

Nikel – Titanyum Esaslı Alaşımların Ark Ergitme Yöntemiyle Üretilmesi ve Bakır Etkisinin İncelenmesi

Sefa Emre Sünbül^{1*} ve Kürşat İçin²

¹Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Gaziantep Üniversitesi, Türkiye

²Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Türkiye

*(sunbulsefa@ktu.edu.tr)

Özet – Yapılan uygun bir ısıl işlem ile gerçek şekline veya boyutuna geri dönebilme özelliğine sahip alaşımlar, şekil hatırlamalı alaşımlar olarak adlandırılır. Bu alaşımlar ısıl değişimlere duyarlı malzemelerdir. En önemli karakteristikleri, kritik dönüşüm sıcaklığının üstünde ve altında iki farklı şekil veya kristal yapıya sahip olmalarıdır. Kısmi olarak düşük sıcaklıklarda deforme edilebilen bu malzemeler, daha yüksek sıcaklıklarda deformasyon öncesi şekillerine dönebilmektedirler. Bu çalışmada NiTi şekil hatırlamalı alaşımına farklı oranlarda Cu(bakır) ilave edilerek ark ergitme cihazında su soğutmalı kalıplarda hazırlanan alaşımlarının özellikleri araştırılmıştır. Üretilen Ni55Ti45, Ni53Ti45Cu2, Ni55Ti43Cu2, Ni50i45Cu5 (%ağ.) alaşımlarının XRD (X-ışını difraktometresi) ile faz yapısı incelenmiş ve NiTi-martenzit fazı elde edilmiştir. Ark Melting ile üretilen alaşımlar SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) ile mikroyapı ve morfolojik incelemeleri gerçekleştirilmiştir. İstenilen oranlarda üretilen alaşımların DSC (Diffransiyel Taramalı Kalorimetre) ile faz dönüşüm sıcaklıkları belirlenmiştir. DSC ile elde edilen martenzit ve östenit dönüşüm sıcaklıkları karşılaştırılarak elde edilen fazın NiTi-martenzit fazı olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler – Ni-Ti Esaslı Alaşımlar, Mikroyapı, Termal Analiz, Şekil Hafızalı Alaşımlar

I. GİRİŞ

Günümüzde gelişen teknoloji doğrultusunda insan sağlığına önemli ölçüde etki edebilecek değişik ürünler elde edebiliyoruz. Teknolojinin ilerlemesi açısından, yeni malzemelerin üretilmesi ve geliştirilmesi çok önem taşımaktadır. Bu gelişmeler sadece malzeme elde etmeye yönelik değil, aynı zamanda yeni işlevler kazandırmak ve malzemenin kullanım alanını arttırmaya yöneliktir. Bu malzemelerin fonksiyonelliği, teknolojiye kullanılan elementlerde ve yenilikçi mekaniksel sistemlerde kullanılabilir. Şekil hafızalı alaşımlar bu çalışmaların ve gelişmelerin bir sonucudur [1]. Aktüatörlerde (Çalıştırıcı), medikal cihaz tasarımında ve akıllı sistemlerde sıklıkla kullanılan şekil hafızalı alaşımlara her geçen zamanda ilgi artarak devam etmektedir. Çünkü bu malzemeler uygulanan zorlamalar sonucunda meydana gelen şekil değişikliğini düzeltebilme özelliğine sahiptir [2]. Şekil hafızalı alaşımlar arasından Ni-Ti

