

**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**NİKEL-TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIM
ÜRETİMİ VE ŞEKİL BELLEK EĞİTİMİ**

Yük.Müh. Savaş DİLİBAL

**FBE Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalı Malzeme Programında
Hazırlanan**

DOKTORA TEZİ

Tez Savunma Tarihi : 14 ARALIK 2005

Tez Danışmanı : Doç.Dr.Nurhan CANSEVER (Y.T.Ü.)

Juri Üyeleri : Prof.Dr. Adnan DİKİCİOĞLU (İ.T.Ü.)

Prof.Dr. Mustafa ÇİĞDEM (Y.T.Ü.)

Prof.Dr. Adem BAKKALOĞLU (YT.Ü.)

Yrd.Doç.Dr. Levent TRABZON (İ.T.Ü.)

İSTANBUL, 2005

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
KISALTMA LİSTESİ	iii
ŞEKİL LİSTESİ	vi
ÇİZELGE LİSTESİ	x
ÖNSÖZ	xi
ÖZET	xii
ABSTRACT	xiii
1 GİRİŞ	1
2 ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLAR VE ŞEKİL BELLEK ÖZELLİĞİ	4
2.1 Şekil Bellek Özelliği ve Martenzitik Faz Dönüşümü	4
2.2 Şekil Bellekli Alaşımların Süperelastik Özelliği	9
2.3 Martenzitik Dönüşümle İlgili Serbest Enerji Değişimi Teorisi	11
2.4 Şekil Bellek Özelliği Gösteren Alaşımlar	12
3 NİKEL-TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLAR VE KULLANIM ALANLARI	15
3.1 Nikel-Titanyum Faz Diyagramı	15
3.2 Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşımın Kristal Yapısı	17
3.3 Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşımların Genel Fiziksel ve Mekanik Özellikleri	19
3.4 Alaşımdaki Nikel Oranının Martenzitik Dönüşüm Sıcaklığına Etkisi	21
3.5 Alaşımın Martenzitik Dönüşüm Sıcaklığını Belirleme Yöntemleri	22
3.6 Katkı Elementlerinin NiTi Alaşımlarındaki Faz Dönüşümlerine Etkileri	24
3.7 Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşımların Farklı Sıcaklıklardaki Gerilme-Birim Şekil Değiştirme Diyagramları	25
3.8 Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşımların Kullanım Alanları	26
3.8.1 NiTi Şekil Bellekli Alaşımların Endüstriyel Alandaki Uygulamaları	26
3.8.2 NiTi Şekil Bellekli Alaşımların Tıp Alanındaki Uygulamaları	37
3.9 Şekil Bellekli Alaşımlarda Şekil Değişiminin Kontrolünü Sağlayan İç ve Dış Kontrol Sistemleri	40
4 NİKEL-TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIM ÜRETİM YÖNTEMLERİ	42
4.1 Vakum Ark Yöntemi İle Üretim	43
4.2 Vakum İndüksiyon Yöntemi İle Üretim	44
4.3 Elektron Işını Ark Yöntemi İle Üretim	47
4.4 Plazma Ark Yöntemi İle Üretim	48
4.5 Sinterleme Yöntemi İle Üretim	49
5 NİKEL-TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARA UYGULANAN ŞEKİL BELLEK EĞİTİMİ	51
5.1 Tek Yönlü Şekil Bellek Davranışı Eğitimi	51
5.2 Çift Yönlü Şekil Bellek Davranışı Eğitimi	53

5.2.1	Çift yönlü şekil bellek davranışının martenzitik fazda deformasyona uğratılarak kazandırılması	53
5.2.2	Çift yönlü şekil bellek davranışının östenit fazda yükleme yöntemi ile kazandırılması.....	54
6	DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	56
6.1	Deneylerin Yapılışı.....	56
6.1.1	Nikel-titanyum Şekil Bellekli Alaşım Üretimi	58
6.1.1.1	Vakum ark ocağında döküm	58
6.1.1.2	Vakum indüksiyon ocağında döküm	62
6.1.2	Üretimi yapılan alaşımların malzeme karakterizasyonu için yapılan deneyler	62
6.1.2.1	Mikro yapı incelemeleri.....	62
6.1.2.2	EDS analizleri.....	62
6.1.2.3	Sertlik ölçümleri	62
6.1.2.4	DSC analizleri.....	62
6.1.2.5	XRD analizleri	63
6.1.3	Üretilen nikel-titanyum alaşımların şekil bellek özelliği ile ilgili deneyler	64
6.1.3.1	Üretilen alaşımların şekil bellek özelliğinin tespitine yönelik deneyler.....	64
6.1.3.2	Üretilen alaşımların şekil bellek kapasitelerinin farklı deformasyon oranlarında incelenmesi	65
6.1.3.3	Üretilen alaşımların şekil bellek kapasitesinin sıcaklık parametresi değiştirilerek incelenmesi	65
6.1.3.4	Üretilen alaşımların martenzit fazdan östenit faza geçişinin farklı sistemler kullanılarak incelenmesi	66
6.2	Yapılan Deneylerden Elde Edilen Sonuçlar	66
6.2.1	Nikel-titanyum şekil bellekli alaşım üretiminden elde edilen sonuçlar	66
6.2.1.1	Vakum ark ocağında yapılan dökümlerden elde edilen sonuçlar	66
6.2.1.2	Vakum indüksiyon ocağında yapılan dökümlerden elde edilen sonuçlar	74
6.2.1.3	Üretim sonucunda elde edilen başarılı dökümlerin incelenerek deneysel uygulamalara hazırlanması	76
6.2.2	Üretimi yapılan alaşımların malzeme karakterizasyonu için yapılan deneylerden elde edilen sonuçlar	80
6.2.2.1	Mikro yapı incelemelerinden elde edilen sonuçlar.....	80
6.2.2.2	EDS analizlerinden elde edilen sonuçlar	85
6.2.2.3	Sertlik ölçümlerinden elde edilen sonuçlar	87
6.2.2.4	DSC analizlerinden elde edilen sonuçlar.....	88
6.2.2.5	XRD analizlerinden elde edilen sonuçlar	91
6.2.3	Üretilen alaşımların şekil bellek özelliği ile ilgili deneylerden elde edilen sonuçlar	93
6.2.3.1	Üretilen alaşımların şekil bellek özelliğinin tespitine yönelik deneylerden elde edilen sonuçlar.....	93
6.2.3.2	Üretilen alaşımların şekil bellek kapasitelerinin farklı deformasyon oranlarında incelenmesinden elde edilen sonuçlar	97
6.2.3.3	Üretilen alaşımların şekil bellek kapasitesinin sıcaklık parametresi değiştirilerek incelenmesinden elde edilen sonuçlar	103
6.2.3.4	Üretilen alaşımların martenzit fazdan östenit faza geçişinin farklı sistemler kullanılarak incelenmesinden elde edilen sonuçlar	105

	Sayfa
7. SONUÇLAR.....	108
7.1 Dökümle İlgili Sonuçlar	108
7.2 Üretilen Nikel-titanyum Alaşımların Karakterizasyonundan Elde Edilen Sonuçlar	109
7.3 Üretilen Nikel-titanyum Alaşımların Şekil Bellek Özelliklerinin İncelenmesinden Edilen Sonuçlar	110
KAYNAKLAR.....	112
ÖZGEÇMİŞ.....	115

KISALTMA LİSTESİ

Ms	Martenzit başlangıç sıcaklığı
Mf	Martenzit bitiş sıcaklığı
Md	Gerilme esaslı martenzit başlangıç sıcaklığı
As	Östenit başlangıç sıcaklığı
Af	Östenit bitiş sıcaklığı
ŞBA	Şekil bellekli alaşım
ŞBÖ	Şekil bellek özelliği
TYD	Tek yönlü şekil bellek davranışı
ÇYD	Çift yönlü şekil bellek davranışı

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1 Martenzitik faz dönüşümünün iki boyutlu gösterimi	5
Şekil 2.2 a) Kayma ile yerleşme, b) İkizlenme ile yerleşme	5
Şekil 2.3 Şekil bellekli alaşımlarda martenzitik faz dönüşümü	6
Şekil 2.4 Şekil bellek etkisi mekanizması	6
Şekil 2.5 $M_s < T < A_s$ sıcaklığında gerilme – şekil değiştirme diyagramı	7
Şekil 2.6 Şekil bellek alaşımlarda tek yönlü şekil bellek davranışı (TYD).....	7
Şekil 2.7 Şekil bellekli alaşımlarda çift yönlü şekil bellek davranışı (ÇYD).....	8
Şekil 2.8 Şekil bellekli alaşım yayda ÇYD mekanizması	9
Şekil 2.9 Şekil bellekli alaşım levhada ÇYD mekanizması	9
Şekil 2.10 Şekil bellekli alaşımlarda superelastik özellik	10
Şekil 2.11 Şekil bellekli alaşımlarda superelastik özellik gösteren bölge.....	10
Şekil 2.12 Gerilme sonucu oluşan martenzitik plakaların NiTi mikrotüpte görünümü	11
Şekil 2.13 Farklı sıcaklıklarda enerji yoğunluğu.....	12
Şekil 3.1 TiNi Faz Diyagramı.....	16
Şekil 3.2 TiNi Faz Diyagramında atomca % 30 - %65 arası nikel oranı bölgesi.....	16
Şekil 3.3 Nikel oranı arasında Ti_3Ni_4 oluşumu.....	17
Şekil 3.4 Martenzitik dönüşüm öncesi kristal yapı.....	18
Şekil 3.5 Martenzitik dönüşüm sonrası monoklinik kristal yapı.....	18
Şekil 3.6 Alaşımın elastisite modülü-sıcaklık diyagramı	21
Şekil 3.7 NiTi alaşımların M_s sıcaklığının karşılaştırılması	22
Şekil 3.8 Martenzit/ Östenit fazlarında alaşımın öz direnci-sıcaklık diyagramı	23
Şekil 3.9 DSC analizi ile ısıtma ve soğutma sonucu belirlenen faz dönüşümleri	23
Şekil 3.10 Katkı elementlerinin alaşımın M_s sıcaklığına etkisi	24
Şekil 3.11 NiTi alaşımların gerilme-birim şekil değiştirme diyagramları	25
Şekil 3.12 Hidrolik boru bağlama bileziği olarak nitinolun kullanılması	26
Şekil 3.13 Ortam sıcaklığına göre açılıp kapanan sera pencere sistemi	27
Şekil 3.14 Çıkış sıcaklığı ayarlanabilir akışkan sıvı valfi	27
Şekil 3.15 Otomatik yağ seviyesi ayarlama parçasının kullanıldığı dişli kutusu	28
Şekil 3.16 Otomatik yağ seviyesi ayarlama parçası	28
Şekil 3.17 NiTi ince film kullanılarak oluşturulan mikro valf	29
Şekil 3.18 NiTi ince film kullanılarak düşük miktarlarda sıvı transferi yapılması	30
Şekil 3.19 Sıçratma metodu kullanılarak elde edilen NiTi ince film	30
Şekil 3.20 NiTi alaşımın süperelastik özelliği kullanılarak üretilen cep telefonu ve gözlük çerçevesi	31
Şekil 3.21 Şekil bellekli alaşımlar kullanılarak geliştirilen mikro tutucu	31
Şekil 3.22 Heykeltraş Olivier Deschamps tarafından yapılan kadın ve bebek figürü.....	32
Şekil 3.23 a) Şekil bellekli alaşım yay b) Şekil bellekli alaşım levha.....	32
Şekil 3.24 Şekil bellekli alaşımların güç/ağırlık oranları	33
Şekil 3.25 NiTi alaşımların hareketlendirici olarak kullanıldığı mikro robot	33
Şekil 3.26 Şekil bellekli alaşımların kullanıldığı mikro robotun hareketi	34
Şekil 3.27 NiTi yayların kullanıldığı altı bacaklı robotik yengeç	34
Şekil 3.28 NiTi yaylar kullanılan mikro tutucu.....	35
Şekil 3.29 NiTi teller kullanılarak tasarlanan Squito robot böcek	35
Şekil 3.30 NiTi teller kullanılarak geliştirilen Hitachi Robot El	36
Şekil 3.31 SMA robot el ile bardak ve yumurta kavrama deneyleri	36
Şekil 3.32 İTÜ Robot El ile malzeme kavrama ve kaldırma	37
Şekil 3.33 Ortodontide kullanılan NiTi diş teli örnekleri ve uygulamaları	37
Şekil 3.34 Endodontik uygulamalarda kullanılan NiTi döner kök kanalı aleti	38

Şekil 3.35 Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların ortopedik kullanımı	38
Şekil 3.36 Geleneksel metot ve nikel-titanyum bağlantı perçini.....	39
Şekil 3.37 Kemik dokusunda kullanılan nikel-titanyum bağlantı perçinleri.....	39
Şekil 3.38 Damar tıkanıklıklarında kullanılan NiTi stent örnekleri	39
Şekil 3.39 Tıkanık olan damarın NiTi stentle açılması	40
Şekil 3.40 Şekil bellekli alaşım kontrol değişkenleri	41
Şekil 4.1 Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımının üretim yöntemleri.....	43
Şekil 4.2 Endirekt ark ocağı	43
Şekil 4.3 Direkt ark ocağı.....	44
Şekil 4.4 Vakum indüksiyon ocağı.....	45
Şekil 4.5 Vakum indüksiyon ocağında ergitme	46
Şekil 4.6 İndüksiyon ocağında grafit potada döküm sonucu elde edilen ingot	46
Şekil 4.7 İndüksiyon ocağında grafit potada döküm sonucu elde edilen ingot	47
Şekil 4.8 Elektron ışını ark yöntemi ile döküm	48
Şekil 4.9 Eletron ışını ark yöntemiyle yapılan döküm	48
Şekil 4.10 Alaşımın plazma ark yöntemiyle üretimi	49
Şekil 5.1 Çözeltiye alınmış nikel-titanyum alaşımı ve deformasyona uğratılarak istenilen şekil verilmiş alaşım	51
Şekil 5.2 C Şekli verilen alaşımın kalıba konulması ve 500°C-600°C arasında ısıtılması	52
Şekil 5.3 Alaşım kalıp içerisinde iken suda soğutulması	52
Şekil 5.4 Kalıptan çıkarılan şekil belleğini almış alaşımın (a) deformasyona uğratılması (b) östenit faza ısıtılarak tekrar ilk verilen bellek şekline dönmesi (c)	53
Şekil 5.5 Deformasyon yoluyla çift yönlü şekil belleği verme	54
Şekil 5.6 Yükleme yoluyla çift yönlü şekil belleğinin kazandırılması.....	55
Şekil 6.1 Çalışmada izlenen yolun sistematik akış diyagramı	57
Şekil 6.2 Dökümde kullanılan ticari saflıktaki titanyum ve nikel metalleri.....	58
Şekil 6.3 Vakum ark ocağında döküm aşamaları	59
Şekil 6.4 Vakum ark ocağında dökümlerde kullanılan bakır ve zirkonya potalar	60
Şekil 6.5 Silindirik ve kare prizması ingotların elde edildiği bakır kalıplar.....	60
Şekil 6.6 Vakum ark ocağında kullanılan zirkonya pota ve içerisine yerleştirilen ticari saflıkta titanyum ve nikel metalleri	61
Şekil 6.7 Döküm işleminde kare prizması şeklinde ingot elde edilen bakır kalıbın ara kesitinin görünümü.....	61
Şekil 6.8 Perkin Elmer Pyris 1 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre cihazı	63
Şekil 6.9 Paslanmaz çelik kalıba yerleştirilen düz şekildeki alaşım	64
Şekil 6.10 Kalıba konularak 550°C'de 10 dakika tutulduktan sonra suda soğutma sonucu düz şekil belleği kazandırılmış NiTi 12-3 alaşımı	65
Şekil 6.11 Üretilen nikel-titanyum alaşımlardan kesilen çubuk NiTi'nin boru kalıp içerisine yerleştirilmesi	66
Şekil 6.12 Birinci döküm sonucunda elde edilen tam ergitilememiş NiTi 1	68
Şekil 6.13 İkinci döküm sonucunda potada kalan NiTi 2 kodlu metal	68
Şekil 6.14 Üçüncü döküm sonucunda elde edilen konik şekildeki NiTi 3-2	69
Şekil 6.15 Silindirik ingot elde edilen bakır kalıbın iç kesiti	69
Şekil 6.16 Döküm sonucu elde edilen NiTi 4-3 kodlu silindirik ingot	70
Şekil 6.17 Hasar gören bakır pota ve içerisine yüksek oranda bakır karışmış ingot.....	70
Şekil 6.18 Oksitlenerek çatlamış NiTi 6 kodlu ingot	73
Şekil 6.19 Zirkonya potada elde edilen NiTi 7-2 kodlu ingot.....	73
Şekil 6.20 Zirkonya potada kare pizması şeklinde üretilen NiTi 7-3 alaşımı	73
Şekil 6.21 Vakum ark ocağında yetersiz ergitme sonucu potada kalan katışkı.....	74

Şekil 6.22 Vakum indüksiyon fırınında dökümde kullanılan seramik pota ve ergitme sonunda kalıbın yolluğunda kalan parça.....	75
Şekil 6.23 Dökümde kullanılan çatlamış haldeki seramik kalıp ve dağılan parçalar.....	76
Şekil 6.24 NiTi 12-3 kodlu alaşım	77
Şekil 6.25 NiTi 12-3 alaşımının Robofil 290 tel erozyon makinesi kullanılarak tel erozyon yöntemiyle kesilmesi	77
Şekil 6.26 Üst kısmı kesilerek kare prizması şeklinde kalan NiTi 12-3 alaşımı	78
Şekil 6.27 NiTi 12-3 alaşımından tel erozyon yöntemiyle kesilerek 2 mm. x2mm. x65mm. boyutlarına indirilen çubuk nikel-titanyum alaşımlar	78
Şekil 6.28 NiTi 12-3 üst kısmından tel erozyon yöntemiyle alınan yuvarlak kesitler	78
Şekil 6.29 NiTi 7-3 kodlu alaşım	79
Şekil 6.30 Dövme işleminden sonra NiTi 4-3 alaşımının parçaları	79
Şekil 6.31 NiTi 4-3 kodlu alaşımdan tel erozyon yöntemiyle alınan ara kesitler	79
Şekil 6.32 NiTi 3-2 kodlu alaşımın tel erozyon yöntemiyle kesilmesi	80
Şekil 6.33 a) NiTi 12-3 alaşımının döküm sonrası mikroyapısı, 200 X b) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 100 X c) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 200 X d) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 400 X	81
Şekil 6.34 a) NiTi 7-3 alaşımının döküm sonrası mikroyapısı, 200 X b) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 100 X c) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 200 X d) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 400 X.....	82
Şekil 6.35 a) NiTi 4-3 alaşımının döküm sonrası mikroyapısı, 200 X b) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 100 X c) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 200 X d) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 400 X.....	83
Şekil 6.36 a) NiTi 3-2 alaşımının döküm sonrası mikroyapısı, 200 X b) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 100 X c) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 200 X d) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 400 X	84
Şekil 6.37 NiTi 12-3 alaşımının EDS spektrumu ve atomca ve ağırlıkça element oranları.....	85
Şekil 6.38 NiTi 7-3 alaşımının EDS spektrumu ve atomca ve ağırlıkça element oranları.....	86
Şekil 6.39 NiTi 4-3 alaşımının EDS spektrumu ve atomca ve ağırlıkça element oranları.....	86
Şekil 6.40 NiTi 3-2 alaşımının EDS spektrumu ve atomca ve ağırlıkça element oranları.....	87
Şekil 6.41 NiTi 12-3 alaşımının DSC analizi ve DSC analizine göre faz dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm entalpileri	88
Şekil 6.42 NiTi 7-3 alaşımının DSC analizi ve DSC analizine göre faz dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm entalpileri	89
Şekil 6.43 NiTi 4-3 alaşımının DSC analizi ve DSC analizine göre faz dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm entalpileri	90
Şekil 6.44 NiTi 3-2 alaşımının DSC analizi ve DSC analizine göre faz dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm entalpileri	91

Şekil 6.45 NiTi 12-3 alaşımının 27°C’de alınan XRD spektrumlarında görülen difraksiyon paternleri.....	91
Şekil 6.46 NiTi 7-3 alaşımının 27°C’de alınan XRD spektrumlarında görülen difraksiyon paternleri	92
Şekil 6.47 NiTi 4-3 alaşımının 27°C’de alınan XRD spektrumlarında görülen difraksiyon paternleri	92
Şekil 6.48 NiTi 3-2 alaşımının 27°C’de alınan XRD spektrumlarında görülen difraksiyon paternleri	93
Şekil 6.49 NiTi 12-3 üzerinde şekil bellek özelliğinin incelenmesi.....	94
Şekil 6.50 NiTi 12-3 alaşımından kesilen yuvarlak kesitte şekil bellek özelliğinin incelenmesi	94
Şekil 6.51 NiTi 12-3 alaşımından kesilen kesitte şekil bellek özelliğinin incelenmesi	95
Şekil 6.52 NiTi 7-3 alaşımının 2x2x65 mm. boyutlarına kesildiğinde içerisinde tespit edilen mikro boşluklar.....	95
Şekil 6.53 NiTi 7-3 alaşımı üzerinde şekil bellek özelliğinin incelenmesi	96
Şekil 6.54 NiTi 4-3 alaşımı üzerinde şekil bellek özelliğinin incelenmesi	96
Şekil 6.55 NiTi 3-2 alaşımı üzerinde şekil bellek özelliğinin incelenmesi	97
Şekil 6.56 İki uçtan toplam 30° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım	98
Şekil 6.57 İki uçtan toplam 60° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım	98
Şekil 6.58 İki uçtan toplam 90° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım	99
Şekil 6.59 İki uçtan toplam 90° bükülerek deformasyona uğratılan alaşımın geri dönüşümde aldığı şekil	99
Şekil 6.60 İki uçtan toplam 100° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım.....	99
Şekil 6.61 İki uçtan toplam 100° bükülerek deformasyona uğratılan alaşımın geri dönüşümde aldığı şekil	100
Şekil 6.62 İki uçtan toplam 110° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım.....	100
Şekil 6.63 İki uçtan toplam 110° bükülerek deformasyona uğratılan alaşımın geri dönüşümde aldığı şekil	100
Şekil 6.64 İki uçtan toplam 115° bükülmeye çalışıldığında kırılan numune	101
Şekil 6.65 İki uçtan toplam 50° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım	101
Şekil 6.66 İki uçtan toplam 60° bükülmeye çalışıldığında kırılan numune	102
Şekil 6.67 230°C ‘de 10 dakika bekledikten sonra suda soğutulup östenit faza ısıtılması sonunda elde edilen şekil (b)	103
Şekil 6.68 330°C ‘de 10 dakika bekledikten sonra suda soğutulup östenit faza ısıtılması sonunda elde edilen şekil (c)	104
Şekil 6.69 Fırında 430°C’de 10 dakika tutulduktan sonra suda soğutulup, östenit faza ısıtılması sonucunda elde edilen şekil (d).....	104
Şekil 6.70 230°C’de (b) 330°C’de (c) 430°C’de(d) ısıtılması sonucu ilk bellek şekline dönüş oranları	105
Şekil 6.71 NiTi 12-3 alaşımından kesilen çubuk NiTi alaşımı üzerinden elektrik akımı geçirilerek şekil bellek özelliğinin incelenmesi	106
Şekil 7.1 NiTi 12-3 alaşımının Ms sıcaklığının diğerleri ile karşılaştırılması.....	110

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 Bazı şekil bellekli alaşımların bileşim oranları, martenzitik dönüşüm sıcaklıklar ve histerisisleri.....	13
Çizelge 3.1 Nikel ve bakır esaslı şekil bellekli alaşımların karşılaştırılması	19
Çizelge 3.2 NiTi ve 300 serisi paslanmaz çeliklerin özelliklerinin karşılaştırılması	20
Çizelge 6.1 27-344, 18-899 ve 18-898 numaralı JCPDS-ICDD kart bilgileri	64
Çizelge 6.2 Vakum ark ocağında bakır pota kullanılarak gerçekleştirilen dökümler	67
Çizelge 6.3 Vakum ark ocağında zirkonya pota kullanılarak gerçekleştirilen dökümler.....	71
Çizelge 6.4 Vakum indüksiyon ocağında seramik potada gerçekleştirilen döküm.....	75
Çizelge 6.5 Üretilen alaşımlara uygulanan Vickers mikro sertlik ölçümlerinin sonuçları.....	87
Çizelge 6.6 Alaşımlara uygulanan farklı deformasyon miktarları ve elde edilen geri dönüşüm oranları	102
Çizelge 6.7 Kullanılan güce göre nikel-titanyum numunelerin şekil belleği kazandırılan ilk şekline dönme süresi.....	106

ÖNSÖZ

Malzemelerinin üretim yöntemlerinin geliştirilmesi ve özelliklerinin net olarak belirlenmesi; malzemenin birçok farklı kullanım alanlarının keşfedilmesinde en temel noktalardan birini oluşturmaktadır. Malzeme özelliklerini belirlemek için yapılacak AR-GE faaliyetleri birikim ve tecrübeyi de yanında getirerek daha fonksiyonel, ekonomik ve güvenli sistemlerin elde edilmesine olanak sağlamaktadır. Günümüzün ileri teknoloji malzemeleri sınıfında bulunan şekil bellekli alaşımların, her geçen gün yeni bir fonksiyonel kullanımı ortaya çıkmaktadır. Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımlar konusunda yapılan bu çalışmanın, bundan sonra bu yolda yapılacak çalışmalara her zaman ışık tutacağını umut ediyorum.

Bu çalışmanın yürütülmesinde, birlikte çalışmaya başladığımız ilk günden bu yana sistematik çalışma prensibi, yapıcı eleştirileri ve önerileri ile her zaman yanımda olan, bilgi ve tecrübelerinden daima yararlandığım değerli hocam Doç. Dr. Nurhan CANSEVER'e yürekten teşekkürlerimi sunarım.

Şekil bellekli alaşımlar konusunda değerli çalışmaları bulunan ve çalışmamın ilerleyişi esnasında her türlü yardım ve desteklerini esirgemeyen Yrd.Doç.Dr. R.Murat TABANLI'ya ve Emekli Y.Müh.Albay Erol SELİMBEYOĞLU'na teşekkür ederim.

Çalışmamın TUBİTAK-MAM'da gerçekleştirdiğim DSC analizi safhasında yardımlarından dolayı Dr. Tülay YILMAZ İNAN'a ve Uzman Teknisyen Zekayi KORLU'ya teşekkür ederim.

Üretilen nikel-titanyum alaşımların tel erozyonla kesilmesinde yardımlarından dolayı Emek Tel Erozyon sahibi Cemal SARI'ya teşekkür ederim.

İTÜ Metalurji Fakültesi Malzeme Karakterizasyon Laboratuvarlarında gerçekleştirdiğim XRD, SEM ve EDS analizlerinde yardımlarından dolayı Prof.Dr. Mustafa ÜRGEN'e, Prof.Dr.İsmail DUMAN'a, Doç.Dr. Gültekin GÖLLER'e, Met.Müh. Vefa EZİRMİK'e, Met.Müh. Murat TELLİ'ye ve Teknisyen Hüseyin SEZER'e teşekkür ederim.

Yıldız Teknik Üniversitesi Metalürji Müh. Laboratuvarında gerçekleştirdiğim mikroyapı analizleri aşamasında yardımlarından dolayı Met.Müh. Üstün DUMAN'a, Met. Müh. Pınar EŞİZ'e ve Teknisyen Şevki ŞAHİN'e teşekkür ederim.

Doktora çalışmasına birlikte başladığımız ve 2005 yılı başında geçirdiği kalp krizi sonucu aramızdan ayrılan, mesleki ve mesleki olmayan her alanda kendisinden birçok şey öğrendiğim değerli hocam Prof.Dr. Nişan SÖNMEZ'e en derin şükranlarımı sunmayı kendime bir borç bilirim.

Ayrıca hayatımın her aşamasında olduğu gibi doktora çalışmamda da en büyük desteği aldığım babam Emekli Öğretmen Hüseyin DİLİBAL'a ve büyük bir sabırla bana destek veren eşim ve çalışmalarımın yanı sıra çoğu zaman kendisi ile vakit geçiremediğim kızım Çınay'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Eylül, 2005

Savaş DİLİBAL

ÖZET

Şekil bellekli alaşımlar (ŞBA) birçok mühendislik ve tıp alanında fonksiyonel malzemeler olarak başarı ile kullanılmaktadır. Şekil bellekli alaşımların teknolojik önemi, şekil bellek özelliği ve süperelastik özellik göstermelerinden kaynaklanmaktadır. Bu özellikler sıcaklık ve gerilmeye bağlı olarak martenzit ve östenit fazlarında alaşımda kristal yapı değişimi ile oluşur.

Bu çalışmada nikel-titanyum şekil bellekli alaşım üretmek maksadıyla, ticari saflıkta nikel ve titanyum alınarak, faz diyagramında eşatomik yapı oluşturacak şekilde tartılıp oranları ayarlandıktan sonra vakum ark ve vakum indüksiyon ocaklarında 21 döküm yapılmıştır. Başarılı döküm olarak elde edilen NiTi 12-3, NiTi 7-3, NiTi 4-3 ve NiTi 3-2 kodlu alaşımların malzeme karakterizasyonu için DSC analizleri yapılarak martenzitik ve östenitik faz dönüşüm sıcaklıkları tespit edilmiş, değişik büyütmelerde mikro yapıları incelenmiş, Vickers sertlik değerleri tespit edilmiş, X-ışınları kırınımı ile faz analizleri yapılmış ve şekil bellek kapasiteleri şekil bellek eğitimi deneyleriyle incelenmiştir.

Üretilen nikel-titanyum alaşımlar içerisinde, vakum ark ocağında zirkonya pota kullanılarak üç defa tekrarlanan dökümle 4mm.x4mm.x65mm boyutlarında üretilen NiTi 12-3 kodlu alaşım, en yüksek oranda şekil bellek özelliği göstermiştir. Alaşımın EDS analizi sonucunda, atomik oran olarak nikel ve titanyum oranları % 50.10 titanyum ve %49.90 nikel olarak bulunmuştur. Yapılan DSC analizinde martenzit ve östenit faz başlangıç ve bitiş sıcaklıkları tespit edilmiştir.

Üretilen nikel-titanyum alaşımlara istenilen şekil belleğinin verilmesi için yapılan ısıtma işlemleri içerisinde en yüksek oranda şekil belleğinin elde edildiği sonuçlar kalıp içerisinde fırına bırakılarak 550°C’de 10 dakika bekletme ve sonra suda soğutma ısıtma işleminden sonra elde edilmiştir. Şekil bellek eğitimi deneylerinde, şekil belleği verilmiş nikel-titanyum alaşım deformasyona uğratıldıktan sonra östenit faz sıcaklığı üzerine ısıtılırken ilk şekline dönüşümü engellenirse, ilk verilen şekle geri dönüşüm belleğini, yüksek oranda kaybettiği görülmüştür. Üretilen NiTi 12-3 kodlu alaşımın şekil bellek eğitimi deneylerinde, geri dönüşüm engellenerek sıcaklık 500°C üzerine çıkarılırsa alaşımın eski belleğini tamamen kaybettiği tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Şekil Bellekli Alaşımlar, Ni-Ti Alaşımı, Şekil bellek eğitimi

ABSTRACT

Shape memory alloys (SMA) are successfully used for their potential use as functional material in many engineering and medical applications. The technological importance of shape memory alloys is coming from their shape memory effect (SME) and superelastic (SE) capability. SME and SE capability are due to martensitic phase transformation, that is triggered by changing temperature and applied stress.

In this study, in order to manufacture nickel-titanium shape memory alloy, commercially pure Ni and Ti are measured and cast in vacuum arc and vacuum induction furnace, to produce equiatomic structure. After successful manufacturing, DSC and microscopical analysis was applied to alloys NiTi 12-3, NiTi 7-3, NiTi 4-3 and NiTi 3-2 for material characterization, to determine their transformation temperature and phase structure. Additionally, Vickers hardness and X-Ray diffraction phase analysis were performed and the shape memory capabilities of the alloys were studied with shape memory training experiments.

Among the produced nickel-titanium alloys, the one with highest shape memory capability is determined to be the one cast in zirconia crucible in three remelting castings, in 4mm.x4mm.x65mm dimensions, namely NiTi 12-3. EDS analysis showed the atomic percentage to be 50.10 % Ti and 49.90 % Ni. DSC analysis was done to find out the phase transformation temperatures.

Among the heat treatment that were applied to the produced alloys, the one resulting the highest shape memory ability is found to be, holding at 550°C for 10 minutes in mould and than quenching in water. During shape memory training experiments, if the alloy, that has undergone permanent deformation in martensitic phase, is prevented from returning to the original shape during heating, it has been observed that the shape memory recovery of the alloy diminishes significantly. Shape memory training experiments revealed that the produced NiTi 12-3 alloy loses all of its shape memory, if it is prevented from returning to the previous shape at temperatures above 500°C.

Keywords: Shape memory alloys, Ni-Ti alloy, Shape memory training.

1.GİRİŞ

Metallerin, ısıt işlemler sırasında boyutlarının değıştiğı çok önceden beri bilinen bir gerçektir. Gelişen teknolojiyle birlikte, farklı uzama katsayılarına sahip iki metalin kullanımından yola çıkılarak geliştirilen bimetal teknolojisi, metalleri ısıt işlemle hareketlendirmenin başka bir yöntemi olmuştur.

Bazı alaşımların, sıcaklığın ve gerilimin etkisiyle daha büyük oranda şekil değıştirdiğinin 1930’lardan sonra farkına varılmasıyla, bu alanda bilimsel çalışmalara başlanmıştır. 1932 yılında altın-kadmiyum (AuCd) alaşımında yapılan ısıt işlemler esnasında farkına varılan büyük oranda şekil değışiminin incelenmesi sonucunda, meydana gelen şekil değışiminin belli sıcaklık aralıklarında olduğu görölmüştür. Bu özellik ilerleyen yıllarda başka birçok alaşımda, özellikle bakır ve nikel esaslı alaşımlarda, en belirgin olarak da nikel-titanyum alaşımında görölmüştür. Bu alaşımlara yüksek miktarda kalıcı şekil değışimi uygulandığında, alaşımın belirli bir sıcaklığa ısıtılmasıyla ilk şekline geri dönmesi, şekil bellek kavramını ortaya çıkarmıştır. Böylece şekil bellekli alaşım kavramı bilimsel literatüre girmiştir.

Şekil bellekli alaşımlar, 1960 ve 1970’lerde nikel ve bakır esaslı şekil bellekli alaşımların keşfine kadar fazla uygulama alanı bulamamıştır. Teknolojinin gelişimine paralel olarak bakır ve nikel esaslı alaşımların üretim yöntemlerinin gelişmesi, alaşımların fiziksel ve mekanik özelliklerini iyileştirmiş, endüstriyel alanda daha kullanılabilir hale getirmiştir. Bu alaşımlar özellikle son 20 yıl içerisinde ileri teknoloji malzemeleri sınıfına girmiştir.

Şekil bellekli alaşımlar tıp alanı (ortodontik diş telleri, endodontik uygulamalarda kullanılan aletler, damar tıkanıklıklarının ameliyatsız tedavisinde kullanılan stentler, ortopedik bağlantı elemanları), robot ve hareketlendirici teknolojisi, uzay araçları, sönümleme elemanları, elektrik bağlantıları ve ince film uygulamaları, mikro-elektro-mekanik sistemler gibi çok geniş uygulama alanları bulmuştur.

Şekil bellekli alaşımlar (ŞBA), 1980’lerde yangın alarmları gibi çok farklı sahalarda kullanılmaya başlanmıştır. Geleneksel bimetal termostatlardan daha güvenilir ve uzun ömürlü olduğundan; merkezi ısıtma sistemlerinde, seralarda da kullanılmaya başlanmıştır. Şekil bellekli alaşımların şekil değıştirme anındaki yüksek güçleri Japon Şekil Bellekli Alaşımlar Birliğı tarafından kayaların parçalanmasında kullanılmasını, alaşımın hafifliğı ise NASA’nın uzay araştırmalarında ağır makinelerin yerine şekil bellekli alaşımları tercih etmesini sağlamıştır. 1994 yılında Mars gezegenine gönderilen Pathfinder mobil robotu üzerinde güneş panellerinin kapak hareketinin sağlanması için şekil bellekli alaşımlar kullanılmıştır.

Şekil bellekli alaşımlar arasında nikel-titanyum alaşımının birçok alanda ticari kullanımının olması, alaşımın genel özelliklerinin sağladığı avantajlardan kaynaklanmaktadır. Bu özellikler; termomekanik hareket mekanizmasının basitliği, yüksek güç/ağırlık oranına sahip olması, gürültüsüz, sessiz bir şekilde hareket özelliği, korozyona karşı yüksek dayanıklılık göstermesi, temiz ve çevreyi kirletmeden hareket yeteneği, elektrik akımıyla kontrol edilebilme kolaylığı olarak sıralanabilir.

Günümüzde nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların başta uzay ve uçak mühendisliği alanlarında olmak üzere, savunma sanayinin birçok kolunda ve tıp uygulamalarında kullanımı diğer sistemlere tercih edilir hale gelmiştir. Alaşımın Türkiye’de üretilmesi, bu alanda yapılacak Ar-Ge çalışmalarına yardımcı olacak ve daha ekonomik sistemlere çözüm sağlayacaktır.

Bu ön bilgilerin ışığında bu tez konusunda çalışma yapılmasının amaçları şu şekilde sıralanabilir:

- [1] Pirometalurjik yöntemler olan vakum ark ve vakum indüksiyon yöntemleri ile nikel-titanyum şekil bellekli alaşım üretmek,
- [2] Başarılı olarak üretilen ingotları deneysel uygulamalar için hazırlayarak mikro yapılarını incelemek ve elde edilen sonuçları karşılaştırarak değerlendirmek,
- [3] Üretilen nikel-titanyum alaşımların kimyasal kompozisyonlarını inceleyerek hedef malzemenin elde edilip edilmediğini tespit etmek ve sonuçları değerlendirmek,
- [4] Elde edilen alaşımların X ışınları kırınım analizlerini yaparak, oda sıcaklığında faz yapısı hakkında alınan sonuçları karşılaştırmak ve değerlendirmek,
- [5] Alaşımların kalorimetrik (DSC) analizlerini yaparak faz dönüşüm sıcaklıklarını, martenzit ve östenit başlangıç ve bitiş sıcaklıklarını, endotermik ve ekzotermik dönüşümleri tespit ederek elde edilen sonuçları değerlendirmek,
- [6] Üretilen nikel-titanyum alaşımlara, şekil bellek eğitimi olarak bilinen bir dizi mekanik ve ısıtıl işlem uygulayarak şekil bellek özelliklerini belirlemek ve karşılaştırmalar yaparak değerlendirmek,
- [7] Üretilen alaşımların şekil bellek kapasitelerinin açısal olarak oranlarını belirlemek ve değerlendirmek,

Yukarıda sayılan amaçlar doğrultusunda tezde, giriş bölümünden sonra ikinci bölümde şekil bellekli alaşımlarla ilgili literatür araştırmalarına yer verilmiştir. Üçüncü bölümde nikel-

titanyum şekil bellekli alaşımların faz diyagramı ve genel fiziksel ve mekanik özellikleri ile kullanım alanları, dördüncü bölümde, nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların üretim yöntemleri açıklanmış, üretimle ilgili esaslar detaylandırılmıştır. Beşinci bölümde nikel-titanyum alaşıma uygulanan şekil bellek eğitimi yöntemleri örnek uygulamalarla ayrıntılı olarak açıklanmıştır. Altıncı bölümde alaşımın vakum ark ve vakum indüksiyon ocaklarında yapılan üretimi neticesinde elde edilen alaşımların karakterizasyonunun yapılmasına yönelik deneysel uygulamalara yer verilmiştir. Son bölümde ise, ortaya çıkan sonuçlar irdelenerek, değerlendirmeler yapılmıştır.

2. ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLAR VE ŞEKİL BELLEK ÖZELLİĞİ

Şekil bellekli alaşımlar, deformasyona uğratıldığında, uygulanan sıcaklık ve gerilmelere bağlı olarak daha önceki şekil veya boyutuna geri dönebilme özelliği gösteren bir grup metalik malzemedir. Şekil bellek özelliği ve superelastik özellik, şekil bellekli alaşımların en önemli iki termomekanik özelliğidir.

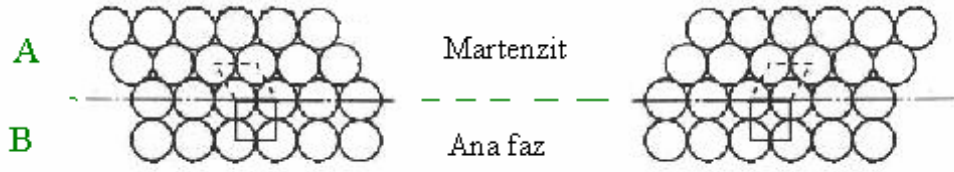
Şekil bellekli alaşımların temel karakteristiği, alaşıma giren elementlerin oranlarıyla belirlenebilen bir dönüşüm sıcaklığının üzerinde ve altında farklı iki şekil ve kristal yapısına sahip olabilmeleridir. Bu belirlenebilen sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda östenitik yapı (ana faz), altındaki sıcaklıklarda ise martenzitik yapı elde edilir. Alaşım martenzitik yapıda iken deformasyona uğradıktan sonra dönüşüm sıcaklığı üzerine ısıtıldığında ana faza dönüşürken ilk şekline geri döner. Şekil bellekli alaşımların bu özelliğine şekil bellek özelliği denir. Şekil bellek özelliği tek yönlü şekil bellek davranışı (TYD) ve çift yönlü şekil bellek davranışı (ÇYD) olmak üzere iki çeşittir. ŞBA'ların sahip oldukları bu sıradışı şekil değiştirme özelliğini anlayabilmek için öncelikle şekil bellek özelliğinin yani termoelastik martenzitik faz dönüşümlerinin anlaşılması gereklidir.

2.1 Şekil Bellek Özelliği ve Martenzitik Faz Dönüşümü

Martenzitik faz dönüşümü, difüzyonsuz bir katı hal faz dönüşümüdür. Bu dönüşüm termoelastik ve termoelastik olmayan martenzitik dönüşüm olmak üzere iki gruba ayrılabilir (Otsuka vd., 2002). Termoelastik martenzitik dönüşüm hareketli ikiz arayüzeylerinden oluşan ve kristalografik olarak geri dönüşüm gösterebilen bir mekanizmadır.

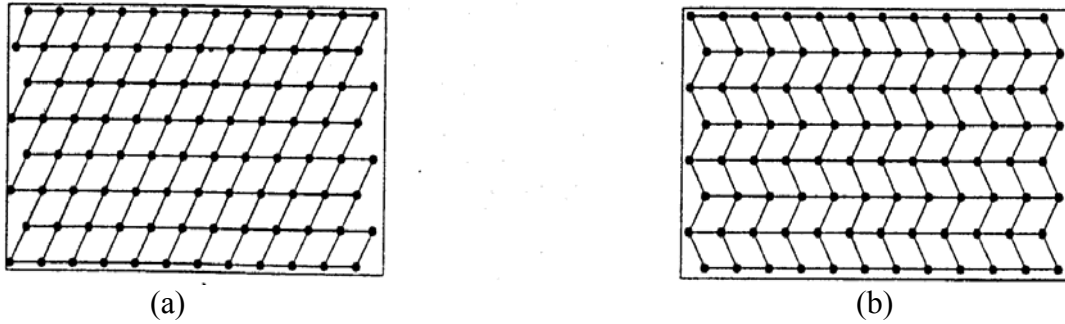
Şekil bellekli alaşımlarda martenzitik dönüşümün termoelastik olması; alaşımda sıcaklığın düşmesi ile martenzit plakaların oluşması ve büyümesi, sıcaklığın artması ile ise büyüme yönünün tam tersi yönde kaybolması olarak açıklanabilir. Bu alaşımlarda yüksek sıcaklıkta kararlı olan östenit fazı ve düşük sıcaklıkta kararlı olan farklı bir kristal yapısına sahip martenzit fazı bulunmaktadır. Ana fazda (östenit fazı) kafes yapısı çoğunlukla kübiktir ve martenzit fazda kafes yapısı düşük simetri gösterir.

Şekil bellekli alaşımlarda sıcaklık, martenzitik dönüşümün başlangıcı olarak görülen belirli bir değerin altına düştüğünde, martenzitik dönüşüm kayma benzeri bir mekanizma ile başlar. Martenzitik yapıda kafes yapısı düşük simetri gösterdiğinden, dönüşüm farklı kristalografik oryantasyonlarda ortaya çıkar. Bu yapıların her biri martenzitik yapının varyantları olarak isimlendirilir.



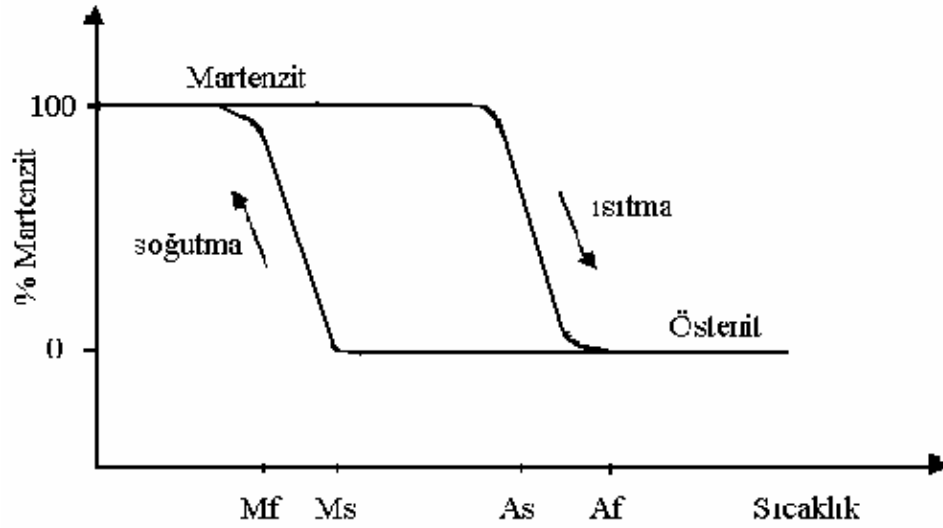
Şekil 2.1 Martenzitik faz dönüşümünün iki boyutlu gösterimi

Martenzitik faz dönüşümü çelikler gibi diğer bazı alaşımlarda da elde edilmesine rağmen, dönüşüm karakteristiği şekil bellekli alaşımlarda görülen mekanizmadan farklıdır. Termoelastik davranış göstermeyen bu dönüşüm çeliklerde genellikle yüzey sertleştirme işlemlerinde kullanılır. Kayma mekanizması ile birlikte oluşan bu martenzitik yapının önceki haline geri dönüşümü olanaksızdır (Şekil 2.2a). Fakat Şekil 2.2b’de ikizlenme ile oluşan ve termoelastik martenzitik dönüşüm gösteren yapının önceki haline dönüşümü mümkündür.



