T. C.
CUMHURİYET ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE SiC TAKVİYELİ TiNi KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Hülya AKKAN

(201492061020)

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mehmet ŞİMŞİR

SİVAS

MAYIS 2017

Hülya AKKAN'nın hazırladığı ve **"Toz Metalurjisi Yöntemiyle SiC Takviyeli TiNi Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu"** adlı bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından **METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Mehmet ŞİMŞİR** .....
Cumhuriyet Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Yrd. Doç. Dr. Fatih APAYDIN** .....
Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi

Doç. Dr. L. Cenk KUMRUOĞLU .....
Cumhuriyet Üniversitesi

Bu tez, Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak onaylanmıştır.

Prof. Dr. İdris ZORLUTUNA

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRÜ

Bu tez, Cumhuriyet Üniversitesi Senatosu'nun 20.08.2014 tarihli ve 7 sayılı kararı ile kabul edilen Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Tez Yazım Kılavuzu (Yönerge)'nda belirtilen kurallara uygun olarak hazırlanmıştır.

Bütün hakları saklıdır.

Kaynak göstermek koşuluyla alıntı ve gönderme yapılabilir.

© Hülya AKKAN, 2017

ETİK

Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tez Yazım Kılavuzu (Yönerge)'nda belirtilen kurallara uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- ✓ Bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- ✓ Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- ✓ Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere, bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu ve atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- ✓ Bütün bilgilerin doğru ve tam olduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- ✓ Tezin herhangi bir bölümünü, Cumhuriyet Üniversitesi veya bir başka üniversitede, bir başka tez çalışması olarak sunmadığımı; beyan ederim.

26.05.2017

Hülya AKKAN

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım sırasında engin bilgi ve tecrübeleriyle her konuda desteğini gördüğüm tez danışmanım, Sayın Prof. Dr. Mehmet ŞİMŞİR'e en içten teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuvar ve tez çalışmalarım sırasında görüş ve önerilerinden faydalandığım Araş. Gör. Kerim Emre ÖKSÜZ'e ve Yrd. Doç. Dr. Ali ÖZER'e teşekkür ederim.

Hayatım boyunca beni her yönden destekleyen ve her daim yanımda olan sevgili AİLEME en içten teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma; 2210-D Sanayiye Yönelik Yurt İçi Yüksek Lisans Burs Programı kapsamında TÜBİTAK tarafından desteklenmiştir.

ÖZET

TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE SiC TAKVİYELİ TiNi KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Hülya AKKAN

Yüksek Lisans Tezi
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman: Prof. Dr. Mehmet ŞİMŞİR
2017, 65+xviii sayfa

Son yıllarda TiNi alaşımlarının biyouyumluluk ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesine yönelik çalışmalar yapılmaya başlanmıştır. TiNi alaşımları ticari uygulamalarda (havacılık, tıp ve dişçilik alanlarında) kullanılmakta ve her geçen gün geliştirilmektedir.

Bu deneysel çalışmanın amacı; SiC ilavesinin TiNi kompozit malzemenin mekanik ve biyouyumluluk özellikleri üzerine etkisini incelemektir. Çalışmada; % 99,99 saflıkta Ti ve Ni elementel tozlar, başlangıç malzemeleri olarak kullanılmıştır. Elementel tozlardan SiC takviyeli TiNi kompozit malzeme üretimi toz metalurjisi (TM) yöntemi ile yapılmıştır. Hazırlanan karışımlar, 500 MPa tek eksenli bir basınç altında sıkıştırılarak, 1150ºC'de 3 saat boyunca argon atmosfer korumalı bir fırın içerisinde sinterlenmiştir. Üretilen SiC takviyeli TiNi kompozit malzemelerde SiC'ün mikroyapıya etkisi, yoğunluk, mikro sertlik ve aşınma davranışları incelenmiş, yüzey özellikleri ve mikroyapısal karakterizasyonu Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılımlı Spektroskobu yöntemleri kullanılarak belirlenmiştir. Yapı içerisinde oluşan fazları belirlemek amacıyla X-ışınları kırınım tekniğiyle analizi yapılmıştır. Numuneler, yapay vücut sıvısı içerisinde (7, 14 ve 21 gün) bekletilerek, üretilen kompozit biyomalzemelerin davranışları incelenmiştir. Numune yüzeyinde oluşan tabakanın morfolojisinin belirlenmesi amacıyla Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılımlı Spektroskobu analizleri gerçekleştirilmiştir.

Çalışma sonunda, üretilen kompozit malzemelerde SiC takviye fazının homojen olarak dağıldığı ve matris olarak TiNi ana fazı olduğu tespit edilmiştir. SiC ilavesi ve partikül boyutunun azalması kompozit malzemelerin yoğunluğunu düşürmüştür. SiC ilavesi

TiNi kompozitinin sertlik ve aşınma direncini arttırmıştır. SiC tane boyutunun azalması bu özellikleri daha da iyileştirmiştir. Yapay vücut sıvısı içinde bekletilmesi sonucunda biyouyumluluk açısından önemli olan apatitin yüzeyde farklı kalınlıklarda kaplandığı görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Toz metalurjisi, Kompozit malzeme, Biyomalzeme, Biyouyumluluk, TiNi, SiC.

ABSTRACT

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF SiC_p REINFORCED TiNi COMPOSITES BY POWDER METALLURGY METHOD

Hülya AKKAN

Master of Science Thesis, Department Metallurgy and Materials Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Mehmet ŞİMŞİR

2017, 65 pages

In recent years, it has been began to research on the biocompatibility and the mechanical properties of TiNi composite material. TiNi alloys are used and developed every day in commercial applications (in the field of aerospace, medicine and dentistry).

Aim of current experimental study is to investigate the effect of SiC addition on the biocompatibility and mechanical properties of TiNi composite materials. In this experimental study, 99.99% pure Ni and Ti powders were used as starting materials. SiC reinforced TiNi composite materials were produced by powder metallurgy (PM) method. The prepared mixtures were pressed to 500 MPa under a uniaxial pressure and then sintered at the temperature of 1150ºC for 3 hours in an argon atmosphere. The effects of SiCp addition on microstructure, relative density hardness and wear behavior of TiNi composites have been investigated. The surface properties and microstructural characterization of produced composite materials were examined by Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive Spectroscopy. XRD analysis was performed to determine the phases formed in the structure. The samples were soaked in (7, 14, 21 days) simulated body fluid and the behaviors of the produced composite biomaterials were examined. Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive Spectroscopy analysis were performed to determine the morphology of the layer formed on the surface of the sample.

At the result of study, SiC particles were distributed uniformly in matrix and TiNi phase was observed as the matrix phase. Addition of SiC and decrease in particle size decreases the density of the composite material. Also, addition of SiC increases the surface hardness and wear resistance of the TiNi composite material. Decrease in

particle size of SiC improves these properties. After soaking in simulated body fluid, it is observed that with different thickness of apatite phase, which is important for biocompatibility, was coated on the surface.

Keywords: Powder metallurgy, Composite material, Biomaterial, Biocompatibility, TiNi, SiC.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

TEŞEKKÜR…… vi
ÖZET…… vii
ABSTRACT…….. ix
ŞEKİLLER DİZİNİ…… xiii
ÇİZELGELER DİZİNİ…… xv
SİMGELER DİZİNİ…… xvi
KISALTMALAR DİZİNİ…… xviii

1. GİRİŞ…….. 1
2. LİTERATÜR TARAMASI…….. 3
3. TOZ METALURJİSİ…….. 8
3.1. Toz Metalurjisi Proses Adımları…….. 8
3.1.1. Toz üretimi…….. 8
3.1.2. Harmanlama ve karıştırma…… 9
3.1.3. Presleme…….. 9
3.1.4. Sinterleme…… 10
3.1.5. Toz metalurjisi ile üretim yönteminin avantaj ve dezavantajları…….. 12
4. KOMPOZİT MALZEMELER…….. 14
4.1. Polimer Matrisli Kompozit Malzemeler…….. 15
4.2. Seramik Matrisli Kompozit Malzemeler…… 15
4.3. Metal Matrisli Kompozit Malzemeler…… 16
5. SİLİSYUM KARBÜR (SiC)…… 17
6. TİTANYUM VE ALAŞIMLARI…….. 20
6.1. Titanyum-Nikel Alaşımları…… 20
6.1.1. NiTi şekil hafızalı alaşımlarda yapı ve dönüşümler…….. 23
6.1.2. NiTi alaşımların faz diyagramı…….. 24
6.1.3. NiTi alaşımlarının biyomedikal uygulamaları…….. 25
7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR…….. 27
7.1. Deney Numunelerin Hazırlanması…….. 28
7.1.1. Tozların karıştırılması…….. 29
7.1.2. Toz karışımlarının preslenmesi…….. 29
7.1.3. Sinterleme işlemi…….. 30
7.2. Fiziksel, Mekanik ve Yapısal Karakterizasyon Çalışmaları..... 30
7.2.1. Yoğunluk ölçümlerinin hesaplanması…….. 30
7.2.2. Yapay vücut sıvısının hazırlanması…….. 32
7.2.3. Mekanik karakterizasyon çalışmaları …….. 34
7.2.4. Yapısal karakterizasyon çalışmaları…….. 36
8. DENEYSEL SONUÇLAR…….. 38
8.1. Yoğunluk…….. 38
8.2. Sertlik…… 39
8.3. Aşınma…….. 39
8.4. Mikroyapı…….. 40
8.5. X-Işınları Analizi…… 44
8.6. Taramalı Elektron Mikroskobu Çalışması…….. 45
8.6.1. Yapay vücut sıvısı çalışması …….. 49

9. SONUÇLAR VE ÖNERİLER……. 60

KAYNAKLAR……... 61

ÖZGEÇMİŞ

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 3.1	Toz metalurjisi yönteminde presleme işleminin basamakları.....	10
Şekil 3.2	Presleme işleminde kullanılan kalıp ve diğer elemanlar……	10
Şekil 3.3	Sinterleme ile boyun oluşumunun taramalı elektron mikroskobu görüntüsü…….	11
Şekil 3.4	Boyun bölgesinde gerçekleşen muhtemel sinterleme mekanizmaları: 1)Yüzey difüzyonu, 2) Buharlaşma ve yoğunlaşma, 3) Kütle difüzyonu, 4) Tane sınır difüzyonu….....	12
Şekil 5.1	SiC'ün elmas benzeri tetrahedral (dörtyüzlü) kristal yapısı…..	17
Şekil 5.2	Kübik ve hegzagonal kristal kafes yapısına sahip silisyum karbür (SiC) malzemesi……...	18
Şekil 6.1	Tipik sabit gerilme altında malzemenin ısıtma ve soğutma ile meydana gelen dönüşüm-sıcaklık grafiği……	22
Şekil 6.2	Şekil hafıza etkisi mekanizması……..	22
Şekil 6.3	Martenzitik dönüşüm öncesi B2 (a) sonrası B19 (b) kristal yapı..	23
Şekil 6.4	NiTi alaşımın faz diyagramı……	24
Şekil 6.5	Endodontik uygulamalarda kullanılan NiTi döner kök kanalı aleti…….....	25
Şekil 6.6	Damar tıkanıklığında kullanılan NiTi stent örnekleri…….....	26
Şekil 6.7	NiTi alaşımının ortopedideki kullanımının şematik gösterimi…	26
Şekil 7.1	Deneysel çalışmaların akış şeması……..	27
Şekil 7.2	Hassas tartım cihazı……	28
Şekil 7.3	Karıştırıcı……	29
Şekil 7.4	Hidrolik pres…….....	29
Şekil 7.5	(a) Atmosfer kontrollü tüp fırın, (b) Sinterleme rejimi grafiği…	30
Şekil 7.6	Yoğunluk ölçümlerinde Kullanılan tartım cihazı……	31
Şekil 7.7	Aşınma deney düzeneği ……	35
Şekil 7.8	Sertlik cihazı……	35
Şekil 7.9	(a) Nikon marka optik mikroskop, (b) Tescan® marka taramalı elektron mikroskobu….....	36
Şekil 7.10	X-ışınları difraksiyon analizinde kullanılan XRD cihazı ……..	37
Şekil 8.1	Üretilen kompozitlerin teorik ve deneysel yoğunluk değerleri…….....	38
Şekil 8.2	Üretilen kompozitlerin mikro-sertlik ve yoğunluk grafiği….....	39
Şekil 8.3	Üretilen kompozitler için aşınma grafiği…….....	40
Şekil 8.4	Deneysel çalışmada kullanılan başlangıç tozlarının SEM Görüntüleri; (a) Ti, (b) Ni, (c) SiC (20 μm), (d) SiC (40 μm)….	41
Şekil 8.5	Sinterlenmiş numunelerin Optik Mikroskop Görüntüleri; (a) Saf Ti, (b) TiNi, (c) Ti50+Ni49+1SiC(40 μm), (d) Ti50+Ni49+1SiC(20μm)……	42
Şekil 8.6	Sinterlenmiş numunelerin SEM Görüntüleri; (a) Saf Ti, (b) TiNi, (c) Ti50+Ni49+1SiC(40 μm), (d) Ti50+Ni49+1SiC(20 μm)……..……...	43
Şekil 8.7	Üretilen numunelerin XRD paternleri…….....	44

Sayfa

Şekil 8.8 Sinterlenmiş saf Ti'un; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizi ……..... 45
Şekil 8.9 Sinterlenmiş TiNi kompozitinin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS haritası (c) EDS nokta analizleri …… 46
Şekil 8.10 Sinterlenmiş Ti50+Ni49+1SiC (40 μm) kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizleri, (c) EDS haritası ……..... 47
Şekil 8.11 Sinterlenmiş Ti50+Ni49+1SiC (20 μm) kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizleri, (c) EDS haritası ……..... 48
Şekil 8.12 Yapay vücut sıvısında 7 gün bekletilen Saf Ti'un SEM görüntüleri…….. 49
Şekil 8.13 Yapay vücut sıvısında 7 gün bekletilen TiNi kompozitin SEM analizleri…..... 50
Şekil 8.14 Yapay vücut sıvısında 7 gün bekletilen Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC (40 μm) kompozitin SEM analizleri……..... 50
Şekil 8.15 Yapay vücut sıvısında 7 gün bekletilen Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC (20 μm) kompozitin SEM analizleri…..... 51
Şekil 8.16 Yapay vücut sıvısında 14 gün bekletilen Saf Ti'un SEM görüntüleri……..... 52
Şekil 8.17 Yapay vücut sıvısında 14 gün bekletilen TiNi kompozitin SEM analizleri……. 52
Şekil 8.18 Yapay vücut sıvısında 14 gün bekletilen Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC (40 μm) kompozitin SEM analizleri..... 53
Şekil 8.19 Yapay vücut sıvısında 14 gün bekletilen Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC (20 μm) kompozitin SEM analizleri…… 53
Şekil 8.20 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Saf Ti'un SEM görüntüleri…….. 54
Şekil 8.21 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen TiNi kompozitin SEM analizleri……..... 54
Şekil 8.22 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC (40 μm) kompozitin SEM analizleri……..... 55
Şekil 8.23 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC (20 μm) kompozitin SEM analizleri……..... 55
Şekil 8.24 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Saf Ti kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizleri, (c) EDS haritası…….. 56
Şekil 8.25 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen TiNi kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS haritası, (c) EDS nokta analizleri……. 57
Şekil 8.26 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC (40 μm) kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizleri, (c) EDS haritası…….. 58
Şekil 8.27 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC (20 μm) kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizleri, (c) EDS haritası…….. 59

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 5.1 Silisyum karbür yapısının fiziksel ve mekanik özellikleri…….. 19
Çizelge 6.1 Titanyum elementinin bazı fiziksel ve mekanik özellikleri….. 20
Çizelge 7.2 Üretilen kompozitlerin ağ.% miktarları……..... 28
Çizelge 7.2 Yapay vücut sıvının kimyasal bileşimi……. 32
Çizelge 8.1 Üretilen kompozitlerin yoğunluk miktarları……. 38

SİMGELER DİZİNİ

Al	Alüminyum
Al_2O_3	Alüminyum oksit
Ar	Argon
Au	Altın
AuCd	Altın kadmiyum
B_4C	Bor karbür
$CaCl_2.2H_2O$	Kalsiyum klorür dihidrat
cm^3	Santimetre küp-hacim birimi
Co	Kobalt
Cr	Krom
CsCl	Sezyum klorür
Cu	Bakır
dk	Dakika- zaman birimi
Fe	Demir
g	Gram
HCl	Hidroklorik asit
HF	Hidrojen florür
HNO_3	Nitrik asit
HV	Vickers sertlik değeri
KCl	Potasyum klorür
kV	Kilo volt
mA	Mili amper
Mg	Magnezyum

$MgCl_2.6H_2O$	Magnezyum klorür hegzahidrat
Mn	Mangan
N	Azot
$Na_2HPO_4.2H_2O$	Disodyum hidrojen ortofosfat hidrat
Na_2SO_4	Sodyum sülfat
$NaHCO_3$	Sodyum bikarbonat
Nb	Niobyum
Ni	Nikel
Pd	Paladyum
Pt	Platin
s	Saat
Si_3N_4	Silisyum nitrür
SiC	Silisyum karbür
Ta	Tantal
Ti	Titanyum
TiC	Titanyum karbür
TiN	Titanyum nitrür
TiO_2	Titanyum dioksit
W	Wolfram
Zn	Çinko
Zr	Zirkonyum
ZrO_2	Zirkonyum dioksit
θ	Teta
λ	Lamda – dalga boyu birimi
µm	Mikro metre
°C	Derece

KISALTMALAR DİZİNİ

CTP	Cam elyaf takviyeli polyester
CVD	Kimyasal buhar biriktirme
EDS	Enerji dağılım spektroskobu
MMK	Metal matrisli kompozit
SBF	Yapay vücut sıvısı
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
SİP	Soğuk izostatik pres
SMA	Şekil hafızalı alaşım
ŞHA	Şekil hafızalı alaşım
TM	Toz metalurjisi
XRD	X-ışınları kırınımı
YSS	Yüksek sıcaklık sentezi

1. GİRİŞ

Mühendislik malzemelerinin; hafif, mukavemetli, yüksek aşınma ve korozyon direncine sahip olması istenir. Fakat istenen bu özellikleri tek bir malzemede bulmak çoğu zaman mümkün olmamakla birlikte bazı teknolojik uygulamalarda mevcut durumdan çok daha üstün özellikler istenmektedir. Bu noktada kompozit malzemelerin üretimi devreye girerek en ideal çözümleri sunmaktadır. Kompozit malzeme, farklı özellikteki iki veya daha fazla malzemenin bir araya gelerek, bileşenlerinde mevcut olmayan bazı özelliklerin (esneklik, hafiflik, dayanım vb.) geliştirilmesi amacıyla yapılan bir kombinasyon olarak tanımlanabilir. Kompozit malzemeler metal, polimer ya da seramik matrisli olabilir. Kompozit malzemeler arasında, metal matrisli kompozitler çok önemli bir yere sahip olmakla birlikte, metal bir matrisin içinde seramik veya metal takviye kullanılarak elde edilir. Ana malzemenin yetersiz olduğu durumlarda takviye malzeme kullanarak oluşturulan ve önemli ölçüde malzeme özelliklerini iyileştiren metal matrisli kompozitlerin üretimi ve kullanımı gün geçtikçe daha yaygın hale gelerek malzeme biliminin gelişimi için sınırsız olanaklar sunmaktadır [1].

Metal esaslı kompozitlerin üretim yöntemlerinden bazıları döküm, toz metalurjisi ve infiltrasyondur. Bu yöntemler arasında ucuz ve en yaygın kullanılanı döküm yöntemidir. Ancak döküm yönteminde belirli bir büyüklüğün altındaki seramik parçacıklar matris içine homojen olarak dağıtılamamaktadır. Homojen dağılması için erime sıcaklığının üzerinde bir sıcaklıkta yapılan uzun karıştırma işlemleri, takviye malzemesi ve matris malzemesi arasında istenmeyen reaksiyonların oluşmasına neden olmaktadır. Toz metalurjisi tekniği pahalı olmasına karşılık, tozların ara yüzeyde reaksiyon oluşturmasına fırsat vermeden istenilen oran ve istenilen büyüklükte kompozit malzeme üretimine olanak sağlamaktadır [2]. Toz metalurjisi, üretimi zor parçaların (küçük, fonksiyonel, birbiri ile uyumsuz, kompozit yapılar vb.) ekonomik, yüksek mukavemet ve minimum malzeme kaybı ile diğer üretim yöntemlerine kıyasla daha avantajlı bir şekilde üretilmesi yöntemi ve tekniğidir [3].

Metal matrisler arasında en çok kullanılanlar alüminyum, magnezyum, bakır, titanyum ve süper alaşımlardır. Bunların dışında birçok metal matrisli kompozit malzemede üretilmiştir. İstenilen özellikler, ekonomik nedenler, matris takviye uyumu, üretim yöntemi sınırları gibi nedenler matris seçimi tercihini belirler. Son zamanlarda yapılan

çalışmalarda, NiTi şekil hafızalı alaşımlar (ŞHA'lar), kalça protezleri ve implantlar gibi biyomedikal uygulamalar için umut verici biyomalzemeler olarak göze çarpmaktadır. NiTi ŞHA'ların hafif, süper elastikiyet ve ayarlanabilir mekanik özellikleri, ağırlık taşıyan alanda stres yoğunluğunu azaltabilir. Böylece bitişik kemiklerde; gözenekli NiTi ŞHA'lar ile insan kemikleri arasındaki mekanik özelliklerin uyumsuzluğundan dolayı oluşabilecek kırılma riskini azaltabilir. Ayrıca uzay ve havacılık sanayi başta olmak üzere, savunma sanayinin birçok kolunda kullanımı diğer sistemlere tercih edilir hale gelmiştir. Bununla birlikte, geleneksel yöntemlerle imal edilen NiTi ŞHA'ların gözenek özellikleri ve mekanik özellikleri (sertlik, mukavemet ve aşınma dayanımı) pek tatmin edici olmamakla birlikte uygulamaları sınırlı kalmıştır.

Bu çalışmada, SiC takviyeli TiNi kompoziti toz metalurjisi yöntemiyle üretilmiştir. Üretilen SiC takviyeli TiNi kompozit malzemelerde SiC'ün yapıya etkileri mikro sertlik ve aşınma davranışları incelenerek en iyi dayanıma sahip biyomalzeme üretilmesi amaçlanmıştır.

2. LİTERATÜR TARAMASI

Jiang ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada, nano boyutlu SiC partikülleri ile güçlendirilmiş yaklaşık eşit atomlu NiTi alaşım matrisli şekil hafızalı kompozit malzemeyi toz metalurjisi yöntemi ile üretmişlerdir. Nikel (61 µm % 99,9 saflık) ve titanyum (50 µm, % 99,9 saflık) tozları kullanılarak, % 50,8 Ni - % 49,2 Ti atom oranına sahip olan karışımına sırasıyla ağ.% 3 ve ağ.% 5 nano boyutlu SiC (80 nm,% 99,99 saflık) parçacıkları ilave edilip karıştırılmıştır. Numuneler, tüp fırında koruyucu argon gazı (% 99,99) altında 1000°C'de 3 saat boyunca sinterlenmiş ve fırında 450°C'ye soğutulmuştur. Son olarak, tüm numuneler su verme ile 450°C'de 30 dakika yaşlandırmaya tabi tutulmuştur. Çok sayıda rastgele dağılmış nano boyutlu SiC parçacıkları ve NiTi şekil hafızalı alaşımın matris içinde bulunan birkaç ikinci faz parçacıkları faz dönüşüm karakteristiğini kısmen etkilerken, alaşımın mukavemeti artmıştır. %5 SiC/NiTi'un yoğunluğu %3 SiC/NiTi ile aynı, gözeneklilik ise SiC partikül miktarı arttıkça azalmıştır [4].

Kaya ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada, ortalama tane boyutu 325 mesh olan Ti (%99,8) ve Ni (%99,5 saflıkta) tozları %49 Ti - %51 Ni atomik oranında karıştırılmıştır. Argon atmosferi altında farklı ön ısıtma sıcaklıklarında kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (YSS) ile numunelerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen numunelerin gözenek oranları 100, 200 ve 300ºC'de sentezlenen numuneler için sırasıyla % 57,9, 55,3 ve 54,3 olarak belirtilerek, numunelerin gözenek oranları ham yoğunluğa ve ön ısıtma sıcaklığına göre değiştiği belirtilmiştir. Farklı bölgelerden alınan mikro sertlik ölçümlerinin ortalaması farklı gözenekli numuneler için sırasıyla; 313,4, 308,7 ve 315,5 HV olarak bulunduğu ve numunelerin sertliğinin gözenek oranı ile değişmediği vurgulanmıştır [5].

Li ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, titanyum (50µm) ve nikel (61µm) tozlarını atomik oranı %49,2 Ti ve %50,8 Ni olacak şekilde karıştırmışlardır. Gözenek oluşturması için toz karışımına üre ilave edilmiştir. Numuneler 50, 100 ve 200 MPa basınç altında preslenerek, geleneksel sinterleme yöntemi ile argon gazı atmosferi altında 250°C'de 1 saat süreyle ısıtılıp, ardından 1000-1100°C'de 3 saat bekletilerek sinterlenmiştir. Daha sonra fırının sıcaklığı 450°C'ye soğutulup, tüm numuneler su verme ile 450°C'de 30 dakika yaşlandırmaya tabi tutulmuştur. Üretilen numunelere yapılan XRD analizine göre yapıdaki baskın fazın NiTi fazı olduğu belirtilmiştir.

Bunların yanı sıra yapıda nispeten düşük miktarlarda, Ni_3Ti, Ni_4Ti_3 ve Ti_2Ni fazları da bulunmaktadır [6].

