



Papers Produced from PhD Theses Presented at  
Institute of Science and Technology, Yıldız Technical University  
Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü  
Doktora Tezlerinden Üretilmiş Yayınlar

Sigma 1  
93-100,  
2008



## Araştırma Makalesi / Research Article ŞEKİL BELLEKLİ NiTi ALAŞIMININ YAPISAL DEĞİŞİMİNİN DENEYSEL İNCELENMESİ

Tuna ARIN\*, Ahmet EKERİM

Yıldız Teknik Üniversitesi Kimya-Metalürji Fak., Metalürji ve Malzeme Müh. Bölümü, Davutpaşa-İSTANBUL

Geliş/Received: 04.09.2008 Kabul/Accepted: 31.10.2008

### ÖZET

Şekil bellek etkisi gösteren eş atomlu NiTi alaşımları mühendislikte, tıpta, diş hekimliğinde ve çeşitli cihazların yapımında özel amaçlar için kullanılmaktadır. Kumanda ve kontrol amacına uygun yapılmış helisel yay tasarlandığı çalışma koşullarına uygun koşulları simüle edecek deneye tabi tutulmuştur. Yayın boyutları, kimyasal analizi ve dokusal yapısı belirlenmiş ve çalışma karakteristiği olan yay sabiti  $c$ ,  $\pm 0,1$  N hassasiyetle hazırlanmış ağırlıkların kullanılmasıyla boydaki değişimler  $\pm 1$   $\mu$  duyarlılıkla ABBE boyut ölçme cihazında ölçülmüştür. Helisel yayın yük altında şekil hafız özelliği kullanılarak şekil değiştirmesi sonucu meydana gelen ve yay sabitini değiştiren kullanım sayısı deneysel olarak tespit edilmiştir.

**Anahtar Sözcükler:** Yorulma, Termoelastik Martenzitik Dönüşüm, NiTi Esaslı Şekil Bellekli Alaşım, Karakterizasyon, Yay sabiti

### EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF NiTi SHAPE MEMORY ALLOY'S STRUCTURAL CHANGE

#### ABSTRACT

Equiatomic NiTi alloys which show shape memory effect has being use in engineering, medicine and producing some devices for special purposes. In experimental procedure, helical spring tested same conditions to designed using conditions for command and control purpose. Dimensions, chemical analyzing and microstructural characteristics of helical spring determined. Spring constant  $c$ , determined by using  $\pm 0,1$  N sensitivity weight and  $\pm 1$   $\mu$  sensitivity ABBE comparator. Using helical spring's shape memory effect under constant load, shape and spring constant change by deformation determined experimentally.

**Keywords:** Fatigue, Thermoelastic martensitic transformation, NiTi Shape memory alloys, Characterization, spring constant

### 1. GİRİŞ

Ağırlıkça % 50 ve atom sayısına göre % 55 Ni ve 45 % Ti oranında yüksek saflıktaki metaller vakum veya koruyucu gaz ortamında ergitilerek aynı ortamda intermetalik fazda katılaştırılır. Haddeme veya dövme yolu ile levha veya tel haline getirilen bu alaşıma ısı ile işlemle ve iki farklı ön şekil verme yöntemi ile şekil hafıza özelliği kazandırılır. Düşük sıcaklıklarda plastik şekil

\* Sorumlu Yazar/ Corresponding Author: e-mail/ e-ileti: tarin@yildiz.edu.tr, tel: (212) 383 46 91

değiştiren malzeme ısı etkisi ile ilk şekline döner [1,2]. Östenit-martenzit faz dönüşümü plastik şekil değiştirme ve ısı etkisi ile üç farklı dönüşümle şekil hafıza özelliği meydana gelmektedir [6]. Östenit fazı kübik kristal kafesinin üst yüzeyinin yüzey merkezi ile taban yüzeyinin kenar ortasında yer alan atomlardan meydana gelir ve B<sub>2</sub> ile gösterilir. Martenzit fazı ise B19 olarak gösterilir. B<sub>2</sub> fazı, monoklin veya rombik kristal kafesine dönüşürken, rombik kristal de monoklin kristale dönüşerek toplam üç çeşit dönüşüm meydana gelmektedir. B2-B19 Dönüşümü tek bir işlemle gerçekleşebildiği gibi, B<sub>2</sub>-R-B19 gibi iki işlemle de gerçekleştirilmektedir [5]. A,B,C, üç farklı sıkı paket düzlemini gösterdiğinde, martenzit kristallerinin üst üste dizilmeleri 2H (AB-B'AB-B), 3R (ABCABC), 6R (AB'CA'BC'A), 9R (ABCBCACABA), 18R<sub>1</sub> (AB'CB'CA'CA'BA'BC'BC'AC'AB'A) ve 18 R<sub>2</sub> (AB'AB'CA'CA'CA'BC'BC'BC'AB'A) şeklinde (H = Hegzagonal ve R = rombik) olmaktadır [3].

