

**NİTİ ŞEKİL BELLEK ALAŞIMLARIN SÜPERELASTİK  
ÖZELLİKLERİNİN TERMO-MEKANİK İŞLEMLER İLE  
İYİLEŞTİRİLMESİ**

**ENHANCEMENT OF SUPERELASTIC PROPERTIES OF  
NITI SHAPE MEMORY ALLOYS WITH THERMO-  
MECHANICAL PROCESSES**

**HÜSEYİN ONUR ERDOĞAN**

**DOÇ. DR. BENAT KOÇKAR**

**DANIŞMAN**

Hacettepe Üniversitesi  
Lisansüstü Eğitim – Öğretim Sınav Yönetmeliğinin  
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı İçin Öngördüğü  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
Olarak Hazırlanmıştır.

2015



**HÜSEYİN ONUR ERDOĞAN**'ın hazırladığı “**NiTi Şekil Bellekli Alaşımların Süperelastik Özelliklerinin Termo - Mekanik İşlemlerle İyileştirilmesi**” adlı bu çalışma aşağıda yer alan jüri tarafından **MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Murat KÖKSAL

Başkan

Doç. Dr. Benat KOÇKAR

Danışman

Doç. Dr. Arcan DERİCİOĞLU

Üye

Doç. Dr. Bora MAVİŞ

Üye

Yrd. Doç. Dr. Bilsay SÜMER

Üye

Bu tez Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak onaylanmıştır.

Prof. Dr. Fatma SEVİN DÜZ  
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

## **AİLEME ve ARKADAŞLARIMA**

# ETİK

Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada,

- tez içerisindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı beyan ederim.

...../...../2015

Hüseyin Onur ERDOĞAN

# ÖZET

## NİTİ ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN SÜPEREALSTİK ÖZELLİKLERİNİN TERMO-MEKANİK İŞLEMLER İLE İYİLEŞTİRİLMESİ

Hüseyin Onur ERDOĞAN

Yüksek Lisans, Makine Mühendisliği Bölümü

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Benat KOÇKAR

Haziran 2015, 118 Sayfa

İki farklı üreticiden temin edilen Nikel açısından zengin (%50.7.at.) Nikel-Titanyum (NiTi) Şekil Bellek Alaşımı, 450°C sıcaklık altında bir saat boyunca 120MPa 250MPa basma ve çekme yönündeki yükler altında termo-mekanik işlemlerle yaşlandırma işlemine tabi tutulmuştur. Numunelere, sabit oranda artan gerinim aralıklarında basma ve çekme yönünde döngüsel gerilimler uygulanarak malzemeler kırılmaya gidene kadar süperelastik karakteristiklerin değişimi gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar daha sonra yüksüz ortamda 450°C'de yaşlandırılmış ve 950°C'de argon ortamında homojenize edilmiş numunelerde elde edilen sonuçlar ile karşılaştırılmıştır.

Çalışmada daha önceden literatürde yer alan sıcaklıkların yaklaşık 50°C - 100°C derece altında ancak uygulanan yükler anlamında %1250 mertebelerinde fazla yükler uygulanmıştır. Aynı zamanda uygulanan yükler hem basma hem de çekme yönlerinde gerçekleştirilerek malzeme üzerindeki farklı davranışları sergilenmiştir.

Ek olarak numunelerin dönüşüm sıcaklıklarının belirlenebilmesi için diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizleri gerçekleştirilmiştir. Malzeme içerisindeki martensit-östenit ve çökelti oluşumları optik, taramalı elektron mikroskopu ve x-ışını kırınımı yöntemleri kullanılarak tespit edilmiştir. Hem basma hem de çekme

yönünde termo-mekanik işlemlere maruz bırakılan numunelerde süperelastik özellikler ve mekanik özellikler gelişim sergilemiştir.

Malzemelerin süperelastik ve mekanik özelliklerinin özellikle üretim sırasında oluşan hatalara oldukça bağlı olduğu gözlemlenmiştir. Bu nedenle çekme gerilimleri altında termo-mekanik işlemlere maruz bırakılan malzemelerin süperelastisite deneyleri erken kırılma ile sonuçlanmıştır. Öte yandan basma yönündeki gerilimler altında yaşlandırma işlemleri gerçekleştirilen malzemelerde ise, süperelastisite deneyleri, döngü içerisindeki geri kazanılamayan gerinim seviyelerinin, homojenize edilmiş numunede gözlemlenen seviyelere göre yaklaşık %50 oranında azaldığını ve 450°C'de serbest yaşlandırılmış malzemeye göre, kırılmaya karşı direncinde %50 oranında arttığını göstermiştir.

**Anahtar Kelimeler:** NiTi, Şekil Bellek Alaşımı, Süperelastisite, Çökelti Oluşumu, Martensitik Faz Dönüşümü, Mekanik Döngüsel Testler.

# **ABSTRACT**

## **ENHANCEMENT OF SUPERELASTIC PROPERTIES OF NITI SHAPE MEMORY ALLOYS USING THERMO-MECHANICAL PROCESSES**

**Hüseyin Onur ERDOĞAN**

**Master of Science, Department of Mechanical Engineering**

**Supervisor: Dr. Benat KOÇKAR**

**June 2015, 118 Pages**

Nickel-rich (%50.7.at.) Nickel-Titanium Shape Memory Alloys which were commercially obtained from two different suppliers have been subjected to thermo-mechanical processing for one hour via aging under stress at 450°C both under tension and compression at 120MPa and 250Mpa, respectively. Cyclic loading/unloading tests, with incremental strain values were conducted in order to observe the changes to the superelastic characteristics of the material in both compressive and tensional loads until fracture. These results were then compared to stress-free aged samples at 450°C and homojenized samples at 950°C.

In contrast with the given literature, in this work, the aging temperatures were dropped around 50°C to 100°C whereas the compressive and tensional forces were increased upto 1250%. Also, both tensional and compressive forces were applied in order to understand the effects of different force characteristics.

Differential calorimetry scanning (DSC) tests were conducted in order to determine change in the transformation characteristics of the samples. The martensite-austenite phases and the precipitation formation in the microstructure of the samples were determined using optical and scanning electron microscopes and X-Ray Diffraction techniques.



It was observed that the superelastic and mechanical behaviour of the materials were highly dependent on the defects which were induced during production. Therefore, the superelastic experiments of the samples which were aged under tensional stresses were ended up with premature failure. On the other hand, the superelastic experiment results of the materials which were aged under compressive stresses have shown that, the irrecoverable strain values of the stress-aged samples after each cycles were almost 50% lower than that of the homogenized sample and their resistance to failure were increased up to 50% with respect to the free aged sample.

**Keywords:** NiTi, Shape Memory Alloy, Superelasticity, Precipitation Formation, Martensitic Phase Transformation, Mechanical Cyclic Tests.

## TEŞEKKÜRLER

Çalışmalarım boyunca bana sadece teknik anlamda değil, dünya görüşü ve insanıyeti ile birlikte derin bilgi birikimi ve tecrübeleri ile yol göstermesinden dolayı danışman hocam Benat Koçkar'a ve destekleriyle yardımlarını esirgemeyen hocalarım İbrahim Karaman ve Kadri Can Atlı'ya,

Çalışmalarımda destek olan ve hala aktif olarak laboratuvarında çalışan arkadaşlarımdan Sn. Şule Çakmak, Sn. Halil Onat Tuğrul, Sn. Ali Sarıgeçili, Sn. Hasan Hüseyin Saygılı, Sn. Bünyamin Çömlekçi, Sn. Nazım Babacan ve aramızdan ayrılmış olan arkadaşlarım Sn. Hande Özcan, Sn. Vahid Attari ve Sn. Özak Durmuş'a,

Desteklerini esirgemeyen iş arkadaşlarımdan Sn. Ercan Kansu, Sn. Özlem Tulunoğlu, Sn. Volkan Aslıhan, Sn. Murat Yücel ve Sn. Aytullah Özel'e,

Hayatım boyunca sevgilerini bir an olsun esirgemeyen annem Türkan Erdoğan, babam Mehmet Yılmaz Erdoğan, ablam Server Görkem Erdoğan ve bu süre içerisinde kız arkadaşım olup şimdi nişanlım olan ileride eşim olmasını istediğim Seda Kılıçaslan'a,

Sonsuz sevgi, saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Hüseyin Onur Erdoğan

# İÇİNDEKİLER

## Sayfa

KABUL VE ONAY SAYFASI .....	ii
ATIF SAYFASI.....	iii
ETİK .....	v
ÖZET .....	vi
ABSTRACT .....	viii
TEŞEKKÜRLER.....	x
İÇİNDEKİLER.....	xi
ÇİZELGELER.....	xiii
ŞEKİLLER .....	xiv
SİMGELER ve KISALTMALAR .....	xix
1. GİRİŞ.....	1
2. TEORİ.....	4
2.1. Şekil Bellek Alaşımların Tarihi ve Genel ŞBA Özellikleri.....	4
2.2. Martensitik Dönüşümler.....	6
2.3. Martensitik Dönüşümlerin Genel Özellikleri.....	6
2.3.1. Şekil Bellek ve Süperelastisite Davranışı.....	10
2.4. NiTi Şekil Bellek Alaşımlar ve Konvansiyonel Şekil Bellek Alaşımlar .....	15
2.4.1. NiTi Faz Denge Diyagramı .....	18
2.4.2. NiTi Faz Dönüşümleri ve Yaşlandırma İşlemleri.....	19
2.5. Termomekanik İşlemlerin NiTi Alaşım Üzerine Etkileri.....	22
2.6. Üretim Yöntemi .....	27
2.7. Çalışmaların Literatüre olan Katkısı .....	39
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	41
3.1. Kullanılan Malzemeler.....	41
3.2. Deneysel Yöntemler .....	41
3.2.1. Deney Koşulları .....	41
3.2.2. Malzeme Şekli ve Boyutları.....	42
3.2.3. Argon Ortamında Homojenizasyon İşlemi .....	43
3.2.4. Argon Ortamında Serbest (Yüksüz) Yaşlandırma İşlemi .....	44
3.2.5. Atmosferik Ortamda Yük Altında Yaşlandırma İşlemi.....	44
3.3. Karakterizasyon Yöntemleri .....	45
3.3.1. Mikro Sertlik Ölçümleri.....	45
3.3.2. Optik Mikroskop Değerlendirmeleri .....	46

3.3.3.	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC).....	47
3.3.4.	X-Işını Kırınımı Analizi (XRD).....	48
3.3.5.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	49
3.3.6.	Enerji Ayrımlı X-Işını Spektroskopisi Analizi (EDX) .....	50
3.3.7.	Süperelastisite Testleri .....	50
4.	SONUÇLAR.....	52
4.1.	Sertlik Ölçümleri .....	52
4.2.	DSC Analizleri .....	56
4.3.	X-Işını Analizleri ve Sonuçları .....	60
4.4.	Mikroyapı Karakterizasyonu ve Analizi.....	64
4.4.1.	Basma Numuneleri Optik ve SEM Analizleri .....	65
4.4.2.	Çekme Numuneleri Optik ve SEM Analizleri .....	76
4.5.	Döngüsel Mekanik Testler ve Sonuçları .....	86
4.5.1.	Basma Numunelerinin Mekanik Döngüsel Testleri ve Sonuçları .....	87
4.5.2.	Çekme Numunelerinin Mekanik Döngüsel Testleri ve Sonuçları .....	96
5.	ÖZET SONUÇLAR.....	104
	KAYNAKLAR .....	106
	ÖZGEÇMİŞ .....	117

# ÇİZELGELER

## Sayfa

Çizelge.2.1 NiTi alaşım ve Cu-Zn-Al alaşım karşılaştırması.....	5
Çizelge.2.2 Yük altında ve yüksüz ortamda gerçekleştirilen yaşlandırma işlemlerinin çökelti karakteristiklerine olan etkisi.....	27
Çizelge.2.3 NiTi ve Paslanmaz Çelik malzemelerin fiziksel ve mekanik özelliklerinin karşılaştırılması.....	29
Çizelge.2.4 İmalat Yöntemleri Açıklamaları.....	30
Çizelge.4.1 Deney koşullarının sınıflandırılması.....	53
Çizelge.4.2 Basma numunelerinin hesaplanan martensitik dönüşüm sıcaklıkları.....	57
Çizelge.4.3 Çekme numunelerinin hesaplanan martensitik dönüşüm sıcaklıkları.....	59
Çizelge.4.4 Mikroyapı analizlerinin karşılaştırmalı sonuçları.....	85
Çizelge.4.5 Homojenize edilmiş numunenin basma yükü altında döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimler ile maksimum gerilim ilişkileri.....	88
Çizelge.4.6 450°C derecede yüksüz ortamda yaşlandırma gerçekleştirilen numunenin döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimler ile maksimum gerilim ilişkileri.....	90
Çizelge.4.7 120 MPa basma yükü altında yaşlandırılan numune için döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimler ile maksimum gerilim ilişkileri.....	91
Çizelge.4.8 250MPa basma yükü altında yaşlandırılan numune için döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimler ile maksimum gerilim ilişkileri.....	93
Çizelge.4.9 Homojenize edilmiş numunenin çekme yükü altında döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimler ile maksimum gerilim ilişkileri.....	97
Çizelge.4.10 450°C derecede serbest yüksüz ortamda yaşlandırılmış numunenin çekme yükü altında döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimleri ile maksimum gerilim ilişkileri.....	98
Çizelge.4.11 450°C derecede 120MPa çekme yükü altında yaşlandırılmış numunenin çekme yükü altında döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimleri ile maksimum gerilim ilişkileri.....	99
Çizelge.4.12 450°C derecede 250MPa çekme yükü altında yaşlandırılmış numunenin ekme yükü altında döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimleri ile maksimum gerilim ilişkileri.....	101

# ŞEKİLLER

## Sayfa

Şekil.2.1 Martensit başlangıç sıcaklığının Nikel içeriğine olan bağlılığı. ....	5
Şekil.2.2 Martensitik dönüşüm mekanizmasının tanımlanması: a) Faz dönüşümü ile şekil değişimi, b) Kayma benzeri hareket ile gerinimin azaltılması, c) İkizlenme mekanizması ile gerinimin azaltılması .....	7
Şekil.2.3 Ana ve martensit faz serbest enerji grafiği.....	8
Şekil.2.4 Termoelastik ve termoelastik olmayan martensitik dönüşümler.. .....	9
Şekil.2.5 Şekil bellek etkisinin oluşum süreci.....	11
Şekil.2.6 Şekil bellek ve süperelastisite oluşumunun termomekanik ilişkisinin şematik gösterimi. ....	12
Şekil.2.7 Süperelastisite mekanizması .....	13
Şekil.2.8 Şekil bellek alaşımının Gerilim-Gerinim grafiği ve üç temel farklı davranış karakteristiği. ....	14
Şekil.2.9 Nikel-Titanyum faz denge diyagramı. ....	19
Şekil.2.10 Nikel-Titanyum faz denge diyagramı. ....	20
Şekil.2.11 B2 (östenit), fazından B19 (martensit) fazına olan dönüşüm. ....	21
Şekil.2.12 B2 fazından R fazına dönüşüm esnasında değişen kafes yapısı. ....	22
Şekil.2.13 Nikel açısından zengin ve Titanyum açısından zengin alaşımların yaşlandırma sürelerinin martensit başlangıç sıcaklığına olan etkisi.....	23
Şekil.2.14 %50.7Ni.at NiTi alaşımı 500°C derecede yaşlandırma işlemi mikroyapıları. (a) bir saat boyunca 2MPa basma yükü altında. (b) bir saat boyunca 20MPa basma yükü altında. (c) 10 saat boyunca 2MPa basma yükü altında (d) 10 saat boyunca 20MPa basma yükü altında.....	24
Şekil.2.15 Serbest şekilde, yük altında olmayan 500°C derecede 1 saat boyunca yaşlandırma işlemi ile gerçekleşen çökelti oluşumu. ....	25
Şekil.2.16 20MPa basma yükü altında 500°C derecede 1 saat boyunca gerçekleştirilen yaşlandırma işlemi neticesinde oluşan çökelti. ....	26
Şekil.2.17 Kemik ve NiTi alaşım yük altında davranış uyumu.....	28

Şekil.2.18 NiTi alaşım imalat yöntemleri ve alt kırılımları.....	30
Şekil.2.19 VIM imalat yöntemi ile NiTi alaşım üretimi. (a) 1.Grafit pota, 2.Titanyum çubuklar, 3.Nikel topları, 4.İzolasyon malzemesi, 5.Su soğutmalı bakır bobinler, 6.Döküm kalıbı. (b) Grafit pota içerisinde Ti çubukları ve Ni toplarının şematik gösterimi. (c) TiC oluşumunun engellenmesi amacıyla pota etrafına yerleştirilmiş titanyum diskleri ile birlikte pota içerisindeki Ti çubukların ve Ni toplarının şematik gösterimi.....	31
Şekil.2.20 VAR üretim yönteminin şematik gösterimi..	32
Şekil.2.21 EMO 80 Model 80kW gücünde EBM döküm ocağı. (a) yatay besleme yatağı (b) ergitme çemberi.....	33
Şekil.2.22 SHS (Kendi Kendine İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi) ile sinterleme yöntemi. ....	35
Şekil.2.23 SPS yönteminin şematik gösterimi. ....	36
Şekil.2.24 MIM (Metal Enjeksiyon Kalıplama), TM yöntemi ile NiTi parça üretimi.....	36
Şekil.2.25 SLS (Selektif Lazer Sinterleme) yönteminin şematik gösterimi. ....	37
Şekil.2.26 LENS (Lazer Tasarlanmış Net Şekillendirme) üretim yöntemi. ....	38
Şekil.2.27 Ham toz ve LENS üretim metodu ile imal edilmiş XRD analizi.....	39
Şekil.3.1 Basma ve çekme numunelerinin dijital ve teknik resim görüntüleri. ....	42
Şekil.3.2 Fırın ve argon gazı düzeneği.....	43
Şekil.3.3 Kullanılan mikro sertlik cihazı. ....	45
Şekil.3.4 Kullanılan zımparalama ve parlatma cihazı. ....	46
Şekil.3.5 Kullanılan optik mikroskop cihazı.....	47
Şekil.3.6 Kullanılan DSC cihazı.....	48
Şekil.3.7 Kullanılan XRD cihazı.....	49
Şekil.3.8 Kullanılan SEM cihazı .....	49
Şekil.3.9 Döngüsel çekme basma deneylerinin gerçekleştirildiği test düzeneği.....	51
Şekil.3.10 Yüksek sıcaklıklarda kullanılan ekstansometre.....	51
Şekil.4.1 Basma numunelerinden elde edilmiş ortalama sertlik verileri.....	54
Şekil.4.2 Çekme numunelerinden elde edilmiş ortalama sertlik verileri .....	55
Şekil.4.3 Basma numunelerinden elde edilmiş DSC analizi sonuçları. ....	57

Şekil.4.4 Çekme numunelerinden elde edilmiş DSC analizi sonuçları. ....	59
Şekil.4.5 Hiç bir ısı işlem görmemiş alındığı gibi XRD analizine gönderilmiş ilk ham malzemenin durumu. ....	61
Şekil.4.6 250 MPa basma yükü altında yaşlandırılmış numunenin XRD analizi.....	61
Şekil.4.7 Basma numunelerinden elde edilen EDX analizi verisi. ....	63
Şekil.4.8 Çekme numunelerinden elde edilmiş EDX analizi verisi. ....	64
Şekil.4.9 Basma deneylerinde kullanılan 950 derecede homojenize edilmiş numunenin optik mikroskop görüntüsü.....	65
Şekil.4.10 Basma deneylerinde kullanılan 950°C sıcaklıkta homojenize edilmiş numunenin elektron mikroskop görüntüsü. ....	66
Şekil.4.11 Basma deneylerinde kullanılan 450°C derecede serbest yaşlandırma yapılan numunenin elektron mikroskop görüntüsü.....	67
Şekil.4.12 Basma deneylerinde kullanılan 450°C derecede serbest yaşlandırma yapılan numunenin çökeltiler üzerinde yoğunlaşmış elektron mikroskop görüntüleri. ....	68
Şekil.4.13 Basma deneylerinde kullanılan 120MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop incelemesi. ....	69
Şekil.4.14 Basma deneylerinde kullanılan 120MPa altında 450°C sıcaklıkta yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop incelemesi. ....	70
Şekil.4.15 120MPa basma yükü altında gerçekleştirilen yaşlandırma işlemi neticesinde oluşan yönlendirilmiş çökeltilerin optik mikroskop görüntüsü.....	71
Şekil.4.16 Basma deneylerinde kullanılan 120MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin TiC parçacıklarına yoğunlaşmış elektron mikroskop incelemesi. ....	72
Şekil.4.17 120MPa basma yükü altında yaşlandırılan TiC parçacıkları üzerinden gerçekleştirilen EDX analizi.....	73
Şekil.4.18 Basma deneylerinde kullanılan 250MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop görüntüleri. ....	74
Şekil.4.19 Basma deneylerinde kullanılan 250MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin yönlendirilmiş çökeltilerinin elektron mikroskop görüntüleri. ....	75
Şekil.4.20 Çekme deneylerinde kullanılan 950°C'de homojenize edilmiş numunenin optik mikroskop görüntüsü.....	76



Şekil.4.21 Basma deneylerinde kullanılan 950°C'de homojenize edilmiş numunenin elektron mikroskop görüntüsü. ....	77
Şekil.4.22 Çekme deneylerinde kullanılan 450°C derecede serbest yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop görüntüsü. ....	78
Şekil.4.23 (a) Östenit faz içerisine doğru büyüyen martensit yapı görüntüsü. (b) Östenit faz içerisine doğru büyüyen martensit yapı üzerindeki çökeltilerin kontrast artırımı yöntemi ile elde edilmiş görüntüsü. (c) Çekme numunesinin 450°C derecede serbest yaşlandırmada genel östenit fazın görüntüsü. (d) Optik incelemelerde de tespit edilmiş olan mikroyapıdaki döküm boşluğu. ....	79
Şekil.4.24 Mikroyapıda tespit edilen döküm boşluğunun optik mikroskop incelemesi. (Şekil.4.23 - d) ....	80
Şekil.4.25 Çekme deneylerinde kullanılan 120MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop görüntüleri. ....	81
Şekil.4.26 Çekme deneylerinde kullanılan 120 MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin yönlendirilmiş çökeltilerinin elektron mikroskop görüntüleri. ....	82
Şekil.4.27 Çekme deneylerinde kullanılan 250 MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop görüntüleri. ....	83
Şekil.4.28 Çekme deneylerinde kullanılan 120 MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin yönlendirilmiş çökeltilerinin elektron mikroskop görüntüleri. ....	84
Şekil.4.29 950°C derecede homojenize edilmiş numunenin basma yükü altında süperelastisite çevrimi deney sonuçları. ....	87
Şekil.4.30 450°C derecede serbest yaşlandırılmış numunenin basma yükü altında süperelastisite çevrimi deney sonuçları. ....	89
Şekil.4.31 450°C derecede 120 MPa basma yükü altında yaşlandırılmış numunenin basma yükü altında süperelastisite çevrimi deney sonuçları. ....	90
Şekil.4.32 450°C derecede 250 MPa basma yükü altında yaşlandırılmış numunenin basma yükü altında süperelastisite çevrimi deney sonuçları. ....	92
Şekil.4.33 Kümülatif geri dönüştürülemez gerinimlerin karşılaştırması. ....	94
Şekil.4.34 Döngü içi geri dönüştürülemez gerinimlerin karşılaştırılması. ....	94
Şekil.4.35 Gerinim – Gerilim ilişkilerinin karşılaştırması. ....	95
Şekil.4.36 950°C derecede homojenize edilmiş numunenin çekme yükü altında döngüsel test sonuçları. ....	96

Şekil.4.37 450°C derecede serbest yüksüz ortamda yaşlandırılmış numunenin çekme yükü altında döngüsel test sonuçları. ....	97
Şekil.4.38 450°C derecede 120 MPa çekme yükü altında yaşlandırılmış numunenin çekme yükü altında döngüsel test sonuçları .....	99
Şekil.4.39 450°C derecede 250MPa çekme yükü altında yaşlandırılmış numunenin çekme yükü altında döngüsel test sonuçları. ....	100
Şekil.4.40 Kümülatif geri dönüştürülemez gerinimlerin karşılaştırması. ....	101
Şekil.4.41 Döngü içi geri dönüştürülemez gerinimlerin karşılaştırılması. ....	102
Şekil.4.42 Gerinim – Gerilim ilişkilerinin karşılaştırması. ....	102

# SİMGELER ve KISALTMALAR

## Simgeler

$\mu$	:	Mikron
$\Omega$	:	Ohm
kW	:	Kilovat
kJ	:	Kilojul
mol	:	Molar ağırlık

## Kısaltmalar

$A_s$	:	Östenit başlangıç sıcaklığı
$A_f$	:	Östenit bitiş sıcaklığı
$M_s$	:	Martensit başlangıç sıcaklığı
$M_f$	:	Martensit bitiş sıcaklığı
$R_s$	:	R fazı başlangıç sıcaklığı
$R_f$	:	R fazı bitiş sıcaklığı
DSC	:	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
SEM	:	Elektron Taramalı Mikroskop
EDX	:	Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi
ŞBA	:	Şekil Bellek Alaşım
VAR	:	Vakum Ark Yeniden Ergitme (Vacuum Arc Remelting)
VIM	:	Vakum İndüksiyon Ergitme (Vacuum Induction Melting)
EBM	:	Elektron Demeti Ergitme (Electron Beam Melting)
USA	:	Amerika Birleşik Devletleri (United States of America)
°C	:	Santigrat Derece
°K	:	Kelvin Derece
C	:	Karbon
Cu	:	Bakır
Al	:	Alüminyum
Mn	:	Mangan
Zn	:	Çinko
Sn	:	Kalay
Ni	:	Nikel

Ti	:	Titanyum
B2	:	Östenit faz
B19'	:	Martensit Faz
R	:	R fazı
ECAE	:	Eş Kanallı Açısal Ekstrüzyon
cm	:	Santimetre
Pa	:	Paskal
MPa	:	Megapaskal
GPa	:	Gigapaskal
CS	:	Konvansiyonel Sinterleme (Conventional Sintering)
SLS	:	Selektif Lazer Sinterleme (Selective Laser Sintering)
SLM	:	Selektif Lazer Ergitme (Selective Laser Sintering)
SHS	:	Kendi Kendine İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi (Self-Propagating High Temperature Synthesis – Combustion Synthesis)
HIP	:	Sıcak İzostatik Presleme (Hot Isostatic Pressing)
SPS	:	Kıvılcım Plazma Sinterleme (Spark Plasma Sintering)
MIM	:	Metal Enjeksiyon Kalıplama (Metal Injection Molding)
LENS	:	Lazer Tasarlanmış Net Şekillendirme (Laser Engineered Net Shaping)
SHT	:	Boşluk Tutucu Tekniği (Space Holder Technique)
TM	:	Toz Metalürjisi
SS	:	Standart Sapma
U/D	:	Uygulanabilir Değildir

# 1. GİRİŞ

Şekil Bellek Alaşımaları, temel olarak deforme edilmeden önceki şeklini ısıtarak ve/veya deformasyona sebep olan yükü kaldırmak suretiyle hatırlayan, hafıza özelliği gösteren emsalsiz alaşımlardır. Bu hafıza özelliği ısıtma – soğutma esnasında veya yük altında olup olmama koşulları ile kendisini göstermektedir ve malzeme bu özellikleri sayesinde iş yapabilme kapasitesine sahiptir. Bu tip özellik gösteren malzemeler, genellikle yüksek teknoloji gerektiren otomotiv, havacılık, biyomedikal ve robotik uygulama alanlarında, kompleks aktüator, pnömatik ve motor uygulamaları gerektiren alt sistemlerin yerini alabilmektedir. Çok parçalı ve bir kontrol sistemi gerektiren kompleks sistemlerin yaptığı işleri, sadece gerekli bellek eğitiminin ve malzeme tasarımının gerçekleştirilmesiyle yapabilen şekil bellek alaşımları bu sistemler için hafif, dayanıklı, mukavemeti yüksek, tok ve süneklik özelliği gösteren alternatiflerdir. [1]

Şekil bellek uygulaması gerçekleştirilebilen malzemeler arasında NiTi bazlı alaşımlara alternatif olarak Bakır – Alüminyum bazlı ve Demir bazlı daha ucuz alternatifler olmasına karşın NiTi bazlı alaşımları güvenilirlikleri, uygulanabilirlikleri, çevrim kararlılıkları (tekrarlanabilirlikleri) ve üstün termo – mekanik özellikleri ile diğer şekil bellek alaşımlarından ayrılmaktadır. [1]

NiTi alaşımları malzemenin iki fazının, (östenit ve martensit) fazlarının dönüşümü ile şekil bellek özelliği göstermektedir. NiTi alaşımları, malzemenin soğutulması ile östenit fazından martensit fazına dönüşüm gerçekleştirir. Ms sıcaklığı martensitik dönüşümün başladığı, Mf sıcaklığı ise martensitik dönüşümün tamamlandığı sıcaklıktır. Aynı şekilde As ve Af sıcaklıkları östenitik dönüşümün başladığı ve bittiği sıcaklıklardır. Genel olarak bu dönüşüm martensitik dönüşüm olarak adlandırılmaktadır. Martensitik dönüşüm esnasında fonksiyonel iş yapabilme kapasitesi, bu dönüşümün malzeme karakteristiğinden kaynaklanan difüzyonsuz dönüşüm özelliğinden kaynaklanmaktadır. [2]

Şekil bellek alaşımları aynı zamanda yük uygulanması ile oluşan gerininin yükün kaldırılması ile büyük bir kısmının yada tüm gerininin geri kazanılması ile de süperelastik özellik göstermektedirler. Şekil bellek özelliğinde görülen sıcaklık farkının martensitik dönüşümü aktive etmesinden farklı olarak bu özellik,

malzemenin çeşitli yüklemelere maruz bırakılması neticesinde martensitik dönüşüm gerçekleştirilmesiyle elde edilir. NiTi alaşımı yüksek sıcaklık östenit fazında iken yüklendiğinde ilk önce ikizlenmiş martensit dönüşümüne maruz kalır, yüklenme devam ettiğinde alaşım, geri ikizlenmiş martensit dönüşümüne uğrayarak normal metallerin ulaşmadığı yüksek gerinim değerlerine erişebilir. Yük boşaltıldığında malzeme tekrar eski haline dönerek östenit yapısına kavuşur ve süperelastik çevrim tamamlanmış olur. [4]

NiTi alaşımları döküm veya toz metalürjisi ile imal edilebilmektedir. Tezde kullanılan malzemeler gibi gözenekli olmayan, yığın (bulk) malzemeler genellikle döküm yöntemlerinden Vakum Ark Ergitme (VAR), Vakum İndüksiyon Ergitme (VIM) veya Elektron Demeti Ergitme (EBM) yöntemleri ile dökülerek imal edilirler. Bu üretim yöntemleri konvansiyonel döküm teknolojilerine nazaran metalin daha iyi bir homojenlik ve saflığa sahip olmasını sağlar. Dökümde kullanılan malzemelerin elemental saflıklarının yüksek olması ve malzemelerin dökümü esnasında vakum ortamı veya inert gaz ortamında tutulması saflığını artırmaktadır. Döküm akabinde malzemeler sıcak işleme tabi tutulup nihai şekline, haddeleme, ekstrüzyon gibi işleme yöntemlerinden biri kullanılarak getirilir. [2]

NiTi şekil bellek alaşımının şekil bellek özelliklerini veya süper elastik özelliklerini arttırmanın yolları arasında farklı ısı işlem uygulamaları ve termo – mekanik uygulamalar yer almaktadır. Bu uygulamalar arasında uygun sıcaklıklarda gerçekleştirilen aşırı plastik deformasyon uygulamaları, yaşlandırma işlemleri, ve gerilim altında yaşlandırma işlemleri yer almaktadır. Bu uygulamalar sonucunda matris içerisinde çeşitli çökeltiler, deformasyonlar, dislokasyonlar ve yönlendirmeler oluşturulup, çökeltilerin, ve dislokasyonların malzeme içerisindeki farklı davranışları çeşitlendirilebilir. Uygulanabilir ısı işlem arasında yaygın olarak yaşlandırma işlemi uygulanmaktadır. Yaşlandırma işlemi esnasında Ni açısından zengin çökeltiler oluşur ve bu çökeltiler ana matris içerisinde Nikel atomunu kendilerine çekerler. Bu çökeltilerin oluşumu neticesinde ortamdaki nikel çekilmesi ile birlikte martensitik dönüşüm sıcaklıkları yükselir, aynı zamanda oluşan çökeltilerin ana matris ile uyumlu olup olmamasına bağlı olarak yüklenme sonrasındaki gerinim geri kazanımının martensitik dönüşüm esnasında daha fazla olmasına sebebiyet vermektedir.(3,4)

Yaşlandırma işleminin bir diğer sonucu da ısıtma – soğutma ile normalde tek aşamalı gerçekleşen martensitik dönüşümün, ısı işlem neticesinde ortaya çıkan bir

ara faz olan R fazı ile soğutma esnasında iki kademeli bir dönüşüme sahip olmasıdır. Çökeltilerin matris içerisinde bulunması difüzyonsuz gerçekleşen bu faz dönüşümü esnasında büyük kafes (lattice) yapıların östenitten direkt martensite dönüşümünü engellemekte, bu da enerjetik olarak elverişli olan R fazına dönüşümü tetiklemektedir.

Uygulanabilecek termo – mekanik yöntemler arasında malzemelerin çeşitli yükler altındayken yaşlandırma işlemine tabi tutulması yer almaktadır. Bu yöntemlerle oluşturulan çökeltiler mikroyapı içerisinde, tane içerisinde ve sınırlarında daha düzgün ve homojen bir dağılım göstermektedir (5,7).

Bu çalışmada nikelce zengin, NiTi alaşımına yük uygulanmadan yaşlandırma işlemleri ile birlikte sabit gerilim altında, yaşlandırma işlemleri gerçekleştirilmiş ve bu işlemlerin malzemenin süperelastik özelliklerine olan etkileri araştırılmıştır.

## 2. TEORİ

### 2.1. Şekil Bellek Alaşımların Tarihi ve Genel ŞBA Özellikleri

Şekil bellek özelliği martensitik dönüşüm sergileyen alaşımların en önemli özelliklerinden biridir. Şekil bellek özelliği malzemenin deforme edilmesinden sonra ilk şeklini hatırlayabilme kabiliyetidir. Malzemeler tek yönlü ve iki yönlü bellek özelliği gösterebilir. Tek yönlü şekil bellek özelliğinde alaşım, düşük sıcaklık fazı olan martensit formunda deforme edildikten sonra östenit sıcaklığının üzerine ısıtılması suretiyle ilk şeklini geri alır. Malzeme tekrar soğutulduğunda ise soğuk halindeki şeklini geri kazanamaz. Çift yönlü şekil bellek uygulamasında ise malzeme hem düşük sıcaklık (martensit) hem de yüksek sıcaklık fazındaki (östenit) şeklini hatırlar.

Şekil bellek özelliği ilk olarak 1932 yılında İsveçli bilim adamı Arne Ölander tarafından malzemenin fiziki hareketi olarak raporlandırılmıştır. Daha sonra 1952 senesinde Chang ve Read tarafından Altın – Kadmiyum (Au-Cd) alaşımlarında martensitik dönüşümleri tespit edilmiştir [9]. NiTi alaşımlar ise 1962 yılında Buehler vd. tarafından USA Naval Ordnance Laboratories (ABD Deniz Kuvvetleri Ordonat Laboratuvarında) keşfedilmiştir. Keşfin hemen arkasından hızlıca gerçekleştirilen malzeme ve mühendislik çalışmaları sonucunda çeşitli yüksek teknoloji ve ticari sektörlere adapte edilerek kullanılmıştır (10-13). Yapılan araştırmalar sonucunda NiTi haricinde farklı elementler kullanılarak Fe-Mn-Si, Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni gibi farklı şekil bellek alaşımları keşfedilmiş ve ticari olarak kullanılmıştır ancak bu malzemelerin çevrim kararsızlığı, düşük termo-mekanik performansları neticesinde NiTi alaşımları kadar tercih edilmemektedir (14-17).





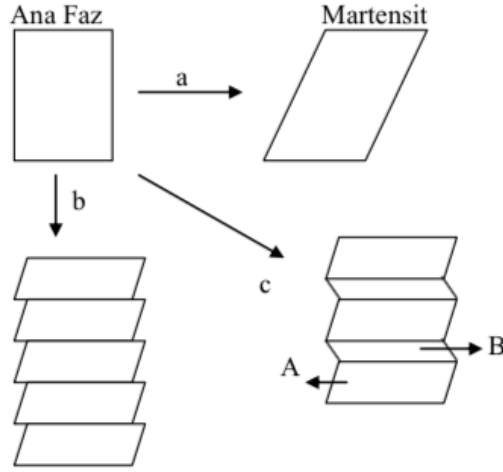
## 2.2. Martensitik Dönüşümler

Malzemelerin katı hal faz dönüşümleri difüzyonlu ve difüzyonsuz şekilde gerçekleşebilir. Difüzyonlu faz dönüşümleri çekirdeklenme ve büyüme ile gerçekleşerek Avamri tipi kinetik denklemler ile tanımlanabilmektedir. Difüzyonsuz gerçekleşen faz dönüşümleri ise bu tip bir denklem ile tanımlanamaz ve çekirdeklenme – büyüme gerçekleştirerek oluşmazlar. Bu tip katı hal faz dönüşümlerine martensitik faz dönüşümleri adı verilir. Eğer çelik malzeme östenit fazına ısıtılarak sonrasında hızlıca soğutulursa martensitik dönüşüm gerçekleşir. Çelikte gözlemlenen bu martensitik dönüşüm farklı metallerde ve elementlerde de tespit edilmiştir. Çelikte tespit edilen bu martensit fazı yarı kararlı olmasından dolayı yalnızca çok hızlı soğutmalarda oluşturulabilmektedir.

## 2.3. Martensitik Dönüşümlerin Genel Özellikleri

Bazı martensitik dönüşümlerde ise (Au-Cd, In-Tl) düşük sıcaklık fazı yarı kararlı fazdan ziyade tam kararlı bir fazdır ve düşük soğutma hızlarında dahi dönüşüm gerçekleştirebilir. Bu tip martensitik dönüşüm sistemleri termoelastiktir, malzemenin kendi doğasından kaynaklanmakta ve yüksek soğutma hızları gerektirmemektedir [23].

Termoelastik olarak gerçekleşen martensitik dönüşüm askeri tip olarak tanımlanabilecek, etkisi altında bulunan tüm atomların birlikte hareket ettiği kayma gerilimi benzeri etkiden etkilenen bir olaydır. Bu dönüşümün şematik gösterimi Şekil.2.2'de tanımlanmıştır. Ana faz olan östenit fazı genellikle kübik yapıdadır ve düşük sıcaklık fazı olan martensitin ise kristal yapısı görece daha az simetriktir. Sıcaklık östenit fazından itibaren düşürülmeye başladığında  $M_s$  sıcaklığının altına inilmeye başlamasından itibaren kayma gerilimi benzeri mekanizma devreye girer. Eğer kristalografik olarak geri dönüşüm mümkünse sıcaklığın tekrar arttırılmasıyla martensit faz kararsız hale gelir, tekrar ana faz olan östenit fazına geri dönüş başlar [24].



Şekil.2.2. Martensitik dönüşüm mekanizmasının tanımlanması: a) Faz dönüşümü ile şekil değişimi, b) Kayma benzeri hareket ile gerininin azaltılması, c) İkizlenme mekanizması ile gerininin azaltılması [24].

Martensitik şekil dönüşümü Şekil.2.2’de (a) şematik olarak gösterildiği şekilde gerçekleşir. Bu dönüşüm esnasında ana faz içerisinde büyüyen martensit fazı etrafında çok yüksek gerinimler oluşur. Bu gerinimlerin azaltılabilmesi için iki farklı yöntem bulunmaktadır, birincisi Şekil.2.2’de (b) gösterildiği gibi kayma benzeri hareket ile gerinim azaltılması ikincisi ise Şekil.2.2.’de (c) gösterildiği gibi ikizlenme mekanizmalarının devreye girmesidir.

Şekil bellek alaşımlarındaki mekanizma ikizlenme mekanizmasıdır. Çünkü kayma tipi deformasyon mekanizmalarında geri dönüşüm yoktur. İkizlenmede ise geri dönüşüm mekanizması aktiftir. İkizlenme varyantları arasındaki uyum, ikizlenme faz dönüşümünde oluşan gerininin çok az olması sebepleri ile geri dönüştürülebilir kılmaktadır.

Bu iki mekanizmayı da kafes yapının değişmez kaymaları adı altında toplayabiliriz çünkü ister kayma mekanizması devrede olsun ister ikizlenme mekanizması devrede olsun her iki gerinim azaltma yöntemi de martensit yapıyı değiştirmez. Şekil.2.2 (c)’de tanımlanan ikizlenme mekanizmasında belirtilen A ve B bölgeleri aynı yapıya sahiptir ancak oryantasyonları ikiz yönelimlidir. Bu yapılara uyumlu varyantlar adı verilir [24].

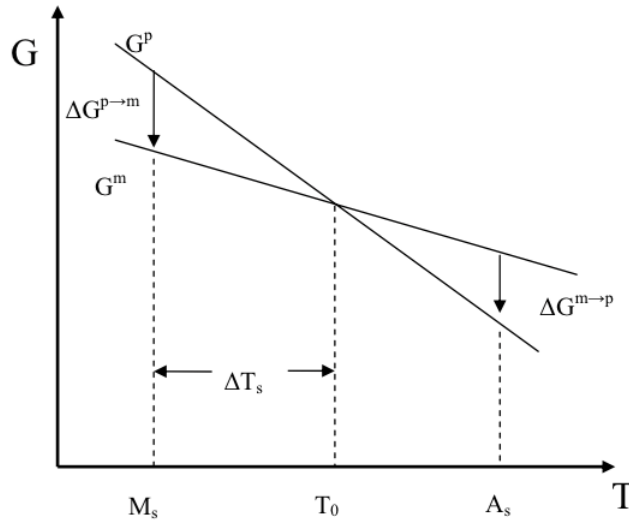
Martensitik dönüşümler yapının kompozisyonunu değiştirmezler, bu yönüyle dönüşümün oluşup oluşmayacağı Gibbs Serbest Enerjisi denge denklemi ile tanımlanabilir. Kimyasal bir dönüşüm prosesinin kendiliğinden oluşup

oluşmayacağı, bu sistemin Gibbs Serbest Enerjisinin sıfırdan küçük olup olmaması ile belirlenmektedir ( $\Delta G < 0$ ).

Bu denge denklemi martensitik dönüşümler için Şekil.2.3.'te şematik olarak gösterilmiştir.  $T_0$  iki fazın termodinamik dengede olduğu sıcaklığı,  $G^m$  martensitin Gibbs serbest enerjisini ve  $G^p$  ise ana (östenit) fazın Gibbs serbest enerjisini tanımlamaktadır.  $\Delta G^{p \rightarrow m} = G^m - G^p$ , martensit çekirdeklenmesi için gerekli olan itici enerjiyi,  $\Delta G^{m \rightarrow p} = G^p - G^m$  ise geri dönüşüm için gereken itici enerjiyi temsil etmektedir. Martensitik dönüşüm esnasında Gibbs serbest enerjisinin değişimi aşağıdaki denklem ile ifade edilebilir.

$$\Delta G = \Delta G_c + \Delta G_{nc} = \Delta G_c + \Delta G_{irr} + \Delta G_e \quad (2.1)$$

$\Delta G_c$ , ana faz ile martensit fazı arasındaki kimyasal serbest enerjidir.  $\Delta G_{nc}$ , kimyasal olmayan enerjidir ve  $\Delta G_{irr}$  ile  $\Delta G_e$  enerjilerinin toplamına eşittir.  $\Delta G_{irr}$ , mekanik geri dönüştürülemez, martensit ve ana faz arasındaki sürtünme ile alakalı enerjidir.  $\Delta G_e$  ise martensit faz etrafındaki elastik enerjidir.  $\Delta T_s$ , denge sıcaklığından martensit fazının çekirdeklenmeye başlaması için gerekli sıcaklık farkına veya bu çekirdeklenmenin geri dönüştürülmesi için gerekli sıcaklık farkını belirtmektedir.



