

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**NİKEL TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN ÜRETİMİNİN
İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mühendis Ümit KARTAL

KASIM 2013

TRABZON

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**NİKEL TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN ÜRETİMİNİN
İNCELENMESİ**

Met. ve Mlz. Müh. Ümit KARTAL

**Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde
"METALURJİ VE MALZEME YÜKSEK MÜHENDİSİ"
Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 23.09.2013
Tezin Savunma Tarihi : 14.11.2013**

Tez Danışmanı : Öğr. Gör. Dr. Tuna ARIN

Trabzon 2013

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında
Ümit KARTAL tarafından hazırlanan

**NİKEL TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN ÜRETİMİNİN
İNCELENMESİ**

başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 28 / 05 / 2013 gün ve 1507 sayılı
kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda
YÜKSEK LİSANS TEZİ
olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan : Prof. Dr. Gençaga PÜRÇEK

Üye : Doç. Dr. Bülent ÖZTÜRK

Üye : Öğr. Gör. Dr. Tuna ARIN

G. Pürçek
B. Öztürk
T. Arın

Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ
Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

İmplant üretim sektörü ülkemizde yeterli teknik bilgiye ulaşılması ile katma değeri çok yüksek bir sektör olacağına inanmaktayım. Özellikle titanyum ve alaşımlarının hammadde olarak üretiminin artması ve maliyetlerin düşürülmesi ile daha geniş bir sektör haline gelebilecektir. Tıp alanında gelişmekte olan NiTi şekil bellekli alaşımların üretiminin incelenmesi açısından bu tez amaçlanmıştır. Bu çalışmaların yürütülmesinde ve bana manevi desteğini esirgemeyen değerli hocam Dr. Tuna ARIN'a teşekkür ederim.

Üretilen nikel-titanyum alaşımların tel erozyonla kesilmesinde yardımlarından dolayı Doç. Dr. Gençğa PÜRÇEK'e teşekkür ederim.

DSC analizlerinin yapılmasını sağlayan DSİ TAKK dairesi başkanlığı çalışanlarına teşekkür ederim.

Hayatta hiçbir zaman benden desteğini esirgemeyen Sevgili Eşim Burcu KARTAL'a ve Biricik Kızım Şevval KARTAL'a teşekkür ederim.

Bu çalışma BAP 2010.112.010.2 kodlu "Biyo Mühendislik Alanında Kullanılan Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşımların Üretimi ve Prosesin Modellenmesi" projesi kapsamında üretilmiştir.

Ümit KARTAL
Trabzon 2013

TEZ BEYANNAMESİ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Nikel Titanyum Şekil Bellekli Alaşımların Üretimine İncelenmesi” başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Dr. Tuna ARIN’ın sorumluluğunda tamamladığımı, verileri kendim topladığımı, deneyleri ilgili laboratuvarlarda yaptığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 14/11/2013

Ümit KARTAL

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ	III
TEZ BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER	V
ÖZET	VII
SUMMARY	VIII
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	IX
TABLolar DİZİNİ.....	XI
SEMBOLLER DİZİNİ	XII
1. GİRİŞ	1
2. ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN UYGULAMA ALANLARI.....	4
2.1. Tıp Alanında Kullanılan Malzemelerin Özellikleri.....	4
2.2. Endüstriyel Uygulamalar	7
3. ŞEKİL BELLEK OLAYI VE MEKANİZMASI	9
3.1. Martensitik Dönüşümün Kristalografisi	10
3.2. Martensitik Dönüşümün Termodinamiği	18
3.3. Süper Plastiklik	20
3.4. Şekil Bellek Isıl İşlem Çevrim Sayısının ŞBA Üzerindeki Etkisi	21
3.5. Alaşımın Faz Diyagramı	24
3.6. NiTi Şekil Bellekli Alaşımların Genel Fiziksel ve Mekanik Özellikleri	26
3.7. Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşımların Farklı Sıcaklıklardaki Gerilme – Birim Şekil Değiştirme Diyagramları	26
3.8. Alaşımdaki Nikel Oranının Martensitik Dönüşüm Sıcaklığına Etkisi	27
3.9. Katkı Elementlerinin TiNi Alaşımlarındaki Faz Dönüşümlerine Etkileri	30
4. ÜRETİM TEKNİĞİ.....	32
4.1. Ergitme	32
4.2. Nitinol Alaşımının Plastik Deformasyon ile Şekillendirilmesi	33
4.3. Şekil Bellek Etkisinin Isıl İşleme Sağlanması	33
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	35
5.1. Şarj Oranının Ayarlanması	35
5.2. Ergitme	35

5.3.	Numunelerin Hazırlanması	38
5.4.	Çözeltiye Alma	40
5.5.	Sertlik Analizi	40
5.6.	Şekil Bellek Isıl Eğitimi	41
5.7.	EDS Analizi	42
5.8.	DSC Analizi.....	42
6.	SONUÇLAR.....	44
6.1.	Ergitme	44
6.2.	Çözeltiye Alma	44
6.3.	Şekil Bellek Isıl Eğitimi	46
6.4.	EDS Analizi	48
6.5.	DSC Analizi.....	48
7.	TARTIŞMA VE ÖNERİLER.....	51
8.	KAYNAKLAR	53
ÖZGEÇMİŞ		

Yüksek Lisans Tezi

ÖZET

NİKEL TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN ÜRETİMİNİN
İNCELENMESİ

Ümit KARTAL

Karadeniz Teknik Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Tuna ARIN

2013, 56 Sayfa

Bu çalışmada nikel-titanyum şekil bellekli alaşımın üretimi incelenmiştir. Alaşım içeriği atomik olarak %50 Nikel, %50 Titanyum oranına ayarlanmış ve ergime yapılmıştır. Ergitme işlemi vakum indüksiyon ocağında yapılmıştır. Ergitme sonucunda üretilen alaşımın sertlik ve mikro yapı analizi yapılmıştır. Ergitme sonucunda elde edilen alaşım tel erozyon cihazı ile 1mm kalınlığında kesilmiştir. Kesilen numunelere atmosfer kontrollü ısıtma işlemi fırınında argon atmosferin çözeltiye alma ısıtma işlemi yapılmıştır. Çözeltiye alma ısıtma işlemi sonrasında numunelere sertlik ve mikro yapı analizi yapılmıştır. Çözeltiye alma ısıtma işlemi en uygun sıcaklık zaman kombinasyonu olarak 1 mm kalınlığında numune için 850°C de bir saat tavlama sonucu en uygun sertliğin yakalandığı kombinasyon olarak bulunmuştur. Numuneler dikey tip atmosfer kontrollü fırında argon atmosferinde 500°C 'de 15 dakika tavlansak şekil bellek ısıtma işlemine tabi tutulmuş ve 1-10-25 ısıtma çevrim yapılarak mikro yapıları incelenmiştir. Numunelerin EDS analizi yapılmıştır bulunan sonuçlar ağırlıkça %39,955 Ti, %60,004 Ni, %0,05 C'dir. Ardından numune DSC analizine tabi tutularak M_s, M_f, A_s, A_f dönüşüm sıcaklıkları tespit edilmiştir. Bu dönüşüm sıcaklıkları 1 ısıtma işlemi için $M_s=16,50$ °C, $M_f=69,36$ °C, $A_s=43,63$ °C, $A_f=104,52$ °C, 10 ısıtma işlemi için $M_s=22,33$ °C, $M_f=56,89$ °C, $A_s=48,63$ °C, $A_f=97,40$ °C, 25 ısıtma işlemi için $M_s=28,11$ °C, $M_f=59,40$ °C, $A_s=44,77$ °C, $A_f=92,93$ °C olarak bulunmuştur.

Anahtar Kelimeler: Şekil Bellekli Alaşım, Ni-Ti Alaşımı, Şekil Bellek Eğitimi

Master Thesis

SUMMARY

EXAMINATION OF THE PRODUCTION OF NICKEL TITANIUM SHAPE MEMORY ALLOYS

Ümit KARTAL

Karadeniz Technical University
Institute of Science
Department of Metallurgy and Material Engineering
Supervisor: Dr. Tuna ARIN
2013, 56 Pages

In this study, with the aim of examination of the production of nickel-titanium shape memory alloy. Material content is adjusted atomically %50 Nickel %50 Titanium. Melting process was applied in vacuum induction furnace and then analyzed of alloy's hardness and micro structure. After the melting process alloy was cut 1 mm thickness with EDM device. Nickel-titanium alloys samples were subjected for solution heat treated in the argon atmosphere in atmosphere controlled heat treatment furnace. Hardness and micro structure analysis was applied to samples after solution treated heat treatment. 1 hour heat treatment at 850°C is ideal combination for get suitable hardness. Samples were subject to shape memory heat treatment for 15 minutes at 500°C in a vertical type atmosphere controlled furnace and 1-10-25 heat treatment cycles was applied in order to examine the micro structures and hardness. After the EDS analysis was applied to the samples, the found results (in terms of weight) were 39.955% Ti, 60.004% Ni, 0.05% C. Afterwards the sample was subject to DSC analysis in order to determine the M_s , M_f , A_s , A_f transformation temperatures. These transformation temperatures are; for 1 cycle shape memory heat treatment $M_s=16,50$ °C, $M_f=69,36$ °C , $A_s=43,63$ °C , $A_f=104,52$ °C , for 10 cycle shape memory heat treatment $M_s=22,33$ °C, $M_f=56,89$ °C, $A_s=48,63$ °C , $A_f=97,40$ °C, for 25 cycle shape memory heat treatment $M_s=28,11$ °C, $M_f=59,40$ °C, $A_s=44,77$ °C , $A_f=92,93$ °C.

Key words: Shape memory alloys, Ni-Ti alloy, Shape memory heat treatment

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 1.1.	Aktivasyon enerji yoğunluğu diyagramı farklı aktivasyon gerilmesi ve gerinimini gösteren malzemeler 2
Şekil 1.2.	Farklı malzemelerin aktivasyon frekansı ve aktivasyon enerji yoğunluğu arasındaki diyagram 2
Şekil 2.1.	Damar tıkanıklığında kullanılan NiTi stent 4
Şekil 2.2.	Tıkanık olan damarın NiTi stentle açılması 5
Şekil 2.3.	Beyin cerrahinde NiTi şekil bellekli spatulanın kullanılışı 5
Şekil 2.4.	Beyin cerrahinde kullanılan NiTi şekil bellekli spatula 6
Şekil 2.5.	Kemik birleştirme 6
Şekil 2.6.	Robot eller 7
Şekil 2.7.	Çıkış sıcaklığı ayarlanabilir valf 7
Şekil 2.8.	Türbin kanatlarında kullanılan şekil bellekli alaşımdan elektrik devre anahtarı 8
Şekil 2.9.	Otomatik yağ seviyesi ayarlama parçası 8
Şekil 3.1.	Gerilme etkisi olmadan sıcaklığın ŞBA üzerindeki etkisi 10
Şekil 3.2.	Bain dönüşümü a) fcc birim hücresi b) dönüşüm sonrası oluşan bct birim hücresi 11
Şekil 3.3.	Şekil bellekli alaşımlarda martenzitik faz dönüşümü 12
Şekil 3.4.	Şekil bellek alaşımlarda tek yönlü şekil bellek davranışı (TYD) 13
Şekil 3.5.	Şekil bellekli alaşımlarda çift yönlü şekil bellek davranışı (ÇYD) 14
Şekil 3.6.	Gerilmenin ŞBA üzerindeki etkisi 15
Şekil 3.7.	Gerilme ardından sıcaklığın ŞBA üzerindeki etkisi 15
Şekil 3.8.	Gerilmenin faz dönüşüm sıcaklıkları üzerindeki etkisi 16
Şekil 3.9.	Süper plastik özellik uygulama şekli 16
Şekil 3.10.	Gerilme ve sıcaklığın faz dönüşüm sıcaklıkları üzerindeki etkisi 17
Şekil 3.11.	Gerilme-Gerinim-Sıcaklığın NiTi ŞBA alaşımlarındaki etkisi 17
Şekil 3.12.	ŞBA ısıtma sistemi 18
Şekil 3.13.	Östenit ve martensit fazın kimyasal serbest enerjilerinin sıcaklık martensit dönüşümüyle ilişkisi 19
Şekil 3.14.	Tipik bir ŞBA gerilme-gerinim diyagramı 21
Şekil 3.15.	Histerisisin şekil bellek ısıl işlem çevrim sayısı ile değişmesi 22

Şekil 3.16.	Farklı kompozisyonlardaki Ni-Ti şekil bellekli alaşımının gerilme-gerinim diyagramları	23
Şekil 3.17.	Sıcaklığın gerilme-gerinim diyagramına etkisi	24
Şekil 3.18.	İkili NiTi alaşımının faz diyagramı	25
Şekil 3.19.	NiTi alaşımların gerilme – birim şekil değiştirme diyagramları	27
Şekil 3.20.	NiTi alaşımların M_s sıcaklığının karşılaştırılması	28
Şekil 3.21.	Katkı elementlerinin alaşımın M_s sıcaklığına etkisi	31
Şekil 4.1.	NiTi şekil bellekli alaşım üretim şeması	34
Şekil 5.1.	Ergitme işleminde kullanılan grafit pota.....	36
Şekil 5.2.	İndüksiyon vakum ergitme ocağı.....	37
Şekil 5.3.	Ergitme işlemi sonucunda elde edilen numunenin ikiye kesilmesi ile elde edilen numune	38
Şekil 5.4.	Tel erozyon cihazında kesme işlemi yapıldıktan sonra numune şekilleri ...	39
Şekil 5.5.	Mikro yapı analizi için soğuk reçine ile kalıplanmış numune	39
Şekil 5.6.	Vickers sertlik ölçüm cihazı	40
Şekil 5.7.	Atmosfer kontrollü ve su verme hazneli ısıl işlem fırını	41
Şekil 5.8.	DSC cihazı	42
Şekil 5.9.	DSC analizi için alınan numune	43
Şekil 6.1.	Çözeltiyeye alma ısıl işlemi sonrası mikro yapı	45
Şekil 6.2.	1 ısıl işlem çevrimi sonundaki dağlanmış mikro yapı	46
Şekil 6.3.	10 ısıl işlem çevrimi sonundaki dağlanmış mikro yapı	47
Şekil 6.4.	25 ısıl işlem çevrimi sonundaki dağlanmış mikro yapı	47
Şekil 6.5.	NiTi alaşımının EDS sonucu grafiksel olarak gösterilişi	48
Şekil 6.6.	NiTi alaşımının 1 ısıl işlem çevrimi sonundaki DSC analizi	49
Şekil 6.7.	NiTi alaşımının 10 ısıl işlem çevrimi sonundaki DSC analizi	49
Şekil 6.8.	NiTi alaşımının 25 ısıl işlem çevrimi sonundaki DSC analizi	50

TABLolar DİZİNİ

Sayfa No.

Tablo 3.1.	Nikel ve bakır esaslı şekil bellekli alaşımların karşılaştırılması	26
Tablo 3.2.	Hava ortamında su vermenin dönüşüm sıcaklıklarına etkisi	29
Tablo 3.3.	Su ortamında su vermenin dönüşüm sıcaklıklarına etkisi	29
Tablo 3.4.	Ağırlıkça %Ni oranının dönüşüm sıcaklıklarına etkisi	30
Tablo 6.1.	1. ve 2. ergitmeler sonrası sertlik değerleri	44
Tablo 6.2.	850°C ve 1050°C sıcaklıklarında 1 ve 2 saat tavlama sonucu sertlik değerleri	45
Tablo 6.3.	Şekil bellek ısıl çevrim sayısının sertlik üzerindeki etkisi	46
Tablo 6.4.	NiTi ağırlıkça kimyasal analiz oranları.....	48
Tablo 6.5.	1 ısıl işlem çevrimi sonundaki faz dönüşüm sıcaklıkları	49
Tablo 6.6.	10 ısıl işlem çevrimi sonundaki faz dönüşüm sıcaklıkları	49
Tablo 6.7.	25 ısıl işlem çevrimi sonundaki faz dönüşüm sıcaklıkları	50

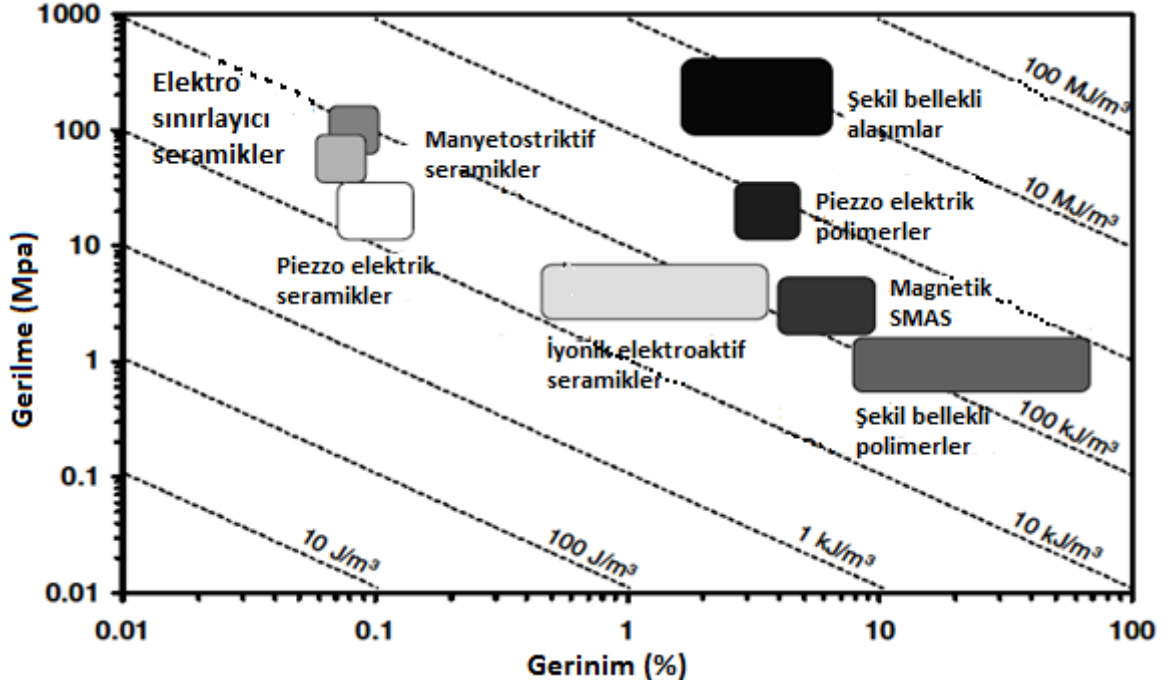
SEMBOLLER DİZİNİ

a_0	: Östenit Yapının Örgü Parametresi
A_f	: Östenit Bitiş Sıcaklığı
A_s	: Östenit Başlangıç Sıcaklığı
YMK	: Yüzey Merkezli Kübik Yapı
HMT	: Hacim Merkezli Tetragonal Yapı
ÇYD	: Çift Yönlü Şekil Bellek Davranışı
DSC	: Diferansiyel Tarama Kalorimetresi
E_a	: Aktivasyon Enerjisi
YMK	: Yüzey Merkezli Kübik Yapı
YMT	: Yüzey Merkezli Tetragonal Yapı
M_d	: Gerilme Esaslı Martenzit Başlangıç Sıcaklığı
M_f	: Martenzit Bitiş Sıcaklığı
M_s	: Martenzit Başlangıç Sıcaklığı
R	: Gaz Sabiti
ŞBA	: Şekil Bellekli Alaşım
ŞBÖ	: Şekil Bellek Özelliği
T_0	: Denge Sıcaklığı
T_x	: DSC Eğrisinden Elde Edilen Östenit Dönüşüm Değeri
TYD	: Tek Yönlü Şekil Bellek Davranışı
β	: Isıtma Hızı
$\Delta H_{A \rightarrow M}$: Östenit-Martensit entalpi Değişimi
$\Delta H_{M \rightarrow A}$: Martensit-Östenit entalpi Değişimi
$\Delta S_{A \rightarrow M}$: Östenit-Martensit entropi Değişimi
$\Delta S_{M \rightarrow A}$: Martensit-Östenit entropi Değişimi
θ	: Difraksiyon Açısı

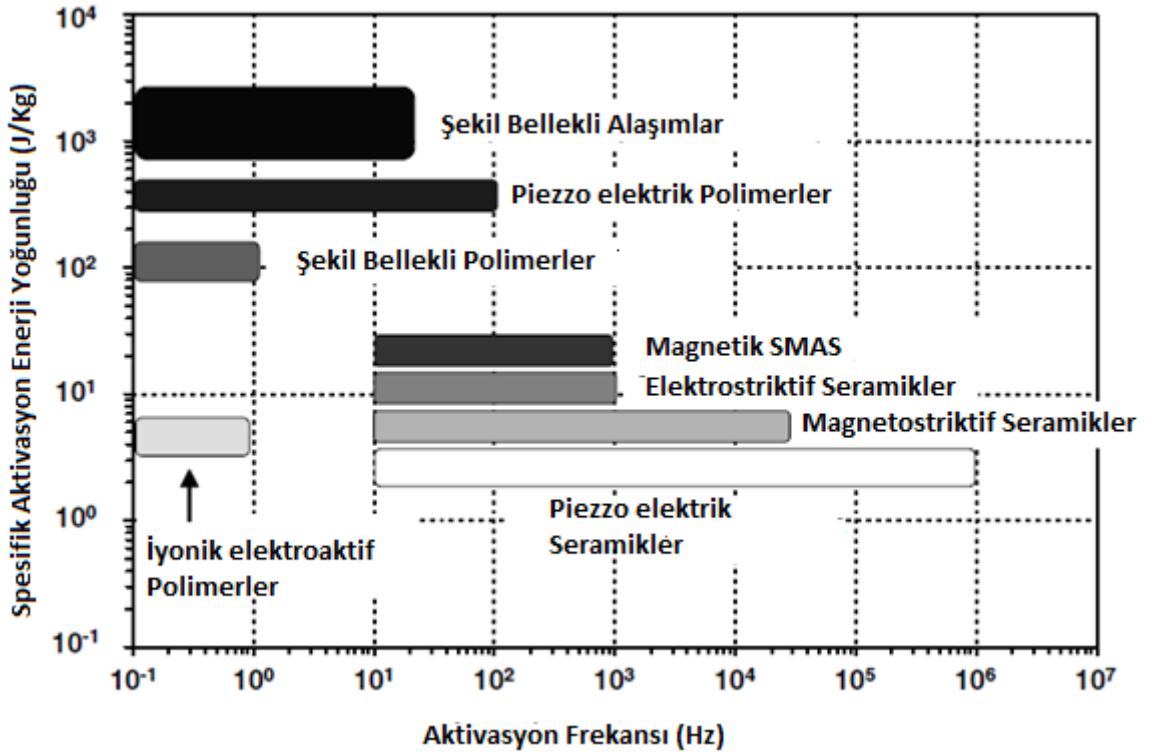
1. GİRİŞ

Malzeme mühendisliği biliminde önemli yere sahip olan martensitik faz dönüşümü ilk defa A. Martens çalışmaları sayesinde bulunmuştur. Dönüşümün temelinde “östenit” fazı olarak bilinen fazın kristal yapısının dışarıdan sıcaklık, deformasyon ya da her ikisinin birlikte uygulanmasıyla kristal yapının martensite dönüşmesiyle gerçekleşir. Martensit dönüşümleri de difüzyon mekanizması görülmez. Martensitik dönüşümler termoelastik ve termoelastik olmayan dönüşümler olarak iki kısma ayrılır [1].

