



POLİTEKNİK DERGİSİ

JOURNAL of POLYTECHNIC

ISSN: 1302-0900 (PRINT), ISSN: 2147-9429 (ONLINE)

URL: <http://dergipark.org.tr/politeknik>



NiTi esaslı saclara uygulanan farklı çözündürme ve yaşlandırma ısıl işlemlerinin metalografik ve mekanik özelliklere etkileri

Effects of different dissolution and aging heat treatments on metallographic and mechanical properties of NiTi based sheets

Yazar(lar) (Author(s)): Sinan AKSÖZ¹, Rıdvan ARSLAN², Nimet KARDEŞ SEVER³, Bülent BOSTAN⁴

ORCID¹: 0000-0003-4324-5043

ORCID²: 0000-0002-9663-3069

ORCID³: 0000-0002-3395-0171

ORCID⁴: 0000-0002-6114-875X

To cite to this article: Aksöz S., Arslan R., Kardeş Sever N. ve Bostan B., “NiTi esaslı saclara uygulanan farklı çözündürme ve yaşlandırma ısıl işlemlerinin metalografik ve mekanik özelliklere”, *Journal of Polytechnic*, 26(2): 693-700, (2023).

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz: Aksöz S., Arslan R., Kardeş Sever N. ve Bostan B., “NiTi esaslı saclara uygulanan farklı çözündürme ve yaşlandırma ısıl işlemlerinin metalografik ve mekanik özelliklere”, *Politeknik Dergisi*, 26(2): 693-700, (2023).

Erişim linki (To link to this article): <http://dergipark.org.tr/politeknik/archive>

DOI: 10.2339/politeknik.979707

NiTi Esaslı Saclara Uygulanan Farklı Çözündürme ve Yaşlandırma Isıl İşlemlerinin Metalografik ve Mekanik Özelliklere Etkileri

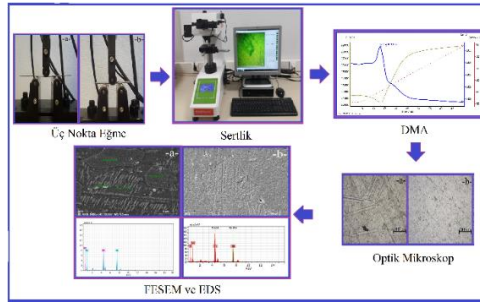
Effects of Different Dissolution and Aging Heat Treatments on Metallographic and Mechanical Properties of NiTi Based Sheets

Önemli noktalar (Highlights)

- ❖ Isıl İşlemler (Heat Treatments)
- ❖ Mekanik Özellikler (Mechanical Properties)
- ❖ NiTi Saclar (NiTi Sheets)
- ❖ Depolama Modülü (Storage Modulus)
- ❖ Metalografik Özellikler (Metallographic Properties)

Grafik Özet (Graphical Abstract)

Çalışmada sırasıyla; mekanik özelliklerin belirlenmesinde Üç Nokta Eğme, Depolama Modülü ve Sertlik, metalografik özelliklerin incelenmesinde ise Optik Mikroskop, FESEM ve EDS kullanılmıştır.



Şekil. Uygulanan İşlemler / Figure. Applied Procedures

Amaç (Aim)

NiTi alaşımların çözündürme ve yaşlandırma ısı işlemleri ile metalografik ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesidir. / To improve the metallographic and mechanical properties of NiTi alloys by dissolution and aging heat treatments.

Tasarım ve Yöntem (Design & Methodology)

NiTi sacların geliştirilmesine yönelik ısı işlem yöntemleri tasarlanmış ve geliştirilmiştir. / Heat treatment methods for the development of NiTi sheets were designed and developed.

Özgünlük (Originality)

Savunma ve uzay teknolojilerinde kullanılmakta olan NiTi sacların ısı işlemler ile mekanik ve metalografik özellikleri iyileştirilmiştir. / The mechanical and metallographic properties of NiTi sheets, which are used in defense and space technologies, have been improved by heat treatment.

Bulgular (Findings)

Sertlikte ve depolama modülünde artış, $\tan\delta$ 'da ise düşüş gözlenmiştir. / An increase in hardness and storage modulus and a decrease in $\tan\delta$ were observed.

Sonuç (Conclusion)

NiTi sacların ısı işlemler ile mekanik ve metalografik özelliklerin iyileştirilebileceği görülmüştür. / It was seen that the mechanical and metallographic properties of NiTi sheet materials could be improved by heat treatment.

Etik Standartların Beyanı (Declaration of Ethical Standards)

Bu makalenin yazarları çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler. / The authors of this article declare that the materials and methods used in this study do not require ethical committee permission and/or legal-special permission.

NiTi Esaslı Saclara Uygulanan Farklı Çözündürme ve Yaşlandırma Isıl İşlemlerinin Metalografik ve Mekanik Özelliklere Etkileri

Araştırma Makalesi / Research Article

Sinan AKSÖZ^{1*}, Rıdvan ARSLAN¹, Nimet KARDEŞ SEVER², Bülent BOSTAN³

¹Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Pamukkale Üniversitesi, Türkiye

²Pamukkale Teknokent, Aksöz Ar-ge Mühendislik, Pamukkale Üniversitesi, Türkiye

³Teknoloji Fakültesi, Otomotiv Mühendisliği Bölümü, Pamukkale Üniversitesi, Türkiye

⁴Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Gazi Üniversitesi, Türkiye

(Geliş/Received : 06.08.2021 ; Kabul/Accepted : 30.11.2021 ; Erken Görünüm/Early View : 12.01.2022)

