

## CHARACTERIZATION OF SHAPE MEMORY ALLOYS

Agah AYGAHOĞLU \*, Remzi GÜRLER \*\*

\* DPÜ, Müh.Fak., Mak.Müh.Böl., Kütahya / Türkiye, agahoglu@dumlupinar.edu.tr

\*\* ESOĞÜ, Metalurji Enstitüsü, Eskişehir / Türkiye

### ABSTRACT

At the present day, shape memory alloys are used in various areas from medical applications to space studies, from automotive sector to thermal actuators. Five methods are used to determine application areas of shape memory alloys which have characteristics like shape change with temperature change, the quality of high damping under dynamic load and phase transformation under the load. These characterization methods which are investigated detailed in this study are differential scanning calorimetry (DSC) and electrical resistance measurement to determine transformation temperature, heating and cooling under load to determine the material's behavior against temperature change under load, determination of thermal cycle number and tensile test for determination of mechanical properties.

**Key Words;** *Shape Memory Alloys, DSC, Thermal Cycle Number, Pseudoelasticity*

## ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN KARAKTERİZASYONU

### ÖZET

Günümüzde şekil bellekli alaşımlar (ŞBA) tıbbi uygulamalardan uzay çalışmalarına, otomobil sektöründen termal kontrol elemanlarına kadar birçok alanda kullanılmaktadır. Sıcaklık değişimi ile şekil değiştirmek, dinamik yüklere karşı yüksek sönümlenme özelliği, yük altında faz değiştirme gibi farklı özelliklere sahip şekil bellekli alaşımların uygulama alanlarının belirlenmesinde kullanılacak beş temel metot vardır. Bu çalışmada detaylı olarak incelenen bu karakterizasyon metodları; dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek amacıyla yapılan diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve elektrik direnci ölçümleri, sabit yük altında sıcaklık değişimine karşı malzemenin davranışını belirlemek amacıyla sabit yük altında ısıtıp soğutma, termal çevrim sayısının belirlenmesi ve mekanik özellikleri belirlemek için yapılan çekme deneyleridir.

**Anahtar Kelimeler;** *Şekil Bellekli Alaşımlar, DSC, Termal Çevrim Sayısı, Pseudoelasticite*

### 1. GİRİŞ

Şekil bellekli alaşımlar birçok uygulama alanına sahiptir. Bir kan pıhtısının gidişini önleyici süzgeçler ve kalp pompaları gibi hayat kurtarıcı cihazların dizaynı, bu alaşımların (Nitinol) biyotıptaki uygulamalarına örneklerdir. Endüstride benzer alaşımlar kaplin olarak birbirleriyle bağlantısı zor olan parçaların birleştirilmesinde kullanılmaktadır. İşçi tasarrufu sağlayan termostat şalterleri, pencere açıcılar ve otomotiv parçaları, tekrar eski yerine geçebilen selonoidler, pnömatik ve hidrolik silindirler, doğrusal hareketli mekanizmalar, elektrik motoru ve dişli kutusu, kısa stroklu cihazlar ve birçok günümüzde kullanılan elektronik ekipmanlar kullanım alanlarına örnek olabilir [1,2].

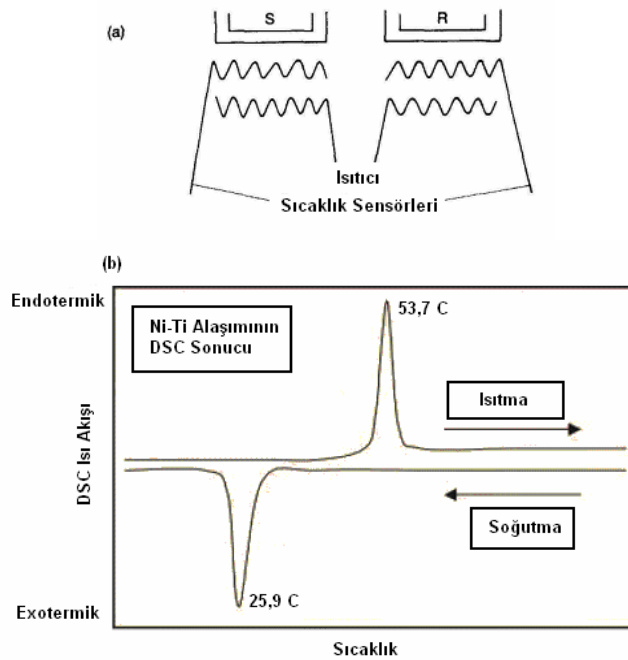
Pratikteki şekil bellekli alaşımların kullanımı iki kategoriye ayrılabilir: ters çevrilemez ve ters çevrilebilir kullanımlar. Ters çevrilemez kullanım; yalnızca geri dönen şeklin kullanımını, şekil geri dönüşünün kullanımı ve ters dönüşüm gerilmesinin kullanımını kapsar. Şekil bellekli alaşımların termal kontrol elemanı olarak kullanımı ve termal enerjiden mekanik enerjiye enerji dönüşümü için kullanımlar ters çevrilebilir kullanımın örnekleridir [3].