alaşımları, nikel (Ni) ve titanyum (Ti) elementlerinin birleşiminden oluşan önemli bir malzeme sınıfını temsil eder. Bu alaşımlar, şekil hafızası ve süperelastik özelliklerinin yanı sıra yüksek mukavemet ve korozyon direnci gibi bir dizi avantaja sahip olmalarıyla bilinir. Ni-Ti alaşımları, tıp, otomotiv, havacılık ve elektronik gibi birçok endüstride çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Şekil hafızalı alaşımların en ilgi çekici iki özelliği “şekil hafıza” ve “süperelastisite” özelliğidir [3, 4]. Şekil hafızası, malzemenin belirli bir şekle geri dönme yeteneğidir. Örneğin, bir Ni-Ti tel büküldüğünde şekli değişir ve ısıtıldığında orijinal şekline geri dönebilir. Bu özellik, tıbbi implantlar, gözlük telleri, diş telleri gibi birçok uygulamada kullanılmasını sağlamaktadır. Bunun yanı sıra, Ni-Ti alaşımları süperelastik özelliklere de sahiptir. Diğer özellik süperelastisite, malzemenin büyük bir deformasyonla gerilmesine rağmen, orijinal şekline geri dönebilme yeteneğidir. Bu özellik, tıbbi

cihazlarda kullanılan stentler gibi uygulamalarda büyük öneme sahiptir. Geleneksel alaşım sistemlerinde bulunmayan bu iki nadir özellik tersinir termoelastik faz dönüşümü sayesinde gerçekleşmektedir [5]. Ni-Ti alaşımları ayrıca yüksek mukavemet ve korozyon direnci gösterir. Bu nedenle, otomotiv ve havacılık endüstrilerinde kullanılan yüksek performanslı parçaların üretiminde tercih edilirler. Ayrıca, elektronik uygulamalarda değişken dirençli elemanlar ve termal kontrol sistemleri için de kullanılabilirler. Ni-Ti alaşımlarının bu özellikleri, onları çeşitli endüstrilerde popüler hale getirmiştir [6]. Araştırmacılar ve mühendisler, bu alaşımların özelliklerini daha da geliştirmek ve yeni uygulama alanlarını keşfetmek için sürekli olarak çalışmaktadırlar. Şekil hafızalı alaşımların sahip oldukları elastik ya da süperelastik özelliklerinden faydalanılarak tasarlanmış ve piyasaya sürülmüş birçok ürün vardır. Çok büyük deformasyonları dahi absorbe ederek zarar görmeyen süperelastik NiTi alaşımdan imal edilmiş gözlük çerçeveleri üretilmektedir [7]. Canlının vücudundaki damarlara yerleştirilen NiTi kılavuz tellerden ibaret kontrol edilebilir kateterler yapılmıştır [8]. Ayrıca dişlere geniş bir hareket imkanı sağlayan ve yıllardır kullanılan ortodontik düzeltme işlevli kavisli teller şeklinde NiTi ürünler vardır [9]. NiTi alaşımlar, korozyona karşı son derece dayanıklı olup mükemmel bir biyouyumluluk gösterirler bu nedenle sahip oldukları üstün özellikler sayesinde özellikle biyomedikal uygulamalarda geniş bir kullanım alanı bulmuştur [10]. Ni-Ti alaşımlarının çalıştırma (aktivasyon) tepkisi, dönüşüm sıcaklığını artırarak ve/veya dönüşüm histerezisini daraltarak iyileştirilebilmektedir. Ni-Ti alaşımlarına Cu ilavesinin, dönüşüm sıcaklığını düşürmeden histerezisi daraltmada etkili olduğu bilinmektedir [11].

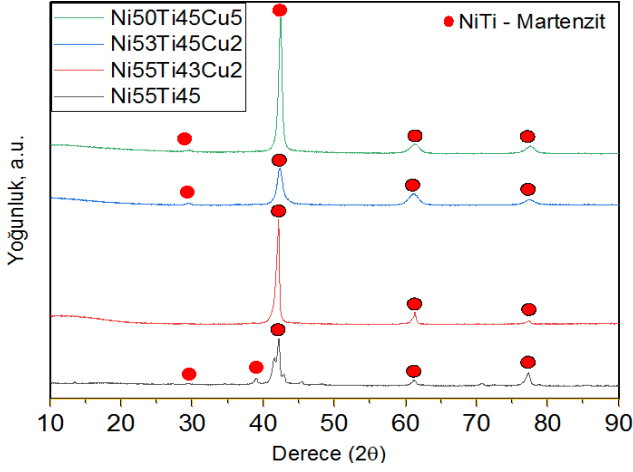
Bu çalışmada, farklı oranlara sahip Cu ilaveli Ni-Ti esaslı alaşımlar ark ergitme yöntemiyle üretilmiştir. Üretilen alaşımlar, X-ray difraksiyon (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yöntemleriyle karakterizasyon yapılmış ve faz, mikroyapı ve dönüşüm sıcaklıkları özellikleri karşılaştırılmıştır. Bu çalışma ile Cu elementinin etkisinin anlaşılması amaçlanmıştır.