NiTi Esaslı şekil bellekli malzemeler çok çeşitli amaçlar için kullanılmaktadır. İlk yapılan alaşım ABD Donanma Laboratuvarında üretilerek patenti alınmış [4] ve donanmada kullanılmıştır. Bunu daha sonraları mikro pens yapımı ve medikal uygulamalar [7] izlemiştir. Halen fren sistemlerinde yay olarak [8], yapılarda sismik güvenlik elemanı olarak [9], mikro elektromekanikte üreteç [10], indüktif ısıtma devrelere elemanı [11], kimyasal buhar biriktirme ile yüzey kaplama cihazlarında kumanda elemanı [12], dişilikte ortodontik tel ve köprü malzemesi [12] olarak kullanılmıştır. Her geçen gün yeni kullanım yerleri bulunmakta ve endüstriyel uygulamalarda yaygınlaşmaktadır.

Bu çalışmada NiTi esaslı şekil bellekli malzemeden yapılmış helisel yayın boyutları, bileşimi, dokusu, yay sabiti belirlenmiştir. Yayın elastik şekil değiştirme ve ısı etkisi ile sabit bir ağırlığı hareket ettirmesi sağlanmıştır. Çalışma kuvveti altında tekrarlanan şekil değiştirmelerin yay sabitine, histerisize, mikro yapıya ve fazların dağılımına olan etkileri araştırılmış, bileşimdeki değişimler belirlenmiştir.

## 2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Şekil bellek özelliği olan NiTi alaşımından yapılmış yay Shape Memory Applications Inc. Firmasından temin edilmiştir. Helisel yayın boyut ölçümleri yapılmış, yay sabiti Abbe Boyut ölçme cihazı ile belirlenmiş, SEM elektron mikroskopunda EDS analizleri gerçekleştirilmiş, metal ve elektron mikroskopu ile dokuları incelenmiş ve şekil değiştirmedeki davranışı mekanik olarak elde edilmiştir.

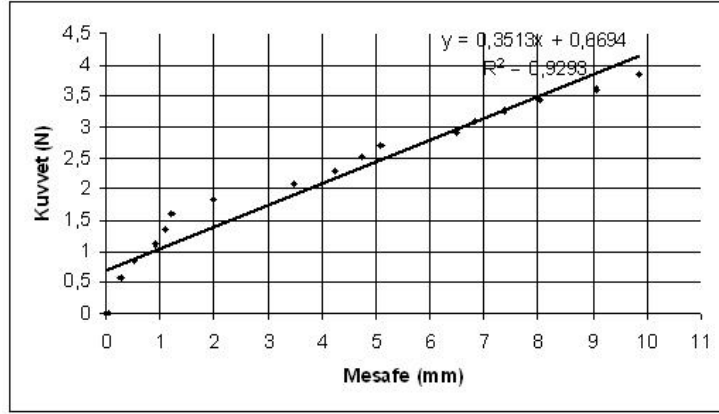
### 2.1. Helisel Yayın Boyutları ve Yay sabiti

Boyutlar elektronik kumpas ile 0,01 mm. hassasiyetle ölçülmüş ve elde edilen değerler aşağıda Çizelge 1 de verilmiştir.

