

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MEDİKAL TEKSTİLERDE ŞEKİL HAFIZALI
MATERYALLERİN KULLANIM OLANAKLARI**

Esra TOPEL ZEREN

Şubat, 2020

İZMİR

MEDİKAL TEKSTİLERDE ŞEKİL HAFIZALI MATEYALLERİN KULLANIM OLANAKLARI

Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Doktora Tezi

Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Esra TOPEL ZEREN

Şubat, 2020

İZMİR

DOKTORA TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

ESRA TOPEL ZEREN, tarafından PROF. DR. AYSUN AKŞİT yönetiminde hazırlanan "MEDİKAL TEKSTİLLERDE ŞEKİL HAFIZALI MATERYALLERİN KULLANIM OLANAKLARI" başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir doktora tezi olarak kabul edilmiştir.



Prof. Dr. Aysun AKŞİT

Yönetici




Prof. Dr. A. Merih SARIŞIK

Tez İzleme Komitesi Üyesi



Prof. Dr. Ümit Halis ERDOĞAN

Tez İzleme Komitesi Üyesi



Prof. Dr. Lütfi Özyüzer

Jüri Üyesi



Prof. Dr. M. Özgür Seyhanbeyoğlu

Jüri Üyesi



Prof. Dr. Kadriye ERTEKİN

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŞEKKÜR

Tez konumun belirlenmesi aşamasından bitirme aşamasına gelinceye kadar tüm bilgisini paylaşan ve her koşulda yardımlarıyla yanımda olduğunu hissettiren sayın danışmanım Prof. Dr. Aysun Akşit' e teşekkür ederim. Tez izleme jüri üyelerimden Prof. Dr. Yıldırım Aydoğdu hocama tezim süresince alaşım malzemelerin üretiminde göstermiş olduğu yardımları için çok teşekkür ederim. Tez izleme jüri üyelerimden Prof. Dr. Ü. Halis Erdoğan'a tezim ile ilgili yönlendirmeleri için teşekkür ederim. İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fizik Bölümü öğretim üyelerinden Prof. Dr. Lütfi Özyüzer hocama laboratuvarında ince film üretimi için gereken çalışmalarımı yapma olanağı tanıdığı, her koşulda verdiği teknik destekleri ve tezimi zenginleştiren önerileri için teşekkür ederim. Prof. Dr. M. Özgür Seydibeyoğlu hocama polimer malzeme temininde göstermiş olduğu yardımları için teşekkürü borç bilirim.

Bu çalışma TÜBİTAK tarafından 117M741 numaralı proje ile desteklenmiş olup, maddi desteği için TÜBİTAK' a teşekkürlerimizi sunarız. İndüksiyon fırında alaşım örneklerimin hazırlanmasında gösterdiği yardımlar için Erdoğan Teke' ye ve ince film üretimi boyunca esirgemediği yardımları için Enrique Martinez' e teşekkür ederim. Analizler ve teknik destekleri için Dokuz Eylül Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü ve Makina Mühendisliği Bölümü, İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fizik Bölümü, İzmir Katip Çelebi Üniversitesi Makina Mühendisliği Bölümü Laboratuvarları ve İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Araştırma Merkezi çalışanları, sorumluları ve görevlilerine ve ayrıca çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim. Bugünlere gelmemde göstermiş oldukları karşılıksız sevgileri ve destekleri için aileme teşekkür ederim. Tez çalışmalarım süresince gösterdiği sabır ve verdiği destek ile her zaman yanımda olduğunu hissettiren sevgili eşim Doğuş Zeren'e ayrıca teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Esra TOPEL ZEREN

MEDİKAL TEKSTİLLERDE ŞEKİL HAFIZALI MATERYALLERİN KULLANIM OLANAKLARI

ÖZ

Şekil hafızalı malzemeler, çevresel değişikliklere ve farklı uyaranlara karşı tepki verebilen akıllı malzeme sistemleridir. Şekil hafıza özelliği sergileyen malzemeler arasında en çok kullanım alanı bulmuş olanlar alaşımlar ve polimerlerdir. Şekil hafızalı alaşımlarda meydana gelen faz dönüşümleri bu malzemeleri sıcaklık, manyetik veya elektrik alan gibi dış etkenlerce şekil değişimlerine uyumlu hale getirir. Şekil hafızalı alaşımların otomotivden tıbbi uygulamalara kadar çeşitli alanlarda kullanımları yaygın olup katı, ince film, tel ve tabaka yapılar halinde üretimleri mevcuttur. Tekstil uygulamaları ise çoğunlukla tel formundaki şekil hafızalı alaşımların tekstil yapısına ilavesi şeklindedir.

Bu tez çalışmasında katkı maddesi olarak şekil hafızalı alaşımların polimer malzemeler içerisinde kullanılması ve şekil hafızalı kompozit yapıların eldesi üzerine çalışılmıştır. Katkı maddesi olarak kullanılan alaşımlar, çeşitli bileşenlerin farklı oranlarda hazırlanmasından sonra ergitme yöntemi ile özel olarak üretilmiş olup polimer malzemeye; parçacık formunda ve ince filmlerden elde edilen tabaka yapı (telimsi) formunda katkılanmıştır. Üretilen şekil hafızalı alaşımlar, mıknatıssal saçtırma sisteminde hedef malzeme olarak kullanılmış ve ince filmler üretilmiştir. Tabaka yapılar, ince filmlerin biriktirildiği yüzey üzerinden uzaklaştırılarak, parçacıklar ise üretilen alaşım malzemelerden mekanik olarak küçültülmeleri sonucu elde edilmiştir. Kristal yapıları, morfolojik özellikleri, faz dönüşüm sıcaklıkları incelenerek karakterizasyonu yapılan alaşımlar, parçacık ve tabaka yapı halinde polimere farklı oranlarda katkılanmıştır. Şekil öğretme çalışmaları yapılan örneklerde alaşımların kompozit yapılarıdaki şekil hafıza özelliğine etkisi incelenmiştir. En iyi şekil hafıza etkisi, ağırlıkça yüzde iki ve üç oranında alaşım parçacık katkılı kompozit filmlerden alınmıştır. Ayrıca farklı bileşenlere sahip alaşımların üretimi ve faz dönüşümü sergileyen ince filmlerin eldesinde ileri çalışmalar için umut vaat eden sonuçlar alınmıştır. Bu çalışma ile şekil hafıza etkisi kazandırılmış yapıların vücut ısısı

ile uyarılarak Őekil deęiŐtirebilecek  zellikte olması korse, bandaj gibi medikal  r n veya fonksiyonel yapıya sahip  eŐitli tekstil  r nlerinde kullanılabilir olacaęını g stermektedir.

Anahtar kelimeler: Őekil hafıza etkisi, alaŐım, ince film, telimsi, mıknatıssal sa tırma, polimer, tekstil



POSSIBILITIES OF USAGE FOR SHAPE MEMORY MATERIALS IN MEDICAL TEXTILES

ABSTRACT

Shape memory materials are intelligent material systems that can react to environmental changes and different stimuli. Alloys and polymers are one of the most widely used materials that exhibit shape memory properties. The phase transformations occurring in shape memory alloys make the materials compatible with the shape changes by external factors such as temperature, magnetic or electric field. Shape memory alloys are widely used in various fields ranging from automotive to medical applications and can be produced as bulk, thin film, wire and sheet structures. The current uses in textiles are the addition of alloys to the textile structure in wire form.

In this thesis, the use of shape memory alloys as an additive in polymer materials and obtaining shape memory composite structures were studied. Alloys prepared as additives are specially produced by melting method after preparation of various components in different proportions particle form and whisker form obtained from thin films were added to the polymer material. The produced shape memory alloys were used as target material in the magnetron sputtering system and thin films were produced with this system. Whiskers were obtained by removing the thin films from the substrate surface, and the particles were obtained by mechanical reduction of the alloy materials produced. The crystal structures, morphological properties, phase transformation temperatures were investigated, characterized, and these alloys were added to the polymer in particle and whisker state in different ratios. In this way, the effect of alloys on the shape memory property of the composite structures produced was investigated. The best shape memory effect was taken from composite films which alloy particles were added at the ratio of two and three percent by weight. In addition, promising results were obtained for further studies for the production of alloys with different components and the production of thin films exhibiting phase transformation. In this study, the structures having the effect of shape memory can be transformed by

stimulating with body temperature and this shows that it can be used in medical products such as corsets, medical products like bandages, or various textile products with functional structure.

Keywords: Shape memory effect, alloy, thin film, whisker, magnetron sputtering, polymer, textile



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
DOKTORA TEZİ SINAV SONUÇ FORMU	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
ÖZ	iv
ABSTRACT.....	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ	xii
TABLolar LİSTESİ.....	xix
BÖLÜM BİR - GİRİŞ.....	1
1.1 Genel Bilgi	1
1.2 Şekil Hafızalı Malzemeler	2
1.2.1 Şekil Hafızalı Alaşımlar	3
1.2.1.1 Şekil Hafıza Etkisi ve Faz Dönüşümleri	4
1.2.1.2 Şekil Hafızalı Alaşımların Üretim Yöntemleri	10
1.2.1.2.1 Ark Ergitme Sistemi.....	10
1.2.1.2.2 İndüksiyon Ergitme Sistemi.....	11
1.2.1.2.3 Mıknatıssal Saçırma Sistemi.....	11
1.2.2 Şekil Hafızalı Polimerler.....	14
1.3 Şekil Hafızalı Malzemelerin Kullanım Alanları	18
1.3.1 Şekil Hafızalı Malzemelerin Tekstil Kullanımları	20
1.3.1.1 Şekil Hafızalı Alaşımların Tekstil Ürünlerinde Kullanımı	20
1.3.1.2 Şekil Hafızalı Polimerlerin Tekstil Ürünlerinde Kullanımı	22
1.3.2 Şekil Hafızalı Malzemelerin Medikal Ürünlerde Kullanımları	26
1.3.2.1 Şekil Hafızalı Alaşımların Medikal Ürünlerde Kullanımı	27
1.3.2.2 Şekil Hafızalı Polimerlerin Medikal Ürünlerde Kullanımı	27

1.3.3 Şekil Hafızalı Malzemelerin Koruyucu Giysilerde Kullanımı.....	30
1.3.3.1 Şekil Hafızalı Alaşımların Koruyucu Giysilerde Kullanımı	30
1.3.3.2 Şekil Hafızalı Polimerlerin Koruyucu Giysilerde Kullanımı.....	33
1.4 Dolgu maddeleri (Fillers).....	33

BÖLÜM İKİ – MATERYAL VE METOT..... 37

2.1 Malzemeler.....	37
2.2 Metot	39
2.2.1 Alaşımların Üretimi ve Özelliklerinin Belirlenmesi	40
2.2.1.1 Ark Ergitme Sistemi ile Alaşımların Üretimi	40
2.2.1.2 İndüksiyon Ergitme Sistemi ile Alaşımların Üretimi.....	42
2.2.2 Mıknatıssal Saçırma Sistemi ile İnce Film Üretimi ve Özelliklerinin Belirlenmesi	44
2.2.2.1 İnce Film Üretimi ve Parametreler.....	46
2.2.2.1.1 NiMnSnB İçerikli Hedef Malzeme-A.....	46
2.2.2.1.2 NiMnSbB içerikli Hedef Malzeme-B1	47
2.2.2.1.3 NiMnSbB İçerikli Hedef Malzeme-B2.....	48
2.2.2.1.4 NiTi İçerikli Hedef Malzeme-C.....	48
2.2.3 Isıl işlem Uygulaması.....	49
2.2.4 Alaşım Katkılı Polimerik Kompozitlerin Üretimi ve Özelliklerinin Belirlenmesi	50
2.2.4.1 Katkı malzemesi olarak kullanılan alaşım malzemeler.....	51
2.2.4.2 Şekil Öğretme Çalışmaları	53
2.2.4.2 Şekil Hafıza Davranışlarının Gözlenmesi	55
2.3 Karakterizasyon Yöntemleri	56
2.3.1 Film Kalınlıklarının Ölçümü.....	56

2.3.2 X-ışınları Spektrofotometresi (XRD).....	56
2.3.3 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC).....	57
2.3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Ayırım X-ışını Spektrometresi (EDX).....	58
2.3.5 Dinamik Mekanik Analiz (DMA).....	58

BÖLÜM ÜÇ – BULGULAR VE TARTIŞMA 59

3.1 Yapısal Özelliklerin İncelenmesi	59
3.1.1 İnce Film Kalınlık Değerleri	59
3.1.1.1 NiMnSnB İnce Filmler.....	59
3.1.1.2 NiMnSbB İnce Filmler.....	60
3.1.1.3 NiTi İnce Filmler.....	61
3.1.2 İnce Filmlerin Bileşen Oranları ve Morfolojik Yapıları	63
3.1.2.1 NiMnSnB İnce Filmler.....	63
3.1.2.2 NiMnSbB İnce Filmler.....	68
3.1.2.3 NiTi İnce Filmler.....	73
3.1.2.4 Kompozit Yapıların SEM Görüntüleri.....	76
3.1.3 Alaşımların ve İnce Filmlerin Kristal Yapıları	78
3.1.3.1 NiMnSnB Alaşımlar ve İnce Filmler	78
3.1.3.2 NiMnSbB Alaşım ve İnce Filmler	80
3.1.3.3 NiTi Alaşım ve İnce Filmler	84
3.1.4 Alaşım Malzemelerin ve İnce Filmlerin Dönüşüm Sıcaklıkları	85
3.1.4.1 NiMnSnB Alaşım ve İnce Filmler	86
3.1.4.2. NiMnSbB Alaşım ve İnce Filmler	92
3.2 Kompozit Yapıların Şekil Hafıza Özelliklerinin İncelenmesi	95
3.2.1 Kompozit Yapıların Mekanik Özellikleri	95

3.2.2 Kompozit Yapıların Şekil Hafıza Özellikleri.....	97
3.2.3 Deneylerin Tam Faktörlü Tasarımı.....	108
3.2.4 Kompozit Yapıların Termal Görüntüleri	110
BÖLÜM DÖRT – SONUÇ VE ÖNERİLER	113
KAYNAKLAR	119
EKLER.....	129



ŞEKİLLER LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 1.1 Malzemeler arasında şekil hafızalı malzemelerin (SHM) yeri	2
Şekil 1.2 Alaşımlarda şekil hafıza etkisinin gösterimi.....	4
Şekil 1.3 Martensit dönüşümün basitleştirilmiş modeli.....	5
Şekil 1.4 Nitinol' ün sıcaklığa bağlı faz davranışı	7
Şekil 1.5 Ferroelastik, ferromanyetik ve ferroelektrik malzemelerin deformasyon süreçlerinin şematik gösterimi	9
Şekil 1.6 Saçtırma ile film büyümeye ait şematik çizim.....	12
Şekil 1.7 NiTi filmlerinin kesit görüntüleri (a) biriktirme sonrası ve (b) 500 °C' de tavlama sonrası	13
Şekil 1.8 Polimer sistemlerde farklı uyaranlar altında boyutsal değişimleri ve gösterdikleri tepkilerin şematik sunumu	15
Şekil 1.9 Polimerlerde şekil hafıza etkisinin ana prensiplerinin şematik gösterimi ..	15
Şekil 1.10 Isıyla uyarılmış şekil hafıza etkisinin moleküler mekanizmasının şematik gösterimi (a) Multi blok kopolimer, $T_{\text{dönüşüm}}=T_m$; (b) Kovalent olarak çapraz bağlanmış polimer, $T_{\text{dönüşüm}}=T_m$; (c) Polimer ağı, $T_{\text{dönüşüm}}=T_g$	16
Şekil 1.11 Şekil hafızalı polimerlerde şekil hafıza etkisi.....	17
Şekil 1.12 Şekil hafızalı polimerlerin yapısal sınıflandırılması.....	18
Şekil 1.13 Şekil hafızalı polimerlerin genel uygulamaları.....	19
Şekil 1.14 Şekil hafızalı polimerlerin uygulama formları.....	19
Şekil 1.15. SHA yay içeren tekstil yapısında şekil hafıza etkisi.....	21
Şekil 1.16. Şekil hafızalı alaşımların perde tasarımlarında kullanımına örnek.....	21
Şekil 1.17 (a) Şekil hafızalı alaşım tel kombinasyonlarından oluşturulan iplik formları; (b) Şekil hafızalı alaşım ilave edilmiş dokuma kumaş örneği	22
Şekil 1.18 Şekil hafızalı bitim işlemi görmüş kumaşta şekil geri kazanımı	23
Şekil 1.19 Şekil hafızalı polimer ile kaplanmış pamuklu kumaşta 50°C' de şekil geri kazanımı (a) 0 sn.; (b) 15 sn.; (c) 30 sn.; (d) 45 sn.....	24
Şekil 1.20 Homojen ve yoğun SHP ipliğinden dokunmuş SHP kompozitin 50°C' de şekli geri kazanım süresi (a) 0 sn., (b) 15 sn. ve (c) 30 sn.....	24

Şekil 1.21 Şekil hafızalı poliüretan ile elde edilmiş dokusuz yüzeylerin SEM görüntüleri	25
Şekil 1.22 Üretilen şekil hafızalı poliüretan iplik ve kumaş	26
Şekil 1.23 Şekil hafızalı alaşımların ortodontik uygulamalarına örnekler; (a) ortodontik tel, (b) damak arkı, (c) endodontik cihaz	27
Şekil 1.24 Biyo-bozunur şekil hafızalı polimer ile elde edilmiş ameliyat dikiş ipliği <i>in vivo</i> uygulaması (37°C)	28
Şekil 1.25 Şekil hafızalı polimer ile elde edilmiş stent (37°C)	29
Şekil 1.26 Parçalanabilir poliester üretan ağlardan implante edilebilir ilaç salım sisteminin şeması.....	29
Şekil 1.27 NiTi yayın sıcaklık ile şekil değişimi (a) vücut sıcaklığında (34 °C) sıkı hali; (b) yüksek sıcaklıkta (T>50 °C) veya düşük sıcaklıkta (T<10 °C) genişlemiş hali.....	31
Şekil 1.28 SMA yayların kumaşlar arasındaki yerleşimi (a) vücut sıcaklığında; (b) yüksek sıcaklıklarda meydana gelen etki.....	31
Şekil 1.29 (a) 25 °C'de aktif numune; (b) 40 °C' de aktif numune.....	32
Şekil 1.30 Nem geçirgenliğine sahip malzemelerde kullanılmak üzere tasarlanmış şekil hafızalı polimer yapıların etkisi	33
Şekil 1.31 Dolgu maddelerinin fiziksel formlarına göre sınıflandırılması	34
Şekil 1.32 SHA parçacıklar ve SHA kısa liflerin kompozit yapıda görünüşleri soldan sağa %5,1 ve %27,4 katkılama	35
Şekil 2.1 Alaşım üretiminde kullanılan materyaller (a) metal tozların karışımı; (b) pelet basma kalıbı; (c) peletler.....	37
Şekil 2.2 İndüksiyon ergitme sisteminde alaşım üretimi için kullanılan grafit pota..	38
Şekil 2.3 Ark ergitme sistemi (Kişisel arşiv, 2018)	41
Şekil 2.4 Ergitme sonrası elde edilen ingot alaşımlar (a) NiMnSnB; (b) NiMnSbB	42
Şekil 2.5 İndüksiyon fırın.....	42
Şekil 2.6 Ergitme sonrası elde edilen alaşımlar (a) NiMnSnB; (b) NiTi.....	43
Şekil 2.7 (a) İnce film üretiminde kullanılan mıknatıssal saçtırma sistemi; (b) plazma oluşumu.....	44
Şekil 2.8 Mıknatıssal saçtırma sisteminde kullanılan hedefler (a) NiMnSnB (A); (b) boşlukları doldurulmuş NiMnSnB (A); (c) NiMnSbB (B1)	45

Şekil 2.9 Mıknatıssal saçtırma sisteminde kullanılan hedefler (a) NiMnSbB (B2); (b) NiTi (C)	46
Şekil 2.10 Isıl işlemdede kullanılan vakum düzenekli tüp fırınlar	49
Şekil 2.11 (a) Üretilen ince film; (b) tabaka yapıların görüntüsü.....	51
Şekil 2.12 (a) Ni ₅₀ Mn ₃₆ Sb ₁₁ B ₃ alaşım malzeme; (b) parçacıklar; (c) parçacıkların mikroskop görüntüsü ve boyutları.....	52
Şekil 2.13 Teflon yüzey üzerindeki PVC polimerinin film görüntüsü	53
Şekil 2.14 Kompozit film yapılardan şekil öğretme aşamaları şematik gösterimi	53
Şekil 2.15 (a) Kompozit filmde kesilen şerit; (b) Filme verilen geçici şekil görüntüsü	54
Şekil 2.16 İnce film kalınlık ölçümü (a) profilometre; (b) numune üzerinde tip görüntüsü; (c) örnek tutucu; (d) kalınlık ölçümüne örnek görüntü.....	56
Şekil 2.17 Perkin Elmer diferansiyel taramalı kalorimetre.....	57
Şekil 2.18 TA Instruments dinamik mekanik analiz cihazı	58
Şekil 3.1 NiMnSnB (A) ince film kalınlıklarının süre, güç ve gaz akışı oranı ile ilişkisi	60
Şekil 3.2 NiMnSbB (B2) hedefte elde edilen ince film kalınlıklarının süre, güç ve gaz akışı oranı ile ilişkisi	61
Şekil 3.3 NiTi (C) hedefte (Şekil 8b) elde edilen ince film kalınlıklarının süre ve hedef- altlık mesafesi ile ilişkisi	62
Şekil 3.4 NiMnSnB hedef ile 40W, 30sccm Ar akış oranında mıknatıssal saçtırma yöntemi ile (a) 60 dakika (A-1); (b) 90 dakika (A-2); (c) 120 dakika (A-3) süre ile üretilen ince film ve oluşturulan tabaka yapıların SEM görüntüleri	64
Şekil 3.5 NiMnSnB hedef ile 40W, 30sccm Ar akış oranında mıknatıssal saçtırma yöntemi ile (a) 60 dakika (A-1); (b) 90 dakika (A-2); (c) 120 dakika (A-3) süre ile üretilen ince film ve oluşturulan tabaka yapıların 400 °C ısıl işlem sonrası SEM görüntüleri.....	65
Şekil 3.6 NiMnSnB hedef ile 40W, 30sccm Ar akış oranında mıknatıssal saçtırma yöntemi ile (a) 60 dakika (A-1); (b) 90 dakika (A-2); (c) 120 dakika (A-3) süre ile üretilen ince film ve oluşturulan tabaka yapıların 500 °C ısıl işlem sonrası SEM görüntüleri.....	66

Şekil 3.7 NiMnSnB hedef ile 80W, 30sccm Ar akış oranında mıknatıssal saçtırma yöntemi ile (a) 60 dakika (A-4); (b) 90 dakika (A-5); (c) 120 dakika (A-6) süre ile üretilen ince filmler ve elde edilen tabaka yapıların SEM görüntüleri	67
Şekil 3.8 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile üretilen NiMnSbB-B2 ince film tabaka yapıların SEM görüntüleri (a) 90 dk. (B2-9); (b) 120 dk. (B2-10); (c) 90 dk. (B2-5)	68
Şekil 3.9 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile üretilen NiMnSbB-B2 ince film tabaka yapıların SEM görüntüleri (a) 60 dk. (B2-1); (b) 90 dk. (B2-2); (c) 120 dk. (B2-4)	69
Şekil 3.10 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile üretilen NiMnSbB-B2 ince film tabaka yapıların SEM görüntüleri (a) 60 dk. (B2-6); (b) 90 dk. (B2-7); (c) 120 dk. (B2-8)	70
Şekil 3.11 40W, 50sccm Ar, 90 dakika (B1-4) üretilen NiMnSbB-B1 ince film tabaka yapıların SEM görüntüleri (a) saçtırma sonrası (b) 500 °C 60 dk.; (c) 550 °C 30 dk. ısıtım işlem sonrası	71
Şekil 3.12 40W, 50sccm Ar, 90 dakika (B1-4) üretilen NiMnSbB-B1 ince film tabaka yapıların SEM görüntüleri (a) 600 °C 60 dk.; (b) 700 °C 60 dk. ısıtım işlem sonrası	72
Şekil 3.13 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile NiTi üretilen ince film tabaka yapıların SEM görüntüleri (a) 60 dk. (C-1); (b) 90 dk. (C-5); (c) 120 dk. (C-6)....	73
Şekil 3.14 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile üretilen NiTi ince film tabaka yapıların 550 °C 30 dk. ısıtım işlem sonrası SEM görüntüleri (a) 60 dk. (C-1); (b) 90 dk.; (C-5); (c) 120 dk. (C-6).....	74
Şekil 3.15 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile üretilen NiTi ince film tabaka yapıların SEM görüntüleri (a) 60 dk. (C-8); (b) 90 dk. (C-9); (c) 120 dk. (C-10)..	75
Şekil 3.16 NiMnSbB (B1-P) katkılandırılmış kompozit PVC film yapıların SEM görüntüleri (a) %1 katkı; (b) %2 katkı; (c) %3 katkı oranı.....	76
Şekil 3.17 NiMnSbB katkılandırılmış kompozit lif yapıların SEM görüntüleri (a) ve (b) %1 parçacık (B1-P) katkılı SHPU; (c) %1 parçacık (B1-P) katkı PU; (d) %0,5 tabaka yapı katkılı (B1-4) PU	77

Şekil 3.18 Isıl işlem öncesi NiMnSnB alaşım ve ince filmlerin (A 1-2-3) XRD eğrileri	78
Şekil 3.19 NiMnSnB ince filmlerin (A 1-2-3) ısıl işlem sonrası XRD eğrileri	79
Şekil 3.20 NiMnSnB ince filmlerin (A-4-5-6) XRD eğrileri.....	80
Şekil 3.21 NiMnSbB hedef alaşımların XRD eğrileri (a) B1 kodlu hedef; (b) B2 kodlu hedef.....	81
Şekil 3.22 NiMnSbB (B1-4) ince film alaşım ve ısıl işlem sonrası XRD eğrileri.....	82
Şekil 3.23 NiMnSbB (B1-4) ince film alaşımların ısıl işlem sonrası XRD eğrileri ..	83
Şekil 3.24 NiTi ince film alaşımların (C-5) ısıl işlem öncesi ve sonrası kristal yapıları	84
Şekil 3.25 NiTi ince film alaşımların (C-6) ısıl işlem öncesi ve sonrası kristal yapıları	85
Şekil 3.26 NiMnSnB (A) alaşımın DSC eğrisi	86
Şekil 3.27 NiMnSnB ince film alaşımın (A-3) DSC eğrisi.....	86
Şekil 3.28 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile 60 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filminden (A-1) elde edilmiş tabaka yapıların (a) DSC eğrileri, (b) ısıtma adımında alınan eğrinin türevi	87
Şekil 3.29 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile 90 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filminden (A-2) elde edilmiş tabaka yapıların (a) DSC eğrileri; (b) ısıtma adımında alınan eğrinin türevi	88
Şekil 3.30 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile 120 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filminden (A-3) elde edilmiş tabaka yapıların (a) DSC eğrileri; (b) ısıtma adımında alınan eğrinin türevi	89
Şekil 3.31 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile 60 (A-1), 90 (A-2) ve 120 dakika (A-3) süre ile üretilen NiMnSnB ince film tabaka yapıların 400 ve 500 °C 1 saat ısıl işlemden sonra gösterdiği DSC eğrileri	90
Şekil 3.32 80W, 30sccm Ar akış oranında 90 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filmin DSC eğrisi.....	91
Şekil 3.33 80W, 30sccm Ar akış oranında 120 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filmin DSC eğrisi.....	91
Şekil 3.34 80W, 30sccm Ar akış oranında 120 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filmin ısıl işlem sonrası (600°C, 60dk.) DSC eğrisi	92

Şekil 3.35 NiMnSbB (B1) alaşımının DSC eğrisi	93
Şekil 3.36 NiMnSbB toz (B1-T) alaşım malzemenin DSC grafiği.....	94
Şekil 3.37 Ni ₅₀ Mn ₃₆ Sb ₁₁ B ₃ parçacık (B1-P) alaşım malzemenin DSC grafiği.....	94
Şekil 3.38 PVC polimerine katkı parçacıkların oranları ve şekil öğretme çalışmalarına göre sönümlenme (damping) kapasitelerinin kıyaslanması (a) film üretimi sonrası; (b) şekil öğretme çalışması sonrası.....	95
Şekil 3.39 PVC polimerine katkılanmış parçacıkların sönümlenme değerlerinin kıyaslanması (a) %1 katkı oranı; (b) %2 katkı oranı; (c) %3 katkı oranı; (d) %5 katkı oranı	96
Şekil 3.40 SMA katkılanmış polimerde şekil hafıza etkisini test etmek amacıyla geliştirilen düzenek	98
Şekil 3.41 (a) Yukarıdan aşağı saf PVC, %1, 2, 3, 5, 10 toz NiMnSbB (B1-T) katkılanmış PVC filmler; (b) polimer film örneklere verilen şekil .	98
Şekil 3.42 Çeşitli formlarda 80°C (Tg sıcaklığı üzerinde) sıcaklıkta 1 saat şekil öğretme işlemi görmüş katkılanmış polimer filmlerin (a) ortam koşulunda; (b) 40°C su içerisinde görüntüleri.....	99
Şekil 3.43 Çeşitli formlarda 80°C (Tg sıcaklığı üzerinde) sıcaklıkta 1 saat şekil öğretme işlemi görmüş olan katkılanmış polimer filmlerin (a) ortam koşullarında; (b) 40°C su içerisindeki şekillerinin görüntüsü.....	100
Şekil 3.44 Katkısız PVC polimer filmine verilen şekil sonrası sıcaklığa bağlı değişimlerin görüntüleri.....	100
Şekil 3.45 Sıcaklığa bağlı olarak örneklerde meydana gelen şekil değişimleri (a) oda sıcaklığı; (b) 27°C- 36°C aralığı; (c) 45- 50 °C aralığı; (d) ölçüm yapılan açı görseli.....	101
Şekil 3.46 Sıcaklığa bağlı açı değerleri grafikleri (a) %2 tabaka yapılı PVC (1 numaralı örnek); (b) %2 parçacık katkılı PVC (4 numaralı örnek)	101
Şekil 3.47 %2 NiMnSbB parçacık katkılı PVC polimer kompozitinin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri (Kişisel arşiv, 2019)	102
Şekil 3.48 %1 NiMnSbB parçacık katkılı PVC polimer kompozitlerin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri	103
Şekil 3.49 %2 NiMnSbB parçacık katkılı PVC polimer kompozitlerin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri	103

Şekil 3.50 %3 NiMnSbB parçacık katkılı PVC polimer kompozitlerin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri	104
Şekil 3.51 Saf PVC polimer filmlerin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri	104
Şekil 3.52 NiMnSbB (B1-P) katkılı PU lif (a) orijinal şekil (b) şekil öğretilmiş; (c) 40°C su içerisinde; (d) 50°C su içerisinde (Kişisel arşiv, 2019)	105
Şekil 3.53 NiMnSbB (B1-P) katkılı PU lifi sıcaklığa bağlı şekil değişimleri; (a) orijinal şekil; (b) 25 °C ortam koşullarında; (c) 50°C su içerisinde; (d) 65°C su içerisinde	106
Şekil 3.54 Katkısız PU sıcaklığa bağlı sergilediği şekil (a) üretim şekli; (b) 25 °C ortam koşullarında; (c) 50°C su içerisinde; (d) 65°C su içerisinde	107
Şekil 3.55 Pamuklu kumaş üzerine yapılan kaplamalar (a) PVC; (b) PU	107
Şekil 3.56 Tüm faktörlerin etkisi 3 boyutlu grafiği	110
Şekil 3.57 Pamuklu kumaşa %5 NiMnSbB parçacık katkılı PU kaplama (a) ısı uygulama anı; (b) 2 dk. sonrası	111
Şekil 3. 58 NiMnSbB (B1-P) katkılı PU lifi üzerinde sıcaklık dağılımı.....	112

TABLULAR LİSTESİ

	Sayfa
Tablo 2.1 Çalışmada kullanılan metal tozları ve özellikleri	37
Tablo 2.2 Çalışmada kullanılan polimer malzemeler	38
Tablo 2.3 Hedef alaşım malzemeler ve üretim yöntemleri	40
Tablo 2.4 NiMnSnB (A) ince filmlerin çalışma parametreleri	46
Tablo 2.5 NiMnSnB (A) ince filmlerin çalışma parametreleri	47
Tablo 2.6 NiMnSbB (B1) ince filmlerin çalışma parametreleri	47
Tablo 2.7 NiMnSbB (B2) ince filmlerin çalışma parametreleri	48
Tablo 2.8 NiTi (C) hedeften elde edilen ince filmlerin çalışma parametreleri	49
Tablo 2.9 Tabaka yapılaraya uygulanan ısıl işlem koşulları.....	50
Tablo 2.10 Kompozit yapıların üretiminde kullanılan malzemeler ve koşullar.....	50
Tablo 3.1 NiMnSnB-A hedeften elde edilen ince filmlerin kalınlık değerleri	59
Tablo 3.2 NiMnSbB-B2 hedeften elde edilen ince filmlerin kalınlık değerleri.....	60
Tablo 3.3 NiTi (0,1 g B)-C hedeften elde edilen ince filmlerin kalınlık değerleri	62
Tablo 3.4 NiMnSnB- A hedeften elde edilen ince filmlerin bileşen oranları (% at) .	64
Tablo 3.5 NiMnSbB- B2 hedeften elde edilen ince filmlerin bileşen oranları (% at)	72
Tablo 3.6 NiTi (0,1 g B)- C hedeften elde edilen ince filmlerin bileşen oranları (% at)	76
Tablo 3.7 Ark ergitme ile dökülen alaşımların dönüşüm sıcaklıkları.....	85
Tablo 3.8 Deney tasarımında seçilen parametreler ve seviyeleri.....	108
Tablo 3.9 Sonuçlar için hazırlanan ANOVA Tablosu	109

BÖLÜM BİR

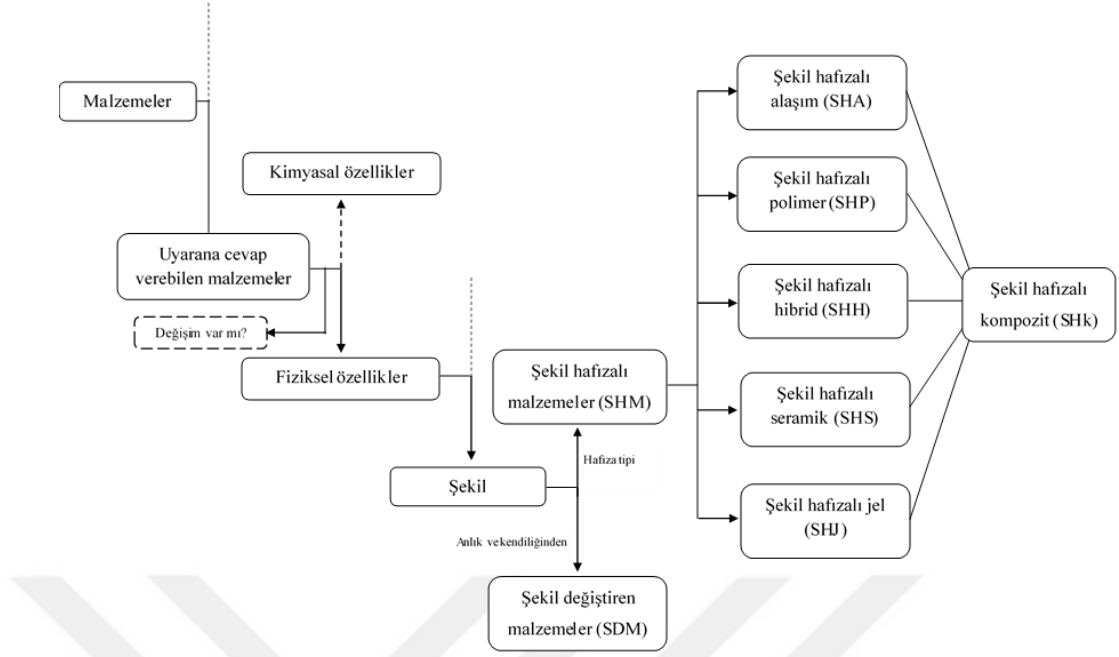
GİRİŞ

1.1 Genel Bilgi

Tekstil malzemeleri insanlar için vazgeçilmez araçlardır ve tekstil endüstrisi her zaman yeni malzemelerin geliřtirmesi üzerine çalışmaktadır. Akıllı tekstiller, yeni teknolojilerle geliřtirilmiř kumař yapılarıdır ve geleneksel kumařların aksine iletiřim kurabilme, enerji iletebilme ve Őekil deęiřtirebilme gibi birçok yeteneęe sahip özellikler gösterir. Akıllı tekstiller, estetik ve performans arttırıcı olmak üzere iki farklı kategoriye ayrılabilir. Çevresel bir etki ile renk deęiřtirebilen kumařlar estetik- akıllı tekstillere, radyasyon, termal gibi çevresel etkilere karşı koruma saęlama amacıyla geliřtirilmiř kumařlar ise performans arttırıcı akıllı tekstillere örnek olarak verilebilir. Akıllı tekstil yapıları ařırı kořullarda insanların fizyolojik olarak korunması için kullanılabilir.

Son yıllarda geliřen teknoloji ve artan ihtiyaçlar ile birlikte tekstil malzemelerinde yeni fonksiyonların geliřtirilmesi ve/veya performans arttırıcı özelliklerin kazandırılmasına yönelik yapılan çalışmaların artış gösterdięi görölmektedir. Fiziksel veya kimyasal özelliklerinde meydana gelen deęiřimin yardımıyla belirli uyarılara karşı cevap verebilen malzeme sistemleri de bu doęrultuda kullanımları artan malzemeler arasında yer almaktadır.

Uyarana cevap verebilen malzemeler (Őekil 1.1), önceden belirlenmiř bir Őekil ve ölçüde uyarana karşı cevap verebilen, uyarıcı etki kaldırıldıęında orijinal hallerine dönebilen akıllı malzeme sistemleridir. Uyarıcı etkiler; ısı, ıřık, manyetik alan, gerilim/basınç, akım, pH, nem vb. olabilir. (Sun ve dięer., 2012; Wei ve Sandström, 1998). Őekil hafızalı malzemeler (SHM), uyarana cevap verebilen malzemeler arasında yer almaktadır ve Őekil geri kazanımı için doęru uyarana olmadıkça geçici Őeklini neredeyse sonsuza kadar koruyabilmektedir.



Şekil 1.1 Malzemeler arasında şekil hafızalı malzemelerin (SHM) yeri (Sun ve diğer., 2012)

1.2 Şekil Hafızalı Malzemeler

Şekil hafızalı malzemeler, doğru uyarana varlığında orijinal şekline geri dönebilme yeteneği olarak tanımlanan şekil hafıza etkisi (SHE) ile karakterize edilmektedir. Genel olarak şekil hafızalı malzemeler (SHM'ler), yapılarında taşıdıkları uyarana algılama, değişim/kontrol kapasitesi, harekete geçirme, uyarlanabilirlik, hafıza ve geri kazanma, enerji depolama ve dönüştürme, sönümleme gibi sahip oldukları özellikler ile akıllı sistemler için öngörülen çeşitli ürünlerde kullanılabilir. Bu özellikleri sayesinde şekil hafızalı malzemelerin birçok alanda uygulamaları mevcuttur (Hu, 2007; Meng ve Hu, 2009; Huang ve diğer., 2010; Meng ve Li, 2013; Saenz-Perez ve diğer., 2019; Sun ve diğer., 2012; Wischke ve Lendlein, 2010; Xie, 2011; Yamauchi, Ohkata, Tsuchiya ve Miyazaki, 2011). Çeşitli alaşım (Tadaki, Otsuka, Shimizu, 1988; Otsuka ve Ren, 2005), seramik (Matsumura ve diğer., 1999; Schurch ve Ashbee, 1977; Swain, 1986), polimer (Dietsch ve Tong, 2007; Lendlein ve Kelch, 2002; Liu, Qin ve Mather, 2007; Rousseau, 2008; Sokolowski, 2019) ve jel (Ahn, Kasi, Kim, Sharma ve Zhou, 2008; Hirai, Maruyama, Suzuki, Hayashi, 1992a; Hirai ve diğer., 1992b; Osada ve Matsuda, 1995) yapıların şekil hafıza özelliği taşıdığı bilinmektedir. Bu malzemeler

arasında en çok uygulama alanına ve çalışmaya sahip olanlar şekil hafızalı alaşım (SHA) ve şekil hafızalı polimer (SHP) malzemelerdir.

1.2.1 Şekil Hafızalı Alaşımlar

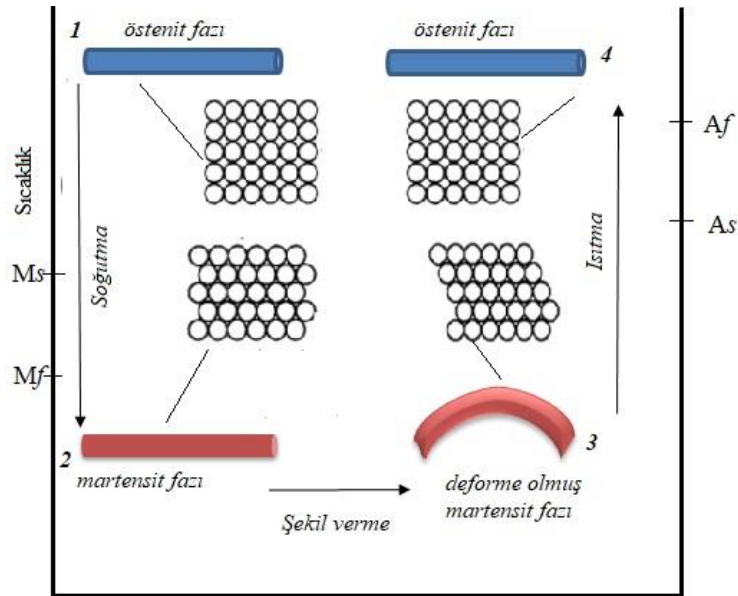
Şekil hafızalı alaşımlar (SHA), önceden belirlenmiş bir şekli hatırlayabilen (geçici şekil) ve termal veya mekanik yüklerin bir sonucu olarak kalıcı şeklini geri kazanabilen bir malzeme sınıfıdır. Şekil hafızalı alaşımlar, sıradan metallerin ve alaşımların sahip olmadığı şekil hafıza etkisi ve süper elastisite özellikleri sayesinde oldukça ilgi çekici malzemelerdir. Şekil hafıza etkisini veren dönüşüm ilk defa 1951 yılında Chang ve Read tarafından Altın-Kadmiyum alaşım örneğinde gözlenmiştir (Chang ve Read, 1951; Otsuka ve Wayman, 1998). Şekil hafıza etkisi 1960'lı yıllarda, **Nikel-Titanyum** alaşımında bulunmuş ve sonraki yıllarda NiTiNOL adıyla (**NiTi** ve **Naval Ordinance Laboratory (ABD)**) ticari olarak kullanılan bir numaralı alaşım olmuştur. NiTiNOL' un keşfi ile şekil hafızalı alaşımların mühendislik ve teknik uygulamalarda kullanımına yönelik çok sayıda talep olmuştur. Şekil hafızalı alaşımlar orijinal şekli hatırlama, aktüatör fonksiyonu ve süper elastisite gibi benzersiz özelliklere sahip olduklarından, medikal (Fischer, Vogel ve Welle, 2004; Mohd Jani, Leary, Subic ve Gibson, 2014; Pause, 2007), kompozit (Zhang, Ni, Natsuki ve Iwamoto, 2007), otomotiv (Mohd Jani ve diğer., 2014; Stoeckel, 1990), uzay (McDonald Schetky, 1991; Mohd Jani ve diğer., 2014), mikro-aktüatörler (Yin, Wendler, Krevet ve Kohl, 2016), mikroeletromekanik sistemler (Choudhary ve Kaur, 2016; Roch, Bidaud, Collard ve Buchaillot, 2003; Kohl, 2004) ve tekstil (Cabral, Souto, Carvalho ve Cunha, 2015; Chan Vili, 2007; Michalak ve Krucinska, 2018) gibi alanlarda uygulamaları gelişmiştir.

Şekil hafızalı alaşımlarda şekil hafızası etkisi ve süper elastisite, martensit dönüşüm adı verilen difüzyonsuz faz dönüşümüne dayanır. Şekil değişimi östenit ve martensit olmak üzere iki faz yapısına bağlı olarak gerçekleşir (Arun, Chakravarthy, Arockiakumar ve Santhosh, 2018; Lobo, Almeida ve Guerreiro, 2015).

1.2.1.1 Şekil Hafıza Etkisi ve Faz Dönüşümleri

Şekil hafızası etkisi (SHE), tipik olarak martensit dönüşüm (MD) sergileyen belirli alaşımların sahip olduğu benzersiz bir özelliktir. Alaşım, düşük sıcaklık fazında deforme olmasına rağmen ters dönüşüm sıcaklığı olarak adlandırılan kritik bir sıcaklığa ısıtıldığında ters dönüşümle birlikte orijinal şeklini kurtarır. Aynı alaşımlar, daha yüksek bir sıcaklıkta, yükleme ve boşaltma sırasında büyük ve doğrusal olmayan geri kazanılabilir bir gerinim ile ilişkili olan ve süper elastisite (SE) olarak adlandırılan başka bir özelliğe de sahiptir.

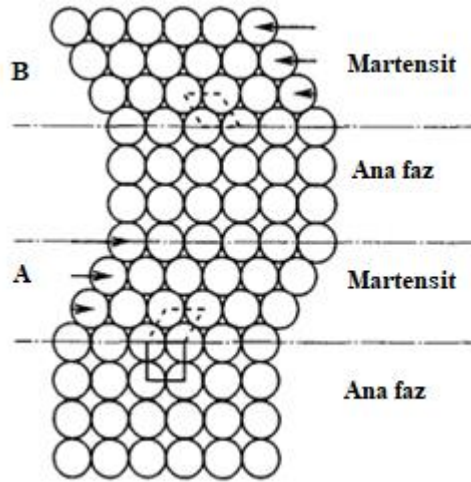
Şekil hafızalı alaşımlar, düşük sıcaklık fazında deforme olmasına rağmen, ters dönüşüm sıcaklığına ısıtılarak, ters dönüşüm vasıtasıyla orijinal şeklini kazanabilen malzemelerdir (Şekil 1.2). Bu dönüşüm sıcaklığı, düşük sıcaklık fazı ile yüksek sıcaklık fazı arasında bulunan tek bir nokta değil, dar bir sıcaklık bandıdır. Şekil hafızalı alaşımda meydana gelen bu olay, martensit dönüşüm ve östenit faz arasında gerçekleşen bir katı hal faz değişimi (moleküler olarak tekrar düzenlenmeden ileri gelen) ile mümkün olmaktadır (Otsuka ve Ren, 2005; Zanaboni, 2008).



Şekil 1.2 Alaşımlarda şekil hafıza etkisinin gösterimi

Şekil 1.2' de görülmekte olan 1. durumda alaşım, östenit faza (ana faz) yani yüksek sıcaklıklarda hacim merkezli kübik yapıya sahiptir ve soğumayla birlikte bu yapı martensite dönüşür. Sıcaklığa bağlı olan (başlama sıcaklığı M_s ve bitiş sıcaklığı M_f) dönüşüm, difüzyonsuz şekilde büyük atom gruplarının düzenli ve ani olarak ötelenmesiyle gerçekleşir. 2. durumda gerçekleşen dönüşüm sırasında yapı, yoğun olarak ikizlenmeye uğrar. 3. durumda martensit yapıya sahip alaşım, gerilim uygulanarak plastik şekil değişimine uğratılır. Bu aşamada martensit fazının deformasyonu ikiz sınırlarının göçü ile gerçekleşir. Bazı ikiz bölgeleri büyürken diğerleri küçülür. 4. durumda ısıtma işlemi ile malzeme başlangıçtaki sıcaklığa ulaştığında orijinal boyut ve şeklini hatırlayarak ilk boyut ve şekline geri döner. Son aşamaya geçişte deformasyona uğramış olan martensitin yüksek sıcaklıklardaki östenit faza dönüşümü rol oynar. Hatırlanan ilk şeklin tekrar oluşabilmesi için malzemenin, östenit dönüşümü tamamlama sıcaklığı (A_f) üzerindeki sıcaklıklara ısıtılması ve bu sıcaklıklarda yeterli süre tutulması gereklidir (Arun ve diğer., 2018; Chowdhury ve Sehitoglu, 2017; Lobo ve diğer., 2015).

Şekil hafızalı alaşımlarda atomların birlikte hareket ettikleri ve çoğunlukla kayma benzeri bir mekanizma şeklinde oluşan martensit dönüşüm, katılardaki difüzyonsuz faz dönüşümüdür. Genellikle ana faz (yüksek sıcaklık fazı) kübik yapıda iken martensit (daha düşük bir sıcaklık fazı) daha düşük bir simetriye sahiptir. Dönüşüm şematik olarak Şekil 1.3' te gösterilmiştir.



Şekil 1.3 Martensit dönüşümün basitleştirilmiş modeli (Otsuka ve Wayman, 1998)

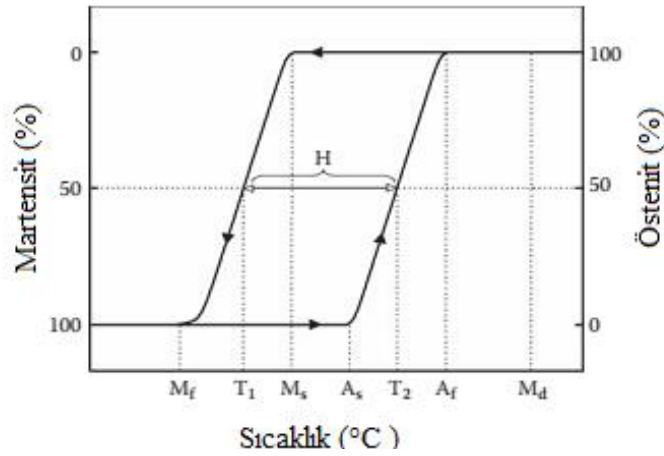
Sıcaklık, kritik değerin altına düştüğünde, Şekil 1.3' te görüldüğü gibi kaymaya benzer bir mekanizma ile martensit dönüşüm başlar. A ve B bölgesinde martensitler aynı yapıdadır, ancak yönelimleri farklıdır. Martensit düşük simetriye sahip olduğundan, aynı ana fazdan birçok varyantı oluşturulabilir. Sıcaklık artar ve martensit kararsız hale gelirse, ters dönüşüm (TD) oluşur ve kristalografik olarak geri çevrilebilirse, martensit orijinal yönelemlinde ana faza döner. Bu durum şekil hafıza etkisinin kökenini oluşturur. Martensit dönüşüm özelliği atomların ortak hareketinde yatar ve bağıl atomik yer değiştirmeler küçük olmasına rağmen (atomlar arası mesafeye kıyasla) martensit dönüşüm ile ilişkili makroskopik bir şekil değişikliği ortaya çıkar. Bu açıdan martensit dönüşüm, şekil hafıza etkisi ve süper elastisite ile yakından ilişkilidir. MD ile ilişkili şekil değişikliği doğrusaldır, çünkü MD boyunca bir çizgi ve bir yüzey sırasıyla başka bir çizgi ve yüzeye değiştirilir (Otsuka ve Wayman, 1998).

Martensit dönüşüm gerilim kaynaklı olabilir bu durum süper elastik etki ile sağlanmaktadır. Süperelastisite termal olarak östenit durumunda bulunan sıcaklık aralığında malzemeye gerilim uygulandığında meydana gelmektedir. Östenit fazdaki şekil hafızalı alaşım mekanik yük altındayken, östenit faz martensite dönüşür (gerilim kaynaklı faz değişimi) ve martensitin deforme olabilme özelliği sayesinde malzemenin şekli değiştirilebilir. Şekil hafızalı alaşımlarda gözlenen bu elastik gerginlik, uygulanan gerilim kaldırıldığında malzemeyi hemen orijinal şekline geri çekilmesine zorlar. Elastik davranış, gerilim kaynaklı martensit dönüşüm sergileyen alaşımlarda gözlemlenir ve martensit dönüşüm sıcaklığına (M_d) eşit veya altındaki bir sıcaklık boyunca gerilim kaynaklı martensit meydana gelir. Şekil hafızalı alaşımlar için bu esneklik, geleneksel malzemelerin elastikiyetinin 20 katıdır ve bu nedenle süper elastisite olarak adlandırılır (Arun ve diğer., 2018; Cho, 2010; Chowdhury ve Sehitoglu, 2017; Oliveria, Miranda ve Braz Fernandes, 2017).

Süperelastisite ve şekil hafıza etkisi ayrı ayrı tartışılrsa da birbirleriyle yakından ilişkilidir. Herhangi bir şekil hafızalı alaşımın, test edildikleri sıcaklığa ve dislokasyon kayması için kritik gerilime ulaşılmadığı sürece, hem süper elastik hem de şekil hafıza özelliği sergilemesi beklenmektedir (Oliveria ve diğer., 2017).

Şekil hafıza etkisi tek yönlü veya çift yönlü olabilir. Geçici şekil verilmiş alaşımın ısıtma ile östenit faza geçiş yaparak orijinal şekline dönmesi *tek yönlü şekil hafıza etkisidir*. *Çift yönlü şekil hafıza etkisi* ise malzemenin ısıtma ile östenit faza ve tekrar soğutma ile martensit faza geçiş yapması ve bu işlemin birçok kez tekrar edilebilmesidir (yani, alaşımın hem yüksek sıcaklık şeklini hem de düşük sıcaklık şeklini, aynı anda, hafızasına almasıdır). Çift yönlü etki, şekil hafızalı alaşımların yapısında bulunan bir özellik değildir, tekrarlı mekanik-ısıtma işlemler ile şekil öğretme çalışmaları ve bu işlemlerin kontrolü ile mümkün olmaktadır (Arun ve diğer., 2018).