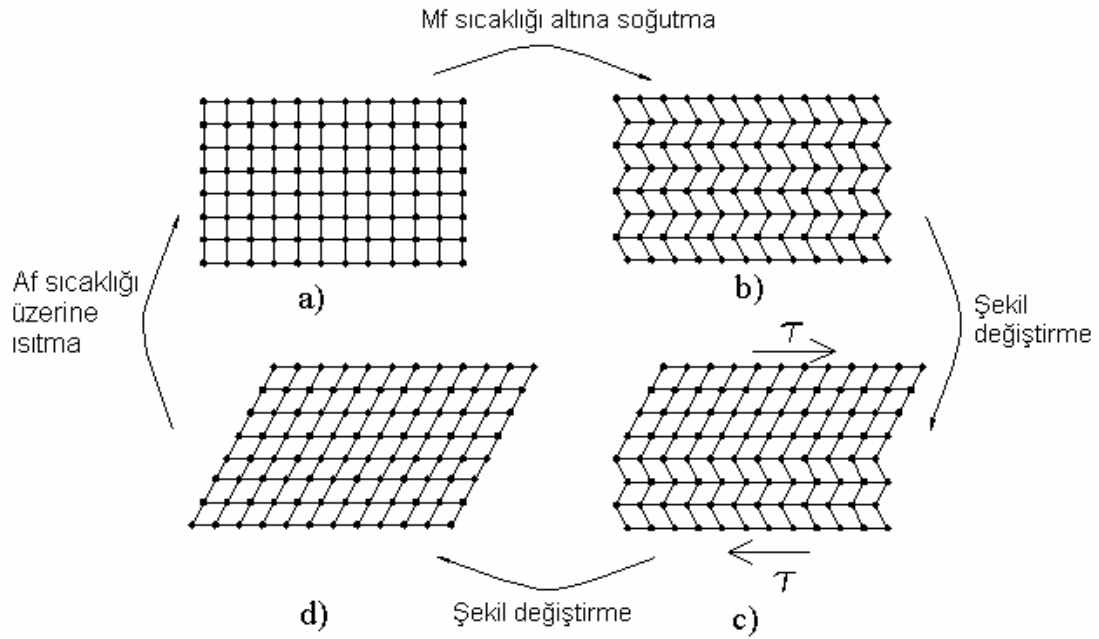
Şekil 2.2 a) Kayma ile yerleşme, b) İkizlenme ile yerleşme

Faz dönüşümünün oluşturduğu çevrim olan martenzit fazdan ana faza geçiş ve ana fazdan martenzitik faza geçiş bir histerisis gösterecek şekilde farklı sıcaklıklarda oluşur. Her alaşımın gösterdiği histerisis farklıdır. Bu histerisis üzerinde sıcaklığın düşmesi ile martenzitik yapının başlangıcı; M_s , tamamen martenzitik dönüşümün gerçekleşmesi; M_f , sıcaklık artırıldığında ise östenitik yapının başlangıcı; A_s ve tamamen östenitik yapının elde edilmesi A_f ile gösterilmektedir.



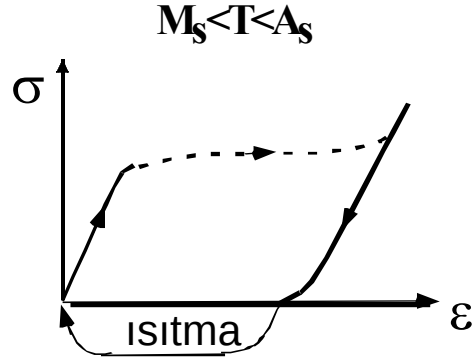
Şekil 2.3 Şekil bellekli alaşımlarda martenzitik faz dönüşümü

Martenzitik faz dönüşümü ile açıklanan şekil bellek etkisi mekanizmasını iki boyutlu olarak da inceleyebiliriz Şekil 2.4a'da östenit fazdaki alaşım soğutulduğunda, dış şekli değişmeden iç yapısı martenzite (Şekil 2.4b) dönüşür. Bu sıcaklıkta malzemeye kalıcı şekil değişimi verilir (Şekil 2.4c). Malzemenin ısıtılarak ostenite dönüşebilmesi (Şekil 2.4d), malzemenin ancak ilk ostenitik yapıdaki şekline geri dönmesi ile mümkün olur. Bu termomekanik değişim şekil bellek özelliği olarak isimlendirilir.



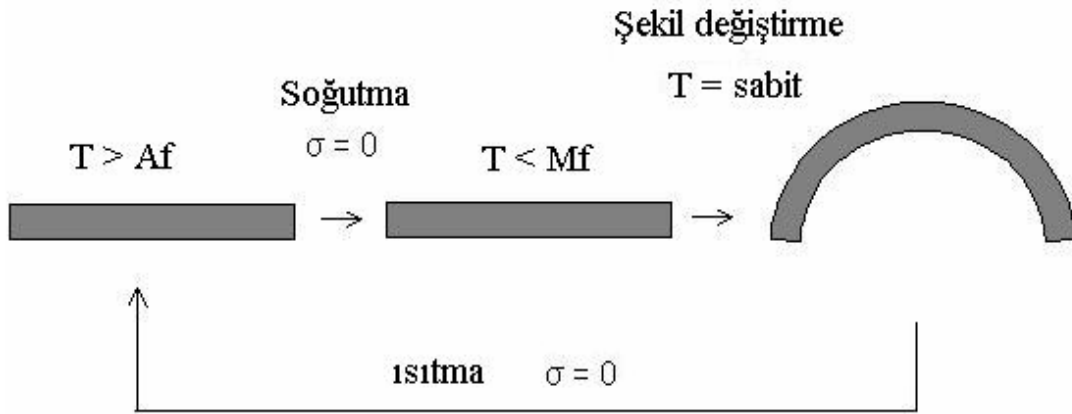
Şekil 2.4 Şekil bellek özelliği mekanizması

Bu mekanizma gerilme–şekil değiştirme diyagramı üzerinde Şekil 2.5’deki gibi gösterilebilir. Öncelikle martenzit fazda bulunan alaşım plastik deformasyona maruz bırakılır. Daha sonra östenit sıcaklığı üzerine çıkılarak östenitik yapı elde edildiğinde, alaşım elastik şekil değiştirmeye uğramış gibi tekrar ilk şekline geri döner.



Şekil 2.5 $M_s < T < A_s$ sıcaklığında gerilme – şekil değiştirme diyagramı

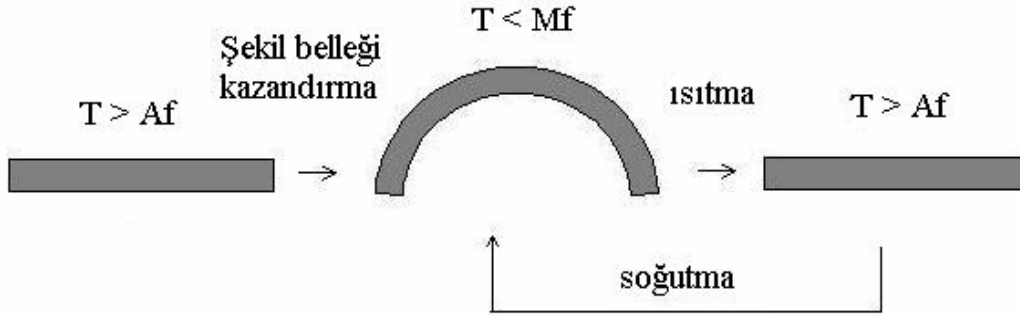
Bu bölüme kadar açıklanan kısımda şekil bellekli alaşımların Tek Yönlü Şekil Bellek Davranışı (TYD) incelenmiştir. Levha olarak üretilen şekil bellekli alaşımların tek yönlü şekil bellek davranışı Şekil 2.6 de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.6 Şekil bellek alaşımlarda tek yönlü şekil bellek davranışı (TYD)

Şekil bellek özelliğinin görülebilmesi için deformasyonun dislokasyon kayması ile değil ikizlenme benzeri bir mekanizma ile olması gerekir. Martenzit 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.

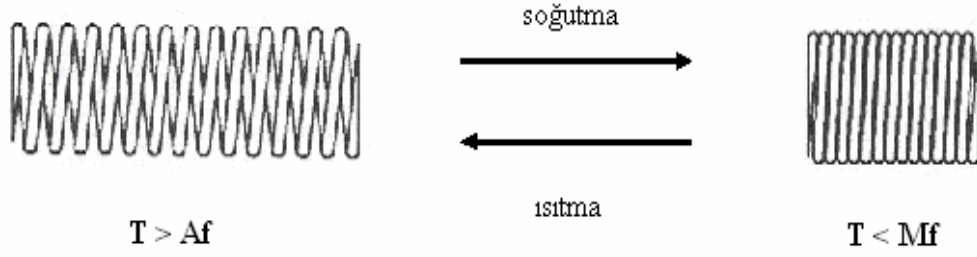


Şekil 2.7 Şekil bellekli alaşımlarda çift yönlü şekil bellek davranışı (ÇYD)

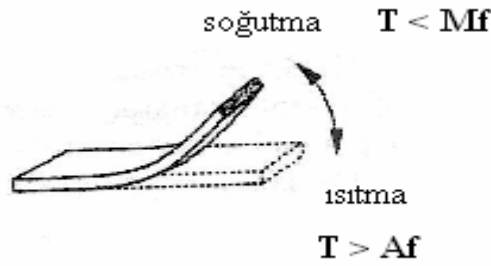
Bu özelliğin görülebilmesi için soğuma sırasında bazı martenzit varyantların diğerlerine tercihen oluşması gerekmektedir. Alaşıma uygulanan termomekanik işlem sonucunda yapı içerisinde oluşan dislokasyonlar martenzit plakaların dizilimlerinin sabitlenmesine sebep olurlar. Isıtma süresinde martenzit fazı yok olmasına rağmen, dislokasyonlar kaybolmazlar. Bunu takiben yapılan soğutma sırasında martenzit 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. Isıl işlemler sırasında oluşan intermetalik çökeltilerin çift yönlü şekil belleğinin oluşmasında büyük önemi bulunmaktadır. Nikel-titanyum şekil bellekli alaşım üzerinde yapılan ısı işlemler ve oluşan çökeltiler bir sonraki bölümde ele alınmıştır.

İki yönlü şekil bellek özelliğinin NiTi şekil bellekli alaşım yayda görünümü Şekil 2.8’de gösterilmiştir. Burada nikel-titanyum yay martenzitik fazda iken kapalı durumda, östenitik fazda ise şekil değiştirerek açık konumda görülmektedir. Şekil 2.9’da ise levha halinde bulunan şekil bellekli alaşımdaki çift yönlü şekil bellek davranışı gösterilmiştir.

İki yönlü şekil bellek özelliğinin alaşıma kazandırılması ve eğitimi konusu tez içerisinde beşinci bölümde detaylı bir şekilde incelenmiştir. Deneysel çalışmalar bölümünde ise nikel-titanyum şekil bellekli alaşımlara farklı şekil bellekleri verilerek oluşturulan eğitim mekanizması ve elde edilen sonuçlar geniş bir biçimde açıklanmıştır.



Şekil 2.8 Şekil bellekli alaşım yayda ÇYD mekanizması

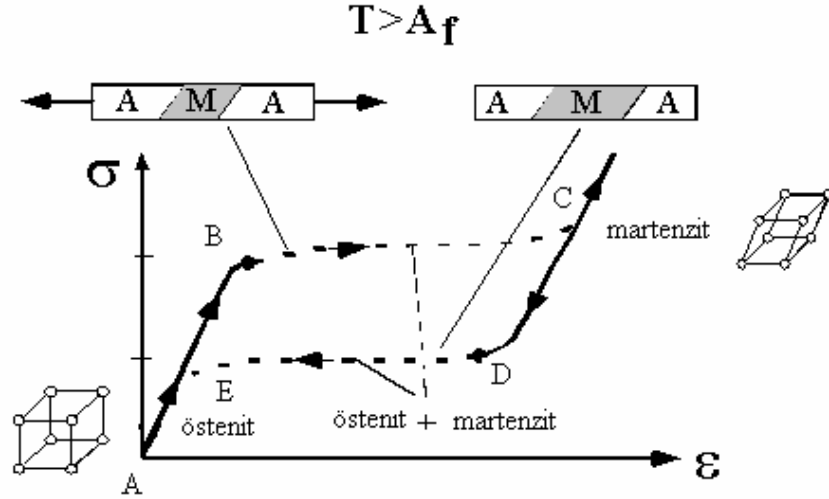


Şekil 2.9 Şekil bellekli alaşım levhada ÇYD mekanizması

2.2 Şekil Bellekli Alaşımların Süperelastik Özelliği

Şekil bellekli alaşımlarda görülen süperelastik özellik, şekil bellek özelliğinde olduğu gibi martenzitik faz dönüşümü sonucu oluşan bir özelliktir.

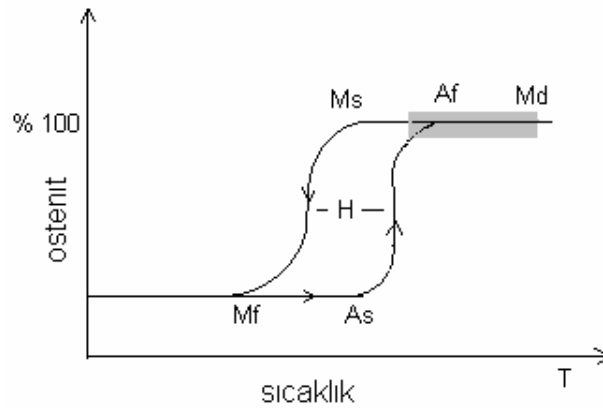
Alaşıma A_f sıcaklığı üzerinde sabit bir T sıcaklığında belirli bir gerilme uygulandığında Şekil 2.9’de gerilme-birim şekil değiştirme diyagramında görüldüğü gibi bir eğri elde edilir. Şekil 2.9’daki A-B arasındaki bölge elastik deformasyona aittir. B noktasından itibaren ilk martenzit plakalar oluşmaya başlar. B-C arasında alaşımda martenzite dönüşmüş oran artarak devam eder. C noktasına varıldığında martenzitik dönüşüm tamamlanmıştır. Bu noktadan itibaren gerilme artırıldığında düşük oranda bir elastik deformasyondan sonra, martenzit plastik akma noktasına ulaşılır ve numune kopma gerçekleşinceye kadar plastik deformasyona uğrar. Alaşım C noktası üzerinde plastik deformasyona uğramadan gerilme bırakılırsa şekil değişimi geri dönüşümlü olarak telafi edilir. C-D arasındaki bölgede elastik geri dönüşüm gerçekleşir. D-E arasında ise martenzitik yapı oranı giderek azalarak ana faz oluşumu başlar. E-A arasında ana faza ait elastik geri dönüşümün olmasıyla toplam şekil değişimi giderilmiş olur.



Şeki 2.10 Şekil bellekli alaşımlarda superelastik özellik

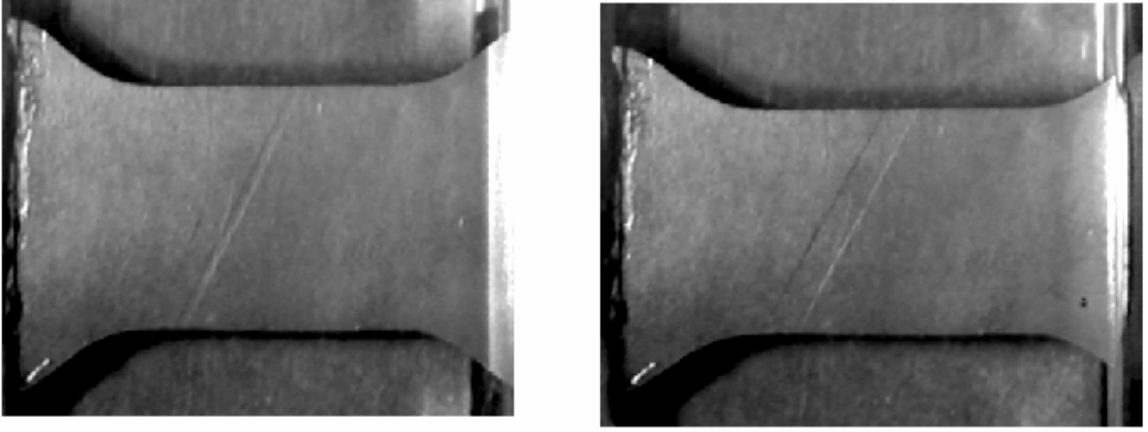
Şekil bellekli alaşımlarda martenzitik dönüşümün A_f sıcaklığı üzerinde mekanik olarak sağlandığı faz dönüşümüne “gerilmenin neden olduğu martenzit” denir. % 100 oranında östenitik yapıdaki şekil bellekli alaşım gerilmeye maruz bırakılarak, martenzitik dönüşümün gerilme etkisi altında oluşması sağlanırsa, gerilme kaldırıldığında malzeme elastik olarak tekrar eski haline döner. Bu durumda alaşımda kalıcı şekil değişimi olmaksızın % 8’e varan birim şekil değişimleri süperelastik olarak geri kazanılır.

Şekil bellekli alaşımların süperelastik özelliğinin kullanılabilmesi için alaşımın sıcaklığının östenit sıcaklığı üzerinde olması ön koşuldur. Bunu sağlamak için çoğunlukla endüstriyel uygulamalarda alaşımın oda sıcaklığında A_f üzerinde bulunduğu durumlar tercih edilir. Örneğin alaşımın süperelastik özelliği kullanılarak geliştirilen nikel-titanyum diş tellerinin A_f sıcaklığı -5 ile 10°C arasında bulunmaktadır. Böylece ağız içi kullanımlarda alaşım her zaman östenit sıcaklığı üzerinde bulunur. Şekil 2.10’da şekil bellekli alaşımların süperelastik özellik gösterdiği $A_f - M_d$ (Gerilmenin neden olduğu martenzit) bölgesi gösterilmiştir.



Şekil 2.11 Şekil bellekli alaşımlarda superelastik özellik gösteren bölge

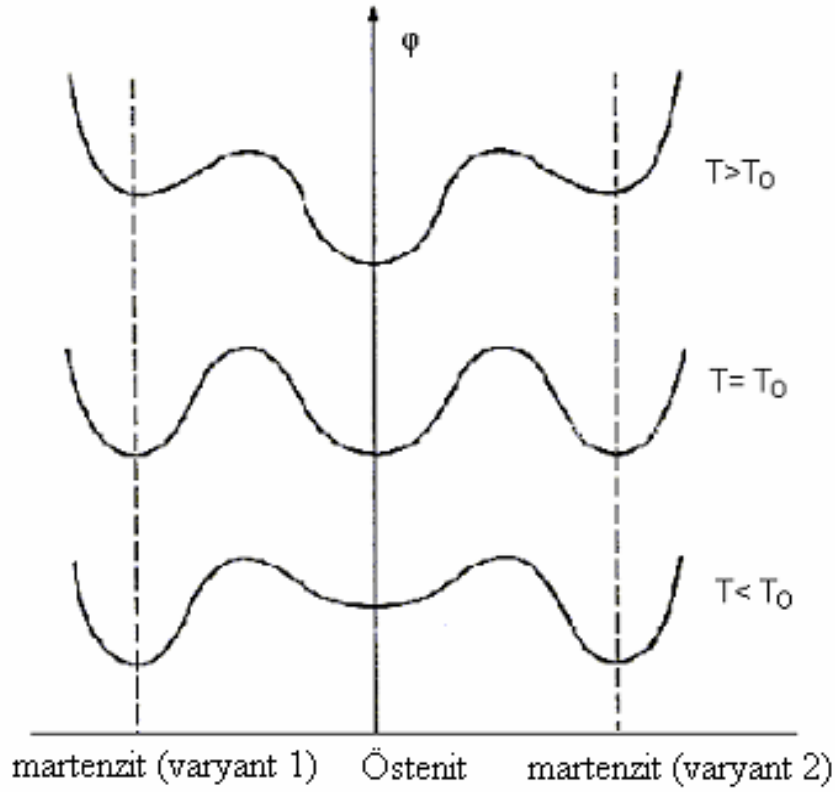
Nikel-titanyum şekil bellekli alaşım östenit (A_f) sıcaklığı üzerinde iken, gerilmeye maruz bırakıldığında Şekil 2.12’de görüldüğü gibi gerilmenin neden olduğu martenzit plakalar oluşmaya başlar. Kopma gerilmesine gelmeden alaşım üzerine uygulanan gerilme kaldırıldığında alaşım ilk şekline geri döner.



Şekil 2.12 Gerilme sonucu oluşan martenzitik plakaların NiTi mikrotüpte görünümü (Tabanlı, 2000)

2.3 Martenzitik Dönüşümle İlgili Serbest Enerji Değişimi Teorisi

Ostenit fazdan martenzit faza dönüşüm, yüksek sıcaklıktan düşük sıcaklığa geçişle birlikte olur. Belirli bir sıcaklığın altında martenzit fazın serbest enerjisi, ostenit fazın serbest enerjisinden daha düşük olmaya başlar. Bu noktadan itibaren alaşım daha düşük enerjili kristal yapısına geçmek ister ve martenzitik dönüşüm görülmeye başlanır. M_s (martenzit başlangıç). Tamamen martenzit plakaların oluşması ile birlikte martenzitik dönüşüm tamamlanır. M_f (martenzit son). Bunun tersi olarak alaşımın ısıtılması durumunda, yüksek sıcaklıktaki düşük serbest enerjili faz olan ostenit fazına dönüşüm A_s (ostenit başlangıç) sıcaklığında başlar ve A_f (ostenit son) sıcaklığında malzemenin kristal yapısı tamamen ostenitik olur. Bu termodinamik dönüşüm şekil 2.13’de gösterilmiştir. Enerji yoğunluğunun (ϕ) bir fonksiyonu olan sıcaklığın değişimi, martenzit fazdan ostenite ve ostenit fazdan martenzite faz dönüşümünün oluşmasını sağlamaktadır. $T < T_0$ sıcaklığında martenzit varyantların enerji yoğunluğu, ostenit fazının enerji yoğunluğundan daha küçüktür. $T > T_0$ sıcaklığında ise ostenit fazın enerji yoğunluğu martenzit varyantlara göre daha düşüktür. Böylece ostenitik faz dönüşümü meydana gelir (Bhattacharya, 1997).



Şekil 2.13 Farklı sıcaklıklarda enerji yoğunluğu (Bhattacharya, 1997)

2.4 Şekil Bellek Özelliği Gösteren Alaşımlar

Şekil bellekli alaşımlarla ilgili bilinen ilk inceleme 1932 yılında Chang ve Read tarafından AuCd alaşımında, şekil değişimi döngüsünü metalografik inceleme ve öz direnç değişimiyle izah edilerek yapılmıştır. % 46.5-50 Cd (atomca) oranına sahip AuCd alaşımının martenzitik dönüşüm sıcaklığı 30°C ile 100°C arasında görülmektedir.

1938'de şekil bellek özelliği bakır-çinko alaşımında (ağırlıkça % 38.5 / 41.5 Zn) görülmüştür. Bunu izleyen yıllarda diğer bakır ve demir alaşımlarında (CuAuZn, CuAlNi, CuSn, Cu Mn, Fe-Mn-Si, FePt, FePd) ve 1962 yılında da eşatomik oranda nikel-titanyum alaşımında şekil bellek özelliği tespit edilmiştir.

Çizelge 2.1'de bazı şekil bellekli alaşımların bileşimi, martenzitik dönüşüm sıcaklıkları ve sıcaklık histerisisleri gösterilmektedir (Selimbeyoğlu, 1992)

Çizelge 2.1 Bazı şekil bellekli alaşımların bileşimi, martenzitik dönüşüm sıcaklıkları ve sıcaklık histerisisleri (Funakubo, 1987)

Alaşım	Bileşim Oranı	Martenzitik Dönüşüm Sıcaklığı Ms (°C)	Histerisis
AgCd	% 44/49 Cd (at.)	-190 ile -50 arası	~ 15
AuCd	% 46.5/50 Cd (at.)	30 ile 100 arası	~ 15
Bakır Esaslı			
CuZn	% 38.5 / 41.5 Zn (ağ.)	-180 ile -10 arası	~ 10
CuAuZn	% 23~28 Au , % 45~47 Zn (at.)	-140 ile 100 arası	~ 35
CuAlNi	% 14 Al , % 3.5 Ni (ağ.)	-150 ile 200 arası	~ 35
CuSn	~ %15 Sn (at.)	-120 ile 30 arası	~ 10
Cu Mn	% 5/35 Cu (at.)	-250 ile 180 arası	~ 25
Nikel Esaslı			
NiTi	% 49-51 Ni (at.)	-50 ile 100 arası	~ 30
NiAl	% 36-38 Al (at.)	-180 ile 100 arası	~ 10
Demir Esaslı			
FeMnSi	% 32 Mn, % 6 Si	-200 ile 150 arası	~ 100
FePt	% 25 Pt (at.)	~ -130	~ 4
FePd	% 30 Pd (at.)	~ -100	

Şekil bellekli alaşımların büyük bir kısmı, çok düşük sıcaklık dönüşüm aralığına sahip olması, yüksek üretim maliyetlerinin bulunması, düşük şekil bellek kapasitesinin olması gibi nedenlerden dolayı endüstriyel uygulamalarda tercih edilmemektedir.

Endüstriyel uygulamalara en yatkın özellik gösteren şekil bellekli alaşımlar bakır ve nikel esaslı alaşımlardır. Bakır esaslı şekil bellekli alaşımlar konusunda Türkiye’de çok sayıda deneysel çalışmalar bulunmaktadır. Türkiye’de bu çalışmaların başlangıcı 1986 yılında Erol

SELİMBEYOĞLU ve Sabri ALTINTAŞ tarafından CuAlNi alaşımlarında şekil bellek özelliğinin incelenmesi ile olmuştur (Selimbeyoğlu, 1986). Daha sonraki yıllarda ODTÜ Metalurji Mühendisliği Bölümü'nde Şekil Bellekli Alaşımlar Laboratuvarında BOR ve arkadaşları tarafından CuAlNi ve CuZnAl şekil bellekli alaşımlarla ilgili olarak üretim, mekanik karakterizasyon, DSC yöntemiyle dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi konularında farklı çalışmalar yapılmıştır (Bor, 1998; Tarhan vd.,2002; Dayı vd.,2002; Esen vd., 2002; Bilçen vd., 2002).

Nikel esaslı alaşımların bakır esaslı alaşımlara göre daha yüksek oranda şekil belleği ve süperelastik özellik göstermesinden dolayı nikel-titanyum şekil bellekli alaşımlar dünyada en fazla ticari ilgi uyandıran şekil bellekli alaşımlar olmuştur. Bu konuda yapılan literatür araştırmaları, başta A.B.D., Japonya ve Çin olmak üzere birçok ülkede üretim ve endüstriyel kullanım alanlarında oldukça fazla çalışmanın olduğunu göstermektedir (Liu vd.,2002).

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların faz diyagramı, fiziksel ve mekanik özellikleri ile alaşımların kullanım alanları konuları Üçüncü Bölümde detaylı olarak incelenmiştir.

3. NİKEL-TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLAR VE KULLANIM ALANLARI

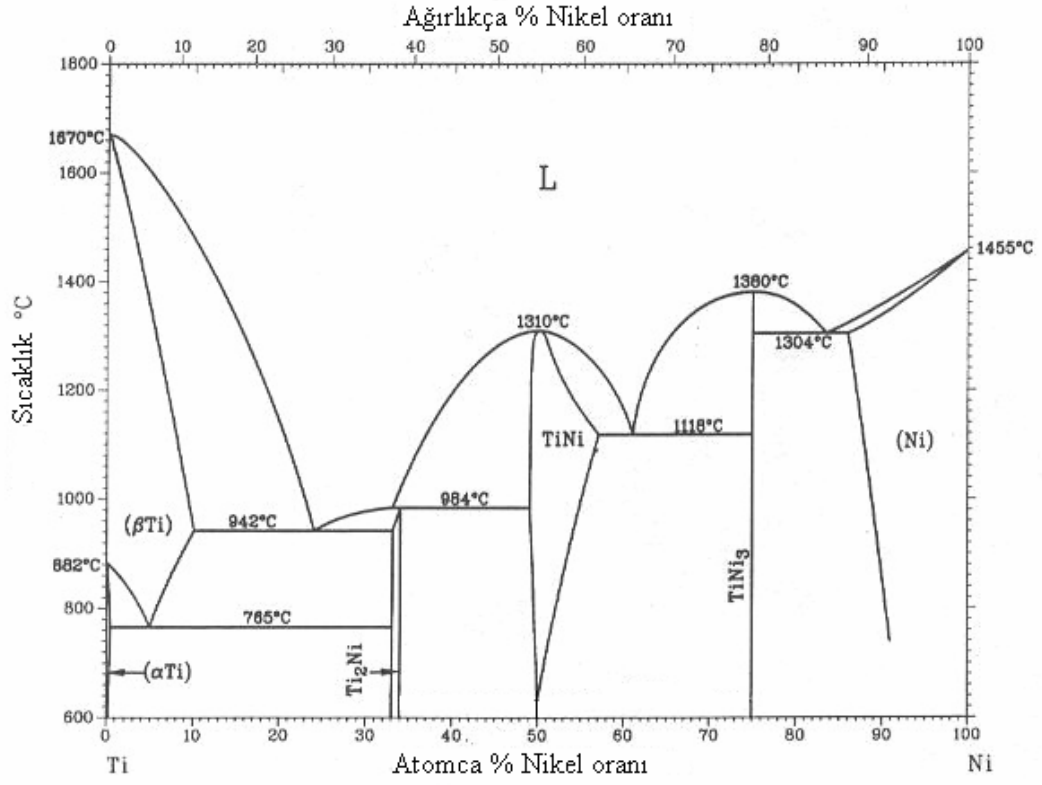
Nikel-Titanyum (Ni-Ti) alaşımında şekil bellek etkisinin keşfi 1962’de W.J.Buehler ve arkadaşları tarafından A.B.D. Deniz Savaş Araçları Laboratuarında olmuştur. Yüksek mekanik bellek özelliği gösteren ve ticari ismiyle Nitinol (Ni-Ti Naval Ordnance Laboratory) olarak adlandırılan bu alaşımın faz diyagramı, genel fiziksel, mekanik özellikleri, kristal yapısı ve kullanım alanları bu bölümde ayrıntılı olarak incelenmiştir.

3.1 Nikel-Titanyum Faz Diyagramı

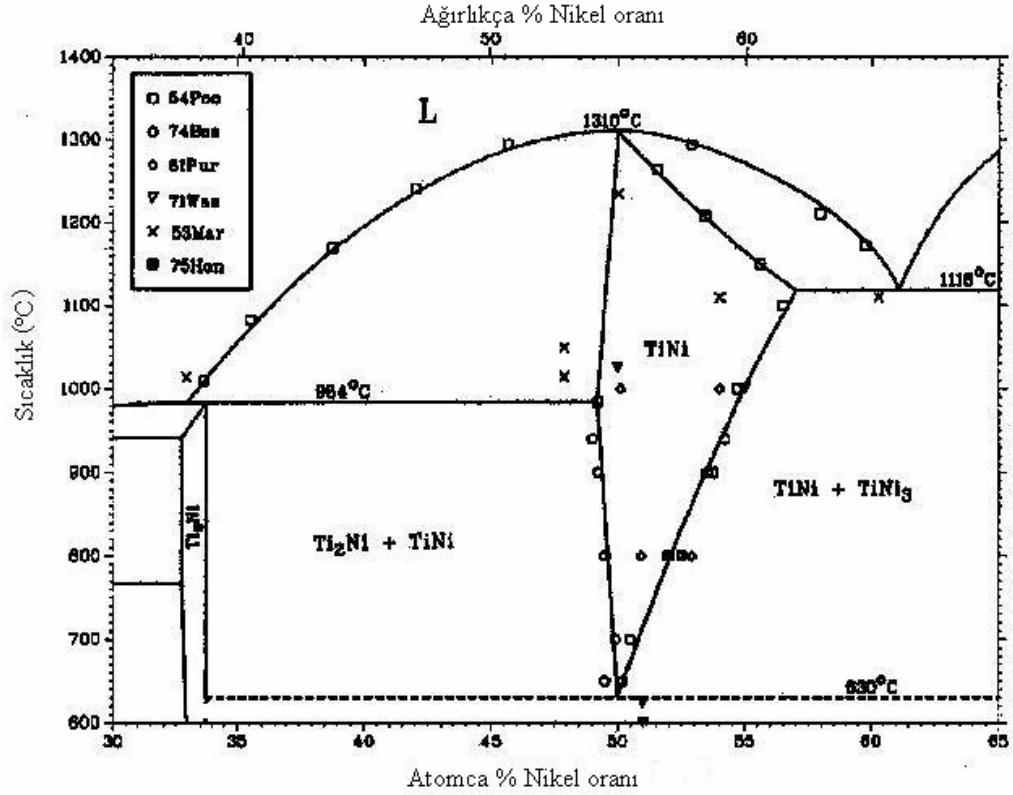
Şekil 3.1’deki titanyum-nikel faz diyagramı incelendiğinde, eşit oranda titanyum ve nikel atomlarından meydana gelen atomca % 50 nikel bölgesinde intermetalik NiTi oluşumu görülür. Saf titanyum ergime derecesi 1670°C, saf nikel ergime derecesi 1455°C’dir. Eşatomik NiTi alaşımının ergime derecesi ise 1310°C’dir. NiTi intermetalik yapı 630 °C’den itibaren NiTi ara fazı oluşturur. Faz diyagramında nikelce zengin bölge olarak görülen, atomca %50.5 - %55 nikel oranına sahip, azalan çözünürlüğün bulunduğu bölgede uygulanan yaşlandırma ısı işlemi, matris içerisinde dağılmış $TiNi_3$ ve Ti_3Ni_4 çökeltilerinin oluşmasına neden olmaktadır.

Alaşım, 800°C ile 900°C arasında çözeltiye alındıktan sonra, 550°C altında yapılan yaşlandırma işlemi sonrasında elde edilen matris içerisinde yoğun olarak dağılmış ince noktalar halinde görülen Ti_3Ni_4 çökeltileri görülür. Bu çökeltiler alaşımın çift yönlü şekil bellek özelliği göstermesinde büyük rol oynar.

Faz diyagramında, nikel-titanyum ara fazının titanyumca zengin bölgesi olarak görülen atomca %49.5-%50 nikel oranına sahip bölgede çözünürlük yaklaşık aynı oranda dikey olarak takip ettiğinden dolayı matris içerisinde Ti_2Ni çökeltilerinin oluşumu oldukça düşüktür.

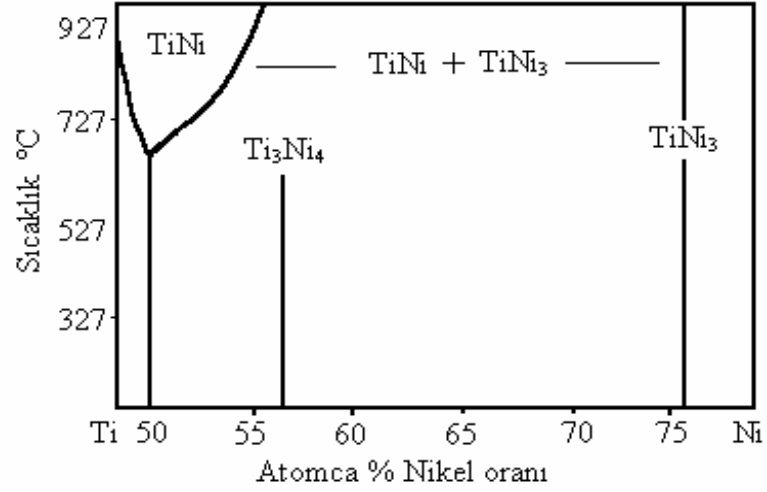


Şekil 3.1 TiNi Faz Diyagramı (Massalski vd., 1990)



Şekil 3.2 TiNi Faz Diyagramında atomca %30-%65 arası nikel oranı bölgesi

NiTi faz diyagramında atomca % 50 - %75 nikel oranının bulunduğu bölge üzerinde yapılan en son deneysel çalışmalar ısıtma işlemleri sürecinde yapıda matris ile uyumlu ince Ti_3Ni_4 çökeltilerinin oluştuğunu göstermiştir. Bu nedenle deneysel çalışmaların sonucunda elde edilen bulgular doğrultusunda faz diyagramının bu bölgesi Ti_3Ni_4 intermetalik yapıyı da gösterecek şekilde yeniden düzenlenmiştir.

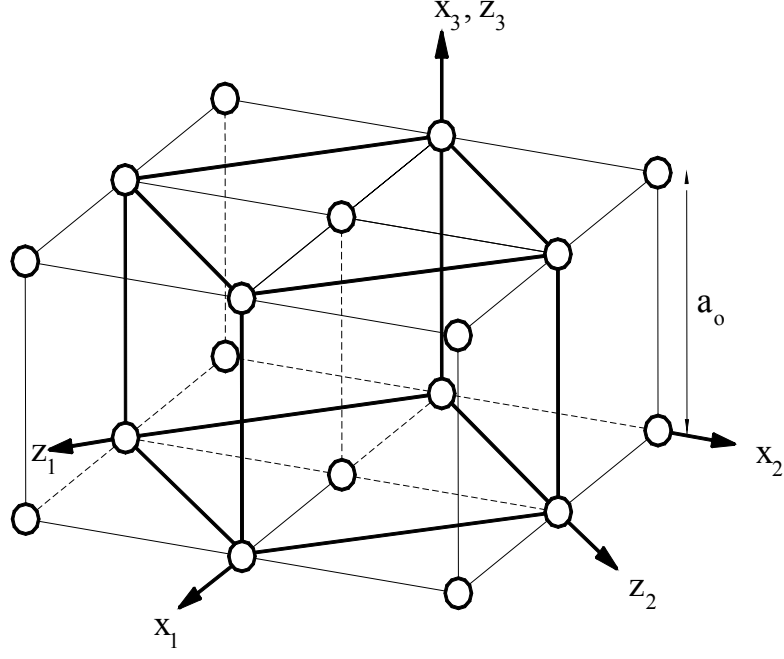


Şekil 3.3 TiNi faz diyagramında Ti_3Ni_4 intermetalik yapı (Otsuka vd., 2002)

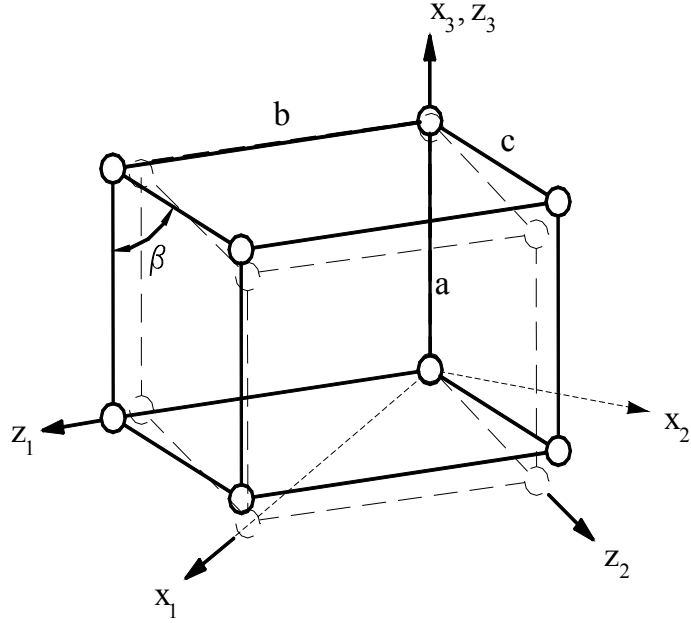
3.2 Nikel-titanyum Şekil Bellekli Alaşımının Kristal Yapısı

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımının martenzitik faz dönüşümü sonucunda kristal yapısı östenit fazda iken kübik kafes yapısında, martenzit fazda iken monoklinik kafes yapısındadır. Östenit fazda iken kafes parametresi $a_0 = 2.99$ dir. Martenzit fazdaki kafes parametreleri ise $a=2.88^{\circ}A$, $b=4.12^{\circ}A$, $c=4.62^{\circ}A$ ve $\beta=96.8$ dir (Otsuka vd., 1971).

Şekil 3.3’de NiTi şekil bellekli alaşımın östenit birim hücresi ve bu hücrelerin oluşturduğu tetragonal hücre (z_1 , z_2 , z_3) görülmektedir. Burada östenit birim hücresi x_1 , x_2 , x_3 eksenlerine göre tanımlanmıştır. Martenzitik dönüşüm esnasında bu tetragonal yapı belirli bir birim şekil değiştirme ile (Bain strain) Şekil 3.3’deki monoklinik yapıya dönüşür. Şekil 3.3’ün rotasyonu ile 12 farklı şekilde monoklinik birim hücre oluşur. Bunlar NiTi şekil bellekli alaşımın martenzit varyantlarıdır.



Şekil 3.4 Martenzitik dönüşüm öncesi kristal yapı



Şekil 3.5 Martenzitik dönüşüm sonrası monoklinik kristal yapı

Martenzitik faz dönüşümünde kübik kafes yapısından monoklinik kafes yapısına geçiş sırasında aşağıdaki şartların oluşması halinde R-faz olarak belirtilen rombohedral kafes yapısına sahip geçiş fazı görülür.

a. Alaşım soğuk şekil verme sonrasında 400°C - 500°C arasında tavlama işleminden geçirilirse,

b. Alaşımdaki nikel oranının atomca %50.5 ve daha fazla olduğu bölgede 900°C - 1050°C arasında çözeltiye alma işlemini takiben 400°C - 500°C arasında yaşlandırma ısıtıl işlemi yapılırsa,

c. Döküm esnasında alaşıma martenzitik dönüşüm sıcaklığını azaltacak üçüncü elementler eklenirse.

R-fazın nikel-titanyum şekil bellekli alaşımlarda oluşumu, alaşımın sıcaklık histerisisinin 1°C-3°C gibi dar bir aralıkta çevrimini sağlamaktadır. Bu özellik çok küçük sıcaklık değişikliklerinde ve kısa sürede alaşımın şekil değiştirmesine neden olduğundan endüstriyel kullanım kolaylığı sağlamaktadır.

3.3 NiTi Şekil Bellekli Alaşımların Genel Fiziksel ve Mekanik Özellikleri

Çizelge 3.1’de nikel-titanyum ve bakır esaslı şekil bellekli alaşımlar fiziksel ve mekanik özelliklerine göre karşılaştırılmıştır (Janocha, 1999).

Çizelge 3.1 Nikel ve bakır esaslı şekil bellekli alaşımların karşılaştırılması (Janocha, 1999)

Alaşım Özellik	NiTi	CuZnAl	CuAlNi
Dönüşüm Sıcaklık Aralığı (°C)	-50 ile +100 arası	-200 ile +100 arası	-150 ile +200 arası
Histerisis	30	15	20
Maksimum TYD (%)	8	4	6
Maksimum ÇYD (%)	4	0.8	1
Yorulma dayanımı (N/mm ²)	800-1000	400-700	700-800
Yorulma sınırında uygulanabilir gerilme (N/mm ²)	150	75	100
Yorulma ömrü	>100 000	10 000	5 000
Yoğunluğu (g/cm ³)	6,45	7,9	7,15
Elektrik direnci (μ.Ω.cm)	80-100	7-12	10-14
Elastisite modülü (Gpa)	50	70-100	80-100
Korozyon direnci	çok yüksek	düşük	yüksek

NiTi alaşımasının tek yönlü ve çift yönlü şekil bellek kabiliyeti, yorulma ömrünün ve korozyon direncinin bakır esaslı alaşımlara göre daha yüksek olması alaşımanın kullanım alanını yaygınlaştırmaktadır. Elektrik direncinin 80 - 100 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$. olması sayesinde, alaşım üzerinden elektrik akımı geçirilerek şekil değişimi için gerekli sıcaklık derecesine hızla ulaşılabilir.

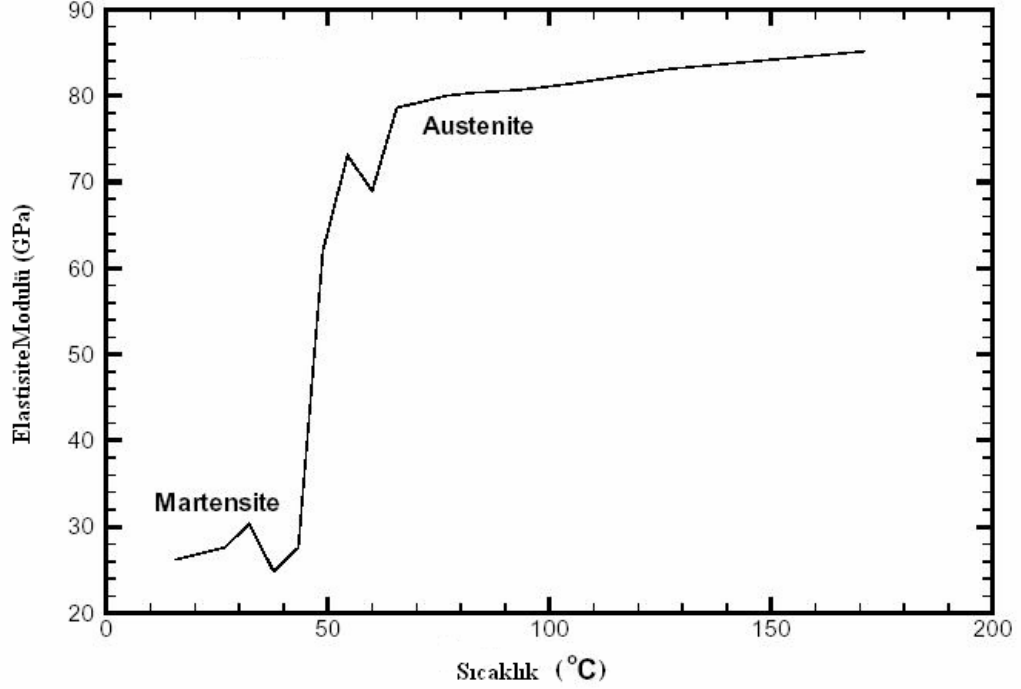
NiTi şekil bellekli alaşımların şekil bellek özelliği ve süperelastik özelliğinin sağladığı avantajlar birçok alanda geleneksel kullanımı bulunan 300 serisi paslanmaz çeliklerin yerini almasını sağlamıştır. En etkili kullanım alanlarından biri olarak özellikle ortodontik alanda diş telleri olarak kullanılan paslanmaz çeliklerin yerini artık tamamen nikel-titanyum şekil bellekli alaşım kullanılarak geliştirilen diş telleri almıştır. Çizelge 3.2’de NiTi ve 300 serisi Paslanmaz Çeliklerin özelliklerinin karşılaştırılması gösterilmektedir.

Çizelge 3.2 Nikel-titanyum ve 300 serisi paslanmaz çeliklerin özelliklerinin karşılaştırılması (Mihalez, 2001)

Özellik	NiTi	Paslanmaz Çelik
Geri dönüşümlü uzama	% 8	% 0.8
Çekme Dayanımı	Martenzit 103-1100 Mpa Östenit 800-1500 Mpa	yaklaşık 760 MPa
Elastisite Modülü	Martenzit 28 - 41 Gpa Östenit 83 GPa	yaklaşık 193 GPa
Yoğunluk	6.45 g/cm ³	8.03 g/cm ³
Özdirenci	Martenzit 80 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ Östenit 100 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$	72 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$
Isıl Genleşme Katsayısı	Martenzit 6.6 x 10 / °C Östenit 11 x 10 / °C	17.3 x 10 / °C

Nikel-titanyum alaşımanın geri dönüşümlü uzaması 300 serisi paslanmaz çelikten yaklaşık 10 kat daha fazladır. Alaşımanın yoğunluğu, paslanmaz çeliğin yoğunluğundan daha düşüktür.

Alařım, östenit fazda iken elastisite modülü martenzit fazdaki elastisite modulünden yaklaşık 4 kat daha büyüktür. Şekil 3.7’de nikel-titanyum alařımının martenzit sıcaklıkta ve östenit sıcaklıktaki elastisite modülü deęiřimi görölmektedir.