II. MATERYAL VE YÖNTEM

Ni55Ti45, Ni53Ti45Cu2, Ni55Ti43Cu2, Ni50Ti45Cu5 (%ağ.) alaşımları ark ergitme yöntemiyle argon atmosferinde homojenliği sağlamak için beş kere ters çevrilip tekrar eritilerek alaşım şeklinde elde edilmiştir. Üretilen alaşımların faz yapısını belirlemek amacıyla XRD incelemeleri PANalytical X'pert Powder3 model XRD cihazında $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5418$) ışınımı kullanılarak $10 \leq 2\theta \leq 90$ aralığında $0,02^\circ$ lik adımlar ile oda sıcaklığında sabit tarama hızıyla yapılmıştır. Mikroyapı incelemeleri için, bakalite alma işleminden sonra her bir numune için zımparalama, parlatma ve dağlama gibi metalografik işlemler uygulanmıştır. Dağlama işlemi öncesinde numune yüzeyini temizlemek amacıyla ultrasonik temizleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Dağlama işlemi için 10 ml HF, 10 ml HNO_3 , 20 ml H_2O çözeltisi ayrıç olarak kullanılmış olup, 10 saniye süresince numune üzerine damlatma şeklinde uygulanmıştır. Üretilen alaşımların mikroyapı incelemeleri Zeiss EVO LS10 model taramalı elektron mikroskobunda (SEM) gerçekleştirilmiştir. Alaşımların faz dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi amacıyla, DSC (diferansiyel taramalı kalorimetre) analizleri oto LN2 gaz soğutma sistemine sahip Hitachi 7020 model DSC cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen alaşımların martenzit-östenit dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek amacıyla $10^\circ\text{C}/\text{dk}$ ısıtma ve soğutma hızında, 0°C den 120°C ye ısıtılıp 120°C den -20°C ye soğutulmuştur.

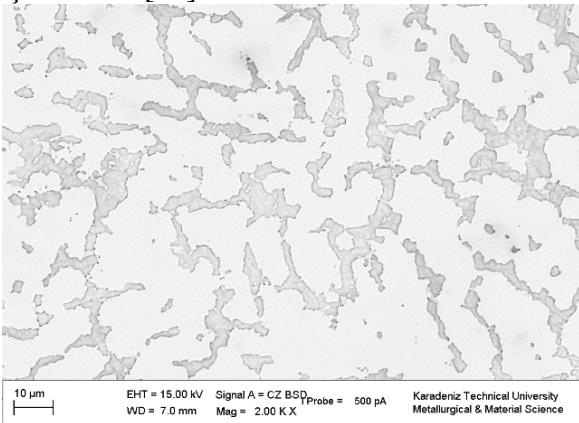
III. BULGULAR VE TARTIŞMA

Üretilen alaşımların faz yapıları Şekil 1' de verilmiştir. XRD ölçümleri sonucunda tüm alaşımlarda benzer pikler oluşmuştur. Bu piklerin Ni-Ti-martenzit (B19') fazı olduğu tespit edilmiştir. Ni55Ti45 alaşımında NiTi-martenzit dışında B2 fazının olduğu gözlenmektedir. Diğer alaşımların ise tek fazlı NiTi-martenzit olduğu sonucuna varılmaktadır. Elde edilen piklerin dereceleri literatürdeki çalışmalar ile yakınlık göstermektedir [4, 12, 13].