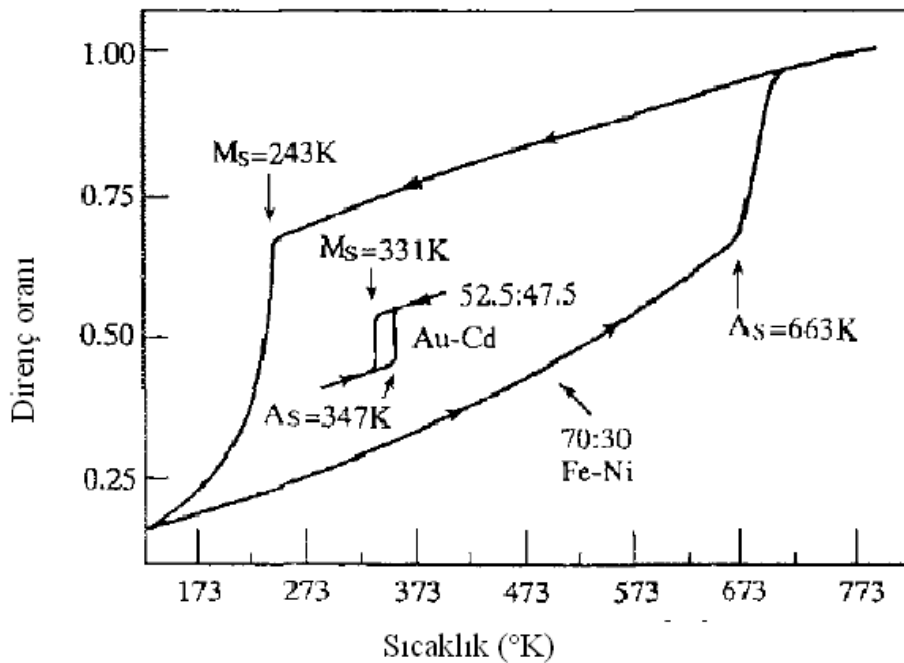
Şekil.2.3. Ana ve martensit faz serbest enerji grafiği. [2]

$M_s$  ve  $A_s$  sıcaklıkları, sırasıyla martensite dönüşümün başladığı ve östenite geri dönüşümün başladığı sıcaklıkları tarif etmektedir.

Martensitik dönüşümler termoelastik olan ve termoelastik olmayan şeklinde iki sınıf altında tanımlanabilir. Kimyasal olmayan enerji birimi ( $\Delta G_{irr} + \Delta G_e$ ) küçük ise martensit ve östenit arasındaki arayüz hareketli, enerji yayılımı (histeresis) düşük

ve dönüşüm kristalografik olarak tersinebilirdir. Diğer yandan  $\Delta G_{nc}$  (kimyasal olmayan enerji) yüksek ise östenit ve martensit arasındaki arayüz mobilitesi düşüktür, enerji yayını (histeresis) yüksek ve tersinir dönüşüm çekirdeklenme akabinde büyüme ile gerçekleşir, martensitik dönüşüm termoelastik değildir [25].

Termoelastik ve termoelastik olmayan dönüşümler, enerji histeresisi bakımından Şekil.2.4'te grafiksel olarak gösterilmiştir. Şekil bellek alaşımları termoelastik martensitik dönüşüm karakteristiği göstermektedir. Şekil bellek alaşımlardaki termoelastik martensitik dönüşümün varlığı ilk defa Kurdjumov ve Khandros tarafından Cu-Al-Ni alaşımlarının davranışının incelenmesi esnasında ortaya konmuştur [26].



Şekil.2.4: Termoelastik ve termoelastik olmayan martensitik dönüşümler. [2]

Au-Cd alaşımındaki gözlenen dönüşüm termoelastik davranışı ortaya koymaktadır. Düşük sıcaklık histeresizi ve düşük direnç oranı düşük enerji yayını ve martensit östenit fazları arasındaki kristalografik geri dönüştürülebilirliğe işaret etmektedir [2].

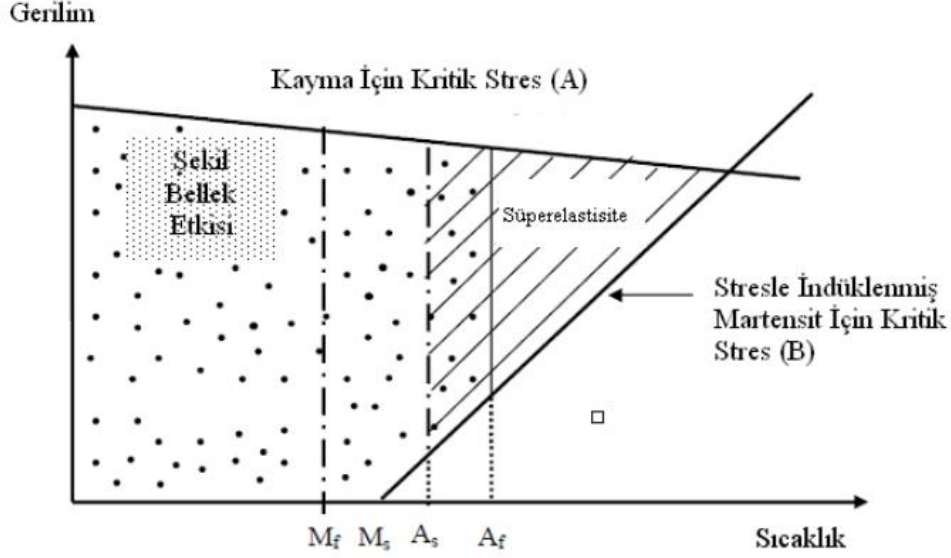
### 2.3.1. Şekil Bellek ve Süperelastisite Davranışı

Şekil bellek davranışı metalik malzemelerin martensitik dönüşüm karakteristiği ile ilişkili olup çeşitli alaşımlarda gözlenmektedir. Malzemenin bu özelliği temel olarak düşük sıcaklık fazı olan martensit fazında bulunan malzemenin deforme edilmesi sonucunda tekrar östenit fazı sıcaklığına yükseltilmesi neticesinde atomlarının orjinal pozisyonlarına geri dönerek şeklini geri hatırlayabilmesinden kaynaklanmaktadır. Bu davranışın gerçekleşmesi esnasında oluşan mekanizmalar ve oluşumu tetiklemek için gerekli uygulamalar Şekil.2.5'te şematik olarak gösterilmiştir.

Şekil.2.5'te (a) gösterilen form  $A_f$  sıcaklığı üstündeki östenit fazıdır. Bu faz  $M_f$  sıcaklığının altına kadar soğutulduğunda (b) ile gösterilmiş ikizlenmiş martensit fazına dönüşür. (b) noktasından başlanarak stres altında yüklenen ikizlenmiş martensit fazı (c) aşamasına kadar ikizlenmiş martensit fazın elastik deformasyonunu gerçekleştirir. (d) aşamasına kadar yüklenen ikizlenmiş martensit fazı farklı varyantlarını kaybederek tekil ve yük yönüne bağlı olarak en favori varyanta dönüşerek geri ikizlenmiş martensit formuna dönüşür. (d) aşamasına kadar deformasyon, ikizlenmiş martensit arayüzlerinin kayması ile gerçekleşir. (e) aşamasına kadar yüklenmiş geri ikizlenmiş martensit fazının elastik deformasyonu gerçekleşir. Yük boşaltıldığında geri ikizlenmiş martensitin elastik deformasyonu geri kazanılır. Malzeme sıcaklığı daha sonra  $A_f$  sıcaklığının üstüne kadar ısıtıldığında ise (g) ile (a) noktaları arasındaki ikizlenmiş martensit aynı kafes yapısını koruyarak elastik olmayan deformasyonlar östenit fazına geri dönüşüm esnasında geri kazanılır ve malzeme eski şeklini tamamen geri kazanır [27].



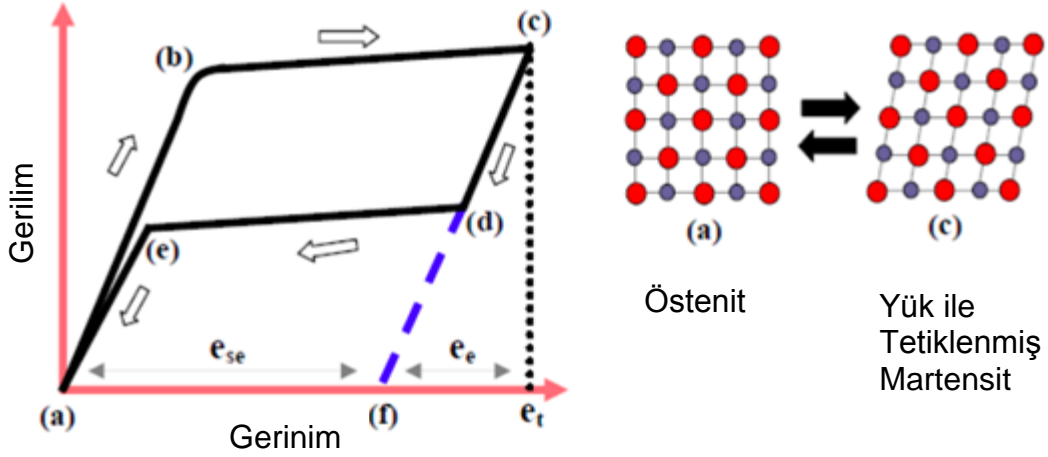
bellek etkisinin gözlemlenmesi oluşumun test sıcaklığına bağlıdır. Bu bağımlılık Şekil.2.6'da şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil.2.6: Şekil bellek ve süperelastisite oluşumunun termomekanik ilişkisinin şematik gösterimi [24].

Şekil.2.6'da yukarı doğru eğimli sınır çizgisi yük ile indüklenmiş (tetiklenmiş) martensit için kritik gerilim eğrisini göstermektedir. Yukarıda yer alan aşağı doğru eğimli çizgi ise kayma deformasyonunun tetiklenmesi için kritik gerilim eğrisini tanımlamaktadır. Taralı çizgiler ile belirlenmiş bölgede (Süperelastisite) Af sıcaklığı üzerinde "Stresle İndüklenmiş Martensit için Kritik Stres (B) eğrisi üzerinde gerçekleşen yüklemeler neticesinde faz yük ile tetiklenmiş martensit oluşturur. Yükler boşaltıldığı zaman ise martensit faz Af sıcaklığı üzerinde doğal olarak kararsız hale gelir ve tekrar östenit faza dönüşüm gerçekleşir. Af sıcaklığının altındaki ancak As sıcaklığının üstündeki test sıcaklıklarında gerçekleşen yüklemelerde yük ile indüklenmiş martensitin (bir kısmı) deforme olmuş halde kalır ve ancak Af sıcaklıklarının üzerine çıkartıldığında geri dönüştürülebilir. Bu yüzden Af ve As test sıcaklıkları arasında süperelastisite ve şekil bellek etkisi bir arada gözlemlenebilir.

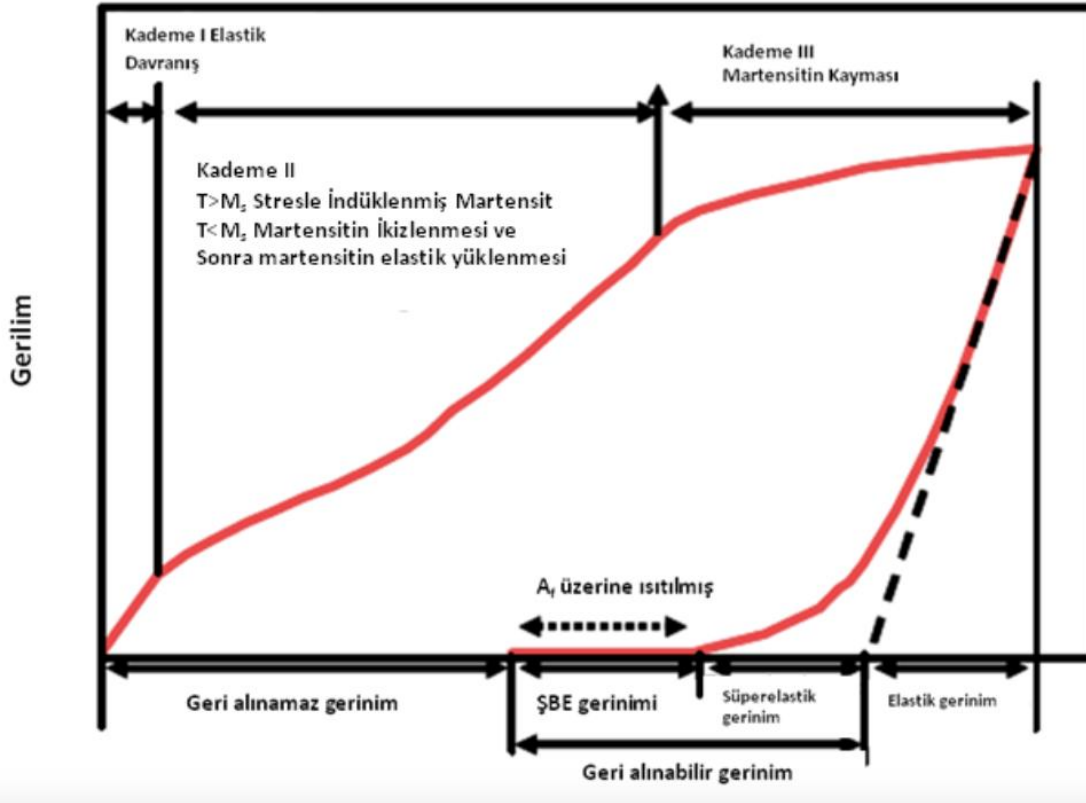




Şekil.2.7: Süperelastisite mekanizması [8].

Süperelastisite şekil bellek etkisinden farklı olarak sabit bir sıcaklıkta meydana gelir. Şekil.2.7’de gösterildiği üzere Af sıcaklığının üzerindeki malzeme östenit formundadır. Yükleme neticesinde ilk aşamada (a) → (b) eğrisi boyunca elastik deformasyon gerçekleşir. Yüklemede Şekil.2.7’deki (b) noktası, Şekil.2.6’da gösterilen gerilimde indüklenmiş martensit kritik stresine ulaştığında malzeme östenit fazından indüklenmiş martensit fazına dönüşüm gerçekleştirir. (b) → (c) boyunca varyantlar değişime uğrayarak kendi kendini denkleştirerek (c) noktasında tamamen gerilimle indüklenmiş martensite dönüşür. Yükün boşaltılması ile ilk aşamada (d) noktasına kadar martensit üzerindeki elastik gerinim tamamen boşaltılır, (d) → (e) arasında tersine dönüşüm gerçekleşir neticede (a) noktasına kadar da geri kalan elastik gerinimler tersine doğru tamamen geri kazanılır [27].

Md sıcaklığının üzerinde (martensit deformasyon sıcaklığı) deforme edilen fazda stres ile indüklenmiş martensit oluşumu gözlenemez. Bu sıcaklıklardaki deformasyon kayma deformasyonu ile gerçekleşir ve geri dönüştürülemezdir. Şekil.2.8’de şekil bellek alaşımlarının gerilim-gerinim davranışı genel olarak özetlenmiştir. Temel olarak alaşımda üç farklı deformasyon karakteristiği ile üç farklı deformasyon mekaniği gözlenebilmektedir.



Şekil.2.8: Şekil bellek alaşımının Gerilim-Gerinim grafiği ve üç temel farklı davranış karakteristiği [8].

- 1) İlk durumda malzeme tamamen östenit fazındadır. Birinci kademede östenit fazının elastik deformasyonu gerçekleşir. İkinci kademede östenit fazı yüklenme neticesinde stresle indüklenmiş (tetiklenmiş) martensite dönüşür. Nihai olarak üçüncü kademede de martensitin kayma deformasyonu oluşur. Süperelastik gerinim elastik gerinimden sonra meydana gelir. Yüklerin boşaltılması ile belirli bir miktar elastik gerilim geri kazanılabilir, geri kalan gerilim  $A_f$  sıcaklığı üzerine ısıtılarak geri alınabilir ve diğer kalıntı gerilimler geri kazanılamaz.
- 2) İkinci durumda malzeme martensit durumunda ise birinci kademede malzemenin martensit fazı elastik gerinime uğrar, ikinci kademede geri ikizlenme meydana gelir, yüklenme devam ettikçe tercih edilen varyantlar büyür ve diğer martensit varyantları gitgide kaybolur. Yüklenme daha da devam ettiğinde üçüncü kademe aşamasına geçilmiş olur ve martensitin kayma ile deformasyonu gerçekleşir. Yüklenme boşaltıldığında martensit fazın elastik olarak deforme edilmiş kısmı geri kazanılır.
- 3) Üçüncü durumda malzeme östenit ve martensit fazlarının bir arada olduğu bir fazdadır.  $A_s - A_f$  sıcaklıkları arasında ve birinci ve ikinci durumdaki mekanizmaların bir arada görüldüğü bir dönüşüm gerçekleştirir. Yüklenme sonrasında birinci durumda

olduđu gibi belirli bir miktar elastik gerilim geri kazanılabilir, geri kalan gerilimler Af sıcaklıđı üzerine ısıtılarak geri alınabilir ve kalıntı gerilimler geri kazanılamaz.

Şekil bellek özelliğinde malzeme genellikle ana fazın şeklini hatırlar. Bazı koşullar altında her iki fazın da şekli hatırlanabilir ve bu çift yönlü şekil bellek özelliđi olarak adlandırılmaktadır. Bu özelliğın ortaya çıkartılabilmesi için malzemenin belirli koşullar altında "eđitilmesi" gerekmektedir. Alaşıma uygulanan termomekanik işlemler neticesinde oluşan dislokasyonlar martensit plakalarının oluşumu esnasında bunların dizilimlerinin sabitlenmesine sebep olur. Alaşım ısıtıldığında martensit faz kaybolur ancak dislokasyonlar kalır. Alaşım tekrar sođutulup martensit fazına dönüştürüldüğünde plakalar dislokasyonların oluşturduđu gerilime istinaden eski dizilimine dönmeyi tercih ederler. Bu termomekanik işlemler esnasında malzeme şekil bellek eđitimine tabi tutulur. Belirlenen şeklin hatırlanabilmesi için eđitim esnasında alaşıma uygulanan deformasyon gerilimi boşaltılır, alaşım östenit dönüşüm sıcaklıđı üstüne ısıtılır, daha sonra tekrar sođutulur. Çift yönlü şekil bellek etkisinin oluşmasında ısıtma ve sođutma esnasında oluşturulan intermetalik çökeltilerin yerleşimi önem arz etmektedir.

Çift yönlü martensitik dönüşüm ilk defa NiTi alaşımlar için Wang ve Buehler tarafından raporlandırılmıştır. [29] Çift yönlü dönüşüm için dört temel gereksinim ortaya konmuştur. (a) Plastik deformasyon, (b) Malzemenin boyutsal sınırlandırılmış yaşlandırması, (c) Isıl döngüsel çevrim, ve (d) Martensitin yaşlandırılması.

#### **2.4. NiTi Şekil Bellek Alaşımlar ve Konvansiyonel Şekil Bellek Alaşımlar**

Termoelastik martensitik dönüşüm gösteren şekil bellek alaşımları yüksek gerinim ile birlikte yüksek yük altında geri dönüştürülebilir şekilde çalışabilme özelliđi sayesinde aktüatör olarak kullanılarak elektromekanik sistemlerde eyleyici olarak kullanılabilir. Malzemenin bu özelliđi, eşatomlu NiTi alaşımının 1963 senesinde yayınlanan çalışmada ortaya konmuştur [30]. Bu çalışmalardan sonra 1980'lere kadar Cu bazlı ve NiTi alaşımı temelli çalışmalar hız kazanmış, konu ile ilgili olarak ABD'nde ve Japonya'da kapsamlı araştırmalar gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmalar neticesinde hem bilimsel hem konvansiyonel, hem de ticari uygulamalar geliştirilmiş ve kullanılmaya devam edilmiştir. Günümüze kadar şekil bellek alaşımlarının kullanılabilirliğini kayıt altına almış olan yaklaşık 10000 ABD çıkışlı

patent ve 20000 dünya çapında farklı ülkeler tarafından alınmış patent bulunmaktadır [1].

Konvansiyonel şekil bellek alaşımlar bu özelliklerini genellikle normal şartlar altındaki sıcaklıklarda veya ortam sıcaklığının altında sergilemektedirler. Birçok alaşım içerisinde NiTi alaşımları veya Cu tabanlı alaşımlar en çok kullanılmakta ve araştırılmaktadır. Cu tabanlı alaşımlar NiTi alaşımlarına görece daha ucuz olmalarından dolayı daha kolay ticarileştirilebileceği değerlendirilmektedir [32, 33]. Yüksek sıcaklık veya kriyojenik uygulamalar için de şekil bellek alaşımları geliştirilmekte olup özel uygulamalar için araştırmalar aktif olarak gerçekleştirilmektedir [31 - 34].

Şekil bellek alaşımları benzersiz özelliklerinden dolayı, çeşitli endüstriyel alanlarda (biyomedikal, elektrik elektronik, bilişim, otomotiv, gaz ve enerji iletimi, tüketici ürünleri vb..) eyleyici veya süperelastik özelliklerinden dolayı aktif bir şekilde kullanılmaktadırlar [10,15, 32 - 35].

Cu tabanlı şekil bellek alaşımlar genel olarak CuZn, CuAl ve CuSn başlıkları altında toplanabilir. Bu alaşımlara üçüncül element eklemeleri yapılarak zayıf olarak karakterize edilen şekil bellek geri dönüşümü, ısı iletkenlikleri, işlenebilirlikleri iyileştirilebilmektedir. Hali hazırda NiTi alaşımlara daha ucuz alternatifler oluşturmasına karşın uygulamada hala ısı denge, gevreklik, yüksek gerilim altında çalışmama, büyük tane yapısı, yüksek elastik anizotropi, sıcaklık ve yük altında ikincil istenmeyen fazların oluşması ve tane sınırlarında istenmeyen safsızlıklar gibi malzemenin mikroyapısından kaynaklanan eksiklikler üzerinde çalışılmaktadır [36]. Ticari olarak Cu-Al-Zn ve Cu-Al-Ni alaşımlar bakır bazlı şekil bellek alaşımları arasında aktif olarak kullanılmaktadır [14-16]. Cu-Al-Ni şekil bellek alaşımları, bakır bazlı şekil bellek alaşımların daha iyi mekanik özellikler sergilemesi için geliştirilmekte, Cu-Al-Mn bazlı şekil bellek alaşımları yüksek süneklik özellikleri için araştırılmakta, Cu-Al-Zn alaşımı yüksek gerinimli martensitik dönüşüm özellikleri için geliştirilmekte ve Cu-Sn tabanlı şekil bellek alaşımı ise yüksek sıcaklıkta dönüşüm özellikleri için değerlendirilmektedir. Cu tabanlı şekil bellek alaşımları NiTi alaşımlara benzer şekilde dökme yöntemleri veya toz metalürjisi ile imal edilebilirler. [37-43] Bakır temelli şekil bellek alaşımlarında süperelastik özelliklerin gözlemlenebilmesi için su verme işleminden önce tek fazlı  $\beta$  taneciklerinin oluşması önem arz etmektedir. Benzer şekilde istenilen kimyasal homojeniteye erişebilmek için işleme öncesinde beta faz bölgesinde ısı işlem gerçekleştirilmektedir.

Homojenizasyon süresi optimize edilerek istenilen faz dağılımı istenilen özelliklerde elde edilebilmektedir. Cu-Al-Mn alaşımlarında 600°C'lik sıcaklıklarda 30 dakikalık homojenizasyon süresi akabinde 200°C'lik yaşlandırma işlemleri martensitik dönüşümün sabitlenmesi için yeterli olmaktadır. Cu-Al-Ni alaşımlarında 650°C – 950°C derece arasında artırılan homojenizasyon sıcaklıkları tane yapılarının büyümesine, 473 K – 823 K arasında gerçekleştirilen yaşlandırma işlemlerinde mikroyapıda tane sınırı ve tanecikler içerisinde çökelti oluşumları gözlenmiştir. Cu-Al-Zn alaşımlarda farklı ısıl işlem uygulamaları altında ana faz yapısı haricinde farklı oryantasyonlara sahip martensitik plakalar ve mızrak yapıda martensit oluşumu tespit edilmiştir. 150°C ve altında gerçekleştirilen yaşlandırma işlemlerinde mikroyapının tek taraflı yönlenmiş martensit halinde kaldığı gözlenmiştir [44-47].

Şekil bellek alaşımlardaki uygulama aşamasında çıkan temel sorunlar, şekil bellek yorulması (fonksiyonel yorulma) ve martensit faz stabilizasyonu olarak iki temel başlık altında toplanabilir. Şekil bellek yorulması, malzemenin zaman içerisinde ısıtma – soğutma ve/veya yükleme boşaltma çevrimi ile birlikte davranışının kestirilememesi ve sürekli kullanım sonucunda dönüşüm sıcaklıklarının veya geri kazanılan gerininin farklılığa uğramasından kaynaklanmaktadır. Bu yorulma fonksiyonel yorulma olarak adlandırılmaktadır. Yorulmanın engellenmesi ve önlenmesi için termomekanik işlemler ve malzeme çalışma gerininin düşük tutulması (%3 gerinim) önerilebilir. Fonksiyonel yorulma neticesinde malzeme çalışma ömrü birkaç yüz çevrime kadar düşebilmektedir. Süperelastik malzemelerde gerilim-gerinim diyagramının plato bölgesi, martensitik dizilimin gerilimi kendi içerisinde barındırabilmesi ile ilişkilidir (self accommodation). Doğal yaşlanma ve termomekanik çalışma sonucunda tane boyutunun büyümesi martensit stabilizasyonunu negatif etkilemektedir [48,49].

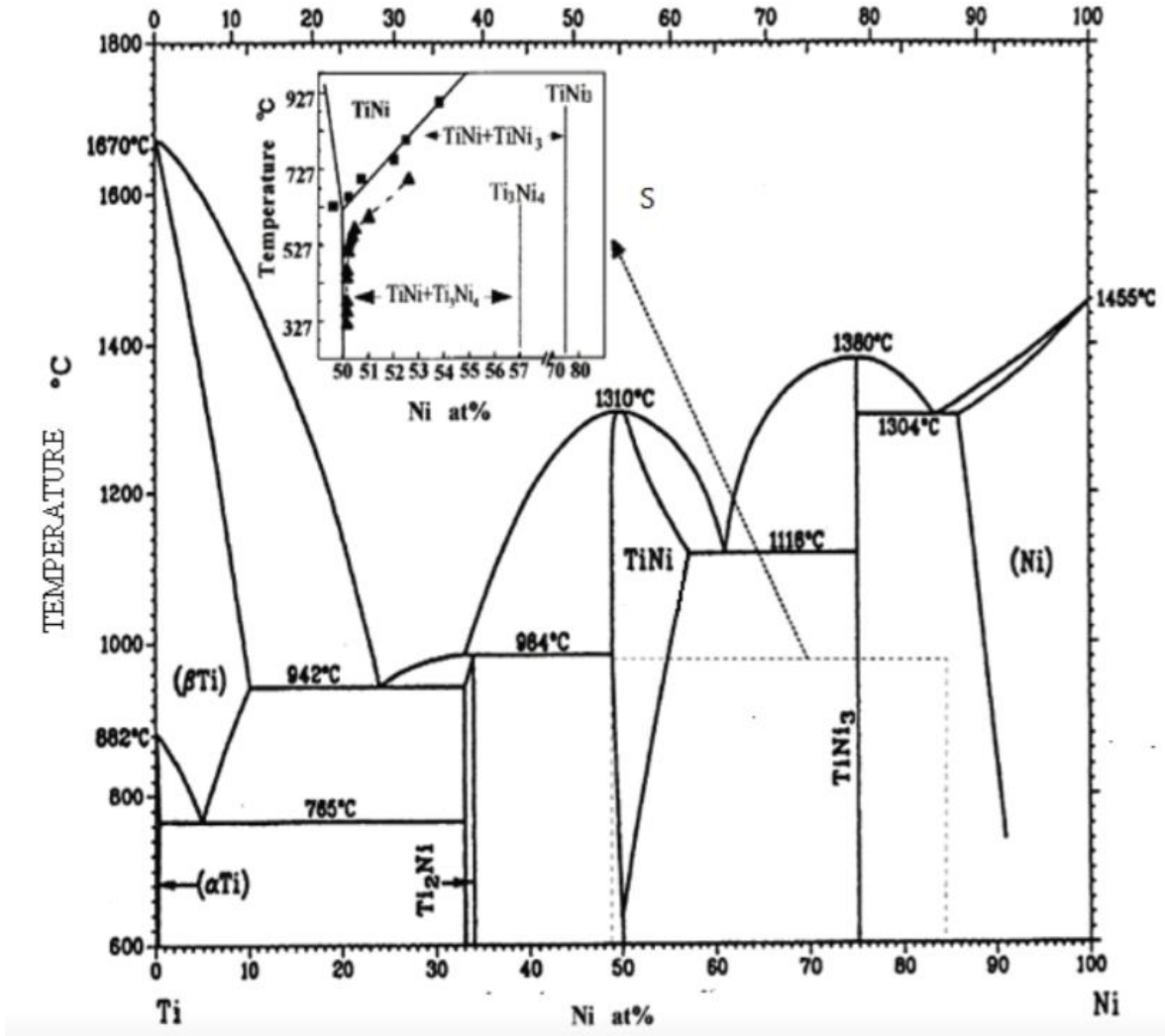
NiTi alaşımları Cu bazlı şekil bellek alaşımların zayıf özellikleri olan yüksek anizotropi, düşük süneklik, düşük korozyon direnci ve düşük yük altında çalışabilme özelliklerinin tersini sergilemektedir. NiTi alaşımları daha önce de bahsedildiği gibi elementsel kompozisyonlarına göre sınıflandırılmaktadır. Alaşım içerisindeki Nikel element oranı atomik olarak %50 civarında olan kompozisyonlara eşatomik NiTi alaşımlar olarak adlandırılmaktadır. %50.5 ve üzerindeki Nikel kompozisyonunda olan alaşımlara ise Ni açısından zengin NiTi alaşımları adı verilmektedir [28].

NiTi alaşımlarında dönüşüm sıcaklıkları yüksek oranda kompozisyona bağlıdır. NiTi ara-metalik bir alaşım olmasına karşın yüksek sıcaklıklarda matris içerisinde büyük

miktarlarda ve oranlarda Ni çözünebilmektedir. Matris içerisinde çözünmemiş Ni olması malzemenin düşük sıcaklıklarda martensitik dönüşüm göstermesi ile ilişkilendirilmiştir. (Şekil.2.1) Matris içerisinde Ni elementinin çekilmesi (difüzyonlu, çekirdeklenme ve büyüme gösteren dönüşüm) vasıtası ile oluşturulan nikel açısından çökelti dönüşüm sıcaklıklarının artışı ile ilişkilendirilmiştir [21].

#### **2.4.1. NiTi Faz Denge Diyagramı**

Şekil.2.9'da NiTi faz denge diyagramı görülmektedir. Faz diyagramında normal şartlar altında dengeli üç farklı ( $Ti_2Ni$ , NiTi,  $TiNi_3$ ) ara-metalik faz tespit edilmektedir. Aynı zamanda NiTi ve  $TiNi_3$  arasında iki farklı yarı-kararlı ( $Ti_3Ni_4$  ve  $Ti_2Ni_3$ ) faz bulunmaktadır. NiTi matris içerisinde Nikel çözünürlüğü sıcaklığa bağlı olmakla birlikte  $500^{\circ}C$  altında kaybolmaktadır.  $300^{\circ}C$  ila  $600^{\circ}C$  derecede yaşlandırma işlemleri  $Ti_3Ni_4$  fazının çekirdeklenmesi ve büyümesine sebep olur. Saf titanyumun erime başlangıç sıcaklığı  $1670^{\circ}C$ , saf nikel için ise erime başlangıç sıcaklığı  $1455^{\circ}C$ 'dir. Eşatomlu NiTi alaşımının ergime sıcaklığı ise  $1310^{\circ}C$ 'dir.  $630^{\circ}C$ 'den itibaren intermetalik NiTi fazı oluşur. Nikel açısından zengin bölgede uygulanan yaşlandırma işlemlerinde  $TiNi_3$  ve  $Ti_3Ni_4$  çökelti oluşmektedir [50].



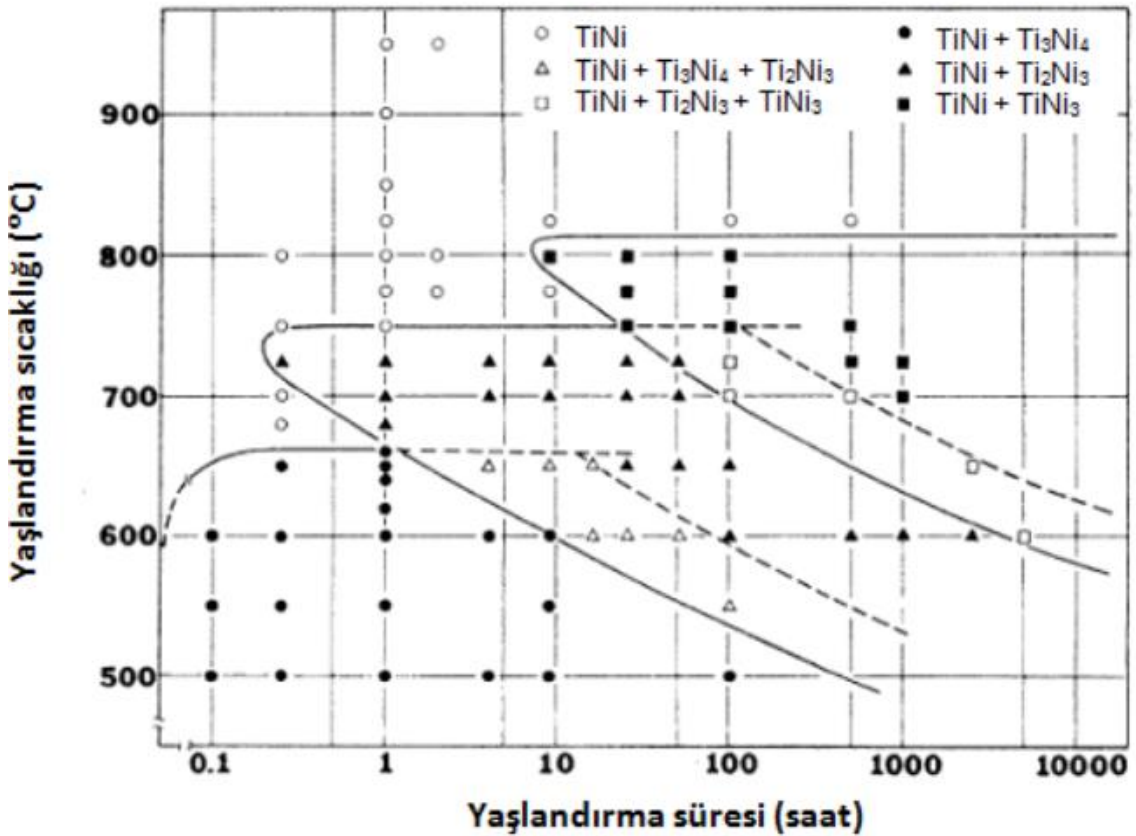
Şekil.2.9: Nikel-Titanyum faz denge diyagramı [50].

#### 2.4.2. NiTi Faz Dönüşümleri ve Yaşlandırma İşlemleri

Alaşımın 800°C - 900°C derece arasında çözündürme işleminden sonra 550°C ve altında gerçekleştirilen yaşlandırma işlemlerinde matris içerisinde  $Ti_3Ni_4$  çökeltileri görülür.  $Ti_2Ni$  ve  $TiNi_3$  kararlı fazlarının şekil bellek alaşımı özelliklerine iyileştirme etkisi bulunmamasıyla birlikte matris içerisindeki yapıyı değiştirmelerinden dolayı dönüşüm sıcaklıklarını etkilemektedir. Bu intermetaliklerin oksijen ile birleşmesiyle oluşan fazlar malzemede kırılma hızına neden olmaktadır.

Martensitik dönüşümün ilk defa difüzyon olmaksızın gerçekleştiği Purdy vd. [52]. tarafından ortaya çıkartılmıştır. Martensitik dönüşüm terimi ilk defa 1963 senesinde NiTi alaşımlarda tespit edilmesi neticesinde Wasilewski vd. [53].  $Ti_2Ni_3$  olan yeni bir faz belirlemiştir. Görece düşük yaşlandırma hızları ve kısa yaşlandırma sürelerinde

$Ti_3Ni_4$  fazının belirdiği, yüksek sıcaklık ve sürelerde ise  $TiNi_3$  fazının oluştuğu, ortalama sıcaklık ve sürelerde de  $Ti_2Ni_3$  çekirdeklendiği tespit edilmiştir. Bu dönüşümler Şekil.2.10'da gösterilen TTT (Sıcaklık-Zaman-Transformasyon) eğrilerinde şematik olarak gösterilmiştir. Çökelti oluşturmak için  $750^\circ C$  derece ve uzun yaşlandırma sıcaklıklarında  $TiNi_3$  fazı oluşurken  $680^\circ C$  ve altında kısa süreli yaşlandırmalarda  $Ti_3Ni_4$  yarı kararlı çökeltisi meydana gelir.  $680^\circ C$  ve  $750^\circ C$  arasındaki sıcaklıklarda tekrar yarı kararlı  $Ti_2Ni_3$  çökeltileri elde edilir. Uzun yaşlandırma sürelerinde veya yaşlandırma sıcaklığının artırılması neticesinde kararlı  $TiNi_3$  fazı elde edilir [54].



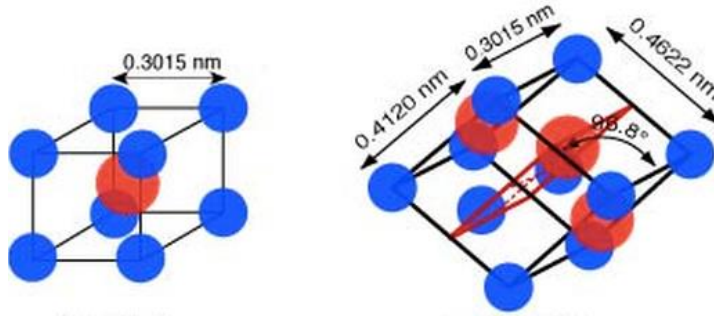
Şekil.2.10: NiTi alaşım için TTT (Sıcaklık-Zaman-Transformasyon) diyagramı [54].

$Ti_3Ni_4$  çökeltisi dönüşüm sıcaklıklarının ve mekanik özelliklerin belirlenmesinde önemli bir rol oynar. Yaşlandırma ile oluşturulan bu çökelti matris içerisindeki Nikel atomu oranını azaltarak transformasyon sıcaklıklarını yükseltir.  $Ti_3Ni_4$  çökeltisi aynı zamanda martensitik dönüşüm esnasında dönüşüm yollarını etkileyerek R fazı olarak adlandırılan bir diğer dönüşüme tetikleyici faktör olarak rol oynar.



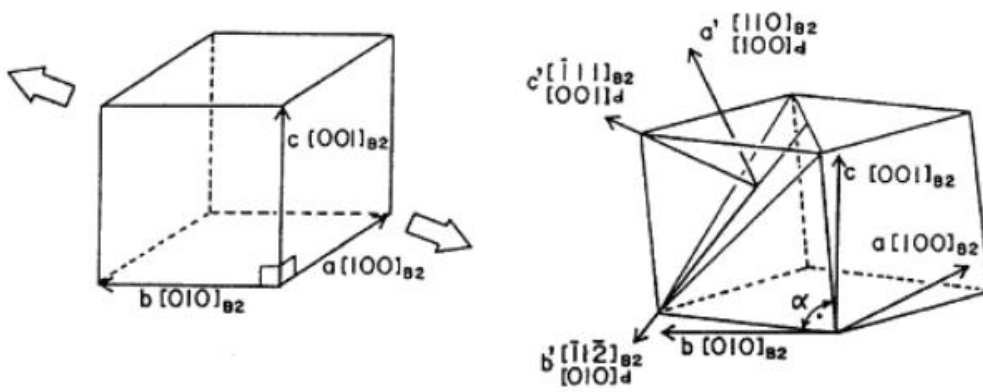
Yaşlandırılmış Ni açısından zengin NiTi alaşımlarda martensitik dönüşüm B2-R-B19 şeklinde iki kademeli olarak tamamlanır. DSC analizlerinde direkt B2→B19 dönüşümünün gözlenmesinden ziyade arada R fazı olarak adlandırılan rombohedral yapıda ek bir dönüşüm gözlenmektedir ve bu nedenle DSC eğrisinde iki pik oluşur. Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> çökeltisi B19 fazına dönüşüm esnasında matrisin kafes yapısı içerisinde bir direnç yaratarak dönüşümün ilk önce R fazına daha sonra B19 fazına dönüşmesine sebep olur. R fazına dönüşüm esnasında oluşan kafes gerilimleri daha düşük olmasından dolayı R fazına dönüşüm tercih edilir hale gelir [54,55].

Eşatomlu NiTi alaşım ana yapı olarak (östenit) B2, BCC (hacim merkezli kübik) yapıya sahiptir. Yapıda, atomlar arası mesafe oda sıcaklığın 0.3015nm'dir. Bu alaşım yüksek sıcak B2 fazından su verme işlemine tabi tutulduklarında B2→B19 (monoklinik) dönüşümüne uğrarlar. Bu dönüşüm esnasında kristalin kafes yapısı bükülmeye uğrayarak atomlar arası mesafeler değişime uğrar [56].



Şekil.2.11: B2 (östenit), fazından B19 (martensit) fazına olan dönüşüm.

R fazı B2→B19' dönüşümleri esnasında oluşan bir ara dönüşüm fazı olarak kendini göstermektedir. B2→R fazı dönüşümleri Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> çökeltileri, matris içerisindeki dislokasyonlar veya ısı işlem öncesi soğuk işleme kaynaklı olabilmektedir. R fazı rombohedral yapıdadır. Ana faz yapısının diyagonal olarak uzaması sonucunda meydana gelmektedir.



Şekil.2.12: B2 fazından R fazına dönüşüm esnasında değişen kafes yapısı [57].

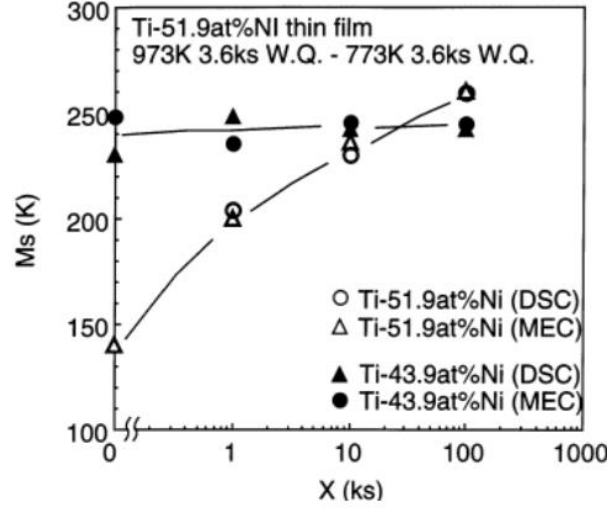
## 2.5. Termomekanik İşlemlerin NiTi Alaşım Üzerine Etkileri

NiTi alaşımlarda dönüşüm sıcaklıkları Nikel oranına ve uygulanan termomekanik işlemlere bağlıdır. Nikel açısından zengin NiTi alaşımlarda martensitik dönüşümler sıfır derecenin altındaki sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Gerçekleştirilen yaşlandırma işlemleri ile Ni açısından zengin alaşımlarda oluşan  $Ti_3Ni_4$  çökeltileri matris içerisinden nikel atomunu çekerek dönüşüm sıcaklıklarını yükseltmektedir. Buna ek olarak Titanyum açısından zengin NiTi alaşımlarda ise yaşlandırma işleminin dönüşüm sıcaklıkları üzerine olan etkisi daha azdır. Bu alaşımda oluşan  $Ti_2Ni$  çökeltileri matrisin nikel oranını fazla etkilemeyerek dönüşüm sıcaklıkları üzerinde etkili bir farklılığa sebep olmamaktadır. Şekil.2.13'te nikel ve titanyum açısından zengin iki farklı alaşımın yaşlandırma süresine bağlı olarak martensit başlangıç sıcaklıklarına ( $M_s$ ) olan etkileri gösterilmiştir [58].

Neredeyse eşatomlu olan NiTi alaşımlarda (nikel oranı %50.at) çökelti meydana gelmediği için  $M_s$  sıcaklıkları yaşlandırma süresinden etkilenmemektedir [60].

NiTi alaşımlarında soğuk işleme metotları veya aşırı plastik deformasyon işlemleri de dönüşüm karakteristiklerinde değişime neden olur. Soğuk işleme (deformasyon işlemleri) dönüşüm sıcaklıklarının, malzeme mikroyapısında oluşturulan dislokasyonlar nedeni ile Ni açısından zengin ve eşatomlu NiTi alaşımlarda  $-60^\circ C$ 'ye kadar düşmesine sebep olur (61,62). Ni açısından zengin, soğuk haddelenmiş NiTi (%50.9Ni.at) alaşımların transformasyon sıcaklıkları orta dereceli sıcaklıklarda (ör.  $350^\circ C$ ) tavlama sonucunda arttırılabilmiş ve yaklaşık oda sıcaklığı olarak tespit edilmiştir [62].  $M_s$  sıcaklıklarının soğuk işlenmiş alaşımlarda tavlama neticesinde

yükseltilebilmesi malzeme içerisinde oluşturulan dislokasyonların yeniden düzenlenmesi ve  $Ti_3Ni_4$  çökeltilerinin oluşumu ile ilişkilendirilmektedir. Soğuk işleme sonrasında tavllanmış eş atomlu (%50Ni.at) alaşımlarda da  $M_s$  sıcaklıklarının yükseldiği tespit edilmiştir [61].