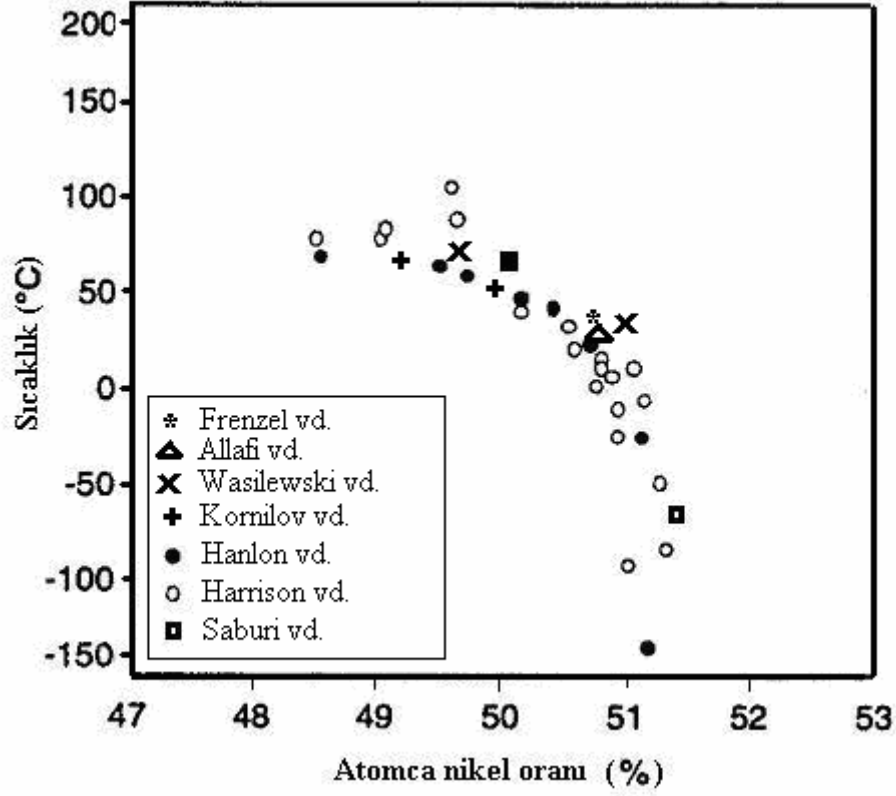


Şekil 3.6 Alařımın elastisite modülü - sıcaklık diyagramı (Turner, 2001)

3.4 Alařımdaki Nikel Oranının Martenzitik Dönüşüm Sıcaklığına Etkisi

Ni-Ti alařımlardaki nikel ve titanyum oranları alařımın faz dönüşüm sıcaklığını büyük oranda deęiřtirmektedir. Özellikle atomik olarak % 48 -52 nikel oranının bulunduęu aralıkta % 0.1 lik bir deęiřim 10 °C’den fazla martenzit bařlangıç (M_s) sıcaklığını deęiřtirmektedir. Atomca % 50 nikel oranından itibaren nikel oranı arttıkça M_s sıcaklığı oda sıcaklığına doęru yaklaşmakta, atomca nikel oranı % 51 ve üzeri oranlara çıktıęında ise 0 °C ve altı sıcaklıklara düşmektedir.

Atomik olarak % 48 -52 nikel oranının bulunduęu aralıkta yapılan deneysel çalışmalar, atomca nikel oranındaki deęiřimlerin martenzit bařlangıç (M_s) sıcaklığına etkisini göstermektedir. Şekil 3.5’de deneysel çalışmalarda tespit edilen M_s sıcaklıkları gösterilmektedir.



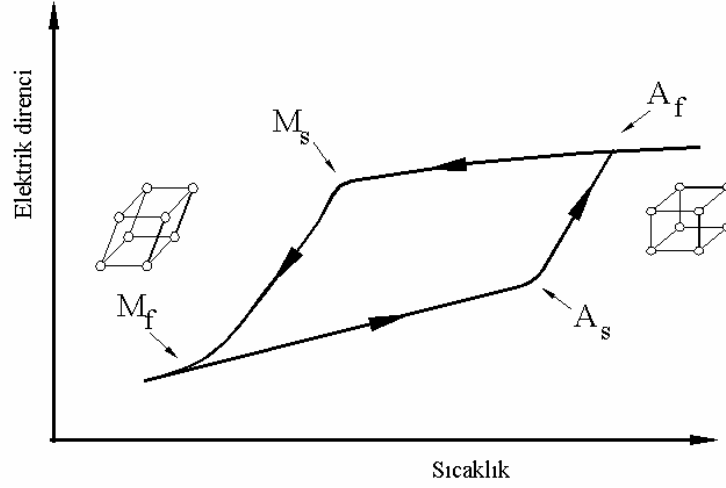
Şekil 3.7 NiTi alaşımların Ms sıcaklığının karşılaştırılması (Duerig vd., 1990; Frenzel vd., 2004)

3.5. Alaşımın Martenzitik Dönüşüm Sıcaklığını Belirleme Yöntemleri

Şekil bellekli alaşımların faz dönüşüm sıcaklığının tespitine yönelik farklı uygulamalar bulunmaktadır. Bunlar içerisinde en kolay yöntem alaşıma uygulanacak deformasyon sonrasında ısıtma ve soğutma döngüleri ile şeklinin incelenerek hangi sıcaklıkta şekil değişiminin başladığını ve tamamen bittiğini belirlemektir. Bu yöntem sonucunda elde edilen değerler yaklaşık dönüşüm sıcaklıkları olarak ortaya çıkar.

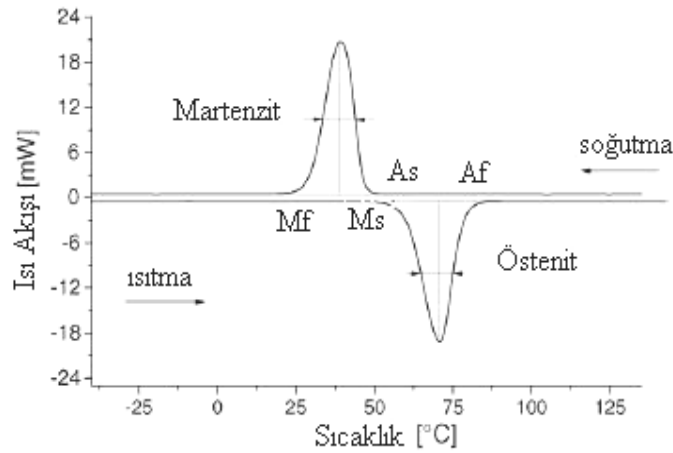
Alaşımın dönüşüm sıcaklıklarını belirlemede kullanılan bir diğer yöntem, alaşımın martenzit ve östenit fazlardaki özdirencinin farklı olmasından faydalanılarak yapılan uygulamalardır. Alaşım ısıtılıp soğutulurken yapılacak özdirenc ölçümleri sayesinde özdirencin değiştiği bölgeler dönüşüm sıcaklıklarının başladığı ve bittiği noktalarıdır.

Sonuçta elde edilen özdirenci-sıcaklık diyagramları alaşımın martenzit ve östenit başlangıç ve bitiş sıcaklıklarını bulmamıza yardımcı olur. Şekil 3.6'da martenzit ve östenit fazlarında alaşımın özdirenci – sıcaklık diyagramı gösterilmektedir.



Şekil 3.8 Martenzit ve östenit fazlarında alaşımın öz direnci – sıcaklık diyagramı (Funakubo, 1987)

Şekil bellekli alaşımların faz dönüşüm sıcaklıklarının tespitinde kullanılan bir diğer metot, alaşımın DSC (diferansiyel tarama kalorimetresi) analizinin yapılması metodudur. Bu yöntemde, dönüşüm entalpileri en iyi şekilde tanımlanan standart referans malzeme ile cihazın enerji ölçeği öncelikle kalibre edilir. Daha sonra analizi yapılacak alaşımdan alınan küçük bir numune belli sıcaklık aralıklarına ısıtılıp soğutulurken, gösterdiği ekzotermik ve endotermik davranışların incelenmesi ile faz dönüşüm sıcaklıkları tespit edilir. Alaşımın martenzit ve östenit dönüşüm sıcaklıklarının tespitinde en hassas sonuçların elde edilmesini sağlayan bu metot DSC (diferansiyel tarama kalorimetresi) cihazı kullanılarak yapılır. Şekil 3.7’de DSC analizi sonucunda elde edilen faz dönüşüm sıcaklıkları ve ekzotermik ve endotermik dönüşüm entalpileri görülmektedir.



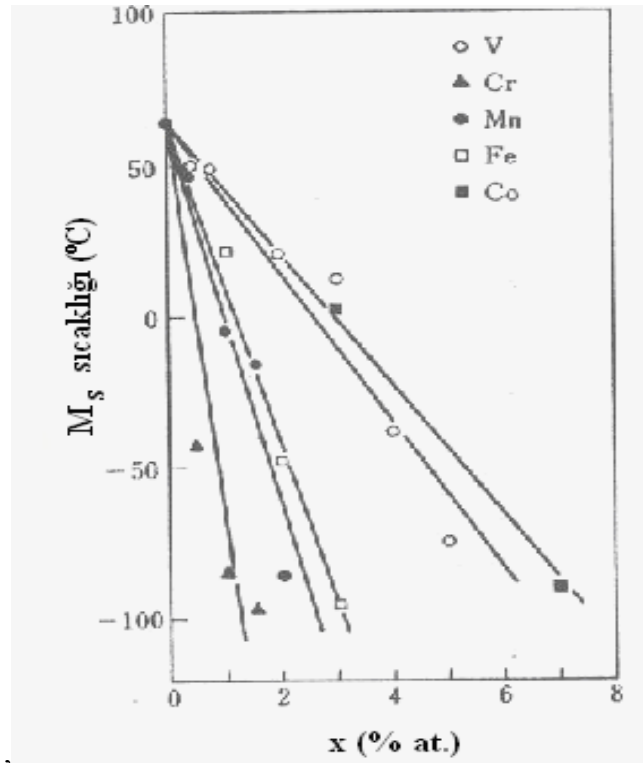
Şekil 3.9 DSC analizi ile ısıtma ve soğutma sonucu belirlenen faz dönüşümleri

Dönüşüm kesin nitelikli bir faz dönüşümü olmasına rağmen tek bir sıcaklıkta gerçekleşmez ve elde edilen ısıtma ve soğutma eğrileri üst üste çakışmaz. Dönüşüm esnasındaki ısıtma ve soğutma eğrileri arasında oluşan sıcaklık aralığı; dönüşüm histerisisi olarak gösterilir. Dönüşüm histerisisi $H = \frac{1}{2} [(A_s + A_f) - (M_s + M_f)]$ formülü ile hesaplanabilir.

Alaşımında elde edilen dönüşüm histerisisinin dar veya geniş olması şekil bellek özelliğinin sıcaklıkla birlikte yavaş veya hızlı bir şekilde gelişmesine neden olur. Endüstriyel uygulamalarda, alaşımın kullanıldığı alandaki istenilen özelliklere göre, farklı dönüşüm histerisisleri tercih edilir.

3.6 Katkı Elementlerinin TiNi Alaşımlarındaki Faz Dönüşümlerine Etkileri

Nikel-titanyum alaşımına üçüncü bir element katkısı alaşımın faz dönüşümlerini büyük ölçüde değiştirmektedir. Bu alanda özellikle TiNiCu alaşımı, bakırın alaşımın dönüşüm histerisisini darartması nedeniyle yoğun ilgi alanı oluşturmuştur. $TiNi_{1-x}Cu_x$ alaşımında x'in en büyük 0.6 (%30 Cu) değeri alaşımın dönüşüm histerisisini oldukça daraltmaktadır. Yapıda oksijenin oluşturduğu inklüzyonlar (Ti_4Ni_2O) matristeki titanyum oranını oldukça azaltıcı rol oynamaktadır. Vanadyum, krom, mangan , demir ve kobalt alaşımın martenzit başlangıç sıcaklığını aşağılara çekmektedir. (Şekil 3.10)

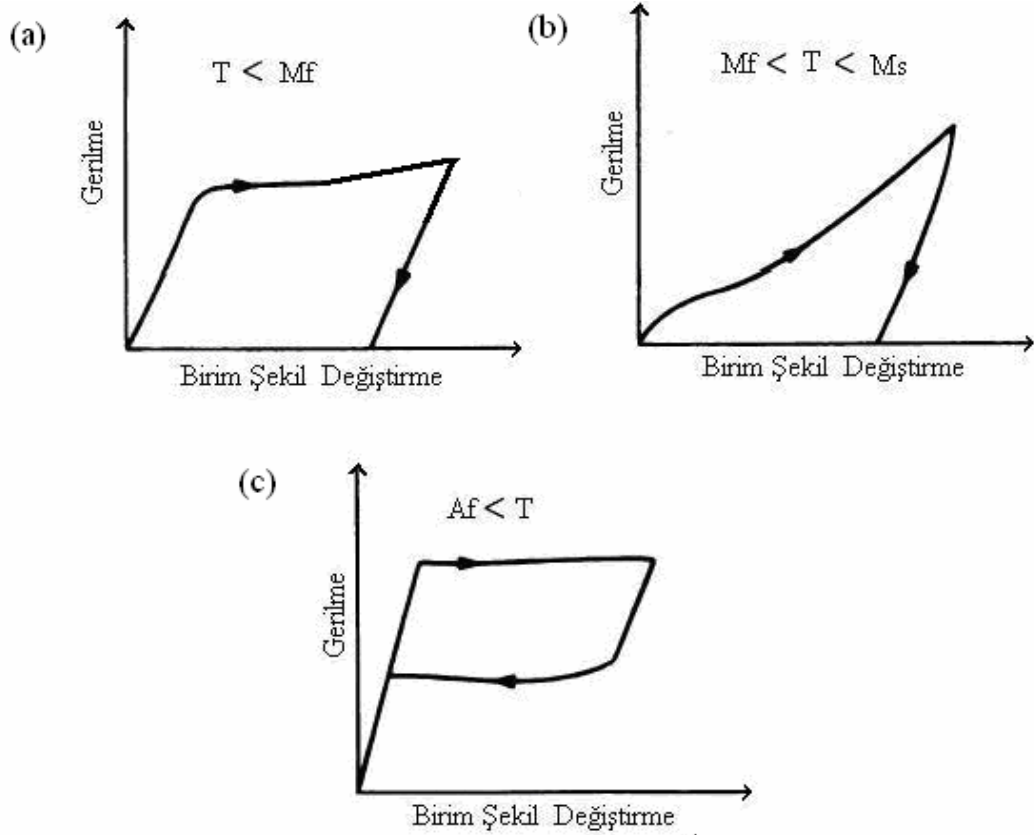


Şekil 3.10 Katkı elementlerinin alaşımın Ms sıcaklığına etkisi (Funakubo, 1987)

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

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımlarının gerilme – birim şekil değiştirme diyagramları M_f sıcaklığı altından başlamak üzere M_f , M_s arasında ve A_f sıcaklığı üzerinde ayrı ayrı incelenmiştir.

Şekil 3.11 a’da görülen diyagramda, martenzit fazda bulunan nikel-titanyum uygulanan gerilme ile birlikte akma sınırının üzerinde akmaya tabi olup plastik şekil değiştirmektedir. Şekil 3.11 b’de görülen diyagramda malzeme bu sıcaklıkta henüz tam olarak martenzite dönüşmemiştir. Mikroyapıda östenit bulunduğundan uygulanan gerilme ile birlikte öncelikle gerilme altında martenzite dönüşüm arkasından devam edildiğinde plastik şekil değişimi görülmektedir. Şekil 3.11 c’de görülen diyagramda nikel-titanyum malzeme tamamen östenitik yapıda bulunduğundan süperelastik davranış göstererek uygulanan gerilme ile birlikte elastik deformasyona maruz kalır. Akma sınırının altında tamamen martenzitik yapı elde edildiğinde gerilme ortadan kaldırıldığında malzeme tamamen geri dönüşümle elastik şekil değişimi öncesindeki yapıya döner.



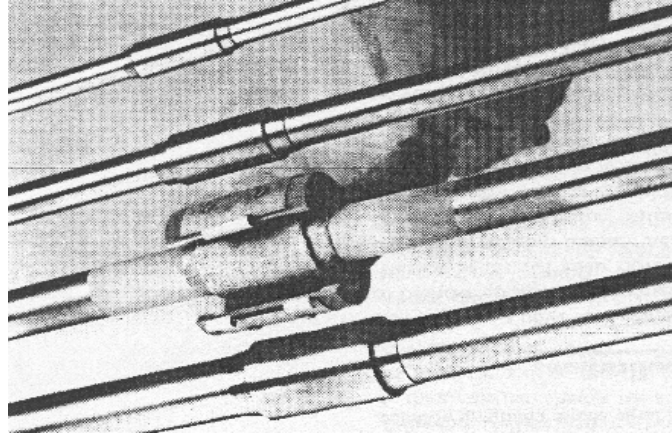
Şekil 3.11 NiTi alaşımların gerilme – birim şekil değiştirme diyagramları (Turner, 2001)

3.8 Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşımların Kullanım Alanları

Şekil bellekli alaşımların kullanım alanları genel olarak endüstriyel ve tıp uygulama alanları olarak iki grupta incelenebilir. 2005 yılı başlangıcı itibariyle nikel-titanyum şekil bellekli alaşımlarla ilgili olarak başta endüstri ve tıp alanı olmak üzere çeşitli alanlarda 15.000 üzerinde patent alınmıştır.

3.8.1 NiTi Şekil Bellekli Alaşımların Endüstriyel Alandaki Uygulamaları

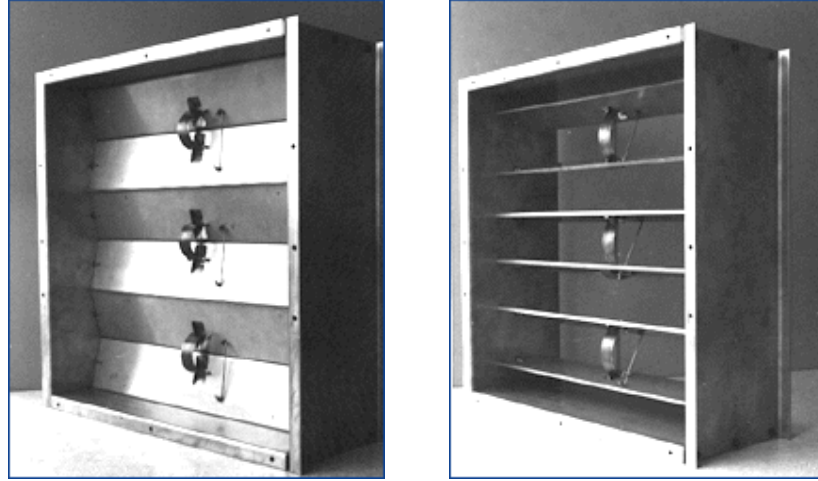
Şekil bellekli alaşımlardan NiTi alaşımının ilk kullanıma yerlerinden biri 1969'da F-14 Jet uçaklarında hidrolik boru bağlama bileziği olarak olmuştur. (Şekil 3.12) Hidrolik borular bağlantı yapmak için standart kaynak tekniklerinin kullanılması zor olan uçağın alüminyum gövdesine çok yakın bölgelerdedir. Şekil belleği verilmiş bilezik sıvı nitrojen içerisinde martenzit fazda bulunurken çıkartılıp hidrolik boru üzerine takıldığında ortam sıcaklığına ulaşmasıyla birlikte hidrolik boru üzerine sıkı bir şekilde oturur. Bağlama bileziği, sıvı nitrojen içerisindeki çok düşük sıcaklığa artık normal koşullarda ulaşamayacağından, her zaman boru üzerinde sıkı bir şekilde takılı olarak kalır. Endüstride benzer uygulamalar birbirlerine bağlantıları zor olan parçaların birleştirilmesinde kullanılmıştır (Gilbertson, 2000).



Şekil 3.12 Hidrolik boru bağlama bileziği olarak nitinolun kullanılması (Gilbertson, 2000)

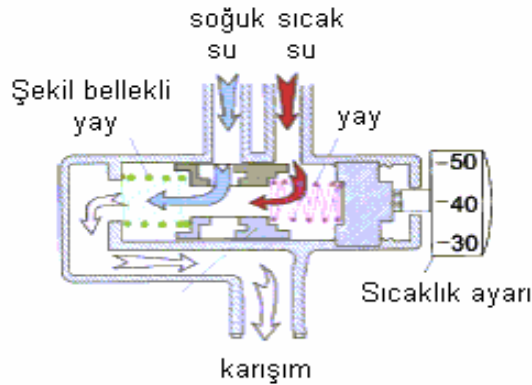
Ortam sıcaklığına göre otomatik olarak açılıp kapanan sera pencereleri ve fan kapakları ise alaşımın bir başka uygulama alanıdır. Şekil 3.13'de ortam sıcaklığına göre açılıp kapanan sera pencere sistemi görülmektedir.

Uzay anten sistemlerinde ise düşük sıcaklıkta paket olarak belli bir bölgeye ulaştırılan antenin ısınması ile birlikte normal anten şekline dönüştüğü uygulamalar ilk uygulamalar arasındadır.



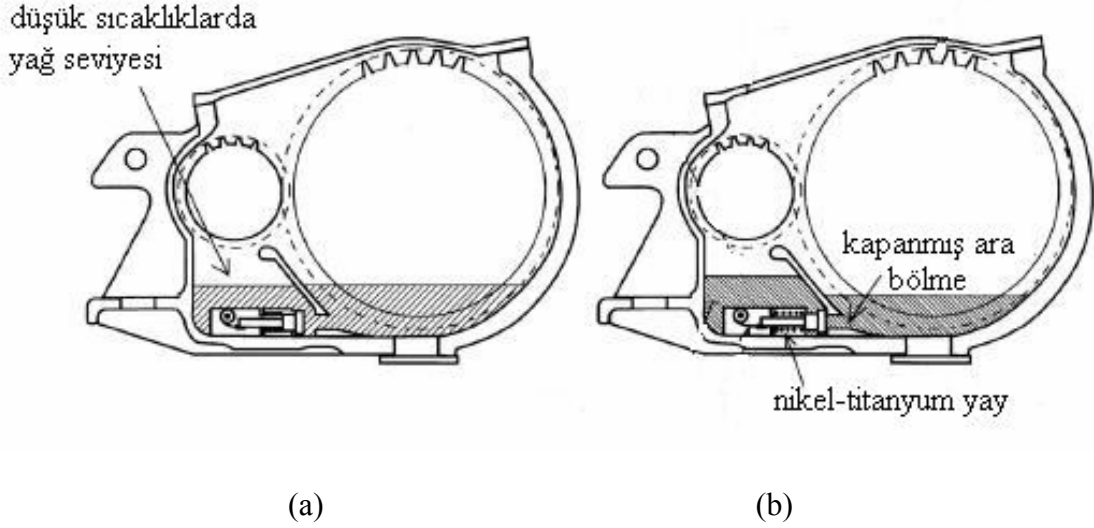
Şekil 3.13 Ortam sıcaklığına göre açılıp kapanan sera pencere sistemi

NiTi alaşımların yay olarak kullanıldığı endüstriyel uygulamalardan biri de Şekil 3.14’de görülen çıkış sıcaklığı ayarlanabilir akışkan sıvı valfidir. Sistemin çalışma prensibi içerisinde bulunan yayların soğuk ve sıcak su girişlerini kayan bir parça vasıtasıyla açıp kapatarak istenilen sıcaklıkta sıvı çıkışını sağlamaktır. Sistemdeki suyun sıcaklığı arttığında şekil bellekli yay termoelastik faz dönüşümü ile ostenit sıcaklığına doğru çıkarken uzayarak kayan parçayı ileri doğru hareket ettirerek sıcak su girişini azaltmaktadır. Sistemdeki suyun sıcaklığı düştüğünde ise biraz önceki durumun tam tersi olarak şekil bellekli yay kısalarak diğer yayın baskısıyla kayan parça soğuk su girişini azaltmaktadır. Sonuçta uygun yay oranları seçilerek istenilen sıcaklıkta sıvı çıkışı sağlanabilmektedir.



Şekil 3.14 Çıkış sıcaklığı ayarlanabilir akışkan sıvı valfi (Otsuka vd.,1998)

Son yıllarda supersonik uçakların dış yüzeyinde hava basıncı ile oluşan büzülmelerin engellenmesi için NiTi şekil bellekli alaşım gömülü, grafit-epoksi kompozit kullanılması araştırmaları devam eden çalışmalar arasındadır.



Şekil 3.15 Otomatik yağ seviyesi ayarlama parçasının kullanıldığı dişli kutusu (Otsuka vd., 2002)



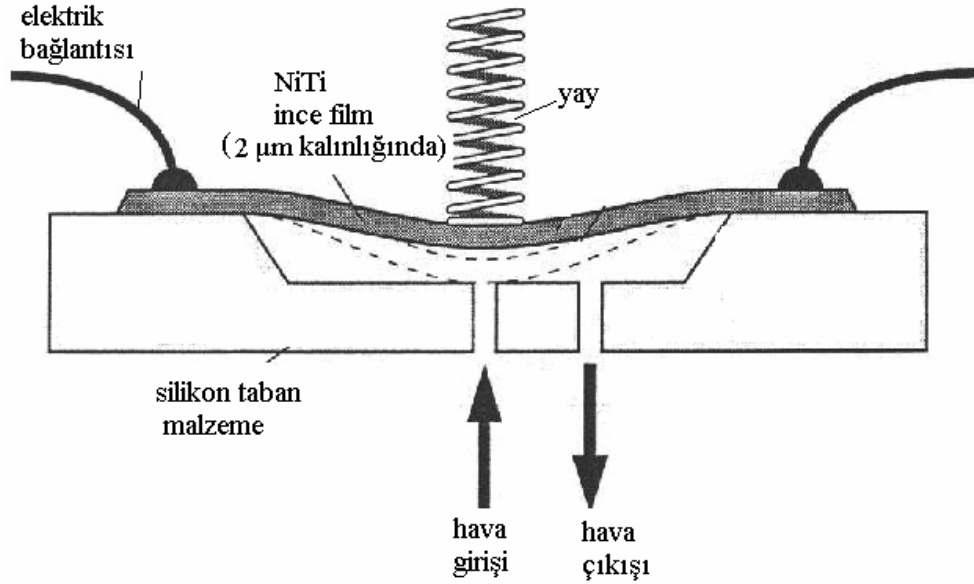
Şekil 3.16 Otomatik yağ seviyesi ayarlama parçası (Otsuka vd.,2002)

Japon yüksek hız trenlerinde otomatik yağ seviyesi ayarlama parçası olarak nikel-titanyum şekil bellekli alaşım yay kullanılarak dizayn edilen Şekil 3.16'da gösterilen parça kullanılmıştır. Bu parça sayesinde tren yüksek hızlara çıktığında dişli kutusunda ana şaftın bulunduğu bölmedeki yağ oranı azalarak yağ devir-daiminden kaynaklanan sıcaklık artışı engellenir. Şekil 3.15 a'da yağ sıcaklığının düşük olduğu durum gösterilmiştir. Tren yüksek hızlarda seyrettiğinde yağ sıcaklığı artacak, yavaş yavaş nikel-titanyum yayın hareketiyle ara bölme kapanacaktır (Şekil 3.15 b). Azalan yağ seviyesi şaftın hızlı ısınmasını engellemektedir.

NiTi ince film kaplama çalışmaları ise, şekil bellek teknolojisine yeni bir boyut kazandırmıştır. Alaşımların şerit, tel veya yay halinde geleneksel kullanılmasının yanında mikro boyutlarda ince film olarak kaplanması ve üç boyutlu hareket elde edilmesi mikro-elektro-mekanik sistemler (MEMS) içerisinde farklı tasarımlara olanak sağlamıştır (Roch, 2001).

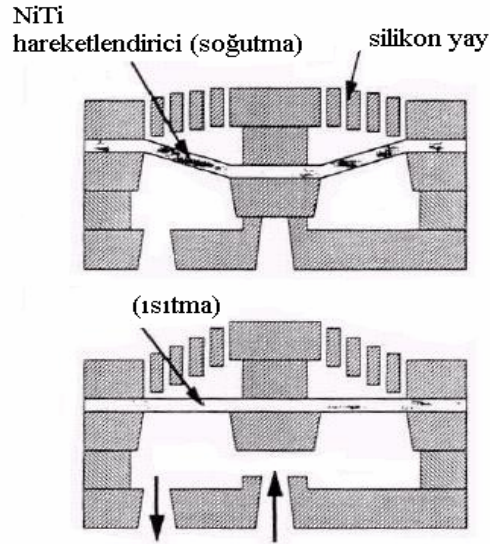
Küçük ölçekli elektro-mekanik düzeneklerin ve sistemlerin incelendiği disiplinler arası bir bilim olan mikro-elektro-mekanik sistemlerin uygulamalarında ince film şekil bellekli alaşımların özellikle mikro hareketlendiriciler arasında kullanılma oranı artarak devam etmektedir. Şekil 3.17'deki NiTi ince film kullanılarak oluşturulan mikro valf; NiTi alaşımın termomekanik özelliğinden yararlanarak hava giriş ve çıkışını periyodik olarak düzenlemektedir.

İnce filmin A_f sıcaklığı üzerine ısınarak yukarı doğru hareketiyle valf açılmakta, yayın aşağı doğru itme hareketi ile tekrar valf kapanmaktadır. 15 milisaniye içerisinde tamamlanan bu döngü ile hava giriş çıkışı düzenlenmektedir.



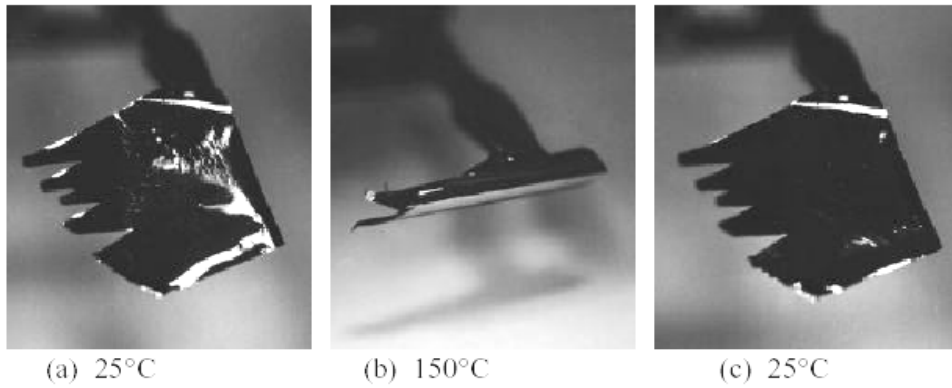
Şekil 3.17 NiTi ince film kullanılarak oluşturulan mikro valf (Otsuka vd., 1998)

Sisteme giren sıvının sıcaklığına göre sıvı çıkış oranını ayarlayan mekanizma ile çok düşük miktarlardaki sıvı transferi kontrollü olarak yapılmaktadır. Mikro ölçülerde sıvının sıcaklığının düşüşüyle Şekil 3.18'de görülen mikro valf kapanmakta, sıvının sıcaklığının artması ile NiTi hareketlendirici sıvı akışına olanak vermektedir.



Şekil 3.18 NiTi ince film kullanılarak düşük miktarlarda sıvı transferi yapılması [20]

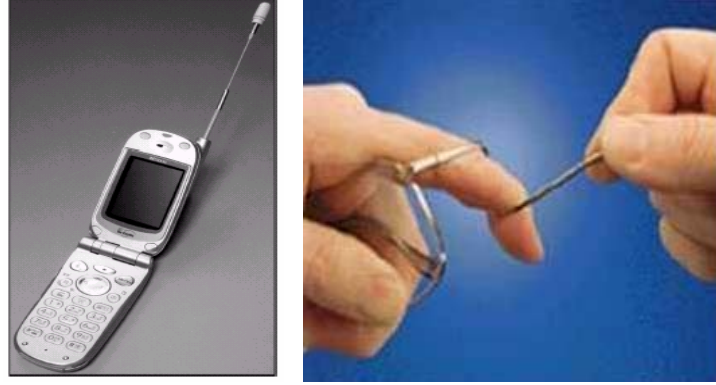
Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların ince film olarak kaplama alanında kullanılması alaşımın üç boyutlu olarak şekil değiştirmesini sağlayarak kaplama teknolojisine yeni bir boyut kazandırmıştır. Bu alanda yapılan çalışmalardan bir tanesi magnetron sıçratma tekniği kullanılarak taban malzeme üzerine nikel-titanyum kaplama çalışmasıdır. Kaplama sonrası malzeme 25°C de düz bir şekilde iken 150°C sıcaklığa çıkarıldığında kendiliğinden kapanmaktadır. Kaplamanın sıcaklığı tekrar 25°C sıcaklığa düştüğünde ise malzeme geri dönüşümlü olarak eski şekline geri dönmektedir. Uygulanan kaplama Şekil 3.19’da gösterilmektedir.



Şekil 3.19 Sıçratma metodu kullanılarak elde edilen NiTi ince film (Ho vd., 1999)

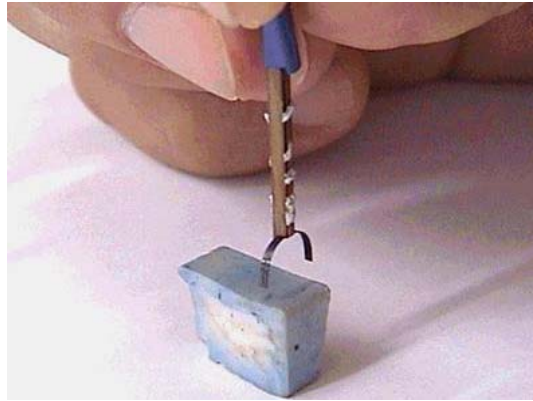
Telli tarafından magnetron sıçratma tekniği kullanılarak yapılan çalışmada ise kaplamanın sıvı azot içerisinde ve oda sıcaklığında hareketi tespit edilmiştir (Telli, 2004).

Endüstriyel alanda şekil bellekli alaşımların süperelastik özelliği kullanılarak birçok endüstriyel gerecin daha etkin kullanımı sağlanmıştır. Cep telefonu anteni, gözlük çerçevesi gibi plastik deformasyonu sorun yaratan parçalarda kullanılan şekil bellekli alaşımlar bu sorunun çözümü ile beraber hafiflik ve korozyon dayanımı da sağlamıştır. Şekil 3.20’de nikel-titanyum şekil bellekli alaşım kullanılarak üretilen cep telefonu anteni ve gözlük çerçevesi gösterilmektedir.



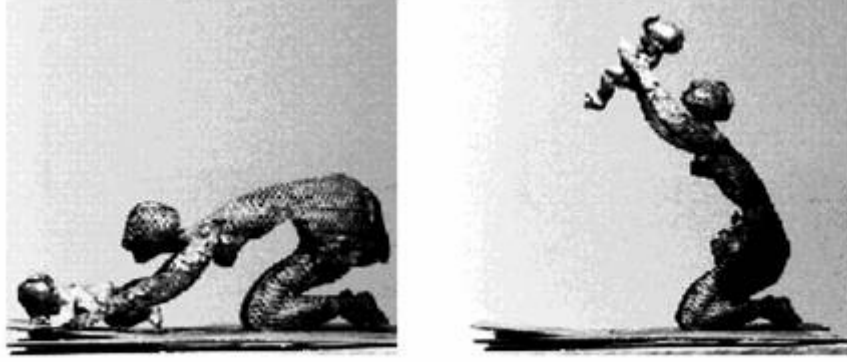
Şekil 3.20 NiTi alaşımların süperelastik özelliği kullanılarak üretilen cep telefonu anteni ve gözlük çerçevesi

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşım kullanılarak geliştirilen mikro tutucu ise çok küçük malzemelerin kolaylıkla tutularak taşınmasına olanak sağlamaktadır. Mikro tutucu Şekil 3.21’de gösterilmektedir.



Şekil 3.21 Ni-Ti şekil bellekli alaşım kullanılarak geliştirilen mikro tutucu (Huang vd., 2002)

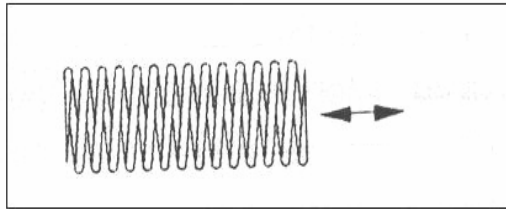
Şekil bellekli alaşımların kullanım alanlarından biri de bulunduğu ortamın sıcaklığına göre şekil değiştiren heykel ve figür çalışmalarıdır. Bu alanda Fransız heykeltıraş Olivier Deschamps tarafından gerçekleştirilen Şekil 3.22’de gösterilen kadın ve bebek figürü, havanın ısınmasıyla hareket ederek dizleri üzerine doğrulmakta, hava sıcaklığının düşmesi ile tekrar eski haline dönmektedir.



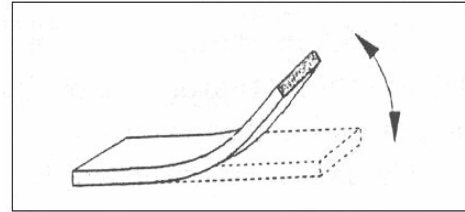
Şekil 3.22 Heykeltıraş Olivier Deschamps tarafından yapılan kadın ve bebek figürü

Şekil bellekli alaşımların robotik uygulamalarında şekil bellekli alaşımlar büyük oranda levha, yay ve tel şeklinde kullanılmıştır. Geliştirilen hareketlendirici sistemlerini dört gruba ayırmak mümkündür. Bunlar;

- Karşılıklı olarak iki şekil bellekli yayın kullanılması,
- Bir çelik yay ve bir şekil bellekli yayın karşılıklı olarak kullanılması,
- Şekil bellekli alaşım tellerin kullanılması,
- Şekil bellekli alaşım levhaların kullanılması şeklinde sıralanabilir.



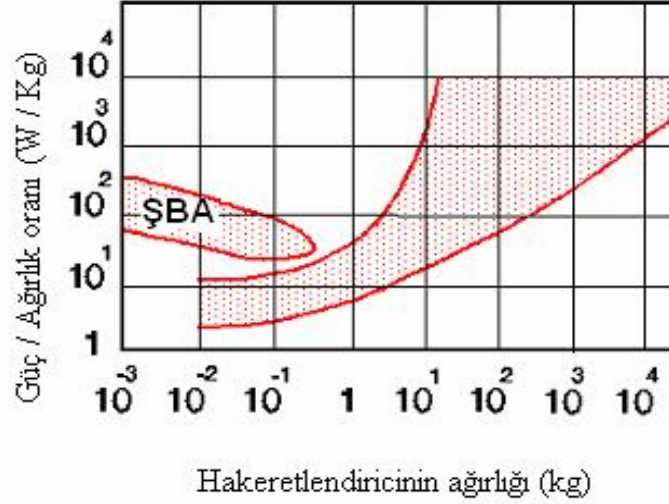
(a)



(b)

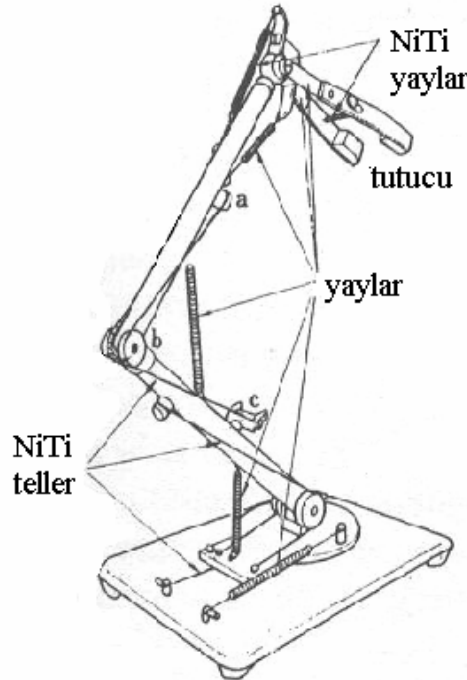
Şekil 3.23 a Şekil bellekli alaşım yay b. Şekil bellekli alaşım levha

Şekil 3.22’de şekil bellekli alaşımların (ŞBA), diğer sistemler (DC, AC elektrik motorları, hidrolik motorlar, pnömatik motorlar) ile karşılaştırılmalı olarak güç/ağırlık oranları verilmiştir. Şekil 3.22’de ŞBA olarak gösterilen şekil bellekli alaşımlar ağırlık olarak diğer sistemlerin çok altında bir ağırlığa sahiptir. Hareketlendirici sistemleri için, ağırlık açısından en hafif olması güç açısından ise en güçlü olması istenilen bir özelliktir. Ağırlık bakımından en düşük ağırlığa sahip sistemlerden biri olan şekil bellekli alaşımların güç/ağırlık oranı bakımından incelendiğinde en kullanışlı yapıya sahip olduğu Şekil 3.24’de görülmektedir.



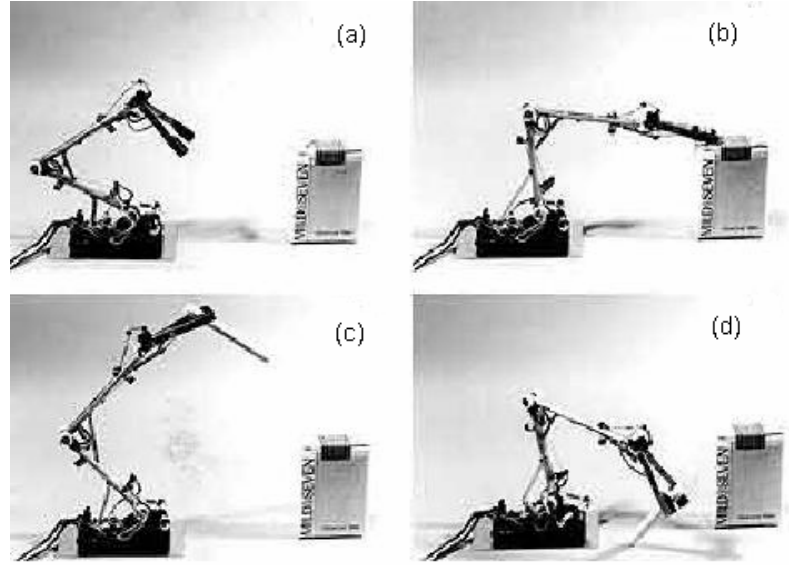
Şekil 3.24 Şekil bellekli alaşımların güç / ağırlık oranları (Ikuta, 1990)

NiTi tel ve yaylar kullanılarak geliştirilen, 16 cm. yüksekliğinde, 0.06 kg. ağırlığında ve beş serbest dereceli prototip mikro robot Şekil 3.25’de gösterilmiştir. Elektrik akım darbeleri ile kontrol edilen mikro robot, karşısına bırakılan bir cisme dirseklerde bulunan yaylar ve NiTi teller sayesinde yaklaşmakta ve tutucu kısmında bulunan NiTi yay vasıtasıyla sıkıştırma ve bırakma işlemini gerçekleştirmektedir.



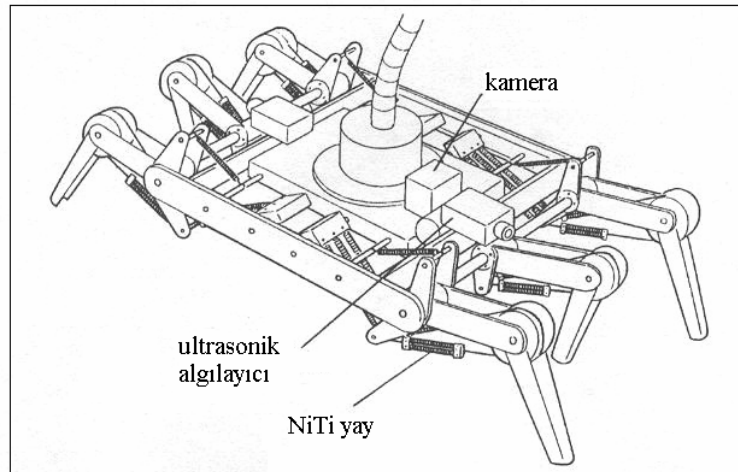
Şekil 3.25 NiTi alaşımların hareketlendirici olarak kullanıldığı mikro robot (Funakubo, 1987)

NiTi alaşımlar kullanılarak yapılan mikro robotun hareket alanı içerisinde yaptığı uygulamalar (içi su dolu kağıt bir kupaya yönelmesi, kupayı mikro tutucusu ile tutması ve bırakması hareketleri) Şekil 3.26’da gösterilmektedir.



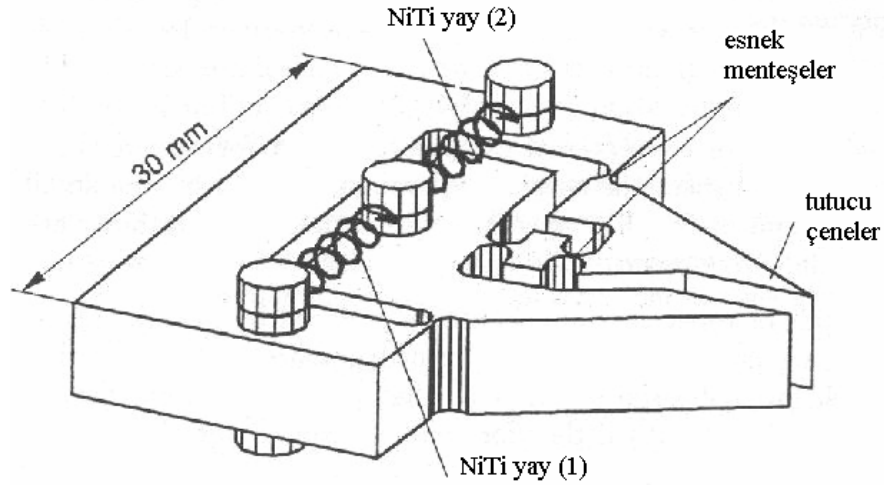
Şekil 3.26 Şekil bellekli alaşımların kullanıldığı mikro robotun hareketi (Funakubo, 1987)

Sualtı çalışmalarında ve jeolojik araştırmalarda kullanılabilecek şekilde tasarlanan insansız robotik sistemlerinden biride NiTi şekil bellekli alaşım yayların kullanıldığı altı bacaklı robotik yengeçtir (Şekil 3.27). Elektrik motor veya hidrolik hareketlendirici sistemlerinin kullanıldığı geleneksel sualtı sistemlerinde, deniz suyu kaçaklarına karşı sistemi korumak ve deniz suyundan izole etmek gerekir. NiTi şekil bellekli alaşımları yüksek korozyon direnci sayesinde korumaya almaya gerek bulunmamaktadır. Elektrik akımı ile ısıtma deniz suyunun yardımıyla soğutmanın gerçekleştiği hareketlendirici sisteminde soğumanın hızlı olması hareket periyodunu hızlandırmaktadır.



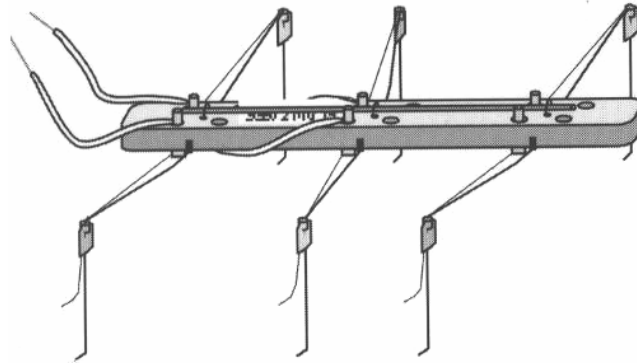
Şekil 3.27 NiTi yayların kullanıldığı altı bacaklı robotik yengeç (Otsuka vd., 1998)

Şekil 3.28’de gösterilen mikro tutucu tasarımında ise NiTi yaylar karşılıklı olarak kullanılmıştır. Birinci yay üzerinden elektrik akımı geçirilerek kritik sıcaklık üzerine çıkarıldığında tutucu kapanmakta, elektrik akımı ikinci yaydan geçirildiğinde ise tutucu açılmaktadır.



Şekil 3.28 NiTi yaylar kullanılan mikro tutucu (Janocha, 1999)

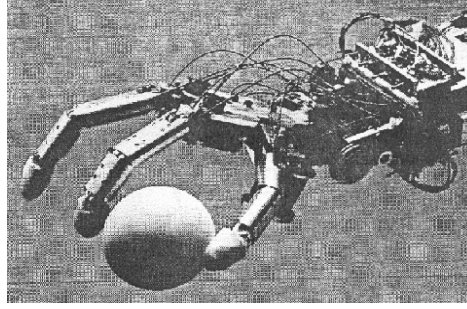
NiTi teller kullanılarak gerçekleştirilen altı bacaklı Squito robot böcek robotik uygulamaların farklı bir tasarımıdır (Şekil 3.29). Böcek üzerinde altı bacağın her birini kontrol eden NiTi teller üzerinden, birbirini takip eden zamanlarda periyodik olarak elektrik akımı geçirildiğinde robot böcek ilerlemeye başlamaktadır.