ÖZ

Bu çalışmada 45°C ve 80°C'de faz dönüşümü gösteren 1 mm kalınlığında NiTi saclar kullanılmıştır. Öncelikle, eğilebilirliği incelemek için üç nokta eğme testleri yapılmıştır. Bundan sonra bükülmüş saclardan alınmış numunelere sırasıyla; 750°C, 800°C, 850°C ve 900°C'de 1 saat çözündürme ısıl işlemleri uygulanmıştır. Bu numunelere sırası ile 300°C'de 15, 30, 45, 60, 75 ve 90 dakika (dk.) süreyle yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmıştır. Isıl işlem parametrelerinin etkilerini incelemek için Optik Mikroskop, Alan Emisyon Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM), Element Dağılım Spektrometresi (EDS) ve Haritalama (MAP) analizleri gerçekleştirilmiştir. Mekanik etkileri incelemek için her bir ısıl işlemden sonra makro sertlik verileri alınmıştır. Ayrıca Dinamik Mekanik Analiz (DMA) ile malzemenin yük altındaki mekanik davranışı incelenmiştir. Sonuç olarak, yaşlandırma ısıl işlemi sayesinde mekanik özellikler (sertlik ve depolama modülü) iyileştirilebilmiştir. En yüksek sertlik değeri, 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip numunede, 900°C'de çözündürme ve 300°C'de 75 dk. yaşlandırma sonrası 414HV olarak ölçülmüştür. Ayrıca, depolama modülünde artış, tanδ değerinde ise düşüş meydana gelmiştir. NiTi alaşımlarının süper elastik özelliklerinden faydalanabilmek için, dönüşüm sıcaklıklarının üzerindeki sıcaklıkların kullanılması gerekliliği depolama modülü ölçümleri ile görülmüştür. 45°C dönüşüm sıcaklığına sahip numune için dönüşüm sıcaklığı altında depolama modül değeri ~21500MPa iken dönüşüm tamamlandıktan sonra ~28500MPa olarak ölçülmüştür.

Anahtar Kelimeler: NiTi alaşımlar, ısıl işlem, sertlik, depolama modülü, mikroyapı.

Effects of Different Dissolution and Aging Heat Treatments on Metallographic and Mechanical Properties of NiTi Based Sheets

ABSTRACT

In this study; 1-mm-thick NiTi sheets showing phase transformation at 45°C and 80°C were used. First, three-point bending tests were performed to investigate the bendability. Later, solution heat treatments were applied to the samples taken from the bent sheets for 1 hour at 750°C, 800°C, 850°C and 900°C respectively. Aging heat treatment was applied for 15, 30, 45, 60, 75 and 90 minutes (min.) at 300°C to these samples. Optical Microscope, Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM), Element Dispersion Spectroscopy (EDS) and MAPPING (MAP) analyses were carried out to examine the effects of the heat treatment parameters. Macro hardness data were taken to examine the mechanical effects after each heat treatment. Moreover, the mechanical behavior of the material under load was investigated by Dynamic Mechanical Analyses (DMA). As a result, mechanical properties (hardness and storage modulus) have been improved by aging heat treatments. The highest hardness value was measured as 414HV after solution heat treatment at 900°C and aging heat treatment at 300°C for 75 minutes on the sample showing phase transformation at 80°C. Furthermore, an increase in storage modulus and a decrease in tanδ value occurred. To benefit from super elastic properties of NiTi alloys, the necessity of using temperatures above the transformation temperatures was observed with the storage modulus measurements. Storage modulus value under transformation temperature was ~21500MPa while it was measured as ~28500MPa after the transformation was completed for the sample with 45°C transformation temperature.

Keywords: NiTi alloys, heat treatment, hardness, storage modulus, microstructure.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Şekil Bellekli Alaşımlar (ŞBA), günümüzde sahip oldukları özellikler sayesinde farklı kullanım alanlarına sahiptir. Kullanım alanları ise özellikle tıbbi cihazlar,

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author)
e-posta : saksoz@pau.edu.tr

cerrahi implant ve ekipmanlar olup [1], ayrıca titreşim sönümleme ve aktüatör görevinde yoğun olarak yer almaktadır. ŞBA sahip oldukları şekil bellek etkisi sayesinde ise, ilk şekillerini hatırlayabilmektedir ve böylece bir malzemeden tek seferde farklı özelliklerin sağlanmasına imkân tanımaktadır [2].

ŞBA'a düşük sıcaklıklarda uygulanan deformasyon ile şekilleri değiştirilirken, sıcaklıkları artırıldığında ilk şekillerini geri kazanmaları, bu alaşımlara eşsiz özellikler kazanmasına ve farklı kullanım alanlarında kullanılabilirliği sağlamıştır. ŞBA grubundan NiTi alaşımı ise sağladığı eşsiz özellikler ile günümüzde birçok kullanım alanına sahip olmuştur. Özellikle NiTi teller klinik araştırmaları için önemli özelliklere sahiptir. NiTi alaşımlarının sahip olduğu şekil bellek etkisinin 1960 yılında keşfinden sonra, bu alaşımlar ve kullanım sahalarına ait birçok güncel çalışma gerçekleştirilmiştir [3]. Ayrıca, NiTi alaşımları sadece bu fonksiyonel özelliğe değil, ayrıca yüksek elastikiyet (süper elastiklik) ve mukavemet özelliklerine sahiptir [4, 5]. Bu sayede NiTi alaşımları özellikle; sivil mühendislik alanlarında, uzay ve havacılık teknolojisinde, mikroelektronik ve biyomedikal sahaları gibi birçok mühendislik alanında yer bulmuştur [6].

NiTi alaşımlarının kullanım alanının artması ile bu malzemelerden istenen mekanik özelliklerde de iyileşmeler gerekmiştir. Özellikle mekanik özelliklerin iyileştirilmesi için kullanılan yöntemlerin başında yaşlandırma ısıl işlemi gelmektedir. Bu yöntem için malzeme öncelikle çözeltiye alma işlemi sonrasında ise yaşlandırma ısıl işlem süreçlerinden geçirilmektedir [7-10]. Çökeltme sertleşmesinde asıl amaç, ince dağılımlı bir şekilde elde edilmesi olup, oluşan dağılımlar arasındaki boşluklar da güçlendirme mekanizmasında etken rol oynamaktadır. Elde edilen ince forma sahip dağılımlar ise ana matrisin mukavemetlenmesinde ve ısıl kararlılığın sağlanmasında faydalıdır. Ayrıca, NiTi alaşımlarında şekil bellek özelliklerine elde edilen çökeltiler matrisin bileşimi ve oranı, dönüşüm sıcaklığı ve kritik dönüşüm gerilimini doğrudan etkileyebilmektedir. ŞBA sistemlerinde tepkime hareketlerinin oluşan tanelerin yönelim ve dokulara da bağlı olduğu bilinmektedir [11-14].