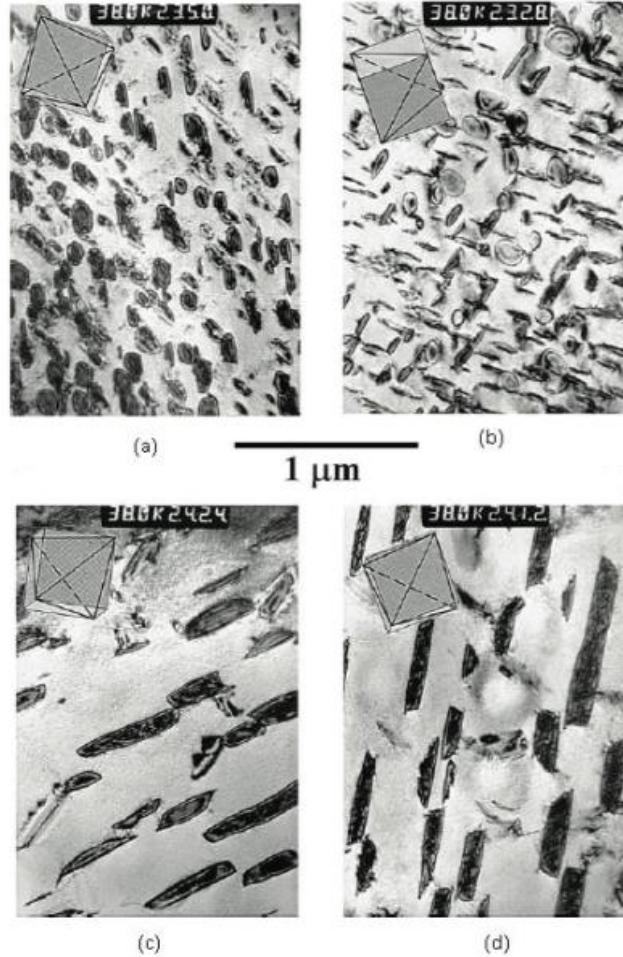
Şekil.2.13: Nikel açısından zengin ve Titanyum açısından zengin alaşımların yaşlandırma sürelerinin martensit başlangıç sıcaklığına olan etkisi [59].

Eşatomlu NiTi alaşımında  $M_s$  dönüşüm sıcaklıkları ısı çevrimlerinden de etkilenmektedir. Ancak Ni açısından zengin alaşımlar bu ısı çevrim etkisinden benzer şekilde etkilenmemektedir. Bu fark Ni açısından zengin alaşımlardaki  $Ti_3Ni_4$  çökeltilerinin bu çevrim etkisini baskılaması ile ilişkilendirilmektedir. Isıl çevrim neticesinde eşatomlu NiTi alaşımında transformasyon sıcaklıklarının düşüşü malzeme içerisinde oluşan dislokasyonların martensitik dönüşümü engellemesi ile ilişkilendirilmektedir. Aşırı plastik deformasyon tekniklerinden olan Eş Kanalda Açısız Ekstrüzyon (EKAE) gibi yöntemlerin de eşatomlu NiTi alaşımında dönüşüm sıcaklıklarına olan etkisi araştırılmıştır.  $300^{\circ}C$  derecede tek pasordan geçirilen alaşımın dönüşüm sıcaklığı yaklaşık  $8^{\circ}C$  derece düştüğü gözlemlenmiştir [63].

Farklı çökeltilerin matris içerisindeki dağılımları malzemenin en düşük enerji konumunu koruması ile alakalı olarak en düşük gerinimi yaratacak şekilde gerçekleşir. Matris içerisindeki farklı konumların sayısı ve yeri, ve gerçekleşen çökeltilerin ana faz ile olan uyumluluğu ve simetrisi ile alakalıdır [64]. Malzeme üzerine bir kısıtlama veya fiziksel bir engel teşkil edildiğinde bu simetri ve uyumluluk uygulanan yük sebebiyle farklılaşmakta ve bu sebepten ötürü uygun yerleşim yerleri

sınırlanmaktadır. Böyle bir ortam içerisinde uygulanan kısıtlama veya yükler altında çekirdeklenme ve büyüme daha seçici olarak gerçekleşmektedir. Uygulanan kısıtlamalar veya yükler neticesinde çökeltilerin çekirdeklenmesi ve büyümesi için matris içerisinde daha az seçilimli yer bulunmaktadır. Bu da çökeltilerin oluşumu esnasında malzemenin hep en düşük enerji konumunu koruması isteğine uygun olarak büyümesine sebep olur [65,66].

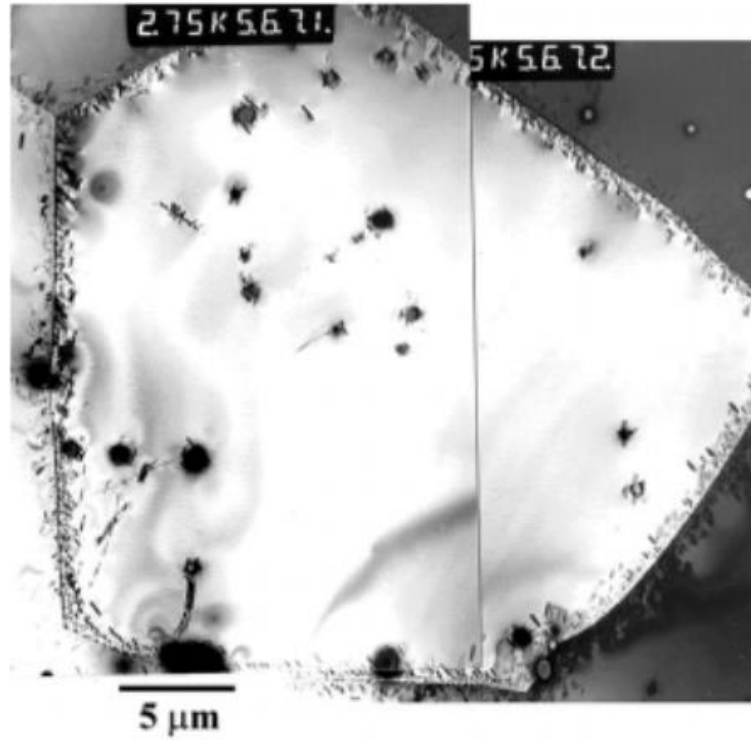
Uygulanan yük ve yük seviyelerinin büyüklüğü, çökeltilerin oluşumu ve büyümesini farklı şekilde etkilemektedir. Yüklerin büyüklüğü farketmeksizin, bu yükler çekirdeklenme oluşumunu tetiklemektedir. Ayrıca yüklerin artışı çökelti büyümesine olan etkisi kısıtlıdır. Yüklerin mikroyapı ve çökeltilere olan etkisi Şekil.2.14'te gösterilmiştir [67].



Şekil.2.14: %50.7Ni.at NiTi alaşımı 500°C derecede yaşlandırma işlemi mikroyapıları. (a) bir saat boyunca 2MPa basma yükü altında. (b) bir saat boyunca 20MPa basma yükü altında. (c) 10 saat boyunca 2MPa basma yükü altında (d) 10 saat boyunca 20MPa basma yükü altında [67].

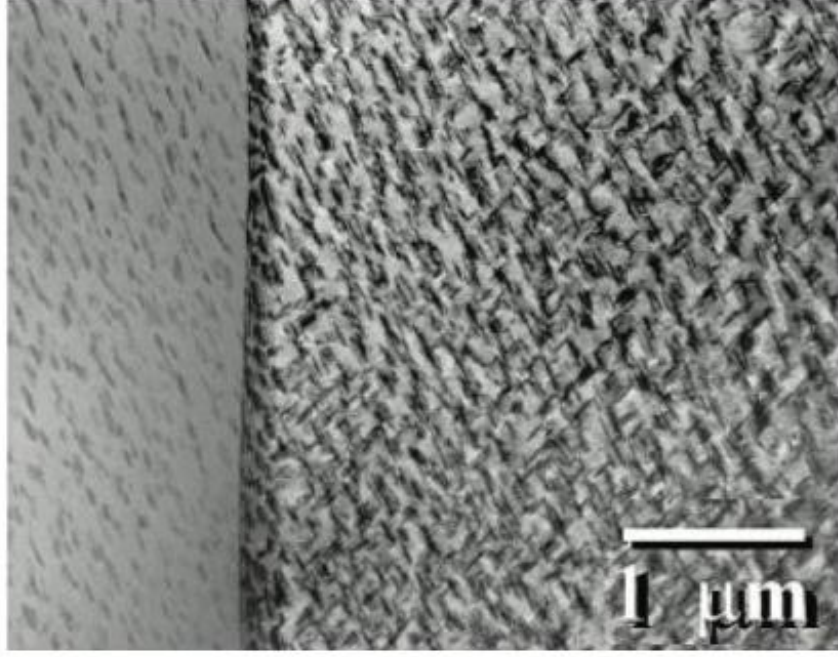
Görüldüğü üzere  $Ti_3Ni_4$  çökeltilerinin çekirdeklenme miktarı ve dağılım homojenitesi artırılabilirken çekirdeklenme sonrasında gerçekleşen büyüme miktarı çoğunlukla yaşlandırma süresi ile ilişkilidir.

Yük uygulanması ile çökelti çekirdeklenmesi matris içerisine homojen olarak dağılabilmektedir. Yük altında olmayan normal yaşlandırma işlemlerinde ise çekirdeklenme ve büyüme genellikle tane sınırlarında küçük ancak miktar açısından çok, tane içlerinde ise büyük fakat miktar açısından az şekilde gerçekleşmektedir. (Şekil.2.15) Yük uygulandığı zaman gerçekleşen homojen dağılımın uygulanan yükün tane sınırı gerilimini yenmesi ve etkisiz hale getirmesi ile ilişkilendirildiği tahmin edilmektedir [67].



Şekil.2.15: Serbest şekilde, yük altında olmayan 500°C derecede 1 saat boyunca yaşlandırma işlemi ile gerçekleşen çökelti oluşumu [67].

Şekil.2.16'da 20MPa basma yükü altında 500°C derecede 1 saat boyunca gerçekleştirilen yaşlandırma işlemi neticesinde ortaya çıkan  $Ti_3Ni_4$  çökeltilerinin tane sınırı ve etrafındaki dağılımı gösterilmektedir.



Şekil.2.16: 20MPa basma yükü altında 500°C derecede 1 saat boyunca gerçekleştirilen yaşlandırma işlemi neticesinde oluşan çökeltiler [67].

Aynı süre zarfında yük altında oluşturulan ve yük olmadan oluşturulan çökeltiler arasında boyutsal farklılıklar bulunmaktadır. Yük altında oluşturulan çökeltiler yüksüz ortamda oluşturulan çökeltilere göre yüklerin getirdiği ek gerinim yüzünden daha küçüktür. Yüksüz ortamda ve yük altında gerçekleştirilen yaşlandırma işlemlerinin çökeltilerin boyutsal büyüklüğü, çökelti dağılımı, çökelti yoğunluğu ve dönüşüm karakteristiklerinin karşılaştırmaları Çizelge.2.2'de verilmiştir.

Çizelge.2.2: Yük altında ve yüksüz ortamda gerçekleştirilen yaşlandırma işlemlerinin çökelti karakteristiklerine olan etkisi [67,68].

	Yüksüz Yaşlandırma	Yük Altında Yaşlandırma
Çökelti Ebatları	Görece Büyük	Görece Küçük
Çökelti Ebatları ve Dağılımı	Tane sınırından uzaklaştıkça ebatlar büyür	Homojen dağılım
Çökelti Yoğunluğu Dağılımı	Tane sınırına yaklaştıkça yoğunluk artar	Homojen dağılım
Transformasyon Karakteristiği	Soğumada ve düşük süreli yaşlandırmada iki kademeli, orta süreli yaşlandırmalarda çok kademeli. Isıtmada iki kademeli Genel olarak düşük sıcaklıklarda dönüşüm gösterir.	Soğumada yüksek yük ve düşük sürelerde çok kademeli, orta sürelerde iki kademeli. Isıtmada tek kademeli. Genel olarak yüksek sıcaklıklarda dönüşüm gösterir.

## 2.6. Üretim Yöntemi

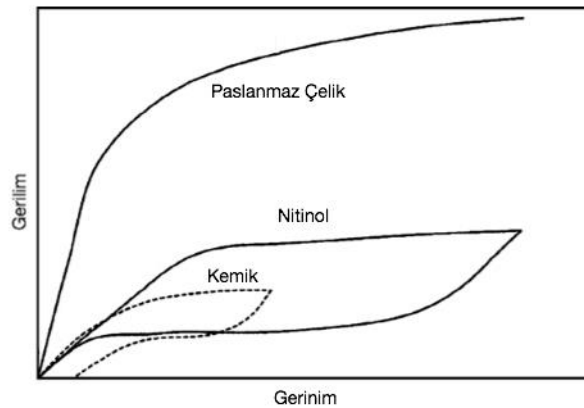
NiTi şekil bellek alaşımları yüksek süneklik ve elastikiyetleri sayesinde biyomedikal uygulamaların vazgeçilmez malzemeleri arasına girmiştir. Uygulama ve işleme alanındaki farklı metodolojilerin kullanılması (ör. toz metalürjisi, lazer işleme ve katmanlı üretim metotları - additive manufacturing – 3D yazıcı vb..) ile çok kompleks geometrilerde ve insan fizyolojisine uygun nihai ürünler elde etmek yakın bir gelecekte mümkün görünmektedir [69].

NiTi alaşımların implant olarak kullanılabilmesi insan kemiğinin mekanik özellikleri ile yakından ilişkilendirilmiştir. Şekil.3.1’de görüldüğü üzere insan kemiğinin gerilim-gerinim diyagramı NiTi malzemenin yük altındaki davranışına benzerlik göstermektedir. İmplant malzemesi olarak konvansiyonel olarak kullanılan paslanmaz çelik malzemenin ise yük altındaki davranışı bu uyuma sahip değildir. NiTi malzeme konvansiyonel olarak %8 elastik uzamaya sahip olabilirken konvansiyonel olarak kullanılan çelik malzeme sadece %0.5 elastik uzamaya sahiptir. İnsan kemiği açısından bakıldığında uzama miktarı elastik olarak %1

seviyelerinde milyonlarca döngü yapabilme kapasitesine sahiptir. Bu da implant malzemesi olarak kullanılan çelik malzemenin kişinin hem elastikiyet kaybına hem de çok fazla yüklerle dayanabilen bir malzemedan üretilmiş implant malzemesi ile desteklendiğinde yük paylaşım dengesizliği yaşamasına sebep olmaktadır [70].

Benzer problemler, yük paylaşım dengesizliği ve doku-implant arayüzler arasındaki tutunamama problemleri yığın haldeki NiTi alaşımlarında da gözlemlenmektedir. Buna potansiyel bir çözüm olarak gözenekli imal edilen NiTi alaşımlar alternatif olarak sunulabilmektedir. Gözenekli NiTi alaşımları yığın malzemeye görece daha düşük mekanik özelliklere sahip olmakla birlikte gözenekli yapısından dolayı içeriye doku büyümesine izin vermekte, doku için gerekli olan dolaşım sisteminin de büyümesine izin vermektedir [71,72]

Gözenekli NiTi malzemelerde dezavantaj yaratan durumlar arasında işlenebilirliklerinin ve üretilebilirliklerinin standart prosesler uygulansa dahi çok değişkenliğe ve standardizasyonun çok zor olması yer almaktadır [74].



Şekil.2.17: Kemik ve NiTi alaşım yük altında davranış uyumu [70].

Potansiyel NiTi implant kullanıcılarının uygulamada bir diğer sorun yaşayabileceği muhtemel problem de Nikel alerjisi veya toksisitesidir. Bu sebepten ötürü kullanıcılar saf titanyum, paslanmaz çelik, kobalt veya tantalum gibi düşük Ni oranına sahip alaşımlar kullanmayı tercih edebilirler. [72]. NiTi alaşım ve paslanmaz çelikten imal edilen implant malzemelerinin fiziksel özellikleri Çizelge.3.1'de verilmiştir.

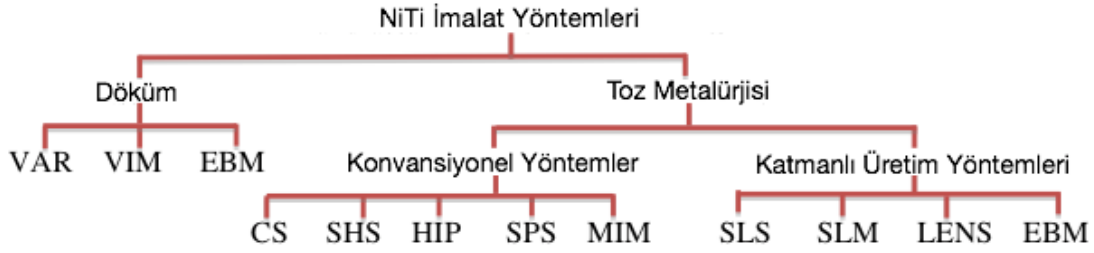


Çizelge.2.3: NiTi ve Paslanmaz Çelik malzemelerin fiziksel ve mekanik özelliklerinin karşılaştırılması [69].

Özellik	NiTi	Paslanmaz Çelik
Geri kazanılabilir gerinim	%8	%0.8 Maks
Biyo-Uyumluluk	Mükemmel	Ortalama
Efektif Elastik Modülü	Yaklaşık 48GPa	193GPa
Torklanabilirlik	Mükemmel	Zayıf
Yoğunluk	6,45g/cm <sup>3</sup>	8,03g/cm <sup>3</sup>
Mıknatıslanabilirlik	Hayır	Evet
Maksimum Çekme Dayanımı	Yaklaşık 1240MPa	Yaklaşık 760MPa
Isıl Genleşme Katsayısı	Martensit – 6,6x10 <sup>-6</sup> (cm/cm/°C) Östenit – 11,0x10 <sup>-6</sup> (cm/cm/°C)	17,3x10 <sup>-6</sup> (cm/cm/°C)
Özdirenç	80-100μΩ	72μΩ

Şekil bellek alaşımları medikal uygulamalarda kullanımları esnasında hem şekil bellek özelliklerinden hem de süperelastisite özelliklerinden faydalanılmaktadır. Malzemenin bu özelliğinden faydalanılırken kişinin vücut ısı veya dışarıdan bir ısı kaynağı ile şekil bellek etkisi aktive edilebilmektedir. Tablo.2.3'te görüldüğü gibi bu konvansiyonel malzemelerin sağlayamayacağı bir diğer etkili ve farklı özelliktir. İmplant malzemesi olarak kullanılan NiTi alaşım şekil bellek özelliğini implantasyon öncesinde veya sonrasında aktive edilebilmektedir. Bunun iki farklı özelliği ve faydası bulunmaktadır, birincisi kişiye özel geliştirilmiş kemik dokusu bağlılığı, ikincisi ise invazif (açık) ameliyatlara gereksinimini azaltması [73].

NiTi alaşımları kullanılacak yer, uygulanacak alan, incelenecek özellikler, üretim maliyeti ve benzeri etmenler göz önünde bulundurularak yığın (bulk) olarak veya gözenekli yapıda üretilmektedir. Üretim yöntemlerinin alt kırımları ve açıklamaları Şekil.2.18 ve Çizelge.2.4'te şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil.2.18: NiTi alaşım imalat yöntemleri ve alt kırılımları [69].

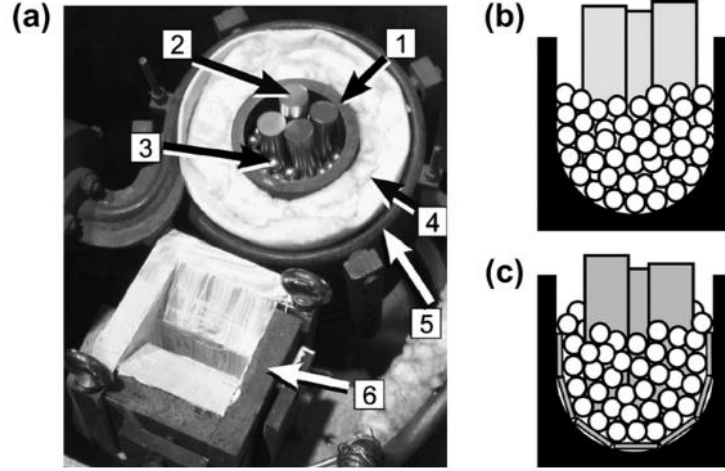
Çizelge.2.4: İmalat Yöntemleri Açıklamaları [69].

Metot	Açıklama
VAR	Vakum Ark Yeniden Ergitme
VIM	Vakum İndüksiyon Ergitme
EBM	Elektron Demeti Ergitme
CS	Konvansiyonel Sinterleme
SLS	Selektif Lazer Sinterleme
SLM	Selektif Lazer Ergitme
SHS	Kendi Kendine İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi
HIP	Sıcak İzostatik Presleme
SPS	Kıvılcım Plazma Sinterleme
MIM	Metal Enjeksiyon Kalıplama
LENS	Lazer Tasarlanmış Net Şekillendirme

Döküm ile üretim yöntemlerinden olan Vakum İndüksiyon Ergitme (VIM) ve Vakum Ark Yeniden Ergitme (VAR) metotları aktif olarak kullanılmaktadır. Her iki üretim metodunun da maliyetleri hemen hemen aynı olmakla birlikte her iki yöntem de medikal implant uygulamaları için standart gereksinimleri uygun şekilde karşılamaktadırlar (ASTM F2063).

VIM yöntemi ile üretiminde grafit pota içerisindeki elementler vakum altında veya inert gaz ortamında simültane bir şekilde ergitilme yöntemidir. Grafit pota içerisine yerleştirilen elementlere sürekli değişken bir manyetik alan vasıtasıyla potadaki malzemelere eddy akımı uygulanmaktadır. VIM yönteminin bir avantajı da kimyasal kompozisyonun istenilen şekilde manipüle edilebilmesidir. Eğer oranlar ve karışımlar düzgün ayarlanırsa malzemenin  $M_s$  sıcaklığı  $\pm 5^\circ\text{C}$  hassasiyetinde kontrol

edilebilmektedir. Diğer pota tipleri ile imal edilen NiTi alaşımlarda oksitlenme, pota ömründe termal döngüsel yorulmalar neticesinde zayıflamalar, ve termal döngüler neticesinde ortaya çıkan çatlaklar meydana gelmektedir. Ticari olarak ilk iki büyük NiTi malzeme üreticisi firmalar olan SAES Smart Materials ve Furukawa firmaları VIM üretim yöntemini aktif olarak kullanmaktadırlar [24,75,76].



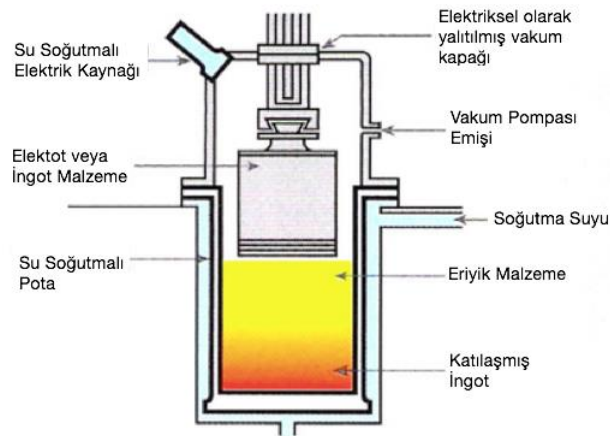
Şekil.2.19: VIM imalat yöntemi ile NiTi alaşım üretimi. (a) 1.Grafit pota, 2.Titanyum çubuklar, 3.Nikel topları, 4.İzolasyon malzemesi, 5.Su soğutmalı bakır bobinler, 6.Döküm kalıbı. (b) Grafit pota içerisinde Ti çubukları ve Ni toplarının şematik gösterimi. (c) TiC oluşumunun engellenmesi amacıyla pota etrafına yerleştirilmiş titanyum diskleri ile birlikte pota içerisindeki Ti çubukların ve Ni toplarının şematik gösterimi.

Yukarıdaki şekilde VIM ile döküm yönteminin bir laboratuvar ortamındaki gerçek kurgusu görülmektedir. NiTi ingot üretimi için gerekli olan saf titanyum çubuklar ve saf nikel topları grafit pota içerisinde yerleştirilmiş halde bulunmaktadır. [24].

VAR ile imal etme süreci ısıtma metoduna göre ikiye ayrılmaktadır. Birinci yöntemde ısı kaynağı olarak kullanılan elektrotlar saf malzemesi değildir, sabit sürekli kullanılan bir elektrottur, bu yöntem farklı alaşımlar ile çalışmaya müsait olmasından dolayı araştırma laboratuvarları tarafından kullanılmaktadır. Bu metotta ham malzemeler bakır kalıp içerisine yerleştirilmekte ve elektrot olarak tungsten çubuk kullanılmaktadır. Argon altında elektrik arkı malzemeleri ısıtarak ergitir, genellikle tek aşamalı ergitme, malzemenin su soğutmalı bakır kaba temas eden yüzeyini

ergitemediği için yeterli olmaz. İkinci yöntemde ise ergitilecek olan malzeme sarf elektrot malzemesi olarak kullanılmaktadır. Elektrot olarak kullanılan malzeme aynı yöntem ile argon altında elektrik arkı vasıtasıyla ergitilerek kalıba alınır. Birinci anlatılan yöntemde göre ikinci yöntem daha verimli bir yöntemdir [75,77,81].

VAR yöntemi ile imal edilen NiTi alaşımlarda ergitme sayısına ve döngülerine hassasiyet gösterildiği takdirde homojen ve istenilen özelliklerde alaşım elde etmek mümkündür [81].



Şekil.2.20: VAR üretim yönteminin şematik gösterimi. [81]

Malzeme homojenitesinin verimli bir şekilde artırılmasının bir diğer yöntemi de VIM ve VAR imalat yöntemlerinin bir arada kullanılmasından geçer. Malzeme ilk önce VIM yöntemi ile ergitilerek daha sonra VAR yöntemi ile tekrar ergitilme ile daha homojen ve safsızlıktan arındırılmış döküm bloklar elde edilebilir [77,82,79].

Bahsi geçen konvansiyonel döküm teknolojilerine ek olarak elektron demeti ergitme yöntemi (EBM) NiTi alaşımı üretiminde kullanılabilir. Bu üretim yönteminde oksijen ve karbon kontaminasyonu, su soğutmalı bakır pota kullanımından dolayı ve yüksek vakum altında ( $<10^{-2}$ Pa) gerçekleştirilmesinden dolayı minimize edilmiştir [75,78-80,82].



Şekil.2.21: EMO 80 Model 80kW gücünde EBM döküm ocağı. (a) yatay besleme yatağı (b) ergitme çemberi [82].

EBM ergitme ocağının çalışma prensibinde yatay besleme yatağına sürekli ham madde (saf nikel ve titanyum) beslemesi yapılarak bu besleme yönüne dik gelen elektron demeti içerisinde geçirilmeye zorlanır. Elektron demeti içerisinde geçirilen malzeme eriyerek su soğutmalı bakır potaya düşer ve buradan teslim alınır [82,78,80].

Konvansiyonel döküm teknikleri haricinde toz metalürjisi NiTi ŞBA üretimi için aktif olarak kullanılan bir diğer üretim metodudur. Toz üretimi birkaç hızlı katılma tekniği ile elde edilebilmektedir. Bu yöntemler arasında gaz atomizasyonu ve döner elektrot bulunmaktadır. Gaz atomizasyon yöntemi ile elde edilen parçacıklar (tozlar) genellikle yuvarlak şekildedir ve daha sonra HIP (Hot Isostatic Pressing) veya MIM (Metal Injection Molding) gibi farklı yöntemler ile birleştirilmeleri gerekir. Alternatif olarak hızlı katılma yöntemlerine ek olarak toz imalatında kimyasal reaksiyonlar ile üretim, çökelti ile toz üretimi, taşlama veya işleme ile yığın malzemeden toz üretim metotları mevcuttur. Toz metalürjisi ile imal edilen parçalarda istenilen kompozisyon, fiziksel ve mekanik özellikler dahilinde nihai ürüne en yakın şekilde üretilebilirler [83].

NiTi alaşımların TM (Toz Metalürjisi) ile üretimlerinde temel anlamda iki farklı üretim yöntemi bulunmaktadır. Birincisi ayrı ayrı elemental tozların kullanıldığı ikincisi ise önceden alaşımlandırılmış tozların kullanılmasıdır. İlk yöntemde saf elementsel tozlar karıştırılıp sinterlenir bu yöntemin dezavantajı karışım her ne kadar homojen

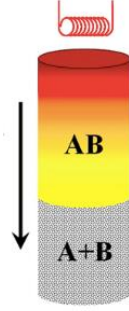
olursa olsun malzeme sinterleme esnasında homojenitesi kontrol edilemez durumdadır. İkinci yöntemde ise ön-alaşımlanmış malzemeler sinterlendiği için homojenite daha kararlı ve düzgün dağılımlıdır.

Ticari olarak kullanımı değerlendirildiğinde malzeme giderleri, işlenebilirlik, enerji tasarrufu, proses otomasyonu, kimyasal kompozisyonun kontrolü gibi konular açısından TM ile son ürün şekline yakın (near net-shape) üretim yapmak tercih edilebilir hale gelmektedir [70,72,75,84-86].

TM ile üretim, yöntemlerine göre iki sınıfa ayrılmıştır. Birincisi konvansiyonel yöntemler ile üretim ikincisi ise katmanlı üretim yöntemleridir. (Şekil.3.2) Konvansiyonel yöntemler kendi içerisinde 5 ayrı yönteme bölünmüştür. Bunlar, CS (Konvansiyonel Sinterleme), SHS (Kendi Kendine İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi), HIP (Sıcak İzostatik Presleme), SPS (Kıvılcım Plazma Sinterleme) ve MIM (Metal Enjeksiyon Kalıplama) yöntemleridir.

Konvansiyonel sinterleme (CS) yönteminde elementel Ni ve Ti tozları ergime sıcaklıklarına çıkartılarak Nikel ve Titanyum atomlarının birbirine difüzyonu ile ikili alaşım üretilmektedir. Bu yöntem ile yaklaşık %40 oranında gözenekliliğe sahip malzeme üretilebilmiştir. Gözenek yapısının küçük ve gözenek dağılımının düzensiz olduğu tespit edilmiştir [87,88].

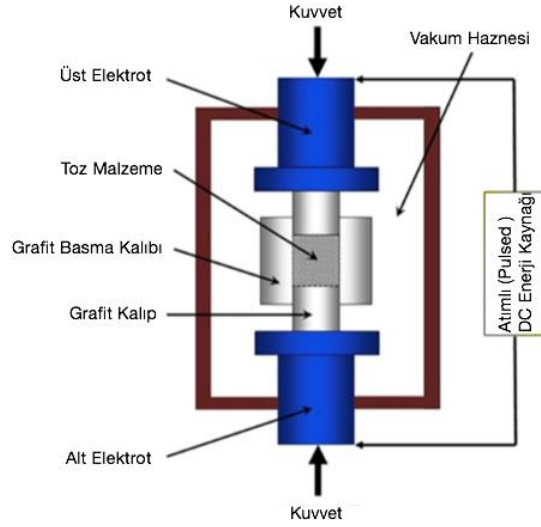
Kendi Kendine İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi (SHS) yönteminde ilk olarak termal bir patlama ile numunenin bir başından sıcaklık sentezi başlatılarak Ni ve Ti arasındaki ekzotermik reaksiyon vasıtası ile sinterlemenin kendi kendine ilerlemesi sağlanmaktadır. SHS ile üretim yönteminin dezavantajlarından birisi istenmeyen intermetalik fazların kontrol edilememesidir. Prosesin şematik gösterimi Şekil.3.6'da sunulmuştur [89].



Şekil.2.22: SHS (Kendi Kendine İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi) ile sinterleme yöntemi.  $Ni + Ti \rightarrow NiTi + 67 \text{ kJ/mol}$  [69] Ok yönü sinterlemenin ilerleme yönünü göstermektedir.

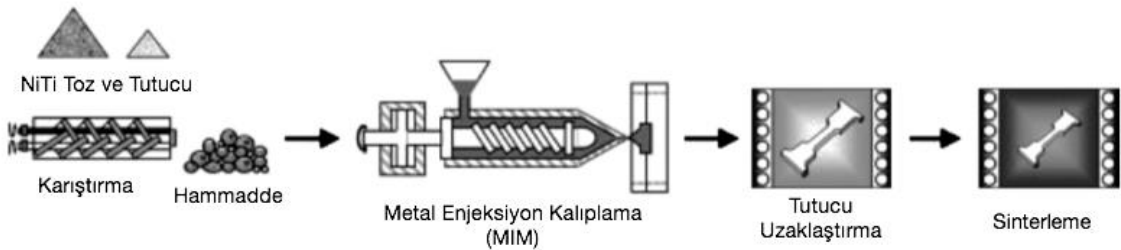
Sıcak İzostatik Presleme (HIP) yönteminde elementsel tozlar yüksek sıcaklık ve basınç altında argon gazı ortamında sıkıştırılarak sinterlenir. HIP yönteminde argon gazı malzeme içerisinde sıkışarak ve sinterlemeye tabi tutulduğunda genişlerken yapı içerisinde yuvarlak boşluklar oluşturur. CS ve SHS yöntemlerine göre elementsel tozların kullanıldığı yöntemlerden daha iyi bir homojenite sağlamaktadır [90].

Kıvılcım Plazma Sinterleme (SPS) yöntemi, önceden alaşımlanmış NiTi tozları ile kullanılmaktadır. Bu alaşım tozlar grafit bir kalıp içerisine yerleştirilerek sıkıştırılır, daha sonra atımlı (pulsed) bir elektrik akımı sıkıştırılmış malzemeye verilerek parçacıklar arasında kaynaşmayı sağlar. Diğer yöntemlere göre daha düşük sıcaklıklarda ve sürelerde gerçekleştirilebilen bu yöntemde yüksek kalitede sinterlenmiş malzeme elde edilmesi mümkündür. Üretim metodu Şekil.3.7'de şematik olarak gösterilmiştir (91).



Şekil.2.23: SPS yönteminin şematik gösterimi [69].

Metal Enjeksiyon Kalıplama yöntemi (MIM) plastik parçalarda da kullanılan bir yöntem olup parçaların son şekline çok yakın ve benzeri şekilli parçalar oluşturulabilmektedir. MIM yönteminde dört aşamalı bir üretim sıralaması vardır. Alaşımli NiTi tozlar tutucu ile karıştırılır. Karışım enjeksiyon kalıbına gönderilir. Tutucu malzeme kimyasal olarak ortamdan uzaklaştırılır ve sinterleme sıcaklıklarına çıkılarak sinterleme gerçekleştirilir. Sinterleme serbest ortamda yüksüz gerçekleştiği için sinterleme sıcaklıkları yüksektir. Prosesin şematik gösterimi Şekil.2.24'te tanımlanmıştır [51].



Şekil.2.24: MIM (Metal Enjeksiyon Kalıplama), TM yöntemi ile NiTi parça üretimi [92].

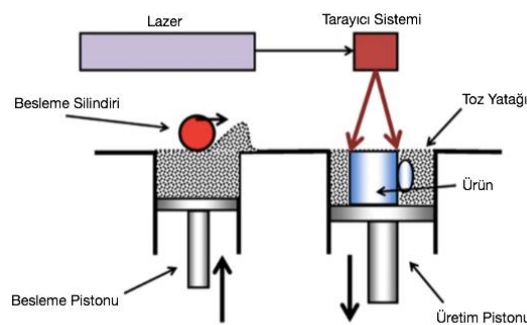
MIM yöntemine benzer bir diğer yöntem de SHT (Space Holder Technique – Boşluk Tutucu Tekniği) olarak adlandırılan yöntemdir. Bu üretim tekniğinde gözenekler oluşturmak için boşluk tutucu parçacıklar kullanılmaktadır. Tutucu ile karıştırılan tozlar ek bir malzeme ile boşluk oluşturması için karıştırılır. Farklı malzemeler için farklı boşluk tutucu malzemeler kullanılmaktadır. Bir çok farklı element ve karışım



kullanılabilmektedir. Sodyum klorit, karbomit, çeşitli polimerler, sodyum karbonat, amonyum bi karbonat, magnezyum vb.. (93-100). SHT yöntemi ile üretim ilk olarak karışımın hazırlanması ile başlar, daha sonra karışım sıkıştırılarak sinterleme için hazır hale getirilir. İlk önce boşluk tutucu ortamdan uzaklaştırılarak daha sonrasında ise sinterleme işlemi HIP veya Argon gazı altında yük olmaksızın gerçekleştirilir. Sinterleme serbest ortamda yüksüz gerçekleştirildiğinde sinterleme sıcaklıkları yüksektir [8].

Katmanlı üretim yöntemleri, RP (Rapid Prototyping – Hızlı Prototipleme) veya RM (Rapid Manufacturing – Hızlı Üretim) isimleri ile de bilinmekte olup parçaların katman üzerine katman eklenerek üretilmesi mantığı ile oluşturulmuştur. Katmanlı üretim yöntemlerinden en çok bilinenleri Selektif Lazer Sinterleme (SLS), Selektif Lazer Ergitme (SLM), Lazer Tasarlanmış Net Şekillendirme (LENS) ve Elektron Demeti Ergitme (EBM) yöntemleridir [101,102].

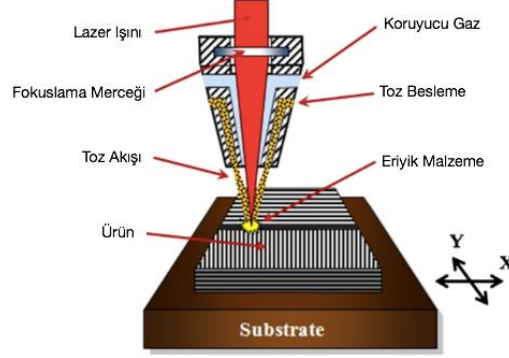
Selektif Lazer Sinterleme (SLS) yöntemi ilk ticarileştirilen katmanlı üretim tekniklerinden biridir. Yüksek güçlü lazer ışını kullanılarak toz parçacıkları istenilen üç boyutlu şekle getirilebilmektedir. SLS ile üretilen malzemelerin son kullanımdan önce yüzeylerinin konvansiyonel işleme metotları ile veya zımparalama/parlatma yöntemleri ile kullanılabilir hale getirilmeleri gerekmektedir [103-106]. SLS üretim yönteminin şematik gösterimi Şekil.2.25’de sunulmuştur.



Şekil.2.25: SLS (Selektif Lazer Sinterleme) yönteminin şematik gösterimi [103].

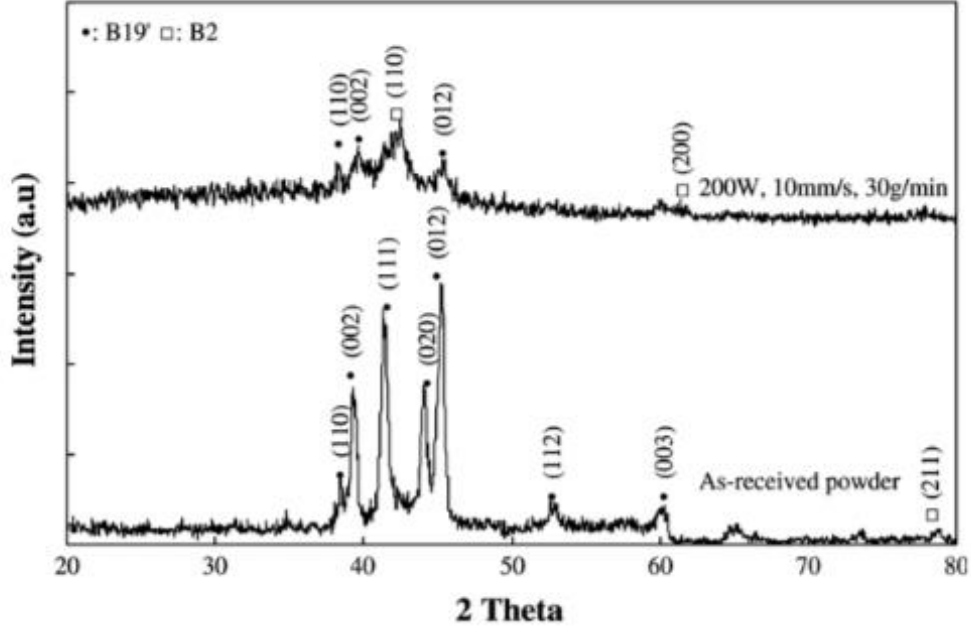
SLM (Selektif Lazer Ergitme) yönteminde farklı bir lazer tipi kullanılarak ergitme işlemi daha efektif ve verimli gerçekleştirilmektedir. SLM yönteminin SLS yöntemine göre bir avantajı farklı tarama yollarının kullanılarak daha kaliteli ürün üretilmesine imkan sağlamasıdır [103,107].

LENS (Lazer Tasarlanmış Net Şekillendirme) yöntemi aynı tabanca içerisinde hem enjekte edilen toz, hem lazer ışını hem de koruyucu atmosfer gazını ihtiva etmektedir. LENS yöntemi ile imal edilen gözenekli NiTi alaşımlarda  $Ti_2Ni$ ,  $Ni_4Ti_3$  ve  $Ni_3Ti$  benzeri intermetalik oluşumları gözlenmemiştir. Oda sıcaklığında hem B2 hem de B19 pikleri tespit edilmiş olup B19 fazı oluşumunun daha çok işlem sonrasında yer alan yüksek soğutma hızları ile ilişkili olduğu değerlendirilmektedir [108].



Şekil.2.26: LENS (Lazer Tasarlanmış Net Şekillendirme) üretim yöntemi [108].

Tespit edilen fazlar arasında B2 fazının intensitesi B19 fazına göre daha fazla çıkmıştır. Tespit edilen piklerin ham toz malzemeden daha düşük intensitelere sahip olması malzemenin iç yapısının lazerle işlenmesinden dolayı daha yüksek gerilimlere sahip olmasından ve toz malzemenin yüzey geriliminin hemen hemen hiç bulunmamasından kaynaklanmaktadır [108].



Şekil.2.27: Ham toz ve LENS üretim metodu ile imal edilmiş XRD analizi [108].

EBM (Elektron Demeti Ergitme) yönteminde lazer yerine yüksek voltajlı elektron demeti kullanılmaktadır. 1000°C derece sıcaklıklarda, yüksek vakum altında ( $10^{-4}$  –  $10^{-6}$  mbar) işlem gerçekleştirilmektedir. Yüksek vakum altında olması nihai mikroyapının safsızlıklardan ve istenmeyen ara metaliklerden arındırılmış olmasına, kalıntı gerilimlerin minimum düzeye indirilmesine olanak sağlamaktadır [109,110].

## 2.7. Çalışmaların Literatüre olan Katkısı

Literatür incelendiği zaman çökelti oluşumu için gerekli sıcaklıkların 300°C - 600°C derece olduğu tespit edilmiştir. Çökelti oluşumu esnasında basma karakteristiğindeki düşük yüklerin ve düşük sürelerin çökelti çekirdeklenmesine olan etkileri araştırılmıştır. Yük uygulanmasının çökelti çekirdeklenmesinde etkin bir rol oynamadığı ancak çökeltilerin daha düzgün ve tane içerisine dağılımının gerçekleştiği tespit edilmiştir.

Bu çalışmada homojenizasyon ve yaşlandırma süreleri gerçekleştirilen araştırmalar neticesinde optimum seviyeler olarak tespit edilmiş olan yaşlandırma için 1 saat ve 450°C olarak ve homojenizasyon için ise 1 saat ve 950°C olarak gerçekleştirilmiştir. Benzer çalışmalarda düşük yüklerin uygulanmasından ve yüklerin çökelti

yönlenmesi ile çökelti çekirdeklenme karakteristiklerine ilişkin net kanıtlar ortaya konulamamış olmasından dolayı arttırılmıştır. Ayrıca bu çalışmada salt çökeltilerin oluşum karakteristikleri ortaya çıkartılmamış, bu çökeltilerin malzemenin süperelastik özelliklerine ve mekanik özelliklerine olan etkileri araştırılmıştır.

## 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 3.1. Kullanılan Malzemeler

Bu tez çalışmasında iki farklı üreticiden atomik karakteristikleri yüzde bakımından aynı kompozisyona sahip  $Ni_{50.7}Ti_{49.3}$  yığın malzeme kullanılmıştır. Basma deneylerinde kullanılan malzeme SAES Smart Materials firması tarafından tedarik edilmiş olup üretim yöntemi olarak Vakum İndüksiyon Ergitme (VIM) yöntemi kullanılmıştır. Malzeme  $900^{\circ}C$ 'de sıcak haddelenmiştir. Çekme deneylerinde kullanılan malzeme aynı kompozisyona sahip olup Shaanxi Taiyu Rare Metal Materials firmasından tedarik edilmiştir. Üretim yöntemi olarak benzer şekilde vakum indüksiyon ergitme yöntemi kullanılmış, ve malzeme  $900^{\circ}C$ 'de sıcak haddelenmiştir.

