



TÜRKİYE CUMHURİYETİ  
İSTANBUL GEDİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NİKEL-TİTANYUM ALASIMLARININ KATMANLI İMALAT  
TEKNOLOJİSİ İLE ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU VE  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

GÖZDE SULTAN ALTUĞ PEDÜK  
DOKTORA TEZİ

SAVUNMA TEKNOLOJİLERİ

DANIŞMAN  
PROF. DR. SUNULLAH ÖZBEK

EŞ  
DANIŞMAN  
YRD. DOÇ. DR. SAVAŞ DİLİBAL

İSTANBUL

2017



## **BEYAN**

Bu tez çalışmasının kendi çalışmam olduğunu, tezin planlanmasından yazımına kadar bütün safhalarda etik dışı davranışımın olmadığını, bu tezdeki bütün bilgileri akademik ve etik kurallar içinde elde ettiğimi, bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara kaynak gösterdiğimi ve bu kaynakları da kaynaklar listesine aldığımı, yine bu tezin çalışılması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığı beyan ederim.

Gözde Sultan ALTUĞ PEDÜK

## TEŐEKKÜR

Çalıőmalarım boyunca beni yönlendiren, bana güvenen, kariyerime yön vermemde büyük katkıları olan, her zaman olumlu tavırlarıyla beni içtenlikle karşılayan ve halen Gedik ailesinin bir parçası olduğumu hissettiren, çalıőmalarımı gerçekleştirebilmem için her zaman bana destek olan, çok değerli tecrübelerinden yararlandığım benim için çok kıymetli hocalarım Sayın Prof. Dr. Sunullah ÖZBEK'e ve Yrd. Doç. Dr. Savaş Dilibal'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Deneysel çalıőmalarımı gerçekleştirebilmem için beni Misafir Araőtırmacı olarak NC State University, CAMAL Katmanlı Üretim Araőtırma Merkezi'ne kabul eden, 2013 yılından itibaren uğraő verdiğim ve ülkemize kazandırılmasını arzu ettiğim, kariyer hedefim olan EBM katmanlı üretim teknolojisine ulaşmamı sağlayan, bilgi ve tecrübeleriyle, sürecin tüm inceliklerini öğrenmem ve aktif olarak imalat sürecini gerçekleştirebilmem için tüm koşulları oluőturan ve bu alanda kendimi geliőtirmemi sağlayan çok değerli hocalarım Sayın Prof. Dr. Ola Harrysson ve Prof. Dr. Russel King'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Test ve Karakterizasyon aşamalarında cihazlara erişebilmemi sağlayan, pozitif yaklaşımıyla bilgi ve tecrübelerini aktarmaktan çekinmeyen çok değerli Sayın Doç.Dr. Harvey West'e; malzemelerin temin edilmesini sağlayan ve tecrübelerinden yararlandığım Sayın Steve Walker'a, Sayın Yrd. Doç. Dr. Tim Horn'a ve Sayın Yrd. Doç. Dr. Chris Rock'a; başta Hengfeng Gu ve Chris Ledford olmak üzere tüm öğrenci arkadaşlarıma süreç boyunca destek oldukları için içtenlikle teşekkür ederim.

Beni bu günlere getiren, hayatımın her aşamasında bana güç veren ve inanan, tüm öğrenim hayatım boyunca olduğu gibi Doktora sürecimde de destek olan, ilgisini ve sevgisini hep yanımda hissettiğim anneme, babama ve canım kardeşlerime sonsuz teşekkür ederim.

Doktora serüvenimin Mimarı olan ve desteğini hiç esirgemeyen, her anımda beni mutlu eden, zorlukları aşmam için her aşamada beni motive eden, gece yarılarında dahi çalışmamı tamamlamam için büyük bir sabır ve özveri ile beni bekleyen, en büyük teşekkürü hak eden canım eşime anlayışı ve sonsuz sevgisi için minnettarım.

Gözde Sultan ALTUĞ PEDÜK

## İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER .....	i
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	iii
RESİMLER DİZİNİ.....	vii
TABLolar DİZİNİ .....	vi
SİMGELER DİZİNİ VE KISALTMALAR .....	vii
ÖZET .....	vi
ABSTRACT.....	vii
1. GİRİŞ VE AMAÇ .....	1
2. ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLAR.....	3
2.1. Martenzitik Dönüşüm Davranışı .....	6
2.2. Şekil Bellekli Alaşımların Fonksiyonel Özellikleri .....	11
2.2.1. Şekil bellek etkisi .....	11
2.2.1.1. Tek yönlü şekil bellek etkisi.....	12
2.2.1.1. Çift yönlü şekil bellek etkisi.....	14
2.2.2. Süperelastik Özellik .....	16
3. NİKEL TİTANYUM ALAŞIMLARI.....	18
3.1.1. Kompozisyon değişiminin dönüşüm özelliklerine etkisi .....	22
4. KATMANLI ÜRETİM .....	25
4.1. Elektron Demet Ergitme Teknolojisi .....	27
4.1.1. Toz özellikleri.....	32
4.1.2. Proses aşamaları .....	34
4.1.3. Proses parametreleri.....	35
4.1.3.1. Demet-toz etkileşimi .....	36
4.1.3.2. Toz yatağı karakteristikleri.....	38

4.1.3.3. Tarama ve depolama stratejisi .....	41
4.1.3.4. Tabaka kalınlığı .....	43
4.2. NiTi Alaşımlarının Katmanlı Üretimi .....	44
5. GEREÇ VE YÖNTEM .....	51
5.1. Toz Özelliklerinin Tespit Edilmesi .....	52
5.1.1. Toz yoğunluk ve akış hızı ölçümleri .....	52
5.1.2. Tane boyut ve dağılım analizi .....	54
5.1.3. Tozların mikroyapısal karakterizasyonu .....	56
5.1.4. XRD Analizi.....	60
5.2. EBM Cihaz Sisteminin Üretime Hazırlanması .....	62
5.2.1. Proses parametrelerinin belirlenmesi .....	68
5.2.2. CAD-model tasarımı ve sisteme yüklenmesi .....	70
5.3. Katmanlı Üretim Çalışmaları .....	73
5.3.1. Deneme üretimleri.....	75
5.3.2. Nihai üretim.....	80
6. BULGULAR.....	83
6.1. Üretimi Yapılan Ni-Ti Alaşımının Analizi ve Karakterizasyonu .....	83
6.1.2. Mikroyapı İncelemeleri ve EDS Analizi.....	83
6.1.1.1. Optik Mikroskop İncelemeleri .....	83
6.1.1.2. SEM İncelemeleri.....	85
6.1.1.3. EDS Analizleri .....	86
6.2. XRD Analizi.....	88
7. TARTIŞMA VE SONUÇ .....	92
ÖZGEÇMİŞ .....	114

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2. 1. ŞBA uygulamaları ve özelliklerini belirleme yöntemlerinin şematik gösterimi (Chowdhury ve ark., 2016) .....	5
Şekil 2. 2. ŞBA'ların gerilim, gerinim ve sıcaklık alanlarındaki mekanik davranışları ve yapısal özellikleri uygulamaları (Chowdhury ve ark., 2016) .....	6
Şekil 2. 3. Basma ve germe altındaki östenit-martenzit dönüşümü ve farklı ikizlenme sistemleri (Chowdhury ve ark., 2016) .....	8
Şekil 2. 4. Dönüşüm histerisisi (Otsuka ve Wayman, 1999) .....	9
Şekil 2. 5. Sıcaklığın bir fonksiyonu olarak iki fazın Gibbs serbest enerjisi değişimi (Otsuka ve Wayman, 1999) .....	11
Şekil 2. 6. Süperelastik özellik ve şekil bellek etkisini oluşturan faz dönüşümün şematik gösterimi (Pogrebnjak ve ark., 2013) .....	12
Şekil 2. 7. Şekil bellek etkisinin gerilim-gerinim-sıcaklık alanları ile birlikte ifadesi (Ziołkowski, 2015) .....	14
Şekil 2. 8. Tek ve çift yönlü şekil bellek etkisinin karşılaştırılması (Erkecoğlu, 2016) .....	15
Şekil 2. 9. Basınç altında 300 K'de NiTi alaşımının süperelastik davranışı (Chowdhury ve ark., 2016) .....	17
Şekil 3. 1. Polikristal bir ŞBA bileşenine ait mikroyapı ve kayma hareketinin şematik gösterimi (Chowdhury ve Sehitoglu, 2017) .....	19
Şekil 3. 2. NiTi alaşımları faz diyagramı (Otsuka ve Ren, 2005) .....	21
Şekil 3. 3. NiTi sisteminedeki kristal yapılar (Pogrebnjak ve ark., 2013) .....	22
Şekil 3. 4.. B2 NiTi matriksi ve Ni <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> çökelti yapısının karşılaştırılması (Chowdhury ve Sehitoglu, 2017) .....	24
Şekil 4. 1. Katmanlı imalat yöntemleri için temel proses aşamaları .....	26



Şekil 4. 2. EBM ile üretilen parça örnekleri; a) Kişiyeye özel Cranio-Maxillofacial implant, b) asetabular komponent (Arcam AB: <a href="http://www.arcam.com/solutions/orthopedic-implants/">http://www.arcam.com/solutions/orthopedic-implants/</a> ), c) Düşük basınçlı türbin kanadı in $\gamma$ -TiAl (Arcam AB: <a href="http://www.arcam.com/solutions/aerospace-ebm/">http://www.arcam.com/solutions/aerospace-ebm/</a> ), d) Bakır yapıları (Frigola ve ark. 2014).....	28
Şekil 4. 3. a) ARCAM EBM sisteminin (Arcam AB: <a href="http://www.arcam.com/technology/electron-beam-melting/hardware/">http://www.arcam.com/technology/electron-beam-melting/hardware/</a> ), b) elektron-malzeme etkileşiminin şematik (Weglowski ve ark., 2016). ....	30
Şekil 4. 4. Inconel 718 alaşımı için proses aşamaları (Sames ve ark., 2014). ....	35
Şekil 4. 5. Partikül numune etkileşimi. a) Toz tabakası ve ergiyik havuzu içinde demetin absorpsiyonu, b) Toz partikülleri içerisinde demet absorpsiyonu (Attar, 2011) .....	37
Şekil 4. 6. Ti6Al4V alaşımlarında $\beta$ -tane yapısı oluşumu (Antonysamy, 2012)	42
Şekil 4. 7. Ni-Ti alaşımı için lazer esaslı direkt enerji birikim sistemi düzeneği (Hamilton ve ark., 2015). ....	45
Şekil 4. 8. 1) Titanyum altlığın ön ısıtılması, 2) toz biriktirme aşamasının şematik gösterimi (Mandil ve ark., 2016).....	49
Şekil 5. 1. Ti-55Ni tozlarının partikül boyutu hacim dağılımları .....	55
Şekil 5. 2. Ni-Ti tozlarının EDS analiz sonucu.....	56
Şekil 5. 3. Ni-Ti tozlarının; a) düşük (350x), b) yüksek (1400x) büyütmedeki ışık mikroskobu görüntüleri.....	57
Şekil 5. 4. Ni-Ti tozlarının; a) düşük, b) yüksek büyütmedeki SEM görüntüsü.	57
Şekil 5. 5. Ni-Ti tozlarında; a) sıçrama başlığı oluşumu, b) katılma bölgesine sahip pürüzsüz bir toz yüzeyi .....	59
Şekil 5. 6. a) Poroziteye sahip bir toz tanesi, b) küresel toz kesitinde yönlü dendritik katılma .....	60
Şekil 5. 7. Ni-Ti tozlarına ait $25^{\circ}$ - $80^{\circ}$ aralığında elde edilen XRD paternleri.....	61
Şekil 5. 8. Ni-Ti üretimi için düzeneğin tasarlanması.....	67
Şekil 5. 9. Demet kalibrasyon modeli .....	71
Şekil 5. 10. Deneme üretimi için hazırlanan numune modeli.....	72
Şekil 5. 11. Deneme üretim numunesinin ölçüleri ile birlikte üstten görünüşü..	72
Şekil 5. 12. Nihai üretim numunelerinin modelleri .....	73

Şekil 5. 13. Nihai üretim numunelerinin üstten görünüşü .....	73
Şekil 5. 14. Nihai üretime ait örnek bir ekran görüntüsü .....	74
Şekil 5. 15. Enine kesit numunesinde parlatılma sonrası ışık mikroskobu görüntüsü.....	84
Şekil 5. 16. Ni-Ti alaşımının; a) enine kesit, b) enine kesite dik konumdaki üst yüzeyinin OM mikroyapı görüntüleri .....	84
Şekil 5. 17. Ni-Ti alaşımının enine kesit numunesinin; a) düşük, b) yüksek büyütmedeki SEM görüntüleri.....	85
Şekil 5. 18. Enine kesit numunesinde intermetalik fazlar .....	86
Şekil 5. 19. Ni-Ti alaşımının üst yüzey numunesinin; a) düşük, b) yüksek büyütmedeki konumdaki mikroyapıları .....	86
Şekil 5. 20. EBM Ni-Ti alaşımının enine kesit numunesinin EDS haritalaması;86	
Şekil 5. 21. NiTi alaşımının EDS spektrumu.....	87
Şekil 5. 22. 001 Bölgesine ait EDS spektumu .....	87
Şekil 5. 23. EBM Ni-Ti alaşımına ait XRD analizi sonucu .....	88



## RESİMLER DİZİNİ

Resim 2. 1. Çift yönlü şekil bellek etkisinin Ni50.80/Ni45TiCu5 yapıları için gösterimi (Mohri, 2015).....	16
Resim 5. 1. Görünür yoğunluk ölçümü işlem basamakları; çelik ölçüm aparatının üst bloğuna 50 cm <sup>3</sup> hacminde test numunesinin eklenmesi (1 ve 2), üstteki bloğun ters yönde yavaşça kaydırılarak aşağı çekim gücü etkisi ile tozların alt bloktaki 20 cm <sup>3</sup> hacimli silindirik boşluğu doldurması (3), her iki bloğun birlikte kaldırılması ile toz yığını oluşması (4), toz yığınının ağırlığının ölçülmesi ve yoğunluk değerinin hesaplanması (5 ve 6).....	54
Resim 5. 2. Ni-Ti üretiminde kullanılan Q10Plus cihazı dış görünüşü ve üniteleri .....	64
Resim 5. 3. İnşa ünitesi iç görünüşü ve düzeneği oluşturan mekanik kısımlar ..	65
Resim 5. 4. a) Başlangıç plakası (altlık), b) tarak kolu ve c) toz yatağı .....	67
Resim 5. 5. Küçük hacimli inşa ünitesi.....	68
Resim 5. 6. Odaklama testinde ışının etkileşim anı .....	75
Resim 5. 7. Test sonrası oluşan karenin görünümü .....	76
Resim 5. 8. Toz yatağına yerleştirilen altlık plakası .....	76
Resim 5. 9. Isı kalkanı koyulduktan sonra üretim platformunun iç görünüşü ...	77
Resim 5. 10. Plakanın 850 °C'deki görünümü .....	77
Resim 5. 11. Birinci deneme numunesi .....	78
Resim 5. 12. Diğer deneme numuneleri.....	79
Resim 5. 13. Numunenin toz yatağından çıkarılma aşaması .....	80
Resim 5. 14. Numunelerin toz yatağından çıkarılması .....	81
Resim 5. 15. Numunelerin plakadan ayrılması .....	82

## TABLolar DİZİNİ

Tablo 4. 1. Toz karakterizasyon türleri ve uygulama yöntemleri (Altug-Peduk ve ark., 2017) .....	31
Tablo 4. 2. AM için farklı toz boyutlarının kalitatif sınıflandırması (Koike ve ark., 2011) .....	32
Tablo 4. 3. Literatürde EBM ile üretimi araştırılan bazı alaşımların fiziksel özellikleri (Otsuka, 1999; Raghavan ve ark., 2016; Murr ve ark., 2015 <a href="https://www.ndeed.org/GeneralResources/MaterialProperties/ET/Conductivity_Iron.pdf">https://www.ndeed.org/GeneralResources/MaterialProperties/ET/Conductivity_Iron.pdf</a> ) .....	47
Tablo 5. 1. Ni-Ti tozları için yoğunluk ve akış hızı değerleri.....	54
Tablo 5. 2. Arcam Q10Plus cihazının teknik bilgileri .....	65
Tablo 5. 3. Orijinal ve yeni oluşturulan düzeneğin mekanik parça özellikleri açısından karşılaştırılması .....	68
Tablo 5. 4. Ti-55Ni alaşımı için Ti-6Al-4V alaşımı referans alınarak belirlenen proses parametre ve değerleri.....	69
Tablo 5. 5. Ni-Ti alaşımı için optimize edilen nihai proses parametreleri.....	80
Tablo 5. 6. EBM Ni-Ti alaşımı ve 001 Bölgesine ait atomca ve ağırlıkça element oranları .....	87

## SİMGELER DİZİNİ VE KISALTMALAR

m	: Metre
$\mu\text{m}$	: Mikrometre
nm	: Nanometre
MPa	: Megapascal

### **Kısaltmalar**

AM	: Additive Manufacturing (Katmanlı İmalat)
EBM	: Electron Beam Melting (Elektron Demet Ergitme)
SLM	: Selective Laser Melting (Seçici Lazer Ergitme)
SMA	: Shape Memory Alloy (Şekil Bellekli Alaşımlar)
SME	: Shape Memory Effect (Şekil Hafıza Etkisi)
SEM	: Scanning Electron Microscope (Tarama Elektron Mikroskobu)

## ÖZET

Şekil bellekli alaşımlar, biyomedikal, havacılık, robotik, mekatronik ve diğer pek çok mühendislik uygulamasında ayırt edici özelliklere sahip olan bir grup intermetalik malzeme grubudur. Bunların arasında, nikel-titanyum (Ni-Ti) şekil bellekli alaşımlar (ŞBA), tek yönlü ve iki yönlü şekil bellek etkisi, süperelastik davranış ve yüksek sönümlenme katsayısı gibi önemli fiziksel ve mekanik özelliklerinden dolayı en etkin kullanılabilen malzemelerdir. Bu malzemenin geleneksel üretim yöntemleri kullanılarak geliştirilmesi, yüksek duyarlılık ve termomekanik özelliklerden dolayı halen zor bir süreçtir. Bununla birlikte, son teknolojik yenilikler, katmanlı üretim olarak adlandırılan yeni bir imalat tekniğinin ortaya çıkmasını sağlamıştır. Katmanlı imalat, NiTi bileşenleri için geleneksel ergitme ve toz metalürjisi yöntemlerinden daha etkili, düşük maliyetli ve yüksek üretilebilirlik sağlayan çözümler sağlamaktadır. Katmanlı imalatın bir parçası olarak EBM yöntemi, yüksek güçteki elektron demeti kullanılarak vakum ortamında malzemelerin doğrudan ergitilmesi ve arzu edilen parçaların katmanlı bir şekilde üretilmesi için yeni pencereler açmaktadır.

Bu çalışmada, Ti-55Ni (%-ağ.) nikel titanyum alaşımının EBM prosesi ile üretimi araştırılmıştır. Proses parametreleri geliştirilmiş ve ortaya çıkan malzeme özellikleri değerlendirilmiştir. Malzeme özelliklerini analiz etmek ve proses şartlarının alaşımların fiziksel ve mikroyapı özelliklerine etkisini gözlemlemek için hem toz, hem de tam yoğunluklu malzeme için XRD analizi, optik mikroskop, taramalı elektron mikroskopu ve enerji dağılım spektrometresi araştırmaları gerçekleştirilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Katmanlı İmalat, Elektron Demet Ergitme, Nikel-Titanyum Alaşımları, Şekil Bellekli Alaşımlar, Karakterizasyon.

## **ABSTRACT**

Shape memory alloys are a group of intermetallic materials that exhibit distinctive properties in biomedical, aerospace, robotics, mechatronics and many other engineering applications. Among them, the nickel-titanium (NiTi) shape memory alloys (SMA) are the most attractive materials due to their significant physical and mechanical properties including one-way and two-way shape memory effect, superelasticity and high damping efficiency. Development of these materials using conventional production methods is still a challenging task due to the high chemical sensitivity and thermomechanical characteristics. However, the recent technological innovations provide a new manufacturing technique which is called additive manufacturing. Additive manufacturing (AM), has attracted much attention and can provide more effective, lower cost, and higher productivity solutions rather than the conventional melting and powder metallurgical methods for the NiTi components. As part of AM, the Electron Beam Melting (EBM) method opens a new window of opportunities for direct melting of materials in a vacuum environment using a high-power electron beam and to produce desired parts layer by layer .

In this study, processing of Ti-55Ni (wt.-%) nickel titanium alloy via EBM has been investigated. The process parameters have been developed and the resulting material properties have been established. In order to analyze the material properties, and observe the effect of process conditions to the physical and microstructural properties of alloys, XRD analysis, optical microscope, scanning electron microscope, and energy dispersive spectrometer investigations were carried out for the both powder and bulk materials.

**Keywords:** Additive Manufacturing, Electron beam melting, Nickel-Titanium Alloy, Shape memory alloys, Characterization.



## 1. GİRİŞ VE AMAÇ

Elektron demeti ergitme yöntemi; geleneksel eksiltme esaslı üretim yöntemlerinin aksine, hedeflenen bir objeyi 3D-CAD bilgisayar destekli modeline bağlı olarak, elektronların yüksek enerjisi ile ergiterek ve sinterleyerek tabakalar halinde üst üste biriktirme esasına dayanarak tek kademedede oluşturulmasını sağlayan bir katmanlı üretim yöntemidir. Son yıllarda özellikle medikal ve havacılık alanında uygulamalar gerçekleştirilen yeni ve gelişime açık bir teknolojidir.

Şekil bellekli alaşımlar, bünyesinde barındırdığı fazların ısı ve mekanik etkilere duyarlılığı nedeniyle, deforme edildikten sonra orijinal şekline ve boyutuna geri dönme özelliğine sahip akıllı malzemelerdir. Bu alaşımlar, benzersiz şekil bellek yeteneğinin yanı sıra süperelastik ve yüksek sönümlenme yetenekleri sayesinde, gelişen teknolojiye yön verebilecek ayrıcalıklı bir malzeme grubudur. Şekil bellekli alaşımlar grubundan NiTi alaşımları mükemmel korozyon direnci, ısı kararlılık, aşınma, biyouyumluluk ve kemiğe yakın elastisite modülü özellikleri ile günümüzde endüstriyel alanda en çok kullanılan ve halen potansiyel uygulama alanları üzerine çalışmalar yapılan geliştirilmeye açık sistemlerdir. Fakat alaşımın ergime sıcaklığının yüksek olması, bünyesindeki elementlerin oksijene karşı duyarlılıkları ve işlenebilirliğindeki zorluklar uygulama alanlarını kısıtlamaktadır. Son yıllarda yapılan çalışmalar, katmanlı üretim teknolojileri kullanılarak alaşımın döküm ve toz metalurjisi tekniklerinden daha başarılı bir şekilde üretilebileceğini göstermiştir. Literatürde bu alaşımların lazer demeti ergitme prosesleri ile katmanlı üretimi üzerine çalışmalar bulunmasına rağmen bir üst teknoloji olan elektron demeti ergitme yöntemi kullanılarak vakum ortamında katmanlı bir şekilde üretildiği bir çalışma mevcut değildir.

Bu çalışmanın ana amacı, NiTi alaşımının vakum ortamında EBM yöntemi kullanılarak katmanlı imalatının gerçekleştirilmesidir. Alaşımın EBM yöntemi ile ilk defa üretilecek olması ve literatürde bu konuda bir çalışma bulunmaması tezin

özgün değerini ifade etmektedir. Üretim sürecinin tamamlanmasını takiben, numunelerin analiz ve mikroyapısal karakterizasyonlarının yapılması, ham madde, üretim, mikroyapı ve özellik ilişkisinin kurulması ve sonuçların değerlendirilerek bu alanda yapılacak yeni çalışmalara yol gösterici bir kaynak oluşturulması çalışmanın diğer amaçlarını ifade etmektedir.

Bu doğrultuda birinci bölümde NiTi metal tozlarının temini ve karakterizasyonunun yapılarak tozların üretime hazır hale getirilmesi sağlanmıştır. İkinci bölümde EBM proses parametrelerinin tespit edilerek cihaz üretime hazırlanmış ve EBM üretimleri başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Üçüncü aşamada, üretilen numunelerin test ve analizleri yapılarak, bileşim, yoğunluk, mikroyapısal özellikleri ve faz oluşumları tespit edilmiştir.

## 2. ŞEKİL BELLEKLİ ALAŞIMLAR

Şekil bellekli alaşımlar, daha önce tanımlanmış olan şeklini hatırlama ve termomekanik bir işlem uygulandığında orijinal şekline geri dönme kabiliyeti gösterebilen metalik malzemeler grubudur (**Lexcellent, 2014**). SMAs yüksek sıcaklıkta östenit ve düşük sıcaklıkta martenzit olmak üzere iki kararlı fazdan oluşmaktadır. Yüksek sıcaklık östenit ana fazı yüzey merkez kübik kristal yapısına sahipken, düşük simetriye sahip martenzit fazı monoklinik, tetragonal, ortorombik kristal yapılarına sahip olabilmektedir (**Antonucci, 2015**).

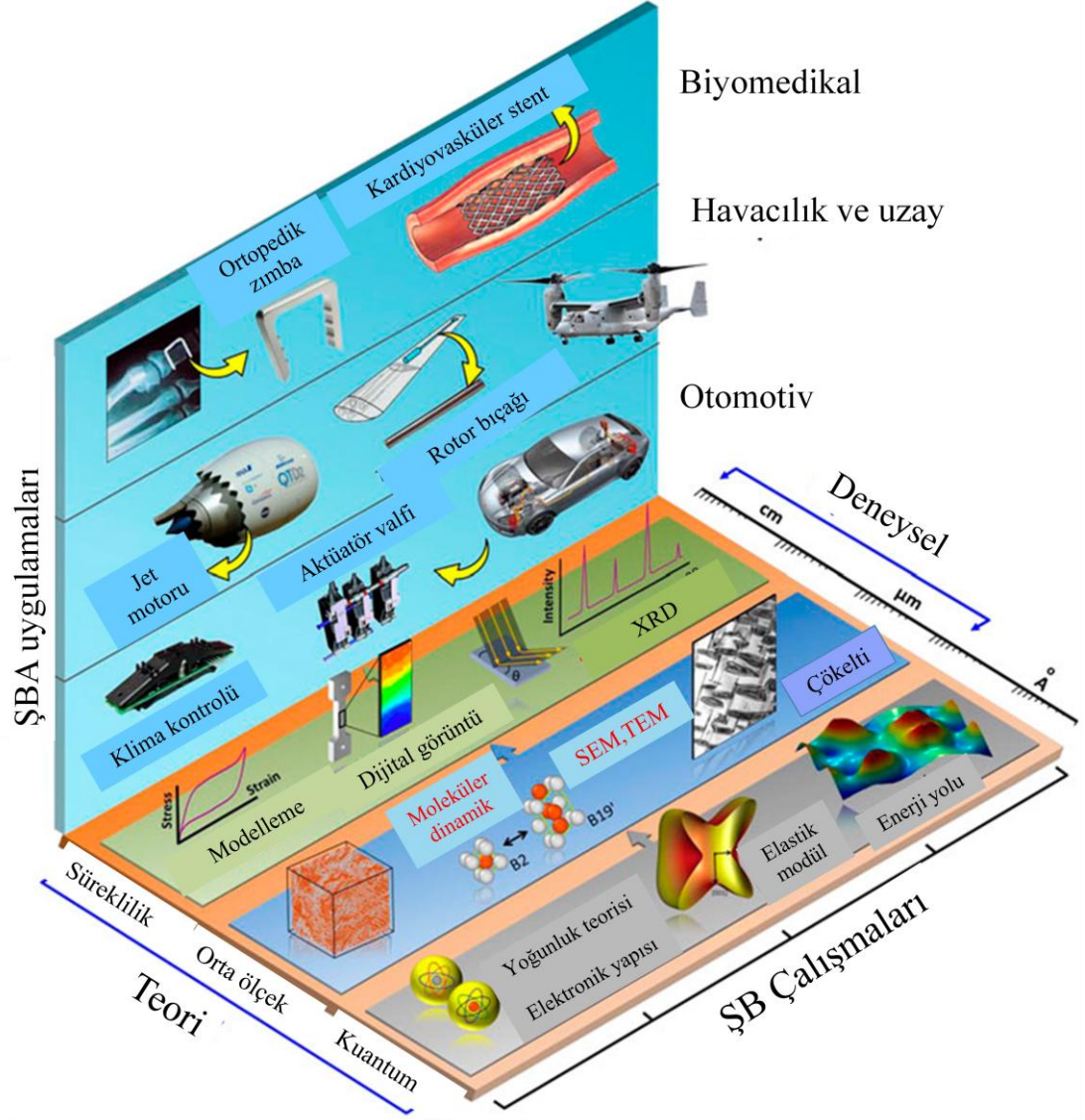
Şekil bellekli alaşımlar ilk defa 1932 yılında Arne Ölander tarafından AuCd alaşımı üzerinde keşfedilmiş ve 1941 yılında Vernon tarafından "şekil bellek" terimi tanımlanmıştır. Buna rağmen 1960'lı yılların başında William Buehler ve Frederick Wang tarafından kazara nikel-titanyum (Ni-Ti) alaşımının şekil bellek etkisine sahip olduğunun anlaşılmasına kadar herhangi bir gelişme gösterilmemiştir. Sonrasında alaşımının mükemmel bir korozyon, biyouyumluluk, elastisite modülü gibi özelliklere sahip olduğunun anlaşılması ile birlikte biyomedikal, havacılık, uzay, otomotiv, robotik ve mikro-elektromekanik sistemler alanlarında sürekli artan bir gelişme gösterilmiştir. Başta tıp alanında ortodontik diş telleri, endodontik uygulamalarda kullanılan aletler, damar tıkanıklıklarının ameliyatsız tedavisinde kullanılan stentler ve ortopedik bağlantı elemanları olmak üzere; havacılık ve uzay teknolojilerinde robot ve hareketlendiriciler, uzay araçları; yapı teknikleri ve endüstriyel alanda sönümleme elemanları, elektrik bağlantıları, ince film uygulamaları gibi çok geniş uygulama alanları bulmuştur (Şekil 2.1). Halen bu alanda yapılan çalışmalar geliştirilmeye devam edilmektedir (**Mohd ve ark., 2014; Sun ve ark., 2012; Kauffman, 1996; Concilio, 2015; Engeberg, 2015**).

Şekil bellekli alaşımlar, genellikle döküm ve toz metalurjisi olmak üzere iki ana yöntem ile üretilmektedir. Küçük hacimli numuneler vakum ya da inert gaz atmosferinde ark ergitme, dövme ve haddeleme ile üretilirken, poroz içerikli alaşımlar yüksek sıcaklıkta elementel toz sinterleme, sıcak izostatik basınç, plazma sinterleme ve konvansiyonel sinterleme teknikleri kullanılarak üretilmektedir.

Döküm yöntemi kapsamında, ticari saflıkta nikel ve titanyum alınarak, faz diyagramında eşatomik yapı oluşturacak şekilde tartılıp oranları dengelendikten sonra vakum ark ve vakum indüksiyon ocaklarında döküm yapılarak alaşım üretilmektedir. Bu sırada geçiş süreçlerinde oksijen, karbon gibi gazlar ve bazı metaller yapıya karışabilmekte, kontaminasyonlardan uzak bir üretim yapılamadığı için hedeflenen kimyasal bileşim ve özellikle eşatomik özellik yakalanamamaktadır (**Villa, 2015**). Öte yandan son yıllarda NiTi, Cu ve Fe-bazlı şekil bellekli alaşımların özellikle lazer katmanlı imalat yöntemleri ile üretimi konusunda akademik çalışmalar yapılmaya başlanmıştır. Fakat yinede alaşımı oluşturan elementlerin oksijene ve karbona olan reaktiviteleri gevreklik özelliklerini ve bileşim ile de ilgili olarak martenzit dönüşüm sıcaklıklarını etkilemekte, üretim ve işleme hususlarında halen bir takım zorluklara sebep olmaktadır. Bu nedenle, katmanlı üretim kapsamında özellikle EBM tekniği, yüksek sıcaklıklara kolaylıkla çıkılabilmesi, vakum ortamında kontrollü bir şekilde üretim sağlanabilmesi, ham madde olarak sisteme beslenen tozların sonraki aşamalarda tekrar kullanılabilmesi ile maliyetin düşürülmesi ve istenilen oranda porozite içeren yapıların tek kademede oluşturulabilmesi sayesinde işleme gerektirmemesi açısından Ni-Ti alaşımlarının üretimi için önemli avantajlar sunmaktadır (**Bormann ve ark., 2012; Sadrnezhaad ve ark., 2009; Sashihara ve ark., 2007**).

ŞBA, yüksek fiziksel, mekanik, biyouyumluluk ve tersinir dönüşüm özelliklerine sahip oldukları için ortopedi ve diş hekimliği uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır (**Niinomi, 2003; Bartola ve ark., 2012**). Özellikle ortopedik implant uygulamalarında, implant-kemik ara yüzeyinde ortaya çıkan yüksek miktardaki gerilimler, çatlak oluşumuna sebep olabilmekte ve kırılma ile sonuçlanabilmektedir. Bu nedenle implant uygulamalarında yüksek mukavemet ve düşük elastisik modüle sahip alaşımların kullanılması önem arz etmektedir (**Bahraminasab, 2013; Chenwei, 2011**). Ticari olarak üretilen şekil bellekli alaşımların % 90'ını NiTi, NiTiCu ve NiTiNb alaşımları oluşturmaktadır. Biyomedikal uygulamalarda en sık kullanılan SMA, hem termal şekil belleği hem de mekanik bellek özelliği gösteren NiTi (nitinol) şekil bellekli alaşımıdır. Bu çarpıcı özellikleri ile alaşımlar, implant uygulamaları, ortodontik diş telleri, omurga

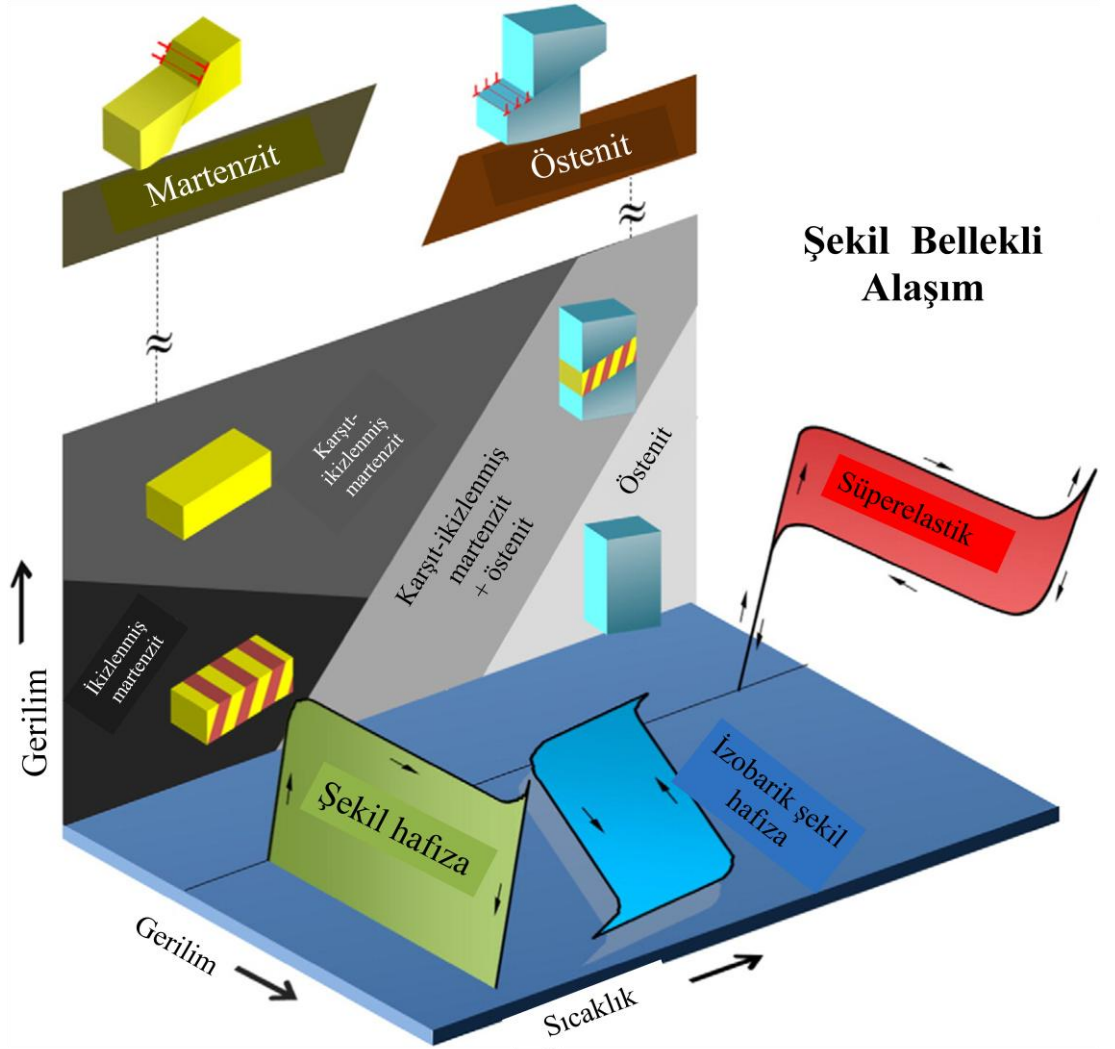
düzeltilicileri, vertebral aralık elemanları ve medikal tedavi sonrası uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Buna rağmen, özellikle kompleks şekil ve geometriye sahip NiTi alaşımlarının üretimi, yüksek hammadde masrafları, düşük işlenebilirlik özellikleri ve ergitme esnasında karşılaşılan zorluklar nedeniyle sınırlıdır (Feninat, 2012; Tan, 2003).



Şekil 2. 1. ŞBA uygulamaları ve özelliklerini belirleme yöntemlerinin şematik gösterimi (Chowdhury ve ark., 2016)

## 2.1. Martenzitik Dönüşüm Davranışı

Şekil bellekli alaşımlar yüksek sıcaklık östenit ve düşük sıcaklık martenzit olmak üzere farklı kristal yapı ve özelliklere sahip iki kararlı fazdan oluşmaktadır. Bu nedenle bu fazlar, kendi yönlerindeki malzeme eksenlerine bağlı olarak bir dizi değişik kristalografik eşdeğer varyantlar gösterebilmektedir. Şekil bellekli alaşımların teknolojik önemi, şekil bellek özelliği ve süperelastik özellik olmak üzere iki temel özellik göstermelerinden kaynaklanmaktadır. Bu özellikler sıcaklık ve gerilmeye bağlı olarak martenzit ve östenit fazlarında alaşımda kristal yapı değişimi ile oluşur (Otsuka, 2005; Chowdhury ve ark., 2016).



