



POLİTEKNİK DERGİSİ

JOURNAL of POLYTECHNIC

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

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

Mekanik olarak sentezlenen NiTi + Zn tozlarının karakterizasyonu ve sinterlenebilirliğinin araştırılması

Investigation of characterization and sinterability of mechanically synthesized NiTi + Zn powders

Yazar(lar) (Author(s)): Sinan AKSÖZ¹, Bülent BOSTAN²

ORCID¹: 0000-0003-4324-5043

ORCID²: 0000-0002-6114-875X

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz (To cite to this article): Aksöz S. ve Bostan B., “Mekanik olarak sentezlenen NiTi + Zn tozlarının karakterizasyonu ve sinterlenebilirliğinin araştırılması”, *Politeknik Dergisi*, 21(2): 437-443, (2018).

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

DOI: 10.2339/politeknik.389617

Mekanik Olarak Sentezlenen NiTi + Zn Tozlarının Karakterizasyonu ve Sinterlenebilirliğinin Araştırılması

Araştırma Makalesi / Research Article

Sinan AKSÖZ^{1*}, Bülent BOSTAN²

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

²Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Gazi Üniversitesi, Türkiye

(Geliş/Received : 05.08.2017; Kabul/Accepted : 15.09.2017)

ÖZ

Bu çalışmada; önalaşım NiTi tozları ve % 2, % 4, % 6, % 8 ve % 10 Zn toz oranları kullanılarak bilyeli değirmende 60 dakika mekanik öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Öğütülen NiTi + Zn toz karışımları 750 MPa basınç altında presleme sonrası 1000°C'de 60 dakika sinterlenmiştir. Öğütülen ve presleme sonrası sinterlenen numunelere mikroyapısal değişiklikleri tespit etmek için; Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Element Dağılım Spektrometresi (EDS), Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ve X-Ray (XRD) analizleri uygulanmıştır. NiTi + Zn toz karışımlarında artan Zn oranına bağlı olarak, toz morfolojisinde değişiklikler tespit edilmiş ve özellikle % 10 Zn ilave edilen tozlarda öğütme sonrası NiTi tozlarının yüzeyini homojen bir şekilde tamamen kapladığı tespit edilmiştir.

NiTi + Zn tozlarının 1000°C'de 60 dakika sinterleme sonrası Zn'nin sıvı faz sinterlenmesi ile yapıda NiTi tozlarının arasında bir bağ oluşmuş ve böylece düşük sıcaklıklarda sinterleme işlemi gerçekleştirilebilmiştir. Ayrıca; NiTi + % 10Zn içeriği ile homojen ve pürüzsüz bir mikro yapı elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Önalaşım NiTi tozları, ŞBA, toz metalurjisi.

Investigation of Characterization and Sinterability of Mechanically Synthesized NiTi + Zn Powders

ABSTRACT

In this study; prealloyed NiTi powders and ball mills with 2%, 4%, 6%, 8% and 10% Zn powder ratios were subjected to mechanical milling for 60 minutes. The milled NiTi + Zn powder mixtures were pressed under 750 MPa pressurize and then sintered at 1000°C for 60 minutes. In order to determine the microstructural changes in the samples which were milled, pressed and then sintered samples; SEM, EDS, DSC and XRD analyses were applied, respectively. Changes in powder morphology were observed, depending of the increasing Zn content in the NiTi + Zn powder mixtures and it was determined that the powders containing 10% Zn completely covered the surface of the NiTi powders in a homogeneous manner after milling.

Zn content in the micro structure also provided the alloy to be sintered at low temperatures by completely filling the gaps and pores after the sintering process at 1000°C for 60 min. In addition, a homogenous and smooth microstructure was obtained with NiTi + 10Zn% content.

Keywords: Prealloyed NiTi powders, SMA, powder metallurgy.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Nitinol olarak adlandırılan şekil bellekli alaşımlar (ŞBA), yaklaşık olarak eşit Ni ve Ti elementlerinin kimyasal olarak bileşiminden oluşur. Eşsiz şekil bellek özelliği ve iyi sönümlenme etkisi, mükemmel bir biyouyumluluk, aşınma ve korozyon dirençleri sayesinde bu alaşımlar çok sayıda endüstriyel ve tıbbi uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadır [1-3]. Ni-Ti alaşım sisteminden oluşan ŞBA'lar genellikle döküm yöntemi kullanılarak elde edilmektedir. Ancak ergitme yöntemi ile üretilen numunelerde tatmin edici sünekliğe, kırılma direncine ve süperelastiklik gibi özelliklere

ulaşılamamaktadır [4,5]. Bu özellikleri üretim koşulları ve çevre şartlarından etkilenmektedir. NiTi alaşım sistemi ile parça üretiminde parametrelerin ve çevre koşullarının belirlenmesinde ise yapıda oluşması muhtemel hidrojen doğrudan etkilemektedir [6,7]. Bu sebeple çevre koşullarından kaynaklanan hidrojen içeriğinin giderilmesinde, yeni teknoloji ve uygulama alanlarına ihtiyaç duyulmaktadır. Bu alanlardan toz metalurjisi (TM) yöntemi ise NiTi alaşımlarının üretilmesi ve şekillendirilmesinde sağladığı farklı metot ve yöntemlerle bu alanların başında gelmektedir [8, 9]. Bilinen TM yöntemlerinden; metal enjeksiyon kalıplama, kıvılcım plazma sinterleme ve sıcak izostatik presleme gibi uygulama alanları bu yöntemlerin başında gelmektedir [9-12].