Bazı alaşımların, sıcaklığın ve gerilimin etkisinde elastik davranıştan daha fazla oranda şekil değiştirmesinin farkına varılmasıyla, popüler hale gelmiş ve çalışmalar artarak devam etmiştir. Şekil 1.1 de farklı malzemelerin gerilme-gerinim grafikleri görülmektedir. İlk araştırmalar kapsamında altın-kadmiyum (AuCd) alaşımında yapılan ısıtma işlem çevrimlerinden sonra göze çarpan büyük oranda şekil değişiminin incelenmesi ile meydana gelen şekil değişiminin belli sıcaklık aralıklarında olduğu görülmüştür. Bu özellik zamanla diğer alaşımlarda, özellikle bakır ve nikel içeren ısıtma işlem görmüş alaşımlarda ve en fazla da nikel-titanyum alaşımlarında görülmüştür. Bu alaşımlara yüksek miktarda plastik deformasyon uygulandığında, alaşımın belirli bir sıcaklığın üstüne ısıtılmasıyla ilk şekline geri dönmesi, şekil bellek etkisini gözler önüne sermiştir. Şekil bellekli alaşımların en spesifik özelliği, faz dönüşüm sıcaklığının altında ve üstünde şekil değiştirebilmeleridir [2].



Şekil 1.1. Aktivasyon enerji yoğunluğu diyagramı farklı aktivasyon gerilmesi ve gerinimini gösteren malzemeler [2]



Şekil 1.2. Farklı malzemelerin aktivasyon frekansı ve aktivasyon enerji yoğunluğu arasındaki diyagram [2]

Atomlar kristal yapı içinde çok az yer deęiřtirirler fakat bütün yapının hacimsel biçimde aynı yönde taşınması ile makroskopik anlamda bir şekil deęiřimi meydana gelir. Bu olay dięer alařımların veya elementlerin şekil deęiřimi prensibinden çok farklıdır. Yapılan çalışmalarda şekil bellek etkisi gösteren alařımların varlığı bilinmektedir. Şekil bellekli alařımlar arasında öne çıkanlar NiTi alařımları ve Cu esaslı Ni alařımlarıdır.

Şekil Bellekli Alařımlar (ŞBA), 1950 ve 1970'lerde Ni ve Cu içeren şekil bellekli alařımların bulunmasına kadar pratikte uygulanabilir bir sektör oluşturmamıştır. Endüstriyel anlamda gelişmesi alařımın fiziksel ve mekanik yönlerinin iyileştirilmesi ile uygulama alanı bulmuştur. ŞBA, tıp alanında ortodontik diş telleri, endodontik uygulamalarda kullanılan aletler, damar tıkanıklıklarının giderilmesinde kullanılan stentler, ortopedik kemik bağlantı aparatları, robot teknolojisi, uzayda kullanılan araçları, kuvvet sönümlenme parçaları, elektrik bağlantısı ve ince film uygulamaları, mikro anlamda elektro ve mekanik sistemler için geniş uygulama alanları bulmuştur.

Birden çok ekseninde gerilme altında NiTi şekil bellekli alařımın faz dönüşümünde genellikle stabil olmayan mekanik ve spesifik yayınmalar görülür. Şekil bellek etkisi dengesiz plastik deformasyon ve sıcaklık dataları yolu ile karakterize edilir [3].

ŞBA, gerilim meydana getiren martenzitik dönüşüm ve uzama meydana getiren martenzitin yeniden şekil deęiřtirmesi sonucu oluşan yüksek kuvvet sönümlenme kapasitesine sahiptir [4]. Eğer ŞBA, bir sinyal cihazının bir parçası olarak, bir robot ya da katı hal ısı makinesinde kullanılıyorsa, ŞBA'ların yorulma sınırı bu aygıtların uygulanmasında önemli bir problem haline gelir. NiTi şekil bellekli alařımlarda yorulma sınırı, tane boyutu küçüldükçe artar. Bazı uygulamalarda yorulma sınırı doğrudan verilemez [5]:

- Isıl valflerinde 10^4
- Ortodonti alanında 10^5
- Robot el tutucular için 10^6
- Sönümleyici sisteminde 10^8

2. ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARIN UYGULAMA ALANLARI

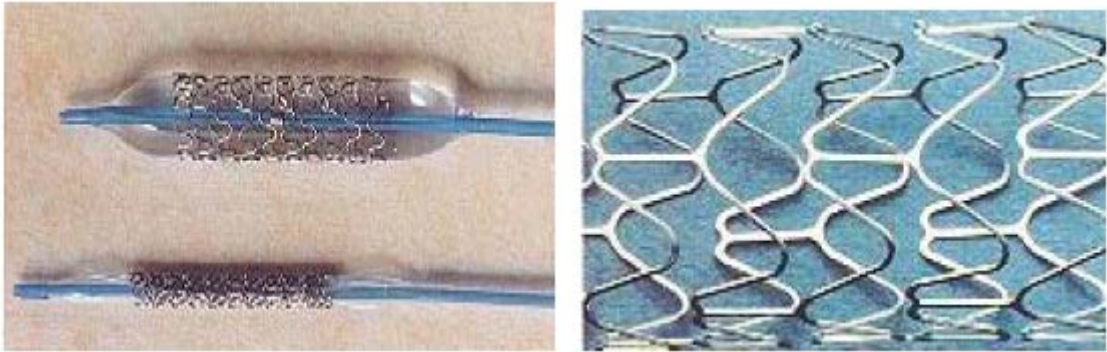
2.1. Tıp Alanında Kullanılan Malzemelerin Özellikleri

Ortodontide kullanılan malzemelerin mekanik ve yüzey özellikleri klinisyenler için önemlidir. Ayrıca ortodontik tellerin ısıl özellikleri de ısı ile aktive olan tellerin gelişimi ile birlikte önemini arttırmaktadır. Araştırmacılar tellerin mekanik ve yüzey özelliklerinin yanı sıra atomik yapılarını ve ısıl özelliklerini de incelemişlerdir.

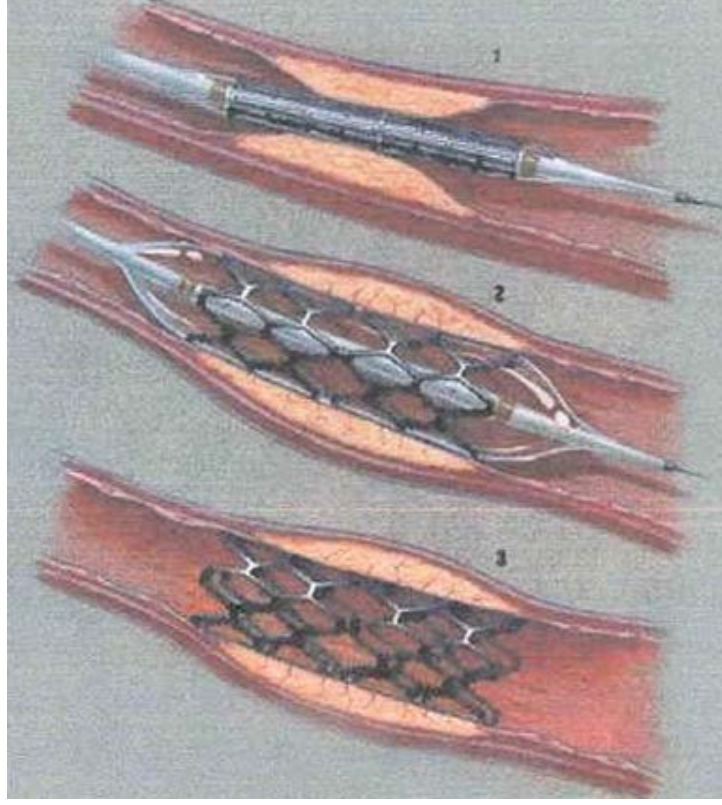
Günümüzde ortodontik tedavide çok farklı tel alaşımları kullanılmaktadır. Ortodontist bu teller arasında seçim yaparken birçok faktörü göz önünde bulundurur. Tel seçiminde önemli faktörlerden bazıları; uygulanacak kuvvetin miktarı, telin elastikiyeti, çalışma aralığı ve şekil verilebilirliğidir [5].

Bir malzemeye kuvvet veya yük üç şekilde uygulanmaktadır: Germe, sıkıştırma veya sıyrılma. Bu şekillerin herhangi birinde etkiyen kuvvet sonucunda atomların değişmesinden dolayı malzemede bir stres oluşur, şekil değişikliği meydana gelir. Eğer uygulanan kuvvet malzemenin elastik limitleri içindeyse kuvvet kalktığında malzeme eski haline döner. Kuvvet uygulanmaya devam ederse malzemede kalıcı değişiklik oluşur [5].

Nitinol şekil bellekli alaşımlarının tıpta kullanılan en önemli alanların başında kalp ve damar cerrahisi gelmektedir. Aşırı kolestrol nedeniyle tıkanan damarın içine şekilde görülen stentin takılmasıyla stent vücut sıcaklığına gelince genişler ve böylece damar yolu açılmış olur [6]. Şekil 2.1 de damar içine yerleştirilen stent görülmektedir.

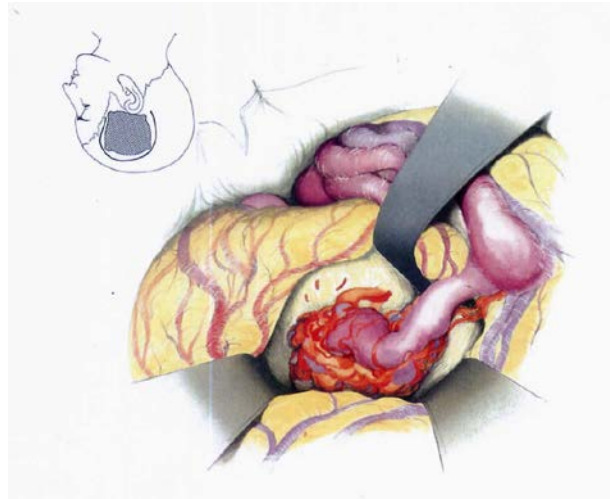


Şekil 2.1. Damar tıkanıklığında kullanılan NiTi stent [6]



Şekil 2.2. Tıkanık olan damarın NiTi stentle açılması [6]

Beyin cerrahinde beynin çeşitli loblarını incelemek için NiTi şekil bellekli spatula kullanılır. Spatula beyin lobuna sokulduğunda spatulanın uçları iç tarafa doğru kıvrılarak spatulanın beyni iyi bir şekilde kavramasını sağlar. Şekil 3.2 de beyin spatulasının uygulaması görülmektedir.

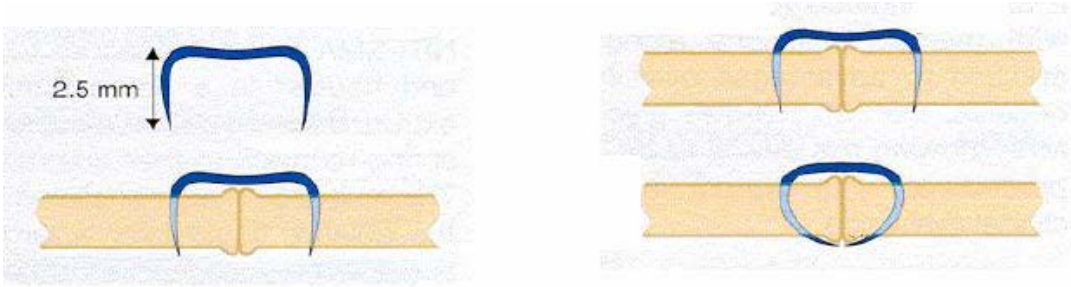


Şekil 2.3. Beyin cerrahinde NiTi şekil bellekli spatulanın kullanılışı [2]



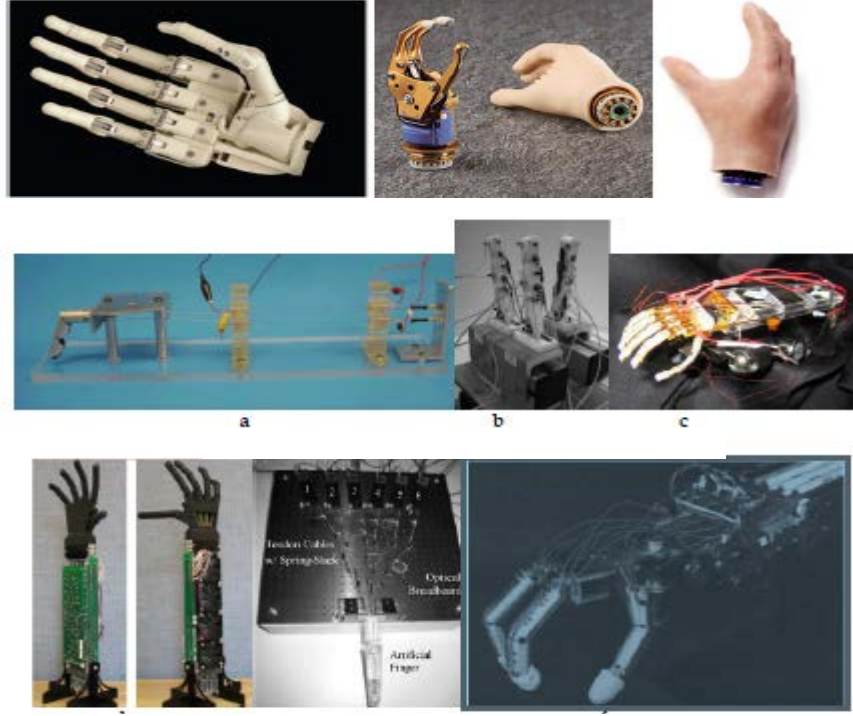
Şekil 2.4. Beyin cerrahinde kullanılan NiTi şekil bellekli spatula [2]

NiTi şekil bellekli alaşımları normal implant uygulamalarıyla birleştirilemeyecek kırık kemiklerin onarılmasında üstün özellikler sağlamaktadır. Kemiğe implantasyonu yapılan NiTi şekil bellekli alaşımı vücut sıcaklığında şekil değiştirerek kemikleri birbirine yaklaştırır böylece kemiklerin daha kısa sürede kaynamasını sağlar. Şekil 2.5 de kemik birleştirmenin şematik resmi görülmektedir.



Şekil 2.5. Kemik birleştirme [2]

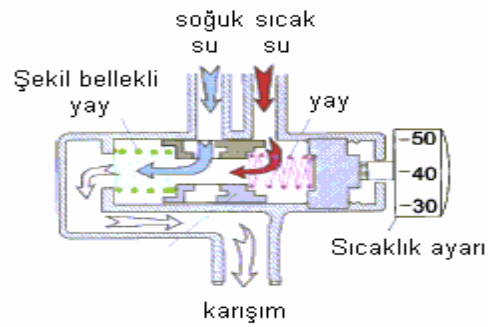
Ortopedi alanında ek olarak NiTi protez uygulamaları vardır. Burada el hareket ettirilmek istendiğinde NiTi tellere elektrik gerilimi uygulanır. Gerilim nedeniyle ısınan NiTi alaşım şekil değiştirir ve elleri kapatır bu sayede istenilen şey sıkıca kavranmış olur.



Şekil 2.6. Robot eller [2]

2.2. Endüstriyel Uygulamalar

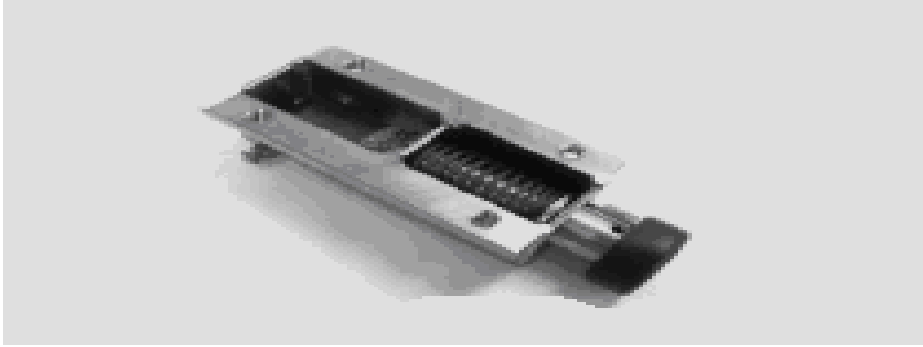
ŞBA 'lar endüstri alanında genellikle valflerde kullanılır. Valf içindeki sıvının sıcaklığı yükseldiğinde valfin içinde bulunan NiTi ŞBA yay soğutma suyu kanalını açar ve sıvının soğumasını sağlar. Daha sonra sıcaklık yeterli derecede düştükten sonra NiTi ŞBA eski şekline dönerek soğutma suyu akışını keser. Şekil 2.7 de çalışma mekanizması görülmektedir.



Şekil 2.7. Çıkış sıcaklığı ayarlanabilir valf [2]



Şekil 2.8. Türbin kanatlarında kullanılan şekil bellekli alaşımdan elektronik devre anahtarı [2]

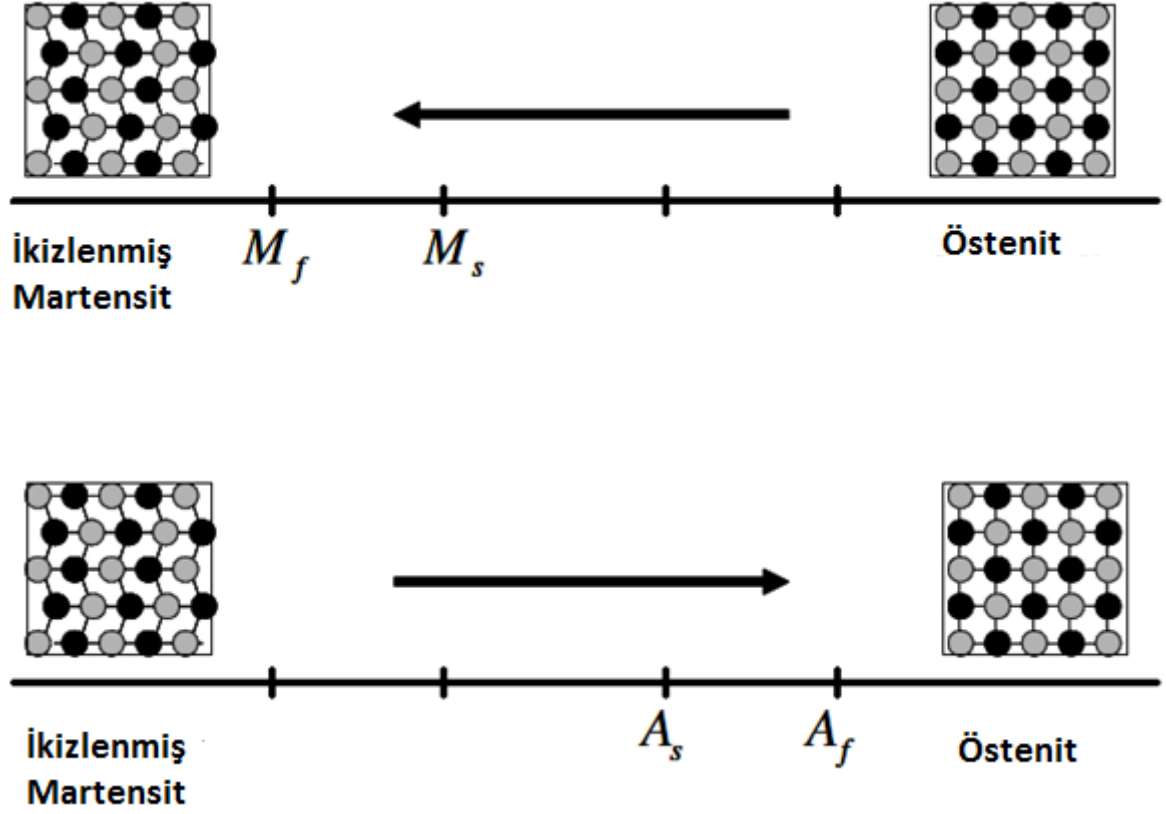


Şekil 2.9. Otomatik yağ seviyesi ayarlama parçası [2]

3. ŐEKİL BELLEK OLAYI VE MEKANİZMASI

Őekil bellek etkisi, malzemenin M_f sıcaklığının altında deforme edilip A_f sıcaklığında deformasyon öncesi şekline dönebilmesine denir. Őekil bellek etkisi alařımın termoelastik dönüşüm sergileyebilmesi ile ilgilidir. Termoelastik dönüşümlerde sadece orijinal kristal yapı ve yönelimi eski halini almakla kalmayıp mikro yapı da eski halini hatırlar [1].