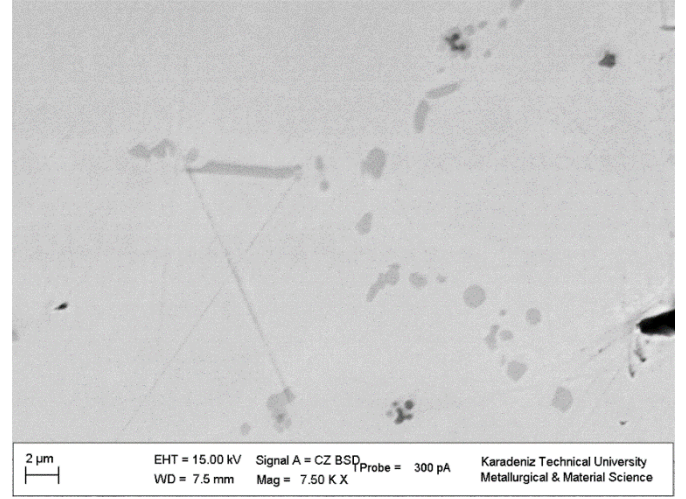


Şekil 1. Ni-Ti alaşımlarının XRD sonucu elde edilen pik değerleri

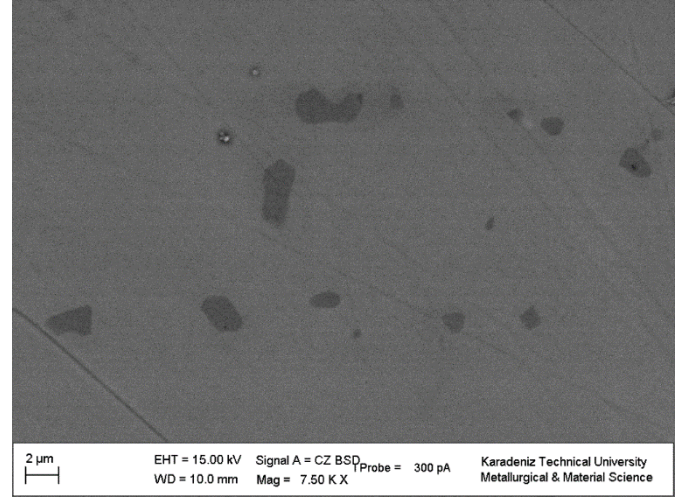
Şekil 2-5’de sırasıyla Ni55Ti45, Ni55Ti43Cu2, Ni53Ti45Cu2, Ni50Ti45Cu5 alaşımlarının SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 2 ile diğer mikroyapılar arasında belirgin bir fark gözlenmektedir. Sadece Ni55Ti45 alaşımı için iki farklı fazın olma ihtimali daha yüksektir. Nitekim Şekil 1’deki XRD paterninde tanımlanmamış küçük piklerin olması B19’ (martenzit) fazı dışında B2 fazının oluştuğunu göstermektedir. Diğer SEM görüntülerinin incelemeleri sonucunda, şekillerdeki farklılığın ikinci bir faz yerine sonradan oluşmuş parçacık vb. bir şey olduğu düşünülmektedir. Bu şekillerdeki (Şekil 3-5) farklı kontrastlar direkt olarak faz farklılığı olarak yorumlanmamaktadır. XRD sonuçlarında da sadece NiTi-martenzit piki gözlemlendiği için bu mikroyapılarda gözlenen parçacıkların, ikincil Cu çökeltileri olabileceği sonucuna varılmaktadır. Bu çökeltilerin XRD analizinde tespit edilmemesi muhtemeldir. Literatürde Cu çökeltileri EDX analiziyle daha önce tespit edilmiş ve buradaki görüntüler ile uyusmaktadır [12]



