



YÜKSEK SICAKLIK TİVAL ŞEKİL HAFIZALI ALAŞIMLARDA ZİRKONYUM İÇERİĞİNİN MEKANİKSEL VE ŞEKİL HAFIZA ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

Öznur BAĞ

DOKTORA TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

Danışman: Prof. Dr. Uğur KÖLEMEN 2020 Her hakkı saklıdır

T.C. TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ FEN BILİMLERİ ENSTİTÜSÜ FİZİK ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

YÜKSEK SICAKLIK TİVAL ŞEKİL HAFIZALI ALAŞIMLARDA ZİRKONYUM İÇERİĞİNİN MEKANİKSEL VE ŞEKİL HAFIZA ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

ÖZNUR BAĞ

<u>TOKAT</u> Ocak - 2020

Her hakkı saklıdır



Bu tez çalışması;

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından 2017 / 95 nolu proje ile desteklenmiştir. Öznur BAĞ tarafından hazırlanan "Yüksek Sıcaklık TiVAl Şekil Hafızalı Alaşımlarda Zirkonyum İçeriğinin Mekaniksel Ve Şekil Hafıza Özellikleri Üzerine Etkisi "adlı tez çalışmasının savunma sınavı 10/01/2020 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen Jüri tarafından Oy Birliği ile Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim dalında DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Danışman

Prof. Dr. Uğur KÖLEMEN

Üye

Prof. Dr. Ramazan ERENLER

Üye

Prof. Dr. Nusret GÜÇLÜ

Üye

Prof. Dr. Rıza ERDEM

Üye

Doç. Dr. Hüseyin TOPAKLI

Balimont



TEZ BEYANI

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduğunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezin içerdiği yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadığını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.



ÖZET

DOKTORA TEZİ

YÜKSEK SICAKLIK TİVAL ŞEKİL HAFIZALI ALAŞIMLARDA ZİRKONYUM İÇERİĞİNİN MEKANİKSEL VE ŞEKİL HAFIZA ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

ÖZNUR BAĞ

TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI:PROF. DR. UĞUR KÖLEMEN

Sunulan araştırmada zirkonyum miktarının Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarında mikroyapı, şekil hafiza ve mekanik özellikleri üzerine etkisi araştırıldı. Bu amaçla Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımları Ark-Eritme tekniği ile mastır alaşım olarak üretildi. Bu alaşımlar içinden martensitik dönüşüm sıcaklığı en uygun olan Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) alaşımı ise hızlı katılaştırma yöntemlerinden biri olan Eriyik-Eğirme (Melt-Spinning) tekniği ile şerit formda üretildi. Hem mastır alaşımların hem de şerit alaşımın faz dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek adına Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizleri yapıldı. DSC analizleri sonucu bütün alaşımlarda faz dönüşümünün gerçekleştiği gözlemlendi. Zr miktarındaki artısın Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır alaşımının ostenit bitis sıcaklığında artısa, diğer alaşımlarda ise azalmaya neden olduğu tespit edildi. Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımın DSC analizi sonucunda ise alaşımda iki kez faz dönüşümünün gerçekleştiği görüldü. XRD analizi ile birlikte SEM analizlerinde, mastır ve şerit alaşımlarının oda sıcaklığında hem ostenit hem de martensit yapıda iki farklı faza sahip olduğu gözlemlendi. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımları için alınan TEM analizlerine göre, artan Zr içeriği ile martensit plaka miktarının azaldığı ve plaka kalınlığının küçüldüğü gözlemlendi. Mastır alaşımların hem ostenit hem de martensit fazdaki mekanik özellikleri (sertlik, elastik modülü, süperelastisite) yüksek sıcaklık mikrocentme cihazı kullanılarak karakterize edildi. Buna göre, Zr içeriğinin artmasıyla, alaşımların süperelastisite davranışında oda sıcaklığında (24°C) azalma meydana gelirken yüksek sıcaklıklarda (450°C) bu davranışın arttığı görüldü. Alaşımların sertlik ve elastik modülü değerlerinin Zr miktarının artması ile azaldığı tespit edildi.

2020, 112 Sayfa

ANAHTAR KELİMELER: Şekil hafizalı alaşım, Martensitik dönüşüm, Eriyik eğirme, Mekanik özellikler

ABSTRACT

DOCTORATE THESIS

THE EFFECT OF ZIRCONIUM CONTENT ON MECHANICAL AND SHAPE MEMORY PROPERTIES IN HIGH TEMPERATURE TIVAL SHAPE MEMORY ALLOYS

ÖZNUR BAĞ

TOKAT GAZIOSMANPASA UNIVERSITY GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

DEPARTMENT OF PHYSICS

SUPERVISOR: PROF. DR. UĞUR KÖLEMEN

In this study, the effect of zirconium content on microstructure, shape memory and mechanical properties of Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 and 2) (wt%) master alloys was investigated. For this purpose, Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 and 2) (wt.%) alloys were produced as master alloy by Arc-Melting technique. Among these alloys, Ti-12V-4Al-0,5Zr (wt.%) alloy, which has the best martensite transformation temperature, was produced in ribbon form by Melt-Spinning technique which is one of the rapid solidification methods. Differential Scanning Calorimetry (DSC) analysis was performed to determine the phase transformation temperatures of the both master alloys and ribbon alloy. As a result of DSC analysis, phase transformation was observed in all alloys. It was found that the increase in Zr amount caused an increase in the austenite finish temperature of Ti-12V-4Al-0,5Zr (wt%) alloy and a decrease in other master alloys. DSC analysis of Ti-12V-4Al-0,5Zr (wt%) ribbon alloy showed that phase transformation was materialized twice. SEM observations together with XRD analysis showed that the structures of both master alloys and ribbon alloy had two different phases which were austenite and martensite at room temperature. According to TEM analysis of Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 and 2) (wt.%) master alloys, it was observed that martensite plate amount decreased and plate thickness reduced with increasing Zr amount. The mechanical properties (hardness, elastic modulus, superelasticity) of the master alloys in both austenite and martensite phases were characterized by using a high temperature microindentation device. Accordingly, superelasticity behavior of alloys decreased at room temperature (24°C) with the increase of Zr amount while this behavior increased at high temperatures (450°C). It was determined that the hardness and elastic modulus values of the alloys decreased with increasing Zr amount.

2020, 112 Pages

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

ÖNSÖZ

Doktora eğitimim süresince insani ve ahlaki değerleri ile örnek edindiğim, bilimsel olarak yetişmem adına her türlü desteği sağlayan çok değerli danışman hocam Prof. Dr. Uğur KÖLEMEN'e en içten duygularımla sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışması süresince bilgi ve tecrübesiyle her an yanımda olan, yardımını esirgemeyen ve her konuda bana yön veren sayın hocam Dr. Öğr. Gör. Semra ERGEN'e çok teşekkür ederim.

Tez çalışmalarımda bana büyük destek sağlayan, ölçümlerin alınmasında ve mekanik analizlerin yapılmasında bilgilerini paylaşmaktan kaçınmayan sayın hocam Doç. Dr. Fikret YILMAZ'a teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Mastır alaşımların üretilmesi konusunda yardımlarını esirgemeyen Ankara Üniversitesi Manyetik Malzemeler Araştırma Laboratuvarı başkanı sayın hocam Prof. Dr. Yalçın ELERMAN'a ve çalışma arkadaşlarına teşekkür ederim.

Tez çalışmamda mastır alaşımlar ve şerit alaşımın XRD, SEM, EDX analizlerinde faydalandığım Bülent Ecevit Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi çalışanları ve Dr. Ögr. Gör. Cengiz TEMİZ'e teşekkür ederim.

Mastır alaşımların TEM analizlerinde yardımlarını esirgemeyen Kırıkkale Üniversitesi Elektron Mikroskobu Laboratuvarı çalışanları ve Dr. Öğr. Gör. Ümit ERDEM hocama teşekkür ederim.

Tez çalışmam süresince benden maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen, çok kıymetli aileme tüm kalbimle teşekkür ederim.

Canım Annem ve Babama...

ÖZNUR BAĞ 10 Ocak 2020

İÇİNDEKİLER

<u>Sayfa</u>

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
ÖNSÖZ	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR	vi
ŞEKİL LİSTESİ	ix
ÇİZELGE LİSTESİ	xii
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER	6
2.1. Şekil Hafızalı Alaşımlarda Faz Dönüşümü	6
2.2. Şekil Hafıza Olayı ve Süperelastiklik	13
2.2.1. Tek ve çift yönlü şekil hafıza olayı	16
2.3. Yüksek Sıcaklık Şekil Hafızalı Alaşımlar	18
2.3.1. Ti-V-Al alaşımları	
2.3.2. Ti-V-Al alaşımlarında faz diyagramı	26
2.4. Şekil Hafızalı Alaşımların Üretim Teknikleri	29
2.5. Şekil Hafızalı Alaşımların Uygulama Alanları	
3. MATERYAL ve YÖNTEM	44
3.1. Mastır Alaşımların Üretimi	44
3.1.1. Ark-Eritme (Arc-Melting) tekniği	44
3.2. Mastır Alaşımların Kesilme İşlemi	46
3.3. Mastır Alaşımların Yüksek Sıcaklık Fırınında Homojenizasyonu	47
3.4. Eriyik Eğirme (Melt-Spinning) Tekniğiyle Şerit Numune Üretimi	48

3.5. Mikroyapı ve Mekanik Analizler İçin Alaşımların Hazırlanması	50
3.5.1. Mastır ve şerit alaşımların kalıplanması	
3.5.2. Alaşımların parlatılması	51
3.5.3. Alaşımların dağlanması	52
3.6. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi	53
3.7. Optik Mikroskop Analizi	54
3.8. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	
3.9. Enerji Dağılımlı X-Işını (EDX) Analizi	56
3.10. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi	57
3.11. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Analizi	59
3.12. Mekanik Karakterizasyon	60
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	65
4.1. DSC ile Faz Dönüşüm Sıcaklığı Analizi	65
4.2. Optik Mikroskop ile Yüzey Analizi	72
4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Mikroyapı Analizi	75
4.4. Enerji Dağılımlı X-Işını (EDX) Analizi	78
4.5. X-Işını Kırınımı (XRD) ile Faz Analizi	81
4.6. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Analizi	84
4.7. Mekanik Karakterizasyon Analizi	85
5. SONUÇ ve ÖNERİLER	93
6. KAYNAKLAR	98
7. ÖZGEÇMİŞ	111

SİMGELER ve KISALTMALAR

Simgeler	Açıklama
А	Yüzey alanı
A_c	Kontak alanı
A _f	Ostenit bitiş sıcaklığı
A _s	Ostenit başlama sıcaklığı
bcc	Hacim merkezli kübik yapı
E _r	İndirgenmiş elastik modülü
3	Geometrik sabit
fcc	Yüzey merkezli kübik yapı
н	Çentik sertliği
h	Girme derinliği
h_c	Kontak derinliği
hcp	Hekzagonal sıkı paket yapı
h_f	Minimum derinlik
hkl	Miller indisleri
h _{maks}	Maksimum derinlik
h_s	Elastik yerdeğiştirme
M_{f}	Martensit bitiş sıcaklığı
M _s	Martensit başlama sıcaklığı
nm	Nanometre
η_{SE}	Süperelastisite

Simgeler	Açıklama
Р	Yük
P _{maks}	Maksimum yük
S	Kontak katılığı
Т	Denge sıcaklığı



Kısaltmalar	Açıklama
AM	Ark-Eritici
DDÇ	Derinlik duyarlı (dinamik/nanoçentme) çentik testi
DP	Difüzyon pompası
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetre
EDX	Enerji dağılımlı X-ışını
RP	Vakum pompası
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
ŞHA	Şekil hafızalı alaşım
TEM	Geçirimli elektron mikroskobu
XRD	X-Işını kırınımı
YSŞHA	Yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşım

ŞEKİL LİSTESİ

<u>Sayfa</u>

<u>Şekil</u>

Şekil 2.1.	a) Kristal yapının ilk hali, b) Deformasyondan sonra yapıdaki değişim, c) Deformasyonun artmasıyla oluşan değişim	7
Sekil 2.2.	Kristal vapıdaki değişim ve dönüsüm sıcaklıkları	8
Sekil 2.3.	Kayma türü yapı bozukluğu	9
Şekil 2.4.	İkizlenmenin sematik ve mikroskobik görüntüsü	9
Şekil 2.5	Sekil hafızalı alaşımlarda faz dönüsümlerinin sematik gösterimi	10
Şekil 2.6	Martensit vanıların sıcaklık ve zamana hağlı değişimi	13
Şekii 2.0.	a) Atermal Dönüsüm b) İzotermal Dönüsüm	15
Salvil 27	a) Alermai Donuşum. 0) izolermai Donuşum Sakil hafizalı alaşımların şakil hafiza atkişi ağrişi	14
$\operatorname{Sekil} 2.7.$	Şekil hafizalı alaşımların şönaralaştik davranış ağrişi	14
$\operatorname{SekII} 2.6.$	Şekir harizan alaşımların superelastik davranış egrisi	13
Şekil 2.9.		10
Şekil 2.10.	Çift yonlu şekil hafiza mekanizması	1/
Şekil 2.11.	Alaşım elementlerinin 11 faz yapısına etkisi	28
Şekil 2.12.	Faz diyagramı üzerinde Ti-alaşımlarının kompozisyonları	29
Şekil 2.13.	Ti-Ni alaşımının üretim işlemi	30
Şekil 2.14.	Hızlı soğutma cihazının iç elemanları a) Bakır tekerlekb) Yüksek frekans indüksiyon bobini c) Ergimiş metal d) Kuartzcam ergitme kabı e) Ergimiş metal birikintisi f) Katılasmış serit	32
Sekil 2.15.	Otomobillerde kullanılan sekil hafızalı aktüatörlerin potansiyel	34
3	uygulamaları 1) Radyatör panjuru, 2) Fan clutch, 3) Yakıt yönetimi, 4) Klima kontrol, 5) Motor kontrol, 6) Fren havalandırma, 7)Şanzıman kontrol/gürültü azaltma, 8)Süspansiyon ayarlama	_
Şekil 2.16.	1) Sis lambası koruyucusu, 2) Motor kaput kilidi, 3) Geri kapanabilir ön far, 4) Yakıt yönetimi, 5) Motor kontrol, 6) Şanzıman kontrol, 7) Klima kontrol, 8) Silecek basınç kontrol, 9) Geri görüş aynası ayarı, 10) Emniyet kemeri ayarı, 11) Merkezi kilit sistemi, 12) Şok emici ayarı, 13) Benzin deposu kilit, 14) Bagai kilit	34
Sekil 2.17.	Sekil hafızalı alaşımların insan yücudunda kullanıldığı bölgeler	35
, Sekil 2.18.	Sekil hafızalı alasımdan yapılmış protatif el	36
Şekil 2.19	Şekil hafızalı alaşım kullanılarak yapılan yuşufcuk	37
Şekil 2.19. Sekil 2.20	Ucak bölümlerinde sekil hafızalı alaşımların meycut ve	38
Şekii 2.20.	notansiyel uygulamaları	50
Salvil 2 21	Airbus A220 torofinden kullenden V2500 motorunde sekil	20
ŞCKII 2.21.	hafizalı alaşımların kullanıldığı bölümlər	59
G al-:1 0 00	Alvili, konst ansissi ile selistirilen SUA terk türünün medel	41
Şekii 2.22.	Akilli kanat projesi ile genşurilen ŞHA tork tupunun model	41
G 1 1 2 22	kanata uygutanmiş nali ile butun ve kesit goruntusu	41
Şekii 2.23.	şekil nalizalı alaşım ile tasarlanmış aktuatorun şekil	41
a 111 a a f	degiştirebilen kanatlarda kullanılması	
Şekil 2.24.	Boeıng tarafından geliştirilen değişken geometrili şerit uygulaması	42

Şekil 2.25.	NASA ve Boeing işbirliği ile yapılan esnek kanat kenar tasarımları	43
Sekil 3.1.	Ark-Eritici (Arc-Melter) fırını ve aparatları	45
, Şekil 3.2.	Ark-Eritme (Arc-Melting) tekniği ile üretilen mastır alaşımlar	46
Şekil 3.3.	Kesme cihazı	46
Şekil 3.4.	Mastır alaşımlardan plaka şeklinde kesilmiş parçalar	47
Şekil 3.5.	Tüp içine hapsedilmiş mastır alaşımlar	47
Şekil 3.6.	Protherm marka kare firin	48
Şekil 3.7.	Eriyik-Eğirme (Melt-Spinning) sistemi	49
Şekil 3.8.	Eriyik-Eğirme (Melt-Spinning) tekniği ile üretilen şerit alaşımlar	50
Şekil 3.9.	Kalıba alınan alaşımlar	51
Şekil 3.10.	Parlatma Cihazı	51
Şekil 3.11.	Dağlama işlemi yapılan mastır ve şerit alaşımlar	53
Şekil 3.12.	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) cihazı	54
Şekil 3.13.	Optik Mikroskop cihazı	55
Şekil 3.14.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) cihazı	56
Şekil 3.15.	X-Işını Kırınım (XRD) cihazı	58
Şekil 3.16.	Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) cihazı	60
Şekil 3.17.	a) Çentiğin yatay kesiti b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan tipik bir P-h eğrisinin şematik gösterimi	61
Şekil 3.18.	Yüke bağlı derinlik etkisi	63
Şekil 3.19.	Yüksek Sıcaklık Mikroçentme cihazı	64
Şekil 4.1.	Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) alaşımları için alınan DSC eğrileri a) Ti-12V b) Ti-12V-2Al c) Ti-12V-4Al d) Ti-12V-6Al e) Ti-12V-8A	66
Şekil 4.2.	Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımları için alınan DSC eğrileri a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr	69
Şekil 4.3.	Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır ve şerit alaşımların DSC eğrileri a) Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır alaşım b) Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşım	71
Şekil 4.4.	DSC analizlerinde soğutma işlemi sırasında görülen grafik örneği	72
Şekil 4.5.	Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların dağlama işleminden önce ve dağlama işleminden sonra alınan optik mikroskop görüntüleri	74
Şekil 4.6.	Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımın optik mikroskop görüntüsü a) dağlamadan önce b) dağlamadan sonra	74
Şekil 4.7.	Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait SEM görüntüsü a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr	76
Şekil 4.8.	Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımına ait SEM görüntüsü	77
Şekil 4.9.	Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır ve şerit alaşımların SEM görüntüleri a) Ti-12V-4Al-0,5Zr mastır alaşım b) Ti-12V-4Al-0,5Zr şerit alaşım	78
Şekil 4.10.	Mastır alaşımlara ait EDX analizleri a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-	79

4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr

80

- Şekil 4.11. Ti-12V-4Al-0,5 (ağ.%) şerit alaşımına ait EDX analizleri
- Şekil 4.12.Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır81alaşımlarına ait oda sıcaklığında alınan X-Işını kırınım desenleri
- Şekil 4.13. Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşıma ait oda sıcaklığında alına 83 X-Işını kırınım deseni
- Şekil 4.14. Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır ve şerit alaşımların X-Işını 83 kırınım desenleri a) Ti-12V-4Al-0,5Zr mastır alaşım
 b) Ti-12V-4Al-0,5Zr şerit alaşım
- Şekil 4.15. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlara 84 ait TEM görüntüsü a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr
- Şekil 4.16. Ti-12V-4Al-xZr(x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına 86 ait oda sıcaklığında (24°C) alınan yük-yerdeğiştirme eğrileri a) Ti-12V-4Al b)Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr
- Şekil 4.17. Ti-12V-4Al-xZr(x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır 87 alaşımlarına ait 250°C'de alınan yük-yerdeğiştirme eğrileri a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr
- Şekil 4.18. Ti-12V-4Al-xZr(x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına 88 ait 450°C'de alınan yük-yerdeğiştirme eğrileri a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr
- Şekil 4.19. Ti-12V-4Al-xZr(x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır 89 alaşımlarına ait sertlik eğrileri
- Şekil 4.20. Ti-12V-4Al-xZr(x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına 90 ait elastik modulü eğrileri
- Şekil 4.21.Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların9124°C, 250°C ve 450°C sıcaklıklarda süperelastisite davranışı

ÇİZELGE LİSTESİ

<u>Çizelge</u>		<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1.	Şekil hafızalı alaşımların martensitik dönüşüm sıcaklıklarına göre gruplandırılması	24
Çizelge 2.2.	Uçak gövdesinde titanyum alaşımlarının kullanıldığı bölgeler	40
Çizelge 3.1.	Alaşımların üretim teknikleri ve yapılan analizler	44
Çizelge 4.1.	Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) alaşımlarının ostenit (ters martensitik) dönüşüm sıcaklıkları	67
Çizelge 4.2.	Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımlarının ostenit (ters martensitik) dönüşüm sıcaklıkları	70
Çizelge 4.3.	Mastır alaşımlara ait EDX analizlerinden elde edilen Ti, V, Al, Zr oranları	80

1. GİRİŞ

Yüzyıllar boyunca metaller yapısal malzemeler olarak günlük hayatımızda ve endüstriyel alanda önemli bir rol oynamıştır. Bilim ve teknolojideki ilerlemelerin yanı sıra alaşımlama, eritme, dövme ve işleme tekniklerinin malzeme davranışı üzerindeki etkilerinin daha derinden anlaşılması ile malzeme bilimi alanı son yıllarda önemli gelişme kaydetmiştir. Çeşitli uygulamalar için farklı malzemelerin özellikleri (mekanik, termal, elektrik, vb.) hesaplama çabası, yeni alaşımların ve kompozitlerin geliştirilmesini sağlamıştır. Hem yapısal gereklilikleri karşılayan hem de ek mühendislik işlevselliği sağlayan özel özelliklere sahip daha hafif ve daha güçlü malzemelere olan talep, akıllı malzemeler olarak adlandırılan yeni bir malzeme dalı oluşturmuştur. Son yıllarda akıllı malzemelerin bir sınıfını oluşturan şekil hafizalı alaşımlar dikkat çekmektedir. Şekil hafızalı alaşımlar (ŞHA) temel olarak, belirli bir sıcaklığa kadar ısıtıldığında deformasyona uğradıktan sonra orijinal boyutsal bütünlüğünü (önceden deforme olmuş şekil ve boyut) geri yükleme yeteneğine sahip malzemeler olarak karakterize edilirler (Bezjak, 2013). Şekil hafızalı alaşımlar şekil hafıza etkisi, sahte esneklik (süperelastik), yüksek güç / ağırlık oranı, yüksek sönümleme kapasitesi, iyi kimyasal direnç ve biyouyumluluk özellikleri nedeniyle akıllı ve fonksiyonel malzemeler olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır (Otsuka ve Rena, 2005; Tillmann ve Momeni, 2015). Şekil hafızalı alaşımların şekil hafıza ve süperelastik davranışı bu alaşımların önemli iki termomekanik özelliğidir (Dilibal, 2005). Bu alaşımların şekil hafıza özelliğinin kaynağı, martensitik dönüşüm olarak adlandırılan birinci dereceden bir katı-katı difüzyonsuz ve geri dönüşümlü faz değişikliğinden geçme yeteneğidir (Olson ve Owen, 1992). Şekil hafızalı alaşımlarda iki faz meydana gelir: Martensit olarak bilinen düşük sıcaklıkta bir faz ve Ostenit veya Ana faz olarak bilinen yüksek sıcaklıkta meydana gelen ikinci bir faz (Oliveira ve ark., 2017). Martensitik dönüşüm, ostenit (ana faz) ile düşük sıcaklıktaki martensit faz arasında meydana gelir. Ostenit fazında bulunan bir alaşımda soğutularak martensit fazına ulaştıktan sonra uygulanan bir dış etki (kuvvet gibi) ile deformasyon meydana gelir ve sonrasında yeniden ısıya tabi tutulduğunda ostenit fazına geçerek deformasyon öncesi orijinal şeklini geri alır. Şekil hafızalı alaşımların süperelastik özelliği ise malzemelerin bir dış etki (kuvvet, manyetik alan, vb.) yardımı ile kristal yapısında meydana gelen değişim ile yüksek deformasyonlara ulaşılması ve dış etkinin kaldırılması ile orijinal şekline geri dönmesi şeklinde tanımlanabilir (Otsuka ve Wayman, 1998). Böylece şekil hafızalı alaşımların sahip oldukları şekil hafıza ve süperelastik özellikleri sayesinde, endüstride kullanılan malzemelerde daha hafif, esnek, modüler, minyatürleşme yönünde avantajlar sağlanmaya başlanmıştır.

Şekil hafızalı alaşım ilk olarak 1932'de Arne Ölander tarafından keşfedilmiştir (Ölander, 1932). Şekil hafızalı alaşımların önemi, William Buehler ve Frederick E. Wang tarafından nitinol olarak da bilinen, nikel-titanyum (NiTi) alaşımında şekil hafıza etkisi açıklanana kadar farkedilmemiştir (Buehler ve ark., 1963; Wang ve ark., 1965; Kauffman ve Mayo, 1997). O zamandan beri, mühendislik ve teknik uygulamalarda şekil hafızalı alaşımlara olan talep tüketici ürünleri ve endüstriyel uygulamalar (Hautcoeur ve Eberthardt, 1997; Wu ve Schetky, 2000), kompozitler (Furuya, 1996), otomotiv (Stoeckel, 1990; Leo ve ark., 1998; Butera ve ark., 2007), uzay (McDonald, 1991; Bil ve ark., 2013), mini aktüatörler ve mikro elektromekanik sistemler (Fujita ve Toshiyoshi, 1998; Humbeeck, 1999; Sun ve ark, 2012), robotik (Furuya ve Shimada, 1991; Kheirikhah ve ark., 2011), biyomedikal (Duerig ve ark., 1999; Petrini ve Migliavacca, 2011) ve hatta moda (Langenhove ve Hertleer, 2004) gibi çok sayıda ticari alanda artmaktadır. Her ne kadar demir ve bakır temelli şekil hafızalı alaşımlar düşük maliyetli olsada dayanıksız, elverişsiz (ör; kırılgan) (Hodgson ve ark., 1990; Wilkes ve Liaw, 2000) ve zayıf termomekanik performanslarından (Huang, 2002) dolayı ticari olarak uygulanabilir değildir; NiTi tabanlı şekil hafizalı alaşımlar çoğu uygulama için çok daha fazla tercih edilmektedir.

İkili Ni-Ti şekil hafızalı alaşımlar üzerinde birçok çalışma yapılmıştır, çünkü bunlar iyi çevrimsel kararlılık, yüksek aktivasyon gerilimi ve iyi mekanik özelliklere sahiptir (Otsuka ve Rena, 2005; Kockar ve ark., 2007). Ancak, NiTi alaşımları ümit verici özellikler göstersede martensitik dönüşüm sıcaklıkları 100°C'den düşüktür ve yüksek sıcaklık uygulamaları için uygun değildirler. Bu nedenle NiTi alaşımının dönüşüm sıcaklığını ve faz dönüşüm mekanizmasını değiştirmek için bu alaşıma üçüncü element ilave edilmiştir (Han ve ark., 1997). Hf, Zr, Pd, Pt ve Au, dönüşüm sıcaklıklarını yükseltmek için eklenen en yaygın alaşım elementleridir (Karaca ve ark., 2013; Acar,

2014; Saedi, 2016a, b; Kaya ve ark., 2016). Yüksek sıcaklık uygulamaları için kullanılan şekil hafızalı alaşımlar, eğer dönüşüm sıcaklıkları 100°C'nin üzerindeyse "Yüksek Sıcaklık Şekil Hafızalı Alaşımlar" (YSŞHA) olarak sınıflandırılır. Sonraki yıllarda yapılan çalışmalar sonucunda yüksek sıcaklık gerektiren uygulamalarda kullanılmak üzere birçok yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşım grubu keşfedilmiştir (Ma ve ark., 2010; Kumar ve Lagoudas, 2010). Bunlardan bazıları Ni–Ti–X (X = Pd, Pt, Hf, Zr), Cu–Al–Ni, Ni–Al, Ni–Mn–Ga, Ti–Ta (Kato ve ark., 1998; Meng ve ark., 2001; Ma ve ark., 2010; Atli ve ark., 2011; Zheng ve ark., 2013), Co-Ni-Ga (Dogan ve ark., 2012; Niendorf ve ark., 2015), Ti–Nb (Kim ve ark., 2006a), Ti–Nb–Al (Fukui ve ark., 2004; Inamura ve ark., 2007), Ti–V–Al (Park ve ark., 1991) ve Ti–10V–2Fe–3Al (Duerig ve ark., 1982) dir.

Son yıllarda özellikle havacılık endüstrisinde, uçaklarda kullanılacak malzemelerin ağırlığında istenilen azalma talebi giderek artmaktadır. NiTi alaşımları gibi birçok şekil hafızalı alaşım grubu ise sahip oldukları yoğunluktan dolayı bu talebi karşılayamamaktadır. Bu bağlamda havacılık endüstrisinde uçaklarda kullanılmak üzere hem hafif hem de yüksek dönüşüm sıcaklığına sahip malzemelerin üretilmesi ve geliştirilmesi oldukça önemlidir.

Havacılık endüstrisinde uçağın gövdesinin yüksek dayanım gerektiren kısımlarında (iskelet ve eklem yerleri) çelik temelli malzemeler kullanılmaktadır. Çelik temelli malzemelerin ağırlığı nedeniyle yakıt tüketimi fazla olmaktadır. Bu nedenle çelik yerine geçebilecek alternatif malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Günümüzde ağırlığının çeliğe göre çok daha düşük ve korozyona karşı dirençli olması sebebiyle Ti temelli malzemeler çelik malzemelerin yerini almaya başlamıştır.