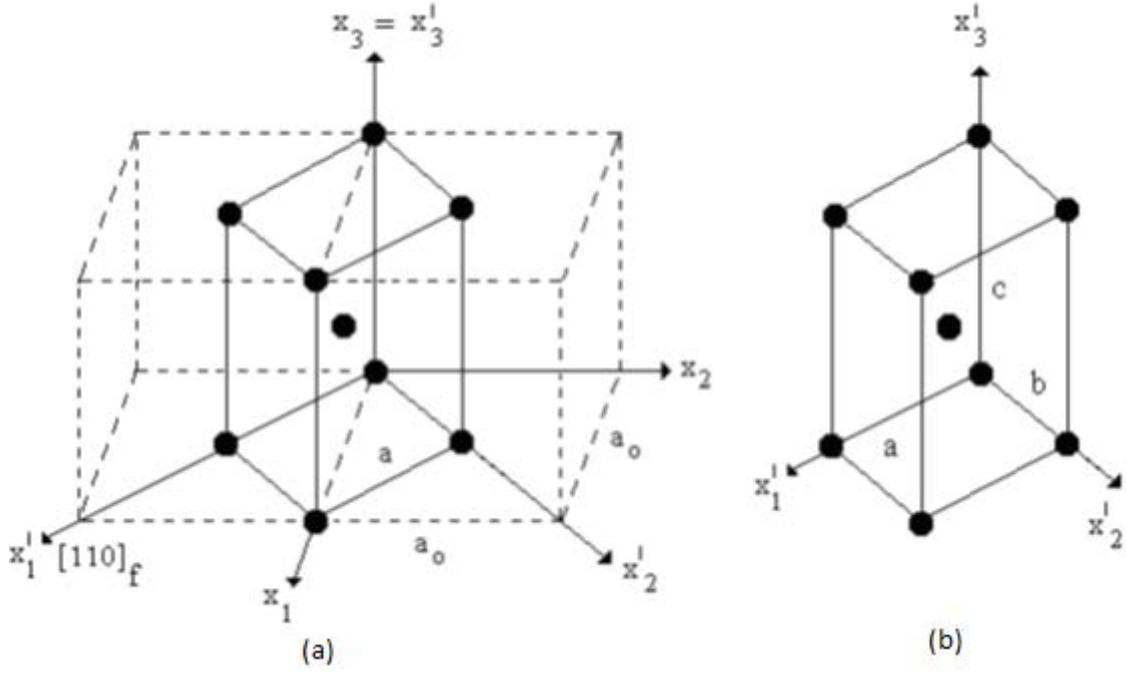
Bu tür dönüşümlerde, sıcaklık düşürüldükçe martensit plakaları oluşup büyürler. Bu plakalar soğutma işleminin devam etmesiyle birbirlerine ya da tane sınırına ulařıncaya kadar büyümeye devam ederler. Sıcaklık yükseltildiğinde ise ara yüzeyin geri hareketiyle martensitik oluşumlar büzülerek ana faza dönüşür. Őekil hatırlama olayı gözlenmeyen martensitik dönüşümlerde ise soğutma sırasında oluşan martensit plakaların büyüme yüzdesi sınırlıdır. Oluşan bu martensit plakalar yapı içinde sabitlenmiş olarak kalır [7]. Malzeme ısıtılsa dahi oluşan plakalar östenit faza dönüşemez. Őekil hatırlamanın gözlenebilmesi için dönüşüm yüzdesinin yüksek olması gereklidir. Sonuç olarak termo elastik dönüşüm sergilemeyen bu tür malzemeler Őekil bellek etkisi gösteremez [8]. Őekil bellekli alařımlar martensit fazında deformasyona uğrar ise belli bir sıcaklığa kadar deforme edilmiş şekillerinde kalırlar. Malzeme östenit fazına geldiğinde deformasyon etkisini kaybeder. Alařım östenit haldeki ilk şekline geri döner [9]. Bu mekanizma Őekil 3.1.'de şematik olarak gösterilmiştir [10].



Şekil 3.1. Gerilme etkisi olmadan sıcaklığın ŞBA üzerindeki etkisi [10]

3.1.Martensitik Dönüşümün Kristalografisi

Atomların kristal düzlemlerine göre ilk Östenit-martensit faz dönüşüm teorisi, 1924'te Bain tarafından ortaya atılmıştır [11]. Bain'in ileri sürdüğü YMK yapıdan HMT yapıya dönüşüm Şekil 3.2.'de yer almaktadır. Şekil 3.2.(a), iki YMK birim hücrelerini göstermektedir ve eksenler, temel eksen seçilen X_3 eksenini etrafında 45° döndürülerek HMT (hacim merkezli tetragonal) hücre elde edilmiştir. Elde edilen HMT birim hücresi Şekil 3.2.(b)'de verilmiştir [7].



Şekil 3.2. Bain dönüşümü a) YMK birim hücresi b) dönüşüm sonrası oluşan HMT birim hücresi [7]

Burada YMK örgünün örgü parametresi bct örgüsüne Eşitlik 3.1 ve Eşitlik 3.2'deki oranlarla bağlıdır. Eşitliklerdeki a_0 ; östenit (YMK) örgünün örgü parametresi olmak üzere;

$$a_0 + a_0 = (2a)^2 \quad (3.1)$$

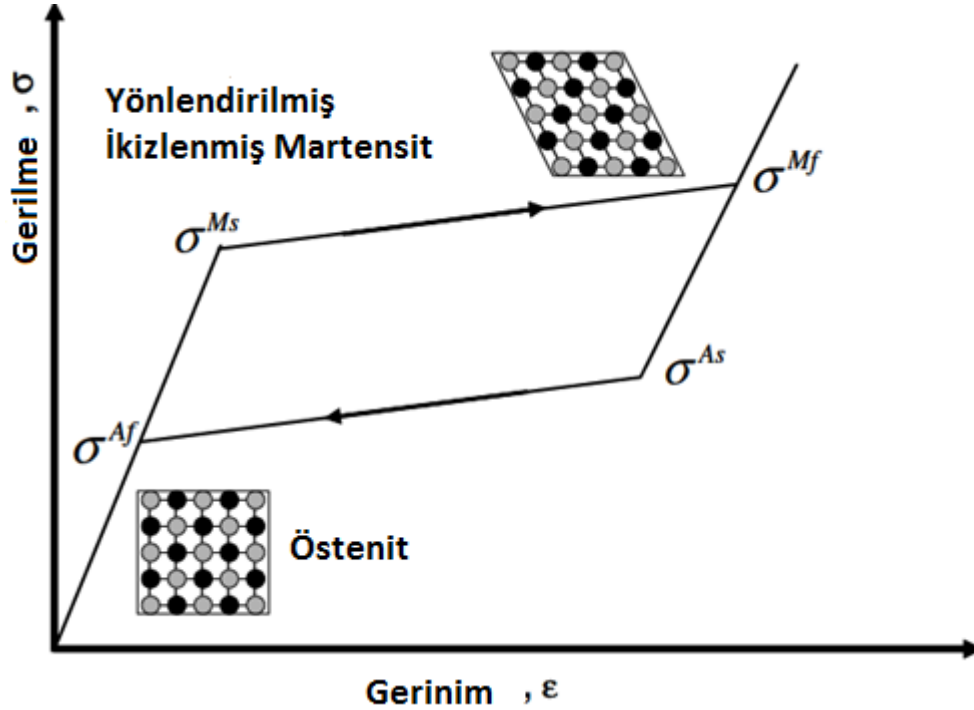
$$a = b = a_0/\sqrt{2}, \quad c = a_0 \quad (3.2)$$

Eşitlik 3.1. ile elde edilen, YMK ve HMT yapılarının örgü parametreleri arasındaki Eşitlik 3.2. bağıntısına *Bain Uygunluğu* denir. Bu şekilde elde edilen örgü HMT'dir. HMK örgü elde etmek için HMT örgünün temel eksenlerden ($[001]$ doğrultusu gibi) biri boyunca sıkıştırılması gerekir. Bu durumda diğer iki eksen boyunca da genişleme olacaktır. X_3 eksenini ilk durumdan $\sim\%20$ kadar sıkıştır, X_1 ve X_2 de ilk durumdan $\sim\%12$ kadar açılırsa HMT, HMK'ya dönüşür. $HMT \rightarrow HMK$ dönüşümünü sağlayan bu deformasyona da Bain dönüşümü denir [1].

Martensitik dönüşümler katı hal yapısal değişimleridir. Bu dönüşümler, uzun mesafeli atomik yayılım içermeyen, kayma benzeri atomik yer değişimleri ile oluşan dönüşümlerdir. Bu tip dönüşümlerde atomlar koordineli olarak yer değiştirir, bu yer değişimi; Homojen kafes deformasyonu, atom düzenlenmeleri, homojen olmayan

deformasyon ve kafes düzenlenmelerinin birleşimidir. Kristal yapının çarpılması ile atomların organize hareketi, bir Bravais kafesini diğerine dönüştürür. Bain çarpılması olarak adlandırılan kristal yapı deformasyonu Şekil 3.2.'de verilmiştir [12].

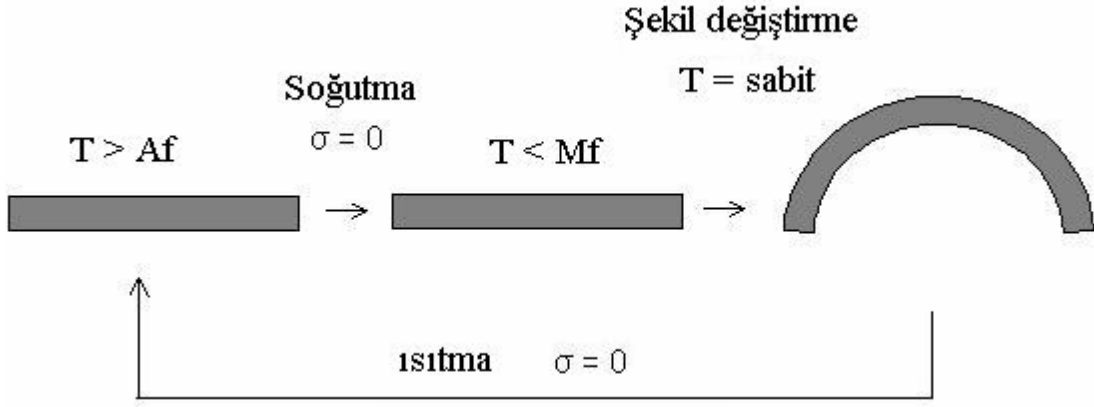
Faz dönüşümünün oluşturduğu çevrim olan martensit fazdan ana faza geçiş ve ana fazdan martensitik faza geçiş bir histerisis gösterecek şekilde farklı sıcaklıklarda oluşur. Her alaşımın gösterdiği histerisis farklıdır. Bu histerisis üzerinde sıcaklığın düşmesi ile martensitik yapının başlangıcı; M_s , tamamen martensitik dönüşümün gerçekleşmesi; M_f , sıcaklık artırıldığında ise östenitik yapının başlangıcı; A_s ve tamamen östenitik yapının elde edilmesi A_f ile gösterilmektedir. Yüksek sıcaklıktaki durumdan düşük sıcaklığa dönüşümde (martensitik dönüşüm) malzemenin, uzunluğu, hacmi ve elektriksel iletkenliği gibi birkaç özelliğinde değişiklikler meydana getirir [7]. Sıcaklık yükselince martensitten östenite geri dönüşüm meydana gelir, ancak bu dönüşümün gerçekleşmesi için sıcaklığın martensitik dönüşüm sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklıkta olması gerekir [13]. Dönüşüm sıcaklığındaki bir düzeyden diğer düzeye değişim sırasında oluşan bu farklılık "histerisis" olarak adlandırılır [14].



Şekil 3.3. Şekil bellekli alaşımlarda martensitik faz dönüşümü [10]

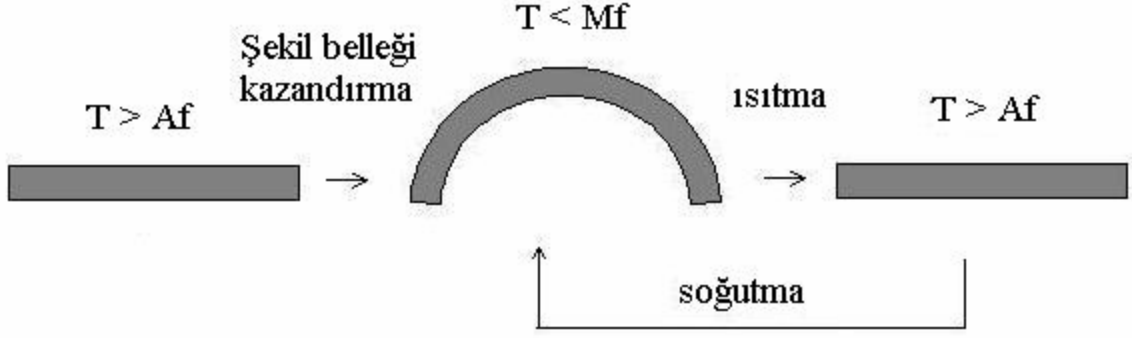
Östenit-martensit faz dönüşümünü şekil bellek etkisi yönünden iki eksenle bakabiliriz. Östenit fazdaki alaşımın sıcaklığı düştükçe, dışta bulunan hacmin şekli değişmeden iç yapısı martensite (Şekil 3.4.) dönüşür. Martensit fazdaki malzeme deforme edilirse malzemenin artan sıcaklıkla östenite dönüşebilmesi malzemenin östenit fazdaki şekline geri dönmesiyle mümkündür. Bu termo-mekanik özellik şekil hafıza özelliği olarak adlandırılır [15].

İlk olarak martensit faz halindeki NiTi alaşımını plastik deformasyona uğratılır. Ardından östenit sıcaklığının üzerine çıkarılarak östenit fazı elde edildiğinde, alaşım eski şekline geri döner.



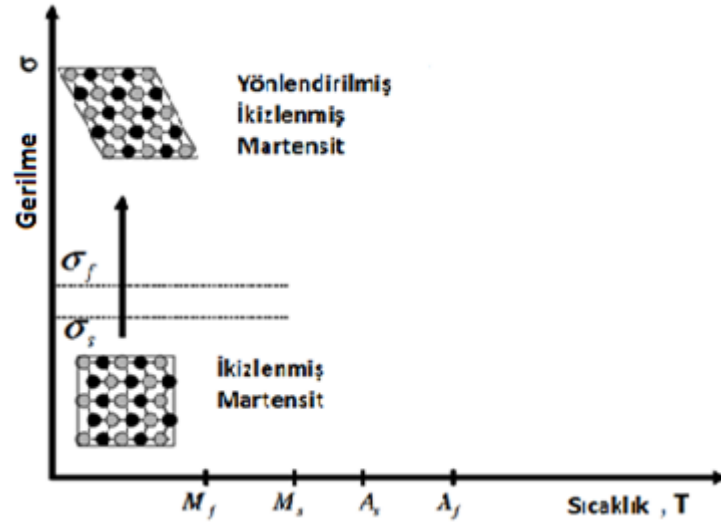
Şekil 3.4. Şekil bellek alaşımlarda tek yönlü şekil bellek davranışı (TYD) [15]

Şekil bellek özelliğinin görülebilmesi için deformasyonun dislokasyon kayması ile değil ikizlenme benzeri bir mekanizma ile olması gerekir. Martensit varyantları arasındaki ikizlenme ilişkisi plakalar arasındaki sınırların düşük enerjili ve hareketli olmasını sağlar. Malzeme gerilime maruz kaldığında plakaların rahatça kayabilmesi varyantların gerilime göre yeniden düzenlenmelerine olanak sağlar. Hareketli ikiz sınırlar sayesinde bütün varyantlar gerilime en uygun şekilde yönlendirilmiş varyantlara dönüşür. Çift Yönlü Şekil Bellek Davranışı (ÇYD) ise malzemenin yüksek ve düşük sıcaklık şekillerini dışarıdan uygulanacak bir gerilmeye ihtiyaç duymaksızın hatırlamasıdır [15].

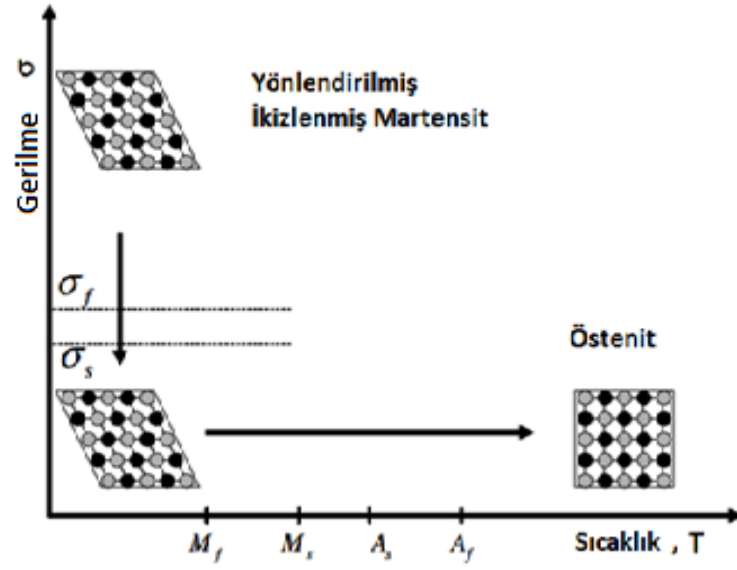


Şekil 3.5. Şekil bellekli alaşımlarda çift yönlü şekil bellek davranışı (ÇYD) [15]

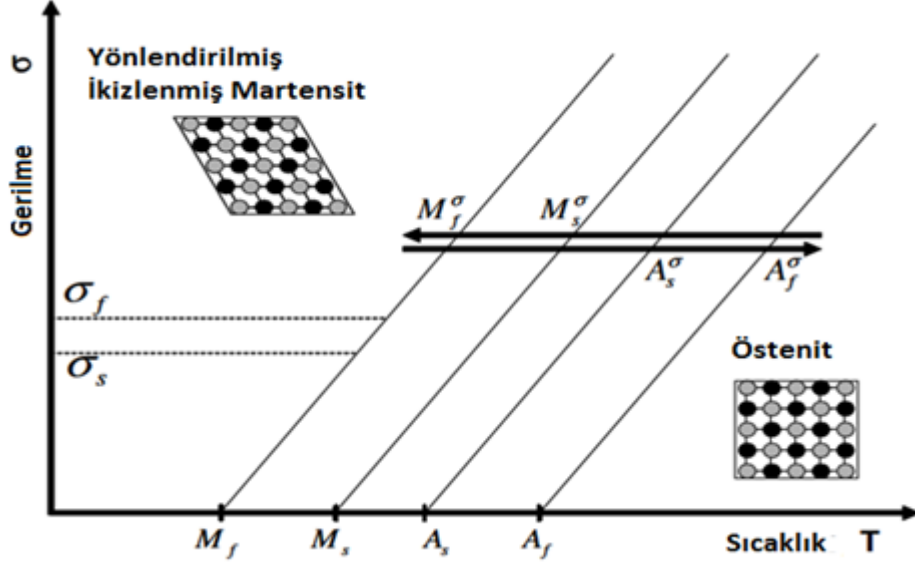
Bu özelliğin görülebilmesi için soğuma sırasında bazı martensit varyantların diğerlerine tercihen oluşması gerekmektedir. Alaşıma uygulanan ısı işlem sonucunda yapı içerisinde oluşan dislokasyonlar martensit plakaların kilitlenmesine sebep olurlar. Artan sıcaklıkla martensit fazı yok olurken, dislokasyonlar kaybolmazlar. Ardından yapılan su verme sırasında martensit plakaları dislokasyonların yapı içerisinde yarattığı gerilimi karşılayabilmek amacıyla yine aynı dizilimde oluşmayı tercih ederler. Termodinamik işlem süresince, alaşım şekil bellek eğitimi olarak bilinen ısı işlem çevrimine tabi tutulur. Bu ısı işlemler, istenen şekle ulaşmak için, alaşıma uygulanan deformasyon geriliminin kaldırılması, alaşımın dönüşüm sıcaklığı üzerine ısıtılması ve soğutulması işlemlerinden oluşur [15]. Isıl işlemler sırasında oluşan intermetalik çökeltilerin çift yönlü şekil belleğinin oluşmasında büyük önemi bulunmaktadır [16]. Şekil 3.6, 3.7, 3.8, 3.9, 3.10, 3.11 de gerilmenin ve sıcaklığın malzemenin kafes yapısı üzerindeki etkisi görülmektedir.



