



Araştırma Makalesi / Research Article

# Süperelastik Nikel-Titanyum şekil hafızalı alaşımların mekanik özelliklerine yüksek sıcaklık ve yaşlandırma ısıl işleminin etkisi

## *The effect of high temperature and aging heat treatment on the mechanical properties of superelastic Nickel-Titanium shape memory alloys*

Sedat Güven<sup>1\*</sup>, Meltem Altın Karataş<sup>2</sup>, Hasan Gökkaya<sup>3</sup>, Yüksel Akınay<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Gaziantep İslam Bilim ve Teknoloji Üniversitesi, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, [sedat.guven@gibtu.edu.tr](mailto:sedat.guven@gibtu.edu.tr)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8891-5421>

<sup>2</sup> Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, [meltemaltin@ibu.edu.tr](mailto:meltemaltin@ibu.edu.tr)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1628-1316>

<sup>3</sup> Karabük Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, [hgokkaya@karabuk.edu.tr](mailto:hgokkaya@karabuk.edu.tr)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7103-0616>

<sup>4</sup> Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Maden Mühendisliği Bölümü, [yukselakinay@yyu.edu.tr](mailto:yukselakinay@yyu.edu.tr)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6171-6307>

### MAKALE BİLGİLERİ

#### Makale Geçmişi:

Geliş 29 Aralık 2021  
Revizyon 18 Ocak 2022  
Kabul 18 Şubat 2022  
Online 30 Mart 2021

#### Anahtar Kelimeler:

Akıllı malzemeler,  
Mekanik özellikler,  
Nikel-Titanyum (NiTi),  
Şekil Hafızalı Alaşımlar (SHA),  
Yaşlandırma

### ÖZ

Bu deneysel çalışmada; yüzeyi elektro polisaj ile parlatılmış süperelastik Nikel-Titanyum (NiTi) Şekil Hafızalı Alaşım (SHA) tel numunelerin yüksek sıcaklık (130 °C) altında çekme testleri sonrası gerilme kaynaklı meydana gelen deformasyon yapıları araştırılmıştır. NiTi SHA'ların sertlik ve mukavemet değerlerini artırmak amacıyla çekme testleri öncesinde numunelere yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmış ve bu işlemin mekanik özellikler üzerinde etkisi incelenmiştir. Deneysel çalışmalarda NiTi SHA tel numuneleri çekme testleri ile tek eksen ve sabit bir hızda koparıncaya kadar çekmeye maruz bırakılmıştır. Süperelastik NiTi SHA tel numunelerin çekme testleri sonrası kırılma yüzeylerinde gerçekleştirilen deformasyon analizlerinde; çatlak oluşumları, kimyasal bileşimdeki değişimler ve mekanik özellikler incelenmiştir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi (EDX) cihazları kullanılarak deformasyon analizi yapılmıştır. Ayrıca, numunelerin deformasyon yüzeylerinde aktif faz yapısının analizi ve sertlik değerlerinin ölçümü gerçekleştirilmiştir. Faz analizlerinde, Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> ve Ti<sub>2</sub>Ni intermetalik faz yapıları gözlemlenmiştir. Mikro-Vickers sertlik deneylerinde numunelerin deformasyon yüzeylerinde sertlik değeri açısından belirgin bir fark gözlemlenmemiştir. En yüksek akma gerilmesi (361 MPa) ve çekme gerilmesi (948 MPa) değerleri; yaşlandırma işlemi uygulanmamış numunede elde edilmiştir. En düşük akma gerilmesi (232 MPa) ve çekme gerilmesi (737 MPa) değerleri ise ısıl işlem uygulanan deney numunesine ait çekme testi sonucunda tespit edilmiştir. Çekme deneyleri öncesinde çok düşük oranda mevcudiyetine rastlanılan Karbon (C) elementinin yaşlandırma ısıl işlemi ve çekme deneyleri sonrasında önemli artışlar gösterdiği tespit edilmiştir. Yaşlandırma ısıl işlemi uygulanan numunelerde faz dönüşüm sıcaklıklarının, mekanik özelliklerin ve süperelastik etkinin kimyasal bileşimdeki değişimler nedeniyle olumsuz olarak etkilendiği belirlenmiştir.

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received 29 December 2021  
Received in revised form 18 January 2022  
Accepted 18 February 2022  
Available online 30 March 2022

#### Keywords:

Smart materials,  
Mechanical properties,  
Nickel-Titanium (NiTi),  
Shape memory alloys (SMA),  
Aging

Doi: 10.24012/dumf.1038109

\* Sorumlu Yazar

### ABSTRACT

In this experimental study; After tensile tests under high temperature (130 °C) of superelastic Nickel-Titanium (NiTi) Shape Memory Alloy (SMA) wire samples, the surface of which is polished by electropolishing, the deformation structures caused by stress were investigated. In order to increase the hardness and strength values of NiTi SMAs, aging heat treatment was applied to the samples before the tensile tests and the effect of this process on the mechanical properties was investigated. In experimental studies, NiTi SMA wire samples were subjected to pull until they were plucked on a single axis and at a constant speed. In the deformation analyzes performed on the fracture surface of the superelastic NiTi SMA wire samples after the tensile tests; crack formations, changes in chemical composition and mechanical properties were investigated. The analysis of the resulting deformations was made using scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) devices. In addition, analysis of active phase structures and measurement of hardness values in the deformation surfaces of the samples were carried out. In phase analysis, Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> and Ti<sub>2</sub>Ni intermetallic phase structures were observed. In micro-Vickers hardness tests, no significant difference was observed on the deformation surfaces of the samples in terms of hardness value. The highest yield stress (361 MPa) and tensile stress (948 MPa) values; It was obtained in the sample without aging heat treatment. The lowest yield stress (232 MPa) and tensile stress (737 MPa) values were determined as a result of the tensile test of the test sample to which the heat treatment was applied. It was determined that the Carbon (C) element, which was present at a very low rate before the tensile tests, showed significant increases after the aging heat treatment and tensile tests. It was determined that the phase transformation temperatures, mechanical properties and superelastic effect were negatively affected by the changes in the chemical composition of the aging heat-treated samples.

## 1. Giriş

Günümüzde, yüksek teknoloji gerektiren uygulamalarda akıllı malzemelerin kullanımına ihtiyaç duyulmaktadır [1]. Akıllı malzemeler; gerilme, sıcaklık, elektrik ya da manyetik alanlar gibi harici olarak uygulanan uyaranlara karşı bir veya daha fazla özelliğini kontrollü bir şekilde değiştirebilecek şekilde tasarlanmış malzemelerdir [2]. Bu yönleriyle endüstrinin çeşitli alanlarında benzersiz şekil değişimi ve enerji dönüşümleri sağlayan akıllı malzemeler; piezoelektrikler, elektrostriktifler, manyetostriktifler, elektroaktif polimerler, şekil hafızalı polimerler, ŞHA ve ferromanyetik ŞHA olarak gruplandırılmaktadır [3].