Havacılık alanında ticari olarak saf Ti ve Ti alaşımları genellikle uçağın gövde ve motor parçalarında kullanılmaktadır. Motorlarda saf titanyumdan daha güçlü olan Ti alaşımları hafifliği, yüksek mukavemeti ve ısı direnci özellikleri nedeniyle tercih edilmektedir. Uçaklarda kullanılan turbo fan motorları; pervane, kompresör, ateşleme odası ve tribün olmak üzere dört bölümden oluşmaktadır. Ti alaşımları da uçağın bu bölümlerinden, sıcaklığın nispeten düşük olduğu (600°C ve daha düşük) motorun ön yarım kesitinde bulunan pervane ve kompresör kısımlarında kullanılmaktadır. Yüksek dayanıma sahip alüminyum temelli alaşımlar ise uçak motorlarında nadir olarak kullanılır çünkü bu alaşımların dayanımları, 200°C ve üzerindeki sıcaklıklarda ani bir şekilde azalmaktadır. Uçağın arka yarım bölümünde bulunan tribün ve yanma odası kısımlarında ise daha yüksek sıcaklıklara sahip alaşımlar kullanılmaktadır.

Son yıllarda araştırmacılar, havacılık endüstrisinde kullanılmak üzere yeni Ti temelli şekil hafızalı alaşımların gelişimi üzerine odaklanmaya başlamışlardır. Ti-V-Al alaşımları hafif yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlar için iyi bir adaydır. Öncelikle Ti-V-Al alaşımlarının yoğunlukları oldukça düşüktür ve neredeyse saf titanyumun yoğunluğuna (4.5g/cm³) yakındır. Bununla birlikte Ti-V-Al alaşımları kalınlıkları % 90'ın üzerinde azaltılabilen mükemmel bir soğuk işlenebilirlik özelliğine sahiptir. Soğuk işlenebilirlik şekil hafızalı alaşımlar için önemli bir konudur ve bu özellik çoğu alaşımlarda gözlenmez. Bu özellik alaşımların farklı şekillerde kolayca işlenebilmesini ve böylece pahalı olmamasını sağlamaktadır (Yang ve ark., 2015). Bu bağlamda soğuk işlenebilirlik özelliği Ti-V-Al alaşımları için önemli bir avantaj teşkil etmektedir.

Tez çalışmamızda, dönüşüm sıcaklıkları yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşım gruplarından 100°C-400°C sıcaklık aralığına dahil olacak şekilde ve özellikle havacılık endüstrisinde uçak motorlarının ön panellerinde kullanılabilecek sıcaklığa sahip malzemelerin üretimi ve özelliklerinin incelenmesi hedeflendi. Bu hedefler göz önüne alınarak çalışılacak alaşım grubu Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) olarak belirlendi ve bu alaşımlar Ark-Eritme tekniğiyle üretildi. Üretilen alaşım grubundan martensitik dönüşüm sıcaklığı en uygun olan Ti-12V-4Al (ağ.%) alaşımı seçildi. Bu üçlü alaşım grubuna dördüncü element Zr ilavesi yapılarak Ark-Eritme tekniğiyle yeni bir dörtlü Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) hafif yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlar üretildi. Üretilen bu alaşımlardan yine martensitik dönüşüm sıcaklığı en uygun olan Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) alaşımı seçilerek bu alaşım Eriyik-Eğirme tekniğiyle şerit formda yeniden üretildi.

Yukarıda bahsetmiş olduğumuz amaca ulaşabilmek için hem Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların hem de şerit formda üretilen Ti-12V-4Al-0,5Zr

(ağ.%) alaşımın ısıl analizleri, Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (Differential Scanning Calorimetry; DSC) cihazı ile yapılarak şekil hafıza özelliği için gerekli olan martensitik dönüşümün gerçekleşip gerçekleşmediği belirlendi.

Aynı zamanda şekil hafızalı Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarının ve şerit formlu Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) alaşımın yüzey morfolojisi optik mikroskop cihazı ile incelendi. Üretilen alaşımlarda dağlamanın mikro yapıya etkisini incelemek için dağlamadan önce ve sonra alaşımların optik mikroskop fotoğrafları alındı.

Ayrıca, şekil hafızalı Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarının ve şerit formlu Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) alaşımının mikro yapılarını incelemek için Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope; SEM) analizleri yapıldı. SEM görüntülerinden hem mastır alaşımlarının hem de şerit formda alaşımın oda sıcaklığında mikro yapıları incelendi.

Bunlara ek olarak, hem mastır alaşımların hem de şerit alaşımın yapısında oluşan fazların elementer içeriklerini tespit edebilmek için Enerji Dağılımlı X-Işını (EDX) analizi yapıldı. Alaşımların EDX analizleri sonucunda element oranları belirlendi ve EDX spektrumu elde edildi. Hem mastır alaşımların hem de şerit alaşımın oda sıcaklığındaki faz analizleri X-Işını Kırınımı (X-Ray Diffraction; XRD) cihazı ile yapıldı ve alaşımların mikro yapılarında oluşan fazlar belirlendi. Üretilen mastır alaşımların Geçirimli Elektron Mikroskobu (Transmission Electron Microscopy; TEM) cihazı ile analizleri gerçekleştirildi. Mastır alaşımlarda Zr miktarındaki artışın martesitik plakaları nasıl etkilediği TEM analizlerinden bulundu.

Son olarak, şekil hafizalı alaşımların en önemli karakteristiklerinin başında, onlara diğer alaşımlara kıyasla büyük avantajlar sağlayan mekanik özellikleri geldiğinden dolayı, yüksek sıcaklık şekil hafizalı Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarının hem ostenit hem de martensit yapı olmak üzere iki farklı fazda meydana gelen mekanik özellikleri (sertlik, elastik modülü ve süperelastisite) yüksek sıcaklık mikroçentme cihazı kullanılarak karakterize edildi.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Şekil Hafızalı Alaşımlarda Faz Dönüşümü

Şekil hafızalı alaşımlarda dönüşüm mekanizması martensitik faz dönüşümü ile ilgili olduğundan bu dönüşümün temel özelliklerini ve mekanizmasını açıklamak, şekil hafızalı alaşımların sahip olduğu karakteristik özelliklerin daha iyi anlaşılmasını sağlar. Ostenit fazında belli bir kristal yapıya sahip olan malzemenin herhangi bir dış (basınç, kuvvet, vb.) etki ile martensit fazında başka bir kristal yapıya dönüşümüne 'faz dönüşümü' adı verilir. Martensitik dönüşüm metalik, polimerik ve seramik sistemler dahil olmak üzere birçok malzeme sisteminde meydana gelen en yaygın faz dönüşümlerinden biridir (Bhattacharya ve ark., 2004).

Faz dönüşümlerine ait ilk çalışmalar 1864 yılında Sorby tarafından başlatılmış, 1878 yılında ise Martens tarafından demir esaslı alaşımlarda çalışılmıştır. Katıhâl fiziği ile fiziksel metalürjide malzeme içyapılarında oluşan değişmelerin anlaşılmasında oldukça önemli bir yeri olan martensitik faz dönüşümü, ilk olarak Alman fizikçi Adolph Martens tarafından gözlenmiştir. 1895 yılında Osmond, Martens'in çalışmalarını dikkate alarak elde ettiği ürün fazına 'Martensit', bunun yüksek sıcaklık fazına 'Ostenit', dönüşüme de 'Martensitik Faz Dönüşümü' adını vermiştir. Sonraki yıllarda bu dönüşüm ile ilgili birçok araştırma yapılmış ve demir bazlı alaşımların yanısıra metalik özellik göstermeyen malzemelerde de bu dönüşüm görülmüştür (Kayalı, 1993; Kaya, 2008).

Martensitik faz dönüşümünde, yüksek sıcaklıkta kararlı yapıya sahip olan ostenit fazda bulunan kristal yapının daha düşük sıcaklıkta kararlı olan martensit (ürün) fazına difüzyonsuz gerçekleşen bir dönüşümü söz konusudur. Malzeme, daha yüksek bir kristalografik simetriye sahip fazdan (ostenit) daha düşük bir simetriye sahip faza (martensit) bir dönüşüm gerçekleştirir. Martensit daha düşük simetriye sahip olduğundan dolayı, bu dönüşüm sırasında farklı yönlerde martensit yapıları oluşabilmektedir. Elde edilen her bir yapıya martensit varyantları denilmektedir (Buehler ve ark., 1963). Bu dönüşümün en önemli özelliği, dönüşümün difüzyonsuz olmasıdır. Kristal yapı içinde komşu atomların düzenleri sabit kalıp sadece kristal yapıda bir farklılaşma oluşuyor ise bu dönüşümlere 'difüzyonsuz faz dönüşümü' denir (Konuk, 2014). Böylece martensit fazdaki atomların komşulukları, dönüşüm öncesi komşuluklar ve kristalin komposizyonu farklılaşma olmadan değişmez kalmaktadır (Ortin ve Planes, 1989).

Difüzyonsuz faz dönüşümünde atomlar arasında uzaklık değişirken, atomlar arasında meydana gelen bağlarda kopma olmaz (Güney, 2012). Difüzyonsuz faz dönüşümü Şekil 2.1' de görülmektedir (Ortin ve Planes, 1989).



Şekil 2.1. a) Kristal yapının ilk hali b) Deformasyondan sonra yapıdaki değişim c) Deformasyonun artmasıyla oluşan değişim

Yüksek sıcaklık fazı olan ostenit fazı, hacim merkezli kübik (bcc) veya yüzey merkezli kübik (fcc) yapıya, martensit faz ise hekzagonal sıkı paket (hcp), ortorombik veya monoklinik yapıya sahip düşük sıcaklık fazıdır (Song ve ark., 2006).

Yüksek sıcaklıktaki alaşımın kristal yapısı belli bir sıcaklıkta termodinamik olarak denge halindedir. Ostenit kristal yapıya sahip alaşım denge sıcaklığından itibaren hızlı bir şekilde sıcaklık düşürüldüğünde kritik bir sıcaklık değerinden sonra ostenit kristal yapı içerisinde martensit yapılar oluşmaya başlar. Martensit yapıların oluşmaya başladığı sıcaklığa (M_s), Martensit başlama sıcaklığı denir. Bu sıcaklık ile martensit yapılar oluşur ve alaşım içinde martensit yapıya dönüşebilecek yapılar tamamen dönüşür ve martensit oluşumu biter. Bu dönüşümün bitiş sıcaklığına ise (M_f), Martensit bitiş sıcaklığı adı verilir. Aynı şekilde bunun tam terside mümkündür. Yani martensit haldeki bir alaşımda sıcaklık arttırıldığı zaman belirli bir kritik sıcaklığa gelindiğinde martensit haldeki alaşım içinde ostenit yapılar oluşmaya başlar ve bu başlama sıcaklığına (A_s), Ostenit başlama sıcaklığı denir. Martensit halden ostenit hale dönüşmeye başlayan alaşım içinde martensit yapıların tamamıyla ostenit yapı haline geldiği sıcaklığa ise (A_f), Ostenit bitiş sıcaklığı denir (Cisse ve ark., 2016). Bu (A_s, A_f, M_s, M_f) dönüşüm sıcaklıkları her alaşım için farklı değerler gösterirler. Kristal yapıdaki değişim ve dönüşüm sıcaklıkları Şekil 2.2'de verilmiştir.



Şekil 2.2. Kristal yapıdaki değişim ve dönüşüm sıcaklıkları

Birçok metalik veya metalik olmayan kristaller, mineraller ve bileşiklerde martensitik dönüşüm meydana gelebilir ve martensitik dönüşüm katılardaki katı-katı faz dönüşümü olarak ifade edilir. Martensitik dönüşüm birinci dereceden bir faz dönüşümüdür. Çekirdeklenme ve ardından büyüme ile gerçekleşir. Martensit kesme tarzındaki bir mekanizmayla oluşurken, martensit çevresinde büyük gerinimler oluşur. Bu gerinmeleri azaltmak için dislokasyon kayması veya ikizlenme olarak bilinen iki farklı şekilde plastik deformasyon meydana gelir. Kaymada atomlar bir veya birden fazla atomik boşlukta hareket ederken, ikizlenmede bir atomik boşluğun belli bir kısmı olarak hareket ederler (Otsuka ve Wayman, 1998).

Kayma mekanizmasında, kristali meydana getiren düzen bozulmadan kristalin bir bölümü bitişik kısma kıyasla bu iki bölümü ayıran düzlem (kayma düzlemi) içindeki bir doğrultu boyunca ötelenir. Ötelenme miktarı kayma doğrultusunda atomlar arası uzaklığın tam katı şeklindedir. Kayma türü yapı bozuklukları kristalin en çok atom içeren düzlemlerinde oluşur. Komşu atomlar sürekli itilirler ve bu hareket malzeme bozuluncaya kadar devam eder (Durlu, 1996). Kayma türü yapı bozukluğu Şekil 2.3'te görülmektedir.



Şekil 2.3. Kayma türü yapı bozukluğu

İkizlenme türü yapı bozukluklarında ise Şekil 2.4'te görüldüğü gibi, yine kristalin bir bölümü diğer bir bölümüne göre yer değiştirmiştir fakat bu defa kristalin bir bölümünün hacmi diğerine göre belli bir açı altında dönmüştür. Böylece, her iki hacim de aynı atomik düzeni korumalarına rağmen birbirlerine göre bu açı kadar dönmüş olurlar. Her iki hacimde kendi atomik düzenlerini korurlar ancak, görünümde farklı iki düzlemin aralarında açı bulunacak şekilde yapıştırılması gibidirler. Bu düzleme ise ikiz düzlemi denilir (Durlu, 1996). Atomlar dislokasyon hareketiyle değil de, atom sıralarının belli bir düzleme göre olan uzaklıklarıyla orantılı olarak hareket etmeleri sonucunda meydana gelen değişiklikler 'ikizlenme' olarak ifade edilir (Eroğlu, 2010).



Şekil 2.4. İkizlenmenin şematik ve mikroskobik görüntüsü

Şekil hafızalı alaşımlarda dönüşüm ikizlenme şeklinde olur. Kayma mekanizması ile oluşan martensitik yapı önceki haline geri dönemez. Fakat ikizlenme ile oluşan martensitik dönüşüm gösteren yapının önceki haline dönüşümü mümkündür. Bu özellik şekil hafızalı alaşımların en önemli özelliklerinden biridir.

Martensit faz iki şekilde oluşabilir. Birincisi, herhangi bir dış etki (kuvvet, vs.) olmadan, sadece sıcaklık değişimi sonucu meydana gelen martensit fazdır. Bu tür faz dönüşümleri sonucunda, malzeme içerisinde kafes yapıları ostenit diziliminden martensit dizilimine dönüşür. Malzeme içerisinde oluşan ikizlenmiş martensitler farklı yönelimlerde olabilir ve bundan dolayı malzemede makro boyutta bir şekil değişimi oluşmaz. İkincisi ise itici gücün kuvvet olduğu zor kaynaklı (stress-induced) martensit fazdır. Bu faz dönüşümde malzemede makro ölçekte şekil değişimi meydana gelir. Bu faz dönüşümleri hem sıcaklık hem de gerilme kaynaklı olabilir ve tersinir olduğu için literatürde termoelastik martensitik faz dönüşümleri olarak bilinmektedir (Tong ve Wayman, 1975). Şekil 2.5'te şekil hafizalı alaşımların sıcaklık kaynaklı ve zor kaynaklı faz dönüşümleri şematik olarak gösterilmektedir.



SICAKLIK

Şekil 2.5. Şekil hafızalı alaşımlarda faz dönüşümlerinin şematik gösterimi

İkizlenmiş martensit düşük sıcaklıkta kuvvet uygulanarak deforme edilirse, deformasyon ve ikizlenmenin beraber görüldüğü martensit (de-twinned martensite) fazı

oluşur. Bu dönüşüm esnasında dış kuvvet uygulandığı için malzemede şekil değişimi gözlemlenir. Bu durumda malzeme üzerindeki kuvvet kaldırılsa bile sıcaklık düşük olduğundan tekrar orijinal halini geri alamaz. Bu dönüşüm için fazladan enerji gerekir ve bu enerji malzemeye ısı olarak uygulanır. Isıtılan malzemenin sıcaklığı A_f dönüşüm sıcaklığı üzerine çıktığı zaman, deforme olmuş martensit, ostenit fazına dönüşür ve sıcaklık deformasyondan önceki başlangıç sıcaklığına getirilirse (malzeme soğutulursa), orijinal fazı olan ikizlenmiş martensit fazına geri döner. Bu işlem sonunda, malzeme üzerinde meydana gelen deformasyon geri kazanılmış ve malzeme orijinal boyutlarına ulaşmış olur (Acar ve Oktay, 2018).

Şekil hafızalı alaşımlarda martensitik dönüşümler, termoelastik ve termoelastik olmayan dönüşümler olmak üzere iki şekilde gruplandırılır (Otsuka ve Kakeshita, 2002). Termoelastik martensitik dönüşümler dar histeresis sıcaklıkları, hareketli ikiz ara yüzleri ve kristalografik olarak tersinir dönüşümlerle karakterize edilirler. Termoelastik olmayan martensitik dönüşümler ise geniş histeresis aralıkları, serbestçe hareket edemeyen ara yüzleri ve tersinir olmayan dönüşümlerle karakterize edilirler.

Termoelastik martensitik dönüşüm esnasında, sıcaklık düşürüldükçe martensit plakalar sürekli olarak büyürler. Aynı işlemin tersi yani sıcaklık artırılırsa plakalar yok olmaya başlar. Burada dönüşümün oluşabilmesi için ya ortamın sıcaklığı değiştirilmeli ya da dışarıdan bir yük uygulanmalıdır (Eskil, 2000). Dönüşüm sonucunda şekil hafıza etkisi ve süperelastiklik gibi üstün özellikler meydana gelir (Otsuka ve Kakeshita, 2002). Termoelastik dönüşümün oluşması için ortamın enerjisi ihmal edilebilecek kadar küçük değere sahip olmalıdır. Bu durum dönüşüm esnasında yapısal değişikliklerin, dolayısıyla hacimsel değişimlerin küçük olmasıyla ve ayrıca ostenit faz ile martensit faz kafesleri arasında iyi bir uyum olmasıyla mümkündür (Funakubo, 1984).

Termoelastik olmayan dönüşümler ise soğutma esnasında ani bir patlama reaksiyonuyla atermal olarak ostenit faz içinde yayılarak gerçekleşir. Bu tür dönüşümlerde şekil hafıza özelliği gözlenmez (Kurt ve Orhan, 2003).

Bu iki dönüşüm arasında bir histerisis farkı vardır. Termoeleastik olmayan dönüşümlerde histerisis geniş ve dönüşüm yüzdesi oldukça azdır. Termoelastik martensitik dönüşümlerde dönüşüm histerisisi dar ve yüzdesi fazladır. Şekil hafızalı alaşımlarda dar histerisise ve büyüme kinetiklerine sahip olmalarından dolayı termoelastik martensitik dönüşüm sergileyen malzemelerdir. Bu malzemelerde numunenin sıcaklığı düşürülmeye başlandığında martensit başlama (M_s) sıcaklığında martensit yapılar oluşmaya başlamakta ve martensit bitiş (M_f) sıcaklığına gelindiğinde malzeme içinde tamamıyla martensit yapılar bulunmaktadır. Aynı şekilde numunenin sıcaklığını arttırdığımızda belirli bir ostenit başlama (A_s) sıcaklığına gelindiğinde numune ana faza geçmekte ve ostenit bitiş (A_f) sıcaklığı ile de son bulmaktadır (Akis, 2012).

Termoelastik martensitik dönüşümler atermal ve izotermal olmak üzere iki grupta değerlendirilir. Şekil hafızalı alaşımlar izotermal martensitik dönüşüm özelliği gösterirler. Bunun yanında şekil hafıza olayının meydana gelmesi için ostenit fazın düzenli yapıya sahip olması gerekir. Ayrıca dönüşümün oluşması için deformasyon, kayma ile değil ikizlenme mekanizmasıyla oluşmalıdır (Porter ve Easterling, 1992). İzotermal martensitik dönüşüm, malzemede sıcaklık düşürüldüğünde kritik bir sıcaklığa (M_s) ulaşıldığı anda martensit plakaların çekirdeklenmesi ile başlar. Sıcaklığın düşmesiyle beraber martensit plakaların sayısında artmalar görülür. Martensit bitiş sıcaklığına (M_f) gelindiğinde dönüşüm tamamlanır. İzotermal özellikli martensitik faz dönüşümünde oluşan martensit yüzdesinin zamana bağlı değişimi Şekil 2.6b'de görülmektedir. Aynı işlemin tersi olarak, sıcaklık tekrar arttırıldığında plakalar yok olmaya başlar. Kritik sıcaklığın üstünde ostenit başlama sıcaklığında (A_s) martensit faz içerisinde ostenit faz meydana gelmeye başlar. Ostenit bitiş sıcaklığında (A_f) dönüşüm tamamlanır. A_s sıcaklığı ile M_f sıcaklığı aynı değerde değildir. Yani ostenit-martensitik dönüşümler tersinir dönüşümlerdir. Bazı şekil hafızalı alaşımlarda, sıcaklık dışında basınç ve magnetik alan da martensitik dönüşüme katkıda bulunabilir.

Atermal martensitte ise ostenit fazdaki numunenin sıcaklığı M_s sıcaklığına düşürüldüğünde, dönüşüm, martensit plaka çekirdeklerinin oluşumu ile değil de, ani bir patlama reaksiyonu ile yapının dönüşüme uğrayacak kısmının tamamen martensit faza

dönüşmesi şeklinde meydana gelir. Alaşımın tamamı bu sıcaklıkta martensit faza dönüşür ve dönüşüm böylece tamamlanır. Şekil 2.6a'da görüldüğü gibi dönüşüm çok yüksek hızlarda patlama şeklinde tamamlanabilir. Bu dönüşüm esnasında şekil hatırlama olayı gözlenmez (Nishiyama, 1978).



Şekil 2.6. Martensit yapıların sıcaklık ve zamana bağlı değişimi a) Atermal Dönüşüm b) İzotermal Dönüşüm

2.2. Şekil Hafıza Olayı ve Süperelastiklik

Şekil hafıza olayı, daha önceden bahsedildiği gibi düşük sıcaklıkta bulunan martensit fazın, önemli derecede deformasyondan sonra ısıtma yoluyla ilk şeklini geri kazanma kabiliyetini ifade eder. Bu olaydaki temel mekanizma, bir ana ostenit fazından martensit fazının çekirdeklenmesi ve büyümesi nedeniyle meydana gelen martensitik dönüşüm olarak da bilinen difüzyonsuz bir katı hal faz dönüşümüdür (Porter ve Easterling, 1992; Atli ve ark., 2013).

Şekil. 2.7'de (a) ile gösterilen bölge A_f sıcaklığı üzerindeki ostenit fazını gösterir. Bu faz M_f sıcaklığının altına kadar soğutulduğunda (b) ile gösterilmiş ikizlenmiş martensit fazına dönüşür. (b) noktasından itibaren stres altında yüklenen ikizlenmiş martensit fazı (c) bölgesine kadar ikizlenmiş martensit fazın elastik deformasyonunu oluşturur. (d) bölgesine kadar yüklenen ikizlenmiş martensit fazı tekil ve yük yönüne bağlı olarak geri ikizlenmiş martensit formuna dönüşür. (d) bölgesine kadar deformasyon, ikizlenmiş martensit ara yüzlerinin kayması ile gerçekleşir. (e) bölgesine kadar yüklenmiş geri ikizlenmiş martensit fazının elastik deformasyonu gerçekleşir. Yük boşaltıldığında

yeniden yönlendirilmiş martensitin elastik deformasyonu tekrar kazanılır. Malzeme sıcaklığı daha sonra A_f sıcaklığının üstüne kadar ısıtıldığında ise (g) ile (a) noktaları arasındaki ikizlenmiş martensit aynı kafes yapısını koruyarak elastik olmayan deformasyonlar ostenit fazına geri dönüşüm esnasında geri kazanılır ve malzeme eski şeklini tamamen geri kazanır (Aydoğmuş, 2010).



Şekil 2.7. Şekil hafızalı alaşımların şekil hafıza etkisi eğrisi

Şekil 2.7'de gösterilen toparlanma sırasında malzemenin boyut değişimine izin verilmemesi durumunda ise malzeme içyapısında gerilme görülür. Bu gerilmenin nedeni, şekil değiştirmeye çalışan atom grubuna, kısıtlayıcılar tarafından izin verilmemesidir. Bu özellik, şekil hafızalı alaşımların pratik uygulamalarda kullanılabilecek yararlı bir özelliğidir (Funakubo, 1987).

Süperelastisitede ise şekil hafiza olayından farklı olarak sıcaklık sabit kalır. Şekil 2.8'de görüldüğü üzere A_f sıcaklığının üzerindeki malzeme ostenit fazdadır. Yükleme ile ilk önce (a)-(b) eğrisi boyunca elastik deformasyon oluşur. Yüklemede Şekil 2.8' deki (b) noktası, Şekil 2.7'de gösterilen gerilimde ikizlenmiş martensit kritik stresine ulaştığında malzeme ostenit fazından ikizlenmiş martensit fazına dönüşür. Şekil 2.8'de (b)-(c) boyunca varyantlar değişim göstererek (c) noktasında tamamen gerilimle ikizlenmiş martensit dönüşür. Yükün boşaltılması ile ilk aşamada (d) noktasına kadar martensit

üzerindeki elastik gerinim tamamen boşaltılır, (d)-(e) arasında tersine dönüşüm gerçekleşir neticede (a) noktasına kadar da geri kalan elastik gerilimler tersine doğru tamamen geri kazanılır (Aydoğmuş, 2010). Bununla birlikte, bu olgu yalnızca deformasyonun tamamı martensitik faz dönüşümlerini içeriyorsa mümkündür. Aşırı bir yük uygulanırsa, bazı geleneksel plastik akışların oluşması ve işlemin geri dönüşümsüz olması muhtemeldir (Choudhary ve Kaur, 2016).



Şekil 2.8. Şekil hafızalı alaşımların süperelastik davranış eğrisi

Şekil hafızalı alaşımlar, süperelastik özelliğinden dolayı pek çok alanda akıllı ve işlenebilir yapılar geliştirmek için kullanılmaktadır. Özellikle, biyomedikal mühendislik alanlarında örneğin; süperelastik NiTi damarlar için kullanılmaktadır (Yan ve ark., 2003).

Şekil hafızalı alaşım sistemlerinin kimyasal kompozisyonu ya da bu alaşımlara farklı ısıl işlemlerin uygulanması (Karaca ve ark., 2012; Kaya ve ark., 2016) yukarıda verilen özellikleri ve dönüşüm sıcaklılarını değiştirebilir ve bu değişimlerin farklı nedenleri vardır. Çökelti oluşması, tane büyüklüğü değişimi, matrisin kimyasal kompozisyonun değişmesi, vb. bu nedenlerden sadece birkaçıdır (Acar ve Oktay, 2018).

2.2.1. Tek ve çift yönlü şekil hafıza olayı

Tek yönlü şekil hatırlama olayında, alaşım M_f sıcaklığı altında deforme edilerek uygulanan zor kaldırıldığında orijinal şekline geri dönmez. Alaşım ısıtıldığında, sıcaklık kritik bir sıcaklığın üzerine çıktığında alaşım kademeli şekilde orjinal şekline geri döner. Sıcaklık tekrar düşürüldüğünde alaşım deforme edilmiş şekline geri dönemez (Zou ve ark., 1994). Isıtma-soğutma işlemleriyle deformasyon öncesi ilk ostenit faz eğiliminin tekrar elde edilmesi, tek yönlü şekil hafıza olayının temelini oluşturur (Tautzenberger, 1989).

Şekil 2.9'da görüldüğü gibi tek yönlü şekil olayı aşağıdaki işlemlerden oluşur;

- $T < M_f$ de numune deforme edilir.
- Numunenin yüksek sıcaklık şeklini kazanması için T>Af ye ısıtılır.
- Tekrar T<M_f ye kadar soğutulur.

Tarif edilen bu özellik tek yönlü şekil hafiza olayı olarak adlandırılır (Mihalcz, 2001). Tek yönlü şekil hatırlama olayının gözlemlendiği birçok alaşım vardır. Bunlardan bazıları; NiTi, TiNb, NiAl, FePt, CuZnSi, CuZnSn, FeMnC alaşımlarıdır (Tautzenberger, 1989).



Şekil 2.9. Tek yönlü şekil hafıza mekanizması

Şekil hatırlamalı alaşımlarda incelenen martensitik dönüşümler, alaşıma uygulanan sıcaklık ve zorun etkisiyle çift yönlülük (tersinirlik) gösterir. Alaşım, gösterdiği tersinirlik durumundan dolayı diğer alaşımlardan farklı davranış sergiler (Tautzenberger, 1990). Şekil 2.10'da görüldüğü gibi çift yönlü şekil hafizalı olayda, T<M_f sıcaklığı esnasında yani martensit faz durumunda alaşıma dışarıdan zor uygulanarak deforme edilir ve sonra uygulanan zor kaldırılarak alaşım deformize edilen şeklini korumaktadır. Deformize edilen alaşımın sıcaklığı T>A_f sıcaklığına yükseltildiğinde plastik deformasyon ortadan kalkarak alaşım deformize öncesi şekline geri döner. Orijinal şekline geri dönen alaşımın sıcaklığın tekrar T<M_f sıcaklığa düşürülmesi durumunda önceki deformize edilmiş şeklini almaktadır. Böylelikle çift yönlü şekil hafizalı olayı gerçekleşerek tersinirlik gözlenmiş olur (Perkins ve Sponholz, 1984; Canbay, 2010).



Şekil 2.10. Çift yönlü şekil hafıza mekanizması

Metallerin tamamının şekil hafıza özelliği göstermesi mümkün değildir ancak belirli şartları sağlayan malzemeler şu özelliğe sahiptir. Kısaca özetlenirse;

- Martensitik dönüşüm termoelastik özelliği göstermelidir.
- Ostenit ve martensit fazlar düzenli yapıda olmalıdırlar.

