



TiNi Akıllı Alaşımlarında Faz Dönüşümleri ve Aktivasyon Enerjilerinin Belirlenmesi

Emre ACAR^{1, *}

¹Uçak Mühendisliği Bölümü, Erciyes Üniversitesi 38039 Melikgazi/KAYSERİ

Başvuru: 19/05/2016 Düzeltme: 12/06/2016 Kabul: 16/06/2016

ÖZET

Bu çalışmada $Ti_{50,1}Ni_{49,9}$ (% at.) şekil hafızalı alaşımının değişik ısıtma/soğutma hızlarında katı faz dönüşümü özellikleri Dynamic Scanning Calorimetry tekniği yardımıyla incelenmiş ve ısıtma/soğutma hızının faz dönüşüm sıcaklıkları, histerezis gibi özellikler üzerindeki etkileri incelenmiştir. Farklı ısıtma/soğutma hızlarında yapılan ısı çevrimler yardımı ile aktivasyon enerjileri Kissinger ve Ozawa metodlarına göre hesaplanmıştır. Ayrıca, ısı çevrimler 5 defa tekrarlanmış ve çevrim sayısının da bu özelliklere etkisi çalışılmıştır. Faz dönüşüm sıcaklıklarının ve ısı histerezis değerlerinin çevrim sayısının artması ile düştüğü, bununla beraber histerezis değerlerinin ısıtma/soğutma hızı ile arttığı belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Faz Dönüşümü, Şekil Hafızalı Alaşımlar, TiNi, Aktivasyon Enerjisi, Histerezis

The Determination of the Phase Transformations and the Activation Energies in TiNi Smart Alloys

ABSTRACT

In this study, the phase transformation characteristics of a $Ti_{50,1}Ni_{49,9}$ (% at.) alloy were investigated through Dynamic Scanning Calorimetry technique with various heating/cooling rates and the effects of the heating/cooling rates on properties such as phase transformation temperatures and hysteresis were studied. Activation energies of the transformations completed with different heating/cooling rates were calculated using Kissinger and Ozawa methods. On the other hand, the thermal cycles were repeated 5 times to track the possible effects of cycling on the properties. It was found that the transformation temperatures decreased with cycling while the thermal hysteresis increased with the heating/cooling rate.

Keywords: Phase Transformation, Shape Memory Alloys, TiNi, Activation Energy, Hysteresis

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Şekil hafızalı alaşımlar (ŞHA), termo-elastik martenzitik faz dönüşümü sayesinde şekil hafıza etkisi (shape memory effect) ve süperelastisite (superelasticity/psuedoelasticity) gibi alışılmamış özelliklerinden dolayı geleneksel malzemelere kıyasla daha ilginç malzemelerdir [1]. Şekil hafıza etkisi deformasyondan sonra oluşan şekil değişiminin ısıtma yardımıyla geri kazanılması olarak açıklanırken

süperelastisite ise belli sıcaklıklar üzerindeki deformasyonun uygulanan yükün kaldırılması ile geri kazanılması olarak tanımlanabilir. Havacılık, biyomedikal, otomobil, elektronik, inşaat başta olmak üzere çeşitli endüstri dalları için ümit verici kullanılma potansiyelinden dolayı şekil hafızalı alaşımların özellikleri son çeyrek asırda araştırmacılar tarafından yoğun olarak incelenmiştir [2].

*İletişim yazarı, e-mail: emreacar@erciyes.edu.tr

Şekil hafızalı alaşımlar şekil hafıza etkisi ve süperelastisite gibi özelliklerinden dolayı yukarıda sayılan alanlarda aktüatör, sızdırmazlık elemanları, kaplin, ameliyat malzemeleri, valf, sensör olmak üzere daha birçok uygulama için kullanılabilir [2]. Bunların yanında bu alaşımların en önemli özelliklerinden bir tanesi de enerji sönümlenme özellikleridir. Enerji sönümlenme özelliği basitçe şekil hafızalı alaşımların faz dönüşümü sırasında çevrelerinden aldığı ve ısıya çevirdiği enerji olarak tanımlanabilir. Bu özellik malzemenin iç yapısında meydana gelen martenzit-östenit katı faz dönüşümünden kaynaklanan iç sürtünme kaynaklıdır. Enerji sönümlenme özelliği inşaat alanında, köprü ve binalarda şok dalgalarının emilmesi ve deprem etkilerinin azaltılması amacıyla çok yararlı bir hale getirilebilir [3].