Bu uygulama alanlarında kullanılacak şekil bellekli alaşımların belirlenmesi amacıyla kullanılan 5 temel metot ve çok sayıda özel durumlar için kullanılan karakterizasyon metodu vardır.

## 2. DİFERANSİYEL TARAMALI KALORİMETRE (DSC) ÖLÇÜMÜ

Serbest gerilme durumunda şekil bellek etkisinin temelini oluşturan martenzitik dönüşüm dört değişim sıcaklığına sahiptir. Bu sıcaklıklar martenzit  $\rightarrow$  ostenit ve ostenit  $\rightarrow$  martenzit dönüşümünü sağlayacak enerji değişimlerini de karşılar. Martenzit fazının ilk görünmeye başladığı sıcaklık  $M_s$ , ana fazın tamamen martenzite dönüştüğü sıcaklık  $M_f$  olarak adlandırılır. Aynı şekilde ısıtma sırasında martenzitin ana faza dönüşmeye başladığı sıcaklık  $A_s$ , tamamen ana faza dönüştüğü sıcaklığa da  $A_f$  adı verilir.  $M_f < M_s < A_s < A_f$ 'dir.  $A_f$  sıcaklığının üstünde malzeme tamamen ostenitik ve  $M_f$  sıcaklığının altında tamamen martenzitiktir [4,5].

En çok kullanılan ve en önemli ŞBA karakterizasyon metodu olan diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile malzemelerden alınan çok küçük numunelerin ısıtılması ve soğutulması yolu ile absorbe ettiği veya verdiği ısının ölçülmesi ile dönüşüm sıcaklık alanları bulunur. Kullanılan numuneler miligram bazında çok küçük miktarlarda kullanılır ve numuneler herhangi bir gerilme altında olmadığından ölçüm sonuçları malzemenin gerilmesiz durumdaki dönüşüm sıcaklıklarını verecektir. Dönüşüm nedeniyle numunenin absorbe ettiği veya verdiği enerjiler endotermik ve ekzotermik pikler olarak hem soğutma hem de ısıtma esnasında ölçülebilir. Piklerin başlangıç ve bitiş noktaları numunenin faz dönüşüm sıcaklıklarını verecektir [6].



**Şekil 1.** Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), (a) aparatlar (S= numune, R= referans malzeme) (b) Ni-Ti şekil bellekli alaşımına ait DSC ölçümü [7,8].

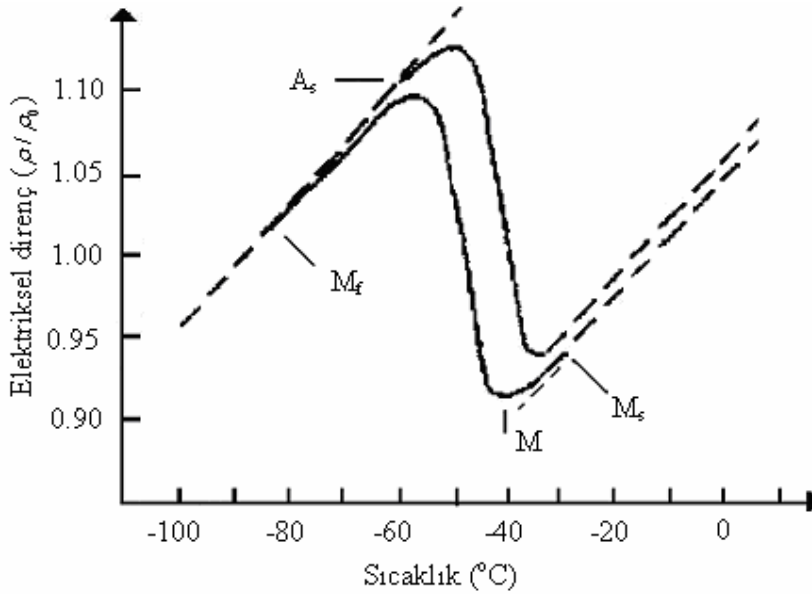
Diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı (DSC), bir tarafta çalışılacak numune diğer tarafta aynı sıcaklıkta olan referans malzeme ( $\Delta T = T_s - T_r \approx 0$ ) bulunan ve baştan sona sıcaklık kontrollü bir programla çalışır. Numune ve referans malzeme arasındaki sıcaklık dengesindeki en ufak bir değişiklik kaydedilir. Aparatlar şekil 1.(a)'da şematik olarak gösterilmiştir, şekil 1.(b)'de de örnek bir ölçülmüş DSC eğrisi görülmektedir [8].

