

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



CuAlNiTi DÖRTLÜ ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLARIN
FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ISIL İŞLEM ETKİSİ

Muhammed Sait KANCA

Yüksek Lisans Tezi

Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Fethi DAĞDELEN

ELAZIĞ, 2017

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

CuAlNiTi DÖRTLÜ ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLARIN FİZİKSEL
ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ISIL İŞLEM ETKİSİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ
Muhammed Sait KANCA

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 29.03.2017

Tezin Savunulduğu Tarih: 12.04.2017

Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Fethi DAĞDELEN

Diğer Jüri Üyeleri : Doç. Dr. Serkan ALAGÖZ

Doç. Dr. Mediha KÖK

Nisan-2017

ÖNSÖZ

Bilimsel çalışmalarımın her aşamasında değerli bilgilerini benimle paylaşan ve bana karşı göstermiş olduğu büyük ilgi, hoşgörü ve sabırdan dolayı değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Fethi DAĞDELEN'e teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Ayrıca yüksek lisans tezimin hazırlanmasının her aşamasında sahip olduğu bilgi ve tecrübeleri benimle paylaşmaktan çekinmeyen, elinden gelen her türlü yardımı benden esirgemeyen çok değerli hocam Doç.Dr. Mediha KÖK ve değerli arkadaşım Uzm. Ercan ERCAN'a çok ama çok teşekkür ederim.

Fırat Üniversitesi FÜBAP (Bilimsel Araştırma Projeleri) birimi tarafından FF.14.13 nolu proje olarak desteklenmiştir.

Muhammed Sait KANCA

ELAZIĞ-2017

İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
ÖNSÖZ	II
İÇİNDEKİLER	III
ÖZET	IV
SUMMARY	V
ŞEKİLLER LİSTESİ	VI
TABLOLAR LİSTESİ	VIII
1. GİRİŞ	1
2. ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR	2
2.1. Şekil Hatırlama Olayı Mekanizması.....	3
2.1.1. Tek Yönlü (Tersinmez) Şekil Hatırlama Olayı	5
2.1.2. Çift Yönlü (Tersinir) Şekil Hatırlama Olayı.....	6
3. MARTENSİT DÖNÜŞÜMLER	9
3.1. Martensitik Dönüşümlerin Genel Karakteristiği.....	11
3.2. Termoelastik ve Termoelastik Olmayan Dönüşümler	14
3.3. Süperelastiklik	17
4. MATERYAL VE METOT	19
4.1. Numunelerin Hazırlanması	19
4.2. Isıl İşlemler ve Numunelerin Kodlanması	19
4.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri.....	20
4.4. X- Işını ölçümleri.....	21
4.5. Metalografik Gözlemler.....	21
4.6. SEM ve EDX ölçümleri.....	21
5. ÖLÇÜM SONUÇLARI	22
5.1. DSC ölçüm sonuçları	22
5.2. Optik Mikroskop ve SEM-EDX Sonuçları	29
6. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	41
KAYNAKLAR	43

ÖZET

Bu çalışmada CuAlNi alaşımına belirli oranlarda Ti elementi eklenerek üç farklı CuAlNiTi alaşımı arc-ergitme yöntemiyle üretildi. Alaşımlardan birer parça 800 °C de bir saat ısıtılma tabii tutulduktan sonra, sıvı azot(-196 °C), alkol(0 °C) ve tuzlu buzlu suda(+6 °C) ani soğutuldu. Isıl işlem uygulanmamış numunelerin (ana numuneler) ve ısıtılma işlem uygulandıktan sonra üç farklı soğutma yöntemi uygulanmış numunelerin DSC ölçümleri alındı. Isıl işlemin faz dönüşüm sıcaklıklarını arttırdığı görüldü. Alkol ve tuzlu buzlu suda ani soğutma numunenin faz dönüşüm sıcaklığını yaklaşık 100 °C arttırdığı görüldü. Ayrıca alaşımların ısıtılma sonrası mikro yapısında meydana gelen değişimleri gözlemek için Nikon Eclipse MA200 optik mikroskop ve SEM ölçüm sistemleri yapıldı. Alkol ve tuzlu buzlu suda ani soğutulan numunelerde tane sınırlarının daha belirginleştiği ve martensit plakaların arttığı gözlemlendi. Oda sıcaklığında kristal yapıları, Bruker Discover D8 marka X-ışınları difraktogramı kullanılarak belirlendi.

Anahtar Kelimeler: Bakır bazlı, şekil hatırlamalı alaşım, Ti element, faz dönüşümü

SUMMARY

Investigation of Heat Treatment Effect on Physical Properties of CuAlNiTi Quaternary Shape Memory Alloys

In this study, three different CuAlNiTi alloys produced by arc melter methods with addition different rate Ti element. The part of alloys exposed to heat treatment at 800 °C and then quenched into liquid nitrogen (-196 °C), alcohol (0 °C) and ice-brined (+6 °C). DSC (Differential Scanning Calorimetry) measurement of non heat treated (main sample) and quenched at three conditions after heat treatment were done, it could be seen that heat treatment were increased the phase transformation temperature. The quenching at alcohol and ice-brined water were increased phase transformation temperature about 100 °C. Besides, changes of microstructure were determined by using Nikon Eclipse MA200 optical micrograph and SEM measurement systems. The grain boundary was seen clearly for alcohol and ice-brined water quenched materials and martensite plates were seen. Crystal structures of materials were determined by Bruker Discover D8 X-ray diffractograms at room temperature.

Key Words: Copper based, shape memory alloy, Ti element, phase transformation

ŞEKİLLER LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 2.1. Şekil hatırlama mekanizması	4
Şekil 2.2. Tek Yönlü Şekil Hatırlatma Olayı	6
Şekil 2.3. Çift Yönlü Şekil Hatırlama Olayı	7
Şekil 2.4. Şekil hatırlamalı alaşımlarda termomekanik olarak çift yönlü şekil hatırlama olayının sıcaklık-zorlanma eğrisi	8
Şekil 3.1. Faz değişimi ile kimyasal serbest enerjilerinin ilişkisi	10
Şekil 3.2. Sabit Zor Altındaki Alaşımın Sıcaklık Değişimine Bağlı Dönüşüm-.....	11
Şekil 3.3. Martensit dönüşüme etki eden bozulma çizgisinin kırılması ve yüzey kabartısının şekli. (a) Yüzey kabartısı, (b) Bozulma çizgisinin kırılması.....	12
Şekil 3.4. Martensit dönüşümün difüzyonsuz tabiatına bağlı düzlem ve doğrultulardaki değişim	13
Şekil 3.5. Cu – 38.8 %Zn alaşımında elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi sergileyen termoelastik martensit dönüşüm	15
Şekil 3.6. AuCd – termoelastik, FeNi termoelastik olmayan dönüşüm histerizisleri.	15
Şekil 3.7. İki kinetik mod (a) Atermal, (b) Patlama	16
Şekil 3.8. İzotermal dönüşümün kinetik şekli	17
Şekil 3.9. Şekil hatırlamalı alaşımlarda süper elastik özellik.....	18
Şekil 5.1. A1 numunesine ait DSC eğrisi	22
Şekil 5.2. A2 numunesine ait DSC eğrisi	23
Şekil 5.3. A3 numunesine ait DSC eğrisi	23
Şekil 5.4. A numunesine ait DSC eğrisi	24
Şekil 5.5. B1 numunesine ait DSC eğrisi	25
Şekil 5.6. B2 numunesine ait DSC eğrisi	25
Şekil 5.7. B3 numunesine ait DSC eğrisi	26
Şekil 5.8. B numunesine ait DSC eğrisi	26
Şekil 5.9. C1 numunesine ait DSC eğrisi	28
Şekil 5.10. (a) A1 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) A1 numunesi SEM görüntüsü	30
Şekil 5.11. (a) A2 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) A2 numunesi SEM görüntüsü	30

Şekil 5.12. (a) A3 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) A3 numunesi SEM görüntüsü	31
Şekil 5.13. (a) A numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) A ısıtılmış numunesi SEM görüntüsü	31
Şekil 5.14. (a) B1 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) B1 numunesi SEM görüntüsü	32
Şekil 5.15. (a) B2 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) B2 numunesi SEM görüntüsü	33
Şekil 5.16. (a) B3 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) B3 numunesi SEM görüntüsü	33
Şekil 5.17. (a) B numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) B numunesi SEM görüntüsü.	34
Şekil 5.18. (a) C1 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) C1 numunesi SEM görüntüsü	35
Şekil 5.19. (a) C2 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) C2 numunesi SEM görüntüsü	35
Şekil 5.20. (a) C3 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) C3 numunesi SEM görüntüsü	35
Şekil 5.21. (a) C numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) C numunesi SEM görüntüsü.	36
Şekil 5.22. A alaşımlarının değişik soğutma şartları altında x-ışını difraktogramları	38
Şekil 5.23. B alaşımlarının değişik soğutma şartları altında x-ışını difraktogramları.....	39
Şekil 5.24. C alaşımlarının değişik soğutma şartları altında x-ışını difraktogramları.....	40

TABLULAR LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 2.1. Şekil Hatırlamalı Alaşımın Bazı Özellikler.	3
Tablo 4.1. Kullandığımız numunelere ait ağırlıkça yüzde oranları.....	19
Tablo 5.1. A numunelerine ait faz dönüşüm sıcaklık değerleri.....	24
Tablo 5.2. B numunelerine ait faz dönüşüm sıcaklık değerleri.....	27
Tablo 5.3. C numunelerine ait faz dönüşüm sıcaklık değerleri.....	29
Tablo 5.4. A numunesinin EDX sonuçları	32
Tablo 5.5. B numunesinin EDX sonuçları	34
Tablo 5.6. C numunesinin EDX sonuçları	37

1. GİRİŞ

Şekil hatırlamalı olayı ilk kez AuCd alaşımlarında 1932 yılında Chang ve Read tarafından bulunmuştur. 1938'de ise bu dönüşüm, pirinç metalinde görülmüştür. 1951 yılında ise AuCd alaşımında, şekil hatırlama olayının tespit edilmesinden sonra 1962'de Buehler ve arkadaşları tarafından eş-atomlu nikel titanyum (NiTi) alaşımlarında şekil hatırlama etkisi belirlenmiştir[1].

Şekil hatırlama mekanizmasının temeli olan martensit faz dönüşümü, ilk olarak Alman metalürjist A. Martens tarafından demir bazlı alaşımlarda gözlenmiştir. Martensit dönüşüm katılardaki bir katı-katı ara faz dönüşümünü ifade eder.

Martensit dönüşüm, difüzyonsuz faz geçişi olan, bir kristal yapıdan yeni bir kristal yapıya dönüşümle karakterize edilir. Martensit dönüşümler çoğu metaller, alaşımlar ve bileşiklerde gözlenmiştir. Martensit dönüşüm; bir kristal dönüşümü, kesme deformasyonunu ve atomik hareketi içine alır ve metal ve alaşımlarda görülen birinci mertebeden bir yapısal faz dönüşümü olup austenit (ana) faza dışarıdan uygulanan sıcaklık ve zorun ayrı ayrı veya birlikte etkisiyle martensit (ürün) fazın elde edilmesi olayıdır [2].

Bu çalışmada üçlü Cu-Al-Ni alaşımına belirli oranlarda Ti elementinin eklenmesiyle oluşturulan Cu-Al-Ni-Ti alaşımları elde edildi. Elde edilen bu alaşımları homojenleştirmek amacıyla ısıtma işlemi uygulanmasının ardından DSC (diferansiyel tarama kalorimetresi) ölçümleri, X-ışınları analizi, optik mikroskop ve SEM (taramalı elektron mikroskobu) yardımıyla metalografik gözlemlerinin ardından son olarak EDX kimyasal analiz ölçümleri alınmıştır. Yapılan bu deneysel işlemler sonucu elde edilen verilerden yararlanarak literatüre uygun kıyaslamalar yapıp bazı sonuçlar elde edildi.

2. ŐEKİL HATIRLAMALI ALAŐIMLAR

Őekil hatırlamalı alaőımlar uygun bir sıcaklık ile gerek Őekline veya boyutuna geri dönebilme yeteneđine sahip alaőımlar olarak nitelenebilir. Bu alaőımlar sıcaklık deđiŐimine duyarlı akıllı malzemelerdir. Ana özelliđi, belli dönüşüm sıcaklıđının üstünde ve altında iki farklı form veya kristal yapısına sahip olmasıdır. Düşük sıcaklıklarda deforme edilebilen bu alaőımlar, yüksek sıcaklıklarda deformasyon öncesi Őekline geri dönebilmektedirler[3].

Őekil hatırlama etkisi; malzemenin düşük sıcaklıkta Őeklinin belli oranlarda deforme edilmesine rađmen, yüksek sıcaklıkta orijinal Őekline geri dönebilmesi olarak tanımlanır. Őekil hatırlama etkisi alaőımın termoelastik dönüşüm sergileyebilmesi yeteneđi olarak ifade edilebilir. Termoelastik dönüşümlerde, sadece orijinal kristal yapı eski halini almakla kalmayıp mikro yapı da eski durumunu hatırlar. Ayrıca termoelastik dönüşümlerde, sıcaklık azaldıka martensit plakalar, oluşup büyürler. Bu plakaların büyümesi, sođutma işleminin devam etmesiyle veya tane sınırına ulaşmasıyla devam eder. Sıcaklıđın artmasıyla ise ara yüzeyin geri dönüşüm hareketiyle martensit oluşumlar büzülerek ana faza dönüşür [4].

Metallerden oluşan alaőımlar deđiŐik fiziksel Őartlar altında farklı özellikler sergilemelerinden dolayı teknolojik uygulamalarda önem kazanmışardır. Özellikle sıcaklık, basın ve bu ikisinin farklı kombinasyonları Őeklindeki etkiler, bazı metal ve metalik alaőımlarda mikro yapısal deđiŐmeler meydana getirir. Ayrıca bu etkiler sonucu alaőımın içindeki metal atomlarının komşulukları aynı kalarak sadece kristal yapının deđiŐtiđi dönüşümlere martensit faz dönüşümleri denir. Bu dönüşüm ilk kez A. Martens tarafından keŐfedildiđi için, onun adıyla anılır. Martensit dönüşüm ile meydana gelen makroskopik Őekil deđiŐimlerini kontrol edebilmesi ile, bu alaőımların hem ticari kullanımlarına hem de metalurjik araŐtırmalara önem verilmiştir. Bu konu üzerine artan araŐtırmalar sonucunda, demir bazlı alaőımlar dışında, metalik özellik taşımayan malzemelerin bir bölümü de martensit faz dönüşümün gözlendiđi bilinmektedir [5].

Teknolojik uygulamada Őekil hatırlama etkisini gösteren birok alaőımın olduđu bilinmektedir. Bu alaőım grubu içinde, en ok ilgi görenler nikel-titanyum alaőımları ve bakır bazlı alaőımlardır. (Tablo 2.1)

Tablo 2.1. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Bazı Özellikler [5].

Alaşım	Kimyasal bileşim	Dönüşüm sıcaklık aralığı (°C)	Yaklaşık dönüşüm histerizisi (°C)
Ag-Cd	44-49 %Cd	-190~-50	15
Au-Cd	46.5-50 %Cd	30~100	15
Cu-Al-Ni	14-14.5 %Al	-140~100	35
	3-4.5 %Ni		
Cu-Sn	yaklaşık 15 %Sn	-120~30	
Cu-Zn	38.5-41.5 %Zn	-180~-10	10
Cu-Zn- X(X=	az %X	-180~200	10
In-Ti	18-23 %Ti	60~100	4
Ni-Al	36-38 %Al	-180~100	10
Ni-Ti	49-51 %Ni	-50~110	30
Fe-Pt	yaklaşık 25 %Pt	yak.-130	4
Mn-Cu	5-35 %Cu	-250~180	25
Fe-Mn-Si	32 %Mn, 6 %Si	-200~150	100

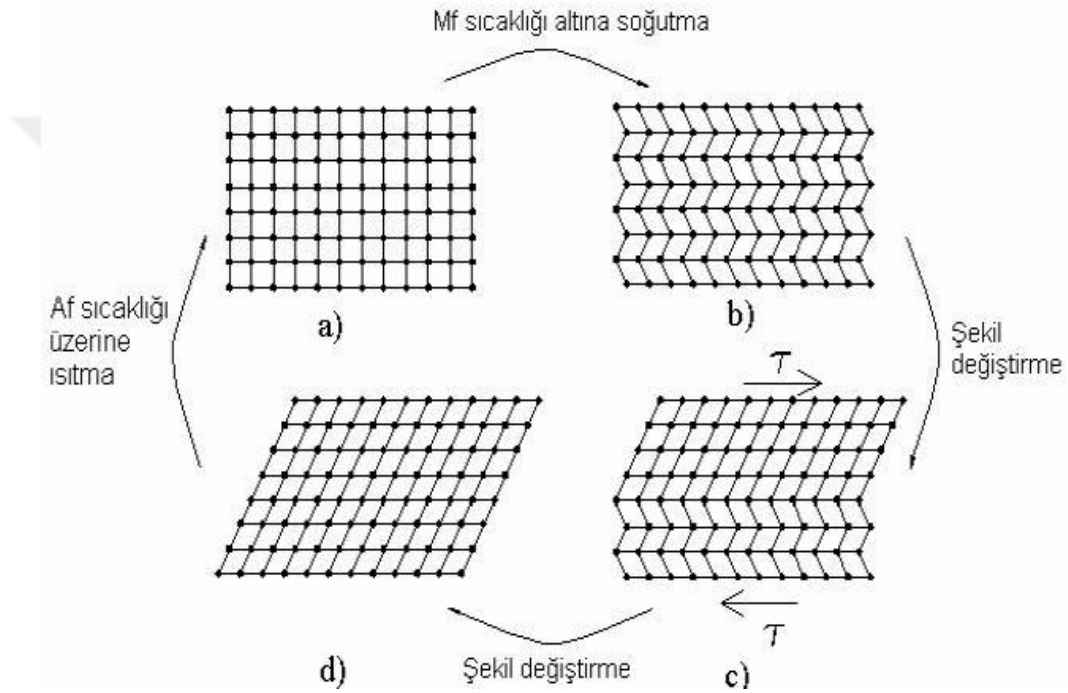
Şimdiye kadar şekil hatırlamalı alaşım sistemlerinden NiTi ve Cu-bazlı birçok alaşım üzerine yoğun araştırmalar yapılmıştır. Diğer taraftan şekil hatırlamalı alaşımlara olan ilginin yüksek olmasının ve teknolojiye fazla kullanım alanına sahip alaşımlar olmasının nedeni olarak, şekil değişimi sırasında yüksek miktarda kuvvet üretmeye sahip olmaları ve martensit dönüşüm sıcaklıklarının, uygulanabilirliği açısından da kolay bir aralık taşıması gösterilebilir [3].

