



## Önalışimli NiTi ŞBA Tozlarında B19 – R – B<sub>2</sub> ve B19 – B<sub>2</sub> Dönüşümlerine Sıcaklık ve Deformasyonun Etkileri

Sinan AKSÖZ<sup>1\*</sup>, Gülizar ALTINIŞIK<sup>2</sup>, Ekrem Emre ELVERİŞLİ<sup>2</sup>, Bülent BOSTAN<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Pamukkale Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 20260, Kınıklı Kampüsü/DENİZLİ

<sup>2</sup>Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 06500, Beşevler/ANKARA

### Öz

Çalışmada, önalışimli NiTi şekil bellekli alaşım (ŞBA) tozlarına 25°C, 100°C, 200°C sıcaklıklarda ve farklı yüklem oranlarında (800MPa, 1300MPa, 1600MPa, 1800MPa, 2000MPa, 2500MPa), deformasyon işlemleri uygulanmıştır. NiTi ŞBA tozlarına uygulanan farklı presleme oranlarının etkilerini tespit edebilmek için ise; DSC, XRD analizleri yapılmıştır. Ayrıca ham tozların optik mikroskop görüntüleri incelenmiştir.

25°C’de uygulanan presleme neticesinde yapıda B19 → R ve R → B<sub>2</sub> çift fazlı dönüşümü görülürken, 100°C’de ve 200°C’de uygulanan presleme sonrası yapıda yalnızca B19 → B<sub>2</sub> dönüşümü görülmüştür. Numunelerin XRD analizleri incelendiğinde ise, ham tozlarda görülen B<sub>2</sub> (östenit) fazları deformasyon oranına bağlı olarak pik şiddetleri düşmeye başlamış, en düşük B<sub>2</sub> piki en yüksek deformasyon oranında tespit edilmiştir. XRD pik şiddetindeki düşüşün nedeni ise artan deformasyon oranına bağlı olarak, östenit pikinin şiddetinin azalması ve martenzit pik şiddetlerinin ise oluşmaya başlaması olarak söylenebilir.

### Effects of Temperature and Deformation on B19- R - B<sub>2</sub> and B19 - B<sub>2</sub> Transformation in Prealloyed NiTi SMA Powders

#### Makale Bilgisi

Başvuru: 31/01/2018

Düzeltilme: 17/05/2018

Kabul: 08/06/2018

#### Anahtar Kelimeler

NiTi ŞBA tozları,  
Deformasyon ve Sıcaklığın  
Şekil Belleğe Etkisi

#### Keywords

NiTi SMA Powders,  
The Effects of  
Deformation and  
Temperature on Shape  
Memory

#### Abstract

In this study, prealloyed NiTi shape memory alloy (SMA) powders have been deformed at 25°C, 100°C, 200°C and different loading rates (800MPa, 1300MPa, 1600MPa, 1800MPa, 2000MPa, 2500MPa). In order to determine the effects of different pressing rates on NiTi SBA powder, DSC, XRD analyzes were performed. Furthermore, optical microscope images of raw powders were examined.

B19 → R and R → B<sub>2</sub> multi-stage transformation peaks were observed in the structure at 25°C, whereas only B19 → B<sub>2</sub> a single-stage transformation peaks were observed after pressing at 100°C and 200°C. When the XRD analysis of the samples was examined, the peak intensities of the B<sub>2</sub> (austenite) phases in the raw powders were decreased due to the deformation rate, and the lowest B<sub>2</sub> intensities were found at the highest deformation rate. The reason for the decrease in XRD peak intensity can be attributed to the decrease in the severity of the austenite peak and the onset the increasing of martensite peak intensities, depending on the increasing rate of deformation.

## 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Şekil bellek alaşımları (ŞBA); süper elastikiyet ve şekil bellek etkisi (ŞBE) gibi iki farklı özelliği aynı anda sunan işlevsel bir malzemedir. ŞBA arasında ise NiTi alaşımları, sadece fonksiyonel özellikleri nedeniyle değil, aynı zamanda yüksek mukavemet ve elastikiyet özelliklerine sahip olması ile en önemlileri arasındadır [1,2]. Bu malzemeler; havacılık, mikroelektronik, sivil ve biyomedikal mühendisliği gibi birçok

\*Sinan AKSÖZ, e-mail: [saksoz@pau.edu.tr](mailto:saksoz@pau.edu.tr)

alandaki kullanılmaktadır. Bu tür uygulamalarda, NiTi ŞBA materyalleri ve cihazları genellikle termomekanik bir çevrimsel yüklemeye tabi tutulur. Örneğin, vasküler stentler, inşaat mühendisliği ve amortisörler olarak söylenebilir. Ayrıca NiTi ŞBA'lar ile sırasıyla; uçak tahrik sistemindeki parçalar, insan vücudundaki kan basınç pulsatili, depremlerin neden olduğu çevrimsel yüklemeye ve sıcaklık değişimlerine maruz kalan parçaların üretilmesinde önemli bir yere sahiptir [3].