Zhu ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, ticari saflıktaki Ti (320 mesh) ve Ni (300 mesh) tozları kullanılarak geleneksel sinterleme yöntemi ile NiTi şekil hafızalı kompozit numuneleri üretmişlerdir. Numuneler, tüp fırında koruyucu argon gazı altında 980°C'de 2, 4 ve 8 saat süreyle sinterlenmiştir. Deneysel çalışmalar sonucunda 4 saat sinterleme yapılan numunenin yapısında serbest Ni ile birlikte, NiTi, Ni_3Ti ve Ti_2Ni fazları görülürken, sinterleme süresi 8 saati aştığında, serbest Ni'nin görülmediği, buna karşılık NiTi oranının arttığı ve yapıda yine Ni_3Ti ve Ti_2Ni fazlarının bulunduğu vurgulanmıştır [7].

Hey ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, Ti (320 mesh, %99,9 saflıkta) ve Ni (300 mesh, %99,5 saflıkta) elementel tozları ağ.%50-50 olacak şekilde karıştırılarak preslenmiştir. 800 ila 1000°C arasında değişen sıcaklık ve sürelerde vakum ortamında sinterlenmiştir. Üretilen numunelerin XRD analizlerindeki sonuçlara göre, yapıda TiNi ile birlikte bir miktar $TiNi_3$ fazına da rastlanmıştır. Bu çalışmada Gibbs serbest enerjisi hesabından yola çıkılarak $TiNi_3$ fazının en kararlı faz olduğu belirlenmiş, bu nedenle sadece katı hal sinterlemesi ile TiNi fazının tek başına elde edilmesinin zor olduğunu, dolayısıyla homojenleşmenin katı hal sinterleme prosesleri ile tamamlanmasının pek olası olmadığı vurgulanmıştır [8].

Wisutmethangoon ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, NiTi intermetalik numuneler, ticari yüksek saflıktaki Ti ve Ni tozları kullanılarak kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi ile üretilmiştir. Farklı ön ısıtma ve presleme basınçlarının (8, 16 ve 64 MPa) kullanıldığı çalışmada, ön ısıtma süresi ve presleme basıncı arttıkça, porozite oranının azaldığı belirlenmiştir. Sentezlenen gözenekli numunenin genel porozitesi %42-58 aralığında ve ortalama gözenek boyutu 340 ile 500 µm arasında olduğu belirtilmiştir [9].

El-Kady ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, SiC parçacık boyutunun ve miktarının Al matris kompozitin hem fiziksel hem de kimyasal özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. 70 nm, 10 µm ve 40 µm parçacıklı SiC ve 60 µm parçacık boyutlu Al kullanılmıştır. %10 ve %5 SiC ilaveli Al kompoziti toz metalurjisi yöntemiyle üretilmiş ve sonrasında sıcak ekstrüzyon uygulanmıştır. Faz bileşimi ve mikro yapısı

karakterize edilmiştir. Bağıl yoğunluk, sertlik ve basma mukavemeti incelenmiştir. Sonuçlar, XRD analizi baskın alaşımların Al ve SiC olduğunu gösterdiğini ortaya koymuştur. Kompozitlerin yoğunluğu artan SiC miktarıyla ve artan SiC parçacık boyutu ile artmaktadır. SEM çalışmaları takviyeli parçacıkların homojen olarak dağıldığını göstermiştir. Artan SiC miktarı daha yüksek sertliğe sebep olmaktadır ve bu sebeple Al-SiC kompozitinin basma dayanımını artırmaktadır. Üstelik SiC parçacıkların boyutu azaldığında sertlik ve basma dayanımı artmıştır. SiC'ün artan miktarı ve azalan boyutu kompozitte yüksek sertliğe katkıda bulunur. En yüksek sertlik değeri 72 HV, 70 nm parçacık boyutlu %10 SiC içeren örneğe dayanmaktadır. Çok ince SiC tane boyutu daha iyi basma dayanımı sunar. SiC miktarın artmasıyla basma dayanımı artar. En yüksek basma dayanımı 601 MPa, 70 nm boyutlu %10 SiC içeren kompozit içindir [10].

Celebi Efe ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada, matris içine ağ.%1, 2, 3 ve 5 SiC partikülleri eklenerek Cu'ın mekanik özellikleri geliştirilmiştir. 1 µm, 5 µm ve 30 µm boyutlarına sahip SiC partikülleri takviye olarak kullanılmıştır. Kompozit numuneleri toz metalurjisi yöntemiyle üretilmiştir ve açık atmosferli bir fırında 700°C'de 2 saat sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Optik ve SEM çalışmaları, takviye edilen parçacıkların dağılımının homojen olduğunu göstermiştir. XRD analizi, sinterlenmiş kompozit içerisinde baskın olan bileşenin Cu ve SiC olduğunu göstermiştir. Kompozitlerin bağıl yoğunluğu artan SiC miktarı ile azalmış ve artan SiC partikül boyutu ile artmıştır. Kompozitlerin sertliği, SiC'ün hem miktar hem de partikül boyutu ile artmıştır. 30 µm partikül boyutlu ağ.%1SiC içeren Cu için, maksimum bağıl yoğunluğu %98 olarak elde edilmiştir. SiC'ün parçacık boyutunun artmasıyla kompozitlerin sertliği de artmıştır. Bununla birlikte, 5 ve 30 µm SiC parçacıkları olan Cu-SiC kompozit numunenin ortalama sertliği, 1 µm SiC parçacıkları olan Cu-SiC kompozit numunesinde daha yüksektir [11]. Numunelerin ölçülen sertliği, 1 µm parçacık boyutuna sahip SiC için 130 ila 155 HV, 30 µm parçacık boyutuna sahip SiC için 188 ila 229 HV arasında değiştiği belirtilmiştir [12].

Yuan ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada, gözenekli NiTi ŞHA üretmek amacıyla, ticari saflıktaki Ti ve Ni elementel tozlarıyla sıcak izostatik presleme (SİP) metodu ile numuneler üretilmiştir. Üretilen numunelerde üniform dağılımlı boşluklar gözlemlenmiş ve yapı içerisinde oluşan küresel boşlukların büyüklüğü de yaklaşık 50-200 µm arasında olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca üretilen numuneler izotropik bir yapı

sergilemiştir. Bu gözenekli yapıya sahip Ti-Ni alaşımlı malzemelerin farklı yaşlandırma şartlarında; mikroyapı, martenzitik dönüşüm ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda faz dönüşüm davranışlarının Ni'ce zengin Ni-Ti alaşımlarına benzer olduğu ortaya çıkmıştır. Bu şekil hafızalı alaşım neredeyse tamamen süper-elastiklik davranış göstermiştir [13].

Liu ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, ortalama tane boyutu 325 mesh olan (ticari saflıktaki) Ti, Ni ve TiC tozları, farklı oranlarda hazırlanarak bilyalı değirmende 2 saat karıştırılıp 787 MPa basınç altında preslendikten sonra 900 ile 1500°C arasında değişen farklı sıcaklıklarda ve sürelerde sinterlenmiştir. Üretilen numunelerin aşınma davranışlarını incelemek amacıyla 50 N, 133 N ve 167 N yükler altında 1m/sn hız koşullarında ve 600 m mesafede aşınma deneylerine tabii tutulmuşlardır. Yapılan deneysel çalışmalar neticesinde TiC ilavesi ile NiTi alaşımının sertliğinin arttığı ve aşınma davranışlarında belirgin iyileşmeler meydana geldiği gözlemlenmiştir [14].

Bor ve Aydoğmuş yapmış oldukları çalışmada, ticari saflıktaki Ti (21 μm) ve Ni (21 μm) tozları ile gözenekli TiNi alaşımı (%50,6Ti - %49,4Ni) üretmeyi amaç-lamışlardır. Gözeneklilik oluşturması adına karışıma 250-600 μm toz boyutuna sahip magnezyum tozları eklenip bir süre karıştırıldıktan sonra elde edilen toz karışımı 779 MPa basınç altında preslenmiştir. Presleme işleminden sonra numuneler 1100°C'de Ar gazı atmosferinde 1 saat süreyle sinterleme işleminden sonra numuneler 60-75°C/dk hızla Ar gazı atmosferi altında soğutulmuşlardır. Yapılan çalışmalar sonucu %21 ila %26 oranında poroziteye sahip NiTi alaşımı üretilmiştir [15].

Kılıç yapmış olduğu çalışmada, Al matrisli ağırlıkça %5, %10, %15 SiC takviyeli kompozitleri toz metalurjisi metodu ile üretmiştir. Al ve SiC tozlarını 800 MPa basınçla presleyerek test numunelerini hazırlamıştır. Bu numuneleri 650°C'de 2 saat süreyle Ar gazı atmosferinde sinterlenmiştir. Test için hazır hale gelen kompozitlerin sertlik, yoğunluk, aşınma değerleri tespit edilmiştir. Yoğunluk ölçümlerinde seramik takviye oranı arttıkça yoğunluğun arttığı gözlemlenmiştir. Sertlik ölçümlerinde takviye oranı ve partikül boyutunun artması ile sertlik değerlerinin arttığı kaydedilmiştir. Numuneler üzerinde yapılan aşınma deneyinin sonuçlarında ise, kompozit içerisindeki seramiğin tane boyutu ve ağırlık oranı azaldıkça aşınma direncinin azaldığı, kompozit oranı arttıkça aşınma direncinin arttığı görülmüştür [16].

Ekerer yapmış olduğu çalışmada, Al matrisli kompozitlere Al_2O_3 (Alümina) - SiC partikül takviyeleri yaparak TM yöntemi ile numuneler üretmiş ve mekanik özelliklerini incelemiştir. 200 Mpa ile 600 MPa arasında değişen basınçlarda preslenmiş numuneler 640°C'de argon gazı koruyucu gazı altında sinterlenmiştir. Daha sonra hazırlanan kompozitlerin yoğunlukları ve sertlikleri ölçülmüş, üretilen kompozitlerin yoğunluk değerleri presleme basıncı ve partikül oranı artışıyla doğru orantılı olarak artmıştır. Üretilen kompozitlerin sertlik değerlerinde beklenen sonuçlar elde edilemediği fakat basınç ve alümina takviye miktarının artışıyla sertliğin doğrusal olarak arttığı gözlemlenmiştir [17].

Kevenlik yapmış olduğu çalışmada, ortalama tane boyutu 92,53 µm olan Al tozu ve 16 µm SiC tozu ile alüminyum matrisli ağ. %5, %10, %15 ve %20 SiC takviyeli kompozitler üretmiştir. Belirlenen oranlarda 45 dakika süreyle Turbula karıştırıcı cihazında karıştırılan numuneler 500 MPa basınçla sıkıştırılarak üretilmiştir. Üretilen kompozit numuneler, 575°C, 600°C, 625°C sıcaklıklarda 2 saat süreyle argon atmosferi altında sinterlenmiştir. Archimed Metodu ile test numunelerinin sinterleme sonrası yoğunlukları tespit edilmiştir. Numunelerin bir kısmı T6 yaşlandırma işlemine tabii tutulmuştur. Yapılan çalışmalar neticesinde, sinterleme sıcaklığının artması ile üretilen kompozit malzemelerde yoğunluk ve sertlik artmış bunun yanında gözeneklilik (porozite) azalmıştır. Takviye oranının artmasıyla ise; yoğunluk, gözeneklilik ve sertlik artmıştır [18].

3. TOZ METALURJİSİ

Toz metalurjisi, mekanik ve fiziko-kimyasal yöntemlerle metal ve metalik alaşımlarını toz haline getirmek ve katılan tozların tamamını ergitmeden basınç ve sıcaklık yardımıyla iş parçası üretmektir. Bu yöntemde toz halindeki saf metaller, karbon, seramik ve plastik malzemeler birbirleriyle karıştırıldıktan sonra bir kalıpta belli bir basınç altında preslenir. Ardından partiküllerin temas yüzeyleri arasında kuvvetli bir bağ oluşturmak ve istenilen özellikleri sağlamak amacıyla, koruyucu atmosfer altında, kullanılan metal tozlarının ergime noktasının altındaki bir sıcaklıkta sinterleme işlemine tabi tutulur. Eğer toz karışım halindeyse, karışımdaki en yüksek ergime noktasına sahip tozun ergime sıcaklığının altında yapılır [19]. Toz metalurjisi genellikle; otomobiller, bilgisayarlar, ev gereçleri ve ayrıca tıbbi amaçlı uygulamalarda da kullanılmaktadır. Toz metalurjisinin karmaşık şekilli ve yüksek kalite gerektiren biyomalzeme üretiminde kullanılması ayrıca biyolojik uyumluluk, aşınma ve korozyon direnci gibi özelliklerin de iyi olmasını mümkün kılar. Bu yöntemin biyomalzemeler için kazandırdığı en önemli avantajlardan biri ise biyomalzemenin gözenekli yapıda üretilebilmesine imkân sağlamasıdır [19,20].

3.1. Toz Metalurjisi Proses Adımları

Toz metalurjisi yönteminin üretim aşamaları genel olarak 4 safhada sınıflandırılabilir;

1. Toz üretimi

2. Harmanlama ve Karıştırma

3. Presleme

4. Sinterleme

3.1.1. Toz üretimi

Günümüzde üretilen çoğu metal tozlarının boyutu 0,1-200 μm arasında değişmektedir. Tozların fiziksel özelliklerinden olan toz şekli, toz boyutu dağılımı ve spesifik yüzey alanı tozların, görünür yoğunluğuna, sıkıştırma işlemi sırasında kalıba akış davranışlarına, sıkıştırılabilirliğine ve sinterleme sonrası davranışlarına etki etmektedir. Ayrıca tozların saflığı da çok önemlidir. Tozları oluşturan parçacıkların şekli önemli bir özellik olup uluslararası standartlarda basit niceleyici

karakterizasyonla dentritik, çubuksu, yassı-tabakamsı, lifsi, küresel, açılı, düzensiz şekilli ve granül olarak nitelendirilmiştir. Toz parçacıklarının şekli tozların akış davranışlarını, görünür yoğunluklarını ve paketlenebilirliğini etkiler [21].

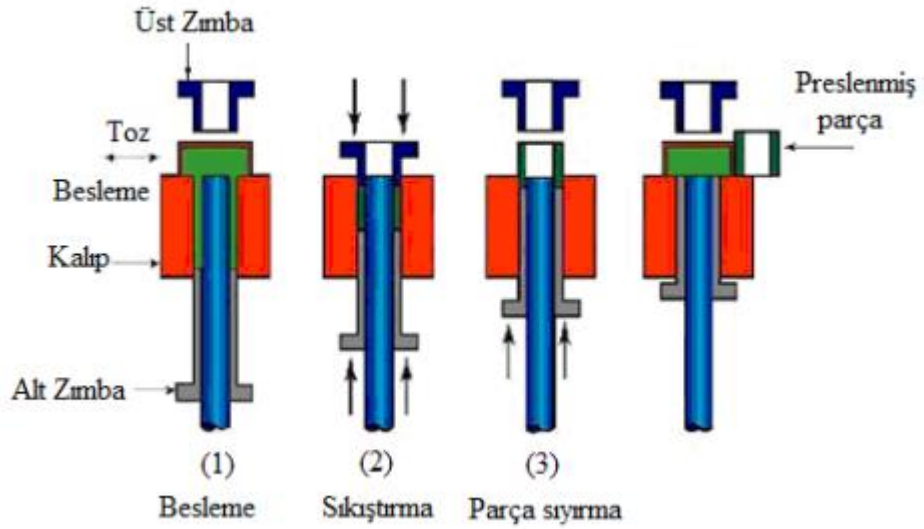
3.1.2. Harmanlama ve karıştırma

Harmanlama, genelde tek bileşenli karışımlar için, karıştırma ise birden fazla bileşenli toz karışımları için kullanılan terimler olarak ifade edilir. Uygun malzeme seçimleri yapıldıktan sonraki basamak bu malzemeleri karıştırmaktır. Karıştırma işlemi, kullanılan tozların mekanik özelliklerini önemli biçimde etkilediği için bu basamak çok önemlidir. Sinterleme esnasında yeni alaşımların oluşturulması amacıyla tozların birleştirilmesi, sıkıştırma için yağlayıcıların eklenmesi ve şekillendirme için toz-bağlayıcı karışımın hazırlanması gibi faktörler için karıştırma ve harmanlama işlemi gereklidir. Karıştırma işlemi genellikle 5 ile 30 dakika arasında yapılsa da; en ideal olanı tozun hacmi, karıştırıcı hacminin %50-60'ı kadar olduğunda gerçekleşir. Karıştırmanın homojen olmasının sağladığı avantaj, tozun her kısmında sabit ve homojen yoğunluk elde etmektir [22].

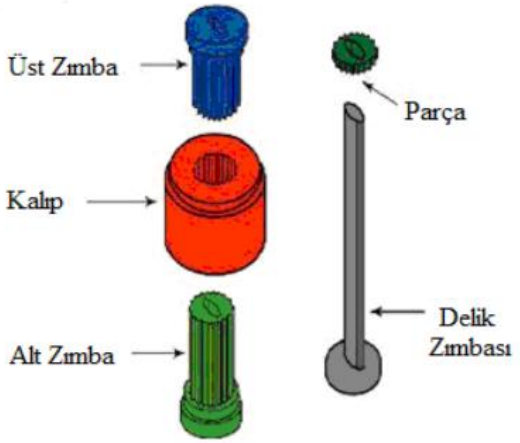
3.1.3. Presleme

Toz karışımının yoğunluk kazandırılması adına en yaygın şekillendirme yöntemi kalıpta sıkıştırmadır. Tozlar basınç uygulandığında partiküller birbiri üzerinden kayarlar ve daha sonra da yüksek basınçlarda partiküllerin şekil değiştirmesiyle yoğunlaştırılırlar. Presleme işleminden sonra parça elle tutulabilir bir mukavemet kazanmakla birlikte ayrıca presleme işlemiyle istenilen gözeneklilik miktarı verilebilmektedir. En yaygın olarak kullanılan toz şekillendirme yöntemi, basıncın tek veya çift yönlü olarak uygulandığı kalıplarda sıkıştırmadır. Tek yönlü sıkıştırmada, toz üst zımbanın hareketi ile sabit olan alt zımbaya doğru sıkıştırılır. En yaygın olanı tek eksen yönünde tozun preslenmesidir. Ancak bu yöntemde tozlar arasında ve toz ile kalıp duvarı arasındaki sürtünme, düzensiz bir basınç dağılımına neden olacağından sıkıştırılan parçadaki yoğunluk homojen bir dağılım göstermez. Basıncın tek veya çift yönlü olarak uygulandığı kalıpta sıkıştırma, en yaygın olarak kullanılan toz şekillendirme yöntemidir. Tek yönlü sıkıştırmada, toz üst zımbanın hareketi ile sabit olan alt zımbaya doğru sıkıştırılır. Bu yöntemde tozlar arası ve toz ile kalıp duvarı arasındaki sürtünme düzensiz bir basınç dağılımına neden olacağından, sıkıştırılan parçanın yoğunluğu homojen bir dağılım göstermez. Kalıbın sert ve yumuşak olması,

kalıbın ve/veya tozun ısıtılması, tozun veya yalnız kalıbın yağlanması ve uygulanan üst basınçta bekleme zamanının değiştirilmesi gibi birçok faktör preslemeyi etkilemektedir. Şekil 3.1 ve Şekil 3.2'de presleme yönteminin işlem basamakları ve kalıp elemanları verilmiştir [21,23].



Şekil 3. 1 Toz metalurjisi yönteminde presleme işleminin basamakları [23].

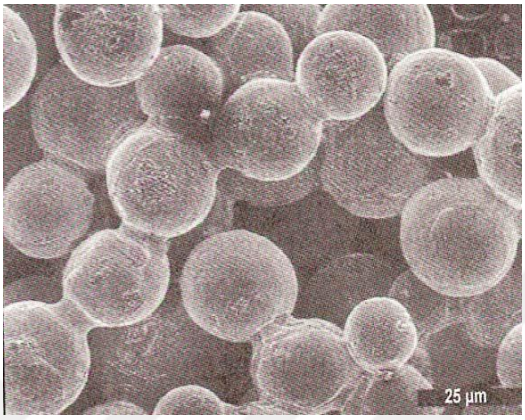


Şekil 3. 2 Presleme işleminde kullanılan kalıp ve diğer elemanlar [23].

3.1.4. Sinterleme

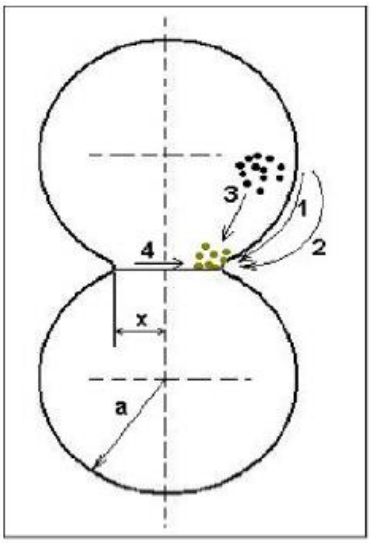
Sinterleme, ısı enerjisi uygulayarak parçacıkların birbirine bağlanmasıyla önemli ölçüde mukavemet artışına ve özelliklerin iyileşmesine olanak sağlar. Sinterlemenin bir diğer amacı ise, malzemedeki porozite miktarının azaltılmasıdır. Birbirine temas eden parçacıkların birbirine bağlanması ergime sıcaklığının altında katı halde atom

hareketleriyle oluşabilir. Ancak bu olay sıvı faz oluşumu ile birlikte gerçekleşir. Mikro yapı ölçeğinde, bağlanma temas eden parçacıklar arasında boyunlaşma ile kendini gösterir. Şekil 3.3'te verilen taramalı elektron mikroskobu görüntüsünde küresel parçacıklar arasında katı halde boyun oluşumu görülmektedir. Bu olay, mukavemetin ham mukavemete oranla artmasını ve diğer birçok mekanik özelliğin gelişmesini sağlar [21].



Şekil 3. 3 Sinterleme ile boyun oluşumunun taramalı elektron mikroskobu görüntüsü [21].

Sinterleme, yüksek sıcaklıkta atomların yayınımı ve küçük parçacıkların yüzey enerjisinin azalmasıyla gerçekleşir. Toz üretimi malzemeye enerji vererek yüzey alanı veya yüzey enerjisi oluşturma işlemidir. Sinterleme ile toz üretimindeki yüzey enerjisi giderilmiş olur. Birim hacimdeki yüzey enerjisi parçacık boyutu ile ters orantılıdır. Bu nedenle, daha yüksek özgül yüzey alanına sahip olan daha küçük boyuttaki parçacıklar daha yüksek enerjiye sahiptir ve daha hızlı sinterlenir. Fakat yüzey enerjisinin tamamı sinterlemeye harcanmaz. Kristal yapılı katılarda, hemen hemen bütün parçacık temas noktaları sınırlarını enerjisine sahip olan tane sınırı oluşturur. Böylece boyun büyümesi yüzey enerjisini azaltırken, tane sınırı enerjisini arttırır. Doğal olarak, bu sadece yüzey enerjisindeki azalmanın tane sınırı enerjisindeki artıştan yüksek olması durumunda meydana gelir [21]. Şekil 3.4'te sinterleme sırasında meydana gelen farklı atomik hareket paternleri görülmektedir.



Şekil 3. 4 Boyun bölgesinde gerçekleşen muhtemel sinterleme mekanizmaları: 1)Yüzey difüzyonu, 2) Buharlaşma ve yoğunlaşma, 3) Kütle difüzyonu, 4) Tane sınır difüzyonu [24].

Temelde, sinterleme prosesi iki tipte incelenebilir;

1. Katı hal sinterlemesi

2. Sıvı faz sinterlemesi

Sinterleme sırasında sıkıştırılmış tozun içerisinde sıvı faz bulunması olayına sıvı faz sinterlemesi; sinterleme sıcaklığında sıkıştırılmış tozun tamamen katı halde yoğunlaşması olayına da katı hal sinterlemesi denir. Katı hal sinterlemesi korumalı gaz atmosferi altında ana metalin ergime noktasının altındaki bir sıcaklığa çıkabilen fırın içerisinde gerçekleştirilir. Bu proses yüzey alanını azaltır, sıkıştırılmış malzemenin dayanımında arttırır ve genellikle sıkıştırılmış numunede büzülmeye neden olur. Uzun süre yüksek sıcaklıkta sinterlenen malzemede gözenek sayısını azaltırken, gözenek şekilleri de daha düzgün yapıya dönüşür ve aynı zamanda tane büyümesi de görülebilir [25,26].

3.4.5. Toz metalurjisi ile üretim yönteminin avantaj ve dezavantajları

Avantajları

- Karmaşık şekilli yüksek hassasiyet ve iyi yüzey kalitesi gerektiren malzemelerin üretimine çok uygundur.

- Kesici uçlar, sert metaller ve mekanik filtreler gibi malzemelerin üretimine uygun bir yöntemdir.
- Gözenekli yapılı olması istenen malzemelerin üretiminin mümkün olmasının yanı sıra gözeneklilik ve porozite oranı kontrol edilebilir.
- Yüksek ergime sıcaklığı olan malzemeler için son derece uygun ve ekonomik bir imalat yöntemidir.
- Üretim aşamasında malzeme kaybı yok denecek kadar azdır. %99'lar seviyesinde hammadde kullanımı söz konusudur.
- Partikül takviyeli Metal Matrisli Kompozit (MMK) üretiminde takviye elemanlarının kontrolü mümkün olduğundan, yapının kontrolünü sağlamak da mümkün olmaktadır.
- Çoklu üretimde ekonomiktir. Parça üretim hızı istenildiği gibi ayarlanır.
- Yüksek hız çelikleri ve süper alaşımlar bu yöntem ile geliştirilmiş özelliklerle üretilebilir.
- Çevreye duyarlı bir üretim yöntemidir [17,27].