Şekil hatırlamalı alaşımların çoğu termoelastik martensit yapı sergilerler. Martensit faz yapısına sahip şekil hatırlamalı alaşım, dönüşüm sıcaklıklarının altında ikizlenme ve kayma mekanizmaları ile deforme edilebilir. Austenite faz dönüşümü için alaşıma ısıtma uygulandığında ikizlenmiş olan yapı eski haline döner, yani bu alaşımlarda deformasyon yok edilebilmektedir. Teknolojik uygulamalarda şekil hatırlama etkisi gösteren çok sayıda alaşımların olduğu bilinir ve bunlar arasında en çok ilgi görenler (Ni-Ti) alaşımlar ve bakır esaslı alaşımlardır.

2.1. Şekil Hatırlama Olayı Mekanizması

Şekil hatırlama olayının işleyiş şekli Şekil 2. 1.' de şematize edilmiştir. $T < M_f < M_s$ sıcaklığında tamamen martensit fazda bulunan bir alaşım dışarıdan uygulanan bir zor ile şeklini değiştirir. Burada M_s ve M_f sıcaklıkları sırasıyla martensit başlama ve bitiş

sıcaklıklardır. Yapılan deformasyon sonucunda zor alaşım üzerinden kaldırıldığında, numune deforme edilmiş şeklini alır. Plastik deformasyonu kaldırmak için deforme edilmiş numunenin sıcaklığı $T > A_f > A_s$ olacak şekilde artırılır. Burada A_s ve A_f sıcaklıkları sırasıyla austenit fazın oluşmaya başladığı ve tamamlandığı sıcaklıklardır. Alaşımlara uygulanan işlemler sonucunda deformasyon öncesi alaşımlar orijinal faza, yani austenit faza yapısına ulaşılır. Alaşımın, bir dönüşüm mekanizması ile orijinal şekline tekrar geri dönmesi olayı, şekil hatırlama olayıdır. Aşağıda verilen Şekil 2.1. şekil hatırlama sisteminin işleyişi hakkında bize bilgi vermektedir.



Şekil 2.1. Şekil hatırlama mekanizması [6].

Atomların yer değiştirme oranı çok büyük olmamasına rağmen, bütünün hep birlikte hacimsel yönden aynı doğrultuda hareket etmesinden dolayı, makroskopik bir şekil değişimi meydana gelir. Orijinal şeklini alan numunenin tekrar $T < M_f$ sıcaklığına kadar soğutulmasıyla deforme edilmiş şeklini yeniden kazanması durumu da tersinir şekil hatırlama olayının bir sonucudur. [6].

Şekil hatırlamalı alaşımların, aktüatör olarak tasarlanabilmesi için mikro yapısının iyi bilinmesi gerekir. Bu malzeme, yapısındaki kendin ait özelliğinden dolayı çekme ve basma deneyine uygulandığında normal malzemelere göre farklılık göstermektedir. Kristal yapısındaki faz dönüşümü sonucunda süperelastik ve şekil hatırlama etkisinin özellikleri

ortaya çıkarmaktadır. Şekil değişimi esasında faz dönüşümünün gerilme değerleri farklılık göstermektedir. Bunun nedeni malzemenin yapısında meydana gelen martensit – austenit faz dönüşümlerinin olmasıdır [7].

Şekil hatırlama olayının gerçekleşebilmesi için gerekli şartlar şöyledir: [8].

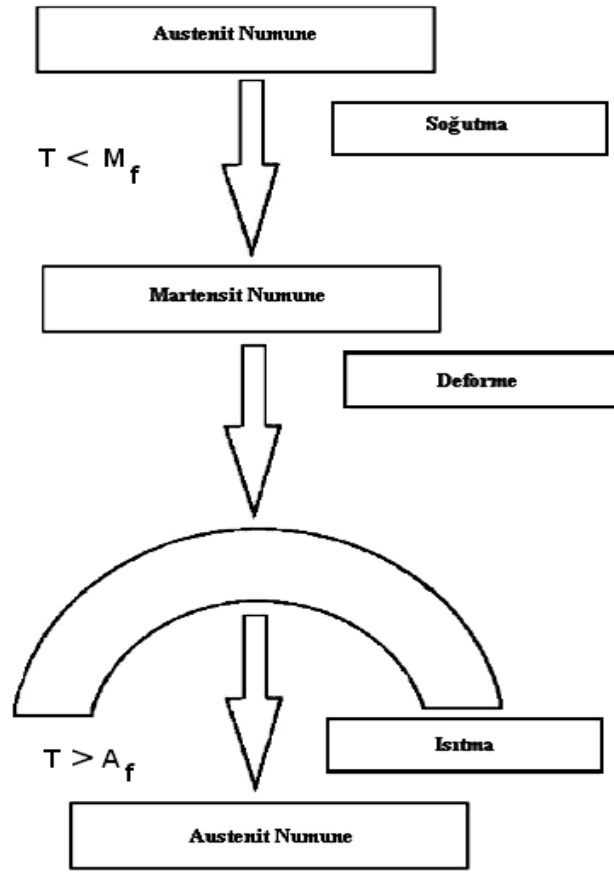
- a) Martensit dönüşüm termoelastik olmalıdır.
- b) Deformasyon, dislokasyon kayması ile değil ikizlenme benzeri bir mekanizma ile olmalıdır.
- c) Ana faz düzenli olmalıdır.

2.1.1. Tek Yönlü (Tersinmez) Şekil Hatırlama Olayı

Şekil hatırlamalı alaşımda, soğutmadan sonra kristal yapının martensit faza dönüşmesine rağmen, bir şekil değişimine uğramaması olayı tek yönlü şekil hatırlama olayı denir. Numune martensit fazda iken deforme edildiğinde şekil bozukluğunu Austenit bitiş sıcaklığının üst değerlerine ısıtılana kadar korur. Fakat ısıtılan bu malzeme, martensit faza döndüğünde deforme edilmiş şeklini kendiliğinden kazanamaz. Deformasyonla bozulmuş şeklin tekrar eski haline dönebilmesi, yeniden deformasyon edilmesi ile mümkündür [9].

Tek yönlü şekil hatırlama etkisinde, yükleme ve yüklemenin geri çekilmesinden sonra artan gerilmeyle oluşan yapı, sıcaklığın artması ile bu gerilme eski haline basit bir şekilde dönebilir. Malzemenin sadece ısıtma ile şeklini hatırlayabilmesi olarak da tanımlanabilir. Bazı malzemelerde ise, ısıtmaya takiben tekrar soğutulduklarında ilk haline dönebiliyorsa bu da çift yönlü şekil hatırlama etkisidir [10].

Şekil 2. 2.' de tek yönlü şekil hatırlama olayının mekanizması verilmiştir.

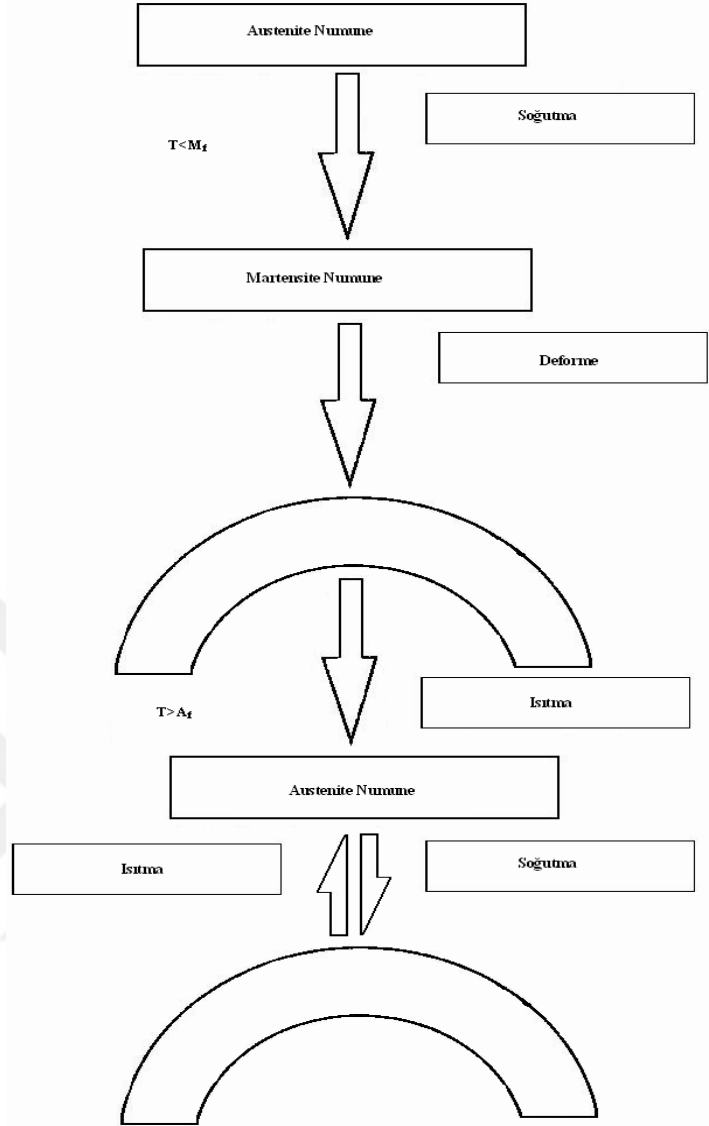


Şekil 2.2. Tek Yönlü Şekil Hatırlatma Olayı [11].

Tek yönlü şekil hatırlama olayı NiTi, TiNb, NiAl, FePt, CuZnSi, CuZnSn, FeMnC gibi birçok alaşım sistemlerinde gözlenmiştir. Bu şekil hatırlama türünün zorlanma limiti, kendiliğinden martensit dönüşümün biçim zorlanmasına bağlıdır. Bu limit, deformasyon etkili bir martensit tek kristalinin sadece terslenmesiyle ortaya çıkar. Pratikte bu seviyeye sadece β -faz tek kristallerinde ulaşılır [3].

2.1.2. Çift Yönlü (Tersinir) Şekil Hatırlama Olayı

Şekil hatırlamalı alaşımlarda gözlenen martensit dönüşümleri numuneye uygulanan zor ve sıcaklığın etkisine bağlı olarak çift yönlülük (tersinirlik) özellik gösterirler. Tersinirlik özellikleri nedeniyle bu alaşımlar diğer alaşım sistemlerinden farklı bir mekaniksel davranış sergilerler.

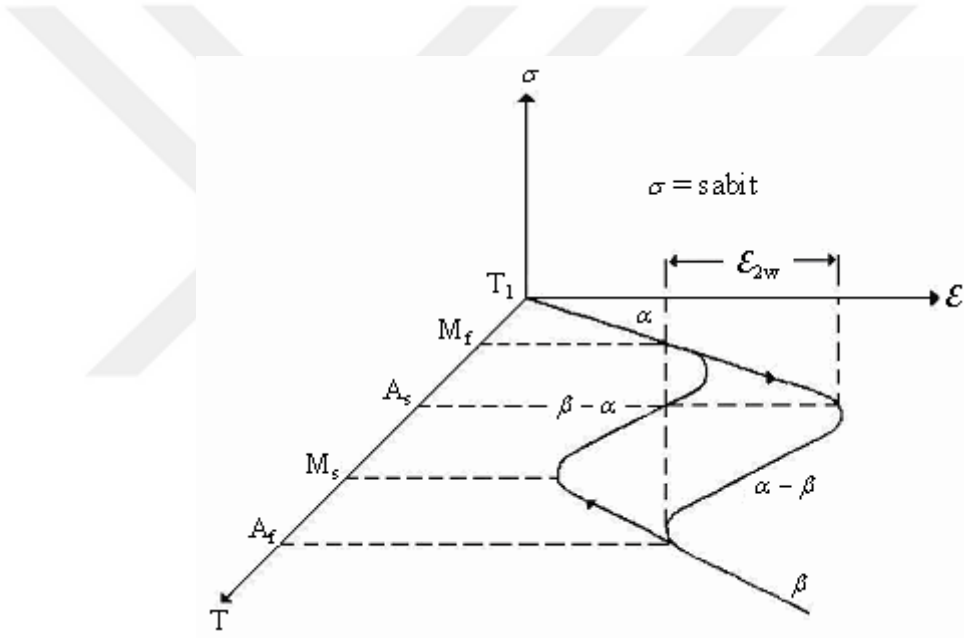


Şekil 2.3. Çift Yönlü Şekil Hatırlama Olayı [11].

Tersinir şekil hatırlama olayının mekanizması Şekil 2.3.'de şematik olarak gösterilmiştir. $T < M_f$ sıcaklığında tamamen martensit fazdaki bir numuneye dışarıdan zor uygulanmakla istenilen uygun bir şekil verilebilir. Yapılan bu plastik deformasyon sonucunda, uygulanan zorun kaldırılmasıyla numune deforme edilmiş şeklini korur.

Deforme edilmiş numunenin sıcaklığı $T > A_f$ ' ye yükseltince plastik deformasyon ortadan kalkar ve deformasyon öncesi şekle ulaşılır. Numunenin sıcaklığı tekrar $T < M_f$ sıcaklığına düşürülürse daha önceki deforme edilmiş şeklini alır. Bu da tersinir şekil hatırlama olayının bir sonucudur [3-8].

Malzeme, ısıtma ve soğutma işlemlerinin tekrarlanması durumunda oluşan fazın şeklini alır. Sadece sıcaklığın fonksiyonu olarak çift yönlü şekil hatırlama olayı, Şekil 2.4.' de gösterilmiştir. Başlangıçta $T = T_1 < M_f$ sıcaklığında tamamen martensit yapıda olan numuneye sabit bir zor uygulanmaktadır. Bu şartlar altında bulunan numunenin sıcaklığı yükseltirse $A_s \sim A_f$ sıcaklık aralığında büyük bir şekilsel değişim meydana gelir. Bu sırada başlangıçta martensit yapıya sahip olan numune tamamen austenit yapıya dönüşmüştür. Sıcaklığın $T_1 < M_f$ olacak şekilde düşürülmesiyle birlikte (numunenin soğutulmasıyla) $M_s \sim M_f$ sıcaklık aralığında numune tamamen martensit yapıya dönüşür. Böyle bir numuneye soğutma ve ısıtma işlemlerinin art arda uygulanmasıyla ortaya çıkan bu olay, çift yönlü şekil hatırlama olayıdır. Burada, zorlanmanın varlığı sadece sıcaklığa bağlıdır [8].



Şekil 2.4. Şekil hatırlamalı alaşımlarda termomekanik olarak çift yönlü şekil hatırlama olayının sıcaklık-zorlanma eğrisi [8].

3. MARTENSİT DÖNÜŞÜMLER

Metal ve alaşım sistemlerindeki faz dönüşümleri, çekirdeklenme-büyüme dönüşümleri ve martensit dönüşümler olmak üzere iki çeşittir. Martensit dönüşüm olayında bir kristal yapıdan yeni bir kristal yapıya dönüşüm olmasına rağmen, dönüşüm öncesi faz olan ana fazdaki atomların komşulukları dönüşüm sonrası oluşan martensit fazda aynı kalır. Bu dönüşümler, atomların birlikte hareketini kapsadığı için difüzyonsuz dönüşümlerdir. Martensit dönüşümlerin en önemli özelliği de budur.

Martensit dönüşümle ilgili olan en önemli etki şekil hatırlama etkisidir. Bu etkiyi gösteren alaşımlar, uygulanan deformasyona (sıcaklık, zor, ışık, manyetik alan vb.) bağlı olarak ilk şekillerini hatırlayabilmektedirler. Şekil hatırlama etkisinin görülmesi, yapıda oluşan martensit dönüşüme bağlı olarak gerçekleşir. Malzeme deformasyona uğradığında, martensit tabakaların konfigürasyonunda iç değişimler meydana gelmektedir. Martensit dönüşümler, alaşımlarda kesme gibi düzenekler ile oluşur. Ana faz içerisinde dislokasyonlar, ikizlenmeler ve istiflenme kusurları gibi örgü kusurları meydana gelir [12].

Şekil hatırlama alaşımlarında gözlenen martensit dönüşümler, sıcaklık, uygulanan zor, manyetik alan gibi etkilerin kaldırılması gibi işlemlerle alaşım tekrar ilk haline dönebilmektedir. Bu tersinirlik sebebiyle bu alaşımlar farklı mekanik özellikler sergiler [12].

Martensit dönüşüm, difüzyonsuz yapısal bir faz geçişidir. Böyle dönüşümlerin karakteristik özellikleri; atomik ayrışmalardan daha küçük mesafelerde atom komşuluklarının işbirliği ile yer değiştirmesi, başlangıç ve bitiş fazlarının örgüleri arasındaki şiddetli kristalografik bağlantı ve dönüşüm bölgesindeki şekil değişikliğidir [13].

Kural olarak, tüm metaller soğutma veya ısıtma sıcaklığı yeteri kadar hızlı tutulduğunda, difüzyonsuz dönüşüme uğrayabilirler. Birçok çeşit metalik veya metalik olmayan bileşiklerde ve minerallerde martensit dönüşüm meydana gelebilir [8].

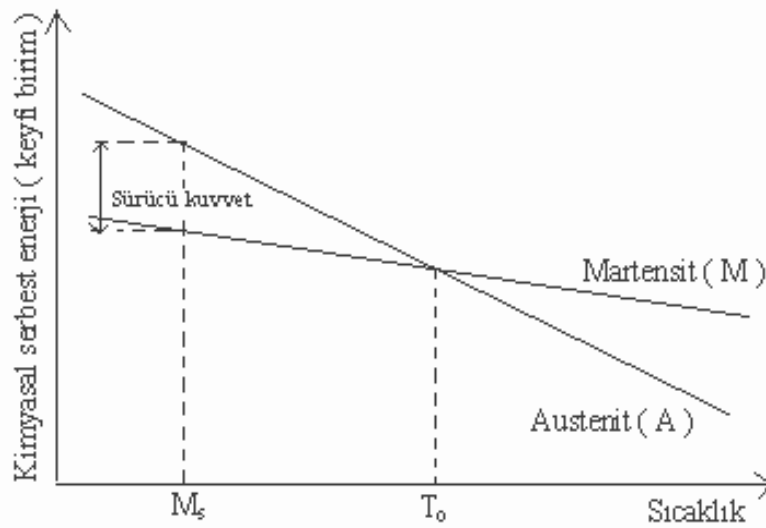
Çoğu yapıda, austenit fcc yüzey merkezli kübik örgü veya bcc cisim merkezli tetragonal örgü yapısında olan mercek veya tabak şekilli bölgelere dönüşüm gözlenmektedir. Martensit dönüşüm, kısaca kesme deformasyonu içeren ve atomların beraber hareketiyle sonuçlanan örgü dönüşümüdür [14].

