



NiTi Şekil Bellekli Alaşım Tozlarına Mekanik Alaşımlama Yöntemi Kullanılarak Ni ve Ti Tozlarının İlavesinin Mikroyapısal İncelenmesi

Sinan AKSÖZ^{1,*}, Ümit DEMİR², Hakan ADA³, Hakan GÖKMEŞE⁴, Bülent BOSTAN⁵

^{1,3}Gazi Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O., Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, 06374, Ankara, TÜRKİYE

²Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi, 06500, Ankara/TÜRKİYE

⁴Konya Necmettin Erbakan Üniversitesi, Seydişehir Ahmet Cengiz Müh. Fak., Metalurji ve Malzeme Müh., 42370, Konya/TÜRKİYE

⁵Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh., 06500, Ankara, TÜRKİYE

Öz

Çalışmada, elementel Ni (10µm) - Ti (20µm) tozları ile Nikelce zengin NiTi şekil bellek alaşım tozları 60 dakika mekanik alaşımlama yöntemi ile öğütülmüştür. Öğütme işleminde ilave edilen Ni ve Ti tozlarının önalaşım NiTi şekil bellek alaşım tozlarına etkisi araştırılmıştır. Bu amaçla, önalaşım NiTi tozları içerisine sırasıyla ağırlıkça %2, %4, %6, %8, %10 oranlarında elementel Ni ve Ti tozları mekanik olarak ilave edilmiştir. Mekanik öğütme işleminde 1:10 toz / bilya oranı kullanılmıştır. Başlangıç tozları ve öğütülen tozlar X-ray (XRD), element dağılım spektrometresi (EDS), taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak karakterize edilmiştir. Çalışma sonucunda, önalaşım NiTi tozları ve elementel Ni/Ti tozlarının mekanik öğütme işleminde Ni tozlarının öğütme işleminin daha etkin olduğu tespit edilmiştir.

Makale Bilgisi

Başvuru:06/01/2017

Düzeltilme: 09/02/2017

Kabul:22/02/2017

Anahtar Kelimeler

Mekanik Alaşımlama

NiTi Şekil Bellek

Alaşımaları

Toz Metalurjisi

Keywords

Mechanical Alloying

NiTi Shape Memory

Alloys

Powder Metallurgy

Microstructural Investigation of Ni and Ti Powders by Using Mechanical Alloying Method on NiTi Shape Memory Alloy Powders

Abstract

In this study, nickel-rich NiTi shape memory alloy powders with elemental Ni (10µm) - Ti (20µm) powders were milled for 60 minutes by mechanical alloying. The effects of Ni and Ti powders addition during milling on prealloyed NiTi shape memory alloy powders were investigated. For this purpose, weight of 2%, 4%, 6%, 8%, 10% elemental Ni and Ti powders were mechanically added to the prealloyed NiTi powders respectively. 1:10 powder / ball ratio was used for mechanical alloying. Initial powders and alloyed powders were characterized using X-ray (XRD), elemental distribution spectrometry (EDS), scanning electron microscopy (SEM). As a result of the study, it was found that the milling of Ni powders was more effective in the mechanical milling of prealloyed NiTi powders and elemental Ni / Ti powders.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

NiTi şekil bellekli alaşımlar (ŞBA) yaklaşık eşit oranlarda Ni ve Ti alaşımlarından elde edilmektedir. NiTi alaşımları eşsiz şekil bellek etkisi (ŞBE), iyi biyoyumluluğu, mükemmel aşınma direnci ve enerji emme özelliklerine sahiptir. Bu özellikler sayesinde, bu alaşımlar birçok endüstriyel, medikal ve özel uygulama alanlarına sahiplerdir [1-3].

NiTi ŞBA'nın üretiminde genellikle geleneksel döküm yöntemi kullanılmaktadır. Ancak döküm yönteminde, kırılma direnci, süper iletkenlik ve süneklilik istenilen özelliklerde elde edilememektedir [4-5]. İstenilen mekanik özelliklerin elde edilememesi; NiTi alaşımlarının üretim esnasında oluşan hidrojen ve diğer impüritelerden kaynaklanmaktadır. NiTi alaşımlarının döküm yöntemi ile üretiminde, engellenemeyen hidrojen ve diğer istenmeyen impüriteler, mekanik özellikleri olumsuz etkilemektedir. Bu sebeplerden dolayı, NiTi alaşımlarının üretiminde Toz Metalurjisi (TM) gibi yeni alternatif üretim yöntemleri kullanılmaktadır [6-9]. TM yöntemi NiTi alaşımlarının üretiminde yeni bir üretim tekniği olup, istenilen özelliklerin elde edilmesinde imkân tanımaktadır. TM üretim metotlarından; gaz atomizasyonu,

