

Cu-13Al-4Ni Şekil Hatırlama Alaşımında Çekme Gerilmesinin Mikro Yapıya Etkileri

Ş.Nevin BALO, Mehmet CEYLAN

Fırat Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü, 23119, Elazığ
nbalo@firat.edu.tr

(Geliş/Received: 08.06.2018; Kabul/Accepted: 23.07.2018)

Özet

Bu çalışmada Cu-13Al-4Ni (% ağırlıkça) şekil hatırlama alaşımı kullanıldı. Çekme testi için hazırlanan alaşım numunelerine 63.21 kg/mm², 68.9 kg/mm² ve 71.8 kg/mm²lik çekme gerimesi uygulandı. Gerilmenin etkisi metalografik gözlemler, X-ışını ve DSC (Diferansiyel Tarama Kalorimetresi) ölçümleri ile incelendi. Metalografik gözlemler ile martensit plakaları ve oluşumları belirlendi. X-ışını analizleri ile çekme gerilmesine bağlı olarak meydana gelen düzlemler analiz edildi. Termal ölçümler ile çekme geriliminin karakteristik dönüşümün sıcaklıkları üzerindeki etkisi incelendi.

Anahtar Kelimeler: Şekil hatırlamalı alaşım, Germe zoru, Mikro yapı

Effect to Microstructure of Tensile Stress in Cu-13Al-4Ni Shape Memory Alloy

Abstract

In this study Cu-13Al-4Ni (% wt) shape memory alloy was used. Tensile strain was applied of 63.21 kg / mm², 68.9 kg / mm² and 71.8 kg / mm² to the samples prepared for tensile test from the Cu-13Al-4Ni shape memory alloy. Tensile strain effect was investigated by metallographic observations, X-ray and DSC (Differential Scanning Calorimetry) measurements. The accuration of martensite plates were determined by metallographic observations. The diffraction planes which were depend on stress-strain was analysed by X-ray measurements. The effect of stress-strain on characteristic transformation temperatures was determined by thermal measurements.

Keywords: Shape memory alloy, Tensile strain, Microstructure

1.Giriş

Martensitik faz dönüşümü, numunenin sıcaklığının düşürülmesi veya austenit yapıya uygulanan zor ile yada her iki faktörün birlikte uygulanmasıyla meydana gelir.

B2 (CsCl) veya DO₃ (Fe₃Al) düzenli ana faz soğutulduğunda martensit dönüşümü sonucunda oluşan katmanlı yapılar birbiriyle ikiz ilişkili plakalar şeklinde düzenlenir. Şekil değişiklikleri ikiz ara yüzeylerinin hareketi sonucunda olduğundan dolayı, ısıtıldığında ana faza dönüşen numune ilk şeklini alır. Bu olaya şekil hatırlama olayı denir. Şekil hatırlama olayı genellikle soy metal bakır bazlı alaşımlarda gözlenir [1].

Şekil hatırlamalı alaşımların termoelastik martensitik dönüşümü ile bütünleştiği ifade

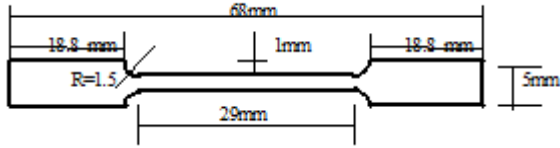
edilebilir. Şekil hatırlamalı alaşımlar, ısıtıldığında önceden belirlenmiş şekle geri dönebilme kabiliyetine sahip yeni malzemelerdir [2]. Bu alaşımlar kritik bir dönüşüm sıcaklığının altında ve üstünde iki ayrı şekil gösterirler. Kritik sıcaklığın altında martensit yapı oluşmaya başlar ve sıcaklık düşüşüyle büyür. Sıcaklık yükseldiğinde martensit yapı küçülür ve kaybolur [3]. Ayrıca şekil hatırlama etkisi ve süper elastiklik ile karakterize edilen akıllı fonksiyonel malzemelerin bir türü olan şekil hatırlamalı alaşımlar askeri ve sivil alanlarda yaygın olarak uygulanmaktadır. Seksen yıldan fazla bir süredir araştırmacılar ve mühendislerden büyük ilgi görmektedir. Bilhassa zor-zorlanma eğrisinde histerisis genişliği veya histerisis alanı şekil hatırlama alaşımlarının enerji absorpsiyonu, sismik

koruma yapıları veya bileşenleri için umut vericidir [4]. Bu malzemeler, benzersiz özelliklerinden dolayı en önemli mühendislik problemlerine standart dışı çözümler bulmayı mümkün kılar. Şekil hatırlama alaşımlarının uygulama alanları çok çeşitlidir ve sürekli olarak genişlemektedir. Bunlar uzay teknolojisi, tıp, robotik, elektrik mühendisliği gibi alanları içermektedir [5].