Martensit faz dönüşümü, alaşımın sıcaklığının hızlı düşürülmesi veya austenit yapıya dışarıdan uygulanan bir mekanik zor veya her iki etkinin birlikte uygulanmasıyla oluşur. Austenit fazda alaşım herhangi bir T_0 sıcaklığında termodinamik denge durumundadır. Kristal yapı bu sıcaklıktan itibaren hızlı bir şekilde soğutulursa bir M_s sıcaklığından sonra, austenit yapı içerisinde martensit yapı oluşmaya başlar.

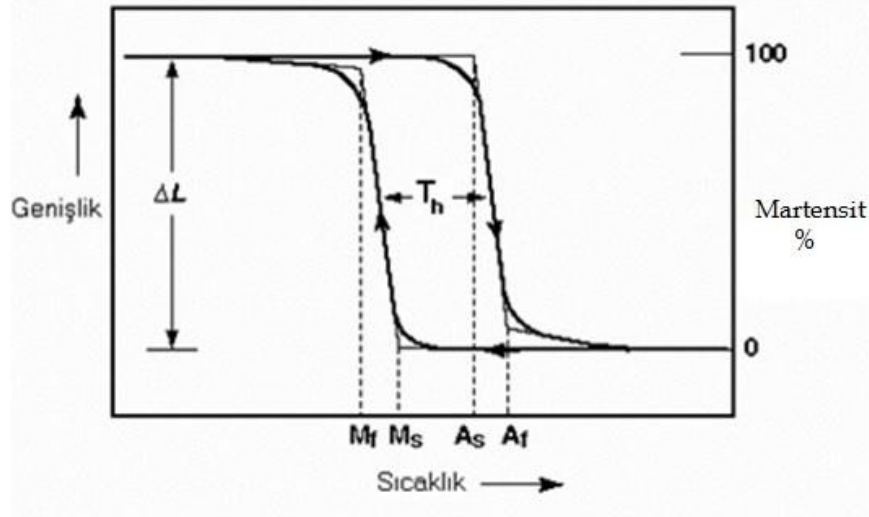
Bu M_s sıcaklığına martensit başlama sıcaklığı denir. Bu sıcaklık değeri bu dönüşümü sergileyen alaşımlar için farklı değerlere sahiptir.

$(T_0 - M_s)$ sıcaklık farkı, fazlar arasındaki kimyasal serbest enerjii, bu enerji de dönüşüm için gerekli sürücü kuvveti doğurur. Kimyasal serbest enerjinin sıcaklıkla olan ilişkisi Şekil 3.1.'de verilmektedir. Bu esnada uygulanacak bir mekanik zorla M_s sıcaklığı T_0 sıcaklığının çok altına düşmeden dönüşümü başlatabilir. Dışarıdan uygulanan mekanik kuvvet M_s ' yi arttırmasının yanısıra aynı zamanda da dönüşen hacim miktarını da arttırmış olur.

M_s sıcaklığında başlayan martensit faz dönüşümü bir sıcaklık aralığında devam eder ve sonlanır. Dönüşümün bittiği bu sıcaklığa martensit bitiş sıcaklığı (M_f) denir. Martensit fazdaki numune ısıtılınca yeniden austenit yapıya dönüşür. Bu sebeple martensit dönüşüm çift yönlü bir olaydır. Ters dönüşüm de martensit dönüşümdeki gibi belli bir sıcaklıkta başlayıp yine belli bir aralıkta devam ettikten sonra sonlanır. Bu sıcaklıklara, austenit başlama (A_s) ve austenit bitiş (A_f) sıcaklıkları denir [3].



Şekil 3.1. Faz değişimi ile kimyasal serbest enerjilerinin ilişkisi [3].



Şekil 3.2. Sabit Zor Altındaki Alaşımın Sıcaklık Değişimine Bağlı Dönüşüm-

Sıcaklık Eğrisi [1]. T: sıcaklık; T_h : dönüşüm histerezisi; M_s : martensit başlangıcı; M_f : martensit bitişi; A_s : Austenit başlangıcı; A_f : Austenit bitişi [1].

Alaşımın katılaşma sıcaklığı farklı olduğundan martensit dönüşüm, belirli sıcaklık aralığında gerçekleşmektedir (Şekil 3.2.). Başlangıç ve bitiş sıcaklık aralığı geniş olmasına rağmen bazen dar bir sıcaklık aralığında meydana gelmektedir. Faz dönüşümü sürecinde ısıtma ve soğutma sıcaklıkları arasında oluşan fark dönüşüm histerisizi olarak adlandırılır. (T_h) ve bu alaşıma bağlı olarak değişir [1].

3.1. Martensitik Dönüşümlerin Genel Karakteristiği

Martensit dönüşüm, difüzyonsuz olarak bir kristal yapıdan başka bir kristal yapıya dönüşüm olarak bilinir. Bu difüzyonsuz dönüşüm metaller, alaşımlar ve bileşiklerde gözlemlenebilir. Martensit dönüşüm katı-katı faz dönüşümü olarak tanımlanır.

Martensit dönüşüm, bir örgü dönüşümü, kesme deformasyonunu ve atomik hareketi kapsar. Dönüşüm, aynı zamanda metal ve alaşımlarda görülen birinci mertebeden bir yapısal faz dönüşümü olup austenit (ana) faza dışarıdan uygulanan sıcaklık ve zorun ayrı ayrı veya birlikte etkisiyle martensit (ürün) fazın elde edilmesi olayıdır [8] .

Martensit faz dönüşümlerinin özellikleri aşağıdaki gibi sıralanabilir.

- 1) Bu faz, ara bir katı çözüldür.
- 2) Kristaldeki atomların dönüşüm öncesindeki komşulukları dönüşüm sonrasında da

korunur. Yani difüzyonsuz dönüşümdür.

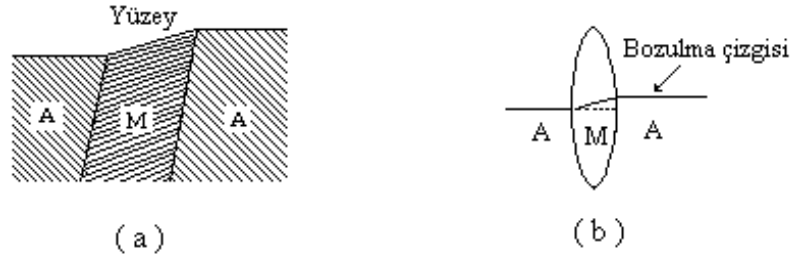
3) Dönüşüm, sınırlı bir şekil değişikliğiyle meydana gelir. Ana faz durumunda, numunenin yüzeyi düzeltilip parlatıldıktan sonra sıcaklığı düşürülürse yüzey üzerinde meydana gelen martensit fazlı bazı bölgeler kabartılar şeklinde görülür. Şekil 3.3. (a) ve Şekil 3.3. (b)' de görüldüğü gibi austenit yapı ile martensit yapı arasındaki sınırdaki bozulma çizgisi ortaya çıkar. Martensit dönüşümlere eşlik eden şekil değişiklikleri şekil hatırlama olayında önemli bir rol oynar.

4) Bir martensit dönüşümünde bozulmamış olarak kalan ve ana faz ile ürün fazı ayıran düzleme yerleşme düzlemi (habit plane) denir. Şekil 3.4.' de görüldüğü gibi yerleşme düzlemi değişmez bir düzlemdir ve bu düzlem üzerindeki doğrultular bozulmamıştır.

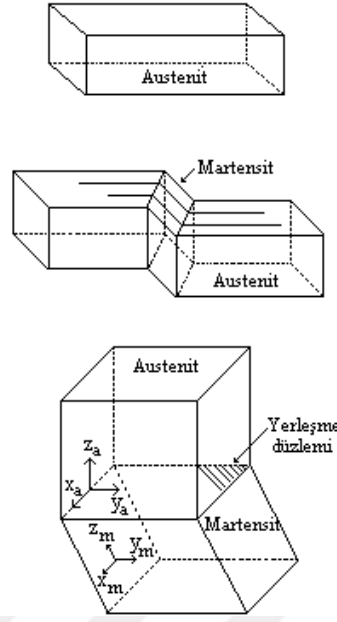
5) Austenit faz ile martensit faz örgüleri arasında sınırlı bir dönme bağıntısı vardır.

6) Dönüşümde kristal örgü kusurları da oluşur.

Martensit faz dönüşümlerde bir ara yüzeyin büyümesiyle ürün faz meydana gelir. Ara yüzeyin büyümesi esnasında meydana gelen hareketler düzenli ve hızlıdır. Ayrıca hem çekirdek ara yüzey yapısı hem de dönme bakımından arasında paralellik vardır.



Şekil 3.3. Martensit dönüşümüne etki eden bozulma çizgisinin kırılması ve yüzey kabartısının şekli. (a) Yüzey kabartısı, (b) Bozulma çizgisinin kırılması [6].



Şekil 3.4. Martensit dönüşümünün difüzyonsuz tabiatına bağlı düzlem ve doğrultulardaki değişim [6].

Alaşımın cinsine bağlı olarak martensit dönüşüm farklı şekilde olabilir. Bu şekiller ince plaka, iğne, kama ve benzeri şekiller şeklinde olabilmektedir. Martensit plakaların bünyesinde, kristaloğrafik ikizlerime ve dislokasyonlardan kaynaklanan kristal kusurları bulunur. Martensit plakaları, kristal yüzeyinde oluşursa yüzey kabartılarına yol açar. Bu yüzey kabartıları makroskobik olarak görülen en belirgin özelliğdir [6].

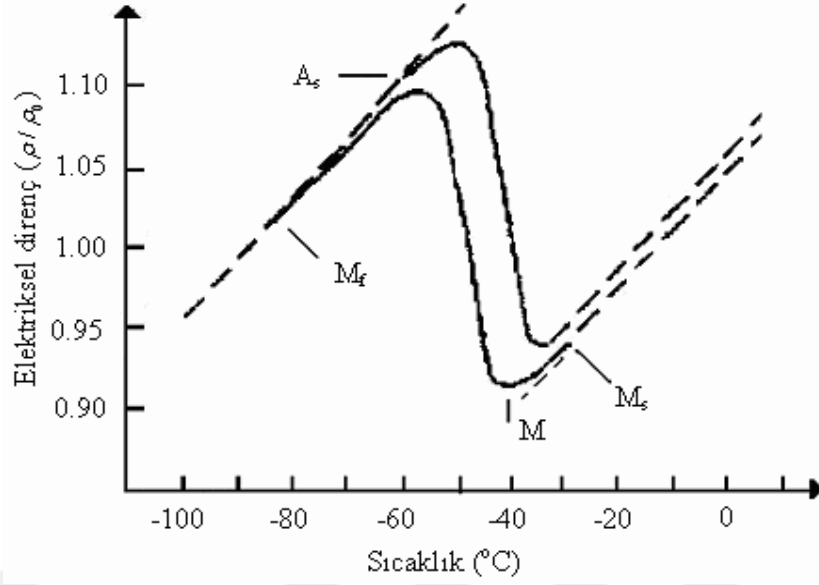
Martensit dönüşüm; termoelastik olan ve termoelastik olmayan olarak iki ayrı gruba ayrılır. Bu iki faz geçişi arasında morfolojik olarak fark bulunmamasına rağmen, dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm sonrası ürünler farklıdır. Atermal bir dönüşümde şekil hatırlama olayı gözlenmezken izotermal dönüşümün gerçekleşmesi için ise ya ortam sıcaklığının ya da bir mekanik zorun uygulanması gerekmektedir. Termoelastik olmayan dönüşümlerde yine kayma mekanizması ile meydana gelen yapının önceki haline gelmesi mümkün değildir. Bu duruma örnek olarak çelikler verilebilir ve yüzey sertleşmesi olarak kullanılır. Şekil hatırlamalı alaşımlar termoelastik martensit dönüşümü sergileyen alaşımlardır. Çünkü bu dönüşümde oluşan büyüme kinetikleri ve dar histerezis şekil hatırlama olayı için gereklidir.

3.2. Termoelastik ve Termoelastik Olmayan Dönüşümler

Termoelastik dönüşümde, martensit plakalarının büyümesiyle ve soğutma esnasında yeni plakaların çekirdeklenmesiyle oluşur. Bu dönüşümde şekil hatırlama etkisi, martensit dönüşüm sergileyen birçok alaşımlarda gözlenir. Bu dönüşüm sırasında, sıcaklık azaldıkça martensit plakaları büyür. Ayrıca sıcaklık artarsa martensite plakalar kaybolmaya başlar. Faz dönüşümünün oluşması için ortam sıcaklığının değiştirilmesi gerekmektedir. Şekil hafızalı alaşımların diğer özelliği ise yapay esneklik hareketidir. Martensite plakaların büyüme işlemi soğutma durdurulduğunda durur, ama soğutma işlemi devam ettirildiğinde martensit plakaları birbirine veya tane sınırlarına ulaşıncaya kadar büyüme olayı devam eder. Isıtma ile meydana gelen ters dönüşüm, martensit faz ara yüzeyinin geri hareketiyle ve martensit plakalarının büzülmesi ile ve bütünüyle ilk ana faz yönelimine dönüşür [15].

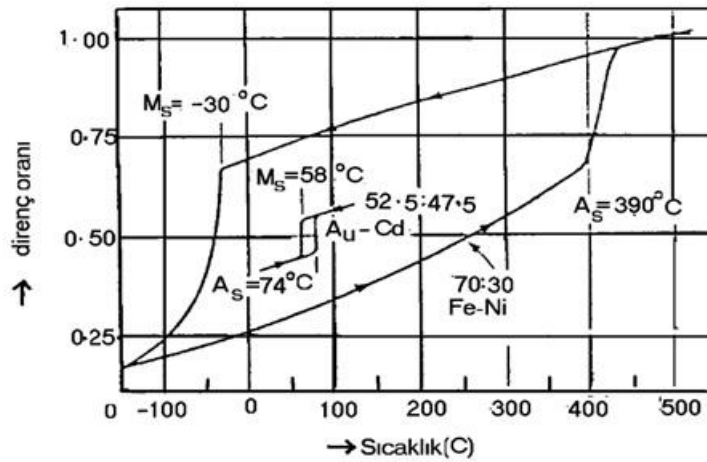
Termoelastik olmayan bir dönüşümde soğutmayla martensit plaka belli bir seviyeye kadar büyür, daha sonra yapılacak soğutma için daha fazla büyüme gerçekleşmez. Çünkü ara yüzey açık bir şekilde sabitlenmiştir. Sabitlenmiş ara yüzey ısıtma esnasında geri hareket etmez. Bunun yerine ana faz, sabitlenmiş martensit plakalar arasında çekirdeklenme başlar ve bir martensit plakanın tamamı orjinal ana faz yönelimine geri dönemez [8].

Termoelastik dönüşüm esnasındaki davranış Şekil 3.5.'de verildi. Bu dönüşüm sırasında oluşan faz dönüşümü martensit sıcaklığında (M_s) sıcaklığında başlar ve bu sıcaklıkta alaşım içinde kimyasal serbest enerjinin en düşük olduğu noktalarda plakalar oluşturmak suretiyle başlar. Sıcaklığın düşmesiyle birlikte plakalar büyür. Ayrıca bunlara yeni plakalar eklenerek bu işlem kristal tamamen ürün faz oluşturuncaya kadar devam eder. Dönüşümün sonlandığı bu sıcaklık, martensit bitiş sıcaklığı (M_f) olarak tanımlanır. Alaşım $T > A_f > A_s$ sıcaklığına kadar ısıtılırsa ters yönde dönüşüm meydana gelir. Sonuç olarak, en son oluşan martensit plakalarından başlamak suretiyle ters dönüşümün etkisi ile austenit yapı elde edilmiş olur. Her iki yönlü dönüşüm histeresizi alaşımın cinsine, kompozisyonuna bağlı olarak değişir [3].



Şekil 3.5. Cu – 38.8 %Zn alaşımında elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi sergileyen termoelastik martensit dönüşüm [3].

Şekil 3.6. ve Tablo 3.1.'de martensit dönüşümlerin termoelastik olan ve olmayan tipleri verildi. Şekil 3.6. 'da Fe-Ni alaşımı termoelastik olmayan ve büyük bir histerisiz sergilemiştir. Küçük histerisize sahip Au-Cd alaşımı termoelastik dönüşüm sergilemiştir.



Şekil 3.6. AuCd – termoelastik, FeNi termoelastik olmayan dönüşüm histerizisleri [4].

Termoelastik dönüşümde dönüşüm, martensit plakalarının sürekli büyümesiyle ve soğutma sırasında yeni plakaların çekirdeklenmesiyle ortaya çıkar. Soğutma durdurulduğunda büyüme de durur, fakat soğutma işlemi devam ettirildiğinde martensit

plakaları birbirine ya da tane sınırlarına ulaşıncaya kadar büyüme sürer. Isıtma ile gerçekleşen ters dönüşüm, martensit/ana faz arayüzeyinin geri hareketiyle ve martensit plakalarının büzülmesi ile ve bütünüyle ilk ana faz yönelimine dönüşür.

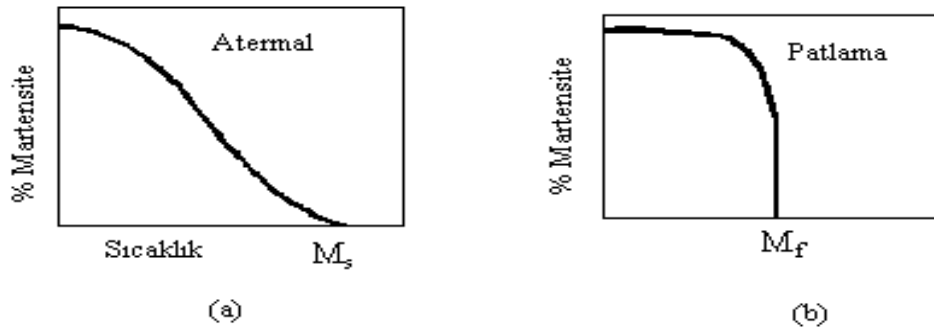
Termoelastik olmayan bir dönüşüm için soğutma sırasında martensit plaka belli bir büyüklüğe kadar büyür, daha sonra yapılacak soğutma için daha fazla büyüme gerçekleşmez. Çünkü ara yüzey açık bir şekilde sabitlenmiştir. Sabitlenmiş arayüzey ısıtmayla geri hareket etmez ve ana faz, sabitlenmiş martensit plakalar arasında çekirdeklenir. Martensit plakanın tamamı orjinal ana faz yönelimine geri dönemez [8].