- Martensit fazdaki değişimler dislokasyon hareketiyle değil, ikizlenme ile ilgilidir.
- Eğer yapının düzenli olması göz önüne alınmazsa, ostenit faz hacim merkezli kübik (bcc), martensit faz ise hekzagonal sıkı paket (hcp) yapıya sahip fazlardır (Selimbeyoğlu, 1992).

2.3. Yüksek Sıcaklık Şekil Hafızalı Alaşımlar

Şekil hafızalı alaşımlar, harici bir elektrik, manyetik veya termal alana maruz kaldıklarında şekil değişikliği geçirme kabiliyetine sahip malzemelerdir. Bu alaşımlarda böyle bir faz dönüşümünün niteliği, şekil hafıza etkisi ve süperelastik etkisi gibi iki benzersiz davranışa yol açar. Bununla birlikte, çoğu uygulama, geleneksel Nikel-Titanyum alaşımlı sistemlerin düşük dönüşüm sıcaklıkları nedeniyle, 100°C'lik çalışma sıcaklıkları ile sınırlandırılmıştır. Bununla birlikte, tipik olarak havacılık ve petrol endüstrilerinde deneyimli, yüksek sıcaklık ortamlarındaki mekanizmalara olan talep, 100°C'yi aşan ostenit dönüşüm sıcaklıkları olan Yüksek Sıcaklık Şekil Hafızalı Alaşımlar (YSŞHA) adı verilen yeni bir şekil hafızalı alaşım sınıfı geliştirilmesine yol açmıştır (Kumar, 2009).

Bu nedenle yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlar uçak, robotik, otomotiv ve roket motorlarında, gaz türbinlerinde, petrol ve gaz endüstrisinde ve nükleer reaktör ortamlarında bileşen olarak birçok uygulama alanına sahiptir (Firstov ve ark., 2004b; Van Humbeeck, 1999; Yamabe-Mitarai ve ark., 2006).

Yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlar, tipik olarak ilk çalışmalarda ikili NiTi sisteminin, Paladyum (Pd), Platin (Pt), Hafniyum (Hf), Zirkonyum (Zr) veya Altın (Au) gibi üçüncü bir element ile alaşımlanmasıyla oluşturulmuştur (Thoma ve Boehm, 1999; Biggs ve ark., 2003). Üçüncü bir alaşım elementinin eklenmesi, bu alaşımlardaki dönüşüm sıcaklıklarını 1000°C'ye kadar değiştirebilir. Ayrıca bu katkılamalar alaşımların dönüşüm sıcaklıklarını, sünekliği ve şekil hafıza karakteristiklerini etkiler. Örneğin;

- Fe, Si, Cr, Co, Al elementlerinin dönüşüm sıcaklığını düşürdüğü,
- Hf, Zr, Pd, Pt, Au elementlerinin dönüşüm sıcaklığını arttırdığı,

• Cu ve Nb histerizis eğrisini değiştirdiği gözlenmiştir (Bertacchini ve Lagoudas, 2003).

Yüksek sıcaklıkta şekil hafızalı alaşımlar, 100°C'den daha yüksek sıcaklıklarda meydana gelen geri dönüşümlü martensitik dönüşümlerin bir sonucu olarak yüksek gerilimlerde büyük geri kazanılabilir şekil değişikliklerine uğrama özelliğine sahip malzemelerdir (Ma ve ark., 2010).

Yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlarla ilgili en eski çalışmalar, bu malzemelerin (Au, Ag)-Cd alaşım sistemlerine benzer şekilde martensitik dönüşüm geçirip geçirmediğini araştırmak için Au-Ti, Pd-Ti ve Pt-Ti gibi alaşımlar üzerinde yapılmıştır (Doonkersloot ve Vucht, 1970). Bu çalışmalarda, bu malzemelerin çok yüksek dönüşüm sıcaklıkları sergiledikleri de ortaya çıkmıştır.

Bu keşfi takiben, 1979'da Khachin ve meslektaşları, Ti-Pd sisteminde Ni yerine Pd ikame edilmiş ikili NiTi sistemi olarak düşünülebileceğini göstermişler, böylece Ni'nin yerini alan Pd miktarına bağlı olarak dönüşüm sıcaklıklarının arttırılabileceğini ortaya koymuşlardır (Khachin ve ark., 1979).

1981 yılında, TiNiPd alaşım sistemi üzerinde ayrıntılı çalışmalar yapılmış ve faz dönüşümü için sıcaklıkların alaşıma giren elementlerin bileşimine bağlı olduğu tespit edilmiştir (Khachin ve ark., 1981). O zamandan beri, TiNiPd, TiNiPt ve TiNiAu alaşım sistemleri üzerine birçok çalışma yapılmıştır (Wu ve Wayman, 1987; Lindquist ve Wayman, 1990).

Bazı Pd temelli yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların termomekanik testlerinde daha önce çalışmalar yapılmış olmasına rağmen (Khachin ve ark., 1981; Enami ve Hoshiya, 1990), yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların termomekanik geri kazanılabilir davranışını incelemek için ilk kapsamlı çalışma Lindquist ve Wayman (Lindquist ve Wayman, 1990) tarafından yapılmıştır. Çalışmalarında, üçlü NiTi'ye üçüncü element olarak Pd ve Pt ilavesinin, dönüşüm sıcaklıklarının ve ilişkili faz yapılarının (yani monoklinik, tetragonal veya ortorombik martensitin) değişimini araştırmışlardır.
Araştırmacılar gözlemlerine dayanarak ilerleyen zamanlarda, şekil hafıza özelliğinin iyileştirilmesi için üçlü bir element ile alaşımlama, yaş sertleştirme ve termomekanik işlemler gibi birçok önerilerde bulunmuşlardır.

Şekil hafizası davranışını iyileştirme çalışmalarına ek olarak, bazı araştırmacılar $Ti_{50}Pd_{30}Ni_{20}$ yüksek sıcaklık şekil hafizalı alaşımların süperelastik davranışlarının incelenmesine odaklanmıştır (Golberg ve ark., 1994; Tian ve Wu , 2002 a, b). Ti-temelli TiPdNi ince filmlerinin çalışmasında, Sawaguchi ve arkadaşları, yapı içindeki tanelerde dağılan 100µm büyüklüğündeki Ti₂Pd çökeltilerinin oluşumunun, şekil hafizası davranışından sorumlu olduğunu farketmişlerdir (Sawaguchi ve ark., 2002). Şekil hafizalı alaşımlarda plastisite ve şekil hafiza etkisi yoğun olarak çalışılmış ve bu özelliklerin malzemede iç gerilmelere neden olduğu ve sonraki çevrimlerde malzeme davranışını etkileyebileceği anlaşılmıştır (Miller, 2000; Miller ve Lagoudas, 2001; Gall ve Maier, 2002; Bertacchini ve Lagoudas, 2003; Young ve Van Vliet, 2005).

İlerleyen zamanlarda yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların geliştirilmesi ve deneysel yönleri üzerine yapılan çalışmalar Ti-temelli alaşımlara yoğunlaşmıştır (Sawaguchi ve ark., 2002; Firstov ve ark., 2004a, b; Yamabe-Mitarai ve ark., 2006; Monroe ve ark., 2011). Kumar ve arkadaşları, şekil hafızalı alaşımlarda eşzamanlı sürünme, plastisite ve faz dönüşümünü araştırmak için bir Ti_{50.5}Pd₃₀Ni_{29.5} yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımı için bir dizi zorlama sıcaklığı içeren kapsamlı bir deneysel program gerçekleştirmişlerdir. Bu çalışma, yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların çevrimsel çalıştırılması sırasında eşzamanlı sürünme, plastisite ve faz dönüşüm davranışını deneysel olarak incelemek için türünün ilk çabasını temsil etmektedir (Kumar ve ark., 2011).

Son yıllarda Ni-temelli yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların özellikle havacılık alanında kullanılabilmesi için daha büyük tersinebilir zorlanmalar gibi üstün özelliklere sahip olduğu bulunmuştur (Benafan ve ark., 2014; Evirgen ve ark., 2016; Perez-Sierra ve ark., 2016; Saghaian ve ark., 2016; Xin ve Zhou, 2016; Zhang ve ark., 2016). Tersinebilir faz dönüşümlerinin yanı sıra, yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlar hem viskoplastik deformasyon hem de dönüşüm-etkili plastisite özelliği sergilerler; çünkü

yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların kullanımını içeren çalışma düzeni, geleneksel şekil hafızalı alaşımlardan önemli ölçüde daha yüksek sıcaklıklarda meydana gelir (Hartl ve ark., 2010a, b; Chemisky ve ark., 2014). Bu durum, fiziksel olarak malzemede iç gerilmelere neden olan ostenit-martensit ara birimlerindeki uyumsuzluktan kaynaklanmaktadır (Sakhaei ve Lim, 2013; Sakhaei ve Lim, 2016). Malzemedeki viskoplastiklik, daha yüksek sıcaklıklarda stres altında yer değiştirme hareketinin kolaylığından kaynaklanır. Hartl ve ark., ile Chemisky ve ark., yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlarda ostenit-martensit faz dönüşümlerini, viskoplastisiteyi ve dönüşüm-etkili plastisiteyi tanımlamak için birçok çalışma yapmışlardır (Hartl ve ark., 2010a, b; Chemisky ve ark., 2014).

Meng ve arkadaşları dar bir histerizise sahip Ti_{49.5}Ni_{34.5}Cu_{11.5}Pd_{4.5} alaşımının şekil hafıza etkisini araştırmış, farklı martensitik bölgeler arasındaki dislokasyon yoğunluğundaki farkın çevrim sayısı arttıkça arttığını gözlemişlerdir (Meng ve ark., 2016).

Karaca ve arkadaşları $Ni_{45.3}Ti_{29.7}Hf_{20}Cu_5$ yüksek sıcaklık polikristal şekil hafıza alaşımının şekil hafıza davranışları ve mikroyapı özellikleri üzerine ısıl işlem sıcaklığının etkisini araştırmışlardır. $Ni_{45.3}Ti_{29.7}Hf_{20}Cu_5$ alaşımının, yüksek basınçlı zorlar altında 100°C üzerindeki sıcaklıklarda % 2'nin üzerinde geri kazanılabilir şekil hafıza yeteneğine sahip olduğunu görmüşlerdir (Karaca ve ark., 2015).

Xue ve arkadaşları Ti–19Zr–10Nb–1Fe alaşımının mikroyapısal, mekaniksel özelliklerini, süperelastisite ve biyouyumluluğunu araştırmışlardır. Bu alaşımın gerilme testi süresince % 6'lık zor altında maksimum süperelastik zorlanmasını % 4.7 olarak bulmuşlardır (Xue ve ark., 2015b).

Xue ve arkadaşları Ti–19.5Zr–10Nb–0.5Fe alaşımının mikroyapısı, faz dönüşümü, mekanik özellikleri ve şekil hafıza etkisini araştırmışlardır. Söz konusu alaşımda esas olarak, β -fazı ile birlikte ortorombik α' martensit faz oluştuğu gözlenmiştir. Bu alaşımın % 21 gerilme zorlanması altında maksimum % 4.1 şekil hafıza etkisi gösterdiğini görmüşlerdir (Xue ve ark., 2015a).

Meng ve arkadaşları, Ti_{50.5}Ni_{33.5}Cu_{11.5}Pd_{4.5} alaşımında termal çevrim analizleri yapmış olup 5000 çevrim sonunda dönüşüm sıcaklığında 1°C'den daha düşük bir değişim olduğunu tespit etmişlerdir (Meng ve ark., 2015).

Yamabe-Mitarai ve arkadaşları, Ark-Eritme tekniği ile ürettikleri TiPt, TiPd ve TiAu yüksek sıcaklık alaşımlarında üçüncü element ilavesinin faz dönüşümü ve şekil hafiza etkisi üzerine etkisini araştırmışlar ve TiPd bileşiklerinin bir kaçının 400°C-450°C sıcaklık aralığında % 100 şekil geri kazanımı gösterdiğini görmüşlerdir (Yamabe-Mitarai ve ark., 2015).

Wadood ve arkadaşları, Ti–50Au–10Zr (ağ.%) alaşımının faz dönüşümü, oksitlenme, mekaniksel ve yüksek sıcaklık şekil hafıza özelliklerini incelemişlerdir. Bu alaşımın 758°K ile 870°K'de Zr katkısından dolayı β_2 üst faz kararlılığı sergileyen TiAu bileşimli alaşımdan daha düşük martensitik dönüşüm sergilediğini görmüşler ve Zr katkısının mekaniksel özellikleri ve şekil hafıza etkisini iyileştirdiğini tespit etmişlerdir (Wadood ve ark., 2014).

Chen ve arkadaşları, Ti-tabanlı Ti_{50.4}Ni_{49.5}Si_{0.1} şekil hafızalı şeritlerin çökelti sertleşme etkisini araştırmışlardır. Bir saat yaşlandırılan şeritin, mükemmel şekil hafıza özelliği sergilediğini gözlemlemişler ve yaşlandırılmış Ti_{50.4}Ni_{49.5}Si_{0.1} şeritlerinde Ti₂Ni ve Ti₃Ni₄ çökeltilerinin çökelme sertleşmesine neden olduğunu bulmuşlardır (Chen ve ark., 2013).

Al-Zain ve arkadaşları, Ti-Nb alaşımına süperelastikliği artırmak adına Mo katkısı yapmışlar ve Ti–(12–28)Nb–(0–4)Mo alaşımının şekil hafıza etkisini araştırmışlardır. Bu üçlü alaşımların kayma deformasyonu için daha yüksek kritik zor ve daha büyük bir zorlanma nedeniyle daha iyi süperelastisite özelliği gösterdiğini bulmuşlardır. Ti– 15Nb–4Mo alaşımında % 3.5'luk geri kazanılabilir zorlanma sergilediğini görmüşlerdir (Al-Zain ve ark., 2010).

Kim ve arkadaşları tarafından Eriyik-Eğirme metodu ile hazırlanan Ti-30Ni-20Cu şeritlerinin katılaşma yapıları ve şekil hafıza karakteristikleri, DSC ve X-ışını kırınımı

ile incelenmiştir. Bu çalışma sonucunda martensitik dönüşüm sıcaklığının kimyasal katkılar olmadan hızlı katılaştırma ile kontrol edilebileceği tespit etmişlerdir (Kim ve ark., 2006a, b).

Yang ve arkadaşları Ti-13V-3Al alaşımının şekil hafıza etkisi, mekaniksel özellikleri ve mikroyapısı üzerine termomekaniksel işlemlerin etkisini araştırmışlardır. 700°C'de tavlanan Ti–13V–3Al alaşımının en iyi mekaniksel özelliklere sahip alaşım olduğu bulunmuştur. 0.5 saat 700°C'de tavlanan Ti–13V–3Al alaşımının % 7.5'lik geri kazanılabilir zorlanma gösterdiğini görmüşlerdir (Yang ve ark., 2016a).

Yang ve arkadaşları, Ti–13V–3Al-Fe alaşımlarında, Fe ilavesinin martensitik dönüşüm ve şekil hafiza davranışları üzerine etkisini araştırmışlardır. Küçük miktarda Fe ilavesinin martensitik dönüşüm sıcaklığını azalttığını ve şekil hafiza özelliğini arttırdığını bulmuşlardır. Ti-13V-3Al-1Fe içerikli alaşımın geri kazanılabilir zorlanma değerini % 5.8 olarak tespit etmişlerdir (Yang ve ark., 2016b).

İlerleyen zamanda yüksek sıcaklık şekil hafizalı alaşımlar martensitik dönüşüm sıcaklıklarına göre üç gruba ayrılmıştır (Ma ve ark., 2010). Kullanılan bazı yüksek sıcaklık şekil hafizalı alaşımlar dönüşüm sıcaklıklarına göre Çizelge 2.1'de kategorize edilmiştir.

Çoğu yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların sınırlı süneklikleri veya oda sıcaklığında zayıf yorulma dirençleri ve üretimlerinin çok pahalı olmaları nedeniyle işlenmesi ve eğitilmesi çok zordur. Bu nedenle, alternatif düşük maliyetli malzemeler üretmek için halen birçok çalışma yapılmaya devam edilmektedir (Jani ve ark., 2014).

	Grup	Alaşım Kompozisyonu	Martensit Dönüşüm Sıcaklığı (°C)
	100-400°C	Ni-Ti-Zr	100-250
		Ni-Al	100-300
		U-Nb	100-200
		Cu-Al-Ni	100-400
		Co-Al-Nb	100-400
		Ti-Nb	100-200
		Ti-V-Al	100-400
	400-700°C	Ti-Pd	100-510
		Ti-Au	100-630
	>700°C	Ti-Pt-Ir	990-1184
		Ta-Ru	900-1150
		Nb-Ru	425-900

Çizelge 2.1. Şekil hafızalı alaşımların martensitik dönüşüm sıcaklıklarına göre gruplandırılması

2.3.1. Ti-V-Al alaşımları

Literatürde mevcut pek çok yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımları vardır. Bunlardan bazıları Ni–Ti–X (X = Pd, Pt, Hf, Zr), Cu–Al–Ni, Ni–Al, Ni–Mn–Ga and Ti–Ta' dur (Kato ve ark., 1998; ; Meng ve ark., 2001; Ma ve ark., 2010; Atli ve ark., 2011; Zheng ve ark., 2013). Söz konusu alaşımların, pratik uygulamalarını kısıtlayan pek çok problem vardır. Örneğin; Ni-Ti-Pd/Pt alaşımı Pd/Pt içeriğinden dolayı oldukça yüksek fiyata sahiptir. Ni-Ti-Hf/Zr alaşımları zayıf soğuk işlenebilirlik özelliğine sahiptir ve Ni-Al alaşımı oda sıcaklığında neredeyse hiç plastik değildir (Ma ve ark., 2010). Ni-Mn-Co-Ga alaşımları nispeten yüksek sıcaklıklarda kırılgandır (Ma ve ark., 2009). Cu-Al-Ni alaşımları, 1 mm boyutunda büyük tanelere ve tane sınırlarında zayıf sünekliliğe neden olan kırılgan faz çökelmesine sahiptir (Kato ve ark., 1998). Bununla birlikte, tüm bu yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların yoğunlukları nispeten hala yüksektir (6,4-9 gr/cm³). Dolayısıyla, yukarıda bahsedilen yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlar da, NiTi alasımları gibi, havacılık uygulamalarında ağırlık azaltma talebini karşılayamamaktadır (Yang ve ark., 2016a, b). Bu bağlamda, daha hafif yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların üretilmesine ve geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır.

Bu sebeplerden dolayı, Ti-V-Al alaşımları hafif yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlar için iyi bir adaydır. Öncelikle Ti-V-Al alaşımlarının yoğunlukları oldukça düşüktür ve neredeyse saf titanyumun yoğunluğuna (4.5g/cm³) yakındır. Bununla birlikte Ti-V-Al alaşımları, % 90'ın üzerinde azaltılabilen mükemmel bir soğuk işlenebilirlik özelliğine sahiptir. Soğuk işlenebilirlik şekil hafızalı alaşımlar için önemli bir konudur ve yukarıda da bahsedildiği gibi bu özellik çoğu alaşımlarda gözlenmez. Bu özellik alaşımların farklı şekillerde kolayca işlenebilmesini ve böylece pahalı olmamasını sağlamaktadır (Yang ve ark., 2015). Bundan dolayı, soğuk işlenebilirlik özelliği Ti-V-Al alaşımları için önemli bir avantaj teşkil etmektedir.

Bu bağlamda üretmeyi düşündüğümüz Ti-V-Al alaşımları da yeni nesil Ti alaşım grubuna dahil olmaktadır. Ti-V-Al alaşımları ile ilgili literatürde çok az sayıda çalışma mevcuttur. Söz konusu çalışmalardan birinde, Lee Pak ve ark., Ti-V-4Al alaşımlarında martensitik dönüşüm sıcaklığını ve şekil hafıza etkisini araştırmış ve V içeriğinin martensitik dönüşüm sıcaklığı üzerine etkisini incelemişlerdir. Bu çalışmada, Ti-16.1V-4Al alaşımının ters martensitik dönüşüm sıcaklığı (A_s) 150°C iken, Ti-15.4V-4Al alaşımı için A_s sıcaklığı 185°C olarak bulunmuştur. Yani V içeriği arttıkça martensitik dönüşüm sıcaklığının azaldığını tespit etmişlerdir. Al içeriğinin ise oldukça güçlü çözünürlük artırıcı (solution strengthening) element olarak davrandığını ve kritik kayma gerilimini arttırması sonucu dislokasyon hareketini engellediği bulunmuştur (Atli ve ark., 2011; Tada ve ark., 2012). Böylece Al içeriğinin şekil hafıza etkisi üzerinde pozitif bir etkiye sahip olduğunu tespit etmişlerdir. Bununla birlikte Ti-16.1V-4Al alaşımının % 3'lük geri kazanılabilir zorlanmaya sahip olduğunu görülmüştür (Lee Pak ve ark., 1992).

Yang ve ark., ise Ti–13V–3Al alaşımını 700°C'de 0.5 saat tavlamaya tabi tutmuşlardır. Ti–13V–3Al alaşımının martensitik dönüşüm sıcaklığını 295°C ve tümüyle geri kazanılabilir zorlanma değerini ise % 7.5 olarak bulmuşlardır (Yang ve ark., 2015). Ancak bu değer hala literatürde mevcut NiTi temelli alaşımların % 8'lik tümüyle geri kazanılabilir zorlanma değeri kadar iyi değildir.

Çalışmamızda katkı elementi olarak Zr elementinin seçilmesinin nedeni, daha önceki yapılan çalışmalarda Zr elementinin alaşımlanmasının martensitik dönüşüm sıcaklığını önemli ölçüde ayarlayabildiği ve Ti-temelli şekil hafızalı alaşımların mekanik ve şekil hafıza davranışlarını iyileştirebileceği gözlendiği içindir (Wang ve ark., 2018). Zr elementi ile ilgili yapılan çalışmalara örnek verilecek olursa;

Abdel-Hady ve ark., Zr'un Ti-Nb-Zr alaşımlarında bir β dengeleyici görevi gördüğünü ve alaşımlardaki diğer β -dengeleyici elementlerin içeriği arttıkça Zr'un β dengeleyici etkisinin arttığını bildirmişlerdir (Abdel-Hady ve ark., 2007).

Zheng ve ark., Ti-Ta-Zr alaşımlarının şekil hafızası etkisinin artan Zr içeriği ile arttığını ve Ti-20Ta-10Zr alaşımında maksimum % 4.6'lık bir geri kazanım gerilimi elde edildiğini bildirmişlerdir (Zheng ve ark., 2013).

Yi ve ark., Ti-Ni-Zr alaşımlarıyla ilgili yaptığı çalışmada eriyik eğirme metoduyla Ti-Ni-Zr alaşımını şerit formda üretmiş ve tavlama sıcaklığı artışıyla martensitik dönüşüm sıcaklığının arttığını belirtmişlerdir (Yi ve ark., 2018).

Xiong ve ark., Ti–20Zr–10Nb–4Ta alaşımlarında ön gerilme % 0'dan % 34'e yükselirken ters martensit başlangıç sıcaklığının 348°K'den 405°K'e çıktığını gözlemlemişlerdir (Xiong ve ark., 2016).

2.3.2. Ti-V-Al alaşımlarında faz diyagramı

Malzemenin içerisindeki yabancı maddelere ve sıcaklığa bağlı olarak meydana gelen değişikliklerin gösterildiği şemalara 'faz diyagramları' adı verilir. Titanyum, çelik ve kobalt alaşımlarına göre daha hafif malzemelere en iyi örnektir. Titanyum, saf metalde oksitlenmenin ilerleyişini ve korozif kimyasal maddelerle tepkimeyi engelleyici katı bir oksit tabakası oluşturmasıyla korozyona karşı direnç meydana getirir (Park ve Lakes, 2007). Başka maddelerle kimyasal reaksiyona girmemesi, zehirli olmayan yapısı,

antimanyetik özelliği, hafif ve iyi mekanik özellik göstermesi, küçük ebatlı malzemelerin yapılabilmesi, biyouyumluluk özelliği, korozyona karşı dirençli olması nedeniyle titanyum, ortopedik ve diş uygulamalarında biyomalzeme olarak büyük bir öneme sahiptir. Son zamanlarda titanyum alaşımları özellikle uzay, uçak ve denizcilik sanayi alanlarında kullanılmaya başlanmıştır. Titanyum metalinin mekanik özellikleri ve faz yapılarını değiştirmek ve iyileştirmek için alüminyum, vanadyum ve demir gibi metallerle alaşımlamaya tabi tutulur (Ungan, 2009).

Titanyum alaşımları üç grupta incelenir ; α , $\alpha + \beta$ ve β alaşımları. α alaşımlarının yapısında α fazı, β alaşımlarında çoğunlukla β fazı bulunmaktadır ve bu yapı dönüşümden itibaren malzemeyi soğutarak meydana gelebilir. $\alpha + \beta$ alaşımları ise oda sıcaklığında her iki fazıda içeren alaşımlardır (Köktaş, 2015).

 $\alpha + \beta$ titanyum alaşımları, yapısında α ve β fazlarını kararlı hale getiren bir ya da daha fazla element barındıran alaşımlardır. Oda sıcaklığında α ve β fazlarının birlikte bulunduğu bir mikroyapı elde edilebilmesi için elementlerin uygun olarak ayarlanması gerekir. Tavlama ardından da homojen, iyi bir sünek yapı ve yüksek bir mukavemet sağlanır (Berberich ve ark., 2000).

En çok kullanılan $\alpha + \beta$ alaşımı 1950'lerde keşfedilen Ti₆A1₄V alaşımlarıdır. Özellikle havacılık sektöründe önemli bir yere sahip olan bu alaşım fazlasıyla test edilmiş, geliştirilmiş ve uygulanmıştır. Yaygın kullanım alanına sahip $\alpha + \beta$ alaşımları yüksek mukavemet değerleri elde edilmek için ısıl işleme tabi tutulmaktadır. Bu alaşımlara örnek verilecek olursa, Ti-6Al-6V-2Sn, Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo, özellikle 400°C'ye kadar olan sıcaklıklarda kullanılmak üzere üretilmiş Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr alaşımlarıdır. Özellikle $\alpha + \beta$ alaşımları 350°C-400°C arasındaki sıcaklıklarda ve iyi derecede mukavemet isteyen alanlarda kullanılabilmektedir (Fujii,1998).

Ti-temelli alaşımlarda martensitik dönüşüm sıcaklıklarını etkileyen en önemli faktörün alaşımın kompozisyonu olduğu bilinmektedir. İkili Ti alaşımları α ve β olmak üzere iki kararlı faza sahiptir. Ti-temelli alaşımlarda allotropi, katkı elementlerine bağlı olarak farklılık gösterebilir. Alaşım elementinin allotropi üzerindeki etkisi, örneğin bağ elektronlarının sayısı, yani ilgili elementin grup numarası ile ilgilidir. Titanyuma ilave edilen elementler üç gruba ayrılır ve bu alaşım elementlerinin titanyumun faz dönüşümüne etkisi Şekil 2.11'de gösterilmektedir.

1. α dengeleyicisi olarak bilinen elementler: Al, O, C, vb. Bu elementler α fazında çözünür ve β -faz bölgesini genişleterek dönüşüm sıcaklığını yükseltir.

2. β dengeleyicisi olarak bilinen elementler: V, Mo, Ta, vb. Bu dengeleyici β-izomorf elementler artan miktarı ile alaşım içinde dönüşüm sıcaklığını, oda sıcaklığında iki fazlı bir yapı oluşumu bitinceye kadar sürekli olarak azaltır.

3. Nötr (Etkisiz) elementler: Zr, Sn, vb. Bu elementlerin dönüşüm sıcaklığına etkisi dikkate alınmayacak kadar küçüktür (Polmear, 2006).



Şekil 2.11. Alaşım elementlerinin Ti faz yapısına etkisi

Ti-temelli alaşımlar, Şekil 2.11'den anlaşılacağı gibi alaşıma eklenen elemente bağlı olarak, α titanyum, β titanyum ve $\alpha + \beta$ titanyum alaşımları olarak sınıflandırılabilir. $\alpha + \beta$ titanyum alaşımları, oda sıcaklığında denge durumunda $\alpha + \beta$ fazlarının karışımını içerir. Alaşım β dönüşüm sıcaklığının üstünden hızlı bir şekilde soğutulduğunda, β fazının alaşım bileşimine bağlı olarak martensit fazlara veya yarı kararlı fazlara geçmesi muhtemeldir. Titanyum alaşımlarında oluşan martensitler, kristal yapıları nedeniyle hekzagonal, ortorombik, yüzey merkezli kübik ve yüzey merkezli ortorombik olarak dört farklı kategoriye ayrılabilirler. Bunların arasında, yaygın Ti martensitleri (α ') hekzagonal ve (α ') ortorombik kristal yapılı olanlardır. Önemli bir yarı kararlı faz, ω olarak adlandırılan atermal omega fazıdır. Bu faz, dönüşümün tamamlanıp tamamlanmadığına veya başlangıç durumuna bağlı olarak hekzagonal veya trigonal yapıda olabilir. Şimdiye kadar yapılan çalışmalar arasında bu gruba en iyi örnek Ti₆Al₄V şekil hafızalı alaşımdır. Ti-temelli şekil hafızalı alaşımlara ait faz yapıları Şekil 2.12' de görülmektedir (Polmear, 2006).



Şekil 2.12. Faz diyagramı üzerinde Ti-alaşımlarının kompozisyonları

2.4. Şekil Hafızalı Alaşımların Üretim Teknikleri

Şekil hafızalı alaşımların üretim teknikleri, alaşımın tipine göre ve üretimin kolaylığı açısından farklılık gösterebilmektedir. Şekil hafızalı alaşımların üretim teknikleri döküm ve tel çekme, toz metalürjisi ve hızlı soğutma (rapid quenching; melt spinning) tekniği olmak üzere üç grupta incelenebilir.