ŞBA üretimi ve geliştirilmesine yönelik çalışmalar Dünya'ya paralel olarak Türkiye'de de artmakta olup [15-18], genellikle bu malzemelerin incelemeleri doğrudan kullanıma hazır malzemelerin araştırılması ve geliştirilmesi üzerine olmayıp, genel itibari ile bilimsel çalışmalara konu olmaktadır. Bu çalışmada ticari niteliğe sahip bir ürüne farklı ısıl işlemler uygulanarak metalografik ve mekanik özellikleri geliştirilmiş olup, konu hakkında bilgi birikim ve çalışmaların artırılması hedeflenmektedir. Bu amaçla, Optik Mikroskop, FESEM, EDS ve MAP görüntüleri alınmış; üç nokta eğme, sertlik ve DMA analizleri yapılmıştır.

2. MATERYAL VE METOD (MATERIAL and METHOD)

Çalışmada kullanılan 45°C ve 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip 1 mm kalınlıkta farklı uzunluklarda NiTiinol sac malzemeler "Kellogg's Research Labs" firmasından temin edilmiştir. NiTi alaşımı, içerik olarak yaklaşık eşit ağırlıkça Ni-Ti oranlarına sahiptir.

Çalışmada gerçekleştirilen test ve analizler için; Pamukkale Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Laboratuvarları, Pamukkale Üniversitesi, İleri Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi ve Aksöz Arge Mühendislik San. Tic. LTD. ŞTİ. şirketinde yer alan fırından faydalanılmıştır. Çalışma başlangıcında PAU BAP birimi "2020HZDP006" nolu projeden, ilerleyen safhalarda ise TÜBİTAK 1512 proje kapsamındaki "2200128" nolu projeden faydalanılmıştır. Deneysel çalışmalarda öncelikle üç nokta eğme testi yapılmıştır. Bu test için Şekil 1'de görülen 10 Tonluk HARDWAY çekme ve basma test cihazı kullanılmıştır. Hareketli olan kafanın düşey yönde ilerleme hızı 5mm/s dir.



Şekil 1. Eğme testi için kullanılan test düzeneği a) 45°C dönüşüm sıcaklığına sahip sac b) 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip sac (Test set up used for bending test a) sheet with 45°C transformation temperature b) sheet with 80°C transformation temperature)

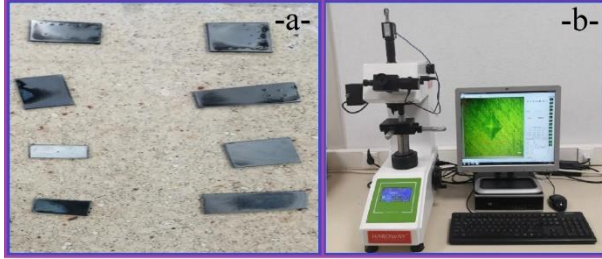
Isıl işlem süreçlerinde Şekil 2'de yer alan ve Aksöz ARGE Mühendislik Firmasında yer alan Thermonevo marka 1200°C sıcaklık kapasiteli fırın (Şekil 2.a) ve PAU Teknoloji Fakültesi, Metalurji Malzeme Laboratuvarlarında yer alan 1200°C sıcaklık kapasiteli fırın (Şekil 2.b) kullanılmıştır.



Şekil 2. Isıl işlem fırınları, a) Aksöz Arge Mühendislik, b) PAU Teknoloji Fakültesi (Heat treatment ovens a) Aksöz Arge Engineering b) PAU Faculty of Technology)

Numunelere sırasıyla 750°C, 800°C, 850°C, 900°C'lerde 1'er saat çözündürme ve sonrasında suda su verme ile soğutma işlemleri uygulanmıştır. Aynı numuneler 300°C sıcaklıkta sırasıyla 15, 30, 45, 60, 75, ve 90 dk. yaşlandırma ısıl işlemine tabi tutulmuştur. Her bir kademede oluşması muhtemel sertlik değişimlerinin incelenmesi amaçlı mikro sertlik verileri

oluşturulmuştur. Çözündürmeden önce, çözündürmeden sonra (Şekil 3.a) ve her bir yaşlandırma süresinden sonra Şekil 3.b’de gösterilen HARDWAY DV-1AT 4.3 Mikro vikers sertlik alma cihazı kullanılarak numuneler üzerinde sertlik ölçümleri yapılmıştır. Her bir ısıl işlem sonrası 5’er adet sertlik verisi alınmış olup, çalışmada ortalama değerleri verilmiştir.



Şekil 3. a) Isıl işlemler sonrası üzerinde sertlik ölçümü yapılmış numuneler, b) Mikro vikers sertlik ölçüm cihazı (a) Samples on which hardness measurements are done after heat treatments b) Micro vickers hardness device)

Çeşitli ısıl işlemlerden geçmiş sacların metalografik analizleri için optik mikroskop, FESEM ve EDS analizleri kullanılmıştır. Optik Mikroskop görüntüleri Şekil 4’te verilen NİKON marka ECLIPSE-LV150NL model cihazda, FESEM ve EDS görüntüleri ise ZEISS SUPRA 40 VP model cihazda alınmıştır. Metalografik incelemeler için numune yüzeyleri sırasıyla; 200, 400, 600, 800, 1000 ve 1200’lük zımparalarla zımparalanmış ve 6 µm ve 3 µm’lik elmas solüsyonlarla parlatılmıştır. Zımparalama ve parlatma işlemi sonunda numunelerin yüzeyleri dağlanarak optik mikroskop görüntüleri çekilmiştir. Dağlama işlemi için %3,2 HF + %14,6 HNO₃ + Alkol kullanılmış olup, dağlayıcı solüsyonda tutma süresi 90 saniyedir. Optik mikroskop görüntüleri alındıktan sonra numuneler Au-Pd kaplanarak (360 saniye) FESEM ve EDS görüntüleri de alınmıştır.