Dezavantajları

- İlk yatırım maliyeti oldukça yüksektir. (Presleme ekipmanları, kalıp, sinter teçhizatı vb.)
- Bu yöntemle büyük parçalar, radyal delikli parçalar, girintili köşeli parçalar üretilemez.
- 100 gramdan ağır parçalar için ekonomik değildir.
- Talaşlı imalata göre toleransı kabadır.
- Metal tozlarının üretim maliyetleri ingota göre daha fazladır.
- Mekanik ve fiziksel özellikler ilave bazı işlemler olmadıkça sınırlı kalır.
- Belirli bir kapasitenin altındaki üretim hızlarında diğer yöntemlerle maliyet konusunda rekabet edemez.
- Büyük parçaları preslemek için çok yüksek basınç değerlerine ihtiyaç vardır.
- Yabancı maddeler ya da artıklar toz halindeki malzemeye nüfuz edebilir. İş sağlığı ve güvenliği açısından riskli çalışma ortamına sahiptir [17, 27].

4. KOMPOZİT MALZEMELER

Kompozit malzemeler, en az iki farklı malzemenin üstün özelliklerini (hafiflik, dayanım esneklik, vb.) tek malzemede toplamak veya yeni bir özellik çıkarmak amacıyla makro düzeyde birleştirilmesi sonucu oluşturulan malzemelerdir. Kompozit malzemede hacimsel olarak çoğunluğu oluşturan matris malzeme, plastik deformasyona geçişte oluşabilecek çatlak ilerlemelerini önleyici rol oynar ve kompozit malzemenin kopmasını geciktirir. Takviye malzeme ise kompozit malzemelerde genellikle mukavemet ve sertlik sağlar. Matris ve takviyenin çeşidine göre daha farklı malzeme kombinasyonları yapılarak malzemeye istenilen özellikler kazandırılabilir. Fakat malzemenin bir özelliğin fazla artışı, diğer bir özelliği düşürebilir bu yüzden istenilen özellikler iyi bilinip ona göre bir tasarım ve optimizasyon yapılmalıdır. Kompozit çağı 1960'lı yıllarda başlamış görünse de, yeni bir fikir değildir. İlk çağlardan beri kırılgan malzemelerin içine bitkisel veya hayvansal liflerin ilavesi ile kırılganlık özelliği giderilmeye çalışılmıştır. Örneğin ahşap; lignin ve selüloz elyaflarından oluşur, kemik; hidroksil apatit ve kollajen lifleri içerir ve kerpiç üretimi; çamur ve saman parçaları içerir. Çimento ve asbest kompozitleri ilk olarak ince levha yapımında yıllarca kullanılmış ve bugün sağlık nedenlerinden dolayı kullanımı terk edilmeye başlanmıştır.

Kompozit malzemelerin başlıca özellikleri;

1. Kompozit esasen karışım (karma) anlamına gelmekte, çözünen ve çözen bileşenlerden oluşmamaktadır. Kompozit malzemeyi oluşturan bileşenler yapı içerisinde kendi özelliklerini korurlar; öyle ki fiziksel olarak belirlenebilir ve bileşenler arasındaki ara yüzey kolaylıkla gözlemlenebilir.

2. Bileşenler arasında atom alışverişi bulunmamaktadır.

3. Kompozit bileşenleri kimyasal olarak birbirlerini etkilemezler.

4. Malzemeler birbiri içerisinde çözünür ve atom seviyesinde bir karışım söz konusu olursa, bu tür malzemeler kompozit değil alaşım olur.

5. Karışım nanometre seviyesindeki partiküller düzeyinde olursa ise bu tip kompozitlere nano kompozitler denir.

6. Kompozitler genel olarak ‘matris’ ismi verilen bir ana malzeme ve ‘takviye elemanı’ ismi verilen daha mukavim bir malzemeden oluşturulur. Bu iki malzeme grubundan, takviye malzemesi kompozit malzemenin mukavemet ve yük taşıma özelliğini, matris malzeme ise plastik deformasyona geçişte oluşabilecek çatlak ilerlemelerini önleyici rol oynamakta ve kompozit malzemenin kopmasını geciktirmektedir [28].

Kompozit malzemeler kullanılan matris malzemesine göre üç ana sınıfa ayrılmaktadır. Bunlar; polimer matrisli kompozit malzemeler, seramik matrisli kompozit malzemeler ve metal matrisli kompozit malzemelerdir.

4.1. Polimer Matrisli Kompozit Malzemeler

Polimer matrisli kompozit malzemelerde, genellikle matris olarak termosetler ve termoplastikler, takviye olarak ise cam, aramid, karbon, polietilen, bor, Al_2O_3 ve SiC kullanılmaktadır. Polimer matrisli kompozit malzemeler üretim yöntemlerinin diğer kompozit malzemelere göre daha ucuz ve kolay olması sebebiyle yaygın kullanım alanı bulmuşlardır. Özellikle cam, aramid ve karbon ile takviye edilmiş polimer kompozitler, uçak ve helikopter parçaları, spor malzemeleri, güçlendirme amaçlı yapı elemanları başta olmak üzere endüstride geniş uygulama alanına sahiptirler. Termoset matrisler, en çok kullanılan matrislerdir. Termoset malzemeler polimerizasyon ve olgunlaşma süreçlerini tamamladıktan sonra çapraz bağlı bir yapı oluşturlar. Belli bir sıcaklığın üstünde kalıcı olarak sertleşen termosetler tekrar ısıtıldıklarında yumuşamazlar. Boyutsal kararlılığa sahiptir ve darbe dirençleri yüksektir. Epoksi, polyester, vinilester ve fenolik reçineler bu malzemelere örnek olarak verilebilir. Termoplastikler ise şekillendirme sırasında herhangi bir kimyasal değişime uğramadıkları için işlem sonrasında tekrar ısıtıldıklarında yeniden şekillendirilebilir. Polietereterketon (PEEK) ve Polifenilen sülfit (PPS) gibi kristal yapılı plastik malzemeler matris olarak kullanılabilir. Termoplastiklerin termosetlere oranla daha az tercih edilmesinin nedeni üretim zorlukları ve yüksek maliyetli olmasıdır [29-30].

4.2. Seramik Matrisli Kompozit Malzemeler

Seramik matrisli kompozit malzemeler, küçük seramik partikül takviyeleriyle oluşturulan seramik malzemelerdir. Bu malzemeler genellikle yüksek sıcaklıkta çalışması gereken parçalar için kullanılır. Seramik malzemelerin üstün özelliklerinden

bazıları; çok yüksek elastiklik modülüne, düşük yoğunluğa ve yüksek çalışma sıcaklıklarına sahip olmalarıdır. Dezavantajları ise; çok düşük kopma uzaması gösterirler, düşük tokluğa sahiptirler ve termal şoklara karşı dayanıksızdırlar. Seramik matrisli kompozit malzemelerde matris malzemesi olarak Al_2O_3, SiC, Si_3N_4 ve B_4C yaygın olarak kullanılmaktadır. Takviye elemanı olarak da Al_2O_3, SiC, Si_3N_4 ve B_4C yaygın olarak kullanılır. Takviye eklenmesindeki amaç tokluğu arttırmaktır [31].

4.3. Metal Matrisli Kompozit Malzemeler

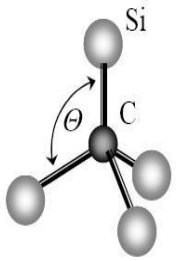
Metal matrisli kompozit malzemeler, metallerin süneklik ve tokluk özelliklerini, seramik malzemelerin yüksek mukavemet ve yüksek elastiklik modülü özelliklerini birleştirmelerinin yanı sıra; yüksek elastiklik modülü, yüksek çekme-basma ve kayma mukavemetine, düşük yoğunluk, yüksek aşınma direnci ve yüksek sıcaklıklarda kullanılabilme gibi önemli özelliklere sahip olmalarından dolayı son derece önemli mühendislik malzemeleri olmuşlardır [32, 33].

Metal matrisli kompozitler genelde biri metal matris diğeri ise takviye malzemesi olmak üzere iki bileşenden meydana gelmektedir. Metal matrisli kompozitler için matris malzemesi olarak genellikle hafif metaller tercih edilmekle birlikte, matris malzemesi olarak genellikle Al, Ti, Mg, Ni, Cu, Co ve Zn gibi metaller ve alaşımları kullanılmaktadır. Bunlardan en yaygın kullanılanları Al, Ti ve Mg alaşımlarıdır. Yüksek performanslı kompozit malzeme üretimi için matris malzemesi, takviye partiküllerini iyi ıslatabilmeli, iyi bir ara yüzey bağı oluşturmalı, mümkün olan en düşük basınç ve sıcaklıkta hızlı bir şekilde katılaşma özelliği gösterebilmelidir [33, 34].

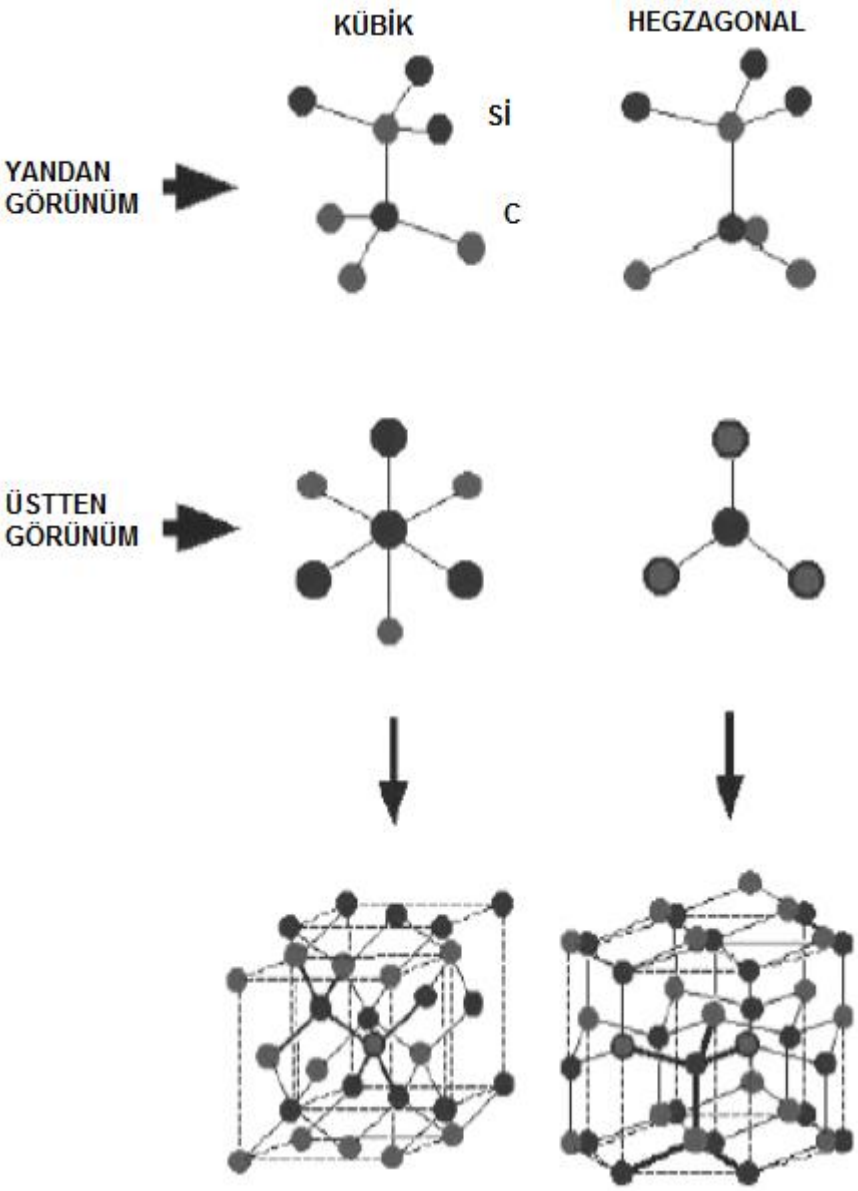
Aynı şekilde metal matrisli kompozit malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerini takviye malzemesi de önemli ölçüde etkilemektedir. Takviye malzemesinin seçimi, takviye elemanlarının yapısal özellikleri, üretim tekniği, üretim esnasında takviye elemanının matris tarafından ıslatılabilmesi fiziksel ve mekanik özellikleri etkilediğinden; takviye elemanının doğru seçilmesi ve özelliklerinin iyi bilinmesi gerekir. Metal matrisli kompozit malzemelerde en çok kullanılan takviye elemanları ise Al_2O_3, SiC, TiC, bor ve karbondur. Metal matrisli kompozit malzemelerde en çok kullanılan seramik takviye elemanlarından biri olan SiC, malzemelere yüksek elastiklik modülü kazandırmaktadır [34,35].

5. SİLİSYUM KARBÜR (SiC)

Silisyum karbür genel özellik olarak; 3,21 gr/cm^3 özgül ağırlığa, 27,4 GPa sertlik değerine, 5x10^{-6}/°C ısıl genleşme katsayısına, 126 W/m°K ısıl iletkenliğe sahiptir. İleri seramik malzeme sınıfında olan silisyum karbür iki farklı kristal kafes yapısına sahiptir. Bu kristal kafes yapıların biri; 1400-1800ºC'de oluşan β formundaki kübik yapı, diğeri ise; 2000ºC'de oluşan α formundaki hegzagonal kristal kafes yapısında olup, Şekil 5.2'de gösterilmiştir. Bu yapılarda görülen farklılıklar aslında kümeleşmede görülen dizilmelerden kaynaklanmaktadır. Bütün silisyum karbür yapıları hegzagonal çift katmanlardan ortaya çıkmıştır ve burada bir hegzagonal düzlemde bulunan bir katman karbon atomları, diğer bir katmanda bulunan hegzagonal silisyum atomlarının üstüne yerleşerek bu yapıyı oluşturur. Bu silisyum karbür yapısında her karbon atomu 4 silisyum atomu tarafından tetrahedral biçimde çevrelenmiş ve her silisyum atomu ise 4 karbon atomu tarafından yine tetrahedral biçimde çevrelenmiş olup Şekil 5.1'de gösterilmiştir [36].



Şekil 5. 1 SiC'ün elmas benzeri tetrahedral (dörtyüzlü) kristal yapısı [37].



Şekil 5. 2 Kübik ve hegzagonal kristal kafes yapısına sahip silisyum karbür (SiC) malzemesi [36].

SiC yapısal bir seramik malzeme olup çok sert, aşındırıcı ve yüksek sürünme mukavemetine sahip bir malzemedir. İndirgen atmosferde, korozyon ve kimyasal etkileşimlerine karşı mükemmel bir direnç gösterir. Bazik, asidik ve tuzlu çözeltilerde konsantrasyona bağlı olmaksızın hiçbir şekilde reaksiyona girme eğiliminde bulunmaz. Silisyum karbür yüksek termal iletkenliğe ve düşük termal genleşme katsayısına sahiptir. Çizelge 5.1'de silisyum karbürün fiziksel ve mekanik özellikleri belirtilmiştir [38].

Çizelge 5.1 Silisyum karbür yapısının fiziksel ve mekanik özellikleri [38].

Molekül Ağırlığı (g/mol)	40,1
SiC İçeriği (%)	%97-99
Yoğunluk (g/cm^3)	3,10 – 3,20
Ergime Sıcaklığı (°C)	2730
Isıl İletkenliği (W/m°K)	126
Isıl Genleşmesi (°C)	5.10^{-6}
Özgül Direnç (Ωcm)	$0,1.10^{-6}$
Eğme Mukavemeti (MPa)	250- 450

Bu özellikleriyle SiC, yüksek bir termal şok dayanımı sergiler. Kristal yapıda çözünen safsızlıkların varlığından dolayı termal iletkenlik etkilenir. Yüksek saflıkta ticari silisyum karbür elde etmek zordur; çünkü sinterleme için eklenen veya reaksiyon bağlamada kullanılan silisyumda bulunan safsızlıklar, istenilen saflığın oluşumunu engellemektedir. Uygun sinterleme koşulları ile sinterleme işlemine tabi tutulan silisyum karbür, ileri seramik malzemeler içerisinde en dayanıklı olanlardan birisidir. Mukavemetinin sınırlanması kristalit aglomeratlara ve porozite gibi farklı hatalara bağlıdır [39].

Silisyum karbür kullanım alanları;

- Ultra yüksek sıcaklık seramik malzeme olarak ısı motor uygulamalarında tercih edilmektedir.
- Kimyasal işlem endüstrisi için kaplamalar ve valfler, lens kalıpları, sprey kurutmalar için aşınma plakalarında tercih edilmektedir.
- Isı dayanımından dolayı uzay teknolojisinde de yüksek sıcaklık roket ucu bağlantılarında, ısı değişim tüplerinde, difüzyon fırını parçalarında tercih edilir.
- Son zamanlarda karbon elyaf takviyeli seramik fren disklerinde SiC kullanıldığı da bilinmektedir. Bu çalışmalarda, SiC'ün yüksek sıcaklık ve aşınma dayanımından yararlanılır.
- Ayrıca yüksek sıcaklık uygulamaları olan gaz türbinlerinde, demir dışı metal üretiminde ve cam üretiminde refrakter malzeme olarak yerini almaktadır [40-43].

6. TİTANYUM VE ALAŞIMLARI

Titanyum (Ti), yapı malzemelerinde tercih edilmesinin başlıca sebepleri düşük yoğunluğa, yüksek mukavemete ve mükemmel bir korozyon dayanımına sahip olmasıdır. Titanyum ve alaşımları, metal matrisli kompozit malzemelerde matris malzemesi olarak yaygın kullanım alanına sahiptir. Titanyum metali düşük yoğunluk, korozyon direncinin yüksek olması ve mekanik özelliklerinin yüksek olasından ötürü günümüzde çok fazla tercih edilmektedir. Özellikle çok iyi mukavemet/özgül ağırlık oranına sahip olduğundan dolayı uçak ve havacılık endüstrisinde oldukça fazla uygulama alanlarına sahiptir. Çizelge 6.1'de titanyum elementinin bazı fiziksel ve mekanik özellikleri verilmiştir. Titanyumun ısıl genleşme katsayısı oldukça düşük olmasından dolayı yüksek sıcaklık uygulamalarında Ti alaşımları oldukça iyi performans gösterir. Ti alaşımları matris olarak kullanıldığında, takviye elemanı ile iyi bir yapışma sağlayarak ara yüzey mukavemetini arttırıcı bir rol oynar. Titanyumun matris olarak kullanıldığı kompozit malzemelerde en yaygın kullanılan takviye elemanları ise TiC ve SiC'dür [44].

Çizelge 6.1 Titanyum elementinin bazı fiziksel ve mekanik özellikleri [44].

Özellik	Değeri
Elastisite Modülü (Gpa)	120
Çekme Mukavemeti (MPa)	240-550
Sertlik (HRB)	70-74
Poisson Oranı	0,361
Yoğunluk (gr/cm³)	4,51
Ergime Noktası (°C)	1668
Isıl İletkenlik (W/mºK)	11,4 (oda sıcaklığında)
Elektrik İletkenliği	%3 Bakıra göre (%100)
Hesaplanmış Atom Çapı (m)	$176x10^{-12}$
Kristal Kafes Yapısı(α-β)	<882,5°C ise Sıkı Paketlenmiş >882,5°C ise Hegzagonal-HMK

6.1. Titanyum-Nikel Alaşımları

Şekil hafıza özelliği, yüksek sönümleme kabiliyeti ve süperelastiklik gibi özelliklere sahip olan Titanyum-Nikel alaşımlarının, 1962'de A.B.D Deniz Savaş Araçları Laboratuvarında W.J. Buehler ve arkadaşları tarafından şekil hafıza etkisi keşfedilmiştir [45].

Birçok alaşım şekil hafıza davranışı göstermektedir fakat birkaçı (Ti-Ni, Cu-Zn-Al, Ti-Ni-Cu gibi) ticari olarak gelişebilmiştir. Bu alaşımlar içerisinde Ti-Ni alaşımları mekanik özellik çok iyi olması, yüksek korozyon direnci ve biyouyumluluğunun iyi olması gibi özelliklerinden dolayı daha geniş bir kullanım alanı bulmuşlardır.

Şekil hafızalı kompozitler kısaca malzemenin ısıl işlemlerle önceki şekil veya boyutuna dönebilme özelliğine sahip metalik malzemelerdir. Yüksek sıcaklıklarda gerilme uygulandığında büyük miktarda (yaklaşık olarak %8) şekil değişiminin meydana gelmesi ve gerilmenin ortadan kalkmasıyla eski şekline dönmeyi sağlayan malzemenin süperelastiklik özelliğidir. Şekil hafızalı alaşımların sahip oldukları bu sıradışı özelliklerini anlayabilmek için öncelikle martenzitik faz dönüşümlerinin anlaşılması gereklidir. Martenzitik dönüşüm katılarda difüzyon olmadan gerçekleşen bir faz dönüşümüdür. Bu dönüşümde genellikle kayma mekanizması ile atomlar birlikte hareket ederler. Şekil değişim miktarı yaklaşık %8 gibi büyük miktarda olabilmektedir. Fakat yüksek sıcaklık fazı olan östenit daha fazla akma dayanımına sahip olduğundan kolaylıkla deforme edilemez özellik gösterir. Bu alaşımlarda dönüşüm tipine bağlı olarak martenzitin kristal yapısı monoklinik veya ortorombik olabilmektedir. Östenit yapı ise düşük sıcaklıklarda kararlıdır ve kristal yapısı hacim merkezli kübik yapıdır [42-45].

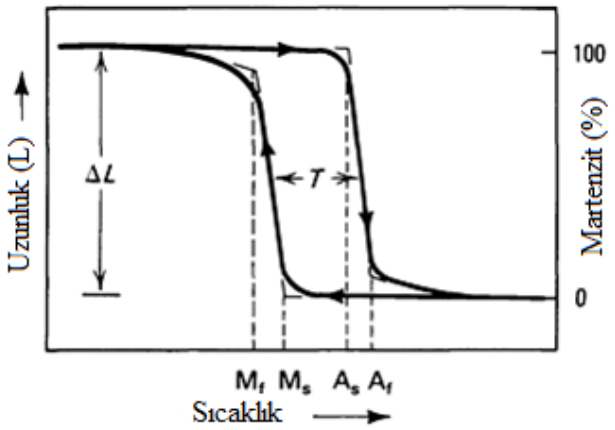
Şekil hafıza etkisi ve süperelastikliğin martenzitik ve tersi dönüşümlerle olduğu anlaşılınca, karakteristik dönüşüm sıcaklıkları şu şekilde tanımlanmıştır (Şekil 6.1):

M_s: Soğutma ile birlikte martenzit fazının oluşumunun başlangıç sıcaklığı,

M_f : Soğutma ile birlikte martenzit fazının oluşumunun bitiş sıcaklığı,

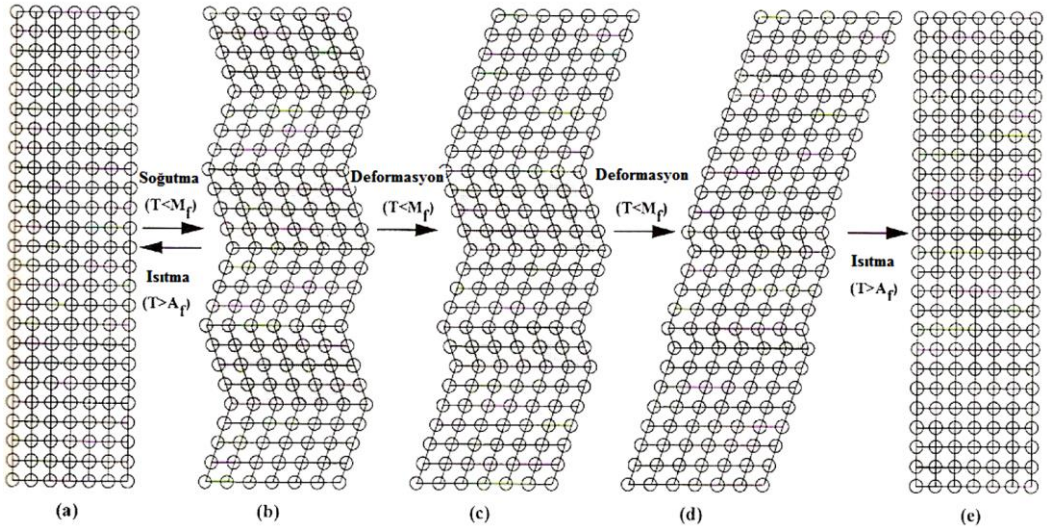
A_s: Isıtma ile ters dönüşümün başlama sıcaklığı,

A_f : Isıtma ile ters dönüşümün bitiş sıcaklığı [45].



Şekil 6. 1 Tipik sabit gerilme altında malzemenin ısıtma ve soğutma ile meydana gelen dönüşüm-sıcaklık grafiği [19].

Dönüşümün gerçekleştiği sıcaklıklar kimyasal bileşime bağlı olarak değişse de, -150 ve 200ºC aralığı arasından seçilebilir [47]. Şekil hafıza etkisi A_s sıcaklığının altında plastik şekil değiştirmeyle görülen ve A_f sıcaklığının üzerine ısıtılmasıyla ters bir kristalografik dönüşümle ilk şekline dönme olayıdır. Şekil 6.2'de tek kristalli ana fazı M_f sıcaklığının altına soğuttuğumuzu düşünürsek (a); ikizlenme mekanizması ile martenzitik dönüşüm meydana gelir (b). Dışarıdan bir gerilme uygulandığında uygulanan gerilmeye uyum sağlamak için ikizlenme düzlemleri hareket eder (c,d). Şekil 6.2 (d)'de görülen yapıdaki malzeme Af sıcaklığının üzerine ısıtıldığında tersi dönüşüm başlar ve malzeme orijinal şekline döner (e) [47].

