

# NiTi+Nd Tozlarının Mekanik Öğütme Sonrası Boro-Sinterleme Yöntemi İle Numune Üretimi ve Karakterizasyonu

Ceylan KARABUDAK<sup>1\*</sup>  Nimet KARDEŞ SEVER<sup>2</sup>  Sinan AKSÖZ<sup>1</sup> 

<sup>1</sup>Pamukkale University, Faculty of Technology, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 20160, Pamukkale/DENİZLİ

<sup>2</sup>Pamukkale University, Faculty of Technology, Department of Automotive Engineering, 20160, Pamukkale/DENİZLİ

## Makale Bilgisi

Araştırma makalesi  
Başvuru: 05/01/2024  
Düzeltilme: 28/02/2024  
Kabul: 02/03/2024

## Anahtar Kelimeler

Şekil Hafızalı Alaşımlar  
NiTi Alaşımları  
Boro-Sinterleme  
Neodymium  
Mekanik Alaşımlama

## Article Info

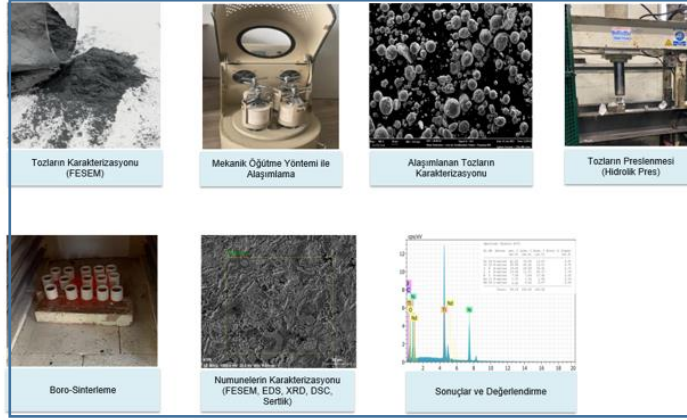
Research article  
Received: 05/01/2024  
Revision: 28/02/2024  
Accepted: 02/03/2024

## Keywords

Shape Memory Alloys  
NiTi Alloys  
Boro-Sintering  
Neodymium  
Mechanical Alloying

## Grafik Özet (Graphical/Tabular Abstract)

Bu çalışmada nadir toprak elementi grubundan olan Neodymium (Nd) elementi ağırlık %7, %10 ve %13 oranlarında önalaşım NiTi tozuna mekanik alaşımlama yöntemi ile eklenmiştir. / In this study, Neodymium (Nd), a rare earth element, was added to the prealloyed NiTi powder at the rates of 7, 10 and 13 wt.% by mechanical alloying (MA) method.



Şekil A: Deneysel Çalışmalar / Figure A: Experimental Studies

## Önemli noktalar (Highlights)

- NiTi Şekil Hafızalı Alaşımlar/ NiTi Shape Memory Alloys
- Boro-Sinterleme / Boro-Sintering
- Neodymium/ Neodymium

**Amaç (Aim):** Bu çalışmada NiTi alaşımına Nd elementi eklenerek mekanik ve metalografik özelliklerin geliştirilmesi hedeflenmiştir. / In this study, it was aimed to improve mechanical and metallographic properties by adding Nd element to NiTi alloy.

**Özgünlük (Originality):** NiTi ön alaşım tozuna Nd elementi mekanik alaşımlama yöntemi ile ilk kez eklenmiştir. / Nd element was added to NiTi pre-alloyed powder for the first time by mechanical alloying method.

**Bulgular (Results):** Martenzit ve östenit dönüşüm sıcaklıkları ve sertlik değerlerinde artış gözlemlenmiştir. / An increase in martensite and austenite transformation temperatures and hardness values was observed.

**Sonuç (Conclusion):** NiTi alaşımına eklenen Nd elementi ile mekanik ve metalografik özelliklerinin geliştirilebileceği gözlemlenmiştir. / It has been observed that the Nd element added to the NiTi alloy contributes positively to the mechanical and metallographic properties.



## NiTi+Nd Tozlarının Mekanik Öğütme Sonrası Boro-Sinterleme Yöntemi İle Numune Üretimi ve Karakterizasyonu

Ceylan KARABUDAK<sup>1\*</sup> Nimet KARDEŞ SEVER<sup>2</sup> Sinan AKSÖZ<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Pamukkale Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 20160, Pamukkale/DENİZLİ

<sup>2</sup>Pamukkale Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Otomotiv Mühendisliği Bölümü, 20160, Pamukkale/DENİZLİ

### Makale Bilgisi

Araştırma makalesi  
Başvuru: 05/01/2024  
Düzeltilme: 28/02/2024  
Kabul: 02/03/2024

### Anahtar Kelimeler

Şekil Hafızalı Alaşımlar  
NiTi Alaşımları  
Boro-Sinterleme  
Neodymium  
Mekanik Alaşımlama

### Öz

Bu çalışmada, ön alaşımlı NiTi tozuna, mekanik alaşımlama (MA) yöntemi ile ağırlıkça %7, %10 ve %13 oranlarında nadir toprak elementlerinden Neodymium (Nd) ilave edilmiştir. Alaşımlama işlemi planeter öğütücü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Alaşımlı tozlar, oda sıcaklığında preslenmiştir. Presleme işlemi tamamlandıktan sonra, numuneler Boro-Sinterleme (B/S) yöntemi kullanılarak kademeli olarak sinterlenmiştir. Bu yöntemde bor kaynağı olarak boraks tuzu ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ) kullanılmıştır. Numuneler havayla temas etmeyecek şekilde boraks tuzu içerisine yerleştirilerek homojen olarak ve oksidasyona uğramadan sinterlenmiştir. Numunelerin üretim süreci tamamlandıktan sonra optik mikroskop, FESEM (Alan Emisyon Taramalı Elektron Mikroskobu), EDS (Enerji Dispersiyon Spektrometresi), XRD (X-Işını Kırınımı), DSC (Diferansiyel Tarama Kalorimetrisi) kullanılarak malzemelerin mikroyapı analizleri ve karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Sonuç olarak %'ce artan Nd oranı ile numunelerde sertlikte artış gözlenmiştir. Ayrıca NiTi+Nd numunelerinde eklenen Nd miktarı arttıkça martenzit başlangıç ve östenit bitiş sıcaklıklarında da artış gözlenmiştir.