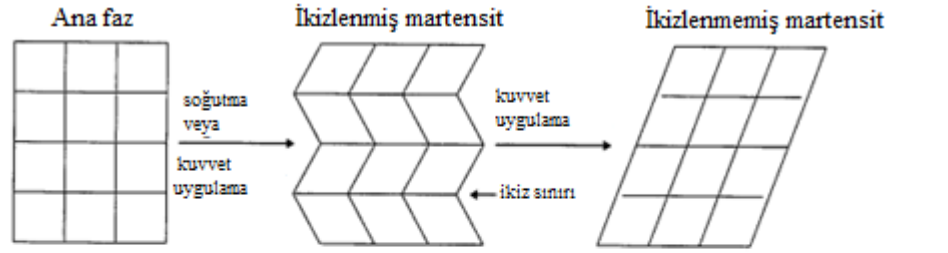
Ni-Ti, Cu-Al-X (X: Zn, Ni, Be, Ti, Ag ve Au) ve demir esaslı alaşımlar (Fe-Mn-Si, Fe-Mn-Ni, Fe-Cr-Ni-Si-Co, Fe-Ni-C vb.) gibi şekil hafıza özelliği sergileyen birçok alaşım türü mevcuttur (Boudalia, Raulot, Patoor ve Esling, 2017; Otsuka ve Wayman, 1998; Tadaki ve diğer., 1988; Otsuka ve Ren, 2005; Hu, 2007; Humbeeck, 1999). Nikel, titanyum, bakır, alüminyum gibi birçok farklı metal bileşenlerinden meydana gelebilen şekil hafızalı alaşımlar arasında günümüzde kullanımı en yaygın olan, -50 °C ila 110 °C arasında değişen geçiş sıcaklıklarına sahip nikel-titanyum alaşımlardır. Nispeten ucuz olmasının yanı sıra yaygın metal işleme teknikleriyle üretilebilmesi, belirli ihtiyaçlara göre nikel ve titanyum oranlarının değiştirilmesi ile geçiş sıcaklığının ayarlanabilmesi, biyo-uyumlu ve %8'e varan yüksek gerinimine sahip olması gibi özelliklerinden dolayı nikel-titanyum alaşımlar diğer alaşımlara kıyasla daha çok tercih edilmektedir (Cho, 2010; Cui ve diğer., 2006). Şekil 1.4' te şekil hafızalı alaşım nitinol' ün sıcaklığa bağlı faz davranışı görülmektedir.



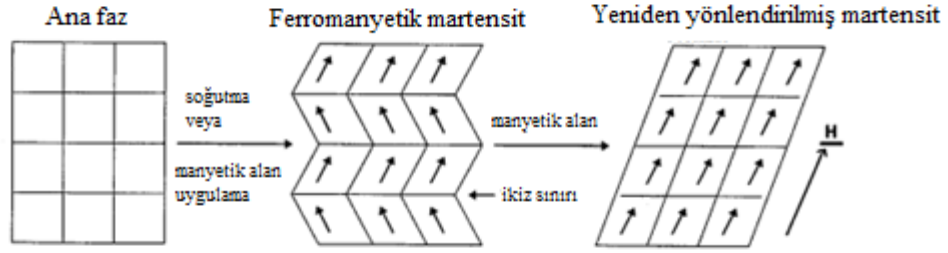
Şekil 1.4 Nitinol' ün sıcaklığa bağlı faz davranışı (Cho, 2010)

Yüksek sıcaklıkta, %100 östenit fazda olan nitinol soğutulduğunda martensit başlangıç sıcaklığına (M_s) ulaşır. Bu sıcaklığın altında östenit faz miktarı giderek azalırken aynı zamanda martensit fazın miktarı artar. Daha da soğutulduğunda, martensit bitiş sıcaklığının (M_f) altına geçer ve nitinol bu sıcaklığın altında %100 martensit fazdadır. Nitinol tekrar ısıtıldığında, sıcaklığa karşı faz profili soğuma eğrisini takip etmez, histerezis davranışı gösterir. Şekil 1.4' te olduğu gibi, östenit başlama sıcaklığını (A_s) göstermesi için nitinol' ün M_f üzerinde $20 \sim 30^\circ\text{C}$ ısıtılması gerekir. Sıcaklık arttıkça, östenit bitiş sıcaklığına (A_f) ulaşır ve nitinol bu sıcaklık üzerinde %100 östenit fazdadır. Bu nedenle, soğutarak %50 martensit yapmak için gereken sıcaklık (T_1) ve ısıtarak % 50 östenit yapmak için gereken sıcaklık (T_2) farklıdır, ve bu sıcaklık farkı da (T_2-T_1) genellikle histerezis (H) olarak tanımlanır. Histerezis arttıkça, şekil hafıza etkisi iyileşir ve birçok şekil hafızalı alaşım arasında en büyük histerezis gösterenlerden biri de nitinoldür (Cho, 2010).

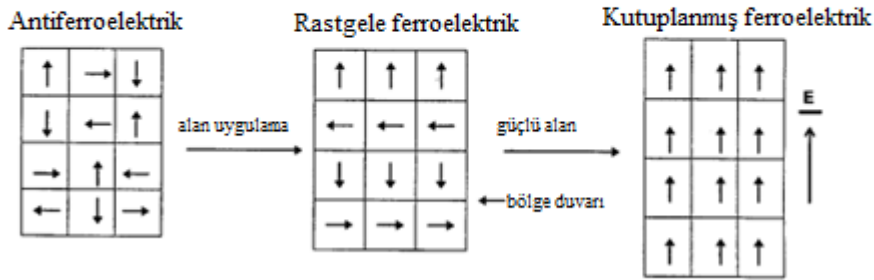
Manyetik Alan Kaynaklı Dönüşümler: Bazı β -fazlı ve demir esaslı şekil hafızalı alaşımlarda martensit dönüşümlerin başlangıç noktalarının üzerindeki sıcaklıklarda para-manyetik-ferro-manyetik veya manyetik dönüşümler meydana gelir. Bu alaşımlarda, martensit dönüşümler manyetik alan uygulanarak uyarılabilir. Manyetik alan ile uyarılan deformasyon işleminin, strese bağlı martensit eşleştirme ve elektrik alan deformasyon işlemleri ile karşılaştırılmasının şematik gösterimi Şekil 1.5' te verilmiştir (Wei ve Sandström, 1998).



(a)



(b)



(c)

Şekil 1.5 Ferroelastik, ferromanyetik ve ferroelektrik malzemelerin deformasyon süreçlerinin şematik gösterimi (Wei ve Sandström, 1998)

Gerilme ve Basınç Kaynaklı Dönüşümler: Martensit faz sınırına yakın sıcaklıklarda uygun gerilmeler uygulandığı takdirde şekil hafızalı alaşımlar ve seramiklerde stres kaynaklı martensit dönüşümler olabilir. Cu-Al-Ni, Ti-Ni, Fe-Pt, Fe-Ni, Fe-Ni-C, Fe-Ni-Mn ve Fe-Ni-Co-Ti alaşımları dahil olmak üzere bazı şekil hafızalı alaşımların martensit dönüşümlerine hidrostatik basınç etkisi incelenmiştir (Wei ve Sandström, 1998).

Katı (bulk) formdaki alaşımların gösterdiği tepkiler büyüktür fakat tepki oluşumu yavaştır. Bu nedenle genellikle ısıyla harekete geçen bu formdaki alaşımlarda uygulanan ısının çevrimler arasında ortadan kaldırılması gerekir. Bu soğutma

işleminin uzun süreli bir işlem olması tepki oluşumunu yavaşlatır. Katı formdaki alaşımlara göre ince film halindeki şekil hafızalı alaşımlarda soğutma işlemi için gerekli olan termal kütle oranı azaldığından çevrim süresi de önemli ölçüde azalır. Çevrim süresinin azalması, ince film alaşımların uygulamalarda kullanımını açısından avantaj sağlar (Wei ve Sandström, 1998).

1.2.1.2 Şekil Hafızalı Alaşımların Üretim Yöntemleri

Ticari olarak üretilen şekil hafızalı alaşımlar temelde; alaşım kombinasyonunun hazırlanması ve kontrolü, ergitme ve döküm işlemi, soğuk çekme (tel üretiminde) ve şekil hafıza etkisi için ısıl işlem uygulaması adımlarından geçer. Alaşım karışımının stokiyometrik oranında bir kayma olması özelliklerinin büyük oranda değişmesinde etkilidir. Bu nedenle alaşım karışımları dikkatli ve özenli olarak hazırlanmalıdır. Ergimiş metaller oksijene karşı çok reaktif olduğundan ergitme işlemi yüksek vakum altında veya inert bir gaz ortamında atmosferinde yapılmalıdır. En yaygın kullanılan yüksek frekanslı indüksiyon ergitme sistemidir. Argon ark ergitme, elektron ışın ergitme ve plazma ark ergitme de kullanılan diğer sistemlerdir. İndüksiyon ergitmenin en önemli avantajı, alternatif akım indüksiyonunun ergimiş metal üzerinde karıştırma etkisi ile ingot (külçe) boyunca kimyasal bileşimin homojenliğini sağlamasıdır. Sistemde kullanılması önerilen pota grafit veya kalsit (CaO) malzemelerdir. Oksijen kontaminasyonu kabul edilebilir seviyelerdedir ancak karbon kontaminasyon miktarı kontrol edilmelidir. Şekil hafızalı alaşımların üretiminde son işlem, şekil hafıza uygulamasıdır. Bu işlemde şekil hafıza etkisinin tetiklenmesi için alaşıma uygun sıcaklıklarda ısıl işlem yapılmaktadır (Suzuki, 1998).

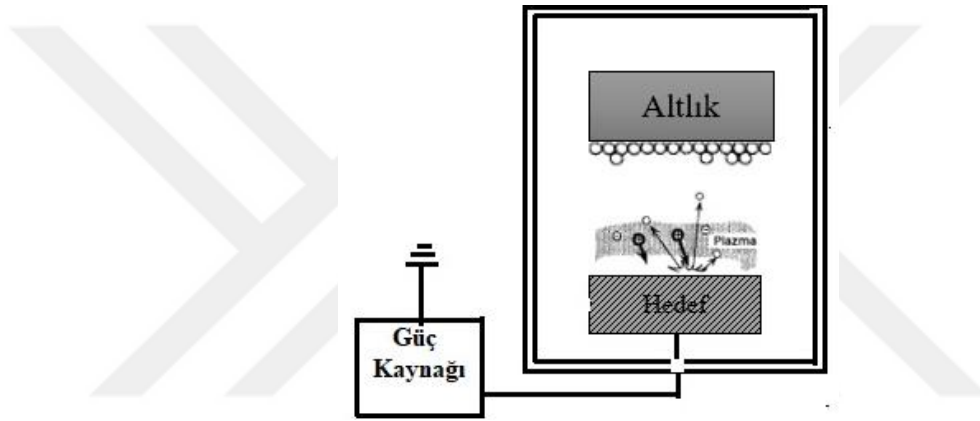
1.2.1.2.1 Ark Ergitme Sistemi. Ark ergitme yöntemi ısıtma sistemine göre iki tipe ayrılabilir. Birinci tipte tüketilmeyen bir elektrot, ikincisinde ergitilecek malzemelerden oluşan tüketilebilir elektrot kullanılır. Birçok alaşım türüne uygulanabilirliği nedeniyle laboratuvarlarda birinci tip ısıtma kullanılır. Bu yöntemde, ana metaller bakır bir kalıba konular ve tungsten çubuktan yapılmış elektrottan gelen argon arkı tarafından ışınlanır. Alaşım ergidiğinde, yüzey gerilimi etkisi nedeniyle şekli düğmeye benzer. Katılaşmış düğme şeklindeki alaşım ters çevrilerek karışımın

homojenliğini artırmak için tekrar tekrar ergitilir. İkinci yöntemde, ana malzemedен oluşan elektrot takılır. Bu elektrot hem ısıtma kaynağı hem de ana malzeme kaynağıdır. Elektrot, argon arkı tarafından ısıtılır ve erimiş metal kalıba düşer ve silindirik bir ingot (külçe) oluşur. Bu yöntemin verimliliği birinci yöntemden daha yüksektir (Suzuki, 1998).

1.2.1.2.2 İndüksiyon Ergitme Sistemi. Pratik kullanıma uygun, hassas sıcaklık kontrolü, kısa ergitme süresi, homojen karıştırma sağlaması ve yüksek tekrarlanabilir gibi özellikler indüksiyon ergitme sistemini öne çıkarmaktadır. Bunun yanında indüksiyon sistemlerinde kimyasal atık üretimi söz konusu olmadığı ve kimyasal süreçlerdeki girdilere ihtiyaç duyulmaması da tercih edilmesinde etkili diğer sebeplerdir. Böylece çok daha iyi kalitede ve safsızlıklardan arınmış ürün eldesine olanak sağlamaktadır. Vakum indüksiyon ısıtma sistemi, vakum reaktörü içerisinde suyla soğutulan bakır bobin ve ısıya dayanıklı alümina, zirkonya, grafit ya da silisyum karbür potadan oluşmaktadır. Alternatif gerilim (AC) uygulanmasıyla bobin içerisinde yüksek elektromanyetik alan meydana gelmektedir. Böylece bobin içerisindeki metal malzemenin iç direnci nedeniyle indüklenmiş Eddy akımları sonucu hızlı bir ısı artışı ortaya çıkmaktadır. Elektrik ve manyetik alanların bileşkesi olan Lorentz kuvveti yüklü parçacıkları hızlandırarak homojen bir ergime oluşmasını sağlamaktadır. Vakum ortamının seçilmesindeki amaç yüksek sıcaklıklarda oksitlenmeyi minimum düzeyde tutmak ve yüksek kaliteli ürün elde etmektir. Metal alaşımlar atmosfer ortamında yüksek sıcaklıklarda oksitlenmeye yatkındır. Bu nedenle döküm işleminin vakum ortamında yapılması oksitlenme riskini minimum düzeye indirecektir. Vakum teknolojisinin uniform, temiz ortam sağlaması önemli bir avantaj iken pahalı olması dezavantajdır (Suzuki, 1998).

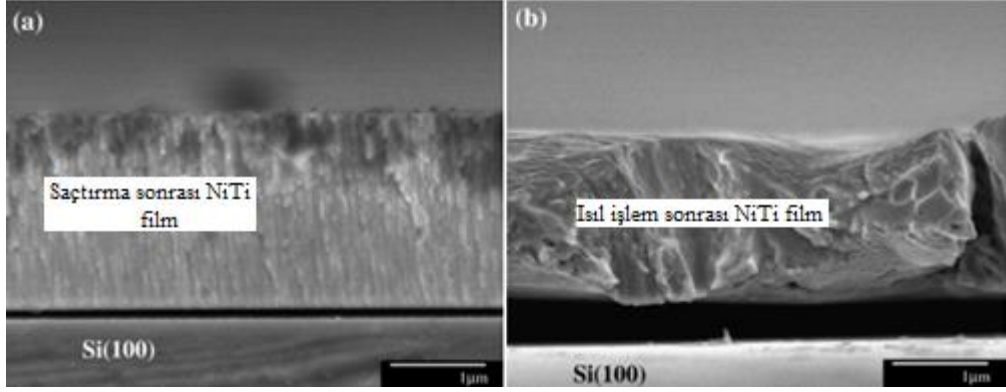
1.2.1.2.3 Mıknatıssal Saçtırma Sistemi. Mıknatıssal saçtırma sistemi uygulama parametrelerinin kolaylıkla değiştirilebilmesi gibi avantaja sahip olup ince film üretim yöntemleri arasında en çok tercih edilen ve kullanılan metottur. Sistem içerisindeki hava kaba pompa ve turbo moleküler pompa aracılığı ile tahliye edilir, bu adımda elde edilen basınç değeri 10^{-6} ile 10^{-8} torr aralığındadır. İkinci adımda sisteme gönderilen gaz (reaksiyona girmemesi için soy gaz olmalı bu yüzden Argon (Ar) gazı

kullanılmaktadır) hedef malzemeye yüksek voltaj uygulanması sonucunda sistemdeki miknatısların oluşturduğu manyetik alan içerisinde iyonize hale gelir ve plazma oluşturur. Oluşan plazma içerisindeki Ar atomları serbest haldeki elektronlarla çarpışması sonucunda hedef malzemeye yönelir (bu çarpışma neticesinde ikincil elektron olarak adlandırılan parçacıklar ortaya çıkar) ve hedef malzeme ile çarpışma gerçekleşir. Bu çarpışma sonucunda hedef malzemeden sökülen atomların ince film oluşturulmak istenilen altlık yüzeyinde biriktirilmesi sistemin çalışma prensibini oluşturmaktadır (Miyazaki, Fu, ve Huang, 2009). Şekil 1.6’ da saçtırma sistemi ile film büyütmeyle ilgili örnek çizim görülmektedir.



Şekil 1.6 Saçtırma ile film büyütmeyle ilgili şematik çizim

Bu yöntemde ince film alaşımlarda şekil hafıza özelliği; gaz basıncı, saçtırma gücü, altlık sıcaklığı, hedef-altlık arası mesafe gibi saçtırma koşulları gibi parametrelerden etkilenmektedir. Alaşım karışımı, tavlama sıcaklığı, yaşlandırma sıcaklığı ve süresi gibi faktörler ise şekil hafıza özelliklerini etkileyen metalurjik parametrelerdir. Düşük Ar basıncı ile yassı ve özelliksiz yapı elde edilirken, yüksek Ar basıncı ile yönlendirilmiş (columnar) yapıda filmlerin eldesi mümkündür. Bu yönlendirilmiş yapılar, filmin gözenekli (porous) olduğunu belirten bir özelliktir. Biriktirilen bu filmler gevrek kırılma özelliği gösterirken, ısıl işlem (tavlama) sonrasında sünek kırılma gösterir (Sanjabi ve Barber, 2010) ve bu iki duruma ait örnekler Şekil 1.7’ de görülmektedir.



Şekil 1.7 NiTi filmlerinin kesit görüntüleri (a) biriktirme sonrası ve (b) 500 °C' de tavlama sonrası (Sanjabi ve Barber, 2010)

1990 yılından itibaren saçtırma yöntemi ile TiNi, TiNiX (X=Cu, Pd, Hf) ince filmlerin eldesi üzerine çalışmalar mevcuttur. Kalınlığı 10 µm'den düşük TiNi filmler elde etmek için saçtırma ile biriktirme, vakumda buharlı biriktirme, lazerle uzaklaştırma gibi yöntemler de uygulanabilir, ancak ince filmlerde mükemmel şekil hafıza etkisi elde etmek için kullanılan ana yöntem saçtırma ile biriktirme metodudur. RF (Radyo-Frekansı) manyetik saçtırma sisteminde Ar iyonları, hedeften Ti ve Ni atomlarını kopararak altlık üzerinde TiNi film oluşması sağlamaktadır. Alaşım karışımlarında, TiNi alaşım hedefin eş atomlu olduğu durumda, TiNi filmlerin oluşumunda genellikle Ni daha fazla birikmektedir. Bu durumun nedeni ise Ni' in Ti' dan daha fazla saçtırma akmasına (yield) sahip olmasıdır (saçtırma akması, her Ar iyonu için saçtırılan atom sayısı) (Miyazaki ve Ishida, 1999; Fu ve diğer., 2009).

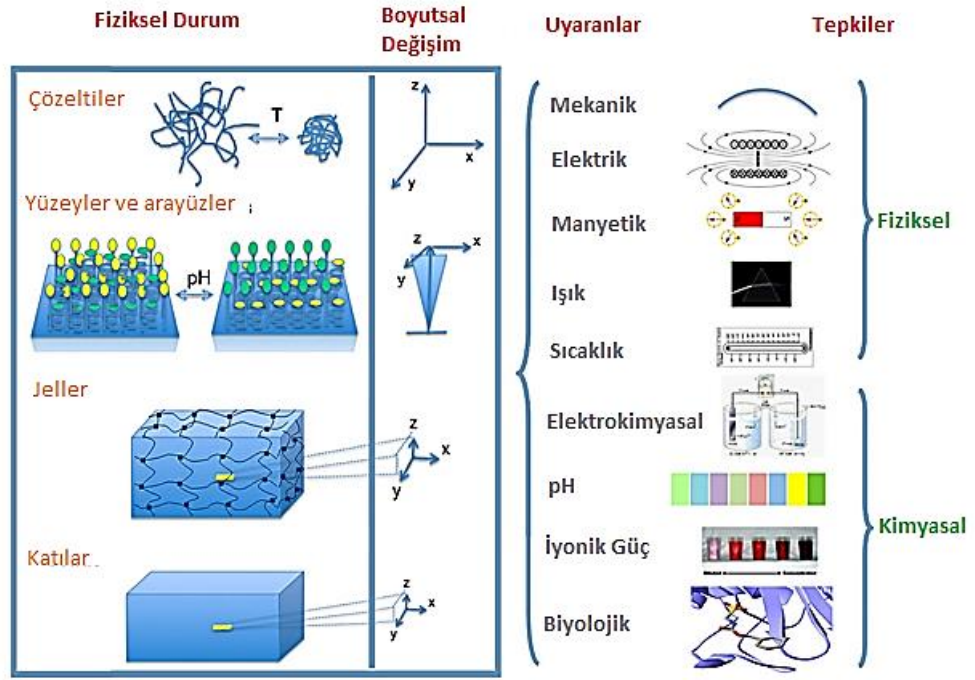
TiNi ince filmlerin gerilim-gerinim (stress-strain) eğrisi ile akma gerilmesi, esneklik, kırılma gerilimi gibi mekanik özellikleri belirlenmektedir. Eş atomlu TiNi ince filmlerde, %40' tan fazla maksimum uzama değerinin yanında, martensit fazda 600 MPa akma ve 800 MPa kırılma gerilimi değerleri görülmektedir. Bu değerler pratik uygulamalarda saçtırma ile elde edilmiş TiNi ince film alaşımların yeterli esneklik ve sabit şekil hafıza özelliğine sahip olduğunun göstergesidir. Filmlerin içyapılarının gözlenmesinde TEM ve difraktometre, yüzey morfolojilerinin gözlenmesinde SEM, dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesinde DSC, kristal yapının belirlenmesinde XRD (sıcaklığa bağlı kristal yapı araştırmalarında filmler ısıtma ve soğutma) analizleri kullanılmaktadır (Miyazaki ve Ishida, 1999; Fu ve diğer., 2009).

RF mıknatıssal saçtırma yöntemi ile NiMnSb ince filmlerin eldesi üzerine yapılan çalışmada, yarı metalik ferromanyetik NiMnSb alaşımın yüksek kaliteli ince filmlerinin tek bir karışım hedef kullanarak mıknatıssal saçtırma yönteminde cam yüzey üzerine biriktirme koşulları belirlenmiştir. Düşük argon gazı basıncı ($\sim 2,5$ mT), düşük biriktirme oranları ($\sim 0,25$ Å/s), düşük güç (~ 15 W) ve düşük altlık sıcaklıkları ($\sim 250-350^\circ\text{C}$) parametreleri ile film biriktirme sonrası tavlama ihtiyacı duymadan, 100 Å kadar düşük kalınlıklarda, yüksek kalitede, düşük pürüzlüğe sahip polikristalin filmler elde edildiği gösterilmiştir (Caballero ve diğer., 1997).

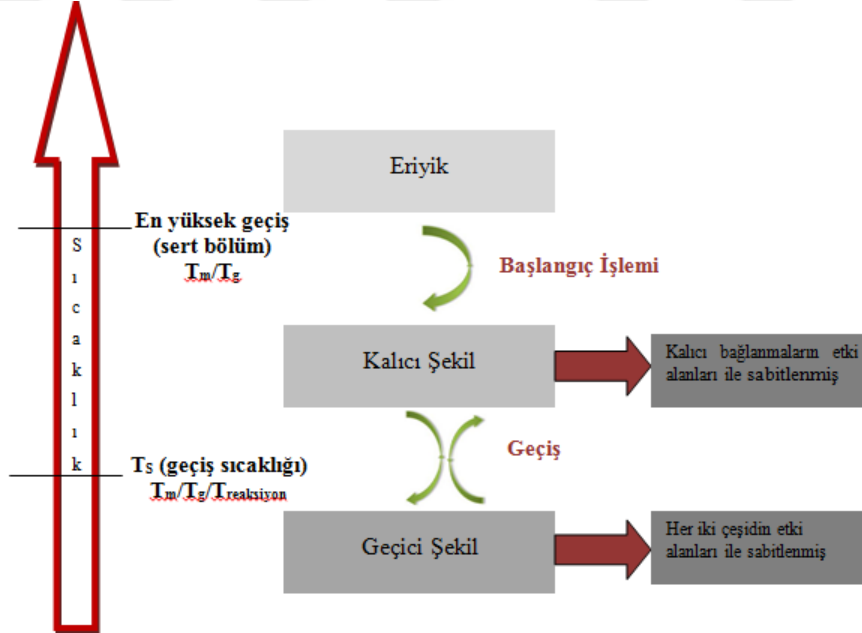
1.2.2 Şekil Hafızalı Polimerler

1980'li yılların ortalarından itibaren kullanılan şekil hafızalı polimerlerin tasarım potansiyelini artırmak için yenilikçi yollar geliştirilmelidir. Bilindiği üzere pasif tasarım üzerine çalışan mühendisler artık, değişik etkileri esas alarak ürünler üretirken, malzemede sağladıkları bu değişikliklerle hata oluşmamasına dikkat etmeleri gerekir (Hu, 2007).

Şekil hafızalı polimerler, kalıcı şeklini hafızasında tutan, uygun koşullar altında belirlenmiş geçici şekline sabitlenebilen polimerler olarak nitelendirilir. Daha sonra bir tetikleyici (örneğin, ışık, sıcaklık, vb.) polimeri, geçici şeklinden hatırlanan kalıcı şekline geri döndürür. Şekil 1.8' de farklı uyaranlar altında polimerlerin boyutsal değişimleri ve gösterdikleri tepkiler şematik olarak görülmektedir. Sıcaklığa duyarlı bir şekil hafızalı polimerlerde şekil hafıza etkisinin ana prensipleri şematik gösterimi Şekil 1.9' da verilmiştir. (Hager, Bode, Webera ve Schubert, 2015).

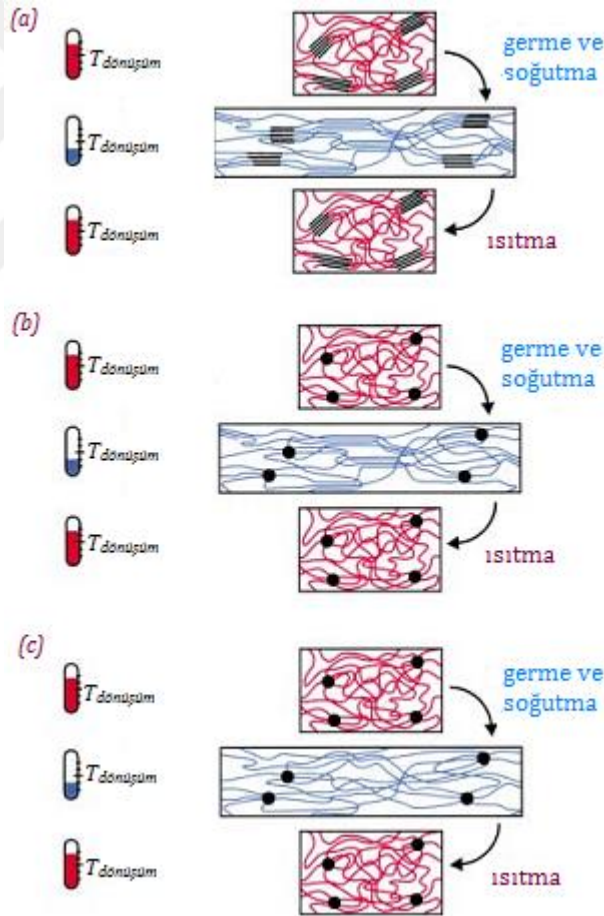


Şekil 1.8 Polimer sistemlerde farklı uyaranlar altında boyutsal değişimleri ve gösterdikleri tepkilerin şematik sunumu (Hager ve diğer., 2015)



Şekil 1.9 Polimerlerde şekil hafıza etkisinin ana prensiplerinin şematik gösterimi (Hager ve diğer., 2015)

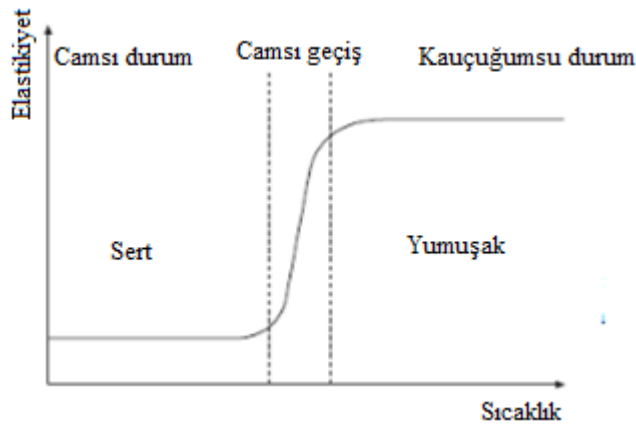
Şekil 1.9’ da sıcaklığa cevap veren bir şekil hafızalı polimer için gösterildiği gibi, şekil hafızalı polimerin herhangi bir cihaz şeklinin üretimi, bir başlangıç işlem aşaması (örneğin, presleme, eğirme, çekme gibi) içerir. Bu işlem aşaması polimerin "dönüşüm sıcaklığı" ($T_{\text{dönüşüm}}$) üzerinde kalıcı şeklini belirlemek için gereklidir. Daha sonra geçici şeklin programlama adımında ise "dönüşüm sıcaklığı" ($T_{\text{dönüşüm}}$) altında harici bir mekanik kuvvet uygulanması gerekir. Elde edilen cihaz kullanım sırasında "dönüşüm sıcaklığı" ($T_{\text{dönüşüm}}$) üzerindeki sıcaklıklara maruz bırakıldığında ise, kalıcı şekline geri dönüşü gerçekleşecektir. Prensip olarak, programlama ve orijinal şekline geri dönme işlem döngüsü birçok kez tekrarlanabilir (Hager ve diğer., 2015). Şekil 1.10’ da ısıyla uyarılmış şekil hafıza etkisinin moleküler mekanizması şematik olarak verilmiştir.



Şekil 1.10 Isıyla uyarılmış şekil hafıza etkisinin moleküler mekanizmasının şematik gösterimi (a) Multi blok kopolimer, $T_{\text{dönüşüm}}=T_m$; (b) Kovalent olarak çapraz bağlanmış polimer, $T_{\text{dönüşüm}}=T_m$; (c) Polimer ağı, $T_{\text{dönüşüm}}=T_g$ (Lendlein ve Kelch, 2002)

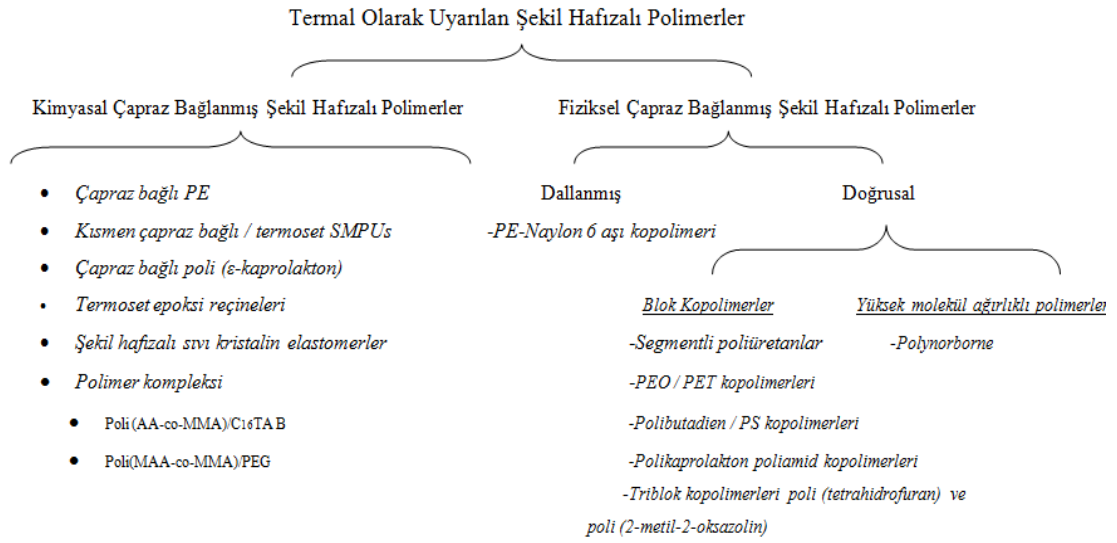
Şekil hafızalı polimerlerin ağ zincirleri kristal veya amorf yapıda olabilir. Bu nedenle şekil hafızası davranışının tetiklenmesi için gerekli olan geçiş sıcaklığı; erime noktası (T_m) veya camsı geçiş sıcaklığı (T_g) olabilir. Buna uygun olarak, SHP'ler $T_{dönüşüm}$ olarak erime sıcaklığı (T_m) ve camsı geçiş sıcaklığına (T_g) sahip olarak sınıflandırılabilir. Geçici bir şeklin sabitlenmesi için seçilen ısıl geçiş, erime noktası ise, geçiş segmentinde gerinmeden dolayı kristalleşme $T_{dönüşüm}$ değerinin üzerinde gerilim uygulanmış olan malzemenin soğutulması ile başlatılabilir. Bu moleküler mekanizmada, sıcaklık artışı geçiş segmentlerinin $T_{dönüşüm}$ değerinden daha yüksek ise, bu kesimler (kırmızı ile gösterilen) esnektir ve polimer elastik olarak deforme olabilir. $T_{dönüşüm}$ değerinin altında bir sıcaklığa soğutma adımı ile geçici şekil (mavi ile gösterilen) sabitlenir. Polimer tekrar ısıtılır ise, kalıcı şekil geri kazanılır (Şekil 1.10) (Lendlein ve Kelch, 2002).

Şekil hafızalı polimerler (SHP) ise camsı geçiş sıcaklıklarında camsı halden kauçuğumsu hale dönüşür, orijinal polimer malzeme yumuşak hale gelir (Şekil 1.11). Termal aktivasyona ek olarak, şekil hafızalı polimerlerde şekil hafızası etkisi, bazı durumlarda ışık ya da kimyasal tepkime ile de tetiklenebilir.



Şekil 1.11 Şekil hafızalı polimerlerde şekil hafıza etkisi

Termal olarak uyarılan şekil hafızalı polimerlerin sınıflandırması Çapraz bağlanma durumlarına göre iki gruba ayrılan termal olarak uyarılan şekil hafızalı polimerlere ait örnekler Şekil 1.12' deki şemada verilmiştir.



Şekil 1.12 Şekil hafızalı polimerlerin yapısal sınıflandırılması (Hu, 2007)

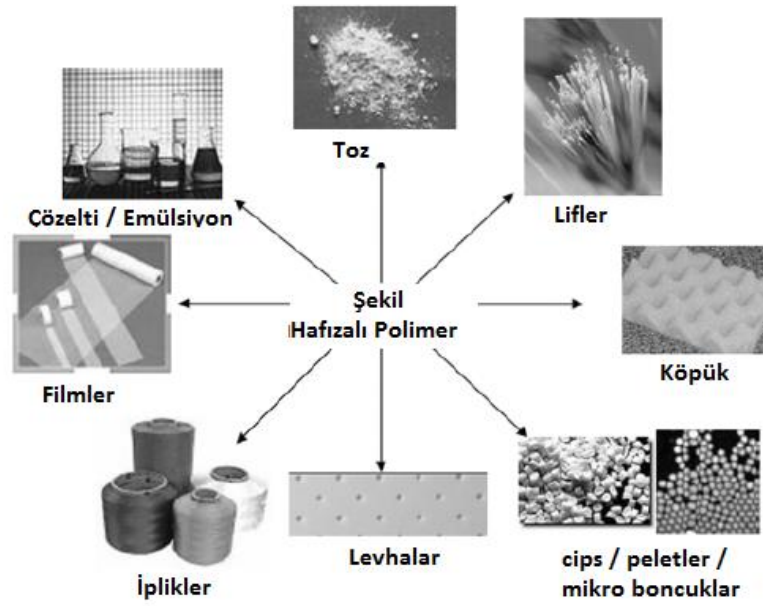
1.3 Şekil Hafızalı Malzemelerin Kullanım Alanları

Şekil hafızalı alaşımların üretimi kelepçe, yay, tel, film, folyo gibi formlarda olabilir. Şekil hafızalı alaşımlar, tekstil yapısına tel veya folyo formunda dahil edilebilir. Şekil hafızalı alaşım tellerin çözümlü örme, örme ve dokuma teknolojileri kullanılarak geleneksel tekstil makinelerinde başarılı bir şekilde işlendiği örnekler mevcuttur (Chan Vili, 2007). Bunun yanı sıra şekil hafızalı malzemeler medikalden koruyucu giysilere kadar birçok alanda kullanım yeri bulmuştur. Çeşitli uygulamalarda aktüatör veya kas telleri olarak kullanımları mevcuttur. Asıl uygulamaları medikal alan üzerine olan şekil hafızalı polimerlerin, diğer alanlarda da uygulamaları genişlemiştir. Şekil hafızalı bir ürün, genel olarak poliüretan veya poliester termoplastik elastomeri gibi, reaktif olmayan polimer olmalıdır. Bu durum, ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama dahil olmak üzere özellikle eritme işlemleri aracılığı ile malzemenin çeşitli şekillerde oluşturulması için uyum sağlar. Ayrıca tekstil ürünü olarak da belirli bir uygulama için şekil hafıza özelliklerini etkilemeksizin malzeme dolgu maddeleri ve pigmentler ile birleştirilerek veya elyaf, köpük, çözelti formunda kullanılabilir (Hu, 2007). Şekil 1.13' te şekil hafızalı polimerlerin genel uygulama alanları görülmektedir.



Şekil 1.13 Şekil hafızalı polimerlerin genel uygulamaları (Hu, 2007)

Şekil hafızalı polimerler uygulama alanına göre çeşitli formlarda elde edilebilirler. Film yapısından toz haline kadar çeşitli formlarda kullanılacak şekil hafızalı polimer formları Şekil 1.14’ te görülmektedir.



Şekil 1.14 Şekil hafızalı polimerlerin uygulama formları (Hu, 2007)

1.3.1 Şekil Hafızalı Malzemelerin Tekstilde Kullanımları

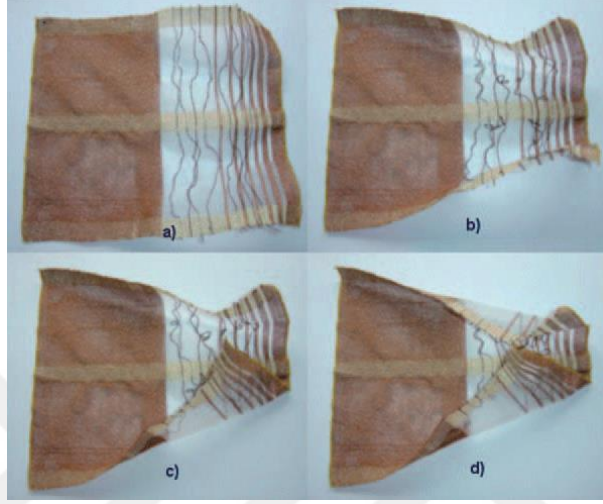
Bilim ve mühendislik araştırmalarındaki ilerlemeler ve tasarımlar ile akıllı giysiler üzerine yapılan çalışmalar artmaktadır. Akıllı giysiler, hasta takibi ve/veya askeri alanda kullanıma yönelik akıllı izleme sistemleri gibi performansa dayalı veya estetik etkisi yönünden moda odaklı olacak şekilde iki farklı amaçla tasarlanabilir. Ancak giysi endüstrisinde kullanılacak akıllı teknolojiler için ele alınması gereken zorluklar vardır. Kumaş veya giysinin tutumu, örtme özelliği ve konfor gibi estetik özelliklerin kabul edilebilir ölçüde olması gerekir. Ağırlık, dayanıklılık ve yıkanabilir olmaları her zaman gündemde olduğu gibi maliyet faktörü de pazar boyutunu sınırlayabilen birincil zorluktur. Esnek sensör yapıların, iletken malzemelerin, güneş enerjisi ve giyilebilir elektronik gibi teknolojilerin tekstil yapılarına entegre edilmesinde önemli ilerlemeler kaydedilmiştir. Uyarana cevap verebilen akıllı malzemelerin tıbbi ve klinik giysiler gibi akıllı tıbbi ürünlerde, günlük giysiler de dahil olmak üzere akıllı tekstil yapılarında kullanımı ve uygulamalarının geliştirilmesinde şekil hafızalı malzemeler kullanılabilir.

1.3.1.1 Şekil Hafızalı Alaşımların Tekstil Ürünlerinde Kullanımı

Tekstilde şekil hafızalı alaşımlar, tel formunda kullanım alanı bulmuşlardır. Alaşımların bu formda diğer tekstil lifleri ile birlikte dokuma veya örme yapıda kullanımları tekstil malzemesinin tutumunu sertleştirmektedir. Şekil hafızalı alaşımlar ile yapılan çalışmalarda çoğunlukla Ni-Ti alaşımlar ile çalışıldığı, bu alaşımların tel formunda dokuma ve örme yapıların içinde kullanıldığı örneklere çokça rastlanmaktadır (Cabral ve diğer., 2015; Chan Vili, 2007; Lam Po Tang ve Stylios, 2006; Liu ve diğer., 2007). Ancak farklı element, kombinasyon ve oranlarda elde edilen alaşımların tekstildeki etkileri üzerine çalışılmadığı görülmektedir.

Şekil hafızalı alaşım kullanılarak tasarlanmış bir akıllı tekstil yapısı, iki farklı polimer iplik ve şekil öğretilmiş bir SHA yay içerecek şekilde oluşturulmuştur. Bu akıllı tekstil yapısında şekil hafıza etkisi ve süreci Şekil 1.15' te görülmektedir. Bu sayede kumaşta, A_f sıcaklığının biraz üzerinde olan 50°C sıcaklıkta zamana bağlı

olarak şekil deęişimi sergilemiştir. Ayrıca, sıcaklık 20°C' nin altına düřtüęünde, tekstil yapısının kıvrımlı şekilden nispeten düz yapıya geri döndüęü de gözlemlenmiştir. İki yönlü dönüşüm etkisi için şekil hafızalı alařım yayların şekil öğretilme işlemleri, kumaş yapısına katılmadan önce gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1.15. SHA yay içeren tekstil yapısında şekil hafıza etkisi (Stylios ve Wan, 2007)

Şekil hafızalı alařımların potansiyel uygulamalarına başka bir örnek de oda sıcaklığına göre şekil deęiřtirebilen performansa sahip akıllı perdelerin tasarlanmasıdır. Farklı doku, renk ve desen tasarımı ile birleřtirilen şekil hafıza etkisi ile modern perde uygulamaları yapılabilir. Şekil 1.16' da perdelerde şekil hafızalı alařımların kullanılmasına yönelik örnekler görölmektedir.



Şekil 1.16. Şekil hafızalı alařımların perde tasarımlarında kullanımına örnek (Stylios ve Wan, 2007)

Bir diğ er uygulama da Őekil hafızalı alařımların iplik yapılarıyla birleřtirilmesi üzerinedir. 0.20 mm ve 0.30 mm kalınlığında, %50- 50 NiTi Őekil hafızalı alařımlar, farklı iplik formlarının tasarlanmasında kullanılmıř ve ayrıca Őekil hafızalı alařımların dokuma kumař yapısına dahil edilmesi ile tekstil malzemesinin modifiyesi amaçlanmıřtır (Chan Vili, 2007). Őekil 1.17' de çalıřmada kullanılan NiTi alařım teller ile elde edilmiř farklı iplik kombinasyonları ve dokuma kumař örneđi görölmektedir.



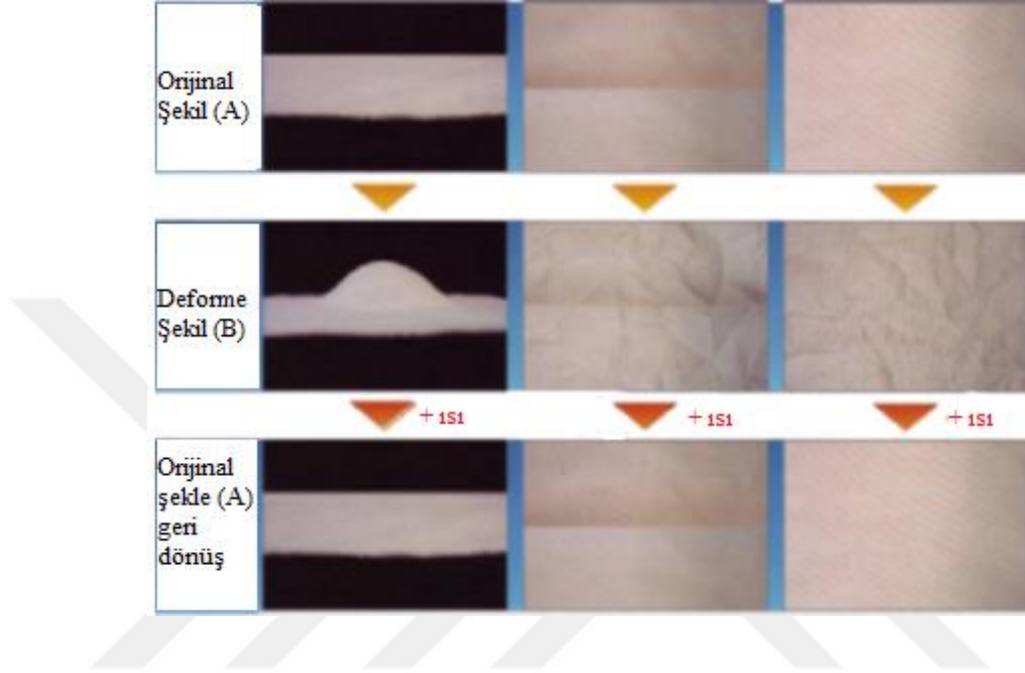
Őekil 1.17 (a) Őekil hafızalı alařım tel kombinasyonlarından oluřturulan iplik formları; (b) Őekil hafızalı alařım ilave edilmiř dokuma kumař örneđi (Chan Vili, 2007)

Dokuma kumař dizaynı ve eldesinde Őekil hafızalı alařımların kullanılması ile üretilen kumař yapısı Őekil 1.17b' de gösterilmiřtir. Őekil hafızalı alařımlara Őekil öđretme çalıřmaları tekstil yapısına ilavesinden önce yapılmalıdır. Alařımın ilave edildiđi tekstil yapısına uygun sıcaklıklarda Őekil hafıza etkisi (~40-100° C geri dönüř sıcaklıđı gibi) göstermesi dikkat edilmesi gereken bir unsurdur (Chan Vili, 2007).

1.3.1.2 Őekil Hafızalı Polimerlerin Tekstil Ürünlerinde Kullanımı

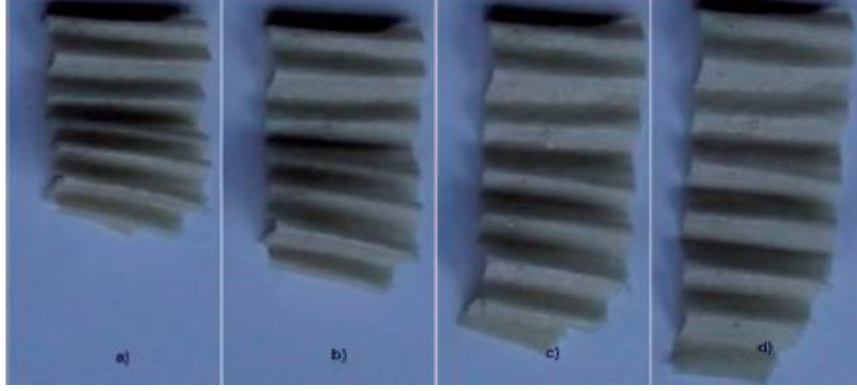
Dokuma, örme kumařlar veya tasarımlarda Őekil hafızalı polimerlerden üretilmiř lifler kullanılarak iplik, kumař ve ürün formunda Őekil hafızalı tekstil yapıları elde edilebilir. Őekil hafızalı polimer çözeltileri tekstilde bitim iřlemlerinde kullanılabilir. Böylelikle polimerin Őekil hafıza özellikleri kumařa aktarılarak Őekil hafızalı kumařlar elde edilebilir. Őekil hafızalı lifler ile elde edilmiř dokuma veya örme kumařlarla kıyaslandıđında kumařa Őekil hafıza etkisinin kazandırılmasında uygulanan bitim iřlemleri, Őekil hafızalı polimerin az miktarda kullanılmasının yeterli olduđu etkili bir yöntem olacaktır. Ayrıca Őekil hafızalı polimerler tekstil ürünlerinde film, köpük veya

laminasyon malzemesi olarak da kullanılabilir. Şekil 1.18’ de şekil hafızalı polimerler kullanılarak bitim işlemi yapılmış bir kumaşa oluşan kırışıklık ve kat izlerinin giderilmesinde polimerin sağladığı şekil hafıza etkisi görülmektedir (Hu, Zhu, Huang ve Lu, 2012).



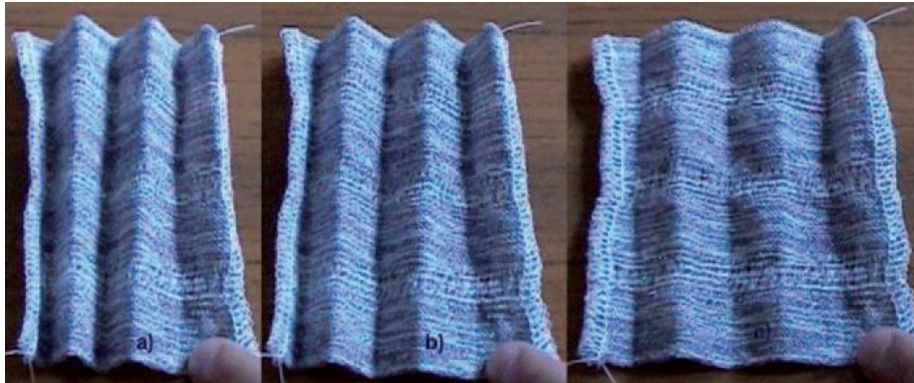
Şekil 1.18 Şekil hafızalı bitim işlemi görmüş kumaşa şekil geri kazanımı (Hu ve diğer., 2012)

Pamuklu dokuma kumaş üzerine şekil hafızalı poliüretan kullanılarak hazırlanan reçine ile kaplama yapılmış ve bu sayede şekil hafıza etkisi kazandırılmıştır. Bu çalışmada pelet formdaki şekil hafızalı poliüretan polimeri dimetilasetamid içerisinde 25:100 (hacim) oranında bir çözümlenerek yüksek yapıştırıcı reçine kaplama çözeltisi hazırlanmış ve pamuklu dokuma kumaş üzerine kaplanmıştır. Kaplama sonrası çözücünün uzaklaştırılması için yaklaşık 6 saat 50°C’ de vakum odasında bekletilen örnek, sırası ile 4 saat 80°C’ de ve 8 saat 120°C’ de kürlenme işlemine tabi tutulmuştur. Şekil 1.19’ da şekil hafızalı polimer ile kaplama yapılmış olan pamuklu kumaşa elde edilen etki gösterilmektedir (Lam Po Tang ve Stylios, 2006).



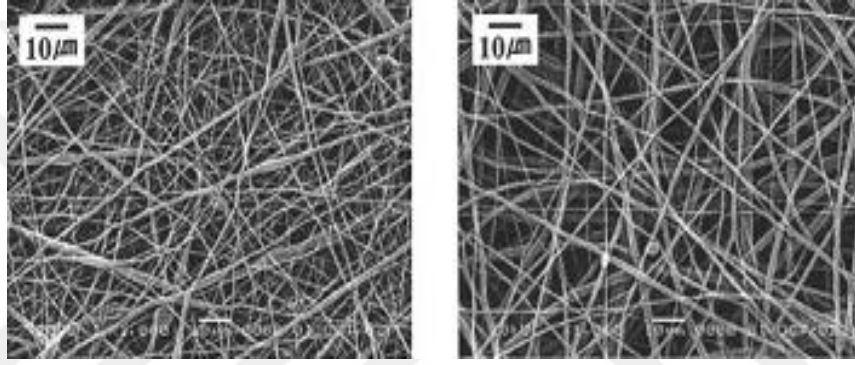
Şekil 1.19 Şekil hafızalı polimer ile kaplanmış pamuklu kumaşta 50°C' de şekil geri kazanımı (a) 0 sn.; (b) 15 sn.; (c) 30 sn.; (d) 45 sn. (Lam Po Tang ve Stylios, 2006)

Kumaş yapısında şekil hafızalı polimer ipliklerin kullanımına yönelik yapılan çalışmada, 0,4 mm çapında SHP iplik ile düzgün ve yoğun yapıda dokuma kumaşlar üretilmiş ve örneklerin şekil hafıza etkilerine bakılmıştır. Dokuma kumaşlarda şekil hafıza etkisini gözlemlemek için, SHP kompozit yapı alüminyum folyo ile kaplanarak ve T_g ' nin üzerinde bir sıcaklık altında Şekil 1.20a' da gösterilen şekilde deforme edildikten sonra mekanik etki altında buzdolabına yerleştirilmiştir. Tekstil yapısının dokumasında kullanılan şekil hafızalı polimer iplikler, kumaşın şeklinin çevre sıcaklığına göre değişmesine izin vererek $T > T_g$ ' ye kadar yüksek bir sıcaklığa geldiğinde düzleşerek şeklin geri kazanımına olanak sağlamaktadır (Stylios ve Wan, 2007).



Şekil 1.20 Homojen ve yoğun SHP ipliğinden dokunmuş SHP kompozitin 50°C' de şekli geri kazanım süresi (a) 0 sn., (b) 15 sn. ve (c) 30 sn. (Stylios ve Wan, 2007)

Şekil hafızalı polimerlerin elektrospinning yönteminde kullanılması ile şekil hafızalı poliüretan ile dokusuz yüzey eldesi yapılmıştır. Çalışma kapsamında PU blok kopolimeri, tetrahidrofuran (THF) ve N,N- dimetilformamid (DMF) (60:40 hacim oranı) karışımı içerisinde oda sıcaklığında çözülmüş ve bu polimer çözeltisi ile şekil hafıza etkisine sahip dokusuz yüzeyler elde edilmiştir. Elektrospinning yöntemiyle elde ettikleri şekil hafıza etkisine sahip dokusuz yüzeyler 1 hafta 25°C’ de vakumlu etüvde bekletilerek çözücü uzaklaştırılmıştır. Elde edilen şekil hafızalı yüzeylerde %80 şekil geri kazanım gözlenmiştir ve bu dokusuz yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 1.21’ de verilmiştir (Cha ve diğer., 2005).



Şekil 1.21 Şekil hafızalı poliüretan ile elde edilmiş dokusuz yüzeylerin SEM görüntüleri (Cha ve diğer., 2005)

Şekil hafızalı poliüretan ile üretilen liflerin termal uyarana karşı sergilediği şekil hafıza etkisine yönelik SHPU lif hazırlanması ve kumaş eldesi yapılmıştır. Çalışmada vücut sıcaklığına yakın camsı geçiş sıcaklığına sahip SHPU sentezi yapılmıştır (Saenz-Perez ve diğer, 2019). Elde edilen lif ve kumaşlardan (Şekil 1.22) alınan sonuçlara göre, bu liflerin, nefes alabilen kumaşlar, tekstillerde nem kontrolü ve giyilebilir biyomedikal cihazlar gibi uygulamalar için potansiyel adaylar olabileceği söylenebilir.



