

**FARKLI YÜZEY İŞLEMLERİNİN
METALİK İMPLANT MALZEMELER
ÜZERİNE ETKİLERİ**

Fatih YILDIZ

**Doktora Tezi
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Doç. Dr. Akgün ALSARAN
2009
Her hakkı saklıdır**

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

**FARKLI YÜZEY İŞLEMLERİNİN METALİK
İMLANT MALZEMELER ÜZERİNE ETKİLERİ**

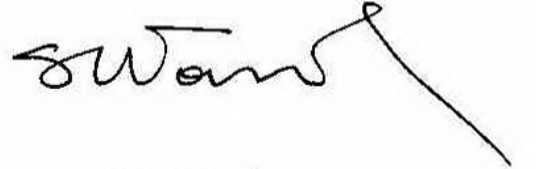
Fatih YILDIZ


MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

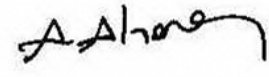
ERZURUM
2009

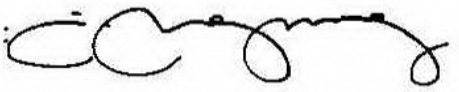
Her hakkı saklıdır

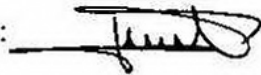
Doç. Dr. Akgün ALSARAN'ın danışmanlığında Fatih YILDIZ tarafından hazırlanan bu çalışma 05/11/2009 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Remzi VAROL İmza : 

Üye : Prof. Dr. Ayhan ÇELİK İmza : 

Üye : Doç. Dr. Akgün ALSARAN İmza : 

Üye : Doç. Dr. İrfan KAYMAZ İmza : 

Üye : Y. Doç. Dr. Zafer EKİNCİ İmza : 

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. Ömer AKBULUT
Enstitü Müdürü

ÖZET

Doktora Tezi

FARKLI YÜZEY İŞLEMLERİNİN METALİK İMPLANT MALZEMELER ÜZERİNE ETKİLERİ

Fatih YILDIZ

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Akgün ALSARAN

İnsan vücudunda kullanılacak implant malzemelerin etkin ve sağlıklı bir biçimde kullanımını sağlamak için fonksiyonelliğın dışında bazı özelliklerin o malzeme tarafından karşılanması gerekir. Bunlar, yeterli mekanik özellikler ve biyouyumluluk, yüksek aşınma-korozyon direnci ve osseointegrasyondur.

İmplant malzeme olarak en yaygın kullanılan metaller, 316L paslanmaz çelik ve Ti6Al4V alaşımıdır. Her iki malzeme de yüksek korozyon direncine sahip olmalarına rağmen, tribolojik özellikleri yetersiz olduğu için implant olarak kullanımları esnasında aşınma ürünleri oluşabilir. Bu ürünler ise iltihaplanmaya ve kemik kayıplarına sebep olabilir. Ayrıca bu iki malzeme vücut sıvısıyla temas anında zararlı metal iyonları salıverebilir. Bu hasarlar sonrası ise cerrahi operasyona ihtiyaç duyulmaktadır. Söz konusu operasyonlar, hastada ağrıya sebep olmanın yanı sıra çok büyük bir maliyeti de beraberinde getirmektedirler. Ayrıca cerrahi operasyonların başarı oranı daha önce gerçekleştirilen operasyonlara nazaran oldukça düşüktür. Dolayısı ile implant olarak kullanılan malzemelerin kullanım ömürlerinin artırılması zorunludur. Bu amaç doğrultusunda, 316L paslanmaz çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine plazma nitrüleme, TiAlN ince film kaplama ve Al₂O₃ kaplama işlemleri uygulanmıştır. Farklı yüzey işlemi uygulanmış malzemelerin yapısal, mekanik, tribolojik ve elektrokimyasal özellikleri, sırasıyla XRD, SEM, optik mikroskop, düzlem ve kazımalı yorulma, çizme testi, pim-disk aşınma, potansiyostat ve impedans ölçüm cihazları ile araştırılmıştır. Ayrıca kazımalı yorulma test sonuçları sonlu elemanlar analizi sonuçları ile karşılaştırılmıştır. Çalışma sonucunda, üç farklı yüzey işlemi için de aşınma direnci iyileştirilmiş, fakat bu yüzey işlemlerinin kullanılabilmesi için korozyon özelliklerine dikkat edilmesi gerektiği tespit edilmiştir. Uygulanan her bir yüzey işlemi sonrası yüzeyde oluşan yapıların doğrudan mekanik, tribolojik ve korozyon özelliklerini etkilediği görülmüştür. Her bir yüzey işleminde bu üç özelliğın de aynı anda iyi olması mümkün olmadığı için implanttan öncelikli olarak istenen ve beklenen özelliklerin belirlenmesi ve buna göre en uygun yüzey işleminin seçilmesi gerektiği kanaatine varılmıştır.

2009, 201 sayfa

Anahtar Kelimeler: 316L, Ti6Al4V, plazma nitrüleme, TiAlN kaplama, Al₂O₃ kaplama, sonlu elemanlar analizi

ABSTRACT

Ph.D. Thesis

THE EFFECTS OF DIFFERENT SURFACE TREATMENTS ON METALLIC IMPLANT MATERIALS

Fatih YILDIZ

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Akgün ALSARAN

An implant material should provide some properties beyond functionality to ensure effective and healthy usage. These properties are biocompatibility, mechanical properties, high wear-corrosion resistance and osseointegration.

Metallic materials which are mostly used as implant materials are 316L stainless steel and Ti6Al4V alloy. Despite these two materials have high corrosion resistance, their tribological properties are insufficient. Wear products are most likely to be generated during usage since these materials have low wear resistance. These products may cause bone loss and/or inflammation. Besides, these metallic materials may release harmful metallic ions into the body fluids. After these damages, surgical operations are needed. These operations not only cause pain in patients but also they bring high cost. In addition, the success rate of surgical operations is lower than previously realized. Therefore, the increase of usage life of materials used as implant is required. For this purpose, 316L stainless steel and Ti6Al4V alloy were plasma nitrided, TiAlN thin film coated and Al₂O₃ coated. Structural, mechanical, tribological and corrosion properties of the materials subjected to surface treatments with various process parameters were examined with XRD, SEM, optical microscope, plain and fretting fatigue, scratch test, pin-on-disk wear test, potentiostat and impedance measurement equipments. Also, fretting fatigue test results was compared with finite element analysis results. It was observed as the result of this study that three different surface treatments improved wear resistance but corrosion properties must be taken into account. It was also obtained that the structures formed on the surface after treatments strictly affects mechanical, tribological and corrosion properties. Since all these three properties cannot be optimum for any surface treatment, an act of compromise is necessary according to the properties expected for the implant.

2009, 201 pages

Keywords: 316L, Ti6Al4V, plasma nitriding, TiAlN coating, Al₂O₃ coating, finite element analysis

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın tamamlanmasında değerli yardımlarını, anlayışını ve desteklerini esirgemeyen tez yöneticim Sayın Doç.Dr. Akgün ALSARAN'a sonsuz teşekkürü borç bilirim.

Deneysel çalışmalarım esnasında katkı ve yardımları nedeniyle kıymetli hocalarım Sayın Prof. Dr. Ayhan ÇELİK'e, Sayın Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU'na, Sayın Prof.Dr. Yücel ERKMEN'e, Sayın Doç. Dr. Yaşak TOTİK'e, Sayın Doç. Dr. İrfan KAYMAZ'a, Sayın Yrd. Doç. Dr. Ersin ARSLAN'a değerli arkadaşlarım, Sayın Yrd. Doç. Dr. Fatih YETİM'e, Sayın Yrd. Doç. Dr. Sinan SEZEK'e, Sayın Arş. Gör. Özgü BAYRAK'a, Sayın Arş. Gör.Yenal VANGÖLÜ'ne, Sayın Öğr. Gör. Tuba YETİM'e ve tezin hazırlanmasında emeği geçen ismini sayamadığım bütün arkadaşlarıma içtenlikle teşekkür ederim.

Teorik çalışmalarım esnasında yardımlarını esirgemeyen Proje ve Uygulama Mühendisi Sayın Mehmet Kamil SARI'ya ve tüm FİGES A.Ş. çalışanlarına çok teşekkür ederim.

Yapılan bu çalışmayı 104M222 nolu proje kapsamında destekleyen Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK)'na teşekkürlerimi sunarım.

Bana hayatım boyunca destek olan aileme ve desteğini, sabrını, anlayışını her zaman yanımda hissettiğim sevgili eşim Betül YILDIZ'a ve oğlum Ahmet Kaan YILDIZ'a teşekkür ederim.

Fatih YILDIZ

Ekim 2009

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xviii
1.GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	18
2.1. Biyomalzemeler.....	18
2.1.1. Metalik biyomalzemeler.....	19
2.1.1.a. Paslanmaz çelikler.....	19
2.1.1.b. Titanyum ve alaşımları.....	20
2.1.2. Seramik biyomalzemeler.....	21
2.1.3. Polimer esaslı biyomalzemeler.....	22
2.1.4. Kompozit biyomalzemeler.....	23
2.2. İmplant malzemelerde görülen hasarlar.....	24
2.2.1. Gevşeme.....	25
2.2.2. Kazımalı yorulma mekanizması.....	25
2.3. Yüzey işlemleri.....	26
2.3.1. Plazma nitrüleme.....	27
2.3.1.a. Plazma nitrüleme işleminin mekanizması.....	28
2.3.1.b. Plazma nitrüleme işlemi sonrası oluşan içyapılar.....	29
2.3.2. Fiziksel buhar kaplama (PVD).....	30
2.3.2.a. Saçılma yöntemi.....	31
2.3.2.b. Manyetik alanda saçılma yöntemi.....	32
2.3.2.c. Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda saçılma (CFUBMS).....	32
2.3.3. Plazma sprej kaplama yöntemi.....	33
2.3.3.a. Plazma sprej kaplamaların temel özellikleri.....	35

3. MATERYAL ve YÖNTEM	38
3.1. Materyal.....	38
3.2. Plazma nitrürleme, ince film ve plazma sprey kaplama işlemleri.....	38
3.3. XRD ve SEM çalışmaları.....	42
3.4. Mikrosertlik ölçümü.....	43
3.5. Yorulma testleri.....	44
3.6. Çizme testleri.....	46
3.7. Aşınma testleri.....	47
3.8. Korozyon testleri.....	48
3.9. Kazımalı yorulma hasarının sonlu elemanlar analizi.....	49
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	55
4.1. Plazma Nitrürleme.....	55
4.1.1. 316L Paslanmaz Çeliğin Plazma Nitrürleme Davranışı.....	55
4.1.1.a. XRD analizi.....	55
4.1.1.b. Mikroyapı incelemeleri.....	57
4.1.1.c. Mikrosertlik incelemeleri.....	59
4.1.1.d. Yorulma testleri.....	60
4.1.1.e. Çizme testi.....	73
4.1.1.f. Sürtünme ve aşınma analizleri.....	79
4.1.1.g. Korozyon testleri.....	83
4.1.2. Ti6Al4V Alaşımının Plazma Nitrürleme Davranışı.....	88
4.1.2.a. XRD analizi.....	88
4.1.2.b. Mikroyapı incelemeleri.....	90
4.1.2.c. Mikrosertlik incelemeleri.....	92
4.1.2.d. Yorulma testleri.....	93
4.1.2.e. Çizme testi.....	107
4.1.2.f. Sürtünme ve aşınma analizleri.....	111
4.1.2.g. Korozyon testleri.....	115
4.2. CFUBMS ile TiAlN İnce Film Kaplama.....	119
4.2.1. XRD analizi.....	119
4.2.2. Mikroyapı incelemeleri.....	121

4.2.3. Mikrosertlik incelemeleri.....	122
4.2.4. Yorulma testleri.....	123
4.2.4.a. Düzlem ve kazımalı yorulma test sonuçları.....	123
4.2.4.b. TiAlN ile kaplanmış 316L paslanmaz çeliğinin kazımalı yorulma modeli...	133
4.2.4.c. TiAlN ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma modeli.....	135
4.2.5. Çizme testi.....	138
4.2.6. Sürtünme ve aşınma analizleri.....	143
4.2.7. Korozyon testleri.....	147
4.3. Plazma Sprey Yöntemi ile Al ₂ O ₃ Kaplama.....	153
4.3.1. XRD analizi.....	153
4.3.2. Mikroyapı incelemeleri.....	155
4.3.3. Mikrosertlik incelemeleri.....	156
4.3.4. Yorulma testleri.....	157
4.3.4.a. Düzlem ve kazımalı yorulma test sonuçları.....	157
4.3.4.b. Al ₂ O ₃ ile kaplanmış 316L paslanmaz çeliğinin kazımalı yorulma modeli...	166
4.3.4.c. Al ₂ O ₃ ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma modeli.....	168
4.3.5. Çizme testi.....	170
4.3.6. Sürtünme ve aşınma analizleri.....	174
4.3.7. Korozyon testleri.....	178
4.4. Uygulanan Yüzey İşlemlerinin Karşılaştırılması.....	186
4.4.1. Mekanik özelliklerin karşılaştırılması.....	186
4.4.1.a. Mikrosertliklerin karşılaştırılması.....	186
4.4.1.b. Yorulma özelliklerinin karşılaştırılması.....	187
4.4.1.c. Çok pasolu çizme testi sonuçlarının karşılaştırılması.....	188
4.4.2. Tribolojik özelliklerin karşılaştırılması.....	189
4.4.3. Elektrokimyasal özelliklerin karşılaştırılması.....	190
5. SONUÇLAR.....	191
KAYNAKLAR.....	195
ÖZGEÇMİŞ	

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

E_d	Disosyasyon enerjisi
E_i	İyonizasyon enerjisi
HV	Vickers sertlik birimi
α	HMK yapılı demir fazı
γ	YMK yapılı demir fazı
γ_N	Genişlemiş ostenit fazı
μm	Mikronmetre

Kısaltmalar

HMK	Hacim merkezli kübik kafes sistemi
HSP	Hegzagonal sıkı paket kafes sistemi
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
XRD	X ışını kırınım ölçer
YMK	Yüzey merkezli kübik kafes sistemi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Çimentolu kalça protezinin temel elemanları ve oluşan hasarlar	26
Şekil 2.2. Plazma nitrüleme işleminin mekanizması	29
Şekil 2.3. Kapalı alan dengesiz manyetik alanda saçılma (CFUBMS) sisteminin şematik resmi.....	33
Şekil 2.4. Plazma sprej tabancasının şematik resmi.....	35
Şekil 3.1. Plazma nitrüleme ünitesinin şematik gösterimi.....	39
Şekil 3.2. CFUBMS sisteminin şematik gösterimi.....	41
Şekil 3.3. Mikrosertlik ölçümünün şematik gösterimi.....	44
Şekil 3.4. a) Yorulma numunesi, b) temas pedi	44
Şekil 3.5. Yorulma cihazının şematik resmi.....	45
Şekil 3.6. Kazımalı yorulma aparatının şematik gösterimi.....	46
Şekil 3.7. Çizme testinin şematik gösterimi.....	47
Şekil 3.8. Korozyon test düzeneği	49
Şekil 3.9. Kazımalı yorulma modeli	51
Şekil 3.10. Analiz ortamları a) E1 analiz ortamı b) E2 analiz ortamı	51
Şekil 3.11. Modele uygulanan mesh işlemi	52
Şekil 3.12. a) Nitrülenmiş malzemenin şematik gösterimi, b) yay modeli.....	54
Şekil 4.1. Farklı şartlarda nitrülenmiş 316L paslanmaz çeliğinin XRD grafiği	56
Şekil 4.2. 316L paslanmaz çeliğinin yüzey morfolojisi; a) İşlemsiz, b) 500°C’de 8 saat nitrülenmiş.....	57
Şekil 4.3. a) 400°C-4 saat, b) 450°C-4 saat, c) 500°C-1 saat, d) 500°C-4 saat, e) 500°C-8 saat nitrüleme işlemi sonrası oluşan modifiye tabakalara ait SEM resimleri.....	59
Şekil 4.4. Farklı şartlarda nitrülenmiş 316L çeliğinin düzlem yorulma S-N eğrileri.....	61
Şekil 4.5. Farklı şartlarda nitrülenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma S-N eğrileri.....	62
Şekil 4.6. Farklı şartlarda nitrülenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonucu S-N-P eğrileri.....	63

Şekil 4.7. Düzlem yorulma ömrüne göre kazımalı yorulma sonrası yorulma dayanımında azalma ile yüzey sertliği arasındaki ilişki.....	64
Şekil 4.8. Düzlem yorulma ömrüne göre kazımalı yorulma sonrası yorulma dayanımında azalma ile modifiye tabaka kalınlığı arasındaki ilişki.....	65
Şekil 4.9. İşlemsiz 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonrası yorulma kırıklarının SEM resimleri (300MPa, 1.114.374 çevrim).....	66
Şekil 4.10. 500°C’de 8 saat nitrülenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonrası SEM resimleri (440MPa, 1.232.552 çevrim).....	68
Şekil 4.11. 450°C’de 4 saat nitrülenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonrası SEM resimleri (400MPa, 139.131 çevrim).....	69
Şekil 4.12. İşlemsiz 316L çeliği için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri	70
Şekil 4.13. İşlemsiz 316L çeliği için ömür dağılımı	70
Şekil 4.14. Nitrülenmiş 316L çeliği için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri.....	72
Şekil 4.15. Nitrülenmiş 316L çeliği için gerilme dağılımı.....	72
Şekil 4.16. Nitrülenmiş 316L çeliği için ömür dağılımı.....	73
Şekil 4.17. Nitrülenmiş 316L çeliğinin çizme testi esnasında yük ve sürtünme katsayısı arasındaki değişimi.....	74
Şekil 4.18. Farklı şartlarda nitrülenmiş 316L çeliğinin çizme testi hasar görüntülerinin SEM resimleri; a-d) 400°C-4 saat, e-h) 450°C-4 saat, i-j) 500°C-8 saat (→ çizme yönü).....	76
Şekil 4.19. Nitrülenmiş 316L çeliğinin çoklu-çizme testi sonrası sürtünme katsayısı ve çevrim sayısı arasındaki ilişki.....	77
Şekil 4.20. Nitrülenmiş 316L çeliği için çoklu-çizme testi sonrası aşınma oranları...	78
Şekil 4.21. Nitrülenmiş 316L çeliği için çoklu-çizme testi sonrası aşınma izi SEM görüntüleri; a-b) 400°C-4 saat, c-d) 450°C-4 saat, e-f) 500°C-8 saat.....	79
Şekil 4.22. İşlemsiz ve nitrülenmiş 316L çeliğinin sürtünme katsayısı-zaman grafiği.....	80
Şekil 4.23. Nitrüleme şartlarına göre aşınma oranı ve yüzey sertliği arasındaki ilişki.....	81

Şekil 4.24. Aşınma izlerinin SEM görüntüleri a) işlemsiz, b) 400°C-4 saat, c) 450°C-4 saat, d) 500°C-1 saat, e) 500°C-4 saat, f) 500°C-8 saat nitrülenmiş.....	82
Şekil 4.25. Farklı şartlarda nitrülenmiş 316L paslanmaz çeliğinin açık devre potansiyelleri.....	83
Şekil 4.26. Farklı işlem parametrelerinde nitrülenmiş 316L çeliğinin akım yoğunluğu-potansiyel eğrileri.....	84
Şekil 4.27. Farklı parametrelerde nitrülenmiş 316L paslanmaz çeliğinin Nyquist grafiği.....	86
Şekil 4.28. Korozyona uğramış numunelerin SEM görüntüleri a) işlemsiz, b) 400°C-4 saat, c) 450°C-4 saat, d) 500°C-1 saat, e) 500°C-4 saat, f) 500°C-8 saat nitrülenmiş.....	87
Şekil 4.29. Farklı nitrüleme sıcaklıklarında 2 saat nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının XRD grafiği.....	88
Şekil 4.30. 750°C'de farklı nitrüleme sürelerinde nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının XRD grafiği.....	89
Şekil 4.31. Ti6Al4V alaşımının dağlama sonrası içyapısı	90
Şekil 4.32. Ti6Al4V alaşımının yüzey morfolojisi a) işlemsiz, b) 650°C-2 saat, c) 700°C-2 saat, d) 750°C-2 saat nitrülenmiş numune	91
Şekil 4.33. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının kesit resimleri a) 750°C-1 saat, b) 750°C-4 saat nitrülenmiş numune.....	92
Şekil 4.34. Farklı şartlarda nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının S-N eğrileri.....	95
Şekil 4.35. Farklı şartlarda nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma S-N eğrileri.....	96
Şekil 4.36. Farklı şartlarda nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma sonucu S-N-P eğrileri.....	97
Şekil 4.37. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımı için düzlem yorulmaya göre kazımalı yorulma sonrası ömürde azalma ve bileşik tabaka kalınlığı arasındaki ilişki.....	98
Şekil 4.38. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımı için düzlem yorulmaya göre kazımalı yorulma sonrası ömürde azalma, difüzyon tabakası kalınlığı ve sertlik arasındaki ilişki.....	98

Şekil 4.39. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma kırığı SEM görüntüsü (660MPa, 637.040 çevrim).....	99
Şekil 4.40. 650°C’de 2 saat nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının yorulma kırığı SEM görüntüleri (360MPa, 1.116.256 çevrim).....	100
Şekil 4.41. Farklı şartlarda nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının yorulma kırığı SEM görüntüleri a-b) 750°C-1 saat (430MPa, 279.067 çevrim), c) 750°C-2 saat (360MPa, 297.715 çevrim), d) 750°C-2 saat (340MPa, 592.334 çevrim), e) 700°C-2 saat (300MPa, 1.032.328 çevrim), f) 750°C-1 saat (390MPa, 918.731 çevrim), g) 750°C-4 saat (270MPa, 721.934 çevrim), h) 750°C-4 saat (310MPa, 158.677 çevrim), ı) 750°C-4 saat (270MPa, 721.934 çevrim).....	102
Şekil 4.42. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımı için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri.....	103
Şekil 4.43. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımı için gerilme dağılımı.....	103
Şekil 4.44. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımı için ömür dağılımı.....	104
Şekil 4.45. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımı için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri.....	105
Şekil 4.46. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımı için gerilme dağılımı.....	106
Şekil 4.47. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımı için ömür dağılımı.....	106
Şekil 4.48. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının çizme testi esnasında yük ve sürtünme kuvveti arasındaki değişimi.....	107
Şekil 4.49. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının çizme testi esnasında hasar SEM görüntüleri a-d) 650°C-2 saat, e-h) 750°C-4 saat.....	109
Şekil 4.50. Çoklu çizme testi sonrası Ti6Al4V alaşımının sürtünme katsayısı ve çevrim sayısı arasındaki ilişkisi.....	110
Şekil 4.51. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının çoklu çizme testi sonrası aşınma oranları.....	110
Şekil 4.52. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının çizme testi sonrası aşınma izi SEM görüntüleri; a-b) 700°C-2 saat, c) 750°C-1 saat, d) 750°C-2 saat.....	111
Şekil 4.53. Farklı şartlarda nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının sürtünme katsayısı-zaman grafiği.....	112

Şekil 4.54. Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımına ait aşınma oranları.....	113
Şekil 4.55. Ti6Al4V alaşımına ait aşınma izlerinin SEM görüntüleri a) işlemsiz, b) 650°C-2 saat, c) 700°C-2 saat d) 750°C-1 saat e) 750°C-2 saat f) 750°C-4 saat nitrürlenmiş numune.....	114
Şekil 4.56. İşlemsiz ve farklı şartlarda nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının açık devre potansiyelleri.....	115
Şekil 4.57. İşlemsiz ve farklı şartlarda nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının akım yoğunluğu-gerilim eğrileri.....	116
Şekil 4.58. İşlemsiz ve farklı şartlarda nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının Nyquist grafikleri.....	117
Şekil 4.59. Ti6Al4V alaşımına ait korozyon görüntüleri a) işlemsiz, b) 750°C-2 saat, c-d) 700°C-2 saat, e-f) 750°C-4 saat nitrürlenmiş numune.....	118
Şekil 4.60. 316L çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin XRD grafiği.....	120
Şekil 4.61. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin XRD grafiği.....	120
Şekil 4.62. Cam üzerine a) ön gerilimli b) darbeli olarak kaplanmış TiAlN ince filminin kesit resimleri.....	121
Şekil 4.63. Taban malzeme ve kaplama şartlarına göre TiAlN ince film sertliği.....	122
Şekil 4.64. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliğinin yorulma testleri sonucu elde edilen S-N eğrileri	124
Şekil 4.65. TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının yorulma testleri sonucu elde edilen S-N eğrileri	124
Şekil 4.66. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliğinin yorulma testleri sonucu elde edilen S-N-P eğrileri	125
Şekil 4.67. TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının yorulma testleri sonucu elde edilen S-N-P eğrileri	125
Şekil 4.68. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı için yorulma ömründeki azalma miktarı ve sertlik arasındaki ilişki	126
Şekil 4.69. Ön gerilimli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliğinin düzlem yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a-d) ön gerilimli (400 MPa, 182.946 çevrim), e-h) ön gerilimli (420MPa, 98.910 çevrim).....	128

Şekil 4.70. Ön gerilimli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a-b) ön gerilimli (340MPa, 791.301 çevrim), c-d) ön gerilimli (340MPa, 867.573 çevrim), e-f) ön gerilimli (360MPa, 337.935 çevrim), g-h) darbeli (350MPa, 874.100 çevrim), i-j) darbeli (370MPa, 190.211 çevrim).....	130
Şekil 4.71. Ön gerilimli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının düzlem yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a) ön gerilimli (660MPa, 494.332 çevrim), b) ön gerilimli (700MPa, 90.576 çevrim), c-h) darbeli (720MPa, 86.632 çevrim).....	131
Şekil 4.72. Ön gerilimli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a-b) ön gerilimli (540MPa, 999.574 çevrim), c-f) darbeli (610MPa, 781.575 çevrim).....	132
Şekil 4.73. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliği için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri.....	134
Şekil 4.74. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliği için gerilme dağılımı.....	134
Şekil 4.75. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliği için ömür dağılımı.....	135
Şekil 4.76. TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri	136
Şekil 4.77. TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için gerilme dağılımı.....	137
Şekil 4.78. TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için ömür dağılımı.....	137
Şekil 4.79. Çizme testi esnasında uygulanan yük ile sürtünme kuvveti arasındaki ilişki.....	138
Şekil 4.80. TiAlN ince filmi için çizme testi sonrası hasar görüntüleri, a-d) Ti6Al4V alaşımı üzerine ön gerilimli, e-f) 316L çeliği üzerine darbeli olarak kaplanmış (→ çizme yönü).....	140
Şekil 4.81. 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filmin çok pasolu çizme testi sonrası sürtünme katsayısı ve çevrim sayısı arasındaki ilişki	141
Şekil 4.82. 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filmin	

çok pasolu çizme testi sonrası aşınma oranı ve sertlik arasındaki ilişki	142
Şekil 4.83. Çok pasolu çizme testi aşınma izi görüntüleri a) darbeli-316L, b) darbeli-Ti6Al4V.....	143
Şekil 4.84. 316L çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince film için sürtünme katsayısı-zaman grafiği.....	144
Şekil 4.85. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince film için sürtünme katsayısı-zaman grafiği.....	144
Şekil 4.86. Farklı taban malzeme üzerine kaplanmış TiAlN ince film için aşınma oranı-sertlik ilişkisi.....	145
Şekil 4.87. Farklı kaplama şartlarına göre TiAlN ince filminin aşınma izleri a) 316L, b) Ti6Al4V c) 316L/TiAlN-ön gerilimli, d) Ti6Al4V/TiAlN-ön gerilimli e)316L/TiAlN-darbeli, f) Ti6Al4V/TiAlN-darbeli.....	146
Şekil 4.88. 316L çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin açık devre potansiyelleri.....	147
Şekil 4.89. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin açık devre potansiyelleri.....	148
Şekil 4.90. 316L çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin polarizasyon eğrileri..	150
Şekil 4.91. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin polarizasyon eğrileri.....	150
Şekil 4.92. Farklı taban malzeme ve kaplama şartlarına göre TiAlN ince filminin korozyon testi sonrası SEM görüntüleri.....	151
Şekil 4.93. 316L çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin Nyquist grafikleri.....	152
Şekil 4.94. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin Nyquist grafikleri.....	152
Şekil 4.95. Plazma sprej yöntemi ile 316L çeliği üzerine kaplanmış Al ₂ O ₃ kaplamanın XRD grafiği.....	154
Şekil 4.96. Plazma sprej yöntemi ile Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış Al ₂ O ₃ kaplamanın XRD grafiği.....	154
Şekil 4.97. Plazma sprej yöntemi ile kaplanmış Al ₂ O ₃ kaplamanın SEM görüntüsü a-b) Al ₂ O ₃ /316L 300A, c-d) Al ₂ O ₃ /Ti6Al4V 300A, e-f) Al ₂ O ₃ /Ti6Al4V 500A.....	156

Şekil 4.98. Taban malzeme ve kaplama şartlarına göre Al_2O_3 kaplama sertliği ile yük arasındaki ilişki.....	157
Şekil 4.99. Al_2O_3 ile kaplanmış 316L çeliğinin yorulma testleri sonucu S-N eğrileri...	158
Şekil 4.100. Al_2O_3 ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının yorulma testleri sonucu S-N eğrileri.....	159
Şekil 4.101. Al_2O_3 ile kaplanmış 316L çeliğinin yorulma testleri sonucu S-N-P eğrileri	159
Şekil 4.102. Al_2O_3 ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının yorulma testleri sonucu S-N-P eğrileri.....	160
Şekil 4.103. Al_2O_3 ile kaplanmış 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı için yorulma ömründe azalma miktarı ve sertlik arasında ilişki	161
Şekil 4.104. Al_2O_3 ile kaplanmış 316L çeliğinin düzlem yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a-f) 300A (440MPa, 249.140 çevrim), g-h) 500A (460MPa, 227.850 çevrim).....	162
Şekil 4.105. Al_2O_3 ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının düzlem yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a-b, d) 300A (790MPa, 104.882 çevrim) c) 300A (770MPa, 439.194 çevrim), e-f) 500A (770MPa, 739.785 çevrim), g-h) 500A (810MPa, 85.778 çevrim).....	164
Şekil 4.106. Al_2O_3 ile kaplanmış 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a, c-d) Al_2O_3 /Ti6Al4V-300A (670MPa, 136.044 çevrim), b) Al_2O_3 /Ti6Al4V-500A (690MPa, 75.177 çevrim), e) Al_2O_3 /Ti6Al4V-500A (650 MPa, 703.020 çevrim), f) Al_2O_3 /316L-500A (460 MPa, 287.318 çevrim).....	166
Şekil 4.107. Al_2O_3 ile kaplanmış 316L çeliği için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri.....	167
Şekil 4.108. Al_2O_3 ile kaplanmış 316L çeliği için gerilme dağılımı.....	168
Şekil 4.109. Al_2O_3 ile kaplanmış 316L çeliği için ömür dağılımı.....	168
Şekil 4.110. Al_2O_3 ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri.....	169
Şekil 4.111. Al_2O_3 ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için gerilme dağılımı.....	170
Şekil 4.112. Al_2O_3 ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için ömür dağılımı.....	170

Şekil 4.113. Farklı yüklerde çok pasolu çizme testine maruz bırakılmış Al_2O_3 kaplamada sürtünme katsayısı değişimi.....	171
Şekil 4.114. Farklı yüklerde çok pasolu çizme testine maruz bırakılmış Al_2O_3 kaplamada aşınma oranı ve yüzey sertliği arasındaki ilişki.....	172
Şekil 4.115. Farklı yüklerde çok pasolu çizme testine maruz bırakılmış Al_2O_3 kaplamanın iz görüntüleri a-c) $Al_2O_3/316L$ 300A, d-e) $Al_2O_3/316L$ 500A, f-g) $Al_2O_3/Ti6Al4V$ 300A, h-ı) $Al_2O_3/Ti6Al4V$ 500A.....	174
Şekil 4.116. 316L çeliği üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamanın sürtünme katsayısı-zaman grafiği.....	175
Şekil 4.117. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamanın sürtünme katsayısı-zaman grafiği.....	175
Şekil 4.118. 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamanın aşınma oranı ve sertlik arasındaki ilişki.....	176
Şekil 4.119. Farklı kaplama şartlarına göre Al_2O_3 kaplamaların aşınma izleri a) 316L, b) Ti6Al4V, c) 316L/ Al_2O_3 -300A, d) Ti6Al4V/ Al_2O_3 -300A, e) 316L/ Al_2O_3 -500A, f) Ti6Al4V/ Al_2O_3 -500A.....	178
Şekil 4.120. 316L çeliği üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın açık devre potansiyelleri.....	179
Şekil 4.121. Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın açık devre potansiyelleri.....	180
Şekil 4.122. 316L çeliği üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın polarizasyon eğrileri.....	181
Şekil 4.123. Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın polarizasyon eğrileri.....	182
Şekil 4.124. 316L çeliği üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın korozyon testi sonrası SEM görüntüleri; a) 300A, b) 500A.....	183
Şekil 4.125. Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın korozyon testi sonrası SEM görüntüleri; a) 300A, b) 500A.....	184
Şekil 4.126. 316L çeliği üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın Nyquist grafikleri....	185
Şekil 4.127. Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın Nyquist grafikleri.....	185

Şekil 4.128. Mikrosertlik değerlerinin karşılaştırılması.....	186
Şekil 4.129. Düzlem yorulma limitlerinin karşılaştırılması.....	187
Şekil 4.130. Kazımalı yorulma limitlerinin karşılaştırılması.....	188
Şekil 4.131. Çok pasolu çizme testi sonuçlarının karşılaştırılması.....	189
Şekil 4.132. Aşınma oranlarının karşılaştırılması.....	189
Şekil 4.133. Elektrokimyasal özelliklerin karşılaştırılması.....	190

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Vücutta kullanılan implant malzemeler.....	18
Çizelge 2.2. İmplant malzeme olarak kullanılan metallerin ve kemiğin mekanik özellikleri.....	19
Çizelge 2.3. Biyoseramiklerin doku ile etkileşimleri.....	21
Çizelge 2.4. İmplantasyonda kullanılan malzemelerin avantaj ve dezavantajları.....	23
Çizelge 2.5. İmplant malzemelerde görülen hasarlar ve etkileri.....	24
Çizelge 3.1. 316L paslanmaz çeliğinin kimyasal kompozisyonu.....	38
Çizelge 3.2. Ti6Al4V alaşımının kimyasal kompozisyonu.....	38
Çizelge 3.3. Kullanılan taban malzemeler için nitrürleme şartları.....	40
Çizelge 3.4. CFUBMS yöntemi ile TiAlN ince film kaplama şartları.....	41
Çizelge 3.5. Plazma sprej kaplama yöntemi ile Al ₂ O ₃ kaplama şartları.....	42
Çizelge 3.6. Aşınma deneyi şartları.....	48
Çizelge 4.1. Farklı işlem parametrelerine göre plazma nitrürlenmiş 316L paslanmaz çeliğinin modifiye tabaka kalınlığı değerleri.....	59
Çizelge 4.2. Farklı işlem parametrelerine göre plazma nitrürlenmiş 316L paslanmaz çeliğinin sertlik değerleri.....	60
Çizelge 4.3. Farklı parametrelerde nitrürlenmiş 316L çeliği için polarizasyon testi sonuçları.....	85
Çizelge 4.4. Farklı şartlarda nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının tabaka kalınlıkları, yüzey pürüzlülüğü ve sertliği.....	93
Çizelge 4.5. Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımı için polarizasyon testi sonuçları.....	116
Çizelge 4.6. TiAlN ince filmi için kritik yük değerleri.....	139
Çizelge 4.7. Farklı kaplama şartlarına göre TiAlN ince filmi için polarizasyon testi sonuçları.....	148
Çizelge 4.8. Farklı kaplama şartlarına göre Al ₂ O ₃ kaplama için polarizasyon testi sonuçları.....	182

1.GİRİŞ

Bilimsel anlamda yeni bir kavram olmasına rağmen, uygulamada biyomalzemelerin kullanımını tarihin çok eski zamanlarına kadar uzanmaktadır. Gün geçtikçe dünyada yaşlı nüfusunun artışı, çeşitli nedenlerden dolayı meydana gelen kazalar ve kalıtsal bozukluklar, biyomalzemelerin önemini ve uygulama alanını artırmaktadır. Biyomalzeme biliminde çok büyük ilerlemeler kaydedilmesine rağmen vücuttaki her parçanın yapay bir implantla değiştirilebilme imkânı bulunmamaktadır. Örneğin; kemiğin bir bölgesi benzer biçimde üretilmiş titanyum alaşımı implantla yer değiştirildiğinde implant daha yüksek bir dayanım sergilese dahi, değişen yüklere uyum sağlama kabiliyeti ve zamanla oluşan yorulma hasarını tamir etme ihtimali yoktur. Oysa orijinal kemik dokusu, mikro yorulma çatlaklarını giderebilme kabiliyetine sahiptir. Dolayısıyla günümüzde medikal uygulamalarda halen aşılamamış sorunlar vardır. Bunların çözümünde biyomekanik, biyomedikal ve doku mühendisliği ile gen tedavisi alternatif yaklaşımlar sunmaktadır. Özellikle nanoteknoloji, bilişim teknolojileri ve fabrikasyon yöntemlerindeki gelişmelere paralel olarak biyomalzemelerin sağlıklı ve ekonomik olarak kullanılabilmesi ve daha mükemmel biyomalzemelerin üretilmesi yönünde yoğun çalışmalar sürdürülmektedir.

Biyomalzemeler, insan vücudundaki canlı dokuların işlevlerini yerine getirmek ya da desteklemek amacıyla kullanılan doğal veya sentetik malzemeler olup, sürekli olarak veya belirli aralıklarla vücut akışkanlarıyla temas ederler (Gümüşderelioğlu 2002). Biyomalzemelerde en önemli özellik biyouyumluluktur. Bir biyomalzeme, kendisini çevreleyen dokuların normal değişimlerine engel olmayan ve dokuda istenmeyen tepkiler (iltihaplanma, pıhtı vb.) oluşturmayan malzemedir. Biyomalzeme olarak; metaller, seramikler, polimerler veya kompozit malzemeler kullanılabilir. Biyomalzemelerin kullanım alanlarını şu şekilde sıralamak mümkündür:

- Hastalıklı ve hasar görmüş parçaların yerine (protezler)
- İyileşmeye yardımcı olmak (ameliyat ipliği, vidalar, teller)

- Fonksiyonelliği arttırmak (lens, kalp pili, işitme cihazı)
- Kozmetik problemleri çözmek (diş teli, deri implantasyonu, silikon)
- Tedaviye yardımcı olmak (katater, drenaj)
- Teşhise yardımcı olmak (biyoalgılayıcılar, endoskopi, enjektör)
- Fonksiyon bozukluklarını düzeltmek (omurga sabitleyicileri)

Biyomalzemelerin dizaynı ve seçimi, hedeflenen medikal uygulamanın türüne göre belirlenir. Yeni biyomalzemelerin geliştirilmesi, malzeme bilimcileri, biyomedikal mühendisleri, ortopedistler ve biyologlar arasında disiplinler arası bir çalışma gerektirir. İnsan vücudunda kullanılacak implant malzemelerin etkin bir biçimde kullanımını sağlamak için bazı özelliklerin o malzeme tarafından karşılanması gerekir. Bu özellikleri, mekanik özellikler, biyouyumluluk, yüksek aşınma-korozyon direnci ve osseointegrasyon (kemikle bütünleşme) şeklinde sıralamak mümkündür.

Bir malzemeye ait mekanik özellikler, özel uygulamalar için kullanılacak implant malzemelerin seçiminde çok büyük bir önceliğe sahiptir. Bu mekanik özelliklerin önemli olanlarından bazıları sertlik, çekme mukavemeti, elastisite modülü ve şekil değiştirmedir. Bir malzemenin tekrarlı yüklere ve şekil değiştirmelere verdiği tepki yorulma mukavemeti ile belirlenir ve bu özellik kalça protezi gibi çevrimsel yüklemeye maruz implant malzemelerin uzun süreli kullanım başarısını belirleyen önemli bir parametredir. Şayet bir implant, yetersiz mukavemet veya kemik ile arasındaki mekanik özelliklerin uyumsuzluğu nedeni ile kırılırsa bu durum biyomekanik uyumsuzluk olarak isimlendirilir. Bu nedenle kemik yerine kullanılacak implant malzemenin kemiğin elastisite modülüne eşdeğer bir elastisite modülüne sahip olması beklenir. Kemiğe ait elastisite modülü kemik türüne bağlı olarak 4-30 GPa aralığında değişmektedir. Günümüzde kullanılan implant malzemelerin elastisite modüllerinin kemiğin elastisite modülünden daha fazla olması önemli bir dezavantaj olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu durum neticesinde implant tarafından komşu kemiğe transfer edilmesi gereken gerilmeler engellenmekte ve kemik zayıflaması sonucu gevşemeler oluşmaktadır. Bu biyomekanik uyumsuzluk, gerilme kalkını etkisi (stress shielding effect) olarak isimlendirilmekte ve kemik hücrelerinin ölümüne sebebiyet vermektedir (Sumner *et al.*

1998). Sonuç olarak, implantların gevşemesi ve buna bağlı olarak cerrahi revizyondan kaçınmak için bir implant malzemedeki yüksek mukavemet-düşük elastisite modülü kombinasyonuna sahip olması beklenir.

Vücut içerisine yerleştirilen implant malzemelerin kullanım süresini belirleyen parametrelerden birisi de kazımalı yorulma özellikleridir. Kazımalı yorulma mekanizması, iki katı yüzey arasındaki çok düşük genliğe sahip bağıl hareket nedeniyle oluşan ve içerisinde yorulma, aşınma ve korozyonu barındıran bir yüzey hasarıdır. Kalça protezi, vücut içerisinde çevrimsel çeki-bası yüklemesine maruz kalarak kazımalı yorulma hasarına uğramaktadır. Vadiraj and Kamaraj (2005)'a göre implantların %74'ü kazımalı yorulma nedeniyle hasara uğramaktadır. Bu oran, hasarın ciddiyetini ortaya koymaktadır. Kalça protezlerinin hasar mekanizmalarını ele alan birçok çalışmada, çimento ile femur gövdesi arasında ve femur başı ile asetabulum (yuva) ara yüzeylerinde kazımalı yorulmaya bağlı olarak gevşemelerin meydana geldiği rapor edilmiştir (Hong *et al.* 2004; Watters *et al.* 2005; Geringer *et al.* 2005; Niinomi 2007; Vilches *et al.* 2008). Gevşemiş bir protez ise hastada ağrıya sebep olduğu için yeni bir ameliyatla revize edilmesi gerekir. Bunun da ötesinde kazımalı yorulma sonucu oluşan aşınma ürünleri vücut sıvısına karışarak, zehirlenmelere neden olabilmektedir. Bu durum hem hastaların sağlığı açısından hem de bir yılda 800.000 kalça protezi ameliyatının yapıldığı günümüz dünyasında maddi açıdan istenmeyen bir durumdur.

İmplant olarak kullanılan malzemelerin, insan vücudunda herhangi bir zehirleyici etkiye, iltihaplanmaya ve alerjik bir reaksiyona sebebiyet vermemeleri beklenir. Bir biyomalzemenin başarısı temel olarak implant ile vücut arasındaki reaksiyona bağlıdır ve bu durum malzemenin biyoyumluluğunun bir ölçüsüdür. Biyoyumluluk iki temel faktöre bağlıdır. Bunlar; vücudun implanta verdiği tepki ve implantın vücut içerisinde bozunmasıdır. İmplant malzemeler insan doku ve sıvıları ile temasa geçtiklerinde bazı reaksiyonlar meydana gelir ve bu reaksiyonlar vücut tarafından bu malzemelerin kabul edilebilirliğini belirler. Biyoyumluluğun belirlenebilmesi için iki çeşit test yapılmaktadır. Bunlar, laboratuvar ortamında hücre kültürleri içerisinde yapılan testler (*in vitro*) ve canlı ortamlarda veya denekler üzerinde yapılan testlerdir (*in vivo*).

Vücut sıvıları içerisinde çalışan bir implant malzemenin düşük aşınma ve korozyon direncine sahip olması, vücut içerisine zararlı metal iyon salımına neden olur. Bu iyonların ise alerjik ve toksik reaksiyonlara sebebiyet verdikleri belirlenmiştir (Geetha *et al.* 2009, Hallab *et al.* 2005). Aynı zamanda düşük aşınma direncine sahip implantta gevşemelerin oluştuğu ve oluşan aşınma ürünlerinin biriktiği dokularda iltihaplanma, kromozom bozuklukları ve zehirlenme gibi zararlı reaksiyonlara sebep olduğu ifade edilmiştir (Sargeant and Goswami 2006). Bu nedenle yüksek aşınma ve korozyon dirençli implantların geliştirilmesi, insan vücudunda kullanılan malzemelerin uzun süreli kullanımının gerçekleştirilmesi açısından çok büyük bir öneme sahiptir. Ayrıca geliştirilen bu implantların aşınma ve korozyon özelliklerinin vücut ortamına yakın şartlarda belirlenmesi, söz konusu implantların gerçek performans değerlerinin elde edilmesi açısından uygun olacaktır.

Bir implant yüzeyinin, eş çalıştığı kemik veya diğer dokularla bütünleşmesine osseointegrasyon denir. İyi bir osseointegrasyon sağlanamaması durumunda implantta gevşeme meydana gelir (Viceconti *et al.* 2000). Bu nedenle implant ile kemiğin bütünleşebilmesi çok büyük bir önem arz etmektedir. Bu durumun sağlanmasında uygun yüzey kimyası, yüzey pürüzlülüğü ve yüzey topografyası çok büyük rol oynamaktadır.

Metaller ve alaşımları üstün mekanik özelliklerinden dolayı ortopedik cerrahide implant malzeme olarak kullanılmaktadır. Ortopedide yaygın olarak kullanılan metaller; paslanmaz çelikler (316L gibi), titanyum ve alaşımları ile kobalt-krom alaşımlarıdır (Shackelford 1999).

316L paslanmaz çeliği, yapay diz ve kalça protezlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Buna neden olarak 316L'nin diğer metalik biyomalzemelere oranla daha ucuz olması, mükemmel korozyon direnci ve kabul edilebilir biyouyumluluğu gösterilebilir (Gil *et al.* 2006). Ancak uzun süreli kullanımlarda paslanmaz çelik içerisinde bulunan Ni ve Cr elementlerinin salımının gerçekleştiği ve bu elementlerin toksik etkiye sahip oldukları rapor edilmiştir (Geetha *et al.* 2009). Bu çelikler çok üstün korozyon direncine sahip

olmalarına rağmen düşük sertliğe ve zayıf tribolojik özelliklere sahiptir. Bu durum özellikle aşınmanın ve yorulmanın önemli olduğu ortopedik implant uygulamalarında hasara neden olur. Ayrıca 316L paslanmaz çeliğinin elastisite modülünün kemiğinkine oranla çok yüksek olması gerilme kalkanı etkisine sebep olarak protezde gevşemeye neden olmaktadır.

Yoğunluğuna göre yüksek mukavemete sahip olması, çok iyi korozyon direnci göstermesi ve biyouyumluluğunun iyi olması nedeniyle titanyum ve alaşımları birçok implant uygulaması için en uygun malzemelerdir. Osseointegrasyonu çok iyi olan ve doku tarafından kabul edilebilirliği yüksek olan titanyum, implant olarak vücuda yerleştirildikten sonra vücudun bir parçası haline gelir. Bu da implanta maksimum dayanımı sağlamaktadır. En yaygın olarak kullanılan titanyum alaşımı Ti6Al4V olup avantajlarını şu şekilde sıralamak mümkündür:

- ✓ Uzun süreli implantasyonlarda çok iyi biyouyumluluğa sahiptir,
- ✓ Enjekte edilen maddelerle birlikte kimyasal reaksiyona girme olasılığı en azdır,
- ✓ Manyetik olmadığından MR (manyetik rezonans) için uygundur,
- ✓ Yoğunluğu düşük olduğundan hafiftir,
- ✓ Hipoalerjiktir (alerjik özelliği az),
- ✓ Elastisite modülü kemiğinkine yakındır.

Ti6Al4V alaşımı yüksek korozyon direnci ve mükemmel biyouyumluluğa sahip olmasına rağmen, uzun süreli kullanımlarda Al ve V iyonlarının salımından dolayı sorun oluşturmaktadır. Ti6Al4V alaşımından salınan Al ve V iyonlarının Alzheimer ve nöropati gibi hastalıklara sebebiyet verdiği belirlenmiştir (Nag *et al.* 2005). Ayrıca Ti6Al4V alaşımının düşük kayma mukavemetine, zayıf aşınma direncine ve yüksek sürtünme katsayısına sahip olması dezavantajları arasında sayılabilir.

İmplant malzeme olarak kullanılan 316L paslanmaz çeliği ve Ti6Al4V alaşımı, düşük sertlik, zayıf aşınma direnci, biyouyumluluk kaybı ve kemiğe oranla daha yüksek

elastisite modülüne sahip olmalarından dolayı uzun süreli kullanımlarda hasara uğrama eğilimindedirler. Bu hasarlar sonrası ise cerrahi operasyona ihtiyaç duyulmaktadır. Söz konusu operasyonlar, hastada ağrıya sebep olmanın yanı sıra çok büyük bir maliyeti de beraberinde getirmektedirler. Ayrıca cerrahi operasyonların başarı oranı daha önce gerçekleştirilen operasyonlara nazaran oldukça düşüktür. Günümüzde kalça protezlerinin ameliyat sonrası kullanım sürelerinin 10-15 yıl arasında olduğu ifade edilmektedir (Geetha *et al.* 2009). 2005 ve 2030 yılları arasında kalça protezi operasyonlarında %137 ve diz protezi operasyonlarında ise %607 gibi çok büyük artış olacağı öngörülmektedir (Kurtz *et al.* 2007). Dolayısıyla gelecek yıllarda implant üretiminde çok büyük bir pazarın oluşacağı tahmin edilmektedir.

Biyomalzemelerin dizaynı ve seçimi, hedeflenen medikal uygulamanın türüne göre belirlenir. Yeni biyomalzemelerin geliştirilmesi, malzeme bilimcileri, biyomedikal mühendisleri, ortopedistler ve biyologlar arasında disiplinler arası bir çalışma gerektirir. İmplant malzeme olarak 316L paslanmaz çelik ve Ti6Al4V alaşımının kullanımında karşılaşılan problemleri giderebilmek için genellikle kullanılan biyomalzemelerin türü değiştirilmekte veya mevcut özellikleri modifiye edilerek daha üstün hale getirilmektedir. Günümüz dünyasında hammadde sıkıntısının yaşandığı düşünülürse, malzemelerin mevcut özelliklerinin iyileştirilmesi en iyi çözüm olarak görünmektedir. Bu amaç doğrultusunda malzeme yüzeylerine birtakım işlemlerin uygulanması gerekir. Bu işlemlerden en yaygın olarak kullanılanları termokimyasal işlemler, iyon implantasyon, elektrokimyasal kaplama, termal ve plazma sprey kaplama ile biyoyumlu ince film kaplama yöntemleridir (Usta *et al.* 2004; Shih *et al.* 2004; Sever 2003).

Plazma nitrüleme gibi termokimyasal yüzey işlemleri, biyomalzeme olarak kullanılan 316L paslanmaz çelik ve Ti6Al4V alaşımının efektif olarak kullanılabilmesi ve kullanım ömrünün artırılması amacıyla yaygın olarak kullanılmaktadır. Nitrüleme işlemi sonrası yüzeyde oluşan bileşik tabaka ve altında oluşan difüzyon tabakası, malzemenin yorulma ve aşınma direncini iyileştirir. Yüzey işlemi esnasında

malzemenin kimyasal içeriğine göre oluşan alaşım nitürleri de doğrudan korozyon direncini olumlu/olumsuz etkiler.

Plazma nitürleme işleminin, yüzeyde modifiye olmuş bir tabaka oluşturarak paslanmaz çeliğin yüzey sertliğini ve aşınma direncini artırmada çok etkili bir işlem olduğu kanıtlanmıştır (Sun *et al.* 1994; Li *et al.* 2008). Özellikle düşük sıcaklıklarda yapılan nitürleme işlemi, azot atomlarıyla aşırı doymuş yarı kararlı bir faz olan ve genellikle genişlemiş ostenit olarak isimlendirilen bir fazın oluşumuyla, korozyon direncinde bir kayba yol açmaksızın 316L paslanmaz çeliğinin aşınma direncini iyileştirdiği ifade edilmiştir (Sun and Bell 1998). Yapısı ve oluşumu henüz tam olarak anlaşılammış olan ve literatürde s-fazı (Ichii *et al.* 1986), ϵ' -fazı (Angelini *et al.* 1988), γ_N -fazı (Samandi *et al.* 1993) ve m-fazı (Marchev *et al.* 1998) gibi farklı isimlerle nitelendirilen bu fazın yüksek sertlik ve çok iyi korozyon direncine sahip olduğu belirtilmiştir (Borgioli *et al.* 2006).

s-fazının karakterizasyonu ile ilgili yapılan çalışmalar incelendiğinde bu fazın 450°C işlem sıcaklığına kadar oluştuğu ve malzemenin korozyon direncinde olumsuz bir etkiye neden olmaksızın sertliği artırdığı görülmüştür. 450°C sıcaklığın üstünde krom atomlarının aktivasyonunun artması sonucu CrN çökeltilerinin oluştuğu ve daha iyi mekanik özellikler elde edilmesine rağmen korozyon direncinde azalma olduğu belirlenmiştir (Samandi *et al.* 1993; Menthe *et al.* 1995; Singh *et al.* 2002).

316L paslanmaz çeliğin plazma ile nitürlenmesi sonrası elde edilen özellikleri etkileyen en önemli parametreler işlem sıcaklığı ve süresi olarak karşımıza çıkmaktadır. Borgioli *et al.* (2005), 316L paslanmaz çeliğin plazma nitürlenmesine işlem sıcaklığının etkisini araştırdıkları çalışmada, 450°C'ye kadar olan sıcaklıklarda yapının ağırlıklı olarak s-fazından oluştuğunu belirlemişlerdir. 450°C sıcaklığın üzerinde tane sınırları boyunca ve taneler içerisinde CrN ve γ' -Fe₄N fazlarının oluştuğunu, artan işlem sıcaklığı ile modifiye olmuş tabaka kalınlığının ve sertliğinin arttığını ifade etmişlerdir. Ayrıca %5'lik NaCl çözeltisi içerisinde gerçekleştirdikleri korozyon testleri sonucu 430°C-450°C sıcaklıkları arasında yapılan nitürleme işleminin korozyon direnci açısından en

iyi sonuçları verdiğini göstermişlerdir. Nitrüleme süresinin de sıcaklığa benzer şekilde bir etki gösterdiği ve artan işlem süresi ile modifiye olmuş tabaka kalınlığının, yüzey sertliğinin ve korozyon direncinin arttığı tespit edilmiştir (Fossati *et al.* 2006).

Ostenitik paslanmaz çeliklerin plazma ile nitrülenmesi ile ilgili birçok çalışma yapılmasına rağmen, nitrüleme işleminin düzlem yorulma ve kazımalı yorulmaya etkisi sınırlı sayıdaki çalışmalarda ele alınmış ve farklı görüşler ortaya konmuştur. Allen *et al.* (2003) yaptıkları çalışmada AISI 316 paslanmaz çeliğini 400 ve 520°C’de nitrüleyerek yorulma özelliklerini incelemiş ve nitrüleme sonrası işlemsiz numunelere göre düzlem yorulma ömründe sırası ile %10 ile %25 arasında bir artış sağlamışlardır. Kazımalı yorulma sonrası ise düzlem yorulma limitinde %50’ye varan bir düşüş görülmüştür. 400°C’de nitrüleme işlemi sonrası kazımalı yorulma ömründe %50 oranında bir artış sağlanmış iken, nitrüleme sıcaklığının 520°C’ye çıkması ile ömürdeki artış %240 gibi ciddi bir orana yükselmiştir. Söz konusu iyileşme plazma nitrüleme sonrası elde edilen sert, aşınma dirençli ve bası artık gerilmeleri içeren tabaka ile ilişkilendirilmiştir. Yapılan başka bir çalışmada ise 304L paslanmaz çeliğin çeşitli işlem parametrelerinde nitrülenmesi sonucu yüzeyde bası artık gerilmelerinin oluşumu ile düzlem yorulma ömründe iyileşme elde edilmiştir (Menthe *et al.* 2000).

Plazma ile nitrüleme işleminin ostenitik paslanmaz çeliğin yorulma özelliklerine olumsuz yönde etkisinin olduğunu gösteren bir çalışmada, AISI 304 paslanmaz çeliğinin 420°C’de nitrülenmesi sonucu düzlem ve kazımalı yorulma ömründe işlemsiz numunelere göre düşüş olduğu ifade edilmiştir. Bu durum, nitrülenmiş numunelerin tane sınırlarında Cr segregasyonu nedeni ile zayıf bölgelerin oluşması sonucu yorulma çatlağının erken başlaması ve hızlı bir şekilde ilerlemesi şeklinde açıklanmıştır (Raman and Jayaprakash 2007).

Ti6Al4V alaşımının sahip olduğu birçok üstün özelliklere rağmen adeziv ve abrazif aşınma şartlarında düşük performans sergilemesi, cerrahi uygulamalarda kullanımına bir engel teşkil etmektedir (Da Silva *et al.* 1999). Bu nedenle Ti ve alaşımları yüzey işlemine ihtiyaç duymaktadır. Plazma nitrüleme işlemi, Ti ve alaşımlarının yüzey

özelliklerinin iyileştirilmesinde kullanılan ve güçlü bir potansiyele sahip bir metot olarak bilinmektedir (Mishra *et al.* 2003).

Ti6Al4V alaşımının plazma ile nitrülenmesi sonucu yüzeyde bileşik tabaka ve difüzyon tabakası oluşur. Titanyumun azota karşı kimyasal ilgisi çok yüksek olduğu için, nitrüleme işlemi sonucu bileşik tabakada kübik δ -TiN ve tetragonal ϵ -Ti₂N fazları oluşur. Difüzyon tabakası ise α -Ti yapısı içerisine azot atomlarının difüzyonu neticesinde oluşur (Rossi *et al.* 2003). Nitrüleme işlemi sonucu oluşan mikroyapı birçok parametreden etkilenmektedir. Bunlar; sıcaklık, zaman, gaz karışımı, basınç ve elektriksel parametrelerdir. Bu parametreler içerisinde işlem sıcaklığı en güçlü parametre olarak karşımıza çıkmaktadır (Mubarak *et al.* 2009).

Rahman *et al.* (2007), Ti6Al4V alaşımını 500-900°C sıcaklık aralığında plazma nitrüleme işlemine tabi tutmuş ve 700°C sıcaklığın üzerinde nitrülenmiş numuneler için bileşik tabaka ve difüzyon tabakasının oluşumunu gözlemlemiştir. İşlem sıcaklığının artışı ile tabaka kalınlıklarının arttığı ve 700°C'nin altındaki nitrüleme sıcaklıklarında TiN fazının görülmediği belirtilmiştir. Sertlik değerlerinin, artan işlem sıcaklığı ile arttığı ve değerlerdeki en önemli artışın 700°C'nin üzerinde nitrülen numuneler için elde edildiği rapor edilmiştir. Ayrıca yüksek sıcaklıklarda yapılan nitrüleme işlemi sonucu nitrülenmiş tabaka içerisinde sert TiN fazının bulunması nedeni ile tribolojik özelliklerde işlemsiz numunelere göre önemli bir iyileşme sağlandığı ifade edilmiştir. Yüksek sıcaklıklarda nitrülenmiş numunelerin sürtünme katsayısı ve aşınma oranlarında, işlemsiz ve düşük sıcaklıklarda nitrülenmiş numunelere oranla ciddi bir düşüş olduğu görülmüştür.

Plazma ile nitrüleme işlemi, Ti6Al4V alaşımının korozyon özelliklerini de önemli oranda etkilemektedir. NaCl çözeltisi içerisinde işlemsiz ve nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının çok iyi korozyon direnci gösterdiği belirtilmiştir. Buna neden olarak işlemsiz alaşımın yüzeyinde oluşan pasif TiO₂ tabakası ve nitrülenmiş alaşımın yüzeyinde oluşan nitrürlerin kimyasal inertliği gösterilmiştir. Ancak daha saldırgan ortamlarda (%5 HCl gibi), işlemsiz Ti alaşımı ciddi bir şekilde korozyona uğramışken, nitrülenmiş

numuneler iyi bir korozyon direnci sergilemiştir (Rossi *et al.* 2003). Nitrürlenmiş numuneler kendi içerisinde bir değerlendirmeye tabi tutulduğunda ise 900°C’de nitrürlenmiş numunelerin 750°C’de nitrürlenmiş numunelere göre daha yüksek korozyon direncine sahip olduğu görülmektedir. Bu durum, düşük nitrüleme sıcaklıklarında oluşan ϵ -Ti₂N fazının korozyon direncinin δ -TiN fazının korozyon direncinden daha düşük olduğunu ve düşük sıcaklıklarda tabaka kalınlığının daha düşük olması nedeniyle korozyon direncinde azalma olduğunu göstermektedir (Rossi *et al.* 2003).

Plazma ile nitrüleme işleminin Ti6Al4V alaşımının yorulma özelliklerine etkisinin incelendiği çalışmalarda farklı görüşler ortaya konmuştur. Özellikle yüksek sıcaklıklarda yapılan plazma nitrüleme işleminin tane büyümesine ve düşük kırılma mukavemetine sahip bileşik tabaka oluşumuna sebep olduğu için Ti6Al4V alaşımının düzlem yorulma özelliklerini olumsuz yönde etkilediği ileri sürülmüştür (Mubarak *et al.* in press). Shibata *et al.* (1994) yaptıkları çalışmada benzer bir sonuç olarak plazma nitrüleme işlemi sonrası yorulma dayanımının düştüğünü belirtmişlerdir. Dayanımdaki bu düşüşün nedenini, nitrüleme sonucu elde edilen tabakanın elastisite modülünün alaşımın elastisite modülünden çok yüksek olması nedeniyle deformasyon farkı oluşması şeklinde yorumlamışlardır.

Rajasekaran *et al.* (2008) plazma ile nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının düzlem ve kazımalı yorulma özelliklerini inceledikleri çalışmada, nitrüleme işlemi sonrası alaşımın sertliğinin ve yüzeyindeki bası artık gerilmelerinin artışı nedeniyle çok üstün düzlem yorulma dayanımı sergilediğini belirtmişlerdir. Ayrıca plazma nitrüleme işleminin Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma ömrünü iyileştirdiğini ifade etmişlerdir. Bu faydalı etkinin nitrürlenmiş numunelerin işlemsiz numunelere oranla daha düşük sürtünme kuvveti, daha yüksek yüzey sertliği ve daha yüksek bası artık gerilmelerine sahip olmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir.

İmplant malzemelerin yüzey özelliklerini iyileştirmek için plazma nitrüleme gibi termokimyasal işlemlerin yanı sıra seramik türü kaplama uygulamaları yapılmaktadır. Biyoseramik kaplamalar olarak adlandırılan bu kaplamalar, korozyona dayanıklı, üstün

sürtünme özellikleri olan, alerjik ve kanserojen olmayan inorganik malzemelerdir. Biyoseramikler canlı organizma ile biyouyumluluk özelliği göstermektedirler. Biyoseramikler ortopedide diz ve kalça protezlerinde, dişçilikte çenenin yeniden yapılandırılması ve çene kemiğinin sabitleştirilmesi gibi amaçlarla kullanılmaktadır.

Al_2O_3 (alumina) seramik endüstrisi için çok önemli bir bileşiktir. Al_2O_3 seramiği kalça protezleri ve diş implantlarında kullanılır (Fu *et al.* 2000). Alüminyum oksit kalça protezi kimyasal inertliği, yüksek dayanımı, aşınmaya karşı yüksek direnci, düşük sürtünme katsayısı, mükemmel korozyon dayanımı ve iltihaplanma oluşumu az olduğu için tercih edilmektedir (Schepers *et al.* 1996, Nakamura 1996). Biyomedikal alanda uygulanan Al_2O_3 kaplamalar, implantların osseointegrasyonunu iyileştirmek ve taban malzemeyi vücut sıvılarının sebep olduğu korozyondan korumak amacıyla kullanılırlar (Yılmaz *et al.* 2005). Bu uygulamalar için kullanılan alümina, iri tane yapısına sahip polikristalin α - Al_2O_3 'ün 1600-1700°C sıcaklıkta sinterlenmesi ile elde edilir.

Al_2O_3 gibi aşınma dirençli seramik kaplamaların yapılmasında farklı yöntemler kullanılmaktadır. Magnetron saçılma, plazma elektrolitik oksidasyon, termal ve plazma sprej yöntemleri bu yöntemler arasında sıralanabilir. Günümüzde plazma sprej tekniği sahip olduğu birçok avantaj nedeniyle metalik implantlar üzerine seramik kaplamaların büyütülmesinde tercih edilen en yaygın metotlardan biridir (Yılmaz *et al.* 2005). Bu avantajlar; kaplamaların oksidasyonu ve kirlenmesinin engellenebilmesi, porozitenin azaltılabilmesi, kaplama yoğunluğunun, homojenliğinin ve mühendislik özelliklerinin iyileştirilebilmesidir (Sarafoglou *et al.* 2007).

Plazma sprej yöntemi ile kaplanan Al_2O_3 'ün mikroyapısı ve mekanik özellikleri gerilim, gaz basıncı ve püskürtme mesafesi gibi kaplama şartlarından önemli derecede etkilenmektedir. Ayrıca partikül boyutu ve besleme oranı gibi parametreler de Al_2O_3 kaplamaların mekanik özelliklerini etkilemektedir. Kaplama işlemi sonrası ortalama olarak yüksek sertlikler (1200 HV) elde edilmesine rağmen, yüksek yüzey pürüzlülüğü nedeniyle kaplama içerisinde zayıf bölgeler oluşabilmektedir (Ctibor *et al.* 2006).

Al_2O_3 'ün korozyonu ile ilgili yapılan çalışmalar incelendiğinde taban malzemenin ve kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün korozyon direnci açısından çok önemli bir parametre olduğu görülmektedir. Yüzey pürüzlülüğündeki artış ile Al_2O_3 kaplamanın korozyon direncinin azaldığı, porozite ve kaplama kalınlığındaki düşüş ile korozyon direncinde önemli bir artışın olduğu saptanmıştır (Dianran *et al.* 1997; Çelik *et al.* 1999). Düşük karbonlu bir çeliğe sol-gel yöntemi ile Al_2O_3 kaplama yapılması ile korozyon direncinde artış olduğu ifade edilmiştir (Ruhi *et al.* 2006). Ayrıca alüminanın (Al_2O_3) çok iyi biyouyumluluğa sahip olduğu birçok çalışma ile kanıtlanmıştır. Alumina tozundan üretilen diş implantının biyouyumluluk testleri hayvanlar üzerinde (*in vivo*) yapılmış ve çok üstün sonuçlar elde edilmiştir (Zhao *et al.* 1998).

Plazma sprej yöntemi ile Al_2O_3 kaplama yapılması sonrası düzlem yorulma ömründe iyileşme sağlandığı rapor edilmiştir. Yorulma özelliklerindeki bu iyileşme kaplama işlemi sonrası elde edilen yüksek sertlik ve bası artık gerilmelerinin yorulma çatlak başlangıcını geciktirmesi ile ilişkilendirilmiştir (Kovarik *et al.* 2005; Berletta *et al.* 2006). Rajasekaran *et al.* (2008), plazma sprej yöntemi ile AA 6063 alaşımı üzerine iki farklı kalınlıkta (40-100 μ m) Al_2O_3 kaplayarak düzlem ve kazımalı yorulma özelliklerini araştırmışlardır. 100 μ m kalınlıktaki Al_2O_3 kaplamalar düşük bası artık gerilmelerine sahip olmalarından dolayı düzlem yorulma ömrü açısından en kötü dayanımı sergilemişlerdir. Kaplanmamış numuneler ise düşük yüzey sertliği nedeniyle en düşük kazımalı yorulma ömrünü sergilemişlerdir.

Son yıllarda TiN, ZrN, TiAlN, NbN, TaN ve VN gibi geçiş metal nitrürleri, cerrahi implantlar ve protezlerin aşınma ve korozyona karşı dirençlerini artırmak için koruyucu kaplama olarak başarıyla uygulanmıştır (Braic *et al.* 2005). Özellikle endüstrideki kesme uygulamalarında sahip olduğu üstün mekanik özelliklerden dolayı uzun zamandır TiN kaplamalar tercih edilmekteydi. Fakat bu kaplamalar, kesme prosesi esnasında sertlik kaybına uğramakta ve oksidasyon problemine sebebiyet vermekteydiler. Bu problemin giderilmesi için kaplamaya Al ilavesi yapılarak TiAlN kaplaması üretilmiştir. TiAlN kaplamalarda bulunan Al, yüksek sıcaklıklarda oksijenle birleşerek yüzeyde Al_2O_3 tabakası oluşturup oksidasyon probleminin üstesinden gelmiştir (Castanho and Vieira

2003). Ayrıca TiAlN kaplamaların oldukça yoğun bir yapıda oluşması, taban malzemeye adezyonunun çok iyi olması ve üretim prosesleri esnasında çok önemli bir özellik olan düşük ısı iletimi, temel avantajları arasında sıralanabilir. TiAlN ince filmler yüksek sertlik, mükemmel oksidasyon ve korozyon direncine sahip olduğu için aşınma dirençli kaplamalar olarak endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. TiAlN kaplamalar fiziksel buhar kaplama teknikleri (saçılma, buharlaştırma ve iyon-kaplama gibi) ile birçok malzeme üzerine başarı ile uygulanarak çok üstün mekanik özellikler elde edilmiştir (Totik *et al.* 2001, Man *et al.* 2004). Bu teknikler arasında magnetron saçılma tekniği, sağladığı yüksek kaplama oranı sayesinde en çok tercih edilen yöntem olmuştur (Wu *et al.* 2000).

TiAlN ince filmlerinin mekanik ve tribolojik özelliklerinin araştırılması konusunda diğer sert kaplamalarla karşılaştırmalı olarak birçok çalışma gerçekleştirilmiştir (Jindal *et al.* 1999; Bressan *et al.* 2001; Castanho and Vieira 2003; Derflinger *et al.* 2006). Yapılan bu çalışmalarda genellikle TiAlN kaplamaların kesme takımları üzerine uygulanması sonucu performansı incelenmiş TiN, TiCN, AlCrN ve CrN gibi sert kaplamalarla karşılaştırması yapılmıştır. Özellikle yüksek kesme hızlarında TiAlN kaplamaların yüzeyinde oluşturduğu Al₂O₃ tabakası sayesinde çok üstün aşınma direnci gösterdiği tespit edilmiştir. Ayrıca yapılan adezyon testleri sonucu fiziksel buhar kaplama teknikleri ile büyütülen TiAlN kaplamaların uygulandıkları taban malzemelere güçlü bir adezyonla bağlandıkları ve testler sonucu elde edilen kritik yük değerlerinin (L_c) yüksek olduğu tespit edilmiştir. Elde edilen bu üstün adezyon değerlerin artırılması hususunda bir takım çalışmalar yapılarak çeşitli metal ara tabakalar (Ti, Al, Cu) kullanılmıştır. Bu ara tabakalar içerisinde Ti'un bası artık gerilmelerini artırarak taban malzemeye olan adezyonu önemli oranda iyileştirdiği belirlenmiştir (Castanho *et al.* 2003).

Bir biyomalzemedan üstün mekanik ve tribolojik özelliklerin yanı sıra kullanılacağı yere göre yeterli derecede korozyon direnci ve biyouyumluluk sergilemesi beklenir. Bu amaç doğrultusunda TiAlN ince filmlerinin elektrokimyasal ve biyouyumluluk özelliklerinin incelendiği birçok çalışma mevcuttur (Cunha *et al.* 1999; Souto and

Alanyali 2000; Chung *et al.* 2004; Braic *et al.* 2005; Zheng *et al.* 2007). Çelik numuneler üzerine TiN ve TiAlN kaplama yapılarak NaCl çözeltisi içerisindeki korozyon davranışlarının incelendiği bir çalışmada, her iki kaplamanın benzer özellik sergilediği ve işlemsiz numunelere oranla korozyon direncinin etkili bir şekilde artırıldığı rapor edilmiştir (Souto and Alanyali 2000). Zheng *et al.* (2007), NaCl içeren bir ortamda Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülen TiAlN filminin korozyona karşı çok etkili bir koruma sağladığını belirtmişlerdir.

CoCr taban malzeme üzerine TiN ve TiAlN seramik filmi kaplanarak, biyouyumluluk ve korozyon testlerinin yapıldığı bir çalışmada hücre kültürleri ile yapılan testlerde (*in vitro*) TiAlN seramik filminin çok üstün biyouyumluluğa sahip olduğu kanıtlanmış ve herhangi bir sitotoksosite belirtisine rastlanmamıştır. Ayrıca en uygun viyabilite değerleri TiAlN kaplamalar için elde edilmiş ve yapılan elektrokimyasal inceleme sonucunda taban malzemenin korozyon direnci etkili bir şekilde artmıştır (Braic *et al.* 2005). Dental uygulamalarda kullanılan nikel esaslı bir malzeme üzerine TiAlN kaplaması yapılarak kobay farelerinin derialtına implantasyonu gerçekleştirilerek biyouyumluluk testleri (*in vivo*) yapılmıştır. Elde edilen histolojik bulgular TiAlN kaplamaların biyouyumluluğunu desteklemiş ve nikel esaslı alaşımın korozyon direncini önemli oranda iyileştirdiği görülmüştür (Chung *et al.* 2004).

TiAlN kaplamaların düzlem ve kazımalı yorulma özelliklerinin incelendiği çalışma yok denecek kadar azdır. Suh *et al.* (2003) yaptıkları çalışmada 1Cr-1Mo-0.25V çeliği üzerine TiN ve TiAlN kaplamaları büyütürük oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklıklarda düzlem yorulma testleri gerçekleştirmişlerdir. Oda sıcaklığında yapılan testler sonucu yorulma ömrü, artan yüzey sertliği ve kaplamalardaki yüksek bası artık gerilmelerinin çatlak başlangıcını geciktirmesi sonucu işlemsiz çeliğe göre iyileşme göstermiştir. Ancak test sıcaklığının artışı ile (400-538°C) bası artık gerilmeleri azalma göstermiş ve yorulma mukavemeti düşmüştür.

Kalça ve diz protezi, kemik plakaları ve vidalar gibi implant malzemelerde çok ciddi problemlere yol açan kazımalı yorulma hasarı ile ilgili deneysel çalışmaların yanı sıra,

sonlu elemanlar metodu ile yapılan birçok teorik çalışma mevcuttur. Malzemelerin kazımalı yorulma davranışlarını etkileyen birçok faktör olması nedeniyle kazımalı yorulma çok kompleks bir mekanizmaya sahiptir. Bu faktörlerden bazıları, temas basıncı, sürtünme katsayısı, kayma genliği, çevrimsel yükleme, frekans, malzeme türü ve temas geometrisidir. Kazımalı yorulma hasarına maruz kalan bir parçanın toplam ömrü, çatlak başlangıcı ve çatlak ilerlemesi olmak üzere iki safhaya ayrılmaktadır. Kazımalı yorulma çatlaklarının başlangıç ve ilerleme mekanizmasının daha iyi anlaşılması ve bu hasara maruz bir parça için ömür hesaplanabilmesi, kazımalı yorulmaya dirençli malzemelerin geliştirilebilmesi ve uygun dizaynların yapılabilmesi açısından çok büyük önem arz etmektedir.

Toplam ömrün çatlak başlangıç ve ilerleme oranlarını hasar sonrası mikroskopik gözlemlerle tahmin etmek için birçok çalışma yapılmıştır (Lykins *et al.* 2001). Alternatif olarak bu oranlar kırılma mekaniği prensipleri kullanılarak tahmin edilmeye çalışılmıştır (Golden and Grandt 2004). Shkarayev and Mall (2003), kazımalı yorulma çatlak ilerleme davranışını değerlendirmek için bir sonlu elemanlar modeli geliştirmişlerdir. Yapılan bu çalışmada, çatlak ilerleme yönünün, maksimum teğetsel gerilme tarafından kontrol edildiği ve kazımalı yorulma çatlağının temas yüzeyine dik bir şekilde ilerlediği belirlenmiştir. Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma çatlak büyüme davranışının sonlu elemanlar metodu ile modellendiği başka bir çalışmada ise çatlak ilerleme ömrünün artan çevrimsel yükleme ile arttığı ve kazımalı yorulma ömrünün %90'ının çatlak başlangıcı için harcandığı ifade edilmiştir. Ayrıca temas yükü, sürtünme katsayısı ve teğetsel kuvvetin çatlak büyüme davranışına etkisi incelenmiş ve bu üç parametrenin artışı ile çatlak ilerleme ömrünün düştüğü rapor edilmiştir (Fadag *et al.* 2008).

Yorulma problemleri sonlu elemanlar metodu ile incelendiği zaman, parçalar dinamik yükleme altında modellenmekte ve elde edilen sayısal sonuçlardan yorulma davranışı hakkında bilgiler çıkarılmaktadır. Örneğin, sonlu elemanlar yöntemi bir bölgede gerilme konsantrasyonu oluştuğunu gösterirse, o bölgenin yorulma hasarı açısından hassas bir bölge olduğu kanaatine varılmaktadır. Lanoue *et al.* (2009) sıkı geçme ile bağlanmış bir

montajda, ANSYS-Workbench programıyla temas sürtünme gerilmelerini ve yer değiştirmeleri hesaplayarak kazımalı yorulma özelliklerini ve farklı temas algoritmalarının sonuca etkilerini incelemiştir. Buciumeanu *et al.* (2008) Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma davranışına kayma genliği ve normal yükün etkilerini hem deneysel olarak hem de ABAQUS programını kullanarak teorik olarak incelemiştir. Kayma genliğinin artışı ile başlangıçta kazımalı yorulma ömrünün düştüğü ve daha sonra artmaya başladığı, normal gerilmenin artışı ile de kazımalı yorulma ömrünün düştüğü rapor edilmiştir.

Düzlem ve kazımalı yorulma ile ilgili yapılan teorik çalışmalar incelendiğinde kaplama veya nitrüleme işlemlerinin malzemelerin yorulma ömrüne etkilerini ele alan sonlu elemanlar çalışmalarının oldukça sınırlı olduğu görülmektedir (Caron *et al.* 2006; Hutson *et al.* 2002; Murthy *et al.* 2009; Guagliano and Vergani 2004). Bu çalışmaların genelindeki temel mantık, nitrüleme ve kaplama işlemi sonrası oluşan bası artık gerilmelerinin modele aktarılması ve yorulma çatlak ilerlemesinin belirlenerek yorulma ömrünün tayin edilmesi esasına dayanmaktadır. Kazımalı yorulmaya maruz Ti6Al4V alaşımı üzerine uygulanan farklı yüzey işlemlerinin (bilyeli dövme ve Cu-Ni kaplama) yorulma ömrüne etkilerinin incelendiği çalışmada çatlak başlangıç ömrü çok eksenli yorulma parametreleri kullanılarak, çatlak ilerleme ömrü ise kırılma mekaniği yaklaşımı kullanılarak hesaplanmıştır (Murthy *et al.* 2009).