## Sample Production and Characterization of NiTi+Nd Powders By Boro-Sintering Method After Mechanical Milling

### Article Info

Research article  
Received: 05/01/2024  
Revision: 28/02/2024  
Accepted: 02/03/2024

### Keywords

Shape Memory Alloys  
NiTi Alloys  
Boro-Sintering  
Neodymium  
Mechanical Alloying

### Abstract

In this study, Neodymium (Nd), a rare earth element, was added to the prealloyed NiTi powder at the rates of 7, 10 and 13 wt.% by mechanical alloying (MA) method. The alloying process was carried out using a planetary grinder. The alloyed powders were pressed at room temperature. After the pressing process was completed, the samples were gradually sintered using the Boro-Sintering (B/S) method. In this method, borax salt ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ) was used as the boron source. The samples were placed in borax salt in a way that they would not come into contact with air and were sintered homogeneously and without oxidation. After the production process of the samples was completed, microstructure analysis and characterization of the materials were carried out using optical microscope, FESEM (Field Emission Scanning Electron Microscopy), EDS (Energy Dispersive Spectrometry), XRD (X-Ray Diffraction), DSC (Differential Scanning Calorimetry). As a result, an increase in hardness was observed in the samples with increasing wt. % ratio of Nd. In addition, an increase in martensite start and austenite finish temperatures was observed as the amount of added Nd increased in NiTi+Nd samples.

### 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Günümüzde gelişen ve değişen teknoloji ile birlikte, üretilen ürünlerden beklenen performans ve özellikler de değişiklik göstermektedir. Bir üründen beklenen düşük maliyet, kalite, performans ve hassas parça üretimi gibi özellikleri sağlamak amacıyla farklı üretim yöntemleri geliştirilmiştir.

1950'li yıllardan beri çeşitli alanlarda gelişen ve büyüyen Toz Metalürjisi (T/M) yöntemi de bu yöntemlerden birisidir. İki veya daha fazla sayıda metal tozunu birleştirerek; alaşımlandırma yöntemi ile ileri seviyede ve yüksek mukavemete sahip malzeme üretimine olanak sağlayan bu yöntem, geleneksel yöntemlere göre daha hassas bir yöntem olarak bilinmektedir [1]. T/M uygulamalarından

olan ve yaygın olarak kullanılan Nikel-Titanyum (NiTi) alaşımları değişen oranlarda ve farklı metal tozlarıyla birleştirilerek, birçok uygulama alanında yarar sağlamaktadır. Neredeyse eşit atomik oranlarda birleştirilerek oluşan NiTi alaşımları; Şekil Hafızalı Alaşımlar (ŞHA) olarak da adlandırılır ve belirli sıcaklıklar arasında dönüşüm gösteren bu alaşımlar akıllı metalik malzeme grubunu oluşturmaktadır. Düşük sıcaklıkta plastik olarak deformasyona uğratılmış bu alaşımlar daha yüksek sıcaklıklara çıkıldığında şekil hafıza özellikleri sayesinde ilk şeklini hatırlayarak dönüşüm gösterme eğilimindedir [2, 3].

Nadir toprak elementlerinden olan Neodimyum (Nd) elementi, daha çok mıknatıs uygulamalarında kullanılmaktadır. Bu mıknatıslar günümüzde bilgisayarların sabit disklerinde, elektrikli ev aletlerinde, elektronik cihazlarda, telefonlarda, mikrofonlarda, hibrit ve elektrikli araçların motorlarında, rüzgar türbinlerinde kullanılmaktadır [4].

Borlama işlemi T/M uygulamalarında, parçaların sinterlenme aşaması sonrasında uygulanan bir işlemdir. Parçaların sinterleme aşamasının borlama ile birlikte hem yüzey kaplama hem de sinterleme işlemleri (Boro-Sinterleme-(B/S)) aynı anda gerçekleştirebilmektedir. Bu yöntemde bor; katı, sıvı veya gaz olarak kullanılabilir. B/S yöntemi mekanik özelliklere olumlu yönde iyileştirmek için; sinterleme ve borlama işleminin ayrı ayrı yapılması yerine tek seferde yapılabilen bir sürece çevirerek yenilikçi bir yaklaşım sağlamaktadır. [5, 6, 7].

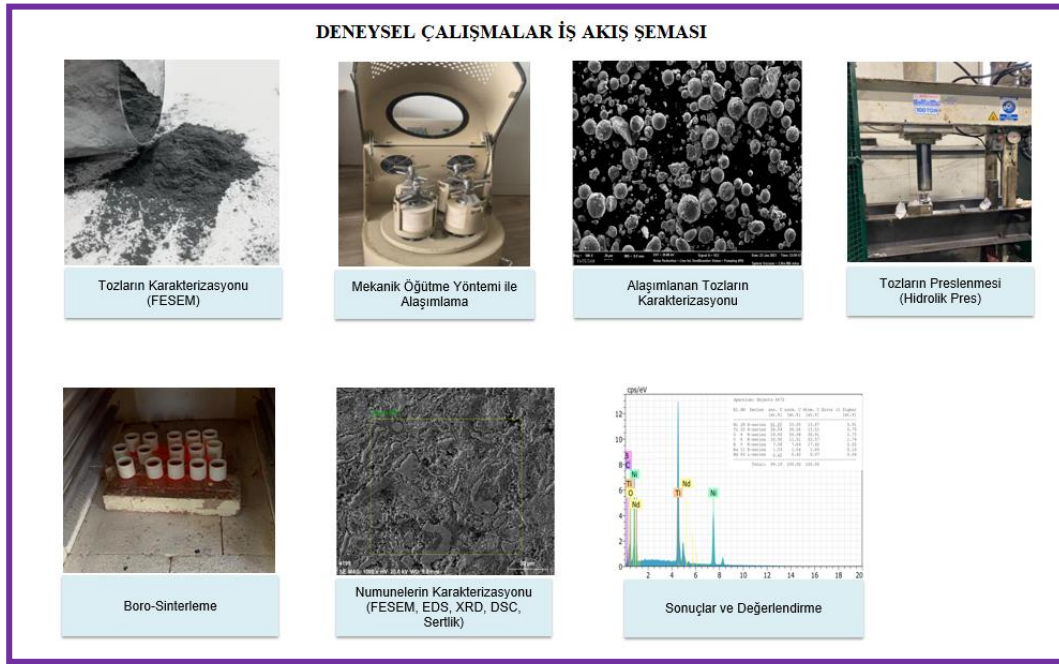
MA yöntemi, T/M üretim yöntemleri içerisinde kendisine büyük ölçüde yer edinen bir yöntemdir. Farklı yapılara sahip tozların bir araya getirilerek, alaşımlama işleminin gerçekleştirilmesi için en uygun yöntemlerden bir tanesidir [8]. MA yöntemi, ŞHA'da Ni ve Ti elementlerinin farklı oranlarda

kullanılarak farklı alaşım elementlerinin yapıya homojen bir şekilde eklenmesinde yüksek verimlilik sağladığı için yaygın olarak kullanılmaktadır [9, 10]. MA yöntemi, homojen bir alaşımlama gerçekleştirilmesi, malzeme sentezinin kolay olması ve üretim süreci olarak kolaylık sağlaması sebebiyle ön plana çıkan bir yöntemdir. Bu teknik, istenilen partikül boyutunu elde etme ve malzemede istenen benzersiz kimyasal, mekanik, fiziksel özellikler elde etmeye oldukça elverişlidir [11].