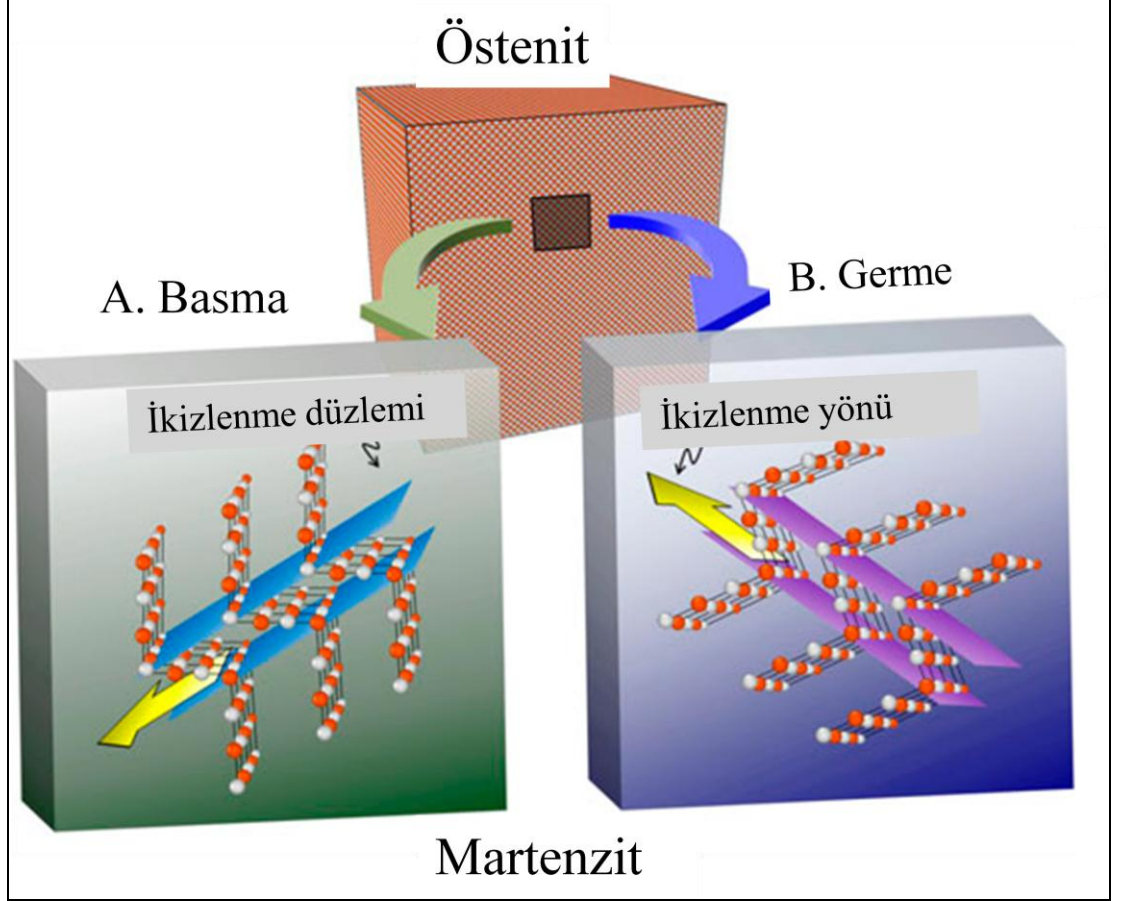
Şekil 2. 2. ŞBA'ların gerilim, gerinim ve sıcaklık alanlarındaki mekanik davranışları ve yapısal özellikleri uygulamaları (Chowdhury ve ark., 2016)

Östenitik yapıdan monoklinik martenzitik yapıya faz dönüşümü, ısı değişikliği veya gerilme uygulanması ile uyarılmakta ve bu durum difüzyonsuz termoelastik martenzitik dönüşüm ile açıklanmaktadır. Tersinir martenzitik dönüşümler başlangıç ve bitiş sıcaklıklarıyla karakterize edilmektedirler. Termoelastik martenzitik dönüşüm esnasında, martenzit plakalarının büyümesi kademeli olarak, sıcaklığın düşürülmesi veya makroskopik gerilimin artması sonucu gerçekleşir. Yeni martenzit plakaları, tane sınırlardaki engeller nedeniyle mevcut plakaların daha fazla büyümediği durumlarda ortaya çıkmaktadır (**Liu ve Mishnaevsky, 2013**).

Martenzitik yapı alaşımlarda, ikizlenmiş (twinned) ve karşıt ikizlenmiş (detwinned) olmak üzere iki şekilde bulunmaktadır. İkizlenen yapıli martenzit, kendi kendine yerleşen martenzitik varyantların bir kombinasyonu şeklinde oluşurken, karşıt ikizlenmiş martenzitik yapıda belirli bir varyant baskın durumdadır. Şekil bellekli alaşımların fonksiyonel özellikleri östenit ve martenzit fazları arasındaki tersinir dönüşüme bağlıdır. Alaşımın soğutulmasını takiben, yükleme altında östenit kristalleri, ikiz yapıli martenzit oluşturmak üzere birçok farklı sayıda martenzit varyantlarına dönüşmektedir. NiTi alaşımları için varyant sayısı 24'e kadardır.

İki kristal yapı arasındaki faz geçişi sadece atomların difüzyonunu değil, aynı zamanda kristal kafes içinde atomların zamana bağlı olarak hareketini de gerektirmektedir. Martenzitik faz dönüşümü katılarda, atomların düzenli bir şekilde kayma benzeri mekanizma ile hareket ettiği difüzyonsuz faz dönüşümüdür. Genellikle yüksek sıcaklıktaki ana faz (östenit) kübik ve düşük sıcaklık fazı (martenzit) düşük simetri yapısındadır. Dönüşüm şematik olarak Şekil 2.3'te gösterilmiştir. Sıcaklık, kritik değerin altına düşürüldüğünde martenzitik dönüşüm kayma benzeri bir mekanizma ile başlamaktadır. A ve B bölgelerindeki martenzitler aynı yapıdadır fakat oryantasyonları farklıdır. Bunlar martenzit varyantları olarak adlandırılmaktadır. Martenzit düşük simetri gösterdiğinde aynı ana fazdan çok sayıda varyant oluşabilmektedir. Sıcaklık yükseltirse ve martenzitik yapılar kararsız duruma gelirse eğer tersinir dönüşüm meydana gelir ve kristalografik olarak da dönüşüm tersinir ise martenzitler başlangıç oryantasyonlarındaki ana faza dönüşürler.

Bu mekanizma, atomların birbirleri ile uyumlu hareketi ile ilgilidir (**Otsuka ve Wayman, 1999**).

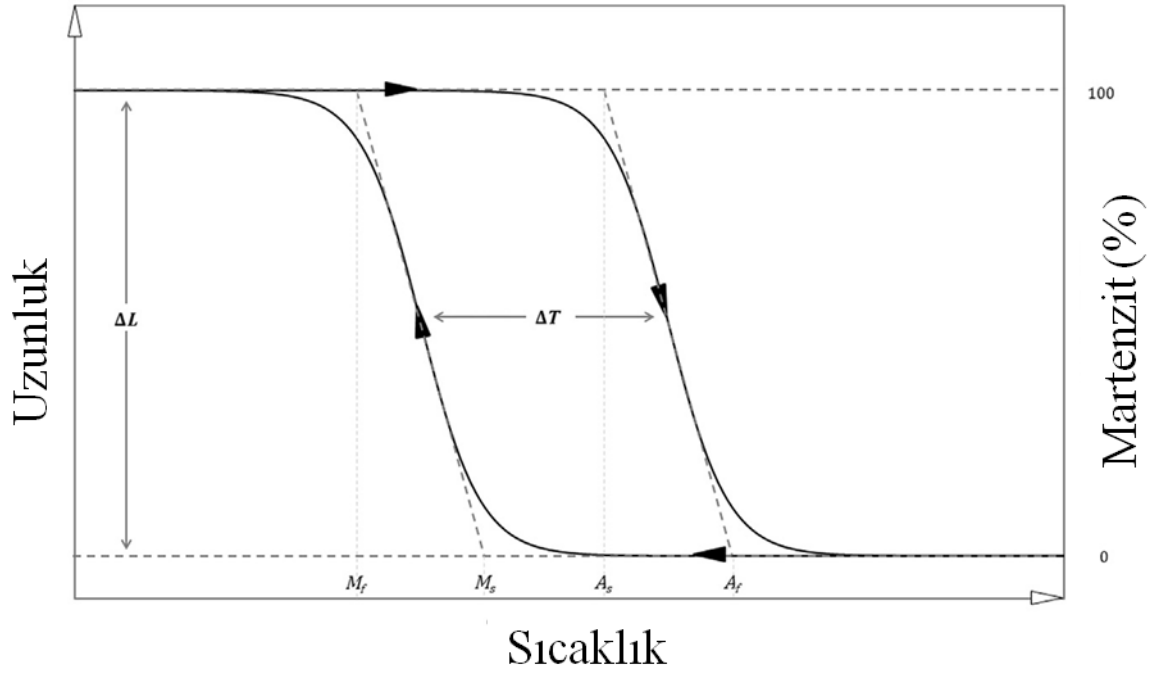


Şekil 2. 3. Basma ve germe altındaki östenit-martenzit dönüşümü ve farklı ikizlenme sistemleri (Chowdhury ve ark., 2016)

Östenitik fazdan martenzitik faza dönüşüm, Şekil 2.4'de görülebileceği üzere bir sıcaklık-gerilim histerisisi göstermektedir. Sıcaklık ya da gerilime bağlı bu dönüşüm tek bir sıcaklık ya da gerilim değeri ile karakterize edilemez. Sıcaklığa bağlı dönüşüm dört sıcaklık değeri ile ifade edilmektedir. Bunlar; ısıtma esnasında  $M_s$  ve  $M_f$ , soğutma esnasında ise  $A_s$  ve  $A_f$  sıcaklıklarıdır.  $M_s$  ve  $M_f$  sırasıyla ana fazdan martenzit fazına dönüşümü gösteren martenzit başlangıç ve bitiş sıcaklıklarıdır.  $A_s$  ve  $A_f$  ise tersine dönüşümün gerçekleşerek östenitik dönüşümün başladığı ve yapının tamamen östenit olduğu sıcaklıklardır. Dönüşüm histerisisi, alaşım sistemine göre



değişmekle birlikte 10-50 °C sıcaklık aralığındadır ve ısıtma-soğutma esnasında çakışmamaktadır (Otsuka ve Wayman, 1999).



Şekil 2. 4. Dönüşüm histerisisi (Otsuka ve Wayman, 1999)

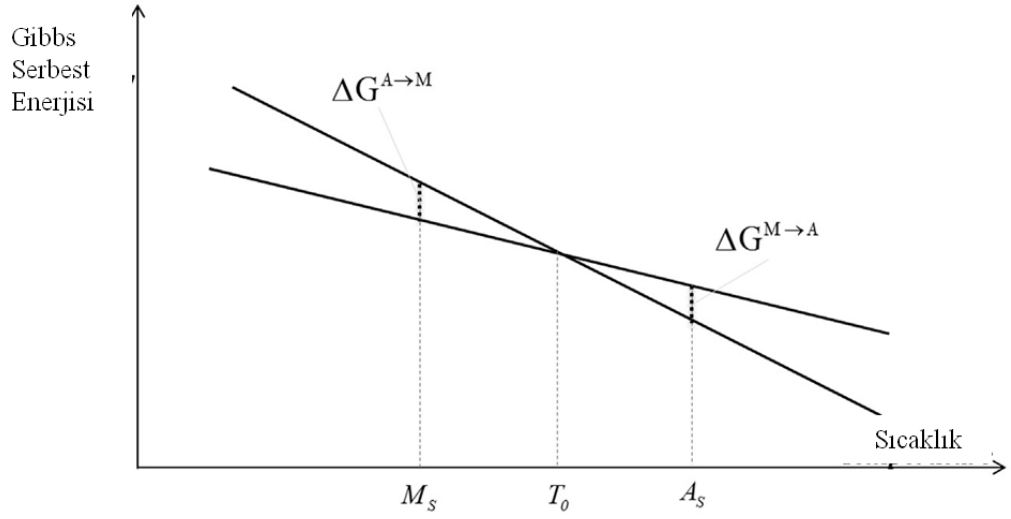
Soğutma esnasında Ni-Ti alaşımları östenitten başlayarak iki aşamalı bir faz geçişi gösterebilmektedir. İlk aşamada östenitik faz, trigonal yapıya sahip bir R-fazına dönüşmekte ve sonrasında sıcaklığın düşmeye devam etmesi ile martenzit fazı oluşmaktadır. Alaşımda bu şekilde sıralı bir östenit-R-martenzit dönüşümü görülebilmesi için üç temel durum bulunmaktadır. Bunlar; soğuk işlem, yaşlandırma ısıl işlemi ya da alaşıma üçüncü bir element ilavesidir.

R fazı ve özellikle östenit-R fazı geçişi, 1970’li yılların sonundan itibaren malzeme bilimcilerin dikkatini çeken bir konu olmuştur. Yapılan çalışmalar östenit-R dönüşümünün dar bir histeris gösterdiğini ve dönüşüm aralığındaki döngü ile önemli bir değişim göstermediğini fark etmişlerdir. Bu mükemmel yorulma özelliği ile aktüatör uygulamaları için cazip hale gelmiştir.

Şekil bellekli alaşımlar, sıcaklığa bağlı dönüşümlerinin yanısıra gerilim kaynaklı bir faz geçişi de göstermektedir. Östenit bitiş ( $A_f$ ) sıcaklığının üzerinde malzemeye gerilim uygulayarak martenzit fazı elde edilebilmektedir. Uygulanan yük altında, kritik gerilim değerine ( $\sigma_{Ms}$ ) ulaşıldıktan sonra martenzitik faza dönüşüm başlamaktadır. Bu durumda, bazı martenzit varyantlarının büyümesi tercih edilir ve östenit fazından ikiz olamayan martenzit yapısına geçiş makroskopik deformasyon ile ilişkilendirilir.  $\sigma_{Ms}$  değeri,  $M_s$  sıcaklığında sıfırdan başlayarak doğrusal olarak artar. Sonraki gerinimler süresince, dönüşümün meydana geldiği gerilim değeri malzemede tamamen dönüşüm gerçekleşinceye kadar sabit kalır. Bu gerinimler martenzitin elastik ve sonrasında plastik yüklenmesini sağlayacaktır.

Martenzitin elastik yüklenmesi için gerekli gerilim değeri sınırlıysa ve uygulanan gerilim serbest bırakıldıysa, düşük seviyedeki gerilimlerde yüklem altında tersine dönüşüm meydana gelmektedir. Tersinir birim şekil değiştirmede, % 0,2 elastik gerilim gösteren normal metalik malzemeler ile kıyaslandığında birincil uzamada % 8 değerine ulaşmaktadır. Tersine dönüşüm, düşük stres platolarında oluşmakta ve bu nedenle sıcaklığa bağlı dönüşüme benzer şekilde fakat 50-100 MPa boyutlarında bir histerisis göstermektedir (Kim, 2014).

Şekil 2.5, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak iki fazın Gibbs Serbest Enerji değişimini şematik olarak göstermektedir. Grafiğe bakıldığında,  $T_0$ , her iki fazın enerjisinin aynı olduğu denge sıcaklığını ifade etmektedir. Sistemde martenzitik dönüşüme bağlı enerji değişimi ( $\Delta G$ ), kristal yapı değişimine bağlı bir kimyasal terim ile elastik ve yüzey enerjisine bağlı kimyasal olmayan bir terimin birleşiminden oluşmaktadır. Faz geçişine sahip olabilmek için, dönüşüm için gerekli itici gücün kimyasal olmayan enerji değişimini aşması gereklidir. Bu sebeple sonraki dönüşüm,  $T_0$  sıcaklığının altında bir  $M_s$  sıcaklığında başlamakta ve bu dönüşümün itici gücü  $\Delta G^{A \rightarrow M}$  şeklinde gösterilmektedir. Tersine dönüşüm ise,  $T_0$  sıcaklığının üstünde bir  $A_s$  sıcaklığında başlamakta ve itici gücü  $\Delta G^{M \rightarrow A}$  şeklinde ifade edilmektedir.



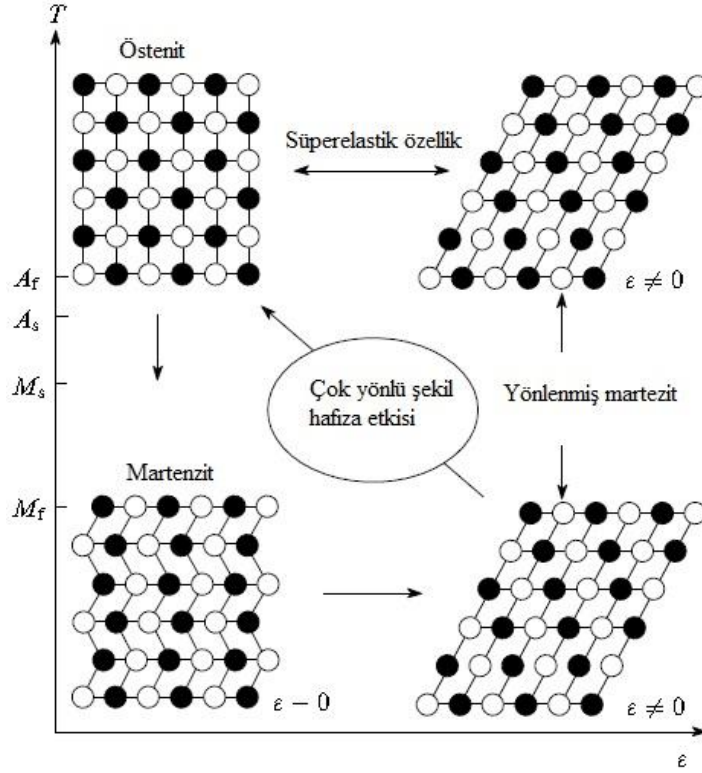
Şekil 2. 5. Sıcaklığın bir fonksiyonu olarak iki fazın Gibbs serbest enerjisi değişimi (Otsuka ve Wayman, 1999)

Şekil bellek etkisi gösteren malzemelerde faz geçişi için aşılması gereken enerji bariyeri oldukça küçüktür. Buna benzer martenzitik dönüşümler, örneğin çeliklerde meydana gelen “termoelastik olmayan martenzitik” dönüşümlerden ziyade “termoelastik martenzitik dönüşüm” olarak nitelendirilir. Bu durumda faz geçişini oluşturmak için aşılması gereken enerji bariyeri daha yüksektir ve tersine martenzit-östenit faz dönüşümü meydana gelemez.

## 2.2. Şekil Bellekli Alaşımların Fonksiyonel Özellikleri

### 2.2.1. Şekil bellek etkisi

Şekil bellek etkisi, malzemenin  $A_s$  sıcaklığının altında bir sıcaklıkta deforme edilmesine rağmen  $A_f$  sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklığa ısıtıldığında tersine dönüşüm etkisi ile önceki asıl şeklini tekrar kazanmasına dayanan bir olgudur. Uygulanan deformasyon herhangi bir çekme, basma ya da eğme hareketi olabilmektedir. Bu etki, malzemenin  $M_f$  sıcaklığının altında ya da  $M_f$  ve  $A_s$  sıcaklıkları arasında deforme edilmesiyle meydana gelmektedir. Sıcaklık sistemine bağlı olarak SME mekanizması değişiklik göstermekte; tek yönlü şekil bellek etkisi ve çift yönlü şekil bellek etkisi olarak iki gruba ayrılmaktadır (**Pogrebnjak ve ark., 2013**).



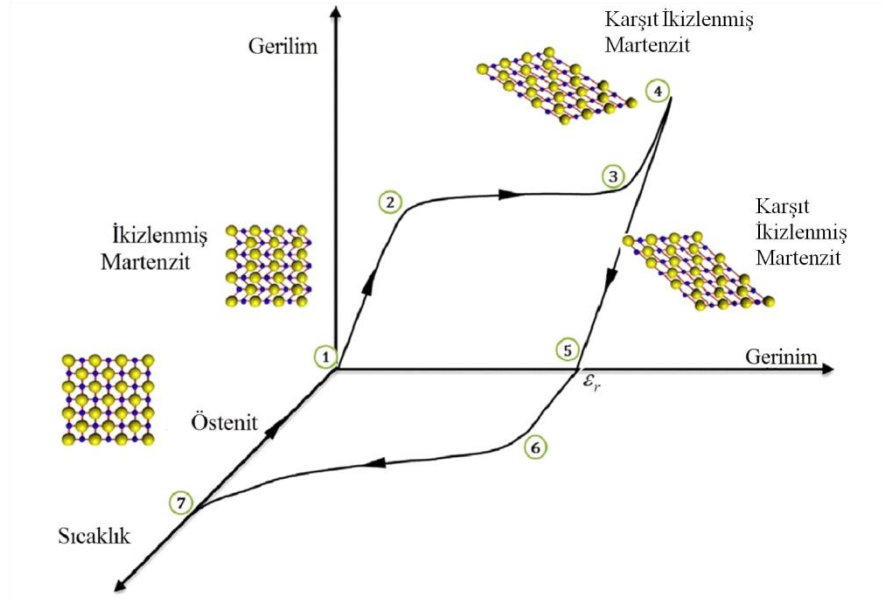
Şekil 2. 6. Süperelastik özellik ve şekil bellek etkisini oluşturan faz dönüşümün şematik gösterimi (Pogrebnyak ve ark., 2013)

### 2.2.1.1. Tek yönlü şekil bellek etkisi

Şekil bellek etkisi gösteren alaşımlar, yükleme sırasında arda kalan plastik deformasyon ile düşük sıcaklıkta deforme olabilmektedir. Sonraki süreçte alaşım  $A_f$  sıcaklığının üzerine ısıtılırsa eğer, östenitik fazda dönüşüm ile orijinal şekline geri dönmektedir. Şekil bellek etkisi, gerilim-gerinim-sıcaklık alanları ile birlikte Şekil 1.4 te şematik olarak gösterilmiştir. Şekilde görüleceği üzere malzemenin başlangıç noktası, ilgili sıcaklıkta ve sıfır gerilim altındaki 1 numara ile gösterilen orijin bölgesidir. Eğer gerilim arttırılırsa ve malzeme davranışı doğrusal olarak ilerlerse (1-2), sabit gerilimde plastik deformasyon gelişmeye başlar (2-3). Plastik deformasyonun aksine şekil bellekli alaşım deformasyonu bir doyumluğa ulaşmakta ve sonraki artan yüklemeler, doğrusal elastik yeni bir yolun oluşmasını sağlamaktadır (3-4). Yükleme üzerinde kalıntı deformasyon bulunmakta (5) ve yükleme olmaksızın malzemenin karakteristik bir sıcaklığa kadar ısıtılmasıyla tekrar kendine gelmektedir

(6-7). Son aşamada, malzeme eğer başlangıç sıcaklığına soğutulursa, başlangıç malzemesi tekrar 1 numaralı kristal yapısını geri kazanır. Burada martenzitik faz geçişi, difüzyon olmaksızın gerçekleşmektedir.

Şekil bellekli alaşımların davranışı faz geçişleri ve martenzit varyantlarının tekrar düzenlenmesi ışığı altında yorumlanmaktadır. Şekil bellek etkisi düşük sıcaklıklarda oluşmakta ve alaşım mikroyapısı başlangıçta ikiz martenzitlerden meydana gelmektedir. Yükleme ile birlikte uygulanan gerilim ikiz olmayan yapı için gereken kritik değere ulaşmakta (2. nokta) ve makroskopik deformasyon ile ilişkili olarak martenzitlerin tekrar düzenlenmesi başlamaktadır (plato 2-3). Platonun sonunda martenzit tamamen ikiz olmayan yapıya dönüşmekte ve sonraki yüklemeler yeni mikroyapının elastik deformasyonuna neden olmaktadır. Yükleme altında, tüm martenzit varyantlarının kararlı olması nedeniyle makroskopik deformasyon tutulmaktadır (5. nokta). Malzeme kritik sıcaklığın üzerine ısıtıldığında, % 8'e kadar makroskopik deformasyona müsaade edecek şekilde martenzit-östenit faz dönüşümü başlamaktadır (6. ve 7. noktalar). Soğutma esnasında, östenitten martenzite faz geçişi yüklemesiz meydana gelmekte ve böylece herhangi bir makroskopik değişim gözlenmemektedir (7. ve 1. noktalar). Elektriksel direnç ölçümleri ile tanımlanan  $M_s$  değeri yükleme esnasında kritik gerilim eğrisinin minimum değerine karşılık gelmektedir (Ziolkowski, 2015).

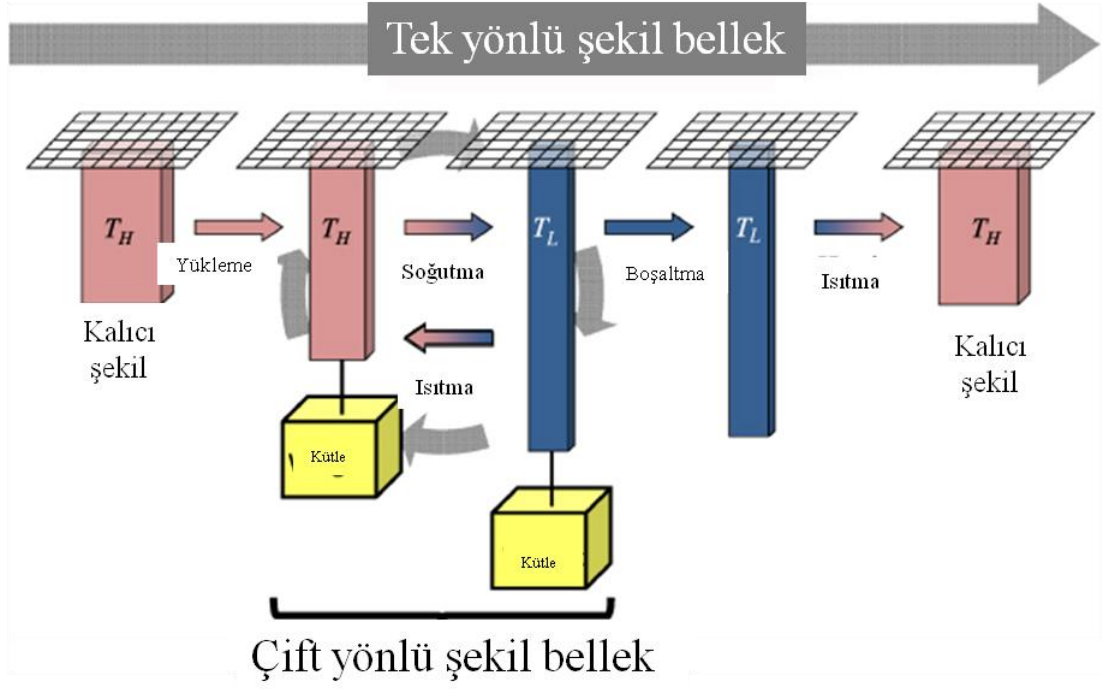


**Şekil 2. 7. Şekil bellek etkisinin gerilim-gerinim-sıcaklık alanları ile birlikte ifadesi (Ziolkowski, 2015)**

**2.2.1.1. Çift yönlü şekil bellek etkisi**

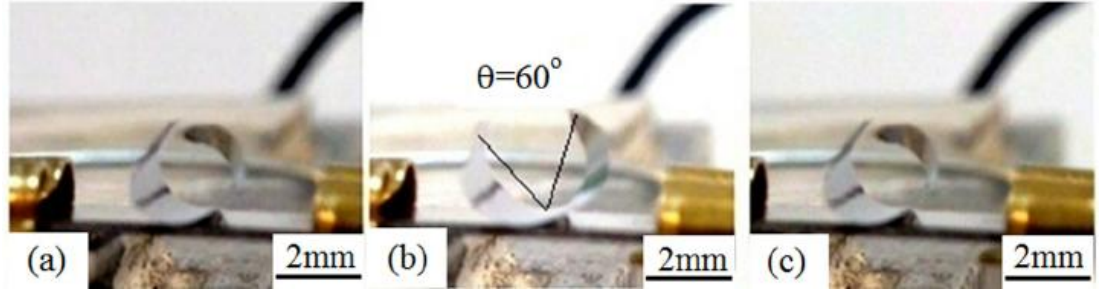
Tek yönlü şekil bellek etkisinde malzeme tarafından sadece yüksek sıcaklıklarda ana östenit fazı hatırlanmaktadır. Herhangi bir yük uygulanmadan malzeme soğutulursa eğer şeklinde hiçbir değişim meydana gelmez. Fakat şekil bellek etkisi gösteren metalik malzemelere bir takım ısı işlemler uygulanması sonucu, çift yönlü şekil bellek etkisi ile martenzitik faz konumundaki şekli de tekrar kazandırılabilir. Bu durumda malzeme ana östenit fazındaki dış şeklini ve bunun yanısıra martenzitik fazındaki dış şeklini de hatırlar. Çift yönlü şekil bellek etkisi malzemenin, hem soğuk hem de sıcak fazdaki iki farklı şeklini hatırlayabilme kabiliyeti ile ilgilidir. Bu özellik, sıcaklıklardaki basit değişimin, ilave yük uygulanmasını gerektirmeden malzemenin iki şekil arasında kolayca hareket edebilmesini sağlar (Ziolkowski, 2015).

Normal koşullar altında şekil bellekli alaşım yüksek sıcaklık şeklini hatırlamakta ve yüksek sıcaklık şeklini kazandırmak üzere ısıtıldığında hemen düşük sıcaklık şeklini untabilmektedir. Bununla birlikte yüksek sıcaklık fazında uygulanan bazı işlemler ile deforme olmuş düşük sıcaklık durumu hatırlatılmaktadır. Çift yönlü şekil bellek etkisi Şekil 2.8 ve Şekil 2.9’da gösterilmektedir.



**Şekil 2. 8. Tek ve çift yönlü şekil bellek etkisinin karşılaştırılması  
(Erkecoğlu, 2016)**

Şekilde gösterildiği gibi uygulanan gerilim değeri küçük ise numune, tek yönlü şekil bellek etkisi ile orijinal şekline tamamen dönmektedir. Bununla birlikte eğer uygulanan gerilim değeri çok büyük ise,  $A_f$  sıcaklığının üzerine ısıtılsa dahi tersinmez kayma oluşur ve orijinal şekline dönme meydana gelmez. Bir sonraki soğutma döngüsünde numune uzatılmaktadır. Sonrasında ise ısıtma ve soğutma işlemleri tekrarlanırsa eğer numune sırasıyla Şekil 2.8'deki 4 ve 5'deki şeklini alır. Böylece numune martenzitik konumda iken 5'deki şeklini hatırlar. Bu durum çift yönlü şekil bellek etkisi olarak tanımlanır. Öte yandan, 3'de uygulanan ağır deformasyon altında dislokasyonlar martenzit konfigürasyonlarını stabilize etmeye başlarlar. Bu dislokasyonlar tersine dönüşüm sonrasında ısıtma sırasında ana fazda var olmaktadır ve etraflarındaki gerilim alanları soğutma esnasında yerleşik düzlem değişkenlerini uyarmaktadır (Erkecoğlu, 2016; Ziolkowski, 2015).

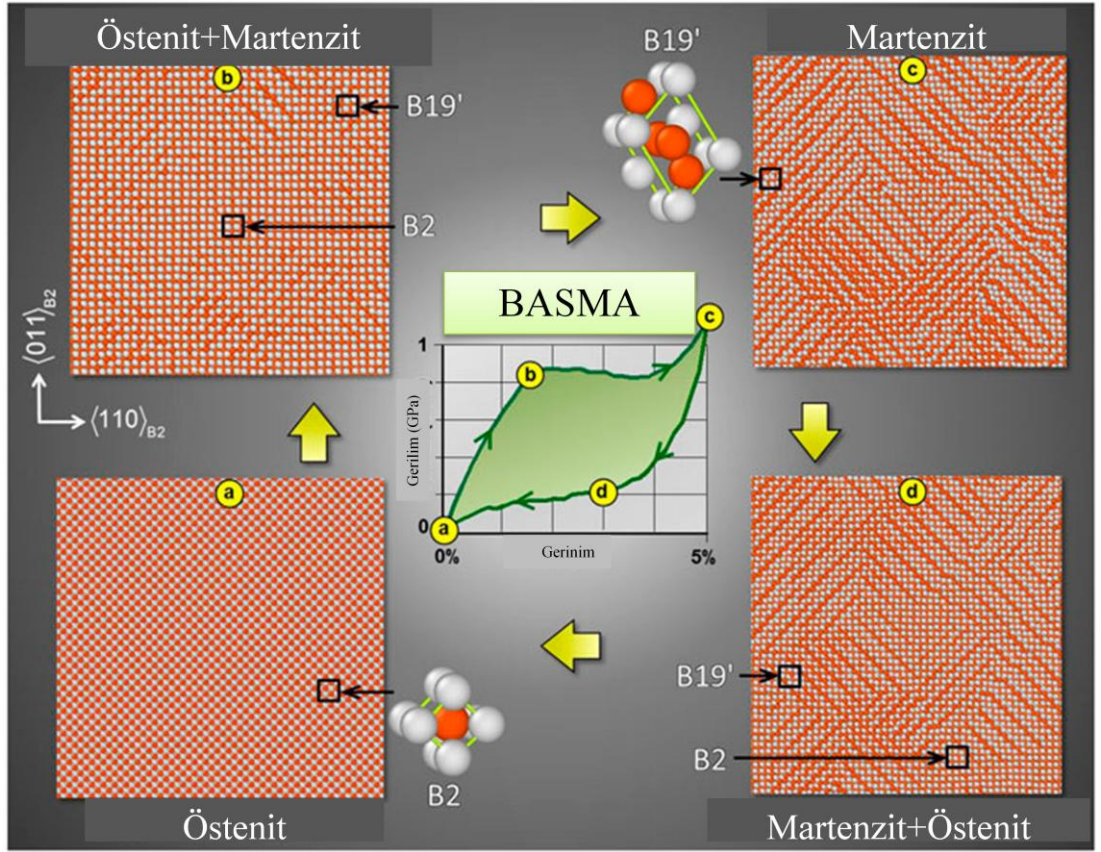


**Resim 2. 1. Çift yönlü şekil bellek etkisinin Ni50.80/Ni45TiCu5 yapıları için gösterimi (Mohri, 2015)**

### 2.2.2. Süperelastik Özellik

Şekil bellekli alaşımların süper elastisite özelliği doğası gereği izotermaldir ve potansiyel enerjinin depolanmasını gerektirmektedir. Bu davranış özellikle gerilim kaynaklı dönüşüm ile ilişkilidir ve şekil bellek etkisine kıyasla sıcaklık değişimlerini gerektirmeden  $A_f$  sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda uygulanmaktadır. Alaşım, östenitik fazda uygulanan bir yükleme ile normal seviyelerinden çok daha yüksek bir şekilde elastik deformasyona uğrayabilmektedir. Şekil 2.9'da gösterildiği üzere a'dan d'ye doğru olan dönüşüm, uygulanan yük etkisi ile östenit fazının ikiz olmayan martenzit yapısına dönüşümünü ve oryante olan martenzit varyantlarının tutulmasını içermektedir. Dislokasyonların plastisitesinin başladığı ikiz olmayan martenzit fazına ait akma gerilim değerine ulaşmadan önce malzemeye uygulanan yük kaldırılırsa eğer, martenzitik yapı tekrar östenit fazına geri dönmektedir. Bu durum makroskopik olarak büyük seviyede bir deformasyon ve gerinim geri kazanıldığı anlamına gelmektedir. Bu esnada gibi yükün uygulanması ve kaldırılması esnasında farklı gerilim seviyeleri nedeniyle malzeme bir histerisis eğrisi göstermektedir. Yüksek miktardaki elastik modülüs ve geri kazanılabilen gerinimlerin yanısıra bu histerisis, mekanik yükleme altında insan kemiğinin yapısal davranışı ile önemli derecede bir uyum sağlamaktadır (Chowdhury ve ark., 2016).





Şekil 2. 9. Basınç altında 300 K'de NiTi alaşımının süperelastik davranışı  
(Chowdhury ve ark., 2016)

### 3. NİKEL TİTANYUM ALAŞIMLARI

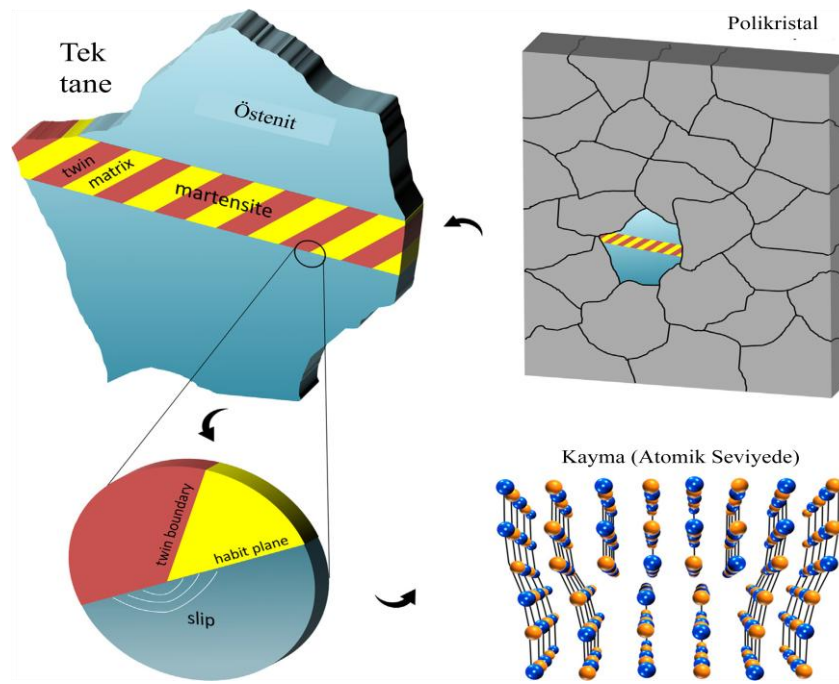
Nikel-Titanyum alaşımlarının termoelastik bir davranışa sahip olduğunun keşfi 1963 yılında William J. Buehler ve arkadaşları tarafından A.B.D. Deniz Savaş Araçları Laboratuvarında termal kalkanlar için kullanılacak intermetalik malzemelerin ısıl ve korozyon davranışlarını incelerken tesadüfi olarak gerçekleşmiştir. 1958 yılında William J. Buehler, A.B.D. Deniz Savaş Araçları Laboratuvarında Subroc UUM-44A füze burun konileri için atmosphere yeniden giriş sırasında yüksek sıcaklıklara dayanıklı metal alaşımlarının seçiminden sorumlu Metalurji alanında uzman bir araştırmacı olarak görev yapmaktaydı. Bu amaçla 12 farklı alaşım seçen ve üzerinde çalışmalar yapan araştırmacı, Nikel ve Titanyum elementlerinin birleşiminden meydana gelen bir alaşımın oda sıcaklığının üzerine ısıtıldığında bir çan gibi çaldığını, oda sıcaklığında ise kurşun benzeri donuk bir ses çıkardığını keşfetmiştir. Böylece farklı sıcaklıklarda aynı malzemede iki farklı tersinir fazın varolabileceği anlaşılmıştır. Fazların oluşturduğu atomik düzenler, ısıtma ve soğutma esnasında farklı seviyede sönümlenmelerin gerçekleşmesine sebep olmuştur. Bu önemli gelişme üzerine alaşımın diğer özelliklerinin tespiti üzerine üstün bir çaba oluşmuş ve malzemenin yorulmaya karşı dirençli olduğu da belirlenmiştir. Sonrasında 1962 yılında araştırma grubu sonuçları yönetim birimine sunmak için alaşımı ince bir tel şekline getirmiş ve sürekli bükerek tekrarlı yüklemeye karşı direncini göstermişlerdir. Fakat toplantı esnasında bir komite üyesinin yanlışlıkla alaşımı ısı ile temas ettirmesi sonucu, bükülü halde olan telin bir anda önceki orijinal düz tel şekline geldiği gözlemlenmiştir.