Bu çalışmada Cu-13Al-4Ni (% ağırlıkça) şekil hatırlama alaşımının farklı büyüklüklerde uygulanan çekme gerilmesi karşısında şekil hatırlama özelliği ve mikro yapı üzerindeki etkileri incelendi.

2. Materyal ve Metot

Cu-13Al-4Ni (% ağırlıkça) şekil hatırlama alaşımı Fransa'dan TREFIMETAUX Centre de Recherche'den temin edildi. Alaşım 8mm eninde 1mm kalınlığında 200 mm uzunluğunda plakalar şeklindedir. Çekme deneyi için standarda uygun üç parça hazırlandı.



Şekil 1. Alaşım numunesinden hazırlanan çekme deneyi parçası.

Alaşım numunelerinden hazırlanan parçalar üzerine çekme deneyi yapmadan önce ısıtım işlemi yapıldı. β -faz bölgesinde (920 °C de) 20 dakika süreyle tavlanan numuneler β -tipi martensit yapıya dönüşümün sağlanması için tuzlu-buzlu suya atılarak ani soğutuldu. Isıtım işlemli numunelerin çekme deneyinde HOUNSFIELD makinası kullanıldı.

Metaloğrafik gözlemler için ısıtım işlemli, çekme gerilmesi uygulanmamış ve uygulanmış parçalar soğuk kalıplama yöntemiyle poliestere gömüldü. Parlatma işlemi yapıldıktan sonra numunelere, (5gr Fe₃Cl-95ml Etanol-2mlHCl) dağlama reaktifi ile kimyasal dağlama yapıldı. Metalografik gözlemler için PME OLYMPUS optik mikroskobu kullanıldı.

Çekme gerilmesinin etkisini incelemek için X-ışını parça difraksiyonu alındı. X-ışını difraksiyon analizi için Philips (PW 1352/20)

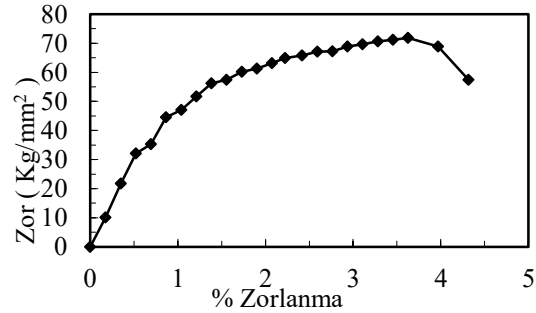
difraktometresi kullanıldı. Analiz için Co-K α radyasyonu kullanılmış olup, ışının dalga boyu 1.788965 Å dur. Alınan difraktogramlar için difraktometrenin tarama hızı 1 °/dakikadır.

Numunelerin ters dönüşüm sıcaklıklarını tayin etmek için SHIMADZU DSC-50 termal analizörü kullanıldı. Bu ölçümlerde ısıtım hızı 5 °/dk olarak seçildi.

3. Sonuçlar

3.1. Çekme gerilmesi ölçümleri

Isıtım işlemli alaşım numunelerine ait bir parça HOUNSFIELD makinasında çekilerek koparıldı. Çekilen boy 29 mm, çekme hızı 5 mm/dk dır. 32.1 kg/mm² de akma göstermiştir. Çekilen parça 71.8 kg/mm² ye kadar yüklenmiştir. Bu noktadan 57.4 kg/mm² ye ani düşüş göstermiştir. 71.8 kg/mm² de zorlanma % 3.62 dir. Bu noktadan 57.4 kg/mm² ye yük düşüşü gözlenirken zorlanma % 4.31 olmuştur. Alaşıma ait zor-zorlanma eğrisi Şekil 2 de verilmiştir. Elde edilen eğri literatürle uyum içerisindedir [6]. Diğer iki parçaya sırasıyla 63.21 kg/mm², 68.9 kg/mm² lik çekme zoru uygulandı.