Bu çalışmada B/S yöntemi kullanılarak; ön alaşımlı NiTi tozlarına, Nd tozu mekanik öğütme yöntemi ile yapıya ilave edilmiştir. Çalışma yapılırken boraks tuzu kullanılmış olup formülasyonu  $Na_2B_4O_7$  şeklindedir. Alaşımın B/S aşaması sonrasında; numunelerin karakterizasyon işlemleri için FESEM (Alan Emisyonlu Tarama Mikroskobu), EDS (Elementel Dağılım Analizi), XRD (X-Ray Işınları Analizi), DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) analizleri gerçekleştirilmiştir ve artan %Nd oranının sertliğe etkisinin incelenmesi için numunelerden sertlik verileri alınmıştır.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEMLER (MATERIALS AND METHODS)

Numune üretimi için gaz atomizasyonu yöntemiyle üretilmiş, ortalama 41,3 mikron tane boyutuna sahip, neredeyse eşit atomik oranlara sahip ön alaşımlı NiTi tozu kullanılmıştır. Ön alaşımlı NiTi tozuna 74 mikron tane boyutuna sahip Nd elementi ağırlıkça %7, %10, %13 oranlarında mekanik alaşımlama yöntemi ile eklenmiştir. NiTi tozları Nanoval (NANOVAL GmbH&Co. KG Kienhorststraße 61-65 D-13403-Berlin) isimli firmadan ön alaşımlı olarak temin edilmiştir. Nd tozları ise ISM Dış Ticaret Pazarlama Ltd. Şti'den temin edilmiştir. Deneysel sürece ait iş akışı şeması Şekil 1'de verilmektedir.



**Şekil 1.** Numune üretimi iş akış şeması (Sample production work flow chart)

Tablo 1’de, ağırlıkça %7, %10, %13 oranlarında eklenen Nd için ağırlıkça toz miktarları verilmektedir.

**Tablo 1.** NiTi+Nd alaşımına ait toz oranları (Powder ratios of NiTi+Nd Alloy)

% Oranlar	NiTi Toz Miktarı (gr)	Nd Toz Miktarı (gr)
%7 Nd	9,3 gr	0,7 gr
%10 Nd	9,0 gr	1,0 gr
%13 Nd	8,7 gr	1,3 gr

Tozların öğütme ve alaşımlama işlemi için Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Mekatronik Mühendisliği Bölümü’nde bulunan SFM-1 Desk-Top Planetary Ball Miller markalı gezegen tipi öğütücü kullanılmıştır. Öğütücü 400 rpm devirde iki yönlü olarak çalışmıştır. MA işlemi, oda sıcaklığında 30dk, 60dk, 120dk, 180dk, 240dk, 300dk, 360dk sürelerde gerçekleştirilmiştir. Yapılan öğütme sonrasında; numunelerin vakum ortamında FESEM ve EDS analizi gerçekleştirilerek, optimum öğütme süresi 300dk olarak belirlenmiştir. Optimum öğütme

süresi, numunelerden FESEM ve EDS verileri baz alınarak belirlenmiştir.

Her bir numune 2,5 gr olacak şekilde tartılmış ve 10 mm çapa sahip kalıpta yağlayıcı olarak çinko stearat tozu kullanılarak oda sıcaklığında soğuk presleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Presleme işlemi Er-Bakır şirketinde bulunan Hürsan markalı 100 tonluk pres ile yapılmıştır. Öğütülmüş NiTi+Nd tozlarının presleme basıncı yaklaşık olarak 600 ( $\pm 50$ ) MPa’dır.

B/S için Denizli Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi’nde bulunan PLF 120/27 Protherm markalı fırın kullanılmıştır. Fırın

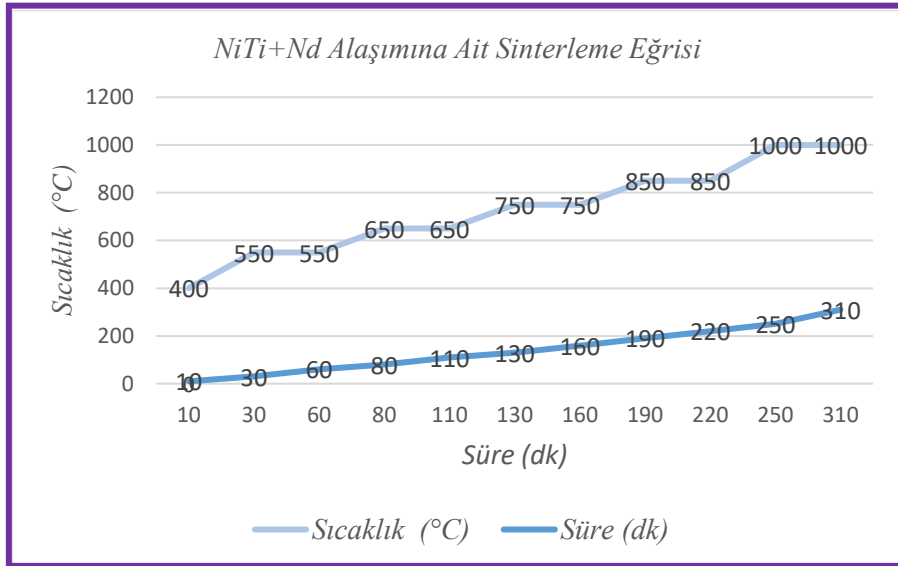
başlangıçta oda sıcaklığında bulunmaktadır ve ayarlanabilir sıcaklık artış kontrol ünitesine sahip olup, 1300°C sıcaklığa kadar sinterleme işlemine uygundur. Numuneler Şekil 2’de görüldüğü gibi boraks tuzunun içine hava almayacak şekilde konumlandırılarak fırına yerleştirilmiştir. Şekil 3’te verilmiş olan B/S reçetesine göre sinterlenmiştir. İlk etapta seramik krozelerin nemi uzaklaştırılarak, numuneler seramik krozelere yerleştirilmiştir ve fırının sıcaklığı 400°C’den 550°C’ye 20 dk’da çıkarılmıştır. 550°C’de numuneler 30dk bekletilmiştir. 550°C’den