Çizelge 1. Yayın Boyutları ve Sarım Sayısı

Tel Çapı (mm)	Dış Çap (mm)	İç Çap (mm)	Ortalama Çap (mm)	Toplam Boy (mm)	Uzama (mm)	Blokaj Uzunluğu (Sa)	Yaylanan Sarım Sayısı	Toplam Sarım Sayısı	Yay Sabiti (c) (N/mm)
0,95	8,00	6,10	7,05	32,5	18	0,78	13,5	15,5	0,35

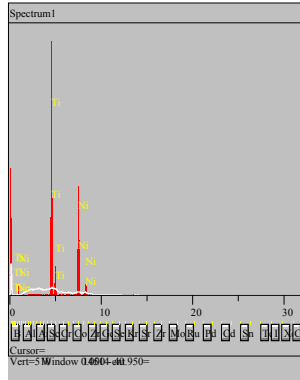
Yay sabiti yayın taşıyabileceği kuvvet; 0,002 – 0,571, 0,850 – 1,101 – 1,350 – 1,589 – 1,827 – 2,073 – 2,298 – 2,510 – 2,717 – 2,911 – 3,093 – 3,271, 3,445 – 3,605 ve 3,855 N uygulanarak yay boyundaki değişim ABBE boyut ölçme cihazında ölçülmüş ve yay sabiti Şekil 1' deki doğrunun eğimi olarak c 0,35 N/mm olarak bulunmuştur.



Şekil 1. Şekil bellekli yayın kuvvet-mesafe diyagramı

## 2.2. Yayın Kimyasal Analizi

Yaydan alınan numune metalografik olarak hazırlandıktan sonra Jeol JSM 5410 LV model elektron mikroskopunda enerji saçılım yöntemiyle (EDS) yapılmıştır. Enerji saçılım grafiği Resim 1 de verilmiş olup, analizde Ni ve Ti'nin dışındaki elementler ihmal edilerek elde edilmiş ve sonuçları Çizelge 2 de verilmiştir.



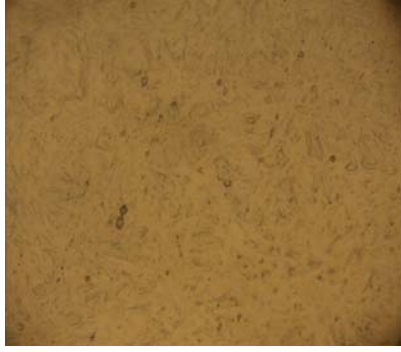
Resim 1. EDS Analizi

Çizelge 2. Helisel yayın kimyasal analizi

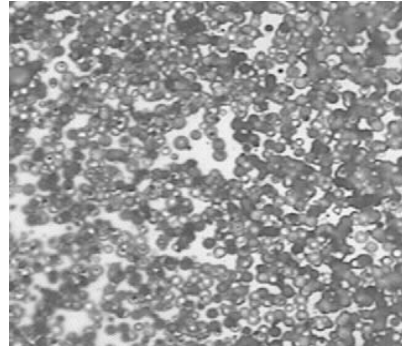
Element/Deney	Ni	Ti
Başlangıç Numunesi	57.420 ağı.%	42.580 ağı.%

## 2.3. Yayın Mikroyapısı

Helisel yay telinin dik kesitinden alınan numune, 80 – 120 – 180 – 240 – 320 – 400 – 600 – 800 – 1000 ve 1200 numara zımpara ile zımparalanıp, elmas pasta ile parlatıldıktan sonra 40 ml. HNO<sub>3</sub> ve 10 ml. HF ile dağlanmıştır. Dağlanan numuneler ışık ve elektron mikroskopunda incelenmiş ve elde edilen görüntüler Resim 2 ve Resim 3 de verilmiştir.