Şekil 1.22 Üretilen şekil hafızalı poliüretan iplik ve kumaş (Saenz-Perez ve diğer., 2019)

1.3.2 Şekil Hafızalı Malzemelerin Medikal Ürünlerde Kullanımları

Tekstil endüstrisi medikal alanda, sağlık hizmeti alanında ve hijyen sektöründe önemli ve büyüyen bir konumdadır. Hem tekstil teknolojisi hem de medikal yöntemlerdeki artan gelişmeler ve yenilikler nedeniyle bu alanlarda fark edilebilir bir oranda büyüme görülmektedir.

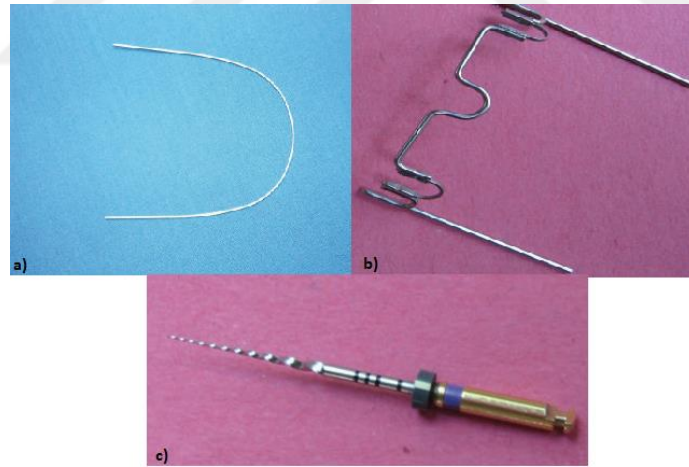
Dayanım, esneklik ve bazı durumlarda da nem ve hava geçirgenliğinin birlikte gerektiği tekstil malzemeleri ve özel ihtiyaçları karşılamak amacıyla tasarlanmış olan ürünlere tıbbi ve cerrahi uygulama alanlarında ihtiyaç duyulabilir. Monofilament ve multifilament iplikler, dokuma, örme ve dokusuz yüzey kumaşlar ve kompozit yapılar bu alanlarda kullanılan malzemeler arasında yer alır. Ameliyat dikiş ipliğinden kompozit kemik yapılarına ve basit temizlik mendilinden ameliyathanelerde kullanılan gelişmiş koruyucu kumaş yapılarına kadar çok çeşitli ve sayısız uygulama mevcuttur. Uygulama alanlarına göre bu malzemeleri dört kategoriye ayırabiliriz.

1. İmplant edilmeyen malzemeler; yara örtü malzemeleri, bandajlar, plasterler, vb.
2. Ekstrakorporal cihazlar; yapay böbrek, karaciğer ve akciğer vb.
3. İmplant malzemeleri; ameliyat iplikleri, vasküler graflar, yapay ligamentler, yapay eklemler, vb.
4. Sağlık/hijyen ürünleri; yatak, giysi, cerrahi önlük, bezler, temizlik mendili, vb. (Horrocks ve Anand, 2000).

1.3.2.1 Şekil Hafızalı Alaşımların Medikal Ürünlerde Kullanımı

Nitinol gibi şekil hafızalı alaşımlar kardiyovasküler stent, kılavuz tel ve ortodontik tel vb. olarak biyomedikal malzemelerde kullanılmaktadır. Fakat şekil hafızalı alaşımlar biyo-inert özelliklerinden dolayı vücuttan reddedilebilecekken biyo-bozunur yapıya sahip olmamaları nedeniyle de vücut içerisinde kalıcılık gösterecektir. Bu duruma ek olarak da vücutlarına şekil hafızalı alaşım malzemenin yapılmış bir medikal cihaz implante edilmiş olan hasta, röntgen, nükleer manyetik rezonans (NMR) ve bilgisayarlı tomografi muayenelerinden daimi olarak kısıtlanacaktır. Şekil hafızalı alaşımların bu gibi dezavantajları metalik olmayan ve biyo-bozunur özellikteki şekil hafızalı malzemeleri, yüksek modül gerektirmeyen ve hasta iyileştiğinde vücuttan çıkarılabilecek bazı cihazlar olarak kullanılabilir ideal yapılar haline getirmektedir.

Şekil hafızalı alaşımlar (NiTi) ortodonti alanında kullanılmaktadır ve bu alaşımdan elde edilmiş ürünler Şekil 1.23' te görülmektedir (Petrini ve Migliavacca, 2011).



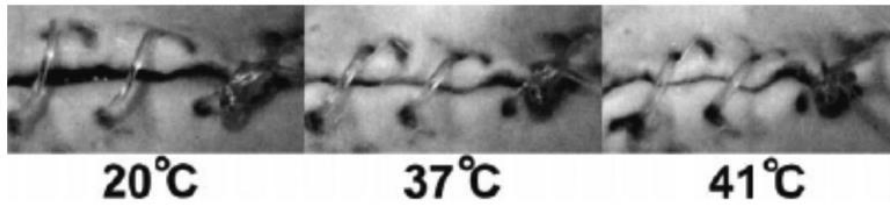
Şekil 1.23 Şekil hafızalı alaşımların ortodontik uygulamalarına örnekler; (a) ortodontik tel, (b) damak arki, (c) endodontik cihaz (Petrini ve Migliavacca, 2011)

1.3.2.2 Şekil Hafızalı Polimerlerin Medikal Ürünlerde Kullanımı

Bazı şekil hafızalı polimerler sahip oldukları biyo-uyumlu ve biyo-bozunur özellikleri sayesinde şekil hafızalı alaşımlara alternatif malzemelerdir. Bu yapılar

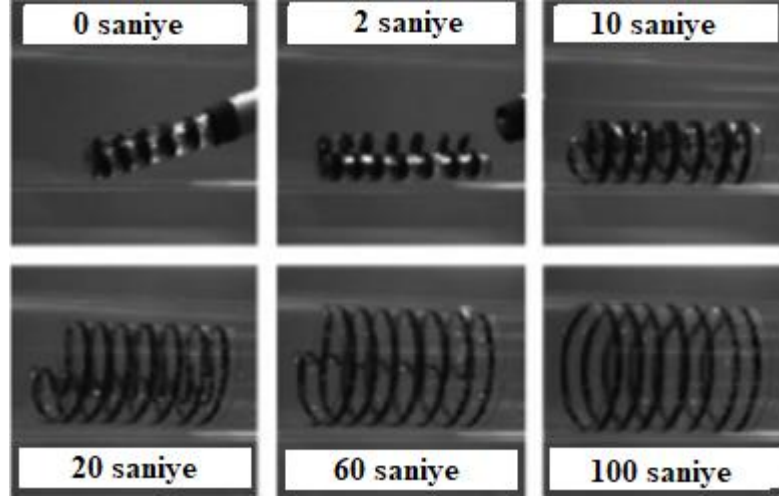
yalnızca vücutta bozulabilir oldukları için değil aynı zamanda alaşımlara göre kolay şekil almaları, uygun bozulma hızları ve şekil alma sıcaklıkları gibi sahip oldukları özellikler sayesinde medikal alanda daha fazla tercih edilirler. Bu nedenle biyotıp uygulamaları için şekil hafıza etkisi olan bozulabilir polimer implant malzemeler geliştirilmiştir. Bu malzemeler, tıbbi ve biyolojik uygulamalarda özellikle yararlı olmaktadır. Örneğin, çeşitli tedavi edici ilaç, koruyucu ilaç ve/veya tanılayıcı ajan olarak herhangi bir polimer bileşimine dahil edilebilmesiyle lokal veya sistemik olarak hastaya uygulanması sağlanabilir. Sentetik organik ve inorganik bileşikler veya moleküller, proteinler ve peptidler, polisakkaritler ve diğer şekerler, lipidler ve nükleik asitler bu durumu temsil edici örnekler olarak verilebilir. SHP, aynı zamanda, biyomedikal uygulamalarda kullanılmak üzere malzemelerin hazırlanmasında da kullanılabilir. Bu malzemelere örnek olarak, ameliyat iplikleri, ortodonti malzemeleri, kemik vidaları, tırnaklar, levhalar, kafesler, protezler, pompalar, kateterler, tüpler, filmler, stentler, ortopedik bilezikler, ateller, doku iskelesi, alçı hazırlama bantları, kontak lensler, ilaç salım sistemi, implantlar ve ısıl göstergeler verilebilir (Hu, 2007).

Şekil 1.24' te vücut sıcaklığı ile uyarılan ve biyo-bozunur şekil hafızalı polimerden elde edilmiş ameliyat ipliğinin sıcaklık artışı ile geçici şekilden kalıcı şekle geri dönüş yaparken yaranın kapanmasında sağladığı etkisi görülmektedir (Xie, 2011).



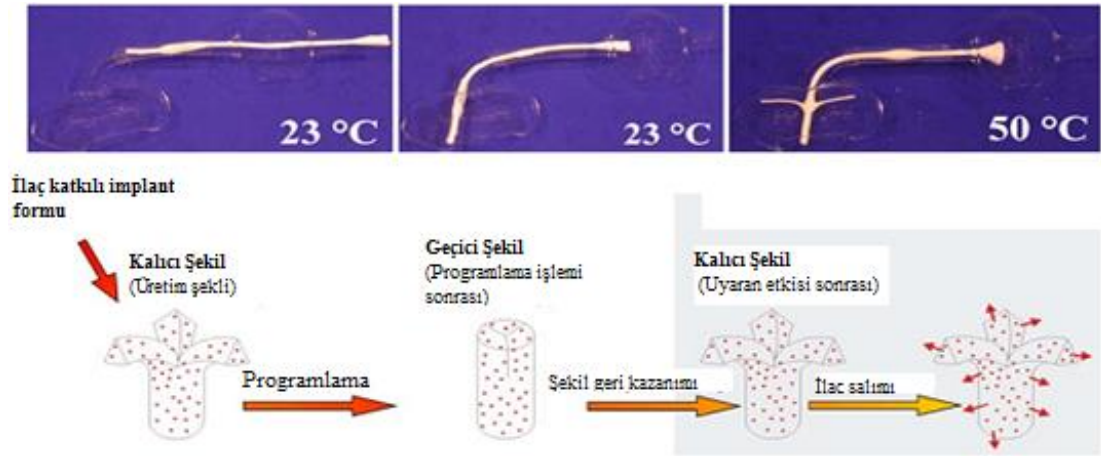
Şekil 1.24 Biyo-bozunur şekil hafızalı polimer ile elde edilmiş ameliyat dikiş ipliği *in vivo* uygulaması (37°C) (Xie, 2011)

Şekil hafızalı polimerlerin termoset (met)akrilatlar ile stentlerde kullanımına yönelik yapılan çalışmada şekil hafıza etkisini incelemişlerdir. Bu çalışmada elde edilmiş olan şekil hafızalı polimer stentlerin *in vitro* uygulamalarda sergiledikleri şekil değişimleri gözlenmiştir ve Şekil 1.25' te şekil hafızalı polimer stentlerde zamana bağlı gözlenen değişimleri gösterilmiştir (Yakacki ve diğer., 2007).



Şekil 1.25 Şekil hafızalı polimer ile elde edilmiş stent (37°C) (Yakacki ve diğer., 2007)

İlaç salımı yapabilen şekil hafızalı polimerlerin kullanım potansiyelleri incelendiğinde, antibakteriyel aktiviteye sahip üreter stentler veya doku mühendisliğinde kullanılan iskelelerinin üretimi için kullanılabildiği görülmüştür. Şekil 1.26' da poli [(ε-kaprolakton) -coglikolit] dimetakrilat bazlı polimer ağı ile elde edilmiş olan şekil hafızalı bir üreter stent ve ilaç salım sisteminin şeması görülmektedir (Nagahama, Ueda, Ouchi ve Ohya, 2009; Wischke ve Lendlein, 2010).



Şekil 1.26 Parçalanabilir poliestere üreter ağından implante edilebilir ilaç salım sisteminin şeması (Wischke ve Lendlein, 2009)

1.3.3 Şekil Hafızalı Malzemelerin Koruyucu Giysilerde Kullanımı

Bilim ve teknolojiye gelişmelerle birlikte akıllı giysilerin üretiminde çeşitlilik de artmıştır. Spor amaçlı ve özel etkilerden koruyucu kıyafetler gibi fonksiyonel kıyafetler piyasası genişledikçe akıllı malzemelerin tekstil ve hazır giyim sektöründe gördüğü ilgi de artmıştır. Giysiden beklenen temel gereksinim vücut sıcaklığını sabit tutmak olduğundan farklı akıllı malzeme türleri arasında, ısıya duyarlı kumaşlar veya giysiler en çok tercih edilen olmuştur. Küresel ısınma ve anormal hava koşulları (aşırı sıcak ve soğuk), vücut sıcaklığını kontrol etmek için akıllı kıyafetlere olan ilgiyi ve ihtiyacı artırmaktadır. Akıllı giysi uygulamasında istenen diğer bir özellik, termofizyolojik olarak güvenli ve konforlu koruyucu giysilerin tasarımıdır. İtfaiyecilerin, kaynakçıların veya aşırı sıcak ortama maruz kalan herhangi bir işçinin termal stresini en aza indirmek için koruyucu özellikler sergileyen aynı zamanda ince, hafif ve nefes alabilen özellikleri de taşınması beklenmektedir. Benzer şekilde, aşırı soğuktan korunmanın gerekli olduğu askeri hizmet ve soğuk hava depolarında, nefes alabilen, ancak serbest vücut hareketleri için çok ağır veya hantal olmayan sıcak tutan giysiler gereklidir. Vücut sıcaklığını kontrol etmek için akıllı giysilerde şekil hafızalı malzemelerin (SHM) uygulaması mevcuttur. Çeşitli şekil hafızalı polimerler (SHP), alaşımlar (SHA), seramikler ve jeller tanıtılmakta ve bunların bazıları ticari olarak üretilmektedir. Şekil hafızalı alaşımlar, kişisel ısınma ve alev ve ısıya karşı koruma özellikleri kazandırmak üzere kişisel koruyucu giysilerde kullanım yeri bulmuştur.

1.3.3.1 Şekil Hafızalı Alaşımların Koruyucu Giysilerde Kullanımı

Isıya maruz kaldığında özellikleri değişebilen malzemeler giyen kişide oluşacak ısı stresinin azalmasına yardımcı olmaktadır. Bu malzemeler normal çalışma koşullarında ısı yalıtımını kontrol ederken yüksek sıcaklıklarla oluşan acil durumlarda ısı yalıtımını arttırmaktadır. Şekil hafızalı alaşımlar ve lifler ısı ile şekil değiştirebilen yapılardır. Bu malzemeler, giysilere entegre edildiklerinde, kritik sıcaklığa ulaşıldığı anda çok katmanlı yapının kalınlığını arttırarak koruma sağlanmasına yardımcı olabilir.

Ağır kıyafetler itfaiyecilerde sadece sıcakta değil aynı zamanda normal koşullar altında da ısı stresine neden olur. Meydana gelebilecek rahatsızlıkların etkisi performans düşüşünden ısı kaynaklı hastalıklara kadar değişebilen sorunlar yaratabilir. Bu nedenle, itfaiyeciler için koruyucu giysilerin tasarımı, kullanıcının korunma ve rahatlığı arasında bir uyum sergilemelidir. Aşırı ısınma durumunda oluşan ısı stresleri en aza indirmek için SHA yayları ile birleştirilen iki kumaş tabakası arasında dinamik olarak bir hava boşluğu yaratılması ile termal tehlikelerden maksimum koruma sağlanabilir. Şekil 1.27’ de görülmekte olan NiTi yayın düşük sıcaklıkta sıkışan ve yüksek sıcaklıklarda ve/veya çok düşük sıcaklıklarda genişleyen bir yapı sergilediği ve yayda meydana gelen genişlemenin çok hızlı olduğu gözlenmiştir. Şekil 1.28’ de NiTi yayların giysi katmanlarındaki yerleşimi ve yüksek sıcaklıklara maruz kaldığında oluşan yapı görülmektedir (Kim, 2014).



Şekil 1.27 NiTi yayın sıcaklık ile şekil değişimi (a) vücut sıcaklığında (34 °C) sıkı hali; (b) yüksek sıcaklıkta ($T > 50$ °C) veya düşük sıcaklıkta ($T < 10$ °C) genişlemiş hali (Kim, 2014)

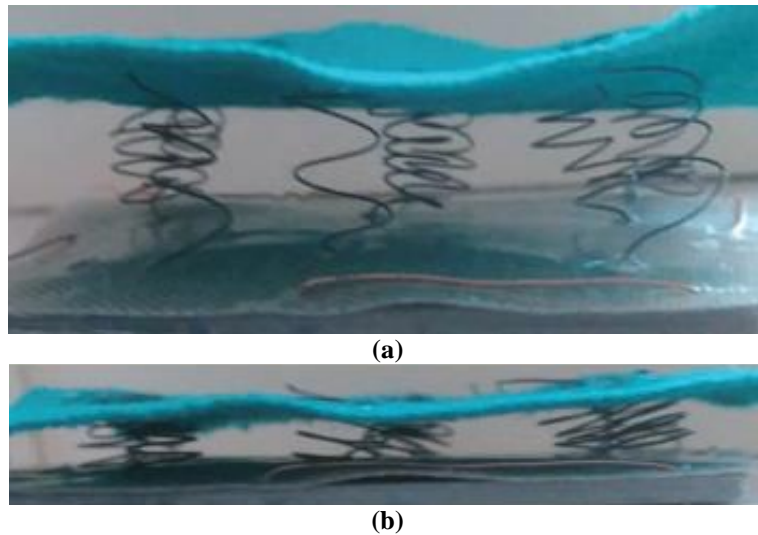


Şekil 1.28 SMA yayların kumaşlar arasındaki yerleşimi (a) vücut sıcaklığında; (b) yüksek sıcaklıklarda meydana gelen etki (Kim, 2014)

SHA' ın soğuk havada algılayacağı ve harekete geçireceği en uygun sıcaklığı belirlemek için, ceket ve yelek arasındaki en dış tabakanın mikro iklimi çeşitli çevre

sıcaklıklarında ölçülmüştür. Test giysilerini giyen denek 17, 14, 11, 8 ve 5 °C sıcaklıklara maruz kaldığında, 17 ve 14 °C'de soğuk hissi yaşamamış, ancak 11 °C'de biraz soğuk ve 8 ve 5 °C'de ise soğuk hissini yaşamıştır. En dış tabakanın 8 °C'deki mikro iklim sıcaklığı 24,5 °C olduğu için SHA yaylarının tepki sıcaklığı 24,5 °C'ye ayarlanarak dış mekan sporlarının ısı yalıtımı üzerindeki etkisini test etmek için, bu yayların gömülmüş olduğu yelekler hazırlanmış ve insan denekleri üzerinde test edilmiştir. SHA yay gömülü yelek, daha sıcak, daha kuru ve daha rahat bir his vermiştir. Aynı ağırlıkta kaz tüyü dolu olan bir yelek ile karşılaştırıldığında, kaz tüyünün biraz hantal, ama ısı yalıtımının SHA gömülü olandan daha iyi olduğu ve SHA'nın nem algısının kaz tüyünden daha iyi ve toplam konfor hissini kaz tüyünden daha iyi olduğu çalışmalarla bulunmuştur. Bunun nedeni, SHA gömülü yeleğin bir hava boşluğuna sahip olmasıdır, bu sayede nem nispeten kolay bir şekilde yayılarak, terin uygun şekilde çıkarılmasıyla ısı yalıtımı sağlanmaktadır (Kim, 2014).

Benzer bir çalışma NiTi teller kullanılarak iki yönlü etkiye sahip tersine işlem yapabilen bir tekstil malzemesinin geliştirilmesine yönelik olarak yapılmıştır. Örnek ısıtıldığında kalınlığı azalırken soğutulduğunda kalınlığının artması prensibine dayanır (Şekil 1.29). Bu tür malzemedan yapılmış giysi ile, ısı iletkenliğini çevresine uyarlayan akıllı bir giysi oluşturması amaçlanmıştır (Michalak ve Krucinska, 2018).



Şekil 1. 29 (a) 25 °C'de aktif numune; (b) 40 °C' de aktif numune (Michalak ve Krucinska, 2018)

1.3.3.2 Şekil Hafızalı Polimerlerin Koruyucu Giysilerde Kullanımı

Şekil hafızalı polimerlerin çevreye duyarlılığı ve esnek yapıları, bu malzemeleri akıllı tekstil ürünlerinde sıcaklığa duyarlı, kendini ortama adapte edebilen malzemelerin üretimi için ilginç adaylar haline getirir. Şekil hafızalı polimer, sıcaklığa bağlı nem geçirgenliğine sahip, rüzgar ve su geçirmeyen, nefes alabilen çok fonksiyonlu bir giysi oluşturmak için iki kumaş katmanı arasına yerleştirilebilir. Şekil 1.30' da nem geçirgenliği için kullanılacak bir şekil hafızalı polimerde sıcaklığa bağlı olarak meydana gelen etki görülmektedir.



Şekil 1.30 Nem geçirgenliğine sahip malzemelerde kullanılmak üzere tasarlanmış şekil hafızalı polimer yapılarının etkisi (Lendlein ve Gould, 2019)

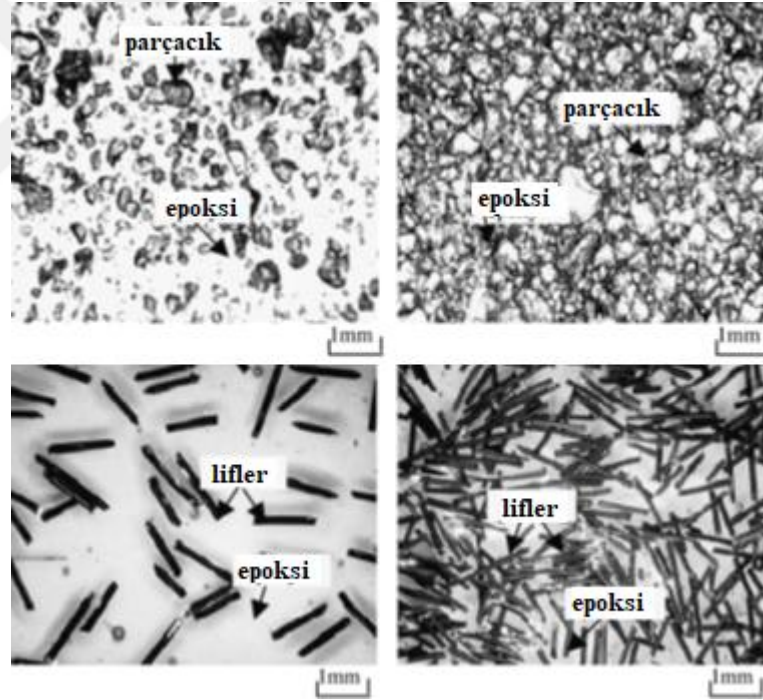
Şekil hafızalı polimerlerin ticari kumaş yapılarıyla birleştirilmesi sayesinde nem geçirgenliğine sahip tekstil malzemeleri imal edilebilir. Böylece polimer ağının gözenek boyutunda değişikliklere olanak sağlamasıyla şekil hafıza etkisi ile malzemenin sıcakta daha fazla nefes alması ve soğukta daha az nem geçirmesi sağlanabilir.

1.4 Dolgu maddeleri (Fillers)

Dolgu maddeleri, polimerin moleküler yapısını önemli ölçüde etkilemeden polimer matris içerisinde fiziksel olarak dağılmış inert (etkisiz), maddelerdir. Katı dolgu maddeleri, polimer matris içerisinde şeklinde veya üç boyutlu yapısında değişiklik olmayan dolgu maddeleridir. Cam lifi bu tip dolgu maddelerine örnek olarak verilebilir. Esnek dolgu maddeleri ise üç boyutlu yapısı polimer matris içerisinde katı

Şekil hafızalı alaşımlar sahip oldukları şekil hafıza etkisi, yüksek sönümlenme kapasitesi, algılama ve harekete geçirme fonksiyonlarının iyi olması nedeniyle diğer malzemeler ile birleştirilmesi ve bu benzersiz özellikler sayesinde akıllı kompozitlerin üretimine yönelik çalışmalara rastlanmıştır.

NiTi alaşımlardan hazırlanan kısa lifler ve parçacıklar epoksi reçineye katkılanarak kompozit yapılar üretilmiş ve üretilen bu kompozitlerin mekanik özelliklerinin araştırıldığı bir çalışma yapılmıştır. SHA dolgu maddelerinin SHA/epoksi kompozitlerde eğilme rijitliğini arttırdığını ve dolgu maddesi oranındaki artışın yüksek sıcaklık bölgesinde depolama modülünü arttırdığı gözlenmiştir. Depolama modülünün, yaklaşık 120 °C' lik SHA faz dönüşüm sıcaklığında maksimuma ulaştığı belirlenmiştir. Çalışmada üretilen kompozit yapılar Şekil 1.32' de görülmektedir.



Şekil 1.32 SHA parçacıklar ve SHA kısa liflerin kompozit yapıda görünüşleri soldan sağa %5,1 ve %27,4 katkılama (Zhang ve diğer., 2007)

Öncelikle tekstil alanında yapılan çalışmalara bakıldığında çoğunlukla etkisi bilinen Ni-Ti alaşımlarının kullanıldığı görülmektedir. Ancak Ni-Mn-X (X=Sn, Sb, Co, Ga) gibi farklı bileşenlerden oluşan şekil hafızalı alaşımların tekstil üzerinde

kullanılmadığı görülmüştür. Bu tez çalışmasında farklı bileşenlerle hazırlanan alaşımların üretilmesi ve bu şekil hafızalı alaşımların hedef malzeme olarak kullanılmasıyla miknatıssal saçtırma yöntemi ile ince film elde edilmesi amaçlanmıştır. Asıl amaç ise üretilen ince filmlerden elde edilen tabaka yapıların (telimsi) polimer malzemeye katkılanması ile şekil hafıza özelliğine sahip tekstil yapılarının üretilmesidir. Şekil hafızalı alaşımların sahip oldukları özelliklerden faydalanılarak polimerlere (kaplama ve/veya lif çekim) katkılanması ile şekil hafıza özelliği taşıyan ve tekstil malzemelerine uygun dokuda ürün tasarlanması düşünülmüştür. Ayrıca ticari ve hazır ürünlerden farklı olarak alaşım elementlerinin seçimi, birleşim oranlarının belirlenmesi, farklı ısıl işlem sıcaklıkları ve ısıl işlem süreleri ile istenilen sıcaklık aralığında dönüşüm sergileyebilen alaşımların üretimi mümkün olmuştur. Bu sayede tekstillerin kullanım alanına uygun sıcaklıklarda faz dönüşüm sıcaklığına sahip alaşımların üretimi ve polimere katkılanması üzerine çalışmalar yapılmıştır.

BÖLÜM İKİ

MATERYAL VE METOT

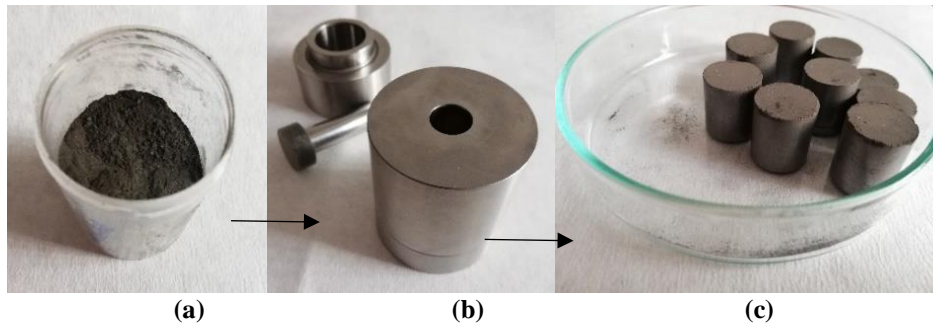
2.1 Malzemeler

Nikel, mangan, kalay, antimon, bor ve titanyum metal tozları kullanılarak farklı oranlarda üç farklı alaşım malzemenin üretimi yapılmıştır. Bu üç farklı alaşımın bileşenleri ve oranları; $Ni_{50}Mn_{40-x}Sn_{10}B_x$ ve $Ni_{50}Mn_{39-x}Sb_{11}B_x$ (% atomik) ($x=3$) olacak şekilde NiMn-esaslı alaşımlar (Aydoğdu ve diğer., 2016) ve eş atomlu NiTi şeklindedir. Çalışmada kullanılan metal tozlarına ait özellikler Tablo 2.1’ de verilmiştir.

Tablo 2.1 Çalışmada kullanılan metal tozları ve özellikleri

Element	Özellikler	
Nikel (Ni)	-150+200mesh, %99,8	Alfa Aesar
Mangan (Mn)	APS<10micron, %99,6	Alfa Aesar
Titanyum (Ti)	-325 mesh, %99	Alfa Aesar
Antimon (Sb)	-325 mesh, %99,5	Alfa Aesar
Kalay (Sn)	-200 mesh, %99,8	Alfa Aesar
Bor (B)	-325 mesh, %99	Alfa Aesar

Metal tozların ergitme sistemindeki vakum ortamında saçılmasını engellemek ve doğrudan ergitme işlemi amacıyla toz numuneler pelet formuna getirilmiştir. Bu doğrultuda hazırlanmış olan metal toz karışımları Şekil 2.1b’ de görülmekte olan 15 mm çapında pelet basma kalıbı kullanılarak Şekil 2.1c’ de görülen peletler haline getirilmiştir.



Şekil 2.1 Alaşım üretiminde kullanılan materyaller (a) metal tozların karışımı; (b) pelet basma kalıbı; (c) peletler (Kişisel arşiv, 2018-2019)

Alařımların üretim yöntemlerinden biri olan indüksiyon ergitme sisteminde pota seçiminden dolayı ortaya çıkan problemleri gidermek ve 5 cm apında hedef malzeme üretimine uygun boyutta olması amacıyla Şekil 2.2’ de görülmekte olan iletken (grafit) pota tasarlanmış ve özel olarak yaptırılmıştır.



Şekil 2.2 İndüksiyon ergitme sisteminde alařım üretimi için kullanılan grafit pota (Kişisel arşiv, 2019)

Üretilen şekil hafızalı alařımların katkılanması için farklı polimer malzemeler kullanılmıştır. Matris yapı olarak kullanılan polimerler Tablo 2.2’ de verilmiştir. Bu polimer malzemelerin kullanımı ile film, kaplama ve lif formlarında olacak şekilde farklı kompozit yapıların üretimi ve bu yapılarda şekil hafıza özelliklerinin tespiti üzerine çalışmaların yapılması amaçlanmıştır.

Tablo 2.2 Çalışmada kullanılan polimer malzemeler

Polimer	Özellik
Polivinil klorür (PVC)	Kaplama polimeri (emülsiyon tipi PVC) (Megadyne Group)
Poliüretan (PU)	Kaplama polimeri (Öztek Tekstil Terbiye A.Ş.)
Şekil hafızalı poliüretan (SHPU)	Şekil hafızalı ticari polimer Tg=35 °C (SMP Technologies Inc.)
PU7001	PU cips (Kastaş Kauçuk)

Şekil hafızalı alařımların katkılandığı ve şekil hafıza davranışlarının incelenmesi üzerine kompozit yapılar; polimer film yapılar, kumaş kaplamalar ve lif formu olmak üzere üç farklı şekilde üretilmiştir. Bu kompozit yapıların eldesinde kullanılan polimerlerin kullanımları; PVC polimeri ile kompozit film yapılar, PVC ve PU polimerleri ile kumaş kaplamalar, PU7001 ve SHPU polimerleri ile lif üretimi yapılmıştır.

2.2 Metot

Şekil hafızalı alaşımların üretimi ve üretilen bu alaşımlardan tabaka yapıların (whiskers- telimsi-nano çubuk) elde edilmesi bu çalışmanın temel yöntemlerini oluşturmaktadır. Üretilen bu alaşım malzemeler katkı maddesi olarak kullanılarak kompozitlerin hazırlanması ve alaşımların kompozitlerde şekil hafıza davranışına etkileri incelenmiştir. Kompozit yapılarda gözlenen etkiler irdelenerek lif veya yüzey olarak tekstil yapılarında kullanım olanakları üzerine çalışılmıştır.

Tez çalışmasında şekil hafızalı tekstil yapılarının üretimi kapsamında kullanılmış olan alaşım katkı maddelerinin üretim aşamaları aşağıdaki gibidir:

1. Alaşım malzeme üretimi: Yüksek saflıkta metal tozlarının farklı karışım oranlarında hazırlanması ile NiMn esaslı (Ni-Mn-Sn-B ve Ni-Mn-Sb-B) ve NiTi şekil hafızalı alaşımların döküm işleminin gerçekleştirilmesi çalışmanın ilk aşamasıdır. Karışım oranları ve üretim koşulları gibi faktörler üretilen malzemenin şekil hafıza özellikleri üzerine etkilidir.
2. İnce filmlerin üretimi: Üretilen alaşım malzemelerin mıknatıssal saçtırma sisteminde hedef (target) olarak kullanılması ile ince filmlerin eldesi çalışmanın ikinci aşamasını oluşturmaktadır. Bu iki aşama, üretilmiş olan telimsilerde şekil hafıza etkisinin gözlenmesi için büyük önem taşımaktadır. İnce filmlerin biriktirilmesinde uygulanan güç, gaz basıncı, saçtırma süresi, altlık sıcaklığı gibi çalışma koşullarının ince filmlerde şekil hafıza etkisi üzerinde etkili olduğu bilinmektedir. Bu nedenle hem hedef malzemelerin hem de ince filmlerin üretiminde optimum koşulların belirlenmesi üzerine çalışmalar yapılmıştır.
3. Tabaka yapıların üretimi ve katkı malzemesi olarak kullanımı: Saçtırma sisteminde biriktirilen ince film alaşımlar, altlık üzerinden uzaklaştırılarak tabaka yapılar (telimsi) haline getirilmiştir. Şekil hafıza özelliklerinin tetiklenmesi için uygun sıcaklıklarda ısıl işlemden geçirilmesi gereken alaşımların faz diyagramlarına bakılarak işlem sıcaklıkları belirlenmiştir. Isıl işlemin uygulandığı süre ve sıcaklık değerinin alaşımların yapısında oluşturduğu etkiyi tespit etmek amacıyla ısıl işlem öncesi ve sonrası karakterizasyonları yapılmıştır.

Bu tabaka yapıların, polimer matrise katkılanması ile polimerde sergilenen şekil hafıza etkisinin tespiti amaçlanmıştır

4. Katkı malzemesi olarak parçacık kullanımı: Telimsilere alternatif olarak katı formda üretilmiş olan nispeten düşük dönüşüm sıcaklıklarına sahip olduğu bilinen NiMnSbB (B1) hedef malzemeden kesilen parçalardan; bilyalı öğütücüde toz (B1-T) ve agat havanda dövülerek parçacık (B1-P) halinde alaşım formları yapılmıştır. Bu alaşımlar, polimer matrise katkılanarak polimerde şekil hafıza davranışı üzerine etkisinin gözlenmesi amaçlanmıştır.

2.2.1 Alaşımların Üretimi ve Özelliklerinin Belirlenmesi

Alaşımların üretimi için metal tozlar, belirlenen oranlarda toplam ağırlığı 100 gram olacak şekilde tartılıp homojen olana kadar bilyalı değirmen ile karıştırılmıştır. Metal tozlarının düzgün karışımı sağlandıktan sonra pelet haline getirilmiş ve vakum ortamında ark ergitme ve indüksiyon fırın kullanılarak mıknatıssal saçırma sisteminde kullanılacak hedef malzemelerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Çalışmada kullanılan alaşım malzemelere ait üretim yöntemleri Tablo 2.3’ de görülmektedir.

Tablo 2.3 Hedef alaşım malzemeler ve üretim yöntemleri

Hedef malzemeler	Kod	Üretim yöntemi
Ni ₅₀ Mn ₃₇ Sn ₁₀ B ₃	A	Ark ergitme
Ni ₅₀ Mn ₃₆ Sb ₁₁ B ₃	B1	Ark ergitme
Ni ₅₀ Mn ₃₆ Sb ₁₁ B ₃	B2	İndüksiyon ergitme
Ni ₅₀ Ti ₅₀ (0,1 g B)	C	İndüksiyon ergitme

2.2.1.1 Ark Ergitme Sistemi ile Alaşımların Üretimi

Pelet haline getirilmiş ve toplam ağırlığı 100 gram olan alaşım örnekler ark fırınında çubuk şeklindeki numune haznesine yerleştirildikten sonra sistem 10⁻⁴ milibar vakum altına alınıp daha sonra yüksek saflıktaki argon gazı (%99,999) ile doldurulur. Tekrar vakuma alınıp, yeniden argon atmosferi oluşturularak işlemin birkaç kez tekrarlanması ile ark fırınının vakum kısmında bulunan yabancı safsızlıkların giderilmesiyle ergitme ortamının tamamen yüksek saflıktaki argon gazı (yaklaşık 0,5 bar) ile dolması sağlanır. Yani argon gazı ile temizlendikten sonra argon

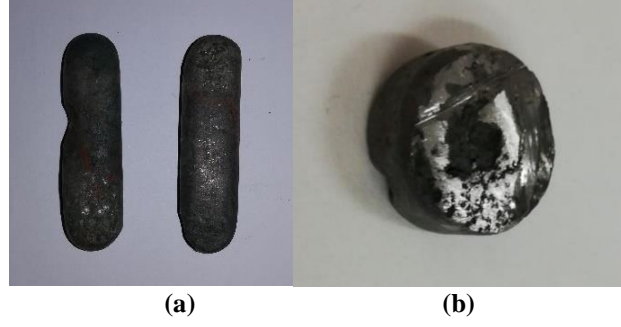
atmosferinde plazma ortamında ergitme sağlanır. Çalışmada kullanılan ark ergitme sistemi Şekil 2.3' te görülmektedir.

Toz halinde karıştırılmış olmasına rağmen homojenliğin tamamen sağlanması için ark fırınında ergitme işlemi birkaç kez tekrarlanmalıdır. Bu tekrarlama işleminde argon ortamını bozmadan çubuk halindeki alaşımın bakır blok üzerine gelen yüzeyi birkaç kez ters çevirip alaşım yeniden ergitilir.



Şekil 2.3 Ark ergitme sistemi (Kişisel arşiv, 2018)

Ergitme sonrasında alaşım malzemelerde homojenliği sağlamak için argon ortamında yaklaşık 900°C'de 17-24 saat ısıl işleme tabi tutulduktan hemen sonra tuzlu buzlu suda ani soğutma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Çalışmada hedef malzeme olarak kullanılmak üzere ark ergitme sistemi ile üretimi gerçekleştirilen alaşımlar ve bu alaşımların bileşen oranları Tablo 2.3' te verilmiştir. Ark ergitme ile üretilen alaşımlar Şekil 2.4' te görülmektedir.



Şekil 2.4 Ergitme sonrası elde edilen ingot alaşımlar (a) NiMnSnB; (b) NiMnSbB (Kişisel arşiv, 2018-2019)

2.2.1.2 İndüksiyon Ergitme Sistemi ile Alaşımların Üretimi

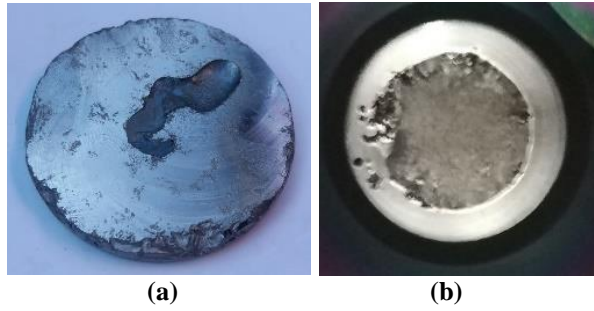
Ergitme işlemi için Ervak Makine San. ve Tic. Ltd. Şti. firmasında hizmet alımı gerçekleştirilmiştir ve Şekil 2.5’ te görülen indüksiyon fırın kullanılmıştır. Bobin ünitesi güç sisteminin uyumlama ünitesi olduğundan hem güç kaynağı hem de alaşımın fiziksel ve manyetik özellikleri baz alınarak pota ölçülerine göre tasarlanmıştır. Malzemenin formu (toz, bulk, pelet) ve miktarı işlem süresi ve sıcaklık parametreleri, uygun güç ve frekans değerleri gibi indüksiyon şartlarını değiştirmektedir. Ergitme işleminde kullanılan alümina ve grafit potalar özel olarak tasarlanmış ve üretilmiştir.



Şekil 2.5 İndüksiyon fırın (Kişisel arşiv, 2019)

Ergitme işlemi için doğrudan ve dolaylı olarak iki yöntem kullanılmıştır. Her bir yöntemde sistemin taban basıncı 3×10^{-3} torr seviyesine indirilmiştir. Bu vakum değerinde 2 saat boyunca çalıştırılmıştır. Ergitme işlemi sırasında ortaya çıkan ısı ve nem nedeniyle sistem basıncının 1×10^{-1} torr seviyelerine kadar yükseldiği gözlenmiştir. Sonrasında sistem basıncı $2,2 \times 10^{-2}$ torr seviyesinde malzeme sıvı faza dönüşmüştür.

Doğrudan ergitme işleminde alümina pota kullanılmıştır. Alümina pota yalıtkan olduğundan indüksiyon gücü pelet malzemeye uygulanmıştır. Hedeflenen target ölçüsü (50x10 mm) dikkate alınarak toplam ergitilen toz miktarı 100 gram olarak seçilmiştir. Bu yöntemde termal gerilme ve şok nedeniyle ergitme işlemi sırasında pota çatlayarak eriyik malzemenin akmasına sebep olmuştur. Bu yöntemde karşılaştığımız diğer bir sorun malzemenin manyetik özelliğinden dolayı eriyik malzemenin pota dışına saçılmasıdır. Doğrudan ergitme yönteminde ortaya çıkan problemleri gidermek amacıyla dolaylı ergitme işlemi yapılmıştır ve iletken (grafit) pota kullanılmıştır. Burada indüksiyon gücü potaya uygulanmıştır. Pota ısıtılarak dolaylı olarak pelet malzemenin ergitilmesi sağlanmıştır. Grafit pota iletken olduğundan kalkan görevi görmüş ve pelet malzemenin manyetik alandan etkilenerek saçılması engellenmiştir. Bu yöntemde işlem sırasında kayıplar göz önüne alınarak 150 gram pelet kullanılmıştır. Ergitme işlemi sonrası indüksiyon gücü kademeli olarak düşürülerek eriyik malzeme vakum ortamında soğumaya bırakılmıştır. Elde edilen alaşım yükselti farkının giderilmesi amacıyla torna işleminden geçirilmiştir. Çalışmada hedef malzeme olarak indüksiyon sistem ile üretimi gerçekleştirilen alaşımlar ve bileşen oranları Tablo 2.3'te verilmiştir. Üretilen alaşımlar Şekil 2.6' da görülmektedir.

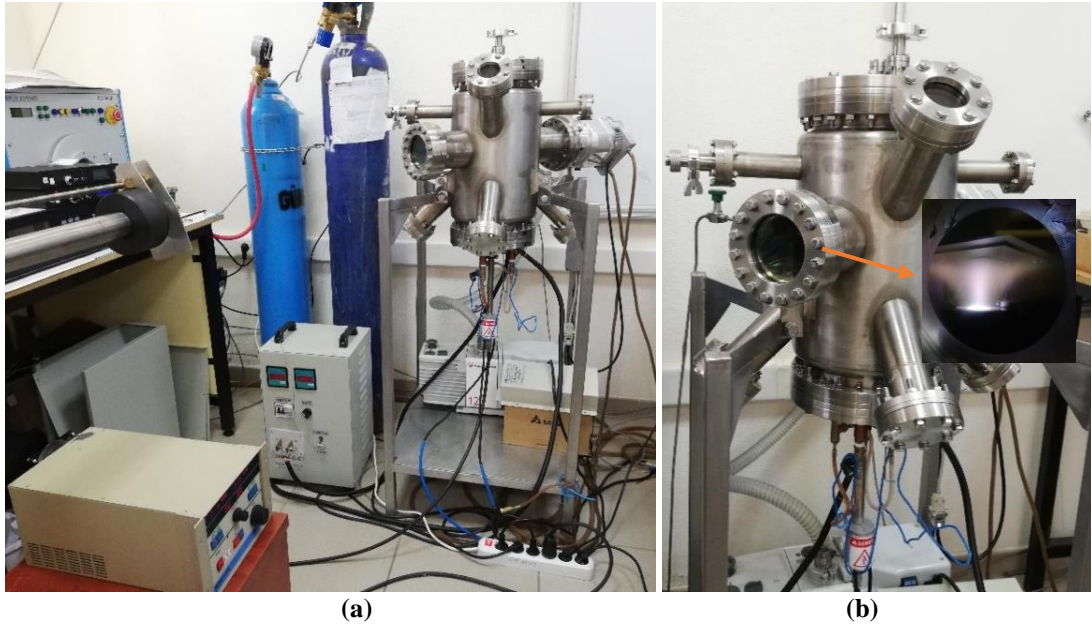


Şekil 2.6 Ergitme sonrası elde edilen alaşımlar (a) NiMnSnB; (b) NiTi (Kişisel arşiv, 2019)

Ark ergitme ve indüksiyon ergitme sistemi ile üretilen bu alaşım malzemeler, miknatıssal saçırma sisteminde hedef malzeme olarak kullanılarak ince film alaşımların üretimi yapılmıştır.

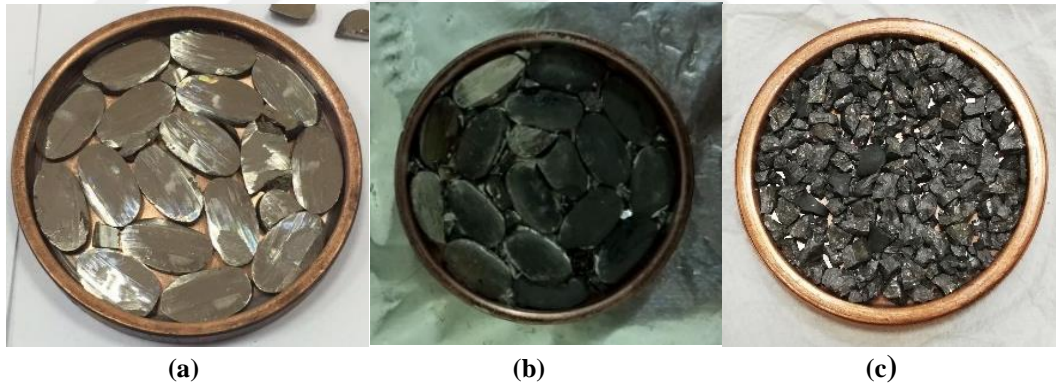
2.2.2 Miknatıssal Saçırma Sistemi ile İnce Film Üretimi ve Özelliklerinin Belirlenmesi

Şekil hafızalı tekstil malzemesinin eldesi için öncelikli olarak şekil hafıza etkisine sahip katkı maddesinin üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu amaç doğrultusunda; bileşenleri ve oranları belirli alaşımlar hedef malzeme olarak kullanılmış ve miknatıssal saçırma yöntemi ile ince film büyütme çalışmaları yapılmıştır. Miknatıssal saçırma sisteminde uygulama parametreleri kolaylıkla değiştirilebilmektedir ve ince film üretim yöntemleri arasında en çok kullanılan metottur (Tuna, Selamet, Aygun ve Ozyuzer, 2010; Buldu ve diğer., 2018; Turkoglu ve diğer., 2018). Şekil 2.7’ de ince film üretimi için kullanılmakta olan DC miknatıssal saçırma sistemi görülmektedir.



Şekil 2.7 (a) İnce film üretiminde kullanılan miknatıssal saçırma sistemi; (b) plazma oluşumu (Kişisel arşiv, 2016)

Daha önce bahsettiğimiz gibi ince film biriktirme yönteminde kullanılan hedefler (target), farklı bileşenlerden farklı oranlarda hazırlanan metal toz karışımlarının vakumlu ortamda dökümü ile elde edilen alaşım malzemelerdir. Bu alaşım malzemelerden NiMn-XY esaslı (X: Sn, Sb; Y: B) hedef malzemeler, ark ergitme sistemi ile dökümü yapılmış ingotlardan parçalar kesilerek hedef haznesine yerleştirilmiş haliyle kullanılmış ve ince film üretimi yapılmıştır. Ark ergitme sisteminde yaşadığımız en büyük sorun istediğimiz boyutta malzeme üretiminin yapılamamasıdır. Bu durum, miknatıssal saçırma sisteminde kullanılan 5 cm çapında 2-3 mm kalınlığında hedef malzeme boyutlarında alaşım üretimi yapılamadığı için saçırma sırasında ince filmlere bakır kontaminasyonuna neden olmuştur. Yapılan EDX analizleri sonucunda ince filmlerde yüksek oranda bakır (Cu) tespit edilmiştir. Bunun nedeni, hazneye yerleştirilen parçalar arasında kalan boşluklardan haznenin içeriğindeki bakır atomunun da saçırılmış olmasıdır. Bu sorun kesilen malzeme ile kalıbın boşluk kalmayacak şekilde doldurulması ile giderilmeye çalışılmıştır. Çalışmada kullanılan tüm alaşım hedef malzemeler Şekil 2.8 ve 2.9’ da görülmektedir.



Şekil 2.8 Miknatıssal saçırma sisteminde kullanılan hedefler (a) NiMnSnB (A); (b) boşlukları doldurulmuş NiMnSnB (A); (c) NiMnSbB (B1) (Kişisel arşiv, 2016-2018)

Meydana gelen bu sorunu gidermek için ince film üretiminde kullanılan hedef malzemenin, hazneye parçalar halinde yerleştirilmesi yerine 5 cm çapında alaşım dökümü yapılması yoluna gidilmiştir. Bu doğrultuda 100-150 g arasında hazırlanan metal toz karışımlarının dökümü vakumlu indüksiyon fırın kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Şekil 2.9’ da bu yöntem ile üretilen ve saçırma sisteminde kullanılan hedef malzemelere ait görüntüler verilmiştir.



Şekil 2.9 Miknatıssal saçtırma sisteminde kullanılan hedefler (a) NiMnSnB (B2); (b) NiTi (C) (Kişisel arşiv, 2019)

2.2.2.1 İnce Film Üretimi ve Parametreler

2.2.2.1.1 NiMnSnB İçerikli Hedef Malzeme-A. İnce filmlerin kalınlığa bağlı şekil hafıza etkisini gözlemlemek amacı ile farklı kaplama sürelerinde çalışmalar yapılmıştır. İnce filmler, Şekil 2.8a' daki NiMnSnB (A) hedef malzemeden, 30 sccm sabit Argon gaz akışı altında 40 Watt güç uygulanarak 60, 90 ve 120 dakikalık sürelerde cam altlıklar üzerine biriktirilmiştir. Tablo 2.4' te uygulanan saçtırma koşulları verilmiştir. Yapılacak olan analizler için yeterli miktarda ince film tabaka yapı üretebilmek için 60 dakikalık (A-1) ve 90 dakikalık (A-2) kaplamalar 4 set, 120 dakikalık (A-3) kaplama 3 set olacak şekilde yapılmıştır. 60 dakikalık (A-1), 90 dakikalık (A-2) ve 120 dakikalık (A-3) kaplamaların her birinden yaklaşık 45 mg tabaka yapı üretilmiştir.

Tablo 2.4 NiMnSnB (A) ince filmlerin çalışma parametreleri

Örnek kodu	A-1	A-2	A-3
Saçtırma Koşulları			
Basınç ($\times 10^{-6}$ Torr)	6,2	6,3	6,5
Argon gaz akış oranı (sccm)	30	30	30
Kaplama Basıncı ($\times 10^{-4}$ Torr)	8,6	8,7	8,8
Güç (Watt)	40	40	40
Voltaj (V)	415	416	411
Akım (A)	0,08	0,09	0,09
Süre (dk.)	60	90	120
Hedef-yüzey arası mesafe (cm)	7	7	7

Elde edilen ince filmlerde yüksek oranda bakır tespit edilmesi üzerine hedef malzeme Şekil 2.8b' de görüldüğü gibi boşluklar doldurularak tekrar kullanılmıştır. Uygulanan parametrelerden yalnızca güç 80 Watt değerine çıkartılarak sabit Argon gaz akışı altında 60 (A-4), 90 (A-5) ve 120 (A-6) dakikalık sürelerde cam altlıklar üzerine kaplamalar yapılmıştır. Tablo 2.5' te uygulanan saçıtırma koşulları verilmiştir.

Tablo 2.5 NiMnSnB (A) ince filmlerin çalışma parametreleri

Örnek kodu	A-4	A-5	A-6
Parametreler			
Basınç ($\times 10^{-6}$ Torr)	6,4	4,8	6,2
Argon gaz akış oranı (sccm)	30	30	30
Kaplama Basıncı ($\times 10^{-4}$ Torr)	8,9	8,7	8,5
Güç (Watt)	80	80	80
Voltaj (V)	515	514	514
Akım (A)	0,15	0,14	0,14
Süre (dk.)	60	90	120
Hedef-yüzey arası mesafe (cm)	7	7	7

2.2.2.1.2 NiMnSbB içerikli Hedef Malzeme-B1. İnce filmlere bakır karışımının minimuma inmesi için hedef malzeme Şekil 2.8c' de görüldüğü gibi küçük parçalar haline getirilerek hazırlanmıştır. Ancak hedef malzemede bu kadar küçük parçaların kullanılması saçıtırma sırasında yüksek güç uygulanmasına izin vermediğinden ilk aşamada 20 Watt ile çalışılmıştır. 20 Watt, 60 (B1-1), 90 (B1-2) ve 120 (B1-3) dakikalık sürelerde cam altlıklar üzerine kaplamalar yapılmıştır. Tablo 2.6' da uygulanan saçıtırma koşulları verilmiştir. Aynı hedef malzeme ile 40 Watt, 50 sccm Argon gaz akışı altında 90 dakikalık (B1-4) süre ile beş set kaplama yapılmıştır.

Tablo 2.6 NiMnSbB (B1) ince filmlerin çalışma parametreleri

Örnek kodu	B1-1	B1-2	B1-3	B1-4
Saçıtırma Koşulları				
Basınç ($\times 10^{-6}$ Torr)	4,7	4,6	4,0	7,5
Argon gaz akış oranı (sccm)	30	30	30	50
Kaplama Basıncı ($\times 10^{-3}$ Torr)	2,1	2,1	2,1	3,6
Güç (Watt)	20	20	20	40
Voltaj (V)	684	774	635	830
Akım (A)	0,01	0,01	0,01	0,02
Süre (dk.)	30	60	90	90
Hedef-yüzey arası mesafe (cm)	7	7	7	7

2.2.2.1.3 NiMnSbB İçerikli Hedef Malzeme-B2. İndüksiyon fırın ile 5 cm çapında hedef olarak üretilen Şekil 2.9a’ daki NiMnSbB alaşım malzeme ile ince film üretimleri devam etmiştir. Güç değeri 40 ve 50 Watt, Argon gaz akış oranı 40 ve 50 sccm olacak şekilde Tablo 2.7’ deki çalışma parametreleri kullanılarak 60, 90 ve 120 dakikalık sürelerde cam altlık üzerine ince film büyütme yapılmıştır.