Numunede termik olaylar numunenin referans malzemesine bağlı olarak daha düşük veya daha yüksek enerji gösterip göstermemesine bağlı olan ya bir endotermik (ısı alıcı) veya ekzotermik (ısı verici) yönünde DSC sınır

çizgisinden sapmalar olarak gözükür. DSC de endotermik karşılık genellikle pozitif oluşum olarak gösterilir yani sınır çizgisinin üstündedir, ekzotermik karşılık ise negatif oluşum olarak gösterilir yani sınır çizgisinin altındadır [8].

### 3. ELEKTRİK DİRENCİ ÖLÇÜMÜ

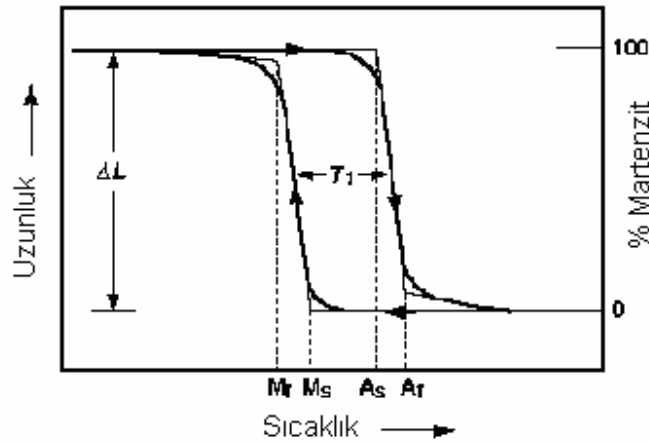
Bilindiği gibi metalik malzemelerde iç yapı değiştiğinde (alaşımlandırma, soğuk işlem, faz dönüşümü v.b.) malzemenin genellikle ısı ve elektrik iletkenliği değişir. Bu karakterizasyon yöntemi de numunenin ısıtılıp soğutulma sırasında elektrik direncinin ölçümü esasına dayanır. Şekil bellekli alaşımlarda meydana gelen ostenit → martenzit veya martenzit → ostenit dönüşüm sıcaklıklarında faz dönüşümü nedeniyle malzemenin elektrik direnci değişir ve ölçümlerde elektrik direnci bu dönüşüm sıcaklıklarında pikler gösterir. Bununla birlikte ölçülen faz değişiklikleri ile elektriksel dirençteki değişimler her zaman tutarlı olmamaktadır. Eğer malzeme dönüşüm sıcaklıkları arasında tekrarlı bir şekilde ısıtılıp soğutulursa elektrik direnç eğrilerinde büyük değişimler görülmektedir [6].



Şekil 2. Cu – 38.8 % Zn alaşımından termoelastik martenzit dönüşümünde elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi [16]

### 4. SABİT YÜK ALTINDA ISITIP SOĞUTMA

En çok kullanılan malzemenin mekanik karakterizasyon metodlarında biride malzemeye sabit bir yük altında dönüşüm sıcaklıklarını kapsayacak bir alanda ısıtma ve soğutma ile malzemedeki her iki yönde oluşan gerilmelerin kaydedilmesidir. Şekil 3'deki eğri bu test sayesinde ölçülmüş ve çizilmiştir. Bu deneyde elde edilen  $M_s$  ve  $A_f$  sıcaklıkları DSC taraması ile elde edilen değerlerden biraz daha yüksektir. Bunun nedeni, DSC taraması, gerilme uygulanmamış numunelerle yapılır, böylece gerilme altında martenzit oluşmamış olur, bilindiği üzere gerilme uygulanması ile dönüşüm sıcaklığı artmaktadır. Matrisin plastik deformasyonu martenzit oluşumuna etki eder. İç gerilmeler arttığı için martenzitin çekirdeklenmesi kolaylaşır. Bunun sonucu olarak plastik deformasyona uğrayan şekil bellekli alaşımlarda  $M_s$  yükselir [9].