Şekil 3.29 NiTi teller kullanılarak tasarlanan Squito robot böcek (Conrad vd., 1998)

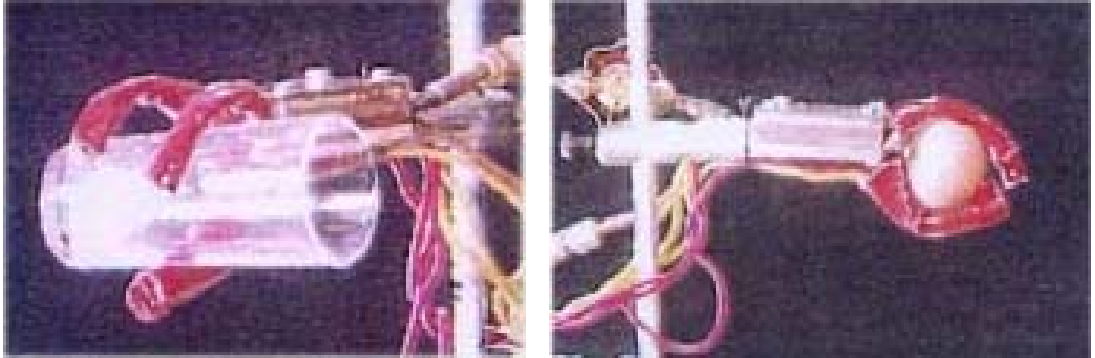
Şekil bellekli alaşım kullanılarak insan eli benzeri biyomekanik robot el tasarımlarından mikro tutucu tasarımlarına kadar patenti alınmış çok sayıda robot el bulunmaktadır. Bu tasarımlar arasında en tanınmış olanı Hitachi Ltd. tarafından geliştirilen Hitachi Robot Eldir (Şekil 3.30). Dört parmaklı robot el olan Hitachi robot el, üzerinde 0.02 – 0.035 mm. çaplarında NiTi teller kullanılmıştır. Her parmak içerisinde dört farklı NiTi tel geçmektedir.

Devre kapandığında parmaklar içindeki tellerin ısınması ile hareket sağlanmakta, devre açıldığında ise NiTi tellerin soğumasıyla parmaklar açılmaktadır. Şekil bellekli alaşım kullanılan robot el uygulamalarında kavrama alt sistemi alaşım üzerinden elektrik akımı geçirilerek kritik sıcaklık üzerine çıkarılmasıyla kolaylıkla sağlanmaktadır. Fakat alaşımın kritik sıcaklık altına kendiliğinden soğuması çok yavaş geliştiğinden parmakların açılmasına yönelik ters yöndeki hareket düşük hızda sağlanabilmektedir. Parmaklardaki soğuma hızını, dolayısıyla hareket hızını artırmak için yüzey alanı geniş şerit şeklinde NiTi alaşımı kullanıldığında, parmakların hareket hızında % 20 oranında bir artış görülmüştür.



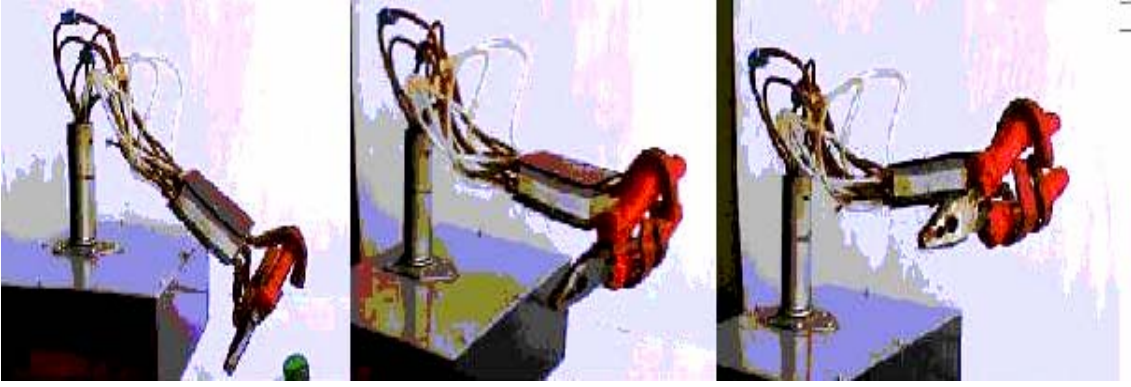
Şekil 3.30 NiTi teller kullanılarak geliştirilen Hitachi robot el (Gilbertson, 2000)

Şekil bellekli alaşımların robot el üzerinde parmaklarda kullanıldığı örneklerden bir diğeri SMA Robot Eldir. Öncelikle katı modellemesi yapılarak geliştirilen SMA Robot El, farklı boyutlarda ve hassasiyetteki birçok malzemeyi, kullanılan nikel-titanyum parmaklar sayesinde kolaylıkla kavrama özelliğine sahiptir (Dilibal, 2002).



Şekil 3.31 SMA Robot El ile bardak ve yumurta kavrama deneyleri

ITU Robot El ise nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların robot elde parmaklar ve dirsek kısmında kullanıldığı farklı bir prototiptir. Robot elde, parmakların dış yüzeylerinde hem elektrik hem de ısı yalıtımı maksadıyla silikon izolatörler kullanılmıştır. Parmaklar, kolay işlenebilirliği, elektrik ve ısıya karşı yalıtkanlığı nedeniyle akrilik levhadan (plexiglass) yapılan el ayasına monte edilmiştir. Şekil 3.32’de robot elin bir penseyi kavraması ve kaldırması gösterilmektedir.



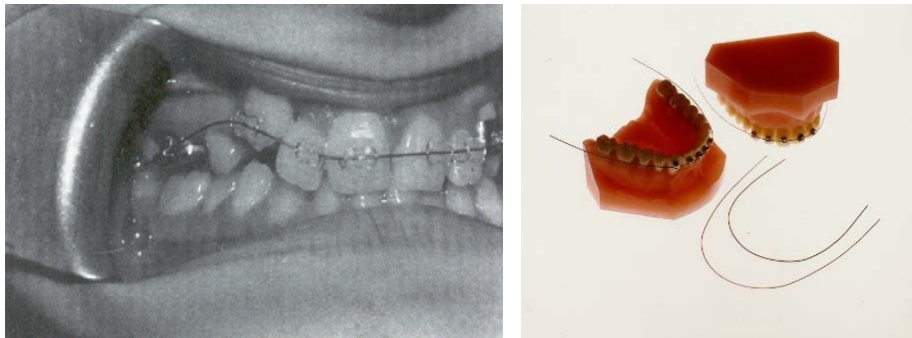
Şekil 3.32 ITU Robot El ile malzeme kavrama ve kaldırma

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımlar kullanılarak geliştirilen ITU Robot Elin modifiye edilerek, antipersonel mayınların ve bubi tuzaklarının temizlenmesi alanlarında kullanılabilirliği ile ilgili deneysel çalışmalar devam etmektedir (Dilibal 2004).

3.8.2 NiTi Şekil Bellekli Alaşımların Tıp alanındaki Uygulamaları

İnsan bedenine biyolojik uyumu yüksek olan NiTi şekil bellekli alaşımlar, diş hekimliğinde ortodontik diş telleri ve endodontik döner kök kanalı aletleri, kardiyolojik uygulamalarda kalp damar tıkanıklığını açan stentler ve ortopedide implantlar gibi birçok alanda diğer sistemlere tercih edilir hale gelmiştir.

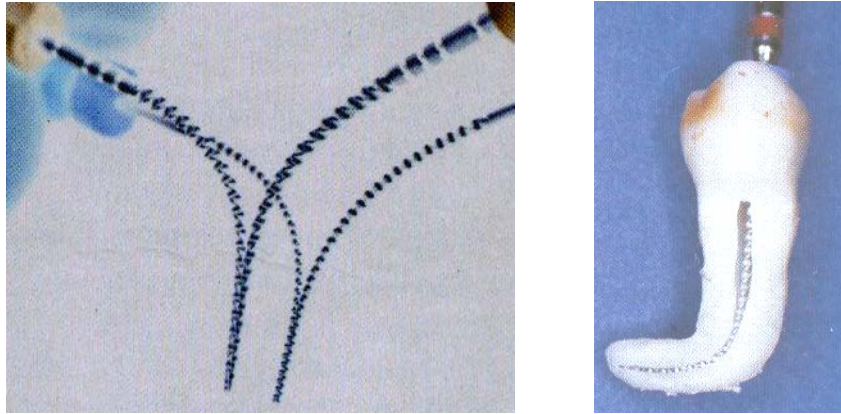
Ortodontik diş telleri çarpık dişleri dış kuvvet uygulayarak düşey mesafede uygun aralığa yerleştirmekte kullanılmaktadır. Ağızda dişlerin üzerine tutturulan bu tellerin performansı, dişlerin hareket etmesi ile uygulanan kuvvetin azalmaması ile ölçülebilir. Geleneksel olarak kullanılan paslanmaz çelik teller, elastik bölgede şekil değişimi neticesinde kuvvet uygulama özelliğini kaybetmekte olup tekrar değiştirilmeleri gerekir. Paslanmaz çeliğe oranla daha yüksek kuvvet uygulama özelliği sayesinde nikel-titanyum diş tellerinin değiştirilme sıklığı son derece düşüktür.



Şekil 3.33 Ortodontide kullanılan NiTi diş teli örnekleri ve uygulaması

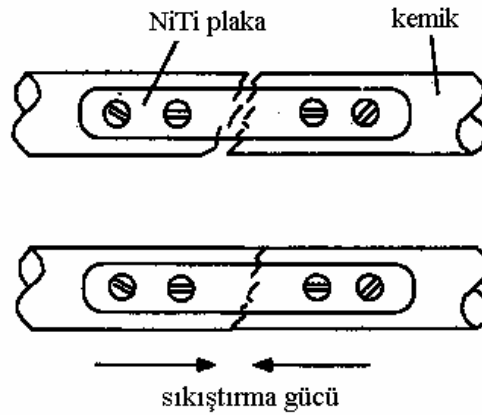
Diş hekimliğinde kullanılan başka bir alan, endodontide NiTi döner kök kanalı aletleridir. Geleneksel yöntemlerle yapılan endodontik tedavilerin yetersizliği, NiTi döner kök kanalı aletlerinin yüksek elastik deformasyonu sayesinde tedaviye hız kazandırmıştır. Artık paslanmaz çelik kanal aletleri yerine büyük oranda NiTi kanal aletleri kullanılmaktadır. Şekil 3.34’de nikel-titanyum döner kök kanalı aleti gösterilmektedir.

Endodontik döner kök kanalı aletleri ile yapılan araştırmalar, paslanmaz çelik aletlere oranla nikel-titanyum döner kök kanalı aletlerinin bükülme ve torsiyon karşısında yaklaşık 2-3 kat daha fazla esneyebildiğini göstermektedir (Akgün, 2003).



Şekil 3.34 Endodontik uygulamalarda kullanılan NiTi döner kök kanalı aleti

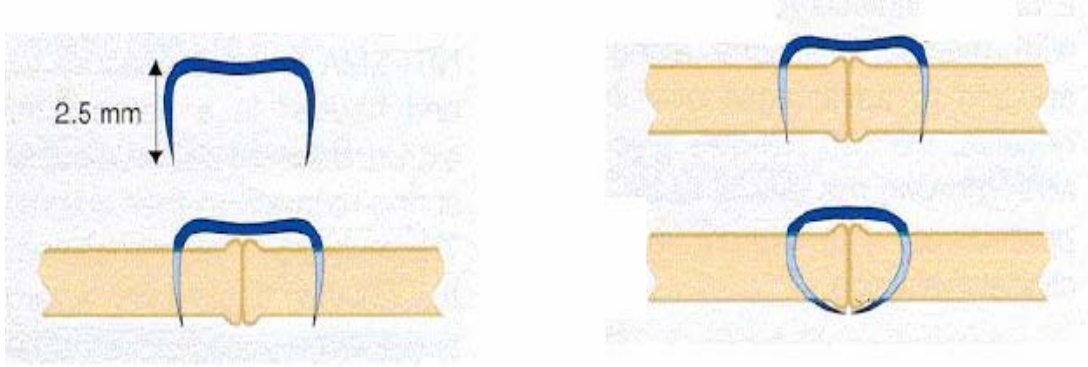
Tıp alanında yapılan çalışmalar arasında, nikel-titanyum alaşımının ortopedik kullanımı geniş yer almaktadır. Bu alanda yapılan çalışmalara bir örnek Şekil 3.35’de gösterilmektedir. Kırılmış olan kemiğe vidalanan nikel-titanyum plakalar vücut sıcaklığına ulaştığında iki parçayı sıkıştırma yönünde kuvvet uygulayarak kırık olan kemiğin birleşmesini sağlamaktadır.



Şekil 3.35 Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların ortopedik kullanımı (Otsuka vd.,1998)



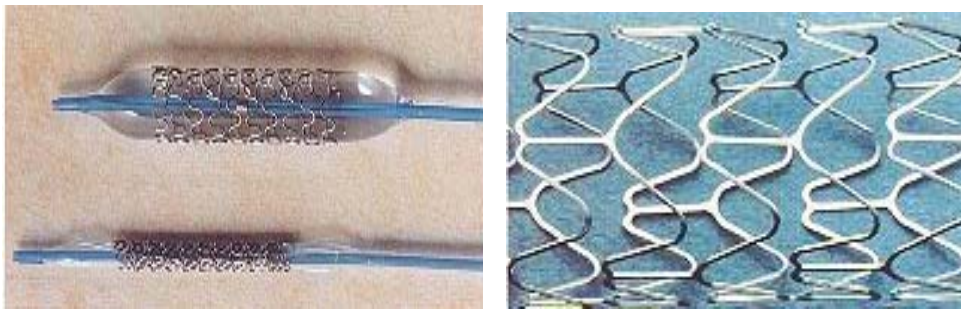
Şekil 3.36 Geleneksel metot ve nikel-titanyum bağlantı perçini



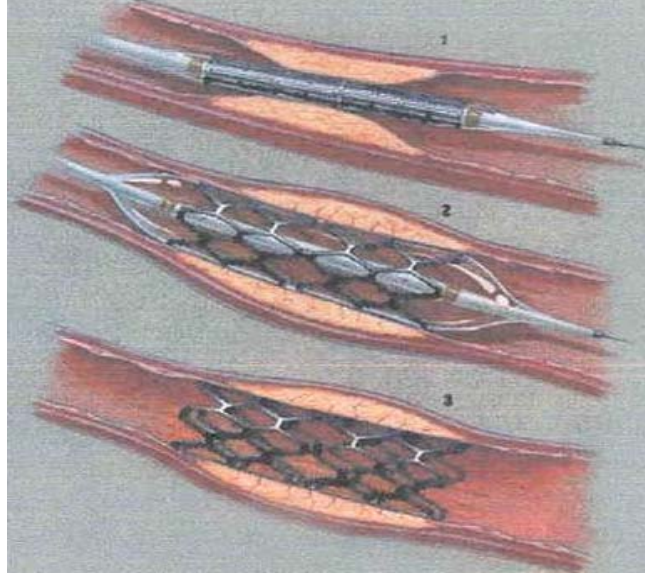
Şekil 3.37 Kemik dokusunda kullanılan nikel-titanyum bağlantı perçinleri

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların biyomedikal alandaki farklı kullanım alanlarından birisi de kardiyolojik uygulamalarda kalp damar tıkanıklıklarının ameliyatsız tedavisinde kullanılan nikel-titanyum stentlerdir.

Stentler, Şekil 3.38’de gösterildiği gibi radyal bir yay şekline sahip olup, damar tıkanıklığının bulunduğu bölgeye, martenzitik yapıda büzülmüş olarak bir baloncuk vasıtasıyla yerleştirilir. Baloncunun çekilmesi ile vücut sıcaklığına ulaşan stent şekil bellek özelliği sayesinde dönüşüm göstererek, genişler. Stentin genişlemesiyle birlikte kalp damarında stentin bulunduğu noktada damar iç cidarı genişlemiş olur. Böylece daha önce tıkanık olan kalp damarının ameliyatsız olarak yüksek oranda açılması sağlanmış olur. Şekil 3.38’te kalp damarının stent kullanılarak açılması gösterilmektedir.



Şekil 3.38 Damar tıkanıklığında kullanılan NiTi stent örnekleri



Şekil 3.39 Tıkanık olan damarın NiTi stentle açılması

3.9 Şekil Bellekli Alaşımlarda Şekil Değişiminin Kontrolünü Sağlayan İç ve Dış Kontrol Sistemleri

Şekil bellekli alaşımlardaki şekil değişiminin kontrollü bir şekilde sağlanması, alaşımın endüstriyel alan ve savunma sanayi gibi diğer alanlarda kullanılma oranını artırmaktadır. Burada sağlanan kontrol verileri uygulanacak sistemlerde geri besleme mekanizmasının oluşmasına olanak tanımaktadır. Birçok endüstriyel alanda özellikle mikro elektronik sistemlerde ve robotik uygulamalarda alaşımda meydana gelen şekil değişimi sayısal bir veriye dönüştürülerek bilgisayar destekli kontrol sistemlerine kolay entegrasyon sağlanabilmektedir.

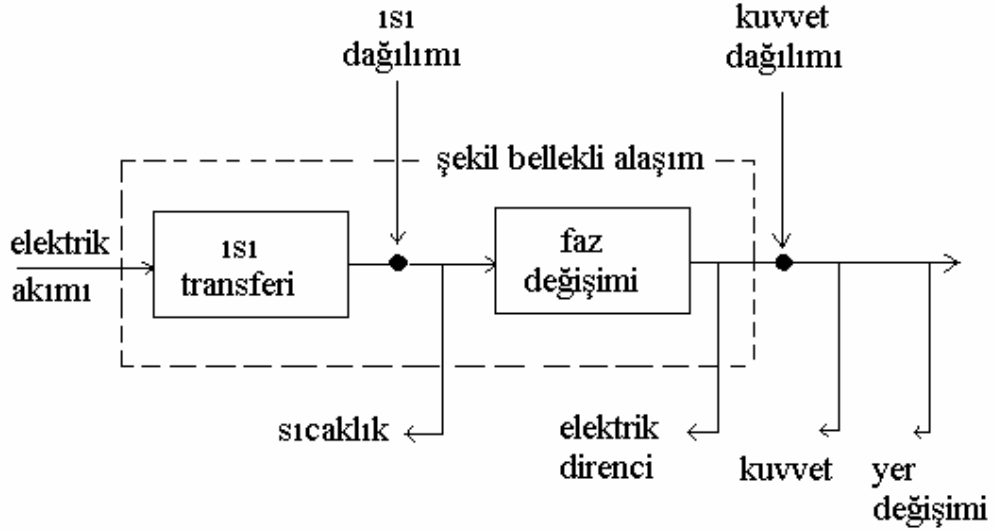
Şekil bellekli alaşımlar için geri besleme oluşturabilecek kontrol değişkenleri iç ve dış kontrol değişkenleri olarak iki gruba ayrılmaktadır. İç kontrol değişkenleri; alaşımın iç yapısında oluşan değişim sonucu elde edilebilen verilerden, dış kontrol değişkenleri ise, alaşımın dış yapısında şekil değişimi anında alınan verilerden oluşur (Şekil 3.40).

İç kontrol değişkenleri:

- a- Sıcaklık
- b- Alaşımın öz direnci

Dış kontrol değişkenleri:

- a- Kuvvet
- b- Yer değişimi



Şekil 3.40 Şekil bellekli alaşım kontrol değişkenleri (Ikuta, 1990)

İç kontrol değişkenlerinden alaşımın sıcaklığı; alaşım üzerine konulabilecek bir sıcaklık algılayıcı ile ölçülmektedir. Isınma veya soğuma sonucu alaşımın martenzit fazdan ostenit faza veya ostenit fazdan martenzit faza faz dönüşümlerinin (alaşımdaki şekil değişikliğinin) ölçülen sıcaklık derecelerinde ne kadar olduğu belirlenerek kontrol sistemi için bir veri oluşturması sağlanmaktadır.

Alaşımdaki sıcaklık değişimini sağlamak için iki yöntem kullanılmaktadır. Birinci yöntem alaşımın bulunduğu ortam sıcaklığını artırmaktır. Diğer yöntem ise alaşımın öz direncinin yüksek olmasından faydalanılarak (martenzit fazda $80 \mu\Omega\cdot\text{cm.}$, östenit fazda $100 \mu\Omega\cdot\text{cm.}$) alaşım üzerinden elektrik akımı geçirilerek yapılmaktadır.

Alaşımın ostenit ve martenzit fazlarda üzerinden geçirilen elektrik akımına farklı oranda öz direnç göstermesi faz dönüşüm sıcaklığının tespitinde bir iç kontrol değişkeni olarak kullanılmasını sağlamaktadır.

Dış kontrol değişkenlerinden kuvvet, şekil değiştirme kapasitesinin kuvvet cinsinden bulunması ile veri olarak kullanılmaktadır. Genellikle alaşımın kullanıldığı endüstriyel uygulamalarda parça kavrama ve bırakma işlemi parçaya uygulanan basıncın kuvvet değişkenine çevrilmesi ile kontrol edilmektedir. Alaşımın şekil değiştirmesinden faydalanılarak yola çıkılan kavrama ve bırakma sistemlerinde alaşımın sıcaklık sonucu şekil değiştirerek belli bir noktaya uyguladığı basınç, basınç algılayıcı vasıtasıyla sayısal değere çevrilerek sistem üzerinde dış kontrol değişkeni olarak kullanılmasına olanak sağlamaktadır.

4. NİKEL-TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMIN ÜRETİM YÖNTEMLERİ

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımı oluşturan metallere titanyum, dünyada en çok kullanılan malzemeler arasındadır. Titanyum, 1670°C’de eriyen, 4.5 g/cm³ özgül ağırlığa ve 400°C’ye kadar sıcaklıklarda bile yüksek korozyon dayanımına sahip olan bir metaldir. Daha çok korozyona dayanım amaçlı kullanılan saf titanyum, düşük çekme dayanımı ve yüksek şekillendirme kabiliyeti göstermektedir. Saf titanyuma katılan alaşım elementleriyle çekme dayanımı 700 Mpa’a kadar yükselmekte, sünekliği ise %20 oranına kadar düşmektedir.

%99.5 saflık oranındaki saf titanyum, oda sıcaklığında sıkı düzen hekzagonal yapıda, başka bir deyişle, alfa fazındadır ve 885°C’de hacim merkezli kübik yapıdaki β fazına dönüşmektedir.

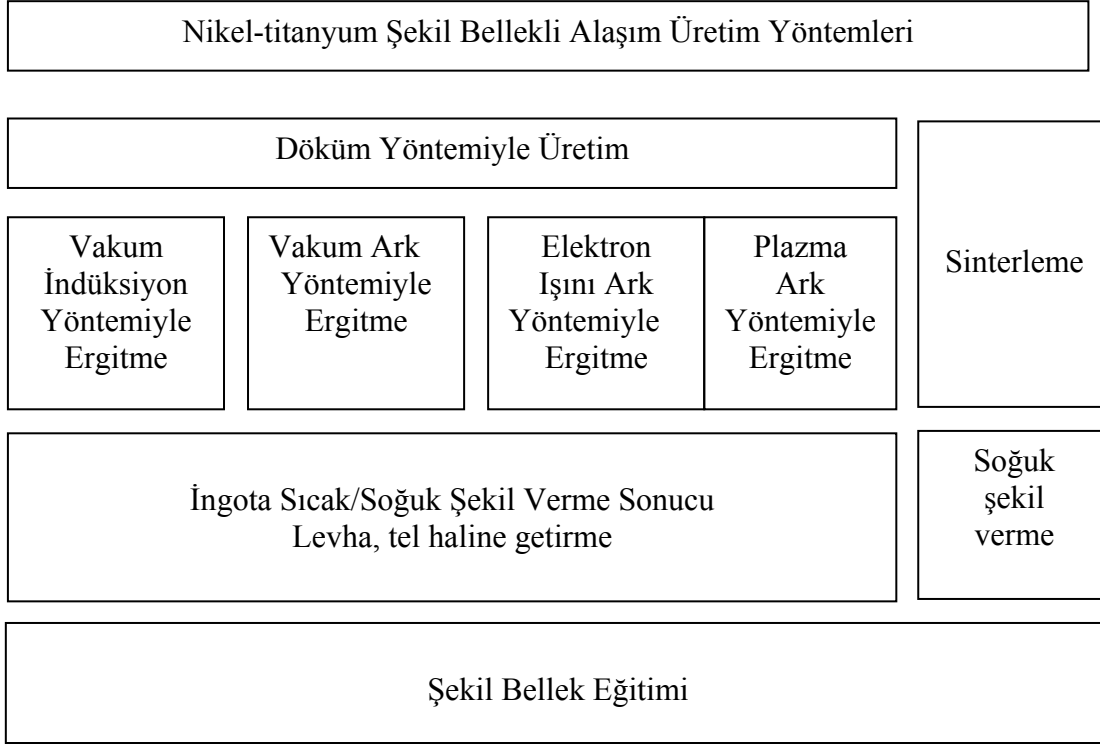
Ergime sıcaklığı 1455°C olan saf nikelin teknik bakımdan en önemli özelliği korozyona dayanıklılığıdır. Manyetostriksiyon, manyetik alan etkisi ile malzemede küçük boyut değişimleri oluşmaktadır. 360°C olan Curie sıcaklığının üzerinde nikel ferromanyetikliğini kaybeder. Ayrıca mekanik ve fiziksel özelliklerinden çoğu bu noktada süreksizlik gösterir.

Saf nikel büyük ölçüde sülfürlü cevherlerden kavurma ve indirgeme işlemleriyle kazanılır. Nikelin plastik şekillendirilmesi genelde östenitik çeliğinkine benzetmekle birlikte saf durumda örneğin kükürte karşı kimyasal ilgisinin fazla olması bazı farklılıklar yaratabilir. Örneğin ısıtma işlem sırasında yanma gazlarından veya parça yüzeyindeki artık kesme sıvılarından gelen kükürt, nikelin tane sınırları boyunca yayınıp, sülfür olarak çöker. Ortama bağlı olarak başlayabilecek korozyon hasarı çökeltilerin bulunduğu tane sınırlarında yoğunlaşır.

Titanyum alaşımlarının mekanik dayanımı, alüminyum alaşımlarının yaklaşık 2,5 katı olup, bazı alaşımlı çeliklere eşdeğerdedir. Elastisite modülü 110 GPa olup alüminyum alaşımlarından daha yüksek süneklik ve tokluğa sahiptir.

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların üretiminde döküm yöntemi ve sinterleme yöntemi olmak üzere iki farklı yöntem kullanılmaktadır. Döküm yöntemiyle üretim vakum indüksiyon yöntemi, vakum ark yöntemi, elektron ışını ark yöntemi ve plazma ark yöntemiyle yapılmaktadır.

Alaşımın üretiminde öncelikli olarak % 99.5’ten daha yüksek ticari saflıklarda nikel ve titanyum metallerinin kullanılması gerekmektedir.



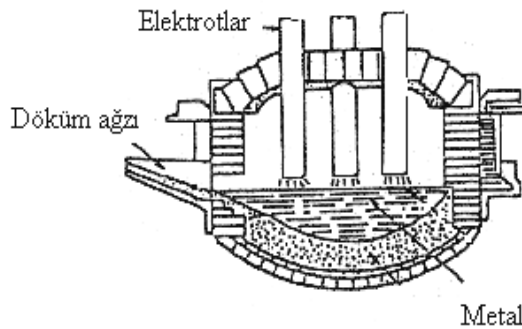
Şekil 4.1 Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımının üretim yöntemleri

Titanyumun 900°C 'den itibaren oksijenle kolaylıkla reaksiyona girmesi sebebiyle nikel-titanyum alaşımlarının vakum ortamında veya koruyucu gaz atmosferinde dökülmesi gerekir.

Döküm ocaklarından elektrikli ocaklar; ark ocakları, indüksiyon ocakları ve direnç ocakları olmak üzere üç gruba ayrılır. Ark ve indüksiyon ocakları direnç ocaklarına göre çok daha yüksek sıcaklıklara çıkabilir.

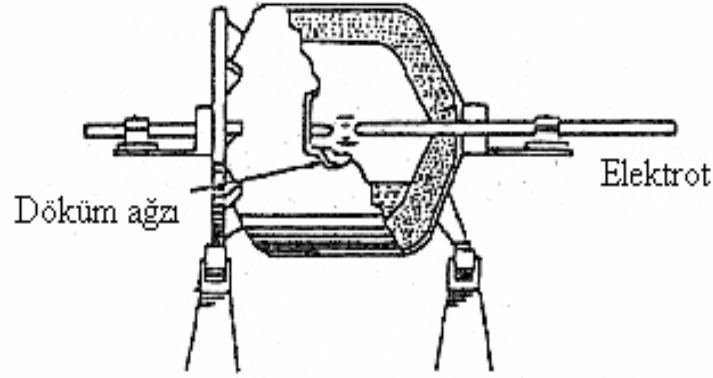
4.1 Vakum Ark Yöntemi İle Üretim

Metalin ark ocaklarında ergitilmesinde, ocak içinde oluşturulan bir elektrik arkından açığa çıkan ısıdan yararlanır. Elektrik arkı iki elektrot arasında oluşturulursa endirekt ark, elektronlarla ergimiş metal arasında oluşturulursa direkt ark ocağından söz edilir.



Şekil 4.2 Endirekt ark ocağı

Direkt ark ocağında elektrotlara uygulanan gerilim düşük, akım ise yüksektir. Çeliklerin ve alaşımlı dökme demirlerin ergitilmesinde genelde direkt ark ocakları tercih edilir. Endirekt ark ocakları ise genelde demir dışı metallerin ergitilmesinde kullanılır.



Şekil 4.3 Direkt ark ocağı

Sandrock ve arkadaşlarının (1971) ürettiği alaşım ingot olarak % 99.7 saflıkta titanyum ve % 99.97 saflıkta nikel kullanılarak 0.5 atm. argon gazı altında karbon elektrot ile elektrik ark ocağında dökülmüştür. Numune paslanmaz çelik tüp içinde 850°C de dövülmüş, daha sonra 900°C’de ve vakumda ara tavlar uygulanarak 0.3-0.5 mm. arasına soğuk haddelenmiştir.

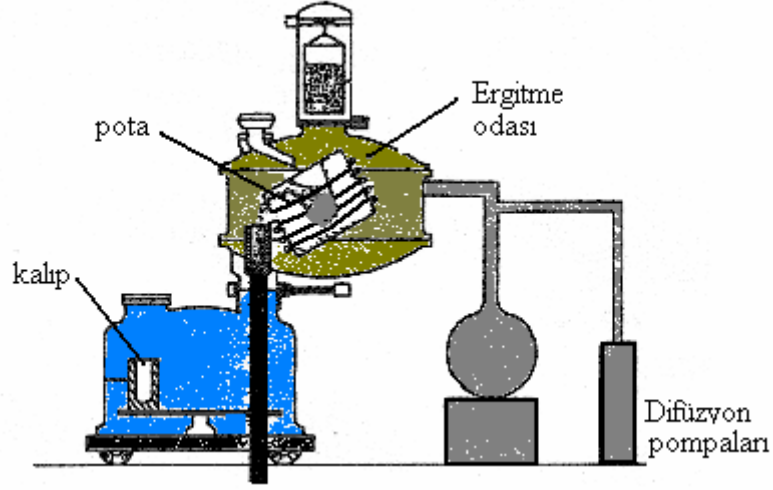
Andreasen ve Fahl (1987) numune kalitesi ve saflığının sağlanması için vakum indüksiyon ve vakum ark tekniğinin ikisini de uygulamışlardır. Döküme girecek metaller önce 1400°C’de vakum indüksiyon ocağında ergitilmiştir. Daha sonra vakum ark ocağında tekrar ergitilip katılaştırılarak homojenlik sağlanmıştır. Bu haldeki ingot 800°C de sıcak şekil verilip daha sonra soğuk şekil vermeye tabi tutulmuştur.

Wu ve arkadaşları tarafından (2002) yapılan dökümde tungsten elektrotlu vakum ark ocağında % 99.7 saflıkta titanyum ve % 99.98 saflıkta nikel kullanılarak 6 defa tekrarlanan döküm ile 200 gr. ağırlığında ingot elde edilmiştir. 1050°C’de homojenleştirme ısı işleminden sonra sıcak haddelme ile 5 mm. kalınlığına indirilmiştir. Düşük hız elmas testere ile 20mm.x20mm.x5mm boyutlarına indirilen alaşım, 800°C’de 2 saat bekledikten sonra suda soğutulmuştur. Daha sonra zaman parametresi değiştirilerek 400°C’de farklı sürelerde yaşlandırma ısı işlemi uygulanmıştır.

4.2 Vakum İndüksiyon Yöntemi İle Üretim

İndüksiyon ocakları çekirdekli ve çekirdeksiz (kanallı) olmak üzere iki gruba ayrılır. Çekirdeksiz tip indüksiyon ocağında potanın etrafı su ile soğutulan bakır borudan yapılmış bir

bobin ile çevrilidir. Kanallı tipte, sıvı metal primer sargının çekirdeği çevresinde bir kanal oluşturur. Genellikle hat frekansında çalışan bu ocakların elektriksel verimleri daha yüksektir. Bu tip ocaklar genellikle ergitme için değil, bekletme ve aşırı ısıtma gibi işlerde tercih edilir.



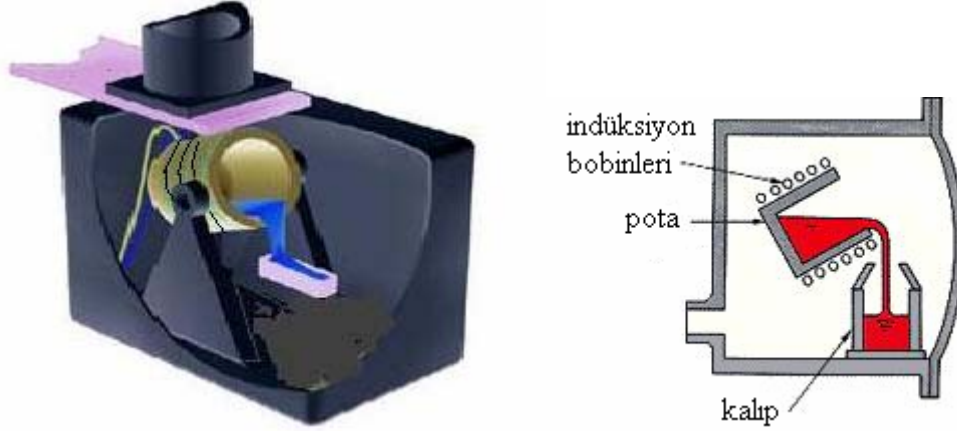
Şekil 4.4 Vakum indüksiyon ocağı

Her iki indüksiyon ocağında da ergimiş metali, normal bir transformatörün primer sargısı olarak düşünülebilecek elektrik bobini çevreler. Bu bobinden geçen alternatif akım, sekonder sargı olarak düşünülebilecek iletken sıvı metal içinde girdap akımları indükleyerek ısı oluşturur. Isı, doğrudan doğruya ergitilecek metal içinde ortaya çıktığından çok temiz ve hızlı bir ergitme gerçekleşir. İndüksiyon ocağının en önemli avantajı ingot içerisindeki kimyasal bileşimdeki homojenliğin sağlanabilmesidir. Hat frekansından (50 Hz) yüksek frekanslara (10.000 Hz) kadar değişik elektrik kaynaklarıyla çalışan farklı indüksiyon ocakları mevcuttur.

Vakum indüksiyon ocaklarında ise indüksiyon işlemi vakum altında yapılır. Vakum için kullanılan pompalar kaba vakumun yapıldığı mekanik vakum pompaları ve daha yüksek oranda vakumun yapıldığı difüzyon pompalarından oluşur. Difüzyon pompaları kullanılarak fırın içerisindeki hava vakumla boşaltıldıktan sonra fırının içi inert gazla doldurulur. Böylece ortamdaki oksijen ve reaksiyona girebilecek diğer gazların oranı en seyrek duruma getirilmeye çalışılır.

Ergitme işlemlerinde kullanılacak potanın uygun olarak seçimi, döküm sonucunda elde edilecek ingot üzerinde önemli rol oynamaktadır. Grafit yüksek ısı iletkenliği nedeniyle diğer kalıp malzemelerine göre tercih edilen bir pota malzemesidir. Alumina veya magnezyum oksit (MgO) ergimiş metale oksijen vereceğinden uygun pota malzemesi değildir. Grafit kullanılması halinde alaşıma karbonun yayınmaması için döküm sıcaklığının 1450°C'yi geçmemesi gereklidir. Bu durumda TiNi ergime sıcaklığı 1310°C olduğuna göre dökümün grafit pota kullanılarak yapılması uygun olacaktır. Bu sıcaklıktaki dökümde, malzeme içine

karışacak yaklaşık 200-500 ppm. karbon malzemenin fiziksel özelliklerini etkilemeyecektir (Otsuka vd., 2002)



Şekil 4.5 Vakum indüksiyon ocağında ergitme

Matsutomo ve arkadaşlarının (1987) ürettiği alaşım; ingot olarak % 99.7 saflıkta Ti, % 99.97 saflıkta Ni kullanılarak yüksek frekans vakum indüksiyon ocağında demir potaya dökülmüştür. İngot 854°C de önce sıcak dövülüp sonra 2 mm. kalınlıkta levha olarak sıcak haddelenmiştir. Elde edilen numunelerdeki kimyasal bileşim Ti-%49.8 Ni olmuştur.

Miyazaki ve Otsuka tarafından (1986) yapılan üretimde; % 99.7 saflıkta Ti, % 99.97 saflıkta Ni kullanılarak Ti-49.8 Ni; Ti-50.6 Ni verecek şekilde yüksek frekans vakum indüksiyon ocağında karbon potada döküm gerçekleştirilmiştir. Alaşıma 854°C de sıcak haddeleme ile % 30 şekil değişimi verilerek, 1 mm.lik tellere soğuk şekil değişimi yapılmıştır.

Frenzel ve arkadaşları (2004) tarafından yapılan üretimde % 99.7 saflıkta Ti, % 99.98 saflıkta Ni kullanılarak yüksek frekans indüksiyon ocağında grafit potada döküm yapılmıştır.



Şekil 4.6 İndüksiyon ocağında grafit potada döküm sonucu elde edilen ingot (Frenzel vd., 2004)

Zhang ve arkadaşları (2005) tarafından yapılan üretimde % 99.7 saflıkta Ti, % 99.98 saflıkta Ni kullanılarak yüksek frekans indüksiyon ocağında grafit potada döküm yapılmıştır. Elde edilen nikel-titanyum alaşımının kompozisyonu atomca % 50.7 nikel ve % 49.3 titanyum olmuştur.



Şekil 4.7 İndüksiyon ocağında grafit potada döküm sonucu elde edilen ingot (Zhang vd., 2005)

Guangbin ve arkadaşları tarafından (2002) % 99.7 saflıkta titanyum ve % 99.97 saflıkta nikel kullanılarak vakum indüksiyon ocağında yapılan dökümde üretilen alaşımın kompozisyonu atomca % 49.4 titanyum ve % 50.6 nikel olarak bulunmuştur. DSC yöntemiyle tespit edilen alaşımın faz dönüşüm sıcaklıkları sırasıyla; $M_f = -20^{\circ}\text{C}$, $M_s = -7^{\circ}\text{C}$, $A_s = 10^{\circ}\text{C}$ ve $A_f = 37^{\circ}\text{C}$ olarak tespit edilmiştir.

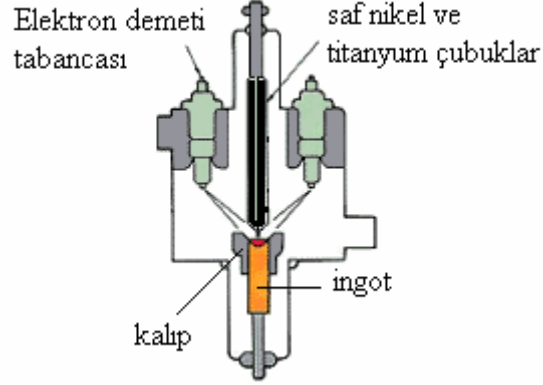
Xu ve arkadaşları tarafından (2002) vakum ark ocağında argon atmosferinde grafit potada yapılan dökümde $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{43}\text{Cu}_7$ alaşımı üretilmiş, üretilen alaşımın dönüşüm sıcaklıkları $M_s = 46^{\circ}\text{C}$, $A_s = 49^{\circ}\text{C}$ olarak bulunmuştur. 900°C 'de 4 saat bekletildikten sonra sıcak haddelenerek 4 mm. boyutuna düşürülen alaşım daha sonra 500°C 'de 1 saat tutularak fırında soğutulmuştur.

4.3 Elektron Işını Ark Yöntemi İle Üretim

Vakum indüksiyon ve vakum ark yöntemlerine alternatif bir yöntem olarak uygulanan elektron ışını ark yöntemi 1950'lerden beri Mo, Ta, Nb, W gibi refrakter malzemelerin ve Ti, Zr, Hf ve alaşımlarının ergitilmesinde kullanılan bir yöntemdir.

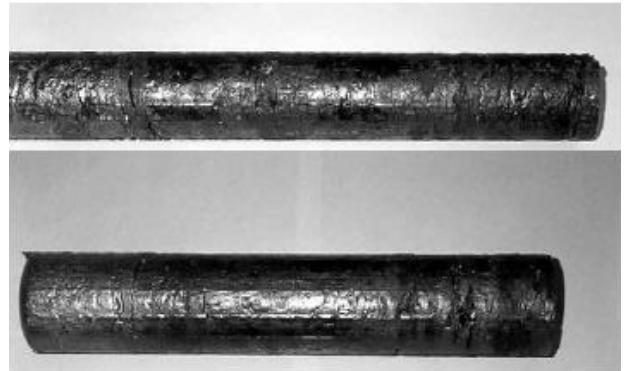
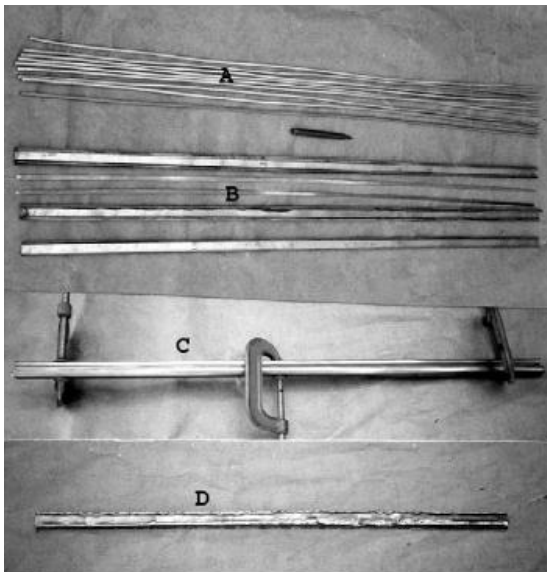
Elektron ışını ark ile ergitme tekniğinde, odaklanmış ışının elektronları son derece yüksek hızda saf nikel ve titanyumdan oluşan metal yüzeyiyle çarpışır. Katı metalin ısınması sonucunda kristal kafesteki atomların kinetik enerjilerinde büyük bir artış meydana gelir. Elektronlar çok küçük kütlelerinden dolayı, gerçekte enerjilerini çarpma işleminde kristal

atomlarının oldukça ağır olan çekirdeklerine transfer ederler. Enerji transferindeki bu ilk adımdan sonra, iletim elektronları çarpışma enerjisi kazanarak ergimeyi başlatır.



Şekil 4.8 Elektron ışını ark yöntemi ile döküm

Otubo ve arkadaşları tarafından (2004) elektron ışını ark yöntemi kullanılarak ağırlıkça % 54.7 nikel olacak şekilde tekrarlanan iki döküm sonunda, 40mm. çapında 270mm. uzunluğunda silindirik nikel-titanyum alaşım elde edilmiştir. Döküm öncesinde saf nikel ve titanyum çubuklar ağırlık oranları hesaplanıp TİG kaynağıyla kaynak edilerek besleyiciye konulmaya hazır hale getirilmiştir (Şekil 4.7). Yüksek yoğunluklu grafit pota kullanılarak yapılan dökümde TiC çökmesi alaşım matrisinde nikelce zengin yapının oluşmasına yol açarak alaşımın martenzitik dönüşüm sıcaklığını düşürmüştür. Yapılan DSC analizinde martenzitik tepe sıcaklığı 6°C olarak tespit edilmiştir.

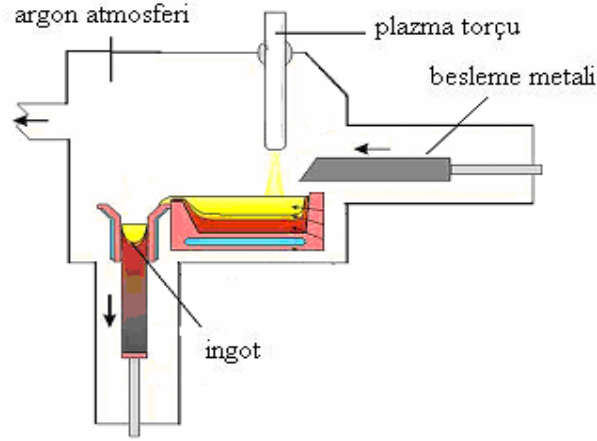


Şekil 4.9 Eletron ışını ark yöntemiyle yapılan döküm (Otubo vd., 2004)

Miyazaki ve Otsuka tarafından (1984) elektron ışını ark yöntemi kullanılarak üretilen $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$ alaşımının kimyasal kompozisyonundaki %3 oranındaki Fe'nin, alaşımın martenzit bitiş sıcaklığını $-196^{\circ}C$ 'ye düşürdüğü tespit edilmiştir. Üretilen alaşıma $1000^{\circ}C$ 'de 1 saat bekleme ve suda soğutma işleminden sonra $400^{\circ}C$ 'de 2 saat bekletilerek suda soğutma ısıl işlemi uygulanmıştır. Alaşım tel çekme yöntemi ile 0.9mm. çapında tel boyutuna indirilmiştir.

4.4 Plazma Ark Yöntemi İle Üretim

İnert gaz atmosferinde tungsten katot ve nikel-titanyum besleme metali arasında oluşturulan arkla, katot etrafından anodun merkezine doğru akan gaz, iyonize edilerek gaz plazmasını oluşturur. İyonlardan ve yüksek oranda elektronlardan oluşan plazma merkezinde sıcaklık çok yüksek seviyelere çıkabilir. Oksidasyonu düşük seviyelerde tutmak için işlem inert gaz atmosferinde yapılır.



Şekil 4.10 Alaşımın plazma ark yöntemiyle üretimi

4.5 Sinterleme Yöntemi İle Üretim

$TiNi$ üretiminde toz metalürjisi; saf metal sinterleme ve alaşım sinterleme olmak üzere iki şekilde uygulanmaktadır. Saf metal sinterlemede iki metalin saf tozları karıştırılıp preslenerek sinterlenir. Bu durumda bileşimin homojenliği doğal olarak düşük olur. Alaşım sinterlemede önceden hazırlanmış alaşım tozu kullanılır.. Bu durumda sağlanacak homojenlik çok daha yüksektir. Plazma-dönel elektrot yöntemi yüksek kalitede toz imali için uygun bir yöntemdir. Bu yöntem plazma arkı ile ısıtılan alaşımdan elektrotun yüksek hızda döndürülerek eriyen alaşımın damlacıklar halinde saçılması ve atomize olmasını sağlar. Katılan toz, yaklaşık $840^{\circ}C$ de sıcak izostatik pres (hot isostatic pres, HIP) yöntemi ile sinterlenir. Bu yöntem ile elde edilen alaşım, vakumda üretilen alaşımlar kalitesinde olmaktadır.

TiNi şekil bellekli alaşımların üretimi için öncelikle dikkat edilmesi gereken üç aşama vardır. Bunlar sırasıyla; alaşımların bileşim oranı, sıcak ve soğuk şekil verme işlemleri ve alaşıma şekil belleği kazandırma işlemleridir.

