

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

NİTi ALAŞIMININ MİKROYAPI VE FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNE
BASINÇ ETKİSİNİN İNCELENMESİ

ZÜLKÜF YILDIRIM

Danışman: Doç. Dr. Cengiz TATAR

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİMDALI

ELAZIĞ 2014

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

NİTi ALAŞIMININ MİKROYAPI VE FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNE
BASINÇ ETKİSİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ
ZÜLKÜF YILDIRIM
(112114102)

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 29.05.2014

Tezin Savunulduğu Tarih: 13.06.2014

Tez Danışman: Doç. Dr. Cengiz TATAR

Diğer Jüri Üyeleri: Prof. Dr. Sefa KAZANÇ

: Yrd. Doç. Dr. Canan AKSU CANBAY

HAZİRAN-2014

ÖNSÖZ

Bu Yüksek Lisans Tez çalışmasının her aşamasında bilgi ve görüşlerinden faydalandığım, maddi ve manevi desteğini hiçbir zaman esirgemeyen yüksek lisans tez danışmanım Doç. Dr. Cengiz TATAR'a içtenlikle teşekkür ederim. Tez çalışmasında kullandığım numunelerin DSC ölçümlerinin alınmasında değerli zamanını ayırıp yardımcı olan sayın hocam Yrd. Doç. Dr. Fethi DAĞDELEN'e teşekkür ederim. Ayrıca, çalışmalarımda bana yardımcı olan Arş. Gör. Dr. Ömer KAYGILI hocama da teşekkür sunarım.

Bu tez çalışması, Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi FÜBAP tarafından **FÜBAP FF 13.09** numaralı proje olarak desteklenmiştir

Zülküf YILDIRIM

ELAZIĞ-2014

İÇİNDEKİLER	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ	II
İÇİNDEKİLER.....	III
ÖZET	V
SUMMARY	VI
ŞEKİLLER LİSTESİ	V
TABLolar LİSTESİ	IX
SİMGELER LİSTESİ.....	X
SEMBOLLER LİSTESİ	XI
1. GİRİŞ.....	1
2. ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR VE ŞEKİL HATIRLAMA ÖZELLİĞİ ...	3
2.1. Şekil Hatırlama Özelliği ve Martensit Faz Dönüşümü	3
2.2. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Süperelastik Özelliği	9
2.3. Şekil Hatırlama Özelliği Gösteren Alaşımlar	12
2.4. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Makroskobik Davranışları	13
2.4.1. Tek Yönlü Şekil Hatırlama Etkisi	14
2.4.2. İki Yönlü Şekil Hatırlama Etkisi	15
2.5. Martensit Dönüşüme Dış Zorun Etkisi	15
3. NİKEL-TİTANYUM ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR VE KULLANIM ALANLARI	17
3.1. Nikel-Titanyum Alaşımının Genel Özellikleri	17
3.3. Nikel-Titanyum Şekil Hatırlamalı Alaşımının Kristal Yapısı	19
3.4. Nikel-Titanyum Alaşımın Karakterizasyonu.....	20
3.5. Nikel-Titanyum Alaşımının Martensit Dönüşümü.....	21
3.6. Nikel-Titanyum Alaşımlarının Kullanım Alanları.....	22
3.6.1. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Endüstriyel Uygulamaları	22
3.6.2. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Tıp Uygulamaları.....	25
4. MATERYAL VE METOT.....	28
4.2. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçümleri	28
4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	30
4.4. Mikrosertlik Ölçümleri.....	32
5. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	33

5.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizleri	33
5.1.1. Aktivasyon enerjisinin hesaplanması	42
5.2.Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizleri.....	44
5.2.1. Basıncısız Numune Analizi	44
5.2.2. Z2 basınçlı Numune Analizi	47
5.2.3. Z5 basınçlı Numune Analizi	49
5.3. Mikro Sertlik Ölçümleri	51
6. SONUÇLAR	52
7. KAYNAKLAR	54
ÖZGEÇMİŞ	58

ÖZET

Bu tez çalışmasında, çapı 3,5 mm olan tel şeklinde (Ni %44,74 Ti at.) şekil hatırlamalı alaşım küçük parçalar halinde kesildi. Kesilen numunelerin hepsi aynı standartlara getirildikten sonra biri basınçsız, diğer 5 numuneye ise farklı oranlarda basınç uygulandı. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yardımı ile alaşımın martensit ve austenit faz dönüşüm sıcaklıkları belirlendi. Alaşımın faz dönüşüm sıcaklıkları uygulanan basınçla değişti. Numunelerin yüzey morfolojilerinin belirlenmesi ve görüntü alınan bölgelerdeki elementlerin miktarlarının belirlenmesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı X-ışını (EDX) analizleri yardımı ile gerçekleştirildi. Basıncın, numune yüzeyinde oluşan tane sınırları üzerine etkisi araştırıldı. Basıncın tane sınırlarına olan etkisi gözlemlendi. Numune üzerine uygulanan basıncın arttıkça numune yüzeyinde oluşan tane sınırlarının arttığı gözlemlendi. Numunelerin sertliğinin nasıl değiştiğini araştırmak için sertlik ölçümleri yapıldı. Yapılan ölçümlerde numunelere uygulanan basıncın artmasıyla sertlik değerinin arttığı belli basınç değerinden sonra sertliğin düştüğü gözlemlendi.

Anahtar kelimeler: NiTi şekil hatırlamalı alaşım, Entalpi, Aktivasyon enerjisi, Basınç

SUMMARY

INVESTIGATION OF PRESSURE EFFECT ON MICROSTRUCTURE AND PHYSICAL PROPERTIES OF NiTi ALLOY

In this study, diameter 3.5 mm wire form (Ni %44,74 Ti at.) shape memory alloys was cut into small pieces. After all brought to the same standards the cut samples was applied in different ratios pressure one unpressurized other 5 samples. Differential scanning calorimetry (DSC) with the alloy was determined martensite and austenite phase transformation temperature. The phase transformation temperatures of the alloy have changed with the applied pressure. Determination of the surface morphology of the samples received and the image areas to determine the amounts of the elements was carried out with scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray (EDX) analysis. The effect of pressure on the grain boundaries was observed. Increasing the pressure applied on the sample was observed to increase grain boundary formed on the surface. To investigate the changes were measured in the stiffness of the sample stiffness. The measurements carried out by increasing the pressure applied to the samples after a certain pressure value has increased observed hardness drops.

Key Words: NiTi shape memory alloy, activation energy, Entalpy, Pressure

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 2.1. (a) Austenit (kübik) ve (b) martensit yapı (monoklinik) [11].	4
Şekil 2.2. Şekil hatırlamalı alaşımların faz dönüşüm sıcaklıkları ve oluşan histerezis bölgesi.	5
Şekil 2.3. Şekil hatırlamalı alaşımlarda şekil hatırlama etkisi [14].	6
Şekil 2.4. a) izotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.	8
b) atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi	8
Şekil 2.5. a) Kayma ile yerleşme, b) İkizlenme ile yerleşme [10]	9
Şekil 2.6. Şekil hatırlamalı alaşımlarda süperelastik özellik gösteren bölge	10
Şekil 2.7. Şekil hatırlamalı alaşımlarda süperelastik özellik	11
Şekil 2.8. Şekil hatırlamalı alaşımlarda şekil hatırlama olayının gösterimi	14
Şekil 2.9. Tek yönlü şekil hatırlama etkisi	14
Şekil 2.10. İki yönlü şekil hatırlama etkisi	15
Şekil 2.11. Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç tip deformasyon biçiminin şematik olarak gösterimi	16
Şekil 3.1. NiTi alaşımının faz diyagramı	19
Şekil 3.2. (a) Martensit dönüşüm öncesi kristal yapı (b) Martensit dönüşüm sonrası kristal yapı	20
Şekil 3.3. İkili Ti-Ni alaşımında Ni oranına göre martensit dönüşüm sıcaklığındaki değişim	21
Şekil 3.4. Hidrolik boru bağlama bileziği olarak nitinolun kullanılması [36]	23
Şekil 3.5. NiTi alaşımın süperelastik özelliği kullanılarak gözlük çerçevesi [10]	23
Şekil 3.6. Otomatik yağ seviyesi ayarlama parçası [32]	24
Şekil 3.7. Otomatik yağ seviyesi ayarlama parçasının kullanıldığı dişli kutusu [32]	24
Şekil 3.8. NiTi teller kullanılarak tasarlanan Squito robot böcek [10]	25
Şekil 3.9. Heykeltraş Olivier Deschamps tarafından yapılan kadın ve bebek figürü	25
Şekil 3.10. NiTi alaşımının ortodontik alanda kullanımı	26
Şekil 3.11. Damarlardaki tıkanma sorunlarının çözümü için yapılmış NiTi stent	27
Şekil 3.12. NiTi şekil hatırlamalı alaşımın kemikleri birleştirilmesinde kullanılması	27
Şekil 4.1. h ; pik yüksekliği, w ; 1/2 yükseklikteki pik genişliği ve M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} , A_f dönüşüm sıcaklıkları olmak üzere martensit(M)→austenit(A) ve A→M dönüşümlerinin şematik DSC eğrisindeki tanımları [37]	29

Şekil 4.2. Elektron-numune etkileşmesi sonucu oluşan ışınlar ve elektronlar.....	30
Şekil 4.3. Elektron-numune etkileşmesi.....	31
Şekil 4.4. Vickers sertlik deneyinin şematik gösterimi	32
Şekil 5.1. 10 °C/dk ısıtma hızı ile Z1 numunesi için için DSC eğrileri.....	33
Şekil 5.2. 10 °C/dk ısıtma hızı ile Z2 numunesi için için DSC eğrileri.....	34
Şekil 5.3. 10 °C/dk ısıtma hızı ile Z1, Z2, Z3, Z4, Z5 ve Z6 numunelerine ait dönüşüm... sıcaklıklarının uygulanan basınçla değişim grafiği	34
Şekil 5.4. 20 °C/dk ısıtma hızı ile Z1 numunesi için DSC eğrileri.....	36
Şekil 5.5. 20 °C/dk ısıtma hızı ile Z2 numunesi için DSC eğrileri.....	36
Şekil 5.6. 20 °C/dk ısıtma hızı ile Z1, Z2, Z3, Z4, Z5, Z6 numunelerine ait dönüşüm sıcaklıklarının uygulanan basınçla değişim grafiği	37
Şekil 5.7. Z1 numunesinin farklı tarama hızlarından alınmış DSC ölçümleri	38
Şekil 5.8. Z2 numunesinin farklı tarama hızlarından alınmış DSC ölçümleri	39
Şekil 5.9. Farklı ısıtma hızları için uygulanan basıncın entropiye karşı grafiği.....	40
Şekil 5.10. $\ln (\beta / A_p^2)$ 'nin $1000/A_p$ ' ye karşı grafiği.....	42
Şekil 5.11. Numuneye uygulanan basınç ile aktivasyon enerjisinin değişim grafiği.....	43
Şekil 5.12 Z1 numunesinin yüzey yapısını gösteren SEM görüntüsü a) 500X büyütme b) 1000X büyütme c) 2500X büyütme d) 5000X büyütme	45
Şekil 5.13 Z1 numunesinin şekil 5.12 (a) 'da gösterilen yüzeyin tüm bölge EDX spektrumu	46
Şekil 5.14 Z1 numunesinin şekil 5.12 (c) 'de gösterilen yüzeyin EDX spektrumu	46
Şekil 5.15. Z2 numunesinin yüzey yapısını gösteren SEM görüntüsü a) 500X büyütme b) 1000X büyütme c) 2500X büyütme d) 5000X büyütme	47
Şekil 5.16. Z2 numunesinin şekil 5.15 (a) 'da gösterilen yüzeyin tüm bölge EDX spektrumu.....	48
Şekil 5.17. Z2 numunesinin şekil 5.15 (b) 'de gösterilen yüzeyin EDX spektrumu.....	48
Şekil 5.18. Z5 numunesinin yüzey yapısını gösteren SEM görüntüsü a) 500X büyütme b) 1000X büyütme.....	49
c) 2500X büyütme d) 5000X büyütme	49
Şekil 5.19. Z5 numunesinin şekil 5.18 (a) 'da gösterilen yüzeyin tüm bölge EDX spektrumu.....	50
Şekil 5.20. Z5 numunesinin şekil 5.18 (c) 'de gösterilen yüzeyin EDX spektrumu	50
Şekil 5.21. Vickers sertliğinin basınca göre grafiği	51

TABLÖLAR LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 2.1. Martensit dönüşüm tiplerinin genel karakteristikleri.....	9
Tablo 2.2. Bazı şekil hatırlamalı alaşımların bileşimi, martensit dönüşüm sıcaklıkları ve sıcaklık histerezisleri.....	12
Tablo 3.1. Ni-Ti şekil hatırlamalı alaşımların özellikleri	18
Tablo 4.1. Uygulanan basınçlara göre numunelerin isimlendirilmesi	28
Tablo 5.1. 10 °C/dk ısıtma hızı ile Z1, Z2, Z3, Z4, Z5 ve Z6 numunelerine ait dönüşüm sıcaklıkları.....	35
Tablo 5.2. 20 °C/dk ısıtma hızı ile Z1, Z2, Z3, Z4, Z5, Z6 numunelerine ait dönüşüm sıcaklıkları.....	37
Tablo 5.3. 10 °C/dk ısıtma hızı ile denge sıcaklığı, entalpi ve entropi değerleri	40
Tablo 5.4. 20 °C/dk ısıtma hızı ile denge sıcaklığı, entalpi ve entropi değerleri	40
Tablo 5.5. Basınçsız ve basınç uygulanmış numunelerin farklı ısıtma hızlarıyla alınmış DSC değerleri.	41
Tablo 5.6. Uygulanan basınçla aktivasyon enerjisindeki değişimi.....	43
Tablo 5.7. Z1 numunesinin tüm bölge ve belirtilen bölge için EDX spektrum sonuçları ..	46
Tablo 5.8. Z2 numunesinin tüm bölge ve belirtilen bölge için EDX spektrum sonuçları ..	48
Tablo 5.9. Z5 numunesinin tüm bölge ve belirtilen bölge için EDX spektrum sonuçları ..	50
Tablo 5.10. Numunelerin vickers sertliği	51

SİMGELER LİSTESİ

M_s: Martesit başlama sıcaklığı

M_f: Martensit bitiş sıcaklığı

M_p: Martensit pikin maksimum sıcaklığı

A_s: Austenit başlama sıcaklığı

A_f: Austenit bitiş sıcaklığı

A_p: Austenit pikin maksimum sıcaklığı

DSC: Diferansiyel Taramalı Kalorimetresi

SEM: Taramalı Elektron Mikroskobu

EDX: Enerji-Dağılımlı X-Işını spektrometresi

B2: Kübik

B19: Monoklinik

SEMBOLLER LİSTESİ

$\Delta H^{M \rightarrow A}$: Martensit-austenit entalpi değişimi

$\Delta S^{M \rightarrow A}$: Martensit-austenit entropi değişimi

T_o : Denge sıcaklığı

β : Isıtma hızı

E_a : Aktivasyon enerjisi

R : Evrensel gaz sabiti

1. GİRİŞ

Şekil hatırlamalı alaşımların, sıcaklığın değiştirilmesi ve alaşıma basınç uygulanması ile şekillerini değiştirmesi, ters dönüşümle tekrar orijinal şeklini alabilme yeteneğinden dolayı günümüz endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Şekil hatırlama olayı çok farklı özellikte numune hazırlayabilme yolunu açmakla birlikte bu alaşımların kullanım yerleri itibarıyla oldukça geniş bir yelpazeyi kapsamaktadır [1,2].

Şekil hatırlama olayı, ilk kez AuCd alaşımlarında 1932 yılında Chang ve Read tarafından gözlenmiş, 1938 de söz konusu yapısal dönüşüm pirinç malzemedede olduğu görülmüştür. 1951 yılında ise AuCd alaşımlı bir çubukta gözlenen şekil hatırlama olayından sonra 1962 de Buehler ve arkadaşları tarafından eş-atomlu nikel titanyum alaşımlarında şekil hatırlama etkisini belirlemiştir. Şekil hatırlamalı alaşımlar, 1960 ve 1970'lerde nikel ve bakır esaslı şekil hatırlamalı 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. Sonuç itibarıyla, şekil hatırlamalı alaşımların birçok özelliğinden dolayı hem ticari kullanımlarına, hem de metalürjik araştırmalarına hız verilmiştir. Şekil hatırlamalı alaşımlarında, yüksek sıcaklık fazından düşük sıcaklık fazına geçerken martensit dönüşüm gözlenir. Sonuç olarak, metal ve alaşımlardan farklı niteliklere sahip olan şekil hatırlamalı alaşımlarında; şekil hatırlama etkisi ve süperelastiklik gibi eşsiz ve üstün özellikler açığa çıkar [3]. Martensit dönüşümler genel olarak, austenit faz olarak adlandırılan dönüşüm öncesi kristal yapının dışarıdan sıcaklık, zor veya her iki etkinin birlikte uygulanmasıyla yeni faz olan martensit yapıya dönüşmesiyle gerçekleşir. Martensit kristal yapısının hem iç ikizlenmeleri ve kusurları hem de farklı kristal yapıları kapsadığı anlaşıldıktan sonra, birçok malzemedede termoelastik martensit dönüşümünün incelenmesi ve sonuçta termoelastik davranışın genel bir tanımını yapmak mümkün olmuştur [4,5].

Şekil hatırlamalı alaşımlar sahip oldukları üstün özellikleri sayesinde kısa zamanda endüstriyel alanda kullanımları yaygınlaşmıştır. Endüstrinin gelişim süreci içerisinde ürünlerin üretilmesi veya geliştirilmesinde daha esnek, hafif ve minyatürleşme yönünde bir eğilime gidilmiştir. Bu nedenle şekil hatırlamalı alaşımların deformasyonlar sonucunda alaşımların minimum iş yaparak önceki şekline geri dönebilmesinin yanında faz dönüşümleri

sırasında ürettiği güç üretimi ile birlikte güç/ağırlık oranının diğer iletim oranlarından büyük olması endüstriye yeni bir bakış açısı sunmuştur [6]. Bu alaşımların sahip olduğu bu özelliklerin anlaşılması ve bir değerlendirme yapılarak uygun tasarımların oluşturulabilmesi için malzemenin yapısı hakkında birçok araştırmacı tarafından incelenmiştir. Bu araştırmaların büyük bir çoğunluğu mikro yapısının incelenerek deformasyon uğramış alaşımın uygun ısı prosedürleri ile eski şekline dönmesi esnasında yapısında meydana gelen farklı kristal yapıların durumunun anlaşılması üzerine yoğunlaşmıştır [7].

2. ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR VE ŞEKİL HATIRLAMA ÖZELLİĞİ

Şekil hatırlama özelliği ve süperelastik özellik, şekil hatırlamalı alaşımların en önemli iki termomekanik özelliğidir. Şekil hatırlamalı alaşımlar, uygulanan dış etkenlerden dolayı bozulan geometrisinin, uygun bir ısıtma işlemine maruz bırakılarak eski şekline veya boyutuna geri döndürülebilen malzemelerdir. Bu malzemeler kristal yapılarında meydana gelen martensit ve austenit faz dönüşümleri sonucunda şekil değişimi yapabilirler. Yüksek sıcaklıkta austenit fazında olan malzeme, düşük sıcaklıkta martensit yapıya sahip olduktan sonra üzerine uygulanan kuvvet altında şekil değiştirir (deformasyon) ve daha sonra tekrar ısıtıldığında yüksek sıcaklık fazı olan austenit fazına geçerek deformasyon öncesi orijinal şekline döner. Sadece ısıtılması sonucunda eski şekline dönebilenler “tek yönlü” şekil hatırlamaya sahip malzemeler olarak tanımlanırken, hem düşük hem de yüksek sıcaklıktaki şekillerine geri dönüş yapabilenleri “çift yönlü” şekil hatırlamalı malzemeler olarak tanımlanmaktadır [8].

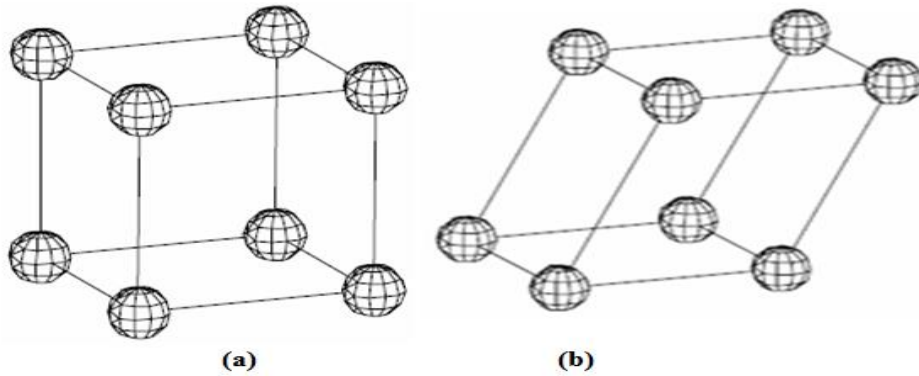
2.1. Şekil Hatırlama Özelliği ve Martensit Faz Dönüşümü

Bazı alaşımların, sıcaklık ve zorun etkisi ile şekil değiştirdiğinin 1930’lardan sonra farkına varılmasıyla, bu alanda bilimsel çalışmalara başlanmıştır. 1932 yılında Altın-Kadmiyum (AuCd) alaşımında yapılan ısıtma işlemleri esnasında farkına varılan büyük oranda şekil değişiminin belli sıcaklık aralıklarında olduğu görülmüştür. Bu özellik ilerleyen yıllarda başka birçok alaşımda, özellikle bakır ve nikel esaslı alaşımlarda, en belirgin olarak da Nikel-Titanyum (NiTi) alaşımında görülmüştür. Bu alaşımlara yüksek miktarda kalıcı şekil değişimi uygulandığında, alaşımın belirli bir sıcaklığa çıkarılmasıyla ilk şekline geri dönmesi, şekil hatırlamalı alaşım kavramını ortaya çıkarmıştır. Şekil hatırlamalı alaşımlarda, yüksek sıcaklık fazından düşük sıcaklık fazına gerçekleşen martensit faz dönüşümü gözlenir [3].

Metal ve alaşımların içyapılarında meydana gelen değişimlerin anlaşılmasına öncülük eden martensit faz dönüşümü, ilk olarak Alman metalurjist A. Martens tarafından demir alaşımlarda gözlenmiştir. Daha sonra yapılan çok sayıda araştırma ile büyük bir gelişmeye sahip olan martensit dönüşümleri, demir alaşımların yanı sıra geniş çapta bakır bazlı alaşımlarda ve metalik özellik taşımayan bazı maddelerde de gözlenmiştir.

Malzeme deforme edildiğinde, martensit tabakaların konfigürasyonunda iç değişimler meydana gelmektedir. Martensit dönüşümler, alaşımlarda kesme gibi mekanizmalarla oluşur. Ürün faz içerisinde dislokasyonlar, ikizlenmeler ve istiflenme kusurları gibi örgü kusurları meydana gelir. Şekil hatırlamalı alaşımlarda gözlenen martensit dönüşümler, uygulanan zor, sıcaklık, manyetik alan gibi etkilere bağlı olarak tersinirlik gösterirler. Isıtma, manyetik alanın kaldırılması, kuvvetin kaldırılması gibi işlemlerle malzeme ilk haline martensit dönüşümle dönebilmektedir. Bu tersinirlik sebebiyle bu alaşımlar farklı mekanik özellikler gösterirler [9].

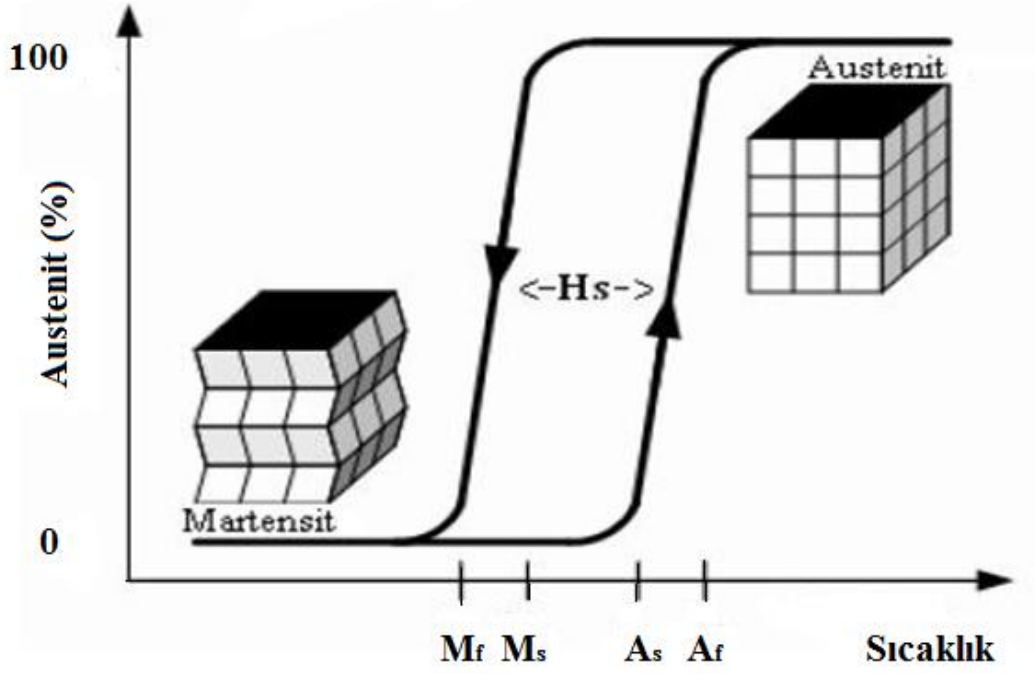
Martensit faz dönüşümü, difüzyonsuz bir katı hal faz dönüşümüdür. Bu dönüşüm termoelastik ve termoelastik olmayan martensit dönüşüm olmak üzere iki gruba ayrılabilir [3]. Şekil hatırlamalı alaşımlarda martensit dönüşümün termoelastik olması, alaşımda sıcaklığın düşmesi ile martensit faz bölgelerinin oluşması ve büyümesi, sıcaklığın artmasıyla da büyüme yönünün tam tersi yönde kaybolması olarak açıklanabilir. Şekil 2.1.'de gösterildiği gibi yüksek sıcaklık fazının (austenit fazı) kafes yapısı çoğunlukla kübiktir, martensit fazının kafes yapısı ise düşük simetri özelliği gösterir [10].