ŞHA'lar, uygun ısıl ve mekanik prosedürlere maruz kaldığında önceden tanımlı şekil veya boyutuna geri dönebilen malzemelerdir [4]. Bu alaşım grubu kendi içerisinde Şekil Hafıza Etkisi (SHE) ve Süper Elastisite (SE) olmak üzere iki farklı davranış sergilemektedir [5, 6]. ŞHA'lar, otomotiv [7], havacılık ve uzay sektörü [8] ile medikal endüstrisinde [9] sıkça kullanılmakta, bununla birlikte inşaat ve giyim [10] gibi sektörlerde de son yıllarda kullanımları artmaktadır. Korozyon direnci, yorulma ömrü, biyouyumluluk, SHE, SE ve yüksek mukavemet gibi mekanik özellikleri ŞHA'ları ön plana çıkarmaktadır [11, 12].

ŞHA'larda mikroskobik seviyedeki martenzitik faz dönüşümleri, makroskobik seviyede şekil değişimiyle sonuçlanmaktadır. Martenzitik dönüşüm, östenit faz olarak adlandırılan dönüşüm öncesi kristal yapının, sıcaklık ve uygulanan gerilmenin ayrı ayrı veya birlikte etkisiyle martenzit yapıya dönüşmesi olayıdır [13]. ŞHA'ların martenzitik dönüşümleri sonucu meydana gelen deformasyonlar, atomların hareket etmesi neticesinde ikizlenme ile gerçekleşmektedir. Bu dönüşümde yüksek sıcaklıkta kararlı olan faz östenit, düşük sıcaklıkta ise martenzittir [14]. Demir-Karbon (Fe-C) alaşımlarında martenzitik faz dönüşümü soğuma hızları parametre değerlerine bağlı olarak zaman-sıcaklık dönüşüm diyagramları ile verilebilmektedir. Bunun aksine, NiTi, Bakır-Nikel-Alüminyum (CoNiAl) ve Çinko-Bakır-Alüminyum (ZnCuAl) gibi ŞHA'ların belirli kimyasal bileşimlerinde oluşan martenzitik dönüşüm tersinir bir denge fazı olarak meydana gelmektedir. Çok düşük soğuma hızlarında dahi martenzitik faz dönüşümü sonucu doğal olarak martenzitik mikroyapı oluşmaktadır. Oluşan bu martenzit yapı, termoelastik martenzit yapı adı verilmektedir [15].

Martenzitik dönüşüm birçok alaşım grubunda gerçekleşiyor olsa da NiTi alaşımları mekanik özellikleri bakımından ŞHA'ları en iyi temsil eden alaşım türüdür [16, 17]. NiTi alaşımların işlenebilirlik, yüksek sönümleme, aşınma direnci, SE ve SHE özelliklerinin diğer ŞHA'lara kıyasla daha iyi olması, bu alaşımın üstün özelliğidir [18]. NiTi alaşımlarında SE, martenzitik dönüşümlere ihtiyaç duymaksızın dönüşüm sıcaklığının üzerinde, ŞHA'ların östenitik faz yapısında gerçekleşmektedir [19, 20]. Süperelastik özellik sergileyen ŞHA'lar, sergiledikleri üstün dönüşüm davranışları ile deformasyon öncesi şekil veya boyutlarına büyük oranda geri dönüş gerektiren uygulamalara örnek malzemelerdir.

Araştırmacılar, üretim teknikleri ve ısıl işlem parametreleri üzerine araştırmalar gerçekleştirerek NiTi ŞHA'ların farklı koşullarda sergiledikleri mekanik özellikleri ve işlenebilirliği iyileştirmeye yönelik çalışmalar üzerinde yoğunlaşmaktadır. Araştırmalardan elde edilen bulgular neticesinde NiTi ŞHA'ların gündün güne kullanım alanları genişlemektedir. Diğer ŞHA'lara kıyasla üstün SHE, korozyon direnci, yorulma ömrü sergileyen ve bu nedenle endüstrinin çeşitli kollarında ticari olarak kullanımları oldukça yaygınlaşan NiTi alaşımları, işlenebilirliklerini aşırı ölçüde zorlaştıran mekanik özellikleriyle ön plana çıkmaktadır [21]. İşlenebilirliği geliştirmek, mekanik özellikleri ve faz dönüşüm sıcaklıklarını düzenlemek amacıyla araştırmacılar, üretimi tamamlanmış NiTi ŞHA'lara yaşlandırma ısıl işlemi uygulamaktadır. NiTi ŞHA'lara uygulanan yaşlandırma ısıl işlemiyle mekanik özelliklerin ve faz geçiş sıcaklıklarının önemli ölçüde düzenlenebilir olduğu ispat edilmiştir [15, 22, 23].

Bu çalışmada; ŞHA'ların kalitesini belirleyen en önemli unsurlardan biri olan kararlılık özelliğinden yola çıkılarak, östenit faz yapısında bulunan NiTi ŞHA'ların çekme testleri sonrası kırılma mekanizmaları, gerilme kaynaklı kimyasal kompozisyondaki değişimleri ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Bu doğrultuda deneysel çalışmalar, tel formunda süperelastik NiTi ŞHA numunelerin kullanımıyla gerçekleştirilmiştir. Deneysel numuneleri, 800 °C sıcaklıkta 15 dakika yaşlandırma ısıl işlemine maruz bırakılmış, ardından suda soğutulmuştur. Yaşlandırma ısıl işleminin östenit fazdaki süperelastik malzeme üzerinde etkisini belirlemek amacıyla eşit uzunluklarda hazırlanan numunelere çekme testi uygulanmıştır. Çekme testlerinde süperelastik NiTi ŞHA'lar 130 °C'de (süperelastik NiTi ŞHA'lar için "yüksek sıcaklık" fazı olarak değerlendirilen östenit faz yapısında) çekme testleri ile kopma gerçekleşinceye kadar çekme kuvvetine maruz bırakılmıştır. Çekme deneylerinin ardından numunelerin kırılma yüzeylerinden; SEM cihazı vasıtasıyla yüzey mikroyapı görüntüleri, x-ışını kırınım (XRD) analizleri ile aktif faz yapıları ve Vickers sertlik deneyleri ile mikro sertlik ölçüm sonuçlarına ulaşılmıştır. Çekme testi deneyleri öncesinde ve sonrasında numunelere ait kimyasal kompozisyon EDX cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Çalışma, süperelastik NiTi ŞHA'ların östenit faz yapısında sergilediği mekanik davranışları ve yaşlandırma ısıl işleminin mekanik özelliklere etkisini incelemek üzere gerçekleştirilmiştir. Östenit faz sıcaklığında çekme testlerine maruz bırakılan numunelerin mekanik özelliklerinde yaşlandırma ısıl işleminin de etkisiyle meydana gelen değişimlerin tespiti sağlanmıştır. Özellikle östenit faz yapısında kullanılması planlanan NiTi ŞHA'ların mekanik özellikleri, deformasyon gerçekleşen bölgede oluşan yapılar ve yaşlandırma ısıl işleminin mekanik özellikler üzerindeki etkileri üzerine önemli sonuçlar elde edilmiştir. Elde edilen mikro yapı görüntülerinin, kimyasal kompozisyon değerlerinin, faz yapılarının ve sertlik değerlerinin literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. İş parçası malzemesi