Alaşıma sıcak şekil verme işlemi 700°C - 900°C arasında yapılmaktadır. Genel olarak tel, levha ve bar olarak sıcak şekil verilir. Sıcak şekil verme işlemleri için vakumlu bir ortama gerek yoktur. Tel çekme en fazla kullanılan yöntemlerden birisidir. Tel çekme ile alaşım 0.05 mm. çapına kadar indirilebilmektedir.

Alaşıma uygulanan uygun ısı işlemler vasıtasıyla alaşımların istenilen şekil belleğini alması sağlanır. Şekil belleği kazandırma işlemleri olarak bilinen ısı işlemler sonucunda, NiTi alaşımı sıcaklık değişimleri ile birlikte kazandırılan şekilleri alarak istenilen alanda kullanıma hazır olur.

Sinterleme işlemi esnasında katı durum difüzyonu ile homojenleştirme uzun bir zaman gerektirir. Oluşan sıvı fazın varlığı kütle geçişinin kinetiğini artıracığından sonuçta hızlı homojenleştirmeye neden olur. Sıvı faz nikel-titanyum tozlarının hızlı homojenleştirmesini sağlamasına rağmen, mevcudiyeti bir çok poroziteyi oluşturur. Sinterleme yönteminde poroz bir mikro yapının elde edilmesi, alaşımların biyomedikal uygulamalarda tercih edilen bir yöntem olmasını sağlamıştır.

Bram ve arkadaşları (2002) tarafından sinterleme yöntemi kullanılarak yapılan nikel-titanyum üretiminde 45µm. den daha küçük çapta nikel ve titanyum tozları 1050°C'de 5 saat 195 Mpa basınç altında bekletilmiştir. Daha sonra 850°C'de 1 saat tutularak çözeltiye alma ısı işleminden geçirildikten sonra 500°C'de 1 saat bekletilip suda soğutma ısı işleminden geçirilmiştir. Elde edilen alaşımların DSC analizi sonucunda martenzitik dönüşüm sıcaklıkları $M_f = 1^\circ\text{C}$, $M_s = 17^\circ\text{C}$, $A_s = -2^\circ\text{C}$ ve $A_f = 21^\circ\text{C}$ olarak tespit edilmiştir.

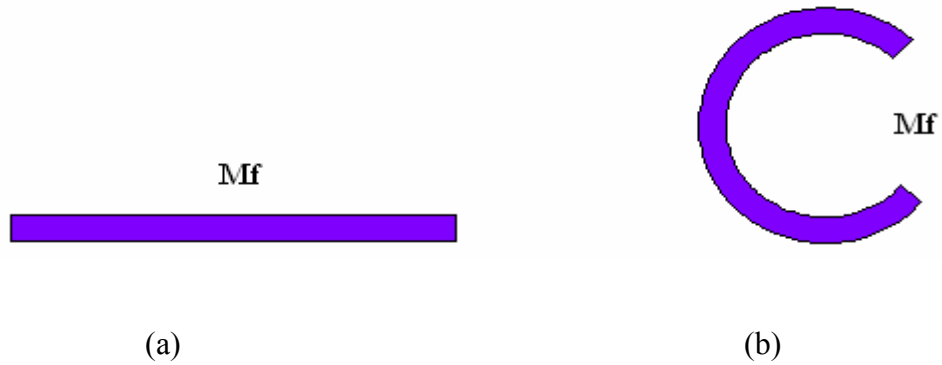
5. NİKEL-TİTANYUM ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLARA UYGULANAN ŞEKİL BELLEK EĞİTİMİ

5.1 Tek Yönlü Şekil Bellek Davranışı Eğitimi

% 99.5'ten daha yüksek saflıklarda nikel ve titanyum metallerinin eş atomik oranda inert bir gaz atmosferinde vakum ortamında 1670°C 'de ergitilerek dökümüyle birlikte yeni şekil belleği kazandırılmaya hazır bir nikel-titanyum alaşımı elde edilmiş olur. İngot durumundaki bu alaşım levha veya tel haline getirildiğinde şekil bellek eğitimi için yeni verilecek şekilleri kazanabilecek bir yapıdadır. Levha veya tel halindeki bu alaşımlar, bu ilk durumda iken bir şekil belleğini yapılarında bulundurmaktadırlar. Fakat istenilen bir şeklin, alaşımın belleğine kazandırılması için, kesinlikle ısıtma işlemleri ve yükleme işlemlerinden oluşan termomekanik bir şekil bellek eğitiminden geçirilmeleri gerekir.

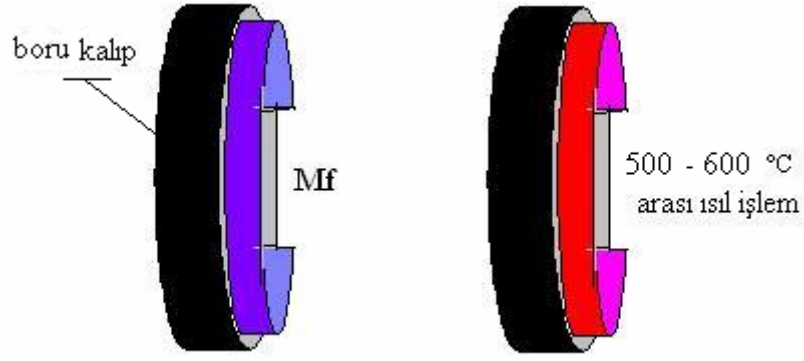
Alaşıma şekil bellek eğitimi uygulanmasında birinci safha, 800°C - 900°C arasında çözeltiye alma safhasıdır. İkinci safhada, alaşım martenzit fazda iken deformasyona uğratarak, alaşıma kazandırılmak istenen şekil verilir. Şekil 5.1a'daki çözeltiye alma ısıtma işlemi tamamlanmış alaşıma, Şekil 5.1b'de kazandırılmak istenilen şekil deformasyonla verilmiştir. Burada kazandırılmak istenilen şekil "C" şeklindedir.

Alaşımanın yeni verilen şeklini koruyabilmesi için bir kalıbın içerisine yerleştirilerek ısıtma işlemine tabi tutulması gerekir.



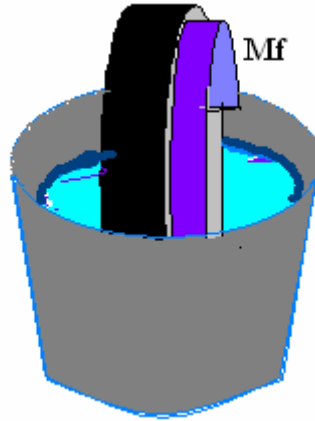
Şekil 5.1 Çözeltiye alınmış nikel-titanyum alaşımı ve deformasyona uğratarak istenilen şekil verilmiş alaşım

"C" şekli verilen alaşım Şekil 5.2'de görüldüğü gibi kalıp içerisine konulmasını müteakip 500°C - 600°C arasında ısıtma işlemine tabi tutulur. Isıtma işlemi sonucu alaşım suda soğutulmuş kalıptan çıkarılır. Şekil 5.3'de kalıp içerisindeki alaşım suda soğutulmaktadır.

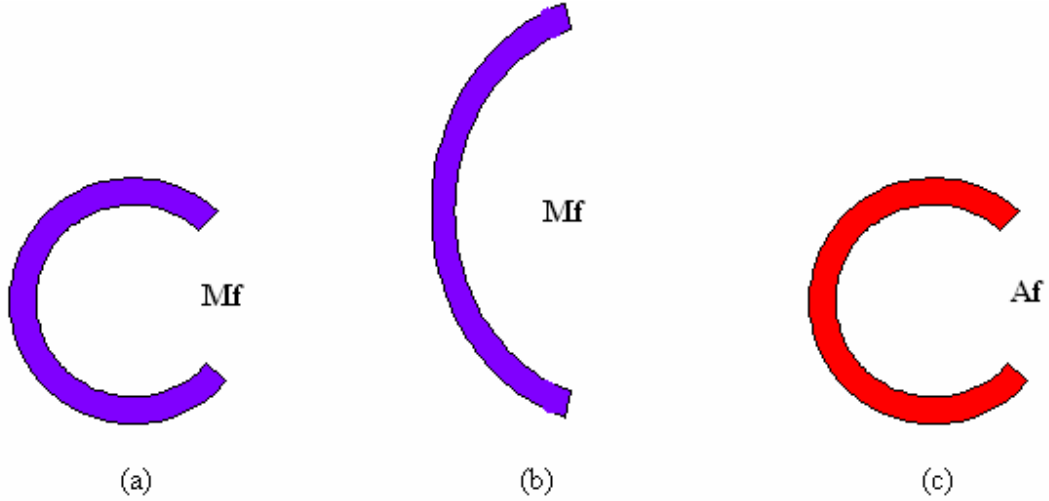


Şekil 5.2 “C” şekli verilen alaşımların kalıba konulması ve 500°C – 600°C arasında ısıtılması (tek yönlü şekil belleğinin kazandırılması)

Suda soğutma sonucunda martenzit faz sıcaklığına ulaşan alaşım, artık tek yönlü yeni şekil belleğini kazanmış olur. Herhangi bir şekilde deformasyona uğratılan yeni şekil belleği verilmiş bu alaşım, östenit faz sıcaklığına ısıtıldığında, tekrar ilk kazandırılmış şekline döner. Bu tek yönlü şekil bellek özelliğidir. Buradaki örnekte kalıptan çıkarılan “C” şeklini almış Şekil 5.4b’deki gibi deformasyona uğratıldıktan sonra östenit faz sıcaklığına ısıtılırsa tekrar şekil 5.4c’deki “C” şekline döner.



Şekil 5.3 Alaşım kalıp içerisinde iken suda soğutulması



Şekil 5.4 Kalıptan çıkarılan şekil belleğini almış alaşımın (a) deformasyona uğratılması (b) ve östenit fazına ısıtılarak tekrar ilk verilen bellek şekline dönmesi (c)

İkinci safha olan yeni şekil belleği kazandırma safhasında, kazandırılmak istenen şekle getirilen alaşım kalıp içerisine alınmazsa ısıtıl işlem esnasında Af sıcaklığından geçerken tekrar önceki şekline geri dönecektir. Böylece yeni verilen şeklin belleğini kazanamayacaktır.

5.2 Çift Yönlü Şekil Bellek Davranışı Eğitimi

Alaşım $800^{\circ}\text{C} - 900^{\circ}\text{C}$ arasında çözeltiye alındıktan sonra çift yönlü şekil belleği kazandırmada önemli etkisi olduğu bilinen Ti_3Ni_4 çökeltilerinin oluşabilmesi için alaşımın, NiTi faz diyagramına göre 550°C nin altında yaşlandırma ısıtıl işlemine tabi tutulması gerekmektedir.

Nikel-titanyum alaşıma çift yönlü şekil bellek eğitimi yaşlandırma ısıtıl işlemi sonunda iki farklı termomekanik işlem uygulanarak kazandırılır. Bunlar;

- Martenzit fazda iken, ikinci verilmek istenen şeklin yönünde deformasyona uğratılarak,
- Östenit faza geçen alaşıma ikinci verilmek istenen şeklin yönünde yükleme yapılarak çift yönlü şekil belleği kazandırılır.

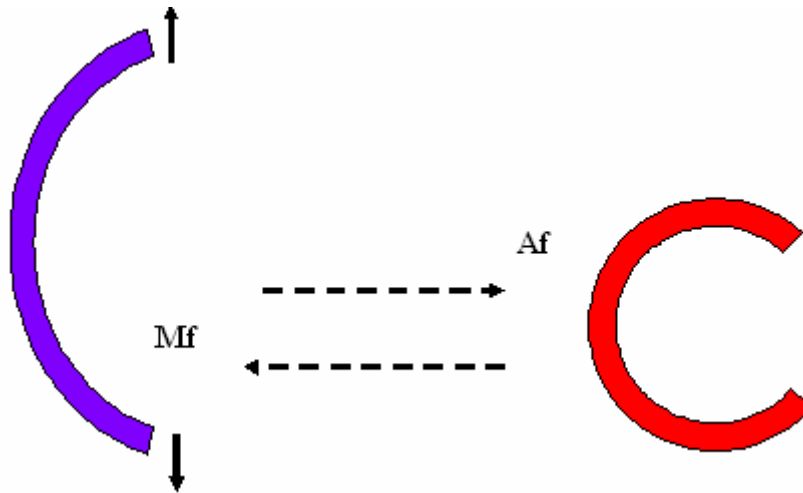
5.2.1 Çift Yönlü Şekil Bellek Davranışının Martenzitik Fazda Deformasyona Uğratılarak Kazandırılması

Çift yönlü şekil bellek davranışının martenzitik fazda deformasyona uğratılarak kazandırılması tekniğiyle oluşturulmasında öncelikle çözeltiye alma işlemi uygulanır. Nikel-titanyum alaşıma ikinci safhada kazandırılmak istenen şekil verilir. Alaşım yeni şekliyle

kalıba konulur. Kalıp içerisinde 500°C - 550°C arasında ısıtılıp suda soğutularak yaşlandırma ısıt işlemleri yapılır.

Soğuyarak martenzit faza geçen alaşım tek yönlü olarak yeni şeklinin belleğini kazanmıştır. Yeni aldığı şekil, martenzit fazda iken deformasyona uğratıldıktan sonra östenit faza geçinceye kadar ısıtılırsa kazandırılan bellek şekline geri döner.

Martenzit fazdaki deformasyonlar aynı yönde tekrarlandığında, alaşıma bu yönde de hareket yeteneği kazandırılmış olur. Şekil 5.5’de “C” şeklinde bellek kazandırılmış alaşım deformasyonla düz hale getirildikten sonra östenit faz sıcaklığına ısıtılıp tekrar “C” şekline dönüştürülmüş ve bu işlem tekrarlanmıştır. Sonuçta; alaşım östenit faza geçerken “C” şekline, soğuyarak martenzit faza geçerken kendiliğinden, önceki deformasyonlar yönünde şeklini değiştirir. Buna çift yönlü şekil bellek davranışının martenzitik fazda deformasyona uğratılarak kazandırılması tekniği denir.

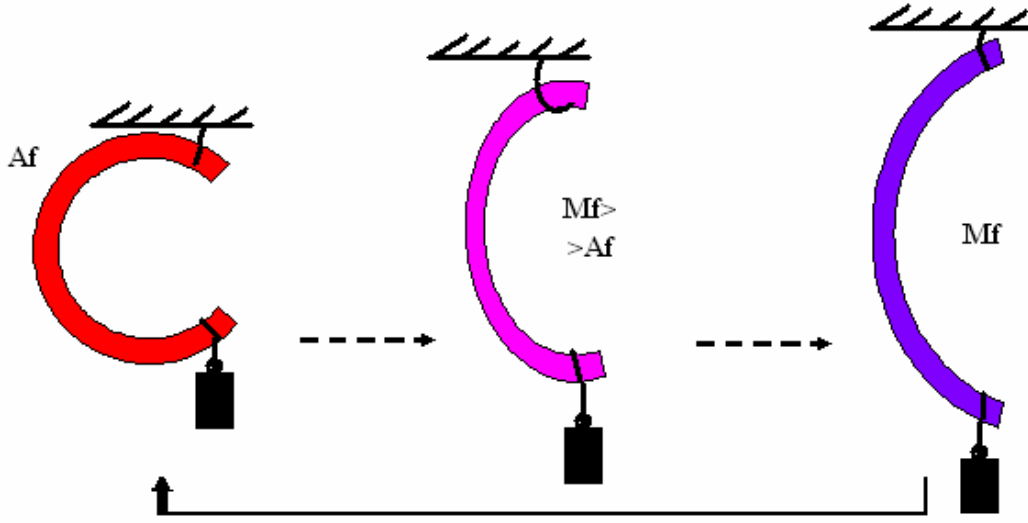


Şekil 5.5 Deformasyon yoluyla çift yönlü şekil belleği verme

5.2.2 Çift Yönlü Şekil Bellek Davranışının Östenit Fazda Yükleme Yöntemi İle Kazandırılması

Alaşım martenzit fazda iken deformasyona uğratılarak kalıp içerisinde birinci yeni şekliyle 500°C – 600°C aralığında ısıtıldığında, birinci yeni şekil belleğini kazanır. Alaşım soğutularak martenzit faza getirilir. Östenit faz sıcaklığına kadar ısıtılan alaşım, östenit faz sıcaklığından martenzit faza doğru oda sıcaklığında soğurken, kazandırılmak istenen ikinci şeklini alacak yönde bir ağırlık asılarak yükleme yapılır. Bu eğitimin birinci yöntemden farkı alaşımın martenzit faza geçişi sırasında ikinci kazandırılmak istenen şeklini, uygulanan

yüklemenin etkisiyle yavaş yavaş almasıdır. Bu eğitim sırasında bu işlemin üçüncü tekrarından itibaren alaşım çift yönlü şekil belleği kazanmış olur.



Şekil 5.6 Yükleme yoluyla çift yönlü şekil belleğinin kazandırılması

İkinci şekil bellek kazandırma eğitimi olan bu eğitim, birinci eğitim şeklinden daha etkili olmakta, tel veya levha nikel-titanyum ikinci şeklini daha belirgin bir biçimde almaktadır. Bu eğitimin sonucunda alaşım A_f sıcaklığı üzerine ısıtıldığında birinci bellek şeklini, M_f sıcaklığına soğutulduğunda ise ikinci bellek şeklini alır.

Deformasyon ve yükleme yöntemlerinin her ikisi birden kullanılarak da ikinci şekil belleği eğitimi yapılabilir. Bu yöntemde öncelikle birinci yöntem alaşım üzerinde uygulanır.

Yüksek performanslı termoelastik ve superelastik özellikler gösteren NiTi alaşımına, üçüncü bir bileşen ekleyerek faz dönüşüm sıcaklığında kaydedilen değişimlerle alaşımın endüstriyel kullanım alanlarını genişletme çalışmaları devam eden araştırmalar arasındadır. TiNiCu üç bileşenli alaşımında nikel oranını azaltarak %10 oranında bakır ilave etmek, alaşımın dönüşüm sıcaklığının oda sıcaklığına çekilmesine neden olur.

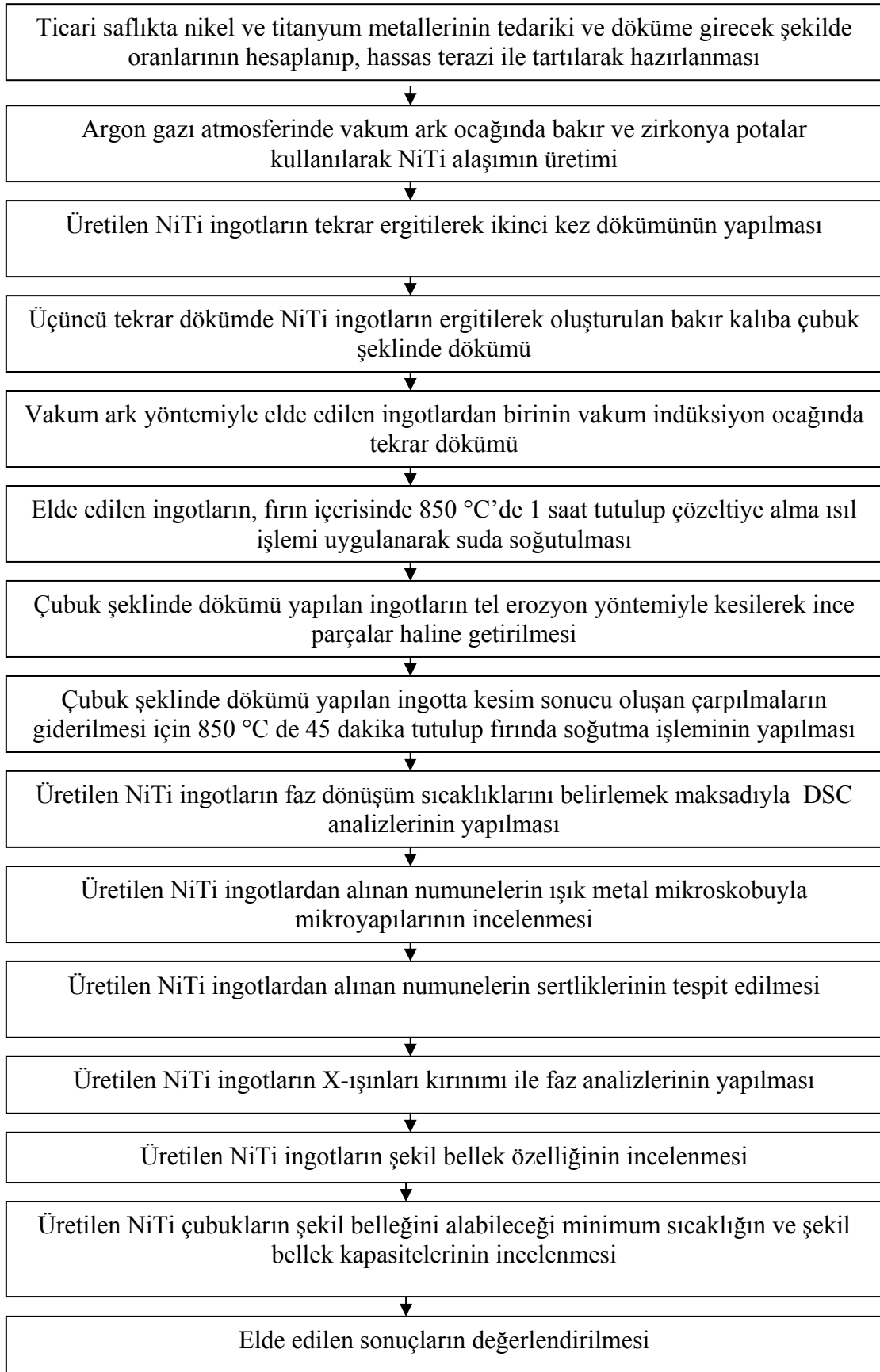
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşım üretmek amacıyla yaptığımız deneysel çalışmalar iki aşama halinde gerçekleştirilmiştir. Birinci aşamada literatür bilgilerinden de yararlanılarak, şekil belleği gösterebilecek özellikte nikel-titanyum alaşımı üretmek hedeflenmiştir. Bunun için ticari saflıkta nikel ve titanyum alınıp belli oranlarda birleştirilerek vakum ark ve vakum indüksiyon ocaklarında döküm gerçekleştirilmiş ve üretilen alaşımların özellikleri belirlenmiştir.

Deneysel çalışmaların ikinci aşamasında, tespit edilen bileşim ve özellikteki alaşımların şekil bellek kapasiteleri, şekil bellek eğitimi deneyleriyle tespit edilmiştir. Deneysel çalışmaların sonunda üretim, malzeme karakterizasyonu ve şekil bellek eğitimi konularında elde edilen sonuçlar değerlendirilmiştir.

6.1 Deneylerin Yapılışı

Çalışmaların yürütülmesinde takip edilen yol için iş akış diyagramı oluşturulmuş ve bütün alt çalışmalar belli bir sistem çerçevesinde uygulanmıştır. Şekil 6.1’de görülen sistematik yapıda birinci aşama üretim için gerekli ticari saflıkta nikel ve titanyum alınıp, birleşme oranlarının hesaplanıp, hassas terazi ile tartılarak döküm için hazırlanması, argon gazı atmosferinde vakum ark yöntemi uygulanarak bakır ve zirkonya potalar kullanılarak NiTi alaşımının üretimi, üretilen NiTi ingotların tekrar ergitilerek ikinci kez dökümünün yapılması, üçüncü tekrar dökümde NiTi ingotların ergitilerek oluşturulan bakır kalıba çubuk şeklinde dökümü, vakum ark yöntemiyle elde edilen ingotlardan birinin vakum indüksiyon yöntemi uygulanarak tekrar dökümü, elde edilen ingotların fırın içerisinde 850°C’de 1 saat tutulup çözeltiye alma ısıtma işlemi uygulanarak suda soğutulması, çubuk şeklinde dökümü yapılan ingotların tel erozyon yöntemiyle kesilerek, ince parçalar haline getirilmesi ve çubuk şeklinde dökümü yapılan ingotta kesim sonucu oluşan çarpılmaların giderilmesi için 850°C de 45 dakika tutulup fırında soğutma işleminin yapılması aşamalarından oluşmaktadır. İkinci aşama ise üretilen NiTi ingotların faz dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek amacıyla DSC analizlerinin yapılması, üretilen NiTi ingotlardan alınan numunelerin ışık metal mikroskopuyla iç yapılarının incelenmesi, alınan numunelerin sertliklerinin tespit edilmesi, X-ışınları kırınımı ile faz analizlerinin yapılması, alaşımların şekil bellek özelliğinin ve şekil bellek kapasitelerinin incelenmesinden oluşmaktadır.

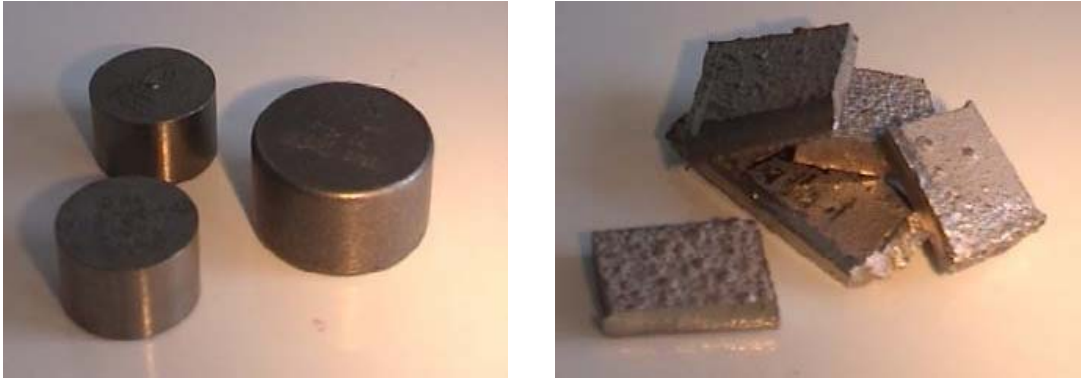


Şekil 6.1 Çalışmada izlenen yolun sistematik akış diyagramı

6.1.1 Nikel-titanyum Şekil Bellekli Alaşım Üretimi

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşım üretimi vakum ark ve vakum indüksiyon ocaklarında gerçekleştirilmiş, bunun için farklı oranlarda ticari saflıkta nikel ve titanyum metalleri ile bakır ve zirkonya potalar kullanılmıştır. Uygun homojenlik sağlamak için bazı dökümler iki, bazı dökümler üç kez tekrarlanmıştır. Toplam olarak 21 döküm yapılmış, bu dökümlerden dört tanesinde parlak ve düzgün yüzeyli ingot yapısı gözlemlenmiştir. Diğer dökümler pota seçimi, uygun ayarlanamayan ergitme süresi, yetersiz vakumlama gibi nedenlerle başarısız olmuştur.

Döküm işlemlerinde ticari saflıkta nikel ve titanyum metalleri kullanılmıştır. Dökümlerde kullanılan % 99.7 oranında ticari saflıkta titanyum, Dentaurum firmasından, % 99.9 saflıkta nikel ise yurt içi piyasadan temin edilmiştir. Dökümde kullanılan titanyum ve nikel metalleri Şekil 6.2’de gösterilmiştir.



Şekil 6.2 Dökümde kullanılan ticari saflıktaki titanyum ve nikel metalleri

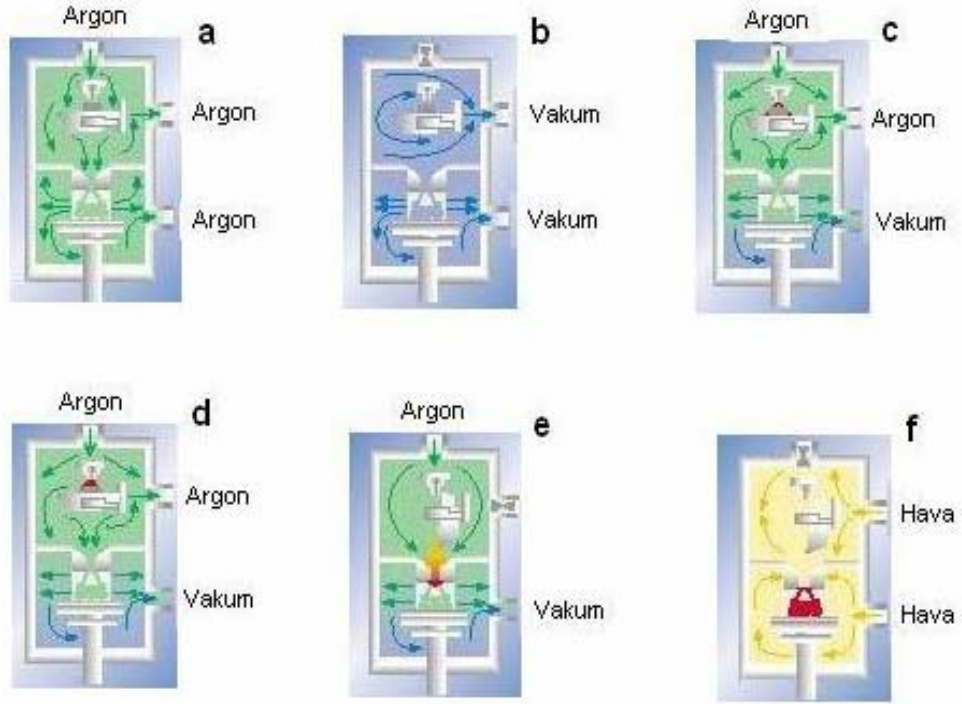
Döküme giren titanyum ve nikel oranlarının atomik ağırlıkları titanyum-nikel faz diyagramı üzerinde eş atomik yapıda olacak şekilde (% 50 nikel, % 50 titanyum) veya bu oranlara yakın oranlarda belirlenmiştir. Böylece üretim sonrasında alaşımların martenzitik dönüşüm sıcaklıklarının, oda sıcaklığına yakın değerlerde elde edilmesi sağlanmıştır.

6.1.1.1 Vakum ark ocağında döküm

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların dökümünde kullanılan vakum ark ocağı, Rematitan marka tungsten elektrotlu, 95 gram döküm kapasiteli, ergitme ve döküm işleminin argon gazı atmosferinde yapıldığı vakum ark ocağıdır.

Vakum ark ocağının çalışma prensibi Şekil 6.3’de gösterilmektedir. Döküm için hazırlanan metaller, öncelikle pota içerisine konularak tungsten elektrota 1,5 cm. mesafe oluşturacak şekilde ocağın ergitme yapılacak bölümüne yerleştirilmiştir. Daha sonra ocağın kapağı kapatılarak ergitme zaman ayarı yapılmıştır. Başlatma işleminden sonra ocakta ergitme ve

dökümün yapılacağı bölümlere 5 bar argon gazı dolduktan sonra (Şekil 6.3 (a)), ocağın vakum pompası çalışarak ocaktaki iç basınç -750 tor basınca ulaşınca kadar vakum işlemi yapmıştır (Şekil 6.3 (b)). Ergitme başlamadan önce argon gazı girişi açılarak boşaltılan gazların yerine tekrar 5 bar basıncında argon gazı doldurulmuştur. Daha sonra vakum ark ocağında ergitme işlemi başlayarak (Şekil.6.3 (d)), ergimiş haldeki alaşım kapalı sistem içerisinde vakum ortamında kalıba dökülmüş ve döküm tamamlandığında ocağın kapağı açılmıştır (Şekil 6.3 (f)). Yapılan bu işlemler devam eden dökümlerde tekrarlanmıştır.



Şekil 6.3 Vakum ark ocağında döküm aşamaları

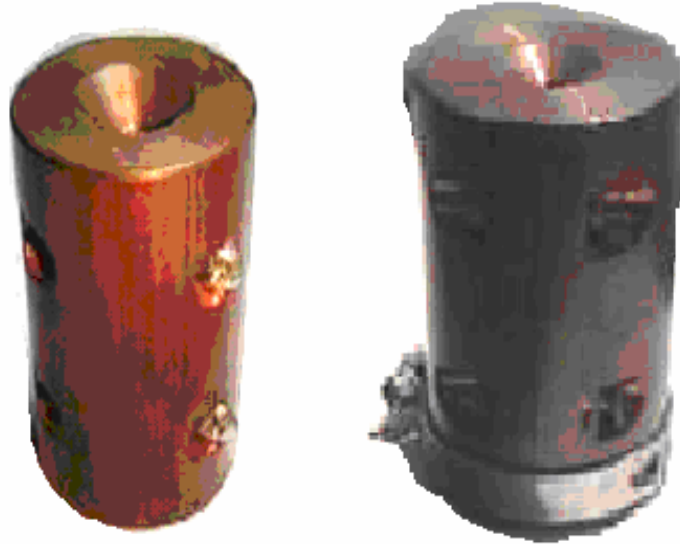
Vakum ark ocağında yapılan 20 adet döküm bakır ve zirkonya potalar kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yapılan dökümlerin ilk sekizinde bakır pota kullanılmış, pota malzemesinin de eriyerek ingota karışmasından ve sekizinci dökümde eriyiğin hepsinin potaya yapışması nedeniyle daha sonraki dökümlerde (12 döküm) zirkonya pota kullanılmıştır. Dökümlerde kullanılan bakır ve zirkonya potalar Şekil 6.4'te gösterilmiştir.

Dökümlerde konik, silindirik ve kare prizması şeklindeki bakır kalıplar kullanılmıştır. İlk dökümlerin yapıldığı bakır konik kalıp vakum ark ocağının kendi kalıbıdır. Silindirik ve kare prizması şeklinde ingot elde edilebilecek bakır kalıplar ise piyasada hassas torna ve freze tezgahlarında yaptırılmıştır.



Şekil 6.4 Vakum ark ocağında dökümlerde kullanılan bakır ve zirkonya potalar

Konik yapıdaki kalıptan elde edilen alaşım, ikinci ve üçüncü tekrar dökümlerde, deneysel çalışmalar için numune alınmasında kolaylık oluşturması maksadıyla, Şekil 6.5’de gösterilen silindirik ve kare prizması kalıplara dökülmüştür.



Şekil 6.5 Silindirik ve kare prizması ingotların elde edildiği bakır kalıplar

Dökümlerde kullanılan ticari saflıklardaki nikel ve titanyumun ağırlık oranları Ti-Ni faz diyagramında yaklaşık eş atomik yapı elde edilecek şekilde (% 45 ağırlık oranında titanyum ve % 55 ağırlık oranında nikel) hassas terazide tartılarak ayarlanmıştır. Ergime süreleri 9 sn. ile 22 sn. arasında tutulmuş, nikel ve titanyum toplam ağırlığı 16 gram - 36 gram arasında olacak şekilde döküme giren metaller hazırlanmıştır.

Zirkonya pota içerisine konulan metalin tungsten elektrotla ark yapabilmesi için pota ortasındaki delikten, metalle ark ocağı arasında devreyi sağlayacak şekilde, çubuk bağlantı bulunmaktadır. Şekil 6.6’da vakum ark ocağında kullanılan zirkonya pota ve içerisine yerleştirilen titanyum ve nikel görülmektedir.



Şekil 6.6 Vakum ark ocağında kullanılan zirkonya pota ve içerisine yerleştirilen ticari saflıkta titanyum ve nikel metalleri

Üretimi yapılan ilk nikel-titanyum alaşımların silindirik olmasından dolayı, simetrik ve düzenli numuneler elde edilemediği için şekil bellek eğitimi deneylerinde kullanma güçlükleri ortaya çıkmıştır. Bu nedenle, ilerleyen dökümlerde dökümde kullanılan bakır kalıp değiştirilerek, silindirik yerine kare prizması şeklinde ingot elde edilebilecek yeni bir kalıp yapılmıştır (Şekil 6.7). Böylece üretilen kare prizması şeklindeki nikel-titanyum alaşımlar kesildiğinde şekil bellek eğitiminde kolaylıkla kullanılacak çubuk numuneler elde edilmiştir.



Şekil 6.7 Döküm işleminde kare prizması şeklinde ingot elde edilen bakır kalıbın ara kesitinin görünümü

6.1.1.2 Vakum İndüksiyon Ocağında Döküm

Vakum indüksiyon ocağında üretilen nikel-titanyum alaşımların özelliklerini tespit etmek ve dökümde uygun homojenliği sağlamak amacıyla vakum ark ocağında iki döküm sonucu elde edilen alaşımların üçüncü dökümü, Sato marka vakum indüksiyon ocağında yapılmıştır. Elde edilen döküm sonucu değerlendirilmiştir.

6.1.2 Üretimi Yapılan Alaşımların Malzeme Karakterizasyonu İçin Yapılan Deneyler

6.1.2.1 Mikro Yapı İncelemeleri

Üretilen nikel-titanyum alaşımların ışık metal mikroskobu ile mikro yapılarını incelemek üzere her bir alaşımdan numuneler alınmıştır. Numuneler, metalografik etüd için bakalite alınarak 60-180-220-320-600-800 numaralı SiC zımpara kağıtları ile zımparalandıktan sonra elmas pasta ile parlatılmıştır. Numuneler için kullanılan dağlama ayırıcı eşit oranlarda (1:1:1) HF, HNO₃ ve asetik asit kullanılarak hazırlanmıştır.

Dökümlerde konik, silindirik ve kare prizması şeklindeki bakır kalıplar kullanılmıştır. İlk dökümlerin yapıldığı bakır konik kalıp vakum ark ocağının kendi kalıbıdır. Silindirik ve kare prizması şeklinde ingot elde edilebilecek bakır kalıplar ise piyasada hassas torna ve freze tezgahlarında yaptırılmıştır.

6.1.2.2 EDS Analizleri

Üretimi yapılan nikel-titanyum alaşımlardan alınan numunelerin EDS bölge analizleri sonucunda atomca ve ağırlıkça element oranları, Jeol JSM 7000 F field emission taramalı elektron mikroskobunda incelenerek EDS spektrumları tespit edilmiştir.

6.1.2.3 Sertlik Ölçümleri

Üretilen nikel-titanyum alaşımların sertlik değerlerini belirlemek amacıyla alaşımlardan alınan numunelerin Vickers mikro sertlik ölçüm değerleri bulunarak elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır.

6.1.2.4 DSC Analizleri

Üretilen alaşımların martenzit ve östenit faz dönüşüm sıcaklıkları ve ekzotermik, endotermik dönüşüm entalpilerinin tespit edilmesi amacıyla yapılan DSC (Diferansiyel tarama kalorimetresi) analizi, üretilen nikel-titanyum alaşımlardan alınan numunelere TUBİTAK-MAM'da Şekil 6.8'de gösterilen Perkin Elmer Pyris 1 diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı kullanılarak yapılmıştır.

Kalorimetrik analizler için cihaza numuneler yerleştirildikten sonra, azot gazı atmosferi altında, 10°C/dakika ısıtma hızı uygulanarak 20 dakika içerisinde 0°C'den 200°C'ye çıkılmış, döngünün geri dönüşümünde ise 200°C'den 0°C'ye 10°C/dakika soğutma hızı uygulanarak analiz sonuçları belirlenmiştir.



Şekil 6.8 Perkin Elmer Pyris 1 diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı

6.1.2.5 X-Işınları Kırınım Analizleri

Üretilen nikel-titanyum alaşımlardan alınan numunelere uygulanan X-ışınları kırınımı yöntemi ile faz tayini, Philips PW 3020 XRD cihazı kullanılarak yapılmıştır. Faz analizlerinde JCPDS-ICDD (Joint Committee on Powder Diffraction Standards - International Center of Diffraction Data) referans veri tabanı kullanılmış, monoklinik kafes yapısına sahip NiTi martenzit fazı için 27-344 numaralı, kübik kafes yapısına sahip NiTi östenit fazı için 18-899 numaralı, ve kübik kafes yapısına sahip Ti_2Ni fazı için 18-898 numaralı JCPDS-ICDD kart bilgileri; mevcut düzlemler, bu düzlemlerin verdiği pikler ve şiddetlerini içerecek şekilde Çizelge 6.1'de verilmiştir.

Numuneler üzerinde yapılan analizde tespit edilen martenzit, östenit ve Ti_2Ni pikleri mikro yapıda elde edilen sonuçlarla karşılaştırılarak hedef malzemenin elde edilip edilemediği değerlendirilmiştir.

Çizelge 6.1 27-344, 18-899 ve 18-898 numaralı JCPDS-ICDD kart bilgileri

NiTi martenzit faz			NiTi östenit faz			Ti ₂ Ni fazı		
2 θ	Şiddet	h k l	2 θ	Şiddet	h k l	2 θ	Şiddet	h k l
19.280	15	0 0 1	42.803	100	1 1 0	13.591	10	1 1 1
38.439	18	1 1 0	61.982	40	2 0 0	39.099	30	4 2 2
39.135	65	0 0 2	78.153	60	2 1 1	41.564	100	5 1 1
41.385	80	-1 1 1	93.335	10	2 2 0	45.450	30	4 4 0
43.917	55	0 2 0	108.692	30	3 1 0	70.846	25	6 6 0
45.068	100	0 1 2	125.877	20	2 2 2	72.545	10	7 5 1
52.880	12	-1 1 2	148.071	70	3 2 1	77.475	8	8 4 2
60.459	25	0 0 3				85.668	25	7 7 1

6.1.3 Üretilen Nikel-titanyum Alaşımların Şekil Bellek Özelliği İle İlgili Deneyler

6.1.3.1 Üretilen Alaşımların Şekil Bellek Özelliğinin Tespitine Yönelik Deneyler

Üretilen nikel-titanyum alaşımların şekil bellek özelliğinin tespitine yönelik deneyler, alaşımlara uygulanan kalorimetrik analizlerde elde edilen faz dönüşüm sıcaklıklarında şekil değişimi gösterip göstermediği incelenerek yapılmıştır.

Üretilen alaşımlardan 2mm.x2mm.x65mm. boyutlarında kesilen NiTi çubuklar öncelikle deformasyona uğratarak düz paslanmaz çelik kalıba yerleştirilmiştir. Daha sonra fırın içerisinde 550°C sıcaklığa ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 10 dakika tutularak suda soğutulmuştur.



Şekil 6.9 Paslanmaz çelik kalıba yerleştirilen düz şeklindeki alaşım



Şekil 6.10 Kalıba konularak 550°C’de 10 dakika tutulduktan sonra suda soğutma sonucu düz şekil belleği kazandırılmış nikel-titanyum alaşımı

Üretilen nikel-titanyum alaşımların ısıtılma işlemi kazandırılan düz şekli (Şekil 6.10), şekil belleği olarak kazanıp kazanmadığını tespit etmek amacıyla, alaşım oda sıcaklığında deformasyona uğratıldıktan sonra Af sıcaklığına ısıtılarak alaşımda meydana gelen şekil değişimi incelenmiştir.

6.1.3.2 Üretilen NiTi alaşımların şekil bellek kapasitelerinin farklı deformasyon oranlarında incelenmesi

Üretimi yapılan alaşımların şekil bellek kapasitesini belirleme deneylerinde, ısıtılma işlemi sonucu kazandırılan şekil belleğini alaşımların hangi deformasyon oranlarına kadar koruyabildiği tespit edilmiştir. Bu maksatla öncelikle numunelere, 550°C’de 10 dakika tutulup suda soğutma yapılarak düz olarak şekil belleği Şekil 6.9 ve Şekil 10’da gösterildiği gibi kazandırılmıştır. Daha sonra numuneler iki ucundan bükülerek toplam 30 – 60 – 90 – 100 – 110 – 115 derece açılar yapacak şekilde deformasyona uğratılmıştır. 0-115 derece açı aralığında deformasyona uğratılan numuneler östenit faz sıcaklığına ısıtıldığında, ilk kazandırılan şekline geri dönüşüm oranları incelenmiştir.

6.1.3.3 Üretilen NiTi alaşımların şekil bellek kapasitesinin sıcaklık parametresi değiştirilerek incelenmesi

Üretilen nikel-titanyum alaşımlardan 2x2x65mm. boyutlarında elde edilen çubuklar düz bir şekilde paslanmaz çelik kalıp içerisine konularak 550°C’ye kadar ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 10 dakika tutulup suda soğutularak Şekil 6.9 ve Şekil 6.10’da gösterilen düz şekilde şekil belleği kazandırılmıştır.

Düz olarak şekil belleği kazandırılmış çubuklar iki ucundan bükülerek Şekil 6.11’de gösterildiği gibi silindirik boru kalıp içerisine yerleştirilmiştir. Çubuk NiTi’ler Af sıcaklığı üzerine ısıtılmaya başlanmıştır. Çubuk NiTi’ler üzerinde sırasıyla 230°C – 330°C - 430°C sıcaklıklarda 10 dakika tutulup suda soğutma yapılarak deneysel çalışmalara devam edilmiştir. Sonuçta uygulanan ısıtılma işlemleri sonucunda çubuk nikel-titanyum alaşımlarının nasıl bir davranış gösterdikleri incelenerek, ilk verilen düz şekil belleğine hangi sıcaklıkta, hangi oranda geri dönüşüm gösterdikleri tespit edilmiştir.



Şekil 6.11 Üretilen nikel-titanyum alaşımlardan kesilen çubuk NiTi'nin boru kalıp içerisine yerleştirilmesi

6.1.3.4 Üretilen NiTi alaşımların martenzit fazdan östenit faza geçişinin farklı sistemler kullanılarak incelenmesi

Üretilen nikel-titanyum alaşımların martenzit fazdan östenit faza dönüşümü, ortam sıcaklığı değiştirilerek veya alaşımın bizzat kendi sıcaklığı değiştirilerek sağlanabilmektedir. Alaşımların martenzit fazdan östenit faza geçişinin farklı sistemler kullanılarak incelenmesi deneylerinde üç farklı sistem kullanılmıştır. Birinci sistemde üretilen nikel-titanyum alaşımları deformasyona maruz bırakıldıktan sonra 200°C'de tutulan fırın tablası üzerine bırakıldığında kaç saniye içerisinde östenit faz sıcaklığına ulaşarak önceki şekline döndüğü kaydedilmiştir. İkinci sistem nikel-titanyum alaşımların üzerinden elektrik akımı geçirerek östenit faz sıcaklığına ısıtılması yöntemidir. Burada alaşım üzerinden 1.5 volt, 66.6 amper elektrik akımı geçirilmiştir. Üçüncü sistemde ise akım artırılarak 1.5 volt 200 amper elektrik akımı geçirilmiştir. Farklı sistemler kullanılarak yapılan deneylerden elde edilen sonuçlar karşılaştırılarak hangi sistemin alaşımın önceki şekline geri dönmesinde daha uygun olduğuna dair tespitlerde bulunulmuştur.

6.2 Yapılan Deneylerden Elde Edilen Sonuçlar

Yapılan deneysel çalışmalardan elde edilen sonuçlar üretimle ilgili deneysel sonuçlar, malzeme karakterizasyonu ile ilgili deneysel sonuçlar ve şekil bellek eğitimi ile ilgili deneysel sonuçlar olmak üzere ayrı ayrı ele alınmıştır.

6.2.1 Üretimle İlgili Deneysel Sonuçlar

6.2.1.1 Vakum Ark Ocağında Yapılan Dökümlerde Elde Edilen Sonuçlar

Vakum ark ocağında bakır pota kullanılarak gerçekleştirilen sekiz döküm, alaşımın döküm kodu, döküme giren titanyum/nikel ağırlık oranı, toplam ağırlık, ergime süresi ve dökümden elde edilen sonuç olarak Çizelge 6.2'de gösterilmiştir. Döküm kodundaki birinci rakam kaçınıcı döküm olduğunu ikinci rakam ise o dökümün kaçınıcı tekrar dökümü olduğunu göstermektedir.