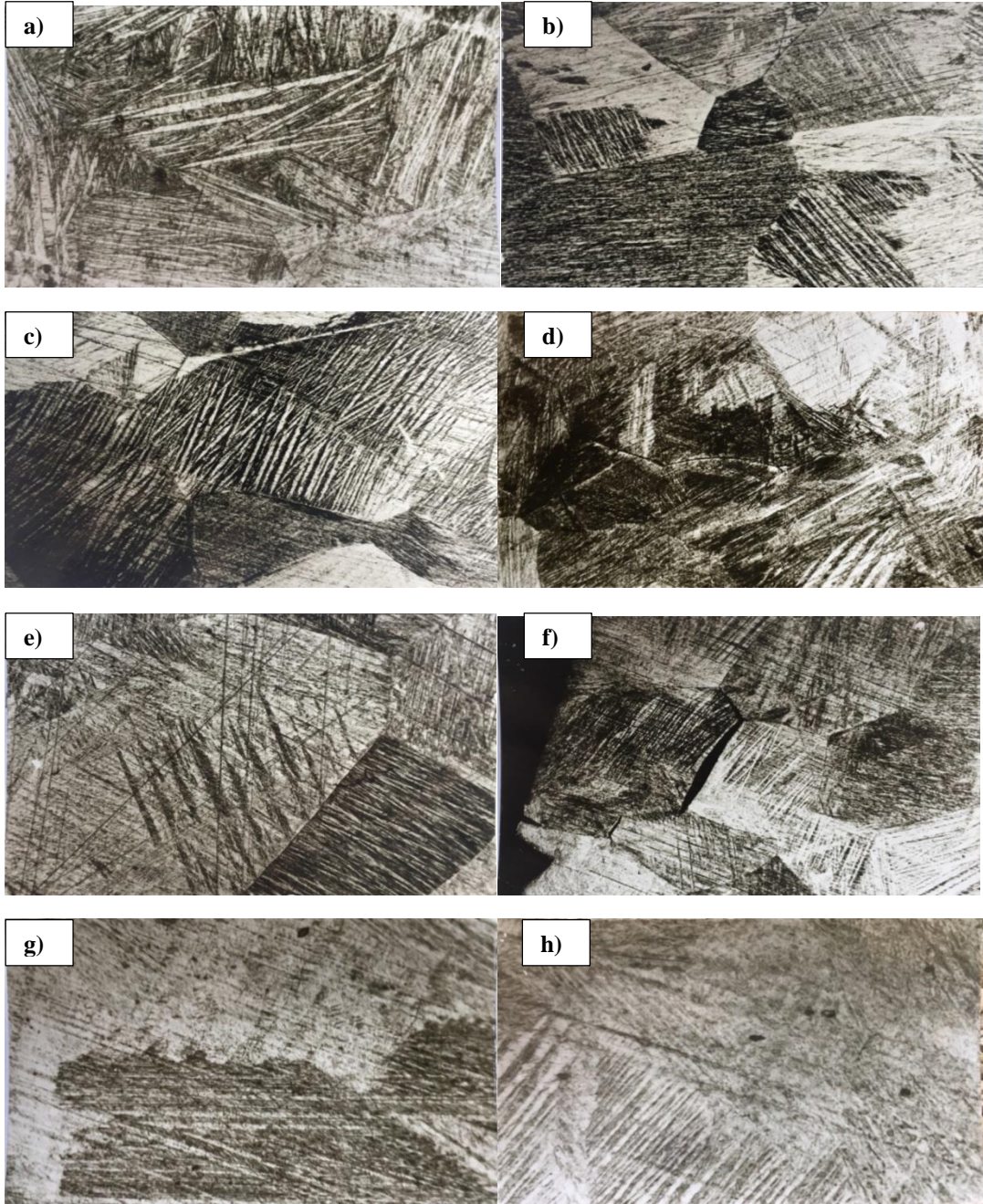
Şekil 2. Cu-13Al-4Ni alaşımının zor-zorlanma eğrisi.

