

**TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE SENTEZLENEN
NiTi ALAŞIMLARININ YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN
KARAKTERİZASYONU**

Yunus TATOĞLU

**Yüksek Lisans Tezi
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı
Üretim Metalurjisi Bilim Dalı
Dr. Öğr. Üy. M. Engin KOCADAĞIŞTAN
2019
Her hakkı saklıdır**

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE SENTEZLENEN NiTi
ALAŞIMLARININ YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN
KARAKTERİZASYONU**

Yunus TATOĞLU

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
Üretim Metalurjisi Bilim Dalı**

**ERZURUM
2019**

Her hakkı saklıdır



TEZ ONAY FORMU

**TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE SENTEZLENEN NİTİ ALAŞIMLARININ YAPISAL
ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU**

Dr. Öğr. Üyesi M. Engin KOCADAĞIŞTAN danışmanlığında, Yunus TATOĞLU tarafından hazırlanan bu çalışma, 22/10/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Metalurji ve Malzeme Mühendisi Anabilim Dalı Üretim Bilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak **oybirliği / oy çokluğu** (.../...) ile kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. Ersin ARSLAN

İmza :

Üye : Doç. Dr. Hikmet ÇİÇEK

İmza :

Üye : Dr. Öğr. Üyesi M. Engin KOCADAĞIŞTAN

İmza :

Yukarıdaki sonuç;

Enstitü Yönetim Kurulu'nun **31./10/2019** tarih ve **42.../...28...** nolu kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Mehmet KARAKAN
Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildiriş, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE SENTEZLENEN NiTi ALAŞIMLARININ YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU

Yunus TATOĞLU

Atatürk üniversitesi
Fen bilimleri Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Anabilim Dalı
Üretim Metalürjisi Bilimdalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi M. Engin KOCADAĞIŞTAN

NiTi alaşımları şekil hafızası, süperelastiklik, yüksek darbe sönümlleme kapasitesi, yüksek korozyon direnci ve biyouyumluluk özelliklerine sahiptir. Farklı şekil, boyut ve paketlenme özelliğine sahip tozlar toz metalürjisi yöntemleriyle yüksek performanslı, yüksek boyutsal hassasiyete sahip, kimyasal bileşimi kontrol edilebilir ve gözenekli yapıya sahip maddeler olarak üretilebilir. Bu amaçla eşit mol miktarında Ni ve Ti tozları kullanılarak mekanik alaşımlama işlemi yapılmıştır. 58,7g'lık Ni ile 47,9 g'lık Ti birer mol alınmış ve yapılan deneylerin ilk üçünde 0,14 mol Ni ve Ti tozu kullanılmıştır. Toz sarfiyatını azaltmak için sonraki deneylerde 0,047 mol Ni ve Ti tozları kullanılmıştır ve NiTi alaşımı elde edilmesi amaçlanmıştır. Dönüş hızının ve öğütme süresinin değişiminin alaşımlama üzerindeki etkileri gezegen tipi öğütücü kullanılarak incelenmiştir. Faz analizleri için XRD (X-Ray Diffraction) kullanılmıştır. Kullanılan gezegen tipi öğütme cihazında dönüş hızının değiştirilmesinin ve alaşımlama süresinin değiştirilmesinin alaşımlama üzerindeki etkileri incelenmiştir. Çeşitli parametrelerde sentezlenen NiTi tozlarının X-ışın kırınım grafikleri ve taramalı elektron mikroskobu görüntüleri alınarak yapısal özellikleri yorumlanmıştır. Bu çalışmada 12 deney yapılmıştır. 300 rpm hızda ve 200 rpm hızda 40 saatin altında Ti₂Ni fazına rastlanmamıştır. 40 saat ve 80 saatlik deneylerde Ti₂Ni fazı ile örtüşen pik oluşumu gözlenmiştir. 400 rpm hızda 10 ve 20 saatlik deneylerde Ti₂Ni fazına rastlanmamıştır. 400rpm hızda büyük tanelerde çatlak oluşumunun başladığı görülmüştür. Alaşımlamanın gerçekleşmesi için deney süresinin en az 40 saat olması gerektiği sonucuna varılmıştır.

2019, 65 sayfa

Anahtar Kelimeler: NiTi, Mekanik alaşımlama, Şekil hafızalı alaşımlar, süperelastiklik, Toz metalürjisi

ABSTRACT

Master Thesis

THE CHARACTERIZATION OF STRUCTURAL PROPERTIES OF NiTi ALLOYS SYNTHESIZED BY POWDER METALLURGY METHOD

Yunus TATOĞLU

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Metallurgical and Materials Engineering
Production Metallurgy

Supervisor: Assist. Prof. Dr. M. Engin KOCADAĞISTAN

NiTi alloys have shape memory, super elasticity, high impact damping capacity, high corrosion resistance and biocompatibility. Powders with different shapes, sizes and packaging properties can be produced with powder metallurgy methods as high performance, high dimensional sensitivity, chemical composition can be controlled and porous materials. For this purpose, mechanical alloying process was carried out using Ni and Ti powders in equal moles. 58.7g of Ni and 47.9 g of Ti were taken one mole and 0.14 mol of Ni and Ti powder were used in the first three of the experiments. To reduce dust consumption, 0.047 moles of Ni and Ti powders were used in subsequent experiments and it was aimed to obtain a NiTi alloy. The effects of the change of rotational speed and grinding time on alloying were investigated using a planetary grinder. XRD (X-Ray Diffraction) was used for phase analysis. In the planetary grinding device used, the effects of changing the rotation speed and changing the alloying time on alloying were examined. X-ray diffraction graphs and scanning electron microscopy images of NiTi powders synthesized in various parameters were taken and their structural properties were interpreted. In this study, 12 experiments were carried out. The Ti₂Ni phase was not found under 300 rpm and 200 rpm under 40 hours. In 40-hour and 80-hour experiments, peak formation overlapping with Ti₂Ni phase was observed. The Ti₂Ni phase was not found in 10 and 20 hours of experiments at 400 rpm. It was observed that crack formation started in large grains at 400rpm speed. It was concluded that the experiment period must be at least 40 hours for alloying to take place.

2019, 65 pages

Keywords: NiTi, Mechanical alloying, Shape memory alloys, Superelasticity, Powder metallurgy

TEŞEKKÜR

Hedefe dönüşen bir hayalin gerçekleştiği bu çalışmada kendisini tanıdığım ilk günden itibaren işlerimi hep kolaylaştırmayı amaçlayan, desteğini asla esirgememiş olan kıymetli hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi Mustafa Engin KOCADAĞIŞTAN'a ömür boyu müteşekkîr olacağım. Deneysel faaliyetlerde yardımlarını asla unutamayacağım Sayın Prof. Dr. Ersin ARSLAN'a, Sayın Prof. Dr. Mehmet ERTUĞRUL'a, Sayın Doç. Dr. Hikmet ÇİÇEK'e ve Sayın Y. Müh. Şükran KARADENİZ'e teşekkürü bir borç bilirim. Her yorgunluğumda beni motive eden, umutsuzluğa kapıldığımda bana ışık olan ve her sevincimi benimle paylaşan başta annem olmak üzere tüm aileme teşekkür ederim.

Yunus TATOĞLU

Ağustos, 2019

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR.....	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	3
2.1. Toz Metalurjisi	3
2.1.1. Tozun üretimi	6
2.1.1.a. Kimyasal yöntemlerle toz üretimi	7
2.1.1.b. Elektroliz yöntemiyle toz üretimi.....	8
2.1.1.c. Atomizasyon yöntemi ile toz üretimi	8
2.1.1.d. Mekanik küçültme yöntemi ile toz üretimi	13
2.1.2. Tozların karıştırılması	14
2.1.3. Presleme	15
2.1.4. Sinterleme.....	15
2.2. Mekanik Alaşımlama	16
2.2.1. Mekanik alaşımlamanın mekanizması	17
2.2.2. Mekanik alaşımlama sistemleri	20
2.2.2.a. Sünek-sünek sistemi	20
2.2.2.b. Sünek- gevrek sistemi	21
2.2.2.c. Gevrek- gevrek sistemi.....	22
2.2.3. Öğütme tipleri.....	23
2.2.3.a. Atritör tipi öğütücü	23
2.2.3.b. SPEX tipi öğütücü	23
2.2.3.c. Gezegen tipi öğütücü	25
2.2.4. Mekanik alaşımlamanın avantajları.....	26
2.3. Şekil Hafızalı Alaşımlar	27

2.3.1. NiTi alaşımları.....	27
2.3.2. Şekil hafızası ve süperelastiklik	29
2.3.3. Martenzitik faz dönüşümü.....	34
2.3.4. NiTi alaşımlarının metalurjisi	37
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	41
3.1. Nikel ve Titanyum Tozu.....	41
3.2. Glove Box.....	41
3.3. Mekanik Alaşımlama	42
3.5. Mekanik Elek	45
3.6. X- Işını Kırınım Difraksiyonu (XRD) Analizi	45
3.7. SEM ve EDS Analizleri	46
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	47
4.1. Saf Ni-Ti Tozlarının Analizi ve X-Işınları Kırınım Analizi.....	47
4.2. NiTi Tozlarının SEM ve EDS Analizleri	51
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	62
KAYNAKÇA.....	64
ÖZGEMİŞ	66

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

°C	Derece santigrat
Gr	gram
K	Kelvin
Kg	kilogram
mm	Milimetre
µm	Mikrometre

Kısaltmalar

Af	Östenit bitiş
As	Östenit başlangıç
HMK	Hacim merkezli kübik
Mf	Martenzit bitiş
Ms	Martenzit başlangıç
SA	Salisilik asit
TM	Toz metalürjisi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
EDS	Enerji Dağılım Spektrometresi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Toz metalürjik yöntemlerle üretilen parçaların kullanım alanları	3
Şekil 2.2. Toz metalurjisi yöntemi ile parça eldesinin şematik gösterimi.	4
Şekil 2.3. Toz metalurjisi prosesinin şematik gösterimi	6
Şekil 2.4. Elektroliz ile toz üretimi	8
Şekil 2.5. Düşey gaz atomizasyon ünitesi.....	9
Şekil 2.6. Su atomizasyon işlemi	10
Şekil 2.7. Gaz atomize kalay tozlarının yüzey görüntüleri.....	11
Şekil 2.8. Döner disk atomizasyon yöntemi	11
Şekil 2.9. Döner elektrot atomizasyon yöntemi.....	12
Şekil 2.10. Vakum atomizasyon yöntemi	12
Şekil 2.11. Ultrasonik gaz atomizasyonu.....	13
Şekil 2.12. Mekanik öğütme yöntemi	14
Şekil 2.13. Mekanik alaşımlamanın uygulama alanları	17
Şekil 2.14. Bilyelerin tozlar ile çarpışmasının şematik gösterimi	18
Şekil 2.15. Partikül boyutunun artması ve azalması	18
Şekil 2.16. Mekanik alaşımlama işlemi sonucu oluşan mikroyapı.....	19
Şekil 2.17. Sünek-sünek sistem işlem basamakları	21
Şekil 2.18. Sünek-gevrek sistem işlem basamakları.....	22
Şekil 2.19. Atritör tipi karıştırıcı.....	23
Şekil 2.20. Spex tipi karıştırıcı.....	24
Şekil 2.21. Tungsten karbür kavanoz.....	24
Şekil 2.22. Gezegen tipi öğütücü ve çalışma mekanizması	26
Şekil 2.23. Şekil hafıza özelliği mekanizması	30
Şekil 2.24. Ms-As sıcaklıkları arasında gerilme – şekil değiştirme diyagramı	30
Şekil 2.25. Tek yönlü şekil hafıza olayı.....	31
Şekil 2.26. Çift yönlü şekil hafıza olayı.....	32
Şekil 2.27. Süperelastik özellik.....	33
Şekil 2.28. Şekil hafıza etkisi ve süperelastikliğin gerilme ve sıcaklık alanları	34
Şekil 2.29. Martenzitik faz dönüşümünün iki boyutlu görünüşü.....	35

Şekil 2.30. Kristalografik yapının sıcaklıkla değişimi	36
Şekil 2.31. Östenit ve martenzit fazlarının kimyasal serbest enerjilerinin sıcaklıkla Değişimi	37
Şekil 2.32. Ni-Ti faz diyagramı	38
Şekil 2.33. Ti-Ni faz diyagramında Ti_3Ni_4 yarı kararlı fazı ve diğer fazlar	39
Şekil 2.34. NiTi Alaşımının a) Martenzit ve b) Östenitik Yapıları	40
Şekil 3.1. Glove Box	42
Şekil 3.2. Retsch pm100 öğütücü	42
Şekil 3.3. Mekanik elek	45
Şekil 3.4. XRD cihazı	46
Şekil 4.1. Ni (a) ve Ti (b) tozlarının SEM görüntüleri.....	47
Şekil 4.2. 1, 2, 3 saat mekanik alaşımlanmış tozlarının X-ışını kırınım grafiği	48
Şekil 4.3. 1, 2, 3, 10, 20, 40, 80 saat mekanik alaşımlanmış tozlarının X-ışını kırınım grafiği	49
Şekil 4.4. 400 rpm hızla 10 ve 20 saat, 200 rpm hızla 80 saat mekanik alaşımlanmış tozlarının X-ışını kırınım grafiği	50
Şekil 4.5. Soğuk kaynak oluşumu ve topaklanma	51
Şekil 4.6. 10 saat 400 rpm (x1000, x3000, x5000, x10000, x25000) SEM görüntüleri	52
Şekil 4.7. 10 saat 400rpm EDS analizleri	53
Şekil 4.8. 20 saat 200rpm (x1000, x3000, x5000, x10000, x25000) SEM görüntüleri	54
Şekil 4.9. 20 saat 200rpm EDS analizleri	55
Şekil 4.10. 20 saat 400rpm (x1000, x3000, x5000, x10000, x25000) SEM görüntüleri	56
Şekil 4.11. 40 saat 200rpm (x1000, x3000, x5000, x10000, x25000) SEM görüntüleri	58
Şekil 4.12. 40 saat 200rpm EDS analizleri	59
Şekil 4.13. 80 saat 200rpm (x1000, x3000, x5000, x10000, x25000) SEM görüntüleri	60
Şekil 4.14. 80 saat 200rpm EDS analizleri	61

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. NiTi alaşımının fiziksel özellikleri	29
Çizelge 3.1. Deney parametreleri.....	43

1. GİRİŞ

İlk olarak AuCd alaşımasının ısıt işlemlerinde fark edilen şekil hafızası bakır ve nikel esaslı alaşımlarda gösterdiği yüksek performansla popülerlik kazanmıştır. Isıt işlemlerle eski şekline dönebilen bu alaşımlar gelişen teknoloji ile üretim yöntemlerinin gelişmesi sonucu endüstride büyüyen hacimde yer almaktadırlar.

Eş-atomlu konsantrasyona yakın NiTi alaşımları, şekil hafızası etkili olarak bilinmesinin yanında ortam sıcaklıklarında iyi süneklik, iyi titreşim sönümleme özellikleri, uzun yorulma ömrü ve deniz suyunda korozyon özellikleri gibi benzersiz mekanik ve fiziksel özelliklere de sahiptir. Bu alaşımın şekil hafızası davranışı östenit yapıdan martenzitik yapıya dönüşümü ile termo-elastik martenzitik geçişi ile bu alaşımın şekil hafızası davranışının sebebidir (Otsuka and Ren 2005).

Özellikle NiTi alaşımlarının gösterdiği yüksek performans ve biyomalzeme olarak kullanılabilirliği sayesinde şekil hafızalı alaşımlar gün geçtikçe artan kullanım alanlarına sahiptirler. Başta tıp alanı olmak üzere robotik alanda, uzay araçlarında, ince film uygulamalarında ve mikro-elektro-mekanik uygulamalarda yaygın kullanılmaktadırlar.

Temel mekanizması östenit-martenzit faz dönüşümüne dayanan şekil hafıza ve süperelastik özellikleri sürekli farklı yeni alaşımlar denenerek elde edilmeye çalışılmaktadır. NiTi alaşımları şekil hafıza özelliği, süperelastiklik, yüksek korozyon direnci, hafiflik, yüksek darbe sönümleme kapasiteleri ve gözenekli yapıda üretilebilmeleri sayesinde çok geniş kullanım alanlarına sahiptir (Akhlaghi *et al.* 2011).

Çeşitli yöntemlerle elde edilebilen NiTi alaşımları son dönemlerde geliştirilen toz metalürjik yöntemler sayesinde gözenekli olarak üretilebilmektedir. NiTi alaşımlarının üretiminde kimyasal kompozisyonun kontrolü çok önemlidir. Martenzit-östenit faz dönüşümlerinin gerçekleşebilmesi alaşımdaki element oranlarına bağlıdır. NiTi alaşımlarının ticari üretimleri çeşitli ergitme yöntemleri ile de gerçekleştirilmektedir.

Kimyasal kompozisyon kontrolünü de saęlayan toz metalürjik yöntemler talaşlı işlemleri de büyük ölçüde ortadan kaldırdığından cazip hale gelmektedir.

Toz metalürjisi farklı şekil, boyut ve paketlenme özelliğine sahip olan tozların performansı yüksek, saęlam ve hassas parçalara dönüştürülmesi işlemidir. Toz metalürjisi işlem adımları sırasıyla tozun üretimi, tozların karıştırılması, presleme ve sinterleme adımlarından oluşmaktadır. Gerekli durumlarda sinterleme sonrası son yüzey işlemleri de yapılabilmektedir.

Mekanik alaşımlama yöntemiyle tozların karıştırılması, alaşımlanması ve boyut küçültmesi tek işlem adımıyla gerçekleştirilebilmektedir. Alınan önlemlerle kirlenmenin de önüne geçerek yüksek saflıkta alaşımlar üretmek mümkün olmaktadır. Mekanik alaşımlama yöntemi, yüksek enerjili öğütme sırasında partikül tozlarının kaynaklanma, kırılma ve tekrar kaynaklanma süreçlerini içeren bir katı hal toz prosesidir (Suryanarayana 2001).

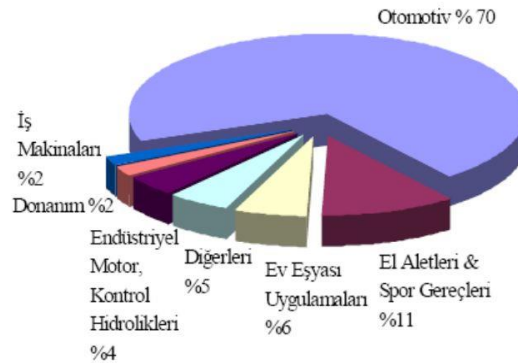
Bu çalışmada TM yöntemlerinden mekanik alaşımlama ile NiTi alaşımı elde etmek amaçlanmıştır. Kullanılan gezegen tipi öğütme cihazında dönüş hızının değiştirilmesinin ve alaşımlama süresinin değiştirilmesinin alaşımlama üzerindeki etkileri incelenmiştir. Çeşitli parametrelerde sentezlenen NiTi tozlarının X-ışın kırınım grafikleri ve taramalı elektron mikroskobu görüntüleri alınarak yapısal özellikleri yorumlanmıştır.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Toz Metalurjisi

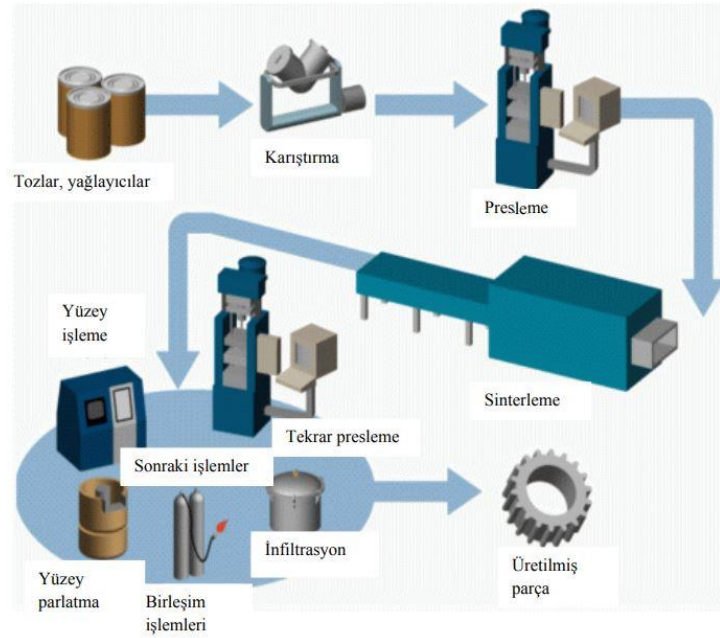
Toz metalurjisi tozun üretiminden başlayıp istenilen şekil ve özelliklere sahip nihai ürünün üretilmesine kadar geçen işlemlerin bütünüdür. Toz metalurjisi (TM), çeşitli metal işleme teknikleri arasında en farklı üretim yöntemidir. TM değişik şekil, boyut ve paketlenme özelliğine sahip metal tozlarının istenilen bileşimde, minimum boyutsal toleransta ve yüksek mekanik özelliklere sahip parçalara dönüştürülmesidir. Bu işlem sırasında; karıştırılmış veya ön alaşımlanmış tozlar bir kalıba doldurulur, istenilen şekilde preslenir ve daha sonra parçacıkların sinterleme yolu ile ısıtılma sağlanır(Abedini *et al.* 2010).

Toz metalurjisi yöntemi, karmaşık şekilli parçaların ileri kalite ve düşük boyutsal toleransta üretimine olanak sağladığından diğer metal üretim tekniklerine göre daha avantajlı bir işlemdir. Bu sebeple toz metalurjisi yöntemi ile üretilen malzemelerin pazar payları hızlı bir şekilde artmakta ve bu malzemeler bir çok sektörde kullanım alanı bulmaktadır. Şekil 2.1’de toz metalurjisi yöntemi ile üretilen malzemelerin kullanım alanları verilmektedir. Toz metalurjisi sektörünün en büyük müşterisi %70 pay ile otomotiv sektörüdür. El aletleri ve spor gereçleri sektörü ise, %11’lik payla ikinci sırayı almaktadır (Yurtsever 2014).