### 3.2. Deneysel Yöntemler

Ni içeriği zengin olan (%50.7 at.) NiTi şekil bellek alaşımları homojenizasyon, serbest yaşlandırma ve stres altında yaşlandırma işlemlerine maruz bırakılmıştır. Tercih edilen homojenizasyon, yaşlandırma ve gerilim değerleri malzeme yapısına, çökelti oluşturma karakteristiklerine ve literatür araştırmalarından elde edilen sonuçlara istinaden gerçekleştirilmiştir. Termo – mekanik yöntemler neticesinde elde edilen özellikleri değiştirilmiş numunelerin mikroyapıları, dönüşüm sıcaklıkları ve süper elastik özellikleri incelenmiştir.

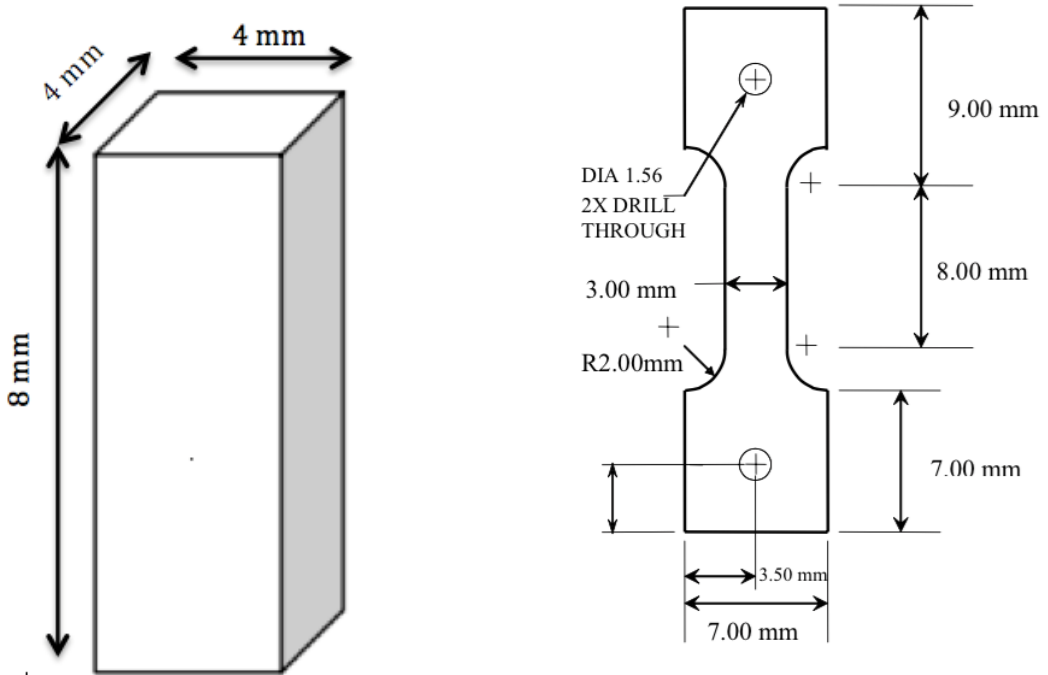
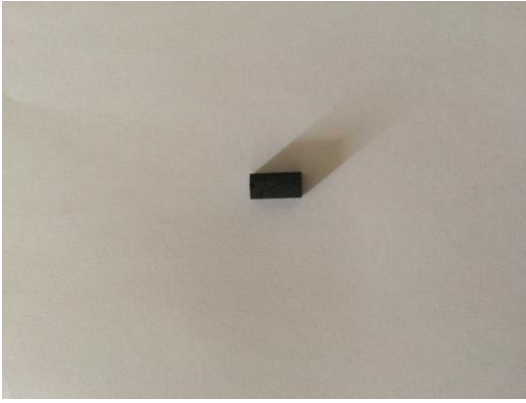
#### 3.2.1. Deney Koşulları

Farklı üreticilerden tedarik edilmiş olan malzemeler 4 farklı koşulda toplamda 8 farklı şekilde inceleme altına alınmıştır.

- a. Ham malzemenin  $950^{\circ}C$  derecede homojenizasyonu.
- b. Homojenize edilmiş numunenin  $450^{\circ}C$  derecede serbest yaşlandırılması.
- c. Homojenize edilmiş numunenin  $450^{\circ}C$  derecede 120 MPa altında yaşlandırılması.
- d. Homojenize edilmiş numunenin  $450^{\circ}C$  derecede 250 MPa altında yaşlandırılması.

### 3.2.2. Malzeme Şekli ve Boyutları

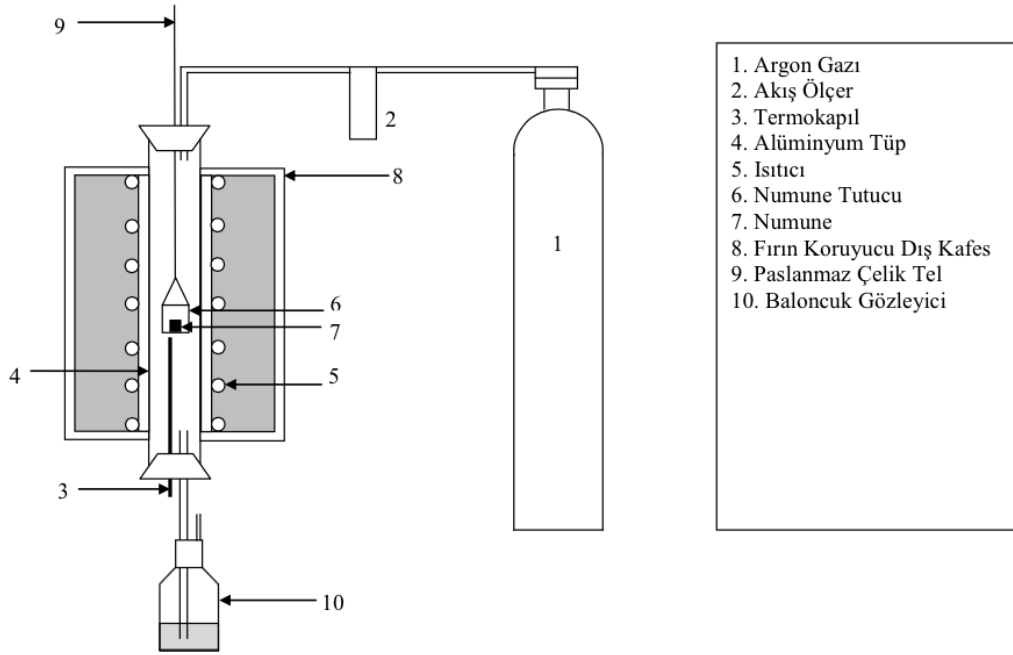
Tedarik edilen ürünler tel erozyon işleme tekniği ile Şekil.3.1’de resimleri ve teknik resimleri gösterildiği üzere deneysel çalışmalara uygun ebatlarda kesilmiştir. Numuneler ısıtıl işlem sonrası üzerinde oluşabilecek oksidasyon etkilerinden arındırılmak için testler öncesinde zımparalanmış ve parlatılmıştır. Basma deneylerinde kullanılan numunelerin basma yüzeylerinde oluşabilecek paralellik hataları hem numunelerin erken bükülmelerine hem de yanlış deney sonuçları elde edilmesine sebep olacağından dolayı zımparalanarak düzgün hale getirilmiştir.



Şekil.3.1. Basma ve çekme numunelerinin dijital ve teknik resim görüntüleri.

### 3.2.3. Argon Ortamında Homojenizasyon İşlemi

Tel erozyon yöntemi ile uygun ebatlarda kesilmiş numuneler, malzemenin kendi iç yapısından kaynaklanan ve kesim esnasında karşılaşılması muhtemel kompozisyonel safsızlıkların bertaraf edilmesi amacıyla 950°C derecede 1 saat boyunca homojenize edilmiştir. Fırın içerisine pota yardımıyla sarkıtılan numune, fırının 10°C/dk ısınma kapasitesi süresince fırının üst kısmında yer alan soğuk bölge içerisinde muhafaza edilmiştir. Şekil.3.2’de şematik olarak gösterimi verilmiş olan fırına ısıl işlem öncesinde ve homojenizasyon esnasında düşük debide argon gazı pompalanarak test süresi boyunca numunelerin oksitlenmesinin engellenmesi amaçlanmıştır. 1 saat boyunca fırın içerisinde kalan numuneler soğuk bölge olarak tabir edilen kısma çekilerek argon debisi arttırılmıştır. Daha sonra numuneler tamamen fırından çıkartılarak su verme işlemine tabi tutulmuştur.



Şekil.3.2. Fırın ve argon gazı düzeneği [8]

Numunelerin tamamı farklı ısıl dengelerden, farklı deney koşullarından ve çeşitli ısıl dalgalanmalardan korunmaları amacıyla aynı anda fırına yerleştirilmiştir. Numunelerde NiTi faz denge diyagramına göre 950°C derecede yapılan işlem ile

tek faz bölgesine girerek, ikincil fazların kaybolması ile homojen bir yapıya sahip olmaları sağlanmaktadır. Çok az miktarda gerçekleşen yüzey oksidasyonu malzemeler bir sonraki işleme tabi tutulmadan önce yüzeyleri zımparalanarak giderilmiştir.

#### **3.2.4. Argon Ortamında Serbest (Yüksüz) Yaşlandırma İşlemi**

Homojenizasyon işleminden sonra yığın NiTi numuneler yaşlandırma işlemine tabi tutularak yaşlandırma ile farklı sıcaklıklarda NiTi malzemenin matrisi içerisinde çeşitli çökeltiler oluşturulması sağlanmıştır. Bu tezde, literatürde aynı kompozisyona sahip NiTi malzeme için optimum süperelastisite davranışı için tespit edilmiş olan yaşlandırma işlem sıcaklığı ve süresi olarak 450°C derecede 1 saat durumu uygulanmıştır.

Fırın içerisine pota yardımıyla sarkıtılan numuneler, fırının 10°C/dk ısınma hızı süresince fırının üst kısmında yer alan soğuk bölge içerisinde muhafaza edilmiştir. Fırına ısıl işlem öncesinde ve homojenizasyon esnasında düşük debide argon gazı pompalanarak test süresi boyunca numunelerin oksitlenmesinin engellenmesi amaçlanmıştır. 1 saat boyunca fırın içerisinde kalan numuneler soğuk bölge olarak tabir edilen kısma çekilerek argon debisi artırılmıştır. Daha sonra numuneler tamamen fırından çıkartılarak su verme işlemine tabi tutulmuştur. Numunelerin yarısı, kontrol grubu olarak kullanılmak üzere yaşlandırma işlemine, farklı deney koşullarından ve çeşitli ısıl dalgalanmalardan korunmaları amacıyla aynı anda fırına yerleştirilmiştir.

#### **3.2.5. Atmosferik Ortamda Yük Altında Yaşlandırma İşlemi**

Kontrol grubu olarak kullanılacak olan serbest yaşlandırma numunelerinden arta kalanlar, sırası ile 450°C derecede 1 saat boyunca 120 MPa basma yükü altında, 450°C derecede 1 saat boyunca 250 MPa basma yükü altında ve 450°C derecede 1 saat boyunca 120 MPa çekme yükü altında, 450°C derecede 1 saat boyunca 250 MPa çekme yükü altında yaşlandırma işlemine tabi tutulmuştur.

Numuneler 1 saatlik süre zarfında yük altında yaşlandırma işleminin sonunda yükleri boşaltılarak su verme işlemine tabi tutulmuşlardır. Oksitlenme etkilerinden arındırılması amacıyla zımparalanarak yüzey temizliği yapılmıştır.

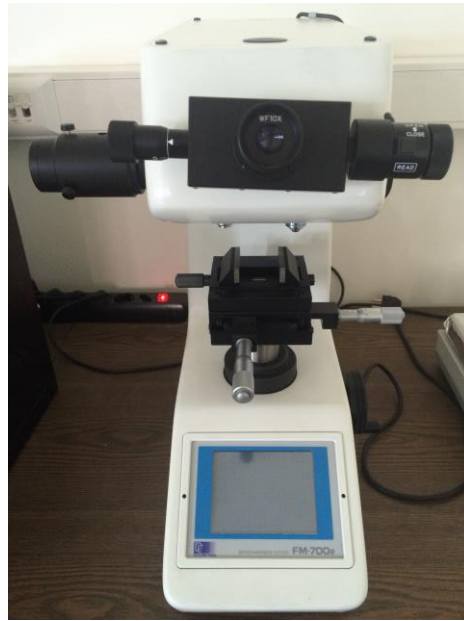


### 3.3. Karakterizasyon Yöntemleri

Gerçekleştirilen termo-mekanik işlemlerin mikro yapıya olan etkilerinin incelenebilmesi, çökelti karakteristiklerinin çıkartılabilmesi ve dönüşüm sıcaklıklarına olan etkilerinin gözlenmesi için farklı karakterizasyon yöntemleri kullanılmıştır.

#### 3.3.1. Mikro Sertlik Ölçümleri

NiTi çökeltilerinin malzemedeki yaşlandırma ile oluşan, çökeltilerin mekanik özelliklere olan etkilerinin ilk aşamada yorumlanabilmesi açısından hızlı bir yöntem olması sebebiyle mikrosertlik ölçümleri önem arz etmektedir. Sertlik ölçümleri, Future Tech FM-700e mikro sertlik test cihazı (Şekil.3.3) ile 300Hv/gf yükün 10 saniye boyunca numuneye batırılması neticesinde numune üzerinde kalan izlerin boyutsal ölçümünün yapılmasıyla gerçekleştirilmiştir. Numunelerin genelini kapsayacak bölgelerinden 10-12 adet veri alınarak ortalamalardaki sapmalar tespit edilmiştir.



Şekil.3.3. Kullanılan mikro sertlik cihazı.

### 3.3.2. Optik Mikroskop Deęerlendirmeleri

Homojenizasyon, yařlandırma ve yk altındaki yařlandırma iřlemleri tamamlanan numunelerin mikroyapılarını incelemek zere metallografik hazırlama ařamaları takip edilmiřtir. Őekil 3.4'de gsterilmiř olan Metkon Forcipol 2V zımparalama parlatma cihazını kullanmak sureti ile 400 numara nispeten kaba zımpara ile bařlanılarak 2000 numaraya kadar zımpara kaęıdı ile izik giderme gerekleřtirilmiř, yzey gerilimini azaltarak mikroyapının ortaya ıkartılması amacıyla da sırasıyla 9-6-3-1 ve 0.25µ elmas sspansiyonları ile yumuřak ve uzun tyl parlatma kumařı kullanılarak parlatılmıřtır. Optik incelemede tane sınırları gibi detayların grntlenebilmesi amacıyla numuneler hacimsel olarak 1:4:5 kompozisyonundaki HF : Nitrik Asit : Etilen Glikol kimyasal zeltisinde en az 30 saniye tutulmak suretiyle daęlanmıřtır.

Numunelerin daęlama sonrasındaki ilk optik grntlemesi ve analizleri Őekil.3.5'te gsterilmiř olan Nikon Eclipse LV 150 optik mikroskop cihazı ve Clemex grnt analiz programı vasıtası ile gerekleřtirilmiřtir.



Őekil.3.4. Kullanılan zımparalama ve parlatma cihazı



Şekil.3.5. Kullanılan optik mikroskop cihazı

### 3.3.3. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Diferansiyel taramalı kalorimetre yöntemi, bir numunenin sıcaklığını arttırmak için gerekli olan ısı miktarını, referans bir numune ile karşılaştırmalı olarak ölçen termoanalitik bir yöntemdir. Bu teknikte, referans ile numuneden gelen veya uzaklaşan ısı farkı sıcaklığa veya zamana bağlı olarak gösterilir.

DSC cihazlarında numune sıcaklığı ile referans sıcaklığı aynı tutulur. Eğer numune ile referans arasında bir sıcaklık farkı saptanırsa, sıcaklığı aynı tutmak için numuneye verilen enerji miktarı değiştirilir. Bu teknikle numunedeki faz değişimi esnasındaki ısı transferi miktarı saptanabilir.

Homojenize edilmiş ve farklı termomekanik işlemlere tabi tutulmuş olan numunelerin, dönüşüm sıcaklıklarının tayin edilebilmesi için Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) kullanılmıştır. Numune kesitlerinin orta kısımlarından, 10mg – 30mg ağırlığındaki parçacıklar elmas kesici ile yük uygulanmaksızın kesilerek ODTÜ Merkezi Laboratuvarında bulunan ve Şekil.3.6'da gösterilen Diferansiyel Taramalı Kalorimetre cihazı ile -60°C ila +120°C sıcaklıkları arasında 10°C/dk'lık bir ısıtma-soğutma hızı ile iki defa döngüsel çevrime tabi tutulmuşlardır. Termal dengeye ulaşabilmek için numuneler -60°C ila +120°C sıcaklıklarda birer dakika

boyunca tutulmuşlardır. Faz dönüşüm sıcaklıkları, ASTM F2004-05 standardı gereğince ikincil döngüsel testin sonuçlarına göre tespit edilmiştir.



Şekil.3.6. Kullanılan DSC cihazı.

### 3.3.4. X-Işını Kırınımı Analizi (XRD)

Metalik malzemeler içerisinde bulunan fazların kristallerinden yansıyan X-ışınları belirli bir karakteristik içerisinde kırınıma uğrar. Her bir kristal yapıya sahip faz için bu kırınım profilleri bir nevi parmak izi gibi o kristali tanımlar. Yoğun bir X-ışını demeti, düzenli atom gruplarından oluşan kristal bir yapıya çarptığı zaman genel bir saçılım oluşur ve bu saçılım yapan ışın dalgaları birbirlerini etkiler ve girişim yaparak birbirlerini yok eder. Ancak belli açılarda bu dalgalar bir faz içinde biri diğeriyle birleşmek suretiyle dalga yoğunluğunu artırır. Bu oluşum X-ışınlarının kırınımı olarak bilinir. Kırınımın olduğu bu yönler kristalin birim hücresinin boyutuna ve şekline bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Kırınımın şiddeti ise kristalin bazı yapısal özellikleri tarafından belirlenir.

Farklı termomekanik işlemlere tabi tutulmuş olan numuneler, homojenize edilmiş numuneler ve yaşlandırma işlemine tabi tutulmuş numunelerde oluşan fazlar, ODTÜ Merkezi Laboratuvarında bulunan ve Şekil.3.7’de sunulmuş olan 40 kV ve 30 mA de çalışan, Cu-K $\alpha$  ışınması ile ( $\lambda=1,54178$  Å)  $2\theta$  dağılımı  $20^\circ - 90^\circ$  ve tarama hızı  $2^\circ/\text{dk}$  olarak belirlenmiş Rigaku Ultima-IV model X-ışını Kırınım cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil.3.7. Kullanılan XRD cihazı.

### 3.3.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Numunelerin mikroyapı analizi ve çökeltilerin görüntülenebilmesi amacıyla ODTÜ Merkezi Laboratuvarında bulunan ve Şekil.3.8’de gösterilmiş olan 30 kV hızlandırıcı voltajla çalıştırılan 1.2 nm çözünürlükte QUANTA 400F Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) cihazı kullanılmıştır. Optik görüntüleme kullanılan numuneler bakalite gömüldüğü için elektrik iletkenliğinin sağlanabilmesi amacıyla numune kenarlarından, numune tutucu diskin üzerine gümüş veya karbon iletken solüsyon ile şerit çekilmiştir. Bu iletken şeridin süreksizliğine bağlı olarak görüntüler kontrast kaybına uğrayabilmektedir.



Şekil.3.8. Kullanılan SEM cihazı.

### **3.3.6. Enerji Ayrımlı X-Işını Spektroskopisi Analizi (EDX)**

Numunelerin bölgesel olarak elementsal kompozisyonunun belirlenebilmesi amacıyla QUANTA 400F Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) cihazı üzerinde bulunan, EDX analiz modülü ve sensörü kullanılmıştır. EDX analizinde, görüntülenen numune yüzeyine yüksek enerjili elektron demeti gönderilerek yüzeydeki bazı elektronların koparılması sağlanır. Koparılan elektronların yerini daha dış orbitallerdeki elektronlar alır, bu elektron atlaması esnasında X-ışınması ortaya çıkar. Ortaya çıkan ışınların enerjisi ve dalga boyları ölçülerek numune içerisindeki elementlerin yüzdeleri hakkında tahmin yapılabilir. EDX analizi sonucunda ortaya çıkan grafiklerdeki pik değerler ve altındaki alanlar kompozisyon hesabının yapılmasında orantılanarak kullanılabilir.

### **3.3.7. Süperelastisite Testleri**

Ebatları 4x4x8mm olan basma numunelerinin ve çekme numuneleri için 3mm kalınlığa sahip, 10 mm ölçüm boyuna sahip olan deney numunelerinin üzerine Texas A&M Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünde (ABD) bulunan 25kN yükleme kapasitesine sahip MTS marka servomekanik test cihazı (Şekil.3.9) kullanılarak süperelastisite testleri uygulanmıştır. Çekme ve basma numuneleri her ısı işlem ve yük altında yaşlandırılmış kafesi için ayrı olacak şekilde, DSC analizi sonuçlarına istinaden belirlenmiş olan Af sıcaklıklarının 20°C derece üzerinde tutularak %0.5 gerinim değerinden başlanılarak %1 gerinim artırımıyla kırınımına kadar döngüsel testlere maruz bırakılmıştır. Döngüsel testler yükleme esnasında gerinim kontrollü olarak gerçekleştirilmiş ve deney sırasındaki yük ve gerinim değerleri sürekli olarak ölçülerek kayıt altında alınmıştır. Deneylerin ikinci kısmında ise malzeme yük kontrollü olarak üzerindeki yük sıfırlanıncaya kadar ters yönde serbest bırakılarak malzeme üzerindeki kalıntı gerinim değerleri ölçülmüştür. Gerinim değerleri numune tutucu kafaları üzerine bağlanan yüksek sıcaklığa dayanıklı seramik uzatma çubukları bulunan ekstansometre vasıtası ile gerçekleştirilmiştir. (Şekil.3.10)



Şekil.3.9. Döngüsel çekme basma deneylerinin gerçekleştirildiği test düzeneği.



Şekil.3.10. Yüksek sıcaklıklarda kullanılan ekstansometre.

## 4. SONUÇLAR

### 4.1. Sertlik Ölçümleri

Malzemeler uygulanan yükün miktarına ve malzemenin kendi özelliklerine istinaden bu yükler altında farklı özellikler gösterebilirler, bunlar arasında elastisite, plastisite ve kırılma yer almaktadır. Süperelastisite malzemenin ilk anda deforma olmasının karşın daha sonra orjinal şekline geri dönebilme kapasitesini tanımlar. Plastisite malzemenin geri dönüştürülemez deformasyonu anlamına gelmekte ancak malzemenin kırılmaya gitmeden tek parça halinde kalabilmesi ile ilgilidir. Kırılım ise parçanın yük altında yük kaynaklı veya kendi özellikleri nedeniyle tek parça halinde kalamadan kırılıma uğraması olarak tanımlanmaktadır.

Malzemenin sertliği, deformasyona karşı olan direncinin mikrodayanıklılığı ve tüm yönlerdeki kesme gerilimine karşı olan dayanımının göstergesi olarak değerlendirilebilir. Malzemelerin sertliği ve buna bağlı olarak mukavemetinin artırılması, Hall-Petch denklemi ile ifade edildiği üzere tane küçülmesi, deformasyon sertleştirilmesi (dislokasyon ve soğuk işleme sertleştirilmesi), katı çözelti sertleştirilmesi (alaşımlama veya malzeme emdirme sertleştirilmesi), çökelti sertleştirilmesi (ara intermetalik fazların oluşturulması) ve martensitik dönüşüm sertleştirilmesi (difüzyonsuz faz dönüşümü ile atomların yer değiştirmesine istinaden gerçekleşen sertleşme) yöntemleri kullanılarak farklı şekillerde değiştirilebilmektedir [111].

Çökeltilerin oluşması neticesinde malzemede tespit edilebilir derecede sertlik artışı kaydedilmektedir. Aynı sıcaklıklarda farklı sürelerde malzemenin yaşlandırılması neticesinde malzeme ilk alındığı şekline göre sertlikleri artmakta, yaşlandırma işlemi sürdükçe çökeltilere bağlı sertlik artışı devam etmekte ancak daha uzun sürelerde yaşlandırma işlemi devam ettikçe sertlik değeri tekrar düşüşe geçmektedir. [112]

Malzemenin sertlik testleri ile henüz malzemenin mikroyapısına ve diğer mekanik karakteristik özelliklerine bakılmaksızın malzeme mukavemeti hakkında hızlı bir ön bilgi elde edilebilir.



Sertlik ölçümleri her iki üreticiden satın alınmış ve uygulanan termo-mekanik 4 koşul olmak üzere toplamda 8 koşulda işlem görmüş numunelerden elde edilmiştir.

Basma ve çekme testleri altındaki deneyler için koşullar ve isimlendirmeleri aşağıda verilmiştir.

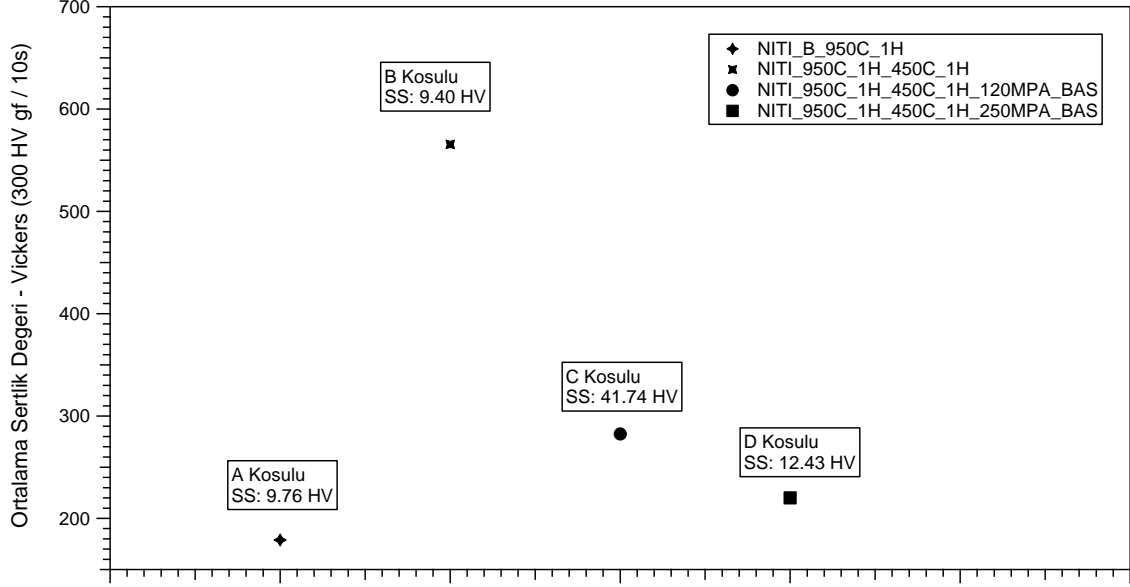
- a. Ham malzemenin 950°C derecede homojenizasyonu.
- b. Homojenize edilmiş numunenin 450°C derecede serbest yaşlandırılması.
- c. Homojenize edilmiş numunenin 450°C derecede 120 MPa yük altında yaşlandırılması.
- d. Homojenize edilmiş numunenin 450°C derecede 250 MPa yük altında yaşlandırılması.

Çizelge.4.1. Deney koşullarının sınıflandırılması

Deney Koşulu	Basma (SAES Smart Materials - Alman)	Çekme (Shaanxi Taipu Rare Metal Materials - Çin)
A	NITI_B_950C_1H	NITI_B_950C_1H
B	NITI_B_950C_1H_450C_1H	NITI_B_950C_1H_450C_1H
C	NITI_B_950C_1H_450C_1H_120MPA_BAS	NITI_B_950C_1H_450C_1H_120MPA_ÇEK
D	NITI_B_950C_1H_450C_1H_250MPA_BAS	NITI_B_950C_1H_450C_1H_120MPA_ÇEK

Çizelge.4.1'de deney koşulları A-B-C-D şeklinde sıralanmıştır. Basma ve çekme koşulları uygulanan termo-mekanik işlemlere göre sınıflandırılmıştır.

Basma numunelerinden elde edilen mikro sertlik sonuçları her koşul için birer numuneden birkaç defa alınmak suretiyle, aynı numune içerisindeki standart sapmaları hesaplanarak karşılaştırmalı olarak Şekil.4.1'de verilmiştir.



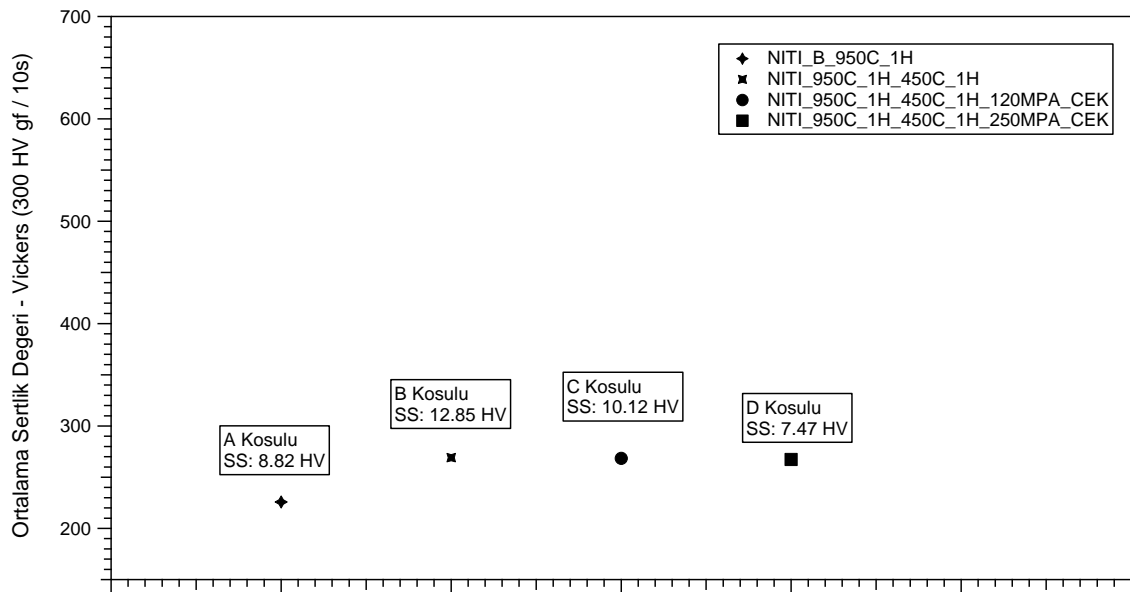
Şekil.4.1. Basma numunelerinden elde edilmiş ortalama sertlik verileri.

Şekil.4.1’de basma numunelerinden elde edilen sertlik verileri görülmektedir. Sertlik testleri, görüntü kalitesi açısından malzemenin zımparalanıp parlatılmasından sonra gerçekleştirilmiştir. Numune ebatlarının küçük olmasına karşın malzeme yüzeyinden mümkün olduğunca çok sertlik sonucu alınmaya çalışılmıştır. Aynı miktarda ölçüm alınamaması malzemelerin ebatları neticesinde gerçekleştirilemeyen veya ölçülemeyen durumlardan kaynaklanmaktadır.

Numunelerde sadece homojenizasyon gerçekleştirilen parçanın en düşük ortalama sertlik değerine sahip olduğu (170 HV) görülmektedir. Daha sonra en yüksek ortalama sertlik değeri (215 HV) 450°C derecede 250 MPa yük altında basma yüküne tabi tutulan numunede gözlenmiştir. Üçüncü en yüksek sertlik değerine 120 MPa basma yükü altında 1 saat boyunca yaşlandırma işlemine tabi tutulan numune ulaşmıştır (260 HV). En yüksek sertlik değerine serbest ortamda 1 saat boyunca yaşlandırma işlemine tabi tutulan malzeme erişmiştir.

Sertlik değerleri incelendiğinde homojenizasyon işlemine tabi tutulan malzemenin en düşük sertlik değerlerine sahip olması, çökeltilerin matris içerisine geri çözünmesi ve var olan dislokasyonların giderilmesi ve eğer varsa işleme kaynaklı kalıntı gerilimlerin giderilmesi neticesinde beklenen bir durumdur. Yüksüz yaşlandırma işleminin, çökelti oluşturmaya yönelik olarak gerçekleştirilmesi ve herhangi bir yönlendirme işlemine tabi tutulmaması neticesinde alınan ölçümlerin

standart sapmasının düşük olması malzemede homojen bir şekilde çökelti oluşümünün gerçekleştiği sonucunu yansıtmaktadır. 250 MPa ve 120 MPa basma yükü altında gerçekleştirilen deneylerin sertlik sonuçları çökelti oluşümünün tetiklendiğini göstermektedir. 120 MPa numunede ölçümlerin standart sapmasının diğer ölçümlere göre fazla olması, çökeltilerin yönlendirilmesinin ve matris içerisinde farklı konumlara yerleşme ihtimalinin gerçekleşmiş olabileceğine işaret etmektedir. 250 MPa basma yükü altındaki numunenin ise daha homojen bir çökelti yapısına sahip olabileceği sonuçlarının çıkarılabileceğine imkan tanımaktadır.



Şekil.4.2. Çekme numunelerinden elde edilmiş ortalama sertlik verileri.

Yukarıda çekme numunelerinden elde edilmiş sertlik sonuçları yer almaktadır. Homojenizasyon işlemine tabi tutulmuş malzemenin genel olarak diğer koşullardan daha düşük sertlik değerine sahip olduğu ve basma sonuçları ile uyumlu olduğu görülmüştür. 120 MPa ve 250 MPa sertlik sonuçları da kendi içlerinde ve basma numunelerindeki neticeler ile uyumlu görülmektedir. 120 MPa çekme yükü altında gerçekleştirilen yaşlandırma işlemi sonuçlarında standart sapma basma sonuçlarındaki kadar olmamasına karşın kendi içerisinde 250 MPa çekme testi sonuçlarına istinaden daha fazla saptmaya sahiptir. Serbest homojenizasyon haricinde kalan üç farklı koşulda ise birbirlerinden özellikle ayırt edilebilir bir farklılığa

rastlanmamıştır. Ölçümlerin genelinde standart sapmaların düşük olması gerçekleşen çökeltilerin matris içerisine düzgün yayıldığı anlamına gelebilir.

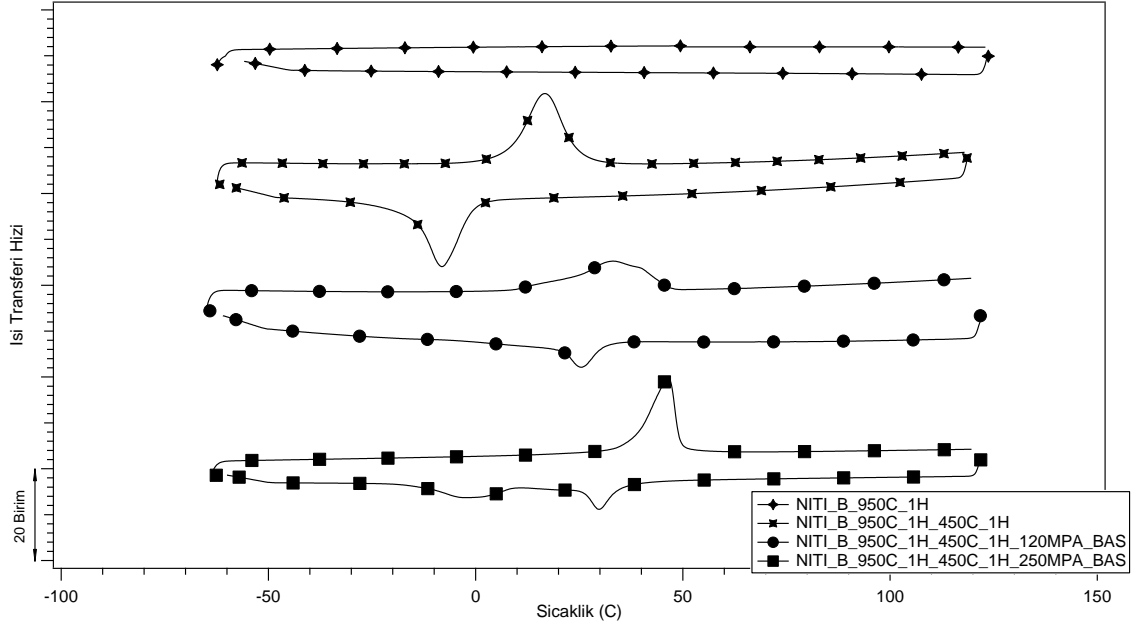
Sertlik ölçümünü ve malzemenin sertliğini etkileyen birçok faktör bulunmaktadır. Elde edilen sonuçların yorumlanabilmesi için ek olarak malzemenin mikroyapısını incelenmesi ve daha fazla bilginin edinileceği mekanik deneylerin yapılması gereklidir.

#### **4.2. DSC Analizleri**

Bu çalışmada DSC analizleri malzemelerin termo-mekanik işlemler öncesinde ve sonrasında faz dönüşüm sıcaklıklarını tespit etmek üzere kullanılmıştır. Malzemenin dönüşüm sıcaklıkları bir çok parametreden etkilenebilmektedir. Bu parametrelerin başında kompozisyondaki değişim gelmektedir. Nikel açısından zengin matriste çökelti oluşumu neticesinde matris içerisinde azalan Nikel, dönüşüm sıcaklıklarını arttırmaktadır. Bunlar haricinde malzemenin deformasyonu sonucunda yapıda yer alan dislokasyonlar, işleme kaynaklı yüzey gerilimleri, ısıtım uygulamaları, malzemenin oksitlenme oranı ve miktarı ile malzeme bünyesindeki safsızlıklar dönüşüm sıcaklıklarını etkilemektedir. Bu parametreleri kontrol altında tutabilmek için malzemenin kendi içerisinde homojenize edilmiş hali ile gerçekleştirilen diğer koşulların karşılaştırılmaları anlamlı olmaktadır.

Etkin parametrelerden oksidasyon miktarının ve oranının minimize edilebilmesi için homojenizasyon işlemleri argon ortamı altında gerçekleştirilmiştir. Yüzey gerilimlerinin azaltılabilmesi için malzemeler sabit hızlarda ve yüksüz olarak kesilmiştir. Oksidasyon etkisinin azaltılabilmesi için malzemeler son ağırlıklarına ve şekillerine elde hafifçe zımparalama yöntemi ile getirilmiştir. Malzemenin mikroyapısının korunması açısından numunelerde ısıtım işlemler sonrasında su verme işlemi uygulanmıştır.

Tüm deney koşulları için gerçekleştirilmiş DSC analizleri ve sonuçları çekme ve basma altındaki koşulları için ayrı ayrı karşılaştırmalı olarak Şekil.4.3 ve 4.4'te sırasıyla sunulmuş ve Çizelge.4.2 ve 4.3'te özetlenmiştir.



Şekil.4.3. Basma numunelerinden elde edilmiş DSC analizi sonuçları.

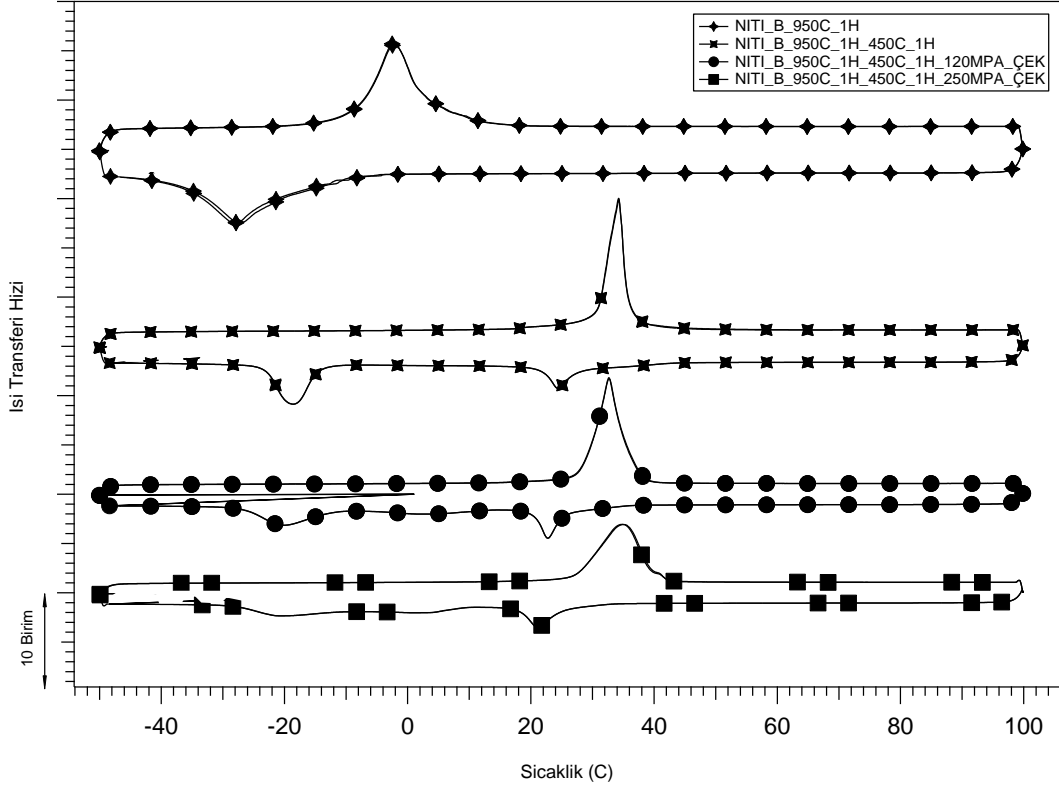
Çizelge.4.2. Basma numunelerinin hesaplanan martensitik dönüşüm sıcaklıkları.

Deney	A	B	C	D
Koşulu				
As	U/D	7,8°C	11,1°C	38°C
Af	U/D	25,2°C	47,9°C	50,1°C
Rs	U/D	U/D	U/D	31,1°C
Rf	U/D	U/D	U/D	26,5°C
Ms	U/D	0,2°C	31,5°C	8,9°C
Mf	U/D	-15,5°C	21,4°C	-13,6°C

- Ham malzemenin 950°C derecede homojenizasyonu.
- Homojenize edilmiş numunenin 450°C derecede serbest yaşlandırılması.
- Homojenize edilmiş numunenin 450°C derecede 120 MPa yük altında yaşlandırılması.
- Homojenize edilmiş numunenin 450°C derecede 250 MPa yük altında yaşlandırılması.

Basma deneylerinde kullanılan malzemede homojenize edilmiş numunede dönüşüm gözlenmezken yaşlandırılmış numunelerde ve yük altında yaşlandırma

uygulanmış numunelerde dönüşüm sıcaklıklarının yükseldiği tespit edilmiştir. Hem östenit sıcaklıkları hem de martensit sıcaklıkları artış göstermiştir. 120 MPa basma yükü altında yaşlandırılan malzemede östenit başlangıç ve östenit bitiş sıcaklıkları arasındaki histeresizin yüksek olması (dönüşümün hızının düşük olması) malzeme içerisinde yer alan dislokasyon veya farklı fazlar veya safsızlıklar yüzünden olabileceği değerlendirilmektedir. 250 MPa basma yükü altında yaşlandırılan numunede iki aşamalı bir dönüşüm sistemiği tespit edilmiştir. Bu ara fazın gerçekleşmiş olması martensit dönüşümünün beklendiği sıcaklıklarda R fazının görülmesine, akabinde bundan daha düşük sıcaklıklarda martensit fazının oluşumunun görülmesine sebep olmuştur. R fazı olarak adlandırılan ara faz, küçük çökeltilerin veya dislokasyon yoğunluğundan dolayı oluşur. Bu çalışmada gözlenen R-fazının ise oluşan çökeltiler ve 250 MPa gerilim altında oluşması muhtemel dislokasyonlardan dolayı oluştuğu düşünülmektedir. Dolayısıyla her iki parametrede dönüşüm karakteristiğini etkilemektedir. Küçük çökeltiler matris ile uyumu sağlayabilmek için etrafında gerinimi yüksek bölge oluşturur. Bu bölgelerin dönüşümü etkilemesi iki şekilde meydana gelir; gerinimce yüksek olan bölgeler östenit – martensit dönüşümünü tetikler veya martensit – östenit ara yüzeylerini kilitleyerek dönüşümü engeller. Yaşlandırma sırasında gerilim uygulanması, oluşan çökeltilerin büyümesini engellemiş olması düşünülmektedir. Zira, dönüşüm sıcaklıklarındaki artış ve termal histeresisteki yani östenit pik ve martensit pik sıcaklıkları arasındaki farkın azalması küçük çökeltilerin etrafında oluşan gerinim bölgelerinin östenit - martensit dönüşümünü tetiklediği sonucunu ortaya çıkarmaktadır.



Şekil.4.4. Çekme numunelerinden elde edilmiş DSC analizi sonuçları.

Çizelge.4.3. Çekme numunelerinin hesaplanan martensitik dönüşüm sıcaklıkları.

Deney Koşulu	A	B	C	D
As	-9°C	30°C	28°C	27°C
Af	5°C	36°C	38°C	40°C
Rs	U/D	28°C	26°C	26°C
Rf	U/D	22°C	20°C	18°C
Ms	-4°C	-15°C	-12°C	-10°C
Mf	-38°C	-23°C	-26°C	-28°C

- Ham malzemenin 950°C derecede homojenizasyonu.
- Homojenize edilmiş numunenin 450°C derecede serbest yaşlandırılması.
- Homojenize edilmiş numunenin 450°C derecede 120 MPa yük altında yaşlandırılması.
- Homojenize edilmiş numunenin 450°C derecede 250 MPa yük altında yaşlandırılması.