650°C’ye 20dk’da çıkılmış, numuneler 650°C’de 30dk bekletilmiştir. Fırının sıcaklığı 650°C’den 750°C’ye 20dk’da çıktıktan sonra, 30dk 750°C’de bekletilmiştir. Numuneler, 750°C’den 850°C’ye 30dk çıkartılarak, 850°C’de 30dk bekletilmiştir. Nihai işlem olarak 850°C’den 1000°C’ye 30dk süresince sıcaklık yükselmiş, 1000°C’de 60dk bekletilerek nihai sinterleme işlemi tamamlanmıştır. Numuneler, fırın 300°C sıcaklığa düştükten sonra fırından çıkarılarak oda sıcaklığına soğutulmuştur.



**Şekil 2.** Numunelerin Boro-Sinterleme süreci(Boro-Sintering process of samples) a) Numunelerin krozeeye yerleşimi(Placement of the samples in the crucible) b) Numunelerin bor tuzu ile üzerinin kapatılması (Covering the samples with the boron salt) c)Boro-Sinterleme öncesi (Before Boro-Sintering) d) Boro-Sinterleme sonrası (After Boro-Sintering)





**Şekil 3.** NiTi+Nd numunelerine ait Boro-Sinterleme eğrisi(Boro-Sintering curve of NiTi+Nd samples)

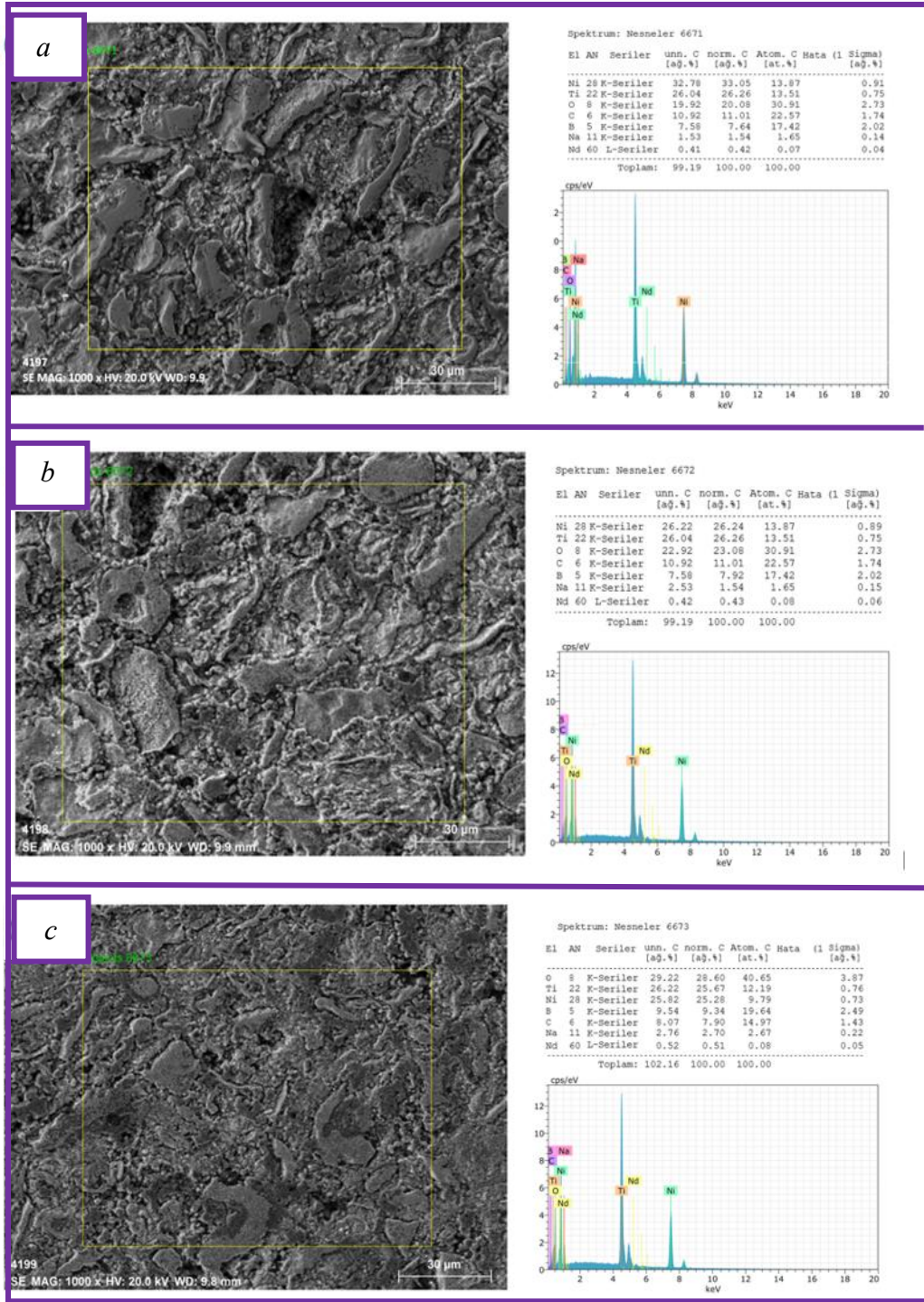
Numune üretimi gerçekleştirildikten sonra, numuneler metalografik analizler için bakalite alınmıştır. Sonrasında zımparalama ve parlatma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Bu işlemler için Pamukkale Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Metalografi Laboratuvarında bulunan Metkon markalı cihaz kullanılmıştır. Zımparalama işlemi için kullanılan kağıtlar sırasıyla 180, 240, 400, 600, 800, 1200 mesh'dir. Yüzey parlatma işlemleri için 3 mikron parlatma solüsyonu ve 3 mikron parlatma çuhası kullanılmıştır. Numune yüzeyi incelemesi yapmak için %3 HCl, %5 HNO<sub>3</sub>, ve %90 dağlayıcı solüsyon karışımı ile dağlama işlemi gerçekleştirilmiştir. 30 saniye süre ile dağlama yapılmıştır.

Numunelerin metalografik işlemler sonrasında sertlik ölçümü, Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Laboratuvarı'nda yer alan Matsuzawa Rockwell Type Hardness Tester marka ve model Rockwell Sertlik Cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Oda sıcaklığında her bir

numuneden beş adet sertlik değeri alınmış ve ortalama sertlik değerleri hesaplanmıştır.