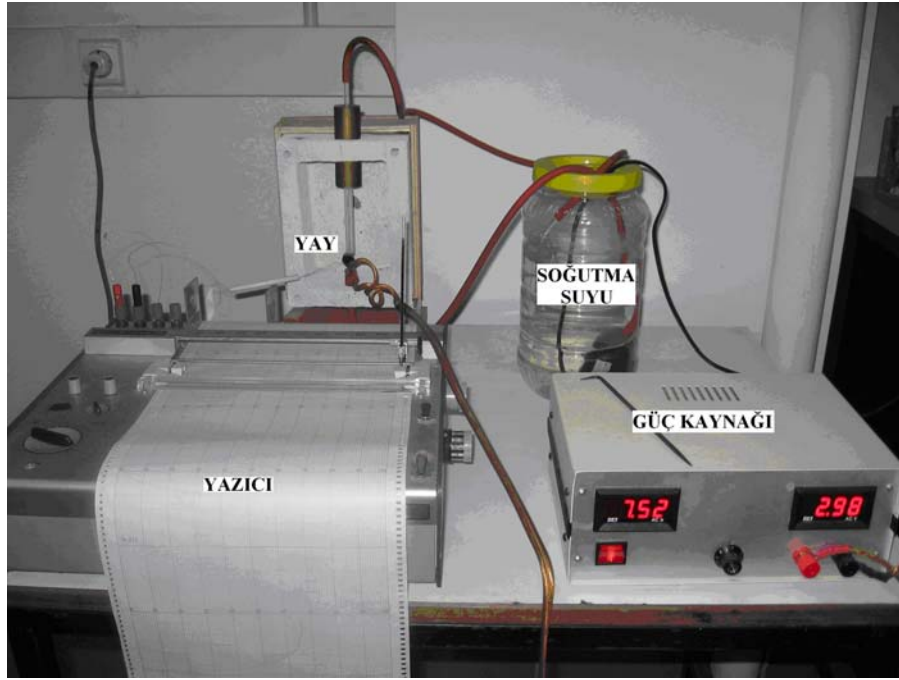
Resim 2. Işık mikroskobu görüntüsü 500X



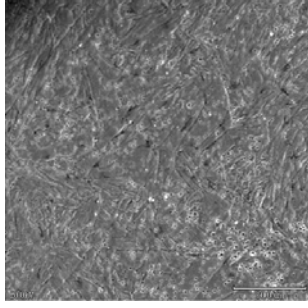
Resim 3. Elektron mikroskobu görüntüsü 500X

#### 2.4. Yük altında yayın yorulması

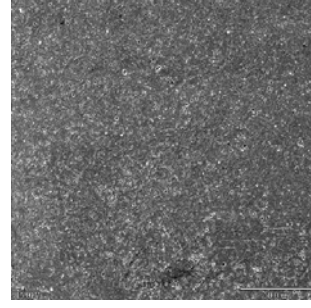
Helisel yay bir cam borunun üzerinde kuvvet ve ısı etkisi ile deformasyon yapması için Resim 4 de görülen deney düzeneğinde deneye tabi tutulmuştur. Ağırlık etkisi ile boyu kısalan helisel yayın, elektrik akımı gönderilmesi ile ısı etkisi ile ağırlığın yaptığı deformasyon önlenmiş ve bu çevrim 20, 40 ve 80 kez tekrar edilmiştir. Deney tekrar sayısı ile dokuda meydana gelen değişimler metalografik olarak incelenmiş ve her bir deneyin mikroyapısı ve kimyasal analizi yapılmıştır. Resim 5' de 20, Resim 6' da 40 ve Resim 7' de 80 kez tekrarlanan ısıtma ve soğutma işlemi sonucu oluşan mikro yapıların resimleri görülmektedir. Aynı sıra ile dokuda değişimin meydana geldiği fazların analizi EDS ile yapılmış ve sonuçları Çizelge 3 de verilmiştir.



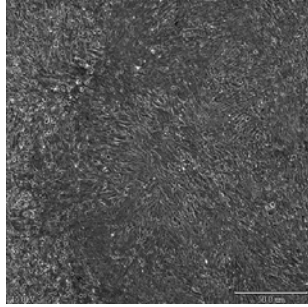
Resim 4. Fonksiyonel yorulma deney düzeneği



**Resim 5.** 20 çevrim SEM mikroyapı fotoğrafı 500X  
Yapıda martenzit varyantı görülmeyen tane bulunmayıp,  $TiNi_3$  çökeltileri ve boşluklar belirgin olarak görülmektedir.