Şekil 2.1. (a) Austenit (kübik) ve (b) martensit yapı (monoklinik) [11].

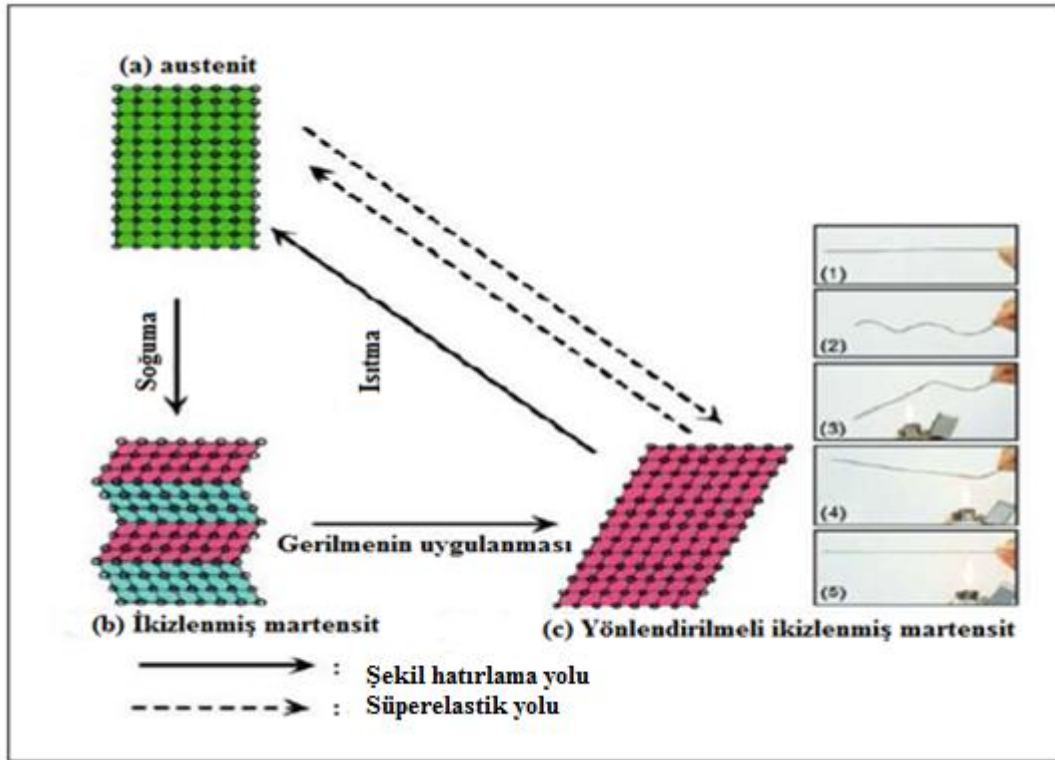
Şekil hatırlamalı alaşımlarda austenit ve martensit fazları arasındaki dönüşümler bir sıcaklık aralığında tamamlanmaktadır. Dönüşüm sırasında austenit fazı oluşumunun başladığı sıcaklık A_s , bittiği sıcaklık da A_f ile gösterilmektedir. Benzer şekilde, martensit fazı oluşumunun başladığı sıcaklık M_s , bittiği sıcaklık da M_f ile gösterilmektedir. Faz dönüşümlerinin başlangıç ve bitiş sıcaklıklarının farklı olmalarından dolayı dönüşüm sırasında “histerezis” bölgesi ortaya çıkar. Bu bölgenin şekli şekil hatırlamalı alaşımların kompozisyonuna göre değiştiği ve A_s - A_f ve M_s - M_f sıcaklıkları arasında alaşımların

martensit ve austenit fazlarını içeren karışık bir yapıya sahip oldukları gözlenmiştir (Şekil 2.2.) [12].



Şekil 2.2. Şekil hatırlamalı alaşımların faz dönüşüm sıcaklıkları ve oluşan histerezis bölgesi.

Kristal yapıli malzemelerde atomların düzgün ve sıralı halde dizilmeleriyle kafes yapıları ve birim hücreler ortaya çıkmaktadır. Malzemelerin mekanik veya termal gerilmeler altında kalmasıyla atom dizilmelerinde değişiklikler oluşur. Atom dizilişlerinin dislokasyonların hareket etmesiyle değil de, atom sıralarının belirli bir düzleme göre olan uzaklıklarına orantılı olarak ilerlemeleri sonucunda oluşan değişiklikler “ikizlenme” olarak bilinir. Şekil hatırlamalı alaşımlarda austenit fazının martensit fazına dönüşümü sırasında da “ikizlenmeler” ortaya çıkar. Ayrıca, martensit fazına mekanik yüklerin uygulanması sonucunda malzeme yapısı içerisindeki “ikizlenmeler” belli bir şekilde yönlendirilebilirler [13]. Dolayısıyla, “yönlendirmeli ikizlenmiş martensit” oluşumu şekil hatırlamalı alaşımlar için önemli bir deformasyon mekanizması olarak kabul edilmektedir. Şekil 2.3 ‘de bu deformasyon mekanizması şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Şekil hatırlamalı alaşımlarda şekil hatırlama etkisi [14].

Martensit, oldukça düşük bir gerilme değerinde dahi bir miktar deformasyon gösterecek şekilde kolaylıkla şekillendirilebilmektedir. Oysa yüksek sıcaklık fazı olan austenit daha fazla akma dayanımına sahip olduğundan, kolayca deforme edilemez. Austenit fazda iken harici bir ısıtma veya deformasyon ile geri kazanılabilir bir şekil değişimi sağlanamaz. Martensit dönüşümde difüzyonsuz olarak bir kristal yapıdan yeni bir kristal yapıya dönüşümle ayırıcı niteliği bulunur. Metaller, alaşımlar ve bileşiklerin çoğunda difüzyonsuz martensit dönüşümler gözlenmiştir. Martensit dönüşüm katılardaki bir katı-katı faz dönüşümünü ifade eder. Aynı zamanda bir örgü dönüşümü, kesme deformasyonunu ve atomik hareketini kapsar. Martensit dönüşüm, austenit faza dışarıdan uygulanan sıcaklık ve zorun ayrı ayrı veya birlikte martensit fazın elde edilmesi olayıdır.

Martensit dönüşümlerin genel karakteristikleri şu şekilde özetlenebilir [15].

- Martensit faz, ara bir katı çözüldür.
- Kristaldeki atomların dönüşüm öncesindeki komşulukları dönüşüm sonrasında da korunduğundan dolayı dönüşümde difüzyon yoktur.
- Sıcaklığın düşmesi ile plaka şekilli hızlı hacim dönüşümü mevcuttur.

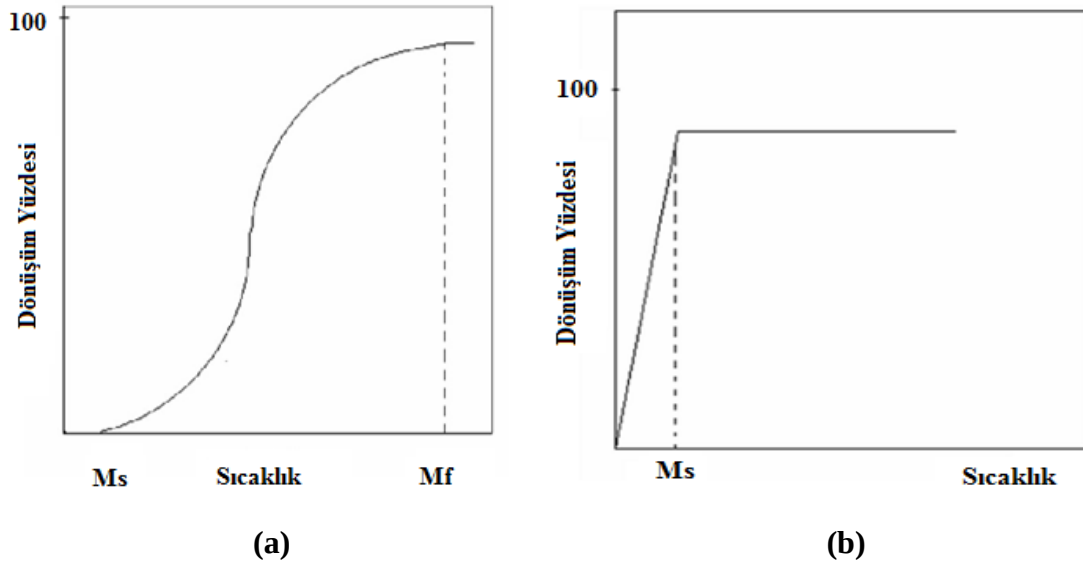
- Dönüşüm sınırlı bir şekil değişikliği ile meydana gelir. Dönüşümün soğuk deformasyon ile de desteklenmesi mümkündür.
- Ürün faz, ana faz üzerinde belirli düzlemlere yerleşir ve belirli yönelimlere sahiptir. Bu düzleme habit düzlemi denir. Bir martensit dönüşümde bozulmamış olarak kalan ve ana faz ile ürün fazı ayırtan düzlem, habit (alışkanlık, yerleşme) düzlemi olarak bilinir.
- Dönüşümde kristal örgü kusurları da oluşur.

Sıcaklık etkisiyle meydana gelen martensit dönüşümler, alaşım sistemlerine göre atermal veya izotermal olarak meydana gelir. Martensit dönüşümlerin izotermal veya atermal olması alaşımdaki kimyasal bileşenlerden bağımsızdır. Bu bağımsızlıktan dolayı alaşımda aynı anda izotermal ve atermal dönüşümün ikisi birden meydana gelebilir. Fakat meydana gelen dönüşümlerin bu iki tipi için dönüşüm sıcaklıkları buna bağlı olarak dönüşüm sonrası ürün yapıları farklıdır.

İzotermal martensit dönüşümlerde çekirdeklenme zamana bağlıdır. Yani oluşan çekirdeklenme sabit bir sıcaklıkta zamanla devam eder (Şekil 2.4. a). İzotermal martensit dönüşümlerde M_s sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda martensit kristalleri oluşabileceği gibi daha önce oluşanlarda hacimce büyüme gösterebilir. İzotermal reaksiyonlarda kritik adım çekirdeklenme olarak gösterilir. İzotermal martensit reaksiyonlarla oluşmuş tabakalar küçüktür ve austenit fazdaki dislokasyon duvarları sebebi ile martensit tabakalardaki büyüme durur. Böylece austenit yapı büyük bir tabaka halinde görünür [16].

Atermal özellik gösteren martensit faz dönüşümleri, çok kısa zaman aralığında ve austenit yapı içinde patlama şeklinde meydana gelir [17]. Termal etki ile oluşan martensit dönüşümlerde M_s den düşük sıcaklıklarda yeni patlamalar olabilir ama bir kez oluşan martensit yapı düşük sıcaklıklarda büyüme göstermez. (Şekil 2.4. b) Atermal özellik gösteren dönüşümlerin kinetik özellikleri;

- Dönüşüm miktarı zamandan bağımsızdır.
- Dönüşüm miktarı sıcaklığın fonksiyonudur.
- Dönüşüm hızı sıcaklığa bağlı değildir.
- Soğutma ile elde edilen ürün faz daha yüksek sıcaklıkta yeniden ana faza dönüşebilir [16].



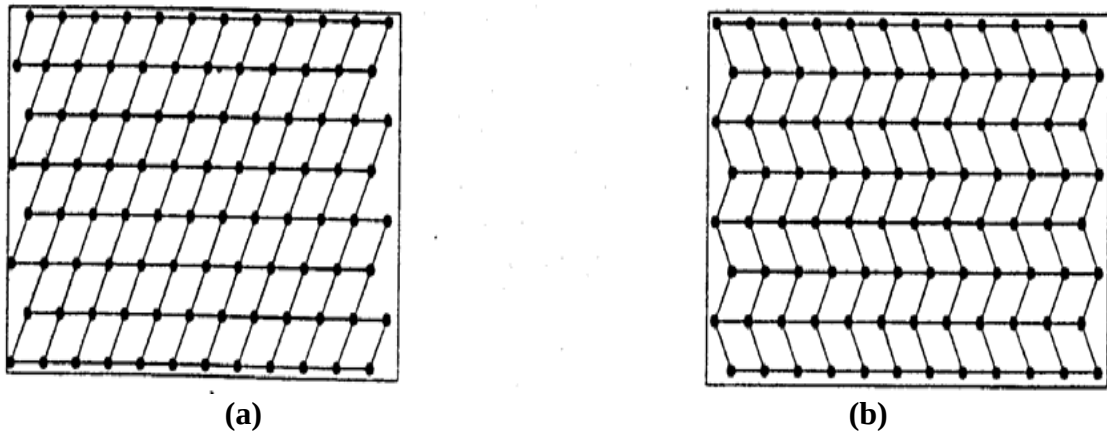
Şekil 2.4. a) izotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi
b) atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi

Martensit dönüşümler termoelastik ve termoelastik olmayan olmak üzere ikiye ayrılırlar. Termoelastik ve termoelastik olmayan martensit dönüşümlerinin genel karakteristikleri Tablo 2.1’ de gösterilmiştir. Atomik boyutta sıcaklığa bağlı austenit-martensit faz dönüşümü aynı zamanda termoelastik martensit faz dönüşümü olarak adlandırılır. Termoelastik martensit dönüşüm sırasında, sıcaklık düşürülürse martensit plakaları sürekli olarak oluşup büyürler. Aynı işlemin tersi olarak, eğer sıcaklık yükseltirirse plakalar kaybolmaya başlar. Burada dönüşümün gerçekleşebilmesi için ortam sıcaklığının değiştirilmesi veya dışardan bir yük uygulanması gerekmektedir. Termoelastik olmayan faz dönüşümü, soğutma işlemi sırasında ani bir patlama reaksiyonu ile atermal olarak ana faz içinde yayılarak gerçekleşmektedir [18]. Bunlardan oluşan martensit yapı sıcaklık düşüşüyle büyümeyiz, fakat yeni martensit bölgeleri oluşur [19]. Termoelastik dönüşümle oluşan martensit yapılar ise süreklilik göstererek sıcaklık düşüşüyle büyürler. Şekil hatırlama olayı gösteren termoelastik faz dönüşümlerinin genel özellikleri, düzenli bir yüksek sıcaklık fazından yani yüksek simetri fazından, kristalografik olarak tersinir bir termoelastik dönüşüm ile düşük sıcaklık fazına, dönüşümüdür [20]. Tüm şekil hatırlamalı alaşımları termoelastik faz dönüşümü sergilerler. Çünkü büyüme kinetikleri ve dar histerisiz, şekil hatırlama olayı için gereklidir [21].

Tablo 2.1. Martensit dönüşüm tiplerinin genel karakteristikleri

Tip	Çekirdeklenme	Büyüme	Kristal kusurları
Termoelastik faz dönüşümü	Soğutma etkisi	Sıcaklık düşüşüyle orantılı	Dönüşüm etkili
Termoelastik olmayan faz dönüşümü	Soğutmanın ani etkisi	Ani ve hızlı, soğutma hızından bağımsız	Dönüşüm etkili ve plastik deformasyonla

Termoelastik martensit dönüşümde austenit ve martensit fazları arasında habit düzlemi olarak bilinen bir invaryant düzlemi meydana gelir. Dönüşüm, habit düzleminin hareketiyle ve aynı kimyasal bileşim ve ana fazdaki atomik düzeni koruyarak atomların küçük uyumla hareket etmesi ile ilerler ve kristal yapıdaki değişime ek olarak habit düzlemdeki bir kesmeyle deformasyona sebep olur. Termoelastik martensit, dönüşümde plastik deformasyon ikiz oluşumu mekanizmasıyla meydana gelirken, bu durum şekil hatırlamalı alaşımlarda kayma mekanizmasıyla meydana gelir (Şekil 2.5.).

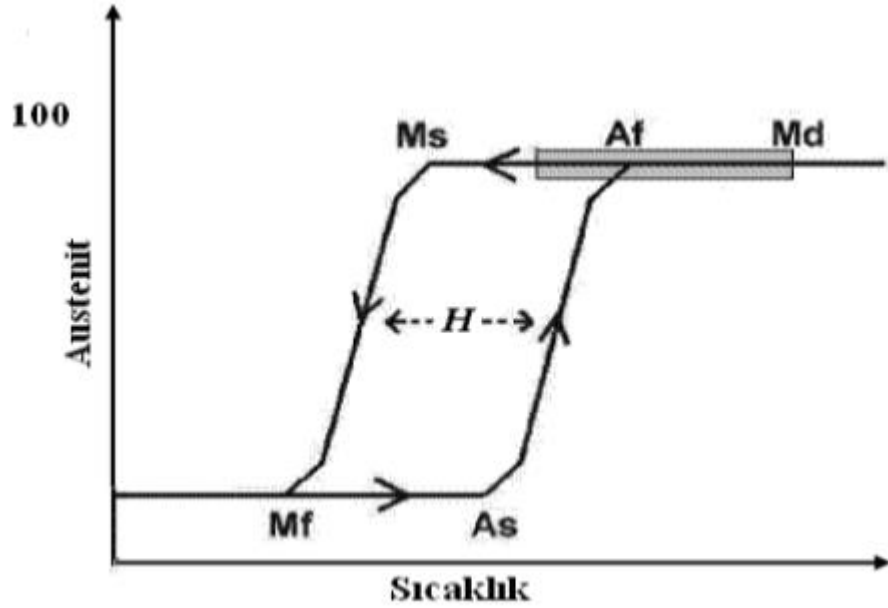


Şekil 2.5. a) Kayma ile yerleşme, b) İkizlenme ile yerleşme [10]

2.2. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Süperelastik Özelliği

Malzemelerin süperelastik özellik gösterebilmesi için martensit faz dönüşümünün gerçekleşebilmesi gerekmektedir. Şekil hatırlamalı alaşımların süperelastik özelliğinin kullanılabilmesi için alaşımın sıcaklığının austenit sıcaklığı üzerinde olması ön koşuldur. Bunu sağlamak için çoğunlukla endüstriyel uygulamalarda alaşımın oda sıcaklığında A_f

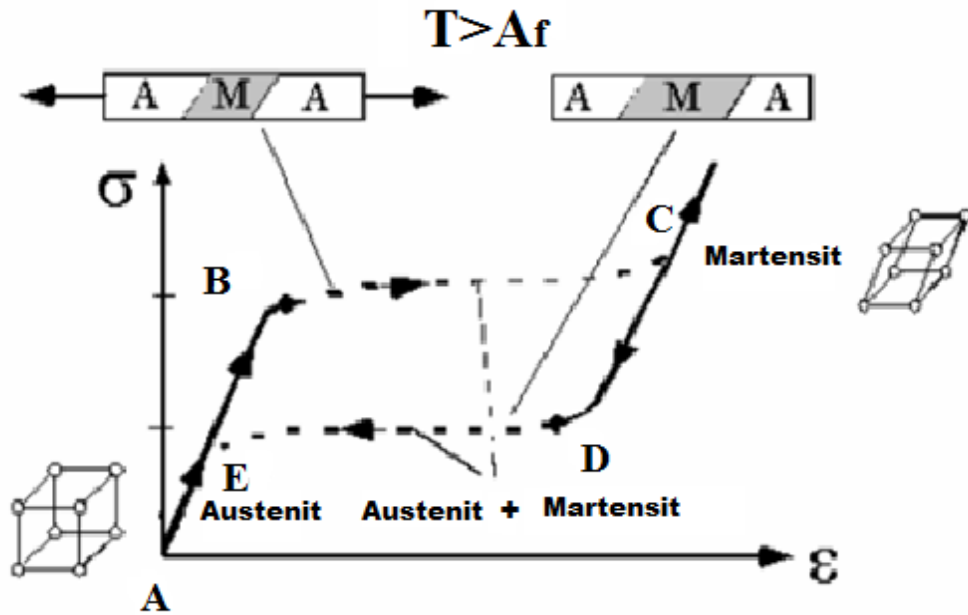
üzerinde bulunduğu durumlar tercih edilir. Alaşımların süperelastik özelliği kullanılması sonucu oluşturulan nikel-titanyum diş tellerinin A_f sıcaklığı -5 ile 10°C arasında bulunmaktadır. Böylece ağız içi kullanımlarda alaşım her zaman austenit sıcaklığı üzerinde bulunur. Şekil 2.6'da şekil hatırlamalı alaşımların süperelastik özellik gösterdiği $A_f - M_d$ (gerilmenin neden olduğu martensit) bölgesi gösterilmiştir [22].



Şekil 2.6. Şekil hatırlamalı alaşımlarda süperelastik özellik gösteren bölge

Soğutma sonucu elde edilen martensit fazın M_s sıcaklığında iken plastik zor uygulanıp soğutma işlemi yapılırsa, meydana gelen martensit fazın sıcaklığı M_s sıcaklığından daha büyük olan M_d sıcaklığına yükseldiği görülür. Bunun sonucunda A_f ile M_f arasında oluşan bölge süperelastiklik için en ideal bölgedir. Malzemelerde şekil değişimi makro açıdan incelendiğinde boy ve açı olmak üzere iki şekilde olduğu görülür. Makro ölçekten kafes yapının birim hücreleri mertebesine inildiğinde ise açı değişiminden bağımsız bir boy değişiminin gerçekleşmeyeceği anlaşılar. Bunun sebebi atomları bir arada tutan bağ kuvvetlerini aşabilmek ve dolayısıyla kırılmaya neden olabilmek için çok büyük kuvvetler gerekir. Küçük kayma gerilmeleri sadece kafes açılarının değişmesine neden olur. Gerilme kaldırılırsa şekil değişimi bir yay gibi geri gelir. Bu tür şekil değişimlerine elastik şekil değişimleri denir.

Alaşıma A_f sıcaklığı üzerinde sabit bir T sıcaklığında belirli bir gerilme uygulandığında Şekil 2.7.'de gerilme-birim şekil değiştirme diyagramında görüldüğü gibi bir eğri elde edilir. A-B arasındaki bölge elastik deformasyona aittir. B noktasından itibaren ilk martensit plakalar oluşmaya başlar. B-C arasında alaşımda martensit dönüşmüş oran artarak devam eder. C noktasına varıldığında martensit dönüşüm tamamlanmıştır. Bu noktadan itibaren gerilme arttırıldığında düşük oranda bir elastik deformasyondan sonra martensit plastik akma noktasına ulaşılır ve numune kopma gerçekleşinceye kadar plastik deformasyona uğrar. Alışım 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 martensit yapı oranı giderek azalarak ana faz oluşumu başlar. E-A arasında ana faza ait elastik geri dönüşümün olmasıyla toplam şekil değişimi giderilmiş olur [8].



Şekil 2.7. Şekil hatırlamalı alaşımlarda süperelastik özellik

Şekil hatırlamalı alaşımlarda martensit dönüşümünün A_f sıcaklığı üzerinde mekanik olarak sağlandığı faz dönüşümüne “gerilmenin neden olduğu martensit” denir. % 100 oranında austenit yapıdaki şekil hatırlamalı alaşım gerilmeye maruz bırakılarak, martensit dönüşümünün 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 [10].

2.3. Şekil Hatırlama Özelliği Gösteren Alaşımlar

Şekil hatırlamalı alaşımlarla ilgili bilinen ilk inceleme 1932 yılında Chang ve Read tarafından Au-Cd alaşımları üzerinde yapılmıştır. Yapılan çalışmada, alaşımların şekil değişimi döngüsü metalografik inceleme ve öz direnç değişimlerine dayanılarak açıklanmıştır. 46,5-50,0 (atomik %) Cd oranına sahip Au-Cd alaşımının martensit dönüşüm sıcaklığının 30°C ile 100°C arasında olduğu görülmüştür. 1938 yılında ise şekil hatırlama 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 hatırlama özelliği tespit edilmiştir. Tablo 2.2’de bazı şekil hatırlamalı alaşımların bileşimi, martensit dönüşüm sıcaklıkları ve sıcaklık histerizisleri gösterilmektedir [23].