Baragetti *et al.* (2003), PVD yöntemiyle büyüttükleri ince CrN filminin düzlem yorulma davranışını hem deneysel hem de sonlu elemanlar yöntemi ile inceledikleri çalışmada, kaplama işlemi sonrası film içerisinde oluşan bası artık gerilmelerini XRD yöntemiyle belirlemiş ve bu gerilmeleri modele başlangıç şartı (initial condition) olarak girmişlerdir. Farklı uzunluklarda kabul ettikleri çatlak derinliklerine göre gerilme yoğunluk faktörünü belirlemiş ve Paris-Erdoğan eşitliğini (Paris and Erdogan 1963) kullanarak malzemenin kırılıncaya kadar yapmış olduğu çevrim sayısını hesaplayarak deneysel olarak elde ettikleri verilerle karşılaştırma yapmışlardır. Yapılan karşılaştırmaya göre deneysel ve teorik sonuçlar arasında %14'lük bir sapma olduğu ve bu sapmanın kabul edilebilir olduğu rapor edilmiştir.

Bu çalışmada amaç, mekanik özellikleri iyi, vücut şartlarında aşınma ve korozyon dirençleri yüksek ve osseointegrasyonu iyi olan implant geliştirebilmek için uygun yüzey işlemini belirlemektir. Bu amaca ulaşabilmek için, implant malzeme olarak kullanılan 316L paslanmaz çelik ve Ti6Al4V alaşımı üzerine plazma nitrürleme, TiAlN ve Al₂O₃ kaplama uygulanmış ve bu üç farklı yüzey işlemi karşılaştırılmıştır. 316L paslanmaz çeliğin nitrürleme işlemi %20N₂-%80H₂ gaz karışım oranında, 400-450°C'de 4 saat ve 500°C'de 1, 4, 8 saatlik işlem sürelerinde gerçekleştirilmiştir. Ti6Al4V alaşımı ise %75N₂-%25Ar gaz karışım oranında, 650-700°C'de 2 saat ve 750°C'de 1, 2, 4 saat işlem sürelerinde nitrürlenmiştir. TiAlN kaplama işlemi CFUBMS (kapalı alan dengelenmemiş magnetron saçılma) tekniği kullanılarak yapılmıştır. Al₂O₃ kaplamalar ise plazma sprej tekniği kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Nitrürlenmiş ve kaplanmış numunelerin, SEM, XRD ile yapısal, sertlik cihazı, çizme testi, düzlemsel ve kazımalı yorulma cihazı ile mekanik, mikro tribotest aşınma cihazı ile tribolojik ve potansiyodinamik yöntemlerle korozyon ve biyoyumluluk özellikleri araştırılmıştır. Ayrıca nitrürlenmiş ve kaplanmış 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma dayanımı ANSYS-Workbench programı yardımıyla teorik olarak incelenmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Biyomalzemeler

Günümüz dünyasında çeşitli nedenlerden dolayı meydana gelen trafik ve iş kazaları, kemik kaybına yol açmaktadır. Yaşam alanlarının gelişmesi ve büyümesine paralel olarak kaza olayları sürekli olarak artmaktadır. Daha yüksek standartlara sahip yeni araçların ve üretim makinelerinin geliştirilmesine rağmen, bu tarz riskleri tamamen ortadan kaldırmak imkânsız olarak görünmektedir. Bu nedenden dolayı dünyada biyomalzeme gereksinimi sürekli olarak artmaktadır.

Biyomalzeme kavramının çeşitli tanımlarının yapılmasına rağmen, Hench and Ethridge (1982) tarafından yapılan tanım günümüzde evrensel olarak kabul görmektedir. Onların ifadelerine göre bir biyomalzemenin amacı, vücudun bir parçasının emniyetli, güvenilir, ekonomik ve fizyolojik olarak kabul edilebilir bir tarzda değiştirilmesidir. Çizelge 2.1’de görüldüğü gibi biyomalzeme olarak; metaller, seramikler, polimerler veya kompozit malzemeler kullanılabilir.

Çizelge 2.1. Vücutta kullanılan implant malzemeler (Gümüşderelioğlu 2002)

İSKELET SİSTEMİ	
Eklemler	Titanyum ve alaşımları, Paslanmaz çelik, Kobalt-Krom alaşımları, polietilen
Kemik plakaları	Paslanmaz çelikler, Kobalt-Krom alaşımları
Kemik çimentosu	Polimetilmetakrilat (PMMA)
Yapay tendon ve bağlar	Politetrafloroetilen (Teflon)
Diş implantları	Titanyum, alumina, kalsiyum fosfat
KALP-DAMAR SİSTEMİ	
Kan damarı protezleri	Politetrafloroetilen (Teflon), Poliüretan
Kalp kapakçıkları	Paslanmaz çelik
Kataterler	Silikon kauçuk, Politetrafloroetilen (Teflon)
ORGANLAR	
Yapay kalp	Poliüretan
Yapay böbrek	Selüloz, Polisakkarit
DUYU ORGANLARI	
İç kulak kanalında	Platin elektrotlar
Göz içi lensler	Polimetilmetakrilat, Silikon kauçuk, Hidrojeller
Kornea bandajı	Kolajen, Hidrojeller

2.1.1. Metalik biyomalzemeler

Metalik malzemeler, implant olarak birçok uygulamada kullanılmaktadırlar. Metallerin üstün mekanik özellikleri, şekillendirilebilir olmaları ve aşınmaya karşı dirençli olmaları birçok uygulamada tercih edilebilmelerini sağlamıştır. Ancak metalik biyomalzemeler, biyouyumluluklarının düşük olması, korozyona uğramaları, dokulara göre çok sert olmaları, yüksek yoğunlukları ve alerjik doku reaksiyonlarına neden olabilecek metal iyonu salımı gibi birtakım dezavantajlara sahiptir. Metalik biyomalzemelerin en yaygın uygulama alanları ortopedik uygulamalar, yapay kalp kapakçıkları ve diş implantlarıdır. Günümüzde en çok kullanılan metalik biyomalzemeler, paslanmaz çelikler, titanyum ve alaşımları ile kobalt ve alaşımlarıdır. Çizelge 2.2’de bu malzemelere ve kemiğe ait mekanik özellikler karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Çizelge 2.2. İmplant malzeme olarak kullanılan metallerin ve kemiğin mekanik özellikleri (Hansen 2008)

Malzeme	Çekme Mukavemeti (MPa)	Akma Mukavemeti (MPa)	Sertlik (HV)	Elastisite Modülü (GPa)
316L	650	280	300	210
Co-Cr Alaşımı (Dövme)	1540	1050	450	540
Co-Cr Alaşımı (Döküm)	690	490	300	240
Ti6Al4V	1000	970	380	110
İnsan Kemiği	137.3	–	26.3	30

2.1.1.a. Paslanmaz çelikler

Biyomalzeme olarak kullanılan paslanmaz çelikler, içerdikleri yüksek oranda Krom ve Nikel sayesinde atmosferik koşullara, suya, asitlere ve yüksek sıcaklıktaki ortamlara dayanıklı çeliklerdir. Bileşimlerinde en az %12 krom bulunan çelikler, paslanmaz çelik olarak isimlendirilir. Tüm paslanmaz çeliklerin korozyon direnci, çok yoğun ve

koruyucu krom oksit ince pasif yüzey tabakasının oluşmasına dayanır. Paslanmaz çeliklerde en önemli alaşım elementi Krom'dur. Kromun oksijene karşı olan eğilimi demirden fazla olduğu için mevcut oksijenle kendisi birleşerek çok ince bir oksit tabakası oluşturur ve çelik içerisindeki demir atomlarının oksijen ile temasa girmesini engeller (Kurt 2006).

İmplant olarak kullanılan ilk paslanmaz çelik 18-8 (302) tipi paslanmaz çeliktir. Vanadyum çeliğine kıyasla daha güçlü ve korozyona karşı daha fazla dirençlidir. Daha sonra korozyon direncini artırmak için 302 paslanmaz çeliğe az miktarda molibden ilave edilerek 316 paslanmaz çeliği üretilmiş ve implant malzeme olarak kullanılmıştır. 1950'lerde 316 paslanmaz çeliğinin karbon içeriği korozyon direncini artırmak için 0.08'den 0.03'e düşürülerek 316L tip paslanmaz çelik elde edilmiştir (Gümüşderelioğlu 2002; Yetim 2009). Ortopedik uygulamalarda yaygın olarak kullanılan paslanmaz çelikler, ostenitik paslanmaz çeliklerdir. Bu tür çelikler biçimlendirilebilir, mekanik özellikler ve korozyon dayanımı bakımından çok üstün bir kombinasyon sunarlar. Manyetik olmayan bu çeliklere, ostenitik içyapıları dönüşüm göstermediği için normalleştirme veya sertleştirme ısıl işlemleri uygulanamaz, mekanik dayanımları ancak soğuk şekillendirme ile artırılabilir. Düşük maliyete sahip bu çeliklerin ortopedik uygulamalardaki en önemli dezavantajı ise çoğu hastada alerjik reaksiyonlara neden olan Ni elementi içermeleridir.

2.1.1.b. Titanyum ve alaşımları

Titanyum ve alaşımları 1950'den beri implant malzeme olarak kullanılmaktadır (Geetha *et al.* 2009). Titanyum iki allotropik formda bulunur. 883°C'ye kadar hegzagonal sıkı paket bir yapı (α -Ti) gösterirken, bu sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda hacim merkezli kübik bir yapı (β -Ti) gösterir. Alaşım elementlerinin titanyum'a ilavesi bu malzemeye birçok özellik kazandırmaktadır. Günümüzde biyomalzeme olarak en yaygın kullanılan titanyum alaşımı Ti6Al4V'dur. Bu alaşım ağırlıkça %6 alüminyum, %4 vanadyum ve geri kalan miktarda titanyumdan oluşur. Yapıda bulunan alüminyum α fazını stabilize edip α fazından β fazına geçiş sıcaklığını artırırken, vanadyum ise β fazını stabilize

etmektedir. Titanyum alaşımlarının en büyük avantajı korozyon direncinin ve biyouyumluluğunun diğer metalik malzemelere göre yüksek olmasıdır. Titanyum'un elastisite modülü yaklaşık 110 GPa olup bu değer paslanmaz çelik ve Co-Cr alaşımının elastisite modülü ile karşılaştırıldığında kemiğe en yakın olanıdır. Bununla beraber, bu malzemelerin en büyük dezavantajı düşük aşınma direnci ve zayıf tribolojik özellikler sergilemeleridir. Titanyum ve alaşımları en fazla kalça ve diz protezlerinin yapımında, vida ve bağlantı elemanlarında ve diş hekimliğinde kullanılırlar (Yetim 2009).

2.1.2. Seramik biyomalzemeler

Genel anlamda seramik, inorganik endüstriyel hammaddelerin belirli oranlarda karıştırılıp şekillendirildikten sonra pişirilerek sertleştirilmesi ile elde edilen malzemelere denilmektedir. Vücudun zarar gören veya işlevini yitiren organlarının onarımı, yeniden yapılandırılması veya yerini alması amacıyla özel olarak tasarlanan seramiklere ise biyoseramik adı verilir.

Biyoseramikler doku ile etkileşimlerine göre biyoinert, biyoaktif ve biyobozunur seramikler olarak üç ana gruba ayrılmaktadır. Biyoinert seramikler canlı dokuyu değiştirmeden doku ile bir arada bulunabilirler. Biyoaktif seramikler kemikle ya da canlı organizmanın yumuşak dokusu ile kimyasal bağ yapma özelliği gösterirler. Biyobozunur seramikler ise doku ile yer değiştirir (Dubok 2000). Çizelge 2.3'te biyoseramiklerin doku ile etkileşimlerine göre sınıflandırılmaları ve biyoseramik örnekleri görülmektedir.

Çizelge 2.3. Biyoseramiklerin doku ile etkileşimleri

Biyoseramik Tipi	Doku İle Etkileşimi	Biyoseramik Örnekleri
Biyoinert	Mekanik Bağ Yapar	Al, Zr, Ti oksitler
Biyoaktif	Kimyasal Bağ Yapar	HA (Hidroksiapatit), Biyoaktif cam
Biyobozunur	Yer Değiştirir	TCP(trikalsiyum fosfat)

Biyoinert seramik grubuna giren alümina (Al_2O_3) yüksek yoğunluk ve saflığa sahip olup, korozyon direnci, yüksek dayanımı ve iyi biyouyumluluk özelliklerinden dolayı, kalça protezleri ve diş implantlarının yapımında yaygın kullanım alanına sahiptir. Zirkonya da alümina gibi bulunduğu fiziksel ortama karşı inerttir. Çok yüksek bükülme direncine sahip olan zirkonya özellikle uyluk kemiği protezlerinde kullanılmaktadır. Vücut sıvısından etkilenip zamanla dayanımının düşmesi, kaplama özelliğinin zayıf oluşu ve potansiyel radyoaktif maddeler (uranyum ve toryum gibi) içermesi zirkonyanın dezavantajlarıdır.

Biyoaktif seramik malzemelerin en yaygın olarak kullanılan türü hidroksiapatittir (HA). HA kemik içerisinde doğal olarak bulunan kalsiyum fosfat seramiğidir. En önemli özelliği kemiğe en yakın özelliklere sahip biyomalzeme olmasıdır. Genellikle bir metalik implant üzerine kaplama şeklinde kullanılır. Ancak adezyon özelliğinin düşük olmasından dolayı kullanım süresi sınırlı kalmaktadır. Özellikle ortopedide ve diş implantlarında kullanılırlar.

Üçüncü grup biyoseramikler, biyobozunur seramikler olup trikalsiyum fosfat bu gruba örnek olarak verilebilir. Bu tür seramiklerin en önemli özelliği, bakteri veya diğer canlı organizmalar tarafından parçalanıp bozularak zamanla doku ile yer değiştirmeleridir.

2.1.3. Polimer esaslı biyomalzemeler

Polietilen (PE), poliüretan (PU), politetrafloroetilen (PTFE), poliasetal (PA), polimetilmetakrilat (PMMA), polietilenteraftalat (PET), silikon kauçuk (SR), polisülfon (PS), polilaktik asit (PLA) ve poliglikolik asit (PGA) gibi tıbbi uygulamalarda kullanılan polimerler, çok değişik bileşimlerde ve şekillerde (lif, film, jel, boncuk, nanopartikül) hazırlanabilmeleri nedeniyle biyomalzeme olarak geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Ancak, bazı uygulamalar için örneğin, ortopedik alanda mekanik özellikleri zayıf olup, sıvıları yapısına alarak şişebilir ya da istenmeyen zehirli ürünler (monomerler, antioksidanlar gibi) salgılayabilirler. Daha da önemlisi, sterilizasyon

işlemlerinin (otoklavlama, etilen oksit, Co radyasyonu) polimer özelliklerini etkileyebilmesi polimerlerin biyomalzeme olarak kullanımını sınırlandırmaktadır (Pasinli 2004).

2.1.4. Kompozit biyomalzemeler

Kompozit farklı kimyasal yapıdaki iki veya daha fazla sayıda malzemenin sınırlarını ve özelliklerini koruyarak oluşturduğu çok fazlı malzeme olarak tanımlanabilir. Ortopedik cerrahide karşılaşılan en önemli problemlerden biri, kemikle metal ya da seramik implantın sertlik derecesinin birbirini tutmamasıdır. Kemik ve implanta binen yükün paylaşılması doğrudan bu malzemelerin sertliği ile ilgilidir. İmplantın sertlik derecesinin, temasta olduğu dokularla aynı olacak şekilde ayarlanması, kemikte oluşacak deformasyonları engeller. Kullanımdaki bu olumsuzlukları ortadan kaldırmak amacıyla, liflerle güçlendirilmiş polimerik malzemeler, yani polimer kompozitler alternatif olarak öngörülmektedir. Kompozitler yüksek dayanıma ve düşük elastisite modülüne sahip olduklarından dolayı ortopedik uygulamalarda tercih edilirler (Gümüşderelioğlu 2002). Çizelge 2.4'te implant malzeme olarak kullanılan malzeme gruplarının avantaj ve dezavantajları görülmektedir.

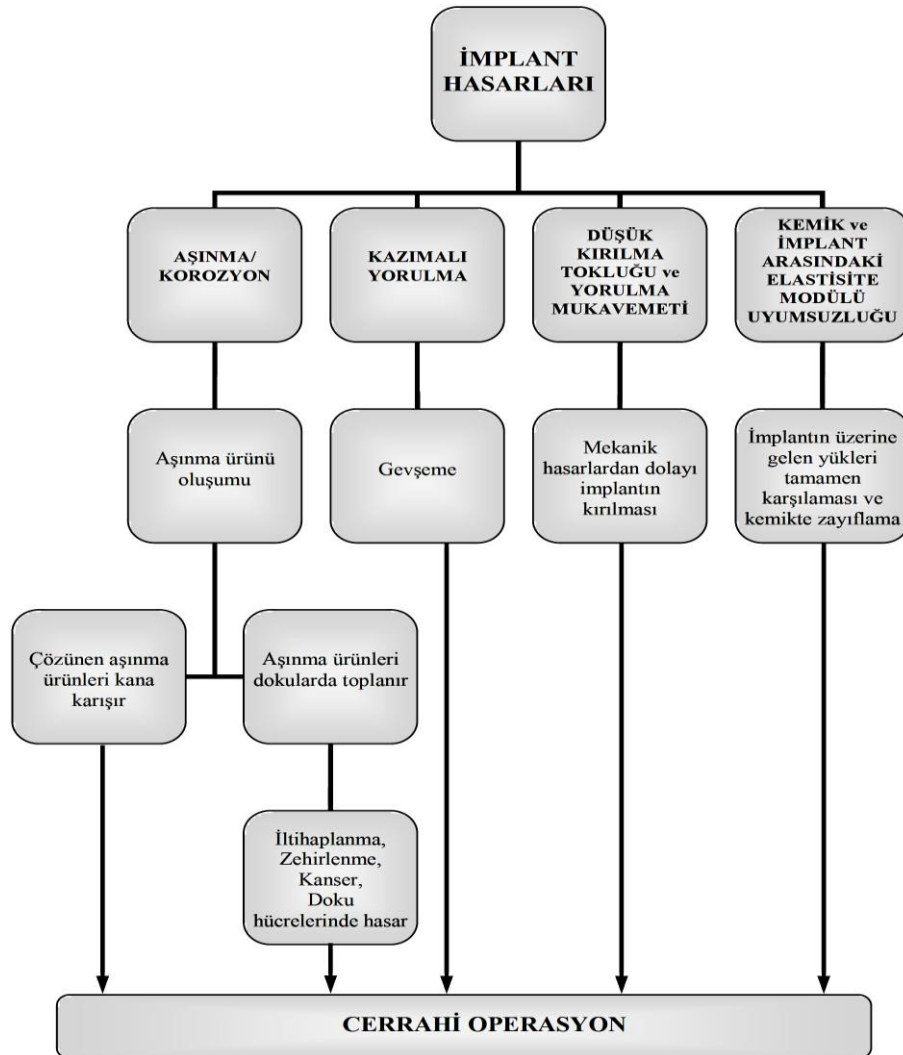
Çizelge 2.4. İmplantasyonda kullanılan malzemelerin avantaj ve dezavantajları

Malzeme	Avantajlar	Dezavantajlar
Metaller Paslanmaz çelikler Ti ve alaşımları Co-Cr alaşımları	Yüksek dayanım Yüksek aşınma direnci Kolay temin edilebilme İşlenebilirlik	Düşük biyouyumluluk Fizyolojik ortamda korozyon Yüksek yoğunluk Yüksek elastisite modülü
Seramikler Al, Zr, Ti oksitler Hidroksiapatit Biyoaktif cam	Yüksek biyouyumluluk Korozyona dayanıklılık Kimyasal kararlılık	Düşük darbe direnci Yüksek yoğunluk Fabrikasyon zorluğu
Polimerler Poliyeten Polimetilmetakrilat	Düşük yoğunluk Esneklik Fabrikasyon kolaylığı	Düşük dayanım Zamana bağlı bozulma
Kompozitler Polimer kompozitler Seramik kaplı metal	Yüksek biyouyumluluk Korozyona dayanıklılık Yüksek aşınma direnci	Fabrikasyon ve üretim zorluğu

2.2. İmplant malzemelerde görülen hasarlar

İmplant olarak kullanılan bir malzemenin performansı bazı parametrelere göre değişiklik göstermektedir. Bunlar; malzemeye ait mekanik, fiziksel ve kimyasal özellikler, malzeme üzerinde oluşan gerilme sistemi ve çalışma ortamıdır. Hasara sebep olan etmenler ise hatalı tasarım, yanlış malzeme seçimi, üretimden kaynaklanan hatalar, montaj hataları, yetersiz kalite kontrol ve test işlemleri, yanlış kullanım ve kullanım sırasında oluşan mekanik, kimyasal, termal ve diğer hasarlardır. İmplant malzemelerin kullanılamaz hale gelmesine ve cerrahi operasyona sebep olan hasar mekanizmaları ve etkileri Çizelge 2.5’te görülmektedir.

Çizelge 2.5. İmplant malzemelerde görülen hasarlar ve etkileri (Geetha *et al.* 2009)

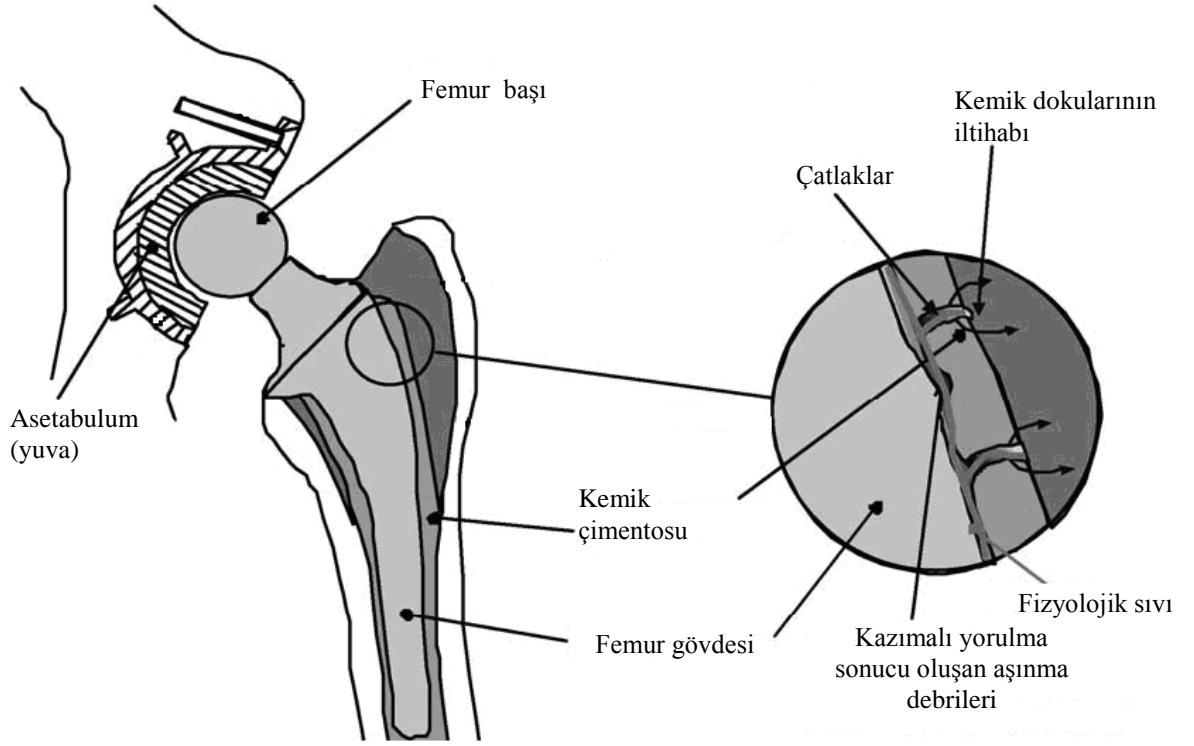


2.2.1. Gevşeme

İmplant malzemelerin kullanım ömürlerini azaltan ve cerrahi değişikliğe neden olan problemler arasında gevşeme olayı önemli derecede rol oynamaktadır (Gratton *et al.* 2001). İmplant malzemelerin ömrünün uzatılmasına ilişkin büyük ilerlemeler kaydedilmiş olmasına rağmen, protezlerin çoğu bir süre sonra gevşemekte ve revizyona ihtiyaç duymaktadır. Örneğin yapay bir kalça protezi 10-15 yıl iş görse de (Katti 2004), bazen gevşeme bu süreden daha erken olabilmektedir. Gevşemiş bir protez ağrıya neden olduğu için problem yaratır ve yeni bir ameliyat gerektirir. Özellikle kalça ve diz protezlerinde görülen gevşemenin temel nedeni kazımalı yorulma (fretting fatigue) mekanizmasıdır.

2.2.2. Kazımalı yorulma mekanizması

Dünyada her yıl yaklaşık 800.000 kalça protezi ameliyatı gerçekleştirilmektedir. Bu protezlerin yaklaşık %6'sı, protezin kullanımından 10 yıl sonra sap kısmının gevşemesinden dolayı yenisi ile değiştirilmektedir. Bu durumun temel nedenlerinden birisi kazımalı yorulma mekanizmasıdır (Geringer *et al.* 2005). Kazımalı yorulma hasarı, iki katı yüzey arasındaki çok düşük genliğe sahip bağıl hareket nedeniyle oluşan bir yüzey hasarıdır. Kalça protezi, vücut içerisinde çevrimsel olarak aksenal, eğilmeli ve burulmalı yüklemeye maruz kalarak kazımalı yorulma hasarına uğramaktadır. Vücut sıvısı gibi korozif bir ortamın varlığı aşınmayı daha da hızlandıracağı için protezin ömrü kazımalı yorulma mekanizması ile azalmaktadır. Şekil 2.1'de çimentolu bir kalça protezinin temel elemanları ve femur ile çimento ara yüzeyinde meydana gelen hasarın detay resmi verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi kemik çimentosu ile metalik femur arasında meydana gelen kazımalı yorulma sonucunda çatlaklar, aşınma debrileri ve ayrıca kemik dokularında iltihaplanma oluşmaktadır. Hasar sonucunda oluşan aşınma debrileri zehirlenmeye ve protezin gevşemesine neden olabilir. Bu durum hem hastanın sağlığı açısından hem de maddi açıdan istenmeyen bir durumdur. Bu yüzden yüzey modifikasyon teknikleri ile kazımalı yorulma hasarının önlenmesi gerekmektedir.



Şekil 2.1. Çimentolu kalça protezinin temel elemanları ve oluşan hasarlar (Geringer *et al.* 2005)

2.3. Yüzey işlemleri

Vücut içerisinde kullanılan implant malzemeler, fizyolojik sıvı içerisinde üzerine gelen yüklerin etkisi altında aşınma, korozyon ve kazımalı yorulma gibi hasarlara uğramaktadırlar. Bu hasarlar neticesinde implant ön görülen ömründen daha kısa sürede kullanılamaz hale gelmekte ve sonuçta yenisi ile değiştirilmektedir. Bu durum ise hem ekonomik açıdan hem de hastaların ameliyat sonrası günlük yaşantılarında olumsuz etkiye sahip olduğundan, implant olarak kullanılan malzemelerin kullanım ömürlerinin yüzey işlemleri vasıtası ile artırılması zorunludur. Bu işlemleri en genel anlamda termokimyasal yüzey işlemleri ve değişik yöntemlerle üretilen yüzey kaplamalar şeklinde iki ana başlıkta incelemek mümkündür. Termokimyasal bir işlem olan plazma nitrürleme işlemi, malzemelerin yüzey kimyasını değiştirmek suretiyle malzemelere gelişmiş yüzey özellikleri kazandıran bir işlemdir. Aynı şekilde, yüzey kaplama

metotları ile malzeme yüzeyinde oluşturulan filmler vasıtasıyla aşınma, korozyon ve yorulma dirençleri önemli ölçüde artırılmaktadır.

2.3.1. Plazma nitrürleme

Nitrürleme, ferritik şartlarda (592°C sıcaklığın altı) malzeme yüzeyine azot girişini içine alan bir yüzey sertleştirme işlemidir. Bu nedenle nitrürleme ile yüzey kompozisyonunun değiştirilmesi karbürlemeye benzemesine rağmen azot, yüzeye ostenitik sıcaklık yerine ferritik şartlarda yayınır. Yüzey sertliği ve sertleşme derinliği öncelikle işlem zamanına, sıcaklığa, gaz karışımına ve demir esaslı malzemenin alaşım içeriğine bağlıdır. Bu işlem düşük sıcaklık nedeniyle minimum distorsiyon ve mükemmel boyutsal kontrolle yapılabilmektedir. Azot demir içinde yayınarak nitrürler oluşturur. Nitrürler, mikroskopla görülemeyecek kadar küçük parçacıklar halinde yapıya dağılmıştır. Yapıyı sertleştiren bu nitrürlerdir. Nitrürleme, termokimyasal işlem olup genellikle atomik azotun ferrit fazına geçişini kapsamakta ve sonuç olarak oda sıcaklığına yapılan soğuma sırasında herhangi bir faz dönüşümünün oluşması söz konusu olmamaktadır.

Temel olarak tuz banyosu, gaz ve toz nitrürleme olmak üzere üç nitrürleme yöntemi vardır. Endüstride gaz nitrürleme yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu işlemde $500-590^{\circ}\text{C}$ arasında ısıtılan taban malzeme üzerine atomik azotun yayılmasını sağlamak için amonyak gazı çözünür. Çözünen amonyak, taban malzeme üzerinde nitrürler oluşturmak için Al, Cr gibi alaşım elemanlarıyla reaksiyona girer. Nitrürleme sonrası ϵ (HSP) ve γ (YMK) fazlarını içeren kırılğan beyaz tabaka oluşma eğilimindedir. Bu iki fazın farklı kafes yapıları içermesi yüksek iç gerilmeler doğurur ve bu bölgelerde mikroçatlakların oluşmasına sebep olur (Edenhofer 1974).

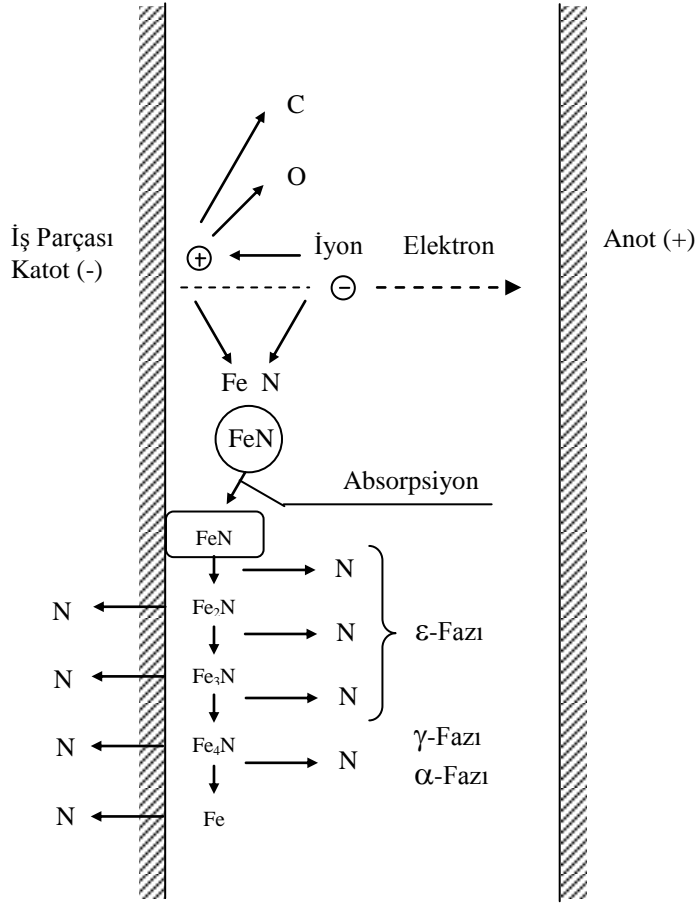
İlk olarak 1930 yılında İsviçreli mühendis Bernard Berghaus tarafından patenti alınmış olan plazma ile nitrürleme yöntemi, bilinen nitrürleme yöntemlerine göre işlem süresinin kısa olması, düşük sıcaklıklarda nitrürleme yapılabilmesi, meydana gelen

yapıların kontrolü gibi birçok avantaja sahip olması nedeniyle endüstrinin ilgisini çekmiştir.

Plazma ile nitrüleme yöntemi elektriksel boşalma (glow discharge) şartlarında oluşur. Bu yöntemde, malzeme yüzeyine iyonize edilmiş azotu yaymak için aktif ve reaktif plazma hali kullanılır. İşlem teorik olarak, elektriksel bakımdan iletken malzeme yüzeyine N arayer atomunun yayınma işlemidir. Plazma ile nitrüleme işlemi N_2 , H_2 , Ar ve NH_3 gaz ortamında, $350-590^\circ C$ arasında gerçekleştirilebilir. Yüzeyi sertleştirilecek malzemenin Cr, Al, V, Mo ve Ti gibi alaşım elemanlarını içermesi yüzey sertliğini daha da artıracaktır. Plazma ile nitrüleme işlemi sonrası en dışta beyaz tabaka ve onun altında da difüzyon tabakası olarak adlandırılan yapılar oluşur.

2.3.1.a. Plazma nitrüleme işleminin mekanizması

Elektriksel boşalma şartları altında azot gazı iyonize olur. Azot iyonları elektrostatik alana doğru ivmelenir ve katoda bağlı iş parçasını bombardımana uğratar. Yüzeye çarpan iyonlar, yüzeyde yüksek sıcaklıklar oluşturarak buharlaşmaya yol açar. Bunun sonucu olarak iş parçası yüzeyindeki demir ve diğer alaşım elemanları, metalik olmayan element atomları (karbon, oksijen, azot) ile elektronlar yüzeyden uzaklaşır (saçılma). Yüzeye çarpan iyonların ancak çok az bir kısmı iş parçasına yayınır (doğrudan implantasyon). Bu iyonların büyük bir kısmı saçılma olayını sağlar. Saçılan demir atomları ile yüksek enerjili azot atomları, yüzey dolayında FeN şeklinde birleşip metal yüzeyinde birikir (yoğunlaşma). FeN sıcak metal yüzeyinde kararsızdır ve kararlı diğer nitrürlere (Fe_2N , Fe_3N , Fe_4N) dönüşür (Şekil 2.2). Dönüşme sırasında serbest kalan azot atomları ya metale yayınır ya da plazmaya döner (kimyasal absorpsiyon). Saçılma ve yoğunlaşma işlemleri büyük ölçüde kullanılan gaza bağlıdır. Ayrıca basınç ve gerilim gibi diğer parametrelerin değiştirilmesiyle de etkilenir (Edenhofer 1974).



Şekil 2.2. Plazma nitrüleme işleminin mekanizması (Edenhofer 1974)

2.3.1.b. Plazma nitrüleme sonrası oluşan içyapılar

Sıcaklık, zaman ve gaz karışım oranı gibi parametrelerin değişimiyle iyon nitrüleme sonrası aşağıdaki yapılar meydana gelir (Edenhofer 1974).

Beyaz Tabaka: En dışta nital çözeltisi ile kimyasal dağlama işleminden etkilenmeyen, çok ince demir nitrürler içeren bir tabakadır. Dağlama işleminden etkilenmediğinden beyaz tabaka olarak adlandırılmıştır

Süneklik, aşınma, sürtünme direnci gibi özellikler için yapılan çalışmalarda, oluşan beyaz tabakanın yararlılığının, nitrür yapısının homojenliğine ve tabakanın kalınlığına bağlı olduğu görülmüştür. Beyaz tabaka olarak, sadece ε (HSP) veya γ (YMK)

nitrürlerinden biri oluşuyorsa mekanik özelliklerin daha iyi olduğu görülmüştür. Çok fazlı beyaz tabaka, ϵ ve γ birleşimi olup heterojen bir karışımdır. Farklı kafes yapılarından dolayı geçiş bölgelerinde iç gerilmeler oluşur. Bu durumda çok az bir kuvvet uygulanması halinde bile mikroçatlaklar oluşabilir. Ayrıca tabaka kalınlığı arttıkça sünekliğinin düştüğü bilinmektedir. Bu iki faktöre bağlı olarak optimum özellikler, tek fazlı ve minimum kalınlıklı beyaz tabakada elde edilir.

Difüzyon tabakası: Beyaz tabakanın altında, sertliği ve azot yoğunluğu beyaz tabakadan az olan bölgedir. Yüzeyden malzemenin içine doğru bir geçiş sağlar. Difüzyon bölgesinde, metal nitrürlerin çökmesi, α -fazının azotla doyması, artık gerilmelerin dağılımı, karbonun yeniden dağılımı ve tane sınırı fazının oluşumu gibi birkaç olay meydana gelir. Difüzyon bölgesinde malzemenin yapısında bulunan Cr, Al, Mo, Mn gibi alaşım elementleri ile azot birleşerek sertleşme işlemini gerçekleştirir.

2.3.2. Fiziksel buhar kaplama (PVD)

Fiziksel buhar kaplama tekniği esas olarak vakum altında bulunan malzemenin buharlaştırma veya saçılma ile atomların yüzeyden koparılması ve kaplanacak taban malzeme yüzeyine atomik veya iyonik olarak çöktürülmesidir. PVD tekniğinde kaplamalar, yüksek vakum altında (10^{-6} - 10^{-8} Pa) buharın yoğunlaştırılmasıyla meydana getirilir. Kaplama sıcaklığı genellikle 500°C 'nin altındadır ve kaplamanın adezyonu kaplanan malzemenin kinetik enerjisine ve yüzey temizliğine bağlıdır. Fiziksel buhar kaplama tekniklerinin buharlaştırma ve saçılmaya dayanan iki temel grubu vardır. Bu gruplar buharlaştırma ve saçılma işlemlerinin yapıma şekillerine göre kendi içlerinde gruplara ayrılırlar. Özellikle saçılmaya dayalı teknikler son yıllarda ince filmlerin büyütülmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır.

2.3.2.a. Saçılma yöntemi

Vakum ortamında katı haldeki kaplama metali (hedef malzeme) yüzeyinin enerjili iyonlarla bombardıman edilerek malzemenin buharlaştırıldığı saçılma yöntemi, ince film kaplamaların biriktirilmesinde kullanılan çok önemli proseslerden biridir. Saçılma ile taban malzeme yüzeyi istenen bir metalle kaplanabildiği gibi, reaktif kaplama denilen ve buharlaştırılan malzemenin istenilen bir gazla taban malzeme yüzeyinde bileşik oluşturması da sağlanabilir. Böylece sert seramik filmler veya bileşik malzemelerden üretilen kaplamalar yapılabilir.

Saçılma sistemi, negatif d.c. veya r.f. potansiyel uygulamalı bir hedef malzeme ile taban malzeme tutucusunun bulunduğu bir vakum odasından oluşur. Taban malzeme tutucusu hedef malzeme ile karşılıklıdır ve topraklanabilir, negatif potansiyel uygulanabilir veya kendi halinde bırakılabilir. Aynı zamanda ısıtılabilir veya soğutulabilir. Sistem basıncı, 10^{-3} - 10^{-2} mbar aralığında tutulur ve plazma oluşumunu sağlamak için saçılma gazı olarak argon ile doldurulur. Hedef malzemeye 2-3 kV'luk negatif potansiyel uygulayarak oluşturulan plazmadaki pozitif iyonlar, hedefe çarparak momentum değişim mekanizması ile hedef atomlarını yerlerinden çıkarırlar. Hedef malzemesinin atomlarının bu şekilde malzemedan uzaklaştırılması saçılma olarak bilinir. Saçılma prosesleri; diyet saçılma, triod saçılma, RF saçılma ve manyetik alanda saçılma prosesi olmak üzere 4 gruba ayrılır. Saçılma yöntemi ile birçok malzeme başarılı bir şekilde biriktirilmesine rağmen, birikme hızının ve plazma içindeki iyonlaşma etkisinin düşük olması, taban malzeme sıcaklığının yükselmesi sistemin kullanımını sınırlamıştır. Son yıllarda sıçratma teknolojisindeki gelişmelerin çoğu, manyetik alanda yapılmıştır. Bunun nedeni, manyetik alanda sıçratma yöntemi ile yapılan kaplamaların, mikroelektronik, optik, türbin bıçakları, manyetik ve optik diskler, kesici takımlar ve solar kontrol endüstrisi gibi birçok endüstriyel alanda kullanılmasıdır.

2.3.2.b. Manyetik alanda saçılma yöntemi

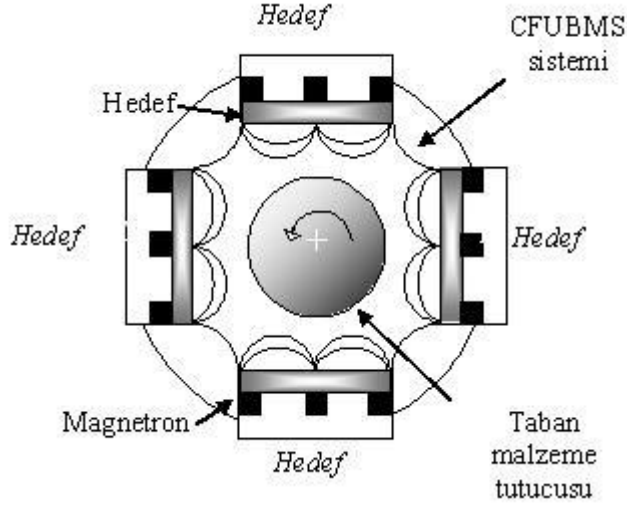
Manyetik alanda saçılma yöntemi, farklı bileşimde sert kaplamalar biriktirmek için kullanılmasına rağmen, önceleri takım kaplama prosesi olarak başarılı olamamıştır. Ancak daha sonra, manyetik alanda sıçratma sisteminde yapılan değişiklikler, yöntemi en gelişmiş saçılma sistemi haline getirmiştir. Bu yöntemde hedef malzemesi, su soğutmalı mıknatıs veya elektromıknatıslardan oluşan tutucunun üzerine yerleştirilmiştir. Hedefin merkez eksenini, mıknatısın bir kutbunu oluşturur. İkinci kutbu ise, hedefin kenarlarına yerleştirilen mıknatıslar tarafından halka şeklinde oluşturulur. Mıknatısların bu şekilde düzenlenmesi, elektrik ve manyetik alanların hedef üzerinde birbirine dik olmasını sağlar. Manyetik alanlar dairesel veya dikdörtgen şeklinde düzenlenebilir.

Manyetik alanda saçılma yöntemleri, dengeli ve dengelenmemiş manyetik alanda saçılma adı altında iki genel grupta toplanır. Yöntemler temelde aynı olmasına rağmen, hedef malzeme önünde oluşturulan plazmanın kapanma şeklindeki farklılık nedeniyle birbirinden ayrılmaktadır.

2.3.2.c. Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda saçılma (CFUBMS)

Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alan sisteminde, iki veya daha fazla manyetik alan vardır. İki tane dengelenmemiş manyetik alan birbirine ters olacak şekilde, yani aynı kutuplar karşılıklı (ayna görüntüsü) veya zıt kutuplar karşılıklı (kapalı alan) olacak şekilde yerleştirilerek (Şekil 2.3), çiftli manyetik kapalı alan meydana getirilir. Kapalı alan düzeninde, mıknatıslar arasındaki manyetik alan çizgileri, plazma içindeki elektronlar için kapalı bir tuzak oluşturur. Kapalı alan düzeninde elektronların dışarı kaçma ihtimali çok az olduğundan, taban malzeme bölgesinde yoğun bir plazma elde edilir, bu da büyüyen filmin uğrayacağı iyon bombardımanını artırır. Çok kaliteli filmler biriktirebilmek, taban malzemeye negatif potansiyel uygulayarak mümkün olur.

Sistemdeki iyonizasyonla ilgili olan taban malzemeye uygulanan negatif potansiyel, konvansiyonel iyon kaplama ile karşılaştırıldığında çok düşüktür (yaklaşık 50V).



Şekil 2.3. Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda saçılma (CFUBMS) sisteminin şematik resmi (Teer 1996)

Manyetik alanda sıçratma yöntemleri içinde en pratik ve çok yönlü olan bu yöntem, büyük ve karmaşık şekilli taban malzemeler üzerine yüksek birikme hızlarında kaliteli metal ve alaşım kaplamanın yanı sıra çok katlı tabakalar oluşturmak, oksit, nitrür ve karbür gibi seramik kaplama yeteneğine de sahiptir.

Taban malzemeye yüksek iyon akımı gönderebilme ve enerjiyi değiştirebilme yeteneği, dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma yöntemini çok yönlü kaplama sistemi yapmıştır. Çok kaliteli metal kaplamalar, kaplama parametrelerini geniş bir aralıkta değiştirerek kolayca biriktirebilir. Ayrıca iletken olmayan taban malzemeler üzerine titanyum oksit ve silisyum oksit gibi kaplamalar, reaktif sıçratma ile biriktirilebilir.

2.3.3. Plazma sprey kaplama yöntemi

Plazma sprey kaplama yöntemi, metallerin çeşitli tozlarla kaplanarak aşınmaya, oksitlenmeye, korozyona ve ısıya dayanıklı hale getirilmesinde yaygın olarak kullanılan bir termal sprey kaplama yöntemidir. Plazma sprey yöntemiyle üretilen kaplamalar,

endüstride geniş kullanım alanları bulmuştur. Plazma sprej yönteminde, erime noktası yüksek metal ve alaşımlarla çalışılabilmesi nedeniyle, sayısız kaplama tozlarının ve kombinasyonlarının farklı ana malzemeler üzerine uygulanması söz konusudur. Bu durum, üretilen kaplamaların kullanım potansiyelini artırmaktadır.

Bu yöntemle gerçekleştirilen ince bir kaplama sayesinde belirtilen özellikler elde edildiği gibi, ana malzemenin üstün özelliklerinden tokluk ve kolay şekillendirilebilirlik özellikleri de korunmaktadır. Böylece plazma sprej kaplama, metal ve seramiklerin üstün özelliklerinin yeni bir malzemede toplanmasına imkân sağlamaktadır. Plazma sprej tekniğindeki ana düşünce; bir taban malzeme üzerine ince ve koruyucu değeri yüksek bir tabaka meydana getirmektir. İşlem, iyonize olmuş bir gaz içinde erimiş olan toz formundaki malzemenin, kaplanacak yüzeye çok hızlı bir şekilde püskürtülmesi şeklinde uygulanmaktadır.

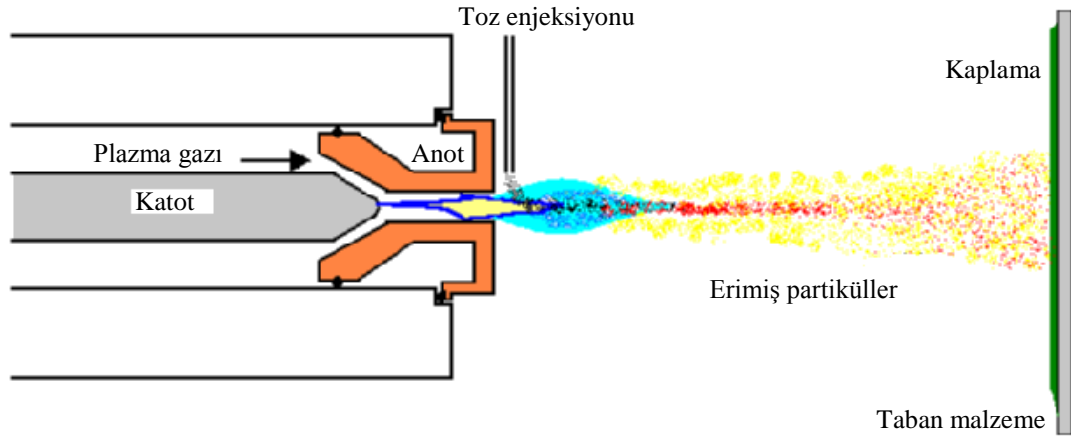
Plazma sprej kaplama ünitesi;

- Sprej tabancası (plazma üflecisi),
- Güç ünitesi,
- Gaz besleme ünitesi,
- Toz besleme ünitesi,
- Soğutma ünitesi ve
- Kontrol ünitesinden meydana gelmektedir.

Şekil 2.4'te plazma sprej tabancasının şematik resmi görülmektedir. Tabancaya beslenen plazma gazları, yüksek gerilim veya yüksek frekans yardımıyla tutuşturulur. Plazma gazları, kaplama tozları, çalışma voltajı ve arkı ile ilgili bütün ayarlamalar kontrol ünitesinde manüel olarak veya bilgisayar yardımıyla yapılır. Plazma sprejle üretilen kaplamaların özellikleri ile güç ünitesinin kapasitesi arasında önemli bir ilişki mevcuttur. Plazma sprej işleminde ana malzeme üzerine püskürtülen partiküllerin hızı, güç kaynağının gücüne bağlıdır. Konvansiyonel kaplama sistemlerinin gücü 40 kW iken günümüzde 80 ve 120 kW'lık sistemler kullanılmakta ve bu sayede partikül hızı

artırılarak porozitesi düşük, üstün mekanik özellikli yoğun kaplamalar elde edilmektedir.

Plazma gazlarını oluşturan N_2 , Ar, H_2 ve He'un işlem parametrelerine uygun karışımları ve akış hızları, gaz besleme ünitesinde ayarlanır. Bu şekilde plazma huzmesinin sıcaklığı, büyüklüğü ve arkın stabilizasyonu kaplama tozlarına bağlı olarak kontrol edilmiş olur.



Şekil 2.4. Plazma sprey tabancasının şematik resmi

2.3.3.a. Plazma sprey kaplamaların temel özellikleri

Plazma sprey kaplamalar, aynı tozdan üretilmiş kompakt malzemelere göre birçok farklı özelliğe sahiptir. Bu kaplamaların O_2 ve N_2 içerikleri yüksek, yoğunlukları ise düşüktür. Plazma alevinde eriyen partiküller, yüzey gerilimlerinin sonucu olarak küresel şekillerde bulunur. Ergimiş partiküller, sıvı damlacıkları halinde ana malzeme yüzeyine çarptığı anda katılarak lamelli bir kaplama tabakası meydana getirirler. Soğuma hızına bağlı olarak kristalin veya amorf yapılarda katılma olur. Kaplamaların yapısı heterojen olup, yarı kararlıdır ve genellikle birbirine yapışmış halde bulunan farklı boyutlu tanelerden meydana gelir.

Porozite, plazma sprej kaplamaların karakteristik bir özelliğidir. Viskozitesi yüksek tozlar ve yüksek güçlü plazma üniteleri kullanılarak daha yoğun bir kaplama tabakası elde edilebilir. Gevrek ve sert tozlardan elde edilmiş kaplamalar yüksek porozite oranlarına sahiptirler. Ancak, uygun toz granülitesi ve sprej parametreleri seçildiğinde, sert tozlardan bile yoğun bir kaplama eldesi mümkün olmaktadır. Özellikle, kaplamaların mekanik özellikleri üzerine olumsuz bir etkiye sahip olan yüksek porozite miktarı, termal izolasyon ve filtrasyon gibi uygulamalar için arzu edilen bir durumdur. Yüksek poroziteli kaplamalar, uzun sprej mesafesi ve iri taneli tozlar kullanılmak suretiyle kolaylıkla elde edilebilir.

Kaplamanın ana malzemeye adezyonu, plazma sprej kaplamaların en önemli özelliklerinden birisidir. Adezyon, mekanik olarak (genellikle seramik esaslı kaplamalar), Vander Waals kuvvetleri (genellikle metal esaslı kaplamalar) ve difüzyon işlemleri ile gerçekleşir. Ana malzeme ile metalik, bağlanma göstermeyen seramik kaplamalar, kırılma yapıları nedeniyle, metal esaslı kaplamalara nazaran daha düşük yapışma mukavemetine sahiptirler. Bütün kaplamalarda yapışma mukavemeti, artan kaplama kalınlığı ile birlikte düşer.

Plazma sprej yöntemi ile üretilen kaplamalarda, kaplama işlemi esnasında kaplamanın çatlamasına veya ana malzemedan ayrılmasına yol açan basma ve çekme iç gerilmeleri meydana gelmektedir. Bu iç gerilmelere; sprej malzemesinin üniform olmayan dağılımı, kaplama ile ana malzeme arasındaki termal genişleme farklılığı, ana malzemenin üniform olmayan bir şekilde ısıtılmasıyla yine ana malzemenin şekil ve boyut özellikleri neden olmaktadır. Ara tabaka uygulaması ve sprej esnasında ana malzemenin ön ısıtılması veya soğutulması ile bu iç gerilmeler azaltılabilir. Kaplamanın mukavemetini etkileyen temel parametre kaplama kalınlığıdır. Artan kaplama kalınlığı, iç gerilmeleri artıracığından, kaplamanın ana malzemedan ayrılmasını kolaylaştırmakta, yani mukavemeti düşürmektedir. Ayrıca, kaplamanın elastisite modülündeki artışlar ile yüksek porozite ve oksit içerikleri, yapışma mukavemetini olumsuz yönde etkileyen diğer parametrelerdir.

Sertlik, plazma sprey kaplamaların diđer önemli bir özelliđidir ve kullanılan kaplama tozuna bađlı olarak 200-1500 HV arasında deđişir. Kaplama tabakalarının sertliđi; porozite, tabakanın heterojen yapısı ve uygulanan yük deđerine bađlıdır.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

Bu çalışmada, taban malzeme olarak 316L paslanmaz çeliği ve Ti6Al4V alaşımı kullanılmıştır. Çizelge 3.1 ve 3.2’de bu malzemelere ait kimyasal kompozisyonlar verilmiştir.

Çizelge 3.1. 316L paslanmaz çeliğinin kimyasal kompozisyonu

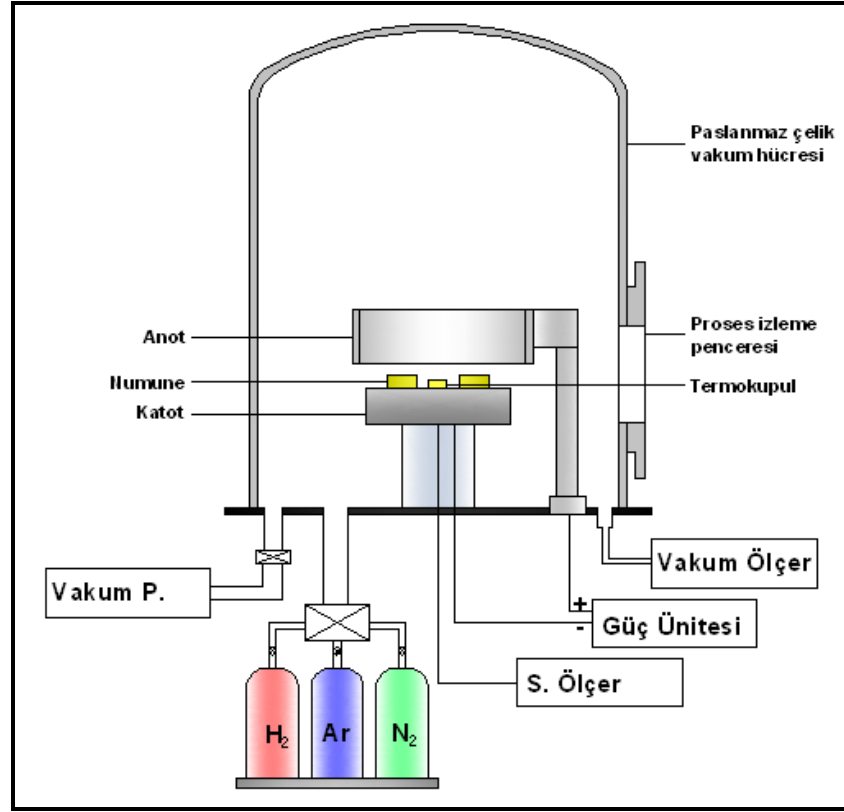
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
0.01223	0.476	1.46	0.0750	0.0382	16.14	2.06	10.3
Cu	Nb	Ti	V	W	Al	Co	Fe
0.514	0.0618	0.00814	0.0682	0.026	0.0163	0.186	68.56

Çizelge 3.2. Ti6Al4V alaşımının kimyasal kompozisyonu

Ti	N	Fe	Al	V	C
Kalan	0.007	0.06	6.11	4	0.01

3.2. Plazma nitrüleme, ince film ve plazma sprey kaplama işlemleri

Plazma nitrüleme işlemi Şekil 3.1’de şematik olarak gösterilen laboratuvar tipi plazma nitrüleme deney düzeneğinde yapılmıştır. Vakum ünitesi, gaz dağıtım tertibatı, güç ünitesi ve vakum hücresi, plazma ile nitrüleme ünitesinin temel elemanlarını oluşturmaktadır. Vakum hücresi içerisine, anot ve katot yerleştirilmiş ve tam orta noktaya yerleştirilen numune tutucu katot olarak kullanılmıştır. Katoda, izoleli bir şekilde negatif kutup ve termokupul bağlanmıştır. Sıcaklık ölçümleri katot üzerinde bulunan numunelerin altından açılan delikten geçirilen 0.5 mm çapında Ni-CrNi termokupuldan alınmıştır. Numuneler silindirik bir anotla çevrili olup bu silindirik anot vasıtası ile numuneler homojen bir şekilde bombardıman edilmektedir.



Şekil 3.1. Plazma nitrüleme ünitesinin şematik gösterimi

Plazma nitrüleme işlemi aşağıdaki adımlarla gerçekleştirilmiş ve 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı için nitrüleme parametreleri Çizelge 3.3'te verilmiştir.

- Hazırlanan numuneler alkol ile temizlendikten sonra numune tutucuya yerleştirilmiş ve ortam vakum pompası vasıtasıyla 2.5 Pa basınca kadar vakumlanmıştır.
- Plazma nitrüleme işlemine başlamadan önce numuneler üzerinde bulunabilecek kirlilikleri gidermek amacıyla, 500 V gerilim altında, 20 dakika süre ile ortama H₂ gazı verilerek ön bir saçılma yapılmıştır.
- Deney planında belirlenen Ar, H₂ ve N₂ gazı karışım oranı ortama verilmiştir.
- Ortam basıncı iğne vanalar yardımı ile 5×10^2 Pa sabitlenmiştir.
- Elektriksel boşalma güç ünitesinin açılmasıyla başlamıştır.

- Uygulanan gerilim artırılarak deney planına göre belirlenen sıcaklığa kadar numuneler ısıtılmıştır. Numune tutucu üzerine yerleştirilen numuneler arasındaki simetri nedeniyle ortadaki bir numuneden alınan sıcaklık değeri bütün numuneler içinde aynı kabul edilmiştir.
- Belirlenen sıcaklığa ulaşıldığında, nitrürleme işlem zamanı başlatılmıştır.
- Deney sona erdikten sonra vakum ortamında numuneler oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur.

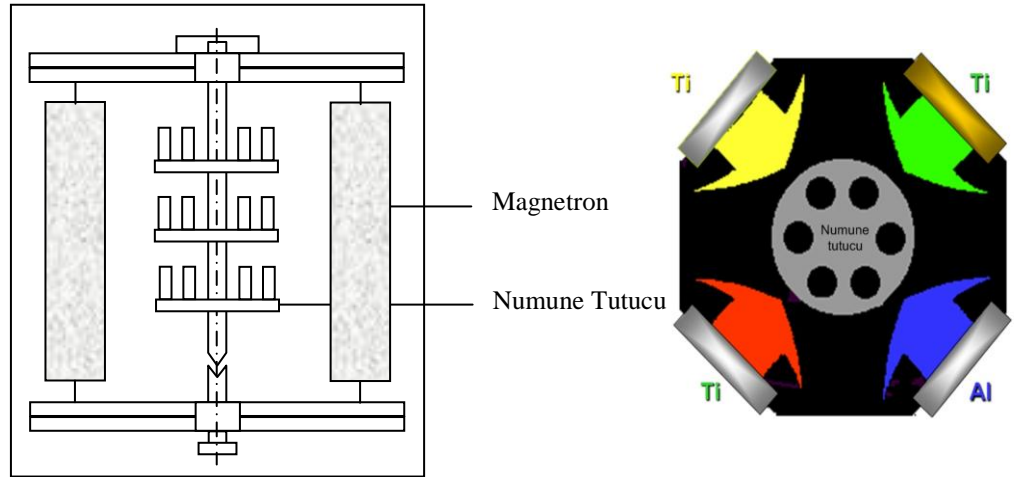
Çizelge 3.3. Kullanılan taban malzemeler için nitrürleme şartları

Plazma nitrürleme şartları					
316L paslanmaz çeliği			Ti6Al4V alaşımı		
Gaz karışımı	Sıcaklık °C	Zaman saat	Gaz karışımı	Sıcaklık °C	Zaman saat
% 80H ₂ +% 20N ₂	400	4	% 75N ₂ +% 25Ar	650	2
	450	4		700	2
	500	1		750	1
		4			2
		8			4

TiAlN ince film kaplamalar için, Teer Coatings Şirketi patentli Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma (CFUBMS) sistemi kullanılmıştır (Teer 1996). Sistem 4 magnetronlu olup (3 Ti, 1 Al), magnetler değişik olarak kutuplanmıştır (Şekil 3.2). Uniform ve daha yoğun kaplama oluşturmak için kaplanacak numuneler plazma içerisinde döndürülmüştür. Kaplama işlemi ön gerilimli ve darbeli olarak aşağıdaki adımlarda gerçekleştirilmiştir ve kaplama şartları Çizelge 3.4’te verilmiştir.

- Hazırlanan numuneler vakum çemberi içerisine yerleştirilmiş ve $2.66-3.33 \times 10^{-3}$ Pa’a kadar vakum pompaları vasıtasıyla çember vakumlanmıştır. Daha sonra sisteme Ar gazı verilmiş ve istenen vakum değerinde sabitlenmiştir.
- Yüzeyde bulunabilecek kirlilikleri gidermek amacı ile 15 dakika süre ile sistemde bulunan 4 magnetrona 0.25 A akım uygulanarak 1000 V ön gerilimde iyon temizleme yapılmıştır.

- Taban malzeme üzerine daha iyi temas sağlamak, film ve taban malzeme ara yüzeyinde artık gerilmeleri azaltmak ve taban malzeme yüzeyindeki kirlilikleri uzaklaştırarak daha iyi adezyon sağlamak (Pan *et al.* 1998) için 3 dakika 6 A akımda, 250 V ön gerilimde ve 0.4 Pa çalışma basıncında Ti ara tabaka ile kaplama yapılmıştır.
- Deney planında belirlenen şartlara göre ortama %60 N₂ gazı verilerek numuneler TiAlN kaplanmıştır.
- Kaplama süresi sona erdiğinde akım ve gerilim kesilerek numuneler soğumaya bırakılmıştır.



Şekil 3.2. CFUBMS sisteminin şematik gösterimi

Çizelge 3.4. CFUBMS yöntemi ile TiAlN ince film kaplama şartları

Kaplama parametreleri						
	Basınç Pa	Ön gerilim (-V)	Akım, A		Frekans kHz	Görev zamanı µs
			Ti	Al		
Ön gerilim-dc	0.4	70	5	1.5	-	-
Darbe-dc					125	1.5

Al_2O_3 kaplamalar, Senkron Metal&Kaplama San. Tic. Ltd. Şti. (Kocaeli) tarafından gerçekleştirilmiştir. Plazma sprej yöntemi ile yapılan kaplamalar belirli bir yüzey pürüzlülüğüne sahiptir. Yüzey pürüzlülüğü de özellikle kemikle metal arasındaki osseointegrasyon çalışmalarında çok önemlidir. Pürüzlü yüzeyler kemiğin tutunma kabiliyetini artırarak daha çabuk kenetlenmeyi sağladığı için özellikle kalça protezleri üzerine plazma sprej kaplama uygulamaları yapılır. Plazma sprej kaplamada plazma gazı vasıtasıyla tozlar taban malzeme üzerine püskürtülür. İki elektrot arasında plazma oluşturulur ve tozlar plazma arkı içerisinde kaplanır. Birinci gaz Ar olup, yüksek elektrik akımlı tabanca, sistemde iyonizasyonu gerçekleştirir. Uygulanan plazma sprej kaplama şartları Çizelge 3.5'te verilmiştir.

Çizelge 3.5. Plazma sprej kaplama yöntemi ile Al_2O_3 kaplama şartları

Parametreler	Değerler
Güç (kW)	20
Argon akış oranı (lt/dk)	80
Hidrojen akış oranı (lt/dk)	20
Plazma akımı (A)	300-500
Ark voltajı (V)	60-70
Plazma tabancası tipi	Metco 3MB
Nozul/elektrod tipi	W/Cu
Püskürtme mesafesi (mm)	90

3.3. XRD ve SEM çalışmaları

Nitrülenmiş ve kaplanmış malzeme yüzeyinde oluşan fazlar $\lambda=1.5405$ Å dalga boyuna sahip Cu-K α radyasyonu kullanılarak Rigaku-2200D/Max XRD cihazı vasıtasıyla belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pik listeleri ile karşılaştırılarak oluşan fazların kimyasal kompozisyonları tespit edilmiştir.

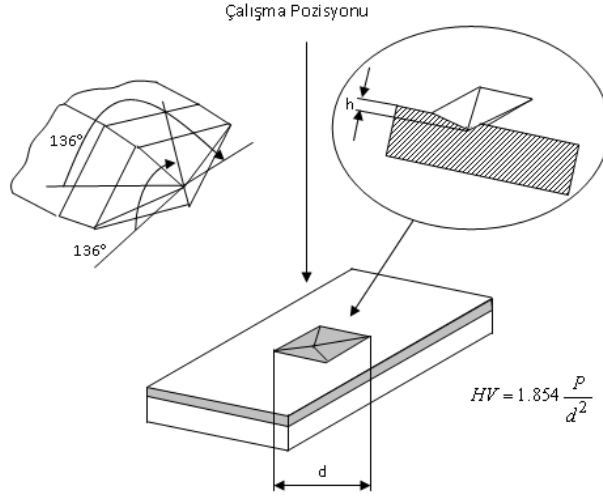
Numunelerin içyapısı, yüzey ve kesit görünümleri, aşınma izleri, çizme testi sonrası oluşan izler, korozyon deneyi sonrası yüzey görünümleri, yorulmaya tabi tutulmuş numunelerin çatlak başlangıcı ve kırılma şekilleri Jeol 6400 SEM (taramalı elektron mikroskobu) vasıtasıyla incelenmiştir.

Nitrüleme işlemi sonrası yüzeyde oluşan modifiye tabaka mekanik olarak uzaklaştırıldıktan sonra, 316L çeliğinin içyapı analizleri, 3 birim gliserin, 2 birim HCl ve 1 birim HNO₃'den oluşan solüsyon kullanılarak, Ti6Al4V alaşımının içyapı analizleri ise 1 birim HCl ve 2 birim HNO₃'in karıştırılması ile elde edilen bir solüsyon kullanılarak yapılmıştır

3.4. Mikrosertlik ölçümü

Yüzey işlemi uygulanmış numunelerin yüzey sertlikleri ve taban malzemenin yüzey sertliğine etkisini tespit edebilmek için farklı yükler altında ve 15 sn yükleme süresinde Buehler mikrosertlik cihazı ile sertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Mikrosertlik ölçümü şematik olarak Şekil 3.3'te verilmiştir.

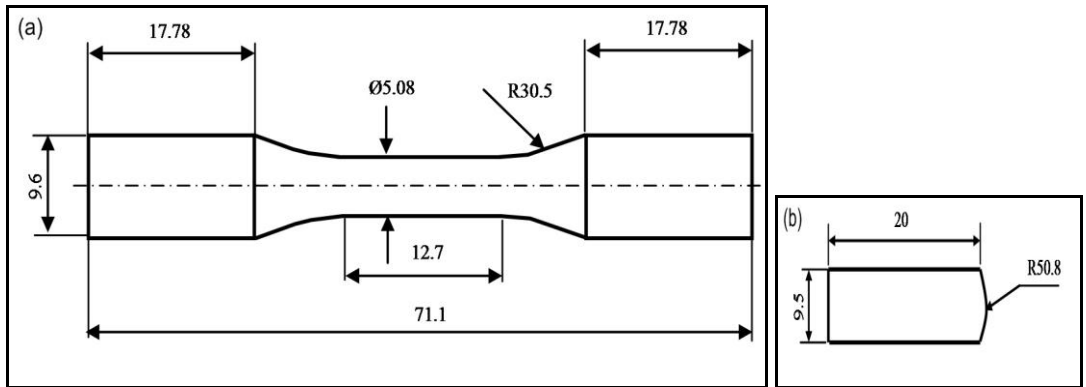
Nitrülenmiş numunelerin difüzyon tabakası kalınlığını belirlemek için de mikrosertlik cihazı kullanılmıştır. Plazma ile nitrüleme sonrası sadece malzemenin yüzeyinden 0.7 mm mesafeye kadar sertleşme işlemi gerçekleşmiştir. Dolayısıyla malzemenin iç kısmının sertliği her iki taban malzeme için aynı kalmıştır. Difüzyon tabakası derinliği, esas malzeme sertliğinin %8-10 fazlasına ulaştığı mesafe olarak kabul edilmiştir (İnal *et al.* 1982). Üç farklı yüzey işlemi sonrası yüzey sertliğini belirlemek için farklı yükler kullanılmıştır.



Şekil 3.3. Mikrosertlik ölçümünün şematik gösterimi

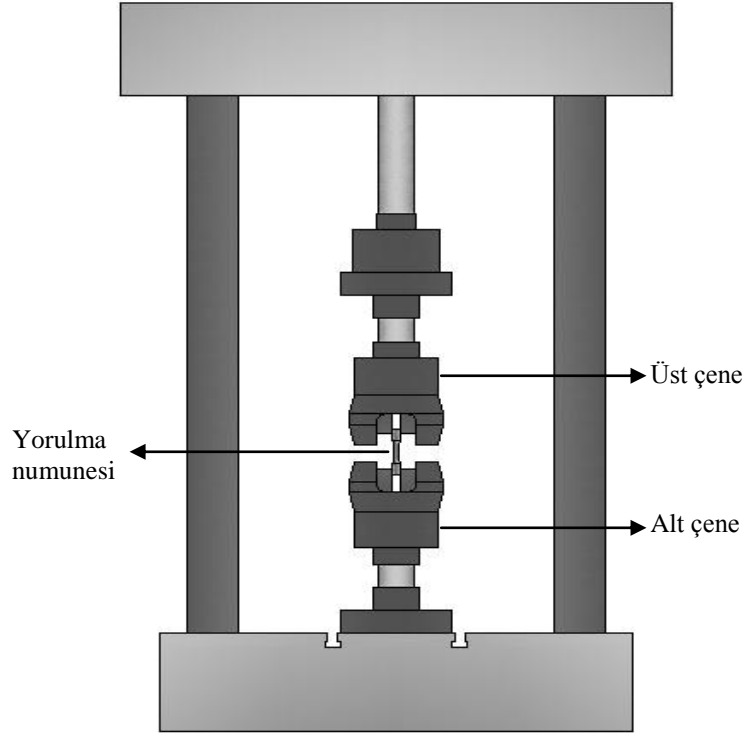
3.5. Yorulma testleri

Yorulma deneyleri, şekli ve boyutları Şekil 3.4.a'da verilen standartlara uygun numuneler kullanılarak yapılmıştır. Yorulma numunesi boyutları ASTM E466-96'ya göre belirlenmiştir. Numuneler CNC tezgâhında işlenmiş olup, yüzeylerine polisaj yapılmıştır. Kazımalı yorulma deneylerinde kullanılan temas pedlerine ait ölçüler ise Şekil 3.4.b'de görülmektedir.

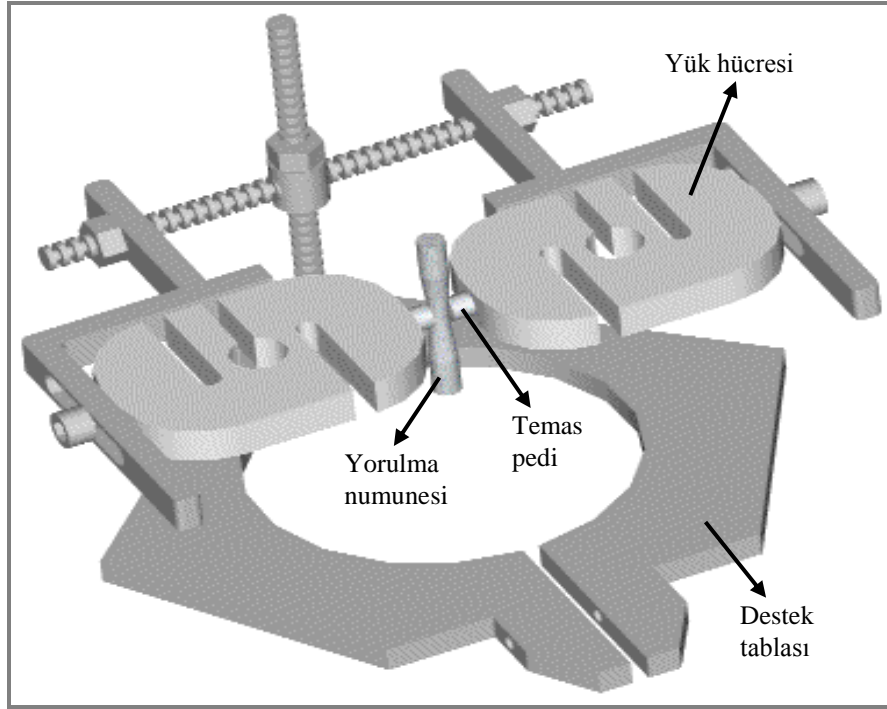


Şekil 3.4. a) Yorulma numunesi, b) temas pedi

Düzlem yorulma ve kazımalı yorulma deneyleri Instron 8872 servohidrolik dinamik test cihazında yapılmıştır. Kazımalı yorulma aparatı Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümünde imal edilmiştir. Yorulma cihazının ve kazımalı yorulma aparatının şematik resimleri Şekil 3.5 ve 3.6'da verilmiştir. Kazımalı yorulma testleri esnasında sabit 40 MPa'lık temas ped basıncı uygulanmıştır. S-N eğrilerini oluşturmak için sonuçlara bi-lineer tip S-N eğrisi uygulanmıştır. Bu yöntemde S-N eğrisi lineer ve yatay olmak üzere iki kısımdan oluşmaktadır. Lineer kısım S-N diyagramında yatay kısmı içermeyen kırılmanın oluşmadığı en yüksek gerilme değerine kadar uzanan kısımdır. Lineer kısımda 5 gerilme seviyesi belirlenerek, her bir gerilme seviyesinde 3 tekrar yapılmıştır. Eğri uygunluğu testi JSME S 002-1981 standardına göre yapılmıştır. Yatay kısım için ise Staircase metodu kullanılmıştır (Collins 1993). Bu kısımda 11 numune denenerek yorulma sınırı belirlenmiştir.



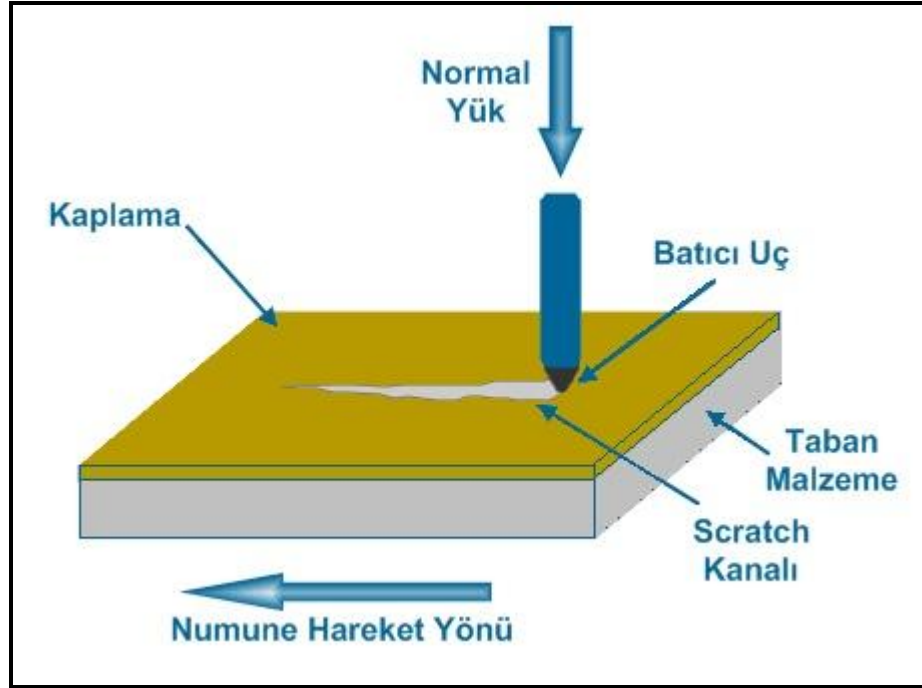
Şekil 3.5. Yorulma cihazının şematik resmi



Şekil 3.6. Kazımalı yorulma aparatının şematik gösterimi

3.6. Çizme testleri

Bu çalışmada, TiAlN ve Al₂O₃ kaplanmış numunelerin adezyonu RST (CSM-Revester) çizme test cihazı ile tespit edilmiştir. Kritik yük değerleri, 0.2 mm uç yarıçaplı ve 120° konik açılı elmas Rockwell C batıcı uçla, 100 N/dakika yükleme oranında 10 mm/dakika kayma hızında belirlenmiştir. Şekil 3.7'de çizme testi şematik olarak gösterilmiştir. Ayrıca uygulanan yüzey işlemleri sonrası numunelerin aşınma performanslarını belirleyebilmek için çok pasolu çizme testleri gerçekleştirilmiştir. Çok pasolu çizme testleri 5, 10, 15 N yük altında, 2 mm çizme genliğinde ve 150 çevrime kadar gerçekleştirilmiştir. Test sonrası aşınma izlerinin profili alınmış ve aşınma oranları Eşitlik 3.1 vasıtasıyla hesaplanmıştır.



Şekil 3.7. Çizme testinin şematik gösterimi

3.7. Aşınma testleri

Plazma ile nitrülenmiş ve kaplanmış numunelerin tribolojik özellikleri CSM-Mikro tribotest aşınma cihazı vasıtasıyla incelenmiştir. Vücut ortamına yakın şartları sağlayabilmek amacıyla aşınma testleri, 37°C vücut sıcaklığında ve her 100ml'de 0.086 g NaCl, 0.033 g CaCl₃ ve 0.03 g KCl içeren Ringer çözeltisi içerisinde gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan 16 mm çapında ve 5 mm yüksekliğinde numuneler 6 mm çapında alumina (Al₂O₃) bilyeye karşı aşındırılmıştır. Uygulanan aşınma deney şartları Çizelge 3.6'da verilmiştir.