Bu çalışmada; deneysel numunesi olarak havacılık, uzay ve medikal endüstrilerinde yaygın ticari kullanıma sahip süperelastik NiTi ŞHA tel malzeme kullanılmıştır. Temini

sağlanan NiTi ŞHA tel 2 mm çap ölçüsünde olup, genel görüntüsü Şekil 1’de verilmiştir. Süperelastik NiTi ŞHA tel numunenin kimyasal kompozisyonunu belirlemek için EDX element analizi gerçekleştirilmiş olup; kimyasal bileşiminde ağırlıkça %55,92 Ni, %44 Ti, %0015 Fe ve %0.008 C tespit edilmiştir. NiTi ŞHA tel üretimi sonrasında, korozyon dayanımını artırmak ve yüzey yapısını iyileştirmek amacıyla elektro polisaj ile yüzeyler parlatılmıştır [24].



Şekil 1. Süperelastik NiTi ŞHA tel malzeme.

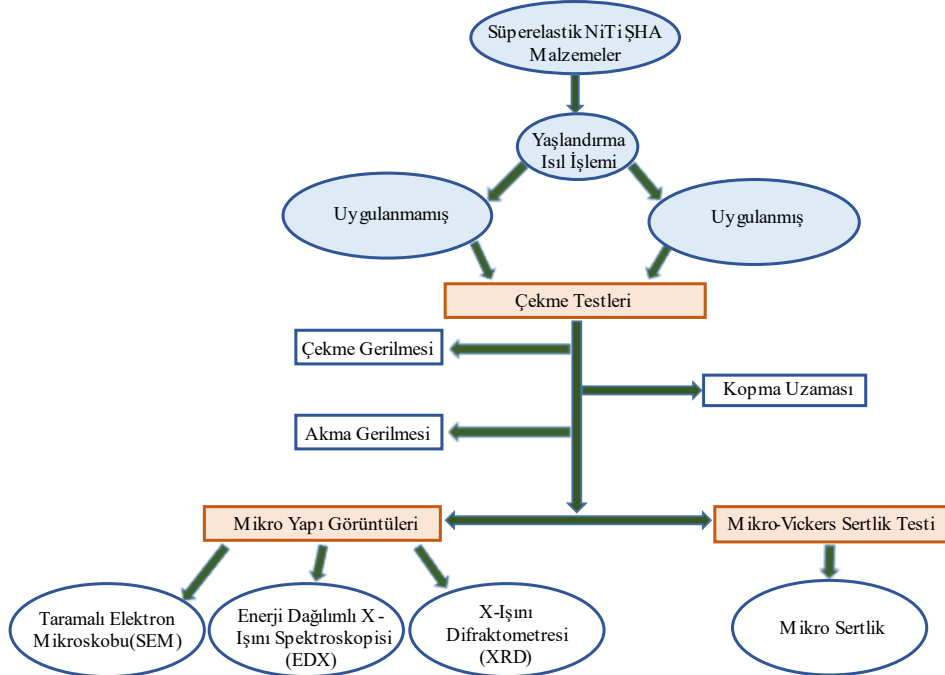
## 2.2. Metot

Deneylerde kullanılmak üzere eşit uzunluk (100 mm) ve çap ölçüsüne (2 mm) sahip süperelastik NiTi ŞHA tel numuneler hazırlanmıştır. Süperelastik NiTi ŞHA’lara yaşlandırma ısıl işlemi etkisinin incelenmesi amacıyla 3 adet deney numunesi (M2), 800 °C sıcaklıkta 15 dakika yaşlandırma ısıl işlemine maruz bırakılmış, ardından suda soğutulmuştur. Numunelere uygulanan yaşlandırma ısıl işlemi Protherm marka ısıl işlem cihazında gerçekleştirilmiştir. Diğer deney numuneleri (M1) ise herhangi bir ısıl işleme maruz bırakılmamıştır. Yaşlandırma ısıl işlemi sonrası kimyasal kompozisyonda meydana gelen değişimlerin tespiti için EDX analizi yapılmıştır. Çalışmada, östenit faz yapısındaki özellikler değerlendirilmek istendiğinden süperelastik NiTi ŞHA’lar için yüksek kabul edilebilecek bir sıcaklık değerinde (130 °C) çekme testi deneylerinin gerçekleştirilmesi planlanmıştır.

Oda sıcaklığının üzerinde östenit faza geçişin söz konusu olduğu süperelastik NiTi ŞHA numunelerin belirlenen çekme testi sıcaklığında kararlı bir yapıda olması sağlanmıştır. Çekme testi sırasında ölçülen 130 °C sıcaklık değeri, parçaya yakın bir bölgeden (çevresel) elde edilmiştir. Deney numunelerinin yaşlandırma ısıl işleminin etkisiyle sergilediği mekanik özellikleri incelenmiş, sertlik değerleri ölçülmüş ve mikro yapı görüntüleri alınmıştır. Deneylere ait işlem basamakları Şekil 2’de şematik olarak verilmiştir.

Süperelastik NiTi ŞHA’ların mekanik özelliklerinde ve faz dönüşüm sıcaklıklarında gerilme kaynaklı meydana gelebilecek deformasyon oluşumlarının incelenebilmesi için uygulanan çekme testi deneyleri; 130 °C sıcaklık değerinde, sabit çekme hızında (5 mm/dak), MTS marka 100 kN servohidrolik dinamik test cihazında gerçekleştirilmiştir. Çekme testi deneyleri 3 tekrarlı olmak üzere gerçekleştirilmiş ve elde edilen akma gerilmesi, çekme gerilmesi ve kopma uzaması değerlerinin aritmetik ortalamaları alınarak mekanik özellik verileri ile gerilim-gerinim grafiği elde edilmiştir.

Yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmış/uygulanmamış süperelastik NiTi ŞHA tel numunelerin yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilen çekme testi deneyleri sonrasında kırılma mekanizmasının incelenmesi, kimyasal kompozisyonda meydana gelebilecek muhtemel değişikliklerin gözlenmesi için gerilmeden etkilenen kopma bölgelerinin görüntüleri alınmıştır. Kopma bölgelerinden elde edilen görüntüler TESCAN marka SEM cihazında elde edilmiştir. Çekme testi deneyleri ile kopma gerçekleşinceye kadar çekme kuvvetine maruz kalan numunelerde kırılma bölgelerinin element tanımlaması ve dağılımı analizi de TESCAN marka EDX cihazında gerçekleştirilmiştir. Numunelerdeki aktif faz yapılarını incelemek amacıyla Bruker marka XRD cihazı, sertlik değerlerinin ölçümü için ise QNESS marka cihaz kullanılmıştır.