Bu keşif sonrasında çalışma alanı üniversiteler, araştırma merkezleri ve endüstrilere yayılarak çok sayıda proje ve patentin ortaya çıkmasını sağlamıştır. Bununla birlikte 1960 ve 1970'li yıllarda sınırlı sayıda ticari ürün piyasaya sunulmuş ve sadece ABD Deniz Kuvvetleri F-14 Tomcat savaş uçaklarına yerleştirilen, uçağın hidrolik sistemi için 3000 psi (21 MPa) değerlerine çıkabilen boru bağlantı sisteminde istenen başarı elde edilmiştir. İmalatındaki zorluk (ergime, saflık, işleme ile şekillendirilebilme vb.), yüksek maliyet ve güvenilir tedarikçilerin eksikliği beklenen verimin alınamamasının nedenleri olarak açıklanmıştır. Bu tür birçok

kısıtlamalar olmasına rağmen sonraki on yılda özellikle biyomedikal alanda birçok farklı ürün geliştirilerek pazara sunulmuştur.

1972 yılında alaşım kompozisyonun ortodontik alanda kullanımının uygun olduğu belirlenmiş ve ikinci ticari ürün olarak Unitek Corporation (3M Unitek) şirketi “Nitinol” adı altında Ni-45Ti, (% ağırlıkça) kompozisyonundaki ortodontik diş telini üretmiştir. NiTi alaşımının biyomedikal implant olarak üretimi ilk defa 1981 yılında Çin’de gerçekleşmiş ve kapasitesinin anlaşılması ile sürekli artan bir oranda çok sayıda hastaya kemik implantı olarak uygulanmıştır (Concilio ve Lecce, 2015). 3.1. Ni-Ti Faz Sistemi ve Dönüşüm Özellikleri

Ni-Ti alaşımlarında şekil bellek etkisi ve süperelastik davranışı, termoelastik martenzitik dönüşüm ile ilişkili olarak  $\beta$  fazına sahip B2 ana fazından monoklinik bir B19’ kristal yapısına dönüşüm ile meydana gelmektedir. Bu dönüşüm ana  $\beta$  fazının mikroyapı özelliklerine büyük oranda duyarlıdır. Bu nedenle alaşımın Ni içeriği, yaşlandırma, termomekanik işlemler ve alaşım elementleri ilavesi, yapıyı ve bellek etkisini etkileyebilecek temel unsurlardır.



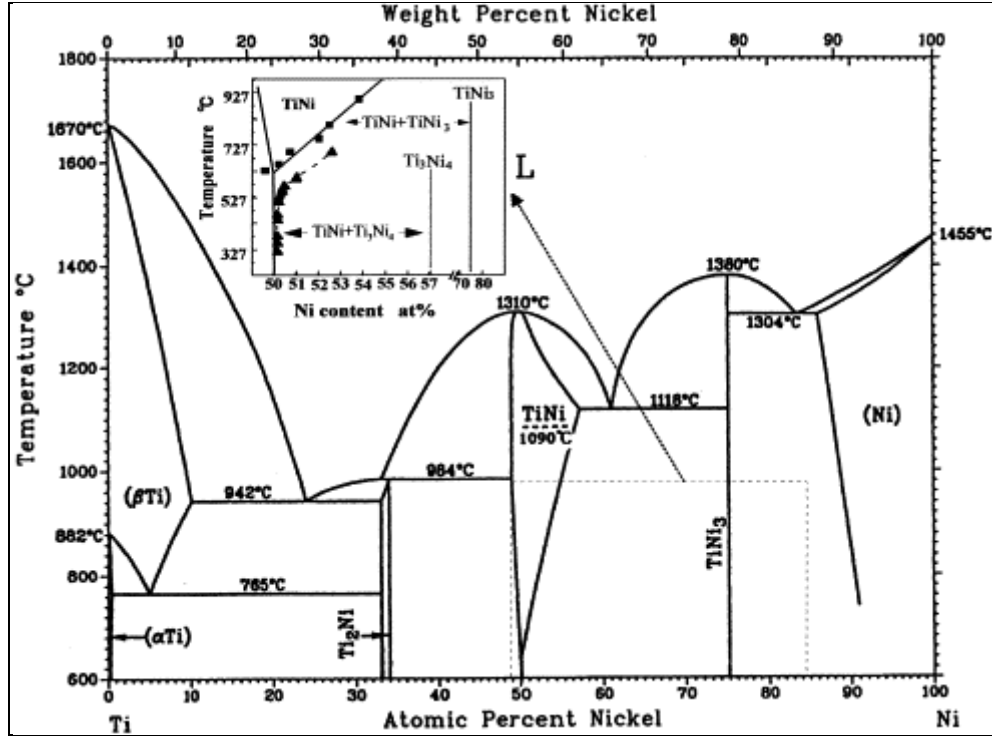
**Şekil 3. 1. Polikristal bir ŞBA bileşenine ait mikroyapı ve kayma hareketinin şematik gösterimi (Chowdhury ve Sehitoglu, 2017)**

Ni-Ti alařım sistemlerinin faz diyagramları, ısıl iřlem ve Őekil bellek uygulamaları gibi ayırt edici özelliklerinin geliřtirilmesi için önem arz etmektedir. Özellikle atomik yüzdesi Ti-50Ni'den Ti-55Ni'e kadar olan alařımlar Őekil bellekli alařımların öncüsü olarak adlandırılmakta ve Őekil bellekli alařımların faz dönüşümleriyle birlikte çökelti oluřum mekanizmalarının anlaşılması için anahtar sistem olarak görölmektedirler. Ni-Ti faz diyagramı üzerine tartıřmalar sistemin oluřturulmasından otuz yıl öncesine dayanmakta ve farklı yaklařımların ortaya çıkması ile birlikte günümüze kadar devam etmektedir **(Povoden-Karadeniz ve ark., 2013)**.

Otsuka ve ark. tarafından revize edilen en güncel Ni-Ti faz diyagramında görölebileceđi üzere denge kořullarında üç temel intermetalik faz bulunmaktadır (Őekil 3.2). TiNi bölgesi sol tarafta  $Ti_2Ni$  ve sađ tarafta  $TiNi_3$  fazları ile çevrilidir.  $TiNi_3$ , sıkı paket hekzagonal (sph) süperlatis ve  $Ti_2Ni$ , her bir birim hücrede 96 atomu bulunan kompleks bir yüzey merkez kübik (ymk) kristal yapısına sahiptir **(Otsuka ve Ren, 2005)**.

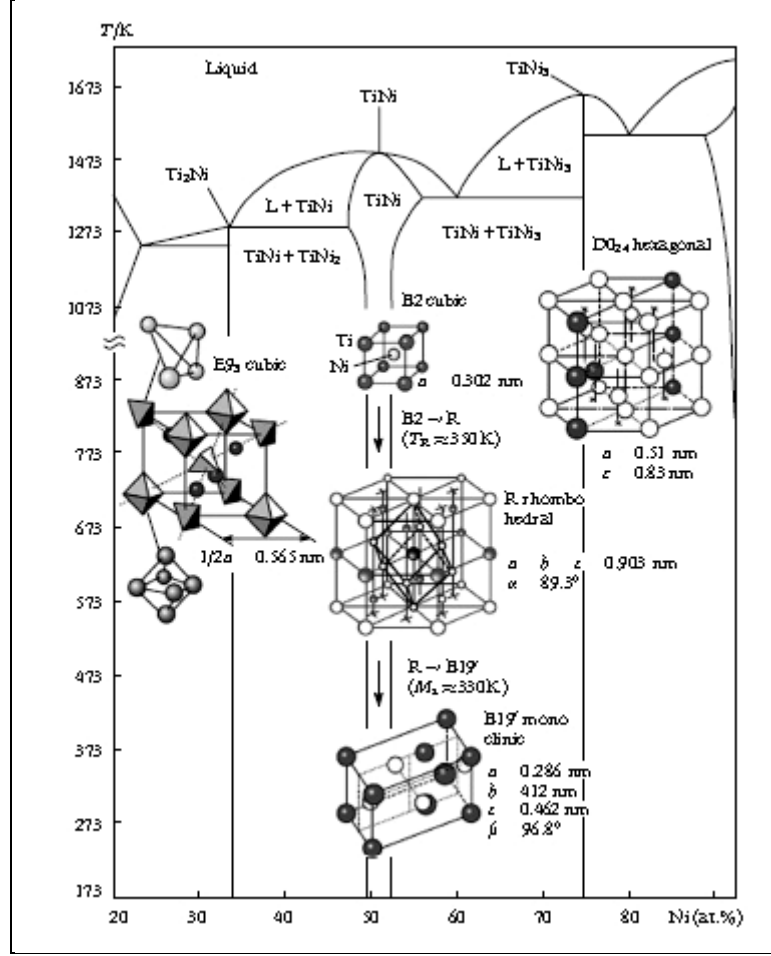
Yaklařık eřit oranda (50-50) atomik yüzdeye sahip bileřik, 1310 °C'de ergimekte ve 630 °C'den itibaren yapıda TiNi denge fazı meydana gelmektedir. TiNi denge fazı, diđer fazlardan farklı olarak martenzitik dönüşümün etkisi nedeniyle düşük ve yüksek sıcaklıkta iki ayrı kristal yapıdan oluřmakta ve bu dönüşüm aynı zamanda alařımın Őekil bellek etkisine sahip olmasını sađlamaktadır. Yüksek sıcaklık östenitik fazı B2 (CsCl) kristal yapısına sahipken, düşük sıcaklık martenzitik fazı daha karmařık bir yapıda 0.3015 nm kafes sabiti ile B19' monoklinik kristal yapısına sahiptir. Diyagrama bakıldıđında titanyumca zengin tarafta "Ti-Ni" sınırı dik konuma yakın bulunmaktadır. Nikelce zengin tarafta çözünürlük 1115 °C'de % 56'ya çıkmakta ve azalan sıcaklık ile birlikte büyük oranda azalarak 500 °C civarında ihmal edilebilir hale gelmektedir. 1090 °C'de B2 fazından hacim merkez kübik (hmk) yapısına düzenli-düzensiz bir geçiř oluřmaktadır. B2 fazı su verme ya da oda sıcaklıđına yavař sođutma esnasında mikroyapıda kalmaktadır. Bu fazın

varlığı martenzitik dönüşümün gerçekleşmesini ve dolaylı olarak şekil bellek etkisinin yapıya kazandırılmasını sağlamaktadır (Garay ve ark., 2003).



Şekil 3. 2. NiTi alaşımları faz diyagramı (Otsuka ve Ren, 2005)

Yaşlandırma işlemi uygulanan Ni-Ti alaşımlarında tek kademeli B2 → B19' dönüşümü gerçekleşmektedir ve dönüşüm sıcaklığı büyük oranda kompozisyona bağlıdır. Nikelce zengin alaşımlarda atomik nikel konsantrasyonunda % 0.1 oranında değişim  $M_s$  sıcaklığını minimum 10 °C kaydırmaktadır. Ti-52Ni alaşımı üzerine yapılan çalışmalar sonucu, yaşlandırma sıcaklık ve süresine bağlı olarak  $Ti_3Ni_4$ ,  $Ti_2Ni_3$  ve  $TiNi_3$  intermetalik fazlarının mikroyapıda yer aldığı tespit edilmiştir. Düşük yaşlandırma sıcaklık ve sürelerinde  $Ti_3Ni_4$  fazı, yüksek yaşlandırma sıcaklık ve sürelerinde  $TiNi_3$  denge fazı, orta sıcaklık ve sürelerde ise  $Ti_2Ni_3$  fazı gözlenmiştir (Pogrebnyak ve ark., 2013).



Şekil 3. 3. NiTi sistemindeki kristal yapılar (Pogrebnjak ve ark., 2013)

### 3.1.1. Kompozisyon değişiminin dönüşüm özelliklerine etkisi

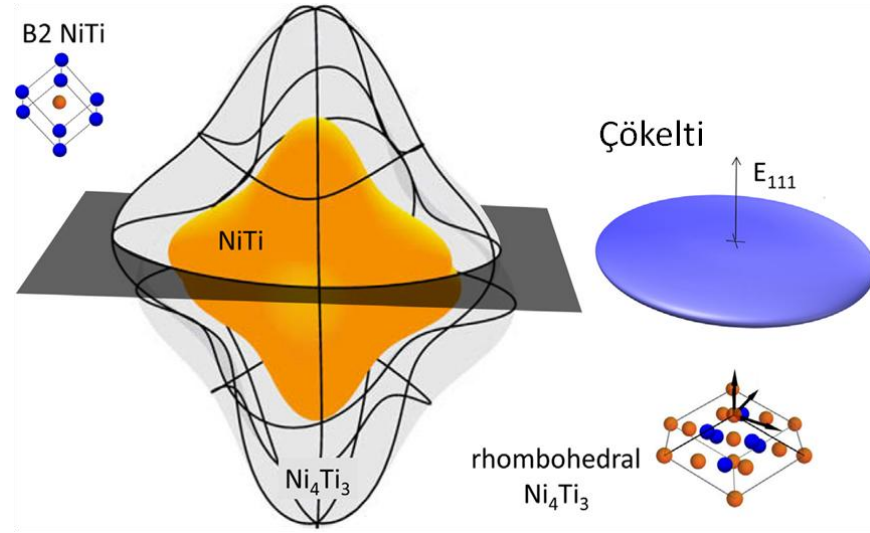
Ni-Ti alaşımlarında meydana gelen martenzitik dönüşüm alaşım elementlerine ve dolayısıyla alaşım kompozisyonuna önemli derecede bağlıdır. Birçok durumda, kompozisyondaki yüzde bir oranındaki değişim ile dahi dönüşüm sıcaklığı 100 K'den daha fazla artabilmektedir. Bu nedenle dönüşüm sıcaklığını değiştirmenin etkili yolu alaşım kompozisyonunu değiştirmektir.

Martenzitik dönüşümden önce elastik sabit  $c'$  değerinde bir yumuşama meydana gelerek sıcaklık düşmektedir. Deneysel çalışmalar, elastik sabitin dönüşümün meydana gelmesi için kritik bir değerde bulunduğunu fakat bu kritik değer kompozisyon değişimine duyarlı olmadığını göstermiştir. Diğer taraftan alaşım ilavesi ile kafes dinamik özellikleri değiştiği için elastik sabit  $c'$ , hem sıcaklık hem

de kompozisyonlara bađlı durumda olmaktadır. Gnmze kadar Ni-Ti ikili sistemlerine nc bir elementin etkisi birok arařtırmacı tarafından arařtırma konusu olmuřtur. Sonular, alařıma ilave edilen elementlerin genellikle dnřm sıcaklıđını dřrdđn fakat Pd, Pt, Au, Zr ve Hf elementlerinin dnřm sıcaklıđını ykselttiđini gstermiřtir.

Alařım elementleri sadece dnřm sıcaklıđını deđil, aynı zamanda dnřm sonucunda oluřan yapıları ve dnřm rotasını da deđiřtirmektedir. rneđin Ti-Ni alařımı direkt olarak bir B2–B19’ dnřmne uđrarken, alařıma Fe elementinin etkisi ile system iki ařamalı bir B2–R– B19’ dnřm gstermektedir. Diđer bir rnek olarak alařıma Pd ilavesi ile bařlangı ařamasında dnřm sıcaklıđı azalmakta fakat yksek Pd konsantrasyonlarında dnřm sıcaklıđı artan Pd oranı ile ykselmektedir. Ayrıca dnřm B2–B19’ yerine B2–B19 řeklinde gerekleřmektedir **(Li ve ark., 2015)**.

Alařım elementlerinin bir diđer etkisi kelti fazları oluřturarak sertlik mekanizmasına katkı yapmalarıdır. B2 konumunda alařıma uygulanan zeltiye alma ve hemen sonrasında hızlı sođutma iřlemleri ile mikroyapıda nano ve mikro boyutta keltiler oluřabilmektedir. Bu keltiler, Orowan benzeri sertleřtirme mekanizması yaratacak řekilde B2 matriksinde dar kanallar oluřturmaktadır. Bununla birlikte matriksle uyumlu keltiler mikroyapıda nemli bir gerinim meydana getirerek sertleřtirme mekanizmasına katkıda bulunmaktadır. Alařım zeltiye alma sıcaklıđından sođutulursa eđer, termodinamik olarak daha kararlı Ni<sub>3</sub>Ti<sub>2</sub> ve Ni<sub>3</sub>Ti yapılarının yanısıra kaba Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> keltileri de meydana gelmektedir. Alařımdaki nikel ieriđi arttıka B2 fazında zeltiye almak iin gerekli sıcaklık deđer de artmaktadır. rneđin NiTi alařımına Hf ilavesi alařımda sertleřtirici etkisi olan Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> keltisinin ayrılma kinetiđini azaltmakta ve daha byk atomik boyutu nedeniyle katı zelti sertleřtirmesinin oluřmasını sađlamaktadır **(Hornbuckle ve ark., 2015)**.



**Şekil 3. 4.. B2 NiTi matrisi ve Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> çökelti yapısının karşılaştırılması**  
(Chowdhury ve Sehitoglu, 2017)

Nitinol alaşımlarında partiküller genellikle yapıdaki titanyumun reaktivitesine ve alaşım imalatında kullanılan ergime yöntemi ile ilişkilidir. İndüksiyon ergitme ile üretilen alaşımlar yüksek oranda homojen olmasına rağmen grafit potlardan gelebilecek karbon nedeniyle kontaminasyona uğrayabilmektedir. Ark ile ergitilen alaşımlar ise induksiyon ile ergitilen alaşımlar kadar homojen olmamakla birlikte daima ikincil Ni<sub>x</sub>Ti<sub>y</sub> fazlarını oluşturmaktadır. Bu intermetalik fazların oksijene olan ilgilerinden dolayı özellikle Ti elementi ile 400-800 ppm aralığında oksitler oluşabilmektedir. Mikroyapıda oluşan partiküller ya da porozite gerilim yoğunlaşması için süreklilikleri oluşturmakta ve içerikleri martenzitik dönüşümün geliştirilmesi için kritik olabilmektedir. Tel şeklindeki nitinol alaşımlarında inklüzyonlar ve bu tür oksitli partiküller matris içinde 6 µm uzunluğunda ve 2 µm çapında, beyaz kontrastlı, homojen dağılımlı, iğnemsî yapılar şeklinde görülmektedir (Shabalovskaya ve ark., 2008).



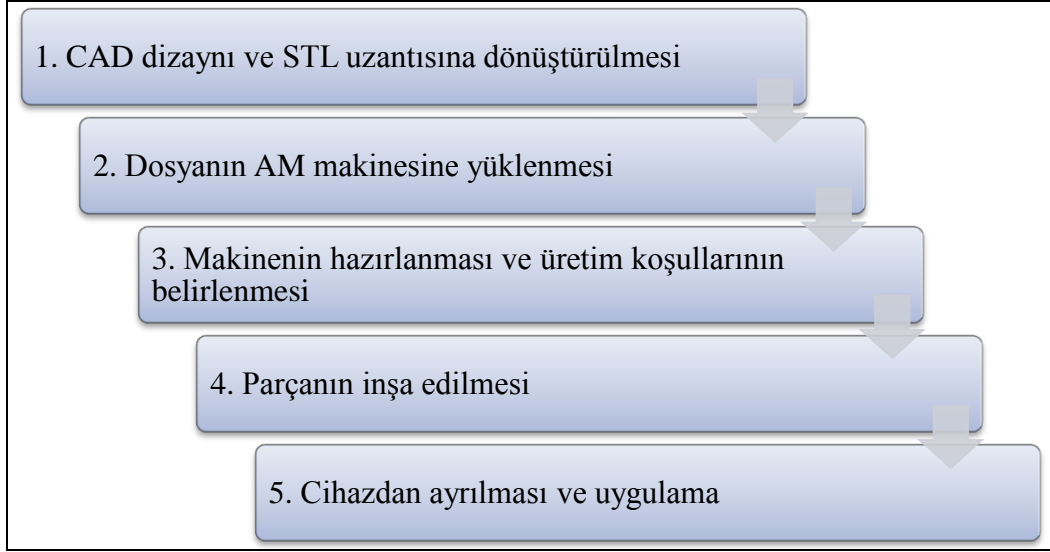
#### 4. KATMANLI ÜRETİM

Genellikle imalat teknolojisi, eksiltmeli imalat teknolojisi, şekillendirmeli imalat teknolojisi ve katmanlı imalat teknolojisi olmak üzere üç ana kategoriye ayrılır. Eksiltmeli imalat teknolojisinde, malzemede istenen geometriyi elde etmek için istenmeyen kısımlar işleme prosesleri ile uzaklaştırılırken; şekillendirici imalat teknolojisinde, parçanın geometrisi döküm, kalıplama ve şekillendirme gibi dış kuvvetler altında değiştirilir. Üçüncü metot, bu iki yöntemde olduğu gibi, malzemeyi eksilterek nihai parçanın elde edilmesinden ziyade, malzemenin eklenmesi esasına dayanarak istenen parça geometrisinin oluşturulduğu katmanlı imalat teknolojisidir (Gebhart, 2016).

Katmanlı üretim, kullanıcılar tarafından işlemin muazzam teknolojik yeteneğini tanımlamakla sınırlı olduğunun fark edilmesine kadar, hızlı prototipleme ve 3B baskı terimleri olarak endüstride uzun yıllar kullanılmıştır [30]. AM teknolojisinin uygulama seviyesi, hızlı prototipleme ve hızlı üretim olmak üzere iki kategoride sınıflandırılır. AM teknolojisinin bir parçası olarak, hızlı prototiplemenin asıl amacı, nihai ürün dışında prototipler ve modeller gibi fiziksel parçaları meydana getirmektir. Öte yandan, son parçalar AM teknolojisi ile üretilirken, uygulamanın adı “hızlı üretimi” olarak adlandırılır (Gibson ve ark., 2015).

Terimler arasındaki karmaşıklığı gidermek amacıyla AM tanımı ve terminolojisi ASTM alt komisyonu tarafından yeniden düzenlenmiş ve tüm AM kullanıcıları için bilgisine sunulmuştur. Bu terminolojiye göre, katmanlı imalat (AM), “eksiltmeli imalat teknolojilerinin aksine, 3B modelden nesne üretmek için malzemelerin katman katman birbirine eklenmesi esasına dayanan bir birleştirme prosesi” şeklinde tanımlanmaktadır. Bununla birlikte, katmanlı imalat, katmanlı proses, katmanlı teknikler, eklemeli imalat ve katma tabaka imalatı, katman imalatı ve serbest biçimli imalat, eş anlamlıları olarak ifade edilmiştir (Kaynak: <http://www.astm.org/COMMITTEE/F42.htm>).

AM sürecinde hedeflenen parçayı üretmek için, malzemeler CAD verilerine göre katmanlı bir biçimde üst üste eklenmektedir. Dolayısıyla, arzulanan parça geometrisinin bir 3B tasarım olarak tanımlanması ve katmanların geometrik bilgisinin oluşturulması dikkate alınması gereken temel faktörlerdir. Katmanlı üretim tekniklerinde proses metodları ya da kullanılan ham madde türü farklı olabilmesine rağmen, imalat, Şekil 4.1’de gösterildiği gibi, beş esas aşamadan oluşmaktadır.



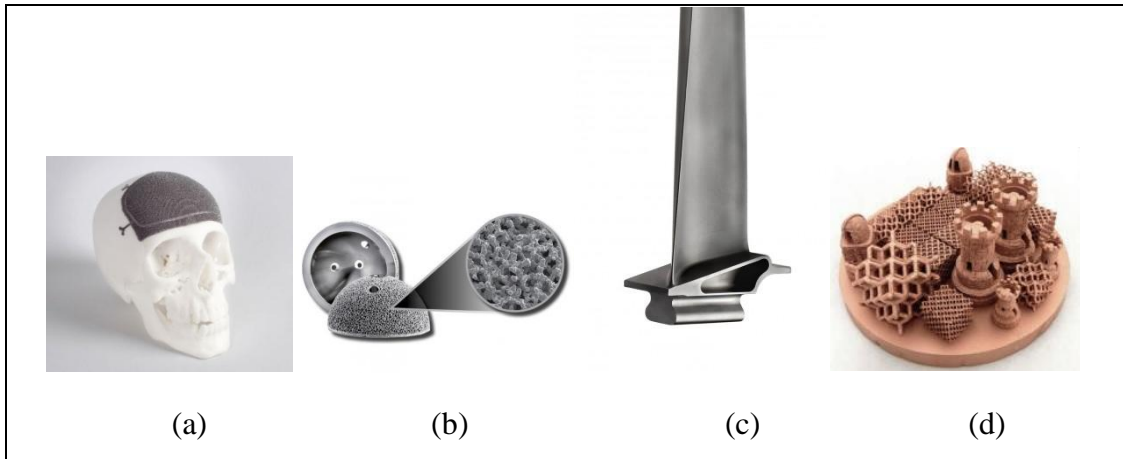
**Şekil 4. 1. Katmanlı imalat yöntemleri için temel proses aşamaları**

AM süreçleri CAD modelleme adımı ile başlar ve tüm süreç, proses girdileri ve proses çıktıları olarak iki ayrı aşamada değerlendirilebilir. Proses girdileri, AM cihaz donanımı, yazılımı, parça geometrisi, tarama stratejisi, proses parametreleri, inşa haznesi atmosferi ve ham madde olarak kullanılan toz kalitesidir. Proses çıktıları ise, elde edilen parçanın mekanik ve fiziksel özelliklerinin yanı sıra girdi aşamasındaki CAD dizaynı ile geometrik uyumluluk, parça içindeki kusurlar ve ikincil işlemler olarak sıralanmaktadır. Özellikle kusurlar ve oluşum mekanizmaları parçanın kalitesini belirler. En yaygın kusur olan tanecik gözenekliliği, delaminasyon, kalıntı gerilim, çatlak oluşumu nedenleri ve bulunma miktarları, uygulanan proses girdileri ile ilgili olarak açıklanmaktadır (Sames ve ark., 2016). Enine kesitteki dik çatlaklar, teknolojinin çalışma prensibinden kaynaklanmakta, sıcak katman üzerine soğuk malzemenin etki etmesi ısıl ve mekanik gerilmelere neden olmaktadır. Bu tür çatlak türlerine ayrıca, mikro çatlakların içerisinde salınan aşırı yüksek ısıl gerilmeler neden olmaktadır (Loeber ve ark., 2011).

#### **4.1. Elektron Demet Ergitme Teknolojisi**

Elektron Demeti Ergitme literatürde kısaca EBM olarak geçen yöntem, 1990'lı yılların sonlarına doğru İsveç Chalmers Teknoloji Üniversitesi'nde geliştirilen ve Arcam AB firması tarafından 2000'li yılların başlarında ticarileştirilen bir katmanlı üretim teknolojisidir. Bu konuda ilk çalışmalar Ralf ve OveLarson'un bir hızlı prototipleme cihazını icat etmeleri ve 1993 yılında metal tozlarının elektron demeti kullanılarak katmanlar halinde kaynaklanmalarını sağlayan patentin kabulü ile başlamıştır. İsveç'te bahsedilen gelişmeler sonrasında firma "CAD to Metal" adı ile 4.8 kW güce sahip elektron demet tabancasının bulunduğu, elektronların kinetik enerjisi ile metal tozlarının ergitildiği cihazını pazara sunmuş ve ortaklaşa gerçekleşen yeni çalışmalar sonucunda teknoloji dünya çapında yaygınlaşmaya başlamıştır (**Karlsson, 2015; Cansizoglu, 2008**).

EBM yönteminde, tam yoğunluklu metalik üç boyutlu parça yapılarının hızlı prototip şeklinde tek kademede katman katman üretimi gerçekleştirilmektedir. Bu hususta, parçanın dizaynı, özel cihaz yazılımları kullanılarak iki boyutlu düzlemlere aktarılması, toz partiküllerinin yüksek enerjiye sahip elektron demetleri kullanılarak ergime yolu ile bir araya getirilmesi ve katman katman bir bina inşasına benzer şekilde yapının oluşturulması esasına dayanmaktadır (Altug ve Gulsoy, 2014). Günümüzde EBM tekniği, başta Ti6Al4V alaşımları olmak üzere CoCr alaşımları, Ti-48Al-2Cr-2Nb alaşımları, TiAl alaşımları, H13 takım çeliği, Ni-bazlı süper alaşım sistemleri (Inconel 625, 718 ve Rene 142) ve saf bakır olmak üzere birçok metal ve alaşımlarının prosesinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Karlsson ve ark., 2013; Horn ve Harrysson, 2013; Cormier ve ark., 2014; 2012; Frigola ve ark. 2014). Benzersiz özelliklere sahip kişiye özel geometrideki titanyum biyomedikal implantların EBM yöntemi ile üretilebilirliği yöntemin önemini ortaya koymaktadır (Şekil 4.2) (Cheng ve ark., 2012; Koike ve ark., 2011; Khalid ve ark.).



**Şekil 4. 2. EBM ile üretilen parça örnekleri; a) Kişiye özel Cranio-Maxillofacial implant, b) asetabular component (Arcam AB: <http://www.arcam.com/solutions/orthopedic-implants/>), c) Düşük basınçlı türbin kanadı in  $\gamma$ -TiAl (Arcam AB: <http://www.arcam.com/solutions/aerospace-ebm/>), d) Bakır yapıları (Frigola ve ark. 2014).**

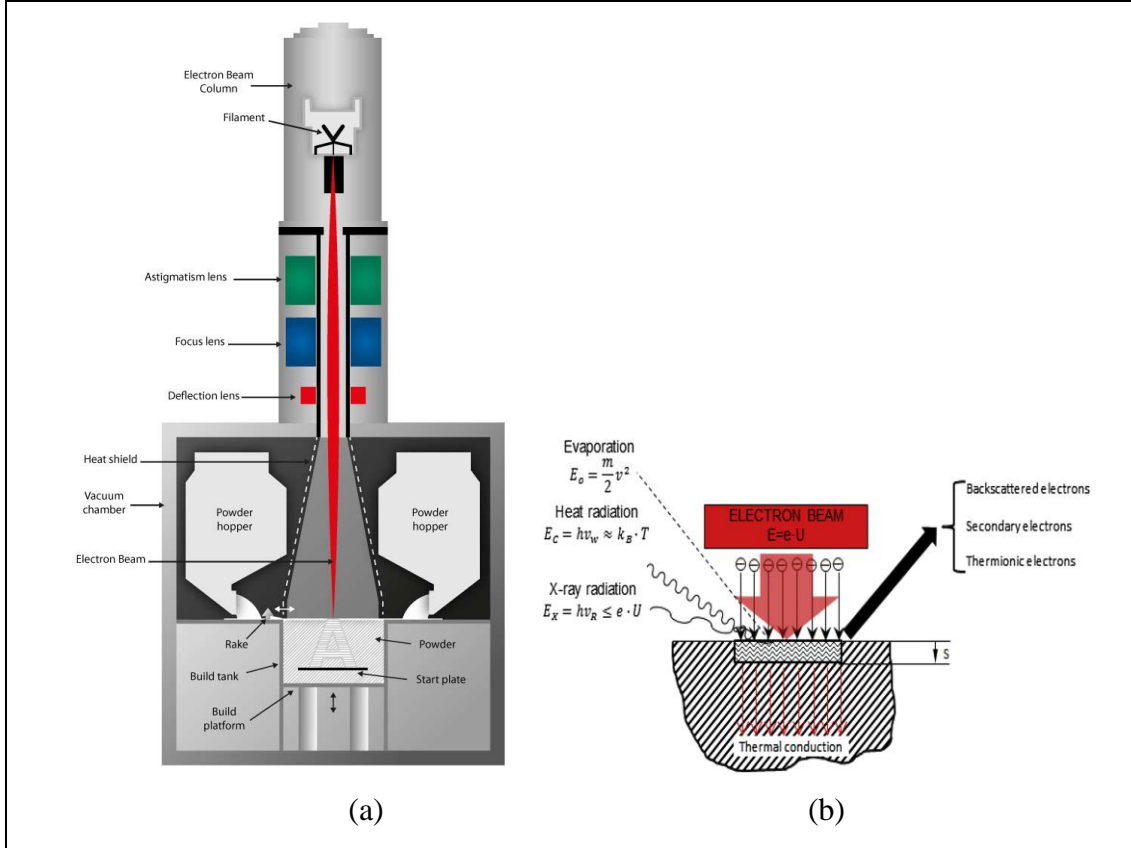
Prosesi bir bütün olarak bakıldığında, enerji kaynağı olarak elektronların kullanılması ve elektron-malzeme etkileşimi arasındaki etkileşim nedeniyle çalışma prensibinin Tarama Elektron Mikroskobu (SEM) ve Elektron ışın kaynağı (EBW) ile

benzerliđi göze çarpmaktadır (Şekil 4.3. a-b). Proses kapsamında elektron tabancası tarafından elektron demeti üretilmektedir. Elektron tabancası, elektron demet ünitesinin içinde ve haznenin en üst noktasında bulunmaktadır. Katot, anot ve elektromanyetik odaklama lensleri sistemin diđer bileşenleridir. EBM cihazında demetin hizalanması ve platforma yönlendirilmesi, çalışması tabanca içindeki filamana akım gönderilmesiyle başlar ve tel 2000-2700 K sıcaklıklarına kadar ısıtılır. Elektronlar, katot ve anot arasındaki elektrik alanın etkisiyle 60 keV enerji değerine ulaştıktan sonra elektron demetini meydana getirirler ve hazne içinde hızlandırılırlar. Elektronların katot ve anot arasında hızlandırılmasıyla ortaya çıkan enerji, parçayı meydana getirecek metal tozların ergimesi için gerekli ısıyı oluşturmaktadır. Demet parametrelerini ve yönlenme durumunu kontrol etmek için manyetik üç farklı lens ve bobin kullanılmaktadır. Tüp içerisinde en üstte bulunan birinci lens astigmatizmi düzeltmek ve Gauss enerji dağılımı ile dairesel bir elektron demeti yaratmak için kullanılır. İkinci lens odaklama lensidir ve demeti 0.1 mm değerindeki küçük bir noktaya odaklar. En sondaki saptırma lensi, parçanın inşa edileceđi alan üzerinde elektron demetini taramaktadır.

EBM prosesinde, elektronların yüksek ısıdaki filaman tarafından üretilmesinden dolayı tüm EBM sistemi vakum sistemi ile korunmaktadır. Sisteme yüksek saflıkta helyum gazı enjeksiyonu yapılarak bir vakum atmosferi oluşturulur. He enjeksiyonunun bir sonucu olarak, inşa odasının basıncı 0,3 Pa değerinde artırılır ve inşa hacminin elektrik yüklemesi azaltılır (Murr ve ark., 2010). Vakum sistemi ile son derece temiz ve kontaminasyonlardan uzak bir ortam sağlanmaktadır. Ayrıca vakum, işlem süresince proses sıcaklığının yükseltilmiş sıcaklıklarda tutulmasını sağlayan bir yalıtkan görevi de görür.

Vakum çemberi içinde parçayı inşa etme aksamaları bulunmaktadır. Sol ve sağda birer adet toz besleme hunisi yer alır. Huniler işlemde kullanılan, önceden hazırlanan metal tozlarının tutulmasını sağlar. Hunilerin alt kısmında inşa tablası bulunur ve uç kısmındaki taraklar ile huni içindeki tozlar tabla üzerine kontrollü bir şekilde beslenir. Tablanın orta hizasında alt kısımda bir tank bulunur. Tankın içinde bulunan platform inşa süresince z yönünde aşağı yönde hareket ederek üst kısımda yeni

katmanların oluşturulmasını sağlar. Elektron demeti ile her bir tabakanın ergimesi kendi içinde çok adımlı bir işlemdir. Filamandan saçılan elektronlar manyetik alanın etkisi altında katmanların oluşturulacağı plaka şeklindeki altlığa doğru hızlandırılırlar. Öncelikle gelen elektron demeti ile altlık görevi görecek başlangıç plakası hızlıca taranarak ısıtılır. Proses sıcaklığı plakanın altına yerleştirilen bir termokupl ile ölçülmektedir (Sames ve ark., 2016).



Şekil 4. 3. a) ARCAM EBM sisteminin (Arcam AB:

<http://www.arcam.com/technology/electron-beam-melting/hardware/>), b) elektron-

malzeme etkileşiminin şematik (Weglowski ve ark., 2016).

Başlangıç tablası görevi gören çelik bir platform üzerine 45-100  $\mu\text{m}$  boyutlarında küresel metal tozlarının tarak yardımıyla yayılması ve ilk katmanın oluşmasıyla EBM süreci başlar. Hızlandırılan elektron demeti ile sırasıyla bir katman taranarak ergitildikten sonra, belirlenen kalınlıkta ikinci katmanı oluşturmak üzere yeni tozlar gönderilmektedir. Tozların önceki katmanlara düşük ısıl gerilimle

eklenmesini ve sinterlenmesini sağlamak amacıyla katmanlar arasında ön ısıtma yapılmaktadır. Bir katmanın ergitilmesinden sonra diğer katmanı oluşturmak üzere yeni metal tozları ilave edilir ve bu şekilde CAD tasarımına bağlı olarak nihai parça inşa edilene kadar döngü devam eder. Hazne içerisinde ergimeyen metal tozları, parçalara desteklendirici görevi görürler ve katılma sonrasında kolayca sistemden ayrılarak sonraki parçanın üretiminde tekrar kullanılırlar. Proses parametreleri optimize edildikten sonra farklı metal tozlarının cihazda kullanımı mümkün olmaktadır. Toz boyutu, iletkenlik ve buharlaşma, toz seçimi parametrelerin kontrolü için önemli faktörlerdir (Wooten ve ark. 2008; Murr ve ark., 2009). Toz üretim tekniği bu özellikler üzerinde büyük bir etkiye sahiptir. Metal bazlı AM teknolojileri için gaz atomizasyonu ve plazma atomizasyonu olmak üzere çeşitli teknikler ile toz üretimi için kullanılır. Atomizasyon yöntemlerine göre, toz şekilleri (düzensiz, küresel veya uydular vb.), boyut dağılımı ve gözeneklilik miktarı değişiklik göstermektedir. Küresel parçacıklar ve daha küçük parçacık boyutu, toz akışkanlığını ve görünür yoğunluğu artırmaktadır (Sames ve ark., 2016). Bu bağlamda, AM proseslerinde kullanım alanına sahip tozlar için Tablo 4.1'de sınıflandırılması verilen bazı toz karakterizasyon yöntemleri kullanılmaktadır.