Çizelge 3.6. Aşınma deneyi şartları

Parametreler	Değerler
Uygulanan yük (N)	2
Aşınma izi çapı (mm)	5
Sıcaklık (°C)	37
Aşınma ortamı	Ringer çözeltisi
Aşındırma hızı (mm/s)	50
Aşındırma süresi (s)	2800

Yapılan deneyler esnasında sürtünme katsayısı, cihaz tarafından otomatik olarak verilmektedir. Deney öncesinde ve sonrasında yüzey pürüzlülüğü, Mitutoyo marka yüzey profilometre vasıtasıyla belirlenmiştir.

Aşınma oranı aşağıdaki eşitlikler vasıtasıyla belirlenmiştir.

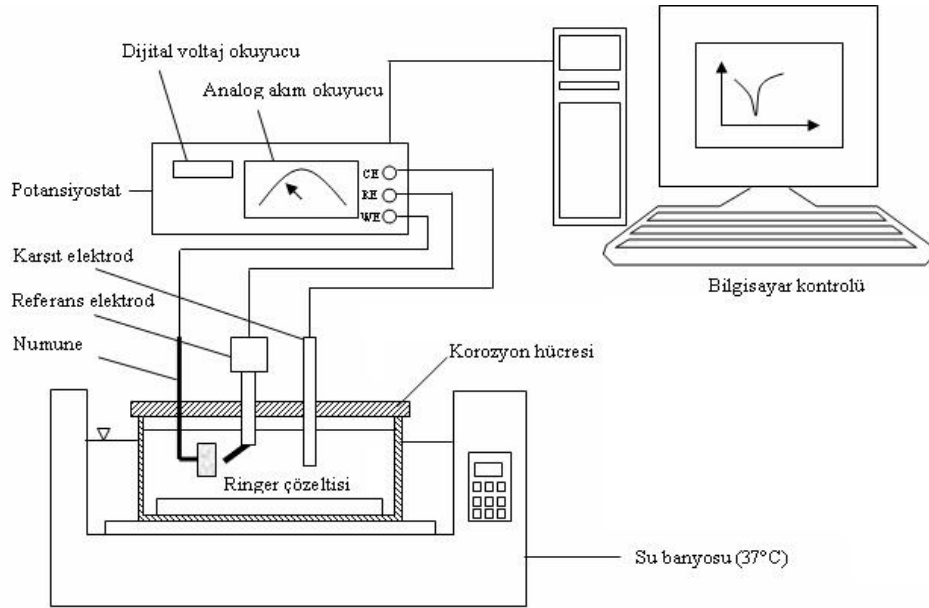
$$\text{Kaplamanın aşınma oranı} = \frac{\text{Aşınan hacim}}{\text{Uygulanan yük} * \text{Aşınma mesafesi}} \quad (3.1)$$

$$\text{Aşınma mesafesi} = \text{Aşınma izinin çevresi} * \text{Dönme devri} * \text{Aşınma zamanı} \quad (3.2)$$

3.8. Korozyon testleri

Korozyon testleri nitrürlenmiş ve kaplanmış numunelerin korozyon karakteristiklerinin nasıl değiştiğini belirlemek amacıyla yapılmıştır. Testler Ringer çözeltisi içerisinde, Alman Bank Elektronik firmasının ürettiği WENKING marka PGS95 polarizasyon test cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Deney düzeneğinin şematik resmi Şekil 3.8’de verilmiştir. Polarizasyon ölçümleri Ag/AgCl referans elektrot (RE) ve bir platin plaka (Pt) karşıt elektrot (CE) kullanılarak üç elektrot tekniğine göre bir korozyon hücresi içerisinde yapılmıştır. Burada kullanılan korozyon hücresi deney amacına uygun olarak

tasarlanmış ve imal ettirilmiştir. Numuneler ilk olarak, açık devre potansiyeline (OCP) ulaşılana kadar yaklaşık olarak 45 dakika bekletilmiştir. Daha sonra tüm deney numuneleri ortalama -600/600 mV potansiyel sınırları içinde kalacak şekilde 1000 mV/dakika'lık tarama hızlarında potansiyodinamik olarak polarizasyon ölçümlerine tabi tutulmuştur. Korozyon testleri esnasında gerçek vücut şartlarının sağlanabilmesi için, korozyon hücresi homojen bir şekilde 37°C'de tutularak bütün deneyler su banyosu içerisinde gerçekleştirilmiştir. Ayrıca yüzeyin korozyon davranışını tam olarak belirleyebilmek için empedans testleri de gerçekleştirilmiştir. Empedans ölçümleri Gamry PCI14/750 ile Ringer çözeltisi içerisinde 20 kHz-0.01 Hz frekans aralığında, 10mv genlikte gerçekleştirilmiştir. Her yüzey işlemi görmüş seri için önce açık devre potansiyelleri (OCP) belirlenmiş, daha sonra korozyon testleri yapılmıştır.



Şekil 3.8. Korozyon test düzeneği

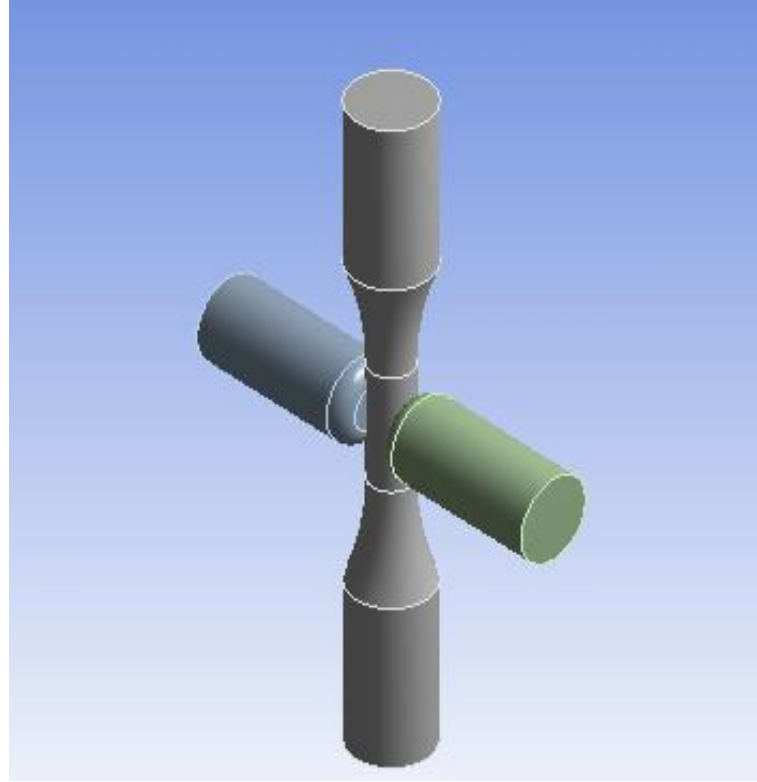
3.9. Kazımalı yorulma hasarının sonlu elemanlar analizi

Kazımalı yorulma hasarı, iki katı yüzey arasındaki çok düşük genliğe sahip bağıl hareket nedeniyle oluşan ve içerisinde yorulma, aşınma ve korozyonu barındıran bir yüzey hasarıdır. Bu hasar mekanizması özellikle implant uygulamalarında çok ciddi sıkıntılara yol açmaktadır. Dolayısı ile kazımalı yorulmaya dirençli malzemelerin

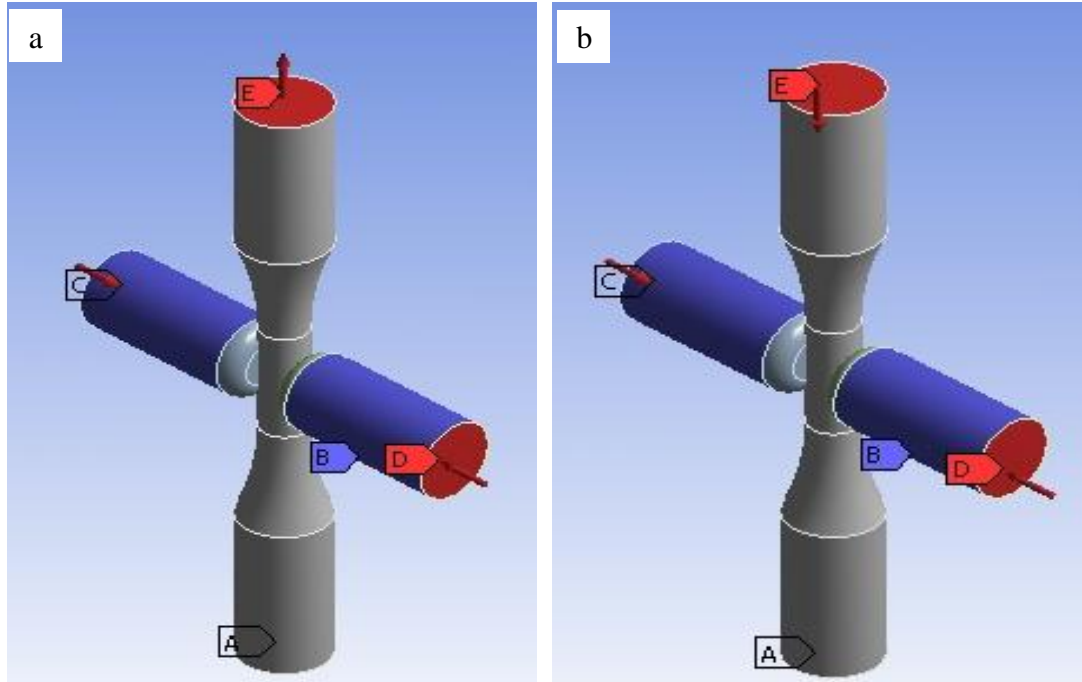
geliştirilebilmesi ve uygun tasarımların yapılabilmesi çok büyük önem arz etmektedir. Bu bağlamda herhangi bir deneysel test yapmaksızın bir malzemenin kazımalı yorulma dayanımı hakkında bir ön bilgiye sahip olmak gerek maddi açıdan gerekse zaman kaybının önlenmesi açısından önemlidir.

Bu çalışmada, işlem görmemiş, nitrürlenmiş, TiAlN ve Al₂O₃ kaplanmış 316L paslanmaz çelik ve Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma ömrü, ANSYS-Workbench ticari paket programı kullanılarak hesaplanmış ve elde edilen teorik ömür sonuçları deneysel olarak belirlenen ömür değerleri ile karşılaştırılmıştır.

Şekil 3.9'da 3 boyutlu olarak çizilmiş kazımalı yorulma modeli görülmektedir. Model 30.396 elemandan oluşmuştur. Eleman tipi olarak Solid187 10 nodlu Quadratic Tetrahedron kullanılmıştır. Temas bölgelerinde ise Conta174 ve Targe170 elemanları kullanılmıştır. ANSYS-Workbench programı içerisinde bulunan yorulma modülünde (fatigue tool) yükleme tipi olarak "tam değişken" yükleme seçildiğinde kazımalı yorulma pedlerine uygulanması gereken sabit yükü, program değişken yükleme olarak almaktaydı. Oysa analizde, numuneye uygulanan yükün değişken, pedlere uygulanan yükün ise sabit olması gerekmektedir. Bu sorunu çözmek amacıyla yorulma analizinde farklı iki analiz ortamı (E1 ve E2) kullanılmıştır. Bunlardan ilkinde 40 MPa sabit ped basıncı ve yorulma numunesine de çeki yönünde yükleme uygulanmıştır (Şekil 3.10.a). İkinci analiz ortamında ise aynı ped basıncı kullanılarak yorulma numunesine bası yönünde kuvvet uygulanmıştır (Şekil 3.10.b). Her iki analiz ortamında da yorulma numunesinin bir ucu ankastre olacak şekilde mesnetlenmiş, pedler ise silindirik olarak mesnetlenip sadece aksenal yönde harekete izin verilmiştir. Söz konusu işlemler tamamlandıktan sonra iki analiz ortamının ortak çözümü (solution combination) istenmiştir.

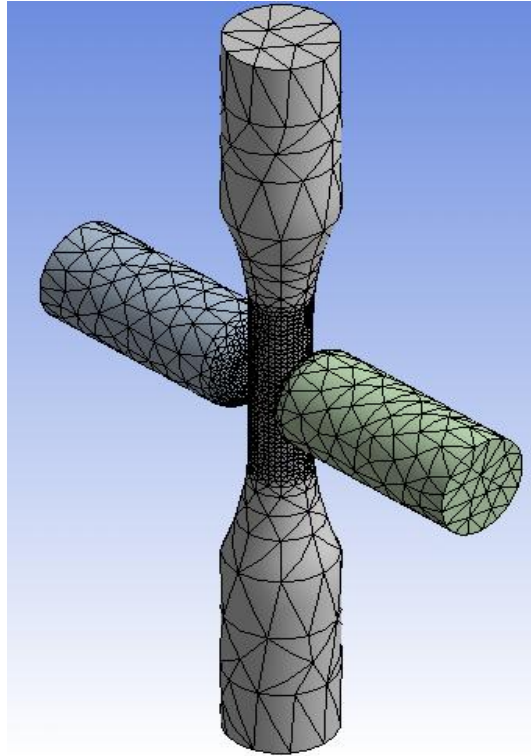


Şekil 3.9. Kazımalı yorulma modeli



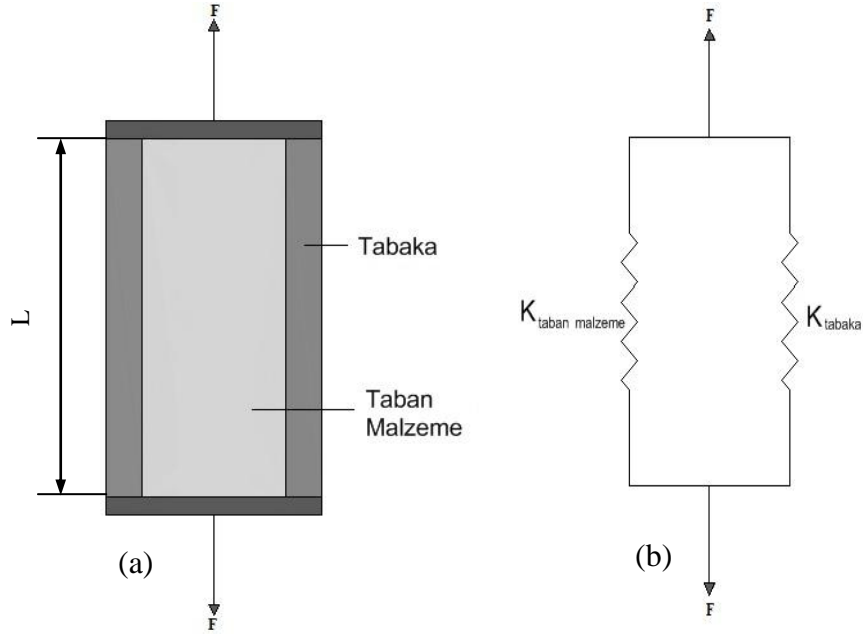
Şekil 3.10. Analiz ortamları a) E1 analiz ortamı b) E2 analiz ortamı

Meshleme işleminde ise analiz süresini kısaltmak amacıyla kritik bölgeler olan temas yüzeyleri diğer bölgelere oranla daha hassas olarak mesh işlemine tabi tutulmuştur (Şekil 3.11). Yorulma numunesi ile pedler arasındaki sürtünme katsayısı yüzey işleminin türüne bağlı olarak literatürden alınmıştır. Yorulma analizinde yükleme tipi olarak non-proportional yükleme seçilmiştir. 316L paslanmaz çelik ve Ti6Al4V alaşımı sünek malzemeler olduğu için ve bu malzemeler üzerine uygulanan nitrürleme ve kaplama işlemleri malzemelerin sünekliğini değiştirmedığı için (Ryszkowska *et al.* 2008) ortalama gerilme teorisi olarak Soderberg yaklaşımı kullanılmıştır. Lanoue *et al.* (2009) ANSYS-Workbench programı vasıtasıyla gerçekleştirdikleri kazımalı yorulma analizinde değişik kontak formülasyonlarının etkilerini incelemiş ve Augmented Lagrangian formülasyonunun daha uygun sonuçlar verdiğini ifade etmişlerdir. Dolayısıyla bu çalışmada kontak formülasyonu olarak Augmented Lagrangian formülasyonu kullanılmıştır.



Şekil 3.11. Modele uygulanan mesh işlemi

Malzemeler üzerine uygulanan yüzey işlemlerinin kazımalı yorulma özelliklerine etkisini sonlu elemanlar analizi ile belirleyebilmek için yüzey işlemi uygulanmış malzeme özelliklerinin programa aktarılması gerekir. Bu noktada yüzey işlemi uygulanmış malzemeye ait modeller farklı şekillerde düşünülebilir. Örneğin nitrürleme işlemi sonrası oluşan nitrür tabakası ile taban malzeme veya kaplama ile taban malzeme birbirinden bağımsız düşünülerek her ikisine ait mekanik özellikler programa ayrı olarak aktarılabilir. Ayrıca kaplama veya nitrür tabakası içerisinde bulunan artık gerilmeler probleme başlangıç şartı olarak girilebilir. Ancak bu durumda sadece gerilme analizi yapmak mümkündür. Çünkü yorulma analizinin gerçekleştirilebilmesi için taban malzemeye ve nitrür tabakası veya kaplamaya ait düzlem yorulma ömür değerlerinin programa aktarılması zorunluluğu vardır. Taban malzemeye ait ömür değerlerinin deneysel olarak belirlenmesi mümkün iken, salt nitrür tabakasına veya kaplamaya ait ömür değerlerinin bir malzeme özelliği olarak belirlenme şansı yoktur. Bu durumda tabaka ile taban malzemeyi birbirinden bağımsız olarak düşünmek, yorulma analizinin gerçekleştirilebilmesi açısından uygun görünmemektedir. Yüzey işlemi uygulanmış malzeme, tabaka ve taban malzemeyle bir bütün olarak düşünüldüğünde ise yüzey işlemi uygulanmış malzemeye ait elastisite modülünün ve deneysel olarak belirlenmiş düzlem yorulma ömür değerlerinin programa aktarılması gerekmektedir. Yüzey işlemi uygulanmış malzemeye ait düzlem yorulma ömrü programa aktarıldığı için, ayrıca tabaka içerisindeki artık gerilme değerlerinin başlangıç şartı olarak girilmesi zorunluluğu yoktur. Çünkü deneysel olarak belirlenen düzlem yorulma özellikleri, nitrür tabakasında veya kaplamada bulunan artık gerilme değerlerini kapsamaktadır. Nitrürlenmiş veya kaplanmış malzemenin elastisite modülünün belirlenebilmesi için Guagliano and Vergani (1997) tarafından birbirine paralel bağlı iki yay kullanılarak bir benzeşim modeli önerilmiştir. Bu çalışmada yüzey işlemi uygulanmış malzemenin elastisite modülünü belirlemek için bu yaklaşım kullanılmıştır. Yaklaşımın ayrıntıları Şekil 3.12’de görülmektedir. Ayrıca elastisite modülünün hesaplanmasına ilişkin eşitlikler aşağıda verilmiştir.



Şekil 3.12. a) Nitrürlenmiş malzemenin şematik gösterimi, b) yay modeli

$$K_{Toplam} = K_{Tabaka} + K_{Tabanmalzeme} \quad (3.3)$$

$$\frac{E_{Toplam} \cdot A_{Toplam}}{L} = \frac{E_{Tabaka} \cdot A_{Tabaka}}{L} + \frac{E_{Tabanmalzeme} \cdot A_{Tabanmalzeme}}{L} \quad (3.4)$$

$$E_{Toplam} = \frac{E_{Tabaka} \cdot A_{Tabaka} + E_{Tabanmalzeme} \cdot A_{Tabanmalzeme}}{A_{Toplam}} \quad (3.5)$$

Eşitliklerdeki E_{Toplam} ve A_{Toplam} yüzey işlemi uygulanmış malzemenin elastisite modülünü ve kesit alanını, E_{Tabaka} ve A_{Tabaka} nitrür tabakasına veya kaplamaya ait elastisite modülünü ve kesit alanını, $E_{Taban malzeme}$ ve $A_{Taban malzeme}$ taban malzemeye ait elastisite modülünü ve kesit alanını ifade etmektedir.

4. ARAŐTIRMA BULGULARI ve TARTIŐMA

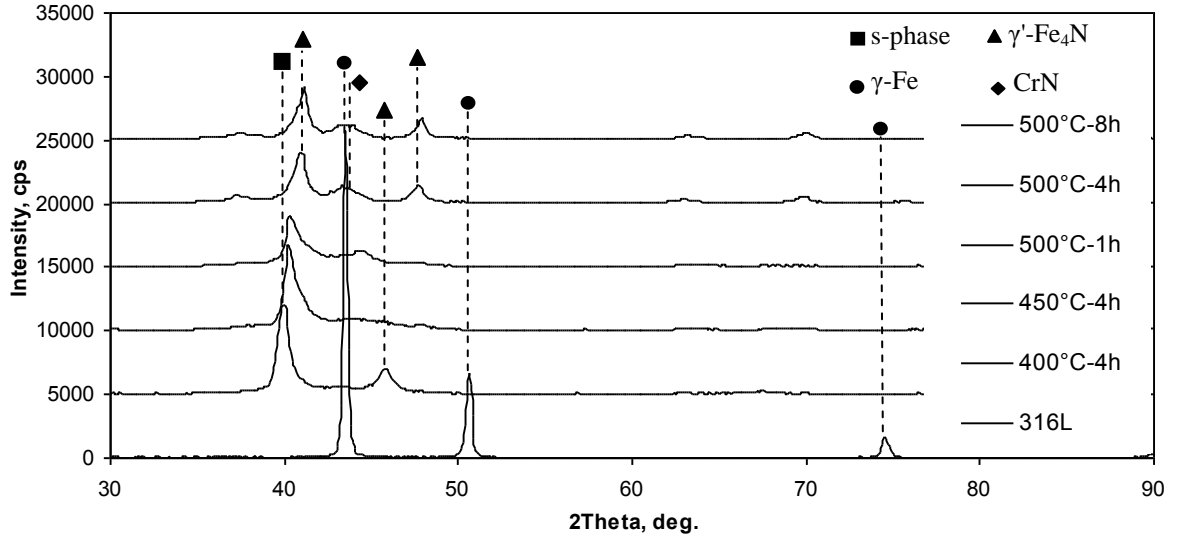
Bu alıŐmada, 316L paslanmaz eliĐi ve Ti6Al4V alaŐımı zerine plazma nitrleme, TiAlN ince film kaplama ve Al₂O₃ sprey kaplama olmak zere  farklı yzey iŐlemi gerekleŐtirilmiŐtir. Uygulanan yzey iŐlemleri sonrası yapısal, mekanik, tribolojik ve elektrokimyasal zellikler incelenmiŐ ve elde edilen sonular, her bir yzey iŐlemi iin ayrı blmler halinde verilmiŐtir.

4.1. Plazma Nitrleme

4.1.1. 316L Paslanmaz eliĐin Plazma Nitrleme DavranıŐı

4.1.1.a. XRD analizi

İŐlem grmemiŐ ve farklı parametrelerde nitrrlenmiŐ numunelere ait karŐılaŐtırmalı XRD sonuları Őekil 4.1'de verilmiŐtir. İŐlem grmemiŐ 316L paslanmaz elik iin yapı tamamen ostenit fazından oluŐmuŐtur ve yalnızca ostenit pikleri grlmektedir. Plazma ile nitrrlenmiŐ numunelerde ise iŐlem parametrelerine baĐlı olarak modifiye olmuŐ tabaka ierisinde s-fazı, CrN ve γ' -Fe₄N fazları oluŐmuŐtur.



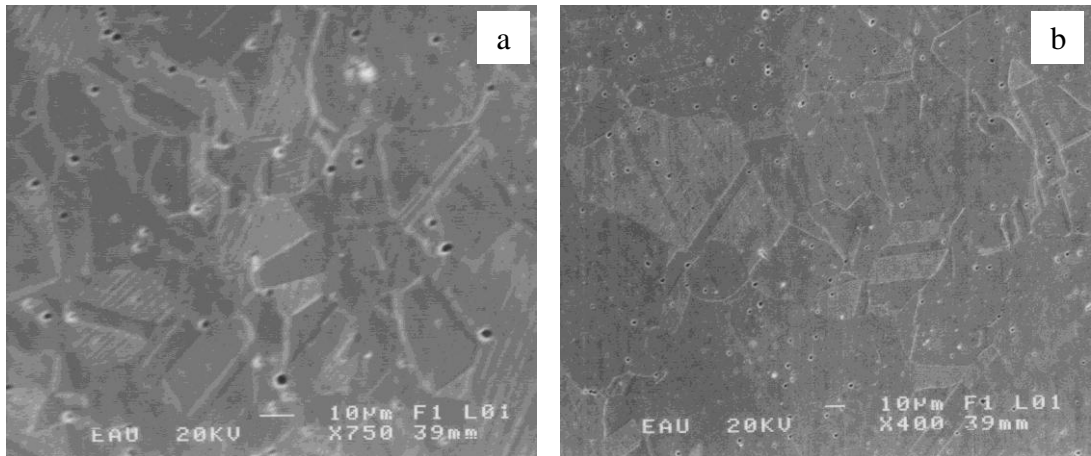
Şekil 4.1. Farklı şartlarda nitrülenmiş 316L paslanmaz çeliğinin XRD grafiği

400°C’de 4 saat nitrülenmiş numunelerde yapı ağırlıklı olarak s-fazından oluşmuştur. s-fazının oluşumu azot ve krom atomlarının difüzyonu ile ilgilidir. 400°C’de bir arayer atomu olan azot atomlarının, ostenit kafesi içerisinde difüzyonu rahat bir şekilde gerçekleşirken, bir yeralan atomu olan krom atomlarının difüzyonu engellenir. Yüzey merkezli kübik kafes yapısına sahip olan ostenit, azot atomlarının difüzyonu ile genişler. Bu yüzden, literatürde s-fazı genişlemiş ostenit (γ_N) olarak da tanımlanır (Samandi *et al.* 1993). Ostenit kafesinin azot atomlarının etkisiyle çarpılması sonucu, nitrülenmiş tabaka içerisinde yüksek basınç gerilmeleri oluşur. Şekil 4.1’de görüldüğü gibi hem işlem sıcaklığının hem de işlem süresinin artışı, yapının tamamen CrN ve γ' -Fe₄N fazlarından oluşmasına sebep olmuştur. Özellikle sıcaklık artışı ile krom atomlarının aktivasyonunun artması sonucu azot atomları ile bağ yapma eğilimine girmesi, bu fazların oluşumunu tetiklemiştir. İşlem sıcaklığı 450°C’ye ulaştığında s-fazı içerisindeki azot atomları yapıdan ayrılmaya başlayarak ortamdaki krom atomları ile birleşip CrN çekirdeklerinin oluşmasına sebep olur ve işlem süresi arttıkça oluşan CrN çekirdekleri büyür (Menthe *et al.* 1995; Singh *et al.* 2002). CrN fazı, aktivasyonu artan Cr atomları ile s-fazından ayrılan azot atomlarının birleşmesiyle oluştuğu için, artan işlem süresi ve sıcaklığı, CrN miktarını artırırken, s-fazı piklerinin şiddetinde azalmaya sebep olmuştur. Ayrıca sıcaklığın artışı, yarı kararlı s-fazının, kararlı γ' -Fe₄N fazına dönüşmesine sebep olmuştur (Borgioli *et al.* 2005). 500°C’de 8 saat süre ile

gerçekleştirilen nitrürleme işlemi sonrası yapının tamamen nitrür fazlarından (CrN , γ' - Fe_4N) oluştuğu görülmüştür.

4.1.1.b. Mikroyapı incelemeleri

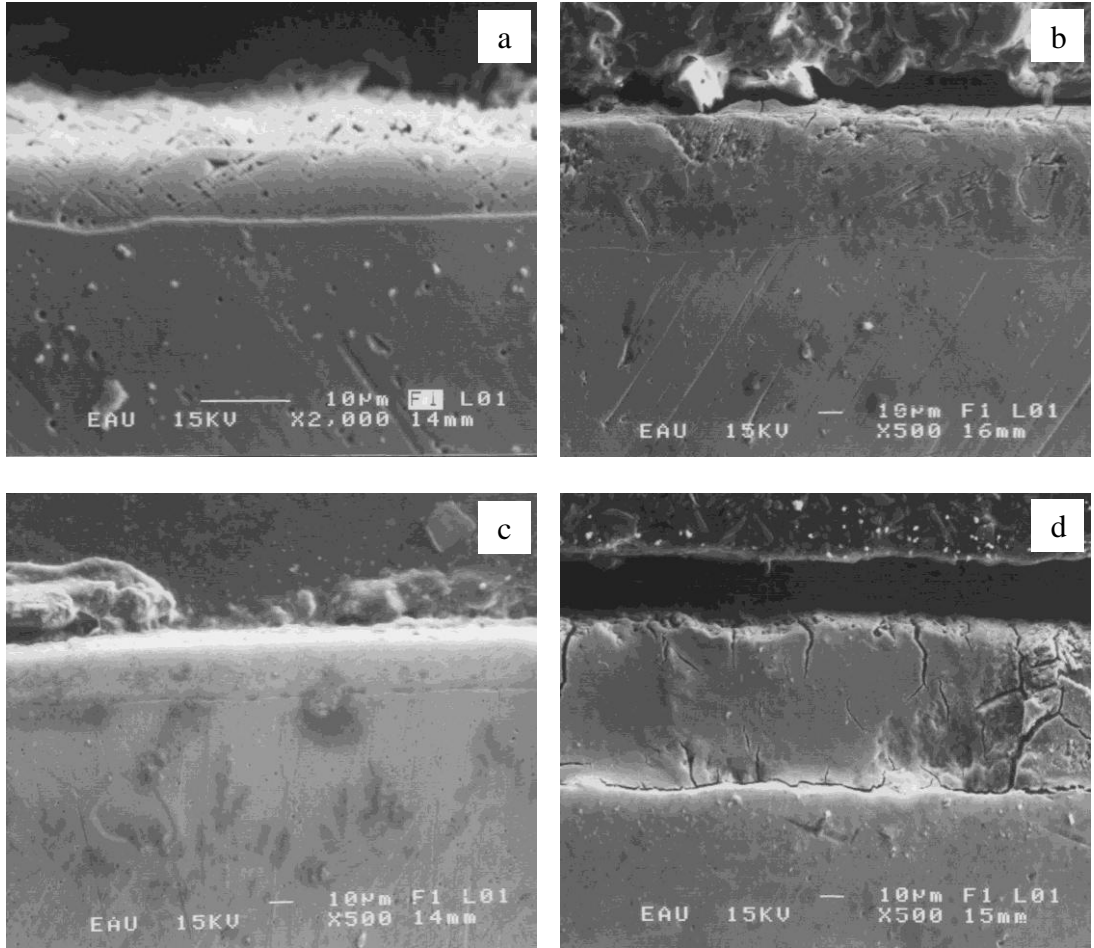
Şekil 4.2’de işlem görmemiş ve 500°C ’de 8 saat nitrürlenmiş numunelere ait yüzey görüntüleri verilmiştir. İşlemsiz numunelerde belirgin bir şekilde ostenitik yapı ve tipik ikiz oluşumları görülmektedir (Şekil 4.2.a). Nitrürleme işlemi sonrası oluşan yüzey, plazma ile dağlanmış gibi görülmektedir. Bu dağlanmış görünüm hem nitrürleme işlemi öncesi yapılan saçılma işlemi (katodik temizleme) sonrası, hem de nitrürleme işlemi sırasında oluşmaktadır. Plazma ile nitrürleme işlemi sırasında ostenit taneleri içerisine arayer atomu olarak giren azot atomlarının YMK kristal kafesi genişlemeye zorlamasından dolayı oluşan bası artık gerilmeleri kayma bantlarının oluşumuna sebep olurlar. Şekil 4.2.b’de kayma bantları belirgin bir şekilde görülmektedir.

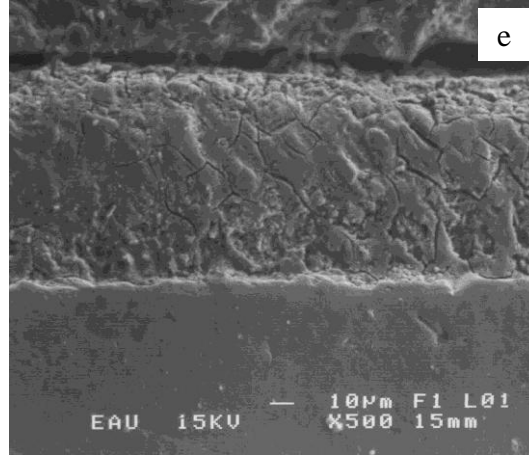


Şekil 4.2. 316L paslanmaz çeliğinin yüzey morfolojisi; a) İşlemsiz, b) 500°C ’de 8 saat nitrürlenmiş

Farklı şartlarda nitrürlenmiş numunelere ait kesit resimleri Şekil 4.3’te verilmiştir. Nitrürleme işlemi sonrasında, malzeme yüzeyinde taban malzeme ile belirgin bir çizgi ile ayrılmış, homojen bir kalınlığa sahip modifiye tabakanın oluşumu görülmektedir. Resimlerde görüldüğü gibi, modifiye tabaka altında difüzyon tabakası oluşmamıştır.

Nitrüleme parametrelerine göre oluşan modifiye tabakanın kalınlıkları Çizelge 4.1' de verilmiştir. İşlem sıcaklığı ve süresinin artışıyla modifiye tabaka kalınlığının arttığı tespit edilmiştir. 500°C'de 4 ve 8 saat nitrülenmiş numunelerin kesit resimleri incelendiğinde modifiye tabaka içerisinde çatlakların oluştuğu görülmektedir. Söz konusu parametrelerde yapılan nitrüleme işlemi sonrası modifiye tabaka içerisinde oluşan temel fazlar CrN ve γ' -Fe₄N fazları olup bu fazların farklı kafes parametrelerine sahip olmaları uyumsuzluğa ve bu çatlakların oluşumuna neden olmuştur (Jeong and Kim 2001).





Şekil 4.3. a) 400°C-4 saat, b) 450°C-4 saat, c) 500°C-1 saat, d) 500°C-4 saat, e) 500°C-8 saat nitrüleme işlemi sonrası oluşan modifiye tabakalara ait SEM resimleri

Çizelge 4.1. Farklı işlem parametrelerine göre plazma nitrülenmiş 316L paslanmaz çeliğinin modifiye tabaka kalınlığı değerleri

Nitrüleme Parametreleri		Modifiye Tabaka Kalınlığı (µm)
Sıcaklık (°C)	Zaman (saat)	
400	4	9-12
450	4	17-20
500	1	12-15
	4	40-45
	8	77-80

4.1.1.c. Mikrosertlik incelemeleri

Plazma ile nitrüleme sonucu elde edilen sertlik değerleri taban malzeme sertliğine ve işlem sonucu oluşan tabakanın kalınlığına bağlıdır. İşlem süresi ve sıcaklık arttıkça sertlik değerlerinde artış gözlenmiştir (Çizelge 4.2). İşlem görmemiş 316L çeliğinin sertliği 270-300 HV_{0.01} olarak ölçülmüşken, plazma ile nitrülenmiş numunelerde oldukça yüksek sertlik değerleri elde edilmiştir. En düşük sertlik değeri, 400°C’de 4 saat nitrüleme işlemi sonunda elde edilirken, en yüksek sertlik değerine, 500°C’de 8 saat

nitürleme işleminde ulaşılmıştır. Ölçülen yüksek sertlik değerleri, nitürleme işleminin sonucu tabaka içerisinde oluşan fazlardan kaynaklanmaktadır. 500°C sıcaklıkta yapılan deneyler sonucu elde edilen sertliklerin, 400 ve 450°C'ye nazaran daha yüksek olmasının nedeni, CrN ve γ' -Fe₄N'den oluşan çift fazlı yapının sertlik değerinin 500°C'nin altında oluşan s-fazının sertliğinden daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır.

Çizelge 4.2. Farklı işlem parametrelerine göre plazma nitürlenmiş 316L paslanmaz çeliğinin sertlik değerleri

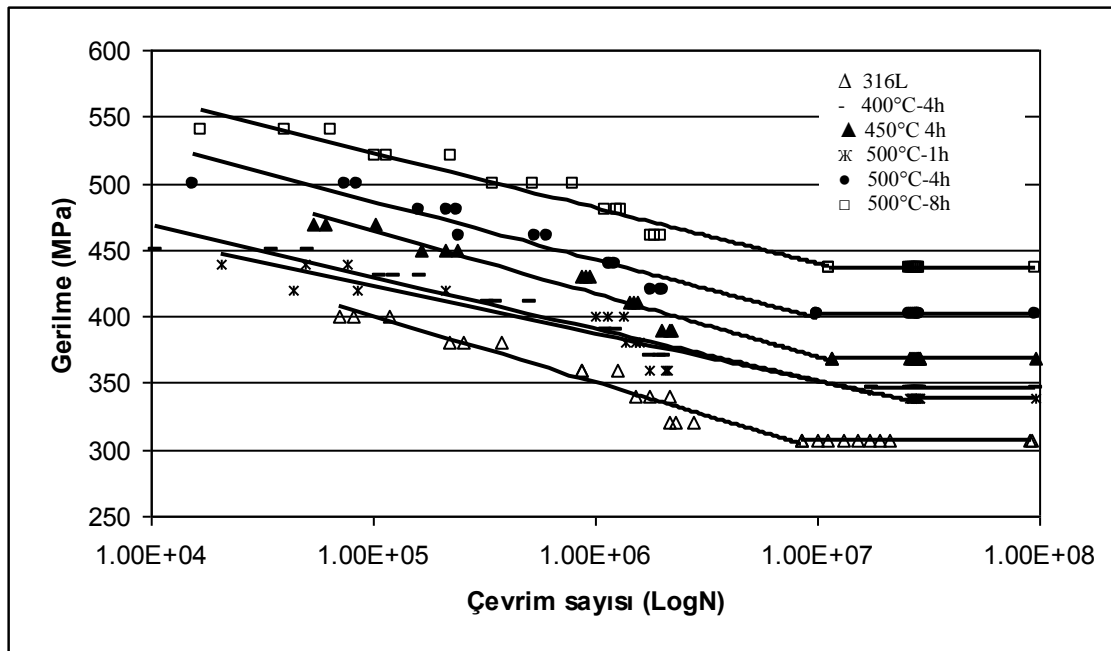
Nitürleme Parametreleri		Modifiye Tabaka Sertliği (HV _{0.01})
Sıcaklık (°C)	Zaman (saat)	
400	4	890-920
450	4	1150-1200
500	1	970-1000
	4	1300-1350
	8	1650-1700
İşlemsiz 316L		270-300

4.1.1.d. Yorulma testleri

Düzlem ve kazımalı yorulma test sonuçları

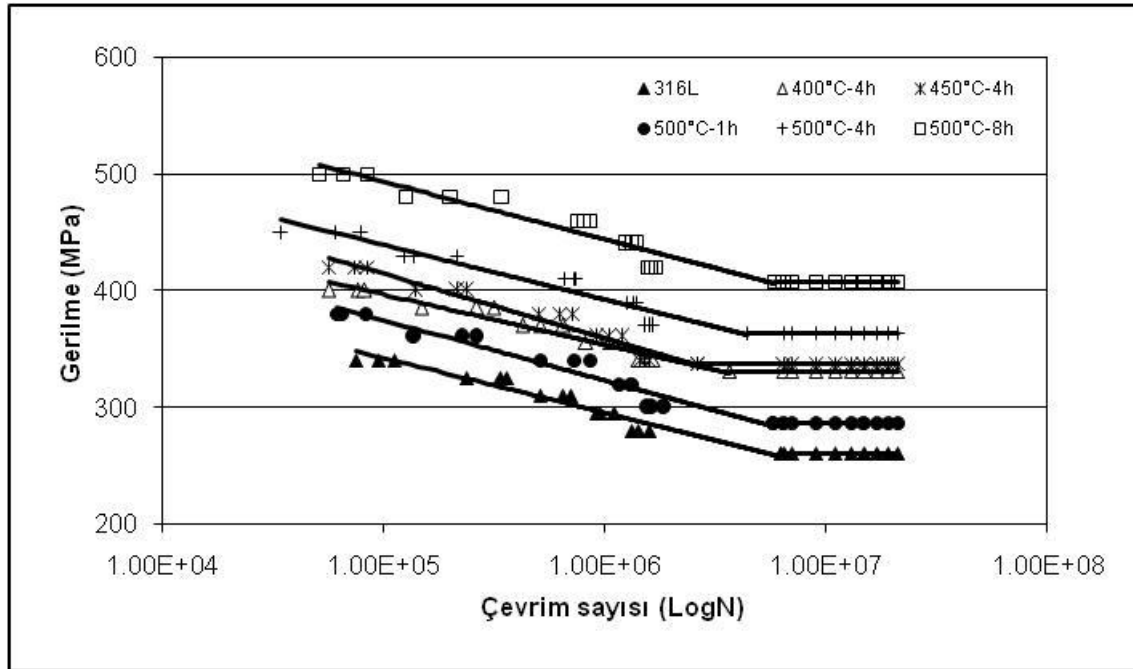
316L paslanmaz çeliğinin belirlenen işlem parametrelerine göre nitürlenmesi sonrası düzlem yorulma test sonuçları Yetim (2009) tarafından yapılan çalışmadan alınmış olup çalışma sonrası elde edilen yorulma eğrileri Şekil 4.4'te verilmiştir. S-N eğrileri incelendiğinde, işlemsiz 316L çeliğinin yorulma limitinin 309 MPa olduğu, nitürleme sonrası yorulma limitinin %10-40 civarında artış gösterdiği görülmektedir. Bunun nedeni, plazma ile nitürleme sonucu metal nitürlerin çökmesi ve γ -Fe fazı içerisinde azotun yeniden dağılması sonucu yüzeyde bası artık gerilmeleri oluşmasıdır. Yani

nitürleme işlemi esnasında, nitrürlenmiş kısım genişleme eğilimindeyken, nitrürlenmemiş iç kısımlar sabit kalır. Böylece yüzeye yakın kısımlarda bası artık gerilmeleri oluşurken iç kısımlarda çeki artık gerilmeleri oluşur. Oluşan bası gerilmeleri malzemenin yorulma dayanımını artırır. Plazma ile nitürleme sonucu oluşan difüzyon tabakası bası artık gerilmeleri içerir. Çökelen nitürlerin oluşumu dislokasyon hareketini engeller ve böylece kayma bantlarının nitrürlenmiş tabakaya doğru hareketi engellenmiş olur. Hem bası artık gerilmelerin hem de yüzey sertliğinin artışı malzemenin yorulma ömrünün artmasına neden olur. Çünkü oluşan ince sert tabaka, plastik deformasyon oluşumunu engeller. Böylece, yüzeyde kayma bantlarının hareketi sadece çok yüksek gerilme seviyelerinde gerçekleşir. Bu olay çatlak başlangıç kaynağı olan plastik deformasyonun muhtemelen yüzey altı bölgelerde oluşmasına neden olur. Yüzeyde oluşan kayma bantlarının hareketlerinin durdurulması çatlak başlangıcı ve yayılmasını engeller ve bu durum yorulma ömrünün artmasına sebep olur. Malzemenin yorulma dayanımı ayrıca difüzyon tabakasının kalınlığı ve sertliğine de bağlıdır. Çünkü yorulma çatlak başlangıcı malzemenin içerisine doğru hareket eder. Malzemenin yüzey sertliği ne kadar yüksek ise yorulma çatlak başlangıcı da daha alt yüzeylerde olur. En yüksek yüzey sertliği ve yorulma ömrü 500°C ve 8 saatlik nitürleme şartlarında elde edilmiştir (Yetim 2009).

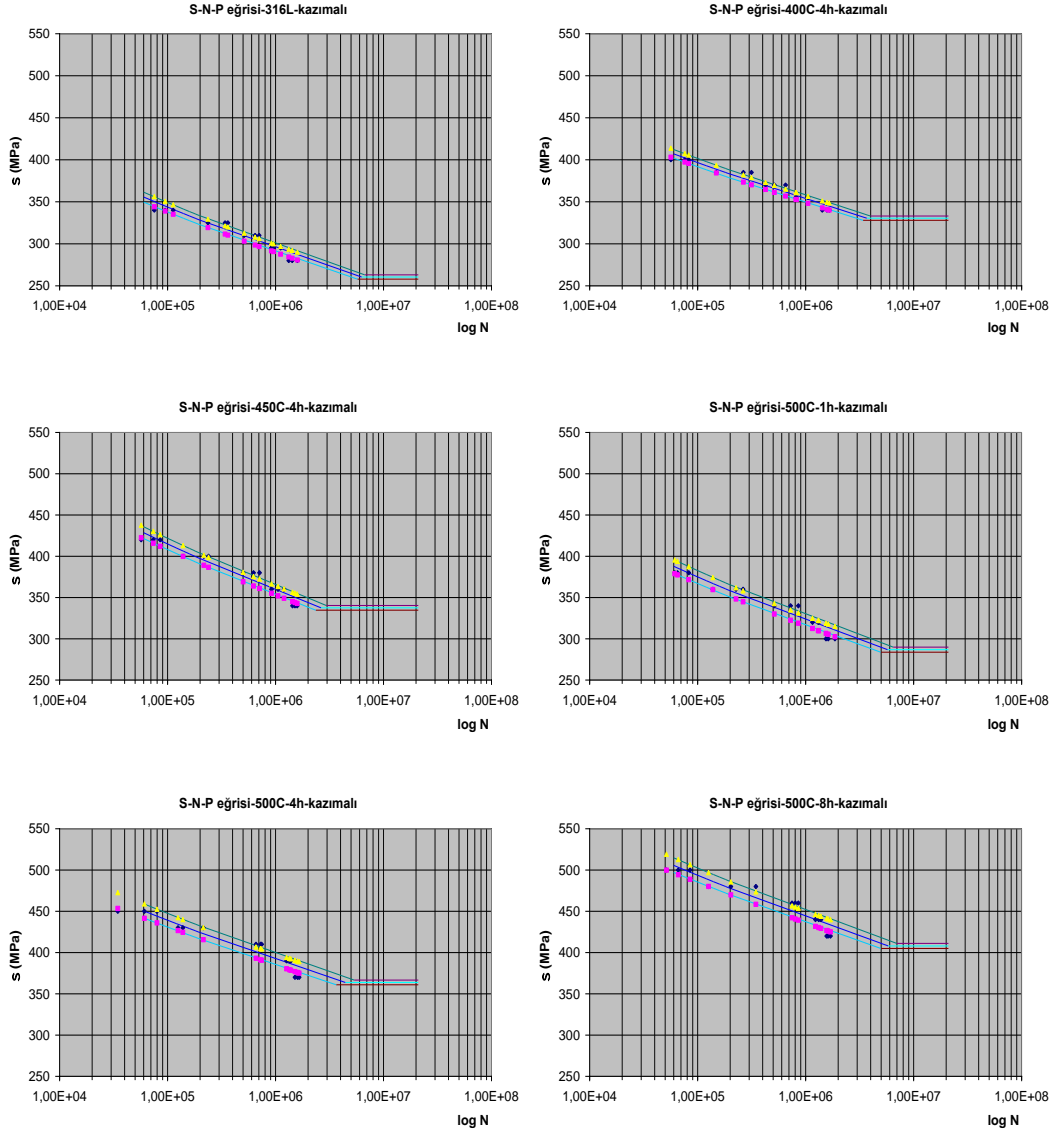


Şekil 4.4. Farklı şartlarda nitrürlenmiş 316L çeliğinin düzlem yorulma S-N eğrileri (Yetim 2009)

Şekil 4.5 ve 4.6'da işlemsiz ve nitrürlenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma ömrü (S-N ve S-N-P eğrileri) sonuçları verilmiştir. Nitrüleme işlemi sonrası düzlem yorulma ömründe %10-40 oranında artış meydana gelmiştir (Yetim 2009). Bu artışın sebebi yüzey sertliğinde meydana gelen artış ve artık gerilmelerdir. Bu iki faktörde dislokasyon hareketini etkileyerek doğrudan yorulma çatlak başlangıcını ve ilerlemesini geciktirir. Kazımalı yorulma sonucu ise uygulanan basıncın etkisi ile yorulma ömrü daha da azalmıştır. Bu azalma işlemsiz 316L çeliği için %16 civarındadır. Nitrürlenmiş numunelerde ise bu azalma miktarı %5-18 arasındadır. Yüzeyde bulunan sert modifiye tabaka sahip olduğu özelliklere göre doğrudan kazımalı yorulmaya karşı direnci artırmıştır. Ayrıca nitrüleme işlemi sonucu yüzeyde oluşan bası artık gerilmeleri ortalama gerilme gibi yorulma ömrünü etkilemekte, efektif gerilme yoğunluk faktörünü azaltıp, çatlak ilerlemesini önlemektedir.



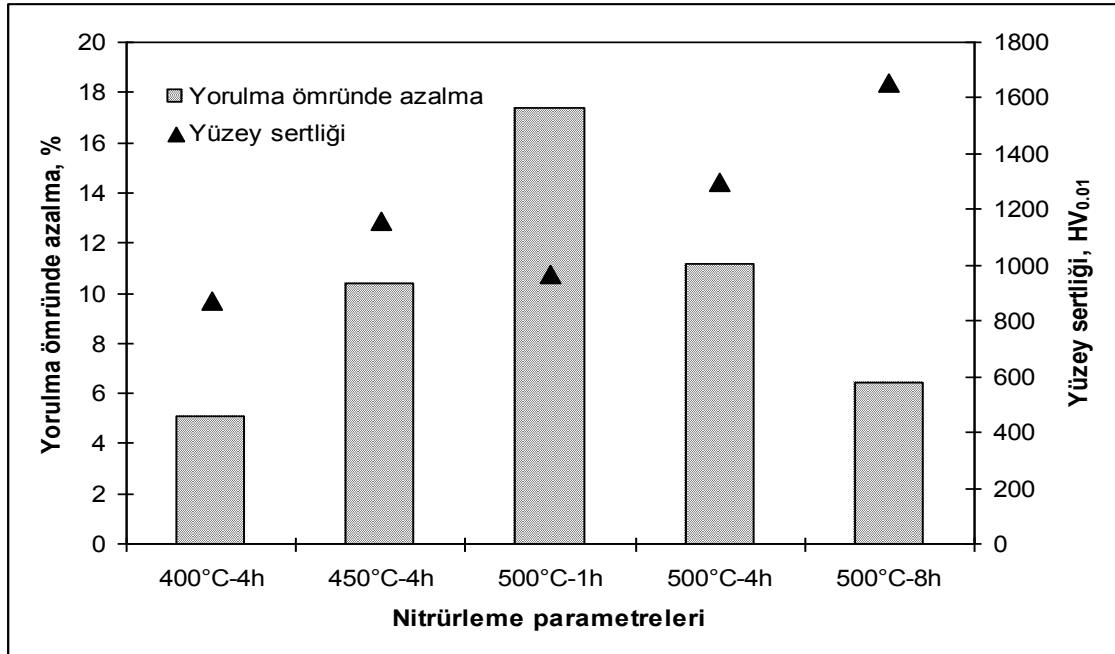
Şekil 4.5. Farklı şartlarda nitrürlenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma S-N eğrileri



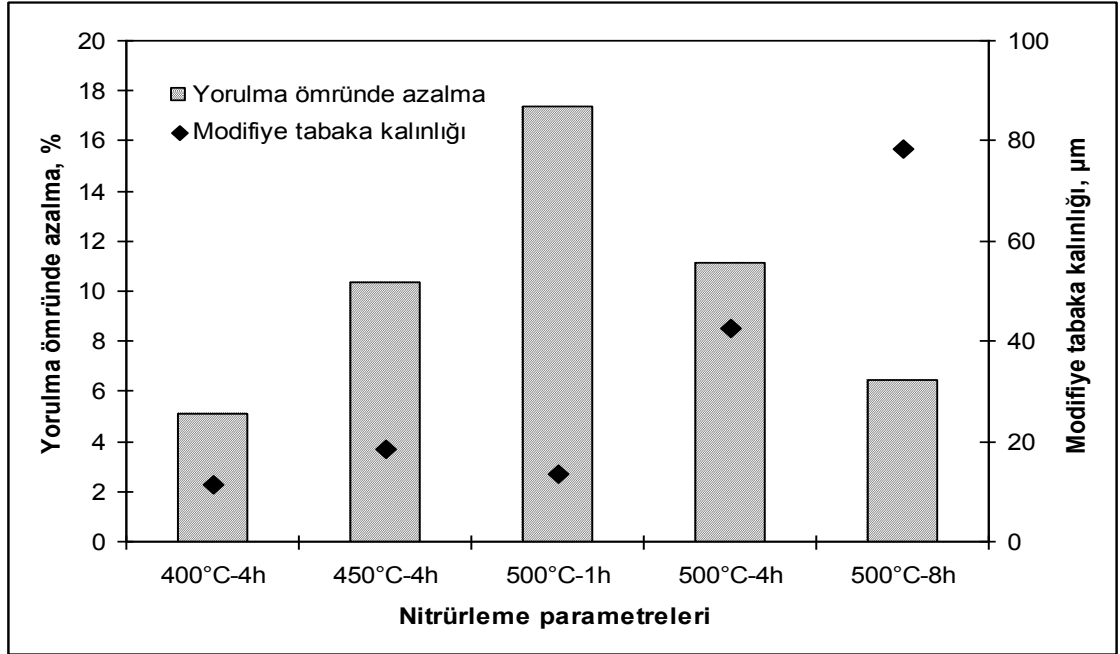
Şekil 4.6. Farklı şartlarda nitrülenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonucu S-N-P eğrileri

Nitrüleme işleminin, yüzeyde oluşan sert modifiye (beyaz) tabaka ve difüzyon tabakası ile basınç artışı gerilmeleri oluşumu ve aşınma direncinde artış nedeniyle kazımalı yorulma dayanımını etkilediği bilinmektedir. Ayrıca 316L çeliği için modifiye tabaka altında difüzyon tabakası oluşmamakta, nitrüleme işlemi parametrelerine göre yüzeydeki modifiye tabaka kalınlığı değişmektedir. Sürtünme katsayısı ise nitrüleme işlemi parametreleriyle pek fazla etkilenmemekte, fakat modifiye tabakada oluşan s-fazı sürtünme katsayısını azaltır. Artık gerilmeler ise basınç yönünde olduğunda çatlak

ilerleme hızını azaltarak kazımalı yorulma ömründe artışa neden olur. Şekil 4.7 ve 4.8'de düzlem yorulma ömrüne göre kazımalı yorulma sonrası yorulma dayanımında azalma ile yüzey sertliği ve modifiye tabaka kalınlığı arasındaki ilişki verilmiştir. Yüzey sertliği ve modifiye tabaka kalınlığının doğrudan kazımalı yorulma dayanımını etkilediği görülmektedir. Yüzey sertliği arttıkça kazımalı yorulma direnci de artmaktadır. Özellikle bu durum 500°C'de farklı işlem sürelerinde gerçekleştirilen deneylerde açıkça görülmektedir. Modifiye tabakanın etkisi ise oldukça ilginç olup, özellikle nitrürleme işlemi sonrası oluşan s-fazı doğrudan kazımalı yorulmaya etki etmektedir. Modifiye tabakada bulunan s-fazı hem yüzey sertliğini artırmakta hem de sürtünme katsayısının azalmasına katkıda bulunmaktadır. Ayrıca modifiye tabaka kalınlığı arttıkça yüzey sertliği artmaktadır. Bu sonuçlar itibariyle Şekil 4.7'de görüldüğü gibi en düşük yorulma ömründe azalma, modifiye tabakada s-fazı içeren numunede elde edilmiş ve modifiye tabaka kalınlığı arttıkça da yorulma ömründe azalma miktarı azalmıştır.

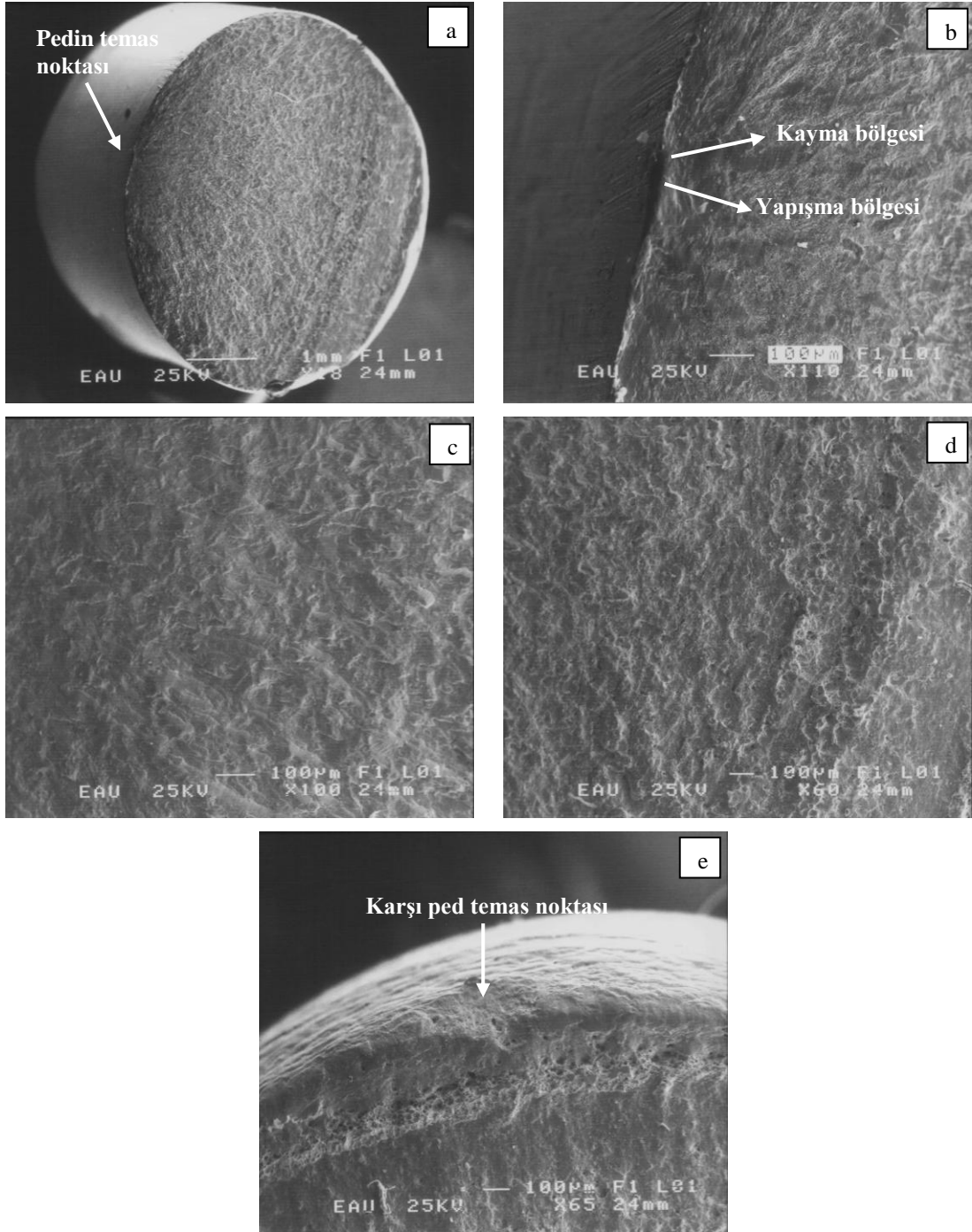


Şekil 4.7. Düzlem yorulma ömrüne göre kazımalı yorulma sonrası yorulma dayanımında azalma ile yüzey sertliği arasındaki ilişki



Şekil 4.8. Düzlem yorulma ömrüne göre kazımalı yorulma sonrası yorulma dayanımında azalma ile modifiye tabaka kalınlığı arasındaki ilişki

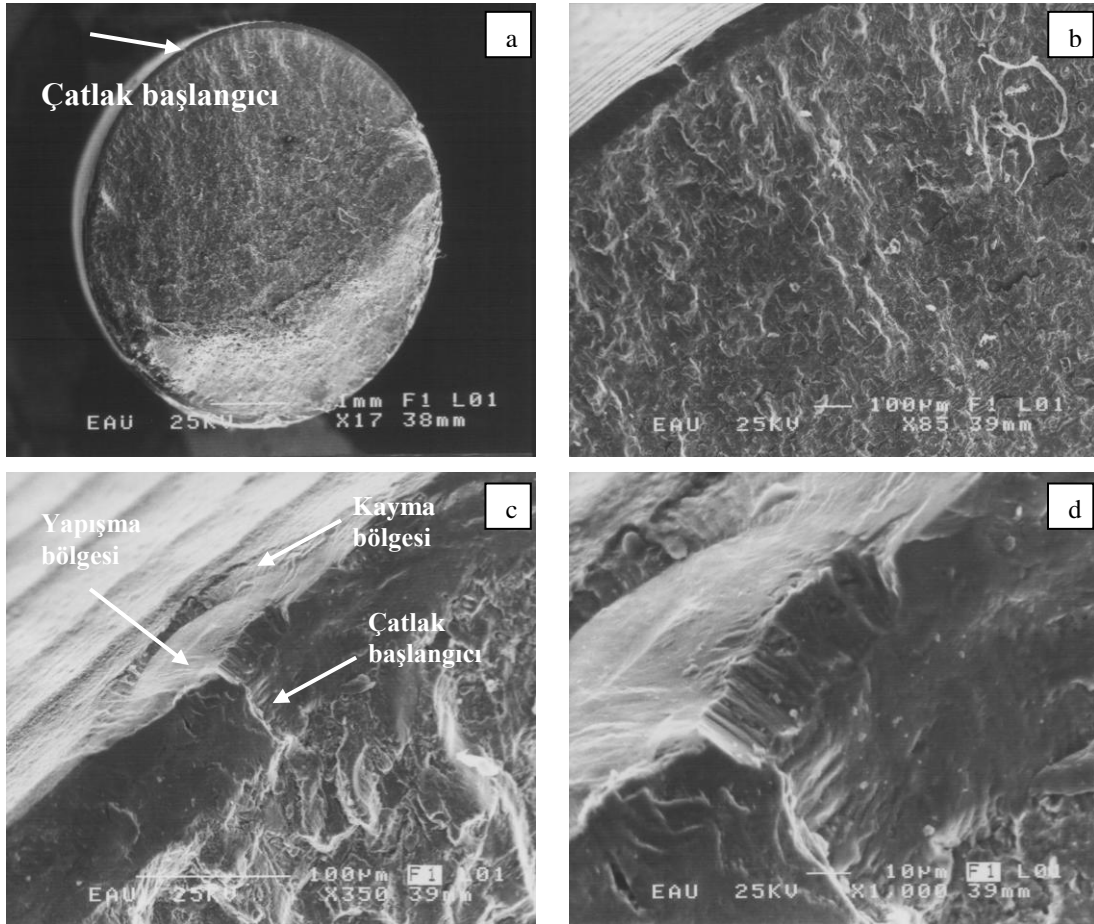
Şekil 4.9 ve 4.10'da işlemsiz ve nitrülenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonrası kırılma yüzeyleri verilmiştir. Şekil 4.9.a'da işlemsiz 316L çeliğinin kırılma yüzeyi ve kazımalı yorulmanın başlangıç noktası verilmiştir. Görüldüğü gibi çatlak pedin temas noktasında başlamış ve içeriye doğru ilerlemiştir. Şekil 4.9.b'de ise çatlak başlangıç noktasının detay resmi verilmiştir. Çatlak başlangıç noktasında içeriye doğru bir plastik deformasyon meydana gelmiş ve çatlak bu noktadan ilerlemiştir. Çatlak başlangıç noktasının hemen alt kısmı pürüzsüz olup, daha sonra radyal kanallar oluşmuştur. Şekil 4.9.c ise çatlak ilerleme bölgesi olup, çentik dibinden başlayan çatlakların ilerleme şekli olan gözyaşı şeklinde oyuklar tipinde (tear dimple) görüntü tespit edilmiştir. Şekil 4.9.d ve e son kırılma bölgesi olup, oyuklanma şeklinde sünek kırılma görülmektedir. Şekil 4.9.e'de ayrıca karşı temas pedin oluşturduğu deformasyonda belirgindir.

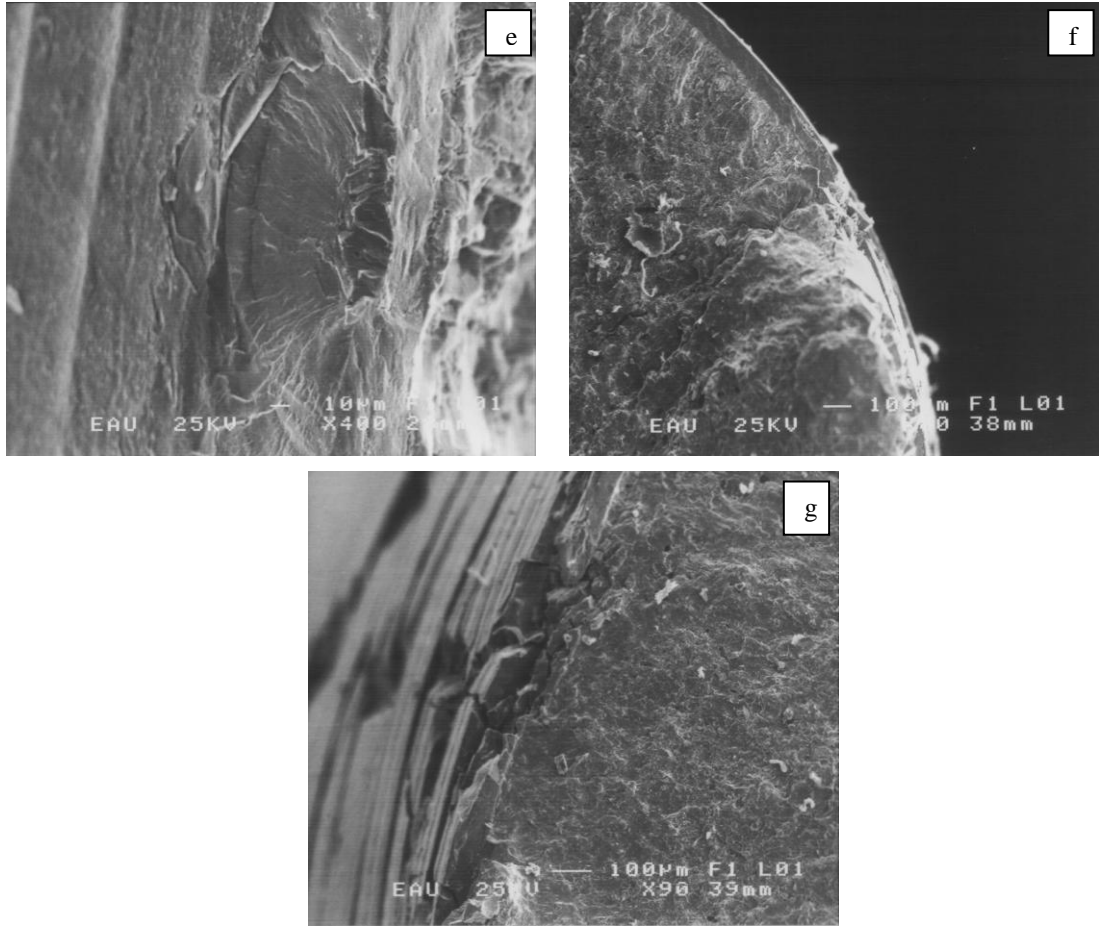


Şekil 4.9. İşlemsiz 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonrası yorulma kırıklarının SEM resimleri (300MPa, 1.114.374 çevrim)

Şekil 4.10'da 500°C'de 8 saat nitrülenmiş ve kazımalı yorulmaya tabi tutulmuş numuneye ait kırılma yüzeyleri verilmiştir. Modifiye tabaka kalınlığı 70-80 µm civarındadır. Şekil 4.10.a'da genel kırılma yüzeyi ve detay resimlerinin çekildiği

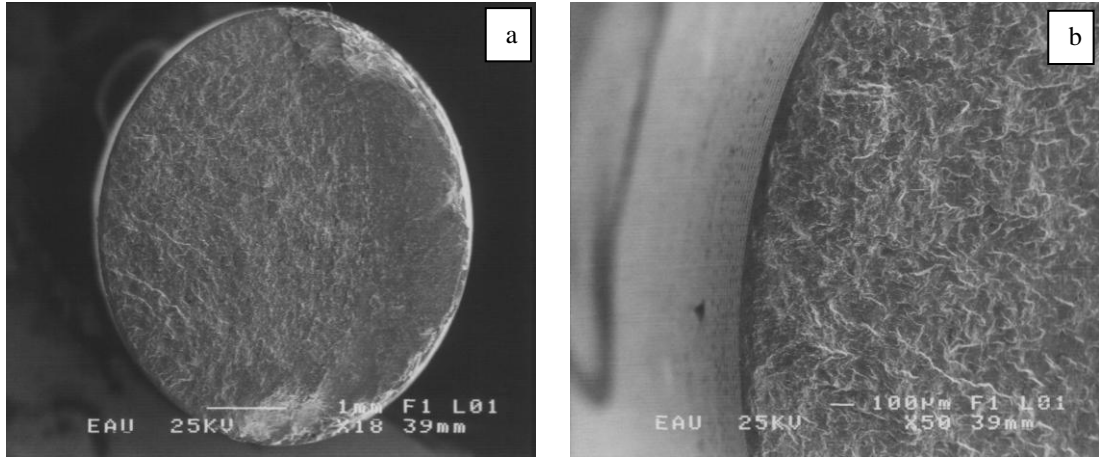
noktalar verilmiştir. Kazımalı yorulma hariç diğer yorulma testlerinde yüzeyde oluşan tabakanın etkisi yorulma çatlak başlangıcı iç kısımlarda (balık gözü şeklinde) meydana geldiği için ihmal edilir. Oysa kazımalı yorulmada yüzeye kontak basıncı uygulandığı için ilave kayma gerilmeleri yüzeyde oluşarak, yüzeyin hasara uğraması ve dolayısıyla yorulma çatlak başlangıcının yüzeyde oluşmasına neden olur. Şekil 4.10.b, c, d ve e çatlak başlangıç noktasının detay resimleridir. Pedin oluşturduğu plastik deformasyon ve yorulma çatlak başlangıcı belirgindir. Kazımalı yorulmanın teorisinde olduğu gibi çatlak kayma bölgesinde başlamış, numune içine doğru dik ilerlemiş ve daha sonra yön değiştirmiştir. Tabaka kalınlığı büyük olmasına rağmen çatlak yüzeyde başlamış ve ilerlemiştir. Modifiye tabakanın altında bulunan bölgede yer yer yırtılma şeklinde boşluklar oluşmuştur (Şekil 4.10.b). Modifiye tabakada oluşan kırılma şekli tamamen klivaj olup kanallar belirgindir (Şekil 4.10.c, d ve e). Ayrıca Şekil 4.10.f ve g'de çatlak ilerlemesinin bittiği, numune kesitinin yükü taşıyamadığı bölgeden SEM resimleri verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi modifiye tabaka tamamen parçalanmıştır.





Şekil 4.10. 500°C’de 8 saat nitrülenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonrası SEM resimleri (440MPa, 1.232.552 çevrim)

Şekil 4.11’de 450°C’de 4 saat nitrülenmiş ve kazımalı yorulmaya maruz bırakılarak düşük kırılma çevriminde hasara uğramış numuneye ait kırılma resmi verilmiştir. Şekil 4.11.a’da görüldüğü gibi gerilme seviyesi yüksek olduğu için çatlak birçok yerden başlayıp ilerlemiştir. Pedin temas bölgesinden alınan resimde görüldüğü gibi plastik deformasyon tam olarak belirgin değildir. Bu sonuç, kazımalı yorulmanın etkisinin uzun süreli yorulma hasarlarında gösterdiğinin delilidir.

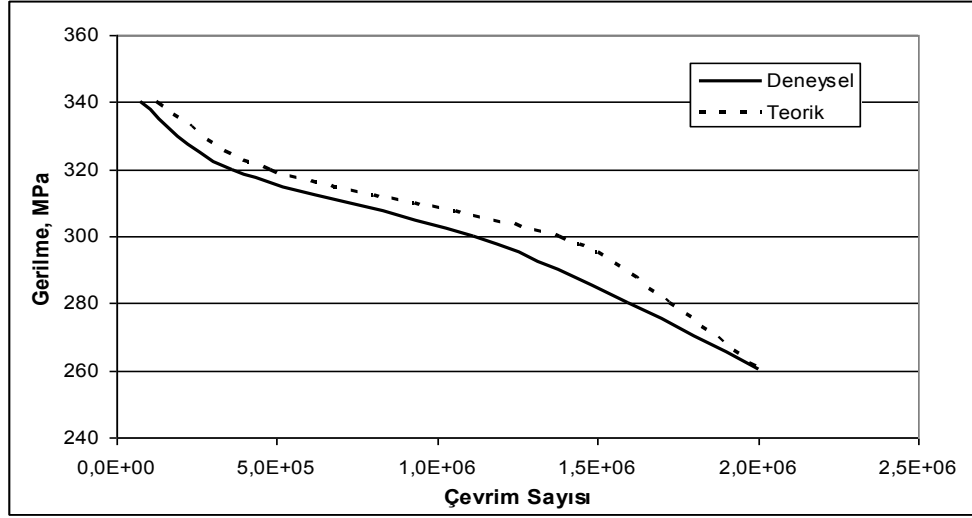


Şekil 4.11. 450°C’de 4 saat nitrülenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonrası SEM resimleri (400MPa, 139.131 çevrim)

İşlemsiz 316L çeliğinin kazımalı yorulma modeli

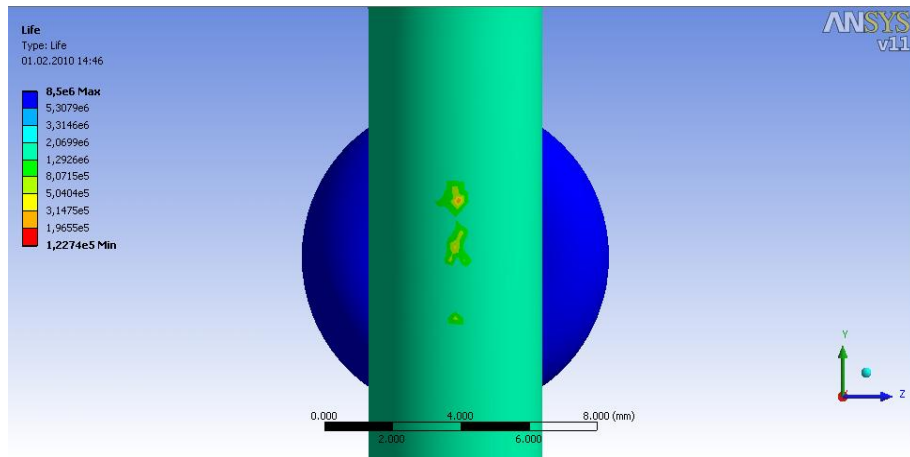
İşlemsiz 316L paslanmaz çeliğinin kazımalı yorulma modeli Şekil 3.9’da verilmiştir. 316L paslanmaz çeliğine ait özellikler olan, elastisite modülü $E=193$ GPa, poisson oranı $\nu=0.3$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=560$ MPa değerleri, yorulma numunesi ve pedlere malzeme özelliği olarak girilmiştir. S-N eğrisi değerleri olarak ta Yetim (2009) tarafından yapılan çalışmada elde edilen işlemsiz 316L çeliğinin düzlem yorulma ömür değerleri girilmiştir. Yorulma numunesi ile pedler arasındaki sürtünme katsayısı 0.7 olarak alınmıştır (Menthe *et al.* 2000). Yorulma analizinde yükleme tipi olarak non-proportional, ortalama gerilme teorisi olarak ta Soderberg yaklaşımı seçilmiştir.

Kazımalı yorulma modelinde 4 farklı değişken yük kullanılmış ve elde edilen ömür değerleri deneysel olarak elde edilen ömür değerleriyle karşılaştırılmıştır. Şekil 4.12’de görüldüğü gibi deneysel olarak elde edilen ömür değerleri ile sonlu elmanlar analizinden elde edilen ömür değerleri kabul edilebilir ölçüde birbirine oldukça yakındır.



Şekil 4.12. İşlemsiz 316L çeliği için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri

340MPa değişken yükleme için ömür dağılımı Şekil 4.13'te verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi minimum ömür, deneysel sonuçlardan da bilindiği gibi kontak bölgesinde oluşmuştur. Ayrıca program tarafından hesaplanan kayma mesafesi (yorulma numunesi ile pedler arasındaki bağıl hareket) uygulanan değişken yüke göre 27-32 μm olarak belirlenmiştir. Kazımalı yorulma işleminin mekanizmasından bilindiği gibi kayma mesafesinin 30 ile 50 μm arasında olması ideal bir durumdur. Bu bağlamda, elde edilen kayma mesafesi değerleri kazımalı yorulma mekanizmasına uyum sağlamaktadır.