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

TM üretim yöntemlerinden mekanik alaşımlama (MA) yöntemi, hâlihazırda bulunan alaşım sistemi içerisine

farklı bir alaşım tozunun ilavesinde ve kompozisyonun değiştirilmesinde kullanılan en uygun yöntemlerin başında gelmektedir [13]. MA yöntemi NiTi ŞBA alaşım sisteminde yer alan Ni ve Ti oranlarının değiştirilmesinde ve yapıya farklı alaşım elementlerinin sentezlenmesinde sağladığı eşsiz verimliliği nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır [14-17]. Uygulanan MA ile homojen bir yapının kolaylıkla elde edilebilmesi ve istenen malzeme özellikleri açısından malzeme sentezinin kolaylığı ve üretim süreçlerinin sağladığı kolaylıklar bu tekniğin ön plana çıkmasının başlıca nedenleri arasındadır. Bu tekniğin kullanılmasıyla istenilen partikül boyutunun elde edilebilmesi, hatta nano partiküllerin üretimi sayesinde, malzemelerde benzersiz fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikler elde edilebilmektedir [18].

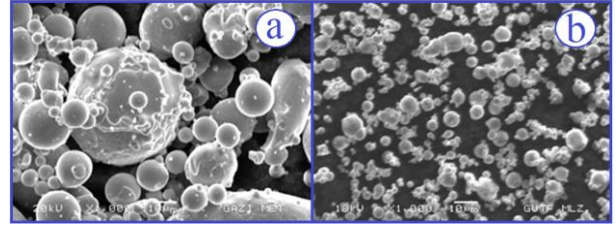
Bu çalışmada; önalışimli NiTi ŞBA tozları ve saf Zn (% 2, 4, 6, 8, 10) tozları, mekanik öğütme tekniği kullanılarak 60 dakika süre ile öğütülmüştür. Elde edilen NiTi-Zn toz karışımlarını karakterize etmek için; SEM, EDS, XRD ve DSC analizleri yapılmıştır. Çalışma ile; farklı oranlarda ilave edilen Zn içeriğinin NiTi alaşımında oluşturduğu etkiler ve NiTi alaşımının presleme ve sinterleme özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir.

2. MATERYAL VE METOD (MATERIAL AND METHOD)

Çalışmalarda başlangıç malzemesi olarak önalışimli NiTi ŞBA tozları ve saf Zn tozları kullanılmıştır. Deneylerde kullanılan NiTi tozları, Nanoval (NANOVAL GmbH & Co. KG Kienhorststraße 61-65 D-13403 Berlin) adlı şirketten önalışimli olarak temin edilmiştir. NiTi ve Zn tozlarının üretiminde gaz atomizasyon yönteminin kullanılması tozların küresel yapıya sahip olmasını sağlamıştır (Şekil 1.). Küresel yapıdaki tozlar presleme ve sinterleme aşamalarında işlem kolaylığı sağlaması açısından önemli rol oynamıştır [19, 20]. Çizelge 1, kullanılan tozların atomik ve ağırlıkça yüzdeleri göstermektedir. Çizelge 2, sırasıyla mekanik alaşımlama çalışmalarında kullanılan NiTi ve Zn tozlarının ortalama parçacık boyutlarını göstermektedir. Çizelge 2 incelendiğinde, önalışimli NiTi tozlarının boyutu 35 µm iken, Zn tozlarının boyutu 5 µm'dir.

ŞBA'nın kullanım alanları açısından faz dönüşüm sıcaklıkları ve histerisiz eğrileri önemlidir. Çalışmada, önalışimli NiTi tozlarının dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek için DSC analizi uygulanmıştır (Şekil 2).

Şekil 2'de önalışimli NiTi tozlarının DSC analizi incelendiğinde, östenit dönüşüm sıcaklığının yaklaşık -30°C'de başladığı ve +10°C'de tamamlandığı görülmektedir (Oda sıcaklığında dönüşüm tamamlanmaktadır). Bu değer çalışmanın yaklaşık oda sıcaklığında dönüşümünü tamamladığını göstermektedir.



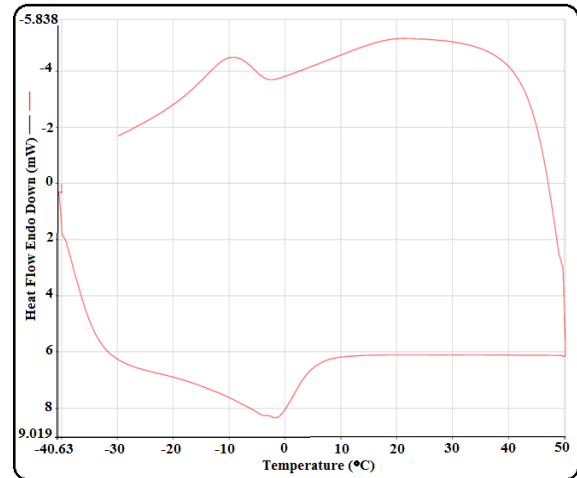
Şekil 1. a) Önalışimli NiTi ŞBA tozları ve b) saf Zn tozlarının SEM görüntüleri (SEM images of a) prealloyed NiTi powders and b) pure Zn powders)

Çizelge 1. Önalışimli NiTi tozlarının Ti ve Ni oranlarının atomik ve ağırlıkça yüzdeleri (Weight and atomic Ti and Ni % ratios of prealloyed NiTi powders)