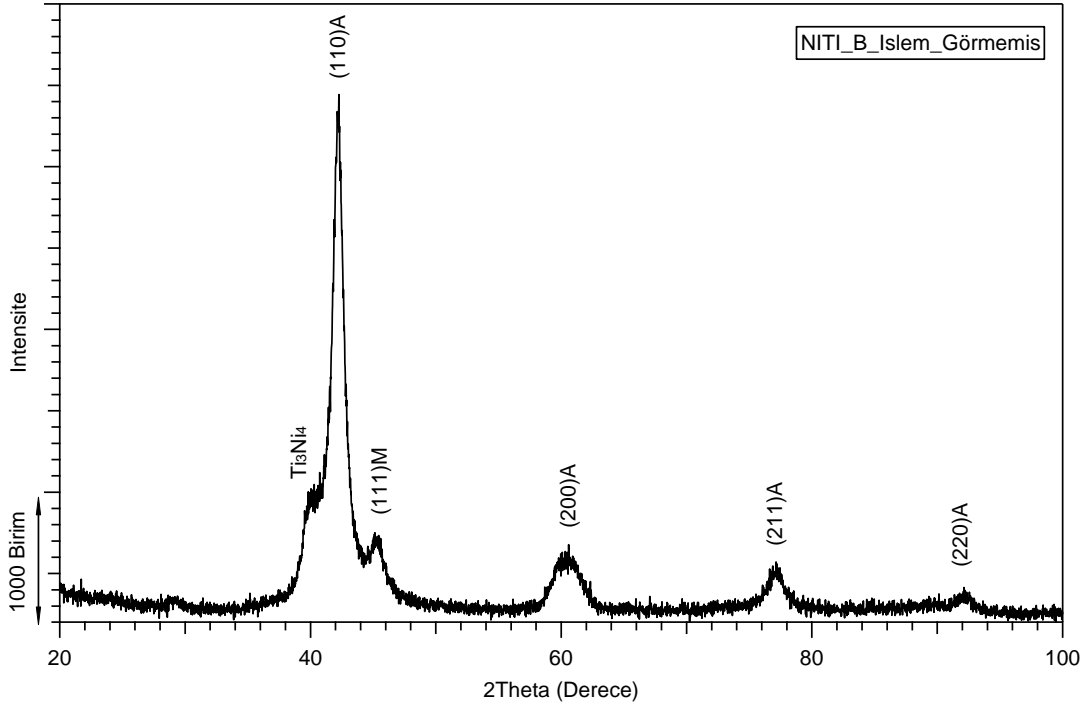
Çekme deneylerinde elde edilen DSC sonuçlarına istinaden homojenize edilmiş numuneye göre uyumlu bir sıcaklık artışı tespit edilmiştir. Sıcaklıkların artışı hemen her numunede eşit derecede gerçekleşmiştir. Homojenize edilmiş numune haricindeki tüm koşullarda R fazı gözlemlenmiştir.

İki farklı tedarikçiden elde edilmiş numunelerde 950°C derecede gerçekleştirilen homojenizasyon işlemi neticesinde östenit ve martensit dönüşüm sıcaklıkları farklılık göstermektedir. Bunun malzemenin üretimi esnasında kaynaklanan faktörlerden oluşu değerlendirilmekle birlikte koşulların her malzeme grubu için kendi malzeme grubu içerisinde değerlendirilmesi gerekmektedir.

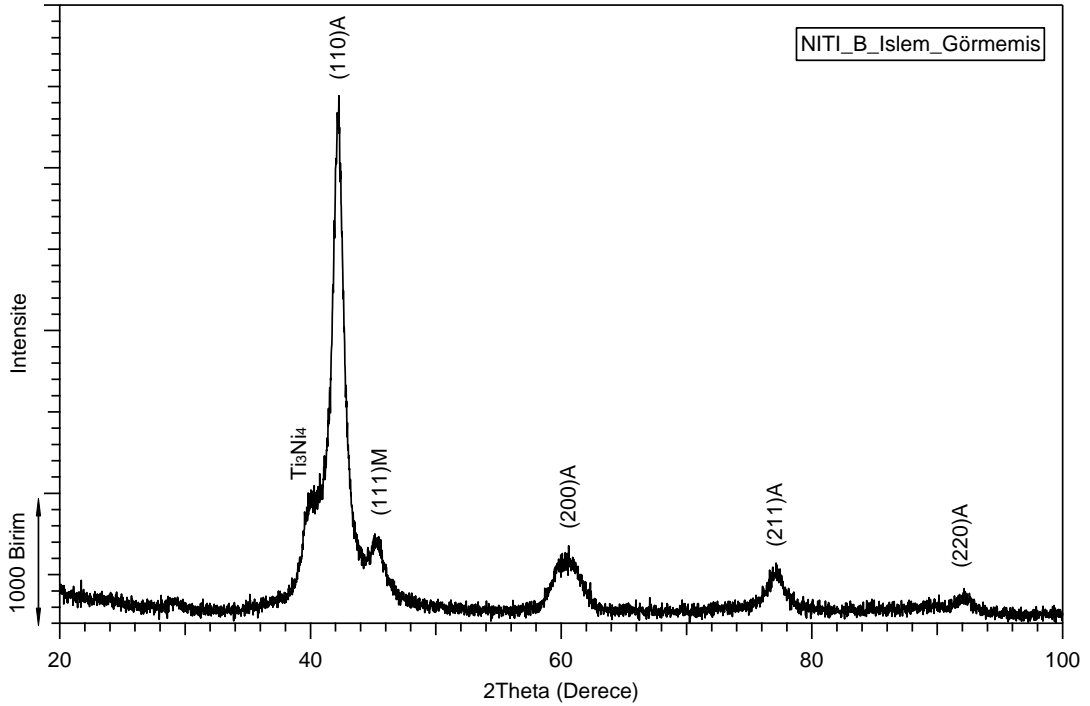
### **4.3. X-Işını Analizleri ve Sonuçları**

Bir sonraki kısımda mikroyapıları gösterilecek olan tüm numunelerdeki faz dönüşümlerinden emin olmak üzere, 2 adet örnek seçilerek X-ışınları kırınımı ile faz tayini yapılmıştır. Hiç bir ısı işlem görmemiş basma numunelerinin oda sıcaklığındaki X-ışını kırınımı analiz sonuçları incelendiğinde (Şekil.4.5) östenit fazından gelen dört farklı pik olan (110)A, (200)A (211)A ve (220)A ile karşılaşılmış olup bir adet martensit fazına ait (111)M pikine rastlanmıştır.





Şekil.4.5. Hiç bir ısıt işle görmemiş alındığı gibi XRD analizine gönderilmiş ilk ham malzemenin durumu.

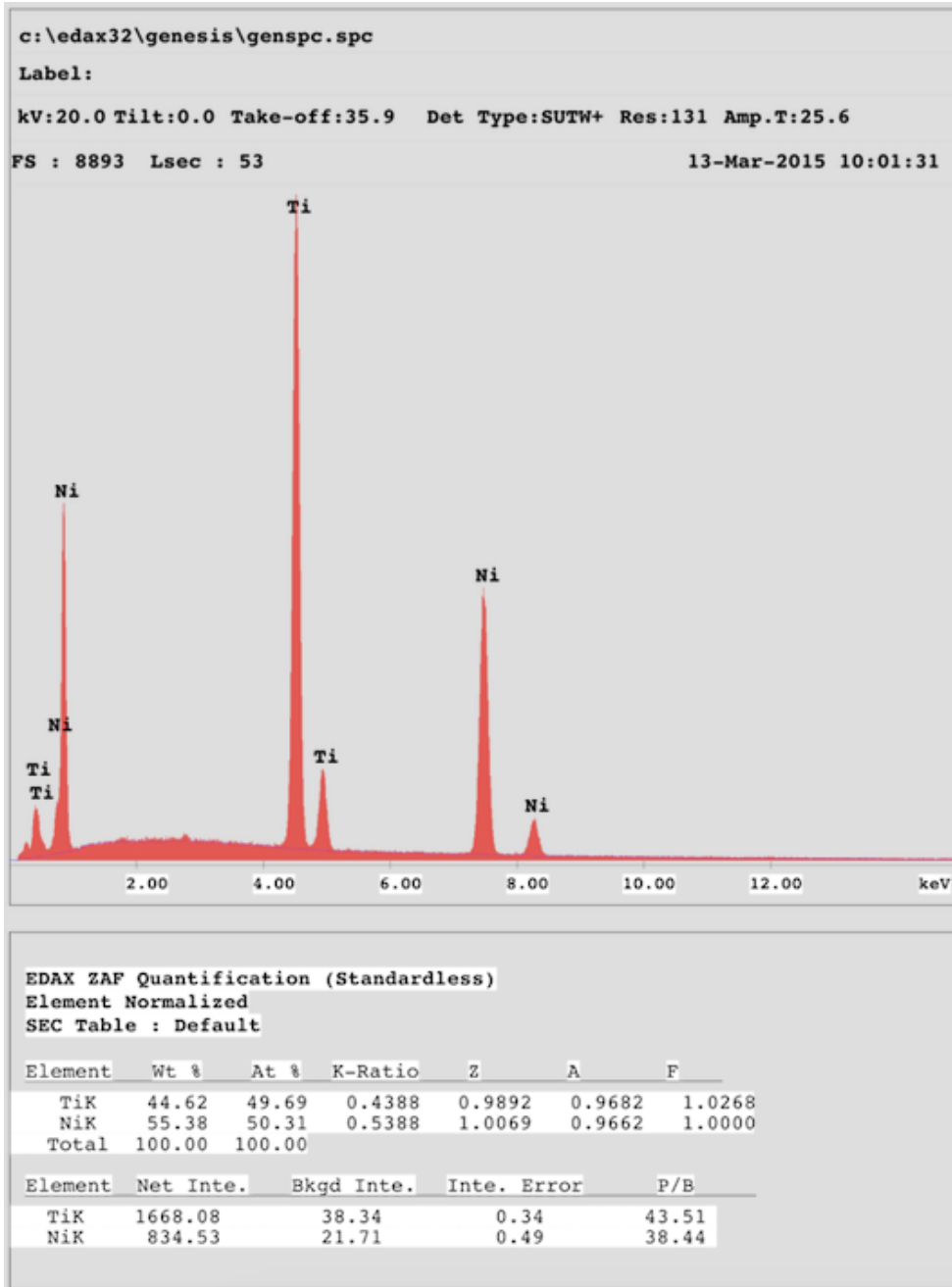


Şekil.4.6. 250 MPa basma yükü altında yaşlandırılmış numunenin XRD analizi.

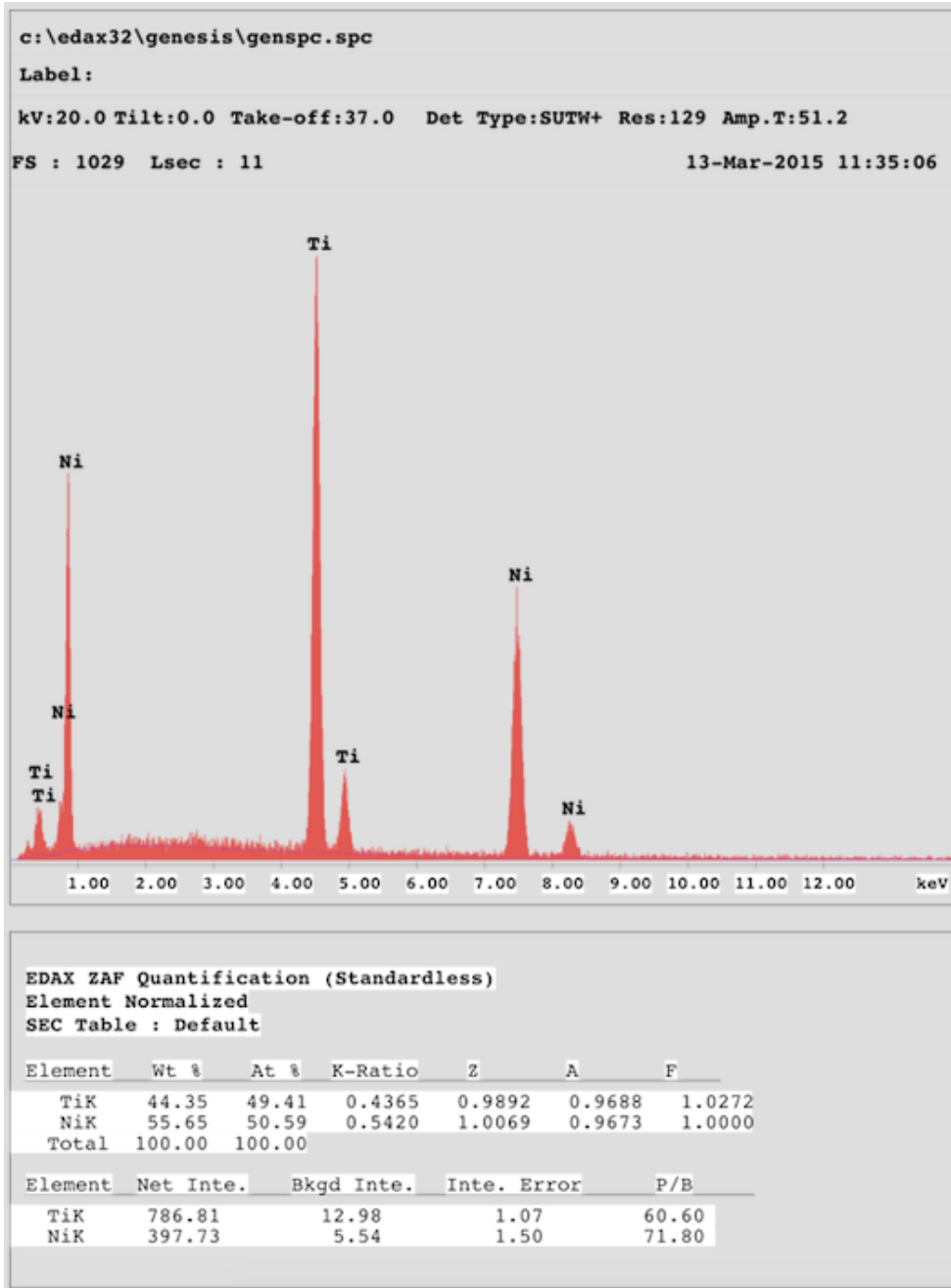
Gerçekleştirilen gerilim altında yaşlandırma işlemlerinin örnek olması açısından 250MPa basma numunelerinden XRD örneği elde edilerek (Şekil.4.5) oda sıcaklığında 25°C derecede değerlendirildiğinde malzemede (200)A östenit pik

noktasının tamamen kaybolduđu, geriye kalan östenit ve martensit piklerinin intensitesinin, martensit tepe noktasının östenite göre çok daha fazla olmak üzere göreceli olarak azaldığı ancak buna karşın  $Ti_3Ni_4$  piklerinin oluşumu ile birlikte artışının belirdiđi gözlenmiştir.

SEM analizleri esnasında elde edilen EDX analizlerinde (Şekil.4.7 ve Şekil.4.8) homojenize edilmiş basma numunesinin genel yapısı itibariyle istenilen kompozisyonda olduğu teyit edilmiştir. Basma numunesi için homojenize edilmiş koşulda Nikel oranı atomik oran anlamında %50.31 olarak belirlenmiştir. Benzer şekilde çekme numunelerindeki homojenize edilmiş koşulda alınmış olan EDX verisinden elde edilen sonuçlara göre atomik oran olarak nikel miktarı %50,59 olarak tespit edilmiştir.



Şekil.4.7. Basma numunelerinden elde edilen EDX analizi verisi.



Şekil.4.8. Çekme numunelerinden elde edilmiş EDX analizi verisi

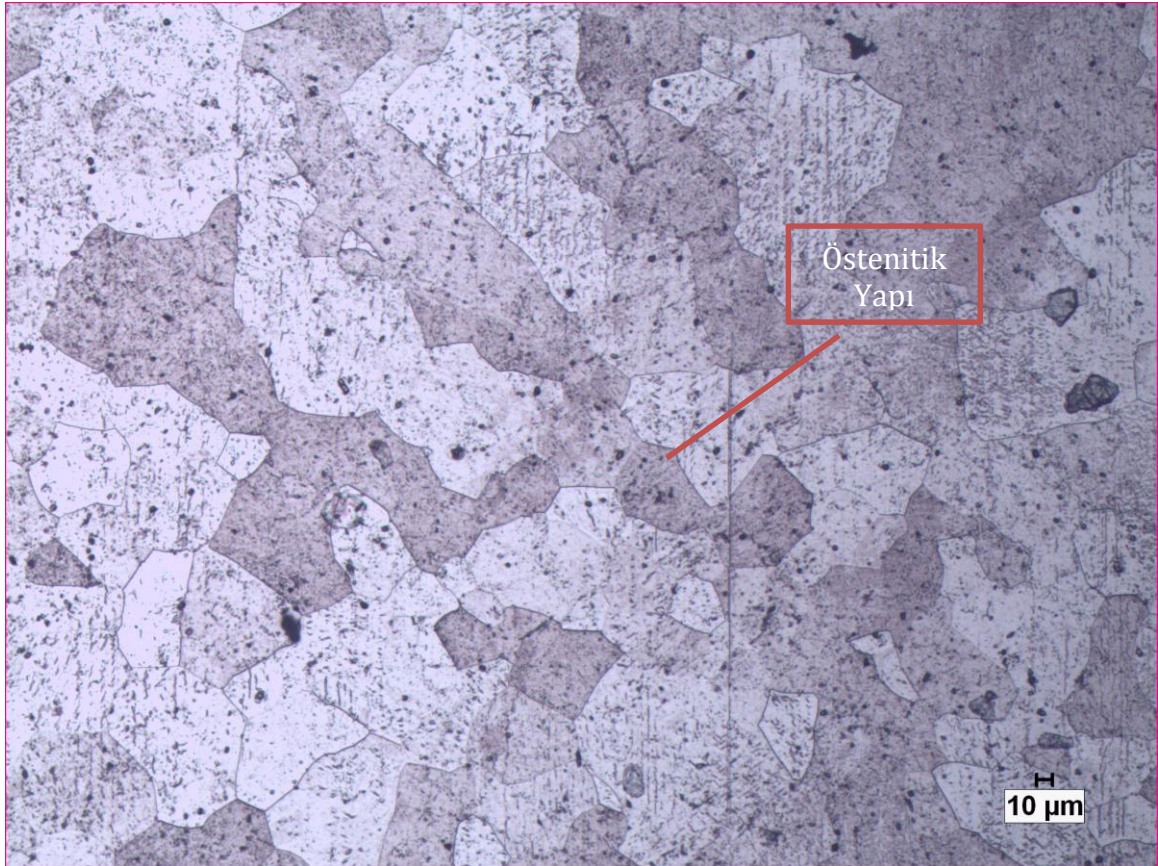
#### 4.4. Mikroyapı Karakterizasyonu ve Analizi

Üzerinden sertlik ölçümü gerçekleştirilmiş numuneler dağlama işlemine tabi tutularak optik ve elektronik mikroskoplarda incelenmiştir. Tüm numunelerden örnek görüntüler alınmış, fazların tanımlamaları gerçekleştirilmiştir. Ortalama tane ebatları belirlenmiş ve yük altında yaşlandırılmış numunelerdeki çökeltilerin muhtemel yönelmesi tespit edilmiştir ve bu çökeltilerin muhtemel yönelmeleri ile birlikte

mikroyapı içerisindeki dağılımları incelenmiştir. İncelemeler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiş ve buna göre fazların tanımlamaları literatür ile karşılaştırılmıştır.

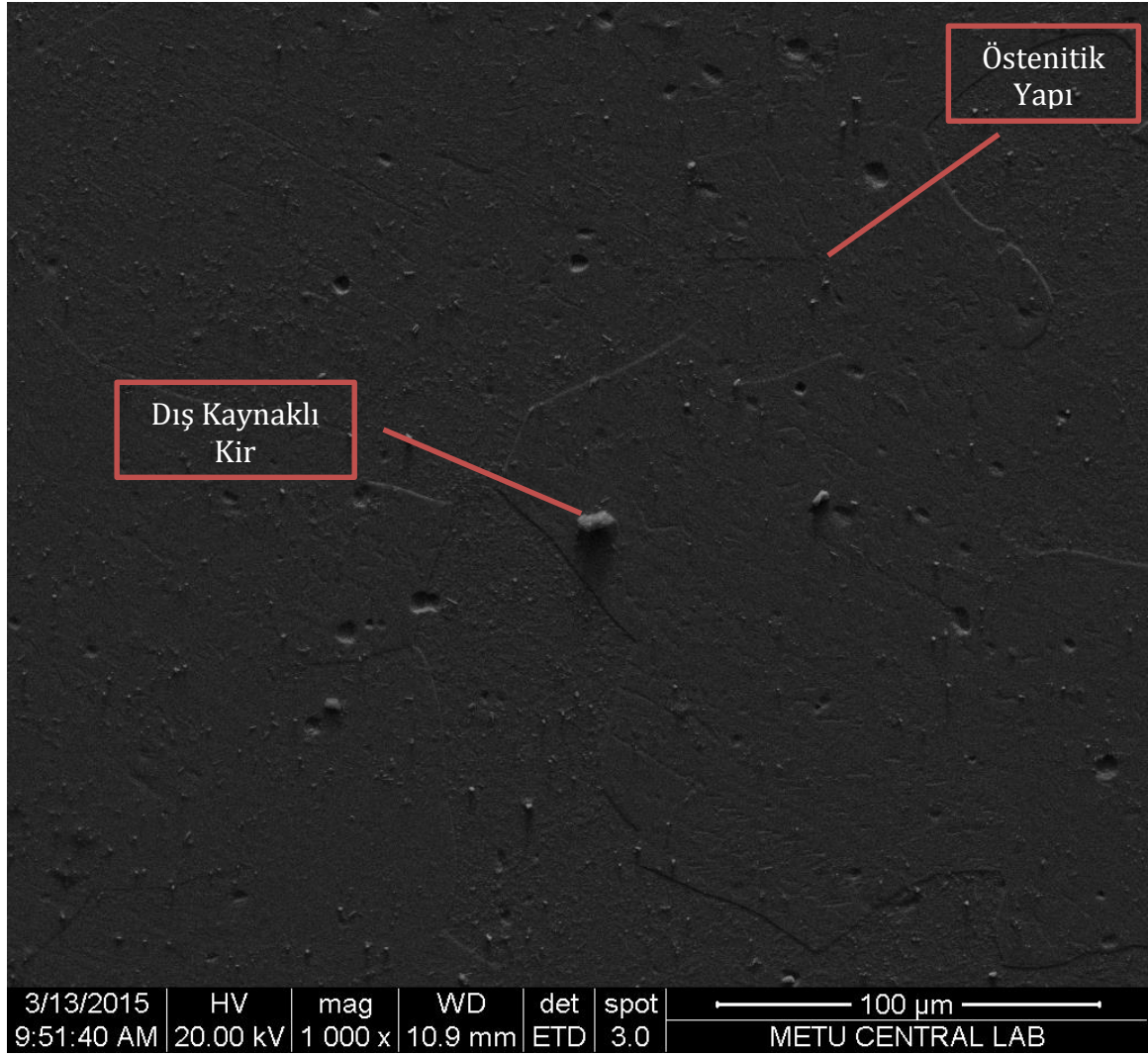
#### 4.4.1. Basma Numuneleri Optik ve SEM Analizleri

Basma testlerinde kullanılan numunelerden homojenizasyona tabi tutulmuş örnek için optik mikroskopta görüntüsü Şekil.4.9'da gösterilmiştir.



Şekil.4.9. Basma deneylerinde kullanılan 950 derecede homojenize edilmiş numunenin optik mikroskop görüntüsü.

Şekil.4.9 incelendiğinde ortalama tane büyüklüğünün  $48\mu\text{m}$  olduğu tespit edilmiştir. Optik mikroskop görüntüsünden mikroyapının östenitik taneler şeklinde olduğu ve oda sıcaklığında gerçekleştirilen görüntülemenin DSC sonuçları ile uyumlu olduğu belirlenmiştir. Taramalı elektron mikroskobu görüntüsü Şekil.4.10'da sunulmuştur.

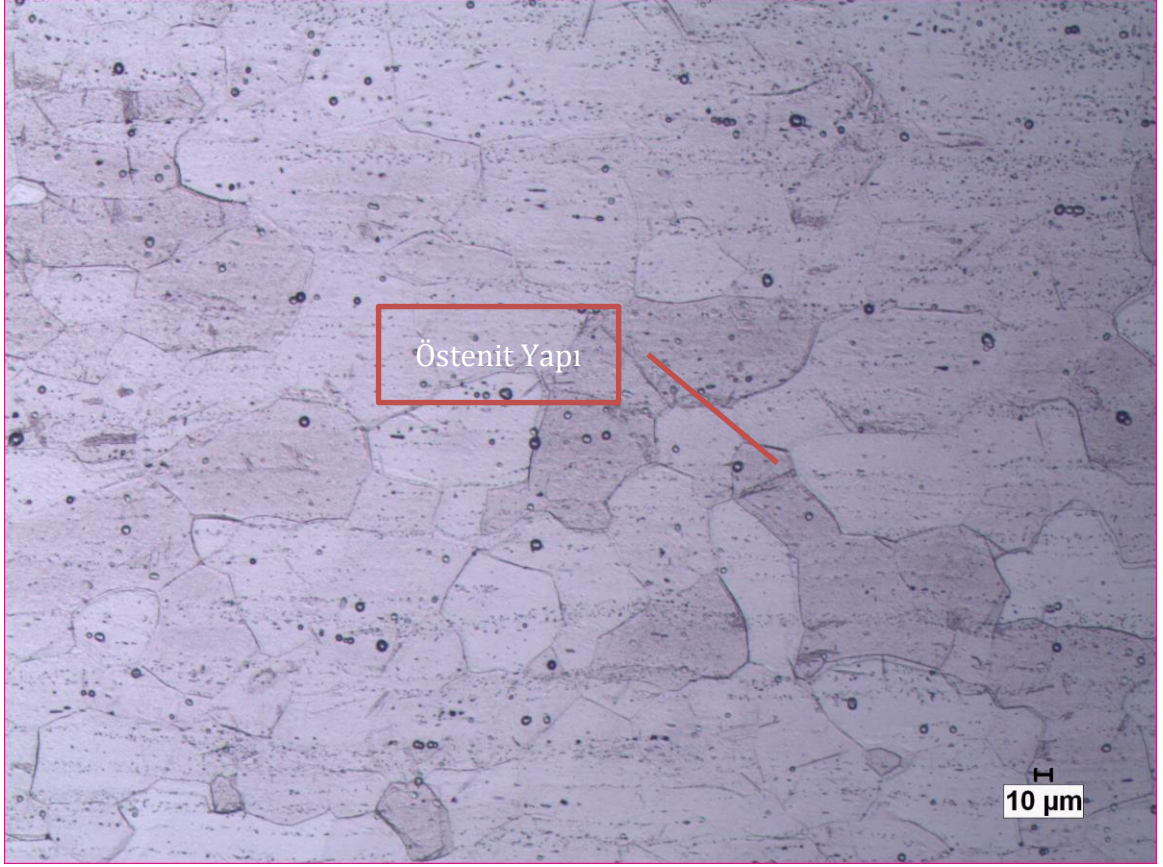


Şekil.4.10. Basma deneylerinde kullanılan 950°C sıcaklıkta homojenize edilmiş numunenin elektron mikroskop görüntüsü.

Şekil.4.10'da verilmiş görüntü incelendiğinde östenit fazının devamı ve zımparalama – parlatma işlemlerinden arta kalan bazı çizikler görülmektedir. Parça üzerinde orta kısımda yer alan partiküller matris ile ilişkilendirilememiş olup dış kaynaklı (toz vb..) kirlilik olarak değerlendirilmiştir.

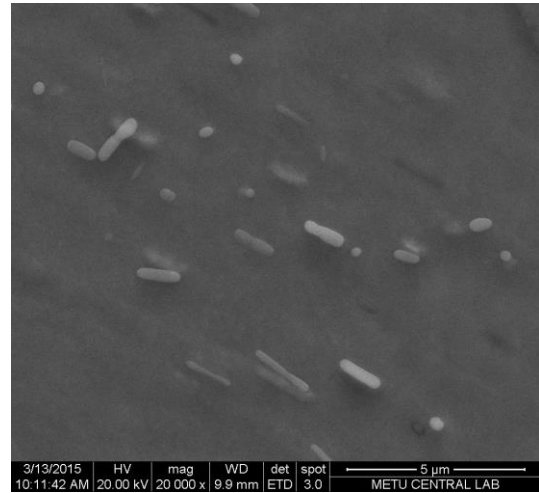
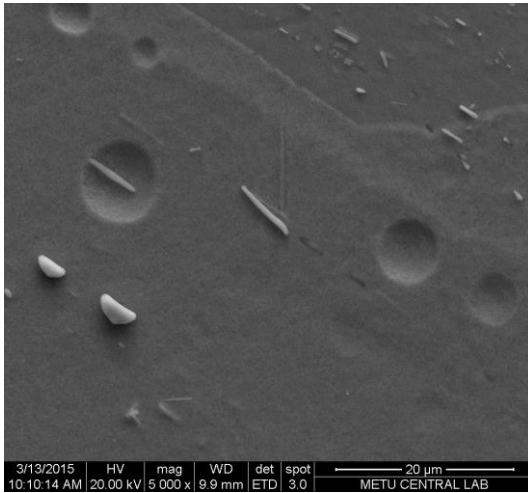
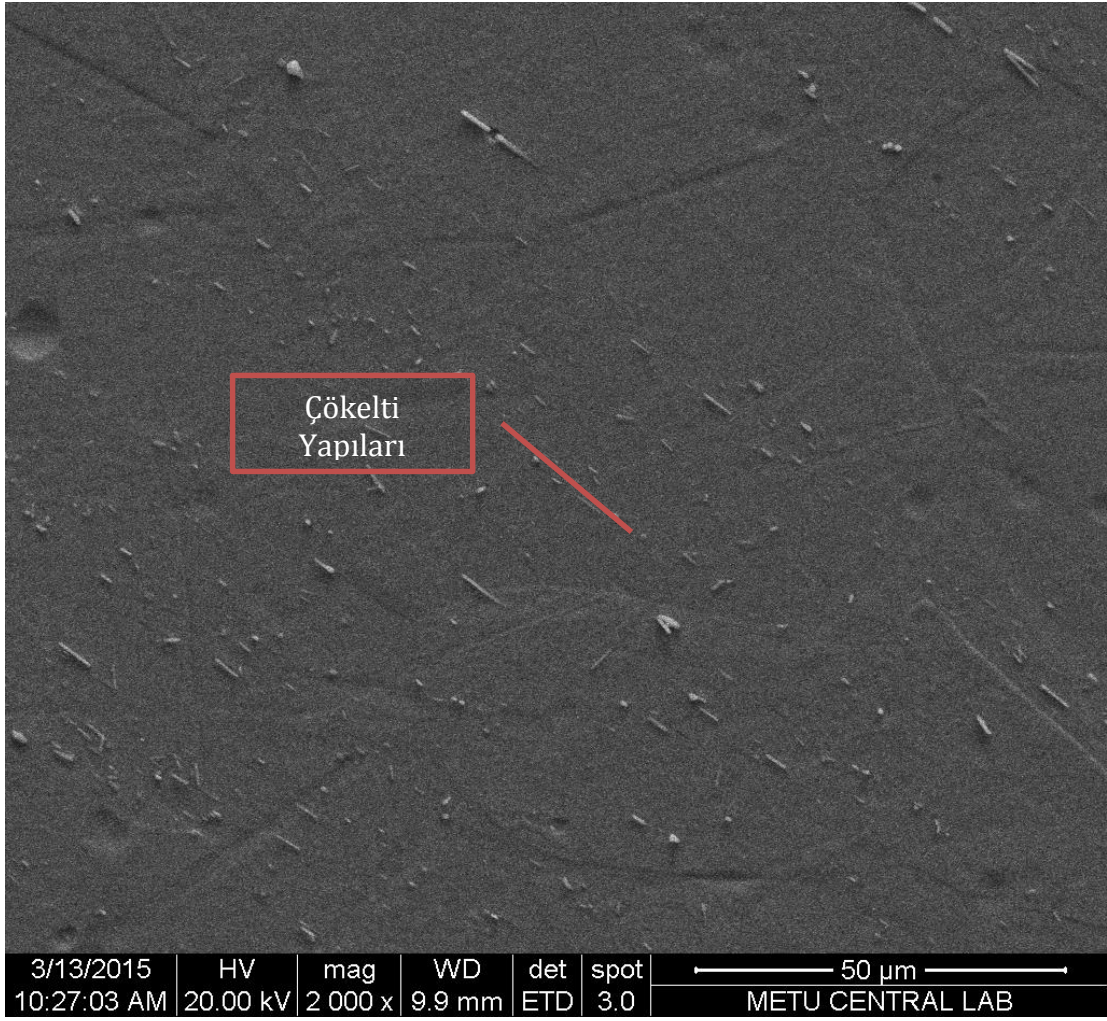
Şekil 4.11'de gösterildiği üzere, basma deneyleri için kullanılan numunelerden gerilim uygulanmadan 450°C derecede yaşlandırılan koşuldan homojenize edilmiş olan numune ile benzerlik gösteriyor olup yaklaşık 40µm olarak tespit edilmiştir. Ancak, 450°C'de yapılan yaşlandırma sırasında bazı taneler, büyümüş bazıları ile nispeten küçük kalmıştır. Dolayısıyla bimodal bir tane boyutu dağılımı söz konusudur. Matris östenitik tanelerden oluşmakta olup, DSC sonucunda da

anlařıldıđı üzere martensitik dnřmn oda sıcaklıđının altında olması sebebiyle iki veri uyumlu grlmektedir.



řekil.4.11. Basma deneylerinde kullanılan 450°C derecede serbest yařlandırma yapılan numunenin elektron mikroskop grnts.

řekil.4.12 de verilmiř olan grntler incelendiđi zaman matris ierisinde normalden beklenen daha byk keltilerin varlıđı bu tespit edilmektedir ve sertlik testi sonularını anlamlandırmaktadır.

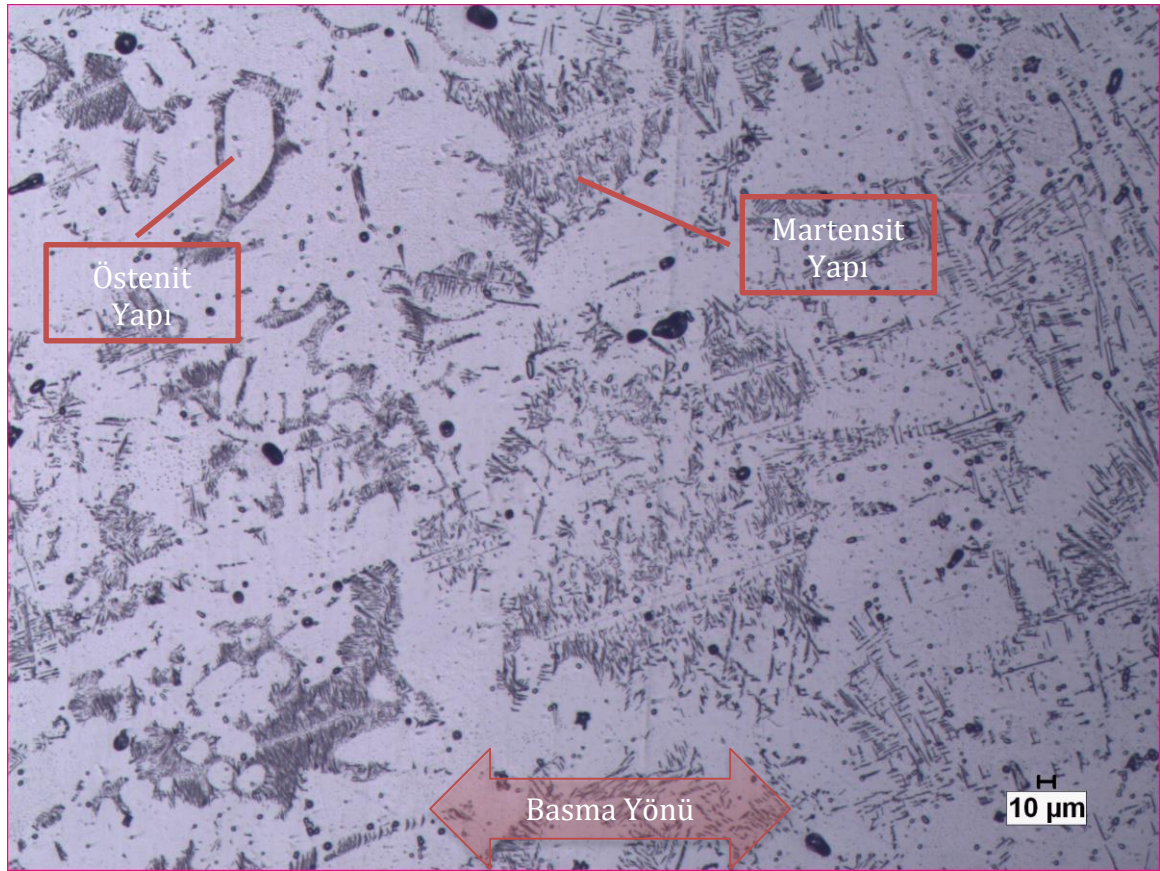


Şekil.4.12. Basma deneylerinde kullanılan 450°C derecede serbest yaşlandırma yapılan numunenin çökelti yapıları üzerindeki yoğunlaşmış elektron mikroskop görüntüleri.

Basma numunelerinde gerçekleştirilen 120MPa ve 250MPa altında yaşlandırma işlemlerinde benzer şekilde mikroyapılar basma yönleri göz önünde bulundurularak



hem optik mikroskop altında hem de elektron mikroskopu altında incelenmiştir. Şekil.4.13 ve Şekil.4.14'te 120MPa basma koşulları için alınan görüntüler sunulmuştur.

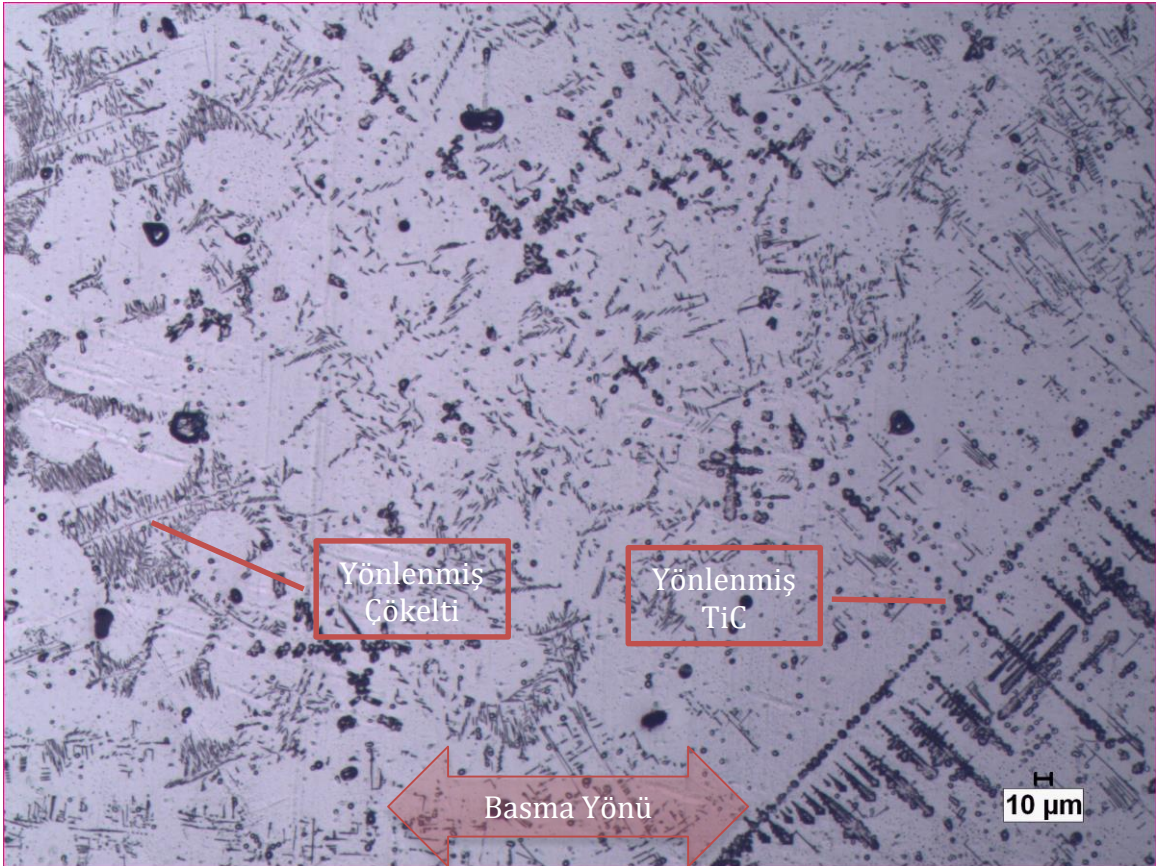


Şekil.4.13. Basma deneylerinde kullanılan 120MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop incelemesi.

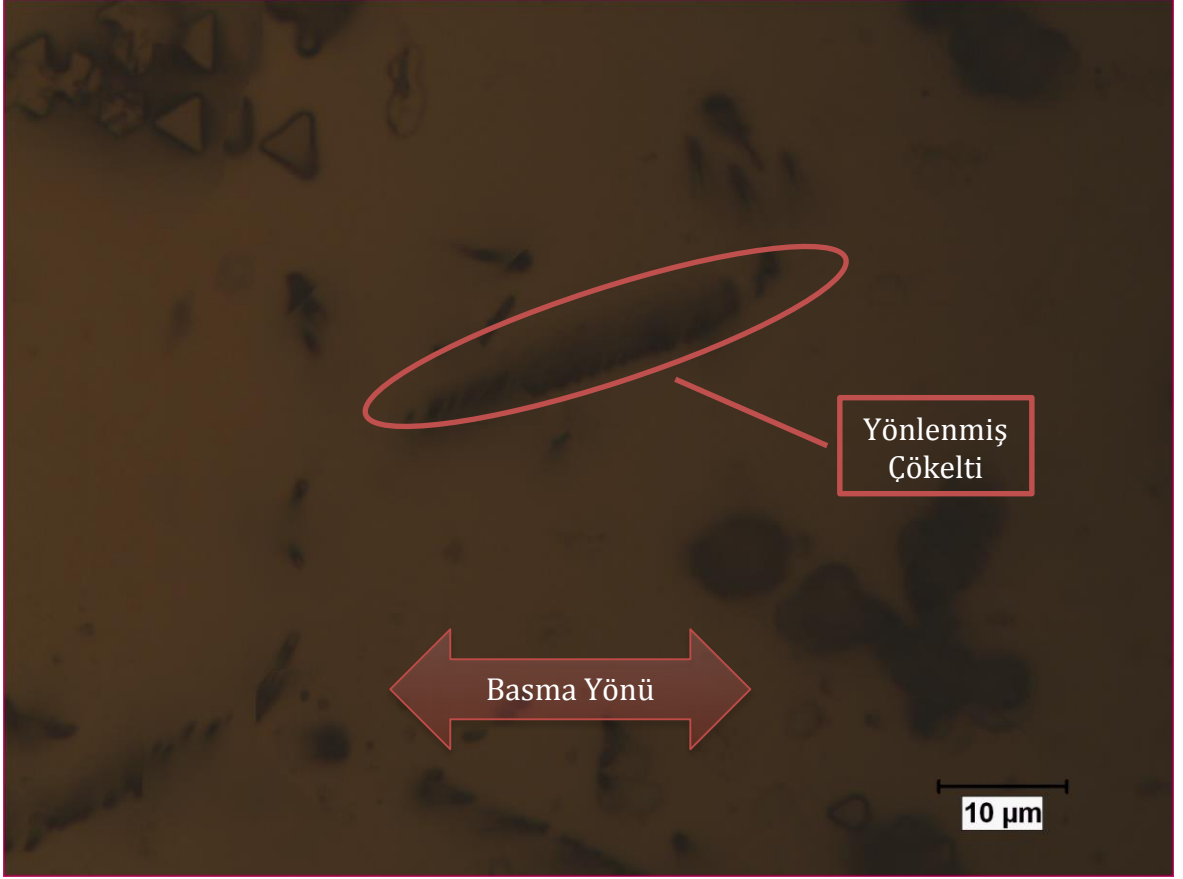
Yukarıdaki şekilde görüldüğü üzere oda sıcaklığında gerçekleştirilen görüntüleme DSC sonuçları ile uyumlu olacak şekilde hem östenit hem de martensit fazları bir arada bulunmaktadır.