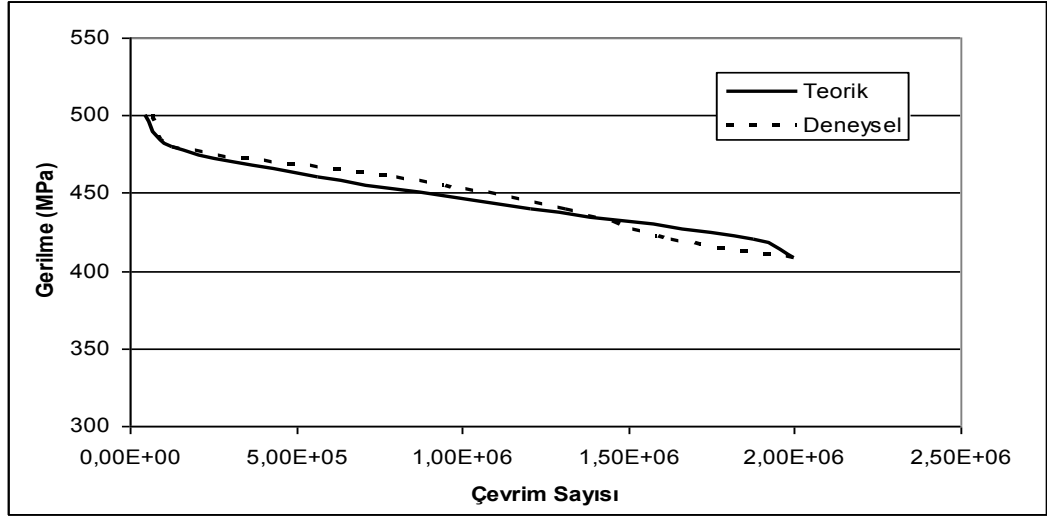


Şekil 4.13. İşlemsiz 316L çeliği için ömür dağılımı

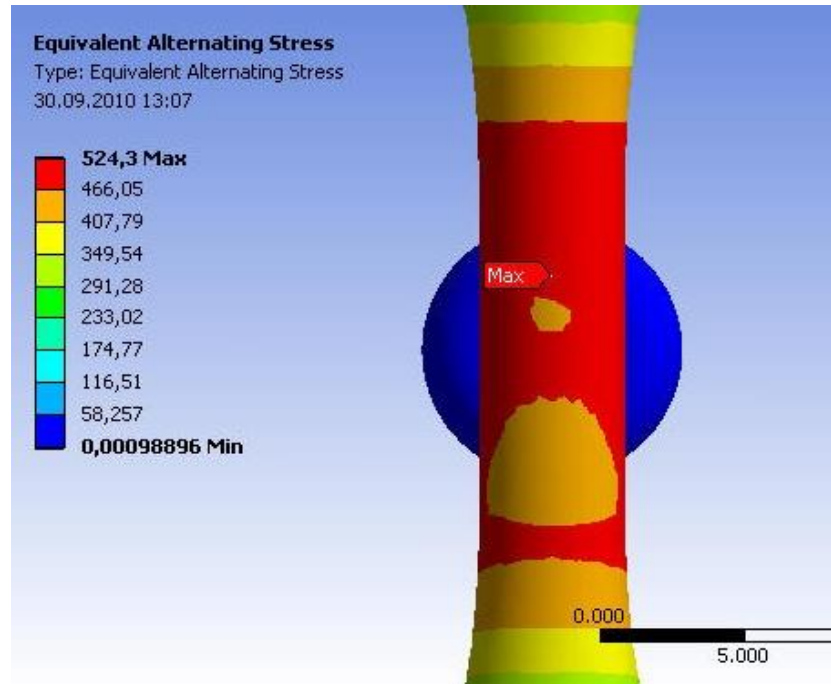
Nitrürlenmiş 316L çeliğinin kazımalı yorulma modeli

Bu çalışmada 500°C’de 8 saat nitrürlenmiş malzemenin kazımalı yorulma ömrünü sonlu elemanlar yöntemiyle belirleyebilmek için Guagliano ang Vergani (1997) tarafından önerilen yay modeli kullanılmıştır. 500°C’de 8 saat nitrürlenmiş 316L paslanmaz çeliğine ait özellikler olan, elastisite modülü $E=196$ GPa, poisson oranı $\nu=0.3$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=560$ MPa değerleri yorulma numunesine malzeme özelliği olarak girilmiştir. Pedlere ise işlemsiz 316L paslanmaz çeliğine ait özellikler, elastisite modülü $E=193$ GPa, poisson oranı $\nu=0.3$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=560$ MPa olarak alınmıştır. Nitrürlenmiş numuneye ait elastisite modülü olan 196 GPa değeri, nitrür tabakasının kalınlığı 80 μm alınarak (Çizelge 4.1) Eşitlik 3.5 yardımıyla hesaplanmıştır. Nitrür tabakasına ait elastisite modülü 240 GPa ve pedler ile yorulma numunesi arasındaki sürtünme katsayısı ise 0.3 olarak alınmıştır (Menthe *et al.* 2000). S-N eğrisi değerleri olarak ta 500°C’de 8 saat nitrürlenmiş numunelerin düzlem yorulma deneylerinden elde edilen değerler girilmiştir.

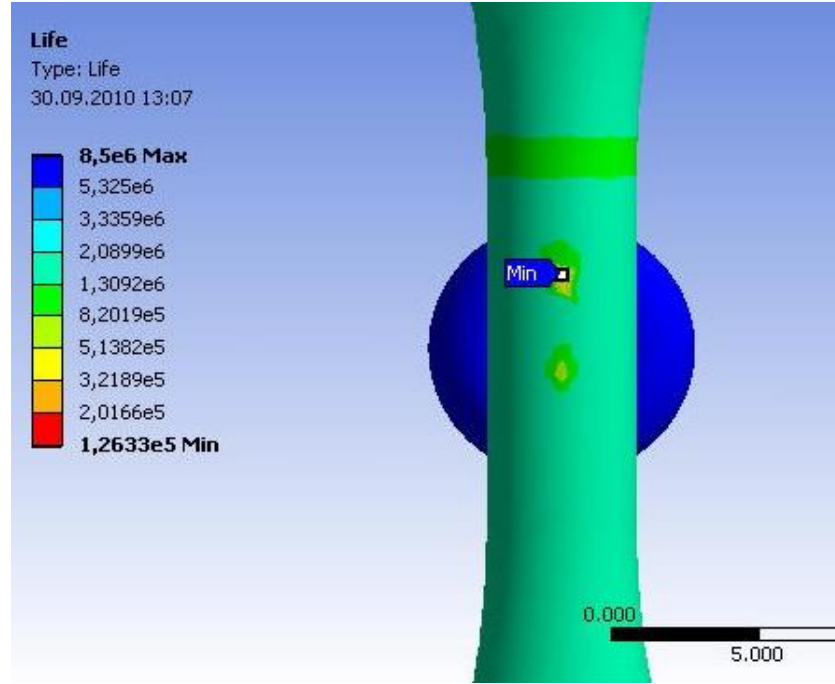
500°C’de 8 saat nitrürlenmiş numuneye ait kazımalı yorulma analizi, işlemsiz 316L paslanmaz çeliğinin kazımalı yorulma analizi ile benzer tarzda gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.14’te sonlu elemanlar analizi sonrası elde edilen ömür değerleri ile kazımalı yorulma deneyleri sonrası elde edilmiş olan ömür değerleri karşılaştırılmıştır. Şekilde görüldüğü gibi deneysel olarak elde edilen değerler ile sonlu elmanlar analizinden elde edilen değerler birbirine oldukça yakındır. Dolayısıyla Guagliano and Vergani (1997) tarafından önerilen yaklaşımın ve oluşturulan modelin olumlu sonuçlar verdiği görülmüştür. Şekil 4.15 ve 4.16’da 480 MPa değişken yükleme kullanılarak gerçekleştirilen analiz sonrası elde edilen gerilme ve ömür dağılımları görülmektedir. Gerilme dağılımı incelendiğinde maksimum gerilmenin (524 MPa) temas bölgesinde olduğu görülmektedir. Buna paralel olarak aynı bölge için minimum ömür değerinin elde edildiği ve yaklaşık olarak 126.000 çevrim sonra numunenin temas bölgesinde hasara uğrayacağı görülmektedir (Şekil 4.16).



Şekil 4.14. Nitrürlenmiş 316L çeliği için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri



Şekil 4.15. Nitrürlenmiş 316L çeliği için gerilme dağılımı

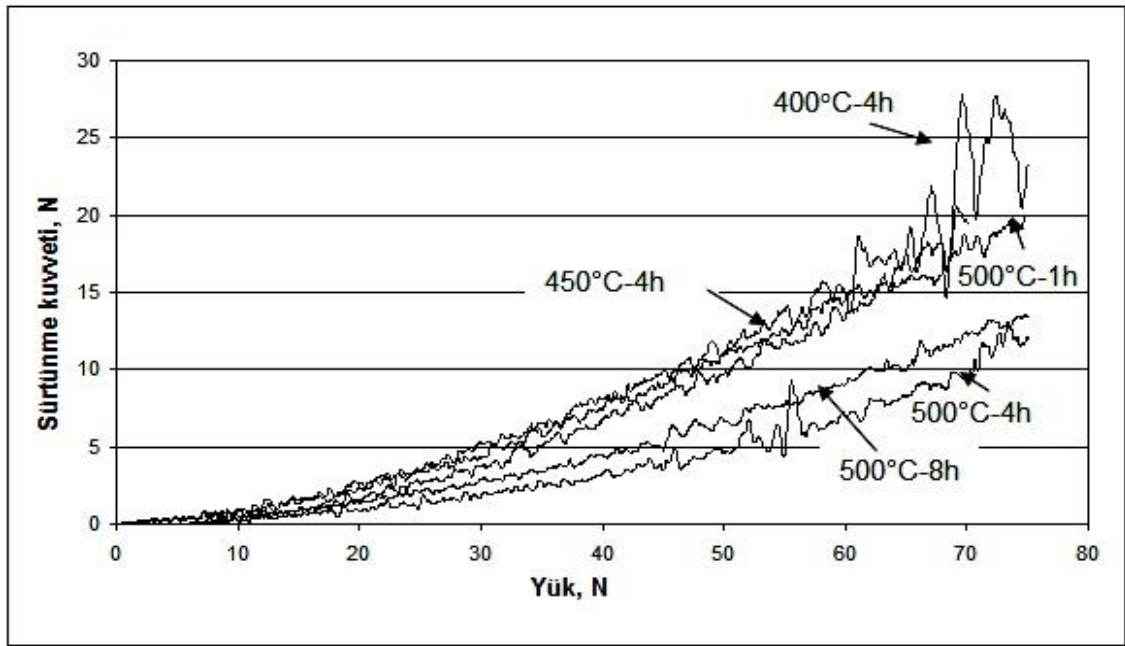


Şekil 4.16. Nitrürlenmiş 316L çeliği için ömür dağılımı

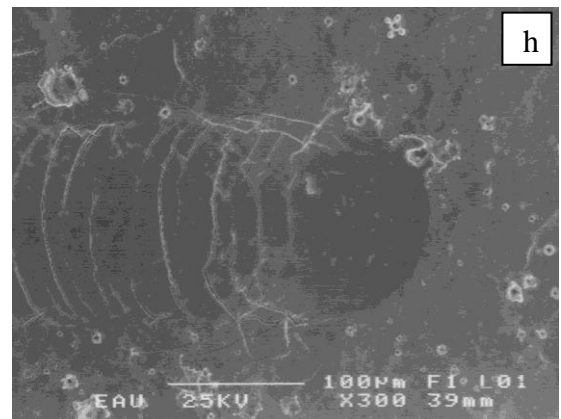
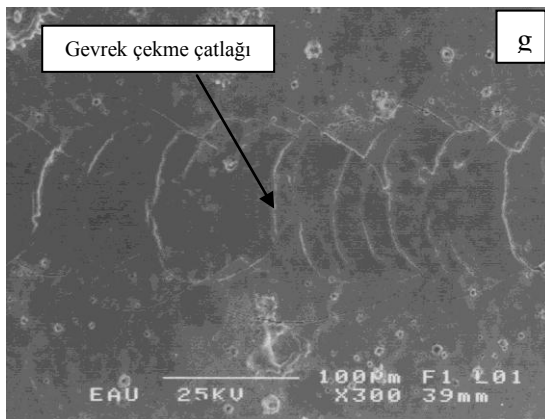
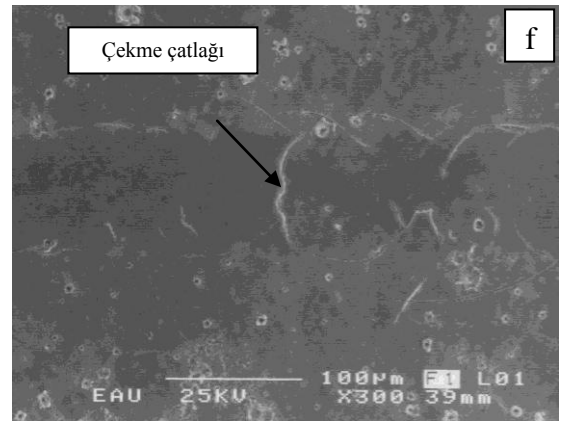
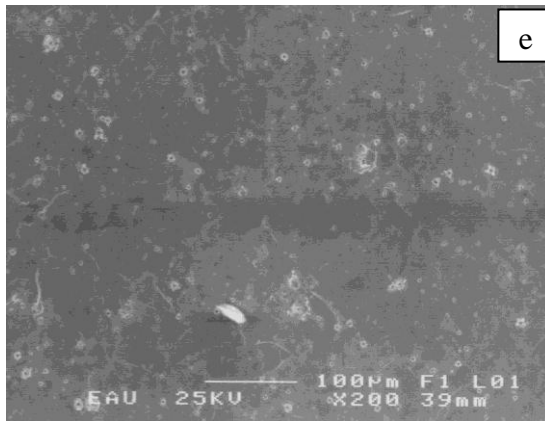
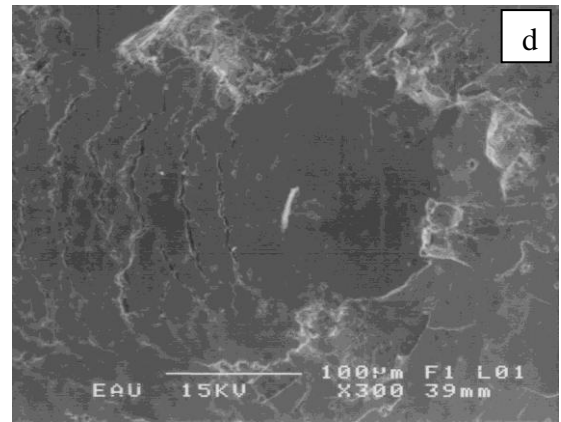
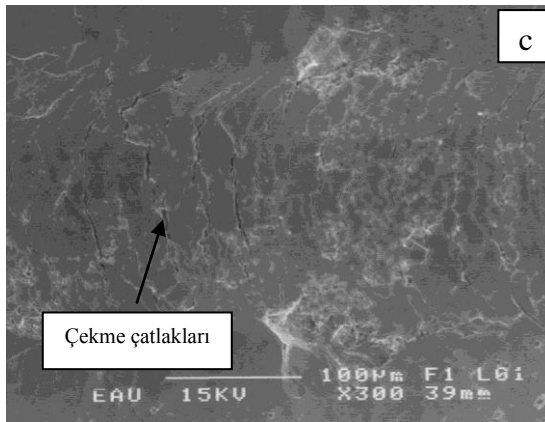
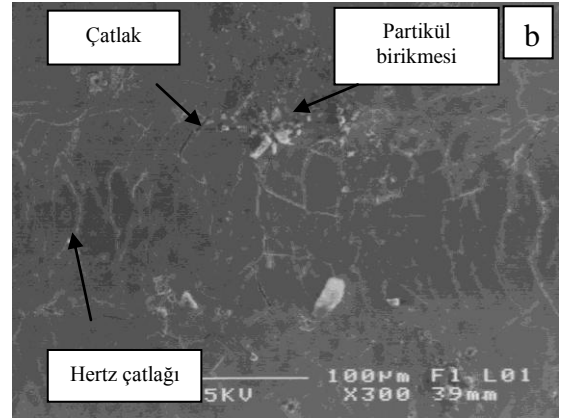
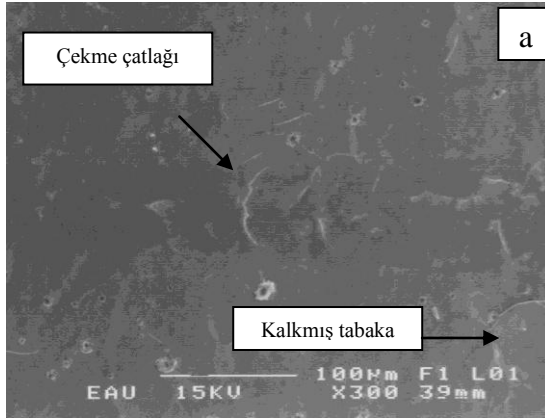
4.1.1.e. Çizme testi

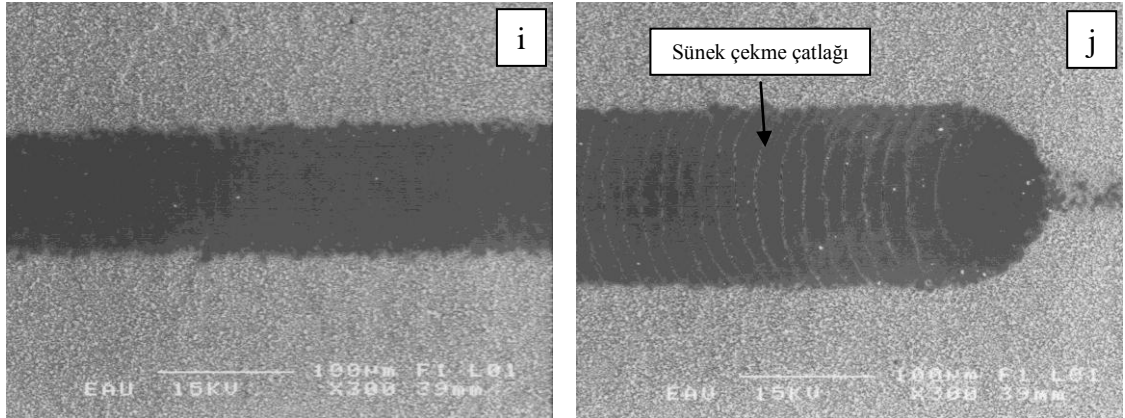
Çizme testi, taban malzeme ile kaplama arasında adezyonu belirlemek için sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. 316L çeliğinin nitrürlenmesi sonrası taban malzeme üzerinde modifiye tabaka oluşmuş ve iç kısmında difüzyon tabakası oluşmamıştır. Bu tür bir yüzey modifikasyonu, kaplama proseslerine oldukça benzemektedir. Şekil 4.17’de çizme testi esnasında uygulanan yük ile sürtünme kuvveti arasında ilişki verilmiştir. Grafikte görüldüğü gibi sürtünme kuvveti artan yük ile artmakta, fakat kritik yük tam olarak tespit edilememektedir. Testin başlangıcından itibaren grafik iniş ve çıkışlar içermektedir. Bunun nedeni nitrürlenme işlemi sonrası yüzey pürüzlülüğünün artması ve dolayısıyla test esnasında batıcı ucun batma derinliğinin değişmesi ve yüzeydeki modifiye tabakanın gevrek olarak kırılmasıdır. Çizme testi esnasında meydana gelen hasarlar incelendiğinde çekme çatlaklarının olduğu görülmektedir. Bu tür hasarlar taban malzemesi sertliğine göre kaplama sertliğinin çok yüksek olduğu durumlarda görülür (Bull 1997). Burada batıcı uç, artan yük ile taban malzemeye nüfus etmekte ve batıcı ucun geçtiği bölgelerin arkasında çekme çatlakları oluşmaktadır (Şekil 4.18.a-j). Ayrıca çizme kanalları içerisinde Hertz çatlakları tespit edilmiştir (Şekil 4.18.b). Yük

arttıkça çekme çatlakları büyümüş ve yüzeydeki modifiye tabaka gevrek olarak kırılmıştır (Şekil 4.18.c ve d). Çizme testi esnasında oluşan hasar tipi, test yükü, kaplama kalınlığı, artık gerilme ve taban malzeme özelliklerine bağlıdır. Modifiye tabaka kalınlığı artışıyla beraber hasar mekanizması değişmemiştir (Şekil 4.18.e-j). Sadece çizme testi iz genişlikleri değişmiştir. İşlem süresi ve sıcaklık artışıyla beraber hem modifiye tabaka kalınlığının hem de sertliğinin artması batıcı ucun yüzeyde oluşturacağı plastik deformasyona karşı direnci arttırmıştır. 500°C’de 8 saat nitrürlenmiş numunelerde sünek çekme çatlakları oluşmuş, çizme izi kenarlarında herhangi bir hasara rastlanmamıştır (Şekil 4.18.h ve j). Yüzeydeki modifiye tabakanın üniform ve homojen bir şekilde oluşması çekme çatlaklarının belirli bir düzende oluşmasına neden olmuştur.



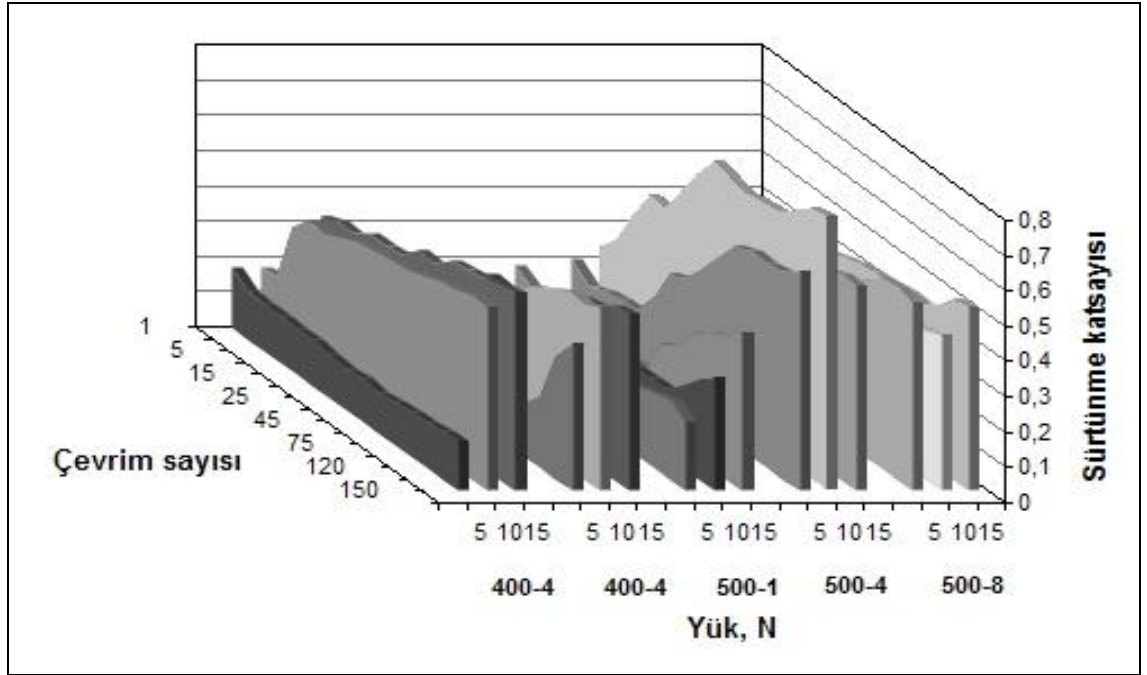
Şekil 4.17. Nitrürlenmiş 316L çeliğinin çizme testi esnasında yük ve sürtünme kuvveti arasındaki değişimi





Şekil 4.18. Farklı şartlarda nitrürlenmiş 316L çeliğinin çizme testi hasar görüntülerinin SEM resimleri; a-d) 400°C-4 saat, e-h) 450°C-4 saat, i-j) 500°C-8 saat (→ çizme yönü)

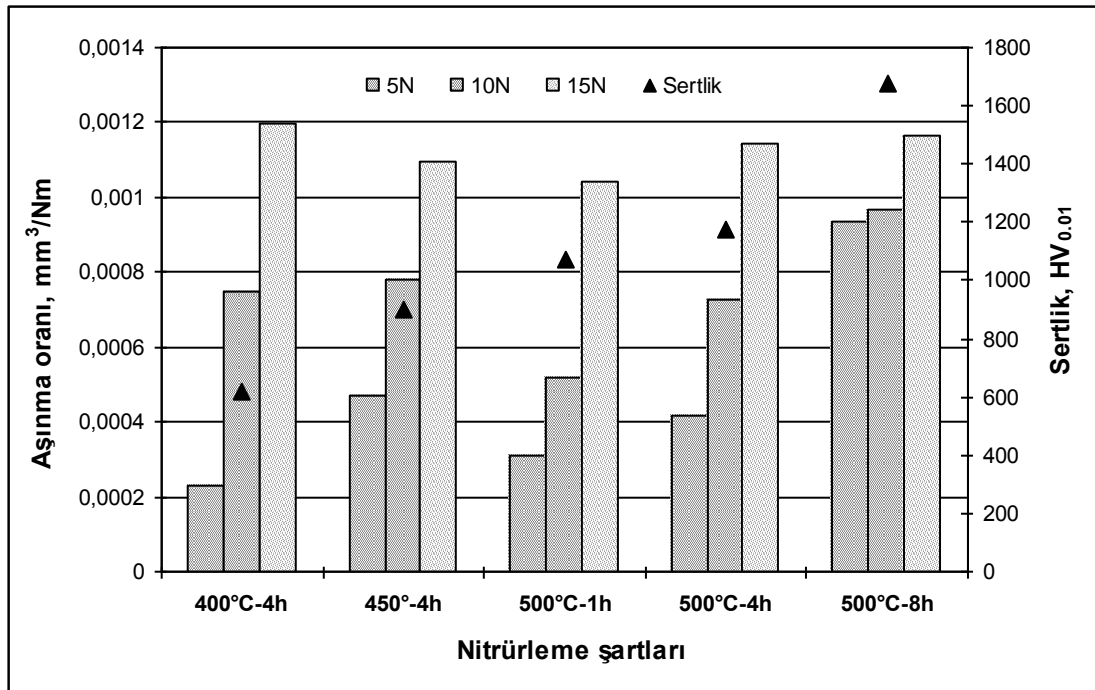
Şekil 4.19'da çoklu çizme testi sonuçları verilmiştir. Genel olarak sürtünme katsayısı abrazif etkiden dolayı kararlı bir davranış göstermemiştir. Çevrim sayısı arttıkça sürtünme katsayısı artmıştır. s-fazı içeren numunelerde sürtünme katsayısı 5N'luk yükte oldukça düşüktür. Hem s-fazı hem de CrN içeren numunelerde sürtünme katsayısı belirli bir çevrimden sonra artmıştır. Düşük sıcaklıklarda ve işlem sürelerinde modifiye tabaka kalınlığı düşük olduğu için büyük yüklerde sürtünme katsayısı yükselmiştir. Ayrıca modifiye tabakanın faz yapısı da doğrudan sürtünme katsayısını etkilemiştir. s-fazında aktif kayma sistemi sayısı fazla olduğu için sürtünme katsayısını azaltıcı yönde etkisi vardır. CrN ve Fe₄N ise sert yapılara sahip olmalarına rağmen kırılığandır. Bu durum temas anında modifiye tabakanın kırılmasına ve dolayısıyla kararsız bir sürtünmenin ortaya çıkmasına sebep olmaktadır.



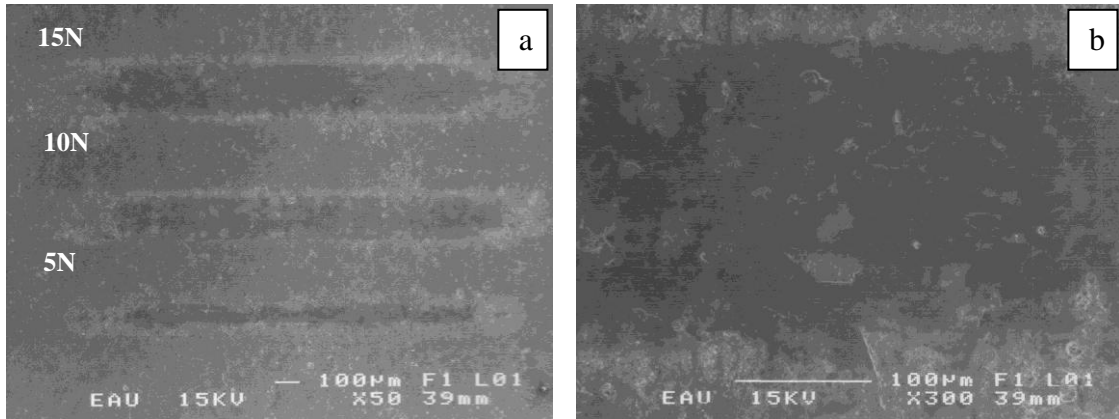
Şekil 4.19. Nitrürlenmiş 316L çeliğinin çoklu-çizme testi sonrası sürtünme katsayısı ve çevrim sayısı arasındaki ilişki

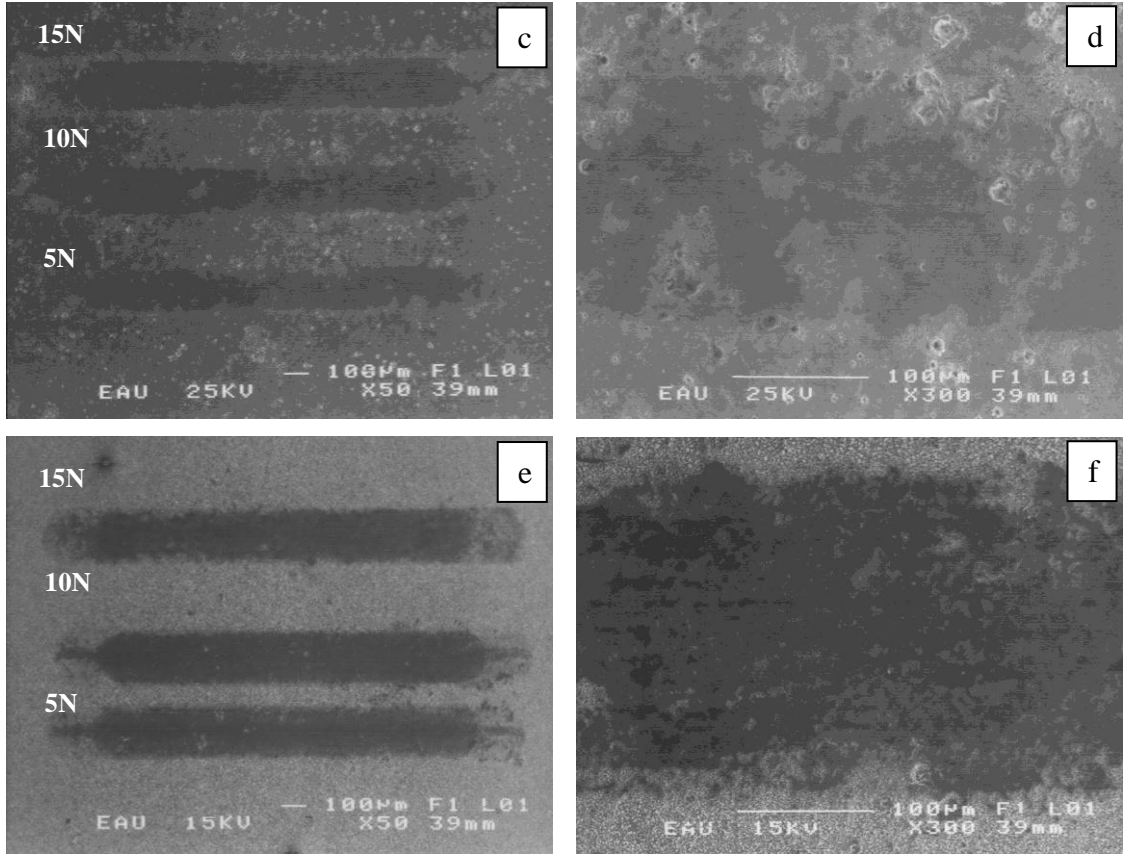
Şekil 4.20’de çoklu çizme testi sonrası aşınma oranları, Şekil 4.21’de ise SEM resimleri verilmiştir. Her bir numune için yorulma yükü artışıyla aşınma oranı da artmıştır. Üç yük değeri de dikkate alındığında, genel olarak en iyi aşınma oranı 500°C’de 1 saat nitrürlenmiş numunede elde edilmiştir. Modifiye tabaka sertliğindeki artışın çizme testi aşınma oranına etkisi, modifiye tabakayı oluşturan fazlardan daha az olduğu görülmüştür. Çünkü SEM resimlerinde de görüldüğü gibi, s-fazı içeren numunelerde çizme genişliği daha düşüktür. Çoklu-çizme testlerinde iz kenarlarında herhangi bir hasar tespit edilmemiş, izin iç kısımlarında bile aşırı plastik deformasyona rastlanmamıştır. Çoklu çizme testi SEM görüntülerinde izin iç kısımlarında iki farklı bölge oluştuğu tespit edilmiştir. Bu tipik oksidasyon ve mikro-abrazyon aşınması görüntüleridir. Yorulma testinin başlangıcında temas ve aşınma lokal olarak pürüzlülüğün büyük olduğu yerlerde oluşur. Pürüzlülüğün büyük olduğu tepe noktalar aşınma esnasında kırılarak küçük miktarda aşınma partikülleri oluşturur. Böylece yüzey morfolojisi de değişir. Mikro-abrazyon özellikle 500°C’de 8 saat nitrürlenmiş numunede açıkça görülmektedir. Mikro-abrazyon, yorulma testi esnasında aşınma hacmini arttırarak aşınma oranının yüksek çıkmasına sebep olmuştur. s-fazı içeren

numunelerde ise sertliğin CrN ve Fe₄N içeren modifiye tabakaya göre düşük olmasına rağmen temas anında aktif kayma sistemi sayısı fazla olan s-fazı bilyeye sıvanarak yumuşak-yumuşak teması ortaya çıkarmakta, bu durum aşınma oranının azalmasına neden olmaktadır. s-fazı içeren modifiye tabakanın yük taşıma kapasitesi düşük ve plastik deformasyona uğraması daha kolay olduğu için temas yükü arttıkça aşınma oranı artmıştır. Bu artış oranı, CrN içeren modifiye tabakaya göre oldukça fazladır.



Şekil 4.20. Nitrülenmiş 316L çeliği için çoklu-çizme testi sonrası aşınma oranları

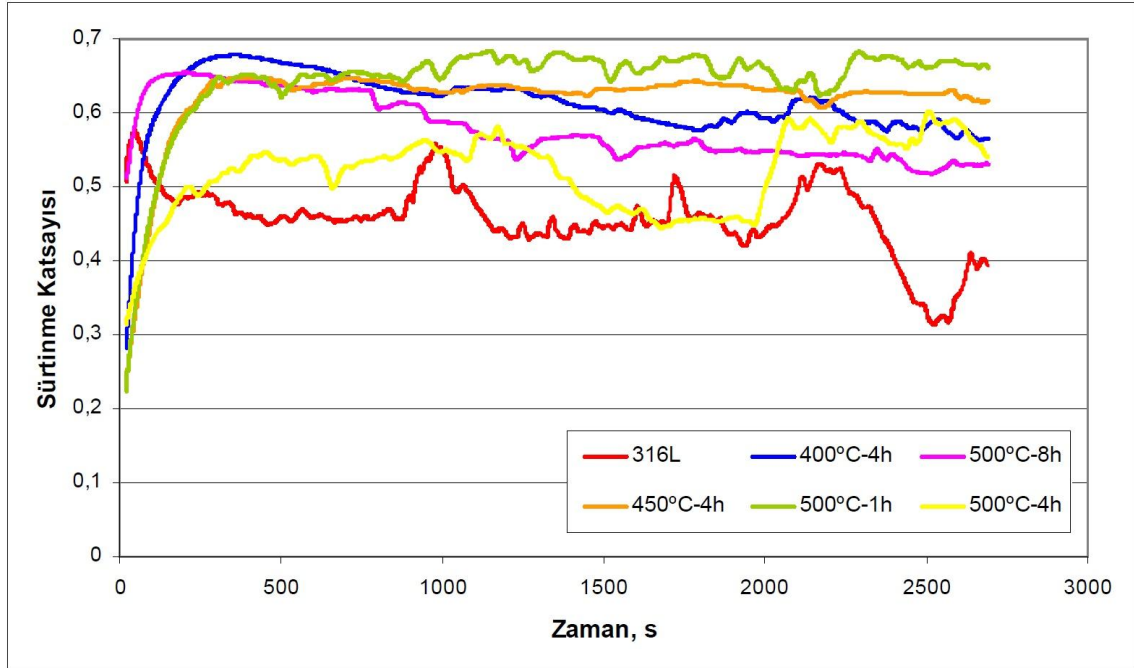




Şekil 4.21. Nitrürlenmiş 316L çeliği için çoklu-çizme testi sonrası aşınma izi SEM görüntüleri; a-b) 400°C-4 saat, c-d) 450°C-4 saat, e-f) 500°C-8 saat

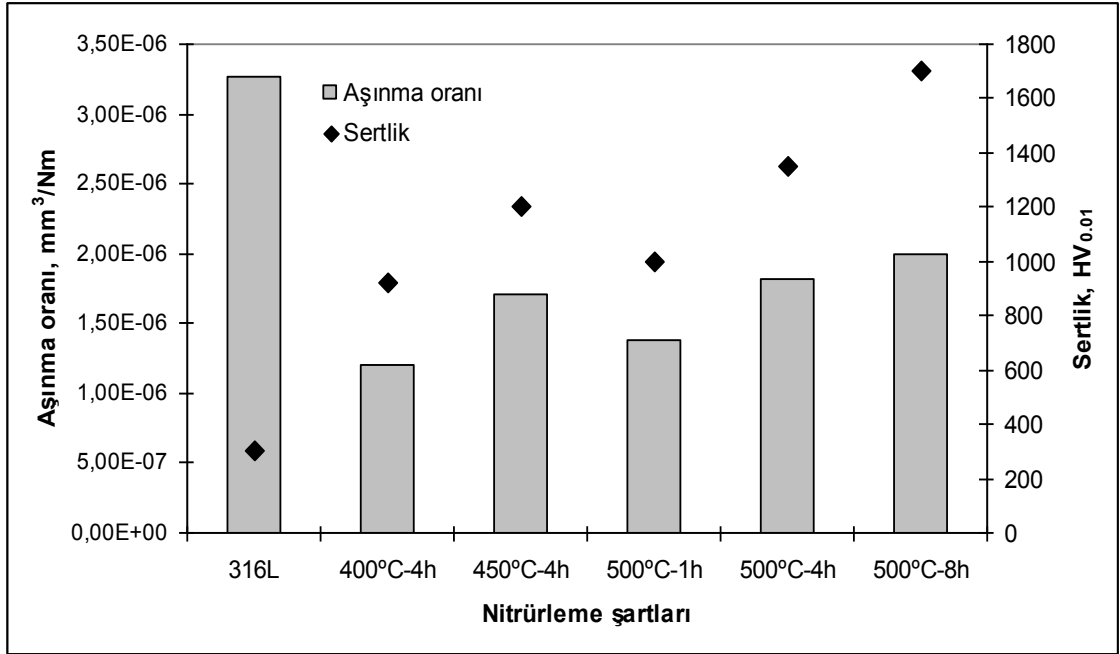
4.1.1.f. Sürtünme ve aşınma analizleri

Plazma ile nitrürlenmiş 316L paslanmaz çeliğinin 37°C sıcaklıktaki Ringer çözeltisi içerisinde gerçekleştirilen sürtünme test sonuçları Şekil 4.22’de verilmiştir. İşlemsiz 316L paslanmaz çeliğinin sürtünme katsayısı 0.45-0.55 aralığında olup kararsız formdadır. Nitrüleme işlemi sonrası yüzey pürüzlülüğü arttığı için nitrürlenmiş numunelerin sürtünme katsayılarının işlemsiz numuneye göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Nitrürlenmiş numuneler için sürtünme katsayısı aşınma testinin başlangıcında yüksek iken, testin ilerleyen kısımlarında sabitlenerek kararlı formda devam etmiştir. Ayrıca s-fazının oluştuğu nitrüleme parametrelerinde (400-450°C’de 4 saat ve 500°C’de 1 saat) sürtünme katsayılarının daha kararlı seyrettiği görülmektedir.



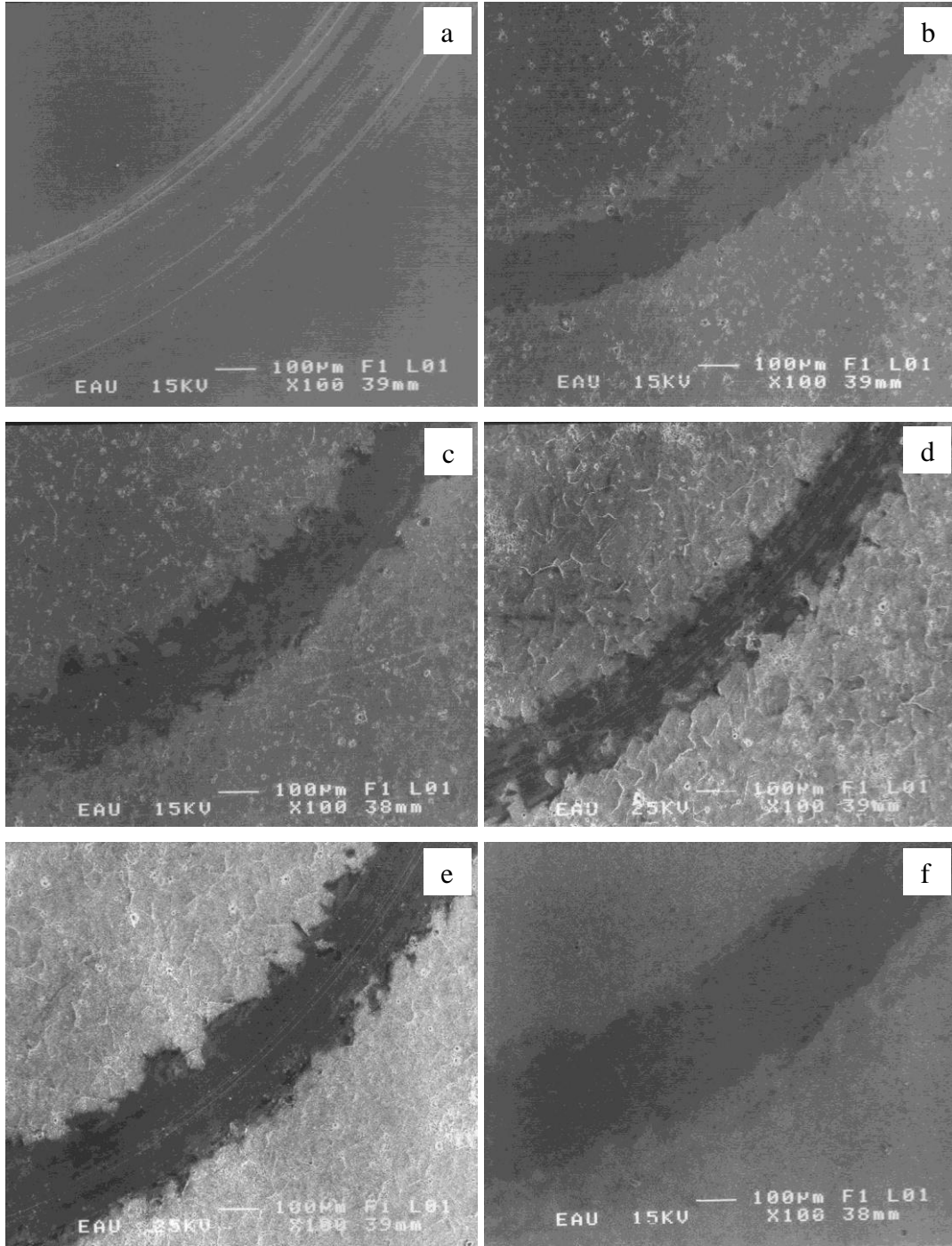
Şekil 4.22. İşlemsiz ve nitrürlenmiş 316L çeliğinin sürtünme katsayısı-zaman grafiği

Şekil 4.23'te nitrüleme şartları ile aşınma oranı ve yüzey sertliği arasındaki ilişki verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi nitrüleme işlemi sonucunda taban malzemeye göre oldukça düşük aşınma oranı değerleri elde edilmiştir. En yüksek aşınma oranı işlemsiz numune için elde edilmiş olup nitrüleme işlemi sonrası aşınma oranında düşüş gözlenmiştir. Genel olarak s-fazı içeren numunelerde düşük aşınma oranları elde edilmiştir. En düşük aşınma oranı 400°C'de 4 saat ve 500°C'de 1 saat nitrürlenmiş numuneler için elde edilmiştir. 500°C'de 8 saat nitrürlenmiş numunenin sertliğinin yüksek olmasına rağmen aşınma oranı nispeten yüksek olarak gözlenmiştir. Bu durumun nedeni, 500°C'de 8 saat nitrüleme sonrası yapıda oluşan CrN ve γ' -Fe₄N çift fazlı yapısının sertliğinin yüksek olması sonucu aşınma testi esnasında nitrür tabakasının kırılması ve abrazyon etkisi göstermesidir. Ayrıca aşınma testlerinin Ringer solüsyonu içerisinde yapılması nedeniyle, aşınma ürünlerinin bu sıvı tarafından aşınma izi içerisinde ve pin ile numune ara yüzeyinde toplanmasına neden olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.23. Nitrüleme şartlarına göre aşınma oranı ve yüzey sertliği arasındaki ilişki

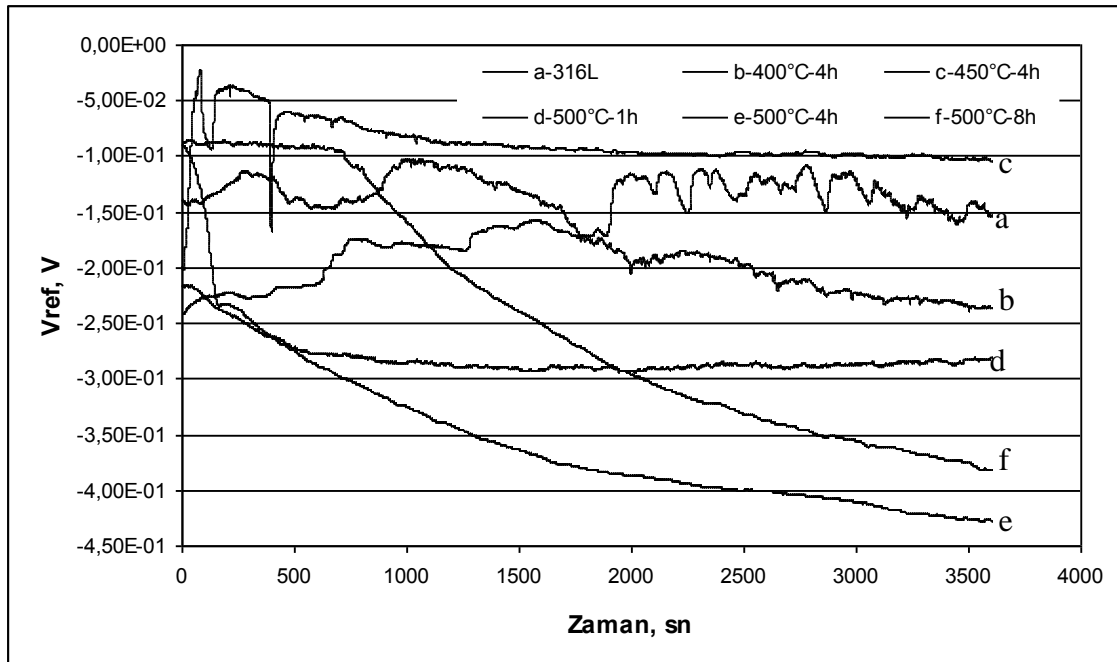
Şekil 4.24'te işlemsiz ve farklı şartlarda nitrülenmiş numunelerin aşınma testi sonrası SEM görüntüleri verilmiştir. Aşınma izleri incelendiğinde nitrüleme işlemi sonrası, işlemsiz numuneye göre iz genişliklerinde önemli ölçüde azalma görülmektedir. Genel olarak s-fazı içeren numuneler için iz genişlikleri daha düşük elde edilmiştir (Şekil 4.24.b-c-d). En düşük aşınma izi genişliği, s-fazı yoğunluğunun yüksek olduğu 400 °C'de 4 saat nitrülenmiş numune için elde edilmiştir. Nitrülenmiş numuneler içinde en geniş aşınma izi 500°C'de 8 saat nitrülenmiş numune için elde edilmiştir (Şekil 4.24.f). Bu sonuç, aşınma oranı ve yüzey sertliği grafiğindeki sonuçla desteklenmektedir.



Şekil 4.24. Aşınma izlerinin SEM görüntüleri a) işlemsiz, b) 400°C-4 saat, c) 450°C-4 saat, d) 500°C-1 saat, e) 500°C-4 saat, f) 500°C-8 saat nitrülenmiş

4.1.1.g. Korozyon testleri

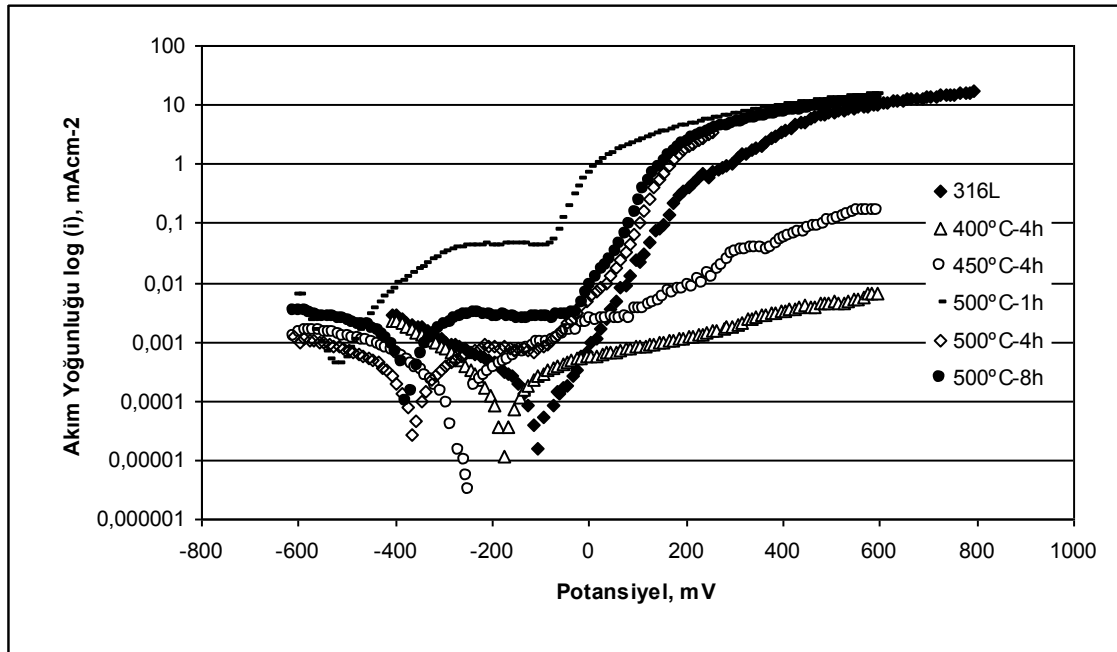
Şekil 4.25'te işlemsiz ve nitrülenmiş 316L çeliği için açık devre potansiyelleri (OCP) verilmiştir. Açık devre potansiyelleri 37°C sıcaklıkta Ringer solüsyonunda 60 dakika ölçüm alınarak gerçekleştirilmiştir. OCP verilerine göre, nitrülenmiş numuneler için 450°C'de 4 saat nitrülenmiş numune hariç eğrilerin soy durumdan uzaklaştığı görülmüştür. Ayrıca potansiyelin bütün nitrülenmiş numunelerde negatif yönde eğimli olduğu görülmektedir. Bu durum nitrüleme işlemi ile oluşan tabakanın süreksiz olduğunu, kırıldığını veya koruyucu bir tabaka oluşturmadığını gösterir.



Şekil 4.25. Farklı şartlarda nitrülenmiş 316L paslanmaz çeliğinin açık devre potansiyelleri

Plazma ile nitrülenmiş 316L paslanmaz çeliğinin korozyon testleri 37°C sıcaklıkta Ringer çözeltisi içerisinde gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.26'da nitrülenmiş numunelere ait polarizasyon eğrileri, Çizelge 4.3'te ise akım yoğunluğu ve potansiyel değerleri verilmiştir. Çizelge 4.3 ve Şekil 4.26'da görüldüğü gibi, 450°C'de nitrülenmiş paslanmaz çeliğin korozyon akım yoğunluğu (Icorr) diğer nitrülenmiş ve işlemsiz

numunelerden düşüktür. Maksimum potansiyel ise işlemsiz 316L çeliği için elde edilmiştir. Nitrürlenmiş numunelerin korozyon direnci nitrüleme esnasında oluşan fazların tipi ve modifiye tabaka kalınlığı ile ilişkilidir. Eğer modifiye olmuş tabaka s-fazı içermekte ve yeterli kalınlıkta ise nitrürlenmiş numunelerin korozyon direncinin işlemsiz numunelere yakın olduğu görülmüştür. s-fazının bu şekilde davranış göstermesi sahip olduğu yüksek azot içeriğinden kaynaklanmaktadır. Bilindiği gibi paslanmaz çelikte düşük miktardaki azot artışı Cr miktarını azalttığı için çukurcuk korozyonuna sebep olur. Bu şekilde çukurcuk korozyonu oluştuğu zaman azot atomları serbest kalır ve H^+ ile reaksiyona girerek amonyak oluşturur. Bu durum pH değerlerinin artmasına sebep olur. Amonyak oluşumu ise pasifleşmeye neden olur. Yetim *et al.* (2008) nitrürlenmiş numunelerin korozyonu sonrası hem pH hem de amonyak miktarının arttığını tespit etmiş ve $500^{\circ}C$ 'de nitrürlenmiş 316L paslanmaz çeliğinin korozyon testinde pasifleşme olduğunu belirlemişlerdir. Şekil 4.26'da $500^{\circ}C$ 'de 8 saat nitrürlenmiş numune için pasifleşmenin olduğu görülmektedir. Ancak işlem süresinin ve sıcaklığının artması CrN oluşumuna sebep olduğu için korozyon direnci bu şartlarda azalmıştır.

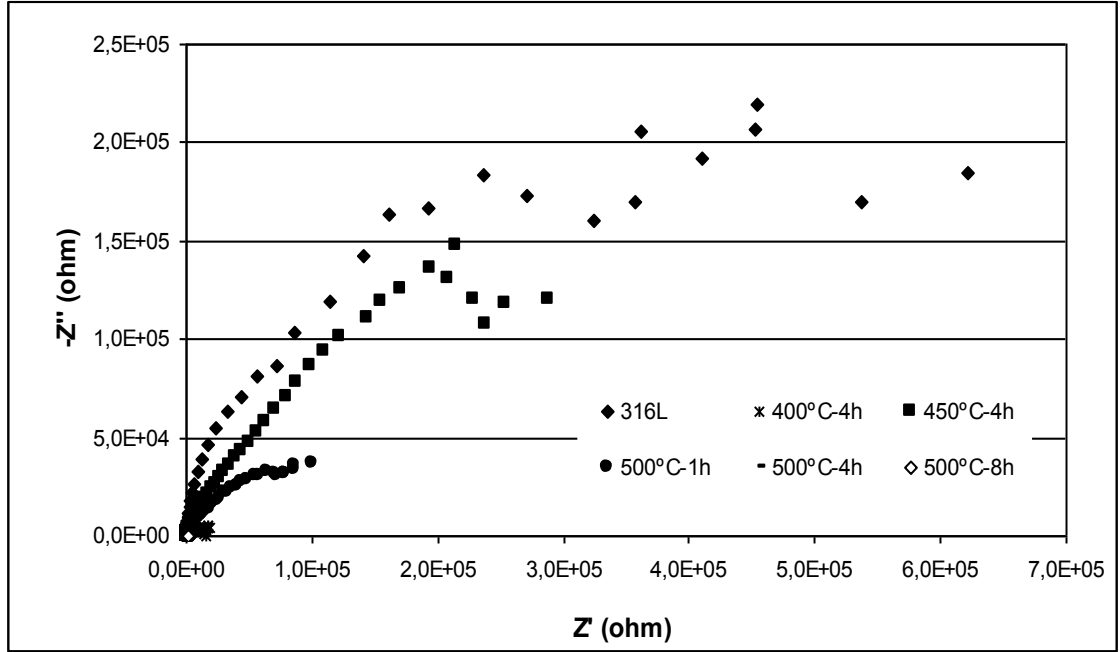


Şekil 4.26. Farklı işlem parametrelerinde nitrürlenmiş 316L çeliğinin akım yoğunluğu-potansiyel eğrileri

Çizelge 4.3. Farklı parametrelerde nitrülenmiş 316L çeliği için polarizasyon testi sonuçları

Nitrüleme parametreleri		E _{corr} (mV)	I _{corr} (mAcm ⁻²)
Sıcaklık (°C)	Zaman (saat)		
400	4	-179	1.82x10 ⁻⁴
450	4	-266	1.78x10 ⁻⁴
500	1	-542	1.20x10 ⁻³
500	4	-345	2.24x10 ⁻⁴
500	8	-340	1.01x10 ⁻⁴
İşlemsiz 316L	-	-83	1.50x10 ⁻⁴

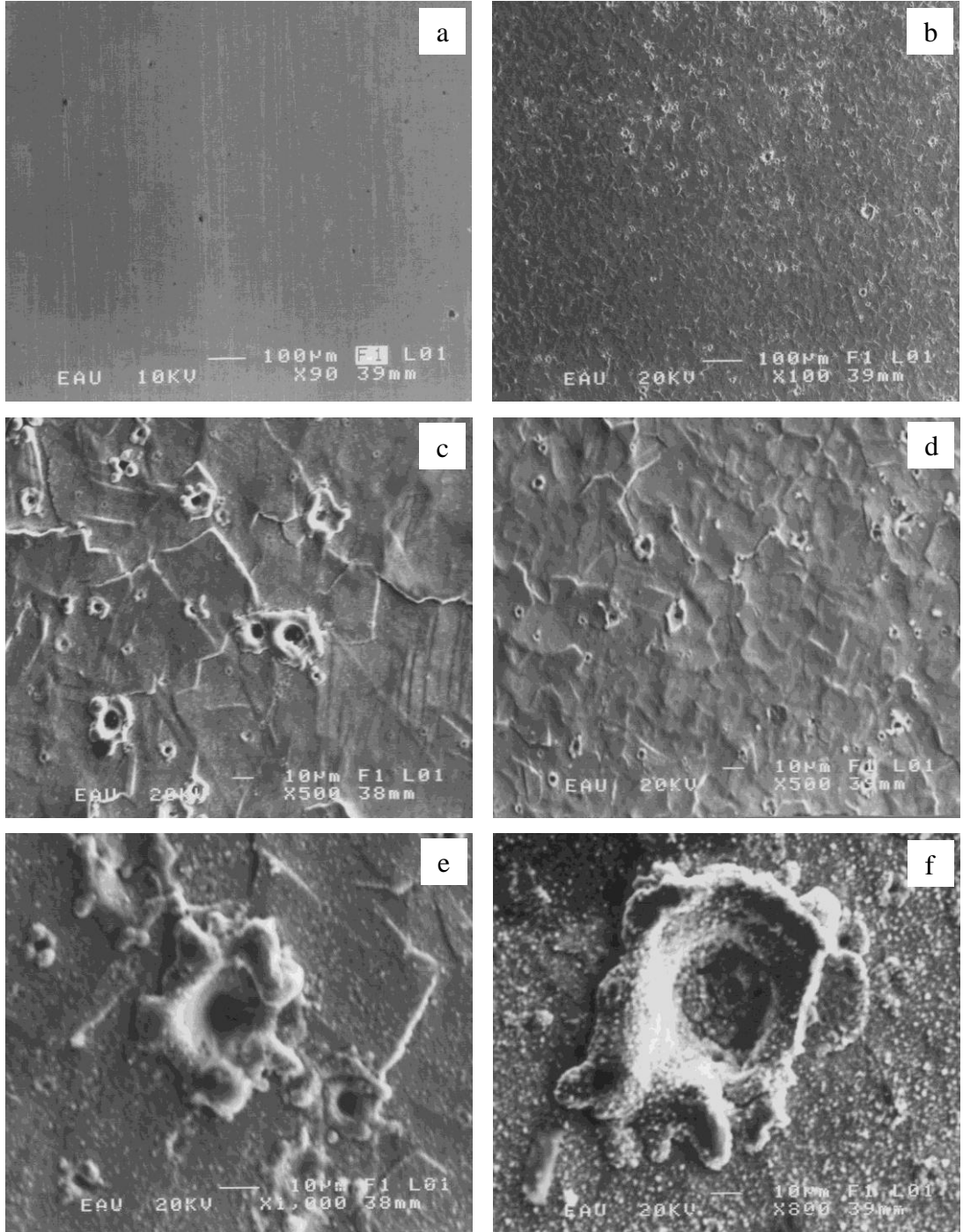
316L paslanmaz çeliğin nitrülenmesi sonucu korozyon davranışı hakkında kesin hüküm verebilmek amacıyla, empedans korozyon ünitesinde deneyler yapılmıştır. Şekil 4.27'de empedans ölçümlerinin Nyquist grafikleri verilmiştir. Görüldüğü gibi nitrüleme işlemi sonrası elde edilen empedans değerleri işlemsiz numunelere göre düşüktür. Yani korozyon direnci açısından en iyi sonuç işlemsiz 316L çeliği için elde edilmiştir. Bu sonuçlar ışığında 316L paslanmaz çeliğinin nitrülenmesi sonucu eğer yüzeyde s-fazı oluşmamışsa korozyon direncinin kötüleşeceği söylenebilir. Bu nedenle, biyomedikal uygulamalarda nitrülenmiş 316L paslanmaz çeliği kullanılacaksa, nitrüleme işleminde parametre seçimine dikkat edilmelidir.



Şekil 4.27. Farklı parametrelerde nitrürlenmiş 316L paslanmaz çeliğinin Nyquist grafiği

Elektrokimyasal testler sonrası gerçekleştirilen SEM incelemeleri sonucunda tüm numunelerde etkin korozyon mekanizmasının çukurcuk tipi (pitting) korozyon olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 4.28). Korozyonun bu tipinde metal yüzeyinde çeşitli şekil ve boyutlarda çukurcuklar meydana gelir. Metal yüzeyinde anot ve katot olmak üzere birbirinden ayrı iki bölge oluşur ve bu bölgeler birbirinden kesin sınırlar ile ayrılmışlardır. Anot, metal yüzeyinde açılan çukurun içerisindeki dar bir bölge, katot ise çukurun çevresindeki geri kalan alandır. Korozyon sonucu çukur gittikçe derinleşerek metalin o noktadan kısa sürede tahrip olmasına sebep olur. Bu nedenle çukurcuk tipi korozyon, bilinen en tehlikeli korozyon türüdür. Korozyonun çok dar bölgeler üzerinde yoğunlaşması nedeniyle derin ve dar oyuklar şeklinde meydana gelir. Burada CrN, genişlemiş ostenit içerisine çökerek, ana kafes ile ikinci faz arasında elektrolitik hücre etkileşimi yaparak korozyonu artırır. XRD grafikleri incelendiğinde 450°C'ye kadar olan sıcaklıklarda tabakanın esas olarak s-fazından oluştuğu, sıcaklığın artışı ile birlikte s-fazının yanı sıra CrN çökeltilerinin oluşmaya başladığı ve sıcaklığın 500°C'ye ulaşması ile yapının ağırlıklı olarak CrN fazından oluştuğu gözlemlenmiştir. Yapılan SEM incelemelerinde, işlemsiz ve 400°C'de nitrürlenmiş numunelerin yüzeyinin birçok bölgesel çukurcuk dışında neredeyse hiç korozyona uğramadığı görülmüştür (Şekil

4.28.a ve b). XRD sonuçları da bu durumu desteklemektedir. İşlem sıcaklığının ve süresinin artışı ile yüzeyde çok sayıda çukurcuk oluştuğu ve oluşan çukurcukların boyutunun da işlem sıcaklığı arttıkça arttığı gözlemlenmiştir (Şekil 4.28.c, d, e ve f).

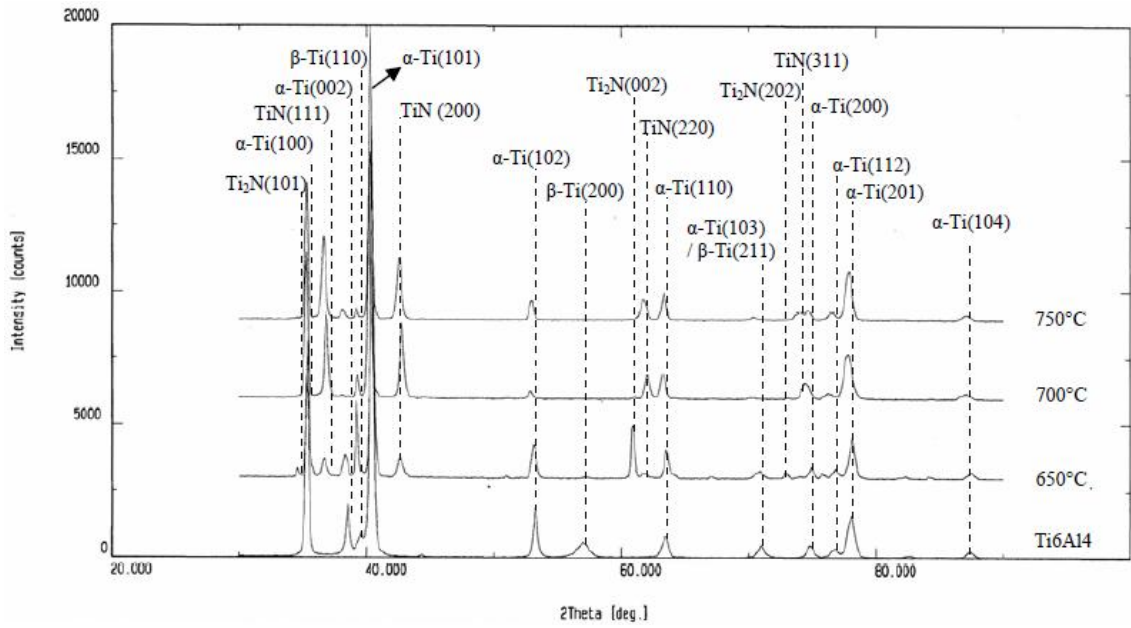


Şekil 4.28. Korozyona uğramış numunelerin SEM görüntüleri a) işlemsiz, b) 400°C-4 saat, c) 450°C-4 saat, d) 500°C-1 saat, e) 500°C-4 saat, f) 500°C-8 saat nitrülenmiş

4.1.2. Ti6Al4V Alaşımının Plazma Nitrürleme Davranışı

4.1.2.a. XRD analizi

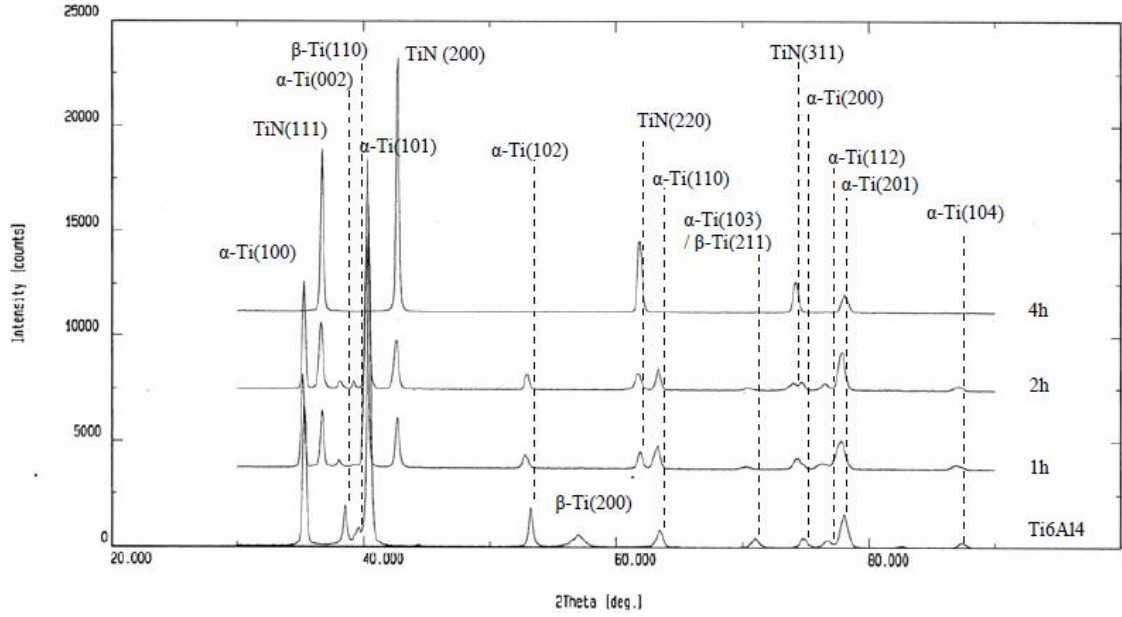
Farklı parametrelere göre nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımına ait XRD grafikleri Şekil 4.29 ve 4.30'da verilmiştir. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının yapısı tamamen α ve β Ti fazlarından oluşmakta iken uygulanan nitrürleme işlemi sonrası, malzeme yüzeyinde bileşik tabaka oluşmuştur. Yüzeyle oluşan tabaka, nitrürleme sıcaklığı ve zamanına göre δ -TiN (YMK) ve ϵ -Ti₂N (HMT) fazlarından oluşmaktadır.



Şekil 4.29. Farklı nitrürleme sıcaklıklarında 2 saat nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının XRD grafiği

Şekil 4.29'da işlemsiz ile 2 saat nitrürleme süresinde üç farklı sıcaklıkta nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının XRD grafiği verilmiştir. İşlemsiz numunenin XRD grafiği α ve β Ti fazları içermektedir. Grafikte görüldüğü gibi ϵ -Ti₂N fazı 700°C sıcaklığın altında oluşmuştur ve yoğunluğu diğer fazlara göre düşüktür. 700°C sıcaklığın üzerinde oluşan bileşik tabakada ise ağırlıklı olarak δ -TiN fazı oluşmuştur. 650°C sıcaklıkta yapılan nitrürleme işleminde TiN fazlarının yoğunluğunun düşük olması nitrürleme sıcaklığı ile

TiN oluşumunun sınırlandığını gösterir. Literatürde yapılan araştırmalarda bu sınırın 600°C olduğu belirtilmektedir (Yılbaş *et al.* 1996, Fouguet *et al.* 2004, Zhecheva *et al.* 2006).

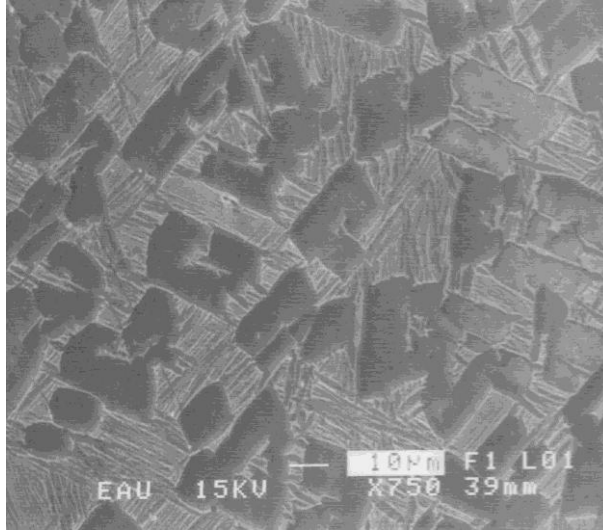


Şekil 4.30. 750°C’de farklı nitrüleme sürelerinde, nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının XRD grafiği

Şekil 4.30’da işlemsiz ile 750°C sıcaklıkta üç farklı işlem süresinde nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımına ait XRD grafiği verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi işlem süresi arttıkça α -Ti piklerinin daha düşük difraksiyon açalarına kaydığı görülmektedir. Bu değişim yüksek sıcaklıklarda daha az olup, nedeni ortama azot gazı verilmesi ile α -Ti kafesinin genişlemesi veya ısı ve iyon bombardımanı etkisiyle bası artık gerilmelerin oluşmasıdır. 750°C nitrüleme sıcaklığında ϵ -Ti₂N fazının tamamen kaybolduğu ve δ -TiN faz yoğunluğunun arttığı görülmektedir (Şekil 4.30). Ayrıca işlem süresi ve sıcaklığı arttıkça oluşan tabaka kalınlığının artışına paralel olarak taban malzemeden gelen α ve β Ti fazlarının yoğunluğu azalmıştır. Bu durum işlem süresi ve sıcaklığının artışı ile bileşik tabakayı oluşturan fazların yoğunluğunun arttığını göstermektedir.

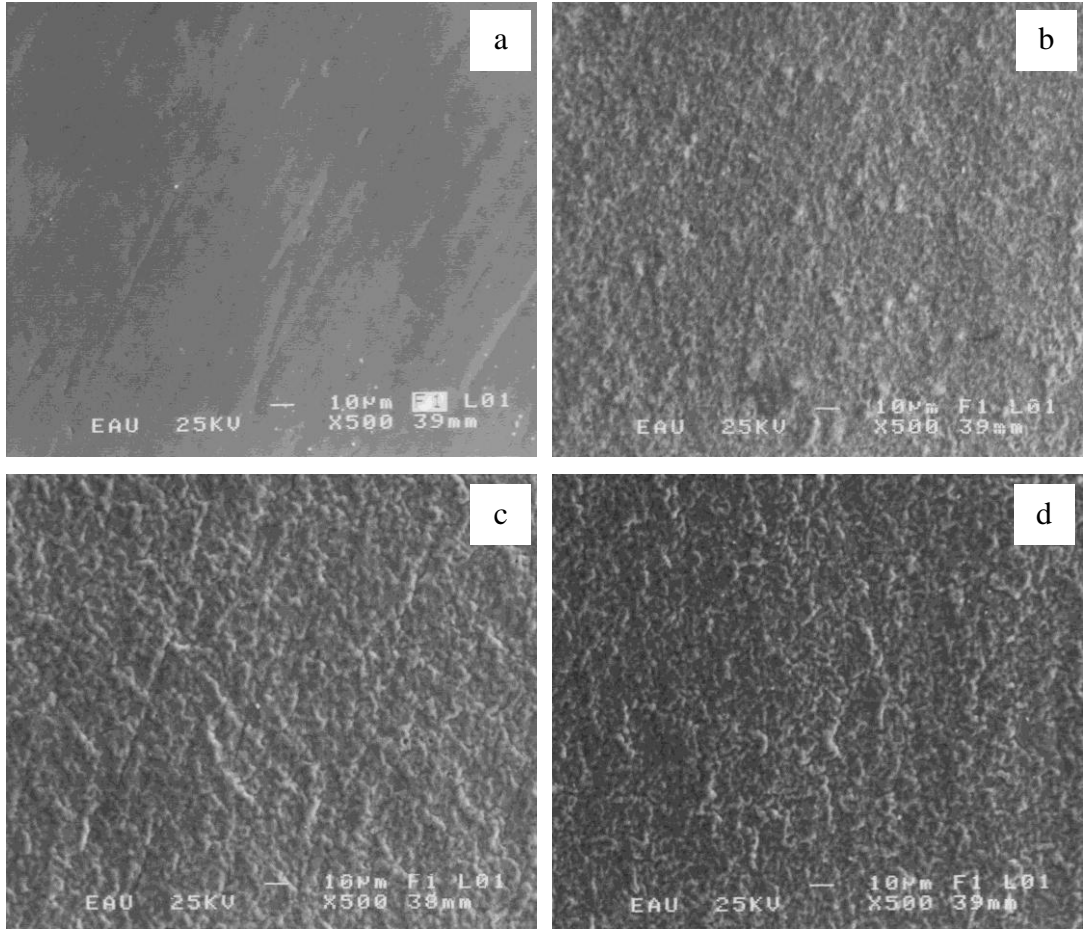
4.1.2.b. Mikroyapı incelemeleri

Nitrüleme işlemi sonrası yüzeyde oluşan bileşik tabaka mekanik olarak uzaklaştırılmış ve numune kesitinden içyapı incelemesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) vasıtasıyla yapılmıştır. Şekil 4.31’de dağlama sonrası işlemsiz Ti6Al4V alaşımına ait iç yapı görüntüsü verilmiştir. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının yapısı tamamen α ve β Ti fazlarından oluşmaktadır. β -Ti fazı koyu renkli olup, yapıda lameller şeklinde bulunmaktadır. Yapıda α -Ti fazı miktarı fazla olup, β -Ti lamelleri arasında yine α -Ti bulunmaktadır.



Şekil 4.31. Ti6Al4V alaşımının dağlama sonrası içyapısı

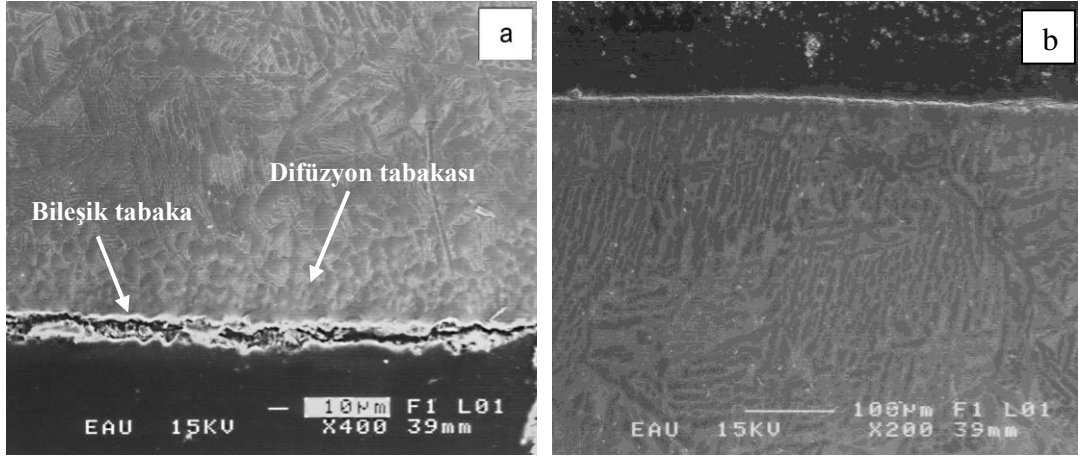
Ti6Al4V alaşımının nitrülenmesi sonucu yüzey pürüzlülüğünde artış meydana gelmiştir. Şekil 4.32’de işlemsiz ve farklı şartlarda nitrülenmiş numunelere ait yüzey topografya resimleri verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi nitrüleme süresi ve sıcaklığı arttıkça malzeme daha fazla iyon bombardımanına maruz kaldığı için yüzey pürüzlülüğü açık bir şekilde artmıştır.



Şekil 4.32. Ti6Al4V alaşımının yüzey morfolojisi a) işlemsiz, b) 650°C-2 saat, c) 700°C-2 saat, d) 750°C-2 saat nitrülenmiş numune

Şekil 4.33'te nitrülenmiş numunelere ait kesit resimleri verilmiştir. Kesit resimleri incelendiğinde yüzeyde sürekli ve belirgin bir bileşik tabakanın oluştuğu görülmektedir. Bileşik tabakada ilk olarak ϵ -Ti₂N daha sonra δ -TiN fazı oluşur. Oluşan difüzyon tabakası ise α -Ti fazı içerisinde azot atomunun arayer olarak çökmesi sonucu meydana gelmektedir. Şekil 4.33.a'da 750°C'de 1 saat nitrülenmiş alaşımın yüzeyinde oluşan bileşik ve difüzyon tabakası görülmektedir. Görüldüğü gibi bileşik tabaka difüzyon tabakasından kolayca ayırt edilebilmekte ve difüzyon tabakası ise taban malzeme ile bütünleşik olarak bulunmaktadır. Difüzyon tabakası içerisindeki taneler ana alaşım yapısına göre küçük olup, resimden tahmini olarak difüzyon tabakası kalınlığı ölçülebilmektedir. Düşük sıcaklıklarda nitrülen numunelerde bileşik tabaka belirgin olarak görülememektedir. Bu durumun nedeni ise şu şekilde açıklanabilir: XRD sonuçlarında da görüldüğü gibi 700°C sıcaklığın altında yapılan deneylerde bileşik

tabakada Ti_2N fazı oluşmuştur. Bu faz doğrudan bileşik tabaka oluşumunu ve kalınlığını etkiler. Çünkü Ti_2N fazı termal bariyer etkisi yaparak azot difüzyonunu engeller. $650^\circ C$ 'de nitrürlenmiş numunelerde bileşik tabakanın tam olarak belirgin olmamasının nedeni de budur.