Çizelge 6.2 Vakum ark ocağında bakır pota kullanılarak gerçekleştirilen dökümler

Döküm No.	Döküm kodu	Döküme giren titanyum / nikel ağırlık oranı	Toplam ağırlık	Ergime süresi	Dökümden elde edilen sonuç
1	NiTi 1	13.1 gr. 16 gr.	29.1 gr.	13 sn.	Ergime süresi kısa tutulduğundan ergime tamamlanamadı.
2	NiTi 2	12.04 gr. 14.75gr.	26.79 gr.	13 sn.	Ergime süresi kısa tutulduğundan ergime tamamlanamadı.
3	NiTi 3-1	11.20 gr. 13.69gr.	24.89 gr.	16 sn.	22.64 gr. ingot elde edildi. 2.25 gr. alaşım potada kaldı.
4	NiTi 3-2	Üçüncü dökümün ingotu	22.64 gr.	13 sn.	Bakır kalıba dökülen alaşımdan parlak ve düzgün yüzeyli bir ingot elde edildi.
5	NiTi 4-1	8.66 gr. 10.65 gr.	19.31 gr.	14 sn.	Parlak ve düzgün yüzeyli bir ingot elde edildi.
6	NiTi 4-2	Beşinci dökümün ingotu	17.42 gr.	10 sn.	Bakır kalıba dökülen alaşımdan parlak ve düzgün yüzeyli bir ingot elde edildi.
7	NiTi 4-3	Altıncı dökümün ingotu	16.24 gr.	9 sn.	2 mm. yarıçapında ve 55 mm. uzunluğunda parlak, düzgün yüzeyli silindirik ingot elde edildi.
8	NiTi 5	15.30 gr. 18.65gr.	33.95 gr.	22 sn.	Ergime süresi uzun geldiğinden bakır pota hasar gördü.

13.1 gram titanyum ile 16 gram nikel kullanılarak gerçekleştirilen birinci dökümde, ergitme süresi kısa tutulduğundan, Şekil 6.12’de gösterilen tam ergitilememiş NiTi 1 kodlu katışkı elde edilmiştir.



Şekil 6.12 Birinci döküm sonucunda elde edilen tam ergitilememiş NiTi 1

12.04 gram titanyum ve 14.75 gram nikel kullanılarak gerçekleştirilen ikinci dökümde, birinci dökümde yetersiz ergitme süresinden kaynaklanan sorunu gidermek maksadıyla 15 sn. ergitme yapılarak döküm tamamlanmıştır. Bu sürede de tamamen ergime gerçekleşmediğinden döküm başarısız olmuştur. Şekil 6.13’de ikinci döküm sonucunda potada kalan metal gösterilmiştir.



Şekil 6.13 İkinci döküm sonucunda potada kalan NiTi 2 kodlu metal

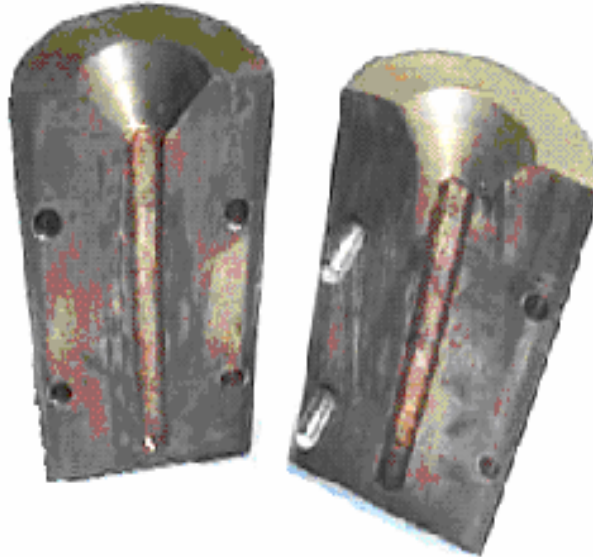
Üçüncü dökümde 11.20 gram titanyum ile 13.69 gram nikel kullanılmıştır. 17 sn. ergime süresi verilmiş, toplam 24.89 gr. metal tamamen ergimiştir. Konik kalıba dökülen alaşımdan parlak ve düzgün yüzeyli NiTi 3 kodlu ingot elde edilmiştir.

Dördüncü dökümde üçüncü dökümden elde edilen 22.64 gram ingot tekrar ergitilerek konik bakır kalıba döküm yapılmıştır. Nikel-titanyum alaşımının ergime sıcaklığı 1310°C olduğundan, bu dökümde 13 sn. ergime süresi verilmiştir. Döküm sonucu Şekil 6.14’de gösterilen NiTi 3-2 kodlu ingot, yüzeyi parlak ve düzgün olarak elde edilmiştir.



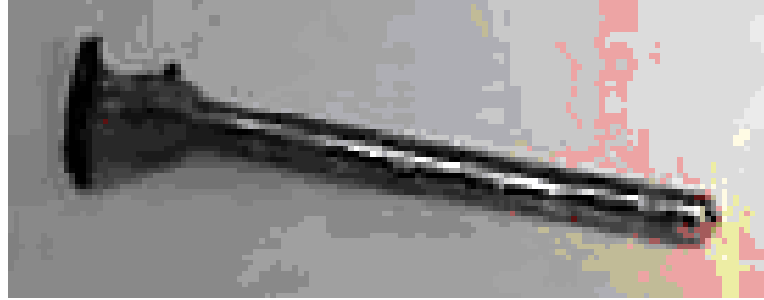
Şekil 6.14 Üçüncü döküm sonucu elde edilen konik şeklindeki NiTi 3-2 kodlu ingot

8.66 gram titanyum ile 10.65 gram nikel kullanılarak gerçekleştirilen beşinci dökümde, ergime için 16 sn. süre verilmiştir. Konik kalıba yapılan dökümden parlak ve düzgün yüzeyli NiTi 4-1 kodlu ingot elde edilmiş, altıncı dökümde bu ingot kullanılmıştır. Altıncı dökümden elde edilen 17.42 gram NiTi 4-2 kodlu ingot tekrar ergitilerek silindirik bakır kalıba döküm yapılmıştır. Dökümde kullanılan silindirik bakır kalıbın iç kesiti Şekil 6.15’de gösterilmiştir.



Şekil 6.15 Silindirik ingot elde edilen bakır kalıbın iç kesiti

Elde edilen silindirik biçimdeki alaşımin uç kısmında yapılan termomekanik işlemlerde, alaşımin şekil bellek özelliği gösterdiği tespit edilmiştir. Üretilen NiTi 4-3 kodlu nikel-titanyum alaşım ise Şekil 6.16’da gösterilmiştir.



Şekil 6.16 Döküm sonucu elde edilen NiTi 4-3 kodlu silindirik ingot

Sekizinci dökümde 15.30 gram titanyum ve 18.65 gram nikel kullanılmış, 21 sn. ergime süresi verilmiştir. Bu dökümde ergime süresi uzun geldiğinden bakır pota da eriyerek kullanılamayacak derecede hasar görmüştür. Eriyerek hasar gören bakır pota ve yüksek oranda bakır karışmış NiTi 5 kodlu ingot Şekil 6.17’de gösterilmiştir.



Şekil 6.17 Hasar gören bakır pota ve içerisine yüksek oranda bakır karışmış ingot

Bakır pota ile gerçekleştirilen dökümlerdeki ingota pota malzemesi karışmasından ve eriyiğin potaya yapışmasından kaynaklanan doku problemlerinin giderilmesi için ergitme işleminde sekizinci dökümden itibaren zirkonya pota kullanılmıştır.

NiTi 3-2 kodlu nikel-titanyum alaşıminın silindirik olmasından dolayı, simetrik ve düzenli numuneler elde edilemediği için şekil bellek eğitimi deneylerinde kullanma güçlükleri ortaya çıkmıştır. Bu nedenle, dökümde kullanılan bakır kalıp değiştirilerek, silindirik yerine kare prizması şeklinde ingot elde edilebilecek yeni bir kalıp yapılmıştır. Zirkonya pota kullanılarak gerçekleştirilen dökümler Çizelge 6.3’de gösterilmektedir.

Çizelge 6.3 Vakum ark ocağında zirkonya pota kullanılarak gerçekleştirilen dökümler

Döküm No.	Döküm Kodu	Döküme giren titanyum / nikel ağırlık oranı	Toplam ağırlık	Ergime süresi	Dökümden elde edilen sonuç
1	NiTi 6	13.4 gr. 16.38 gr.	29.78 gr.	18 sn.	Fırın kapağı erken açıldığından alaşım oksijen alarak gevrekleşti.
2	NiTi 7-1	15.77 gr. 19.29gr.	35.06 gr.	20 sn.	Parlak ve düzgün yüzeyli ingot elde edildi.
3	NiTi 7-2	İkinci dökümün ingotu	33.47 gr.	18 sn.	Parlak ve düzgün yüzeyli ingot elde edildi.
4	NiTi 7-3	Üçüncü dökümün ingotu	31.68 gr.	17 sn.	4 mm. x 4 mm. x 65mm. boyutunda yüzeyi parlak ve düzgün ingot elde edildi.
5	NiTi 8	14.42 gr. 17.65gr.	32.07 gr.	20 sn.	Ergitme sırasında pota elektrik iletim devresi kesildi. Yarı ergimiş katışkı elde edildi.
6	NiTi 9	12.25gr. 15 gr.	27.25 gr.	19 sn.	Ergime süresinin uzun olması nedeniyle, zirkonya potanın bileşenleri ingota karıştı.
7	NiTi 10-1	11.90 gr. 14.52gr.	26.42 gr.	17 sn.	Parlak ve düzgün yüzeyli ingot elde edildi.

Döküm No.	Döküm Kodu	Döküme giren titanyum/nikel ağırlık oranı	Toplam ağırlık	Ergime süresi	Dökümden elde edilen sonuç
8	NiTi 10-2	Yedinci dökümün ingotu	24.96 gr.	13 sn.	Elde edilen parlak ve düzgün yüzeyli ingot vakum indüksiyon fırınında döküme sokuldu.
9	NiTi 11	8.74 gr. 10.70gr.	19.44 gr.	16 sn.	Ergime süresinin uzun olması nedeniyle, zirkonya potanın bileşenleri ingota karıştı.
10	NiTi 12-1	15.95 gr. 19.49gr.	35.44 gr.	20 sn.	Parlak yüzeyli ingot elde edildi.
11	NiTi 12-2	Onuncu dökümün ingotu	33.91 gr.	17 sn.	Parlak yüzeyli ingot elde edildi.
12	NiTi 12-3	11 nci Dökümün ingotu	32.01	16 sn.	4mm.x4mm.x65mm. boyutunda parlak ve düzgün yüzeyli ingot elde edildi.

Vakum ark ocağında zirkonya pota kullanılarak gerçekleştirilen birinci dökümde 13.4 gram nikel ve 16.38 gram titanyum ergitilmiş, kalıba döküm yapılır yapılmaz vakum ark ocağı kapağı açıldığından, ingot bünyesine yüksek miktarda oksijen girmesi yüzeyde derin çatlakların oluşmasına sebep olmuştur. NiTi 6 kodlu ingot yüzeyi mat gri bir renk alarak aşırı gevrek bir doku elde edilmiştir.



Şekil 6.18 Oksitlenerek çatlamış NiTi 6 kodlu ingot

15.77 gram titanyum ve 19.29 gram nikel kullanılarak gerçekleştirilen ikinci döküm sonunda elde edilen 33.47 gram ağırlığında ingot, üçüncü dökümde tekrar ergitilmiştir. Sonuçta Şekil 6.19’da gösterilen konik şekilde parlak ve düzgün yüzeyli NiTi 7-2 kodlu ingot elde edilmiştir.



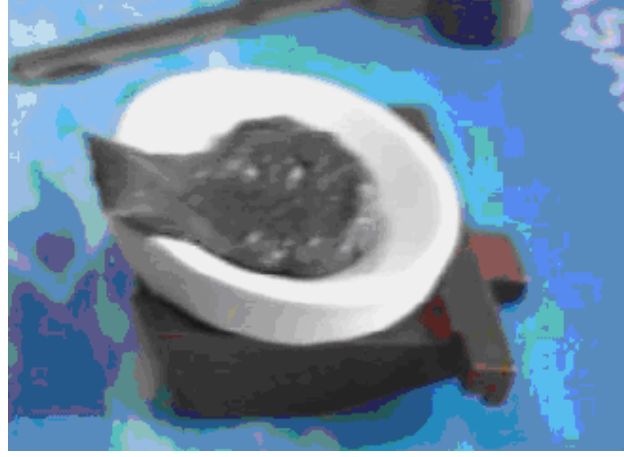
Şekil 6.19 Zirkonya potada elde edilen NiTi 7-2 kodlu ingot

31.68 gram olan NiTi 7-2 kodlu ingotun, tekrar dökümüyle gerçekleştirilen dördüncü döküm, 4mmx4mmx65mm. kare prizma bakır kalıba yapılmış, sonunda elde edilen NiTi 7-3 kodlu ingot Şekil 6.20’de gösterilmiştir.



Şekil 6.20 Zirkonya potada kare prizması şeklinde üretilen NiTi 7-3 alaşımı

Beşinci dökümde ergitme sırasında zirkonya pota ortasından geçerek arkın oluşması için devreyi tamamlayan metalle elektrik iletim devresi kesilmiştir. Bu nedenle döküm sonucunda Şekil 6.21’de gösterilen yarı ergimiş katışkı elde edilmiştir.



Şekil 6.21 Vakum ark ocağında yetersiz ergitme sonucu potada kalan katışkı

Altıncı dökümde ergime süresinin döküme giren toplam metal ağırlığı için uzun olması nedeniyle, zirkonya potanın bileşenleri ingota karışmıştır. Ayrıca zirkonya potada da ergime görülmüştür.

11.90 gram titanyum ve 14.52 gram nikel kullanılan yedinci dökümde, alaşım konik kalıba dökülmüştür. Sekizinci dökümde; yedinci dökümde elde edilen ingot kullanılmış ve elde edilen konik NiTi 10-2 kodlu ingot, indüksiyon ocağında döküme sokulmuştur.

Dokuzuncu dökümde; 8.74 gram titanyum ve 10.70 gram nikel zirkonya potada 17 sn. süreyle ergimeye tabi tutulmuş, ergime süresinin 19.44 gram metal için uzun olması nedeniyle, zirkonya potanın bileşenleri ingota karışmıştır.

15.95 gram titanyum ile 19.49 gram nikel kullanılarak gerçekleştirilen 10 ncu döküm konik kalıba dökülmüş, elde edilen parlak ve düzgün yüzeyli NiTi 12-1 kodlu ingot 11 nci dökümde kullanılmıştır. Elde edilen NiTi 12-2 tekrar döküme sokularak 4mm.x4mm.x65mm. boyutlarında NiTi 12-3 kodlu nikel-titanyum alaşımı üretilmiştir.

6.2.1.2 Vakum İndüksiyon Ocağında Yapılan Dökümde Elde Edilen Sonuçlar

Vakum ark ocağında iki döküm sonucu elde edilen NiTi 10-2 kodlu alaşımın üçüncü dökümü, vakum indüksiyon ocağında yapılmıştır. Argon gazı atmosferli vakum indüksiyon ocağında seramik potada ergitilen NiTi 10-2 alaşımı, kalıba dökülürken kalıbı çatlatmış ve büyük bir kısmı ince parçacıklar halinde dağılmıştır. Elle yapılan incelemelerde ince parçacıkların çok

gevrek yapıda olduğu görülmüştür. Kalıpta kalan kısım ise şekil bellek özelliği göstermemiştir. Çizelge 6.4’de vakum indüksiyon ocağında gerçekleştirilen döküm bilgileri gösterilmiştir.

Çizelge 6.4 Vakum indüksiyon ocağında seramik potada gerçekleştirilen döküm

Döküm No.	Döküme giren malzeme ağırlığı	Ergime süresi	Dökümden elde edilen sonuç
1	Vakum ark ocağında zirkonya pota kullanılarak dökülen NiTi 10-2 kodlu 23.74 gr. ingot	16 sn.	Yeterli derecede vakumlama yapılamadığından ingot aşırı gevrek yapıya sahip ince parçacıklar halinde dağılmıştır.

Vakum indüksiyon ocağında yapılan dökümde kullanılan seramik pota ve ergitme sonunda kalıbın yolluğunda kalan parça Şekil 6.22’de gösterilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 6.22 Vakum indüksiyon fırınında dökümde kullanılan seramik pota ve ergitme sonunda kalıbın yolluğunda kalan parça

Şekil 6.22a’daki potada ergitilen alaşım Şekil 6.23a’da gösterilen kalıba dökülmüştür. Kalıbı parçalayarak dağılan aşırı gevrek yapıdaki nikel-titanyum parçalar Şekil 6.23b’de görülmektedir.



(a)

(b)

Şekil 6.23 Dökümde kullanılan çatlamış haldeki seramik kalıp ve dağılan parçalar

6.2.1.3 Üretim sonucunda elde edilen başarılı dökümlerin incelenerek deneysel uygulamalara hazırlanması

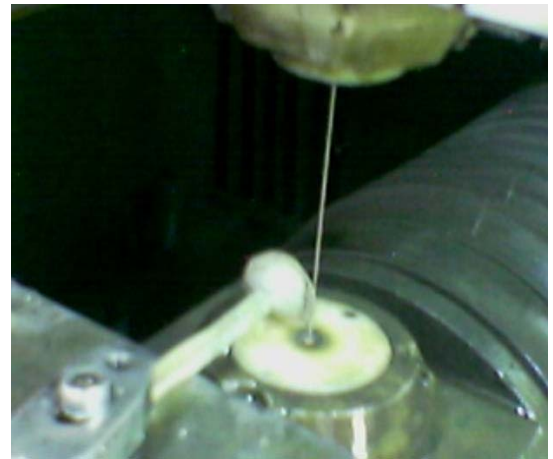
Üretim sonucunda parlak ve düzgün yüzeye sahip olarak elde edilen dökümler başarılı dökümler olarak alınmıştır. Vakum ark ocağı kullanılarak dökülen NiTi 3-2, NiTi 4-3, NiTi 7-3, NiTi 10-2, NiTi 12-3 kodlu alaşımlar başarılı dökümlerdir. Bu dökümlerden NiTi 10-2 vakum indüksiyon ocağında tekrar dökümde kullanılmış, fakat kalıp çatlayarak dağıldığından başarılı bir sonuç elde edilememiştir.

Üretilen NiTi 12-3 kodlu alaşım (Şekil 6.24), döküm sonrası deneysel uygulamalara hazırlamak maksadıyla tel erozyon yöntemi ile kesilmiştir. Kesimde kullanılan Robofil 290 tel erozyon cihazı Şekil 6.25’de gösterilmiştir.

Tel erozyonla yapılan kesimde, öncelikle ingotun kare prizması şeklinde bulunan kısmı, kalıp ağzında oluşan konik şekildeki üst kısmından kesilerek ayrılmıştır. Şekil 6.22’de gösterildiği gibi 4mm.X 4mm. X65mm. boyutlarında kare prizması çubuk haline dönüştürülen alaşım, daha sonra tel erozyon yöntemi ile 4 parçaya bölünerek, 2mm.X 2mm. X65mm. boyutlarında 4 adet nikel-titanyum çubuk haline getirilmiştir. Elde edilen çubuk şeklinde nikel-titanyum alaşım numuneler Şekil 6.27’de gösterilmiştir.



Şekil 6.24 NiTi 12-3 kodlu alaşım



Şekil 6.25 NiTi 12-3 alaşımının Robofil 290 tel erozyon makinesi (üstte) kullanılarak tel erozyon yöntemiyle kesilmesi



Şekil 6.26 Üst kısmı kesilerek kare prizması şeklinde kalan NiTi 12-3 alaşımı



Şekil 6.27 NiTi 12-3 alaşımından tel erozyon yöntemiyle kesilerek 2mm.x2mm.x65mm. boyutlarına indirilen çubuk nikel-titanyum alaşımlar

NiTi 12-3 numunesinin 4mm.x4mm.x65mm. boyutlarında kesilen alt kısmından ayrı olarak üst kısmı da Şekil 6.28’de gösterildiği gibi 0.5 mm. kalınlığında yuvarlak kesitlere, tel erozyon yöntemi kullanılarak kesilmiştir.



Şekil 6.28 NiTi 12-3 üst kısmından tel erozyon yöntemiyle alınan yuvarlak levha kesitler

NiTi 7-3 kodlu numune, döküm sonrası deneysel uygulamalara hazırlamak maksadıyla, NiTi 12-3 numunesine uygulanan aynı yöntemler kullanılarak 4mm.x4mm.x65mm. boyutlarında kare prizması çubuk haline dönüştürüldükten sonra 4 parçaya bölünerek 2mm.x 2mm.x65mm. boyutlarında 4 adet çubuk haline getirilmiştir. NiTi 7-3 kodlu numunenin döküm sonrası şekli Şekil 6.29’da gösterilmiştir.



Şekil 6.29 NiTi 7-3 kodlu alaşım

2mm. yarıçapında ve 55mm. yüksekliğinde silindirik ingot olarak dökümü yapılan NiTi 4-3 kodlu alaşımın döküm sonrası görüntüsü Şekil 6.16’da gösterilmiştir. NiTi 4-3 kodlu alaşım, döküm sonrası deneysel uygulamalara hazırlamak maksadıyla öncelikle 800°C’de dövme işlemine tabi tutulmuş (Şekil 6.30), daha sonra tel erozyon yöntemi kullanılarak Şekil 6.31’de gösterildiği gibi ara kesitler alınmıştır.

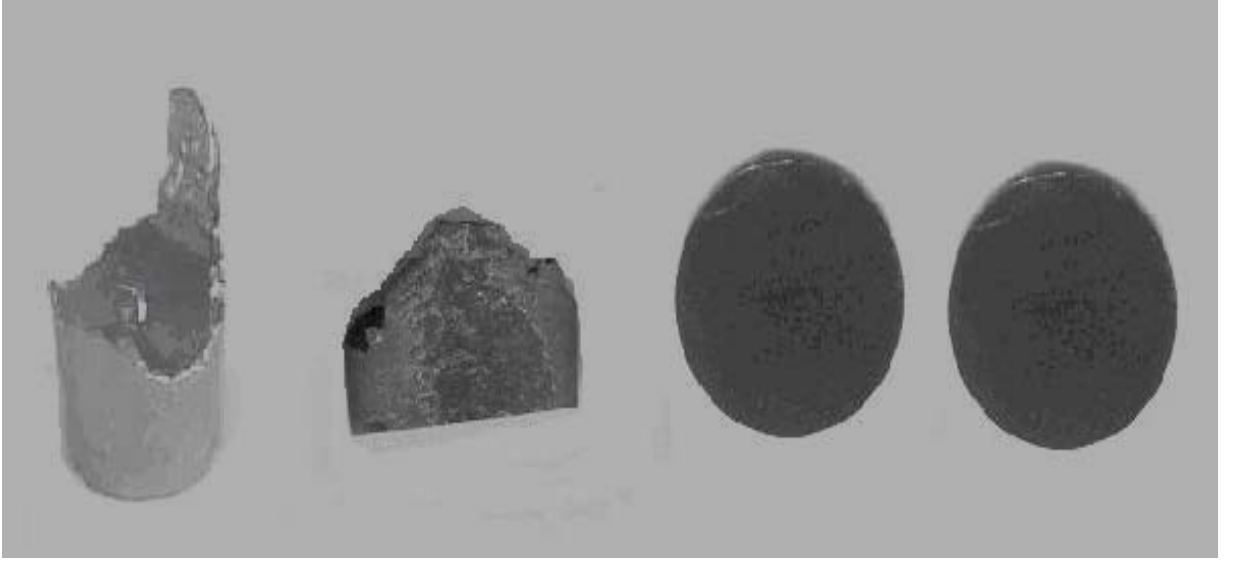


Şekil 6.30 Dövme işleminden sonra NiTi 4-3 alaşımının parçaları



Şekil 6.31 NiTi 4-3 kodlu alaşımdan tel erozyon yöntemiyle alınan ara kesitler

NiTi 3-2 kodlu alařım (řekil 6.14), döküm sonrası deneysel uygulamalara hazırlamak maksadıyla, řekil 6.32’de gösterildiđi gibi tel erozyon yöntemi kullanılarak 0.5 mm.kalınlığında yuvarlak levha řeklinde ara kesitler alınmıřtır.



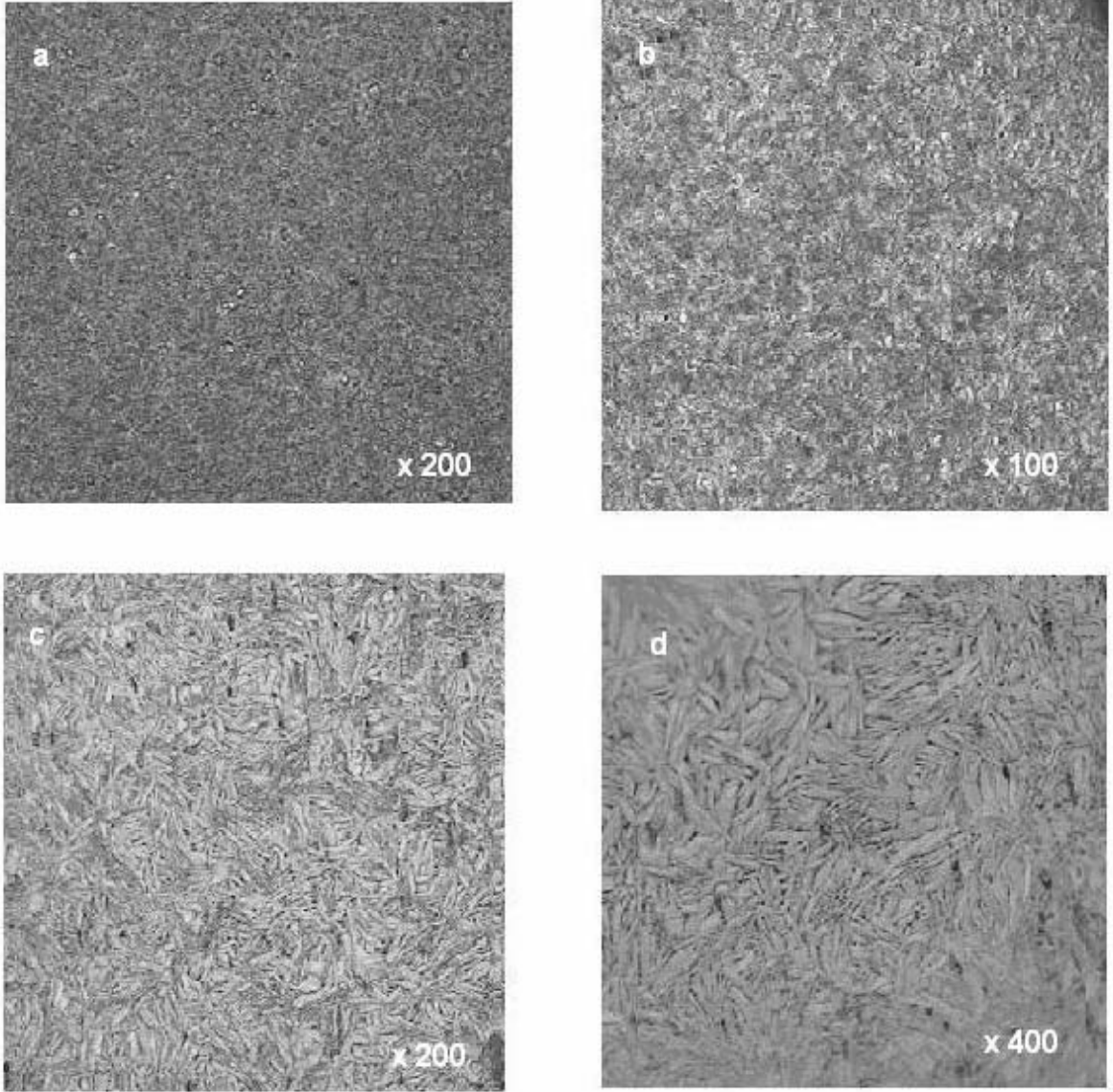
řekil 6.32 NiTi 3-2 kodlu alařımın tel erozyon yöntemiyle kesilmesi

6.2.2 Üretimi Yapılan Alařımların Malzeme Karakterizasyonu İçin Yapılan Deneylerin Sonuçları

6.2.2.1 Mikro Yapı İncelemelerinden Elde Edilen Sonuçlar

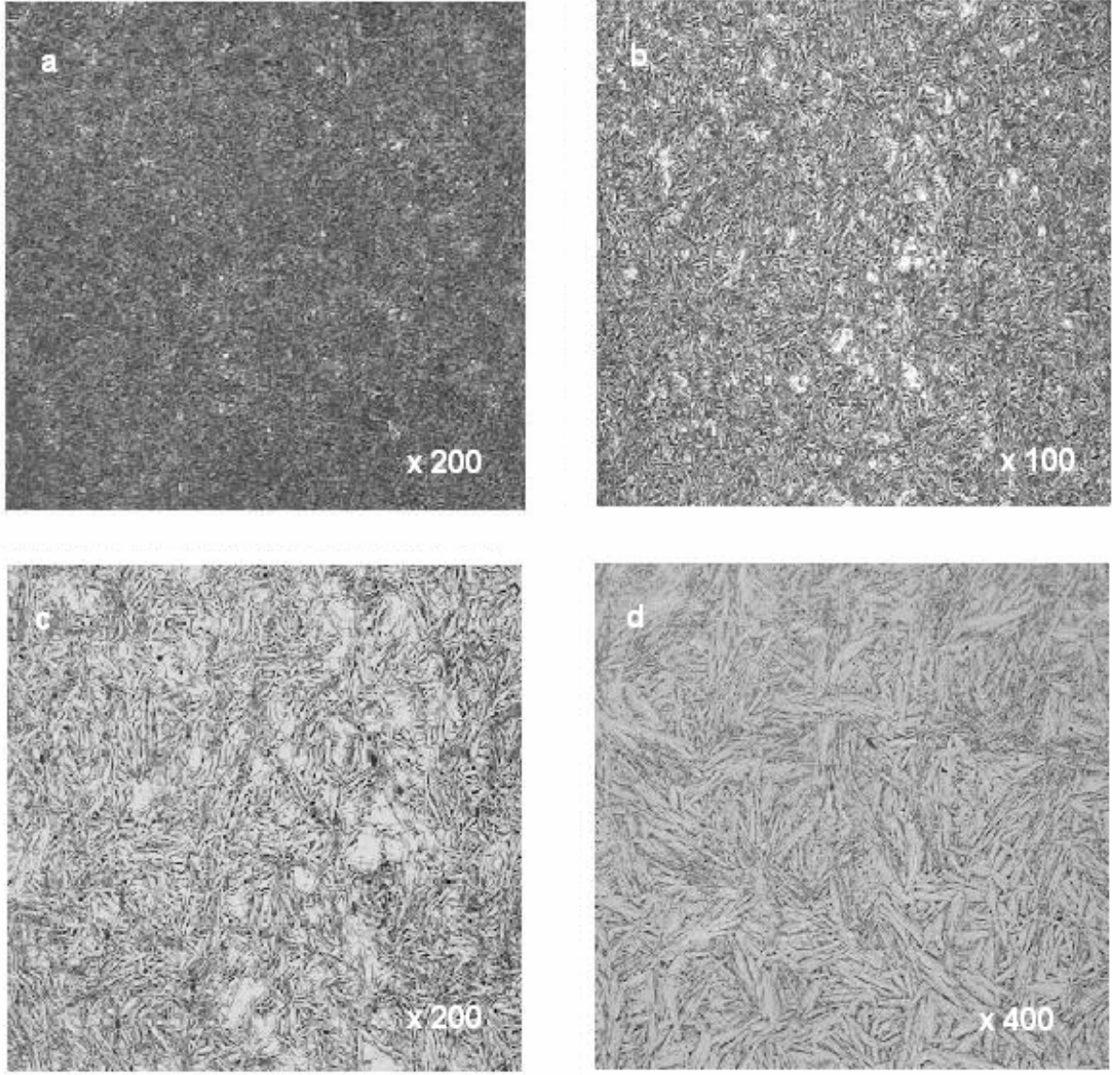
Üretilen NiTi 12-3, NiTi 7-3, NiTi 4-3 ve NiTi 3-2 alařımlarının metalografik etüd sonucunda yapılan mikro yapı incelemelerinde elde edilen sonuçlar ayrı ayrı gösterilmiřtir.

NiTi 12-3 alařımına ait mikro yapı görüntüleri incelendiđinde, mikro yapının % 100 martenzit ikizlerinden meydana geldiđi net olarak görölmektedir. NiTi 12-3 alařımından alınan numunelerin döküm sonrası ve ısıl iřlem sonrası farklı büyötmelerdeki (100, 200, 400) mikro yapı görüntüleri řekil 6.33’de gösterilmiřtir. Uygulanan ısıl iřlem fırında 850°C’de 1 saat tutulduktan sonra suda sođutma, daha sonra 800°C’de 45 dakika tutulduktan sonra fırında sođutma ısıl iřlemidir.



Şekil 6.33 a) NiTi 12-3 alaşımasının döküm sonrası mikroyapısı, 200 X
 b) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 100 X
 c) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 200 X
 d) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 400 X

NiTi 7-3 alaşımına ait mikro yapı görüntüleri incelendiğinde, mikro yapının yüksek oranda martenzit ikizlerinden meydana geldiği görülmektedir. Numunede görülen yuvarlak beyazlıklar Ti_2Ni intermetalik fazı, beyaz leke gibi görüntüler artık östenittir. NiTi 7-3 alaşımından alınan numunelerin döküm sonrası ve ısıl işlem sonrası mikro yapı görüntüleri Şekil 6.34'de gösterilmiştir.



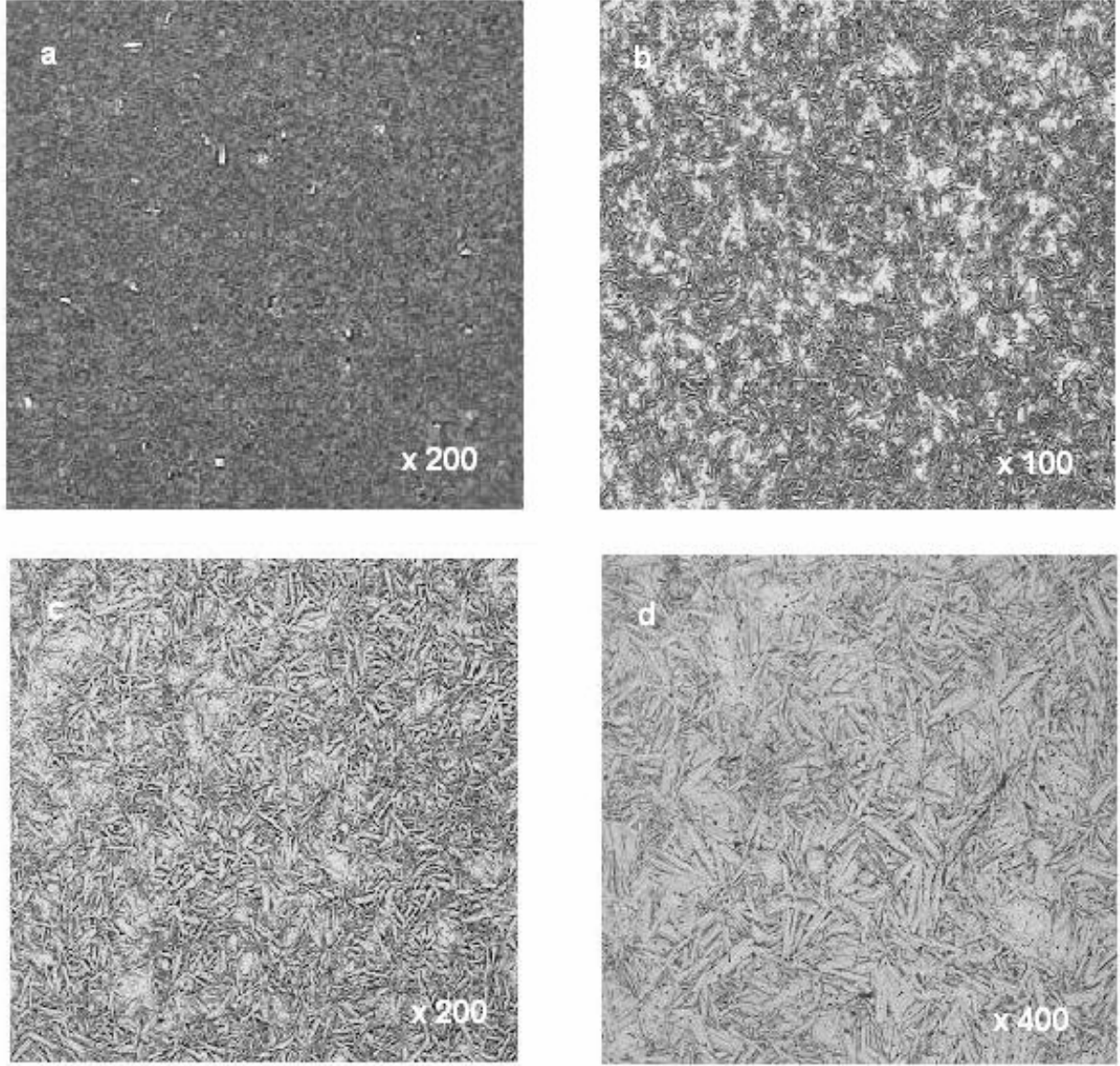
Şekil 6.34 a) NiTi 7-3 alaşımının döküm sonrası mikroyapısı, 200 X

b) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 100 X

c) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 200 X

d) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 400 X

NiTi 4-3 alaşımına ait mikro yapı görüntüleri incelendiğinde, mikro yapının yüksek oranda martenzit ikizlerinden meydana geldiği görülmektedir. NiTi 4-3 alaşımından alınan numunelerin döküm sonrası ve ısıtma işlem sonrası farklı büyütme ölçeklerinde mikro yapı görüntüleri Şekil 6.35'de gösterilmiştir.



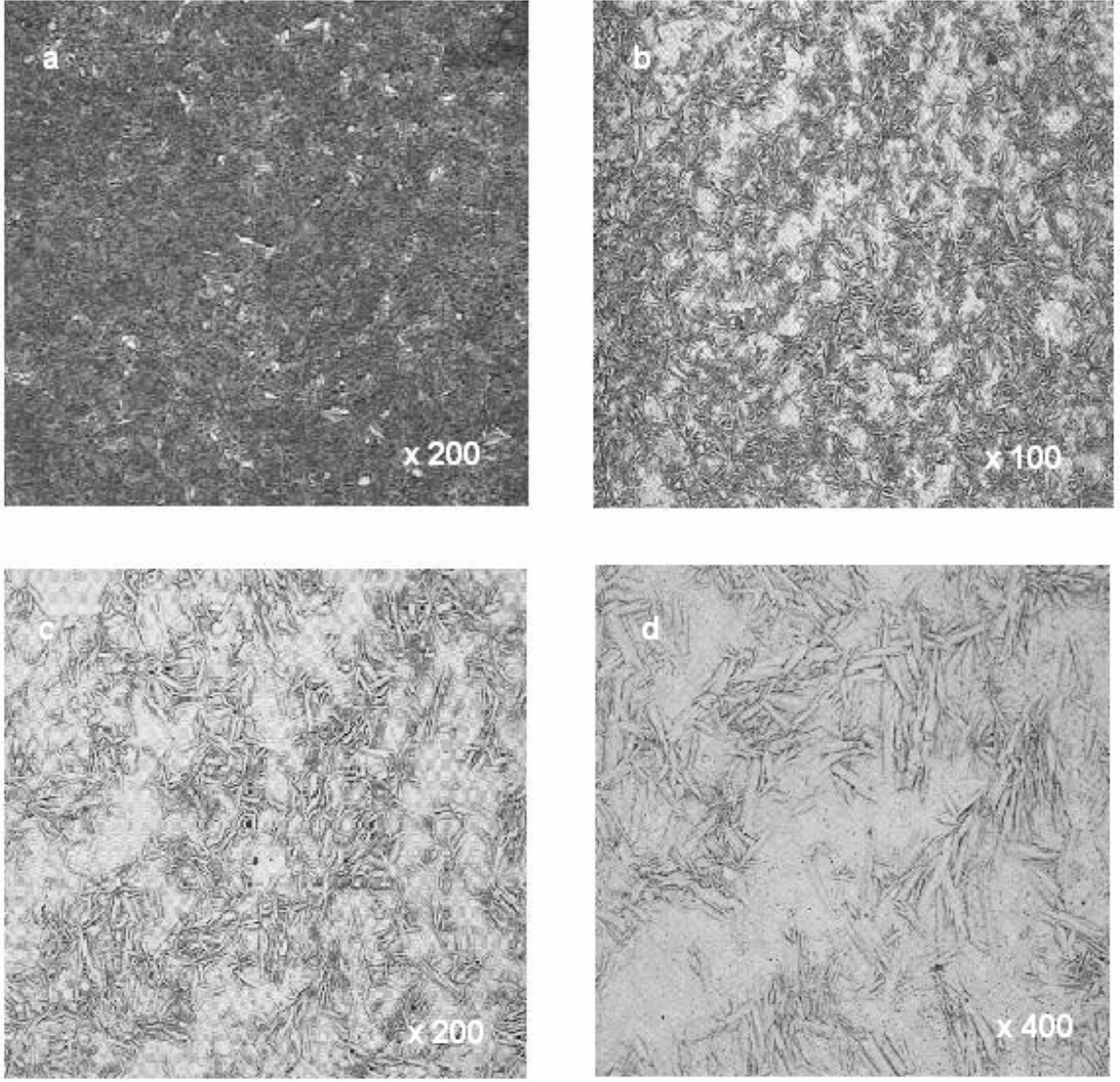
Şekil 6.35 a) NiTi 4-3 alaşıımının döküm sonrası mikroyapısı, 200 X

b) Fırında 850°C’de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C’de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 100 X

c) Fırında 850°C’de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C’de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 200 X

d) Fırında 850°C’de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C’de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 400 X

NiTi 3-2 alaşıımına ait mikro yapı görüntüleri incelendiğinde, mikro yapının martenzit ikizleri yanında beyaz leke olarak görünen artık östenitinde bulunduğu görülmektedir. NiTi 3-2 alaşıımından alınan numunelerin döküm sonrası ve ısıl işlem sonrası farklı büyütmelemlerde mikro yapı görüntüleri Şekil 6.36’da gösterilmiştir.



Şekil 6.36 a) NiTi 3-2 alaşımının döküm sonrası mikroyapısı, 200 X

b) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma, daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı 100 X

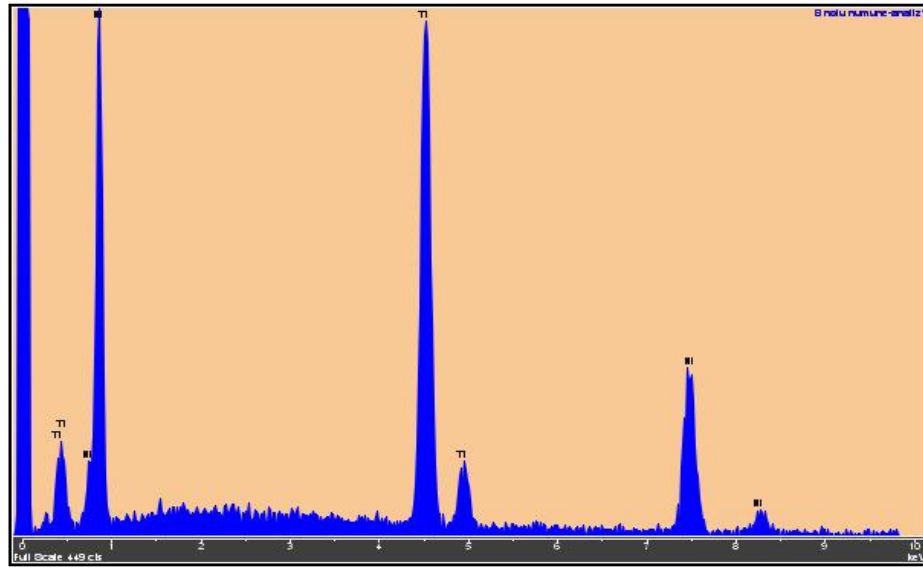
c) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 200 X

d) Fırında 850°C'de 1 saat tutulduktan sonra suda soğutma daha sonra 800°C'de 45 dakika tutulduktan sonra fırında soğutma neticesinde mikroyapısı, 400 X

6.2.2.2 EDS Analizlerinden Elde Edilen Sonuçlar

Üretimi yapılan NiTi 12-3, NiTi 7-3, NiTi 4-3 ve NiTi 3-2 numunelerinin EDS bölge analizleri sonucunda atomca ve ağırlıkça element oranları, ve EDS spektrumları ayrı ayrı gösterilmiştir.

Elde edilen sonuçlara göre, NiTi 12-3 numunesinde atomik oran olarak % 50.10 titanyum, % 49.90 nikel, ağırlık oranı olarak % 45.03 titanyum ve % 54.97 nikel tespit edilmiştir. EDS spektrumu ve içerdiği element oranları Şekil 6.37’de gösterilmiştir.

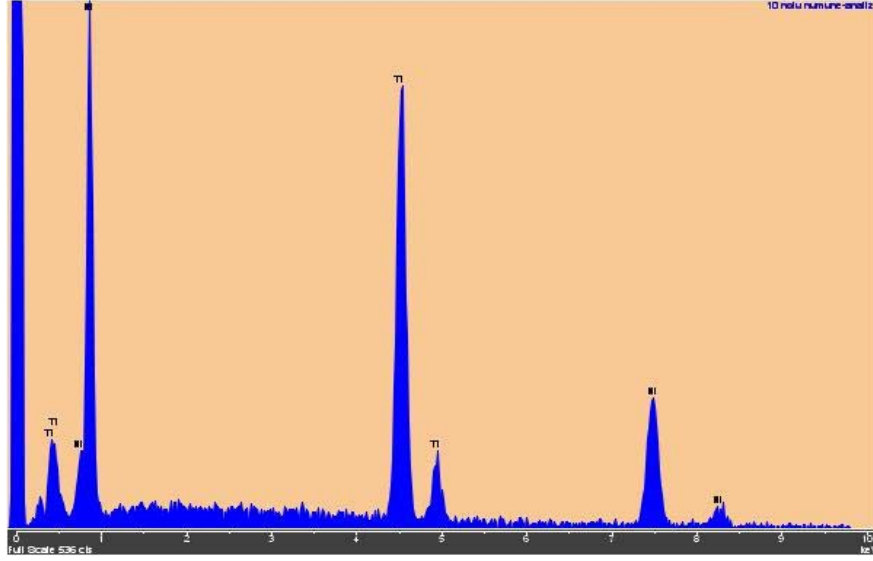


NiTi 12-3	Atomik (%)	Ağırlıkça(%)
Titanyum	50.10	45.03
Nikel	49.90	54.97

Şekil 6.37 NiTi 12-3 alaşımının EDS spektrumu ve atomca ve ağırlıkça element oranları

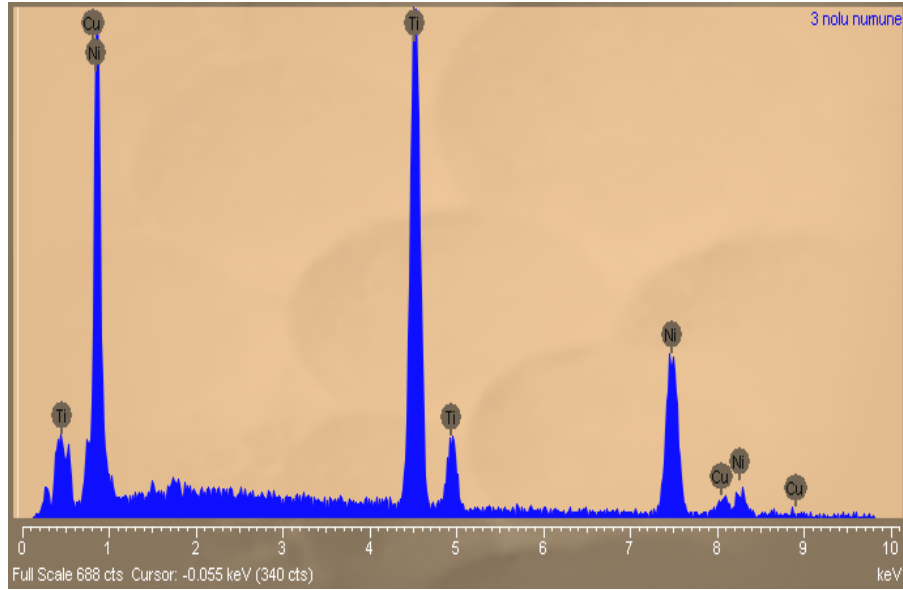
NiTi 7-3 numunesinde atomik oran olarak % 51.36 titanyum, % 48.64 nikel, ağırlık oranı olarak % 46.28 titanyum ve % 53.72 nikel tespit edilmiştir. EDS spektrumu ve içerdiği element oranları Şekil 6.38’de gösterilmiştir.