Şekil 2.1. Toz metalürjik yöntemlerle üretilen parçaların kullanım alanları (Tomruk 2010)

TM; değişik hacim, tip, şekil ve sıkıştırılabilirlik özelliğindeki tozların, yüzde ağırlık oranlarının hesaplanıp homojen olarak karıştırılması, elde edilen karışımın uygun şartların sağlandığı bir ortamda sıkıştırılmasıyla istenilen şekilde hacim verilerek veya forma dönüştürülerek yoğunluk elde edilmesi daha sonra mukavemet ve yoğunluğun yükseltilmesi için sinterleme yapılması esasları ile parça imal etme tekniği olarak adlandırılmaktadır (Karataş ve Sarıtaş 1998). Şekil 2.2’de TM yöntemiyle parça üretim sırası şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.2. Toz metalurjisi yöntemi ile parça eldesinin şematik gösterimi (Yurtsever 2014).

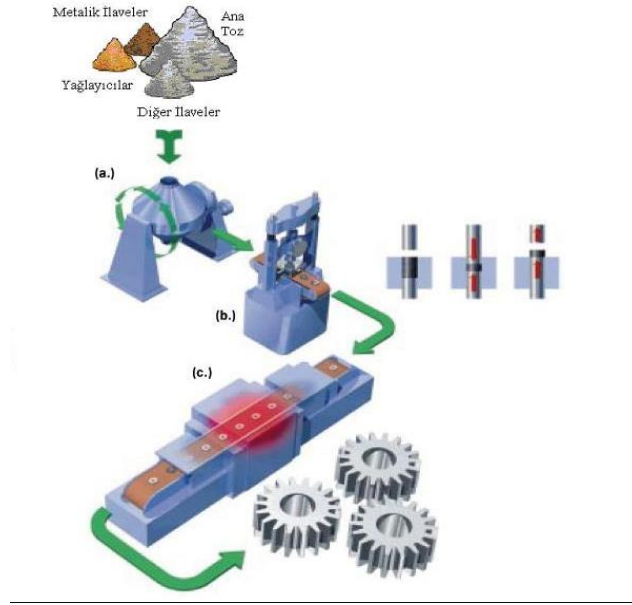
Toz metalurjisinde kullanılan malzemeler geçmişte metaller, seramikler, intermetalikler, değişik kompozitler veya sermetlerden ibaret iken günümüzde toz polimer kullanımında çok önemli gelişmeler gerçekleşmiştir. Birçok mühendislik uygulamalarında beklenen özelliklere ulaşabilmek için, toz metalurjisinde kullanılan tozlar, fazların miktarı ve yapısal özellikleri önem arz etmektedir. Parça üretimi esnasında, tozlar farklı üretim ve şekillendirme yöntemleri ile kompaktlanarak veya şekillendirilerek ısıtılabilir ve tabii tutulmak suretiyle yeni bir yapı oluşturur. Bu yeni oluşan yapılar bazı durumlarda tamamen başlangıçtaki özelliklerini kaybederler ve farklı mekanik özellikler sergileyerek arzu edilen mühendislik malzemelerine dönüşmektedirler. Toz metalurjisi teknikleri ile

üretilmiş olan ürünler oldukça farklı alanlarda kullanım imkanı bulabilmektedirler (Tomruk 2010).

Metal tozları, saf metallerin veya alaşımlarının tane boyutları 01-1000 μm olan farklı parçacıkları olarak tanımlanır. Parçacıklar gözenekli metal filtrelerde kullanılabildiği gibi küçük küreler biçiminde veya boya pigmentlerinde kullanılmakta olup, küçük tabakalar biçiminde de olabilmektedir. Ayrıca sinterleme ve preslemede kullanılan parçacıklar düzensiz şekilli olabilmektedir. Bu parçacıklar genellikle dentritler yada fiberler şeklindedir. Sıcak izostatik presleme tekniklerinin kullanımıyla parçacıklar yoğun yapı formunda birleşirler (Ünlü ve Çavuşoğlu 1995).

Toz metalurjisinin ilk aşaması tozun üretilmesidir. Toz, boyutu 1 mm'den daha ufak, ince olarak bölünmüş katıdır. Bir tozun en önemli özelliği yüzey alanı/hacim oranının görece yüksek olmasıdır. Tozlar katı ile sıvı arası, ortada bir davranış gösterirler. Örneğin tozlar, yer çekimi etkisiyle kapları veya ölü boşlukları doldurmak için akışkanlık gösterirler. Bu yönüyle tozlar sıvı gibi davranırlar. Aynı zamanda tozlar sıkıştırılabilirler. Böylece bir metal tozu, bir katıdan beklenen özelliklere kolayca ulaştırılabilmektedir (German 1984).

Toz metalurjisinin yöntem basamakları; metal tozlarının üretimi, tozların karıştırılması, toz karışımlarının preslenmesi, sinterleme ve isteğe bağlı olarak son işlemler olmak üzere 5 adımdan oluşmaktadır. Şekil 2.3'de toz metalurjisi işleminin şematik gösterimi verilmektedir. İlk olarak alaşım elementleri ve yağlayıcı homoen bir karışım elde edilene dek karıştırılır. Bileşimi ayarlanan toz karışımı, hedeflenen boyutlarda preslenerek şekillendirilir. Bu işlem sırasında, uygulanan pres basıncına bağlı olarak toz kütlesinin hacmi yaklaşık %50'den fazla azalmaktadır. Şekillendirilen parçaların sinterleme işlemi; koruyucu ve indirgeyici atmosferde, ortalama 20 – 40 dakika sürede, 1393 – 1403 K uygun sıcaklıkta yapılmaktadır. Boyutsal kararlılığı arttırmak için ikincil bir presleme ve sinterleme de uygulanabilir. gerekliliğe bağlı olarak diğer yöntemlerle üretilen çelik parçalarda olduğu gibi taşlama, yüzey işleme, kaplama, yüzey sertleştirme gibi son işlemler uygulanarak nihai ürün elde edilir (Tomruk 2010).



Şekil 2.3. Toz metalurjisi prosesinin şematik gösterimi (Tomruk 2010)

(a) Karıştırma, (b) Presleme, (c) Sinterleme

2.1.1. Tozun üretimi

Toz metalurjisinde istenilen özelliklere sahip bir son ürün elde edebilmek için başlangıç malzemeleri çok önemlidir. Tozların kimyasal bileşimi ve saflığının yanı sıra partikül boyutu, partikül boyut dağılımı, partikül şekli ve tozların yüzey yapısı da dikkat edilmesi gereken konulardır. Neredeyse tüm malzemelerin toz haline getirilebilmesi mümkündür. Fakat ticari olarak metal tozlarının elde edilmesinde 4 yöntem öne çıkmaktadır. Bunlar; mekanik küçültme, kimyasal indirgeme, elektrolitik biriktirme ve sıvı metal atomizasyonudur. Metal tozlarının şekilleri üretim yöntemine göre küresel den karmaşık yapıya kadar değişkenlik gösterebilir. Partikül toz yüzeyini, tozun akış özelliklerini, yüzey alanını ve presleme sonrası yoğunluğunu etkileyen bir parametredir. Kimyasal bileşim ve saflık tozların preslenmesini etkileyen faktörlerdir. Bir tozun nasıl üretildiğinin bilinmesi o tozun şekil ve boyut gibi özelliklerinin başlangıçta tahmin edilebilmesini sağlar (Yurtsever 2014).

2.1.1.a. Kimyasal yöntemlerle toz üretimi

Kimyasal yöntemlerle metal tozlarının hemen hemen hepsinin üretimi mümkündür. Oksitlerin indirgeyici gazlarla indirgenmesi en yaygın yöntemdir. Demir, bakır, nikel, molibden ve kobalt gibi elementlerin tozlarının bu yöntemle üretilmesi endüstride oldukça yaygındır. Kimyasal ayrıştırma ve ısı çöktürme bu alanda yaygın kullanılan yöntemlerdendir. Metal hidritler ile metal karbonillerin ayrıştırılması, kimyasal ayrıştırma yöntemi ile yapılmaktadır. Demir ve nikel tozları ısı çöktürme ile elde edilebilmektedir (Yılmaz 2006).

Gaz fazı ile ayrıştırma

Bu yöntem molibden ve tungsten gibi metallerin tozlarının elde edilmesinde kullanılır. Oksit ve karbonun maliyetinin düşük olması, toz eldesinde gözeneklilik olanağı, oksit ve parçacıkların kontrol altında tutulması bu yöntemin avantajlarıdır. Dezavantajı ise indirgeyici gazların maliyetinin yüksek olması, oksit ile toz saflıklarının birbirleriyle olan bağlantıları ve alaşım tozlarının elde edilmesinde yaşanan sıkıntılardır (Ateş 2012).

Termal ayrıştırma

Termal ayrıştırma yöntemi ile metaller CO gazı etkisinde karbonillerini verir. Üretilen tozlar yüksek saflıkta, iyi dağılmış ve küresel yapıdadırlar (Ateş 2012).

Sıvı fazdan çökeltme

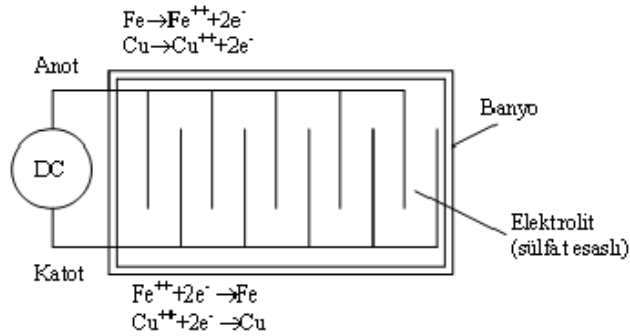
Farklı sıvılar kullanılarak kimyasal yöntemlerle metal tozu üretimi yapılabilir. Nikel toz eldesi cevherden doğrudan çökeltme ile yapılır (Ateş 2012).

Gaz fazdan çökeltme

Gaz bileşiklerinin kimyasal tepkimeleriyle reaktif metallerden toz üretimi yapılmaktadır. Tepkime sırasında, toz elde edilirken ergitmenin ortadan kalkması nedeniyle potanın temiz kalması ve tekrarlı kullanılabilir olması bu yöntemin avantajlı tarafıdır (Ateş 2012).

2.1.1.b. Elektroliz yöntemiyle toz üretimi

Elektroliz yöntemiyle, elektrolitik banyoda çökertilen ya da katotta toplanan metal kolayca öğütülerek ince toz halini alır ve üretilen tozlar elektrolitten iyice temizlenmesi için yıkanır. Oksitlenmeyi önlemek için kurutma soy gazlar altında yapılır. Tozların yüksek saflıkta üretilabiliyor olması elektroliz yönteminin en önemli avantajıdır. yüksek saflıkta Fe, Cu, Ag ve Zn tozlarının üretimi mümkündür. Dendritik yapıli element tozlarının üretiliği bu yöntemle alaşım tozları üretilemez. Elektroliz yönteminin dezavantajı ise yüksek maliyetli olmasıdır. Şekil 2.4'te elektroliz yöntemiyle toz üretimi şematik olarak gösterilmiştir (Tomruk 2010).



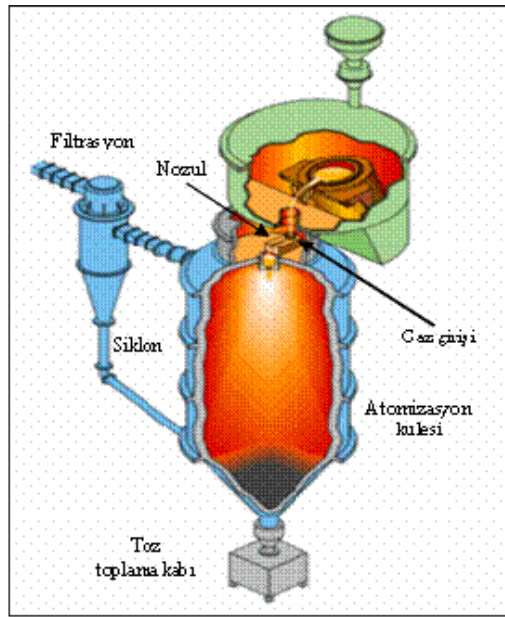
Şekil 2.4. Elektroliz ile toz üretimi (Tomruk 2010).

2.1.1.c. Atomizasyon yöntemi ile toz üretimi

Atomizasyon yöntemini bir sıvı demetinin küçük boyutlardaki çok sayıda damlacıklara ayrışmasıdır. Temel prensip, bir potadan akmakta olan ergimiş metale yüksek basınçlı

gaz ya da sıvı püskürtülmesidir (Şekil 2.5). Hava, azot ve argon genellikle kullanılan gazlardandır. Sıvı olarak ise su çok sık tercih edilir. Burada gaz ya da sıvı, ergiyik durumda olan metal demetini çeşitli boyutlarda çok sayıda damlacıklara ayıştırır. Damlacıklar daha sonra katılaşarak tozları oluştururlar (Tomruk 2010). Bu üretim yöntemi üç ana adımdan oluşmaktadır:

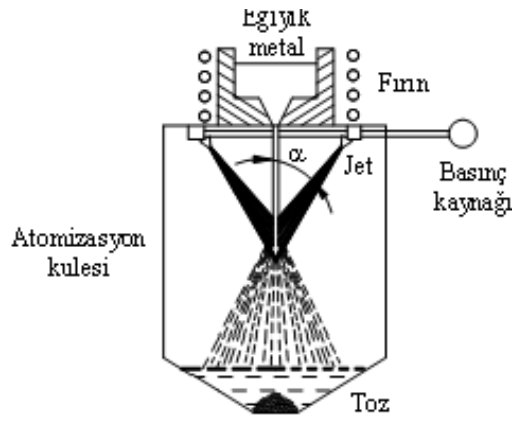
- Ergitme
- Atomizasyon
- Katılaşma ve soğuma



Şekil 2.5. Düşey gaz atomizasyon ünitesi (Tomruk 2010).

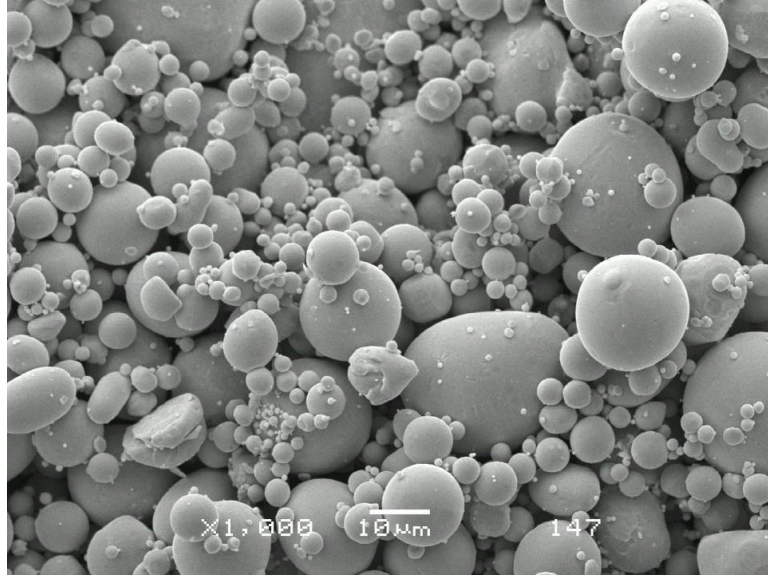
Bu işlemlerin ardından genellikle yüzey oksitlerinin azaltılması, gazlardan arındırma ve toz boyut dağılımı gibi ürünün istenilen niteliklere getirilebilmesi amacıyla ek işlemler yapılmaktadır. Metal tozlarının üretiminde çok yaygın olarak tercih edilen atomizasyon yöntemleri paslanmaz çelik, pirinç, demir, alüminyum, çinko, kalay ve kurşun gibi metal ve alaşımları için oldukça verimlidir. Ayrıca alüminyum ve alaşımlarının tozlarının üretiminde en ekonomik yöntem atomizasyon yöntemidir. Atomizasyon yöntemlerinden su atomizasyonu, sıvı metalin su jeti ile ayrıştırılması, gaz atomizasyonu gaz jeti ile

ayrıştırılması olarak tanımlanır. Su ile atomizasyon Şekil 2.6’de görülmektedir. Çevresel konumlandırılmış olan memelerde oluşan yüksek basınçlı su jetleri sıvı metali parçalar. Oluşan damlacıklar tankın dibine doğru hareket ederek soğuyarak katılaşırlar ve çökelirler. Suyun yüksek soğutma hızından dolayı suyla atomizasyon tankları kısadır. Gazla atomizasyonda benzer biçimde oluşturulmaktadır. Fakat gazlar suya görece iyi soğutucu olmadıklarından dolayı atomizasyon tankları 6 metreden uzundur (Tomruk 2010).



Şekil 2.6. Su atomizasyon işlemi (Tomruk 2010)

Gaz atomizasyonu ile üretilen tozlar küresel ya da küresele yakın şekillidirler (Şekil 2.7). Bu yöntemle üretilmiş olan tozların tane boyutları 20 – 300 μm arasındadır. Su atomizasyonu ile üretilen tozlar genel olarak karmaşık şekillidir, bu tozların sıkıştırılabilirlikleri yüksektir ve ortalama tane boyutları 30 – 1000 μm arasındadır (Tomruk 2010).



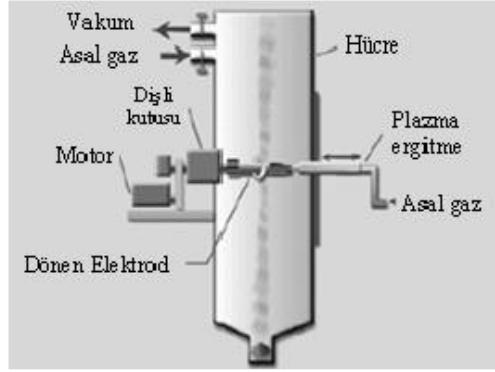
Şekil 2.7. Gaz atomize kalay tozlarının yüzey görüntüleri (Tomruk 2010)

Santrifüj atomizasyon yönteminde merkezkaç kuvveti kullanılarak toz üretilir, sıvı metal sürekli dönen bir diske akıtılır (Şekil 2.8). Diske çarpan sıvı metal şeklindeki gibi saçılır. Saçılan parçacıklar soğutularak katı toz halini almaları sağlanır (Tomruk 2010).



Şekil 2.8. Döner disk atomizasyon yöntemi (Tomruk 2010)

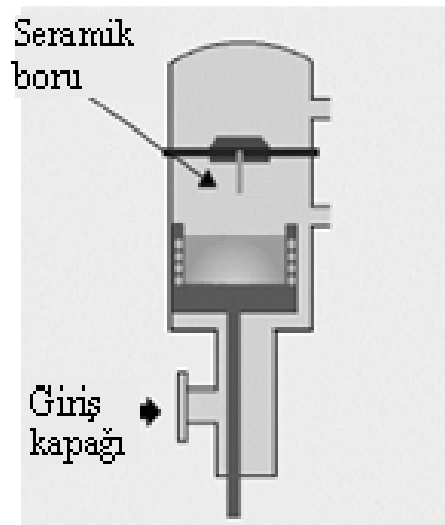
Döner elektrot atomizasyon yönteminde ise, dönmekte olan elektrotun ergiyen ucundaki sıvı metal damlaları atomize olur (Şekil 2.9) (Tomruk 2010).



Şekil 2.9. Döner elektrot atomizasyon yöntemi (Tomruk 2010)

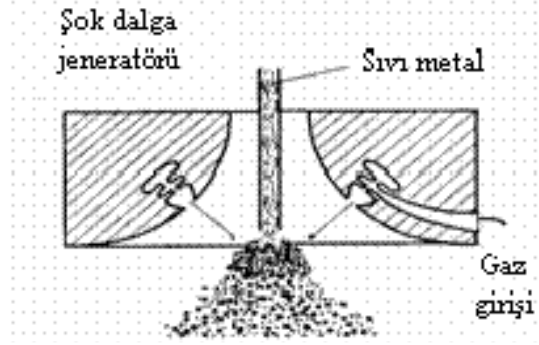
Döner elektrot atomizasyon yönteminde tozu üretilecek olan metalden yapılmış elektrot ile tungsten elektrot arasında ark oluşur. Ergiyen elektrotun döndürülmesi sonucu, elektrik arkı altında oluşturulan damlacıklar savrularak bölünür ve tankta toplanır. Oksidasyonu önlemek amacıyla toz toplama tankı asal gazlarla doldurulur. Döner elektrot yöntemiyle titanyum, krom ve kobalt tozları üretilmektedir.

Vakum atomizasyonu yönteminde, basınçlı gaz altındaki sıvı metal ani olarak uygulanan vakum sonucu gazın genişlemesi neticesinde atomize olur. Böylelikle metal ve alaşımlarından küresel şekilli tozlar üretilir (Şekil 2.10) (Tomruk 2010).



Şekil 2.10. Vakum atomizasyon yöntemi (Tomruk 2010)

Ultrasonik gaz atomizasyon yöntemindeyse, rezonans boşluklarının birinden diğerine ivmelendirilen yüksek basınçlı gaz ultrasonik ses dalgaları oluşturur. Yüksek katılaşma hızı neticesinde küresel şekilli tozlar üretilir (Şekil 2.11) (Tomruk 2010).