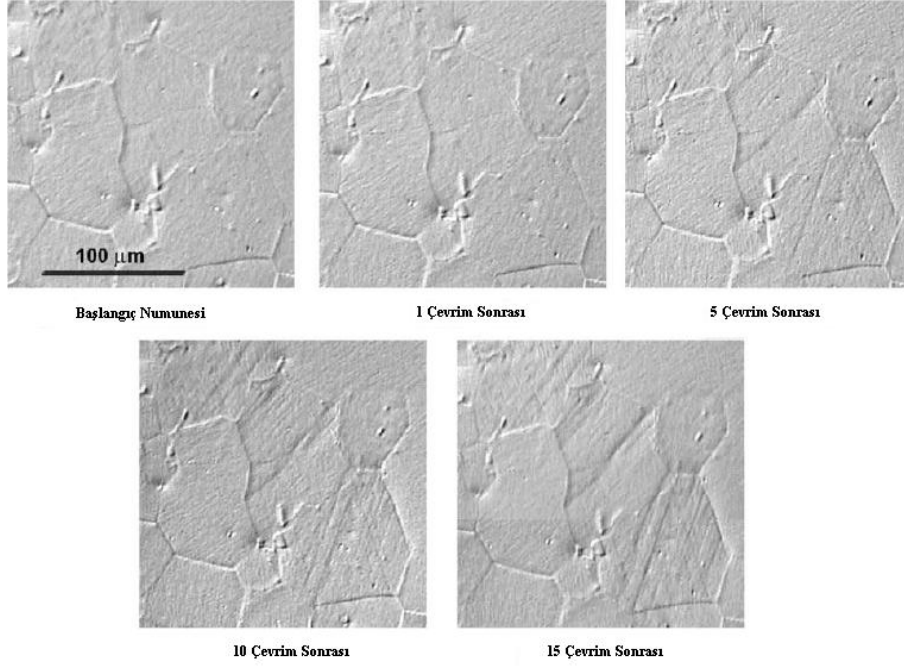
**Resim 6.** 40 çevrim SEM mikroyapı fotoğrafı 500X  
Tane içerisinde martenzit varyantları çizgiler halinde belirgin olup, mikro yapı tane sınırlarında yoğunlaşan  $TiNi_3$  çökeltileri ve martenzit varyantları ile bunları çevreleyen NiTi matris fazından oluşmaktadır.



**Resim 7.** 80 çevrim SEM mikroyapı fotoğrafı 500X.  
Yoğun varyant görüntüleri ve iğnemsî yapı görülmektedir.

**Çizelge 3.** Tekrar sayısı-Faz analizi

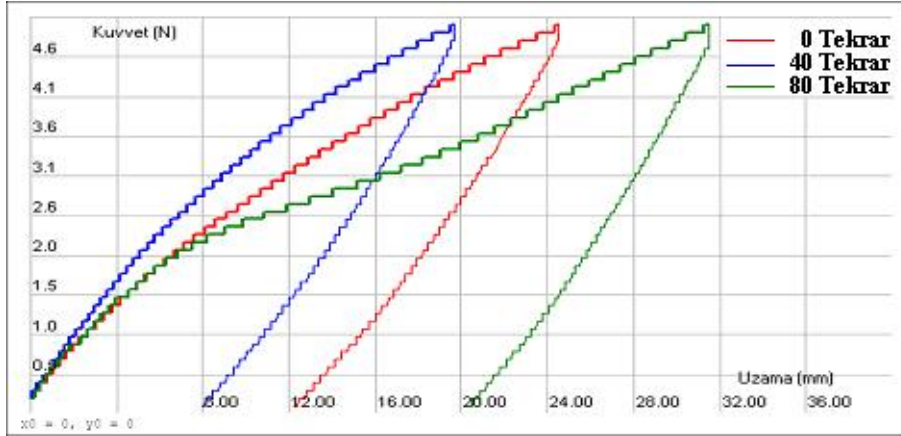
Element/Deney	Ni	Ti
20	57.564 ağ. %	42.436 ağ. %
40	61.556 ağ. %	38.444 ağ. %
80	60.069 ağ. %	39.931 ağ. %



**Resim 8.** Farklı yükleme sayılarından sonra yüksüz haldeki NiTi numunenin mikroyapı görüntüsü [13]

## 2.5. Helisel Yay Telinin Histerisiz Eğrisi

Helisel yay, yay halinde Devotrans DVT BB4 marka çekme makinası çeneleri arasına bağlanarak kuvvet uygulanmıştır. Yay numunesine önce 5N a kadar kuvvet uygulanmış ve kısa bir zaman beklenildikten sonra kuvvet 50 mm/dak. hızla kaldırılarak histerisiz eğrisi çıkarılmıştır. Bu eğriler başlangıç, 40 ve 80 tekrar için elde edilmiş ve sonuçları Şekil 2' de gösterilmiştir.