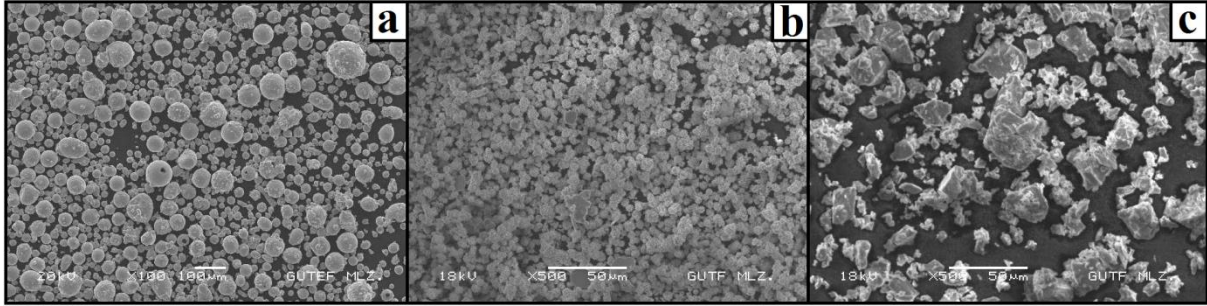
*İletişim yazarı, e-mail:sinanaksoz@gazi.edu.tr

pülverizasyon, sıcak izostatik presleme (SIP), spark plazma ve mekanik alaşımlama (MA) yöntemleri bu alanda en iyi bilinen ve kullanılan metotlar arasında yer almaktadır [10-18]. Bu üretim yöntemlerinden MA yöntemi ile istenilen oranlarda alaşımlama işlemi gerçekleştirilebilmektedir. MA yönteminde alaşımlanacak tozlar ve bilyelerin doğru toz – bilya oranı seçilerek ve uygun öğütme süresinde alaşımlandırma işleminin gerçekleştirilmesi ile üretim gerçekleştirilir [19-22]. Ayrıca MA yöntemi kullanılarak NiTi alaşımlarının Ni ve Ti içeriği değiştirilebilir ve diğer alaşım elementleri ile sentezlenebilir. Böylece önalaşım NiTi tozlarının Ni ve Ti oranları üzerinde değişiklik yapılabilir [23-30].

Bu çalışmada, önalaşım NiTi tozları içerisinde elementel Ni ve Ti tozları (sırasıyla; %2, %4, %6, %8, %10 oranlarında) ilave edilmiş ve 60 dakika mekanik öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Üretilen tozların XRD, SEM ve EDS analizleri incelenerek, önalaşım NiTi ve elementel Ni / Ti tozlarının yapıda oluşturduğu etkiler tespit edilmeye çalışılmıştır.

2. DENEYSEL YÖNTEM (EXPERIMENTAL METHOD)

NiTi ŞBA tozları Nanoval (Nanoval GmbH&Co.KG Kienhorststraße 61-65 D-13403 Berlin) firmasından temin edilmiştir. NiTi tozları önalaşım olarak, gaz atomizasyon yöntemi kullanılarak üretilmiştir. MA işleminde kullanılan elementel Ni ve Ti tozları sırasıyla %99,9 ve %99,99 saflığa sahiptir. Şekil 1’de sırasıyla önalaşım NiTi tozları (Şekil 1.a), elementel Ni (Şekil 1.b) ve elementel Ti (Şekil 1.c) tozlarının SEM görüntüsü yer almaktadır. SEM görüntülerinden NiTi önalaşım tozları küresel şekle sahipken, Ni ve Ti tozlarının düzensiz yapıya sahip oldukları görülmektedir.



Şekil 1. Kullanılan tozların SEM görüntüleri a) Önalaşım NiTi tozları, b) Elementel Ni tozları, c) Elementel Ti tozları (SEM images of used powders a) Prealloyed NiTi powders, b Elemental Ni powders, c) Elemental Ti powders)

Tablo 1’de önalaşım NiTi tozunun, elementel Ni ve Ti tozlarının ortalama boyut dağılımları yer almaktadır. Tozların ortalama boyut dağılımları incelendiğinde; önalaşım NiTi tozlarının 30 µm, Ni tozunun 10 µm ve Ti tozunun ise 20 µm ortalama toz boyutlarına sahip olduğu görülebilmektedir. Kullanılan önalaşım NiTi ŞBA tozlarının ağırlıkça atomik yüzdeleri 54,9 Ni ve 45,1 Ti oranlarına sahiptir.

Tablo 1. Tozların ortalama boyut dağılımları (Average grain size distributions of powders)

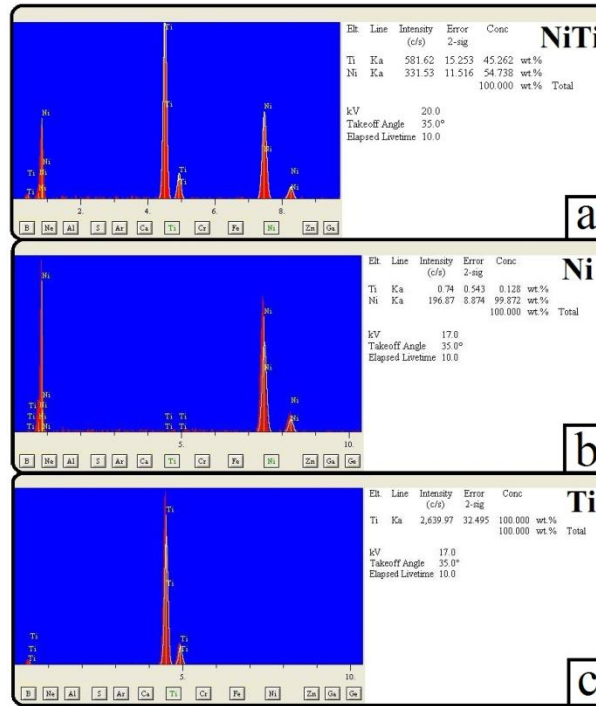
Tozlar	Ortalama Toz Boyut Dağılımı (µm)
NiTi	30
Ni	10
Ti	20