Şekil 2.11. Ultrasonik gaz atomizasyonu (Tomruk 2010)

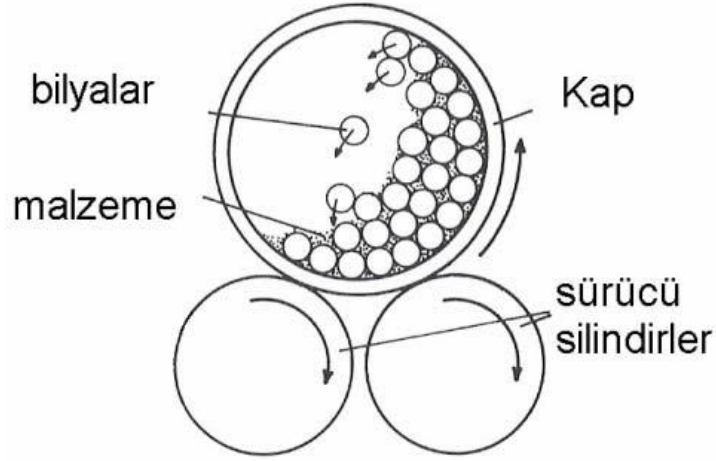
Atomizasyon yöntemleri sayesinde bir tozun ortalama boyutu, şekli, boyut dağılımı, yüzey kompozisyonu, mikroyapısı ve kimyasal bileşimi kontrol edilebilir. Bu temel özellikler, tozların ve nihai ürünlerin şıkıştırılabilirlik, tokluk ve görünür yoğunluk gibi özelliklerini belirler. Bunların yanında, atomizasyon yöntemlerinin toz üretim hızının yüksek olması, ekonomik olarak bir üstünlüktür (Tomruk 2010).

2.1.1.d. Mekanik küçültme yöntemi ile toz üretimi

Bu yöntemde en çok tercih edilen metot aşınmaya karşı yüksek direnci olan ve sert bilyalarla dönen bilyalı öğütücülerdir (Şekil 2.12). Bu yöntemdeki dikkat edilmesi gereken nokta, sürücü silindirlerin dönüş hızıdır. Silindirlerde dönüş hızı çok olursa, bilyalar ile toz arasındaki relatif hareket ve santrifüj kuvvetten dolayı, silindir duvarlarında malzeme ile bilyalar sıkışabilecektir. Fakat bu yöntemde ideal hız elde edildiğinde, bilya ve tozun bir bölümünün değirmen gövdesinin yukarı kısmına yükselmesi ve küçük boyutlu tozların aşağı düşmesi sağlanmaktadır (Ateş 2012)

Sert ve gevrek metal alaşımlarında, seramiklerde ve kimyasal bağları zayıf olan karışık kristalli yapılarda ekonomik olduğundan mekanik küçültme yöntemi kullanılır. Sünek

malzemeler, tozları pul şeklinde olacağından, bu yöntemde tercih edilmez. Şekil 3.8’de bir mekanik yöntem gösterilmiştir (German 1984).



Şekil 2.12. Mekanik öğütme yöntemi (Ateş 2012)

2.1.2. Tozların karıştırılması

Toz metalurjisi yöntemi ile parça üretiminde iyi karıştırılmanın önemi çok büyüktür. parçanın homojen olarak preslenmesi, kalıptan kolay çıkarılabilmesi ve sinterleme işlemi sırasında elementlerin difüzyon yoluyla gerekli mukavemetini kazandırabilmek için metal tozu içerisinde bulunan çeşitli bileşenlerin birbirleri ile iyi karıştırılmaları gerekir. Tozların karışım işlemi, üretilmek istenen nihai ürünün bileşimine göre ağırlık hesabı yapılarak gerçekleştirilir. Karışıma genellikle yağlayıcılar takviye edilir. Parafin, çinko stearat, metalik stearatlar ve stearik asit en çok kullanılan yağlayıcılardandır. Yağlayıcıyla toz partiküllerinin temasını artırma için, ince boyutlu yağlayıcı tozu tercih edilir. Etkili bir yağlayıcı kullanılarak, ürünü kalıptan çıkarma basıncı azaltılabilir. Tozların preslenmesi sırasında kolay hareket etmelerini sağlamak, tozlar ile kalıp duvarları arasındaki sürtünmeyi en aza indirmek için yağlayıcı kullanılmaktadır. Böylelikle ürünün tüm hacminde eşit yoğunluğa ulaşması sağlanır. Yağlayıcı miktarının artırılması karmaşık şekilli parçaların kalıptan çıkartılabilmesini sağlar fakat yağlayıcının dezavantajı sinterleme sırasında ayrışma olmasıdır. Bunun önüne geçebilmek için ayrışma işlemi ön ısıtma ile gerçekleştirilir (Ateş 2012).

2.1.3. Presleme

Kalıpta sıkıştırma yöntemi toz karışımlarının şekillendirilmesi ve yoğunluk kazandırılmasında kullanılan en yaygın yöntemdir. Tozlara uygulanan basınç neticesinde; ilk aşamada partiküller birbirleri üzerinden kayarak ve daha sonra ise yüksek basınçlarda şekil değiştirmesiyle yoğunlaştırılırlar. Presleme işleminin ardından parça elle tutulabilecek seviyede bir mukavemet kazanmış olmaktadır. Presleme işleminin bir başka görevi ise istenilen gözenek miktarını vermektir (Dikici 2010).

Preslemede pek çok seçenek bulunmaktadır; sert ya da yumuşak kalıplar, kalıbın ya da tozun ısıtılması, tozun ya da yalnız kalıbın yağlanması ve uygulanacak üst basıncın, gerinim hızının ya da basınçta bekleme zamanının değiştirilmesidir. Genel olarak tercih edilen uygulamaysa sert kalıplarda kullanılarak tozun oda sıcaklığında ve tek eksen yönünde preslenmesidir (Dikici 2010).

2.1.4. Sinterleme

Tüm toz metalurik yöntemle üretilmiş metaller ve seramik parçalar, mukavemet kazandırılmak maksadıyla yüksek sıcaklıklarda sinterleme işlemine tabi tutulurlar. Sinterleme toz metalurjisinin en önemli üretim süreçlerinden birisidir ve bir ısıl işlemdir. Sinterleme işleminde ön şekil verilmiş olan tozların belirlenmiş bir sıcaklık ve zamanda birbirlerine bağlanır. Ön şekillendirilmiş toz kütlesine katı ve gözenek diye iki fazlı yaklaşım yapılabilir. Bunların her ikisi de kendi morfolojisine, miktarına, şekil ve boyut dağılımına sahiptirler. Sinterleme işleminde partikül temas noktaları artmaktadır, buna bağlı olarak atomlarla iyonlar arasında bir fiziksel bağ oluşmaktadır. Bu tür bağ oluşumu, kristal kafes sistemi içerisindeki yüksek dayanımlı atomsal bağlanma ile benzeşir (Kumdalı 2008).

Katı faz sinterlemesi; sinterleme sıcaklığının malzemenin ergime sıcaklığının altında seçilirse seçildiği sinterleme türüdür (Kumdalı 2008).

Sıvı faz sinterlemesi; sinterleme sıcaklığının bileşenlerden en az bir tanesinin ergime sıcaklığının üzerinde seçildiği sinterleme türüdür. Bu sinterleme ile asıl maksat çok yüksek yoğunluklar elde edebilmektir (Kumdalı 2008).

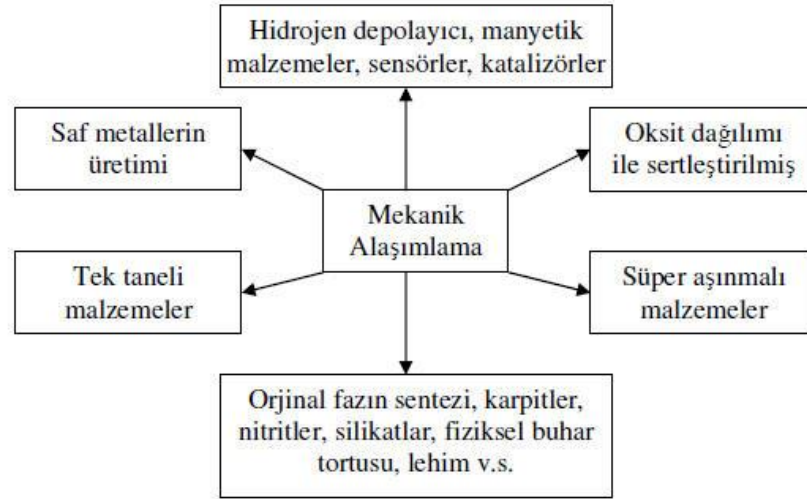
2.2. Mekanik Alaşımlama

Mekanik alaşımlama yöntemi ilk olarak John Benjamin ve arkadaşları tarafından 1966 yılında geliştirilmiştir. Mekanik alaşımlama yöntemi, geleneksel üretim yöntemleriyle üretimi çok zor veya kısıtlı olan özellikle aralarındaki ergitme sıcaklıkları farkı çok fazla olan elementleri alaşımlamayı mümkün kılmaktadır. Ayrıca bu yöntemle yeni bir kompozisyon oluşturmanın yanı sıra uzun alaşımlama süreleri sonucu nano boyutta parçacıkların üretimi de mümkündür (Söyler 2008).

Mekanik alaşımlama yöntemi, yüksek enerjili öğütme sırasında partikül tozlarının kaynaklanma, kırılma ve tekrar kaynaklanma süreçlerini içeren bir katı hal toz prosesidir (Suryanarayana 2001). Bu yöntemle, iki ya da daha fazla elementel tozdan alaşım tozları üretmek mümkündür. Bu üretim yöntemiyle beraber bir biri içerisinde sıvı veya katı fazda çözünmeyen yapıların alaşımlanması mümkün olmuştur. Ayrıca ergime ve katılaşma sırasında meydana gelen düzensizliklerin de ortadan kaldırılmasına yardımcı olmuştur. Mekanik alaşımlamanın genel nitelikleri sıralanacak olursa;

- İnce dağılımlı, ikincil faz parçacıklarının üretilebilmesine,
- Katı çözünürlük sınırlarının genişletilebilmesine,
- Tane boyutlarının nanometre altına indirgenmesine,
- Yarı kristalin ve yeni kristalin fazların sentezine,
- Düzenli intermetaliklerin düzensizleştirilmesine,
- Amorf fazlarının geliştirmesine,
- Alaşımlanması zor olan elementlerinin alaşımlandırılabilmesine,
- Yeniden boyutlandırma işlemine olanak tanır (Suryanarayana 2001).

Uygulama alanları Şekil 2.13’de verilmiştir.



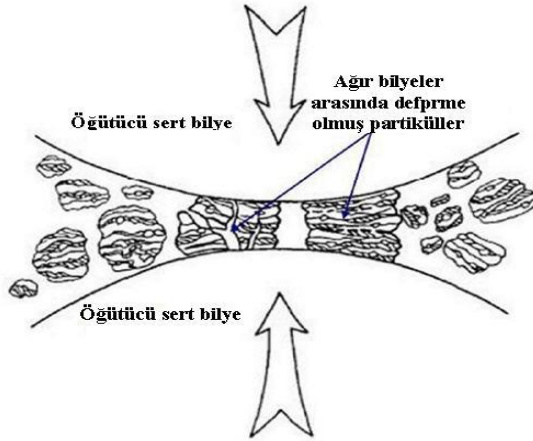
Şekil 2.13. Mekanik alaşımlamanın uygulama alanları (Yurtsever 2014)

2.2.1. Mekanik alaşımlamanın mekanizması

Mekanik alaşımlamada, iki ya da daha fazla elementel toz karıştırılarak, homojen dağılmış yapının oluşması amaçlanmaktadır. Yüksek enerjili öğütme sayesinde toz partiküllerinin soğuk kaynaklanması, kırılması ve ardından tekrar kaynaklanması süreçlerini içeren bir katı faz tekniğidir (Suryanarayana 2001).

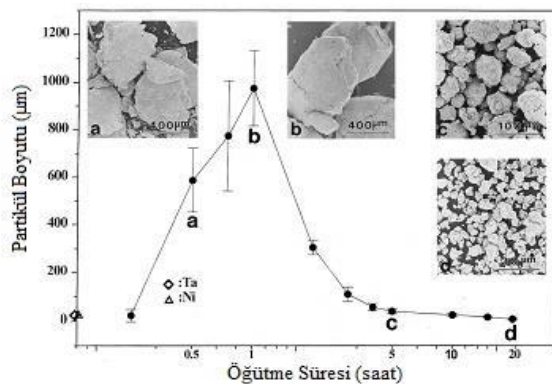
Mekanik alaşımlamada dikkat edilmesi gereken en önemli sorunlardan biri kirlenmedir. Bu durum bilyeler ve kovandan kopan parçacıkların alaşıma karışmasıyla oluşur. Bunun önüne geçebilmek için bilyeler ve kovan seçimine dikkat edilmesi gerekir, çok sert malzeme veya alaşım elementleri ile aynı elementel malzeme seçimi kirlenmeyi azaltmak için tercih edilen yöntemlerdir. Ayrıca alaşımlama esnasına tozların deformasyon sertleşmesine çok yüksek oranda maruz kalması nedeniyle alaşımlama sürelerinin artması partiküllerin kırılmasına sebep olmaktadır (Söyler 2008).

Yüksek enerjili öğütmede çarpışan iki bilya arasında kalan toz partikülleri plastik şekil değişimine uğrar. Bu işlem sürdükçe partiküller düzleşir, soğuk kaynaklanır, kırılır ve yeniden kaynaklanır. Bilyeler arasında kalan partiküllerin görüntüsü Şekil 2.14'te verilmiştir (Suryanarayana 2001).



Şekil 2.14. Bilyelerin tozlar ile çarpışmasının şematik gösterimi (Söyler 2008)

Kaynaklanma etkisiyle partikül boyutu artmaktadır. Alaşımlamanın ilk aşamasında partikül sünekliği arttıkça partikül boyutu da artmaktadır. Partikül boyutu başlangıç toz boyutunun üç katına kadar çıkabilmektedir. Deformasyon sertleşmesinin devam etmesiyle yorulma sonucu kırılmalar başlar. Bunun sonucu partikül boyutlarında tekrar küçülme görülür. Mekanik alaşımlamada partiküllerin boyut değişimi Şekil 2.15'te gösterilmiştir (Suryanarayana 2001).

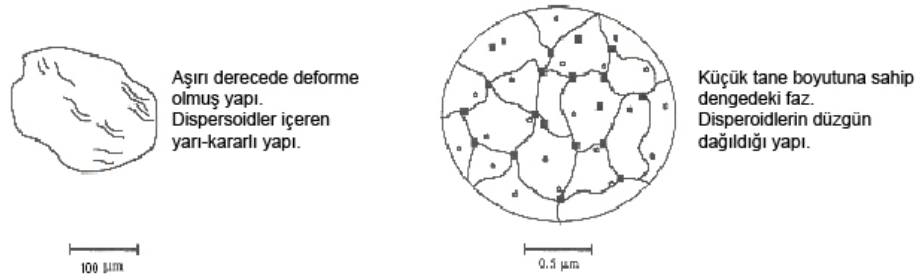


Şekil 2.15. Partikül boyutunun artması ve azalması (Söyler 2008)

Mekanik alaşımlamada fiziksel değişimleri ayırt edebilmek için proses üç kademeli kabul edilir. Başlangıç kademesinde tozlar henüz deformasyon sertleşmesine uğramadığından görece daha yumuşaktır. Birbirleri ile kaynama eğilimleri daha yüksektir. Bu kademedeki büyük boyutlu partiküller meydana gelebilir.

Orta kademedeki kırılma ve kaynama olayları sürekli hale gelir. Bunun sonucunda deformasyon sertleşmesine artar. Partikül boyutlarında azalma gözlenir ve bununla beraber mikroyapıdaki karışma hızlanmış olur. Bilyaların absorbladığı kinetik enerji etkisi ve ısı artışı sayesinde metalik matriks çözünmeye başlar. Atomik düzeyde difüzyonun artması yeni fazların meydana gelmesine sebep olur (Yurtsever 2014).

Son kademedeki düzenli yapı elde edilmiş olur. Soğuk kaynaklanma ve kırılma arasında dengeye ulaşılır. Boyutsal olarak homojen bir yapı elde edilir. Mekanik alaşımlamanın son kademesinde oluşan yapı Şekil 2.16'da gösterilmiştir (Yurtsever 2014).



Şekil 2.16. Mekanik alaşımlama işlemi sonucu oluşan mikroyapı (Yurtsever 2014)

Proses sonunda başlangıç bileşimi ile aynı yapı elde edilir. Başlangıç kademesinde oluşan lamelli yapı bu kademedeki görülmemektedir. Bu kademedeki alaşımlama süresini arttırmanın homojenliğe etkisi olmamaktadır.

Partiküllerin boyut aralığı daralmıştır. Büyük ve küçük partiküller ortalama boyuta ulaşmıştır. Mekanik alaşımlama normal yöntemlerle alaşımlanamayan elementlerin alaşımlanabilmesi veya yeni alaşımların sentezlenebilmesi yönünden oldukça

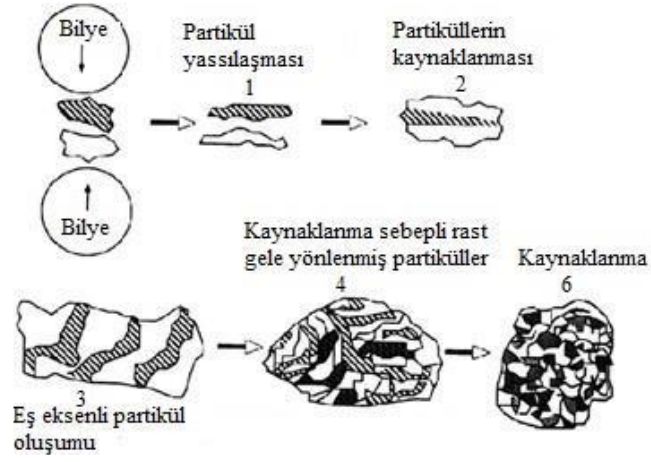
avantajlıdır. Bunun sebebi prosesin tamamen katı hal prosesi olması ve faz diyagramlarındaki sınırlamaların geçersiz kalmasıdır (Yurtsever 2014).

2.2.2. Mekanik alaşımlama sistemleri

2.2.2.a. Sünek-sünek sistemi

Mekanik alaşımlamada ideal kompozisyon sünek-sünek sistemidir. Benjamin ve Volin mekanik alaşımlama mekanizmasını ilk olarak iki farklı sünek bileşenden oluşan bir sistem olarak tanımlamışlardır. Benjamin en az %15 sünek malzemenin, başarılı bir alaşımlama için gerekli olduğunu önermiştir. Doğru alaşımlamada kırılma ve soğuk kaynama olaylarının sürekli tekrarlanması gerekmektedir. Süneklik soğuk kaynama kabiliyeti açısından önemlidir (Efendi 2017).

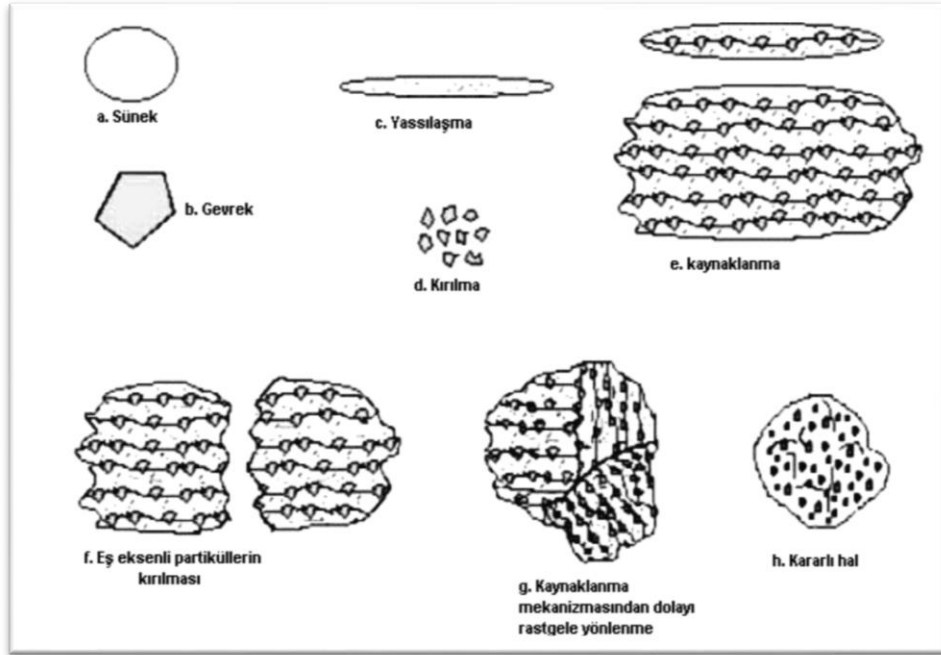
Mekanik alaşımlamanın başlangıç kademesinde mikro dövme etkisiyle partiküller yassı şekil alırlar. Çok küçük miktardaki tozlar, bir ya da iki partikül kalınlığındadır. Yüzdeylerde ayrıca kaynaklaşma başlar. İleri aşamada soğuk kanama başlar ve kompozit lameller şekli oluşturur. Partikül boyutunda artış bu aşamada gözlenir. Zamanla deformasyon sertleşmesi artar. Sertliğin neden olduğu kırılma artışı sebebiyle partiküller eş eksenli boyutlara parçalanır. Öğütmenin sürmesiyle kaynamış tabakanın elementel lamelleri ve tozlar lineer halden daha kıvrımsı hale gelir ve herhangi bir seçilimli yönlendirme olmaksızın eş taneli partiküller birbirleri ile rastgele kaynar. Alaşımlama bu aşamada meydana gelir. Sertlik ve partikül boyutu doygunluk değerine ulaşma eğiliminde olduğundan bu aşama kararlı durum aşaması olarak adlandırılır. Öğütmenin devam etmesi atomik seviyede katı çözeltiler oluşturacağından, intermetalik ve amorf fazların oluşumuna sebep olur. Sünek-sünek sistemi işlem basamakları Şekil 2.17’de gösterilmiştir (Efendi 2017).



Şekil 2.17. Sünek-sünek sistem işlem basamakları (Efendi 2017)

2.2.2.b. Sünek-gevrek sistemi

Geleneksel oksit dağılım ile güçlendirilmiş olan alaşımlar bu sisteme girer. Bu sistemde sünek matris içine gevrek oksit partikülleri dağılmaktadır. Alaşımlamanın ilk aşamasında bilyelerin çarpma etkisiyle sünek parçalar deformasyonla yassı şekil alırken, gevrek parçalar kırılmaya uğrar. Alaşımlamanın devam etmesiyle gevrek parçalar birbirlerine kaynaklanan sünek parçaların aralarına gömülür. Kompozit sünek parçaların ara yüzeylerine yerleşmiş gevrek parçalarla oluşmuş olur. Sonuç olarak kırılma ve kaynaklanma dengesi sağlandığında lameller daha homojen bir yapıya ulaşır, partiküller arası boşluklar azalır, gevrek partiküller rastgele dağılım gösterirler. Sünek-gevrek sisteminin işlem basamakları Şekil 2.18’de gösterilmiştir (Efendi 2017).