Şekil 2. Deneylere ait işlem basamaklarının şematik gösterimi.

Tablo 1. NiTi ŞHA tel numunelerden çekme testleri sonrası elde edilen akma ve çekme gerilmesi ile kopma uzaması değerleri.

Yaşlandırma Isıl İşlemi	Numuneler	Uygulanan Maksimum Yük (kN)	Çekme Gerilmesi (MPa)	Akma Gerilmesi (MPa)	Kopma Uzaması (%)
Uygulanmamış	M1	2.979	948.2	361.7	36.8
Uygulanmış	M2	2.316	737.3	232.6	64.4

### 3. Bulgular ve Tartışma

#### 3.1. Çekme ve Sertlik Testleri

Her biri eşit uzunluk (100 mm) ve çap ölçüsüne (2 mm) sahip yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmış/uygulanmamış (her birinden 3'er adet olmak üzere toplam 6 adet) numunelerin çekme testi deneyleri yapılmıştır. Elde edilen akma ve çekme gerilmesi ile kopma uzaması değerlerinin aritmetik ortalamaları alınarak Tablo 1'de yer alan veriler elde edilmiştir.

Çekme testi sonuçları incelendiğinde; M2 numunesinin çekme ve akma gerilmesi değerleri, M1 numunesine ait deney verileri ile kıyaslandığında daha düşük değerlerde elde edilmiştir. En yüksek akma gerilmesi (361.721 MPa) ve çekme (948.2 MPa) gerilmesi değerleri; M1 numunesinde elde edilmiştir. En düşük akma gerilmesi (232.617 MPa) ve çekme gerilmesi (737.3 MPa) değeri ise M2 numunesinin çekme testi deneyleri sonucunda tespit edilmiştir.

Yüksek sıcaklıklarda çekme testi deneyi gerçekleştirilen süperelastik NiTi ŞHA tel numunelerde östenit fazına tam dönüşüm gerçekleşmektedir. Süperelastik NiTi ŞHA'ların östenit faz yapısında akma gerilmesi değerlerinin yüksek olduğu (~535 MPa) bilinmektedir [25, 26]. Fakat, elde edilen deney sonuçları incelendiğinde, M2 numunesinde ölçülen akma gerilmesi (232.6 MPa) değerinin düşük değerde elde edildiği tespit edilmiştir. Akma gerilmesindeki düşüşün nedenini araştırmak için yaşlandırma ısıl işleminin uygulandığı numuneye ait kopma bölgesi SEM görüntüleri alınmış, EDX analizleri yapılmıştır. Kopma bölgesinden alınan EDX analizlerinde, yaşlandırma ısıl işlemi sonrası ölçülen Ni ve C oranlarına kıyasla önemli bir artış (sırasıyla %7 ve %79) gözlenmiş, Ti oranının ise düşüş gösterdiği (%41) belirlenmiştir (Tablo 2). Deney numunelerine ait yüzeylerden alınan EDX analizi verilerinin homojen bir dağılıma sahip olmaması nedeniyle numunelerin yüzeyi

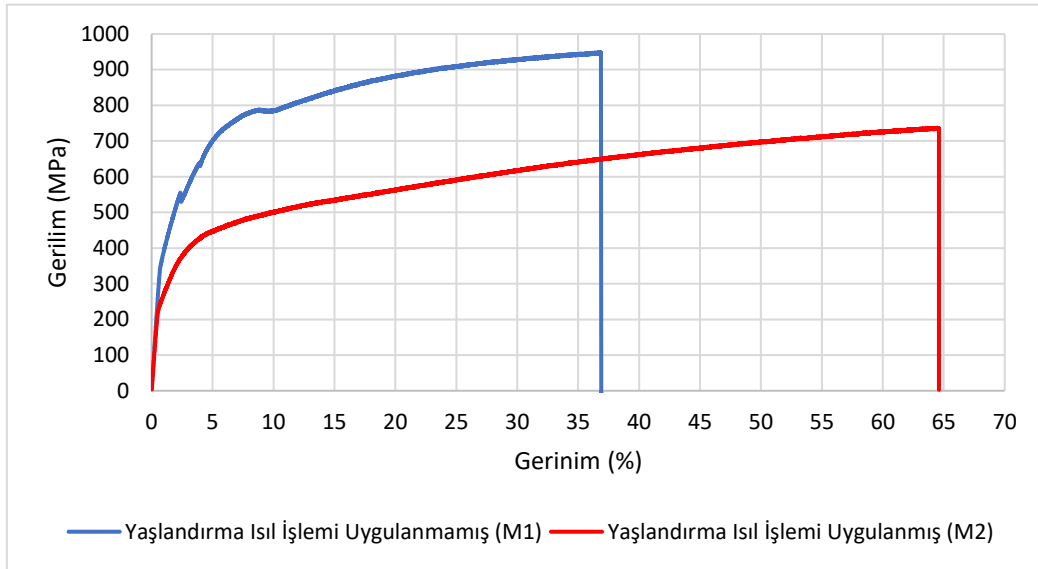
parlatma işlemine tabi tutulmuştur. Parlatma işlemi sonrası yapılan EDX analizinde, numunelerin herhangi bir deneye tabi tutulmamış hali olan yaşlandırma ısıl işlemi öncesi kimyasal kompozisyonuna kıyasla Ni ve Ti oranlarında düşüş (sırasıyla %6,8 ve %6,52), C değerinde ise artış olduğu (%6,8) gözlemlenmiştir.

Parlatma işlemi sonrası kimyasal kompozisyon oranında tespit edilen önemli değişimlerin; numune yüzeyinde Ti ve C atomlarının belirgin bir afiniteye sahip olmasından [27], yaşlandırma ısıl işlemi ile çevresel etkenlerden kaynaklandığı [28] düşünülmektedir. ŞHA'ların Ni oranındaki %1 değişim dahi alaşımın özelliklerini etkilemekte, numunedeki düşük Ni faz dönüşüm sıcaklığını önemli ölçüde arttırmakta ve östenitik durumda akma dayanımını azaltmaktadır [29]. C gibi safsızlıklar, faz dönüşüm sıcaklığını değiştirdiği ve mekanik özellikleri zayıflattığı için NiTi alaşımları içerisinde bulunması istenmemektedir. Çekme testi deneyleri sonucunda elde edilen akma ve çekme gerilmelerindeki düşüşün, Ni ve Ti oranındaki önemli düşüş ve C oranındaki artışa bağlı olarak mekanik özelliklerde meydana gelen tahribattan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Deney numunelerine ait gerilim-gerinim grafiği Şekil 3'te verilmiştir. Gerilim-gerinim grafiği incelendiğinde; M1 numunesinin kopma uzaması değeri %36,8 ölçülürken, M2 numunesinde kopma uzaması değeri %64,4 olarak tespit edilmiştir. M1 numunesinin kopma uzamasının düşük değerde elde edilmesinin nedenini araştırmak için kırılma bölgelerinden SEM görüntüleri alınmıştır (Şekil 4a). Kırılma bölgesine ait SEM görüntüsü incelendiğinde, numunenin gevrek kırılma modeli sergilemiş olduğu ve kopmanın düşük plastik deformasyon sonucunda gerçekleşmesi nedeniyle kopma uzaması değerinin düşük değerde elde edildiği tespit edilmiştir [30].