Austenit – martensit dönüşümlerinde soğutma ile oluşturulan martensitlerin oluşmaya başlaması dönüşüm sıcaklığı olarak bilinen M_s (Martensit başlama) sıcaklığında, dönüşümün tamamlanması da M_f (Martensit bitiş) sıcaklığında gerçekleşir.

Martensit dönüşümlerin izotermal ve atermal olması alaşımın kimyasal bileşimine bağlı değildir. Bu yüzden izotermal ve atermal dönüşümlerin her ikisi aynı alaşım içinde meydana gelebilir. Ancak meydana gelen dönüşümlerin bu iki tipi için dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm sonrası ürün yapılar farklıdır [8].

Martensit dönüşüm, zamana bağlı olmayıp sadece sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse atermal dönüşüm, hem zamana hem de sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse izotermal olarak adlandırılır [16].

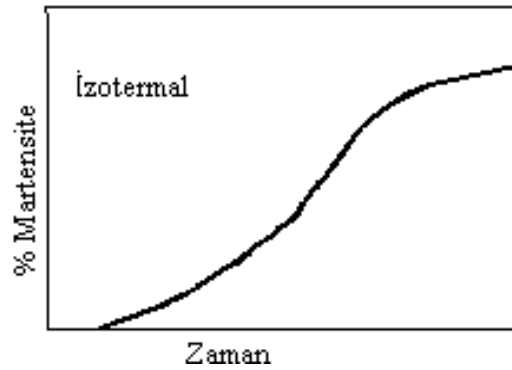
Atermal martensit dönüşümlerde ana fazdaki numunenin sıcaklığı M_s sıcaklığına düşürüldüğünde, alaşımın dönüşecek bütün kısmı bu sıcaklıkta martensit faza dönüşür ve dönüşüm tamamlanır. Bu olay çok hızlı yani patlama reaksiyonları şeklinde oluşur. Bu nedenle şekil hatırlama olayı gözlenmez [8]. Atermal dönüşümün ve buna bağlı olarak patlama kinetik modunun grafiksel şekli, Şekil 3. 7' de görülmektedir [17].



Şekil 3.7. İki kinetik mod (a) Atermal, (b) Patlama [16].

İzotermal dönüşümün hızı, farklı sıcaklıklarda ölçülebilen ve deneysel bir aktivasyon enerjisi sağlayabilen bütün kinetik çalışmalarda temel bir adımdır. İzotermal dönüşümün kinetik şekli, Şekil 3. 8' de görülmektedir.

İzotermal martensit dönüşüm, sıcaklığın düşürülmesi sonucu bir kritik sıcaklığa (M_s) ulaşıldığı zaman martensit plakaların çekirdeklenmesi ile başlar. Sıcaklık düşüşünün devam etmesiyle birlikte martensit plakaların sayısı armaya devam eder. Martensit bitiş sıcaklığına (M_f) ulaştığı zaman dönüşüm tamamlanır ve dönüşüm tersinirdir. Eğer sıcaklık artırılırsa plakalar kaybolmaya başlar. Austenit bitiş sıcaklığında (A_f) dönüşüm tamamlanır. A_s sıcaklığı ile M_f sıcaklığı farklı değerlerdedir. Bazı alaşımlarda $A_s - A_f$ arasında yaklaşık olarak $400^0 C$ ' ye kadar geniş, bazı alaşımlarda ise $15^0 C$ ' ye kadar dardır. İzotermal dönüşümün gerçekleşebilmesi için numunenin sıcaklığının değiştirilmesi veya dışarıdan bir zor uygulanması gerekmektedir [18].



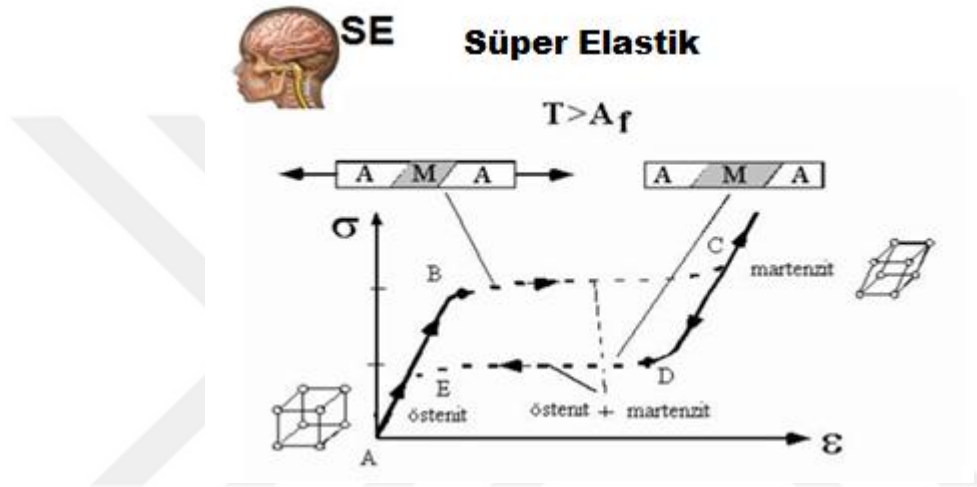
Şekil 3.8. İzotermal dönüşümün kinetik şekli [18].

İzotermal dönüşüm, belli bir sıcaklıkta ani olarak başlayıp bitmediği için, ayrıca belli bir sıcaklık aralığında devam ettiği için, bu dönüşümün gözlemlendiği alaşımlarda şekil hatırlama olayı gözlenir [17,19].

3.3. Süperelastiklik

Şekil hatırlamalı alaşımlarda lineer olmayan esnek davranış süperelastikliklidir. Bu durumda küçük bir zor ile oldukça fazla bir deformasyon oluşabilir. Daha sonra bu zorun malzeme üzerinden kaldırılmasıyla, malzemeyi ısıtmaya gerek duymaksızın orijinal haline tekrar dönebilir [20]. Süperelastiklik, şekil hafızalı alaşımlarda A_f sıcaklığının üzerinde

meydana gelir. Bu iki çeşit faz geçişi arasında morfolojik olarak fark bulunmamasına rağmen, dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm sonrası meydana gelen ürünler farklıdır. Atermal dönüşümde şekil hatırlama olayı gözlenmezken izotermal dönüşümün gerçekleşmesi için ise ya ortam sıcaklığının ya da bir mekanik zorun uygulanması gerekmektedir. Termoelastik olmayan dönüşümlerde yine kayma mekanizması ile meydana gelen yapının önceki haline gelmesi mümkün değildir. Bu duruma örnek olarak çelikler verilebilir ve yüzey sertleşmesi olarak kullanılır.



Şekil 3.9. Şekil hatırlamalı alaşımlarda süper elastik özellik [7].

Bu olayı daha iyi anlayabilmek için Şekil 3.9.'daki diyagramdan faydalanabiliriz. Alaşıma A_f sıcaklığı üzerinde sabit bir T sıcaklığında belirli bir gerilme uygulandığında Şekil 3.9.'da gerilme-birim şekil değiştirme diyagramında görüldüğü gibi bir eğri elde edilir. Şekil 3.9.'daki A-B arasındaki bölge elastik deformasyona aittir. B noktasından itibaren ilk martensit plakalar oluşmaya başlar. B-C arasında alaşımda martensite dönüşmüş oran artarak devam eder. C noktasına gelindiğinde ise martensit dönüşüm tamamlanmıştır. Bu noktadan itibaren gerilme artırıldığında düşük oranda bir elastik deformasyondan sonra, martensit plastik akma noktasına ulaşılır ve malzemede kopma gerçekleşinceye kadar plastik deformasyona uğrar. Alaşım C noktası üzerinde plastik deformasyona uğramadan gerilme bırakılırsa şekil değişimi geri dönüşümlü olarak telafi edilir. C-D arasındaki bölgede elastik geri dönüşüm gerçekleşir. D-E arasında ise martensit yapı oranı giderek azalarak ana faz oluşumu başlar. E-A arasında ana faza ait elastik geri dönüşümün olmasıyla toplam şekil değişimi giderilmiş olur [21].

4. MATERYAL VE METOT

4.1. Numunelerin Hazırlanması

Şekil hatırlamalı CuAlNiTi alaşımları üzerinde ısıl işlem etkilerinin incelendiği bu çalışmada bütün numuneler için, %99,90 saflıkta merk marka metal tozları kullanıldı. Kullanılan bu tozlar ile kütlece seçili oranlarda numuneler hazırlanıp karıştırıldı ve elde edilen tozun 5 ton basınç altında 13 cm çapında peletleri yapıldı. Daha sonra pelet halindeki numuneler arc-ergitme fırınında eritildi. Eritme işlemi birkaç kez tekrarlanıp numunelerde homojenleştirme sağlandı. Hazırlanan numunelerde kullanılan tozların ağırlıkça oranları Tablo 4.1. de verildi.

Tablo 4.1. Kullandığımız numunelere ait ağırlıkça yüzde oranları

Numune adı	Cu (%)	Al (%)	Ni (%)	Ti (%)
A	81	13	4,5	1,5
B	80,5	13	4,5	2
C	78,5	13	4,5	4

4.2. Isıl İşlemler ve Numunelerin Kodlanması

A, (Cu₈₁Al₁₃Ni_{4,5}Ti_{1,5}) kompozisyonuna sahip alaşım,

B, (Cu_{80,5}Al₁₃Ni_{4,5}Ti₂) kompozisyonuna sahip alaşım,

C, (Cu_{78,5}Al₁₃Ni_{4,5}Ti₄) kompozisyonuna sahip alaşım

Bu alaşımlara 3 farklı ani soğutma işlemi uygulanmıştır. Bu uygulamalara tabi tutulan alaşımlar, aşağıda sınıflandırılmıştır.

A alaşımı için:

A1:800 °C’de ısıl işlem uygulanıp sıvı azotta ani soğutulmuş A numunesi.

A2:800 °C’de ısıl işlem uygulanıp alkolde ani soğutulmuş A numunesi.

A3:800 °C’ de ısıl işlem uygulanıp tuzlu-buzlu suda ani soğutulmuş A numunesi.

A:İsıl işleme tabi tutulmamış A numunesi.

B alařımı iin;

B1:800 °C’de ısıl iřlem uygulanıp sıvı azotta ani sođutulmuř B numunesi.

B2:800 °C’de ısıl iřlem uygulanıp alkolde ani sođutulmuř B numunesi.

B3:800 °C’de ısıl iřlem uygulanıp tuzlu-buzlu suda ani sođutulmuř B numunesi.

B:800 °C’de ısıl iřleme tabi tutulmamıř B numunesi.

C alařımı iin;

C1:800 °C’de ısıl iřlem uygulanıp sıvı azotta ani sođutulmuř C numunesi.

C2:800 °C’de ısıl iřlem uygulanıp alkolde ani sođutulmuř C numunesi.

C3:800 °C’de ısıl iřlem uygulanıp tuzlu-buzlu suda ani sođutulmuř C numunesi.

C:Isıl iřleme tabi tutulmamıř C numunesi.

Sahip olduđumuz alařımlardan para numuneler dremel el motoru ile kesildi. Kesim esnasında oluřan zor-zorlanma etkisinin kaldırılması ve homojenleřmenin sađlanması iin tm numuneler 800 °C’de bir saat sreyle ısıl iřleme tabi tutuldular. 800 °C’deki numunelerden;

1.A1, B1 ve C1 numuneleri -196°C’deki sıvı azotta,

2.A2, B2 ve C2 numuneleri ise 0°C’deki alkolde ani olarak sođutuldu.

3.A3, B3 ve C3 numuneleri 6°C’deki tuzlu-buzlu suda,

4.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) lmleri

Bu alıřmada kullanılan numuneler, mevcut alařımlardan kk paralar kesilerek elde hazırlandı. Dnřm sıcaklıklarının tayini iin lm yapılmadan nce numuneler, kesme sonucu oluřabilecek zor-zorlanma etkisinin kaldırılması amacıyla homojenleřtirildi.

Yukarıdaki ısıl iřlemlere tabi tutulup ani olarak sođutulan numunelerin ileri ve ters dnřm sıcaklıklarının tayin edilmesi iin Perkin Elmer Sapphire Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) ile azotlu ortamda lmler alındı. Bu lmlerde ısıtma ve sođutma hızı 20 °C/dakika olarak seildi.

4.4. X- Işını ölçümleri

Bütün numunelerin x ışınları ölçümü Rigaku Rad B-DMAX II bilgisayar kontrollü x-ışını difraktometresi ile CuK_α ($\lambda=1,5405 \text{ \AA}$) radyasyonu kullanılarak alınmıştır. Ölçümler 20-80 ° arası 2°/dak sabit tarama hızıyla yapılmıştır.

4.5. Metalografik Gözlemler

Alaşımardan küçük parçalar halinde kesilen numuneler yukarıda belirtilen ısı işlemlere tabi tutuldular. Bu numuneler daha sonra soğuk kalıplama yöntemiyle polyestere gömüldüler. 1200, 1000, 800, 600, 400 ve 200'lük zımparalarla su altında pürüzleri giderildi. Daha sonra bu numuneler 1 mikronluk keçede elmas pasta kullanılarak parlatıldılar. Parlatılan bu numuneler 20 ml HCl + 5 gr $\text{FeC}_3\text{H}_2\text{O}$ + 96 ml metanol çözeltisi ile dağlandıktan sonra martensit morfolojisinde meydana gelebilecek değişimlerin gözlenebilmesi için NIKON ECLIPSE MA 200 marka optik mikroskobu kullanılarak metalografik gözlemler yapıldı.

4.6. SEM ve EDX ölçümleri

Farklı soğutmalara maruz bırakılan farklı oranlarda Titanyum içeren CuAlNi alaşımının parlatılması ve dağlanmasından sonra SEM görüntüleri ve gerekli görülen yerlerinden EDX kimyasal analiz ölçümleri alınmıştır.

5. ÖLÇÜM SONUÇLARI

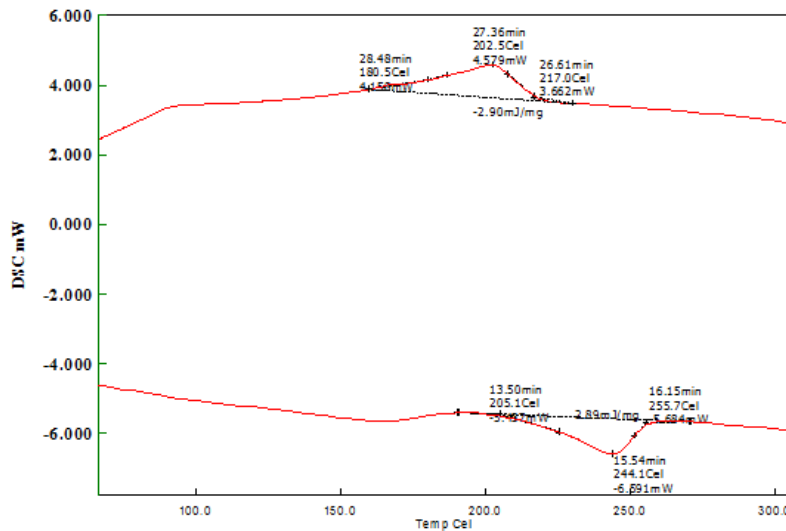
5.1. DSC ölçüm sonuçları

Şekil 5.1 'e baktığımızda A1 numunesine ait DSC eğrisi görülmektedir. -196°C' deki sıvı azotta yapılan bu ani soğutma sonucunda belirlenen dönüşüm sıcaklık değerlerini A1-1 numunemize göre kıyaslama yaparsak bu numuneye ait A_s değerinde 10 °C'lik bir artış gözlenmişken, A_f değerlerinde önemli bir değişiklik olmadığını görmüştür M_s ve M_f değerlerinde ise yaklaşık 7 ile 10 °C'lik bir artış gözlemlenmiştir.

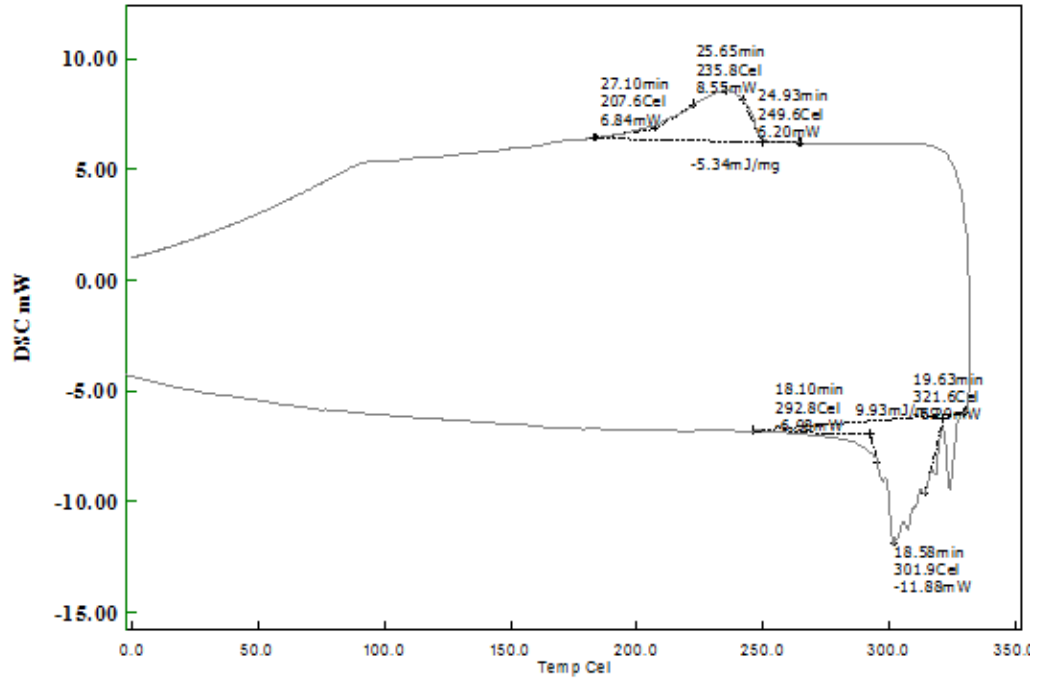
Şekil 5.2 'de ise 0 °C'deki alkolde ani olarak soğutulmuş (A2) numunenin DSC eğrisine bakarsak, A_s değerinde yaklaşık 100 °C, A_f değerinde ise yaklaşık 65 °C'lik bir artış gözlemlerken, M_s ve M_f değerlerinde ise yaklaşık olarak 40 °C'lik bir artış tespit edildi.