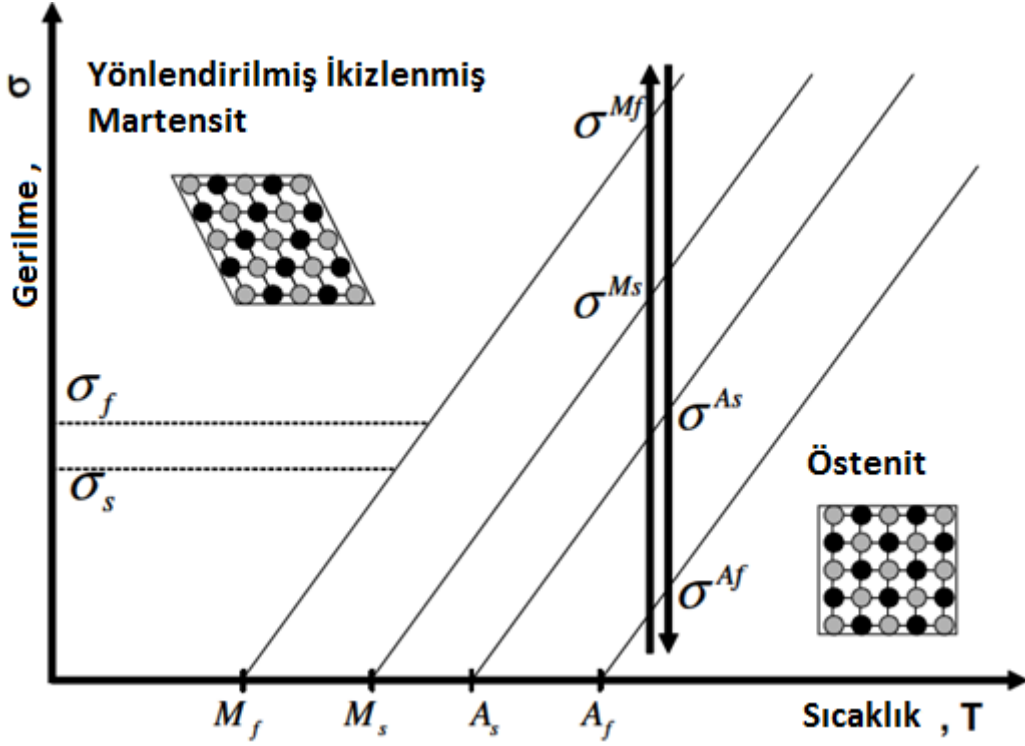
Şekil 3.6. Gerilmenin ŞBA üzerindeki etkisi [10]



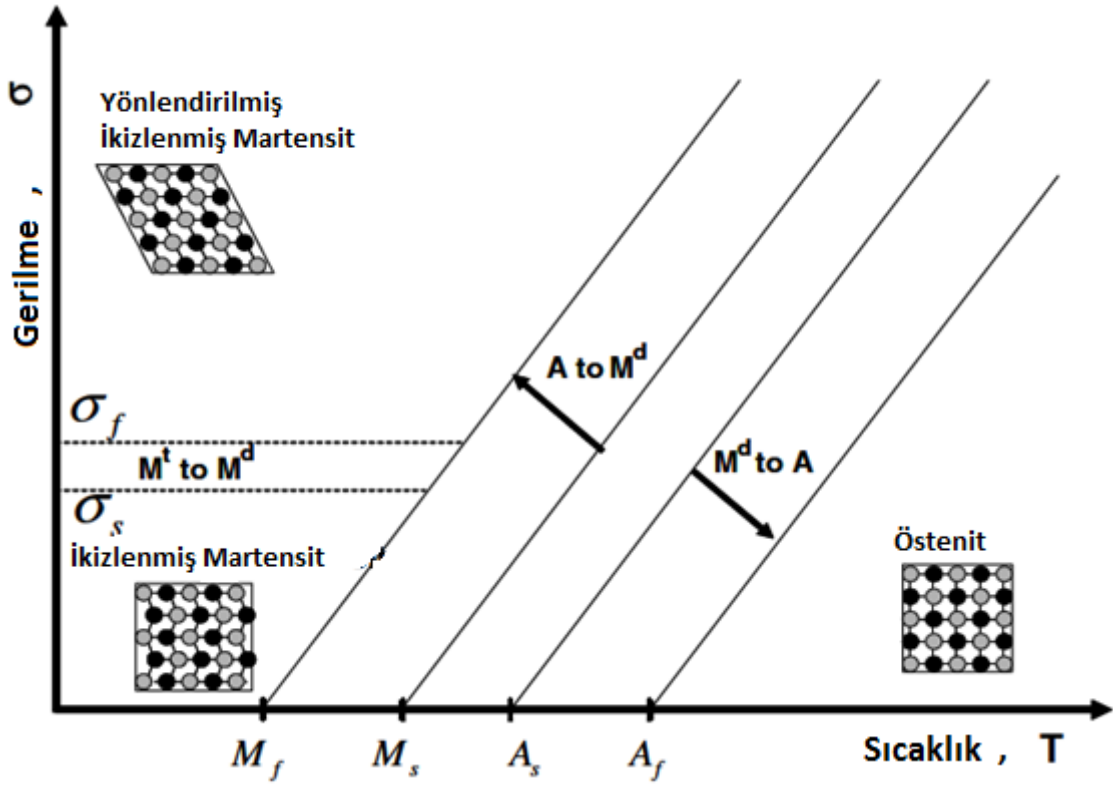
Şekil 3.7. Gerilme ardından sıcaklığın ŞBA üzerindeki etkisi [10]



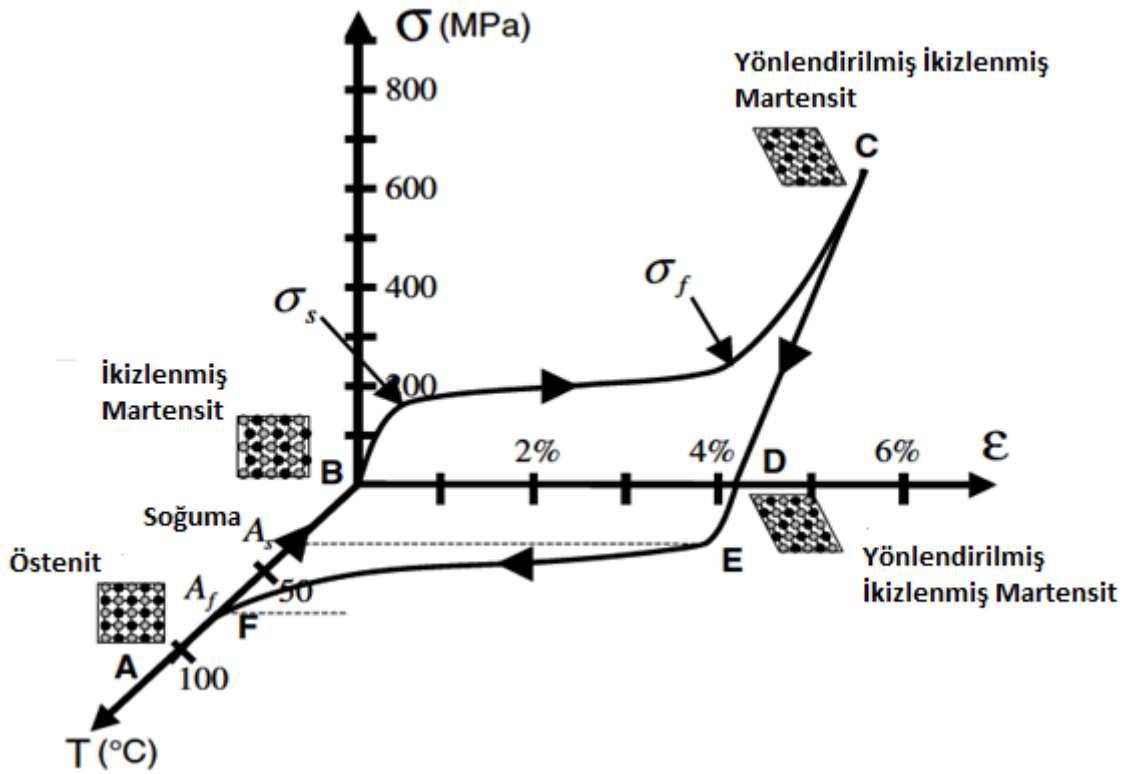
Şekil 3.8. Gerilmenin faz dönüşüm sıcaklıkları üzerindeki etkisi [10]



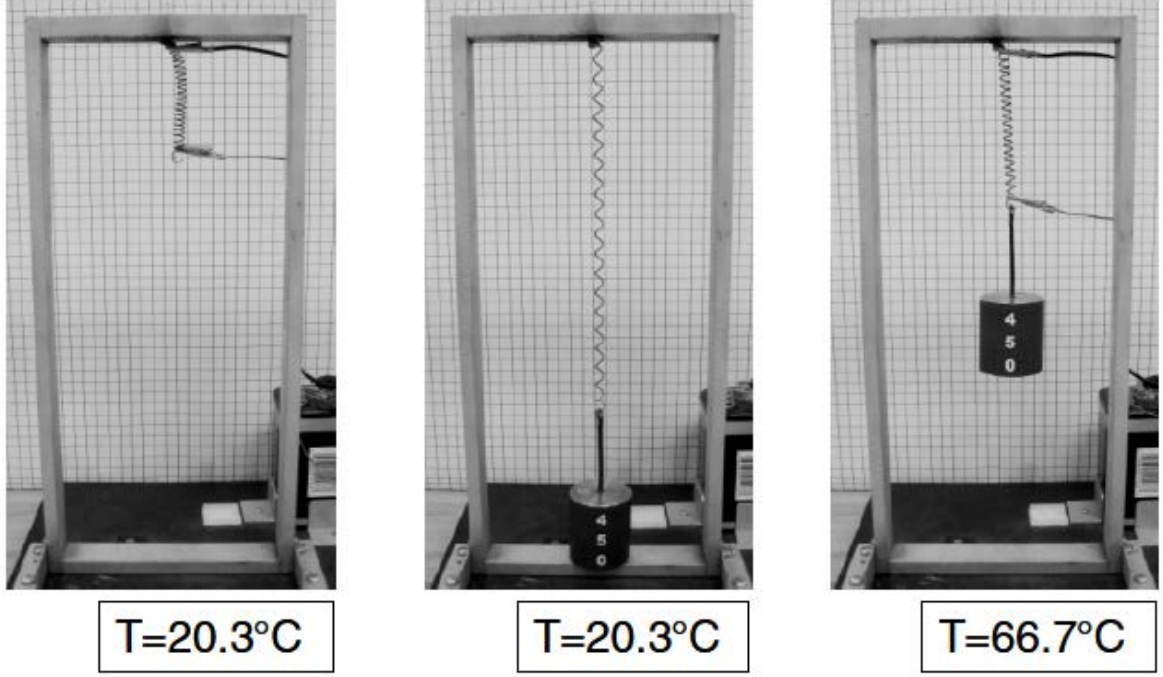
Şekil 3.9. Süper plastik özellik uygulama şekli [10]



Şekil 3.10. Gerilme ve sıcaklığın faz dönüşüm sıcaklıkları üzerindeki etkisi [10]



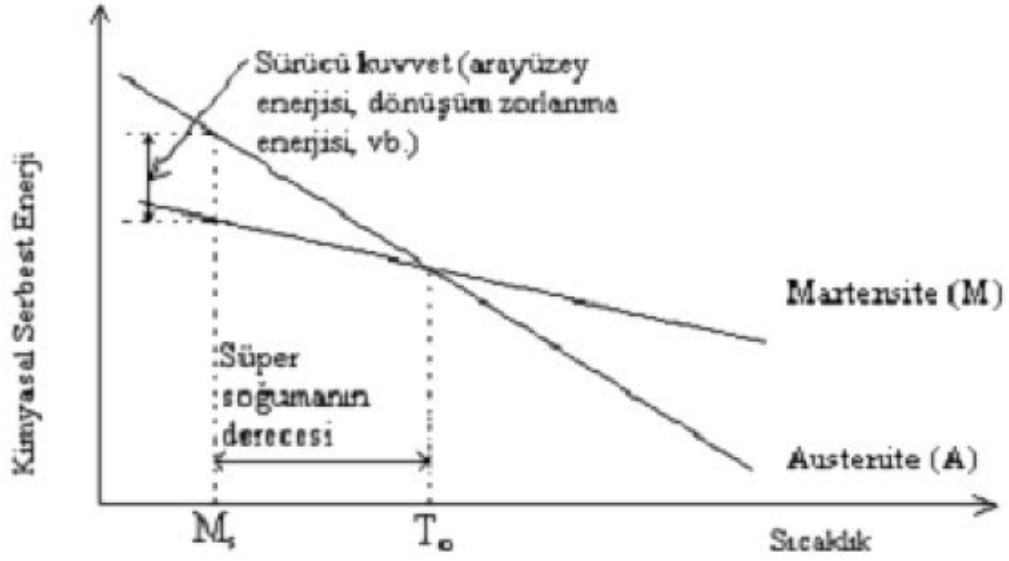
Şekil 3.11. Gerilme-Gerinim-Sıcaklığın NiTi ŞBA'da ki etkisi [10]



Şekil 3.12. ŞBA ısıtma sistemi [2]

3.2.Martensitik Dönüşümün Termodinamiği

Östenit fazı T_0 sıcaklığında termodinamik dengededir. Dönüşümün önemli kritik parametresi olan T_0 denge sıcaklığında östenit ve martensit fazın serbest enerjileri eşittir. Kristal yapı bu T_0 sıcaklığından hızla soğutulursa kritik bir M_s sıcaklığından sonra, östenit kristal yapı içerisinde martensit yapı oluşmaya başlar. Denge sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda iki faz arasındaki serbest enerji farkı sıfırdan büyüktür ve martensit fazın serbest enerjisi daha küçük olduğundan, minimum enerji kuralına göre martensit faz daha kararludur. Denge sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda ise bu fark sıfırdan küçük ve östenit faz daha kararludur. Eğer her iki faz arasındaki kimyasal enerji farkı, kimyasal olmayan enerjiden büyük değilse dönüşüm gerçekleşmez (Şekil 3.13). Diğer bir deyişle sürücü kuvvet gereklidir. $(T_0 - M_s)$ sıcaklık farkı fazlar arasındaki kimyasal serbest enerjiyi belirler. Bu anda dışarıdan uygulanacak bir kuvvet ile M_s sıcaklığı T_0 sıcaklığının çok altına düşmeden dönüşüm başlayabilir [7]. Dışarıdan yapılan gerilme, M_s sıcaklığını arttırdığı gibi dönüşen hacim miktarını da artırır [17].



Şekil 3.13. Östenit ve martensit fazın kimyasal serbest enerjilerinin faz dönüşümü-sıcaklık ilişkisi [1]

Martensit faz dönüşümünde, dönüşümden önce ve sonra kristal yapı farklıdır. Sistem içinde hacim değişikliği görülür. Termodinamiğin ilk yasasında şu şekilde ifade bulunur; sabit bir P basıncına karşı iş yapılırsa, ilk hacimden sonraki hacime hacim değiştiren izole bir sistemin enerjisi değişir. ΔE iç enerji için şu şekilde bir ifade kullanılır;

$$\Delta E = E_2 - E_1 = \Delta Q - P(V_2 - V_1) \quad (3.3)$$

olur.

Böyle bir değişimin gerçekleştiği durumda sistemin ısı enerjisindeki değişim;

$$\Delta Q = (E_2 + PV_2) - (E_1 + PV_1) \quad (3.4)$$

olarak hesaplanır. $(E + PV)$ ifadesine "entalpi" adı verilir. Son durumda sistemin ısı enerjisindeki değişim için ilk ve son termodinamik olarak entalpilerinin farkına eşittir. Entalpi H ile gösterildiğine göre;

$$H = E + PV \quad (3.5)$$

$$\Delta Q = H_2 - H_1 \quad (3.6)$$

bağıntıları yazılabilir.

Genellikle faz dönüşümleri, sabit basınç altında sabit sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Bu bakımdan sabit sıcaklıkta entropi değerinin hesaplanması önemlidir. Buna göre, sabit basınçta entalpi ifadesinin türevi;

$$\Delta H = \Delta E + P\Delta V \quad (3.7)$$

$$\Delta E = \Delta Q - P\Delta V \quad (3.8)$$

şeklinde yazılırsa,

$$\Delta H = \Delta Q \quad (3.9)$$

bulunur. Entropi değişimi şu şekilde ifade edilir;

$$\Delta S = \Delta H/T = \Delta Q/T \quad (3.10)$$

denklemleri ile hesaplanır [18].

3.3. Süper Plastiklik

Süper plastiklik özelliği şekil bellekli alaşımlarda meydana gelen martensit-östenit veya östenit martensit dönüşümü neticesinde meydana gelir. Şekil bellekli alaşıma östenit sınır bölgesinin üzerinde bir sıcaklıkta gerilme uygulandığında Şekil 3.14'deki eğri elde edilir.

Şekilde ki A-B arasındaki bölge elastik deformasyona aittir.

B noktasında martensit fazı oluşmaya başlar.

B-C arasında martensit fazı oranı giderek artar.

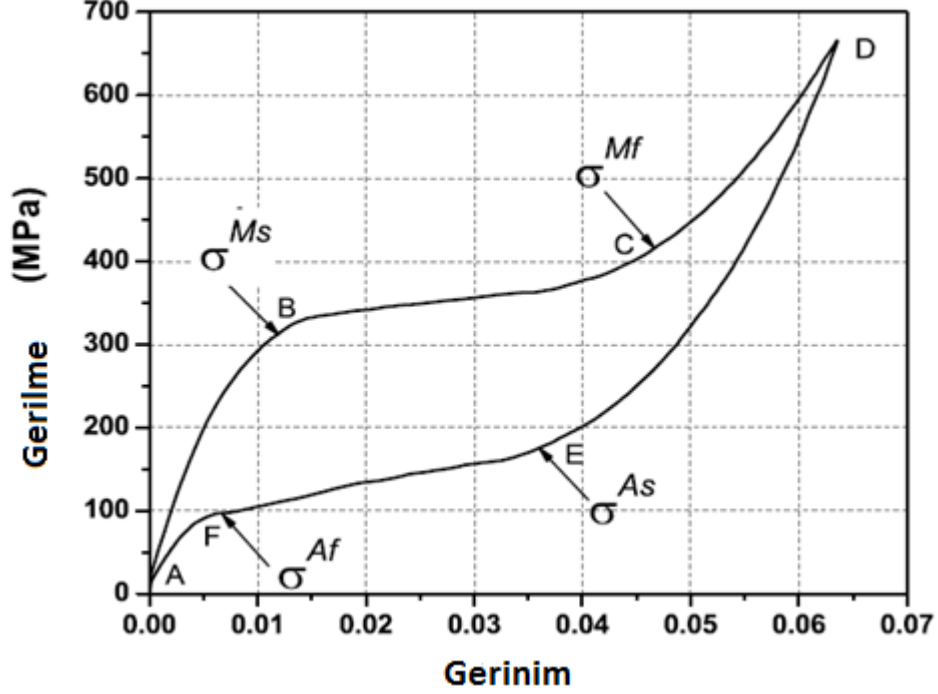
C noktasında martensit dönüşümü sona erer (M_f sıcaklığı).

C noktasından sonra malzemede plastik deformasyon görülür.

C noktası akma sınırı olarak ifade edilebilir.

C ve D noktaları arasında malzemeye uygulanan elastik deformasyon geri verilmeye başlanır.