Şekil 4.33. Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının kesit resimleri a) $750^\circ C$ -1 saat, b) $750^\circ C$ -4 saat nitrürlenmiş numune

4.1.2.c. Mikrosertlik incelemeleri

Nitrüleme işlemi sonrası elde edilen bileşik ve difüzyon tabakası kalınlıkları, yüzey pürüzlülüğü ve sertliği Çizelge 4.4'te verilmiştir. İşlem süresi ve sıcaklığı arttıkça yüzey pürüzlülüğü, sertlik ve tabaka kalınlıkları artmaktadır. Nitrüleme işlemi bir difüzyon prosesi olduğu için difüzyon tabakası kalınlığının artması beklenen bir sonuçtur. Yüzey sertliğindeki artış nedeni ise bileşik tabaka ile ilişkili olup, difüzyon tabakası sertlik dağılımı ne kadar büyük ise yüzey sertliği de o derece yüksek olmaktadır. Çünkü difüzyon tabakası bileşik tabakaya destek görevi görerek sertliğin kademeli olarak taban malzemeye kadar inmesine sebep olur.

Çizelge 4.4. Farklı şartlarda nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının tabaka kalınlıkları, yüzey pürüzlülüğü ve sertliği

Nitrüleme parametreleri	Bileşik tabaka μm	Difüzyon tabakası μm	Yüzey pürüzlülüğü Ra	Yüzey sertliği HV _{0.1}
650°C-2h	0-1	65	0.17-0.30	780-830
700°C-2h	2-3	65	0.30-0.36	820-880
750°C-1h	2-3	75	0.31-0.33	880-930
750°C-2h	3-5	100	0.30-0.35	1225-1275
750°C-4h	3-5	115	0.25-0.35	1375-1425
Ti6Al4V	-	-	0.06-0.10	360-380

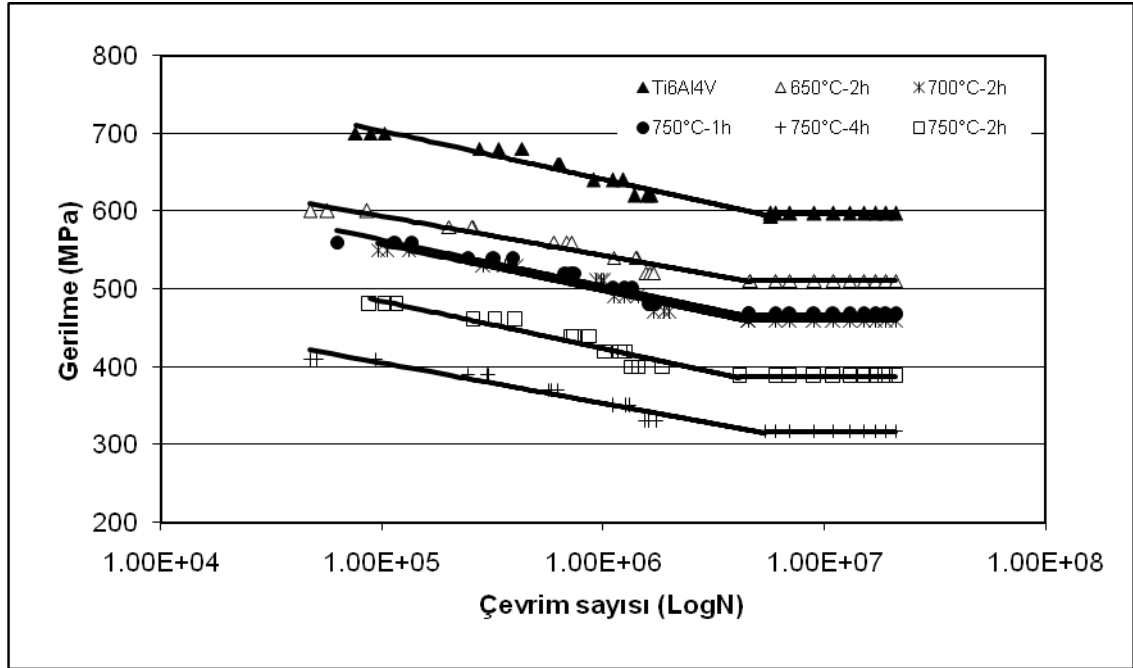
Yapıdaki Ti₂N fazı belirgin olarak yüzey sertliğini arttırmakta olup, bu çalışmada elde edilen faz yoğunluğu oldukça düşüktür. Difüzyon tabakası içerisinde azot katı çözültü oluşturduğu için dislokasyon hareketini engeller ve sertlikte artış olur (Yılbaş *et al.* 2001, Kloosterman and Hosson 1997). İşlem difüzyonal olduğu için sıcaklık ve süre arttıkça azotun difüzyon kabiliyeti artar ve sonuçta daha derinlere ulaşır. Ayrıca Ti6Al4V alaşımında bulunan Al atomlarının nitrüleme esnasında iç kısımlara doğru difüze olarak segregasyona sebep olması, bu bölgede azot difüzyonunu engelleyerek bileşik tabakanın kalınlığının artmasını engeller. Fakat azotun, Ti6Al4V alaşımı yapısında bulunan α ve β fazlarında difüzyon hızının fazla olması difüzyon tabakası kalınlığının artan süre ve sıcaklıkla artmasına neden olmaktadır. En yüksek yüzey sertliği ve difüzyon tabakası kalınlığı 750°C'de 4 saat nitrülenmiş numune için elde edilmiştir.

4.1.2.d. Yorulma testleri

Düzlem ve kazımalı yorulma test sonuçları

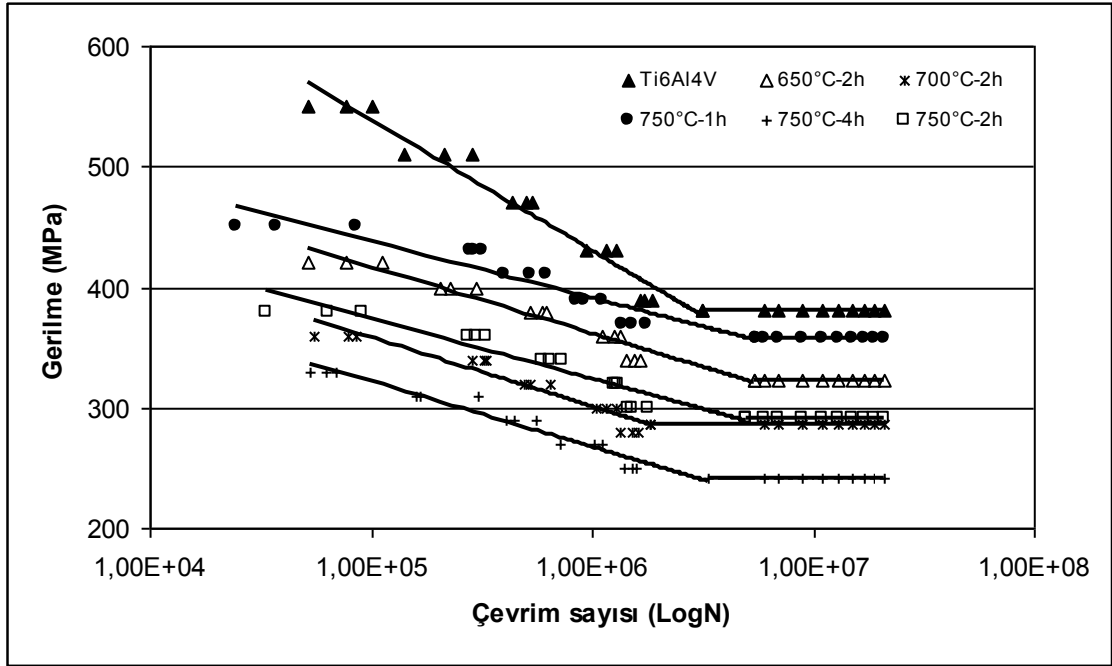
Ti6Al4V alaşımının belirlenen işlem parametrelerine göre nitrülenmesi sonrası düzlem yorulma test sonuçları Yetim (2009) tarafından yapılan çalışmadan alınmış olup çalışma sonrası elde edilen yorulma eğrileri Şekil 4.34'te verilmiştir. İşlemsiz Ti6Al4V

alaşımının yorulma limiti 598 MPa olup, nitrüleme sonrası dayanımda %50'lere varan miktarlarda azalma tespit edilmiştir. Yorulma dayanımı, nitrüleme sıcaklığı ve zamanının artışıyla azalma göstermiş olup, en düşük yorulma dayanımı 750°C'de 4 saat nitrülenmiş numune için elde edilmiştir. Normalde birçok çelik ve alaşım grubu için nitrüleme sonrası yorulma ömründe artış elde edilir. Literatürde nitrüleme işleminin saf titanyumun yorulma mukavemetini arttırdığı belirtilirken, Ti alaşımlarının yorulma mukavemetini azalttığı tespit edilmiştir (Shibata *et al.* 1994; Tokaji *et al.* 1994; Yetim 2009). Çünkü saf Ti, alaşımlı Ti'a göre daha düşük mukavemete sahiptir, bu nedenle de yorulma esnasında daha düşük elastik deformasyon meydana gelir. Bu durumda yüzeyde oluşturulacak sert tabaka yorulma çatlak başlangıcını engelleyebilir. Ti alaşımlarında ise yorulma mukavemetinde azalmanın temel sebebi yüzeyde (modifiye tabaka) oluşan çatlakların malzeme içine doğru ilerlemesinden kaynaklanmaktadır. Yüzeyde nitrülenmiş tabaka kalınlığı arttıkça da çatlak başlangıcı ihtimali artmaktadır. Ayrıca yüzeyde kırılğan ve pürüzlü bir yüzeyin oluşması yorulma çatlak başlangıcı ihtimalini arttırmaktadır. Nitrülenmiş malzemelerde klasik olarak yorulma çatlak başlangıcı yüzey altında metal olmayan inklüzyonda başlamaktadır (Alsaran *et al.* 2002). Oysa nitrülenmiş Ti alaşımlarında yorulma çatlak başlangıcı yüzeyde başlamaktadır. Yüzeyde başlayan yorulma çatlak başlangıcı nitrür tabakası sert ve gevrek olduğu için hızla malzeme içerisine doğru ilerlemekte ve yorulma ömrü de azalmaktadır. Ti6Al4V alaşımı yüksek mukavemet ve düşük elastisite modülüne sahip olduğu için, yorulma testi esnasında çok büyük elastik deformasyonlar oluşabilir. Yüzeyde oluşan TiN tabakasının elastisite modülü ise işlemsiz Ti6Al4V alaşımından 2-4 kat yüksektir. Bu nedenle TiN tabakası yüksek deformasyona maruzdur. Lokal olarak yorulma deformasyonu yüzey işleminden etkilenmemiş (core) malzemenin yüzeyinde meydana geldiğinden TiN tabakası ve difüzyon tabakası içerisinde kırılğan çatlaklar oluşur ve bu çatlaklar şekilleri itibarıyla malzeme içerisine doğru hızla ilerler. Yetim (2009) tarafından yapılan çalışmada 750°C'de 2 saat nitrüleme işlemi sonrası oluşan TiN tabakasının elastisite modülü 400 GPa, işleme uğramayan iç kısmın ise 113 GPa olarak belirlenmiştir. Yaklaşık 3 katlık bu fark yorulma ömründe azalmaya neden olmuştur.

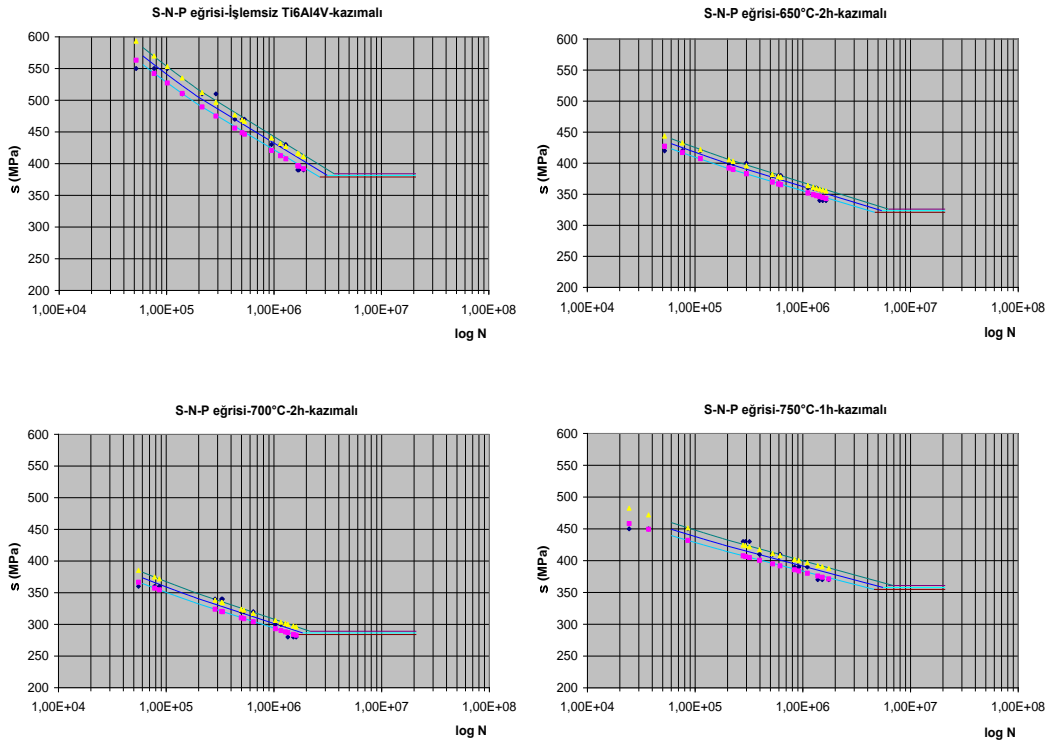


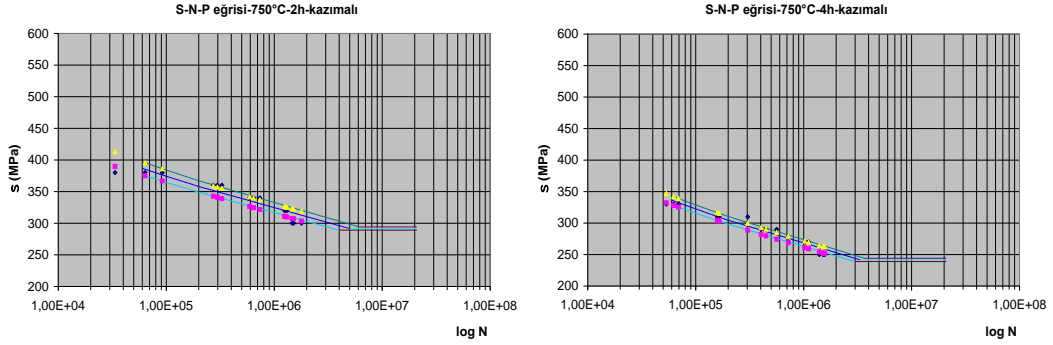
Şekil 4.34. Farklı şartlarda nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının düzlem yorulma S-N eğrileri (Yetim 2009)

Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımı için Şekil 4.35 ve 4.36'da kazımalı yorulma ömrü (S-N ve S-N-P eğrileri) sonuçları verilmiştir. Kazımalı yorulma sonucu uygulanan basıncın etkisi ile yorulma ömrü daha da azalmıştır. Kazımalı yorulma dayanımı düzlem yorulmada olduğu gibi nitrüleme sıcaklığı ve zamanı artışıyla azalma göstermiş olup, en düşük yorulma dayanımı 750°C'de 4 saat nitrürlenmiş numunede elde edilmiştir. Literatürde Ti alaşımının kazımalı yorulma sonuçları ile ilişkili birbirine zıt görüşlerin olması bu konunun halen gündemde kalmasına neden olmaktadır. Örneğin nitrüleme işleminin Ti6Al4V alaşımının yorulma ömrünü arttırdığı ve nitrüleme sonucu oluşan yüksek sertlik, bası artık gerilmeleri, düşük sürtünme katsayısı ve yüksek yüzey pürüzlülüğünün kazımalı yorulma ömründe artışa neden olduğu iddia edilmiştir (Rajasekaran and Raman 2008). Fakat genel kanı Ti alaşımının nitrülenmesi sonucu yorulma ömrünün azalması yönündedir (Vadiraj and Kamaraj 2007). Nitrüleme işlemi doğrudan kazımalı yorulma sonrası düzlem yorulmaya göre azalma miktarını düşürmüştür. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma limiti 381.5 MPa iken nitrüleme işlemi sonucu en düşük kazımalı yorulma limiti 241.5MPa olarak elde edilmiştir.



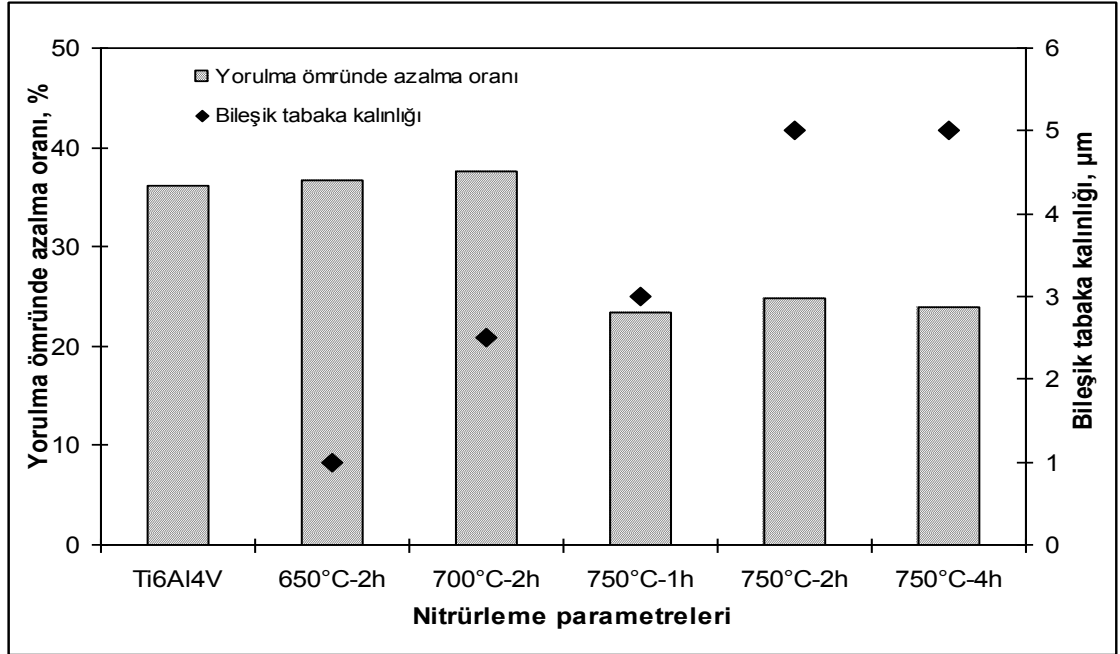
Şekil 4.35. Farklı şartlarda nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma S-N eğrileri



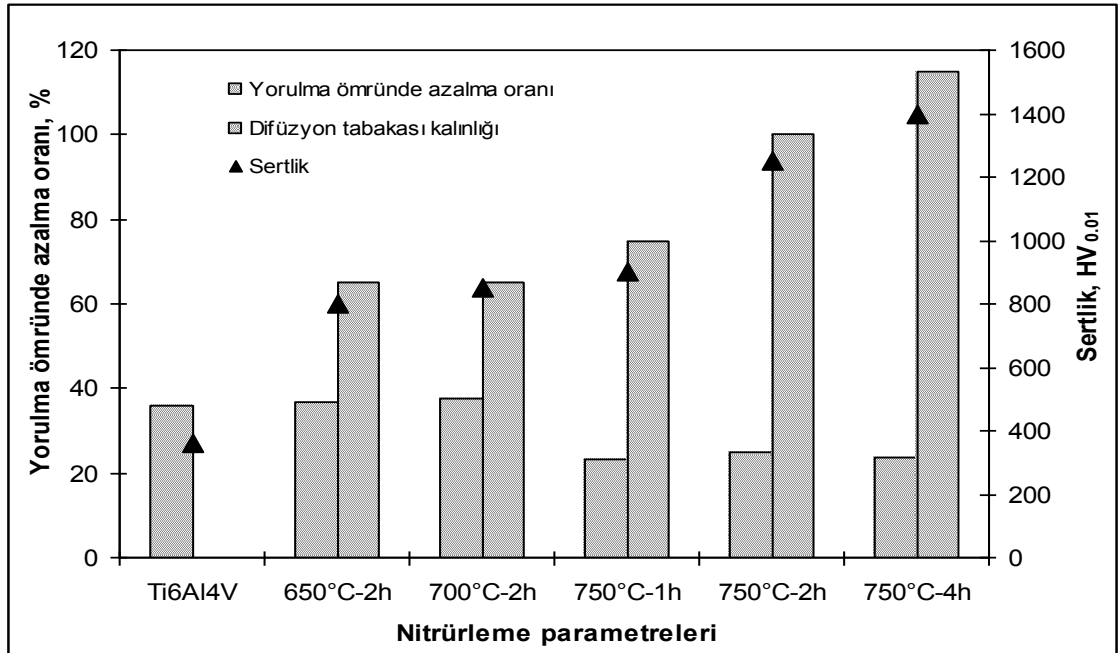


Şekil 4.36. Farklı şartlarda nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımın kazımalı yorulma sonucu S-N-P eğrileri

Şekil 4.37 ve 4.38’de nitrüleme sonucu yüzeyde oluşan bileşik tabaka kalınlığı, yüzey sertliği ve kazımalı yorulma sonucu yorulma ömründe meydana gelen azalma oranı arasındaki ilişki verilmiştir. Yüzeyde oluşan bileşik tabaka sertliğinin yüksek olması, özellikle kazımalı yorulma esnasında ped vasıtasıyla uygulanan temas basıncının TiN tabakada oluşturduğu plastik deformasyon miktarını azaltarak, düşük bir temas alanına sebep olur. Bu nedenle yorulma ömründe azalma miktarı hem bileşik tabaka kalınlığı hem de yüzey sertliği artışıyla azalmaktadır. Ayrıca Ti6Al4V alaşımının nitrürlenmesi sonrası bileşik tabakanın altında oluşan difüzyon tabakası da malzemenin yük taşıma kapasitesini arttırarak pedin etkisi ile oluşan yorulma çatlaklarının ilerleme hızını yavaşlatmıştır. 700°C’nin altında, bileşik tabaka içerisinde oluşan Ti_2N fazı difüzyon bariyeri görevi gördüğü için difüzyon tabakası kalınlığının düşük olmasına neden olmuş, bu nedenle 650°C’de yorulma ömründe azalma miktarı artmıştır (Şekil 4.37). Bileşik tabakayı oluşturan fazlar ve düzlemleri de doğrudan kazımalı yorulma ömrünü etkilemiştir. Yüzey sertliğinde meydana gelen artışın sürtünme katsayısını azaltması, kazımalı yorulma direncinin artmasına neden olmuştur. (111) düzleminde oluşan TiN tabakası hem yüksek sertlikli hem de aşınma dirençli bir yapıya sahiptir. Bu faz yoğunluğu en yüksek 750°C’de elde edilmişti. Bu nedenle bariz bir şekilde 750°C’de gerçekleştirilen nitrüleme işlemi sonrası kazımalı yorulma direnci artmıştır (Şekil 4.38).

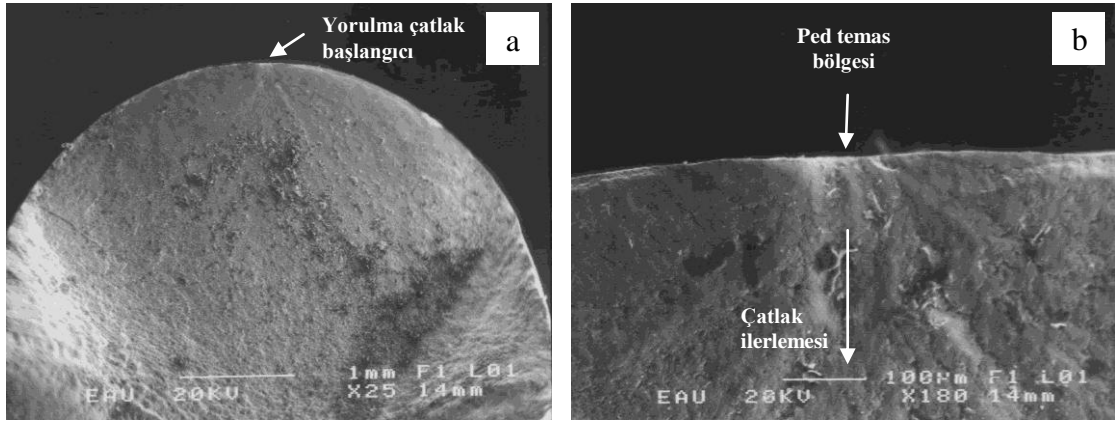


Şekil 4.37. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımı için düzlem yorulmaya göre kazımalı yorulma sonrası ömürde azalma ve bileşik tabaka kalınlığı arasındaki ilişki



Şekil 4.38. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımı için düzlem yorulmaya göre kazımalı yorulma sonrası ömürde azalma, difüzyon tabakası kalınlığı ve sertlik arasındaki ilişki

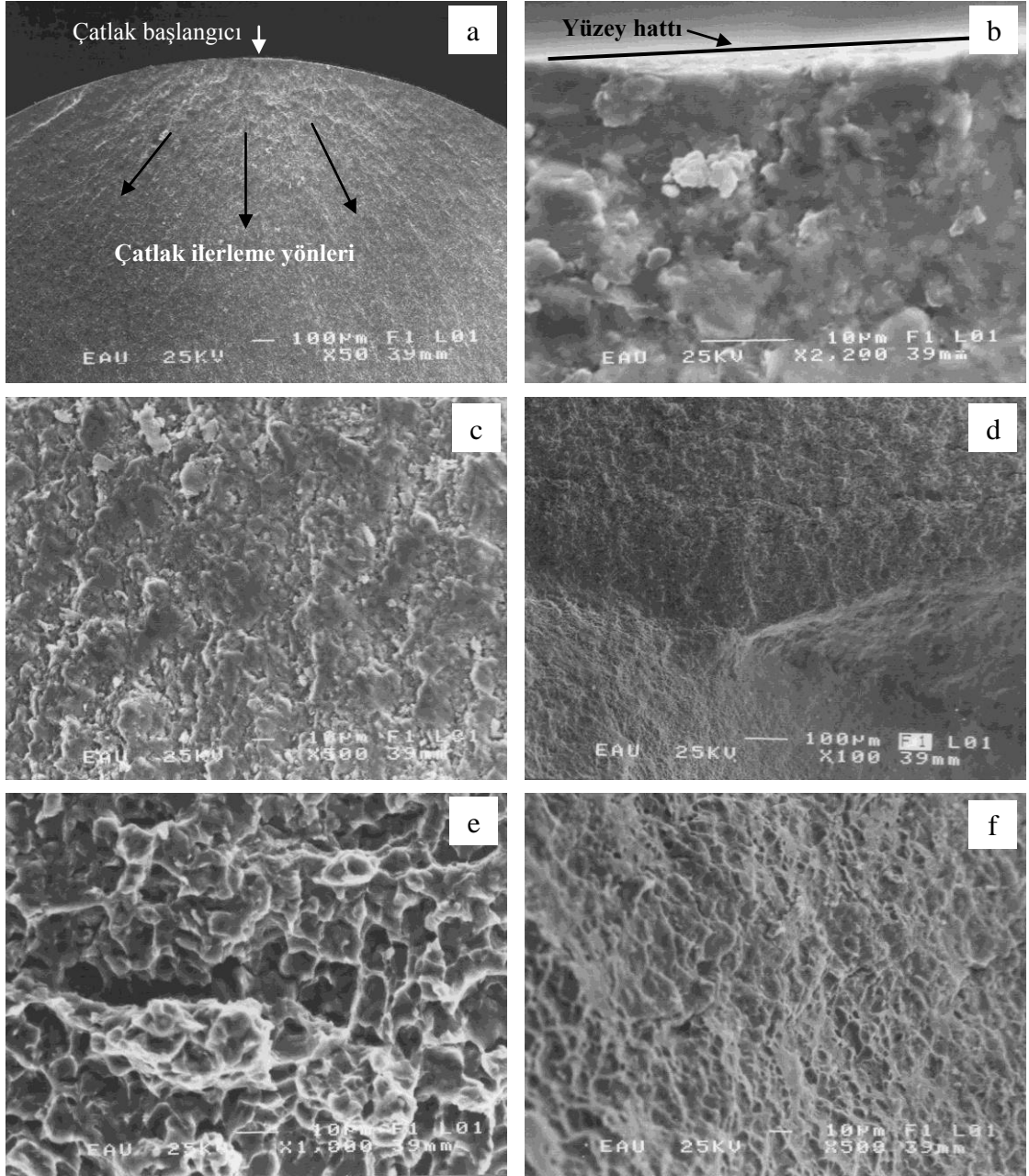
Şekil 4.39 ve 4.40'ta işlemsiz ve nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM resimleri verilmiştir. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımı için yorulma çatlakları tek bir noktadan başlayıp ilerlerken, nitrüleme sonrası birçok noktadan başlayıp ilerlemiştir. Şekil 4.39'da görüldüğü gibi işlemsiz Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma sonrası çatlak, pedin temas bölgesinin altından başlamıştır. Pedin oluşturduğu plastik deformasyon belirgin olup, çatlak iç kısmına doğru dik olarak ilerlemiştir.



Şekil 4.39. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma kırığı SEM görüntüsü (660MPa, 637.040 çevrim)

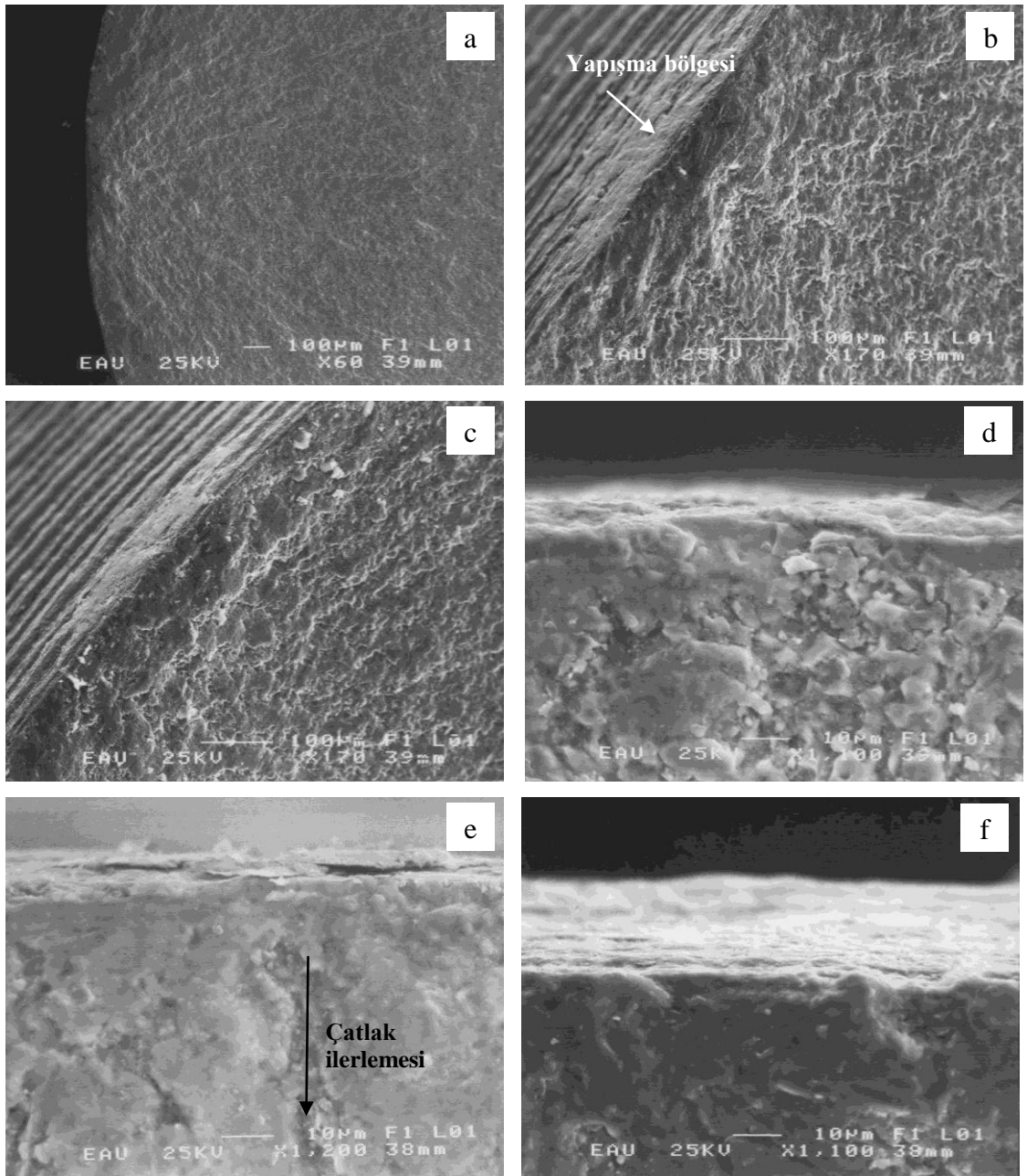
Şekil 4.40'ta 650°C'de nitrürlenmiş ve kazımalı yorulmaya maruz bırakılmış numuneye ait SEM görüntüleri verilmiştir. Kazımalı yorulmaya maruz bırakılmış numunelere ait görüntüler düzlem yorulmaya göre hemen ayırt edilebilmektedir. Çünkü Şekil 4.40.a'da görüldüğü gibi çatlak yüzeyde tek bir noktada başlamış ve oklarla gösterildiği gibi radyal kanallar şeklinde ilerlemiştir. Şekil 4.40.b'de pedin numune yüzeyinde oluşturduğu plastik deformasyon belirgin olup, kazımalı yorulma teorisinde olduğu gibi çatlak yüzeyden iç kısımlara doğru dik bir şekilde ilerlemiştir. Kazımalı yorulma esnasında, ped ile numune yüzeyi arasında temas aşınması neticesinde sadece malzeme kaybı ve yorulma izinin oluşumu meydana gelmez. Büyük bir plastik deformasyon oluşur. Bu durum temas noktasından çatlak başlangıcına neden olur. Çatlak ilerleme bölgesinde ise yer yer kabuk parçalanmasına benzer klivaj kırılma görülmektedir (Şekil 4.40.c). Çatlak ilerlemesi esnasında bu yüzeyler birbirine sürttüğü için pürüzsüz bir

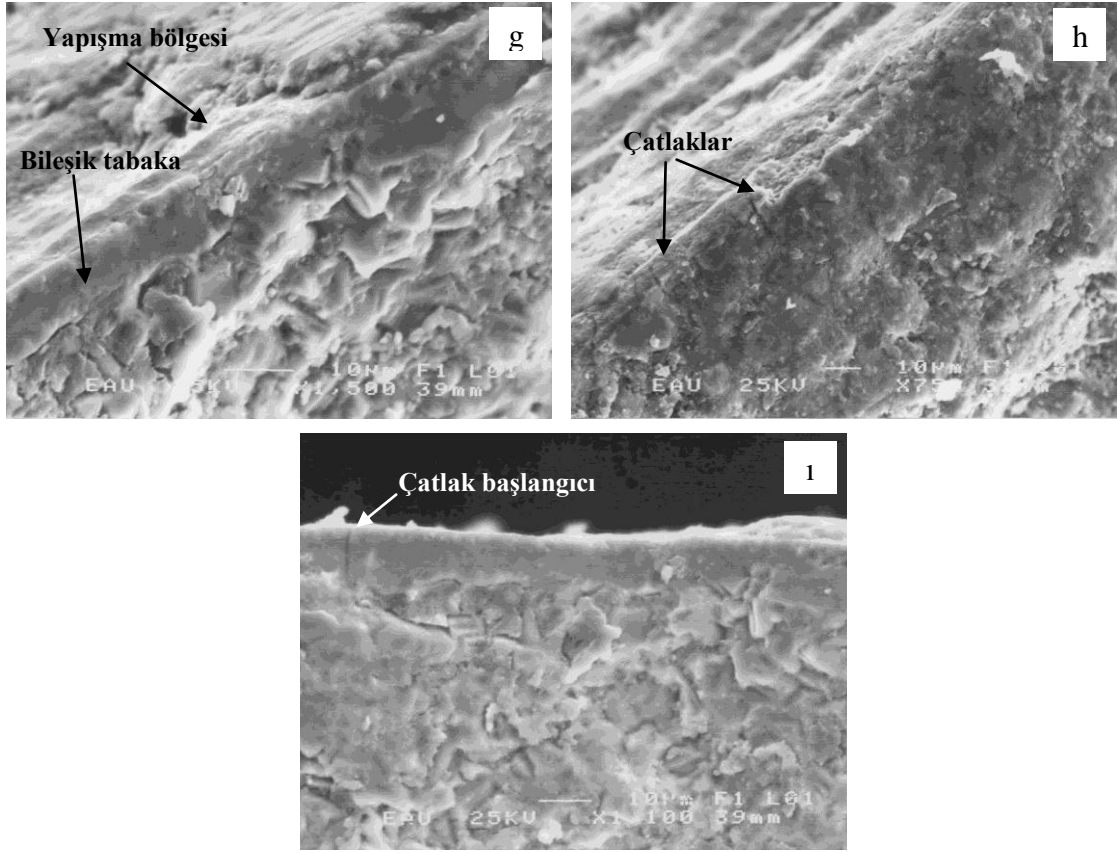
yüzey görülmektedir. Şekil 4.40.d ve e çatlak ilerleme ve ani kırılma bölgesini göstermektedir. İki bölge belirgin bir hatla ayrılmış olup, yer yer ayrılmalar ve mikro-boşluklar gözlenmiştir. Ani kırılma bölgesinde, plastik deformasyonun belirtisi olan oyuklar belirgindir (Şekil 4.40.f).



Şekil 4.40. 650°C'de 2 saat nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının yorulma kırığı SEM görüntüleri (360MPa, 1.116.256 çevrim)

Şekil 4.41’de farklı şartlarda nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma çatlak başlangıçları görülmektedir. Özellikle 750°C’de 4 saat nitrürlenmiş numunelerde bileşik tabaka açıkça görülmektedir. Çatlakların tamamı pedin yapışma bölgesinin altında başlamıştır. Düşük kırılma çevrim sayılarında yorulmuş numunelerde, yine çatlak pedin altında başlamış, fakat tabaka birkaç yerden kırılmıştır. Bu sonuç, yüksek gerilme seviyelerinde kazımalı yorulma ömrünün neden az olduğunu açıklamaktadır.



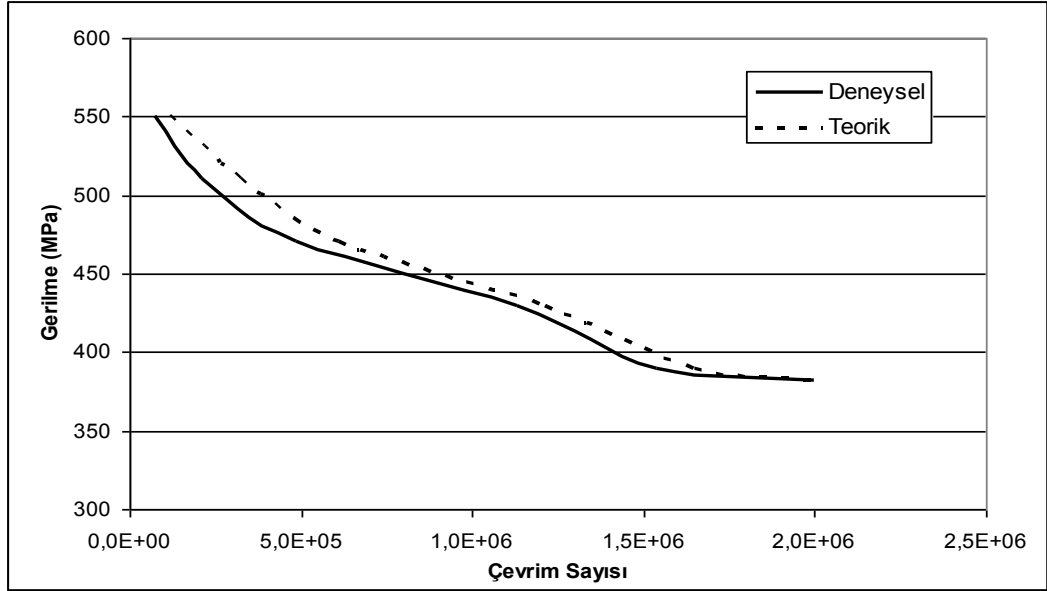


Şekil 4.41. Farklı şartlarda nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımın yorulma kırığı SEM görüntüleri a-b) 750°C-1 saat (430MPa, 279.067 çevrim), c) 750°C-2 saat (360MPa, 297.715 çevrim), d) 750°C-2 saat (340MPa, 592.334 çevrim), e) 700°C-2 saat (300MPa, 1.032.328 çevrim), f) 750°C-1 saat (390MPa, 918.731 çevrim), g) 750°C-4 saat (270MPa, 721.934 çevrim), h) 750°C-4 saat (310MPa, 158.677 çevrim), i) 750°C-4 saat (270MPa, 721.934 çevrim)

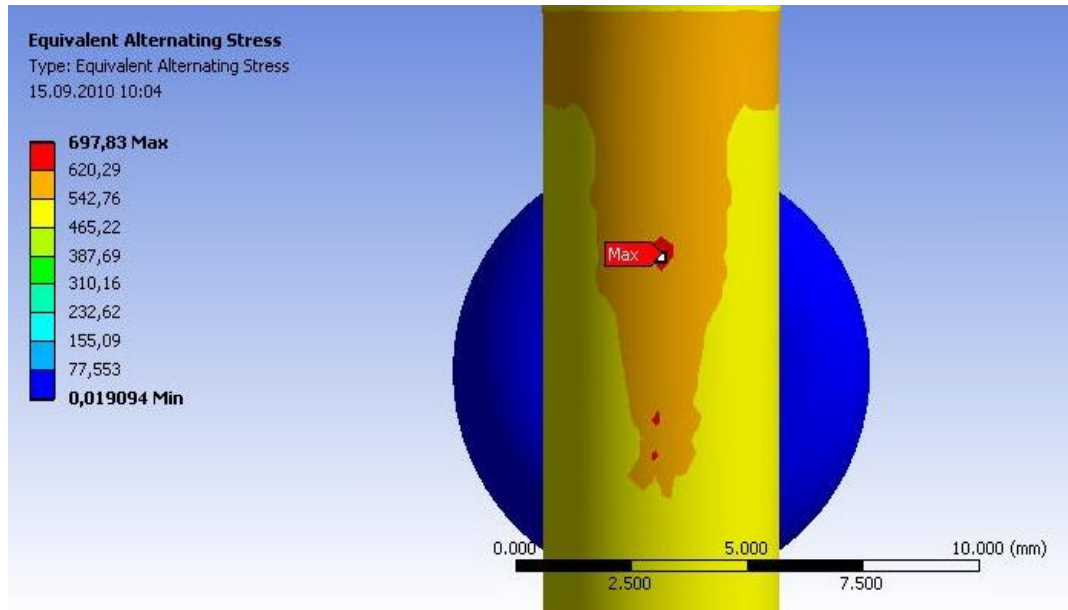
İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma modeli

Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma modeli 316L paslanmaz çeliğin kazımalı yorulma modeline benzer şekilde gerçekleştirilmiştir. Ti6Al4V alaşımına ait özellikler olan, elastisite modülü $E=114$ GPa, poisson oranı $\nu=0.342$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=880$ MPa değerleri, yorulma numunesi ve pedlere malzeme özelliği olarak girilmiştir. S-N eğrisi değerleri olarak ta düzlem yorulma ömür değerleri kullanılmıştır (Yetim 2009). Yorulma numunesi ile pedler arasındaki sürtünme katsayısı 0.75 olarak alınmıştır (Caron *et al.* 2006). Şekil 4.42’de deneysel olarak elde edilen ömür değerleri ile sonlu elemanlar analizinden elde edilen ömür değerler karşılaştırılmıştır. Şekildeki eğriler

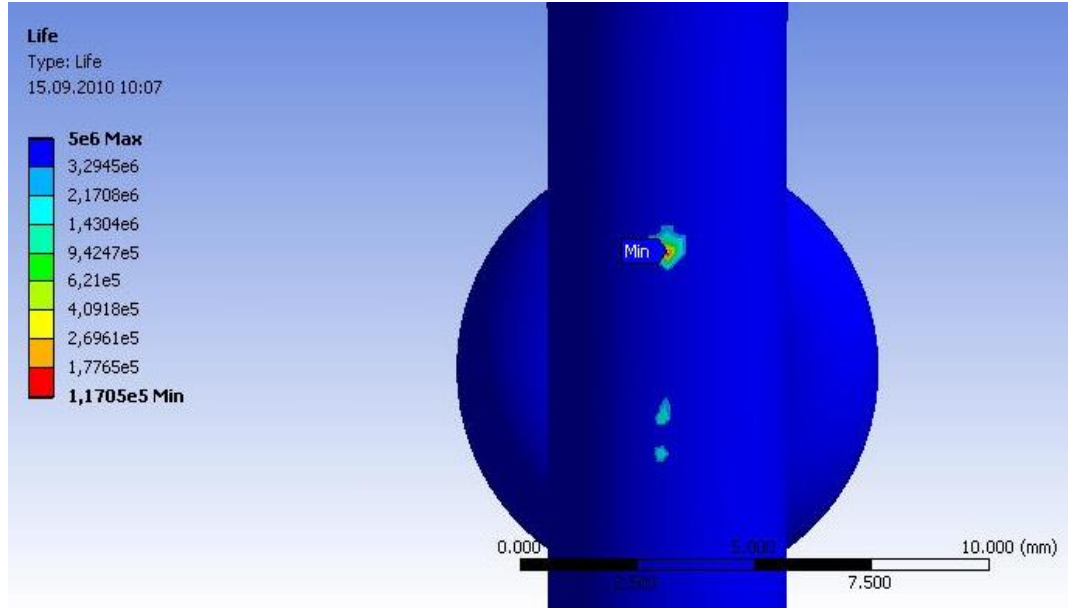
incelendiğinde elde edilen teorik değerlerin deneysel değerlere yakın olduğu görülmektedir.



Şekil 4.42. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımı için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri



Şekil 4.43. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımı için gerilme dağılımı



Şekil 4.44. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımı için ömür dağılımı

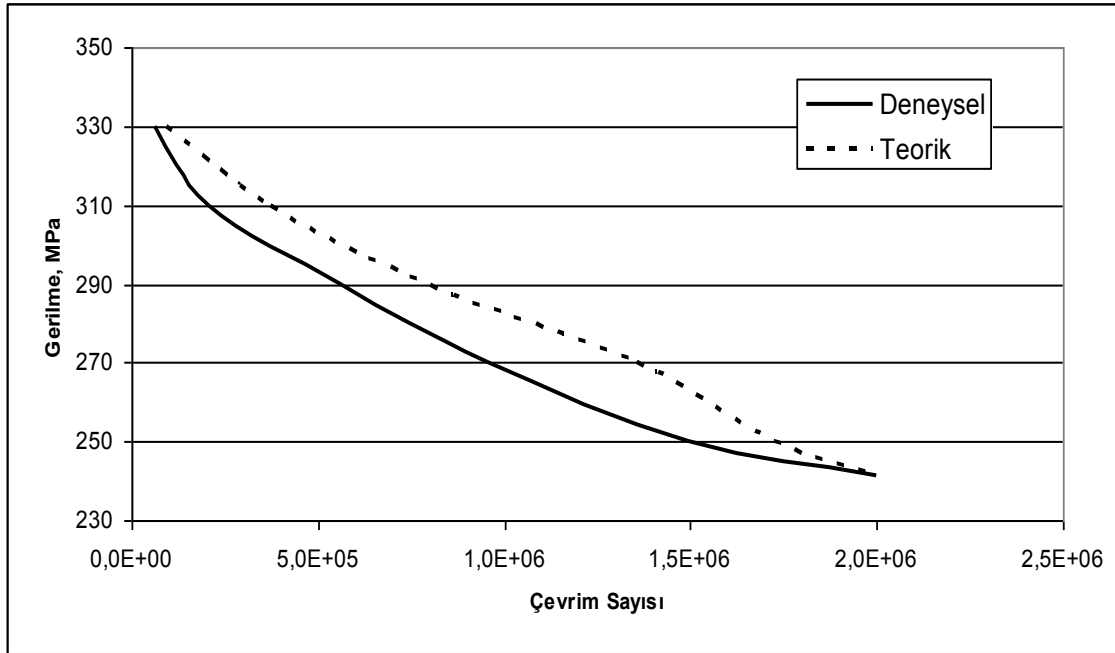
Şekil 4.43 ve 4.44'te 550 MPa değişken yükleme kullanılan analiz sonrası elde edilen gerilme ve ömür dağılımları görülmektedir. Gerilme dağılımı incelendiğinde maksimum gerilmenin (697.83 MPa) temas bölgesinde olduğu görülmektedir. Buna paralel olarak aynı bölge için minimum ömür değerinin elde edildiği ve yaklaşık olarak 117.000 çevrim sonra numunenin temas bölgesinde hasara uğrayacağı görülmektedir (Şekil 4.44).

Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma modeli

750°C'de 4 saat nitrülenmiş malzemenin kazımalı yorulma ömrünü sonlu elemanlar yöntemiyle belirleyebilmek için Guagliano ang Vergani (1997) tarafından önerilen yay modeli kullanılmıştır. 750°C'de 4 saat nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımına ait özellikler olan, elastisite modülü $E=140$ GPa, poisson oranı $\nu=0.342$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=880$ MPa değerleri yorulma numunesine malzeme özelliği olarak girilmiştir. Pedlerde ise işlemsiz Ti6Al4V alaşımına ait özellikler olan $E=114$ GPa, poisson oranı $\nu=0.342$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=880$ MPa değerleri alınmıştır. Nitrülenmiş numuneye ait elastisite modülü olan 140 GPa değeri Eşitlik 3.5 yardımıyla

hesaplanmıştır. 115 μm kalınlıktaki nitrür tabakasına ait elastisite modülü 400 GPa olarak (Yetim 2009) ve pedler ile yorulma numunesi arasındaki sürtünme katsayısı ise 0.36 olarak alınmıştır (Caron *et al.* 2006). S-N eğrisi değerleri olarak ta 750°C’de 4 saat nitrürlenmiş numunelerin düzlem yorulma ömür değerleri girilmiştir (Yetim 2009).

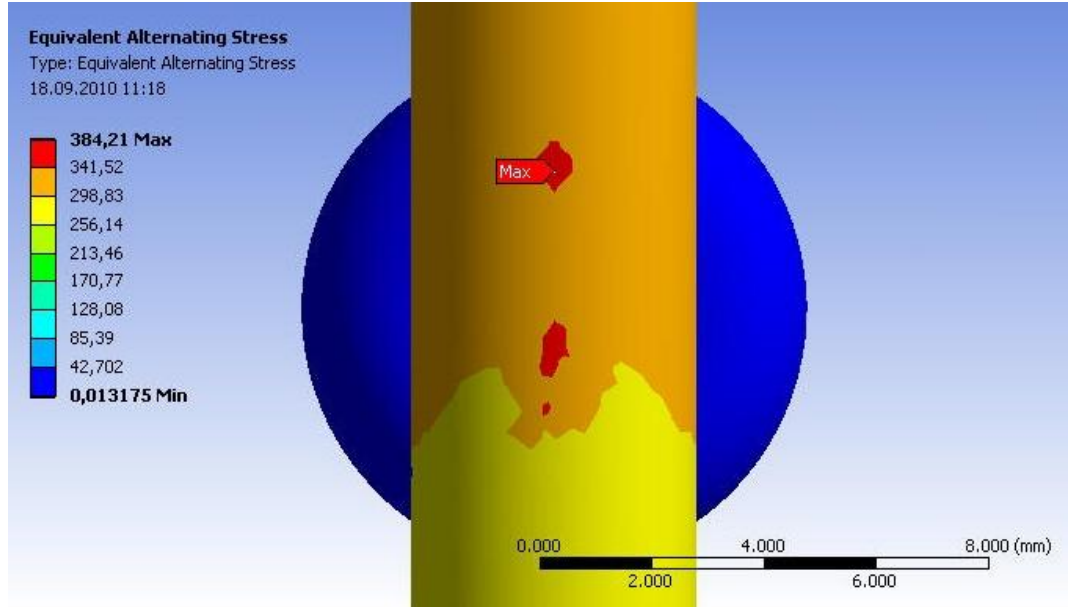
Şekil 4.45’te deneysel ve sonlu elemanlar analizinden elde edilen ömür değerleri görülmektedir. Eğriler birbiri ile aynı paralelde olmalarına rağmen sonlu elemanlar analizi sonrası elde edilen ömür değerlerinin bir miktar yukarıda kaldığı görülmektedir. Sonlu elemanlar analizinin bir yaklaşım olması, analizi gerçekleştirirken bazı kabullerin yapılması ve analiz esnasında deneysel ortamda gerçekleştirilmesi çok zor olan ideal şartların sağlanması sonucu bu şekilde bir farklılığın ortaya çıkması sonucunu doğurmuştur.



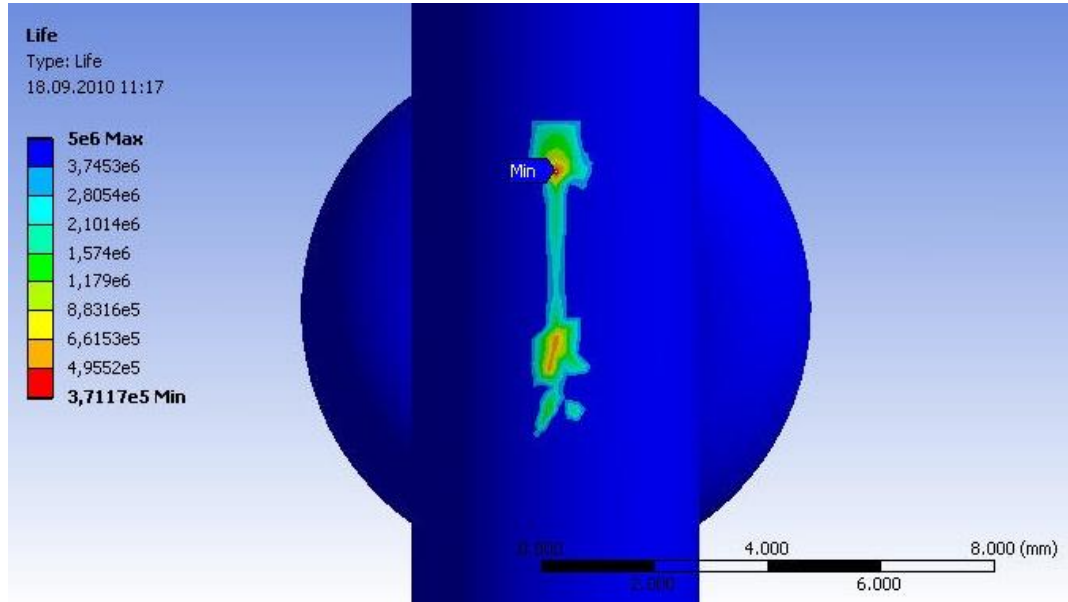
Şekil 4.45. Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımı için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri

Şekil 4.46 ve 4.47’de 310 MPa değişken yükleme kullanılan analiz sonrası elde edilen gerilme ve ömür dağılımları görülmektedir. Maksimum gerilmenin (384MPa) ve buna

paralel olarak minimum ömür değerinin (371.000 çevrim) numune ile ped arasındaki temas bölgesinde oluştuğu görülmektedir.



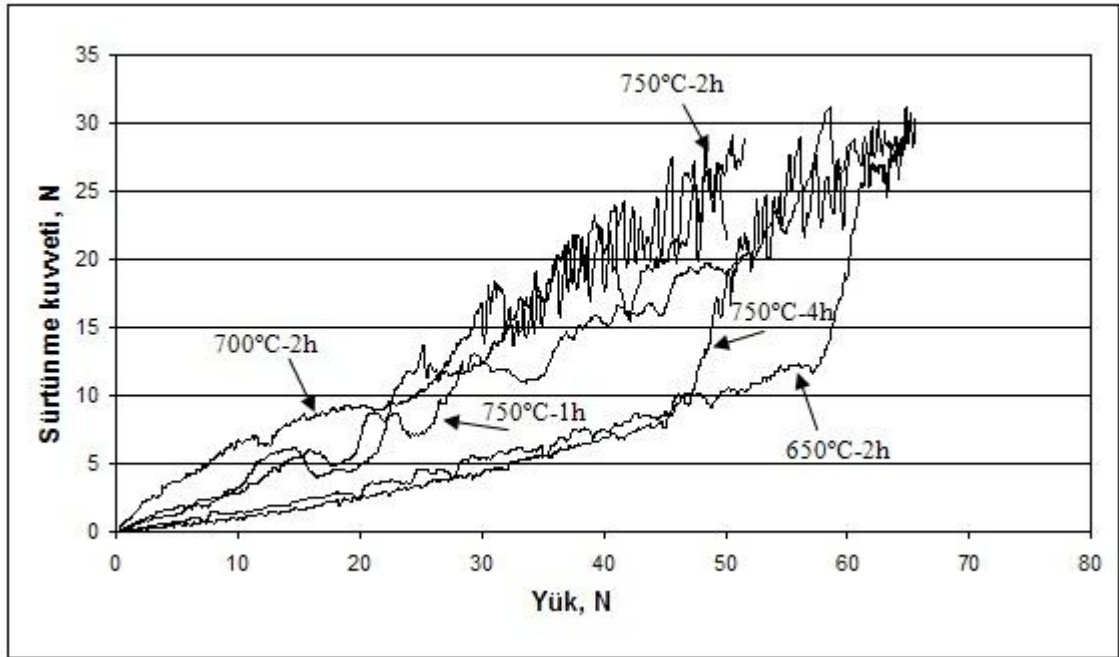
Şekil 4.46. Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımı için gerilme dağılımı



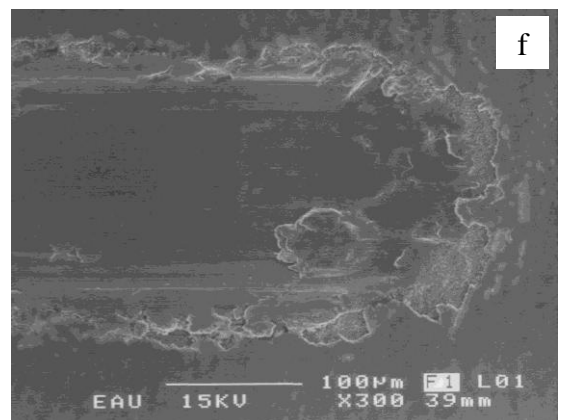
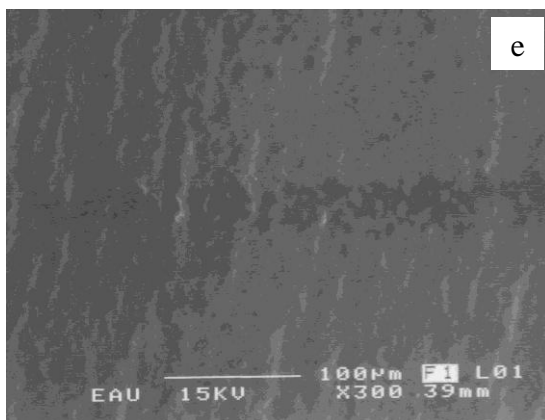
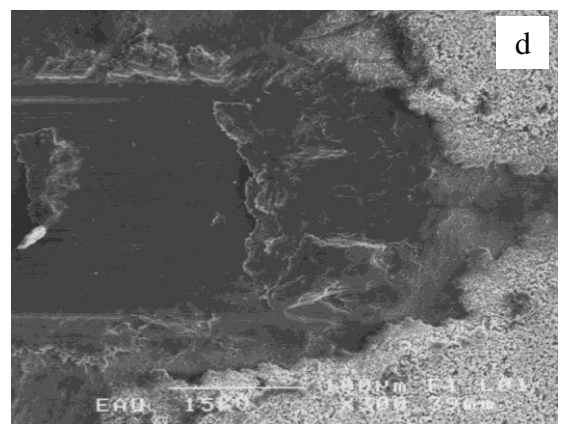
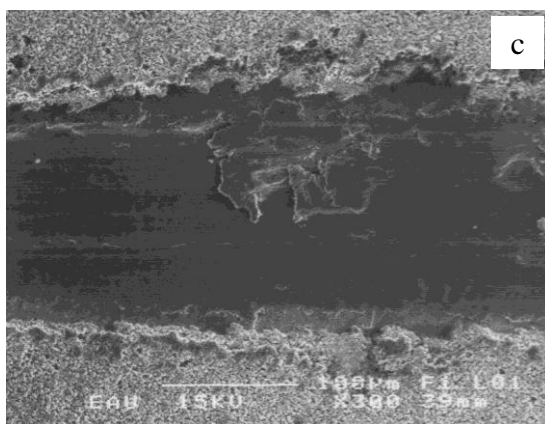
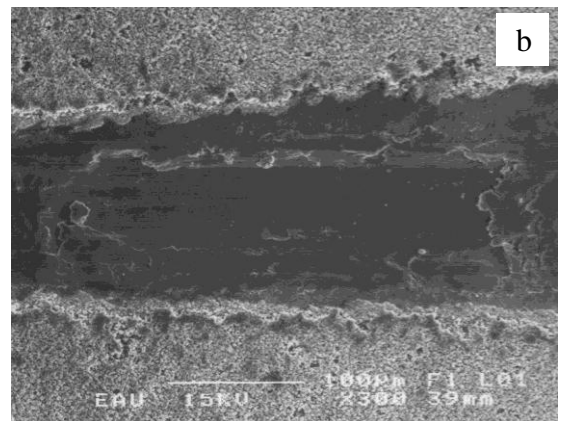
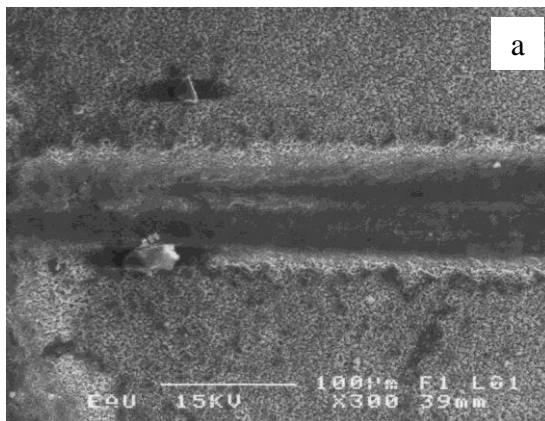
Şekil 4.47. Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımı için ömür dağılımı

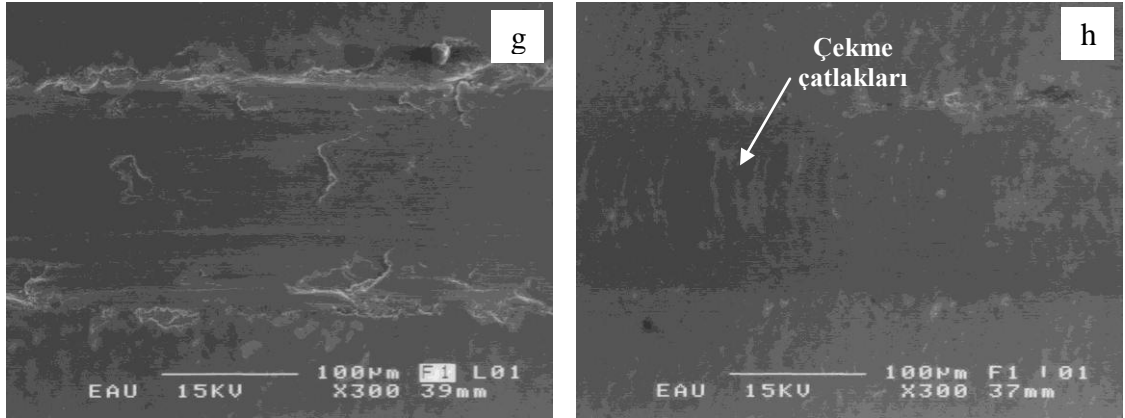
4.1.2.e. Çizme testi

Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının çizme testi sonuçları Şekil 4.48'de verilmiştir. Ti6Al4V alaşımının nitrürlenmesi sonucu yüzeyde bileşik tabaka, alt kısımda ise difüzyon tabakası olduğu için, sonuçlar klasik çizme testlerinden elde edildiği gibi değildir. Grafikten görüldüğü üzere sürtünme kuvveti artan yük ile artmakta, fakat yüzeyde bulunan bileşik tabaka difüzyonla taban malzemeye bağlı olduğu için kritik yük belirlenmemektedir. Ayrıca difüzyon bölgesi kalınlığının ve yüzey pürüzlülüğünün fazla olması da kritik yükün belirlenmesini engellemektedir. Düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilen nitrürlenme işlemlerinde modifiye tabaka kalınlığı ve yüzey pürüzlülüğü düşük olduğu için 650°C'de kritik yükü belirlemek kolaydır. Örneğin 650°C'de 2 saat nitrürlenmiş numune için Lc_3 yaklaşık 60 N civarındadır.



Şekil 4.48. Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının çizme testi esnasında yük ve sürtünme kuvveti arasındaki değişimi



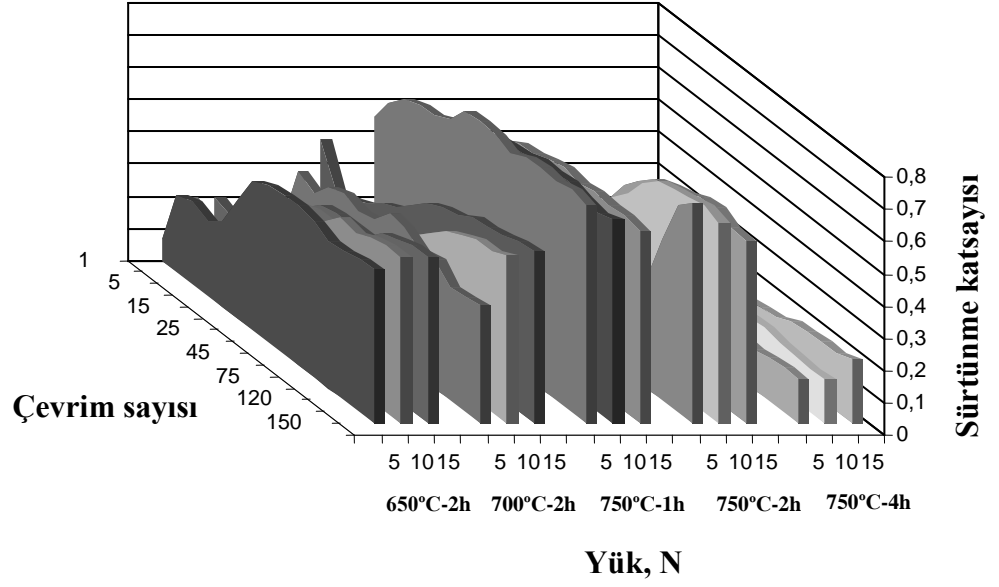


Şekil 4.49. Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının çizme testi sonrası iz görüntüleri a-d) 650°C-2 saat, e-h) 750°C-4 saat

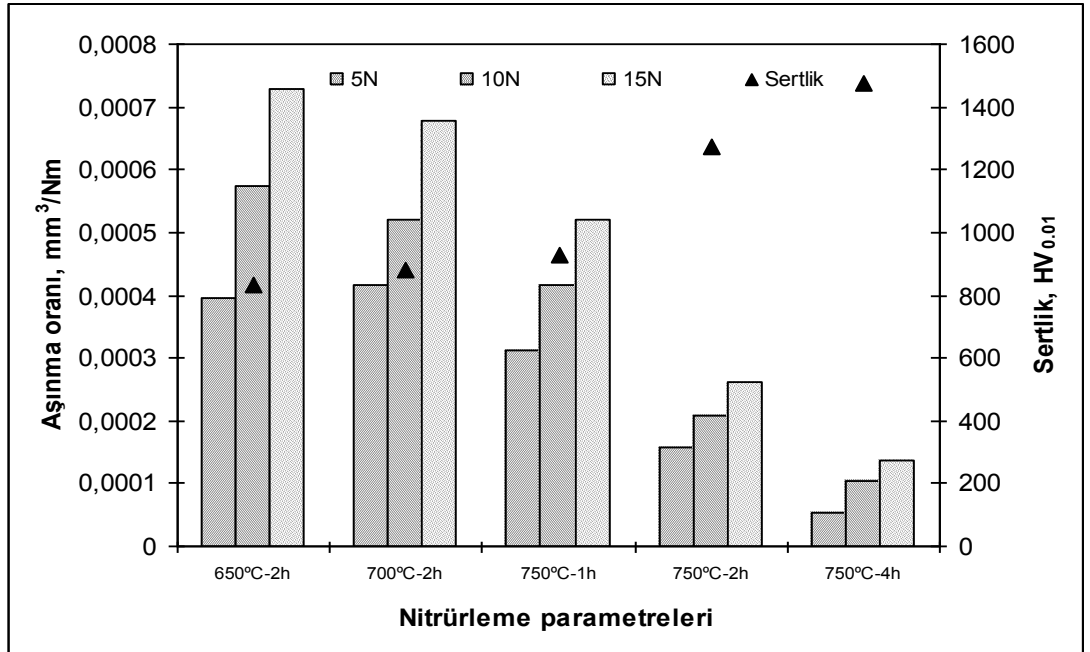
Çizme testi esnasında meydana gelen hasarlar incelendiğinde yük artışı ile beraber izin bir kenarında veya her iki kenarında hasarlar oluştuğu görülmektedir. İzin iç kısmında genellikle transfer filmin oluştuğu ve yer yer yırtılmalar oluştuğu tespit edilmiştir (Şekil 4.49.a-d). Modifiye tabaka kalınlığı ve sertlik artışı ile iz genişliği azalmış ve ayrıca izin iç kısmında çekme çatlakları oluşmuştur (Şekil 4.49.e-h).

Şekil 4.50'de çoklu çizme testi sonuçları verilmiştir. Genel olarak sürtünme katsayısı abrazyon etkiden dolayı kararlı bir davranış göstermemiştir. Düşük yüklerde aşınma yüzeyde oluşan modifiye tabakada gerçekleştiği için sürtünme katsayısı düşüktür. Testin ilk başlangıcında düşük olan sürtünme katsayısı, test süresi arttıkça artmıştır. Çünkü yüzeyde oluşan modifiye tabaka aşınmış, pim artık difüzyon tabakası ile temasa başlamıştır. Modifiye tabakanın kalın ve sertliğinin yüksek olduğu durumlarda yine sürtünme katsayısı düşük elde edilmiştir. Grafikte görüldüğü gibi sürtünme katsayısı, 750°C-1 saat için yüksek ve yaklaşık test boyunca aynı değerde iken, 750°C-2 saat için belirli bir değerden sonra artmakta, 750°C-4 saat için ise sürtünme katsayısı uygulanan üç yük için hem aynı hem de diğer numunelere göre daha düşük değerlerde seyretmiştir. Benzer eğilim aşınma oranı grafiğinde de tespit edilmiştir. Yüzeyde bulunan sert ve yeterli kalınlığa sahip modifiye tabaka plastik deformasyona karşı direnci artırarak aşınma oranının düşmesine neden olmuştur (Şekil 4.51). Ayrıca şekilde görüldüğü gibi işlem süresi ve sıcaklığının artışı ile yüzeyde oluşan tabakanın kalınlığı ve sertliğindeki

artıya paralel olarak aşınma oranı düşmüştür. En düşük aşınma oranı 750°C’de 4 saat nitrüleme sonucu elde edilmiştir.

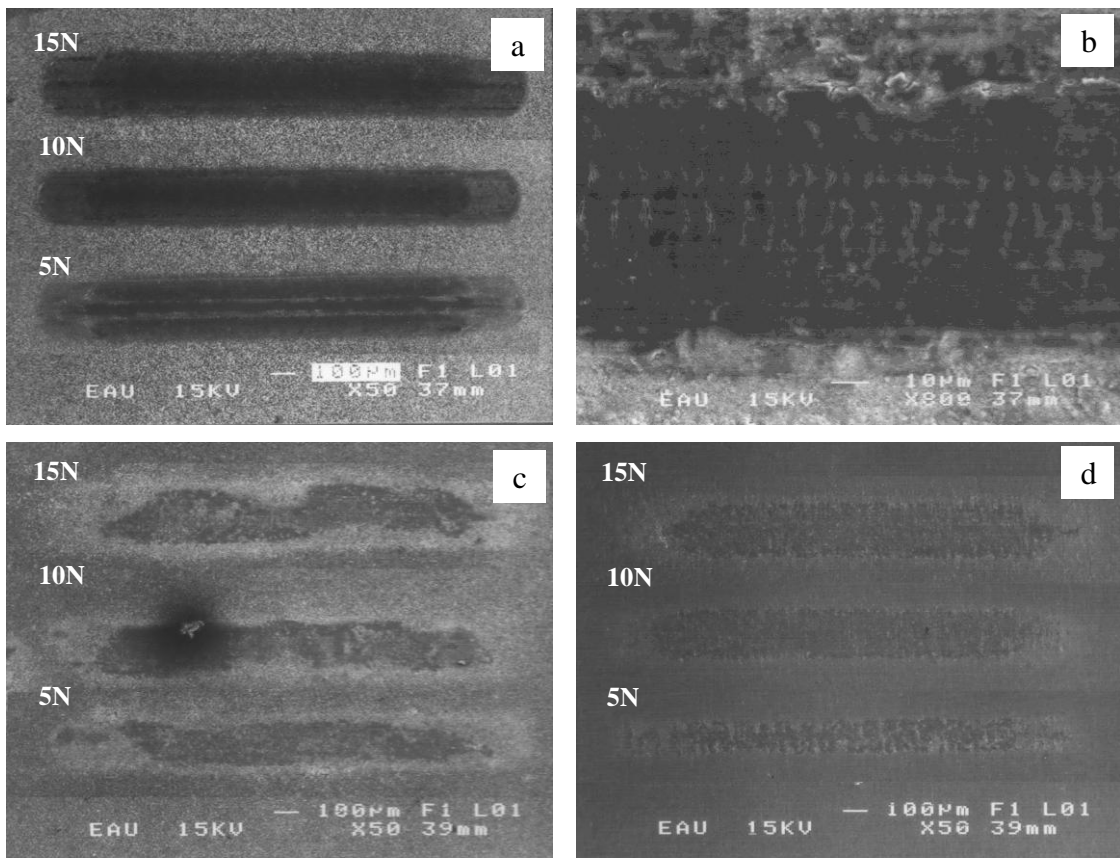


Şekil 4.50. Çoklu çizme testi sonrası Ti6Al4V alaşımının sürtünme katsayısı ve çevrim sayısı arasındaki ilişkisi



Şekil 4.51. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının çoklu çizme testi sonrası aşınma oranları

Şekil 4.52’de çoklu çizme testi sonrası SEM resimleri verilmiştir. SEM görüntülerinde görüldüğü gibi modifiye tabakanın kalın ve sert olduğu numunelerde aşınma izi genişliği daha düşüktür (Şekil 4.52.c ve d). Çoklu-çizme testlerinde iz kenarlarında herhangi bir hasar tespit edilmemiş, izin iç kısımlarında bile aşırı plastik deformasyona rastlanmamıştır. Yüzeyde bulunan TiN tabakası sert olduğu için çizme testi esnasında abrazif partiküller oluşmuş ve izin iç kısımlarında gevrek kırılma görülmüştür.