**Tablo 4. 1. Toz karakterizasyon türleri ve uygulama yöntemleri** (Altug-Peduk ve ark., 2017)

Karakterizasyon Türü	Uygulama Metodu
1. Toz Yoğunluğu ve Akış Hızı Ölçümleri	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Titreşimli Yoğunluk</li> <li>• Görünür Yoğunluk</li> <li>• Akış Hızı</li> </ul>
2. Tane Boyut, Şekil ve Dağılım Analizi	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Optik Mikroskop (OM)</li> <li>• Lazer Difraksiyonu</li> <li>• X-Ray Bilgisayarlı Tomografi</li> </ul>
3. Kimyasal Analiz	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS)</li> <li>• X-Ray Fotoelektron Spektroskopisi (XPS)</li> </ul>
4. Mikroyapısal Karakterizasyon	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tarama Elektron Mikroskopisi (SEM)</li> <li>• Geçirimli Elektron Mikroskopisi (TEM)</li> </ul>

	• X-Ray Difraksiyonu
--	----------------------

#### 4.1.1. Toz özellikleri

Günümüzde, EBM yöntemi dahil olmak üzere metal esaslı katmanlı imalat yöntemleri için metalik tozlar genellikle Plazma Atomizasyonu, Plazma Sferidasyonu, Vakum İndüksiyon Ergime, İnert Gaz Atomizasyonu (VIGA) ve Elektrot İndüksiyon Ergime İnert Gaz Atomizasyon (EIGA) yöntemleriyle üretilmektedir (**Linxi, 2014**). Uygun maliyetli, orta ve küçük tane boyutu, dar parçacık boyutu dağılımı, iyi akışkanlık ve düşük oksijen içeriğine sahip küresel tozlar bu teknikler kullanılarak elde edilebilmektedir. Bu özelliklere sahip ince toz taneleri ile yapılan üretimde, düşük elektron demet boyutu ve tabaka kalınlığı seçilmesi ile üstün bir yüzeye sahip parçaların elde edilmesi mümkündür (**Dutta, 2014; Hiemenz, 2006; Yan, 2015; Hoeges, 2015; Kruth, 2010**). İnce ve orta fraksiyonlu tozlar, yüksek enerjiyi absorbe eden ve geniş bir ön ısıtma yüzey alanı sağlar. Katmanlı üretim için en ideal olan toz şekli, mükemmel akış hızı özellikleri, yüksek paketleme yoğunluğu ve proses sonrasında kolayca eleme işleminden geçirilerek yeni görünüm kazanabilmesi özellikleri sahip olan küresel tozlardır. Yukarıda bahsedilen yöntemler arasında, küresel şekilli ve kısmen uydu yapılarına sahip tozların imalatına imkan sağladığı için genellikle gaz atomizasyon yöntemiyle üretilen tozlar tercih edilmektedir. Öte yandan, teknolojinin emekleme aşamalarında su atomizasyonu ile üretim denenmiş fakat oksidasyona sebep olabileceği için vazgeçilmiştir. Bu yöntemde, yüksek hızdaki su, erimiş metale daha fazla enerji aktardığı için kaba şekilli toz parçaları ortaya çıkmaktadır (**Wong, 2012; Arce, 2012**). Diğer bir özellik tane boyut dağılımıdır. İyi bir partikül boyutu daha ince katmanların oluşmasını ve nihai yapılarda pürüzsüz yüzeylerin elde edilmesini sağlamaktadır. Tablo 3.1, farklı toz boyutlarının tozların temel karakteristiklerine etkisini özetlemektedir.

**Tablo 4. 2. AM için farklı toz boyutlarının kalitatif sınıflandırması (Koike ve ark., 2011)**



	<25µm	<45µm	25-75 µm	45-100 µm
Toz Boyutu	Mükemmel	Çok iyi	İyi	Orta
Küresellik	Mükemmel	Mükemmel	Mükemmel	Mükemmel
Akışkanlık	Çok yetersiz	Çok yetersiz	Çok iyi	Çok iyi
Paketlenme Yoğunluğu	Yetersiz	İyi	Çok iyi	Çok iyi
Empürite İçeriği	Yetersiz	Orta	İyi	Çok iyi
Dönüşüm Kabiliyeti	Mükemmel	Mükemmel	Mükemmel	Mükemmel

EBM yönteminde proses süresince kullanılan tozlar, işlem sonunda inşa haznesinden ayrılarak eleme aşamalarından geçirildikten geri dönüştürülebilmekte ve bir sonraki üretimde tekrar kullanılabilir. Diğer bir açıdan bakıldığında, EBM tarafından üretilen numunelerin özellikleri, onları hazırlamak için kullanılan alaşım tozunun oksijen içeriğinden etkilenmektedir. Oksidasyondan kaçınmak için, tüm süreç boyunca sistem vakum atmosferi altında tutulmaktadır. Çalışmalar, geri dönüştürülmüş alaşım tozlarının ilk defa kullanılan tozlardan daha yüksek oksijen içerdiğini ve oksijen nüfuziyetinin geri dönüştürülebilirlik için en önemli sınırlayıcı faktör olduğu gösterilmektedir. Bu durum ile ilgili olarak, imal edilen EBM parçalarının sertlik, mukavemet ve uzama gibi mekanik özellikleri ve ısıl özellikleri oksijen içeriği ve pürüzlü toz yüzeylerinden önemli ölçüde etkilenir (**Niñerola, 2015; Axelsson, 2012**). Ti-6Al-4V alaşımının geri dönüşüm tozlarından üretildiği araştırmalar, alüminyum hariç, alaşımın elemental bileşimlerinde belirgin bir farklılığın olmadığını göstermiştir. Bununla birlikte, SLM ve EBM ile üretilen numunelerin fiziksel ve mekanik özelliklerini karşılaştıran diğer çalışmalarda, tozun nominal oksijen içeriği ~% 0.12 iken, geri dönüşümlü EBM tozu nominal değerden (~% 0.34) 3 kat daha yüksek oksijen içeriği göstermiştir. Bu nedenle EBM numunesinde, SLM numunesine göre, arayerde bulunan oksijen etkisi sonucu nispeten daha yüksek mikro sertlik değeri ile elde edilmiştir (**Murr ve ark., 2009**). Kirshner ve ark. tarafından, Ti-6Al-4V alaşım tozunun 10 üretimden daha fazla geri

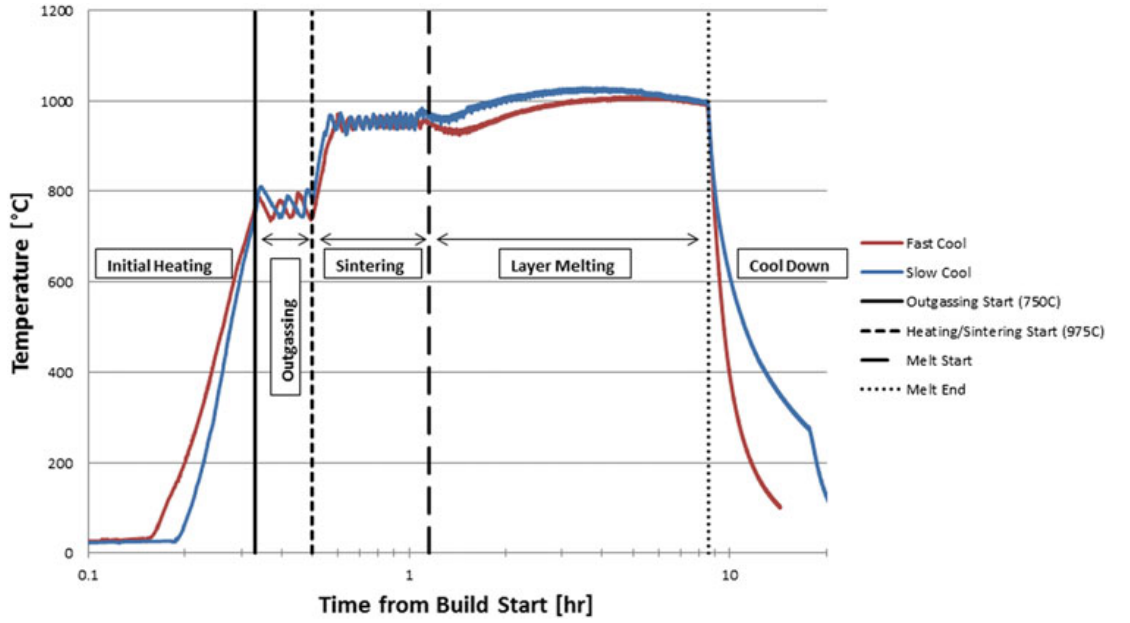
dönüştürülmesinden sonra gözlemledikleri en belirgin deęişiklik, oksijen seviyesinin 1430 ppm'e yükselmesi olmuştur. Ayrıca, oksijen kalınlığı artan geri dönüşüm sayısı ile artmaktadır. Bunun dışında, birkaç kez geri dönüşümden sonra, yığılmış tozların ayrılması aşamasında yüzeylerde küçük deformasyonlar gözlemlenebilmektedir. Bu problem, her bir geri dönüşüm aşamasında düşük oksijen içeriğine sahip daha az miktarda yeni toz ile karıştırılarak çözülmektedir (**Kirchner ve ark., 2014**).

#### 4.1.2. Proses aşamaları

EBM yönteminde tek ısı kaynağı bir elektron demeti olduğundan ısı transferi, sabit inşa sıcaklığı ile ergime davranışı arasındaki ilişki ile açıklanmaktadır. EBM cihazlarından herhangi biri düşünüldüğünde, iki ana ısı aktarımı olduğu görülmektedir. Bunlar; demetten başlangıç plakasına doğru ısı dağılımı ve başlangıç plakası yüzeyinden sinterlenmiş toz tabakasına ısı transferidir. Bu durumda, inşa edilen parçanın üst yüzeyi radyasyon yoluyla ve parçayı çevreleyen sinterlenmiş toz yüzeyleri iletkenlik yoluyla enerji kaybını kontrol etmektedir. Öte yandan, Arcam EBM makinelerinde teknik olarak dört aşamanın uygulanmasıyla parça üretimi sağlanmaktadır. Bunlar sırasıyla; plakanın ısıtılması, tozun ön ısıtılması, destekler ve ergime aşamalarıdır.

EBM prosesi aşamalarında ölçülen hacmin sıcaklığı, zamana bağlı olarak yatay bir eğriyle kontrol ekranına aktarılır. Şekil 4.4'de, Inconel 718 alaşımı için, ilk ısıtma, sinterleme, tabaka ergirme ve soğutma gibi katmanların oluşturulması için dört ana aşamadan oluşan tipik bir ısı profiline yer almaktadır. İlk ısıtma aşamasında, altlık plakası, istenen başlangıç sıcaklığına ulaşılan kadar yayılan ısı tarafından ısıtılır. Isıtma aşamaları sırasında, sistemde ısının dağıtılması için yeterli şarj verilmektedir. Gaz çıkışı aşamasından sonra, termal salınım gerçekleşir ve tekrar malzemenin sinterleme sıcaklığına kadar ısıtılma başlar. Gerçek katman ergitme işlemi, tozun platform üzerine tarak-diş düzeneği yardımıyla başlar ve her bir tabakanın oluşması için inşa boyunca tozun taranarak yayılması, ön ısıtma, toz ergitme ve ergitme sonrası ısıtma aşamaları tekrarlanır. Ön ısıtma aşaması, Ön Isıtma 1 ve Ön Isıtma 2 olarak sınıflandırılır. Bu iki aşama arasındaki en büyük fark toz

sinterleme alanlarıdır. Ön ısıtma 1, tüm toz alanının hafifçe sinterlenmesini sağlarken, Ön Isıtma 2, yalnızca ergiyen alanlar için bölgesel toz sinterleme sağlar. Bu işlevlerin haricinde, Ön Isıtma 1, yüksek yüzey sıcaklığında şarjın dağılmasına katkıda bulunur ve Ön ısıtma 2, dumanlanma riskini azaltır ve daha pürüzsüz eritme elde eder. Ergime aşaması, çevresel ve çevresel arası kütlelerin ergitilmesini kapsamaktadır. Isıl çevrim bileşenlerinin özellikleri, proses özelliklerine göre değişir. Özellikle maksimum demet akımı, minimum demet akımı, odak mesafesi ve çizgi sırası, hem ön ısıtma hem de ergitme aşamaları için ortak parametrelerdir (Tan ve ark., 2015; Sames ve ark., 2014).



Şekil 4. 4. Inconel 718 alaşımı için proses aşamaları (Sames ve ark., 2014).

#### 4.1.3. Proses parametreleri

Diğer katmanlı imalat yöntemlerinde olduğu gibi EBM tekniğinde de proses değişkenlerinin mikroyapı, fiziksel ve mekanik özelliklere etkisini anlaşılması en önemli unsurdur. EBM yönteminde proses değişkenleri inşa ara kademesinde ve inşa esnasında olmak üzere iki gruba ayrılmaktadır. İnşa ara kademesindeki değişkenler çoklu imalat süreçlerinde etkili olurken, inşa esnasındaki değişkenler genellikle bir parça için uygulanmaktadır. İnşa ara kademesindeki değişkenler ham madde olarak kullanılan tozların kimyasal özellikleri ve inşanın gerçekleşeceği platformun sıcaklığıdır. İnşa esnasındaki başlıca değişkenler ise ergiyik havuz

boyutu, enerji giriři, bölgesi ve ynlenmesidir. Bu deęiřkenler kendi ilerinde de birbirlerini direkt veya dolaylı olarak etkilemektedir (**Antonysamy, 2012**).

#### **4.1.3.1. Demet-toz etkileřimi**

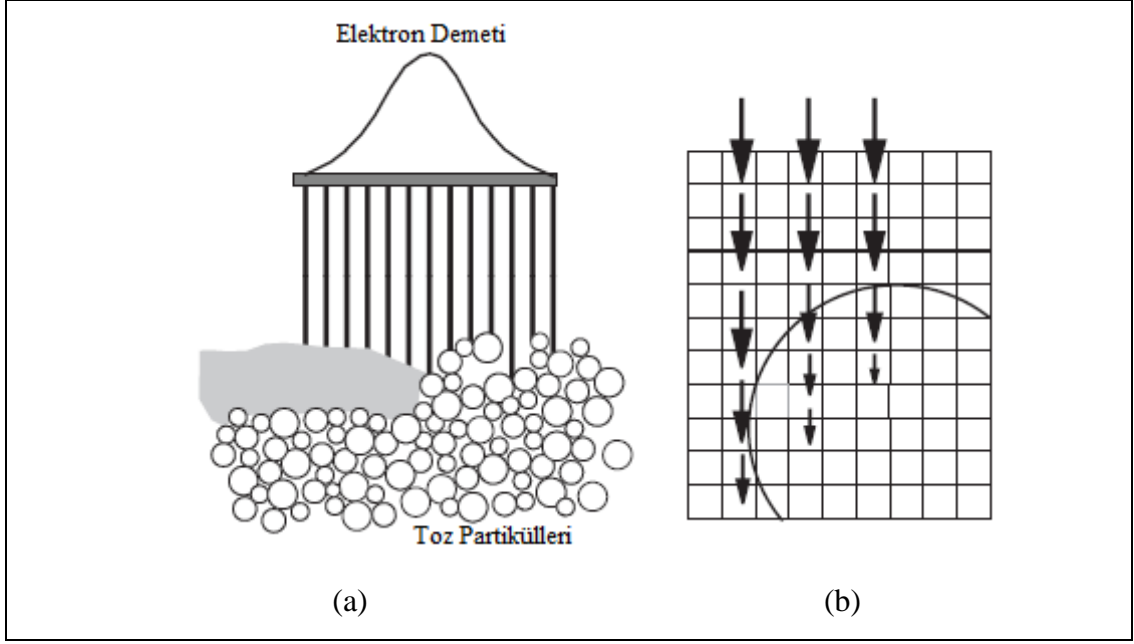
EBM parametrelerinin belirlenmesinde ve geliřtirilmesinde demet doęrultusundaki g yoęunluęu ve bununla baęlantılı olarak toz yoęunluk daęılımı nem kazanmaktadır. Hızlandırma volajının sabit olduęu dřnlrse eęer toz yoęunluk daęılımının tanımlanması iin elektron demetindeki akım yoęunluk daęılımının llmesi gerekmektedir. Matematiksel olarak ideal kořullardaki akım yoęunluęu Őekil 4.5.a ve b’de Őematik olarak gsterildięi zere an benzeri bir Gauss daęılım eęrisi gstermekte ve bu eęri aynı zamanda demet apını da tanımlamaktadır. Elektron demet hareketi Gauss daęılımı (normal daęılım) ile gsterilmekte ve EBM cihazlarında Gauss Őeklindeki elektron demetleri kullanılmaktadır.

Normal daęılım iin srekli olasılık fonksiyonu Eřitlik (3.1) ile ifade edilmektedir:

$$I(x, t) = \frac{P}{\sqrt{2\pi}\sigma'} \exp \left( -\frac{(x - vt)^2}{2\sigma'^2} \right) \quad (4.1)$$

Burada I demet g yoęunluęu,  $v$  demet hızı,  $\sigma'$  standart sapma ve P toplam demet gcdr. Eřitlik (3.2)’de imalat srecini karakterize eden dięer bir nemli parametre olan izgi enerjisi ( $E_L$ ) deęeri gsterilmektedir:

$$E_L = P / v \quad (4.2)$$



**Şekil 4. 5. Partikül numune etkileşimi. a) Toz tabakası ve ergiyik havuzu içinde demetin absorpsiyonu, b) Toz partikülleri içerisinde demet absorpsiyonu**  
(Attar, 2011)

Elektron demet sisteminde elektronların enerjisi malzeme ile ilk temas ettiği bölgede neredeyse tamamen absorbe edilmektedir (Şekil 4.5.b). Demet, bir toz partikülüne ya da ergiyik havuzuna dokunduğunda ise enerji absorpsiyonu aşağıdaki Eşitlik (3.3)'te belirtilen eksponansiyel Lambert-Beer absorpsiyon kuralını izlemektedir. Eşitlikte  $\lambda_{abs}$  absorpsiyon katsayısını ve  $1/\lambda_{abs}$  absorpsiyon derinliğini ifade etmektedir (Attar, 2011).

$$\frac{dI}{dz} = -\lambda_{abs}I \quad (3.3)$$

EBM prosesinin simülasyonu, proses parametrelerinin anlaşılabilmesi için diğer bir önemli konudur. Genellikle mekanik bir modelden süreçlerin ve olayların simülasyonu bir matematiksel ve/veya bilgisayar destekli modelleme gerektirmektedir (Munteanu ve ark., 2011). Lattice-Boltzman methodu, serbest yüzey akışkanlıklarının kullanıldığı, özgün toz partiküllerini içeren ve tozların mikroskopik boyutta çözümlenmesini sağlayan bir simülasyon yöntemidir. Bu

yöntem; ısı iletimi, ergime, katılaşma ve yüzey gerilimi ile bağlantılı ergiyik yapının akışkanlar mekaniği gibi birçok fiziksel olguyu içinde barındırmaktadır. Bu nedenle yöntemde demet etrafındaki ergime prosesi simule edilmektedir. Malzemenin özellikle katı ve sıvı fazları, sıvı ergiyik havuzunun hareketi ve elektron demeti çevresindeki ısı dağılımı, katılaşma davranışının yanısıra demet ve toz etkileşimi hakkında da yaklaşımlarda bulunulmasını sağlamaktadır (**Scharowsky ve ark., 2012**).

#### **4.1.3.2. Toz yatağı karakteristikleri**

Elektron demet ergitme prosesinde gerekli ısı, partiküllerin kinetik enerjisi tarafından sağlanmaktadır. Düşük kütleyle sahip partikülleri kullanmanın dezavantajı bir kinetik enerji dönüşümünün elektriksel yük taşıyan elektronların en önemli özelliklerinden etkilenmesidir. Elektriksel yükler elektriksel alan etkisi altında elektronları hızlandırmakta böylece metalin ergitilmesi için gerekli miktarda enerji kazanılmaktadır. Elektronlar, atomları çevreleyen kabuklar üzerinde farklı enerji seviyelerinde bulunmakta ve metalik yapılarda dış kabuktaki en zayıf elektronlar kristal kafes içerisine doğru hareket ederek iletkenlik özelliğini sağlamaktadır. Bu elektronlar bir potansiyel bariyer ile kristal kafese bağlıdırlar ve bu nedenle metal yüzeyinden kaçamazlar. Potansiyel bariyeri aşmak için gereken enerji metalin ısıtılmasıyla sağlanır. Proseste termal emisyon ile elektron tabancası içerisindeki metal, uygulanacak bir negatif voltaj ile elektron demet kaynağı olmaktadır.

İtici elektron kuvvetlerinin, parçacıkların toz yatağına tutunma kuvvetlerinden daha fazla olduğu durumlarda tozların elektrostatik saçılması oluşmakta ve toz yatağı içerisinde dumanlanma meydana gelerek gözenekliliğe yol açabilmektedir. Parçacıkların toz yatağından çıkması, ergime aşamasından önce ergime yüzeyinin hızla taranması ve daha sonra az miktarda sinterlenmesi ile anlaşılmaktadır (**Murr, 2010**).

Elektron tabancası çok küçük bir noktadan yüksek hızda elektron geçişini sağlamaktadır. Odak mesafesi, elektromanyetik lenslerin odağı derecelendirmesini değiştirilerek kontrol edilebilir. Demet gücünün sabit tutularak demet genişliğinin

azaltılması, demet yoğunluğunu arttırır ve böylece toz yatağının yüzey sıcaklığı önemli derecede yükselir. Bu davranış, daha küçük bir demet genişliğiyle daha derin bir ergiyik havuzu oluşturur. Ayrıca demet, aynı çizgi enerjisinde daha küçük bir ışın çapı kullanarak daha hızlı hareket eder (**Attar, 2011**). Bu değişkenlerin birbirleri ile etkileşim içindedir. Örneğin, ergiyik havuz boyutunun arttırılması soğutma oranını düşürür. Ergime havuzunun boyutunun yanı sıra artan enerji girişi nedeniyle, malzemenin tane boyutu daha yüksek değerler sergiler ve mekanik özellikleri zayıflamaya başlar. İnşa plakasının merkezi, bir ısı kaynağı ile doğrudan etkileşimden dolayı en sıcak alan kabul edilir ve sıcaklık, plakanın dışına doğru radyal olarak azalır. Bu nedenle merkezde inşa edilen parçaların iç kısımlardan daha iyi bir mikroyapısal ve mekanik özellikler elde edilmektedir (**Hrabe ve Quinn, 2013**).

Demet bazlı katmanlı imalat yöntemlerinde başarılı bir sonuç elde edebilmek için ergiyik havuz geometrisini kontrol etmek gerekmektedir. Elektron demetlerinin oluşturduğu ergiyik havuzu oldukça dinamiktir ve sıvı metalin yüksek yüzey gerilimi ve düşük viskozitesi ile kontrol edilmektedir. Sistemdeki yüksek güç girişi ve yüksek tarama hızları nedeniyle EBM prosesinde imal edilen parça kalitesini arttırabilmek için, proses parametrelerinin her bir katman için ayrı ayrı değerlendirilmesi gerekir. Malzeme özellikleri, toz yatağı karakteristikleri, demet gücü, tarama hızı, tabaka kalınlığı proses parametrelerini ve parça kalitesini etkileyen en önemli faktörlerdir. Örneğin, doğru olmayan ısı aktarımı nedeniyle inşa plakasında, ön ısıtılan tozlar yüzeye yapışabilir ve kaba bir yüzey oluşturabilir. Ayrıca, yüksek enerjili ergiyik havuzu, dağ vadisi yapısı olarak gözlemlenen bazı taşmalara neden olabilir (**Vandenbroucke ve Kruth, 2007**). Terrazas ve ark. tarafından EBM prosesi ile niyobyum yoğunlunu geliştirmek üzere yapılan bir çalışmada demet hızı, ortalama akım ve elektron demetinin odak mesafesi olmak üzere üç farklı kombinasyonda toplam dokuz adet parametre grupları oluşturulmuş; üretilen parçaların yoğunluk değerinin bir fonksiyonu olarak sonuçlar değerlendirilmiştir (**Terrazas ve ark., 2014**). Yüksek demet akımı, düşük tarama hızı ve düşük odak dengesi ergiyik havuzunda tozun sinterlenmesi için daha fazla enerji sağlamaktadır. Yavaş tarama hızı daha uzun sürer ve sinterleme için daha etkili olabilir. Yüksek odak mesafesi,

demet aniden odaklamadığından ergiyik havuzunun enerji yoğunluğunu azaltır. Ergiyik havuzunun enerji yoğunluğu ( $\rho, \text{Ws/m}^3$ ), ışın gücü (P), tarama hızı (S.S) ve odak mesafesinin bir fonksiyonu olarak aşağıda verilen eşitlikte tanımlanmaktadır. Burada, “t” tabaka kalınlığını (mm) ve “h” iki tabaka arasında tarama mesafesini ifade etmektedir (**Vandenbroucke ve Kruth, 2007**).

$$\rho = \frac{P}{(S.S)(t)(h)}$$

(3.4)

Toz paketlenme yoğunluğu da ergiyik havuzunu etkileyen bir unsurdur. Düşük paketlenme yoğunlukları, toz yatağında yüksek bir başlangıç porozitesinin oluşmasına neden olmakta ve malzemede ergime sonrasında büyük oranda bir büzülme gerçekleşmektedir. Toz paketlenme yoğunluğu azaldığında, yüksek miktardaki porozite nedeniyle toz katmanları arasındaki ısı iletkenlik azalmakta; sıvı havuzdaki akışkan konveksiyonu ve ısı yayılımı özellikle aşağıya doğru gelişmektedir. Böylece sıvı havuz derinleşmekte ve paketleme yoğunluğunun azalmasıyla daha geniş bir alana yayılmaktadır. Bu nedenle iyi bir ergiyik havuz geometrisine sahip olabilmek için yüksek paketleme yoğunluğu kaçınılmaz bir unsurdur.

Daha ince partikül boyutu, nihai yapıda daha ince katmanların oluşmasını sağlamaktadır. Toplam eriyik havuz boyutu, tozların ortalama çapından daha büyük değilse eğer ergime yapısı, yüzey enerjisini azaltmak için tamamen küresel bir şekle dönüşür. Çizgi enerjisini değiştirirken, çizgi gücü ve demetin tarama hızı da değişmektedir. Çizgi enerjisi düştükçe, tabakalar arasındaki bağlantıyı ve yüzey kalitesi iyileştirmektedir. Tarama hızını düşürme durumunda, sabit ışın koşulunda hat enerjisi artar. Artan hat enerjisi esas olarak küçük damlacıkların oluşumuna neden olur. Bu artan enerji değeri ile damlacıklar da büyür ve ergiyik yapının yüzeyini oluşturmak için kılcal kuvvetlerin ısıtma, yakalama ve güçleri ile birleşirler. Tabakalar arasında ergimiş havuzun katılmasıyla birlikte, yeni toz tabakaları yüzeye yayılır. Bu aşamada toz yatağı ön ısıtma sıcaklığında bulunmaktadır. Proses, parça tamamlanıncaya kadar aynı şekilde tekrarlanır. Ergime aşamasındaki hız



fonksiyonu, demet hızı ile akım arasındaki bir ilişki olarak tanımlanır. Artan akım, parça geometrisine ve kalınlığına bağlı olarak, ergimiş havuz eğrilerinin sabit bir derinlikte tutulmasını sağlamak amacıyla demet hızını artırmaktadır.

Islatma özellikleri, ergiyik havuzunun oluşumunu ve dolayısıyla proses değişkenlerini önemli oranda etkiler. Islatma koşulları, sadece ergiyik havuzunun şeklini değil, aynı zamanda katı toz parçacık etrafında daha büyük bir ısı transferi sağlayarak eriyik havuzunun boyutunu da etkiler.

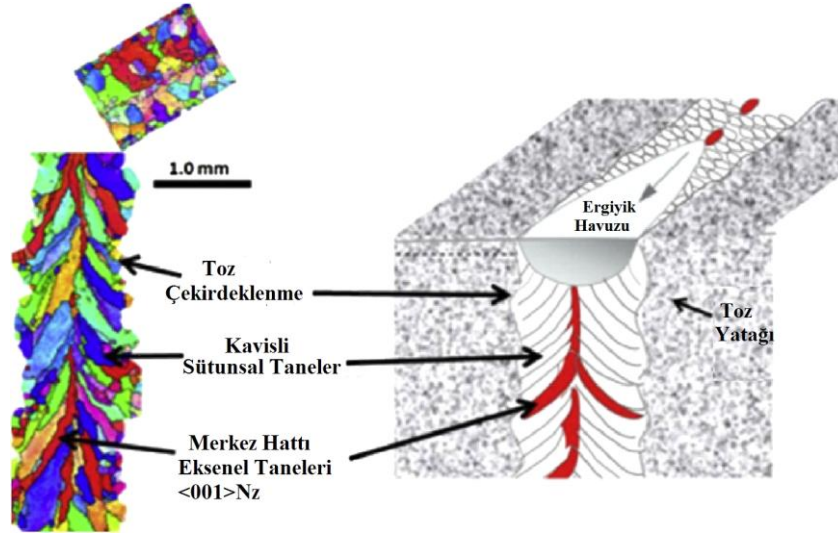
Yüzey gerilimi EBM sürecini etkileyen bir parametredir. Genellikle sıvı metal, yüzey gerilimi etkisi altında küresel bir şekle sahip olma eğilimindedir. Farklı yüzey gerilimi değerleri eriyik havuzundaki sıvının akışkanlık davranışını değiştirir ve yüzey kalitesi olumsuz etkilenir. Daha küçük yüzey gerilimi böylece daha iyi bir yüzey kalitesine neden olur. Yüzey gerilimi değeri, yabancı elementlerin eklenmesi gibi birçok faktöre bağlı olarak değişebilir. Malzemenin yüzey gerilimi de sıcaklığın bir fonksiyonudur. Bu nedenle, eriyik havuz sıcaklığının artırılması, yüzey gerilimi katsayısının doğrusal olarak artmasına neden olur (**Attar, 2011**).

#### **4.1.3.3. Tarama ve depolama stratejisi**

EBM tekniğinde, parçalar yatay ve dikey yönlendirilmekte ve nihai ürün özelliklerinin, proses sırasındaki yönlendirme mekanizmasına göre değişmesi beklenir. Elektron ışınlarının birikmesi sırasında, ısı kaynağı önceden belirlenmiş yolu izler. Dolayısıyla, tarama stratejisi ve biriktirme stratejisi, işlem parametrelerinin geliştirilmesi için çok önemli hale gelir. Tarama stratejileri tek yönlü, çift yönlü ve alansal tarama olarak sınıflandırılır. Alansal tarama, toz özelliklerine bağlı olarak genellikle her bir tabaka arasında, belirli bir açıyla döndürülerek uygulanabilir. Proses kaynaklı porozite oranını ve tane boyutunu azaltmak için, ısı kaynağı güç ve hızının optimizasyonu tarama stratejisi için çok önemlidir. Depolama hızı ve ısı kaynağının hızı, belirli bir pasoda biriktirilen malzemenin miktarı ile ilgilidir. Biriktirme stratejisinin değişimi proses kusurlarını azaltmak için yararlı bir yöntem olarak düşünülmektedir (**Sames ve ark., 2016**).

EBM parçaları için, inşa yönüne doğru yönlendirilmiş epitaksiyel çökeltilerin, yüksek mekanik özellikler için mükemmel olduğu ve proses parametrelerinin

kontrolü ile kontrol edilebileceği varsayılmaktadır. Kristalografik düzlemlerde büyüme yönünün belirlenmesi, sıcaklık gradyanı (G), büyüme oranı (R) ve soğuma ( $\Delta T$ ) gibi temel katılaşma parametrelerine dayanmaktadır. Epitaksiyal katılaşmada ideal büyüme yönü, katı ile sıvı arasındaki termal gradyanın normal hizasına geldiği şekilde ortaya çıkar. Proses esnasında, inşa haznesi içinde, her bir eriyik haldeki metal katman, ısı etkisi altında mikroyapıda parçacıkların epitaksiyel büyümesi ve çekirdeklenmesinin bir sonucu olarak oluşturulur. Metalin soğutma aşamasında, çekirdeklenme mekanizmasına dayanan geçiş sıcaklığında sıcaklık düşüşü, faz dönüşümleri gerçekleşir ve yeni dönüşüm evreleri oluşur (**Formanoir ve ark., 2016**). Eş eksenli tanelerin çekirdeklenme işlemi, yüksek termal gradyanlarda artışa neden olur. Katılaşma yapısındaki bu davranış eş eksenli yapıdan sütunsal yapıya geçiş şeklinde ifade edilir. Farklı türdeki malzemelerin katılaşma davranışları üzerine yapılan çalışmalar, katılaşma soğuma hızlarının ve ısıl eğimlerin, demet hızı kadar elektron demeti gücü veya lazer gücü ile de değiştirilebileceğini ortaya koymaktadır. Özellikle Ti-6Al-4V alaşımlarında artan demet gücü and azalan demet hızı, potansiyel bir sütunsaldan karma/ eş eksenli mikroyapısına geçişi öngörmektedir (Şekil 4.6).



**Şekil 4. 6. Ti6Al4V alaşımlarında  $\beta$ -tane yapısı oluşumu (Antonysamy, 2012)**

Artan demet gücünün termal gradyanı düşürmesi nedeniyle, eriyik havuzunun derinliklerinde, katılaşma hızındaki artış sonucu, sütunsal mikroyapıya rastlanabilmektedir (**Bontha ve ark., 2006**). Bu geçiş, AM'in yanısıra döküm, tek kristal bileşenlerin kaynağı ve lazer kaplamayı içeren pek çok alanında

kullanılmaktadır (**Bontha ve ark., 2009; Kurz, 2001, Boettinger ve ark., 2000**). Ayrıca yönlenme, uygun işlem parametreleri ve yeni yüksek sıcaklık malzemelerinin ve çok bileşenli alaşımların geliştirilmesine yol açacak katılma mekanizmalarının kapsamlı bir şekilde anlaşılması ile kontrol edilebilir (**Blecher ve ark., 2013**). Diğer taraftan, katılma haritası, katılma mikroyapısını tahmin etmek ve ergiyik havuz boyutlarını kontrol etmek için kullanılır. Genellikle, katılaştırma haritaları deneysel kalibrasyonlar ve özel simülasyonlar ile gerçekleştirilir. Haritalardaki y eksenini, termal gradyan vektörünün büyüklüğü olan G'ye karşılık gelir ve x eksenini R katılma oranını tanımlar. R, G'yi soğutma oranına bölmek suretiyle hesaplanır. Katılma haritalarında bulunan taneli morfolojiler tam eş eksenli (her yönde aynı boyut), karışık veya tam olarak sütunlu (bir yönde uzatılmış) olabilmektedir (**Gockel ve ark. 2013**).

#### 4.1.3.4. Tabaka kalınlığı

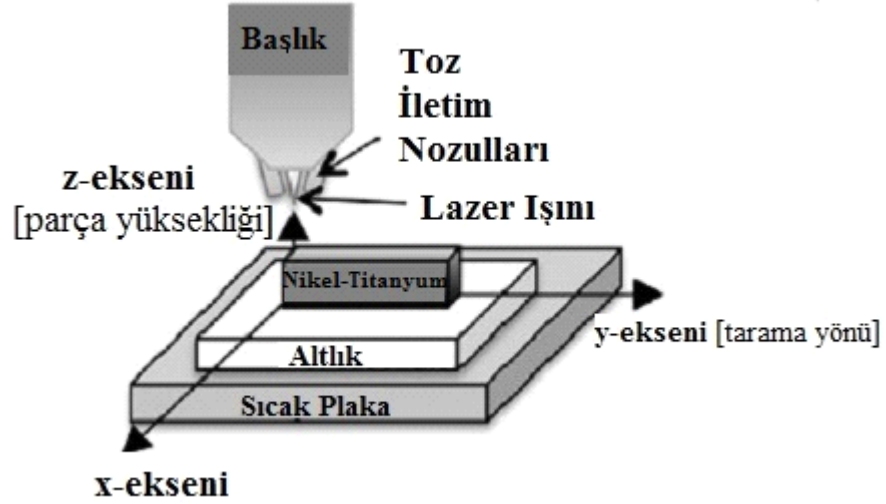
Tabaka kalınlığı, AM yaklaşımındaki bir başka ana proses parametresidir. Çünkü, malzemenin birikme hızı, z eksenindeki yüksekliği (tabaka kalınlığı) ile doğrudan ilişkilidir. Tabaka kalınlığı, toz yayılma miktarıyla tanımlanmaktadır. Yayılma aşamasında toz, tarak şeklindeki metal bir kol ile platforma dağıtılır (**Murr, 2015**). Üretilen parçanın geometrik uygunluğu doğrudan bu özellikle ilişkilidir. Katman kalınlığının artırılması, katmanlar arasındaki bağın azalmasına ve merdiven basamak etkisinin oluşmasına neden olur. Tam yoğunluklu parçaların üretiminde toz tabakası, daha sıkı bir bağ ile kütleli yapılar elde etmek için oldukça ince olmalıdır. Bu nedenle, tarama sırasında, elektron demeti tarafından gerekli enerjinin yüzeye kolayca aktarılmasıyla birlikte, bir önceki katmanın ergimesine olanak sağlanır. Artan tabaka kalınlığı ve demet gücü, daha büyük bir ergime havuzu oluşumuna neden olur ve parçadaki yüzey pürüzlülüğü artar. Sonuç olarak, inşa edilen parçaların yüzey kalitesini iyileştirmek için, daha küçük tane boyutu ve homojen bir toz boyut dağılımının yanısıra tabaka kalınlığı değerleri mümkün olduğunca düşük seçilmelidir. Hrabina ve ark. Arcam S12 makinesinde, gaz atomize 70 µm ortalama tane boyutuna sahip Ti-6Al-4V tozlarını kullanarak yaptıkları çalışmada, toz boyutunun soğutma hızını değiştirerek inşa edilen parçanın mikroyapı ve mekanik özelliklerinin boyuttan etkileyebileceğini belirtmişlerdir (**Hrabe, 2013**).