3.2. Optik incelemeler

Cu-13Al-4Ni (% ağırlıkça) alaşım numunesine ısıtım işlemi uygulandıktan sonra çekilen yüzey fotoğrafı Şekil 3.a da verilmiştir. Fotoğraftan görüldüğü gibi alaşım numunesi oda sıcaklığında martensit fazdadır. 63.21 kg/mm² lik çekme zoru (gerilmesi) uygulanan numunenin yüzey fotoğrafında (Şekil 3.b ve c) açık renkli bölgelerde zor ile martensite dönüşmüş ve dönüşmemiş bölgeler, çökeltiler

ayrıca tane sınırlarında çatlaklar görülmektedir. Aynı görüntüler 68.9 kg/mm² çekme zoru uygulanan numunenin yüzey fotoğraflarında da görülüyor (Şekil 3.d ve e). 71.8 kg/mm² lik çekme zoru altında koparılan numunenin kırık yüzeyinden çekilen yüzey fotoğrafı Şekil 3.f ise

kopma tane sınırlarından ayrılarak gerçekleşmiştir. Zor etkisiyle oluşan martensitler ikizlenerek dönüşmüşlerdir. Ayrıca zora bağlı olarak çökeltiller meydana gelmiştir (Şekil 3.g ve h).



Şekil 3. Alaşım numunesinin yüzey fotoğrafları **a-**) Isıl işlem, x 200 **b-c-**) 63.21 kg/mm², x 50 **d-**) 63.21 kg/mm², x 50 **e-**) 63.21 kg/mm², x 100 **f-**) 71.8 kg/mm², x 50 **g-**) 71.8 kg/mm², x 200 **h-**) 71.8 kg/mm², x 500 lik zor uygulandıktan sonra.

3.3. X-Işını difraksiyon analizi

Isıl işlemlerle alaşım numunelerinden birine zor uygulamadan diğerlerine farklı çekme zorları uygulandıktan sonra X- ışını difraktogramları alındı. Bu difraktogramlar Şekil 4 de verilmiştir. Isıl işlemlerle homojen numune oda sıcaklığında tamamen 18R martensit yapıdadır. Diğer homojen parçalara uygulanan farklı çekme zorları sadece yeni piklerin ortaya çıkmasına sebep olmuştur. Uygulanan zorlar yapı içinde yeni bir oluşum meydana getirmiştir.

Tablo 1'e bakılacak olursa örgü parametrelerinde büyük bir değişiklik yoktur. a/b oranı homojen parçada ve homojenleştirildikten sonra zor uygulanmış parçalarda $\sqrt{3}/2$ den küçüktür. Buradan şu sonuca varabiliriz, oda sıcaklığında alaşım numunesine uygulanan çekme zorları numunenin martensit yapısını bozmamıştır.

Bakır bazlı alaşımlarda martensit (110)_β taban düzlemi üzerine kurulur. Taban düzlemin aynı büyüklükte atomlardan oluşması halinde, taban düzlem eşkenar bir üçgen iç açısı biçiminde olur. Bu nedenle temel düzlemdeki örgü parametrelerinin a/b oranı 18R martensiti için $\sqrt{3}/2$, 9R martensiti için $\sqrt{3}$ olur. Taban düzlemin farklı büyüklükte atomlardan oluşması halinde a/b oranı 18R martensiti için $\sqrt{3}/2$ den, 9R martensiti için $\sqrt{3}$ den küçük olur [7].

Şekil 4 de görüldüğü gibi uygulanan zorun büyüklüğüne göre var olan piklerin şiddetleri artarken aynı zamanda yapı içerisinde yeni difraksiyon veren düzlemlerde ortaya çıkmıştır. Bunun yanı sıra (320) (130) (226) (137) pikinin yok olduğu görülmektedir.