Optik ve elektronik mikroskopu altındaki incelemeler neticesinde 120MPa altında gerçekleştirilen deneyler sonucunda numune içerisinde DSC sonuçları ile uyumlu östenit ve martensit fazlarına ek olarak hem yönlenmiş çökelti hem de dökümden geldiği tahmin edilen TiC (titanyum karbür) parçacıklarına rastlanmıştır. Hem TiC parçacıklarının hem de  $Ti_3Ni_4$  gibi çökeltilerin yönlenmesi incelendiği zaman basma yüzeyine 45° açı ile konumlandıkları gözlenmiştir. Martensit yapılar çökeltilerin etrafında konumlanmakla birlikte benzer gerinim alanı yaratması beklenen TiC parçacıklarının etrafında oluşmadığı gözlenmiştir. Bunun sebebi daha önceden

bahsedilen ikincil fazlar olarak değerlendirilen çökeltilerin mikroyapı ile olan uyumu ile ilişkilidir. TiC parçacıklarının görece büyük olmasından dolayı oluşum baskılanmakta ve bu sebepten ötürü martensit oluşumu çökeltilerin etrafında oluşması enerjetik olarak tercih edilir hale gelmektedir. DSC sonuçlarına bağlı olarak oluşan çökeltilerin dönüşüm sıcaklıklarını yükselttiği ve etraflarında oluşturdukları gerinim bölgeleri ile termal histeresisi azalttıkları kanısına varılmıştır.

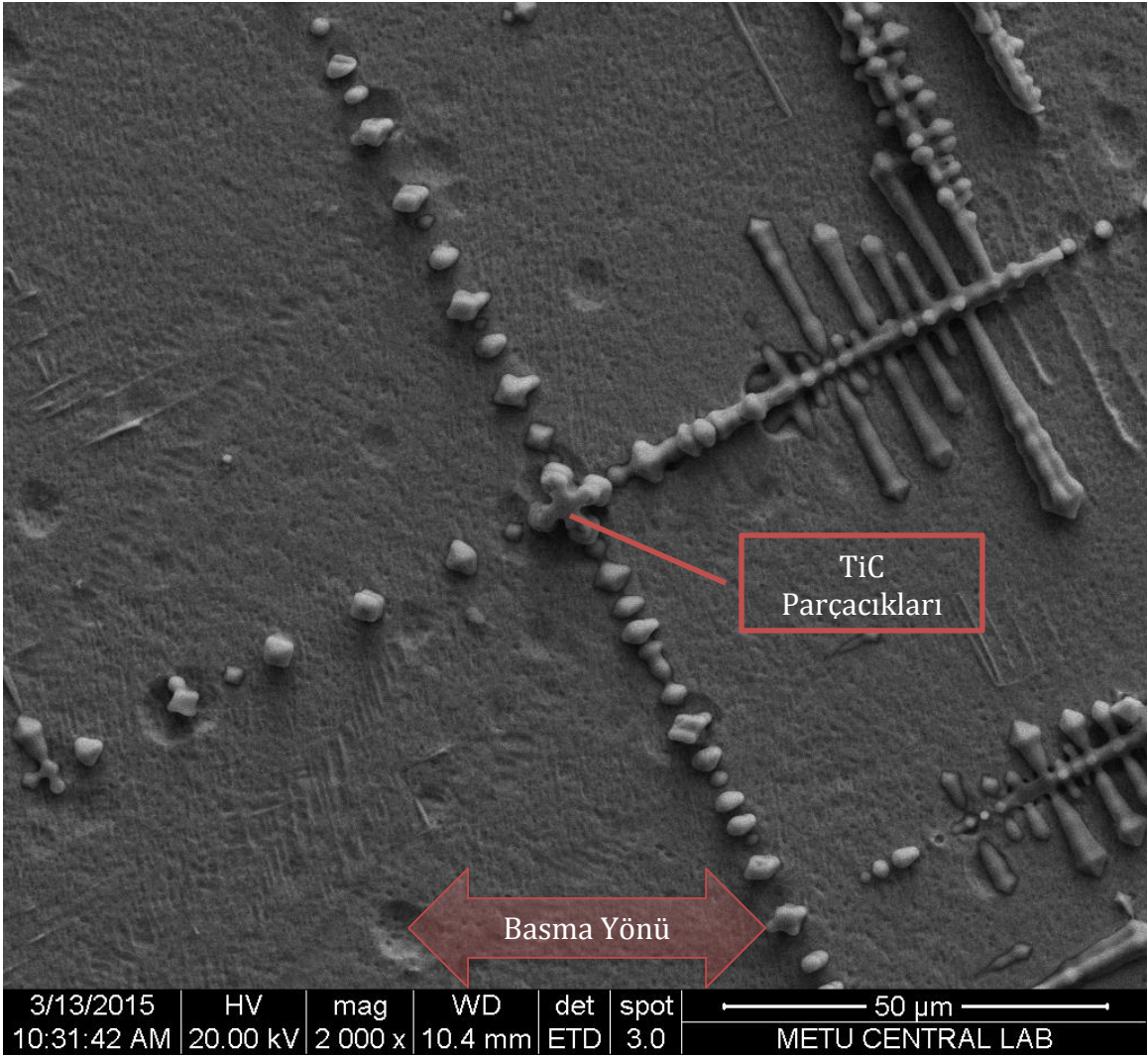


Şekil.4.14. Basma deneylerinde kullanılan 120MPa altında 450°C sıcaklıkta yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop incelemesi.

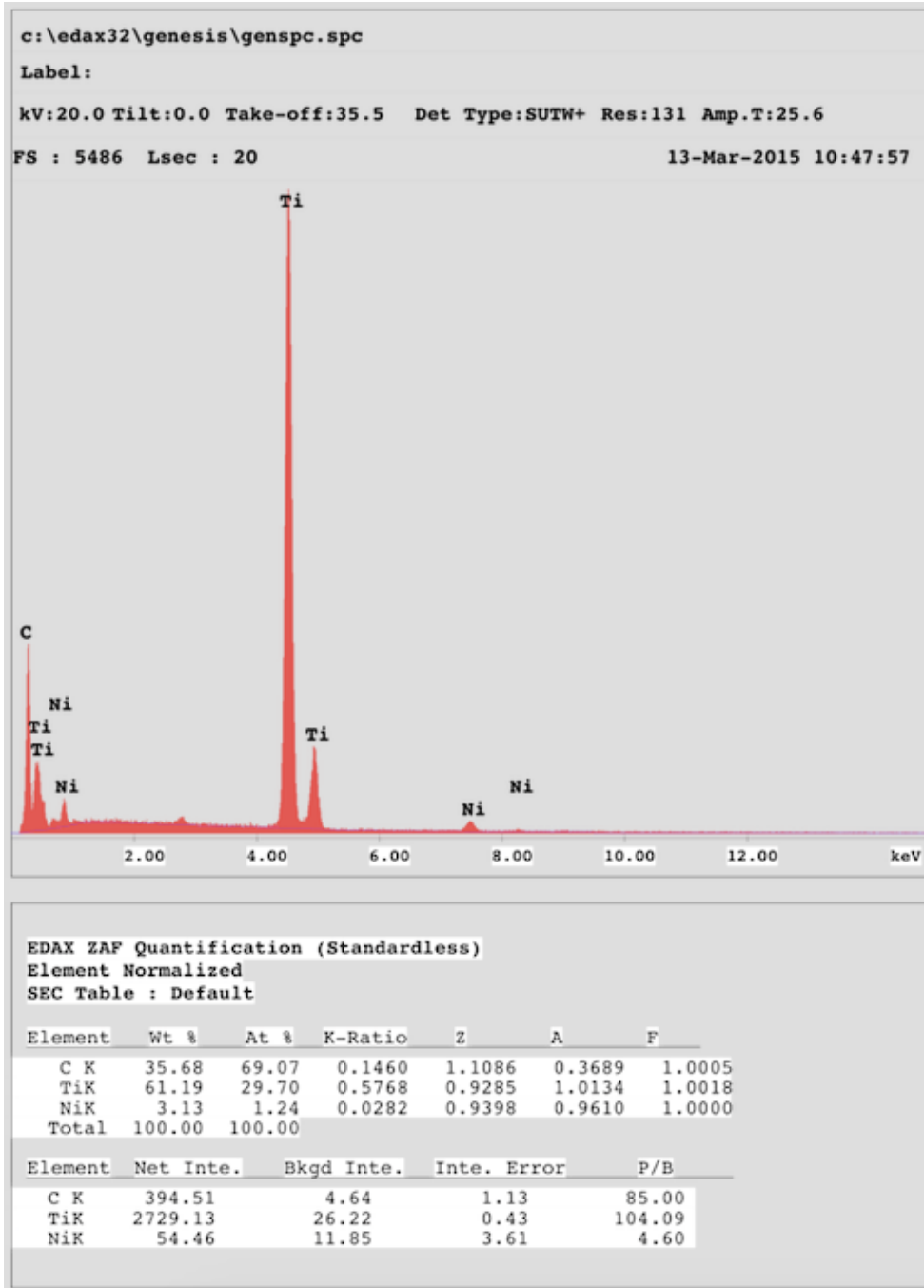


Şekil.4.15 120MPa basma yükü altında gerçekleştirilen yaşlandırma işlemi neticesinde oluşan yönlendirilmiş çökeltilerin optik mikroskop görüntüsü.

Şekil 4.15'te gösterildiği üzere 120MPa yük altında yaşlandırılmış numunedeki SEM çalışmalarında gerçekleştirilen EDX analizlerinde TiC parçacıklarının varlığı doğrulanmıştır.



Şekil.4.16. Basma deneylerinde kullanılan 120MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin TiC parçacıklarına yoğunlaşmış elektron mikroskop incelemesi.



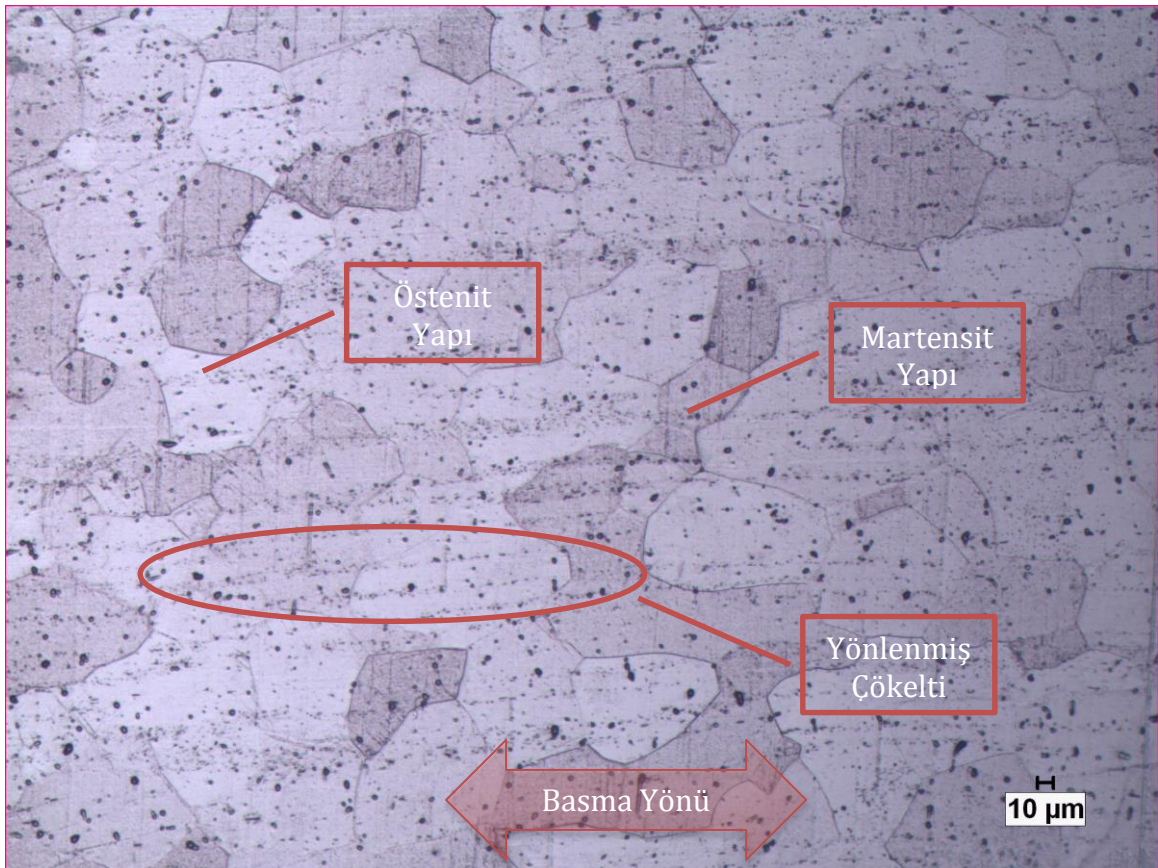
Şekil.4.17. 120MPa basma yükü altında yaşlandırılan TiC parçacıkları üzerinden gerçekleştirilen EDX analizi.

Ortalama tane büyüklükleri martensit ve östenit fazı için değişmekle birlikte SEM görüntüleri ile anlamlı bir sonuç vermeyeceğinden gerçekleştirilmemiştir. Ancak çökelti oluşumlarının martensit yapısı etrafında yoğunlaştığı ve kendi yarattığı gerinim alanından martensit fazı ile etkileşime geçtiği düşünülmektedir. (Stresle indüklenmiş martensit.)

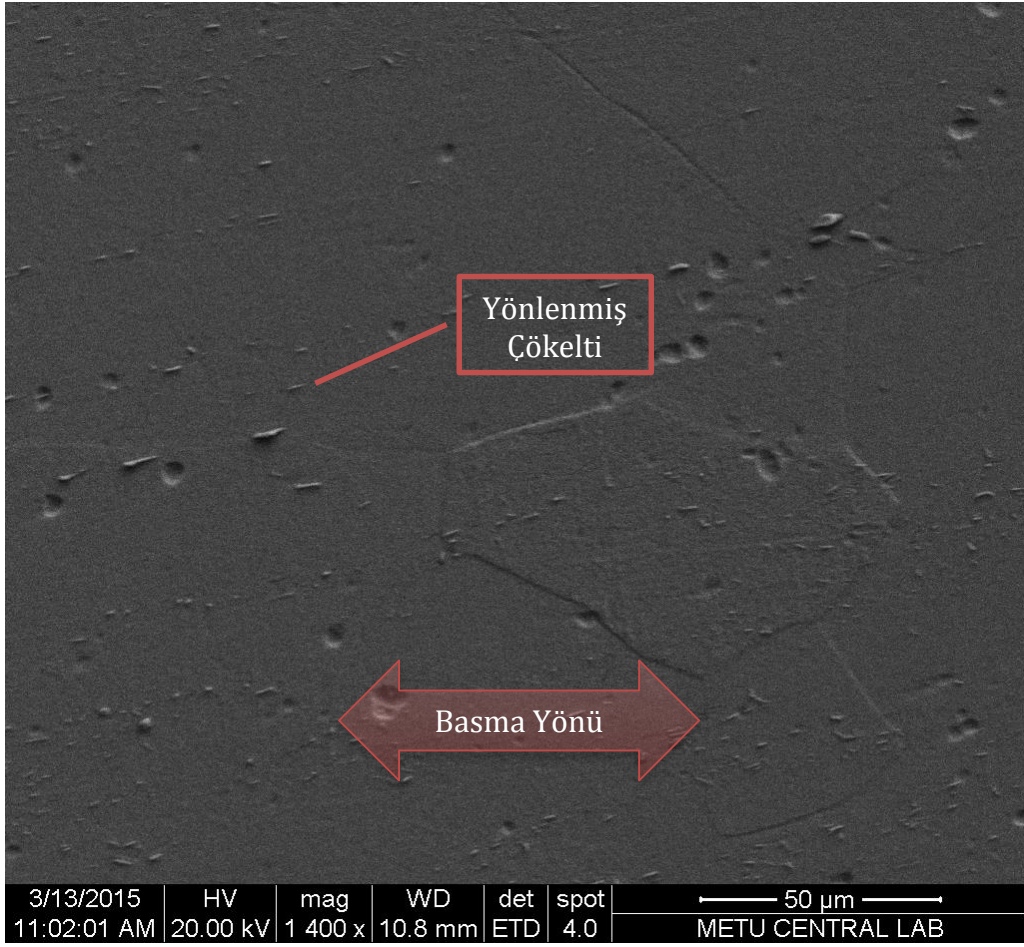
250 MPa yük altında yaşlandırma işlemine tabi tutulan numunelerin optik ve elektron mikroskobu altındaki incelemeleri basma yönleri ile birlikte Şekil.4.18 ve Şekil.4.19'da sunulmuştur. Malzemenin görsel olarak tanımı DSC sonuçları ile uyumlu olacak şekilde görüntülerin alındığı sıcaklığa istinaden östenit şeklinde yorumlanabilir. Ortalama tane boyutu  $35\mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür. Yine DSC sonuçlarına göre oda sıcaklığında R-fazının gözlemlenmesi gerekmektedir ancak, R-fazı ancak geçirimli elektron mikroskop (TEM) yöntemi ile tespit edilebilir. Bu çalışmada TEM çalışması yapmak mümkün olmamıştır.

Tanelerde basma yönüne istinaden bir yönlenme görülmemiş, ancak çökelti oluşumunda yönlenme tespit edilmiştir.

Çökeltilerin yerleşiminde tane sınırı veya tane içerisi farketmeksizin dağılım görülmüştür.



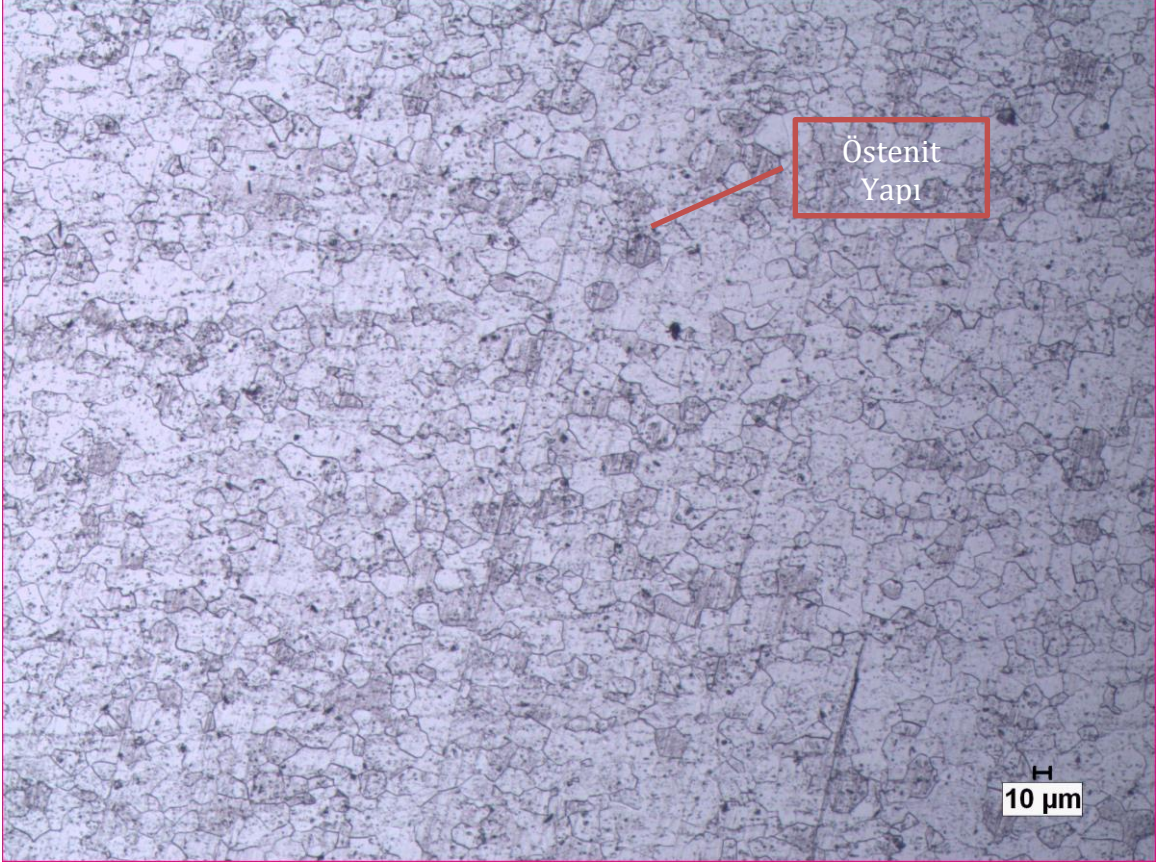
Şekil.4.18. Basma deneylerinde kullanılan 250MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop görüntüleri.



Şekil.4.19. Basma deneylerinde kullanılan 250MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin yönlendirilmiş çökeltilerinin elektron mikroskop görüntüleri.

#### 4.4.2. Çekme Numuneleri Optik ve SEM Analizleri

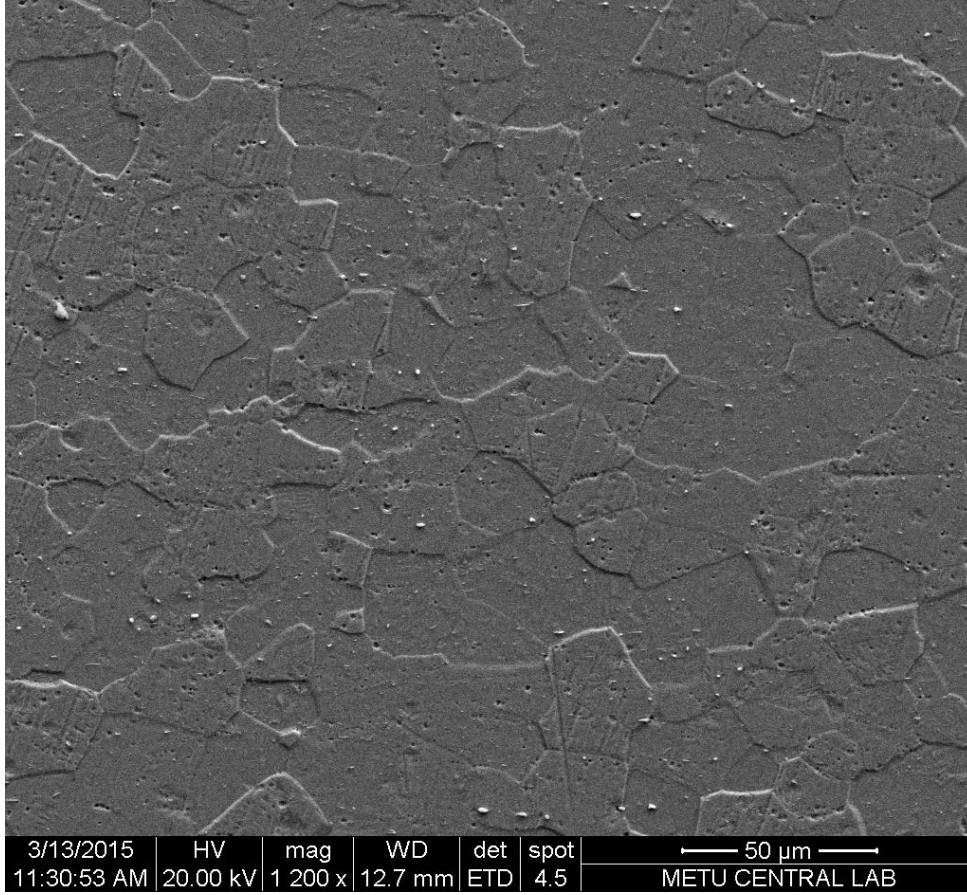
Çekme testlerinde kullanılan numunelerden homojenizasyona tabi tutulmuş örnek için optik mikroskopta görüntüsü Şekil.4.20'de verilmektedir.



Şekil.4.20. Çekme deneylerinde kullanılan 950°C'de homojenize edilmiş numunenin optik mikroskop görüntüsü.

Yukarıdaki şekil incelendiğinde ortalama tane büyüklüğünün 39µm olduğu tespit edilmiştir. Basma testlerinde kullanılan malzemeye göre nispeten daha küçük tane boyutlarına sahiptir. Şekil 4.20'ye bakıldığında, mikroyapının östenitik olduğu tanımlanabilir ve oda sıcaklığında gerçekleştirilen görüntülemenin DSC sonuçları ile uyumlu olduğu belirlenmiştir. Aynı malzemeden elde edilmiş taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Şekil.4.21'da sunulmuştur.

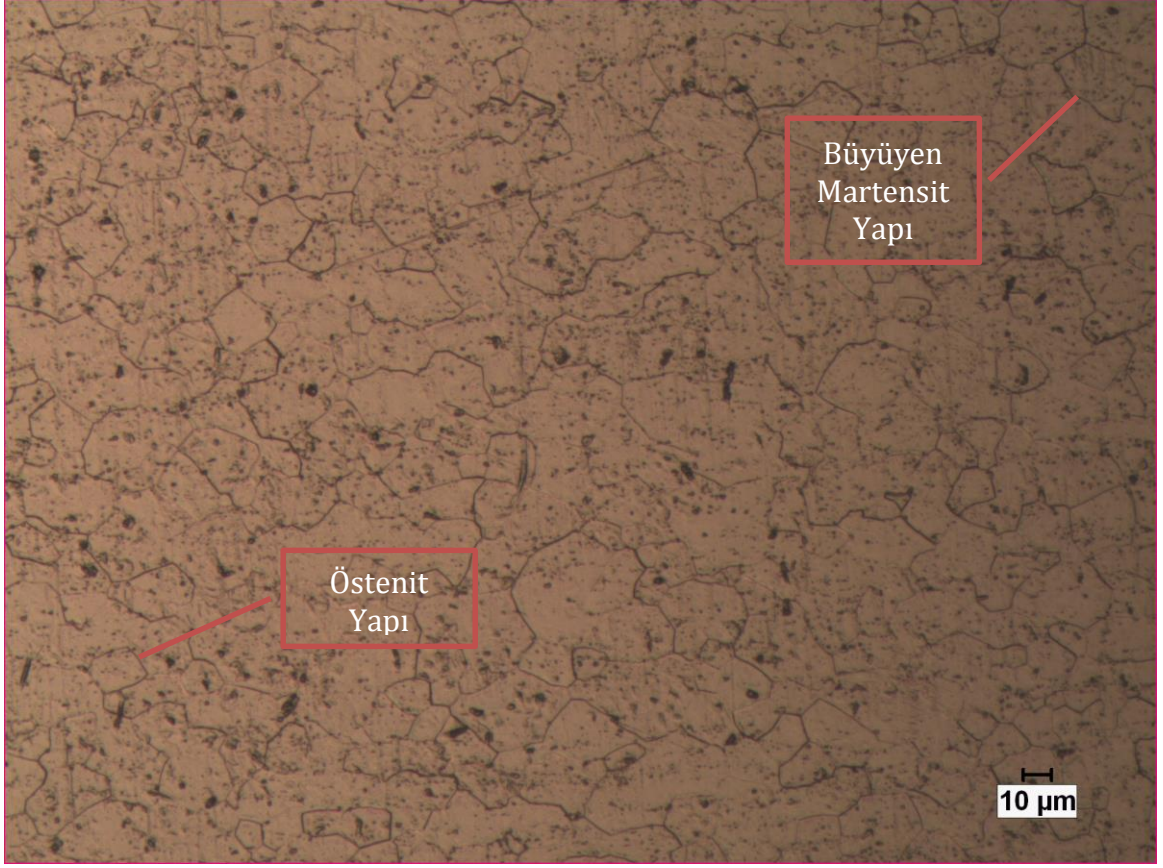




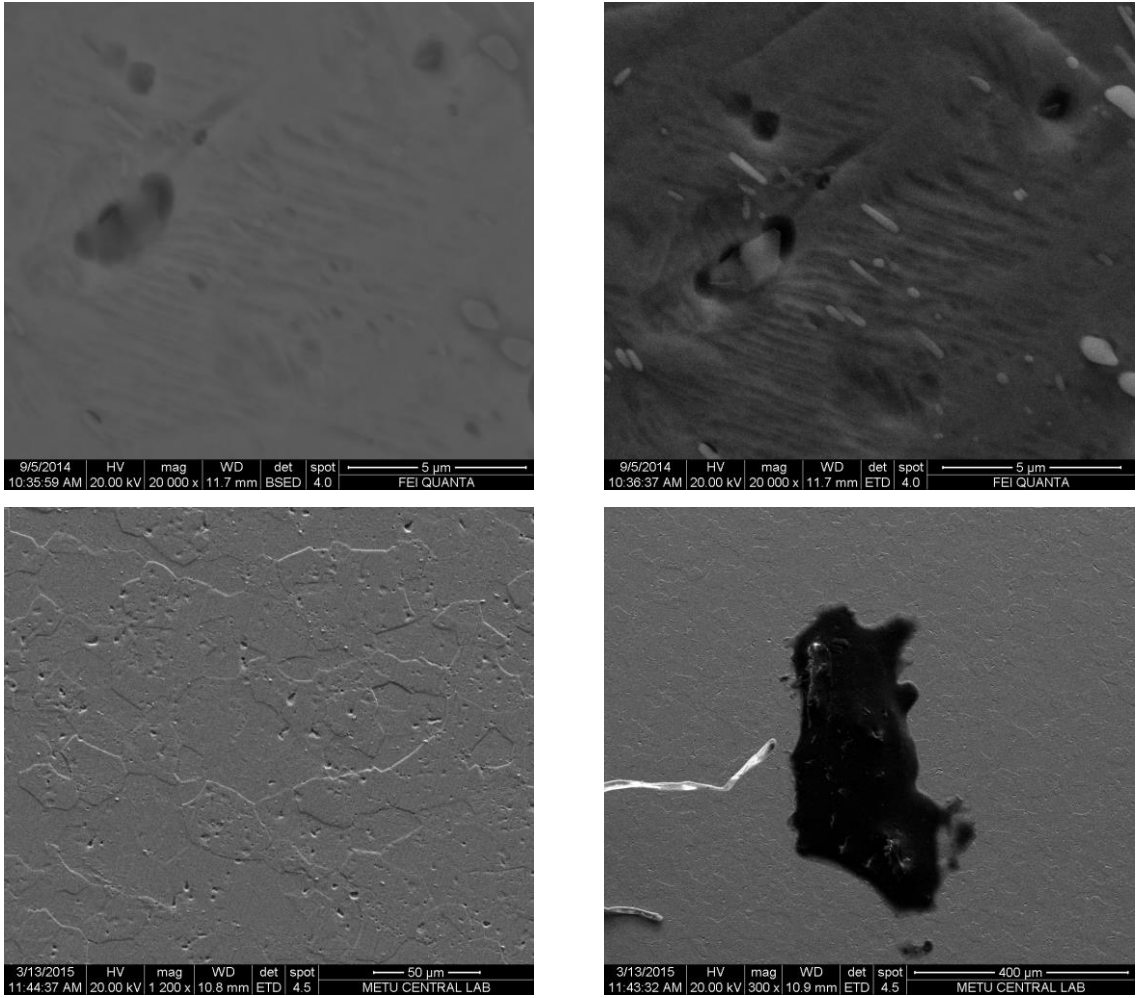
Şekil.4.21. Basma deneylerinde kullanılan 950°C’de homojenize edilmiş numunenin elektron mikroskop görüntüsü.

Yukarıdaki örnek görüntü incelendiğinde östenit fazının devamı ve zımparalama – parlatma işlemlerinden arta kalan bazı çizikler ile deformasyonlar görülmektedir. Parça üzerinde yer alan ve görüntülerde beyaz kontrast yaratan partiküller, matris ile ilişkilendirilememiş olup dış kaynaklı (toz vb..) kirlilik olarak değerlendirilmiştir.

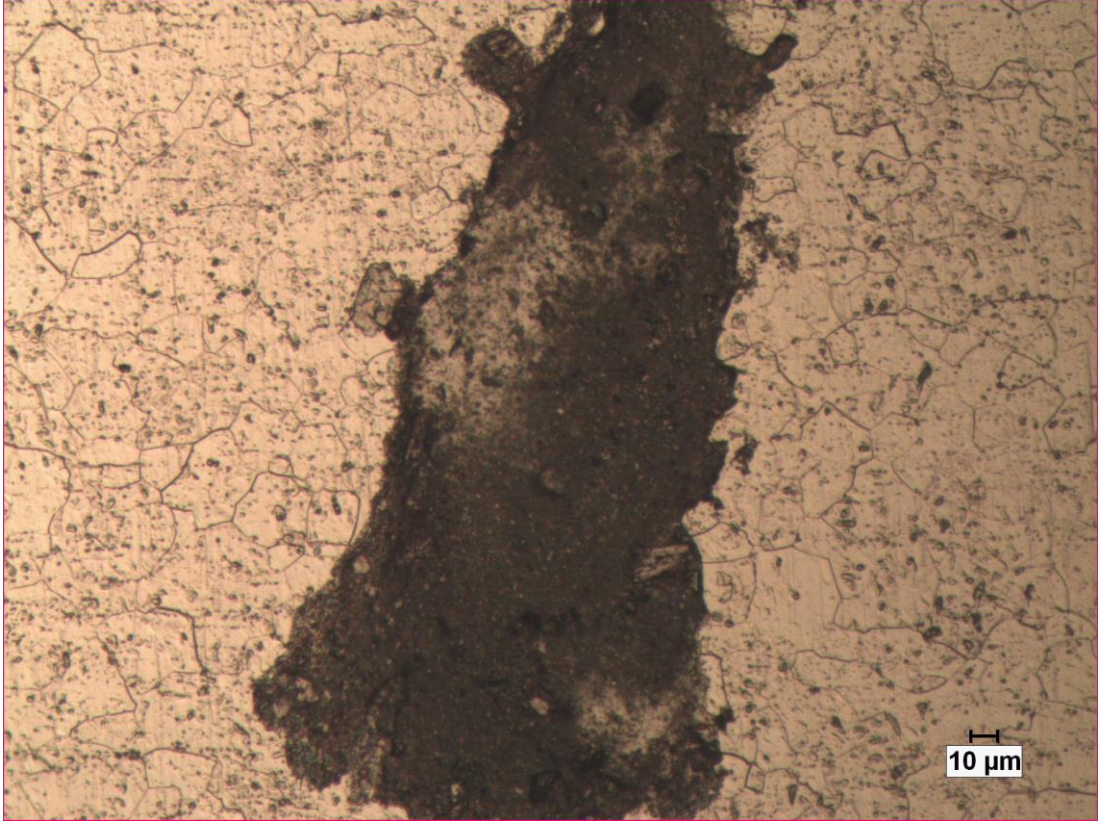
Ayrıca Şekil.4.22’de görüldüğü üzere yine tane boyutu bimodal dağılım şeklinde kendini göstermektedir. Mikroyapıda gözlemlendiği üzere, faz östenit olarak karşımıza çıkmaktadır. Ayrıca, Şekil 4.23a ve Şekil 4.23b’de sunulduğu üzere, SEM ile çekilmiş görüntülerde ise, daha yüksek çözünürlüklerde martensit yapılarına da rastlanmıştır. Numunenin sertlik değerleri homojenizasyon numunesine göre yüksek olmakla birlikte, çökelti oluşumuna bağlı olduğu düşünülmektedir Şekil 4.23d ve Şekil 4.24’te gösterildiği üzere, döküm boşluklarına da rastlanılmıştır. Özetle, DSC analizleri ile görüntülenen mikroyapı arasında uyum tespit edilmiştir.



Şekil.4.22. Çekme deneylerinde kullanılan 450°C derecede serbest yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop görüntüsü.



Şekil.4.23. (a) Östenit faz içerisinde doğru büyüyen martensit yapı görüntüsü. (b) Östenit faz içerisinde doğru büyüyen martensit yapı üzerindeki çökeltilerin kontrast arttırımı yöntemi ile elde edilmiş görüntüsü. (c) Çekme numunesinin 450C derecede serbest yaşlandırmada genel östenit fazın görüntüsü. (d) Optik incelemelerde tespit edilmiş olan mikroyapıdaki döküm boşluğu.

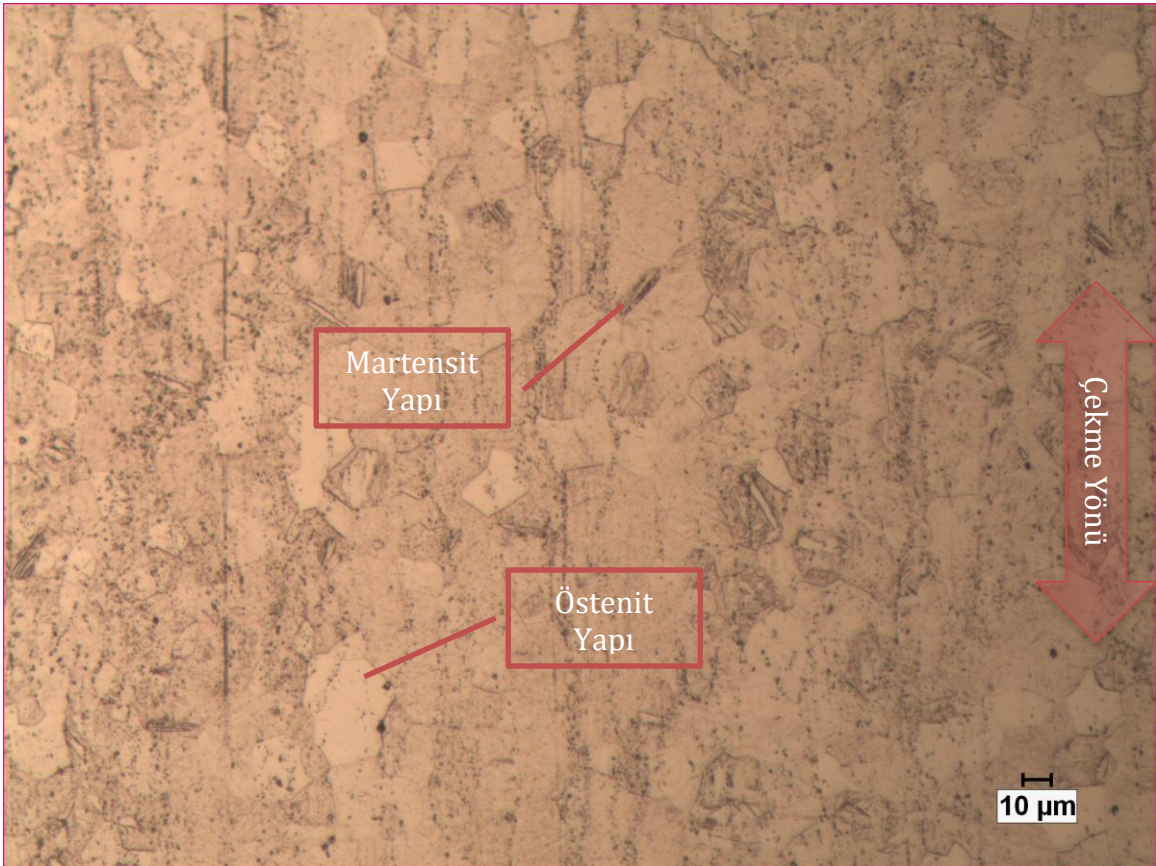


Şekil.4.24. Mikroyapıda tespit edilen döküm boşluğunun optik mikroskop incelemesi. (Şekil.4.23 - d)

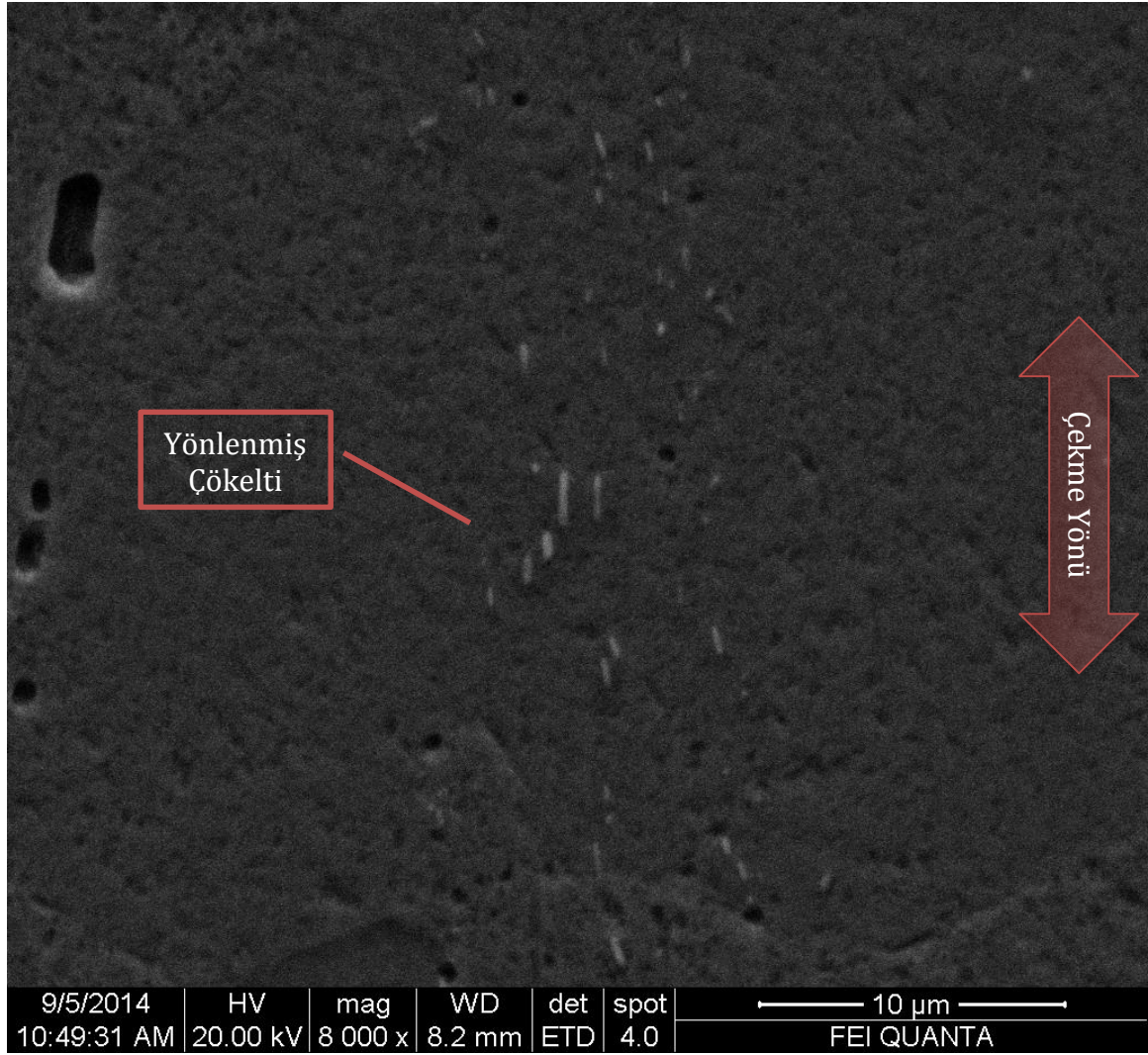
Basma numunelerinde gerçekleştirilen görüntülemeler ve incelemelerin tamamı çekme numuneleri üzerinde de uygulanmıştır. Çekme numunelerinde gerçekleştirilen 120 MPa ve 250 MPa altında yaşlandırma işlemlerinde, benzer şekilde mikroyapılar çekme yönleri göz önünde bulundurularak hem optik mikroskop altında hem de elektron mikroskopu altında incelenmiştir. Şekil.4.25 ve Şekil.4.26'da 120 MPa çekme numunesi için elde edilen görüntüler mevcuttur.

120 MPa çekme yükü altında yaşlandırma işlemine tabi tutulan numunelerin optik ve elektron mikroskopu altındaki incelemeleri çekme yönleri ile birlikte Şekil.4.25'ten itibaren gösterilmiştir. Malzemenin görsel olarak tanımı DSC sonuçları ile uyumlu olacak şekilde görüntülerin alındığı sıcaklığa istinaden östenit ve martensit fazlarının karışımı şeklinde yorumlanabilir. Ortalama tane boyutu 22μm olarak ölçülmüştür.

Şekil 4.26'teki SEM görüntüsünde sunulduğu üzere ancak oluşumunda basma numunelerinden daha baskın bir şekilde çeşitli yönlenmeler tespit edilmiştir. Çökeltilerin yerleşiminde tane sınırı veya tane içerisi fark etmeksizin gelişigüzel rastgele dağılım şeklinde olduğu görülmüştür. Uygulanan çekme geriliminin bu dağılımda etkisi olduğu düşünülmektedir.



Şekil.4.25. Çekme deneylerinde kullanılan 120MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop görüntüleri.