Tablo 2. Deney numunelerine ait ağırlıkça EDX elementel analiz sonuçları.

Yaşlandırma Isıl İşlemi	İşlem	Ni	Ti	C
Uygulanmış (M2)	Yaşlandırma Isıl İşlemi Öncesi	55,92	44	0,008
	Yaşlandırma Isıl İşlemi Sonrası	43,18	42,26	14,56
	Çekme Testi Sonrası	46,20	24,98	26,03
	Çekme Testi Sonrası (Parlatılmış)	52,07	41,13	6,80
Uygulanmamış (M1)	Çekme Testi Öncesi	55,92	44	0,008
	Çekme Testi Sonrası	53,13	42,27	4,43
	Çekme Testi Sonrası (Parlatılmış)	53,04	41,84	5,13



Şekil 3. Deneysel numunelere ait gerilim-gerinim grafiği.

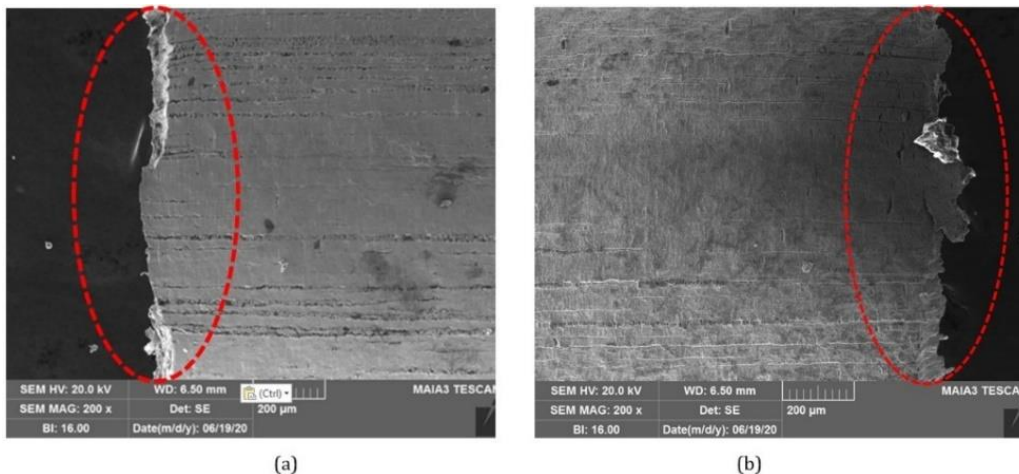
M2 numunesinin kırılma bölgesine ait SEM görüntüsü (Şekil 4b) incelendiğinde de benzer şekilde, gevrek kırılma modelinin oluştuğu ve düşük plastik deformasyon sonucunda kopmanın gerçekleştiği gözlenmiştir. Kopma uzaması değerleri karşılaştırıldığında, M2 numunesinde kopma uzaması değeri yaklaşık %75 oranında daha fazla elde edilmiştir. Genel olarak NiTi ŞHA'lara uygulanan yaşlandırma ısıl işlemlerinin gerinim değerini arttırdığı araştırmacılar tarafından belirtilmiştir [31, 32]. M2 numunesine ait EDX analizi elementel sonuçları incelendiğinde, kopma uzaması değerindeki %75 artışın yalnızca yaşlandırma ısıl işlemine atfedilemeyeceği sonucuna varılmıştır. EDX analizinde, kopmanın gerçekleştiği yüzeylerde gerilme kaynaklı C elementi oranının arttığı tespit edilmiştir. C oranındaki artış ile Ni ve Ti oranlarındaki düşüşe bağlı olarak NiTi ŞHA'ların mekanik özellikleri (kopma uzaması) olumsuz olarak etkilenmektedir [33]. NiTi alaşımlarında C varlığının mekanik özellikleri olumsuz etkilediği, dönüşüm sıcaklıklarını değiştirdiği ve sonucunda faz dönüşümlerinin gerçekleşmemesi gibi olumsuzluklara neden olduğu bilinmektedir [34]. Numuneler üzerindeki üç farklı noktada ölçülen sertlik değerleri Tablo 3'de verilmiştir. Tablo

incelendiğinde, M1 numunesinde sertlik değeri ( $344 \pm 6$  HV) M2 numunesine ( $335 \pm 6$  HV) kıyasla daha yüksek değerde ölçülmüştür. Literatürde yer alan çalışmaların ( $\sim 500$  HV) aksine deneysel numunelerde ölçülen sertlik değerleri belirgin bir düşüş sergilemiştir.

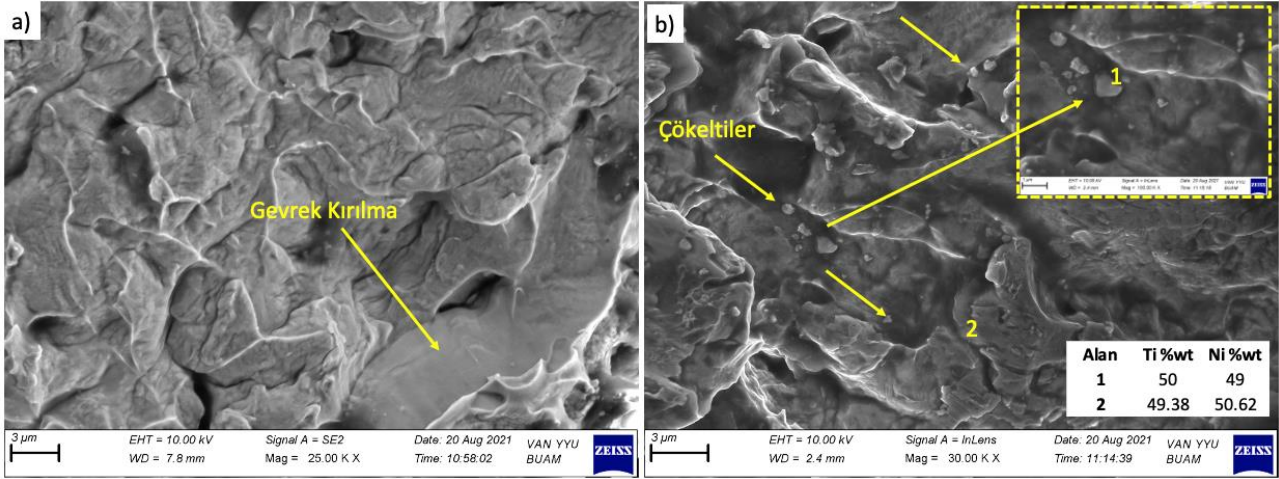
Tablo 3. Numunelere ait kırılma yüzeylerinde ölçülen sertlik değerleri.