Şekil 4. Optik mikroskop cihazı (Optical microscope device)

900°C’de 1 saat çözündürme ve 300°C sıcaklıkta 45 dk. yaşlandırma ısıl işleminden geçmiş 45°C ve 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip numunelerin NETZCH marka DMA 242 E ARTEMIS model Dinamik Mekanik Analiz (DMA) cihazı kullanılarak tek ankastrde durumunda serbest uca 12 N yük uygulayarak depolama modülü (E’), kayıp modülü (E’’) ve kayıp modülün depolama

modülüne oranı (tanδ) belirlenmiştir. Deneyler 30°C ile 80°C sıcaklık aralığında, 1 Hz frekansta ve 1°K/dk sıcaklık artışı ile azot atmosferi altında gerçekleştirilmiştir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA (FINDINGS AND DISCUSSION)

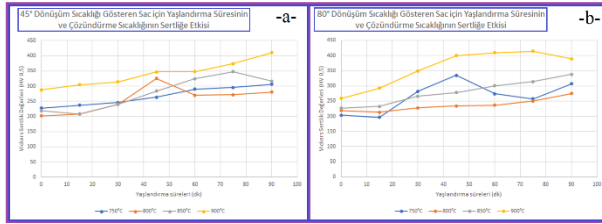
Numunelere sırasıyla; üç nokta eğme, sertlik, Optik Mikroskop, FESEM ve EDS analizleri uygulanmıştır. Üç nokta eğme testinde numuneler üzerinde 180° eğme yani kendi üzerine katlama işlemi uygulanmıştır. Bükülen yüzeylerde herhangi bir gözle görülür ve mikroskop altında çatlak yırtılma gibi problemlere rastlanılmamıştır. İstenilen bükme açısını aldığı gözlemlenmiştir. Burada kullanılan malzemelerin Af sıcaklıklarının 45°C ve 80°C olması, numunelerde oda sıcaklığında şekillendirilebilir bir yapıda olmasını sağlamaktadır.

Üç nokta eğme testi uygulanan saclar, sertlik ve metalografik incelemeler için dilimlenmiştir. Sertlik ölçümleri için ise herhangi bir ısıl işlem uygulanmamış ve ısıl işlem uygulamaları sonrasında ortalama değerler alınmıştır. 45°C dönüşüm sıcaklığına sahip sac için başlangıç sertlik değeri 210,4 HV iken, 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip sac için başlangıç sertlik değeri 182,6 HV olarak ölçülmüştür. Burada ortalama sertlik değerindeki düşüşün nedeni ise, 45°C Af sıcaklığına sahip numunenin süper elastiklik sıcaklığına yakın olması (oda sıcaklığında süper elastiklik) öylenebilir. Yani dönüşüm sıcaklığındaki artış, yapıda oluşması muhtemel Ni₄Ti₃ çökeltileri ve Ni içerik değişikliği ile doğrudan alakalı olması, malzeme sertliğini de etkilemektedir [19]. Sonrasında numunelere, farklı çözündürme sıcaklıkları ve sürelerde yaşlandırma ısıl işlemleri uygulanarak sertlik değerlerindeki değişim incelenmiş ve bu veriler Çizelge 1’de verilmiştir. Uygulanan yaşlandırma ısıl işlem süreçlerine bağlı olarak 45°C ve 80°C dönüşüm sıcaklıklarına ait sertlik veri grafikleri Şekil 5’te görülmektedir. Şekil 5 incelendiğinde artan çözündürme sıcaklığına bağlı olarak, sertliğin de artmaya devam ettiği görülmektedir. Ayrıca artan çözündürme sıcaklığıyla, yaşlandırma süresine bağlı olarak sertlikte de artış olduğu görülmektedir. Burada oluşan sertlik artışı ise, çözündürme ısıl işlemi sonrası uygulanan yaşlandırma ısıl işlemi ile yapıda oluşması muhtemel ikincil fazların sertlikte oluşturduğu artış ile alakalıdır [20]. Ayrıca sertlik artışında çözündürme sıcaklığı ve yaşlandırma süresi doğrudan etkili olduğu burada oluşması muhtemel ikincil Ni₄Ti₃ faz oranları ve boyutları ile doğrudan alakalıdır [21]. 45°C Af ve 80°C Af numunelerinin genel itibari ile uygulanan ısıl işlem süreçleri sonrası sertlik değerlerinde belirgin bir farklılık gözlenmemiştir. Bu durum ise yapıda Ni ve Ti içeriklerinin yaklaşık olarak aynı olması, sertlikte farklılığın uygulanan ısıl işlem süreci ile doğrudan alakalı olmasıdır [20]. En yüksek sertlik değerlerini 900°C’de çözündürme sonrası yaşlandırılan numuneler de elde edilmiştir. Değerler

incelendiğinde 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip numunede, 75 dk. yaşlandırma sonrası sertlik 414 HVdir.

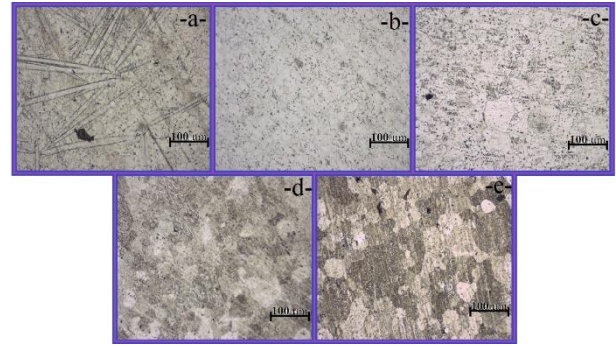
Çizelge 1. Farklı ısı işlemlere maruz kalmış numunelerin sertlik verileri (Hardness data of the samples exposed to different heat treatments)

Yaşlandırma süreleri (dk)	45°C DÖNÜŞÜM SICAKLIĞI Nİ-Tİ LEVHALARIN SERTLİK DEĞERLERİ				80°C DÖNÜŞÜM SICAKLIĞI Nİ-Tİ LEVHALARIN SERTLİK DEĞERLERİ			
	Çözündürme sıcaklıkları				Çözündürme sıcaklıkları			
	750°C	800°C	850°C	900°C	750°C	800°C	850°C	900°C
0	227,7	201,8	218,8	287,9	203,5	218,6	226,5	259,13
15	237	208,1	207,7	304	196,7	212,9	232,1	292,8
30	245,7	240,2	239,3	313,9	281,8	227,6	265,9	349
45	263,4	325,06	283,9	346,9	335,2	234,2	278,3	400
60	290,3	269,96	324,3	347,7	274,36	236,5	300,53	409,76
75	295,53	271,1	347,23	373,96	257,13	250,16	314,4	414,23
90	305,63	280,6	316,7	409,96	307,3	274,6	338,13	389,8

