasyon etkisi altında şekil hatırlama davranışlarının incelenmesi. Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fırat Üniversitesi.
- Zeren, A., Zeren M., 1991. Biçim Bellekli Malzemeler. II. Balıkesir Mühendislik Sempozyumu, Uludağ Üniversitesi Balıkesir Mühendislik Fakültesi.
- Zhao, Y.H., Liao, Y.Y., Zhu, Y.T., 2005. Influence of stacking fault energy on nanostructure formation under high pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, 410-411, 188-193.

## ÖZGEÇMİŞ

**Adı Soyadı:** Semra ERGEN

**Doğum Tarihi:** 02 Eylül 1980

**Doğum Yeri:** Samsun

**İletişim** : E-Posta: semraergengop@gmail.com; semra.ergen@gop.edu.tr

Tel: (356) 252 16 16# 31 18, GSM: (505) 482 29 68

## Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Y. Lisans	Ondokuz Mayıs Üniversitesi	2005
Lisans	Ondokuz Mayıs Üniversitesi	2002
Lise	Ondokuz Mayıs Lisesi	1998

## Doktora Tez Konusu Yayınları

1. **Semra Ergen**, Orhan Uzun, Fikret Yılmaz, Fatih Kiliçaslan, Shape memory properties and microstructural evolution of rapidly solidified Cu-Al-Be alloys. Material Characterization 80, 2013, 92-97.

## Doktora Tez Konusu Kapsamında Hazırlık Aşamasında olan Yayınlar

1. Mechanical properties of shape memory Cu-Al-Be alloys produced with melt-spinning technique.
2. High temperature microstructural and mechanical analysis of shape memory Cu-Al-Be ribbons.

## Doktora Tez Konusu Dışındaki Yayınları

1. M. Fatih Kiliçaslan, Fikret Yılmaz, **Semra Ergen**, Soon-jik Hong, Orhan Uzun, Microstructure and microhardness of melt-spun Al-25Si-5Fe-XCo (X=0, 1, 3, 5) alloys. Material Characterization 77 (2013) 15-22.
2. F. Yılmaz, O. Uzun, U. Kolemen, M. F. Kılıçaslan, N. Basman, **S. Ergen**, K. Ozturk, E. Yanmaz, Nanoindentation study on Gd-deposited YBCO superconductor, Bulletin of Materials Science, (2013).