Döküm:

Döküm tekniği, ergitilmiş metalin oluşturulacak parçanın ebatına sahip bir kalıba, uygulanan yerçekimi veya basınç ile doldurulup katılaşmaya bırakıldığı tekniktir. Döküm tekniği çoğu malzemeye yani hemen hemen tüm metallere kolaylıkla uygulanabilir. Karışık geometriye sahip parçalar kolaylıkla oluşturulabilir. Çok büyük ve çok küçük parçaların üretilmesi mümkündür. Özellikle bazı döküm yöntemleri seri üretim için çok uygundur. Döküm tekniğinin avantajları olduğu kadar dezavantajlarıda bulunmaktadır. Mekanik özelliklerde sınırlamalar ve homojen olmayan tane yapıları meydana gelebilir. Çok ince kesitli malzemeler elde edilemez.

Alaşımın tipine göre döküm işlemi ve döküm sonrası işlemler farklılık gösterebilir. Örneğin Ti alaşımlarının dökümü, oksijene karşı duyarlı olmasından dolayı kesinlikle oksijensiz asal gaz atmosferinde ya da vakumlu ortamda yapılmalıdır. Şekil 2.13'te Ti-Ni alaşımına ait üretim şekli görülmektedir.



Şekil 2.13. Ti-Ni alaşımının üretim işlemi

Sıcak işlem (haddeleme, dövme gibi) ile malzemeye büyük oranda şekil değişimi kazandırmak mümkündür. Sıcak işlem tanelerin büyümesine sebep olur ve bu tanelerin küçültülebilmesi için en iyi yöntemlerden biri soğuk işlemdir. Bu nedenle, sıcak işlemi takiben soğuk işlem uygulanır (Ergen, 2014).

Toz Metalurjisi:

Toz metalürjisi, her metalin kendisi için uygun olan basınçta preslenmesi ve arkasından fırınlanması işlemlerinin oluşturduğu bir üretim yöntemidir. Bu yöntem, parçalara doğrudan şekil verebilen ve çok karmaşık parçaların da üretilmesini sağlayan ileri düzeyde bir yöntemdir. Toz metalurjisi metal tozlarını dayanıklı, hassas ve performansı yüksek olan parçalar haline getirilmesi işlemidir. Bu işlem sırasında; ön alaşımlı veya karıştırılmış tozlar bir kalıp içine doldurularak, istenilen şekilde preslenir ve sonrasında tozların bir fırında ısıl bağlanması sağlanır. Bu işlem, şekillendirilerek ya da presleme ile ve ardından parçacıkların sinterlenme işlemiyle ısıl bağlanması aşamalarını içerir.

Genel bir ifade ile toz metalürjisi , farklı ebat, cins, şekil ve sıkıştırılabilme gibi özellikleri olan tozların, % ağırlık oranlarına bağlı olarak homojen bir şekilde karıştırılması ve sonrasında uygun bir ortamda istenilen şekil veya formun verilmesiyle yoğunluk kazandırılması sonrasında mukavemet ve yoğunluk gibi özelliklerin arttırılabilmesi için sinterleme işlemine tabi tutulması aşamalarını içeren parça üretme yöntemi olarak değerlendirilebilir (Noebe ve ark., 2009).

Bu yöntemde malzemede herhangi bir kayıp oluşmaz ve üretilen malzemeler isteğe uygun olarak üretilir ve bununla birlikte düzgün yüzeyler elde edilmektedir (Stoeckel, 1990). Bu özellikleri sayesinde toz metalurjisi sürekli bir gelişim göstererek geçmişten günümüze gelenekselleşmiş metal şekillendirme yöntemlerinin yerini almaktadır.

Toz metalürjisi ile üretilen parçalar istenilen kompozisyon, fiziki yapı ve mekaniksel özelliklerde dahil olmak üzere istenilen ürüne en yakın şekilde oluşturulabilirler.

Toz metalurjisinin uygulama alanı oldukça geniştir. Otomotiv güç aktarma dişlileri, tungsten teller, diş dolguları, zırh delici mermiler, elektrik kontaktları, implantlar, yeniden şarj edilebilir piller, kendinden yağlamalı yataklar, akü elemanları gibi spesifik parçaların üretimini toz metalurjisi daha uygun maliyetlerde ve daha kolay bir şekilde mümkün kılmıştır.

Hızlı Soğutma:

Bu işlem rezistans teli veya indüksiyon akımları yardımı ile alaşımın, itici bir gaz tarafından küçük bir deliği (0,5- 1,5 mm çapında) olan kuartz tüp içinden geçirilerek hızla dönen bakır yüzeyli bir tambur üzerine düşürülerek metal şerit elde edilmesi esasına dayanır (bkz. Şekil 2.14). Soğuma hızını artırabilmek adına dönen tambur karbon dioksit veya sıvı azot gibi, farklı ortamlar vasıtasıyla soğutulabilir. Böylece oldukça büyük soğuma hızı elde edilebilir. Bu soğuma hızı 104-1010 K/s

mertebelerindedir. Bu teknikle alaşımın ostenit fazına çıkarılması direkt olarak erimiş metal ile sağlanmakta, yarı kararlı martensit fazına geçiş ise başka bir ısıl işleme gerek duymadan tek bir işlem kademesiyle, hızlı soğutma tekniği ile sağlanabilmektedir. Hızlı soğutma işleminin diğer bir faydası da termomekanik işlem, mekanik alaşımlama, toz metalürjisi, vb. gibi ek bir işlem gerekmeden tane inceltme işleminin gerçekleştirilebilmesidir. Bu tekniğin bir diğer yararlı noktası da şekil hafızalı alaşımlar için büyük bir problem olan yorulma ve kırılma gibi özelliklerin meydana gelmesine karşılık olarak mikroyapının iyileştirilmesinin sağlanmasıdır. Çünkü bu teknik sayesinde tane yapıları küçülür ve bunun sonucunda kırılma ve yorulma gibi dezavantaj sağlayan özelliklerin iyileştiği görülmüştür (Suzuki, 1999; Baksan ve Gürler, 2006).



Şekil 2.14. Hızlı soğutma cihazının iç elemanları a) Bakır tekerlek b) Yüksek frekans indüksiyon bobinic) Ergimiş metal d) Kuartz cam ergitme kabı e) Ergimiş metal birikintisi f) Katılaşmış şerit

2.5. Şekil Hafızalı Alaşımların Uygulama Alanları

Genel olarak, şekil hafızası uygulamaları hafıza elemanlarının işlevine (şekil hafıza etkisinin hareket ve/veya kuvvet oluşturmak için kullanılabildiği ve süperelastik etkisinin deformasyon enerjisini depolayabildiği yerlere (Stöckel, 1995)) göre dört kategoriye ayrılabilir (Duerig, 1990). Otomotiv, biyomedikal, robotik ve havacılık alanında yapılan bu çalışmalar aşağıda kısaca özetlenmiştir.

Otomotiv Sanayi Alanında Uygulamalar:

Modern araçlarda sensör ve aktüatör sayısı, daha iyi performans, daha güvenli, daha konforlu araçlara olan talep nedeniyle muazzam bir şekilde artmaktadır. Kablo teknolojisi ile ortaya çıkan şekil hafızalı alaşım aktüatörleri, otomotiv uygulamalarındaki elektromanyetik aktüatörlere alternatif olarak geniş bir fırsat yelpazesi sunmaktadır (Butera, 2008).

Otomotiv sektöründe kullanılan şekil hafizalı alaşımların çoğu zaman zaman doğrusal aktüatörler (örneğin, dikiz aynası katlaması, iklim kontrol kapakları, ayarlama ve kilitleme/mandal kontrolleri) ve aktif termal aktüatörler olarak (örneğin, motor sıcaklığı kontrolü, karbüratör ve motor yağlaması ve güç aktarma sistemi kavramaları) işlev görürler (Stoeckel, 1991). Şekil hafizalı alaşım aktuatörleri, mekanik sadelik ve küçüklük (minyatürleştirme), otomotiv bileşenlerinin ölçeği, ağırlığı ve maliyetini önemli ölçüde azaltır ve geleneksel aktuatörlere kıyasla daha iyi performans avantajı sağlarlar (Neugebauer ve ark., 2010).

Günümüzde otomotiv alanında araçların birçok yerinde şekil hafızalı alaşımlar kullanılmaya başlanmıştır. Örneğin, darbeli çarpışmalar sırasında yaya yaralanmalarını en aza indirmek için otomatik yaya koruma sistemi (açılır kaput) (Strittmatter ve ark., 2009), uygun maliyetli yan ayna aktüatörü (Williams ve ark., 2010), nesnelerin mesafe ve açısının optik olarak algılanması için bir mikro tarama sistemi, konvansiyonel elektromanyetik ve pnömatik yerine flaplar gibi birçok aletler üretilmiştir. Otomobillerde kullanılan termal aktuatörler Şekil 2.15'te gösterilmiştir (Konuk, 2014).



Şekil 2.15. Otomobillerde kullanılan şekil hafızalı aktüatörlerin potansiyel uygulamaları 1) Radyatör panjuru 2) Debriyaj 3) Yakıt yönetimi 4) Klima kontrol 5) Motor kontrol 6) Fren havalandırma 7) Şanzıman kontrol/gürültü azaltma 8) Süspansiyon ayarlama

Şekil 2.16'da verildiği gibi elektrikli şekil hafızalı aktüatörler de otomotiv sektöründe oldukça fazla kullanım alanına sahiptir (Konuk, 2014).



Şekil 2.16. 1) Sis lambası koruyucusu 2) Motor kaput kilidi 3) Geri kapanabilir ön far 4) Yakıt yönetimi 5) Motor kontrol 6) Şanzıman kontrol 7) Klima kontrol 8) Silecek basınç kontrol 9) Geri görüş aynası ayarı 10) Emniyet kemeri ayarı 11) Merkezi kilit sistemi 12) Şok emici ayarı 13) Benzin deposu kilit 14) Bagaj Kilit

Biyomedikal Alanında Uygulamalar:

1963 yılında Buehler ve ark., tarafından nitinolde şekil hafıza özelliği keşfedildikten sonra, bu materyali diş hekimliğinde implantlar için kullanmayı önerdiler ve birkaç yıl sonra, NiTi'den yapılan ilk süper gerici diş telleri alaşımı 1971'de Andreasen tarafından tanıtıldı (Andreasan, 1977). Şekil hafızalı alaşımların minimal invaziv cerrahiye (Minimally Invasive Surgery; MIS) girmesinden sonra biyomedikal uygulamalarda

önemli atılımlar yapıldı. Özellikle NiTi şekil hafızalı alaşımlar, paslanmaz çeliklerden önemli ölçüde daha pahalı olmalarına rağmen, yüksek korozyon direnci, biyouyumluluk, manyetik olmayan (Mihalcz, 2001), insan doku ve kemiklerini kopyalayan (Morgan, 2001) özelliklere sahip olduklarından biyomedikal uygulamalar için mükemmel bir alternatif haline gelmişlerdir. Bu alaşımlar insan vücudunun ısısında tepki vermek ve değişmek üzere üretilebilirler (Machado ve Savi, 2003). Karmaşık tıbbi tedaviler ve cerrahi prosedürler için doğru konumlandırma ve işlevsellik elde etmek için hassas ve güvenilir minyatür araçlara duyulan ihtiyaç şekil hafızalı alaşımlara önemli avantajlar sağlar. Şekil hafızalı alaşımlar ortopedi, nöroloji, kardiyoloji ve girişimsel radyoloji dahil; endodonti (Hartl ve ark., 2010a, b), stentler (Song, 2010), tibbi cımbızlar, dikişler, tendonu kemiğe tutturmak için çapalar, implantlar (Dahlgren ve Gelbard, 2009), anevrizma tedavileri, gözlük çerçeveleri ve kılavuz teller birçok tıbbi alanda ve cihazlarda kullanılmaktadır. Şekil hafızalı alaşımların insan kemik ve kaslarına uyan zor-zorlanma davranışı ve süpelastik özelliği, stentleme operasyonlarının sunduğu bazı zorlukları karşılamak için bu alaşımları mükemmel bir materyal yapar. İlk şekil hafızalı alaşım stenti, 1983 yılında Dotter grubu tarafından yapılmıştır (Dotter ve ark., 1983). Şekil 2.17'de şekil hafızalı alaşımların insan vücudunda kullanıldığı bölgeler gösterilmektedir.



Şekil 2.17. Şekil hafizalı alaşımların insan vücudunda kullanıldığı bölgeler

Robotik Alanında Uygulamalar:

1980'lerden bu yana ŞHA'lar özellikle mikro aktüatörler veya yapay kaslar gibi çok çeşitli ticari robotik sistemlerde kullanılmıştır (Honma ve ark., 1985; Sreekumar ve ark., 2007). Günümüzde, ŞHA robotik uygulamalarının çoğu biyomedikal alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Robotik alanla ilgili temel zorluklar şunlardır: donanım performansını ve minyatürleşmesini artırmak ve entegre sistemin zekasını artırmak (yani küçük, daha hızlı, güvenilir). Sıkıştırma zorlukları, düşük elektrik direnci, minyatür elektrik bağlantısı (mikro robotlar için), kontrol sorunları ve çok düşük verimlilik gibi birçok teknik konunun çözülmesi gerekir. Bu sorunlardan bazıları uygun modelleme teknikleri seçilerek ele alınmıştır. Örnek olarak, direnç geri besleme kontrolü, mikro-robotlar için idealdir, çünkü sınırlı hassasiyete sahip olsada, ilave sensörlerin gerekliliğini ortadan kaldırır.

Chee Siong ve ark., tarafından klasik itme-çekme tipini ve eğimli yay tipini kullanmak yerine, robotik parmağı harekete geçirmek için iki ŞHA harekete geçiricisinin kullanıldığı protatif el için yeni bir ŞHA aktüatör tasarımı tanıtılmıştır. Şekil hafızalı alaşımların kullanıldığı protatif el Şekil 2.18'de görülmektedir (Chee ve ark., 2005).



Şekil 2.18. Şekil hafızalı alaşımdan yapılmış protatif el

Araştırmacılar, şekil hafızalı alaşımlardan faydalanarak, örneğin BATMAV (Bunget ve Seelecke, 2009; Stephen ve ark., 2013) ve Bat Robot (Colorado ve ark., 2012) gibi uçan robotlar da geliştirmişlerdir. Son zamanlarda, Festo Grubu tarafından 63 cm kanat açıklığına sahip 44 cm uzunluğunda bir yusufçuk geliştirilmiştir. Uçuş manevrası ve

stabilite kontrolü için başının bir yandan diğer yana hareket etmesini sağlayan dört ŞHA aktüatörüyle donatılmıştır. "BionicOpter" olarak da bilinen "yusufçuk", 13 derecelik bir serbestliğe sahiptir, havada asılı kalabilir ve her yöne hareket edebilir (Festo, 2013) (Şekil 2.19).



Şekil 2.19. Şekil hafızalı alaşım kullanılarak yapılan yusufçuk

Havacılık Alanında Uygulamalar:

1970'lerde F-14 savaş uçaklarındaki hidrolik borularda kaplin olarak kullanılan ŞHA'ın başarısından (Melton, 1999) bu yana, ŞHA'ın benzersiz özellikleri, yüksek dinamik yüklere ve geometrik kısıtlamalara maruz kalan havacılık uygulamalarında daha fazla ilgi görmüştür (Singh ve Chopra., 2002; Godard ve ark., 2003). Son yıllarda hafif ağırlıktaki (çeliğin % 60'ı yoğunlukta), yüksek mukavemetli ve mükemmel korozyon direncine sahip olması gibi özellikleri nedeniyle Ti temelli alaşımlar üzerinde durulmaktadır. Şekil 2.20'de Ti temelli şekil hafizalı alaşımların ticari bir uçakta mevcut ve potansiyel kullanım yerleri verilmiştir (Hartl ve Lagoudas, 2007; Bil ve ark., 2013).



Şekil 2.20. Uçak bölümlerinde şekil hafızalı alaşımların mevcut ve potansiyel uygulamaları

Örneğin Ti-6Al-4V alaşımı, kuvvet, süneklik, kırılma tokluğu, yüksek sıcaklık dayanımı, sürünme özellikleri, kaynaklanabilirlik, işlenebilirlik ve ısıl işlenebilirlik (daha yüksek mukavemetli ısıl işlemle kolayca elde edilir) dahil olmak üzere, havacılık alanında kullanım için oldukça iyi özelliklere sahiptir. Bu alaşım bu özellikleri nedeniyle birçok uçak gövdesi ve motor parçası için kullanılmaktadır. Ayrıca, yüksek alaşımlılık gerektiren hava taşıtlarında bu alaşımın birçok gerçek uygulaması vardır ve ayrıca, alaşım hakkında bol miktarda veri bulunması da uygulamalarda kullanımını kolaylaştırmaktadır (Inagaki ve ark., 2014).

Fan kanatlarının etrafındaki sıcaklık nispeten düşük olduğundan, daha yüksek bir yorulma dayanımına sahip olan Ti-6Al-4V alaşımı yaygın olarak kullanılır. Orta ve küçük boyutlu uçakların motorlarında dövme fan kanatları kullanılırken, diğer yandan, daha büyük fan kanatlı büyük motorlarda ağırlık tasarrufu için geliştirilmiş oyuk fan kanatları kullanılır. Fan diski, fan kanatlarını birlikte sabitler ve güvenlikle ilgili en önemli parça olarak kabul edilir. Bu nedenle, yüksek mukavemet ve tokluğa sahip malzemeler gereklidir ve Ti-6Al-4V ve Ti-17(Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Cr-4Mo) gibi titanyum alaşımları bu gereklilik için en uygun malzemelerdir.

Yüksek basınçlı kompresörlerdeki sıcaklıklar düşük basınçlı kompresörlerden daha yüksektir ve bu nedenle yüksek ısı direncine sahip yüksek mukavemetli bir malzemeye ihtiyaç duyulur. Kompresör bıçaklarında, düşük basınçlı kompresörler için Ti-6Al-4V alaşımı kullanılırken, yüksek basınçlı kompresörler için yüksek sıcaklıklarda mükemmel mukavemet ve yorulma özelliklerine ve tokluğa sahip olan Ti-8Al-1Mo-1V ve Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alaşımları kullanılır. Kompresör diskleri için, yüksek sıcaklıklarda yüksek mukavemet ve tokluğa ek olarak mükemmel düşük devirli yorulma ve sürünme özellikleri gerekir; bu nedenle, mükemmel ısı direnci sağlayan Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si ve Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alaşımları kullanılır.

Airbus A320 tarafından kullanılan V2500 motoru için titanyum alaşımlı uygulamaların örnekleri Şekil 2.21'de gösterilmektedir. Uçak motorlarında Ti-6Al-4V ve Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si alaşımları en yaygın şekilde kullanılır ve günümüzde bu tür malzemelerin etkili üretim teknolojileri yüksek kalite sağlayacak şekilde uygulamaya konmuştur.



Şekil 2.21. Airbus A320 tarafından kullanılan V2500 motorunda şekil hafızalı alaşımların kullanıldığı bölümler

Konum ve malzemeye göre uçak gövdeleri için titanyum alaşımlarının uygulama örnekleri Çizelge 2.2'de gösterilmektedir.

Cizelge 2.2.	Ucak göydes	sinde titanvum	alasımlarının	kullanıldığı bölgeler
çızeige 2.2.	o çun go rue.	inde treany and	anaşınınarının	Ramannaigi ööigelei

Malzeme	Uygulanan Bölgeler
Ti-6Al-4V	Kokpit camı çerçevesi, Kanat kutusu, Bağlantı elemanı
Ti-3Al-2.5V	Hidrolik boru
Ti-10V-2Fe-3Al	İniş takımı, Parça kirişi
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	Egzoz, Kuyruk konisi
Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al	Kanal, Tüp

Araştırmacıların üzerinde çalıştığı uygulama alanlarından bir tanesi de akıllı kanat projeleri altında, değişken hava şartları ve durumlara göre şekil değiştirebilen ve optimize olabilen akıllı kanat yapılarıdır. Akıllı kanat projesinde amaç, kanat yapısının farklı ortamlar için akıllı malzemeler kullanılarak optimize edilmesidir. Bu projelerin şekil hafızalı alaşım ile ilgili bölümlerinde, şekil hafızalı alaşımdan yapılmış tel ve tork tüpünün (Şekil 2.22) kullanılması planlanmıştır. Şekil hafızalı tel ile menteşesiz kanatçık tasarımı ve şekil hafızalı tork tüpü ile ise F-18 kanat yapısına şekil verilmesi hedeflenmiştir. İki uygulamada da şekil hafızalı alaşımlardan üretilmiş aktüatörler kullanılmaktadır (Hartl ve Lagoudas, 2007; Bil ve ark., 2013; Mohd ve ark., 2014).



Şekil 2.22. Akıllı kanat projesi ile geliştirilen ŞHA tork tüpünün model kanata uygulanmış hali ile bütün ve kesit görüntüsü

Şekil hafızalı alaşımların hava araçlarının kanatlarındaki diğer bir uygulaması ise tamamen ya da kısmi olarak şekil değiştirebilen kanat tasarımlarıdır. Aşağıdaki Şekil 2.23'te ŞHA'lar kullanılarak tasarlanan esnek kanat modelleri gösterilmektedir (Elzey ve ark., 2003). Bu uygulamalardaki amaç farklı ortam şartlarına uyum sağlayabilen kanat üretimidir.



Şekil 2.23. Şekil hafızalı alaşım ile tasarlanmış aktüatörün şekil değiştirebilen kanatlarda kullanılması

Şekil hafizalı alaşımların kullanıldığı diğer bir havacılık uygulaması Boeing firması tarafından denenmektedir. Boeing firması şekil hafizalı alaşımlardan yapılmış aktüatörler kullanarak hareketli şerit (chevron) tasarlamış ve bu tasarımı Boeing 777-300 ER ticari uçağı üzerine takılı GE90-115B jet motoru üzerinde test etmiştir (Hartl ve Lagoudas., 2007; Hartl ve ark., 2010a, b). Egzoz nozullarında kullanılan bu şeritlerin görevi hava ve sıcak gazı karıştırmak ve böylece ses oluşumunu azaltmaktır. Düşük hız ve irtifalarda, şeritler içe doğru kıvrılır ve hava-gaz karışımını sağlayarak motor sesini azaltır. Yüksek hız ve yüksek irtifalarda ise bu şeritler düzleşir ve motor performansını artırır. Bu mekanizma Şekil 2.24 'de gösterilmektedir. Bu testler sonucunda, hareketli şeritlerin, kalkış sırasında defleksiyonunu artırarak sesi azaltmada ve uçağın seyri sırasında ise defleksiyonu azaltarak verimi artırmada oldukça etkili olduğu gözlemlenmiştir (Mohd ve ark., 2014).



Şekil 2.24. Boeing tarafından geliştirilen değişken geometrili şerit uygulaması

Yukarıda bahsedilen çalışmalarda, kanat profilinin farklı uçuş ortamlarına göre değiştirilebildiği ve böylece uçuş performansının aerodinamik olarak optimize edilebildiği saptanmıştır. Kanat profilinin şekil değişiminde şekil hafızalı teller kullanılmaktadır. Ayrıca uygun kanat şeklini elde edebilmek için, bu malzemelerin yüksek oranda geri kazanılabilir şekil değiştirebilmesi gerekmektedir. Şekil 2.25'te NASA ve Boeing tarafından üzerinde çalışılan esnek kanat kenar tasarımları gösterilmektedir (Nguyen ve ark., 2015).



Şekil 2.25. NASA ve Boeing işbirliği ile yapılan esnek kanat kenar tasarımları

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Tez çalışması kapsamında belirtilen yüksek sıcaklık şekil hafızalı Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) alaşımları, geleneksel döküm yöntemlerinden biri olan Ark-Eritme (Arc-Melting) tekniğiyle mastır alaşım olarak üretildi. Üretilen alaşımlardan, en uygun martensitik dönüşüm sıcaklığına sahip olduğu gözlemlenen üçlü Ti-12V-4Al alaşımına tekrar Zr elementi ilave edilerek Ark-Eritme tekniğiyle yeni bir dörtlü Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) hafif yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşım grubu üretildi. Üretilen bu alaşımlardan yine martensitik dönüşüm sıcaklığı en uygun olan Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) alaşımı farklı bir teknik kullanılarak, Eriyik-Eğirme (Melt-Spinning) tekniğiyle şerit form halinde yeniden üretildi. Üretilen mastır ve şerit formdaki bu alaşımların faz dönüşümleri, mikroyapı ve mekanik özellikleri çeşitli karakterizasyon yöntemleri kullanılarak incelendi. Aşağıda Çizelge 3.1'de üretilen alaşımlar, üretim teknikleri ve yapılan analizler özetlenmiştir.

Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%)	Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%)	Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%)	
Ark-Eritme tekniğiyle üretim	Ark-Eritme tekniğiyle üretim	Eriyik-Eğirme tekniğiyle üretim	
DSC Analizi	DSC Analizi	DSC Analizi	
	Optik Mikroskop Analizi	Optik Mikroskop Analizi	
	SEM Analizi	SEM Analizi	
	EDX Analizi	EDX Analizi	
	XRD Analizi	XRD Analizi	
	TEM Analizi		
	Mekanik Karakterizasyon Analizi		

Çizelge 3.1. Alaşımların üretim teknikleri ve yapılan analizler

3.1. Mastır Alaşımların Üretimi

3.1.1. Ark-Eritme (Arc-Melting) tekniği

Tez çalışmasında, şekil hafızalı Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) ve Ti-12V-4AlxZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımları için % 99.99 saflıkta Ti, V, Al ve Zr elementleri kullanılmıştır. Elementler % 0,1 hassasiyetli elektronik terazide tartılarak, her bir katkı için 10 gr'lık numuneler hazırlandı. Alaşımlar 176 MPa basınç altında preslenerek külçe form haline getirildi. Farklı oranlarda katkılama yapılarak hazırlanan alaşımların üretimi için, geleneksel döküm yöntemlerinden biri olan Ark-Eritme (Arc-Melting) tekniği kullanıldı. Alaşımların üretimi, Ankara Üniversitesi Manyetik Malzemeler Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Ark-Eritici (Arc-Melter; AM) fırını kullanılarak yapıldı. Ark-Eritici fırını ve fırının içerisindeki eritme işleminin yapıldığı su soğutmalı dairesel bakır kalıplar Şekil 3.1'de görülmektedir.



Şekil 3.1. Ark-Eritici (Arc-Melter) fırını ve aparatları

Hazırlanan alaşımlar, bakır pota içerisine yerleştirildi. Eritme işlemi başlamadan fırındaki havanın boşaltılması için öncelikle düşük vakum pompası (Rotary Pomp; RP) çalıştırıldı, fırın içerisine argon gazı gönderildi. Daha sonra yüksek vakum difüzyon pompası (Diffusion Pomp; DP) ile iç basıncın $3x10^{-2}$ mbar'a düşmesi sağlandı. Alaşımları eritme işlemi başlamadan önce, fırın içindeki oksitleyici molekülleri yok etmek amacıyla toplayıcı (getter) malzemesi olarak fırında saf Titanyum parçası bulunduruldu. Daha sonra potada bulunan Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) ve Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımlarına 360A'lik ark yaklaşık bir dakika süreyle uygulandı. Üretilen alaşımların homojenliğini sağlamak amacıyla bakır potada bulunan alaşımlar üç kez ters çevrilerek tekrar tekrar eritildi. Çevirme işlemi dışardan kumanda edilebilen çevirici kol ile yapıldı. Böylece beş farklı bileşime sahip Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) ve Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%)

alaşımların Ark-Eritme tekniği kullanılarak mastır alaşım olarak üretimi tamamlandı. Şekil 3.2'de üretilen alaşımlardan örnekler gösterilmektedir.



Şekil 3.2. Ark-Eritme (Arc-Melting) tekniği ile üretilen mastır alaşımlar

3.2. Mastır Alaşımların Kesilme İşlemi

Alaşımların mikroyapısal ve mekanik özelliklerinin incelenebilmesi için, alaşımların öncelikle karakterizasyon cihazında kullanılabilecek boyutlarda kesilmesi gerekmektedir. Bu işlem, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Katıhal Fiziği Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan kesme cihazı (Metkon-Micracut 200) kullanılarak gerçekleştirildi (Şekil 3.3).



Şekil 3.3. Kesme cihazı

Özellikle mikroyapı analizlerinde kullanılacak parçaların çok düzgün yüzeylere sahip olması gerektiğinden kesme işlemi çok hassas biçimde yapıldı. Alaşımlar kesme cihazı yardımı ile 1,5-2 mm kalınlığında küçük plaka şeklinde parçalara ayrıldı (Şekil 3.4).



Şekil 3.4. Mastır alaşımlardan plaka şeklinde kesilmiş parçalar

3.3. Mastır Alaşımların Yüksek Sıcaklık Fırınında Homojenizasyonu

Mastır alaşımlardan plaka şeklinde kesilen parçalar, oksidasyon problemini önlemek için vakumlanan ve ardından argon gazı ile doldurulan kuartz bir tüp içine alındı (Şekil 3.5).



Şekil 3.5. Tüp içine hapsedilmiş mastır alaşımlar

Kuartz tüp içine hapsedilen alaşımlardan Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) alaşımları 900°C'de 8 saat ve Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımları 950°C'de 6 saat ısıl işleme tabi tutuldu. Gaziosmapaşa Üniversitesi Katıhal Fiziği Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan kare fırın (Protherm) kullanılarak ısıl işlem yapıldı (Şekil 3.6). Isıl işlemin ardından fırından çıkarılan alaşımlar buzlu su içerisine atılarak hızlı soğutma işlemi yapıldı.



Şekil 3.6. Protherm marka kare fırın

3.4. Eriyik-Eğirme (Melt-Spinning) Tekniğiyle Şerit Alaşım Üretimi

Alaşımların homojenizasyon işleminden sonra Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) alaşımından kesilmiş alaşımların bir kısmı aseton ile temizlenip kurutularak hızlı katılaştırma yöntemlerinden biri olan Eriyik-Eğirme (Melt-Spinning) tekniği için hazır hale getirildi.