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

Çizelge 2. Önalışimli NiTi ve Zn tozlarının ortalama tane boyut dağılımları (The average particle size distribution of prealloyed NiTi and pure Zn powders)

Tozlar	Ortalama tane boyut dağılımı (µm)
NiTi	35
Zn	5



Şekil 2. Önalışimli NiTi tozlarının DSC analizi (DSC analysis of prealloyed NiTi powders)

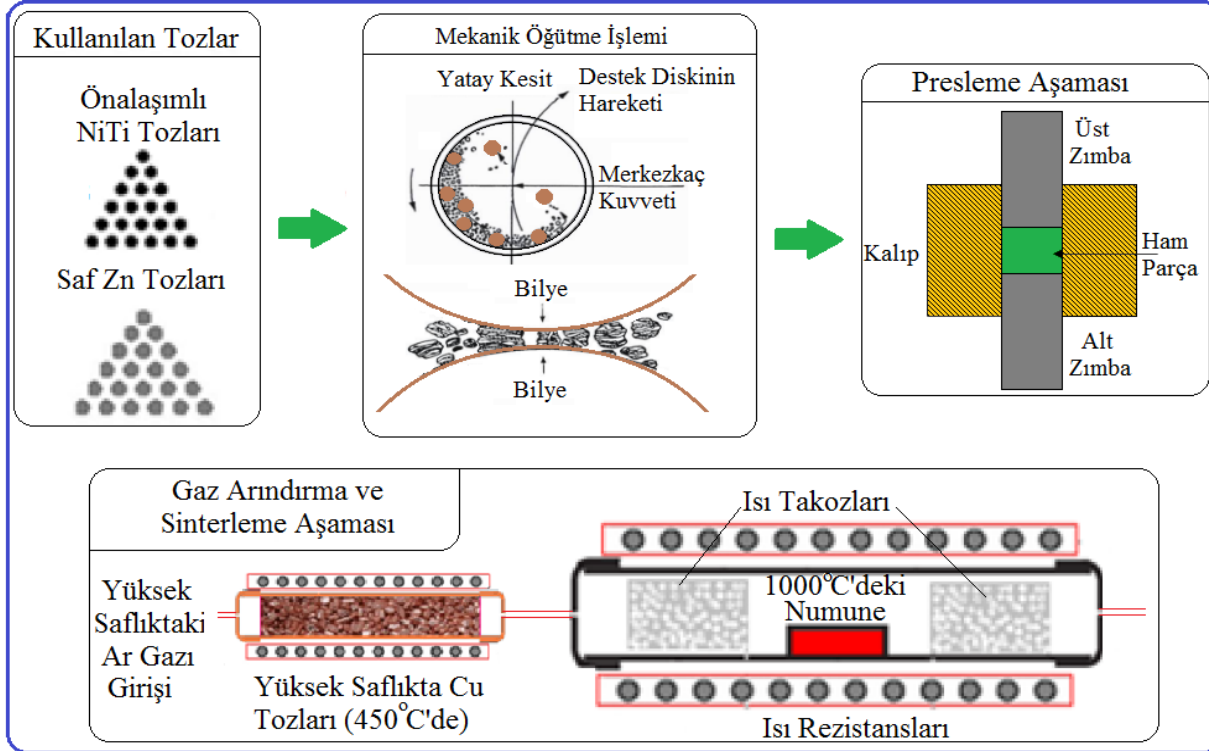
Şekil 3'te önalışimli NiTi ŞBA tozları ve Zn tozlarının mekanik olarak alaşımlanması için yapılan deneylerin şematik gösterimi yer almaktadır. Önalışimli NiTi tozları içerisine sırasıyla % 2, 4, 6, 8, 10 oranlarında saf Zn tozları ilave edilmiş ve klasik öğütme işlemleri [21], spex tipi değirmende 60 dakika süreyle gerçekleştirilmiştir. Şekil 3'te görülen sinterleme işlemi için yüksek saflıktaki argon gazı atmosferi altında (% 99,999), 1000°C sinterleme sıcaklığında 60 dakika sinterlenerek parçalar elde edilmiştir. Sinterleme işlemi esnasında Argon gazı;

safliğının korunması ve iyileştirilmesi için, 450°C'ye getirilmiş yüksek saflıktaki bakır talaşı tozu içeren fırın içinden geçirilmiştir. Sinterleme aşamasında kullanılan tüpün kuvars cam olması nedeniyle, oluşabilecek hidrojen ve oksijen gibi istenmeyen elementlerin önüne geçilebilmiştir [22]. Sinterleme aşamasında cam tüp içerisine yerleştirilen ısı takozları sayesinde, ısının bir bölgede muhafaza edilerek sinterlemenin aktif bir şekilde gerçekleşmesi sağlanmıştır. Üretilen numunelerin yoğunluk ölçümlerinin tespiti için Arşimet yoğunluk ölçümü kullanılmıştır.

3. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA (EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSION)

Şekil 4'te 60 dakika mekanik olarak öğütülen NiTi + Zn (% 2, 4, 6, 8, 10) toz karışımlarının SEM görüntüleri yer almaktadır. MA ile öğütme işleminde üç temel mekanizma etkin olup bunlar; soğuk kaynaklanma, kırılma ve dengelenme mekanizmasıdır [23].