Tablo 2.7 NiMnSbB (B2) ince filmlerin çalışma parametreleri

Örnek kodu	B2-1	B2-2	B2-3	B2-4	B2-5
Saçtırma Koşulları					
Basınç ($\times 10^{-6}$ Torr)	8,1	8,2	8,4	8,1	8,1
Argon gaz akış oranı (sccm)	40	40	40	40	40
Kaplama Basıncı ($\times 10^{-3}$ Torr)	2,9	3,0	2,9	2,9	2,9
Güç (Watt)	40	40	40	40	50
Voltaj (V)	393	390	374	396	409
Akım (A)	0,10	0,10	0,11	0,10	0,12
Süre (dk.)	60	90	90	120	90
Hedef-yüzey arası mesafe (cm)	7	7	7	7	7
Örnek kodu	B2-6	B2-7	B2-8	B2-9	B2-10
Saçtırma Koşulları					
Basınç ($\times 10^{-6}$ Torr)	8,6	8,2	8,3	6,3	8,4
Argon gaz akış oranı (sccm)	50	50	50	50	50
Kaplama Basıncı ($\times 10^{-3}$ Torr)	3,5	3,2	3,6	4,8	3,7
Güç (Watt)	50	50	50	40	40
Voltaj (V)	392	406	395	392	375
Akım (A)	0,13	0,13	0,13	0,11	0,11
Süre (dk.)	60	90	120	90	120
Hedef-yüzey arası mesafe (cm)	7	7	7	7	7

2.2.2.1.4 NiTi İçerikli Hedef Malzeme-C. İndüksiyon fırın ile 5 cm çapında hedef malzeme olarak üretilen Şekil 2.9b’ deki NiTi (0,1 g B) alaşım ile Tablo 2.8’ deki çalışma parametreleri kullanılarak 60, 90 ve 120 dakikalık sürelerde cam altlık üzerine ince film büyütme yapılmıştır. NiTi ince filmlerin üretiminde sürenin yanında ayrıca hedef malzeme ile altlık arasındaki mesafenin değiştirilmesi üzerine denemeler yapılmıştır.

NiTi hedef ile aynı koşullarda biriktirilen ince filmlerin cam altlık yüzeyinden uzaklaştırılması aşamalarında farklılık olmuştur. Bu nedenle aynı koşulda yapılan denemeler birkaç kez tekrar edilerek çalışılmıştır.

Tablo 2.8 NiTi (C) hedeften elde edilen ince filmlerin çalışma parametreleri

Örnek kodu	C-1	C-2	C-3	C-4	C-5
Saçtırma Koşulları					
Basınç ($\times 10^{-6}$ Torr)	7,7	6,3	8,0	7,4	7,4
Argon gaz akış oranı (sccm)	40	40	40	40	40
Kaplama Basıncı ($\times 10^{-3}$ Torr)	2,5	2,7	3,0	2,8	2,8
Güç (Watt)	40	40	40	40	40
Voltaj (V)	375	360	359	352	344
Akım (A)	0,11	0,11	0,11	0,12	0,12
Süre (dk.)	60	60	60	90	90
Hedef-yüzey arası mesafe (cm)	6	6	6	6	6
Örnek kodu	C-6	C-7	C-8	C-9	C-10
Saçtırma Koşulları					
Basınç ($\times 10^{-6}$ Torr)	7,9	6,3	7,6	7,8	6,2
Argon gaz akış oranı (sccm)	40	30	40	40	40
Kaplama Basıncı ($\times 10^{-3}$ Torr)	2,8	2,2	2,8	2,7	3,2
Güç (Watt)	40	30	40	40	40
Voltaj (V)	343	355	360	368	359
Akım (A)	0,12	0,09	0,11	0,12	0,11
Süre (dk.)	120	90	60	90	120
Hedef-yüzey arası mesafe (cm)	6	6	5	5	5

2.2.3 Isıl işlem Uygulaması

Oda sıcaklığında biriktirilen ince filmler genellikle amorf yapıda olduğundan biriktirme sonrasında ısıl işlem gereklidir. Bunun sebebi şekil hafızası etkisinin sadece kristal formdaki malzemelerde gözlenmesidir (Miyazaki ve diğer., 2009). Bu nedenle ürettiğimiz ince film tabaka yapılarına ısıl işlem yapılmıştır. Şekil 2.10' da ısıl işlem için kullanılan tüp fırınlar görülmektedir.



Şekil 2.10 Isıl işlemde kullanılan vakum düzenekli tüp fırınlar (Kişisel arşiv, 2017)

Cam altlık üzerinde biriktirilen ince filmler, yüzey üzerinden kazıma yöntemiyle uzaklaştırılmış ve tabaka yapı haline getirilmiştir. Tabaka yapılar, 1 cm çapında quartz

tüp veya seramik kaplar içerisine konularak, vakum altında (10^{-6} Torr), ısıt işlemler uygulanmıştır. Isıt işlemden sonra alaşımda martensit fazın tetiklenmesi için soğuk su ile söndürme işlemleri uygulanmıştır. Isıt işlem uygulanan ince filmler ve uygulanan ısıt işlem koşulları Tablo 2.9’ da verilmiştir.

Tablo 2.9 Tabaka yapılarına uygulanan ısıt işlem koşulları

İnce film Kodu	Isıt işlem koşulları
A-1-2-3	400 °C sıcaklıkta 60 dakika 500 °C sıcaklıkta 60 dakika
B1-4	500, 600, 700 °C sıcaklıklarda 60 dakika 550 °C sıcaklıkta 30 dakika
B2-1	550 °C sıcaklıkta 60 dakika
C-5 ve C-6	550 °C sıcaklıkta 30 dakika

Tabaka yapılar ısıt işlemden hemen sonra, buzlu suda ani soğutma işleminden geçirilerek yapılarındaki martensit fazın tetiklenmesi amaçlanmıştır. B1-4 kodlu NiMnSbB ince filminden elde edilen tabaka yapıların miktarı en fazla olduğu için farklı sıcaklıklarda ısıt işlemlerin yapıya etkisi üzerine çalışmalar yapılmıştır. Üretilen her ince filminden çıkan tabaka yapı miktarı tüm analizler için yeterli olmadığından ısıt işlemler Tablo 2.9’ da verilen örneklere yapılabilmektedir.

2.2.4 Alaşım Katkılı Polimerik Kompozitlerin Üretimi ve Özelliklerinin Belirlenmesi

Çalışmada kompozit yapıların üretimi için kullanılan alaşım katkı malzemeleri ve polimer malzemeler üretim koşulları ile birlikte Tablo 2.10’ da verilmiştir.

Tablo 2.10 Kompozit yapıların üretiminde kullanılan malzemeler ve koşullar

Parametreler	Malzemeler
Katkı maddesi	Alaşım parçacıklar Alaşım tozlar İnce film alaşım tabaka yapılar
Polimerler	PVC, PU, SHPU, PU7001
	İşlem Koşulları
Katkı oranları	% 1, 2, 3, 5 ve 10
PVC film	160 °C – 10 ve 15 dakika kurutma
PVC ve PU kaplamalar	160 °C – 10 dakika kurutma
SHPU ve PU7001	280 °C – 30 dakika eritme

Katkı malzemesi olarak kullanılan alaşım parçacıklar (B1-P) ve tozlar (B1-T), NiMnSbB malzemedен ve tabaka yapılar (telimsi) ise üretilen ince filmlerden elde edilmiştir.

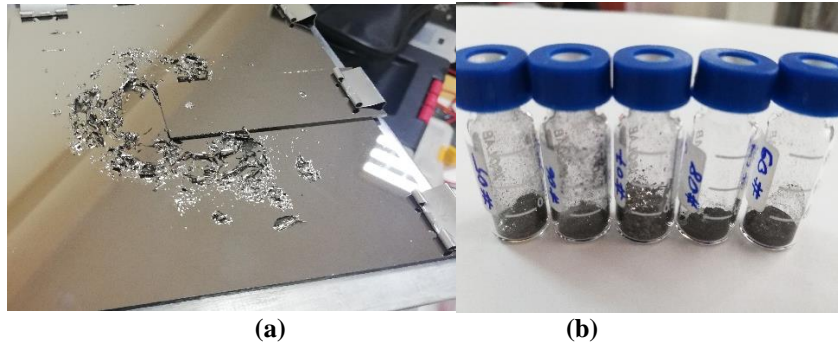
Kompozit film üretimi kapsamında PVC kaplama polimeri kullanılmış olup katkı oranının şekil hafıza davranışı üzerindeki etkisinin belirlenmesi amacıyla %1, 2, 3, 5 ve 10 olmak üzere beş farklı oranı ile çalışılmıştır. Aynı zamanda film kurutma süresinin katkılanmış polimer malzemeye şekil öğretme çalışmalarındaki etkisinin belirlenmesi için farklı sürelerde kurutmalar yapılmıştır.

Alaşım katkılı kaplama polimerinin kumaşa uygulanması; PVC ve PU kaplama polimerlerine katkılanmış olan alaşım malzemelerin %100 pamuklu bez ayağı dokuma kumaş üzerine direk kaplama yöntemiyle aktarılması ve kumaşa şekil hafıza etkisinin gözlenmesi üzerine denemeler yapılmıştır.

Katkılı lif eldesinde ise polimer malzemedен prototip halde basit bir şekilde, az miktarda polimerin eritilerek çekimi ile denemeler yapılmıştır. SHPU ve PU7001 polimer cipslerinin yaklaşık 280°C’ de eritilmesi sonrasında küçük miktarlarda lif formunda ürünler elde edilmiştir.

2.2.4.1 Katkı malzemesi olarak kullanılan alaşım malzemeler

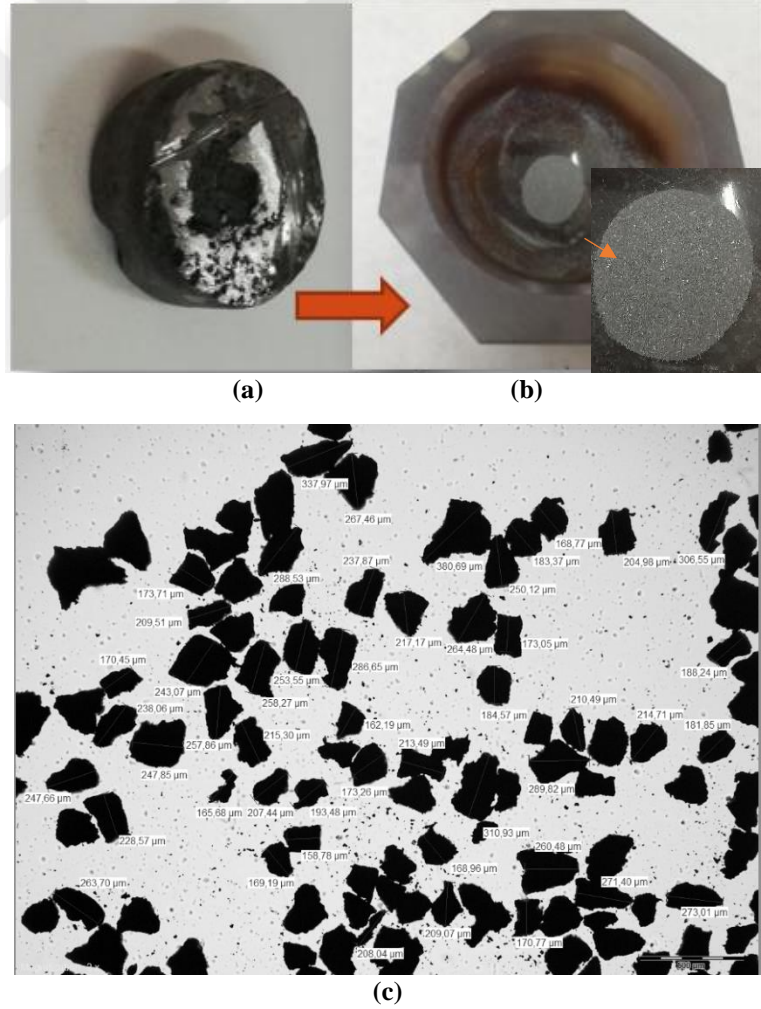
Mıknatıssal saçırma sistemi ile üretilen ince film ve tabaka yapılar aیت örnekler Şekil 2.11’ de verilmiştir.



Şekil 2.11 (a) Üretilen ince film; (b) tabaka yapıların görüntüsü (Kişisel arşiv, 2019)

Katkı maddesi olarak; 30 sccm Ar 40 Watt saçırma parametreleriyle $Ni_{50}Mn_{37}Sn_{10}B_3$ biriktirilen ince filmler ve 50 sccm Ar 40 Watt parametreleriyle biriktirilen $Ni_{50}Mn_{36}Sb_{11}B_3$ ince filmlerin cam yüzeylerden ayrılması ile elde edilen tabaka yapılar ile çalışılmıştır.

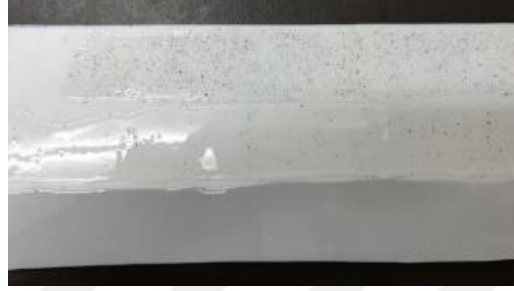
Şekil 2.12' de görülmekte olan $Ni_{50}Mn_{36}Sb_{11}B_3$ alaşım malzemeden parçalar kesilmiş ve agat havanda dövülerek küçük parçacıklar haline getirilmiştir. Parçaların boyutları optik mikroskopta alınan görüntülerden boyut analizi yapılması ile belirlenmiş olup 100 - 250 μm boyutlarında oldukları tespit edilmiştir. Bu alaşımın tercih edilmesindeki neden dönüşüm sıcaklıklarının NiMnSnB alaşıma göre daha düşük olmasıdır.



Şekil 2.12 (a) $Ni_{50}Mn_{36}Sb_{11}B_3$ alaşım malzeme; (b) parçacıklar; (c) parçacıkların mikroskop görüntüsü ve boyutları (Kişisel arşiv, 2019)

2.2.4.2 Şekil Öğretme Çalışmaları

Emülsiyon tipi PVC kaplama polimerine %1, 2, 3, 5 ve 10 ağırlık oranlarıyla katkılanan B1-P kodlu alaşımlar homojen olarak karıştırıldıktan sonra Şekil 2.13’ te görüldüğü gibi düz bir teflon yüzey üzerine film halinde sürülmüş ve 160 °C sıcaklıkta 10 ve 15 dakika kurutma işlemine tabi tutulmuştur.



Şekil 2.13 Teflon yüzey üzerindeki PVC polimerinin film görüntüsü (Kişisel arşiv, 2018)

Film formunda elde edilmiş olan polimerden şeritler halinde kesilen örneklerle uygulanan şekil öğretme çalışmaları Şekil 2.14’ te şematik olarak gösterilmiştir.

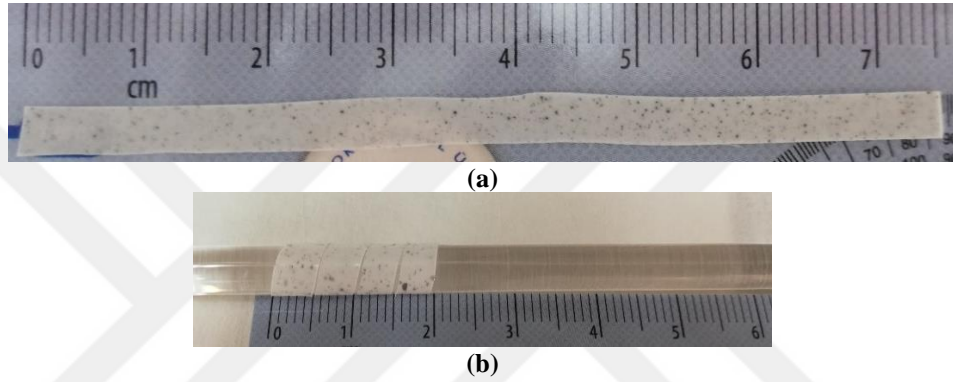


Şekil 2.14 Kompozit film yapılarından şekil öğretme aşamaları şematik gösterimi

Şekil öğretme çalışmalarında katkılandırılmış PVC kompozit örneklere Şekil 2.15’ te görülen geçici şekil verilerek farklı koşullarda denemeler yapılmıştır.

Öncelikle katkı miktarı ve film kurutma süresinin polimer filme şekil öğretme çalışmalarındaki etkisine bakmak üzere %1, 2, 3, 5 ve 10 katkı oranları seçilmiş ve bu oranlarda alaşım katkılandırılmış polimer filmler 160 °C 10 dakika ve 15 dakika olacak şekilde iki farklı sürede kurutulmuştur. Elde edilen filmlerden şeritler kesilerek oda sıcaklığında geçici şekil verilmiş ve 55, 65, 75, 85 ve 100 °C olmak üzere beş farklı

şekil öğretme sıcaklığıyla 15 dakika süre ile iki farklı ortamda şekil öğretme çalışmaları yapılmıştır. Etüv ve su ortamları şekil öğretme çalışmasında ısıl etkinin verildiği ortamlar olarak belirlenmiştir. Yapılan denemelerin tümünde katkı maddesi olarak NiMnSbB parçacık (B1-P) kullanılmıştır. Bu çalışma sonucunda şekil öğretme adımında en uygun sıcaklık, ortam ve sürenin belirlenmesi amaçlanmış olup sonraki çalışma koşullarının seçilmesi için ön çalışma olmuştur. Yapılan şekil öğretme çalışmalarında örnekler, ısı ile işlemde sonra soğuk su (0-5 °C) içerisinde alınarak 5 dakika bekletilmiştir.



Şekil 2.15 (a) Kompozit filmde kesilen şerit; (b) Filme verilen geçici şekil görüntüsü (Kişisel arşiv, 2018)

Sıcaklık 80 °C’ de sabit tutularak şekil öğretme sürelerinin değiştirilmesiyle sürenin kompozit yapılar da şekil değiştirme davranışına etkisi üzerine çalışılmıştır. Bu amaçla %1, 2, 3 ve 5 katkı oranların B1-P alaşım katkı olarak kullanılmış ve 10, 20, 30 ve 60 dakika şekil öğretme sürelerinde denemeler yapılmıştır. Diğer örnekler, soğuk su (0-5 °C) içerisinde alınarak 5 dakika bekletilmiştir. Aynı zamanda şekil öğretme çalışmalarında etkili olduğu gözlenen parametrelerin süre ve film kalınlığı olduğu yapılan denemeler sonrasında anlaşılmıştır. Film kalınlığı ve şekil öğretme süresinin artması polimer dayanımını azaltmış ve 60 dakika sürede filmde bozulmalar meydana geldiğinden şekil öğretme çalışmaları yapılamamıştır.

Yapılan çalışmalar sonrasında ince film tabaka yapıların polimere katkılanması üzerine çalışılmıştır. Katkı oranı %0,5 ile 1,5 arasında tutulmuştur. Bunun nedeni ise ince film üretimi sonrasında analizlerden kalan örnek miktarının hem çok az olması

hem de filmlerde dönüşüm sıcaklıklarının elde edilememiş olmasıdır. Hazırlanan bu kompozit filmlerin de aynı geçici şekilde (spiral) 75 °C sıcaklıkta 10 ve 15 dakika işlem sürelerinde şekil öğretme çalışmaları yapılmıştır. Şekil öğretme çalışmaları kompozit filmlere farklı şekiller öğretilerek de devam etmiştir.

Kumaş üzerine polimer kaplamalarında ise PVC ve PU polimeri ile %1, 3 ve 5 katkı oranlarında B1-P alaşım ve tabaka yapı katkılanması ile pamuklu kumaşa direk kaplama yöntemiyle kaplamalar yapılmıştır. Elde edilen örneklere değişik şekiller verilerek 70, 75 ve 80 °C sıcaklık değerlerinde 10 dakika süre ile şekil öğretme çalışmaları yapılmıştır.

Lif üretiminde ise katkı maddesi çok az miktarda olduğundan laboratuvar koşullarında polimer cipsleri eritilerek düz olarak çekilmiş ve ayrıca çekim sırasında bir bagete sarılarak helezon yapıda üretimleri yapılmıştır. Alaşım katkı oranları %0,5 olarak ayarlanmış olup ayrıca şekil öğretme çalışmaları da gerçekleştirilmiştir. 65 ve 80 °C sıcaklıklarda 5 dakika su içerisinde şekil öğretme çalışmaları yapılmıştır.

2.2.4.2 Şekil Hafıza Davranışlarının Gözlenmesi

Alaşım katkılanmış polimer yapıların şekil hafıza davranışlarının incelenmesinde aşağıda açıklanmış olan çeşitli yöntemler denenmiştir.

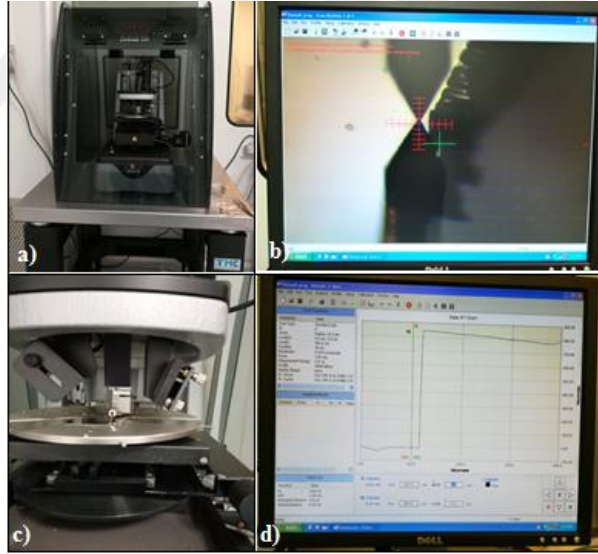
1. Farklı ağırlık oranları ile katkılanmış örneklerde sıcaklığa bağlı ağırlıktaki değişim ile orantılı şekil hafıza etkisi tespiti için bir düzenek oluşturulmuştur.
2. Öğretilen geçici şekillerin sıcaklığa bağlı olarak geçirdikleri değişimlerin gözlenmesi amacıyla farklı sıcaklıklarda örneklerden görüntüler alınmıştır. Helezon şekil verilen örneklerde şekil değişiminin gözlenmesi amacıyla sıcaklığa bağlı olarak alınan görüntülerden görüntü işleme programı ile açı hesaplamaları yapılmıştır.
3. B1-P katkılı kompozit filmlerin sönümlenme değerlerinin tespiti için dinamik mekanik analizleri yapılmıştır.
4. Örneklerin termal görüntüleri ile alaşım örnekte sağladığı ısı etkisi incelenmiştir.

2.3 Karakterizasyon Yöntemleri

Bu çalışmada kapsamında termal, kimyasal, mekanik olarak kullanılan ana karakterizasyon yöntemleri; ince film kalınlıklarının ölçümü, morfolojik yapıları ve bileşen oranlarının incelenmesi, dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi, mekanik analizleri ve kompozit yapılarda şekil sergileme özelliklerinin tespiti şeklindedir.

2.3.1 Film Kalınlıklarının Ölçümü

İnce filmlerde kalınlık ölçümü yüzey profilometresi (Veeco Dektak 150 Profilometer, İYTE Fizik Bölümü) kullanılarak yapılmıştır. Profilometre, yüzeye temas eden tipin, numune yüzeyinde hareket etmesi vasıtasıyla ince filmlerin kalınlığının ölçülebildiği cihazdır. Şekil 2.16' da kalınlık ölçümünde kullanılan yüzey profilometresine ait görüntüler verilmiştir.



Şekil 2.16 İnce film kalınlık ölçümü (a) profilometre; (b) numune üzerinde tip görüntüsü; (c) örnek tutucu; (d) kalınlık ölçümüne örnek görüntü (Kişisel arşiv, 2017)

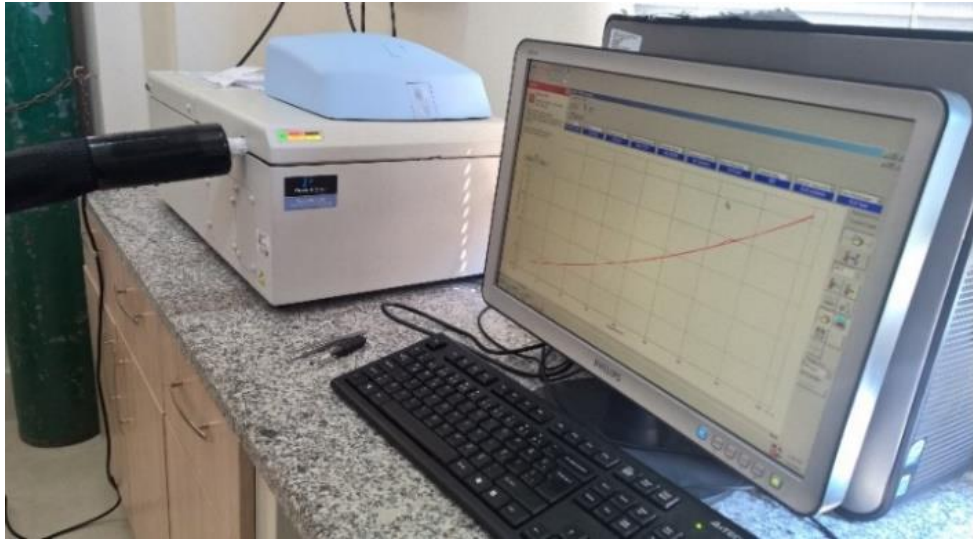
2.3.2 X-ışınları Spektrofotometresi (XRD)

Hedef malzeme ve farklı koşullarda üretilen ince film alaşımların kristal yapılarını belirlemek için örneklerin ısıl işlem öncesi ve sonrası olacak şekilde XRD analizleri

Cu K α radyasyonu ile 0,08°/sn. tarama hızında Philips X'Pert Pro X-ışınları kırınım cihazında gerçekleştirilmiştir.

2.3.3 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

DSC analizi, bir numunenin ısıtıldığında, soğutulduğunda veya izotermal olarak tutulduğunda, yapısında meydana gelen değişikliklerin sıcaklıkla birlikte görülen enerji değişimlerini ölçer. Enerji değişimleri, niceliksel olarak numunede oluşan geçişlerin bulunmasını, ölçülmesini ve meydana geldiği sıcaklığın kaydedilmesini ve böylece numunenin erime süreçlerinin, camsı geçiş değerlerinin ve daha birçok karmaşık olayın karakterize edilmesini sağlar. DSC ile ölçülen ana özellik, sıcaklık veya zamanın bir fonksiyonu olarak numuneye giren veya çıkan enerji akışıdır ve genellikle y eksenindeki mW biriminde gösterilen ısı akışıdır. Bir mW bir mJ/s olduğu için, bu tam anlamıyla birim zamandaki enerji akışıdır. Enerji akışı değerinin ölçülmesi numune ısıtıldığı veya soğutulduğu sırada meydana gelebilecek farklı geçiş aralıklarının belirlemesini mümkün kılmaktadır. Üretilen hedef ve ince film alaşımların dönüşüm sıcaklıklarının ölçümü Perkin Elmer diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC, Şekil 2.17) ile azot ortamında -20 ila 400° C sıcaklıkları arasında 10°C/dk. ısıtma-soğutma oranı ile yapılmıştır.



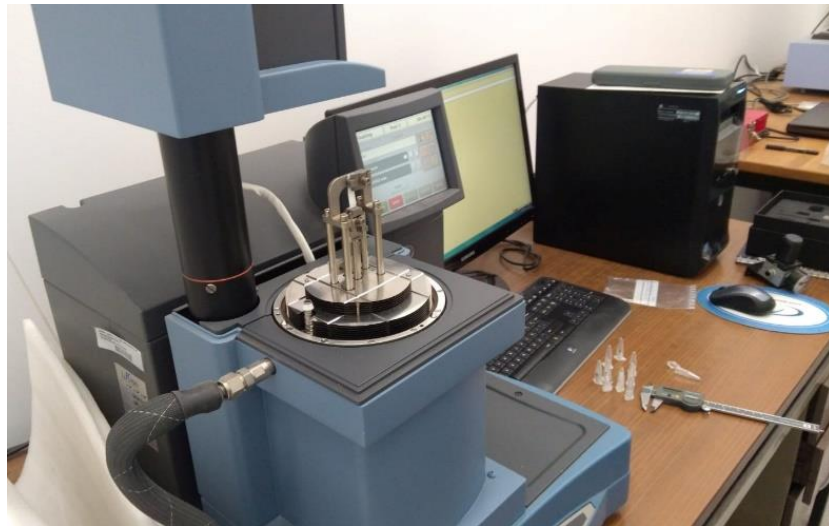
Şekil 2.17 Perkin Elmer diferansiyel taramalı kalorimetre (Kişisel arşiv, 2017)

2.3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Ayırım X-ışını Spektrometresi (EDX)

İnce filmlerin yüzey morfolojisi FEI QUANTA 250 FEG taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak görüntülenmiştir. EDX Dedektörü (Oxford Aztec) ile ince filmlerin elementel içeriği hakkında bilgi sahibi olmak amacıyla enerji ayırım X-ışını spektrometresi (EDX) analizi yapılmıştır. Elementel içerikler her örnekte 3 ayrı noktadan alınmış, ölçüm sonuçları birbirine yakın çıkmıştır ve ortalama değerleri verilmiştir.

2.3.5 Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

Dinamik mekanik analiz kompozitlerin termal ve dinamik mekanik özelliklerin ölçümü için kullanılmaktadır. Numuneye belirli bir frekansta gerinim veya gerilim uygulanarak faz açısı veya deformasyon verisi elde etmek için verdiği tepki ölçülür. Dinamik mekanik analiz ile sönümleme, tan delta ile viskozite verileri elde edilebilir. Kompozitlerin sönümleme kapasitesi ve tan delta verilerinin tespiti için TA Instruments dinamik mekanik analiz cihazında 30 °C ile 100 °C sıcaklık aralıklarında ölçümler yapılmıştır. Şekil 2.18’ de ölçümde kullanılan TA Instruments dinamik mekanik analiz cihazı verilmiştir.



Şekil 2.18 TA Instruments dinamik mekanik analiz cihazı (Kişisel arşiv, 2019)

BÖLÜM ÜÇ

BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1 Yapısal Özelliklerin İncelenmesi

Alaşım, ince film ve parçacıkların yapısal özelliklerinin belirlenmesinde, kristal özellikleri, ince film kalınlıkları, dönüşüm sıcaklıkları, morfolojik özellikleri, tanecik büyüklükleri, sönümlenme özelliklerinden yararlanılmıştır.

3.1.1 İnce Film Kalınlık Değerleri

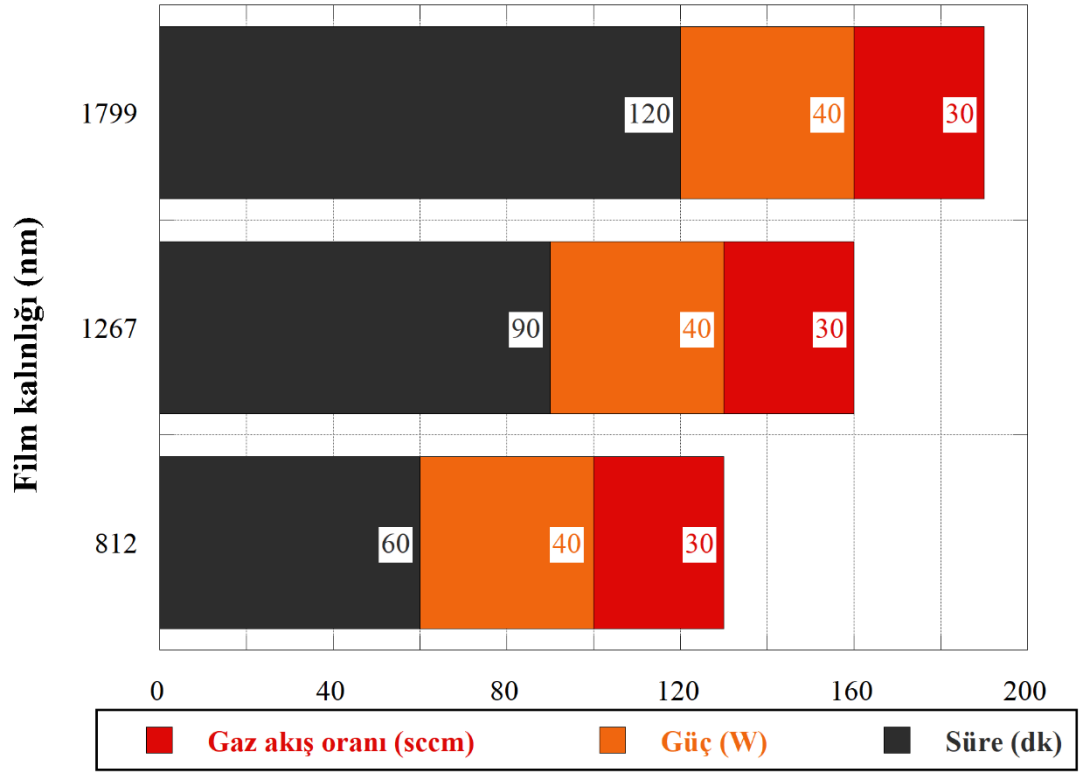
3.1.1.1 NiMnSnB İnce Filmler

A-1 kodlu 60 dakika kaplama süreli ince filmler için 4 adet, A-2 kodlu 90 dakika ve A-3 kodlu 120 dakika kaplama süreli ince filmler için 3' er adet örnekten kalınlık ölçümü alınmıştır. Bu sonuçlara göre ince filmlerde film kalınlığının süre artışına bağlı olarak artış gösterdiği görülmektedir. Uygulanan güç (40 Watt) ve gaz akış oranı (30 sccm) aynı olacak şekilde üretilen ince filmlerde sürenin film kalınlığına etkisi Şekil 3.1'deki grafikte verilmiştir. 60, 90 ve 120 dakikalık kaplama süresi boyunca elde edilen ince filmlerin kalınlık değerleri Tablo 3.1' de görülmektedir.

Tablo 3.1 NiMnSnB-A hedeften elde edilen ince filmlerin kalınlık değerleri

Örnek Kodu	Kalınlık değeri (nm)
A-1	812
A-2	1267
A-3	1799

Bu koşullarda üretilen 60 dakikalık ince filmin en az kalınlık değerine, 120 dakikalık ince filmin en fazla kalınlık değerine sahip olduğu Şekil 3.1'deki süre kalınlık ilişkisi grafiğinde görülmektedir.



Şekil 3.1 NiMnSnB (A) ince film kalınlıklarının süre, güç ve gaz akışı oranı ile ilişkisi

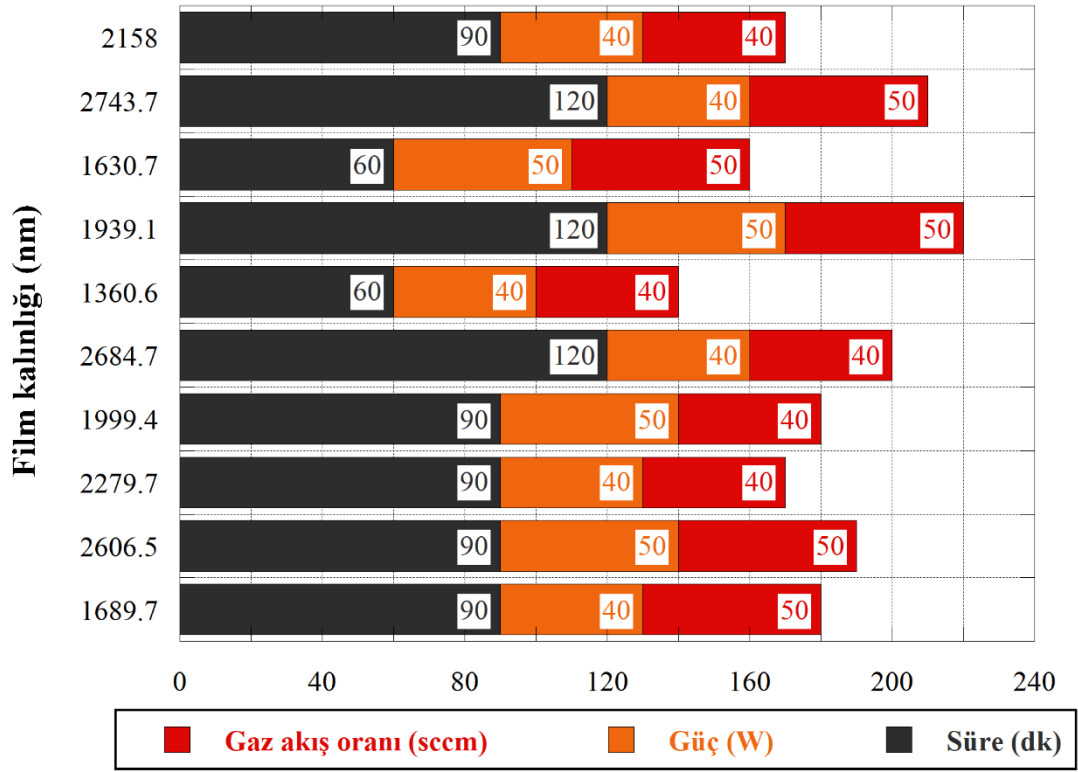
3.1.1.2 NiMnSbB İnce Filmler

60, 90 ve 120 dakikalık kaplama süresi boyunca elde edilen ince filmlerin kalınlık değerleri Tablo 3.2’ de görülmektedir.

Tablo 3.2 NiMnSbB-B2 hedeften elde edilen ince filmlerin kalınlık değerleri

Örnek Kodu	Kalınlık değeri (nm)	Örnek Kodu	Kalınlık değeri (nm)
B2-1	1360,61	B2-6	1630,66
B2-2	2279,68	B2-7	2606,51
B2-3	2158,00	B2-8	1939,05
B2-4	2684,73	B2-9	1689,73
B2-5	1999,40	B2-10	2743,67

İnce film kalınlığına; süre, güç ve gaz akış oranlarının etkisi Şekil 3.2’ de yer alan grafikte verilmiştir.



Şekil 3.2 NiMnSbB (B2) hedeften elde edilen ince film kalınlıklarının süre, güç ve gaz akışı oranı ile ilişkisi

60 dakikalık film kaplama süresi boyunca uygulanan güç 40'tan 50 Watt değerine, argon akış oranı 40'tan 50 sccm değerine çıkarıldığında yapılan saçırmalarda her iki parametrenin de ince film kalınlığını artırdığı görülmüştür. 90 dakikalık kaplamalarda uygulanan güç ve argon akış oranının artırılmasının filmlerde kalınlık artışına etkili olduğu gözlenmiştir. Aynı etki, 120 dakikalık kaplamalarda da süre artışının yanında gaz akış oranının artması ile görülmektedir.

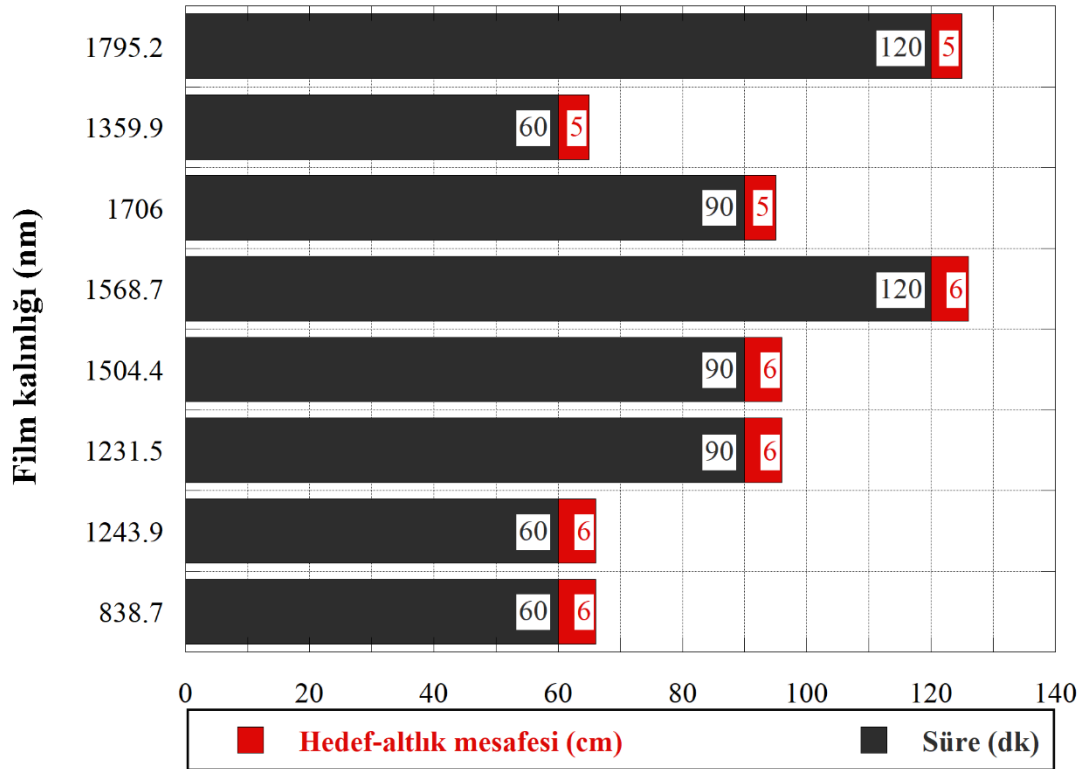
3.1.1.3 NiTi İnce Filmler

60, 90 ve 120 dakikalık kaplama süreli boyunca elde edilen ince filmlerin kalınlık değerleri Tablo 3.3' de görülmektedir.

Tablo 3.3 NiTi (0,1 g B)-C hedeften elde edilen ince filmlerin kalınlık değerleri

Örnek Kodu	Kalınlık değeri (nm)	Örnek Kodu	Kalınlık değeri (nm)
C-1	838,73	C-7	952,49
C-3	1243,87	C-8	1359,89
C-4	1231,47	C-9	1706,02
C-5	1504,44	C-10	1795,17
C-6	1568,71		

İnce film kalınlığına; süre ve hedef malzeme ile altlık arasındaki mesafenin etkisi Şekil 3.3'te yer alan grafikte verilmiştir.



Şekil 3.3 NiTi (C) hedeften (Şekil 8b) elde edilen ince film kalınlıklarının süre ve hedef- altlık mesafesi ile ilişkisi

Film kalınlığına süre ve hedef malzeme ile altlık arasındaki mesafenin etkisine bakıldığında 60 dakikalık film kaplamalarda hedef-altlık mesafesinin azalmasıyla kalınlığın artmış olduğu görülmektedir. 90 dakikalık ve 120 dakikalık kaplamalarda da süre artışının yanında hedef-altlık mesafesinin azalmasıyla film kalınlığını artırdığı görülmektedir. NiTi ince filmlerinin kristalizasyon kinetiği film kalınlığına bağlıdır ve kristal büyüme hızının 600 nm altındaki film inceliklerinde hızla azalmaya başladığı

söylenbilir. Ürettiğimiz ince filmlerde kalınlık 800 nm ile 1800 nm arasındadır ve bu değerler arasındaki değişimin kristalizasyon kinetiğini ölçülebilir oranda değiştirmedigi çalışmaları desteklenebilir (Wang, Rein ve Vlassak; 2008; Wang ve Vlassak; 2015).

3.1.2 İnce Filmlerin Bileşen Oranları ve Morfolojik Yapıları

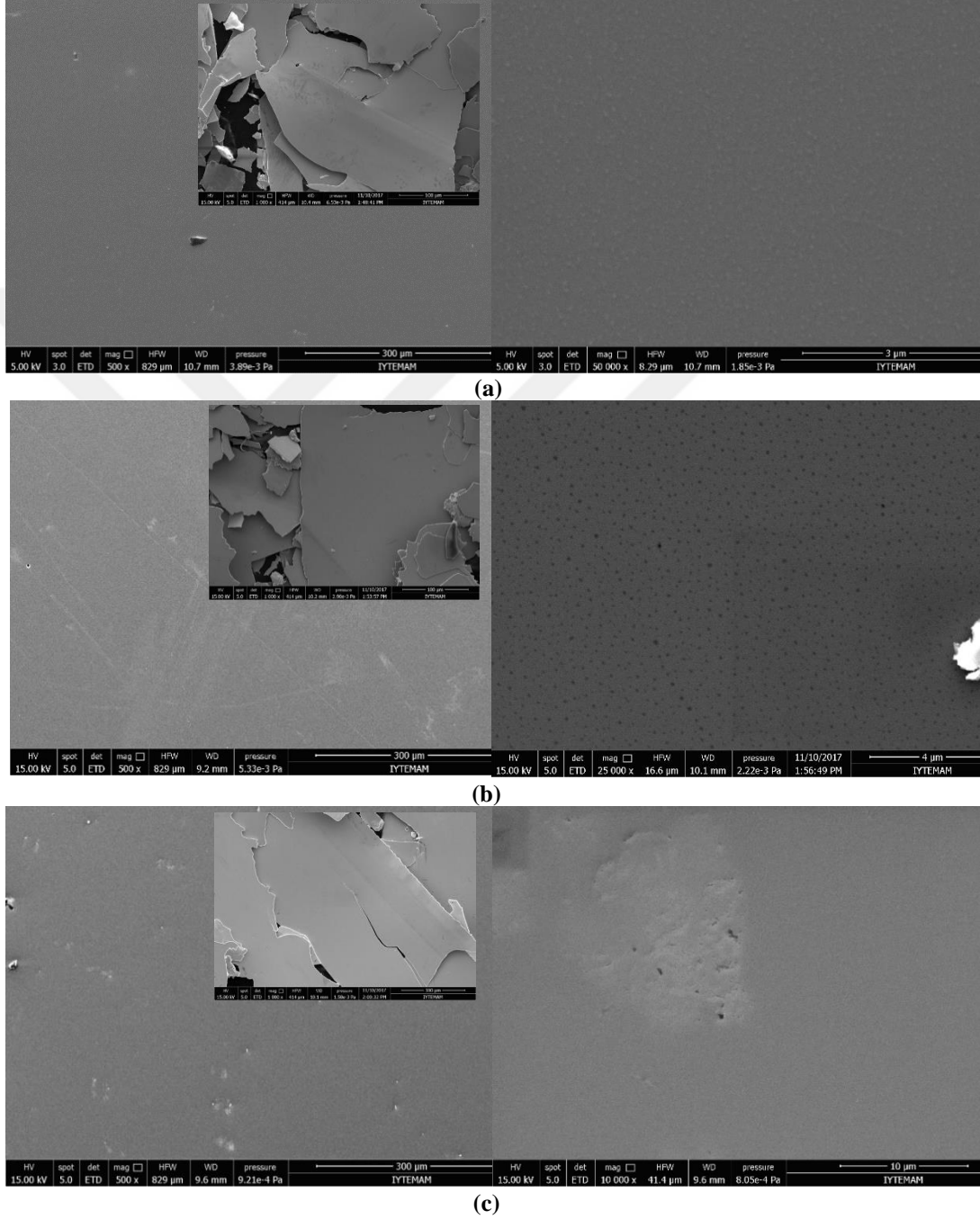
İnce filmlerin elementel içeriği hakkında bilgi sahibi olmak amacıyla yapılan enerji ayırımı X-ışını spektrometresi (EDX) analizi her örnekte 3 ayrı noktadan alınmış, elementel içerikler ölçüm sonuçlarının ortalama değerleri verilmiştir. İnce filmlerin morfolojik yapıları taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak görüntülenmiştir.

3.1.2.1 NiMnSnB İnce Filmler

Çalışmada kullandığımız alaşım hedef $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{37}\text{Sn}_{10}\text{B}_3$ bileşen oranlarına sahiptir. EDX analizi sonuçlarına göre miknatıssal saçtırma yöntemi ile elde edilen ince film alaşımların (NiMnSnB-B1 kodlu) bileşimine, hedef malzeme olarak kullanılan alaşımın içeriğinde mevcut olmayan bakırın (Cu) karıştığı görülmektedir. Hedef olarak kullanılan NiMnSnB alaşımı, miknatıssal saçtırma sisteminin hedef yerini tam olarak doldurmadığından (Şekil 8b) hedef haznesinden bir miktar bakırın alaşıma geçişi olduğu anlaşılmış ve bunun önlenmesi için boşlukların doldurulması (Şekil 8c) sağlanmıştır. EDX analizleri, örnek üzerinde üç farklı noktadan alınan spektrumların ortalama değerlerine göre ince filmlerden alınan bileşen oranları Tablo 3.4' de verilmiştir. Alınan sonuçlara göre üretilen alaşım hedef malzeme **Ni₅₀Mn₃₇Sn₁₀B₃** bileşen oranlarına sahipken filmlerde yüksek oranda bakır (Cu) karışımı tespit edilmiştir. NiMnSnB ince film alaşımlardan alınan bileşen oranları Tablo 3'te verilmiştir. Şekil 3.4' de 40 Watt, 30 sccm Ar gaz akış oranı ile farklı sürelerde üretilen ince filmlerin ve tabaka yapıların SEM görüntüleri verilmiştir.

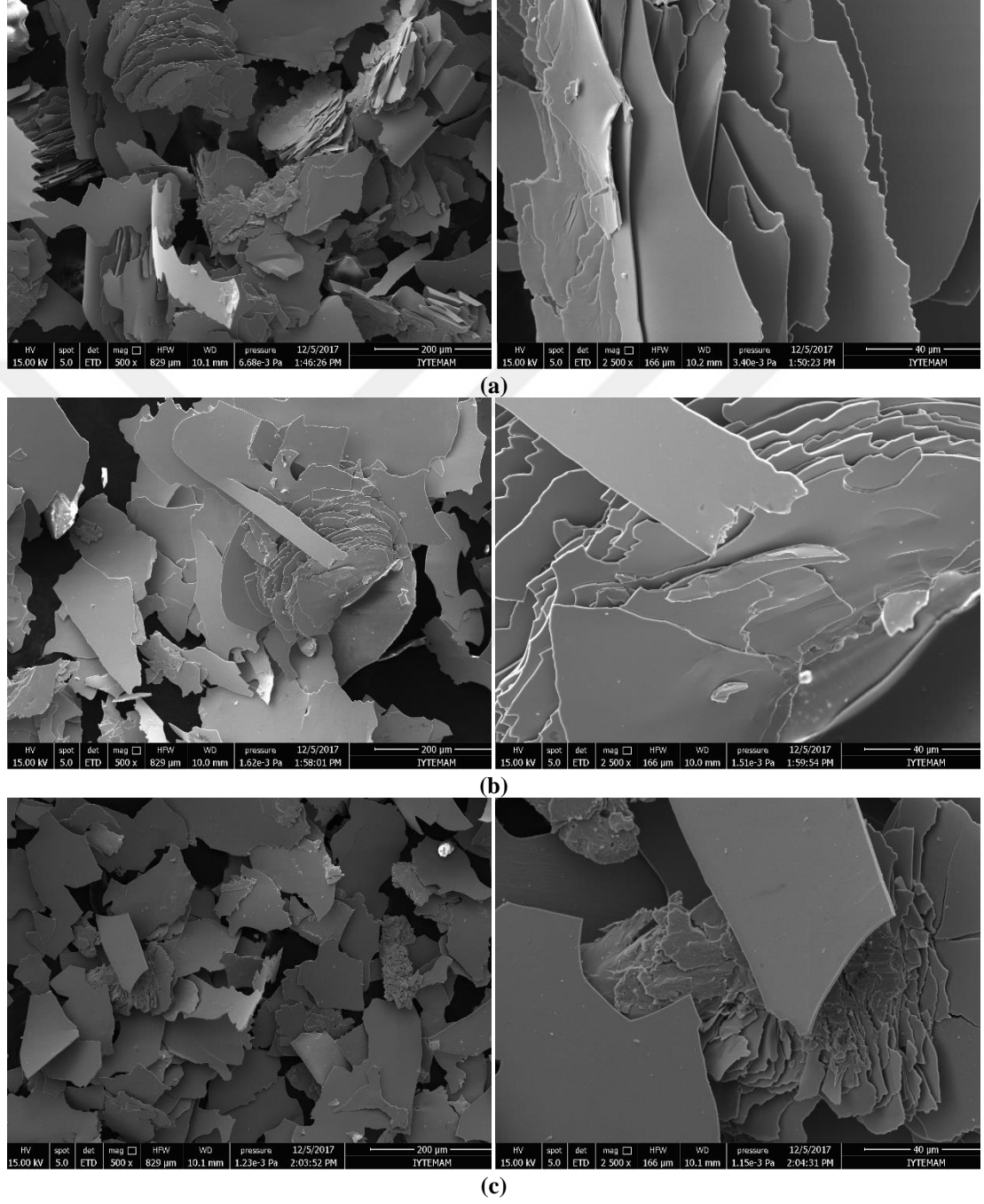
Tablo 3.4 NiMnSnB- A hedeften elde edilen ince filmlerin bileşen oranları (% at)

Kaplama Süresi (dk.)	40 Watt- 30 Sccm Ar	80 Watt – 30 sccm Ar
60	Ni ₄₇ Mn ₃₂ Sn ₉ Cu ₃	Ni ₄₇ Mn ₃₅ Sn ₁₁ Cu _{1,5}
90	Ni ₄₇ Mn ₃₃ Sn ₉ Cu ₅	Ni ₄₉ Mn ₃₈ Sn ₁₂ Cu _{1,5}
120	Ni ₄₆ Mn ₃₃ Sn ₁₀ Cu ₄	Ni ₄₇ Mn ₃₅ Sn ₁₁ Cu _{1,5}

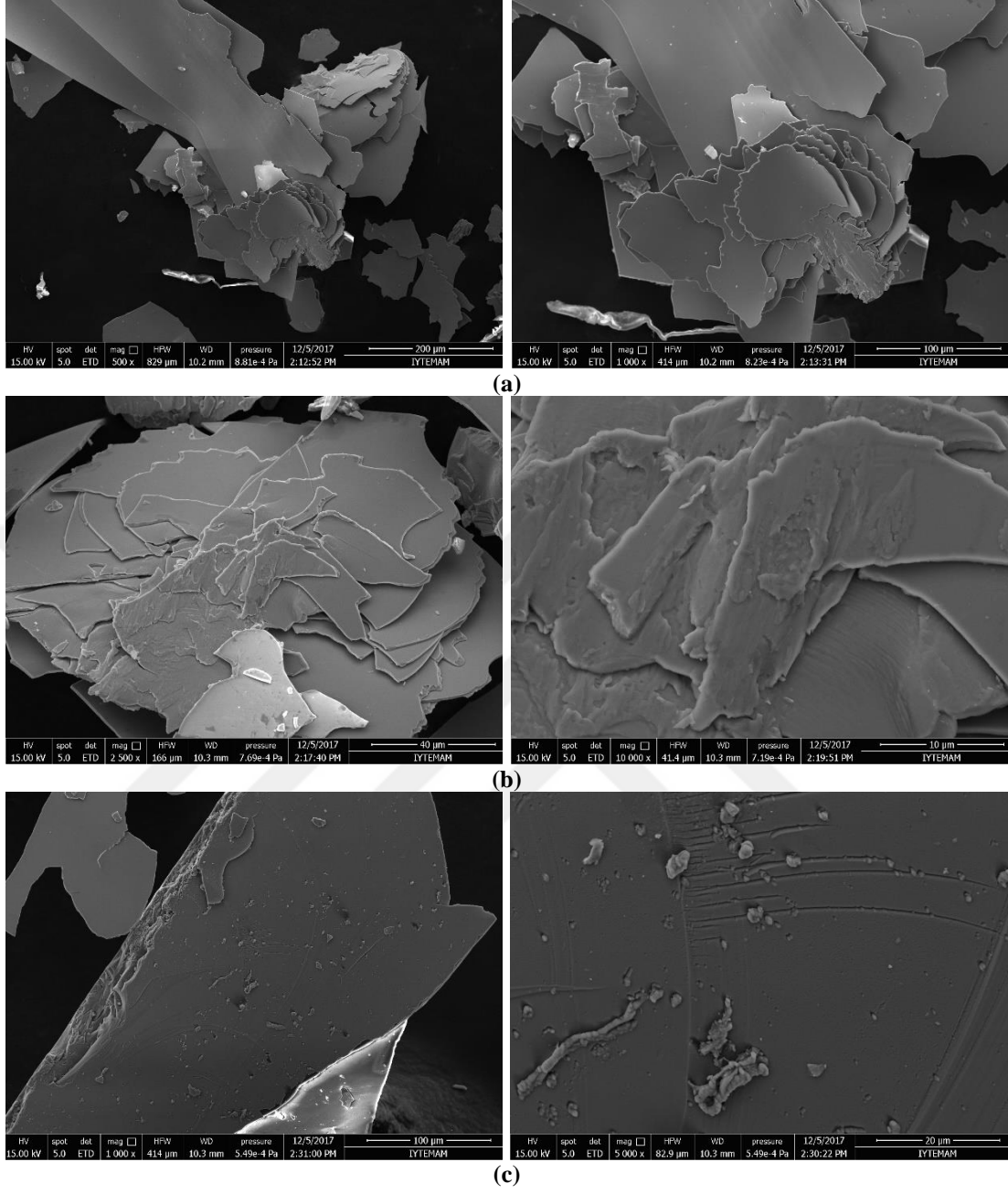


Şekil 3.4 NiMnSnB hedef ile 40W, 30scm Ar akış oranında mıknatıssal saçırma yöntemi ile (a) 60 dakika (A-1); (b) 90 dakika (A-2); (c) 120 dakika (A-3) süre ile üretilen ince film ve oluşturulan tabaka yapıların SEM görüntüleri

Şekil 3.5 ve Şekil 3.6' da 40 Watt, 30 sccm Ar gaz akış oranı ile farklı sürelerde üretilen ince film tabaka yapılarının ısıt işleme sonrası SEM görüntüleri verilmiştir.