Tablo 1. Cu-13Al-4Ni alaşım numunelerinin X-ışını parça difraktogramlarından hesaplanan 18R martensit yapının örgü parametreleri

Zor (kg/mm ²)	18R Yapı
-----	a = 4.43 Å b=5.30 Å c= 38.14 Å β = 89.24°
63.21	a = 4.41 Å b=5.28 Å c= 38.06 Å β = 89.65°
68.9	a = 4.43 Å b=5.32 Å c= 38.06 Å β = 87.60°
71.8	a = 4.43 Å b=5.29 Å c= 38.10 Å β = 89.00°

3.4. Diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ölçümleri

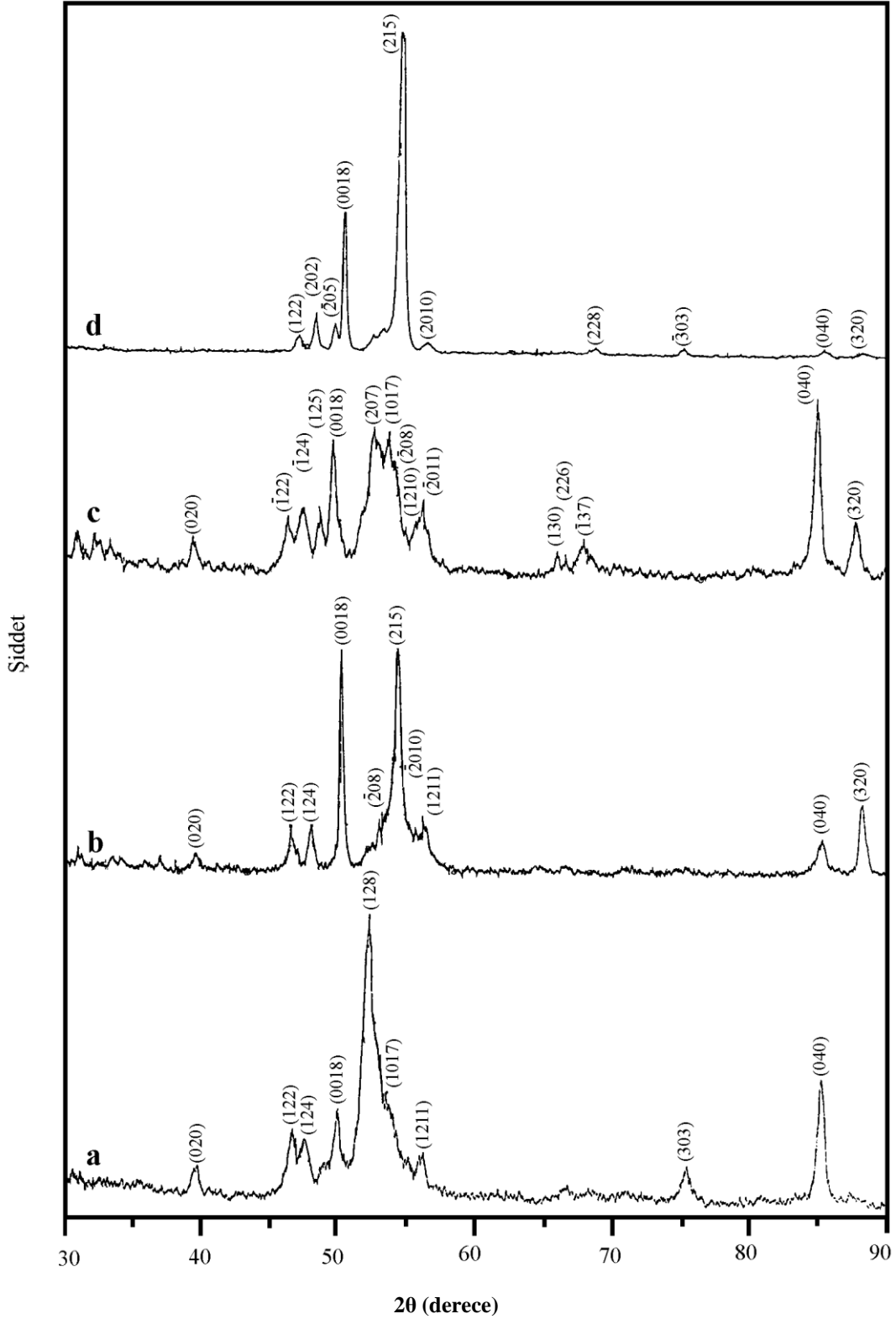
Isıl işlemlerle CuAlNi (% ağırlıkça) alaşım numunesinin DSC eğrisi Şekil.5.a da görülmektedir. Homojen numunenin ters dönüşüm sıcaklıkları A_s ve A_f sırasıyla 155 °C ve 188 °C dir. Isıl işlemlerle diğer alaşım numunelerine çekme testi uygulandı. Bunlara ait DSC eğrileri Şekil.5.b-c ve d görülmektedir. Uygulanan zor ile ters dönüşüm sıcaklıkları artmıştır. Ters dönüşüm sıcaklıklarındaki bu artışın germe zoru ile arttığı ayrıca kopan numunede ana fazın bozulmadığı ve ters dönüşüm sıcaklıklarının A_s ve A_f sırasıyla 165 °C ve 213.1 °C olduğu Şekil 5.d de görülmektedir.