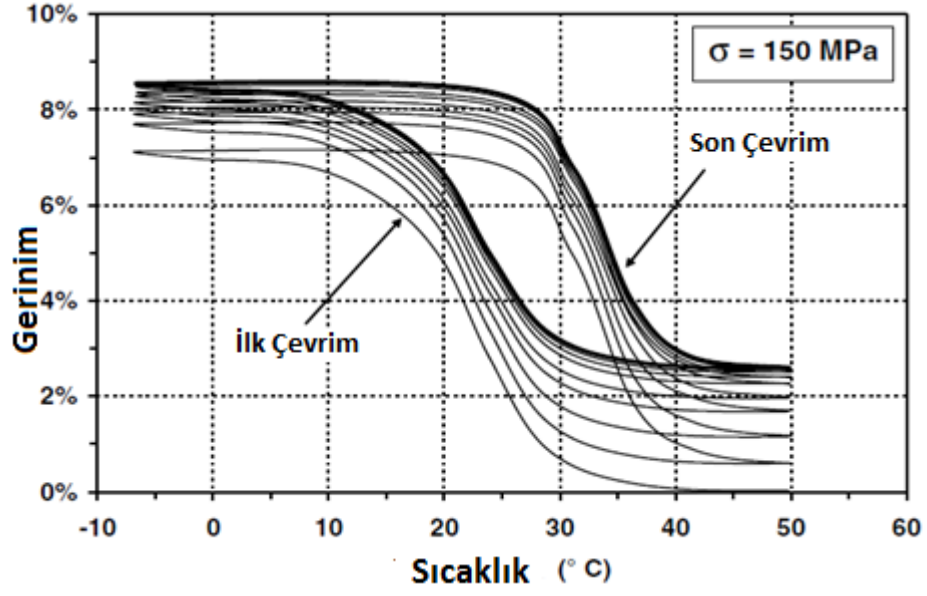
D-E arasında martensit-östenit dönüşümü gerçekleşir ve östenit oranı giderek artar. E-A bölgesinde şeklin geri dönüşümü tamamlanmış olur [19].



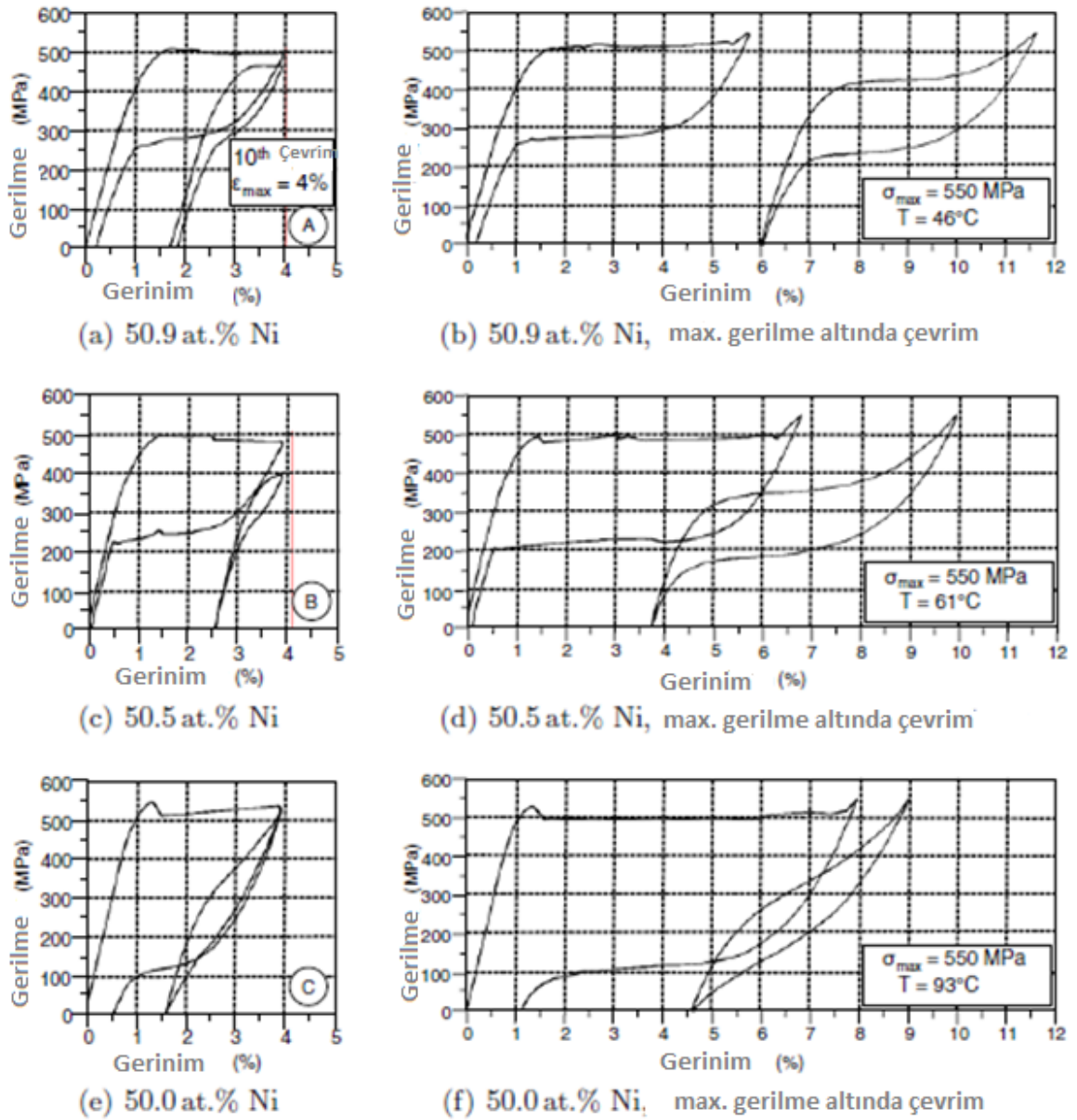
Şekil 3.14. Tipik bir ŞBA gerilme-gerinim diyagramı [19]

3.4. Şekil Bellek Isıl İşlem Çevrim Sayısının ŞBA Üzerindeki Etkisi

Şekil bellek ısıl işlem çevrimleri esnasında az oranda kalıcı şekil değişimi gerçekleşebilir. Oluşan şekil değişimi ısıl işlem çevrimlerin devamında azalarak devam eder ve bir noktaya ulaştığında artık görülmez. Şekil bellek ısıl çevrim sayısı arttıkça malzemede görülen histerisis miktarı azalır, şekil etkisi artar ve şekil bellek gösterdiği sıcaklık daha yüksek sıcaklıklara doğru kayar. Şekil 3.15' de bu etkiler görülebilmektedir.

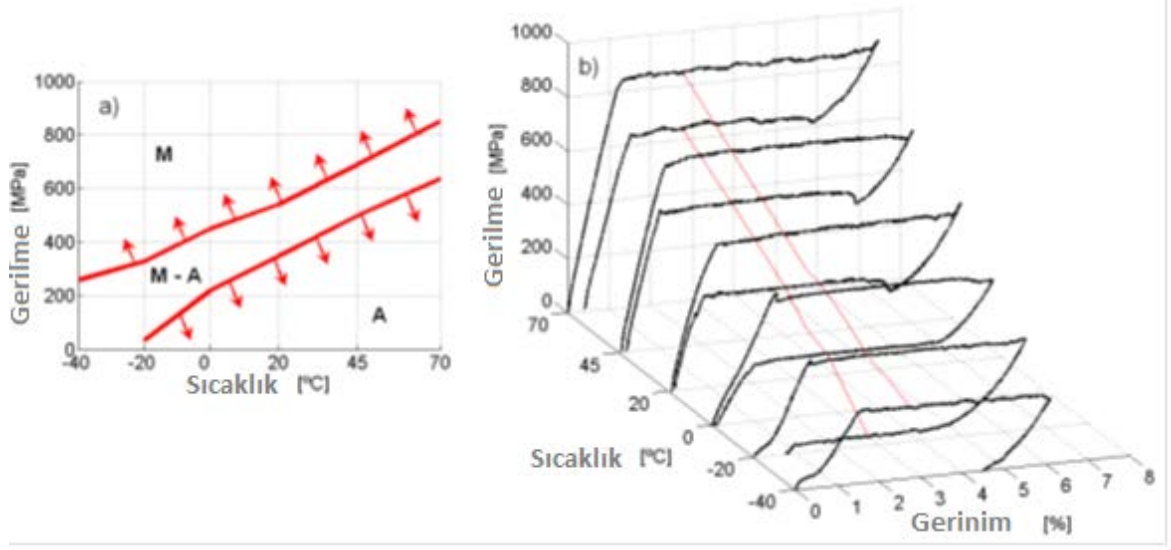


Şekil 3.15. Histerisisin şekil bellek ısı işlem çevrim sayısı ile değişmesi [19]



Şekil 3.16. Farklı kompozisyonlardaki Ni-Ti şekil bellekli alaşımının gerilme-gerinim diyagramları [18]

Şekil 3.16’da görülen diyagramda %Ni oranının azalması ile aynı gerilme miktarında malzemelerin meydana getirdiği termoelastik dönüşüm görülmektedir. Nikel oranının %50’ye yaklaşması ile şekil bellek özelliği artmaktadır. Ayrıca diyagramdan martensit östenit dönüşüm sıcaklıkları tespit edilebilir. Şekil 3.17 de gerilme ve sıcaklığın etkisinin birlikte gösterildiği grafik bulunmaktadır. Gerilme miktarı arttıkça alaşımın dönüşüm sırasındaki martensit miktarı fazla olduğundan gerilmenin artmasıyla şekil bellek özelliği artmaktadır. Fakat gerilmenin aşırı artışı alaşımın eski şekline dönüşü sonrasında kalıcı şekil değişimi yaratmaktadır.



Şekil 3.17. Sıcaklığın gerilme-gerinim diyagramına etkisi [18]

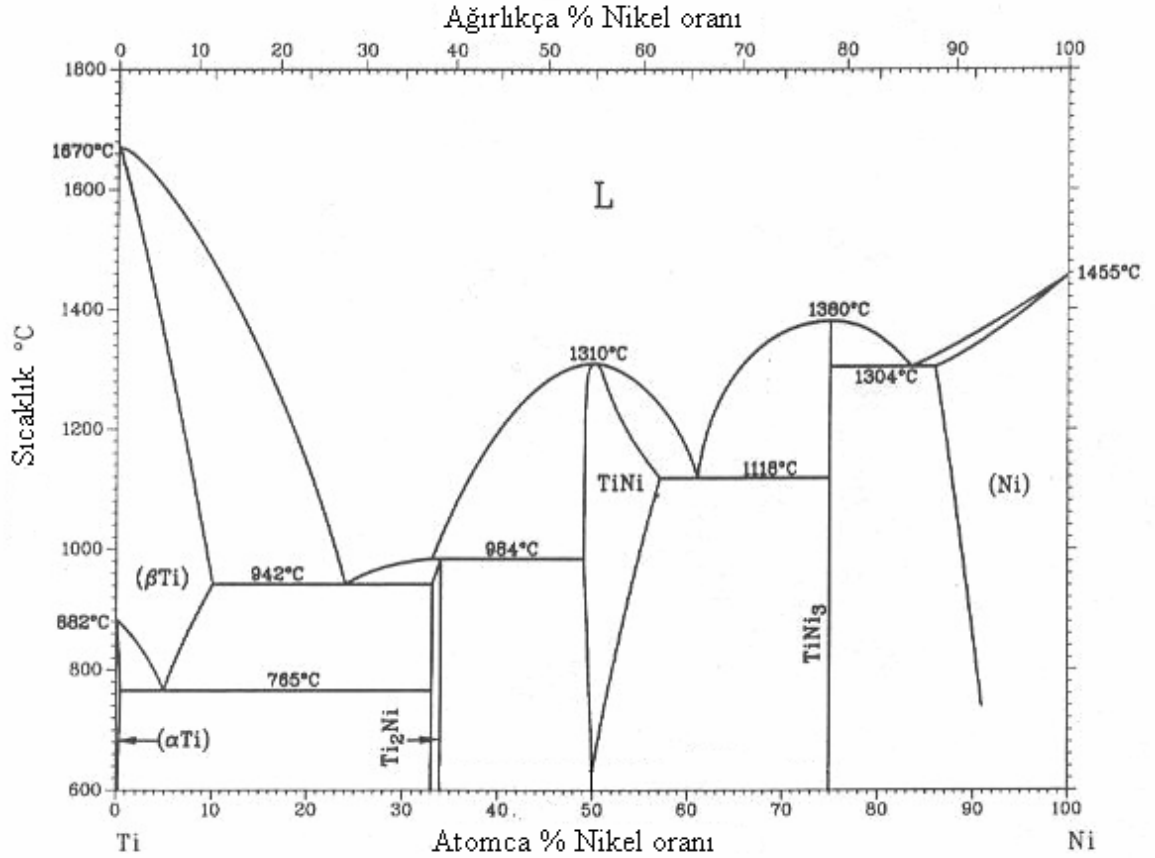
3.5. Alaşımın Faz Diyagramı

NiTi alaşımının faz diyagramının en önemli özelliği şekil bellekli özelliğini meydana getirmek için kullanılır. %Nikel oranı yüksek yapıda ince Ni_4Ti_3 çökeltileri şekil bellek ve süper plastik özelliği geliştirme de çok fazla yararlıdır. Ayrıca şekil bellekli alaşımların sıcaklık histerisizlerinin düşük olması (1-2 K) oldukça kullanışlı olma özelliği veren R-fazı dönüşümünü elde etmek için kullanılırlar. R fazı rombik kafes sisteminde bir fazdır [20]. R fazı östenit ve martensit fazları arasında oluşur. Genellikle plastik deformasyon sonrasında meydana gelen ince taneli bir fazdır [21]. %Nikel oranı yüksek NiTi alaşımlarında R fazının oluşumu, düşük sıcaklıklarda mikro yapı içine giren metastabil Ni_4Ti_3 çökeltilerine bağlıdır [22]. R fazı dönüşümünde sıcaklık histerisizinin dikkat çekmeyecek kadar düşük olması sebebiyle oluşan entalpi değerinin düşük olması birçok endüstriyel uygulamalarda avantaj sağlar [23]. Art arda dizilmiş Ni_4Ti_3 çökeltiler malzemenin genelinde şekil bellek etkisinin gerçekleşmesini sağlar [1]. Öte yandan, Ti_2Ni fazı ile çökeltme sertleşmesi meydana gelir. %Titanium oranı yüksek, kalın malzemelerde, çözünebilirlik limiti az olduğu için kullanılmaz. Buna rağmen, faz dönüşümü sonrası, B2 ana fazının direkt olarak amorf fazdan oluştuğu pülverizasyonla çökeltme uygulanmış filmlerde, Ti amorf bölgede hiç çözünmemesine rağmen çökeltme sertleşmesinde Ti_2Ni fazı çökeltiler [24,7].

Şekil 3.18'de NiTi alaşımına ait faz diyagramı görülmektedir. NiTi sisteminin üç tane denge fazı vardır. Bunlar Ni_3Ti , NiTi ve $NiTi_2$ fazlarıdır. Ni_3Ti sıkı paketli

hekzagonal süper örgüye, NiTi_2 hücre başına 96 atom bulunan yüzey merkezli kübik yapıya sahiptir. NiTi alaşımının diğer denge fazı ise martensitik dönüşüm olarak isimlendirilen kristal yapısıdır [25].

Bu faz dönüşümü şekil bellek etkisi gösterir. Yüksek sıcaklık fazı östeniti B2, düşük sıcaklık fazı martensiti B19' (monoklinik) sembolleri temsil eder [1].



Şekil 3.18. İkili NiTi alaşımının faz diyagramı [1]

İki yönde dönüşebilir ve difüzyonsuz martensit matristeki %Ni içeriğinin fonksiyonu olarak oluşur [26]. %Ni oranının atomik olarak %0,1'lik değişiminde bile dönüşüm sıcaklığı $\sim 10^\circ\text{C}$ değiştirir [24]. Sıcaklık düştükçe Ni'in çözünürlüğünün azalmasıyla, yarı stabil Ni_4Ti_3 çökeltilerinin yayılmasına neden olur [1]. 400-550°C arasındaki tavlama bu fazın irileşmesinde etkisi vardır, ayrıca Ni_3Ti stabil fazına dönüşmesine neden olur ve bu çökelti fazları yok olur [27].

3.6. NiTi Şekil Bellekli Alaşımların Genel Fiziksel ve Mekanik Özellikleri

Tablo 3.1’de nikel-titanyum ve diğer şekil bellekli alaşımlar fiziksel ve mekanik özelliklerine göre karşılaştırılmıştır [28].

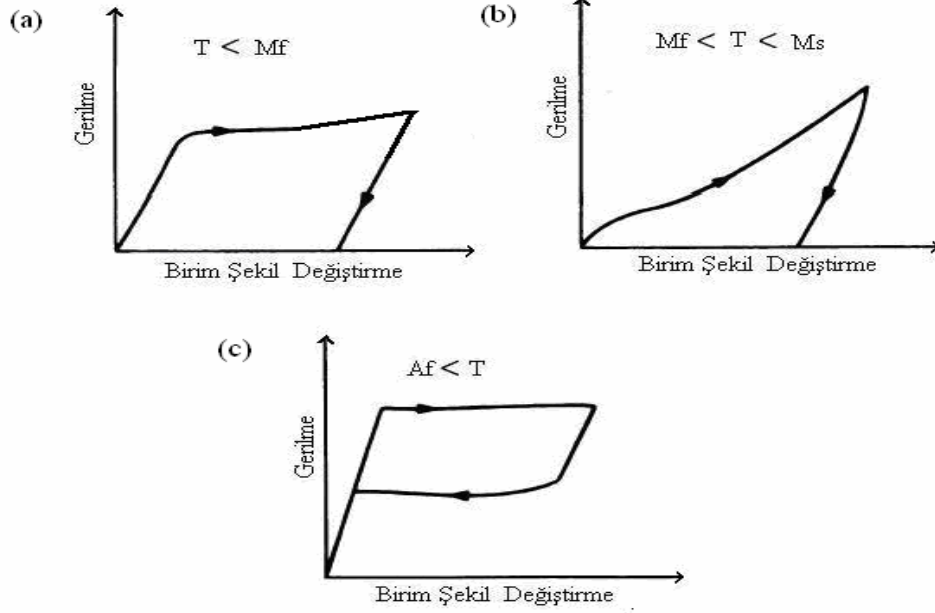
Tablo 3.1. Nikel ve bakır esaslı şekil bellekli alaşımların karşılaştırılması [1]

Alaşım	Bileşim	M _S (°C)	Dönüşüm Sıcaklık Histerisiz(°C)	Dönüşüm Tipi	Düzenli veya Düzensiz	Hacim Değişimi
AgCd	44~49at.%Cd	-190~-50	~15	B2→M2H	Düzenli	-0,16
AuCd	46,5~50at.%Cd	30~100	~15	B2→M2H	Düzenli	-0,41
CuAlNi	14~14,5wt.%Al 3~4,5wt.%Ni	-140~100	~35	DO ₃ →2H	Düzenli	-0,30
CuAuZn	23~28at.%Au 45~47at.%Zn	-190~40	~6	L21→M18R	Düzenli	-0,25
CuSn	~15at.%Sn	120~30		DO ₃ →2H veya 18R	Düzenli	
CuZn	38,5~41,5wt.%Zn	-180~100	~10	B2→9R veya M9R	Düzenli	-0,5
CuZnX	Birkaç ağı.%X		~10	DO ₃ →18R veya M18R	Düzenli	
InTi	18~23at.%Ti	60~100	~4	KYM→TYM	Düzensiz	-0,2
NiAl	36~38ağı.%Al	-180	~10	B2→M3R	Düzenli	-0,42
TiNi	49~51at.%Ni	-50~100	~30	B2→B19'	Düzenli	-0,34
FePt	~25at.%Pt	~-130	~4	L1→THM	Düzenli	0,8~-0,5
FePd	~30at.%Pd	~-100		KYM→TYM→THM	Düzensiz	
MnCu	5~35at.%Cu	-250~180	~25	KYM→TYM	Düzensiz	

3.7. Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşımların Farklı Sıcaklıklardaki Gerilme – Birim Şekil Değiştirme Diyagramları

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların gerilme – gerinim diyagramları faz dönüşüm sıcaklıklarında incelenmiştir. Şekil 3.19.(a)'da görülen diyagramda, martensit fazda bulunan nikel-titanyum uygulanan gerilme ile birlikte akma sınırının üzerinde gerilmeye tabi olup plastik şekil değiştirmektedir. Şekil 3.19.(b)'de görülen diyagramda malzeme bu sıcaklıkta henüz tam olarak martensite dönüşmemiştir. Mikro yapıda östenit bulunduğundan uygulanan gerilmeyle birlikte öncelikle gerilme altında martensite dönüşüm arkasından devam edildiğinde plastik şekil değişimi görülmektedir. Şekil 3.19.(c)'de görülen diyagramda nikel-titanyum malzeme tamamen östenitik yapıda bulunduğundan süper elastik davranış göstererek uygulanan gerilme ile birlikte elastik deformasyona maruz kalır. Akma sınırının altında tamamen martensitik yapı elde

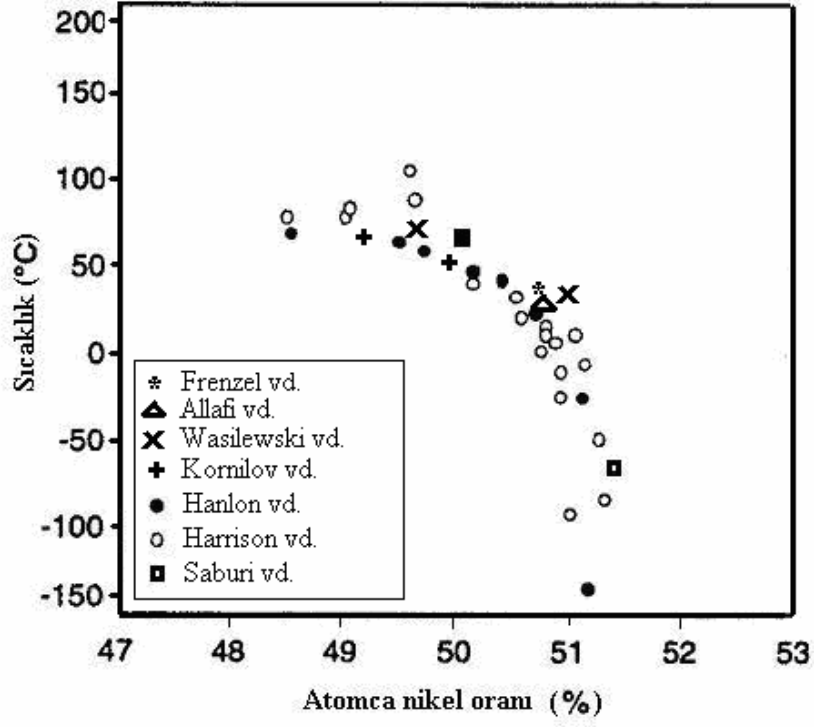
edildiğinde gerilme ortadan kaldırıldığında malzeme tamamen geri dönüşümlü elastik şekil değişimi öncesindeki yapıya döner [15].