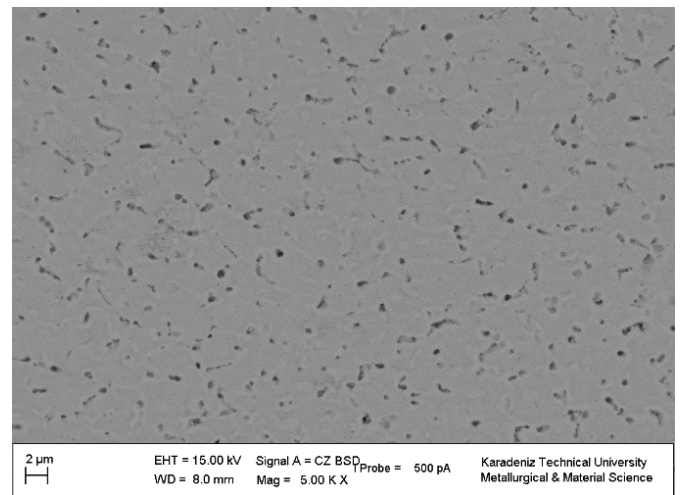
Şekil 2. Ni55Ti45 alaşımının SEM görüntüsü



Şekil 3. Ni55Ti43Cu2 alaşımının SEM görüntüsü

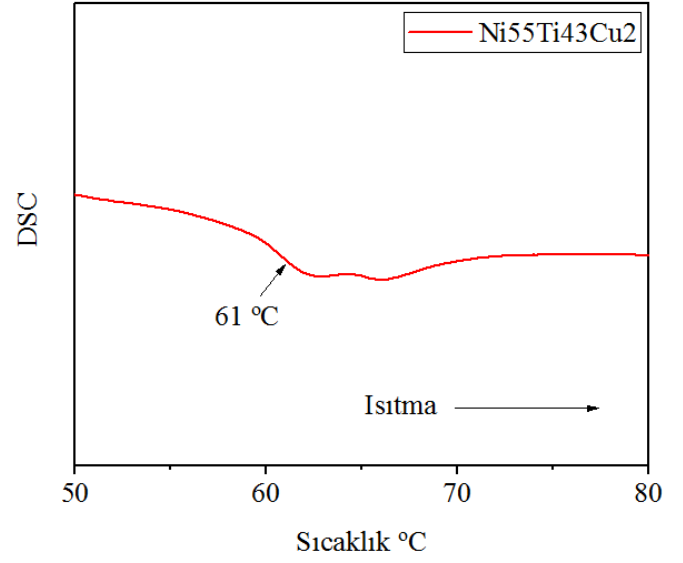


Şekil 4. Ni53Ti45Cu2 alaşımının SEM görüntüsü

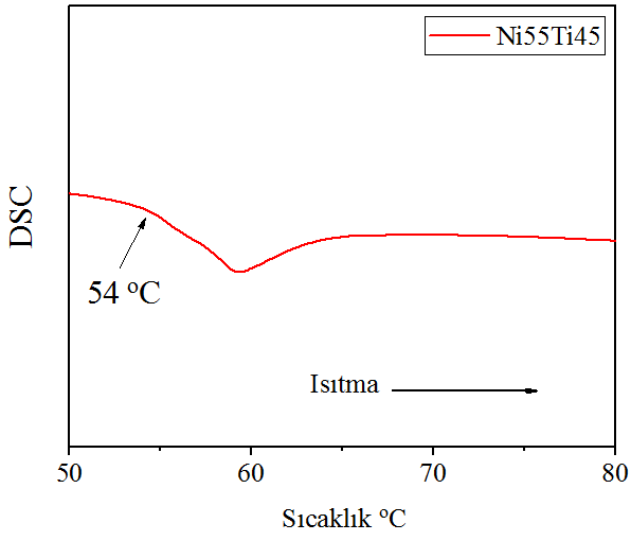


Şekil 5. Ni50Ti45Cu5 alaşımının SEM görüntüsü

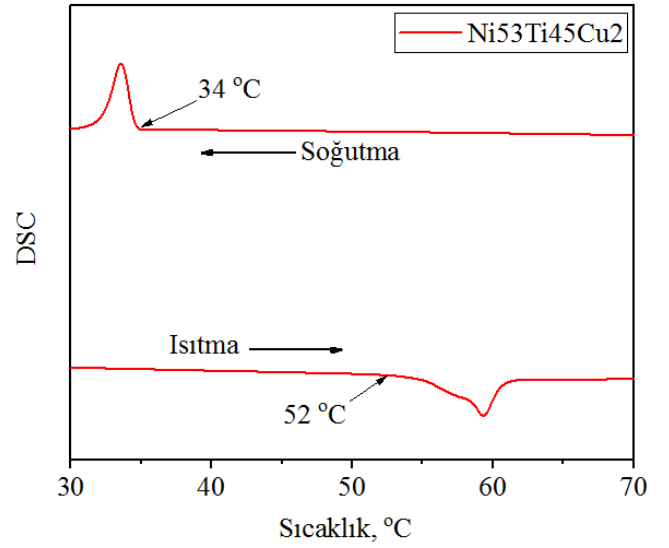
Şekil 6-9' da Ni55Ti45, Ni55Ti43Cu2, Ni53Ti45Cu2, Ni50Ti45Cu5 alaşımlarının DSC ile ölçülen termal analizleri verilmektedir. Ni55Ti45, Ni55Ti43Cu2, Ni53Ti45Cu2, Ni50Ti45Cu5 alaşımlarının östenit dönüşüm başlangıç sıcaklıkları sırasıyla, 54, 61, 52 ve 61 °C olarak ölçülmüştür. Tüm şekillerde ısıtma sırasında östenit fazının dönüşümü belirgin bir şekilde tespit edilmiştir. Sadece Ni53Ti45Cu2 alaşımında soğutma aşamasında martenzit fazının dönüşümü belirlenmiştir. Bu durum alaşımlarda bölgesel