Zor değeri yükselirse, daha fazla kusurlar ortaya çıkar ve M_s ve A_f sıcaklıkları artar. Ancak bu artış aldatıcıdır. Bunun nedeni numunenin, kararlı martensitin büyük miktarını ihtiva etmesidir. Yeniden dönüşebilen martensit fazı ara yüzey büyümesi ile martensit plakalarının kaybolması arasındaki sürtünme kuvvetleri nedeniyle ortaya çıkan dislokasyon dizilerini yenmelidir. Bu işlem dislokasyonların bir zor eksenine ile ilişkili tercihlili bir yönelime kendiliklerinden uyum sağladıkları zaman plakalar arasındaki etkileşimlerde de geçerlidir [8,9].

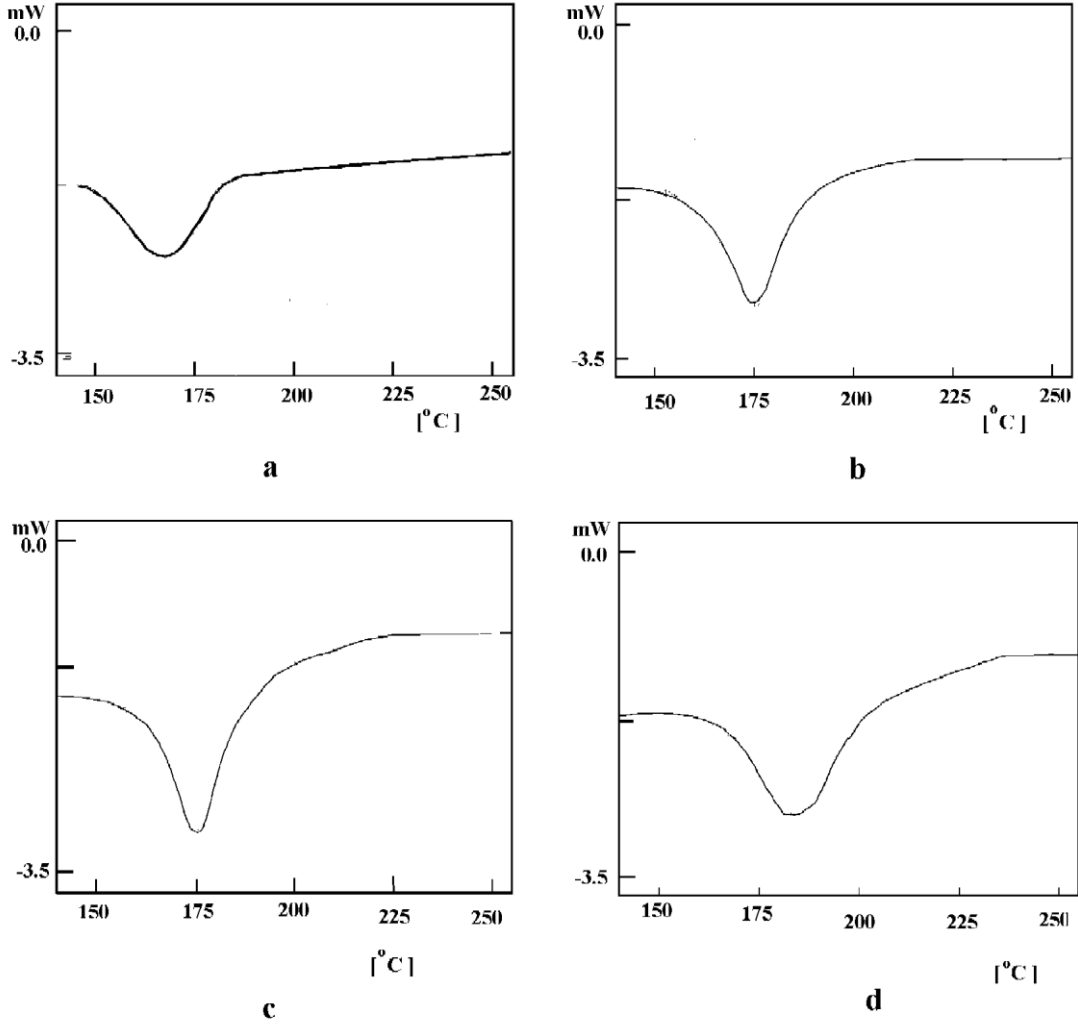
Bu gerçekler ters dönüşüm sıcaklık artışını da beraberinde getirir. Daha yüksek histerisis sıcaklık değerleri büyük zor seviyelerinde elde edilir ve bu dönüşümdeki sürtünme enerjisinin büyük olabileceğini gösterir [9].