### 3. BULGULAR (RESULTS)

MA yöntemi ile öğütülen tozların nihai ölçülerde presleme sonrasında, B/S yöntemi uygulanarak üretimi gerçekleştirilmiş, sonrasında numunelerin metalografik hazırlık sonrasındaki FESEM görüntüleri ve EDS analiz verilerine Şekil 4'te yer verilmiştir. Şekil 4.a'da ağ. %7Nd, Şekil 4.b'de ağ. %10Nd, Şekil 4.c'de ağ. %13Nd içeren NiTi+Nd alaşımlarına ait FESEM görüntüleri yer almaktadır. FESEM görüntüleri incelendiğinde, alaşımlandırmanın homojen bir şekilde gerçekleştiği anlaşılmıştır. Yapıda oluşması beklenen muhtemel fazlar görülmektedir. Görüntüler genel itibarı ile merkezden alınmış olup, doğrudan oluşması muhtemel NiTi+Nd alaşımı ile oluşacak, NiTi<sub>M</sub>, NiTi<sub>A</sub>, NiTi<sub>2</sub>, NiNd fazlarına ait olduğu düşünülmektedir. Çalışmada FESEM görüntüleri üzerinden alınan EDS analiz verilerinde yer alan elementlerin oluşturduğu bileşiklerin tespiti amaçlı XRD analizi yapılmıştır.



**Şekil 4.** NiTi+Nd alaşımlarına ait FESEM görüntüsü ve EDS analizi (FESEM images and EDS analysis of NiTi+Nd alloys) a) ağ. %7 Nd (wt. %7 Nd) b) ağ. %10 Nd içeren (wt. %10 Nd) c) ağ. %13 Nd (wt. %13 Nd)

**Tablo 2.** Şekil 4’de bulunan NiTi+Nd alaşımına ait element oranları (Element ratios of the NiTi+Nd alloy in Figure 4)

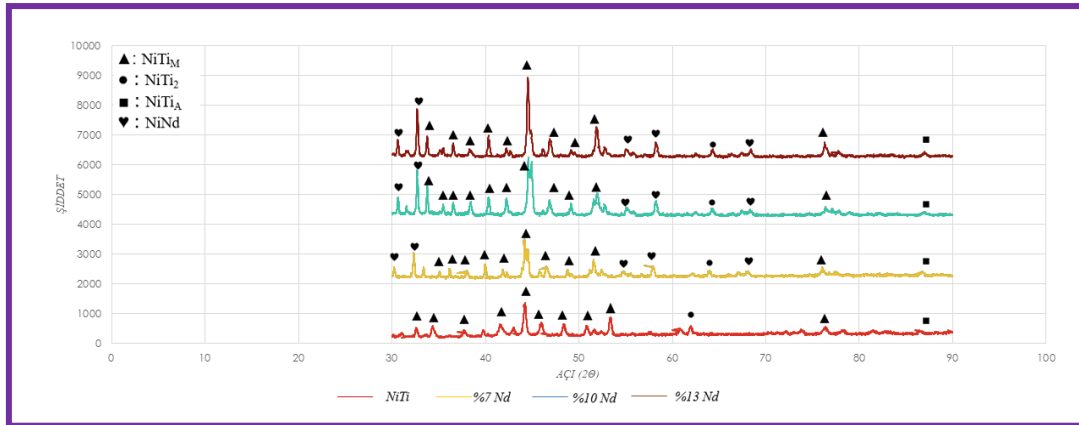
% NiTi+Nd Alaşımı	%Ni	%Ti	%Nd	%B
NiTi+ %7Nd (Şekil 4.a)	32,78	26,04	0,41	7,58
NiTi+ %10Nd (Şekil 4.b)	26,22	26,04	0,42	7,58
NiTi+ %13Nd (Şekil 4.c)	25,82	26,22	0,52	9,54

Önalışım NiTi tozlarına ilave edilen eklentilerin karakterizasyon sürecinde FESEM görüntüleri ve EDS analizleri önemli yer teşkil etmektedir [12, 13]. Alaşımlarda bulunan elementlerin ağırlık oranları Tablo 2’de verilmektedir. Yapıdaki Ni ve Ti elementleri ön alaşımlı NiTi içeriğinden gelmekte olup, diğer Na ve B elementlerinin bor kaynağı olarak kullanılan boraks tuzu sebebiyle oluştuğu anlaşılmaktadır. Bu yapıların tespiti için XRD verileri alınmıştır. Gerekli veriler için, Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği’nde bulunan APD 2000 PRO markalı XRD analiz cihazı kullanılmıştır.

Üretimi gerçekleştirilen numunelerdeki faz oluşumunu görebilmek için XRD analizleri NiTi alaşımlandırma sistemlerinde önemli bir yere sahiptir [12, 14]. Şekil 5’te gösterilen grafik incelendiğinde, NiTi<sub>M</sub>, NiTi<sub>A</sub>, NiTi<sub>2</sub> ve NiNd fazlarının oluştuğu görülmüştür. Yapıda oluşturulmak istenen NiNd alaşımı, Nd elementinin yapıya difüze olduğunu göstermektedir.

NiTi alaşımına Nd elementinin geleneksel yöntemler ile ilavesinin zor olduğu bilinmekte olup, ilave için genel itibari ileri üretim yöntemleri tercih edilmektedir. Bu çalışmada

önalışım NiTi tozlarına Nd ilavesinin gerçekleştirilmesi amaçlı, öncelikle mekanik öğütme işlemi uygulanarak ana faz yapısının bozulması [14] ve bu sayede Ni+Ti+Nd yapısına ait ikincil fazların oluşması hedeflenmiştir [15]. Literatürde NiTi alaşımına, %0,1, %0,3, %0,5 ve %0,7 oranlarında Nd elementi ark ergitme yöntemi ile eklenmiştir. Bu yöntemde homojenlik sağlamak için yapı dört kez ergitilmiştir. Çalışma sonucunda XRD grafikleri incelendiğinde NiTi<sub>M</sub>, NiTi<sub>A</sub>, NiTi<sub>2</sub> ve NiNd fazları görülmüştür. Nd oranı arttıkça, martenzit fazı pik şiddetlerinde azalma gözlemlenmiştir. [16] EDS analiz verilerinde elde edilen element içerikleri genel itibari yüzeyden veya yüzeye yakın bölgelerden alınmıştır. Üretim işleminde tercih edilen B/S yönteminde kullanılan bor tuzunun içine yer alan elementler EDS analiz verilerinde görülmektedir. Ancak XRD analiz verileri için alınan örneklem (toz hale getirilmiştir / küçük boyutlu), numunenin tam merkezinden alınmış olup, XRD verilerinde elde edilen bileşik yapılarında bor tuzundan gelen içeriklere ait bileşikler görülmemiştir. Bu durum istenen bir durum olup, yapılan yüzeysel ısıl işlem sürecinin istenilen koşullarda gerçekleştirilebildiğini göstermektedir.