## 4.2. NiTi Alařımlarının Katmanlı Üretimi

Nitinol, çok fonksiyonlu bir malzeme olmasına rağmen, ergitilmesi, işlenmesi ve hammaddelerin yüksek masraflı olması gibi zorluklar, yüksek potansiyel parça kalitesini düşürmekte ve potansiyel uygulama alanlarını sınırlamaktadır. Özellikle, uyarılmış martensitik dönüşüm ve zayıf ısıl iletkenlik özelliklerinden dolayı, malzemenin işlenmesi sırasında yapışma ve takım aşınması kolayca oluşabilir. Isı yaratması öğütme ve lazerle kesme gibi uygulamalar, intermetalik fazlar oluşturur ve ısıdan etkilenen bölgede çatlak oluşumuna neden olurlar (**Haberland ve ark., 2014; Guo ve ark., 2013**). Maalesef, intermetalik bileşikler geleneksel yöntemlerle uzaklaştırılmaz ve proses sonrası ısıl işlemlere ihtiyaç duyulmaktadır. Bununla birlikte, bu bileşiklerden gelen kapiler kuvvetler nedeniyle PM prosesleri bile olsa tam yoğunluklu parçalar elde edilemez (**Krishna, 2007**). Bu nedenlerden dolayı, özellikle karmaşık şekil ve geometride yüksek kimyasal homojenlikteki ve iyi bir şekil hafıza özelliği gösteren Nitinol alařımının üretimi günümüzde halen zorlayıcıdır. Öte yandan, Ni-Ti alařımlarının mikroyapısal özellikleri, statik ve dinamik mekaniksel davranış üzerinde önemli etkiye sahiptir. ASTM standardına ve Hall-Petch ilişkisine göre eş eksenli tanelerin ortalama çapı maksimum 90 µm olmalıdır. Tabaka esaslı ergitme teknikleri, inşa yönünde uzatılmış taneler ile anizotropik mikroyapılar sağlar ve toz katmanı kalınlığı, lazer / ışın gücü, tarama hızı gibi proses parametrelerine baęlı olarak kontrol kristalleşmesine yol açar (**Bormann, 2014**). Bu nedenle, katmanlı imalat, üretim ilkesi ve tasarım esnekliği ile Ni-Ti alařımları için üretim zorluklarının üstesinden gelmek için vazgeçilmeyecek bir proses yöntemi sunar.

Literatür çalışmaları incelendiğinde, birkaç araştırma grubunun özellikle, seçici lazer sinterleme (SLS), seçici lazer ergitme, doğrudan metal lazer sinterleme ve LaserCUSING gibi lazer tabanlı AM sistemleri ile Ni-Ti alařımlarının üretimi üzerinde çalışmalar yaptığı görülmüştür (**Walker, 2014; Halani ve ark., 2013; Shiva ve ark., 2015; Elihania ve ark., 2012**). Bu bağlamda, AM sistemlerinden herhangi biri vasıtasıyla tam yoğunluklu parçaları imal ederken, alařımın işlevsel özelliklerini iyileştirmek için, doğru enerji giriři sağlanarak dönüşüm sıcaklıklarını

etkilemeksizin impürite giderme işlemini en aza indirmek için işlem parametreleri optimize edilmelidir. Örneğin, Hamilton ve ark. Şekil 4.7’de görüldüğü gibi, 390 °C’ye kadar ön ısıtma yapıldıktan sonra CP-Ti alt-plakası üzerinde lazer esaslı direkt enerji birikim sistemi ile Ni-Ti alaşımlarını imal etmiş ve artık gerilmeleri azaltmıştır [91].



**Şekil 4. 7. Ni-Ti alaşımı için lazer esaslı direkt enerji birikim sistemi düzeneği (Hamilton ve ark., 2015).**

Xu ve ark., Ti-50wt% Ni alaşımının mikroyapısına lazer katı şekillendirme proses parametrelerinin etkisini araştırmışlardır. 2-3 kW lazer gücünü, 3-7 mm/s tarama hızı ve 4 mm ışın çapı ayarladıktan sonra yapılan üretimde, ana fazın TiNi dendritleri olduğu ve artan lazer enerji yoğunluğunun, dendritlerin kabalaşmasına neden olduğu gözlemlenmiştir. Tarama hızının artırılması ve lazer gücünün azaltılması, dendritik kol mesafesini azaltarak birincil TiNi dendritten sırasıyla çift fazlı, TiNi + B2 ötektik dendritlerinin ve TiNi + Ti<sub>2</sub>Ni anomal ötektik mikroyapılarının oluşumuna neden olmuştur (Xu ve ark., 2009). Shishkovsky ve ark., tarafından yapılan bir başka çalışmada, aşağıdaki proses parametreleri ile 900 °C'ye kadar ön ısıtma ile SLM prosesi aracılığıyla % 97 görünür yoğunluklu Ti-55wt% Ni alaşımını üretmişlerdir. 100 µm'lik tarama mesafesi, 50 W'lık lazer gücü, 60 µm lazer ışını çapı ve tarama hızları 100 ve 160 mm/s'dir. Yetersiz enerji girdisi nedeniyle taneler, ergiyiğin yüksek hızlı lazerle yeniden kristalleşmesinden sonra ayrılmıştır (Shishkovsky ve ark., 2013).

EBM sistemindeki işlem parametrelerinin kontrolü, lazer tabanlı sistemlere göre önemli derecede benzerdir. EBM yöntemi ve lazer tabanlı yöntemler arasındaki en büyük fark, toz parçacıklarının sinterlenmesinde bir enerji kaynağı olarak elektron yerine fotonların kullanılmasıdır. Yüksek enerji verimliliği, üstün malzeme özellikleri, hammadde olarak kullanılan metal tozların% 98 geri dönüşümü, ikincil hazırlama işlemleri gibi lazer sistemlerine kıyasla EBM işleminin birçok avantajı vardır. Elektron ışını kontrol sistemi, lazer tabanlı kontrol sistemlerinde olduğu gibi herhangi bir optik veya hareketli reflektör içermez. Buna ek olarak, lazer sistemlerinde maksimum verim elde etmek için dalga boylarını farklı malzemelere uydurmak gerekir. Elektron demeti sistemlerinde dar bir kiriş ile çok yüksek enerji seviyeleri elde edilebilirken, lazer sistemlerinde aşırı yansıma nedeniyle güç verimliliği düşürülür. Bir elektron demetinin ışınlanmış materyal içerisine girme derinliği açıkça bir lazer demetinden daha fazladır. EBM yöntemi, kirişi saptırmak için hareketli parçalar gerektirmemekte, yüksek tarama ve üretim hızlarına ulaşmaktadır (**Murr ve ark., 2012**). Lazer ömrü sınırlı olmakla birlikte, filamanın maliyetinden başka elektron demetinin kullanım süresinde herhangi bir kısıtlama yoktur. EBM makinelerindeki vakum sistemi, temiz çevre sağlar ve işleme sırasında Ni ve Ti gibi reaktif metaller için önemli olan saf olmayan maddeleri atmaya yardımcı olur (**Larsson ve ark., 2003**). EBM işleminin aksine, inert argon atmosferi ile SLM işlemi daha yüksek oksijen içeriğine yol açar. EBM sisteminin diğer bir avantajı, tozun ön ısıtması için elektron demetinin yüksek tarama kabiliyetidir (**Bontha ve ark, 2009**). Bu avantajlar, Ni-Ti alaşımının yapı prosesi seçimi ve son fizik özellikleri açısından kritik öneme sahiptir. Bununla birlikte, literatürde, elektron ışını eritme imalat sistemi yoluyla Ni-Ti alaşımlarının üretimi ile bağlantılı güncel bir önceki rapor bulunamamıştır. Bu çalışmada, EBM süreci boyunca Ni-Ti için geliştirilmiş parametrelerden herhangi biri olduğu için, tasarım metodolojisi, mevcut yaklaşımlara dayanılarak, termal iletkenlik, elektriksel iletkenlik ve erime noktaları gibi çeşitli materyallerin erime noktalarına göre oluşturulmuştur. Ti-6Al-4V, paslanmaz çelik ve bakır. Tablo 4.3, Ti-6Al-4V, paslanmaz çelik, saf bakır ve İnconel 718 alaşımı ile karşılaştırıldığında Ni-Ti alaşımının ısı iletkenliği ve elektrik iletkenliğini göstermektedir. Murr ve ark., EBM sistemlerinde, ön ısıtmayı takiben ergitme aşamasında, malzeme türü ve ergitme sıcaklığına bağlı olarak tarama hızının

büyüklikleri arasında azaltılabileceğini  $10^4$  ve  $10^2$  mm/s ve demet akımının 3'ten 30 mA'a artırılabilceğini vurgulamışlardır (Murr ve ark., 2015).

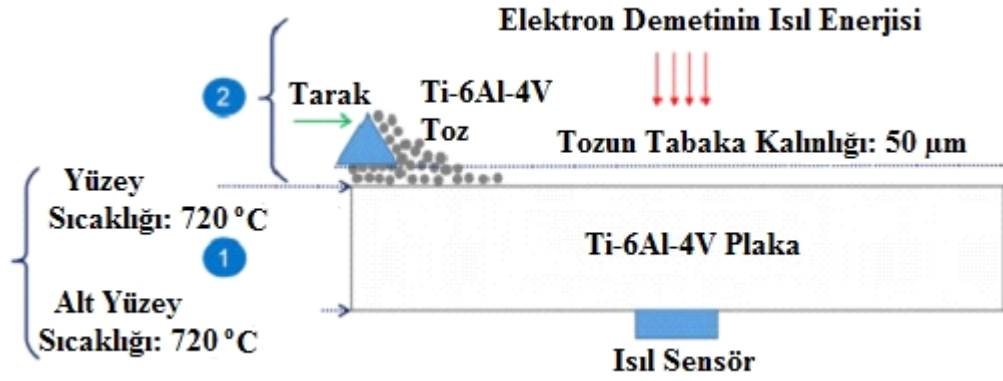
**Tablo 4. 3. Literatürde EBM ile üretimi araştırılan bazı alaşımların fiziksel özellikleri** (Otsuka, 1999; Raghavan ve ark., 2016; Murr ve ark., 2015  
[https://www.ndeed.org/GeneralResources/MaterialProperties/ET/Conductivity\\_Iron.pdf](https://www.ndeed.org/GeneralResources/MaterialProperties/ET/Conductivity_Iron.pdf))

Alaşım Türü	Elektriksel İletkenlik (S/m)	Elektriksel Direnç ( $\Omega$ -m)	Isıl İletkenlik (W/m- °C)	Ergime sıcaklığı (°C)
Ni-Ti	131.58E+05	7.6XE-08	18	1300
Ti-6AL-4V	5.800E+05	1.724E-06	20	1630
Paslanmaz çelik, 316 L	138.89E+05	7.2XE-08	16.3	1375
Bakır	596.00E+05	1.67XE-08	398	1083
Inconel 718	8.2628E+5	1.2102XE-06	26.6	1300

Safdar ve ark., EBM ile Ti-6AL-4V üretilen alaşımının yüzey pürüzlülüğüne proses parametrelerinin etkisi hakkında yapılan çalışmada, 700 °C inşa sıcaklığında numune kalınlığına tarama hızı (250, 575, 650 mm), akım (4, 6, 8 mA) ve odak uzaklığı (10, 15, 25 mA) değişkenlerinin etkisini incelemek amacıyla parametre setleri oluşturmuşlardır. Sonuçlar, yüzey pürüzlülüğünün artan numune kalınlığı ve demet akımı ile arttığını, buna karşın tarama hızı ve odaklama sapması ile azaldığını göstermiştir (Safdar ve ark., 2012). Jamshidinia ve ark., 14 mA, 60 kV voltaj, 1000 mm/s tarama hızı, 100  $\mu$ m toz tabaka kalınlığı ve 730 °C ön ısıtma sıcaklığı altında EBM prosesi ile başarılı bir şekilde Ti-6AL-4V soğutucular üretmiştir (Jamshidinia ve ark., 2015). Lu ve arkadaşları, Arcam A2 sisteminde, 730 °C'deki paslanmaz çelik plaka üzerinde, 100  $\mu$ m elektron demet çapında ve 70  $\mu$ m tabaka kalınlığında SEBM prosesi ile gaz atomize ELI Ti-6AL-4V alaşımını üretmişlerdir. Ön ısıtma

aşaması için demet akımları ve tarama hızları sırasıyla 30, 38 mA ve 1, 1.3 x 104 mm/s seçilmiştir. Ergitme aşaması için için 18 mA demet akımı ve 500 mm / s tarama hızı kullanılmıştır (**Lu ve ark. 2016**). Karlsson ve arkadaşları standart Arcam varsayılan parametrelerini kullanarak iki farklı toz fraksiyonuyla (45-100 µm ve 25-45 µm) EBM yöntemi ile üretilen Ti-6Al-4V alaşımlarını karakterize etmiştir. 50, 70 µm kat kalınlığı uyguladılar ve iki grup için tarama hızının % 50 arttığını belirlemişlerdir (**Karlsson ve ark., 2013**). Schwerdtfeger ve arkadaşları, Ti-6Al-4V alaşımının EBM toz yatağı için 5.5-6 mA demet akımı, 400 m/s demet hızı, 16-36 mA odak uzantısı ve 0,1 mm tabaka kalınlığı ile altı küçük test bloğu (10x10x10 mm) üzerinde yerinde kusur tespiti yapma imkânını araştırmışlardır (Schwerdtfeger ve ark., 2012). Gong ve ark., Taguchi deneyiyle EBM ve SLM süreçleri yoluyla üretilen Ti-6Al-4V parçalarındaki kusur oluşumunu analiz etmişlerdir. Maksimum akım (10, 20, 30 mA), çizgi ofseti (0.15, 0.20, 0.25 mm), odak uzaklığı (5, 10, 15 mA) ve hız fonksiyon indeksi (60, 120, 180) dahil olmak üzere her bir seviye için dört farklı faktör önerilmiştir. Sonuçlarına göre, parametre değişiklikleri kusurlar üzerinde önemli bir etkiye sahiptir ve kusurlar özellikle eriyik havuzunun üstüste binmesi nedeniyle oluşmuştur (**Gong ve ark. 2014**). Puebla ve ark. Ti-6Al-4V alaşımının EBM işlemi sırasında eriyik tarama hızının mikro ve makro yapı üzerine etkisini araştırmışlardır. Başlangıçta ön ısıtma 104 mm / s hızlarında 650 °C'ye kadar 30 mA giriş akımı ile gerçekleştirilmiştir. Ergime aşaması için ön ısıtma yapıldıktan sonra, demet akımı 6 mA'a düşürülmüş ve 100, 400, 500, 600, 700, 1000 mm / s tarama hızları uygulanmıştır ve gözeneklilik seviyesinin, ergimeyen tozlar nedeniyle, artan tarama hızları ile yükseldiğini tespit etmişlerdir (**Puebla ve ark., 2012**). Mandil ve arkadaşları, Ti-6Al-6V alaşımının EBM prosesi ile mevcut parçalara yeniden üretim ve yeni özellikler eklemenin önemini araştırmışlardır. 50 µm'lik tabaka kalınlığı seçilerek ve titanyum başlangıç plakası, 14.600 mm / s tarama hızında 740 °C'ye, 12 tekrarla 38 mA demet akımına kadar ön ısıtılmıştır. Ön ısıtmayı takiben, ergitme işlemi 3-12 mA demet akımı ile gerçekleştirildi ve süreç, Şekil 4.8'de şematik olarak gösterildiği gibi inşa tamamlanincaya kadar tekrarlanmıştır (**Mandil ve ark., 2016**).





**Şekil 4. 8. 1) Titanyum althğın ön ısıtılması, 2) toz biriktirme aşamasının şematik gösterimi (Mandil ve ark., 2016)**

Ramirez ve ark. düşük saflıkta, yüksek oksijen içeren bakır bileşenlerin hızlı prototipleme kabiliyetini araştırmıştır. Sistemde ticari bir bakır plaka altlık olarak kullanılmış ve 104 mm / s tarama hızı ve 13.4 mA demet akım değeri ile 10 geçiş taraması yapılarak 550 °C'ye ön ısıtılmıştır (**Ramirez ve ark., 2011**). Frigola ve arkadaşları, EBM prosesi ile ön ısıtma için sıcaklığı 500-600 °C'ye yükselterek iç stresleri azaltmak için tamamen yoğun bakır bileşenleri imal etmişlerdir (**Frigola ve ark., 2014**).

Chen ve ark. 10 mA demet akımı, 0.5, 1 ve 3 M / s tarama hızı parametre setlerini uygulayarak Ti-36Nb-2Ta-3Zr-0.35O (wt.%) (Wt.%) (TNTZO) alaşımının mikroyapı ve alaşım yüzeyi üzerinde işlem parametrelerinin etkisini araştırmıştır. (**Chen ve ark., 2015**). Zah ve ark. eriyik havuz geometrisini belirlemek için EBM imalatıyla ilgili termal bir model geliştirmiş ve sonuçlarını 316 L Paslanmaz çelik numunelerin üretim işlemi üzerine uygulamıştır. Bu bağlamda simülasyonda tarama hızını 200, 100 ve 50 mm / s ve demet gücünü 30, 60, 90, 150, 200 olarak ayarladıktan sonra, ideal tarama hızı ve ışın gücü değerleri 40 mm / s ve 110 W olarak belirlenmiştir (**Zah ve ark., 2010**). Sames ve ark. 975 °C sinterleme sıcaklığında Arcam A2 makinesinde gaz atomize tozdan Inconel 718 alaşımının EBM üretimini gerçekleştirmiştir. Ergime aşaması için 7 ile 21 mA demet akımı ve 0.5 ile 5 m / s tarama hızı tasarım yaklaşımı uygulanmıştır (**Sames ve ark., 2014**). Raghavan ve arkadaşları, Inconel 718 alaşımının EBM ile üretimi için yeni bir

ergiyik tarama stratejisi geliřtirmiş; demet akımı (5-20 mA), ön ısıtma sıcaklığı (973-1528 K) ve eş eksenli tanelerin hacim fraksiyonunun demet çapı, akım ve ön ısıtma sıcaklığında artırdığı sonucuna varılmıştır (**Raghavan ve ark., 2016**). Öte yandan, Ramsperger ve arkadaşları EBM proses parametrelerinin, 950 °C ön ısıtma sıcaklığı ve 50 µm tabaka kalınlığı kullanılarak Nikel-bazlı CMSX-4 süper alařımının çatlak oluşumu üzerindeki etkisini arařtırmıştır. Sinterleme işleminde, inşa alanı 25000 mm / s tarama hızına kadar odak dışı demet ile taranmıştır. Tarama stratejisi, DOE'nin farklı ışın gücü, tarama hızı, üretim sıcaklığı ve çizgi sayısı 5 olan dokuz farklı kübik numuneye uygulanmasıyla gerçekleştirilmiştir (**Ramsperger ve ark., 2016**).

## 5. GEREÇ VE YÖNTEM

Çalışma kapsamında Ni-Ti alaşımlarını EBM yöntemi ile üretmek amacıyla faz diyagramında eşatomik yapı oluşturan Ti-55Ni (ağ.-%) içerikli ön alaşımlanmış metal tozları kullanılmıştır. Eşatomik yapının oluşması şekil bellek ve süperelastik özelliklerin kazandırılması için önem arz etmektedir. Gaz atomizasyon yöntemi ile -100/+325 (44-149 µm) parçacık boyutu aralığında üretilen tozlar, ATI firması (ABD) tarafından tedarik edilmiştir. Araştırmamız, sistematik bir şekilde tozların temini ve karakterizasyonu, EBM yöntemi ile üretimi ve üretilen malzemelerin test ve karakterizasyon çalışmaları olmak üzere üç ana aşamada gerçekleştirilmiştir. Her bir aşamada elde edilen bulgular detaylı olarak incelenerek sonuçlar ilgili başlıklar altında değerlendirilmiştir.

Bu doğrultuda öncelikle tozların kimyasal kompozisyon analizi yapılarak yapıda bulunan elementler ve yüzde bileşimleri doğrulanmıştır. Toz boyutu ve şekli akış hızı açısından en önemli kavramlardır. Parçacıklar arasındaki sürtünme, bir tozun akış kolaylığını ve paket sıklığını etkilemektedir. Bu nedenle parçacıkların sürtünme ve akış karakteristikleri belirlenecektir. Toz parçacıkları arasındaki gözenekler nedeniyle kütle yoğunluğu gerçek yoğunluktan daha düşüktür. Quantachrome Autotap cihazı ile tozları titreştirerek, daha sıkı yerleşmelerinin sağlanması esasına dayanarak yoğunluk tayini yapılmıştır. Toz özelliklerinin belirlenmesi için parçacık kümelerini dağıtmak gerekmekte ve yüzeydeki nemden kaynaklanan kılcal kuvvetleri önlemek için parçacıklar bir sıvı içinde dağıtılmaktadır. Bu nedenle partikül boyut analizleri ve dağılım oranları yüzey aktifleştiren sıvı içerisinde Microtrac TurboTrac lazer kırınımlı boyut analiz cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Sonrasında Hirox KH7700 dijital ışık mikroskobu (IM) ile partiküllerin düşük büyütmede 3D görüntüleri incelenmiş ve boyut analizi verileri ile sonuçlar eşleştirilmiştir. JEOL JSM-6010PLUS/LA taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile tozların yüksek büyütmede yüzey özellikleri incelenmiştir. Sonuçlar doğrultusunda tozların tekrar kullanılması için (45-105 µm boyut aralığına) uygun hale getirebilmek için Ni-Ti alaşımına özgü elek ile eleme işlemi yapılmıştır.

Katmanlı üretim kapsamında, Arcam Q10 Plus EBM cihazı kullanılmıştır. Öncelikle tarama hızı ve demet akımlarının uygulanacağı bir adet numune üretilerek alaşımın parametreler ile etkileşimini incelenmiştir. Daha sonra nihai üretim yapılarak, numunelerin fiziksel ve metalografik özellikleri belirlenmiştir. Bu doğrultuda mikroyapısal inceleme için numuneler metalografik olarak hazırlanarak; sırasıyla kalıplama, kaba ve ince zımparalama, parlatma ve Ni-Ti alaşımlarına uygun dağlayıcılar ile dağlama işlemi yapılmıştır. Hazırlanan numunelerin yapısal karakterizasyon çalışmaları; optik mikroskop (OM), tarama elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılım spektroskopisi (EDS) ve X-Ray Difraksiyon (XRD) cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

### **5.1. Toz Özelliklerinin Tespit Edilmesi**

Toz özelliklerinin tespiti hususunda, birinci aşamada ASTM standartlarına uygun olarak, yoğunluk ve akış hızı ölçümleri gerçekleştirilmiştir. İkinci aşamada, lazer kırınım analizi tekniği ile tane boyut ve dağılımı tanımlanmıştır. Tozların morfolojik özelliklerini tespit etmek için mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Elementel kompozisyon analizi ve mevcut fazların haritalaması EDS ile yapılmıştır.

#### **5.1.1. Toz yoğunluk ve akış hızı ölçümleri**

Diğer katmanlı üretim yöntemlerinde olduğu gibi EBM prosesinde de, nihai yapının fiziksel ve mekanik özellikleri toz partiküllerinin özelliklerinden önemli ölçüde etkilenmektedir. Bu nedenle çalışma dahilinde EBM üretim sürecinde kullanılacak Ni-Ti alaşımı tozların, küresel bir şekle, homojen parçacık boyutu dağılımına ve iyi bir paketleme yoğunluğuna ve akışkanlığa sahip olması beklenmektedir.

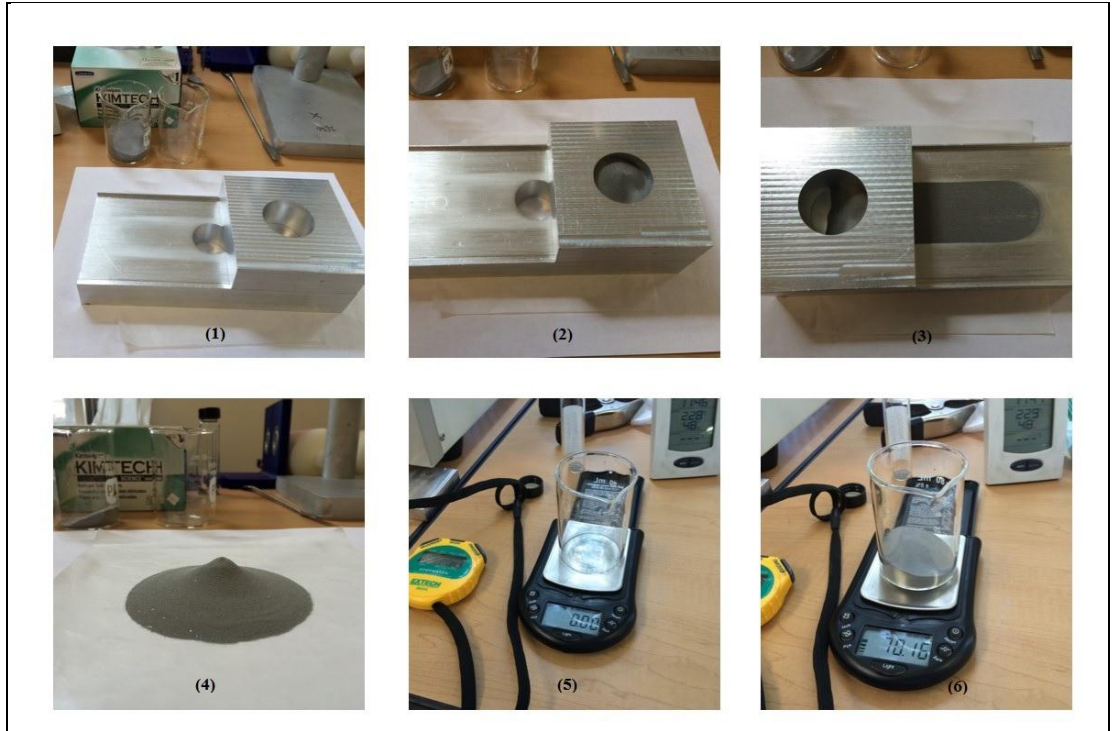
Toz metalurjisi kapsamında parçacık yoğunluk tayini yapılırken parçacıklar arasındaki gözenekler nedeniyle daha küçük boyutlu olan tozlar daha büyük

boyuttaki tozların ara boşluklarına yerleşerek havanın uzaklaşmasını sağlar ve daha yüksek paketlenme faktörüne neden olurlar. Paketleme, tozları titreştirerek daha sıkı yerleşmelerinin sağlanmasıyla arttırılmaktadır (German, 2005). Metalik tozlar için, titreşimli yoğunluğun görünür yoğunluğa oranı (Hausner oranı) toz akışkanlığının bir diğer göstergesidir. İyi bir akışkanlık ve paketlenme yoğunluğuna sahip olan tozlarda bu oranın 1.25 değerinden küçük olması beklenmektedir. Deneysel çalışma kapsamında incelenen Ni-Ti tozlarının titreşimli yoğunluk, görünür yoğunluk ve akış hızı ölçümleri yapılmıştır.

Titreşimli yoğunluk, Quantachrome Autotap Analiz cihazı ile ASTM B527-14 Metal Toz ve Karışımlarının Kütle Yoğunluk Testi standartına uygun olarak 100 ml'lik cam silindir içerisinde 3000 vuruş ile üç tekrarda gerçekleştirilmiştir (ASTM B527-15, 2014). Yapılan üç ölçümün ortalaması alınarak titreşim sonrası yoğunluk  $4.1485 \text{ g/cm}^3$  olarak elde edilmiştir.

Görünür yoğunluk ölçümü Arnold yöntemi kullanılarak ASTM B703-10 standartına uygun olarak  $3.506 \text{ g/cm}^3$  değerinde ölçülmüş ve titreşimli yoğunluğun görünür yoğunluğa oranınının 1.18 olduğu belirlenmiştir (ASTM B703-10, 2010).

Şekil 2.1, görünür yoğunluk ölçüm basamaklarını sırasıyla göstermektedir.



**Resim 5. 1. Görünür yoğunluk ölçümü işlem basamakları; çelik ölçüm aparatının üst bloğuna 50 cm<sup>3</sup> hacminde test numunesinin eklenmesi (1 ve 2), üstteki bloğun ters yönde yavaşça kaydırılarak aşağı çekim gücü etkisi ile tozların alt bloktaki 20 cm<sup>3</sup> hacimli silindirik boşluğu doldurması (3), her iki bloğun birlikte kaldırılması ile toz yığını oluşması (4), toz yığınının ağırlığının ölçülmesi ve yoğunluk değerinin hesaplanması (5 ve 6)**

Toz akış hızı ölçümü, tozların akma eteneklerinin belirlenmesinde kullanılan bir yöntemdir. Prensip olarak sabit ağırlıkta (50 g) alınan tozların yer çekimi etkisinde bir huni içerisinde ne kadar sürede geçtiği tespit edilerek hesaplanır. Akış süresi, toz parçacıklarının şekli ve yoğunluğu, huninin geometrisi gibi faktörlere bağlıdır. Akış hızı ölçümleri 22.8 °C’de Hall yöntemi ile ASTM B213-13 Metal Tozlarının Akış Hızı Ölçümü standartına uygun olarak doğrulama faktörünü de hesaplama ilave ederek 20.712 s/50 g değerinde elde edilmiştir (ASTM B213-13, 2013). Yoğunluk ve akışkanlık açısından değerlendirildiğinde, ilgili tozların Hausner oranı ve akışkanlık indeksinin EBM üretimi için uygun aralık içerisinde olduğu ve tozun, Tablo 5.1’de ifade edildiği gibi iyi bir akışkanlık özelliklerine sahip olduğu gözlemlenmiştir.

**Tablo 5. 1. Ni-Ti tozları için yoğunluk ve akış hızı değerleri**

<b>Görünür Yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Titreşimli (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Hausner oranı</b>	<b>Akışkanlık İndeksi (s/50g)</b>
<b>3.506</b>	<b>4.1485</b>	<b>1.18</b>	<b>20.712</b>

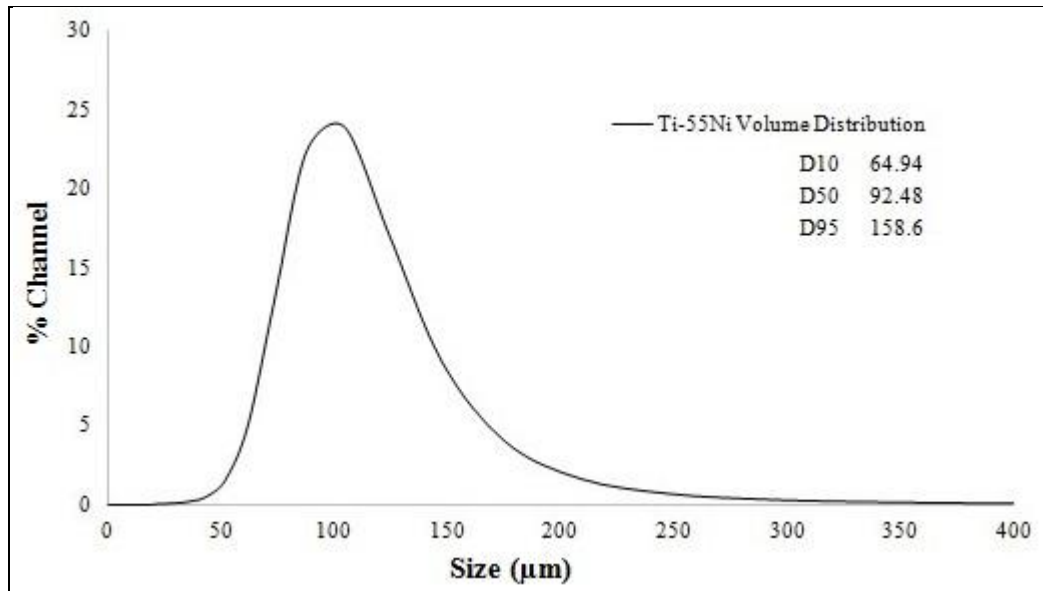
### **5.1.2. Tane boyut ve dağılım analizi**

Tozların boyut ve dağılımını tespit edebilmek ve mikroyapısal inceleme sonuçlarını sayısal veriler ile karşılaştırabilmek amacıyla Microtrac S3500 cihazı kullanılarak lazer kırınım yöntemi analizi gerçekleştirilmiştir. Tane boyutu tam yoğunluğa sahip bir parça üretimi için oldukça etkili bir unsurdur.

Lazer kırınım yönteminin temeli, tanelerin büyüklüğü ile ışınların kırılma açısı

arasındaki ters orantı ilişkisine dayanmaktadır. Lazer kırınım yönteminde, tanelerin üzerine lazer ışınları gönderilmekte, tanelere çarparak kırılan ve ileri yönde yansıyan ışınlar bir mercekten geçtikten sonra dedektörün üzerine düşmektedir. Dedektörün üzerine düşen ışınlar bir dönüştürücü vasıtasıyla sayısallaştırılarak bilgisayar aracılığıyla tane büyüklüğü ve yüzdesi hesaplanmaktadır. Yöntemin uygulanmasında Mie ve Fraunhofer kırınım teorileri olmak üzere iki farklı optik kuram kullanılmaktadır. Bu iki teori tane büyüklüğüne göre ölçüm uygunlukları açısından kendi aralarında farklılık göstermektedir. Fraunhofer teorisi büyük parçacıkların dalga boyuyla karşılaştırıldığında geçerlidir. Küçük partiküller için ise Mie teoreminin kullanımı tercih edilmektedir. Yöntemde toz numuneler ıslak ya da kuru durumda test edilebilmektedir. Islak dağılım yaklaşımında partiküller yüzeyi aktifleştirici bir sıvı içerisinde dağıtılırken, kuru dağılımda partiküller yüksek enerjili sürekli bir gaz akışı altında dağıtılmaktadır (**Brack ve ark., 2015; Blott ve ark., 2006; Wilson, 2007**).

Bu araştırmada analiz, Triton-X sürfaktan ile yağ dağılım modunda gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.2’de Ni-Ti alaşımı tozların hacimsel dağılım eğrisi D10, D50 ve D90 değerleri ile birlikte ifade etmektedir. Diyagramda görülebileceği üzere, tozlar 92.48  $\mu\text{m}$ 'lik bir ortalama partikül boyutu ile homojen bir tane boyut dağılımı sergilemiştir.

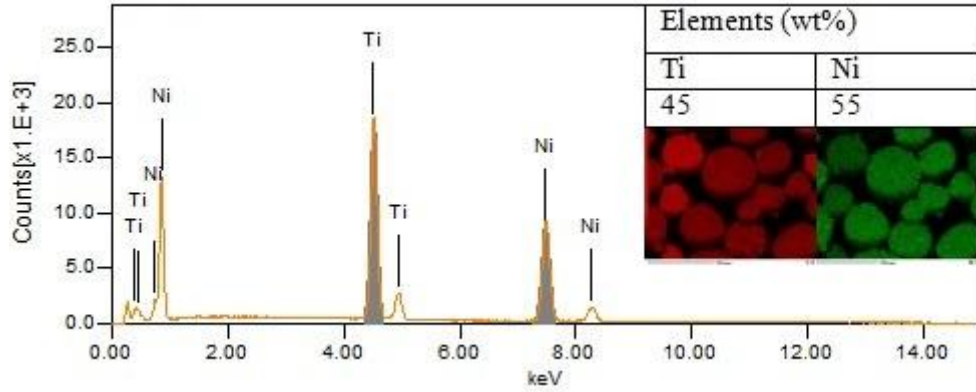


Şekil 5. 1. Ti-55Ni tozlarının partikül boyutu hacim dağılımları

### 5.1.3. Tozların mikroyapısal karakterizasyonu

Deneysel çalışma kapsamında, Ni-Ti tozlarının mikroyapı incelemeleri Hirox KH7700 dijital ışık mikroskobu (IM) mikroskobu ve Jeol 6010LA SEM/EDS taramalı elektron mikroskobu kullanılarak yapılmıştır. Kesit analizi için Ni-Ti tozlarından test numunesi hazırlanmıştır. Metalografik hazırlama işlemleri, Mark V Series zımparalama/parlatma cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Numunelerin yüzeyleri sırasıyla 120, 320, 600, 1000, no.'lu SiC zımparalar ile hazırlanmış ve ardından 1 ve 0.3 µm alümina aşındırıcı ile parlatılmıştır. Parlatma işleminden sonra Kroll reaktifi ile (% 2 HF,% 5 HNO<sub>3</sub>,% 93 damıtılmış su) 30 saniye süre ile dağlama işlemi uygulanmıştır.

Şekil 5.3, Ni-Ti tozlarının EDS analiz sonucunu ifade etmektedir. Analiz sonucunda tozların ağırlıkça % 45 Ti ve % 55 Ni elementel kompozisyonuna sahip olduğu doğrulanmıştır. Ni-Ti faz diyagramı incelendiğinde, Ti-55Ni (ağ.-%) bileşimi atomik yüzde eşit orana (50-50) karşılık gelmektedir. Bu alaşımlar, şekil hafızalı alaşımların öncüsü olarak değerlendirilmekte ve çökeltme mekanizmalarının yanı sıra dönüşüm mekanizmasının anlaşılmasında kilit sistem olarak görülmektedirler.

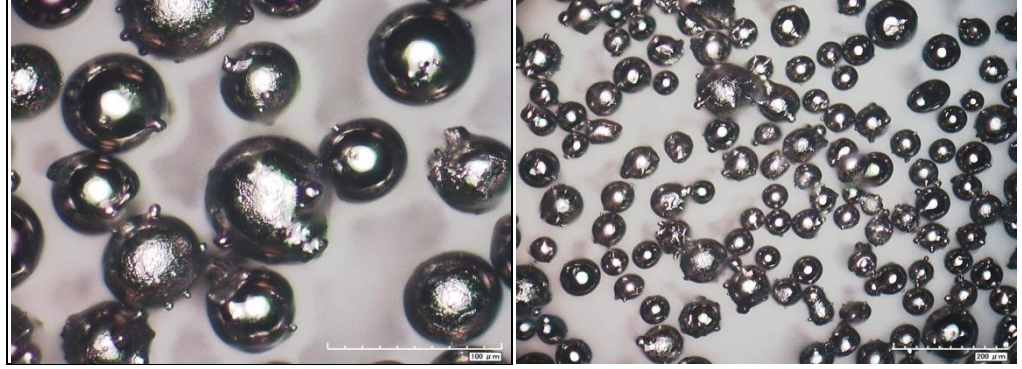


Şekil 5. 2. Ni-Ti tozlarının EDS analiz sonucu

Farklı büyütmelemlerde yapılan incelemeler sonucu partiküllerin küresel bir şekle sahip olduğu ve gaz atomizasyon prosesinin de etkisi ile partiküllerin etrafında “uydu” olarak nitelendirilen küçük toz taneciklerinin bulunduğu görülmüştür (Şekil



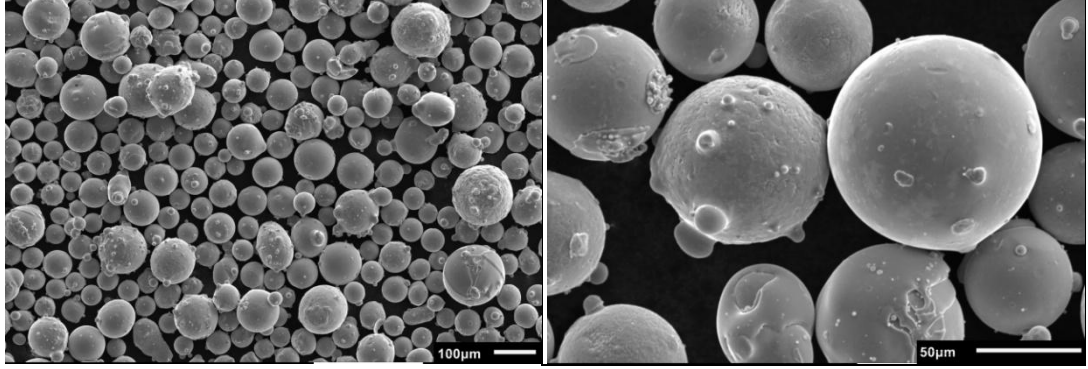
5.4) (Kim ve ark., 2010; Yamamoto ve ark., 2008).