Şekil 3.19. NiTi alaşımlarının gerilme – birim şekil değiştirme diyagramları [15]

3.8. Alaşımdaki Nikel Oranının Martensitik Dönüşüm Sıcaklığına Etkisi

Ni-Ti alaşımlardaki nikel ve titanyum oranları alaşımın östenit-martensit faz dönüşüm sıcaklıklarını değiştirmektedir. Özellikle ağırlık olarak % 53,5 -57,5 nikel oranının bulunduğu alaşımda % 0,1'lik artış 10°C 'den fazla martensit başlangıç (M_s) sıcaklığını düşürür. Ağırlıkça % 55,5 nikel oranından itibaren nikel oranı arttıkça M_s sıcaklığı $15^{\circ}\text{C} - 25^{\circ}\text{C}$ civarında bulunur, ağırlıkça nikel oranı % 56 ve üzeri miktarlara çıktığında ise 0°C ve altı sıcaklıklara düşmektedir. Ağırlıkça % 53,5 -57,5 nikel oranının bulunduğu aralıkta yapılan deneysel çalışmalar, nikel oranındaki değişimin martensit başlangıç (M_s) sıcaklığına etkisini göstermektedir. Şekil 3.20'de deneysel çalışmalarda tespit edilen M_s sıcaklıkları gösterilmektedir.



Şekil 3.20. NiTi alaşımların M_s sıcaklığının karşılaştırılması [15]

Nitinol alaşımlarında nikel oranının faz dönüşüm sıcaklıklarına belirli oranlarda etkisi vardır. Ağırlıkça %0,1 Ni artışı faz dönüşüm sıcaklıklarını 10°C düşürür. Şekil bellek eğitimi ısıl işleminde su verme ortamı için havada su vermenin, su ortamına göre daha düşük faz dönüşüm sıcaklıklarına sahip olduğu görülmektedir. Aşağıdaki tablolarda %Ni oranının ve su verme ortamının etkisi incelenmiştir.

Tablo 3.2. Hava ortamında su vermenin dönüşüm sıcaklıklarına etkisi [28]

	Ağırlık (mg)	Su verme ortamı	Mf (°C)	Mp(°C)	Ms(°C)	As(°C)	Ap(°C)	Af(°C)
1	41,3	Hava	-37,4	-27,3	-23,5	-11,4	-2,6	-0,1
2	41,4	Hava	-38,5	-28,6	-23,7	-11,7	-1,9	1,1
3	40,2	Hava	-36,9	-27,6	-23,2	-11,5	-2,2	0,9
4	38,1	Hava	-38,2	-28,0	-23,9	-11,8	-2,5	0,4
5	42,9	Hava	-37,9	-28,0	-24,1	-12,1	-2,7	0,5
6	38,6	Hava	-37,1	-27,3	-24,0	-11,9	-3,1	0,1
7	35,4	Hava	-37,2	-27,1	-23,6	-11,7	-3,1	-0,5
8	35,2	Hava	-36,8	-27,1	-24,0	-11,5	-2,9	0,1
9	36,2	Hava	-36,9	-27,8	-23,8	-11,8	-2,6	0,9
Ortalama	38,8		-37,4	-27,6	-23,8	-11,7	-2,6	0,4

Tablo 3.3. Su ortamında su vermenin dönüşüm sıcaklıklarına etkisi [28]

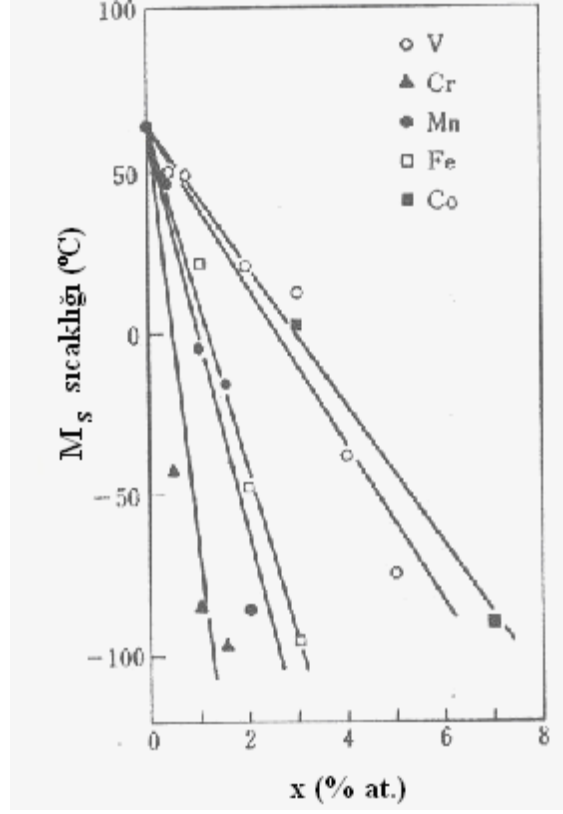
	Ağırlık (mg)	Su verme ortamı	Mf (°C)	Mp(°C)	Ms(°C)	As(°C)	Ap(°C)	Af(°C)
1	42,4	Su	-35,0	-25,4	-18,2	-6,3	3,5	7,4
2	35,9	Su	-33,9	-24,3	-17,8	-6,4	3,1	6,5
3	39,4	Su	-34,4	-24,7	-17,8	-6,1	3,5	7,0
4	39,5	Su	-34,5	-24,7	-18,0	-6,7	2,7	6,4
5	41,6	Su	-35,2	-25,3	-18,5	-6,6	2,9	6,5
6	36,2	Su	-34,8	-25,1	-18,3	-6,2	3,3	6,7
7	37,3	Su	-33,5	-24,2	-17,5	-6,4	3,0	6,4
8	41,5	Su	-34,4	-24,6	-17,9	-6,5	3,0	6,6
9	39,5	Su	-33,9	-24,3	-17,8	-6,3	3,1	6,5
Ortalama	39,3		-34,4	-24,7	-18,0	-6,4	3,1	6,7

Tablo 3.4. Ağırlıkça %Ni oranının dönüşüm sıcaklıklarına etkisi [28]

As(°C)	Niwt%	C wt%	O wt%	Mf (°C)	Mp (°C)	Ms (°C)	As (°C)	Ap (°C)	Af (°C)
+95	54,79	0,032	0,020	61,4	70,0	82,7	93,8	107,2	113,3
+55	55,32	0,034	0,021	24,6	33,5	40,2	53,7	69,7	74,4
+30	55,58	0,037	0,020	1,0	9,7	16,6	29,5	42,7	49,8
+5	55,80	0,033	0,023	-24,9	-14,9	-8,5	5,7	16,8	24,0
0	55,82	0,033	0,022	-29,0	-18,9	-12,8	1,0	11,8	18,0
-10	55,90	0,031	0,020	-38,5	-27,9	-22,8	-9,4	0,4	5,8
-15	55,91	0,032	0,023	-40,7	-29,1	-25,5	-16,0	-6,6	-0,5
-25	55,98	0,030	0,021	-53,7	-41,5	-36,1	-23,4	-13,4	-8,3

3.9. Katkı Elementlerinin TiNi Alaşımlarındaki Faz Dönüşümlerine Etkileri

Nikel-titanyum alaşımlarına farklı bir element ilavesi alaşımın faz dönüşüm sıcaklıklarını değiştirmektedir. Bakırın özellikle TiNiCu alaşımında, bakırın alaşımın dönüşüm histerisisini düşürmektedir. TiNi-xCux alaşımında x'inen büyük 0,55 (%28 Cu) değeri alaşımın dönüşüm histerisisini oldukça daraltmaktadır. Alaşımında çözülmüş oksijenin oluşturduğu inklüzyonlar (Ti₄Ni₂O) alaşımdaki titanyum oranını azaltıcı etki yapmaktadır [1]. Bakır, vanadyum, alüminyum, krom, manganez, demir ve kobalt alaşımın martensit dönüşüm sıcaklığını düşürmektedir (Şekil 3.21.).



Şekil 3.21. Katkı elementlerinin alaşımın M_s sıcaklığına etkisi [29]

4. ÜRETİM TEKNİĞİ

NiTi ŞBA'ı titanyum ve nikel elementlerinin saf olarak belli oranlarda ilavesiyle elde edilir. Bu elementler eş atomik bir metaller arası bileşik oluştururlar. Titanyum, 1670°C'de eriyen, 4,5 g/cm³ yoğunluğa sahip ve alaşımlandırma ile 700°C'ye kadar sıcaklıklarda bile yüksek korozyon dayanımına sahip olan bir metaldir. %99,5 saflık oranındaki saf titanyum, oda sıcaklığında sıkı düzen hegzagonal yapıda ve alfa fazındadır, 885°C'de hacim merkezli kübik yapıdaki β fazına dönüşür [30]. Nikelin ergime sıcaklığı 1455°C. Nikel koroz dayanımı yüksek bir metaldir. Vücutta tek başına kullanıldığında toksit etkisi vardır. 360°C sıcaklığının üzerinde nikel ferro-manyetikliğini kaybeder. Nikelin titanyum ile bileşik oluşturması ile ortaya çıkan bileşik vücut ile uyumludur toksit etkisi yoktur.

4.1. Ergitme

NiTi Şekil Bellekli Alaşımların üretim tekniği birbirini takip eden ergitme ve ingot eldesi, şekillendirme ile tel ya da levha ara ürün eldesi ve şekil bellek ısıl işlemi sonunda ürün eldesi bölümlerini içerir. Ergitme basamağında şekil bellek etkisi gösterebilen alaşım kompozisyonu yaklaşık % 50(ag) Ti-Ni'dir. Bu elementlerin oksijene ilgisi çok fazla olduğundan ergitmelerin vakum altında yapılması gerekir. Ergitme için birkaç farklı yol kullanılmaktadır. Plazma ark ergitme, elektron ışınımı (elektron beam) ergitilmesi ve vakum altında ergitme metotları ticari olarak kullanılır [31].

Vakum indüksiyon ergitme metodu (VIM) potayı daha iyi karıştırdığı için oldukça avantajlıdır [32]. Diğer yöntem Vakum ark ergitmesi metodudur (VAM) ve bu yöntemde ise dar ergitme zonu ve kimyasal homojenite sağlayamama problemi vardır [32]. Tavsiye edilen pota malzemesi grafit ya da kalsiyumoksit (CaO)'tir. Alüminyumoksit ya da magnezyumoksit pota eriyik malzemeyi etkileyebilecek kadar yüksek oksijen içeriğinden dolayı kullanıma uygun değildir. Grafit pota kullanılması halinde alaşım içine karbon karışır. Burada dikkat edilmesi gereken iki husus vardır. Birincisi ergitme sıcaklığı ikincisi ergitme zamanıdır. Bunların ikisinin de düşük olması alaşım içindeki karbon miktarının düşük olması açısından ve alaşım içindeki elementlerin karbon ile bileşik oluşturmaması açısından önemlidir.

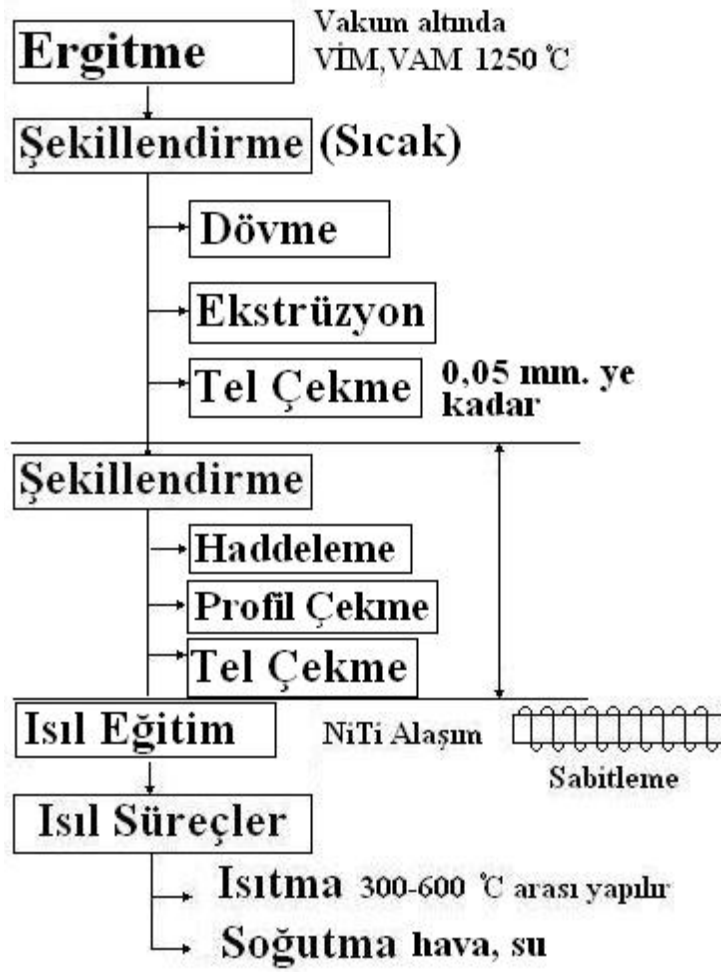
4.2. Nitinol Alařımının Plastik Deformasyon ile Őekillendirilmesi

Nitinol alařımı dökümden sonra yapının homojenleřtirilmesi için 850°C-950°C sıcaklıkları arasında tavlamaya tabi tutulur. Tavlama süresinin ve tavlama sıcaklıđına bađlı olarak tane sınırlarında Ni çökeltileri oluřur. Bu çökeltiler deformasyon sırasında dislokasyonların hareketini engelleyerek malzemenin mukavemetini arttırlar bu sebeple malzemenin Őekillendirilebilirliđi düşer. Tavlama için optimum sıcaklık 850°C-950°C arasındadır [30].

Nitinol alařımları için sođuk Őekillendirme prosesi tercih edilmez. Sıcak Őekillendirme için malzeme 600°C-800°C sıcaklıkları arasında Őekillendirilir ve haddelendikten sonra 800°C de tavllanır bu sayede gerilmeleri giderilir. 600°C-800°C arasında Nitinol'un oksitlenme reaksiyonu yavař gerçekleřtiđinden hava ortamında sıcak Őekillendirme uygulanabilir [30].

4.3. Őekil Bellek Etkisinin Isıl İřleme Sađlanması

Őekil bellek eđitimi için östenitleme sıcaklıđı 400°C -550°C'dir. Bu sıcaklıktan su verme iřlemi yapılarak aniden sođutulur. Bu proses arka arkaya defalarca yapılır. Su verme ortamı olarak; su, sıvı azot, polimer yađlar, yađlar ve buzlu su kullanılabilir. Sođutma hızı ne kadar artarsa elde edilecek martensit oranı o denli fazla olur. NiTi parçalar, ısıl iřlem sırasında belleđe yerleřmesi istenen Őekil uygulandıktan sonra yeniden Őekillendirilme ihtiyacı duyabilir, bunun için yeni Őekil ŐBE ısıl iřlemine tabi tutulur, aksi takdirde Őekil bellek oluřumu gerçekleřmeyebilir [31]. Őekil bellek ısıl eđitimi genellikle vakum ya da kontrollü atmosfere sahip bir fırında inert gaz altında gerçekleřtirilir. Plastik deformasyon sonrasında elde edilen yarı mamul (tel, ince levha, yada profil) belleđe alınacak Őekle zorlamalı olarak sokularak Őekil bellek ısıl iřlemiyle ısıtma sođutma çevrimine sokulur. Bu ısıtma sođutma (östenit-martenzit) çevrimi sırasında faz dönüşümü gerçekleřirken kafeslerin birbirine göre belirli bir düzende konumlanması sađlanır. Oluřan çökeltiler (Ni_3Ti_4 , $NiTi_3$) Őekil bellek etkisini meydana getirerek çökelti miktarının artmasıyla Őekil bellek etkisi de artmaktadır. NiTi üretim Őeması Őekil 4.1.'de görölmektedir [1].



Şekil 4.1. NiTi şekil bellekli alaşım üretim şeması [1]

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalarda ilk olarak şarj oranının hesaplanması, ergitme, çözeltiye alma ısıt işlemleri, numunelerin şekillendirilmesi, sertlik analizi, şekil bellek ısıt işlemleri, mikro yapı analizi ve DSC analizi yapılmıştır.

5.1. Şarj Oranının Ayarlanması

Ergitme işleminde kullanılacak Titanyum ve Nikel için atomik olarak %50-%50 oranı ayarlanarak miktarları tespit edilmiştir. Titanyum için %99,7 saflıkta titanyum kullanılmıştır aynı şekilde Nikel için %99,98 saflıkta Nikel kullanılmıştır. Titanyum, plakalar halinde olup kesilmiştir. Nikel ise 1-4 mikron boyutunda toz olarak kullanılmıştır. 1 mg hassasiyetli elektronik terazide tartılarak toplam 110,21 g numune hazırlanmıştır.

Nikel ve titanyumun potaya yerleştirilmesinde titanyumun en az şekilde grafit potayla teması göz önünde bulundurularak grafit pota içine yerleştirme yapılmıştır. Ergitme potasının altına bir miktar nikel tozu ilave edilmiş üstüne titanyum plakalar köşelere gelmeyecek şekilde yerleştirilmiş ve geri kalan nikel tozu, titanyum plakaları grafit potayla temasını engelleyecek şekilde serpiştirilmiştir.

5.2. Ergitme

Ergitme için vakum indüksiyonlu ergitme ocağı kullanılmıştır. Vakum yapılmadan önce ortam beş defa argon gazıyla seyreltilmiştir. Kullanılan argon gazının saflık oranı %99.98'dir. Vakum uygulanarak -1,5 Bar'da ergitme yapılmıştır. Vakum ortamını sağlamak için kuvarsdan cam kap kullanılmıştır. Ergitme potası olarak Grafit pota kullanılmıştır. Numuneler tek ergitmede elde edilmiştir.



Şekil 5.1. Ergitme işleminde kullanılan grafit pota

Ergitme sistemi döküme uygun olmadığı için ergiyik potada soğutulmuştur.

Ergitme işleminde ince taneli yapı elde etmek için en kısa zamanda ergitmek için en yüksek akımda ve ergitme için yeterli olabilecek en kısa zamanda denemeler yapılmıştır. Fakat indüksiyon akımının ergiyiği çevirmesi nedeniyle ve voltajın çok yüksek olması nedeniyle aşırı bir santrifüj etkisi yaratarak ergiyiği potanın çeperlerinden yukarı doğru sürükleyerek aşırı poroziteli bir yapı elde edilmiştir. Daha sonra voltaj düşürülerek 930 A'da denenmiştir.



Şekil 5.2. İndüksiyon vakum ergitme ocağı

Sistemin sıcaklık göstergesi olmadığı için tekrarlanan ergitmeler sonunda belirli bir Voltaj-Zaman kombinasyonu tespit edilip en uygun numune elde edilmiştir. Bunlar sırasıyla; 45 s 930 A, 20 s 700 A, 20 s 500 A ardından ocağın kapatılıp numunenin oda sıcaklığına kadar soğuması beklenmiştir. Ergitme sonrası numunelere 360° ekseninde sekiz noktadan sertlik taraması yapılmıştır (Şekil 5.4).