Şekil hafızalı alaşımlar içinde eş atomlu TiNi (Ti₅₀-Ni₅₀) ya da kimyasal kompozisyonu eş atomlu alaşımlara yakın malzemeler üstün mekanik ve fiziksel özelliklerinden dolayı pratik uygulamalarda kullanıma potansiyeli en yüksek olan alaşım sistemleridir [1]. Bundan dolayı araştırmacılar ve endüstri tarafından yakından takip edilmektedir. Bu alaşımların birçok mekanik özelliği günümüze kadar araştırılmış ve rapor edilmiştir [2]. Üretim tekniklerinin TiNi alaşımlarında tekstür oluşturduğu saptanmış ve oluşan bu tekstür yönelimlerinin mekanik özellikler üzerindeki etkileri araştırılmıştır [4]. Tek kristal halinde alaşımlar üretilmiş ve kristal yöneliminin alaşımların fonksiyonel özellikleri üzerindeki etkileri ortaya çıkarılmıştır [5].

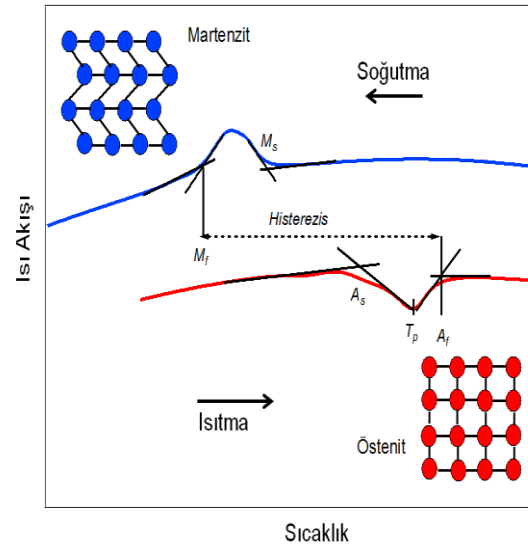
Yönelim ve mekanik özellik ilişkilerinin yanında birçok çalışma tek ve çok kristalli alaşımların özelliklerinin yaşlandırma ile nasıl değiştiği, ısı ve mekanik çevrimlerin mekanik özellikler üzerindeki etkileri [6,7] ve mekanik özelliklerin basma-çekme asimetrisi üzerine yoğunlaşmıştır [8]. Yapılan bu çalışmaların büyük bir çoğunluğunda şekil hafıza etkisi ve süperelastik etki üzerinde durulmuştur. Bu iki özellik dışında şekil hafızalı alaşımların iç özelliklerinden biri olan ısı aktivasyon enerjisi de üzerinde durulması yararlı olacak olan bir özelliktir [9].

Isıl aktivasyon enerjisi malzemelerin faz dönüşümü sırasında ihtiyacı olan enerji olarak tanımlanabilir. Bu enerjinin hesaplanma yöntemi daha önce Kissinger ve Ozawa tarafından literatüre kazandırılmıştır [10,11]. Faz dönüşüm sıcaklıklarının malzeme ısıtma hızı ile değişiklik göstermesi esas alınarak yapılır.

Bu çalışmada TiNi şekil hafızalı alaşımlarının katı faz dönüşümü özellikleri değişik ısıtma/soğutma hızlarında Dynamic Scanning Calorimetry (DSC) tekniği yardımıyla incelenmiştir. Yapılan incelemelerde faz dönüşüm sıcaklıkları, histerezis, aktivasyon enerjisi gibi özelliklerin ısıtma/soğutma hızı ve ayrıca ısı çevrim sayısı ile nasıl değiştiği gözlemlenmiştir. Genel olarak faz dönüşüm sıcaklıklarının ve ısı histerezis değerlerinin çevrim sayısının artması ile düştüğü belirlenmiştir.

2. DENEYSEL YÖNTEM (EXPERIMENTAL PROCEDURE)

Bu çalışmada kullanılan Ti_{50,1}Ni_{49,9} (% at.) alaşımları Johnson Matthey Medical Components şirketinden 10 mm çapında sıcak haddelenmiş silindirik çubuklar olarak temin edildi. Faz dönüşüm sıcaklıkları Perkin-Elmer PYRIS 1 markalı DSC cihazı kullanılarak bulundu. DSC testleri için kullanılan malzemeler ağırlıkları 20-40 mg arasında ve temas yüzeyleri düz olarak düşük hızlı abrasif kesme cihazı ile kesildi. Daha sonra düz yüzeyleri taban ile temas edecek şekilde alüminyum kefeciklerde DSC cihazına yerleştirildi. Isıl çevrimler 10°C/dak, 60°C/dak ve 80°C/dak ısıtma/soğutma hızlarında 5 çevrim halinde yapıldı. Aktüatör uygulamalarında faz dönüşümünün yüksek frekanslı olması istendiğinden 60°C/dak ve 80°C/dak gibi yüksek ısıtma/soğutma hızları kullanıldı ve genelde çalışmalarda kullanılan çevrim hızı olan 10°C/dak ile karşılaştırıldı. Faz dönüşüm sıcaklıkları, elde edilen DSC ısı akışı-sıcaklık eğrilerinden keşişim yöntemi ile hesaplandı (Şekil 1).