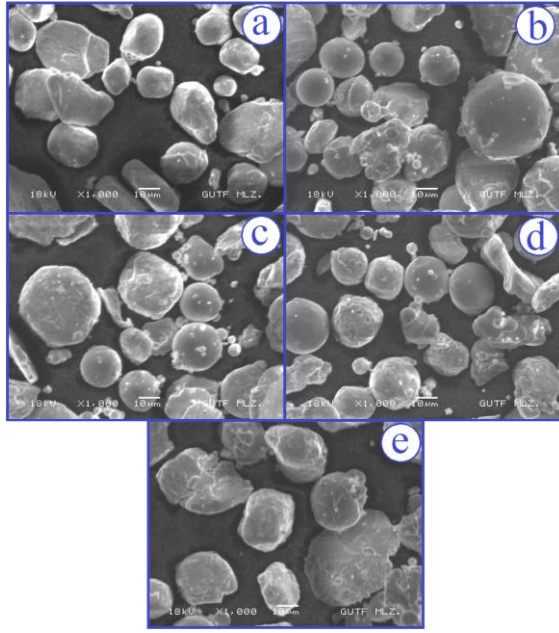
Şekil 4'te 60 dakika süreyle öğütme işlemine tabi tutulan önalaşımli NiTi + Zn (% 2, 4, 6, 8, 10) toz karışımlarının



Şekil 3. NiTi - Zn parçalarının üretiminin şematik gösterimi (The schematic diagram about fabrication of NiTi-Zn parts)

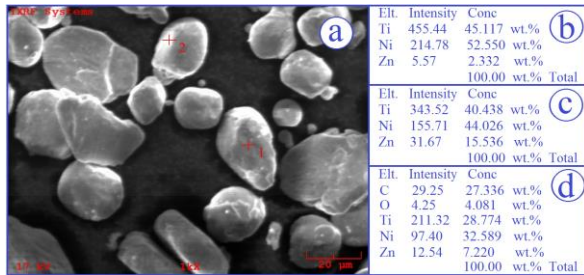
Numunelerin karakterize edilebilmesi için sinterleme işlemi öncesi ve sonrasında numunelere JEOL model JSM-6060LV Taramalı Elektron Mikroskobu ile SEM, Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS), X-ışını Kırınımı (XRD) ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizleri gerçekleştirilmiştir. DSC analizleri, her numuneden 5-10 mg alınarak ve 5°C / dak'lık bir tarama oranında gerçekleştirilerek alaşımların faz yapısı, mikroyapı dönüşümleri ve parçacık morfolojilerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. DSC analizlerinde Exstar S11 7300 model cihaz, soğutma maddesi olarak ise sıvı azot kullanılmış olup (numuneleri -40°C'ye soğutmak için), ölçümler için -40°C ile +50°C sıcaklık aralığı kullanılmıştır. XRD analizleri APD 2000 PRO XRD model Xray cihazında, 20-70° ve 2θ tarama aralığında, 0,04 adım ve bakır katot (CuKα) kullanılarak elde edilmiştir.

SEM görüntüleri incelendiğinde, NiTi alaşımının sahip olduğu yüksek sertlik nedeniyle tozlarda hafif düzleşme eğilimine sahip soğuk kaynak oluşumunun etkileri tespit edilmiştir. Bu durum NiTi + % 10Zn toz karışımında, özellikle artan Zn içeriğiyle birlikte açıkça fark edilmektedir. Şekil 4.e'deki SEM görüntüsü incelendiğinde, % 10Zn tozlarının önalaşımli NiTi tozlarının yüzeyini tamamen kapladığı görülebilmektedir. Ayrıca, % 10Zn içeriğinin NiTi yüzeylerini kaplaması ile birlikte parçacık boyutunu genişlettiği gözlenmiştir. Bu nedenle, Zn içeriği önalaşımli şekil hafıza etkisine sahip olan NiTi alaşımlarının üretim aşamasında, preslenebilirlik durumu ve sonrasındaki sinterleme işlemlerinde önemli bir rol üstlenmektedir. Malzemenin mikroyapı açısından; gözenektane etkileşimi ve yüksek yoğunluklu malzeme üretim süreçlerinde önemli bir rol üstlendiği söylenebilir.

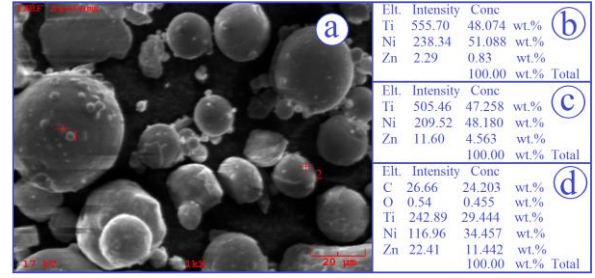


Şekil 4. NiTi – Zn tozlarının 60 dakika MA sonrası SEM görüntüleri; a) NiTi + % 2Zn, b) NiTi + % 4Zn, c) NiTi + % 6Zn, d) NiTi + % 8Zn, e) NiTi + % 10Zn, (SEM images of NiTi-Zn powders after milling for 60 min; a) NiTi + 2%Zn, b) NiTi + 4%Zn, c) NiTi + 6%Zn, d) NiTi + 8%Zn, e) NiTi + 10%Zn)