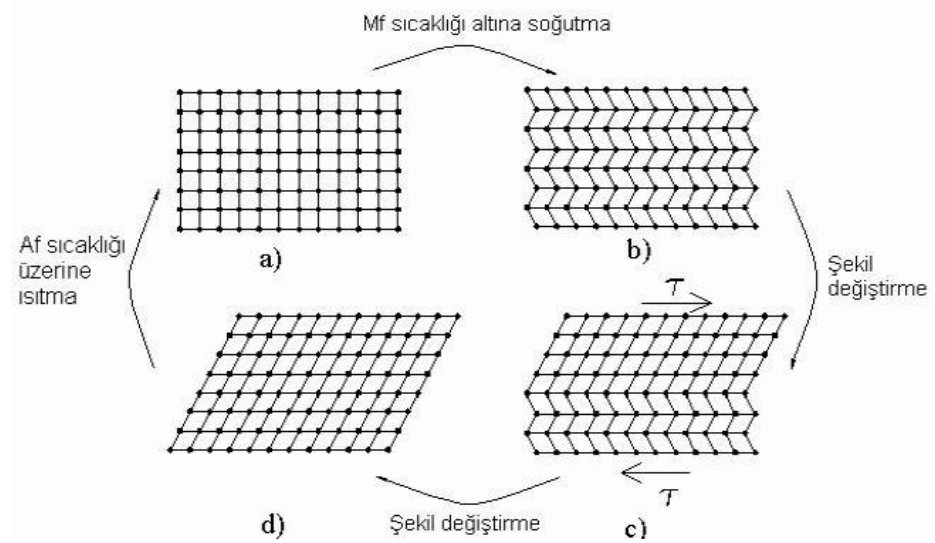
Tablo 2.2. Bazı şekil hatırlamalı alaşımların bileşimi, martensit dönüşüm sıcaklıkları ve sıcaklık histerizisleri

Alaşım	Atomik Bileşim Oranı	Martensit Dönüşüm Sıcaklığı	Histerezis A_f-M_s
Ag-Cd	% 44 / 49 Cd	-190 ile -50 arası	~ 15
Au-Cd	% 46,5 / 50,0 Cd	30 ile 100 arası	~ 15
Bakır Esaslı			
Cu-Zn	% 37,8 / 40,6 Zn	-180 ile -10 arası	~10
Cu-Au-Zn	%23~28 Au , %45~47 Zn	-140 ile 100 arası	~ 35
Cu-Al-Ni	% 14 Al , % 3,5 Ni (ağ.)	-150 ile 200 arası	~ 35
Cu-Sn	~ %15 Sn	-120 ile 30 arası	~10
Cu-Mn	% 5 / 35 Cu	-250 ile 180 arası	~ 25
Nikel Esaslı			
Ni-Ti	% 49-51 Ni	-50 ile 100 arası	~ 30
Ni-Al	% 36-38 Al	-180 ile 100 arası	~ 10
Demir Esaslı			
Fe-Mn-Si	% 32 Mn, % 6 Si	-200 ile 150 arası	~100
Fe-Pt	% 25 Pt	~ -130	~ 4
Fe-Pd	% 30 Pd	~ -100	

Şekil hatırlamalı alaşımların büyük bir kısmı, çok düşük sıcaklık dönüşüm aralığına sahip olması, yüksek üretim maliyetlerinin bulunması, düşük şekil hatırlama kapasitesinin olması gibi nedenlerden dolayı endüstriyel uygulamalarda tercih edilmemektedir. Endüstriyel uygulamalara en yatkın özellik gösteren şekil hatırlamalı alaşımlar bakır ve nikel esaslı alaşımlardır. Nikel esaslı alaşımların bakır esaslı alaşımlara göre daha yüksek oranda şekil hatırlama ve süperelastik özellik göstermesinden dolayı NiTi şekil hatırlamalı alaşımlar dünyada ticari açıdan en fazla ilgi uyandıran malzemelerden olmuştur. Bu konuda yapılan literatür araştırmaları, A.B.D., Japonya ve Çin başta olmak üzere birçok ülkede şekil hatırlamalı alaşımın üretimi ve endüstriyel kullanımları üzerine oldukça fazla çalışmanın yapıldığını göstermiştir [10].

2.4. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Makroskobik Davranışları

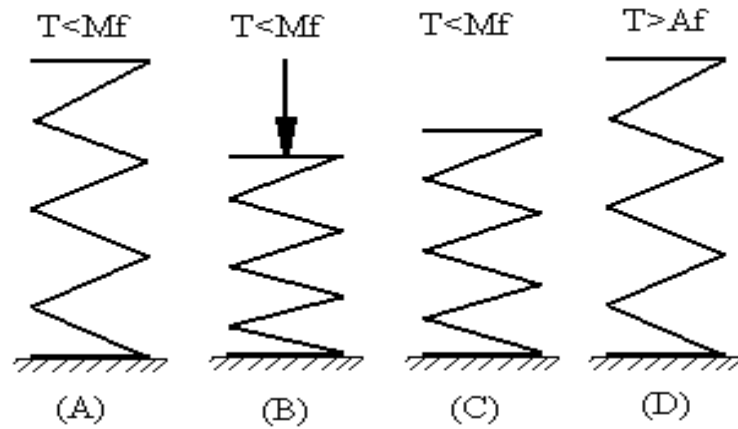
Şekil hatırlamalı alaşımlar (SMA) terimi, dışarıdan uygulanan etkilerden dolayı geometrisinin bozulduğu durumlarda uygun miktarda ısı uygulanarak, gerçek şekline veya boyutuna geri dönebilme yeteneğine sahip metalik malzemelerde kullanılmaktadır. Yani şekil hatırlamalı alaşımlar sıcaklığa bağlı olarak gerçek şekil ya da boyutlarına dönebilen metalik malzemelerdir (Şekil2.8.). Şekil hatırlamalı alaşımların en önemli özelliği, alaşıma giren elementlerin oranlarıyla ve cinsiyle belirlenebilen bir dönüşüm sıcaklığının üzerinde ve altında farklı iki şekil ve kristal yapısına sahip olabilmeleridir. Belirlenebilen bu sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda austenit yapı (ana faz), altındaki sıcaklıklarda ise martensit yapı (ürün faz) kendini gösterir. Alaşım martensit yapıda iken deformasyona uğradıktan sonra dönüşüm sıcaklığı üzerine ısıtıldığında ana faza dönüşürken ilk şeklini geri kazanır. Şekil hatırlamalı alaşımlar tek ve iki(çift) yönlü şekil hatırlama etkisi olmak üzere ikiye ayrılırlar [24].



Şekil 2.8. Şekil hatırlamalı alaşımlarda şekil hatırlama olayının gösterimi

2.4.1. Tek Yönlü Şekil Hatırlama Etkisi

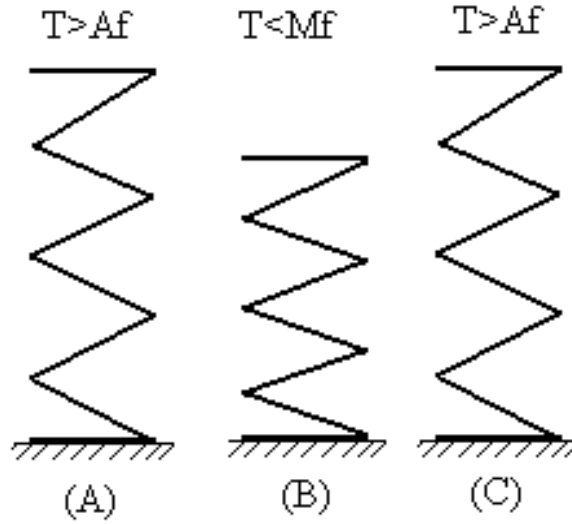
Şekil hatırlamalı alaşımın, soğutma sonucu yapısının martensite dönüşmüş olmasına rağmen şeklinde herhangi bir değişime uğramaması tek yönlü şekil hatırlama olayıdır. Numune martensit fazındayken deforme edildiğinde bu deformasyon ile oluşan şekil bozukluğun ısıtılana kadar muhafaza eder [25]. Ancak ısıtılmış bu numune, martensit faza döndüğünde deforme edilmiş şeklini kendiliğinden kazanmaz. Şekil 2.9’ da gösterildiği gibi numuneye, M_f sıcaklığı altında yük uygulanarak deforme olması sağlanmış (A–B) ve yük kaldırılmış (B–C) kalıntı deformasyon, numunenin A_f sıcaklığı üzerine kadar tekrar ısıtılmasıyla ortadan kalktığı görülmektedir (C–D).



Şekil 2.9. Tek yönlü şekil hatırlama etkisi

2.4.2. İki Yönlü Şekil Hatırlama Etkisi

Şekil hatırlamalı alaşımlarda gözlenen dönüşüm uygulanan zor ve sıcaklık etkisine bağlı olarak çift yönlülük (tersinirlik) gösterir. Tersinirlik nedeniyle bu alaşımlar diğer alaşım sistemlerinden farklı mekaniksel davranış sergilerler [9]. A_f sıcaklığı üzerindeki bir numuneyi M_f sıcaklığı altında soğutmayla kendiliğinden şekil değişimi meydana gelir (A–B). Sonradan A_f sıcaklığı üzerine tekrar ısıtmayla numune ilk haline geri döner (B–C) Bu durum iki yönlü şekil hatırlama olayının sonucudur. Malzeme, ısıtma ve soğutma işlemlerinin tekrarlanması durumunda oluşan fazın şeklini alır (Şekil 2.10.).



Şekil 2.10. İki yönlü şekil hatırlama etkisi

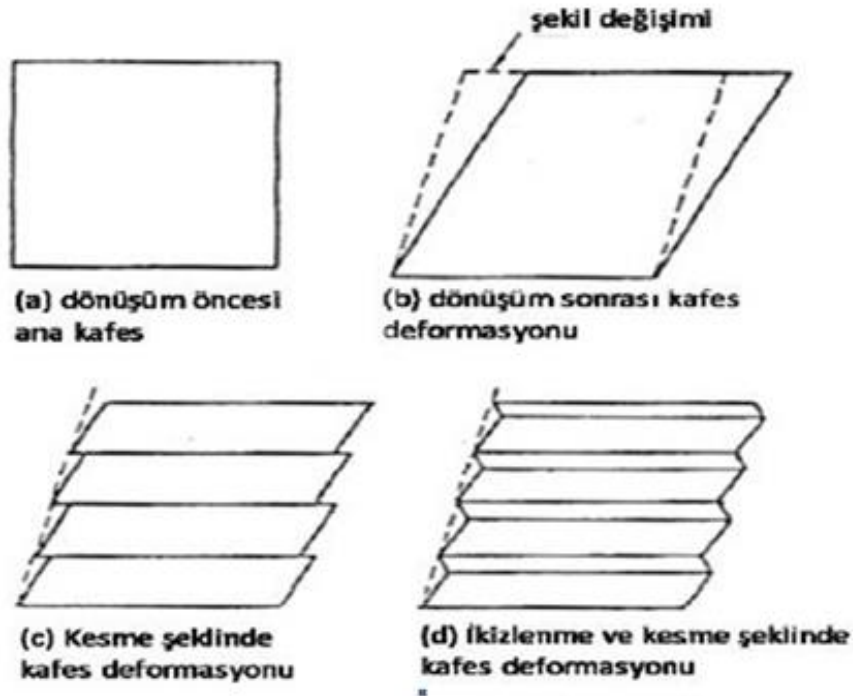
2.5. Martensit Dönüşümüne Dış Zorun Etkisi

Martensit dönüşüm için önemli olan etkilere biri austenit yapıya dışarıdan uygulanan mekanik zordur. Yapılan deneysel çalışmalar herhangi bir ısı değişimi olmadan sadece zor etkisi ile martensit faz dönüşümünün olabileceği görülmüştür [26].

Bir martensit dönüşüm için zorun uygulama sıcaklığı, M_s sıcaklığının üstünde bir sıcaklık aralığıdır. M_s sıcaklığının üstünde bir sıcaklık aralığında austenit faza veya austenit-martensit her iki faza uygulanan zor, dönüşüm için bir tetikleyici görevi yapar. Bu şekilde oluşan bir dönüşüm, termal etkiyle önceden oluşmuş çekirdeklenme yerlerinde zor etkisiyle gerçekleşir. Yani, uygulanmış olan zorla beraber yeni bir çekirdeklenme meydana

gelmez, yapıda zor öncesi var olan çekirdeklenme noktalarında oluşum gerçekleşir. Bu şekilde oluşan martensit, zor-etkili martensit (stress-induced) olarak adlandırılır. Şayet dönüşüm, plastik deformasyon ile ve yeni çekirdeklenmeler oluşarak meydana geliyorsa bu durumda oluşan martensit, zorlanma-etkili martensit (strain-induced) olarak adlandırılır. Zor-etkili ve zorlanma-etkili martensitler birbiriyle kıyaslandığında her ikisi de zor etkisi ile oluşmasına karşılık çekirdeklenmelerinin farklı olduğu görülür [27,28].

Uygulanan dış zor altında martensit oluşmuş alaşımlarda yüksek zor etkisi nedeniyle sık sık kırılma yüzeyi görülür. Bu yüzeyde austenit tamamen martensit yapıya dönüşmüştür [29]. Bazı alaşımlarda dış zorun uygulaması ile oluşturulan martensit'lerin tersinir özellik gösterdikleri görülmüş ve bu tür martensit'ler elastik martensit şeklinde sınıflandırılmıştır [18,28]. Bu tür martensit oluşumu özellikle şekil hatırlama olayında büyük öneme sahiptir. Şekil hatırlama, martensit fazda iken deforme edilen bir malzeme daha sonra austenite faz sıcaklığına kadar ısıtıldığında, austenite fazda iken sahip olduğu ilk şeklini hatırlamasıdır. Dış zorun etkisi ile meydana gelen plastik deformasyonun termal etki ile yok edilmesi dönüşümün tersinir olma özelliğinin bir sonucudur (Şekil 2.11.).



Şekil 2.11. Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç tip deformasyon biçiminin şematik olarak gösterimi

3. NİKEL-TİTANYUM ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLAR VE KULLANIM ALANLARI

3.1. Nikel-Titanyum Alaşımının Genel Özellikleri

Nikel-Titanyum alaşımları uygun bir ısıtıl işlem sonucu gerçek şekline veya boyutuna geri dönebilme yeteneğine sahip olan şekil hatırlamalı alaşımlardır. Bu alaşımlar martensit yapıda iken belli bir dış kuvvete maruz kalmaları sonucu değişen orijinal şekillerini, ısıtılmaları sonucu austenit fazına geçtiklerinde büyük oranda geri kazanabilirler. Nikel-titanyum alaşımları intermetalik bileşiklerdir. İntermetalikler, iki veya daha fazla metalin birbiriyle karıştırılıp farklı kombinasyonlarda şekillendiği, belli oranda katı fazda oluşumu gerçekleşen ve başlangıç elementlerinden farklı özellik gösteren bileşimlerdir. Bu intermetalik bileşik şekil hatırlama özelliği ve süperelastiklik özelliği nedeniyle mükemmeldir [30]. Çünkü bu tür bir bileşik kabul edilir sınırlar içerisinde fazladan nikel veya titanyum çözebilir ve alışlagelmiş alaşımlarla mukayese edilebilir derecede sünekliliğe sahiptir. Bu aşırı çözebilme yeteneği sayesinde alaşım sisteminin hem dönüşüm özelliklerini hem de mekanik özelliklerini istenilen tarzda değiştirmek için diğer elementler katılabilir. Yaklaşık % 1 oranında nikel ilavesi bile alaşım sisteminin özelliklerini etkiler. Düşük miktarda eklenen nikel, dönüşüm sıcaklığını önemli ölçüde düşürür ve austenit durumda akma dayanımını artırır. Sıkça kullanılan demir ve krom daha düşük dönüşüm sıcaklığını, bakır ise histerizisi azaltmak ve martensit durumda daha düşük deformasyon gerilmesi için daha sık kullanılır. Oksijen ve karbon gibi safsızlıkların, dönüşüm sıcaklığını değiştirdiği ve mekanik özellikleri zayıflattığı için bünyede bulunulması istenmez. Tablo 3.1.' de Ni-Ti şekil hatırlamalı alaşımların özellikleri verilmiştir.

Nikel-Titanyum (NiTi) alaşımlarında şekil hatırlama etkisinin keşfi, 1962'de W.J.Buehler ve arkadaşları tarafından A.B.D. Deniz Savaş Araçları Laboratuvarında gerçekleşmiştir. Yüksek mekanik hatırlama özelliği gösteren ve ticari ismiyle Nitinol (Ni-Ti Naval Ordnance Laboratory) olarak adlandırılan alaşım mükemmel korozyon dayanımı, aşınma dayanımı, darbe sönümleme kapasitesi gibi birden fazla özelliğinden dolayı birçok alanda kullanılmaktadır.

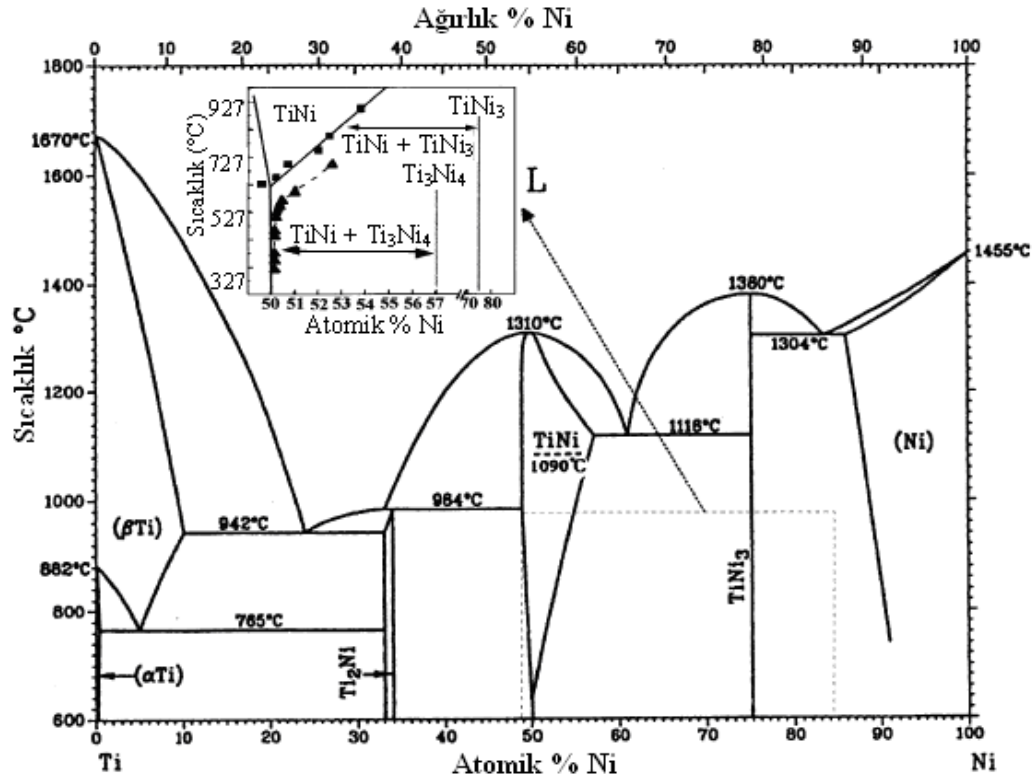
Tablo 3.1. Ni-Ti şekil hatırlamalı alaşımların özellikleri

Özellik		Değer
Erime sıcaklığı(°C)		1300
Yoğunluk (g/cm ³)		6,45
Elektrik direnci (μΩ.cm)	Austenit	~100
	Martensit	~70
Isıl iletkenlik(W/cm°C)	Austenit	18
	Martensit	8,5
Korozyon direnci		300 serisi paslanmaz çeliklere veya titanyum alaşımlarına yakın
Young modülü(GPa)	Austenit	~83
	Martensit	28~41
Akma dayanımı (MPa)	Austenit	195~690
	Martensit	70~140
Maksimum çekme dayanımı(MPa)		895
Dönüşüm sıcaklığı(°C)		-200~110
Dönüşüm sırasındaki gizli ısı(kJ/kg atom)		167
Şekil hatırlama gerinimi(%)		Maksimum 8,5%

3.2. Nikel-Titanyum Alaşım Sisteminin Faz Diyagramı

Faz diyagramı sıcaklık ve alaşımı oluşturan elementlerin yüzdelere bağlı olarak malzemede meydana gelen değişikliklerin gösterildiği diyagramdır. Bu diyagramlar soğuma diyagramları yardımı ile elde edilir. Faz diyagramları, bir maddenin çeşitli fazlarının termodinamik açıdan kararlı olduğu element konsantrasyonu ve sıcaklık bölgelerini gösteren diyagramlardır. Faz sınırları olarak adlandırılan ve bölgeleri ayıran çizgiler, iki fazın dengede olduğu basınç ve sıcaklık değerlerini gösterir. Faz diyagramları özellikle iki maddenin karışıp karışmayacağına, değişik şartlar altında dengenin var olup olmadığına veya sistem dengeye ulaşmadan önce basıncın, sıcaklığın ve bileşimin belirli değerlere ayarlanmasının gerekli olup olmadığına karar vermek için kullanılır [31].

NiTi alaşımlarının faz diyagramlarını bilmek, bu alaşımların ısı davranışlarını ve şekil hatırlama karakteristiklerini kontrol etmek için önemlidir. Şekil 3.1.'de NiTi alaşımının faz diyagramı gösterilmiştir. Faz diyagramı incelendiğinde at.%50 nikel bölgesinde titanyum ve nikel atomlarından meydana gelen intermetalik NiTi fazının olduğu görülür. Saf titanyumun ergime sıcaklığı 1670°C, saf nikelin de 1455°C olmasına karşılık NiTi fazının ergime sıcaklığı 1310°C'dir. NiTi intermetalik yapısı 630°C'den itibaren NiTi ara fazı oluşturur. Bu faz içinde Ni elementinin çözünürlüğü yaklaşık 700°C'den başlayarak artar ve 1183°C'de en yüksek değerine (at.%55) ulaşır. Nitinol olarak da bilinen şekil hatırlamalı alaşımların yapısında bu intermetalik faz bulunmaktadır [32].

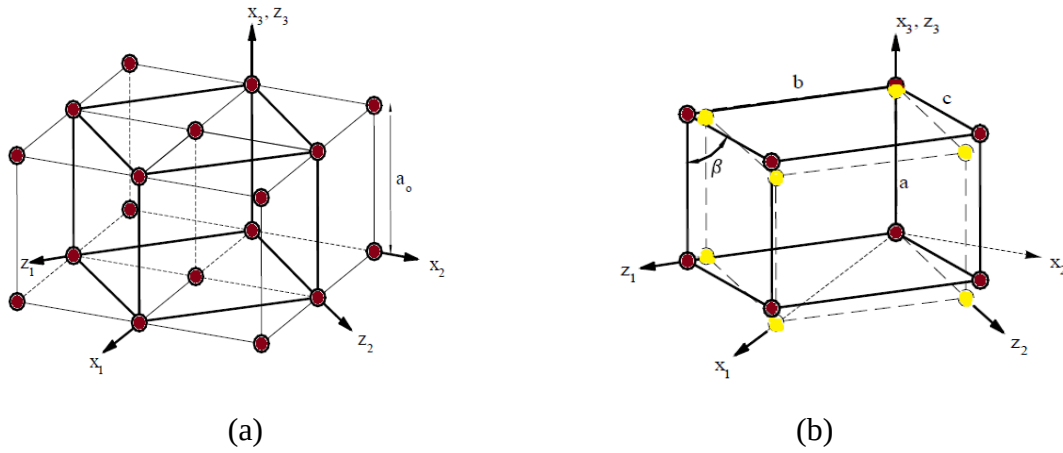


Şekil 3.1. NiTi alaşımının faz diyagramı

3.3. Nikel-Titanyum Şekil Hatırlamalı Alaşımının Kristal Yapısı

Nikel ve titanyum içeren şekil hatırlamalı alaşımlar austenit fazındayken hacim merkezli kübik kristal yapıya sahiptirler. Austenit fazından martensit fazına geçiş sonrası kristal yapı monoklinik yapıya dönüşmektedir. Şekil 3.2.'de martensit dönüşüm öncesi ve dönüşüm sonrası kristal yapılar gösterilmiştir. Austenit fazda kafes parametresi $a_0=2,99$ 'dur. Martensit fazdaki monoklinik yapı için kafes parametreleri ise $a=2,88$ Å,

$b = 4,12 \text{ \AA}$, $c = 4,62 \text{ \AA}$ ve $\beta = 96,8^\circ$ dir. NiTi alaşımlarının dönüşüm esnasında gözlenen dört tane farklı fazı vardır. Bu fazlar B2 (Kübik), R (Rombohedral), B19 (Monoklinik) ve B19' (Monoklinik)' dur. NiTi alaşımı içinde yüksek sıcaklık austenit B2 fazı (CsCl), yaklaşık 293 K civarında B19 (AuCd) ya da R faza dönüşür ve bu dönüşümden sonra düşük sıcaklıkta B19' martensit faza dönüşür yani iki seri faz dönüşümü meydana gelir. Rombohedral yapının oluşmasına neden olan faktörler yaşlandırma, alaşımların aşırı nikel içermesi, termomekaniksel işlemler ve termal döngüler olarak sıralanabilir.