Şekil 5.3 'de 800 °C'de ısıtılma tabii tutulup 6°C'deki tuzlu-buzlu suda ani olarak soğutulan(A3) numuneye ait DSC eğrisi görülmektedir. Bu sonucu A numunesine ait sonuçla karşılaştırdığımızda numuneye ait A_s , A_f değerlerinde ve M_s , M_f değerlerinde ciddi bir artış olduğu gözlemlendi.

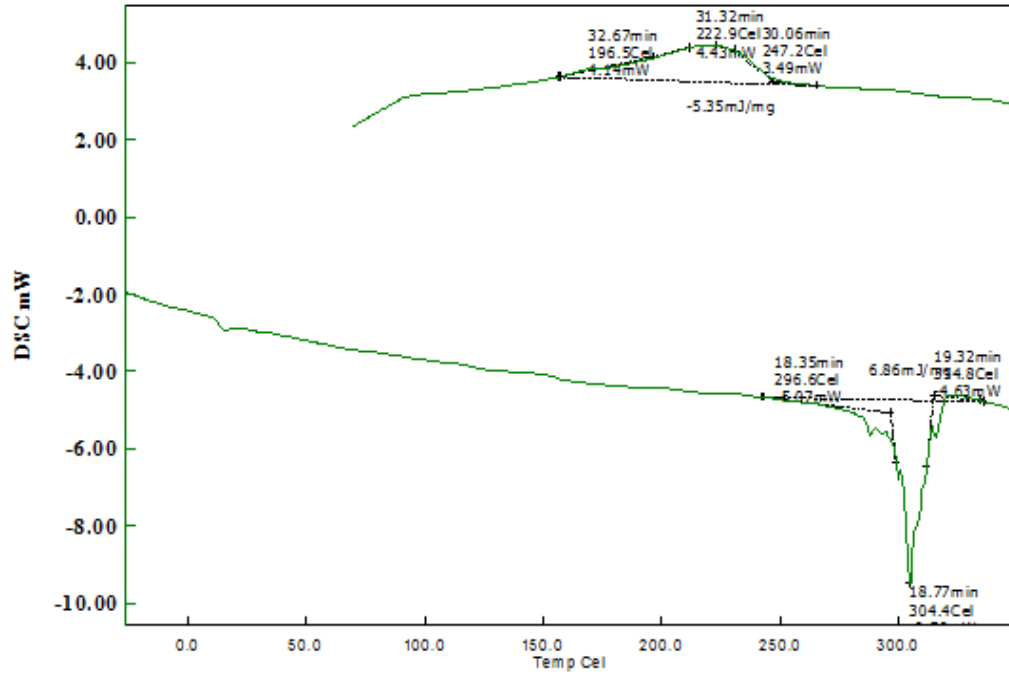
Şekil 5.4 'e ısıtılma tabii tutulmamış A numunesine ait DSC eğrisi görülmektedir. Şekilde görüldüğü üzere A_s değeri 195,1 °C ve A_f değeri 257,1 °C iken M_s değeri 210 °C ve M_f değeri de 168,3 °C olarak belirlendi. Ölçülen bu değerler tablo 5,1'de verilmiştir.



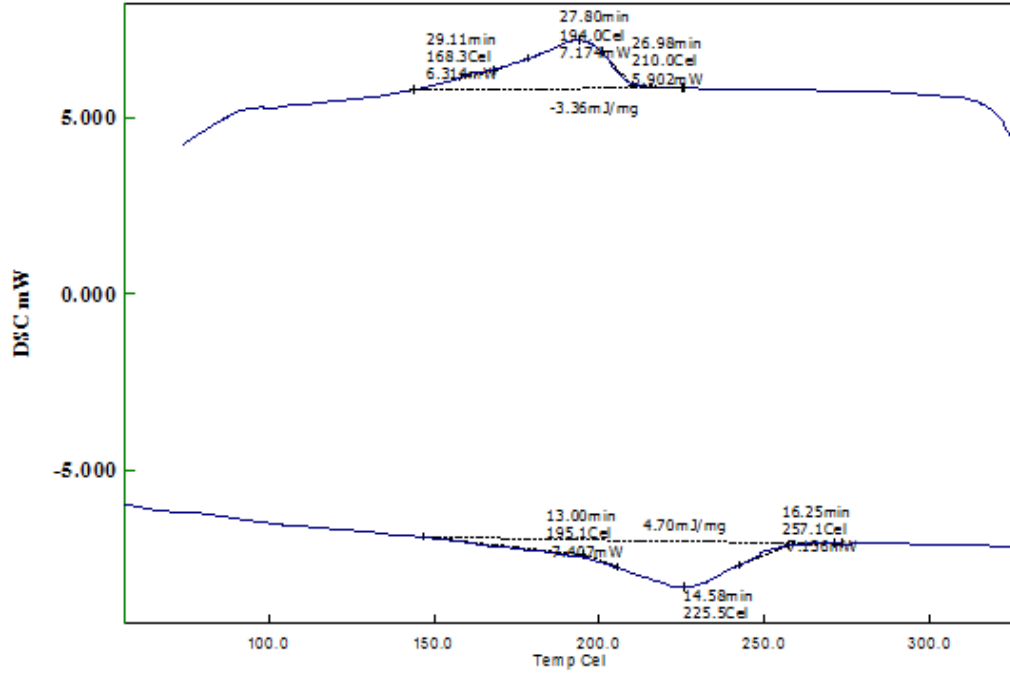
Şekil 5.1. A1 numunesine ait DSC eğrisi.



Şekil 5.2. A2 numunesine ait DSC eğrisi.



Şekil 5.3. A3 numunesine ait DSC eğrisi.



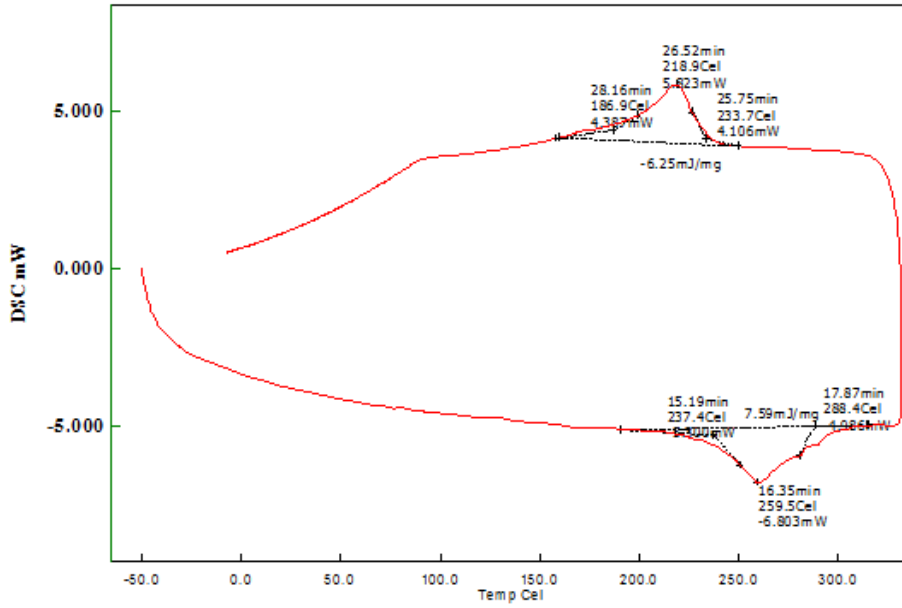
Şekil 5.4. A numunesine ait DSC eğrisi.

Tablo 5.1. A numunelerine ait faz dönüşüm sıcaklık değerleri.

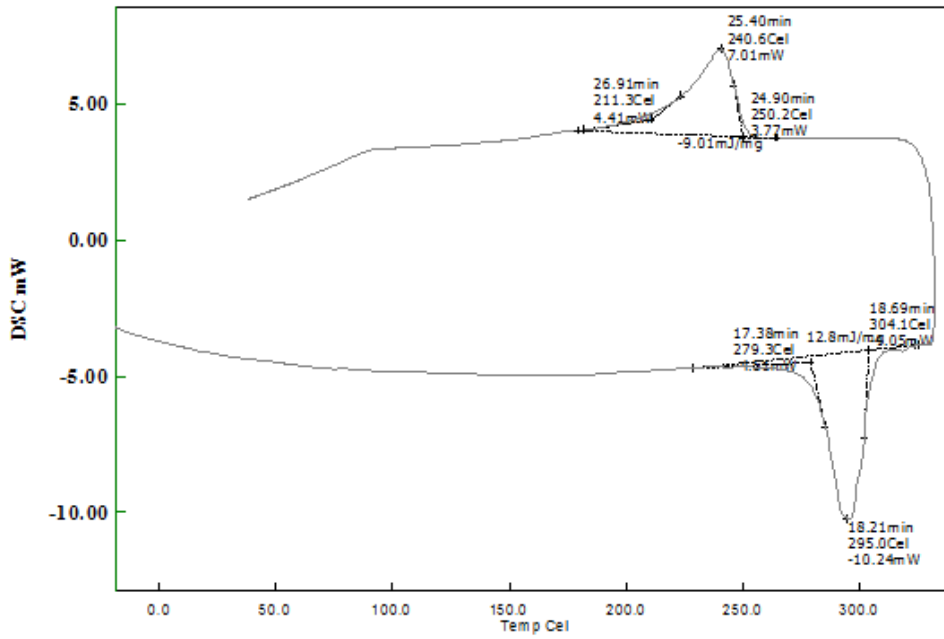
Numune	As (°C)	Ap(°C)	Af(°C)	Ms(°C)	Mp(°C)	Mf(°C)	$\Delta H_{ort}(J/g)$
A1	205,1	244,1	255,7	217	202,5	180,5	3,40
A2	292,8	301,9	321,6	249,6	235,8	207,6	7,63
A3	296,6	304,4	314,8	247,2	222,9	196,5	6,10
A	195,1	225,5	257,1	210	194	168,3	4,03

A numunesinin ısıl işlem farklılığına göre dönüşüm sıcaklığında ve entalpi değerlerinde gösterdiği değişim Tablo 5.1. de daha net bir şekilde görülmektedir. Dönüşüm sıcaklığında en belirgin değişimler tuzlu-buzlu suda ve alkolde soğutulan numunelerde görülmüştür. Bu değerler ana numuneye göre çok yüksektir. Ayrıca entalpi değerinde de en yüksek değerler aynı soğutmalara maruz kalan alaşımlarda görülmüştür. Buradan şöyle bir sonuç çıkabilir: soğutma değerleri birbirlerine hemen hemen yakın olan 6 °C deki tuzlu-buzlu su ile 0 °C deki alkol kullanımı alaşımların dönüşüm sıcaklığını ve entalpi değerini arttırmıştır. Entalpi değerinin artmasının alaşımların diğerlerine göre daha iyi şekil hatırlama

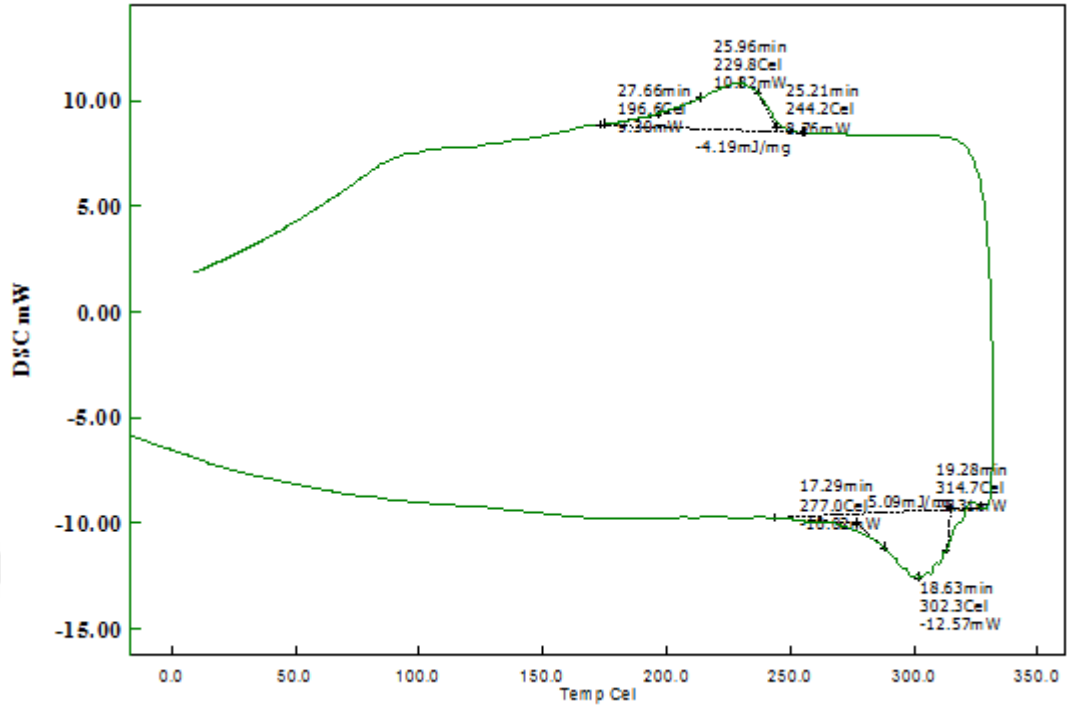
etkisi gösterdiğini bize göstermektedir. Ancak alkolde soğutma işlemi sonrası alınan DSC ölçümlerinde austenit fazın başlayıp bittiği ileri dönüşüm eğrisinde, dönüşüm eğrisinin pek düzgün olmadığı görülmüştür. Bunun nedenini patlama reaksiyonları olduğu düşünülmektedir.



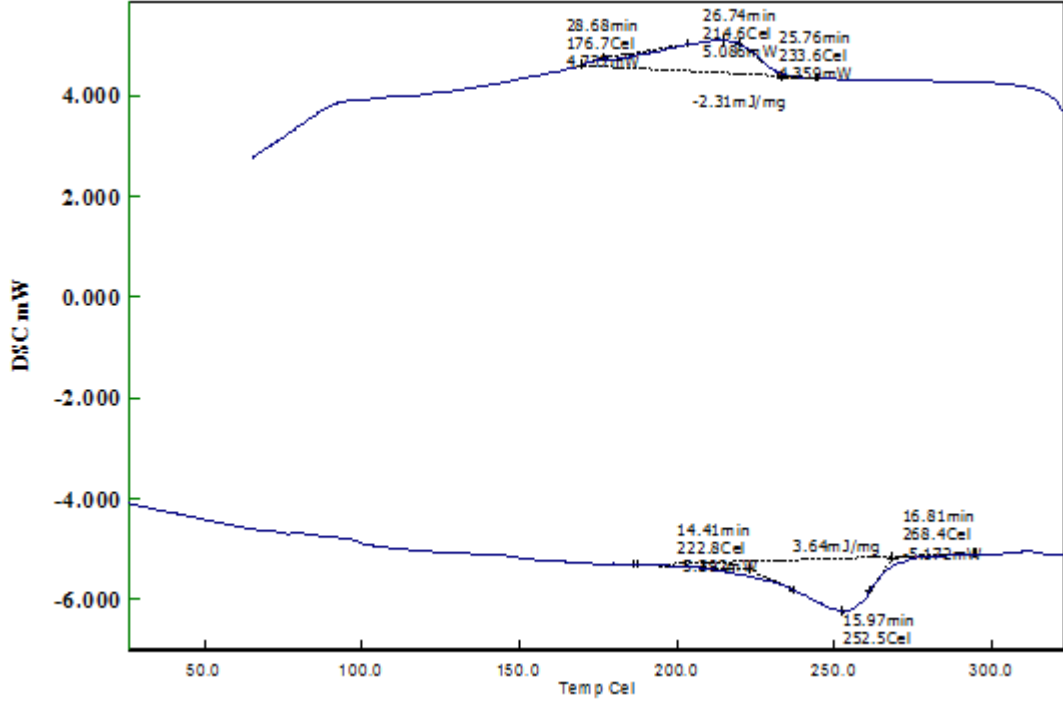
Şekil 5.5. B1 numunesine ait DSC eğrisi.



Şekil 5.6. B2 numunesine ait DSC eğrisi.



Şekil 5.7. B3 numunesine ait DSC eğrisi.



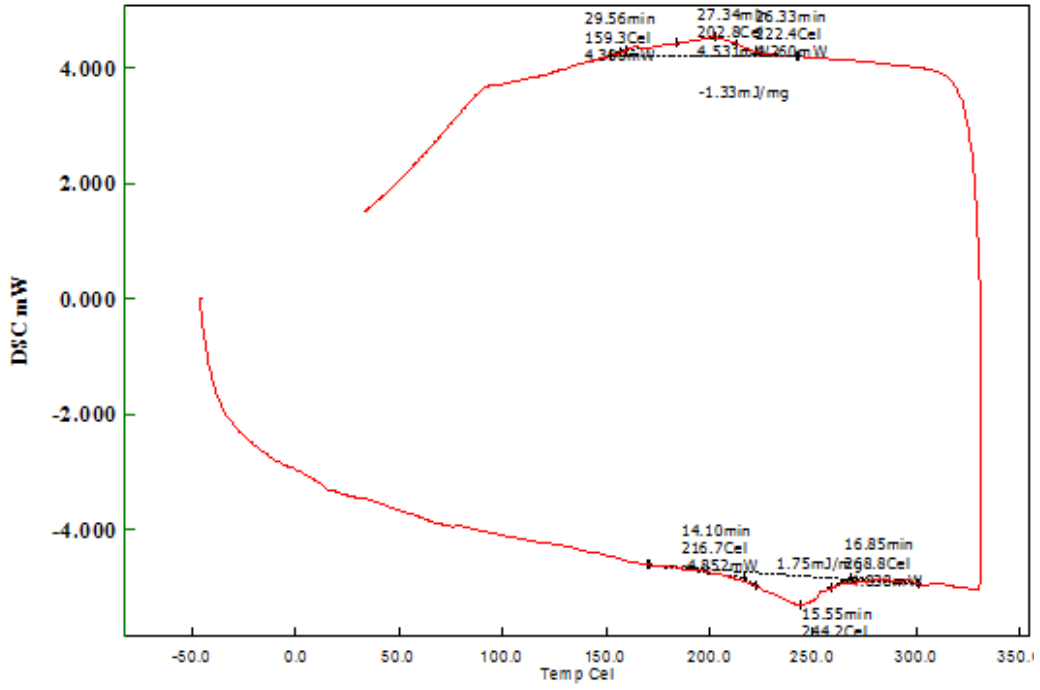
Şekil 5.8. B numunesine ait DSC eğrisi.