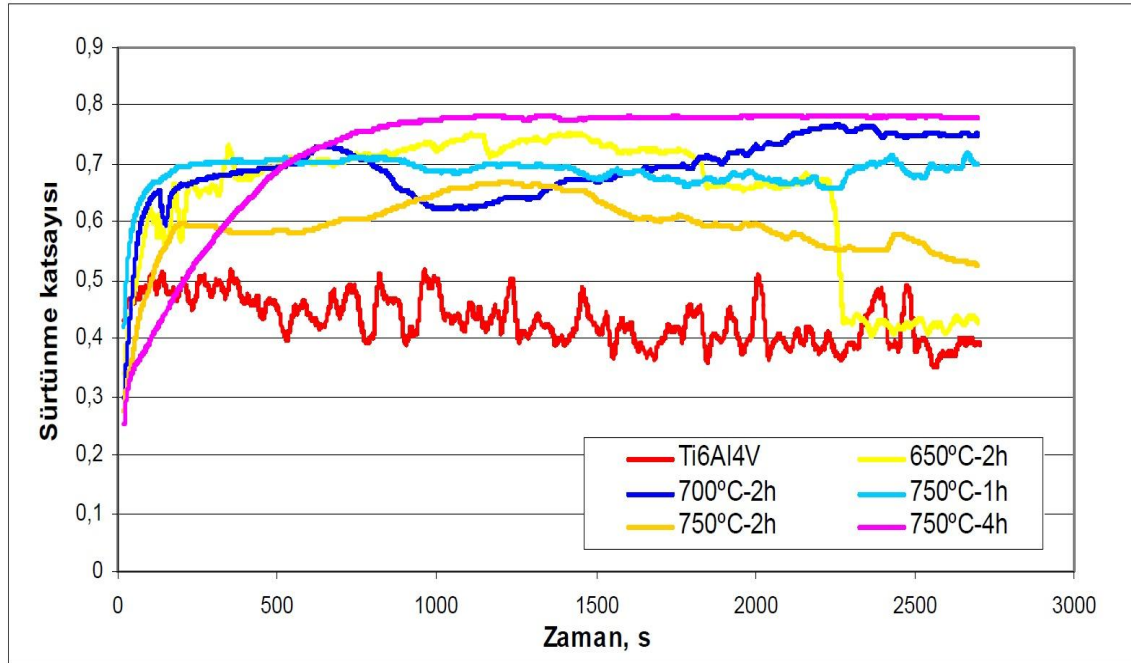


Şekil 4.52. Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının çizme testi sonrası aşınma izi SEM görüntüleri; a-b) 700°C-2 saat, c) 750°C-1 saat, d) 750°C-2 saat

4.1.2.f. Sürtünme ve aşınma analizleri

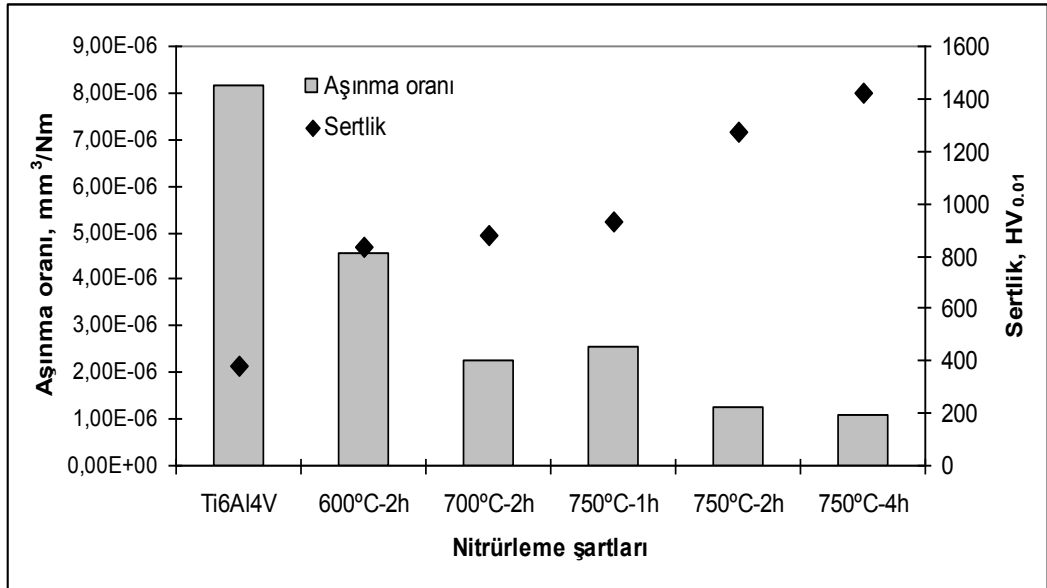
Şekil 4.53’te 37°C’de Ringer çözeltisi içerisinde gerçekleştirilen aşınma testleri sonrası elde edilen sürtünme katsayıları verilmiştir. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının sürtünme katsayısı ortalama olarak 0.45 civarında olup kararsız formdadır. Bu kararsızlığa,

aşınma sırasında işlemsiz numunede meydana gelen plastik deformasyonun yüksek oluşu nedeniyle pin ile numune arasındaki temas alanının artışı sonucu sürtünme katsayısının artması, bir süre sonra yüzeylerin tekrar birbirine alışması sonucu sürtünme katsayısının azalması sebep olmaktadır. İşlem görmüş numunelere ait sürtünme katsayısı değerlerinin işlemsiz numuneye nazaran daha yüksek olduğu görülmektedir. Nitrüleme sonucunda yüzey pürüzlülüğünün artışı ile birlikte nitrürlenmiş yüzeylerin sürtünme katsayısında bir miktar artış görülmüştür. Sürtünme katsayısı grafiği incelendiğinde, nitrürlenmiş numuneler için sürtünme katsayısının aşınma testinin başlangıcında yükselmeye başladığı, testin ilerleyen kısımlarında ise plastik deformasyon miktarındaki azalmaya bağlı olarak sabitlenerek kararlı bir formda devam ettiği görülmektedir. Nitrürlenmiş numuneler içinde en düşük sürtünme katsayısı 750°C’de 1 saat işlem görmüş numune için elde edilmiştir. Çünkü bu şart altında nitrürlenmiş numunenin yüzey pürüzlülüğü diğer şartlar altında nitrürlenmiş numunelere göre az, sertliği plastik deformasyonu azaltacak kadar yeterli düzeydedir.



Şekil 4.53. Farklı şartlarda nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının sürtünme katsayısı-zaman grafiği

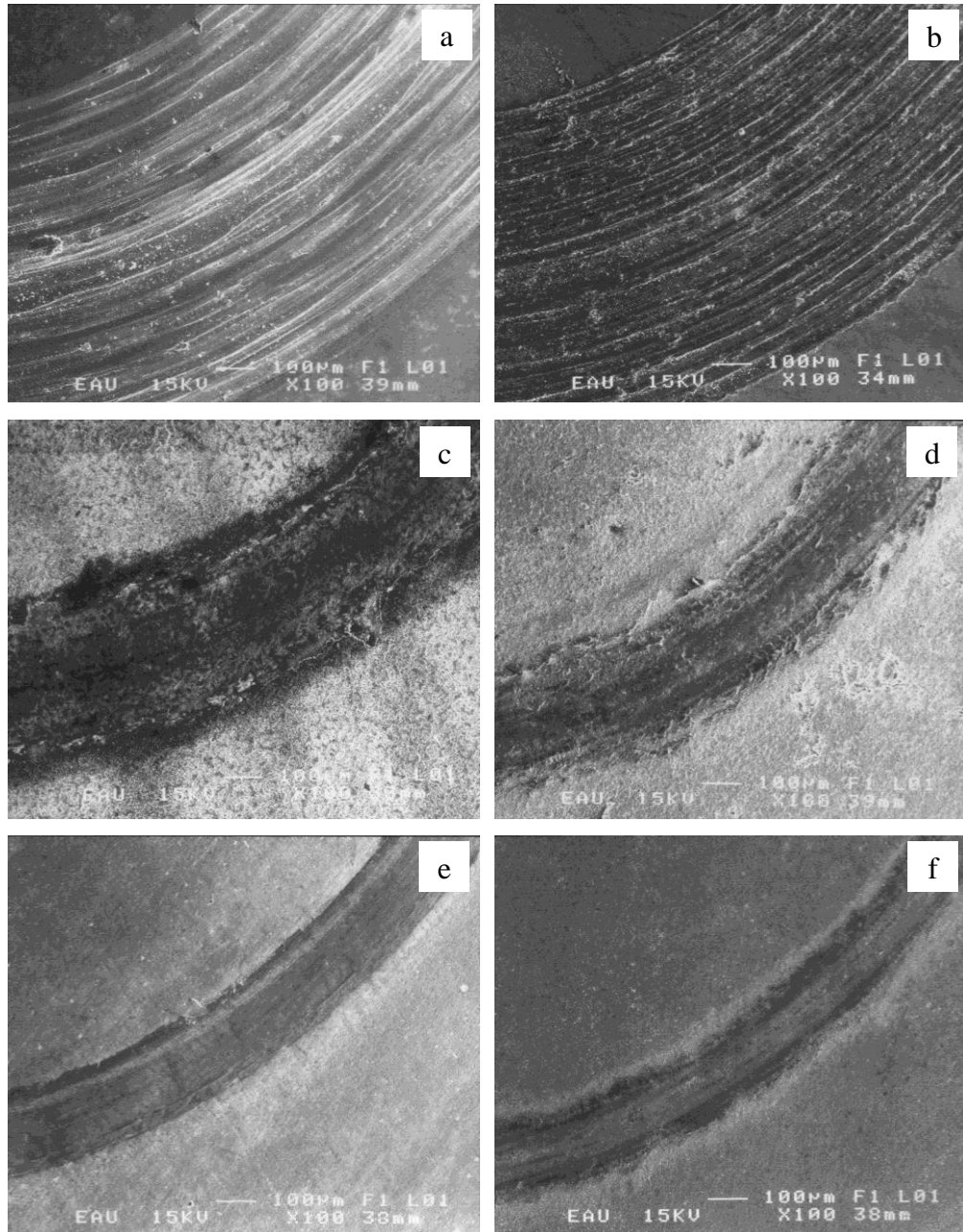
Şekil 4.54'te nitrürleme şartları ile aşınma oranı ve yüzey sertliği arasındaki ilişki verilmiştir. Nitrürleme işlemi sonrası yüzeyde oluşan yoğun ve sert TiN fazı Ti6Al4V alaşımının aşınma oranını azaltmıştır. Bunun nedeni yüzey sertliğinde meydana gelen artıştır. İşlem süresi ve sıcaklığı arttıkça doğru orantılı olarak yüzey sertliği artmış ve aşınma oranı azalmıştır. Bu şekilde, aşınma direnci zayıf olan Ti6Al4V alaşımının aşınma özellikleri iyileştirilmiştir. En düşük aşınma oranı, en yüksek yüzey sertliğinin elde edildiği 750°C'de 4 saat nitrürlenmiş numuneler için elde edilmiştir.



Şekil 4.54. Nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımına ait aşınma oranları

Şekil 4.55'te işlemsiz ve farklı şartlarda nitrürlenmiş numunelerin aşınma testi sonrası aynı büyütme oranında alınmış SEM görüntüleri verilmiştir. Aşınma izleri incelendiğinde nitrürleme işlemi sonrası, işlemsiz numuneye göre iz genişliklerinde önemli ölçüde azalma olduğu görülmektedir. Nitrürleme süresinin artışı ile iz genişliklerinin kademeli olarak azaldığı ve en düşük aşınma izi genişliğinin 750°C'de 4 saat nitrürlenmiş numune için elde edildiği görülmektedir. Bu sonuç, aşınma oranı ve yüzey sertliği grafiğindeki sonuçla desteklenmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde, işlemsiz Ti6Al4V alaşımının aşınma sırasında yüksek plastik deformasyona uğradığı ve en yüksek iz genişliğine sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca iz içerisindeki plaka şeklindeki aşınma ürünleri, aşınma türünün adeziv olduğunun ve mikro kanallar ise

Ringer içerisinde oksitlenen aşınma ürünlerinin mikro-abrazif aşınmaya sebep olduğunu göstermektedir. Nitrürlenmiş numunelerde ise oluşturulan sert yüzey, aşınmanın daha yüzeysel olmasına sebep olmuş, nitrüleme sonucu artan yüzey sertliği ile birlikte adeziv bağ yapma ihtimalinde ve plastik deformasyondaki azalma iz genişliğinin azalmasına neden olmuştur.

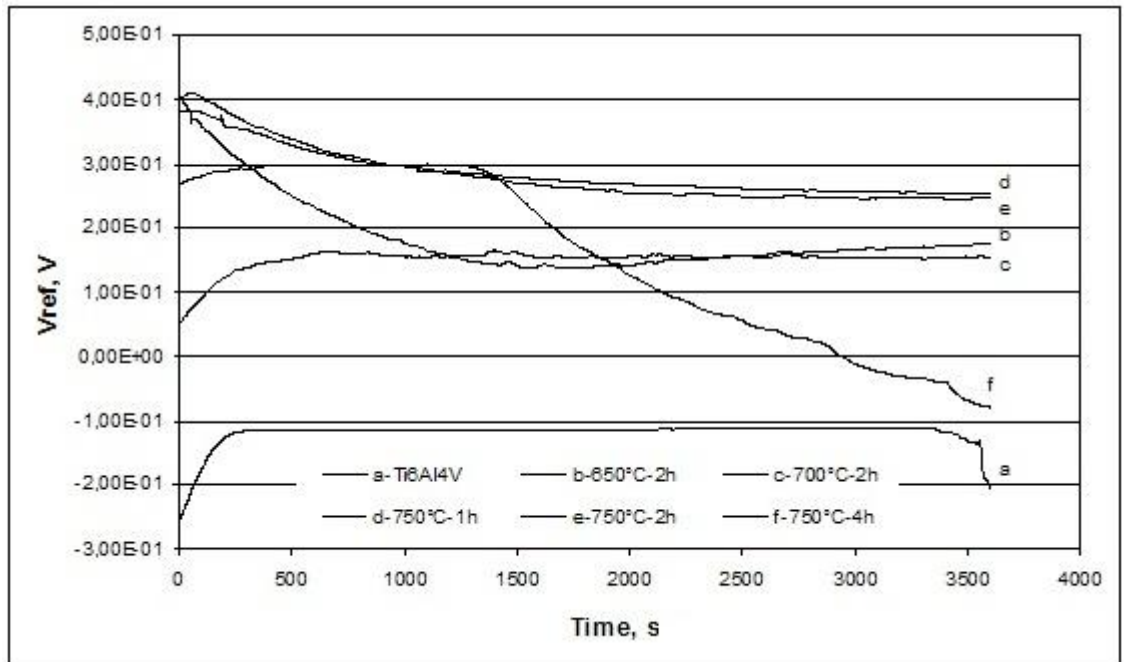


Şekil 4.55. Ti6Al4V alaşımına ait aşınma izlerinin SEM görüntüleri a) işlemsiz, b) 650°C’de 2 saat, c) 700°C’de 2 saat d) 750°C’de 1 saat e) 750°C’de 2 saat f) 750°C’de 4 saat nitrürlenmiş numune

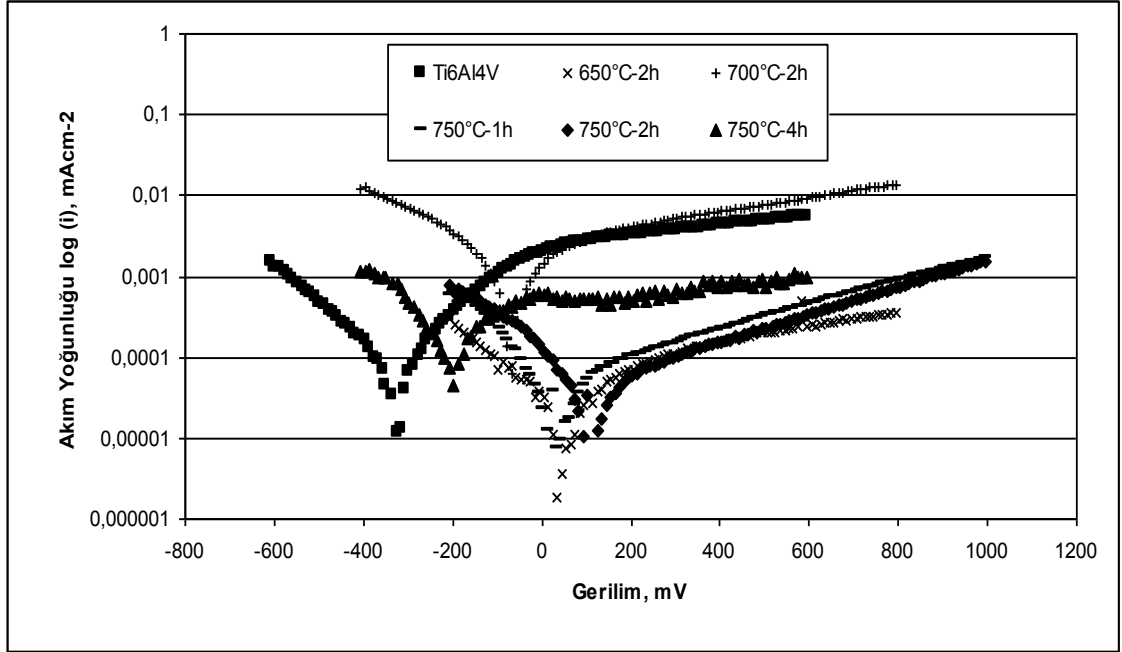
4.1.2.g. Korozyon testleri

Şekil 4.56'da nitrülenmiş ve işlemsiz Ti6Al4V alaşımı için açık devre potansiyelleri (OCP) verilmiştir. OCP verilerine göre nitrülenmiş numuneler için eğrilerin soy duruma doğru gittiği görülmüştür ve 750°C'de 4 saat nitrülenmiş numune hariç, 1000 sn sonrası potansiyelin sabitlendiği görülmüştür. 700 ve 750°C'de 2 saat nitrülenmiş numuneler de eğrinin eğimi sürekli artmakta olup, bu oluşan filmin sürekli ve koruyucu bir tabaka oluşturduğunu göstermektedir. 750°C'de 4 saat nitrülenmiş numunede koruyucu filmin zamanla kırıldığı açıkça görülmektedir.

Şekil 4.57'de işlemsiz ve nitrülenmiş numunelere ait polarizasyon eğrileri, Çizelge 4.5'te ise akım yoğunluğu ve potansiyel değerleri verilmiştir. Bütün nitrülenmiş numunelerin korozyon akım yoğunluğu (I_{corr}) düşük ve potansiyelleri (E_{corr}) işlemsiz numuneye göre yüksektir. En düşük akım yoğunluğu ve en yüksek potansiyel Tafel eğrilerine göre 750°C-2 saat nitrülenmiş numunelerde elde edilmiştir. OCP grafiğinde de bu şart için eğrinin eğimi yukarıya doğru idi.



Şekil 4.56. İşlemsiz ve farklı şartlarda nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının açık devre potansiyelleri

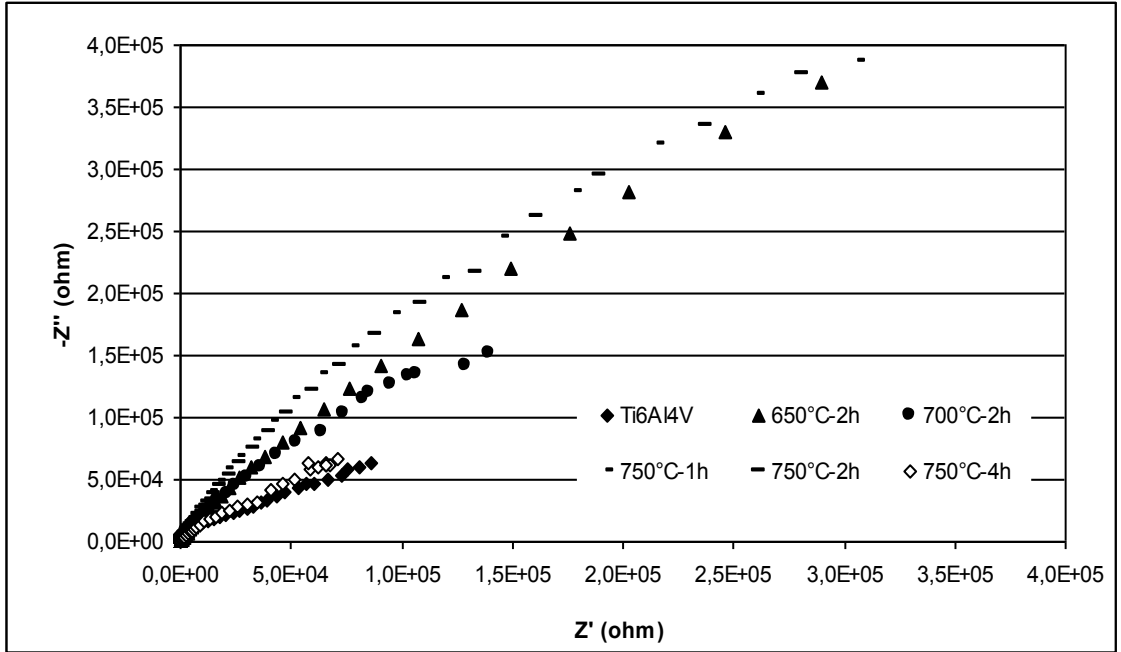


Şekil 4.57. İşlemsiz ve farklı şartlarda nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının akım yoğunluğu-gerilim eğrileri

Çizelge 4.5. Nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımı için polarizasyon sonuçları

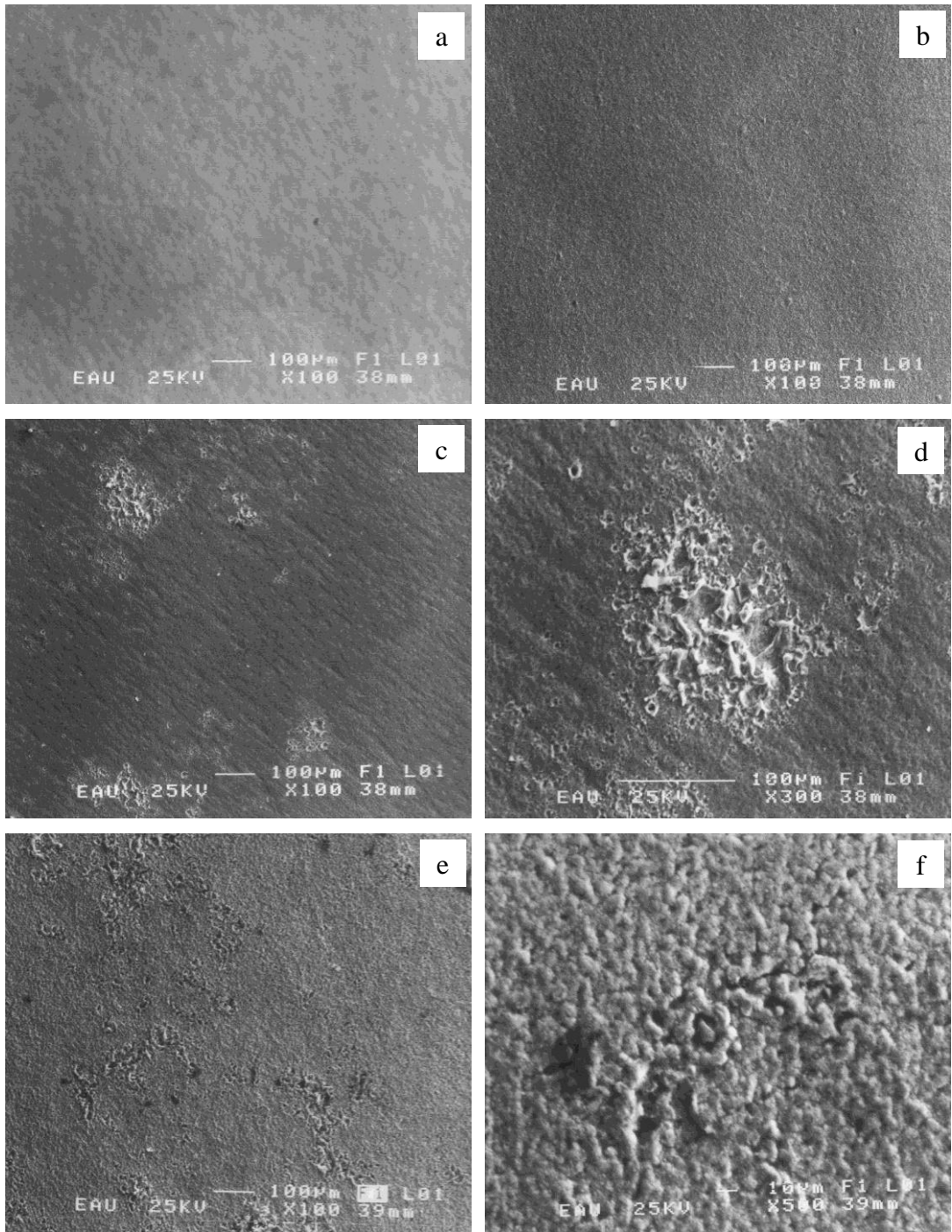
Nitrüleme parametreleri	E_{corr} mV	I_{corr} $\text{mAcm}^{-2} (\times 10^{-5})$
650°C-2h	8	3.78
700°C-2h	-76	145
750°C-1h	45	5.37
750°C-2h	115	3.3
750°C-4h	-196	40.1
Ti6Al4V	-324	95.5

Şekil 4.58'de empedans ölçümlerinin Nyquist grafikleri verilmiştir. Nitrüleme işlemi sonrası elde edilen empedans değerleri işlemsiz numunelere göre oldukça yüksektir. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımına en yakın eğri, polarizasyon sonuçlarında en kötü değerlere sahip olan 750°C'de 4 saat işlem görmüş numune için elde edilmiştir. Bu test sonrası en iyi sonuç 750°C'de 2 saat nitrülenmiş numune için elde edilmiştir. Korozyon testleri sonucu itibariyle Ti6Al4V alaşımının nitrülenmesi sonucu yüzeydeki tabakanın sürekliliğine bağlı olarak korozyon direncinin artırılabilceği görülmüştür.



Şekil 4.58. İşlemsiz ve farklı şartlarda nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının Nyquist grafikleri

Yapılan SEM incelemeleri sonucunda tüm numunelerde etkin korozyon mekanizmasının çukurcuk tipi (pitting) korozyon olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 4.59). İşlemsiz numune üzerinde çukurcukların oluştuğu görülmüştür (Şekil 4.59.a). 750°C'de 2 saat nitrülenmiş numunede ise çukurcuk oluşumunun yok denecek kadar az olduğu görülmektedir (Şekil 4.59.b). Şekil 4.59.c ve d'de 700°C'de 2 saat nitrülenmiş numuneye ait korozyon sonucu oluşmuş çukurcuk resimleri verilmiştir. 750°C'de 4 saat nitrülenmiş numunede yüzeyin önemli ölçüde korozyona uğradığı görülmektedir. Bilindiği gibi yüzeyde oluşan TiN kolonsu yapıya sahiptir ve korozyona karşı direnci yüksektir. Eğer yüzeyde bir süreksizlik oluşursa, bu bölgede SEM resimlerinde görüldüğü gibi çukurcuklar oluşur.

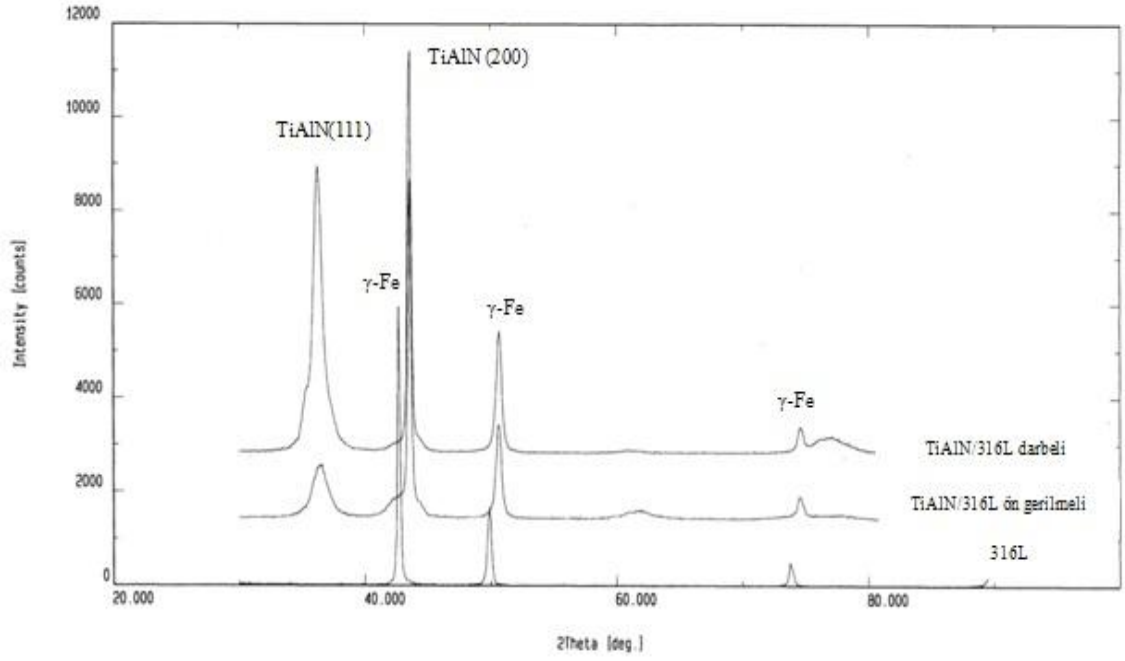


Şekil 4.59. Ti6Al4V alaşımına ait korozyon görüntüleri a) işlemsiz, b) 750°C-2 saat, c- d) 700°C-2 saat, e-f) 750°C-4 saat nitrürlenmiş numune

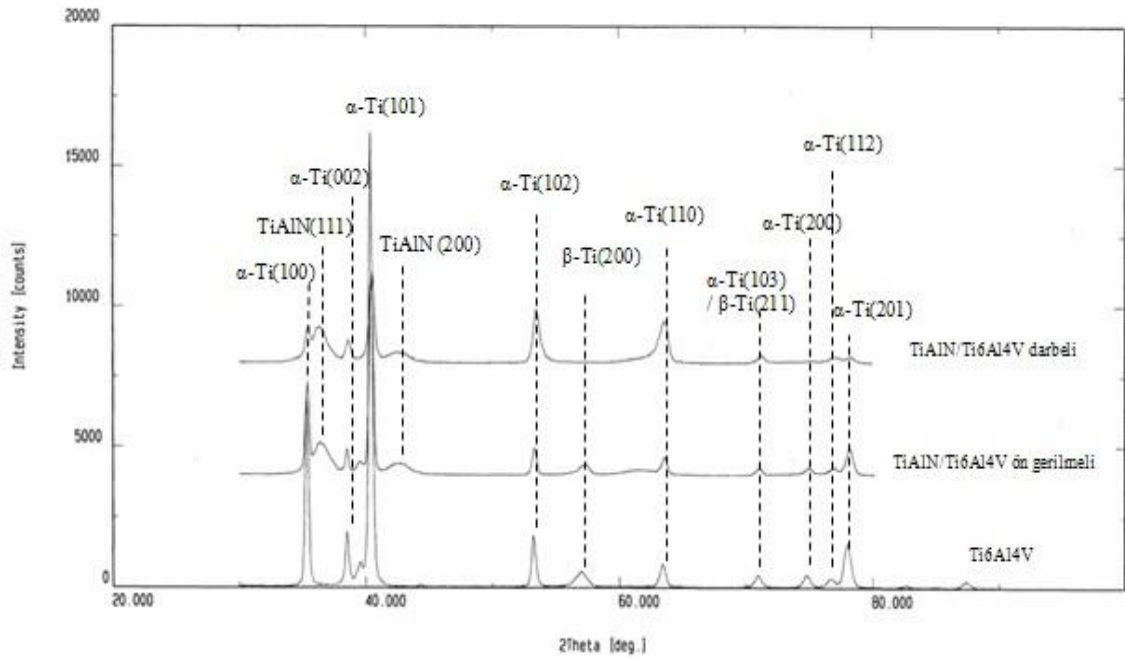
4.2. CFUBMS ile TiAlN İnce Film Kaplama

4.2.1. XRD analizi

316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine ön gerilimli ve darbeli olarak kaplanmış TiAlN ince filmlerine ait XRD grafiği Şekil 4.60 ve 4.61'de verilmiştir. Film kalınlığı 2-2.5 μm arasında olduğu için grafiklerde taban malzemelerden gelen yansımalar da görülmektedir. TiAlN ince filmine ait en belirgin yansımalar (111) ve (200) düzlemlerinde büyüyen filmlerdir. Verilen grafiklerde dikkati çeken en önemli nokta 316L için (200), Ti6Al4V alaşımı için ise (111) düzlemlerinde büyümenin tercihli olmasıdır. İnce filmin genellikle bu şekilde tercihli yönlenmesini etkileyen temel faktörün sisteme verilen azot oranındaki değişim olduğu ifade edilmiştir (Kim *et al.* 2005). Ancak, kaplama sistemimizde her iki taban malzeme kaplama odasına aynı anda koyulup sadece ön gerilimli ve darbeli olarak parametre değişikliği yapılmıştır. Dolayısı ile sisteme verilen azot miktarında herhangi bir değişiklik yapılmamıştır. Buradan hareketle taban malzemelerin kafes yapılarındaki farklılık filmin büyümesini etkilemiştir. Çünkü (111) düzlemi YMK-TiAlN film yapısı içerisinde düşük yüzey enerjisine sahiptir. Böylece hareketli atomlar yoğun iyon bombardımanına maruz taban malzemeye paralel, düşük enerjili kristal yüzeylerde istiflenir. Eğer plazma ortamında azot miktarı artarsa, saçılan atomların hareketliliği azalır. Bu da yüksek enerjili kafes düzlemlerinde (örneğin (200)) tercihli büyümeye sebep olur. 316L paslanmaz çeliği YMK, Ti6Al4V alaşımı ise α fazı ağırlıklı olup, hegzagonal kafes yapısına sahiptir. Burada (200) düzlemi, yüksek çıkıntı (ledge) yoğunluğuna ve düşük enerjili bölgelere daha kısa difüzyon mesafesine sahip olduğu için taban malzeme ve film kafes yapılarının aynı olması durumunda tercihli olarak büyüyecektir. Bu nedenle Ti6Al4V alaşımı üzerinde büyüyen ince film geniş ve düşük yoğunluklu piklere sahipken, 316L çeliği için bu pikler daha yoğun ve dar karaktere sahiptir. Ayrıca 316L çeliği üzerine kaplama yapıldığı zaman taban malzemedan gelen pikler bir miktar sağa doğru kaymıştır. Bu durum kaplama esnasında artık gerilmelerin oluştuğunun bir göstergesidir.



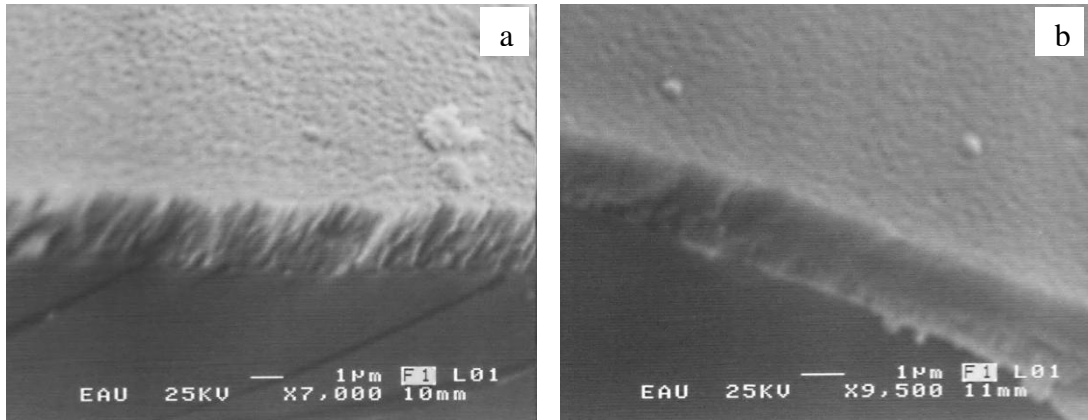
Şekil 4.60. 316L çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin XRD grafiği



Şekil 4.61. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin XRD grafiği

4.2.2. Mikroyapı incelemeleri

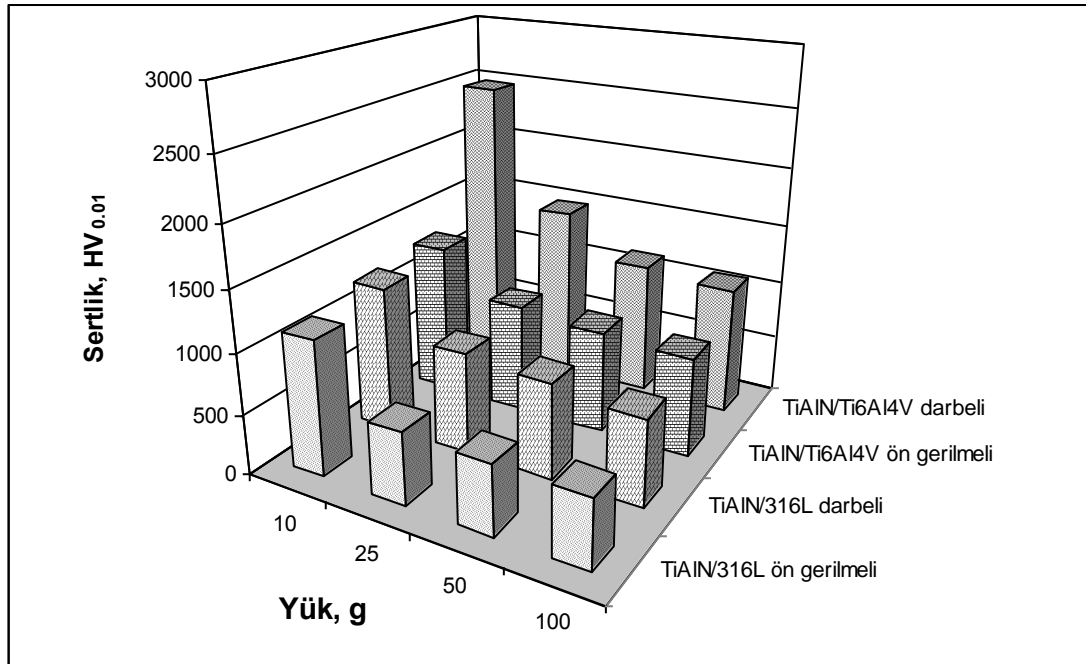
Şekil 4.62'de cam üzerine kaplanmış TiAlN ince filmin kesit SEM resimleri verilmiştir. Hem ön gerilimli hem de darbeli olarak kaplanmış ince filmlerin yaklaşık olarak kalınlığı 2-2.5 μm olup altın sarısı rengindedir. Ön gerilimli olarak kaplanmış ince film kolonsal yapıya sahipken, darbeli olarak kaplanmış ince film çok yoğun ve kolonsal olmayan bir yapı göstermiştir. Ön gerilimli kaplama için kolon genişliği yaklaşık 0.2-0.3 μm 'dur. Darbeli-dc ile elde edilen yoğun ve sıkı yapı, ark ya da mikroark oluşumu önlenerek daha kararlı kaplama şartlarının sağlanması neticesinde elde edilmiştir. Elde edilen içyapılar Thornton modeline göre değerlendirilirse, ön gerilimli-dc ince film Zone 1, darbeli-dc ise Zone T yapısına uygundur. Bu yapısal farklılık iyon-atom oranındaki değişime bağlıdır. Çünkü kaplama sistemimizde darbe-dc taban malzemeye verilmekte, bunun sonucu da daha yoğun kaplamalar elde edilebilmektedir. Ön gerilimle elde edilmiş TiAlN ince filmlerin kolonsal ve TiN filme benzer bir yapı göstererek büyüdüğü literatürde bütün araştırmacılar tarafından belirtilmiştir (Kim *et al.* 2005; Burmeister *et al.* 2005). Kesit resimlerinde yüzey topografyası incelendiğinde pürüzsüz olduğu görülmektedir.



Şekil 4.62. Cam üzerine a) ön gerilimli b) darbeli olarak kaplanmış TiAlN ince filminin kesit resimleri

4.2.3. Mikrosertlik incelemeleri

Şekil 4.63'te taban malzeme türü ve kaplama parametrelerine göre ince film sertliği ile yük arasındaki ilişki verilmiştir. Bütün numunelerde kaplama sertliği, yük artışı ile azalmaktadır. Bunun nedeni batıcı ucun daha yumuşak olan taban malzemeye doğru yaklaşmasıdır. En yüksek kaplama sertliği Ti6Al4V alaşımı üzerine yapılan TiAlN ince filmlerde elde edilmiştir. Taban malzeme sertliği ne kadar yüksek ise kaplamaya olan destek artacağı için filmin sertliği de artmıştır. Kaplanmış ince filmin kalınlığı 2-2.5 μm olduğu için 10 gr yükte bile filmin tam olarak sertliğinin ölçülmüş olma ihtimali zayıftır. Çünkü filmin sertliğinin doğru olarak ölçülebilmesi için batıcı ucun batma derinliğinin kaplama kalınlığını en az yedide biri olması gerekir. Yapılan çalışmalarda TiAlN ince filmlerin sertliğinin taban malzemesi türü ve kaplama parametrelerine göre 3000 HV'e kadar ulaşabildiği bildirilmiştir. (Quesada *et al.* 2006). Şekil 4.63'te görüldüğü gibi en yüksek yüzey sertliği Ti6Al4V alaşımı üzerine darbeli olarak kaplanmış TiAlN ince film için yaklaşık 2400 HV_{0.01} olarak ölçülmüştür.

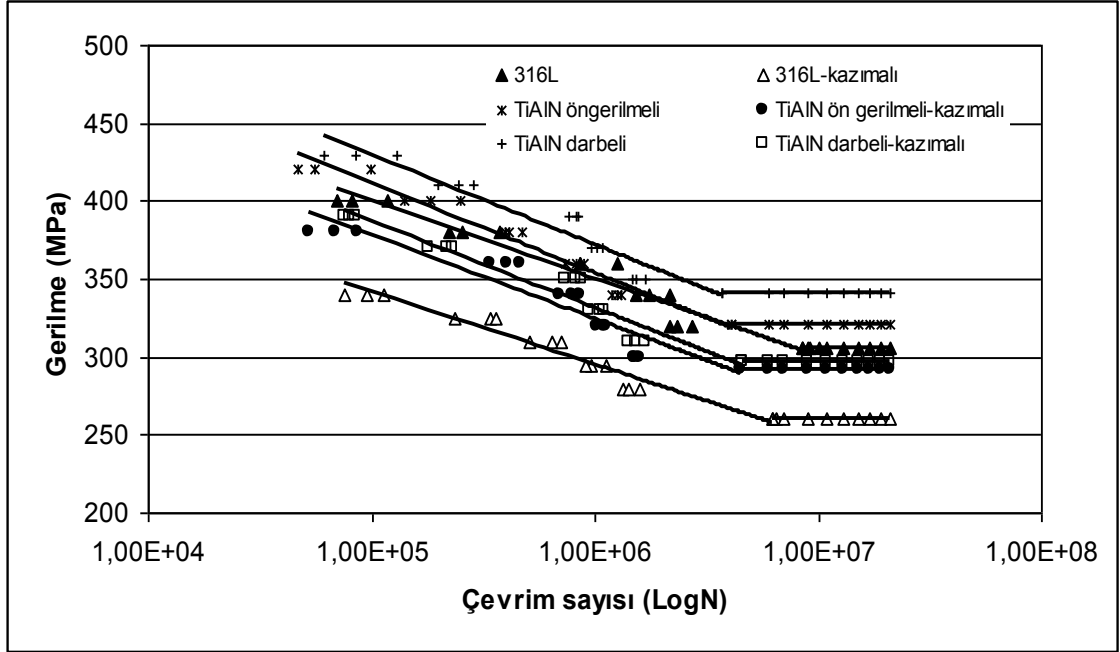


Şekil 4.63. Taban malzeme ve kaplama şartlarına göre TiAlN ince film sertliği

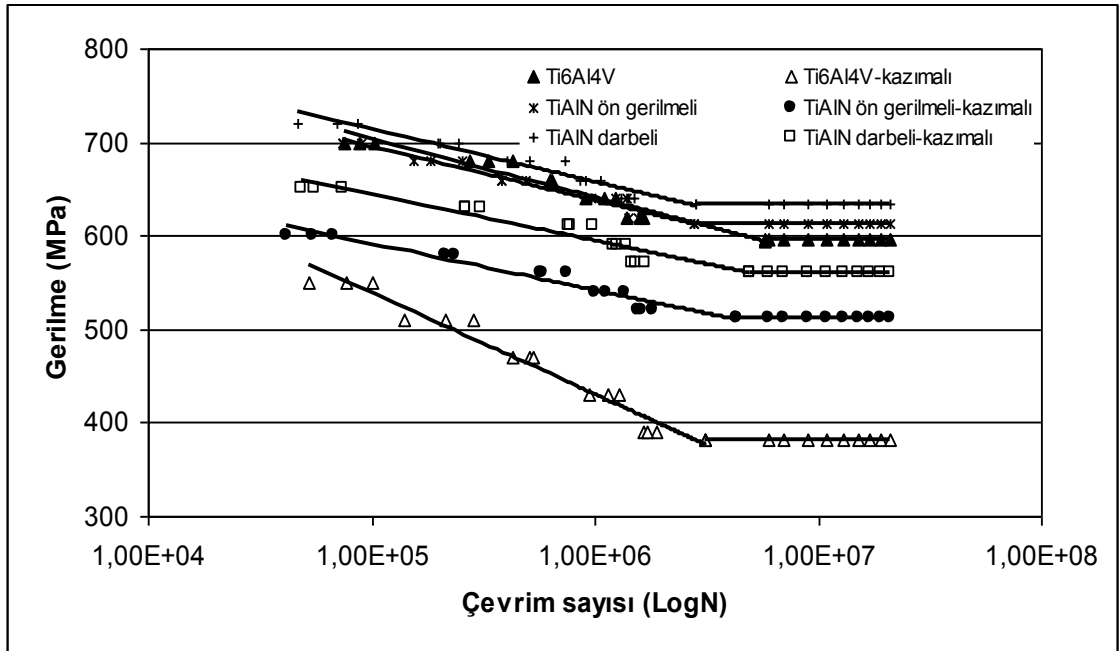
4.2.4. Yorulma testleri

4.2.4.a. Düzlem ve kazımalı yorulma test sonuçları

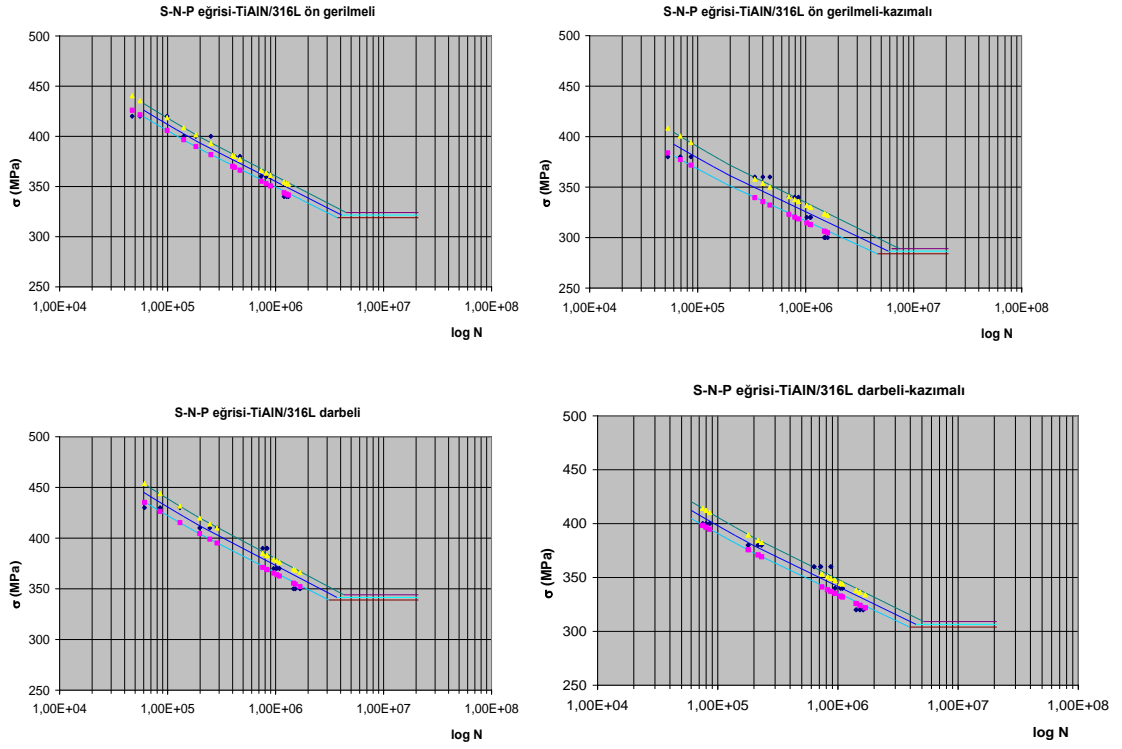
Şekil 4.64 ve 4.65'te TiAlN ince film ile kaplanmış 316L paslanmaz çelik ve Ti6Al4V alaşımının düzlem ve kazımalı yorulma S-N eğrileri, Şekil 4.66 ve 4.67'de ise S-N-P eğrileri verilmiştir. Kaplanmış numunelerin yorulma ömürleri filmin sertliği ve artık gerilmelere bağlıdır (Lecis 2006). Ayrıca film ile taban malzeme arasındaki adezyon da yorulma ömrünü etkileyen diğer önemli bir faktördür. Seramik türü ince kaplamalar çok sert olduklarından yorulma testi esnasında tıpkı nitrürlenmiş Ti alaşımında olduğu gibi gevrek olarak kırılabilir. Eğer adezyon iyi değilse kaplama ile taban malzeme arasında başlayan çatlak malzeme içerisine doğru ilerler. İyon bombardımanı esasına dayanmayan bütün kaplama işlemlerinde yüzeyde çeki yönünde artık gerilmeler oluştuğu için yorulma ömrü azalır. Magnetron sıçratma yöntemi ise malzeme üzerinde bası yönünde artık gerilmeler oluşturur. Bu nedenle TiAlN kaplama işlemi sonrası düzlem yorulma ömrü artmıştır. Kaplama işlemi sonrası işlemsiz numunelere göre yorulma ömrü her iki taban malzeme için de yaklaşık olarak, ön gerimli kaplamalarda %5, darbeli kaplamalarda ise %10 oranında artmıştır. Darbeli olarak gerçekleştirilen kaplamalarda daha yoğun ve kolonsuz ince filmler üretilebilmesinden dolayı yorulma çatlak başlangıcı gecikmekte ve sonuçta yorulma ömrü artmaktadır. 316L üzerine darbeli-dc olarak kaplanmış numunelerin kazımalı yorulma sonrası yorulma ömrü işlemsiz numunenin düzlem yorulma sonucu ile aynıdır. Düzlem ve kazımalı yorulma sonuçları değerlendirildiğinde S-N eğrisinin lineer kısmında, yüksek gerilmelerde kazımalı yorulmanın etkisi düşükken düşük gerilmelerde bu etkinin daha fazla olduğu görülmektedir.



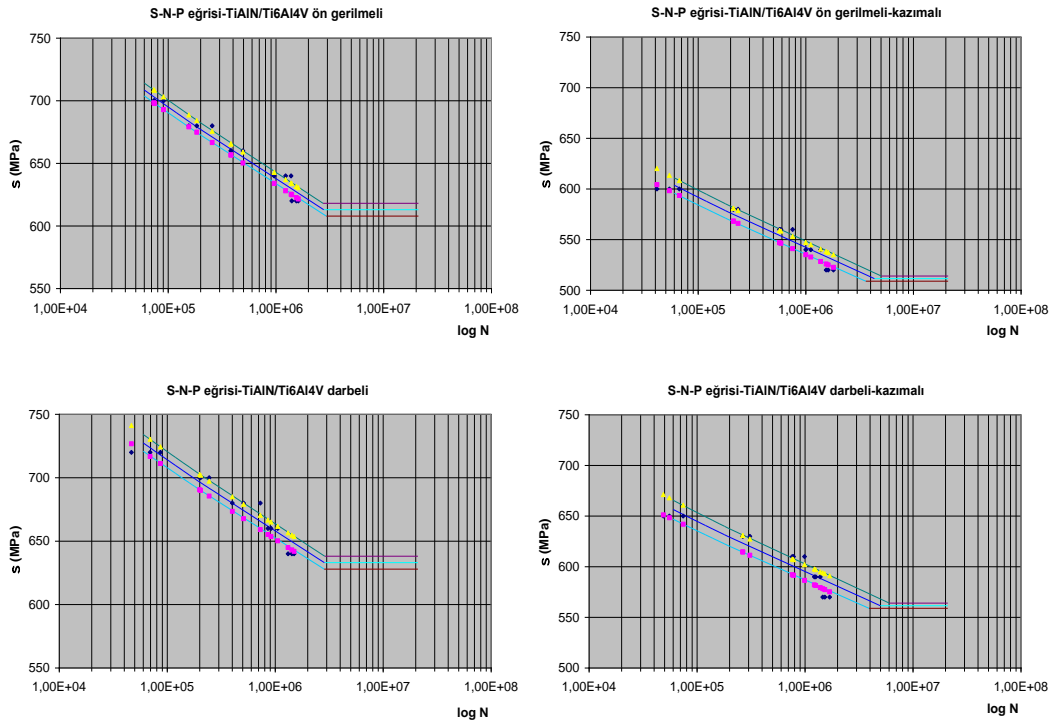
Şekil 4.64. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliğinin yorulma testleri sonucu elde edilen S-N eğrileri



Şekil 4.65. TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının yorulma testleri sonucu elde edilen S-N eğrileri

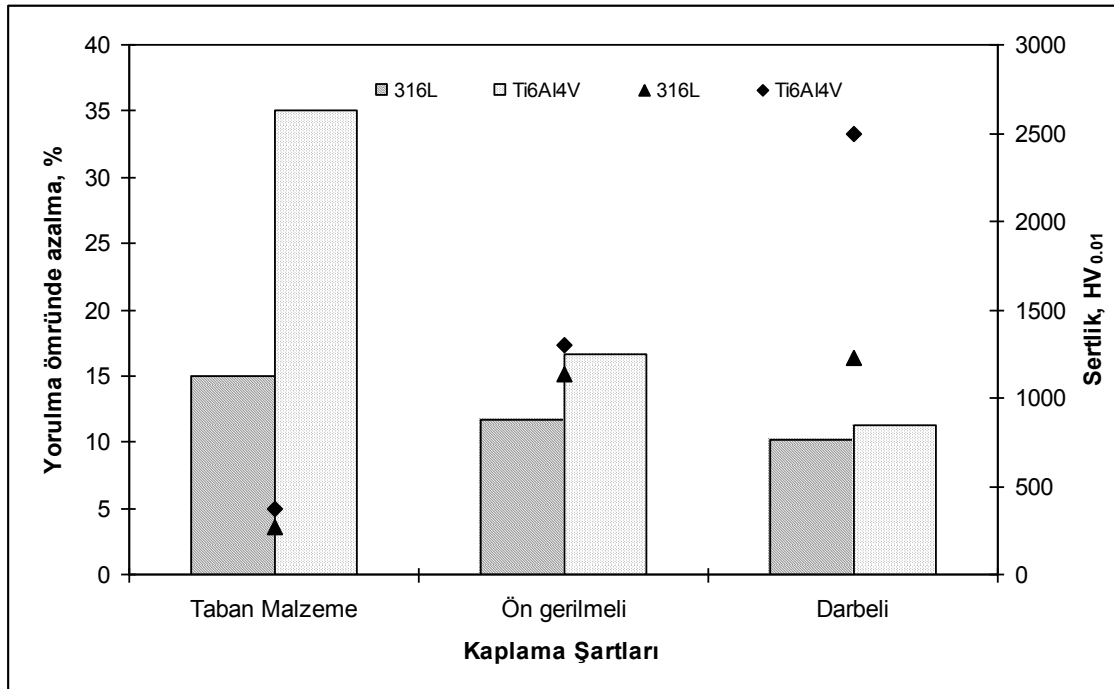


Şekil 4.66. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliğinin yorulma testleri sonucu elde edilen S-N-P eğrileri



Şekil 4.67. TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının yorulma testleri sonucu elde edilen S-N-P eğrileri

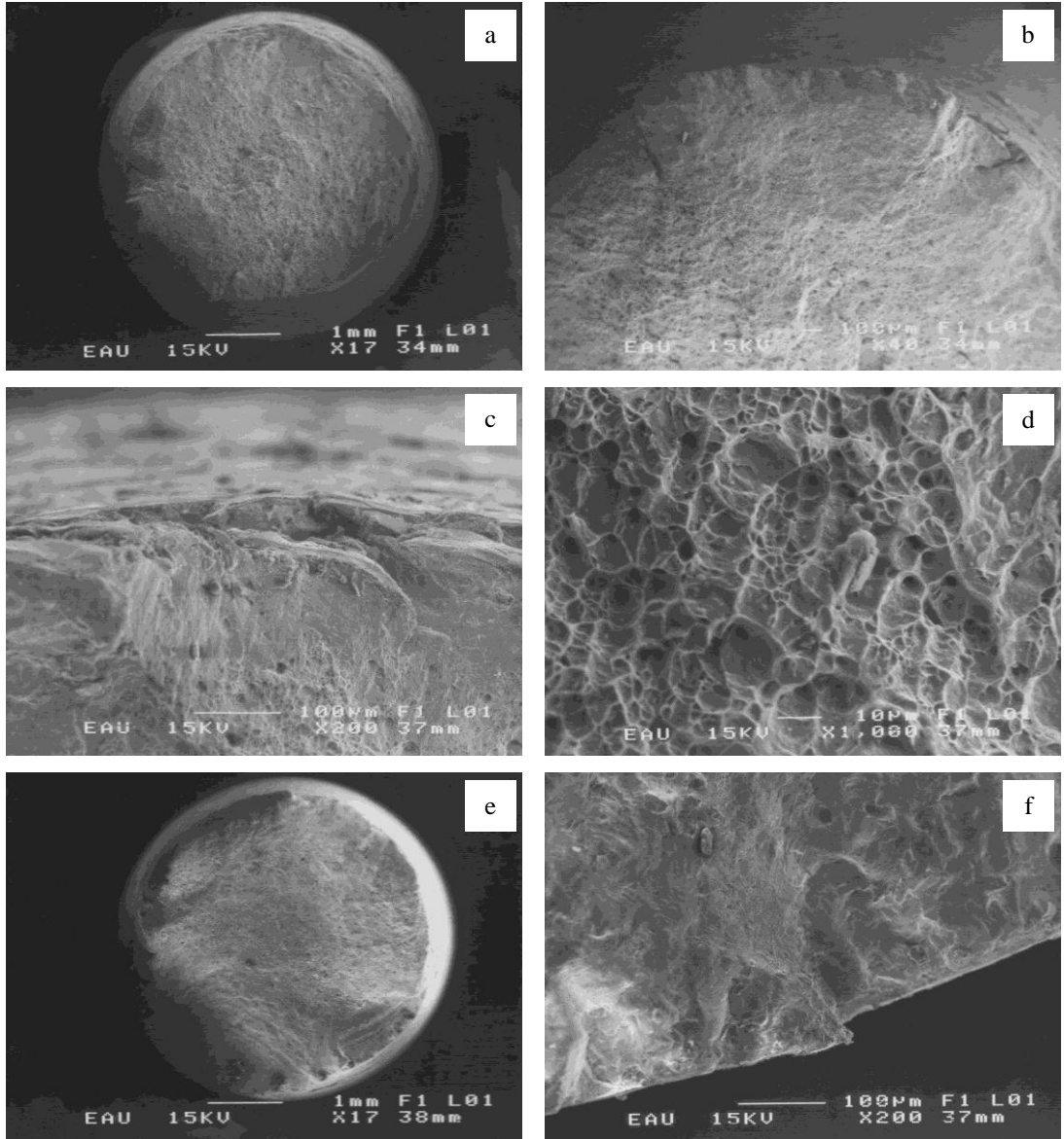
Kazımalı yorulma sonrası yorulma ömründe azalma miktarı ve kaplama sertliği arasındaki ilişki Şekil 4.68’de verilmiştir. Kaplama sertliği arttıkça yorulma ömründeki azalma miktarının etkin temas alanı azaldığı için açık bir şekilde düştüğü görülmektedir. Darbeli olarak kaplanmış numunelerde düzlem yorulma limiti 633 MPa iken kazımalı yorulma sonucu 561.5 MPa’ya düşerek %11’lik bir azalma meydana getirmiştir. Elde edilen bu değer işlemsiz Ti6Al4V alaşımının düzlem yorulma ömründen %3 daha düşüktür. Ayrıca kaplama sonrası sürtünme katsayısında azalma da, işlemsiz numuneye göre yorulma ömründe azalma miktarını düşürmüştür. Aynı durum 316L çeliği için incelendiğinde yorulma ömründeki azalma miktarı en düşük %10 civarındadır. Kaplama sonrası elde edilen yorulma ömründeki azalma miktarı Ti6Al4V alaşımına göre daha düşüktür.

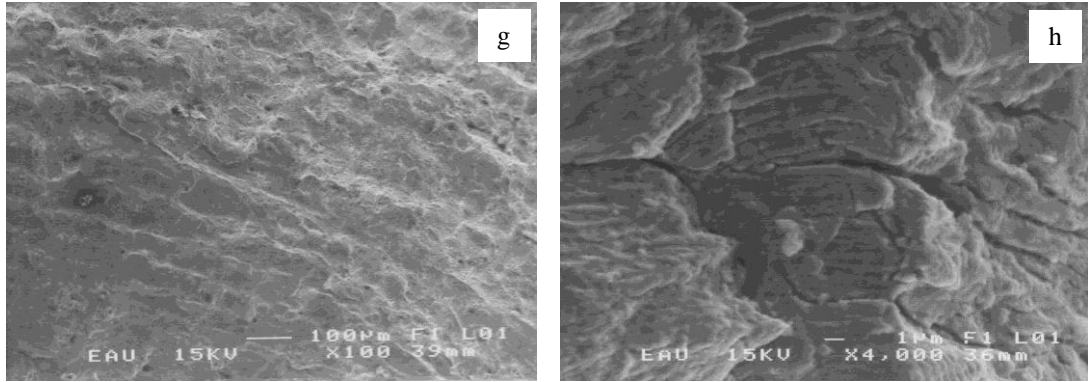


Şekil 4.68. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı için yorulma ömründeki azalma miktarı ve sertlik arasındaki ilişki

Şekil 4.69’da ön gerilmeli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış 316L paslanmaz çeliğinin düzlem yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Yüksek gerilme seviyelerinde ve düşük çevrim sayılarında hasara uğramış numunelerin kırılma kesitleri incelendiğinde, yorulma çatlakları yüzeyde birkaç noktada

başlamış ve numunenin orta kısmı son kırılma bölgesi olmuştur (Şekil 4.69.a). Yüzeyde bulunan kaplama etkisiyle yorulma çatlakları bir süre gevrek olarak ilerlemiş ve daha sonra büyük plastik deformasyonlar oluşturarak devam etmiştir (Şekil 4.69.b ve c). Çatlak ilerleme ve son kırılma bölgesinde birçok oyuk oluşmuştur ve bu oyuklarda plastik deformasyonun izleri açıkça görülmektedir (Şekil 4.69.d). Darbeli kaplanmış TiAlN ince filmlerin kırılma kesitleri ön gerilimli olarak kaplanmışlara benzemektedir olup, burada da çatlak yüzeyde ve birkaç noktada başlamıştır (Şekil 4.69.e ve f). Çatlak ilerleme bölgesinde konkoidal hatlar ve yorulma çizgileri açıkça görülmektedir (Şekil 4.69.g ve h).



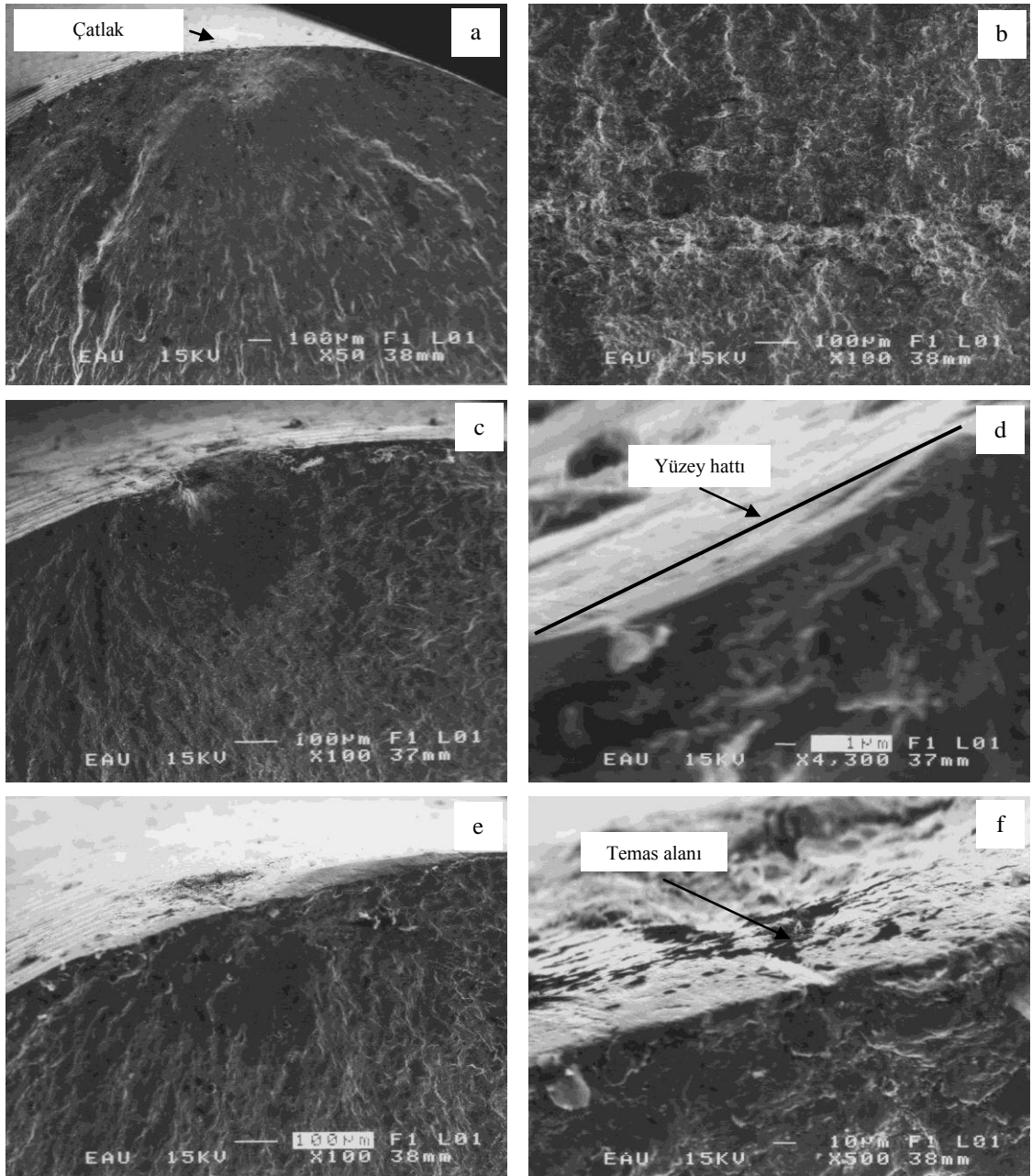


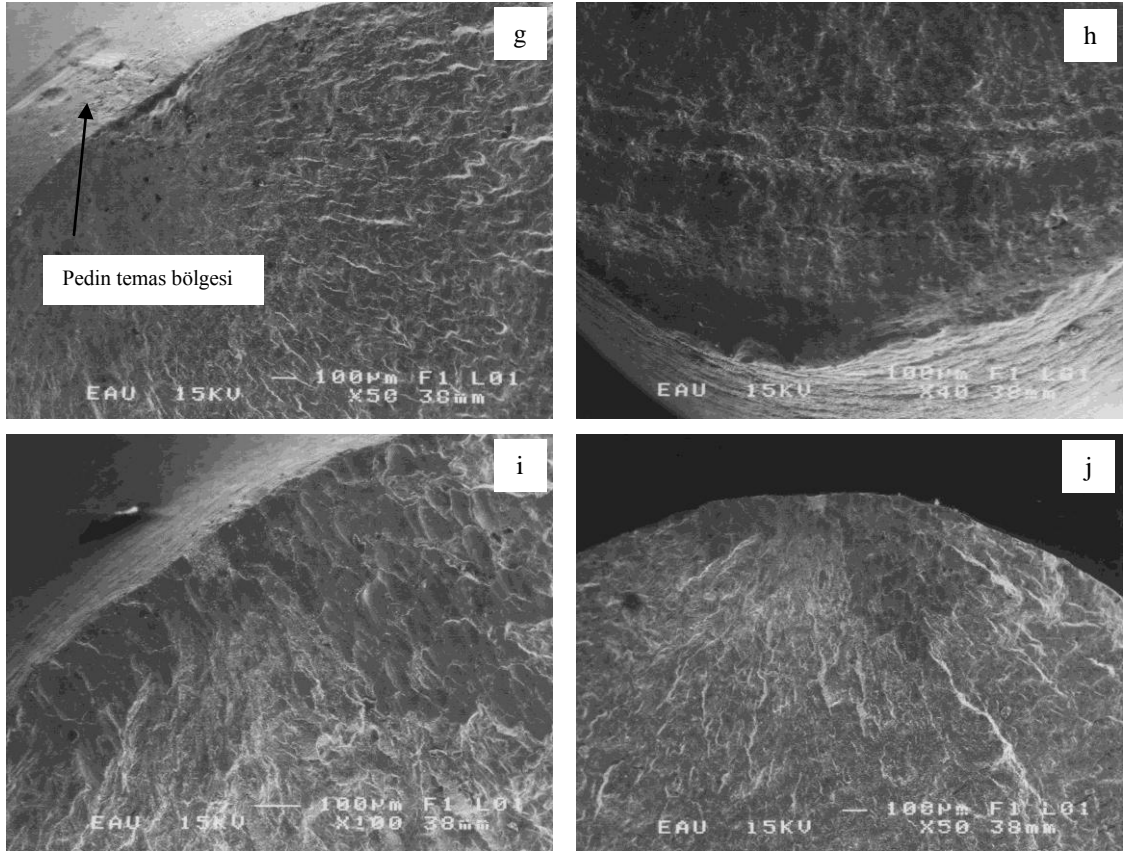
Şekil 4.69. Ön gerilimli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliğinin düzlem yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a-d) ön gerilimli (400 MPa, 182.946 çevrim), e-h) darbeli (420MPa, 98.910 çevrim)

Şekil 4.70'te ön gerilimli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Bütün yorulma testlerinde yorulma çatlakları pedin numuneye temas ettiği bölgeden başlamıştır (Şekil 4.70.a, c, e, f ve g). Pedin uyguladığı basınç nedeniyle yüzeyde bir miktar plastik deformasyon oluşmuş ve bu bölgeden çatlak başlamıştır (Şekil 4.70.d). Çatlak ilerleme bölgesinde yorulma çatlakları gevrek olarak ilerlemiş ve pürüzsüz bir yüzey oluşturmuştur. Şekil 4.70.g çatlak ilerleme bölgesi olup, çentik dibinden başlayan çatlakların ilerleme şekli olan gözyaşı şeklinde oyuklar oluşmuştur. Şekil 4.70.h ise son kırılma bölgesinin SEM resmidir. Artık bu bölgede çatlak belirli bir boyaya geldiği için kesit, uygulanan yükü karşılayamamakta ve ani kırılma göstermektedir. İlerleyen radyal izler numune kesitinin orta kısmında olduğu gibi birbirini takip eden konkoidal kumsal izlerine (beach marks) benzeyen izlere dönüşmüştür.

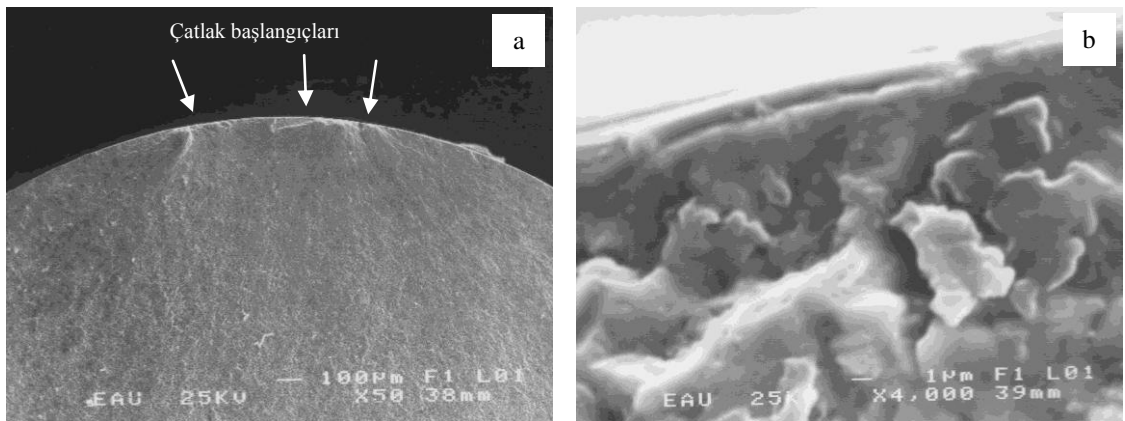
Şekil 4.71'de ön gerilimli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının düzlem yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 4.71.a ve b'de ön gerilimli olarak kaplanmış numunede yorulma çatlaklarının birkaç noktadan başladığı görülmektedir. Ön gerilimli olarak kaplanmış numunelerde kaplamanın kolonsal olarak büyümesi ve bu kolonların homojen olmaması, bu bölgelerde gerilme yığılmalarına sebep olmuş ve bunun sonucu yorulma çatlakları bu bölgelerden başlayarak ilerlemiştir. Şekil 4.71.c-e'de darbeli olarak kaplanmış TiAlN ince filmine ait yorulma kesitleri görülmektedir. Darbeli kaplama sonucu yoğun, sıkı bir

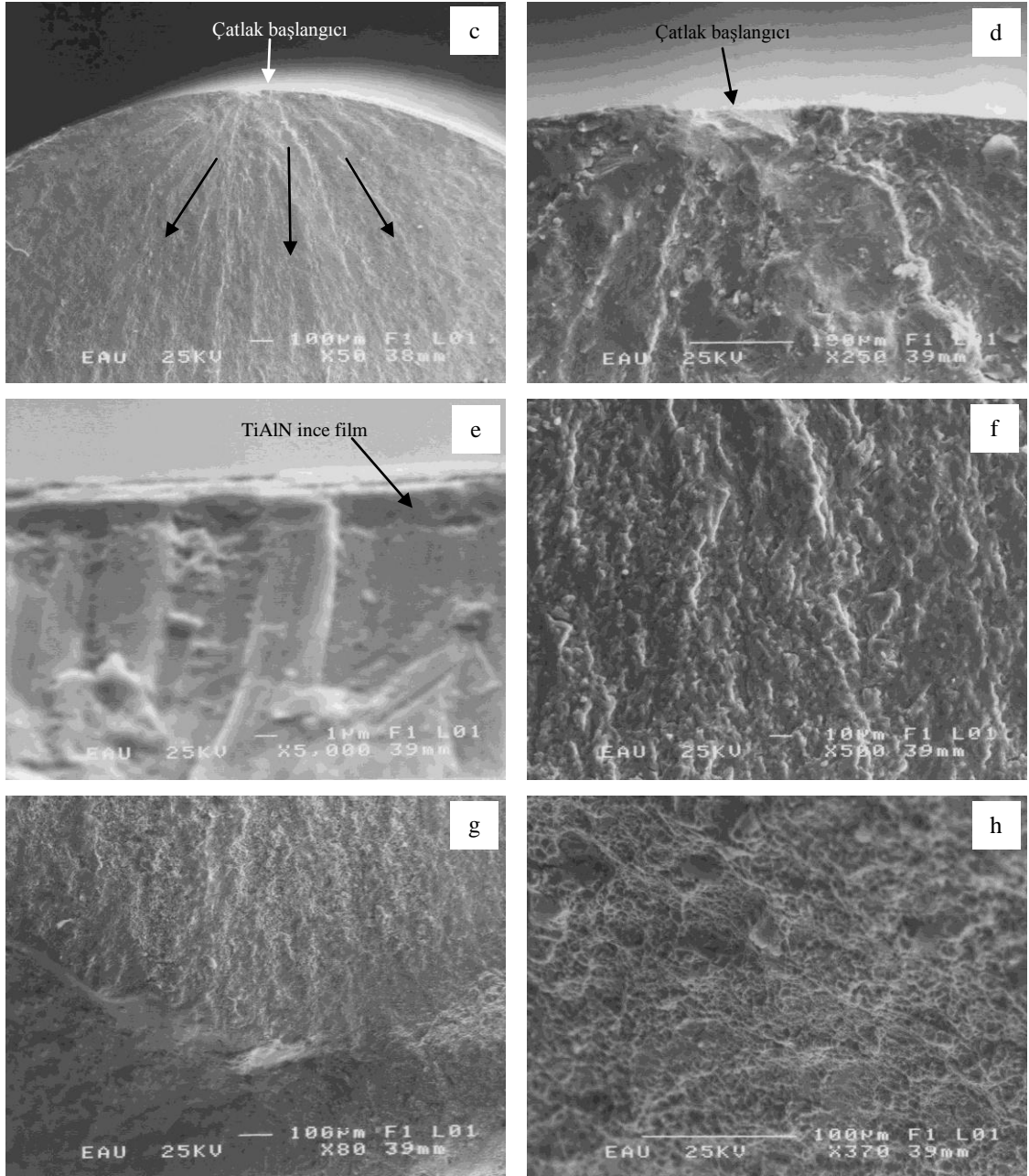
kaplamanın yüzeyde oluşması, yorulma çatlaklarının tek bir noktadan başlamasına neden olmuştur. Tek bir noktadan başlayan çatlak radyal olarak iç kısımlara ilerlemiştir. Şekil 4.71.f-h'de ise çatlak ilerleme ve son kırılma bölgelerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Çatlak ilerleme bölgesi klivaj kırılma olup, son kırılma bölgesinde birçok oyuk oluştuğu görülmektedir.





Şekil 4.70. Ön gerilmli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliğinin kazımalı yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a-b) ön gerilmli (340MPa, 791.301 çevrim), c-d) ön gerilmli (340MPa, 867.573 çevrim), e-f) ön gerilmli (360MPa, 337.935 çevrim), g-h) darbeli (350MPa, 874.100 çevrim), i-j) darbeli (370MPa, 190.211 çevrim)

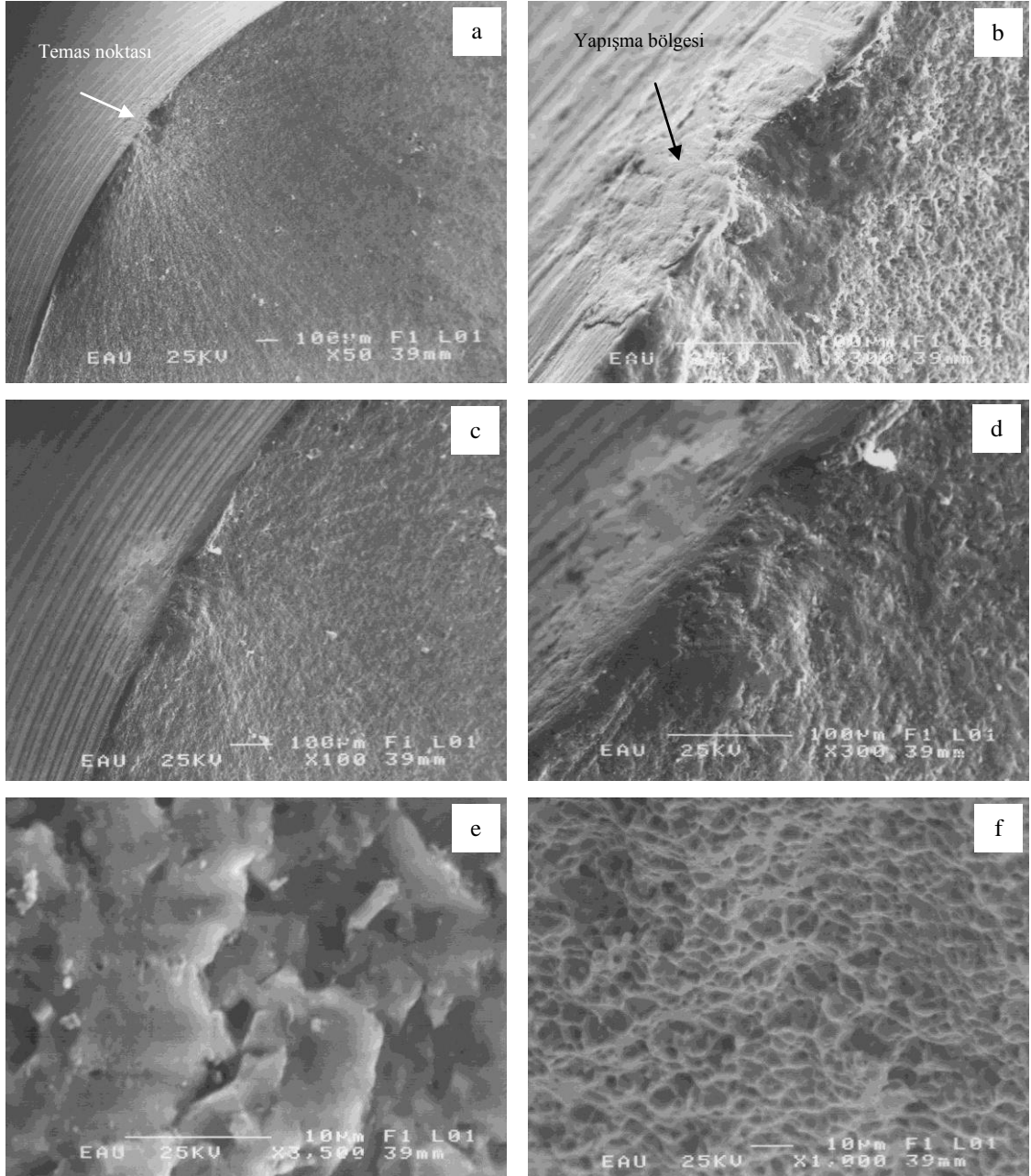




Şekil 4.71. Ön gerilimli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının düzlem yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a) ön gerilimli (660MPa, 494.332 çevrim), b) ön gerilimli (700MPa, 90.576 çevrim), c-h) darbeli (720MPa, 86.632 çevrim)

Şekil 4.72'de ön gerilimli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Her iki kaplama için de yorulma çatlakları tek bir noktada başlamış ve ilerlemiştir (Şekil 4.72.a-d). Kesit resimlerinde yapışma bölgesi belirgindir. Bu bölgede başlayan çatlak radyal çizgilerle ilerlemiştir. Şekil 4.72.e ve f'de çatlak ilerleme bölgesi ve son kırılma

bölgesi SEM resimleri verilmiştir. Çatlak ilerleme bölgesinin gevrek, son kırılma bölgesinin ise sünek kırıldığı görülmektedir. Son kırılma bölgesinde süngerimsi birçok oyuk oluşmuştur.