Şekil 2.18. Sünek-gevrek sistem işlem basamakları (Efendi 2017)

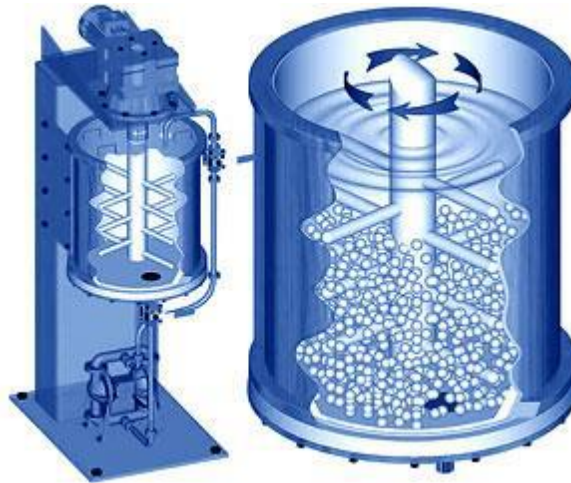
2.2.2.c. Gevrek-gevrek sistemi

Sezgisel bir açıyla bakıldığında iki ya da daha fazla gevrek-gevrek bileşenli sistemlerde benzer alaşımlama gerçekleşmeyecektir. Sistem içerisinde sünek bileşenin olmamasının kanaklanmanın gerçekleşmesini engelleyeceği düşünülür. Fakat yapılan çalışmalarda Si-Ge ve Mn-Bi gibi gevrek-gevrek sistemlerde alaşımın gerçekleştiği sonucuna ulaşılmıştır. Gevrek partüküller öğütmeyeyle sürekli olarak boyutsal küçülme uğrar. Ufalanma sınırı diye adlandırılan noktaya ulaştığında artık daha fazla küçülme meydana gelmemektedir. Bundan sonra bileşinlerin kendi aralarındaki gevreklik farklarından kaynaklı daha az gevrek olan bileşen sünek gibi davranır ve sert olan bileşen ufalanarak görece yumuşak bileşenin içine gömülür (Efendi 2017).

2.2.3. Öğütme tipleri

2.2.3.a. Atritör tipi öğütücü

1922 yılında Szigvari tarafından geliştirilen öğütme tipidir. Yarısı çelik bilyalarla dolu olan tambur içerisinde bulunan mile dönme hareketi verilerek çalıştırılır. Mil üzerinde bulunan dikey kollar vasıtasıyla bilyalar birbirleri üzerine düşer ve toz partiküller bilyaların arasında kalarak öğütme işlemi gerçekleşir. Öğütme hızı bir noktaya kadar milin dönüş hızı ile doğru orantılıdır. Ancak yüksek hızlarda dönüş merkezkaç kuvvetinin bilyaları tambur etrafına yapıştırmaya sebep olacaktır. Ortalama dönüş hızı 250 rpm civarındadır. Atritör değirmen kapasiteleri 0.5-40 kg arasındadır. Paslanmaz çelikten yapılmış olan tamburun içerisi silisyum karbür, alümina, zirkon ya da silisyum nitrit kaplı olabilir. Atritör tipi öğütücünün şematik gösterimi şekil 2.19’da gösterilmiştir (Efendi 2017).



Şekil 2.19. Atritör tipi karıştırıcı (Efendi 2017)

2.2.3.b. SPEX tipi öğütücü

Spex tipi öğütücü genellikle laboratuarlarda kullanılan öğütücüdür. Toz öğütme kapasitesi 10-20 gr arasındadır. Kullanılan kavanoz ve bilyalar sertleştirilmiş çelikten

veya tungsten karbürden imal edilir. Toz ve bilyaları içerisinde bulunduran kavanoz öğütme cihazına yerleştirilir ve dakikada birkaç bin devir sarsıntı ile öğütme işlemi gerçekleştirilir. İleri geri ve yanıl hareketlerin kombinasyonu ile 8 şekli çizen bir öğütme hareketi sergilenmektedir. Her sarsıntıda yüksek çarpma enerjisi ile tozlara çarpan bilyalar öğütme ve karıştırma işlemlerini gerçekleştirir (Eskandarany 2001). Spex tipi öğütücü ve kullanılan kavanoz Şekil 2.20 ve Şekil 2.21’de gösterilmiştir.



Şekil 2.20. Spex tipi karıştırıcı



Şekil 2.21. Tungsten karbür kavanoz (Suryanarayana 2001)

2.2.3.c. Gezegen tipi öğütücü

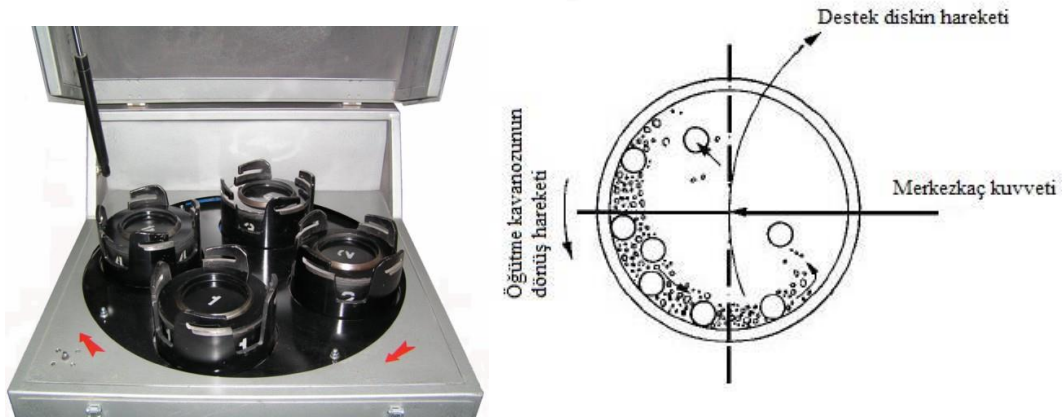
Gezegen tipi öğütücüler adını öğütme kovanının gezegen hareketinde dönmesinden almaktadır. Mekanik alaşımlama kullanılan en popüler öğütücülerdir. Kovanlar kendi eksenini etrafında dönerken destekleyici diskler kovanları hareketin ters yönünde tutmaktadır. Bu sayede her yarım turda kovan içerisindeki merkezkaç kuvveti yön değiştirmiş olur. Öğütücü bilyeler çok hızlı serbest gezinme yapar ve karşı duvara çarpar. Bilyeler arasında veya bilye ve duvar arasında kalan tozlar çarpma etkisiyle öğütülür (Efendi 2017).

Mekanik alaşımlamada istenilen fazı elde edebilmek için optimize edilmesi gereken birçok değişken vardır. Bu değişkenler nihai tozun karakterini tamamıyla etkilemektedir. Bunlar;

- Öğütme içeriği,
- Öğütme hızı,
- Öğütme zamanı,
- Öğütme tipi,
- Bilye-toz oranı,
- Öğütme ortamı,
- Öğütme sıcaklığı,
- İşlem kontrol ajanı,

Tüm bu değişkenler birbirleri ile de ilişkilidir. Öğütme kabı seçiminde tozda kirlenme oluşturmamasına dikkat edilmelidir. Öğütme hızı en az tozları öğütebilecek çarpma enerjisi üretebilecek seviyede olmalıdır. Çok yüksek öğütme hızı seçildiğinde ise merkezkaç kuvveti sebebiyle yine öğütme gerçekleşmeyecektir. Yüksek hızlarda sıcaklığın artması da tozların bozulmasına neden olabilmektedir. Öğütme zamanı tozlardaki kırılma ve kaynaklanma dengesini sağlayacak biçimde seçilmelidir. Öğütme zamanının gerekenden az olması durumunda alaşımlama tamamlanmayacak, fazla olması durumunda ise istenmeyen fazlar oluşabilecektir. Bilye-toz oranı 1:1'den 220:1'e kadar

değişebilmektedir. Öğütme kovanının içerisinde bilyeler ve tozların serbestçe hareket edebileceği miktarda boşluk bulunması gerekmektedir. Tozların bozulmaması için öğütme atmosferi ya inert gazlarla doldurulmuş ya da havası boşaltılmış ortam olmalıdır. Oksidasyon ve kirlenmenin yaşanmaması için tercih edilen en yaygın ortam yüksek saflıkta argon ortamıdır. Tozlar arasındaki topaklaşmayı önleyebilmek için proses esnasında yağlayıcılar kullanılmaktadır. Katı, sıvı veya gaz halinde olabilen işlem kontrol ajanları toz yüzeylerince emilerek topaklanmayı engeller. İşlem kontrol ajanı toz haciminin %1-5'i oranında kullanılır (Yurtsever 2014). Gezegen tipi öğütücü ve çalışma mekanizması Şekil 2.22'de gösterilmiştir.



Şekil 2.22. Gezegen tipi öğütücü ve çalışma mekanizması (Efendi 2017)

2.2.4. Mekanik alaşımlamanın avantajları

Alaşımlarda genellikle alaşım bileşenleri ergitilerek bir araya getirilir, mekanik alaşımlama ise malzemelerin sentezi yüksek enerjili öğütme ile gerçekleştirilir. Normalde karıştırılması zor olan elementlerin alaşımlanması sağlanır. Mekanik alaşımlama tümüyle katı durum prosesi olduğundan faz diyagramının yüklediği kısıtlamalar burada geçerli olmamaktadır. Bazı sistemlerde genişletilmiş katı çözünürlük bu teknikle mümkün olmaktadır. Mekanik alaşımlama matris mikroyapısını nanometre boyutlarına getirmek için de kullanılabilir. Yüksek kararlılıkta ya da birbiri içerisinde az çözünen alaşımlar da bu yöntemle yüksek çözünürlükle üretilmektedir. Mekanik alaşımlama ile tamamen homojen yapıda tozlar elde etmek mümkündür. Diğer yöntemlere nazaran

termodinamik açıdan kompozisyon kısıtlaması yoktur. Tek seferde oldukça fazla miktarlarda malzeme üretimi mümkündür. Fabrikasyonu kolaydır. Performans ve birim fiyat karşılaştırması dikkate alındığında ekonomik üretim mümkündür (Yurtsever 2014).

2.3. Şekil Hafızalı Alaşımlar

Gerekli ısı ve mekanik prosedörlere uğradığında önceden tanımlı şekil ve boyutuna geri dönebilen metalik malzeme grubuna şekil hafızalı alaşımlar denilmektedir. Bu şekil değişimi kristal kafeslerinde meydana gelen östenit ve martenzit faz dönüşümleri sonucu gerçekleşmektedir. Düşük sıcaklıkta martenzit, yüksek sıcaklıkta östenit fazında olan malzeme martenzit fazında deformasyonla uğradığı şekil değişimini östenit fazına çıkarıldığında deformasyon öncesi eski haline dönderebilmektedir. Sadece ısıtma ile dönüşüm gerçekleştiren malzeme grubu tek yönlü şekil hafızalı malzemeler olarak tanımlanırken, aynı zamanda soğutma ile de dönüşüm gerçekleştirebilen malzemelere iki yönlü şekil hafızalı denilmektedir (Dikici 2010).

1932 yılında Chang ve Read Au-Cd alaşımlarında ilk olarak şekil hafızalı dönüşümü gözlemleyen isimlerdir. Greninger ve Mooradian ise 1938 yılında pirinç malzeme de bu dönüşümü gözlemlemiştir. 1960'lı yıllara gelindiğinde ise Buehler ve arkadaşları'na (1963) göre eş atomlu Ni-Ti alaşımlarında şekil hafıza etkisi bulunmaktadır. Bu malzeme Nitinol adıyla patentlenmiştir (Dikici 2010).

2.3.1. NiTi alaşımları

Endüstride en fazla ticari değere sahip şekil hafızalı alaşım sistemleri NiTi alaşımları ve bakır esaslı alaşımlardır. Isıl kararlılığı daha yüksek olan NiTi alaşımları bakır esaslı alaşımlarla karşılaştırdığında yüksek korozyon direnci ve yüksek sünekliğe sahiptir (Dikici 2010).

NiTi alaşımları ikili ve eş atomlu intermetalik alaşım sistemidir. İntermetalik, iki ya da daha fazla metalin belli oranda katı fazda birbirleri içerisinde çözünerek oluşturdukları

bileşimlerdir. Elementin çözünme miktarı katı çözünürlük sınırından daha fazla olduğunda ikinci bir ara faz olarak ortaya çıkar. Saf metallerde atomlar metalik bağ ile birbirlerine bağlanırlar. İntermetalik bileşenlerde ise doğada kovalent olacak şekilde bağlanma gerçekleşir. İntermetaliklerin kristal yapıları kendisini oluşturan elementlerin kristal yapısından farklıdır (McNeese *et al.* 2000).

1960'lı yılların sonunda NiTi alaşımlarının tıp alanındaki uygulamaları için araştırmalar başlamıştır. Özellikle şekil hafıza özellikleri sayesinde biyomalzeme uygulamalarında ilgi çekici olmuşlardır. Özellikle kırılmış kemiklerde deformasyon sonrası geri dönüş özelliğinden faydalanılmıştır. Şekil hafıza özelliği sayesinde kontrol edilebilir ve esnek malzemelerin tasarlanması mümkün olmuştur (Dikici 2010).

NiTi alaşımlarının biyomalzeme olarak popüler olmasının başka sebepleri ise, mekanik özelliklerinin doku ile uyumlu olması, korozyon dayanımının mükemmel olması, aşınma dayanımı, MRI görünürlüğü, darbe sönümleme kapasitesidir.

Biyomalzeme olarak NiTi uygulamalarında Ni iyonu salınımı dikkat edilmesi gereken bir konudur. Vücutta alerjik reaksiyonlara neden olduğu için tehlikeli olan Ni iyonu salınımı uygun yüzey işlemleri ile önlenir. 70'li yılların sonlarına doğru NiTi implantları denenmiştir. Her sene 200 000'den fazla NiTi implant kullanılmaktadır (Li *et al.* 2009).

NiTi alaşımlarının anafazı hacim merkezli kübik B2 tipi kristal kafese sahiptir. Martenzit fazdaki kristal kafesi için araştırmacıların çoğu farklı modelleri öne sürmüşlerdir. Martenzit fazının birim hücresi monokliniktir. NiTi alaşımlarının fiziksel özellikleri Çizelge 2.1'te verilmiştir (Dikici 2010).

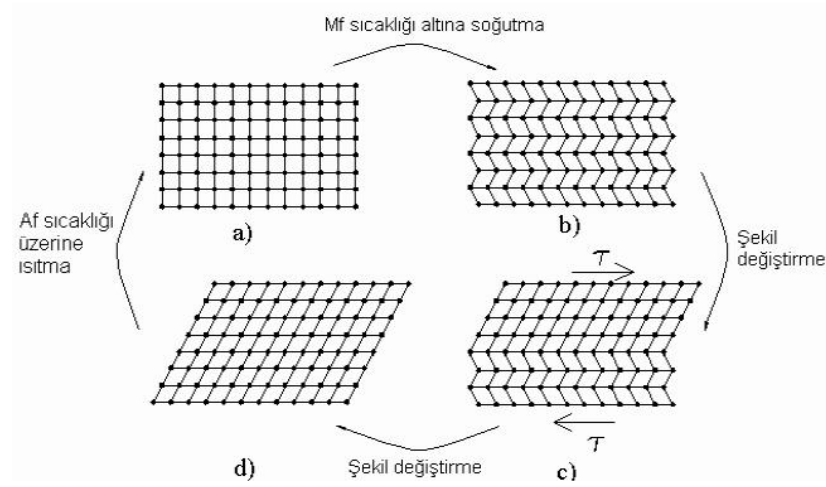
Çizelge 2.1. NiTi alaşımlarının fiziksel özellikleri (Yurtsever 2014)

Özellik	Östenit	Martenzit
Elektrik direnci (micro-ohm*cm)	100	70
Isıl iletkenlik (W/cm*°C)	18	8.5
Young modülü (GPa)	83	28-41
Akma dayanımı (MPa)	195~690	70~140
Yoğunluk (g/cm ³)	6.45	
Erime sıcaklığı (°C)	1300	
Şekil hafıza gerinimi (%)	Maksimum 8.5%	

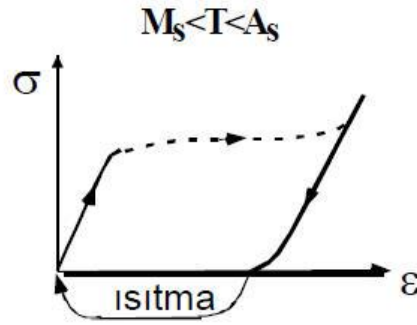
2.3.2. Şekil hafızası ve süperelastiklik

Şekil hafızalı alaşımların şekil hafıza ve süperelastisite özellikleri martenzit ve östenit faz dönüşümleri sayesinde gerçekleşmektedir. Görece düşük sıcaklıkta deformasyona uğrayan bu malzemeler yüksek sıcaklığa çıkarıldığında deformasyondan önceki şekillerine dönebilmektedirler. Bu şekil hafıza özelliğidir. Ayrıca bu alaşımlara yüksek sıcaklıkta gerilme uygulandığında meydana gelen şekil değişimi gerilme ortadan kaldırıldığında eski haline dönebilmektedir. Yaklaşık %8 şekil değişimine kadar geri dönebilmeyi sağlayan bu özelliğe ise süperelastiklik adı verilir (Dikici 2010).

Şekil hafızalı alaşımlarda hafıza mekanizması termoelastik martenzitik dönüşümle ilgilidir. Şekil hafıza özelliğinin şema gösterimi Şekil 2.23'te ki gibidir. a'da östenit fazında olan alaşım soğutularak martenzit fazına dönüştürülür ve dış şeklinde herhangi bir değişim olmaz. İç yapısı b'de ki gibi olan alaşıma deformasyon uygulanarak şekil değişimi sağlanır. İç yapısı c'de ki hale gelen alaşım ısıtılarak östenit fazına dönüştürülür (d). Östenit fazına geçen alaşım tekrar ilk şeklini alır (a). Bu mekanizma Şekil 2.24'te gerilme- şekil değişimi diyagramında gösterilmiştir. Martenzit fazında deformasyona uğrayan alaşım östenit sıcaklığına çıkarıldığında elastik şekil değiştirmiş gibi ilk şekline döner (Dilibal 2005).

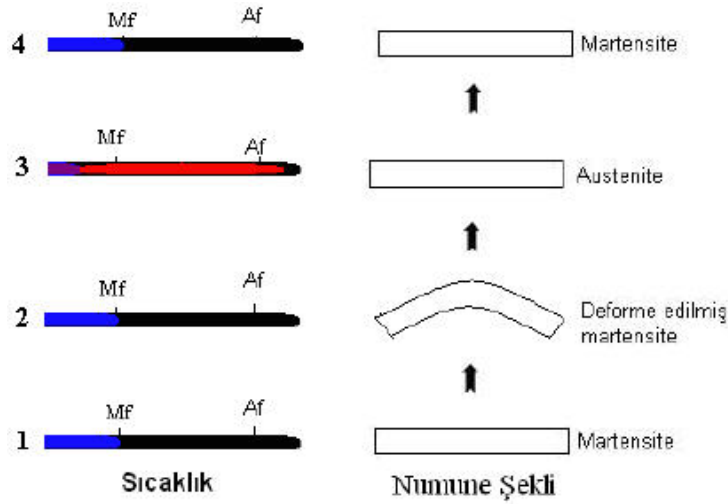


Şekil 2.23. Şekil hafıza özelliği mekanizması (Yurtsever 2014)



Şekil 2.24. M_s - A_s sıcaklıkları arasında gerilme – şekil değiştirme diyagramı (Yurtsever 2014)

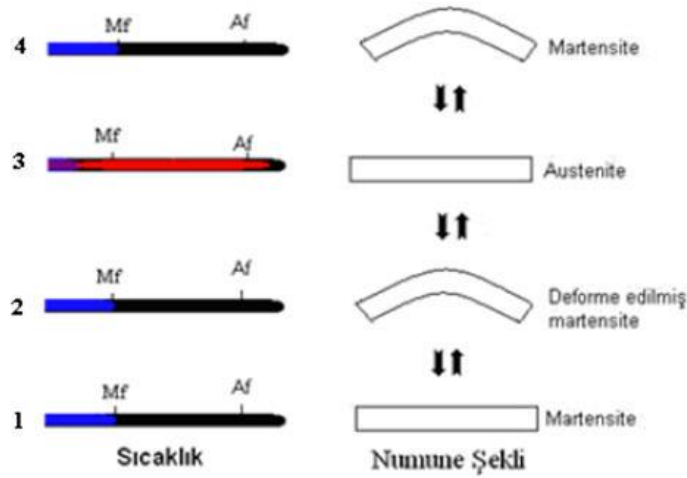
Şekil hafıza özelliği genel olarak tek yönlüdür. Şekil hafızalı alaşımda sadece ısıtma ile östenit fazında şekil hatırlaması ve soğutma durumunda iç yapının martenzite dönmesine karşın şeklinde herhangi değişim olmaması tek yönlü dönüşüm olarak adlandırılır. Martenzit fazında deformasyonla şekil değişimine uğrayan alaşım ısıtılarak östenit fazına dönüşene kadar bu şeklini korur. Tekrar soğutularak martenzit fazına getirilen alaşım yeniden deforme edilmedikçe şekil değişimine uğramaz. Tek yönlü dönüşüm mekanizması Şekil 2.25’te gösterilmiştir (Yurtsever 2014).