(a)

(b)

**Şekil 5. 3. Ni-Ti tozlarının; a) düşük (350x), b) yüksek (1400x) büyütmedeki ışık mikroskobu görüntüleri**



(a)

(b)

**Şekil 5. 4. Ni-Ti tozlarının; a) düşük, b) yüksek büyütmedeki SEM görüntüsü**

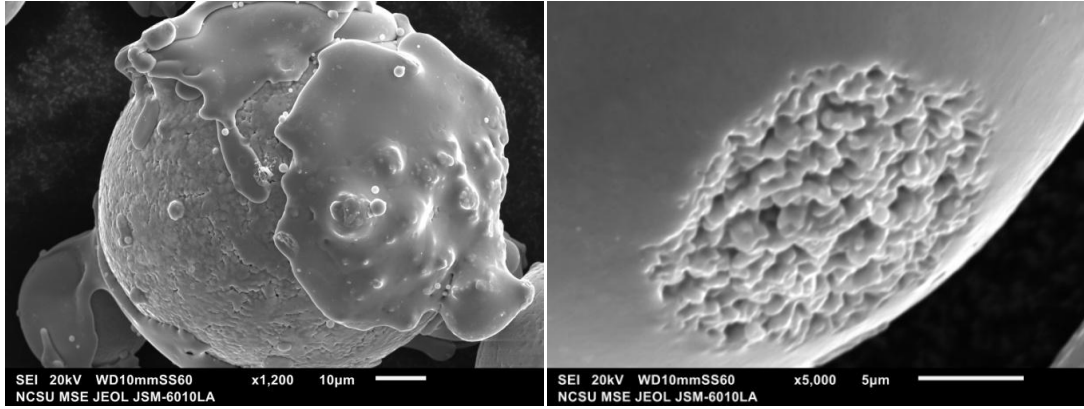
AM prosesleri için gözeneklilik, genellikle iki neden sonucu ortaya çıkmaktadır. Bunlar; toz partikülleri içinde var olan poroziteler (partikül içi gözeneklilik) ve toz katmanlarının tamamlanmamış ergimesidir. Parçacık içindeki gözenekler, atomizasyon yöntemi ve atmosferik koşullardan kaynaklanan, gaz dolu boşluklar olarak tanımlanmaktadır. Bu gözeneklilik türü nihai parçanın yoğunluğu ile birlikte tane boyutu ve mikroyapısal özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (**Gong ve ark., 2012**). Toz yatağı yoğunluğunu ve toz akışkanlığını arttırmak için, küresel parçacıklardan oluşan dar bir parçacık boyutu dağılımlarına sahip tozlar tercih sebebidir. Böylece, paketleme sırasında ince parçacıklar daha büyük parçacıklar arasındaki boşlukları doldurmakta ve daha yüksek yoğunluklar elde edilmektedir.

Öte yandan, küresel tozlar, ön ısıtma ve ergitme işleminin erken safhalarında, toz yatağı boyunca enerji kaynağının nüfuz etmesi ve enerji dağılımına bağlı olarak daha yüksek yoğunluklar meydana getirirler (**Cansizoglu, 2008**). EBM parametrelerinin belirlenmesi ve geliştirilmesi ile ilgili olarak, elektron demeti bir Gauss dağılımı gösterdiğinden toz paketleme yoğunluğu ve parçacık boyut dağılımı önemli parametreler olarak değerlendirilmelidir. Toz paketleme yoğunluğu azaltıldığında, katmanlar arasındaki ısı iletkenliği gözenekliliğin yüksek olması nedeniyle azalma eğilimi gösterir, ergiyik havuz derinleşir ve daha geniş bir alana yayılır. Dolayısıyla, arzulanmış ergiyik havuz geometrisinin elde edilmesi yüksek paketleme yoğunluğu için kaçınılmaz bir unsurdur.

Gaz atomizasyon prosesinde, yüksek basınçlı bir gaz, ergimiş haldeki akışkan metal üzerine nüfuz ettirilerek parçalara ayrılması sağlanmaktadır. Atomizasyon süreci birincil atomizasyon, ikincil atomizasyon ve katılaşma olmak üzere üç temel aşamadan oluşur. Parçacık boyutunun ve mikroyapısının kontrolü ile ilgili olarak gaz ve sıvı metal arasındaki bağıl hız, ergiyik akış hızı, katılaşma mekanizmaları ve soğutma hızları önemli faktörler olarak kabul edilir. Gaz atomize toz parçacıklarının morfolojisi, sıvı damlacığının kürlenme süresinin (yüzey gerilimine bağlı olarak) katılaşma süresinden daha kısa olması durumunda küresel olma eğilimi gösterir. Bazen aglomerasyon ve uydu tozları, sıvı veya yarı sıvı damlacıklar ile katılaştırılmış partiküller arasındaki çarpışmadan dolayı oluşabilir. Uydu oluşumu, hazne içindeki gaz dolaşımı etkisi ile ince partiküllerin daha büyük parçacıklarla çarpıştığı durumlarda gözlemlenir (**Kim ve ark., 2010**). Büyük bir soğuk parçacık ile çarpışan bir sıvı damlacık olması durumunda, Şekil 5.6a'da açıkça görüleceği üzere, büyük parçacık üzerinde sıçramış malzemenin kısmi kaplaması (sıçrama başlığı) ortaya çıkar. GA sürecinde, damlacıkların başlangıçtaki yüksek bağıl hızı ve hızlı hareket eden soğuk gaz akışı nedeniyle yüksek soğutma hızlarına ulaşılır. Böylece parçacık boyutuna ve soğuma hızlarına bağlı olarak amorf, aşırı doymuş ve gelişmiş mikroyapılar oluşmaktadır. Zong ve ark. Yüksek soğutma hızlarından dolayı, GA tozlarında ince bir dendrit yapısı gözlemlenmiştir (**Zong ve ark., 2016**).

SEM ile yüksek büyütmede detaylı mikroyapı incelemelerinin yapıldığı çalışmamızda, uydu oluşumu ve polikristal yapılara ilaveten, gibi pürüzsüz bir toz

yüzeyi üzerinde dendritik kalıntılara rastlanmıştır (Şekil 5.6b). Bu gözlemden sonra kesit analizi yapılarak çekirdeklenme ve katılma davranışları belirlenmiştir.



(a)

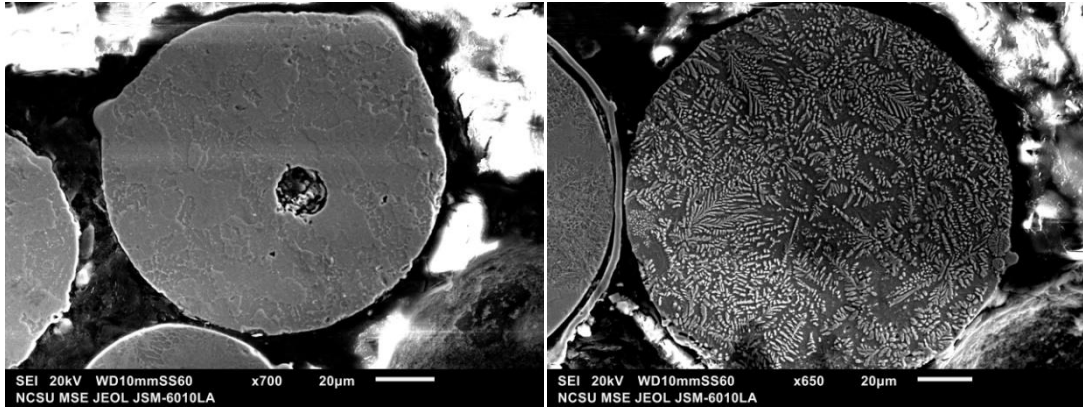
(b)

**Şekil 5. 5. Ni-Ti tozlarında; a) sıçrama başlığı oluşumu, b) katılma bölgesine sahip pürüzsüz bir toz yüzeyi**

Atomizasyon sürecinde parçacıkların soğutulması ve katılaştırılması sırasında, sıvı faz sıcaklığının altında katı fazın çekirdeklenmesi, hızlı kristal büyümesi ve kalıntı ergiyüklerin yarı izotermal katılması gerçekleşmektedir. Dolayısıyla, soğutma hızlarına, gaz saflığına ve proses parametrelerine bağlı olarak damlacıklarda çok yönlü mikroyapılara ulaşılabilir. Ötektik reaksiyon sıcaklıklarının üstünde, dendritik yapılar, termal olarak indüklenen dendritlerin parçalanması nedeniyle kısmen dendritik ve dendritik olmayan mikroyapılara geçiş yapmaktadır. Lu ve ark., deneysel Ni bazlı gaz atomize tozlarda azalan toz boyutunun, yüksek soğuma hızı ve tozlardaki çoklu çekirdeklenme nedeniyle, kesitsel katılma mikroyapısal değişimine (dendritik yapıdan hücresele dendritik ve hücresele mikroyapılara dönüşüm şeklinde) yol açtığını göstermiştir (Lu ve ark., 2016). Yablokova ve ark., SLM uygulamaları için farklı parçacık boyutlarına (<45 µm, 45-100 µm) sahip Ti esaslı tozların (β-Ti, TiNb ve Ni-Ti) reolojik davranışını ve kimyasal bileşimleri araştırmıştır. Ni-Ti tozları için 45-100 µm parçacık boyut aralığı, küresel morfolojiler ve kaba alt taneler ile daha iyi bir akışkanlık özelliği elde edilmiştir (Yablokova ve ark., 2015).

Çalışmamızda, tozlardan alınan kesitsel mikroyapılarda gaz atomizasyon prosesinin bir sonucu olarak kısmi poroziteye rastlanmakla birlikte (Şekil 5.7a),

matriste dendritik yapıların baskın morfoloji olarak bulunduğu ifade edilmiştir. Şekil 5.7b, katılaşmanın, daha önceki araştırmaları destekler nitelikte çekirdeklenme yoluyla oluştuğunu ve tanelerin ergiyik damla yüzeyindeki çekirdeklenme bölgelerinden büyüyerek meydana geldiğini göstermektedir. Çarpışma öncesinde uydu parçacıkları zaten katı halde olduğundan, parçacık ara yüzeyi ve iç bölgelerinde daha ince mikroyapılar gözlemlenmiştir. Bazı bölgelerde, dendritik fragmanlar matriste bölünmüş ve dağıtılmış olarak bulunmuştur.



(a)

(b)

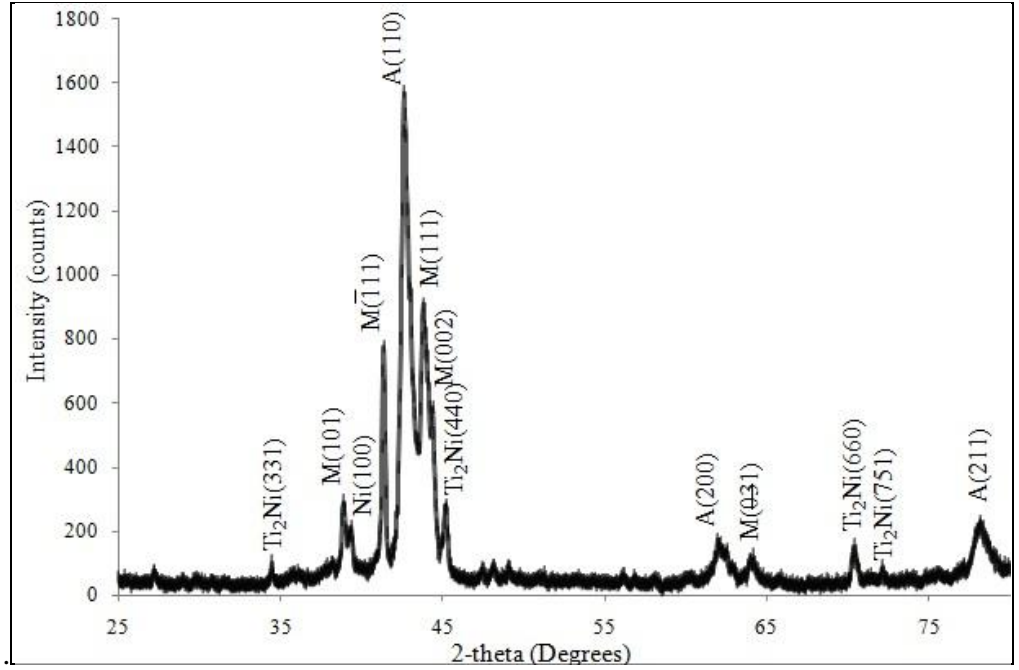
**Şekil 5. 6. a) Poroziteye sahip bir toz tanesi, b) küresel toz kesitinde yönlü dendritik katılaşma**

#### 5.1.4. XRD Analizi

X-Işını Difraksiyonu (X-Ray Diffraction, XRD), malzemelerin kristal yapılarını kalitatif ve yarı kantitatif şekilde analizine imkan sağlayan ve her bir kristalin fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanan bir analiz yöntemidir. Toz malzemelerde yapıdaki kristalin fazların ve oranlarının belirlenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Yapıda birden fazla faz mevcut ise kırınım verilerine Rietveld analizi uygulanarak faz özellikleri ile ilgili kantitatif sonuçlar elde edilebilmektedir (**Lach ve ark., 2002**).

Bu aşamada Ni-Ti toz test numunelerine XRD analizi uygulanarak faz analizi ve fazların kristal yapıları hakkında bilgi edinilmiştir. Analiz 25 °C'de, Rigaku Smart Lab XRD cihazı ile Cu K- $\alpha$  radyasyonunda ( $\lambda=0.154$  nm) gerçekleştirilmiş, nikel filtre ve referans malzeme olarak silikon esaslı toz numune kullanılmıştır. Şekil 2.2,

25°-80° 2θ aralığında XRD spektrumlarında elde edilen difraksiyon paternlerini, pik şiddetlerine karşılık gelen düzlem değerleri ile birlikte göstermektedir. Analiz sonucunda toz alaşımının Ti-55Ni (ağ.-%) oranına sahip olduğu doğrulanmış; monoklinik yapıda martenzit (Martensite, M) ve kübik yapıya sahip östenit (Austenite, A) formda NiTi bileşikleri, kübik yapıda Ti<sub>2</sub>Ni intermetalik fazı ve serbest Ni bulunduğu tespit edilmiştir. Tespit edilen fazların ve oryantasyonlarının literatür ile aynı doğrultuda olduğu belirlenmiştir (**Runciman ve ark., 2006**).



Şekil 5. 7. Ni-Ti tozlarına ait 25°-80° aralığında elde edilen XRD paternleri

## 5.2. EBM Cihaz Sisteminin Üretime Hazırlanması

Ni-Ti alaşımlarının EBM yöntemi ile üretimi North Carolina State University, Center of Additive Manufacturing and Logistics (CAMAL)' da bulunan Arcam Q10Plus cihazında gerçekleştirilmiştir. Arcam Q10plus, ortopedik implantların endüstriyel üretimi için özel olarak tasarlanmış, üçüncü kuşak katmanlı üretim EBM makinesidir. Arcam A1'in yerini alan Arcam Q10plus sistemi, önde gelen implant üreticileri ve mevcut kullanıcısı ile yakın işbirliği çerçevesinde geliştirilmiştir. Yazılım ve mekanik tasarım açısından birçok gelişmeyi içeren cihazın en ayrıcalıklı özelliği son teknoloji olarak nitelendirilen tek kristalli elektron demet tabancası kullanımınıdır.

Resim 5.1, Ni-Ti üretiminde kullanılan Q10Plus cihazının dış görünüşü ve Tablo cihazın teknik bilgileri ifade edilmektedir. Cihaz; kontrol ünitesi, elektron demeti ünitesi ve inşa ünitesi olmak üzere üç ana bölümden oluşmaktadır. Kontrol ünitesi, yüksek voltajın (60 kV) üretimini sağlayan birimdir ve aynı zamanda sistemin yazılımı ile ilgili özellikler bu üniteden kontrol edilmektedir. Vakum ünitesi olarak da adlandırılan elektron demeti ünitesi, kontrol ünitesinde üretilen gücün bir yüksek voltaj kablosu ile kolona aktarılmasını ve elektron demeti oluşturulmasını sağlayan birimdir. İnşa ünitesi, diğer iki ünite ile bağlantılı bir şekilde cihazda katmanlı üretimin gerçekleştiği bölümdür. Cihazın yeniden üretime hazırlanması esnasında operatörün kontrol etmek zorunda olduğu ve aynı zamanda yerinden ayrılabilen parçaları içermektedir. Bu parçalar, toz besleyiciler, ısı kalkanı, inşa tankıdır.

- Toz besleyiciler: Malzeme üretimi için gereken tozu içeren ve üretim esnasında tozun panel üzerine boşaltılmasını sağlayan haznelerdir. Q10Plus cihazında iki adet bulunmaktadır ve Ti alaşımı için her bir besleyicinin

taşıyabileceği toz miktarı 60 kg'dır.

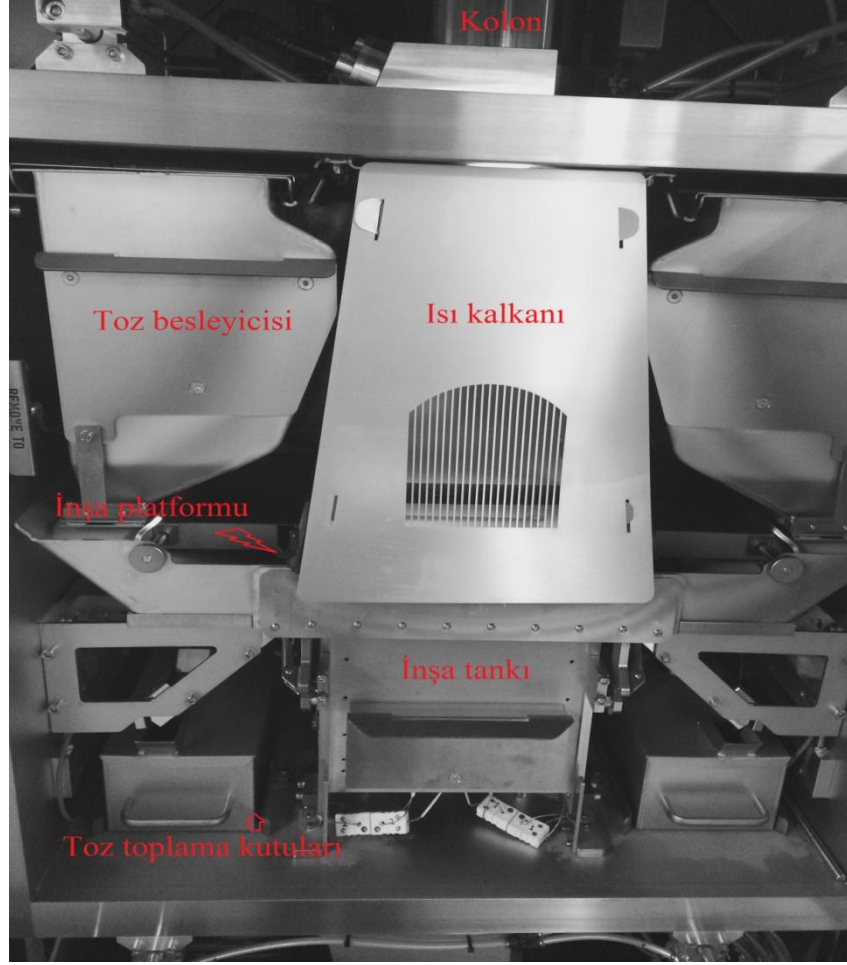
- Isı kalkanı: Üretim esnasında hedeflenen sıcaklığın sürdürülmesini sağlayan ve aynı zamanda iç parçaların metalizasyonunu engelleyen koruyucudur.
- İnşa tankı: Malzemenin inşa edileceği altlık düzeneği ve inşa platformu ile monteli bulunan üretim bölgesidir. Malzeme katmanlı bir şekilde üretildikçe altlık, inşa tankı içinde z ekseninde aşağı yönde hareket etmektedir.

Bu üç ana parçanın dışında, elektron demet kolonundaki manyetik mercekle için bir zemin düzlemi görevi gören kolon koruma folyoları ve tozların düzenlenmesi esnasında toz sensörlerinden geçen tozları toplayan iki adet kutu bulunmaktadır.



**Resim 5. 2. Ni-Ti üretiminde kullanılan Q10Plus cihazı dış görünüşü ve üniteleri**





**Resim 5. 3. İnşa ünitesi iç görünüşü ve düzeneği oluşturan mekanik kısımlar**

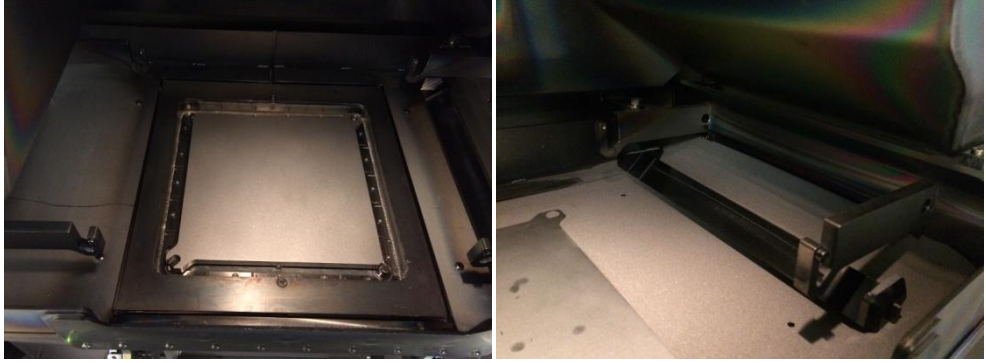
**Tablo 5. 2. Arcam Q10Plus cihazının teknik bilgileri**

Max. inşa boyutu	200x200x180 mm (WxD xH)
Max. demet gücü	3000 W
Katot türü/ömrü	Tek kristal/800 saat
Min. Demet çapı	140 $\mu$ m
Max. elektron demeti geçiş hızı	8000 m/s
Aktif soğutma	Su soğutmalı ısı emici
Vakum esaslı basınç	$5 \times 10^{-4}$ mbar
İnşa ortamı basıncı	$4 \times 10^{-3}$ mbar (He kısmi basıncı)
He tüketimi (İnşa süresince)	1 liter / hour
He tüketimi (Soğutma)	50-75 liters / build

Güç kaynağı	3 x 400 V, 32 A, 7kW
Makine Boyutları	2060 x 1066 x 2608mm
Makine ağırlığı	1681 kg
CAD arayüzü	Standart: STL

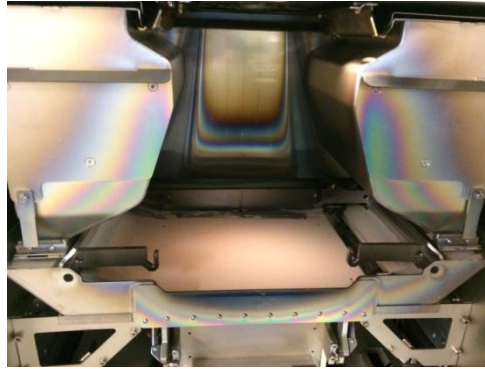
EBM sisteminde yüksek vakum seviyelerinde üretim gerçekleştirilmektedir. Bu nedenle elektron demetini aktif hale getirecek yüksek voltaj kaynağının başlatılabilmesi için basınç değerleri kontrol altında tutulmaktadır. Elektron demeti tabanca ünitesi içinde kristal malzemeden yapılmış katot kullanılmaktadır. Kristal katotun Tungsten katota göre en büyük avantajı daha uzun filaman ömrüne sahip olmasıdır. EB ünitesinde katottan akım geçirilerek, kristalin hedeflenen çalışma sıcaklığına ısıtılması sağlanmaktadır.

Katmanlı üretim esnasında, inşa platformu üzerine tozların beslenmesi ve beslenen tozların altlık üzerine yayılması tarak düzeneği ile sağlanmaktadır. Böylece inşa alanı üzerinde toz yatağı oluşturulmaktadır (Resim 5.3).



(a)

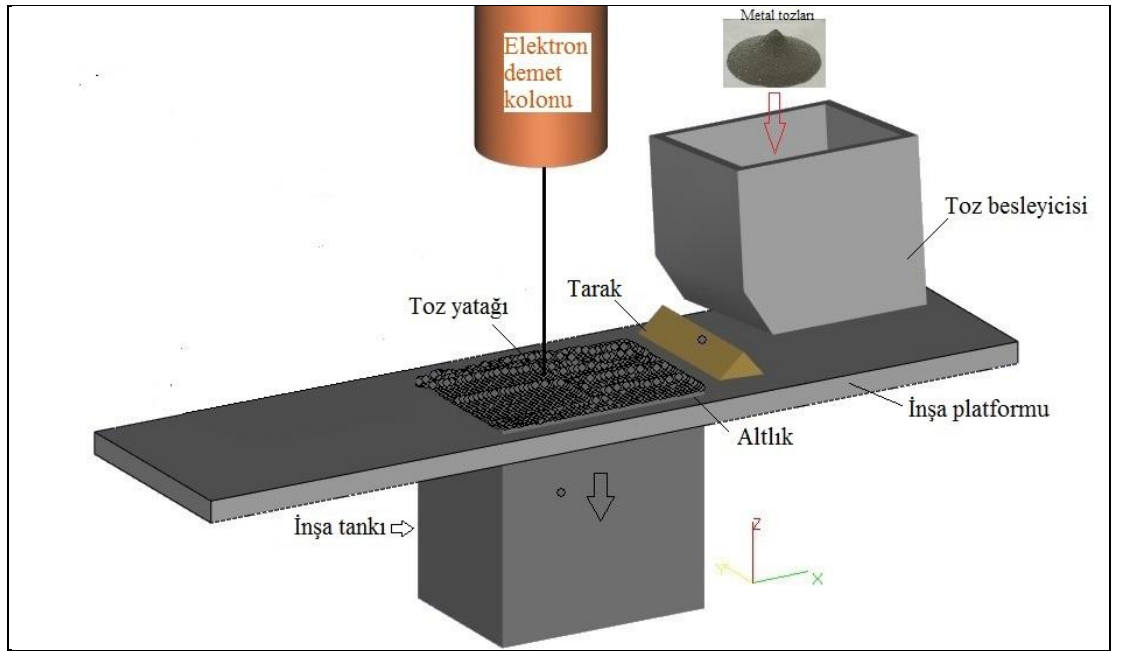
(b)



(c)

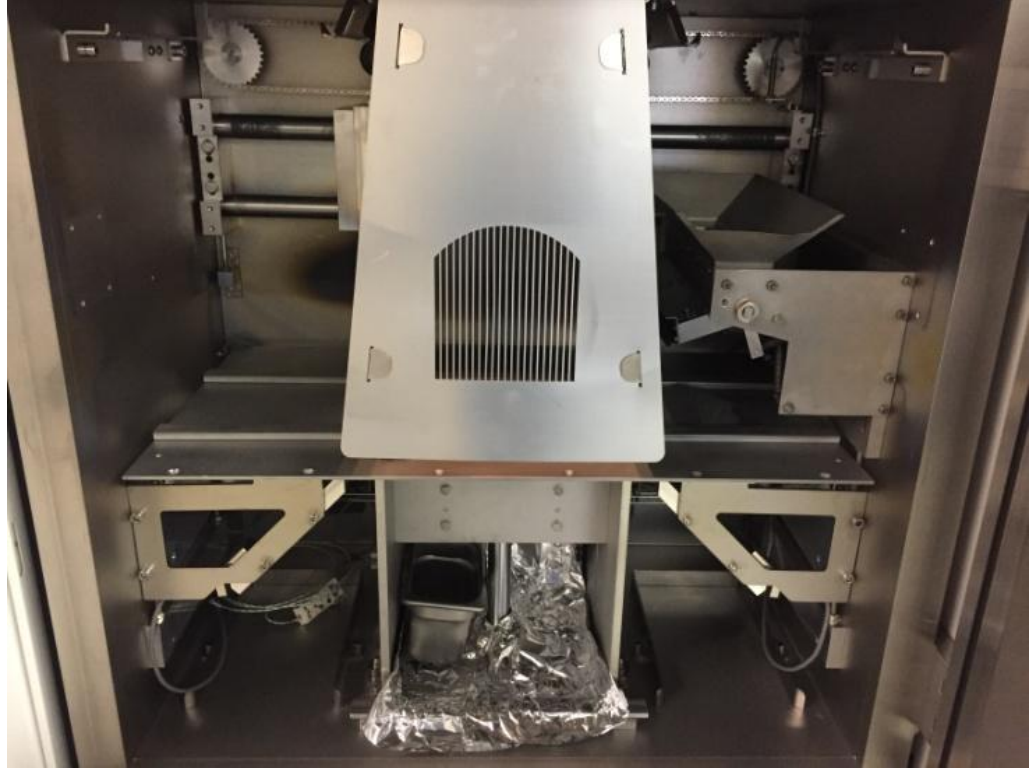
**Resim 5. 4. a) Başlangıç plakası (altlık), b) tarak kolu ve c) toz yatağı**

Çalışmamız dahilinde, Ni-Ti alaşımı malzeme geliştirme sürecinde, toz sarfiyatını azaltmak ve malzemenin etkin kullanılmasını sağlamak amacı ile mevcut sisteme küçük hacimli inşa tankı ve toz besleyicisi entegre edilerek fonksiyonel malzemeler için proses araştırma ve geliştirme özelliği kazandırılmıştır. Düzenek Şekil 5.8’de şematik olarak gösterilmektedir.



**Şekil 5. 8. Ni-Ti üretimi için düzeneğin tasarlanması**

Bu doğrultuda yukarıda bahsedilen, inşa ünitesindeki parçaların ünite dışına çıkarılması ve mevcut sistemin modifiye edilmesi sonucu, daha küçük boyutlu toz besleyicisi, inşa tankı, inşa platformu ve tarak sistemine sahip yeni bir düzenek meydana getirilmiştir (Resim 5.4). Tablo 5.3’de, orijinal ve yeni oluşturulan düzenek özellikleri karşılaştırılmıştır.



**Resim 5. 5. Küçük hacimli inşa ünitesi**

**Tablo 5. 3. Orijinal ve yeni oluşturulan düzeneğin mekanik parça özellikleri açısından karşılaştırılması**

<b>Özellik</b>	<b>Orijinal düzenek</b>	<b>Yeni düzenek</b>
Toz besleyicileri	2 adet (sağda ve solda)	1 adet (sağda)
Bir besleyicinin taşıyabileceği max. toz miktarı	30 kg	4 kg
Altlık boyutları	210x210x10 mm	75x75x10 mm
Tarak uzunluğu	300 mm	150 mm

### **5.2.1. Proses parametrelerinin belirlenmesi**

Proses parametrelerinin belirlenmesi ve üretim koşullarına bağlı olarak malzeme özelliklerine göre optimize edilmesi, diğer katmanlı üretim yöntemlerinde olduğu

gibi EBM yöntemi için de en önemli unsurdur. EBM yönteminde, farklı proses parametrelerinin uygulanması ile tam yoğunluklu, gözenekli ya da belirli oranda aynı anda hem gözenek, hem de katı bölgelere sahip parçalar üretilebilmektedir. Güç kaynağının aktif duruma geçmesi sonrası prosesin başlaması ile birlikte başlangıç tabakası olan altlık malzeme belirli bir sıcaklığa kadar ısıtılmaktadır. Hedeflenen sıcaklığa ulaşılması üretimin kararlı bir biçimde devamını sağlar. Hemen sonrasında tozların iletkenliğini ve birbirine bağlanmasını geliştirmek amacı ile ön ısıtma işlemi yapılmaktadır. Ön ısıtmayı takibeden ergitme aşamasında, belirlenen proses parametreleri doğrultusunda belirli yönde tarama işlemleri ile ön ısıtılan tozların ergitilmesi ve parçanın katmanlı olarak üretilmesi sağlanmaktadır. Bu nedenle EBM yöntemi ile üretilen parçaların fiziksel, mikroyapısal ve mekanik özellikleri, başlangıç sıcaklığı, ön ısıtma ve ergitme aşamaları için seçilen parametrelerden doğrudan etkilenmektedir.

Özellikle malzeme geliştirme aşamasında metodoloji oluşturulduktan, üretilmesi hedeflenen metal ya da alaşımın fiziksel metalurjik özellikleri, ergitme sıcaklığı, ZSD (Zaman-Sıcaklık-Dönüşüm) diyagramı, ısıtma işlem sıcaklıkları, sinterlenme davranışı, alaşımı oluşturan elementlerin buhar basıncı eğrileri, termal iletkenlik ve elektriksel iletkenlik değerleri göz önünde bulundurulmaktadır.

Bu çalışmada, Ti-55Ni alaşımının EBM yöntemiyle üretimi için, literatürde bu alanda yapılan çalışmalar ve malzeme özellikleri karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiş; edinilen bilgiler ışığında dizayn metodolojisi oluşturulmuştur. Yapılan incelemeler doğrultusunda, NiTi alaşımının termal iletkenlik, elektriksel iletkenlik ve ısıtma dönüşüm açısından Ti-6Al-4V alaşımı ile benzer fiziksel özelliklere sahip oldukları görülmüştür. Bu nedenle başlangıç aşamasında deneme üretimleri kapsamında, Arcam'ın Q10Plus cihazına özgü olarak Ti-6Al-4V alaşımı için sunduğu sistem parametrelerinin uygulanmasına ve sonuçlara bağlı olarak tarama hızı, demet akımı ve tekrarlama sayısı parametrelerinin değiştirilmesine karar verilmiştir. Tabaka kalınlığı 50 µm olarak seçilmiştir.

**Tablo 5. 4. Ti-55Ni alaşımı için Ti-6Al-4V alaşımı referans alınarak belirlenen proses parametre ve değerleri**

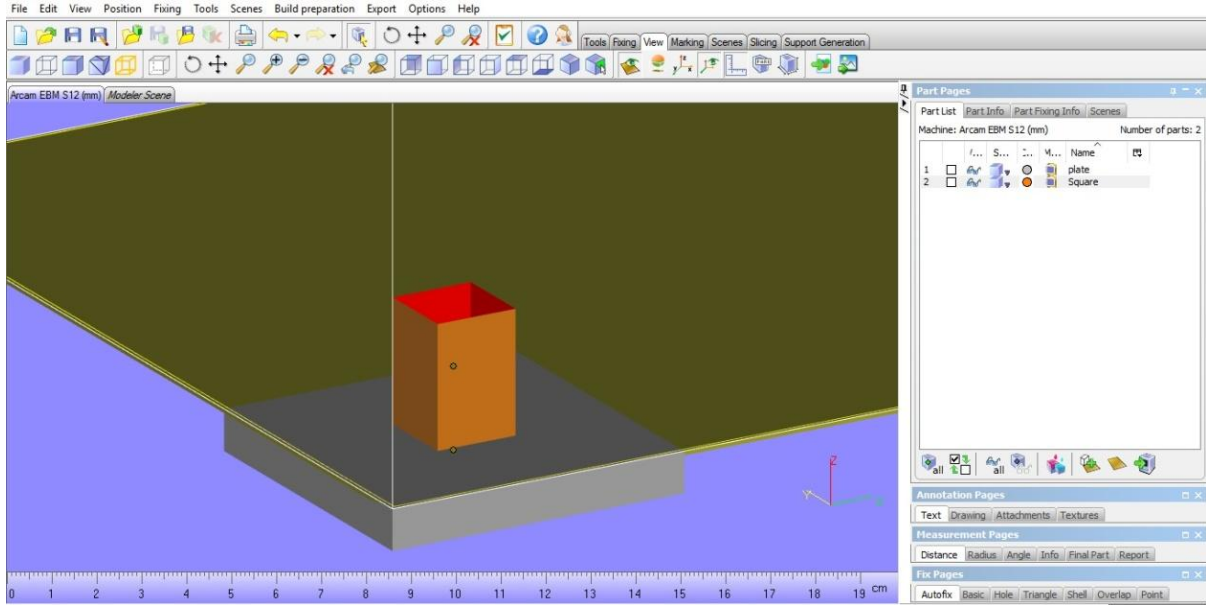
Ön ısıtma aşaması		Ergitme aşaması	
Parametre Adı:	Değer i:	Parametre Adı:	Değer i:
Tarama Hızı (mm/s)	18000	Tarama Hızı (mm/s)	4500
Max. Demet Akımı (mA)	19	Akım (mA)	15
Min. Demet Akımı (mA)	19	Max. Akım (mA)	30
Ortalama Akım (mA)	5.9	Odak Mesafesi (mA)	32
Başlangıç Sıcaklığı (°C)	760	Yüzey Sıcaklığı (°C)	850

### 5.2.2. CAD-model tasarımı ve sisteme yüklenmesi

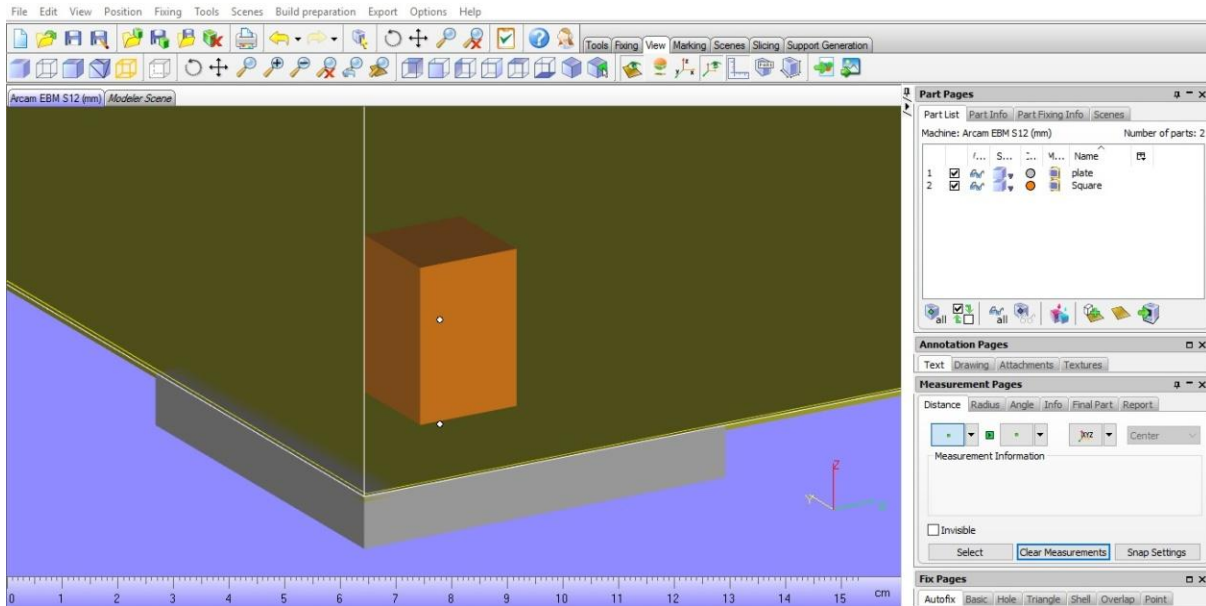
EBM dosyalarının hazırlanması için “Magics” ve “Arcam Build Assembler” olmak iki farklı yazılım kullanılmaktadır. Magics programında, üretilmek istenen yapının 3D modeli tasarlanmakta ve sonrasında oluşturulan STL uzantısına sahip dosya ABF dosyası olarak sisteme yüklenmektedir. Ayrıca Mimics ve Solidworks programlarında hazırlanan kompleks parçalar da aynı şekilde Magics ile STL uzantısına dönüştürülerek üretime hazır duruma getirilmektedir. Diğer katmanlı üretim yöntemlerinden farklı olarak Arcam EBM sisteminde, parçanın katmanlara ayrılması Arcam Build Assembler yazılımı tarafından cihaz içinde gerçekleştirilmektedir.