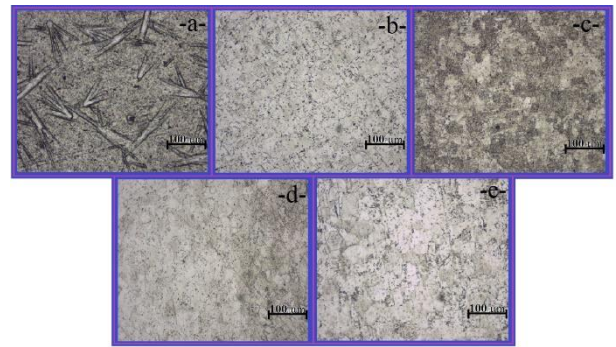


Şekil 5. Isıl işlem sıcaklıklarının ve yaşlandırma sürelerinin saclardaki sertliğe etkileri, a) 45°C dönüşüm sıcaklığına sahip sac, b) 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip sac, (Effects of heat treatment temperatures and durations on hardness of sheets, a) sheet with 45°C transformation temperature b) sheet with 80°C transformation temperature)

Şekil 6 ve Şekil 7'de sırasıyla 45°C ve 80°C dönüşüm sıcaklıklarına sahip malzemelere uygulanan ısıl işlemler öncesinde ve sonrasında optik mikroskop görüntüleri yer almaktadır. Farklı sıcaklıklarda yapılan çözündürme işlemini takiben 300°C'de, 90 dk. yaşlandırma sonrasında ait optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Isıl işlem görmemiş ham numunenin yapısında üretim metoduna bağlı olarak karakteristik Ni_4Ti_3 çökeltilerine ait mikroyapıların yer aldığı görülebilmektedir [22]. Çözündürme sıcaklık artışına bağlı olarak mikroyapılarda oluşum farklılıkları görülebilir, yeniden kristalleşebilir ve tane boyutlarında irileşmeler meydana gelebilir. Oluşan bu yapı ise malzemenin deforme edildikten sonra uygulanan ısıl işlem sürecinde yeniden kristalleşmesi ve tane irileşmesidir [23]. Burada oluşması muhtemel yeniden kristalleşmenin üretim metodu nedeniyle yüksek deformasyon sonrası uygulanan sıcaklık ile birlikte meydana geldiği [24] ve 900°C'de 90 dk. sonra en belirgin olduğu görülebilmektedir.

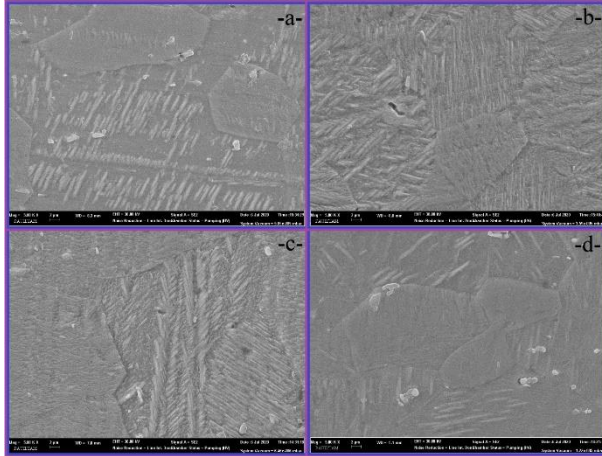


Şekil 6. 45° dönüşüm sıcaklığına sahip sacların optik mikroskop görüntüleri; a) Isıl işlem görmemiş, b) 750°C de çöz. + 300°C de yaşlandırma, c) 800°C de çöz.+ 300°C de yaşlandırma, d) 850°C de çöz. + 300°C de yaşlandırma, e) 900°C de çöz. + 300°C de yaşlandırma (Optical microscope images of sheets with 45°C transformation temperature a) no heat treated, b) dissolution at 750°C + aging at 300°C, c) dissolution at 800°C + aging at 300°C, d) dissolution at 850°C + aging at 300°C, e) dissolution at 900°C + aging at 300°C)

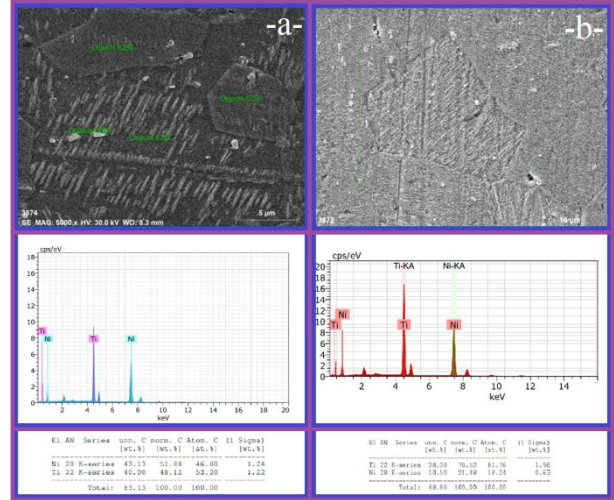


Şekil 7. 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip sacların optik mikroskop görüntüleri; a) ısıl işlem görmemiş, b) 750°C de çöz. + 300°C de yaşlandırma, c) 800°C de çöz. + 300°C de yaşlandırma, d) 850°C de çöz. + 300°C de yaşlandırma, e) 900°C de çöz. + 300°C de yaşlandırma (Optical microscope images of sheets with 80°C transformation temperature a) no heat treated, b) dissolution at 750°C + aging at 300°C, c) dissolution at 800°C + aging at 300°C, d) dissolution at 850°C + aging at 300°C, e) dissolution at 900°C + aging at 300°C)