NiTi esaslı ŞBA'lar, elementel toz karışımlarından üretildiğinde  $B_2$  (NiTi),  $B_{19}'$ (NiTi),  $Ni_4Ti_3$ ,  $NiTi_2$  ve  $Ni_3Ti$  gibi çeşitli fazlar gözlemlenmiştir [4]. Bu fazlardan sadece  $B_2$  ve  $B_{19}'$  fazları ŞBE sergiler ve yapıda oluşan istenmeyen fazlar ŞBA'ların faz dönüşüm davranışını ve mekanik özelliklerini olumsuz şekilde etkileyebilir. Yapıda oluşan kirlilikler ve oksit türevleri istenmeyen fazların çökeltme ihtimalini artırır [5]. Eşit atomik NiTi alaşımları, ŞBE ve süper elastikiyet gibi mükemmel fonksiyonel özelliklere sahip olması ile biyomedikal ve mühendislik alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Doğal olarak sağlanan işlevsel özellikler, termomekanik olarak indüklenen geri dönüşümlü;  $B_2 \leftrightarrow B_{19}'$ ,  $B_2 \leftrightarrow R$  ve  $R \leftrightarrow B_{19}'$  faz dönüşümleri ile sağlanabilmektedir [6-9]. Bu dönüşümlerin sağlanabilmesi ve üretilmesinde ise en önemli parametrelerin başında üretim teknolojisi yer almaktadır. NiTi ŞBA üretiminde döküm yöntemi üretim kolaylığı nedeniyle yaygın bir metottur. Ancak, bu teknolojiyi kullanarak üretilen parçalarda yeterli süneklik, kırılma direnci ve süper elastikiyet gibi özellikleri elde etmek oldukça zordur [10, 11]. Kazandırılmak istenen mekanik özellikler; üretim parametrelerine ve çevresel koşullara doğrudan bağlı olarak malzeme yapısında meydana gelen hidrojen ve diğer safsızlıklarla olumsuz etkilenir. Bu durum, malzeme üretim koşulları açısından oldukça önemlidir [12, 13]. Bu sebeplerden dolayı, yeni bir üretim teknolojisi olan Toz Metalurjisi (TM), son yıllarda NiTi alaşımlarının üretim yöntemleri arasında ön plana çıkmaktadır. TM üretim teknikleri arasında ise yüksek sıcaklık sentezlenmesi, toz enjeksiyon kalıplama, sıcak izostatik presleme, kıvılcım plazma sinterleme [14-17] ve mekanik alaşımlama gibi teknikler NiTi alaşımlarının üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır [18-22].

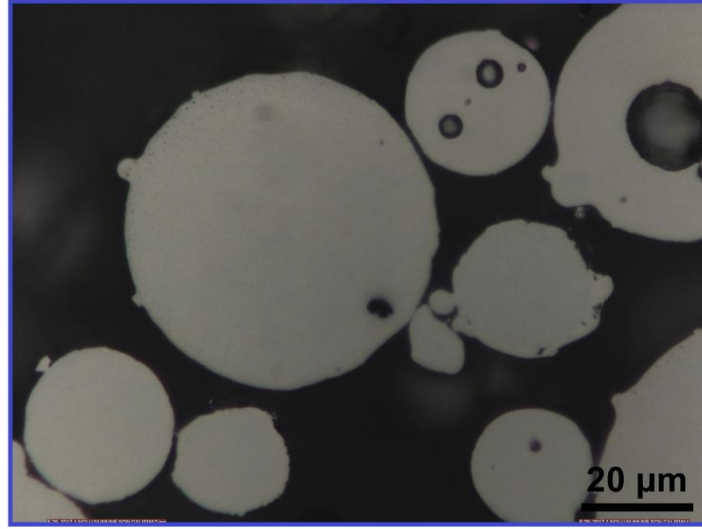
Bu çalışmada; önalaşım NiTi ŞBA tozlarına sırasıyla; 25°C - 100°C - 200°C sıcaklıklarda ve farklı presleme oranlarında (800MPa, 1300MPa, 1600MPa, 1800MPa, 2000MPa, 2500MPa) uygulanan deformasyon işlemlerinin dönüşüm sıcaklığına etkileri incelenmiştir. Ham tozlara uygulanan farklı presleme oranlarındaki deformasyonun, ham tozlardaki östenit yapısına etkisini belirlemek için XRD ve DSC analizleri uygulanarak oluşan dönüşümleri tespit edilmeye çalışılmıştır.

## 2. DENEYSEL YÖNTEM (EXPERIMENTAL METHOD)

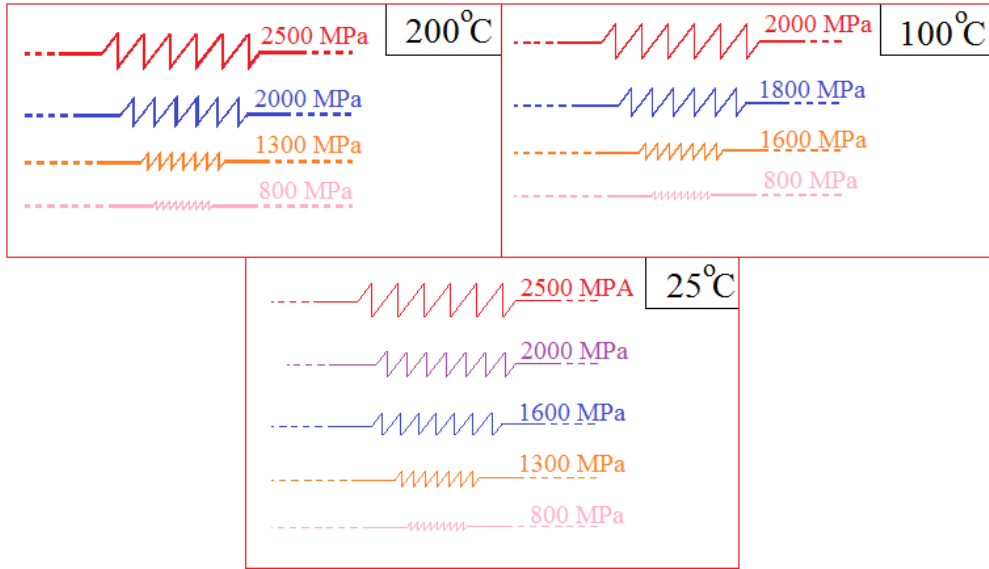
Deneysel çalışmalarda kullanılan NiTi tozları, Nanoval (NANOVALGmbH & Co.KG Kienhorststraße 61-65 D-13403 Berlin) adlı şirketten önalaşım olarak temin edilmiştir. Kullanılan NiTi tozları gaz atomizasyon yöntemi ile üretildiğinden, küresel şekle sahiptir (Şekil 1). Tozların ortalama boyut dağılımı ~ 33µm'dir ( $\pm 3$  µm). Tablo 1, kullanılan tozların atomik ve ağırlık yüzdeleri göstermektedir. Şekil 2'de 25°C (oda sıcaklığı), 100°C ve 200°C'de uygulanan farklı presleme basınçlarının şematik gösterimi yer almaktadır. Tozlara uygulanan presleme işlemleri; 120mm<sup>2</sup>'lik hacme sahip yüksek alaşım çelik bir kalıp içerisinde (~60HRC kalıp ve zımba sertliği) gerçekleştirilmiştir. Önalaşım NiTi tozlarının homojen olarak kalıp içersine yerleştirilmiş ve ısı kontrollü fırın sisteminin yer aldığı hidrolik preste tozlar preslenmek suretiyle deformasyon işlemlerine tabi tutulmuştur.