Şekil 5. NiTi+Nd alaşımına ait XRD analizi verileri (XRD analysis data of NiTi+Nd alloy)

Zımparalama ve parlatma işlemi sonrasında gerçekleştirilen sertlik ölçümü değerleri HRC cinsinden verilmiş olup, ilave edilen Nd elementinin

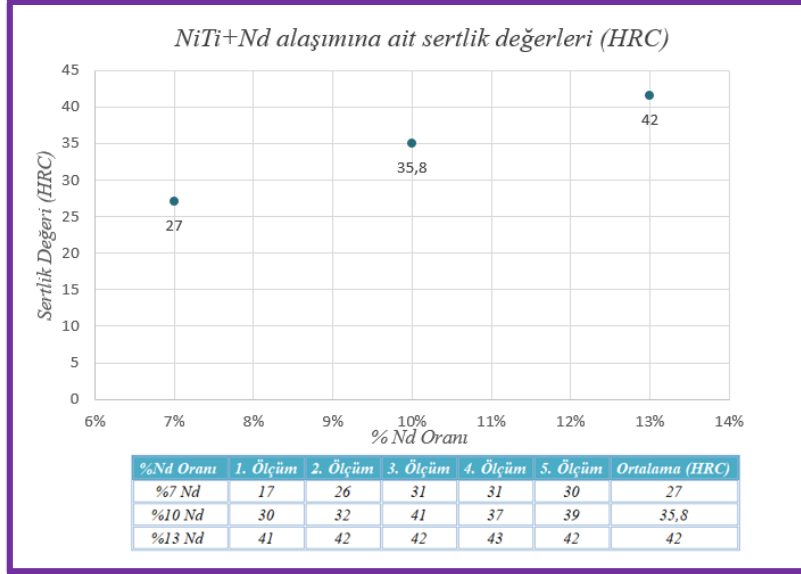
sertliğe etkisi Şekil 6’da yer almaktadır. Artan Nd oranı ile birlikte, sertlikte artış olduğu görülmektedir. En yüksek sertlik değeri %13 Nd



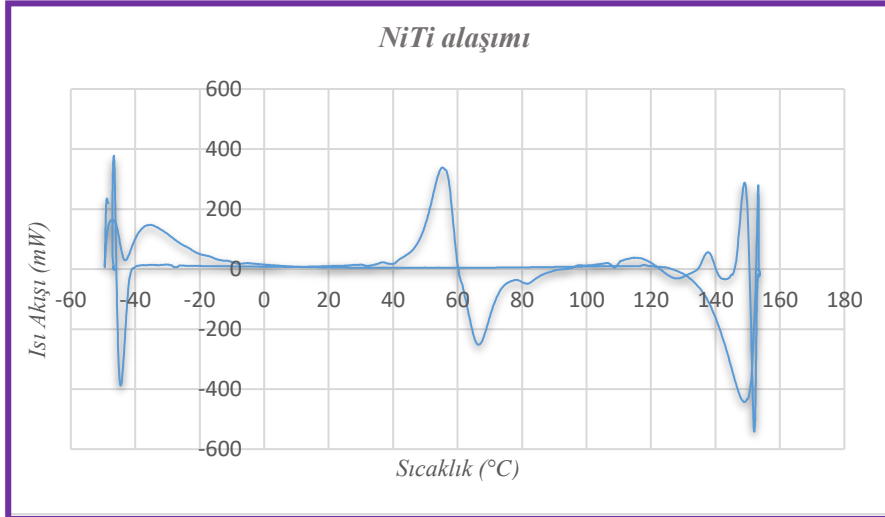
oranı ilavesi sonrasında 42 HRC, en düşük sertlik değeri ise %7 Nd ilavesi sonrasında 27 HRC olarak elde edilmiştir. Literatürde sinterlenmiş NiTi+Nd alaşımına ait sertlik değeri bulunmamaktadır. Ancak, NiTi alaşımına ilave edilen Nd elementi ile elde edilen sertlik değeri, NiTi alaşımı sertlik değerine göre çok daha yüksek olduğu görülmüştür. [5].

NiTi alaşımlarında ilave edilen eklentilerin faz dönüşümlerine etkilerini belirlemek için DSC