Çalışmamız kapsamında, deneme ve nihai üretimde kullanılmak üzere Magics programında üç ayrı 3D model tasarlanmıştır. Deneme numunesinin tasarımından

önce, odak mesafesi testi için aynı numuneye ait sadece kare çerçeveden oluşan bir model hazırlanmıştır (Şekil 5.9). Deneme üretimi için, başlangıç tabakasının merkezinde yer alacak şekilde, 20 mm kenar uzunluğuna sahip bir adet kare numune oluşturulmuştur (Şekil 5.10 ve 11).

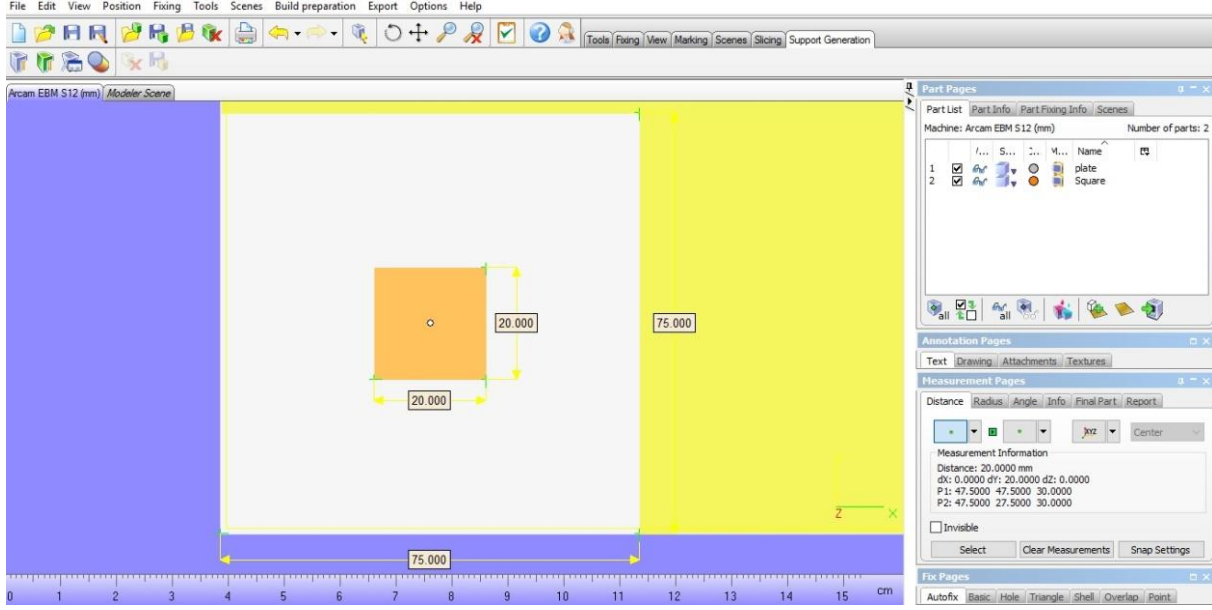


Şekil 5. 9. Demet kalibrasyon modeli



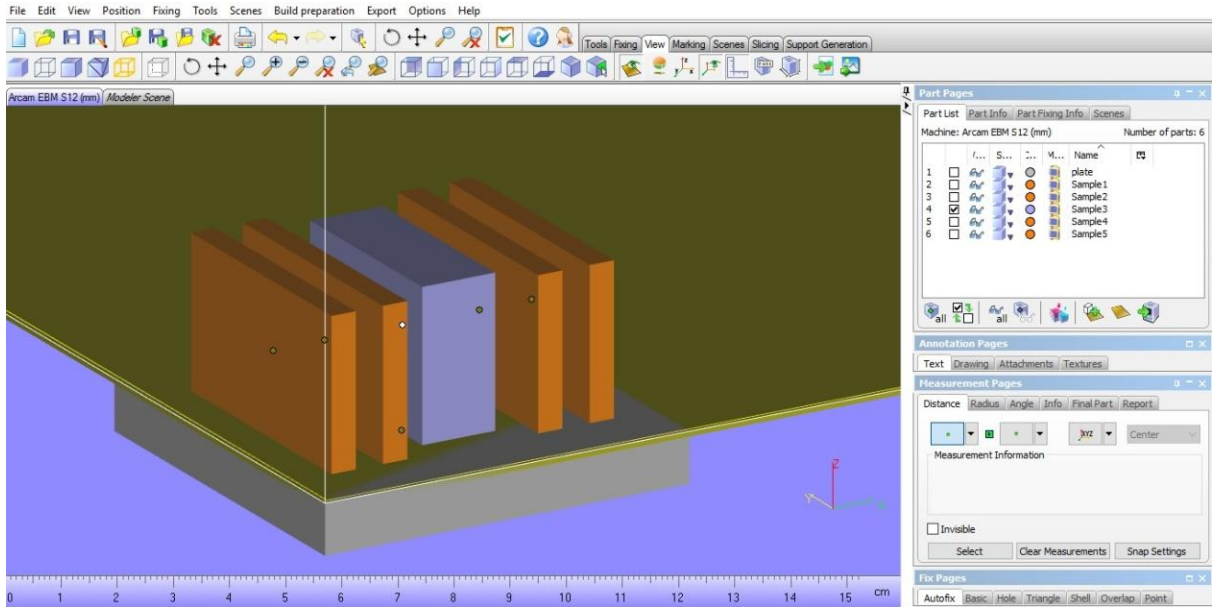


**Şekil 5. 10. Deneme üretimi için hazırlanan numune modeli**



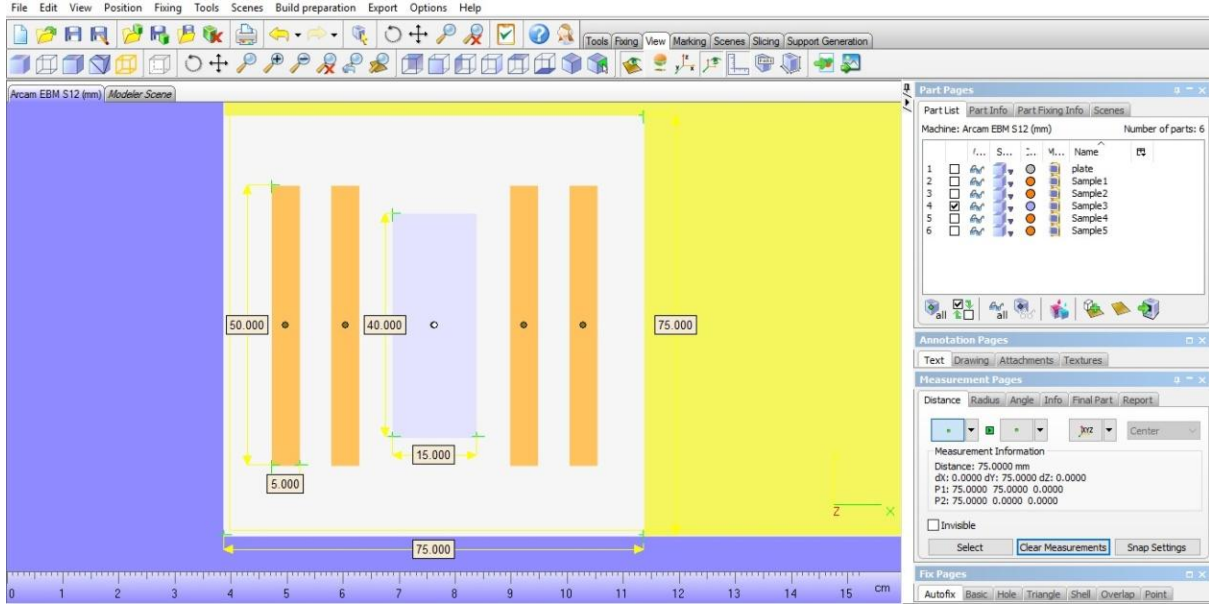
**Şekil 5. 11. Deneme üretim numunesinin ölçüleri ile birlikte üstten görünüşü**

Nihai üretim için test ve analizlerde kullanılmak için bar şeklinde 5 adet numune modeli tasarlanmıştır. Numune ölçüleri Şekil 5.13’de ifade edilmiştir.





## Şekil 5. 12. Nihai üretim numunelerinin modelleri



Şekil 5. 13. Nihai üretim numunelerinin üstten görünüşü

Arcam Build Assembler, parçaların sistem tarafından alınmasını, seçilen tabaka kalınlığı ile uyumlu olarak dilimlenmesini ve Arcam inşa dosyalarının (Arcam Build Files, ABF) oluşturulmasını sağlamaktadır. Böylece, bir Arcam cihazında üretim gerçekleştirmek için gerekli tüm bilgileri içeren bir arşiv meydana gelmektedir.

ABF dosyaları, parça, destek ya da ağ yapılarından oluşan birçok model içermektedir. Her bir model için Magics'te hazırlanan STL\* uzantılı dosyalar alınmaktadır. Tabaka kalınlığının seçilmesinden sonra modeller dilimlenmektedir. Devamında inşa alanı ve başlangıç altlık tabakası seçilmektedir. Sonrasında tüm bilgilerin kaydedilmesi ile birlikte, üretilmek istenen parça model panelinde 2D şeklinde görünür hale gelmektedir.

### 5.3. Katmanlı Üretim Çalışmaları

Parçaya ait CAD tasarımının sisteme yüklenmesi aşamasından sonra, malzemeye ait bilgilerin verilmesi, cihaz arayüzündeki proses kısmında belirlenen proses parametrelerinin seçilmesi ve her bir modele ayrı ayrı tanımlanması aşamaları

gerçekleştirilir. Bu aşamadan sonra, malzemeye ait bilgilerinin verilmesi, cihaz arayüzündeki proses kısmında belirlenen proses parametrelerinin seçilmesi ve her bir modele ayrı ayrı tanımlanması aşamaları gerçekleştirilir. İfade edilen bilgiler doğrultusunda cihaz tarafından üretimin ne kadar süreceği hesaplanır.

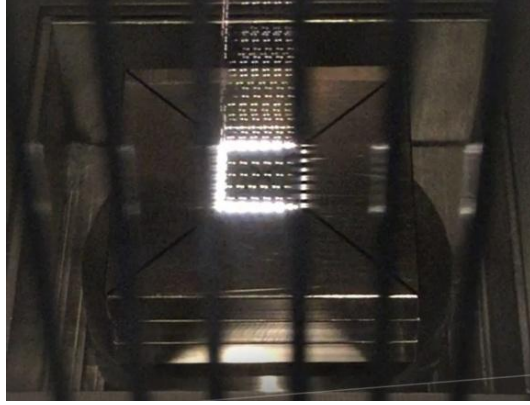
Sonraki aşama tozların besleyicilere yüklenmesidir. Tozlar besleyicilere yüklendikten sonra donanım aşaması ile koordineli bir biçimde altlık üzerinde yayılma testleri yapılmaktadır. İnşa tankının üretime hazır duruma getirilmesi sonucu cihaz vakum altına alınır, güç kaynağı aktif edilir ve demet hizalanması kontrol edildikten sonra üretime başlanır. Bu süreçte, model paneli, toplam parça uzunluğu, ulaşılan parça uzunluğu ve son katmanın oluşturulduğu süre gibi bilgiler anlık özet şeklinde ekran görüntüsünden takip edilebilmektedir (Şekil 5.14).



Şekil 5. 14. Nihai üretime ait örnek bir ekran görüntüsü

### 5.3.1. Deneme üretimleri

Deneme üretiminden önce, altlığın inşa tankı içindeki pozisyonunu, boyutsal uygunluğunu, gelen ışının tesir ettiği noktaları ve odak mesafesini test etmek için altlık plakası üzerinde demet hizalama ve odaklama testleri yapılmıştır. Altlık plakaları paslanmaz çeliktir ve 75x75x10 mm boyutlarında hazırlanmıştır (Şekil 1). Bu şekilde manuel yöntem ile sistem çalıştırılarak, plakanın merkezinde bulunan kareyi çevreleyen tekli yönlü çizgisel demet taraması gerçekleştirilmiştir. Test sonucunda her bir çizginin istenildiği şekilde belirli bir odak mesafesi değerine karşılık geldiği görülmüştür.



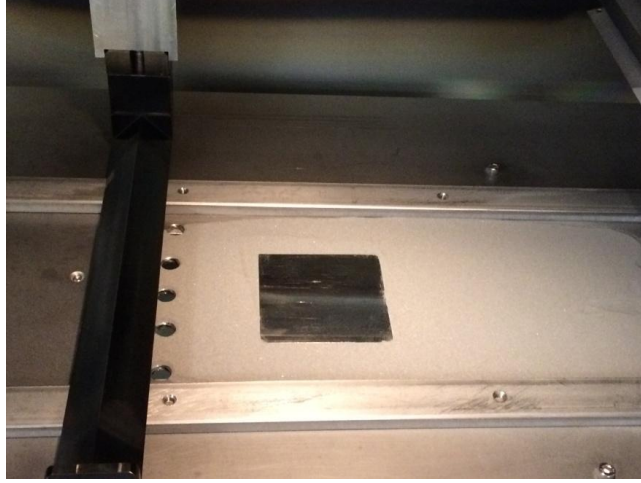
**Resim 5. 6. Odaklama testinde ışının etkileşim anı**

Resim 5.6'da görülebileceği üzere demet merkeze hizalanmış, tüm odak aralıklardaki içindeki (kareyi çevreleyen) çizgi adımları pürüzsüz ve keskin bir şekilde ergimiştir.



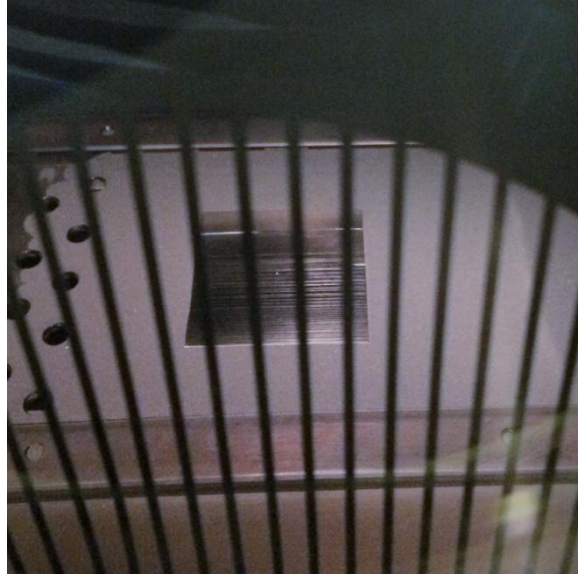
**Resim 5. 7. Test sonrası oluşan karenin görünümü**

Deneme üretimleri için Resim 5.7’de görülebileceği üzere, inşa haznesinin merkezine altlık plakası yerleştirilerek, plakanın z yönündeki hareketleri ve tozun plaka üzerinde yayılması davranışı test edilmiştir.



**Resim 5. 8. Toz yatağına yerleştirilen altlık plakası**

İnşa ünitesinin hazırlanması ısı kalkanının yerleştirilmesi ile tamamlanmıştır (Resim 5.8). Daha sonra makinenin kapısı kapatılarak sistem vakum altına alınmış ve üretim başlatılmıştır.



**Resim 5. 9. Isı kalkanı koyulduktan sonra üretim platformunun iç görünüşü**

Altlık tabakası kademeli bir şekilde ısıtılarak üretim başlangıç sıcaklığına ulaşılması sağlanmıştır (Resim 5.9).

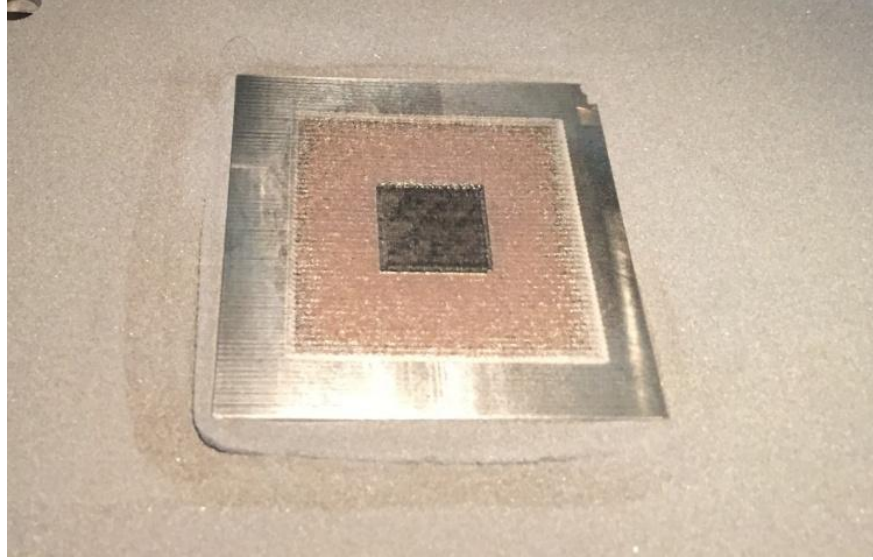


**Resim 5. 10. Plakanın 850 °C'deki görünümü**

Deneme üretimlerinde özellikle demetin tarama hızı ve akım değerleri incelenerek uygulanan parametrelerin altlığın yüzey sıcaklığını kararlı tutmasını sağlamak amaçlanmıştır.

Toz esaslı katmanlı üretim yöntemlerindeki en önemli yenilik toz durumdan tam yoğunluklu parça üretime imkan sağlanmasıdır. Tam yoğunluklu parçaların üretiminde ergime işleminin tamamlandığı katmanlar elde edebilmek için, enerji girişi toz partiküllerinin tamamen ergimesini sağlayacak kadar yüksek olmalıdır.

Resim 5.10'da yeralan numunede ön ısıtma aşamasında tarama hızının yüksek olması nedeniyle yeterli sürede ön ısıtma gerçekleşmediği için toz yatağı yüklenerek dumanlanmaya sebep olmuştur. Bu durumda kısa bir süre için demet akışı kesilmekte ve proses tekrar başlatılmaktadır.

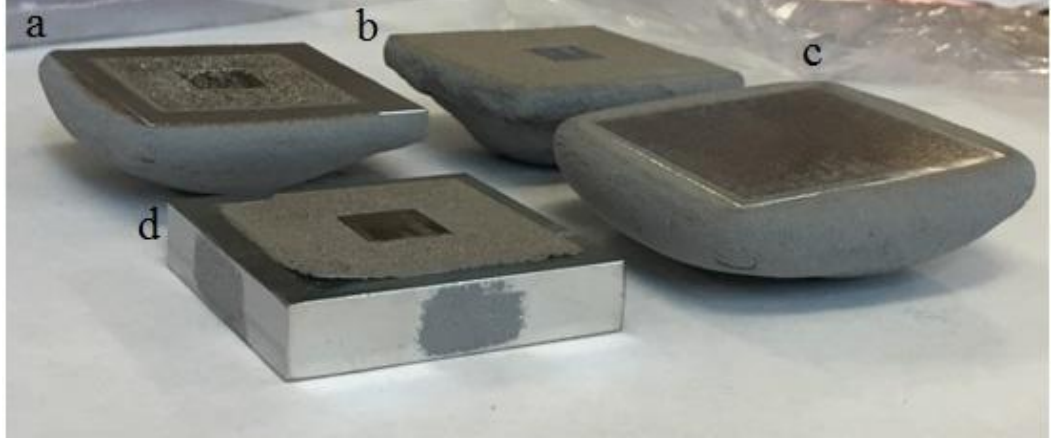


**Resim 5. 11. Birinci deneme numunesi**

Birinci deneme üretiminden sonra yukarıda belirtilen sorunları gidermek amacıyla Resim 5.11'deki a ve b numunelerine sırasıyla 400 mm/s ve 14200 mm/s olmak üzere ön ısıtma aşamasında farklı demet tarama hızları uygulanmıştır. Şekil c, fazla ısı iletimi nedeniyle plaka altında aşırı sinterleşmiş toz oluşumunu göstermektedir.



Bu durumu önlemek için Şekil d de görebileceği üzere altlık plakası yüksekliği 5 mm arttırılarak 15 mm yüksekliğe sahip yeni plakalar hazırlanmıştır.



**Resim 5. 12. Diğer deneme numuneleri**

Plaka yüksekliğinin arttırılması ve proses parametrelerinin yeniden optimize edilmesi sonucu 11 mm yüksekliğe sahip ilk numune başarı ile üretilmiştir (Resim 5.12).



**Resim 5. 13. Numunenin toz yatağından çıkarılma aşaması**

### **5.3.2. Nihai üretim**

Deneme üretimlerinin tamamlanması ve istenilen numunenin üretilmesi ile Şekil 5.13'de CAD modeli verilen numune setinin üretimi gerçekleştirilmiştir. Optimize edilen ve nihai üretimde kullanılan proses parametreleri Tablo 5.5'de sunulmuştur.

**Tablo 5. 5. Ni-Ti alaşımı için optimize edilen nihai proses parametreleri**

Ön ısıtma aşaması		Ergitme aşaması	
Parametre Adı:	Değer	Parametre Adı:	Değeri
Tarama Hızı (mm/s)	15220	Tarama Hızı (mm/s)	4500



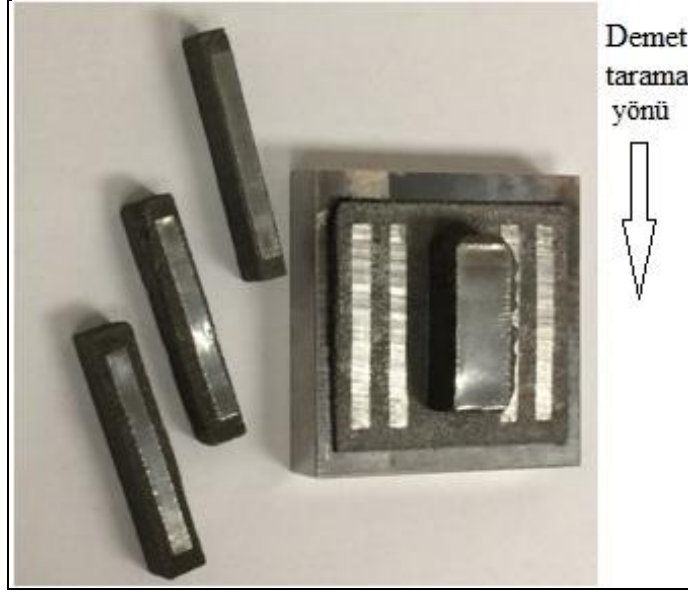
Max. Demet Akımı (mA)	8	Akım (mA)	15
Min. Demet Akımı (mA)	0.1	Max. Akım (mA)	30
Ortalama Akım (mA)	2	Odak Mesafesi (mA)	32
Başlangıç Sıcaklığı (°C)	760	Yüzey Sıcaklığı (°C)	850

Hedeflenen şekilde 16 mm yüksekliğinde üretilen numuneler, inşa tankındaki pistonun z ekseninde yukarı yönde hareketi ile toz yatağından çıkarılmıştır (Resim 5.13).



**Resim 5. 14. Numunelerin toz yatağından çıkarılması**

Etrafindaki sinterlenmiř toz tabakasının da temizlenmesinden sonra kesme iřlemi ile plakadan ayrılmaları saęlanmıřtır (Resim 5.14).



**Resim 5. 15. Numunelerin plakadan ayrılması**

## **6. BULGULAR**

### **6.1. Üretimi Yapılan Ni-Ti Alaşımının Analizi ve Karakterizasyonu**

Bu bölümde, EBM Ni-Ti alaşımının analiz ve karakterizasyon çalışmalarına yer verilmiştir. Bu kapsamda, XRD Analizi yapılarak hedeflenen kompozisyona ulaşılma durumu incelenerek, alaşımda bulunan faz ve oryantasyonları tespit edilmiştir. Optik mikroskop ve SEM ile mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilmiş, XRD analizinden elde edilen bilgiler ışığında EDS ile, yapıdaki mevcut fazların bölgesel analizleri ve haritalaması gerçekleştirilmiştir. Ayrıca Quantachrome Ultrapyc 1200e piknometre cihazı ile malzemenin özgül ağırlığı ölçülmüştür.

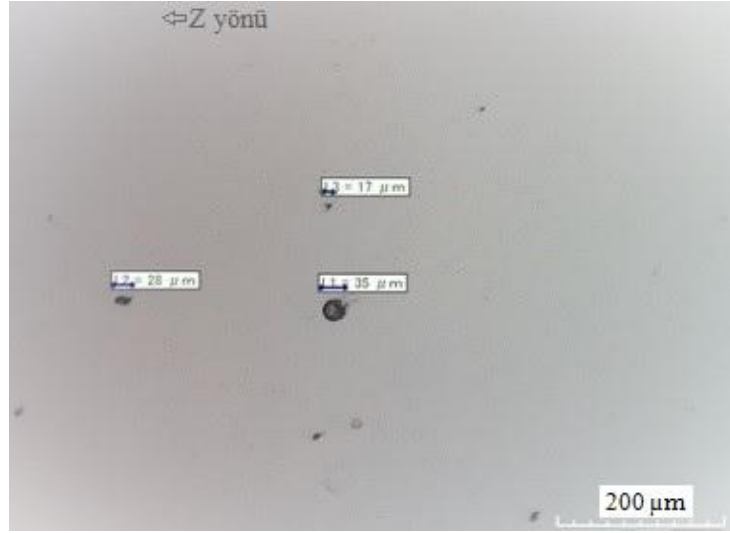
#### **6.1.2. Mikroyapı İncelemeleri ve EDS Analizi**

Nihai üretim aşaması sonucunda bar şeklinde üretilen numuneden analiz ve karakterizasyon için yüzey ve enine kesit numuneleri hazırlanmıştır. Zımparalama ve parlatma kademelerinden sonra, numunenin dağlanması için Kroll reaktifi denenmiş, fakat yeterli düzeyde dağlama gerçekleşmemesi nedeniyle daha kuvvetli bir reaktif (% 3.2 HF,% 14.6 HNO<sub>3</sub>, damıtılmış su) yardımıyla dağlama işlemi yapılmıştır.

##### **6.1.1.1. Optik Mikroskop İncelemeleri**

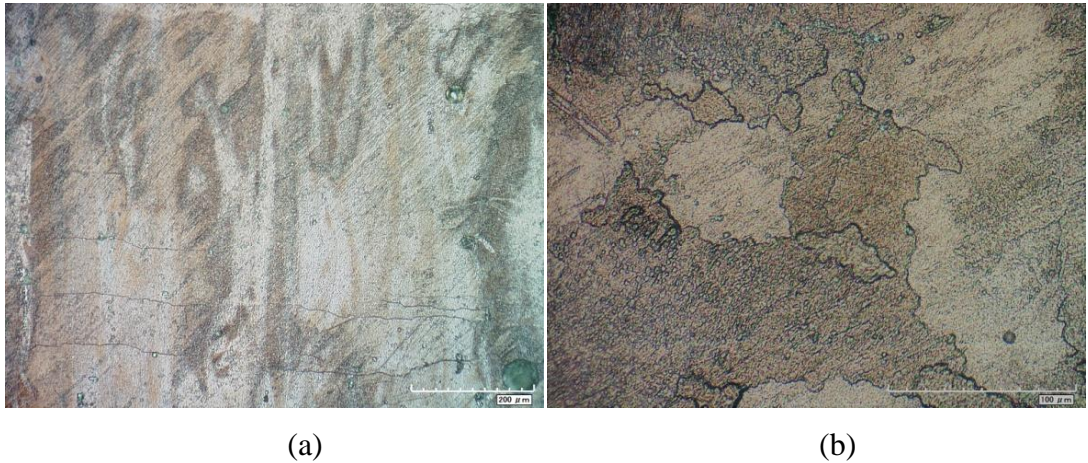
Optik mikroskop incelemeleri, parlatılmış ve dağlanmış konumda olmak üzere iki aşamada gerçekleştirilmiştir. Parlatma aşamasından sonra enine kesit numunede porozite analizi yapılarak tabakalar arasındaki ergime-katılma davranışı irdelenmiştir. Şekil de enine kesit alınan numunenin inşa yönündeki mikrografi verilmiştir. Mikroyapıda yer yer özellikle orta katmanlarda 17, 28 ve 35 µm çaplı mikro porozitelere rastlanmıştır. Çalışmamızda, tozlardan alınan kesitsel mikroyapılarda gaz atomizasyon prosesinin bir sonucu olarak kısmi poroziteye rastlanmıştır. Bu nedenle gözlemlenen porozitelerin toz kaynaklı olma ihtimali

bulunmakla birlikte tozun platform üzerinde yayılma hareketi ile de ilgili olarak katmanların tam ergiyememesinden de kaynaklanabileceği düşünülmektedir.



**Şekil 5. 15. Enine kesit numunesinde parlatılma sonrası ışık mikroskobu görüntüsü**

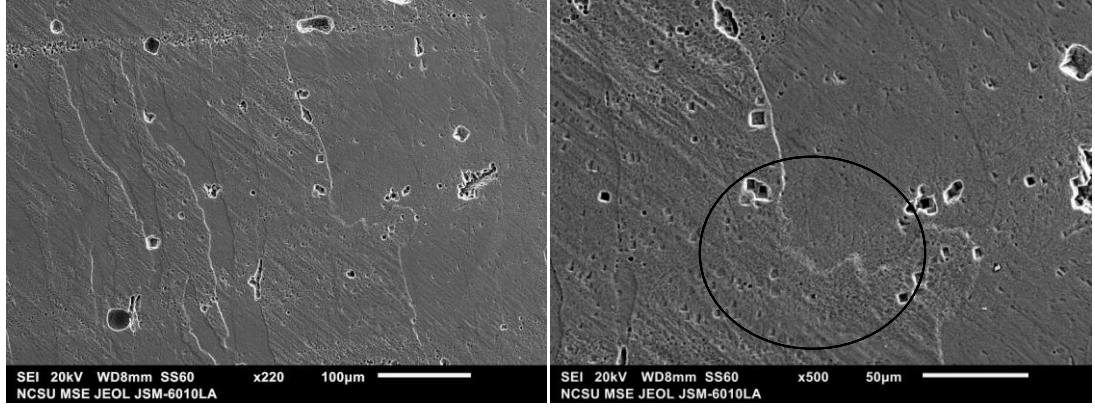
Şekil 'de Ni-Ti alaşımına ait enine kesit ve üst yüzey mikroyapı görüntüleri verilmiştir. Birinci mikroyapı görüntüsünden, katmanların inşa edilmesi sırasında katılaşmanın tam olarak sağlandığı anlaşılmıştır. Yüzeyin incelendiği ikinci mikroyapı görüntüsünden östenitik yapının var olduğu ve kısmen özellikle taneler içinde dağılmış yeşil renkte çökelti benzeri fazların bulunduğu gözlemlenmiştir.



**Şekil 5. 16. Ni-Ti alaşımının; a) enine kesit, b) enine kesite dik konumdaki üst yüzeyinin OM mikroyapı görüntüleri**

### 6.1.1.2. SEM İncelemeleri

SEM incelemeleri sonucunda östenitik NiTi matrisinde özellikle tane sınırlarında yoğunlaşmış, farklı boyutlarda küresel ve kare şeklinde çökeltilere rastlanmıştır. Bulguların netleştirilebilmesi için daha yüksek büyütmelerde SEM incelemeleri de yapılmıştır.

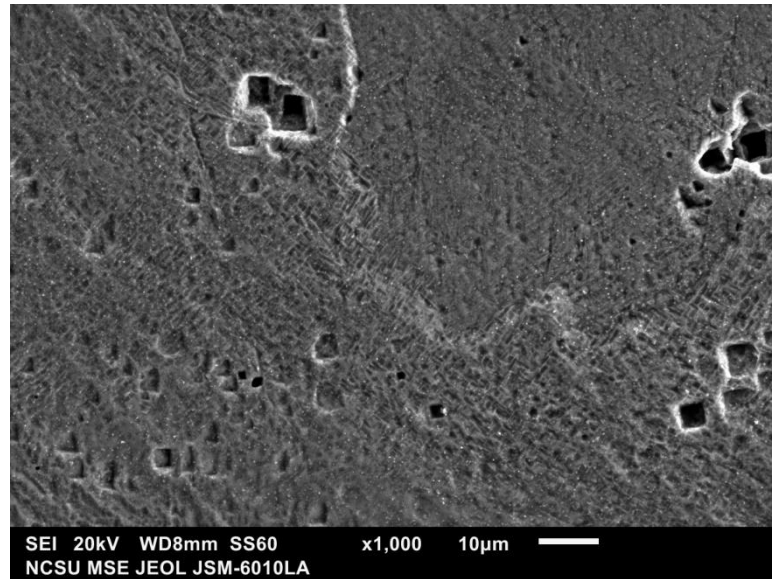


(a)

(b)

**Şekil 5. 17. Ni-Ti alaşımasının enine kesit numunesinin; a) düşük, b) yüksek büyütmedeki SEM görüntüleri**

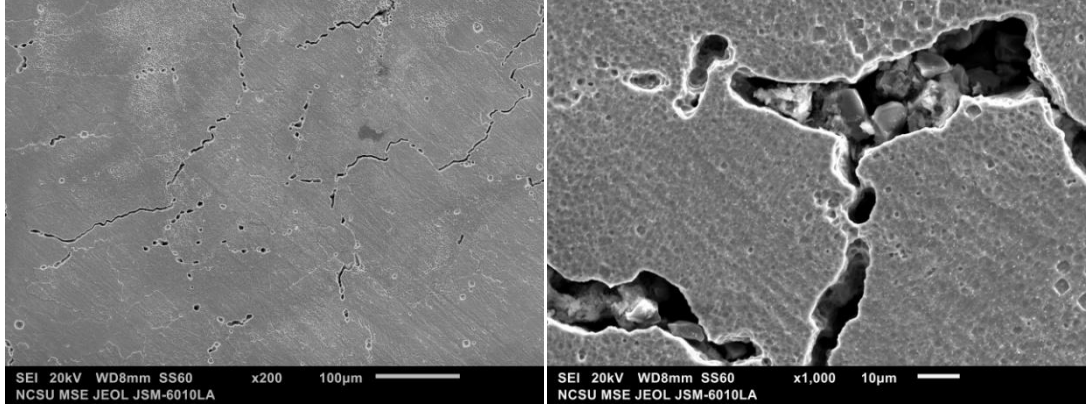
Şekil 5.18’de enine kesit numunesinde bulunan östenit tane sınırlarındaki karesel çökeltiler açık bir şekilde görülebilmektedir.





### Şekil 5. 18. Enine kesit numunesinde intermetalik fazlar

Şekil 5.19a’da ifade edilen yüzeyden alınan numunenin SEM görüntüsünden yapının östenitik olduğu ve yüksek büyütmede Şekil 5.19a’daki görüntüde tane sınırlarında kümelenmiş çökeltiler tespit edilmiştir.



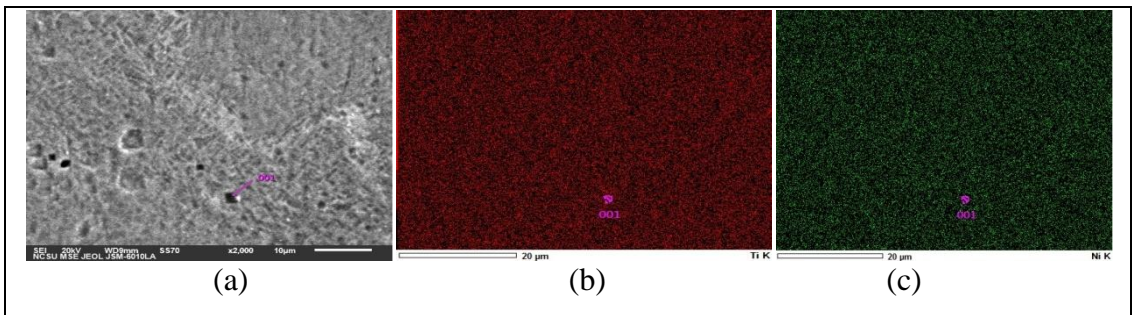
(a)

(b)

Şekil 5. 19. Ni-Ti alaşımının üst yüzey numunesinin; a) düşük, b) yüksek büyütmedeki konumdaki mikroyapıları

#### 6.1.1.3. EDS Analizleri

EBM NiTi alaşımına EDS analizi yapılarak imal edilen numunelerin bileşimleri ve faz oluşumlarının kompozisyonu hakkında bilgi edinilmiştir. Özellikle bilgesel yapılan EDS analizinde intermetalik fazların da bulunduğu sonucuna varılmıştır.