**Tablo 1.** NiTi Tozlarının ağırlıkça ve atomik yüzdeleri

Elementler	Ni	Ti
% Ağırlıkça	54,5	45,5
% Atomik	50,6	49,4



Şekil 1. Ham NiTi tozlarının optik mikroskop görüntüsü

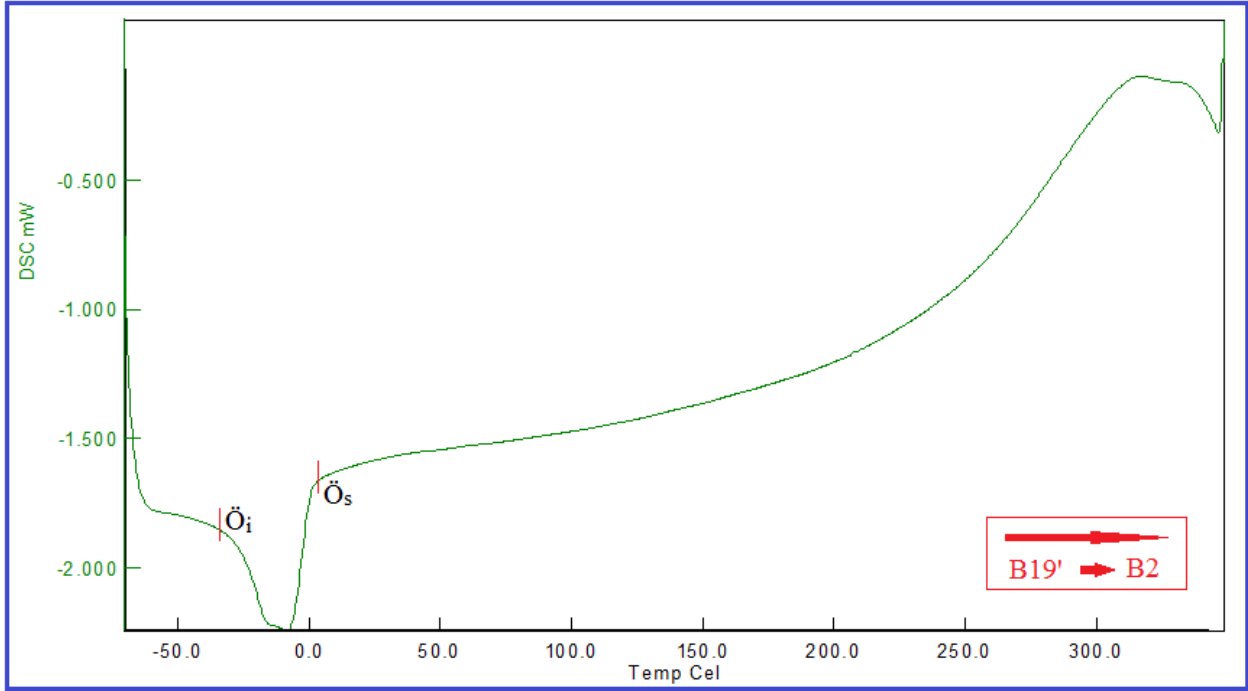


Şekil 2. Ham tozlara 25°C, 100°C ve 200°C’de uygulanan farklı presleme oranlarının şematik gösterimi

Önalaşımli ham NiTi tozlarının görüntülerini incelemek için LEICA marka ters optik mikroskop kullanılmıştır. Ham tozların ve deforme edilmiş tozların XRD analizleri; APD 2000 PRO XRD model X-ray cihazında, 20-100° 2θ tarama aralığında, 0,04 adım oranında yapılmış ve çalışmalar bakır katot (CuKα) kaynağı kullanılarak elde edilmiştir. DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri) analizleri, her bir numuneden 5-10 mg alınarak ve 5°C/min tarama oranında gerçekleştirilmiştir. DSC analizlerinde Exstar S11 7300 model cihaz, soğutma maddesi olarak ise sıvı azot kullanılmış olup (numuneleri -70°C’ye soğutmak için), ölçümler için -70°C ile +350°C sıcaklık aralığı tercih edilmiştir. DSC analizleri ile NiTi ŞBA dönüşüm sıcaklıkları tespit edilmiştir.