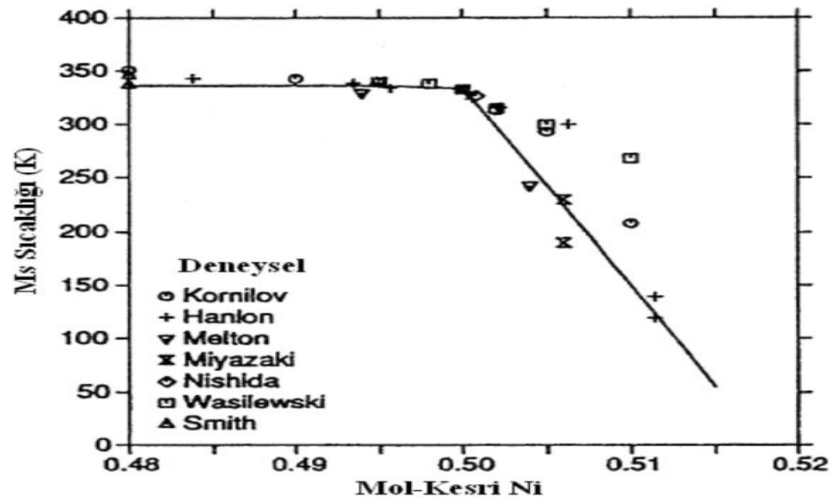


3.4. Nikel-Titanyum Alaşımın Karakterizasyonu

NiTi alaşımlarının birçok özelliğini karakterize edebilmek için, diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) kullanılabilir. Bu teknik, çok küçük miktarda numune kullanılarak dönüşümün gerçekleşmesi beklenen sıcaklık aralığında ısıtma ve soğutma sırasında, numunenin absorbe ettiği veya verdiği ısının ölçülmesi esasına dayanır. Numune ısı alırken ve verirken oluşan endotermik ve ekzotermik pikler, çok belirgin şekilde reaksiyonun başlangıç ve bitişini gösterir. Kullanılan bir diğer metot ise elektriksel direncinin ölçülmesidir. Dönüşüm esnasında numunenin elektrik direncinde değişimler ve pikler görülür. Bunların yanında korozyon direnci, şekil hatırlama etkisi ve X-ışınları veya nötron difraksiyonu gibi yöntemlerde kullanılabilir [33].

3.5. Nikel-Titanyum Alařımının Martensit Dönüřümü

Ni-Ti alařımlardaki nikel ve titanyum oranları alařımın faz dönüřüm sıcaklıęını büyük oranda deęiřtirmektedir. Özellikle atomik olarak % 48 -52 nikel oranının bulunduęu aralıkta % 0.1lik bir deęiřim 10 °C'den fazla martensit bařlangıç (M_s) sıcaklıęını deęiřtirmektedir. Atomca % 50 nikel oranından itibaren nikel oranı arttıka M_s sıcaklıęı oda sıcaklıęına doęru yaklařmakta, atomca nikel oranı % 51 ve üzeri oranlara çıktıęında ise 0 °C ve altı sıcaklıklara düřmektedir [10]. NiTi alařımına Pd, Pt, Au, Zr ve Hf ilave edilmesi dönüřüm sıcaklıęını arttırır. Bu nedenle bu tür alařımlar yüksek sıcaklık alařımları olarak kullanılır. Cu ilave edilmesi durumunda da dönüřüm sıcaklıęı yükselir. Fakat Cu ilave edilmesi durumunda dönüřüm sıcaklıęı kompozisyon ile çok az deęiřmektedir. Ayrıca Ni-Ti ierisine katılan alařım elementleri martensit dönüřüm yapısını da deęiřtirir. Örneęin; Ti-Ni alařımında B2-B19' dönüřümü gerekleřirken, Ti-Ni-Fe alařımında B2-R-B19' dönüřümü gerekleřir. NiTi alařımında Ni yerine Pd ilave edilmesi durumunda artan Pd miktarı ile martensit dönüřüm sıcaklıęı azalır. Fakat daha fazla Pd yoğunlařmasında artan Pd ile dönüřüm sıcaklıęı artar. Ayrıca B2→B19' dönüřüm yerine B2→B19 dönüřümü gerekleřir [31]. Dönüřüm sıcaklıęının kompozisyona baęlılıęı řekil 3.3.'de görölmektedir. Ni₄Ti₃ ökeltleri faz dönüřüm davranıřını önemli řekilde etkiler. Ni₄Ti₃ fazı hem tane sınırında hem de tane ierisinde oluřabilir. Bu fazın yapı ierisindeki daęılımına göre faz dönüřüm davranıřı deęiřir. Bu faz yapıda yoksa bir ařamalı dönüřüm (B2-B19'), yapı ierisinde varsa iki ařamalı dönüřüm (B2-R-B19') oluřur [34].



řekil 3.3. İkili Ti-Ni alařımında Ni oranına göre martensit dönüřüm sıcaklıęındaki deęiřim

3.6. Nikel-Titanyum Alaşımlarının Kullanım Alanları

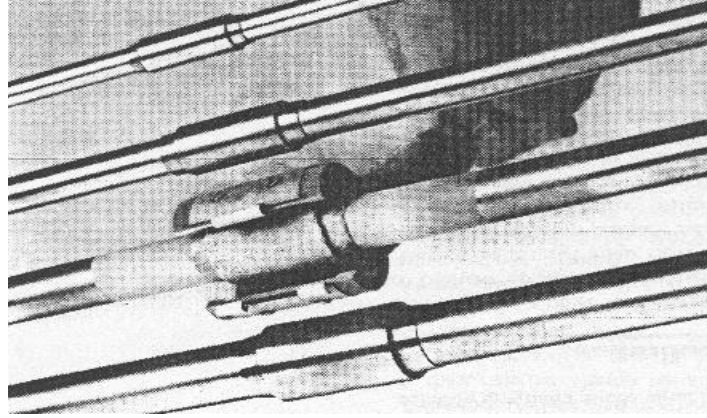
NiTi alaşımlar, sahip oldukları üstün özellikler sayesinde özellikle biyomedikal uygulamalarda geniş bir kullanım alanı bulmuştur. Bu alaşımlar korozyona karşı son derece dayanıklı olup mükemmel bir biyouyumluluk gösterir. Şekil hatırlamalı alaşımlar, medikal uygulamaların yanı sıra, uçak hidrolik sistemlerinde, yarıiletken gaz tüp bağlantılarında, otomotivde radyatör pervanelerinde, egzoz çıkış kontrollerinde, uydu sistemlerinde, termostatik cihazlarda kullanılmaktadır. Bu özelliklerinden ötürü gün geçtikçe kullanım alanları genişleyerek hayatlarımızda yerini alacaktır.

Şekil hatırlamalı alaşımların kullanım alanları genel olarak endüstriyel ve tıp uygulamaları olarak iki grupta incelenebilir. Endüstride en fazla görülen şekil hatırlamalı NiTi alaşımları ve bakır esaslı alaşımlar önemli ticari değere sahip alaşım sistemleridir. Bu sistemlerin sahip oldukları özellikleri birbirinden oldukça farklıdır. Bakır esaslı alaşımlarda % 4-5 olan şekil hatırlama gerinim değeri, NiTi alaşımlarda yaklaşık % 8'dir. Daha fazla ısıl karalılığa sahip olan NiTi alaşımları, gerilmeli korozyona karşı hassas olan bakır esaslı alaşımlarla karşılaştırıldığında mükemmel bir korozyon direncine ve çok daha yüksek sünekliğe sahiptir. Diğer taraftan bakır esaslı alaşımlar daha ucuzdur, eritmeleri ve açık havada ekstrüde edilmeleri daha kolaydır, daha geniş potansiyel dönüşüm sıcaklık aralığına sahiptirler. Sonuçta her iki alaşım sisteminin de kullanılacağı ortama göre göz önünde bulundurulması gereken avantaj ve dezavantajları olduğu söylenebilir [35]. Tıp alanında ise insan bedenine biyolojik uyumu yüksek olan NiTi şekil hatırlamalı alaşımların, diş hekimliğinde ortodonti diş telleri ve endodonti döner kök kanalı aletleri, kardiyolojik uygulamalarda kalp damar tıkanıklığını açan stentler, ortopedide de implantlar olarak kullanımları da sürekli olarak artmaktadır.

3.6.1. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Endüstriyel Uygulamaları

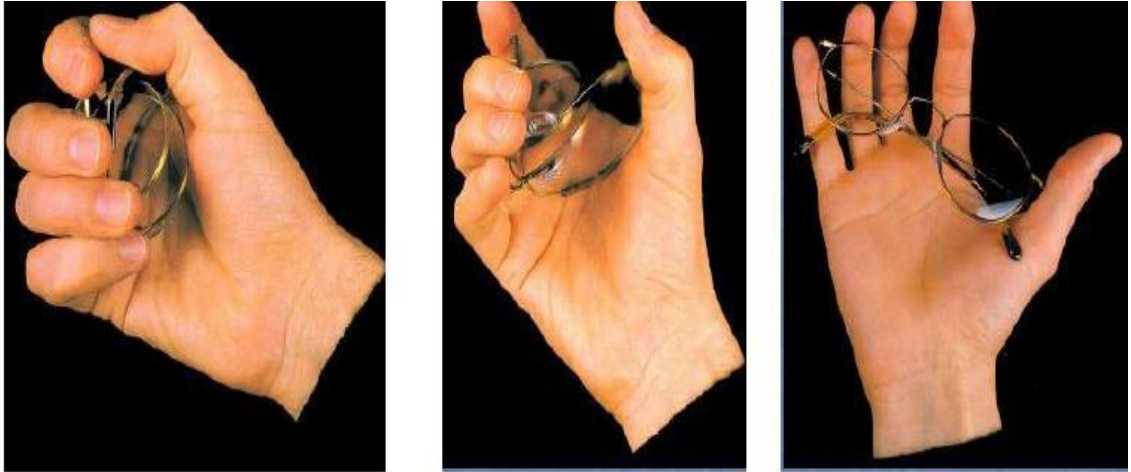
Şekil hatırlamalı alaşımlardan NiTi alaşımının ilk kullanılma yerlerinden biri, 1969'da F-14 Jet uçaklarında hidrolik boru bağlama bilezikleri olmuştur. Hidrolik borular, bağlantı yapmak için standart kaynak tekniklerinin kullanılması zor olan uçağın alüminyum gövdesine çok yakın bölgelerdedir. Şekil hatırlama özelliğine sahip bilezik, sıvı nitrojen içerisinde martensit fazda bulunurken çıkartılıp hidrolik boru üzerine takıldığında ortam sıcaklığına ulaşmasıyla oda sıcaklığındaki şekline dönerek daralır ve

hidrolik boru üzerine sıkı bir şekilde oturur. Endüstride benzer uygulamalar birbirlerine bağlantıları zor olan parçaların birleştirilmesi yapılmaktadır (Şekil 3.4).



Şekil 3.4. Hidrolik boru bağlama bileziği olarak nitinolun kullanılması [36]

Şekil hatırlamalı alaşımların süperelastik özelliğinin de endüstriyel olarak uygulamaları bulunmaktadır. Bunlardan bazıları, cep telefonu anteni, gözlük çerçevesi gibi kullanımları sırasında kolaylıkla plastik şekil değişimine uğrayabilecek olan parçalardır. Şekil hatırlamalı alaşımların yapılmasıyla bu ürünlerin daha hafif ve korozyona dayanıklı olmaları sağlanmıştır (Şekil 3.5).



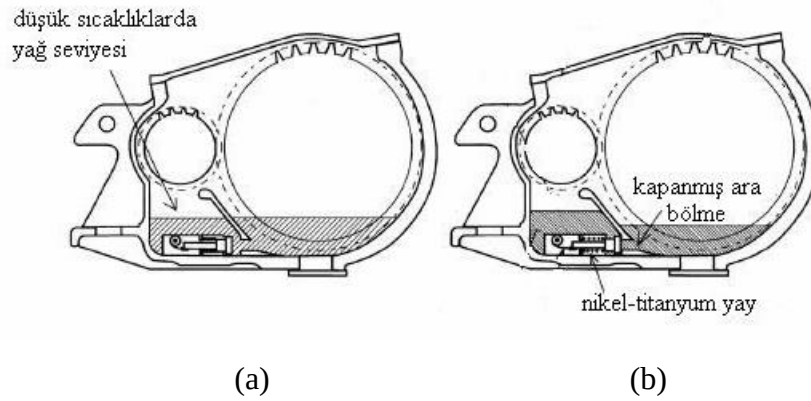
Şekil 3.5. NiTi alaşımın süperelastik özelliği kullanılarak gözlük çerçevesi [10]

NiTi alaşımlarının endüstriyel alanda bir diğer kullanımı ise japon yüksek hız trenlerinde otomatik yağ seviyesi ayarlama parçası olarak nikel-titanyum şekil hatırlamalı alaşım yay kullanılarak dizayn edilen Şekil 3.6.'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. 7 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 3.7 b'de azalan yağ seviyesi şaftın hızlı ısınmasını engellemektedir.

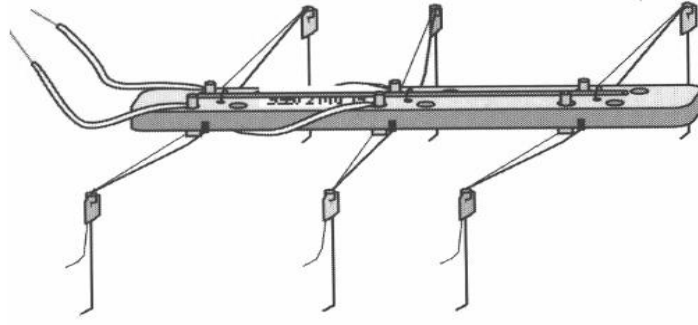


Şekil 3.6. Otomatik yağ seviyesi ayarlama parçası [32]



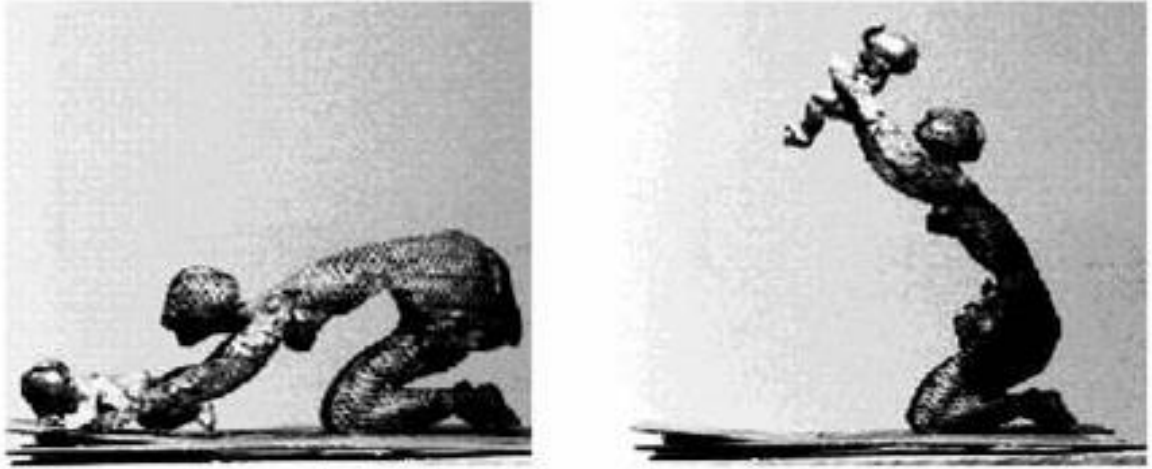
Şekil 3.7. Otomatik yağ seviyesi ayarlama parçasının kullanıldığı dişli kutusu [32]

NiTi teller kullanılarak gerçekleştirilen altı bacaklı Squito robot böcek robotik uygulamaların farklı bir tasarımıdır (Şekil 3.8.). 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 3.8. NiTi teller kullanılarak tasarlanan Squito robot böcek [10]

Şekil hatırlamalı alaşımların kullanım alanlarından biri de bulunduğu ortamın sıcaklığına göre şekil değiştiren heykel ve figür çalışmalarıdır. Bu alanda Fransız heykeltıraş Olivier Deschamps tarafından gerçekleştirilen Şekil 3.9.'da gösterilen kadın ve bebek figürü, havanın ısınmasıyla hareket ederek dizleri üzerine doğrulmakta, hava sıcaklığının düşmesi ile tekrar eski haline dönmektedir.

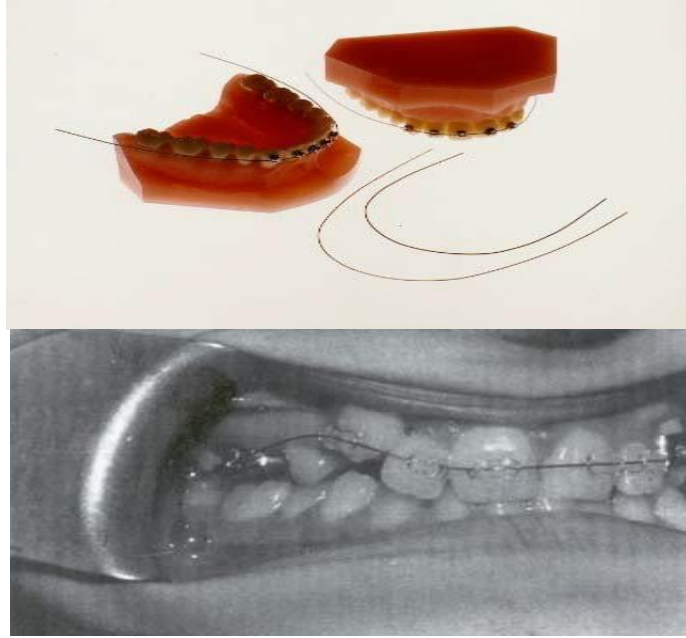


Şekil 3.9. Heykeltıraş Olivier Deschamps tarafından yapılan kadın ve bebek figürü

3.6.2. Şekil Hatırlamalı Alaşımların Tıp Uygulamaları

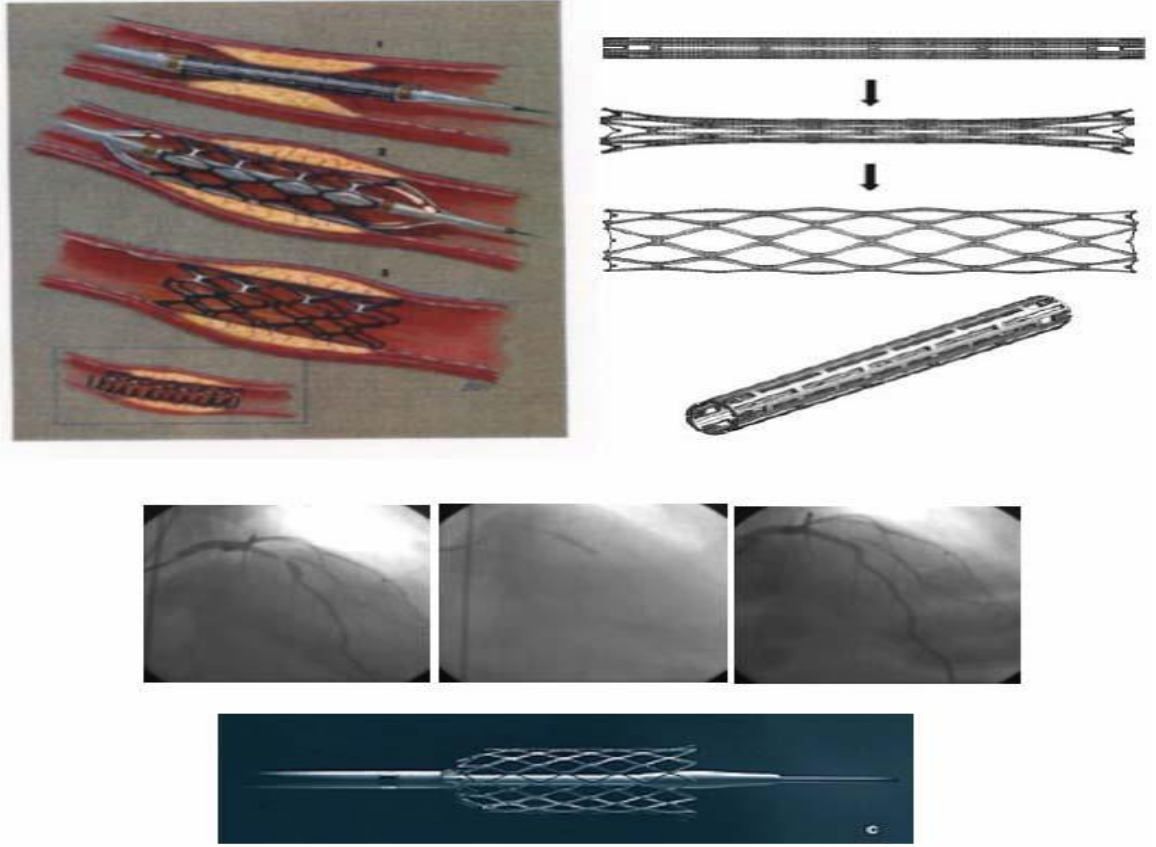
İnsan bedenine biyolojik uyumu yüksek olan NiTi şekil hatırlamalı alaşımların, diş hekimliğinde ortodontik diş telleri ve endodontik döner kök kanalı aletleri, kardiyolojik uygulamalarda kalp damar tıkanıklığını açan stentler, ortopedide de implantlar olarak kullanımları da sürekli olarak artmaktadır.

Bu alaşımların ilk biyomedikal uygulamaları ortodontik diş telleridir (Şekil 3.10). 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 kuvvet uygulama özelliği sayesinde diş tellerinin değiştirilme sıklığını son derece azaltmaktadır. Aynı maksimum gerilme altında depo edilen elastik enerji süperelastik malzemede çeliklere göre daha fazladır. Diş tellerinin yanı sıra şekil hatırlama etkili özel kemik implantları da geliştirilmiştir [10].



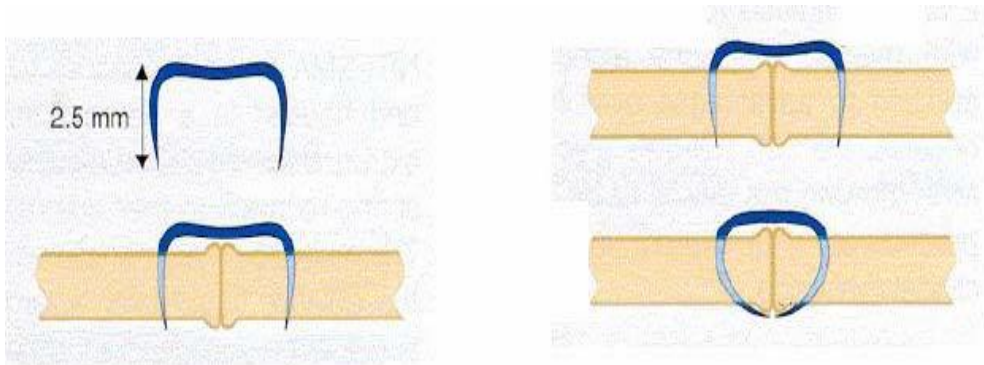
Şekil 3.10. NiTi alaşımının ortodontik alanda kullanımı

NiTi alaşımlarının biyomedikal alanda en yeni geliştirilen ürünleri stentlerdir (Şekil 3.11). Kalp damar tıkanıklarının ameliyatsız tedavisinde kullanılan bu cihazların son 10 yıldır dikkat çekici bir biçimde kullanılmaktadır. Stentler, radyal bir yay şekline sahip olup, damar tıkanıklığının bulunduğu bölgeye, martensit yapıda büzülmüş olarak bir baloncuk vasıtasıyla yerleştirilirler. Baloncunun çekilmesi ile vücut sıcaklığına ulaşan stent şekil hatırlama etkisi ile, dönüşüm göstererek, büzüştürülmeden önceki çapına genişlemek ister ve damara genişleme yönünde bir kuvvet uygular. Damar çeperinin genişlemesi ile neticelenen bu süreç, tıkanık olan damarın yüksek oranda açılmasını sağlar.



Şekil 3.11. Damarlardaki tıkanma sorunlarının çözümü için yapılmış NiTi stent

Tıp alanında yapılan çalışmalar arasında, nikel-titanyum alaşımının ortopedik kullanımı geniş yer almaktadır. Bu alanda yapılan çalışmalara bir örnek Şekil 3.12.'de gösterilmektedir. Kırılmış olan kemiğe vidalanan nikel-titanyum plakalar vücut sıcaklığına ulaştığında iki parçayı sıkıştırma yönünde kuvvet uygulayarak kırık olan kemiğin birleşmesini sağlamaktadır.