**Şekil 2.** Çekme Gerilmesi Altında Histerisiz Eğrileri

### 3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Şekil bellekli NiTi alaşımlı malzemeden yapılmış yayın yay sabiti ( $c$ ), elastiklik modülü ( $E$ ) ile doğru orantılı olarak artan bir değerdir. Elastiklik modülü'nün sıcaklıkla ters orantılı olmasına rağmen termoelastik martenzitik dönüşüm sebebiyle şekil bellekli yayın elastiklik özelliğinin yeterli sınırlar içinde olduğu görülmüştür. Elastiklik modülü  $E = \frac{\sigma}{\epsilon}$  elastiklik modülü ve yay

sabiti  $c = \frac{F}{l}$  en fazla 5N çalışma kuvvetine kadar doğrusal olarak çalışabilmektedir. Yayın

kuvvet etkisi ile şekil değiştirmesi ve tekrar ilk başlangıç konumuna getirilmesi sırasında yapılan deneylerde malzeme yapısında değişimlerin olduğu belirlenmiştir. Numunelerin tane şekilleri deney tekrar sayısının artması ile değişmiş, iğnemi yapıda martenzit varyantlarını oluşturduğu görülmüştür (Resim 5, 6, 7). Aynı konuda deneysel olarak çalışma yapan Brinson vd. (2004)'nin[13], mikroyapı fotoğrafları bu bulguyu doğrulamaktadır. Resim 8 deki mikroyapı fotoğrafları ile büyük oranda örtüşme görülmektedir. Farklılıklar görüntüleme sistemlerinden kaynaklanır, deney fotoğrafları bu görüntüler ile uyum içerisindedir.

Şekil bellekli NiTi alaşımı yay deformasyonu ile şekil değiştirip ısıtılarak ilk şekil geri kazanılırken küresel dokusundan iğnemi forma dönüştüğü SEM görüntüleri ile elde edilmiş ve bu değişim histerisiz eğrileri ile de doğrulanmıştır. Martenzitik fazın kristal yapısı üstündeki etkileri görüntü analizi ile ortaya konulmuştur.

Kimyasal analiz çevrime bağlı olarak değişmiş ve bunun sonucu olarak da faz yapısında farklılıklar görülmüştür. Matriste nikel derişimi arttıkça titanyum oranı giderek azalmaktadır. Azalan titanyum miktarı karışık (iyonik+kovalent) bağ ile bağlı olan NiTi alaşımının ya yeni kristal yapısı içerisindeki dizilimde yer aldığından dolayı ya da çökelti içerisinde bulunduğundan dolayı miktarca azalmaktadır. Bu durum faz diyagramında da görülebilmekte, malzemenin üretimi esnasında dengesiz katılma nedeniyle ortaya çıkmaktadır.

Deneysel çalışma sırasında ortam basıncı ve ortamın gaz bileşenleri etkisi ile çökelmelerin ortaya çıkması mevcut olasılıklardan birisidir. İdeal koşullarda elde edilen faz diyagramı ile malzemenin üretimi sırasında elde edilen fazlar arasındaki farklılık kimyasal analiz ile ortaya konulabilmektedir. Çevrim tekrarı ile çökeltilerin TiNi ve TiNi<sub>2</sub> bileşiklerinde olabileceği doku resimleri ve bu resimlerdeki fazlar üzerinde yapılan EDS analizleri ile açıklanmıştır.

Şekil bellekli yay üzerinde gerçekleştirilen histerisiz deneylerde çevrim sayısı arttıkça histerisiz aralığı değişmektedir. Histerisiz aralığının artışı malzeme dokusundaki yapısal farklılıklardan meydana gelmekte, her bir çevrim sonucu kalıcı bir uzama meydana gelmekte ve zamanın gittikçe artması da bu farklılığın doğmasına neden olmaktadır.

Dokudaki farklı yapı deney sayısı ile doğru orantılı olarak arttığı gibi, çevrim sayısı arttıkça varyantların sınırlarında biriken çökeltiler bu oranın değişmesine neden olmaktadır. Söz konusu dönüşüme katılmayan ve şekil bellek etkisini zayıflatan oranın yapı içinde oluşumu engellenemez. Şekil bellekli alaşımın ömrünün uzatılması için dokudaki değişim oranının oldukça az olması beklenen bir sonuç olup, bu sonucun elde edilmesi için üretim koşullarının buna göre seçilmesi gerekmektedir.

İleri teknoloji ürünü olarak kullanılacak ve yeni malzemeler arasında yer alan şekil bellek etkisi olan bu tür malzemelerden NiTi' dan yay yapılması ve mevcut yaylara alternatif olmasının mümkün olduğu deneysel verilerle ortaya konulmuştur. Kullanım koşulları belirlenirken sadece yayın çalışma kuvveti göz önüne alınmamalı, bu yayın dokusal değişimler ve oluşumlar ile bunların kullanım özelliklerine etkileri bir tasarım değişkeni olarak ele alınmalıdır.