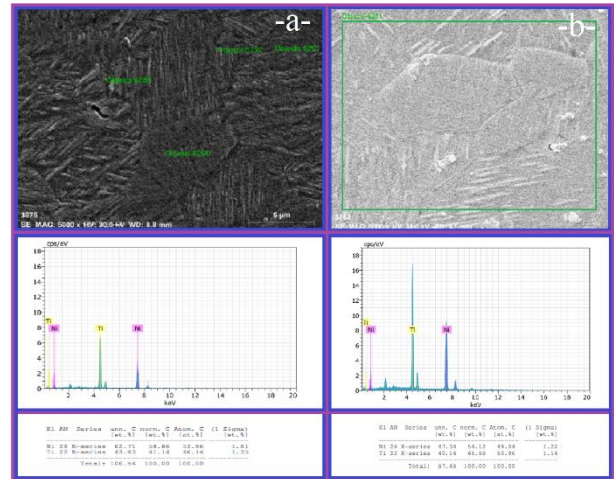
Şekil 8’de 45°C ve 80°C dönüşüm sıcaklıklarına sahip malzemelere uygulanan çözündürme ve yaşlandırma ısıl işlemleri sonrasında ait FESEM görüntüleri yer almaktadır. Şekil 8 incelendiğinde çözündürme ve sonrasında uygulanan yaşlandırma ısıl işlemleri ile birlikte yapıda oluşması muhtemel Ni₄Ti₃ gibi ikincil fazların görüntüleri bulunmaktadır. Şekil 9 ve Şekil 10’da sırasıyla 45°C ve 80°C dönüşüm sıcaklıklarına sahip numunelerin 800°C ve 900°C’de çözündürülmeleri sonrasında uygulanan yaşlandırma ısıl işlemlerini takiben yapılan FESEM, noktasal EDS analiz verileri (element pikleri ve element oranları) ve ağırlıkça Ni-Ti oranları verilmiştir. Şekillerdeki EDS analiz verilerinin genel itibarı ile nikelce zengin faz yapısı üzerinden alındığı görülmektedir. Bu yapının da NiTi alaşımlarının ana fazı olan NiTi ye ek olarak karakteristik Ni₄Ti₃ fazından (gözlenen çekirdeklerin) meydana gelmiş olabileceği yapılan benzer çalışmalardan da anlaşılmaktadır [20, 25].



Şekil 8. Farklı dönüşüm sıcaklıklarına sahip saçların FESEM görüntüleri; a) 45°C dönüşüm sıcaklığına sahip sac 800°C’de çöz. + 300°C’de yaşlandırma, b) 45°C dönüşüm sıcaklığına sahip sac 900°C’de çöz. + 300°C’de yaşlandırma, c) 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip sac 800°C’de çöz. + 300°C’de yaşlandırma, d) 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip sac 900°C’de çöz. + 300°C’de yaşlandırma (FESEM images of sheets with different transformation temperatures a) sheet with 45°C transformation temperature dissolved at 800°C + aged at 300°C, b) sheet with 45°C transformation temperature dissolved at 900°C + aged at 300°C, c) sheet with 80°C transformation temperature dissolved at 800°C + aged at 300°C, d) sheet with 80°C transformation temperature dissolved at 900°C + aged at 300°C)



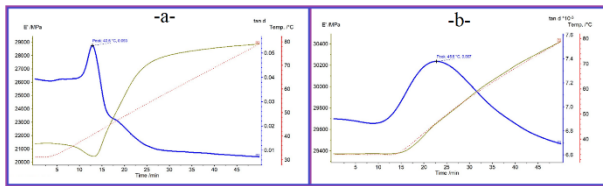
Şekil 9. 45°C dönüşüm sıcaklığına sahip saçların EDS analizleri; a) 800°C de çöz. + 300°C de 90 dk. yaşlandırma sonrası, b) 900°C’de çöz. + 300°C de 90 dk. yaşlandırma sonrası (EDS images of sheets with 45°C transformation temperature a) dissolution at 800°C + aging at 300°C for 90 min., b) dissolution at 900°C + aging at 300°C for 90 min.



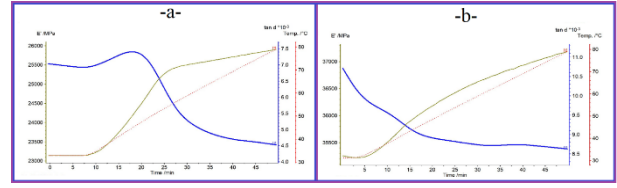
Şekil 10. 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip saçların EDS analizleri; a) 800°C de çöz. + 300°C de 90 dk. yaşlandırma sonrası, b) 900°C’de çöz. + 300°C de 90 dk. yaşlandırma sonrası (EDS images of sheets with 80°C transformation temperature a) dissolution at 800°C + aging at 300°C for 90 min., b) dissolution at 900°C + aging at 300°C for 90 min.

Çözündürmeden önce ve 900°C’de 1 saat çözündürme ısıl işlemi devamında 300°C’de 45 dk. süreyle yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmış farklı dönüşüm sıcaklığına sahip numunelerin DMA analizleri Şekil 11 ve 12’de verilmiştir. Şekil 11.a’da 45°C dönüşüm sıcaklığına sahip ham numuneye ait DMA verisi için, artan sıcaklık ile birlikte tan δ verisinin 40,6°C pik yaptığı ve yaklaşık aynı sıcaklıkta (41°C) depolama modülü, E’, grafiğinin de değişim gösterdiği yani Östenite dönüşümün başladığı (As sıcaklığı) gözlenmiştir. Grafik incelendiğinde, Östenite dönüşümün (~ %100 Östenit)