Şekil 2.25. Tek yönlü şekil hafıza olayı (Yurtsever 2014)

Şekil 2.25'e göre martenzit bitiş sıcaklığı altındaki numune, bu sıcaklıkta deforme edilmiştir. Daha sonra östenit bitiş sıcaklığı üzerine ısıtılan numune deformasyon öncesi şekline döner. Tekrar soğutularak martenzit başlama sıcaklığı altına getirilen numunede herhangi şekil değişimi olmaksızın ilk şeklini korur (Çavdar 2006).

Bazı alaşımlarda ise şekil hafıza mekanizması sıcaklığı bir fonksiyonu olarak çift yönlü gerçekleşir. Hem martenzit fazında hem de östenit fazında sıcaklık etkisi ile önceki şekle geri dönebilme olayına çift yönlü şekil hafıza denilmektedir (Dikbaş 2005). Çift yönlü şekil hafıza olayında martenzit fazındaki numuneye plastik deformasyon uygulandığında yeni bir şekil alır. Numune östenit fazına çıkarıldığında şekil dönüşümü gerçekleşerek ilk şekline döner. Östenit fazından soğutularak martenzit fazına geçtiğinde ise deforme edilmiş şekline dönüşüm gerçekleşir. Bu duruma çift yönlü şekil hafıza denilmektedir. Çift yönlü şekil hafıza olayının şematik gösterimi şekil 2.26'da verilmiştir. Özetle her iki fazın da kendine özgü şekli vardır ve malzeme ısı yolla oluşan fazın şeklini alır (Yurtsever 2014).

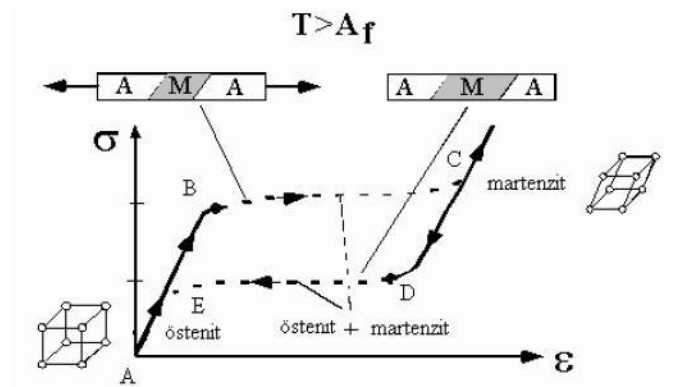


Şekil 2.26. Çift yönlü şekil hafıza olayı (Çavdar 2006)

Süperelastik özellik şekil hafızalı alaşımlarda görülen martenzitik faz dönüşümü sonucunda oluşan bir özelliktir. Östenit bitiş sıcaklığının üstünde uygulanmış olan bir gerilim elastik deformasyon enerjisini düşürmektedir. Uygulanmakta olan yükün arttırılması östenitten martenzite dönüşüme neden olur. Uygulanan yük kaldırıldığında ise martenzit fazı tekrar östenite dönüşür, çünkü alaşım östenit bitiş sıcaklığının üzerindedir (Kaya 2008). Şekil hafızalı alaşımlarda östenit bitiş sıcaklığının üzerinde mekanik olarak sağlanan martenzitik faza “gerilmenin neden olduğu matenzit” denilmektedir. Tümüyle östenit fazdaki alaşımda gerilme etkisiyle martenzit oluşumu sağlanırsa gerilme sonlandırıldığında alaşım elastik olarak eski haline döner. Alaşım plastik deformasyona uğramaksızın %8’e kadar elastik şekil değişimine uğrayabilir (Wu *et al.* 1999).

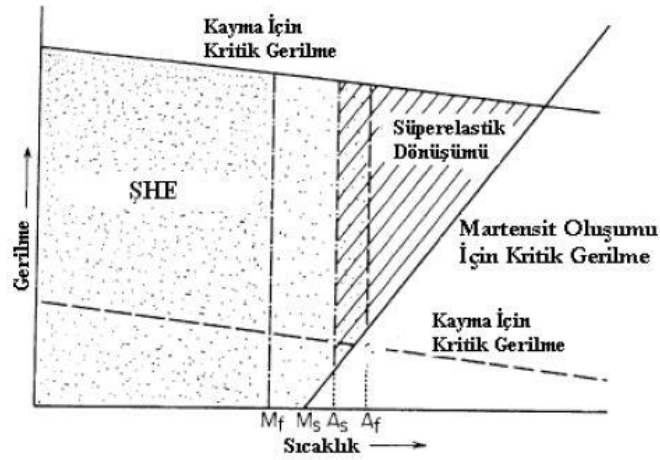
Süperelastiklik mekanizması Şekil 2.27’de gösterilmiştir. Östenit bitiş sıcaklığı üzerindeki sabit T sıcaklığında gerilme uygulanan alaşımdaki gerilme-şekil değişimi diyagramı şekildeki gibi olmaktadır. A-B arası elastik deformasyon bölgesidir. B noktasına gelindiğinde ilk martenzit plakaların oluşumu başlar. B-C arasında martenzitik dönüşüm devam eder. C noktasına ulaşıldığı anda martenzitik dönüşüm tamamlanmıştır. Bu noktadan sonra gerilme arttırılırsa alaşımda kopma meydana gelene kadar plastik deformasyon gerçekleşir. Plastik deformasyon gerçekleşmeden gerilme kaldırılır ise şekil

değiminde geri dönüşüm gerçekleşir. C-D arasında elastik geri dönüşüm başlar. D-E arasında martenzit fazı azalarak östenite dönüşür. E-A arasında ise östenit fazının elastik geri dönüşümü gerçekleşir. Toplam şekil değişimi giderilerek alaşım ilk haline gelmiş olur (Dilibal 2005).



Şekil 2.27. Süperelastik özellik (Yurtsever 2014)

Bir alaşımda hem şekil hafızası hem de süperelastiklik sıcaklığa bağlı olarak oluşabilir. Şekil 2.28’de bu durum gösterilmiştir. x eksenine neredeyse paralel çizilmiş olan çizgiler kayma için gerekli olası kritik gerilmeleri temsil eder. Kritik gerilme çok düşük olur ise süperelastiklik tamamlanamaz. Çünkü kayma deformasyon etkisi ile dönüşüm için gereken kritik gerilmenin altında gerçekleşir. Östenit bitiş sıcaklığı ve kayma kritik gerilmesi üzerinde gerilme uygulanırsa martenzitik dönüşüm gerçekleşir. Oluşan bu martenzit, östenit bitiş sıcaklığı üzerinde gerilme sonlandırıldığında tümüyle kararsız olacağı için ters dönüşüm gerçekleşir. Böylelikle ters dönüşüm tersinir olduğu müddetçe süperelastiklik elde edilir. Benzer olarak östenit başlangıç sıcaklığı altında deformasyona uğrayan martenzit kararlıdır ve gerilme sonlandırılrsa da plastik deformasyona uğramış olur. Östenit başlangıç ve östenit bitiş sıcaklıkları arasında martenzit fazı kısmen kararlı haldedir. Bu bölgede hem şekil hafıza etkisi hem de süperelastiklik bir arada var olur (Kaya 2008).



Şekil 2.28. Şekil hafıza etkisi ve süperelastikliğin gerilme ve sıcaklık alanları (Yurtsever 2014)

Şekil hafızalı alaşımların süperelastik özellik gösterebilmesinin ön koşulu alaşım sıcaklığının östenit sıcaklığı üzerinde olmasıdır. Bu koşulu sağlayabilmek için endüstriyel uygulamalarda seçilecek alaşımın östenit bitiş sıcaklığı oda sıcaklığının üzerinde olmalıdır. Örnek olarak diş teli olarak östenit bitiş sıcaklığı -5 ile 10°C arasında olan NiTi alaşımları tercih edilir. Bu sayede ağız içi kullanımda alaşım sıcaklığı her zaman östenit bitiş sıcaklığı üzerindedir (Eroğlu 2010).

2.3.3. Martenzitik faz dönüşümü

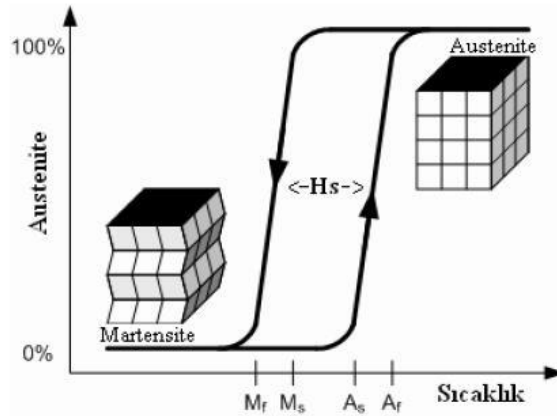
Yapısal faz dönüşümleri iki gruba ayrılmaktadır. Bunlar; difüzyonlu ve difüzyonsuz faz dönüşümlerdir. Atomların birlikte hareketiyle meydana gelen martenzitik dönüşümler difüzyonsuz dönüşümlerdir (Dikbaş 2005). Difüzyonsuz faz dönüşümü sıcaklık ve basıncın etkisiyle en düşük serbest enerjili kristal yapıya dönüşüm olayıdır. Difüzyon olmadığından atomik boşluklar dönüşümden önce ve sonra aynı kalır (Kaya 2008). Uzun mesafeli atomik yayılımının olmadığı bu dönüşümler, atomik yer değişimleriyle kayma benzeri oluşan dönüşümlerdir. Bu dönüşümlerde atomların yer değiştirmesi söz konusudur. Bu yer değişimi; homojen ve homojen olmayan kafes deformasyonları ve atom ve kafes düzenlenmelerinin birleşimidir. Kafes deformasyonu sayesinde atomların koordineli hareketleri bir Bravais kafesi diğerine dönüştürmektedir. Atomların bireysel

yer deęiřtirme miktarları çok büyük olmamasına karřın, her birinin hacimsel yön olarak aynı doęrultuda tařınması, dönüşüm sonucunda makroskobik řekil deęiřiminin ortaya çıkmasına neden olur (Eroęlu, 2010). Bir bařka ifadeyle martenzitik dönüşüm kesme deformasyonu sonucu atomların toplu hareketiyle gerekleřen bir kafes dönüşümüdür. Martenzitik dönüşümün iki boyutlu hali řekil 2.29’da gösterilmiřtir.



řekil 2.29. Martenzitik faz dönüşümünün iki boyutlu görünüşü (Yurtsever 2014)

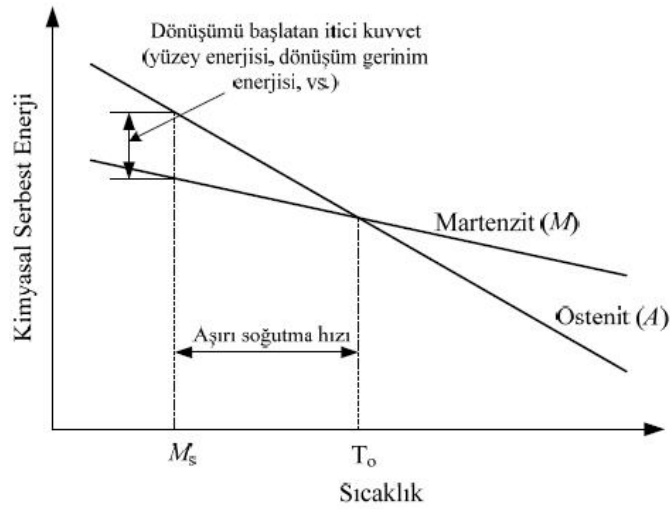
Ana faz içerisindeki atomlar birbirlerinden baęımsız olarak hareket etmezler. Ana faz tümüyle martenzite dönüşünceye kadar tıpkı yıkılan domino tařları gibi bir hareket izleyerek kesme deformasyonuna uğrarlar. Atomların baęlı hareketiyle ana faz ve martenzitik faz arasında kafes etkileřimi meydana gelir. Ana fazın süper kafes yapısında olması, kafes etkileřimini gerekleřtiren dönüşümlerin oluřmasını saęlar. Böylece oluřan martenzit, süper kafes yapısına sahip olur (Nurveren 2008). Bu dönüşümlerde ana faz olan östenit yüksek sıcaklık fazı, martenzit ise düşük sıcaklık fazıdır. Bir T sıcaklığında termodinamik dengede olan östenit fazı hızla soęutulursa, kritik deęerden sonra martenzit fazı östenit içerisinde oluřmaya bařlar. Kristalografik yapının sıcaklıkla deęiřimi řekil 2.30’da gösterilmiřtir.



Şekil 2.30. Kristalografik yapının sıcaklıkla değişimi (Gökdemir 2006)

Martenzit fazının oluşmaya başladığı sıcaklığa “martenzit başlama sıcaklığı” (M_s) denilmektedir. M_s değeri farklı alaşımlar için değişik değerlere sahiptir. Martenzitik dönüşüm M_s sıcaklığında başlayıp belli bir aralıkta devam eder ve durur. Martenzitik dönüşümün sonlandığı sıcaklığa “martenzit bitiş sıcaklığı” (M_f) denilmektedir. Tersinir bir olay olan martenzitik dönüşüm ısıtıldığında tekrar östenit fazına dönmektedir. Östenitik dönüşüm de “östenit başlama sıcaklığı” (A_s) ve “östenit bitiş sıcaklığı” (A_f) arasında gerçekleşir (Çavdar 2006).

Faz dönüşümünün başlayabilmesi için oluşacak fazın kimyasal serbest enerjisinin var olan fazın kimyasal serbest enerjisinden küçük olması gerekir. Ayrıca dönüşümün başlayabilmesi için her iki faz arasındaki kimyasal serbest enerji farkının kimyasal olmayan serbest enerji (ara yüzey enerjisi ve dönüşüm gerinim enerjisi gibi) farkından da büyük olması gerekir. Şekil 2.31’de martenzit ve östenit fazlarının kimyasal serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişim grafiği verilmiştir. Dönüşümün gerçekleşmesi için bir itici kuvvet gereklidir. Alaşım T_0 sıcaklığından M_s sıcaklığına kadar hızlı soğutulursa dönüşüm başlayacaktır (Arın 2008).



Şekil 2.31. Östenit ve martenzit fazlarının kimyasal serbest enerjilerinin sıcaklıkla Değişimi (Yurtsever 2014)

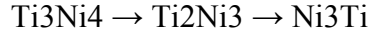
2.3.4. NiTi alaşımlarının metalurjisi

NiTi alaşımlarının en güvenilir faz diyagramı Otsuka ve Ren (2005) tarafından verilmiştir. Bu diyagramda, 630°C’de ötektoid dönüşüm gözlemlenmektedir. 1090°C’e çıkıldığında ise B2’den HMK’ya düzenli düzensiz dönüşüm gerçekleşmektedir.

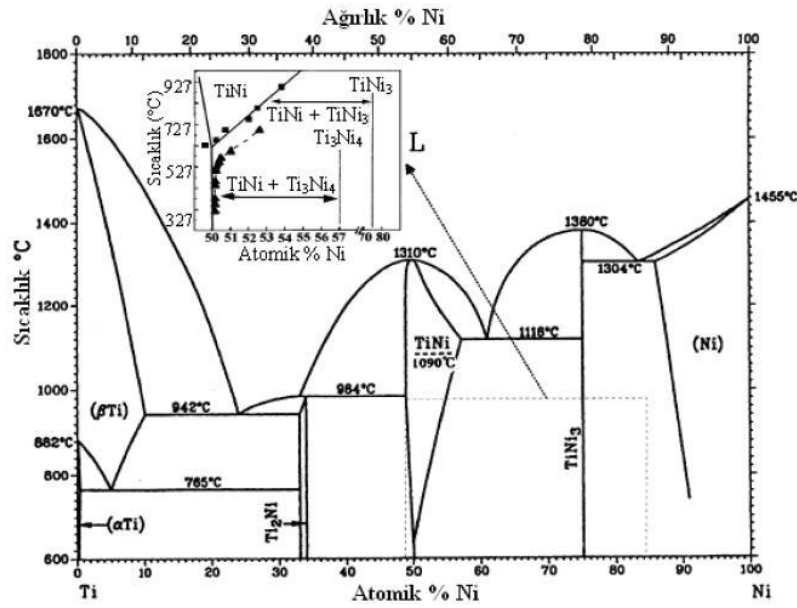
Faz diyagramında %50 Ni bölgesinde intermetalik NiTi fazı oluşmaktadır. Saf titanyum ergime sıcaklığı 1670°C ve saf nikelin ergime sıcaklığı ise 1455°C olmasında rağmen NiTi alaşımının ergime sıcaklığı 1310°C’dir. İntermetalik NiTi yapısı 630°C’e geldiğinde NiTi ara fazı oluşur. Bu faz içerisindeki Ni elementinin çözünürlüğü 700°C’den 1183°C’e kadar artar ve maksimum %55 değerine ulaşır (Eroğlu 2010). 800°C-900 °C arasında çözeltiye alınan alaşıma 550°C altında uygulanan yaşlandırma işleminden sonra oluşan matris içerisinde yoğun halde dağılmış ince noktalar şeklinde Ti₃Ni₄ çökeltileri görülmektedir. Alaşımın çift yönlü şekil hafıza özelliği göstermesinde bu çökeltilerin önemi büyüktür (Yurtsever 2014).

Faz diyagramında %50 Ni bölgesinde çözünürlük yaklaşık olarak aynı oranda dikey takip ettiğinden matris içinde Ti₂Ni çökelti oluşumu düşüktür. %50- %75 Ni oranı bölgesinde

deneysel çalışmalarda ısıt işlemler neticesinde matris ile uyumlu olan ince Ti_3Ni_4 çökeltileri oluşmaktadır. Şekil 2.32’de NiTi faz diyagramı ve Şekil 2.33’de Ti_3Ni_4 intermetalik fazı gösterilmiştir. Nikelce zengin faz yaşlandırmaya tabi tutulduğunda Ni_3Ti kararlı fazının oluşum süreci şöyledir;



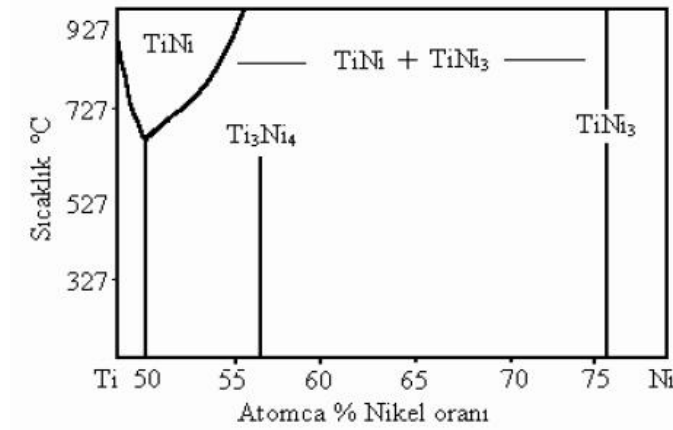
Bu sebeple Ti_3Ni_4 çökelerek ana faz şertleşmesi şekil hafıza karakteristiklerini ayarlama etkilidir. Ti_3Ni_4 fazı düşük sıcaklıkta yaşlandırmaya tabi tutulduğunda ince plakalar şeklinde görülür (Dilibal 2005).



Şekil 2.32. Ni-Ti faz diyagramı (Dilibal 2005)

Nikel çözünürlüğü düşük sıcaklıkta azaldığından matris içerisinde dağılmış halde yarı kararlı Ni_4Ti_3 fazı çökelir. 300°C - 600°C arasında tavlama işlemi uygulandığında bu faz irileşir ve sonrasında kararlı Ni_3Ti fazına dönüşür (Kaya 2008). NiTi alaşımlarında martenzit - östenit dönüşümü matris içindeki Ni'nin bir fonksiyonu olarak gerçekleşmektedir. Kompozisyondaki küçük bir değişim dönüşüm sıcaklığında büyük

değişimlere neden olur. Örnek olarak Ni miktarı %0,1 değiştiriliğinde dönüşüm sıcaklığı yaklaşık 10°C değişmektedir (Dilibal 2005).



Şekil 2.33. Ti-Ni faz diyagramında Ti₃Ni₄ yarı kararlı fazı ve diğer fazlar (Dilibal 2005)

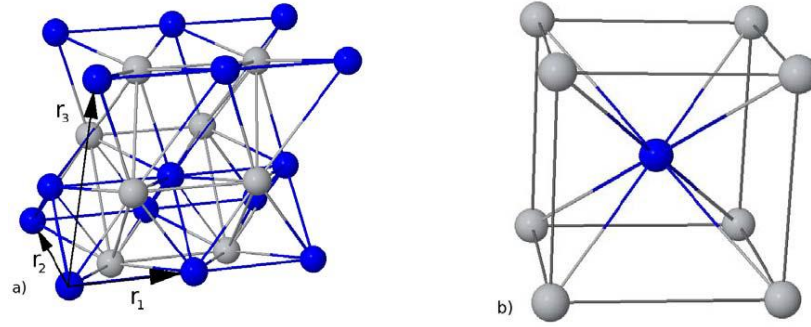
Dönüşüm sıcaklığını değiştiren bir başka etken de empürite elementleridir. Oksijen, azot ve karbon gibi empürite elementleri NiTi faz kompozisyonunu değiştireceğinden dönüşüm sıcaklığını da değiştirirler. Bu sebeble alaşım içerisindeki kirlilikler sınırlandırılmalıdır. Örnek olarak alaşım içerisindeki atomik oksijen oranının %1 olması dönüşüm sıcaklığını 92,6°K kadar düşürmektedir ve ana fazın gevrekleşmesine neden olur. NiTi faz diyagramındaki ilave kararlı fazlar (Ni₃Ti, NiTi₂) şekil hafıza özelliği göstermezler. Ayrıca bu fazların oluşması da matris bileşimini değiştireceğinden dönüşüm sıcaklığını değiştirirler (Dilibal 2005).

NiTi faz diyagramı alaşımın şekil hafıza karakteristiğini geliştirme açısından oldukça önemlidir. Örnek olarak nikelce zengin bölge içerisinde ince dağılmış Ti₃Ni₄ çökeltileri süperelastiklik ve şekil hafıza karakterlerini geliştirmede oldukça etkilidir. Ayrıca şekil hafızalı alaşımlarda R fazı dönüşümünü sağlamada kullanılırlar(Zhu *et al.* 2004).