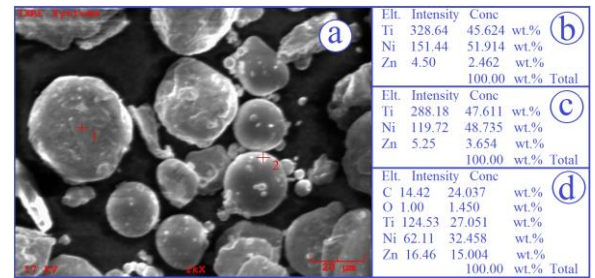
Şekil 5, 6, 7, 8 ve 9’da sırasıyla; NiTi + % 2Zn, NiTi + % 4Zn, NiTi + % 6Zn, NiTi + % 8Zn ve NiTi + % 10Zn toz karışımlarının, 60 dakika MA işlemine tabi tutulan numunelerinin SEM görüntüleri ve bu görüntüler üzerinden alınan EDS görülmektedir. Şekil 5, 6, 7, 8 ve 9’daki toz karışımlarına uygulanan EDS analizleri, farklı bölgelerdeki Ni, Ti, Zn, C ve O elementlerinin ve kompozisyonlarının dağılımını belirlemek için nokta ve genel analizleri içermektedir. NiTi + % 2Zn, NiTi + % 6Zn ve NiTi + % 8Zn (Şekil 5, 7 ve 8) EDS analizleri detaylı olarak incelendiğinde, NiTi tozlarının (parlak-beyazımsı taneler) yüzeyinde az miktarda Zn içeriği bulunduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte, NiTi + % 10Zn toz karışımlarının (Şekil 9) EDS analizleri incelendiğinde, nokta ve genel EDS analizleri ile artan Zn içeriğinin NiTi tozlarının yüzeyine konsolide olmaya başladığı tespit edilmiştir.



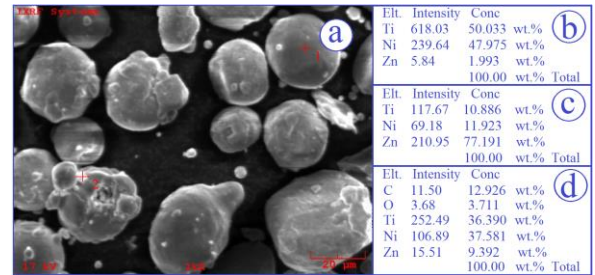
Şekil 5. NiTi tozlarına ilave edilen % 2Zn tozu ilavesi sonrası, a) SEM mikroyapı görüntüsü ve b, c, d) EDS analizleri (a) Microstructural image of SEM and b, c, d) EDS analyses of 2%Zn powder addition in NiTi powders)



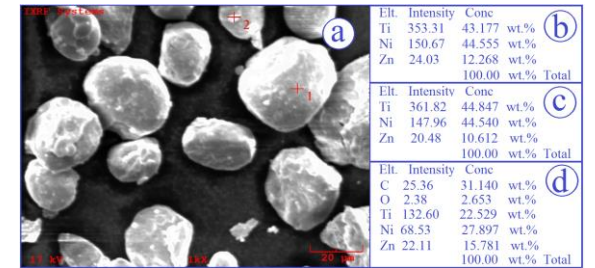
Şekil 6. NiTi tozlarına ilave edilen % 4Zn tozu ilavesi sonrası, a) mikroyapı görüntüsü ve b, c, d) EDS analizleri, (a) Microstructural image of SEM and b, c, d) EDS analyses of 4%Zn powder addition in NiTi powders)



Şekil 7. NiTi tozlarına ilave edilen % 6Zn tozu ilavesi sonrası, a) mikroyapı görüntüsü ve b, c, d) EDS analizleri, (a) Microstructural image of SEM and b, c, d) EDS analyses of 6%Zn powder addition in NiTi powders)



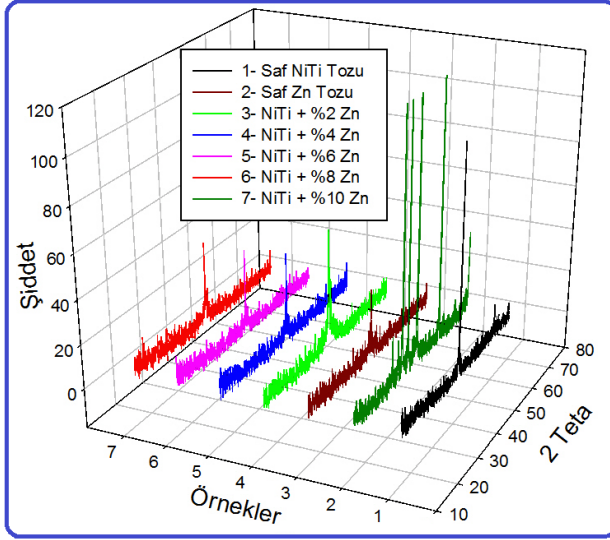
Şekil 8. NiTi tozlarına ilave edilen % 8Zn tozu ilavesi sonrası, a) mikroyapı görüntüsü ve b, c, d) EDS analizleri (a) Microstructural image of SEM and b,c, d) EDS analyses of 8%Zn powder addition in NiTi powders)



Şekil 9. NiTi tozlarına ilave edilen % 10Zn tozu ilavesi sonrası, a) mikroyapı görüntüsü ve b, c, d) EDS analizleri (a) Microstructural image of SEM and b, c, d) EDS analyses of 10%Zn powder addition in NiTi powders)

Şekil 10’da sırasıyla, önalaşım NiTi, saf Zn tozları ve 60 dakika öğütme işlemine tabi tutulan NiTi + Zn (% 2, 4, 6, 8, 10) tozlarının XRD analiz sonuçlarını yer almaktadır. Şekil