tamamlanması ~ 15dk olarak hesaplanmıştır. Tepenin görüldüğü sıcaklık (41°C için) yaklaşık olarak malzemenin dönüşüm sıcaklığını vermektedir. Şekil 11.b'de ise uygulanan çözündürme ve yaşlandırma sonrası numunelere uygulanan sıcaklık artışları ile birlikte dönüşüm sıcaklığının 40,6°C'den 46,6°C'ye arttığı, tepenin genişlediği, depolama modülünün ve süreç olarak dönüşüm süresinin arttığı görülmüştür. Bu durum ise, yapıda oluşması muhtemel Ni₄Ti₃ içeriğinin büyümesi ve dönüşüm pik noktasını 46,6°C'ye yükselmesini sağlamıştır. Şekil 12.a'da 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip ham numuneye ait DMA verisi için, artan sıcaklık ile birlikte pik noktasının net bir şekilde görülemediği anlaşılmaktadır. Bu durumu daha iyi açıklanabilmesi için malzemelerin tanδ değerleri incelenmiştir. Çalışmada grafiklerde verilen tanδ değerleri, tanδ = E''/E' değeri olarak belirlenmektedir. Bu durum ham veriler ile birlikte irdelendiğinde ise 45°C dönüşüme sahip numune için ~ E' = 21.000MPa, ~ E'' = 840MPa olarak ölçülmüştür. Bu durum 80°C için ölçüldüğünde; ~ E' = 23.000MPa, ~ E'' = 172MPa olarak görülmüştür. Bu durum farklılığı ise 45°C Af ye sahip numunenin kayıp modülünün 80°C Af ye sahip numunenin kayıp modülüne göre neredeyse 5 kat yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum uygulanan ısıl işlem neticesinde depolama modülünde artış, tanδ değerinde düşüş meydana geldiğini göstermektedir. 45°C dönüşüme sahip numune uygulanan ısıl işlem neticesinde ~ E' = 29.000MPa olarak ölçülmüştür. 80°C dönüşüme sahip numune uygulanan ısıl işlem neticesinde ~ E' = 35.000MPa olarak ölçülmüştür. Bu durum ise, ham malzemelere uygulanan yaşlandırma ısıl işlemleri malzemelerin rijitliğini gösteren ve malzeme depolama modülünün artışına neden olmuştur. Tüm grafikler incelendiğinde ise, malzemelerin dönüşüm sıcaklıklarının üzerine çıkıldığında daha yüksek depolama modüllerine kavuştukları, bu durum da malzemelerin süper elastiklik özelliklerinden faydalanılmak istendiğinde, dönüşüm sıcaklıklarını üzerindeki sıcaklıklarda koşulların belirlenmesi gerekmektedir [26].



Şekil 11. a) 45°C dönüşüm sıcaklığına sahip sacların çözündürme öncesi, b) 900°C de 1 saat çözündürme + 300°C de 45 dk. yaşlandırma sonrası DMA analizleri (DMA results of sheets with 45°C transformation temperature a) before dissolution, b) after dissolution at 900°C for 1 hour + aging at 300°C for 45 min.



Şekil 12. a) 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip sacların çözündürme öncesi, b) 900°C de 1 saat çözündürme + 300°C de 45 dk. yaşlandırma sonrası DMA analizleri (DMA results of sheets with 80°C transformation temperature a) before dissolution, b) after dissolution at 900°C for 1 hour + aging at 300°C for 45 min.

5. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada uygulanan ısıl işlem parametrelerinin NiTi sacların metalografik ve mekanik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Bu sayede mekanik özelliklerin iyileştirilmesi amaçlanmış ve aşağıdaki sonuçlara varılmıştır;

- NiTi saclar üzerinde gerçekleştirilen üç nokta eğme testi sonrasında, saclarda gözle görülür ve mikroyapı analizlerinde herhangi bir çatlak ve deformasyon sonrası hataya rastlanılmamıştır. Sacların kendi üzerine tam bükülebildiği gözlemlenmiştir.
- NiTi saclara uygulanan ısıl işlemler sonrası sertlik verileri değerlendirildiğinde, artan çözündürme sıcaklığı ve yaşlandırma süresine bağlı olarak sertliğin 2,27 katına çıktığı görülmüştür. En yüksek sertlik değerlerini 80°C dönüşüm sıcaklığına sahip numunede, 900°C'de çözündürme sonrası yaşlandırılan ve 300°C'de 75 dk. yaşlandırılan numunede 414 HV olarak ölçülmüştür.
- Uygulanan ısıl işlemler sonrasında alınan OM ve FESEM görüntüleri incelendiğinde, metalografik özelliklerde önemli değişiklikler meydana geldiği ve yapıda oluşması beklenen ikincil merceksi fazların (Ni₄Ti₃) oluştuğu görülmüştür. Bu fazların boyut ve şekillerinin uygulanan ısıl işlem süreçlerine bağlı olarak değişiklik gösterdiği, sertlik gibi mekanik özelliklerin uygulanan ısıl işlem süreçlerine bağlı olarak iyileştirilebildiği görülmüştür.
- Numunelerin EDS analizleri incelendiğinde, genel itibarı ile ağırlıkça nikelce zengin içeriğine sahip yapıdan meydana geldiği analiz verilerinde ve piklerde görülmüştür. Noktasal EDS analizlerinde merceksi yapılardan alınan analizlerin Ni₄Ti₃ alaşımlarında olması beklenen Ni ve Ti oranları ile benzerlik gösterdiği anlaşılmaktadır.
- NiTi saclara uygulanan ısıl işlemlerin DMA üzerindeki etkilerinin incelenmesi için E' ve tanδ değerlerine bakılmıştır. Burada uygulanan ısıl işlem neticesinde depolama modülünde artış, tanδ değerinde ise düşüş meydana gelmiştir. Ayrıca, malzemelerin dönüşüm sıcaklıklarının üzerine çıkıldığında daha yüksek depolama modüllerine kavuştukları, bu durum da malzemelerin süper elastiklik özelliklerinden faydalanılmak istendiğinde, dönüşüm sıcaklıklarını üzerindeki sıcaklıklarda kullanılmasının gerekliliğini göstermiştir.

• Genel olarak giderek kullanımı yaygınlaşan NiTi alaşımlarına ait saçların karakteristik özellikleri iyileştirilebilmiş ve uygulanan ısı işlem süreçlerinin metalografik ve mekanik iyileştirmeler sağlayabileceği anlaşılmıştır.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

2020HZDP006 ve 2200128 numaralı projelere vermiş oldukları destekten dolayı sırasıyla PAU BAP birimine ve TÜBİTAK'a teşekkür ederiz.

ETİK STANDARTLARIN BEYANI (DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)

Bu makalenin yazar(ları) çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler.

YAZARLARIN KATKILARI (AUTHORS' CONTRIBUTIONS)

Sinan AKSÖZ: Deney tasarımlarını yapmış, sonuçları analiz etmiş ve makale yazım işlemine katkıda bulunmuştur.

Rıdvan ARSLAN: Deneyleri yapmıştır.