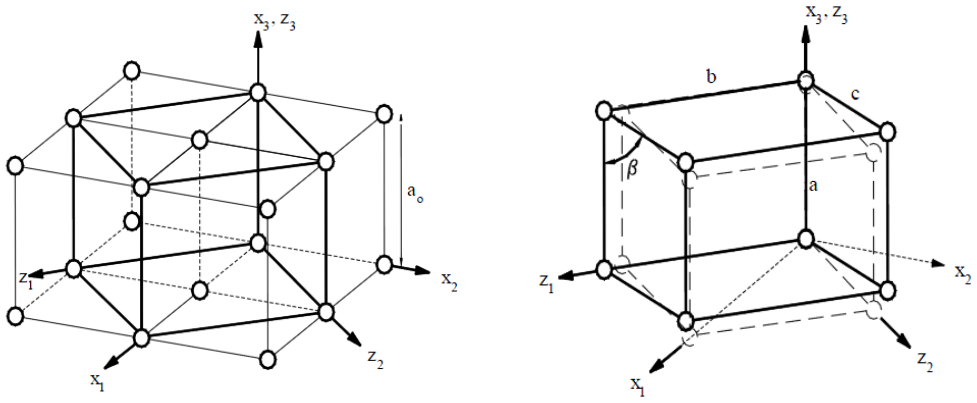


Şekil 6. 2 Şekil hafıza etkisi mekanizması [47].

Martenzitik dönüşümün uygulanan gerilmeyle meydana gelmesi ve tersi bir dönüşümle tekrar eski haline dönmesi olayı olan süperelastiklik özelliği A_f sıcaklığının üzerinde gerçekleşir [45].

6.1.1. NiTi şekil hafızalı alaşımlarda yapı ve dönüşümler

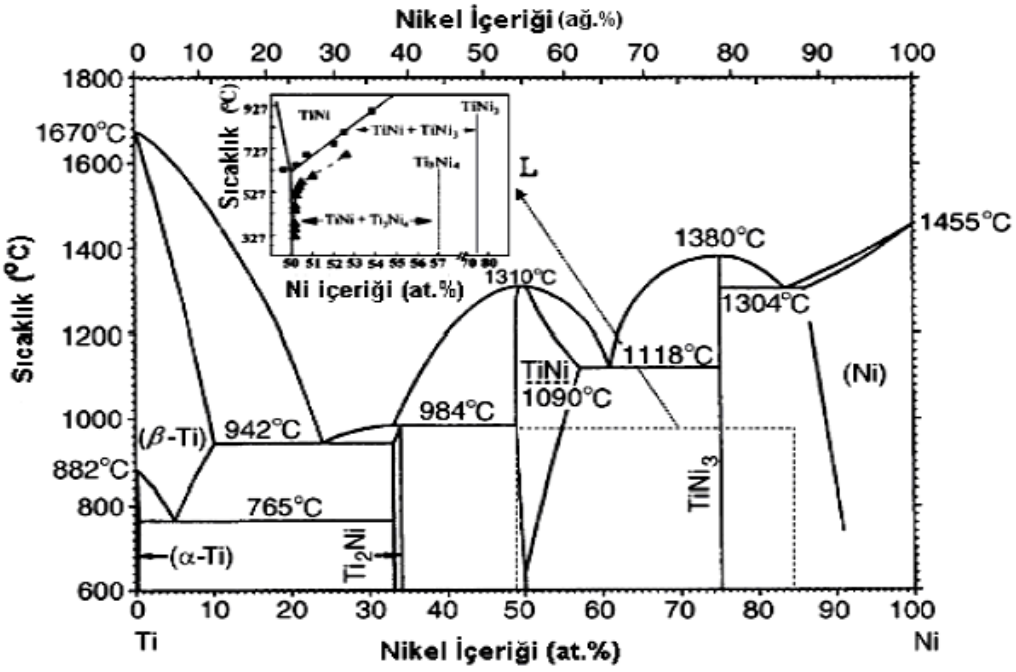
Ana faz yapısı B2 tipi düzenli yapı olan Nikel-titanyum şekil hafızalı alaşımının martenzitik faz dönüşümü sonucunda kristal yapısı, östenit fazda iken kübik kafes yapısında, martenzit fazda iken monoklinik kafes yapısı sergilemektedir. Östenit fazda iken kafes parametresi a_o = 2.99'dur. Martenzit fazdaki kafes parametreleri ise a=2.88°A, b= 4.12°A, c= 4.62 °A ve β= 96.8'dir. Şekil 6.3.a'da NiTi şekil hafızalı alaşımın östenit birim hücresi ve bu hücrelerin oluşturduğu tetragonal hücre görülmektedir. Burada östenit birim hücresi x_1, x_2, x_3 eksenlerine göre tanımlanmıştır. Martenzitik dönüşüm esnasında bu tetragonal yapı belirli bir birim şekil değiştirme ile Şekil 6.3.b'deki monoklinik yapıya dönüşür. Şekil 6.3.a'nın rotasyonu ile 12 farklı şekilde monoklinik birim hücre oluşur. Bunlar NiTi şekil hafızalı alaşımın martenzit varyantlarıdır [48].



Şekil 6. 3 Martenzitik dönüşüm öncesi B2 (a), sonrası B19 (b) kristal yapı [48].

6.1.2. NiTi alaşımının faz diyagramı

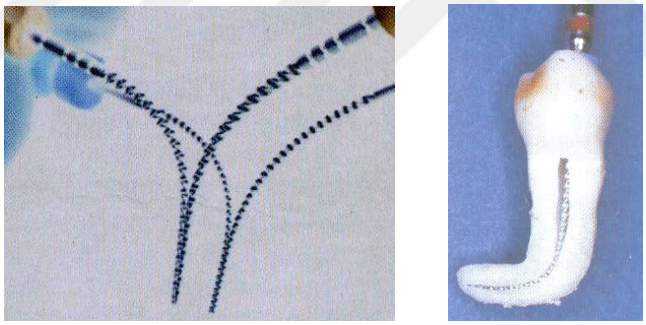
1941'den beri birçok Ti-Ni faz diyagramı ortaya çıkmasının sebebi; titanyumun oksijen, azot, hidrojen ve karbona olan çok yüksek afinitesi ve ara sıcaklıklarda birkaç yarı fazın bulunmasıdır. ASM tarafından basılan ikili Ti-Ni faz diyagramı yakın zamanda da Otsuka tarafından en gerçekçi yaklaşım olarak kabul edilmiştir. Ağ.% 50 nikel bölgesinde intermetalik Ti-Ni alaşımının oluşumu Şekil 6.4'deki titanyum-nikel alaşım sisteminin faz diyagramında görülmektedir. Faz diyagramında nikelce zengin bölge olarak görülen, ağ.%50.5 - %55 nikel oranına sahip, azalan çözünürlüğün bulunduğu bölgede uygulanan yaşlandırma ısıl işlemi, matris içerisinde dağılmış $TiNi_3$ ve Ti_3Ni_4 çökeltilerinin oluşmasına neden olmaktadır [49,50].



Şekil 6. 4 NiTi alaşımın faz diyagramı [50].

6.1.3. NiTi alaşımlarının biyomedikal uygulamaları

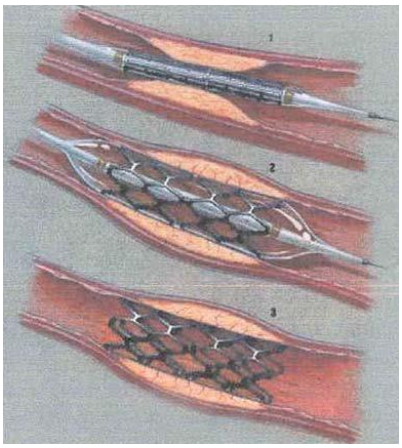
NiTi şekil hafızalı alaşımlar, insan bedenine biyolojik uyumu yüksek olmasından dolayı, diş hekimliğinde ortodontik diş telleri ve endodontik döner kök kanalı aletleri, kardiyolojik uygulamalarda kalp damar tıkanıklığını açan stentler ve ortopedide implantlar gibi birçok alanda diğer sistemlere tercih edilir hale gelmiştir. Bu alaşımların ilk biyomedikal uygulamaları ortodontik diş telleridir. Bu tellerin performansı ağıza yerleştirildikten sonra, dişlerin hareket etmesi ile uygulanan kuvvetin azalmaması ile değerlendirilebilir. Diş tellerinde genel olarak kullanılan paslanmaz çelik teller, elastik bölgede şekil değişimi neticesinde kuvvet uygulama özelliğini kaybettikleri için tekrar değiştirilmeleri gerekmektedir. Nikel-titanyum diş telleri, paslanmaz çeliğin aksine daha yüksek kuvvet uygulama özelliği sayesinde değiştirilme sıklığını son derece düşürmektedir. Ayrıca endodontide kullanılan NiTi döner kök kanalı aletleri de, paslanmaz çeliklerin aksine yüksek elastik deformasyonu sayesinde tedaviye hız kazandırmıştır [51].



Şekil 6. 5 Endodontik uygulamalarda kullanılan NiTi döner kök kanalı aleti [51].

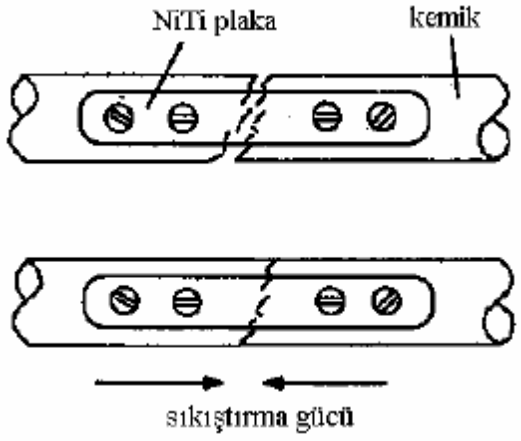
Titanyum-Nikel şekil hafızalı alaşımların biyomedikal alandaki farklı kullanım alanlarından birisi de kalp damar tıkanıklıklarının tedavisinde kullanılan nikel-titanyum stentlerdir. Şekil 6.6'da kalp damarının stent kulanılarak açılması gösterilmektedir. Stentler, şekilde de gösterildiği gibi radyal bir yay şekline sahip olup, damar tıkanıklığının bulunduğu bölgeye, martenzitik yapıda büzülmüş olarak bir baloncuk vasıtasıyla yerleştirilir. Baloncuğun çekilmesi ile vücut sıcaklığına ulaşan stent, şekil hafıza özelliği sayesinde dönüşüm göstererek genişler. Stentin genişlemesiyle birlikte kalp damarında stentin bulunduğu noktada damar iç cidarı

genişlemiş olur. Böylece daha önce tıkanık olan kalp damarının ameliyatsız olarak yüksek oranda açılması sağlanmış olur.



Şekil 6. 6 Damar tıkanıklığında kullanılan NiTi stent örnekleri [44].

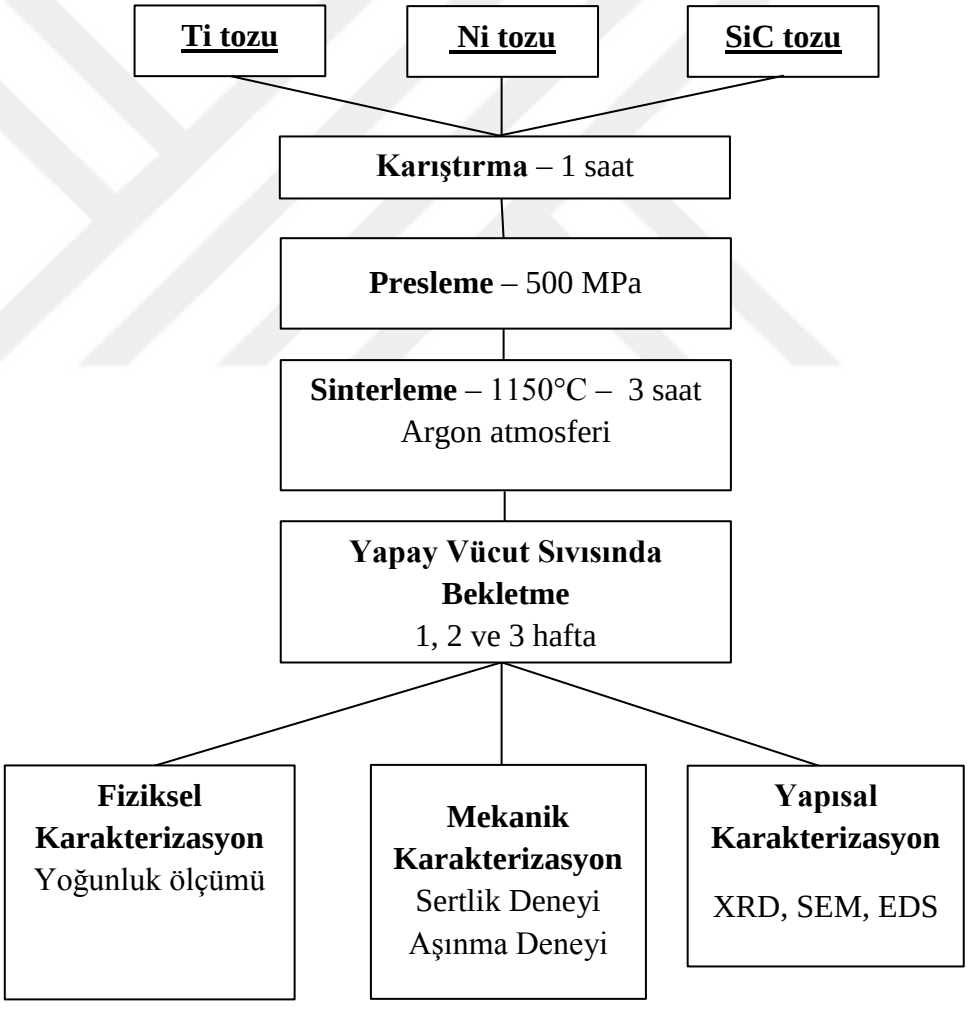
NiTi alaşımı ortopedik alanda da kullanmaktadır (Şekil 6.7). Kırılmış olan kemiğe vidalanan nikel-titanyum plakalar vücut sıcaklığına ulaştığında iki parçayı sıkıştırma yönünde kuvvet uygulayarak kırık olan kemiğin birleşmesini sağlamaktadır [47].



Şekil 6. 7 NiTi alaşımının ortopedideki kullanımının şematik gösterimi [47].

7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada toz metalurjisi yöntemi ile SiC partikül takviyeli TiNi matris kompozit malzemesinin üretimi ve eklenen SiC'ün partikül boyutunun fiziksel ve mekanik özelliklerine etkisinin araştırılması amaçlanmıştır. Bu amaçla partikül boyutları 45 μm olan ticari saflıktaki (%99,99) titanyum ve nikel tozlarına sırasıyla, 20 μm ve 40 μm partikül boyutlarına sahip SiC ilavesi belirlenen oranlarda hazırlanarak karıştırılmış ve karıştırma sonrası preslenip sinterlenmiştir. Sinterleme aşamasından sonra numunelerin, fiziksel, yapısal ve mekanik karakterizasyonu çalışmaları yapılmıştır. Şekil 7.1'de akış şeması halinde verilen deneysel çalışmaların detayları izleyen bölümlerde verilmiştir:



Şekil 7. 1 Deneysel çalışmaların akış şeması.

7.1. Deney Numunelerin Hazırlanması

Deney numunelerin hazırlanması aşamasında tozların tartım işlemi, AND GR-200 marka hassas terazi (Şekil 7.2) ile yapılmıştır.



Şekil 7. 2 Hassas tartım cihazı.

SiC ilaveli ve ilavesiz kompozit malzemeler belirlenen oranlarda (Çizelge 7.1) tartılarak karıştırılmış, preslenmiş daha sonra sinterlenerek numunelerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Toz karışımlarının hazırlanmasında, SiC tane boyutunun etkisini belirlemek amacıyla %1 SiC ilavesi 20 µm ve 40 µm olarak değiştirilmiş ve geri kalan Ni oranı ise %49 olacak şekilde tozlar hazırlanmıştır. Tozların karıştırılmasında, karıştırıcı cihazı kullanılmıştır.

Çizelge 7.1. Üretilen kompozitlerin ağ.% miktarları.

Kompozitler	**Matris Kompozisyonu, Ağ. %**		
	Ti	**Ni**	**SiC**
Saf Ti	100	-	-
Ti+Ni	50	50	-
Ti+Ni+SiC	50	49	1 (20 µm)
Ti+Ni+SiC	50	49	1 (40 µm)

7.1.1. Tozların karıştırılması

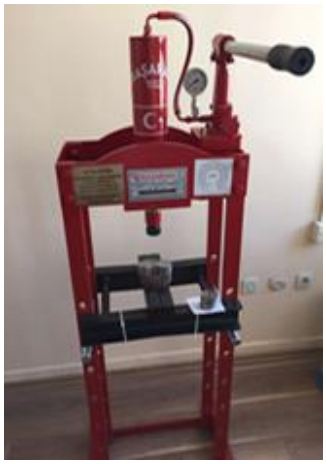
Tozların karıştırılmasında kuru karıştırma işlemi her bir kompozisyon için 1 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Karıştırma işleminin amacı tozların homojen ve üniform olarak karışımını sağlamaktır. Homojen bir karışım toz metalurji yönteminin önemli bir basamağı olup, kompozit malzemenin mekanik ve fiziksel özelliklerine etki etmektedir. Karıştırma işleminde 45 derece eğimli T2F Turbula® marka karıştırıcı (Şekil 7.3) kullanılmıştır.



Şekil 7. 3 Karıştırıcı.

7.1.2. Toz karışımlarının preslenmesi

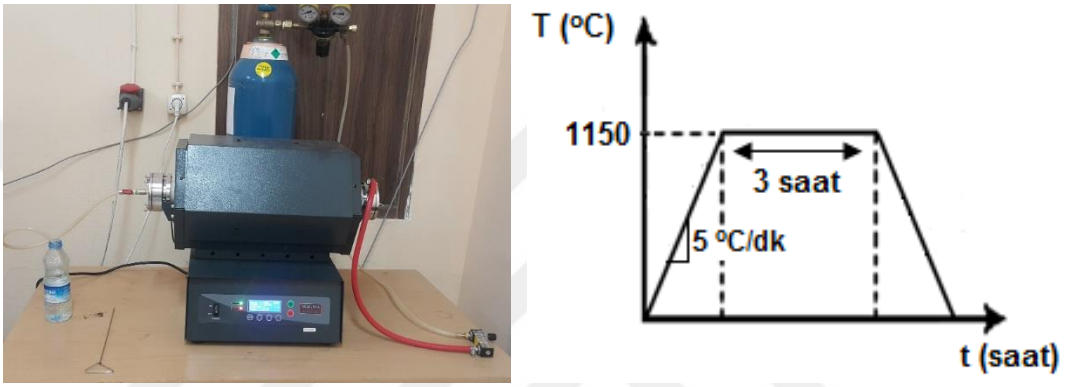
Karıştırma işlemleri sonrası, oda sıcaklığında paslanmaz çelik kalıp içine konulan tozlar, Başaran marka manuel hidrolik preste (Şekil 7.4), aşınma testi için Ø 6,5x12 mm boyutlarında, 500 MPa basınç değerlerinde preslenerek, Yeşil numune (Green sample) adı verilen deney numuneleri üretilmiştir.



Şekil 7. 4 Hidrolik pres.

7.1.3. Sinterleme işlemi

Kuru presleme yöntemiyle şekillendirilen numuneler, Magmatherm marka atmosfer kontrollü tüp fırında (Şekil 7.5a) 1150°C'de 3 saat bekleme süresiyle sinterlenmiştir. Numuneler, sinterleme sıcaklığına ısıtılırken ve bu sıcaklıktan soğutulurken 5°C/dakikalık ısıtma ve soğutma hızı kullanılmıştır. Numunelerin sinterleme anında oksitlenmesini önlemek için ortamdan, ısıtma ve soğutma esnasında sürekli olarak (%99,9 saflıkta) argon gazı geçirilmiştir. Şekil 7.5b'de sinterleme rejimi grafiği gösterilmiştir.



Şekil 7.5. (a) Atmosfer kontrollü tüp fırın, (b) Sinterleme rejimi grafiği.

7.2. Fiziksel, Mekanik ve Yapısal Karakterizasyon Çalışmaları

Sinterleme sonrası, numunelerin fiziksel karakterizasyon kapsamında yoğunlukları ölçülmüş; sertlik ve aşınma deneyleri ile mekanik özellikleri belirlenmiş; XRD, SEM ve EDS (Enerji Dağılım Spektroskobu) analizi ile yapısal karakterizasyonları yapılmıştır. Son olarak da Yapay vücut sıvısında bekletilerek tekrar EDS donanımlı SEM çalışmaları ile yapısal karakterizasyon yapılmıştır.

7.2.1. Yoğunluk ölçümlerinin hesaplanması

Yoğunluk ölçümleri, Şekil 7.6'da görülen Precisa™ XB220A marka hassas terazi üzerindeki düzenekle Archimed prensibine göre hesaplanmıştır.



Şekil 7. 6 Yoğunluk ölçümlerinde kullanılan tartım cihazı.

Bunun için ilk olarak numunelerin kuru ağırlıkları ölçülmüş (W_{kuru}), ardından numunelerin sahip oldukları açık gözeneklerin ölçümü etkilememesi için numuneler 4 saat süre ile saf su içerisinde kaynatma işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra saf su içerisinde asılı ağırlıkları (W_{suda}) ve akabinde numune yüzeyindeki sular temizlenip ıslak ağırlıkları ($W_{ıslak}$) ölçülmüştür. Bu ölçümlerin doğruluğunu artırmak için her ölçüm 5'er kez tekrarlanarak ortalaması alınmış ve aşağıdaki Eşitlik 7.1 kullanılarak deneysel yoğunlukları ölçülmüştür. Deneysel dışında Eşitlik 7.2' de verilen karışımlar kurallı kullanılarak teorik yoğunluk, ardından Eşitlik 7.3 ile relatif yoğunluklar yüzde olarak belirlenmiştir. Eşitlik 7.2' de verilen V_m matris hacim oranı, d_m matrisin yoğunluğu, V_t takviye hacim oranı ve d_t ise takviyenin yoğunluğudur.

$$d_{deneysel} = \frac{W_{kuru}}{W_{ıslak} - W_{suda}} d_{su} \qquad [7.1]$$

$$d_{teorik} = V_m.d_m + V_t.d_t \qquad [7.2]$$

$$\%d_{relatif} = \frac{d_{deneysel}}{d_{teorik}} 100 \qquad [7.3]$$

7.2.2. Yapay vücut sıvısının hazırlanması

Yapay vücut sıvısı, yarı kararlı (metastabil) bir tampon çözeltisi olarak bilinmektedir. Yapılan çalışmalarda insan vücuduna yerleştirilen bazı malzemeler üzerinde kemik benzeri apatit oluşumu olduğu gözlemlenmiştir. Bu gözlemi takip eden süreçte kan plazması incelenmiş ve kan plazmasının iyon içeriği belirlenmiştir. Bu çalışmalar sonucu elde edilen iyon değerleri kullanılarak "yapay vücut sıvısı" (simulated body fluid yada SBF) adı verilen özel sıvılar geliştirilmiştir. Yani yapay vücut sıvısı, insan kan plazması ile benzer iyon değerlerine sahip bir sıvıdır.

Bu çalışma kapsamında, S. Jalota et al. tarafından geliştirilen ve "1.5X TasSBF" olarak adlandırılan "hızlandırılmış" yapay vücut sıvısı kullanılmaktadır. Normal plazmanın 1,5 katı kalsiyum ve fosfat iyonları içerdiği için, 1.5X SBF olarak adlandırılmıştır. 500 mL'lik yapay vücut sıvısı hazırlanışı ile ilgili ayrıntılar aşağıda verilmiştir. Yapay vücut sıvılarının hazırlanmasında; SIGMA-ALDRICH (Almanya) NaCl (99.8%), $NaHCO_3$ (99.5%), KCl (99.0%), $Na_2HPO_4.2H_2O$ (99.5%), $MgCl_2.6H_2O$ (99%), Na_2SO_4 (99%), $(CH_2OH)_3CNH_2$ (99.2%), $CaCl_2.2H_2O$ (99%) ve HCl (hac.% 37, Carlo-Erba, İtalya) kullanılmıştır. Yapay vücut sıvısı solüsyonları temiz cam beherlerde deiyonize su kullanılarak hazırlanmıştır. Reaktifler, her reaktif 480 ml suda tamamen eritildikten sonra, Çizelge 7.2'de verilen sırada sırayla ilave edilmiştir (her biri 3 dakika hızlıca karıştırılmıştır). Yapay vücut sıvısı hazırlanması esnasında kullanılan malzemelerin, çözeltiye eklenme sırası önemlidir.

Çizelge 7.2 Yapay vücut sıvısının kimyasal bileşimi.

Sıra	Reaktif	Miktar (g)
1	NaCl	3,2728
2	$NaHCO_3$	1,1341
3	KCl	0,1865
4	$Na_2HPO_4 .2H_2O$	0,07095
5	$MgCl_2 .6H_2O$	0,15245
6	$CaCl_2 .2H_2O$	0,18375
7	Na_2SO_4	0,0355
8	$(CH_2OH)_3CNH_2$	3,0258

Patent beklemede, Türk Patent Enstitüsü, Türkiye, Uygulama No. 99/0037, 11 Ocak 1999.