Başlangıç tozlarının ve öğütülmüş tozların parçacık boyutu, faz yapısı ve parçacık morfolojisinin inceleme işlemleri ve Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) incelemelerinde JEOL marka JSM-6060LV model Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. XRD analizleri ise; APD 2000 PRO XRD model X-ray cihazında, 20-70° ve 2θ tarama aralığında, 0,04 adım ve bakır katot (CuKα) kaynağı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

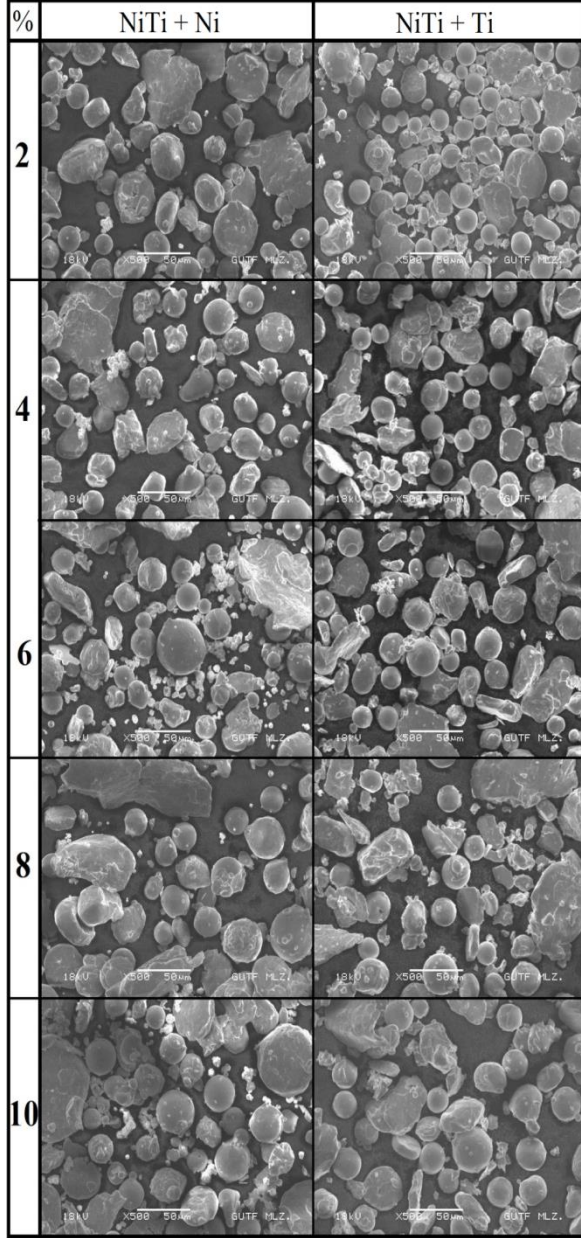
TM yöntemi ile üretimde toz morfolojisi önemli bir yere sahiptir. TM üretim yönteminde kullanılan tozların küresel, düzgün yüzeyli ve homojen parçacık dağılımına sahip olması önemlidir. Gaz atomizasyon ve karbonil yöntemleri bu özelliklere sahip tozların elde edilmesinde kullanılan başlıca yöntemlerdendir. Bu sebeplerden dolayı, uygun özelliklerdeki önalaşım NiTi tozlarının üretiminde gaz atomizasyon yöntemi kullanılmış ve böylece düzgün bir yüzeye sahip homojen dağılımlı tozlar elde edilebilmiştir [31].

Şekil 2’de sırasıyla önalaşım NiTi, elementel Ni ve elementel Ti tozlarının genel EDS analizleri görülmektedir. NiTi alaşım tozlarının EDS analizinde yalnızca Ni ve Ti elementlerinin piklerine rastlanılmıştır. Elementel Ni tozlarının EDS analizlerinde ana yapı olarak sadece Ni içeriği (ağ.%99,872 Ni) tespit edilmiştir. Elementel Ti tozlarının analizinde ise yalnızca Ti içeriği tespit edilmiştir (ağ. %100 Ti). Çalışmada oluşması muhtemel impürilerin önüne geçebilmek için element saflığı yüksek tozlar tercih edilmiştir.