**Şekil 3.** Sabit Yük Altındaki Bir Numunedeki Isıtma ve Soğutma Durumunda Tipik Dönüşüm-Sıcaklık Eğrisi. T: sıcaklık;  $T_1$ : dönüşüm histerезisi;  $M_s$ : martenzit başlangıcı;  $M_f$ : martenzit bitiş;  $A_s$ : ostenit başlangıcı;  $A_f$ : ostenit bitiş [6].

Bu deney, şekil belleği kullanarak mekanik çalışan cihaz yapımında tasarım aşamasında faydalı olabilecek kriterlerin belirlenmesini sağlar. Bu deneyin dezavantajı, deney numunelerinin yapımının zor oluşu ve deney sonuçlarının deney şartlarına oldukça duyarlı oluşudur [6].

## 5. TERMAL ÇEVİRİM SAYISI :

Çevrim sayısının bilinmesi kullanım alanına uygun şekil bellekli alaşımların seçilmesinde önemli bir kriterdir. Termal çevrim sayısı malzemeye uygulanan yük ve yük kaldırıldıktan sonra ısıtma ile şekil bellekli malzemenin eski haline gelme sayısıdır. Çevrim sayısı Çizelge 1’de de gösterildiği gibi uygulanan yük ve maksimum şekil değişimi miktarları ile doğrudan ilişkilidir.

ŞBA’lar mükemmel yorulma özelliğine sahiptirler. Örneğin; şekil bellekli alaşımlar klasik alaşımlardan 10 kat daha fazla periyodik şekil değişikliğine maruz kalabilir. Bununla beraber, eğer ölçü aleti gibi bir parça aşırı yüklenirse veya uzun periyotlar için alaşımların çalışma alanının dışındaki sıcaklıklara maruz kalırsa, metal termal veya mekanik yorulma ile hasara uğrayabilir veya metalin şekil bellek etkisi zayıflayabilir [2,10].

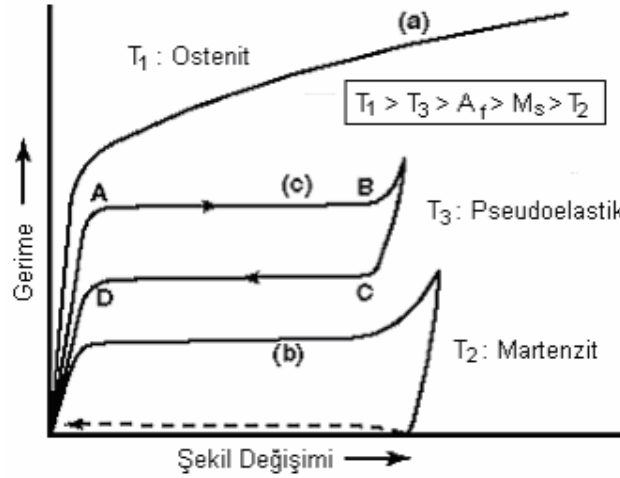
**Çizelge 1.** Ni-Ti ŞBA için tahmini çevrim sayısı ile müsaade edilen maksimum gerilim ve gerilme arasındaki ilişki [11].

Çevrim Sayısı	Maksimum Şekil Değişimi (%)	Maksimum Gerilme (MPa)
1	8	500
100	4	275
10 000	2	140
100 000 +	1	70

Termal çevrim sayısı dönüşüm sıcaklıklarını ve dolayısıyla da ŞBE’ni etkileyen bir faktördür.  $M_s$  artan termal çevrim sayısı ile artar. Yani  $M_s - M_f$  sıcaklık farkı, termal çevrim sayısının artması ile yükselir. Soğuk işlem sonrası dislokasyon yoğunluğu, termal çevrimin ihmal edilebilir etkisine çok fazla tesir eder. Dislokasyon yoğunluğundaki artış ile  $M_s$  azalmaktadır [12].