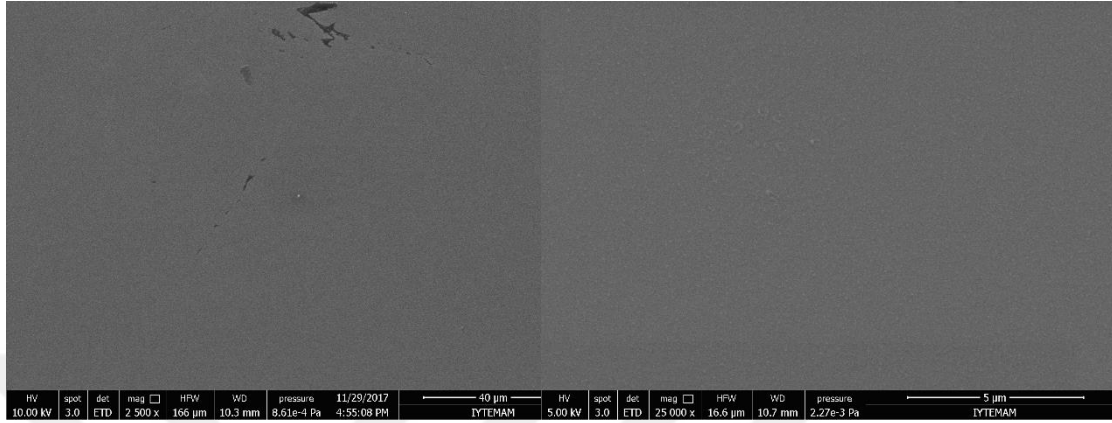
Şekil 3.5 NiMnSnB hedef ile 40W, 30sccm Ar akış oranında miknatıssal saçırma yöntemi ile (a) 60 dakika (A-1); (b) 90 dakika (A-2); (c) 120 dakika (A-3) süre ile üretilen ince film ve oluşturulan tabaka yapılarının 400 °C ısıt işleme sonrası SEM görüntüleri



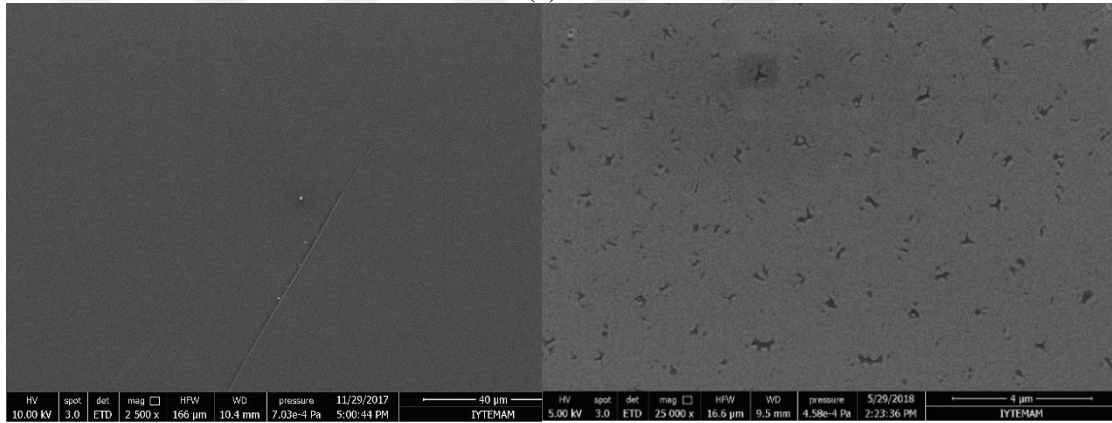
Şekil 3.6 NiMnSnB hedef ile 40W, 30sccm Ar akış oranında miknatıssal saçırma yöntemi ile (a) 60 dakika (A-1); (b) 90 dakika (A-2); (c) 120 dakika (A-3) süre ile üretilen ince film ve oluşturulan tabaka yapıların 500 °C ısıt işlemler sonrası SEM görüntüleri

İnce filmlerin yüzey morfolojilerine bakıldığında ısıt işleminin NiMnSbB ince filmlerde yüzey pürüzlülüğünü artırdığı ve tabaka yapıların bir araya gelerek birleşmesine neden olduğu gözlemlenmiştir.

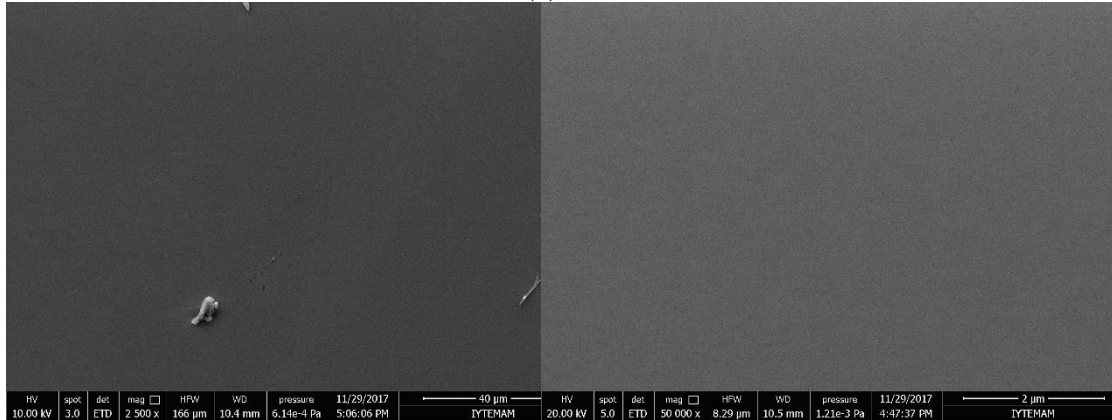
80 Watt, 30 sccm Ar gaz akış oranı ile farklı sürelerde üretilen ince filmlerin ve tabaka yapılarının SEM görüntüleri Şekil 3.7’ de verilmiştir. Saçtırmada hedef malzemeye uygulanan güç büyük önem taşır ve birikme oranı üzerine etkilidir.



(a)



(b)

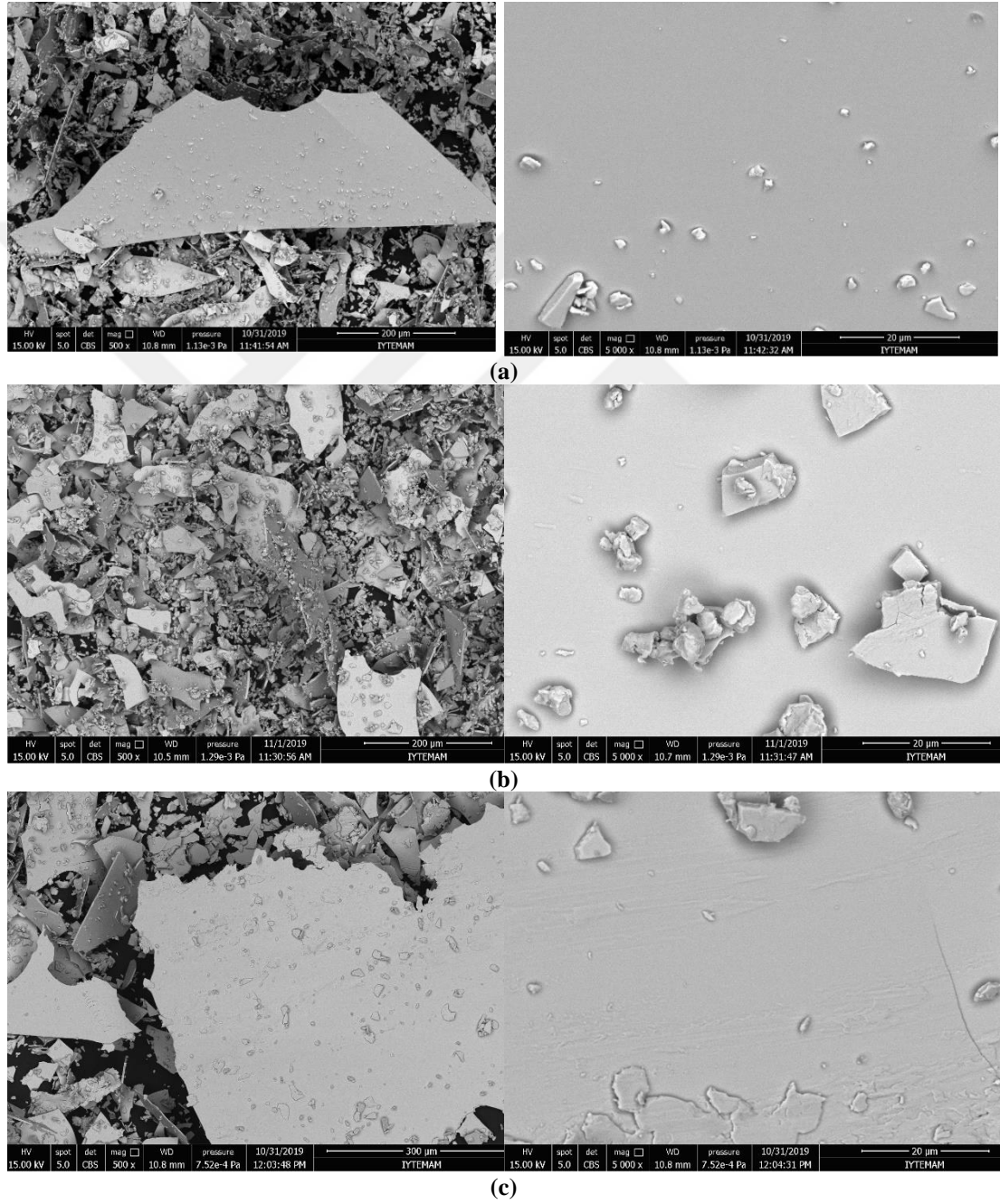


(c)

Şekil 3.7 NiMnSnB hedef ile 80W, 30sccm Ar akış oranında miknatıssal saçtırma yöntemi ile (a) 60 dakika (A-4); (b) 90 dakika (A-5); (c) 120 dakika (A-6) süre ile üretilen ince filmler ve elde edilen tabaka yapılarının SEM görüntüleri

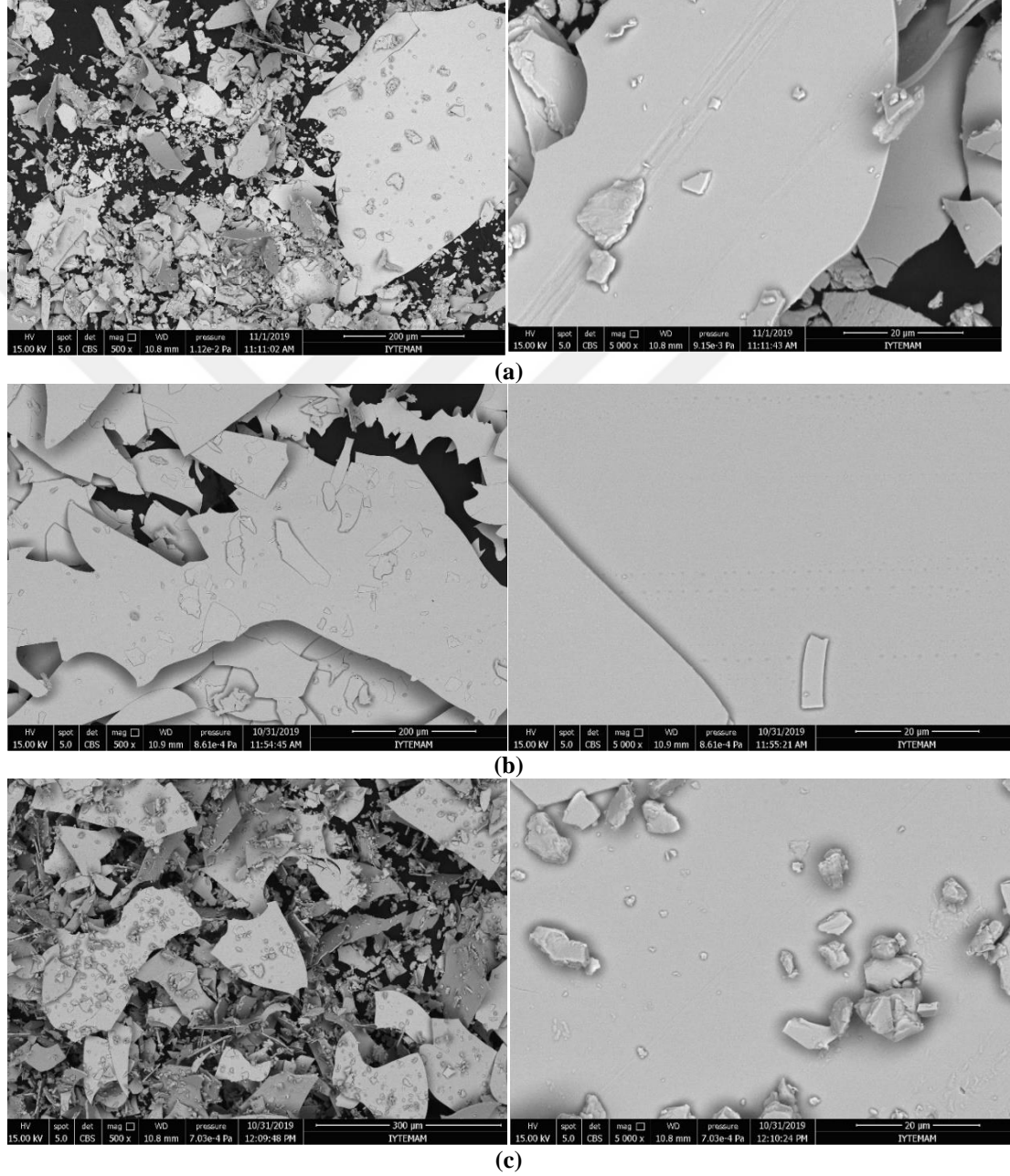
3.1.2.2 NiMnSbB İnce Filmler

50 Watt 40 sccm Ar basıncı ile 90 (B2-9) ve 120 (B2-10) dakikalık saçtırmann etkisi ile 40 Watt 50 sccm Ar basıncı ile 90 dakika (B2-5) saçtırma sonrasında elde edilen ince filmler Şekil 3.8' de görülmektedir.



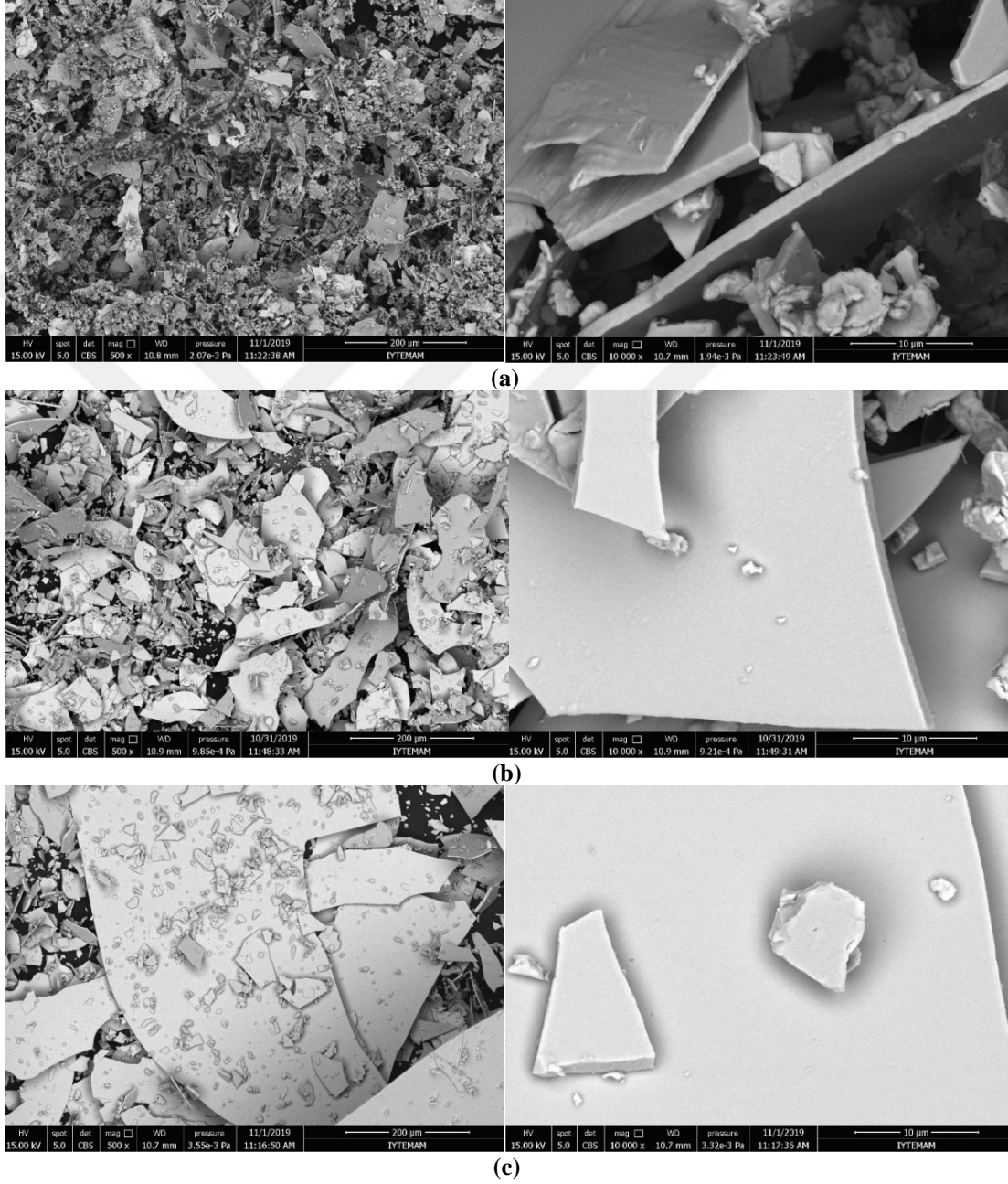
Şekil 3.8 Mıknatıssal saçtırma yöntemi ile üretilen NiMnSbB-B2 ince film tabaka yapılarının SEM görüntüleri (a) 90 dk. (B2-9); (b) 120 dk. (B2-10); (c) 90 dk. (B2-5)

Ar basıncının artmasıyla film yüzeyinde yapısal değişiklikler olduğu görülmektedir (Şekil 3.8c). Bu durum Ar gaz akış hızıyla bağlantılıdır. Ar gaz akış oranındaki artışın genellikle yapısal kusurlar içeren düşük yoğunluklu filmlerin oluşmasına sebep olduğu söylenebilir (Sanjabi, Sadrnezhad, Yates ve Barber, 2005).



Şekil 3.9 Mıknatıssal saçırma yöntemi ile üretilen NiMnSbB-B2 ince film tabaka yapılarının SEM görüntüleri (a) 60 dk. (B2-1); (b) 90 dk. (B2-2); (c) 120 dk. (B2-4)

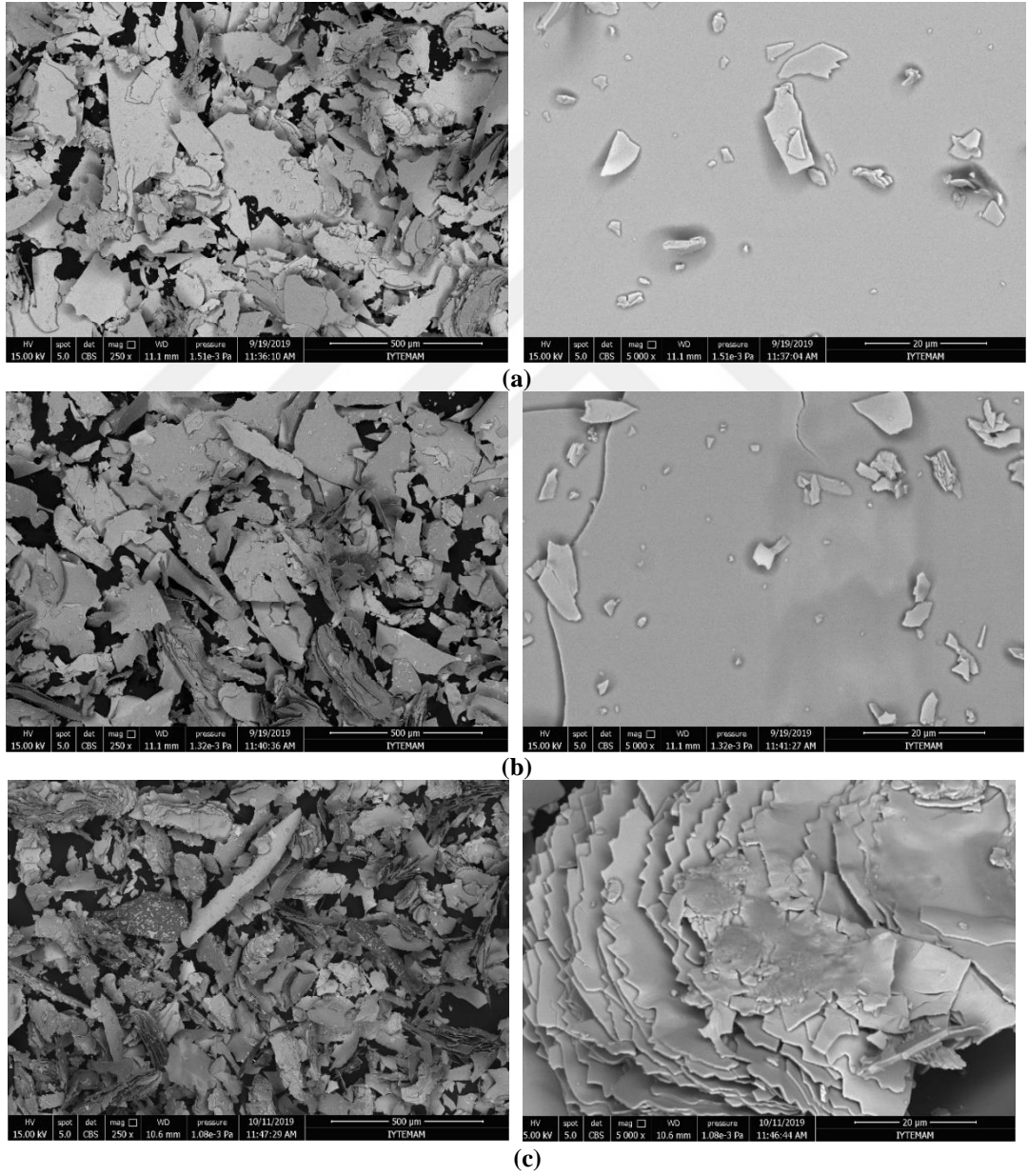
Şekil 3.9’ da 40 Watt 40 sccm Ar basıncı altında farklı sürelerde üretilmiş olan NiMnSbB ince filmlerin SEM görüntüleri, Şekil 3.10’ da ise 50 Watt 50 sccm Ar basıncı altında farklı sürelerde saçırma yapılmış ince filmlerin SEM görüntüleri verilmiştir.



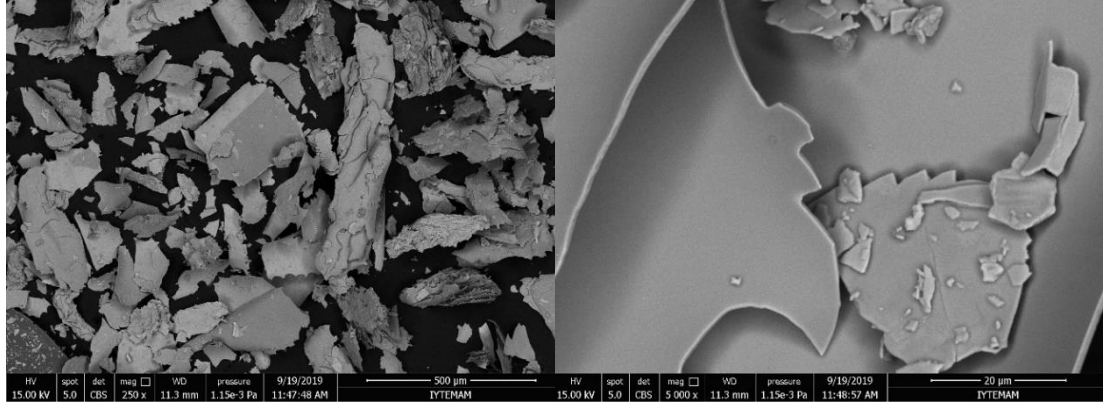
Şekil 3.10 Miknatıssal saçırma yöntemi ile üretilen NiMnSbB-B2 ince film tabaka yapılarının SEM görüntüleri (a) 60 dk. (B2-6); (b) 90 dk. (B2-7); (c) 120 dk. (B2-8)

40 Watt 40 sccm Ar basıncı altında farklı sürelerde üretilmiş olan NiMnSbB ince filmlerin enine kesitlerinde sütunumsu yapılar tespit edilmiştir. Bu sütun yapıların atom hareketliliğinin artmasıyla kümelenerek sütun yapılar şeklinde yüzeye birikmeleri sonucu olduğu söylenebilir.

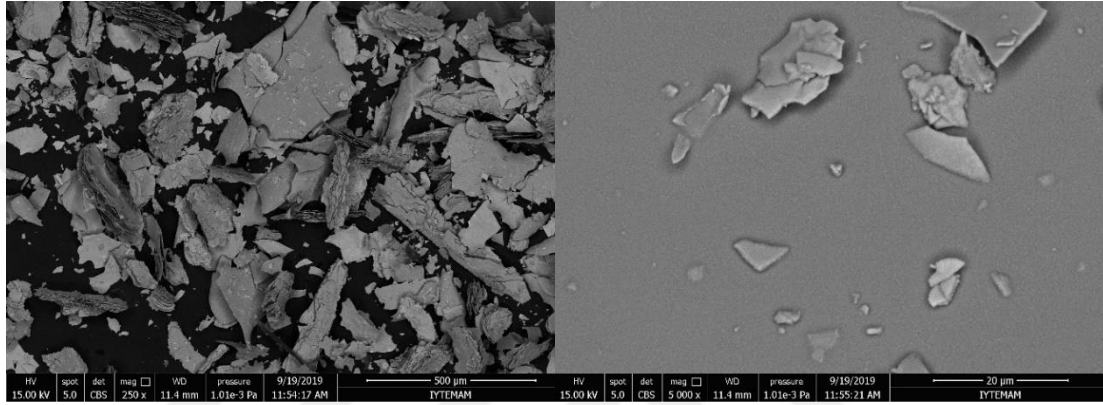
Şekil 3.11 ve 12’ de 40 Watt, 50 sccm Ar gaz akış oranı ile 90 dakika sürede üretilen ince film tabaka yapılarının ısıtma sonrası SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 3.11 40W, 50sccm Ar, 90 dakika (B1-4) üretilen NiMnSbB-B1 ince film tabaka yapılarının SEM görüntüleri (a) saçtırma sonrası (b) 500 °C 60 dk.; (c) 550 °C 30 dk. ısıtma sonrası



(a)



(b)

Şekil 3.12 40W, 50scm Ar, 90 dakika (B1-4) üretilen NiMnSbB-B1 ince film tabaka yapılarının SEM görüntüleri (a) 600 °C 60 dk.; (b) 700 °C 60 dk. ısıl işlem sonrası

Üretilen ince filmlerdeki bileşen oranları EDX analizi yardımıyla belirlenmiş olup tespit edilen bileşen oranları Tablo 3.5’de verilmiştir. Çalışmada kullandığımız alaşım hedef ise $Ni_{50}Mn_{36}Sb_{11}B_3$ bileşen oranlarına sahiptir.

Tablo 3.5 NiMnSbB- B2 hedeften elde edilen ince filmlerin bileşen oranları (% at)

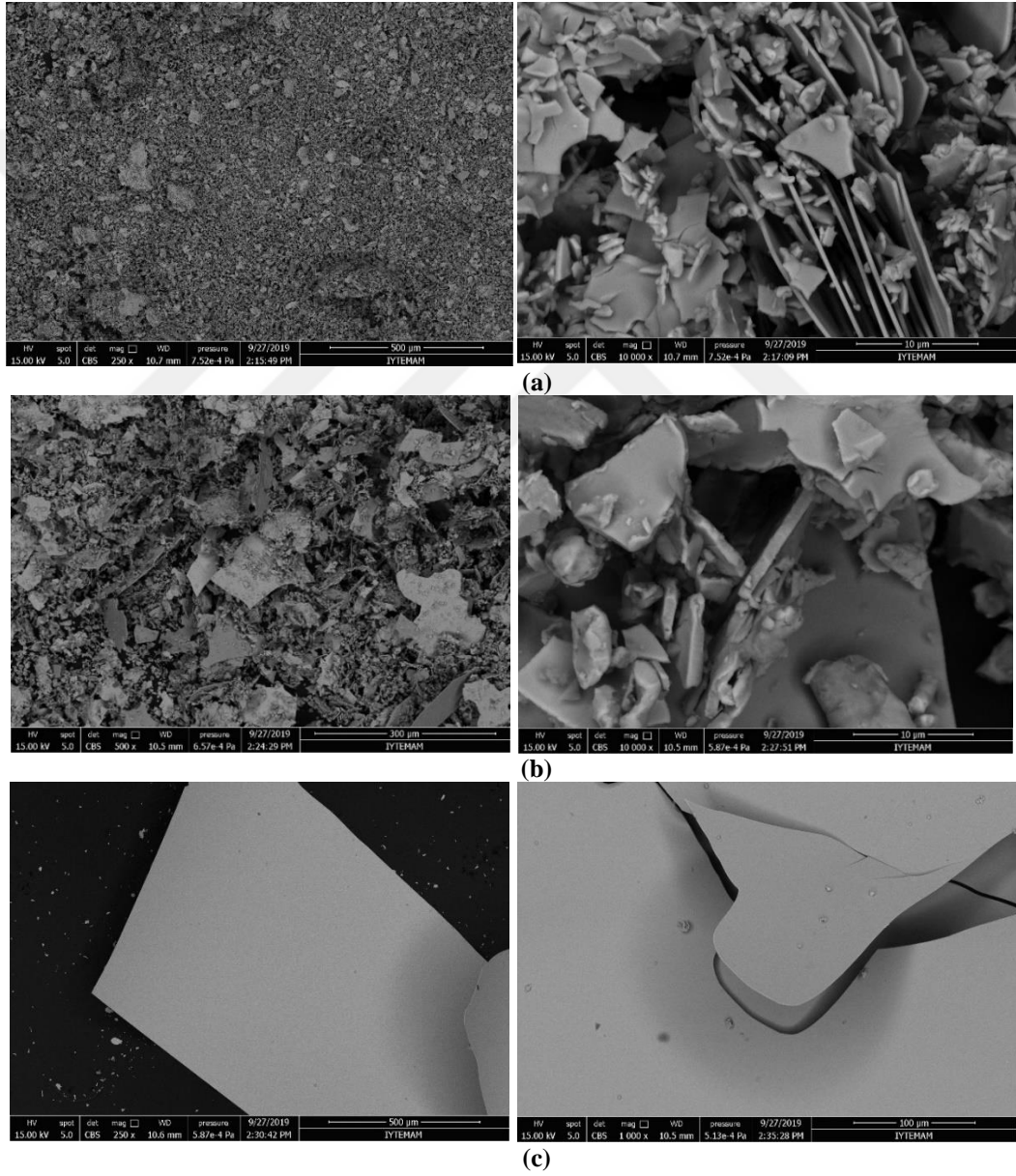
Örnek Kodu	Ni	Mn	Sb	Örnek Kodu	Ni	Mn	Sb
B2-1	55,11	35,21	9,68	B2-6	55,31	34,00	10,69
B2-2	55,36	34,67	9,97	B2-7	55,31	34,90	9,79
B2-3	-	-	-	B2-8	54,87	33,99	11,14
B2-4	56,34	35,00	8,66	B2-9	54,45	34,28	10,27
B2-5	55,56	34,96	9,48	B2-10	55,58	34,40	10,02

Saçtırma koşullarında uygulanan parametrelerde Ni’in birikme oranı yüksek çıktığı görülmektedir. Kullanılan hedef malzemedeki bileşen oranlarına göre değer yüksektir. Ancak Mn ve Sb hedefteki bileşen oranına yakın değer vermiştir. Hedef malzemedeki

B bileşeni ise kullanıldığı oranlar ile EDX analizinde tespit edilmesi güç olduğundan bileşen oranlarına dahil edilmemiştir.

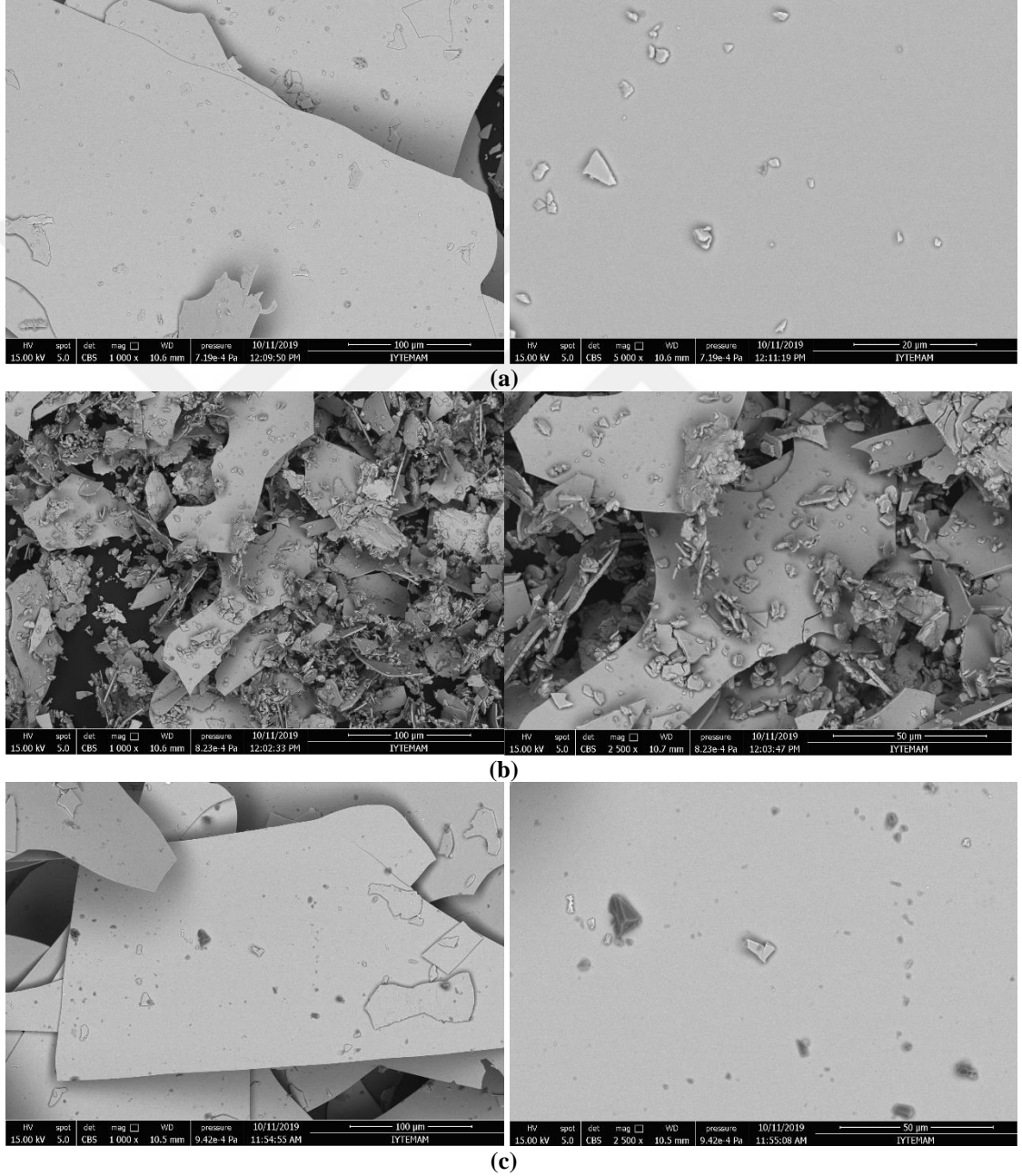
3.1.2.3 NiTi İnce Filmler

Şekil 3.13' te 40 Watt 40 sccm Ar basıncı ile hedef-altlık mesafesi 6 cm olacak şekilde farklı sürelerde üretilen ince filmlerin SEM görüntüleri verilmiştir.



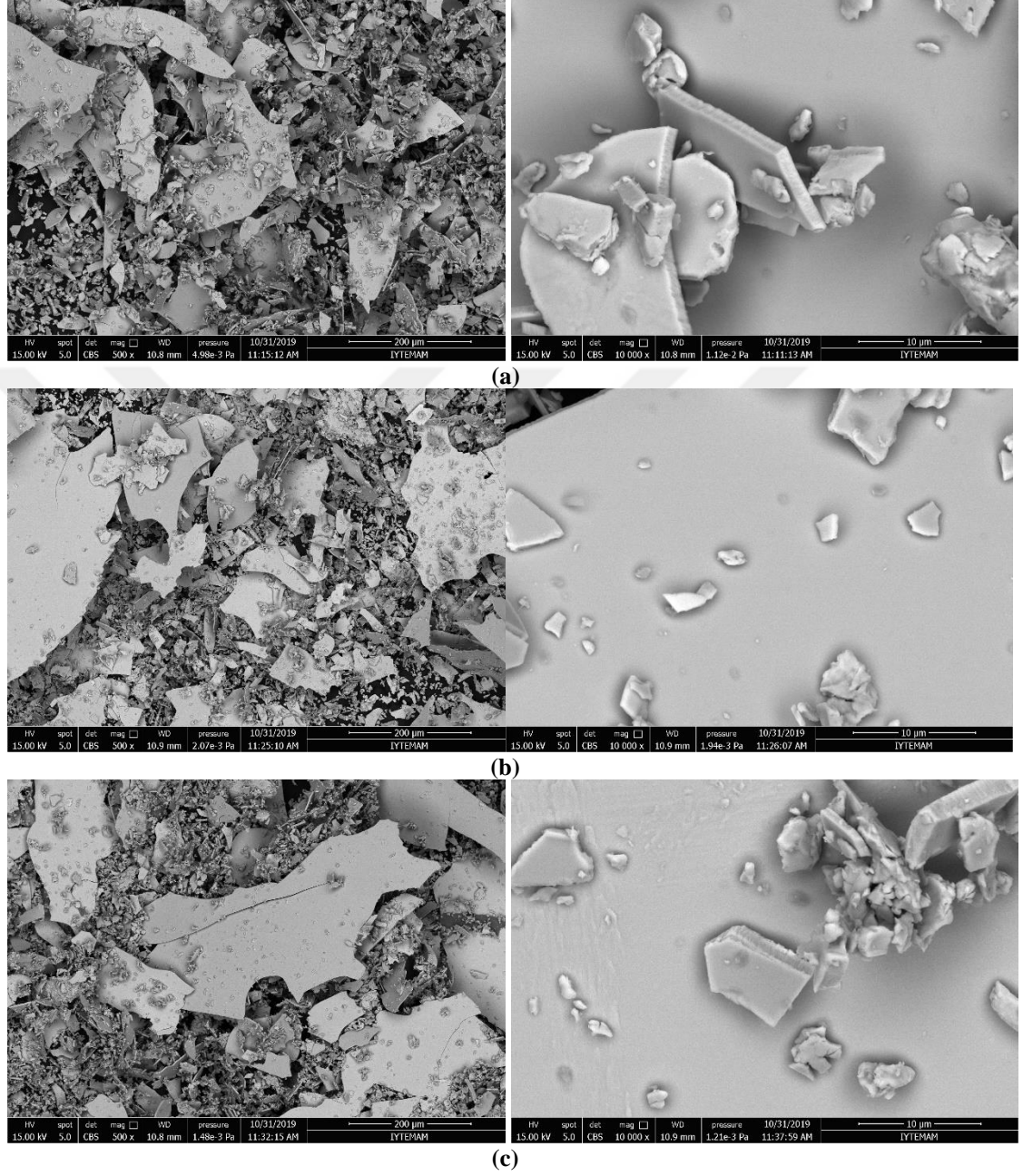
Şekil 3.13 Miknatıssal saçırma yöntemi ile NiTi üretilen ince film tabaka yapılarının SEM görüntüleri
(a) 60 dk. (C-1); (b) 90 dk. (C-5); (c) 120 dk. (C-6)

Ar basıncı ve hedef-altlık mesafesi, biriken atom enerjilerini ve dolayısıyla film yoğunluğunu, yapısal bütünlüğü ve gerilimi etkileyen faktörlerden bazılarıdır. Bu nedenle NiTi ince filmlerde Ar basıncı sabit tutularak süre ve hedef-altlık mesafesinin değiştirilmesiyle saçırma yapılmıştır. Şekil 3.14' te ise aynı filmlerin 550 °C ısıtılma sonrası yüzey görüntüleri verilmiştir.



Şekil 3.14 Miknatıssal saçırma yöntemi ile üretilen NiTi ince film tabaka yapılarının 550 °C 30 dk. ısıtılma sonrası SEM görüntüleri (a) 60 dk. (C-1); (b) 90 dk.; (C-5); (c) 120 dk. (C-6)

Şekil 3.15' te 40 Watt 40 sccm Ar basıncı ile hedef-altlık mesafesi 5 cm olacak şekilde farklı sürelerde üretilen ince filmlerin SEM görüntüleri verilmiştir.



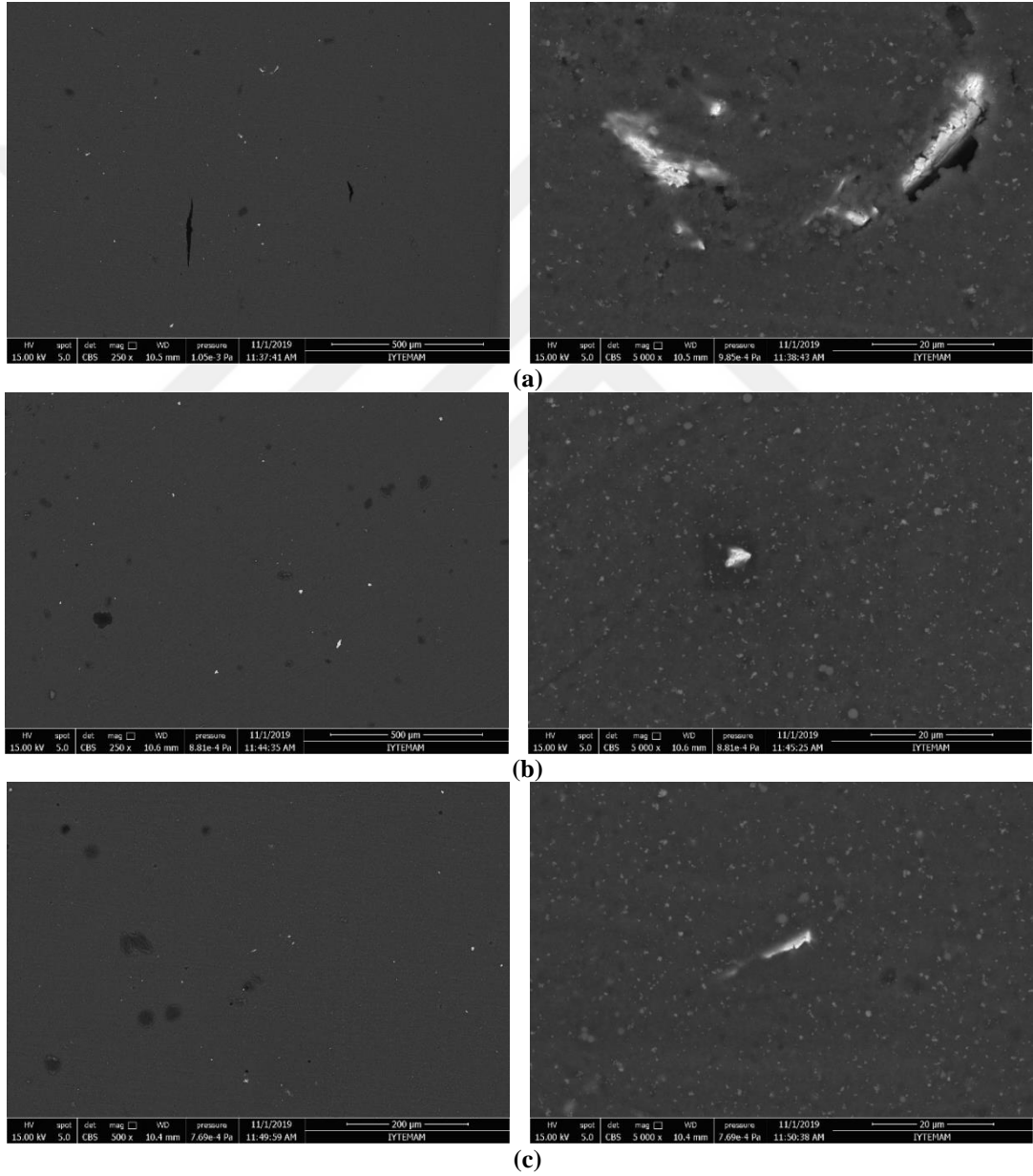
Şekil 3.15 Miknatıssal saçırma yöntemi ile üretilen NiTi ince film tabaka yapıların SEM görüntüleri (a) 60 dk. (C-8); (b) 90 dk. (C-9); (c) 120 dk. (C-10)

Ni₅₀Ti₅₀ (0,1 g Bor) içerikli alaşım hedef ile üretilen ince filmlerin bileşen oranlarına EDX analizi ile bakılmış ve alınan sonuçlar Tablo 3.6' da verilmiştir.

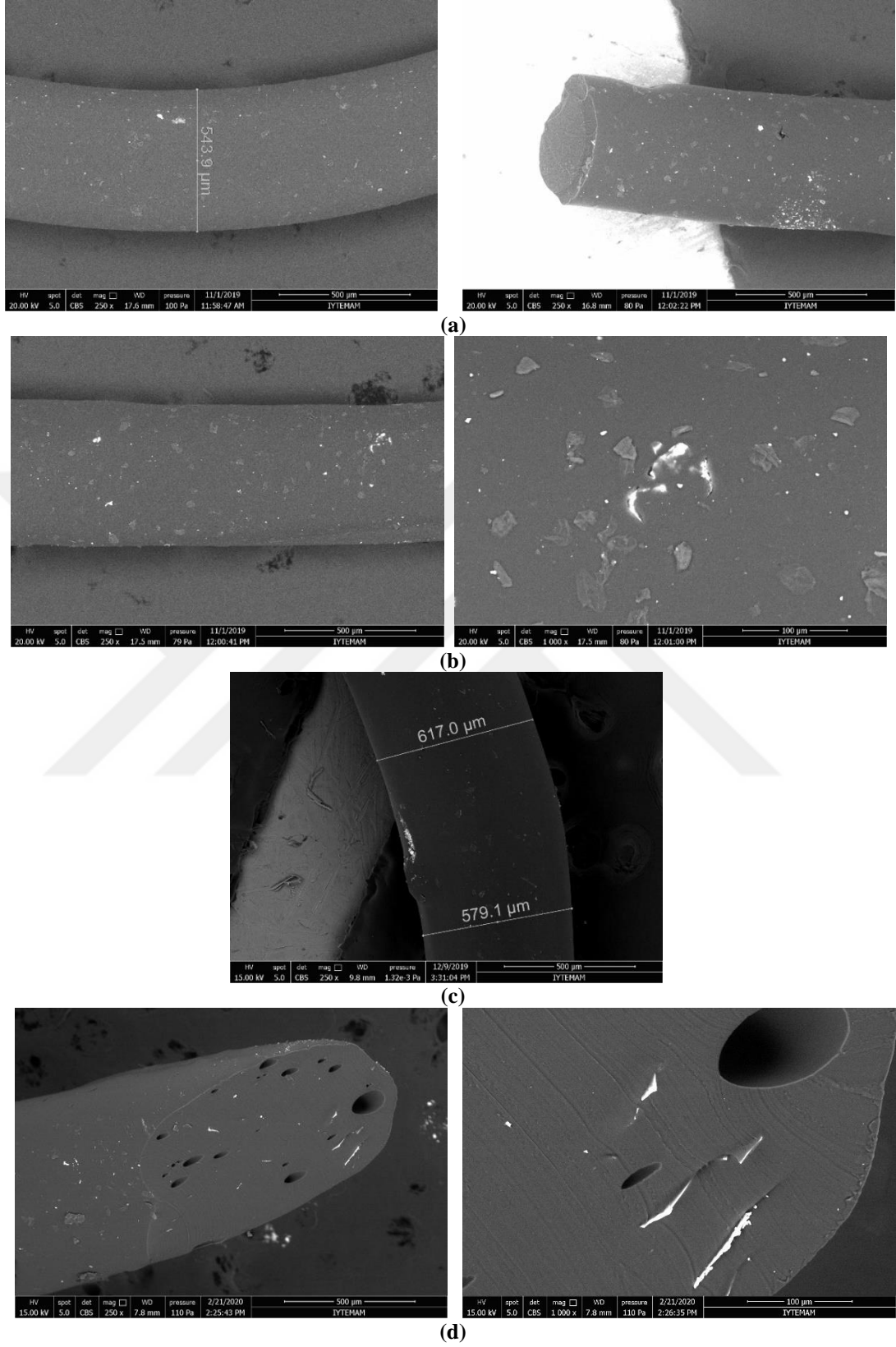
Tablo 3.6 NiTi (0,1 g B)- C hedeften elde edilen ince filmlerin bileşen oranları (% at)

Örnek Kodu	Ni	Ti	Örnek Kodu	Ni	Ti
C-1	53,73	46,27	C-6	54,97	45,04
C-2 (1.33 Si)	53,46	45,21	C-7(1.68 Si)	53,65	44,67
C-3	-	-	C-8	52,28	47,72
C-4 (0.61B)	52,94	46,46	C-9	54,70	45,30
C-5 (1.75 Si)	52,32	45,94	C-10	52,42	47,58

3.1.2.4 Kompozit Yapıların SEM Görüntüleri



Şekil 3.16 NiMnSbB (B1-P) katkılandırılmış kompozit PVC film yapıların SEM görüntüleri (a) %1 katkı; (b) %2 katkı; (c) %3 katkı oranı



Şekil 3.17 NiMnSbB katkılıdırılmış kompozit lif yapıların SEM görüntüleri (a) ve (b) %1 parçacık (B1-P) katkılı SHPU; (c) %1 parçacık (B1-P) katkı PU; (d) %0,5 tabaka yapı katkılı (B1-4) PU

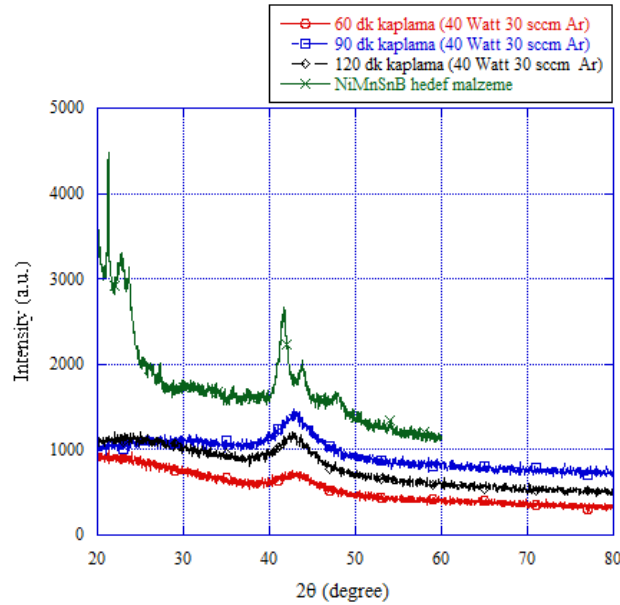
Şekil 3.16 ve 17’ de B1-P alaşım katkılılandırılmış polimer yapıların yüzey morfolojisini gösteren SEM görüntüleri verilmiştir. Örnekler şekil öğretme çalışmalarının polimerdeki etkilerini gözlemlemek amacıyla şekil öğretilmiş yapıların görüntüleri alınmıştır. Şekil 3.16a’ da %1 katkı yapılmış polimerde mikron boyutlarda kırıklar olduğu ve parçacık ile polimer arasındaki etkileşim görülmektedir. Şekil 3.17’ de üretilen liflerin çapları ölçülmüş ve alaşım parçacıkların ve tabaka yapıların yüzeydeki dağılımı incelenmiştir.