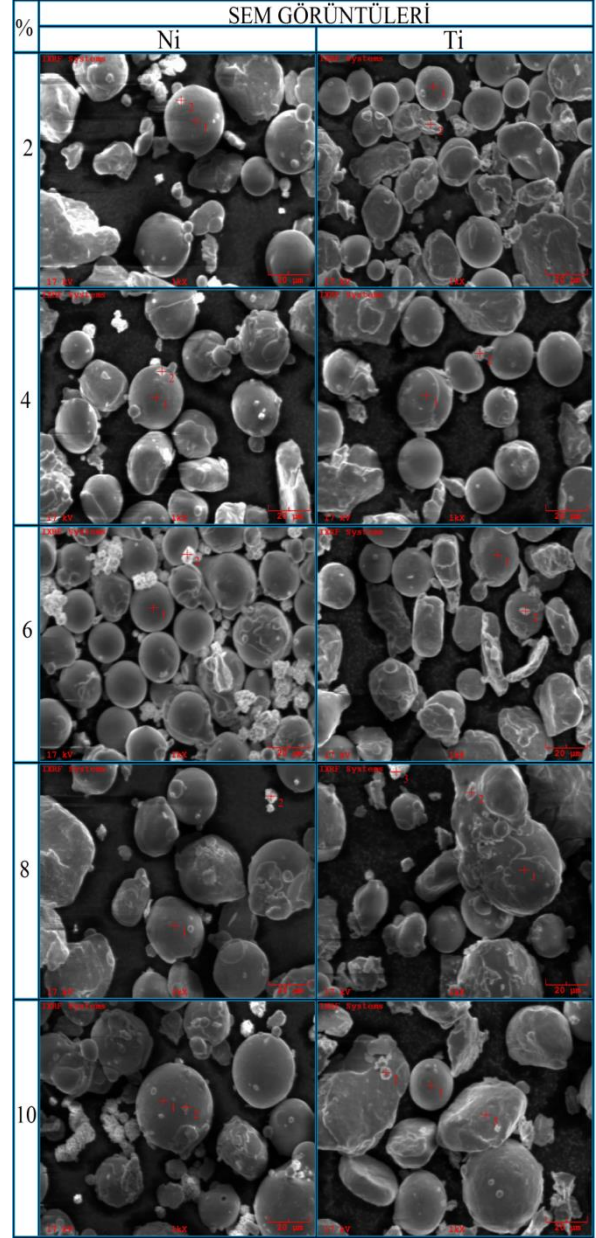
Şekil 2. Genel EDS analizleri, önalaşım NiTi tozları (a), elementel Ni tozları (b) ve elementel Ti tozları (c), (General EDS analyzes of prealloyed NiTi powders (a), elemental Ni powders (b), and elemental Ti powders (c))

NiTi içerisine ayrı ayrı ilave edilen ağırlıkça % 2, 4, 6, 8 ve 10 oranlarındaki elementel Ni ve Ti tozları, 60 dakika mekanik öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Öğütülmüş NiTi + Ni ve NiTi + Ti tozlarının SEM görüntüleri Şekil 3’te verilmiştir. Şekil 3’te artan Ni ve Ti oranına bağlı olarak mikroyapısal değişimler görülmektedir. Ni ve Ti tozlarının elementel şekilde bulunmaları nedeniyle, söz konusu tozların önalaşım NiTi tozlarının etrafını kaplama eğilimi görülmüştür. Öğütme işleminde, artan Ni ve Ti oranına bağlı olarak, NiTi tozlarının etrafındaki kaplama kalınlığının arttığı gözlemlenmiştir. Fakat, önalaşım NiTi tozlarının yüzeyinin elementel Ni tozları tarafından daha homojen bir şekilde kaplandığı tespit edilmiştir. Buna neden olarak, Ni’in yüzey merkezli kübik (YMK) yapıya [32] ve Ti’nin ise hegzagonal sıkı paket (HSP) yapıya [33] sahip olması söylenebilir. Elementel tozların sahip oldukları kafes yapıları malzeme şekillendirilebilirliklerini de doğrudan etkilemiştir. Ti tozlarının sahip olduğu HSP yapısı nedeniyle düşük süneklik özelliğine sahiptir. HSP metal sistemindeki bu düşük sünekliğin kaynağı ise, farklı kayma sistemlerinin yüksek anizotropik kritik çözülmüş kayma gerilmesi olarak bilinmektedir [33]. Bu sebeplerden dolayı alaşımlama işleminde, NiTi + Ni alaşım sisteminde gevrek – sünek alaşımlama sistemi etkin olurken, NiTi + Ti alaşım sisteminde ise gevrek – gevrek alaşımlama sisteminin etkin olduğu görülmüştür.



Şekil 3. NiTi + Ni ve NiTi + Ti tozlarının 60 dakika öğütme sonrası SEM görüntüleri (SEM images of NiTi + Ni and NiTi + Ti powders after milled for 60 minutes)