Bu teknik 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. Soğuma hızı 10⁴-10¹⁰ K/s mertebelerindedir.

Şekil hafızalı alaşım üretimini gerçekleştirmek için Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Laboratuvarı'nda, Eriyik-Eğirme (Edmund Bühler, Melt Spinner SC) sistemi kullanıldı (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. Eriyik-Eğirme (Melt-Spinning) sistemi

Eriyik-Eğirme sistemi için yaklaşık 3gr'lık ağırlığa sahip Ti-12V-4Al-0,5Zr mastır alaşımı yukarıda bahsedilen aşamalardan geçirilerek hazırlandı ve bu alaşım kuartz pota içerisine yerleştirildi. Daha sonra alaşımın da içinde bulunduğu kuartz pota cam kapaklı hazne içerisinde bulunan etrafı sarmal yaylarla çevrili bölmeye monte edildi. Pota ağzıyla disk arasındaki mesafe 0,2 mm olacak şekilde ayarlandı ve haznenin kapağı kapatıldı. Eriyik disk üzerine dökülmeden önce, disk ve potanın içerisinde bulunduğu hazne yaklaşık 4x10⁻² bar'a kadar vakumlandıktan sonra, hazne argon gazıyla dolduruldu ve disk devir hızı 25 m/s olacak şekilde ayarlandı. Daha sonra alaşım kuartz pota içerisinde eritilerek bakır disk üzerine yaklaşık 300 mbar'lık bir basınçla püskürtüldü. Püskürtme sonucunda pota içerisinde eriyen alaşım döner disk üzerine değdiği anda şerit alaşımlar elde edildi ve şerit toplama ünitesine aktarıldı. Üretilen Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımlar Şekil 3.8'de görülmektedir.



Şekil 3.8. Eriyik-Eğirme (Melt-Spinning) tekniği ile üretilen şerit alaşımlar

3.5. Mikroyapı ve Mekanik Analizler İçin Alaşımların Hazırlanması

Gerek mastır alaşımların gerekse hızlı katılaştırılmış karşıtlarının mikroyapı ve mekanik özelliklerinin incelenebilmesi için mikroskop altında incelenebilecek düzgün formlar (bakalite alma ve kalıplama) haline getirilmesi gerekmektedir. Bu nedenle hem mastır hem de şerit formdaki alaşımların hazırlanması kalıplama, parlatma ve dağlama olmak üzere üç aşamadan oluşmaktadır.

3.5.1. Mastır ve şerit alaşımların kalıplanması

Mikroyapı ve mekanik analizlerde önemli olan parlatma işleminin yapılabilmesi için öncelikle alaşımların uygun boyut ve şekillerde kalıplanması gerekmektedir. Kalıplama işlemi sıcak ve basınç altında veya soğukta olmak üzere iki farklı şekilde yapılmaktadır. Şekil hafızalı alaşımların sıcaklık ve basınca duyarlı olmaları sebebiyle, tez çalışmasında soğuk kalıplama işlemi yapılmıştır. Bu işlem için, 15 birim epoksi ve 2 birim sertleştirici kullanıldı ve yapılan karışım 15 dakika boyunca karıştırılarak homojen hale getirildi. Alaşımlar kalıp içerisine yatay konumda yerleştirildi. Hazırlanan sıvı karışım kalıp içerisine konulmuş alaşımların üzerine döküldü ve tamamen katılaşması için yaklaşık 24 saat bekletildi. Şekil 3.9'da kalıba alınan alaşımlardan örnekler gösterilmektedir.



Şekil 3.9. Kalıba alınan alaşımlar

3.5.2. Alaşımların parlatılması

Mikroyapı ve sertlik analizlerinde önemli olan alaşımda pürüzsüz bir yüzey elde edilebilmesidir. Bunun için, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Katıhal Fiziği Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan parlatma cihazı (Gripo-2V) ile alaşımlara önce zımparalama ve ardından parlatma işlemi uygulandı (Şekil 3.10).



Şekil 3.10. Parlatma Cihazı

Mastır alaşımlar için parlatma işlemi sırasıyla 800, 1000, 1200, 2000 ve 4000 mesh'lik zımparalarla yapıldı. Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit formlu alaşım için mastır alaşımlara göre daha az pürüzsüz olması nedeniyle sadece 2400 ve 4000 mesh'lik zımparalarla kullanıldı. Her kademenin alaşım yüzeyinde oluşturduğu deformasyon ve çiziği en aza indirmek için, her kademede bir öncekinde kullanılan aşındırıcıdan daha ince aşındırıcı kullanıldı. Alaşımların ısınmasını önlemek için zımpara kağıtlarına sürekli su tatbik edildi. Bu işlemin ardından parlatmanın ikinci aşamasında ise numuneler 3, 1 ve 1/4 µm'lik parlatma kumaşları ve elmas süspansiyonla parlatma işlemine tabi tutuldu. Bu aşamada alaşımların ısınmasını önlemek için su yerine yağlayıcı (lubricant) sıvı kullanıldı. Bütün parlatma aşamalarında çarkın devir hızı 320 devir/dk olarak ayarlandı. Her aşamadan sonra, alaşımların yüzeylerinde kalan parçacıkların bir sonraki aşamasındaki çizici etkisini engellemek için, alaşımlar bol suyla yıkandı. Alaşım yüzeyindeki tek yönlü aşınmayı engellemek için belirli aralıklarla alaşımların çark üzerindeki tutulma yönleri değiştirildi. Alaşım yüzeylerine her bir aşamadan sonra optik mikroskop ile bakılarak aşınma miktarları kontrol edildi.

3.5.3. Alaşımların dağlanması

Parlatma işlemi sonrası alaşımlar, yüzeylerinin oldukça parlak olması sebebiyle mikroskobun ışığını eşit oranda yaymaktadır. Dolayısıyla alaşımların mikroyapıları yeterince ayırt edilememektedir. Alaşımlardan net görüntü alınabilmesi için, alaşımların dağlanması gerekmektedir. Dağlama işlemi için hazırlanan kimyasallar alaşımın cinsine bağlı olarak farklılık göstermektedir. Yapılan literatür araştırması sonucu, TiVAl alaşımı için 10ml HF + 20ml HNO₃ + 40ml H₂O bileşimine sahip kimyasal çözeltinin uygun olduğu belirlendi ve parlatılan alaşımlar çözelti içinde birer dakikalık sürelerle toplam 6 dakika dağlandı. Alaşımların yüzeyleri su ile temizlenerek kurumaya bırakıldı ve dağlama işlemi tamamlandı. Dağlama işlemine tabi tutulan alaşımların görüntüleri Şekil 3. 11'de verilmektedir.



Şekil 3.11. Dağlama işlemi yapılan mastır ve şerit alaşımlar

3.6. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi

Diferansiyel taramalı kalorimetre tekniği, malzeme ve referansa ait ısı akışı arasındaki farkı, sıcaklığın fonksiyonu olarak inceleyen termal yöntemlerden biridir. Ölçme prensibi, malzeme ile referans arasındaki ısı akı farkının ölçümü esasına dayanır. Çok küçük ısı farklarının algılanabilmesi için bu işlem dış ortama karşı iyi izole edilmiş bir hücre içerisinde yapılmaktadır. Sıcaklık değiştikçe ısı akımı değerinde de değişim görülür. Dolayısıyla ısı akı değişimlerinin kolaylıkla tespit edilebilmesi için kullanılan malzeme miktarının küçük olması gerekmektedir. Bu ölçümler egzotermik, endotermik ve ısı kapasitesindeki değişiklikleri içeren fiziksel ve kimyasal değişimler hakkında kantitatif ve kalitatif bilgi verir. Bu durum dış devrede pikler şeklinde görülür. Endotermik ısı numunenin içine doğru, egzotermik ısı ise numunenin dışına doğru akar. DSC cihazı ile malzemelerin entalpi, ergime enerjileri, özgül ısıları, kristalleşme, termal kararlılık, faz dönüşümleri, yaşlanma ve ötektik nokta gibi fiziksel özellikleri hakkında bilgi edinilebilir (Ergen, 2014).

Tez çalışmasında, üretilen Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) ve Ti-12V-4Al-xZr (x: 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların ve Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımın martensitik ve ostenit faz dönüşüm sıcaklıklarının tespit edilmesi amacıyla yapılan DSC analizlerinde Gaziosmanpaşa Üniversitesi Katıhal Fiziği Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan SETERAM DSC131 diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.12). Bu cihaz ile (-150°C) - (600°C) sıcaklık aralığında analiz yapılabilmektedir. Tez çalışmasında DSC analizlerinde kullanılan alaşım miktarları

yaklaşık 10-15 mg olacak şekilde ayarlanmış ve farklı derecelerde (10°C/dk ve 30°C/dk) ısıtma-soğutma hızı ayarlanarak ölçümler alınmıştır.



Şekil 3.12. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) cihazı

3.7. Optik Mikroskop Analizi

Bir malzemenin mikroyapısı onun özelliklerini önemli ölçüde belirlemektedir. Optik mikroskop analizi, numunelerin metalografik muayenesi için kullanılan birincil derecede bir yöntemdir. Malzemeye ait optik mikrograflar yardımı ile mevcut fazlar tane sınırları, takviyeler, fazların hacim oranları ve ikizlenmeler belirlenir. Optik mikrograf için malzeme hazırlarken, malzemenin yüzeyi oldukça parlak olmalı ve kimyasal ya da elektrokimyasal olarak dağlanmalıdır. Çünkü bir metal malzemenin parlatılmış yüzeyi kristal kusurları göstermez ancak malzeme yüksek enerji kısımlarını çözen bir kimyasal dağlayıcıya maruz kaldığında, yüksek enerjili tane sınırları ve dislokasyonun etrafındaki yüksek enerjili bölge çözünür ve çukurlaşır. Malzemenin yüzey düzlemine dik olarak gelen ışınlar parlak yüzeyde objektife aynı açı altında geri dönerken çözünmüş yüzeylerde saparak yansırlar. Sapmış ışınların bulunduğu bölgeler ışık objektife geri dönmediği için karanlık görünür. Gelen ışın ve yansıyan ışın düzlemlerden yansır (Balo, 1999; Mallik ve Sampath, 2008). Böylece malzemenin mikroyapısı hakkında bilgi edinilebilir. Kısaca; Optik mikroskopla numunedeki,

• Tane sınırları,

- Fazların özellikleri,
- İkizlenmeleri,
- Dağılımları,
- Kalıntı ve çatlaklar tespit edilebilmektedir.

Tez çalışmamızda üretilen alaşımlarda meydana gelen martensit ve ostenit tabakaları incelemek ve oluşan fazların varlığını tespit etmek amacıyla Optik Mikroskop görüntüleri Gaziosmanpaşa Üniversitesi Katıhal Fiziği Laboratuvarı'nda bulunan DDÇ (Derinlik Duyarlı Çentme) cihazına bağlı üstten aydınlatmalı optik mikroskop ile incelendi (Şekil 3.13).



Şekil 3.13. Optik Mikroskop cihazı

3.8. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

İnsan gözünün çok ince detayları görebilmesi oldukça zordur. Bu sebeple görüntü algılanmasını sağlayan ışığın ilerlediği düzlemlerin mercekle değiştirilerek daha küçük detayların algılanmasını sağlayan optik cihazlar üretilmiştir. Elektrooptik prensiplere dayanarak tasarlanmış SEM bu amaca çok uygun cihazlardan biridir. Taramalı elektron mikroskobu ile yüksek büyütmelerde yüksek çözünürlüklü görüntü alınabilir. Malzemelerin içyapılarındaki yapısal özellikler yüksek çözünürlüğe ve odak derinliğine sahip olan SEM ile incelenebilmektedir. Bu teknik sayesinde düşük büyütmelerden çok
yüksek büyütmelere kadar morfolojik, yapısal ve elementel bilgiler alınabilmektedir. Taramalı elektron mikroskobunda görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların malzeme üzerine odaklanması, bu elektron demetinin malzeme 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.

Sunulan çalışmada, üretilen şekil hafızalı alaşımların mikroyapısını incelemek ve yapıda oluşan fazların elementer içeriklerini tespit edebilmek için Bülent Ecevit Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan QUANTA 450 Field Emission Gun (FEG) SEM cihazı kullanıldı (Şekil 3.14).



Şekil 3.14. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) cihazı

3.9. Enerji Dağılımlı X-Işını (EDX) Analizi

Enerji dağılımlı X-ışını analizi, malzemelerin elementel bileşimini belirlemek için kullanılan bir X-ışını tekniğidir. Enerji dağılımlı X-ışını analizi, numuneyi oluşturan elementlere karşılık gelen pikleri içeren spektrumu oluşturmaktadır. Bu spektrumda numune içerisindeki elementlerin yüzdeleri, elementlerin piklerinin altındaki alanlarla orantılıdır. Her element karakteristik bir emisyona sahip olduğundan EDX analizi, numuneden yansıyan X-ışınını tutma temeline dayanmaktadır. Numune yüzeyine

çarptırılan yüksek enerjili elektronlar numuneden elektron koparır. Kopan elektronlar iç yörüngelerden kopmuş ise atomik kararlılığı sağlamak üzere dış yörüngelerden elektronlar bu boşluklara sıçrama yaparlar. Daha yüksek enerjili olan dış yörüngedeki elektron fazla enerjisini ışıma yaparak kaybeder. Bu kaybedilen enerji X-ışını olarak karşımıza çıkar. Yayımlanan X-ışınının karakteristik özelliği, yapının element atomunu barındırdığını ve hangi enerji kabuğundan yayımlandığıyla ilgili bilgiler verir. Açığa çıkan X-ışınları elektronik alıcılar tarafından algılanırlar. Elde edilen veriler bilgisayar monitöründe pikler oluşturur ve elementel analiz tamamlanmış olur (Anonim, 2017; Hafner, 2017).

Tez çalışmamızda, üretilen alaşımların yapısında oluşan fazların elementer içeriklerini tespit edebilmek için Bülent Ecevit Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan QUANTA 450 Field Emission Gun (FEG) SEM cihazına bağlı EDX sistemi kullanıldı.

3.10. X-Işını Kırınımı (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 dalgalardır. X-ışını dalga boyu 0.1Å $<\lambda<100$ Å aralığındadır ve γ -ışınları 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. Kırınımda kullanılan X-ışınlarının dalga boyları yaklaşık 0,5 ile 2,5 Å arasındadır (Ergen, 2014).

XRD analizleri için numune üzerine λ dalga boyunda ince bir monoklinik X-ışını dalgası düşürülür. Kristaller belli bir tarama hızı ile döndürüldüğünde Bragg kanununa uygun olarak verilen açı ve şiddet değerleri bir grafiğe dökülerek 20 açılarına karşılık şiddet pikleri elde edilir. Bu pikleri sağlayan (hkl) düzlemleri belirlenerek yapı analizi gerçekleştirilir. Böylece X-ışını dalgalarının oluşturduğu kırınım desenleri incelenerek kristalin yapısı hakkında bilgi sağlanabilmektedir.

X-Işınları Kırınımı tekniği ile malzeme hakkında;

- İçerdiği fazların belirlenmesi,
- Nicel faz analizleri,
- Tanecik boyutu ve yöneliminin belirlenmesi,
- Örgü sabitlerinin tespit edilmesi,
- Kimyasal komposizyonun belirlenmesi,

• Sıcaklık, basınç, vs. gibi etkilere bağlı faz değişiklerinin tespit edilmesi gibi birçok bilgi edinilebilmektedir.

Sunulan tez çalışmasında, üretilen şekil hafızalı alaşımların kristal yapı analizleri Bülent Ecevit Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan Pixcel^{3D} marka X-ışını kırınımı (XRD) cihazı ile yapıldı (Şekil 3.15). Alaşımların XRD analizlerinde dalga boyu λ =1,54056Å olan Cu-K α radyasyonu kullanılmış olup tüm ölçümler için difraktometrenin tarama hızı 6°/dk olarak alındı. Alaşımların oda sıcaklığında alınan X-ışını kırınım desenlerinden yapı içerisinde oluşan fazlar belirlendi.



Şekil 3.15. X-Işını Kırınım (XRD) cihazı

3.11. 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 numune içerisindeki atomlar ile etkileşime bağlı olarak hem atomik yapı hem de malzeme kusurları hakkında bilgi vermektedir. Bu teknik, nanometre mertebesinde çok küçük ve ince alanlardan, milyon katı büyütmelerde malzemenin kristalagrofik ve morfolojik bilgilerine aynı anda ulaşılmasını olanaklı kılan bir tekniktir. TEM'de görüntü ve kırınım bilgisini elde etmenin temel prensibi, ortasında çok küçük bir delik bulunan numuneye paralel bir elektron demeti göndermek ve numuneden doğrudan geçen kırınıma uğramamış ışınları ve numunenin belirli düzlemlerinden Bragg şartlarına uygun açılarda kırınıma uğramış ışınları numunenin altında toplamak esasına dayanır. Sırasıyla sadece geçen ışın demetini ve kırınıma uğramış ışınlardan birini kullanılarak yapılan görüntüleme teknikleri olan seçilmiş alan difraksiyonu görüntüsü, aydınlık ve karanlık alan görüntüleri numunelerdeki mikron altı boyutlardaki oluşumların incelenmesinde, varolan ikinci fazların ayırt edilmesinde en çok kullanılan yöntemlerdir.

- Aydınlık ve Karanlık Alan Görüntüsü (Bright Field and Dark Image): Malzemelerin ince yapılarındaki tane sınırlarını, dislokasyonları ve diğer yapısal hataları incelemede kullanılan görüntülerdir.
- Seçilmiş Alan Difraksiyonu Görüntüsü (Selected Area Difraction Image): Malzemedeki kristal yapı ve yönlenme belirlenebilir veya bilinmeyen bir malzeme tanımlanabilir.

TEM analizleri, geleneksel döküm yöntemiyle hazırlanan Ti-12V-4Al-xZr (0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımları için gerçekleştirildi. TEM analizleri Kırıkkale Üniversitesi Elektron Mikroskobu Laboratuvarı'nda bulunan JEM100SX marka geçirimli elektron mikroskobu ile 200 kV hızlandırma voltajı altında alındı (Şekil 3.16)



Şekil 3.16. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) cihazı

3.12. Mekanik Karakterizasyon

20. yüzyıldan itibaren malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemede en çok aranan özelliklerden biri sertlik ölçümleridir. Genel anlamda sertlik, malzemelerin yerel deformasyona karşı direncinin bir ölçüsü olarak tanımlanır. Çentik testleri sertlik ölçümleri için kullanılan standart metotlardandır. İlk çentik ölçümünü tasarlayan Brinell, uç olarak düz ve küresel bir uç kullanmıştır. Daha sonrasında, Vickers, Knoop ve Berkovich gibi makro ve mikro düzeyde çentik testleri gelişimi gözlenmiştir. Adı geçen testlerin temel prensibi, test malzemesi üzerine çentici bir uç ile uygulanan kuvvet (yük) bir plastik deformasyon oluşturur. Uç kaldırıldıktan sonra geride bıraktığı izden malzemenin sertlik ölçümü yapılır (Tabor, 1951; Bhushan, 1998). Sertlik aşağıdaki formülle karakterize edilir;

$$H = \frac{P}{A} \tag{3.1}$$

P; uygulanan yük, A; uç tarafından açılan yüzeyin alanı olarak ifade edilir. A'nın kullanılan ucun geometrisine bağlı olarak değişebileceği unutulmamalıdır.

Teknolojideki gelişmelerle birlikte yeni teknikler geliştirilmeye başlanmış ve çentik testleri, geleneksel (statik) çentik testleri ve derinlik duyarlı çentik (DDÇ) testleri olarak sınıflandırılmıştır.

Derinlik duyarlı çentik testleri, özellikle çok küçük boyutlu malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemede en çok kullanılan analiz yöntemlerinden biridir. Geleneksel çentik testiyle arasındaki farklardan en önemlisi DDÇ testinde malzeme ve çentici arasındaki kontak derinliğinin (h_c), test esnasında kaydedilen yükleme-boşaltma (P-h) eğrisinden doğrudan hesaplanabilmesidir (Pharr ve ark., 1992; Li ve Bhushan, 2002). Şekil 3.17b'de, DDÇ testlerinde yüzeyde oluşan deformasyon ve elde edilen tipik bir (P-h) eğrisi verilmiştir. Şekilde verilen P-h eğrisinden, başta sertlik ve elastik modülü olmak üzere sürünme (creep), viskoelastiklik, zorlanma hızı duyarlılığı (strain rate sensivitiy), kırılma tokluğu (fracture toughness) ve film-alttaş yapışma kuvveti (filmsubstrate adhesion) gibi birçok özellik karakterize edilebilir.



Şekil 3.17. a) Çentiğin yatay kesiti b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan tipik bir P-h eğrisinin şematik gösterimi

Oliver ve Pharr yöntemi, P-h eğrisinin analizinde birçok araştırmacı tarafından kabul gören yöntemlerden birisidir. Oliver ve Pharr (1992), Sneddon (1965)'un çalışmasını dikkate alarak malzemede çentik testi sırasında oluşan elastik geri kazanım ve işlem sertleşmesini de (work hardening) göz önünde bulundurarak bir analiz metodu geliştirmişlerdir. Oliver ve Pharr metodu, Sneddon (1965)'un elastik deformasyonlar için bulduğu güç yasasına (power law) benzer şekilde boşaltma eğrisinin fit edilmesiyle başlar (Şekil 3.17).

$$P = \alpha (h - h_f)^m \tag{3.2}$$

Burada *h* girme derinliği, h_f minimum derinlik, α ve *m* ise fit parametreleridir. Kontak katılığı S, denklem (3.2)'nin maksimum girme derinliğinde türevi alınarak hesaplanabilir.

$$S = \left(\frac{dP}{dh}\right)_{(h=h_{maks})} = \alpha m (h_{maks} - h_f)^{m-1} \qquad (3.3)$$

Böylece kontak derinliği, h_c ,

$$h_c = h_{maks} - \varepsilon \frac{P_{maks}}{s} \tag{3.4}$$

şeklinde hesaplanabilir. P_{maks} maksimum yük, ε geometrik sabit olarak ifade edilir. Sertlik, H, ise P_{maks} ın uç-numune arasındaki izdüşüm kontak alanına (A_c) bölünmesiyle elde edilir.

$$H = \frac{P_{maks}}{A_c} = \frac{P_{maks}}{24.504h_c^2} \tag{3.5}$$

Diğer yandan yükleme-boşaltma eğrisi E_r indirgenmiş elastik modülü hesabında kullanılabilir.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - v_{\varsigma}^2)}{E_{\varsigma}} + \frac{(1 - v_n^2)}{E_n}$$
(3.6)

Burada E_{c} ve v_{c} çenticiye, E_{n} ve v_{n} ise numuneye ait Young's modülü ve Poisson oranıdır. Bir malzeme için indirgenmiş elastik modülü,

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{s}{2} \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{24.504h_c^2}}$$
(3.7)

şeklinde verilebilir. β , geometrik düzeltme faktörü olup Vickers uç için 1,012'dir.



Şekil 3.18. Yüke bağlı derinlik eğrisi

Süperelastisite (SE) davranışı şekil hafızalı alaşımların en önemli özelliklerinden biridir. Şekil 3.18' de, SE numunenin göstermiş olduğu süperelastik davranışı temsil etmektedir. Üretilen mastır alaşımların süperelastisite davranışını incelemek için Şekil 3.18'den yola çıkılarak denklem (3.8)'den alaşımların süperelastik değerleri yüzde olarak hesaplanmıştır. Denklem (3.8)'de, η_{SE} , alaşımın süperelastisite davranışını ifade etmektedir.

$$\%\eta_{SE} = \frac{h_c - h_f}{h_c} \times 100$$
(3.8)

Tez çalışmamızda Ark-Eritme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların mekanik karakterizasyon analizleri (sertlik, elastik modülü, süperelastisite) Gaziosmanpaşa Üniversitesi Katıhal Fiziği Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan UMT-2MV (Universal Micro Tribometer) marka yüksek sıcaklık mikroçentme cihazı ile yapıldı (Şekil 3.19). Alaşımların mekanik analizleri üç farklı sıcaklıkta (24°C, 250°C ve 450°C) ve 0,5 kg (5000mN) yük altında yükleme-boşaltma (Load-unload; LU) modunda alındı. Bu eğriler Oliver-Pharr (1992) metoduyla analiz edilerek numunelere ait sertlik, elastik modülü ve süperelastisite değerleri hesaplandı.



Şekil 3.19. Yüksek Sıcaklık Mikroçentme cihazı

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. DSC ile Faz Dönüşüm Sıcaklığı Analizi

Şekil hafızalı alaşımların martensitik dönüşüm sıcaklıklarını etkileyen en önemli faktörlerden biri alaşımın komposizyonudur. Şekil hafızalı alaşımlarda element miktarındaki çok küçük değişimin martensitik dönüşüm sıcaklıklarını büyük ölçüde değiştirdiği bilinmektedir (Gonzales ve ark., 2003). Ayrıca dönüşüm sıcaklıkları alaşımın üretim yöntemine ve yapılan ısıl işlemlere bağlı olarak da değişiklik göstermektedir. Bu nedenle tez çalışmamızda iki farklı üretim tekniği kullanılarak hem mastır alaşımlar hem de şerit alaşım üretildi. Üretilen Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) ile Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarının ve Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımın martensitik dönüşüm gösterip göstermediği ve dönüşüm sıcaklıklarının komposizyona bağlılığı DSC analizleriyle incelendi.

Bilindiği üzere şekil hafıza etkisinin temelini oluşturan martensitik dönüşüm, dört değişim sıcaklığına bağlıdır. Bu sıcaklıklar, martensit fazın ilk görülmeye başladığı sıcaklık olan M_s , ana fazın tamamen martensit faza dönüştüğü sıcaklık M_f ve ısıtma sırasında martensit fazın ostenit faza dönüşmeye başladığı sıcaklık A_s , tamamen ostenit faza dönüştüğü sıcaklık A_f şıcaklığıdır. Ve bu sıcaklıklar $M_f < M_s < A_s < A_f$ şeklindedir. Bu sıcaklıklar martensitik ostenit ve ostenit-martensitik dönüşümünü sağlayacak enerji değişimlerini kapsar.

Sunulan çalışmada DSC analizlerinde kullanılan numune miktarları yaklaşık 10-15 mg olacak şekilde ve farklı ısıtma-soğutma (10°C/dk ve 30°C/dk) hızları ayarlanarak ölçümler alındı. Öncelikle Ark-Eritme tekniğiyle üretilen Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) mastır alaşımları için 10°C/dk aralıklarla alınan DSC analizleri Şekil 4.1'de verilmektedir.



(e) Ti-12V-8Al

Şekil 4.1. Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) alaşımları için alınan DSC eğrileri a) Ti-12V b) Ti-12V-2Al c) Ti-12V-4Al d) Ti-12V-6Al e) Ti-12V-8Al

Şekil 4.1'de görüldüğü üzere DSC analizlerinin her birinde sıcaklık 24°C'den 400°C'ye kadar çıkarıldığında alaşımların belli sıcaklık aralıklarında endotermik reaksiyon

gösterdikleri yani sistemden enerji aldıkları görülmüştür. Endotermik piklerin varlığı bu bölgelerde faz dönüşümünün meydana geldiğinin göstergesidir. Isıtma sırasında alaşım martensit fazdan ostenit faza dönüşüm gösterir. Bu faz dönüşümünden, martensitikostenit ters dönüşümün endotermik bir olayla ortaya çıktığı görülmektedir. Piklerin başlangıç ve bitiş noktaları ostenit (ters martensitik) faz dönüşüm sıcaklıklarını vermektedir.

Şekil 4.1a'da, ısıtma sırasında, Ti-12V şekil hafızalı alaşıma ait herhangi bir dönüşüm sıcaklığı piki görülmemektedir. Şekil 4.1b'de, ısıtma sırasında Ti-12V-2Al ait grafikte, endotermik davranışın başlangıç sıcaklığı yani ostenit başlangıç sıcaklığı (A_s) 137°C olarak görülmektedir. Bu sıcaklığın üzerinde alaşım ostenit fazına dönüşmeye başlar. Endotermik davranışın sona erdiği sıcaklık olan 336°C, ostenit bitiş sıcaklığı (A_f) dir. Bu sıcaklıktan itibaren alaşım tamamen ostenit yapı sergiler. Şekil 4.1c'de benzer olarak Ti-12V-4Al şekil hafizalı alaşımın ostenit başlangıç sıcaklığı 211°C'de başlayıp ostenit bitiş sıcaklığı 360°C'de sona ermektedir. Şekil 4.1d'de Ti-12V-6Al şekil hafizalı alaşımın ostenit başlangıç ve bitiş sıcaklığı sırasıyla 168°C ve 272°C'dir. Şekil 4.1e'de Ti-1V-8Al şekil hafizalı alaşımında ise dönüşüm pikine rastlanmamıştır.

Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) alaşımları için katkı oranına göre DSC analizlerinden elde edilen ostenit (ters martensitik) dönüşüm sıcaklıkları Çizelge 4.1'de verilmektedir.