Şekil 5.8.'de ısııl işleme tabi tutulmamış B numunesine ait DSC eğrisi görülmektedir. Bu numuneye uygulanan ani soğutma işlemleri (sıvı azot,alkol,tuzlu-buzlu su) sonucunda A_s ve A_f sıcaklık değerlerinde 15 °C ile 55 °C lik bir artış gözlemlenirken, M_s ve M_f sıcaklık değerlerinde ise genel olarak 10 °C ile 20 °C değerleri arasında sıcaklık artışları gözlemlenmiştir. Ölçüm sonucu elde edilen; DSC eğrileri Şekil 5.5., Şekil 5.6. ve Şekil 5.7.'de,dönüşüm sıcaklık değerleri ise Tablo5.2.'da verilmiştir.

Tablo 5.2. B numunelerine ait faz dönüşüm sıcaklık değerleri.

Numune B	A_s (°C)	A_p (°C)	A_f (°C)	M_s (°C)	M_p (°C)	M_f (°C)	ΔH_{ort} (J/g)
B1	237,4	259,5	288,4	233,7	218,9	186,9	6,92
B2	279,3	295	304,1	250,2	240,6	211,3	10,9
B3	277	302,3	314,7	244,2	229,8	196,6	4,64
B	222,8	252,5	268,4	233,6	214,6	176,7	2,97

Tablo 5.2. ye göre, austenit dönüşüm sıcaklığı değerlerinde en çok artış, tuzlu-buzlu suda ani soğutulan alaşım ile alkolle soğutulan alaşımında görülmüştür. Bu sonuç B alaşımıyla benzer özellik gösterir. Entalpi değeri en yüksek C alaşımı alkolde ani soğutulan alaşımdır. A numunesinde olduğu gibi, en yüksek dönüşüm sıcaklıkları değeri tuzlu-buzlu suda ve alkolde soğutulan alaşımlarda görülmüştür. Genel itibariyle bakılırsa dönüşüm sıcakları değeri, A numunesinden yüksektir. Bunun sebebinin, Titanyum elementi miktarının A, numunesine göre daha fazla olmasıdır. CuAlNi alaşımı içinde Ti miktarının artması, dönüşüm sıcaklık değerini 20-30 °C arttırmıştır.



Şekil 5.9. C1 numunesine ait DSC eğrisi.

C numunesine uygulanan ani soğutma işlemleri sonucunda ise sadece sıvı azotta ani olarak soğutulan numunede (C1) dönüşüm gözlemlenirken gerek ana numunede (C) gerekse tuzlu-buzlu su (C3) ve alkolde (C2) soğutulan numunelerde herhangi bir dönüşüm gözlemlenmemiştir. Dönüşüm gözlemlenen C1 numunesine ait DSC eğrisi Şekil 5.9.'da ve bu numuneye ait dönüşüm sıcaklık değerleri ise Tablo 5.7.'de verilmiştir. Bu sonucu şu şekilde açıklayabiliriz; %4 oranında Titanyum elementi, CuAlNi alaşımının şekil hatırlama etkisini azaltmıştır. Isıl işlem sonrasında bu alaşımın ana numunesinde dönüşüm görülmemiştir. Tuzlu-buzlu su ve alkolde soğutma işleminde de dönüşüm sıcaklığına rastlanmamıştır. Tuzlu-buzlu su ve alkole göre çok daha düşük sıcaklığa sahip azot içinde (-196 °C) alaşımda dönüşüm göstermiştir. Bu diğerlerine göre, alaşımın hızlı soğutulması olarak nitelendirilebilir. Hızlı soğutma işlemi, ince mikro yapıya ve iyi bir çözünürlüğe sebep olur. İyi bir homojenleştirme sağlanır ve ikinci fazın oluşmamasına neden olur [12]. Bu sebeple martensit plakaların çok olması şekil hatırlama etkisini artırır. Soğutma hızıyla dönüşüm sıcaklığının ortaya çıktığına dair bir çalışma, N-M. Lohan ve arkadaşları tarafından, CuAlZn alaşımında incelenmiştir. Soğutma hızının artmasıyla, dönüşüm eğrilerinin (DSC de) belirginleştiği ve keskinleştiği görülmüştür [13]. Genellikle, Soğutma şartı, şekil hatırlamalı alaşımların dönüşüm sıcaklıklarını geliştirmek için kullanılır [14].

Tablo 5.3. C numunelerine ait faz dönüşüm sıcaklık değerleri.

Numune C	A _s (°C)	A _p (°C)	A _f (°C)	M _s (°C)	M _p (°C)	M _f (°C)	ΔH _{ort} (J/g)
C1	216,7	244,2	268,8	222,4	202,8	159,3	1,54
C2	-	-	-	-	-	-	-
C3	-	-	-	-	-	-	-
C	-	-	-	-	-	-	-

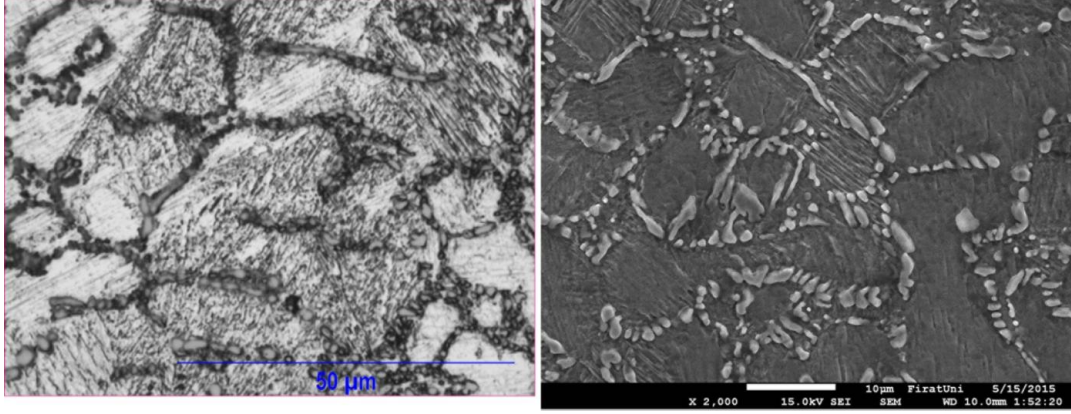
5.2. Optik Mikroskop ve SEM-EDX Sonuçları

Metal malzemelerin mikro yapısını incelemek amacıyla kullanılan önemli cihazlar, optik mikroskop ve SEM'dir. EDX ise incelenen bölge içerisindeki farklı elementlerin kompozisyonlarını veya belli bölgelerin elementel analizini verir.

Aşağıdaki Şekil 5.13'de ısıtılma tabii tutulmamış A numunesine ait optik mikroskop ve SEM görüntüleri görünmektedir.

Şekil 5.13 optik mikroskop görüntüsünde aynı uzantılı martensit plakalar gözlenirken bu plakalar aynı malzemeye ait SEM görüntüsünde daha belirgin olarak görünmektedir. Optik mikroskop görüntüsünde yer alan karanlık ve aydınlık bölgeler farklı faz bölgelerini belirtmektedir. SEM görüntüsüne baktığımızda mevcut tane sınırları belirgin bir şekilde göze çarpmaktadır.

Tuzlu-buzlu suda ve sıvı azotta ani olarak soğutulmuş A numunesine ait optik mikroskop ve SEM görüntüleri ise Şekil 5.12. ve Şekil 5.10.'de verilmiştir. (Şekil 5.12.a ve Şekil 5.10.a)'daki optik mikroskop görüntülerine bakacak olursak meydana gelen taneler içerisinde oluşan martensit plakalar belirgin bir şekilde (iğne şeklinde) göze çarpmaktadır. Oluşan bu iğne şeklindeki plakalar aynı numunelere ait SEM görüntülerinde de (Şekil 5.12.b) ve Şekil 5.10.b)'de görülmektedir.

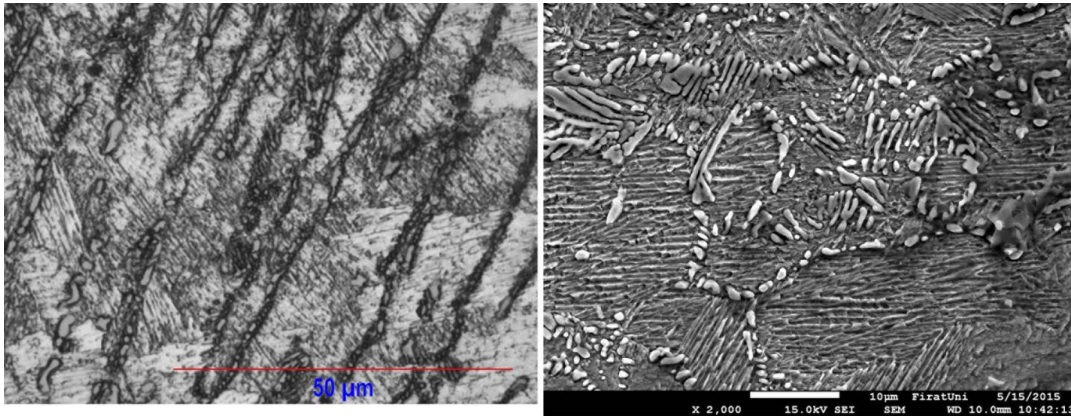


(a)

(b)

Şekil 5.10. (a) A1 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) A1 numunesi SEM görüntüsü

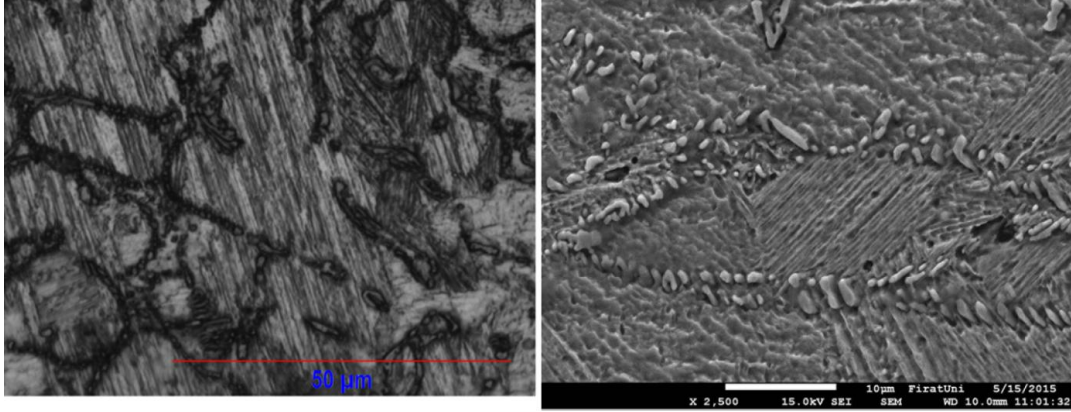
A numunesinin alkolde ani olarak soğutulması sonucu oluşan yapıya ait optik mikroskop ve SEM görüntüsü Şekil 5.11.'de görülmektedir. (Şekil 5.11.a)'ya bakacak olursak malzemede oluşan tane sınırlarının yöneliminde önceki numunelere kıyasla bir değişiklik gözlemlenmektedir. Aynı malzemenin SEM görüntüsüne bakacak olursak (Şekil 5.11.b) tane oluşumunda bir azalma söz konusudur. Bunun nedeninin austenit faz miktarının fazla oluşundan ileri geldiği düşünülmektedir.



(a)

(b)

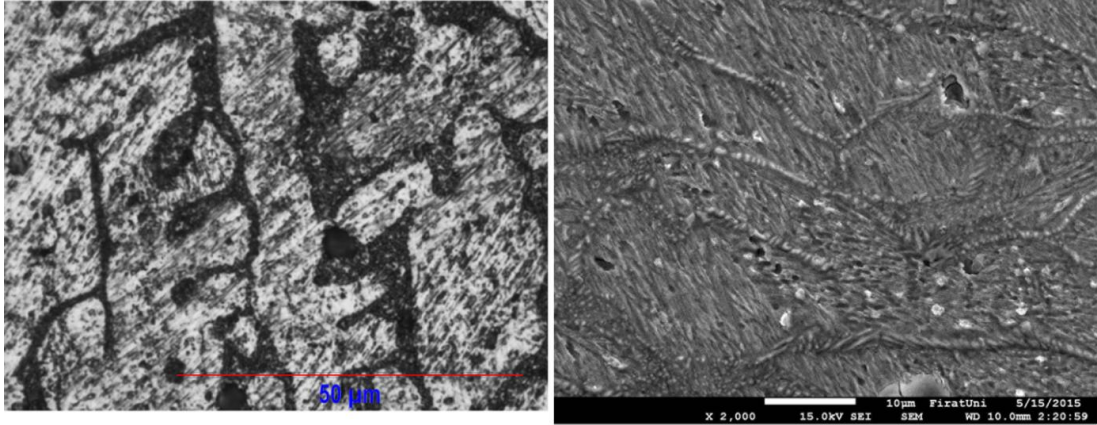
Şekil 5.11. (a) A2 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) A2 numunesi SEM görüntüsü



(a)

(b)

Şekil 5.12. (a) A3 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) A3 numunesi SEM görüntüsü



(a)

(b)

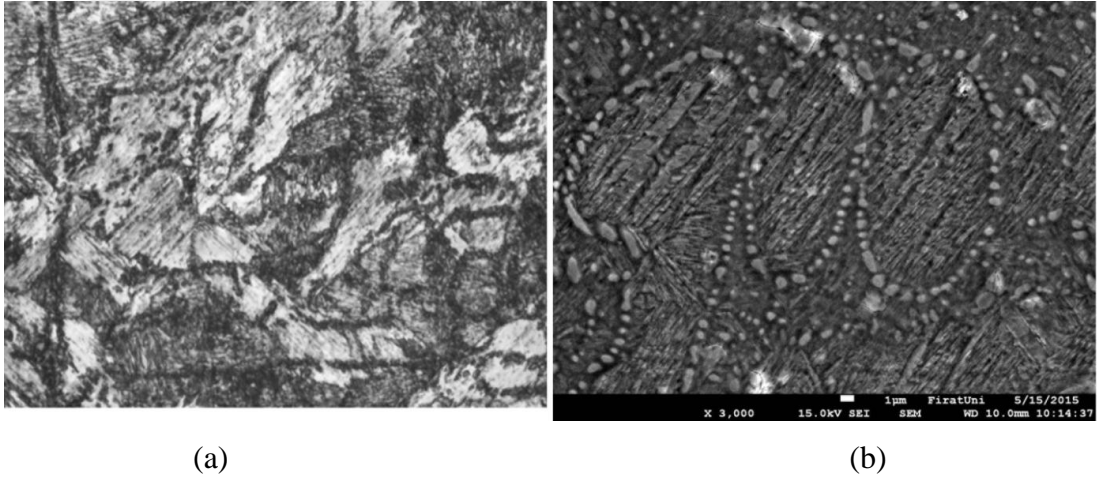
Şekil 5.13. (a) A numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) A ısıl işlemsiz numunesi SEM görüntüsü

Tablo 5.4. e bakıldığında herhangi bir soğutma işlemine maruz bırakılmayan ve değişik soğutmalarla maruz kalan, A numunesinin martensit faz bölgeleri ile tane sınırları bölgelerinden alınan EDX sonuçları görülmektedir. Martensit fazdaki kimyasal oranlara bakıldığında, tuzlu-buzlu suda soğutulan A alaşımının Titanyum ve Nikel oranının en yüksek olduğu görülmektedir. Sıvı azotta soğutulan alaşımda ise Titanyum oranı çok azdır. Tane sınırlarındaki EDX sonuçlarına göre, Cu oranı düşerken, Nikel ve Titanyum oranında hemen hemen eşit bir artış gözlenmiştir. Bu kimyasal oran farklılığı, ikinci bir fazın varlığını işaret eder. Bu kimyasal kompozisyona bağlı faz literatürde, X faz olarak bilinmektedir [15, 16, 17].

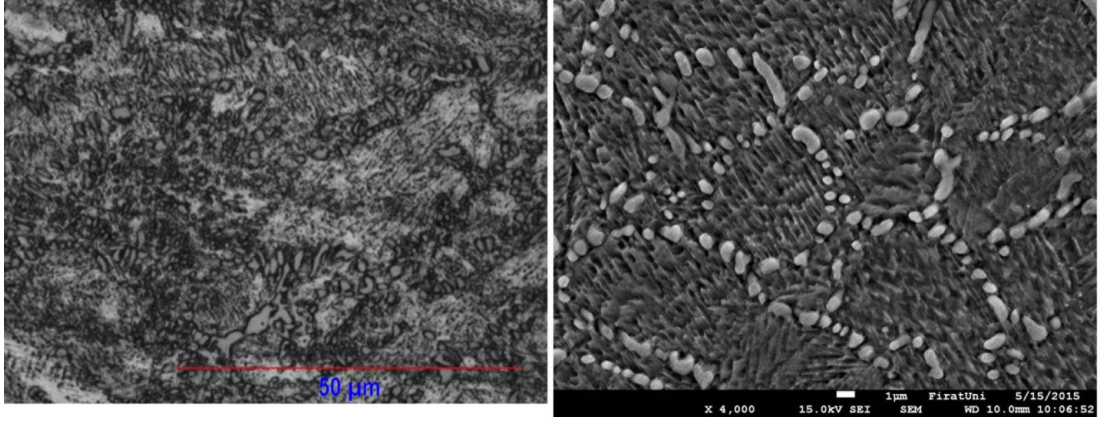
Tablo 5.4. A numunesinin EDX sonuçları

A1	Cu (%ağ)	Al (%ağ)	Ni (%ağ)	Ti (%ağ)
Martensit faz	86,25	12,36	1,34	0,05
Tane sınırları	58,56	13,93	14,49	13,02
A2				
Martensit faz	85,96	11,62	2,25	0,18
Tane sınırları	53,20	12,91	18,69	15,19
A3				
Martensit faz	80,32	13,23	4,67	1,79
Tane sınırları	65,72	17,36	8,12	8,80
A				
Martensit faz	82,82	14,06	2,90	0,22
Tane sınırları	57,00	13,43	15,86	13,70

Oluşan martensit plakalar oldukça ince bir yapıda olduğundan dolayı bu plakaların görüntüleri bizlere hassas bir görüntü sunan SEM görüntülerinde gözlenebilirken optik mikroskop görüntülerinde gözlemlenememiştir. Benzer şekilde ısı işlem uygulanan B numunesinin sıvı azotta (B1) ve alkolde (B2) soğutulması sonucu oluşan martensit plakalar ve tane sınırları Şekil 5.14. ve Şekil 5.15.'de görülmektedir.