Bakır pota kullanılarak dökümü yapılan NiTi 4-3 numunesinde nikel ve titanyum elementleri yanı sıra düşük oranda bakırda tespit edilmiştir. Atomik oran olarak % 48.85 titanyum, % 47.21 nikel, % 3.94 bakır, ağırlık oranı olarak % 43.64 titanyum, % 51.70 nikel ve % 4.66 bakır görülmektedir (Şekil 6.39).



NiTi 7-3	Atomik (%)	Ağırlıkça(%)
Titanyum	51.36	46.28
Nikel	48.64	53.72

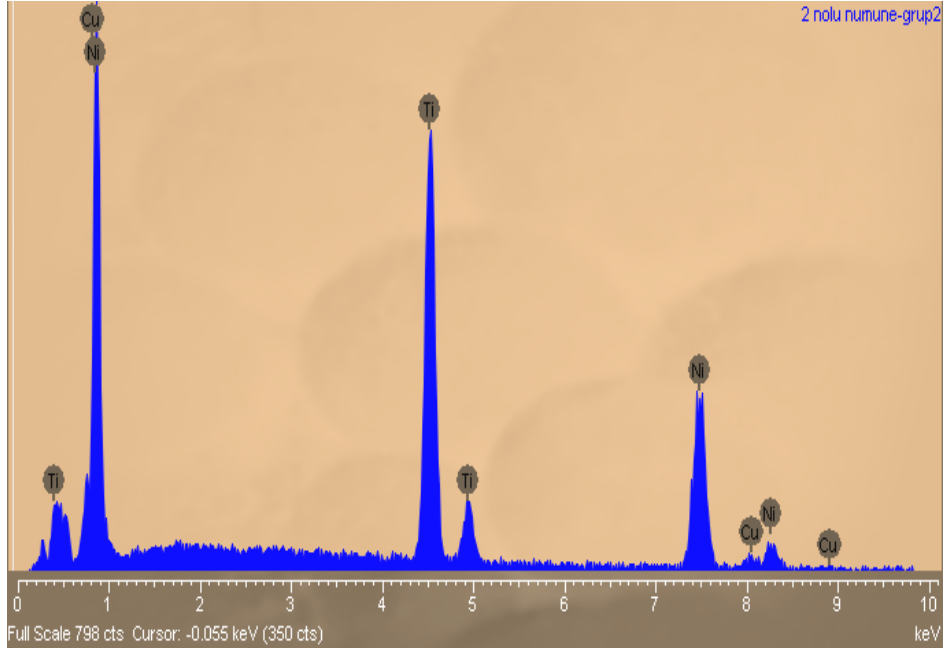
Şekil 6.38 NiTi 7-3 alaışımının EDS spektrumu ve atomca ve ağırlıkça element oranları



NiTi 4-3	Atomik (%)	Ağırlıkça(%)
Titanyum	48.85	43.64
Nikel	47.21	51.70
Bakır	3.94	4.66

Şekil 6.39 NiTi 4-3 alaışımının EDS spektrumu ve atomca ve ağırlıkça element oranları

NiTi 3-2 numunesinde atomik oran olarak % 42.72 titanyum, % 55.07 nikel, % 2.21 bakır, ağırlık oranı olarak % 37.75 titanyum, % 59.66 nikel ve % 2.59 bakır tespit edilmiştir. EDS spektrumu ve içerdiği element oranları Şekil 6.40'da gösterilmiştir.



NiTi 3-2	Atomik (%)	Ağırlıkça(%)
Titanyum	42.72	37.75
Nikel	55.07	59.66
Bakır	2.21	2.59

Şekil 6.40 NiTi 3-2 alaışımının EDS spektrumu ve atomca ve ağırlıkça element oranları

6.2.2.3 Sertlik Ölçümlerinden Elde Edilen Sonuçlar

NiTi 12-3, NiTi 7-3, NiTi 4-3 ve NiTi 3-2 alaşımlarından alınan numunelerin Vickers mikro sertlik ölçüm değerleri kullanılarak elde edilen sertlik uygulama sonuçları Çizelge 6.4’de gösterilmiştir.

Bakır potada ergitilerek üretimi yapılan NiTi 4-3 ve NiTi 3-2 alaşımlarında EDS analizleri sonucunda belirtildiği gibi düşük oranda bakırında tespit edildiği görülmektedir. Çizelge 6.5’de gösterildiği gibi bu alaşımların ölçülen sertlik değerleri de NiTi 12-3 ve NiTi 7-3 alaşımlarından daha yüksektir.

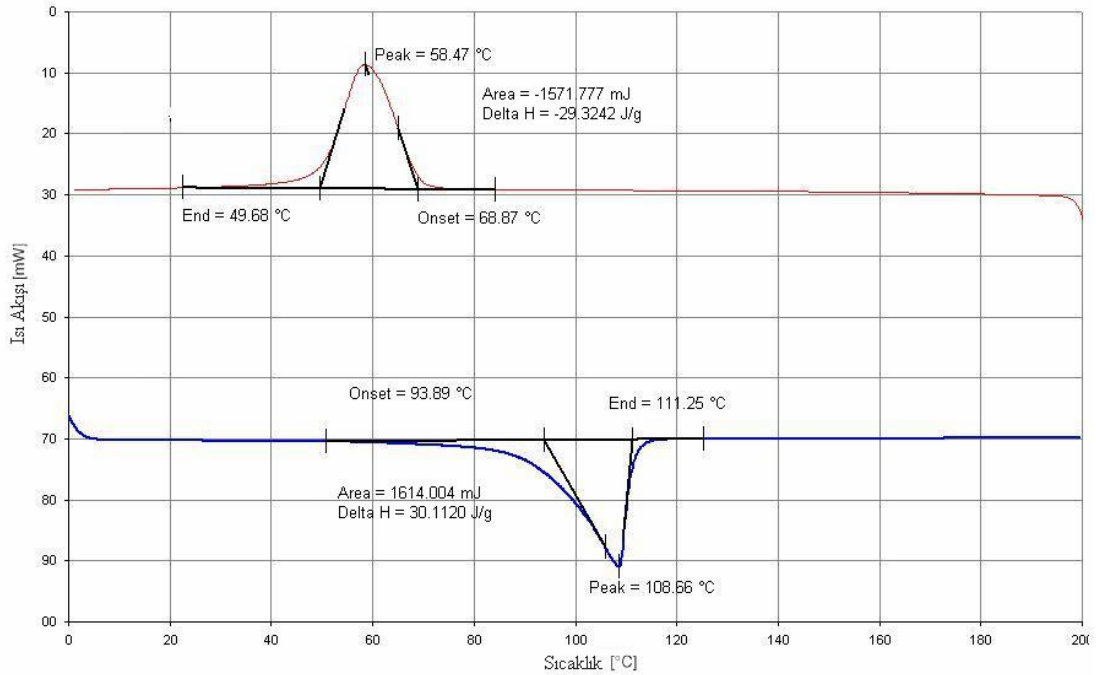
Çizelge 6.5 Numunelere uygulanan Vickers mikro sertlik ölçümlerinin sonuçları

Sertlik Ölçümü Yapılan Alaşım Kodu	NiTi 12-3	NiTi 7-3	NiTi 4-3	NiTi 3-2
Ölçülen sertlik değeri HV 0,1(kg/mm ²)	204	235	298	319

6.2.2.4 DSC Analizlerinden Elde Edilen Sonuçlar

Üretilen alaşımların faz dönüşüm sıcaklıkları ve ekzotermik, endotermik dönüşüm entalpilerinin tespit edilmesi amacıyla yapılan DSC (Diferansiyel tarama kalorimetresi) analizi, NiTi 12-3, NiTi 7-3, NiTi 4-3 ve NiTi 3-2 alaşımlarından alınan numunelere uygulanmıştır.

NiTi 12-3 alaşımında Şekil 6.38’de gösterilen DSC analizi sonucu kalorimetrik değişim incelendiğinde, 93.89°C sıcaklığından itibaren endotermik davranışın başladığı, 108.66°C’de tepe noktasına ulaşıldığı ve 111.25°C’de dönüşümün tamamlandığı ve entalpisinin 30.1120 J/gr. olduğu tespit edilmiştir. Döngünün geri dönüşümünde ise kalorimetrik değişim incelendiğinde 68.87°C sıcaklığından itibaren egzotermik davranışın başladığı, 58.47°C’de tepe noktasına ulaşıldığı ve 49.68°C’de ise dönüşümün tamamlandığı ve entalpisinin -29.3242 J/gr. olduğu tespit edilmiştir.

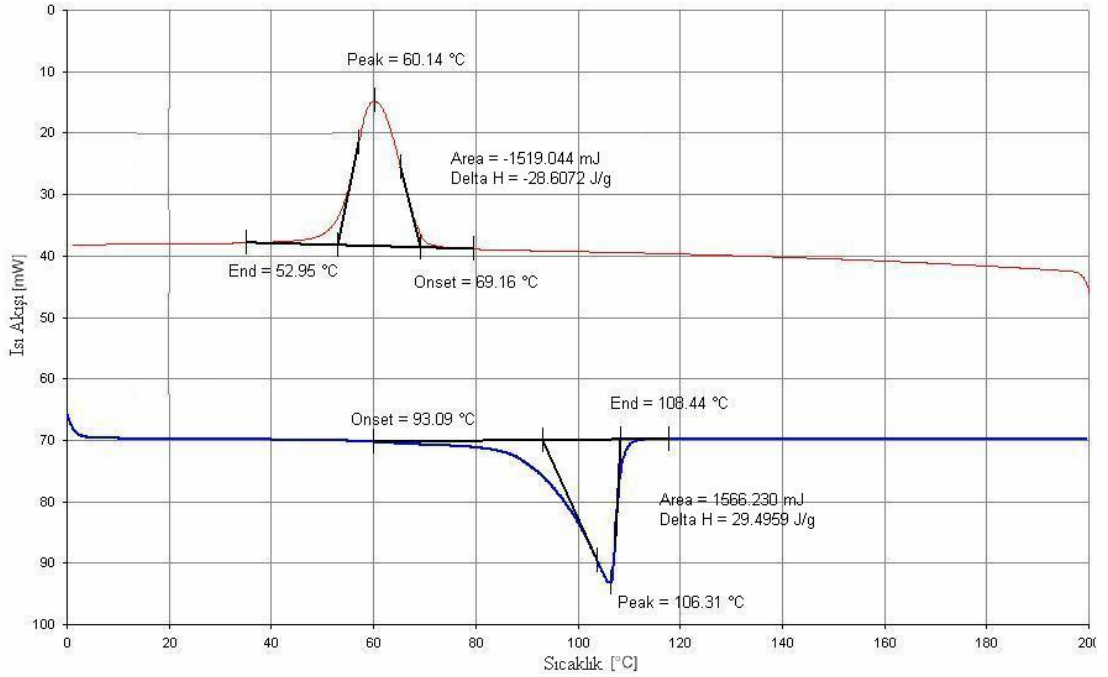


Alaşım	M _f	M _{tepe}	M _s	Egzo(J/gr)	A _s	A _{tepe}	A _f	Endo(J/gr)
NiTi 12-3	50°C	58°C	69°C	-29.3242	94°C	109°C	111°C	30.1120

Şekil 6.41 NiTi 12-3 numunesinin DSC analizi ve DSC analizine göre faz dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm entalpileri

Elde edilen veriler ışığında, endotermik davranışın başlangıç sıcaklığı olan 93.89°C , östenit başlangıç sıcaklığı (A_s) dır. Bu sıcaklığın üzerinde alaşım östenit faza geçmeye başlar. Endotermik davranışın sona erdiği sıcaklık olan 111.25°C ise östenit bitiş sıcaklığı (A_f) dır. Bu sıcaklıktan itibaren alaşım tamamen östenitik yapıdadır. Egzotermik davranışın başlangıç sıcaklığı olan 68.87°C , alaşımın % 100 martenzitik yapıdan östenitik yapıya geçiş sıcaklığı, başka bir deyişle martenzit başlangıç sıcaklığı (M_s) dır. Egzotermik davranış sona erdiği sıcaklık olan 49.68°C ise martenzit bitiş sıcaklığı (M_f) dır.

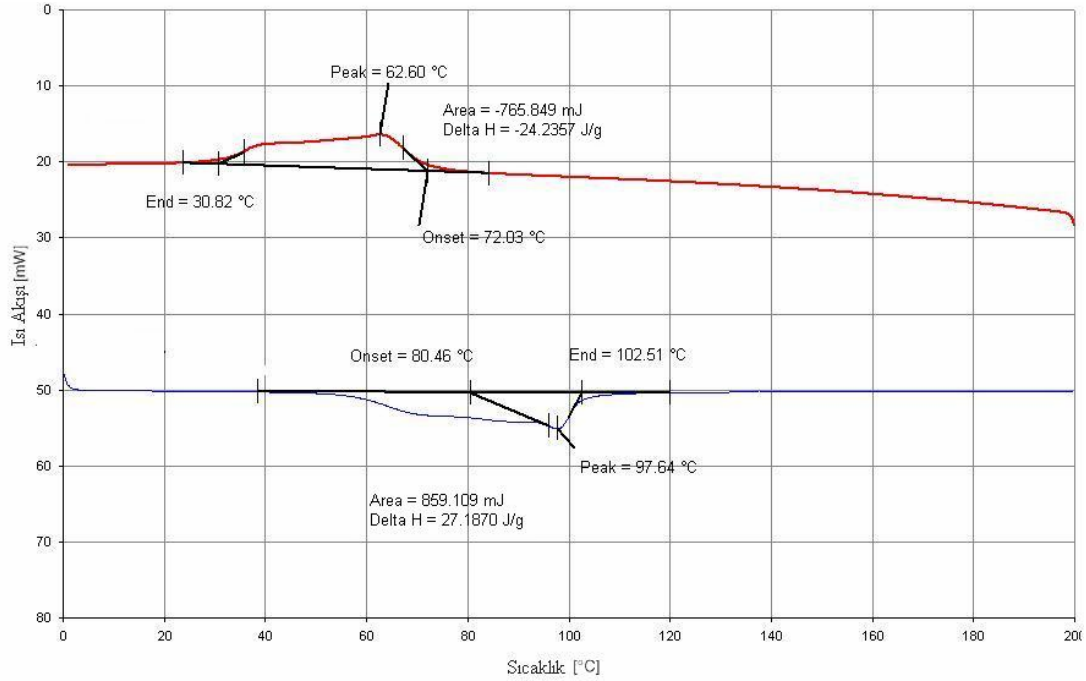
NiTi 7-3 alaşımında kalorimetrik değişim incelendiğinde ise, 93.09°C sıcaklığından itibaren endotermik değişimin başladığı, 106.31°C 'de tepe noktasına ulaşıldığı ve 108.44°C 'de dönüşümün tamamlandığı ve entalpisinin 29.4959 J/gr. olduğu tespit edilmiştir. Döngünün geri dönüşümünde ise 69.16°C sıcaklığından itibaren egzotermik davranışın başladığı, 60.14°C 'de tepe noktasına ulaşıldığı ve 52.95°C 'de ise dönüşümün tamamlandığı ve entalpisinin -28.6072 J/gr. olduğu tespit edilmiştir. NiTi 7-3 için elde edilen faz dönüşüm sıcaklıkları NiTi 12-3 için elde edilen faz dönüşüm sıcaklığı değerleri ile yakınlık göstermektedir.



Alaşım	M_f	M_{tepe}	M_s	Egzo(J/gr)	A_s	A_{tepe}	A_f	Endo(J/gr)
NiTi 7-3	53°C	60°C	69°C	-28.6072	93°C	106°C	108°C	29.4959

Şekil 6.42 NiTi 7-3 alaşımının DSC analizi ve DSC analizine göre faz dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm entalpileri

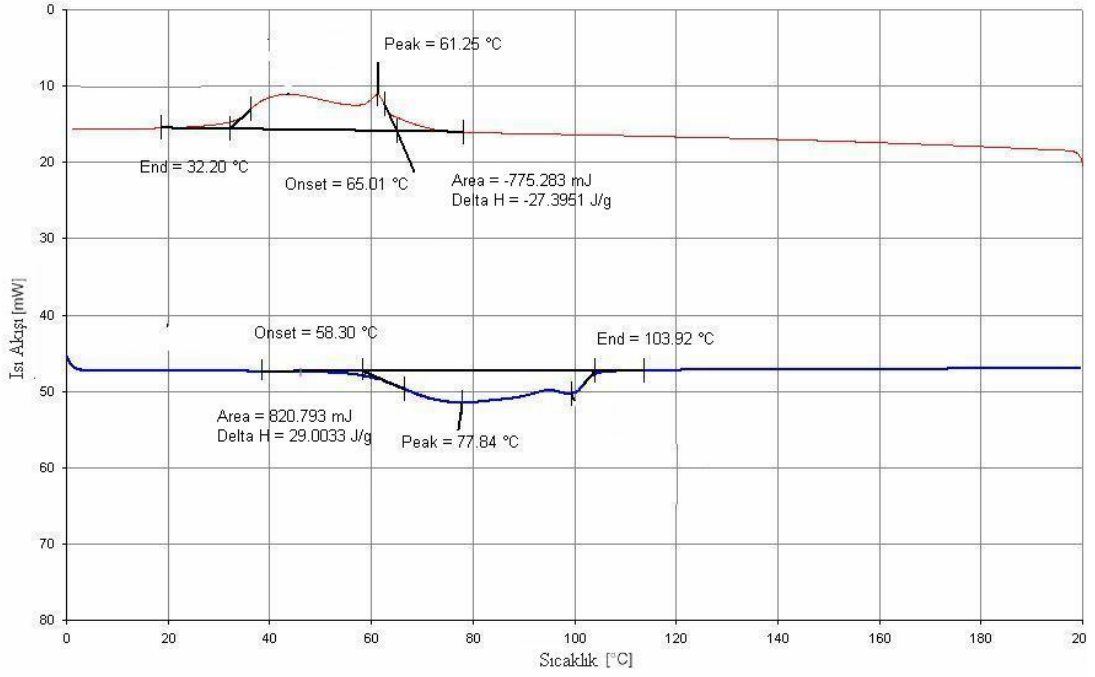
NiTi 4-3 alaşımda kalorimetrik değişim incelendiğinde, 80.46°C sıcaklığından itibaren endotermik değişimin başladığı, 97.64°C'de tepe noktasına ulaşıldığı ve 102.51°C'de dönüşümün tamamlandığı ve entalpisinin 27.1870 J/gr. olduğu tespit edilmiştir. Döngünün geri dönüşümünde ise 72.03°C sıcaklığından itibaren egzotermik değişimin başladığı, 62.60°C'de tepe noktasına ulaşıldığı ve 30.82°C'de ise dönüşümün tamamlandığı ve entalpisinin -24.2357 J/gr. olduğu tespit edilmiştir.



Alaşım	M _f	M _{tepe}	M _s	Egzo(J/gr)	A _s	A _{tepe}	A _f	Endo(J/gr)
NiTi 4-3	31 °C	62 °C	72 °C	-24.2357	80 °C	98 °C	103 °C	27.1870

Şekil 6.43 NiTi 4-3 alaşımda DSC analizi ve DSC analizine göre faz dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm entalpileri

NiTi 3-2 alaşımda kalorimetrik değişim incelendiğinde, 58.30°C sıcaklığından itibaren endotermik değişimin başladığı, 77.84°C'de tepe noktasına ulaşıldığı ve 103.92°C'de dönüşümün tamamlandığı ve entalpisinin 29.0033 J/gr. olduğu tespit edilmiştir. Döngünün geri dönüşümünde ise 65.01°C sıcaklığından itibaren egzotermik değişimin başladığı, 61.25°C'de tepe noktasına ulaşıldığı ve 32.20°C'de ise dönüşümün tamamlandığı ve entalpisinin -27.3951 J/gr. olduğu tespit edilmiştir.

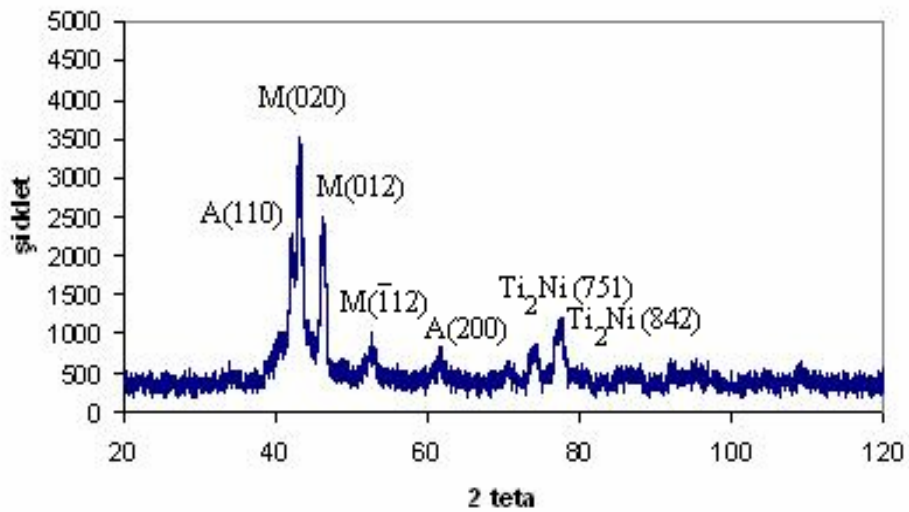


Alaşım	M _f	M _{tepe}	M _s	Egzo(J/gr)	A _s	A _{tepe}	A _f	Endo(J/gr)
NiTi 3-2	32 °C	61 °C	65 °C	-27.3951	58 °C	78 °C	103 °C	29.0033

Şekil 6.44 NiTi 3-2 alaşımlarının DSC analizi ve DSC analizine göre faz dönüşüm sıcaklıkları ve dönüşüm entalpileri

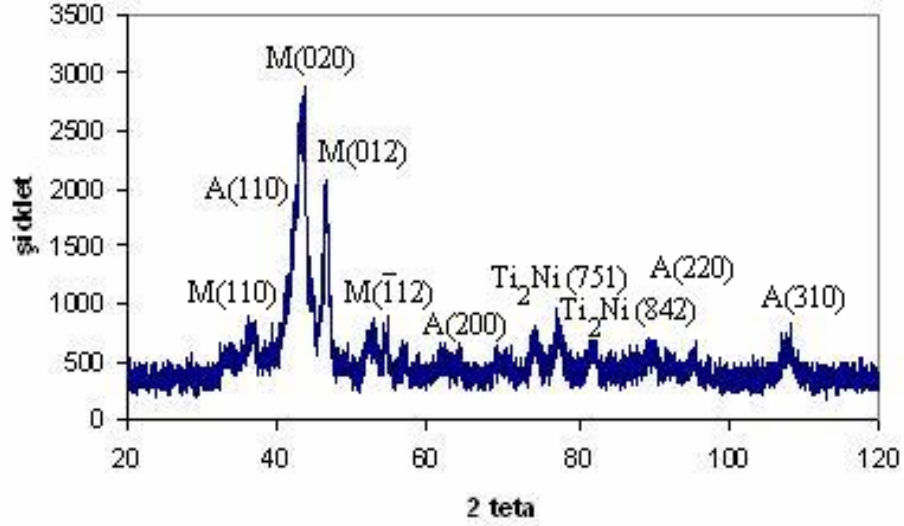
6.2.2.5 XRD Analizlerinden Elde Edilen Sonuçlar

Şekil 6.45’de NiTi 12-3 alaşımlarının 27°C’de alınan XRD spektrumlarında görülen difraksiyon paternleri gösterilmiştir. Yapılan analizde martenzit, östenit ve Ti₂Ni pikleri tespit edilmiştir.



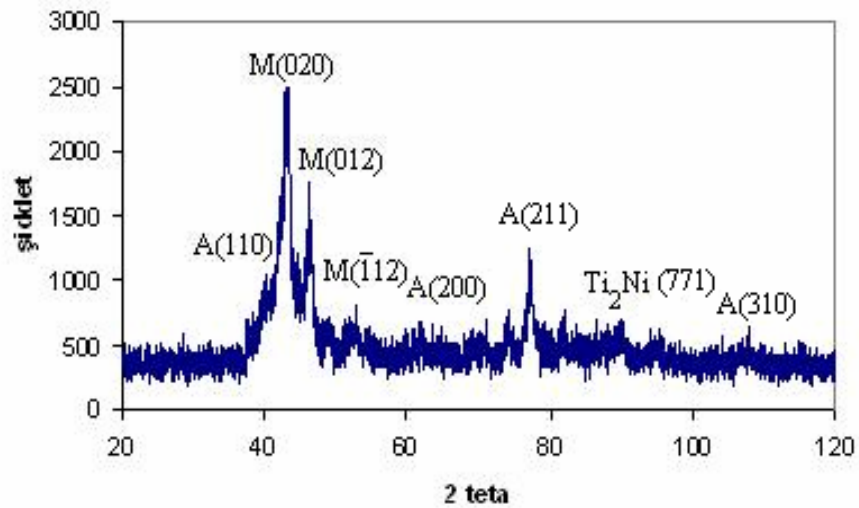
Şekil 6.45 NiTi 12-3 alaşımlarının 27°C’de alınan XRD spektrumlarında görülen difraksiyon paternleri

NiTi 7-3 numunesi için, Şekil 6.46'da gösterilen difraksiyon paternlerinde monoklinik ve kübik kafes yapısına sahip martenzitik ve östenitik NiTi fazları ile kübik Ti_2Ni intermetalik fazı piklerinin elde edildiği görülmüştür.



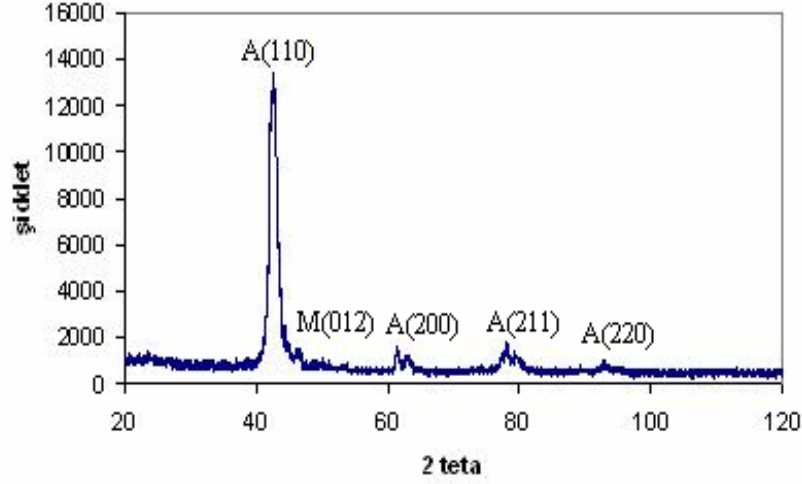
Şekil 6.46 NiTi 7-3 alaşımının 27 °C'de alınan XRD spektrumunda görülen difraksiyon paternleri

NiTi 4-3 numunesi için, Şekil 6.47'de gösterilen difraksiyon paternlerinde monoklinik ve kübik kafes yapısına sahip martenzitik ve östenitik NiTi fazları ile kübik Ti_2Ni intermetalik fazı piklerinin elde edildiği görülmüştür.



Şekil 6.47 NiTi 4-3 alaşımının 27 °C'de alınan XRD spektrumunda görülen difraksiyon paternleri

NiTi 3-2 alaşımı için, Şekil 6.48’de gösterilen difraksiyon paternlerinde üretilen diğer alaşımlardan farklı olarak büyük oranda östenitik NiTi fazı piklerinin elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.48 NiTi 3-2 alaşımının 27 °C’de alınan XRD spektrumunda görülen difraksiyon paternleri

6.2.3 Üretilen NiTi Alaşımların Şekil Bellek Özelliği İle İlgili Deneylerden Elde Edilen Sonuçlar

6.2.3.1 Şekil bellek özelliğinin tespitine yönelik deneylerden elde edilen sonuçlar

Üretilen NiTi 12-3, NiTi 7-3, NiTi 4-3 ve NiTi 3-2 alaşımlarının şekil bellek özellikleri, alaşımların kalorimetrik analizlerde tespit edilen faz dönüşüm sıcaklıklarında gösterdiği şekil değişimleri incelenerek yapılmıştır. Her bir numunenin şekil belleği gösterip göstermediği aşağıda sırasıyla ele alınmıştır.

a. NiTi 12-3 alaşımının şekil bellek özelliğinin incelenmesi,

2mm.x2mm.x65mm. boyutlarındaki NiTi çubuk öncelikle deformasyona uğratılarak düz paslanmaz çelik kalıba yerleştirilmiştir. Daha sonra fırın içerisinde 550°C sıcaklığa ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 10 dakika tutularak suda soğutulmuştur.

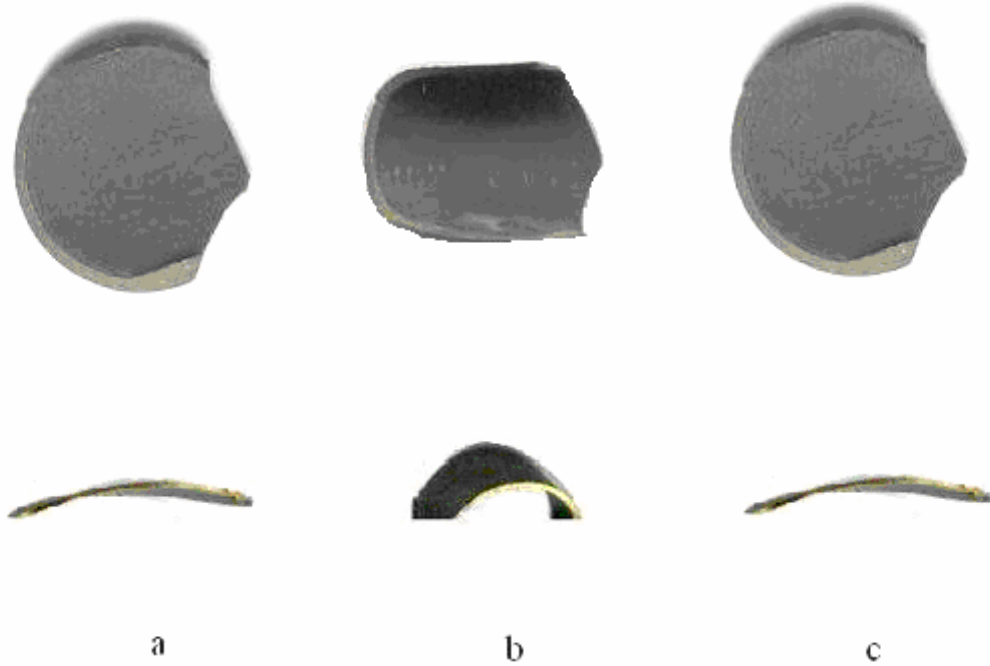
Alaşımların ısı ile işlemle kazandırılan düz şekli, şekil belleği olarak kazanıp kazanmadığını tespit etmek amacıyla, alaşım oda sıcaklığında deformasyona uğratıldıktan sonra Af sıcaklığı olan 111°C sıcaklığa ısıtılarak alaşımda meydana gelen şekil değişimi incelenmiştir.

Şekil 6.49 (a)’da NiTi 12-3 numunesine düz şekil belleği verilmiş, (b)’de numune bükülerek deformasyona uğratılmış ve (c)’de östenit bitiş (Af) sıcaklığına ısıtıldığında tekrar ilk şekline geri döndüğü görülmüştür.

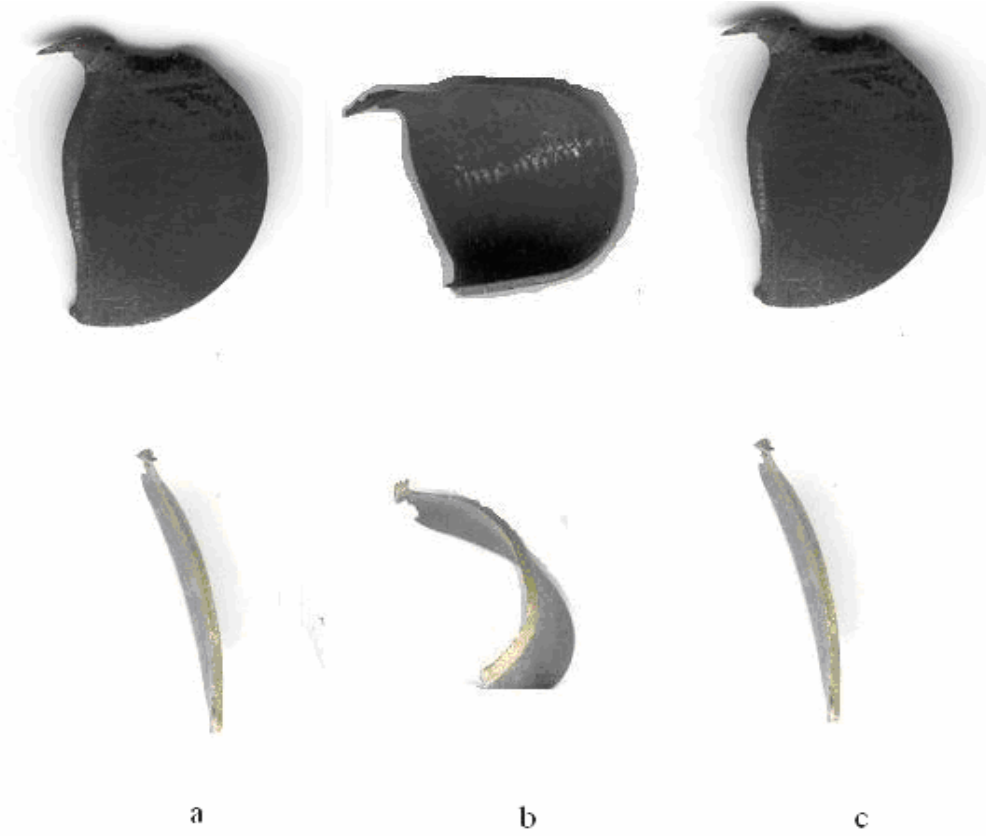


Şekil 6.49 NiTi 12-3 üzerinde şekil bellek özelliğinin incelenmesi

NiTi 12-3 alaşımının üst kısmından yuvarlak kesitler halinde kesilen alaşımlarda yapılan deneylerde ise, yuvarlak parçalar önce Şekil 6.50 (b) ve Şekil 6.51 (b)'de gösterildiği gibi deformasyona uğratılmış, daha sonra A_f sıcaklığı üzerine ısıtıldığında tekrar ilk şekline Şekil 6.50 (c) ve Şekil 6.51 (c)) geri dönmüştür.



Şekil 6.50 NiTi 12-3 alaşımından kesilen yuvarlak kesitte şekil bellek özelliğinin incelenmesi

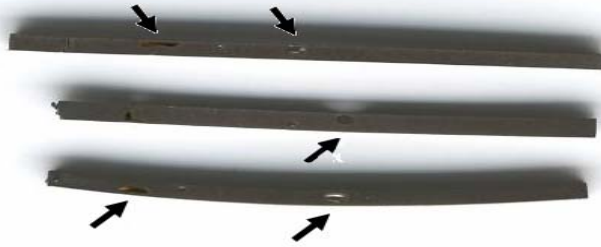


Şekil 6.51 NiTi 12-3 alaşımından kesilen yuvarlak kesitte şekil bellek özelliğinin incelenmesi

b. NiTi 7-3 alaşımının şekil bellek özelliğinin incelenmesi;

4mm.x4mm.x65mm. boyutlarında dökümü gerçekleştirilen NiTi 7-3 numunesi öncelikle tel erozyon yöntemiyle 2mm.x2mm.x65mm. boyutlarında çubuk şeklinde 4 parça olacak şekilde kesilmiştir. Kesilen çubuk nikel-titanyum alaşımlarda mikro boşluklar tespit edilmiştir.

Alaşımların içerisinde mikro boşlukların bulunması, yapılan şekil bellek özelliği inceleme deneylerinde uygulanan deformasyonlarda, çentik etkisi yaratması nedeniyle mikro boşlukların yanlarından kırılmaların olmasına neden olmuştur. NiTi 7-3 alaşımının 2mm.x2mm.x65mm. boyutlarına kesilmesi sonucu içerisinde tespit edilen mikro boşluklar Şekil 6.53’da oklarla gösterilmektedir.



Şekil 6.52 NiTi 7-3 alaşımının 2x2x65 mm. boyutlarına kesildiğinde içerisinde tespit edilen mikro boşluklar

Şekil bellek özelliğinin incelenmesi için, NiTi 7-3 kodlu nikel-titanyum alaşımından çubuk şeklinde kesilen Şekil 6.52’de gösterilen çubuk alaşım, kesildikten sonra Şekil 6.52(b)’de gösterildiği gibi deformasyona uğratılmış, daha sonra östenit bitiş sıcaklığı olan 110°C sıcaklığa ısıtıldığında tekrar ilk şekline geri dönmüştür. (Şekil 6.52(c))

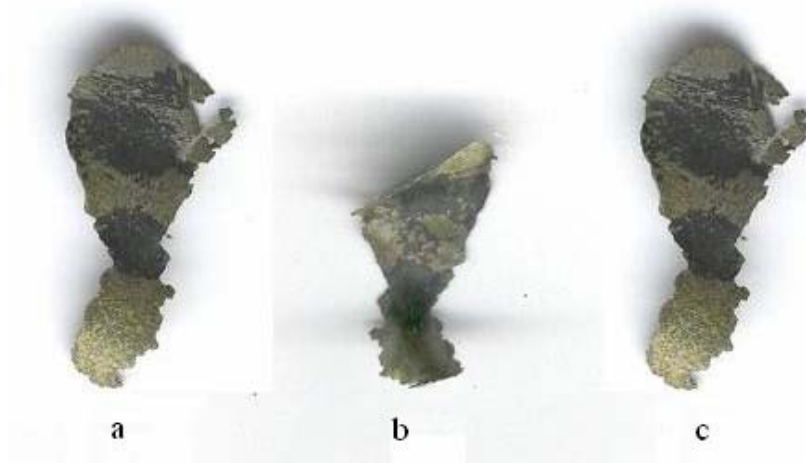


Şekil 6.53 NiTi 7-3 alaşımı üzerinde şekil bellek özelliğinin incelenmesi

c. NiTi 4-3 alaşımının şekil bellek özelliğinin incelenmesi;

2.5 mm. yarıçapında 65 mm. boyunda silindirik çubuk olarak elde edilen alaşımın silindirik kısmı üzerinde yapılan dövme işlemi esnasında, alaşımda meydana gelen büyük çatlaklar ve kırılmalar bu bölümde şekil bellek özelliğinin incelenememesine neden olmuştur.

NiTi 4-3 alaşımının üst kısmından koparılan Şekil 6.53(a)’da gösterilen parçada şekil bellek özelliği incelendiğinde, deformasyona uğratılan parçanın tekrar Af sıcaklığına ısıtılması neticesinde ilk şekline geri döndüğü görülmüştür. Deformasyon sonucu parçanın görünümü Şekil 6.53(b)’de, tekrar ısıtma sonucu alaşımın son görünümü ise Şekil 6.53(c)’de gösterilmektedir.



Şekil 6.54 NiTi 4-3 alaşımı üzerinde şekil bellek özelliğinin incelenmesi

d. NiTi 3-2 alaşımlarının şekil bellek özelliğinin incelenmesi;

7.5 mm. taban yarıçapında 18 mm. boyunda konik ingot olarak elde edilen alaşımların yuvarlak olarak kesilen 0.5 mm. kalınlığındaki kesitlerinde yapılan şekil bellek özelliği incelemesinde, alaşım deformasyona uğratılmaya çalışıldığında ani olarak kırılmanın gerçekleştiği görülmüştür. NiTi 3-2 alaşımlarının gevrek yapısı nedeniyle, Şekil 6.54’de görüldüğü gibi şekil bellek özelliği tespit edilememiştir.

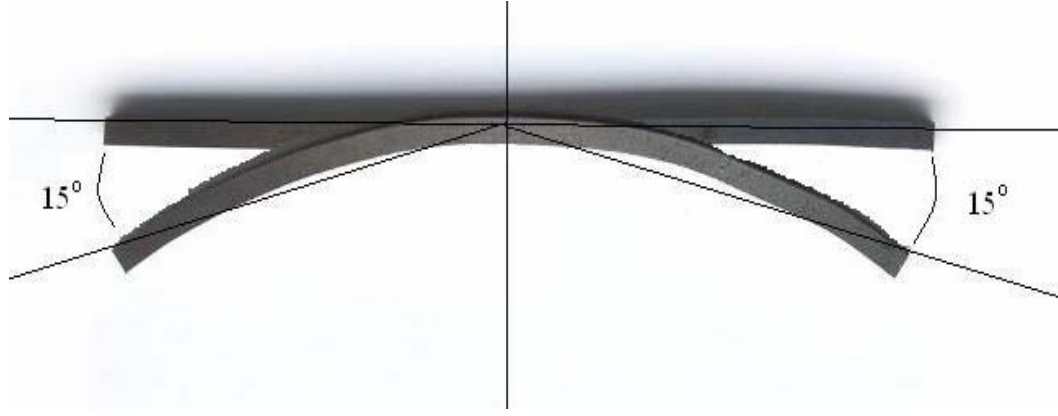


Şekil 6.55 NiTi 3-2 alaşımı üzerinde şekil bellek özelliğinin incelenmesi

6.2.3.2 Üretilen NiTi alaşımların şekil bellek kapasitelerinin farklı deformasyon oranlarında incelenmesinden elde edilen sonuçlar

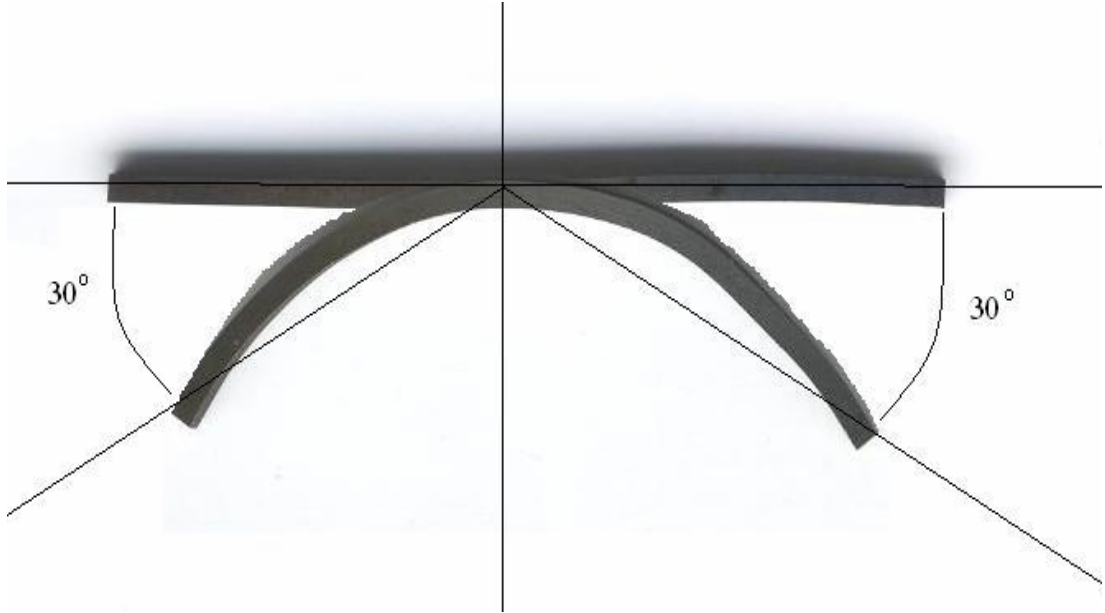
Üretimi yapılan alaşımların şekil bellek kapasitesini belirleme deneylerinde, ısıtma işlem sonucu kazandırılan şekil belleğini alaşımların hangi deformasyon oranlarına kadar koruyabildiği tespit edilmiştir. Bu maksatla öncelikle numunelere, 550°C’de 10 dakika tutulup suda soğutma yapılarak düz olarak şekil belleği Şekil 6.48 ve Şekil 49’da gösterildiği gibi kazandırılmıştır. Daha sonra numuneler iki ucunda bükülerek toplam 30 – 60 – 90 – 100 – 110 – 115 derece açılar yapacak şekilde deformasyona uğratılmıştır. 0-115 derece açı aralığında deformasyona uğratılan numuneler, östenit faz sıcaklığına ısıtıldığında ilk kazandırılan şekline geri dönüşüm oranları incelenmiştir.

Düz şekilde şekil belleği kazandırılmış NiTi 12-3 alaşımı daha sonra iki ucundan toplam 30° bükülerek deformasyona uğratılmıştır. Takiben numune östenit fazı dönüşüm sıcaklığı olan 94°C üzerine ısıtıldığında, düz olarak kazandırılan ilk bellek şekline tamamen geri dönüşüm sağlamıştır. (Şekil 6.55)



Şekil 6.56 İki uçtan toplam 30° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım

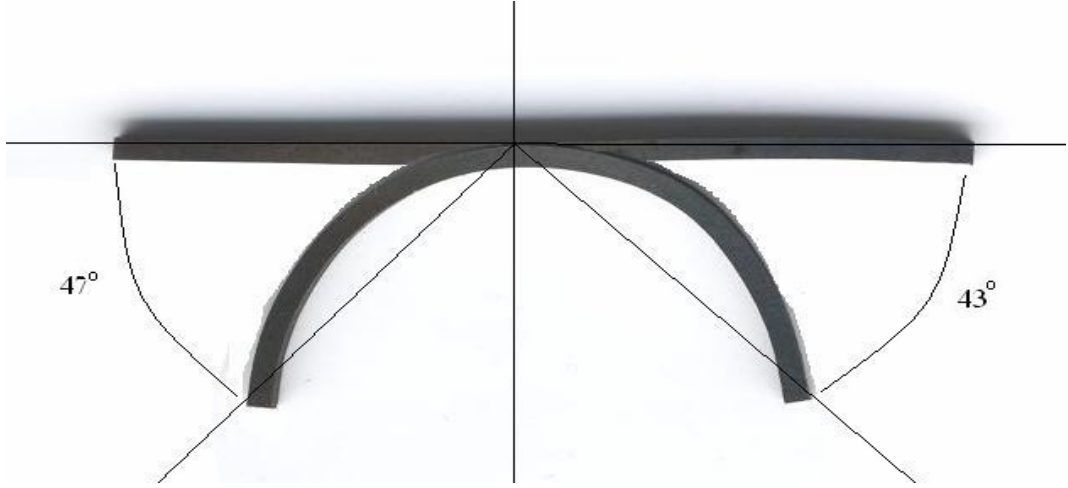
Aynı alaşım Şekil 6.56'daki gibi 60° bükülerek deformasyona uğratılmış, alaşım östenit fazı dönüşüm sıcaklığı olan 94°C üzerine ısıtıldığında tekrar tamamen düz şekline geri dönmüştür.