Şekil 5.3. Ergitme işlemi sonucunda elde edilen numunenin ikiye kesilmesi ile elde edilen numune

5.3. Numunelerin Hazırlanması

Ergitme işleminden sonra alaşım grafit potanın içinden çıkarılıp telerozyon cihazında 1mm kalınlıkta dilimlenmiştir. Tel erozyon kullanılmasındaki amaç numunenin kesilme işlemini en düşük sıcaklıkta ve malzemede en az tahribata neden olacak şekilde yapmaktır.



Şekil 5.4. Tel erozyon cihazında kesme işlemi yapıldıktan sonra numune şekilleri



Şekil 5.5. Mikro yapı analizi için soğuk reçine ile kalıplanmış numune

5.4. Çözeltiyeye Alma

Alaşımın genelinde homojen bir yapı elde etmek için 1 mm kalınlığındaki numuneler 850 °C sıcaklıkta ve 1050 °C atmosfer kontrollü dikey tip fırında 1 saat ve 2 saat argon atmosferinde tavlınmış ve yine argon atmosferinde oda sıcaklığına soğutulmuştur. Ardından numunelere sertlik ve mikro yapı analizleri yapılmıştır.

5.5. Sertlik Analizi

Sertlik deneyi için vickers deney cihazı kullanılmış ve ardından kıyaslama yapmak için Rockwell tip sertlik deney cihazından alınan sonuçlar kıyaslanmıştır. Sertlik deneyi yapılmadan önce numunelerin yüzeyi hazırlanmıştır. Numune hazırlama işlemi için sırasıyla 200-400-600-800 numaralı zımparalarla numune yüzeyi hazırlanmıştır ardından elmas solüsyon ile parlatma işlemi yapılmıştır. Buradaki amaç döküm sonrası ve çözeltiyeye alma ısıl işlemi sonucundaki sertlikleri karşılaştırmaktır.



Şekil 5.6.Vickers sertlik ölçüm cihazı

5.6. Şekil Bellek Isıl Eğitimi

Numuneler dikey tip atmosfer kontrollü ısıl işlem fırınında argon atmosferinde şekil bellek ısıl eğitime tabi tutulmuşlardır. Numuneler fırına girmeden önce aparat yardımıyla sabitlenmişlerdir. Numuneler 520 °C de 15 dakika tavlaniıp ardından oda şartlarında bulunan suda soğutma işlemi yapılmıştır. Bu işlem aynı numune için farklı tekrarlarla yapılip mikro yapı görüntüleri alınmıştır. Mikro yapı analizi için 1-10-25 tekrarlı şekil bellek ısıl eğitimi yapılmış numuneler kullanılmıştır ve alaşımların sertlik değerleri ölçülmüştür.



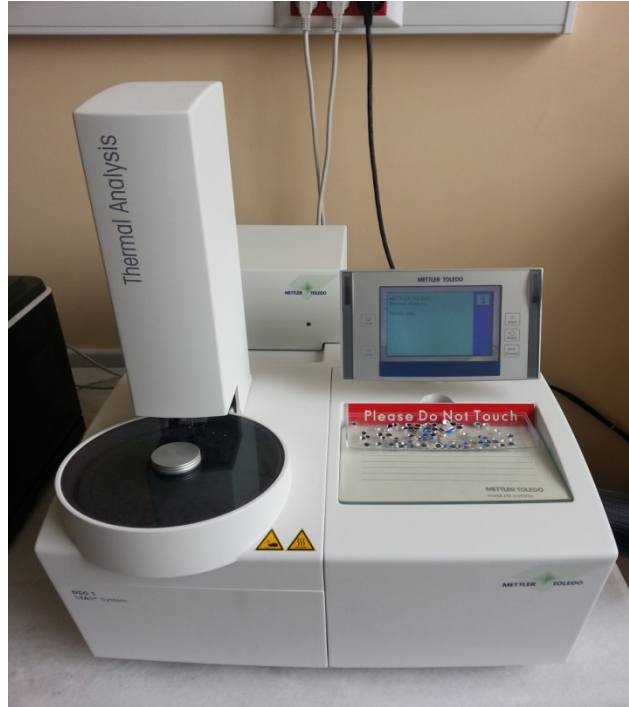
Şekil 5.7. Atmosfer kontrollü ve su verme hazneli ısıl işlem fırını

5.7. EDS Analizi

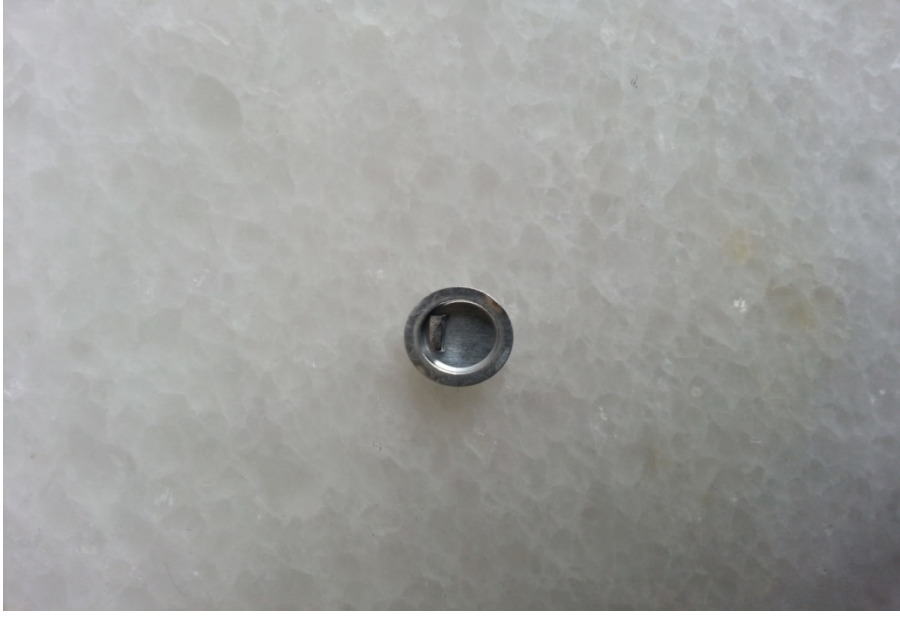
NiTi alařımının kimyasal analizini saptamak için SEM cihazında EDS analizine bakılmıřtır. Buradan çıkan sonuçlar numunenin tamamını tespit etmemekle birlikte nokta analizi yapmıřtır.

5.8. DSC Analizi

řekil bellek ısıl iřlemi yapılmıř olan 1 ısıl çevrim, 10 ısıl çevrim, 25 ısıl çevrim numunelerinin faz dönüşüm sıcaklıkları ve egzotermik, endotermik dönüşüm entalpilerinin tespit edilmesi amacıyla yapılan DSC (Diferansiyel tarama kalorimetresi) analizi yapılmıřtır. DSC cihazı için yapılan çevrim programı 25 °C den 300 °C'ye 30 dakikada ısıtma ısıtma ardından 300 °C den -10 °C'ye soğutma programı uygulanmıřtır.



řekil 5.8. DSC cihazı



Şekil 5.9. DSC analizi için alınan numune

6. SONUÇLAR

Deneysel çalışmalarda ilk olarak şarj oranının hesaplanması, ergitme, çözeltiye alma ısı işlemi, numunelerin şekillendirilmesi, sertlik analizi, şekil bellek ısı işlemi, mikro yapı analizi ve DSC analizi yapılmıştır.

6.1. Ergitme

Ergitme sonrası numunelere 360° ekseninde sertlik taraması yapılmıştır. Sertlik deneyleri sonucunda malzemenin homojen sertlik göstermediği tespit edilmiştir. Bu nedenle ikinci ergitme işlemi yapılarak homojen karışımın sağlanması amaçlanmıştır. İkinci ergitme sonrası daha homojen bir sertlik dağılımı elde edilmiştir.

Tablo 6.1. 1. ve 2. ergitmeler sonrası sertlik değerleri

Ergitme	Sertlik Değerleri (HV)							
	1.Bölge	2.Bölge	3.Bölge	4.Bölge	5.Bölge	6.Bölge	7.Bölge	8.Bölge
1.Ergitme	313	322	335	342	338	333	318	302
2.Ergitme	308	312	322	328	330	328	320	315

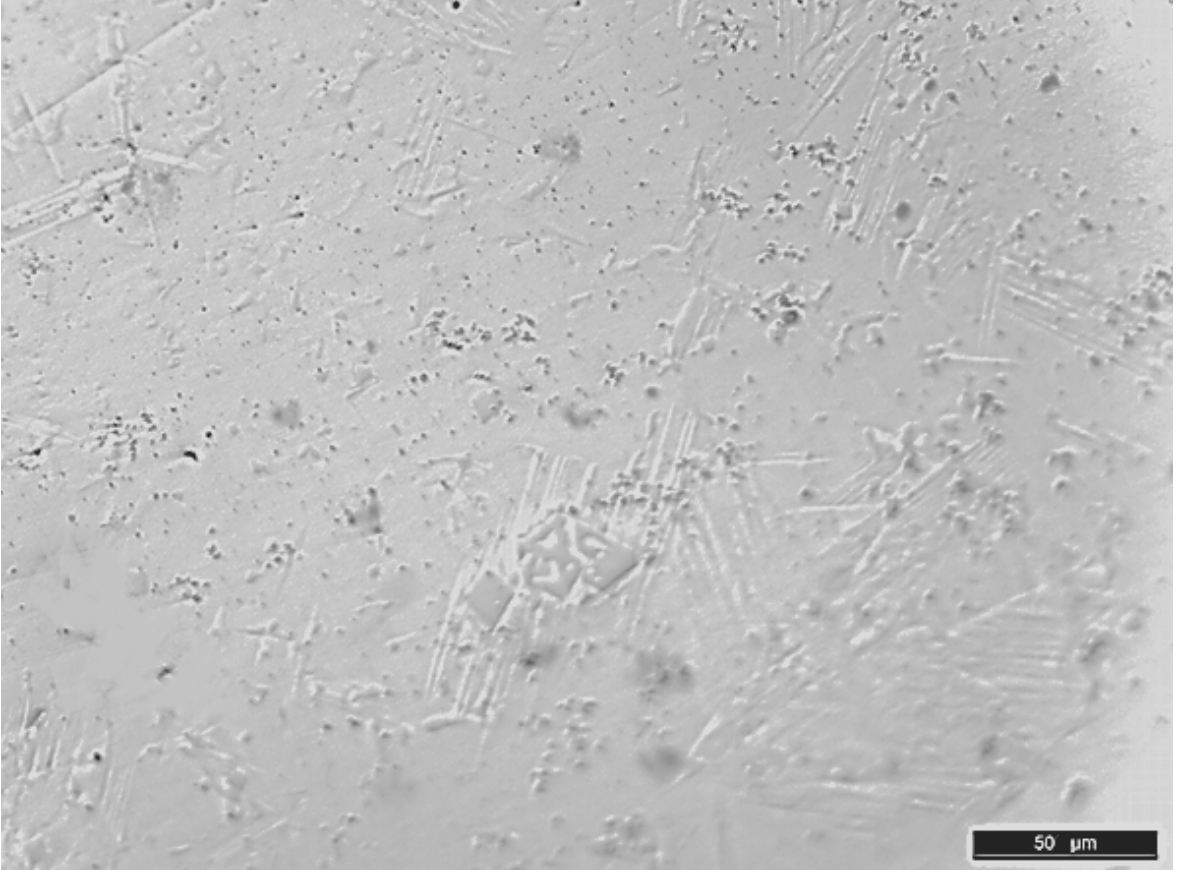
6.2. Çözeltiye Alma

850°C ve 1050°C sıcaklıklarında 1 saat tavlama sonucu sertlik değerleri incelendiğinde 1050°C sıcaklıkta sertlik değerlerinin döküm sonrası sertlik değerinin üstüne çıktığı görülmüştür. Daha sonra yapılan 2 saatlik tavlama sonucunda sertlik değerlerinde artış gözlenmiştir. Bu sertlik artışının tane sınırlarına nikelin difüzyonu sonucu tane sınırlarında meydana gelen kaymayı zorlaştırdığı yorumu yapılmıştır. Yani 1050°C sıcaklıkta tavlama NiTi alaşımında katı çözelti sertleşmesi meydana getirmiştir.

Tablo 6.2. 850 °C ve 1050 °C sıcaklıklarında 1 ve 2 saat tavlama sonucu sertlik değerleri

Tavlama sıcaklığı	Sertlik Değerleri (HV)							
	1.Bölge	2.Bölge	3.Bölge	4.Bölge	5.Bölge	6.Bölge	7.Bölge	8.Bölge
850 °C 1h	285	305	318	323	320	321	304	292
1050 °C 1h	342	356	365	360	359	350	351	344
850 °C 2h	288	303	317	322	325	323	301	293
1050 °C 2h	366	370	379	378	378	369	365	368

Alaşımın çözeltiyeye alma işlemi sonrası mikro yapısı incelendiğinde homojen bir yapı görülmektedir.



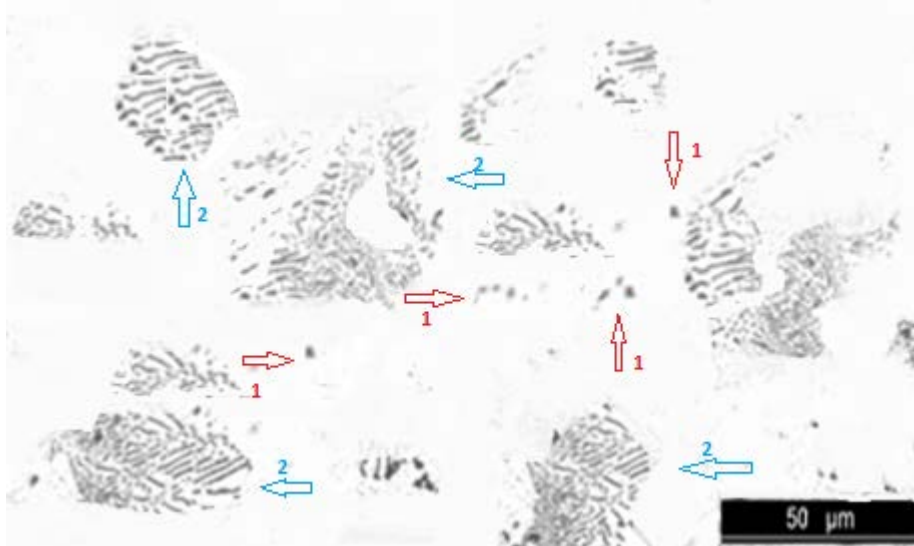
Şekil 6.1. Çözeltiyeye alma ısıl işlemi sonrası mikro yapısı

6.3. Şekil Bellek Isıl Eğitimi

Numuneler dikey tip atmosfer kontrollü ısıtma fırınında argon atmosferinde şekil bellek ısıl eğitime tabi tutulmuşlardır. Numuneler fırına girmeden önce aparat yardımıyla sabitlenmişlerdir. Numuneler 520 °C de 15 dakika tavlaniıp ardından oda şartlarında bulunan suda soğutma işlemi yapılmıştır. Bu işlem aynı numune için farklı tekrarlarla yapılip mikro yapı görüntüleri alınmıştır. Mikro yapı analizi için 1-10-25 tekrarlı şekil bellek ısıl eğitimi yapılmış numuneler kullanılmıştır ve alaşımların sertlik değerleri ölçülmüştür.

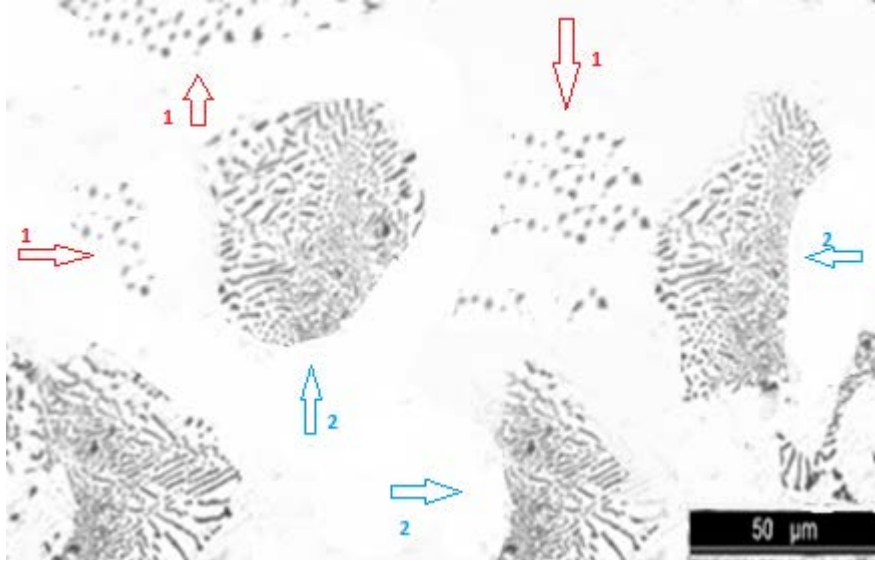
Tablo 6.3. Şekil bellek ısıl çevrim sayısının sertlik üzerindeki etkisi

Çevrim Sayısı	Sertlik değerleri (HV)							
	1.Bölge	2.Bölge	3.Bölge	4.Bölge	5.Bölge	6.Bölge	7.Bölge	8.Bölge
1	278	300	311	315	318	319	299	286
10	276	300	309	314	318	316	297	285
25	275	298	308	314	317	316	295	283

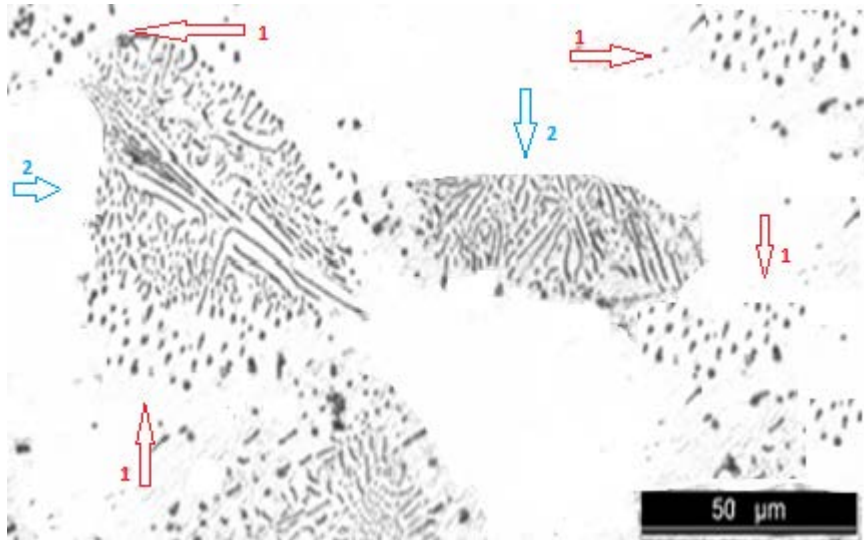


Şekil 6.2. 1 ısıtma çevrimi sonundaki dağlanmış mikro yapı

Alaşımın 1,10,25 ısıtma işlemi sonundaki mikro yapısı incelendiğinde martensit miktarının arttığı tespit edilmiştir. Şekil 6.2, 6.3 ve 6.4’ de düz bölgeler östenit fazını, 2 nolu ok ile gösterilen lamel şeklindeki yapılar TiC yapısını ve 1 nolu ok ile gösterilmiş küresel taneler Ni_4Ti_3 çökeltileridir. Buna göre 10 ısıtma çevrimi ile 25 ısıtma çevrimi sonundaki mikro yapılar karşılaştırıldığında 25 ısıtma çevrimi sonunda Ni_4Ti_3 çökeltisinin arttığı görülmüştür. Daha önceki bölümlerde de bahsedildiği gibi Ni_4Ti_3 çökeltisi şekil bellek özelliğini arttırmaktadır.



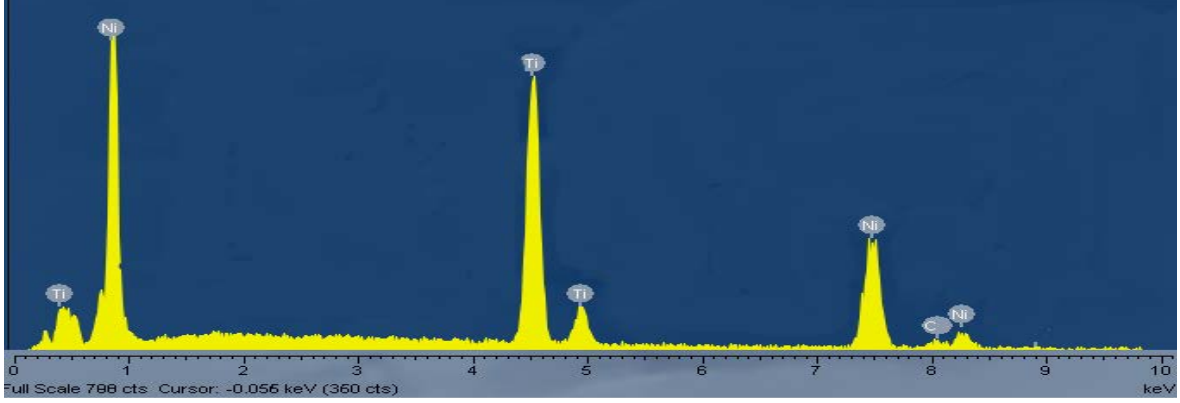
Şekil 6.3. 10 ısıtma işlemi sonundaki dağlanmış mikro yapı



Şekil 6.4. 25 ısıtma işlemi sonundaki dağlanmış mikro yapı

6.4. EDS Analizi

EDS analizindeki sonuçlara göre titanyum oranı alaşımda ergitme sonrasında azalmaktadır bu da titanyumun ortamdaki oksijen ile veya grafit potadan kaynaklı C ile bileşik oluşturarak alaşımdaki titanyum oranının azalmasına neden olmaktadır.