Yapay vücut sıvısı solüsyonlarının hazırlanması sırasında pH ayarlamaları için toplam 20 ml 1 M HCl solüsyonu kullanılmıştır. 500 mL kapasiteli cam beher, ısıtıcı ve manyetik karıştırıcı kullanılarak;

+ 480 mL deiyonize su

+ 3.2728g NaCl

Oda sıcaklığında 3 dakika boyunca kuvvetli bir şekilde karıştırılmıştır.

+ 1.1341 g $NaHCO_3$

Oda sıcaklığında 3 dakika boyunca kuvvetli bir şekilde karıştırılmıştır.

+ 0.1865 g KCl

Oda sıcaklığında 3 dakika boyunca kuvvetli bir şekilde karıştırılmıştır.

+ 0.07095 g Na_2HPO_4

Oda sıcaklığında 3 dakika boyunca kuvvetli bir şekilde karıştırılmıştır.

+ Çözelti 36.5-37 ° C'ye ısıtılmıştır

+ 0.15245 g $MgCl_2$ x $6H_2O$

3 dakika şiddetle karıştırılmıştır.

+ 4.5 mL 1 M HCl çözeltisi (bir büretle yavaşça eklenmiştir)

3 dakika şiddetle karıştırılmıştır

+ 0.18375 g $CaCl_2$ x $2H_2O$

3 dakika şiddetle karıştırılmıştır.

+ 0.0355 g Na_2SO_4

3 dakika şiddetle karıştırılmıştır.

+ 3.0258 g Tris [= $(CH_2OH)_3CNH_2$]

Tris ilavesi üzerine solüsyon bulanık olup; karıştırmaya devam edilmiştir.

+ PH elektrodu çözeltiye yerleştirilmiş, bu aşamaya kadar sıcaklık 37° C civarında olmuştur.

+ 15 mL 1 M HCl (yavaş yavaş, 5 mL'lik bölümlerde, bir büret kullanarak eklenmiştir, ekleme planı 5 + 5 + 5 mL = 15 mL'dir).

HCl asidin yavaş yavaş eklenmesinin amacı pH değerini ayarlamaktır. Hazırlanan yapay vücut sıvısının pH değeri 7,4'tür ve ortalama insan vücut pH değerine yakındır. Hazırlanan çözelti numune başına kullanılacak kadarı (numune başına ~5ml) alınıp geri kalan kısım cam olan kapalı bir kapta buzdolabında muhafaza edilmiştir. Numuneler cam olan kapalı kaplara konulup sıcaklığın insan vücut sıcaklığına yakın olan 37°C olarak ayarlandığı bir düzenekte 1 hafta, 2 hafta ve 3 hafta olmak üzere bekletilmiştir. Her iki günde bir, yapay vücut sıvısı tazelenerek ortamın iyon konsantrasyonunun orijinal değerlerine dönmesi sağlanmıştır. Kaplama işlemi sonunda SEM görüntüleri ve EDS analizleri yapılmak üzere yapay vücut sıvısından çıkarılan numuneler, saf suyla yıkandıktan sonra kurutulmuşlardır.

7.2.3. Mekanik karakterizasyon çalışmaları

Aşınma testi ile kompozitin aşınma özelliklerini değerlendirmek için pimli disk (Pin-on-disk) tipi cihaz kullanılmıştır. Aşınma testi, 1 m / s'lik sabit bir hızda 20, 40 ve 60 N gibi çeşitli yükler altında ve her bir kompozit numune için 180 mesh Al_2O_3 zımpara kağıdı ile 60 m'lik sabit kayma mesafesi altında gerçekleştirilmiştir. Her testten sonra aşınma pimi, aşınma testlerinden önce asetonla temizlenerek 0,1 mg hassasiyetle bir terazide tartıldıktan sonra kurutulmuştur. Ortalama ağırlık kaybı miktarı hesaplanmıştır.



Şekil 7. 7 Aşınma deney düzeneği.

Üretilen kompozit malzemelerin Vickers (Hv) sertlik ölçme metoduyla sertlik ölçümleri 200g yük uygulanarak her bir kompozit malzemenin 10 ayrı noktasından sertlik değeri alınmak suretiyle ortalama sertlik değerleri hesaplanmıştır. Numunelerin mekanik özelliklerin belirlenmesi amacıyla aşınma deneyi, Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Makine Eğitimi Bölümü Laboratuvarlarındaki aşınma deney cihazı (Şekil 7.7) ile gerçekleştirilmiştir. Sertlik deneyleri ise SHIMADZU-HMV marka deney cihazında (Şekil 7.8) gerçekleştirilmiştir.



Şekil 7. 8 Sertlik cihazı.

7.2.4. Yapısal karakterizasyon çalışmaları

Yapısal karakterizasyon çalışmaları, optik ve taramalı elektron mikroskop incelemeleri ile XRD ve EDS analizi çalışmalarını kapsamaktadır. Optik ve taramalı elektron mikroskobu çalışmaları, sırasıyla, Nikon (Clemex) marka optik mikroskop (Şekil 7.9a) ve Tescan® (Mira3XMU FE-SEM) marka taramalı elektron mikroskobu (Şekil 7.9b) ile gerçekleştirilmiştir. İncelemelerden önce standart yöntemlerle zımparalanıp parlatılan numuneler, Kroll çözeltisi (6 ml HNO_3 + 2 ml HF + 92 ml saf su) ile dağlanmıştır.



Şekil 7. 9 (a) Nikon marka optik mikroskop, (b) Tescan® marka taramalı elektron mikroskobu.

Sinterlenen numunelerin yapısında bulunan kristal fazların belirlenmesinde X-ışını kırınım metodundan yararlanılmıştır. Bunun için Şekil 7.10'da gösterilen Rigaku D/Max 2200/PC model X ışınları difraktometresi kullanılmıştır. Analiz esnasında cihaz CuKα ışıması yapmakta ve ışıma λ=1,5408 Å monokromatik dalga boyunda olmaktadır. Tüpün voltajı 40 kV ve akımı 40 mA olarak ayarlanmıştır. Numuneler 2θ=20°-80° arasında ve 2°/dak tarama hızında analiz edilmiştir.



Şekil 7. 10 X-ışınları difraksiyon analizinde kullanılan XRD cihazı.

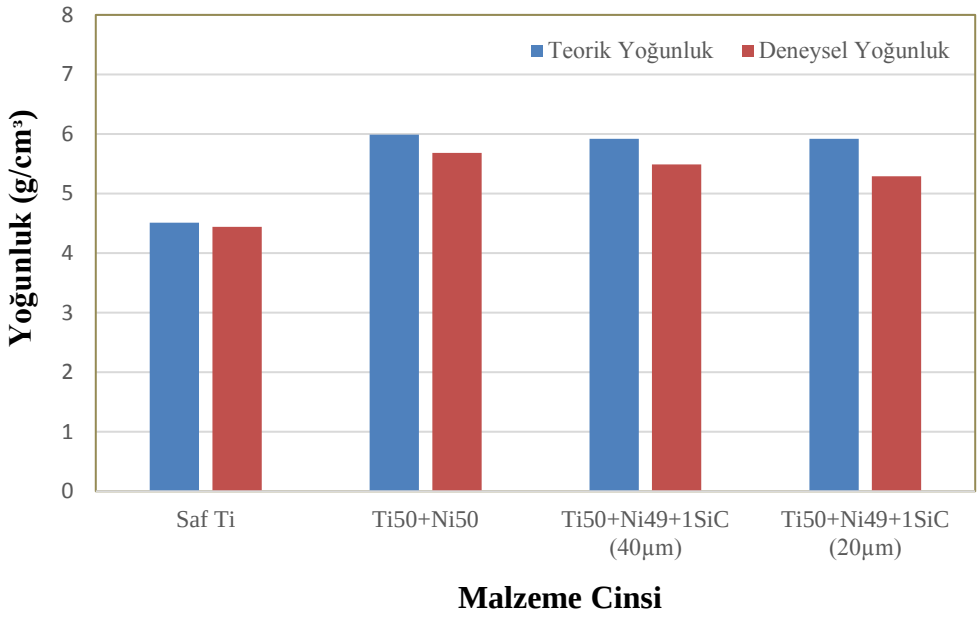
8. DENEYSEL SONUÇLAR

8.1. Yoğunluk

Bu çalışmada; saf Ti, TiNi, Ti50+Ni49+1SiC(40 µm), ve Ti50+Ni49+1SiC(20 µm) atomik oranlarında hazırlanan toz karışımları, 500 MPa basınç altında preslendikten sonra 1150°C'de 3 saat süreyle sinterlenmiştir. Üretilen kompozitlerin bulunan ve hesaplanan yoğunluk miktarları Çizelge 8.1'de verilmiştir. Çizelge 8.1'de bulunan verilerin grafiği Şekil 8.1'de verilmiştir. Sinterlenen saf Ti, TiNi, Ti50 + Ni49 + 1SiCp (40µm) ve Ti50 + Ni49 + 1SiCp (20µm) kompozit malzemelerin relatif yoğunluğu sırasıyla; % 96,56, % 94,59, % 92,7 ve % 92,4 olarak bulunmuştur.

Çizelge 8.1. Üretilen kompozit malzemelerin yoğunluk değerleri.

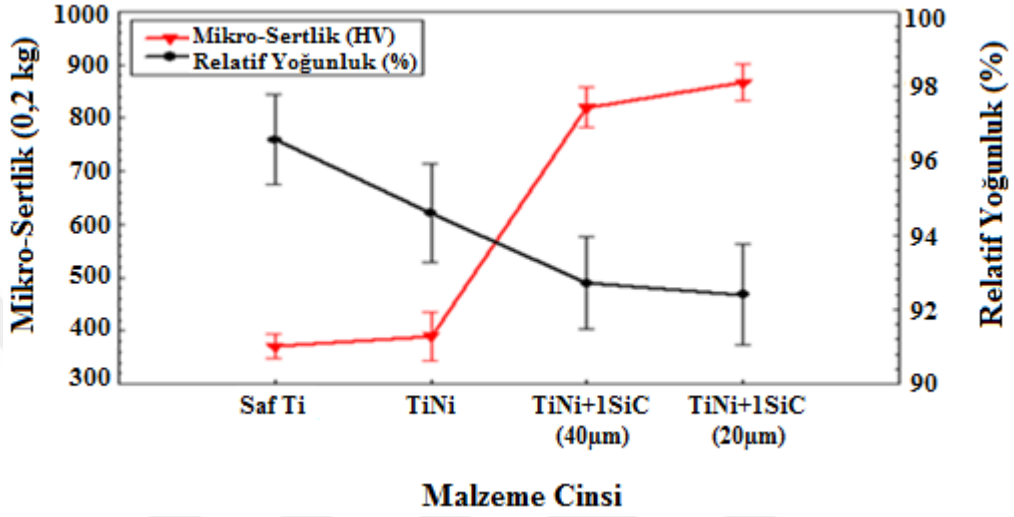
	Saf Ti	**Ti_{50}+Ni_{50}**	**Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC (40µm)**	**Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC (20µm)**
Teorik Yoğunluk, gr/cm³	4,51	5,988	5,9175	5,9175
Deneysel Yoğunluk, gr/cm³	4,44	5,682	5,4879	5,2881



Şekil 8. 1 Üretilen kompozit malzemelerin teorik ve deneysel yoğunluk değerleri.

8.2. Sertlik

Üretilen kompozit malzemelerin Vickers (Hv) sertlik ölçme metoduyla sertlik ölçümleri 200 g yük uygulanarak her bir kompozit malzemenin 10 ayrı noktasından sertlik değeri alınmak suretiyle ortalama sertlik değerleri hesaplanmıştır. Bulunan sonuçlar Şekil 8.2'de verilmiştir.



Şekil 8. 2 Üretilen kompozitlerin mikro sertlik ve yoğunluk grafiği.

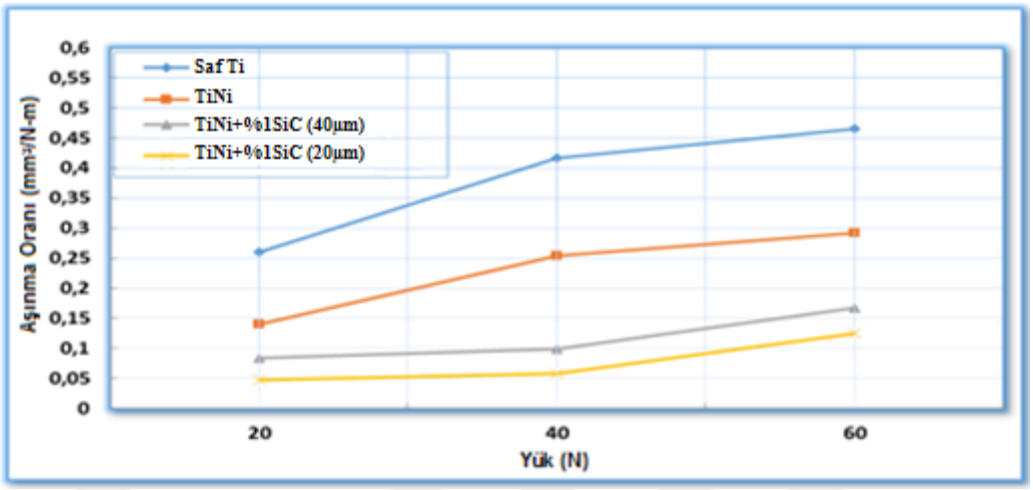
Şekil 8.2 SiC partikül boyutunun sertlik üzerindeki etkisini göstermektedir. TiNi kompozitlerine ağırlıkça% 1 SiC eklenmesiyle sertlik 389,4 HV'dan 870,0 HV'a yükselmiştir. Görünüşe göre, nikel-titanyumun sertliği, SiC'ün daha yüksek sertlik ve elastik modülüne dayanarak, sünekliği pahasına SiC partiküllerinin ilavesi ile önemli ölçüde iyileşmiştir. Bu sonuç literatürdeki araştırmalarla tutarlıdır [20, 21].

El-Kady ve ark. yaptıkları çalışmada, 70 nm, 10 µm ve 40 µm partikül boyutlu SiC ve 60 µm partikül boyutlu Al tozlarıyla, %10 ve %5 SiC 'lü Al kompoziti toz metalurjisi yöntemiyle üretmişler. Aynı oranda eklenen SiC'ün partikül boyutu azaldığında sertlik artmıştır. SiC'ün azalan partikül boyutu kompozitte yüksek sertliğe katkıda bulunmuştur [10].

8.3. Aşınma

Saf Ti, TiNi ve TiNi-SiC takviyeli kompozit malzemelerin ortalama hacimsel aşınma oranı Şekil 8.3'te grafik olarak gösterilmiştir. Numunelerin aşınma kaybının, test malzemeleri için uygulanan yük arttıkça lineer arttığı tespit edilmiştir. Şekilden

anlaşılacağı gibi, kompozitin tüm yüklerde saf Ti matrisine kıyasla daha düşük aşınma kaybı vardır.

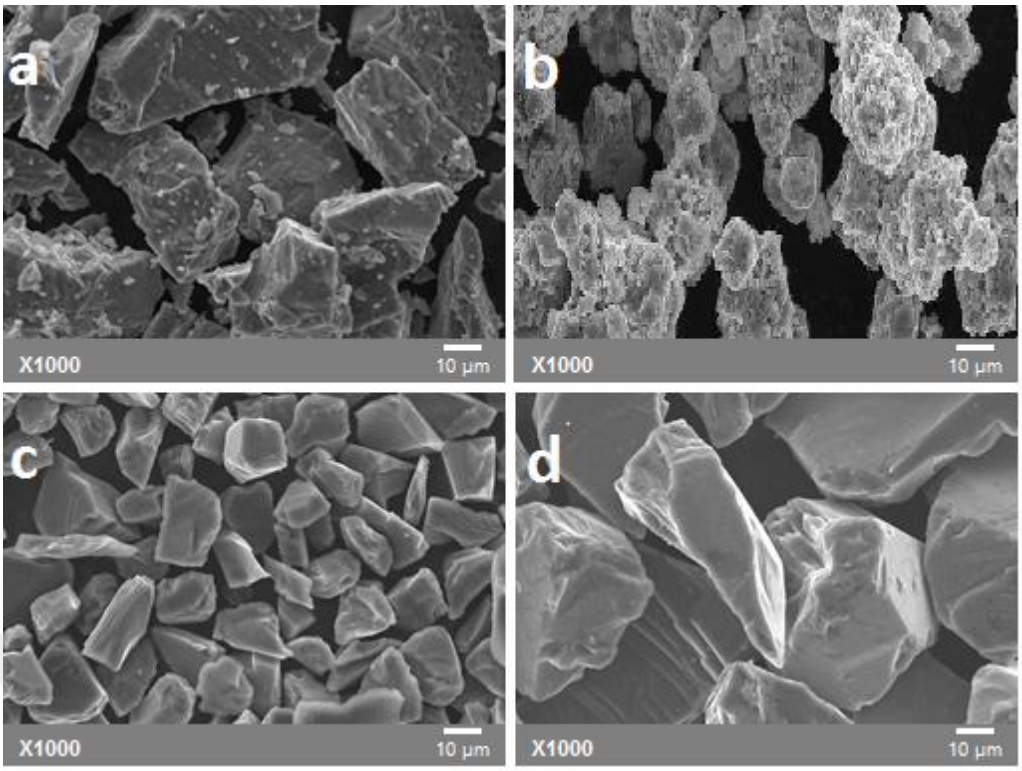


Şekil 8. 3 Üretilen kompozitler için aşınma grafiği.

20 N yük üzerinde, kompozitin aşınma kaybında hafif artışlar gözlemlenmiştir. Bunun bir nedeni, daha küçük SiC partiküllerinin dispersiyon güçlendirme mekanizması yoluyla Ti matrisindeki yer değiştirmelerini engellemesidir [6]. Buna ek olarak, ağırlıkça % 1 SiC (20 µm) partikül takviyeli TiNi kompozitleri, ağırlıkça % 1 SiC (40 µm) partikül takviyeli TiNi kompozitlerine kıyasla daha az aşınma göstermiştir. Buradan çıkarılabilecek sonuçlardan biri de; 20 µm SiC partikül takviyeli TiNi kompozitlerinin mikro sertliğinin, 40 µm SiC partikül takviyeli TiNi kompozitlerinden daha yüksek olduğunu ve aşınma oranının düşük olduğu gözlemlenmiştir.

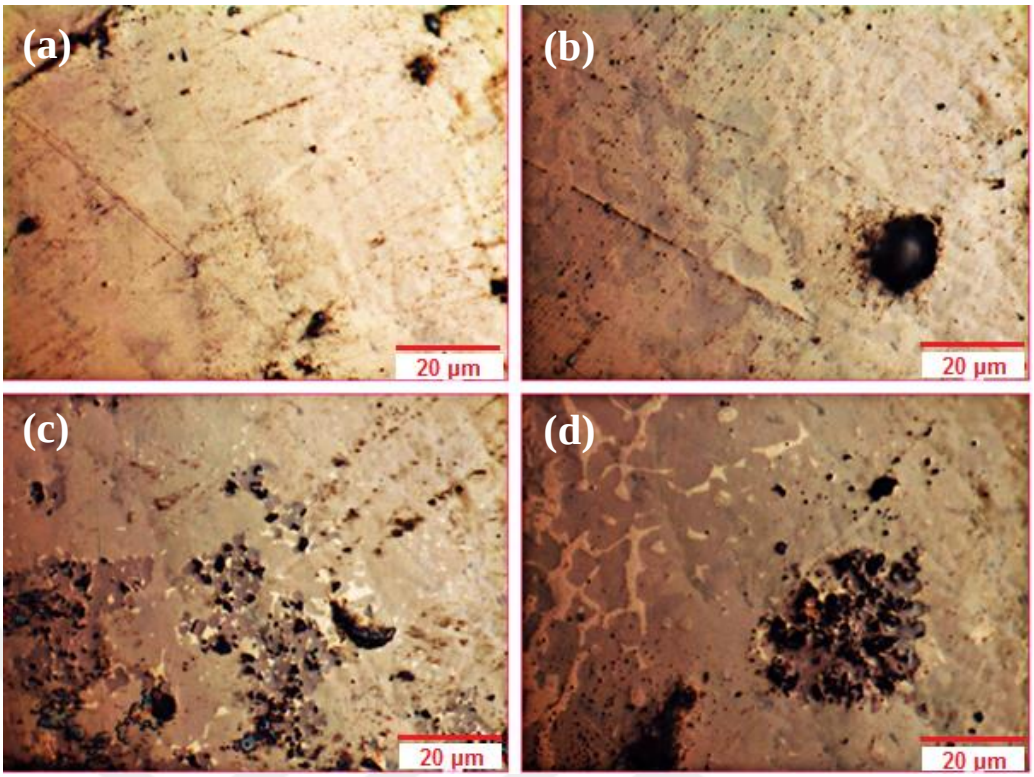
8.4. Mikroyapı

Saf Ti, TiNi, Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC(40 µm) ve Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC(20 µm) atomik oranlarında hazırlanan toz karışımlarının preslemeden önceki başlangıç tozlarının SEM görüntüleri Şekil 8.4'te verilmiştir.



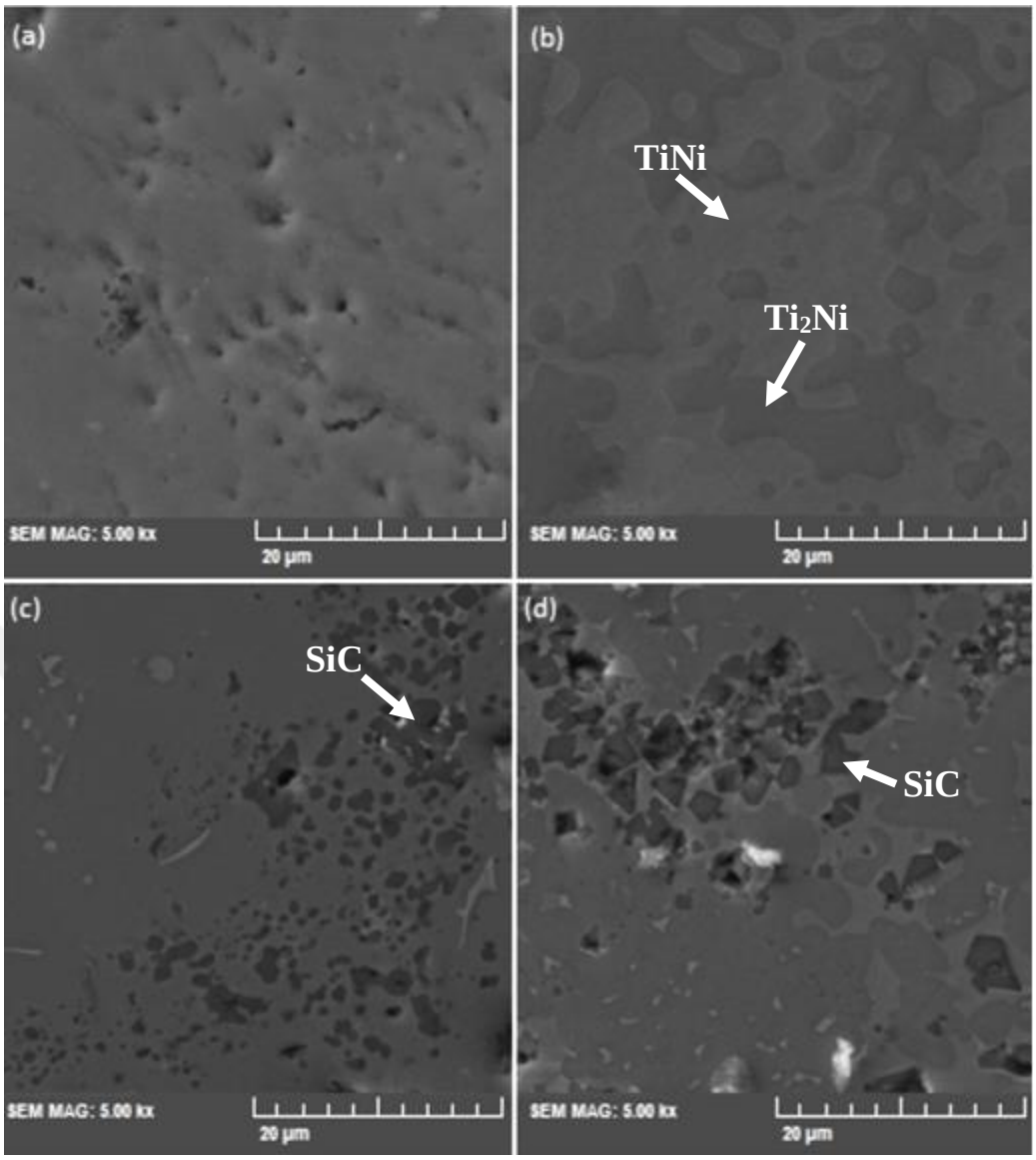
Şekil 8. 4 Deneysel çalışmada kullanılan başlangıç tozlarının SEM Görüntüleri; (a) Ti, (b) Ni, (c) SiC (20 µm), (d) SiC (40 µm).

Zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulan kompozit numunelerin dağlanması amacıyla Kroll çözeltisi (6 ml HNO_3 + 2 ml HF+92 ml saf su) hazırlanmıştır. Numuneler hazırlanan çözeltide 10 sn süreyle bekletilmiştir. Dağlama işleminin ardından numunelerin optik ve Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntüleri alınmıştır.



Şekil 8. 5 Sinterlenmiş numunelerin optik mikroskop görüntüleri;(a) Saf Ti, (b) TiNi, (c) Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC(40 µm) ve (d) Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC(20 µm).