Şekil 4. Mekanik öğütülmüş NiTi + Ni / Ti



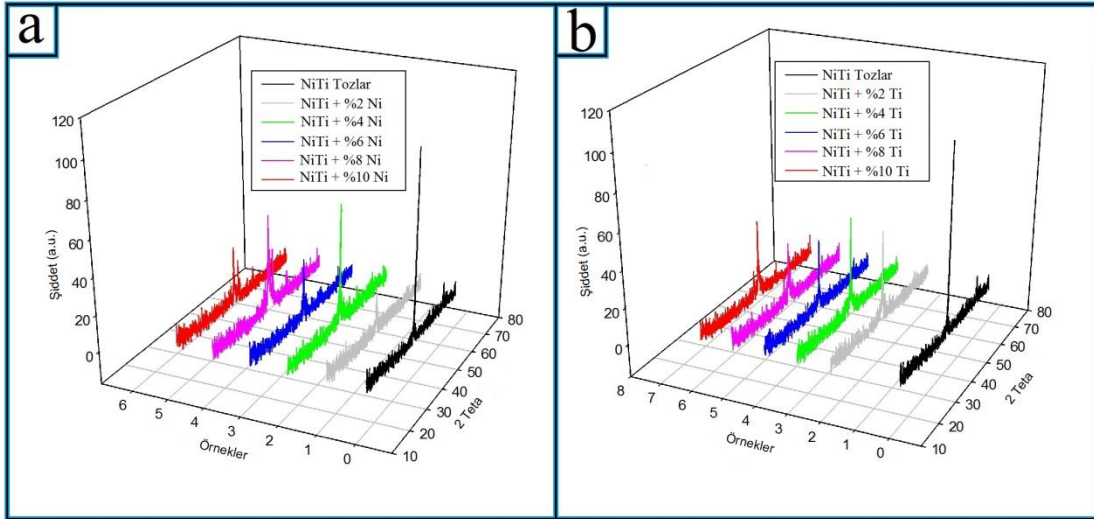
tozlarının SEM görüntüleri (SEM images of mechanically milled NiTi + Ni / Ti powders)

60 dakika süreyle öğütülen NiTi + ağırlıkça % 2, 4, 6, 8 ve 10 oranlarındaki elementel Ni ve Ti tozlarının SEM görüntüleri Şekil 4'te verilmiştir. Görüntüler üzerinden alınan elementel Ni ve Ti oranlarının noktasal ve genel EDS analiz sonuçları ise Şekil 5'te verilmiştir. Noktasal analizler, öğütülmüş tozlar üzerinden alınan analizler olup, sadece Ni ve Ti pikleri tespit edilmiş, bu yüzden analiz sonuçlarında yalnızca Ni ve Ti oranları elementel olarak verilmiştir. Genel EDS analizlerinde ise Ni ve Ti elementleri ile birlikte C ve O gibi elementlere de rastlanılmıştır. Buna, tozların üzerine yapıştırıldığı karbon bantın sebep olduğu söylenebilir. Şekil 3 ve 4'teki SEM görüntülerinde elementel Ni ve Ti tozlarının 60 dakika öğütme işlemi ile birlikte önalaşımli NiTi tozlarının yüzeylerini kapladığı görülmüştür. Öğütme işleminde ilave edilen Ni ve Ti toz oranlarının artması ile birlikte, NiTi üzerinden alınan Genel EDS analizlerinde (Şekil 5) Ni ve Ti oranlarının da arttığı tespit edilmiştir.

SEM Görüntüsü Üzerinden Alınan EDS Analizleri											
%2				%4				%6			
Ni		Ti		Ni		Ti		Ni		Ti	
El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 367.22 21.450 55.388 wt% Ni Ka 119.04 12.212 44.612 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 911.81 19.187 46.818 wt% Ni Ka 417.42 12.982 53.182 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 299.30 15.083 50.185 wt% Ni Ka 119.68 10.043 49.815 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 911.81 19.187 46.818 wt% Ni Ka 417.42 12.982 53.182 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 1185.25 28.799 47.705 wt% Ni Ka 523.57 19.141 52.295 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 955.29 44.492 48.279 wt% Ni Ka 412.36 29.232 51.721 wt% Total 100.000 wt%						
kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 3.2	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 9.9	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 4.7	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 9.9	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 5.7	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 1.9						
El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 349.59 11.820 48.925 wt% Ni Ka 147.04 7.666 51.075 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 1,584.97 25.177 87.512 wt% Ni Ka 89.82 5.995 12.488 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 236.56 9.725 49.579 wt% Ni Ka 96.92 6.225 50.421 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 1,584.97 25.177 87.512 wt% Ni Ka 89.82 5.995 12.488 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 97.55 6.246 3.979 wt% Ni Ka 898.43 10.954 96.021 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 1,846.95 27.175 93.134 wt% Ni Ka 53.94 4.444 0.866 wt% Total 100.000 wt%						
kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0						
El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg C Ka 15.59 4.942 21.493 wt% O Ka 5.06 2.473 7.085 wt% Ti Ka 174.81 15.720 33.818 wt% Ni Ka 77.74 10.483 37.603 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg C Ka 46.17 7.776 25.370 wt% O Ka 4.22 2.351 2.867 wt% Ti Ka 431.45 23.769 36.827 wt% Ni Ka 163.65 14.439 34.927 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg C Ka 9.77 3.787 17.673 wt% O Ka 1.83 1.637 2.943 wt% Ti Ka 131.71 13.908 31.539 wt% Ni Ka 79.95 10.836 47.844 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg C Ka 46.17 7.776 25.370 wt% O Ka 4.22 2.351 2.867 wt% Ti Ka 431.45 23.769 36.827 wt% Ni Ka 163.65 14.439 34.927 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg C Ka 0.17 0.316 0.081 wt% O Ka 0.57 0.578 0.203 wt% Ti Ka 743.90 20.911 40.026 wt% Ni Ka 445.29 16.211 59.600 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg C Ka 52.13 5.432 14.085 wt% O Ka 2.50 1.715 1.672 wt% Ti Ka 574.10 25.363 46.091 wt% Ni Ka 190.55 14.938 38.152 wt% Total 100.000 wt%						
kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 2.8	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 3.1	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 2.7	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 3.1	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 6.8	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 3.4						
Genel		Genel		Genel		Genel		Genel		Genel	
%8				%10							
Ni		Ti		Ni		Ti					
El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 167.65 8.188 47.181 wt% Ni Ka 75.63 5.500 50.819 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 493.61 15.811 46.810 wt% Ni Ka 226.03 10.099 53.190 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 160.67 8.014 45.906 wt% Ni Ka 76.31 5.522 54.094 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 906.02 20.861 48.719 wt% Ni Ka 384.25 13.650 51.281 wt% Total 100.000 wt%								
kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0								
El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 6.37 1.998 6.601 wt% Ni Ka 34.93 3.737 93.399 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 166.39 8.153 47.180 wt% Ni Ka 74.94 5.474 52.812 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 2,205.22 45.955 96.650 wt% Ni Ka 30.22 5.380 3.350 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 2,205.22 45.955 96.650 wt% Ni Ka 30.22 5.380 3.350 wt% Total 100.000 wt%								
kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 7.8	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 4.2								
El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 66.55 5.158 13.575 wt% Ni Ka 167.73 8.188 86.425 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 493.61 15.811 46.810 wt% Ni Ka 226.03 10.099 53.190 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 160.67 8.014 45.906 wt% Ni Ka 76.31 5.522 54.094 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg Ti Ka 1,075.08 20.736 47.340 wt% Ni Ka 481.88 13.983 52.660 wt% Total 100.000 wt%								
kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0								
El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg C Ka 0.88 1.559 20.022 wt% O Ka 0.76 0.552 2.351 wt% Ti Ka 70.89 5.319 31.636 wt% Ni Ka 41.17 4.836 45.992 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg C Ka 43.19 5.965 30.441 wt% O Ka 2.29 1.136 1.771 wt% Ti Ka 494.88 16.692 41.912 wt% Ni Ka 122.04 8.289 35.777 wt% Total 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg C Ka 0.88 0.715 2.402 wt% O Ka 74.69 6.595 29.630 wt% Ti Ka 44.64 5.101 44.290 wt% Ni Ka 100.000 wt%	El. Line Intensity Error Conc (cps) 2-mg C Ka 42.21 4.109 17.651 wt% O Ka 5.02 1.417 2.630 wt% Ti Ka 709.39 16.842 44.388 wt% Ni Ka 228.16 9.510 35.331 wt% Total 100.000 wt%								
kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 7.1	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 6.9	kV 17.0 Takeoff Angle 35.0° Elapsed Lifetime 10.0								
Genel		Genel		Genel		Genel					