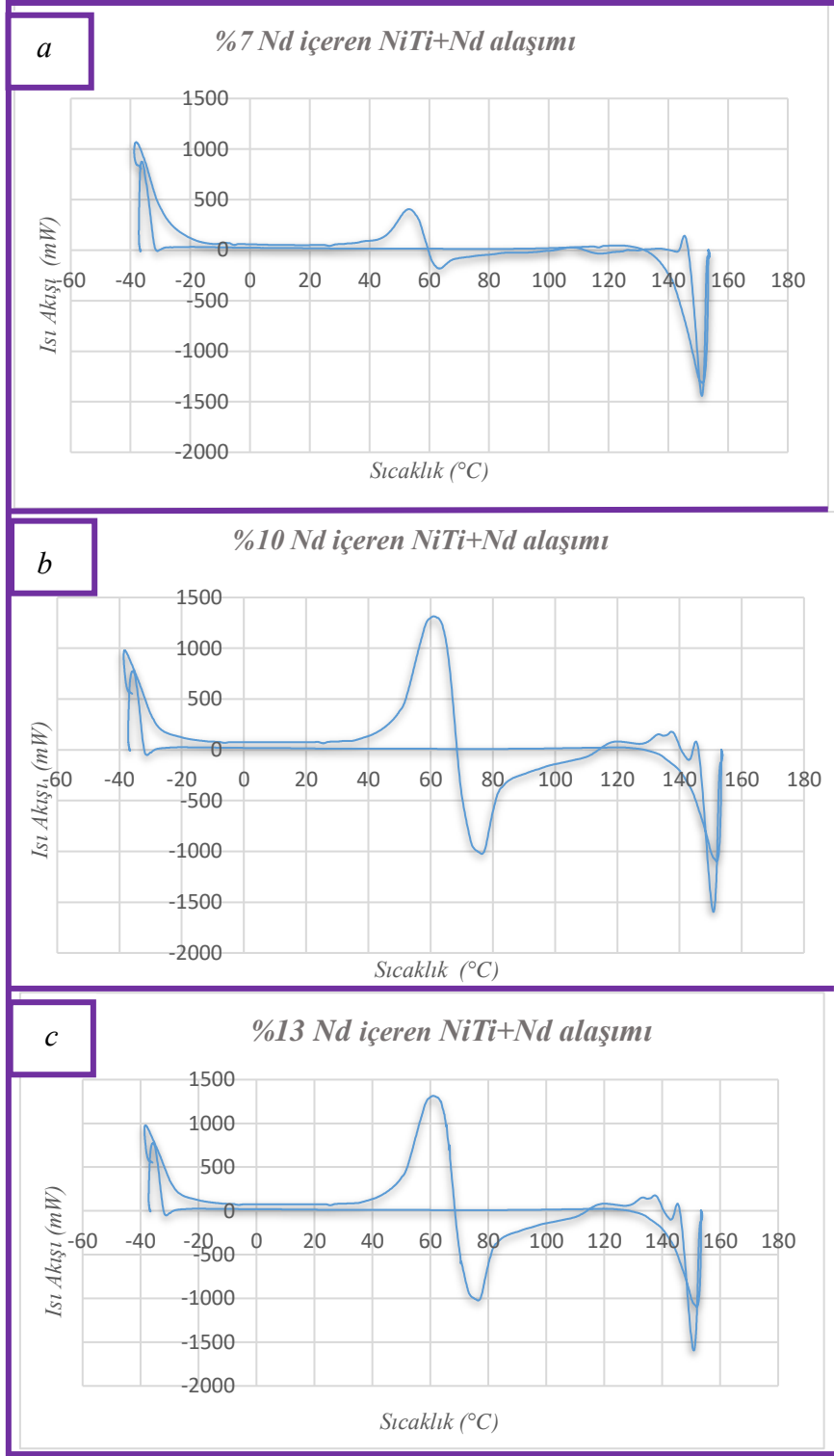
analizleri önemli bir yere sahiptir [15]. Bu çalışmada Gazi Üniversitesi Temel ve Mühendislik Bilimleri Merkez Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan ve -150/+600°C arasında N, Ar ve hava atmosferlerinde ölçüm yapma kabiliyetine sahip DSC cihazı kullanılmıştır. Bu çalışmada üretilen numunelerin, -50°C ile +150°C sıcaklık aralığında, 10 °C/dk hızda ısıtma ve soğutma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 7'de NiTi ŞHA'ına ait DSC grafiği verilmiştir.



Şekil 6. NiTi+Nd alaşımına ait sertlik değerleri (HRC) (Hardness values (HRC) of NiTi+Nd alloy)



Şekil 7. a) NiTi ŞHA'ına ait DSC grafiği (DSC chart of NiTi SMA)



**Şekil 8.** NiTi+Nd alaşımına ait DSC verileri (DSC chart of NiTi+Nd alloy) a) ağ. %7 Nd (wt. %7 Nd) b) ağ. %10 Nd içeren (wt. %10 Nd) c) ağ. %13 Nd (wt. %13 Nd)

**Tablo 3.** Şekil 7 ve Şekil 8’de bulunan NiTi+Nd alaşımına ait martenzit ve östenit faz dönüşümü sıcaklıkları (Martensite and austenite phase transformation temperatures of the NiTi+Nd alloy in Figure 7 and Figure 8)

Alaşım	M <sub>f</sub> (°C)	M <sub>s</sub> (°C)	A <sub>s</sub> (°C)	A <sub>f</sub> (°C)
NiTi	40	60	61	78
NiTi+ %7 Nd	45	60	61	68
NiTi+ %10 Nd	45	69	69	83
NiTi+ %13 Nd	45	70	71	85

NiTi ve NiTi+ Nd alaşımlarının M<sub>f</sub>, M<sub>s</sub>, A<sub>f</sub>, A<sub>s</sub> sıcaklıkları Tablo 3'te verilmektedir. Artan % ağ. Nd fraksiyonu ile birlikte, yaklaşık olarak M<sub>s</sub> sıcaklığında 10 °C, A<sub>s</sub> sıcaklığında 10 °C artış olduğu gözlenmiştir. Bununla beraber, A<sub>f</sub> sıcaklığında yaklaşık olarak 17 °C artış görülmüştür. DSC eğrileri incelendiğinde M<sub>f</sub> sıcaklığının oda sıcaklığına yakın olduğu gözlemlenmektedir ve martenzit dönüşümü bu sıcaklıkta tam olarak tamamlanamamaktadır. Bu sebeple M<sub>f</sub> sıcaklığında bir değişiklik olmadığı düşünülmektedir. Yapılan önceki çalışmalarda artan Nd oranı ile birlikte M<sub>s</sub> sıcaklığının arttığı gözlemlenmiştir [16]. Şekil 8'de bulunan DSC sonuçları ile, NiTi alaşımına Nd ilavesinin M<sub>f</sub>, M<sub>s</sub>, A<sub>f</sub>, A<sub>s</sub> dönüşüm sıcaklığını artan % ağ. ile birlikte arttırdığı gözlemlenmiştir. NiTi alaşımı için M<sub>f</sub> sıcaklığı 40 °C iken, artan Nd ilavesi ile birlikte 45 °C sıcaklığa yükseldiği gözlemlenmiştir.

#### 4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmada ön alaşımlı NiTi tozlarına mekanik öğütme yöntemi ile ilave edilen Nd tozlarına presleme sonrasında B/S yöntemi ile numune üretilmiş ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

NiTi+Nd tozlarına uygulanan MA yöntemi ile ağ. %7, %10 ve %13 oranlarında Nd tozlarının homojen bir şekilde dağılımı sağlanabilmiştir. Tozların presleme sonrasında uygulana B/S yöntemi ile istenilen formda numuneler üretilebilmiştir.

Üretilen tozlara ait FESEM görüntüleri ve EDS analizleri incelendiğinde %2.06 Nd oranıyla 300dk öğütme sonrasında homojen alaşımlamanın elde edilebildiği görülmüştür.

Üretilen tozlara, presleme sonrası B/S uygulandığında numunelerin yüzey kısmında bor tozundan gelen elementlere rastlanıldığı, için bölgelerde ise Ni+Ti+Nd fazlarına ait bileşiklerin eldesi sağlanmıştır. Bu yapı içerikleri EDS analizi ile ve XRD piklerinde görülmüştür.