Şekil 5.14. (a) B1 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) B1 numunesi SEM görüntüsü

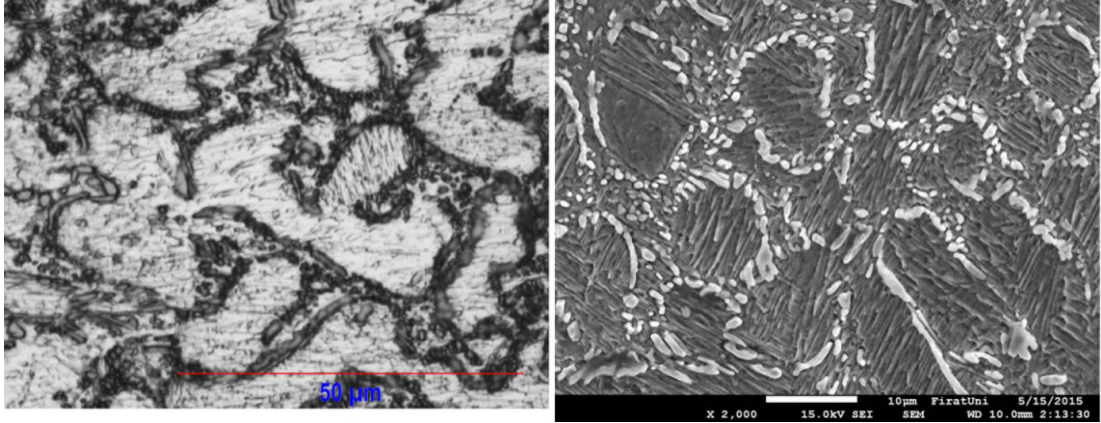


(a)

(b)

Şekil 5.15. (a) B2 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) B2 numunesi SEM görüntüsü

Şekil 5.16.'te ise B numunesinin ısıtma işlemi sonucu tuzlu-buzlu suda ani olarak soğutulmuş numuneye ait optik mikroskop ve SEM görüntüleri görülmektedir. Şekil 5.17.'te ısıtma işlemi uygulanmayan ana numunede (B) tane sınırı oluşumu gözlenemezken, Şekil 5.16.'te tuzlu-buzlu suda soğutma sonucu oluşan tane sınırları gerek optik mikroskop görüntülerinde gerekse SEM görüntülerinde oldukça belirgin bir şekilde görülmektedir. Buradan ısıtma işlemi alaşımın mikro yapısını ciddi bir şekilde değiştirdiği görülmektedir.



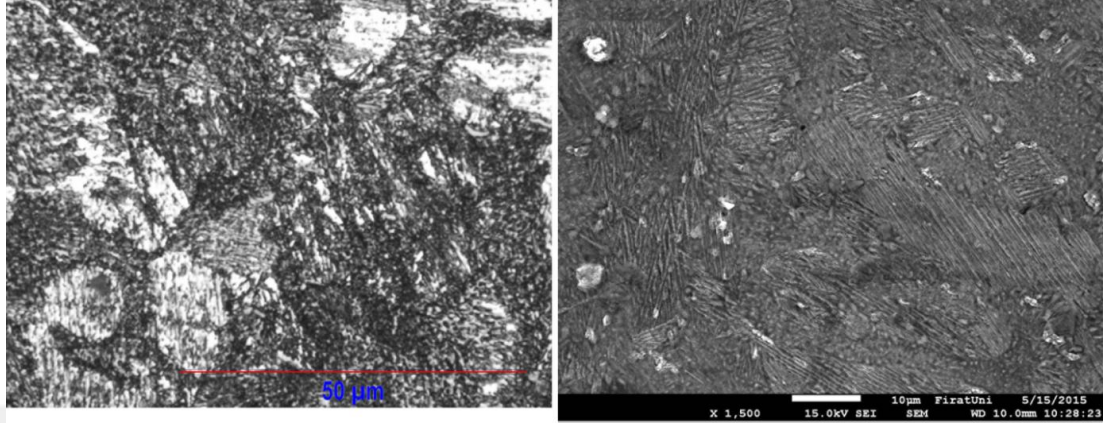
(a)

(b)

Şekil 5.16. (a) B3 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) B3 numunesi SEM görüntüsü

Aşağıdaki Şekil 5.17. görüntüleri B numunesinin herhangi bir ısıtma işlemine tabi tutulmamış alaşımına ait görüntüleridir. Görüntülerde iğne şeklinde oluşmuş martensit plakalarının yoğunluğu göze çarpmaktadır. Ayrıca V tipi martensit plakalarında SEM

fotoğraflarında görülmektedir. Bunun A alaşımından farkı, tane sınırlarının belirgin olmamasıdır.



(a)

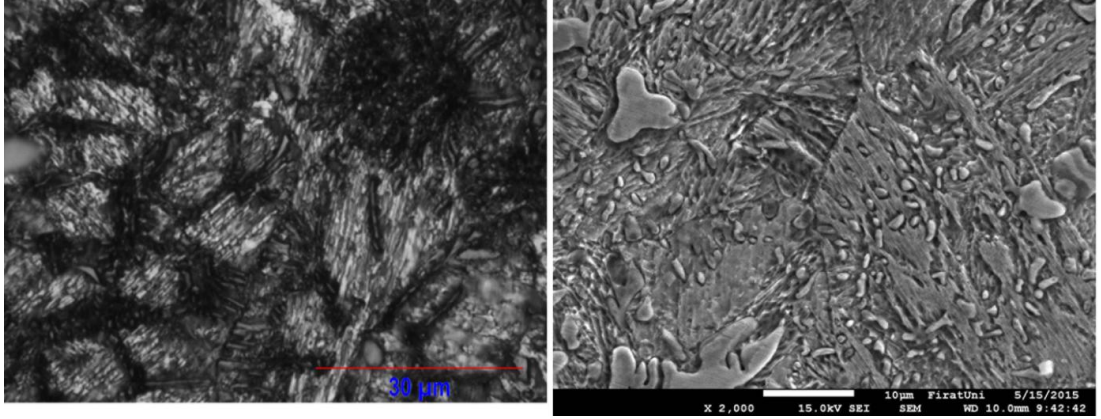
(b)

Şekil 5.17. (a) B numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) B numunesi SEM görüntüsü

Tablo 5.5. te, B alaşımının, martensit faz ve tane sınırları bölgelerinden alınan EDX ölçümlerinin sonuçları vardır. Isıl işlemsiz B numunesinde, (B) tane sınırlarına rastlanmadığı için bu bölgeden EDX ölçümü alınmadı. Martensit plakalarda, A numunesinde olduğu gibi sıvı azotta soğutulan numunede Titanyum elementine rastlanmadı. Tuzlu-buzlu suda, sıvı azotta ve alkolde soğutulan alaşımda tane sınırlarına rastlandı. Tane sınırlarından alınan EDX kimyasal analiz sonucunda, burada oluşan fazın X faz olduğu tespit edildi. CuAlNi alaşımlarında titanyum elementi katkısıyla X fazın oluşması, tane sınırlarını oluştururken, tanenin daha sağlam olmasına sebep olur [15].

Tablo 5.5. B numunesinin EDX sonuçları

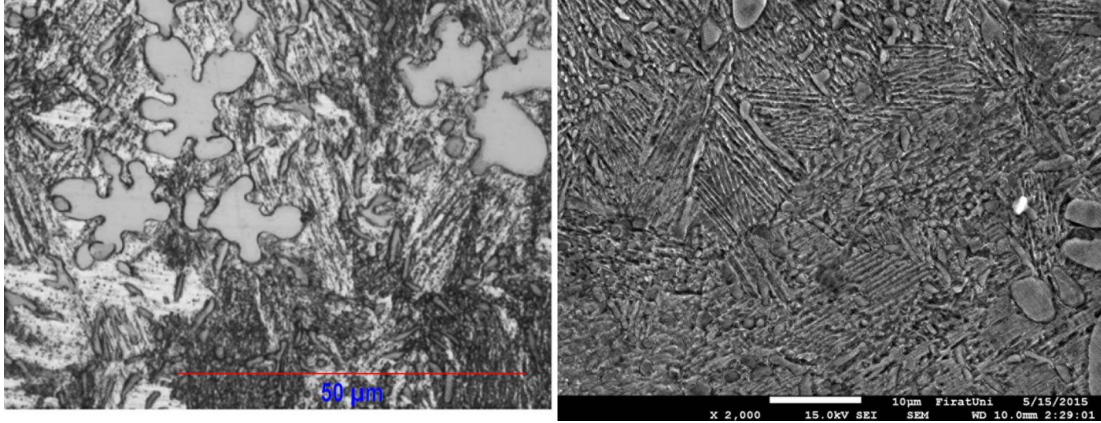
B1	Cu (%ağ)	Al (%ağ)	Ni (%ağ)	Ti (%ağ)
Martensit faz	85,72	11,41	2,87	---
Tane sınırları	44,14	12,55	24,27	19,04
B2				
Martensit faz	88,46	10,04	1,30	0,20
Tane sınırları	55,96	12,09	19,99	11,96
B3				
Martensit faz	88,46	10,40	1,30	0,40
Tane sınırları	55,96	12,09	19,99	11,96
B				
Martensit faz	78,26	13,85	5,69	2,18
Tane sınırları	-	-	-	-



(a)

(b)

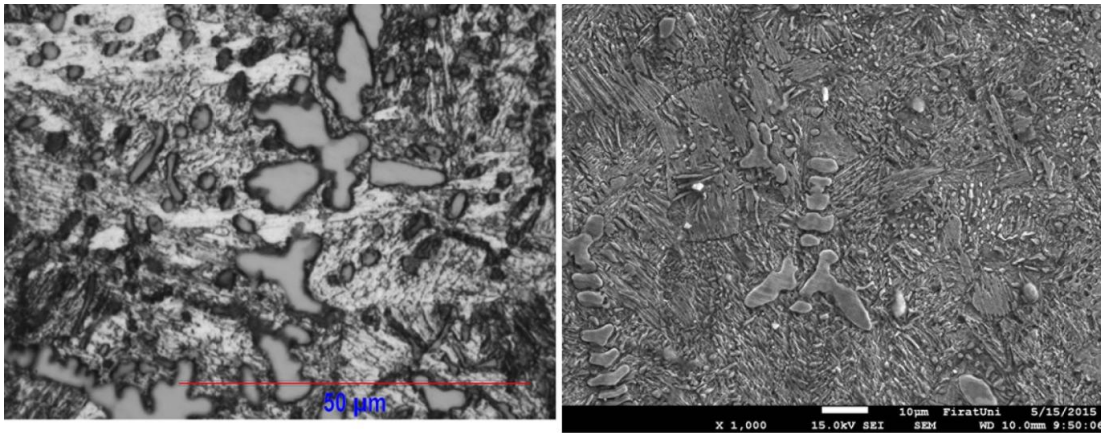
Şekil 5.18. (a) C1 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) C1 numunesi SEM görüntüsü



(a)

(b)

Şekil 5.19. (a) C2 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) C2 numunesi SEM görüntüsü



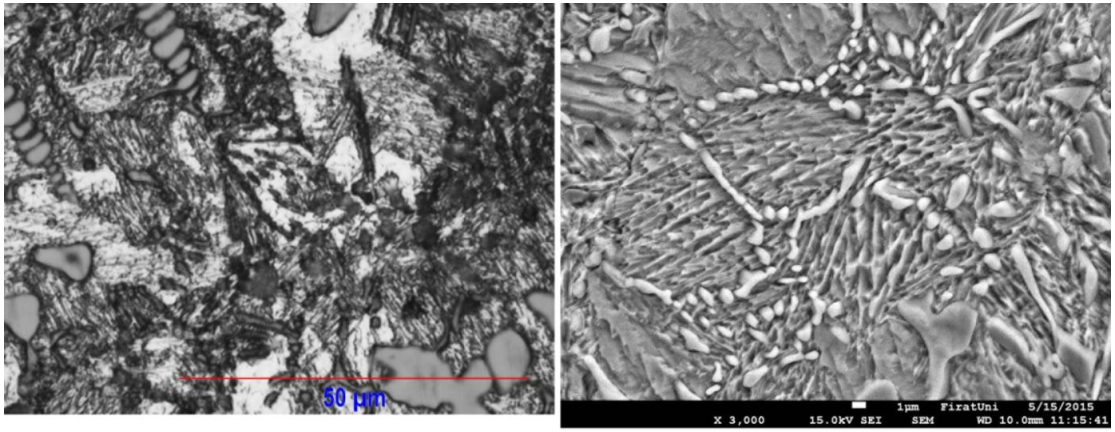
(a)

(b)

Şekil 5.20. (a) C3 numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) C3 numunesi SEM görüntüsü

C numunelerine yapılan ısıtma işlemi ve yapılan değişik soğutmalar sonucunda C numunelerine ait optik mikroskop ve SEM görüntülerinin hiçbirinde tane sınırı oluşumu gözlenmemiştir. Bunun nedeni ise alaşımın oluşumu sırasında meydana gelen çökelmelerin fazlalığından kaynaklanmaktadır. C numunelerindeki martensit plakala oluşumu, A ve B numunelerine kıyasla daha azdır. Bunun sebebi ise alaşımda oluşan austenit faz miktarının fazla oluşudur.

Aşağıda ise C numunesinin ısıtma işlemi uygulanmamış (Şekil 5.21) ve ısıtma işlemi uygulanıp sıvı azotta, alkolde ve tuzlu-buzlu suda ani olarak soğutulmuş numunelere ait optik mikroskop ve SEM görüntüleri görülmektedir.



(a)

(b)

Şekil 5.21. (a) C numunesi optik mikroskop görüntüsü, (b) C numunesi SEM görüntüsü

Tablo 5.6. da, C alaşımının değişik soğutmaları sonrası ve öncesinde, çökeltiler ve martensit fazlardan alınan EDX ölçüm sonuçları görülmektedir. Burada ısıtma işlemisiz alaşım ile alkolde soğutulan alaşımın kimyasal yapısında martensit faz bölgesinde Titanyum elementine rastlanmamıştır. Tane sınırlarının büyük olduğu çökeltiler kısımlarında ise titanyum ve nikel oranının diğer alaşım gruplarına göre daha yoğun ve büyük olduğu görülmüştür. Bu bölgelerin X faz olduğu düşünülmektedir. X faz iki çeşittir. Birincisi small X faz denilen X_s faz, diğeri Large X faz denilen X_L fazdır. Burada gözlenen X faz yapısı, large (geniş) X faz tanımına uyar [15].

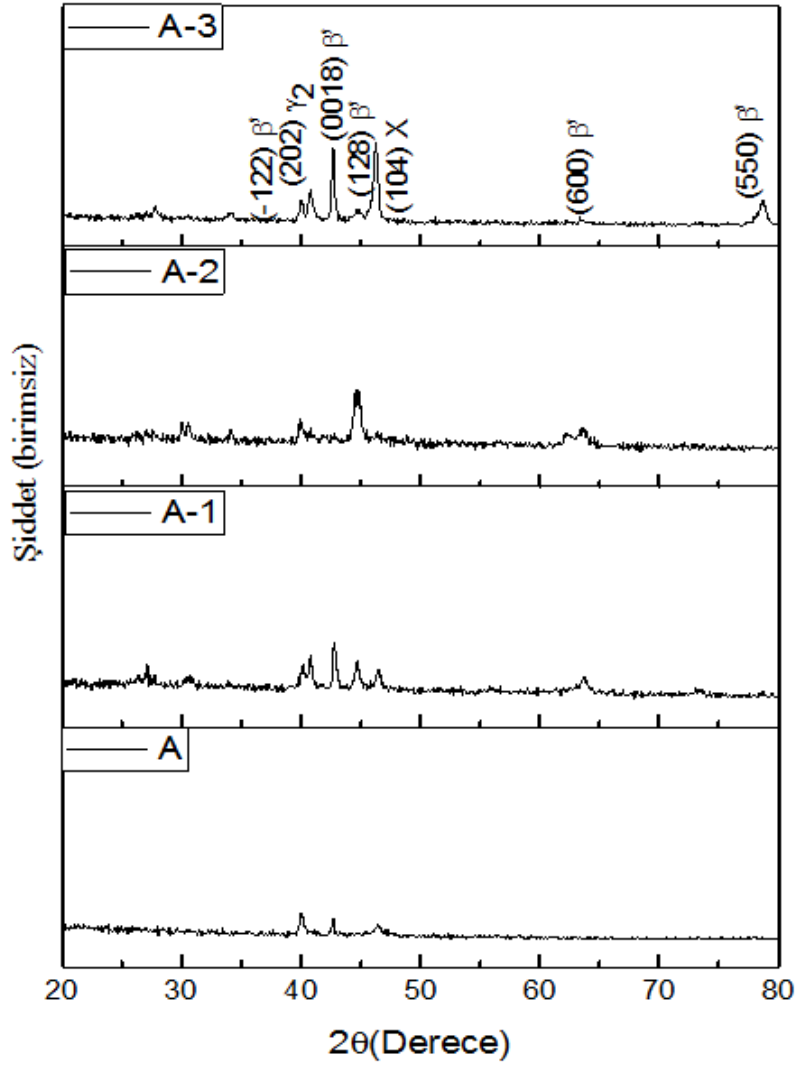
Tablo 5.6. C numunesinin EDX sonuçları

C1	Cu (%ağ)	Al (%ağ)	Ni (%ağ)	Ti (%ağ)
Martensit faz	80,46	11,32	4,62	3,61
Çökelti	41,35	12,51	25,22	20,92
C2				
Martensit faz	88,99	9,56	1,45	---
Çökelti	37,48	13,53	26,51	22,48
C3				
Martensit faz	76,85	12,39	6,12	4,65
Çökelti	39,51	12,61	23,49	24,40
C				
Martensit faz	85,8	11,50	2,70	--
Çökelti	75,56	11,65	6,07	6,75