Şekil 3.12. NiTi şekil hatırlamalı alaşımın kemikleri birleştirilmesinde kullanılması

4. MATERYAL VE METOT

4.1. Materyal

Bu tez çalışmasında ağırlıkça Ni % 44,74 Ti olan şekil hatırlamalı alaşım kullanılmıştır. Numunelerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ölçümleri alınabilmesi için 3.5 mm çapında üretilen tel dremel marka kesme aleti ve dremel marka 38 mm lik disk kullanılarak uygun boyutta kesildi. Numunelerin yüzeyinde kalan eğrilikleri giderebilmek için 180 C-Cw lik zımpara kullanıldı. Daha sonra bu numunelerin homojenleştirme işlemi yapmak için 850 °C de 30 dakika β fazında tavlama işlemi yapıldıktan sonra oda sıcaklığında daha önceden hazırlanmış olan tuzlu-buzlu su banyosuna atıldı. Su banyosuna atılan numuneler alınarak yüzeyleri 2500 C-Cw lik zımpara ile parlatıldı.

Tablo 4.1 de gösterildiği gibi sırası ile farklı basınçlar uygulandı. Uygulanan basınçlara göre numuneler isimlendirildi.

Tablo 4.1. Uygulanan basınçlara göre numunelerin isimlendirilmesi

Numune kodu	Basınç (MPa)
Z1	0
Z2	70
Z3	140
Z4	210
Z5	280
Z6	350

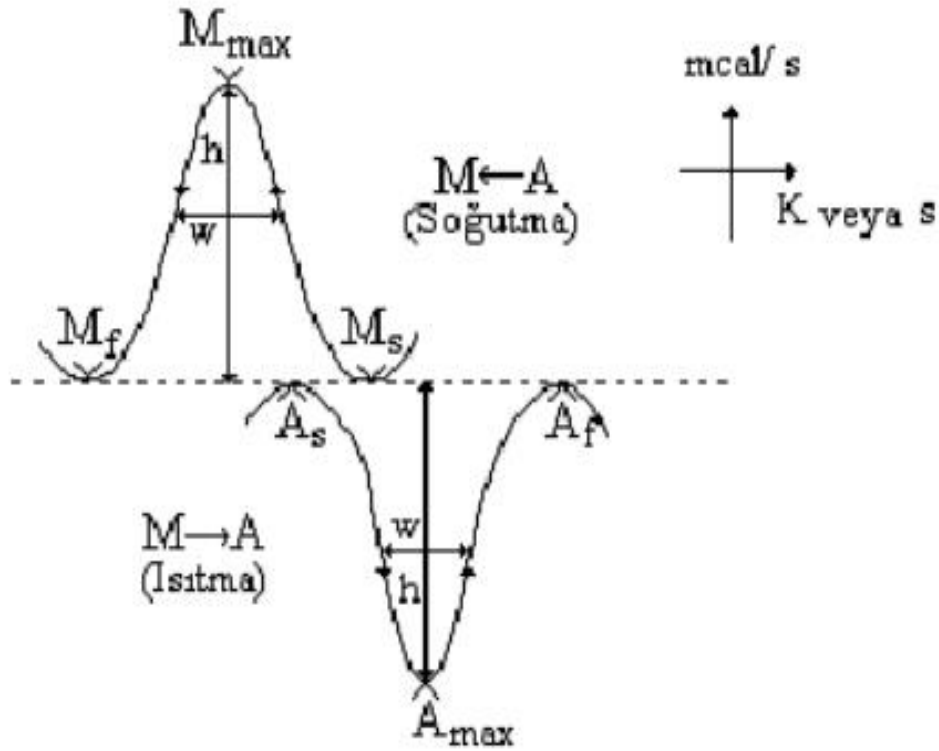
4.2. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçümleri

Termal analiz yöntemlerinden biri olan diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), şekil hatırlamalı alaşımların faz dönüşüm sıcaklığını belirlemede yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. DSC yönteminde iki adet numune kabı bulunmaktadır. Kaplardan birinde analiz edilecek numune bulunup, içerisinde miligram cinsinden çok küçük kütleler

bırakılırken, diğer kap referans kabı olup, içerisinde herhangi bir kütle bulunmamaktadır. Her iki kabın sıcaklığı aynı olacak şekilde enerjiler verilerek ortamdaki enerji farkları ölçülmektedir. Oluşan enerji farkları endotermik veya ekzotermik olabileceği gibi her iki reaksiyonunda gerçekleşebileceği bilinmektedir.

DSC ölçümlerinde genellikle ortaya çıkan ilk endotermik pik A_s ; austenit fazın başlangıç, A_f ise bitiş sıcaklığıdır. İlk ekzotermik pik M_s ; martensit fazın başlangıç, M_f ise bitiş sıcaklığıdır. Şekil 4.1.'de herhangi bir şekil hatırlamalı alaşımda austenit ve martensit dönüşümün DSC eğrileri verilmiştir.

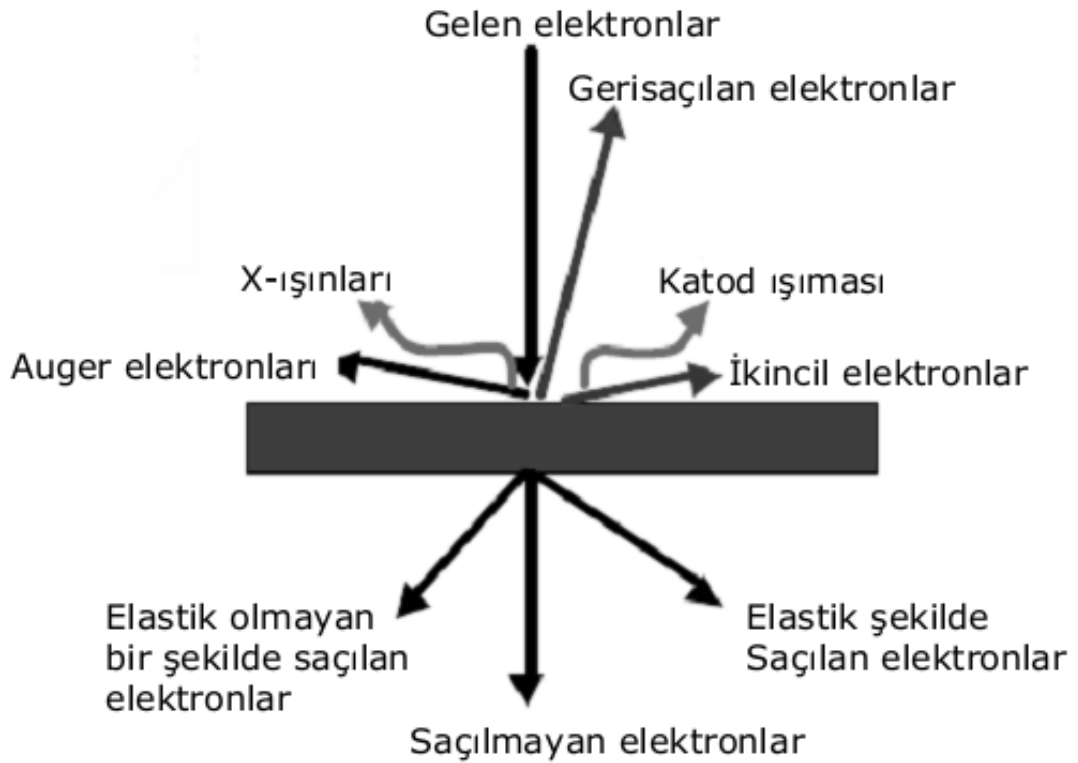
Bu çalışmada basınçsız Z1 ve farklı basınçlar uygulanmış Z2, Z3, Z4, Z5 ve Z6 numunelerin dönüşüm sıcaklıklarını belirleyebilmek için farklı ısıtma hızlarıyla 5, 10, 20 ve 30 °C/dak azot gazı atmosferinde, Perkin Elmer Sapphire DSC cihazı ile ölçümler alındı.



Şekil 4.1. h; pik yüksekliği, w; 1/2 yükseklikteki pik genişliği ve M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} , A_f dönüşüm sıcaklıkları olmak üzere martensit(M)→austenit(A) ve A→M dönüşümlerinin şematik DSC eğrisindeki tanımları [37]

4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

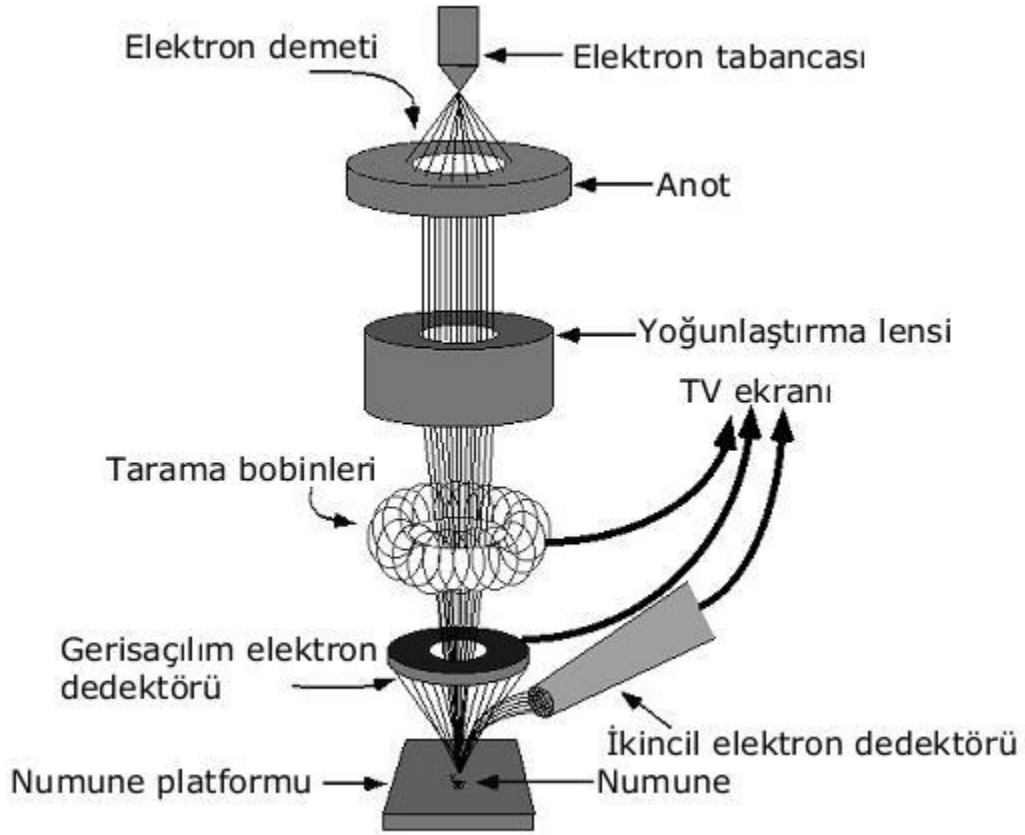
Taramalı elektron mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir (Şekil 4.2.).



Şekil 4.2. Elektron-numune etkileşmesi sonucu oluşan ışınlar ve elektronlar.

Elektron demetindeki elektronların enerjisi 1-40 kV civarında değişebilir. İncelenecek malzeme vakumlu ortamda bulunmalıdır. Elektron kaynağından çıkan elektron demeti birtakım manyetik merceklere geçtikten sonra odaklanmış olarak malzeme üzerine gönderilir. Gelen elektronlar ile malzeme arasında esnek olmayan çarpışma sonucu malzemeden birtakım elektronlar çıkar, bu tür malzemeden çıkan elektronlara ikincil elektronlar denir. İkincil elektronlar algılayıcılarla (dedektör) tespit edilir. Algılayıcıya

gelen elektronların oluşturduğu sinyal görüntüye dönüştürülür, böylece incelenen malzemenin yüzeyi hakkında bilgi edinilir (Şekil 4.3).



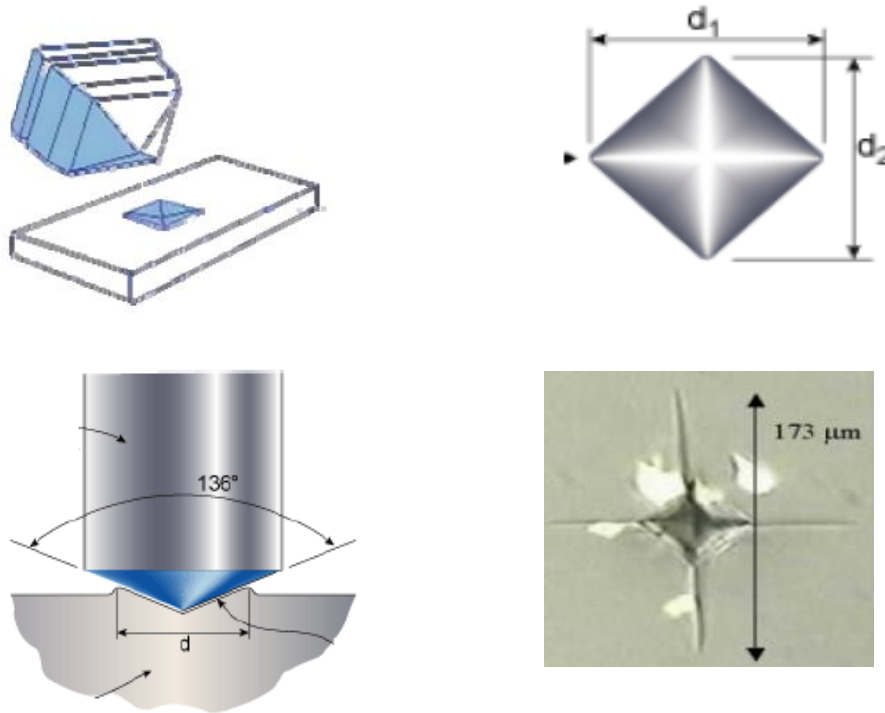
Şekil 4.3. Elektron-numune etkileşmesi

SEM ölçümlerinde yüzeyi daha temiz hale getirebilmek için stab üzerine yerleştirilen numuneler PRESI MINITECH 233 Polishing marka makine yardımı ile yüzeylerine elmas pasta sürülerek parlatıldı. Numunelerin dağlanması için oluşturulan çözelti belli oranlarda saf su, nitrik asit (HNO_3), hidroklorik asit (HCl) çözeltisi kullanılarak yapıldı. Bu oluşturulan sıvı çözelti ile dağlanan numuneler SEM ölçümleri için hazır hale getirildi. Numuneler 250X, 500X, 1000X, 2500X ve 5000X büyütme oranlarında SEM görüntüleri kaydedildi.

Bu çalışmada basınç uygulanan Z1, Z2, Z3, Z4, Z5 ve Z6 numunelerinin yüzey morfolojilerinin belirlenmesi ve görüntü alınan bölgelerdeki elementlerin miktarlarının belirlenmesi için JEOL JSM-7001F marka SEM cihazı kullanıldı.

4.4. Mikrosertlik Ölçümleri

Mikrosertlik ölçümünde vickers sertlik yöntemi ile ölçüm aldık. Bu yöntemin uygulanaşı piramit şeklindeki batıcı ucun malzemenin yüzeyine, malzemenin cinsine göre seçilen yük altında belli bir süre bastırılması sonucu oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesi seklindedir (Şekil4.4) .



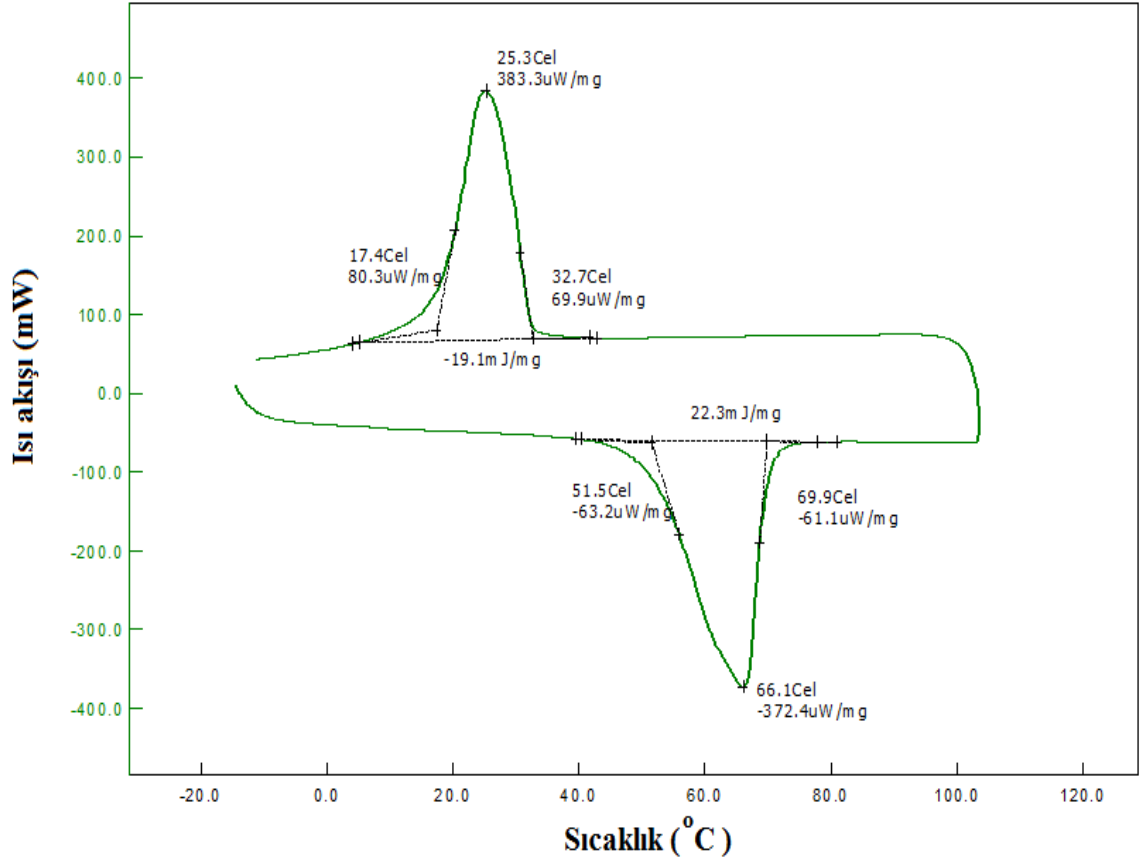
Şekil 4.4. Vickers sertlik deneyinin şematik gösterimi

Bu çalışmada numunelere 100 gr yük altında 5 sn süre ile Fırat Üniversitesi malzeme bilimi laboratuvarında bulunan MHT-10 micro hardness tester marka cihaz ile ölçüm alındı. Numunelerin herbirine dört defa farklı bölgelere sertlik ölçümü uygulanıp değerleri alındı. Her numune için alınan dört farklı değerin ortalaması alınarak sertlik değerleri belirlendi.

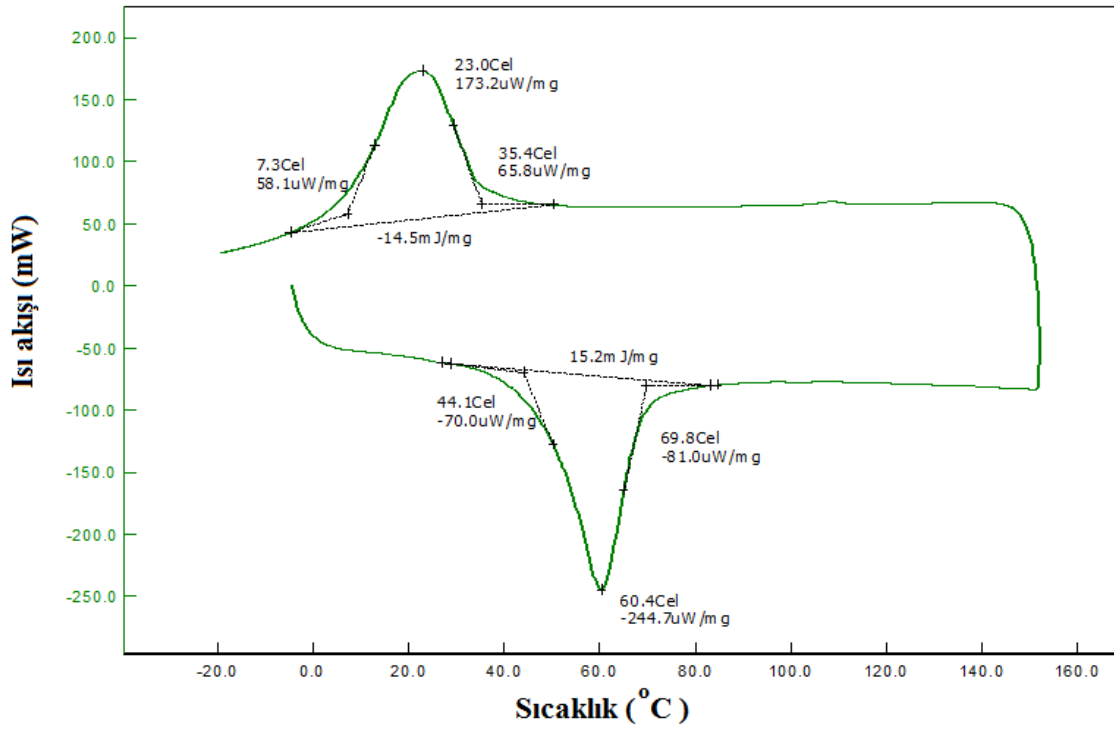
5. BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizleri

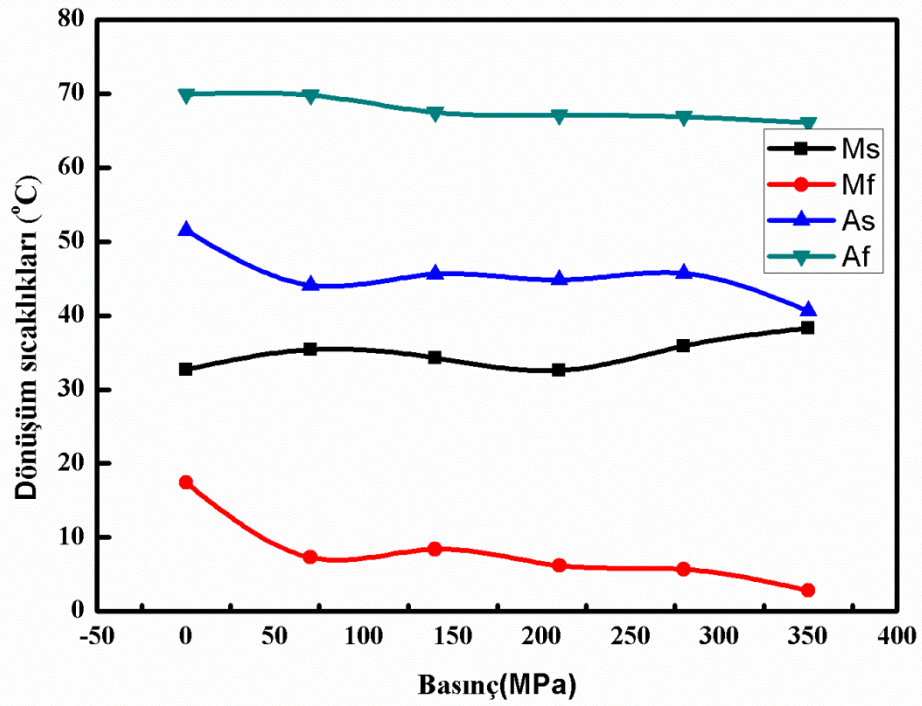
Şekil hatırlamalı NiTi alaşımının dönüşüm sıcaklıklarına (M_s , M_f , A_s ve A_f) basınç etkisini gözlemlemek için DSC ölçümleri alındı. Şekil 5.1.'de basınçsız numune için 10 °C/dk ısıtma hızı ile DSC eğrileri verilmiştir. Şekil 5.2'de Z2 numunesinin 10°C/dk ısıtma hızı ile DSC eğrileri verilmiştir. Basınçsız Z1 ve basınç uygulanmış Z2, Z3, Z4, Z5, Z6 numunelerinin 10 °C/dk ile ölçülen dönüşüm sıcaklıklarılarıda Tablo 5.1.'de verilmiştir.



Şekil 5.1. 10 °C/dk ısıtma hızı ile Z1 numunesi için DSC eğrileri



Şekil 5.2. 10 °C/dk ısıtma hızı ile Z2 numunesi için DSC eğrileri



Şekil 5.3. 10 °C/dk ısıtma hızı ile Z1, Z2, Z3, Z4, Z5 ve Z6 numunelerine ait dönüşüm sıcaklıklarının uygulanan basınçla değişim grafiği

Şekil 5.3. 'de görüldüğü gibi numuneler üzerine uygulanan basıncın artması ile M_s dönüşüm sıcaklığının arttığı M_f , A_s ve A_f dönüşüm sıcaklıklarının azaldığı gözlenmiştir.