4. Tartışma

Çekme gerilmesi uygulanan alaşım numunelerinin optik mikroskop fotoğraflarında zor etkisiyle oluşan çökelti fazları görülmektedir. Ayrıca uygulanan zorun büyüklüğüne bağlı olarak meydana gelen kopma ve kırılmaların gevrek kırılma ve tane sınırı kopması olduğu belirlendi.



Şekil 4. X-ışını parça difraktogramları a-) Isıl işlem, b-) 63.21 kg/mm², c-) 68.9 kg/mm², d-) 71.8 kg/mm² lik çekme zoru uygulandıktan sonra.



Şekil.5. Farklı büyüklüklerde çekme zoru uygulanan alaşım numunelerinin diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) eğrileri **a-** Isıl işlem, **b-** 63.21 kg/mm², **c-** 68.9 kg/mm², **d-** 71.8 kg/mm² lik çekme zoru uygulandıktan sonra.

Cu-13Al-4Ni (% ağırlıkça) alaşım numunesi homojenleştirildikten sonra elde edilen difraktogramdaki difraksiyon pikleri indislendiğinde numunenin süper örgü yansıması gösterdiği ve bu alaşımın, martensit fazının 18R kristal yapısında olduğu belirlendi. Bu sonuçtan, numunenin ana fazdan martensit faza dönüşümünün $DO_3 \rightarrow M18R$ şeklinde olduğu sonucuna varıldı. Bu sonuç literatürlerle uyum içindedir [10].

Homojen alaşım numunelerinden alınan X-ışını parça difraktogramlarından M18R monoklinik yapının örgü parametreleri Tablo 1

de verilmiştir. Bu sonuçlardan alaşım için a/b oranı, $\sqrt{3}/2$ den küçük çıkmaktadır. β -faz alaşımlarında martensit faz için a/b oranının $\sqrt{3}/2$ den küçük olması ve piklerin ayrı ayrı çıkması düzenliliğin bir ölçüsüdür [7,11]. Elde edilen bu sonuçlardan alaşımların martensit fazda ve dolayısıyla austenit fazda da düzenli bir kristal yapıya sahip oldukları belirlendi [7].

Ayrıca β açısı 90° den küçük çıkmıştır. Buradan da alaşımların ortorombik distorsiyona uğramadığı anlaşıldı.

Cu-13Al-4Ni (% ağırlıkça) alaşım numunelerine ait homojen parçalara farklı

büyükliklerde çekme zoru uygulandığında 18R martensit yapısına ait X-ışını parça difraktoğramında yeni piklerin meydana geldiği görülmektedir. Alaşım numunelerine uygulanan farklı büyüklükteki çekme zorlarının a/b oranını değiştirmedeği belirlendi. Alaşım için $T < A_s$ sıcaklığında uygulanan farklı büyüklükteki çekme zorlarının alaşımların ana fazını dolayısıyla martensit fazlarını bozmadığı belirlendi.

Martensit fazda bulunan alaşım numunelerine dışarıdan uygulanan zorların ters dönüşüm sıcaklıklarını yükselttiği belirlendi.