X-Işınları Ölçüm Sonuçları

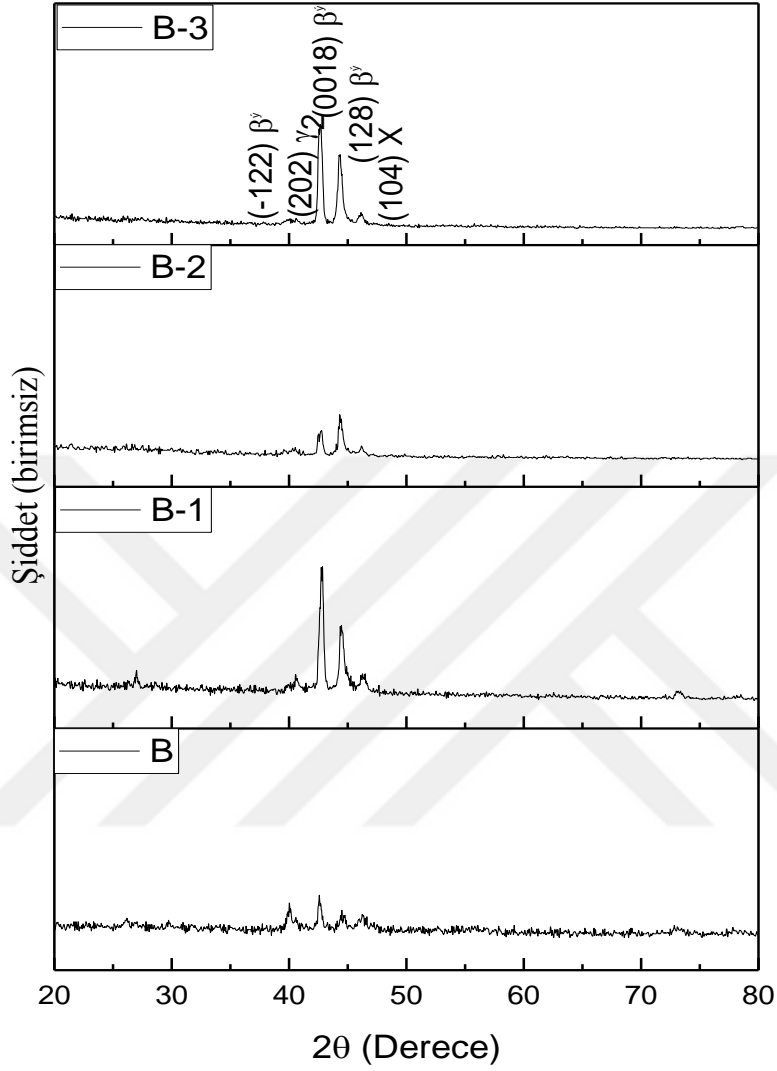
Şekil 5.22 de, A numunelerinin herhangi bir ısıl işleme tabii tutulmamış numunesi ile değişik soğutma şartlarına maruz kalan A1,A2,A3 alaşımlarının x ışınları eğrileri birlikte görülmektedir. X ışınları ölçümleri 0 ile 90 ° aralığında oda sıcaklığında yapılmıştır. X ışınları ölçüm sonuçları literatürüne göre değerlendirilip indislenmiştir [18, 19, 20, 21]. Bu ölçüm sonucuna göre, ana numunenin x ışınları eğrisinde şiddet, numune herhangi bir ısıl işleme maruz kalmadığı için çok düşüktür. Isıl işlemin uygulanmasıyla piklerin şiddeti ve sayısında artış gözlenmiştir. Pik sayısı ve şiddetindeki en güçlü artış tuzlu-buzlu suda soğutulan alaşımda görülmüştür.

Isıl işlemde sonra alkolde soğutulan (A2) alaşımda, martensit fazın ana piklerinden biri olan β' (0018) pikinin şiddetinin çok düşük olduğu görülmüştür. En yüksek pikin β' (128) piki olduğu görülmüştür. Bu nedenle diğer soğutma işlemlerine göre bir farklılık olduğu açıkça görülür. Genel kristal yapı analizine bakılırsa, tüm soğutma işlemleri ve ana numune için, martensit ana fazın (β') dışında, γ_2 ince yapılı martensit fazı görülmüştür. Birde x faza ait çökelti fazı görülmüştür. Sonuç olarak en ideal x-ışının difraktogramı, tuzlu-buzlu suda ani soğutulan (A3) alaşımına ait olduğu görülmüştür.



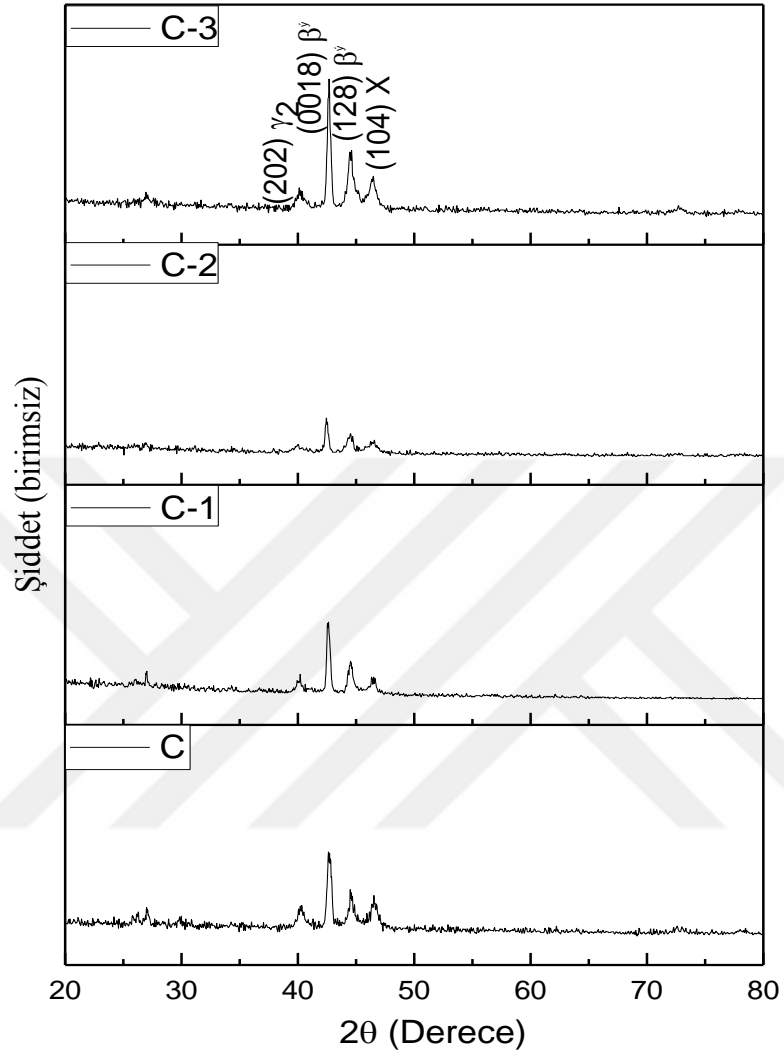
Şekil 5.22. A alaşımlarının değişik soğutma şartları altında x-ışını difraktogramları

Şekil 5.23. de B numunelerinin herhangi bir ısıl işleme tabii tutulmamış alaşımı ve aynı ısıl işlem sonrası farklı soğutmalarla maruz bırakılan alaşımların (B1,B2,B3) x-ışını difraktogramları görülmektedir. X ışınları pikleri literatüre göre indislenmiştir [18, 19, 20]. Bu numune grubunda da, ısıl işlem ile piklerin şiddetinin arttığı gözlenmektedir. Tuzlu-buzlu suda ani soğutmaya maruz bırakılan alaşımda (B3) en keskin ve şiddetli pikler gözlenmektedir. Martensit ana faza ait β^1 fazı ve γ_2 fazı ile, γ_2 ve X fazı gözlenmektedir. Alkolde soğutulan alaşımda (B2) şiddeti en büyük pik diğer soğutma işlemlerinden farklı olarak (128) β^1 pikinde gözlenmiştir. Bu sonuç A numuneleriyle benzer özellik göstermiştir. Azot ile soğutulan numunenin de (B1) pik şiddeti tuzlu-buzlu suda (B3) olduğu gibi daha belirgin ve keskindir.



Şekil 5.23. B alaşımlarının değişik soğutma şartları altında x-ışını difraktogramları

Şekil 5.24 de, C numunelerinin herhangi bir ısıl işleme tabi tutulmamış alaşımı ile değişik soğutmalarla maruz kalan alaşımlara (C1,C2,C3) ait x-ışınları eğrileri görülmektedir. X-ışınları ölçümlerine göre bütün alaşımlarda pik sayıları eşit ama şiddeti en büyük olan alaşım, tuzlu-buzlu suda ani soğutulan (C3) alaşımdır. Bu alaşım grubunda diğerlerinde olduğu gibi üç farklı faz gözlenmiştir. En keskin pik martensit faza ait olan (0018) β' pikidir. C alaşımlarının diğer alaşımlardan farkı ise, alkolle soğutulan alaşımda (C2) görülmüştür. Alkolle soğutulan alaşımda (C2) en keskin pik (0018) β' fazına aittir. Ayrıca C alaşımlarında pikler daha belirgin çıkmıştır.



Şekil 5.24. C alaşımlarının değişik soğutma şartları altında x-ışını difraktogramları

6. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, Cu-13Al-4,5Al-1,5Ti, Cu-13Al-4,5Ni-2Ti ve Cu-13Al-4,5Ni-4Ti oranlarına sahip şekil hatırlamalı alaşımlardan bir kısmına ısıtma işlemi uygulanmayıp (ana numune) bir kısmına da 800 °C' de 1 saat ısıtma işlemi uygulandı. Daha sonra ısıtma işlemi uygulanan numunelerin her biri tuzlu-buzlu suda, alkolde ve sıvı azotta ani olarak ayrı ayrı soğutuldu. Bu yöntemlerle hazırlanan ısıtma işlemli alaşımların her birinin optik mikroskop görüntüleri, DSC ölçümleri, SEM-EDX görüntüleri ve X-ışını görüntüleri elde edildi. Elde edilen bulguların birbirlerine göre karşılaştırılması bölüm 5' de ayrıntılı bir şekilde yapıldı.

Elde edilen bulgular aşağıdaki şekilde özetlendi.

1-Optik mikroskop ile görüntülemede ısıtma işlemi tabii tutulmamış (ana numune) ve ısıtma işlemi uygulanmış alaşımların yüzeysel görüntüleri gözlemlendi. Bu gözlem sonucunda alaşımlar üzerinde oluşan tane sınırları görüntülenip birbirlerine göre olan farklılıklar değerlendirildi.

2-DSC ölçümlerinde ise mevcut numunelerin austenit ve martensit faz dönüşüm sıcaklık değerleri elde edilip bu değerlerin değerlendirilmesi yapıldı.

Ayrıca Cu-13Al-4,5Ni-4Ti numunesine ait alaşımlardan ısıtma işlemi uygulanmamış numune (C), tuzlu-buzlu suda (C3) ve alkolde (C2) ani olarak soğutulan numunelerde herhangi bir dönüşüm sıcaklığı tespit edilemezken sadece sıvı azotta soğutulan numuneye (C1) ait bir dönüşüm sıcaklık değeri tespit edildi. En yüksek dönüşüm sıcaklık değerlerine (As-Af, Ms-Mf) sahip olan alaşım ise tuzlu-buzlu suda ani olarak soğutulan (A3) numunesi tespit edildi. Dönüşüm sıcaklıklarında düzgün bir artış veya azalış tespit edilememiştir.

3-SEM görüntülerinde, optik mikroskop ile net bir şekilde oluşumu gözlenemeyen tane sınırlarının ve martensit plakaların daha net bir şekilde gözlenebilmesi sağlanılmıştır. A numunelerinde genellikle küçük iğne şeklinde martensit plakalar gözlenirken B numunelerinde ise iğne şeklinde ve V şeklinde martensit plakaların oluşumu göze çarpmaktadır. Benzer şekilde A numunelerinde tane sınırları belirgin bir şekilde gözlenirken B numunesinin ısıtma işlemi uygulanmayan ana numunesinde ve C numunelerinin hiçbirinde herhangi bir tane sınırı oluşumu gözlenemedi. Bunun nedeni alaşımda oluşan austenit faz miktarının fazla oluşudur.

4-EDX ölçümlerinden yararlanılarak yapılan analizde ise tane sınırlarını oluşturan çökeltilerin ise titanyum ve nikel olduğu tespit edildi.

5-X ışınları ölçümleri 0 °C ile 90 °C arasında oda sıcaklığı değerlerinde alınmıştır. Ana numune (A) herhangi bir ısıl işleme maruz kalmadığı için X-ışını şiddeti oldukça düşüktür. Isıl işlemin uygulanmasıyla birlikte piklerin hem şiddetinde hem de sayısında artışlar gözlenmiştir. Pik sayı ve şiddetindeki en büyük artış ise tuzlu-buzlu suda soğutulan alaşımda (A3) gözlenmiştir. En yüksek pik ise β^1 (128) piki olduğu görülmüştür. A ve B numunelerine ait x-ışını verileri birbirleriyle benzerlik göstermiştir. Fakat alkolde soğutulan C numunesinde bir farklılık olarak en keskin pik ise β^1 (0018) fazı tespit edilmiştir. Ek olarak C alaşımında pikler daha belirgin olarak gözlenebildi.

6-Genel kristal yapı analizine bakacak olursak ana numune ve diğer soğutma işlemleri için martensit ana fazın β^1 olduğu tespit edilmiştir. Bunun yanında ince yapılı γ_2 martensit fazı ile x fazına ait çökelti de tespit edilmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] Akdoğan, A. ve Nurveren K., Yıldız Teknik Üniversitesi Makina Mühendisliği Bölümü, Makine Malzemesi ve İmalat Teknolojisi Ana Bilim Dalı, 44-521
- [2] Akis A.Ç., Eskil M., Saval E., “Farklı Etkiler Altında Şekil Hafızalı CoNiAl Alaşımlarının Martensitik Dönüşüm Sıcaklıklarındaki Değişimler .” Journal of New World Sciences Academy. 1306-3111, (2011).
- [3] Soguksu, A.K., “ Şekil Hafızalı CuAlNi ve CuZnAl Alaşımlarının Üretilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi.” Sütçü İmam Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, (2006).
- [4] Eskil M., “FeMnSi Alaşımlarının Mekanik ve Termal Etkiler Altında Şekil Hafıza Özelliklerinin İncelenmesi.” Fırat üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
- [5] Akis, A.Ç., “Şekil Hatırlamalı CoNiAlSi Alaşımında Yaşlandırma Olayının Martensitik Faz Dönüşümü Üzerinde Etkileri.” Yüksek Lisans Tezi, (2012).
- [6] Aydoğdu A., “Thermal Aging Effects on Martensitic Transformation in Shape Memory CuAlNi Alloys.” Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri , (1995).
- [7] Kök M., “Effect of Boron Addition on Physical Properties of Ferromagnetic Shape Memory Alloys.” Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri, (2009). Fizik Ana Bilim Dalı, (2002).
- [8] Gökhan T., “Şekil Hatırlamalı CuAlNi Alaşımları Üzerinde Isıl İşlem Etkilerinin İncelenmesi .” Fırat Üniversitesi Fizik Ana Bilim Dalı, (2002).
- [9] Friend C.M., “The Effect of Applied Stress on the Reversible Strain in CuZnAl Shape Memory Alloys.” Scripta Metallurgica (20,995-100). (1986).
- [10] Fred, Yuval, ve Jacob Aboudi. “Micromechanical Prediction of the Way Shape Memory Alloys Composites.” International Journals of Solids and Structures, (2009):1604-1647.
- [11] Isık A., “FePd Ferromagnetik Şekil Hafızalı Alaşımların Kristalografisi .” Yüksek Lisans Tezi Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Ana Bilim Dalı, (2007).
- [12] WU, M.H., (1990). Cu-Based Shape Memory Alloys Engineering Aspects of Shape Memory Alloys. Edited By Duering, T.W., Melton, K.N., Stöckel, D. and Wayman, C.M.S., Butter Worth-Heineman Ltd.

- [13] Lojen G., Anzel I., Kneissl A., Krizman A., Unterweger E., Kosec B., Bizjak M. ,
 “Microstructure of Rapidly Solidified CuAlNi Shape Memory Alloy Ribbons”
 Journal of Materials Processing Technology 162-163 (2005) 220-229.
- [14] Lohan N.-M.,Suru M.-G., Pricop B. and Bujoreanu L.-G., “Coolingrate effects on the
 structure and tranformation behavior of CuZnAl shape memory alloys” International
 Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 10.1007/s12613-014-1015-5.
- [15] Saud S., N, Hamzah E., Abubakar T. and Farahany S., “Structure-Property
 Relationship of CuAlNiFe Shape Memory Alloys in Different Ouenching Media,
 JMEPEG 10.1007/s11665-013-0759-9.
- [16] Adachi K., Shoji K. and Hamada Y., “Formation of X Phases and Origin of Grain
 Refinement Effect in CuAlNi Shape Memory Alloys Added Titanium” ISIJ
 International, Vol. 29 (1989), No.5 pp.378-387.
- [17] Saud S.N., “Effect of Fourth Alloying Element on the Microstructure and Mechanical
 Properties of CuAlNi Shape Memory Alloys”, J.Mater.Res.,Vol 30.No 14,Jul 28,
 2015.
- [18] Sugimoto K., Kamei K., Matsumoto H., Komatsu S. Akamatsu K., Sugimoto T.,
 “Grain-Refinement and the Related Phenomena in Quaternary CuAlNiTi Shape
 Memory Alloys”, HAL Id: jpa-00222107 submitted on 1Jan 1982.
- [19] Gama J.L.L., Dantas C.C., Quadros N.F., Ferreira R.A.S. and Yadava Y.P.
 “Microstructure-Mechanical Property Relationship to Copper Alloy with Shape
 Memory during Thermomechanical Treatments”, Metallurgical and Materials
 Transactions A, Volume 37A, January 2006-77.
- [20] Saud S.N.,Hamzah E.,Abubakar T. and Farahany S. “Structure-Proerty Relationship
 of CuAlNiFe Shape Memory Alloys in Different Quenching Media”,JMEPEG (2014)
 23:255-261.
- [21] Adorno A.T.,Silva R.A.G. “Ageing Behavior in the Cu-10 wt.%Al and Cu-10
 wt.%Al-4 wt.%Ag Alloys.”, Journal of Alloys and Compounds 473 (2009) 139-144.