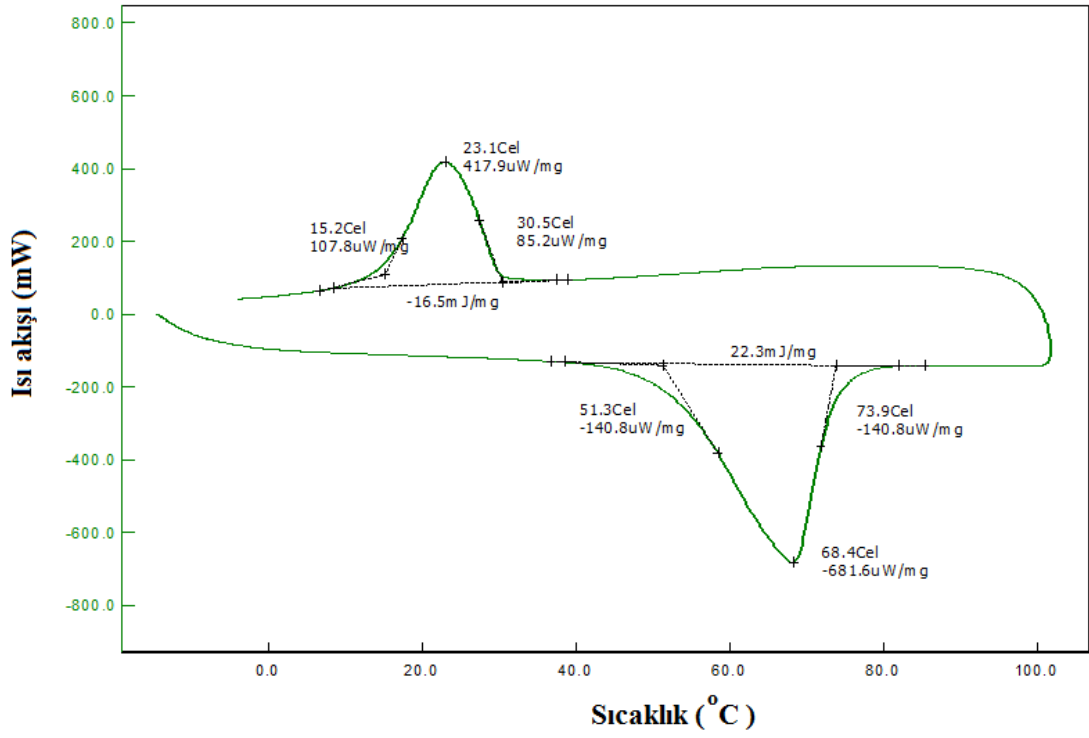
Tablo 5.1. 10 °C/dk ısıtma hızı ile Z1, Z2, Z3, Z4, Z5 ve Z6 numunelerine ait dönüşüm sıcaklıkları

Numune kodu	M_s (°C)	M_f (°C)	M_p (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)	A_p (°C)
Z1	32,7	17,4	25,3	51,5	69,9	66,1
Z2	35,4	7,3	23,0	44,1	69,8	60,4
Z3	34,3	8,4	21,0	45,6	67,5	60,1
Z4	32,6	6,2	20,0	44,8	67,1	60,6
Z5	35,9	5,7	18,4	45,7	66,9	59,3
Z6	38,3	2,8	17,6	40,6	66,1	58,2

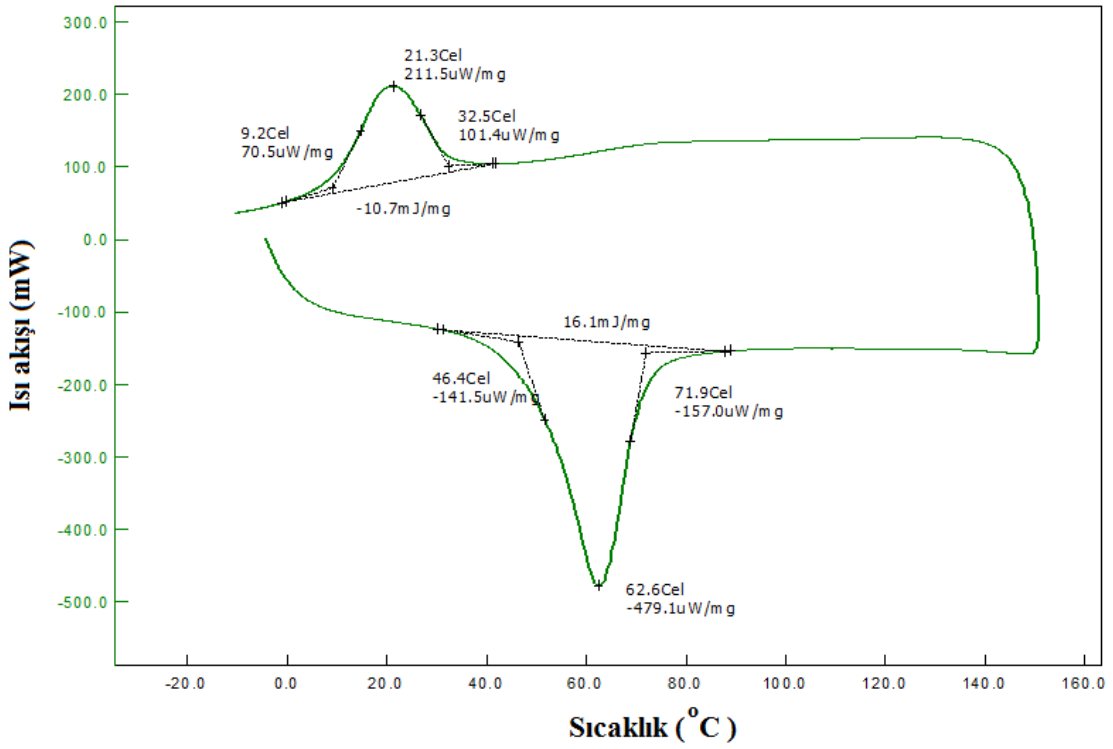
Tablo 5.1'e bakıldığında NiTi alaşımının üzerine uygulanan basıncın artmasıyla alaşımın dönüşüm sıcaklıklarında değişimler meydana getirdiği açık bir şekilde görülmektedir. Numuneye uygulanan basıncın artmasıyla numunenin austenit fazdan martensit faza dönüşümünün başladığı sıcaklık değeri olan M_s 'yi artırdığı gözlenirken soğuma sırasında austenit fazdan martensit fazın bittiği sıcaklık olan M_f 'yi düşürdüğü ve M_{max} değer olan M_p 'yi de düşürdüğü gözlenmiştir.

Tablo 5.1 'e bakıldığında aynı şekilde numuneye uygulanan basınç değerinin artmasıyla numunenin martensit fazdan austenit faza geçişinin başladığı sıcaklık A_s ve martensit fazdan austenit faza geçişin bittiği sıcaklık olan A_f 'nin değerinde de azalma meydana gelmiştir. A_{max} olan A_p değerinde de düşürdüğü gözlenmiştir.

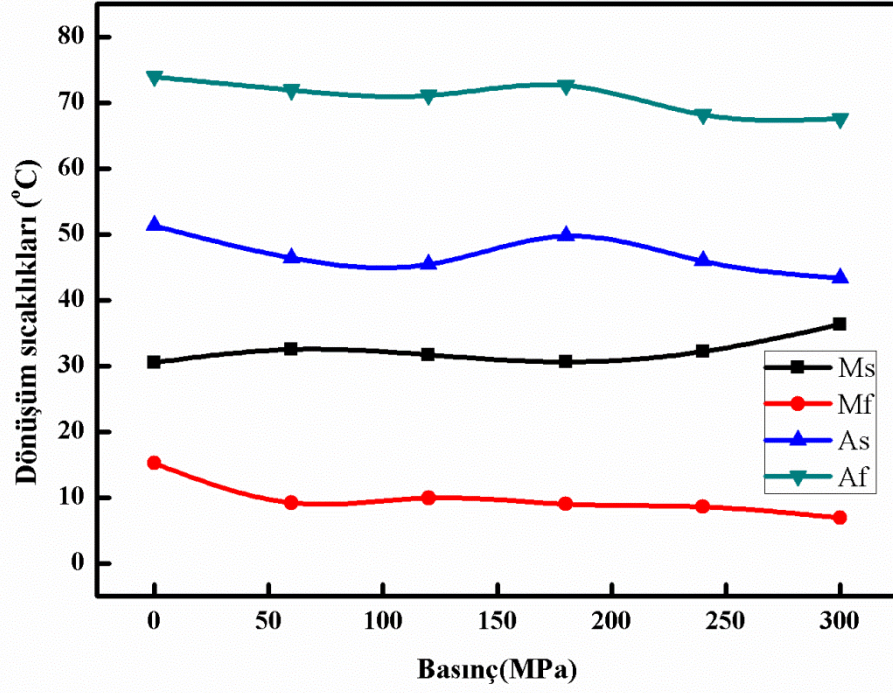
20 °C/dk ısıtma hızı ile dönüşüm sıcaklıklarına gözlemlemek için DSC ölçümleri alınan ve basınç uygulanan Z2 ve basınçsız Z1 numunesi için DSC eğrileri şekil 5.4 ve şekil 5.5 verilmiştir.



Şekil 5.4. 20 °C/dk ısıtma hızı ile Z1 numunesi için DSC eğrileri



Şekil 5.5. 20 °C/dk ısıtma hızı ile Z2 numunesi için DSC eğrileri



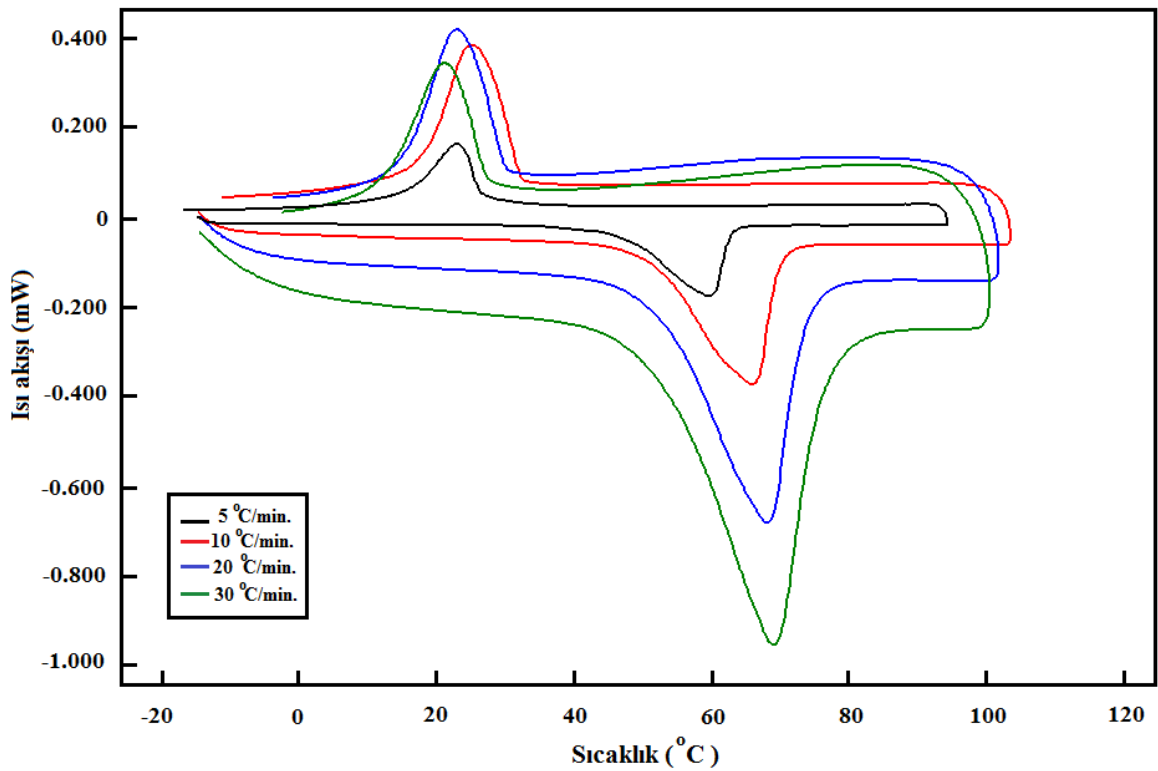
Şekil 5.6. 20 °C/dk ısıtma hızı ile Z1, Z2, Z3, Z4, Z5, Z6 numunelerine ait dönüşüm sıcaklıklarının uygulanan basınçla değişim grafiği

Şekil 5.6 'da görüldüğü gibi numunelerin üzerlerine uygulanan basıncın artması ile Şekil 5.3 'de olduğu gibi M_s dönüşüm sıcaklığının arttığı M_f , A_s ve A_f dönüşüm sıcaklıklarının azaldığı gözlenmiştir. 20 °C/dk ısıtma hızı ile ısıtılan Z1, Z2, Z3, Z4, Z5 ve Z6 numunelerine ait dönüşüm sıcaklıkları Tablo 5.2. 'de gösterilmiştir.

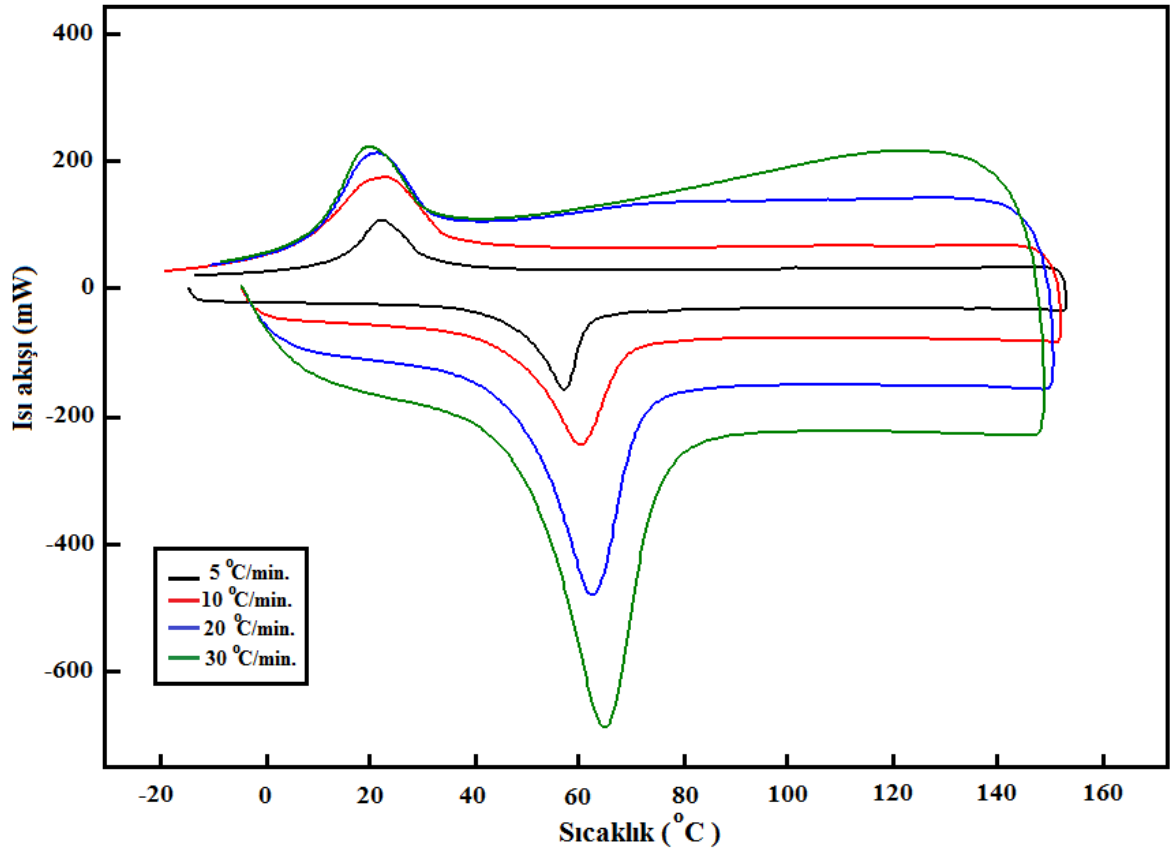
Tablo 5.2. 20 °C/dk ısıtma hızı ile Z1, Z2, Z3, Z4, Z5, Z6 numunelerine ait dönüşüm sıcaklıkları

Numune kodu	M_s (°C)	M_f (°C)	M_p (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)	A_p (°C)
Z1	30,5	15,2	23,1	51,3	73,9	68,4
Z2	32,5	9,2	21,3	46,4	71,9	62,6
Z3	31,7	9,9	20,8	45,4	71,1	62,1
Z4	30,6	9,0	19,0	49,7	72,6	63,0
Z5	32,2	8,6	19,0	45,9	68,2	60,6
Z6	36,3	6,9	19,2	43,3	67,6	59,3

Tablo 5.2. incelendiğinde 10 °C/dk ısıtma hızı ile gözlenen dönüşüm sıcaklıklarında olduğu gibi M_s sıcaklığının Z1 numunesine göre fazla olduğu M_f sıcaklığının ise Z1 numunesinde diğer numunelere göre yüksek değerde olduğu ve basıncın miktarı arttıkça M_f değerinin düştüğü gözlenmektedir. Aynı şekilde A_s sıcaklığına bakıldığında Z1 numunesinin diğer numunelere göre yüksek olduğu A_f sıcaklığında diğer numulere göre yüksek olduğu gözlenmiştir. 10 °C/dk ısıtma hızın ile gözlenen dönüşüm sıcaklıklarında olduğu gibi uygulanan basıncın artırılmasıyla M_p ve A_p değerlerinde azalma meydana gelmiştir.



Şekil 5.7. Z1 numunesinin farklı tarama hızlarından alınmış DSC ölçümleri



Şekil 5.8. Z2 numunesinin farklı tarama hızlarından alınmış DSC ölçümleri

Tablo 5.1. ve Tablo 5.2. incelendiğinde dönüşüm sıcaklıkları (M_s , M_f , A_s ve A_f) uygulanan basıncın artırılması ile M_s sıcaklığının arttığı M_f değerinin düştüğü gözlenmektedir. Aynı şekilde basınç arttıkça A_s sıcaklığı ve A_f sıcaklığında azaldığı gözlenmektedir. Şekil 5.7 ve Şekil 5.8 'e bakıldığında ise Z1 ve Z2 numunelerinin farklı ısıtma hızı ile verilen numunelerin dönüşüm sıcaklıkları basınçların artması ile değişimi görülmektedir. Ayrıca, basınçsız ve farklı basınç uygulanmış numuneler için alınmış DSC grafiklerinden elde edilmiş entalpi değerlerinden yararlanarak numunelerin entropi değerleri aşağıdaki denklem (5.1) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\Delta S^{M \rightarrow A} = \frac{\Delta H^{M \rightarrow A}}{T_o} \quad (5.1)$$

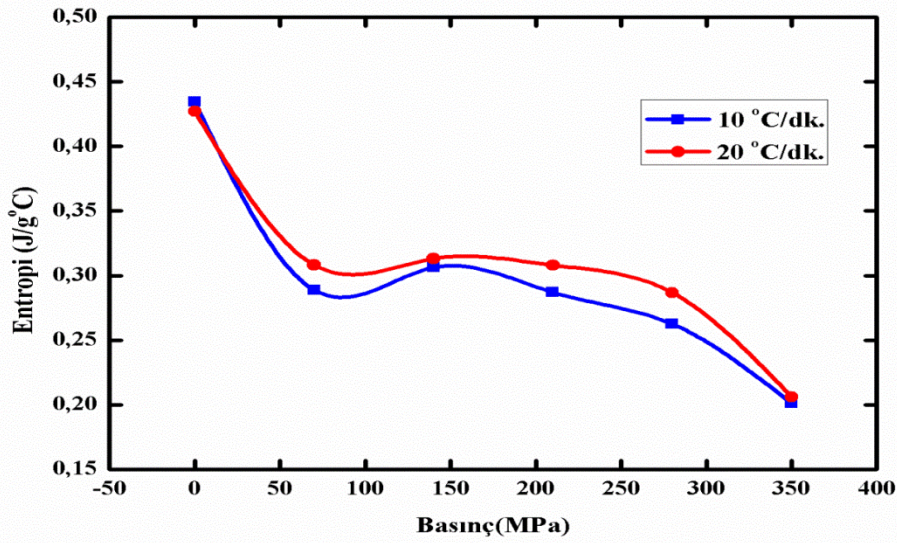
Burada $\Delta S^{M \rightarrow A}$ entropi, $\Delta H^{M \rightarrow A}$ entalpi, T_o ise austenit faz ve martensit fazın denge sıcaklığı olup $T_o = (A_f + M_s)/2$ ile hesaplanır. Entropi, entalpi, ve denge sıcaklığı T_o değerleri Tablo 5.3. ve Tablo 5.4. 'da verilmiştir.

Tablo 5.3. 10 °C/dk ısıtma hızı ile denge sıcaklığı, entalpi ve entropi değerleri

Isıtma hızı(°C/min.)	Basınç(MPa)	T ₀ (°C)	$\Delta H^{M \rightarrow A}$ (J/g)	$\Delta S^{M \rightarrow A}$ (J/g °C)
10	0	51.3	22.3	0.4346
	70	52.6	15.2	0.2889
	140	50.9	15.6	0.3064
	210	49.8	14.3	0.2871
	280	51.4	13.5	0.2626
	350	52.2	10.5	0.2011

Tablo 5.4. 20 °C/dk ısıtma hızı ile denge sıcaklığı, entalpi ve entropi değerleri

Isıtma hızı(°C/min.)	Basınç(MPa)	T ₀ (°C)	$\Delta H^{M \rightarrow A}$ (J/g)	$\Delta S^{M \rightarrow A}$ (J/g °C)
20	0	52.2	22.3	0.4272
	70	52.2	16.1	0.3084
	140	51.4	16.1	0.3132
	210	51.6	15.9	0.3081
	280	50.2	14.4	0.2868
	350	51.9	10.7	0.2061



Şekil 5.9. Farklı ısıtma hızları için uygulanan basıncın entropiye karşı grafiği

Tablo 5.5. Basıncsız ve basınç uygulanmış numunelerin farklı ısıtma hızlarıyla alınmış DSC değerleri.

Isıtma Hızı (°C/min.)	Basınç(MPa)	A _s (°C)	A _p (°C)	A _f (°C)	M _s (°C)	M _p (°C)	M _f (°C)
5	0	47.5	59.7	62.7	27.4	23.1	15.2
	70	46.9	57.3	62.3	33.9	22.2	14.0
	140	46.6	57.5	62.0	31.6	20.4	13.0
	210	46.4	57.4	61.6	32.8	21.5	13.2
	280	45.8	55.3	59.8	36.1	21.2	11.8
	350	43.9	56.3	62.7	37.1	21.1	10.5
10	0	51.5	66.1	69.9	32.7	25.3	17.4
	70	44.1	60.4	69.8	35.4	23.0	7.3
	140	45.6	60.1	67.5	34.3	21.0	8.4
	210	44.8	60.6	67.1	32.6	20.0	6.2
	280	45.7	59.3	66.9	35.9	18.4	5.7
	350	40.6	58.2	66.1	38.3	17.6	2.8
20	0	51.3	68.4	73.9	30.5	23.1	15.2
	70	46.4	62.6	71.9	32.5	21.3	9.2
	140	45.4	62.1	71.1	31.7	20.8	9.9
	210	49.7	63.0	72.6	30.6	19.0	9.0
	280	45.9	60.6	68.2	32.2	19.0	8.6
	350	43.3	59.3	67.6	36.3	19.2	6.9
30	0	51.3	69.3	76.5	28.1	21.2	13.2
	70	48.4	65.2	75.7	31.1	20.0	11.1
	140	48.8	64.2	74.1	31.4	19.9	10.2
	210	49.6	65.3	75.7	31.0	18.9	7.5
	280	47.3	62.1	71.9	35.0	19.2	9.2
	350	46.0	60.4	71.0	34.2	19.8	9.9

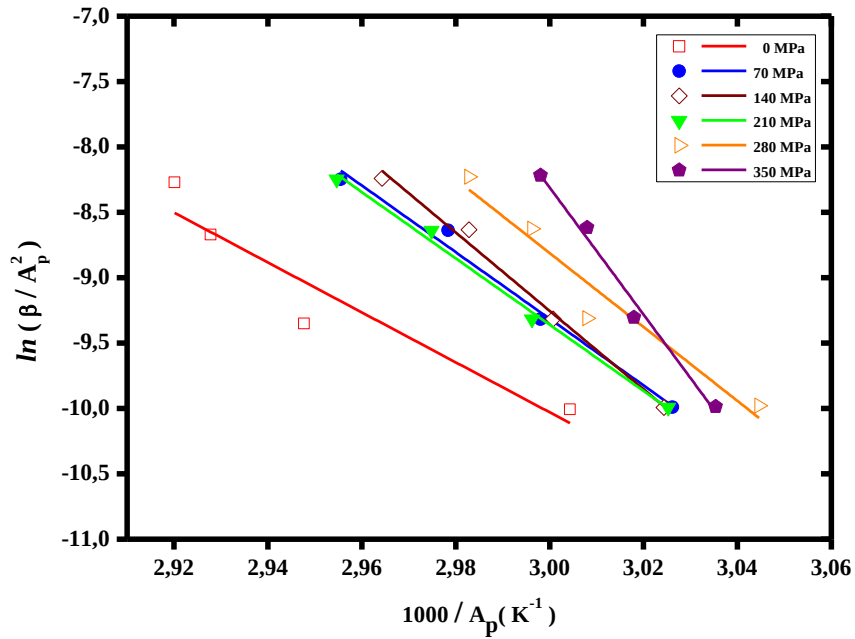
Tablo 5.5’de basıncsız ve basınç uygulanmış numunelerin farklı ısıtma hızları ile alınmış DSC değerlerine bakıldığında farklı ısıtma hızlarında numuneye uygulanan basıncın artmasıyla faz dönüşüm sıcaklıklarından M_s değeri artarken diğer dönüşüm sıcaklıklarından M_f, A_s, A_f değerlerinin azaldığı açık bir şekilde görülmektedir.