3.1.3 Alaşımların ve İnce Filmlerin Kristal Yapıları

İnce filmlerin yapısal özelliklerinin incelenmesi amacıyla üretim sonrası ve ısıt işlemler sonrası kristal yapıların tespiti için XRD analizleri yapılmıştır. Ölçümler, 0,08°/sn. tarama hızı ile $2\theta=20-80^\circ$ aralığında Philips X’Pert Pro X-Işınları Kırınım cihazında gerçekleştirilmiştir.

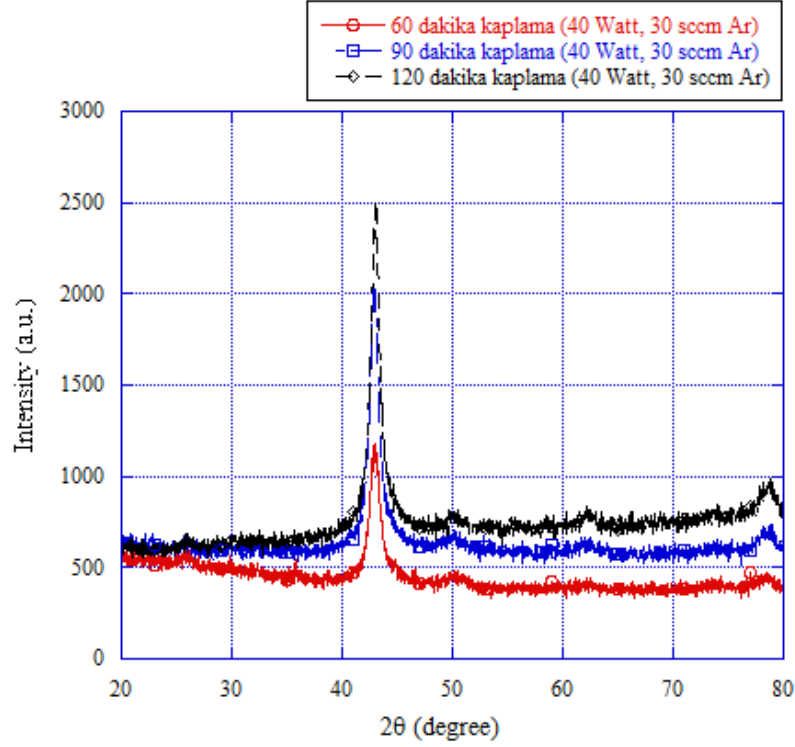
3.1.3.1 NiMnSnB Alaşımlar ve İnce Filmler

Farklı sürelerde üretilen NiMnSnB (A kodlu) ince filmlerin Şekil 3.18 ve 3.19’ da sırası ile ısıt işlem öncesi ve ısıt işlem sonrası yapısal özellikleri görülmektedir.



Şekil 3.18 Isıt işlem öncesi NiMnSnB alaşım ve ince filmlerin (A 1-2-3) XRD eğrileri

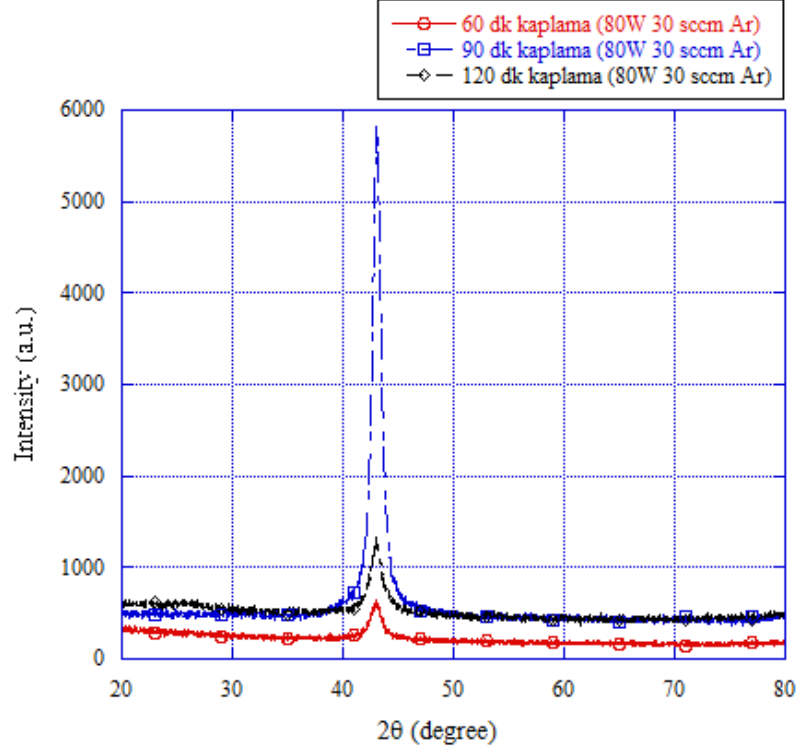
Şekil 3.18’ de $2\theta=42^\circ$ civarında görülen tek bir geniş pik ince filmlerin amorf yapıda olduğunu göstermektedir. Hedef malzemeye ait eğride görülen pikler ise NiMnSn bileşenine ait temel fazları ifade etmektedir (Vishnoi, Singhal ve Kaur, 2011). Aynı ince filmlerin, 400°C ’ de 60 dakika ısıl işlem sonrasında yapılarında meydana gelen değişiklikler Şekil 3.19’ da verilen XRD eğrilerinde görülmektedir.



Şekil 3.19 NiMnSnB ince filmlerin (A 1-2-3) ısıl işlem sonrası XRD eğrileri

Isıl işlem sonrasında örneklerde üç temel pik $2\theta=42,72^\circ$ (220), $62,49^\circ$ (400), $79,21^\circ$ (422) ve üç süperlatis pik $2\theta=25,92^\circ$ (111), $28,92^\circ$ (200) ve $50,52^\circ$ (311) tespit edilmiştir. Tespit edilen temel pikler, amorf matriste $L2_1$ kübik fazının kristal faza dönüştüğünü göstermektedir (Vishnoi ve Kaur, 2010; Vishnoi ve diğer., 2011; Modak ve diğer., 2015). Ayrıca, $L2_1$ fazının kristalleşmesini işaret eden piklerin yoğunluğunun ve keskinliğinin ince filmin kalınlığına bağlı olarak artış gösterdiği görülmektedir. 90 ve 120 dakikalık kaplamalarda piklerin yoğunluğunun 60 dakikalık kaplamalara göre artış gösterdiği anlaşılmaktadır (Şekil 3.19).

Şekil 3.20’ de aynı içeriğe sahip hedef malzemeden 80 W, 30 sccm Ar akış oranı ile üretilen ince filmlerin XRD eğrileri görülmektedir.

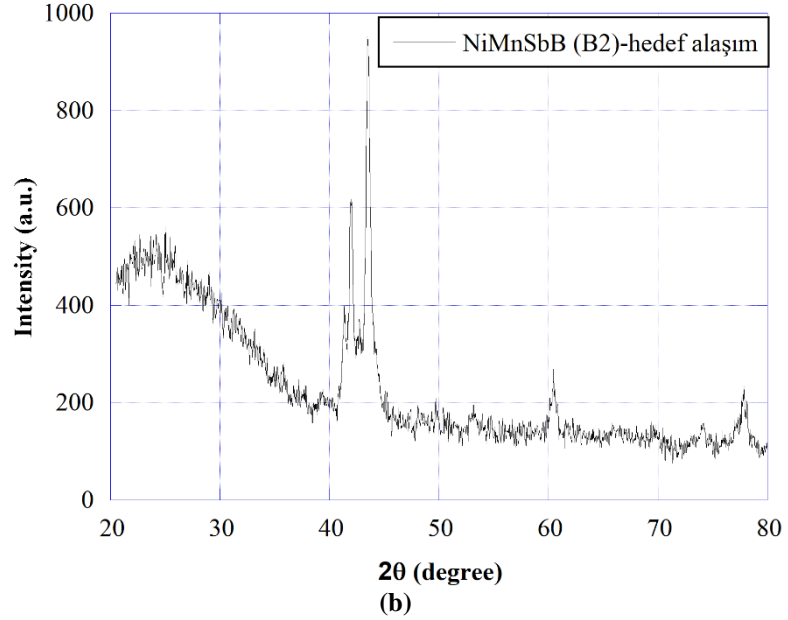
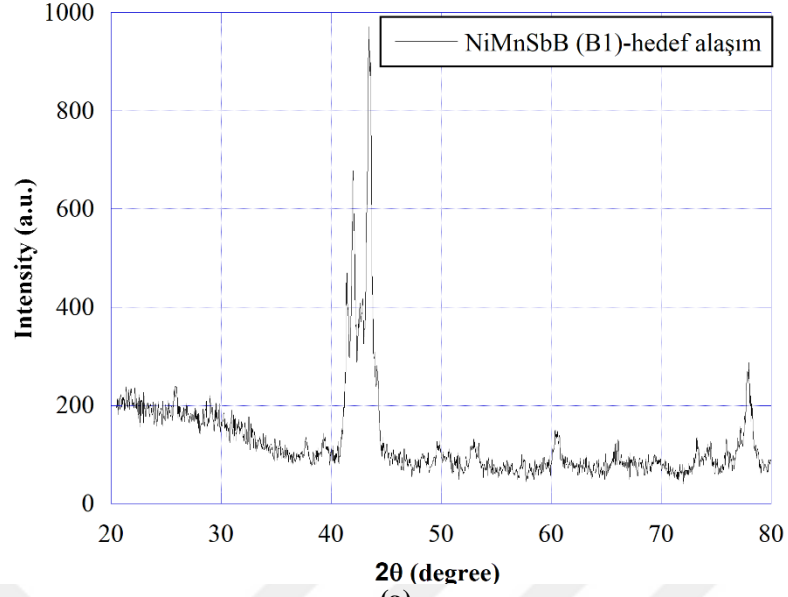


Şekil 3.20 NiMnSnB ince filmlerin (A-4-5-6) XRD eğrileri

$2\theta=42,72^\circ$ (220)’ da alınan tek bir temel pik ile amorf matristeki $L2_1$ kübik fazının kristalleşmesini işaret etmektedir. Pik yoğunluğu ve keskinliği 90 dakikalık kaplamada büyütülen ince filmde kristal yapının daha net oluştuğunu göstermiştir (Şekil 3.20). 40 Watt 30 sccm Ar basıncında üretilen ince filmlerle kıyaslandığında saçırma sırasında uygulanan gücün artmasıyla filmlerdeki kristal yapıda artış sağlandığı anlaşılmaktadır. Ancak bu örnekler, biriktirildikleri yüzey üzerinden uzaklaştırılmadığından ısıl işlem denemeleri yapılamamış ve yapısal özellikleri incelenememiştir.

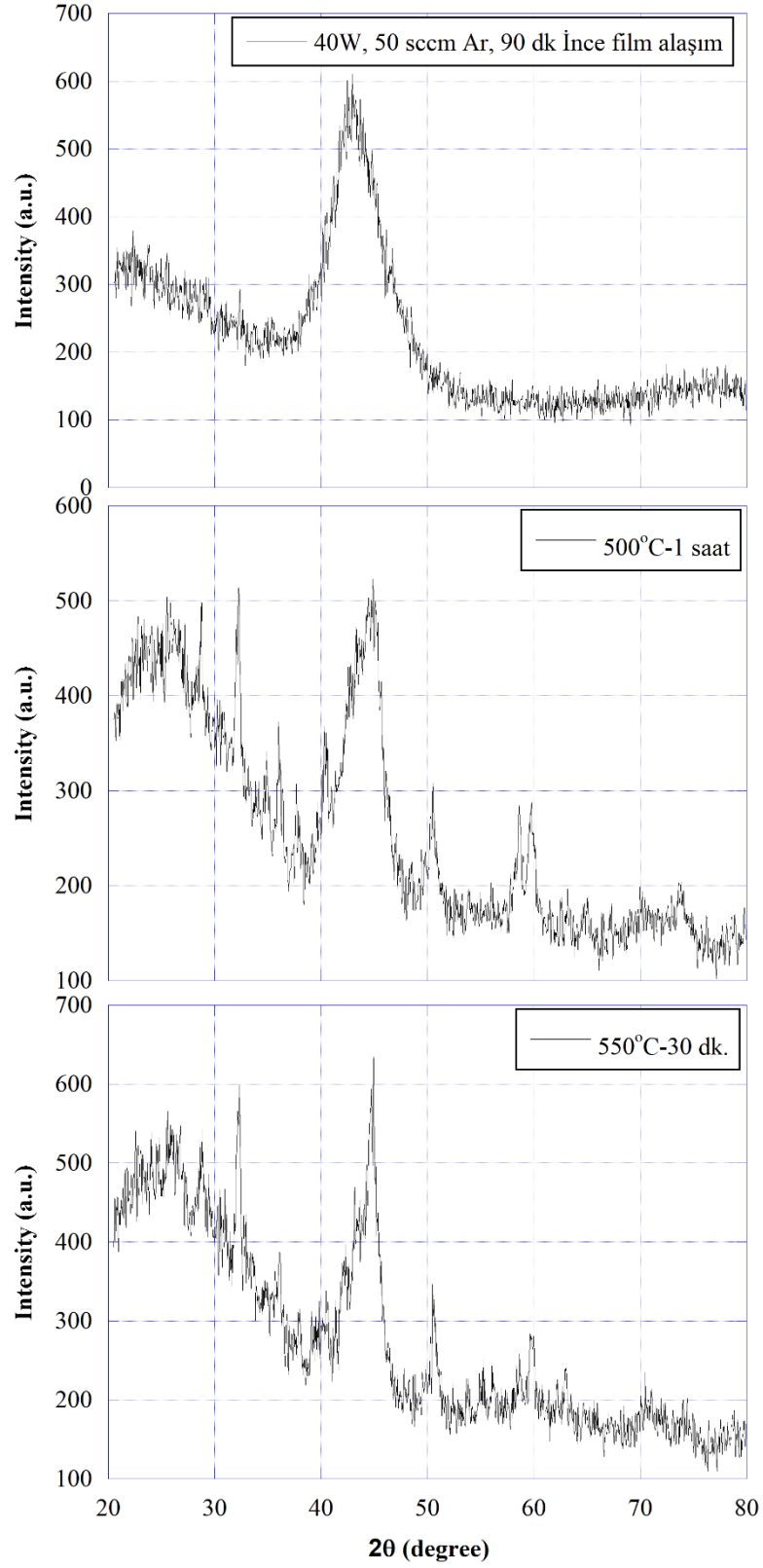
3.1.3.2 NiMnSbB Alaşım ve İnce Filmler

Şekil 3.21’ de NiMnSbB (B1 kodlu) alaşım malzemesine ve 40 Watt, 50 sccm Ar ortamında 90 dakika süre ile üretilen ince filme ait yapısal özellikler görülmektedir.

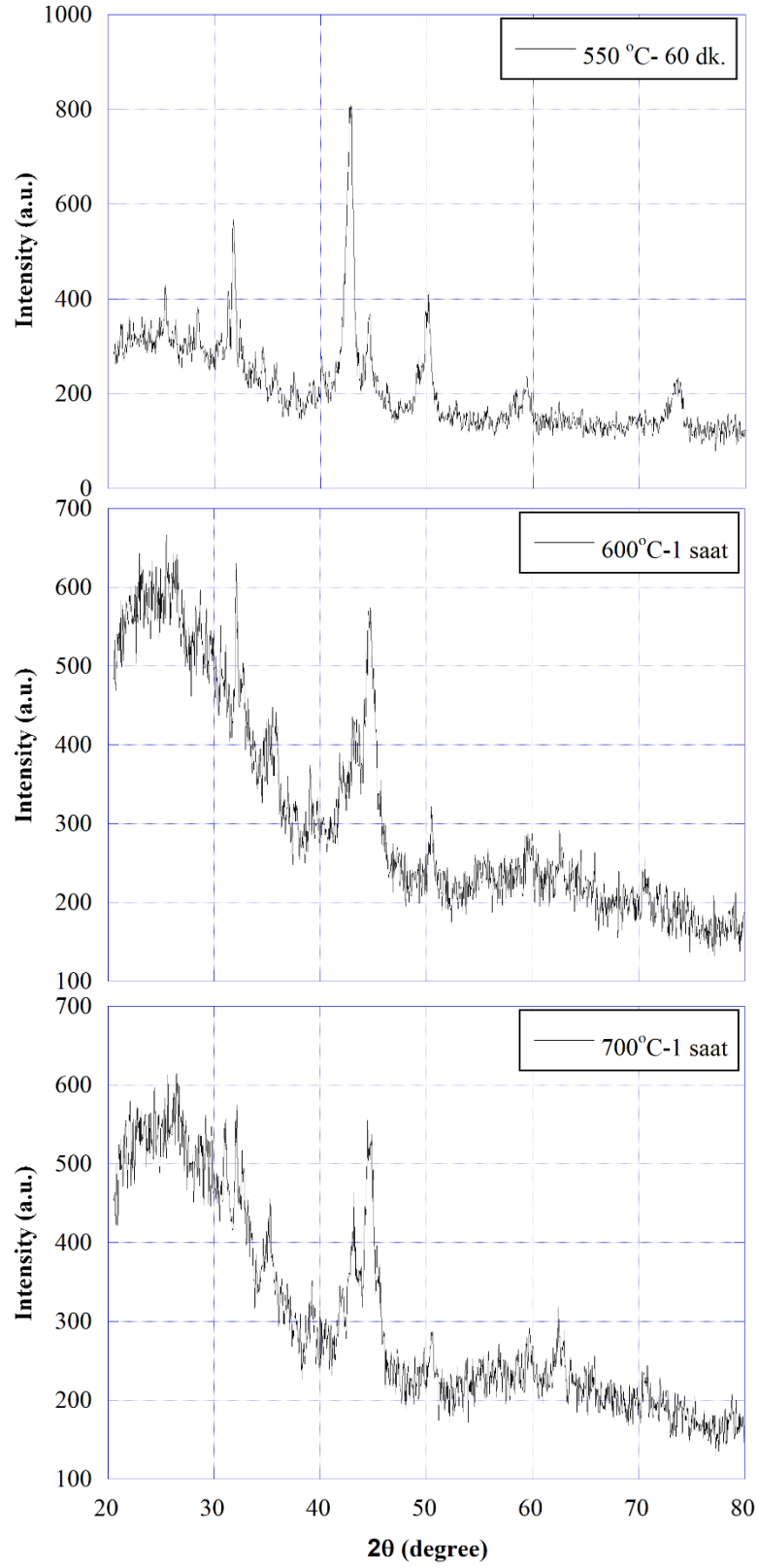


Şekil 3.21 NiMnSbB hedef alaşımların XRD eğrileri (a) B1 kodlu hedef; (b) B2 kodlu hedef

Şekil 3.21’ de NiMnSbB hedef alaşımlardan alınan XRD eğrilerinde $2\theta = 44^\circ$ (220)’ de görülen pik yoğunluğu ve keskinliği NiMnSb L₂₁ yapısının kristalleşmesini işaret etmektedir ve iyi bir kristalize yapıya karşılık gelir. Ayrıca, NiSb ve MnSb fazlarının varlığını gösteren birkaç zayıf tepe noktası da görülmektedir (Monnereau ve diğer., 2004; Ottoif ve diğer., 1989). Şekil 3.22 ve 3.23’ te NiMnSbB alaşım ince filme ait ısıtılma işlem öncesi ve farklı sıcaklık ve sürelerde ısıtılma işlem sonrası kristal yapılarına ait XRD eğrileri verilmiştir.



řekil 3.22 NiMnSbB (B1-4) ince film alařım ve ısıl iřlem sonrası XRD eđrileri

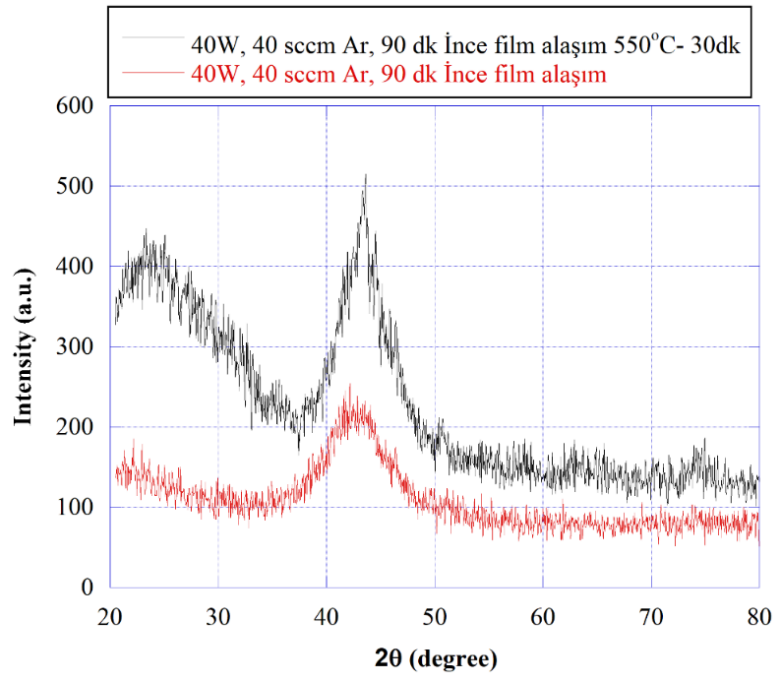


Şekil 3.23 NiMnSbB (B1-4) ince film alaşımların ısıtılma sonrası XRD eğrileri

İnce filmde ısıl işlem öncesinde $2\theta = 44^\circ$ değerinde yoğun tek bir pik alınmıştır. 500, 600 ve 700 °C sıcaklıklarda 1 saat süre ile aynı zamanda 550 °C sıcaklıklarda 30 dakika ve 60 dakika yapılan ısıl işlemlerin kristal yapı oluşumunda etkili olduğu Şekil 3.22 ve 3.23’ de verilen XRD grafiklerinde görülmektedir. Tüm sıcaklıklarda $2\theta = 44^\circ$ (220)’ de NiMnSb L_{21} yapısının kristalleşmesini gösteren keskin pik ve $2\theta = 51^\circ$ (311) NiMnSb fazını gösteren pikler alınmıştır. Ayrıca $2\theta = 30-32^\circ$ de görülen piklerin NiSb (101) ve MnSb (101) fazının varlığına işaret etmektedir.

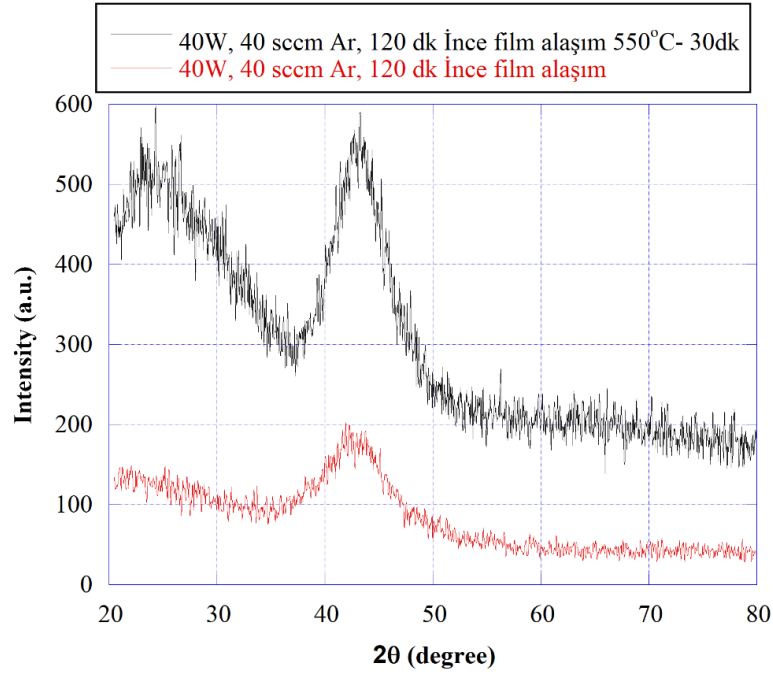
3.1.3.3 NiTi Alaşım ve İnce Filmler

Farklı sürelerde üretilen NiTi (C kodlu) ince filmlerin Şekil 3.24 ve 3.25’ te sırası ile ısıl işlem öncesi ve ısıl işlem sonrası yapısal özellikleri görülmektedir.



Şekil 3.24 NiTi ince film alaşımların (C-5) ısıl işlem öncesi ve sonrası kristal yapıları

Şekil 3.24 ve 25’ te görülen 40 Watt, 40 sccm Ar gaz akış oranında üretilen ince filmlerde $2\theta = 42^\circ$ civarında görülen tek bir geniş pik yapının amorf olduğunu göstermektedir. NiTi ince filmlerde 550 °C’ de 30 dakika ısıl işlem yapıldığında bu pikin keskinliğinin artmış olması yapıda kristalleşmenin başladığını göstermektedir.



Şekil 3.25 NiTi ince film alaşımların (C-6) ısıtım işlem öncesi ve sonrası kristal yapıları

3.1.4 Alaşım Malzemelerin ve İnce Filmlerin Dönüşüm Sıcaklıkları

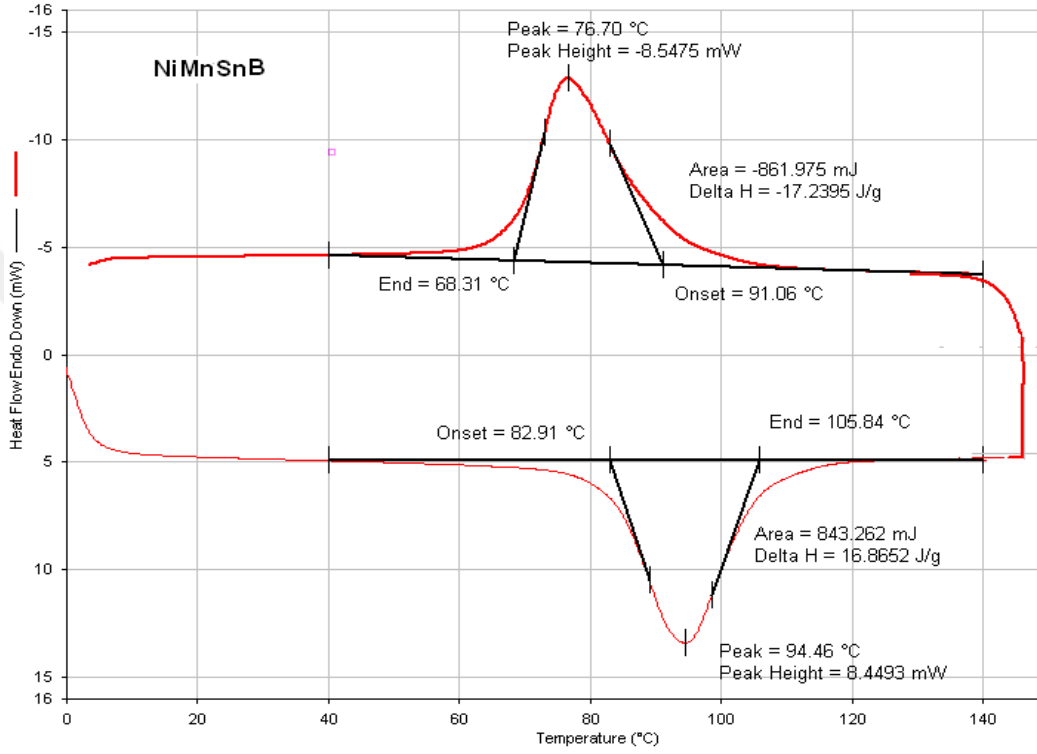
NiMnSnB ve NiMnSbB alaşım malzemelerin dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi için mikro metal kesme cihazı ile kesilen numunelerin 10°C/dakika tarama hızlarında azot atmosferinde DSC ölçümleri yapılmıştır. DSC ölçümleri sonucunda alaşımlarda elde edilen dönüşüm sıcaklıkları Tablo 3.7’ de verilmiştir. Üretilen alaşım hedef malzemelerde alınan dönüşüm sıcaklıklarına bakıldığında tekstil yapılarında kullanımları için yüksek değerler olduklarını göstermiştir. İnce film üretimi ile bu alaşımların dönüşüm sıcaklıklarının daha düşük değerlerde olması beklenmekle birlikte filmlerin üretim sonrası ısıtım işlemleri sayesinde yapılarında kristal fazın tetiklenmesi amaçlanmaktadır. Böylece tekstilde kullanımına uygun örneğin vücut sıcaklığı civarında dönüşüm sergileyecek yapı elde edilmeye çalışılmaktadır.

Tablo 3.7 Ark ergitme ile dökülen alaşımların dönüşüm sıcaklıkları

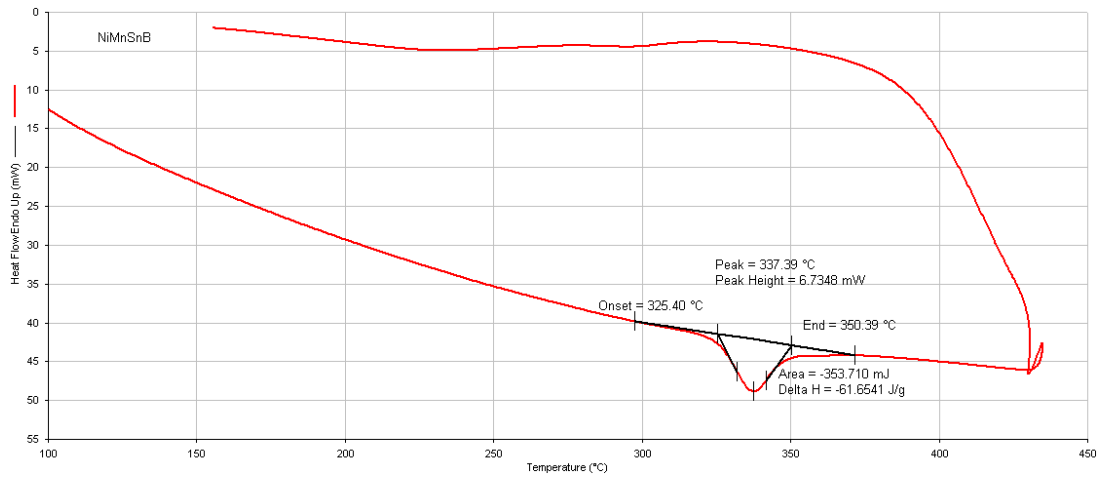
Alaşım Hedefler	Dönüşüm sıcaklıkları (°C)			
	A _s	A _f	M _s	M _f
NiMnSnB (A)	82,91	105,84	91,06	68,31
NiMnSbB (B1)	45,15	57,68	36,32	27,70

3.1.4.1 NiMnSnB Alařım ve İnce Filmler

NiMnSnB (A) hedef malzeme olarak ark ergitme sisteminde üretilen alařımın belirlenen dönüřüm sıcaklıklarına ait DSC eğrisi Şekil 3.26’da verilmiřtir. NiMnSnB (A-3) ince filme ait DSC eğrisi Şekil 3.27’ de verilmiřtir.



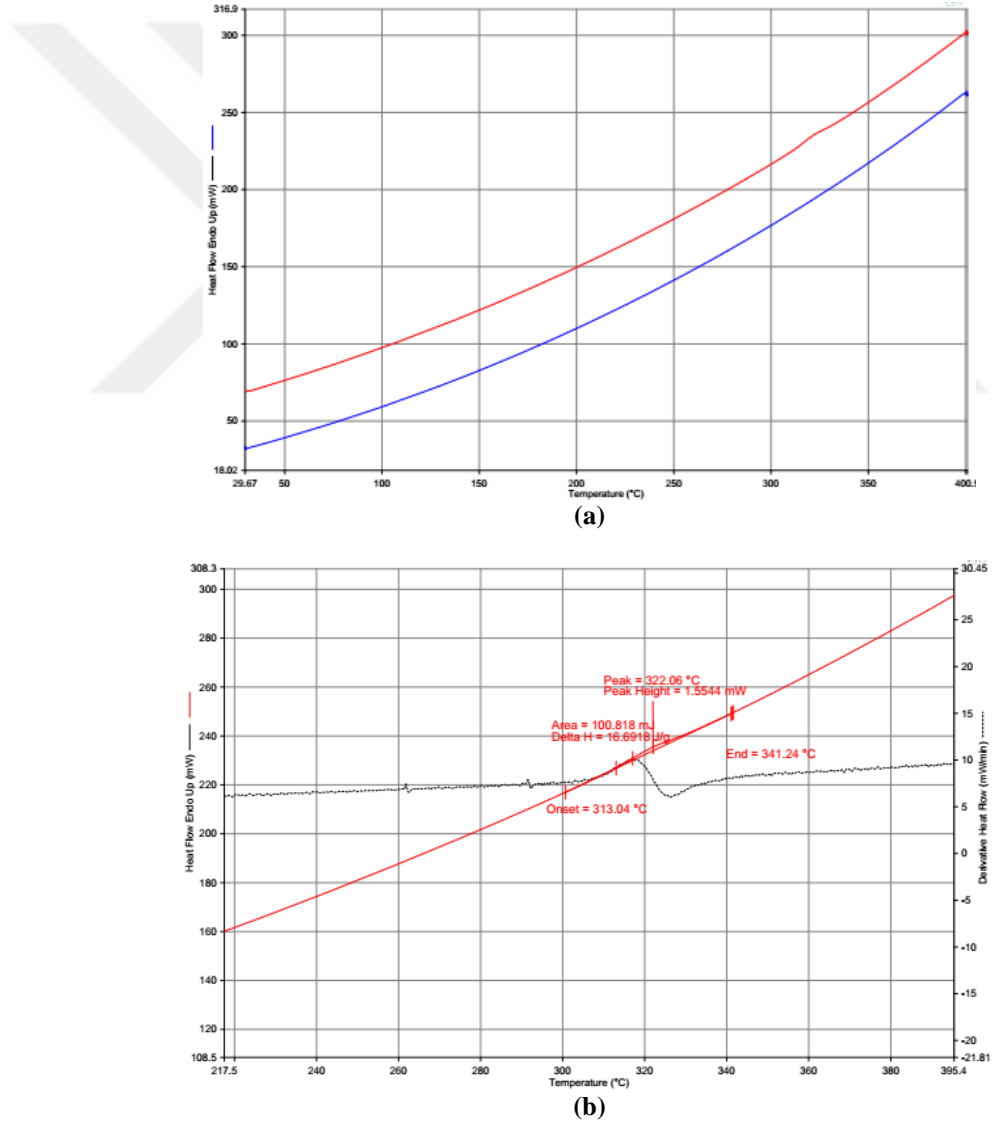
Şekil 3.26 NiMnSnB (A) alařımın DSC eğrisi



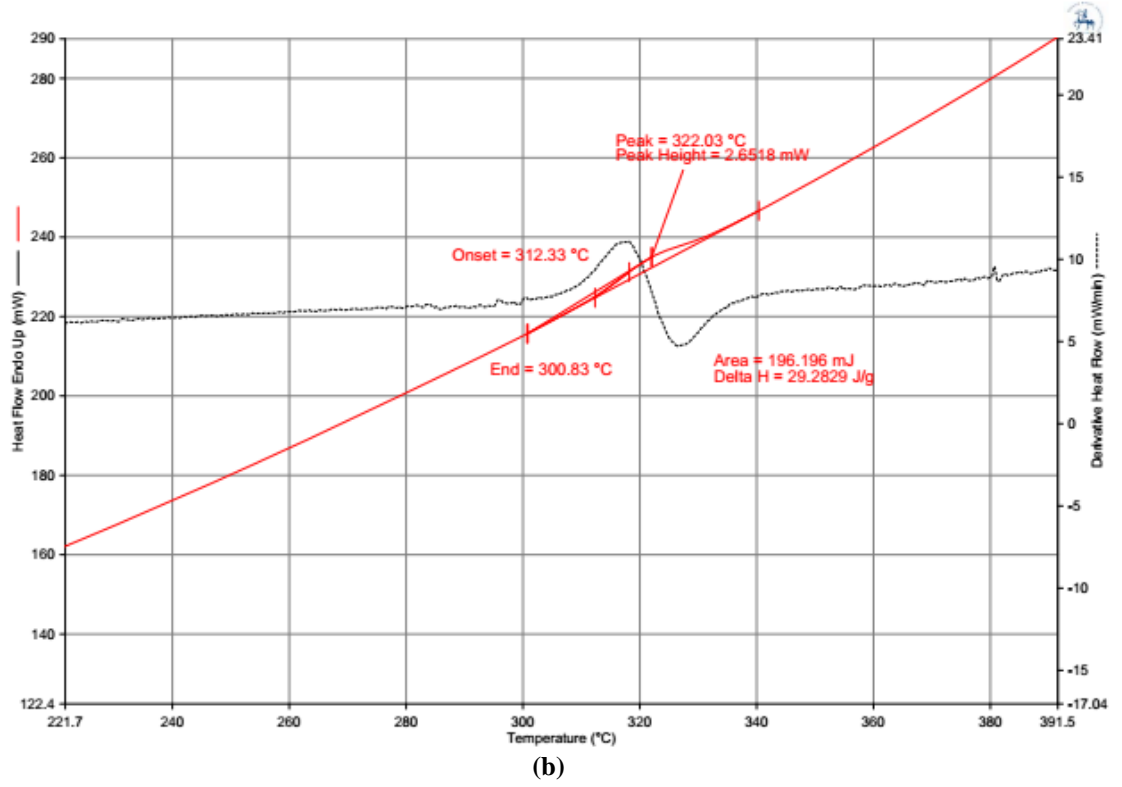
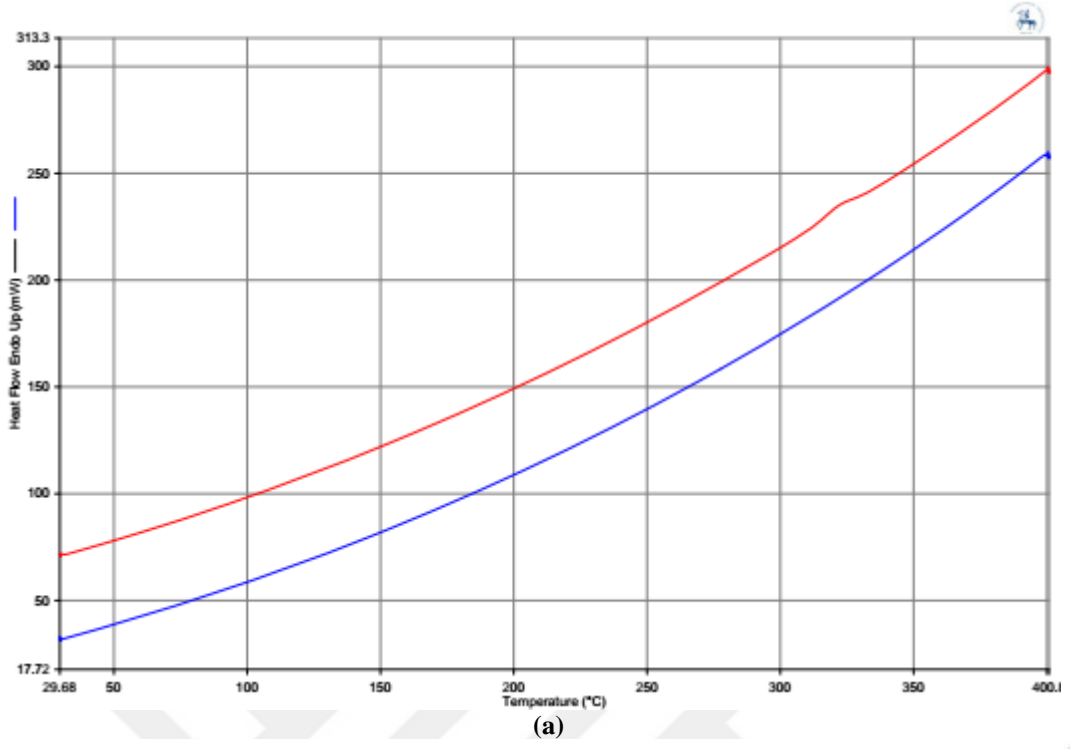
Şekil 3.27 NiMnSnB ince film alařımın (A-3) DSC eğrisi

Ark ergitme metoduyla elde edilen NiMnSnB alařımda östenit bařlangıç ve bitiş sıcaklıkları (Şekil 3.26) 82,91 °C ve 105,84 °C iken miknatıssal saçırma metoduyla ince film halinde elde edilen NiMnSnB alařımının martensit bařlangıç ve bitiş sıcaklıkları 325,40 °C ve 350,39 °C arasında bulunmuřtur (Şekil 3.27). Ancak ince film haline getirilmiř bu alařım tek yönlü bir faz dönüşümü sergilemiř ve kalıcı bir şekil hafıza özelliđi sergilemediđi gözlenmiřtir.

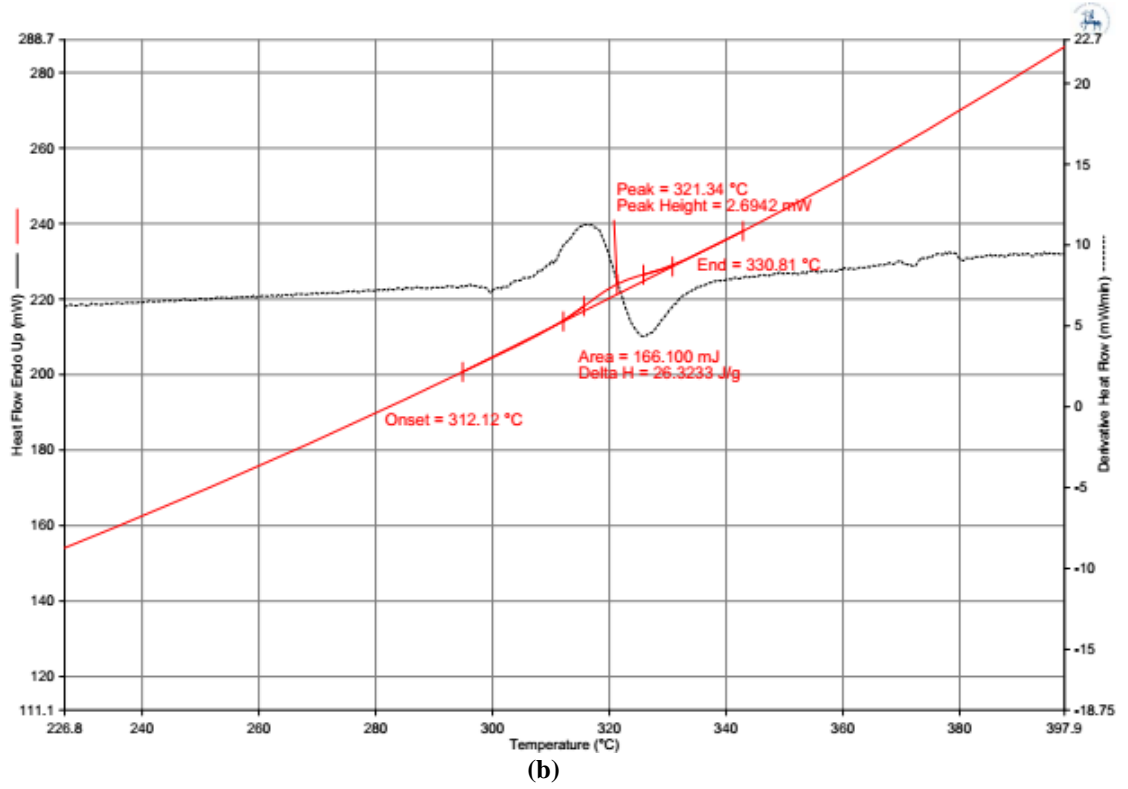
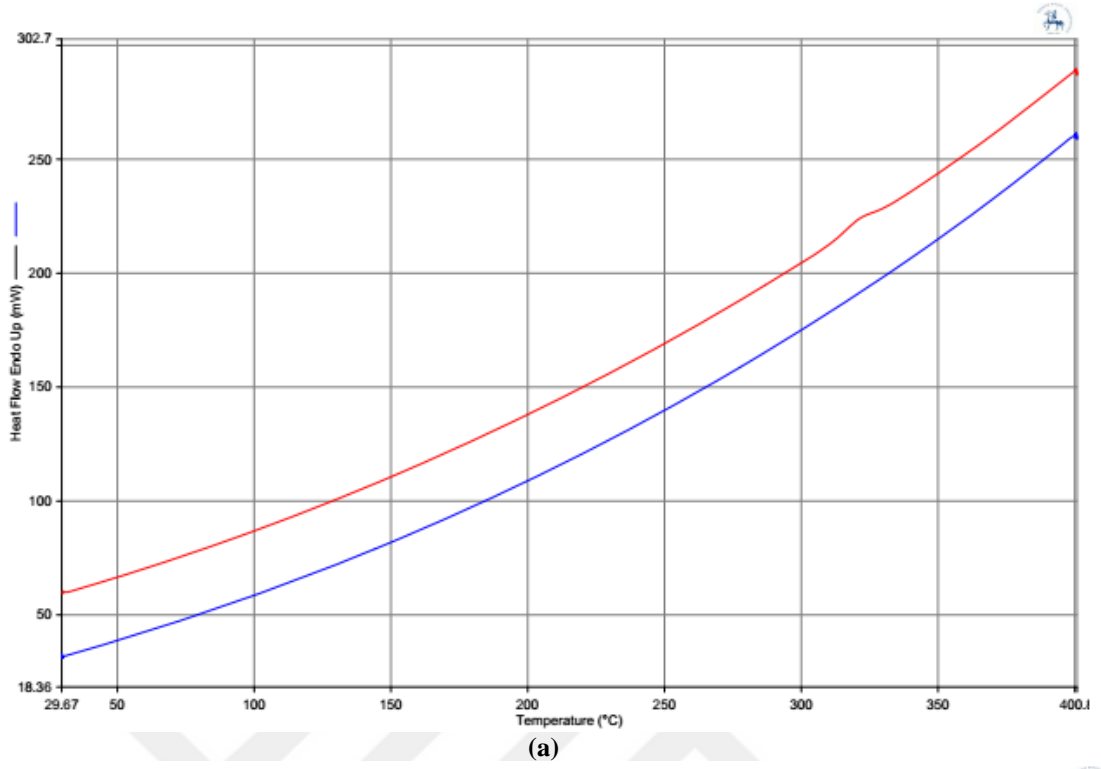
Şekil 3.28, 3.29 ve 3.30' da miknatıssal saçırma yöntemi ile farklı sürelerde üretilen ince film tabaka yapıların DSC eğrileri verilmiřtir.



Şekil 3.28 Miknatıssal saçırma yöntemi ile 60 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filminden (A-1) elde edilmiř tabaka yapıların (a) DSC eğrileri, (b) ısıtma adımımda alınan eğrinin türevi



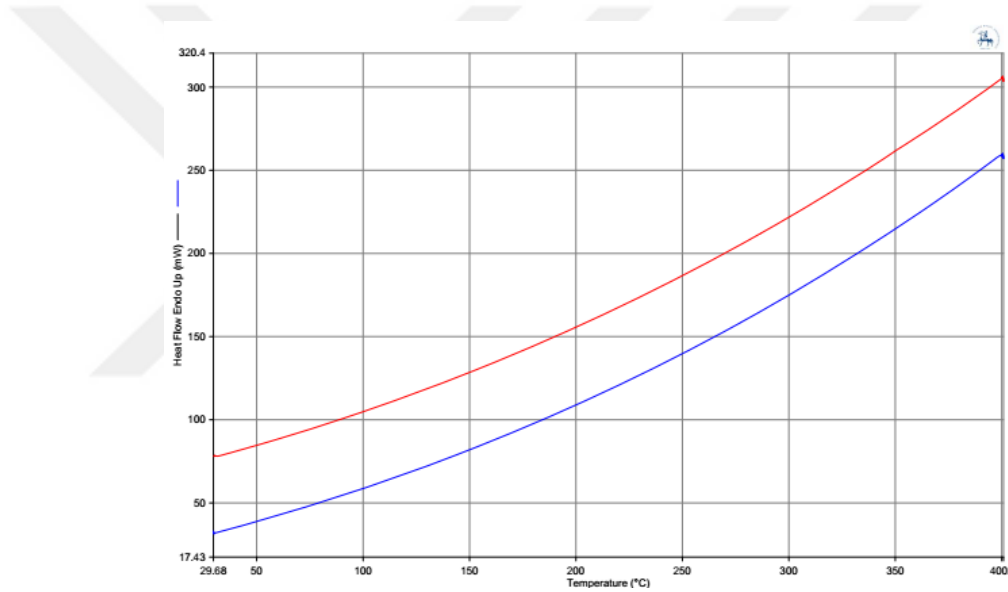
Şekil 3.29 Miknatıssal saçırma yöntemi ile 90 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filmde (A-2) elde edilmiş tabaka yapıların (a) DSC eğrileri; (b) ısıtma adımında alınan eğrinin türevi



Şekil 3.30 Miknatıssal saçırma yöntemi ile 120 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filminden (A-3) elde edilmiş tabaka yapıların (a) DSC eğrileri; (b) ısıtma adımında alınan eğrinin türevi

Mıknatıssal saçırma sistemi ile 40 Watt/80 Watt 30 sccm Ar gazı ortamında farklı sürelerde (60, 90, 120 dk.) üretilen ince filmlerden elde edilmiş olan tabaka yapıların DSC eğrilerinde faz dönüşümüne ait keskin pikler gözlenmemiştir. Elde edilen DSC eğrilerinde 60, 90 ve 120 dakikalık saçırma sonrası üretilen NiMnSnB tabaka yapıların her birinde $\sim 312^{\circ}\text{C}$ östenit başlangıç ve $\sim 340^{\circ}\text{C}$ östenit bitiş sıcaklıklarını gösteren hafif bir pik gözlenirken soğutma adımlarında martensit başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gözlenmemiştir (Şekil 3.28, 3.29 ve 3.30).

Şekil 3.31' de 400 ve 500°C sıcaklıkta 1 saat ısıl işlem sonrası dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek üzere yapılmış olan DSC eğrileri verilmiştir.

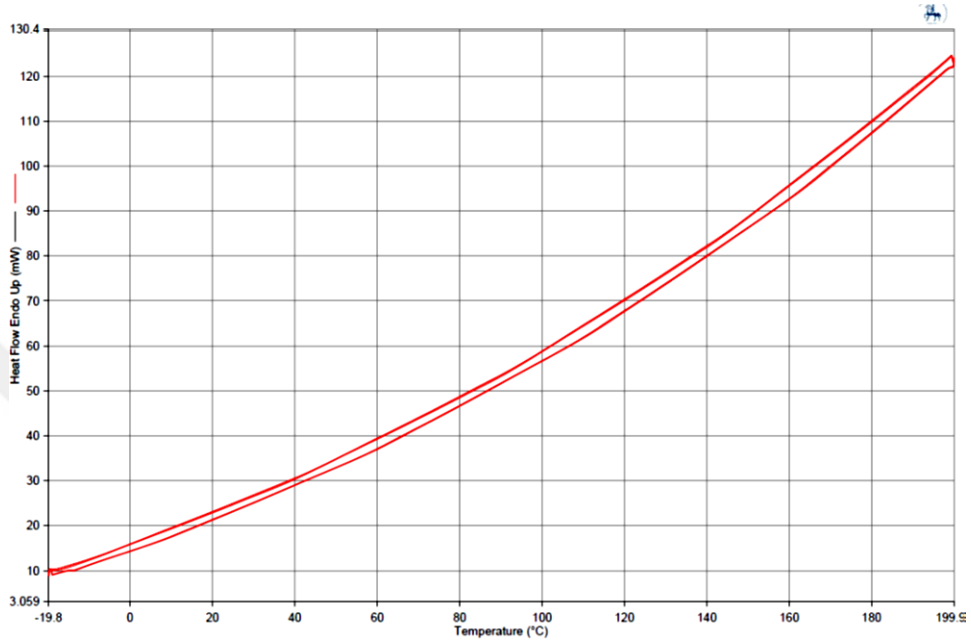


Şekil 3.31 Mıknatıssal saçırma yöntemi ile 60 (A-1), 90 (A-2) ve 120 dakika (A-3) süre ile üretilen NiMnSnB ince film tabaka yapıların 400 ve 500°C 1 saat ısıl işlemden sonra gösterdiği DSC eğrileri

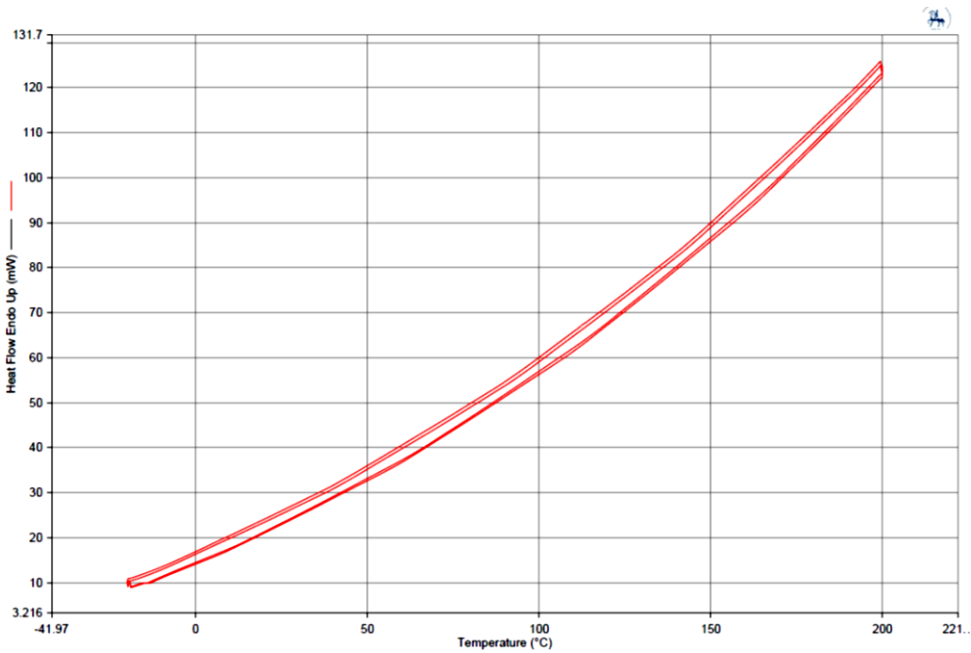
Isıl işlemin ince filmlerde faz dönüşüm etkisini gözlemlemek amacıyla 400 ve 500°C sıcaklıkta 1 saat ısıl işlem sonrası yapılan DSC analizlerinde ince filmlerde dönüşüm gözlenmemiştir (Şekil 3.31).