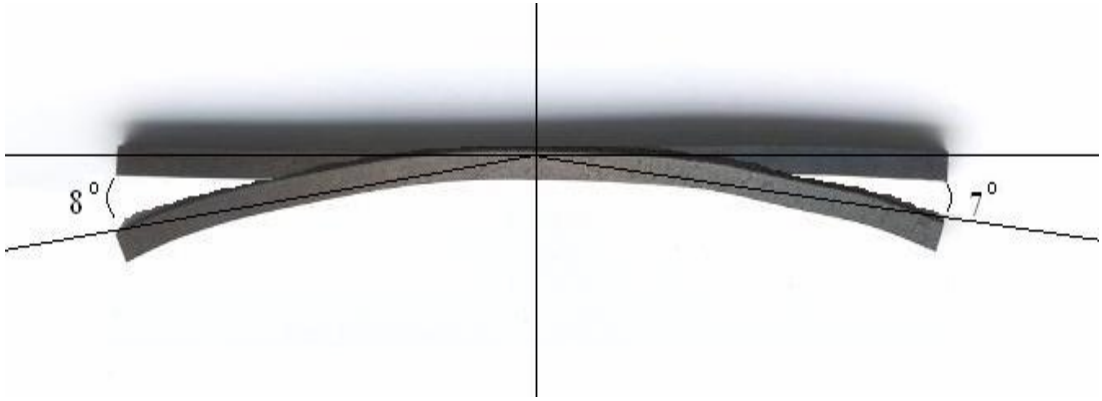
Şekil 6.57 İki uçtan toplam 60° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım

60 ° - 90° arasında gerçekleştirilen ara deneylerde 72 dereceye kadar geri dönüşümün aynen devam ettiği, 72 dereceden sonraki açılarda % 100 geri dönüşümden çok küçük oranda sapmaların başladığı tespit edilmiştir.

Aynı şekil belleği kazandırılmış alaşım, Şekil 6.59'da görüldüğü gibi iki uçtan toplam 90° deformasyona uğratılmıştır. Af sıcaklığına ısıtılan numune, ilk şekline göre 15° lik açı bırakmıştır. (Şekil 6.57).

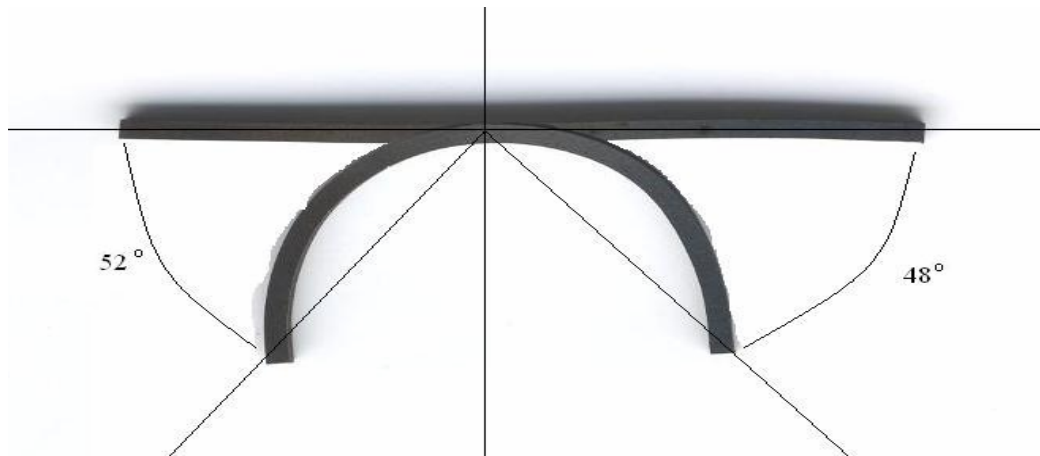


Şekil 6.58 İki uçtan toplam 90° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım



Şekil 6.59 İki uçtan toplam 90° bükülerek deformasyona uğratılan alaşımın geri dönüşümde aldığı şekil

Aynı alaşım Şekil 6.61’de görüldüğü gibi iki uçtan toplam 100° bükülerek deformasyona uğratılıp Af sıcaklığına ısıtıldığında ilk bellek şekline dönüşüm tam olmayıp ilk şekliyle orta yerinden çakıştırıldığında toplam 27 derecelik açı oluşturduğu görülmüştür (Şekil 6.60).

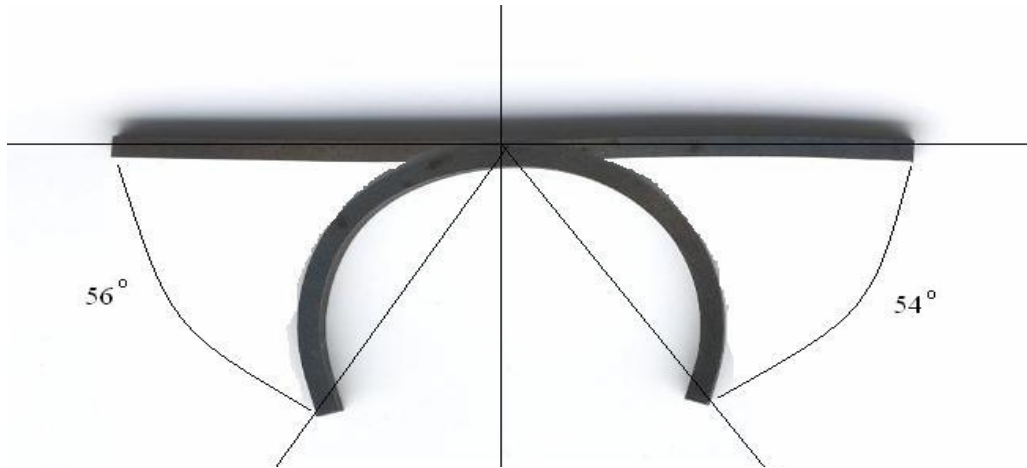


Şekil 6.60 İki uçtan toplam 100° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım



Şekil 6.61 İki uçtan toplam 100° bükülerek deformasyona uğratılan alaşımın geri dönüşümde aldığı şekil

Aynı alaşım Şekil 6.61’de görüldüğü gibi iki uçtan toplam 110° bükülerek deformasyona uğratılıp Af sıcaklığına ısıtıldığında ilk bellek şekline dönüşüm tam olmayıp ilk şekliyle orta yerinden çakıştırıldığında toplam 35 derecelik açı oluşturduğu görülmüştür.



Şekil 6.62 İki uçtan toplam 110° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım



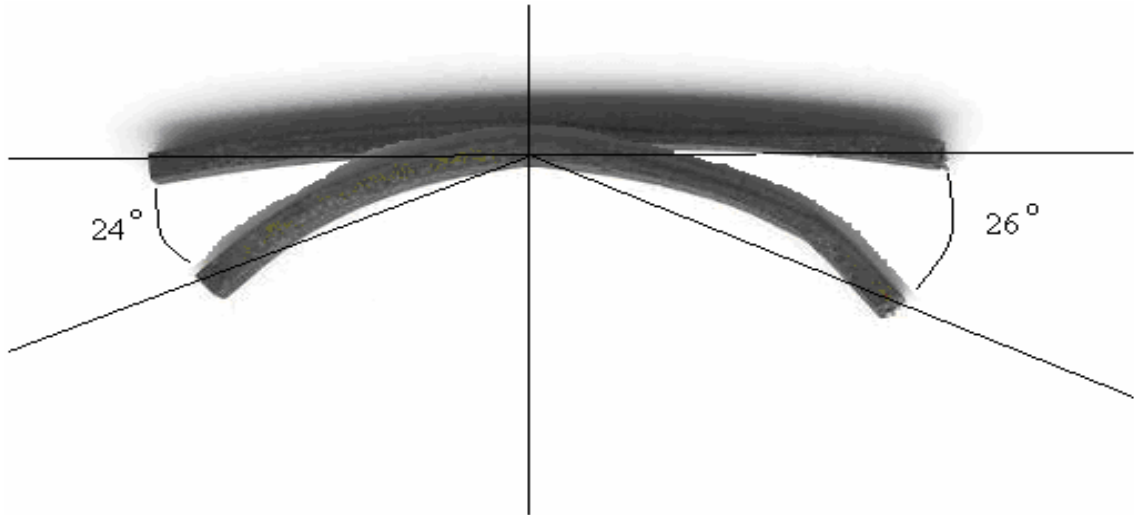
Şekil 6.63 İki uçtan toplam 110° bükülerek deformasyona uğratılan alaşımın geri dönüşümde aldığı şekil

Alaşımanın iki ucundan bükme ile deformasyon işlemine 115° açı elde edecek şekilde devam edildiğinde Şekil 6.63’de görüldüğü gibi alaşım çubuk kırılmıştır.

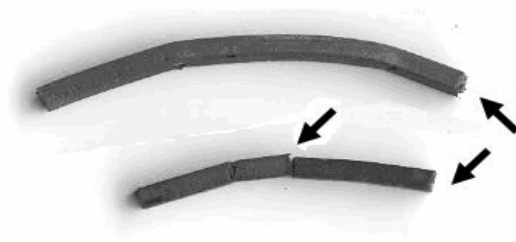


Şekil 6.64 İki uçtan toplam 115° bükülmeye çalışıldığında kırılan numune

NiTi 7-3 alaşıımından elde edilen 2mm.x2mm.59mm. boyutundaki numune üzerinde uygulanan şekil bellek özelliği inceleme deneylerinde Şekil 6.65’de görüldüğü gibi iki uçtan toplam 50° açı oluşturuncaya kadar numunenin geri dönüşümlü olarak şekil belleği özelliği gösterdiği, toplam 60° lik bir deformasyon uygulanmaya çalışıldığında, numune üzerinde bulunan mikro boşlukların çentik etkisi yaratması nedeniyle numunelerin kırıldığı tespit edilmiştir. 60° lik bir deformasyon sonucu kırılan numune Şekil 6.65’de gösterilmiştir. NiTi 7-3 alaşıımından elde edilen numunenin kırılma noktaları yine Şekil 6.65’de oklarla gösterilmiştir.



Şekil 6.65 İki uçtan toplam 50° bükülerek deformasyona uğratılan alaşım



Şekil 6.66 İki ucundan toplam 60° bükülmeye çalışıldığında kırılan numune

Uygulanan deformasyon işlemleri toplu olarak çizelge halinde Çizelge 6.3'te gösterilmiştir. Çizelge incelendiğinde, deformasyon oranının artmasının alaşımın ilk şekline geri dönme özelliğini ters orantılı olarak etkilediği, deformasyon oranı belli bir değerin üzerine çıktığında ise alaşımın kırıldığı gözlemlenmiştir.

Çizelge 6.6 Alaşımlara uygulanan farklı deformasyon miktarları ve elde edilen geri dönüşüm oranları

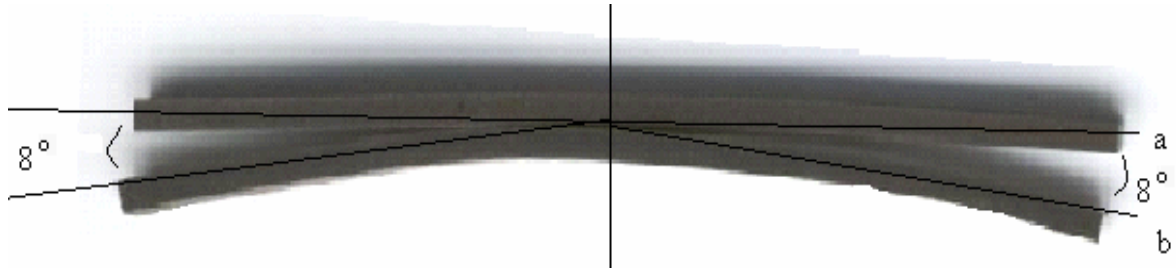
Alaşım Kodu	Uygulanan deformasyonun miktarı	Elde edilen geri dönüşümün miktarı
NiTi 12-3	İki uçtan toplam 30°	Tamamen geri dönüşüm sağlandı.
	İki uçtan toplam 60°	Tamamen geri dönüşüm sağlandı.
	İki uçtan toplam 72°	Geri dönüşüm farkı başlangıcı
	İki uçtan toplam 90°	15° lik bir açı bıraktı.
	İki uçtan toplam 100°	27° lik bir açı bıraktı.
	İki uçtan toplam 110°	35° lik bir açı bıraktı.
	115°	Numune kırılmıştır
NiTi 7-3	İki uçtan toplam 50°	Tamamen geri dönüşüm sağlandı.
	İki uçtan toplam 60°	Numune kırılmıştır

6.2.3.3 Üretilen NiTi alaşımların şekil bellek kapasitesinin sıcaklık parametresi değiştirilerek incelenmesinden elde edilen sonuçlar

NiTi 12-3 alaşımından 2x2x65mm. boyutlarında elde edilen çubuklar düz bir şekilde paslanmaz çelik kalıp içerisine konularak 550°C ye kadar ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 10 dakika tutulup suda soğutularak Şekil 6.9 ve Şekil 6.10'da gösterilen düz şekilde şekil belleği kazandırılmıştır.

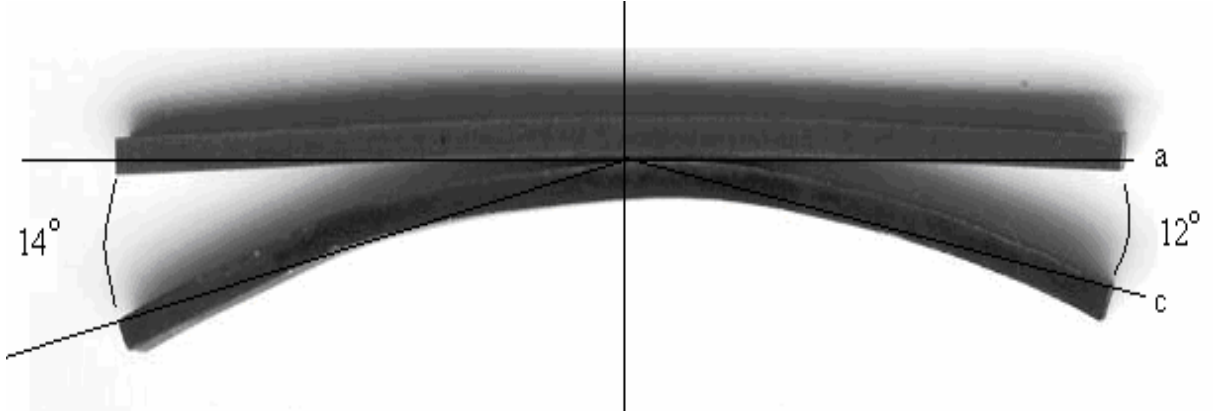
Düz olarak şekil belleği kazandırılmış çubuklar iki ucundan bükülerek Şekil 6.66'da gösterildiği gibi silindirik boru kalıp içerisine yerleştirilmiştir. Çubuk NiTi'ler Af sıcaklığı olan 111°C üzerine ısıtmaya başlanmıştır. 130°C ye kadar uygulanan deneylerde kazandırılan şekil belleğine tamamen geri dönüşüm gerçekleşmiştir. 130°C den itibaren geri dönüşümde çok küçük farklılıklar başlamıştır. Çubuk NiTi'ler üzerinde sırasıyla 230°C – 330°C - 430°C sıcaklıklarda 10 dakika tutulup suda soğutma yapılarak deneysel çalışmalara devam edilmiştir. Sonuçta uygulanan ısı işlemler sonucunda çubuk nikel-titanyum alaşımlarının nasıl bir davranış gösterdikleri incelenerek, ilk verilen düz şekil belleğine hangi sıcaklıkta, hangi oranda geri dönüşüm gösterdikleri tespit edilmiştir.

Alaşım 230°C'ye kadar ısıtılmış, kalıptan çıkarılmadan Mf sıcaklığına kadar suda soğutulmuştur. Tekrar Af sıcaklığına ısıtılan alaşımın ilk bellek şekline %100 oranında geri dönmediği, iki uçtan toplam 16° açı bıraktığı görülmüştür (Şekil6.67).



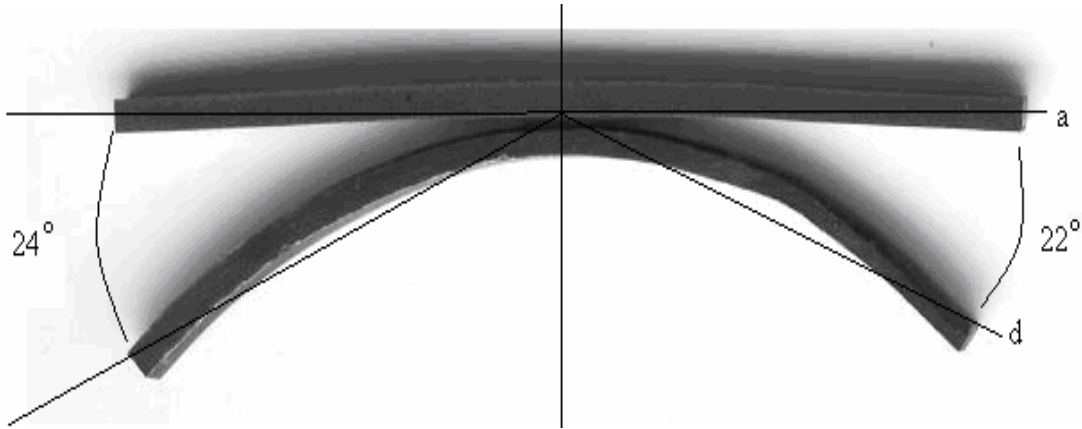
Şekil 6.67 230°C 'de 10 dakika bekledikten sonra suda soğutulup östenit faza ısıtılması sonunda elde edilen şekil (b)

Aynı alaşım düz çubuk şeklinde martenzitik fazda iken deformasyona uğratarak kalıp içerisine tekrar konmuş, kalıp içerisinde 330°C ye kadar ısıtılıp, bu sıcaklıkta 10 dakika tutulduktan sonra fırından çıkarılıp kalıp içerisinde martenzit faz sıcaklığına kadar suda soğutulmuştur. Martenzit fazda iken östenit faz sıcaklığına ısıtılan alaşım, birinci şekil belleği yönünde hareket etmiş fakat birinci şekil belleğindeki şekline dönememiştir. Dönüşüm sonucu iki uçtan toplam 26° açı bırakmıştır. (Şekil 6.68)



Şekil 6.68 330°C 'de 10 dakika bekledikten sonra suda soğutulup östenit faza ısıtılması sonunda elde edilen şekil (c)

Düz çubuk şeklindeki aynı alaşım martenzitik fazda iken ilk iki deneydeki aynı aşamalardan geçirildikten sonra, 430°C'ye kadar ısıtılmış, bu sıcaklıkta 10 dakika tutulmuştur. Bu deney sonucunda da alaşım, martenzit fazdan östenit faza ısıtılınca birinci bellek şekline ikinci deneydekinden daha düşük oranda hareket etmiş ve iki uçtan toplam 46° açı bırakmıştır. (Şekil 6.69)



Şekil 6.69 Fırında 430°C'de 10 dakika tutulduktan sonra suda soğutulup, östenit faza ısıtılması sonunda elde edilen şekil (d)

Şekil belleği kazandırılmış nikel-titanyum alaşım tekrar şekil belleği kazandırılması gereken sıcaklığa kadar ısıtılmadığı takdirde ilk şekil belleğini tam olarak kaybetmemektedir. Isıtma sıcaklığı, 500°C'nin altında kaldığında geri dönüşüm ısıtılan sıcaklıkla ters orantılı olarak değişmektedir. Başka bir deyişle 500°C nin altında kalan sıcaklıklarda, sıcaklık ne kadar yüksek olursa ilk bellek şekline geri dönüş o kadar az olmaktadır.

230 – 330 ve 430°C'lerde yapılan ısıl işlemler sonucu elde edilen şekil dönüşümleri toplu olarak Şekil 6.70'de gösterilmiştir.



Şekil 6.70 230°C 'de (b) 330°C'de (c) 430°C'de (d) ısıtılması sonucu ilk bellek şekline dönüş oranları

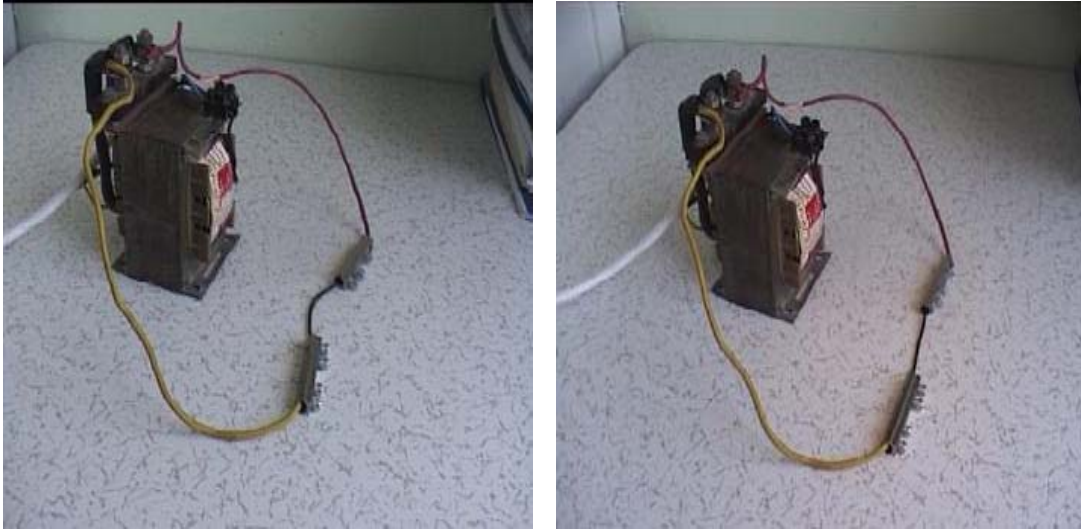
Alaşım martenzit fazda iken deformasyona uğratıldıktan sonra östenit faz sıcaklığı üzerinde ısıtıldığında ilk bellek şekline geri döner. Geri dönme hareketi engellenerek östenit faz üzerine ısıtılan alaşım o anki şeklini belleğine almaya çalışır. Dönüşümü engellenen alaşımın sıcaklığı 500°C üzerine çıkarılırsa eski belleğini tamamen kaybeder. O şekliyle martenzit faza soğutulup tekrar Mf üzerine ısıtıldığında 500°C'deki şeklini kazanmaya çalışır.

6.2.3.4 Üretilen alaşımların martenzit fazdan östenit faza geçişinin farklı sistemler kullanılarak incelenmesinden elde edilen sonuçlar

Alaşımın faz dönüşümü, ortam sıcaklığı değiştirilerek veya alaşımın bizzat kendi sıcaklığı değiştirilerek sağlanabilir. Martenzit fazdan östenit faza geçiş hızı deneyleri ise, 200°C'de tutulan fırın tablası üzerine bırakılarak, üzerinden 1.5 volt, 66.6 amper ve 1.5 volt 200 amper elektrik akımı geçirilerek yapılmıştır.

Alaşım martenzit fazda iken deformasyona uğratıldıktan sonra 200°C'de tutulan fırın tablası üzerine bırakıldığında 2 saniyede östenit faza geçerek ilk kazandırılan şekline geri dönmüştür.

Alaşımın iletken olarak öz direncinin yüksek olması (martenzit fazda 80 $\mu\Omega\cdot\text{cm.}$, östenit fazda 100 $\mu\Omega\cdot\text{cm.}$) kısa süre içerisinde ısınmasına ve östenit faz sıcaklığına geçilmesine olanak sağlamaktadır. Elektrik akımı kullanılarak yapılan ısıtma deneylerinde, 100 watt ve 300 watt gücünde iki transformatör kullanılmıştır. 100 watt gücünde transformatör kullanılarak yapılan deneyde, deformasyona uğratılan alaşımın üzerinden elektrik akımı geçirilerek ısıtıldığında tekrar ilk şekil belleği kazandığı düz şekline döndüğü Şekil 6.71'de gösterilmektedir.



Şekil 6.71 NiTi 12-3 alaşımından kesilen çubuk NiTi alaşımı üzerinden elektrik akımı geçirilerek şekil bellek özelliğinin incelenmesi

100 watt gücündeki transformatör kullanılarak yapılan deneyde çubuk NiTi 12-3 alaşımının ilk şekline dönme süresi 8 saniyede olmuştur. 300 watt gücünde transformatör kullanılarak yapılan deneylerde ise alaşımın ilk şekline dönme süresi 3 saniye olmuştur. Çizelge 6.7’de 2mm.x2mmx65mm boyutundaki NiTi 12-3 alaşımı, 2mm.x2mm.x59mm. boyutundaki NiTi 7-3 alaşımı, 1.7 cm. çapında 1mm.kalınlığında yuvarlak levha NiTi 12-3 alaşımı ile yapılan deneylerin sonuçları gösterilmektedir.

Çizelge 6.7 Üretilen nikel-titanyum alaşımların kullanılan güce göre şekil belleği kazandırılan ilk şekline dönme süresi

Kullanılan sistem	İlk şekline dönme süreleri (saniye)		
	2mm.x2mmx65mm boyutundaki NiTi 12-3 alaşımı	2mm.x2mm.x59mm. boyutundaki NiTi 7-3 alaşımı	1.7 cm. çapında 1mm.kalınlığında yuvarlak levha NiTi 12-3 alaşımı
200°C sıcaklıkta tutulan fırın tablasına bırakma	2 sn.	2 sn.	2 sn.
100 Watt gücünde transformatör kullanılarak elektrik akımı geçirme	8 sn.	7 sn.	6 sn.
300 Watt gücünde transformatör kullanılarak elektrik akımı geçirme	3 sn.	2 sn.	2 sn

Kullanılan güce göre nikel-titanyum numunelerin şekil belleği kazandırılan ilk şekline dönme süreleri incelendiğinde 200°C ortam sıcaklığının hızlı bir şekilde alaşımın östenit faza geçişini sağladığı görülmüştür. Fakat alaşımın 200°C’de tutulması, daha sonra yapılacak işlemlerde daha düşük oranda şekil belleği göstermesine neden olacaktır. Bu nedenle alaşımın üzerinden kontrollü elektrik akımı geçirerek sıcaklığı dönüşüm sıcaklığına ulaştığında devreyi kesmek alaşımın istenilen şekil belleğini daha uzun süre muhafaza etmesini sağlayacaktır.

7. SONUÇLAR

Nikel-titanyum şekil bellekli alaşım üretmek amacıyla gerçekleştirilen bu çalışmada, vakum ark ve vakum indüksiyon ocakları kullanılarak 21 döküm yapılmış, başarılı dökümlerde elde edilen alaşımların mikro yapı, EDS, sertlik, DSC ve XRD analizleri gerçekleştirilmiş ve şekil bellek özelliklerinin tespitine yönelik araştırma ve deneyler yapılmıştır. Yapılan bu çalışmalarda şu sonuçlara ulaşılmıştır;

7.1 Dökümle İlgili Sonuçlar

[1] Nikel-titanyum faz diyagramında eşatomik yapı oluşturacak şekilde tartılarak oranları ayarlanan nikel ve titanyum metallerinin vakum ark ocağında ilk dökümü sonrası elde edilen ingotların kesitleri şekil bellek özelliği göstermemiştir. Tekrarlanan ikinci döküm sonucunda da şekil bellek özelliği görülmemiştir. Üçüncü döküm neticesinde elde edilen alaşımların çubuk ve yuvarlak ince levha halindeki kesitleri şekil bellek özelliği göstermiştir. Sonuç olarak, vakum ark ocağında yapılan dökümlerde birinci ve tekrarlanan ikinci dökümlerde uygun homojenleştirme işleminin sağlanamadığı, ancak üçüncü döküm neticesinde üretilen alaşımın uygun homojenliğe ulaştığı anlaşılmaktadır.

[2] Bakır pota kullanılarak üretilen NiTi 4-3 ve NiTi 3-2 alaşımlarında atomca %3.94 ve %2.21 oranlarında bakır metali tespit edilmiştir. Nikel-titanyum alaşımı üretiminde vakum ark ocağı kullanılarak yapılan dökümlerde bakır potanın kullanılması alaşıma düşük oranda bakır metalinin de karışmasına neden olduğundan dolayı eşatomik nikel-titanyum üretimi için bakır pota uygun pota değildir. Zirkonya pota kullanılarak eşatomik nikel-titanyum alaşımı elde edilmiştir.

[3] Vakum ark ocağında yapılan dökümlerden iki defa tekrarlanarak elde edilen NiTi 3-2 ve üç defa tekrarlanarak elde edilen NiTi 4-3 alaşımlarının EDS analizleri sonucunda; atomik oran olarak sırasıyla % 42.72 titanyum, % 55.07 nikel, % 2.21 bakır ve % 48.85 titanyum , % 47.21 nikel, % 3.94 bakır metali tespit edilmiştir. İki defa tekrar edilerek üretilen NiTi 3-2 alaşımında şekil bellek özelliği görülmemesine rağmen üç defa tekrarlanarak üretilen NiTi 4-3 alaşımının şekil bellek özelliği gösterdiği tespit edilmiştir. Alaşıma atomca % 3.94 oranında bakır karışması sonucunda elde edilen ingotun şekil belleği gösterdiği görülmüştür.

[4] Vakum ark ocağında tekrarlanan üç döküm sonucu üretimi yapılan NiTi 12-3 ve NiTi 7-3 alaşımları tel erozyon yöntemiyle 2 mm.x2 mm.x65 mm. boyutlarına kesildiğinde başka herhangi bir sıcak veya soğuk şekil verme işlemi uygulanmadan şekil bellek özelliği göstermiştir.

[5]. Vakum ark ocağında yapılan 20 dökümden 5 dökümde uygulanan ergitme süresinin fazla veya az olmasından dolayı pota malzemesinin de ergimesi veya yetersiz ergitme problemleri ile karşılaşmıştır. Vakum ark ocağında başarılı bir döküm elde edebilmek için döküme giren metallerin ağırlıkları da dikkate alınarak ergitme süresinin çok iyi ayarlanması gerekmektedir.

[6] Çalışmada üretilen nikel-titanyum alaşımları en fazla 36 gram ağırlığında üretilmiştir. Yapılacak yüksek kapasiteli nikel-titanyum alaşımı üretimlerinde vakum indüksiyon yönteminin kullanılması daha uygun olacaktır.

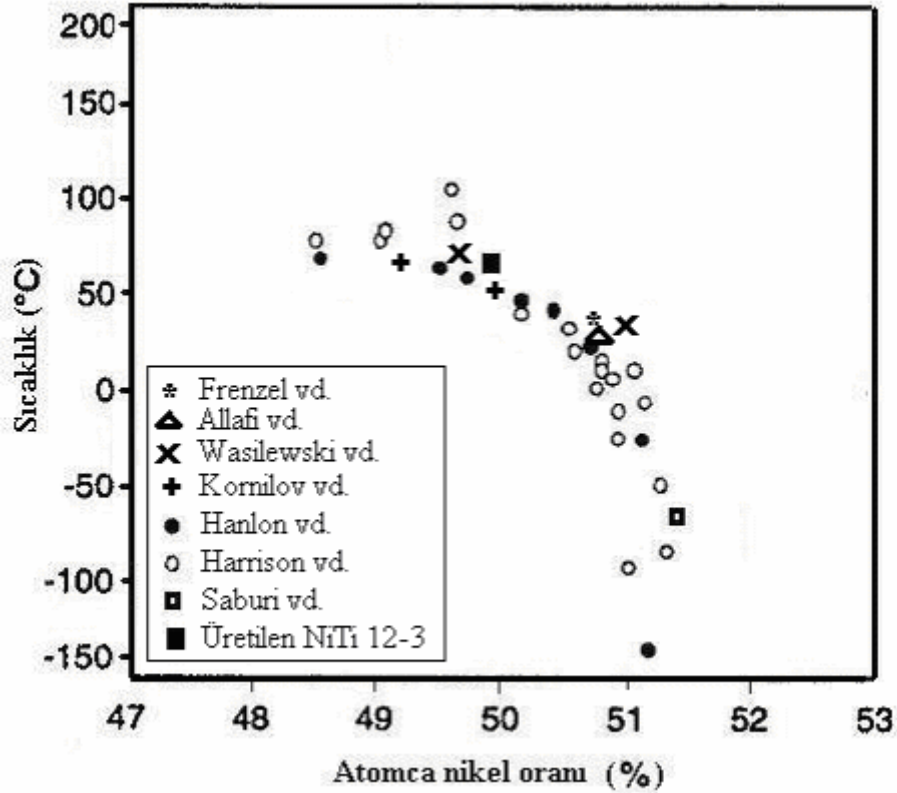
7.2 Üretilen Nikel-titanyum Alaşımların Karakterizasyonundan Elde Edilen Sonuçlar

[1] Üretilen nikel-titanyum alaşımların çubuk ve levha haline getirilmesi için uygulanan yöntemler içerisinde tel erozyon yöntemi istenilen boyutlarda kesim için en uygun yöntem olarak görülmüştür. Mekanik yöntemler kullanılarak yapılan çok ince kesme ve talaş kaldırma işlemlerinde düşük hızlar ve yüksek miktarda yağlayıcı(soğutucu) gerekmektedir. Bu yöntemlerde takım aşınması çok çabuk olduğundan kesme işlemi için kullanılan takımın düşük aşınma özelliğine sahip teknolojik takımlardan olması gerekmektedir.

[2] Üretilen nikel-titanyum alaşımların mikro yapıları incelendiğinde en yüksek oranda şekil bellek özelliği gösteren NiTi 12-3 alaşımında oda sıcaklığında % 100 oranında belirgin bir martenzit yapının görülmesine rağmen NiTi 7-3, NiTi 4-3 ve NiTi 3-2 alaşımlarına doğru artık östenit ve Ti_2Ni intermetalik çökeltileri de mikro yapıda yer almaktadır. X ışınları kırınımı yöntemiyle faz tayininde tespit edilen sonuçlar mikro yapıda elde edilen sonuçları doğrular nitelikte tespit edilmiştir.

[3] Üretilen alaşımların DSC analiz sonuçları incelendiğinde, yaklaşık % 3 - % 4 oranında bakırın tespit edildiği alaşımların (NiTi 4-3, NiTi 3-2) martenzit ve östenit başlangıç sıcaklıklarının diğer alaşımların martenzit ve östenit başlangıç sıcaklıklarına oranla 20°C daha düşük olduğu görülmüştür. Elde edilen alaşımlarda bakır, alaşımın martenzit ve östenit sıcaklıklarını düşürmüştür.

[4] Üretilen nikel-titanyum alaşımları içerisinde en yüksek oranda şekil bellek özelliği gösteren alaşım atomik oran olarak % 50.10 titanyum, % 49.90 nikelin bulunduğu NiTi 12-3 alaşımı olmuştur. Üretilen alaşımın DSC analizi sonucunda tespit edilen martenzit başlangıç sıcaklığı (69°C), literatürde elde edilen diğer üretim sonuçları ile karşılaştırıldığında yakın değerde olduğu Şekil 7.1’de görülmektedir.



Şekil 7.1 NiTi 12-3 alaşımlarının Ms sıcaklığının diğerleri ile karşılaştırılması (Duerig vd., 1990; Frenzel vd.,2004)

[5] Alaşıma atomca %3 - %4 oranında bakır karışması ile elde edilen NiTiCu alaşımlarının sertlik değerleri, üretilen NiTi alaşımlarının sertlik değerlerinden daha yüksektir. Alaşım içerisindeki %3 - %4 oranındaki bakır, alaşımın sertlik değerlerinin artmasına neden olmaktadır.

7.3 Üretilen Nikel-titanyum Alaşımların Şekil Bellek Özelliklerinin İncelenmesinden Elde Edilen Sonuçlar

[1] Bu çalışmada üretilen nikel-titanyum alaşımlar içerisinde en yüksek şekil bellek oranı NiTi 12-3 alaşımında tespit edilmiştir. Kesilerek çubuk şekline dönüştürülen alaşım, martenzit fazda iken iki ucundan bükülerek toplam 110 derecelik bir kalıcı deformasyona maruz bırakılmış, östenit faz sıcaklığına ısıtıldığında geri dönüşüm sonucunda 35 derecelik bir açı oluşturmuştur. Düz çubuk halindeki nikel-titanyum alaşımların şekil bellek oranının tespitinde uygulanan açisal tespit yöntemi, alaşımın şekil bellek performansı konusunda yapılacak karşılaştırmaları kolaylaştırmaktadır.

[2] Zirkonya pota kullanılarak üretilen NiTi alaşımları bakır pota kullanılarak üretilen ve içerisinde atomca % 4 oranında bakır bulunan NiTiCu alaşımlarına göre daha yüksek şekil bellek özelliği göstermiştir.

[3] Üretilen nikel-titanyum alaşımların martenzit fazdan östenit faza geçişte sıcaklık artışı östenit başlangıç ve östenit bitiş sıcaklıkları arasında ara bir değerde durdurulduğunda alaşımların şekil değişimi o noktada kalmaktadır. Üretilen şekil bellekli alaşımların şekil değişimi, sıcaklık parametresi değiştirilerek kontrol edilebilmektedir.

[4] Ortam sıcaklığı değiştirilerek martenzit östenit faz sıcaklığı değişimi 200°C sıcaklığında fırın tablasına bırakma, 100 watt ve 300 watt transformator vasıtasıyla alaşım üzerinden elektrik akımı geçirilerek ısıtma yöntemleri arasında 300 watt transformatorle elektrik akımı geçirerek östenit faz sıcaklığına ısıtma yönteminde en hızlı şekil değişimi gerçekleşmiştir. Alaşımların şekil değişim hızı, martenzit fazdan östenit faza ısıtılma hızına bağlı bulunmaktadır.

[5] Şekil belleği verilmiş nikel-titanyum alaşım deformasyona uğratıldıktan sonra östenit faz sıcaklığı üzerine ısıtılırken ilk şekline dönüşümü engellenirse, ilk verilen şekle geri dönüşüm belleğini yüksek oranda kaybetmektedir.

[6] Alaşım martenzit fazda iken deformasyona uğratıldıktan sonra östenit faz sıcaklığı üzerinde ısıtıldığında, ilk bellek şekline geri döner. Geri dönme hareketi engellenerek östenit faz üzerine ısıtılırsa, alaşım o anki şeklini belleğine almaya çalışır. Dönüşümü engellenen alaşımların sıcaklığı 500°C üzerine çıkarılırsa eski belleğini tamamen kaybetmektedir.

[7] Üretilen nikel-titanyum alaşımlara istenilen şekil belleğinin verilmesi için yapılan ısıtma işlemleri içerisinde en yüksek oranda şekil belleğinin elde edildiği sonuçlar kalıp içerisinde fırına bırakılarak 550°C’de 10 dakika bekletme ve sonra suda soğutma ısıtma işleminden sonra elde edilmiştir.

[8] Şekil belleği kazandırılmış nikel-titanyum alaşım tekrar şekil belleği kazandırılması gereken sıcaklığa kadar ısıtılmadığı takdirde ilk şekil belleğini tam olarak kaybetmemektedir. Isıtma sıcaklığı, 500°C’nin altında kaldığında geri dönüşüm ısıtılan sıcaklıkla ters orantılı olarak değişmektedir. Başka bir deyişle 500°C’nin altında kalan sıcaklıklarda, sıcaklık ne kadar yüksek olursa ilk bellek şekline geri dönüş o kadar az olmaktadır.

KAYNAKLAR

- Akgün, B. (2003), NiTi döner kök kanalı aletleri, Dentalife, sayı: 4, 14-22.
- Allafi, J.K., Dlouhy, A., Gunther, E., (2002), “Ni₄Ti₃ precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence on martensitic phase transformations”, *Acta Materialia*, 50: 4255-4274.
- Andreasen G.F., Fahl J.L., (1987), Shape Memory Alloys, In: Webster J.G. (ed.) *Encyclopedia of medical devices and instrumentation*, Vol 2, Wiley, New York, pp.15-20.
- Aran, A., (1993), *Metal Döküm Teknolojisi*, Birsen Yayınları, 80-83.
- ASM Metals Handbook, 9. Edition, Vol.3 properties and selection: stainless steels, tool materials and special-purpose Metals Titanium and titanium alloys, 352.
- Bhattacharya K., (1997) Theory of martensitic microstructure and the shape memory effect, In: (G. Airoldi, I.Müller and S. Miyasaki ed.) *Shape Memory Alloys: From Microstructure to Macroscopic Properties*, Trans Tech Publication.
- Bilçen, B., Bor, Ş., (2002) CuZnAlMnTiB Şekil Bellekli Alaşımların Mekanik Karakterizasyonu, 11. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 5-8 Haziran, s.429-435. METU, Ankara.
- Bor, Ş., (1998), Şekil Bellekli CuZnAl Alaşımlarının Üretimi ve Karakterizasyonu, TÜBİTAK Proje Raporu, MİSAG-72, Ankara.
- Dayı, N., Bilçen B. ve Bor, Ş., (2002), Isıl Döngünün CuZnAlMnTi Şekil Bellekli Alaşımların Dönüşüm Sıcaklıklarına Etkileri, 11. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 5-8 Haziran, s.382-387.
- Dilibal S., Güner E. ve Aktürk N. , (2002), “Three-finger SMA Robot Hand and Its Practical Analysis”, *Robotica Journal*, 20: 175-180.
- Dilibal S., Sönmez N. ve Dilibal H., (2003), “Nikel-Titanyum Şekil Bellekli alaşımlar ve Teknolojik Kullanım Alanları”, 3ncü Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu, 18-20 Ağustos, Ankara.
- Dilibal S., Tabanlı M. ve Dikicioğlu A., (2004), ”Development of shape memory actuated ITU Robot Hand and its mine clearance compatibility”, *Journal of Materials Processing Technology*.
- Duan B., (2001), Suppression of composite panel vibration under combined aerodynamic and acoustic excitations at elevated temperatures using shape memory alloy, Ph. D. Thesis, Aerospace Engineering, Old Dominion University.
- Duerig, T.W., Melton K.N., Stoeckel D. ve Wayman C.M., (1990), *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, Butterworth-Heinemann, pp.10.
- Esen, Z., Ögel, B. ve Bor, Ş., (2002), Bakır Bazlı Şekil Bellekli Alaşımların Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretilmesi, 11. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 5-8 Haziran, s.1637-1642.
- Frenzel, J., Zhang, Z., Neuking, K. ve Eggeler G., (2004), “High quality vacuum induction melting of small quantities of NiTi shape memory alloys in graphite crucibles”, *Journal of Alloys and Compounds* 385: 214-223
- Ho, K., Carman G.P., Jardine P., (1999), Sputter deposition of NiTi thin film exhibiting the SME at room temperatures, *SPIE Proceedings, Smart Mat. Tech.*, New Port, CA.

- Huang, W.D., Gao, X.Y., Loo, B.K., He, L.M., Ngoi, B.K.A., (2002), Micro-gripper using two way NiTi shape memory alloy thin sheet, *Materials Science Forum* Vols. 394-395, 87-90.
- Ikuta, K., (1990), Micro/Miniature Shape Memory Alloy Actuator, *Proc. International Conference on Robotic and Automation*, pp2156-2161.
- Funakubo, H., (1987), *Shape Memory Alloys*, Goldon and Breach Science Publishers, New York.
- Gilbertson R.G., (2000), *Muscle Wires Project Book*, Mondo-tronics Inc., USA.
- Guangbin R., Wang J., Ke W. and Han E., (2002), "Time dependent deformation behaviour of TiNi shape memory alloy", *Materials Science Forum*, Vols 394-395, pp. 333-336.
- Janocha, H., (1999), *Adaptronics and smart structures*, Springer, Germany.
- Liu, L.H., Yang H., Wang L.M. and Zheng Y.F., (2002), Recent Development of the SMA Industry in China, *Materials Science Forum*, Vols 394-395, pp. 293-296.
- Massalski T.B., Okamoto H., Subramanian P.R. et al., (1990), *Binary Alloy Phase Diagrams*, 2nd ed., Vol 3, ASM International Materials Park, OH, pp.2874.
- Matsumoto O. et al., (1987), "Crystallography of martensitic transformation in Ti-Ni single crystals", *Acta Metallurgica*, Vol 35, No 8, pp 2137.
- Miao, W., Mi, X., Zhu M., Guo, J. And Kou Y., (2002), Effect of Surface Preparation on Mechanical Properties of a NiTi Alloy, *Materials Science Forum*, Vols 394-395, pp. 173-176.
- Mihalcz, I, (2001), Fundamental characteristics and design method for Nickel Titanium shape memory alloys", *Periodica polytechnica Ser. Mech. Eng.*, Vol.45, No:1, pp:75-85.
- Miyazaki S., Otsuka K.,(1984), "Mechanical behaviour associated with the premartensitic rhombohedral-phase transition in a $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$ alloy", *Philosophical Magazine A*, Vol:30, No:3, 393-408.
- Miyasaki S., Otsuka K., (1986), "Deformation and transition behavior associated with the R-phase in Ti-Ni alloys", *Metallurgical Transactions*, Vol. 17A.
- Otsuka K., Sawamura T. and Shimizu K., (1971), *Phys. Stat. Sol.*, 5, pp. 181-192.
- Otsuka K., Wayman C.M., (1998), *Shape Memory Materials*, Cambridge University Press, UK.
- Otsuka, K., Kakeshita, T., (2002), Science and technology of shape-memory alloys: New developments, *MRS Bulletin*, February, pp. 91-100.
- Otubo J., Rigo O.D., Neto C.M., Kaufman M.J. ve Mei P.R., (2004), "Low carbon content NiTi shape memory alloy produced by electron beam melting", 7
- Rao G., Wang J., Ke W. And Han E., (2002), Time-dependent Deformation Behaviour of NiTi Shape Memory Alloy, *Materials Science Forum*, Vols 394-395, pp. 333-336.
- Rigo O.D., Otubo, J., Neto, M.C. ve Mei P.R.,(2005),"NiTi SMA production using ceramic filter during pouring the melt", *Journal of Materials Processing Technology*162-163: 116-120.
- Roch, I., (2001), *Potentialité d'intégration des alliages à mémoire de forme en film mince dans les micro systèmes*, Ph.D. Thesis, University of Lille.
- Sandrock G.D. et al, (1971), "The premartensitic Instability in near-equiatomic TiNi", *Metallurgical Transactions*, Vol 2.

- Selimbeyoğlu, E., (1986), Shape Memory Effect in a CuAlNi, M.Sc.Thesis, Boğaziçi University, İstanbul.
- Selimbeyoğlu E., (1992), Design of shape memory alloy actuators, Ph. D. Thesis, ODTÜ, Ankara.
- Suzuki Y., (1998), Shape Memory Materials, Cambridge University Press, pp.193
- Tabanlı, R.M., (2000), Fatigue and fracture of Nickel-Titanium, PhD Thesis, University of Miami, Mechanical Engineering, Florida.
- Tarhan, E., Bor, Ş., (2002), CuAlNiMn Alaşımlarında Kritik Dönüşüm Sıcaklıklarının DSC Yöntemiyle Belirlenmesi ve Isıl Döngü Etkileri, 11. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 5-8 Haziran, s.369-375.
- Telli, Ş.M. (2004), Characterization of NiTi shape memory alloy films produced by magnetron sputtering, Yüksek lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- Turner, L.T., (2001), Thermomechanical Response of Shape Memory Alloy Hybrid Composites, NASA, TM-2001-210656.
- Xu, J., Guo, J., Wang, D. And Cui, L., (2002), A study of the wear behaviour of TiNiCu shape memory alloy, Materials Science Forum, Vols 394-395, pp. 357-360.
- Zhang Z.,Frenzel J., Neuking K. ve Eggeler G., (2005), “On the reaction between NiTi melts and crucible graphite during vacuum induction melting of NiTi shape memory alloys”, Acta Materialia 53: 3971-3985.
- Wu S.K., Lin, H.C. and Yang, C.H., (2002), The Slurry Erosion Characteristics of Precipitation-hardened TiNi Shape Memory Alloy, Materials Science Forum, Vols 394-395, pp. 346-352.

İNTERNET KAYNAKLARI

www.sma-inc.com

ÖZGEÇMİŞ

Doğum Tarihi 23.09.1973

Doğum Yeri Tokat / Reşadiye

Lise 1987-1991 Işıklar Askeri Lisesi

Lisans 1991-1995 Kara Harp Okulu
Sistem Mühendisliği Programı

Yüksek Lisans 1996-1999 Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Endüstri Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans 2001-2003 İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Savunma Teknolojileri Anabilim Dalı
Malzeme Tasarımı ve İmalatı Programı

Doktora 2002-2005 Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalı
Malzeme Programı

Çalıştığı Kurumlar

1996-1998 Topçu ve Füze Okulu Komutanlığı

1998-1999 Bosna-Hersek NATO SFOR Türk Barış Gücü
Komutanlığı

1999-2001 Tunceli İl Güvenlik Komutanlığı

2001-2004 Kıbrıs Türk Barış Kuvvetleri Komutanlığı

2004- Kuleli Askeri Lisesi Komutanlığı