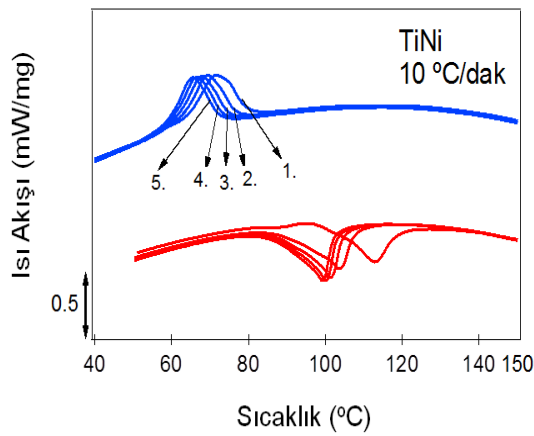
Şekil 1: Tipik bir DSC eğrisi ve eğri üzerinde faz dönüşüm sıcaklıkları, histerezis değerleri ve temsili dönüşen fazların gösterimi

Şekil 1 de gösterilen DSC eğrisinde yüksek sıcaklıktaki dönüşüm tepesi (kırmızı eğri), ısıtma sırasında martenzit fazından östenit fazına gerçekleşen endotermik dönüşümü gösterirken düşük sıcaklıktaki dönüşüm tepesi (mavi eğri) soğutma sırasında östenit fazından martenzit fazına gerçekleşen ekzotermik dönüşümü temsil etmektedir. Soğutma sırasında ana faz olan östenit, martenzit başlama sıcaklığında (M_s) martenzit fazına dönüşmeye başlar ve bu dönüşüm martenzit bitiş (M_f) sıcaklığına kadar devam eder. Bu sıcaklığın altında malzeme tamamen martenzit fazında kabul edilir. Isıtma sırasında dönüşmüş olan martenzit tekrar ana fazı olan östenit fazına östenit başlangıç (A_s) sıcaklığında dönüşmeye başlar ve bu katı faz dönüşümü

östenit bitiş (A_f) sıcaklığında sona erer. Aktivasyon enerjileri de bu eğrilerden elde edilen tepe sıcaklıkları (T_p) kullanılarak Kissinger ve Ozawa yöntemleri yardımıyla elde edildi.

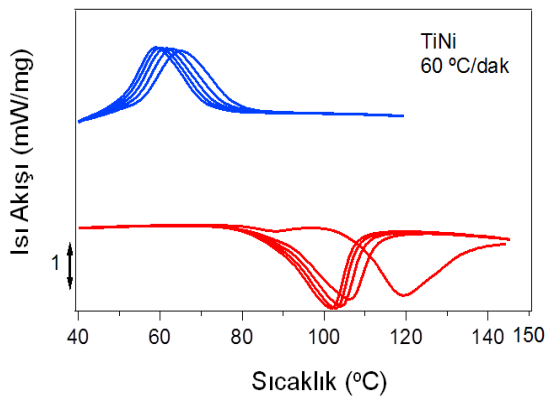
3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

TiNi alaşımının 10 °C/dak ısıtma/soğutma hızı ile ölçülmüş DSC eğrileri Şekil 2' de gösterilmektedir. İlk ısıl çevrimde ölçülen dönüşüm sıcaklıkları M_s , M_f , A_s ve A_f sırasıyla 79 °C, 63 °C, 96 °C ve 119 °C bulunmuştur. Daha sonra bu sıcaklıkların çevrim sayısının fonksiyonu olarak azaldığı görülmüştür.



Şekil 2: TiNi alaşımının 10 °C/dak altında DSC davranışı

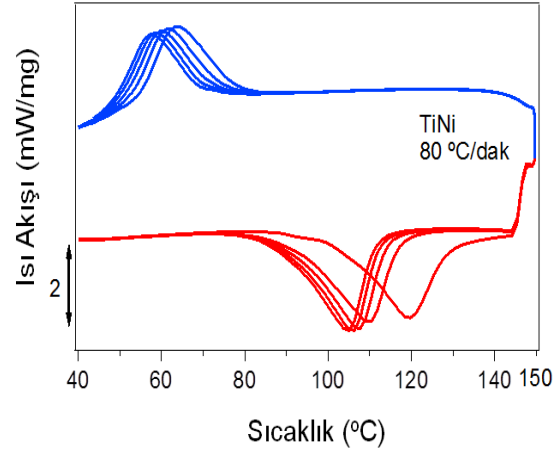
Şekil 3 TiNi alaşımının 60 °C/dak ısıtma/soğutma hızı ile ölçülmüş DSC eğrilerini göstermektedir. Birinci çevrimde ölçülen dönüşüm sıcaklıkları M_s , M_f , A_s ve A_f için sırasıyla 79 °C, 55 °C, 107 °C ve 135°C olarak hesaplanmıştır.