### 3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

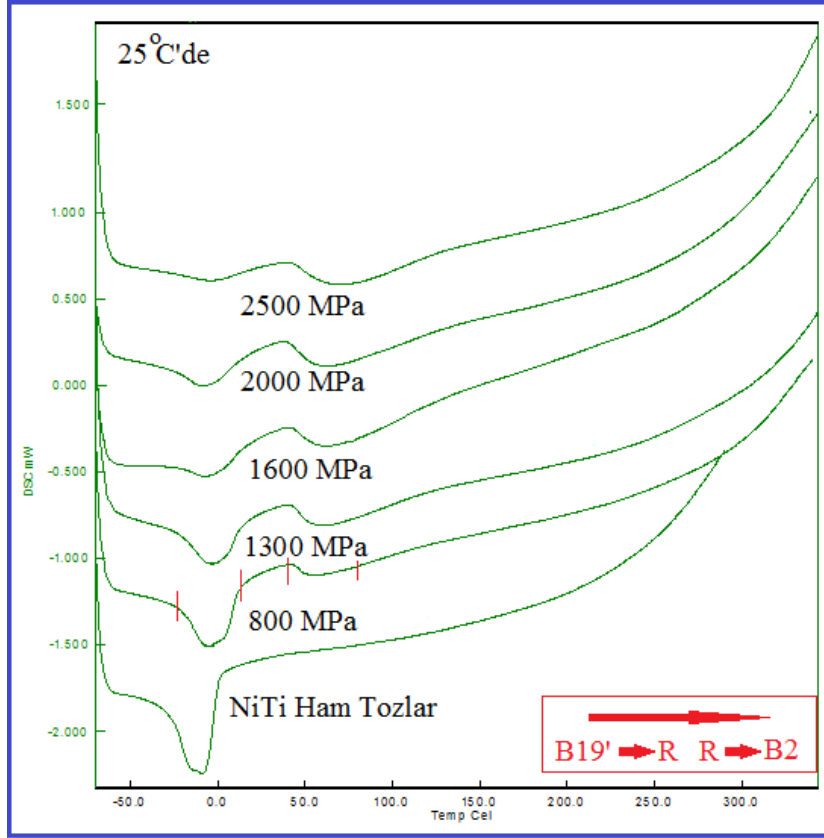
Şekil 3’de ham tozların DSC analiz verileri yer almaktadır. Şekil 3’teki DSC analizi incelendiğinde; östenit fazının ilk başlangıç dönüşüm (Ö<sub>i</sub>) sıcaklığı -35°C’de başlayıp, östenit bitiş sıcaklığı ise (Ö<sub>s</sub>) yaklaşık +5°C olarak ölçülmüştür (B19’ – B<sub>2</sub>). Bu dönüşüm ise NiTi alaşımlarında standart dönüşümü göstermektedir [23]. DSC eğrisine göre alaşımın ilk fazı oda sıcaklığında (+25°C) östenit fazı olup, bu dönüşüm sistemindeki alaşımlar süper elastikiyet göstermektedir [24]. Tozlara deformasyon öncesi DSC analizi, ham tozların dönüşüm sıcaklıklarını göstermektedir. Ham NiTi tozlarının DSC analizi alınarak, tozlara sonradan uygulanan farklı sıcaklık ve presleme yüklerinin, dönüşüm sıcaklıklarına etkileri belirlenmiştir.



Şekil 3. Ham tozların DSC analizi

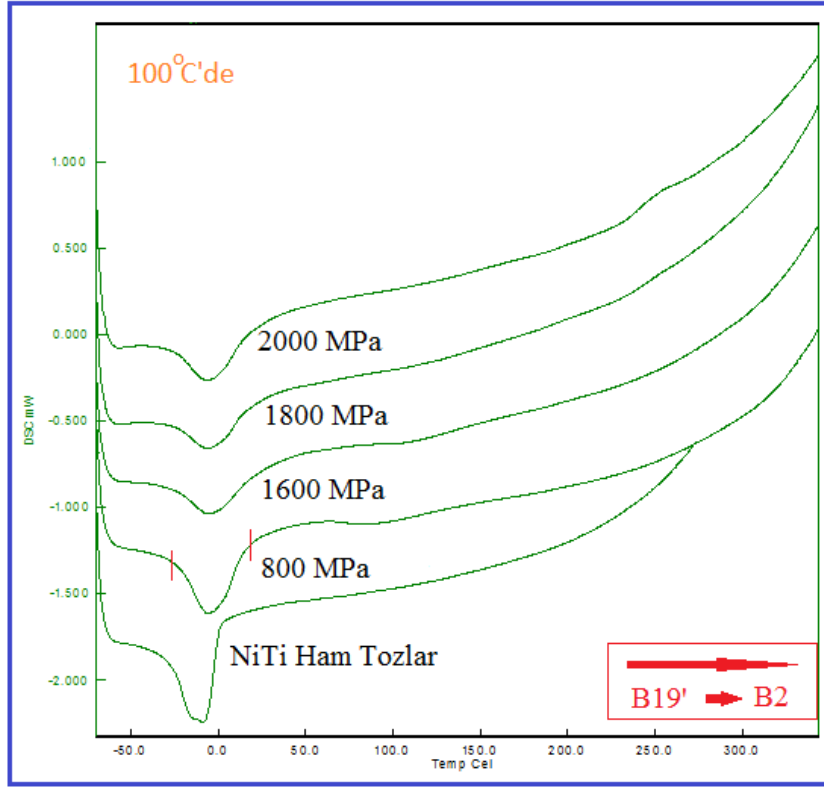
Şekil 4’te, NiTi tozlarına 25°C’de uygulanan farklı presleme yükleri sonrası DSC analizleri yer almaktadır. 25°C sıcaklıkta farklı presleme basınç oranlarının etkisinin tespiti amaçlı, sırasıyla alttan üste doğru sıralandığında; ham NiTi tozları ile 800MPa, 1300MPa, 1600MPa, 2000MPa ve 2500MPa presleme basıncına tabi tutulmuş tozların DSC analizleri yer almaktadır. NiTi tozlarına uygulanan presleme ile birlikte  $\bar{O}_i$  dönüşüm sıcaklığının + değerli olarak arttığı ve ayrıca 800MPa presleme basıncı ile birlikte ikinci bir dönüşümün oluşmaya başladığı görülebilmektedir. Bu ikincil dönüşüm ise R fazı olarak ifade edilip, çift fazlı dönüşümün görüldüğü NiTi ŞBA’da oluşabileceği bilinmektedir [25]. Yapılan çalışmalar incelendiğinde, preslemenin dönüşüm sıcaklığına doğrudan etkisinin olması ve oda sıcaklığında uygulanan presleme işleminin ikincil R dönüşüm fazlarının oluşumunu etkilediği belirlenmiştir [26]. Presleme oranı 1300MPa’ya ulaştığında ise, ikinci dönüşüm daha belirgin hale gelmiştir. Ayrıca artan presleme basıncına bağlı olarak ikincil R faz dönüşüm piki daha belirgin hale gelmiştir. Presleme oranının 2500MPa’ya ulaşması ile dönüşüm pik şiddetlerinde bir düşüşün olduğu görülmektedir.