Şekil 8.5'te sırasıyla; saf Ti, TiNi, Ti50 + Ni49 + 1SiCp (40µm) ve Ti50 + Ni49 + 1SiCp (20µm) kompozit malzemelerinin verilen optik mikroskop görüntülerinde fazlar renk farklılıkları ile belli olmaktadır. Renk farklılıklarından fazları şu şekilde tahmin etmekteyiz: Gri bölgeler Ti açısından zengin, beyaz bölgeler Ni açısından zengin, koyu gri ve köşeli olan parçacıklar SiC'ün takviye bileşenini göstermektedir. Tahmin edilen fazların analizi için Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) görüntüleri incelenerek ilgili fazlar belirtilmiştir.

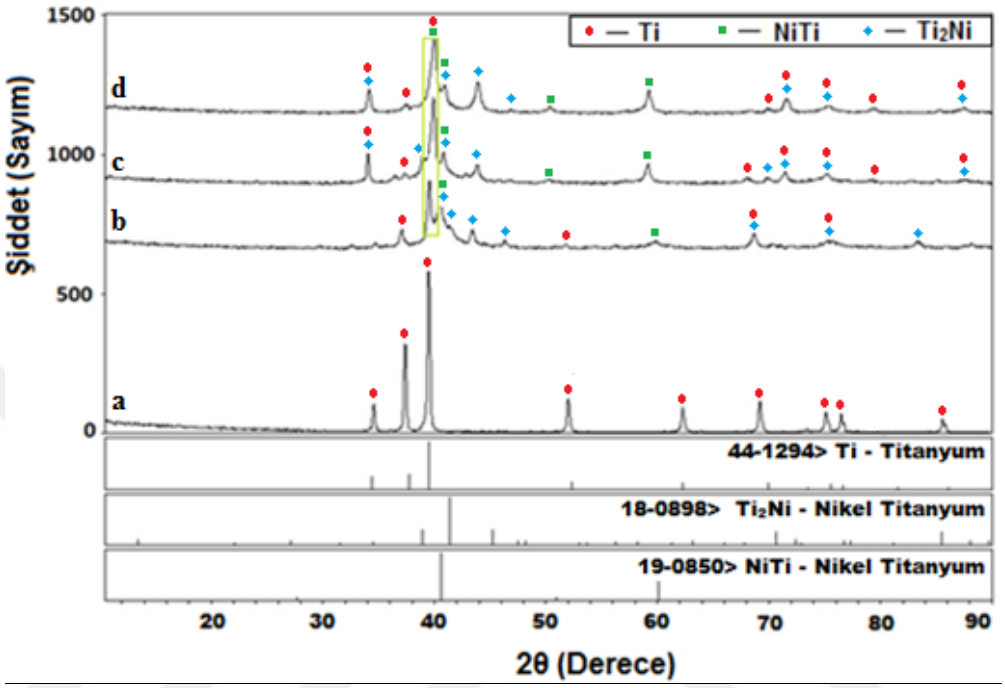


Şekil 8. 6 Sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri;(a) Saf Ti, (b) TiNi, (c) Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC(40 µm) ve (d) Ti_{50}+Ni_{49}+1SiC(20 µm).

Kompozit numuneler için takviyeli TiNi katı çözelti varlığı gözlemlenmiştir (Şekil 8.6b, 8.6c ve 8.6d). Gri bölgeler; Ni matrisi, koyu gri ve köşeli olan parçacıklar; SiC'ün takviye bileşenini göstermektedir. Şekil 8.6b'deki karanlık faz Ti açısından zengindir ve her alanın, difüzyonun ilerlemesinin çeşitli safhalarından kaynaklanan farklı bir faz veya fazların bir karışımı olduğu düşünülmektedir. SiC partiküllerinin TiNi matrisinde düzgün bir şekilde dağılmış olduğu görülmektedir. SiC partiküllerinin bu düzgün dağılımının, sinterleme sıcaklığına, sinterleme süresine ve karıştırma yöntemine bağlı olduğu söylenebilir. Kompozit malzemeler için mekanik ve aşınma direncini arttırmak için matriste homojen takviye elde edilmesi çok önemlidir [19].

8.5. X-Işınları Analizi

Üretilen saf Ti (a), TiNi (b), Ti50 + Ni49 + 1SiC (40µm) (c) ve Ti50 + Ni49 + 1SiC (20µm) (d) kompozit malzemelerin XRD analizleri yapılıp, XRD grafiği Şekil 8.7'de verilmiştir.



Şekil 8. 7 Üretilen numunelerin XRD paternleri.

1150ºC sıcaklıkta yapılan sinterleme sonucunda yapıda TiNi fazının dışında Ti_2Ni kararlı fazı ve serbest Ti da belirlenmiştir. Yapıda serbest Ti bulunması, sinterlemenin yeterli olmadığını göstermektedir.

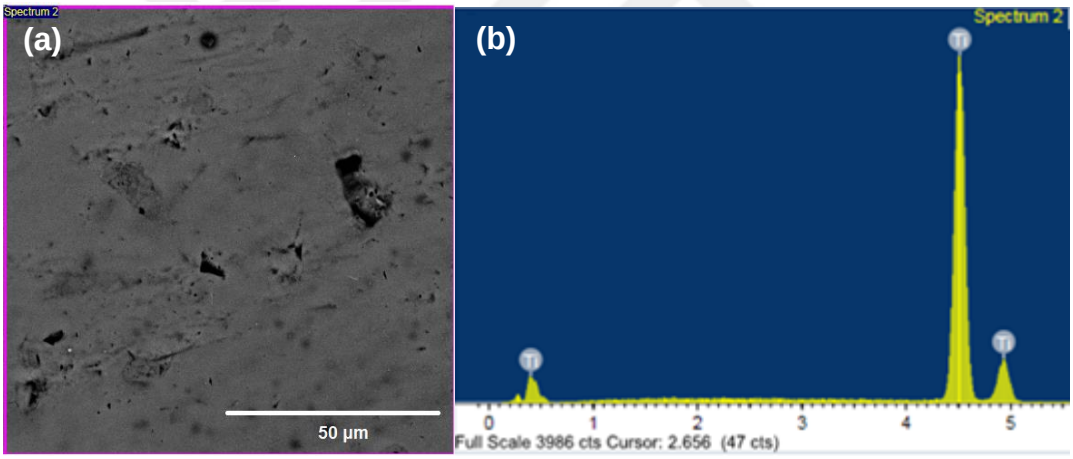
Zhu ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmalarda 980°C sıcaklıkta, 2, 4, 8 ve 24 saat süreleri ile koruyucu gaz atmosferinde geleneksel sinterleme yöntemiyle üretim yapmışlardır. Üretilen numunelerde 4 saatlik sinterleme sonucu yapıda NiTi, Ni_3Ti ve Ti_2Ni fazları ile birlikte serbest Ni görülmüştür. Ayrıca sinterleme süresi 8 saati aştığında, serbest Ni'nin görülmediği, buna karşılık NiTi oranının arttığı ve yapıda Ni_3Ti ve Ti_2Ni fazlarının bulunduğu belirlenmiştir. Sonuç olarak 8 saate kadar sinterlenen numunelerde sinterleme süresi arttıkça NiTi fazı artmıştır. Ancak 8 saati aşan sürelerde sinterlenen numunelerde belirgin bir faz farkı gözlemlenmemiştir [7].

Li ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, Ti ve Ni tozları atomik oranı %49,2Ti ve %50,8 Ni olacak şekilde, geleneksel sinterleme yöntemi ile argon gazı atmosferi altında

250°C'de 1 saat süreyle ısıtılıp, ardından 1000-1100°C'de 3 saat bekletilerek sinterlenmiştir. Üretilen numunelere yapılan XRD analizine göre yapıdaki baskın fazın NiTi fazı ve düşük miktarlarda Ni_3Ti, Ni_4Ti_3 ve Ti_2Ni fazları bulunmaktadır[6]. Wisutmethangoon ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, NiTi intermetalik numuneler, ticari yüksek saflıktaki Ti ve Ni tozlarından kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi ile üretilmiştir. Deney sonuçlarında gözenekli NiTi ŞHA'da istenen ana fazı NiTi ile birlikte düşük miktarda Ti_2Ni ve Ni_4Ti_3 fazlarının da görüldüğü vurgulanmıştır [9].

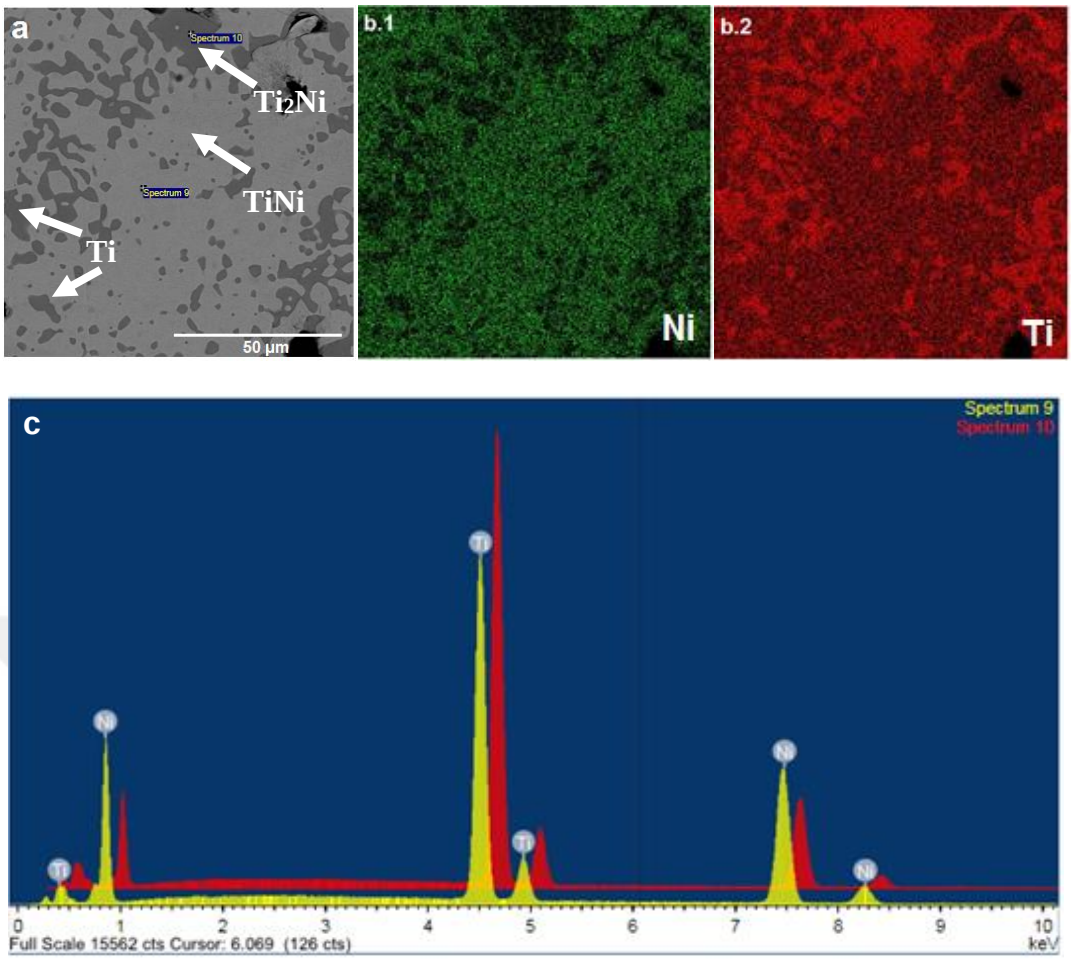
8.6. Taramalı Elektron Mikroskobu Çalışması

SEM görüntülerinde belirtilen fazların tespitinde XRD sonuçlarını desteklemek adına EDS haritası ve EDS nokta analizleri kullanılmış olup, üretilen kompozit malzemeler olan saf Ti, TiNi, Ti50 + Ni49 + 1SiCp (40µm) ve Ti50 + Ni49 + 1SiCp (20µm) için sırasıyla aşağıda verilmiştir.



	Ağ.% Ti	Toplam
Spektrum 2	**100,00**	**100,00**

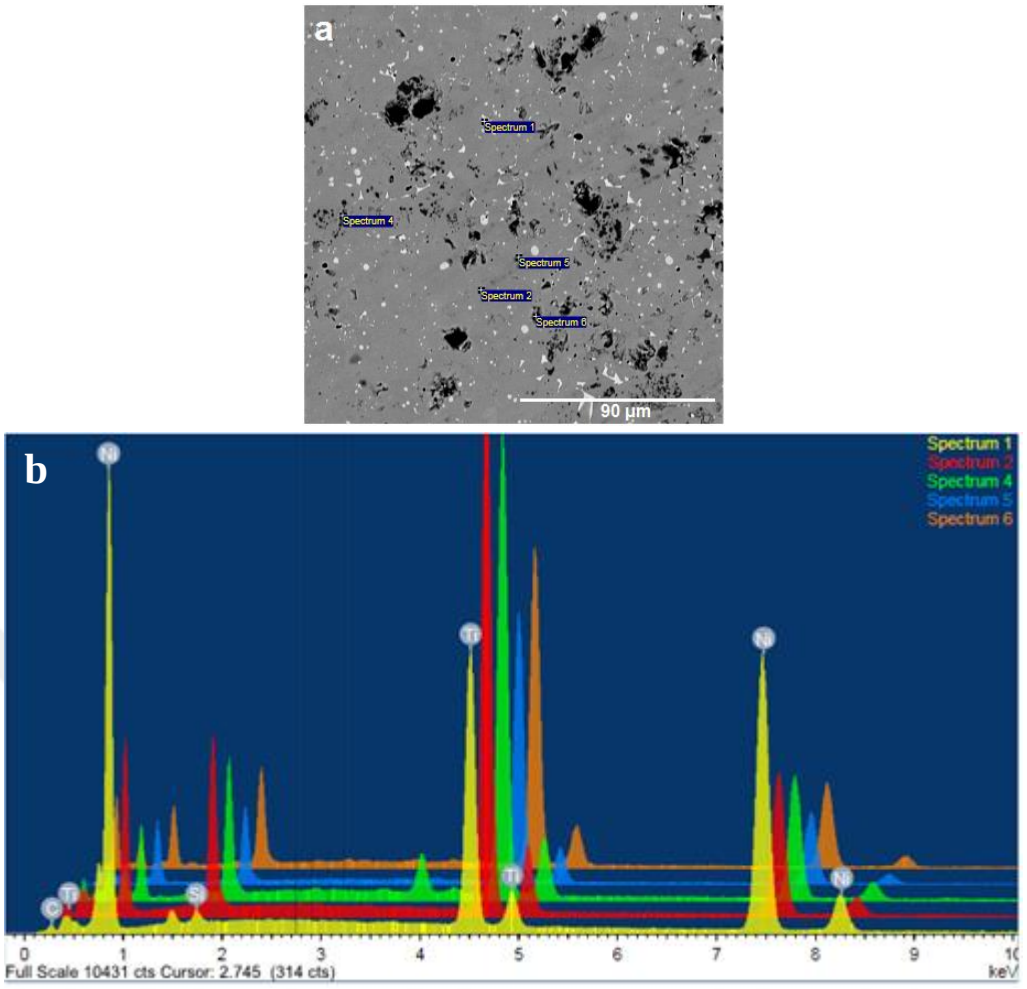
Şekil 8. 8 Sinterlenmiş saf Ti'un (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizi.



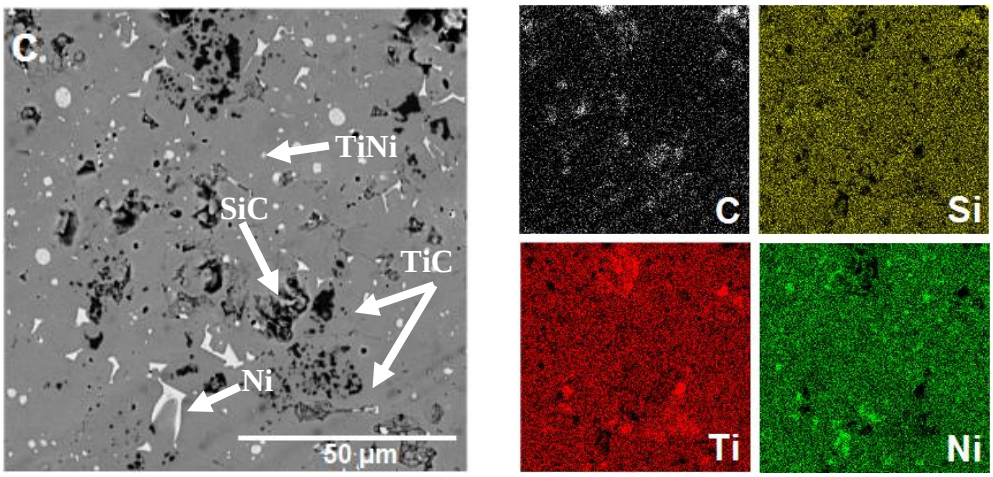
	Ağ.% Ti	Ağ.% Ni	Toplam
Spektrum 9	**53,17**	**46,83**	**100,00**
Spektrum 10	**63,45**	**36,55**	**100,00**

Şekil 8. 9 Sinterlenmiş TiNi kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS haritası (c) EDS nokta analizleri.

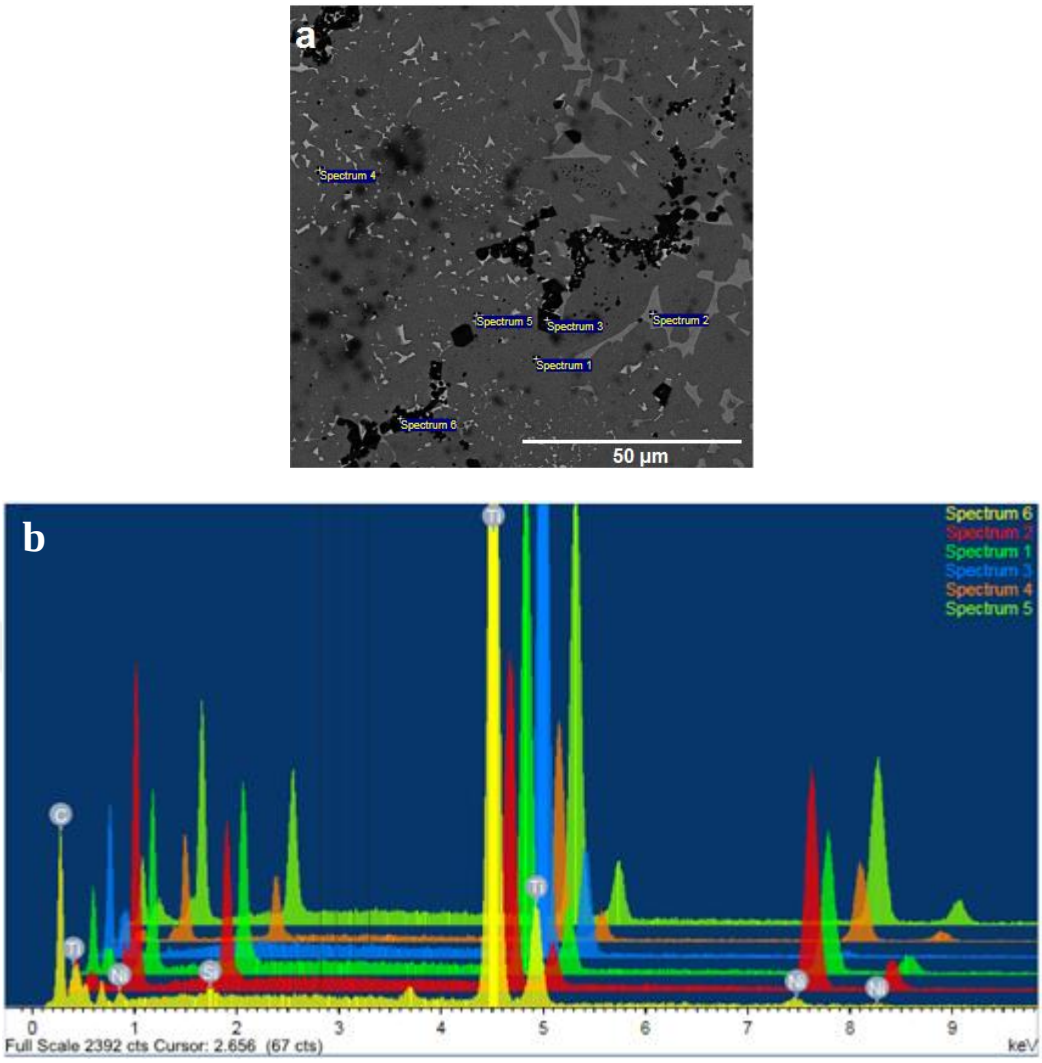
Mikroyapıda mevcut bulunan fazların belirlenmesi amacıyla EDS donanımlı taramalı elektron mikroskobu ile incelenen Saf Ti ve TiNi numunelerinin mikroyapı görüntüleri ve EDS nokta analizleri Şekil 8.8 ve Şekil 8.9'da verilmiştir. Buna göre 1150°C'de 3 saat sinterlenen numunelerin mikroyapısında TiNi ve Ti_2Ni fazlarına ilaveten serbest Ti bulunmaktadır. Taramalı elektron mikroskobunda EDS analizi ile elementlerin atomik oranları esas alınarak belirlenen fazlar, XRD çalışmaları ile belirlenen fazlarla da uyumludur.



	Ağ.% Ti	Ağ.% Ni	Ağ.% Si	Ağ.% C	Toplam
Spektrum 1	**25,19**	**70,14**	**0,82**	**3,85**	**100,00**
Spektrum 2	**45,80**	**35,69**	**9,17**	**9,33**	**100,00**
Spektrum 4	**45,88**	**35,21**	**8,15**	**10,77**	**100,00**
Spektrum 5	**44,90**	**34,26**	**7,42**	**13,42**	**100,00**
Spektrum 6	**35,38**	**26,90**	**5,77**	**31,95**	**100,00**



Şekil 8. 10 Sinterlenmiş Ti50+Ni49+1SiC (40 µm) kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizleri, (c) EDS haritası.



	Ağ.% Ti	Ağ.% Ni	Ağ.% Si	Ağ.% C	Toplam
Spektrum 1	**37,52**	**28,11**	**7,35**	**27,01**	**100,00**
Spektrum 2	**27,09**	**48,84**	**8,28**	**15,80**	**100,00**
Spektrum 3	**70,63**	**1,08**	**0,12**	**28,17**	**100,00**
Spektrum 4	**37,87**	**37,74**	**6,55**	**17,84**	**100,00**
Spektrum 5	**34,57**	**35,99**	**6,46**	**22,99**	**100,00**
Spektrum 6	**65,55**	**1,79**	**0,29**	**32,37**	**100,00**

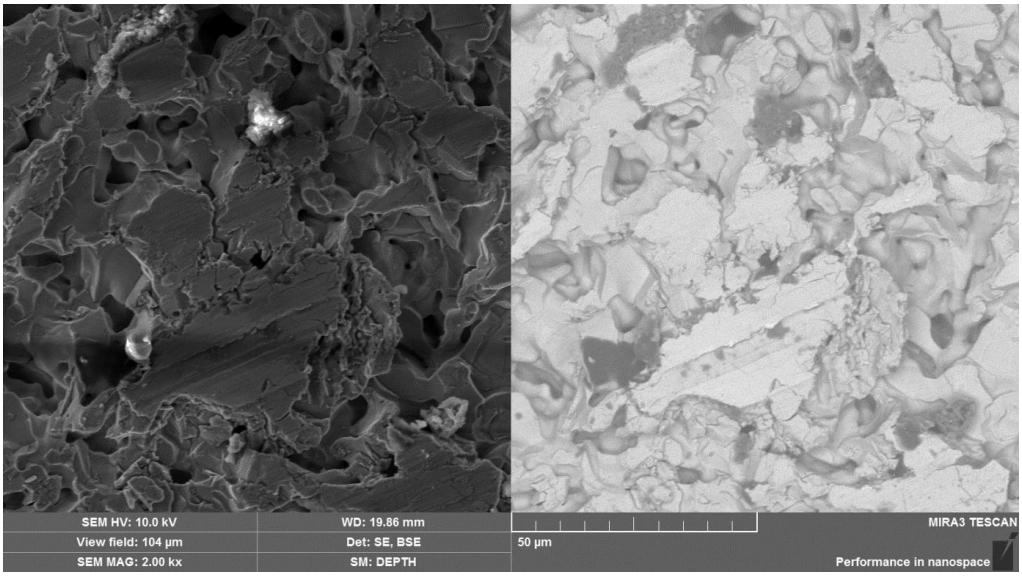
Şekil 8. 11 Sinterlenmiş Ti50+Ni49+1SiC (20 µm) kompozitin: (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizleri.