Şekil 3: TiNi alaşımının 60 °C/dak altında DSC davranışı

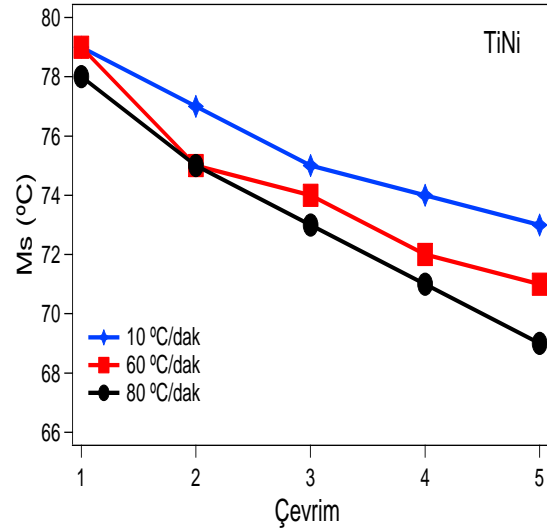
TiNi alaşımının 80 °C/dak ısıtma/soğutma hızı ile ölçülmüş DSC davranışları Şekil 4 de gösterilmektedir. Birinci çevrimde ölçülen dönüşüm sıcaklıkları M_s , M_f ,

A_s ve A_f için sırasıyla 78 °C, 54 °C, 103 °C ve 128°C olarak hesaplanmıştır. Diğer ısıtma/soğutma hızlarına ait eğrilerde olduğu gibi dönüşüm sıcaklıklarının çevrim sayısı ile azaldığı görülmektedir.



Şekil 4: TiNi alaşımının 80 °C/dak altında DSC davranışı

Şekil 5 martenzit başlangıç sıcaklığının çevrim sayısı ve soğutma hızına göre değişim grafiğini göstermektedir. Grafikten de anlaşılacağı gibi dönüşüm sıcaklıklarının 3 farklı soğutma hızı içinde çevrim sayısı ile azaldığı görülmektedir. Örneğin, 10 °C/dak soğutma hızı için M_s sıcaklığı birinci çevrimde 79 °C iken beşinci çevrimde 73 °C ye düşmüştür.

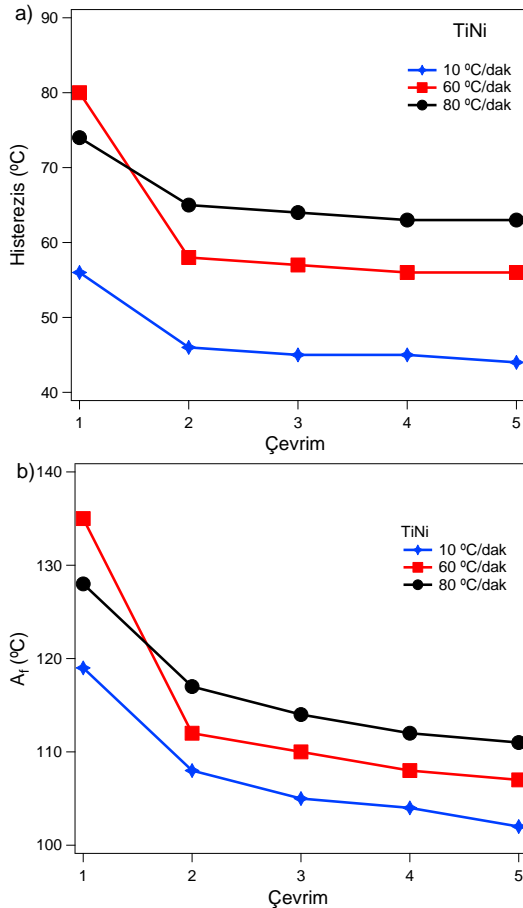


Şekil 5: Martenzit başlama sıcaklığının çevrim sayısı ve soğutma hızına göre değişimi

Dönüşüm sıcaklıklarındaki bu düşüş tekrarlı ısıl çevrimler ile malzeme içinde oluşan dislokasyonların sertleştirme etkisi ile açıklanabilir. Tekrarlanan ısıl çevrimler ile malzemelerin mikroyapısında dislokasyon yapıları oluşmuş ve bu yapılar martenzit dönüşümünü güçleştirmiş olabilir [12]. Bunun sonucunda da dönüşümü gerçekleştirmek için sisteme daha fazla

enerji verilmeli ve bu enerji fazladan aşırı soğuma (ΔT) ile sağlanmalıdır. Bu davranış $M_s = T_o - \Delta T$ ile açıklanabilir. Bu denklemde T_o termodinamik denge sıcaklığını, ΔT de aşırı soğuma miktarını göstermektedir. Benzer şekilde dönüşüm sıcaklıklarının ısı çevrim ile düştüğünü gösteren birçok çalışma TiNi-bazlı şekil hafızalı alaşımlar için literatürde mevcuttur [12,13]. Diğer taraftan Şekil 5 te martenzit dönüşüm sıcaklıklarının soğutma hızı arttıkça düştüğü görülmektedir. Buda martenzit fazının çekirdeklenmesinin soğuma hızının artması ile zorlaştığını ve fazladan aşırı soğuma gerektiğini göstermektedir.