Şekil 4’te ham tozlarda görülen tek aşamalı M (B19’)  $\rightarrow$   $\bar{O}$  (B<sub>2</sub>) dönüşümleri olarak meydana gelmektedir. Uygulanan presleme ile birlikte oluşan R fazı, iki kademeli dönüşüme sahip olup, martenzitten R fazına ve R fazından da Östenite dönüşüm gerçekleşerek (M  $\rightarrow$  R  $\rightarrow$   $\bar{O}$ , B19’  $\rightarrow$  R  $\rightarrow$  B<sub>2</sub>), iki fazlı dönüşüm yapısını oluşturmaktadır. Böyle bir faz dönüşümü ise, NiTi alaşımları için geçerli bir dönüşüm olup, R-fazlı dönüşümü genellikle martenzit ve östenit fazları arasında gerçekleşir [27, 28]. Ayrıca yine R fazı NiTi alaşımlarında, Östenit, R ve Martenzit ( $\bar{O} \rightarrow R \rightarrow M$ ) dönüşümünün meydana gelmesini sağlamaktadır. Her iki dönüşüm tipinde oluşan ikincil R faz dönüşümü aslında uyumlu ve yarı uyumlu Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> çökeltileri ile ortaya çıktığı bilinmekte olup [29-32], burada elde edilen dönüşümün yapıda oluşması muhtemel Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> çökelti fazlarının oluşması ile sağlandığı düşünülmektedir. Oluşturulan bu R fazları ile ŞBA’da, hem yüksek sıcaklıklarda, hem de düşük sıcaklıklarda şeklini hatırlayan iki yönlü bellek etkisini elde etmede faydalıdır [33].



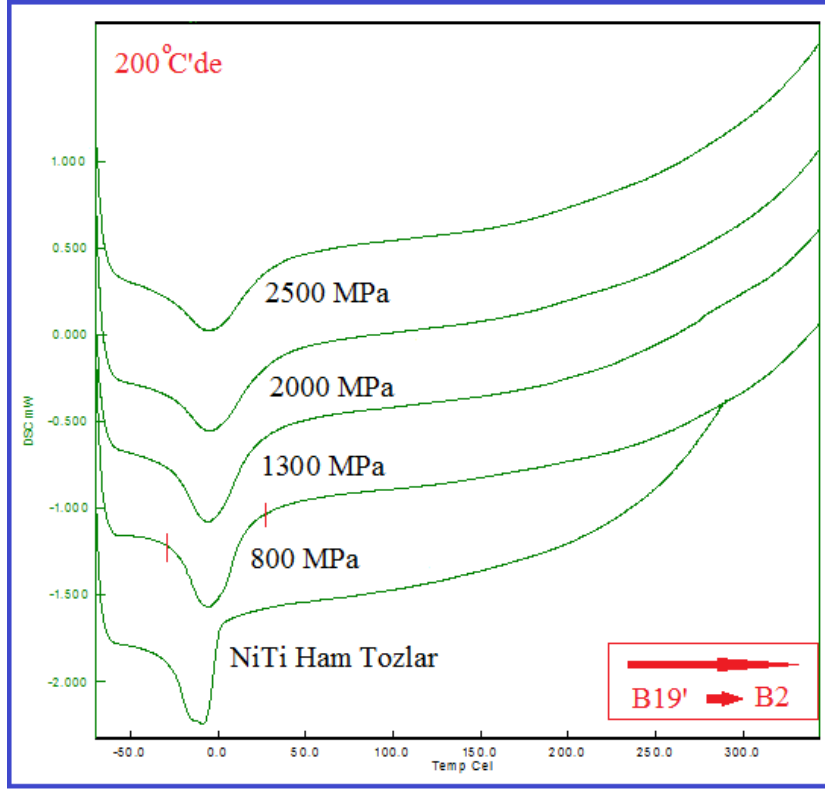
**Şekil 4.** NiTi tozlarına 25°C'de uygulanan farklı presleme oranlarının dönüşüm sıcaklığına etkileri

Şekil 5'te, NiTi tozlarına 100°C'de uygulanan farklı presleme yükleri sonrası DSC analizleri yer almaktadır. 100°C sıcaklıkta presleme basıncının etkisini tespit etmek için, sırasıyla alttan üste doğru sıralandığında; ham NiTi tozları ile 800MPa, 1600MPa, 1800MPa ve 2000MPa presleme işlemine tabi tutulmuş tozların DSC analizleri yer almaktadır. NiTi tozlarına 100°C'de uygulanan presleme ile birlikte,  $\bar{O}_i$  ve  $\bar{O}_s$  dönüşüm sıcaklık değerlerinde bir artış görülürken, pik şiddet boyutlarında düşüş yaşandığı tespit edilmiştir. Uygulanan presleme sonrası deformasyon oranının artması ile birlikte;  $\bar{O}_i$  ve  $\bar{O}_s$  dönüşüm sıcaklıklarında + değere doğru bir artış meydana gelmiş, ancak dönüşüm sıcaklık değerlerinde meydana gelen bu artış 2000MPa presleme oranında dahi çok düşük seviyelerde olduğu tespit edilmiştir.