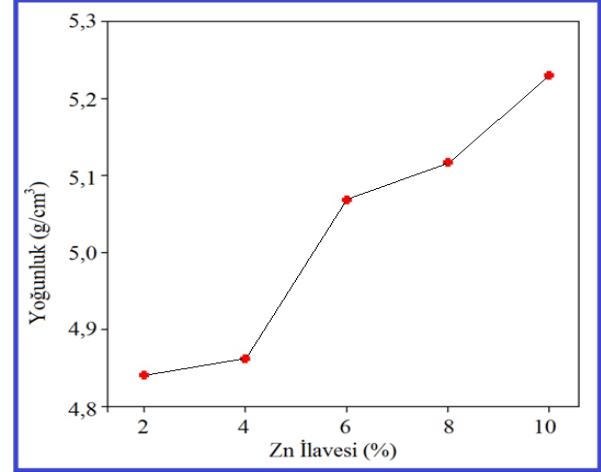
10'daki XRD analizleri detaylı olarak incelendiğinde, önalışım NiTi tozlarının B₂ ana fazına ait piklerden oluştuğu görülmektedir ($2\theta = 42.1^\circ$ ve $2\theta = 43.2^\circ$). Ayrıca Şekil 10 incelendiğinde, numune 3 ile 7 arasındaki XRD analizleri, sırasıyla 60 dakika süreyle MA prosesi sonucunda NiTi + Zn (% 2, 4, 6, 8, 10) toz karışımlarından alınan pik değerlerini göstermektedir. NiTi + Zn (% 2, 4, 6, 8, 10) toz karışımlarının XRD analiz sonuçları incelendiğinde, $2\theta = 42.1^\circ$ 'de en yüksek pik değerleri tespit edilmiştir. Öğütme sonrasında pik şiddetlerinin azalması ve genişlemesi, öğütme koşulları ve alaşım sistemine bağlı olarak amorf faz yapısının oluşmaya başladığını göstermektedir [14].



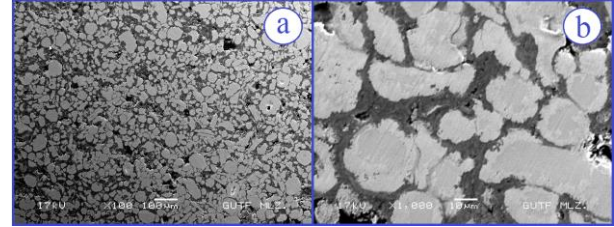
Şekil 10. Ham NiTi, Zn tozlarının ve 60 dakika öğütülen NiTi + Zn tozlarının XRD analizleri (XRD analyses of green NiTi, Zn and 60 min. milled NiTi + Zn powders)

Şekil 11'de 1000°C'de 60 dakika sinterleme işlemine tabi tutulan NiTi alaşımındaki farklı Zn içeriğinin (% 2, 4, 6, 8, 10) numune yoğunluğuna etkisi görülmektedir. NiTi içerisine ilave edilen % Zn içeriğinin yoğunluğa etkisi incelendiğinde ise, artan Zn içeriğine bağlı olarak yoğunlukta da bir artış olduğu, en yüksek yoğunluk değeri ise NiTi + % 10Zn ilavesine ait numunede yaklaşık 5.25 g/cm³ olarak tespit edilmiştir. Artan Zn içeriği ile birlikte yoğunluğun artması ise, 1000°C'de 60 dakika sinterleme süresinde Zn'nin sıvı faza geçerek sıvı faz sinterlemenin oluşturmasıdır. Sıvı faz sinterleme sayesinde Zn tozları NiTi tozlarının etrafını sarma eğilimine geçerek, gözeneksiz homojen ve pürüzsüz bir yapı elde edilmesine imkân sağlamıştır [24].

Şekil 12'de, NiTi + % 10Zn içeriğinin 1000°C'de 60 dakika sinterleme sonrası SEM görüntüleri yer almaktadır. SEM görüntüleri detaylı olarak incelendiğinde; Zn'nin NiTi tozlarının arasında oluşan sıvı faz sinterleme ile birlikte, homojen bir şekilde dağıldığı ve gözenekleri kapattığı görülebilmektedir.

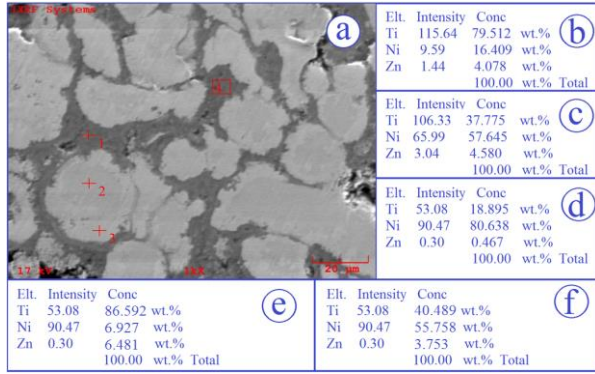


Şekil 11. 1000°C'de 60 dakika sinterlenmiş NiTi-Zn alaşım sisteminde ilave edilen Zn oranına bağlı olarak yoğunluk değişimi (Density change depending on the ratio of Zn added in NiTi-Zn alloy system which sintered for 60 minutes at 1000°C)



Şekil 12. NiTiZn alaşımının 1000°C'de 60 dakika sinterleme sonrası mikroyapı görüntüleri (Microstructure images of NiTiZn alloy after sintering at 1000°C for 60 minutes)