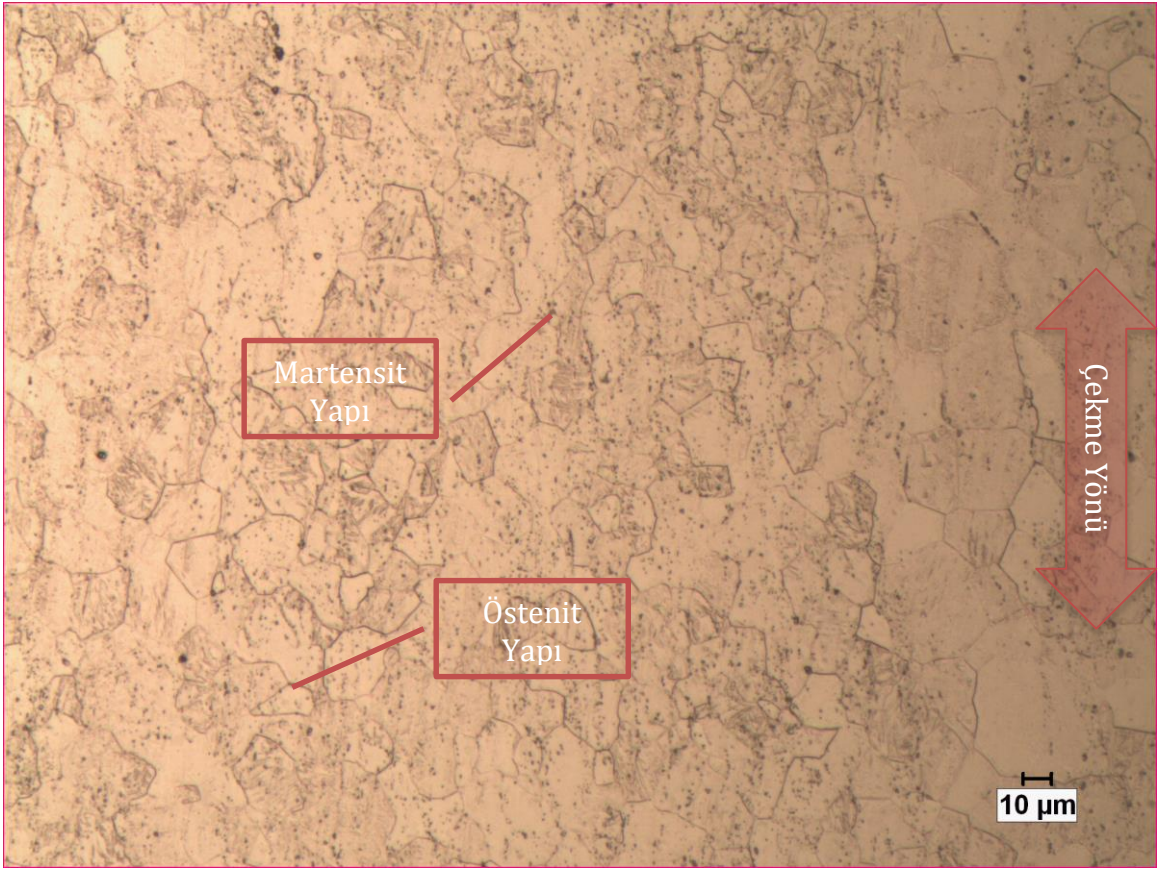


Şekil.4.26. Çekme deneylerinde kullanılan 120 MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin yönlendirilmiş çökeltilerinin elektron mikroskop görüntüleri.

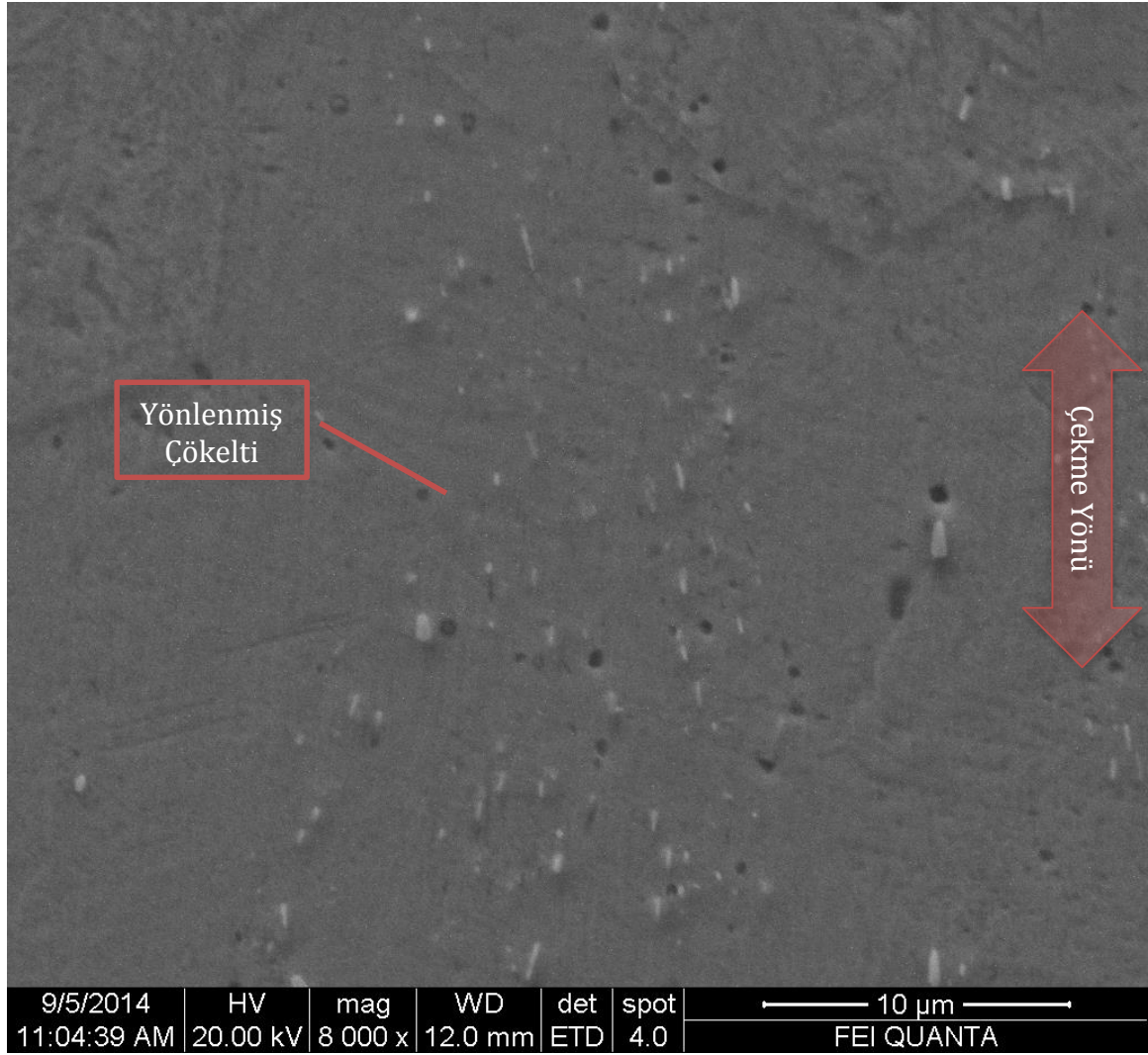
Çekme testlerinde kullanılan 250 MPa altında yaşlandırma işlemine tabi tutulmuş malzemenin Şekil 4.27’te gösterildiği üzere, mikroyapı incelemelerinin DSC sonuçları ile uyumlu olacak şekilde görüntülerin alındığı sıcaklığa istinaden östenit ve martensit fazlarının karışımı şeklinde yorumlanabilir. Ortalama tane boyutu 24µm olarak ölçülmüştür.

Şekil 4.28’da sunulduğu üzere tanelerde çekme yönüne istinaden bir yönlenme görülmemiş, ancak çökelti oluşumunda 120MPa çekme numunelerinde olduğu gibi çeşitli yönlenmeler tespit edilmiştir.

Çökeltilerin yerleşiminde tane sınırı veya tane içerisi fark etmeksizin gelişigüzel rastgele dağılım olduğu görülmüştür.



Şekil.4.27. Çekme deneylerinde kullanılan 250 MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin optik mikroskop görüntüleri.



Şekil.4.28. Çekme deneylerinde kullanılan 120 MPa altında 450°C derecede yaşlandırma yapılan numunenin yönlendirilmiş çökeltilerinin elektron mikroskop görüntüleri.

Özet olarak mikroyapılar DSC sonuçları ile uyumluluk göstermiştir. Tane boyutları hem basma numunelerinde hem de çekme numunelerinde uygulanan termo mekanik işlemler ile küçülme yönünde eğilim göstermiştir. Yük altında gerçekleştirilen yaşlandırma işlemleri hem çökeltilerin yönlendirilmesine hem de varsa mikro yapı içerisindeki karbür tipi diğer çökeltilerin yönlendirilmesine sebebiyet vermektedir. 120 MPa ve 250 MPa yük uygulamak arasında tane büyüklüğü veya çökelti karakteristiği açısından kayda değer bir farklılık gözlenmemiştir. Koşullar ve sonuçları Çizelge.4.4'te özetlenmiştir.



Çizelge.4.4. Mikroyapı analizlerinin karşılaştırmalı sonuçları.

Basma Numuneleri Sonuçları						
Deney Koşulu	Ortalama Tane Boyutu	Çökelti Oluşumu	Tane Yönlenmesi	Çökelti Yönlenmesi	İkincil Çökeltiler	Tespit Edilen Fazlar
A	48µm	Yok	Yok	Yok	TiC	Östenit
B	40µm	Var	Yok	Yok	TiC	Östenit
C	U/D	Var	Var	Var	TiC	Östenit- Martensit
D	35µm	Var	Var	Var	TiC	Östenit

Çekme Numuneleri Sonuçları						
Deney Koşulu	Ortalama Tane Boyutu	Çökelti Oluşumu	Tane Yönlenmesi	Çökelti Yönlenmesi	İkincil Çökeltiler	Tespit Edilen Fazlar
A	39µm	Yok	Yok	Yok	U/D	Östenit
B	29µm	Var	Yok	Yok	Döküm Boşluğu	Östenit- Martensit
C	22µm	Var	Var	Var	U/D	Östenit- Martensit
D	24µm	Var	Var	Var	U/D	Östenit- Martensit

#### 4.5. Döngüsel Mekanik Testler ve Sonuçları

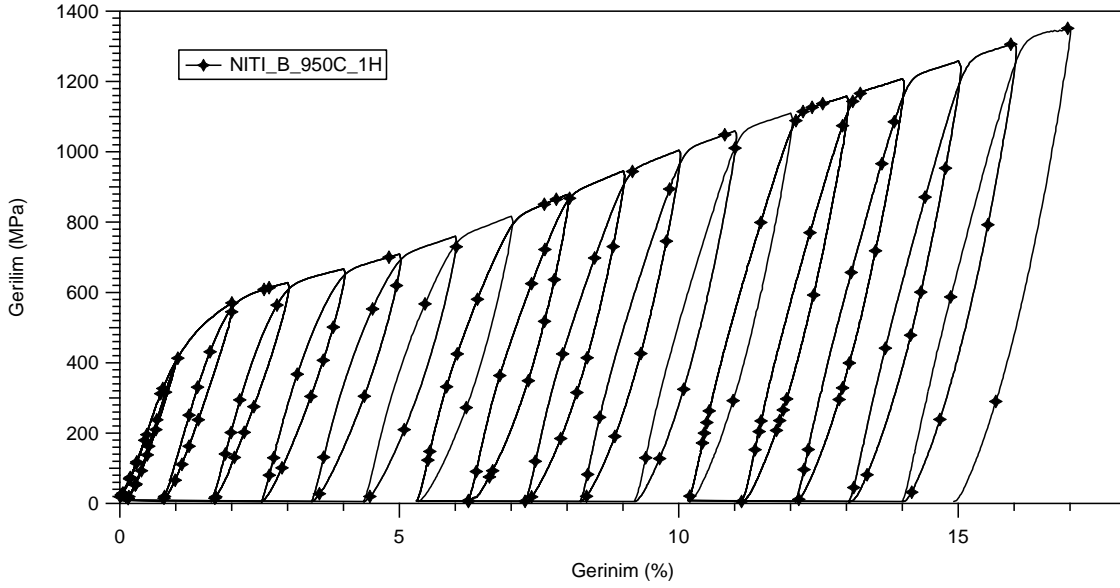
Homojenizasyon gerçekleştirilmiş numuneler, serbest konumda yaşlandırma işlemine tabi tutulmuş numuneler ile basma/çekme yükleri altında yaşlandırma işlemine tabi tutulmuş malzemeler süperelastik karakteristiklerinin belirlenebilmesi amacıyla her birinin tekil Af sıcaklıklarının yaklaşık 20°C üstünde mekanik döngüsel testlere tabi tutulmuşlardır. Bu sayede tüm malzemelerin tamamen östenit fazında olduğundan emin olunmuştur.

Deneyler sıfır gerilim altında tutularak ekstansometre vasıtası ile gerinim kontrollü olarak %0.5'lik bir ön yükleme ile başlanarak %1'lik gerinim artışları ile kırılmaya gidene kadar devam edilmiştir. Her yükleme kademesinden sonra numuneler yük kontrollü olarak sıfır yüke getirilinceye kadar yük boşaltılmış ve tekrar ekstansometre vasıtası ile kalıntı gerinimler (geri dönüştürülemez gerinimler) gözlenmlenerek tespit edilmiştir.

Basma yükü altında yaşlandırılan numuneler basma yükleri altında, çekme yükü altında yaşlandırılan numuneler ise çekme yükü altında mekanik döngüsel testlere maruz bırakılmıştır.

Sonuç olarak tüm deney koşullarındaki maksimum gerinimler, her gerinim aşamasındaki malzemenin maksimum dayandığı yükler, her gerinim aşamasındaki geri dönüştürülemez gerinimler ile birlikte malzemelerin süperelastik karakteristikleri ortaya konulmuştur.

#### 4.5.1. Basma Numunelerinin Mekanik Döngüsel Testleri ve Sonuçları

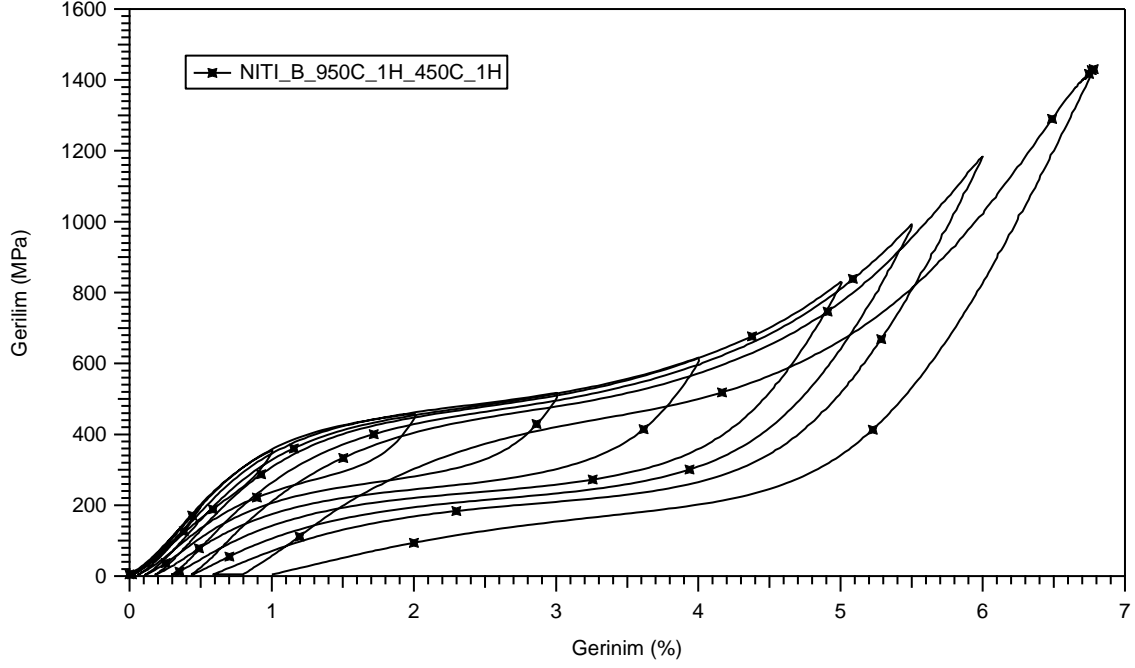


Şekil.4.29. 950°C derecede homojenize edilmiş numunenin basma yükü altında süperelastisite çevrimi deney sonuçları.

Şekil.4.29’da görülen basma yükü altında döngüsel teste maruz bırakılan 950°C derecede homojenize edilmiş numune, maksimum %17 gerinime kadar yüklenmiştir. Malzeme %17.71 gerinimde %18 gerinime doğru basılması esnasında kırılmıştır. Yukarıda belirtilen son gerinim değerinde maksimum yük olarak 1351MPa yük altında malzeme kırılmadan çalışabilme kapasitesi sergilemiştir. %17.71 gerinimde yükü 1391 MPa olarak ölçülmüştür. Toplam geri kazanılamaz yani kümülatif olarak adlandırılan gerinim %14.92 olarak ölçülmüştür. Numunede DSC sonuçlarına ve mikroyapı analizlerine istinaden 25°C derecede östenit fazında olmasından dolayı mekanik döngüsel testleri 50°C derecede gerçekleştirilmiştir. Deneylerde tespit edilen kümülatif geri kazanılamaz gerinimler, döngü içi geri kazanılamaz gerinimler ve maksimum gerinimde ölçülen maksimum yükler Çizelge.4.5’te verilmiştir. Bahsi geçen gerinim değerleri Şekil 2.8’deki grafikte gösterildiği haliyle deneylerden çıkarılmış ve önce tablo haline getirilmiş sonra da numuneler arasında kıyaslama yapabilmek için grafikler üzerinde gösterilmiştir.

Çizelge.4.5. Homojenize edilmiş numunenin basma yükü altında döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimler ile maksimum gerilim ilişkileri.

<b>Gerinim (%)</b>	<b>Döngü İçi Geri Dönüştürülemez Gerinim / Kümülatif Geri Dönüştürülemez Gerinim</b>	<b>Maksimum Gerilim</b>
%0.5 Gerinim	0.00000 / Kümülatif: 0	207 MPa
%1 Gerinim	0 / Kümülatif: 0.105	404 MPa
%2 Gerinim	0.645 / Kümülatif: 0.75	569 MPa
%3 Gerinim	0.89 / Kümülatif: 1.64	627 MPa
%4 Gerinim	0.9 / Kümülatif: 2.54	667 MPa
%5 Gerinim	0.9 / Kümülatif: 3.44	709 MPa
%6 Gerinim	0.93 / Kümülatif: 4.37	760 MPa
%7 Gerinim	0.97 / Kümülatif: 5.34	816 MPa
%8 Gerinim	0.9 / Kümülatif: 6.24	878 MPa
%9 Gerinim	1.02 / Kümülatif: 7.26	945 MPa
%10 Gerinim	0.99 / Kümülatif: 8.25	1004 MPa
%11 Gerinim	0.96 / Kümülatif: 9.21	1059 MPa
%12 Gerinim	0.97 / Kümülatif: 10.18	1109 MPa
%13 Gerinim	0.96 / Kümülatif: 11.14	1158 MPa
%14 Gerinim	0.95 / Kümülatif: 12.09	1207 MPa
%15 Gerinim	0.97 / Kümülatif: 13.06	1258 MPa
%16 Gerinim	0.95 / Kümülatif: 14.01	1309 MPa
%17 Gerinim	0.91 / Kümülatif: 14.92	1351 MPa

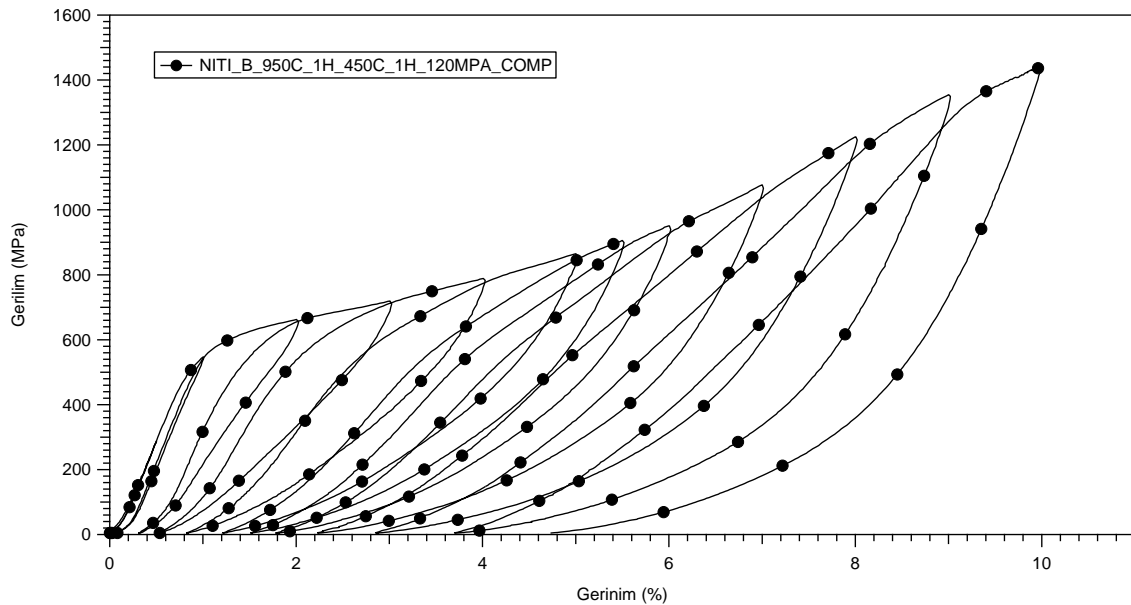


Şekil.4.30. 450°C derecede serbest yaşlandırılmış numunenin basma yükü altında süperelastisite çevrimi deney sonuçları.

Şekil.4.30'da görülen basma yükü altında döngüsel teste maruz bırakılan serbest olarak yüksüz ortamda 450°C derecede yaşlandırılmış numune, maksimum %6.7 gerinim sergilemiştir. Bu gerinim değerinde maksimum yük olarak 1430MPa yük altında malzeme çalışabilme kapasitesi sergilemiştir. Toplam geri kazanılamaz gerinim %1 olarak ölçülmüştür. Numunede DSC sonuçlarına ve mikroyapı analizlerine istinaden oda sıcaklığında östenit fazında olmasından dolayı mekanik döngüsel testleri 45°C derecede gerçekleştirilmiştir. Deneylerde tespit edilen kümülatif geri kazanılamaz gerinimler, döngü içi geri kazanılamaz gerinimler ve maksimum gerinimde ölçülen maksimum yükler Çizelge.4.6'te verilmiştir.

Çizelge.4.6. 450°C derecede yüksüz ortamda yaşlandırma gerçekleştirilen numunenin döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimler ile maksimum gerilim ilişkileri.

Gerinim (%)	Döngü İçi Geri Dönüştürülemez Gerinim / Kümülatif Geri Dönüştürülemez Gerinim	Maksimum Gerilim
%0.5 Gerinim	0.00000 / Kümülatif: 0.01294	195 MPa
%1 Gerinim	0.01398 / Kümülatif: 0.02692	355 MPa
%2 Gerinim	0.03686 / Kümülatif: 0.06272	458 MPa
%3 Gerinim	0.04798 / Kümülatif: 0.11239	518 MPa
%4 Gerinim	0.06895 / Kümülatif: 0.18189	616 MPa
%5 Gerinim	0.11507 / Kümülatif: 0.29906	830MPa
%5.5 Gerinim	0.12491 / Kümülatif: 0.43803	993 MPa
%6 Gerinim	0.14598 / Kümülatif: 0.58886	1183 MPa
%6.5 Gerinim	0.23362 / Kümülatif: 0.81148	1427 MPa
%7 Gerinim	0.20438 / Kümülatif: 1.00100	1430 MPa



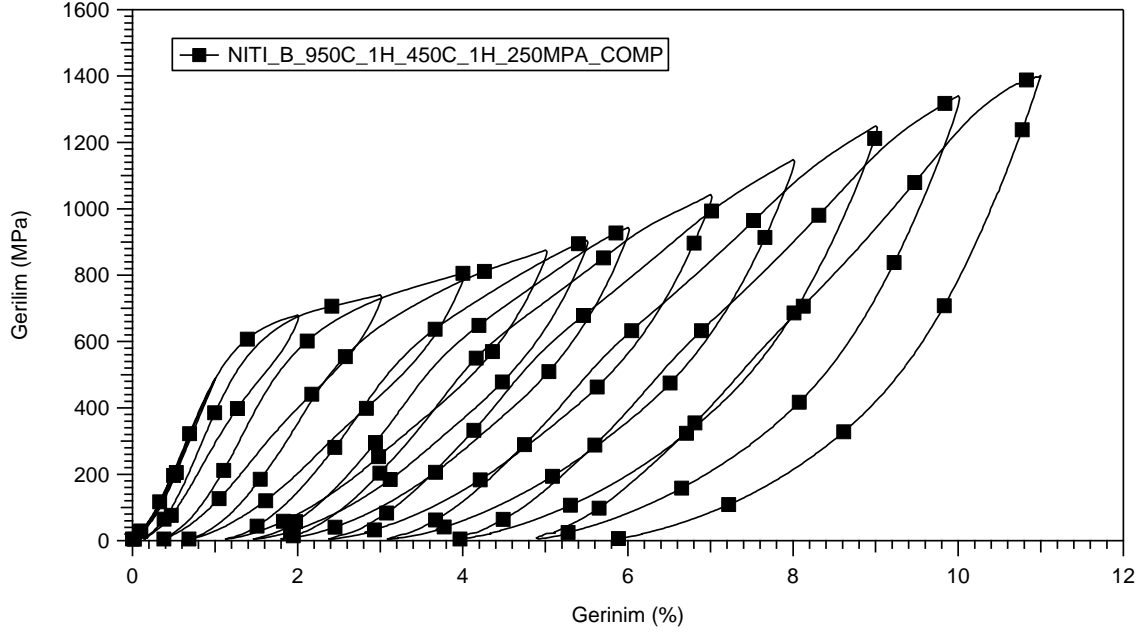
Şekil.4.31. 450°C derecede 120 MPa basma yükü altında yaşlandırılmış numunenin basma yükü altında süperelastisite çevrimi deney sonuçları.

Şekil.4.31’de görülen basma yükü altında döngüsel teste maruz bırakılan 120 MPa basma yükü altında 450°C derecede yaşlandırılmış numune, maksimum %10 gerinim sergilemiştir. Bu gerinim değerinde maksimum yük olarak 1442MPa yük altında malzeme çalışabilme kapasitesi sergilemiştir. Toplam geri kazanılamaz gerinim %4.72 olarak ölçülmüştür. Numunede DSC sonuçlarına istinaden süperelastik çevrim testleri A<sub>f</sub> sıcaklığının 20°C derece üzerinde olan 68°C derecede gerçekleştirilmiştir. Deneylerde tespit edilen kümülatif geri kazanılamaz gerinimler, döngü içi geri kazanılamaz gerinimler ve maksimum gerinimde ölçülen maksimum yükler Çizelge.4.7’de verilmiştir.

Çizelge.4.7. 120 MPa basma yükü altında yaşlandırılan numune için döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimler ile maksimum gerilim ilişkileri.

<b>Gerinim (%)</b>	<b>Döngü İçi Geri Dönüştürülemez Gerinim / Kümülatif Geri Dönüştürülemez Gerinim</b>	<b>Maksimum Gerilim</b>
%0.5 Gerinim	0.00000 / Kümülatif: 0.00909	288 MPa
%1 Gerinim	0.06527 / Kümülatif: 0.07929	547 MPa
%2 Gerinim	0.22675 / Kümülatif: 0.31136	662 MPa
%3 Gerinim	0.21328 / Kümülatif: 0.52643	719 MPa
%4 Gerinim	0.29567 / Kümülatif: 0.82509	788 MPa
%5 Gerinim	0.37043 / Kümülatif: 1.21404	865 MPa
%5.5 Gerinim	0.29944 / Kümülatif: 1.51416	905 MPa
%6 Gerinim	0.28766 / Kümülatif: 1.80601	950 MPa
%7 Gerinim	0.47578 / Kümülatif: 2.25961	1077 MPa
%8 Gerinim	0.65706 / Kümülatif: 2.88544	1224 MPa
%9 Gerinim	0.87998 / Kümülatif: 3.73103	1354 MPa
%10 Gerinim	1.02960 / Kümülatif: 4.72861	1442 MPa

Şekil.4.32’de görülen basma yükü altında döngüsel teste maruz bırakılan 250 MPa basma yükü altında 450°C derecede yaşlandırılmış numune, maksimum %11 gerinim sergilemiştir.



Şekil.4.32. 450°C derecede 250 MPa basma yükü altında yaşlandırılmış numunenin basma yükü altında süperelastisite çevrimi deney sonuçları.

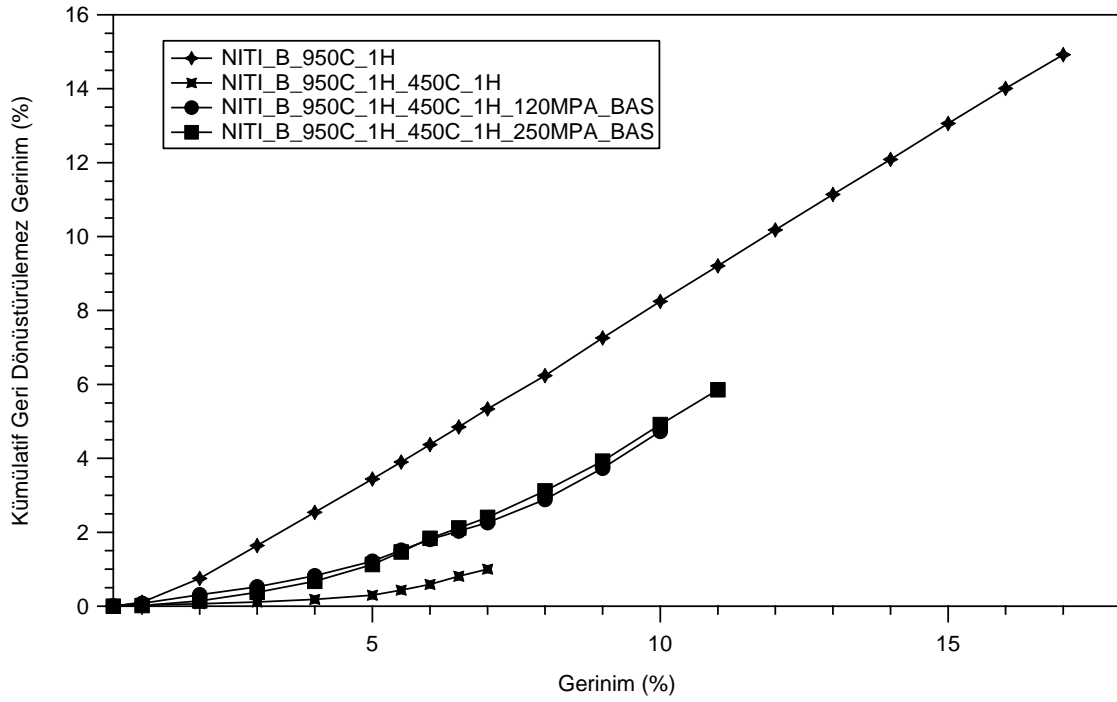
Yukarda bahsedilen gerilim değerinde (%11) maksimum yük olarak 1401 MPa yük altında malzeme çalışabilme kapasitesi sergilemiştir. Toplam geri kazanılamaz gerilim %5.85 olarak ölçülmüştür. Numunede DSC sonuçlarına ve mikroyapı analizlerine istinaden oda sıcaklığında östenit fazında olmamasından dolayı süperelastisite çevrim deneyi Ar sıcaklığının 20°C derece üzerinde olan 70°C derecede gerçekleştirilmiştir. Deneylerde tespit edilen kümülatif geri kazanılamaz gerilimler, döngü içi geri kazanılamaz gerilimler ve maksimum gerilimde ölçülen maksimum yükler Çizelge.4.7’de verilmiştir.



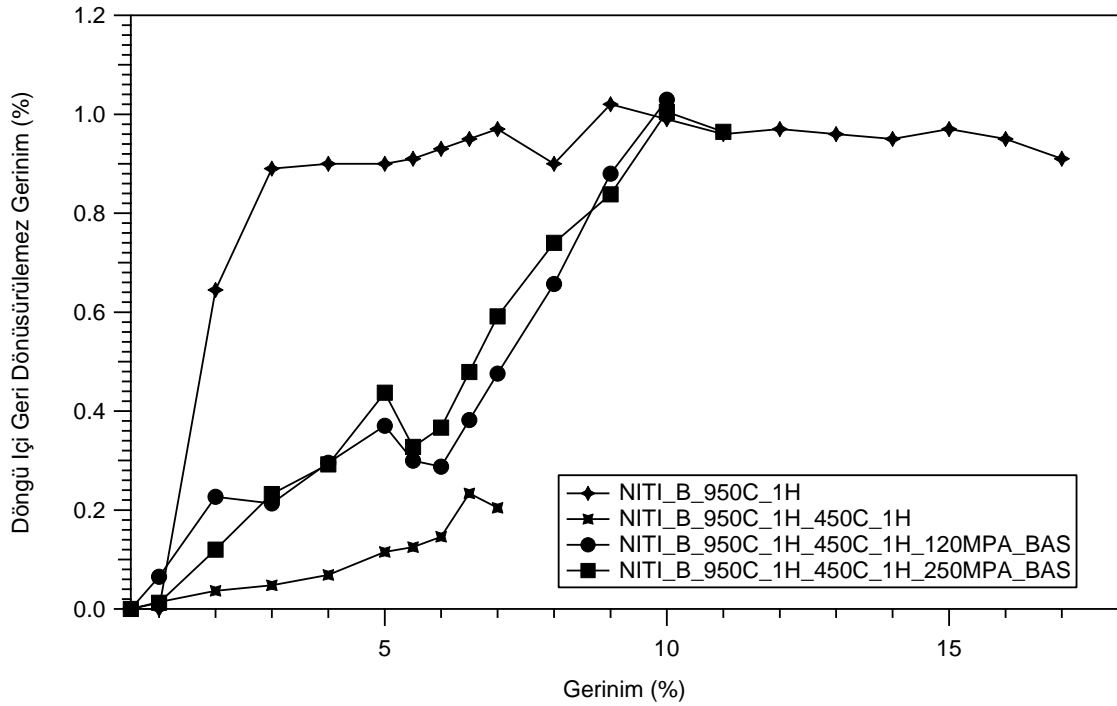
Çizelge.4.8. 250MPa basma yükü altında yaşlandırılan numune için döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimler ile maksimum gerilim ilişkileri.

<b>Gerinim (%)</b>	<b>Döngü İçi Geri Dönüştürülemez Gerinim / Kümülatif Geri Dönüştürülemez Gerinim</b>	<b>Maksimum Gerilim</b>
%0.5 Gerinim	0.00000 / Kümülatif: 0.00255	208 MPa
%1 Gerinim	0.01243 / Kümülatif: 0.01564	488 MPa
%2 Gerinim	0.11978 / Kümülatif: 0.14406	679 MPa
%3 Gerinim	0.23249 / Kümülatif: 0.37796	740 MPa
%4 Gerinim	0.29202 / Kümülatif: 0.67383	805 MPa
%5 Gerinim	0.43719 / Kümülatif: 1.12642	875 MPa
%5.5 Gerinim	0.32746 / Kümülatif: 1.46545	904 MPa
%6 Gerinim	0.36652 / Kümülatif: 1.83690	943 MPa
%7 Gerinim	0.59142 / Kümülatif: 2.40274	1042 MPa
%8 Gerinim	0.74015 / Kümülatif: 3.11613	1148 MPa
%9 Gerinim	0.83830 / Kümülatif: 3.92397	1249 MPa
%10 Gerinim	1.00477 / Kümülatif: 4.91560	1340 MPa
%11 Gerinim	0.96428 / Kümülatif: 5.85320	1401 MPa

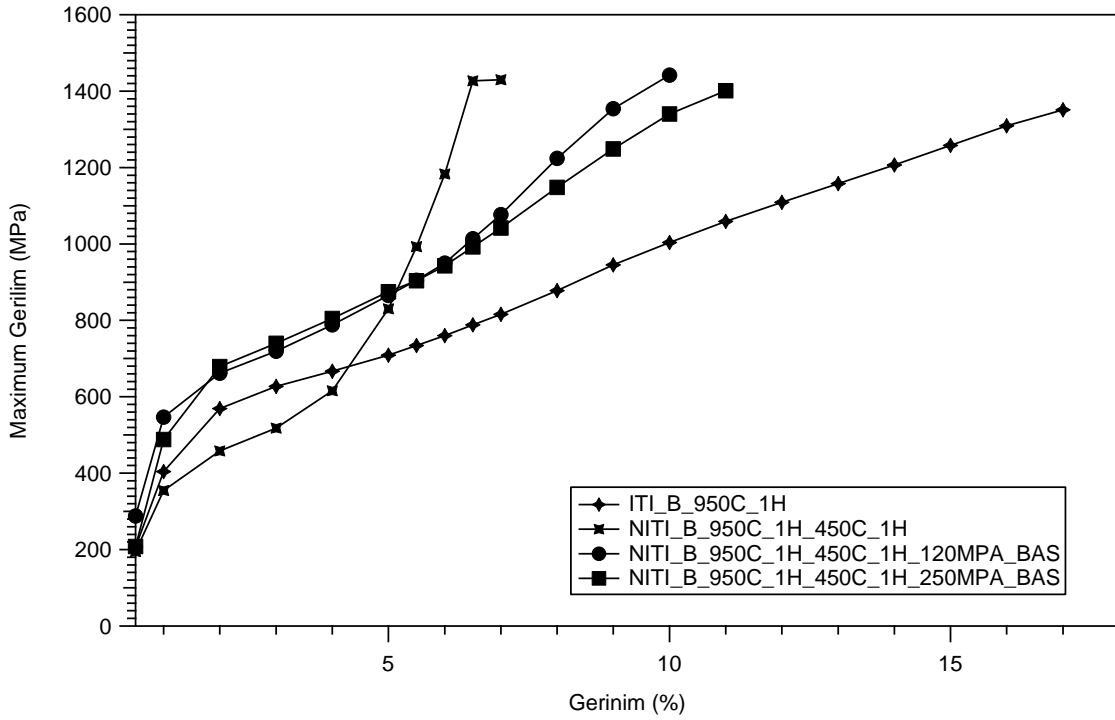
Basma numunelerinde elde edilen kümülatif geri dönüştürülemez gerinim, döngü içi geri dönüştürülemez gerinim ve maksimum gerilim yükleri Şekil.4.33 - 4.34 - 4.35'te verilmiştir.



Şekil.4.33. Kümülatif geri dönüştürülemez gerinimlerin karşılaştırması.



Şekil.4.34. Döngü içi geri dönüştürülemez gerinimlerin karşılaştırılması.



Şekil.4.35. Gerilim – Gerilim ilişkilerinin karşılaştırması.

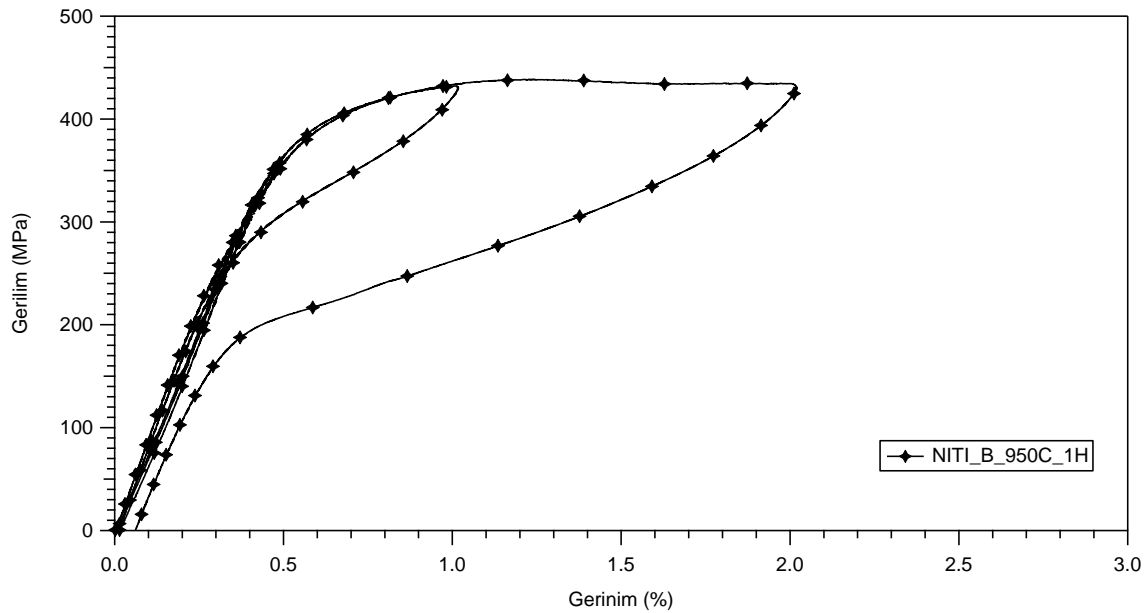
Yukarıda karşılaştırılmalı olarak sunulmuş olan döngü içi geri dönüştürülemez gerilime-gerilim grafiğinde gösterildiği üzere (Şekil 4.34), yaşlandırılmış malzemeler her yükleme ve boşaltma döngüsünde çok daha az geri dönüştürülemez gerilim değeri sergilemiştir. Ancak bu durum yüksek sabit gerilime yükleme durumunda değişmiştir. %10 sabit gerilim ve üstü değerlere yükleme ve yükü boşaltma sonrasında geri kazanılamayan gerilim değerleri yükselmeye başlamıştır. 120 MPa ve 250 MPa altında yaşlandırılan malzemelerde geri dönüştürülemeyen gerilim değerleri serbest yaşlandırılan malzemeye göre daha yüksek olmasına rağmen, bu malzemelerdeki gerilimle indüklenmiş martensit elde etmek için gereken mukavemet değerlerinin daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. İlaveten, serbest yaşlandırılmış malzeme çok daha düşük gerilim değerinde kırılmıştır.

Gerilim ile yaşlandırılmış malzemelerdeki mukavemet artışı ile, martensit-östenit dönüşümü sırasında ortaya çıkan dislokasyonların oluşumunu engellediği düşünülmektedir. Bu mukavemet artışı ise yaşlandırma ile oluşan çökelti oluşumu ve gerilim ile bu çökeltilerin yapıda homojen olarak dağılarak yönlendirilmesi sonucuna bağlanabilir. Ayrıca küçük çökeltilerin etrafındaki gerilim bölgelerinin

martensit-östenit dönüşümü sırasındaki dislokasyon oluşumunu engellediği ve böylece ara yüzeyin hareketli olmasını sağlayarak termal histeresisi azalttığı da söz konusudur. Bu sonuç DSC verileri ile de gösterilmiş olmakla birlikte mukavemetteki artışın 250MPa'da daha fazla olduğu, DSC sonucunda ortaya çıkan R-fazı ile de desteklenmektedir. Bu nedenle hem mukavemet artışı hem de termo-mekanik işlemlere tabii tutulmamış malzemeye göre daha az geri dönüştürülemeyen gerinim gözlemlenmesi gerilim altında yaşlandırma işleminin uygun bir yöntem olduğunu ortaya çıkarmaktadır.

#### 4.5.2. Çekme Numunelerinin Mekanik Döngüsel Testleri ve Sonuçları

Şekil.4.36'da görülen çekme yükü altında döngüsel teste maruz bırakılan 950°C derecede homojenize edilmiş numune, maksimum %2 gerinim sergilemiştir. Malzeme %2.76 gerinimde %3 gerinime doğru çekilirken kopmuştur. Bu gerinim değerinde maksimum yük olarak 438 MPa yük altında malzeme çalışabilme kapasitesi sergilemiştir.



Şekil.4.36. 950°C derecede homojenize edilmiş numunenin çekme yükü altında döngüsel test sonuçları.

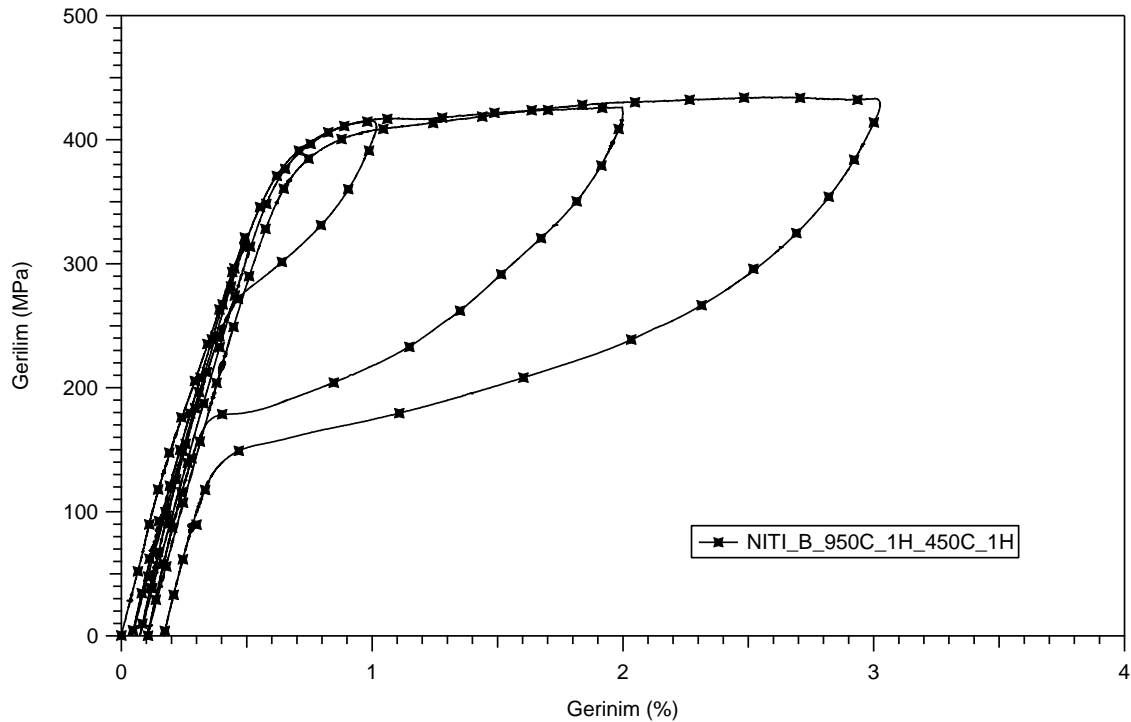
Yukarıdaki şekilde görüldüğü üzere toplam geri kazanılamaz gerinim %0.06 olarak ölçülmüştür. Numuneden elde edilen DSC sonuçlarına istinaden süperelastisite deneyi 5°C derecede olan Af sıcaklığının 20°C üstünde olan odas sıcaklığında

(25°C) derecede gerçekleştirilmiştir. Deneylede tespit edilen kümülatif geri kazanılmaz gerinimler, döngü içi geri kazanılmaz gerinimler ve maksimum gerinimde ölçülen maksimum yükler Çizelge.4.9'da verilmiştir.