**Şekil 5.** NiTi tozlarına 100°C'de uygulanan farklı presleme oranlarının dönüşüm sıcaklığına etkileri

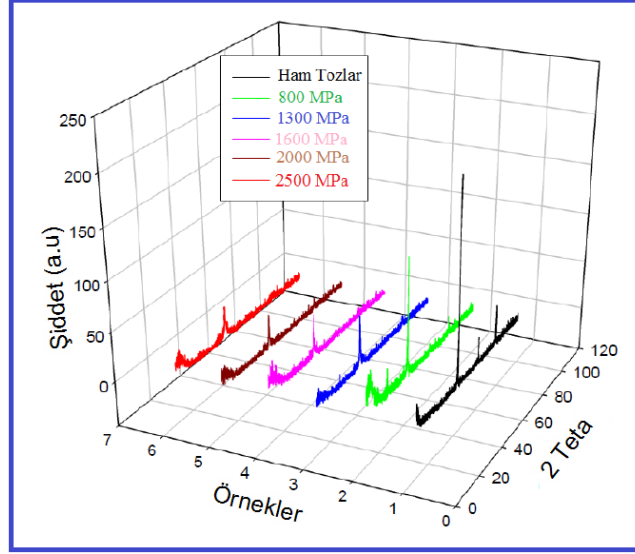
Şekil 6'da NiTi tozlarına 200°C'de uygulanan farklı presleme yükleri sonrası DSC analizleri yer almaktadır. 200°C sıcaklıkta presleme etkisini tespit etmek için, sırasıyla alttan üste doğru sıralandığında; ham NiTi tozları ile 800MPa, 1300MPa, 2000MPa ve 2500MPa basınç oranlarında preslemeye tabi tutulmuş tozların DCS dönüşüm sıcaklık değerlerinde bir artış görülürken, pik şiddet boyutlarında düşüş meydana gelmiştir. 200°C'de uygulanan deformasyon oranının artması ile birlikte;  $\bar{O}_i$  ve  $\bar{O}_s$  dönüşüm sıcaklıklarında bir artış olduğu görülmekte olup, bu artış 2500MPa presleme oranına ulaşılmasına rağmen çok düşük değerlerdedir. Dönüşüme, sıcaklığın etkisinin tespiti için 800MPa presleme sonrası elde edilen DSC analizleri incelendiğinde (Şekil 4-6), dönüşüm başlangıç ve bitiş sıcaklıkları kırmızı çizgi ile işaretlenmiştir. Artan sıcaklık değeri ile dönüşüm sıcaklık değerinde artış olduğu tespit edilmiştir. Yapılan çalışmalarda uygulanan farklı sıcaklıkların dönüşüm sıcaklığına doğrudan etkisi olacağı tespit edilmiş, artan sıcaklıkla dönüşüm sıcaklığının artacağı bildirilmiştir [26]. Bu çalışmada uygulanan düşük sıcaklık işlemleri dahi (100°C, 200°C) dönüşüm sıcaklığını artıracakını göstermiştir (Şekil 4-6).



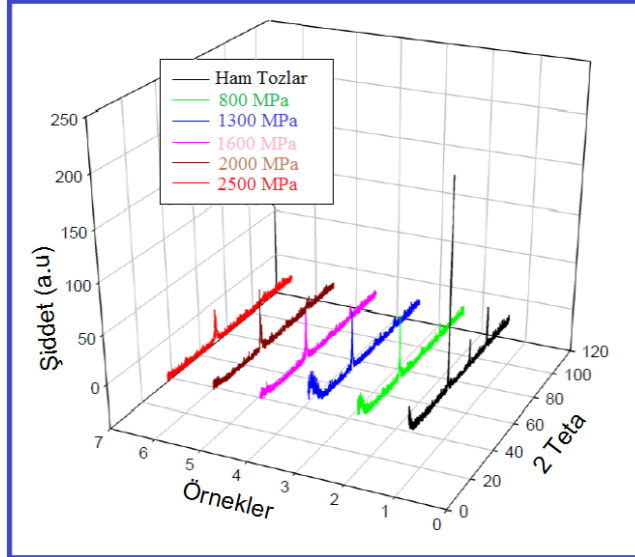
**Şekil 6.** NiTi tozlarına 200°C'de uygulanan farklı presleme oranlarının dönüşüm sıcaklığına etkileri

Şekil 7'de 25°C'de preslenen tozların XRD analiz pikleri yer almaktadır. Şekil 7 incelendiğinde 6 adet XRD verisi görülmektedir. Burada; 1. analiz önalaşımli ham NiTi tozlarına, 2, 3, 4, 5 ve 6 numaralı analizler sırasıyla; 800MPa, 1300MPa, 1600MPa, 2000MPa ve 2500MPa yüklerde deforme edilen tozların XRD şiddetleri yer almaktadır. Şekil 7 detaylı olarak incelendiğinde; 1. analiz olan ham NiTi tozlarının analizinde yalnızca östenit NiTi piklerine ait olduğunu Aksöz yaptığı çalışmada belirtmiştir [34]. Uygulanan deformasyon oranına bağlı olarak ise pik şiddetlerinde gözle görülür bir düşüş meydana gelmiştir. Üretim koşulları pik şiddetlerinin değişmesinde ve yeni piklerin oluşmasında doğrudan etkili olduğu Aksöz ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmalarda belirlenmiş olup [35, 36], burada da artan deformasyon oranına bağlı olarak B<sub>2</sub> (östenit) pik şiddetlerinde düşüş yaşanmıştır. Uygulanan presleme şiddetine bağlı olarak azalan B<sub>2</sub> (östenit) pikleri yerini, uygulanan deformasyonun etkisi ile birlikte martenzit fazlarına (B19) bırakması muhtemeldir. Şekil 7'de görüldüğü gibi, artan presleme şiddetine bağlı olarak B<sub>2</sub> pik şiddetleri azalmış, en düşük pik şiddeti ise 2500MPa yükte tespit edilmiştir.

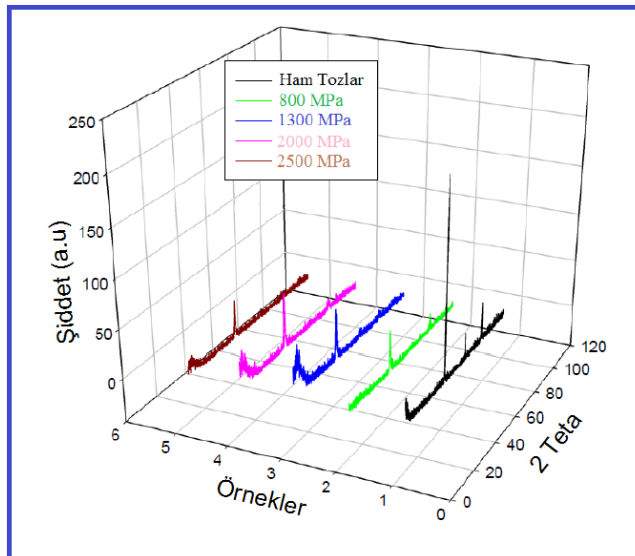
Şekil 8'de 100°C'de uygulanan deformasyona bağlı olarak tozların XRD verileri yer almaktadır. Şekil 8'de uygulanan presleme oranına bağlı olarak tozların B<sub>2</sub> (östenit) pik şiddetlerinde düşüşün olduğu görülmektedir. Ayrıca Şekil 9'da 200°C sıcaklık ve 2500MPa deformasyon oranında en düşük pik şiddetine rastlanılmıştır. Burada NiTi alaşımlarının XRD analizlerinin tümü incelendiğinde (Şekil 7, 8 ve 9), pik şiddetlerinin değişmesinde deformasyonun etken rol oynadığı görülebilmektedir.