Al(ağ.%)	$A_s(^{o}C)$	$A_{f}(^{o}C)$
0	-	-
2	137	336
4	211	360
6	168	272
8	-	-

Çizelge 4.1. Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) alaşımlarının ostenit (ters martensitik) dönüşüm sıcaklıkları

Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ) alaşımlarının DSC analizlerinde görüldüğü gibi Al katkısı arttıkça ostenit dönüşüm sıcaklığı önce artmış sonra azalmıştır. Bu durum

literatürde yapılan çalışmalarla uyum içindedir (Yang ve ark., 2015). Literatürden edinilen bilgilere göre, titanyum alaşımlarında, Al güçlü çözünürlük artırıcı (solution strengthening) elemanı olarak görev görür ve kritik kayma gerilmesini artırır (Tada ve ark., 2012). Şekil hafızalı alaşımlarda yüksek gerilim deformasyon süresince dislokasyon hareketini engeller ve bu da şekil hafıza etkisini artırır (Atli ve ark., 2011). Diğer yandan, Al elementi titanyum alaşımlarında, titanyum bakımından zengin olan ω fazının oluşumunu önleme kabiliyetine sahiptir ve bu fazın β -Ti şekil hafızalı alaşımlarındaki ters martensitik dönüşüm sıcaklığını azaltabileceği bilinmektedir (Buenconsejo ve ark., 2009; Buenconsejo ve ark., 2011). Bu nedenlerle, üretilen alaşımlarda Al elementi katkısıyla, dönüşüm sıcaklıklarının arttığı ve Ti-12V-4Al alaşımında maksimum değere ulaştığı görülmektedir. Al katkı oranının daha fazla artması bu değerlerde azalmaya neden olmuştur.

Yukarıda DSC analizlerinden, en yüksek ostenit dönüşüm sıcaklığı Ti-12V-4Al (ağ.%) şekil hafızalı alaşımında gözlenmiş ve tez çalışmasında ana malzeme olarak bu alaşım kullanılmıştır. Bu ana malzemeye Zr elementi katkısı yapılarak yeni bir Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşım grubu üretilmiştir. Üretilen bu alaşım grubunun 30°C/dk aralıklarla alınan DSC analizleri Şekil 4.2'de görülmektedir.





Şekil 4.2. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımları için alınan DSC eğrileri a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr

Şekil 4.2'de DSC analizleri incelendiğinde, (a) Ti-12V-4Al alaşımı için ostenit başlangıç ve bitiş sıcaklık pikleri görülmektedir. Bu sıcaklıklar sırasıyla 211°C ve 360°C olarak belirlenmiştir. (b) Ti-12V-4Al-0,5Zr alaşımına ait ostenit başlangıç sıcaklığı 220°C ve ostenit bitiş sıcaklığı 391°C olduğu tespit edilmiştir. (c) Ti-12V-4Al-1Zr alaşımının ostenit başlangıç sıcaklığı 289°C ve ostenit bitiş sıcaklığı 378°C'dir. (d) Ti-12V-4Al-1,5Zr alaşımı için ostenit başlangıç ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla 293°C ve 373°C'dir. (e) Ti-12V-4Al-2Zr alaşımında ise ostenit başlangıç sıcaklığı 298°C ve ostenit bitiş sıcaklığı 371°C olarak görülmektedir. Bu durum aşağıda Çizelge 4.2' de kısaca özetlenmiştir.

Zr(ağ.%)	$A_s(^{o}C)$	$A_f(^{o}C)$
0	211	360
0,5	220	391
1	289	378
1,5	293	373
2	298	371

Çizelge 4.2. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımlarının ostenit (ters martensitik) dönüşüm sıcaklıkları

Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımları için yapılan DSC analizlerinde, Ti-12V-4Al-0,5Zr mastır alaşımının ostenit bitiş sıcaklığında artış ve diğer alaşımlarda katkı oranı arttıkça ostenit bitiş sıcaklıklarında lineer bir azalışın meydana geldiği görülmektedir. Literatürden elde edilen bilgilere göre, şekil hafızalı alaşımlarda Zr elementi oranındaki artış, β fazının içeriğinin artmasına ve α'' fazının azalmasına neden olur. Zr elementi alaşımda β fazı dengeleyici görevi görür ve bu durum, martensit fazın yeniden yönlenmesi için zor değerini artırır ve dönüşüm sıcaklığında azalmaya neden olur (Wu ve ark., 2017; Endoh ve ark., 2017; Wang ve ark., 2018).

Tez çalışması kapsamında Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımları içerisinden en yüksek dönüşüm sıcaklığı gösteren Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) alaşımı seçilmiş ve bu alaşımı şerit formunda elde edebilmek için hızlı katılaştırma yöntemlerinden biri olan Eriyik-Eğirme tekniği kullanılmıştır. Üretim yöntemleri arasındaki farkı görebilmek adına Ark-Eritme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır alaşım ve Eriyik-Eğirme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımın 30°C/dk ısıtma hızında alınan DSC eğrileri, Şekil 4.3'te gösterilmektedir.



Şekil 4.3. Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır ve şerit alaşımların DSC eğrileri a) Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır alaşım b) Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşım

Şekil 4.3'te görüldüğü gibi Ti-12V-4Al-0,5Zr mastır alaşımında bir kez faz dönüşümü meydana gelmiş ve alaşımın ostenit başlangıç sıcaklığı 220°C ve ostenit bitiş sıcaklığı 391°C olarak belirlenmiştir. Ti-12V-4Al-0,5Zr şerit alaşımda ise iki defa faz dönüşümü meydana gelmiş, birinci faz dönüşümünde ostenit başlangıç sıcaklığı 146°C ve ostenit bitiş sıcaklığı 158°C iken ikinci faz dönüşümde ise ostenit başlangıç sıcaklığı 279°C ve ostenit bitiş sıcaklığı 292°C olarak belirlenmiştir. Şerit alaşımda ortaya çıkan ikinci fazın nedeninin üretim yönteminden kaynaklandığı düşünülmektedir. Çünkü, Eriyik-Eğirme tekniğiyle üretilen şerit alaşımda hızlı soğutma işlemi sırasında, deformasyon sonucu ortaya çıkan dislokasyonlar ve boşluklar sayesinde martensitik dönüşüm yeniden meydana geldiği bilinmektedir (Sharifi ve Kermanpur, 2018; Khaleghi ve ark., 2019).

Ayrıca üretilen mastır alaşımlar ve şerit alaşım için DSC analizlerinde soğutma işlemi sırasında, herhangi bir ekzotermik pike rastlanmamıştır (Cui ver ark., 2010; Ma ve ark., 2013; Xue ve ark., 2015a, b). Bu durum, soğutma sırasında alaşımlarda herhangi bir faz dönüşümünün oluşmadığı anlamına gelmektedir. Bunun nedeni, soğutma sırasında ω fazı çökelmesidir. ω fazı Ti bakımından zengin bir fazdır. ω fazı çökelmesi, matristeki V içeriğinin artmasına neden olur, böylece martensitik dönüşüm sıcaklığı oda sıcaklığının altına düşer, DSC ölçümlerinde saptanamayacak kadar küçük bir değere ulaşır. Soğutma esnasında herhangi bir sıcaklık pikinin görülmemesinin nedeni budur (Buenconsejo ve ark., 2009; Zhang ve ark., 2013; Zheng ve ark., 2013; Yang ve ark., 2015). Diğer bir neden olarak β fazının α fazına kısmi dönüşümü ve martensitik fazın düşük entalpisinden kaynaklandığı düşünülebilir (Endoh ve ark., 2017; Wang ve ark., 2018). Şekil 4. 4'te alaşımlar için DSC analizlerinde soğutma sırasında kaydedilen grafiklerden bir örnek görülmektedir.



Şekil 4.4. DSC analizlerinde soğutma işlemi sırasında görülen grafik örneği

4.2. Optik Mikroskop İle Yüzey Analizi

Ark-Eritme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımları ve Eriyik-Eğirme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) alaşımında dağlamanın mikroyapıya etkisini araştırmak için dağlamadan önce ve dağlamadan sonra alaşımların optik mikroskop görüntüleri alınmıştır. Hem mastır alaşımların hem de üretilen şerit alaşımın her biri toplam 6 dk olmak üzere üst üste birer dakikalık sürelerle dağlama işlemine tabi tutuldu. Her bir numunenin dağlama işlemi için 10ml HF + 20ml HNO₃ + 40ml H₂O bileşimine sahip kimyasal çözelti kullanıldı. Şekil 4.5'te Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların dağlama işlemi öncesi ve sonrası farklı bölgelerinden alınan optik mikroskop görüntüleri verilmektedir.



(a) Ti-12V-4Al (dağlanmamış)



(c) Ti-12V-4Al-0,5Zr (dağlanmamış)



(e) Ti-12V-4Al-1Zr (dağlanmamış)



(g) Ti-12V-4Al-1,5Zr (dağlanmamış)



(b) Ti-12V-4Al (dağlanmış)



(d) Ti-12V-4Al-0,5Zr (dağlanmış)



(f) Ti-12V-4Al-1Zr (dağlanmış)



(h) Ti-12V-4Al-1,5Zr (dağlanmış)



(1) Ti-12V-4Al-2Zr (dağlanmamış)



(j) Ti-12V-4Al-2Zr (dağlanmış)



Şekil 4.5. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların dağlama işleminden önce ve dağlama işleminden sonra alınan optik mikroskop görüntüleri

Şekil 4.5 a, c, e, g ve ı'da mastır alaşımlara ait dağlama öncesi alınan optik mikroskop görüntüleri görülmektedir. Dağlama öncesi alınan görüntülerde alaşımların mikroyapısını oluşturan fazlar net olmamakla birlikte gözlenebilmektedir. Şekil 4.5 b, d, f, h ve j' de ise dağlama işlemi sonrası alaşımların mikroyapısında beliren fazlar net bir şekilde ayırt edilebilmektedir. Burada özellikle plaka şeklinde iğnemsi yapılı martensit fazların oluşumu dikkati çekmektedir, bu fazların yerleşik düzleminin (habit plane) alaşım bileşimine göre değiştiği bilinmektedir (William, 1973). Şekil 4.5 f, h ve j'de gözle görülür şekilde iğnemsi yapılı martensit plakalarda azalma meydana gelmiştir. Bu durum alaşımın şekil hafıza özelliği etkisinde bir miktar kayıp olduğu anlamına gelmektedir (Bhuniya ve ark., 2005). Ayrıca alaşımların tane sınırlarının katkı oranı artmasıyla giderek daha belirgin bir şekilde ortaya çıktığı görülmektedir.



a) Dağlamadan önce

b) Dağlamadan sonra



Şekil 4.6'da Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşım için dağlamadan önce ve sonra alınan optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, dağlamadan önce mikroyapıda oldukça belirsiz martensit fazların olduğu (Şekil 4.6a) ve dağlamadan sonra ise tane sınırları arasında iğnemsi yapılı martensit plakaların meydana geldiği görülmektedir (Şekil 4.6b). Alaşımda taneler arası sınırlar belirgin bir şekilde görülmektedir. Alaşımda oluşan bu iğnemsi yapıda ikizlenmiş martensit fazların yönelimleri her bir tane içinde farklılık göstermektedir. Üretilen mastır alaşımlar ile karşılaştırıldığında, bu fazlar şerit alaşımda daha ince, yumuşak ve dağınık şekilde istiflenmişlerdir. Ayrıca şerit alaşımın tane yapısının mastır alaşımların tane yapısına göre daha ince yapıda olduğu görülmektedir.

4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Mikroyapı Analizi

Ark-Eritme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımları ve Eriyik-Eğirme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımı, mikroyapılarının daha net ve düzgün görüntülenebilmesi, mevcut fazların mikroyapı içerisindeki dağılımlarını belirlenebilmesi için optik mikroskoptan daha yüksek çözünürlüğe ve odak derinliğine sahip olan taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile inceleme yapılmıştır.

Ark-Eritme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) şekil hafızalı alaşımların SEM görüntüleri 2500X büyütmeyle alınmıştır (Şekil 4.7).



(a) Ti-12V-4Al



(b) Ti-12V-4Al-0,5Zr



(c) Ti-12V-4Al-1Zr

(d) Ti-12V-4Al-1,5Zr



(e) Ti-12V-4Al-2Zr

Şekil 4.7. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait SEM görüntüsü a)Ti-12V-4Al b)Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr

Şekil 4.7'de verilen Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait SEM görüntüleri incelendiğinde, alaşımların mikroyapılarının baskın bir α' martensit fazı ve az miktarda β ostenit fazına sahip iki faz içerdiği gözlenmiştir (Wang ve ark., 2018). Alaşımların hızlı bir şekilde soğutulması, alaşımda α' martensit plakaların oluşmasına neden olur. Özellikle Şekil 4.7b'de Ti-12V-4Al-0,5Zr alaşımına ait SEM görüntüsünde α' martensit plakaların içinde iç ikizlenmeler görülmektedir. Alaşımlara Zr'un eklenmesi α' martensit plakaların çevresinde gri bölgelerin oluşmasına neden olur (Li ve ark., 2018). Bu durum Ti-12V-4Al-1Zr'de (Şekil 4.7c) daha net görülmektedir. Ti-12V-4Al-2Zr alaşımının mikro yapısında, tane sınırları ve gözenekleri (boşluk) açıkça ortaya çıkmıştır. Bu gözeneklerin tavlama işlemi sırasında oluştuğu ve genellikle ağır şekilde deforme olmuş Ti-alaşımlarında gözlendiği bilinmektedir (Wu ve ark., 2017). Alaşımlarda Zr katkı miktarı arttıkça α' martensit fazların azaldığı görülmektedir.

Ayrıca alaşımlarda α' martensit plakaların çoğunun mikron altı genişliğe sahip olduğu ve temelde hiç çökelti fazının meydana gelmediği gözlenmiştir. Bu durum, yine alaşımlara uygulanan hızlı soğutma işleminin β/α' faz dönüşümünün difuzyonsuz bir şekilde ilerlemesine neden olduğunu göstermektedir (Kim ve ark., 2008; Yang ve ark., 2016a, b; Chai ve ark., 2018).

Şekil 4.8'de Eriyik-Eğirme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit numunenin 10000X ve 20000X büyütmede alınmış SEM görüntüleri verilmektedir.



Şekil 4.8. Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımına ait SEM görüntüsü

Şekil 4.8'de, Ti-12V-4Al-0,5Zr şerit alaşıma ait görüntülerde mastır alaşımlarına göre, tanelerde belirgin şekilde küçülme meydana geldiği görülmektedir. Ti-12V-4Al-0,5Zr şerit alaşımın tane sınırlarında Zr'dan oluşan bazı yüzey parçacıklarının olduğu görülmektedir. Alaşımda, hem β ostenit hem de α martensit fazlarına rastlanmıştır. Ancak yine bu fazların Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarının yapılarında bulunan fazlara göre daha az miktarda olduğu dikkati çekmektedir. Ayrıca α martensit fazların boyutlarında küçülme olduğu tespit edilmiş olup bu durumların alaşımın üretim şekli olan Eriyik-Eğirme tekniğinden kaynaklandığı düşünülmektedir (Ergen, 2014). Mastır alaşımların ve şerit alaşımın mikroyapıları arasındaki benzerlik ve farklılıkların daha iyi anlaşılabilmesi için Şekil 4.9'da Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır alaşımı ve Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımın 5000X büyütmede alınmış SEM görüntüleri aşağıda verilmiştir.





a)Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır alaşım



Şekil 4.9. Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır ve şerit alaşımların SEM görüntüleri a) Ti-12V-4Al-0,5Zr mastır alaşım b) Ti-12V-4Al-0,5Zr şerit alaşım

4.4. Enerji Dağılımlı X-Işını (EDX) Analizi

Şekil 4.10'da Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ve Şekil 4.11'de Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımına ait EDX grafikleri ve analizlerin yapıldığı bölgelerin SEM fotoğrafları verilmektedir. EDX ölçümlerinde mastır ve şerit alaşımlara ait genel bölgelerden alınan elementel analiz sonuçları görülmektedir.





Şekil 4.10. Mastır alaşımlara ait EDX analizleri a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr

Şekil 4.10'da mastır alaşımların elementel analizleri incelendiğinde, genel olarak alaşımlarda gözlenen ostenit ve martensit yapılı bölgelerde alaşımlarda bulunan elementlerin çoğunun düzgün şekilde dağıldığı görülmektedir. Ayrıca, alaşımlarda herhangi bir safsızlık elementine ya da metaller arası bir bileşiğe rastlanmamıştır. Ti-12V-4Al alaşımında bir miktar Au elementi gözlemlenmiştir.



Şekil 4.11. Ti-12V-4Al-0,5 (ağ.%) şerit alaşımına ait EDX analizleri

Şekil 4.11'de, Ti-12V-4Al-0,5Zr şerit alaşımında iki farklı bölgeden alınan EDX analizleri incelendiğinde alaşımda herhangi farklı bir elemente rastlanmıştır. Ti-12V-4Al-0,5Zr şerit alaşımda görülen 2. bölgede Zr içeriğinin fazla miktarda olduğu açıktır. Şerit alaşımda oluşan Zr element fazlalığı SEM görüntülerinde de görülmektedir (Şekil 4.8). Mastır ve şerit alaşımların EDX analizi sonuçları ile hazırlanan bileşimlerin oranlarında çok az miktarda farklılık göstermesinin nedeninin, alaşımların üretimi esnasında homojen olarak karıştırılamamasından, yüzeyde oluşabilecek oksit tabakasından veya analiz için seçilen bölgelerin yeterince geniş olmamasından kaynaklandığı bilinmektedir (Karaköse, 2004).

Mastır Alaşımlar	Ti(ağ.%)	V(ağ.%)	Al(ağ.%)	Zr(ağ.%)	Au(ağ.%)
Ti-12V-4Al	82,47	10,23	4,29	0	1,01
Ti-12V-4Al-0,5Zr	81,92	12,57	4,48	1,03	0
Ti-12V-4Al-1Zr	82,03	10,42	5,97	1,58	0
Ti-12V-4Al-1,5Zr	82,08	11,57	4,65	1,70	0
Ti-12V-4Al-2Zr	82,65	10,96	4,34	2,05	0
Şerit Alaşım					
Ti-12V-4Al-0,5Zr	83,72	10,42	4,89	0,97	0
(1.bölge)					
Ti-12V-4Al-0,5Zr	82,78	9,82	4,63	2,77	0
(2.bölge)					

Çizelge 4. 3. Mastır alaşımlara ait EDX analizlerinden elde edilen Ti, V, Al, Zr oranları

4.5. X-Işını Kırınımı (XRD) ile Faz Analizi

Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların ve Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımın şekil hafıza özelliği kazanmaları, iç yapılarında oluşacak faz dönüşümleriyle mümkündür. Dolayısıyla alaşımların bu özelliği kazanıp kazanmadığını incelemek için kullanılabilecek deneysel yöntemlerden biri de X-Işını Kırınımı (XRD) analiziyle alaşımlarda bulunan fazların saptanmasıdır.

Şekil 4.12'de Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ve Şekil 4.13'te hızlı katılaştırma tekniklerinden biri olan Eriyik Eğirme yöntemiyle üretilen Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımına ait oda sıcaklığında alınan XRD analizlerine ait kırınım desenleri verilmektedir. XRD analizlerinden elde edilen pikler literatürde yapılan araştırmalardan faydalanılarak indislenmiştir.



Şekil 4.12. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait oda sıcaklığında alınan X-Işını kırınım desenleri

Şekil 4.12'de Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait Xışını kırınım desenleri incelendiğinde, iki farklı fazın varlığı tespit edilmiştir. Analizlerden elde edilen bu fazlar, α'' martensit fazları ve zayıf pike sahip β ostenit fazlarıdır (May ve ark., 2009). Bütün alaşımlarda 41.29°'de çok güçlü tepe noktasına sahip olan (021) ile indislenmiş α'' martensit fazı mevcuttur ve α'' martensit faz yoğunluğu Zr katkı oranı artmasıyla azalmıştır. Ti-12V-4Al alaşımının kırınım tepe noktaları, ortorombik bir yapıya sahip olan a martensit fazları görülmektedir. Ti-12V-4Al alaşımına ait 31.23° , 48.52° ve 71.14° açılarında görülen α martensit fazlarının Zr elementi katkısıyla ortadan kaybolduğu görülmektedir. Bu durum, kırınım tepelerinin yapı içerisinde tane yönelimi nedeniyle zayıfladığını göstermektedir (Cui ve ark., 2010). Ti-12V-4Al ve Ti-12V-4Al-0,5Zr alaşımlarının hemen hemen tek α' fazına sahip olduğu ve kısmi β ostenit fazlarının bulunduğu gözlemlenmiştir. Ti-12V-4Al-1Zr alaşımına bakıldığında 58.72° ve 73.81°'de β ostenit fazına ait yeni piklerin varlığı görülmüş ve bu piklerin şiddetinin Zr katkısı arttıkça daha da arttığı belirlenmiştir. Zr elementi katkısının, α martensit faz pik şiddetinin zayıflamasına ve β ostenit faz piklerinin artmasına neden olduğu literatürden bilinmektedir (Wang ve ark., 2018). Ti-12V-4Al-2Zr alaşımında 86.71° açısında yeni bir β ostenit fazının varlığı görülmüştür. Bu sonuçlardan β fazının kararlılığının Zr içeriği arttıkça arttığı görülmüştür. Zr'un atom yarıçapı Ti'dan daha büyüktür. Zr'un eklenmesi β fazının kafes parametrelerini arttırıp Zr'un ß dengeleyici olarak davranmasına neden olur ve bu durumun literatürdeki sonuçlar ile uyum içerisinde olduğu tespit edilmiştir (Hao ve ark., 2006; Jayaprakash ve ark., 2014; Wu ve ark., 2017; Zhang ve ark, 2017). Aynı zamanda bu durumun Titemelli alaşımlarda, DSC analizlerinden de anlaşılacağı gibi alaşımların martensitik dönüşüm sıcaklığını düşürdüğü belirlenmiştir (Abdel-Hady ve ark., 2007).

Şekil 4.13'te Eriyik-Eğirme tekniğiyle üretilen Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımına ait XRD kırınım deseni verilmiştir.



Şekil 4.13. Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşıma ait oda sıcaklığında alına X-Işını kırınım deseni

Şekil 4.13'te, Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımına ait, XRD kırınım desenlerinden görüldüğü gibi mastır alaşımlarına benzer olarak iki farklı α'' martesit ve β ostenit fazlarına ait pikler görülmektedir. Ti-12V-4Al mastır alaşımında bulunan (022) ve (040) α'' fazlarının kaybolduğu ve mastır alaşımlarda gözlenen benzer piklere ek olarak 24.43° ve 28.56°'de α'' martensit faz piklerinin ortaya çıktığı dikkati çekmektedir. Ayrıca Şekil 4.14'te Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır alaşımı ile Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımın XRD kırınım desenleri karşılaştırılmış olup şerit alaşımda mastır alaşımda ortaya çıkan fazlara ek olarak α'' martensit fazlarının meydana geldiği görülmektedir.



a) Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır alaşım

b) Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşım

Şekil 4.14. Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) mastır ve şerit alaşımların X-Işını kırınım desenleri a) Ti-12V-4Al-0,5Zr mastır alaşım b) Ti-12V-4Al-0,5Zr şerit alaşım

4.6. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Analizi

TEM analizi hazırlık aşamasında alaşımlar önce mekanik olarak yaklaşık 100 µm'ye kadar cilalanarak inceltildi, daha sonra % 6 perklorik asit, % 60 metil alkol ve % 34 nbutil alkol içeren bir çözelti kullanılarak elektrolize edildi. Elektro-parlatma (Twinjet electropolishing) işlemi sırasında sıcaklık -30°C'ye düşürüldü. Böylece aydınlık alan TEM analizi için alaşımlar hazır hale getirildi.

TEM analizleri, geleneksel döküm yöntemiyle hazırlanan Ti-12V-4Al-xZr (0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımları için gerçekleştirildi ve 200 kV hızlandırma voltajı altında yapıldı. Alınan aydınlık alan TEM görüntüleri Şekil 4.15'de verilmektedir.



(a) Ti-12V-4Al

(b) Ti-12V-4Al-0,5Zr

(c) Ti-12V-4Al-1Zr



(d) Ti-12V-4Al-1,5Zr



(e) Ti-12V-4Al-2Zr

Şekil 4.15. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlara ait TEM görüntüsü a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr Aydınlık alan TEM görüntülerinden görüldüğü gibi α' martensit yapılar yan yana dizilmiş plaka varyantlarından oluşmaktadır. Özellikle bu durum Ti-12V-4Al ve Ti-12V-4Al-0,5Zr alaşımlarında çok belirgin bir şekilde ortaya çıkmaktadır. Şekil 4.15'te sarı çerçeve ile işaretlenmiş bölge α' martensit fazı ve faz sınırını işaret etmektedir. Şekilde analiz sonucundan elde edilen görüntüler incelendiğinde, mastır alaşımlar için verilen aydınlık alan görüntülerinden α' martensit plakaların farklı kontrastlarda olduğu görülmektedir. Bu farklılık, plakalar arasındaki yönelim farkından kaynaklanmakta ve farklı yönelimli plakaları birbirinden ayırmaktadır. Mastır alaşımların plaka kalınlıklarının da bileşime bağlı olarak değiştiği gözlenmektedir. Alaşımlarda Zr içeriği arttıkça plaka kalınlığı giderek küçülmekte ve plakalar azalmaktadır. α' martensit plakalardaki bu küçülmenin tane boyutuyla ilişkili olduğu düşünülmektedir. Bu durum, mastır alaşımlar için alınan SEM görüntüleriyle de uyuşmaktadır. Tane sınırları da martensit varyantların ara yüzey hareketini sınırlamakta ve martensit plakaların biyümesini engellemektedir (Ergen ve ark., 2013).

4.7. Mekanik Karakterizasyon Analizi

Ark-Eritme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların mekanik karakterizasyonu (sertlik, elastik modülü, süperelastisite) yüksek sıcaklık mikroçentme cihazı kullanılarak yapıldı. Alaşımların mekanik analizleri üç farklı sıcaklıkta (24°C, 250°C ve 450°C) ve 0.5 kg (5000 mN) yük altında yüklemeboşaltma (load-unload; LU) modunda alındı. Oluşabilecek deneysel hatalara karşı her bir yükleme-boşaltma grafikleri için üç ölçüm alındı ve bu üç ölçümün ortalaması alınarak yükleme-boşaltma eğrileri çizildi.

Şekil 4.16, Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait oda sıcaklığında (24°C) alınan yükleme-boşaltma eğrilerini göstermektedir. Bu sıcaklık alaşımların martensit fazda bulunduğu sıcaklıktır.



Şekil 4.16. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlara ait oda sıcaklığında (24°C) alınan yükleme-boşaltma eğrileri a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr

Şekil 4.17'de, 250°C'de Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımlarına ait yükleme-boşaltma eğrileri verilmektedir. Bu sıcaklık, alaşımların hem martensit hem de ostenit fazın her ikisinin de birlikte bulunduğu sıcaklıktır.



Şekil 4.17. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait 250°C'de alınan yükleme-boşaltma eğrileri a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr

Şekil 4.18'de, 450°C'de Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) alaşımlarına ait yükleme-boşaltma eğrileri görülmektedir. Bu sıcaklık, alaşımların ostenit fazda olduğu sıcaklıktır.



Şekil 4.18. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait 450°C'de alınan yükleme-boşaltma eğrileri a) Ti-12V-4Al b) Ti-12V-4Al-0,5Zr c) Ti-12V-4Al-1Zr d) Ti-12V-4Al-1,5Zr e) Ti-12V-4Al-2Zr

Şekil 4.16, 4.17 ve 4.18'de görüldüğü gibi, alaşımların yükleme-boşaltma eğrilerinden, alaşımların girme derinliklerinin farklı olduğu görülmektedir. Bu durum alaşımdaki martensit plakaların farklı tercihli yönelime sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca çentme testinin yükleme kısmında zor kaynaklı bir faz dönüşümü oluşur. Zoretkili (sterss-induced) martensit adı verilen bu faz oluşumu martensit sertleşmesine neden olur. Böylece girme derinliğinde farklılaşma meydana gelir. Bununla birlikte alaşımların üretimi sırasında oluşan ve belli bir enerji biriktiren mevcut martensitlerde zor altında yeniden yönlendirilme eğilimindedirler. Yükleme altında uygulanan zor belli bir kritik değere ulaştığında biriken enerji serbest kalır ve geri toparlanmaya neden olur (Arciniegas ve ark., 2009). Şekillerde görüldüğü gibi, özellikle 450°C'de, 1Zr katkılı alaşımdan sonra geri toparlanma daha da belirginleşmiştir.

Alaşımlar 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 plaka yönelimine bağlı olarak da farklı davranışlar elde edilebilir. Yükleme-boşaltma eğrilerinde gözlenen bu tür değişimler bu eğrilerden hesaplanan sertlik ve elastik modülü değerlerinde de aynı malzeme için farklı değerlerin bulunmasına ve bu değerlerde oldukça yüksek değişime neden olabilmektedir (Ergen, 2014). Bu nedenle sertlik ve elastik modülü hesaplanırken üç kez yapılan yükleme-boşaltma eğrileri analizlerinin ortalaması alınmıştır. Mastır alaşımlarlarla ilgili farklı sıcaklıklarda (24°C, 250°C ve 450°C) yapılan yükleme-boşaltma deneyleri sonucu elde edilen eğrilerden hesaplanan sertlik ve elastik modülü değerleri Şekil 4.19 ve Şekil 4.20'de verilmektedir.



Şekil 4.19. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait sertlik eğrileri



Şekil 4.20. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait elastik modulü eğrileri

Şekil 4.19 ve Şekil 4.20'de Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımlarına ait sertlik ve elastik modulü değerlerinin Zr içeriğine bağlı değişim grafikleri görülmektedir. Alaşımların sertlik ve elastik modülündeki artıp-azalan değerler, alaşımdaki mikroyapısal değişiklikleri işaret etmektedir (Gloanec ve ark., 2013). Şekil 4.19 ve Şekil 4.20 incelendiğinde, her üç sıcaklıkta da (24°C, 250°C ve 450°C) Zr katkısı arttıkça sertlik ve elastik modulü değerlerinde azalma meydana geldiği görülmektedir. Özellikle Ti-12V-4Al-0,5Zr alaşımından sonra ani azalışlar dikkati çekmektedir. 450°C'de bu azalışların daha belirgin hal aldığı görülmektedir. Sertlik değerlerindeki azalmanın alaşımda örgü kusurlarının yeniden düzenlenmesi ile ilişkili olduğu bilinmektedir. Şekil hafizalı alaşımlarda söz konusu örgü kusurları martensit ikizlerin yeniden yönelimine atfedilmektedir ve bu durumda sertlik değerlerinde azalmaya yol açmaktadır (Xie ve ark., 1998).