Boşlukların doldurulduğu hedef NiMnSnB (A) ile 80W, 30sccm Ar akış oranında çalışılarak 90 ve 120 dakika saçırma sürelerinde üretilen ince filmlerin DSC analizleri (-20 ile 200°C sıcaklık aralığında $10^{\circ}\text{C}/\text{dk}$. ısıtma soğutma oranı ile Azot ortamında) yapılmıştır ve sırasıyla Şekil 3.32 ve 3.33' de verilmiştir. 60 dakikalık ince filmler

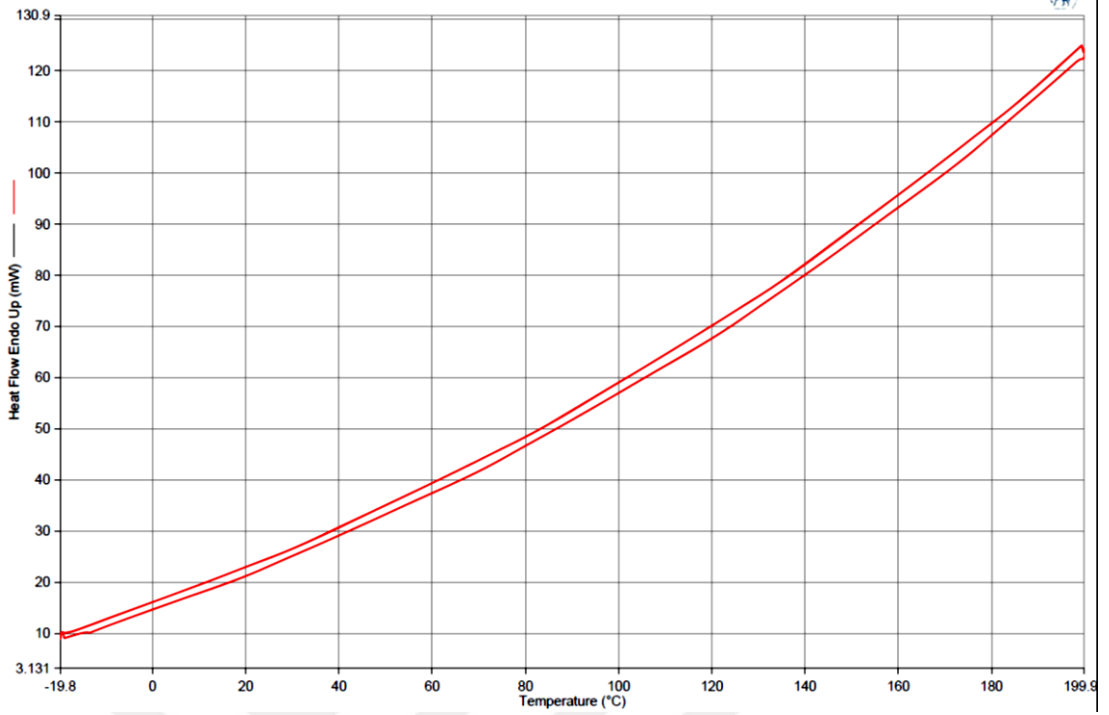
yüzeiden uzaklaştıramadığından incelenememiştir. DSC eğrileri incelendiğinde iki çevrimli olarak da yapılan ısıtma-soğutma aralıklarında ince filmlerde faz değişimini gösteren keskin piklerin varlığı görülmemiştir. Ancak alınan eğrilerde hafif dalgalanmalar olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.32 ve 3.33).



Şekil 3.32 80W, 30scm Ar akış oranında 90 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filmin DSC eğrisi



Şekil 3.33 80W, 30scm Ar akış oranında 120 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filmin DSC eğrisi

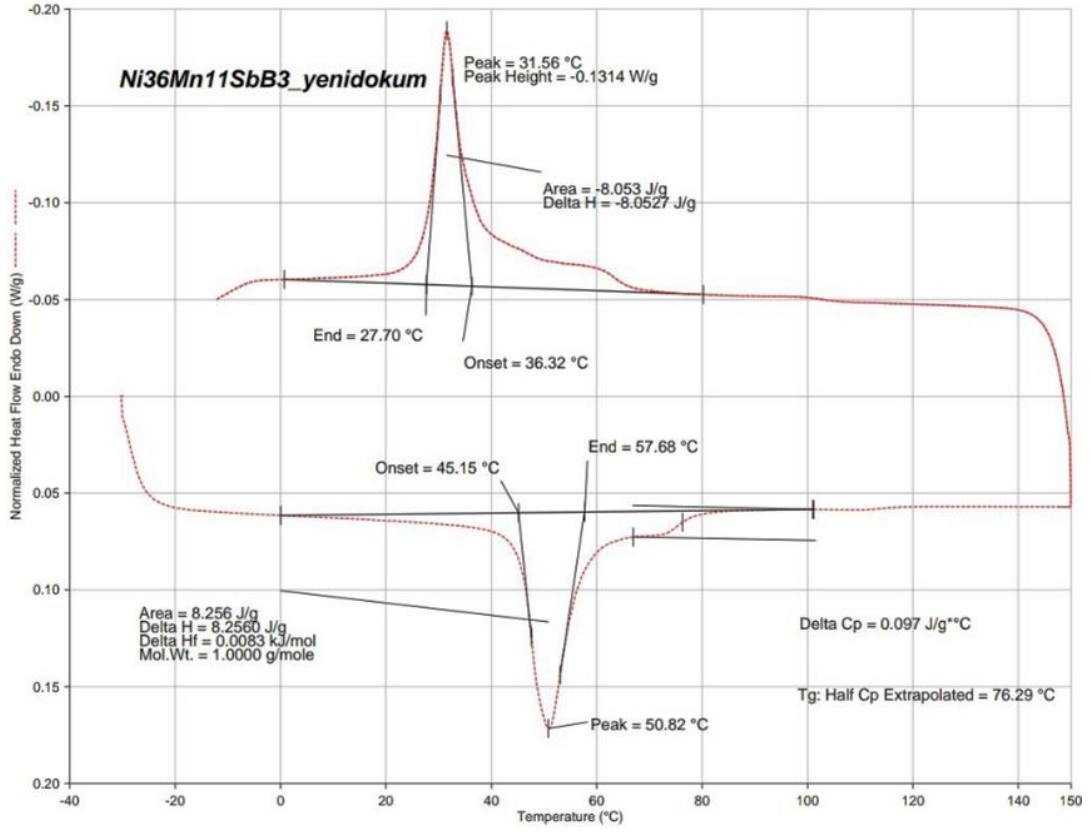


Şekil 3.34 80W, 30sccm Ar akış oranında 120 dakika süre ile üretilen NiMnSnB ince filmin ısıtma işlem sonrası (600°C, 60dk.) DSC eğrisi

80W, 30sccm Ar akış oranında çalışılarak 120 dakika saçırtma süresinde üretilen ince filmler, 600 °C’ de 1 saat ısıtma işlem sonrası DSC analizleri yapılmıştır (Şekil 3.34). DSC eğrisi incelendiğinde uygulanan ısıtma-soğutma aralıklarında ince filmlerde faz değişimini gösteren keskin piklerin varlığı görülmemiştir.

3.1.4.2. NiMnSbB Alaşım ve İnce Filmler

Ark ergitme sisteminde dökümü gerçekleştirilen (NiMnSbB-(B1)) alaşımın sergilediği dönüşüm sıcaklıklarını gösteren DSC eğrisi Şekil 3.35’ te verilmiştir.

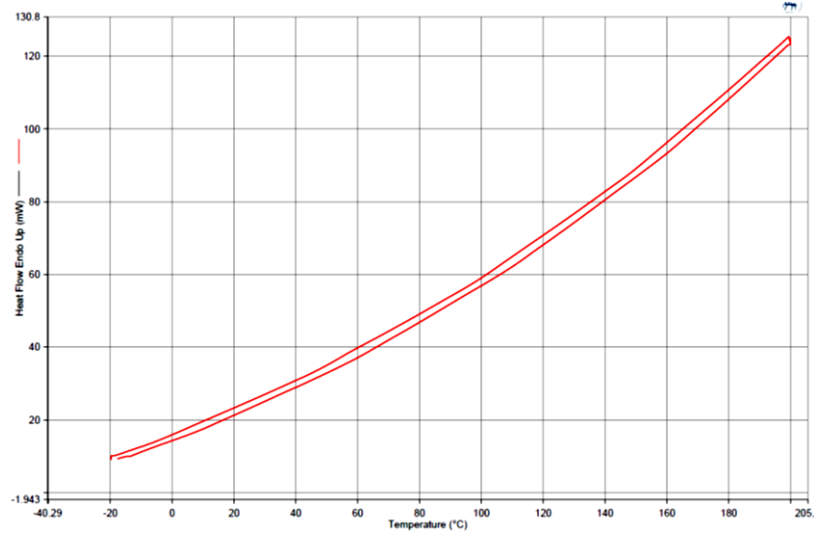


Şekil 3.35 NiMnSbB (B1) alaşımının DSC eğrisi

Analiz sonucuna göre elde edilen martensit başlangıç ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla 36,32 °C ve 27, 70 °C, östenit başlangıç ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla 45,15 °C ve 57, 68 °C olarak bulunmuştur.

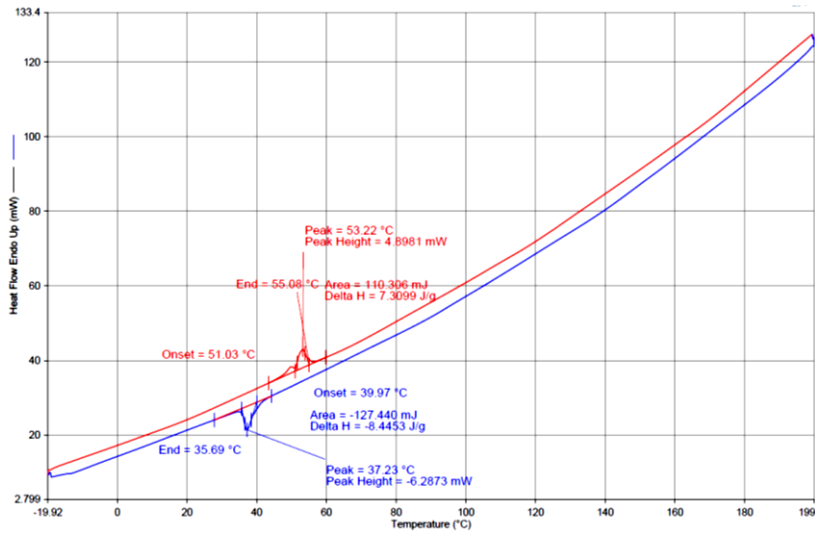
NiMnSnB alaşımının dönüşüm sıcaklıklarına nazaran daha düşük değerler elde edildiğinden bu alaşımın polimere farklı formlarda katkılanması için üretilen bu alaşımdan parçalar kesilerek toz (B1-T) ve parçacık (B1-P) üretimleri yapılmıştır.

Şekil 3.36' da bilyalı öğütücüde işlemten geçirilerek elde edilen NiMnSbB tozlardan alınan DSC grafiği görülmektedir. Mekanik işlem sırasında oluşan ısının toz halinde bu malzemenin dönüşüm sergileme özelliğini değiştirdiği söylenebilir.



Şekil 3.36 NiMnSbB toz (B1-T) alaşım malzemenin DSC grafiği

Şekil 3.35’de katı formda dönüşüm sergilediği görülen alaşım malzemenen kesilen parçaların agat havanda dövülmesi ile NiMnSbB parçacıklar (B1-P) (<125 µm) elde edilmiştir. Mekanik işlemlerin alaşımın faz dönüşümüne etkilerini irdelemek için DSC analizi yapılmış olup alınan sonuç Şekil 3.37’ de verilmiştir. DSC eğrilerine bakıldığında ısıtma ve soğutma adımlarının her ikisinde de katı formda alınan sıcaklık değerlerine yakın değerlerde faz dönüşümlerinin gerçekleştiği görülmektedir. Bu durumda şekil hafızalı alaşımların katkı malzemesi olarak değişik formlarda kullanımları öncesi yapılan işlemlerin önemli olduğu görülmektedir.



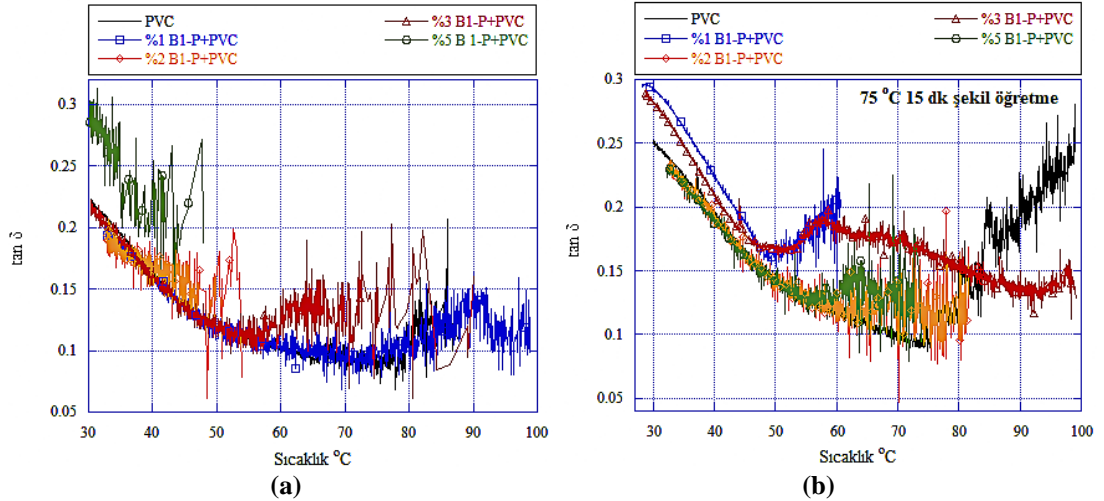
Şekil 3.37 Ni₅₀Mn₃₆Sb₁₁B₃ parçacık (B1-P) alaşım malzemenin DSC grafiği

3.2 Kompozit Yapıların Şekil Hafıza Özelliklerinin İncelenmesi

Bu tez kapsamında üretilen alaşımlardan elde edilen toz, parçacık ve ince filmler değişik oranlarda PVC, PU gibi polimerlere katılmıştır. Elde edilen kompozit yapıların şekil hafıza özelliklerinin belirlenmesindeki çalışmalar sırası ile, kompozitlerin dinamik mekanik özelliklerinin incelenmesi, şekil hafıza özelliklerinin değerlendirilmesi, deney parametrelerinin tam faktörlü analizi ve termal görüntüleridir.

3.2.1 Kompozit Yapıların Mekanik Özellikleri

% 1, 2, 3 ve 5 B1-P kodlu alaşım parçacıkların katıldığı PVC kompozit yapıların dinamik mekanik analizleri sonucu elde edilen sönümlenme kapasitelerine bakılmıştır. Kompozitlerde şekil öğretme çalışmalarının sönümlenme kapasitesine etkisinin incelenmesi için kompozit PVC filmler üretim sonrası (Şekil 3.38a) ve şekil öğretme çalışmaları sonrası (Şekil 3.38b) olacak şekilde dinamik mekanik analizleri yapılmıştır.

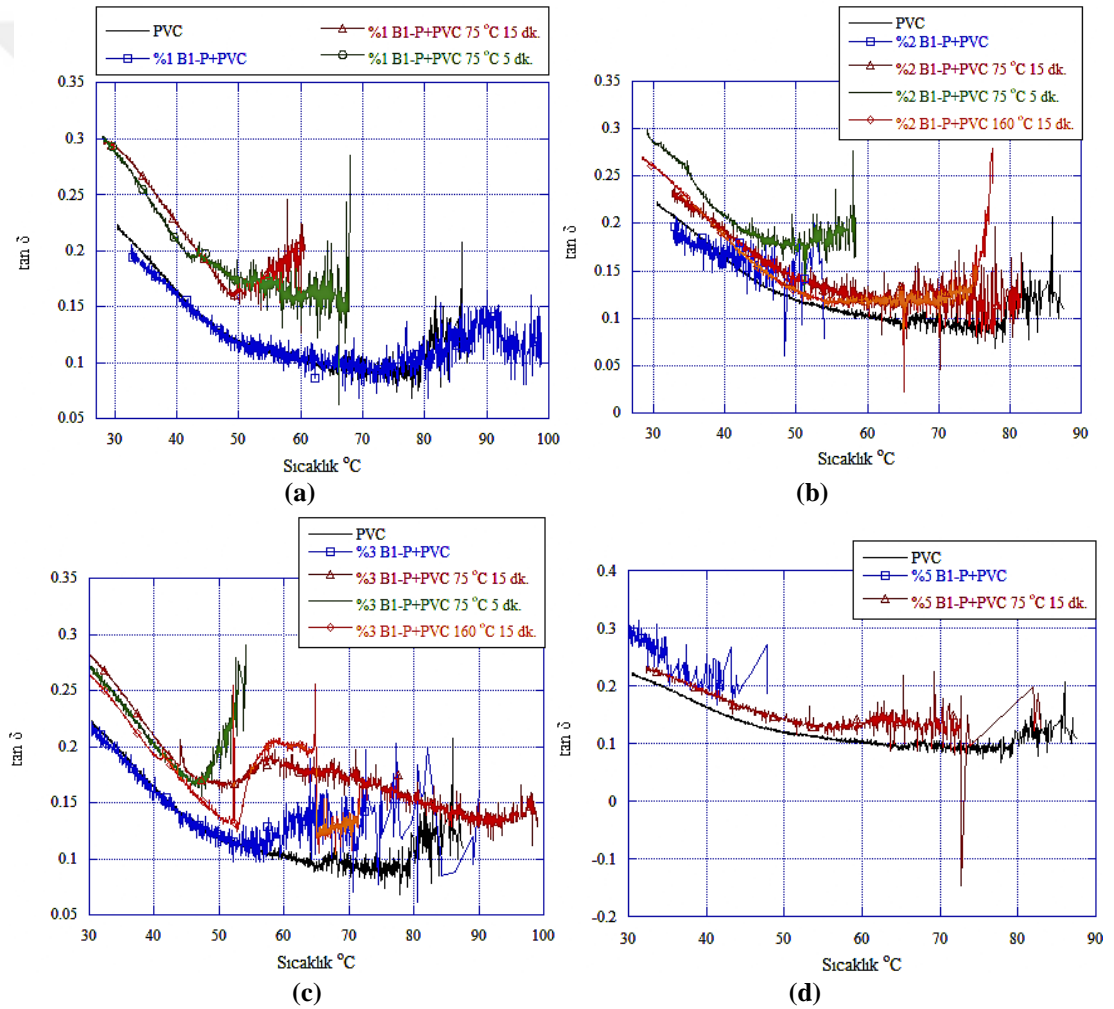


Şekil 3.38 PVC polimerine katkı parçacıkların oranları ve şekil öğretme çalışmalarına göre sönümlenme (damping) kapasitelerinin kıyaslanması (a) film üretimi sonrası; (b) şekil öğretme çalışması sonrası

Saf PVC ve kompozit PVC yapıların Tan δ değerleri kıyaslandığında alaşımın kompozitlerde sönümlenme kapasitesine etkisi olduğu gözlenmiştir. Özellikle Şekil

3.38b’ de görüldüğü üzere şekil öğretme çalışmaları sonrasında %3 katkı oranıyla elde edilen kompozit örnekte alaşımların, 48 °C’ de martensit durumdaki yapının östenite dönüşmesiyle sönümlenme etkisi üzerinde etkili olduğu anlaşılmaktadır (Raghavan ve diğer., 2010).

%1, 2, 3 ve 5 B1-P kodlu alaşım parçacıkların katkılı olduğu PVC kompozit yapılar katkı oranlarına göre kendi aralarında kıyaslanarak şekil öğretme süresi ve sıcaklığının sönümlenme üzerindeki etkilerine bakılmıştır. Şekil 3.39’ da kompozit yapıların Tan δ değerleri ve sıcaklık ilişkisine ait grafikler verilmiştir.



Şekil 3.39 PVC polimerine katkılanmış parçacıkların sönümlenme değerlerinin kıyaslanması (a) %1 katkı oranı; (b) %2 katkı oranı; (c) %3 katkı oranı; (d) %5 katkı oranı

Saf PVC ve kompozit PVC yapıların Tan δ değerleri kendi aralarında kıyaslandığında alaşımın kompozitlerde sönümlenme kapasitesine etkisi olduğu gözlenmiştir. Özellikle şekil öğretme çalışmaları sonrasında %3 katkı oranıyla elde edilen kompozitte 75 °C’ de 15 dakika şekil öğretme çalışması yapıldığında etkinin yüksek olduğu görülmüştür.

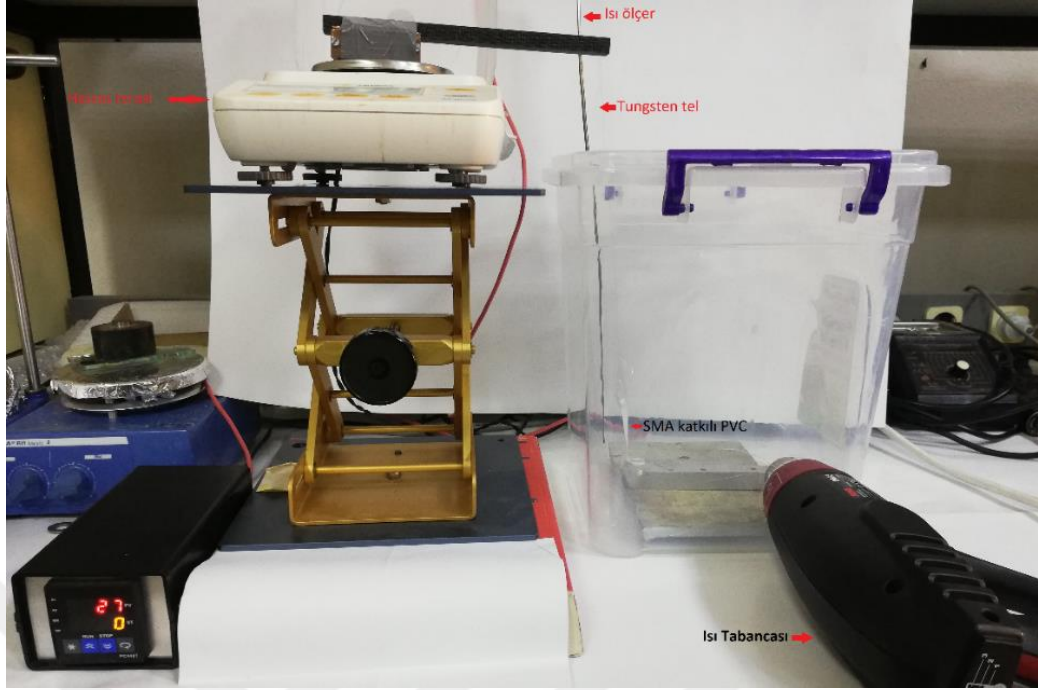
3.2.2 Kompozit Yapıların Şekil Hafıza Özellikleri

Üretilen alaşımların polimere katkılanmasıyla örneklerde sergiledikleri şekil hafıza etkisini gözlemek amacıyla yapılan çalışmalar kapsamında değişik formlarda kullanılacak alaşım malzemeler test edilmiştir. Bu nedenle ark ergitme ile dökümü gerçekleştirilen ve faz dönüşümü sergileyen alaşım malzemelerin (NiMnSbB (B1); toz (B1-T) ve parçacık (B1-P) formları ile daha önce üretilen NiMnSnB ince film telimsiler) PVC kaplama polimerine farklı oranlarda katkılanması üzerine çalışılmıştır.

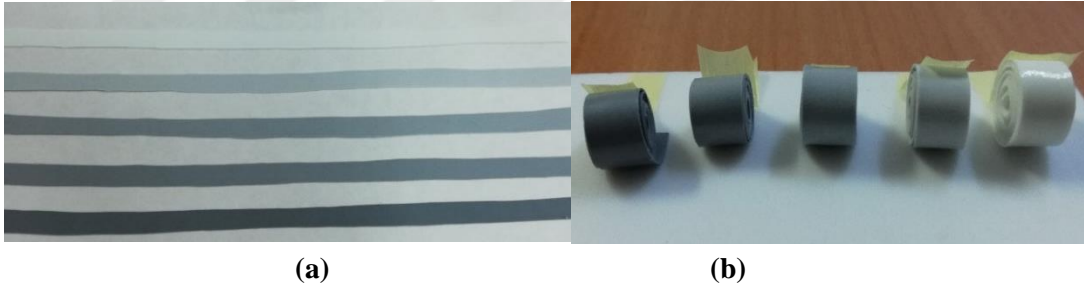
Birçok parametrenin değiştirilmesi ile geçici şeklin öğretilmesi amacıyla yapılan programlama adımı etkili olan bazı faktörler gözlenmiştir. En büyük sorun film kalınlığı ve katkı oranındaki artışa bağlı olarak PVC polimerinin kırılabilirliğinin artması ve şekil verilememesidir. Ayrıca şekil öğretme adımı uygulanan sıcaklığın ve sürenin artışı ile birçok örnekte kopmalar meydana geldiğinden ölçüm yapılamamıştır.

İlk olarak katkılanmış PVC polimerinde katkı oranına bağlı olarak şekil hafıza etkisini test etmek amacıyla Şekil 3.40’da görülmekte olan düzenek geliştirilmiştir. Çalışma prensibi şekil hafıza etkisinin sergilendiği sıcaklık aralığında öğretilen şekli korurken bir gerilim oluşması ve bağlanmış olduğu ağırlığı çekerek hassas terazide ağırlık değişimi göstermesi şeklindedir.

Şekil 3.40’da görülmekte olan düzenekte sağlıklı bir sonuç alabilmek amacıyla Şekil 3.41b’de görülen şekil verilerek birçok farklı numune hazırlanmış ve denemeler yapılmıştır (polimer film kurutma sıcaklığı 160°C 15 dk.).



Şekil 3.40 SMA katkılanmış polimerde şekil hafıza etkisini test etmek amacıyla geliştirilen düzenek (Kişisel arşiv, 2018)



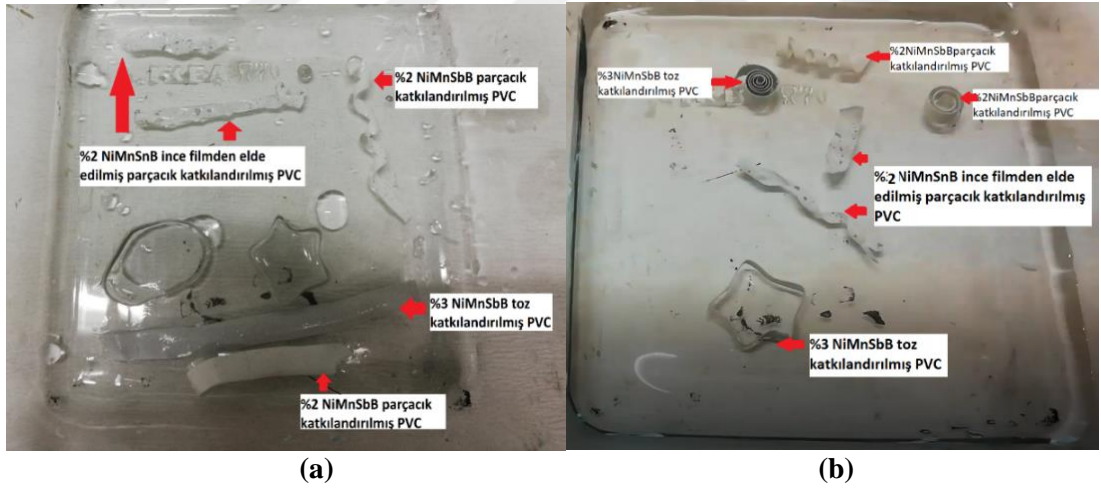
Şekil 3.41 (a) Yukarıdan aşağıya saf PVC, %1, 2, 3, 5, 10 toz NiMnSbB (B1-T) katkılandırılmış PVC filmler; (b) polimer film örneklerine verilen şekil (Kişisel arşiv, 2018)

En büyük sorun film kalınlığı ve katkı oranı artışı ile PVC polimerinin kırılabilirliğinin artışı ve filme şekil verilememesidir. Bu nedenle birçok örnekte kopmalar yaşanmış özellikle yüksek katkı oranları ile hazırlanmış örneklerde ölçüm yapılamamıştır. Bu düzenek ile ölçüm alınabilen örnekler için sıcaklığa bağlı ağırlık artışı grafiklerinden anlamlı sonuçlar çıkmamıştır. Yapılan denemelerde test edilen örneklerden elde edilen sonuçlara bakıldığında düzenekte sağlıklı sonuç almak için daha korunaklı bir ortam sağlanması gerektiği düşünülmektedir. Ağırlık değişimleri çok hassas olduğundan en küçük bir hava akımı veya ısı tabancasının çalışması

esnasında kabin içerisinde hava akımı oluşması alınan sonuçların kesinliğini etkilemektedir. Aynı zamanda alınan verilerden düzgün bir grafik çıkartılması için ısı ölçer ve terazinin datalogger'a bağlanması gerekmektedir.

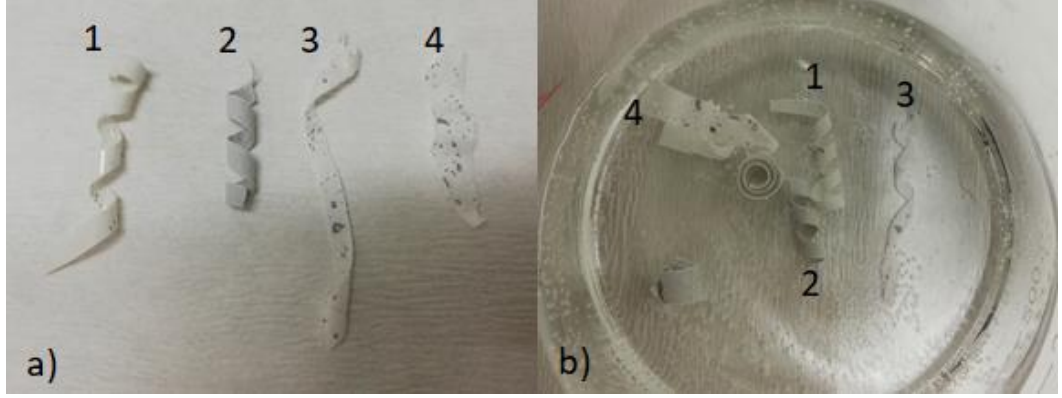
Bunun üzerine şekil hafıza etkisinin gözlenmesinde farklı sıcaklıklarda görüntüleri alınan örneklerde açı hesaplamaları veya boyutsal özellikler üzerine çeşitli çalışmalar yapılmıştır.

Elde edilmiş olan polimer filmlerden şeritler kesilerek çeşitli formlarda 80 °C (Af sıcaklığı üzerinde) sıcaklıkta 1 saat şekli hafızasına alması için işlem gördükten hemen sonra buzlu su (0-5 °C) içerisine alınarak 5 dk. bekletilmiştir. Yapılmış olan denemelere ait fotoğraflar Şekil 3.42 ve 3.43'de verilmiştir. Aynı zamanda şekil öğretme sıcaklıkları (80 ve 85 °C) ve süreleri (10, 15, 20 dk.); film kalınlıkları ve film kurutma sıcaklıkları ile ilgili denemeler de yapılmış olup her bir parametrenin şekil öğretmek için etkili olduğu gözlenmiştir.



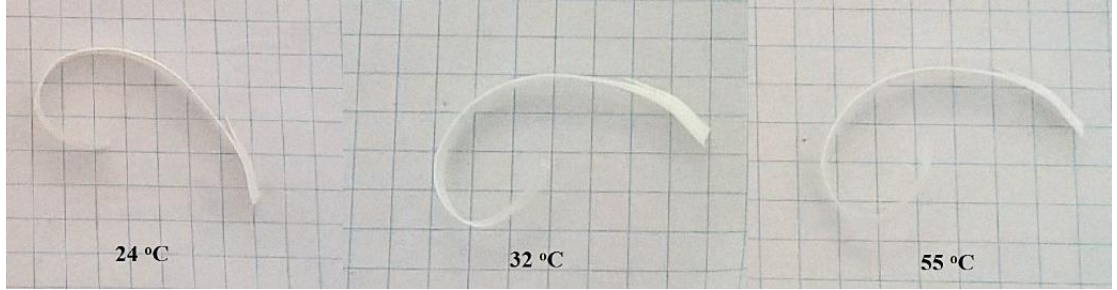
Şekil 3.42 Çeşitli formlarda 80°C (Tg sıcaklığı üzerinde) sıcaklıkta 1 saat şekil öğretme işlemi görmüş katkandırılmış polimer filmlerin (a) ortam koşullarında; (b) 40°C su içerisinde görüntüleri (Kişisel arşiv, 2018)

Şekil 3.43' de verilmiş olan örneklerden 1 ve 2 numaralı parçacık ve toz katkandırılmış örneklerin oda koşullarında da programlanmış olduğu geçici şekli koruduğu görülmektedir.



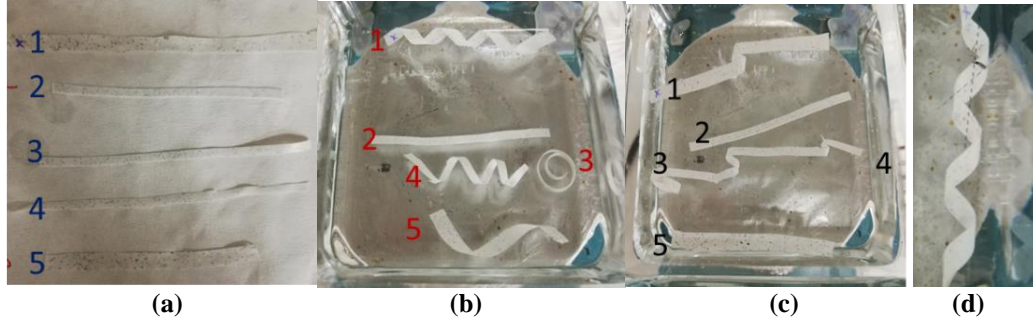
Şekil 3.43 Çeşitli formlarda 80°C (Tg sıcaklığı üzerinde) sıcaklıkta 1 saat şekil öğretme işlemi görmüş olan katkılandırılmış polimer filmlerin (a) ortam koşullarında; (b) 40°C su içerisindeki şekillerinin görüntüsü (Kişisel arşiv, 2018)

Karşılaştırma yapmak üzere alaşım parçacıkları katkılamaadan film halinde elde edilen PVC polimerine de aynı parametrelerde şekiller verilerek denemeler yapılmıştır. Fakat katkısız PVC polimerinin verilen şekli sıcaklık değişimlerine rağmen Şekil 3.44’de görüldüğü gibi daimi olarak koruduğu gözlenmiştir.



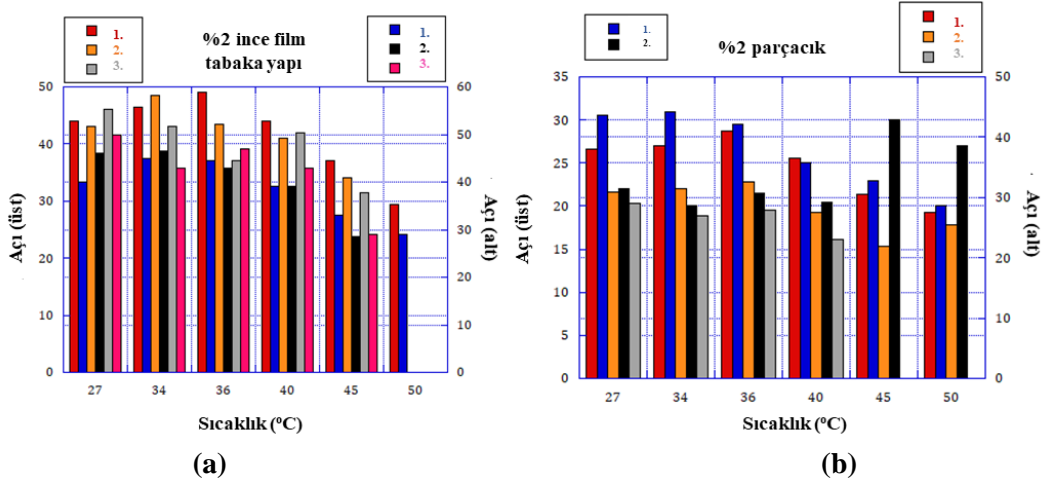
Şekil 3.44 Katkısız PVC polimer filmine verilen şekil sonrası sıcaklığa bağlı değişimlerin görüntüleri (Kişisel arşiv, 2018)

Şekil öğretme süresi değiştirilerek yapılan bir diğer denemede, oda sıcaklığındaki örnekler, cam çubuk etrafına sarılmış ve 80 °C, 10 dakika ısıtılma tabi tutulmuştur. Bu adımdan sonra örnekler, soğuk su (0-5 °C) içerisinde alınarak 5 dakika bekletilmiştir. 80°C, 10 dakika ısıtılma koşulu örneklerin geçici şeklini en iyi gözlemlediğimiz değerlerdir ve bu koşullarda şekil öğretilmiş olan örneklerin görüntüleri Şekil 3.45’de görülmektedir.



Şekil 3. 45 Sıcaklığa bağlı olarak örneklerde meydana gelen şekil değişimleri (a) oda sıcaklığı; (b) 27°C- 36°C aralığı; (c) 45- 50 °C aralığı; (d) ölçüm yapılan açı görseli (Kişisel arşiv, 2018)

Örneklerin oda sıcaklığında kalıcı (düz halde) şekillerinde buldukları, yapıdaki değişimi daha hızlı gözlemlemek amacıyla sıcak su içerisinde yapılan denemelerde 27°C- 36°C sıcaklık aralıklarında (Alaşımın martensit dönüşüm sıcaklıkları) geçici şekle yani helis şekline geldiği ancak sıcaklığın 50°C civarına gelmesi ile örneklerin kalıcı şekillerine geri döndükleri gözlenmiştir. Ayrıca bu örneklerin görüntü işleme programı ile açı ölçümleri yapılmış ve Şekil 3.45’ te 1 (%2 NiMnSnB ince film tabaka yapılı) ve 4 (%2 NiMnSbB parçacık katkılı) numaralı örneklerin sıcaklığa bağlı açı değerlerini içeren grafikler elde edilmiştir (Şekil 3.46).

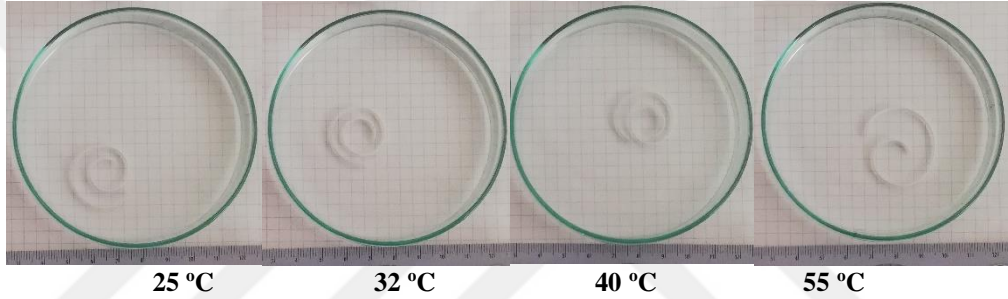


Şekil 3.46 Sıcaklığa bağlı açı değerleri grafikleri (a) %2 tabaka yapılı PVC (1 numaralı örnek); (b) %2 parçacık katkılı PVC (4 numaralı örnek)

1 numaralı örnek üst ve alttan 3 sarmallı iken 4 numaralı örnek üstten 2 sarmallı, alttan 3 sarmallı olduğu görülmektedir (Şekil 3.45). Sıcaklığa bağlı olarak bu

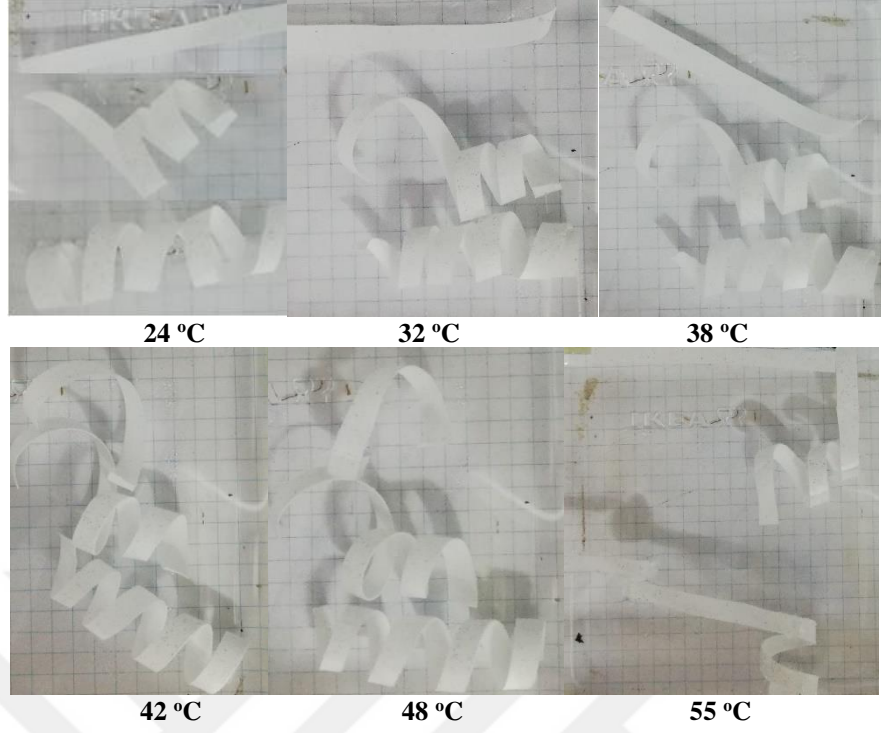
sarmallarda ölçülen açı değerleri değişiklik gösterdiği örneğin 45 °C' ye kadar mevcut sarmal sayısını koruduğu ancak sıcaklığın artmasıyla sarmalların bozulmaya başladığı ve örneğin düz forma yani kalıcı şekline dönmeye başladığı gözlenmiştir (Şekil 3.46).

PVC polimerine %2 oranında katılan NiMnSbB parçacıkları ve kompozit filmin 160 °C sıcaklıkta 15 dakika kurutma işlemi sonrasında şekil öğretme çalışmaları ve şekil geri kazanımındaki değişimler gözlenmiştir. Şekil öğretme çalışmaları; geçici şeklin spiral olduğu ve koşulların 80 °C suda 10 dakika işlem süresi ardından buzlu soğuk suda bekletme şeklinde yapılmıştır. Şekil 3.47'de sıcaklığı değişen su içerisindeki kompozit örneğin şekil değişimleri görülmektedir.

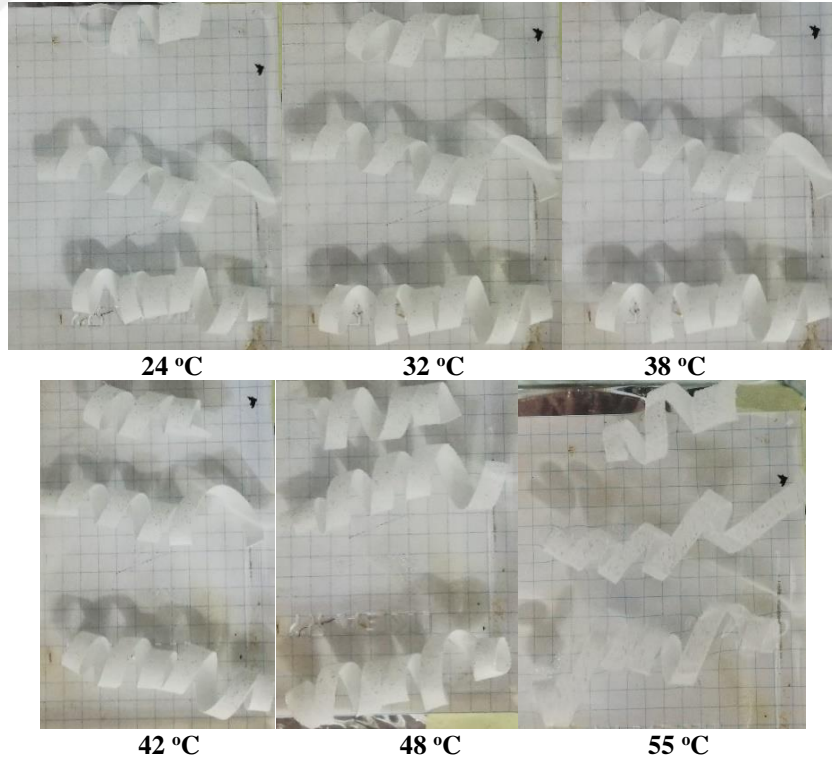


Şekil 3.47 %2 NiMnSbB parçacıklı PVC polimer kompozitinin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri (Kişisel arşiv, 2019)

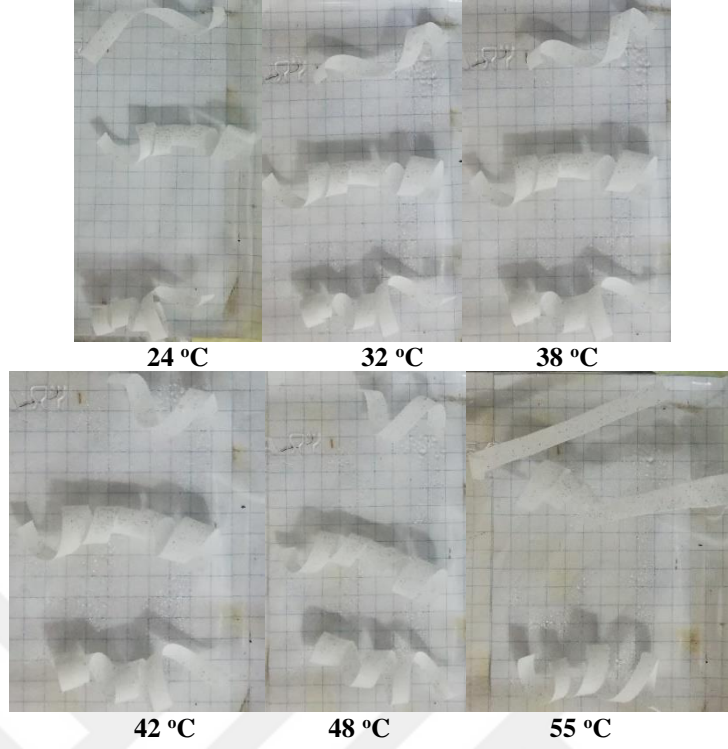
PVC polimerine %1, 2, 3 ve 5 oranında katılan NiMnSbB parçacıkları ve kompozit filmin 160 °C sıcaklıkta 15 dakika kurutma işlemi sonrasında şekil öğretme çalışmaları ve şekil geri kazanımındaki değişimler gözlenmiştir. %5'lik katkı oranı ile elde edilmiş PVC kompozit filmlerde şekil öğretme çalışmaları, katkı oranındaki artış ile polimerde meydana gelen kırılma nedeniyle yapılamadığından şekil geri kazanımları gözlenememiştir. Şekil öğretme çalışmaları; geçici şeklin spiral olduğu ve şekil öğretme sıcaklığının 75 °C' ye ayarlandığı su içerisinde 5, 10, ve 15 dakika olacak şekilde üç farklı işlem süresinin ardından buzlu soğuk suda bekletme şeklinde yapılmıştır. Şekil 3.48, 3.49 ve 3.50'de sırası ile %1, %2 ve %3 alaşım parçacıklı kompozit örneklerin farklı sıcaklıklarda sergilediği davranışlara ilişkin görüntüler yer almaktadır ve ayrıca her bir görüntü yukarıdan aşağı doğru 5, 10, ve 15 dakika şekil öğretme süresine göre yerleştirilmiştir.



Şekil 3.48 %1 NiMnSbB parçacık katkılı PVC polimer kompozitlerin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri (Kişisel arşiv, 2019)

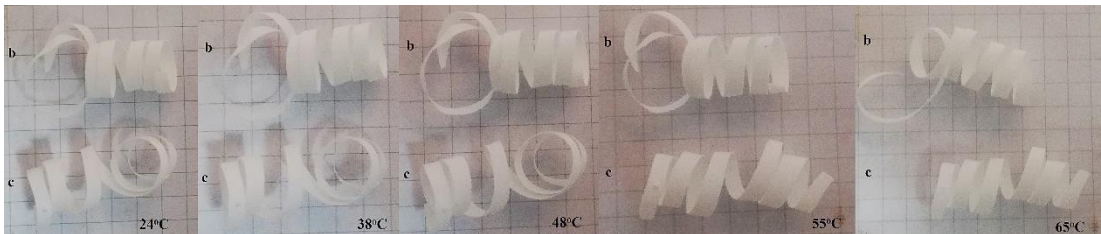


Şekil 3.49 %2 NiMnSbB parçacık katkılı PVC polimer kompozitlerin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri (Kişisel arşiv, 2019)



Şekil 3.50 %3 NiMnSbB parçacık katkılı PVC polimer kompozitlerin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri (Kişisel arşiv, 2019)

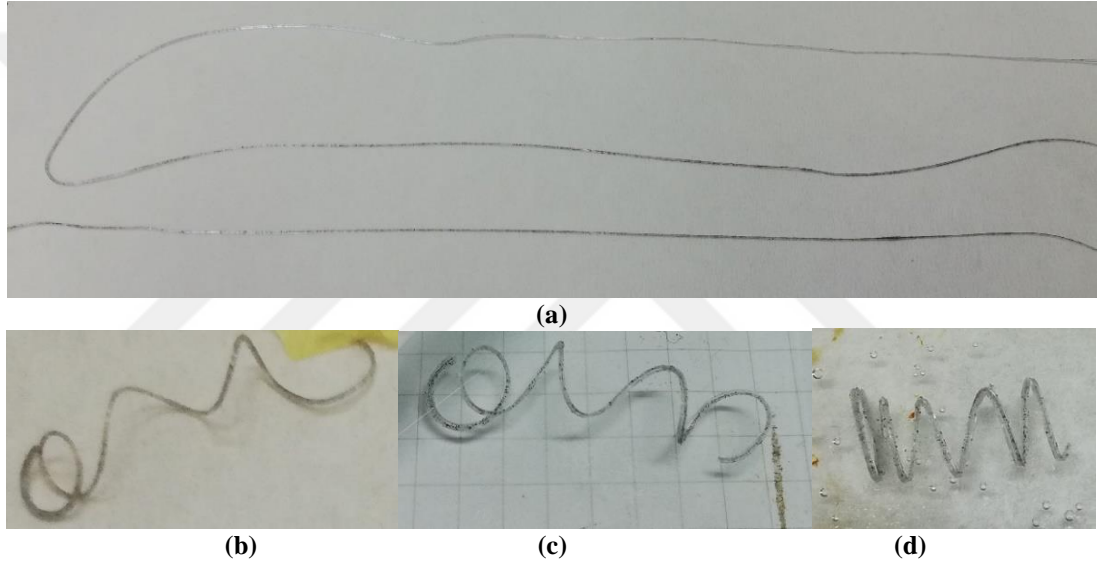
Şekil 3.48 ve Şekil 3.50’de görüldüğü üzere şekil öğretme çalışmalarında işlem süresi önem taşımaktadır. 10 ve 15 dakikalık şekil öğretme sürelerine ait örneklerde geçici şeklin sergilenmesinde işlem süresinin etkili olduğu görülmektedir. Sıcaklık artışına bağlı olarak, östenit başlangıç sıcaklığına yaklaşıldığında örneklerin kalıcı şekillerine yani düz yapıya dönmeye başladığı görülmüştür. Şekil 3.51’ de her bir görüntü yukarıdan aşağı 10 ve 15 dakika şekil öğretme sürelerine ait saf PVC polimer filmlerine ait örnekleri içermektedir.



Şekil 3.51 Saf PVC polimer filmlerin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri (Kişisel arşiv, 2019)

Şekil 3.48, 3.49 ve 3.50’ de yer alan kompozit örneklerle aynı koşullarda şekil öğretilmiş saf PVC polimer filmlerin sıcaklığa bağlı şekil değişimleri (Şekil 3.51) incelendiğinde, alaşım katkılı örneklerde gözlemlenenin aksine geçici şeklin yüksek sıcaklıklara kadar korunduğu yani şekil hafıza etkisi sergilemediği anlaşılmıştır.

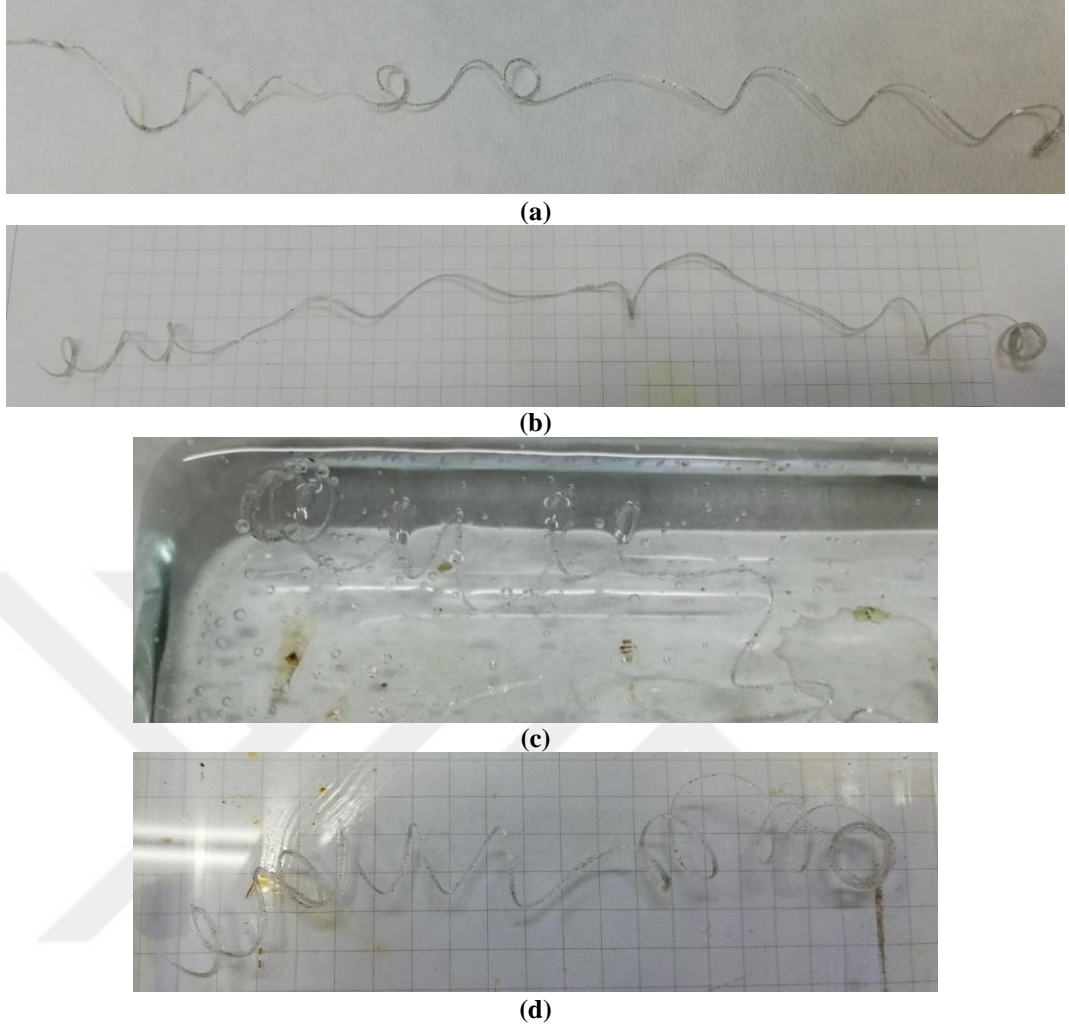
PVC polimeri ile elde edilen kompozit filmlerin yanı sıra prototip olarak az miktarda polimerin eritilmesi ile lif formunda kompozit yapıların eldesi üzerine çalışmalar yapılmıştır. Şekil 3.52, 3.53 ve 3.54’te elde edilen lif yapıları ve sıcaklığa bağlı sergiledikleri şekil değişimlerini gösteren görüntüler verilmiştir.