Şekil 12.a ve b'deki SEM görüntüleri incelendiğinde, açık ve koyu gri renkte mikro-yapısal farklılıklar olduğu görülebilmektedir. Bu farklılıklar NiTi ve Zn alaşımına ait fazları temsil etmektedir. Burada, Zn tozları oluşan sıvı faz sinterleme sayesinde, NiTi tozlarının arasındaki gözenekleri homojen bir şekilde doldurarak, NiTi + Zn sisteminin oluşmasını sağlamıştır. Bu sistem sayesinde NiTi alaşım tozlarının etrafını kapladığı ve yüksek sinterleme sıcaklık değerlerine ihtiyaç duyulan NiTi alaşımının, daha düşük sıcaklıklarda elde edilen sıvı faz sinterleme ile etkin bir sinterleme işlemi gerçekleştirildiği görülebilmektedir [25]. Böylece 60 dakika gibi kısa bir sinterleme süresinde gözenekler kapanmış ve homojen bir karışım elde edilmiştir. Burada kullanılan Zn oranının değiştirilmesi ile birlikte; NiTi alaşımındaki istenen bir durum olan gözenekli yapıların elde edilebilmesi ve gözeneklilik oranının değiştirilebilmesinde önemli bir yol kat edilmiş olacaktır [26]. Böylece implant malzeme üretim teknolojilerinde saf olarak kullanılan NiTi alaşımının [27] ve NiTi alaşımına ilave edilen diğer alaşım elementlerinin [28] etkisinin tespitinde önemli bir yer tuttuğu görülebilmektedir.



Şekil 13. NiTi - % 10Zn alaışımının 1000°C’de 60 dakika sinterleme sonrası; a) SEM görüntüsü, b, c ve d) 1. 2. ve 3. EDS nokta analizi, e) 4. EDS bölgesel analiz, f) Genel EDS analizi (a) NiTi - 10% Zn alloy after sintering at 1000°C for 60 minutes; a) SEM image, b, c and d) 1st, 2nd and 3rd EDS point analyses, e) 4th EDS regional analysis, f) General EDS analysis)

1000°C’de 60 dakika süreyle NiTi + % 10Zn toz karışımının sinterleme işleminden sonra, elemental, bölgesel ve genel olarak mikro-yapısal farklılıkların saptanması amaçlı SEM görüntüsü üzerinden EDS analizleri alınmıştır (Şekil 13). Şekil 13. a’daki sinterlenmiş NiTi + % 10Zn alaışımının EDS analizleri incelendiğinde (Şekil 13.b, c, d, e), açık renkli bölgelerin (2. ve 3. nokta analizleri) NiTi alaışımına ait bölgeyi temsil ettiği, ancak yapıda bölgesel olarak Zn’nin de olduğu görülmektedir. Bununla birlikte, koyu gri renk ve diğer nokta analizlerinde ise (1. nokta ve 4. bölge analizleri) Zn fazının element yüzdesinin arttığı tespit edilmiştir. Burada, koyu gri renkte görülen bölgelerin NiTi alaışımını çevreleyen Zn fazını temsil ettiği ve bu fazın gözenekleri homojen bir şekilde kapattığı görülebilmektedir. SEM ve EDS analizleri sonucunda, TM kullanılarak şekil hafızalı NiTi alaışımının üretimi için gözeneklilik-yapı etkileşimi açısından preslenebilirlik ve takip eden proseslerde (sinterleme vb.) Zn fazının önemli rol oynadığı görülebilmektedir.

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada, önalaşımılı NiTi ŞBA tozlarına MA yöntemiyle sırasıyla % 2, 4, 6, 8 ve 10 Zn ilavesinin ve NiTi + % 10Zn alaışımının 1000°C’de 60 dakika sinterlenmesi sonrasında sırasıyla aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

- 60 dakika mekanik öğütme ile birlikte, ilave edilen % 10 oranındaki Zn alaışımı NiTi tozlarının üzerine tamamen kaplayarak, homojen bir mikro-yapısal oluşum ortaya koymuştur.
- 60 dakika boyunca öğütülen NiTi + Zn toz karışımlarında, XRD analizlerinde B₂ fazının daha baskın olduğu belirlenmiş ve oluşan amorf fazlar nedeniyle ve pik şiddetlerinde azalma ve 2 teta mesafesinde genişleme görülmüştür.

- Sinterleme işlemi 1000°C’de 60 dakika süreyle uygulandıktan sonra; artan Zn içeriğine bağlı olarak numunelerde yoğunluk değerinin arttığı ve böylece gözenekliliğin düştüğü tespit edilmiştir.
- Artan Zn içeriği ile birlikte yoğunluğun artması, 1000°C’de ve 60 dakika sinterleme süresinde Zn’nin sıvı faza geçerek, sıvı faz sinterlemenin oluşmasına ve bu sayede NiTi tozlarının etrafını sarma eğilimine geçerek, gözeneksiz homojen ve pürüzsüz bir yapı elde edilmesine imkân sağlamıştır.
- Noktasal ve bölgesel EDS analizleri ile; artan Zn içeriğinin NiTi toz tanelerini çevrelediği ve gözenekleri yoğunlaştırma açısından doldurduğu belirlenmiş, böylece NiTi alaışımaları için düşük sinterleme sıcaklıklarının (~ 1000°C), ilave edilen alaşım elementleri ile sağlanabileceği tespit edilmiştir.