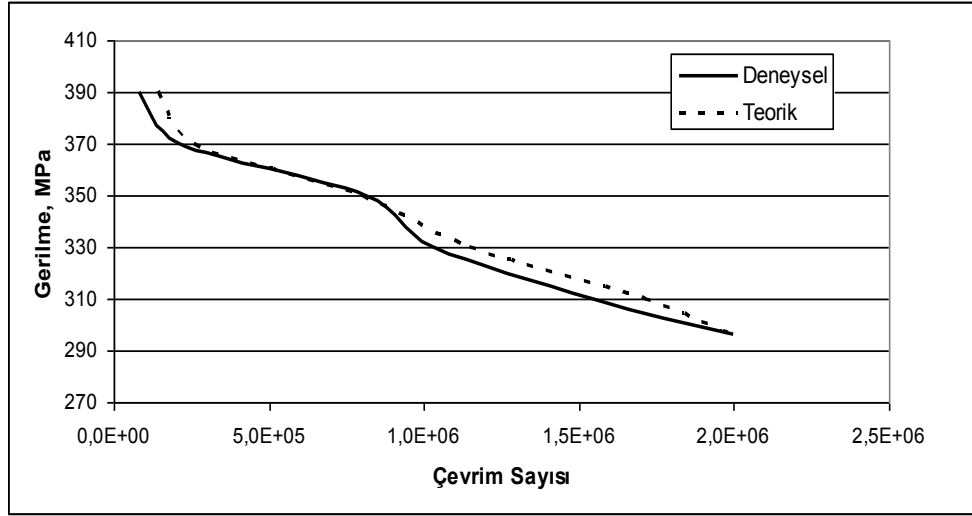


Şekil 4.72. Ön gerilmli ve darbeli olarak TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a-b) ön gerilmli (540MPa, 999.574 çevrim), c-f) darbeli (610MPa, 781.575 çevrim)

4.2.4.b. TiAlN ile kaplanmış 316L paslanmaz çeliğinin kazımalı yorulma modeli

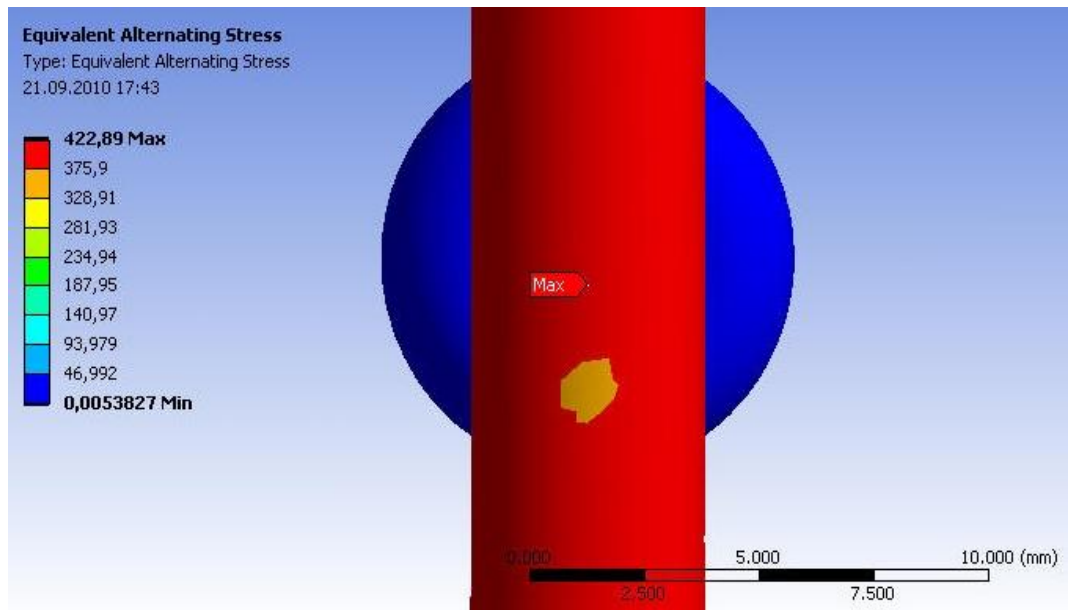
TiAlN ile kaplanmış 316L çeliğinin kazımalı yorulma modeli Guagliano and Vergani (1997) tarafından önerilen yay modeline göre hazırlanmıştır. TiAlN kaplamanın kalınlığı yaklaşık olarak 2 µm olup bu değer, modele yansıtılmıştır. Yani yorulma numunesi 2 µm daha kalın olacak şekilde çizilmiştir. TiAlN kaplanmış 316L paslanmaz çeliğine ait özellikler olan, elastisite modülü $E=194$ GPa, poisson oranı $\nu=0.3$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=560$ MPa değerleri yorulma numunesine malzeme özelliği olarak girilmiştir. Pedlere ise işlemsiz 316L paslanmaz çeliğine ait özellikler olan $E=193$ GPa, poisson oranı $\nu=0.3$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=560$ MPa değerleri girilmiştir. Kaplanmış numuneye ait elastisite modülü olan 194 GPa değeri Eşitlik 3.5'te verilen ifadeye göre hesaplanmıştır. Hesaplama yapılırken TiAlN ince filmine ait elastisite modülü 380 GPa olarak alınmıştır (Yang *et al.* 2004). Yorulma numunesi ile temas pedleri arasındaki sürtünme katsayısı ise 0.7 olarak tanımlanmıştır (Grzesik *et al.* 2006). S-N eğrisi değerleri olarak TiAlN kaplanmış numunelerin düzlem yorulma deneylerinden elde edilen değerler girilmiştir.

Şekil 4.73'te deneysel ve sonlu elamanlar analizinden elde edilen ömür değerleri verilmiştir. Elde edilen eğrilerin birbirine yakın olması, yay yaklaşımının bu tür kaplanmış bir malzemenin kazımalı yorulma analizini temsil etmesi açısından oldukça iyi sonuçlar vereceğini göstermektedir.

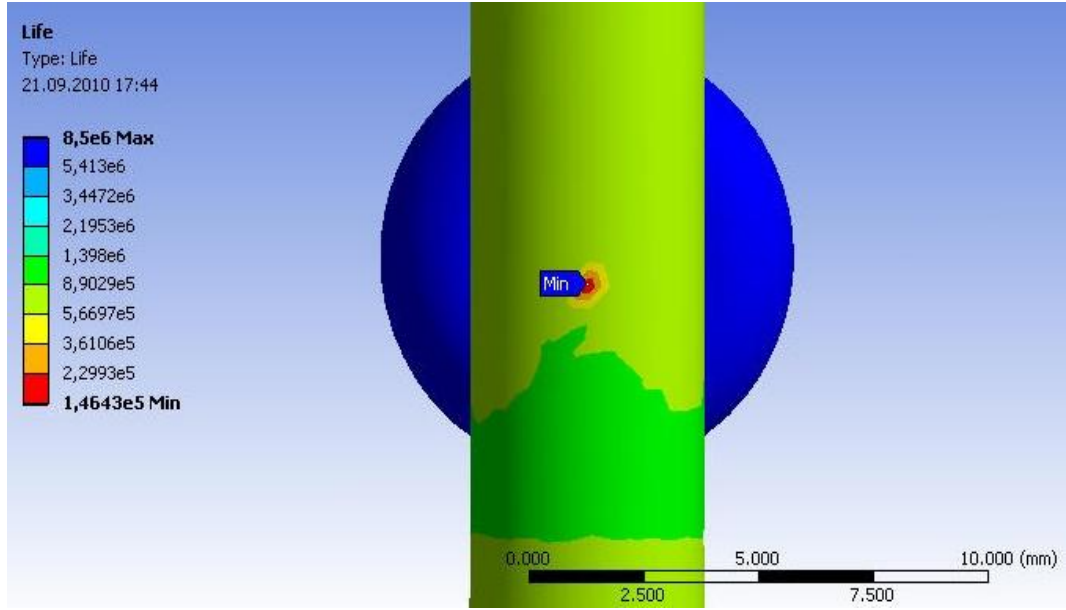


Şekil 4.73. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliği için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri

Şekil 4.74 ve 4.75'te 390 MPa değişken yüklemeye kullanılan analiz sonrası elde edilen gerilme ve ömür dağılımları görülmektedir. Maksimum gerilmenin (422 MPa) ve buna paralel olarak minimum ömür değerinin (146.000 çevrim) numune ile ped arasındaki temas bölgesinde olduğu görülmektedir.



Şekil 4.74. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliği için gerilme dağılımı



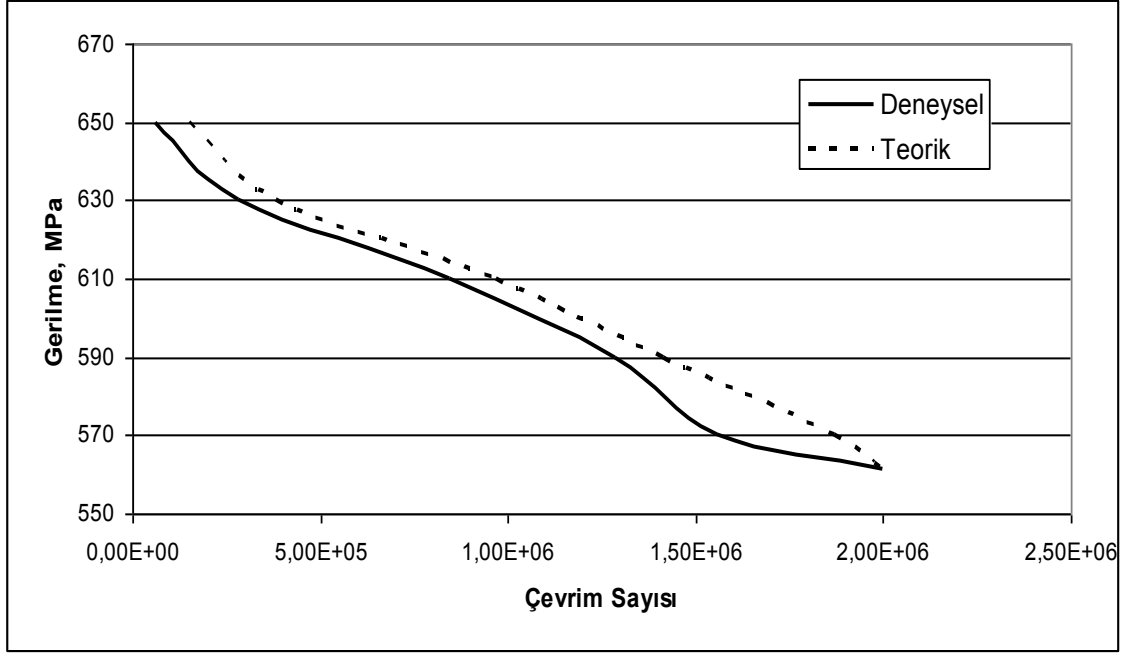
Şekil 4.75. TiAlN ince film ile kaplanmış 316L çeliği için ömür dağılımı

4.2.4.c. TiAlN ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma modeli

TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımına ait model 316L paslanmaz çeliğe benzer şekilde yapılmıştır. TiAlN kaplanmış alaşıma ait özellikler olan, elastisite modülü $E=115$ GPa, poisson oranı $\nu=0.342$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=880$ MPa değerleri yorulma numunesine malzeme özelliği olarak girilmiştir. Pedlere ise işlemsiz Ti6Al4V alaşımına ait özellikler olan $E=114$ GPa, poisson oranı $\nu=0.342$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=880$ MPa değerleri girilmiştir. TiAlN ince filmine ait elastisite modülü 380 GPa olarak alınmış (Yang *et al.* 2004) ve kaplanmış numuneye ait elastisite modülü olan 115 GPa değeri Eşitlik 3.5'te verilen ifadeye göre hesaplanmıştır. Yorulma numunesi ile temas pedleri arasındaki sürtünme katsayısı ise 0.7 olarak tanımlanmıştır (Grzesik *et al.* 2006). S-N eğrisi değerleri olarak TiAlN kaplanmış numunelerin düzlem yorulma deneylerinden elde edilen değerler girilmiştir.

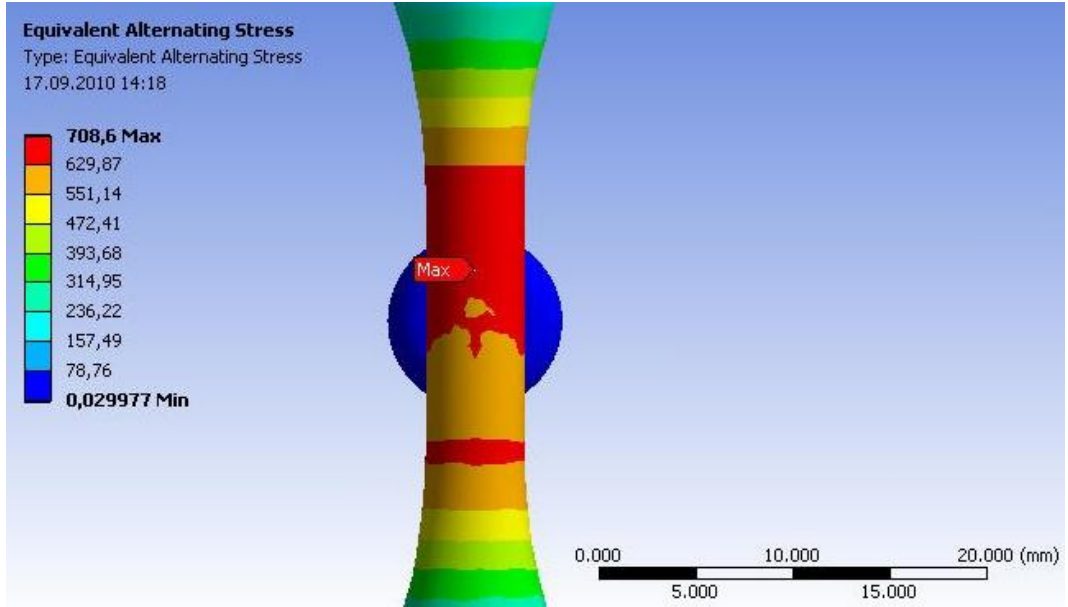
Şekil 4.76'da deneysel ve sonlu elamanlar analizinden elde edilen ömür değerleri görülmektedir. Eğriler birbiri ile yakın ve aynı paralelde olmalarına rağmen sonlu

elemanlar analizi sonrası elde edilen ömür değerlerinin bir miktar yukarıda kaldığı görülmektedir.

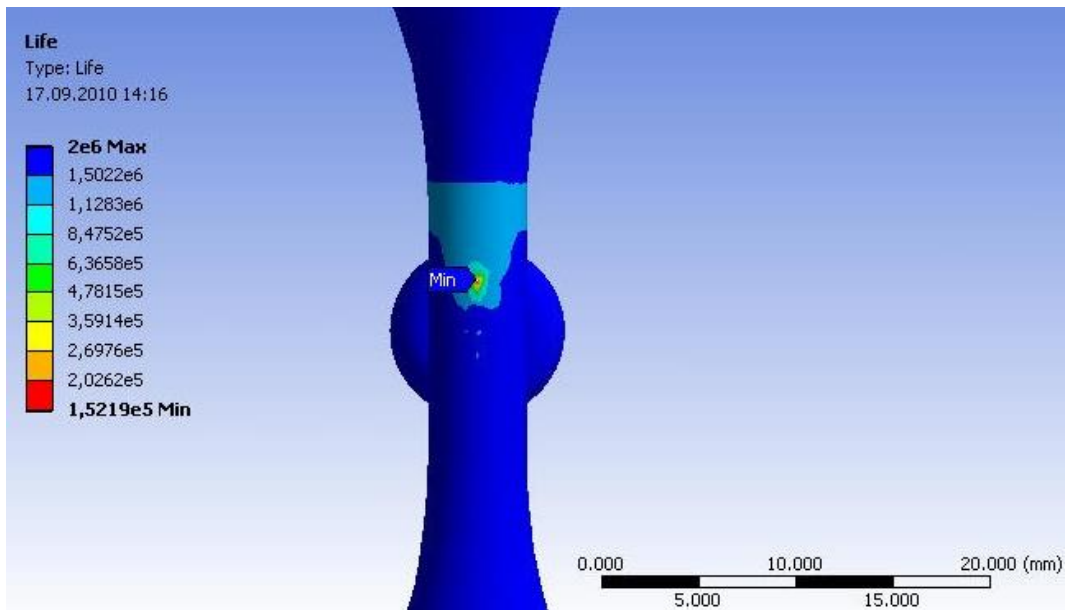


Şekil 4.76. TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri

Şekil 4.77 ve 4.78’de 650 MPa değişken yükleme kullanılan analiz sonrası elde edilen gerilme ve ömür dağılımları görülmektedir. Maksimum gerilmenin (708 MPa) ve buna paralel olarak minimum ömür değerinin (152.000 çevrim) numune ile ped arasındaki temas bölgesinde oluştuğu görülmektedir.



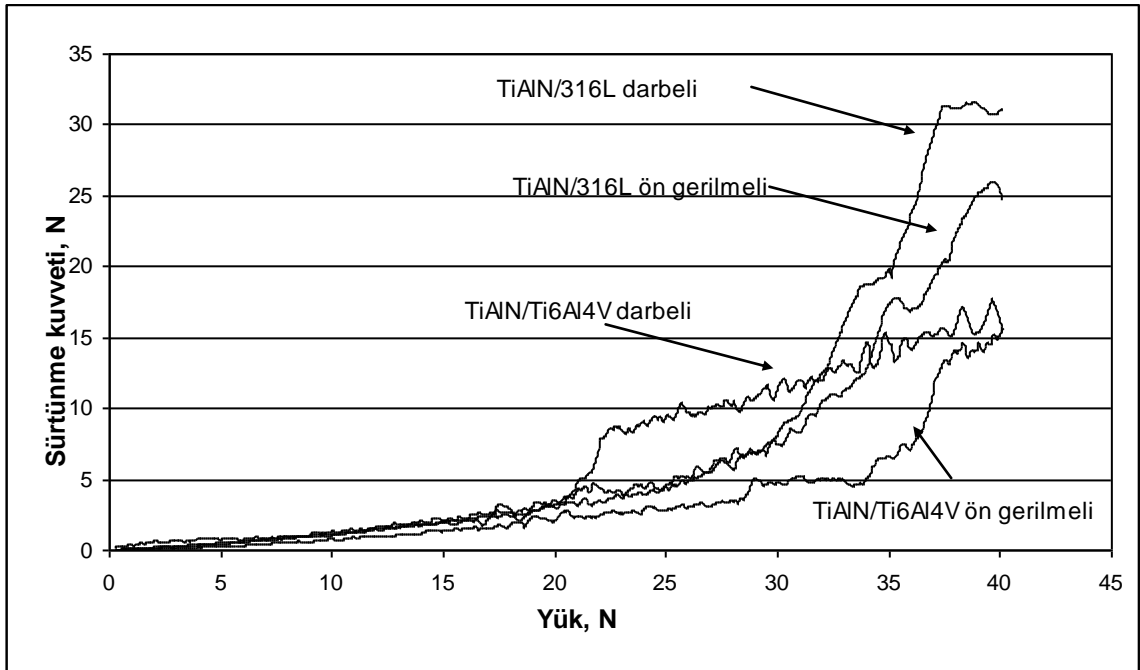
Şekil 4.77. TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için gerilme dağılımı



Şekil 4.78. TiAlN ince film ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için ömür dağılımı

4.2.5. Çizme testi

Şekil 4.79 çizme testi esnasında sürtünme kuvveti ile yük arasındaki ilişkiyi göstermektedir. Test esnasında yük kademeli olarak arttırıldığı için ince kolonsal yapı içeren TiAlN ince filminde, yük kritik değere ulaştığı zaman kolonlar birbirinden ayrılarak yüzeyden kopmalara neden olmuştur. Bu kopmalar sonucu L_c değerleri optik olarak tespit edilmiş ve Çizelge 4.6'da verilmiştir. Taban malzeme ile ince film arasındaki adezyon nispeten iyidir. Her iki taban malzeme üzerine darbeli olarak kaplanmış her iki ince filmin L_{c1} değeri, ön gerilmeli olarak kaplanmışlardan daha iyidir. Kaplama şartlarına göre adezyon miktarında artışın nedeni çeki gerilmelerinin azalarak, ara yüzeyde maksimum kayma gerilmelerinin gelişiminin gecikmesine neden olmasıdır. Özellikle Ti6Al4V taban malzemeler için hem ön gerilmeli hem de darbeli olarak kaplanmış ince filmler belirli bir çizme testi periyodundan sonra taban malzemedan ayrılmıştır.

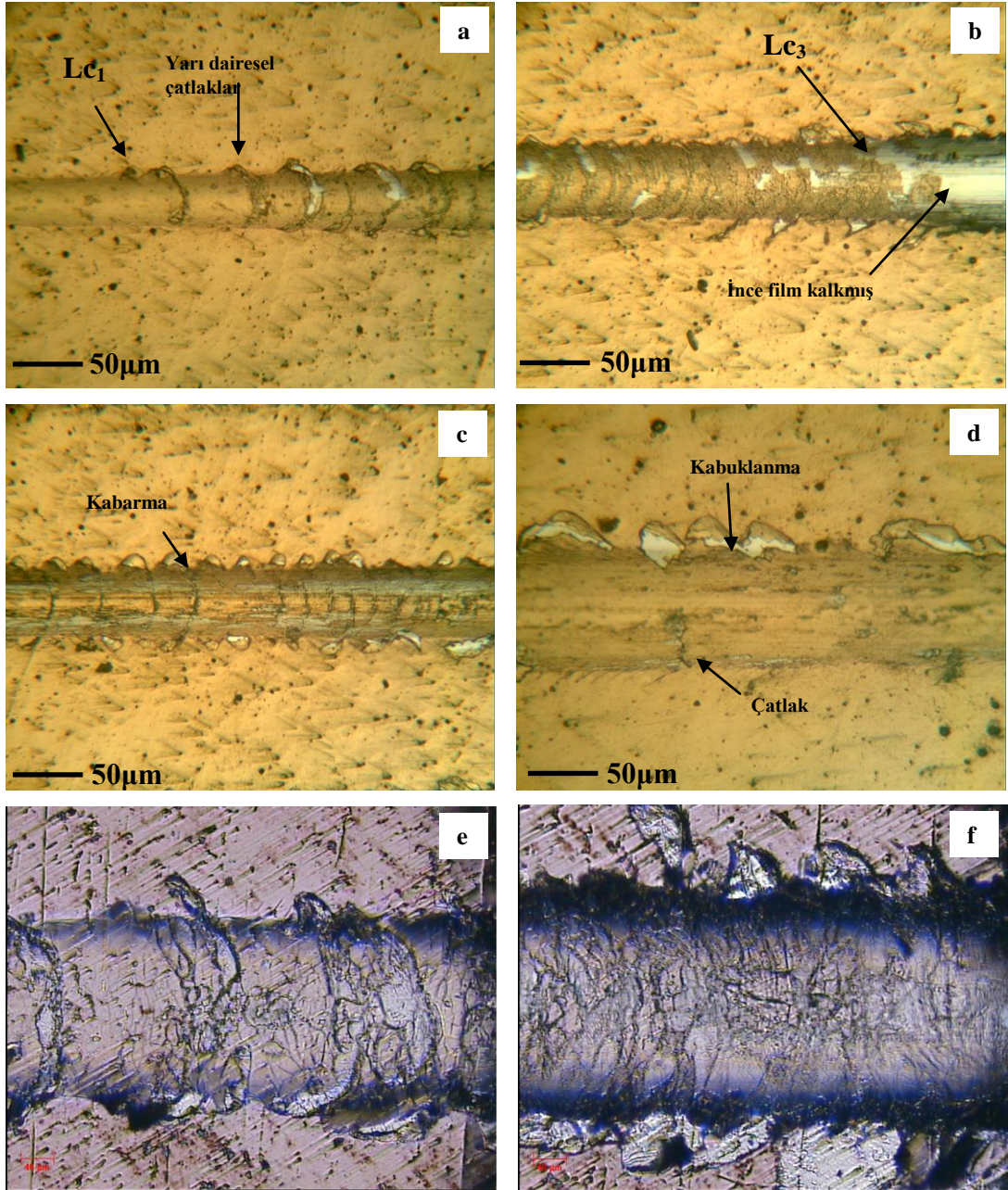


Şekil 4.79. Çizme testi esnasında uygulanan yük ile sürtünme kuvveti arasındaki ilişki

Çizelge 4.6. TiAlN ince filmi için kritik yük değerleri

İnce film/tabana malzeme	Lc ₁ (N)	Lc ₂ (N)	Lc ₃ (N)
TiAlN/316L öngerilimli-dc	8	22	36
TiAlN/316L darbeleri-dc	9	15	34
TiAlN/Ti6Al4V öngerilimli-dc	17	28	36
TiAlN/Ti6Al4V darbeleri-dc	18	24	29

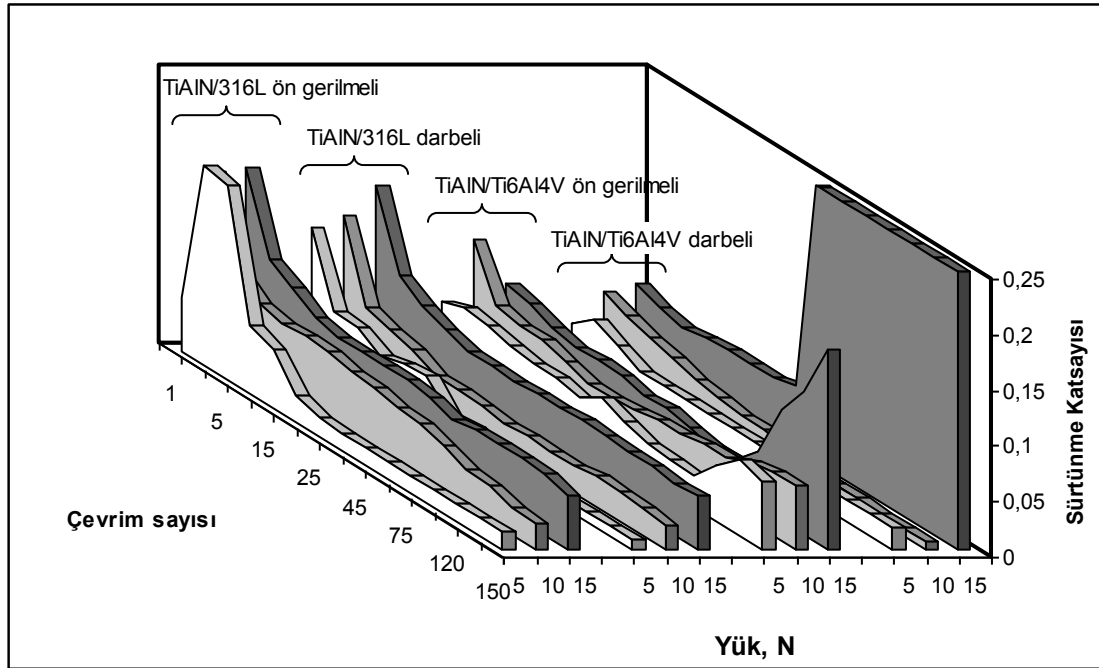
TiAlN ince filmin çizme testi sonrası oluşan hasarların optik mikroskop görüntüleri Şekil 4.80'de verilmiştir. Artan çizme yükü ile birlikte kanal içi ve kenarında yer yer kabuk şeklinde ayrılmalar meydana gelmiştir. Çizme testi sonunda plastik şekil değişiminin kaplamalarda incelmeye ve yer yer delinmeye ile taban malzemeye ulaştığı görülmüştür. Kaplamaların hasara uğraması çakıl taşı şeklinde yontma (chipping), pullanma (ploughing), kabuklanma (flaking) ve kabarma (spalling) şeklinde meydana gelmiştir. Şekil 4.80.a'da kohezif bozulma oluşmuş, izin iç kısmında hareket yönüne ters yarı dairesel çatlaklar meydana gelmiştir. Burnett and Rickerby (1987), yarı dairesel çatlakların sadece iz içerisinde meydana geldiğini ve batıcı ucun kenarına doğru paralel yörüngeler oluşturduğunu belirtmişlerdir. Bu çatlaklar batıcı uç kaplamasının alt kısımlarına doğru ilerlerken ucun arkasındaki çeki gerilmelerinin oluşması ile meydana gelir. Ayrıca yarı dairesel çatlaklar taban malzeme ile kaplama arasındaki adezyon kuvvetlerinin kaplamadaki kohezyon kuvvetlerinden büyük olduğu zaman ortaya çıkar. Şekil 4.80.b'de ince film, belirli bir yük değerinden sonra tamamen taban malzemedan ayrılmıştır. Şekil 4.80.c ve d ise çizme izinin kenarlarında kabuklanma şeklinde hasarlar oluşmuş, kabuklanma miktarı yük artışı ile beraber artmış ve bazı yerlerde çatlaklar oluşmuştur. Şekil 4.80.e ve f'de 316L çeliği üzerine darbeleri-dc olarak kaplanmış numunelere ait çizme testi sonuçları verilmiştir. Film ilk önce konformal çatlaklarla hasara uğramış ve daha sonra yer yer tamamen taban malzemedan ayrılmıştır. Ayrıca test esnasında batıcı ucun etkisi ile film taban malzemeye gömülmüştür.



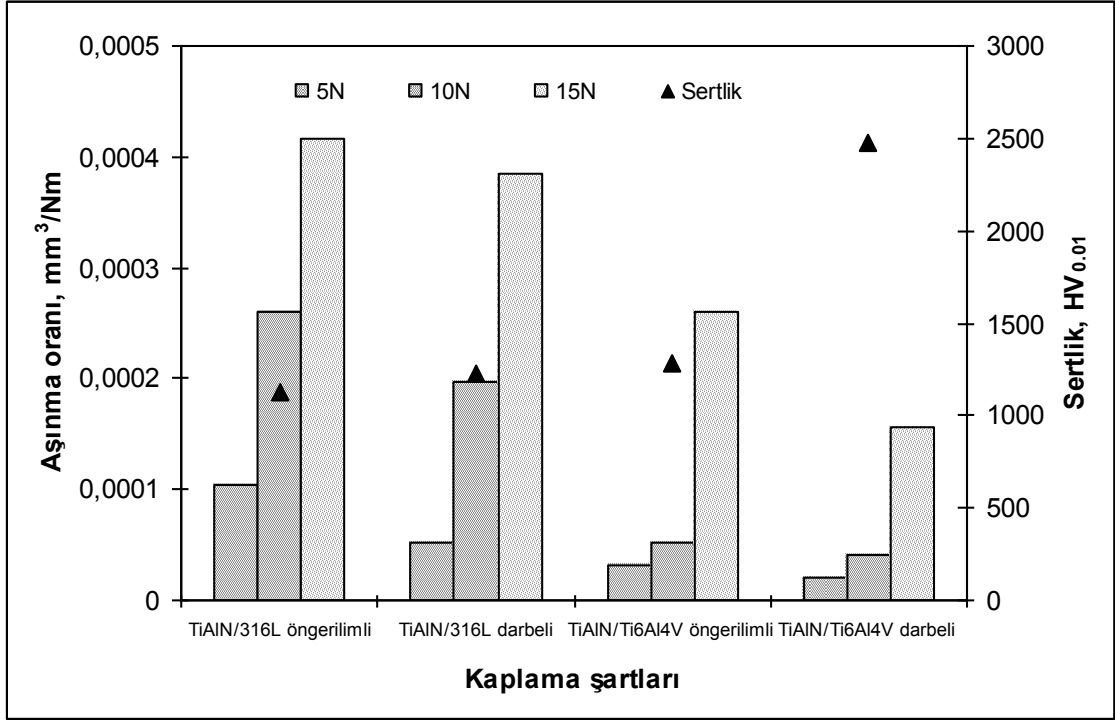
Şekil 4.80. TiAlN ince filmi için çizme testi sonrası hasar görüntüleri, a-d) Ti6Al4V üzerine ön gerilimli, e-f) 316L üzerine darbeli olarak kaplanmış (→ çizme yönü)

TiAlN ince filmin çok pasolu çizme (yorulma) testleri için 5, 10 ve 15N olmak üzere üç yük seçilmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 4.81’de verilmiştir. Kaplama yüzeyinde çok pasolu çizme testi sonrası sürtünme katsayısı değerleri 0.02-0.05 arasında ölçülmüştür. Hertzian teması nedeniyle ilk başta sürtünme katsayısı yüksek olup, daha sonra yüzey topografyasındaki değişime göre azalmıştır. İlk beş çevrimde özellikle 10 ve 15N’da

çok büyük plastik deformasyonlar oluşmuştur. Çevrim sayısı arttıkça sürtünme katsayısı kararlı hale ulaşmıştır. Muhtemelen test süresi uzatılırsa tek pasolu çizme testinde elde edilen sürtünme katsayısı değerine kadar sürtünme katsayısının artacağı tahmin edilmektedir. Çok pasolu çizme testi esnasında muhtemelen düşük kayma mukavemetine sahip TiO_2 yüzeyde oluşmuş ve bu nedenle sürtünme katsayısı da azalmıştır. Test esnasında çatlaklar muhtemelen kusurlu bölgelerde başlamış ve ilerlemiştir. Bunun sonucu olarak da, filmin taban malzemeden kalkması meydana gelmiştir. Özellikle Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filmler yetersiz adezyon nedeniyle 15N’da taban malzemeden ayrılmış ve sürtünme katsayısı artmıştır. Çoklu çizme testi sonrası hesaplanan aşınma oranı ve ince film sertliği arasındaki ilişki Şekil 4.82’de verilmiştir. Ti6Al4V alaşımı üzerine yapılan kaplamaların aşınma oranının diğer kaplanmış numunelerden düşük olduğu açıkça görülmektedir. Ayrıca aşınma oranı beklendiği gibi çizme testi yük artışı ile artmış ve sertlik artışıyla azalmıştır. Ti6Al4V alaşımı için aşınma oranının düşük elde edilmesi taban malzemeye adezyonun daha iyi olduğunu göstermektedir.

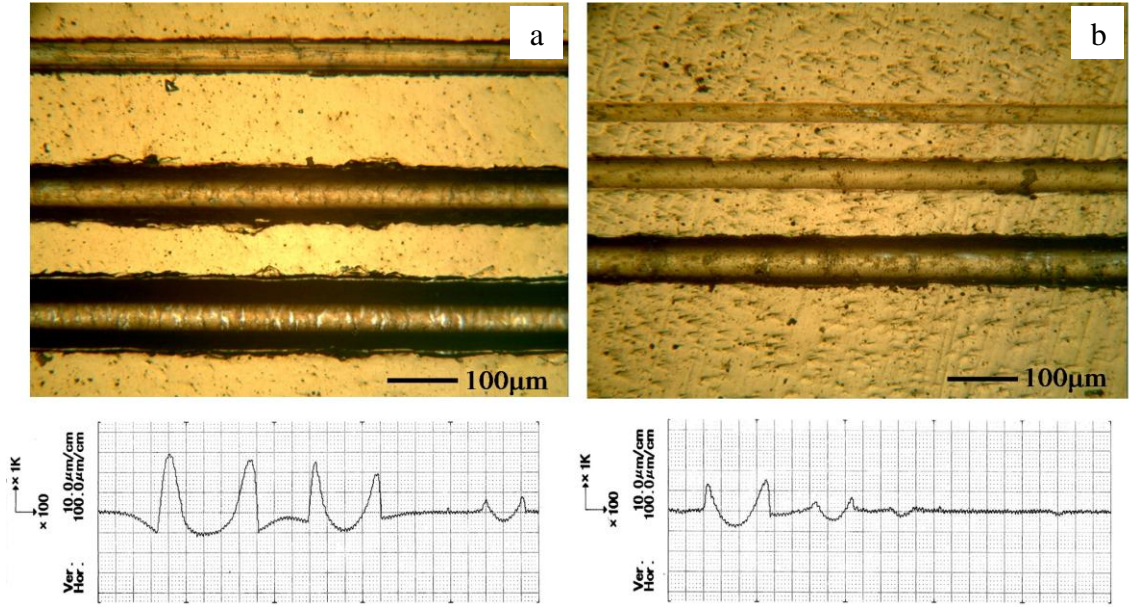


Şekil 4.81. 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filmin çok pasolu çizme testi sonrası sürtünme katsayısı ve çevrim sayısı arasındaki ilişki



Şekil 4.82. 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filmin çok pasolu çizme testi sonrası aşınma oranı ve sertlik arasındaki ilişki

Çok pasolu çizme testi sonrası aşınmış bölgelerin optik mikroskop görüntüleri ve izlere ait yüzey profilleri Şekil 4.83'te verilmiştir. Çoklu çizme testi esnasında uygulanan yük sabit olduğu için iz genişlikleri de sabittir. Şekil 4.83'te görüldüğü gibi en düşük iz genişliği Ti6Al4V taban malzemede elde edilmiştir. Uygulanan yük Lc_3 değerinin %25-50'si arasında olmasına rağmen çevrimsel yükün etkisi ile iz kenarlarında ve iç kısımlarda hasarlar oluşmuştur. Test esnasında batıcı uç taban malzemeye yaklaştığı için etkili temas alanı artmış ve bu da batıcı ucun aşınmasına sebep olmuştur. Ti6Al4V üzerine kaplanmış ince filmlerin düşük aşınma izi genişliği göstermesinin nedeni, TiAlN ince filmin (111) düzleminde tercihli olarak büyümesidir. Çünkü bu düzlem taban malzeme yüzeyine paraleldir ve sertlik artışı bu düzlemde elde edilmiştir.

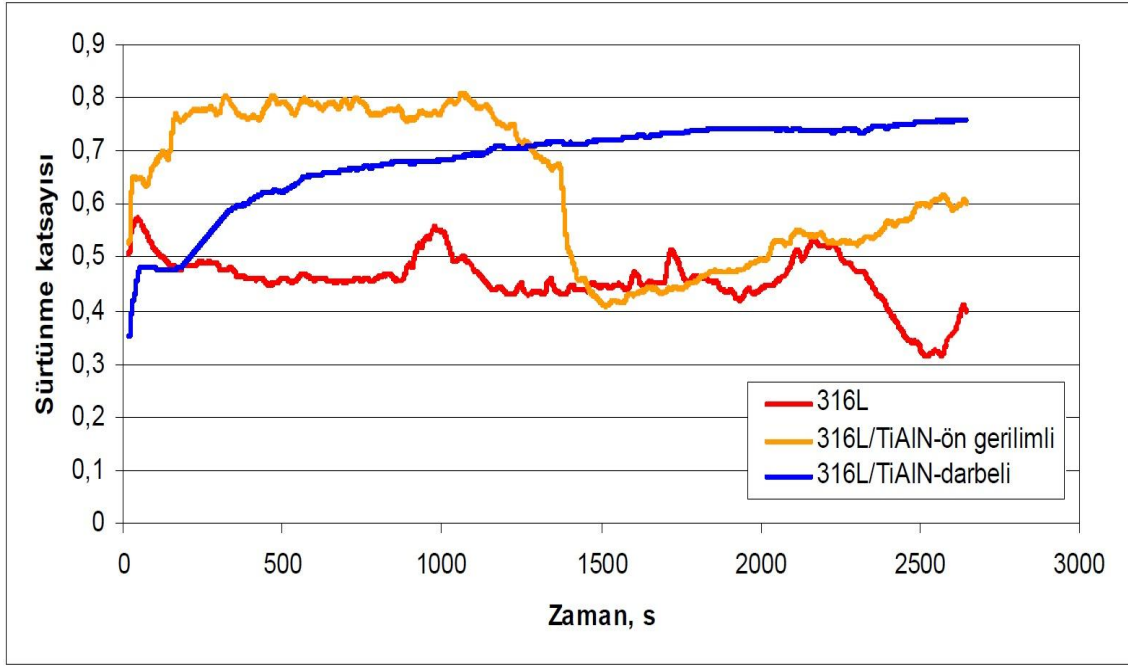


Şekil 4.83. Çok pasolu çizme testi sonrası aşınma izi görüntüleri a) darbeli-316L, b) darbeli-Ti6Al4V

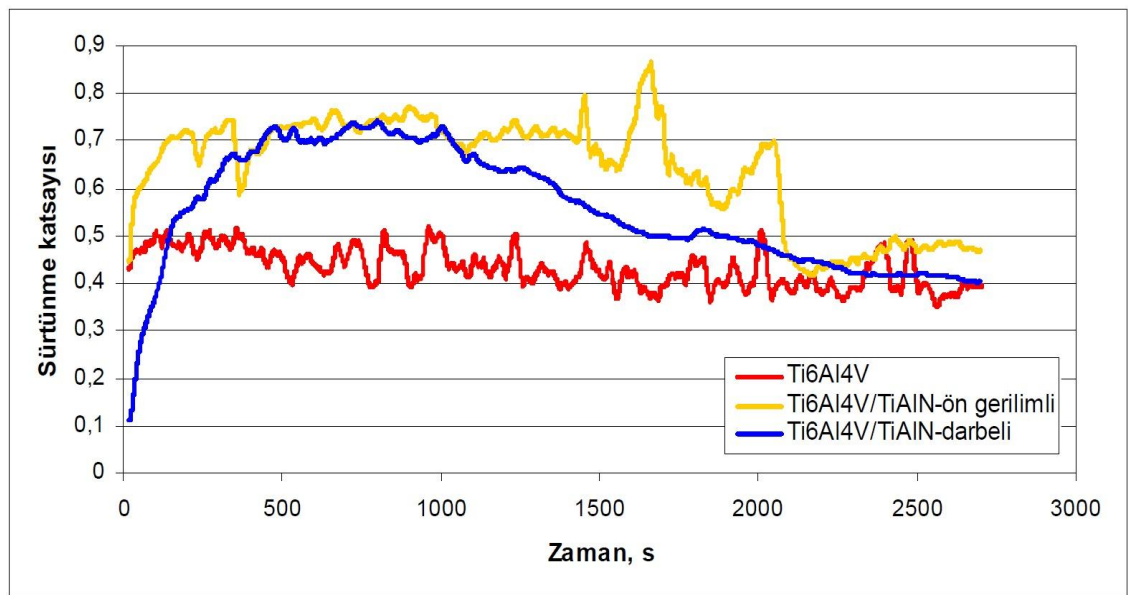
4.2.6. Sürtünme ve aşınma analizleri

Taban malzeme türü ve kaplama şartlarına göre elde edilen sürtünme test sonuçları Şekil 4.84 ve 4.85'te verilmiştir. TiAlN film ile kaplanmış numunelerin sürtünme katsayılarının taban malzemelere göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Grafikler incelendiğinde sürtünme katsayısı değerlerinde iniş-çıkışlar olduğu görülmektedir. Bu durum, filmin parçalanarak abrazyon etkisi oluşturduğunu göstermektedir. Darbeli olarak kaplanmış numuneler için sürtünme katsayılarının daha kararlı seyrettiği görülmektedir. Bu sonuç darbeli olarak gerçekleştirilen kaplamalarda sistemin arksız olması ve daha yoğun filmler üretebilmesinden kaynaklanmaktadır. En yüksek sürtünme katsayısı 316L çeliği üzerine ön gerilmeli olarak gerçekleştirilen kaplamada elde edilmiştir. Şekil 4.86'da kaplama şartlarına göre aşınma oranı ve sertlik arasındaki ilişki verilmiştir. TiAlN filmle kaplama sonrası taban malzemelerin aşınma direncinde önemli oranda bir iyileşme sağlandığı görülmektedir. Özellikle bu iyileşme Ti6Al4V taban malzeme üzerine yapılan kaplama işlemi için daha belirgindir. Ti6Al4V alaşımının yüzey sertliği daha yüksek olduğu için aşınma oranının da belirgin bir şekilde düşük olduğu görülmektedir. Darbeli olarak kaplanmış filmlerin aşınma oranlarının ön gerilmeli

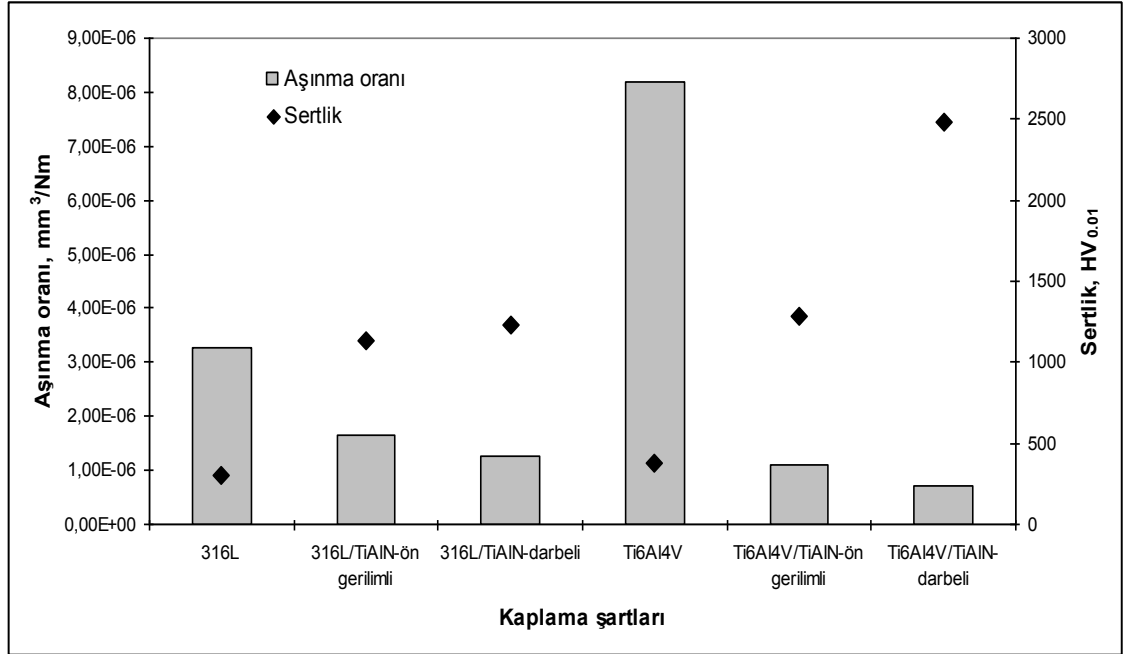
olarak kaplanan filmlerden daha düşük olduğu görülmektedir. En düşük aşınma oranı, en yüksek yüzey sertliğinin elde edildiği Ti6Al4V alaşımı üzerine darbeli olarak kaplanan numune için elde edilmiştir.



Şekil 4.84. 316L çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince film için sürtünme katsayısı-zaman grafiği

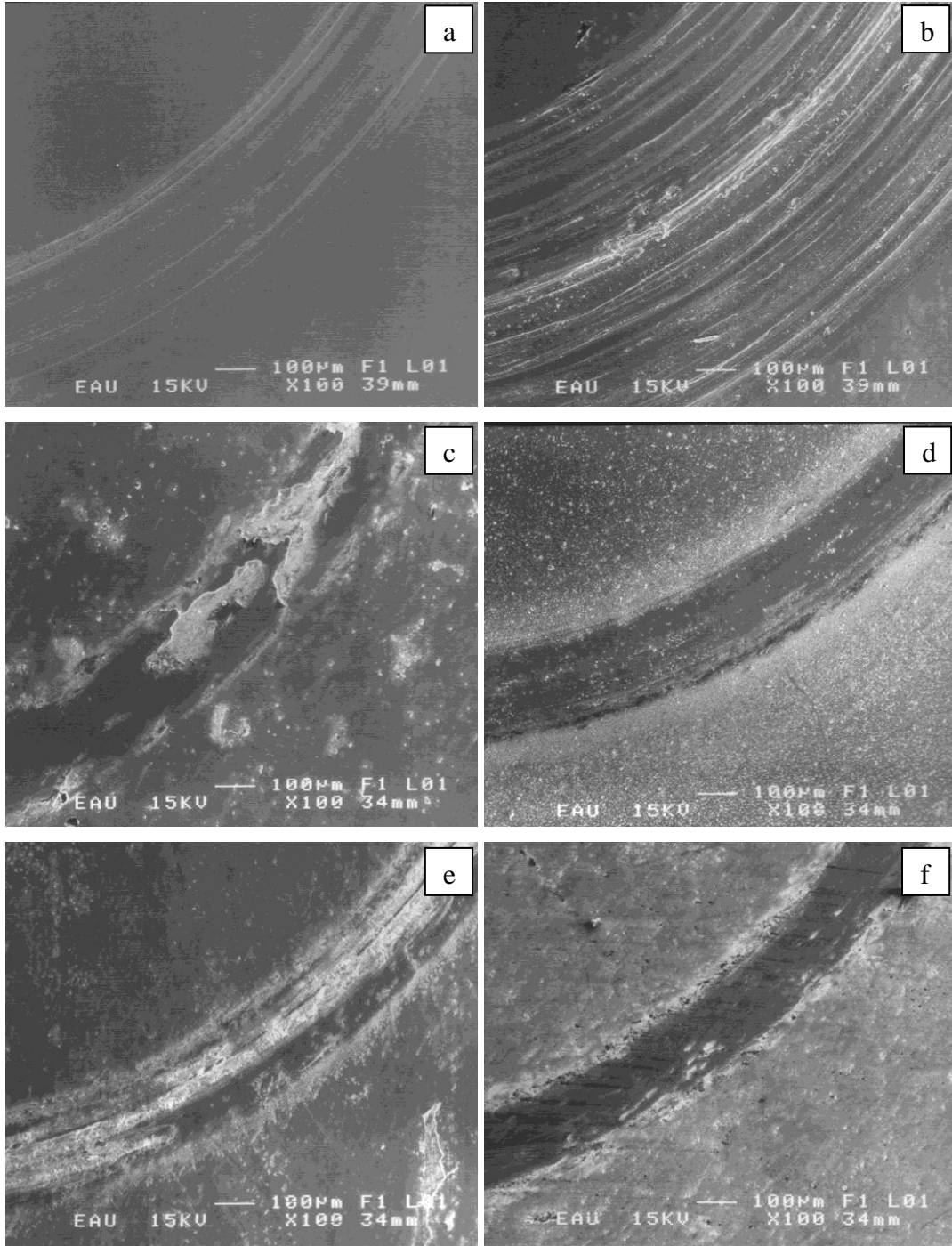


Şekil 4.85. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince film için sürtünme katsayısı-zaman grafiği



Şekil 4.86. Farklı taban malzeme üzerine kaplanmış TiAlN ince film için aşınma oranı-sertlik ilişkisi

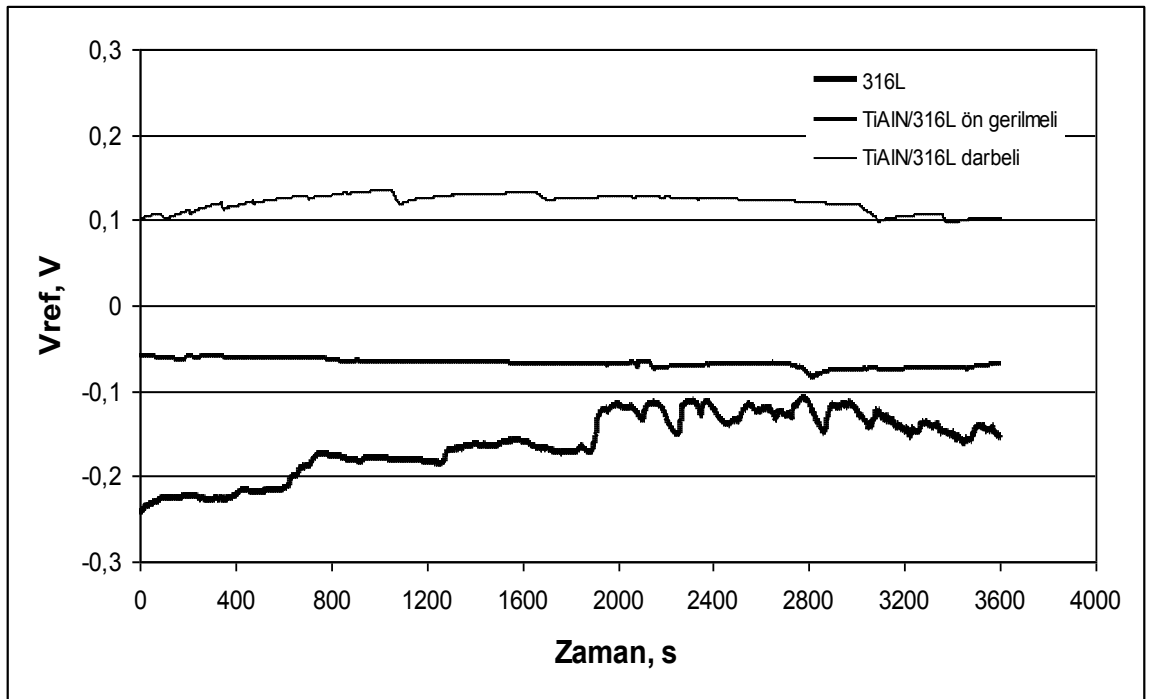
Şekil 4.87’de verilen aşınma testleri sonucu elde edilen SEM resimleri incelendiğinde, filmin aşınma testi esnasında kırıldığı ve yer yer taban malzemeye kadar inildiği görülmektedir. Kaplama işlemi sonrası aşınma iz genişliklerinin taban malzemelere oranla önemli oranda azaldığı görülmektedir. Özellikle Ti6Al4V alaşımı için bu azalmanın daha belirgin olduğu görülmektedir. En düşük aşınma izi genişliği Ti6Al4V alaşımı üzerine darbeli olarak kaplanan film için elde edilmiştir. 316L paslanmaz çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin aşınma izlerinde derin kanallar oluşmuştur. Bu kanalların oluşum nedeni filmin parçalanarak abrazyon etkisi yapmasıdır. Özellikle ön gerilimli olarak büyütülen filmlerde taban malzemeye düşük adezyon nedeniyle aşınma izi içinde filmin kalktığı görülmektedir.



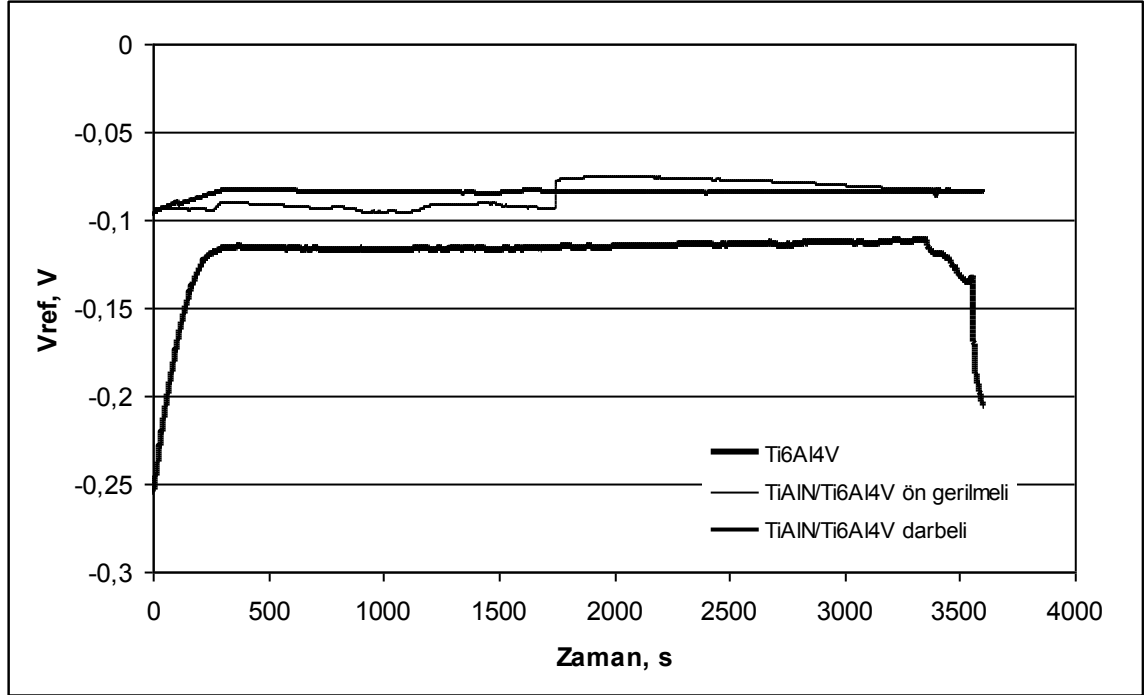
Şekil 4.87. Farklı kaplama şartlarına göre TiAlN ince filminin aşınma izleri a) 316L, b) Ti6Al4V c) 316L/TiAlN-ön gerilimli, d) Ti6Al4V/TiAlN-ön gerilimli e)316L/TiAlN-darbeli, f) Ti6Al4V/TiAlN-darbeli

4.2.7. Korozyon testleri

Şekil 4.88 ve 4.89’da her iki taban malzeme için ön gerilmeli ve darbeli olarak kaplanmış TiAlN ince filmine ait açık devre potansiyelleri (OCP) verilmiştir. Her iki taban malzeme için OCP eğrileri kaplama sonrası soy duruma doğru yaklaşmıştır. TiAlN kaplama için eğrilerin eğimlerinde önemli bir değişiklik olmamıştır.



Şekil 4.88. 316L çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin açık devre potansiyelleri



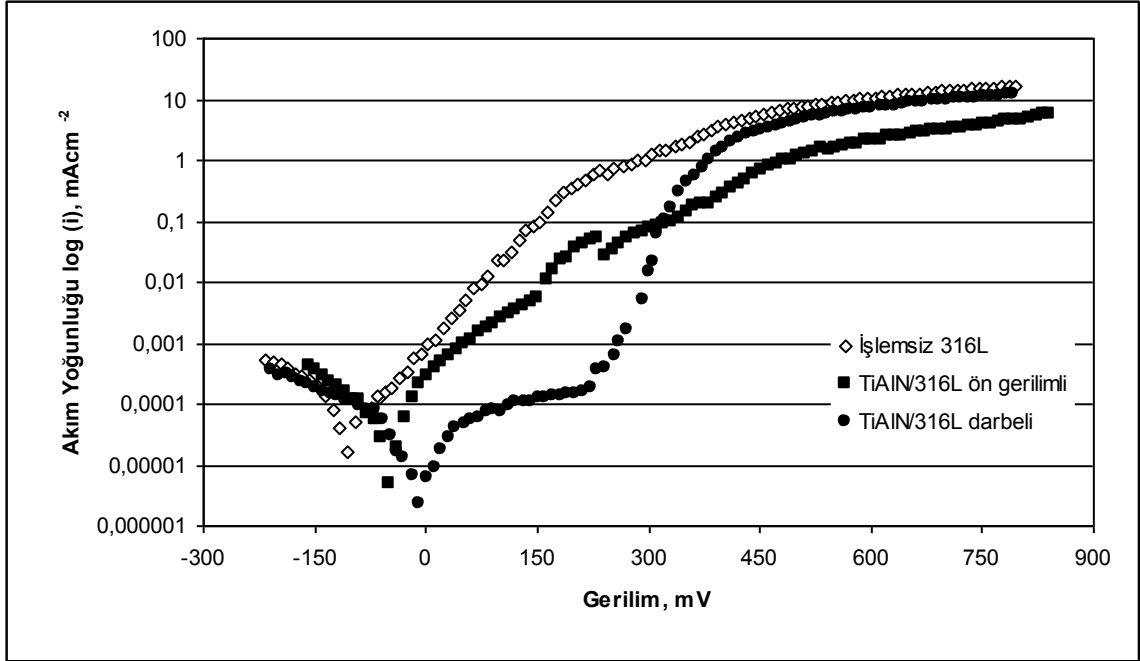
Şekil 4.89. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin açık devre potansiyelleri

Çizelge 4.7’de akım yoğunluğu ve potansiyel değerleri, Şekil 4.90 ve 4.91’de 316L paslanmaz çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin polarizasyon eğrileri verilmiştir. Çizelge ve şekillerde görüldüğü gibi, kaplanmış numunelerin korozyon akım yoğunluğu (I_{corr}) düşük ve potansiyelleri (E_{corr}) taban malzemelere göre yüksektir. Tafel eğrilerine göre en düşük akım yoğunluğu darbeli ve en yüksek potansiyel ön gerilmeli olarak Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filmi için elde edilmiştir.

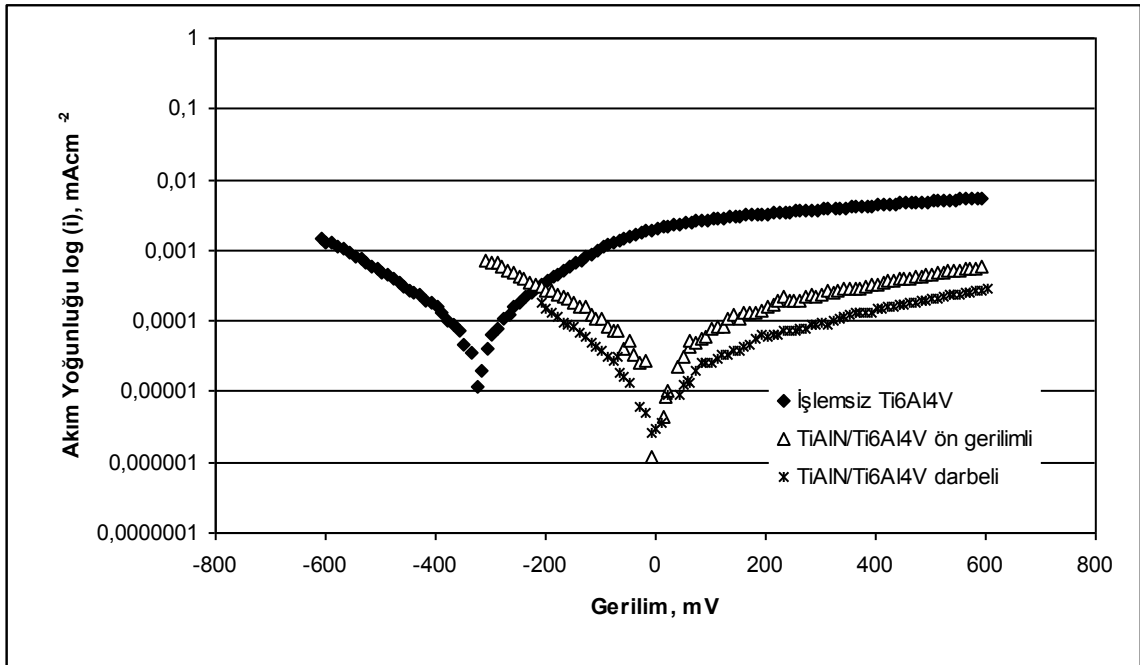
Çizelge 4.7. Farklı kaplama şartlarına göre TiAlN ince filmi için polarizasyon sonuçları

Numune	E_{corr} mV	I_{corr} $\text{mAcm}^{-2}(\times 10^{-5})$
TiAlN/Ti6Al4V ön gerilmeli	7	3.8
TiAlN/Ti6Al4V darbeli	-18	1.17
TiAlN/316L ön gerilmeli	-47	610
TiAlN/316L darbeli	-11	3.47
Ti6Al4V	-324	95.5
316L	-83	15

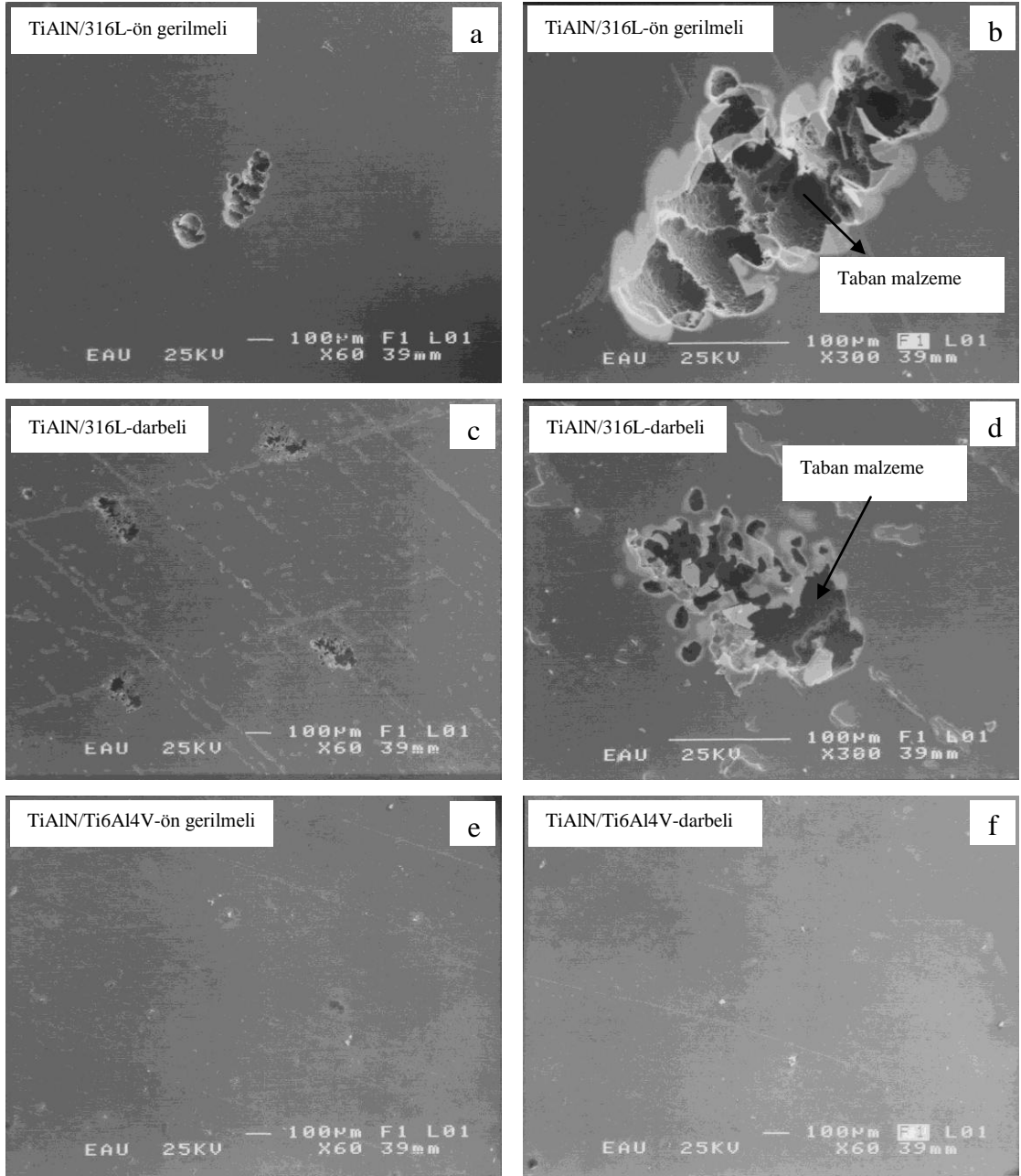
Her iki taban malzeme türü biyomedikal uygulamalarda üstün biyouyumluluk özelliklerinden dolayı tercih edilmektedir. Bu taban malzemeler üzerine TiAlN gibi ince film kaplandığı zaman korozyon direncinin artması, büyük avantaj oluşturmaktadır. Polarizasyon eğrilerinin seyri incelendiğinde, ince filmlerin hem akım hem de potansiyellerinin birbirine yakın olduğu görülmektedir. Sadece darbeli olarak kaplanmış ince film bir miktar daha iyi özellikler göstermektedir. Bu durum tamamen ince filmin yoğunluğu ile ilişkilidir. Kolansal büyüyen ince filmin yoğunluğu düşük olduğu zaman kolanlar yer yer eksik büyümekte ve bu bölgeler korozyon esnasında anodik özellikler gösterdiklerinden çukurcuk korozyonuna sebep olmaktadır. Ti6Al4V alaşımı üzerinde ince filmin anodik bölgede artan potansiyelle akım artış hızı düşüktür. 316L çeliği için ise artma eğilimi fazla olup, darbeli kaplanmış numunede pasifleşme eğilimi görülmüş, daha sonra akım artmıştır. Bu bölgedeki akım değerlerine bakılırsa Ti6Al4V alaşımının anodik bölgedeki değerine yakındır. Buradan hareketle 316L çeliği üzerinde, ince filmin kırıldığı ve akımın bu nedenle arttığı sonucuna varılabilir. Bu sonucu ispatlamak için korozyon testleri sonrası yapılan SEM incelemelerinde, Ti6Al4V alaşımı üzerinde korozyon izlerine rastlanmazken, 316L çeliği üzerinde büyük çukurcukların oluştuğu görülmüştür (Şekil 4.92). Oluşan çukurcukların taban malzemeye indiği tespit edilmiştir. 316L çeliği üzerine ön gerilimli olarak kaplanmış TiAlN ince filmi için çukurcuk büyüklüğü ortalama 340 µm iken, darbeli kaplanmışta 200 µm'ye düşmüştür. Bu sonuç itibariyle darbeli kaplamaların korozyon direncine olumlu katkıda bulunduğu söylenebilir.



Şekil 4.90. 316L çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin polarizasyon eğrileri



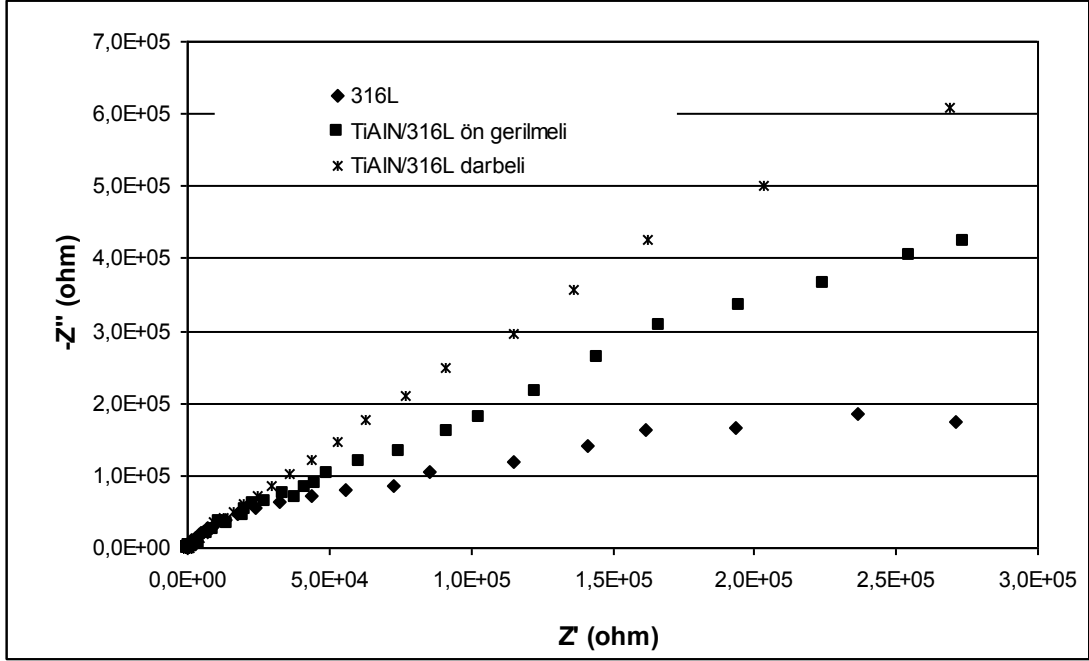
Şekil 4.91. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin polarizasyon eğrileri



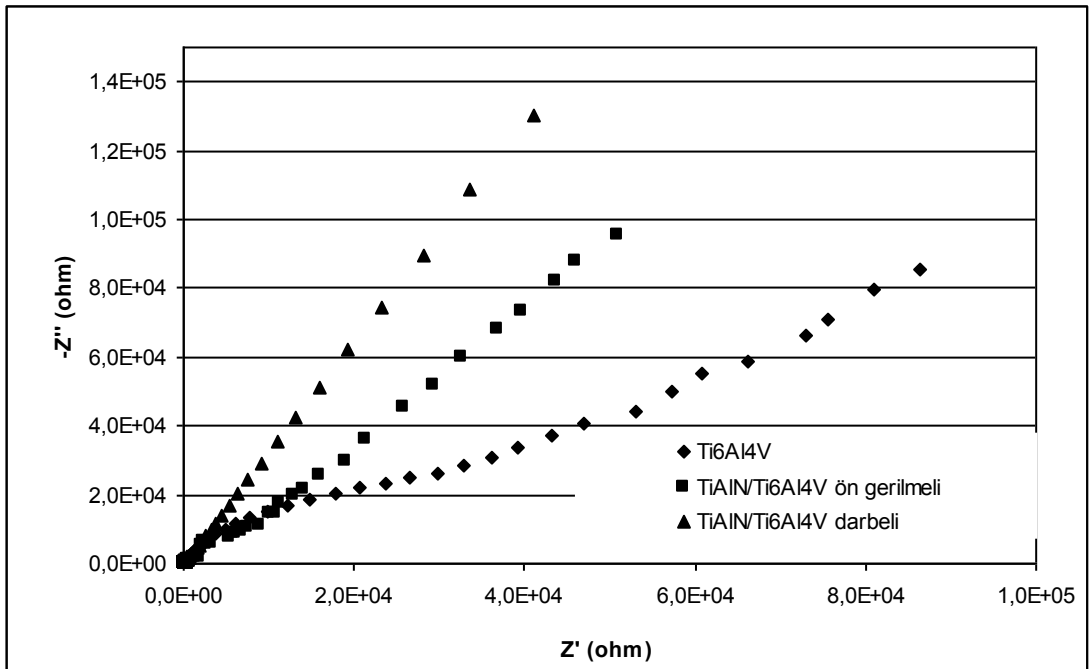
Şekil 4.92. Farklı taban malzeme ve kaplama şartlarına göre TiAlN ince filminin korozyon testi sonrası SEM görüntüleri

Şekil 4.93 ve 4.94'te 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin empedans ölçümlerinin Nyquist grafikleri verilmiştir. İnce film kaplama sonrası elde edilen empedans değerleri taban malzemelere göre oldukça yüksektir. En iyi sonuçlar polarizasyon eğrilerinde olduğu gibi darbeli olarak büyütülen kaplamalarda

elde edilmiştir. Korozyon testleri sonucu itibariyle TiAlN ince filminin her iki taban malzeme türü için korozyon direncini arttırdığı tespit edilmiştir.



Şekil 4.93. 316L çeliği üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin Nyquist grafikleri



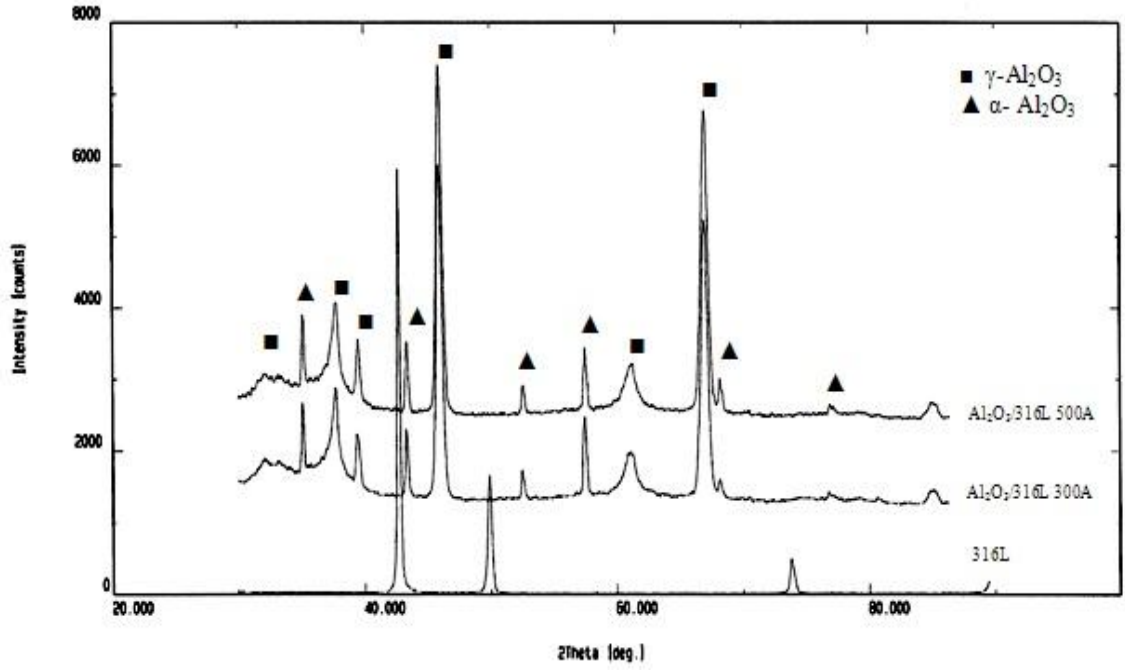
Şekil 4.94. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış TiAlN ince filminin Nyquist grafikleri

4.3. Plazma Sprey Yöntemi ile Al₂O₃ Kaplama

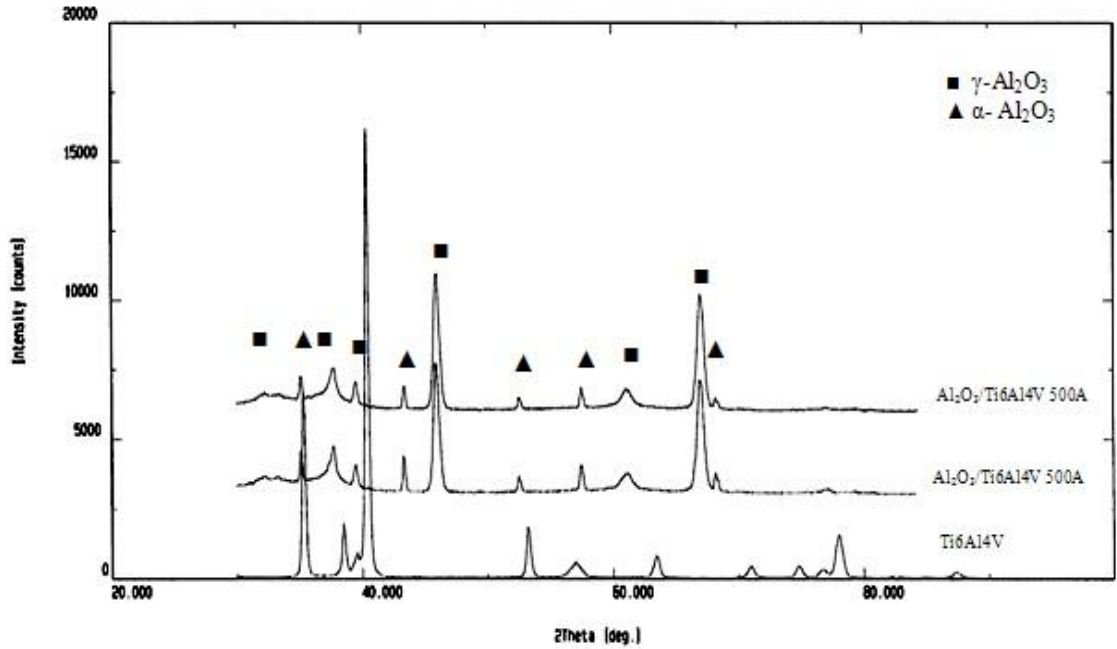
Al₂O₃ kaplamalar Senkron Metal&Seramik Kaplama San. Tic. Ltd. Şti. (Kocaeli) tarafından plazma sprej yöntemiyle farklı iki kaplama akımında (300 A-500 A) gerçekleştirilmiştir. Plazma sprej yöntemi ile yapılan kaplamalar belirli bir yüzey pürüzlülüğüne sahiptir. Yüzey pürüzlülüğü de özellikle kemikle metal arasındaki osseointegrasyon açısından çok önemlidir. Pürüzlü yüzeyler implantın kemiğe tutunma kabiliyetini arttırarak daha çabuk bütünleşmeyi sağladığı için özellikle implant malzemeler üzerine plazma sprej kaplama uygulamaları yapılmaktadır.