Çizelge.4.9. Homojenize edilmiş numunenin çekme yükü altında döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimler ile maksimum gerilim ilişkileri.

Gerinim (%)	Döngü İçi Geri Dönüştürülemez Gerinim / Kümülatif Geri Dönüştürülemez Gerinim	Maksimum Gerilim
%0.5 Gerinim	0.00000 / Kümülatif: 0	363 MPa
%1 Gerinim	0.01 / Kümülatif: 0.01	432MPa
%2 Gerinim	0.05 / Kümülatif: 0.06	438MPa

Şekil.4.37'de görülen çekme yükü altında döngüsel teste maruz bırakılan 450°C derecede yaşlandırılmış numune, maksimum %3 gerinim sergilemiştir. Malzeme %3.56 gerinimde %4 gerinime doğru çekilirken kopmuştur. Bu gerinim değerinde maksimum yük olarak 434 MPa yük altında malzeme çalışabilme kapasitesi sergilemiştir.



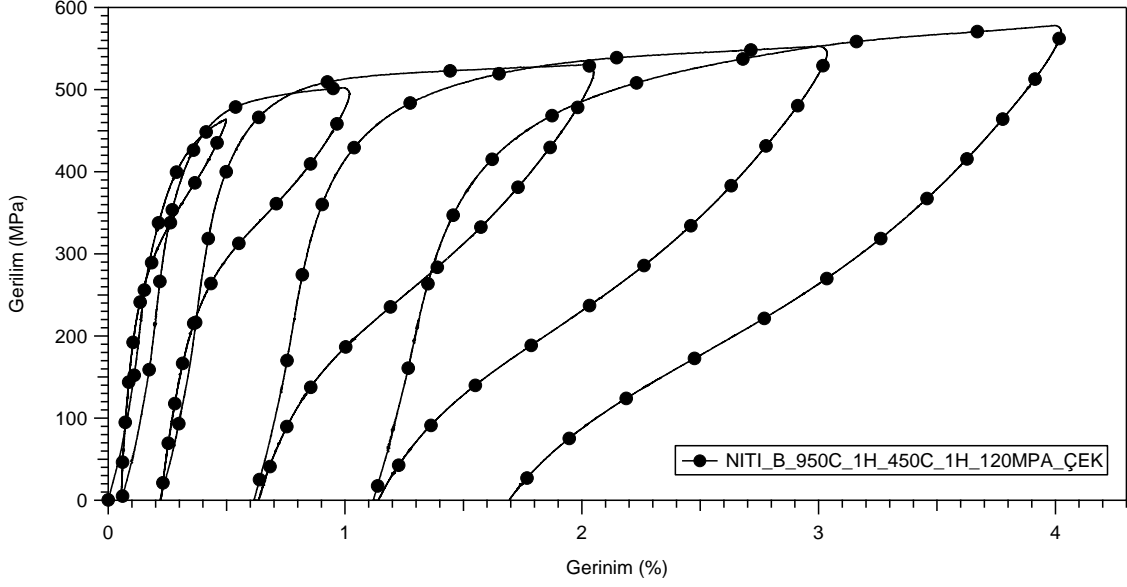
Şekil.4.37. 450°C derecede serbest yüksüz ortamda yaşlandırılmış numunenin çekme yükü altında döngüsel test sonuçları.

Şekil 4.37'de görüldüğü üzere Toplam geri kazanılamaz gerinim %0.17 olarak hesaplanmıştır. Numuneden elde edilen DSC sonuçlarına istinaden Ar sıcaklığının 20°C üzerindeki sıcaklıkta süperelastisite deneyi mekanik döngüsel testleri bu mertebede gerçekleştirilmiştir. Deneylerde tespit edilen kümülatif geri kazanılamaz gerinimler, döngü içi geri kazanılamaz gerinimler ve maksimum gerinimde ölçülen maksimum yükler Çizelge.4.10'da verilmiştir. Bahsi geçen gerinim değerleri Şekil 2.8'deki grafikte gösterildiği haliyle deneylerden çıkarılmış ve önce tablo haline getirilmiş sonra da numuneler arasında kıyaslama yapabilmek için grafikler üzerinde gösterilmiştir.

Çizelge.4.10. 450°C derecede serbest yüksüz ortamda yaşlandırılmış numunenin çekme yükü altında döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimleri ile maksimum gerilim ilişkileri.

<b>Gerinim (%)</b>	<b>Döngü İçi Geri Dönüştürülemez Gerinim / Kümülatif Geri Dönüştürülemez Gerinim</b>	<b>Maksimum Gerilim</b>
%0.5 Gerinim	0 / Kümülatif: 0.04	323
%1 Gerinim	0.03 / Kümülatif: 0.07	415
%2 Gerinim	0.03 / Kümülatif: 0.10	426
%3 Gerinim	0.07 / Kümülatif: 0.17	434

Şekil.4.38'de görülen çekme yükü altında döngüsel teste maruz bırakılan 450°C derecede 120 MPa çekme yükü altında yaşlandırılmış numune, maksimum %4 gerinim sergilemiştir. Malzeme %4.30 gerinimde %5 gerinime doğru çekilirken kopmuştur. Bu gerinim değerinde maksimum yük olarak 578MPa yük altında malzeme çalışabilme kapasitesi sergilemiştir.



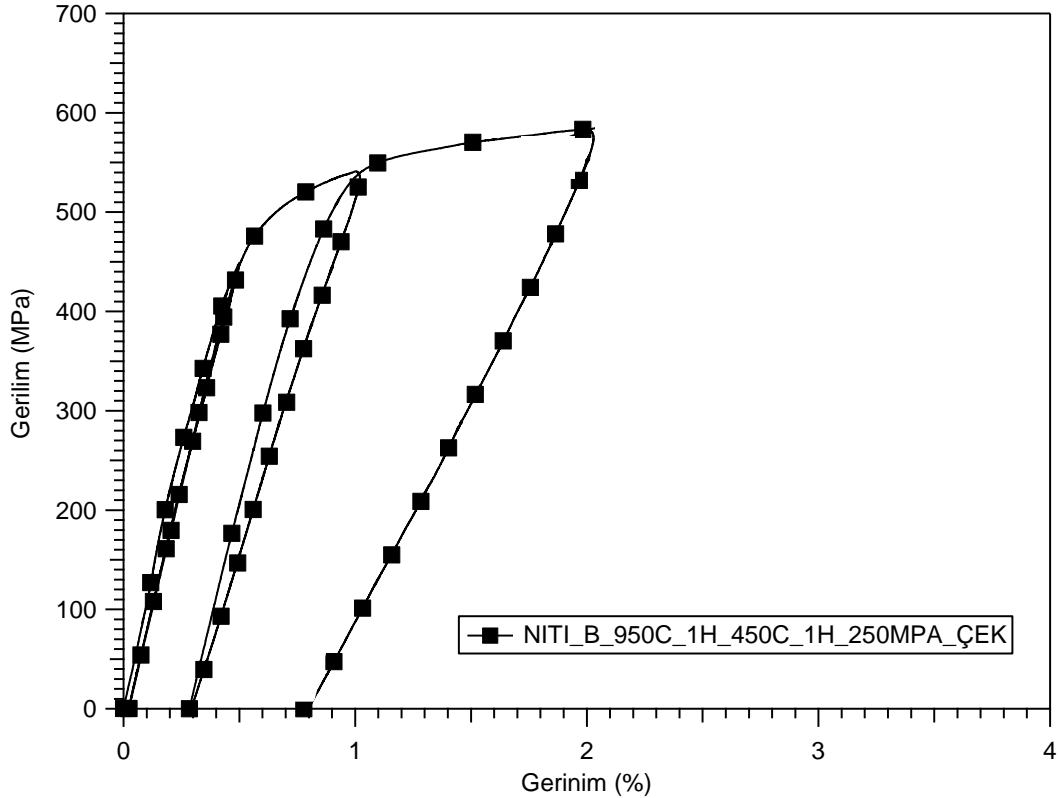
Şekil.4.38 450°C derecede 120 MPa çekme yükü altında yaşlandırılmış numunenin çekme yükü altında döngüsel test sonuçları.

Yukarıdaki şekilde sunulduğu üzere numune %1.64 toplam geri kazanılamaz gerinim göstermiştir. Yine bu deneyde numunenin  $A_r$  sıcaklığının 20°C üzerinde gerçekleştirilmiştir. Deneylerde tespit edilen kümülatif geri kazanılamaz gerinimler, döngü içi geri kazanılamaz gerinimler ve maksimum gerinimde ölçülen maksimum yükler Çizelge.4.11’de verilmiştir.

Çizelge.4.11. 450°C derecede 120MPa çekme yükü altında yaşlandırılmış numunenin çekme yükü altında döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimleri ile maksimum gerilim ilişkileri.

Gerinim (%)	Döngü İçi Geri Dönüştürülemez Gerinim / Kümülatif Geri Dönüştürülemez Gerinim	Maksimum Gerilim
%0.5 Gerinim	0 / Cumulative: 0.05	464
%1 Gerinim	0.17 / Cumulative: 0.22	502
%2 Gerinim	0.40 / Cumulative: 0.61	530
%3 Gerinim	0.51 / Cumulative: 1.12	553
%4 Gerinim	0.52 / Cumulative: 1.64	578

Şekil.4.39'de görülen çekme yükü altında döngüsel teste maruz bırakılan 450°C derecede 250 MPa çekme yükü altında yaşlandırılmış numune, maksimum %2 gerinim sergilemiştir. Malzeme tam olarak %3 gerinimde %3 gerinime doğru çekilirken kopmuştur. Bu gerinim değerinde maksimum yük olarak 584 MPa yük altında malzeme çalışabilme kapasitesi sergilemiştir.



Şekil.4.39. 450°C derecede 250MPa çekme yükü altında yaşlandırılmış numunenin çekme yükü altında döngüsel test sonuçları.

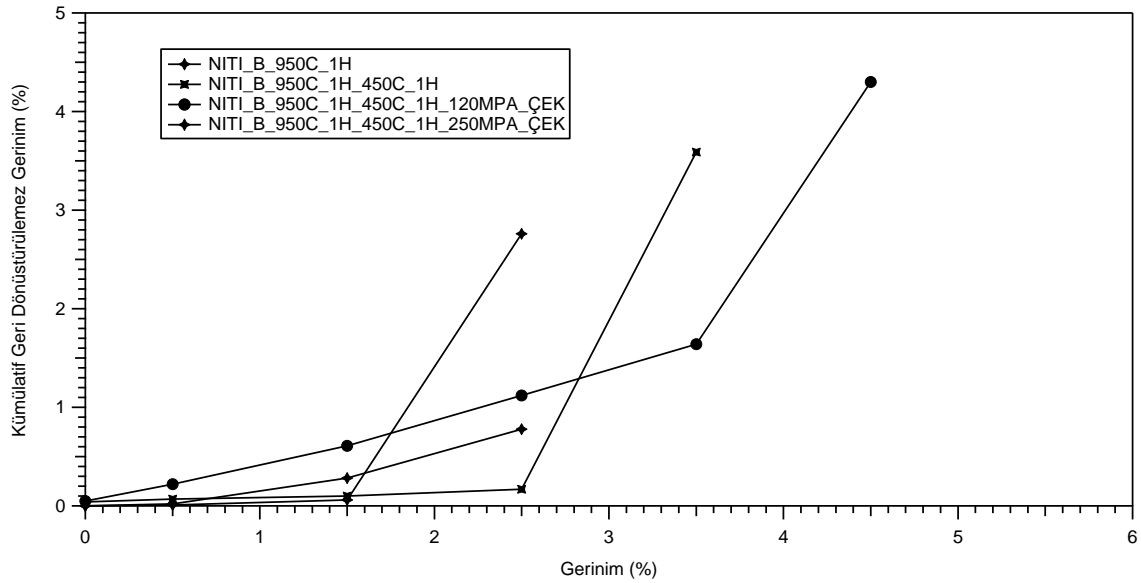
Toplam geri kazanılmaz gerinim %0.777 olarak ölçülmüştür. Deneylerde tespit edilen kümülatif geri kazanılmaz gerinimler, döngü içi geri kazanılmaz gerinimler ve maksimum gerinimde ölçülen maksimum yükler Çizelge.4.12'de verilmiştir.



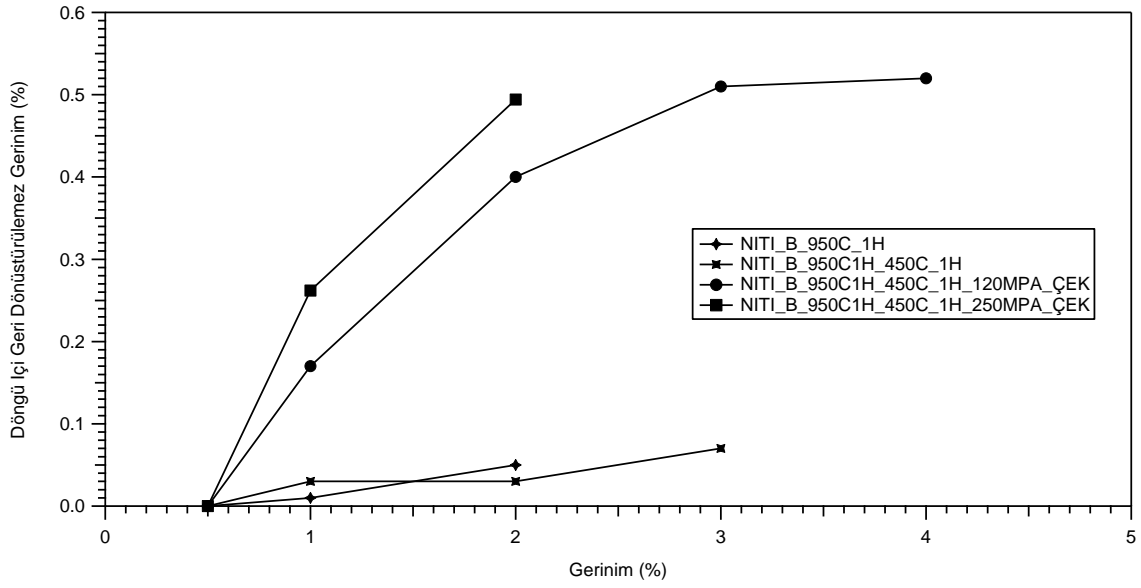
Çizelge.4.12. 450°C derecede 250MPa çekme yükü altında yaşlandırılmış numunenin ekme yükü altında döngü içi ve kümülatif geri dönüştürülemez gerinimleri ile maksimum gerilim ilişkileri.

Gerinim (%)	Döngü İçi Geri Dönüştürülemez Gerinim / Kümülatif Geri Dönüştürülemez Gerinim	Maksimum Gerilim
%0.5 Gerinim	0 / Cumulative: 0.021	448
%1 Gerinim	0.262 / Cumulative: 0.283	541
%2 Gerinim	0.494 / Cumulative: 0.777	484

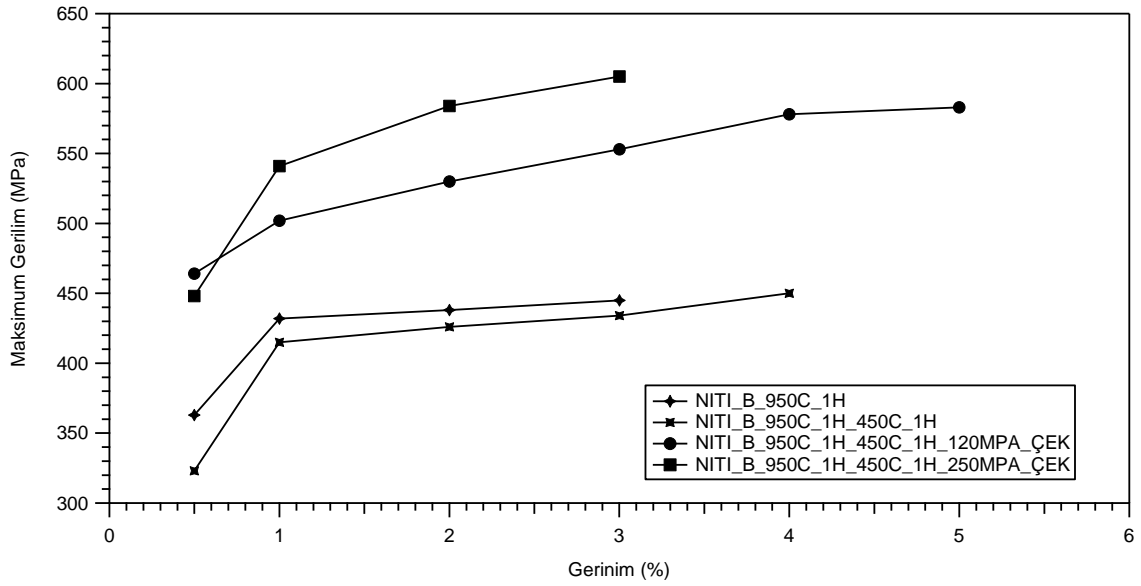
Çekme numunelerinde elde edilen kümülatif geri dönüştürülemez gerinim, döngü içi geri dönüştürülemez gerinim ve maksimum gerilim yükleri Şekil.4.40 - 4.41 ve 4.42'de verilmiştir.



Şekil.4.40. Kümülatif geri dönüştürülemez gerinimlerin karşılaştırması.



Şekil.4.41. Döngü içi geri dönüştürülemez gerinimlerin karşılaştırılması.



Şekil.4.42. Gerinim – Gerilim ilişkilerinin karşılaştırması.

Yukarıda karşılaştırılmalı olarak sunulmuş olan döngü içi geri dönüştürülemez gerinime-gerinim grafiğinde gösterildiği üzere (Şekil 4.41), çekme altında yaşlandırılmış malzemeler basma deneylerinin tersine her yükleme ve boşaltma döngüsünde daha fazla geri dönüştürülemez gerinim değeri sergilemiştir. Ancak serbest gerilim altında yaşlandırılmış olan malzemede ise homojenize edilmiş malzemeye göre daha az geri dönüştürülemez gerinim değerleri göstermiştir.

Çekme altında yaşlandırılmış ve süperelastisite deneyleri yapılmış olan malzemeler Çin'den satın alınmıştır. Bu nedenle malzemelerin homojenliğinden emin olunmamakla beraber mikroyapı analizlerinde Şekil 4.23 ve 4.24'te gösterildiği üzere büyük döküm boşluklarına rastlanmıştır. Bu nedenle erken kırılma ve geri dönüştürülemeyen gerinim değerlerinin yüksek olması durumu söz konusudur. Basma deneylerindeki stabilite ve numune mekanik özelliklerinden iyileşmeler çekme deneylerinde gözlemlenmemiştir.

## 5. ÖZET SONUÇLAR

1. Malzemelerin üretimleri sırasında döküm boşlukları, homojenite problemi ve özellikle grafit potada döküm gerçekleştirildiğinde TiC oluşumu söz konusu olup, süperelastikte özelliklerinin bu tip üretim hatalarına yüksek oranda bağlı olması söz konusudur.
2. Uygulanan termo-mekanik işlemler neticesinde malzemelerde çökelti oluşumu ve gerilim uygulama sonucunda bu çökeltilerin yönelmeleri söz konusu olup, mikroyapıdaki değişimlerin genel olarak malzeme sertliğinde artmaya neden olduğu tespit edilmiştir.
3. Mikroyapı incelemeleri ile DSC sonuçları ile uyumlu bulunmuş, oda sıcaklığında östenit ve/veya östenit ve martensitin aynı anda olduğu durumlar gözlemlenmiştir.
4. Basma gerilimi altında yaşlandırılmış malzemelerin dönüşüm sıcaklıkları yükselmiş ve dönüşüm sırasında gözlemlenen termal histeresisler daralmıştır. İlaveten, yaşlandırma sırasında oluşan gerilim seviyesinin 250MPa'a çıkartılması sonucunda aşırı plastik deforme edilmiş malzemelerde de gözlemlenen R-fazı ortaya çıkmıştır. Oluşan çökeltilerin, uygulanan gerilim ile birlikte muhtemel dislokasyon oluşumundan ve yönelmiş çökeltilerin etrafındaki gerilim bölgelerinin dönüşüm karakteristiğini etkilemesi söz konusudur.
5. Çekme gerilim altında yaşlandırılmış malzemelerdeki dönüşüm sıcaklığı değişimleri serbest yaşlandırılmış malzemeye göre büyük bir farklılık göstermemektedir. Gerilim seviyesinden bağımsız olarak dönüşüm sıcaklıkları yaşlandırma ile yükselmiş ve R-fazı da dönüşüm mekanizmasına dahil olmuştur.
6. Malzemelerin basma ve çekme koşulları altında oluşturulan çökeltilerin karakteristikleri ve süperelastik özelliklere olan etkileri farklıdır.
7. Çekme altında yaşlandırılmış malzemelerin süperelastik özelliklerinde gözle görülür bir değişim söz konusu olmamıştır ancak malzemelerin Çin'den tedarik edilmiş olması ve yüksek miktarda döküm boşluklarının gözlemlenmesi sebebi ile fazla bir değerlendirme yapılamamıştır.

Malzemelerin çoğu süperelastisite deneyleri sırasında erken kırılmaya maruz kalmıştır.

8. Basma gerilimi altında yaşlandırılmış malzemelerin süperelastisite özelliklerinde iyileşme gözlemlenmiştir. Döngü içerisindeki geri kazanılmayan gerinim miktarlarında azalma gözlemlenmiş ve ayrıca çok daha yüksek gerinim değerlerine kadar dayanımları söz konusu olmuştur. Yaşlandırma ile oluşan çökelti ve etrafındaki gerinim bölgeleri ile muhtemel dislokasyon oluşumu malzemeyi güçlendirerek, martensit-östenit dönüşüm sırasında kalıcı deformasyon oluşumu engellenmiştir.

## KAYNAKLAR

- [1] Jaronie Mohd Jani, Martin Leary, Aleksandar Subic, Mark A. Gibson, A review of shape memory alloy research, applications and opportunities, *Materials and Design* 56 2014 1078–1113 **2014**.
- [2] Otsuka, K., Wayman, C.K., *Shape Memory Materials*, 1.Baskı, Cambridge University Press, **1998**.
- [3] Wu, S., Wayman, C., "Martensitic transformations and the shape-memory effect in Ti50Ni10Au40 and Ti50Au50 alloys". *Metallography* 20[3]: 359. **1987**.
- [4] Ma, J., Karaman, I. Noebe, R.D., "High temperature shape memory alloys". *International Materials Reviews* 55 [5]: 257. **2010**.
- [5] Jafar Khalil-Allafi, Antonin Dlouhy, Gunther Eggeler, Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>-precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence on martensitic phase transformations *Acta Materialia* 50 4255–4274, **2002**.
- [6] J. Khalil Allafi, X. Ren, G. Eggeler a, The mechanism of multistage martensitic transformations in aged Ni-rich NiTi shape memory alloys *Acta Materialia* 50 793–803, **2002**.
- [7] V. Abbasi-Chianeh, J. Khalil-Allafi, Influence of applying external stress during aging on martensitic transformation and the superelastic behavior of a Ni-rich NiTi alloy, *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 5060–5065, **2011**.
- [8] Çakmak, Şule, "Gözenekli NiTi Alaşımların Üretimi ve Karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, **2013**.
- [9] Ölander A. An electrochemical investigation of solid cadmium-gold alloys. *American Chemical Society* 54:3819–33, **1932**.

- [10] Wu MH, Schetky LM. Industrial applications for shape memory alloys. In: *International conference on shape memory and superelastic technologies*. Pacific Grove, California, USA;. p. 171–82. **2000**.
- [11] Hautcoeur A, Eberthardt A. Eyeglass frame with very high recoverable deformability. In: *US Patents 5640217*. Fergaflex, Inc., Montreal, Canada; **1997**.
- [12] Bil C, Massey K, Abdullah EJ. Wing morphing control with shape memory alloy actuators. *Journal of Intelligent Material System Structure* ;24:879–98, **2013**.
- [13] Kheirikhah M, Rabiee S, Edalat M. A review of shape memory alloy actuators in robotics. In: Ruiz-del-Solar J, Chown E, Plöger P, editors. *RoboCup 2010: Robot Soccer World Cup XIV*. Berlin Heidelberg: Springer. p. 206–17. **2011**.
- [14] Wilkes K, Liaw P, Wilkes K. The fatigue behavior of shape-memory alloys. *Journal of Materials*; 52:45–51. **2000**.
- [15] Cederström J, Van Humbeeck J. Relationship between shape memory material properties and applications. *Journal De Physique*, France;05. C2-335-C2-41, **1995**.
- [16] Hodgson DE, Wu MH, Biermann RJ. *Shape memory alloys*. ASM Handbook: ASM International: 897–902, **1990**.
- [17] Huang W. On the selection of shape memory alloys for actuators. *Mater Des*; 23:11–9, **2002**.
- [18] T. Saburi, T. Tatsumi, S. Nenno, *Journal De Physique*; C4: 261, **1982**.
- [19] D.Stöckel, *ESOMAT-1st European Symposium on Martensitic Transformations*, 1989.
- [20] K. Otsuka, X. Ren, *Prog. Mater. Sci*;50:511, **2005**.

- [21] W. Tang, *Metall Trans.*; 28A:537, **1997**.
- [22] Suzuki, Y., Shape Memory Alloys, (eds: Funakubo, H.) *Gordon and Breach Science Publishers S.A.*, Amsterdam, 176-267, **1987**.
- [23] J.D. Verhoeven, *Fundamentals of Physical Metallurgy, First Edition*, John Wiley & Sons Inc., New York, pp.457, 458 ,**1975**.
- [24] Funakubo, H., Application of shape memory alloys, In: Shape Memory Alloys, 2.Baski, *Gordon and Breach Science Publishers*, **1987**.
- [25] Kessler H, Pitsch W. *Acta Materialia*;15:401, **1967**.
- [26] Kurdjumov GV, Khandros LG. Dokl Nauk SSSR;66:211. **1949**.
- [27] Aydoğmuş T., *Processing And Characterization Of Porous Titanium Nickel Shape Memory Alloys*, Doktora Tezi, Orta Doğu Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2010.
- [28] Saburi T, Nenno S. In: Aaronson HI, Laughlin DE, Sekerka RE, Wayman CM, editors. *Proc Int Conf Solid-Solid Phase transformations*, Warrendale, PA: AIME, **1981**.
- [29] Wang FE, Buehler WJ. *Appl Phys Letter* 21:105, **1972**.
- [30] Buehler WJ, Wiley RC, Gilfrich JV. *Journal of Applied Physics*; 34:1475, **1963**.
- [31] Noebe RD, Draper SL, Nathal MV, Garg A. High work output Ni–Ti–Pt high temperature shape memory alloys and associated processing methods. In: *US Patents 7501032B1*. The United states of America, NASA Washington DC,USA; **2009**.
- [32] Stoeckel D. Shape memory actuators for automotive applications. *Mater Des*; 11:302–7, **1990**.
- [33] Stöckel D. The shape memory effect: phenomenon, alloys, applications. In:



*Shape memory alloys for power systems* (EPRI);. p. 1–13. **1995**.

[34] Firstov GS, Van Humbeeck J, Koval YN. High temperature shape memory alloys problems and prospects. *Journal of Intell Mater Syst Struct*;17:1041–7, **2006**.

[35] Smith C, Villanueva A, Joshi K, Tadesse Y, Priya S. Working principle of bio-inspired shape memory alloy composite actuators. *Smart Material Structures*; 20:012001, **2011**.

[36] Rupa Dasgupta, A look into Cu-based shape memory alloys: Present scenario and future prospects, *J. Mater. Res.*, Vol. 29, No. 16, Aug 28, **2014**.

[37] J.D.Stice and C.M.Wayman: Observations of aging effects in a Cu-Sn shape memory alloy. *Metall. Trans. A* 13(10), 1687, **1982**.

[38] J. Perkins: The microstructure of rapidly solidified b-phase Cu-Zn-Al alloys. *Metall. Trans. A*, 14(11), 2229, **1983**.

[39] F. Saule, M. Ahlers, F. Kropf, and E.B. Rivero: The martensitic phases and their stability in Cu-Zn and Cu-Zn-Al alloys—IV. The influence of lattice parameter changes and evaluation of phase stabilities. *Acta Materelia*. 40(12), 3229, **1992**.

[40] Y. Sutou, T. Omori, R. Kainuma, and K. Ishida: Ductile Cu-Al-Mn based shape memory Alloys: General properties and applications. *Mater. Sci. Technol*. 24(8), 896, **2008**.

[41] U. Sarı and T. Kirindi: Effects of deformation on microstructure and mechanical properties of a Cu-Al-Ni shape memory alloy. *Mater. Charact*. 59, 920, **2008**.

[42] H. Sakamoto, Y. Kijima, and K. Shimizu: Fatigue and fracture characteristics of polycrystalline Cu-Al-Ni shape memory alloys. *Mater. Trans.*, JIM 23, 585, **1982**.

[43] C. Segui, E. Cesari, and J. Van Humbeeck: Irreversibility in two stage Martensitic transformation of Cu-Al-Ni and Cu-Zn-Mn alloys. *Mater. Trans.*, JIM 31(5), 375, **1990**.

[44] V. Asanovic, K. Delijicm, and N. Jaukovic: A study of transformations of b-

phase in Cu–Zn–Al shape memory alloys. *Scripta. Material.* 58, 599, **2008**.

[45] C. Xiaomin, H. Feng, L. Ni, and W. Xingwen: Microstructure and shape memory effect of Cu-26.1Zn-4.8Al alloy. *J. Wuhan Univ. Technol., Mater. Sci. Ed.* 23, 717 **2008**.

[46] V. Asanovic and K. Delujc: The mechanical behavior and shape memory recovery of Cu-Zn-Al alloys. *Metallurgija* 13[1], 59, **2007**.

[47] Y.J. Bai, G.L. Geng, X.F. Bian, D.S. Sun, and S.R. Wang: Influence of initial heating temperature on the reverse martensitic transformation of Cu–Zn–Al–Mn–Ni alloy. *Mater. Sci. Eng., A*, 284, 25, **2000**.

[48] H. Pops: Stress-induced pseudoelasticity in ternary Cu-Zn based beta prime phase alloys. *Metall. Trans.* 1(25),1,**1970**.

[49] S. Casciati: Experimental studies on the fatigue life of shape memory alloy bars. *Smart Struct. Syst.* 6(1), 73, **2010**.

[50] Massalski, T .B., Okamoto, H., Subramanian, P .R., Kacprzak, L., *Binary Alloy Phase Diagrams*, 2. baskı, (eds: H. Okamoto, P. R. Subramanian, L. Kacprzak), ASM International, Materials Park, Ohio, USA, 3589, **1990**.

[51] Bram, M., Ahmad-Khanlou, A., Heckmann, A., Fuchs, B., Buchkremer, H.P., Stover, D., Powder metallurgical fabrication for NiTi shape memory alloy parts, *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 337, 254-263, **2002**.

[52] Purdy GR, Parr JG., Study of titanium-nickel system between Ti<sub>2</sub>Ni and TiNi, *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, 221, 631-633, **1961**.

[53] Wasilewski RJ, Butler SR, Hanlon JE, Worden D., Homogeneity range and martensitic transformation in TiNi, *Metallurgical Transactions*, 2, 229-&, **1971**.

[54] Ren, X., Miura, N., Zhang, J., Otsuka, K., Tanaka, K., Koiwa, M., Suzuki, T., Chumlyakov, Y.I., Asai, M., A comparative study of elastic constants of ti-ni based

alloys prior to martensitic transformation, *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 312, 196-206, **2001**.

[55] Fan, G., Chen, W., Yang, S., Zhu, J., Ren, X., Otsuka, K., Origin of abnormal multi-stage martensitic transformation behavior in aged Ni-rich Ti-Ni shape memory alloys, *Acta Materialia*, 52, 4351–4362, **2004**.

[56] K. Otsuka, T. Sawamura, K. Shimizu, *Phys Status Solidi (a)*,; 5:457, **1971**.

[57] S. Miyazaki, S. Kimura, K. Otsuka, *Philos. Mag. A*,; 57:467. **1988**.

[58] Zheng YF, Huang BM, Zhang JX, Zhao JX, *Materials Science and Engineering A* ;279:25, **2000**.

[59] Miyazaki S, Ishida A. *Materials Science and Engineering A*,;273-275:106. **1999**.

[60] Miyazaki S, Ohmi Y, Otsuka K, Suzuki Y. *J De Phys* 4 1982;43:255.

[61] Kockar B, Karaman I, Kulkarni A, Chumlyakov Y, Kirieva IV. *Journal of Nuclear Materials*, 361:298, **2007**.

[62] Frick CP, Ortega AM, Tyber J, Maksoud AEM, Maier HJ, Liu Y, Gall K, *Materials Science and Engineering A*; 405:34, **2005**.

[63] Karaman I, Kulkarni A, Luo ZP. *Philos Mag*; 85:1729, **2005**.

[64] R.Portier, D. Gratias, *Journal de Physique*; 43: 17. **1982**.

[65] J.W. Stewart, R.C. Thomson, H.K.D.H. Bhadesia, *Journal of Materials Science*,; 29: 6079, **1994**.

[66] R. Kainuma, M.Matsumoto, T.Honma, *Proceeding International Conference on Martensitic Transformations*, 1987; 717. **1986**.

[67] J. Khalil Allafi, A. Dlouhy , G. Eggeler, *Acta Materialia*,; 50:4255, **2002**.

[68] D. Favier, Y. Liu, L. Orgeas, A. Sandel, L. Debove P. Comte-Gaz, Y. Liu, *Materials Science and Engineering A*, 429: 130, **2006**.

- [69] Mohammad H. Elahinia, Mahdi Hashemi, Majid Tabesh, Sarit B. Bhaduri, Manufacturing and processing of NiTi implants: A review, *Progress in Materials Science*, **2011**.
- [70] Krishna BV, Bose S, Bandyopadhyay A. Laser processing of net-shape NiTi shape memory alloy. *J Metal Mater Trans A*, 38:1096–103, **2007**.
- [71] Shishkovsky IV, Volova LT, Kuznetsov MV, Morozov YuG, Parkin IP. Porous biocompatible implants and tissue scaffolds synthesized by selective laser sintering from Ti and NiTi. *J Mater Chem*, 18:1309–17, **2008**.
- [72] Es-Souni Mo, Es-Souni Ma, Fischer-Brandies H. Assessing the biocompatibility of NiTi shape memory alloys used for medical applications. *J Anal Bioanal Chem*; 381:557–67, **2005**.
- [73] Shishkovsky I, Morozov Yu, Smurov I. Nanofractal surface structure under laser sintering of titanium and nitinol for bone tissue engineering. *J Appl Surf Sci* ;254:1145–9, **2007**.
- [74] Sompop Bencharit, Warren C. Byrd, Sandra Itarawneh, Bashir Hosseini, Austin Leong, Glenn Reside, Thiago Morelli, Steven Offenbacher, Development and Applications of Porous Tantalum Trabecular Metal-Enhanced Titanium Dental Implants, *Clinical Implant Dentistry and Related Research*, Volume 16, Number 6, **2014**.
- [75] Patoor E, Lagoudas DC, Entchev PB, Brinson LC, Gao X. Shape memory alloys, Part I: General properties and modeling of single crystals. *Mech Mater*; 38:391–429, **2006**.
- [76] Frenzel J, Zhang Z, Somsen Ch, Neuking K, Eggeler G. Influence of carbon on martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*; 55:1331–41, **2007**.
- [77] Reinoehl M, Bradley D, Bouthot R, Proft J. The influence of melt practice on final fatigue properties of superelastic NiTi Wires. In: *Proceedings of international conference on shape memory and superelasticity technologies*, Pacific Grove,

California; **2000**.

[78] Otubo J, Rigo OD, Neto CDM, Kaufman MJ, Mei PR. Low carbon content NiTi shape memory alloy produced by electron beam melting. *J Mater Res*;7:263–7, **2004**.

[79] Otubo J, Mei PR, Koshimizu S, Martinez LG. Niti shape memory alloys produced by electron beam melting: preliminary results. *Journal of Materials, USA*;1:1063-1068, **1998**.

[80] Otubo J, Rigo OD, Neto CDM, Kaufman MJ, Mei PR. Scale up of NiTi shape memory alloy production by EBM. *Journal of Physics IV*;112:873–6, **2003**.

[81] Frenzel J, George EP, Dlouhy A, Somsen Ch, Wagner MF-X, Eggeler G. Influence of Ni on martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*; 58:3444–58. **2010**.

[82] Otubo J, Rigo OD, Neto CDM, Kaufman MJ, Mei PR. NiTi shape memory alloy ingot production by EBM. *Journal of Physics IV*,112:813–20, **2003**.

[83] ASM Handbook. *Powder metal technologies and applications*, vol. 7. ASM International;. p. 308–2096, **1998**.

[84] Alvarez K, Nakajima H. Metallic scaffolds for bone regeneration. *Journal of Materials Science*, 2:790–832, **2009**.

[85] Clare AT, Chalker PR, Davies S, Sutcliffe ChJ, Tsopanos S. Selective laser melting of high aspect ratio 3D nickel–titanium structures two way trained for MEMS applications. *Int J Mech Mater Des*; 4:181–7, **2008**.

[86] Hang NZ, Khosrovabadi PB, Lindenhovius JH, Olster BHK. Assessment of the duration of time required for conventional Ti– Ni sintering. *Journal of Physics IV*;1:163–8, **1991**.

[87] Li BY, Rong LJ, Li YY. Porous NiTi alloy prepared from elemental powder sintering. *J Mater Res*,13:2847–51, **1998**.

- [88] Yuan B, Chung CY, Zhang XP, Zeng MQ, Zhu M. Control of porosity and superelasticity of porous NiTi shape memory alloys prepared by hot isostatic pressing. *Smart Mater Struct*;14:S201–6, **2005**.
- [89] Li B, Ronga L, Lia Y, Gjunterb VE. A recent development in producing porous Ni–Ti shape memory alloys. *Intermetallics*;8:881–4, **2000**.
- [90] Lagoudas DC, Vandygriff EL. Processing and characterization of NiTi porous SMA by elevated pressure sintering. *J Intell Mater Syst Struct*, 13:837–50, **2002**.
- (91) Ying Z, Minoru T, Yansheng K, Akira K. Compression behavior of porous NiTi shape memory alloy. *Acta Materialia*, 53:337–43, **2005**.
- [92] Krone L, Mentz J, et al. The potential of powder metallurgy for the fabrication of biomaterials on the basis of nickel - titanium: a case study with a staple showing shape memory behaviour. *Advanced Engineering Materials*, 7:613–9, **2005**.
- (93) Hakamada, M., Kuromura, T., Chen, Y.Q., Kusuda, H., Mabuchi, M., Sound absorption characteristics of porous aluminum fabricated by spacer method, *Journal of Applied Physics*, 100, 65, **2006**.
- (94) Jiang, B., Zhao, N.Q., Shi, C.S., Du, X.W., Li, J.J., Man, H.C., A Novel method for making open cell aluminum foams by powder sintering process, *Materials Letters*, 59, 3333-3336, **2005**.
- (95) Bram, M., Stiller, C., Buchkremer, H.P., Stover, D., Baur, H., High porosity titanium, stainless steel, and superalloy parts, *Advanced Engineering Materials*, 2, 196-199, **2000**.
- (96) Zhang EL, Wang B., On the compressive behaviour of sintered porous coppers with low to medium porosities, *The International Journal of Mechanical Sciences*, 47, 744-756, **2005**.
- (97) Zhao, Y.Y., Fung, T., Zhang, L.P., Zhang, F.L., Lost carbonate sintering process for manufacturing metal foams, *Scripta Materialia*, 52, 295-298, **2005**.
- (98) Li, M., Liu, Y., Ye, J.W., Zhang, L.F., Li, J., Tu, M.J., Process and

compressive properties of porous nickel materials, *Powder Metallurgy*, 49, 114- 117, **2006**.

[99] Laptev, A., Bram, M., Buchkremer, H.P., Stover, D., Study of production route for titanium parts combining very high porosity and complex shape, *Powder Metallurgy*, 47, 85-92, **2004**.

[100] Esen, Z., Bor, ğ., Processing of titanium foams using magnesium spacer particles, *Scripta Materialia*, 56, 341-344, **2007**.

[101] Chahine G, Koike M, Okabe T, Smith P, Kovacevic R. The design and production of Ti–6Al–4V ELI customized dental implants. *JOM*, 60:50–5, **2008**.

[102] Gibson I, Rosen DW, Stucker B. Additive manufacturing technology: rapid prototyping to direct digital manufacturing, *Springer Science + Business Media, Inc*, p. 103–42 [chapter 5], **2010**.

[103] Bernard A, Taillandier G, Karunakaran KP. Evolutions of rapid product development with rapid manufacturing: concepts and applications. *Int J Rapid Manuf*, 1:3–18, **2009**.

[104] Shishkovsky I, Morozov Y, Smurov I. Nanostructural self-organization under selective laser sintering of exothermic powder mixtures. *Applied Surface Science*; 255:5565–8, **2009**.

[105] Shishkovsky I, Kuznetsov MV, Morozov Y. Porous titanium and nitinol implants synthesized by SHS/SLS: microstructural and histomorphological analyses of tissue reactions. *Int J Self Propag High Temp Synth*;19:157–67, **2010**.

[106] Shishkovsky IV, Volova LT, Kuznetsov MV, Morozovc YG, Parkin IP. Porous biocompatible implants and tissue scaffolds synthesized by selective laser sintering from Ti and NiTi. *J Mater Chem*, 18:1309–17, **2008**.

[107] Kruth JP, Levy G, Klocke F, Childs THC. Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing. *J CIRP*;56:730–59, **2007**.

- [108] Bandyopadhyay A, Krishna BV, Xue W, Bose S. Application of laser engineered net shaping (LENS) to manufacture porous and functionally graded structures for load bearing implants. *J Mater Sci Mater Med*, 20:S29–34, **2009**.
- [109] Mazzoli A, Germani M, Raffaelli R. Direct fabrication through electron beam melting technology of custom cranial implants designed in a PHANToM-based haptic environment. *J Mater Des*;30:3186–92, **2009**.
- [110] Christensen A, Lippincott A, Kircher R. Qualification of electron beam melted (EBM) Ti6Al4V-ELI for orthopaedic implant applications. In: *Medical device materials IV: proceedings from the materials & processes for medical devices conference*, Palm Desert, CA/USA;. Sayfa: 48–53, **2007**.
- [111] *Materials Science and Engineering: An Introduction*, 8nci Baskı, William D. Callister, David G. Rethwisch
- [112] L.J. Chiang, C.H. Li, Y.F. Hsu, W.H. Wang, Age-induced four-stage transformation in Ni-rich NiTi shape memory alloys, *Journal of Alloys And Compounds*, **2011**.



# ÖZGEÇMİŞ

## Kimlik Bilgileri

Adı Soyadı : Hüseyin Onur Erdoğan

Doğum Yeri : İstanbul/Kadıköy

Medeni Hali : Bekar

E-Posta : huseyinonurerdogan@gmail.com

Adresi : 312 Ulusoy Sitesi, Ağaç Seven Sokak, A10/No:5. Mutlukent Mahallesi,  
Ümitköy, Çankaya, Ankara

## Eğitim

Lisans: 2005-2009 Tobb Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi / Ankara

Yüksek Lisans: -

Doktora: -

## Yabancı Dil ve Düzeyi

İngilizce, İyi

## İş Deneyimi

2012 - : Roketsan Roket Sanayii A.Ş.

## Deneyim Alanları

Kalite Kontrol

## Tezden Üretilmiş Projeler ve Bütçesi

Yok

## **Tezden Üretilmiş Yayınlar**

-

## **Tezden Üretilmiş Tebliğ ve/veya Poster Sunumu ile Katıldığı Toplantılar**

Stress Assisted Aging Effect on the Superelastic Behavior of Ni-rich NiTi Shape Memory Alloy, Onur Erdoğan, Hande Özcan, İbrahim Karaman, Benat Koçkar.

ESOMAT 2015, Antwerp - Belçika