R fazı rombik kafes sistemine ait bir fazdır. Östenit ve martenzit fazları arasında oluşmaktadır. NiTi alaşımlarında belirli koşullarda martenzitik dönüşümden önce oluşur. Genellikle soğuk işlemler ardından oluşan bir dönüşümle elde edilir. R fazı dönüşümde

sıcaklık histerisizi oldukça düşüktür. Bu nedenle oluşan entalpi değeri de düşük olduğundan birçok endüstriyel uygulamada avantaj sağlamaktadır. Ayrıca alaşımın tamamında şekil hafıza etkisinin gerçekleşmesini de dizilmiş çökeltiler sağlar.

NiTi alaşımlarında martenzit fazı B19' (monoklinik), östenit fazı B2 (kübik) yapıdadır. Uygulanan ısı işleme göre gerçekleşen dönüşümler bir adımlık (B19'→B2), iki adımlık (B19'→R→B2) ya da çoklu dönüşüm davranışı gösterebilirler. NiTi alaşımının martenzit ve östenit fazlarının kristal yapıları Şekil 2.34'de gösterilmiştir (Dilibal 2005).



Şekil 2.34. NiTi Alaşımının a) Martenzit ve b) Östenitik Yapıları (Dilibal 2005)

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Nikel ve Titanyum Tozu

Kullanılan tozlar eşit mol miktarınca alaşımlanmıştır. Gram hesabı aşağıda verilmiştir.

$n=m/Ma$ formülünde;

n mol sayısını,

m kütleyi,

Ma atom ağırlığını ifade etmektedir.

1 mol Ni 58,7g'dır ve 1 mol Ti 47,9g'dır.

Yani 58,7g Ni tozuna 47,9g Ti tozu eklenmelidir. Buradan orantılandığında

8,25g Ni tozuna 6,73g Ti tozu,

2,75g Ni tozuna 2,23g Ti tozu kullanılmalıdır.

Yapılan deneylerin ilk üçünde 0,14 mol Ni ve Ti tozu kullanılmıştır.

toz sarfiyatını azaltmak için sonraki deneylerde 0,047 mol Ni ve Ti tozları kullanılmıştır.

3.2. Glove box

Elementlerin oksidasyon hassasiyeti sebebiyle oksijen atmosferinden korunması için tozların hazneye alınması işlemi glove box içerisinde yapılmıştır. İçerisi argon ortamı olan glove box sayesinde elementlerde oksitlenme veya kirlenme oluşumu engellenmektedir. Yapılan deneylerde kullanılan glove box Şekil 3.2'de gösterilmiştir. Çalışma ortamı olarak argon gazı kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Glove Box

3.3. Mekanik Alaşımlama

Bu çalışmada mekanik alaşımlama yapmak için retsch marka pm100 model gezegen tipi öğütücü kullanılmıştır. Şekil 3.1’de öğütücünün resmi gösterilmiştir.



Şekil 3.2. Retsch pm100 öğütücü

Elementlerin oksidasyon hassasiyeti sebebiyle oksijen atmosferinden korunması için tozların hazneye alınması işlemi glove box içerisinde yapılmıştır. İçerisi argon ortamı

olan glove box sayesinde elementlerde oksitlenme veya kirlenme oluşumu engellenmektedir.

Ti ve Ni elementlerinden eşit mol oranında kullanılarak Retsch PM100 marka gezegen hareketli bilyalı değirmen ile tungsten karbür hazne ve bilyalar ile Çizelge 3.2'deki parametreler kullanılarak mekanik alaşımlama işlemi yapılmıştır. Diğer parametreler sabit tutularak hız ve süre değiştirilip deneyler gerçekleştirilmiştir. Tüm deneylerde bilya: numune oranı 10:1 olarak ayarlanmıştır. Tamalanan deneylerde tozların haznedan çıkarılması yine glove box kullanılarak argon ortamına yapılmıştır. Ayrıca tüm deneylerde hazne ve bilya sıvanmasını engellemek için %0.5 oranında salisilik asit (SA) kullanılmıştır.

Çizelge 3.1. Deney parametreleri

No	Numune	Süre	Çalışma Aralığı	Duraksama	Hız	Bilya: Numune	Hazne /Bilya
1	Ni (8.25 g) Ti(6.73 g) SA(0.07 g)	1 sa	15 dk	1 dk	300 rpm	10:1 (150g:15g)	Tungsten Karbür (19 tane-150g)
2	Ni (8.25 g) Ti(6.73 g) SA(0.07 g)	2 sa	15 dk	1 dk	300 rpm	10:1 (150g:15g)	Tungsten Karbür (19 tane-150g)
3	Ni (8.25 g) Ti(6.73 g) SA(0.07 g)	3 sa	15 dk	1 dk	300 rpm	10:1 (150g:15g)	Tungsten Karbür (19 tane-150g)
4	Ni (2.75 g) Ti(2.23 g) SA(0.05 g)	1 sa	15 dk	5 dk	200 rpm	10:1 (50g:5g)	Tungsten Karbür (6 tane-50 g)
5	Ni (2.75 g) Ti(2.23 g) SA(0.05 g)	2 sa	15 dk	5 dk	200 rpm	10:1 (50g:5g)	Tungsten Karbür (6 tane-50 g)
6	Ni (2.75 g) Ti(2.23 g) SA(0.05 g)	3 sa	15 dk	5 dk	200 rpm	10:1 (50g:5g)	Tungsten Karbür (6 tane-50 g)
7	Ni (2.75 g) Ti(2.23 g) SA(0.05 g)	10 sa	15 dk	5 dk	200 rpm	10:1 (50g:5g)	Tungsten Karbür (6 tane-50 g)
8	Ni (2.75 g) Ti(2.23 g) SA(0.05 g)	20 sa	15 dk	5 dk	200 rpm	10:1 (50g:5g)	Tungsten Karbür (6 tane-50 g)
9	Ni (2.75 g) Ti(2.23 g) SA(0.05 g)	40 sa	15 dk	5 dk	200 rpm	10:1 (50g:5g)	Tungsten Karbür (6 tane-50 g)

Çizelge 3.1. (devam)

10	Ni (2.75 g) Ti(2.23 g) SA(0.05 g)	80 sa	15 dk	5 dk	200 rpm	10:1 (50g:5g)	Tungsten Karbür (6 tane-50 g)
11	Ni (2.75 g) Ti(2.23 g) SA(0.05 g)	10 sa	15 dk	5 dk	400 rpm	10:1 (50g:5g)	Tungsten Karbür (6 tane-50 g)
12	Ni (2.75 g) Ti(2.23 g) SA(0.05 g)	20 sa	15 dk	5 dk	400 rpm	10:1 (50g:5g)	Tungsten Karbür (6 tane-50 g)

1 nolu deneyde 8.25g Ni ve 6.73g Ti tozu hazneye konularak 300 rpm hızda 15dk çalışma ve 1dk duraksama ile toplam 1 saat çalıştırılmıştır.

2 nolu deneyde 8.25g Ni ve 6.73g Ti tozu hazneye konularak 300 rpm hızda 15dk çalışma ve 1dk duraksama ile toplam 2 saat çalıştırılmıştır.

3 nolu deneyde 8.25g Ni ve 6.73g Ti tozu hazneye konularak 300 rpm hızda 15dk çalışma ve 1dk duraksama ile toplam 3 saat çalıştırılmıştır.

4 nolu deneyde 2.75g Ni ve 2.23g Ti tozu hazneye konularak 200 rpm hızda 15dk çalışma ve 5dk duraksama ile toplam 1 saat çalıştırılmıştır.

5 nolu deneyde 2.75g Ni ve 2.23g Ti tozu hazneye konularak 200 rpm hızda 15dk çalışma ve 5dk duraksama ile toplam 2 saat çalıştırılmıştır.

6 nolu deneyde 2.75g Ni ve 2.23g Ti tozu hazneye konularak 200 rpm hızda 15dk çalışma ve 5dk duraksama ile toplam 3 saat çalıştırılmıştır.

7 nolu deneyde 2.75g Ni ve 2.23g Ti tozu hazneye konularak 200 rpm hızda 15dk çalışma ve 5dk duraksama ile toplam 10 saat çalıştırılmıştır.

8 nolu deneyde 2.75g Ni ve 2.23g Ti tozu hazneye konularak 200 rpm hızda 15dk çalışma ve 5dk duraksama ile toplam 20 saat çalıştırılmıştır.

9 nolu deneyde 2.75g Ni ve 2.23g Ti tozu hazneye konularak 200 rpm hızda 15dk çalışma ve 5dk duraksama ile toplam 40 saat çalıştırılmıştır.

10 nolu deneyde 2.75g Ni ve 2.23g Ti tozu hazneye konularak 200 rpm hızda 15dk çalışma ve 5dk duraksama ile toplam 80 saat çalıştırılmıştır.

11 nolu deneyde 2.75g Ni ve 2.23g Ti tozu hazneye konularak 400 rpm hızda 15dk çalışma ve 5dk duraksama ile toplam 10 saat çalıştırılmıştır.

12 nolu deneyde 2.75g Ni ve 2.23g Ti tozu hazneye konularak 400 rpm hızda 15dk çalışma ve 5dk duraksama ile toplam 20 saat çalıştırılmıştır.

3.5. Mekanik Elek

Tozların istenilen boyutta sınıflandırılabilmesi amacıyla retsch marka Horizontal Sieve Shaker AS 400 control modelinde elek kullanılmıştır. Kullanılan elek Şekil 3.3’de gösterilmiştir.



Şekil 3.3. Mekanik elek

Mekanik alaşım işlemi görmüş numunelere boyutlarının homojen olması için 45 micron boyutundaki elek kullanılarak sarsıntılı elekte 15dakika eleme işlemi yapılmıştır.

3.6. X- Işını Kırınım Difraksiyonu (XRD) Analizi

X-ışınları ölçümleri ile malzemedeki kristal yapıya zarar vermeksizin malzemedeki fazlar, fazların miktarı, kristal boyutu, örgü parametreleri, yapıdaki değişimler, kristal yönelmesi ve atom pozisyonları hakkında bilgi alınabilmektedir. Bu çalışmada oluşan fazların tesbitinde XRD’den yararlanılmıştır. Kullanılan cihaz Şekil 3.3’de gösterilmiştir.



Şekil 3.4. XRD cihazı

Numunelerin yapısal analizleri Bruker D2 Phaser X-Ray Difraktometresi ile incelenecektir. XRD ölçümleri, Cu-K α kaynağından $\lambda=1,54184 \text{ \AA}$ dalga boyunda, 20-100° tarama aralığında, 2 derece/dk tarama hızında ve 0,026 derece tarama adımında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen yansıma pikleri mevcut JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) dosyası ile karşılaştırılmıştır.

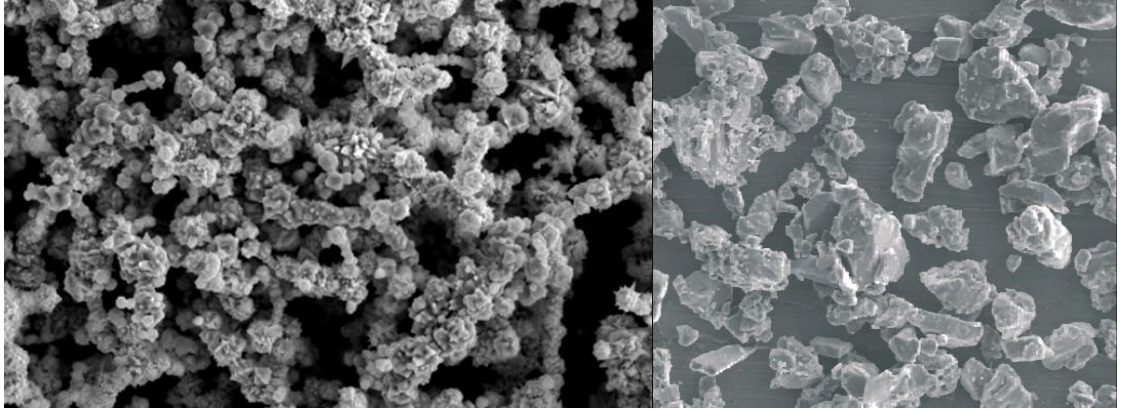
3.7. SEM ve EDS Analizleri

Numunelerin yüzey karakterizasyonu ve elementel analizleri FEI marka QUANTA FEG 450 model SEM cihazı ile yapılmıştır. SEM görüntüleri 1000, 3000, 5000, 10000 ve 25000 büyütmelerde ayrı ayrı alınarak tane yapıları incelenmiştir. EDS analizleri ile yapıda homojenliğin sağlanıp sağlanmadığı kontrol edilmiştir.

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

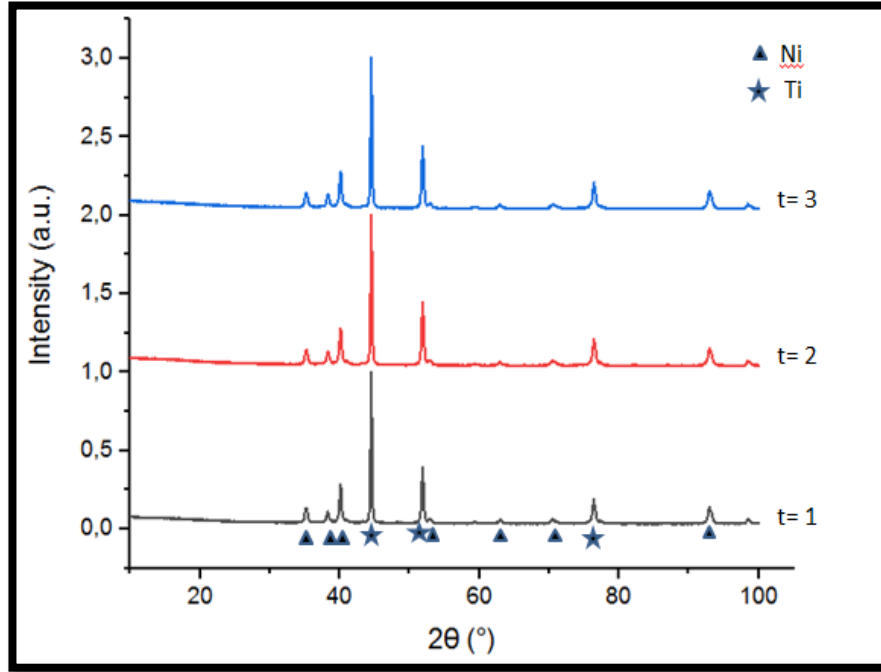
4.1. Saf Ni-Ti Tozlarının Analizi ve X-Işınları Kırınım Analizi

Şekil 4.4’de Ni ve Ti elementel tozlarının SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntülerden de görüleceği gibi, Ti partikülleri 45-50 μm boyutlarında ve belirli bir forma sahip değildir. Ni partikülleri ise küresel morfolojili ve üniform bir yapıdadırlar.



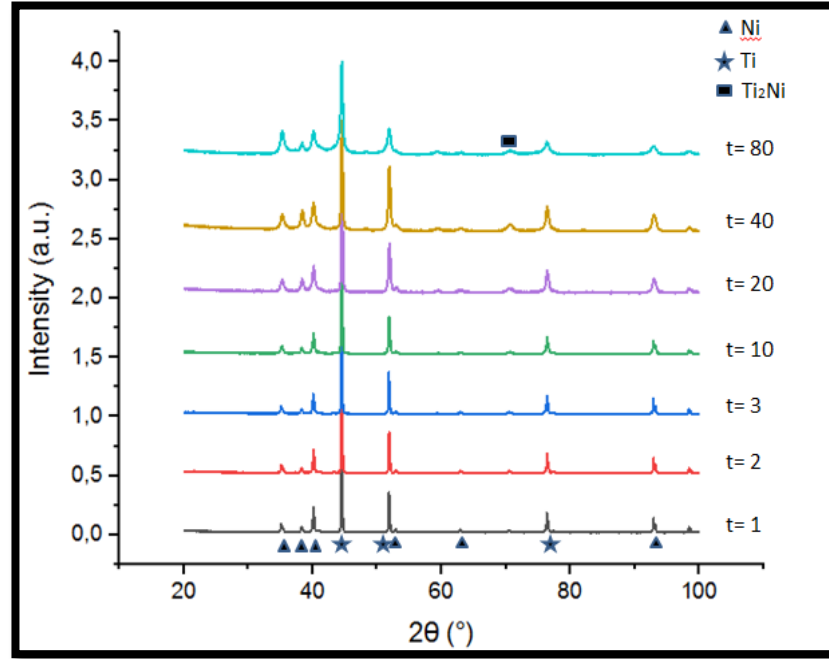
Şekil 4.1. Ni (a) ve Ti (b) tozlarının SEM görüntüleri

Ni-Ti tozlarının çekilen XRD paternleri Şekil 4.1 ve 4.2’de görülmektedir. Şekil 4.1’de 300 rpm hızda 1, 2 ve 3 saat cihaz durdurulmadan saat başı alınan tozların faz analizleri verilmiştir. Bu analize göre mekanik alaşımlama işleminin ilk 1, 2 ve 3. saatlerinde pik şiddetlerinde benzer şiddetler elde edilmiştir.



Şekil 4.2. 1, 2, 3 saat mekanik alaşımlanmış tozlarının X-ışını kırınım grafiği

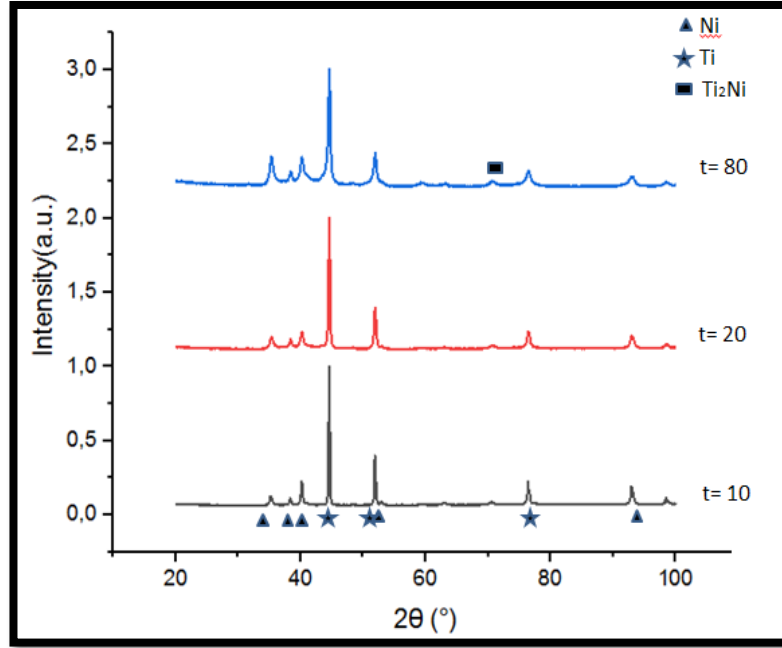
İşlem durdurulmadan saat başı hazneden belirli miktarda numune alma işlemi elementlerin oksidasyon hassasiyeti sebebiyle efektif görülmemiştir ve diğer çalışmalarda cihaz, uygunacak saat miktarı kadar çalıştırılıp numuneler hazneden alınmıştır.



Şekil 4.3. 1, 2, 3, 10, 20, 40, 80 saat mekanik alaşımlanmış tozlarının X-ışını kırınım grafiği

Şekil 4.2’de 1, 2, 3, 10, 20, 40 ve 80 saat 200 rpm de mekanik alaşımlanmış tozların faz analizleri verilmiştir. Bu analize göre mekanik alaşımlama işleminin ilk 1, 2 ve 3. saatlerinde pik şiddetlerinde benzer şiddetler elde edilmiştir. İşlem süresi arttıkça pik şiddetlerinin azaldığı ve amorf bir yapıya doğru gidildiği gözlemlenmiştir. Mekanik alaşımlamanın ilk kırk saatinde elde edilen pikler nikel ve titanium pikleri ile uyumludur ve henüz bir faz teşekkül edecek pik gözlemlenmemiştir. Mekanik alaşımlamanın 40. saatinden sonra ek olarak Ti_2Ni fazı ile örtüşen XRD piki elde edilmiştir. Ni pikleri tamamen netleşmiş ve kübik yapı tanımlanabilmiştir. Bir saatlik öğütme işlemi sonrasında Nikel ve Titanyumu karakterize eden pikler net olarak gözlenmiş fakat bu sürenin literatürle karşılaştırması yapıldığında Ni-Ti alaşımı oluşumu için yeterli bir süre olmadığı anlaşılmıştır. Benzer şekilde 2 ve 3 saatlik işlemlerde de XRD piklerinde belirgin değişime rastlanmamıştır. Bununla birlikte artan öğütme zamanlarına bağlı olarak Ni ve Ti faz yoğunluklarında azalmalar ve pik genişliklerinde artmalar da gözlenmiştir. Bu durum özellikle 80 saatlik öğütme süresinde daha belirgin hale gelmiştir.

Ti pikinin zayıflaması ve Ni'in düşük açılara doğru kayması, Ti atomlarının Ni kafes sistemi içerisine difüze olduğuna işaret etmektedir.