Nimet KARDEŞ SEVER: Deney sonuçlarını analiz etmiş ve makalenin yazım işlemini gerçekleştirmiştir.

Bülent BOSTAN: Makalenin kontrol işlemini gerçekleştirmiştir.

ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Bu çalışmada herhangi bir çıkar çatışması yoktur.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Morgan N. B., "Medical shape memory alloy applications—the market and its products", *Materials Science and Engineering: A*, 378(1-2): 16-23, (2004).
- [2] Jani J. M., Leary M., Subic A. and Gibson M. A., "A review of shape memory alloy research, applications and opportunities", *Materials & Design (1980-2015)*, 56: 1078-1113, (2014).
- [3] Duerig T. W., Melton K. N. and Stöckel D. W. C. M., "*Engineering aspects of shape memory alloys*", Butterworth-Heinemann, (2013).
- [4] Oliveira J. P., Miranda R. M. and Braz Fernandes F. M., "Welding and Joining of NiTi Shape Memory Alloys: A Review", *Progress in Materials Science*, 88: 412-466, (2017).
- [5] Otsuka K. and Ren X., "Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys", *Progress in Materials Science*, 50: 511-678, (2005).
- [6] Yu C., Kang G. and Kan Q., "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: 97-136, (2015).
- [7] Karaca H. E., Kaya I., Tobe H., Basaran B., Nagasako M., Kainuma R. and Chumlyakov Y., "Shape memory behavior of high strength Ni54Ti46 alloys", *Materials Science and Engineering: A*, 580: 66-70, (2013).
- [8] Saedi S., Turabi A. S., Andani M. T., Moghaddam N. S., Elahinia M. and Karaca, H. E., "Texture, aging, and superelasticity of selective laser melting fabricated Ni-rich NiTi alloys", *Materials Science and Engineering: A*, 686: 1-10, (2017).
- [9] Miyazaki S., Ohmi Y., Otsuka K. and Suzuki Y., "Characteristics of deformation and transformation pseudoelasticity in Ti-Ni alloys", *Le Journal de Physique Colloques*, 43: C4-255, (1982).
- [10] Nishida M., Wayman C. M. and Honma T., "Precipitation processes in near-equiatomic TiNi shape memory alloys", *Metallurgical Transactions A*, 17(9): 1505-1515, (1986).
- [11] Meng X. L., Cai W., Chen F. and Zhao L. C., "Effect of aging on martensitic transformation and microstructure in Ni-rich TiNiHf shape memory alloy", *Scripta Materialia*, 54(9): 1599-1604, (2006).
- [12] Sehitoglu H., Anderson R., Karaman I., Gall K. and Chumlyakov Y., "Cyclic deformation behavior of single crystal NiTi", *Materials Science and Engineering: A*, 314(1-2): 67-74, (2001).
- [13] Karaca H. E., Saghaian S. M., Basaran B., Bigelow G. S., Noebe R. D. and Chumlyakov Y. I., "Compressive response of nickel-rich NiTiHf high-temperature shape memory single crystals along the [1 1 1] orientation", *Scripta Materialia*, 65(7): 577-580, (2011).
- [14] Gall K., Sehitoglu H., Anderson R., Karaman I., Chumlyakov Y. I. and Kireeva I. V., "On the mechanical behavior of single crystal NiTi shape memory alloys and related polycrystalline phenomenon", *Materials Science and Engineering: A*, 317(1-2): 85-92, (2001).
- [15] Aksöz S., Altınışık G., Elverişli E. E. and Bostan, B., "NiTi ŞBA Tozlarında B2-R-B19' Fazlarına Sıcaklık ve Deformasyonun Etkilerinin İncelenmesi", *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 6(3): 570-580, (2018).
- [16] Aksöz S., "Microstructural and mechanical investigation of NiTi intermetallics produced by hot deformation technique", *Arabian Journal for Science and Engineering*, 42(6): 2573-2581, (2017).
- [17] Aksöz S. and Bostan, B., "Characteristic Properties of NiTi Shape Memory Alloy Powders with Powder Injection Molding", *In International Multidisciplinary Microscopy Congress*, Springer, Cham, 129-141, (2014).
- [18] Aksöz S., Demir Ü. and Bostan B., "NiTi SMA parts production with different porosity ratios", *Acta Physica Polonica A*, 135: 980-983, (2019).
- [19] Wen, Shifeng, et al. "Effect of Ni content on the transformation behavior and mechanical property of NiTi shape memory alloys fabricated by laser powder bed fusion", *Optics & Laser Technology*, 134: 106653, (2021).
- [20] Hornbuckle B. C., Xiao X. Y., Noebe R. D., Martens R., Weaver M. L. ve Thompson G. B., "Hardening behavior and phase decomposition in very Ni-rich Nitinol alloys", *Materials Science and Engineering: A*, 639: 336-344, (2015).
- [21] Zhang F., Zheng L., Wang F., and Zhang H., "Effects of Nb additions on the precipitate morphology and hardening behavior of Ni-rich Ni55Ti45 alloys", *Journal of Alloys and Compounds*, 735: 2453-2461, (2018).

- [22] Abbasi-Chianeh V., Khalil-Allafi J. and Kazemi-Choobi K., “The effect of post-deformation aging on superelastic properties of Ni50. 9Ti thin wires attaining micro and nano-substructure”, *Journal of Alloys and Compounds*, 563: 44-50, (2013).
- [23] Zhang Y., Jiang S., Liang Y. and Hu, L., “Simulation of dynamic recrystallization of NiTi shape memory alloy during hot compression deformation based on cellular automaton”, *Computational Materials Science*, 71: 124-134, (2013).
- [24] Hu L., Jiang S., Zhang Y., Zhao Y., Liu S. and Zhao C., “Multiple plastic deformation mechanisms of NiTi shape memory alloy based on local canning compression at various temperatures”, *Intermetallics*, 70: 45-52, (2016).
- [25] Saburi T., Nenno S. and Fukuda T., “Crystal structure and morphology of the metastable X phase in shape memory Ti-Ni alloys”, *Journal of the Less Common Metals*, 125: 157-166, (1986).
- [26] https://www.mt.com/hr/hr/home/supportive_content/matcher_apps/MatChar_UC413.html.