Şekil 6 da ısı histerezis değerlerinin farklı ısıtma/soğutma hızları ve çevrim sayıları ile değişimi görülmektedir. Çevrim sayısı artışı ile histerezis değerlerinin azaldığı, bununla birlikte ısıtma/soğutma hızı artışı ile histerezis değerlerinin arttığı görülmektedir. Örneğin 10 °C/dak çevrim hızı için ilk çevrimde histerezis 56 °C iken son çevrimde 44 °C olduğu görülmektedir.



Şekil 6: Histerezis ve A_r dönüşüm sıcaklık değerlerinin çevrim sayısı ve ısıtma/soğutma hızına göre değişimi

Histerezis azalmasının bir nedeni çevrim sayısının artması ile birlikte mikroyapıdaki dönüşmemiş

martenzit miktarının artmış olması ve bu yapıların çevrim sayısı ile dönüşen malzeme miktarını azaltıyor olması olabilir. Buna benzer sonuçlar daha önce farklı alaşımlar içinde gösterilmiştir [14]. Diğer bir neden de çevrim sayısının artması ile mikroyapıda artmış olabilecek dislokasyon yoğunluğu olabilir. Dislokasyon yoğunluğu arttıkça malzemenin güçlenmesi ve davranışlarının daha kararlı hale gelmesi beklenmektedir. Kararlı hale gelmesiyle iç yapıdaki sürtünme miktarı azalacak ve böylece çevrim sonucunda oluşan histerezis miktarında azalacaktır.

Bununla birlikte ısıtma/soğutma hızının artmasıyla histerezis miktarı artmıştır. Şekil hafızalı alaşımlarda histerezisin malzeme içinde meydana gelen iç sürtünmelerden oluştuğu bilinmektedir [15]. Şekil hafızalı alaşımlarda iç sürtünmeye neden olan mekanizmalar şu şekilde sıralanabilir [3].

- Faz dönüşümü sırasında meydana gelen östenit-martenzit ara yüzeyindeki sürtünme,
- Martenzit tabakaları arasında meydana gelen sürtünme,
- Martenzit tabakaları içinde oluşabilecek iç ikizlenmelerden kaynaklanan sürtünme
- Faz dönüşümü sırasında oluşan ve büyüyen fazın çökelti vb. engeller ile arasında meydana gelebilecek sürtünme.

Şekil 6a da gösterilen sonuçlardan anlaşılacağı gibi ısıtma-soğutma hızının artması ile malzeme iç yapısındaki sürtünme ve bunun sonucunda enerji kaybı artmıştır. Soğutma hızına bağlı olarak görülen bu

iç sürtünme değişimi $Q_{\max}^{-1} = K \frac{df}{dT} \dot{T}$ denklemi yardımıyla açıklanabilir [16]. Bu denklemde görülen K sabit, $\frac{df}{dT}$ sıcaklık değişimi ile martenzit değişimi, W

birim şekil değişimi katkısı ve \dot{T} ise ısıtma/soğutma hızını göstermektedir. $\frac{df}{dT}$ ve W terimleri yalnızca

kimyasal kompozisyona bağlı olduğundan dolayı bu çalışmada yapılan deneyler için ihmal edilebilir.

Dolayısıyla bu denkleme göre \dot{T} iç sürtünme miktarını belirlemede tek etken olmaktadır. Buna bağlı olarak yukarıdaki denkleme göre ısıtma soğutma hızı arttıkça malzemedeki iç sürtünme miktarı yani DSC eğrilerindeki histerezis miktarı da artmıştır. Isıtma/soğutma hızı ile malzemedeki iç sürtünmenin artması daha önce NiTiHfPd [3], Ni₂MnGa [17] ve CuAl₁₃Ni₃ (%ağ.) [18] gibi farklı alaşım sistemleri içinde rapor edilmiştir.

Şekil 6a da histerezis miktarının ilk çevrimlerde daha fazla düştüğü ve çevrim sayısı arttıkça artık çok fazla düşmediği ve kararlı hale gelme eğiliminde olduğu görülmektedir. Bunun nedeninin çevrim sayısı ile

malzeme içerisinde artan/yeniden düzenlenen dislokasyonlar olduğu düşünülmektedir. İlk çevrimlerde dislokasyon yoğunluğu artmış ve çevrim sayısı arttıkça daha önceden oluşan bu dislokasyonlar yeni dislokasyon oluşumunu engellemektedir. Yeni dislokasyon oluşumunun yavaşlaması da malzemede iç sürtünme miktarının artmasını yavaşlatmış olabilir.