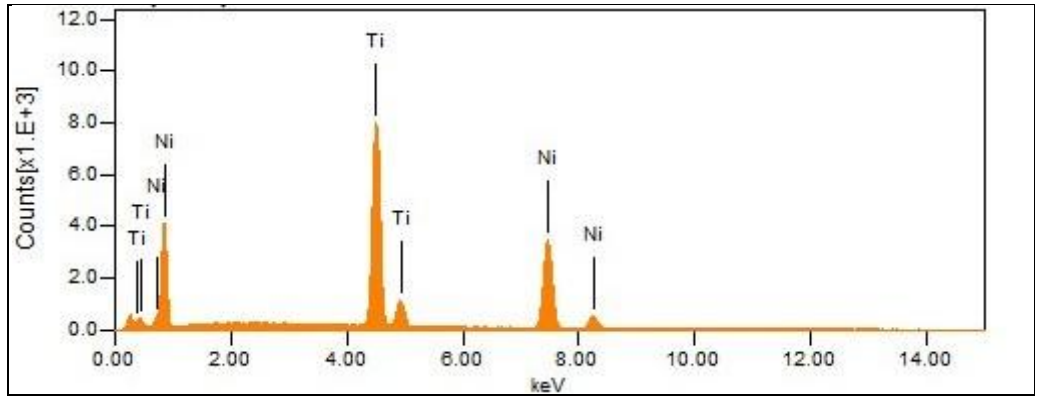
(a)

(b)

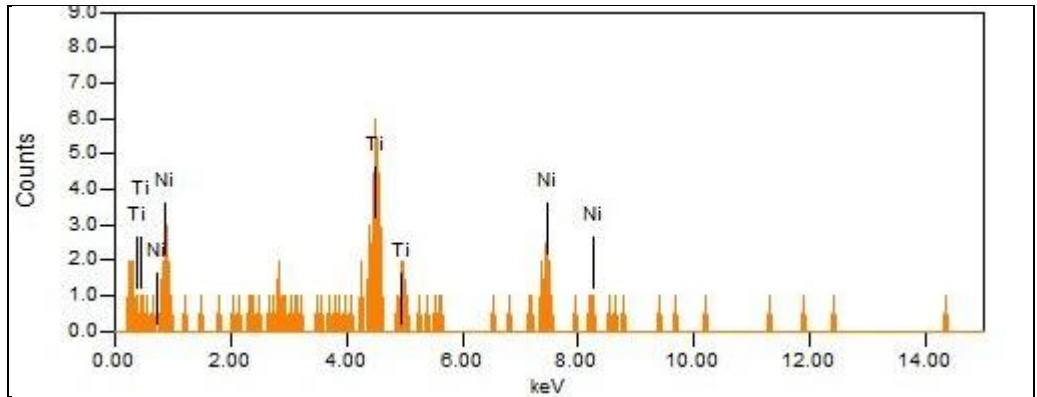
(c)

Şekil 5. 20. EBM Ni-Ti alaşımının enine kesit numunesinin EDS haritalaması;

a) Numunenin SEM görüntüsü, b) Ti içeriği, c) Ni içeriği



Şekil 5. 21. NiTi alaşımının EDS spektrumu



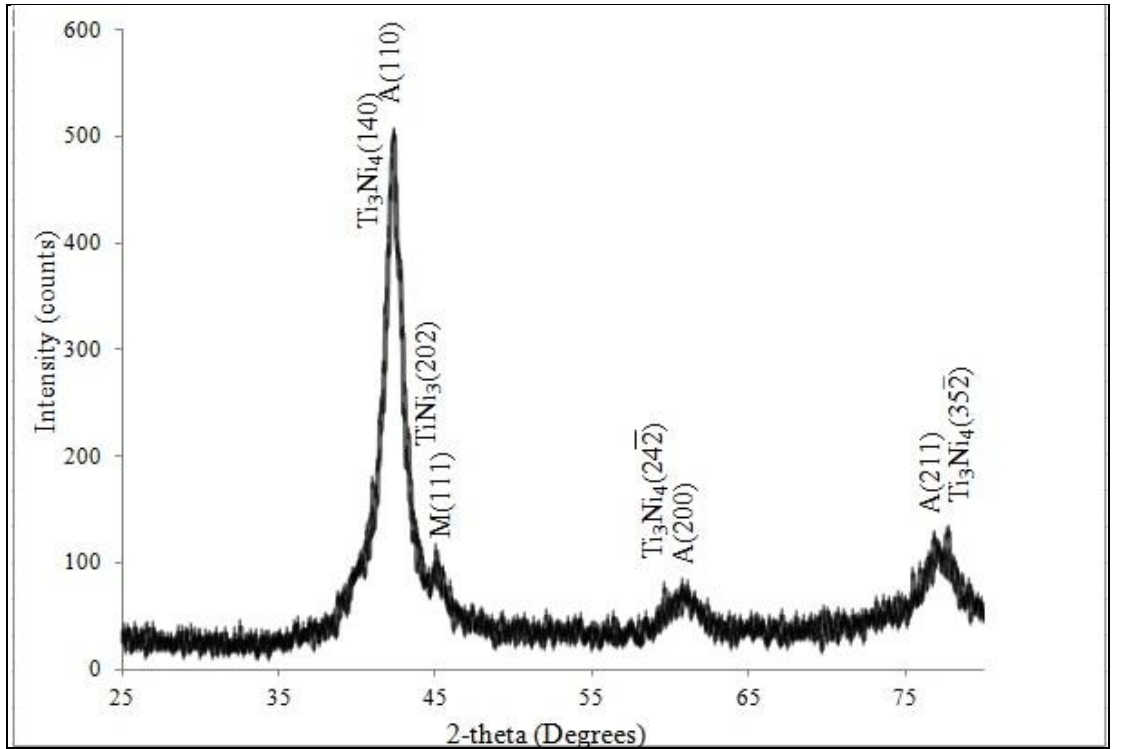
Şekil 5. 22. 001 Bölgesine ait EDS spektumu

Tablo 5. 6. EBM Ni-Ti alaşımı ve 001 Bölgesine ait atomca ve ağırlıkça element oranları

Element	Ağırlıkça (%)		Atomca (%)	
	Ti	Ni	Ti	Ni
EBM Ni-Ti	45.07	54.93	50.14	49.86
001 Bölgesi	40.54	59.46	45.52	54.48

## 6.2. XRD Analizi

Şekil 5.20’de EBM NiTi alaşımına 25 °C’de, Rigaku Smart Lab XRD cihazı ile Cu K- $\alpha$  radyasyonunda ( $\lambda=0.154$  nm) XRD analizi yapılarak SEM ve EDS analizlerinde varlıkları belirlenen faz ve intermetalik yapıların difraksiyon paternleri ve kristalografik oryantasyonları tespit edilmiştir. Baskın difraksiyon paternlerinde kübik kafes yapısına sahip östenitik NiTi ve fazları ile rombohedral  $Ti_3Ni_4$  intermetalik fazı piklerinin elde edildiği görülmüştür. Bununla birlikte hegzagonal  $TiNi_3$  fazı da tespit edilmiştir.



Şekil 5. 23. EBM Ni-Ti alaşımına ait XRD analizi sonucu









## 7. TARTIŞMA VE SONUÇ

Çalışma kapsamında, son yıllarda hızlı bir şekilde gelişme gösteren elektron demeti ergitme yöntemi kullanılarak, nikel-titanyum (nitinol) alaşımlarının başarılı bir şekilde tam yoğunluklu malzeme özelliklerine sahip olarak dünyada ilk defa üretimi gerçekleştirilmiştir. Analiz ve karakterizasyon çalışmaları sonucunda hedeflenen ana üç aşama ve alt aşamaların hepsi başarılı bir şekilde gerçekleştirilerek aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

- Ti-55Ni (ağ.-%) alaşım tozlarının titreşim uygulandıktan sonraki kütle yoğunluğu  $4.1485 \text{ g/cm}^3$ 'tür. Tozların metal huni içerisindeki akışı 17.57 saniyede tamamlanmıştır.
- Farklı büyütmelede yapılan mikroskopik incelemeler sonucu partiküllerin küresel bir şekle sahip olduğu ve gaz atomizasyon prosesinin de etkisi ile partiküllerin etrafında "satellite" olarak adlandırılan küçük toz taneciklerinin olduğu görülmüştür.
- Lazer kırınım yöntemi ile ıslak ve kuru modlarda yapılan tane boyut ve dağılım analizlerinde tozların Gauss şeklinde homojen bir dağılıma sahip olduğu ve ortalama partikül boyutlarının ıslak ve kuru mod için sırası ile  $92.03 \mu\text{m}$  ve  $85.4 \mu\text{m}$  değerlerinde bulunduğu tespit edilmiştir. Toz partiküllerinin % 88.3'ünün çapı  $69.48 \mu\text{m}$  ve üstü, % 11.7'sinin çapı  $19.62 \mu\text{m}$  ve altı olarak belirlenmiştir. Elde edilen tane boyutlarına sahip partiküllerin ışık mikroskobu incelemeleri ile de varlığı belirlenmiştir.
- Tozların küresel şekle, homojen partikül boyut dağılımına ve iyi bir paketlenme yoğunluğuna sahip olduğu; EBM prosesi için ideal partikül boyut aralıklarında bulunduğu ve morfolojik olarak gerekli nitelikleri sağladığı sonucuna varılmıştır.
- Deneme üretimlerinde özellikle demetin tarama hızı ve akım değerleri incelenerek uygulanan parametrelerin altlığın yüzey sıcaklığını kararlı tutması sağlanmıştır. Proses parametreleri geliştirilerek, nihai üretimde uygulanmıştır.
- Ön ısıtma aşamasında  $15220 \text{ mm/s}$  tarama hızının, uygulanan üretim koşullarındaki en ideal tarama hız olduğu sonucuna varılmıştır.
- Ergitme aşaması için,  $4500 \text{ mm/s}$  tarama hızı ve  $32 \text{ mA}$  odak mesafesi demet-toz etkileşimi açısından, dumanlanmaya sebep vermeden, ergime

ve katılmanın tam olarak gerçekleştiği en iyi sonuçları vermiştir.

- Yapılan yoğunluk ölçümleri sonucunda üretilen parçalarda teorik yoğunluğun % 94'ü oranında görünür yoğunluk elde edilmiştir.
- Sistem vakum altında çalıştığı için kontaminasyonlardan uzak bir üretim sağlanmıştır.

Çalışma hem üretim yöntemi hem de seçilen alaşım grubu olmak üzere iki açıdan da hem doktora adayı için hem de ülkemiz için önem taşımaktadır. Aday Metalurji ve Malzeme Mühendisliği alanında yüksek derecelere lisans ve yüksek lisans eğitimini tamamlamış ve 2013 yılında katıldığı Tübitak Üniversite Düzeyi Girişimcilik ve Yenilikçilik Yarışması'nda Teknoloji alanında "Elektron Demeti Ergitme Yöntemi ile Ortopedik ve Dental İmplant Üretimi" konulu projesi ile birincilik ödülü almıştır. Öncelikli hedefi bu teknolojiyi ülkemize kazandırmak olan aday 2013 yılı sonunda Arcam firması ile görüşmeler gerçekleştirmiş, bu alanda öncü araştırma kurumlarını ve üniversiteleri belirleyerek bilgi alt yapısını oluşturmaya başlamıştır. Ülkemizde savunma sanayinin stratejik önemi ve katmanlı üretim ile gerçekleştirilebilecek projeler ile teknolojik alt yapının daha hızlı oluşabileceğini düşünerek aday, 2014 yılında Savunma Teknolojisi alanında doktora eğitimine başlamış ve hedefine bir adım daha yaklaşmıştır. Günümüz rekabet koşulları altında bir ürün geliştirilirken, ürün, üretim yöntemi veya hizmetlerde yapılan inovasyon çalışmalarında form, fonksiyon denemeleri yapılabilecek prototipler ve modeller kullanılması; geliştirilen ürünlerin en kısa sürede tüketicinin kullanımına sunulması büyük önem taşımaktadır. Son yıllarda sözkonusu model ve prototiplerin üretiminde; son kullanıcıya sunulacak ürünlerin üretiminde kalıp imalatı gibi uzun zaman alan süreçlerin ortadan kaldırılmasında Katmanlı Üretim Teknolojileri (KÜT) yaygınlaşarak kullanılan teknolojiler olarak dikkat çekmektedir. Günümüzde nikel-titanyum şekil bellekli alaşımların başta uzay ve uçak mühendisliği alanlarında olmak üzere, savunma sanayinin birçok kolunda ve tıp uygulamalarında kullanımı diğer sistemlere tercih edilir hale gelmiştir. Alaşımın üretilmesi sonucunda elde edilen kazanımlar ve EBM katmanlı üretim teknolojisinin tüm inceliklerinin öğrenilmesi, gerekli bilgi birikiminin oluşturulması ve teknolojinin ülkemiz araştırma merkezlerinde ve sanayi

kuruluşlarında geliştirilmesine yardımcı olacak ve daha ekonomik sistemlere çözüm sağlayacaktır.

Gelecekte, üretilen NiTi alaşımının ısı işlemleri yapılacak, DSC analiz sonuçları ışığında uygulama alanlarına yönelik şekil bellek ve süperelastik özelliklerinin belirlenecektir. İstenen sonuçların elde edilmesi, medikal, havacılık ve savunma sanayi için büyük önem taşıyan üstün nitelikli NiTi alaşımlarının tek kademede, ilave işlem gerektirmeden, net- shape ürün olarak düşük ağırlık ve maliyet ile üretilmesine katkıda bulunabilecektir.

## **KAYNAKLAR**

Altug GS, Gulsoy O. Elektron Demet Ergitme Yöntemi ile Titanyum Alaşımlarının Üretimi. Metal Dünyası. 2014; 252: 3-9.

Andani MT. Modeling, Simulation, Additive Manufacturing, and Experimental Evaluation of Solid and Porous NiTi, Thesis of Degree of Doctor of Philosophy, The University of Toledo, 2015.

Antonucci V, Martone A. Phenomenology of Shape Memory Alloys. Shape Memory Alloy Engineering. ISBN 978-0-08-099920-3. Elsevier, 2015.

Antonysamy AA. Microstructure, Texture and Mechanical Property Evolution during Additive Manufacturing of Ti6Al4V Alloy for Aerospace Applications. Thesis of Degree of Doctor of Philosophy, University of Manchester, 2012.

Arcam AB: <http://www.arcam.com/solutions/orthopedic-implants/>, (Accessed in December 2016).

Arcam AB: <http://www.arcam.com/solutions/aerospace-ebm/>, (Accessed in December 2016).

Arcam AB: <http://www.arcam.com/technology/electron-beam-melting/hardware/>, (Accessed in December 2016).

Arce AR. Thermal modeling and simulation of electron beam melting for rapid prototyping on Ti6Al4V alloys, North Carolina State University, Degree of Doctor of Philosophy, 2012.

Asta M, Beckermann C, Karma A, Kurz W, Napolitano R, Plapp M, Purdy G, Rappaz M, Trivedi R. Solidification microstructures and solid-state parallels: Recent developments, future directions. Acta Materialia. 2009; 57: 941–971.

ASTM Committee F42 on Additive Manufacturing Technologies.  
<http://www.astm.org/COMMITTEE/F42.htm>.

ASTM Standard. ASTM B527–15, Standard Test Method for Tap Density of Metal Powders and Compounds. 2014, ASTM International, West Conshohocken, PA.

ASTM Standard. ASTM B703–10, Standard Test Method for Apparent Density of Metal Powders and Related Compounds Using the Arnold Meter. 2010, ASTM International, West Conshohocken, PA.

ASTM Standard. ASTM B213–13, Standard Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel. 2013, ASTM International, West Conshohocken, PA.

Attar E, Simulation of Selective Electron Beam Melting Processes. Thesis of Degree of Doctor of Philosophy, Der Technischen Fakultät der Universität Erlangen-Nürnberg, 2011.

Axelsson S. Surface characterization of titanium powders with X-ray photoelectron spectroscopy. Chalmers University of Technology, Diploma work in the Master Programme Advanced Engineering Materials, 2012.

Bahraminasab M, Sahari B. NiTi Shape memory alloys, promising materials in orthopedic applications. Intech; 2013: doi: 10.5772/52228

Bartolo P, Kruth J, Silva J, Levy G, Malshe A, Rajurkar K, Mitsuishi M, Ciurana J, Leu M. Biomedical production of implants by additive electro-chemical and physical processes. CIRP Annals-Manufacturing Technology, 2012, doi: 10.1016/j.cirp.2012.05.005.

Blecher JJ., Palmer TA, Debroy T. Solidification Map of a Nickel-Base Alloy. The



Minerals, Metals & Materials Society and ASM International, DOI: 10.1007/s11661-013-2149-1, 2013.

Blott S, Pye K. Particle size distribution analysis of sand-sized particles by laser diffraction: an experimental investigation of instrument sensitivity and the effects of particle shape. *Sedimentology*. 2006; 53: 671–685.

Bontha S, Klingbeil NW, Kobryn PA, Fraser HL. Thermal process maps for predicting solidification microstructure in laser fabrication of thin-wall structures. *Journal of Materials Processing Technology*. 2006; 178: 135–142.

Bontha S, Klingbeil NW, Kobryn PA, Fraser HL. Effects of process variables and size-scale on solidification microstructure in beam-based fabrication of bulky 3D structures. *Materials Science and Engineering A*. 2009; 513–514: 311–318.

Bormann T, Müller B, Schinhammer M, Kessler A, Thalmann P, Wild M. Microstructure of selective laser melted nickel–titanium. *Materials Characterization*. 2014; 9: 189-202.

Bormann T, Schumacher R, Müller B, Mertmann M, Wild M. Tailoring selective laser melting process parameters for NiTi implants. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2012; 21: 2519-2524.

Boettinger WJ, Coriell SR, Greer AL, Karma A, Kurz W, Rappaz M, Trivedi R. Solidification microstructures: recent developments, future directions. *Acta Metallurgica*. 2000; 48: 43-70.

Brack E, Pages S, Dugne O, Podor R. Recent analytical developments for powder characterization. *Eur. Phys. J. Special Topics*. 2015; 224: 1787–1804.

Cansizoglu O. Mesh structures with tailored properties and applications in hip stems. Thesis of Degree of Doctor of Philosophy, North Carolina State University, 2008.

Chowdhury P., Ren G., Sehitoglu H. NiTi superelasticity via atomistic simulations. *Philosophical Magazine Letters*. 2016; 95: 574-586, DOI:10.1080/09500839.2015.1123819.

Chowdhury P., Sehitoglu H. Deformation physics of shape memory alloys – Fundamentals at atomistic frontier. *Progress in Materials Science*. 2017; 88 : 49–88.

Chen Z, Liu Y, Wu H, Zhang W, Guo W, Tang H, Liu N. Microstructures and wear properties of surface treated Ti–36Nb–2Ta–3Zr–0.35O alloy by electron beam melting (EBM). *Applied Surface Science*. 2015; 357: 2347–2354.

Cheng XY, Li SJ, Murr LE, Zhang ZB, Hao YL, Yang R, Medina F, Wicker RB. Compression deformation behaviour of Ti–6Al–4V alloy with cellular structures fabricated by electron beam melting. *Journal of the Mechanical Behaviour of Biomedical Materials*. 2012; 16: 153.

Chenwei C, Ni free shape memory alloys (SMAs) for biomedical applications. City University of Hong Kong, Bachelor of Engineering in Materials Engineering Dissertation, 2011.

Concilio A, Lecce L. Historical Background and Future Perspectives. *Shape Memory Alloy Engineering*. ISBN 978-0-08-099920-3, Elsevier, 2015.

Cormier D, Harrysson O, West H. Characterization of H13 steel produced via electron beam melting. *Rapid Prototyping Journal*; 2004: 1035-41.

Dutta B, Froes FH. Additive manufacturing of titanium alloys. *Advanced Materials & Processes*. 2014; February: 18.

Elahinia MH, Hashemi M, Tabesh M, Bhaduri SB. Manufacturing and processing of NiTi implants: A review. *Progress in Materials Science*. 2012; 57: 911–946.

Engeberg ED, Dilibal S, Vatani M, Choi JW, Lavery J. Anthropomorphic finger antagonistically actuated by SMA plates. *Bioinspiration&Biomimetics*. 2015; 10: 056002.

Erkecoglu S, Sezer S, Bucak S. Smart Delivery Systems with Shape Memory and Self-Folding Polymers. *Smart Drug Delivery System*. book edited by Ali Demir Sezer, ISBN 978-953-51-2247-0: 2016.

Feninat F, Laroche G, Fiset M, Diego D. Shape memory materials for biomedical applications. *Advanced Engineering Materials*. 2002; 4: 91-104.

Formanoir C, Michotte S, Rigo O, Germain L, Godet S. Electron beam melted Ti-6Al-4V: Microstructure, texture and mechanical behaviour of the as-built and heat-treated material. *Materials Science & Engineering A*. 2016; 652: 105-119.

Frigola P, Harrysson OLA, Ramirez DA. Fabricating copper components with electron beam melting. *Advanced materials & processes*; 2014: 20-24.

Garay JE, Anselmi-Tamburini U, Munir ZA. Enhanced growth of intermetallic phases in the Ni-Ti system by current effects, *Acta Materialia*. 2003; 51: 4487-4495.  
Gebhart A, Hötter JSÖ. *Additive Manufacturing, 3D Printing for Prototyping and Manufacturing*. ISBN: 978.

German RM. *Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing, Metal Powder Industry*, ISBN-13: 978-0976205715, 2005.

Gibson I, Rosen D, Stucker B. *Additive Manufacturing Technologies. 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing*, ISBN 978-1-4939-2113-3, Springer, 2015.

Gockel J, Beuth J. Understanding Ti-6Al-4V Microstructure Control in Additive Manufacturing via Process Maps. *Solid Freeform Fabrication Symposium, Texas, U.S.A, 2013*.

Gong X, Anderson T, Chou K. Review on powder-based electron beam additive

manufacturing technology. ASME 2012 International Symposium on Flexible Automation, 18-20 June, USA, 2012.

Gong H, Rafi K, Gu H, Starr T, Stucker B. Analysis of defect generation in Ti–6Al–4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes. *Additive Manufacturing*. 2014; 4: 87–98.

Guo Y, Klink A, Fu C, Snyder J. Machinability and surface integrity of Nitinol shape memory alloy. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*. 2013; 62: 83–86.

Haberland C, Elahinia M, Walker JM, Meier H, Jan Frenzel J. On the development of high quality NiTi shape memory and pseudoelastic parts by additive manufacturing. *Smart Mater. Struct.* 2014; 23: 2-13.

Halani PR, Kaya I, Yung C, Shin YC, Karaca HE. Phase transformation characteristics and mechanical characterization of nitinol synthesized by laser direct deposition. *Materials Science & Engineering A*. 2013; 559: 836–843.

Hamilton RF, Palmer TA, Bimber BA. Spatial characterization of the thermal-induced phase transformation throughout as-deposited additive manufactured NiTi bulk builds. *Scripta Materialia*. 2015;101: 56–59.

Hecht U, Granasy L, Pusztai T, Böttger B, Apel M, Witusiewicz V, Ratke L, De Wilde J, Froyen L, Camel D, Drevet B, Faivre G, Fries SG, Legendre B, Rex S. Multiphase solidification in multicomponent alloys. *Materials Science and Engineering*. 2004; 46: 1–49.

Hiemenz J. EBM Offers a new alternative for producing titanium parts and prototypes, time-compression technologies, 2006, 18-20.

Hoeges S. Development of a maraging steel powder for additive manufacturing. GKN Sinter Metals Engineering GmbH Library, 2015.

Horn TJ, Harrysson OLA. Overview of current additive manufacturing technologies

and selected applications. *Science Progress*; 2012; 95: 255-282.

Hornbuckle BC, Noebe RD, Thompson GB. Influence of Hf solute additions on the precipitation and hardenability in Ni-rich NiTi alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015; 640: 449–454.

Hrabe N, Quinn T. Effects of processing on microstructure and mechanical properties of a titanium alloy (Ti–6Al–4V) fabricated using electron beam melting (EBM), Part 2: Distance from build plate and part size. *Materials Science & Engineering A*. 201; 573: 264–270.

Jamshidinia M, Atabaki MM, Zahiri M, Kelly S, Sadek A, Kovacevic R. Microstructural modification of Ti–6Al–4V by using an in-situ printed heat sink in Electron Beam Melting®(EBM). *Journal of Materials Processing Technology*. 2015; 226: 264–271.

Karlsson J, Anders S, Engqvist H, Lausmaa J. Characterization and comparison of materials produced by Electron Beam Melting (EBM) of two different Ti–6Al–4V powder fractions. *Journal of Materials Processing Technology*; 2013: 213, 2109–2118.

Karlsson J. Optimization of Electron Beam Melting for Production of Small Components in Biocompatible Titanium Grades. Thesis of Degree of Doctor of Philosophy, Uppsala Dissertations from the Faculty of Science and Technology, 2015.

Kauffman GB. The Story of Nitinol: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications. *The Chemical Educator*. 1996; 2: 3-21.

Khalid RH, Karthik NV, Starr TL, Stucker BE. Mechanical property evaluation of Ti-6Al-4V parts made using Electron Beam Melting; 2012: 526-535.

Kim E. Shape-memory alloys (SMAs) for warming or cooling in protective clothing.

Protective Clothing: Managing Thermal Stress, Elsevier, 2014.

Kim YW, Kim HJ. Shape Memory Foams Produced by Consolidation of Gas-Atomized Ti-Ni Alloy Powders. IFMBE Proceedings, 1250-1253, 2010.

Kim Y, Jeon K, Yun Y, Nam T. Microstructure and shape memory characteristics of gas-atomized TiNi powders. Phys. Scr. 2010; 139: 1-4.

Kirchner A, Klöden B, Luft J, Weißgärber T, Kieback B. Process window for electron beam melting of Ti-6Al-4V. Euro PM2014-AM: Technologies, Proceedings, 2014.

Kobryn PA, Semiatin SL. Microstructure and texture evolution during solidification processing of Ti-6Al-4V. Journal of Materials Processing Technology. 2003; 135: 330-339.

Koike M, Greer P, Owen K, Lilly G, Murr LE, Gaytan SM, Martinez E, Okabe T. Evaluation of titanium alloys fabricated using rapid prototyping technologies- Electron beam melting and laser beam melting. Materials. 2011; 4; 1776-1792, doi:10.3390/ma4101776.

Koike M, Martinez K, Guo L, Chahine G, Kovacevic R, Okabe T. Evaluation of titanium alloy fabricated using electron beam melting system for dental applications. Journal of Materials Processing Technology. 2011; 211: 1400-1408.

Krishna BV, Bose S, Andyopadhyay A. Laser Processing of Net-Shape NiTi Shape Memory Alloy. The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International, DOI: 10.1007/s11661-007-9127-4, 2007.

Kruth JP, Badrossamay M, Yasa E, Deckers J, Thijs L, Humbeeck J. Part and material properties in selective laser melting of metals. 16th International Symposium on Electromachining (ISEM XVI), Proceedings, China, 2010.

Kurz W. Solidification Microstructure-Processing Maps: Theory and Application. *Advanced Engineering Materials*. 2001; 3: 443-452.

Lach LC, Turner TL, Taminger KM, Shenoy RN. Effects of thermomechanical history on the tensile behavior of Nitinol ribbon. 9th. Annual International Symposium on Smart Structures and Materials: Behavior and Mechanics, San Diego, CA, Paper No. 4699, 2002.

Larsson M, Lindle U, Harryson OLA. Rapid Manufacturing with Electron Beam Melting (EBM) – A manufacturing revolution?. *SFF Symposium*. 2003. 433-438.  
Lexcellent C. *Shape Memory Alloys Handbook*, London, 2013.

Li P, Karaca HE, Cheng Y. Spherical indentation of NiTi-based shape memory alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015; 651: 724-730.

Liu HS, Mishnaevsky L. Martensitic transformations in nanostructured nitinol: Finite element modeling of grain size and distribution effects. *Computational Materials Science*. 2013; 76: 27–36.

Linxi Z, Quanzhan Y, Guirong Z, Fangxin Z, Gang S, Bo Y. Additive manufacturing technologies of porous metal implants. *China Foundry*. 2014; 11: 322-331.

Loeber L, Biamino S, Ackelid U, Sabbadini S, Epicoco P, Fino P, Eckert J. Comparison of selective laser and electron beam melted titanium aluminides. *Solid Freeform Fabrication Symposium*, Texas, U.S.A, 2011.

Lu SL, Qian M, Tang HP, Yan M, Wang J, John DH. Massive transformation in Ti-6Al-4V additively manufactured by selective electron beam melting. *Acta Materialia*. 2016; 104: 303-311.

Lu L, Zhang S, Xu J, Sheng Y, Wang S, Zhao W, Zhang J, Zhao X. Solidification

characterization of K418 alloy powders fabricated by argon gas atomization. *Materials Science Forum Online* 2016; 849: 788-793.

Mandil G, Le VT, Paris H, Suard M. Building new entities from existing titanium part by electron beam melting: microstructures and mechanical properties. *Int J. Adv. Manuf. Technol.* 2016; 85: 1835–1846.

Mohd Jani J, Leary M, Subic A, Gibson MA. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials and Design.* 2014; 56: 1078–1113.  
Mohri M, Nili-Ahmadabadi M. Phase transformation and structure of functionally graded Ni–Ti bi-layer thin films with two-way shape memory effect. *Sensors and Actuators A.* 2015; 228: 151–158.

Munteanu A, Coteata M. Numerical simulation of the electron beam welding. *Journal of Manufacturing Technology Research.* 2011; 3: 123-133.

Murr LE. Metallurgy of additive manufacturing: Examples from electron beam melting. *Additive Manufacturing.* 2015; 5: 40–53.

Murr LE, Gaytan SM, Medina F, Martinez E, Martinez JL, Hernandez DH, Machado BI, Ramirez DA, Wicker RB. Characterization of Ti–6Al–4V open cellular foams fabricated by additive manufacturing using electron beam melting. *Materials Science and Engineering A*, 2010, 527, 1861-1868.

Murr LE, Gaytan SM, Medina F, Martinez E, Hernandez DH, Martinez L, Lopez MI, Wicker RB, Collins S. Effect of build parameters and build geometries on residual microstructures and mechanical properties of Ti–6Al–4V components built by Electron Beam Melting (EBM). 2009: 374-397.

Murr LE, Gaytan SM, Ramirez DA, Martinez E, Hernandez J, Amato KN, Shindo PW, Medina FR, Wicker RB. Metal Fabrication by Additive Manufacturing Using Laser and Electron Beam Melting Technologies. *J. Mater. Sci. Technol.* 2012; 28: 1-14.



Murr LE, Quinones SA, Gaytan SM, Lopez MI, Rodela A, Martinez EY, Hernandez DH, Martinez E, Medina F, Wicker RB. Microstructure and mechanical behaviour of Ti–6Al–4V produced by rapid-layer manufacturing. for biomedical applications. *Journal of the Mechanical Behaviour of Biomedical Materials*. 2009; 2: 20-32.

Niinomi M, Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods. *Science and Technology of Advanced Materials*. 2003; 4: 445–454.

Niñerola VPR. Powder recyclability in Electron Beam Melting for aeronautical use. *Aircraft Engineering and Aerospace Technology: An International Journal*. 2015, 87: 147-155, doi: 10.1108/AEAT-11-2013-0212.

Otsuka K, Ren X. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*. 2005; 50: 511–678.

Otsuka K, Wayman CM. *Shape Memory Materials*. Cambridge University Press; Revised edition, ISBN-13: 978-0521663847, 1999.

Peduk GSA, Dilibal S, Harrysson O. Comparison of the Production Processes of Nickel-Titanium Shape Memory Alloy through Additive Manufacturing. 2<sup>nd</sup> International Symposium on 3D Printing Technologies. 2017; 391-401.

Pogrebnyak AD, Bratushka SN, Beresnev VM, Levintant-Zayonts N. Shape memory effect and superelasticity of titanium nickelide alloys implanted with high ion doses. *Russian Chemical Reviews*. 2013; 82: 1135-1159.

Povoden-Karadeniz E, Cirstea DC, Lang P, Wojcik T, Kozeschnik E. Thermodynamics of Ti–Ni shape memory alloys. *CALPHAD:Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*. 2013; 4: 128–139.

Puebla K, Murr LE, Gaytan SM, Martinez E, Medina F, Wicker RB. Effect of Melt Scan Rate on Microstructure and Macrostructure for Electron Beam Melting of Ti-6Al-4V. *Materials Sciences and Applications*. 2012; 3: 259-264.

Raghavan N, Dehoff R, Pannala S, Simunovic S, Kirka M, Turner J, Carlson N, Babu SS. Numerical modeling of heat-transfer and the influence of process parameters on tailoring the grain morphology of IN718 in electron beam additive manufacturing. *Acta Materialia*. 2016; 112: 303-314.

Ramirez DA, Murr LE, Martinez E, Hernandez DH, Martinez JL, Machado BI, Medina F, Frigola P, Wicker RB. Novel precipitate–microstructural architecture developed in the fabrication of solid copper components by additive manufacturing using electron beam melting. *Acta Materialia*. 2011; 59: 4088–4099.

Ramsperger M, Singer RF, Körner C. Microstructure of the Nickel-Base Superalloy CMSX-4 Fabricated by Selective Electron Beam Melting. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2016; 47A: 1469-1480.

Runciman A, Chen KC, Pelton AR, Trépanier C. Effects of Hydrogen on the Phases and Transition Temperatures of NiTi. *Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, Pacific Grove, CA, 2006.

Sadrnezhaad SK, Ahmadi E, Malekzadeh M. Mechanism of reaction of molten NiTi with EBM graphite crucible. *Materials Science and Technology*. 2009; 25: 699.

Safdar A, He HZ, Wei LY. Effect of process parameters settings and thickness on surface roughness of EBM produced Ti-6Al-4V. *Rapid Prototyping Journal*. 2012; 18: 401–408.

Sashihara EM, Almeida DS, Rigo OD, Otubo J. Production technology development of NiTi SMA by electron beam melting. *19th International Congress of Mechanical Engineering, Proceedings*, 2007.

Sames W J, List FA, Pannala S, Dehoff RR, Babu SS. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. *International Materials Reviews*, DOI: 10.1080/09506608.2015.1116649, 2016.

Sames W, Unocic KA, Dehoff RR, Lolla T, Babu SS. Thermal effects on microstructural heterogeneity of Inconel 718 materials fabricated by electron beam melting. *J. Mater. Res.* 2014; 29: 1920-1930.

Scharowsky T, Bauereiß A, Singer RF, Körner C. Observation and numerical simulation of melt pool dynamic and beam powder interaction during selective electron beam melting. *Solid Freeform Fabrication Symposium, Texas, U.S.A*, 2012.  
Shabalovskaya S, Anderegg J, Van Humbeeck J. Recent observations of particulates in Nitinol. *Materials Science and Engineering A*. 2008; 481: 431–436.

Shiva S, Palani IA, Mishra SK, Paul CP, Kukreja LM. Investigations on the influence of composition in the development of Ni–Ti shape memory alloy using laser based additive manufacturing. *Optics & Laser Technology*. 2015; 69: 44–51.

Shishkovsky I, Yadroitsev I, Smurov I. Direct selective laser melting of nitinol powder, *Physics Procedia*. 2012; 39: 447 – 454.

Schwerdtfeger J, Singer RF, Körner C. In situ flaw detection by IR-imaging during electron beam melting. *Rapid Prototyping Journal*. 2012; 18: 259–263.

Slotwinski JA, Garboczi EJ, Stutzman PE, Ferraris CF, Watson SS, Peltz MA. Characterization of Metal Powders Used for Additive Manufacturing. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*. 2014; 119: 460-493.  
Sun L, Huang WM, Ding Z, Zhao Y, Wang CC, Purnawali H, Tang C. Stimulus-responsive shape memory materials: A review. *Materials and Design*. 2012; 33: 577–640.

Tan L, Dodd RA, Crone WC. Corrosion and wear-corrosion behavior of NiTi modified by plasma source ion implantation. *Biomaterials*. 2003; 24: 3931–3939.

Tan X, Kok Y, Tan YJ, Descoins M, Mangelinck D, Tor SB, Leong KF, Chua CK, Graded microstructure and mechanical properties of additive manufactured Ti–6Al–4V via electron beam melting. *Acta Materialia*. 2015; 97: 1–16.

Terrazas CA, Gaytan SM, Mireles J, Frigola P, Espalin D, Wicker RB. EBM fabrication and characterization of high purity niobium for superconductor applications. *Solid Freeform Fabrication Symposium, Texas, U.S.A*, 2014.

Vandenbroucke B, Kruth JP. Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts. *Rapid Prototyping Journal*. 2007; 13: 196-203.  
Villa E. *Manufacturing of Shape Memory Alloys. Shape Memory Alloy Engineering*. ISBN 978-0-08-099920-3, Elsevier, 2015.

Walker JM. *Additive Manufacturing towards the Realization of Porous and Stiffness-tailored NiTi Implants*. Thesis of Degree of Doctor of Philosophy, The University of Toledo, 2014.

Weglowski MS, Blacha S, Phillips A. Electron beam welding-Techniques and trends- Review. *Vacuum*. 2016; 130: 72-92.

Wilson S. *Measurements of Particle Size Distribution by Wet & Dry Laser Diffraction*. USGS-NASA, 2007.

Wong KV, Hernandez A. A Review of additive manufacturing, *International Scholarly Research Network ISRN Mechanical Engineering*; 2012: doi: 10.5402/2012/208760.

Wooten J, Dennies PD. *Electron Beam Melting Manufacturing for Production Hardware*. SAE International, 2008.

Xu X, Lin X, Yang M, Chen J, Huang W. Microstructure evolution in laser solid forming of Ti–50 wt% Ni alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2009; 480: 782–787.

Yablokova G, Speirs M, Van Humbeeck J, Kruth JP, Schrooten J, Cloots R, Boschini F, Lumay G, Luyten J, Rheological behavior of  $\beta$ -Ti and NiTi powders produced by atomization for SLM production of open porous orthopedic implants, *Powder Technology* 2015; 283: 199–209.

Yamamoto T, Kato H, Murakami Y, Kimura H, Inoue A. Martensitic transformation and microstructure of Ti-rich Ti–Ni gas-atomized powders. *Acta Materialia*. 2008; 56: 5927–5937.

Yan M, Yu P. An overview of densification, microstructure and mechanical property of additively manufactured Ti-6Al-4V — Comparison among selective laser melting, electron beam melting, laser metal deposition and selective laser sintering, and with conventional powder metallurgy. *Intech Sintering Techniques of Materials* 2015; 78-106: doi: 10.5772/59275.

Zah MF, Lutzmann S. Modelling and simulation of electron beam melting. *Prod. Eng. Res. Devel.* 2010; 4: 15–23.

Ziołkowski A. Pseudoelasticity of Shape Memory Alloys Theory and Experimental Studies. Elsevier, 2015.

Zhong C, Chen J, Linnenbrink S, Gasser A, Sui S, Poprawe R. A comparative study of Inconel 718 formed by high deposition rate laser metal deposition with GA powder and PREP powder. *Materials and Design*. 2016; 107: 386–392.











## ÖZGEÇMİŞ