Şekil 3.52 NiMnSbB (B1-P) katkılı PU lif (a) orijinal şekil (b) şekil öğretilmiş; (c) 40°C su içerisinde; (d) 50°C su içerisinde (Kişisel arşiv, 2019)

Şekil 3.52’de orijinal üretim şekli düz olan B1-P kodlu alaşım katkılı PU lifin, 80°C sıcaklıkta 5 dakika geçici spiral şekil öğretim çalışmaları sonrasında sergilediği şekil değişimleri gözlenmiştir. Örnek sıcaklık değeri 50 °C ‘ye yaklaştıkça öğrendiği şekli daha iyi sergilemiş sıcaklık artışıyla şekilde bozulmalar yaşanmıştır.

Şekil 3.53’te orijinal üretim şekli spiral olan B1-P kodlu alaşım katkılanmış PU lifin sıcaklık değişimine gösterdiği tepkilerin gözlemlendiği görüntüler verilmiştir.



Şekil 3.53 NiMnSbB (B1-P) katkılı PU lifi sıcaklığa bağlı şekil değişimleri; (a) orijinal şekil; (b) 25 °C ortam koşullarında; (c) 50°C su içerisinde; (d) 65°C su içerisinde (Kişisel arşiv, 2019)

Şekil 3.53' te orijinal üretim şekli spiral olan katkılı PU lifin oda koşullarında şekli korumadığını, NiMnSbB alaşımın östenit bitiş sıcaklığı üzerindeki sıcaklıkta (65°C) spiral şeklini geri kazandığı görülmüştür.

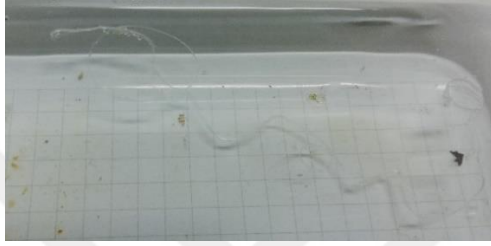
Karşılaştırma yapmak üzere alaşım parçacıkları katkılamaadan lif formunda elde edilen PU polimerine de aynı parametrelerde aynı şekiller verilerek denemeler yapılmıştır. Fakat katkısız PU örneğinde verilen şeklin sıcaklık değişimlerine rağmen Şekil 3.54' te görüldüğü gibi geri dönüş şeklinde bir dönüşüm sergilememiştir ancak yapısal olarak aldığı şekli koruduğu gözlenmiştir.



(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 3.54 Katkısız PU sıcaklığa bağlı sergilediği şekil (a) üretim şekli; (b) 25 °C ortam koşullarında; (c) 50°C su içerisinde; (d) 65°C su içerisinde (Kişisel arşiv, 2019)

Ayrıca çalışmalar kapsamında PU ve PVC polimerleri ile pamuklu kumaş üzerine kaplamalar yapılmış olup örneklerden alınan görüntüler Şekil 3.55' te verilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 3.55 Pamuklu kumaş üzerine yapılan kaplamalar (a) PVC; (b) PU (Kişisel arşiv, 2019)

Şekil 3.55’te görülen pamuklu kumaş üzerine yapılan kaplamalar soldan sağa doğru sırası ile saf polimer, %1, %3 ve %5 alaşım parçacık (B1-P) katkılandırılmış polimer kaplamaların görüntülerini içermektedir. Örneklere yapılan şekil hafıza işlemlerinde etkili sonuçlar gözlenmemiş olup termal kamera ile görüntüleri alınarak kumaş üzerindeki ısı dağılımına alaşım parçacıkların etkisi incelenmiştir.

3.2.3 Deneylerin Tam Faktörlü Tasarımı

Tam faktörlü varyans analizi yöntemi (ANOVA) kullanılarak deney sonuçlarında hangi parametrelerin ne kadar etkin olduğu konusunda bir çalışma gerçekleştirilmiştir. Buna göre seçilen deney tasarımında kullanılan parametreler (faktörler: sıcaklık, katkı oranı, ortam ve süre) ve seçilen seviyeler Tablo 3.8’de gösterilmiştir. Design Expert 12 yazılımı kullanılarak her bir faktörün sonuçlar üzerindeki etkinliği belirlenmiştir ve ANOVA tabloları bu yazılım ile oluşturulmuştur. Deneysel tasarım teorisine uygun olarak hazırlanan 100 farklı deney tipi ve edinilen deneysel sonuçlar EK-3’te verilmiştir. Deney sonuçlarında SHE özelliği gösteren malzemeler “1” olarak, SHE özelliği göstermeyenler ise “0” olarak sonuçlara aktarılmıştır.

Tablo 3.8 Deney tasarımında seçilen parametreler ve seviyeleri

İsim (Faktörler)	Birimler	Seviyeler	S[1]	S[2]	S[3]	S[4]	S[5]
Sıcaklık	°C	5	55	65	75	85	100
Katkı Oranı	%	5	1	2	3	5	10
Ortam		2	Etüv	Su			
Süre	dk.	2	10	15			

Sonuçlar için hazırlanan ANOVA Tablo 3.9’ da gösterilmiştir. Standart sapma 0,218 ve R^2 değeri 0,8776’ dır. 13,11 model F değeri, modelin anlamlı olduğunu gösterir. Bu büyüklükteki F değerinin gürültüden kaynaklanma olasılığı yalnızca %0,01’ dir. 0,05’ ten küçük P değerleri, model terimlerinin anlamlı olduğunu gösterir. Bu durumda A, B, C, D, AC, AD, CD, ACD, BCD önemli model terimleridir. 0,1’ den büyük değerler model terimlerinin önemli olmadığını gösterir. Buna göre sıcaklık, ortam ve süre sonuçlar üzerinde en yüksek etkiye sahiptir. Ayrıca sıcaklık-ortam,

sıcaklık-süre ve sıcaklık-süre-ortam birliktelikleri de sonuçlar üzerinde aynı oranda etkilidir.

Tablo 3.9 Sonuçlar için hazırlanan ANOVA Tablosu

Kaynak	Karelerin Toplamı	df	Karelerin Ortalaması	F-değeri	p-değeri
Model	21,80	35	0,6229	13,11	<0,0001
A-Sıcaklık	1,84	4	0,4600	9,68	<0,0001
B-Katkı Oranı	1,24	4	0,3100	6,53	0,0002
C-Ortam	5,76	1	5,76	121,26	<0,0001
D-Süre	2,56	1	2,56	53,89	<0,0001
AC	1,44	4	0,3600	7,58	<0,0001
AD	5,64	4	1,41	29,68	<0,0001
BC	0,0400	4	0,0100	0,2105	0,9317
BD	0,0400	4	0,0100	0,2105	0,9317
CD	0,3600	1	0,3600	7,58	0,0077
ACD	1,64	4	0,4100	8,63	<0,0001
BCD	1,24	4	0,3100	6,53	0,0002
Artık	3,04	64	0,0475		
Toplam	24,84	99			

Şekil 3.56' da tüm faktörlerin etkisinin görüldüğü 3 boyutlu grafik verilmiştir. Buna göre sonuçlar optimize edildiğinde 75°C sıcaklık ve %3 katkı oranında ortam tipi ve süre fark etmeksizin en iyi sonuçlar alındığını göstermektedir.

3 Boyutlu Yüzey

R1

● Tasarım Noktaları

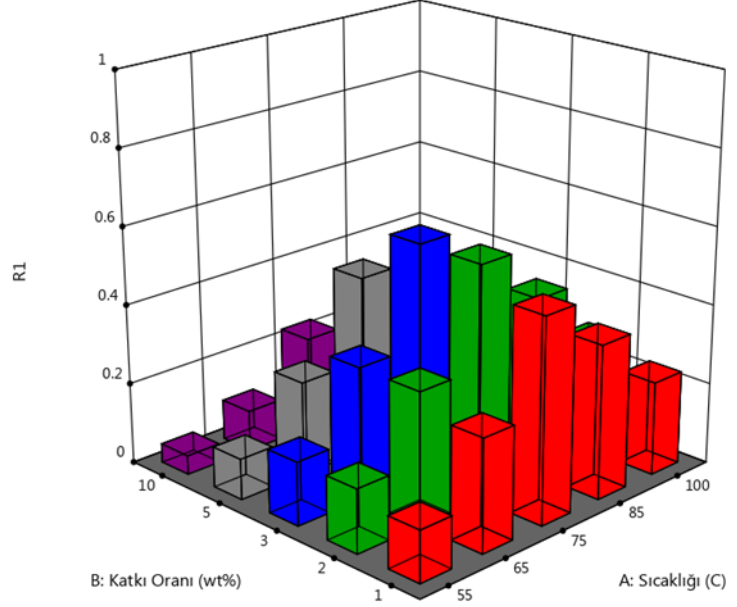
X1=A

X2=B

Gerçek Faktörler:

C= Ortalama Üstü

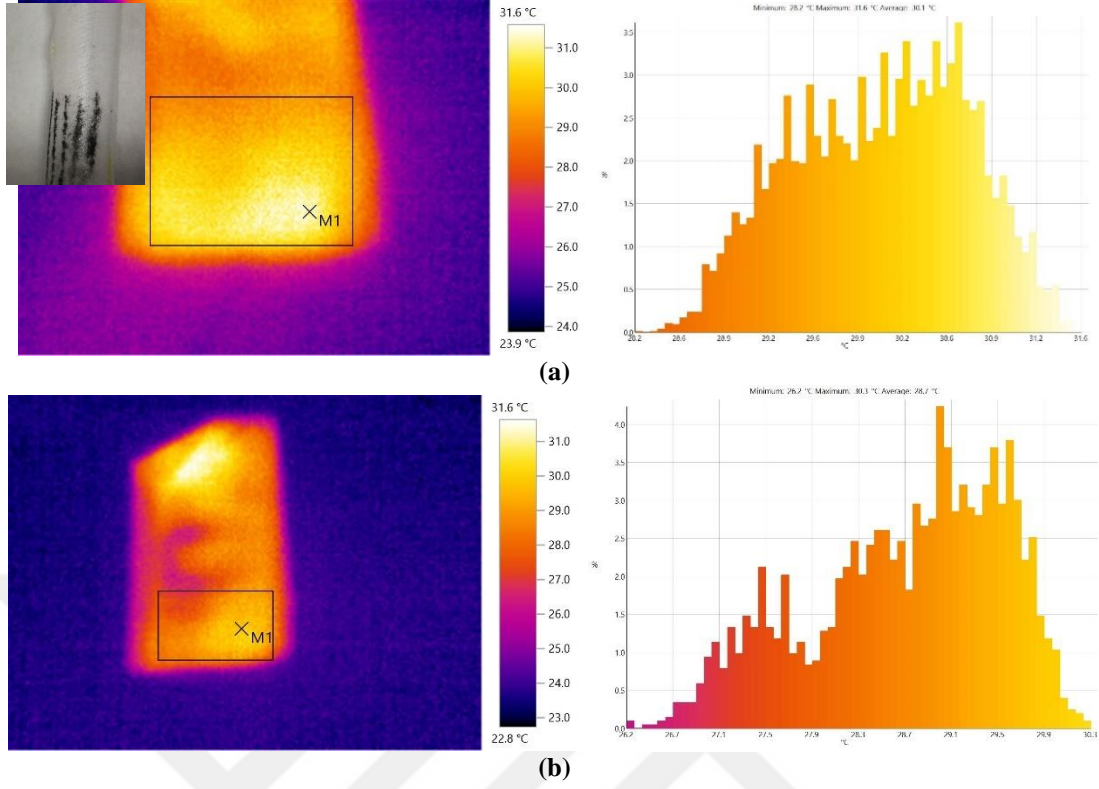
D= Ortalama Üstü



Şekil 3.56 Tüm faktörlerin etkisi 3 boyutlu grafiği

3.2.4 Kompozit Yapıların Termal Görüntüleri

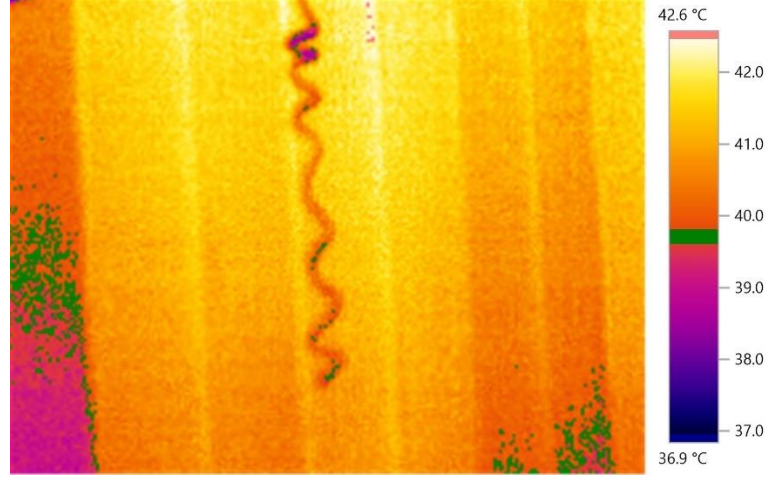
Alaşım katkılı polimer örnekler üzerindeki ısı dağılımı görüntüleme amacıyla Testo 741 markalı termal kamera kullanılmıştır. Şeki 3.57' de pamuklu dokuma kumaş üzerine %5 oranında NiMnSbB parçacıkların katkılı olduğu PU kaplamaya ait ısı dağılımı verilmiştir.



Şekil 3.57 Pamuklu kumaşa %5 NiMnSbB parçacık katkılı PU kaplama (a) ısı uygulama anı; (b) 2 dk. sonrası (Kişisel arşiv, 2019)

Örneklerde B1-P alaşım parçacıklarının bulunduğu alanlarda gözlenen sıcaklığın kumaşın yüzeyindeki en yüksek değere sahip olduğu gözlenmiştir. Alaşımların yapıda tuttuğu sıcaklık değerinin sıcak etkeni ortadan kaldırıldığında hızla azaldığı Şekil 3.55b’ de görülmektedir.

Şekil 3.58’de B1-P katkılı PU lifte gözlenen sıcaklık dağılımına ait termal görüntü verilmiştir.



Şekil 3. 58 NiMnSbB (B1-P) katkılı PU lifi üzerinde sıcaklık dağılımı (Kişisel arşiv, 2019)

Örnek üzerinde termal dağılıma bakıldığında B1-P alaşım parçacıklarının bulunduğu alanlarda yüksek sıcaklık değerleri gözlenmiştir.

Katkısız polimer örneklerle kıyaslandığında alaşım parçacıklarının genellikle yapıda daha yüksek sıcaklık dağılımının oluşmasında yardımcı olduğu gözlenmiştir. Ancak alaşımların bu etkisi ısı etken uzaklaştırıldığında örneklerde soğumanın da hızla gerçekleşmesine neden olmaktadır.

BÖLÜM DÖRT

SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında şekil hafızalı alaşımların tekstil yapılarına katkılanması amaçlanmış olup tekstil yapılarında yaygın olarak kullanılan NiTi alaşımların haricinde farklı oranlarda ve çeşitli elementlerden oluşan NiMn esaslı alaşımlar elde edilmiştir. Bu alaşımların karışımları atomik yüzdeye göre hazırlanmış olup $Ni_{50}Mn_{37}Sn_{10}B_3$, $Ni_{50}Mn_{36}Sb_{11}B_3$ ve $Ni_{50}Ti_{50}$ (0,1g B)'dir.

Bu alaşımların elde edilmesinde kullanılan yöntemler; vakumlu ark ergitme, indüksiyon fırın sistemleri ve mıknatıssal saçtırma sistemidir. Bu alaşımlardan vakumlu ark ergitme sisteminde üretilen alaşımlarda dönüşüm sıcaklıkları gözlenmiştir. $Ni_{50}Mn_{37}Sn_{10}B_3$ (A) alaşımın östenit başlangıç sıcaklığı 82,91, bitiş sıcaklığı 105,84; martensit başlangıç sıcaklığı 91,06, bitiş sıcaklığı 68,31 olup şekil hafıza özelliği gösterdiği tespit edilmiştir. $Ni_{50}Mn_{36}Sb_{11}B_3$ (B1) alaşımın östenit başlangıç sıcaklığı 45,15, bitiş sıcaklığı 57,68; martensit başlangıç sıcaklığı 36,32, bitiş sıcaklığı 27,70 olup şekil hafıza özelliği gösterdiği tespit edilmiştir. Vakumlu indüksiyon fırın sisteminde üretilen $Ni_{50}Mn_{36}Sb_{11}B_3$ (B2) ve $Ni_{50}Ti_{50}$ (0,1g B) (C) alaşımlar, saçtırma sisteminde hedef malzeme olarak kullanılması için özel boyutlarda üretildiğinden ölçümler için örnekler alınamayıp DSC ölçümleri yapılamamıştır.

Üretilen bu alaşımların tümü mıknatıssal saçtırma sisteminde hedef malzeme olarak kullanılmış ve ince filmler üretilmiştir. Saçtırma sisteminde uygulanan güç, gaz basıncı, altlık (substrate)-hedef mesafesi, altlık (substrate) sıcaklığı, süre gibi saçtırma koşulları ince filmlerdeki şekil hafıza özelliklerini etkileyen önemli parametrelerdir. Sabit gaz akış oranı, güç değeri, hedef-altlık arası mesafe ve kaplama süreleri değiştirilerek ince filmlerde faz dönüşüm özelliklerine etkilerinin değerlendirilmesi ve optimum parametrenin belirlenmesi üzerine çalışılmıştır.

$NiMnSnB$ (A) alaşımın hedef malzeme olarak kullanıldığı saçtırma sisteminde ince filmlerin üretim için uygulanan saçtırma parametreleri; 40 ve 80-Watt, 30 sccm sabit Argon gaz akışı ve 60, 90 ve 120 dakika saçtırma süreleri ile hedef ile altlık arasındaki

mesafe 7 cm olacak şekildedir. İnce film biriktirme cam altlıklar üzerine yapılmıştır. Üretilen NiMnSnB ince filmlerin kalınlık ölçümleri, morfolojik özellikleri ve bileşen oranları, kristal yapıları ve faz dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi üzerine çalışılmıştır. Kalınlık ölçümlerinden alınan sonuçlara göre saçtırma süresindeki artış ile ince film kalınlıklarında artış olduğu görülmüştür. Sürenin artışı hedeften koparılan ve altlık üzerine biriken atom miktarını artırmış olduğundan kalınlıklarda artış olması beklenen bir durumdur. Filmlerin morfolojik özellikleri incelendiğinde ısı işlemlerin yüzey pürüzlülüğünü artırdığı ve tabaka yapıların bir araya gelerek birleşmesine neden olduğu gözlenmiştir. Üretilen filmlerin bileşen oranları EDX analizi ile belirlenmiş olup üç noktadan alınan değerlerin ortalamalarıdır. EDX sonuçlarına göre üretilen alaşım hedef malzeme **Ni₅₀Mn₃₇Sn₁₀B₃** bileşen oranlarına sahipken, filmlerde yüksek oranda bakır (Cu) karışımı tespit edilmiştir. Bu sorunun giderilmesi için hedef malzemenin hazırlanmasında çeşitli önlemler (boşlukların doldurulması, indüksiyon fırında alaşım üretimi gibi) alınarak üretilen diğer NiMnSnB ince filmlere karışan bakır miktarı giderilmeye çalışılmıştır. XRD sonuçlarına göre ısı işlemlerin ve saçtırma sisteminde uygulanan güç değerindeki artışın ince filmlerde kristal fazın görülmesinde etkili olduğu anlaşılmıştır. İnce filmlerde dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi için yapılan DSC analizleri sonucunda yalnızca martensit dönüşüm sıcaklıkları tespit edilebilmiştir. Bu durum tek yönlü faz dönüşü olduğunu gösterirken şekil hafızalı film üretiminde umut vaat eden bir bulgu olmuştur.

NiMnSbB (B1) alaşımının hedef malzeme olarak kullanıldığı saçtırma sisteminde ince filmlerin üretimi için uygulanan saçtırma parametreleri; 20 ve 40-Watt, 30 ve 50 sccm Argon gaz akışı ve 60, 90 ve 120 dakika saçtırma süreleri ile hedef ile altlık arasındaki mesafe 7 cm olacak şekildedir. İnce film biriktirme cam altlıklar üzerine yapılmıştır. Üretilen NiMnSbB ince filmlerin morfolojik özellikleri ve bileşen oranları ile kristal yapıları ve faz dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi üzerine çalışılmıştır. Morfolojik özellikleri incelendiğinde ısı işlemlerin tabaka yapıların yüzey pürüzlülüğünü artırdığı ve bir araya gelerek birleşmesine neden olduğu gözlenmiştir. 40 Watt, 50 sccm Ar ortamında 90 dakika süre ile üretilen ince filmlerde farklı sıcaklıklarda yapılan ısı işlemlerin saçtırma sonrası amorf yapıda olan ince filmlerdeki kristal yapıyı artırdığı gözlenmiştir. Ancak DSC ölçümlerinde ince

filmlerin ısıtma işlemi öncesinde ve sonrasında faz dönüşüm sıcaklıklarına ait pikler görülememiştir.

NiMnSbB (B2) alaşımının hedef malzeme olarak kullanıldığı saçtırma sisteminde ince filmlerin üretimi için uygulanan saçtırma parametreleri; 40 ve 50-Watt, 40 ve 50 sccm Argon gaz akışı ve 60, 90 ve 120 dakika saçtırma süreleri ile hedef ile altlık arasındaki mesafe 7 cm olacak şekildedir. İnce film biriktirme cam altlıklar üzerine yapılmıştır. Üretilen NiMnSbB ince filmlerin kalınlık ölçümleri, morfolojik özellikleri ve bileşen oranları ile kristal yapıları ve faz dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi üzerine çalışılmıştır. Filmlerin kalınlık ölçümlerinden alınan sonuçlara göre 60 dakikalık kaplama süresi boyunca uygulanan güç 40'tan 50 Watt değerine, argon akış oranı 40'tan 50 sccm değerine çıkarıldığında her iki parametrenin de ince film kalınlığını artırdığı görülmüştür. 90 dakikalık kaplamalarda uygulanan güç 40'tan 50 Watt değerine ve argon akış oranının her ikisinin de 40'tan 50 sccm değerine çıkarıldığında film kalınlığının artış olduğu görülmüştür. Aynı etki, 120 dakikalık kaplamalarda da süre artışının etkisinin yanında gaz akış oranının artması ile görülmektedir. Morfolojik özellikleri incelendiğinde 50 Watt güç değerinde üretilen ince filmlerden elde edilen tabaka yapıların 40 Watt güç değerinde üretilen filmlerden elde edilenlere göre daha küçük yapıda yüzeyden ayrıldıkları gözlenmiştir. Üretilen filmlerin bileşen oranları EDX analizi ile belirlenmiş olup üç noktadan alınan değerlerin ortalamalarıdır. Alınan sonuçlara göre üretilen alaşım hedef malzeme **Ni₅₀Mn₃₆Sb₁₁B₃** bileşen oranlarına sahipken ince filmlerde saçtırılan Ni miktarının daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Bu durumun her Ar iyonu için saçtırılan atom sayısının nikel için daha fazla olmasından kaynaklandığı söylenebilir.

NiTi (0,1 g B) (B2) alaşımının hedef malzeme olarak kullanıldığı saçtırma sisteminde ince filmlerin üretimi, saçtırma parametreleri; 40-Watt sabit güç değeri, 40 sccm sabit Argon gaz akışı ve 60, 90 ve 120 dakika saçtırma süreleri ile hedef ile altlık arasındaki mesafe 5 ve 6 cm olacak şekilde cam altlıklar üzerine yapılmıştır. Üretilen NiTi ince filmlerin kalınlık ölçümleri, morfolojik özellikleri ve bileşen oranları, kristal yapıları ve faz dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi üzerine çalışılmıştır. Film kalınlığına süre ve hedef malzeme ile altlık arasındaki mesafenin etkisi incelendiğinde, 60 dakika

saçtırma süresi ile üretilen filmlerde hedef-altlık mesafesinin azalmasıyla kalınlığın arttığı görülmektedir. 90 dakikalık ve 120 dakikalık kaplamalarda da süre artışının yanında hedef-altlık mesafesinin azalmasıyla film kalınlığını artırdığı görülmektedir. Mesafenin azalması ile hedef malzemedeki kopan atomların altlık üzerine birikme oranlarında artış olacağı ve dolayısıyla film kalınlığının arttığı söylenebilir. Morfolojik özellikleri incelendiğinde hedef ile altlık arasındaki mesafenin fazla olduğu saçtırma koşullarında elde edilen tabaka yapılarının boyutlarının küçük ve birbirine yakın olduğu gözlenmiştir. EDX analizi ile üç noktadan ölçüm yapılarak alınan değerlerin ortalamaları dikkate alınmıştır. Alınan sonuçlara göre üretilen alaşım hedef malzeme **Ni₅₀Ti₅₀** bileşen oranlarına sahipken ince filmlerde saçtırılan Ni miktarının daha yüksek olduğu gözlenmiştir. 40 Watt, 40 sccm Ar gaz akış oranında üretilen ince filmlerde ısıl işlemin kristal fazın oluşmasında etkili olduğu görülmüştür.

Genel olarak analizler için yeterli miktarda tabaka yapı üretebilmek için 60 dakikalık ve 90 dakikalık kaplamalar 2 ila 4 set, 120 dakikalık kaplamalar ise 1 ila 3 set olacak şekilde saçtırma sisteminde çalışılmıştır. Bu kaplamaların her birinden yaklaşık 45-60 mg tabaka yapı üretilmiş olup tüm analizler için yeterli miktarlar ayarlanmaya çalışılmıştır. DSC ölçümlerinde örnek ağırlığı minimum 5 mg olacak şekilde analizin gerçekleştirilmesine özen gösterilmiştir. Ancak örnek miktarının analizden doğru ölçüm alınabilmesi için yeterli gelmediği ve alınan sonuçlarda faz dönüşümlerinin görülememesindeki en büyük etken olduğu söylenebilir.

Saçtırma sisteminde üretilen ince filmler oda sıcaklığındaki altlık üzerine biriktirilmiştir ve bu durum genellikle ince filmlerin amorf yapıda olmasıyla sonuçlanır. Şekil hafıza etkisi ise kristal formdaki malzemelerde gerçekleşen bir özellik olduğundan üretilen ince filmler, kristal yapıya getirilmek üzere ısıl işlemde geçirilmiştir. NiMnSnB (A) ince filmler 400 ve 500 °C' de 1 saat, NiMnSbB (B1) ince filmler 500, 600 ve 700 °C' de 1 saat ve 550 °C' de 30 ve 60 dakika ve NiTi (0,1 g B) (B2) ince filmler 550 °C' de 30 dakika ısıl işlem uygulanmıştır. Isıl işlem görmüş olan örnekler buzlu su içerisine alınarak yapıda martensit fazın tetiklenmesi işlemi yapılmıştır. Bu örneklerin kristal yapıları ve faz dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi üzerine analizler yapılmıştır.

İnce film tabaka yapıların üretimi ve şekil hafıza özelliklerinin tespiti çalışmaları devam ederken, ark ergitme sisteminde üretilen ve faz dönüşüm sıcaklıkları tespit edilen NiMnSbB (B1) alaşım malzeme mekanik işlemlerle farklı formlara getirilerek katkı maddesi olarak kullanılmıştır. DSC analizi sonucuna göre martensit başlangıç ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla 36,32 °C ve 27, 70 °C, östenit başlangıç ve bitiş sıcaklıkları sırasıyla 45,15 °C ve 57, 68 °C olarak bulunmuştur. Bu alaşım daha düşük değerlerde dönüşüm sıcaklıkları sergilediği için tekstilde kullanılabilir polimerler için uygun sıcaklıklara sahip katkı maddesidir. Polimere farklı formlarda katkılanması için üretilen bu alaşımdan parçalar kesilerek toz (B1-T) ve parçacık (B1-P) üretimleri yapılmıştır. Bu sayede NiMnSbB alaşımın polimere katkılanmasıyla elde edilen kompozitlerde şekil hafıza davranışlarının belirlenmesi üzerine çok sayıda deneme yapılabilmektedir. Alaşım malzemenin farklı katkı oranlarında kompozit yapıda oluşturduğu şekil hafıza etkisinin incelenmesi için çalışmalara olanak sağlanmıştır. Elde edilen NiMnSbB tozlar PVC polimerine %1, 2, 3, 5 ve 10 oranlarında katkılanmıştır. Elde edilen kompozit polimer malzemelere katkı oranı ve polimer filmin kalınlığının şekil öğretme üzerine etkisi incelenmiştir. Yapılan denemelerde alaşım katkı oranı ve kompozit film kalınlığı arttıkça dayanımın düştüğü ve kompozit olarak kullanımında zorluklar yaşandığı gözlenmiştir. Kompozit yapılara öğretilen geçici şeklin etkisinin ölçülmesi amacıyla tasarlanan düzenekte ısı ile hassas terazideki ağırlık değişimine bağlı olarak örneklerde meydana gelen değişimlerin gözlenmesi amaçlanmış olup alınan veriler tasarlanan sistemin düzgün sonuçlar almak için çok uygun olmadığını göstermiştir.

Bunun üzerine elde edilen NiMnSbB parçacıkların (B1-P) PVC polimerine katkılanması üzerine çalışmalar yapılmış olup katkı oranı, kompozit polimer filmin kurutma süresi, kompozit polimer filmin kalınlığı, şekil öğretme sıcaklıkları ve ortamı üzerine çalışmalar yapılmıştır. Parçacık (B1-P) katkılanmış kompozit filmlere DMA analizleri yapılmış ve sıcaklığa bağlı olarak alaşım katkıların kompozit yapının sönümleme özelliklerine etkisi incelenmiştir. %3 oranında kullanılan alaşım parçacıkların kompozit yapıda sönümlemeye yardımcı etki gösterdikleri görülmüştür. Yapılan çalışmalar ANOVA kullanılarak tam faktörlü varyans analizi ile irdelenmiş ve uygun şekil öğretme sıcaklığı ve ortamının yanında filmin kurutma süresi

belirlenmiştir. Sonuçlar optimize edildiğinde 75°C sıcaklık ve %3 katkı oranında ortam tipi ve film kurutma süresi fark etmeksizin en iyi sonuçlar alındığı görülmüştür.

PVC polimerine NiMnSnB ince film tabaka yapıların katkılanması ve şekil öğretme çalışmaları yapılmıştır. PVC polimerine alternatif olarak PU kaplama polimeri ve lif üretimi için PU ve şekil hafızalı PU cipsler ile çalışılmıştır.

Lif üretimi için PU cipslere eriyik formunda katkılanılan alaşımların lif formundaki kompozit yapılarda şekil hafıza etkisi incelenmiştir. Aynı şekilde SHPU eritilerek alaşım katkılanmış ve lif üretilmiştir. Bu şekilde alaşımların SHPU' ın sahip olduğu şekil hafıza özelliğine etkisi incelenmiştir. Yapılan tüm denemelerde aynı kullanılan polimerlerin katkısız formu üretilmiş olup şekil hafıza özelliklerinin incelenmesinde referans olarak kullanılmıştır.

Alaşımların kaplama polimerlerine katkılanması ile pamuklu dokuma kumaş üzerine direkt kaplama yöntemiyle kaplamalar yapılmış ve katkılanan alaşımların tekstil yapısında şekil hafıza etkisi incelenmiştir. Alaşım parçacıkların tekstil yapılarına kazandırılan şekil hafıza etkisinde az da olsa yardımcı olduğu gözlenmiştir.

Bu tez çalışması ile farklı bileşenlere sahip alaşımların döküm tekniği ile üretimi, ince film alaşımların saçtırma sistemi ile eldesi ve alaşımların yapısal özelliklerine etkili olan parametrelerin irdelenmesi üzerine çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmalar sonucunda ticari ürünlere bağımlı kalmadan farklı alaşım malzemelerinin üretiminin mümkün olduğu görülmüştür. Bu sayede tekstil malzemelerinin kullanım alanının gerektirdiği sıcaklığa uygun faz dönüşüm sıcaklığına sahip alaşımların eldesi ve katkılanmasının mümkün olduğu görülmüştür. Bu çalışma farklı üretim teknikleri ile üretilmiş farklı formlardaki şekil hafızalı alaşımların polimere katkılanabileceğini ve bu şekil hafızalı polimerlerin tekstil malzemelerinin üretiminde kullanılabileceğini göstermiştir. Bu malzemeler; vücut ısısı ile şekil değiştirebilecek özellikte korse, alçı yerine kullanılabilecek bandaj gibi medikal ürün olabileceği gibi fonksiyonel özelliklere sahip koruyucu tekstil ürünleri (yangın esnasında alev üzerine kapatılan ve hava geçişini engelleyen battaniye gibi) için de kullanılabilecektir.

KAYNAKLAR

- Ahn, S.K., Kasi, R.M., Kim, S.C., Sharma, N. ve Zhou, Y. (2008). Stimuli-responsive polymer gels. *Soft Matter*, 4, 1151-1157.
- Arun, D. I., Chakravarthy, P., Arockiakumar, R. ve Santhosh, B. (2018). *Shape memory materials*. Boca Raton: CRC Press/Taylor & Francis Group.
- Aydogdu, Y., Turabi, A. S., Aydogdu, A., Kok, M., Yakinci, Z. D. ve Karaca H. E. (2016). The effects of boron addition on the magnetic and mechanical properties of NiMnSn shape memory alloys. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 126, 399–406.
- Boudalia, N., Raulot, J. M., Patoor, E. ve Esling, C. (2017). Phase stability study of the shape memory alloy CuAl-X (X: Be, Zn, Ti, Ni, Ag and Au) by Ab initio calculations. *Materials Science Forum*, 879, 250-255.
- Buldu, D. G., Cantas, A., Turkoglu, F., Akca, F.G., Meric, E., Ozdemir, M., Tarhan, E., Ozyuzer, L. ve Aygun, G. (2018). Influence of sulfurization temperature on Cu₂ZnSnS₄ absorber layer on flexible titanium substrates for thin film solar cells. *Physica Scripta*, 93 (2), 024002.
- Caballero, J. A., Park, Y. D., Cabbibo, A., Childress, J. R., Petroff, F., ve Morel R. (1997). Deposition of high-quality NiMnSb magnetic thin films at moderate temperatures. *Journal of Applied Physics*, 81 (6), 2740-2744.
- Cabral, I., Souto, A. P, Carvalho, H., ve Cunha, J. (2015). Exploring geometric morphology in shape memory textiles: design of dynamic light filters. *Textile Research Journal*, 85 (18), 1919–1933.

- Cha, D., Kim, H. Y., Lee, K. H., Jung, Y. C., Cho, J. W. ve Chun, B. C. (2005). Electrospun nonwovens of shape-memory polyurethane block copolymers. *Journal of Applied Polymer Science*, 96, 460-465.
- Chan Vili, Y.Y.F. (2007). Investigating smart textiles based on shape memory materials. *Textile Research Journal*, 77 (5), 290-300.
- Chang, L. C. ve Read, T. A. (1951). Plastic deformation and diffusionless phase changes in metals-the Gold-Cadmium beta phase. *Journal of Metals*, 3 (1), 47-52.
- Chazeau, L., Paillet, M. ve Cavaill, J. Y. (1999). Plasticized PVC reinforced with cellulose whiskers. i. linear viscoelastic behavior analyzed through the quasi - point defect theory. *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, 37, 2151-2164.
- Cho, C. G. (2010). Shape memory material. G. Cho, (Ed.), *Smart clothing: technology and application* (189-221). Boca Raton: CRC Press Taylor & Francis Group.
- Choudhary, N. ve Kaur, D. (2016). Shape memory alloy thin films and heterostructures for MEMS applications: A review. *Sensors and Actuators A*, 242, 162-181.
- Chowdhury, P. ve Sehitoglu, H. (2017). Deformation physics of shape memory alloys- Fundamentals at atomistic frontier. *Progress in Materials Science* 88, 49–88.
- Cui, J., Chu, Y.S., Famodu, O. O., Furuya, Y., Hatrick-Simpers, J., James, R. D., Ludwig, A., Thienhaus, S., Wuttig, M., Zhang, Z. ve Takeuchi, I. (2006). Combinatorial search of thermoelastic shape-memory alloys with extremely small hysteresis width. *Nature Materials*, 5, 286-290.
- Dietsch, B. ve Tong, T. (2007). A review-features and benefits of shape memory polymers (SMPs). *Journal of Advanced Materials*, 39, 3-12.

- Fischer, H., Vogel, B. ve Welle, A. (2004). Applications of shape memory alloys in medical instruments. *Minimally Invasive Therapy & Allied Technologies*, 13 (4), 248-253.
- Fu, Y. Q., Luo, J. K., Flewitt, A. J., Huang, W.M., Zhang S., Du, H. J. ve Milne, W.I. (2009). Thin film shape memory alloys and microactuators. *International Journal of Computational Materials Science and Surface Engineering*, 2 (3/4), 208-226.
- Hager, M. D., Bode, S., Webera, C. ve Schubert U.S. (2015). Shape memory polymers: Past, present and future developments. *Progress in Polymer Science*, 49, 3–33.
- Hirai, T., Maruyama, H., Suzuki, T. ve Hayashi, S. (1992a). Shape memorizing properties of a hydrogel of poly(vinyl alcohol). *Journal of Applied Polymer Science*, 45, 1849-1855.
- Hirai, T., Maruyama, H., Suzuki, T. ve Hayashi, S. (1992b). Effect of chemical cross-linking under elongation on shape restoring of poly(vinyl alcohol) hydrogel. *Journal of Applied Polymer Science*, 46, 1449-1451.
- Horrocks, A. R. ve Anand, S. C. (2000). *Handbook of technical textiles*. England: Woodhead Publishing Ltd.
- Hu, J. (2007). *Shape memory polymers and textiles*. ABD: Woodhead Publishing Limited, CRC Press.
- Hu, J., Zhu, Y., Huang, H., ve Lu, J. (2012). Recent advances in shape-memory polymers: structure, mechanism, functionality, modeling and applications. *Progress in Polymer Science*, 37, 1720-1763.
- Huang, W. M., Ding, Z., Wang, C. C, Wei, J., Zhao, Y. ve Purnawali, H. (2010). Shape memory materials. *Materials Today*, 13 (7-8), 54-61.

- Humbeeck, J. V. (1999). Non-medical applications of shape memory alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 273–275, 134–148.
- Kohl, M. (2004). *Shape memory microactuators (microtechnology and MEMS)*. 1 baskı. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag.
- Kim, E. (2014). Shape-memory alloys (SMAs) for warming or cooling in protective clothing. F. Wang ve C. Gao (Ed.) *Protective Clothing-Managing Thermal Stress*, (250-280). Cambridge: Woodhead Publishing.
- Lam Po Tang, S., ve Stylios, G. K. (2006). An overview of smart technologies for clothing design and engineering, *International Journal of Clothing Science and Technology*, 18 (2), 108-128.
- Lendlein, A. ve Kelch, S. (2002). Shape-memory polymers. *Angewandte Chemie International Edition-Wiley Online Library*, 41, 2034-2057.
- Lendlein, A. ve Gould, O. E. C. (2019). Reprogrammable recovery and actuation behaviour of shape memory polymers. *Nature Reviews Materials*, 4, 116–133.
- Liu, C., Qin, H., ve Mather, P. T. (2007). Review of progress in shape-memory polymers. *Journal of Materials Chemistry*, 17, 1543-1558.
- Lu ,Y., Weng, L.,ve Zhang, L. (2004). Morphology and properties of soy protein isolate thermoplastics reinforced with chitin whiskers. *Biomacromolecules*, 5, 1046-1051.
- Lobo, P. S., Almeida, J. ve Guerreiro, L. (2015). Shape memory alloys behaviour: a review. *Procedia Engineering*, 114, 776-783.
- Matsumura, T., Nakamura, T., Tetsuka, M., Takashina, K., Tajima K. ve Nishi Y. (1999). Shape memory ceramics. *Materials Research Society*, 604, 161.

- McDonald Schetky, L. (1991). Shape memory alloy applications in space systems. *Materials & Design*, 12, 29–32.
- Meng, Q. ve Hu, J. (2009). A review of shape memory polymer composites and blends. *Composites: Part A*, 40, 1661–1672.
- Meng, H. ve Li, G. (2013). A review of stimuli-responsive shape memory polymer composites. *Polymer*, 54, 2199-2221.
- Michalak, M., ve Krucinska, I. (2018). A smart textile fabric with two-way action. *Textile Research Journal*, 88 (18), 2044–2054.
- Miyazaki, S. ve Ishida, A. (1999). Martensitic transformation and shape memory behavior in sputter deposited TiNi based thin film. *Materials Science and Engineering*, 273-275, 106-133.
- Miyazaki, S., Fu, Y.Q., Huang, W.M., (2009). *Thin film shape memory alloys fundamentals and device applications*. New York: Cambridge University Press.
- Modak, R., Deka, B., Singh, A. K., Gayen, A., Perumal, A., Manivel Raja, M. ve Srinivasan, A. (2015). Structural and magnetic properties of ni-mn-sn thin films. *Solid State Physics, AIP Conference Proceeding*, 1665, 080072.
- Mohd Jani, J., Leary, M., Subic, A., Gibson, M. A. (2014). A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials and Design*, 56, 1078-1113.
- Monnereau, O., Guinneton, F., Tortet, L., Garnier, A., Notonier, R., Cernea, M., Manea, S.A. ve Grigorescu, C. (2004). X-ray diffraction and microscopy investigations of structural inhomogeneities in NiMnSb crystallised from the melt. *Journal de Physique. IV France*, 118, 343–350.

- Nagahama, K., Ueda, Y., Ouchi, T., Ohya, Y. (2009). Biodegradable shape memory polymers exhibiting sharp thermal transitions and controlled drug release. *Biomacromolecules*, 10 (7), 1789-1794.
- Oliveria, J. P., Miranda, R. M., ve Braz Fernandes, F. M. (2017). Welding and joining of NiTi shape memory alloys: a review. *Progress in Materials Science*, 88, 412-466.
- Osada, Y., Matsuda, A. (1995). Shape memory in hydrogels. *Nature*, 376 (6537), 219.
- Otsuka, K. ve Wayman, C. M. (Ed.). (1998). *Shape memory materials*. United Kingdom: Cambridge University Press.
- Otsuka, K., ve Ren, X. (2005). Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*, 50, 511-678.
- Ottoif, M J., van Woerdenl, R A M., van der Valkt, P J., Wijngaardl, J., van Bruggent, C F., Haasl, C. ve Buschow, K H J. (1989). Half-metallic ferromagnets: I. Structure and magnetic properties of NiMnSb and related inter-metallic compounds. *Journal of Physics: Condensed Matter l*, 2341-2350.
- Pause, B., (2007). Application of phase change and shape memory materials in medical textiles. L. Van Langenhove, (Ed.) *Smart textiles for medicine and healthcare-Materials, systems and applications* (74-87). Boca Raton: Woodhead Publishing
- Petrini, L. ve Migliavacca, F. (2011) Review article biomedical applications of shape memory alloys. *Journal of Metallurgy*, Article ID 501483, 1-15.
- Raghavan, J., Bartkiewicz, T., Boyko, S., Kupriyanov, M., Rajapakse, N. ve Yu, B. (2010). Damping, tensile, and impact properties of superelastic shape memory alloy (SMA) fiber-reinforced polymer composites. *Composites: Part B*, 41, 214–222.

- Roch, I., Bidaud, Ph., Collard, D. ve Buchaillet, L. (2003). Fabrication and characterization of an SU-8 gripper actuated by a shape memory alloy thin film. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 13, 330–336.
- Rousseau, I.A. (2008). Challenges of shape memory polymers: A review of the progress toward overcoming SMP's limitations. *Polymer Engineering & Science*, 48, 2075-2089.
- Saenz-Perez, M., Bashir, T., Laza, J.M., Garcia-Barrasa, J., Vilas, J.L., Skrifvars, M. ve Leon, L.M. (2019). Novel shape-memory polyurethane fibers for textile applications. *Textile Research Journal*, 89 (6), 1027–1037.
- Sanjabi, S., Sadrnezhad, S. K., Yates K. A. ve Barber, Z. H. (2005). Growth and characterization of Ti_xNi_{1-x} shape memory thin films using simultaneous sputter deposition from separate elemental targets. *Thin Solid Films*, 491, 190 – 196.
- Sanjabi, S. ve Barber, Z. H. (2010). The effect of film composition on the structure and mechanical properties of NiTi shape memory thin films. *Surface & Coatings Technology*, 204 (2010) 1299-1304.
- Schurch, K.E. Ashbee, K.H.G. (1977). A near perfect shape-memory ceramic material. *Nature*, 266, 706-707.
- Shenoy, A. V. (1999). *Rheology of filled polymer systems*. Boston:Kluwer Academic Publishers.
- Sokolowski, W. M., (2019). *Cold hibernated elastic memory structure: self-deployable technology and its applications*. 1.baskı. Boca Raton: CRC Press/Taylor & Francis.
- Stylios, G. K. ve Wan, T. (2007). Shape memory training for smart fabrics. *Transactions of the Institute of Measurement and Control*, 29 (3/4), 321-336.

- Stoeckel, D. (1990), Shape memory actuators for automotive applications. *Materials&Design*, 11 (6), 302-307.
- Sun, L., Huang, W.M., Ding, Z., Zhao, Y., Wang, C.C., Purnawali, H., Tang, C. (2012). Stimulus-responsive shape memory materials: A review. *Materials and Design*, 33, 577–640.
- Suzuki, Y. (1998). Fabrication of shape memory alloys. K. Otsuka ve C. M. Wayman, (Ed.), *Shape Memory Materials* (133-148). United Kingdom: Cambridge University Press.
- Swain, M.V. (1986). Shape memory behaviour in partially stabilized zirconia ceramics. *Nature*, 322, 234-236.
- Tadaki, T., Otsuka, K. ve Shimizu, K. (1988). Shape memory alloys. *Annual Review of Material Science*, 18, 25-45.
- Tjong, S. C. ve Meng, Y. Z. (1999). Mechanical and thermal properties of polycarbonate composites reinforced with potassium titanate whiskers. *Journal of Applied Polymer Science*, 72, 501-508.
- Tuna, O., Selamet, Y., Aygun, G. ve Ozyuzer, L. (2010). High quality ITO thin films grown by DC and RF sputtering without Oxygen. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 43, 055402.
- Turkoglu, F., Koseoglu, H., Zeybek, S., Ozdemir, M., Aygun, G. ve Ozyuzer, L. (2018). Effect of substrate rotation speed and off-center deposition on the structural, optical, and electrical properties of AZO thin films fabricated by DC magnetron sputtering. *Journal of Applied Physics*, 123 (16), 165104.

- Vishnoi, R. ve Kaur, D. (2010). Structural and magnetic properties of magnetron sputtered ni-Mn-Sn ferromagnetic shape memory alloy thin films. *Journal of Applied Physics*, 107, 103907.
- Vishnoi, R., Singhal, R. ve Kaur, D. (2011) Thickness dependent phase transformation of magnetron-sputtered Ni–Mn–Sn ferromagnetic shape memory alloy thin films. *Journal of Nanoparticle Research*, 13 (9), 3975-3990.
- Wang, X., Rein, M., Vlassak, J.J., (2008). Crystallization kinetics of amorphous equiatomic NiTi thin films: effect of film thickness. *Journal of Applied Physics*, 103, 023501.
- Wang, X. ve Vlassak, J.J., (2015). Thickness and film stress effects on the martensitic transformation temperature in equi-atomic NiTi thin films. *Mechanics of Materials*, 88, 50–60.
- Wei, Z. G. ve Sandström, R. (1998). Review Shape-memory materials and hybrid composites for smart systems Part I Shape-memory materials. *Journal of Materials Science* 33, 3743-3762.
- Wischke, C. ve Lendlein, A. (2010). Shape-memory polymers as drug carriers-a multi functional system j control release. *Pharmaceutical Research*, 27 (4), 527-529.
- Xie, T. (2011). Recent advances in polymer shape memory. *Polymer*, 52, 4985-5000.
- Yakacki, C.M., Shandas, R., Lanning, C., Rech, B., Eckstein, A., Gall, K. (2007). Unconstrained recovery characterization of shape-memory polymer networks for cardiovascular applications. *Biomaterials*, 28 (14), 2255-63.
- Yamauchi, K., Ohkata, I., Tsuchiya, K. ve Miyazaki, S. (Ed.). (2011). *Shape memory and superelastic alloys: technologies and applications*. Philadelphia: Woodhead Publishing.

Yin, R., Wendler, F., Krevet, B. ve Kohl, M. (2016). A magnetic shape memory microactuator with intrinsic position sensing. *Sensors and Actuators A*, 246, 48-57

Zanaboni, E. (2008). *One way and two way–shape memory effect: thermo–mechanical characterization of Ni–Ti wires*. Yayımlanmış Tez, Università degli Studi di Pavia, İtalya.

Zhang, R., Ni, Q. Q., Natsuki, T. ve Iwamoto, M. (2007). Mechanical properties of composites filled with SMA particles and short fibers. *Composite Structures*. 79, 90–96.



EKLER

EK-1: Kısaltmalar

SHM	Şekil hafızalı malzeme
SHA	Şekil hafızalı alaşım
SHP	Şekil hafızalı polimer
SHH	Şekil hafızalı hibrid
SHJ	Şekil hafızalı jel
SHS	Şekil hafızalı seramik
SHk	Şekil hafızalı kompozit
SHE	Şekil hafıza etkisi
SE	Süper elastisite
MD	Martensit dönüşüm
DS	Dönüşüm sıcaklığı
Ms	Martensit başlangıç sıcaklığı
Mf	Martensit bitiş sıcaklığı
As	Östenit başlangıç sıcaklığı
Af	Östenit bitiş sıcaklığı
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetre
DMA	Dinamik mekanik analiz
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
XRD	X - ışınları Spektrofotometresi
EDX	Enerji Ayırımı X-ışını Spektrometresi (EDX)

EK-2: Kodlamalar

A	NiMnSnB alaşım
B1	NiMnSbB alaşım (Ark ergitme ile üretilen)
B2	NiMnSbB alaşım (indüksiyon ergitme ile üretilen)
C	NiTİ alaşım
B1-T	Toz NiMnSbB alaşım (Ark ergitme ile üretilen)
B1-P	Parçacık NiMnSbB alaşım (Ark ergitme ile üretilen)

EK -3: Seçilen farklı parametre ve seviyelere göre sonuçlanan deneyler

	Faktör 1	Faktör 2	Faktör 3	Faktör 4	Tepki 1
Run	A:Sıcaklık	B:Katki Oranı	C:Ortam	D:Süre	R1
	C	w%		dk	
51	55	1	Etüv	15	0
62	55	1	Etüv	10	0
41	65	1	Etüv	15	0
55	65	1	Etüv	10	0
79	75	1	Etüv	15	1
91	75	1	Etüv	10	0
16	85	1	Etüv	15	1
50	85	1	Etüv	10	0
58	100	1	Etüv	10	0
64	100	1	Etüv	15	1
22	55	2	Etüv	10	0
40	55	2	Etüv	15	0
17	65	2	Etüv	15	0
63	65	2	Etüv	10	0
31	75	2	Etüv	10	0
76	75	2	Etüv	15	1
13	85	2	Etüv	10	0
81	85	2	Etüv	15	1
61	100	2	Etüv	10	0
100	100	2	Etüv	15	1
29	55	3	Etüv	15	0
54	55	3	Etüv	10	0
7	65	3	Etüv	15	0
38	65	3	Etüv	10	0
25	75	3	Etüv	10	0
32	75	3	Etüv	15	1
43	85	3	Etüv	10	0
77	85	3	Etüv	15	1
5	100	3	Etüv	10	0
56	100	3	Etüv	15	1
24	55	5	Etüv	15	0
68	55	5	Etüv	10	0
37	65	5	Etüv	10	0

EK-3 Devamı

	Faktör 1	Faktör 2	Faktör 3	Faktör 4	Tepki 1
99	65	5	Etüv	15	0
57	75	5	Etüv	10	0
74	75	5	Etüv	15	1
8	85	5	Etüv	10	0
48	85	5	Etüv	15	1
4	100	5	Etüv	10	0
20	100	5	Etüv	15	0
65	55	10	Etüv	15	0
93	55	10	Etüv	10	0
33	65	10	Etüv	15	0
98	65	10	Etüv	10	0
21	75	10	Etüv	10	0
23	75	10	Etüv	15	0
52	85	10	Etüv	15	0
70	85	10	Etüv	10	0
34	100	10	Etüv	10	0
71	100	10	Etüv	15	0
47	55	1	Su	10	1
83	55	1	Su	15	0
26	65	1	Su	10	1
28	65	1	Su	15	1
6	75	1	Su	10	1
12	75	1	Su	15	1
3	85	1	Su	15	1
53	85	1	Su	10	0
42	100	1	Su	10	0
67	100	1	Su	15	1
9	55	2	Su	15	0
69	55	2	Su	10	1
27	65	2	Su	15	1
35	65	2	Su	10	1
45	75	2	Su	10	1
80	75	2	Su	15	1
39	85	2	Su	10	1
75	85	2	Su	15	1

EK-3 Devamı

	Faktör 1	Faktör 2	Faktör 3	Faktör 4	Tepki 1
89	100	2	Su	15	1
90	100	2	Su	10	0
11	55	3	Su	10	1
85	55	3	Su	15	0
14	65	3	Su	10	1
72	65	3	Su	15	1
15	75	3	Su	15	1
19	75	3	Su	10	1
30	85	3	Su	10	1
44	85	3	Su	15	1
78	100	3	Su	10	0
87	100	3	Su	15	1
84	55	5	Su	10	1
88	55	5	Su	15	0
36	65	5	Su	10	1
66	65	5	Su	15	1
59	75	5	Su	15	1
86	75	5	Su	10	1
82	85	5	Su	15	1
92	85	5	Su	10	0
10	100	5	Su	15	1
97	100	5	Su	10	0
1	55	10	Su	10	1
94	55	10	Su	15	0
49	65	10	Su	15	1
96	65	10	Su	10	0
73	75	10	Su	10	0
95	75	10	Su	15	1
2	85	10	Su	10	0
46	85	10	Su	15	1
18	100	10	Su	15	1
60	100	10	Su	10	0