Bununla birlikte, A_f sıcaklığı ile histerezis değerleri arasında direk bağlantı olduğu bilinmektedir. Şekil 6b çevrim sayısına göre östenit bitiş sıcaklığı arasındaki ilişkiyi göstermektedir. Çevrim sayısı arttıkça A_f sıcaklığının düştüğü görülmektedir. Diğer taraftan ısıtma/soğutma hızı ile A_f sıcaklığı artmıştır. Bu değişiklikler termodinamik olarak A_f sıcaklığının artması ile sistemdeki kaybolan enerji miktarının arttığını göstermektedir [3]. Kaybolan enerji miktarı ise DSC eğrilerinde histerezis olarak açığa çıktığına göre A_f sıcaklığının değişimi bize çevrimde gözlenen histerezis miktarı ile ilgili ipucu vermektedir.

Termo-elastik martenzitik faz dönüşümü termodinamik olarak ifade edildiğinde denge sıcaklığı T_o çeşitli yöntemler ile hesaplanabilir. Ancak genelde

$$T_o = \frac{M_s + A_f}{2} \quad [19] \text{ eşitliği ile ifade edilmektedir.}$$

Yapılan diğer çalışmalarda çökelti içermeyen mikroyapılarda bu değer A_f sıcaklığına yakın olması gerektiği şeklindedir [20]. Bu çalışmada denge sıcaklığı yukarıdaki denklem yardımıyla hesaplanmıştır. Faz dönüşümü sırasındaki entropi değişimi $\Delta G = \Delta H - T\Delta S$ formülü ile hesaplanabilir. Bu formülde ΔG serbest enerji değişimi, ΔH entalpi değişimi, ΔS entropi değişimi ve T sıcaklığı ifade etmektedir. Termodinamik denge $\Delta G = 0$ olduğu zaman sağlanabildiğine göre, denge durumunda formüldeki $T = T_o$ alınabilir. Bundan dolayı dönüşümün termodinamik parametreleri

$$\Delta S_{M \rightarrow A} = \frac{\Delta H_{M \rightarrow A}}{T_o} \text{ formülü ile ifade edilebilir [1].}$$

Bu formüller yardımı ile hesaplanan termodinamik parametreler farklı DSC ısıtma hızlarında alınan ilk çevrimler için aşağıdaki tabloda gösterilmiştir.

Tablo 1: Isıtma/Soğutma hızına bağlı olarak dönüşüm sıcaklıkları ve termodinamik parametreler

Isıtma/Soğutma hızı	M_f^{1st} (°C)	M_s^{1st} (°C)	A_s^{1st} (°C)	A_f^{1st} (°C)	$\Delta H_{A \rightarrow M}^{1st}$ (J/g)	$\Delta H_{M \rightarrow A}^{1st}$ (J/g)	$\Delta S_{A \rightarrow M}^{1st}$ (J/g °C)	$\Delta S_{M \rightarrow A}^{1st}$ (J/g °C)
10 °C/dak	63	79	96	119	21,4	16,8	0,216	0,169
60 °C/dak	55	79	107	135	23,1	21,4	0,215	0,2
80 °C/dak	54	78	103	128	25,8	26,7	0,25	0,26

Malzemenin faz dönüşümü için ihtiyaç duyduğu enerjiye dönüşüm aktivasyon enerjisi denir. Bu enerji, farklı ısıtma hızları ile yapılan termal çevrim eğrilerinden faydalanılarak Kissinger ve Ozawa tarafından önerilen yöntemler yardımıyla bulunabilir [9,10]. Kissinger yöntemine göre

$$\frac{d(\ln(\beta/T_p^2))}{d(\ln(1/T_p))} = -\frac{E}{R}, \text{ Ozawa yöntemine göre}$$

$$\text{ise } \Delta E \cong -2.19R \frac{d \lg \beta}{d(1/T_p)} \text{ formülü aktivasyon}$$

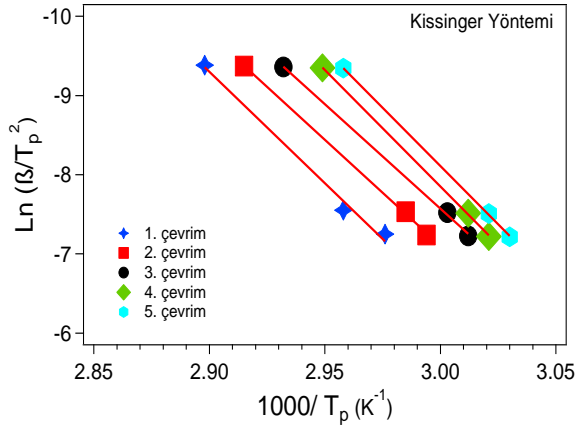
enerjilerinin hesaplanmasında kullanılabilecek formüllerdir.