Şekil 5. Şekil 4'teki SEM görüntüsü üzerinden alınmış EDS analizleri (EDS analyzes taken from the SEM images of Figure 4)

Şekil 6.a'da önalışimli NiTi tozları ve mekanik alaşımlanmış NiTi + Ni (ağ. %2, 4, 6, 8, 10) tozlarının, Şekil 6.b'de ise önalışimli NiTi tozları ve mekanik alaşımlanmış NiTi + Ti (ağ. %2, 4, 6, 8, 10) tozlarının XRD analiz sonuçları görülmektedir. Şekil 6.a ve b'de, NiTi alaşımı içerisindeki Ni ve Ti içeriğinin artışına bağlı olarak, farklı pik şiddetlerinin oluştuğu ve NiTi alaşımına ait pik şiddetinin azaldığı görülmüştür. Pik şiddetlerinde oluşan bu farklılıklar; üretim koşulları ve Ni-Ti gibi farklı alaşım elementleri ilavesinin etkisi[34,35] ile birlikte amorf faz yapısının oluşmaya başladığını göstermektedir. Ni veya Ti ilavesine bağlı olarak önalışimli NiTi tozlarında elde edilen östenit fazına ait B₂ pikinin, ilave edilen Ni/Ti oranına bağlı olarak kaybolmaya başladığı tespit edilmiştir. NiTi fazına ait 42,1° ana pikin, diğer pikler ve amorf piklerin artması ile birlikte şiddeti azalmaktadır [24]. Şekil 6.a ve b incelendiğinde %10 Ni ilavesi ile birlikte B₂ pik şiddetinin çok daha düştüğü görülebilmektedir. Bunun nedeni ise elemental Ni tozlarının YMK yapıya sahip olması nedeniyle sağladığı eşsiz şekillendirilebilirlik etkisidir [36]. Böylece mekanik öğütme ile birlikte amorf yapıya geçme eğilimi daha kolay olabilmektedir.