Mikroyapıda mevcut bulunan fazların belirlenmesi amacıyla EDS donanımlı taramalı elektron mikroskobu ile incelenen TiNi+SiC (40 µm) numunelerinin mikroyapı görüntüleri, EDS haritası ve EDS nokta analizleri Şekil 8.10'da verilmiştir. TiNi+SiC (20 µm) numunelerinin mikroyapı görüntüleri ve EDS nokta analizleri Şekil 8.11'de verilmiştir. Buna göre 1150°C'de 3 saat sinterlenen her iki kompozitin mikroyapısında

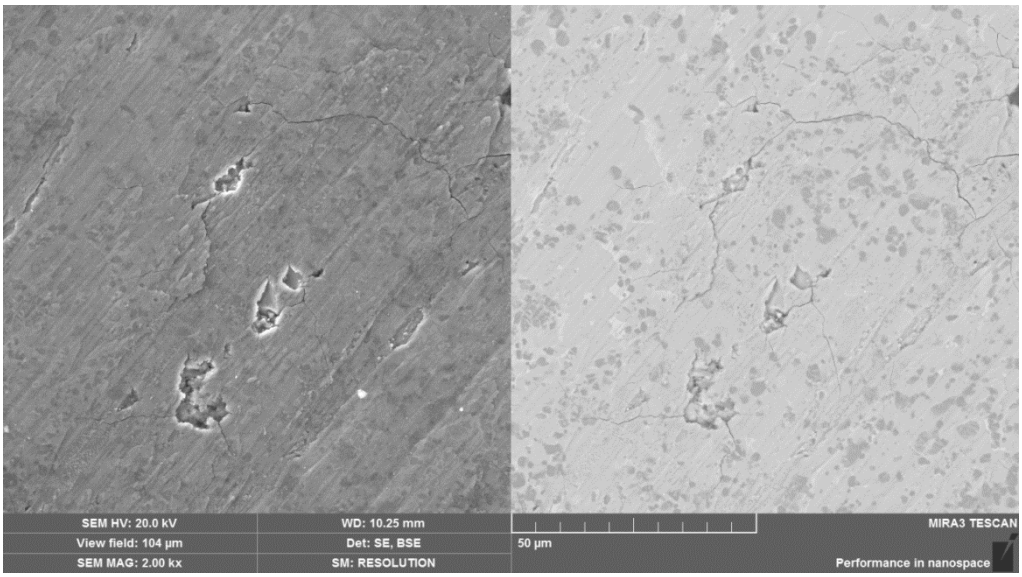
TiNi ve Ti_2Ni fazlarına ilaveten serbest Ni ve Ti bulunmaktadır. Ayrıca bir miktar TiC fazı da görülmüştür. Taramalı elektron mikroskobunda EDS analizi ile elementlerin atomik oranları esas alınarak belirlenen fazlar, XRD çalışmaları ile belirlenen fazlarla da uyumludur.

8.6.1. Yapay Vücut Sıvısı Çalışması

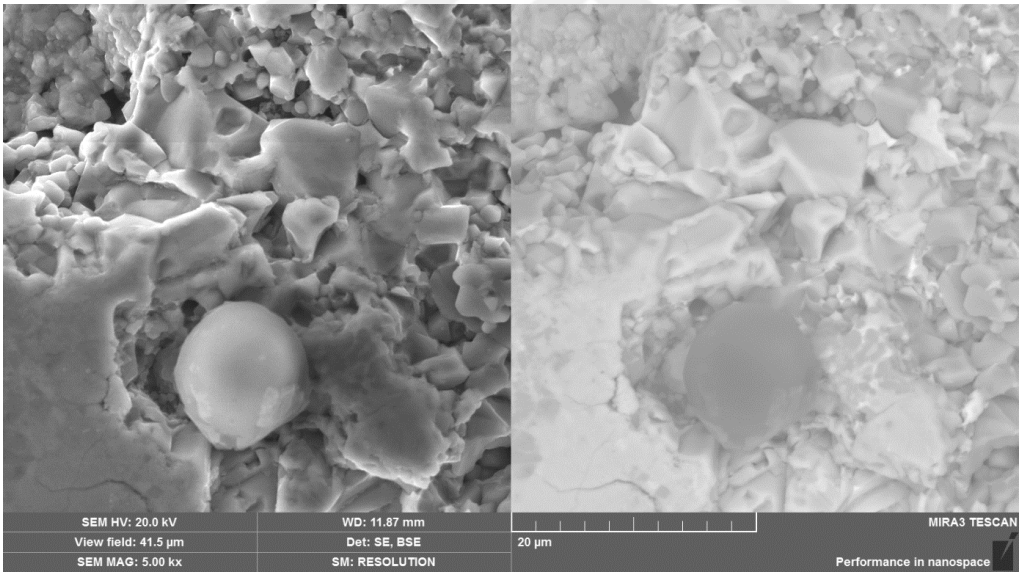
Üretilen saf Ti, TiNi, Ti50 + Ni49 + 1SiCp (40µm) ve Ti50 + Ni49 + 1SiCp (20µm) kompozit malzemelerinin 37°C olarak ayarlanan bir düzenekte 1 hafta, 2 hafta ve 3 hafta olmak üzere bekletilip SEM görüntüleri verilmiştir. EDS analizleri ise en iyi sonuçların gözlemlendiği 3. hafta için verilmiştir.



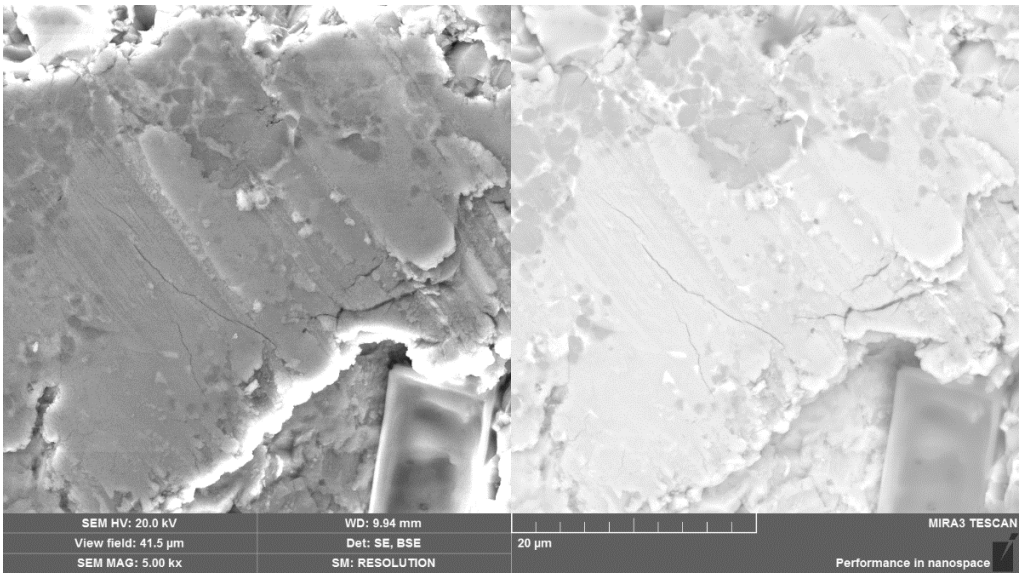
Şekil 8. 12 Yapay vücut sıvısında 7 gün bekletilen Saf Ti'un SEM görüntüleri.



Şekil 8. 13 Yapay vücut sıvısında 7 gün bekletilen TiNi kompozitin SEM analizleri.

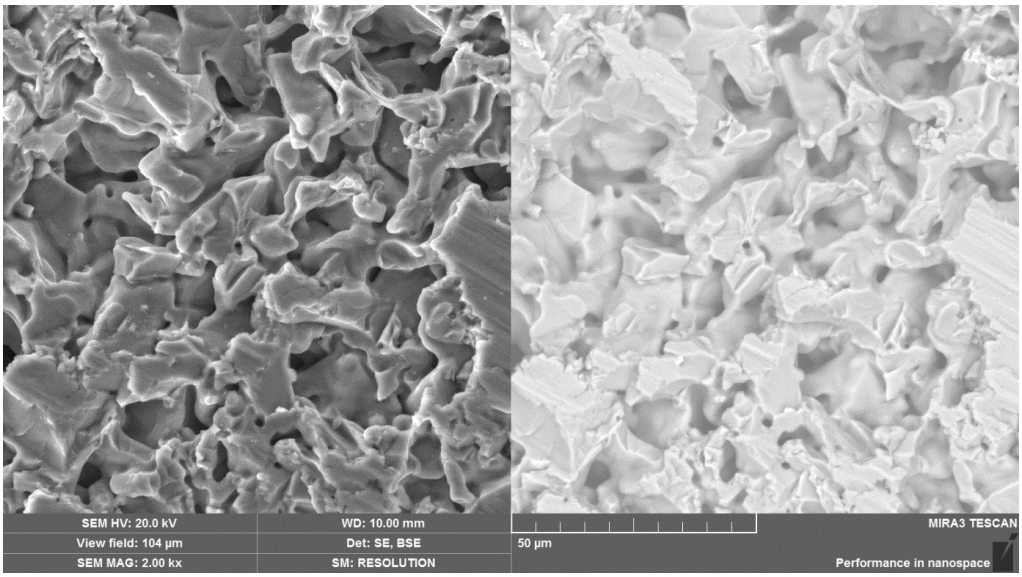


Şekil 8. 14 Yapay vücut sıvısında 7 gün bekletilen Ti50+Ni49+1SiC (40 µm) kompozitin SEM analizleri.

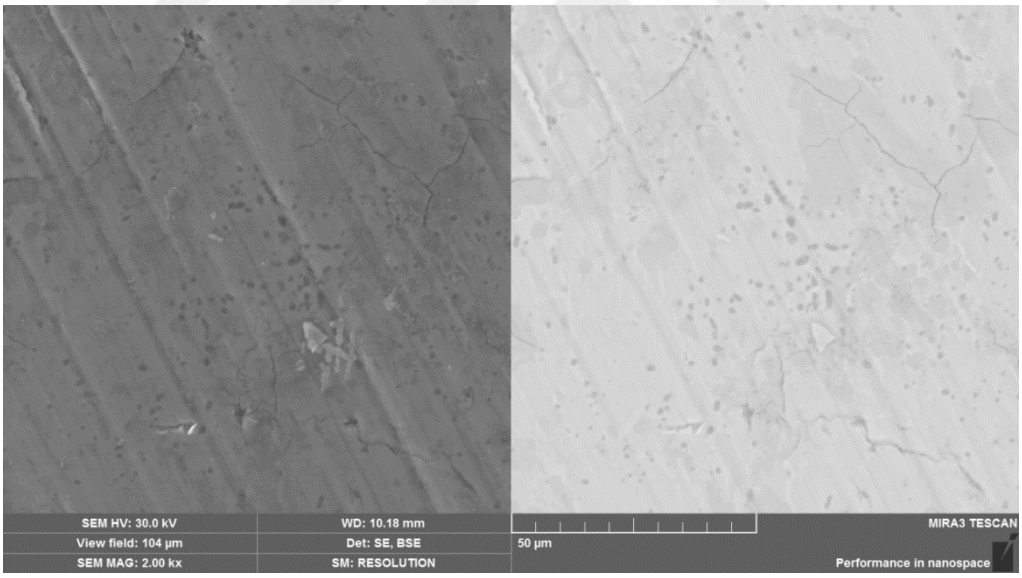


Şekil 8. 15 Yapay vücut sıvısında 7 gün bekletilen Ti50+Ni49+1SiC (20 µm) kompozitin SEM analizleri.

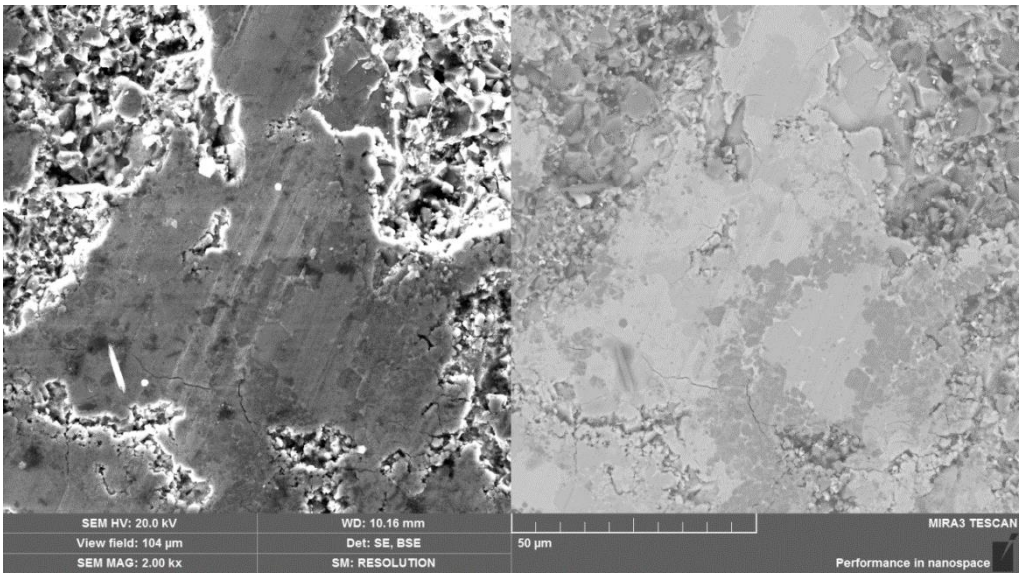
1 hafta yapay vücut sıvısı içerisinde bekletilen Şekil 8.12'de bulunan saf Ti'un SEM fotoğrafında dikkat çeken en önemli unsur yüzeyde bulunan ve üzüm salkımı şeklinde görünen apatit öbekleridir. Şekil 8.14 ve Şekil 8.15'te bulunan Ti50+Ni49+1SiC (40 µm) ve Ti50+Ni49+1SiC (20 µm) kompozit numunelerin SEM ve EDS analizlerinde bölge bölge tuz çözeltisi (NaCl) görülmekte, apatit görünmemektedir. Saf Ti, Ti50+Ni49+1SiC (40 µm) ve Ti50+Ni49+1SiC (20 µm) kompozit numunelerin henüz yüzeyin tamamı kaplanabilmiş değildir. Şekil 8.13'te bulunan TiNi kompozitin de ise homojen, ince bir apatit astar tabakası olduğu görülmüş ve elde edilen kaplamanın çatlaması yavaş kurutma rejimi ile de olsa engellenememiştir.



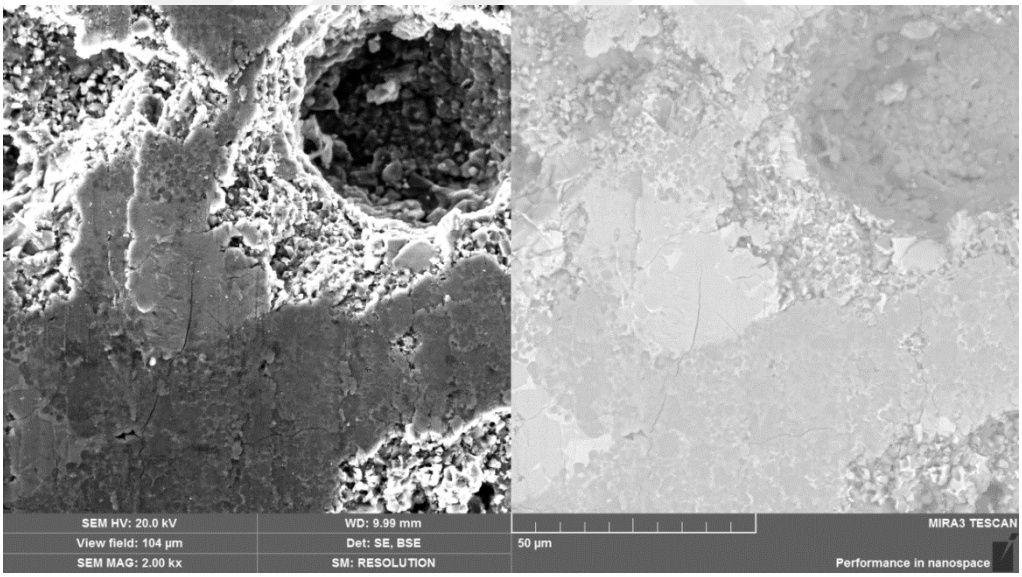
Şekil 8. 16 Yapay vücut sıvısında 14 gün bekletilen Saf Ti'un SEM görüntüleri.



Şekil 8. 17 Yapay vücut sıvısında 14 gün bekletilen TiNi kompozitin SEM analizleri.

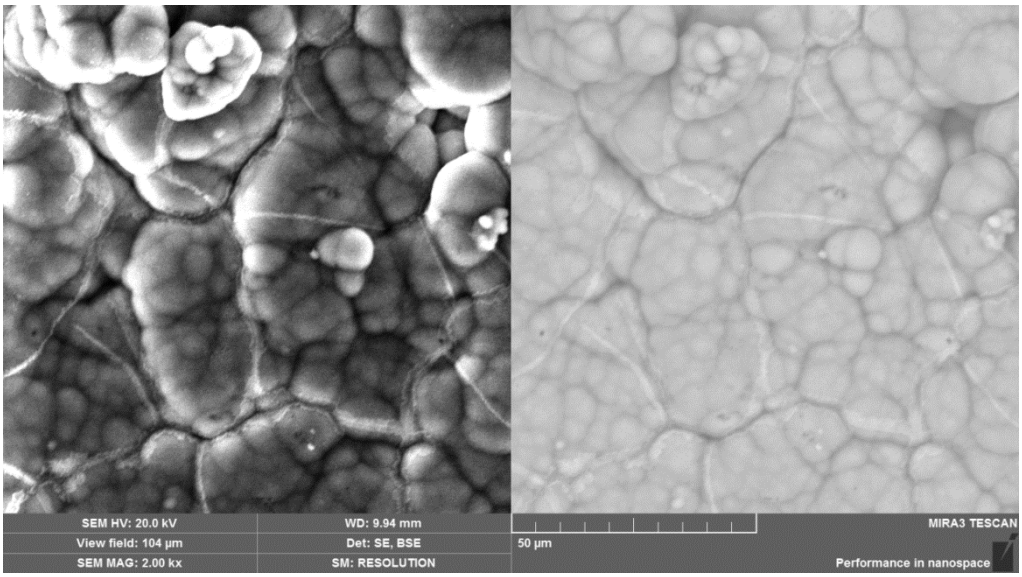


Şekil 8. 18 Yapay vücut sıvısında 14 gün bekletilen Ti50+Ni49+1SiC (40 µm) kompozitin SEM analizleri.

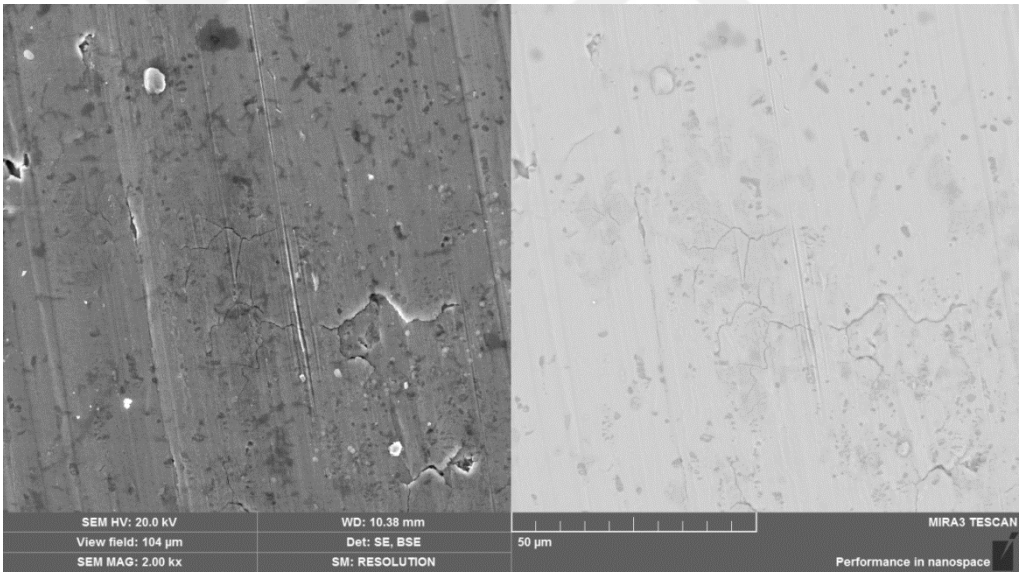


Şekil 8. 19 Yapay vücut sıvısında 14 gün bekletilen Ti50+Ni49+1SiC (20 µm) kompozitin SEM analizleri.

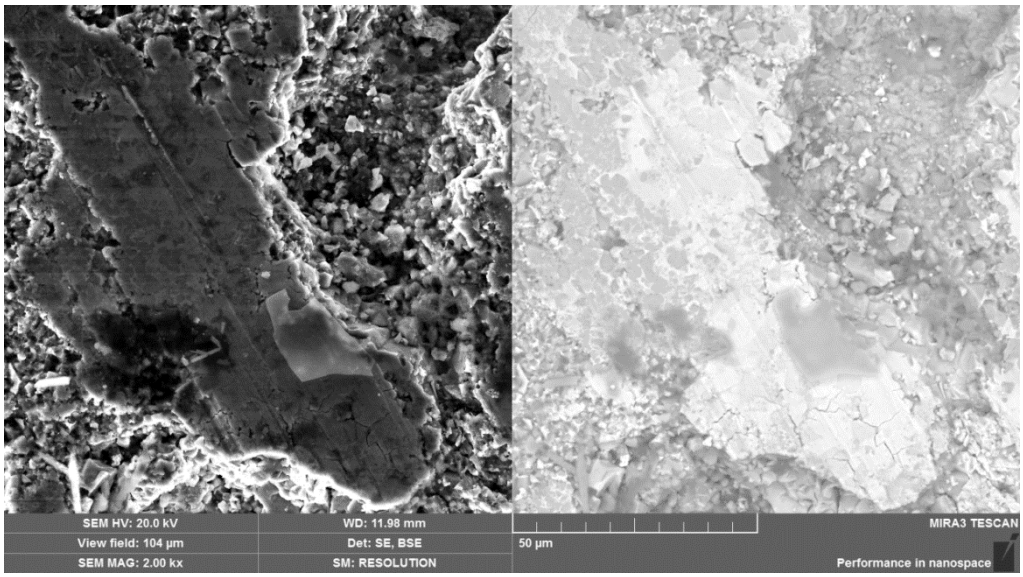
2.hafta yapay vücut sıvısı içerisinde bekletilen saf Ti, TiNi, Ti50+Ni49+1SiC (40 µm) ve Ti50+Ni49+1SiC (20 µm) kompozit numunelerin yüzeyinin tamamını ince tabaka halinde kalsiyum fosfat kaplamaya başlamıştır ve hepsinde de elde edilen kaplamanın çatlaması yavaş kurutma rejimi ile de olsa engellenememiştir.



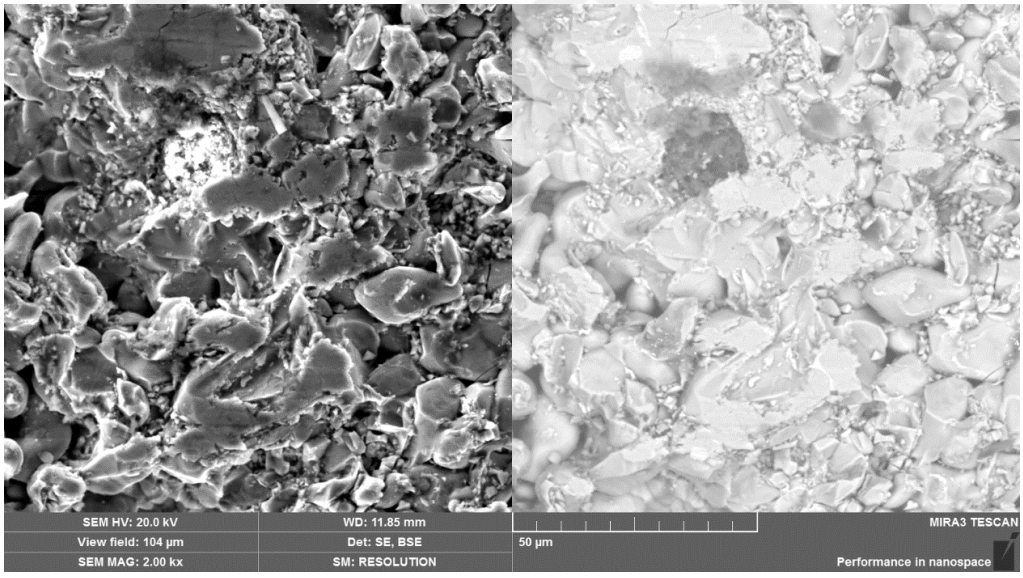
Şekil 8. 20 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Saf Ti'un SEM görüntüleri.



Şekil 8. 21 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen TiNi kompozitin SEM analizleri.



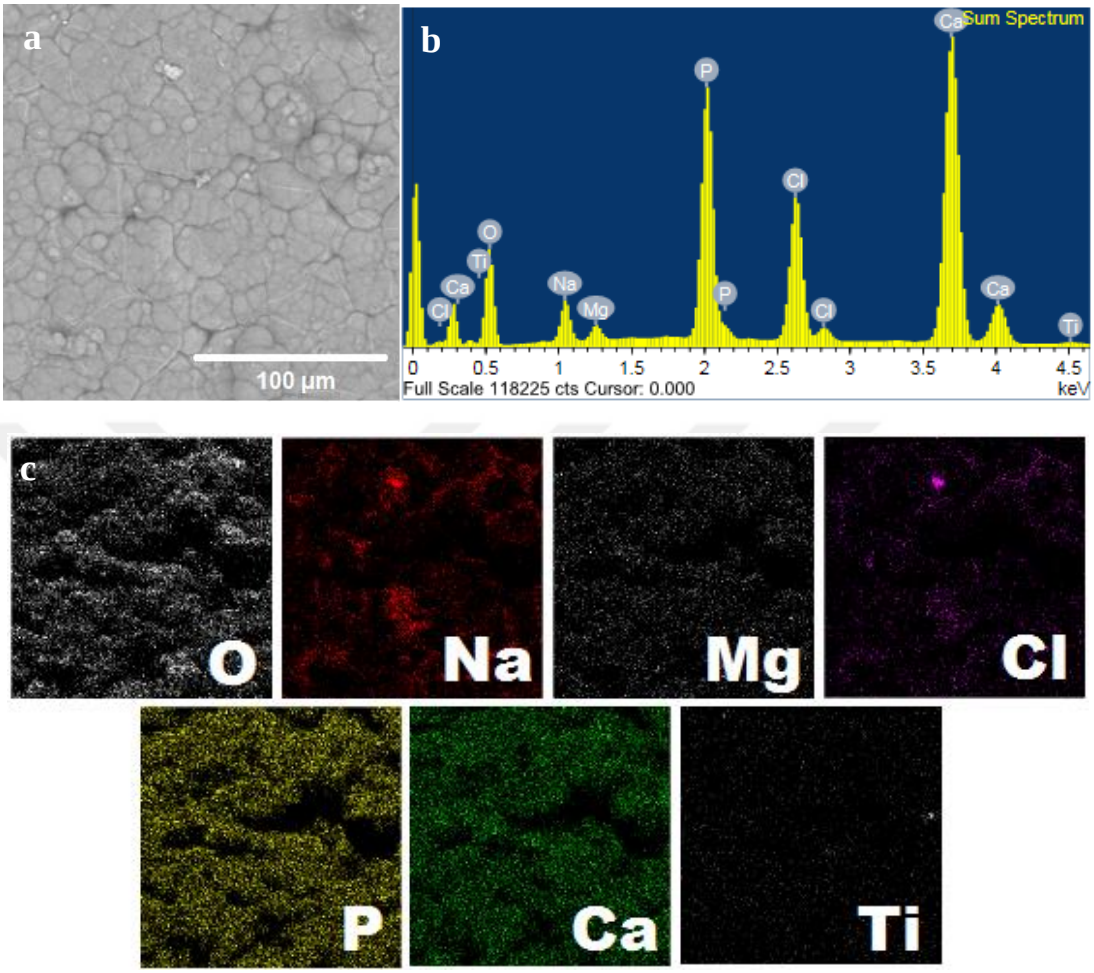
Şekil 8. 22 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Ti50+Ni49+1SiC (40 µm) kompozitin SEM analizleri.