Bu denklemlerde R genel gaz sabiti (R=8,314 J/mol), E aktivasyon enerjisi, β ısıtma hızı, T_p ise DSC

eğrisinde dönüşüm esnasındaki maksimum tepeye karşılık gelen T_p sıcaklığıdır.

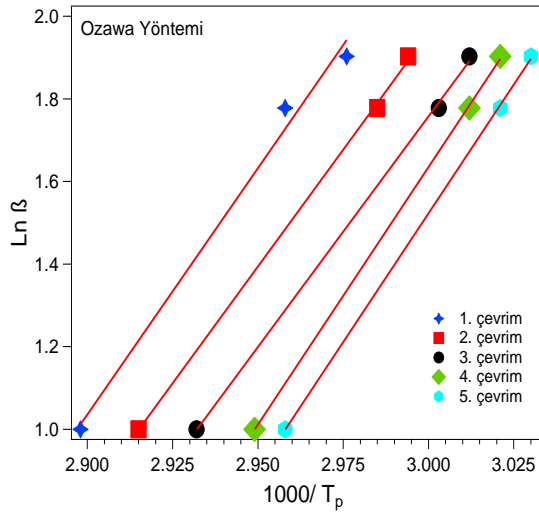
Şekil 7 farklı çevrim hızlarında test edilen TiNi alaşımlarının Kissinger metodu ile hesaplanan $\ln(\beta/T_p^2)$ ve $1000/T_p K^{-1}$ değerlerini göstermektedir.

Grafikteki doğruların eğiminin gaz sabiti R ile çarpılması sonucu ilgili çevrim için aktivasyon enerji değeri bulunabilir.



Şekil 7: Farklı çevrim hızlarında test edilen TiNi alaşımlarının Kissinger metodu ile hesaplanan $\ln(\beta/T_p^2)$ ve $1000/T_p K^{-1}$ değerleri

Şekil 8 farklı çevrim hızlarında test edilen TiNi alaşımlarının Ozawa metodu ile hesaplanan $\ln \beta$ ve $1000/T_p$ değerlerini göstermektedir. Grafikteki doğruların eğiminin 2.19 R ile çarpılması sonucu ilgili çevrim için aktivasyon enerji değeri bulunabilir.



Şekil 8: Farklı çevrim hızlarında test edilen TiNi alaşımlarının Ozawa metodu ile hesaplanan $\ln \beta$ ve $1000/T_p$ değerleri

Kissinger ve Ozawa metodları kullanılarak bulunan aktivasyon enerji değerleri aşağıdaki tabloda gösterilmektedir. İlk çevrimler için hesaplanan aktivasyon enerjileri Kissinger yöntemine göre 233.98 kJ/mol iken Ozawa yöntemine göre 217,14 kJ/mol bulunmuştur. Bununla birlikte iki yöntemin ortalaması olan değerler Tablo 2' de yer almaktadır.

Tablo 2: TiNi alaşımının her ısıl çevrimde ısıtma için Kissinger ve Ozawa yöntemlerine göre hesaplanmış aktivasyon enerji değerleri

Çevrim Sayısı	$E_{Kissinger}$ (kJ/mol)	E_{Ozawa} (kJ/mol)	E_{Ort} (kJ/mol)
1.	233,98	217,14	225,56
2.	222,06	205,92	213,99
3.	219,24	203,19	211,21
4.	244,26	227,04	235,65
5.	244,26	227,04	235,65

Bulunan aktivasyon enerjilerinin literatürde benzer kimyasal kompozisyonlara sahip TiNi alaşımları ile uyumlu olduğu görülecektir [11]. Tablo 2 ye bakıldığında aktivasyon enerjilerinin birinci çevrimden sonra düştüğü ancak daha sonra tekrar arttığı görülmektedir. Bu değişimin nedenini anlamak için faz dönüşümleri ile gerçekleşen mikroyapı, dönüşmeyen martenzit miktarı ve dislokasyon yoğunluğu gibi parametrelerin incelenerek daha detaylı bir mikroyapısal analiz yapılması gerekmektedir.