Ayrıca oda sıcaklığında (24°C) alınan sertlik ve elastik modülü değerlerinin 250°C ve 450°C'de elde edilen değerlerine göre daha yüksek olduğu görülmektedir. 24°C, 250°C ve 450°C'de Zr katkı oranı arttıkça, sertlik ve elastik modülü değerlerinde görülen bu azalmanın martensit fazdaki meydana gelen dislokasyonların yeniden düzenlenmesi nedeniyle meydana geldiği bilinmektedir (Bhuniya ve ark., 2005). Sertlik değerlerinden

anlaşılacağı gibi, alaşımların oda sıcaklığında martensit faz yapısının, hem martensit hem de ostenit fazın bulunduğu 250°C ve yalnız ostenit fazın bulunduğu 450°C'ye kıyasla daha sert olduğu anlamına gelmektedir. Yani yüksek sıcaklıkta ostenit yapıdaki malzeme daha kolay deforme olabilmektedir. Ostenit yapıda çentme işlemi sırasında yükleme esnasında oluşan ve boşaltma süresince tekrar eski haline geri dönen zor-etkili martensit yapılar oluşmaktadır (Brinckmann ve ark., 2016). Sertlik malzemenin deformasyona karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanırsa ostenit yapıda sertlik değerlerinin daha düşük olması beklenen bir durumdur.

Şekil 4.21'de mastır alaşımların 24°C, 250°C ve 450°C'de hesaplanan süperelastisite özellikleri görülmektedir.



Şekil 4.21. Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların 24°C, 250°C ve 450°C sıcaklıklarda süperelastisite davranışı

Şekil 4.21'de görüldüğü gibi Ti-12V-4Al alaşımında süperelastik özelliğinin en yüksek olduğu sıcaklık 24°C'dir. Bu özelliğin sıcaklık arttıkça azaldığı görülmektedir. Ayrıca, 24°C'de Zr katkı oranı arttıkça alaşımların süperelastisite değerlerinde azalma meydana geldiği görülmektedir. Sıcaklık artışıyla Zr katkılı numunelerde, Ti-12V-4Al alaşımında
gözlenenin aksine süperelastik davranışında artış meydana gelmiştir. Özellikle 450°C'de Zr katkılı alaşımların süperelastik davranışının diğer sıcaklıklara göre daha da belirginleştiği dikkati çekmektedir. Bu durum, ostenit fazın, süperelastik etkiden sorumlu olduğunu göstermektedir ve sıcaklık ile değişen martensit ve ostenit fazların hacim oranlarıyla ilişkili olduğu düşünülmektedir (Khaleghi ve ark., 2019). Ti-temelli alaşımlarda, titanyum süperelastik özelliği etkileyen en önemli elementlerden biridir ve Ti miktarının azalması malzemedeki süperelastik etkinin artmasına sebep olur (Chen ve ark., 2018). Ayrıca Zr katkısı arttıkça alaşımda meydana gelen β fazlarının süperelastik özelliği arttırdığı da bilinmektedir (Yamagishi ve ark., 2019; Sharifi ve Kermanpur, 2018).

Şekil hafizalı alaşımlar uygulanan sıcaklık, zor ve zorlanma seviyesine bağlı olarak elastik veya plastik olarak deforme olurlar. Bu deformasyonlarda etkin mekanizmalar; dislokasyon hareketleri, zor-etkili martensitik dönüşüm (stress-induced martensit transformation) veya martensitin yeniden düzenlenmesi olabilmektedir. Şekil hafizalı alaşımlarda hem martensit hem de ostenit fazda deformasyon mekanizmaları farklılık gösterebilmektedir (Khaleghi ve ark., 2019). Bundan dolayı sertlik, elastik modülü ve süperelastisite değerlerinde meydana gelen değişimler bu nedenlerden kaynaklanmaktadır.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Sunulan tez çalışmasında Ark-Eritme tekniğiyle üretilen yüksek sıcaklık Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) ve Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) şekil hafizalı mastır alaşımları ve Eriyik-Eğirme tekniği ile üretilen Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit formlu yüksek sıcaklık şekil hafizalı alaşımın faz dönüşümleri, mikroyapı özellikleri ve mekanik karakterizasyonu incelenmiştir. Söz konusu tez çalışmasında elde edilen sonuçlar aşağıda sunulmaktadır.

- Öncelikle Ark-Eritme tekniğiyle üretilen Ti-12V-xAl (x: 0; 2; 4; 6 ve 8) (ağ.%) alaşımları için yapılan DSC analizlerinden faydalanılarak en yüksek dönüşüm sıcaklığına sahip olan Ti-12V-4Al alaşımı seçilmiştir. Tez çalışması için temel alınan bu alaşıma Zr katkısı yapılarak Ark-Eritme tekniğiyle yüksek sıcaklık Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) şekil hafızalı mastır alaşımlar üretilmiştir. Üretilen mastır alaşımların DSC analizlerinden elde edilen sonuçlar doğrultusunda yine en yüksek dönüşüm sıcaklığı gösteren Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) alaşımı seçilerek bu alaşım hızlı katılaştırma tekniklerinden biri olan Eriyik-Eğirme tekniğiyle şerit formunda üretilmiştir.
- Beş farklı oranda üretilen Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların ve Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit alaşımın şekil hafıza özelliği için gerekli olan martensitik dönüşüm gösterip göstermediklerini belirlemek adına DSC analizleri yapıldı. DSC analizleri sonucu her iki formdaki alaşımların ostenit (ters mastensitik) dönüşüm gösterdiği tespit edilmiş olup, ostenit dönüşüm sıcaklıkları belirlendi. Mastır alaşımların ostenit bitiş sıcaklıklarının Ti-12V-4Al-0,5Zr alaşımından sonra Zr katkısı ile lineer olarak azaldığı görüldü. Ayrıca 0,5Zr katkılı mastır alaşım ve 0,5Zr katkılı şerit alaşım karşılaştırılmış olup elde edilen sonuçlara göre şerit alaşımında iki kez faz dönüşümünün meydana geldiği görüldü.

- Hem mastır alaşımlar hem de şerit alaşımda dağlamanın mikroyapıya etkisini incelemek için dağlama aşamasından önce ve sonra alaşımların optik mikroskop görüntüleri alındı. Optik görüntüler incelendiğinde dağlama sonrasında alaşımlarda mikroyapıyı oluşturan fazların daha belirgin hale geldiği sonucuna varıldı.
- Mastır alaşımların ve şerit alaşımın mikroyapısını incelemek için SEM analizleri yapıldı. Oda sıcaklığında alınan SEM görüntülerinden hem mastır alaşımlarında hem de şerit alaşımda β ostenit fazı ve iğnemsi yapıda α' martensit fazının varlığına rastlanmış olup şekil hafıza özelliği gösterdikleri sonucuna varıldı. Ayrıca 0,5Zr katkılı mastır alaşım ve 0,5Zr katkılı şerit alaşımın SEM görüntüleri incelendi. 0,5Zr katkılı mastır alaşımda martensit fazların daha kalın ve belirgin olduğu 0,5Zr katkılı şerit alaşımda bu fazların azaldığı, tane sınırlarının belirginleştiği ve tane sınırlarında Zr elementi yığılması gözlemlendi.
- Yapılan EDX analizleri sonucu mastır alaşımları ve şerit alaşımının homojen bir yapıda olup herhangi bir safsızlık elementine ya da metaller arası bir bileşiğe rastlanmadığı görüldü.
- Hem mastır alaşımların hem de şerit alaşımın mikroyapılarında oluşan fazların tespit edilebilmesi için XRD analizleri yapıldı. Oda sıcaklığında alınan XRD analizlerinden, hem mastır alaşımlarında hem de şerit alaşımda bir miktar β ostenit fazına ve α' martensit fazına ait piklerin varlığına rastlandı. Ayrıca 0,5Zr mastır alaşım ile 0,5Zr şerit alaşımın XRD grafikleri incelendi. 0,5Zr katkılı şerit alaşımda mastır alaşımda ortaya çıkan fazlara ek olarak bir miktar α' fazının meydana geldiği görüldü. Hem mastır alaşımları hem de şerit alaşıma ait XRD analizlerinden tespit edilen fazların SEM analizlerinde gözlenen fazlar ile uyumlu olduğu sonucuna varıldı.
- Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) mastır alaşımların TEM analizleri yapıldı. Aydınlık alan TEM görüntülerinden martensit yapının yan yana dizilmiş plaka varyantlardan oluştuğu ve martensit plaka kalınlıklarının bileşime bağlı

olarak değiştiği görüldü. Buna bağlı olarak Zr elementi miktarındaki artışın martensit plaka miktarını azalttığı sonucuna varıldı.

Ark-Eritme tekniğiyle üretilen mastır alaşımlarının mekanik karakterizasyon analizleri yapılarak sertlik, elastik modülü ve süperelastisite davranışları incelendi. Mastır alaşımların yükleme-boşaltma eğrilerinden hesaplanan sertlik ve elastik modülü değerlerinin artan Zr içeriği ile azaldığı tespit edildi. Ayrıca oda sıcaklığında (24°C) alınan sertlik ve elastik modülü değerlerinin 250°C ve 450°C'de alınan değerlerden daha yüksek olduğu gözlemlendi. Alaşımların yükleme-boşaltma eğrilerinden elde edilen süperelastisite davranışı incelendi, Ti-12V-4Al alaşımının sıcaklık artışıyla süperelastisite değerlerinde azalma meydana geldiği bunun aksine sıcaklık artışıyla Zr katkılı alaşımlarda ise süperelastisite değerlerinin arttığı belirlendi. Bunun nedeninin alaşımlara Zr ilave edilmesinden kaynaklandığı bilinmektedir. Ayrıca şekil hafızalı alaşımlarda hem martensit hem de ostenit fazda deformasyon mekanizmaları farklılık gösterebilmektedir. Bundan dolayı sertlik, elastik modülü ve süperelastisite değerlerinde farklılıklar meydana gelebilmektedir.

Tez çalışmamızda Ti-12V-4Al-xZr (x: 0; 0,5; 1; 1,5 ve 2) (ağ.%) yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların ve Ti-12V-4Al-0,5Zr (ağ.%) şerit formlu yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımın üretimi gerçekleştirilmiş olup, üretilen alaşımların faz dönüşümleri, mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. İleriye dönük yapılabilecek çalışmalar aşağıda sunulmaktadır.

Yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlar, havacılık alanında birçok uygulama başarısı elde etmiş olsa da, gelişiminde hala birçok zorlukla karşılaşmaktadır. Tribolojik özellikler havacılık alanında kullanılan bu alaşımlar için oldukça önemli bir rol oynamaktadır. Yorulma dayanımı, yoğunluk, mukavemet, kırılma tokluğu, aşınma direnci, kimyasal dayanım, ısıl iletkenlik, tribolojik uygulamalarda malzeme performansını etkileyen temel parametrelerdir. Tez çalışmamızda üretilen alaşımlar için tribolojik özelliklerinin incelenmesi, havacılık endüstrisinde kullanılmaları için alaşımların uygunluğunu daha net ortaya çıkaracak işlemlerden biridir.

- Yaşlandırma işlemi alaşımlarda dönüşüm sıcaklıklarını ayarlamak ve çevrimsel kararlılığı arttırmak için kullanılan yöntemlerden biridir. Alaşımların fonksiyonel yorulma özellikleri, yaşlandırma işleminin fonksiyonel yorulma davranışına etkisini ortaya koymak üzere incelenebilir.
- Alaşımların dönüşüm sıcaklıklarının ve şekil hafıza etkisinin, ısıtma/soğutma hızı ve çevrim sayısıyla nasıl değiştiği incelenebilir. Böylece üretilen yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların, havacılık alanında ihtiyaç duyulan sıcak bölge uygulamalarında kullanılıp kullanılamayacağı daha net ortaya çıkacağı düşünülmektedir.
- Şekil hafızalı alaşımların kullanımını avantajlı hale getiren bir özellik süperelastik davranıştır. Bu özellik sayesinde, havacılık alanında şekil hafızalı alaşımlar enerji sönümleme (titreşim sönümleme, ses sönümleme, sismik şok dalgalarını sönümleme, vb.) ile ilgili birçok uygulamada, hafiflik ve yararlılıklarından dolayı tercih edilmektedir. Enerji sönümleme de önemli olan parametre süperelastik testler sırasında gözlemlenen mekanik histerezis değeridir. Üretilen alaşımların histerisiz değerleri için ölçümler yapılıp havacılık alanında kullanım için uygunluğu incelenebilir.
- Ayrıca üretilen yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımların kullanım koşulları ve maksimum dayanım gerektiren yerlerde nasıl davranacağını tespit edilebilmesi için, alaşımlara oda sıcaklığında ve farklı sıcaklıklarda (dönüşüm sıcaklığına bağlı olarak değişen) çekme gerilmesi testleri yapılabilir. Havacılık uygulamalarında üretilen alaşımların uygulanabilirliğini olumlu bir şekilde sonuçlandırmak için bu analiz gibi mekanik testlerin yapılması gereklidir.

Tez çalışmamızda üretilen yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlarıyla yapılacak yeni çalışmalarda alaşım oranları değiştirilip farklı ısıl işlem ve soğutma prosedürleri uygulanarak şekil hafıza özelliğindeki farklılıklar araştırılabilir.



6. KAYNAKLAR

- Abdel-Hady, M., Fuwa, H., Hinoshita, K., et al., 2007. Phase stability change with Zr content in β-type Ti–Nb alloys. Scr. Mater., 57, 1000–1003.
- Acar, E., 2014. Precipitation, orientation and composition effects on the shape memory properties of high strength NiTiHfPd alloys. (Ph. D. Dissertation), Lexington, KY.
- Acar, E., Oktay, T., 2018. Havacılık ve uzay uygulamalarında şekil hafızalı alaşımlar. Ömer Halis Demir Mühendislik Bilimleri Dergisi, 7(1), 335-349.
- Akis, A.Ç., 2012. Şekil hatırlamalı Co-Ni-Al-Si alaşımında yaşlandırma olayının martensitik faz dönüşümü üzerine etkileri. (Yüksek Lisans Tezi), Kilis 7 Aralık Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kilis.
- Al-Zain, Y., Kim, H.Y., Hosoda, H., Nam, T.H., Miyazaki, S., 2010. Shape memory properties of Ti–Nb–Mo biomedical alloys. Acta Materialia, 58, 4212–4223.
- Andreasen, G.F., 1977. Method and system for orthodontic moving of teeth. In: US Patents 4037324. A61G 7/00 ed. USA: University of Iowa Research Foundation.
- Anonim. Taramalı elektron mikroskobu (Sem)-(Eds) Analizi. KBT bilim sitesi,http://faik.com.tr/cihaz/_15.html,(07/10/2019).
- Arciniegas, M., Gaillar, Y., Pena, J., Manero, J.M., Gil, F.J., 2009. Thermoelastic phase transformation in TiNi alloys under cyclic instrumented indentation. Intermetallics, 17, 784-791.
- Atli, K.C., Karaman, I., Noebe, R.D., Garg, A., Chulyakov, Y.I., Kireeva, I.V., 2011. Shape memory characteristics of Ti_{49.5}Ni₂₅Pd₂₅Sc_{0.5} high-temperature shape memory alloy after severe plastic deformation. Acta Mater, 59, 4747–4760.
- Atli, K.C., Karaman, I., Noebec, R.D., Gaydosh, D., 2013. The effect of training on two-way shape memory effect of binary NiTi and NiTi based ternary high temperature shape memory alloys. Mater. Sci. Eng. A., 560, 653–666.
- Aydoğmuş, T., 2010. Processing and characterization of porous titanium nickel shape memory alloys. (Doktora Tezi), Orta Doğu Teknik Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Baksan, B., Gürler, R., 2006. Bakır esaslı şekil bellekli alaşımların üretimi ve çekme deneyi ile karakterizasyonu. Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 10(1), 28-36.
- Balo, N., 1999. Cu-Al-Be, Cu-Al-Ni Alaşımlarının mekanik etkilerle şekil hatırlama özelliklerindeki değişimlerin incelenmesi. (Doktora Tezi), Fırat Üniversitesi, Elazığ.
- Benafan, O., Garg, A., Noebe, R., Bigelow, G., Padula II, S., Gaydosh, D., Schell, N., Mabe, J., Vaidyanathan, R., 2014. Mechanical and functional behavior of a Nirich Ni_{50.3}Ti_{29.7}Hf₂₀ high temperature shape memory alloys. Intermetallics, 50, 94–107.
- Berberich, F., Matz, W., Richter, E., Schell, N., Kreißig, U. ve Möller, W., 2000. Structural mechanisms of the mechanical degradation of Ti₆Al₄V alloys in situ study during annealing. Surface and Coatings Technology, (128-129), 450-454.
- Bertacchini, O.W., Lagoudas, D.C., 2003. Fatigue life characterization of shape memory alloys undergoing thermomechanical cyclic loading, in: Proceedings of SPIE, Vol. 5053, 612-624.

- Bezjak, J.A., 2013. The shape memory effect in systems of Cu based alloys. Int. J. Innovative Res. Sci. Eng. Technol., 2, 2, 485–492.
- Bhattacharya, K., Conti, S., Zanzotto, G., Zimmer, J., 2004. Crystal symmetry and the reversibility of martensitic transformations. Nature, 428, 55–59.
- Bhuniya, A.K., Chattopadhyay, P.P., Datta, S., Banerjee, M.K., 2005. Study on the effect of trace zirconium addition on the microstructural evolution in Cu–Zn–Al shape memory alloy. Materials Science and Engineering A, 391, 34–42.
- Bhushan, B., 1998. Handbook of Micro/nanotribology. CRC Press, 2nd ed., 859 p, Florida, USA.
- Bil, C., Massey, K., Abdullah, E.J., 2013. Wing Morphing Control with Shape Memory Alloy Actuators. J. Intell. Mater. Syst. Struct., 24,879–898.
- Biggs, T., Cortie, M.B., Witcomb, M.J., Cornish, L.A., 2003. Platinum alloys for shape and transformation temperatures of Ni_xTi_{90-x}Hf₁₀ shape memory alloys. Materials science and engineering A, 273-275.
- Brinckmann, S.A., Frensemeier, M., Laursen, C.M., Maier, H.J., Britz, D., Schneider, A.S., Mücklich, F., Frick, C.P., 2016. Effect of indentation temperature on nickel-titanium indentation- induced two-way shape-memory surfaces. Materials Science&Engineering A, 675, 253–261.
- Buehler, W.J, Gilfrich. J.V, Wiley, R.C, 1963. Effect of low-temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. Journal of Applied Physics, 34, 1475–1477.
- Buenconsejo, P.J.S., Kim, H.Y., Hosoda, H., Miyazaki, S., 2009. Shape memory behavior of Ti–Ta and its potential as a high-temperature shape memory alloy. Acta Mater. 57., 1068–1077.
- Buenconsejo, P.J.S., Kim, H.Y., Miyazaki, S., 2011. Novel β-TiTaAl alloys with excellent cold workability and a stable high-temperature shape memory effect. Scripta Mater., 64, 1114–1117.
- Bunget, G., Seelecke, S., 2009. Actuator placement for a bio-inspired bone-joint system based on SMA. Proc. SPIE 7288, 72880L-12.
- Butera, F., 2008. Shape memory actuators for automotive applications. Adv Mater Processes, 166-37.
- Butera, F., Coda, A., Vergani, G., 2007. Shape memory actuators for automotive applications. In: Nanotec IT newsletter. Roma: AIRI/nanotec IT., 7, 12–6.
- Canbay, C.A., 2010. Bakır bazlı şekil hatırlamalı alaşım üretimi ve alaşımların yapısal, termal ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi. (Doktora Tezi), Fırat Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Chai, L., Chen, K., Zhi, Y., Murty, K.L., Chen, Y., Yang, Z., 2018. Nanotwins induced by pulsed laser and their hardening effect in a Zr alloy. J. Alloy. Comp., 748, 163-170.
- Chee Siong, L., Yokoi, H., Arai, T., 2005. New shape memory alloy actuator: design and application in the prosthetic hand. in: 27th Annual International Conference of the Engineering in Medicine and Biology Society (IEEE-EMBS 2005).Shanghai, China, 6900–3.
- Chemisky, Y., Chatzigeorgiou, G., Kumar, P., Lagoudas, D. C., 2014. A constitutive model for cyclic actuation of hightemperature shape memory alloys. Mech. Mater. 68, 120–136.

- Chen, C.H., Cheng, S.Y., Wu, S.K., 2013. Nanoindentation studies on precipitation hardening of Ti-rich Ti_{50.4}Ni_{49.5}Si_{0.1} shape memory ribbons. Intermetallics, 36, 109-117.
- Chen, X., Zhang, F., Chi, M., Yang, S., Wang, C., Liu, X., Zheng, S., 2018. Microstructure, superelasticity and shape memory effect by stress-induced martensite stabilization in Cu–Al–Mn–Ti shape memory alloys. Materials Science & Engineering B., 236–23, 10–17.
- Choudhary, N., Kaur, D., 2016 . Shape memory alloy thin films and heterostructures for MEMS applications: A review. Sensors and Actuators A., 242, 162–181.
- Cisse, C., Zaki, W., Zineb, T.B., 2016. A review of constitutive models and modeling techniques for shape memory alloys. International Journal of Plasticity., 76, 244-284.
- Colorado, J., Barrientos, A., Rossi, C., Breuer, K.S., 2012. Biomechanics of smart wings in a bat robot: morphing wings using SMA actuators. Bioinspiration Biomimetics, 7, 036006.
- Cui, Y., Li, Y., Luoa, K., Xua, H., 2010. Microstructure and shape memory effect of Ti-20Zr-10Nb alloy. Materials Science and Engineering A, 527, 652–656.
- Dahlgren, J.M., Gelbart, D., 2009. System for mechanical adjustment of medical implants. In: US Patent, 0076597A12009.
- Dilibal, S., 2005. Nikel-Titanyum şekil bellekli alaşım üretimi ve şekil bellek eğitimi. (Yüksel Lisans Tezi), Yıldız Teknik Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Dogan, E., Karaman, I., Singh, N., Chivukula, A., Thawabi, H.S., Arroyave, R., 2012. The effect of electronic and magneticvalences on the martensitic transformation of CoNiGa shape memory alloys. Acta Mater., 60, 354511.
- Doonkersloot, H.C., Vucht, V., 1970. Martensitic transformations in Au-Ti, Pd-Ti and Pt-Ti alloys. Journal of Less-Common Metals, 20, 83–91.
- Dotter, C.T., Buschmann, R.W., McKinney, M.K., Rösch, J., 1983. Transluminal expandable nitinol coil stent grafting: preliminary report. Radiology, 147, 259–60.
- Duerig, T., Pelton, A., Stöckel, D., 1999. An overview of nitinol medical applications. Mater Sci Eng, A., 273–275, 149–60.
- Duerig, T., 1990. Applications of shape memory. In: Materials science forum. Switzerland, Trans Tech Publication, 679–92.
- Duerig, T.W., Albrecht, J., Richter, D., Fischer, P., 1982. Formation and reversion of stress induced martensite in Ti–1V–2Fe–Al. Acta Metall., 30, 2161–2178.
- Durlu, T.N., 1996. Katıhal Fiziğine Giriş, Bilim Yayınları, Ankara.
- Elzey, D.M., Sofla, A.Y.N., Wadley, H.N.G., 2003. A bio-inspired high-authority actuator for shape morphing structures. Proc. SPIE 5053, Smart Structures and Materials., 5053, 92–100.
- Enami, K., Hoshiya, T., 1990. Proceedings of Material Technology, Helsinki, Finland.
- Endoh, K., Tahara, M., Inamura, T., Hosoda, H., 2017. Effect of Sn and Zr addition on the martensitic transformation behavior of Ti-Mo shape memory alloys. Journal of Alloys and Compounds, 695, 76-82.
- Ergen, S., Uzun, O., Yilmaz, F., Kiliçaslan, F., 2013. Shape memory properties and microstructural evolution of rapidly solidified CuAlBe alloys. Materials Characterization. 80, 92-97.

- Ergen, S., 2014. Hızlı katılaştırılmış şekil hafızalı Cu-Al-Be alaşımlarının üretimi ve karatkterizasyonu. (Doktora Tezi), Gaziosmanpaşa Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Tokat.
- Eroğlu, E.Z., 2010. Şekil bellekli alaşımların (Nikel ve diğer element bazlı) ark eritme yöntemiyle üretimi, metalürjik yapıların tayini ve özelliklerinin incelenmesi. (Yüksek Lisans Tezi), Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Eskil, M., 2000. Şekil hatırlamalı Cu-Zn-Al alaşımlarında soğutma sızı etkileri ve çökelti kinetikleri. (Yüksek Lisans Tezi), F.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Evirgen, A., Karaman, I., Santamarta, R., Pons, J., Hayrettin, C., Noebe, R., 2016. Relationship between crystallographic compatibility and thermal hysteresis in ni-rich nitihf and nitizr high temperature shape memory alloys. Acta Materialia, 121, 374–383.
- Festo, 2013. BionicOpter Inspired by dragonfly flight.
- Firstov, G., Van Humbeeck, J., Koval, Y., 2004a. Comparison of high temperature shape memory behavior for ZrCu-based, Ti-Ni-Zr and Ti-Ni-Hf alloys. Scripta Materialia, 50, 243–248.
- Firstov, G., Van Humbeeck, J., Koval, Y., 2004b. High-temperature shape-memory alloys: Some recent developments. Materials Science and Engineering A, 378, 2–10.
- Fujii, H., 1998. Strengthening of $\alpha + \beta$ titanium alloys by thermomechanical processing. Materials Science and Engineering, A, 243, 103–108.
- Fujita, H., Toshiyoshi, H.,1998. Micro actuators and their applications. Microelectron J., 29, 637–40.
- Fukui, Y., Inamura, T., Hosoda, T., Wakashima, K., Miyazaki, Z., 2004. Mechanical properties of a Ti–Nb–Al shape memory alloy. Mater. Trans., 45, 1077–1082.
- Funakubo, H., 1984. Shape memory alloys. Gordon and Breach Science Publishers, Translated from the Japanese., J.B.Kennedy, New York.
- Funakubo, H., 1987. Shape memory alloys. Taylor & Francis. New York, ABD.
- Furuya, Y., 1996. Design and material evaluation of shape memory composites. Intell Mater Syst Struct., 7, 321–30.
- Furuya, Y., Shimada, H.,1991. Shape memory actuators for robotic applications. Mater Des., 12, 21–8.
- Gall, K., Maier, H.J., 2002. Cyclic deformation mechanisms in precipitated NiTi shape memory alloys. Acta Materialia, 50, 4643-4657.
- Gloanec, A., Bilotta, G., Gerland, M., 2013. Deformation mechanisms in a TiNi shape memory alloy during cyclic loading. Material Science and Engineering A, 564, 351-358.
- Godard, O.J., Lagoudas, M.Z., Lagoudas, D.C., 2003. Design of space systems using shapememory alloys. In: Smart structures and materials: international society for optics and photonics, 545–58.
- Golberg, D., Xu, Y., Murakami, Y., Morito, S., Otsuka, K., Ueki, T., Horikawa, H., 1994. Improvement of a Ti₅₀Pd₃₀Ni₂₀ high-temperature shape memory alloy by thermomechanical treatment. Scripta Metallurgica et Materialia, 30(10), 1349-1354.
- 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.

- Güney, İ., 2012. Martenzitik faz dönüşümleri için mikromekanik temelli bir model. (Yüksek Lisans Tezi), TOBB Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Hafner, B., 2017. Energy dispersive spectroscopy on the SEM: A Primer., http://www.charfac.umn.edu/instruments/eds_on_sem_primer.pdf.
- Han, X., Russell, W., Zhang, Z., Yang, D.Z., 1997. In situ observations of the reverse martensitic transformations in a TiNiHf high temperature shape memory alloy. Materials Letters., 30(1), 23-28.
- Hao, Y.L., Li, S.J., Sun, S.Y., et al., 2006. Effect of Zr and Sn on Young's modulus and superelasticity of Ti–Nb-based alloys. Material Science and Engineering A, 441, 112-118.
- Hartl, D.J., Chatzigeorgiou, G., Lagoudas, D.C., 2010a. Three-dimensional modeling and numerical analysis of rate-dependent irrecoverable deformation in shape memory alloys. International Journal of Plasticity, 26(10), 1485–1507.
- Hartl, D.J., Lagoudas, D.C., Calkins, F.T., Mabe, J.H., 2010b. Use of a Ni₆₀Ti shape memory alloy for active jet engine chevron application: I. Thermomechanical characterization. Smart Mater. Struct., 19, 015020.
- Hartl, D.J., Lagoudas, D.C., 2007. Aerospace Applications of Shape Memory Alloys. Proc. Inst. Mech. Eng. Part G, J. Aerosp. Eng., 221, 535–552.
- Hautcoeur, A., Eberthardt, A., 1997. Eyeglass frame with very high recoverable deformability. In: US Patents 5640217. Fergaflex, Inc., Montreal, Canada.
- Hodgson, D.E., Wu, M.H., Biermann, R.J., 1990. Shape memory alloys. ASM Handbook: ASM International., 897–902.
- Honma, D., Miwa, Y., Iguchi., 1985. Micro robots and micro mechanisms using shape memory alloy to robotic actuators. Rob Syst., 2, 3–25.
- Huang, W., 2002. On the selection of shape memory alloys for actuators. Mater. Des., 23, 11–9.
- Humbeeck, J.V., 1999. Non-medical applications of shape memory alloys. Mater Sci Eng, A., 134–48.
- Inagaki, I., Takechi, T., Shirai,Y., and Ariyasu, N., 2014. Application and Features of Titanium for the Aerospace Industry. Nippon Steel & Sumitomo Metal Technical Report, 106, July.
- Inamura, T., Hosoda, H., Wakashima, K., Kim, J.I., Kim, H.Y., Miyazaki, S., 2007. Damping capacity of Ti–Nb–Al shape memory β -titanium alloy with {001} β (110) β texture. Mater. Trans., 48, 395–399.
- Jani, J.M., Leary, M., Subic, A., Gibson, M.A., 2014. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. Materials and Design, 56, 1078–1113.
- Jayaprakash, M., Ping, D.H., Yamabe-Mitarai, Y., 2014. Effect of Zr and Si addition on high temperature mechanical properties of near-α Ti-Al-Zr-Sn based alloys. Mater. Sci. Eng. A, 612, 456–461.
- Karaca, H., Kaya, I., Tobe, H., Basaran, B., Nagasako, M., Kainuma, R., Chumlyakov, Y., 2013. Shape memory behavior of high strength Ni₅₄Ti₄₆ alloys. Materials Science and Engineering: A., 580, 66-70.
- Karaca, H.E., Acar, E., Basaran, B., Noebe, R.D., Bigelow, G., Garg, A., Yang, F., Mills, M.J., Chumlyakov, Y., 2012. Effects of ging on [111]-oriented NiTiHfPd single crystals under compression. Scr. Mater., 67, 728–731.
- Karaca, H.E., Acar, E., Ded, G.S., Saghaian, S.M., Basaran, B., Tobe, H., Kok, H., Maier, H.J., Noebe, R.D., Chumlyakov, Y.I., 2015. Microstructure and

transformation related behaviors of a Ni_{45.3}Ti_{29.7}Hf₂₀Cu₅ high temperature shape memory alloy. Materials Science & Engineering, 627, 82–94.