XRD analizleri incelendiğinde yapıda NiTi<sub>M</sub>, NiTi<sub>A</sub>, NiTi<sub>2</sub> ve NiTiNd fazları gözlenmiştir. Bu fazlar literatürde yer alan fazlarla birlikte, uygulanan borlama sayesinde yüzey katmanı oluşturabileceği görülmüştür. Literatürde B/S yönteminde numune üzerinde 5-10 µm bor tabakası oluşabileceği bilgisi bulunmaktadır. [5] Üretilen numunelerde dış katmandan iç katmana doğru sertliğin azaldığı görülmüştür. Üretilen numunede 5 µm bor tabakası oluşmuştur.

Alaşımında Nd oranı artışıyla birlikte, sertlikte de artış olduğu görülmüştür. En yüksek sertliğin 42HRC ile ağ. %13 oranında Nd ilavesinde olduğu saptanmıştır.

B/S yapılan numunelere ait DSC analizleri incelendiğinde, artan Nd oranına bağlı olarak M<sub>f</sub>, M<sub>s</sub>, A<sub>f</sub>, A<sub>s</sub> sıcaklığının arttığı görülmüştür. Nd ilavesinin, dönüşüm sıcaklıklarına artış olarak etki ettiği görülmüştür.

#### TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Yazarlar, 2022FEBE025 Kodlu Projeye verdiği katkıları için Pamukkale Üniversitesi, BAP birimine teşekkürlerini sunmaktadır.

The authors would like to thank Pamukkale University, BAP unit for their contribution to the Project Coded 2022FEBE025.

#### ETİK STANDARTLARIN BEYANI (DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)

Bu makalenin yazarları çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler.

The author of this article declares that the materials and methods they use in their work do not require ethical committee approval and/or legal-specific permission.

#### YAZARLARIN KATKILARI (AUTHORS' CONTRIBUTIONS)

**Sinan AKSÖZ:** Deney tasarımlarını yapmış, sonuçları analiz etmiş ve makale yazım işlemine katkıda bulunmuştur.

He conducted the experiments design, analyzed the results and performed the writing process.

**Ceylan KARABUDAK:** Deneyleeri yapmıştır ve makalenin yazım işlemini gerçekleştirmiştir.

She conducted the experiments, and performed the writing process.

**Nimet KARDEŞ SEVER:** Deney sonuçlarını analiz etmiş ve makalenin yazım işlemini gerçekleştirmiştir.

She analyzed the experiments results, and performed the writing process.

#### ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Bu çalışmada herhangi bir çıkar çatışması yoktur.

There is no conflict of interest in this study.

#### KAYNAKLAR (REFERENCES)

[1] Kaya, M. “Toz metalurjisi ile üretilen NiTi şekil hatırlamalı alaşımların metalürjik ve mekanik karakteristiklerinin incelenmesi”, Doktora Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ, (2008).

[2] Reddy, B. S. B., Karabi D., Pabi, S. K., Siddhartha, D., “Mechanical-thermal synthesis of Al-Ce/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite powders”. Materials Science and Engineering, A 445-446 341-346, (2007).

[3] Dilibal, S., “Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşım Üretimi ve Şekil Bellek Eğitimi”. Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, (2005).

[4] Gupta, C. K. ve Krishnamurthy, N., “Extractive metallurgy of rare earths”, CRC Press,(2004).

[5] Aksöz, S., Kaplan, Y., & Tan, E. (2019). Boro-sinterleme işleminin ham T/M parçaların mikroyapı ve sertlik özelliklerine etkilerinin incelenmesi. Journal of Boron, 4(2), 77-84

[6] Günen A., Koç V., Kanca E., Gök M. S., Kurt B., Kırar E., Demir M. Effect of boro-sintering process on microstructure and phase formations of P/M AISI 1010 Steel” The Int. Conf. on Mater. Sci., Mech. Auto. Eng. Techno. in Çeşme-İzmir (IMSMATEC’18), 10-12 Nisan, 2018.

[7] Azmi Erdogan, Bilal Kursuncu, Ali Günen, Müge Kalkandelen, M. Sabri Gok (2020). “A new

approach to sintering and boriding of steels “Boro-sintering”: Formation, microstructure and wear behaviors”, Surface & Coatings Technology, 386, 12548

[8] Aksöz S., Özdemir A.T, Bostan B., “Alloyed AA2014 Aluminium Powders Synthesised With Carbon and Determined Properties” J. Fac. Eng. Arch. Gazi Univ., Vol 27., No 1, 109-115, (2012).

[9] Aksöz S., Demir Ü., Ada H., Gökmeşe H., Bostan B., “NiTi Şekil Bellekli Alaşım Tozlarına Mekanik Alaşımlama Yöntemi Kullanılarak Elementel Ni ve Ti Tozlarının İlavesinin Mikroyapısal İncelenmesi”, GU J Sci, Part C, 5 (1): 99-106, (2017).

[10] Takasaki A., “Mechanical alloying of the Ti-Ni system”, Phys. Stat. Sol. 169A, 183 – 191, (1998).

[11] Karolus M., Panek J., “Nanostructured Ni-Ti alloys obtained by mechanical synthesis and heat treatment”, Journal of Alloys and Compounds, 658 : 709 – 715, (2016)

[12] Aksöz, S., & Bostan, B. (2018). Mekanik olarak sentezlenen NiTi+ Zn tozlarının karakterizasyonu ve sinterlenebilirliğinin araştırılması. Politeknik Dergisi, 21(2), 437-443.

[13] Aksöz, S., & Bostan, B. (2014, April). Characteric Properties of NiTi Shape Memory Alloy Powders with Powder Injection Molding. In International Multidisciplinary Microscopy Congress: Proceedings of InterM, Antalya, Turkey, October 10–13, 2013 (pp. 129-141). Cham: Springer International Publishing.

[14] Aksöz, S., Altınışık, G., Elverişli, E., & Bostan, B. (2018). Investigation of the Synthesizing Effects of Prealloyed NiTi Pure Al (2, 4, 6, 8 wt.) Powders by MA and Sintering. Biological and Chemical Research, 5(5).

[15] Paula, A. S., J. P. H. G. Canejo, N. Schell, and FM Braz Fernandes. "Structural evolution on thermal cycling in Ti-rich NiTi SMA." Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 238, no. 1-4 (2005): 111-114.

[16] Maashaa, D., Dorj, U. O., Lee, M., Lee, M. H., Zhao, C., Dashjav, M., & Woo, S. M. (2016). Investigation on microstructure and martensitic transformation of neodymium-added NiTi shape



memory alloys. *Modern Physics Letters B*, 30(28), 1650286.