homojensizlik olma ihtimalini düşündürmektedir. Östenit başlangıç sıcaklıklarının birbirlerine yakın olduğu görülmektedir. En düşük östenit başlangıç sıcaklığı Ni53Ti45Cu2 alaşımında 52 °C olarak bulunmuştur. Bazı çalışmalarda Ni-Ti-Cu alaşımları için, bu dönüşüm sıcaklıkları konusunda benzer sıcaklıklar tespit edilmiştir [12, 14, 15]



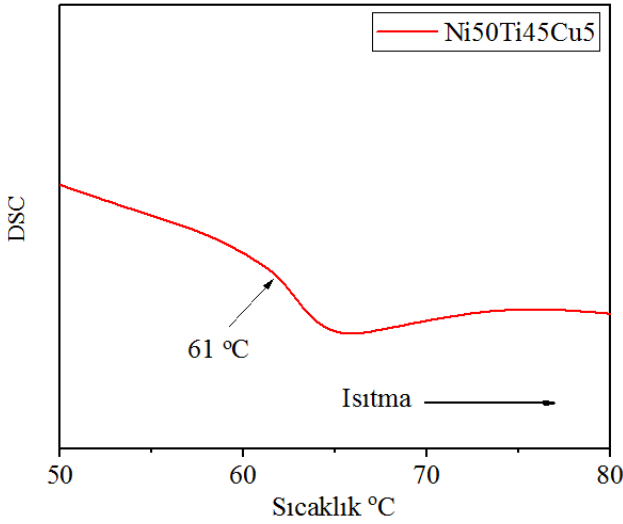
Şekil 7. Ni55Ti43Cu2 alaşımının DSC görüntüsü



Şekil 6. Ni55Ti45 alaşımının DSC görüntüsü



Şekil 8. Ni53Ti45Cu2 alaşımının DSC görüntüsü



Şekil 9. Ni50Ti45Cu5 alaşımının DSC görüntüsü

IV. SONUÇLAR

Yapılan deneysel çalışmalardan ve elde edilen bulguların değerlendirilmesinden çıkarılan sonuçlar aşağıda verilmiştir:

1. Ark ergitme yöntemi kullanılarak Ni-Ti esaslı Ni55Ti45, Ni53Ti45Cu2, Ni55Ti43Cu2, Ni50i45Cu5 (%ağ.) alaşımlar başarıyla elde edilmiştir.