Şekil 8. 23 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Ti50+Ni49+1SiC (20 µm) kompozitin SEM analizleri.

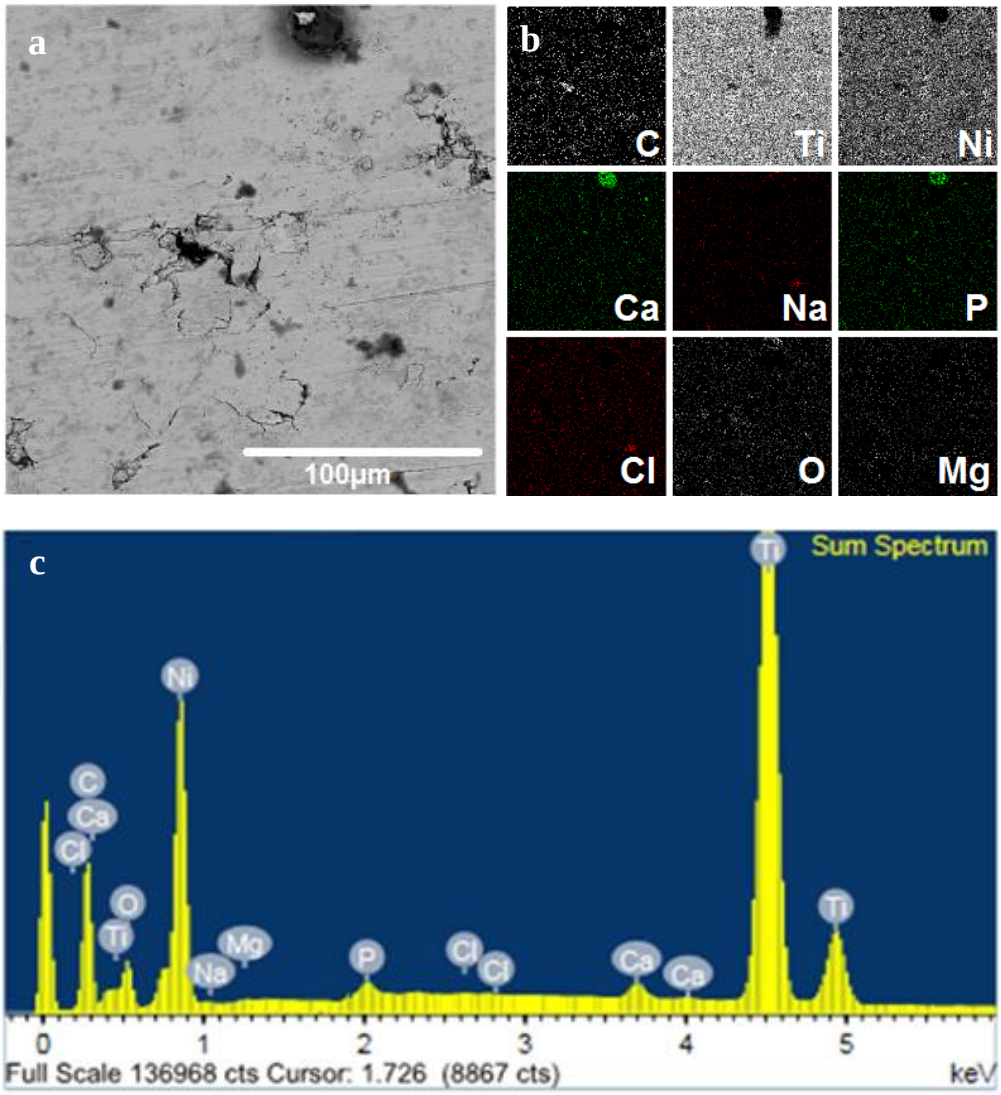
2. hafta, saf Ti, TiNi, Ti50+Ni49+1SiC (40 µm) ve Ti50+Ni49+1SiC (20 µm) kompozit numunelerin yüzeyinde görülen ince tabaka halinde olan kalsiyum fosfat kaplamanın 3.hafta itibari ile kalınlığı artmaktadır. 2 hafta ve 3 hafta sürelerde tüm numuneler için yüzeylerin tamamının kaplandığı görülmüştür.

3. haftada en iyi sonuçlar gözlemlendiği için EDS analizleri sadece 3. hafta için verilmiştir. EDS analizinde görülen şiddetli Ca ve P pikleri, bu noktada apatit kaplama olduğunu göstermektedir.



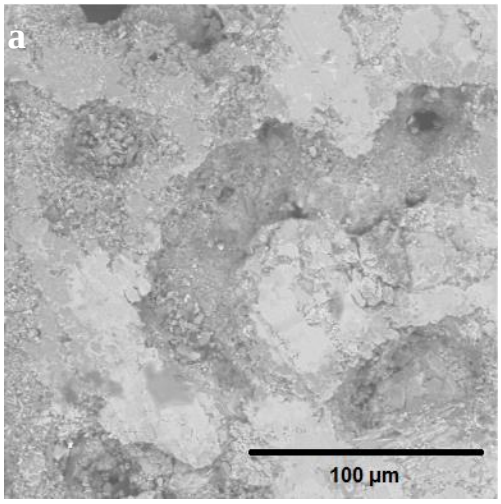
Ağ.%	O	Na	Mg	P	Cl	Ca	Ti	Toplam
Spektrum 1	46,28	3,86	0,99	14,15	9,59	24,95	0,19	100,00

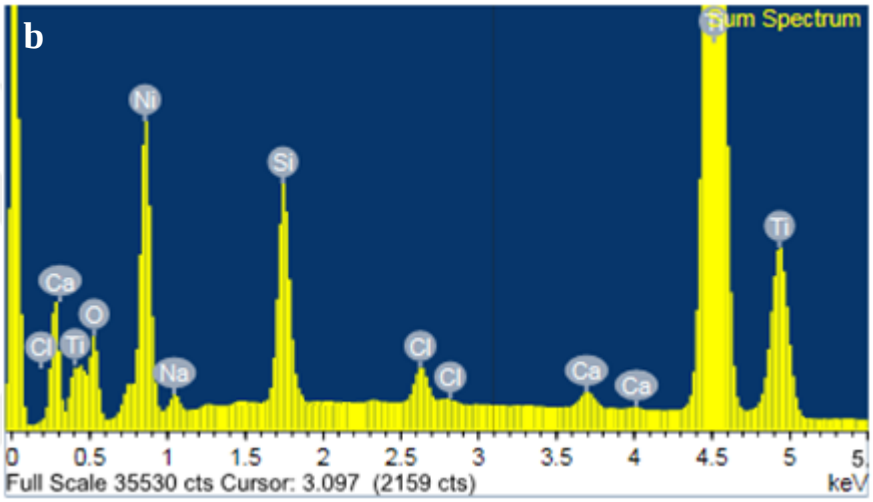
Şekil 8. 24 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Saf Ti kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizleri, (c) EDS haritası.

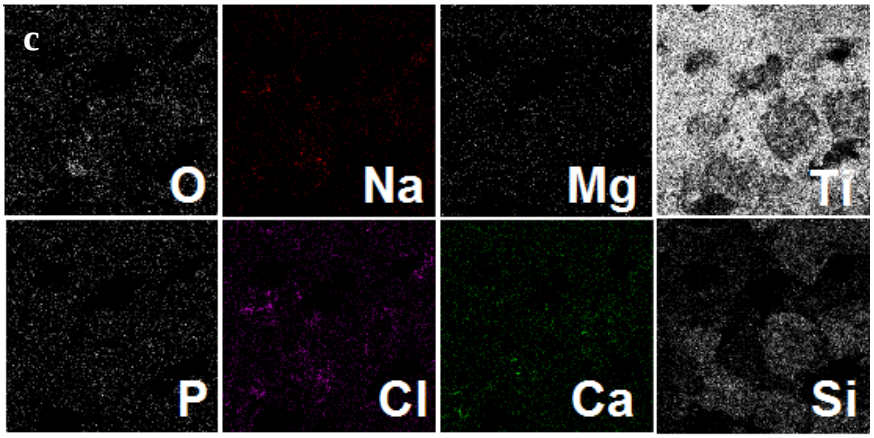


Ağ.%	C	O	Na	Mg	P	Cl	Ca	Ti	Ni	Toplam
Spektrum 1	27,64	10,04	0,16	0,13	0,39	0,02	0,45	25,77	35,41	100,00

Şekil 8. 25 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen TiNi kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS haritası, (c) EDS nokta analizleri.

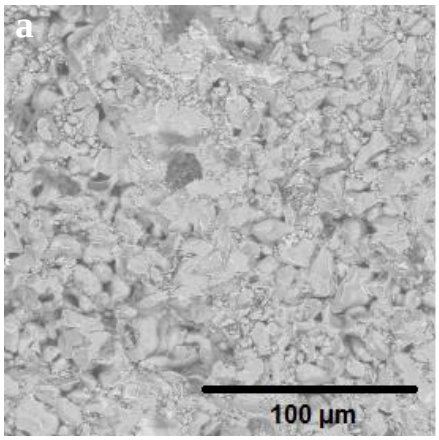


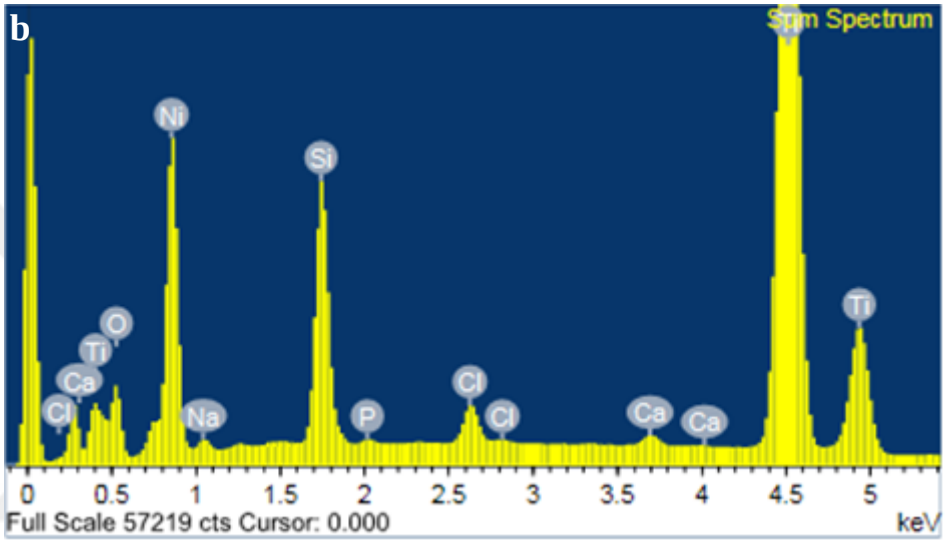


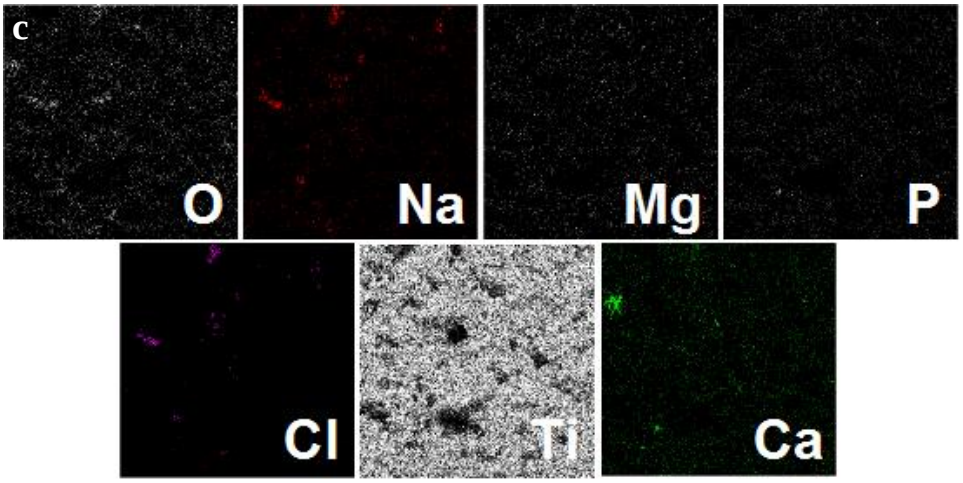


Ağ.%	O	Na	Si	Ni	Cl	Ca	Ti	Toplam
Spektrum 1	18,83	1,11	4,85	23,96	0,83	0,40	50,01	100,00

Şekil 8. 26 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Ti50+Ni49+1SiC (40 µm) kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizleri, (c) EDS haritası.







Ağ.%	O	Na	Si	Ni	P	Cl	Ca	Ti	Toplam
Spektrum 1	15,40	0,89	6,80	34,69	0,14	1,02	0,29	40,77	100,00

Şekil 8. 27 Yapay vücut sıvısında 21 gün bekletilen Ti50+Ni49+1SiC (20 µm) kompozitin; (a) SEM görüntüsü, (b) EDS nokta analizleri, (c) EDS haritası.

9. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Yapılan bu çalışmada farklı boyutlardaki (20 μm ve 40 μm) SiC partiküllerinin TiNi kompozitlerine ilavesiyle kompozit malzemelerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu araştırma çalışmasında, aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

- TiNi kompozitinin mikro sertliği SiC partikül ilavesi ile %55,24 artmıştır.

- X-ışını difraksiyon paternlerindeki piklerin relatif şiddetlerine göre yapılan değerlendirmede üretilen TiNi kompozitleri, en yüksek oranda TiNi fazı ve ayrıca Ti_2Ni ile birlikte serbest Ti ve Ni içermektedir.

- Saf Ti, TiNi ve SiC ilaveli TiNi kompozitlerinin hacimsel aşınma oranı, yük arttıkça artmıştır.

- SiC partiküllerinin matristeki çözünürlüğü, aşınma dayanımını arttırmıştır.

- Saf Ti, TiNi ve SiC ilaveli TiNi kompozitlerinin yüzeyinde oluşan apatit kaplamanın kalınlığı, yapay vücut sıvısında içerisinde bekleme süresine bağlı olarak değişmektedir. Yapay vücut sıvısında içerisinde bekleme süresi arttıkça, yüzeyde oluşan kaplama kalınlığı da artmaktadır.

- EDS analizinde görülen şiddetli Ca ve P pikleri, bu noktada apatit kaplama olduğunu göstermektedir. 1 haftada TiNi numunesi hariç diğer numunelerin her tarafında apatit oluşumu görülmemektedir. Yani üniform bir mineral tabaka oluşumu gözlenmemektedir. 2 hafta ve 3 hafta bekleme sürelerde tüm numuneler için yüzeylerin tamamının kaplandığı ve apatit yoğunluğunun arttığı görülmüştür.

KAYNAKLAR

[1] Campbell F.C., (2010), *ASM International*, Structural Composite Materials, Chapter 1,

[2] Akdoğan A.E., Ders Notu, *Yıldız Teknik Üniversitesi*/İstanbul

[3] Kurt A.O., Toz Üretim Yöntemleri ve Sinterleme Ders Notları, Sakarya

[4] Jiang, H.J., Cao, S., Ke, C.B., Ma, X., Zhang, X.P., (2013), "Nano-sized SiC particle reinforced NiTi alloy matrix shape memory composite", *Materials Letters*, 100, 74–77.

[5] Kaya, M., Orhan, N. ve Somunkıran, İ., (2008), "Toz Metalurjisi ile Üretilen Gözenekli NiTi Alaşımında Gözenek Oranının Basma Dayanımı Üzerindeki Etkisi", *Gazi Üni. Müh. Mim. Fak. Dergisi*, Cilt 23, No 4, 931-936.

[6] Li, D.S.,Zhang, Y.P., Eggeler, G, Zhang, X.P., (2009), "High porosity and high-strength porous NiTi shape memory alloys with controllable pore characteristics ", *Journal of Alloys and Compounds*, 470, L1–L5.

[7] Zhu, S.L., Yang, X.J., Hu, F., Deng, S.H., Cui, **Z.D.,** (2004), "Processing of porous TiNi shape memory alloy from elemental powders by Ar-sintering", *Materials Letters* 58, 2369-2373.

[8] Hey, J.C., Jardine, **A.P.,** (1994), "Shape Memory TiNi Synthesis From Elemental Powders", *Mat. Sci. Eng A*, 188, 291– 300.

[9] Wisutmethangoon, S., Denmud, N., Sikong, L., (2009), "Characteristics and compressive properties of porous NiTi alloy synthesized by SHS technique", *Materials Science and Engineering A*, 515, 93–97.

[10] El-Kady, O., Fathy, A., (2014), "Effect of SiC particle size on the physical and mechanical properties of extruded Al matrix nanocomposites", *Materials and Design*, 54, 348–353.

[11] Efe G. C, Altinsoy I., Ipek M., Zeytin S., Bindal C., (2012), "An investigation of the effect of SiC particle size on Cu–SiC Composites", *Composites: Part B*, 43,1813–1822

[12] Efe G. C, Altinsoy I., Ipek M., Zeytin S., Bindal C., (2011), "Effects of SiC Particle Size on Properties of Cu–SiC Metal Matrix Composites", *Acta Physıca Polonıca A*, Antalya

[13] Yuan, B., Chung C. Y., Zhu M., (2004), "Microstructure and martensitic transformation behaviour of porous NiTi shape memory alloy prepared by hot isostatic pressing processing", *Mater.Sci.&Eng.A*, 382:181-187

[14] Liu, R., H.Z. Ye, Li, D.Y. and Eadie, R., (1999), "Development of a new wear-resistant material:TiC/TiNi composite", *Scripta Materialia*, 41, 10: 1039–1045.

[15] Bor Ş. ve Aydoğmuş T., (2010), "Phase Transformation Behavior of Porous TiNi Alloys Produced by Powder Metallurgy Using Magnesium", *Uluslararası Metalurji- Malzeme Kongresi*, s.491-499.

[16] Kılıç, E.F., (2007), "Alüminyum Alaşımlı SiC parçacık Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretimi ve Aşınma Davranışlarının İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi,* Ankara.

[17] Ekerer, F.A., (2007), "Alümina-SiC Partikül Destekli T/M Al Matrisli Kompozitlerin Üretilmesi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Sakarya Üniversitesi,* Sakarya.

[18] Kevenlik, O. F., (2013), "Toz Metalurjisi Yöntemi İle SiC Takviyeli Al 2014 Esaslı Kompozit Üretimi Ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Kırıkkale Üniversitesi*, Kırıkkale.

[19] ASM International Handbook Committee, (1990), ASM Handbook, Volume2; "Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials", *ASM International.*

[20] Akdoğan, G., Sarıtaş, S., (2002), "Toz Metalurjisinin Biyomalzemelerin Gelişimindeki Katkısı", *3.Uluslararas Toz Metalurjisi Konferansı, Gazi Üniversitesi*, Ankara, p. 1244-1262.

[21] Sarıtaş, S., Türker, M., Durlu, N., (2008), "Toz metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Uyum Ajans, Ankara.

[22] German, R.M., (2007), "Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri", Çeviri Editörleri: S. Sarıtaş, M. Türker, N. Durlu, Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları, Ankara.

[23] Söyler, M., (2007), "Toz Metalurjisi ve Uygulamaları", Yüksek Lisans Tezi, *Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü*, Gebze.

[24] Thümmler,F., Oberacker, R., (1993), "Introduction to Powder Metallurgy, The Institute of Materials Series on Powder Metallurgy", London.

[25] Kang, S.J.L., (2005), "Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure", Elsevier.

[26] Upadhyaya, G.S., (2000), "Sintered Metallic and Ceramic Materials:Preparation, Properties, and Applications", Wiley, New York

[27] Baksan, B., Gürler, R., (2000), "Toz Metalurjisinin Savunma Sanayiinde Uygulanması", *Osmangazi Üniversitesi Metalurji Enstitüsü,* Eskişehir.

[28] Zor, M., Kompozit Malzemelerle İlgili Genel Bilgiler, Ders Notu

[29] Akdoğan A., (2008), Polimer Matrisli Kompozitler, Ders Notu

[30] Ersoy, H.Y., (2001), Kompozit Malzeme, Literatür Yayıncılık, İstanbul.

[31] Smith, W.F., (2001), Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Literatür Yayıncılık, İstanbul.

[32] Akbulut H., (2000), "Alümina Fiber Takviyeli Al-Si Metal Matrisli Kompozitlerin Üretimi ve Mikroyapı-Özellik İlişkilerinin İncelenmesi", Doktora Tezi, *İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü,* İstanbul.

[33] Hiçyılmaz, N., Aydın, Ş., Sarıtaş, S., (1999), "Toz Metalürjisi İle Üretilmiş Alüminyum Esaslı Tanecikli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri", 2.Uluslararası Katılımlı Toz Metalurjisi Konferansı Bildiriler Kitabı, 621-629.

[34] Şahin, Y., (2000), Kompozit Malzemelere Giriş, 1, Gazi Kitabevi, Ankara.

[35] ASM International Handbook Committee, (2002), Composites, ASM Handbook Vol.21

[36] Deng ZY, Zhang YF, Shi JL, Guo JK., (1996), "Microstructure and flexure creep behavior of SiC particle reinforced Al_2O_3 matrix composites". *J Eur. Ceram. Soc."* 16:1337–43.

[37] Zolnaı, Z., (2005), "Irradiation-induced Crystal Defects In Silicon Carbide", Ph. D. Thesis,Budapest University of Thec. And Economics" .

[38] Neıl, N.A., Crowe, J. T., (1995), "Silicon carbide, Am. Cer. Soc. Bull"., 74, 150-154.

[39] Y. Shinoda, T. Nagano, F. Waka, (1999), " Fabrication of nanograined silicon carbide by ultrahigh-pressure hot isostatic pressing", *J. Am. Ceram. Soc.*. 82, 771–773.

[40] Awaji H., Choi SM., (2002), "Review: ceramic-based nanocomposites", *Mater Sci Eng;*1:585–97.

[41] Tanaka H., (2015), "Silicon carbide powder and sintered materials", *J. Ceram. Soc.* Jpn.218–233, 20111192

[42] Tanaka H., Iseki T., (2001), "Advanced Silicon Carbide Ceramics", Uchida Roukaku Publ., Tokyo, pp.339–346.

[43] Wuchina E., Opila E., Opeka M., Fahrenholtz W., Talmy I., (2007) "Uhtcs Ultra Hightemperature Ceramic Materials For Extreme Environment Applications", *Electrochem. Soc. Interface,* 16 30–36.

[44] Cöcen, Ü. ve Önel, K., (1996), "Metal Matrisli Kompozitler Özellikleri ve Uygulamaları", *Metalurji Dergisi*, 20, 104:18-31

[45] Dilibal, S., (2005), "Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşım Üretimi ve Şekil Bellek Eğitimi", Doktora Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi*, İstanbul.

[46] Dilibal, S,Sönmez,N., Dilibal,H. (2003), *Üçüncü Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu.*

[47] Otsuka, K. Wayman, C.M., (1998), Shape Memory Materials, Cambridge University Press.

[48] Otsuka, K., Ren, X., (1999), "Recent developments in the research of shape memory alloys ",*Review, Intermetallics* 7, 511-528

[49] Brunette, D.M., Tengvall, P., Textor, M. Thomsen, P., (2001), "Titanium in Medicine", *Springer*

[50] Akdoğan, A., Nurveren K., (2003), "Şekil Hafızalı Alaşımlar" , *Mühendis ve Makine Dergisi*, Ankara.

[51] Akgün, B., (2003), "NiTi döner kök kanalı aletleri", *Dentalife*, sayı: 4, 14-22.



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı	Hülya AKKAN
Doğum Yeri ve Tarihi	Denizli, 22.03.1991
Yabancı Dil	İngilizce
İletişim Adresi	Cumhuriyet Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü 58140 Sivas
E-posta Adresi	akkan.hulya@hotmail.com

Eğitim ve Akademik Durumu

Yüksek Lisans	Cumhuriyet Üniversitesi, 2017
Lisans	Cumhuriyet Üniversitesi, 2014
Lise	Kazım Kaynak Lisesi, 2009

İş Tecrübesi

2014-2016	ESTAŞ Eksantrik A.Ş. - Ar-Ge Araştırmacı

Yayınlar

1. AKKAN H., ŞİMŞİR M., ÖKSÜZ K.E., 'Effect of SiC Particle Size on The Physical and Mechanical Properties of NiTi Alloys', BRAMAT - Mart 2017