Numuneler	HV10 Sertlik Sonuçları		
	Ölçüm 1	Ölçüm 2	Ölçüm 3
M1	350	342	339
M2	340	329	335

Numunelerde ölçülen düşük değerde sertliğin, yaşlandırma ısıl işlemi ve çekme testi deneyleri sonrası numunelerin Ni ve Ti oranlarında gerçekleşen değişimlerden kaynaklandığı düşünülmektedir. NiTi alaşımlarında maksimum sertliğe ulaşmak için %55-56 mertebesinde Ni içeriği gerekmektedir. Daha düşük ve daha yüksek Ni içeriğinde sünekliliğin artması sonucu düşük sertlik değerleri elde edilmektedir [35].



Şekil 4. Numunelere ait kırılma bölgesi SEM görüntüleri. (a) M1 numunesi (b) M2 numunesi.



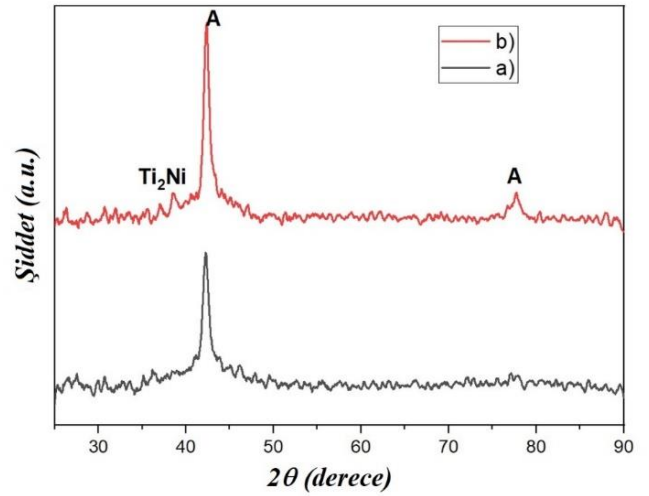
Şekil 5. Numunelerde kırılma yüzeyleri ve çökelti oluşumlarına ait SEM görüntüsü. (a) M1 numunesi (b) M2 numunesi.

### 3.2. Kırılma yüzeylerinde SEM, EDX ve XRD sonuçları

Yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmış/uygulanmamış süperelastik NiTi ŞHA tellerin yüksek sıcaklıkta sergiledikleri mekanik özellikleri incelemek amacıyla deney numunelerinin kırılma görüntüleri SEM cihazı ile görüntülenmiştir. M1 numunesine ait kırılma bölgesi SEM görüntüsü Şekil 5a'da gösterilmiştir. SEM görüntüsü incelendiğinde, plastik deformasyonun daha az olduğu ve bölgesel gevrek kırılmaların olduğu tespit edilmiştir. NiTi alaşımlarında gevrek kırılma modeli, kırılma tokluğu değeri martenzit tane yapısının genişlemesi için gerekli olan kritik gerilim yoğunluğundan daha az olan numunelerde kırılma bölgesindeki çatlak uçlarının genişlemesi sonucu meydana gelmektedir [30].

M2 numunesine ait kırılma bölgesi SEM görüntüsü Şekil 5b'de gösterilmiştir. SEM görüntüsü incelendiğinde, kırılmanın gevrek olarak gerçekleştiği ve kırılma bölgelerinde yoğun olarak kararmaların olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca, kırılma bölgesinde yaşlandırma ısıl işleminin etkisiyle  $Ni_4Ti_3$  çökelti oluşumlarının varlığı görülmüştür. Numune üzerinde iki farklı bölgeden (1 ve 2) alınan EDX analizi verileri, çökelti bölgesinde nikel oranının nispeten arttığını göstermektedir. Bu durum, Tablo 2'de yer alan EDX analizi verilerini doğrular nitelikte olup, kimyasal kompozisyonun kırılma yüzeyinde homojen bir dağılıma sahip olmadığını göstermektedir.

Yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmış ve uygulanmamış süperelastik NiTi ŞHA'ların faz yapıları XRD analizleriyle belirlenmiş ve Şekil 6'da verilmiştir. Şekil incelendiğinde, A olarak gösterilen NiTi östenit fazına ait büyük pik  $2\theta = 43,6^\circ$ 'da gözlemlenmiştir. Numunelerde NiTi fazına ek olarak  $Ti_2Ni$  intermetalik yüzey merkezli kübik yapı  $2\theta = 41,4^\circ$  ortaya çıkmıştır. NiTi alaşımlarının Ti içeriğindeki artışla  $Ti_2Ni$  ikinci fazının hacim oranı artış göstermektedir.  $Ti_2Ni$  fazının varlığı matris fazının NiTi oranını değiştirmekle birlikte faz dönüşüm sıcaklıklarında değişikliklere yol açmaktadır [36]. Faz dönüşüm sıcaklıklarında kontrolsüz gerçekleşen değişimler NiTi alaşımları diğer metallerden ayıran en belirgin özellik olan ŞHE ve SE davranışlarını olumsuz etkilemektedir.



Şekil 6. Numunelere ait kırılma yüzeylerinde XRD sonuçları. (a) M2 numunesi (b) M1 numunesi.

## 4. Sonuçlar

Bu çalışmada; yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmış/uygulanmamış, yüzeyi elektro polisaj ile parlatılmış, süperelastik özellik sergileyen NiTi ŞHA tel numunelere  $130^\circ C$  altında uygulanan çekme testi deneyleri sonrası numunelerin mekanik özelliklerindeki değişim ve kırılma bölgesinin deformasyonları araştırılmıştır. Deneysel çalışmada; süperelastik NiTi ŞHA'ların çekme testi deneyleri sonrasında kopma bölgelerinde meydana gelen deformasyon modelleri SEM, EDX ve XRD cihazları ile incelenmiş, kimyasal kompozisyondaki değişimler, kırılma modelleri, çökelti oluşumları ve mekanik özelliklerdeki meydana gelen değişimler analiz edilmiştir. Çalışmalar sonucu elde edilen bulgular;

- ✓ M2 numunesinin çekme ve akma gerilmesi değerleri, M1 numunesine kıyasla düşüş göstermiştir.
- ✓ En yüksek akma (361.721 MPa) ve çekme (948.2 MPa) gerilmesi değerleri; M1 numunesinde elde edilmiştir.
- ✓ En düşük akma gerilmesi değeri (232.617 MPa) ve çekme gerilmesi değeri (737.3 MPa) ise M2 numunesine uygulanan çekme testi deneyi sonucunda tespit edilmiştir.