Şekil 6. Öğütme işlemine tabi tutulan tozların XRD analizleri a) NiTi + Ni ve b) NiTi + Ti
(XRD analyzes of the milled powders a) NiTi + Ni and b) NiTi + Ti)

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulan önalaşımli NiTi tozları ve ağ. %2, 4, 6, 8, 10 oranlarında elementel Ni ve Ti tozlarının, öğütme işlemine bağlı olarak özelliklerinin incelenmesi ile aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

- Çalışmada NiTi + Ni karışım sistemine uygulanan mekanik öğütme esnasında gevrek – sünek davranış görülürken, NiTi + Ti karışım sistemine uygulanan mekanik öğütme esnasında gevrek – gevrek davranış görülmektedir.
- Ni tozlarının mekanik öğütme sonrası NiTi tozlarının yüzeyini Ti tozlarına oranla daha homojen ve düzgün bir şekilde kapladığı tespit edilmiştir.
- Ni tozlarının Ti tozlarına oranla NiTi tozlarının etrafını daha homojen kaplaması, Ti tozlarının HSP yapıya sahipken Ni tozlarının YMK yapıya sahip olmasından kaynaklanmaktadır. HSP yapıdaki metaller düşük sünekliğe sahiptir.
- NiTi + Ni / Ti tozlarının mekanik alaşımlama işleminde artan Ni ve Ti oranına bağlı olarak EDS analizlerinde serbest haldeki Ni ve Ti oranında artışlar gözlemlenmiştir.
- XRD analizlerinde ise, %10 Ni ilavesi ile birlikte ana NiTi pikine ait B₂ pik şiddetinin, %10 Ti ilavesine göre çok daha düştüğü görülebilmektedir. Bunun nedeni ise elementel Ni tozlarının sahip olduğu YMK yapı nedeniyle daha kolay şekillendirilebilmesi ve mekanik öğütme ile birlikte amorf yapıya daha kolay bir şekilde geçme eğilimi sergilemesidir. Bu nedenle yeni pikler meydana gelmiş ve amorf faz yapısı oluşmaya başlamıştır.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Cengiz E., Özkendir O.M., Kaya M., Tirasoglu E., Karahan I.H., Kimura S. and Hajiri T., “Alloying Effect on K-shell Fluorescence Parameters of Porous NiTi Shape Memory Alloys”, Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, 192, pp. 55–60, (2014).
- [2] Ota A., Yazaki Y., Yokoyama K. and Sakai J., “Hydrogen Absorption and Thermal Desorption Behavior of Ni-Ti Superelastic Alloy Immersed in Neutral NaCl and NaF Solutions under Applied Potential”, Materials Transactions, 50(7), pp. 1843 – 1849, (2009).
- [3] Tosun G., Ozler L., Kaya M. and Orhan N.A., “Study on Microstructure and Porosity of NiTi Alloy Implants Produced by SHS”. Journal of Alloys and Compounds, 487, pp. 605–611, (2009).

- [4] Elahinia M.H., Hashemi M., Tabesh M. and Bhaduri S.B., “Manufacturing and Processing of NiTi Implants”, *Prog. Mater Sci.*, 57, pp. 911–946. (2012).
- [5] Thier M., Hühner M., Kobus E., Drescher D. And Bourauel C., “Microstructure of As-cast NiTi Alloy”, *Materials Characterization*, 27(3), pp. 133-140, (1991).
- [6] Yokoyama K., Kaneko K. and Moriyama. “Hydrogen Embrittlement of Ni-Ti Superelastic Alloy in Fluoride Solution”, *J. Biomed. Mater. Res. A*, 65A, pp. 182–187, (2003).
- [7] Yokoyama K., Kaneko K., Moriyama K., Asaoka K., Sakai J. and Nagumo M., “Delayed Fracture of Ni-Ti Superelastic Alloys in Acidic and Neutral Fluoride Solutions”, *J. Biomed. Mater. Res. A*, 69A, pp. 105–113, (2004).
- [8] Yokoyama K., Ogawa T., Asaoka K., Sakai J. and Nagumo M., “Degradation of Tensile Strength of Ni–Ti Superelastic Alloy due to Hydrogen Absorption in Methanol Solution Containing Hydrochloric Acid”, *Mater. Sci. Eng. A*, 360, pp. 153–159, (2003).
- [9] Ogawa T., Yokoyama K., Asaoka K. and Sakai J., “Hydrogen Embrittlement of Ni–Ti Superelastic Alloy in Ethanol Solution Containing Hydrochloric Acid”, *Mater. Sci. Eng. A*, 393, pp. 239–246, (2005).
- [10] Yeh C.L. and Sung W.Y., “Synthesis of NiTi intermetallics by self-propagating combustion”, *Journal of Alloys and Compounds*, 376, pp. 79–88.
- [11] Chu C.L., Chung C.Y., Lin P.H. and Wang S.D., “Fabrication of Porous NiTi Shape Memory Alloy for Hard Tissue Implants by Combustion Synthesis”, *Materials Science and Engineering A*, 366, pp. 114–119. (2004).
- [12] Krone L., Schüller E., Bram M., Hamed O., Buchkremer H.P. and Stöver D., “Mechanical Behaviour of NiTi Parts Prepared by Powder Metallurgical Methods”, *Materials Science and Engineering A*, 378, pp. 185–190, (2004).
- [13] Biswas A., “Porous NiTi by Thermal Explosion mode of SHS: Processing, Mechanism and Generation of Single Phase Microstructure”, *Acta Materialia*, 53, pp. 1415–1425, (2005).
- [14] Shearwood C., Fu Y.Q., Yu L. and Khor K.A., “Spark Plasma Sintering of TiNi Nano Powder”, *Scripta Materialia*. 52, pp. 455–460, (2006).
- [15] Johnson W.A., Domingue J.A. and Reichman S.H., “P/M Processing and Characterization of Controlled Transformation Temperature NiTi”, *J Phys Colloques*, 43(4), pp. 285–290, (1982).
- [16] Wipf H., Dietz M., Aslanidis D., Serneels A., Moorelegem W.V., “International Conference on Shape Memory and Superelasticity Technologies”, Antwerp, Belgium, 375, (1999).
- [17] Shuilin W., Chung C.Y., Xiangmei L., Chu P.K., Ho J.P.Y., Chu C.L., Chan Y.L., Yeung K.W.K., Lu W.W., Cheung K.M.C. and Luk K.D.K., *Acta Materialia*, 55, pp. 3437–3451, (2007).
- [18] Aksöz S. and Bostan B., “Characteristic 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 : 129-142, (2014).
- [19] Suryanarayana C., “Mechanical alloying and milling”, *Prog. Mater. Sci.* 46 1–184, (2001).
- [20] Aksöz S., Özdemir A.T, Bostan B., “High Speed Milling of 2014 Aluminium Powders Together With 2% Graphite and Process in Micro-structure During Long Term Annealing After Cold Composition”, *6th International Powder Metallurgy Conference & Exhibition, Middle East Technical University Ankara, Turkey*, p. 666-670, October 05-09, (2011).