2. Yapılan XRD ölçümleri sonucunda 42.085° derecesinde en yüksek pik değerine ulaşıldı. Alaşımlarımızın tek fazlı NiTi-martenzit olduğu sonucuna varılmıştır.

3. Yapılan SEM incelemeleri sonucunda iki farklı yapı var olduğu görüldü. Fakat XRD sonuçlarında sadece NiTi-martenzit piki gözlemlendiği için bu ikinci küçük yapıların Cu çökeltileri olabileceği sonucuna varılmıştır.

4. Elde edilen iki farklı kontrastın biri NiTi-martenzit fazı olduğu belirlenmiş ve diğer kontrastın ise Cu çökeltileri olabileceği düşünülmektedir. İstenilen oranlarda üretilen alaşımların DSC (Difarensiyel Taramalı Kalorimetre) ile faz dönüşüm sıcakları belirlenmiştir. Ni55Ti45, Ni55Ti43Cu2, Ni53Ti45Cu2 ve Ni50Ti45Cu5 alaşımları için martenzit başlangıç dönüşüm sıcaklıkları sırasıyla 54 °C, 61 °C, 52 °C ve 61 °C olarak ölçülmüştür.

KAYNAKLAR

- [1] S. M. Metev and V. P. Veiko, *Laser Assisted Microtechnology*, 2nd ed., R. M. Osgood, Jr., Ed. Berlin, Germany: Springer-Verlag, 1998.
- [2] J. Breckling, Ed., *The Analysis of Directional Time Series: Applications to Wind Speed and Direction*, ser. Lecture Notes in Statistics. Berlin, Germany: Springer, 1989, vol. 61.
- [3] S. Zhang, C. Zhu, J. K. O. Sin, and P. K. T. Mok, "A novel ultrathin elevated channel low-temperature poly-Si TFT," *IEEE Electron Device Lett.*, vol. 20, pp. 569–571, Nov. 1999.
- [4] M. Wegmuller, J. P. von der Weid, P. Oberson, and N. Gisin, "High resolution fiber distributed measurements with coherent OFDR," in *Proc. ECOC'00*, 2000, paper 11.3.4, p. 109.
- [5] R. E. Sorace, V. S. Reinhardt, and S. A. Vaughn, "High-speed digital-to-RF converter," U.S. Patent 5 668 842, Sept. 16, 1997.
- [6] (2002) The IEEE website. [Online]. Available: <http://www.ieee.org/>
- [7] M. Shell. (2002) IEEEtran homepage on CTAN. [Online]. Available: <http://www.ctan.org/tex-archive/macros/latex/contrib/supported/IEEEtran/>
- [8] *FLEXChip Signal Processor (MC68175/D)*, Motorola, 1996.
- [9] "PDCA12-70 data sheet," Opto Speed SA, Mezzovico, Switzerland.
- [10] A. Karnik, "Performance of TCP congestion control with rate feedback: TCP/ABR and rate adaptive TCP/IP," M. Eng. thesis, Indian Institute of Science, Bangalore, India, Jan. 1999.
- [11] J. Padhye, V. Firoiu, and D. Towsley, "A stochastic model of TCP Reno congestion avoidance and control," Univ. of Massachusetts, Amherst, MA, CMPSCI Tech. Rep. 99-02, 1999.
- [12] *Wireless LAN Medium Access Control (MAC) and Physical Layer (PHY) Specification*, IEEE Std. 802.11, 1997.