5.1.1. Aktivasyon enerjisinin hesaplanması

Şekil hatırlamalı alaşımlar ısıtıldığında martensit fazdan austenit faza, soğutulduğunda ise austenit fazdan martensit faza dönüşüm olur. Bu faz dönüşümleri için gerekli olan aktivasyon enerjisi literatürde sık olarak kullanılan ve en güvenilirlerinden biri olan Kissinger yöntemi ile hesaplanmıştır. Hesaplamalar için 5 °C/dk, 10 °C/dk, 20 °C/dk ve 30 °C/dk ısıtma hızlarına göre alınan DSC ölçümlerinde elde edilen kinetik parametreler kullanılmıştır. Kissinger metoduna göre aktivasyon enerjisi denklem (5.2) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\frac{d(\ln \frac{\beta}{A_p^2})}{d(\frac{1000}{A_p})} = -\frac{E_a}{R} \quad (5.2)$$

Bu denklemde β ısıtma hızı, E_a aktivasyon enerjisi, R gaz sabiti ($R=8,314\text{J/molK}$) olduğu bilinmektedir. DSC grafiklerinden elde edilen $A_{\max}=A_p$ pik sıcaklıkları alınarak; $\ln (\beta / A_p^2)$ 'nin $1000/A_p$ (K^{-1}) çizildiğinde, doğrunun eğiminden Kissinger metodu ile aktivasyon enerjisi basınçsız ve basınç uygulanmış numuneler için çizilmiştir. Çizilen doğrular Şekil 5.10. 'da gösterilmiştir.

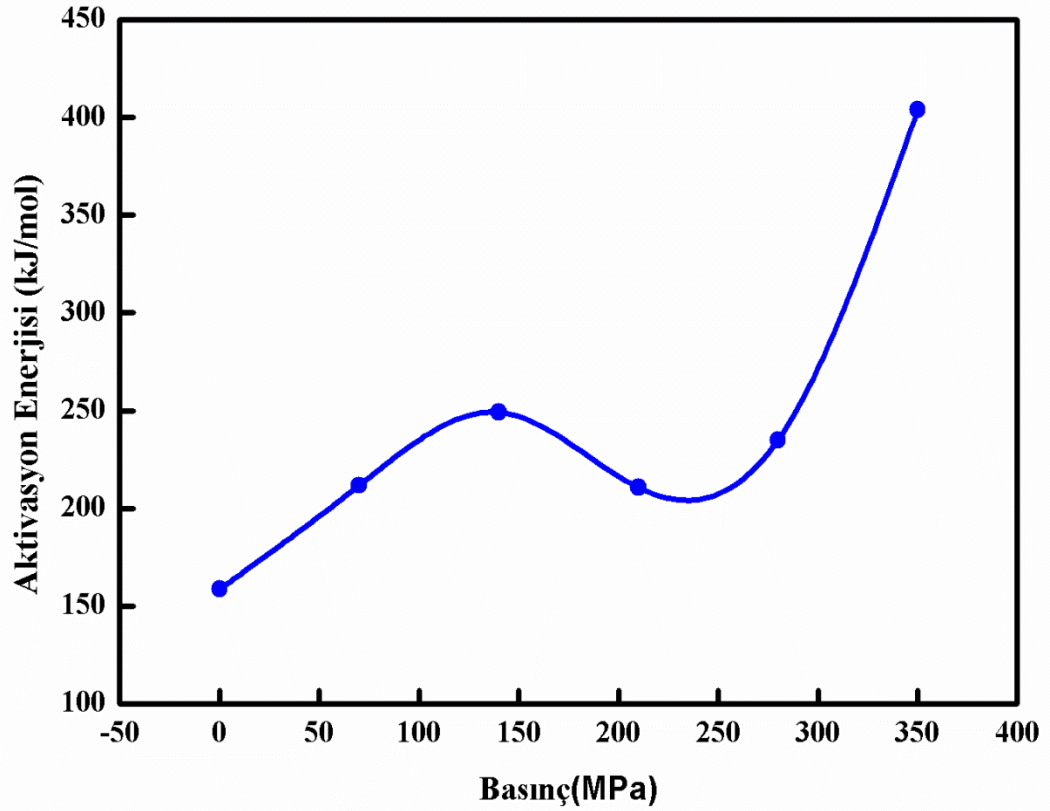


Şekil 5.10. $\ln (\beta / A_p^2)$ 'nin $1000/A_p$ 'ye karşı grafiği

Tablo 5.6. 'de ise uygulanan basınçla aktivasyon enerjisindeki değişim gösterilmiştir.

Tablo 5.6. Uygulanan basınçla aktivasyon enerjisindeki değişimi

Basınç	Aktivasyon enerjisi(kJ/mol)
0	158,72
70	211,80
140	249,19
210	210,70
280	235,02
350	403,94



Şekil 5.11. Numuneye uygulanan basınç ile aktivasyon enerjisinin değişim grafiği

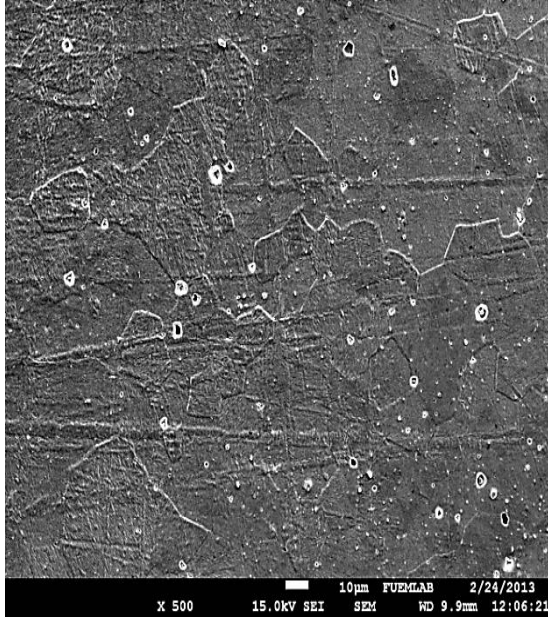
Şekil 5.11 'de numune üzerine uygulanan basıncın artmasıyla birlikte aktivasyon enerjisinin arttığı görülmektedir.

5.2.Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizleri

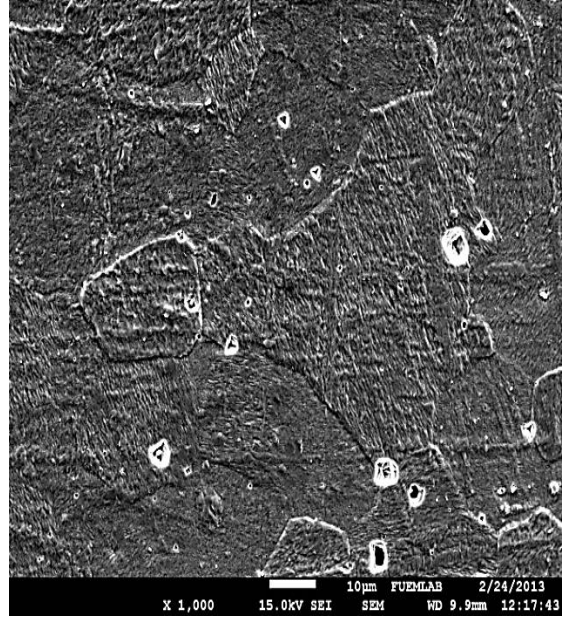
Basınçsız ve farklı basınç uygulanmış numunelerin yüzey görüntülerini daha sağlıklı gözlemleyebilmek için sırasıyla belirtilen işlemler yapıldı. Öncelikle numunelerin yüzeylerinde kalan eğriliklerin giderilebilmesi için stap üzerine yerleştirilen numuneler yüzeyleri düzgün olabilmesi için 2500 C-Cw lik zımpara yardımıyla zımparalama işlemi yapıldı. Zımpara işlemi sonrasında numunelerin yüzeyindeki çizik ve pürüzlerin giderilmesi için kadife çuha ve 3 mikronluk elmas pasta kullanılarak yüzeyler daha parlak ve ideal hale getirildi. Daha sonra belli oranlarda HCl, HNO₃ ve saf suyun karıştırılmasıyla dağlama işlemi için çözelti elde edildi. Elde edilen bu çözelti yardımıyla numune yüzeylerinin dağlama işlemi yapıldı. Uygulanan basıncın artmasıyla numunelerin yüzey morfolojilerinde ne tür değişiklikler meydana geldiğini incelemek için taramalı elektron mikroskopisi (SEM) kullanıldı. Ayrıca alaşımı oluşturan kimyasal bileşimler yüzdesinin tayini için enerji dağılımlı X-ışını (EDX) analizi yapıldı.

5.2.1. Basınçsız Numune Analizi

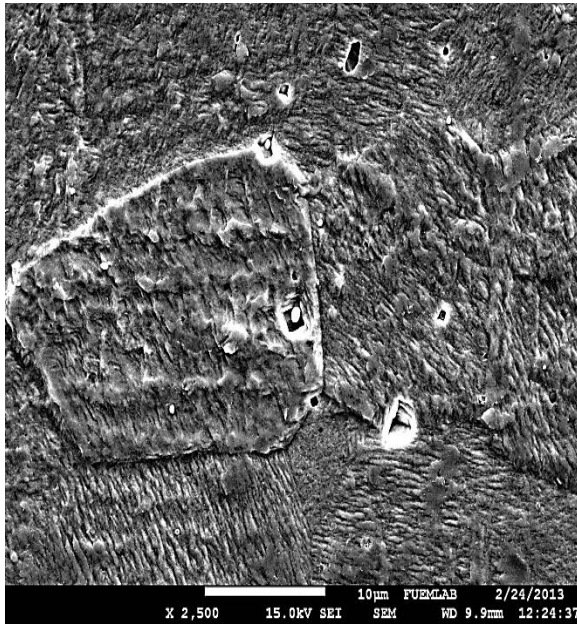
Şekil 5.12 ‘ de Z1 numunesinin 500X, 1000X, 2500X ve 5000X büyütme oranı ile çekilen SEM görüntüleri gösterilmiştir. İlk başta tüm yüzeyden alınan görüntüler büyütme oranı artırılarak sadece belli bölgede görüntülerin alınması sağlanmıştır. Şekil 5.13 ve Şekil 5.14’deki görüntüler incelendiğinde basınçsız Z1 numunesinin yüzeyinden alınan EDX spektrumlarını göstermektedir. EDX spektrumu tüm bölge ve belirtilen bölgelerden alınan numunelerin sonuçları Tablo 5.7 ’de gösterilmiştir. Sonuçlara incelendiğinde, Z1 numunesinin tüm bölge spektrumu yapıda ağırlıkça % 55,44 Ni elementi, % 44,56 Ti elementi içerdiği gözlenmiştir. Belirtilen bölgede alınan EDX sonuçlarına göre de numunenin yapısında ağırlıkça % 55,32 Ni elementi, % 44,68 Ti elementi içerdiği gözlenmiştir. Gözlenen bu sonuçlar incelendiğinde bu tez çalışmasında kullandığımız % ağırlıkça Ni %44,74 Ti şekil hatırlamalı alaşım ile sonuçların birbirine çok yakın olduğu gözlenmiştir.



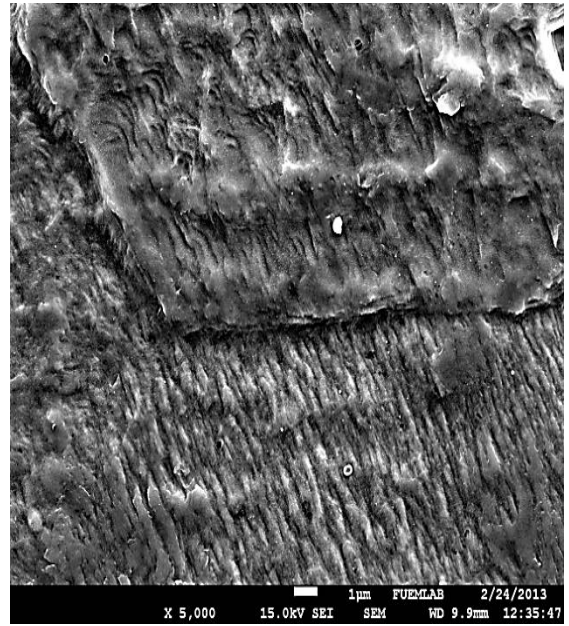
(a)



(b)

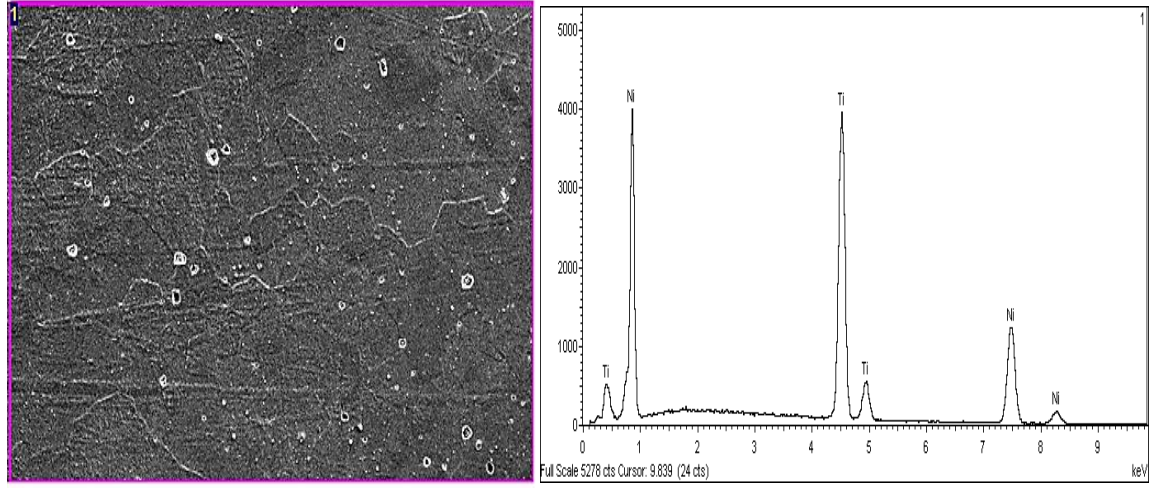


(c)

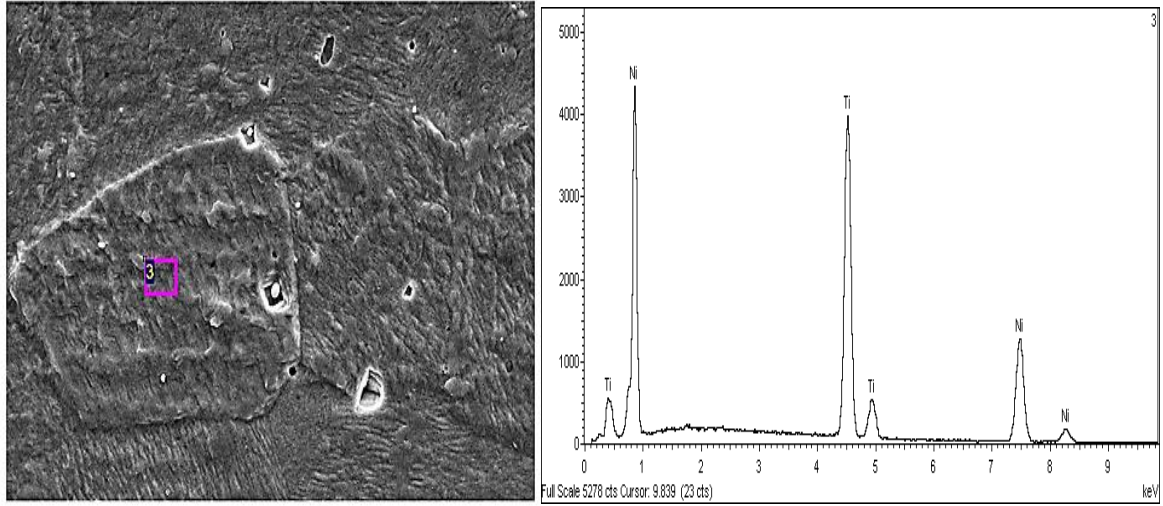


(d)

Şekil 5.12 Z1 numunesinin yüzey yapısını gösteren SEM görüntüsü **a)** 500X büyütme **b)** 1000X büyütme **c)** 2500X büyütme **d)** 5000X büyütme



Şekil 5.13 Z1 numunesinin şekil 5.12 (a) 'da gösterilen yüzeyin tüm bölge EDX spektrumu



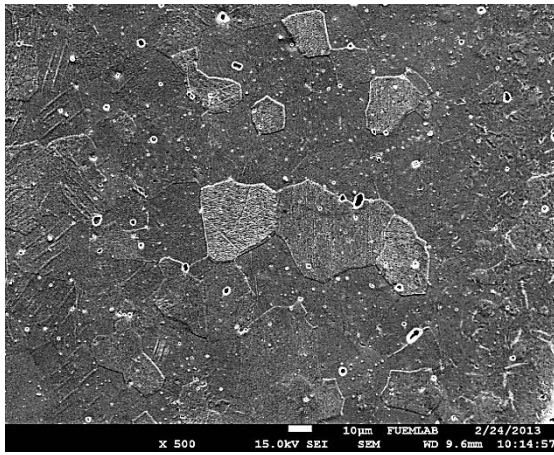
Şekil 5.14 Z1 numunesinin şekil 5.12 (c)' de gösterilen yüzeyin EDX spektrumu

Tablo 5.7. Z1 numunesinin tüm bölge ve belirtilen bölge için EDX spektrum sonuçları

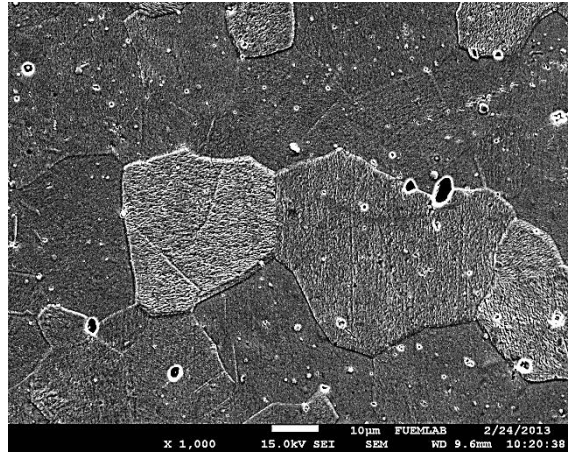
Element	Tüm Bölge		Belirtilen Bölge	
	Ağırlıkça(%)	Atomik(%)	Ağırlıkça(%)	Atomik(%)
Ni	55,44	50,37	55,32	50,25
Ti	44,56	49,63	44,68	49,75
Toplam	100	100	100	100

5.2.2. Z2 basınçlı Numune Analizi

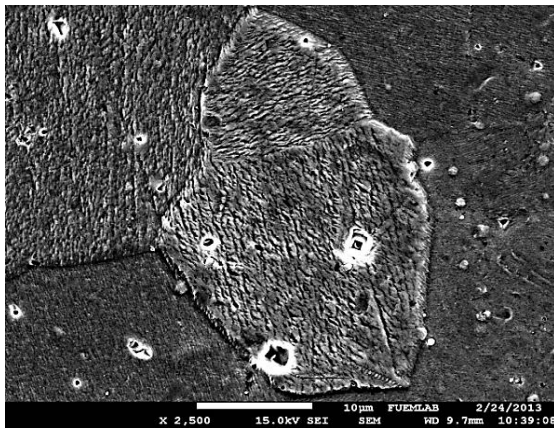
Numunenin üzerine uygulanan basıncın numune üzerinde nasıl etki yaptığını gözlemlemek için Şekil 5.15 ' de Z2 numunesinin 500X, 1000X, 2500X ve 5000X büyütme oranı ile çekilen SEM görüntüleri gösterilmiştir. Görüntülere bakıldığında üzerine basınç uygulanan numunelerde taneler daha sıkı ve düzenli olarak gözlemlendi. Z1 numunesine göre yapıların sayısının arttığı ve daha düzenli yapıya geldikleri gözlemlendi. Şekil 5.16 ve Şekil 5.17 ' de Z2 numunesinin yüzeyinden alınan EDX spektrumları göstermektedir. Spektrumu alınan tüm ve belirtilen bölgeler için numunelerin sonuçları Tablo 5.8' de gösterilmiştir. Sonuçlara incelendiğinde, Z2 numunesinin tüm bölge spektrumu yapıda ağırlıkça % 54,99 Ni elementi, % 45,01 Ti elementi içerdiği gözlemlenmiştir.