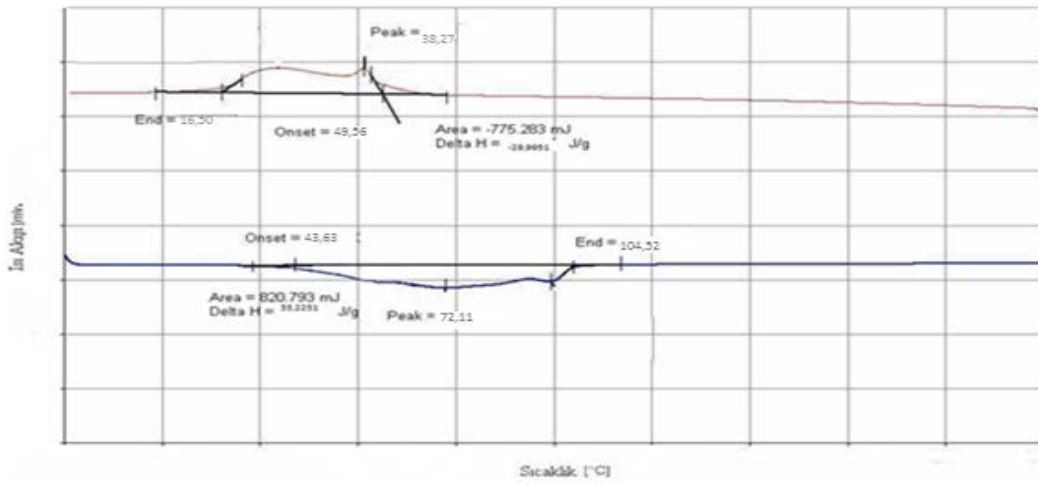
Şekil 6.5. NiTi alaşımının EDS sonucu grafiksel olarak gösterilişi

Tablo 6.4. NiTi ağırlıkça kimyasal analiz oranları

Element	Ti	Ni	C
Ağırlıkça oran(%)	39,955	60,004	0,05

6.5. DSC Analizi

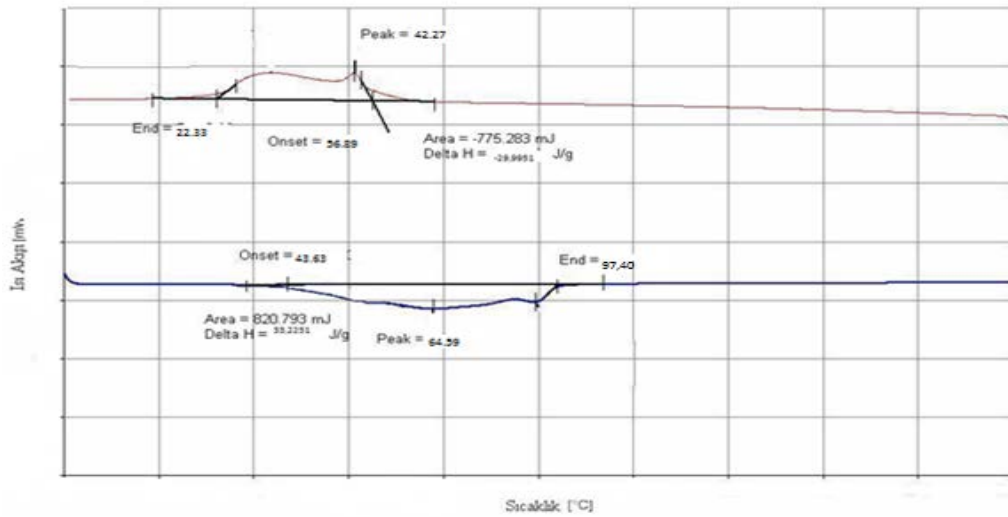
DSC analizi sonucu şekil bellek ısıl işleminin sayısı arttıkça Ms ve Af sıcaklığının arttığı görülmüştür. Ayrıca şekil bellek ısıl işlem sayısının artmasıyla alaşımda görülen histerisis miktarı azalmıştır. Bu sonuç DSC analizi sonrası tespit edilmiş faz dönüşüm sıcaklıklarından açık şekilde görülmektedir. Ayrıca şekil bellek ısıl işlem sayısı arttıkça Ms sıcaklığı yükselmekte ve Af sıcaklığı azalmaktadır. Tablo 6.5, 6.6, 6.7 ' de şekil bellek ısıl işlem sayılarına göre elde edilen DSC analizi sonuçları görülmektedir.



Şekil 6.6. NiTi alaşımının 1 ısı işlem çevrimi sonundaki DSC analizi

Tablo 6.5. 1 ısı işlem çevrimi sonundaki faz dönüşüm sıcaklıkları

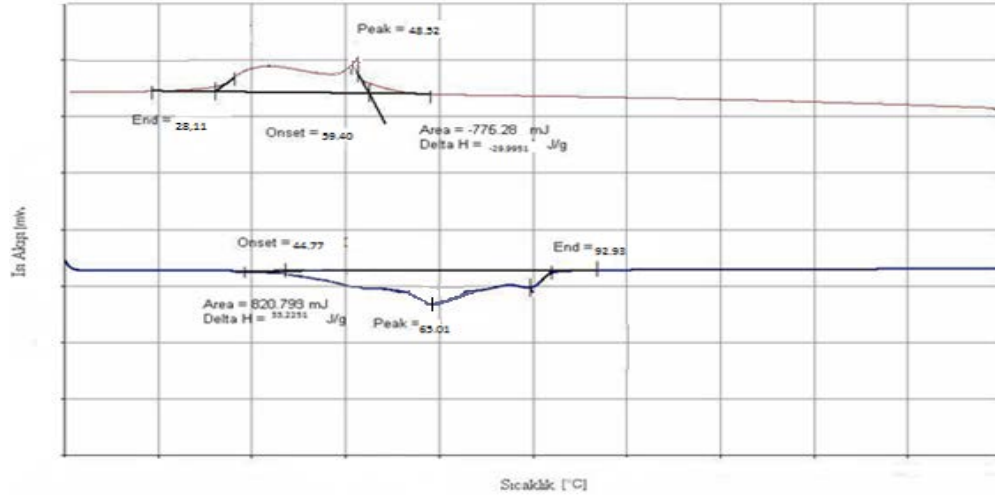
Alaşım	M_f	Mtepe	M_s	Egzo(J/g)	A_s	Atepe	A_f	Endo(J/g)
NiTi	16,50	38,27	69,36	-31,6951	43,63	72,11	104,52	35,3751



Şekil 6.7. NiTi alaşımının 10 ısı işlem çevrimi sonundaki DSC analizi

Tablo 6.6. 10 ısı işlem çevrimi sonundaki faz dönüşüm sıcaklıkları

Alaşım	M_f	Mtepe	M_s	Egzo(J/g)	A_s	Atepe	A_f	Endo(J/g)
NiTi	22,33	47,27	56,89	-29,9951	48,63	64,59	97,40	33,2251



Şekil 6.8. . NiTi alaşımının 25 ısıt işlem çevrimi sonundaki DSC analizi

Tablo 6.7. 25 ısıt işlem çevrimi sonundaki faz dönüşüm sıcaklıkları

Alaşım	M_f	Mtepe	M_s	Egzo(J/g)	A_s	Atepe	A_f	Endo(J/g)
NiTi	28,11	48,52	59,40	-27,407	44,77	65,01	92,93	29,125

7. TARTIŞMA VE ÖNERİLER

Nikel-Titanyum şekil bellekli alaşımı üretmek için yapılan bu çalışmada vakum indüksiyon ocağında ergitme yapılmış ardından dikey tip atmosfer kontrollü ısıtım işlem fırınında çözeltiye alma işlemi yapılmıştır. Son olarak şekil bellek ısıtım işlemi yapılmıştır. Bu prosesler sonrası alaşımın sertlik, mikro yapı, EDS analizi, DSC analizi yapılarak özellikleri incelenmiştir. Bu prosesleri; ergitme, çözeltiye alma ısıtım işlemi ve şekil bellek ısıtım işlemi olarak ayrılarak sonuçları aşağıda belirtilmiştir.

1) Ergitme prosesinde vakum indüksiyon ocağı kullanılması alaşımın homojenliği açısından avantajlı olduğu görülmüştür fakat alaşımın tamamen homojen hale gelmesi için en az iki ergitme işlemi yapılmalıdır.

2) Ergitme işleminde grafit pota kullanılmıştır, alaşımın grafit potadan karbon kapması ve TiC bileşiğinin oluşması bunun sonucu olarak ağırlıkça olarak Ti/Ni=1 oranının ayarlanması çok zor olmaktadır özellikle ikinci ergitme yapıldığında bu oranın ayarlanması daha da zorlaşmaktadır bu nedenle grafit pota yerine başka bir malzemeden pota kullanılması önerilir. Ergitme öncesi şarjdaki ağırlıkça %Ti= 44,5 iken ergitme sonrası ağırlıkça %Ti= 39,955'e düşmüştür.

3) Grafit kullanılmasının diğere bir sakıncalı tarafı ise pota ile reaksiyona giren titanyumun oluşturduğu TiC 'ün alaşımında aşırı sertlik yapması ve alaşımın şekil bellek özelliğini azaltmasıdır. Numunenin sertliği en yüksek bölgesi 342 HV gelmektedir.

4) Ergitme sonrası alaşım incelendiğın alaşımın üst tarafında cüruf tabakası görülmüştür. Vakum ortamı olarak -1,5 Bar basınçta ergitme yapılmış ayrıca ergitme ortamı beş kez argon atmosferi ile temizlenmiştir fakat yüzeyde cüruf tabakası görülmüştür. Vakum miktarının artırılması bu sorunu çözebilir.

5) Ergitme sonrasında mikro yapı analizi sonucunda tanelerin boyutunun büyük olduğu görülmüştür. Bunun nedeni ergitme sisteminin bir döküm tertibatının olmaması sıvı hale gelen alaşımın ergitme potasında vakum altında katılaşmasının beklenmesi ile katılaşma zamanının çok uzun sürmesidir. Ergitme ocağında sıcaklığın tespiti için bir sıcaklık ölçer kullanılması istenilen düşük sıcaklıkta ergitme yapılması açısından ince taneli mikro yapı elde edilmesi açısından çok önemlidir. Özellikle hızlı katılaştırma yöntemlerinin (Spin melting gibi) ince taneli yapının elde edilmesi açısından önemli olup şekil bellek özelliğinin maksimum seviyede elde edilmesi açısından önerilir.

6) Çözeltiye alma ısıl işleminde farklı sıcaklıklar ve süreler denenerek döküm sonrası meydana gelen gerilmelerin giderilmesi ile minimum sertlikte alaşım elde edilmesi amaçlanmıştır. Artan sıcaklıkla tanelerin büyümesi nedeniyle sertliğin düşmesi göz önüne alınarak yapılan ısıl işlemlerde 850°C 'den daha yüksek sıcaklıklarda ve artan ısıl işlem sürelerinde sertliğin arttığı görülmüştür. Bu sonuç literatür bilgisiyle de uyuzmaktadır. En uygun sıcaklık-zaman kombinasyonu, 1 mm kalınlığında ki bir alaşım için 850°C'de 1 saat tavlama süresinde için minimum sertlik (285 HV) tespit edilmiştir.

7) Numunelerin kesilmesinde ergitme sonrası elde edilen nikel titanyum alaşımının 1 mm kalınlığında parçalar elde etmek için uygulanan tel erozyon yöntemi istenilen boyutlarda kesim için en uygun yöntem olduğu kesilen bölgelerin diğer bölgelerle olan mikro yapı karşılaştırmaları sonucunda bir değişiklik görülmediği tespit edilmiştir. Diğer yöntemler kullanılarak yapılan çok ince kesme ve talaş kaldırma işlemlerinde alaşımın zarar göerek yüzeyinin bozulmasına neden olmuştur ve kesme işlemi sırasında yüksek sıcaklıklar nedeniyle mikro yapı anlamında alaşımında ki faz dengesini bozulmuştur

8) Şekil Bellek ısıl işlemi alaşımlara 1, 10, 25 tekrar şeklinde uygulanmış ve elde edilen DSC analizi sonuçlarına göre alaşımın martensit-östenit dönüşüm sıcaklıkları belirlenmiştir.

- ✓ 1 ısıl çevrim uygulanan numune için $M_s=16,50^{\circ}\text{C}$, $M_t=38,27^{\circ}\text{C}$, $M_f=49,56^{\circ}\text{C}$, $A_s=45,81^{\circ}\text{C}$, $A_t=72,11^{\circ}\text{C}$, $A_f=104,52^{\circ}\text{C}$
- ✓ 10 ısıl çevrim uygulanan numune için $M_s=22,33^{\circ}\text{C}$, $M_t=47,27^{\circ}\text{C}$, $M_f=56,89^{\circ}\text{C}$, $A_s=43,63^{\circ}\text{C}$, $A_t=64,59^{\circ}\text{C}$, $A_f=96,40^{\circ}\text{C}$
- ✓ 25 ısıl çevrim uygulanan numune için $M_s=28,11^{\circ}\text{C}$, $M_t=48,52^{\circ}\text{C}$, $M_f=59,40^{\circ}\text{C}$, $A_s=44,77^{\circ}\text{C}$, $A_t=65,01^{\circ}\text{C}$, $A_f=92,93^{\circ}\text{C}$ değerleri bulunmuştur.

Bu değerler ışığında şekil bellek ısıl işleminin çevrim sayısının artması alaşımın gösterdiği histerisisi azaltmaktadır. M_s sıcaklığı şekil bellek ısıl işleminin çevrim sayısının artışına bağlı olarak artmakta ve A_f sıcaklığı çevrim sayısının artışına bağlı olarak azalmaktadır. Yani martensit başlangıç sıcaklığı ve östenit bitiş sıcaklıkları birbirine yaklaşmaktadır.

8. KAYNAKLAR

1. Arın, T., Şekil Bellekli NiTi Alaşımlarında Kimyasal Bileşimin Isıl İşlem Koşullarının Optimizasyonu, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, İstanbul, 2008.
2. Bekker, A.,Bribson, L.C. ve Issen, K., Localized and Diffuse Thermoinduced Phase Transformation in 1d Shape Memory Alloys, Journal of Intelligent Material Systems and Structures, 9 (1988) 355-365.
3. Pieczska E.A.,Gadai S.P., Nowacki W.K. ve Tobushi H., Phase-Transformation Fronts Evolution for Stres-and Strain- Controlled Tension Tests in TiNi Shape Memory Alloy, Society for Experimental Mechanics, 46 (2006) 531-542.
4. Xie Z.,Liu Y. ve Van Humbeeck J., Microstructure of NiTi Shape Memory Alloy Due to Tension–Compression Cyclic Deformation, Acta Materialia, 46 (1989) 1989–2000.
5. Kırbıyık, B.D., Nikel Titanyum Tellerin Recycling Sonrası Mekanik ve Fiziksel Özelliklerinde Meydana Gelen Değişikliklerin İncelenmesi, İstanbul Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Ortodonti Anabilim Dalı, Doktora tezi, İstanbul, 2006.
6. Kusy R.P., A Review of Contemporary Arch Wires: Their Properties and Characteristics, Angle Orthodontist, 67 (1997) 197-208.
7. Çavdar, E., Şekil Hatırlamalı NiTi Alaşımında Difüzyonsuz Faz Dönüşümünün Termodinamik Özellikleri, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara, 2006.
8. Zengin, R., Bakır Bazlı Alaşımların Basınç ve Radyasyon Etkisi Altında Şekil Hatırlama Davranışlarının İncelenmesi, Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Elazığ, 2002.
9. http://ualberta.ca/~datwww.csabase/MEMS/sma_mems/sma.html Shape Memory Alloys. 20 Mayıs 2013.
10. Wayman, C.M. ve Shimizu, K.,The Shape Memory (Marmem) Effect in Alloys, Metal Science Journal, 6 (1972) 176-183.
11. Bain, E.C., Nature of Martensite, Transactions of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 70 (1924) 25-37.
12. Bor, S., Şekil Bellekli CuZnAl Alaşımlarının Üretimi ve Karakterizasyonu, Tübitak Proje Raporu, M SAG-72, Ankara, 1998.
13. Hornbogen E.,Martinger V., ve Wunzel D., Mikro Structure and Tensile Properties of Binary NiTi Alloys, Scripta Metarialia, 44 (2001) 171-178.

14. Ball, P., *Made to Measure: New Materials for 21st Century*, Princeton University Press, New Jersey, 1999.
15. Dilibal, S., *Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşım Üretimi ve Şekil Bellek Eğitim*, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, İstanbul, 2005.
16. Mihalcz, I, *Fundamental Characteristics and Design Method for Nickel Titanium Shape Memory Alloys*, *Periodica Polytechnica – Mechanical Engineering*, 45,1 (2001) 75-85.
17. Carrol, M.C., Somsen, Ch. ve Eggeler G., *Multiple-Step Martensitic Transformation in Ni-rich NiTi Shape Memory Alloys*, *Scripta Materialia*, 50 (2004) 187-192.
18. Christian, J.K., *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*, Pergamon Press, London, 1975.
19. Lagoudas, D.C., *Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications*, Springer, USA, 2008.
20. Liu, Y., Kim, J.I. ve Miyazaki, S., *Thermodynamic Analysis of Ageing-Induced Multiple Stage Transformation Behaviour of NiTi*, *Philosophical Magazine*, 84,20 (2004) 2083-2102.
21. Sittner P., Landa M., Lukas P. ve Novak V., *R-phase Transformation Phenomena in Thermomechanically Loaded NiTi Polycrystals*, *Mechanics of Materials*, 38 (2004) 475-492.
22. Somsen C., Zahres H., Kastner J., Wassermann E.F., Kakeshita T. ve Saburi T., *Influence of Thermal Annealing on the Martensitic Transitions in Ni–Ti Shape Memory Alloys*”, *Materials Science and Engineering A*, 273-275 (1999) 310-314.
23. Stroz D., *Studies of the R-phase Transformation in a Ti–51at. %Ni Alloy by Transmission Electron Microscopy*, *Scripta Materialia*, 47 (2002) 363-369.
24. Otsuka K. ve Ren X., *Martensitic Transformation in Nonferrous Shape Memory Alloys*, *Material Science and Engineering A*, 273-275 (1999) 89-105.
25. Cotes, S., Sade, M. ve Guillermet, F., *Fcc/hcp Martensitic Transformations in the Fe-Mn System: Experimental study and Thermodynamic Analysis of Face Stabililiy*, *Metallurgical and Materials Transcations A*, 26 (1995) 1957.
26. Fukuda, T. ve Kakeshita, T., *Electronic Structure and Stability of Intermetallic Compounds in the Ti–Ni System*, *Material Science and Engineering A*, 15 (1999) 166-169.

27. Nishida, M., Wayman, C.M. ve Honma, T., Precipitation Processes in Nearequiatomic NiTi Shape Memory Alloys, Metallurgical and Materials Transactions, 17 (1986) 1505.
28. Schimizu K. ve Tadaki T., Shape Memory Alloys, Gordon and Breach Science Publishers, New York, 1987.
29. Funakubo, H., Shape Memory Alloys, Gordon and Breach Science Publishers, New York, 1987.
30. Otsuka K. ve Wayman C.M., Shape Memory Materials, Cambridge University Press, UK, 1998.
31. Hodgson, D.E., Wu M.H. ve Biermann R.J., ASM Handbook , ASM International, USA, 1993.
32. Zhang Z., Frenzel J., Neuking K. ve Eggeler G., On the Reaction Between NiTi Melts and Crucible Graphite During Vacuum Induction Melting of NiTi Shape Memory Alloys, Acta Materialia, 53 (2005) 3971-3985.
33. Olson, G.B. ve Cohen, M., Thermoelastic Behaviour in Martensitic Transformations, Scripta Metallurgica et Materialia, 9 (1975) 1247-1254.

ÖZGEÇMİŞ

1983 yılında Trabzon'da doğdu. İlköğrenimini İskenderpaşa İlkokulunda, orta ve lise öğrenimini ise Tefvik Serdar Anadolu Lisesinde tamamladı. 2002 yılında İstanbul Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümüne başladı. 2007 yılında lisans eğitimini tamamlayarak Metalurji ve Malzeme Mühendisi unvanını aldı. 2010 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans programına başladı. DSİ TAKK Dairesi Başkanlığı Beton Malzeme Laboratuvarı'nda Mühendis olarak çalışmaktadır.