- ✓ Kimyasal kompozisyonda meydana gelen değişimler incelendiğinde, yaşlandırma ısıl işlemi uygulanan numune yüzeyinde Ni ve Ti oranının belirgin bir düşüş sergilediği gözlemlenmiştir. Çekme testi sonrası yapılan ölçümlerde de düşüş eğiliminin sürdüğü, C oranında artışların olduğu tespit edilmiştir.
- ✓ M1 numunesinden alınan elementel EDX analizi verilerinde çekme testi deneyleri öncesi ve sonrasında yüzeyde ölçülen Ni değerinin maksimum %5 oranında değişiklik gösterdiği (%55,92 > %53,04 Ni) tespit edilmiştir.
- ✓ Çekme testi deneyleri öncesi numune yüzeyinde %0.008 oranında ölçülen C elementi oranı, yaşlandırma ısıl işlemi ve çekme testi deneyleri sırasında meydana gelen gerilmelerin etkisiyle önemli değişimler göstermiştir. Çekme testi deneyleri sonrasında M1 numunesinin kırılma bölgesi yüzeyinde düşük (%4,43), M2 numunesinin kırılma bölgesi yüzeyinde ise yüksek (%26,03) C elementi oranı tespit edilmiştir.
- ✓ M1 ve M2 numunelerinin çekme testi deneyleri sonucunda düşük plastik deformasyon gözlenmiş, gevrek kırılma modeli tespit edilmiştir.
- ✓ Mikro-Vickers sertlik deneylerinde numunelerin deformasyon yüzeylerinde sertlik değeri açısından belirgin bir fark gözlemlenmemiştir.
- ✓ Numunelerde NiTi fazına ek olarak Ti<sub>2</sub>Ni intermetalik yüzey merkezli kübik yapı ortaya çıkmıştır.
- ✓ M2 numunesinin kırılma yüzeylerinde Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> çökelti oluşumlarının varlığı görülmüştür.

Genel olarak; numunelere uygulanan yaşlandırma ısıl işlemi çekme ve akma gerilmesi değerlerinde belirgin bir düşüşe, kopma uzaması değerinde ise önemli artışlara neden olmuştur. Gerçekleştirilen sertlik analizlerinde, numuneler arasında sertlik değerleri açısından belirgin bir fark gözlemlenmemiştir. Yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmış numunelerde C oranı önemli ölçüde artış göstermiştir. Süperelastik NiTi ŞHA'ların kırılma yüzeylerinde yapılan XRD analizlerinde Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> ve Ti<sub>2</sub>Ni çökelti oluşumlarının varlığına rastlanmıştır. Numunelerde gözlemlenen kimyasal kompozisyondaki değişimlerin ve çökelti varlığının mekanik özellikler ile faz dönüşüm sıcaklıklarını olumsuz etkileyecek düzeyde olduğu tespit edilmiştir.

### Etik kurul onayı ve çıkar çatışması beyanı

Hazırlanan makalede etik kurul izni alınmasına gerek yoktur. Hazırlanan makalede herhangi bir kişi/kurum ile çıkar çatışması bulunmamaktadır.

### Yazar Katkıları

Gerçekleştirilen çalışmada Yazar 1 kaynak ve malzemelerin temini, veri toplama, literatür taraması, deneylerin yapılması ve elde edilen sonuçların değerlendirilmesi başlıklarında; Yazar 2, yazım ve eleştirel inceleme başlıklarında; Yazar 3 yazım denetimi, içerik ve sonuçların incelenmesi başlıklarında; Yazar 4 deneylerin yapılması ve verilerin elde edilmesi başlıklarında katkı sunmuşlardır.

### Teşekkür

Bu çalışmayı FYL-2020-2163 numaralı proje kapsamında finansal olarak destekleyen Karabük Üniversitesi Rektörlüğü'ne ve Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Yönetim Koordinatörlüğü çalışanlarına teşekkür ederiz.

### Kaynaklar

- [1] F. Calkins, J. Mabe, R. Ruggeri, "Overview of Boeing's Shape Memory Alloy based Morphing Aerostructures," in *Smart Materials, Adaptive Structures and Intelligent Systems*, vol. 43314, pp. 885-895, Jan. 2008.
- [2] W. G. Drossel, H. Kunze, A. Bucht, L. Weisheit, K. Pagel, "Smart3-Smart Materials for Smart Applications," in *Procedia CIRP*, vol. 36, pp. 211-216, 2015.
- [3] W. G. Drossel, F. Meinel, A. Bucht, H. Kunze, "Smart Materials for Smart Production-A Cross-Disciplinary Innovation Network in the Field of Smart Materials," in *Procedia Manufacturing*, vol. 21, pp. 197-204, Jan. 2018.
- [4] C. Naresh, P. Bose, C. Rao, "Shape Memory Alloys: A State of Art Review," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 149, pp. 1-13, 2016.
- [5] C. Yang, S. Abanteriba, A. Becker, "A Review of Shape Memory Alloy based Filtration Devices," in *AIP Advances*, vol. 10, no. 6, pp. 1-12, Jun. 2020.
- [6] C. Wen, X. Yu, W. Zeng, S. Zhao, L. Wang, G. Wan, S. Huang, H. Grover, Z. Chen, "Mechanical behaviors and biomedical applications of shape memory materials: A review," in *AIMS Materials Science*, vol. 5, no. 4, pp. 559-590, Jun. 2018.
- [7] A. Bellini, M. Colli, E. Dragoni, "Mechatronic Design of a Shape Memory Alloy Actuator for Automotive Tumble Flaps: A Case Study," in *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, vol. 56, no. 7, pp. 2644-2656, Apr. 2009.
- [8] D. J. Hartl, D. C. Lagoudas, "Aerospace Applications of Shape Memory Alloys," in *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering*, vol. 221, no. 4, pp. 535-552, Apr. 2007.
- [9] K. Dai, C. Q. Ning, "Shape Memory Alloys and Their Medical Applications," in *Biomechanics and Biomaterials in Orthopedics*, 2<sup>nd</sup> ed., D. G. Poutout, Ed., London, England, 2016, pp. 179-184.
- [10] C. Menna, F. Auricchio, D. Asprone, "Applications of Shape Memory Alloys in Structural Engineering," in *Shape Memory Alloy Engineering For Aerospace, Structural and Biomedical Application*, 1<sup>st</sup> ed., L. Lecce, A. Concilio, Ed., 2015, pp. 369-403.
- [11] B. Yuan, M. Zhu, C. Y. Chung, "Biomedical Porous Shape Memory Alloys For Hard-Tissue Replacement Materials," in *Materials*, vol. 11, no. 9, pp. 1-53, Sep. 2018.
- [12] G. M. Simsek, Y. K. Sayinbas, M. Uysal, G. G. Yapici, "Effect of Heat Treatment on the Corrosion-Fatigue of NiTi Shape Memory Alloy," in *AIP conference proceedings*, vol. 2146, no. 1, pp. 1-6, Aug. 2019.
- [13] M. Kaya, O. Cakmak, T. Y. Saygili, K. C. Atli, "Şekil Hafızalı Alaşımarda Martensitik Faz Dönüşümü ve Şekil Hafıza Mekanizması," in *Journal of Selcuk-Technic*, vol. 15, no. 3, pp. 157-172, Dec. 2016.
- [14] N. Babacan, I. Gunel, I. B. Ozsoy, "Martensitic Phase Transformations in CuAlNi Shape Memory Alloys," in *Advanced Materials Research*, vol. 445, pp. 1076-1081, Jan. 2012.