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada $Ti_{50,1}Ni_{49,9}$ akıllı alaşımlarının faz dönüşüm özellikleri ve aktivasyon enerjileri ısıtma/soğutma hızının ve ısıl çevrimin fonksiyonu olarak DSC tekniği ile araştırılmıştır. Dönüşüm sıcaklıklarının çevrim sayısı ve ısıtma/soğutma hızı ile düştüğü ve bunun yanında aktivasyon enerjilerinin de ısıl çevrim sayısı ile değiştiği görülmüştür. Bununla beraber malzeme iç yapısındaki sürtünmeler ile ilgili olan histerezis değerlerinin ısıtma/soğutma hızı ile artarken çevrim sayısı ile azaldığı görülmüştür. Bu çalışmada en yüksek histerezis değeri 80 °C/dak ile yapılan ilk çevrimde 74 °C iken en düşük histerezis değeri ise 10 °C/dak ile yapılan beşinci çevrimde 44 °C olarak bulunmuştur.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Wayman CM., Otsuka K., "Shape Memory Materials", Cambridge University Press, Cambridge, UK, 1998.
- [2] Elahinia M., "Shape Memory Alloy Actuators: Design, Fabrication and Experimental Evaluation", Wiley 2016
- [3] Acar E., "Dynamic mechanical response of a $Ni_{45.7}Ti_{29.3}Hf_{20}Pd_5$ alloy" Materials Science and Engineering: A, 633 169-175 2015
- [4] Gall K., Sehitoglu H., Anderson R., Karaman I., Chumlyakov YI., Kireeva IV. "On the mechanical behavior of single crystal NiTi shape memory alloys and related polycrystalline phenomenon". Materials Science and Engineering: A, 317 85-92 2001

- [5] Karaca HE., Acar E., Noebe RD., Chumlyakov YI., "Orientation dependence of the shape memory properties in aged Ni_{45.3}Ti_{29.7}Hf₂₀Pd₅ single crystals" *Intermetallics*, 54 60-68 2014
- [6] Karaca HE., Acar E., Ded GS., Basaran B., Tobe H., Noebe RD., Bigelow G., Chumlyakov YI., "Shape memory behavior of high strength NiTiHfPd polycrystalline alloys" *Acta Materialia*, 61 5036-5049 2013.
- [7] Karaca HE., Acar E., Basaran B., Noebe RD., Bigelow G., Garg A., Yang F., Mills MJ., Chumlyakov YI., "Effects of aging on [1 1 1] oriented NiTiHfPd single crystals under compression" *Scripta Materialia*, 67 728-731 2012
- [8] Gall K., Sehitoglu H., Chumlyakov YI., Kireeva IV. "Tension-compression asymmetry of the stress-strain response in aged single crystal and polycrystalline NiTi" *Acta Materialia* 47 4 1203-1217 1999
- [9] Kok M., Yakinci ZD., Aydogdu A., Aydogdu Y. "Thermal and magnetic properties of Ni₅₁Mn_{28.5}Ga_{19.5}B magnetic-shape-memory alloy" *J Therm Anal Calorim* 115,555-559 2014
- [10] Kok M., "Ni-Mn-Ga ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımının fiziksel özellikleri üzerine alaşım oranı ve ısı işlem etkisinin incelenmesi" Doktora Tezi, Fırat Üniversitesi 2011
- [11] Cavdar E., Gokdem N., Akgun I., Cavdar S. "Ni-% 45,2 Ti Alaşımının Farklı Tavlama Sıcaklıklarında Termal Özelliklerinin İncelenmesi" *Fırat Üniv. Fen ve Müh. Bil. Dergisi*, 20 (2), 265-270, 2008
- [12] Miyazaki S., Igo Y., Otsuka K. "Effect of thermal cycling on the transformation temperatures of TiNi alloys", *Acta Metallurgica*, 34, 2045 1986
- [13] Besseghini S., Villa E., Tuissi A. "NiTiHf shape memory alloy: Effect of aging and thermal cycling", *Materials Science and Engineering A*, 273-275, 390 1999
- [14] Berzins DW., Roberts HW. "Phase transformation changes in thermocycled nickel-titanium orthodontic wires". *Dental Materials* 26 666 2010
- [15] Sehitoglu H., Hamilton R., Maier HJ., Chumlyakov Y. "Hysteresis in NiTi alloys". *J. Phys. IV France* 115 3 2004
- [16] Déborde F., Pelosin V., Rivière A., "Phase transformation in NiTi studied by isothermal mechanical spectrometry" *Scr.Metall.Mater.*33 1993-1998 1995
- [17] Seguí C., Cesari E., Pons J., Chernenko V., "Internal friction behaviour of Ni-Mn-Ga" *Materials Science and Engineering: A*, 370 481-484 2004
- [18] San Juan J., Nó ML., "Damping behavior during martensitic transformation in shape memory alloys" *Journal of Alloys and Compounds*, 355 65-71 2003
- [19] Wollants P., Roos JR., Dealey L. "Thermally and stress induced thermoelastic martensitic transformations in the reference frame of equilibrium thermodynamics" *Progress in Materials Science*, 37, 227 1993
- [20] Smith JF., Jiang Q., Lck R., Predel B. "Cp and fractal phase transformation in the shape memory alloy NiTi₅₂" *Materials Science and Engineering A* 149,111 1991