Özellikle otomasyon ve kumanda sistemleri için NiTi Şekil Bellekli Alaşımlar önemli bir malzeme olup ömür ve yorulma deneyleri üzerinde araştırılmaya değer konulardır. Kullanım

koşullarına göre belirlenen fiziksel, kimyasal ve teknolojik özelliklerin simülasyonu ve modellenmesi malzeme özelliklerinin geliştirilmesinde kaçınılmaz bir çalışmadır.

Transmisyon Elektron Mikroskobu (TEM) analizi ile kristal kafesi boyutunda mikro yapısal değişimlerin de araştırılması ve bunun üzerine çalışmalar gerçekleştirilmesi ile önemli tasarım girdisi, üretim koşulu, uygulanması gereken işlemler ve bunların optimizasyonu başarılabilecektir.

#### 4. GENEL SONUÇLAR

Şekil hafızalı NiTi malzemenin alaşımlandırılması gerçekleştirildikten, şekil hafıza karakteristiği kazandırdıktan sonra helisel yay haline getirilen ürünün bu amaçla kullanılan malzemelere alternatif olması ve çeşitli amaçlar için uygulanması mümkün olmaktadır. Yapılan analizler, mikroskobik incelemeler, mekanik deneyler ve teknolojik sonuçlar aşağıdaki bilgilerin ortaya konulmasını sağlamıştır:

1. NiTi Şekil bellekli silindirik şekilli telden helisel yay yapılarak kullanılabilir.
2. Helisel yay elastik şekil değiştirilip ısı etkisi ile tekrar kullanılması mümkündür.
3. NiTi Malzemedan yapılan şekil hafızalı yayın ısı etkisi ile dokusunda değişim olup  $TiNi_3$  oluşmaktadır.
4. Kullanım sırasında histerisiz oluşmakta ve bu aralık artmaktadır.
5. Histerisiz aralığı yayın ömrünü belirlemede kullanılabilir önemli bir sonuçtur.

#### KAYNAKLAR

- [1] Hodgson, D.E., Wu M.H., Biermann R.J.(1993), ASM handbook v.2., ASM, USA.
- [2] Smith W. F., (1996), Principles of Materials Science and Engineering, McGraw-Hill Companies, New York.
- [3] Bor,Ş., (1998), “Şekil Bellekli CuZnAl Alaşımlarının Üretimi ve Karakterizasyonu” Tübitak Proje Raporu, MİSAG-72, ANKARA.
- [4] Ball,P., (1999), Made to Measure New Materials for 21st century.
- [5] Kim J.I., Yinong L., Miyazaki S.,(2003), "Ageing-induced two-stage R-phase transformation in Ti-50.9at.%Ni" Elsevier, Acta Materialia, 52:487-499.
- [6] Zhang X. ve Şehitoğlu H., (2004), “Crystallography of the B2→R→B19' phase transformations in NiTi”, Elsevier, Material Science and Engineering, baskıda.
- [7] Jun C-J, Pei-sun M., Qin Y, (2004), “A prototype micro-wheeled-robot using SMA actuator”, Elsevier, Sensors and actuators, baskıda.
- [8] Szilagy, (2005), US 2005/0023086 A1, “Shape memory Alloy Actuated and Bender Actuated Helical Spring Brakes”, US Patent Application Publication.
- [9] Dolce M., Cardone D., (2001), “Mechanical behaviour of shape memory alloys for seismic applications I-Martensite and austenite NiTi bars subjected to torsion”, Pergamon, International Journal of Mechanical Science, 43:2631-2656.
- [10] Kirkpatrick S., Haute T, Siahmakoun A, Adams T Mc D., Haute T, Wang Z., (2006), US 2006/0162331 A1, “A Shape Memory Alloy Membrane Heat Engine”, US Patent Application Publication.
- [11] Webster John. R., (2006), US 2006/0000211 A1, “Shape Memory Material Actuation”, US Patent Application Publication.
- [12] Villhard R. L., Atmur R. J., (2004), US 2004/0252005 A1, “Shape Memory Alloy Membrane Component Deposited by chemical Vapor deposition”, US Patent Application Publication
- [13] Brinson L.C., Schmidt I., Lammering R., (2004), “Stress-induced transformation behavior of a polycrystalline NiTi shape memory alloy: micro and macromechanical investigations via in situ optical microscopy”, Elsevier, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 52:1549-1571.