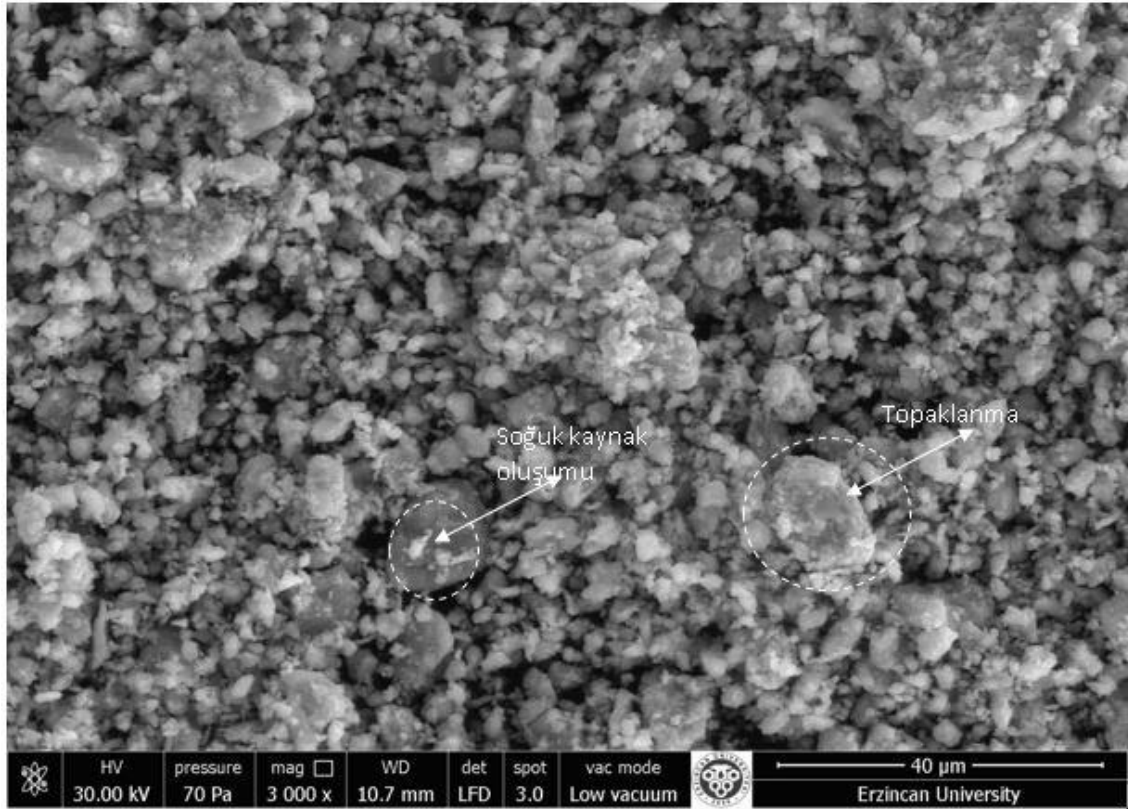
Şekil 4.4. 400 rpm hızla 10 ve 20 saat, 200 rpm hızla 80 saat mekanik alaşımlanmış tozlarının X-ışını kırınım grafiği

Yapılan bir diğer çalışmada hız değerleri üzerinde değişiklik yapılmıştır. Şekil 3.3 de ki grafikte 400 rpm hızla 10 ve 20 saat, 200 rpm hızla 80 saat mekanik alaşımlanmış tozlarının X-ışını kırınım grafiği görülmektedir. 400 rpm hızında 10 ve 20 saat süreyle yapılan deneylerle 200 rpm hızında yapılan 10 ve 20 saat süreyle yapılan deneylerde benzer pikler elde edilmiştir. 200 rpm hızında 80 saatte görülen Ti_2Ni fazı ile örtüşen XRD pikine 400 rpmde 10 ve 20 saatte yapılan deneylerde rastlanmamıştır. Yapılacak olan diğer deneylerde 400 rpm hızda deney süresini arttırıp değişik fazların elde edilmesi öngörülmektedir.

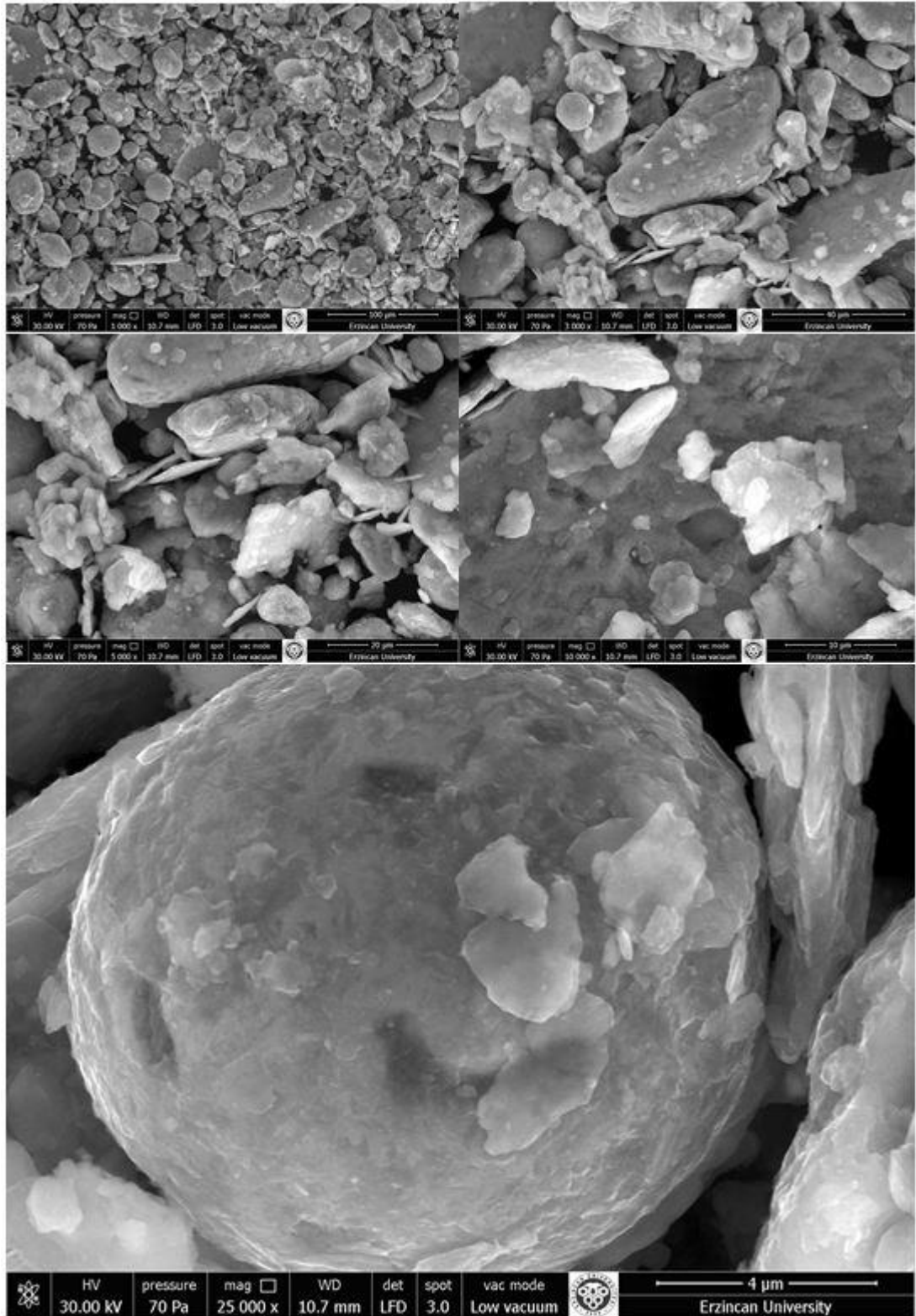
4.2. NiTi Tozlarının SEM ve EDS Analizleri

Bir dizi öğütme işlemi sonrasında öğütülmüş NiTi toz parçacıklarının SEM ve EDS görüntüleri aşağıda verilmiştir. Şekillerden anlaşılacağı gibi, mekanik alaşımlamanın başlangıcında lamellar bir yapı gözlenmektedir. Öğütme esnasında yumuşak parçaların laminatlar arasında soğuk kaynak oluşumu da gözlenmektedir. Sünek parçaların öğütme işlemi boyunca laminatlar arası sürekli soğuk kaynak olması nedeniyle bu lamellar yapı oluştuğu düşünülmüştür .

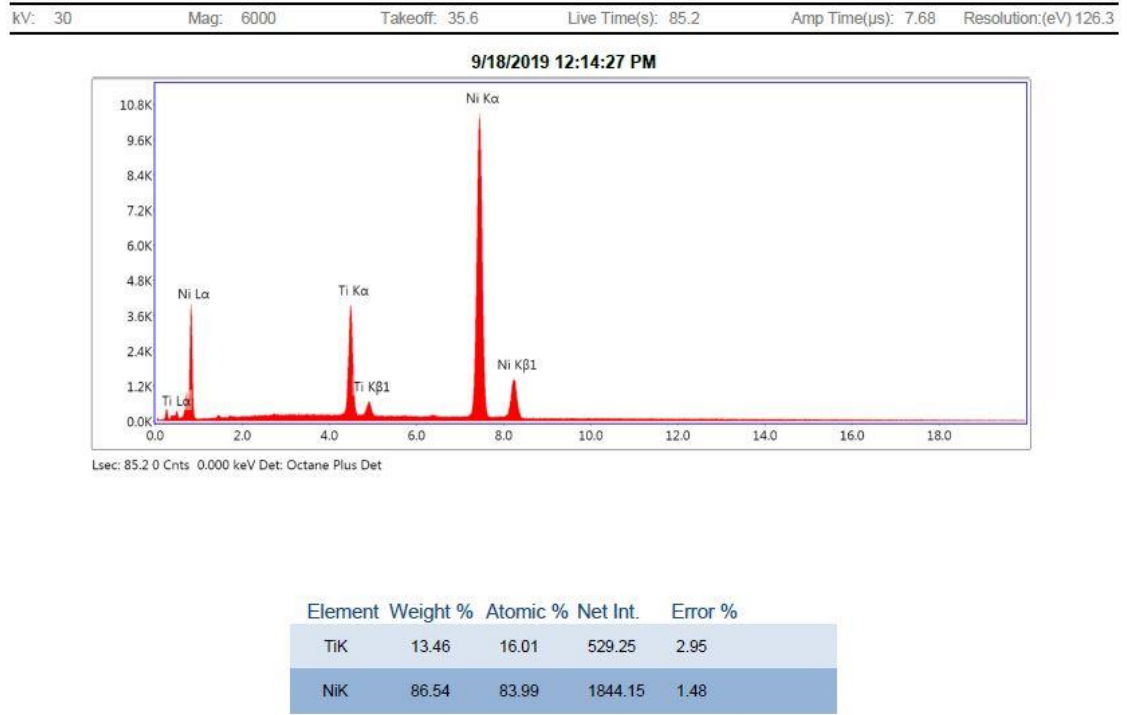
Partikül boyutu daha uzun mekanik alaşımlama süresi ile azalmaktadır. Çünkü, gevreklikteki artış, granüler formlarda daha küçük parçacıkların oluşumuna neden olmaktadır. Diğer bir ifadeyle devamlı soğuk kaynak işlemi ve kırılma işlemleri nanoboyutlu Ni ve Ti parçalarından oluşmuş bir topaklama oluşumu ile sonuçlanmıştır.



Şekil 4.5. Soğuk kaynak oluşumu ve topaklanma

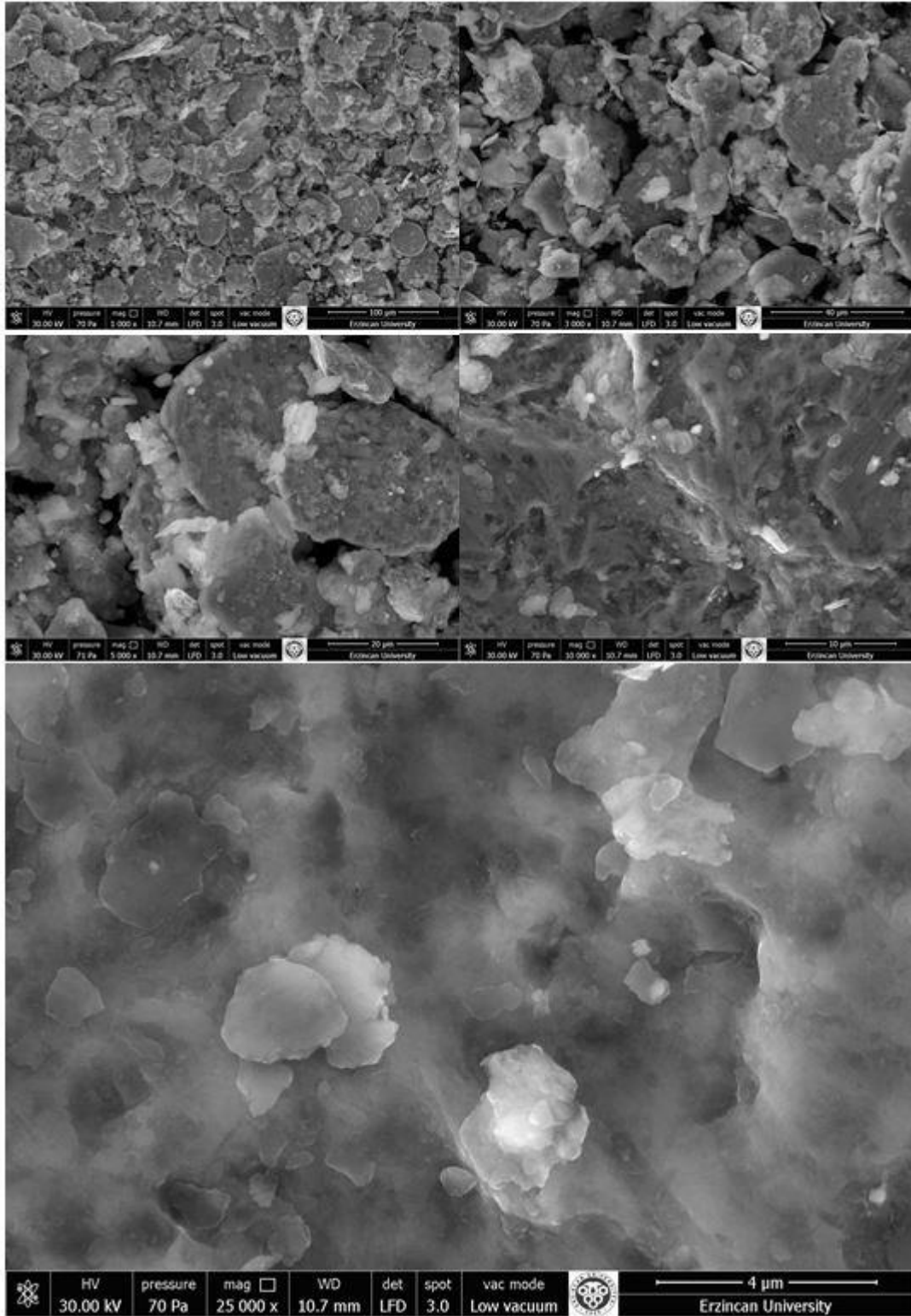


Şekil 4.6. 10 saat 400 rpm (x1000, x3000, x5000, x10000, x25000) SEM görüntüleri



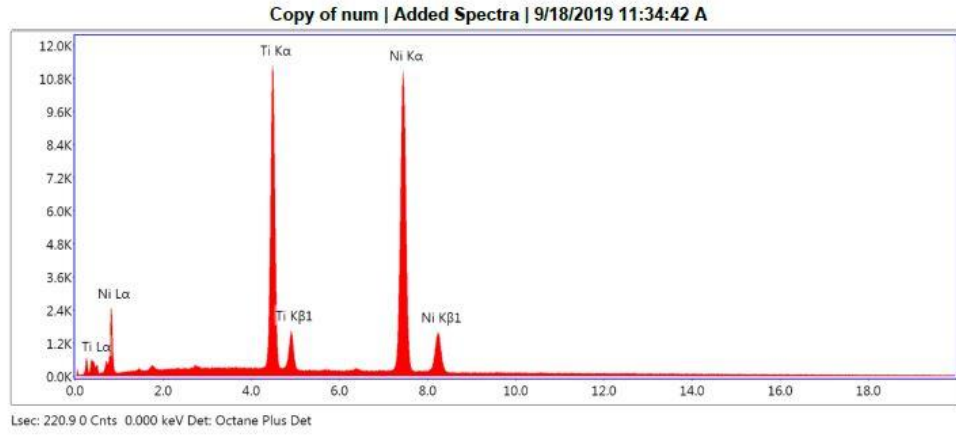
Şekil 4.7. 10 saat 400rpm EDS analizleri

10 saat süren 400rpm hızla yapılan alaşımlamanın SEM görüntülerine bakıldığında kırılma olaylarının henüz başlamadığı görülmektedir. EDS analizlerinden henüz homojenliğin de sağlanmadığı anlaşılmaktadır. Alaşımlama işleminin sağlanması ve homojen bir yapının elde edilebilmesi için sürenin arttırılması gerekmektedir.



Şekil 4.8. 20 saat 200rpm (x1000, x3000, x5000, x10000, x25000) SEM görüntüleri

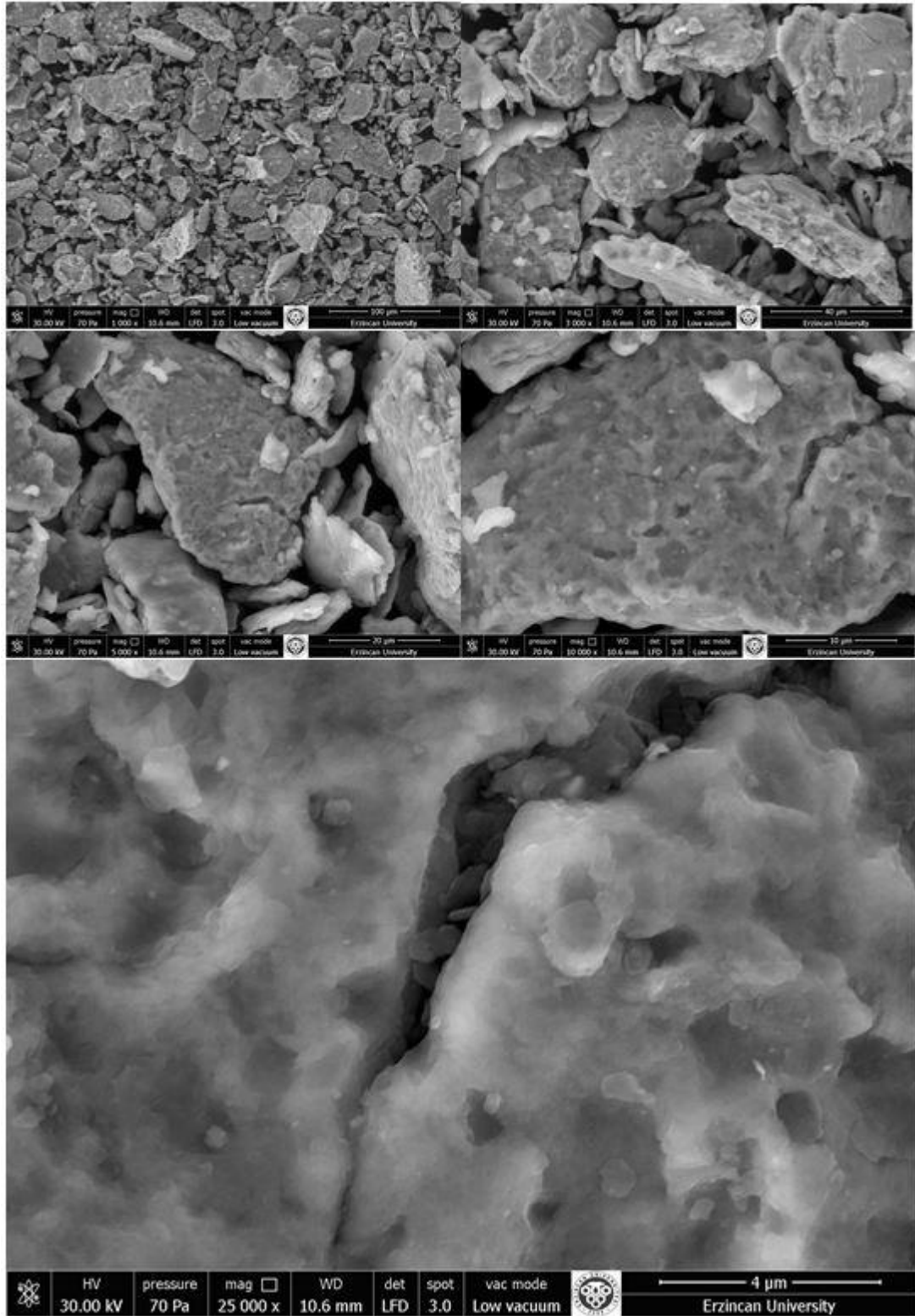
kV: 30 Mag: 20000 Takeoff: 35.7 Live Time(s): 220.9 Amp Time(μs): 7.68 Resolution:(eV) 126.3



Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %
TiK	30.32	34.79	600.5	2.2
NiK	69.68	65.21	748.97	1.76

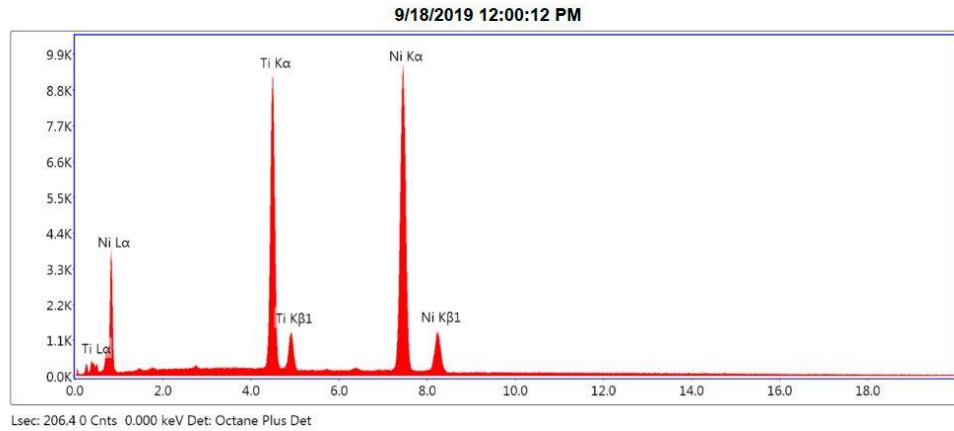
Şekil 4.9. 20 saat 200rpm EDS analizleri

20 saat boyunca 200rpm hızda yapılan mekanik alaşımlamada EDS analizlerine göre alaşımlamanın gerçekleşmediği görülmektedir. Soğuk kaynaklanma ve kırılma olaylarının henüz denge oluşturamadığı anlaşılmaktadır. Ancak 10 saat süren alaşımlama ile SEM görüntüleri karşılaştırıldığında toz boyunlarında küçülme görülmektedir. Burdan kırılma olaylarının ince tozlarda başladığı sonucuna varılmaktadır. Alaşımlanmanın gerçekleşmesi ve homojen yapı elde edilebilmesi için daha uzun sürelere ihtiyaç duyulmaktadır.