## 6. ÇEKME DENEYİ

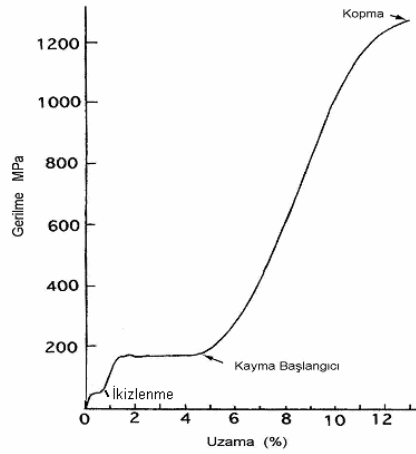
En son karakterizasyon metodu ise numuneye farklı sıcaklıklarda standart gerilme testinin uygulanmasıdır. Bu sayede ölçümü yapılan şekil bellekli alaşımların her iki fazdaki mekanik özellikleri belirlenerek kullanım alanlarına göre malzemenin seçimi yapılabilir [6].



**Şekil 4.** Dönüşüme bağlı farklı sıcaklıklardaki tipik gerilme - şekil değişimi eğrileri; (a) Ostenit, (b) Martenzit, (c) Pseudoelastik davranış. [6].

ŞBA'ların mekanik özellikleri dönüşüm sıcaklık alanı içindeki sıcaklıklar ile birlikte değişmektedir. Bu şekil 4'de gösterilen Ni-Ti alaşımının dönüşüm sıcaklığı alanı içindeki farklı sıcaklıklar için çizilen gerilme-şekil değiştirme eğrilerinde görülmektedir. Martenzit kolaylıkla deforme edilebilmekte ve düşük gerilmelerde yüksek şekil değişimleri göstermekte iken ostenit daha yüksek elastisite ve akma gerilmesine sahiptir. Martenzit eğrisi üzerindeki yukarı çıkan eğri, gerilme kalktıktan sonraki ısıtma sonucu görülür, numune şekil değiştirmeden önceki şeklini hatırlamıştır ve malzeme ostenite dönüşerek eski haline geri dönmüştür. Ostenit fazda ise şekil değiştirme ve sonraki ısıtmada böyle bir şekil geri dönüşü olmamıştır, çünkü faz değişimi yoktur. Şekil bellekli alaşımlarda gerilme - uzama davranışında en ilginç olayı şekil 4(c) gösterir. Burada malzeme, dönüşüm sıcaklığının üzerinde bir sıcaklıkta test edilmiştir. Bu sıcaklıkta gerilmeden dolayı martenzit vardır. AB hattında görüldüğü gibi malzeme sabit gerilme altında uzamaktadır. Yükün kaldırılması üzerine (CD hattında görüldüğü gibi) malzeme daha düşük gerilmede ostenite döner ve şeklin geri dönüşü olur. Bu olay ısıtma uygulanması üzerine değil, gerilmedeki düşüş üzerine olur. Malzemenin tamamen elastik davrandığı bu olay yalancı elastiklik (pseudoelastisite) olarak bilinir [6].