**Şekil 7.** 25°C'de uygulanan farklı deformasyon oranları sonrası tozların XRD analizleri



**Şekil 8.** 100°C'de uygulanan farklı deformasyon oranları sonrası tozların XRD analizleri



**Şekil 9.** 200°C'de uygulanan farklı deformasyon oranları sonrası tozların XRD analizleri



## 5. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

NiTi ŞBA tozlarına 25°C, 100°C ve 200°C’de uygulanan farklı deformasyon işlemleri sonrası elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibidir;

- 25°C’de NiTi tozlarına uygulanan presleme ile birlikte  $\text{Ö}_i$  ve  $\text{Ö}_s$  dönüşüm sıcaklığının arttığı ve ayrıca 800MPa deformasyon ile birlikte R dönüşümün oluşmaya başladığı tespit edilmiştir. Oluşan bu ikincil R dönüşüm fazı, çift fazlı dönüşümün görüldüğü NiTi ŞBA’da çift şekil bellek etkisinde etken rol oynamaktadır.
- 25°C’de uygulanan deformasyon oranının artması,  $\text{Ö}_i$  ve  $\text{Ö}_s$  dönüşüm sıcaklığını değiştirmiş ve ayrıca NiTi alaşımlarında çift fazlı dönüşüme imkân tanıyan R' fazının oluştuğunu göstermiştir.
- Önalışimli ham tozlarda görülen tek aşamalı dönüşüm M (B19')  $\rightarrow$  Ö (B<sub>2</sub>) olarak meydana gelirken, uygulanan deformasyon ile birlikte oluşan R fazı, iki kademeli dönüşüme sahip olan martenzitten R fazına ve R fazından da Östenite dönüşüm gerçekleşmesinde (M  $\rightarrow$  R  $\rightarrow$  Ö) etken rol oynamıştır. R faz dönüşümünün oluşmasında ise uyumlu ve yarı uyumlu Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> çökeltilerinin varlığı ile doğrudan ilgilidir.
- XRD analiz sonuçları ham NiTi tozlarının analizinde yalnızca östenit NiTi pikleri yer aldığı, uygulanan deformasyon oranına bağlı olarak ise pik şiddetlerinde gözle görülür bir düşüş meydana geldiği tespit edilmiştir.
- DSC analizlerinde üretim koşullarının pik şiddetlerinin değişmesinde ve yeni piklerin oluşmasında etken olduğu tespit edilmiştir. XRD analizlerinde de artan presleme oranına bağlı olarak B<sub>2</sub> (östenit) pik şiddetlerinde düşüş yaşanmış, en düşük XRD pik şiddetleri (25°C, 100°C ve 200°C sıcaklıklar için) 2500MPa presleme oranında tespit edilmiştir.

## TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Yazarlar, “07/2018-12” kodlu proje ile deneysel çalışmalarımızda verdiği desteklerinden dolayı “**Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Proje Birimine**” teşekkür ederler.

## KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] K. Otsuka, X. Ren, Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. Prog Mater Sci., 50 (2005) 511–678.
- [2] J. P. Oliveira, R. M. Miranda, F. M. Braz Fernandes, Welding and Joining of NiTi Shape Memory Alloys: A Review. Progress in Materials Science, 88 (2017) 412–466.
- [3] C. Yu, G. Kang, Q. Kan, A micromechanical constitutive model for anisotropic cyclic deformation of super-elastic NiTi shape memory alloy single crystals. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 82 (2015) 97–136.
- [4] D. J. Stephenson, P. A. Mckeown, Development in powder Co-injection moulding. CIRP Ann. Manuf. Technol., 49 (2000) 191–194.
- [5] J. Lou, H. He, Y. Li, C. Zhu, Z. Chen, C. Liu, Effects of high O contents on the microstructure, phase-transformation behaviour, and shape-recovery properties of porous NiTi-based shape-memory alloys. Materials and Design, 106 (2016) 37–44.
- [6] B. Sun, M. W. Fu, J. Lin, Y. Q. Ning, Effect of low-temperature aging treatment on thermally- and stress-induced phase transformations of nanocrystalline and coarse-grained NiTi wires. Materials & Design, 131 (2017) 49–59.
- [7] V. Brailovski, S. Prokoshkin, P. Terriault, F. Trochu, Shape Memory Alloys: Fundamentals, Modeling and Applications. École de technologie supérieure, (2003).
- [8] K. Otsuka, C. M. Wayman, Shape Memory Materials. Cambridge University Press, (1999).