Şekil 4.10. 20 saat 400rpm (x1000, x3000, x5000, x10000, x25000) SEM görüntüleri

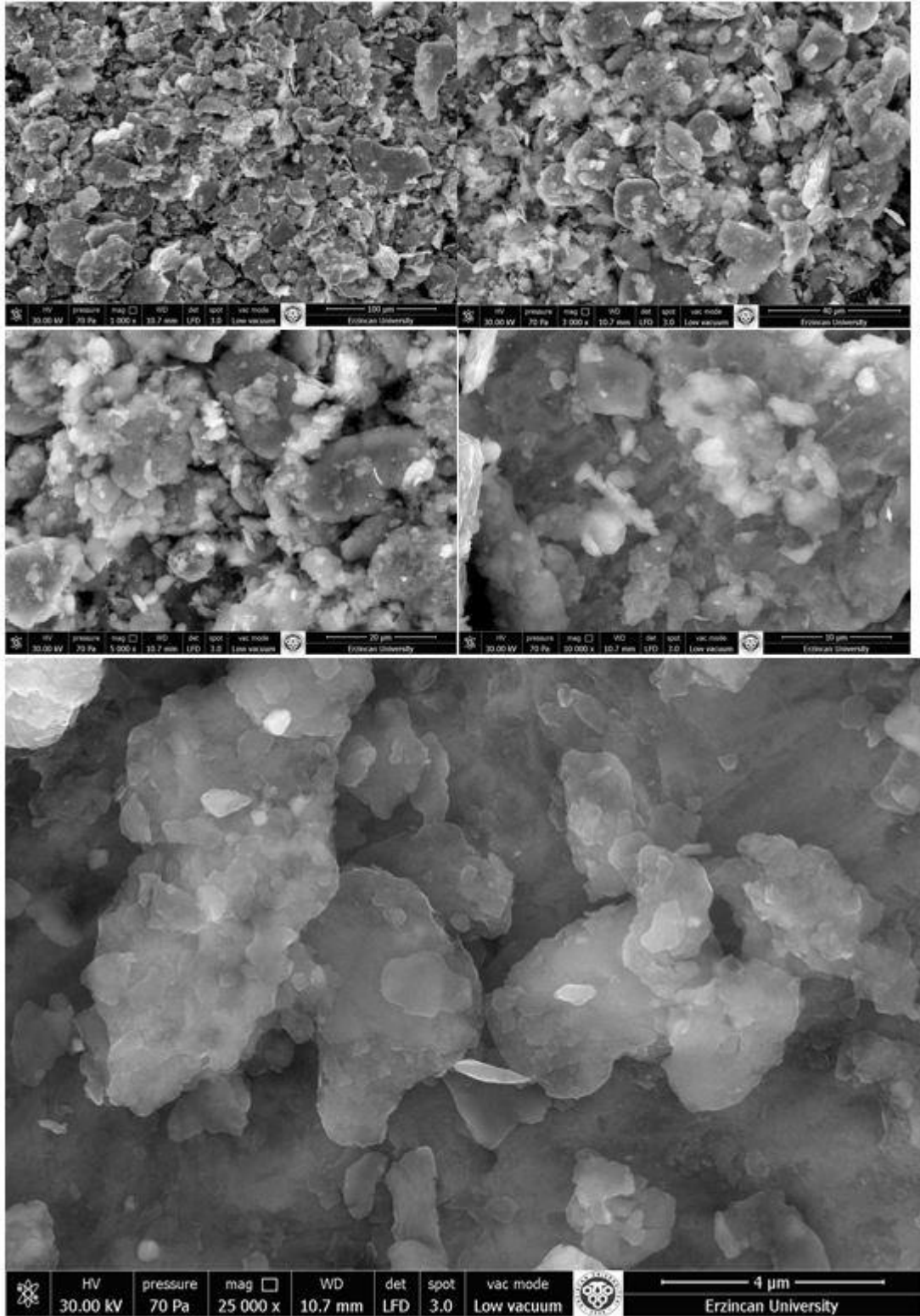
kV: 30 Mag: 12000 Takeoff: 35.6 Live Time(s): 206.4 Amp Time(μs): 7.68 Resolution:(eV) 126.3



Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %
TiK	29.52	33.92	527.32	2.26
NiK	70.48	66.08	683.63	1.77

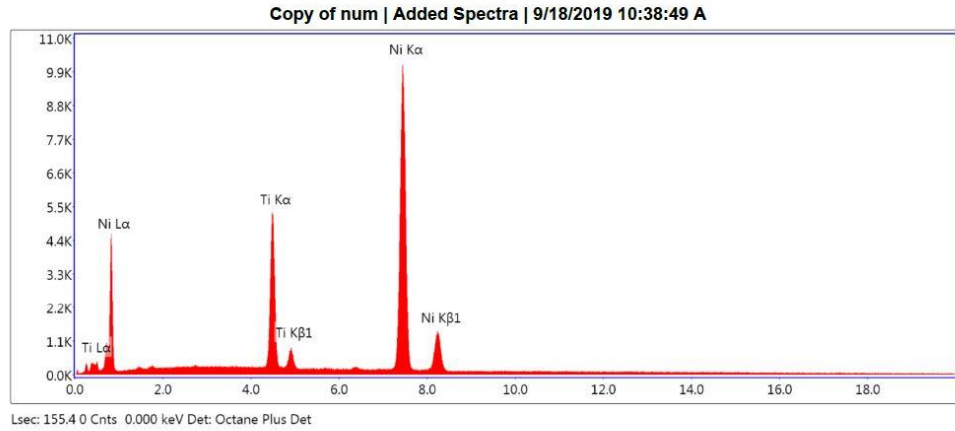
Şekil 4.10. 20 saat 400rpm EDS analizleri

20 saat 400rpm hızda yapılan mekanik alaşımlamanın SEM görüntülerinde henüz homojen bir yapının oluşmadığı anlaşılmıştır. Soğuk kaynaklanma ve kırılma dengesi için süre yeterli gelmemiştir. 10 saat süren alaşımlama ile karşılaştırıldığında daha küçük taneler görülmektedir. Burdan ince tanelerde kırılmanın başladığı anlaşılmaktadır. Mikyoyapıda büyük taneli tozlarda çatlakların başladığı görülmektedir.



Şekil 4.11. 40 saat 200rpm (x1000, x3000, x5000, x10000, x25000) SEM görüntüleri

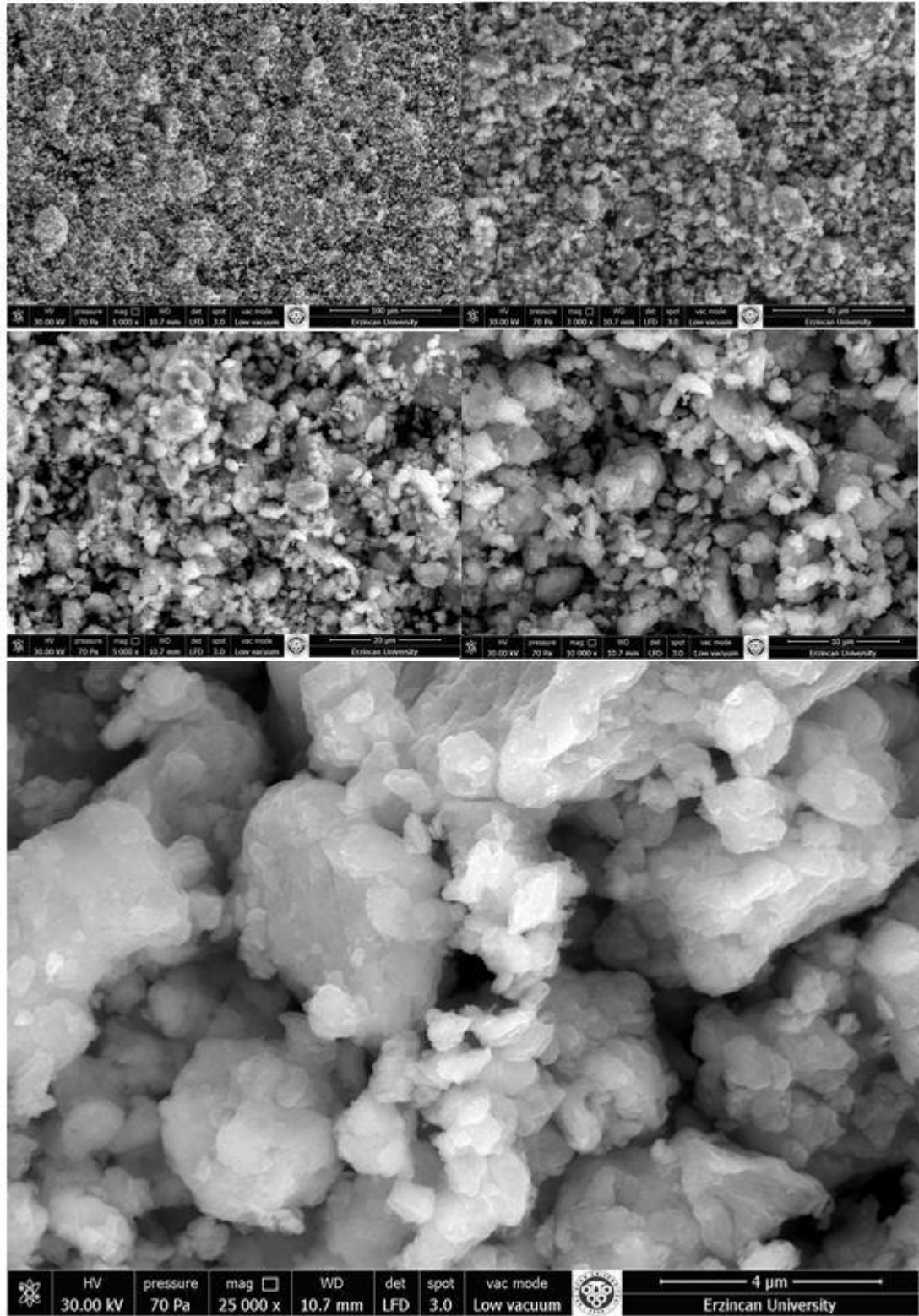
kV: 30 Mag: 28000 Takeoff: 35.6 Live Time(s): 155.4 Amp Time(μs): 7.68 Resolution:(eV) 126.3



Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %
TiK	18.26	21.49	393.78	2.71
NiK	81.74	78.51	958.85	1.58

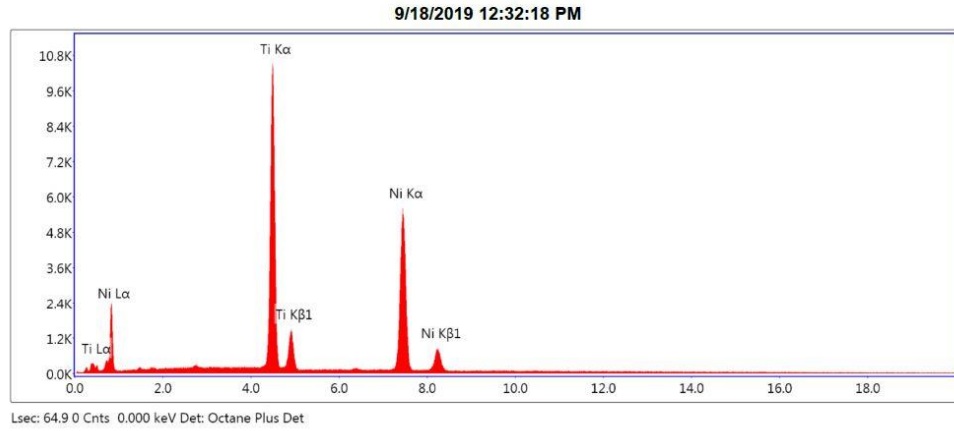
Şekil 4.12. 40 saat 200rpm EDS analizleri

40 saatin üzerine çıkarılan öğütme zamanı, tabakalı mikro yapıların saflaşmasına neden olmuştur. Bu yüzden, partiküllerin kırılma ve devamlı soğuk kaynak oluşmuş ve Ni ve Ti tabakalarında çok ince mikro yapı oluşumları gözlenmiştir. Tabakalar arasındaki çok yönlü arayüzlü bu mikro yapıların formasyonu ve artan öğütme süresi ile katmanların kalınlığının azalması, katmanlar arasındaki etkileşimi artırmakta ve sonuç olarak daha uzun öğütme sürelerinde homojen mikro yapı oluşumlarına yol açmaktadır.



Şekil 4.13. 80 saat 200rpm (x1000, x3000, x5000, x10000, x25000) SEM görüntüleri

kV: 30 Mag: 13000 Takeoff: 35.7 Live Time(s): 64.9 Amp Time(μ s): 7.68 Resolution:(eV) 126.3



Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %
TiK	44.53	49.59	1922.91	1.95
NiK	55.47	50.41	1283.33	2.13

Şekil 4.14. 80 saat 200rpm EDS analizleri

EDS analizlerine göre numune özellikle 80 saatlik öğütmeden sonra homojen bir yapıya sahip olmuştur. Bu nominal bileşik ترکیبی ile iyi bir uyum içindedir. Diğer bir ifadeyle, Ni ve Titanyum elementel dağılımı tatmin edici bulunmuştur. Ti homojen yapı oluşumunu doğrulayan Ni matrisine de dağılmış durumdadır.

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Yapılan bu çalışmada toplamda 12 deney tamamlanmıştır. Dönüş hızı ve alaşımlama süreleri değiştirilerek tekrarlanan deneylerde şu sonuçlara varılmıştır;

300 rpm hızda tekrarlanan deneylerde saat başı numune alınması olumlu sonuç vermemiş ve oksidasyona neden olmuştur. Ayrıca 300 rpm hızda 3 saate kadar süren deneylerde Ti₂Ni fazı oluşmamıştır. Devam eden deneylerde deney süresi tamamlanana kadar numune alınmaması uygun görülmüştür.

200 rpm hızda tekrarlanan deneylerde deney süresi 40 saatin altında Ti₂Ni fazına rastlanmamıştır. 40 saat ve 80 saat süren deneylerde Ti₂Ni fazı ile örtüşen pik oluşumu gözlenmiştir.

400 rpm hızda tekrarlanan deneylerde deney süreleri 10 ve 20 saat olarak ayarlanmış fakat Ti₂Ni fazına rastlanmamıştır.

20 saat süren deneylerde 200rpm ve 400rpm de oluşam SEM görüntüleri karşılaştırıldığında 400rpm hızda büyük tanelerde çatlak oluşumunun başladığı görülmüştür. Burdan dönüş hızının artırılmasının kırılma olaylarını arttırdığı sonucuna varılmıştır.

Ti₂Ni fazı sadece 200 rpm hızda elde edildiğinden dönüş hızının alaşımlama üzerine etkisi tespit edilememiştir. Ancak alaşımlamanın gerçekleşmesi için deney süresinin en az 40 saat olması gerektiği sonucuna varılmıştır.

Araştırılması düşünülen diğer lisansüstü çalışmalarda mevcut araştırmadaki bilgi birikimi kullanılarak mekanik alaşımlama ile üçlü alaşım sistemlerinin oluşturulması düşünülmektedir.

Ayrıca, bu çalışmadaki tozların soğuk izostatik pres kullanılarak preslenip sinterlenmesi sonrası tıpta (ortopedi) ve diş hekimliği (ortodonti) uygulamalarında kullanılabilirliğinin araştırılmasına yönelik çalışmalar yapılabilir.

KAYNAKÇA

- Abedini, M., Ghasemi, H. M, and Nili-Ahmadabadi, M., 2010. Tribological behavior of NiTi alloy against 52100 steel and WC at elevated temperatures, *Mater. Charact.*, 61, 689-695.
- Akhlaghi, M., Mahmudi, R. and Nili-Ahmadabadi, M., 2011. Deformation energy of NiTi shape memory wires, *Mater. Design*, 32, 1923-1930.
- Arın, T., 2008. Şekil Bellekli NiTi Alaşımlarında Kimyasal Bileşim ve Isıl İşlem Koşullarının Optimizasyonu, Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Arslan, Ateş E., 2012. Toz Metalurjisi ile Üretilen AA2014-Al4C3 Sistemlerine Yaşlandırma Isıl İşlemlerinin Uygulanması ve Mikroyapısal Özelliklerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Aydoğan, Ö., 2009. Elektron Demeti Buharlaştırma Yöntemi ile Üretilmiş NiTi İnce-Şekilli Filmlerin Faz Yapılarının ve Optik Özelliklerinin Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Buehler, W., Gilfrich, J.V., Wiley, R.C., 1963. Effect of low temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. *Journal of Applied Physics*, 34, (1475),
- Çakır, M., 2007. Toz metal alüminyum malzemelerin sürtünme karıştırma kaynağı ile kaynaklanabilirliği, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Çavdar E., 2006. Şekil Hatırlamalı NiTi Alaşımında Difüzyonsuz Faz Dönüşümünün Termodinamik Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Dikbaş H., 2005. Toz Metalurjisi (TM) ile Üretilmiş Ni-Ti Alaşımların Difüzyon Kaynak Yöntemiyle Birleştirilebilirliğinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Dikici, B., 2010. Toz Metalurjisi Yöntemiyle Nikel Titanyum Alaşımlarının Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Dilibal, S., 2005. Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşım Üretimi ve Şekil Bellek Eğitimi, Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Efendi, E., 2017. Mekanik Alaşımlama ile Üretilen Ti-5Al-2,5Fe-xCu-yAg Alaşımlarının Sinterlenmesi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli.
- Eroğlu, E.Z., 2010. Şekil bellekli alaşımların (nikel ve diğer element bazlı) ark ergitme yöntemiyle üretimi, metalurjik yapılarının tayini ve özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Eskandarany, M. S., 2001. *Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials*, Mississippi University Press, 257p, New York, USA.
- German, R.M., 1984. *Powder Metallurgy Science*, Metal Powder Industries Federation, 105p, New Jersey, Princeton.

- Gökdemir, N., 2006. Şekil Hatırlamalı Cu-%14,70Al-%4,72Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümün Kristalografik ve Kinetik Özellikleri ,Yüksek lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Karataş, Ç. ve Sarıtaş, S., 1998. Toz enjeksiyon kalıplama: bir ileri teknoloji imalat metodu, Gazi Üniv., Müh-Mim. Dergisi, 13 (2): 193-228.
- Kaya, M.,Orhan, N. ve Somunkıran, İ., 2008, Toz Metalurjisi İle Üretilen Gözenekli NiTi Alaşımında Gözenek Oranının Basma Dayanımı Üzerindeki Etkisi, Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Degisi, Cilt 23, No 4, 931-936.
- Kumdalı, F., 2008. Alüminyum Matrisli B4C Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Li, D.S.,Zhang, Y.P., Eggeler, G, Zhang, X.P. 2009, High porosity and high-strength porous NiTi shape memory alloys with controllable pore characteristics, Journal of Alloys and Compounds, 470, L1–L5.
- McNeese, M.D., Lagoudas, D.C., Pollock, T.C., 2000, Processing of TiNi from elemental powders by hot isostatic Pressing, Materials Science and Engineering A, 280,334–348.
- Nurveren, K., 2008. NiTi Alaşımında Şekil Hafıza etkisinin İyileştirilmesi. Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Otsuka, K. Wayman, C.M., 1998. Shape Memory Materials, Cambridge University Press.
- Otsuka, K. and Ren, X., 2005. Physical metallurgy of Ni-Ti-based shape memory alloys, Prog. Mater. Sci., 24, 511-678.
- Özgün, E.C., 2008. Mekanik Alaşımlama Yöntemiyle Sentezlenen Al-TiC ve Al-Ti-C Toz ve Sinter Kompozitlerin Mikroyapısal ve Fiziksel Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Sarıtaş, S., Türker, M., Durlu, N., 2008, Toz metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Uyum Ajans, Ankara.
- Söyler, A. U., 2008. Mekanik Alaşımlama Yöntemleri ile Üretilmiş Al-Fe Tabanlı SiC ve Y2O3 Pekiştiricili Kompozitlerin Geliştirilmesi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Tomruk, S., 2010. Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilmiş AA2014 Alüminyum Alaşımının Mikroyapısal Karakterizasyonu ve Aşırma Davranışlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Ünlü, N. ve Çavuşoğlu, L., 1995. Toz Metalurjisinin Yaygın Kullanım Alanları, Metal Dünyası, Teknik Yazı, İstanbul, 12-13.
- Wu, S.K., Lin, H.C., Lee, C.Y., 1999. Gas nitriding of an equiatomic TiNi shape memory alloy II. Hardness, wear and shape memory ability. Surface & Coatings Technology, 113, (1-2), 13-16.
- Yılmaz, N., 2006. Demir Esaslı Toz Metal Malzemelerin Talaşlı İşlenebilirliği, Doktora Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta.
- Yurtsever, Ö., 2014. Ni-Ti Sistemindeki Farklı Bileşimlerin Mekanik Alaşımlama Yöntemi ile Toz Halde Sentezi ve Sinter Sonrası Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Zhu, S.L. Yang, X.J. Hu, F. Deng, S.H. Cui, Z.D. 2004, Processing of porous TiNi shape memory alloy from elemental powders by Ar-sintering, Materials Letters 58, 2369–2373.

ÖZGEMİŞ

Yunus TATOĞLU 1992 yılının ekim ayında Erzincan'da doğmuştur. Lise eğitimini Erzincan'da tamamladıktan sonra 2016 yılında Kocaeli Üniversitesi metalürji ve malzeme mühendisliği bölümünden mezun olmuştur. Özel sektörde kalite mühendisi ve bakım mühendisi pozisyonlarında çalışmıştır.