- [21] Aksöz S., Özdemir A.T, BOSTAN B., “Research on Carbon Adding in AA2014 Aluminium Alloy and Features of the Products After Mechanical Milling And Spex, 6th International Powder Metallurgy Conference & Exhibition, Middle East Technical Univesity Ankara, Turkey, p. 826-830, October 05-09, (2011).
- [22] Aksöz S., Özdemir A.T, Bostan B., “Alloyed AA2014 Aluminium Powders Synthesised With Carbon and Determined Properties” J. Fac. Eng. Arch. Gazi Univ., Vol 27., No 1, 109-115, (2012).
- [23] L.L. Ye, Z.G.Liu, K.Raviprasad, M.X. Quan, M.Umemoto and Z.Q. Hu, “Consolidation of MA Amorphous NiTi Powders by Spark Plasma Sintering”, Mater. Sci. Eng. A, 241, pp. 290 – 293, (1998).
- [24] Mousavi T., Karimzadeh F. and Abbasi M.H., “Synthesis and Characterization of Nanocrystalline NiTi Intermetallic by mechanical alloying”, Mater. Sci. Eng. A,487, pp. 46 – 51, (2008).
- [25] Jiang X., Liu Q. and Zhang L., “Electrochemical Hydrogen Storage Property of NiTi Alloys with Different Ti Content Prepared by Mechanical Alloying”, Rare Met., 30, pp. 63 – 67, (2011).
- [26] Takasaki A., “Mechanical Alloying of the Ti-Ni System”, Phys. Stat. Sol., 169A, pp. 183 – 191, (1998).
- [27] Ghadimi M., Shokuhfar A., Rostami H.R. and Ghaffari M., Effects of Milling and Annealing on Formation and Structural Characterization of Nanocrystalline Intermetallic Compounds from Ni-Ti Elemental Powders. Mater. Lett., 80, pp. 181 – 183, (2012).
- [28] Y.Terunuma, and M. Nagumo, Structural Relaxation in Amorphous Ni50Ti50 Alloy Prepared by Mechanical Alloying, Mater. Trans. e JIM, 36(7), pp. 842-847, (1995).
- [29] Y. Makifuchi, Y. Terunuma and M. Nagumo, Structural Relaxation in Amorphous Ni-Ti Alloys Prepared by Mechanical Alloying, Mater. Sci. Eng. A, pp. 226 – 228, 312 – 316, (1997).
- [30] Y.W. Gu, C.W. Goh, L.S. Goi., C.S. Lim, , A.E.W. Jarfors.B.Y. Tay and M.S. Yong, Solid State Synthesis of Nanocrystalline and/or Amorphous 50Ni-50Ti Alloy, Mater. Sci. Eng. A, 392, pp. 222 – 228, (2005).
- [31] German R.M., “Reviews in Particulate Materials”, Vol. 1, pp. 109-160, MPIF, Princeton, New Jersey, (1993).
- [32] Chen J., Xiao J., Zhang L., Du Y., “Interdiffusion in fcc Ni–X (X = Rh, Ta, W, Re and Ir) alloys”, Journal of Alloys and Compounds, 657: 457–463., (2016).
- [33] Wu H., Zhang C., Fan G., Geng L., Wang G., “Origin of reduced anisotropic deformation in hexagonal close packed Ti-Al alloy”, Materials & Design, 111: 119–125 (2016).
- [34] Aksöz S., Bostan B., Gökmeşe H., Ada H., “Fabrication and Characterization by Mechanical Alloying Technique of Prealloyed NiTi and Ni powders”, International Multidisciplinary Congres of Eurasia 2016, 11st-13th July, Ukraine, 151-157, (2016).
- [35] Aksöz S., Bostan B., Gökmeşe H., Ada H., “Characterisation Of NiTi - Ti Powders Processed By Mechanical Alloying Technique”, ICAT 2016 International Conference On Advances Technology and Science, KONYA, 1: 1200-1204, (2016).
- [36] Callister W.D., Rethwisch D.G., “Materials Science and Engineering”, 9th edition, p.258-259, ISBN: 978-1-118-31922-2, ASIA, (2011).