KAYNAKLAR (REFERERNCES)

- [1] Cengiz E., Ozkendir O.M., Kaya M., Tirasoglu E., Karahan I.H., Kimura S., Hajiri T., “Alloying effect on K-shell fluorescence parameters of porous NiTi shape memory alloys”, *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 192: 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 : 1843 - 1849, (2009).
- [3] Tosun G., Ozler L., Kaya M., Orhan N., “A study on microstructure and porosity of NiTi alloy implants produced by SHS”, *Journal of Alloys and Compounds*, 487 : 605–611, (2009).
- [4] Elahinia M.H., Hashemi M., Tabesh M., Bhaduri S.B., “Manufacturing and processing of NiTi Implants”, *Prog. Mater. Sci.* 57 : 911–946, (2012).
- [5] Thier M., Hühner M., Kobus E., Drescher D., Bouraue C., “Microstructure of As-cast NiTi alloy”, *Materials Characterization*, 27 :3, 133-140, (1991).
- [6] 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 : 239–246, (2005).
- [7] 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 : 153–159, (2003).
- [8] Aksöz S., “Microstructural and Mechanical Investigation of NiTi Intermetallics Produced by Hot Deformation Technique”, *Arab J Sci Eng*, 42: 2573, (2017).
- [9] Aksöz S., Bostan B., “Characteristic Properties of NiTi Shape memory Alloy Powders with Powder Injection Molding” *International Multidisciplinary Microscopy Congress. Springer Proceedings in Physics Switzerland*, 18: 129-142, (2014).
- [10] Krone L., Schüller E., Bram M., Hamed O., Buchkremer H.P., Stöver D., “Mechanical Behaviour of NiTi Parts Prepared by Powder Metallurgical Methods”, *Materials Science and Engineering A*, 378 : 185–190, (2004).

- [11] Shearwood C., Fu Y.Q., Yu L., Khor K.A., "Spark Plasma Sintering of TiNi Nano Powder", *Scripta Materialia*, 52: 455-460, (2006).
- [12] Biswas A., "Porous NiTi by Thermal Explosion mode of SHS: Processing, Mechanism and Generation of Single Phase Microstructure", *Acta Materialia*, 53 : 1415-1425, (2005).
- [13] 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).
- [14] Aksöz S., Demir Ü., Ada H., Gökmeşe H., Bostan B., "NiTi Şekil Bellekli Alaşım Tozlarına Mekanik Alaşımlama Yöntemi Kullanılarak Elementel Ni ve Ti Tozlarının İlavesinin Mikroyapısal İncelenmesi", *GU J Sci, Part C*, 5 (1): 99-106, (2017).
- [15] Mousavi T., Karimzadeh F., Abbasi M.H., "Synthesis and characterization of nanocrystalline NiTi intermetallic by mechanical alloying", *Mater. Sci. Eng. A*, 487 : 46 – 51, (2008).
- [16] Jiang X., Liu Q., Zhang L., "Electrochemical hydrogen storage property of NiTi alloys with different Ti content prepared by mechanical alloying", *Rare Met.* 30 63 – 67, (2011).
- [17] Takasaki A., "Mechanical alloying of the Ti-Ni system", *Phys. Stat. Sol.* 169A, 183 – 191, (1998).
- [18] Karolus M., Panek J., "Nanostructured Ni-Ti alloys obtained by mechanical synthesis and heat treatment", *Journal of Alloys and Compounds*, 658 : 709 – 715, (2016).
- [19] German R.M., "Sintering Science and Technology", R.M. German, G.L. Messing and R.G. Cornwall (eds.), Materials Research Laboratory, The Pennsylvania State University, University Park, PA, pp:259-264, (2000).
- [20] German R.M: "Sintering Theory and Practice", ISBN: 978-0-471-05786-4, 1-568, 21st edition, April, Wiley-Interscience, (2008).
- [21] Suryanarayana C., "Mechanical alloying and milling", *Prog. Mater. Sci.*, 46 1-184, (2001).
- [22] Nishida M., Hara T., Ohba T., Yamaguchi K., Tanaka K., and Yamauchi K., "Experimental Consideration of Multistage Martensitic Transformation and Precipitation Behavior in Aged Ni-Rich Ti-Ni Shape Memory Alloys", *Materials Transactions*, 44(12) : 2631-2636, (2003).
- [23] Karabulut, H., Çıtak, R., Çinici, H., "Effect Of Mechanical Alloying Duration On Transverse Rupture Strength of Al+10% Al₂O₃ Composites, *J. Fac. Eng. Arch. Gazi Univ.*, 28(3): 635-643, (2013).
- [24] Özer A., Tür Y.K., "Tetragonal Zirkonya Katkılı Cr₃C₂-NiCr Sermet Kompozitlerin Karakterizasyonu ve Mekanik Özellikleri", *AKU J. Sci. Eng.*, 14 : OZ5760, (375-380), (2014).
- [25] Liu B., Huang S., Humbeeck J.V., Vleugels J., "Rapid synthesis of dense NiTi alloy through spark plasma sintering of a TiH₂/Ni powder mixture", *Materials Letters*, 191 : 89-92, (2017).
- [26] Li. D.S., Zhang Y.P., Eggeler G., Zhang X.P., "High porosity and high-strength porous NiTi shape memory alloys with controllable pore characteristics", *Journal of Alloys and Compounds*, 470, L1-L5, (2009).
- [27] Zhang L., He Z.Y., Tan J., Zhang Y.Q., Stoica M., Prashanth K.G., Cordill M.J., Jiang Y.H., Zhou R., Eckert J., "Rapid fabrication of function-structure-integrated NiTi alloys: Towards a combination of excellent superelasticity and favorable bioactivity", *Intermetallics*, 82: 1-13, (2017).
- [28] Wang L., Wang C., Lu W., Zhang D., "Superelasticity of NiTi-Nb metallurgical bonding via nanoindentation observation", *Materials Letters*, 161: 255-258, (2015).