- [9] K. Otsuka, X. Ren, Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Prog. Mater. Sci.*, 50 (2005) 511–678.
- [10] M. H. Elahinia, M. Hashemi, M. Tabesh, S. B. Bhaduri, Manufacturing and processing of NiTi Implants. *Prog. Mater. Sci.*, 57 (2012) 911–946.
- [11] M. Thier, M. Hühner, E. Kobus, D. Drescher, C. Bourauel, Microstructure of As-cast NiTi alloy. *Materials Characterization*, 27:3 (1991) 133-140.
- [12] A. Ota, Y. Yazaki, K. Yokoyama, J. Sakai, Hydrogen Absorption and Thermal Desorption Behavior of Ni-Ti Super elastic Alloy Immersed in Neutral NaCl and NaF Solutions under Applied Potential. *Materials Transactions*, 50:7 (2009) 1843 – 1849.
- [13] K. Yokoyama, K. Takashima, J. Sakai, Susceptibility to Hydrogen Absorption and Hydrogen Thermal Desorption of Titanium Alloys Immersed in Neutral Fluoride Solution under Applied Potential. *Materials Transactions*, 49:7 (2008) 1661 – 1666.
- [14] C. Cheng-lin, C. Jonathan-Cy, C. Paul-K, Effects of heat treatment on characteristics of porous Ni-rich NiTi SMA prepared by SHS technique. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 16 (2006) 49-53.
- [15] G. Chen, P. Cao, G. Wen, N. Edmonds, Y. Li, Using an agar-based binder to produce porous NiTi alloys by metal injection moulding. *Intermetallics*, 37(2013) 92-99.
- [16] M. Bram, A. Ahamad-Khanlou, A. Heckman, B. Fuchs, H. P. Buchkremer, D. Stover, Powder metallurgical fabrication process for NiTi shape memory alloys parts. *Mater Sci Eng A*, 337 (2002) 254–263.
- [17] L. Zhang, Y. Q. Zhang, Y. H. Jiang, R. Zhou, Superelastic behaviors of biomedical porous NiTi alloy with high porosity and large pore size prepared by spark plasma sintering. *Journal of Alloys and Compounds*, 644: 513–522, (2015).
- [18] S. Aksöz, B. Bostan, Characteric Properties of NiTi Shape memory Alloy Powders with Powder Injection Molding. *International Multidisciplinary Microscopy Congress. Springer Proceedings in Physics Switzerland. Springer International Publishing Switzerland*, 18 (2014) 129-142.
- [19] M. Ghadimi, A. Shokuhfar, H. R. Rostami, M. Ghaffari, Effects of milling and annealing on formation and structural characterization of nanocrystalline intermetallic compounds from Ni-Ti elemental powders. *Mater. Lett.*, 80 (2012) 181 – 183.
- [20] J. Panek, B. Bierska-Piech, J. Niedbała, Mechanical synthesis and heat treatment of Ni<sub>75</sub>Ti<sub>25</sub> alloy. *Sol. State Phenom.*, 203 – 204 (2013) 390 – 393.
- [21] S. Aksöz, B. Bostan, Investigation of characterization and sinterability of mechanically synthesized NiTi + Zn powders. *Journal of Polytechnic*, 21(2) (2018) 437-443.
- [22] F. Alijani, R. Amini, M. Ghaffari, M. Alizadeh, A. K. Okyay, Effect of milling time on the structure, micro-hardness, and thermal behavior of amorphous/nanocrystalline TiNiCu shape memory alloys developed by mechanical alloying. *Materials and Design*, 55 (2014) 373–380.
- [23] F2004–05, Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys by Thermal Analysis. (2010).
- [24] Q. Kan, C. Yu, G. Kang, J. Li, W. Yan, Experimental observations on rate-dependent cyclic deformation of super-elastic NiTi shape memory alloy. *Mechanics of Materials*, 97 (2016) 48–58.
- [25] F2005–05, Standard Terminology for Nickel-Titanium Shape Memory Alloys. (2010).

- [26] J. Uchil, K.K. Mahesh, K. Ganesh Kumara, Calorimetric study of the effect of linear strain on the shape memory properties of Nitinol. *Physica B*, 305 (2001) 1–9.
- [27] X. Zhang, H. Sehitoglu, Crystallography of the B2  $\rightarrow$  R  $\rightarrow$  B19' phase transformations in NiTi. *Mater. Sci. Eng. A*, 374 (2004) 292–302.
- [28] E. Spārniņš, J. Andersons, V. Michaud, Y. Leterrier, Evaluation of the interfacial shear strength between pseudoplastic NiTi shape memory alloy wires and epoxy by the pull-out method. *Smart Mater. Struct.*, 24 (2015) 125038, 1-8.
- [29] J. I. Kim, Y. N. Liu, S. Miyazaki, Ageing-induced two-stage R-phase transformation in Ti–50.9at%Ni. *Acta Mater.*, 52 (2004) 487–499.
- [30] Q. C. Fan, Y. H. Zhang, Y. Y. Wang, M. Y. Sun, Y. T. Meng, S. K. Huang, Y. H. Wen, Influences of transformation behavior and precipitates on the deformation behavior of Ni-rich NiTi alloys. *Materials Science & Engineering A*, 700 (2017) 269–280.
- [31] J. Michutta, C. H. Somsen, A. Yawny, A. Dlouhy, G. Eggeler, Elementary martensitic transformation processes in Ni-rich NiTi single crystals with Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> precipitates. *Acta Mater.*, 54 (2006) 3525–3542.
- [32] D. Q. Xue, Y. M. Zhou, X. B. Ren, The effect of aging on the B2-R transformation behaviors in Ti-51at%Ni alloy. *Intermetallics*, 19 (2011) 1752–1758.
- [33] J. Uchil, K. P. Mohanchandra, K. K. Mahesh, K. Ganesh Kumara, Thermal and electrical characterization of R-phase dependence on heat-treat temperature in Nitinol. *Physica B*, 253 (1998) 83–89.
- [34] S. Aksöz, Microstructural and Mechanical Investigation of NiTi Intermetallics Produced by Hot Deformation Technique. *Arab J Sci Eng*, 42:6 (2017) 2573–2581.
- [35] S. Aksöz, G. Altınışık, E.E. Elverişli, B. Bostan, Investigation of the Synthesizing Effects of Prealloyed NiTi + Pure Al (2, 4, 6, 8 wt.%) Powders by MA and Sintering. *Biological and Chemical Research*, Science Signpost Publishing, (2018) 85-92.
- [36] S. Aksöz, Ü. Demir, H. Ada, H. Gökmeşe, B. Bostan, Microstructural Investigation of Ni and Ti Powders by Using Mechanical Alloying Method on NiTi Shape Memory Alloy Powders. *GU J Sci, Part C*, 5:1 (2017) 99-106.