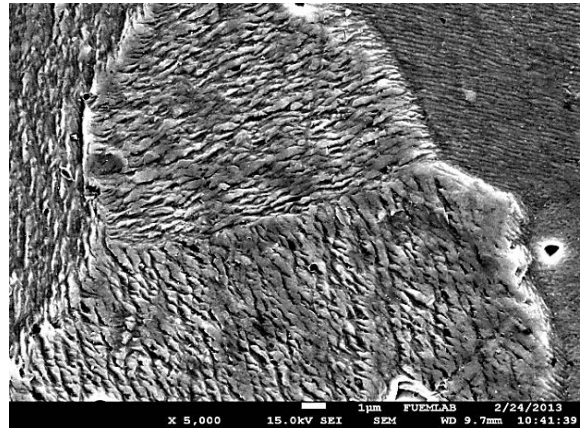
(a)



(b)

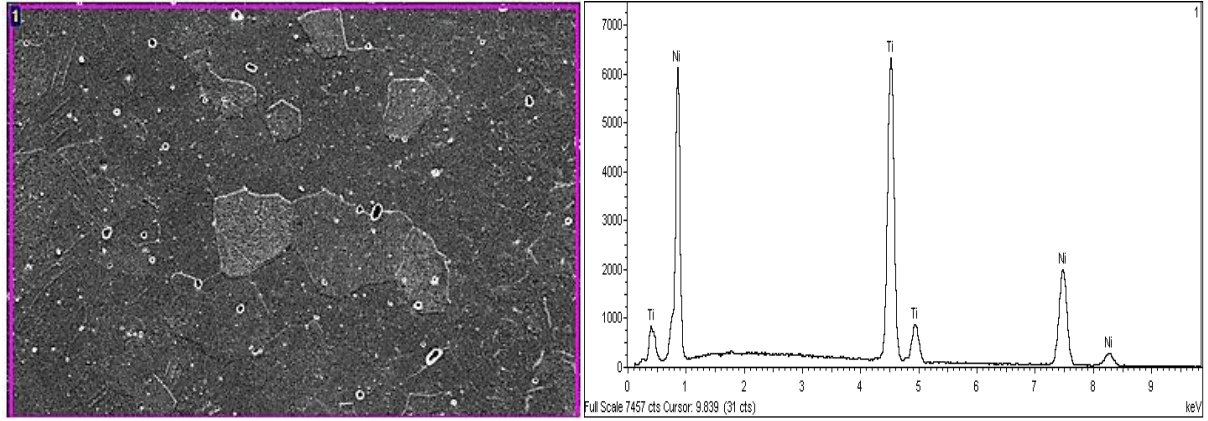


(c)

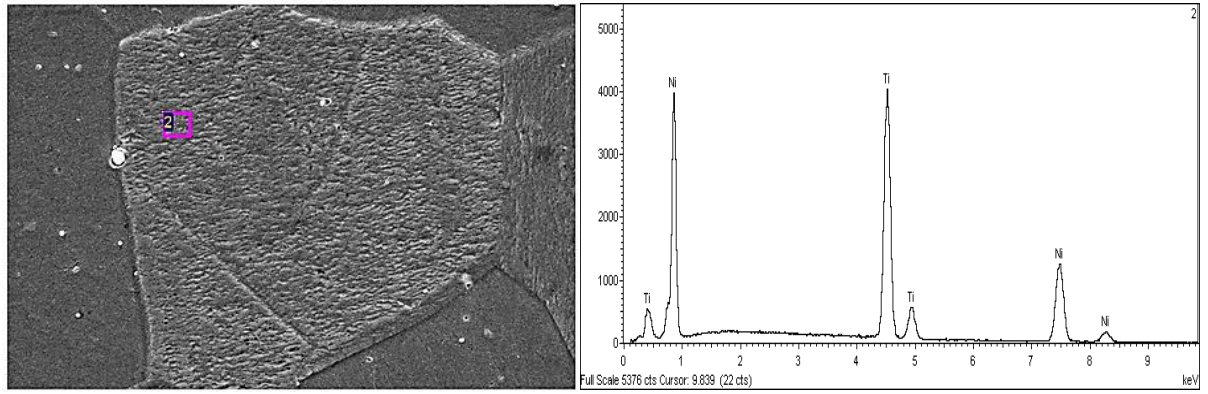


(d)

Şekil 5.15. Z2 numunesinin yüzey yapısını gösteren SEM görüntüsü a) 500X büyütme b) 1000X büyütme c) 2500X büyütme d) 5000X büyütme



Şekil 5.16. Z2 numunesinin şekil 5.15 (a) 'da gösterilen yüzeyin tüm bölge EDX spektrumu



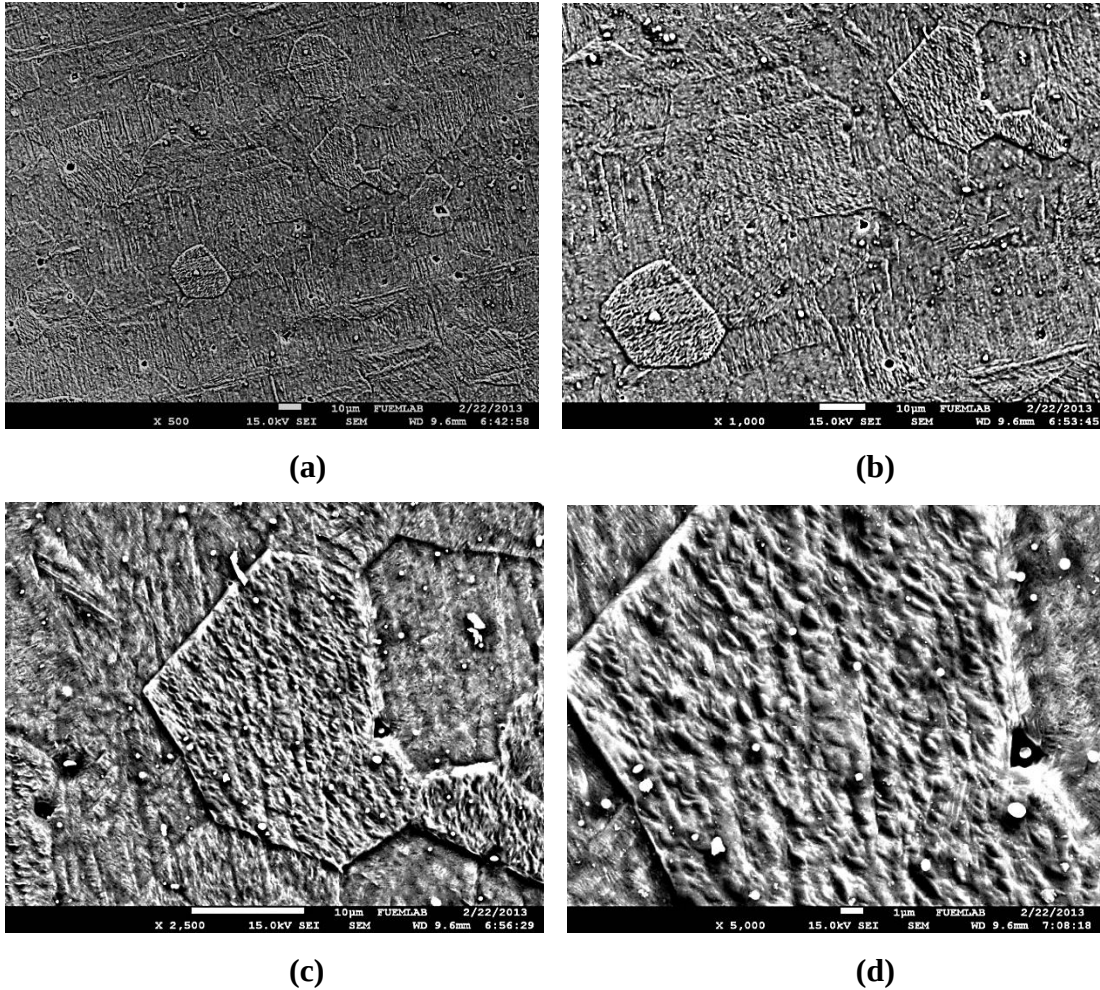
Şekil 5.17. Z2 numunesinin şekil 5.15 (b) 'de gösterilen yüzeyin EDX spektrumu

Tablo 5.8. Z2 numunesinin tüm bölge ve belirtilen bölge için EDX spektrum sonuçları

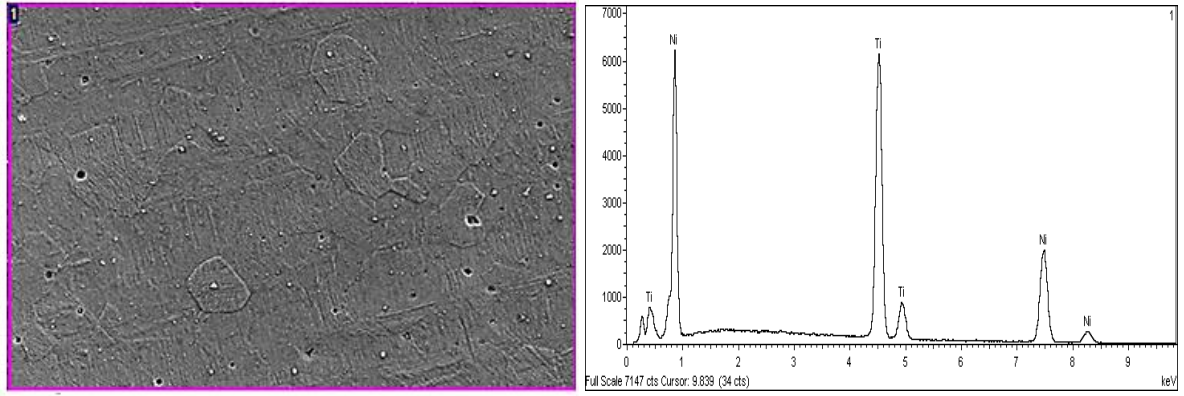
Element	Tüm Bölge		Belirtilen Bölge	
	Ağırlıkça(%)	Atomik(%)	Ağırlıkça(%)	Atomik(%)
Ni	54,99	49,92	55,15	50,09
Ti	45,01	50,08	44,85	49,91
Toplam	100	100	100	100

5.2.3. Z5 basınçlı Numune Analizi

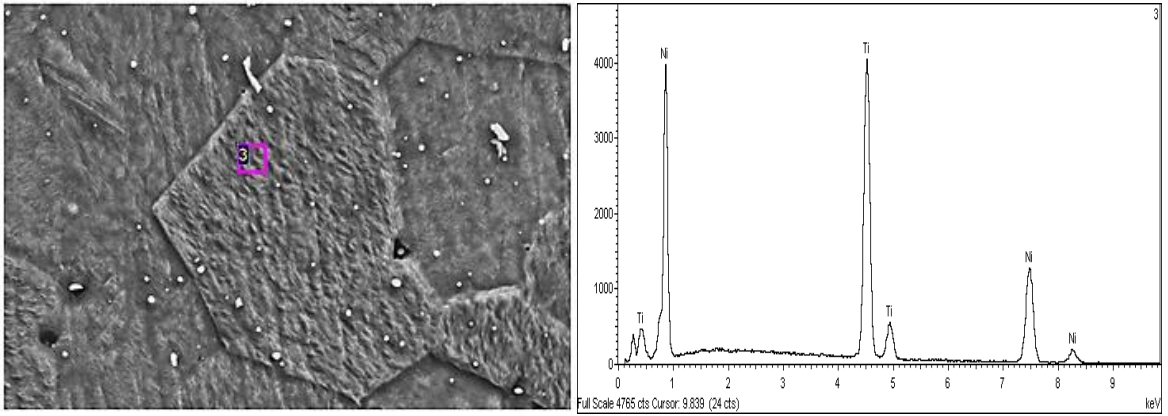
Numune üzerine uygulanan basıncın numunede olan etkisini gözlemlemek için Şekil 5.18 'de Z5 basınçlı numunenin 500X, 1000X, 2500X ve 5000X büyütme oranı ile çekilen SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde basınç arttıkça tanelerin sayısının arttığı ve iğnemsî yapı şeklini alıp daha sıkı hale geldiği görülmektedir. Z1 ve Z2 numunelerinin SEM görüntülerine bakıldığında basıncın artmasıyla birlikte numunede oluşan tane sayılarının arttığı ve iğnemsî yapılara dönüştüğü gözlenmektedir. Şekil 5.19 ve Şekil 5.20 'de Z5 numunesinin yüzeyinden alınan EDX spektrumları gösterilmiştir. Spektrumu alınan tüm ve belirtilen bölgeler için numunelerin sonuçları Tablo 5.9' da gösterilmiştir. Sonuçlara incelendiğinde, Z5 numunesinin tüm bölge spektrumu yapıda ağırlıkça % 55,28 Ni elementi, % 44,72 Ti elementi içerdiği gözlenmiştir.



Şekil 5.18. Z5 numunesinin yüzey yapısını gösteren SEM görüntüsü a) 500X büyütme b) 1000X büyütme c) 2500X büyütme d) 5000X büyütme



Şekil 5.19. Z5 numunesinin şekil 5.18 (a) 'da gösterilen yüzeyin tüm bölge EDX spektrumu



Şekil 5.20. Z5 numunesinin şekil 5.18 (c) 'de gösterilen yüzeyin EDX spektrumu

Tablo 5.9. Z5 numunesinin tüm bölge ve belirtilen bölge için EDX spektrum sonuçları

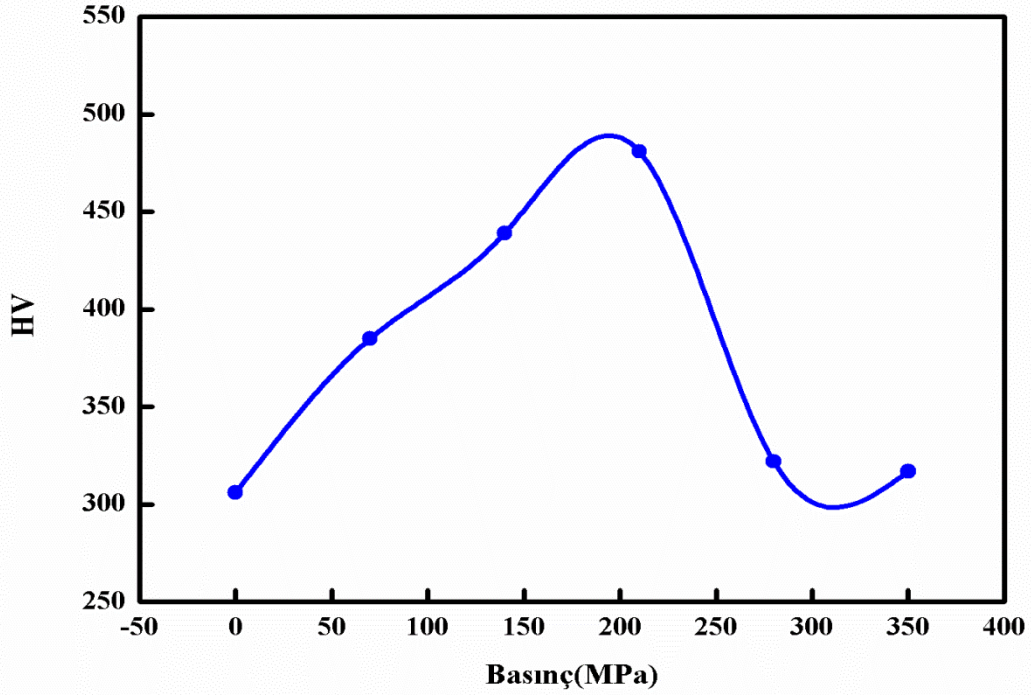
Element	Tüm Bölge		Belirtilen Bölge	
	Ağırlıkça(%)	Atomik(%)	Ağırlıkça(%)	Atomik(%)
Ni	55,28	50,21	55,26	50,20
Ti	44,72	49,79	44,74	49,80
Toplam	100	100	100	100

5.3. Mikro Sertlik Ölçümleri

Mikrosertlik ölçümlerine basıncın etkisini gözlemlemek için yapılan ölçümlerde elde edilen veriler Tablo 5.10 'da gösterilmiştir. Numuneler üzerine uygulanan basınçla vickers sertliğinin Z4 numunesine kadar arttığı gözlemlendi Z4 numunesinden sonra sertlik değerinin tekrar azaldığı gözlemlendi. Z4 basıncı bu tez çalışmasında kullanılan alaşım için kritik değer olduğu gözlemlendi. Şekil 5.20' de incelendiğinde Z4 numunesine kadar sertliğin arttığı Z4 numunesinden sonra başlangıçtaki değere yaklaştığı gözlenmektedir.

Tablo 5.10. Numunelerin vickers sertliği

Basınc	HV
0	306
70	385
140	439
210	481
280	322
350	317



Şekil 5.21. Vickers sertliğinin basınca göre grafiği

6. SONUÇLAR

Basıncsız ve beş farklı basınç uygulanmış şekil hatırlamalı NiTi alaşımından hazırlanmış numunelerin DSC ölçümleri alındı. Numunelerin alınan DSC grafiklerinden dönüşüm sıcaklıkları M_s , M_f , A_s ve A_f değerlerinin numune üzerine uygulanan basınçla değiştiği gözlemlenmiştir. Numune üzerine uygulanan basınç değerinin artmasıyla martensit fazın başlama sıcaklığı olan M_s sıcaklığının arttığı martensit fazın bitiş sıcaklığı olan M_f sıcaklığının da azaldığı gözlenmiştir. Numuneye uygulanan basıncın artmasıyla austenit fazın başlangıç ve bitiş sıcaklıkları olan A_s ve A_f sıcaklıklarının azaldığı gözlenmiştir.

DSC grafiklerinden yararlanarak hazırlanan ve Tablo 5.3 'de verilen entalpi değerlerine bakıldığında, numuneye uygulanan basınç değerinin artmasıyla entalpi değerlerinin azaldığı açık bir şekilde görülmektedir. Numunelere uygulanan basınç numunelerdeki faz dönüşümlerinin oluşumunda pozitif yönde bir katkı sağlamıştır. Yani numunede faz dönüşüm için gerekli olan enerjiden daha düşük bir enerjiyle faz dönüşümün meydana gelmesine olanak sağlamıştır. Ayrıca, Tablo 5.3 ve Tablo 5.4 'de verilen entalpi ve denge sıcaklıklarının değerleri kullanılarak hesaplanan ve Tablo 5.3 ve Tablo 5.4 'de verilen entropi değerlerinin de, numunelere uygulanan basınç değerlerinin artmasıyla azaldığı gözlenmektedir. Numuneye uygulanan basınç değerinin artmasıyla entropi değerinin azaldığı Şekil.5.9 'da görülmektedir. Uygulanan basınç değerinin artması numunelerde oluşan faz dönüşümü esnasında atomların hareket alanını ve miktarını sınırlamıştır. Bu nedenle numunede oluşacak düzensizliği sınırlamıştır ve daha kararlı bir yapı oluşumuna neden olmuştur.

Şekil hatırlamalı alaşımlarda gözlenen çift yönlü faz dönüşümlerinde aktivasyon enerjisi önemli faktörlerden biridir. Şekil 5.10 'da Kissinger metodu kullanılarak hesaplanan değerlerden elde edilen veriler kullanılarak çizilen grafik incelendiğinde numune üzerine uygulanan basınç arttıkça faz dönüşümünün başlaması için gerekli olan aktivasyon enerjinin de arttığı görülmektedir. Ayrıca, Tablo 5.5 'e bakıldığında numuneye uygulanan basınç değerinin artmasıyla faz dönüşümünün oluşması için gerekli olan aktivasyon enerji değerinin de arttığı Şekil.5.10 desteklemektedir. Bunun sebebi numuneye uygulanan basınçla numune üzerinde bir iş yapılmıştır. Gerekli olan aktivasyon enerjisinin bir kısmı yapılan bu işin etkisini ortadan kaldırmak için kullanılır diğer kısmı da faz

dönüşümü olayının sağlanmasında kullanılır. Dolayısıyla uygulanan basınç miktarının artmasıyla numune üzerine yapılan iş miktarı da artmıştır. Bu nedenle gerekli olan aktivasyon enerji değerinde artış meydana gelmiştir. Şekil hatırlamalı NiTi alaşımında hazırlanan numunelere farklı basınçlar uygulandı. Uygulanan basıncın numunelerin mikroyapıları üzerine etkisini incelemek için numunelerden SEM ölçümleri alındı. Ayrıca, numunelerin kimyasal bileşimleri hakkında daha iyi bilgi sahibi olabilmek için enerji dağılımlı X-ışını (EDX) analizleri yapıldı. Basıncsız ve farklı basınç uygulanmış numune yüzeylerinin alınan SEM ölçümlerinde değişime uğradığı gözlemlendi. Numunelere uygulanan basınç değeri arttıkça numune yüzeyinde oluşan tane boyutlarının giderek küçüldüğü buna karşın tane yapılarının sayısının arttığı gözlemlenmiştir. EDX sonuçlarına bakıldığında gerek tüm yüzeyden alınan gerekse farklı bölgelerden alınan sonuçlar incelendiğinde numuneyi oluşturan kimyasal bileşenler bakımında alaşımın % ağırlıkça Ni %44,74 Ti olduğu doğrulanmıştır.

Şekil hatırlamalı alaşımlara yapılan ölçümlerden biride sertlik ölçümüdür. Numunelere uygulanan basıncın numunede sertliği belli bir değere kadar artırdığı kritik değerden sonra tekrar başlangıçtaki numuneye yakın olduğu gözlemlenmiştir.

7. KAYNAKLAR

- [1]. Recate, V., Perez-Landazabal, J.I., Rodriguez, P.P., Bocanegra, E:H., NO, M.L., San Juan, J., 2004, Thermodynamics of Thermally Induced Martensitic Transformations in Cu-Al-Ni Shape Memory Alloys, *Acta Materialia*, **52**, 3941-3948.
- [2]. Taulor, P.M., Moser, A., Creed, A., 1998, S sixty-four Element Tactile Display Using Shape Memory Alloy Wires, *Display*, **18**, 163-168.
- [3]. Ozgen, S. Tatar, C., 2012, " Thermoelastic Transition Kinetics of Gamma Irradiated CuZnAl Shape Memory Alloy " *Metals and Materials International*, **18** (6) 909-916,
- [4]. Olson, G.B., Cohen, M., 1975, Thermoelastic Behavior in Martensitic Transformations. *Scripta Metal.*, **9**, 1247.
- [5]. Ortin, J., Planes, A., 1988, Thermodynamic Analysis of Thermal Measurements in Thermoelastic Martensitic Transformations. *Acta Metall*, **36**, 1873.
- [6]. Huang, W., 1998, “Shape Memory Alloys and their Application to Actuators for Deployable Structures”, Doktora Tezi, *University of Cambridge* , Peterhouse,
- [7]. Sivakumar, S., Kumar, K., Rao, L., Rao, M. 2005, A Review of the Constitutive Models for Shape Memory Alloys, *International Conference on Smart Materials Structures and Systems*, Bangalore, India,
- [8]. Eroğlu, Z. E. 2010, *Şekil Bellekli Alaşımların ARK Ergitme Yöntemiyle Üretimi, Metalurjik Yapılarının Tayini ve Özelliklerinin İncelenmesi*. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü,

- [9]. **Delaey, L., Krishnan, R. V., Tas, H. and Warlimont, H.**, 1974, “Thermoelasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations”, *Journal of Materials Science*, **9**: 1521-1535
- [10]. **Dilibal, S.**, 2005, *Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşım Üretimi ve Şekil Bellek Eğitimi*. Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi. İstanbul
- [11]. **Schiller, E.H.**, 2002, Heat Engine Driven by Shape Memory Alloys: Prototyping and Design, Thesis submitted to the Faculty of Virginia Polytechnic Institute and State University in partial fulfillment of the requirements for a degree of Master of Science in Mechanical Engineering, 72
- [12]. **Heinz Nixdorf Institut Universitat Paderborn**. 2005, <http://www.whni.uni-paderborn.de/mitarbeiter/mitarbeiter.php?id=1537&pro=ja>
- [13]. **Callister W. D.**, 2003, *Materials Science and Engineering: An Introduction*, John Wiley & Sons Inc., Hoboken NJ.
- [14]. **Toptaş E., Akkuş N.**, 2007, Şekil Hafızalı Alaşımlar ve Endüstriyel Uygulamaları, *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi* (4) 15-22
- [15]. **Funakubo, H.**, 1987, Shape Memory Alloys. Gordon and Breach Science Publishers, New York.
- [16]. **Georgieva, I. Ya., M.N. V.I. Izotov, L.M. Pankova, Utenviskiy and Khadarov, P.A.**, 1971, Fiz. Metal, *Metalloved*, **32**, 626.
- [17]. **Bunshah, R. F. and Mehl R. F.**, 1953, Journal of Metals, **197**, 1251-1258.
- [18]. **Durlu, T.N.**, 1979, Strain Induced Martensite in Fe-Ni-C Alloys. Proc.Int.Conf.on Mart. Transformations, MIT, Boston, 343-347.

- [19]. **Kurdjumow, G.V.**, 1959, The Nature of Martensitic Transformations. Journal of Metals, **11**, 449-453.
- [20]. **Friend, C.M.**, 1986, Factors Affecting Reversible Shape Memory. Surrey Universitesi, Doktora Tezi, Surrey, İngiltere
- [21]. **Saburi, T., Nenno, S.**, 1981, The Shape Memory Effect and Related Phenomena. Proceed International Conference Solid State Phase Transformations, AIME, Pittsburgh, 1455-1479.
- [22]. **Mihalcz, I.**, 2001, fundamental characteristics and design method for nickel-titanium shape memory alloy, Periodica Polytechnica ser. Mech. Eng., **45**, 1, 75-86.
- [23]. **Batra, A.** 1999, Shape Memory Alloys An Introduction, *Seminar Report*, Department of Aerospace Engineering Indian Institute of Technology, Bombay.
- [24]. **Zengin R.**, 2002, "Bakır Bazlı Alaşımların Basınç ve Radyasyon Etkisi Altında Şekil Hatırlama Davranışlarının İncelenmesi" DOKTORA, Fırat Üniversitesi Fizik Bölümü Elazığ.
- [25]. **Çavdar, E.**, 2006, Şekil Hatırlamalı Ni-Ti Alaşımında Difüzyonsuz Faz Dönüşümünün Termodinamik Özellikleri Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Bölümü
- [26]. **Christian J.W.**, 1975, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, London,
- [27]. **Read R.E.**, 1970, Physical Metallurgy Principles, International Student Edition, NewYork, USA,.
- [28]. **Gall K., Sehitoglu H., Maier H. J. and Jacobus K.**, 1998, Metall. Mater. Trans. A, 29A, 765,.

[29]. **Kahveci N.**, 1997, İnhomojen Ortamdaki Elipsoidal Bölgelerin Esneklik Alanları ve Enerjileri, Doktora Tezi, Ondokuzmayıs Üniversitesi, Samsun

[30]. **Dikici B.** 2010, *Toz Metalurjisi Yöntemiyle Nikel Titanyum Alaşımlarının Üretimi* İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

[31]. **Otsuka, K., Ren, X.**, 2005, Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys, *Progress in Materials Science*, **50**, 511–678

[32]. **Otsuka, K., Kakeshita, T.**, 2002, “Science and Technology of Shape-Memory Alloys: New Developments”, *MRS Bulletin*,

[33]. **Lekston, Z., ve E. Lagiewka.**, 2007, X-ray diffraction studies of NiTi shape memory alloys. *Archives of Materials Science and Engineering*, no. **28** 665-672.

[34]. **Michutta, J., Somsen, Ch., Yawny, A., Dlouhy, A., Eggeler, G.**, 2006, Elementary martensitic transformation processes in Ni-rich NiTi single crystals with Ni₄Ti₃ precipitates, *Acta Materialia*, **54**, 3525-3542

[35]. **Akdoğan, A., Nurveren, K.**, 2003, Sekil Hafızalı Alaşımlar. *Mühendis ve Makina*, **521**, 35-45.

[36]. **Gilbertson R.G.**, 2000, Muscle Wires Project Book, Mondo-tronics Inc., USA.

[37]. **Perkins, J., and Muesing, W. E.**, 1983, “Martensitic Transformation Cycling Effect in CuZnAl Shape Memory Alloys”, *Metal Trans. A*, **14(A)**: 33-36

ÖZGEÇMİŞ

1986 yılında Elazığ merkez ‘ de doğdu ilköğretimini Elazığ cumhuriyet ilkokulunda tamamladı. Orta öğretimini Elazığ mezre ortaokulunda tamamladı. Liseyi Elazığ balakgazi lisesinde tamamladı. 2007 yılında Fırat Üniversitesi Fen Fakültesi fizik bölümünü kazanarak 2011 yılında mezun oldu.