Cu-13Al-4Ni (% ağırlıkça) alaşım numunelerine $T < A_s$ sıcaklığında farklı büyüklükte uygulanan çekme zorlarından sonra alınan DSC eğrileri Şekil 5 de görüldüğü gibi kopan numunede dahi ters dönüşüm sıcaklıkları varlığını korumaktadır. Ters dönüşüm sıcaklıkları endotermik bir reaksiyonla olmaktadır. Elde edilen bu sonuçlardan $T < A_s$ sıcaklığında bu numunelere uygulanan çekme zorlarının şekil hatırlama özelliğini kaybettirmediği ve elastik özellik sergilediği belirlendi. $T < A_s$ sıcaklığında numuneyi deforme edip yüksek bir sıcaklığa ısıtma ile numune deformasyon öncesi şeklini alır. $T < A_s$ sıcaklığında zorun ortadan kaldırılması durumunda numune elastik olarak kendine gelir fakat zorlanma ilk haline geri dönemez. Bu sonuç literatürlerle uyum içerisindedir [12,13]. Alaşıma uygulanan çekme zorlarında ters dönüşüm sıcaklığı varlığını koruyarak elastik davranışın sergilendiği belirlendi.

5. Kaynaklar

1. Shimizu, K., ve Tadaki, T., (1984). Shape Memory Alloys Edited By Funakubo, H., Gordon and Breach Science Publishers, pp.1
2. Parveen Kumar, Sindhu Kumar., (2014). National Conference on Synergetic Trends in Engineering and Technology (STET-2014) International Journal of Engineering and Technical Research ISSN: 2321-0869, Special Issue
3. Adıgüzel, O. ve Ceylan, M., (1988). Shape Memory Phenomena in Noble Metal Copper Based Alloys. J. Inst. Sci. Techn. Gazi Üniv. , **1(1)**: 35-41
4. Huadong Fu , Sheng Xu, Huimin Zhao, Hongbiao Dong, Jianxin Xie.,(2017). Cyclic stress-strain response of directionally solidified polycrystalline Cu-Al-Ni shape memory alloys. Journal of Alloys and Compounds **714**: 154-159
5. Shelyakov, A V., Sitnikov, N N., Sheyfer. D V., Borodako, K A., Menushenkov. A P., Fominski, V Yu., (2015). The formation of the two-way shape memory effect in rapidly quenched TiNiCu alloy under laser radiation Smart Mater. Struct. **24**: 115031 1-7
6. Qingfu, C. , Hurtado, I., Stalmans, R. ve Van Humbeeck, J., (1995). Stabilisation of Martensite Duering Training of Cu-Al-Ni Single Crystals Journal De Physique IV Colloque C2,5, 181-186
7. Xuan, Q., Bohong, J. Hsu, T. Y., (1987). The Effect of Martensite Ordewring on Shape Memory Effect İn a Copper-Zinc-Aluminium Alloy. Meterials Scienc and Engineering, **93**: 203-211
8. Delaey, L., Krishnan, R.V., Tas, H. ve Warlimont, H., (1974). Thermoelasticity, Pseudoelasticity and the Memory Effects associated with Martensitic Transformations, Part1, Journal Of Materials Science, **9**: 1521-1535
9. Gil, F. J ve Guilemany, J. M., (1991). The Influence of Stress-Stabilized Martensite on the Martensitic Transformation in Cu-18.10Zn-7.44Al Shape-Memory Single Crystals by Compression Tests. Journal Of Materials Science letters, **10** :1016-1018
10. Morris, M.A., ve Lipe, T., (1994) Microstructural Influence of Mn Additions on Thermoelastic and Pseudoelastic Properties of Cu-Al-Ni Alloys. Acta Metall., 42, 5, 1583-1594
11. Adıgüzel, O., (1989). Observation of Agening Effect in a Shape Memory CuZnAl Alloy Turkish Journal of Physics, **13**: 171-179
12. Barret, C.S. ve Massalski, T.B. (1982). Structure of Metals, Pergaman Press, Oxford.
13. Wayman, C. M. ve Duering, T.W., (1990). An Introduction to Martensite and Shape Memory. Engineering Aspects of Shape Memory Alloys Edited By DUERING, T. W., MELTON, K. N., STOCKEL, D. And WAYMAN, CMS Butter worth - Heinemann Ltd.