- [15] S. Dilibal, "Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşımların Süperelastik Davranışına Isıl İşlemin Etkisi," in *Journal of Polytechnic*, vol. 20, no. 3, pp. 623-627, Sep. 2017.
- [16] C. Velmurugan, V. Senthilkumar, S. Dinesh, D. Arulkirubakaran, "Machining of NiTi-Shape Memory Alloys-A Review," in *Machining Science and Technology*, vol. 22, no. 3, pp. 355-401, 2018.
- [17] Z. Zhu, D. Guo, J. Xu, J. Lin, J. Lei, B. Xu, X. Wu, X. Wang, "Processing Characteristics of Micro Electrical Discharge Machining for Surface Modification of TiNi Shape Memory Alloys Using a TiC Powder Dielectric," in *Micromachines*, vol. 11, no. 11, pp. 1-15, Nov. 2020.
- [18] T. Nakahata, "Industrial Processing of Titanium-Nickel (Ti-Ni) Shape Memory Alloys (SMAs) to Achieve Key Properties," in *Shape Memory and Superelastic Alloys*, K. Yamauchi, I. Ohkata, K. Tsuchiya, S. Miyazaki, Ed., Woodhead Publishing, 2011, pp. 53-62.
- [19] D. Kapoor, "Nitinol for Medical Applications: A Brief Introduction to the Properties and Processing of Nickel Titanium Shape Memory Alloys and their Use in Stents," in *Johnson Matthey Technology Review*, vol. 61, no. 1, pp. 66-76, Jan. 2017.
- [20] L. Machado, M. Savi, "Medical Applications of Shape Memory Alloys," in *Brazilian Journal of Medical and Biological Research*, vol. 36, no. 6, pp. 683-691, Jun. 2003.
- [21] A. T. Güner, C. Meran, "Ortopedik İmplantlarda Kullanılan Biyomalzemeler," in *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, vol. 26, no. 1, pp. 54-67, 2020.
- [22] T. Segreto, A. Caggiano, R. Teti, "Neuro-Fuzzy System Implementation in Multiple Sensor Monitoring for Ni-Ti Alloy Machinability Evaluation," in *Procedia CIRP*, vol. 37, pp. 193-198, Dec. 2015.
- [23] I. Kaya, E. Karaca, M. Nagasako, R. Kainuma, "Effects of Aging Temperature and Aging Time on the Mechanism of Martensitic Transformation in Nickel-Rich NiTi Shape Memory Alloys," in *Materials Characterization*, vol. 159, pp 1-8, Jan. 2020.
- [24] A. Shamimi, B. Amin-Ahmadi, A. Stebner, T. Duerig, "The Effect of Low Temperature Aging and the Evolution of R-Phase in Ni-Rich NiTi," in *Shape Memory and Superelasticity*, vol. 4, no. 4, pp. 417-427, Sep. 2018.
- [25] Xian Ocean Material Technology Co. "Nitinol Products", Available: <https://xaocean.en.alibaba.com/> (26.12.2021).
- [26] M. C. Tanzi, S. Fare, G. Candiani, "Mechanical Properties of Materials," in *Foundations of Biomaterials Engineering*, 1<sup>st</sup> ed. Academic Press, 2019, pp. 105-136.
- [27] M. Ghassemieh, M. Mostafazadeh, M. Saberdel, "Seismic Control of Concrete Shear Wall using Shape Memory Alloys," in *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, vol. 23, no. 5, pp. 535-543, Mar. 2012.
- [28] B. N. K. Reddy, "Aging Time Correlation for Near-Equiatomic Niti Thin Films Deposited through Direct Current Magnetron Sputtering," in *Results in Physics*, vol. 17, pp. 1-13, Mar. 2020.
- [29] J. C. Chekotu, R. Groarke, K. O'Toole, D. Brabazon, "Advances in Selective Laser Melting of Nitinol Shape Memory Alloy Part Production," in *Materials*, vol. 12, no. 5, pp. 1-20, Mar. 2019.
- [30] A. Akdogan, M. Nurveren, "Şekil Hafızalı Alaşımlar," in *Engineer and Machinery*, vol. 521, no. 44, pp. 35-45, 2010.
- [31] J. Luo, J. He, X. Wan, T. Dong, Y. Cui, X. Xiong, "Fracture Properties of Polycrystalline NiTi Shape Memory Alloy," in *Materials Science and Engineering: A*, vol. 653, pp. 122-128, 2016.
- [32] B. C. d. Almeida, C. N. Elias, "Influence of Heat Treatment on Color and Flexibility of Nickel-Titanium Endodontic Instruments," in *Revista Gaucha de Odontologia*, vol. 68, 2020.
- [33] P. Salvetr, J. Dlouhy, A. Skolakova, F. Prusa, P. Novak, M. Karlik, P. Hausild, "Influence of Heat Treatment on Microstructure and Properties of NiTi46 Alloy Consolidated by Spark Plasma Sintering," in *Materials*, vol. 12, no. 24, pp. 1-17, Dec. 2019.
- [34] A. Ziolkowski, "Pseudoelasticity of Shape Memory Alloys," 1<sup>st</sup> ed. Butterworth-Heinemann, 2015.
- [35] J. Frenzel, Z. Zhang, C. Somsen, K. Neuking, G. Eggeler, "Influence of Carbon on Martensitic Phase Transformations in NiTi Shape Memory Alloys," in *Acta Materialia*, vol. 55, no. 4, pp. 1331-1341, Feb. 2007.
- [36] M. Kılıç, I. Kırık, B. Kurt, N. Orhan, "Ön Isıtma Sıcaklığının Ni3Al/NiAl/NiTi Bileşiklerinden Oluşan Fonksiyonel Derecelendirilmiş Malzemenin Yapısına Etkisinin İncelenmesi," in *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, vol. 21, no. 8, pp. 358-364, May. 2015.
- [37] J. Bhagyaraj, K. V. Ramaiah, C. N. Saikrishna, S. K. Bhaumik, Gouthama. "Behavior and Effect of Ti2Ni Phase During Processing of NiTi Shape Memory Alloy Wire from Cast Ingot," in *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 581, pp. 344-351, Dec. 2013.