- Karaköse, T., 2004. Melt spinning metoduyla ağırlıkça %91Al-%6Ni-%2Cu-%1Si alaşımının üretilmesi ve üretilen numunelerin fiziksel özelliklerinin incelenmesi. (Yüksek Lisans Tezi), Erciyes Üniversitesi, Fizik Bölümü, Kayseri.
- Kato, H., Stalmans, R., Van Humbeeck, J., 1998. Two-way shape memory effect induced by tension training in Cu-13.4Al-4.0Ni (mass%) alloy single crystals. Mater. Trans. 39, 378-386.
- Kauffman, G., Mayo, I., 1997. The story of Nitinol: the serendipitous discovery of the memory metal and its applications. Chem Educator, 21, 21.
- Kaya, I., Tobe, H., Karaca, H.E., Acar, E., Chumlyakov, Y., 2016. Shape memory behavior of [111]-oriented NiTi single crystals after stress-assisted aging. Acta Metall. Sin. (English Lett), 29, 282–286.
- Kaya, M., 2008. Toz metalürjisi ile üretilen şekil hatırlamalı alaşımların metalürjik ve mekanik karakteristiklerinin incelenmesi. (Doktora Tezi), Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Kayalı, N., 1993. Cu-Zn-Al alaşımlarında martensit stabilizasyonu ve yaşlandırma etkileri. (Doktora Tezi), Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Khachin, V., Grunter, V., Sivokha, V., Savvinov, A., 1979. Proceedings of International Conference on Martensitic Transformation, MA, 474, Cambridge.
- Khachin, V.N., Matveeva, N.A., Sivokha, V.P., Chernov, D.V., 1981. High temperature shape memory effects in TiNi-TiPd system alloys, Doklady Akademii Nauk SSSR (USSR), 257(1), 167–169.
- Khaleghi, F., Tajally, M., Emadoddin, E., Mohri, M., 2019. The investigation of the mechanical properties of graded hightemperature shape memory Ti-Ni-Pd alloy. Journal of Alloys and Compounds., 787, 882-892.
- Kheirikhah, M., Rabiee, S., Edalat, M., 2011. A review of shape memory alloy actuators in robotics. In: Ruiz-del-Solar J., Chown, E., Plöger, P., editors. RoboCup 2010., Robot Soccer World Cup XIV. Berlin Heidelberg: Springer., 206–17.
- Kim, H.G., Baek, J.H., Kim, S.D., Jeong, Y.H., 2008. Microstructure and corrosion characteristics of Zr-1.5Nb-0.4Sn-0.2Fe-0.1Cr alloy with a beta-annealing. J. Nucl. Mater., 372, 304-311.
- Kim, H.Y., Ikehara, Y., Kim, J.I., Hosoda, H., Miyazaki, S., 2006a. Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti–Nb binary alloys, Acta Mater., 54, 2419–2429.
- Kim, Y.W., Yun, Y.M., Nam, T.H., 2006b. The effect of the melt spinning processing parameters on the solidification structures in Ti–30 at.% Ni–20 at.% Cu shape memory alloys. Materials Science and Engineering A, 438–440, 545–548.
- Kockar, B., Karaman, I., Kulkarni, A., Chumlyakov, Y., Kireeva, I.V., 2007. Effect of severe ausforming via equal channel angular extrusion on the shape memory response of a NiTi alloy. Journal of Nuclear Materials, vol. 361, no. 2–3 SPEC. ISS., 298–305.
- Konuk, G., 2014. Şekil hafızalı alaşım ile çok amaçlı aktüatör tasarımı ve uygulaması. (Yüksek Lisans Tezi), Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Köktaş, S., 2015. Ti₆AI₄V alaşımının içyapı ve yüzey özelliklerinin cap bileşikleri ile doyurulmuş mg içerikli ao filmlerinin oluşumuna etkisi. (Yüksek lisans tezi),

Dokuz Eylül Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, İzmir.

- Kumar, P.K., Desai, U., Monroe, J.A., Lagoudas, D.C., Karaman, I., Bigelow, G., Noebe, R.D., 2011. Experimental investigation of simultaneous creep, plasticity and transformation of Ti_{50.5}Pd₃₀Ni_{19.5} high temperature shape memory alloy during cyclic actuation. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing. 530, 117–127.
- Kumar, P.K., Lagoudas, D.C., 2010. Experimental and microstructural characterization of simultaneous creep, plasticity and phase transformation in Ti₅₀Pd₄₀Ni₁₀ high-temperature shape memory alloy. Acta Mater., 58, 1618.
- Kumar, P.K., 2009. Influence of inelastic phenomena on the actuation characteristics of high temperature shape memory alloys. (Doktora Tezi), Madras University, Texas.
- Kurt, B., Orhan, N., 2003. Şekil hafızalı alaşımlar. Fırat Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Metal Bölümü.
- Langenhove, L.V., Hertleer, C., 2004. Smart clothing: a new life. Int. J. Clothing Sci. Technol., 16, 63–72.
- Lee Pak, J.S., Lei, C.Y., Wu, M.H., Wayman, C.M., 1992. in: Proceedings of the international conference of martensitic transformations, Monterey Institute for Advanced Studies, 533–537.
- Leo, D.J., Weddle, C., Naganathan, G., Buckley, S.J., 1998. Vehicular applications of smart material systems., Proc. SPIE 3326, Smart Structures and Materials 1998: Industrial and Commercial Applications of Smart Structures Technologies, 106–116.
- Li, J., Yi, X., Sun, K., Sun, B., Gao, W., Wang, H., Meng, X., Song, W., 2018. The effect of Zr on the transformation behaviors, microstructure and the mechanical properties of Ti-Ni-Cu shape memory alloys. Journal of Alloys and Compounds, 747, 348-353.
- Li, X.D., Bhushan, B., 2002. A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its application. Material Characterization, 48(1), 11-36.
- Lindquist, P.G., Wayman, C.M., 1990. Shape memory and transformation behavior of martensitic Ti-Pd-Ni and Ti-Pt-Ni alloys, in: T. W. Duerig, K. N. Melton, D. Stockel, C. M. Wayman (Eds.), Engineering Aspects of Shape Memory Alloys, Butterworth-Heinemann, 58–68, London.
- Ma, J., Karaman, I., and Noebe, R.D., 2010. High temperature shape memory alloys. International Materials Reviews, 55(5), 257-315.
- Ma, Y., Yang, S., Liu, Y., Liu, X., 2009. The ductility and shape-memory properties of Ni– Mn–Co–Ga high-temperature shape-memory alloys. Acta Mater, 57, 3232– 3241.
- Ma, L.W., Cheng, H.S., Chung, B., Yuan, B., 2013. Effect of heat treatment time on microstructure and mechanical properties of Ti–19Nb–9Zr (at%) shape memory alloy. Sci. Eng. A., 427-433.
- Machado, L.G., Savi, M.A., 2003. Medical applications of shape memory alloys. Braz J Med. Biol. Res., 36, 683–91.

- Mallik, U.S., Sampath, V., 2008. Influence of quaternary alloying additions on transformation temperatures and shape memory properties of Cu-Al-Mn shape memory alloy. Materials Science and Technology, 159-160.
- May, Q., Jin, W.J., Yang, S.Y., Hang, J.B., Huang, Y.X., Liu, X.J., 2009. Microstructure and shape memory properties of biomedical Ti-(40-65)Ta (wt. %) alloys. Mater Sci Forum, 610, 1382–1386.
- McDonald, S.L., 1991. Shape memory alloy applications in space systems. Mater Des., 12, 29–32.
- Melton, K.N., 1999. General applications of shape memory alloys and smartmaterials. In: Otsuka K, Wayman CM, editors. Shape memory materials. Cambridge University Press, 220–39.
- Meng, X.L., Cai, W., Wang, L.M., Zheng, Y.F., Zhao, L.C., Zhou, L.M., 2001. Microstructure of stress-induced martensite in a Ti–Ni–Hf high temperature shape memory alloy. Scripta Mater., 45, 1177–1182.
- Meng, X.L., Li, H., Cai, W., Hao, S.J., Cui, L.S., 2015. Thermal cycling stability mechanism of Ti_{50.5}Ni_{33.5}Cu_{11.5}Pd_{4.5} shape memory alloy with near-zero hysteresis. Scripta Materialia, 103, 30–33.
- Meng, X.L., Li, H., Cai, W., 2016. Effect of training on the temperature memory effect in Ti_{49.5}Ni_{34.5}Cu_{11.5}Pd_{4.5} shape memory alloy with narrow hysteresis. Scripta Materialia, 118, 29-32.
- Mihalcz, I., 2001. Fundamental characteristics and design method for Nickel-Titanium shape memory alloy. Periodica Polytechnica Ser. Mech. Eng., Vol. 45, No 1, 75-86.
- Miller, D., 2000. Thermomechanical characterization of plastic deformation and transformation fatigue in shape memory alloys. (Ph. D. Dissertation), A&M University, Texas.
- Miller, D.A., Lagoudas, D.C., 2001. Inuence of cold work and heat treatment on the shape memory effect and plastic strain development of NiTi. Material Science & Engineering A, 308, 161-175.
- Mohd, J., Leary, J., Subic, M., Gibson, M.A., 2014. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. Mater. Des., 56, 1078–1113.
- Monroe, J. A., Karaman, I., Lagoudas, D. C., Bigelow, G., Noebe, R. D., Padula, S., 2011. Determining recoverable and irrecoverable contributions to accumulated strain in a nitipd high-temperature shape memory alloy during thermomechanical cycling. Scripta Materialia. 65(2), 123–126.
- Morgan, N.B., 2001. Medical shape memory alloy applications the market and its products. Periodica Polytechnica Ser. Mech. Eng., 45, 75–86.
- Neugebauer, R., Bucht, A., Pagel, K., Jung, J., 2010. Numerical simulation of the activation behavior of thermal shape memory alloys. Proceedings of the SPIE, 76450J-J.
- Nguyen, N.T., Precup, N., Lıvne, E., Urnes, J., Dickey, E., Nelson, C., Chiew, J., Rodriguez, D., Ting, E., Lebopfsky, S., 2015. Wind Tunnel Investigation of a Flexible Wing High-Lift Configuration with a Variable Camber Continuous Trailing Edge Flap Design. 33rd AIAA Applied Aerodynamics Conference.
- Niendorf, T., Krooß, P., Somsen, C., Eggeler, G., Chumlyakov, Y.I., Maier, H.J., 2015. Martensite aging-avenue to new high temperatureshape memory alloys. Acta Mater., 89, 298.
- Nishiyama, Z., 1978. Martensitic transformation. Academic Press, New York.

- Noebe, R.D., Draper, S.L., Nathal, M.V., Garg, A., 2009. High work output Ni–Ti–Pt high temperature shape memory alloys and associated processing methods. In: US Patents 7501032B1. The United states of America, NASA Washington DC, USA.
- Oliveira, J.P., Miranda, R.M., Braz Fernandes, F.M., 2017. Welding and joining of NiTi shape memory alloys: A Review. , Progress in Materials Science, 88, 412–466.
- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation eperiments. J. Mater. Res., 7(6), 1564-1583.
- Olson, G.B, Owen, W.S., 1992. Martensite. ASM International. The Material Information Society. USA.
- Ortin, J., Planes, A., 1989. Thermdynamics of termoelastic martensitic transformations. Acta Metall., 37(5), 1433-1441.
- Otsuka, K., and Wayman, C.M. (Eds.), 1998. Shape memory materials. United Kingdom, Cambridge University Press.
- Otsuka, K., Kakeshita, T., 2002. Science and technology of shape-memory alloys. New developments, MRS Bulletin, February, 91-100.
- Otsuka, K., Rena, X., 2005. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. Prog. Mater. Sci., 50, 511-678.
- Ölander, A., 1932. An electrochemical investigation of solid cadmium-gold alloys. Am Chem Soc., 54, 3819–33.
- Park, J. ve Lakes, R.S., 2007. Biomaterials an introduction (3. edition). New York: Springer Science Business Media.
- Park, J.S., Lei, C.Y., Wayman, C.M., 1991. Atomic ordering in Ti–V–Al shape memory alloys. Mater. Sci. Eng. A., 132, 237–244.
- Perez-Sierra, A., Pons, J., Santamarta, R., Karaman, I., Noebe, R., 2016. Stability of a Ni-rich Ni-Tr-Zr high temperature shape memory alloy upon low temperature aging and thermal cycling. Scripta Materialia, 124, 47–50.
- Perkins, J., Sponholz, R.O., 1984. Stress-induced martensitic transformation cycling and two- way shape memory training in Cu-Zn-Al alloys. Metall. Trans. A.,15 A, 313-321.
- Petrini, L., Migliavacca, F., 2011. Biomedical applications of shape memory alloys. J Metall, 2011.
- 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), 61617.
- Polmear, I., 2006. Light Alloys, 4th edition ed., Butterworth-Heinemann, Oxford.
- Porter, D.A., Easterling, K.E., 1992. Phase transformations in metals and alloys, 1 Second Edition, Chapman & Hall, T.J. Press (Padstow) Ltd., UK.
- Saedi, S., Turabi, A.S., Andani, M.T., Haberland, C., et al., 2016a. The influence of heat treatment on the thermomechanical response of Ni-rich NiTi alloys manufactured by selective laser melting. Journal of Alloys and Compounds, 677, 204-210.
- Saedi, S., Turabi, A.S., Mohsen, T.A., Haberland, C., et al., 2016b. Thermomechanical characterization of Ni-rich NiTi fabricated by selective laser melting. Smart Materials and Structures, 25(3), 035005.

- Saghaian, S., Karaca, H., Souri, M., Turabi, A., Noebe, R., 2016. Tensile shape memory behavior of Ni_{50.3}Ti_{29.7}Hf₂₀ high temperature shape memory alloys. Materials&Design 101, 340–345.
- Sakhaei, A.H., Lim, K., 2013. A link between the phenomenological and physical modelling of transformationinduced plasticity. In: Computational Plasticity XII: Fundamentals and Applications - Proceedings of the 12th International Conference on Computational Plasticity - Fundamentals and Applications, Complas, 1403–1414.
- Sakhaei, A.H., Lim, K.M., 2016. Transformation-induced plasticity in high-temperature shape memory alloys: a onedimensional continuum model. Continuum Mechanics and Thermodynamics, 28(4), 1039–1047.
- Sawaguchi, T., Sato, M., Ishida, A., 2002. Microstructure and shape memory behavior of Ti_{51.2}(Pd_{27.0}Ni_{21.8}) and Ti_{49.5}(Pd_{28.5}Ni_{22.0}) thin films. Materials Science and Engineering, 332, 47-55.
- Selimbeyoğlu, E., 1992. Design of hape memory alloys actuators. (Ph. D. Dissertation), Middle East Technicel University, Ankara.
- Sharifi, E.M ve Kermanpur, A., 2018. Superelastic behavior of nanostructured Ti₅₀Ni₄₈Co₂ shape memory alloy with cold rolling processing. Trans. Nonferrous Met. Soc. China., 28, 1351–1359.
- Singh, K., Chopra, I., 2002. Design of an improved shape memory alloy actuator for rotor blade tracking. In: Smart structures and materials. SPIE., 244–66.
- 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.
- Song, C., 2010. History and current situation of shape memory alloys devices for minimally invasive surgery. Open Med Dev J., 2, 24–31.
- Song, G., Maa, N., Li, H.N., 2006. Applications of shape memory alloys in civil structures, Eng. Struct., 28, 1266–1274.
- Sreekumar, I., Nagarajan, T., Singaperumal, M., Zoppi, M., Molfino, R., 2007. Critical review of current trends in shape memory alloy actuators for intelligent robots. Ind Rob. Int J., 34, 285–94.
- Stephen, J.F., George, B., Stefan, S., 2013. Design and fabrication of a bat-inspired flapping-flight platform using shape memory alloy muscles and joints. Smart Mater Struct., 22, 014011.
- Stoeckel, D., 1991. Tinschert F. Temperature compensation with thermovariable rate springs in automatic transmissions. SAE technical paper series, SAE.
- Stoeckel, D., 1990. Shape memory actuators for automotive applications. Mater Des., 11, 302–7.
- Stöckel, D., 1995. The shape memory effect: phenomenon, alloys, applications. In: Shape memory alloys for power systems (EPRI), 1–13.
- Strittmatter, J., Gümpel, P., Zhigang, H., 2009. Long-time stability of shape memory actuators for pedestrian safety system. J. Achiev Mater Manuf Eng., 34, 23–30.
- Sun, L., Huang, W.M., Ding, Z., Zhao, Y., Wang, C.C., Purnawali, H., et al., 2012. Stimulus responsive shape memory materials: a review. Mater Des., 33, 577– 640.
- Suzuki, Y., 1999. Fabrication of shape memory alloys. Shape Memory Materials, Cambridge University Press.
- Tabor, D., 1951. The hardness of metals. Clarendon Press, 175, Oxford, UK.

- Tada, H., Yamamoto, T., Wang, X.M., Kato, H., 2012. Effect of Al addition on superelastic properties of aged Ti-Nb- Zr-Al quaternary alloys. Mater. Trans., 11, 1981–1985.
- Tautzenberger, P., 1989. Properties and applications of shape memory actuators. The Martensitic Transformation in Science and Technology (Eds. E. Hornbogenand N. Jost), DGM Informations Gesselshapt, Verlag, 213-222, Germany.
- Tautzenberger, P., 1990. A comparison of shape memory alloys with termoelastic bimetals and wax actuators engineering aspects of shape memory alloys. Termal Actuators. Edited By Duering, T.W., Melton, K.N., Stockel, D. and Wayman, C.M.S., Butter Worth-Heinemann ltd., 3.
- Thoma, P.E., Boehm, J.J., 1999. Effect of composition on the amount of second phase and transformation temperatures of Ni_xTi_{90-x}Hf₁₀ shape memory alloys. Materials Science and Engineering: A, 273-275, 385-389.
- Tian, Q., Wu, J., 2002a. Tensile behavior of Ti_{50.6}Pd₃₀Ni_{19.4} alloy under different tensile conditions. Materials Science and Engineering. 325, 249-254.
- Tian, Q., Wu, J., 2002b. Characterisation of phase transformation in Ti_{50+x}Pd₃₀Ni_{20+x} alloys. Intermetallics, 10, 675-682.
- Tillmann, W., Momeni, S., 2015. Tribological performance of near equiatomic and Tirich NiTi shape memory alloy thin films. Acta Mater., 92, 189-196.
- Tong, H., Wayman, C.M., 1975. Thermodynamics of thermoelastic martensitic transformations. Acta Metall., 23, 209–215.
- Ungan, G.G., 2009. Titanyum bazlı implant malzemeler üzerine HAP filmlerinin üretilmesi ve korozyon özelliklerinin incelenmesi. (Yüksek Lisans Tezi), Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
- Van Humbeeck, J., 1999. High temperature shape memory alloys. Journal of Engineering Materials and Technology-Transactions of the Asme, 121(1), 98– 101.
- Wadood, A., Hosoda, H., Yamabe-Mitarai, Y., 2014. Phase transformation, oxidation and shape memory properties of Ti–50Au–10Zr alloy for high temperature applications. Journal of Alloys and Compounds, 595, 200–205.
- Wang, F.E., William, J.B., Pickart, S.J., 1965. Crystal structure and a unique 'Martensitic' transition of TiNi. Journal of Applied Physics, 36, 10.
- Wang, J., Li, Q., Xiong, C., Li, Y., Sun, B., 2018. Effect of Zr on the martensitic transformation and the shape memory effect in Ti-Zr-Nb-Ta high-temperature shape memory alloys. Journal of Alloys and Compounds, 737, 672-677.
- Wilkes, K., Liaw, P., 2000. The fatigue behavior of shape-memory alloys. JOM., 52, 45–51.
- Williams, E.A., Shaw, G., Elahinia, M., 2010. Control of an automotive shape memory alloy mirror actuat. Mechatronics, 20, 527–34.
- Wu, J., Li, H., Yuan, B., Gao, Y., 2017. High recoverable strain tailoring by Zr adjustment of sintered Ti-13Nb-(0-6)Zr biomedical alloys. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 75, 574–580.
- Wu, M.H., Schetky, L.M., 2000. Industrial applications for shape memory alloys. In: International conference on shape memory and superelastic technologies. Pacific Grove, California, USA. 2000. p., 171–82.
- Wu, S., Wayman, C., 1987. Martensitic transformations and the shape-memory effect in Ti₅₀Ni₁₀Au₄₀ and Ti₅₀Au₅₀ alloys, Metallography, 359.

- Xie, Z.L., Liu, Y., Van Humbeeck, J., 1998. Microstructure of NiTi shape memory alloy due to tension-compression cyclic deformation. Acta Metarialia, Volume 46, Issue 6, 1989-2000.
- Xin, Y., Zhou, Y., 2016. Martensitic transformation and mechanical properties of Ni-Mn-Ga-V high temperature shape memory alloys. Intermetallics, 73, 50–57.
- Xiong, C., Yaoa, L., Yuan, B., Qu, W., Li, Y., 2016. Strain induced martensite stabilization and shape memory effect of Ti-20Zr-10Nb-4Ta alloy. Materials Science&Engineering A, 658, 28–32.
- Xue, P., Li, Y., Li, K., Zhang, D., Zhou, C., 2015b. Superelasticity, corrosion resistance and biocompatibility of the Ti–19Zr–10Nb–1Fe alloy. Materials Science and Engineering C, 50, 179–186.
- Xue, P., Li, Y., Zhang, F., Zhou, C., 2015a. Shape memory effect and phase transformations of Ti-19.5Zr-10Nb-0.5Fe alloy. Scripta Materialia, 101, 99– 102.
- Yamabe-Mitarai, Y., Arockiakumar, R., Wadoo, A., Suresh, K.S., Kitashima, T., Hara, T., Shimojo, M., Tasaki, W., Takahashi, M., Takahashi, S., Hosoda, H., 2015. Ti(Pt, Pd, Au) based high temperature shape memory alloys. Materials Today: Proceedings 2S, S517 – S522.
- Yamabe-Mitarai, Y., Hara, T., Miura, S., Hosoda, H., 2006. Mechanical properties of Ti-50(Pt,Ir) high-temperature shape memory alloys. Materials Transactions, 47, 650–657.
- Yamagishi, K., Ogawa, Y., Ando, D., Sutou, Y., Koike, J., 2019. Room temperature superelasticity in a lightweight shape memory Mg alloy. Scripta Materialia., 168, 114–118.
- Yan, W., Wang, C.H., Zhang, X.P. and Mai, Y.W., 2003. Theoretical modelling of the effect of plasticity on reverse transformation in superelastic shape memory alloys. Materials Science and Engineering: A., 354, 146-157.
- Yang, Z.Y., Zheng, X.H., Cai, W., 2015. Martensitic transformation and shape memory effect of Ti–V–Al lightweight high-temperature shape memory alloys. Scripta Materialia, 99, 97–100.
- Yang, Z.Y., Zheng, X.H., Wu, Y., Cai, W., 2016a. Effects of thermomechanical treatment on microstructure and shape memory effect of Ti-13V-3Al lightweight shape memory alloy. Materials Science & Engineering A, 655, 122-131.
- Yang, Z.Y., Zheng, X.H., Wu, Y., Cai, W., 2016b. Martensitic transformation and shape memory behavior of Ti-V-Al-Fe lightweight shape memory alloys. Journal of Alloys and Compounds, 680, 462-466.
- Yi, X., Wang, J., Sun, B., Cui, B., Liu, J., Meng, X., Gao, Z., Cai, W., Zhao, L., 2018. Crystallization process and microstructural evolution of as-spun Ti-Ni-Zr alloy ribbon. Journal of Alloys and Compounds, 762, 62-66.
- Young, J.M., Van Vliet, K.J., 2005. Predicting in vivo failure of pseudoelastic NiTi devices under low cycle, high amplitude fatigue. Journal of Biomedical Materials Research B, 17-26.
- Zhang, F., Yua, Z., Xionga, C., Quc, W., Yuanc, B., Wang, Z., Lia, Y., 2017. Martensitic transformations and the shape memory effect in Ti-Zr-Nb-Al hightemperature shape memory alloys. School of Materials Materials Science & Engineering A, 679, 14–19.

- Zhang, J.,Sun, F., Hao, Y., Gozdecki, N., Lebrun, E., Vermaut,P., Portier, R., Gloriant,T., Laheurte, P., Prima, F., 2013. Influence of equiatomic Zr/Nb substitution on superelastic behavior of Ti–Nb–Zr alloy. Mater. Sci. Eng., 563, 78-85.
- Zhang, X., Liu, Q., Zeng, X., Sui, J., Cai, W., Wang, H., Feng, Y., 2016. Microstructure, mechanical properties and shapememory effect of Ni-Mn-Ga-B high-temperature shape memory alloy. Intermetallics, 68, 113–117.
- Zheng, X.H., Sui, J.H., Zhang, X., Yang, Z.Y., Wang, H.B., Tian, X.H., Cai, W., 2013. Thermal stability and high-temperature shape memory effect of Ti–Ta–Zr alloy. Scripta Mater, 68, 1008–1011.
- Zou, W.H., Peng, H.Y., Wang, R., Gui, R., Yang, D.Z., 1994. Heating effect on fine structure on a Cu-Al-Ni-Mn-Ti shape memory alloy. Acta Metallurgica et Materialia, 43, 3009-3016.

7. ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı :ÖZNUR BAĞ

İletişim BilgileriAdres:KARSIYAKA MAH. YENİŞEHİR CAD. ZAFER SİTESİ D2 BLOK
KAT:3 NO:10 TOKATTelefon:0 543 5653848Mail:0 543 5653848Doğum Tarihi:09.05.1981

Öğrenim Durumu

Derece	Alan	Üniversite	Yıl
Lisans	FİZİK	KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ	2003
Yüksek Lisans	FİZİK	KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ	2006
Doktora	FİZİK	GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ	2020

Yüksek Lisans Tezi

SEZYUM KATKILI YBaCuO SÜPERİLETKEN BİLEŞİĞİNİN BAZI YAPISAL VE FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Uluslar arası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitabında (Proceeding) basılan bildiriler.

- [1] Ö. Bağ, S. Ergen, F. Yılmaz and U. Kölemen. «Effects of Cu Addİtİon on Transformatİon Temperature and Actİvation Energy of Ti-V-Al Lİghtweİght Hİgh Temperature Shape Memory Alloys.» *TFD*, 33. Fizik Kongresi, 2017: 297.
- [2] Ö. Bağ, S.Ergen ,F. Yılmaz, U. Kölemen and O.Uzun. «Microstructure and Transformation Characteristics of Ti-based Shape Memory Alloys.» *TFD*, 33. Fizik Kongresi, 2017: 323.

- [3] S. Ergen, Ö. Bağ, F. Yılmaz, U. Kölemen and O. Uzun. «Characterization of High Temperature Materials for Aviation Applications.» *1st International Symposium on Multidisciplinary Studies and Innovative Technologies*, 2017: 67.
- [4] S. Ergen, Ö. Bağ, F. Yılmaz, U. Kölemen and O. Uzun «Ti-Based Shape Memory Alloys and Phase Properties For High Temperature Applications.» *TFD*, 33.Fizik Kongresi, 2017: 362.
- [5] Ö. Bağ, S. Ergen, F. Yılmaz, U. Kölemen and O. Uzun. «Thermal Cycling Behaviour of Lightweight High Temperature Shape Memory Alloys.» *TFD*, *32. Fizik Kongresi*, 2016: 59.
- [6] S. Ergen, Ö. Bağ, F. Yılmaz, U. Kölemen and O. Uzun. «Effect of Thermal Cycling on Ti-V-Al High Temperature Shape Memory Alloys.» *Innovative Thermal Energy Storage Materials (INOTES) Symposium and Workshop*, 2017.
- [7] S. Nezir, M. Yılmazlar ve Ö. Bağ, « Investigation of Physical and structural properties of cesium doped yttrium-based superconductors,,» *International Conference on Superconductivity and Magnetism*, 2008.

Ulusal Kongre ve sempozyumlara katılım

III.Ulusal Parçacık hızlandırıcıları ve Uygulamaları Kongresi, Bodrum, 2007.