Saburi T. tarafından Ti-Ni alaşımlarında yapılan çalışmaya göre, eş atomlu Ti-Ni alaşımlarının çekme deneyi süresiz akma ve büyük Lüders uzamaları ile karakterize edilmektedir. Şekil 5 Ti-at. % 50 Ni içeren alaşımın gerilme-uzama eğrisini göstermektedir. İncelenen numune, 303 K de soğuk deformasyon işlemi takiben 673 K sıcaklıkta tavlannmıştır. Bu sıcaklık  $A_f$  (316 K) sıcaklığının altında  $M_s$  (246 K) sıcaklığının da üzerinde bir sıcaklıktır, bu nedenle yapı deneyler sırasında tamamen R-fazındadır. Malzemeye gerilme uygulandığında ilk akma, R fazı varyantlarının düzenlenmesi için gerekli deformasyonun başlangıcı olan  $Y_R$  noktasında görülür.  $Y_R$  noktasına kadar martenzitin tamamı ikizlerden oluşmaktadır. Varyantların düzenlenmesinin sağlandığı bu ilk adımda % 0,8'lik bir uzama görülür. Bu akma noktasından itibaren ikizlenme bozulmaya başlar, son yıllarda yapılan çalışmalara göre ikizlenmenin bozulması iki farklı isimle tanımlanmaktadır [13,14]. Bunlar domino ve tetiklenmiş ikizlenme bozulmasıdır. Domino tipinde sabit yük altında ikizlenme bozulması kendi kendine oluşur. Tetiklenmiş ikizlenme bozulmasında dışarıdan yük uygulanması ile ikizlenmede bozulma meydana gelir. İkinci akma ise,  $Y_M$  noktasında görülür, bu noktada R-fazından gerilmeye bağlı olarak B19' martenziti oluşmaya başlar. Bu aşamada malzemedeki uzama miktarı % 5'i bulmaktadır. Bundan sonra yük artırıldığında gerilme hızla artar ve kayma deformasyonu oluşur. Kayma ile ikizlenmedeki bozulma miktarı artmaya başlar, bozulma tamamen gerçekleştiikten sonraki adımda dislokasyonlar oluşur. Son adımda malzeme yaklaşık % 15'lik uzamaya eriştiğinde kopma meydana gelir. Eğer, deney sıcaklığı  $M_f$  sıcaklığının altında ise ilk adımdaki akma görülmez, çünkü sistemde R-fazı yoktur. Bu durumda B19' martenzitleri varyantlarının düzenlenmesine bağlı olarak büyük bir adım görülür. Eğer deney sıcaklığı  $R_s$ 'nin üzerinde ise kayma başlamadan önce gerilmeye bağlı olarak B19' martenzitleri görülür [14].



Şekil 5. Ti-at %50 Ni alaşımlı telin gerilme-uzama diyagramı [15].

## KAYNAKLAR

- [1] Hansen J., 1988, "Shape Memory Alloys", Material Science (Çev. Görgülü F., "Hatırlayan Metaller" Bilim Teknik Dergisi)
- [2] Noyan E., 1990, "Shape Memory Alloy Design", Doctor Of Philosophy Thesis, Middle East Technical University.
- [3] Tadaki T., Otsuka K., Shimizu K., 1988, "Shape Memory Alloys", Material Science, v 18, pp 25-45.
- [4] Brinson L.C., Lammering R., 1993, "Finite Element Analysis of The Behavior of Shape Memory Alloys and Their Applications", International Journal of Solids and Structures, v 30 (23), pp. 3261-3280.
- [5] Erhard E., Erhard K., 1993, "Characterization of Shape Memory Alloys by Hardness Indentations", Praktische Metallographie, v. 30 (10), pp. 507-518.
- [6] Hodgson D.E., Wu M.H. ve Biermann R.J., "Shape Memory Alloys", Metals Handbook, Vol.2., 10th Edition
- [7] Sichina, W.J., "DSC Characterization of Shape Memory Metal Alloys", Perkin Elmer Instruments
- [8] Brown, M.E., 2001, "Introduction to Thermal Analysis Techniques and Applications", Second Edition, Kluwer Academic Publisher.
- [9] Geçkinli A.E., 1992, "Martenzitik Dönüşümler", Faz Dönüşümleri (Ders Notu), İ.T.Ü. Kimya-Metalurji Fakültesi, Sf. 54 -59.
- [10] Selimbeyoğlu E., 1992, "Design of Shape Memory Alloys Actuators", Doctor of Philosophy Thesis, Middle East Technical University.
- [11] Akdoğan, A., Nurveren, K., 2003, "Şekil Hafızalı Alaşımlar" Mühendis Ve Makina, Haziran 2003, Sayı 521
- [12] Zeren A., Zeren M., 1991, "Biçim Bellekli Malzemeler", Uludağ Üniversitesi Balıkesir Mühendislik Fakültesi II. Balıkesir Mühendislik Sempozyumu.
- [13] Liu Yong, "Detwinning process and its anisotropy in shape memory alloys", Smart Materials, Proceedings of SPIE, Vol. 4234, pp 82-93, 2001
- [14] Baksan B., 2004, "Bakır Alüminyum Alaşımlarından Hızlı Soğutma Yöntemi ile Şekil Bellekli Malzeme Üretimi", Doktora Tezi, Osmangazi Üniversitesi, Eskişehir
- [15] Saburi T. "Ti-Ni Shape Memory Alloys" Shape Memory Materials, Cambridge University Pres, 1999, Ch.3, pp 49-96
- [16] Wechsler M.S., Lieberman D.S. and Read T.A., "On The Theory of The Formation of Martensite" J.Metals, **197** (1953) 1503-1515, *Trans. AIME*,