4.3.1. XRD analizi

Şekil 4.95 ve 4.96'da 316L ve Ti6Al4V üzerine kaplanmış Al₂O₃ kaplamanın XRD sonuçları verilmiştir. Kaplama α ve γ fazlarından oluşmaktadır. Kaplama kalınlığı fazla olduğu için taban malzemelerden XRD yansıması alınamamıştır. Kaplamalarda etkin faz γ olup, iki taban malzemede de fazlar benzer yoğunluklarda büyümüşlerdir. Uygulanan akım miktarındaki artışın da faz yoğunlukları üzerine fazla etkisi yoktur. Ancak az bir yoğunlukta da olsa artan akım ile beraber plazma enerjisi artarak α -Al₂O₃ azalmış, γ -Al₂O₃ ise artmıştır. γ fazının özellikle Al₂O₃ kaplamanın sertliği üzerine etkisi vardır. Bilindiği gibi γ -Al₂O₃ fazı plazma sprej esnasında erimiş partiküllerin yüksek soğuma hızına maruz kalması sonucu oluşur. γ -Al₂O₃'ün kolay çekirdekleşmesi kristal ve sıvı arasındaki daha düşük ara yüzey enerjisi nedeniyledir (Mcpherson 1980, Dykhuizen 1994). Başka bir ifadeyle, Al₂O₃ faz kompozisyonu partiküllerin erime hali ile ilişkilidir. Partiküller kaplama esnasında ne kadar fazla eriyebilirse γ -Al₂O₃ oluşma ihtimali de o derece artar (Yin *et al.* 2007). Yapıda bulunan α -Al₂O₃ fazı ise hem erimemiş partiküller hem de katı halde γ - α dönüşümü sebebiyledir (Goller 2004). Bu durum erimiş partiküllerin soğuma hızı ile ilişkilidir.



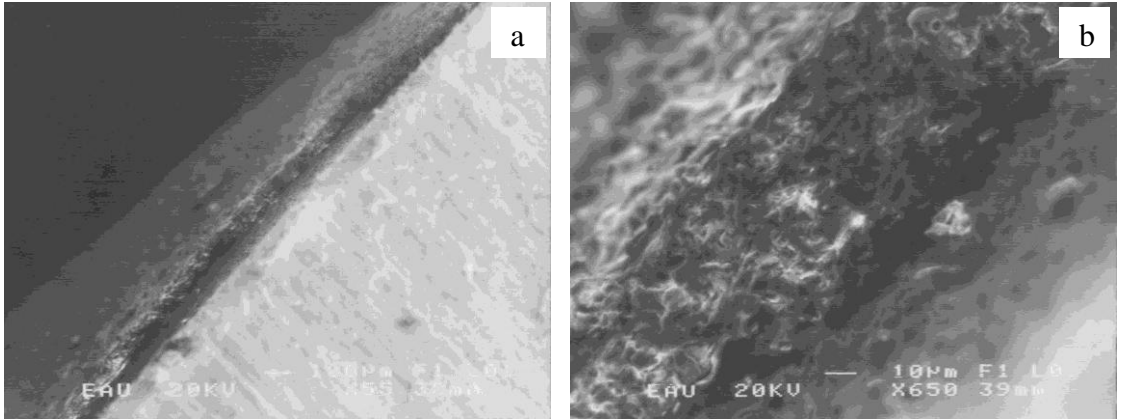
Şekil 4.95. Plazma sprej yöntemi ile 316L çeliği üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamaların XRD grafiği

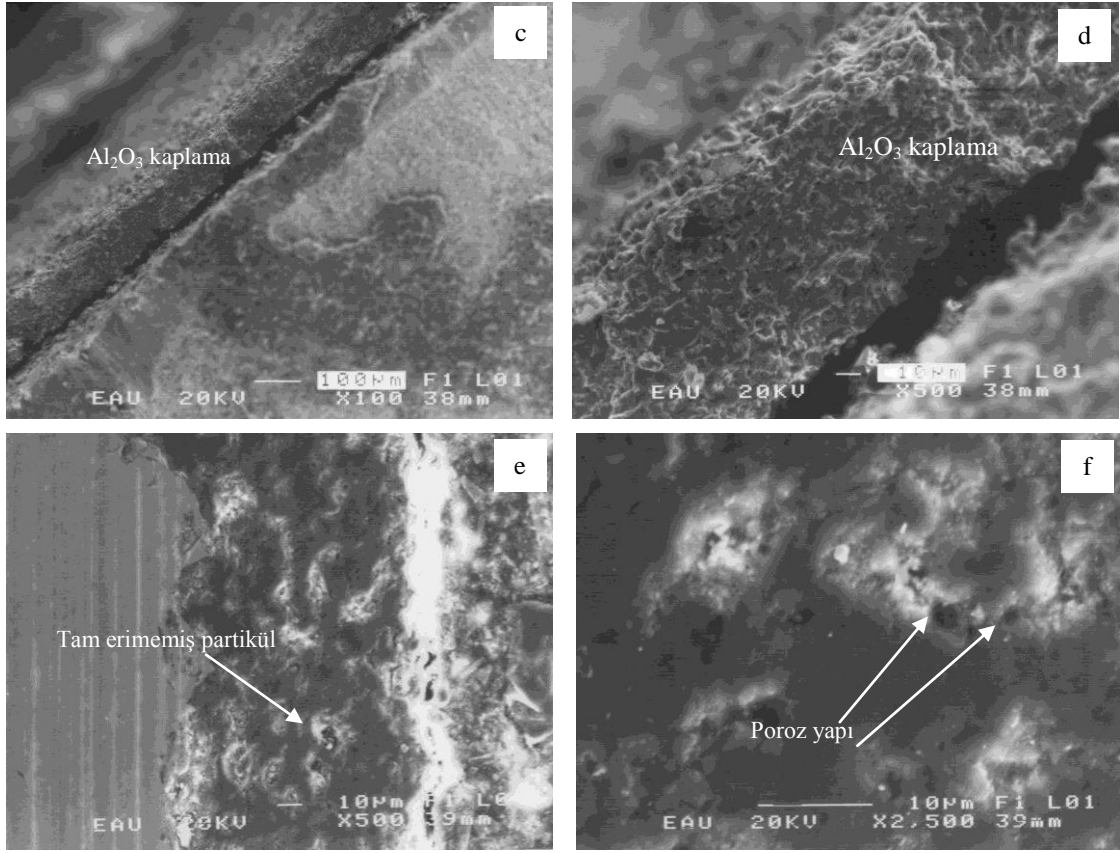


Şekil 4.96. Plazma sprej yöntemi ile Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamaların XRD grafiği

4.3.2. Mikroyapı incelemeleri

Şekil 4.97'de 316L ve Ti6Al4V üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamanın kesit resimleri görülmektedir. Şekil 4.97.a-d kırılmış kesitlerden, Şekil 4.97.e ve f ise bakalite alınıp parlatılmış kesitlerden alınmış SEM görüntüleridir. Beyaz renkli Al_2O_3 kaplama kalınlığı $100\mu m$ olup, pürüzlü bir yapıya sahiptir. Genelde plazma sprej yöntemi ile gerçekleştirilmiş kaplamalar, poroz, deforme olmamış veya yarı deforme olmuş partiküllerden oluşan yapı gösterir. Kaplama ve taban malzeme arasındaki hem mekanik hem de termal özelliklerdeki farklılık nedeniyle kaplamanın yük altında kalkması ve çatlama muhtemeldir. 316L ve Ti6Al4V alaşımı üzerine gerçekleştirilen kaplamalar uniform ve yoğun bir yapıya sahiptir. Kaplama poroz olmasına rağmen kohezif bozunma tespit edilmemiştir. Şekil 4.97.e ve f'de kaplama içerisindeki porlar ve tam olarak erimemiş partiküller görülmektedir. Kesit resminde görüldüğü gibi kaplama taban malzemeye iyi bir adezyon ile bağlıdır.





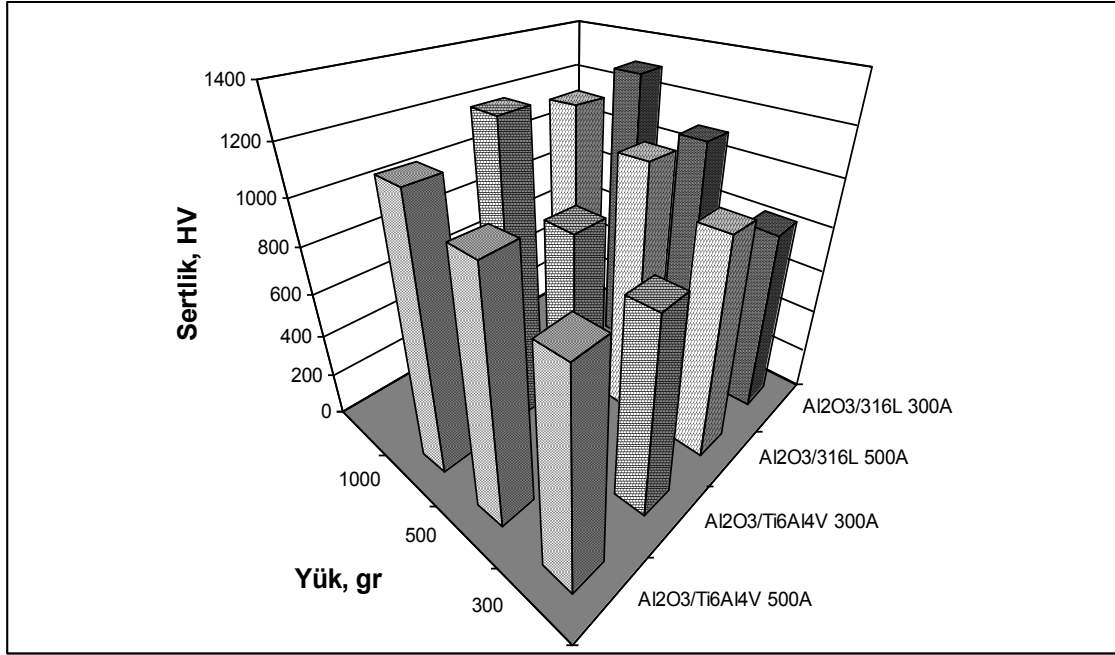
Şekil 4.97. Plazma sprej yöntemi ile kaplanmış Al_2O_3 kaplamanın SEM görüntüsü a-b) $\text{Al}_2\text{O}_3/316\text{L}$ 300A, c-d) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti6Al4V}$ 300A, e-f) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti6Al4V}$ 500A

4.3.3. Mikrosertlik incelemeleri

Şekil 4.98’de taban malzeme türü ve kaplama parametrelerine göre Al_2O_3 kaplama sertliği ile yük arasındaki ilişki verilmiştir. Kaplama sertliği yük artışıyla beraber belirgin bir eğilim göstermemiştir. Bunun nedeni uygulanan yükün oluşturduğu batma derinliğinin kaplama kalınlığının 1/10 katından düşük olmasıdır. Al_2O_3 kaplamaların sertlikleri 1000gr için 1150-1300HV arasında değişmiştir.

Al_2O_3 kaplamaların mikrosertlik değerleri faz yapısı ve porozite miktarına bağlıdır. Düşük yüklerde artan kaplama akımı ile beraber kaplamanın sertliği artmıştır. Bu sonuç tozların aşırı erimesi ve nozulun iç kısmında çökmesi sebebiyle elde edilmiştir. Çünkü yüksek akımlı daha fazla enerji nozulun iç kısmında harcanır ve bu durum partiküllerin

aşırı erimesine sebep olur. Gao *et al.* (2002), bu nedenle sertliğin artan akımla artacağını iddia etmişlerdir. Ayrıca kaplama yapısında bulunan γ - Al_2O_3 fazı sertlik artışına sebep olmuştur.



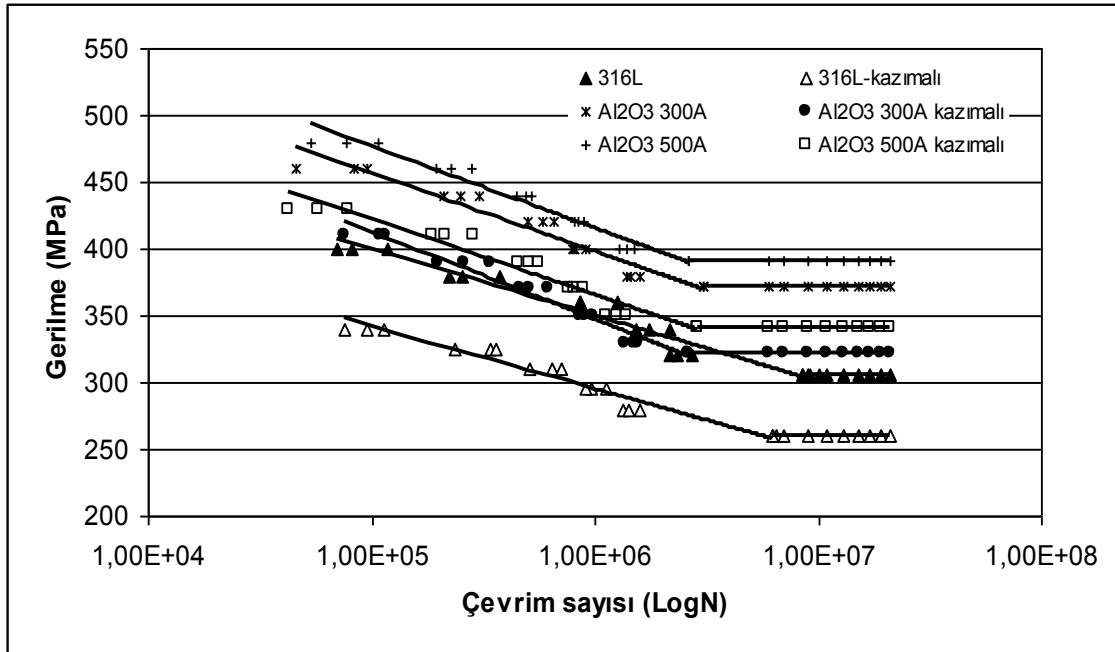
Şekil 4.98. Taban malzeme ve kaplama şartlarına göre Al_2O_3 kaplama sertliği ile yük arasındaki ilişki

4.3.4. Yorulma testleri

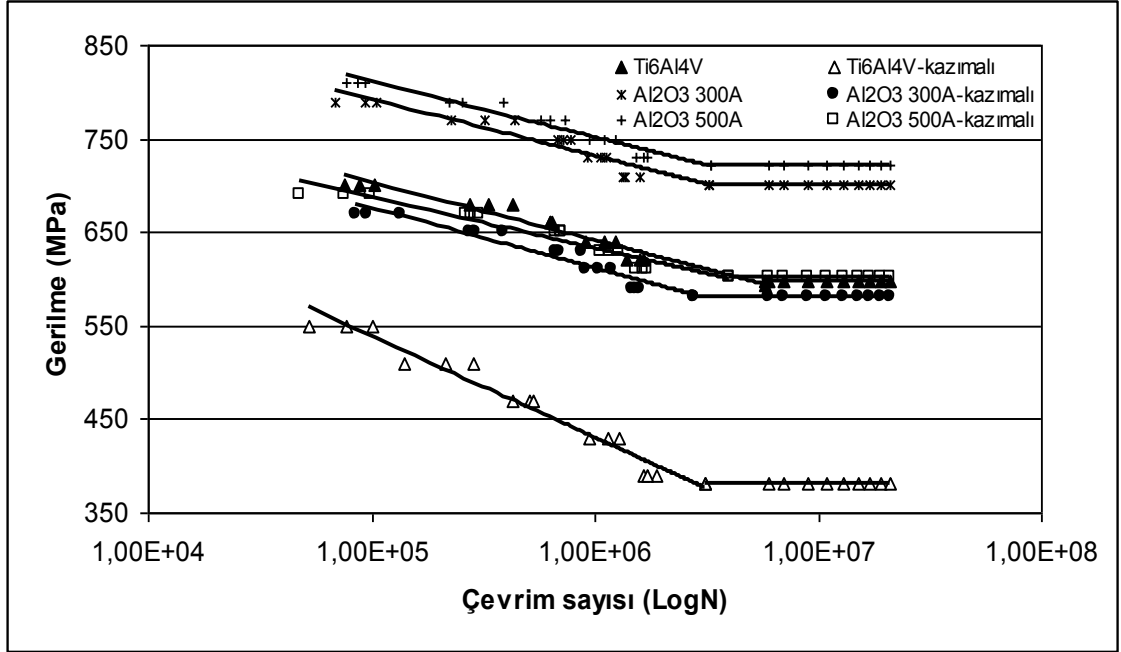
4.3.4.a. Düzlem ve kazımalı yorulma test sonuçları

Şekil 4.99 ve 4.100'de Al_2O_3 ile kaplanmış 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımının düzlem ve kazımalı yorulma S-N eğrileri, Şekil 4.101 ve 4.102'de ise S-N-P eğrileri verilmiştir. Al_2O_3 kaplama sonrası yorulma ömrü işlemsiz numuneye göre yaklaşık olarak %20 oranında artmıştır. Kaplama akımının artışı ile beraber her iki taban malzeme için yorulma ömrü daha da artmıştır. Yorulma ömründeki artışın nedeni poroz yapıya sahip olmasına rağmen yüzeyde kalın bir oksit tabakasının varlığıdır. Plazma sprey ile kaplanmış malzemelerin yorulma ömrünü etkileyen üç etken vardır. Bunlar, sertlik,

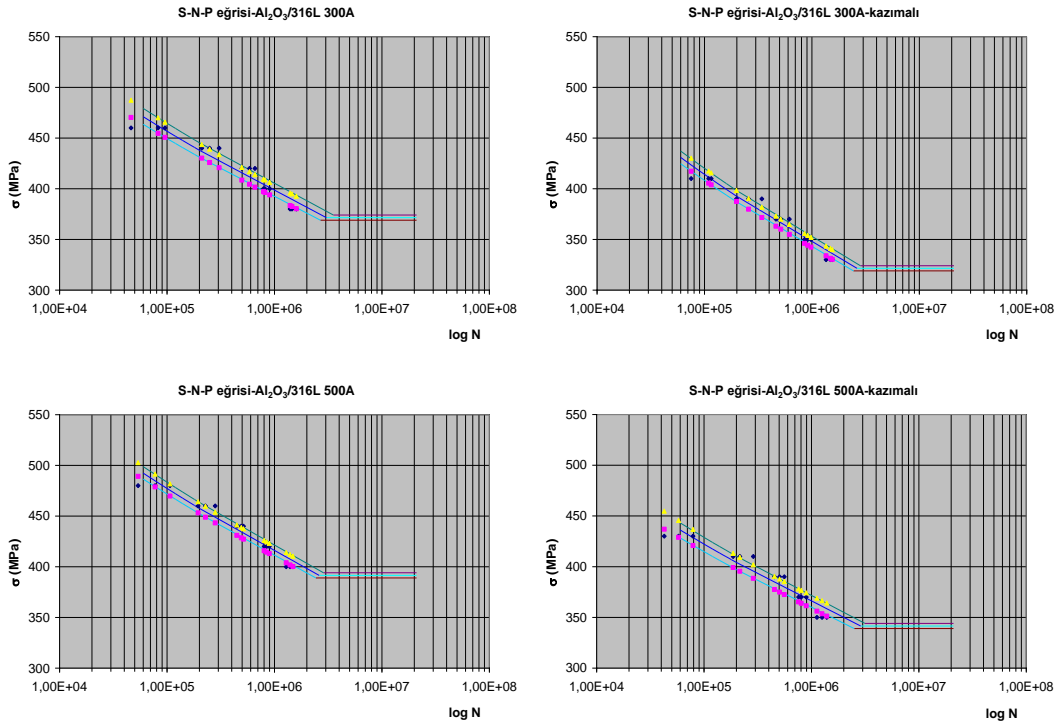
yüzey pürüzlülüğü ve bası artık gerilmelerinin büyüklüğüdür. Yüzey sertliği ve bası artık gerilmeleri ne kadar büyük olursa, yorulma çatlak başlangıcına karşı direnç o kadar büyük olur. Kaplamanın içerdiği porlar ise çatlak başlangıcı için en uygun bölgelerdir. Fakat yorulma çatlağı ilerleme periyodunda, çatlak ucunun kütleştikten sonra tekrar keskin hale gelmesi daha fazla zaman gerektirecektir. Ayrıca yapıda çok fazla çatlak bulunması, uygulanan gerilme yoğunluğu seviyesinin verimliliğini azaltıcı yönde etki yaparak çatlak ilerleme hızını azaltacaktır. Bir diğer önemli husus ta, yüzeydeki porlu yapının tabakalı olmasıdır. Bu durum yine çatlak ilerleme hızını azaltacaktır. Kazımalı yorulma için de bu faktörler nedeniyle yorulma ömrü artar. Bası artık gerilmeleri kazımalı yorulma çatlağını kapama yönünde etki eder ve çatlak ilerleme hızını azaltır. Yüzey pürüzlülüğünün kazımalı yorulmaya etkisi farklı şekillerde yorumlanmış olup, bazı araştırmacılar pürüzlülüğün abrazif aşınmaya sebep olması nedeniyle yorulma ömrünün azalacağını iddia ederken (Hutson *et al.* 2002), bazıları da kopan abrazif partiküllerin poroz yapı içine hapsolarak abrazif etkinin bertaraf edilebileceğini belirtmişlerdir (Rajesakaran *et al.* 2008). Grafiklerden görüldüğü gibi kaplanmış yüzeylerin pürüzlü olmasına rağmen yorulma limiti, işlemsiz numuneye ya yakın ya da daha fazladır.



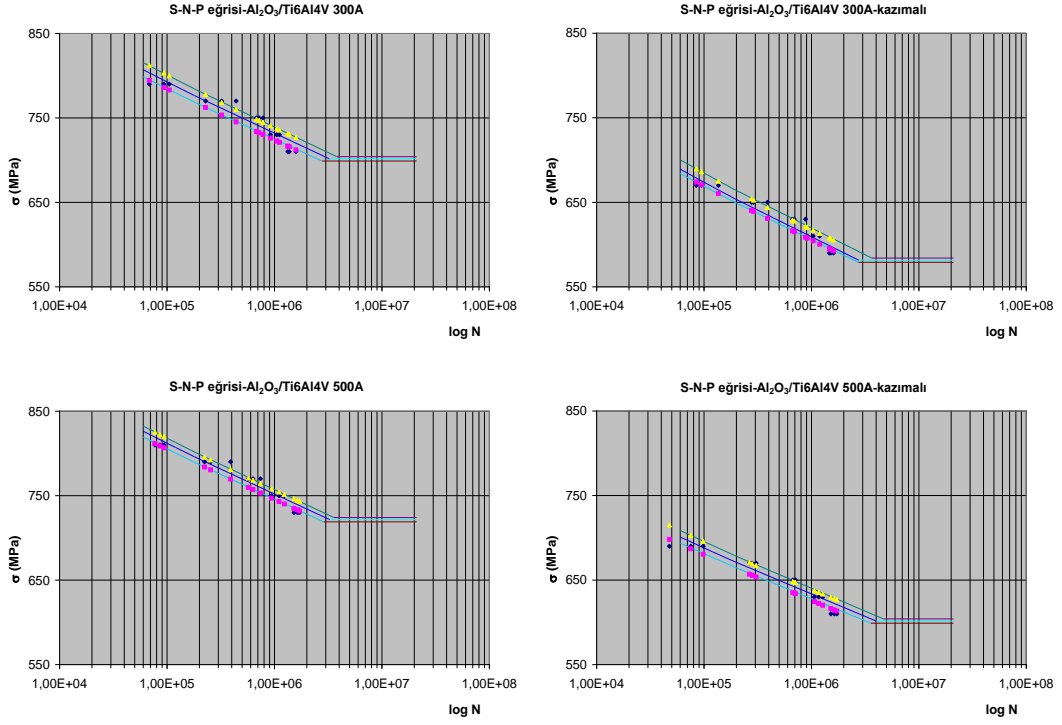
Şekil 4.99. Al₂O₃ ile kaplanmış 316L çeliğinin yorulma testleri sonucu S-N eğrileri



Şekil 4.100. Al_2O_3 ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının yorulma testleri sonucu S-N eğrileri

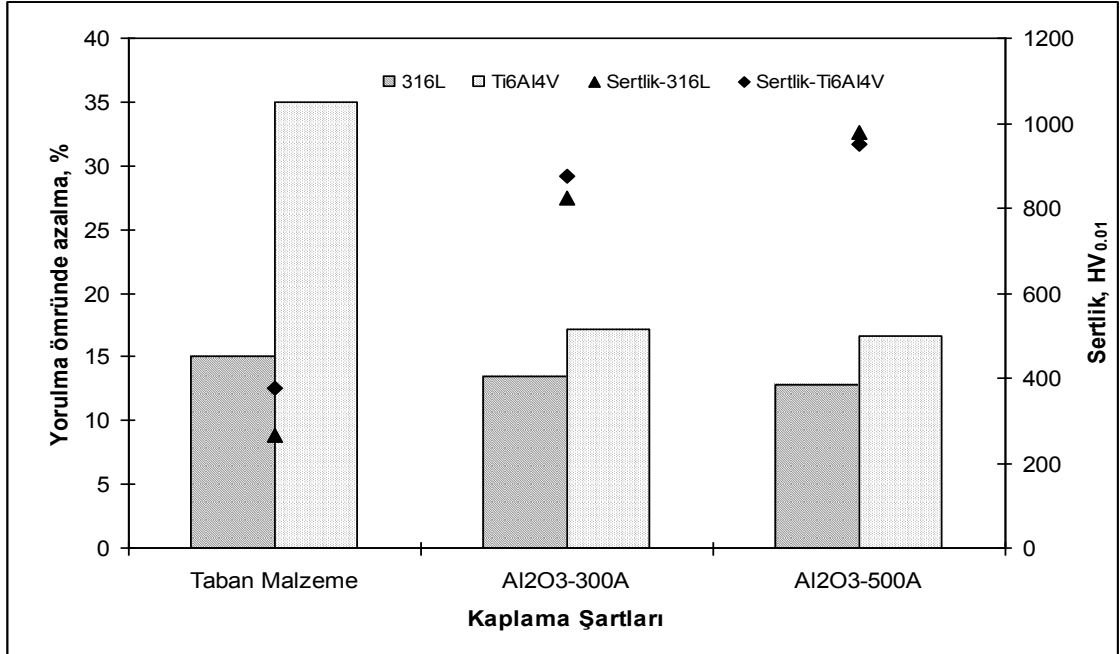


Şekil 4.101. Al_2O_3 ile kaplanmış 316L çeliğinin yorulma testleri sonucu S-N-P eğrileri



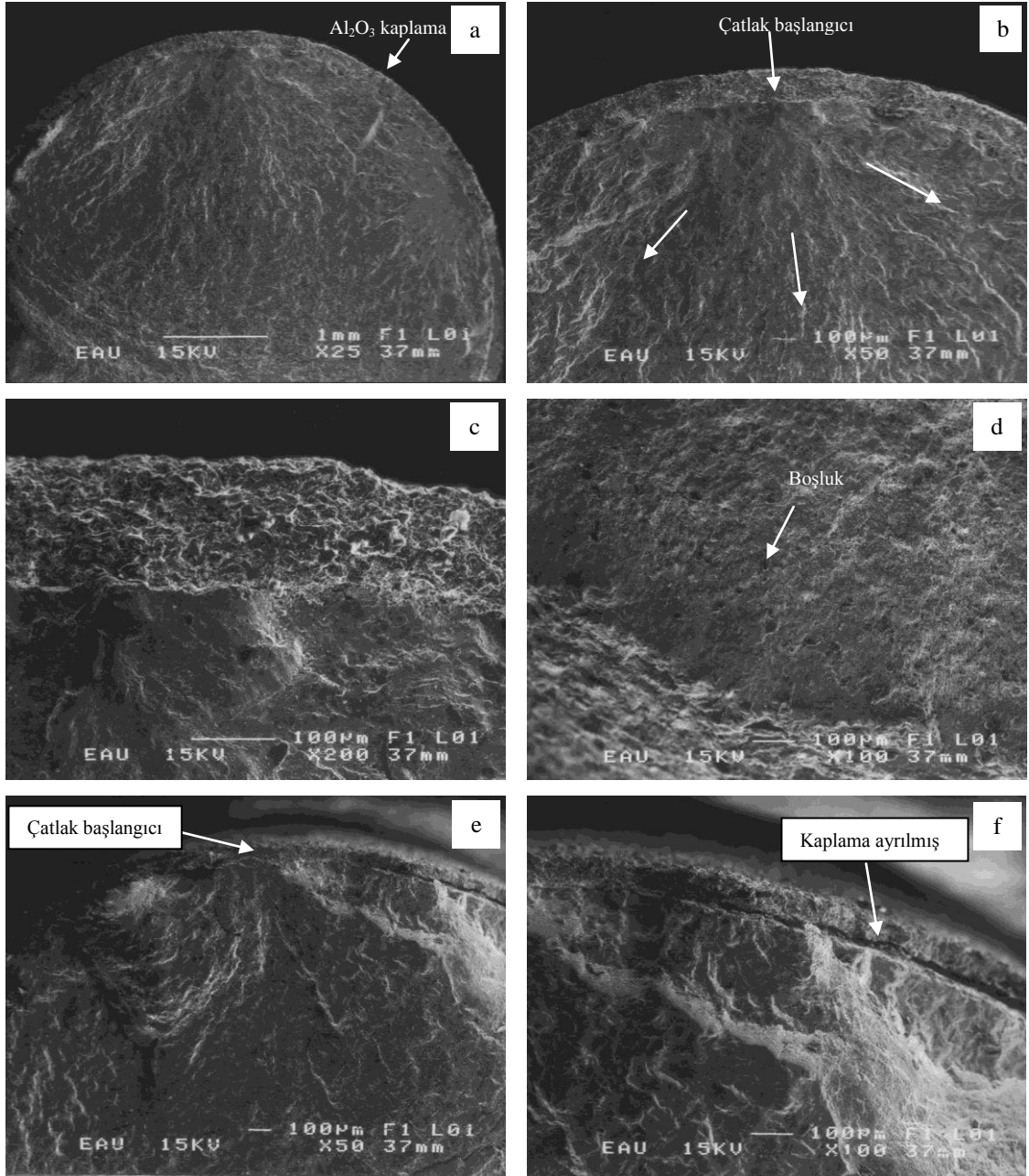
Şekil 4.102. Al₂O₃ ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının yorulma testleri sonucu S-N-P eğrileri

Kazımalı yorulma sonrası yorulma ömründe azalma miktarı ve kaplama sertliği arasındaki ilişki Şekil 4.103'te verilmiştir. Plazma sprey ile yüzeyde oluşturulan kalın ve yüksek sertlikli Al₂O₃ tabakası yorulma çatlaklarının, hem başlangıç hem de ilerleme periyodunu etkilemesi, kazımalı yorulma direncini de etkilemiştir. Kaplama sertliği arttıkça yorulma ömründe azalma miktarının, etkin temas alanı ve sürtünme katsayısının azalması nedeniyle açık bir şekilde düştüğü görülmektedir. Her iki taban malzeme için kaplama akımının artışı ile yorulma ömründe azalma miktarı %1 civarındadır. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımı için kazımalı yorulma sonrası yorulma ömründe azalma yüksek iken, kaplama sonrası bu oran %2'lere düşmüştür. Bu sonuç yüzeyde bulunan oksit tabakasının Ti alaşımının kazımalı yorulma direncine daha fazla katkı yaptığını göstermektedir.



Şekil 4.103. Al₂O₃ ile kaplanmış 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı için yorulma ömründe azalma miktarı ve sertlik arasında ilişki

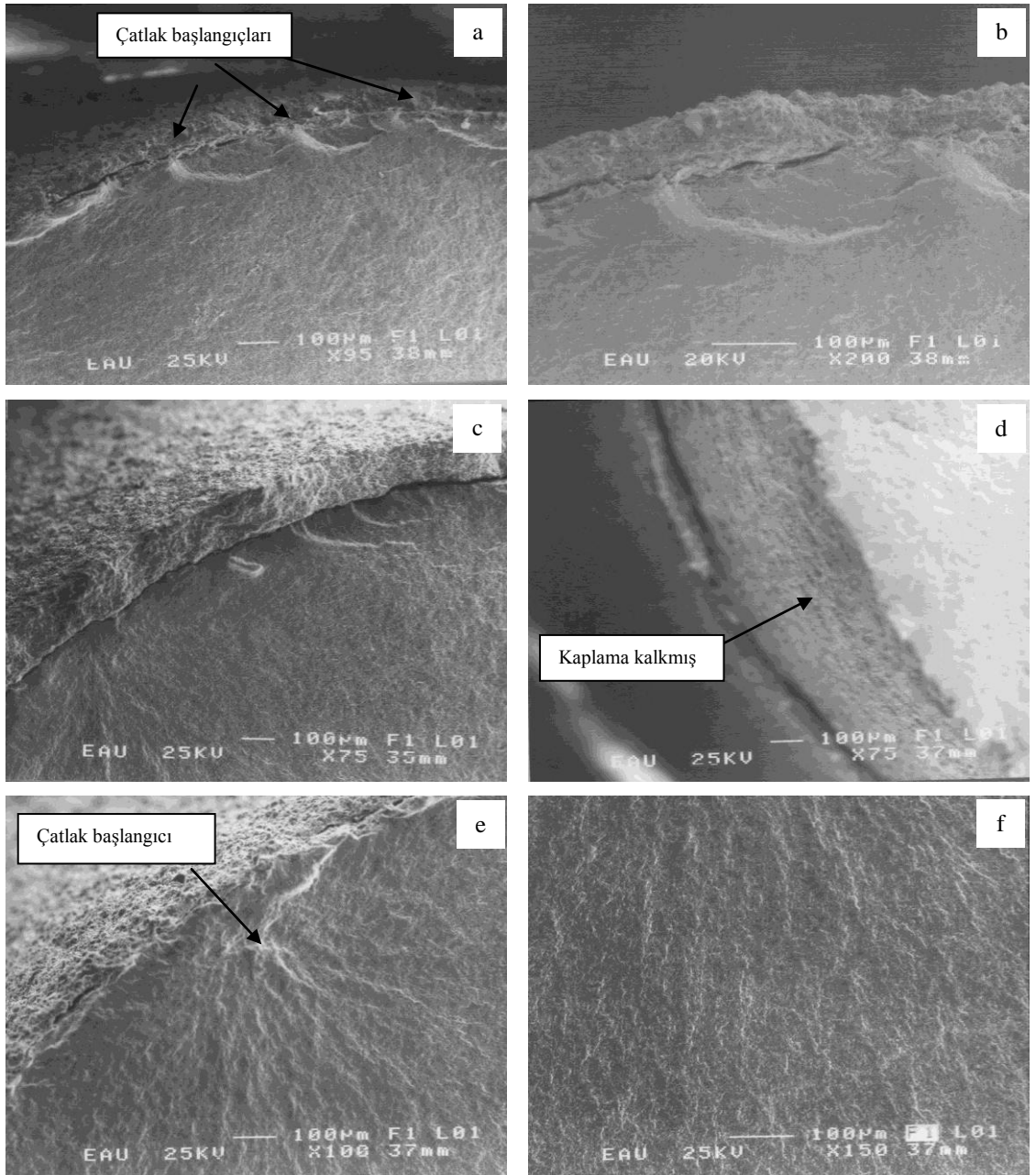
Şekil 4.104'te Al₂O₃ ile kaplanmış 316L paslanmaz çeliğinin düzlem yorulma sonucu kırılma yüzeylerinin SEM resimleri verilmiştir. Silindirik numunenin üzerine uniform kalınlıklı Al₂O₃ kaplanmış olup, yorulma çatlakları tek bir bölgeden başlayıp ilerlemiştir (Şekil 4.104.a). Kaplama ile taban malzeme arasındaki adezyon iyi olup, çatlak gevrek bir şekilde malzemenin merkezine doğru ilerlemiştir (Şekil 4.104.b ve c). Yüzeydeki kaplama poroz olmasına rağmen yoğun bir yapıya sahiptir. Çatlak belirli bir boyaya geldikten sonra kesit yükü taşıyamamış ve yırtılmalar meydana gelerek kırılmıştır (Şekil 4.104.d). Şekil 4.104.e ve f'de ise kaplama ile taban malzeme arasında adezyon kötü olduğu için çatlak ara yüzeyde başlamış ve ilerlemiştir.

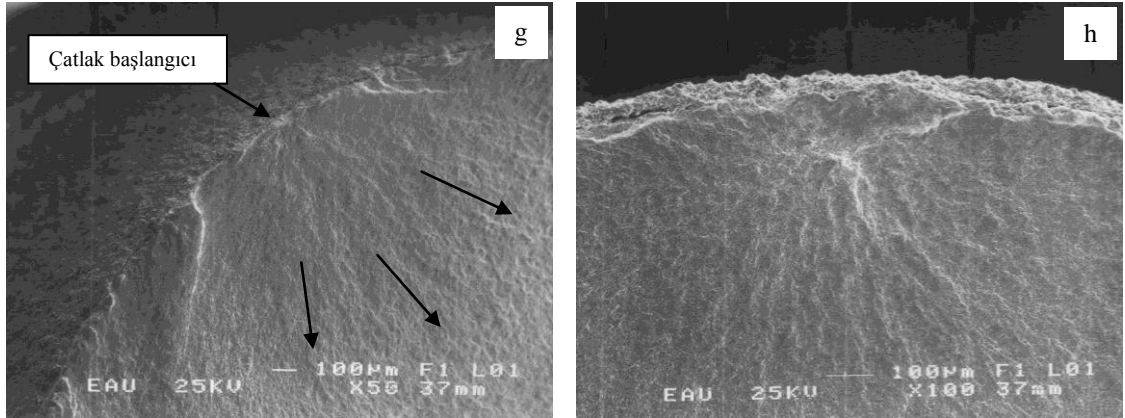


Şekil 4.104. Al₂O₃ ile kaplanmış 316L paslanmaz çeliğinin düzlem yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a-d) 300A (440MPa, 249.140 çevrim), e-f) 500A (460MPa, 227.850 çevrim)

Şekil 4.105'te Al₂O₃ ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının kırılma yüzeylerinin SEM resimleri verilmiştir. Genel olarak kaplama ile taban malzeme arasındaki adezyon kötü ise çatlak birkaç yerde başlamış ve ilerlemiştir (Şekil 4.105.a-c). Düşük adezyona bağlı olarak bazen film taban malzemedan büyük parçalar halinde ayrılmıştır. Bu olay genellikle son kırılma çevrimlerine doğru, kırılma bölgesine yakın yerlerde

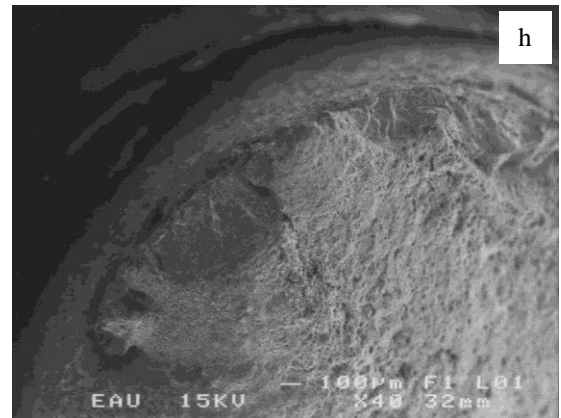
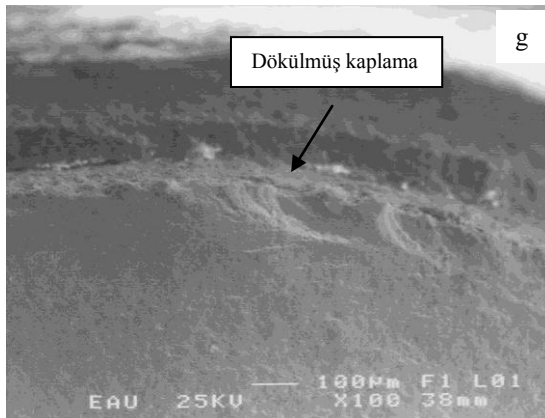
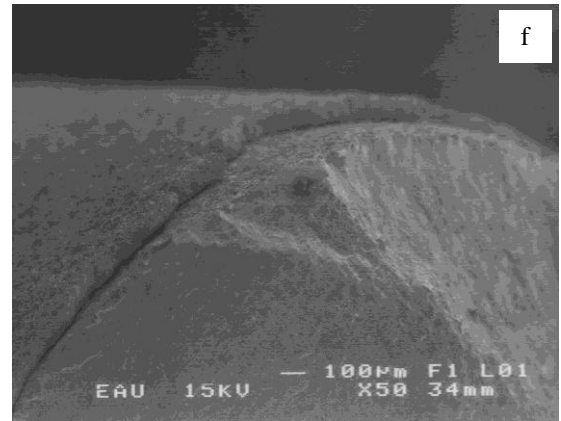
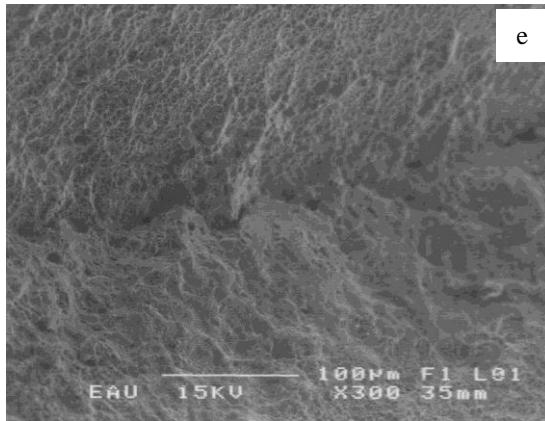
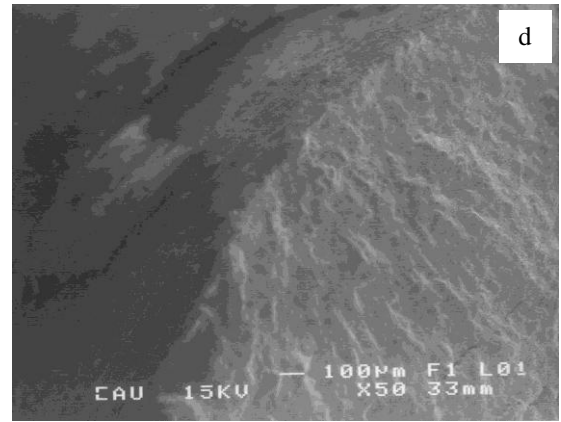
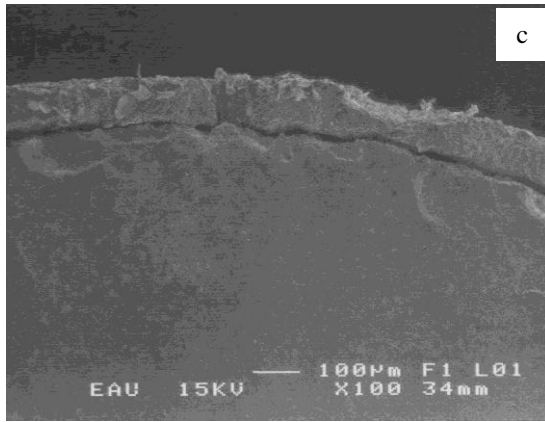
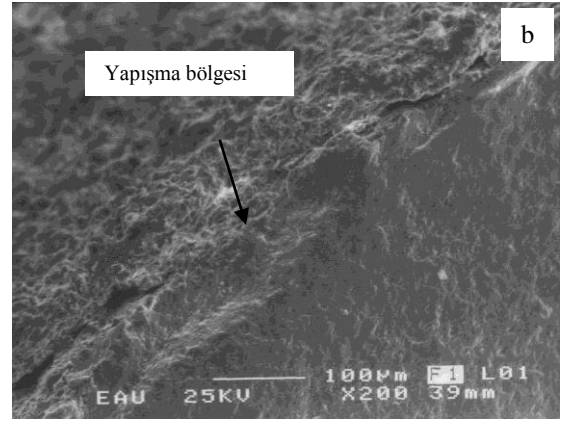
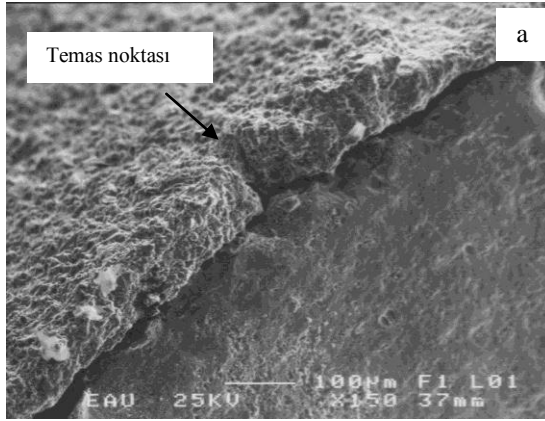
gerçekleşmiştir (Şekil 4.105.d). Eğer taban malzemeye adezyon çok iyi ise çatlak yüzey altında meydana gelmiştir (Şekil 4.105.e-h). Bu durum da yorulma ömrünü önemli derecede arttırmıştır. Çatlak başladıktan sonra numune içlerine doğru klivaj kırılma ile ilerlemiştir (Şekil 4.105.f). Çatlak, yüzey altında, gerilme yığılması meydana gelebilecek hatalı bölgelerde başlamıştır.

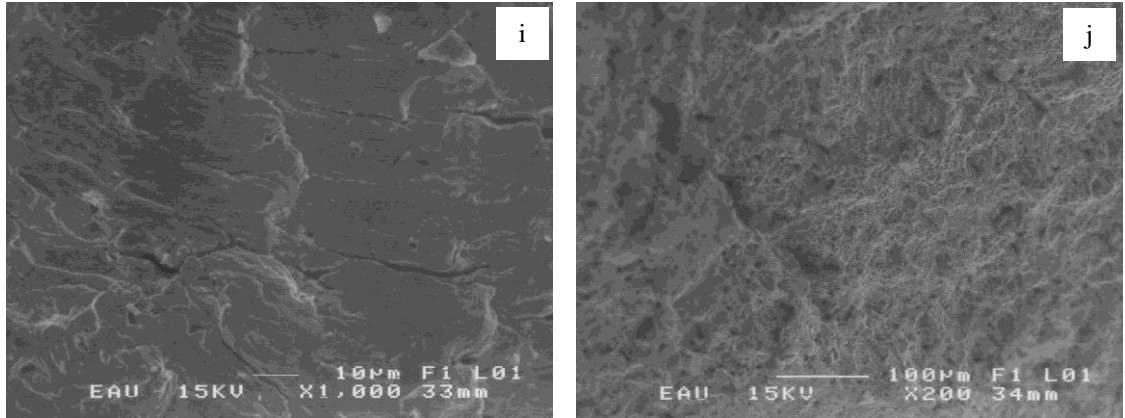




Şekil 4.105. Al₂O₃ ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının düzlem yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a-b, d) 300A (790MPa, 104.882 çevrim) c) 300A (770MPa, 439.194 çevrim), e-f) 500A (770MPa, 739.785 çevrim), g-h) 500A (810MPa, 85.778 çevrim)

Şekil 4.106'da kazımalı yorulma sonrası hasar görüntüleri verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde uygulanan basınca göre pedin kaplama üzerinde bir deformasyon oluşturduğu ve yorulma çatlak başlangıcının genelde pedin malzeme yüzeyine temas ettiği yerlerde olduğu görülmüştür. Şekil 4.106.a'da temas ve çatlak başlangıç noktası görülmektedir. Al₂O₃ kaplamanın pürüzlü olması yapışma bölgesinin tespitini zorlaştırmaktadır (Şekil 4.106.b). Ayrıca kaplama ile taban malzemesi arasındaki zayıf adezyon nedeniyle taban malzeme ile kaplamanın tamamen ayrıldığı görülmektedir (Şekil 4.106.c). Kazımalı yorulma çatlağı başladıktan sonra gevrek olarak gözyaşı çizgileri şeklinde ilerlemiş ve daha sonra boşluklar oluşmuştur (Şekil 4.106.d ve e). 316L çeliği üzerine büyütülmüş kaplamalarda özellikle test sonlarına doğru pul pul dökülmeler daha çok tespit edilmiştir (Şekil 4.106.f-h). Çatlak ilerleme bölgesi gevrek özellikte olup, yorulma çizgileri belirgindir ve yer yer derin çatlak oluşmuştur (Şekil 4.106.i). Son kırılma bölgesi süngerimsi bir yapı göstermiştir (Şekil 4.106.j).



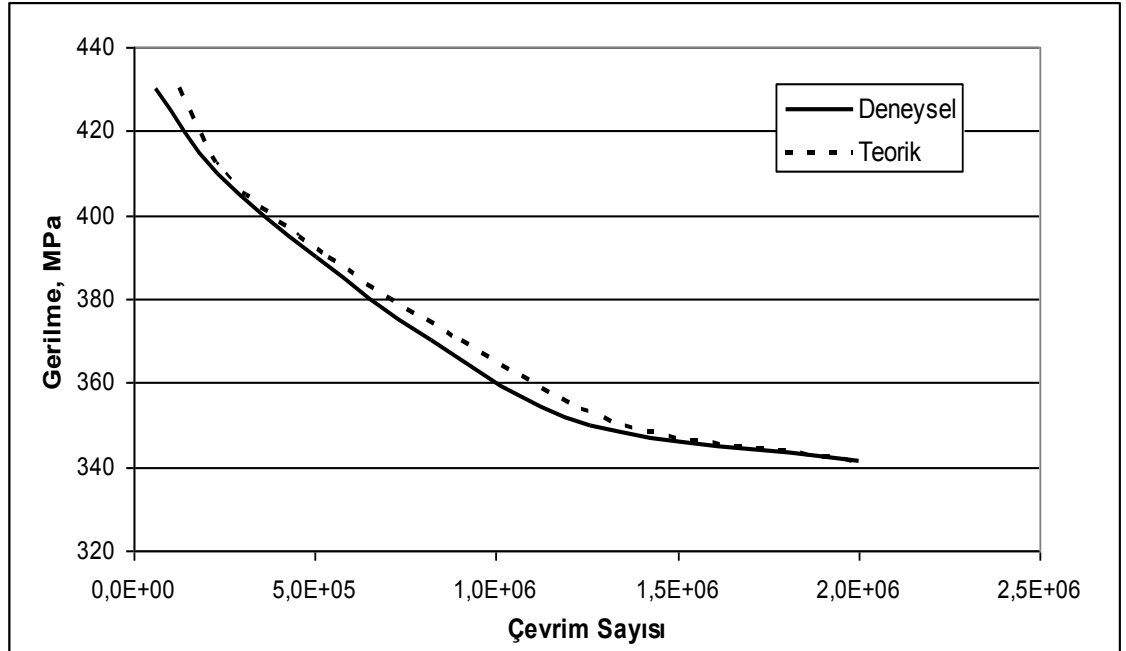


Şekil 4.106. Al₂O₃ ile kaplanmış 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma sonrası kırılma kesitlerinin SEM görüntüleri a, c-d) Al₂O₃/Ti6Al4V-300A (670MPa, 136.044 çevrim), b) Al₂O₃/Ti6Al4V-500A (690MPa, 75.177 çevrim), e) Al₂O₃/Ti6Al4V-500A (650 MPa, 703.020 çevrim), f) Al₂O₃/316L-500A (460 MPa, 287.318 çevrim)

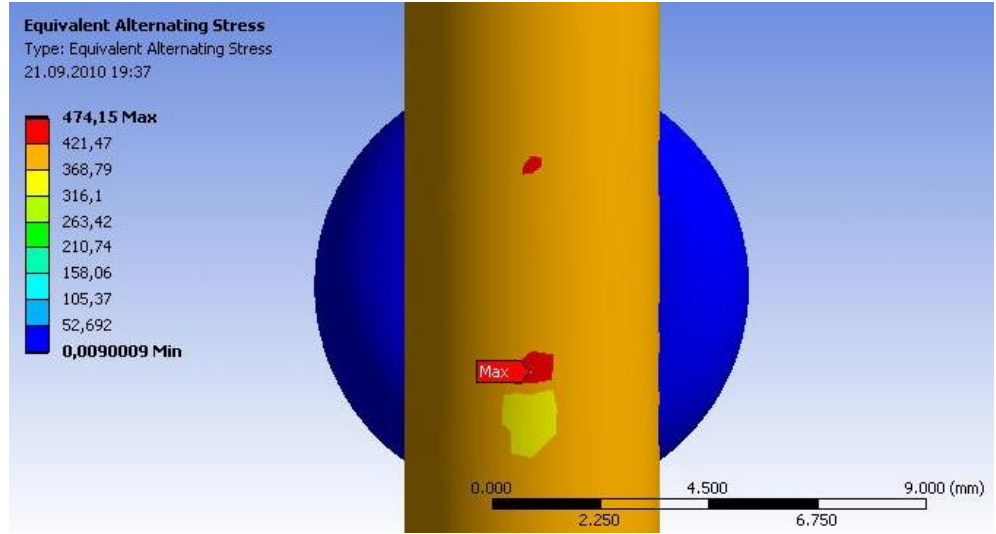
4.3.4.b. Al₂O₃ ile kaplanmış 316L paslanmaz çeliğinin kazımalı yorulma modeli

Al₂O₃ ile kaplanmış 316L çeliğinin kazımalı yorulma modeli diğer yüzey işlemlerinde olduğu gibi Guagliano ang Vergani (1997) tarafından önerilen yay modeline göre hazırlanmıştır. Al₂O₃ kaplamanın kalınlığı yaklaşık olarak 100 μm olup bu değer, modele yansıtılmıştır. Yani yorulma numunesi 100 μm daha kalın olacak şekilde çizilmiştir. Al₂O₃ kaplanmış 316L paslanmaz çeliğine ait özellikler olan, elastisite modülü E=206 GPa, poisson oranı $\nu=0.3$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=560$ MPa değerleri yorulma numunesine malzeme özelliği olarak girilmiştir. Pedlere ise işlemsiz 316L paslanmaz çeliğine ait özellikler olan E=193 GPa, poisson oranı $\nu=0.3$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=560$ MPa değerleri girilmiştir. Kaplanmış numuneye ait elastisite modülü olan 206 GPa değeri Eşitlik 3.5'te verilen ifadeye göre hesaplanmıştır. Hesaplama yapılırken Al₂O₃ kaplamaya ait elastisite modülü 400 GPa olarak alınmıştır (Pabst *et al.* 2006). Yorulma numunesi ile temas pedleri arasındaki sürtünme katsayısı ise 0.7 olarak tanımlanmıştır (Yin *et al.* 2008). S-N eğrisi değerleri olarak Al₂O₃ kaplanmış numunelerin düzlem yorulma deneylerinden elde edilen değerler girilmiştir.

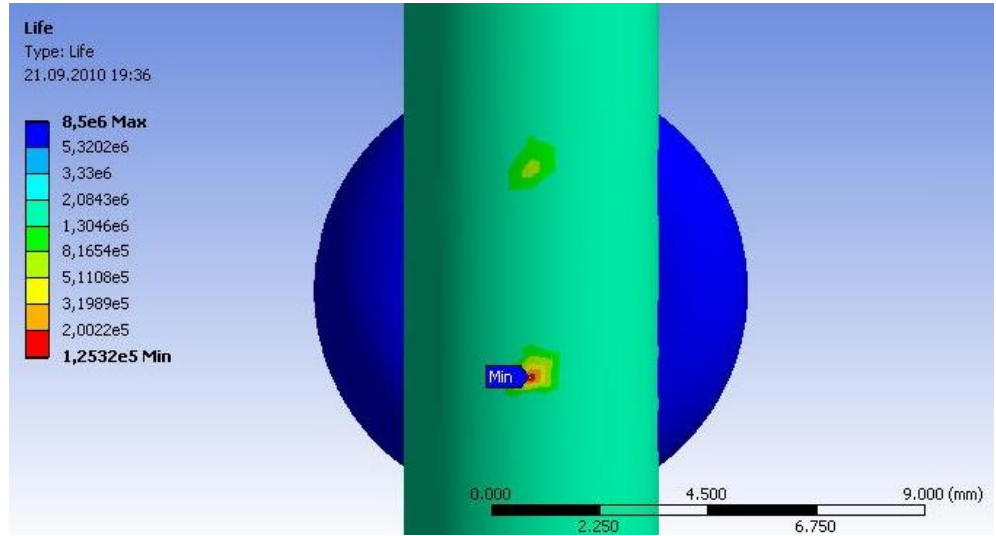
Şekil 4.107’de deneysel ve sonlu elemanlar analizinden elde edilen ömür değerleri verilmiştir. Grafikte görüldüğü gibi eğriler birbirine oldukça yakın olup, deneysel çalışma ve sonlu elemanlar analizi sonrası elde edilen ömür değerleri birbiriyle uyumlu olarak görünmektedir. Şekil 4.108 ve 4.109’da 430 MPa değişken yükleme kullanılan analiz sonrası elde edilen gerilme ve ömür dağılımları görülmektedir. Maksimum gerilmenin (474 MPa) ve buna paralel olarak minimum ömür değerinin (125.000 çevrim) numune ile ped arasındaki temas bölgesinde oluştuğu görülmektedir.



Şekil 4.107. Al₂O₃ ile kaplanmış 316L çeliği için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri



Şekil 4.108. Al₂O₃ ile kaplanmış 316L çeliği için gerilme dağılımı



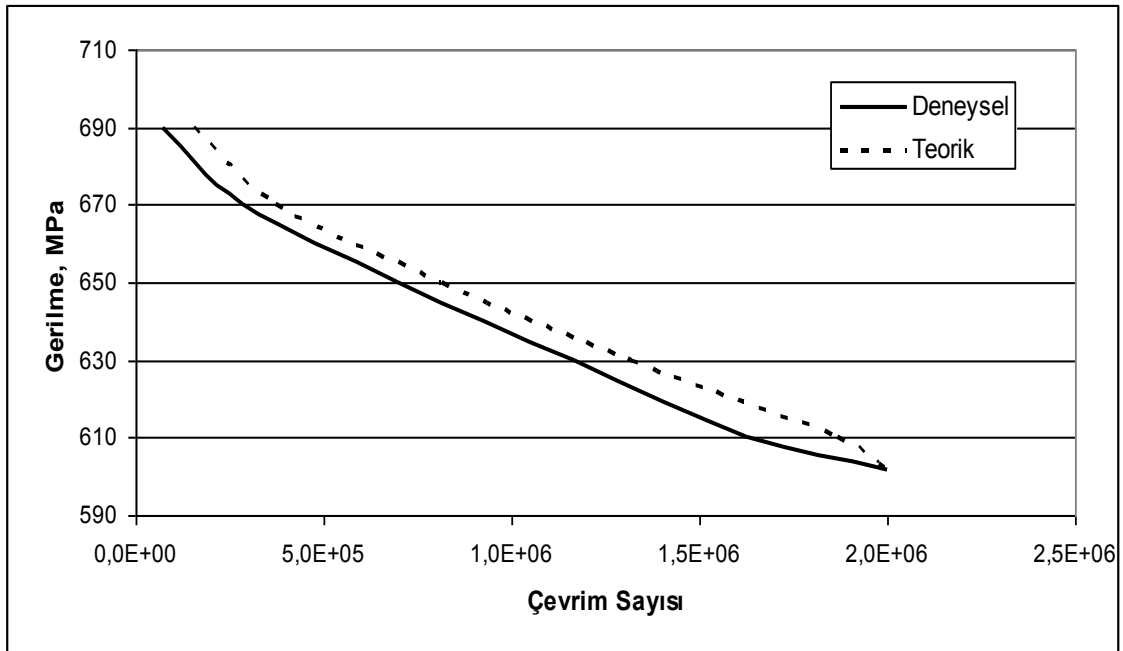
Şekil 4.109. Al₂O₃ ile kaplanmış 316L paslanmaz çeliği için ömür dağılımı

4.3.4.c. Al₂O₃ ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımının kazımalı yorulma modeli

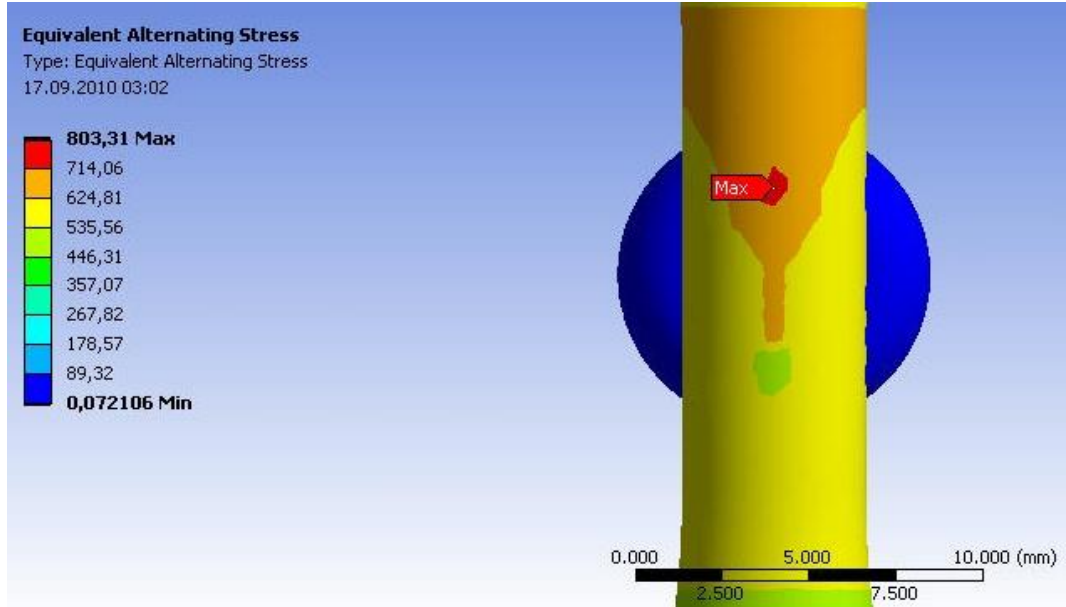
Al₂O₃ ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımına ait model 316L paslanmaz çeliğe benzer şekilde yapılmıştır. Al₂O₃ kaplanmış alaşıma ait özellikler olan, elastisite modülü E=133 GPa, poisson oranı $\nu=0.342$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=880$ MPa değerleri yorulma numunesine malzeme özelliği olarak girilmiştir. Pedlere ise işlemsiz Ti6Al4V alaşımına ait özellikler olan E=114 GPa, poisson oranı $\nu=0.342$ ve akma mukavemeti $\sigma_{ak}=880$

MPa değerleri girilmiştir. Al_2O_3 kaplamaya ait elastisite modülü 400 GPa olarak alınmış (Pabst *et al.* 2006) ve kaplanmış numuneye ait elastisite modülü olan 133 GPa değeri Eşitlik 3.5'te verilen ifadeye göre hesaplanmıştır. Yorulma numunesi ile temas pedleri arasındaki sürtünme katsayısı ise 0.7 olarak tanımlanmıştır (Yin *et al.* 2008). S-N eğrisi değerleri olarak Al_2O_3 kaplanmış numunelerin düzlem yorulma deneylerinden elde edilen değerler girilmiştir.

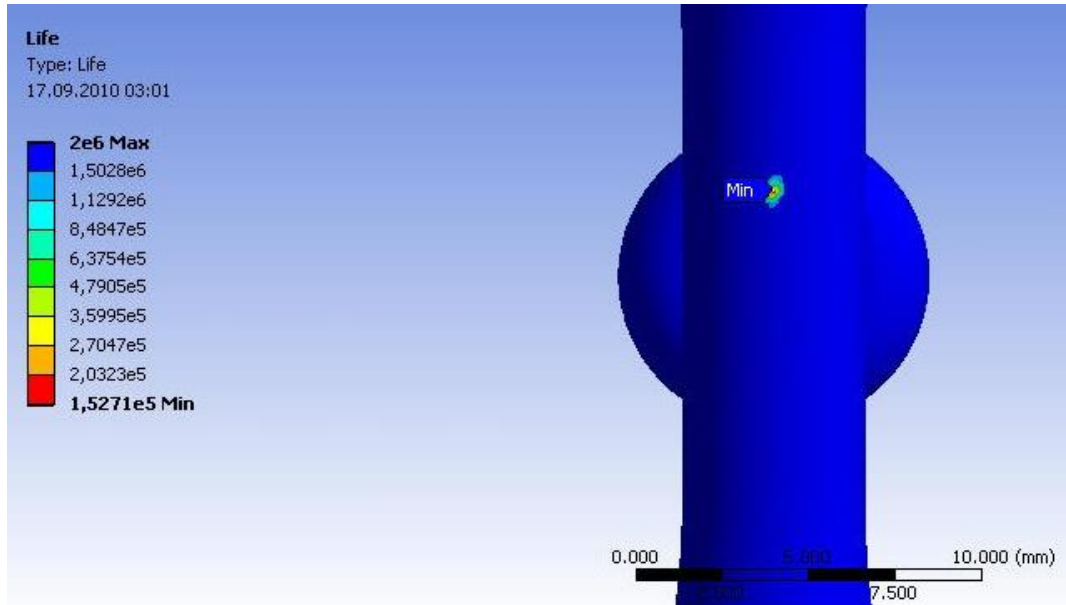
Şekil 4.110'da deneysel ve sonlu elamanlar analizinden elde edilen ömür değerleri verilmiştir. Grafikte görüldüğü gibi eğriler birbirine oldukça yakın olup, deneysel çalışma ve sonlu elemanlar analizi sonrası elde edilen ömür değerleri birbiriyle uyumlu olarak görünmektedir. Şekil 4.111 ve 4.112'de 690 MPa değişken yükleme kullanılan analiz sonrası elde edilen gerilme ve ömür dağılımları görülmektedir. Maksimum gerilmenin (803 MPa) ve buna paralel olarak minimum ömür değerinin (152.000 çevrim) numune ile ped arasındaki temas bölgesinde oluştuğu görülmektedir.



Şekil 4.110. Al_2O_3 ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için deneysel ve teorik olarak elde edilen S-N eğrileri



Şekil 4.111. Al₂O₃ ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için gerilme dağılımı

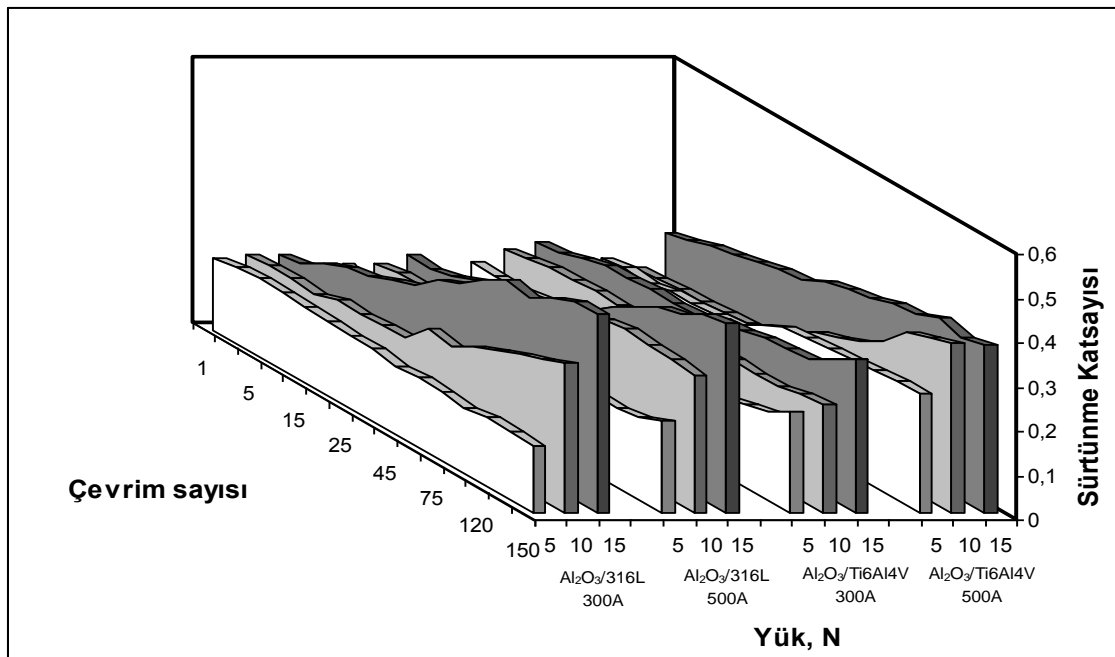


Şekil 4.112. Al₂O₃ ile kaplanmış Ti6Al4V alaşımı için ömür dağılımı

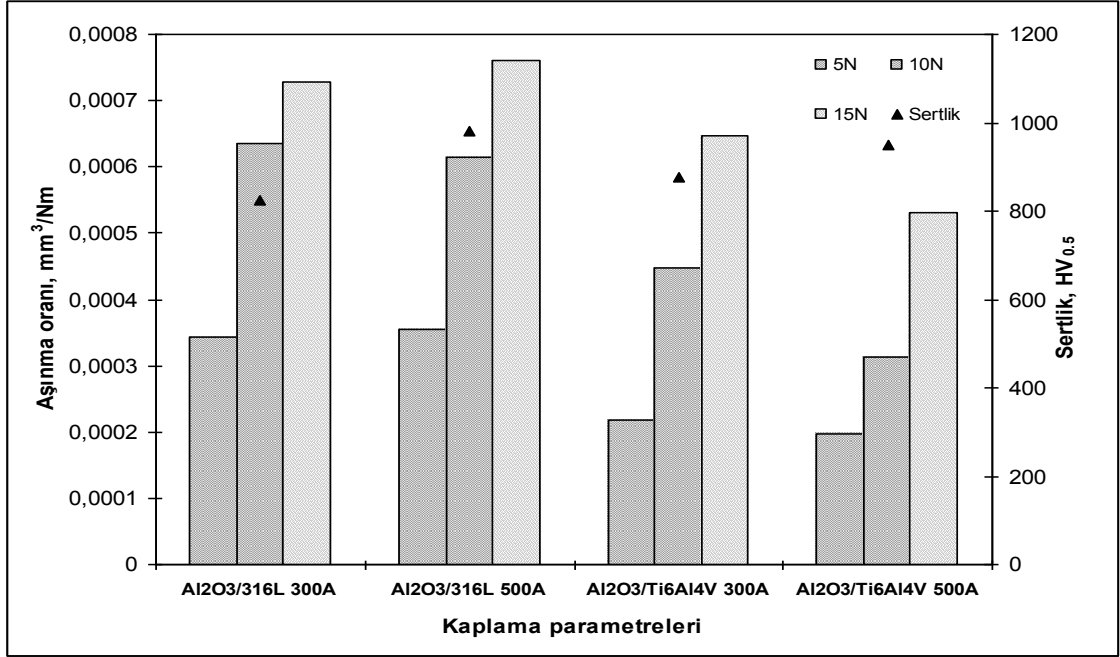
4.3.5. Çizme testi

316L paslanmaz çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine uygulanan Al₂O₃ kaplama kalınlığının fazla olması ve ayrıca yüzeyin çok pürüzlü olması bu tür kaplamalarda

kritik yükün çizme testi ile belirlenmesini engeller. Bu nedenle çizme testi cihazı ile sadece çok pasolu yorulma testleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.113'te farklı yüklerde iki yönlü olarak 150 çevrim boyunca kaplamaların sürtünme katsayısında meydana gelen değişim verilmiştir. Kaplamanın yüzey pürüzlülüğü fazla olduğu için aşındırıcı olarak 6mm çaplı bilye kullanılmıştır. Şekil 4.113'te görüldüğü gibi yük artışıyla beraber sürtünme katsayısında artma görülmektedir. Ayrıca paso sayısı arttıkça yine sürtünme katsayısı artmaktadır. Çünkü Al_2O_3 kaplama test esnasında kırılarak abrazif partiküllere dönüşmekte, bu ise sürtünme katsayısının artmasına sebep olmaktadır. Şekil 4.114'te çok pasolu çizme testi sonrası aşınma oranı ile yüzey sertliği arasındaki ilişki verilmiştir. Çizme testi yükü arttıkça beklenildiği gibi aşınma oranı artmaktadır. En düşük aşınma oranları, her iki taban malzeme üzerine uygulanan kaplamaların sertlikleri yaklaşık olarak aynı olmasına rağmen Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamada elde edilmiştir. Bunun sebebi 316L çeliği üzerine uygulanmış Al_2O_3 kaplamanın çizme testi esnasında oluşan abrazif partikül miktarı ile ilişkilidir. Sürtünme katsayıları incelendiğinde test esnasında 316L çeliği için değişimin Ti6Al4V alaşımına göre fazla olduğu görülmektedir.

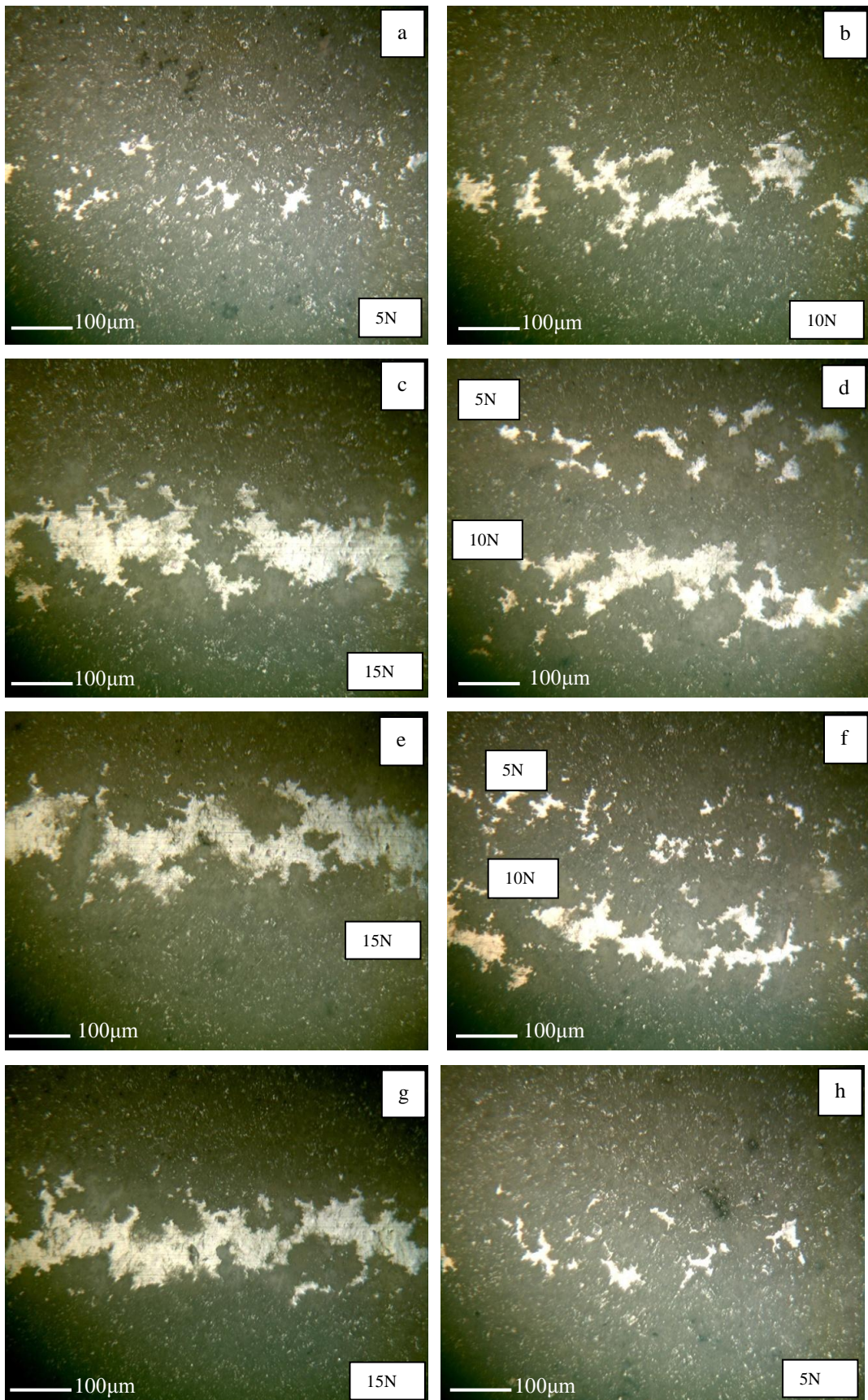


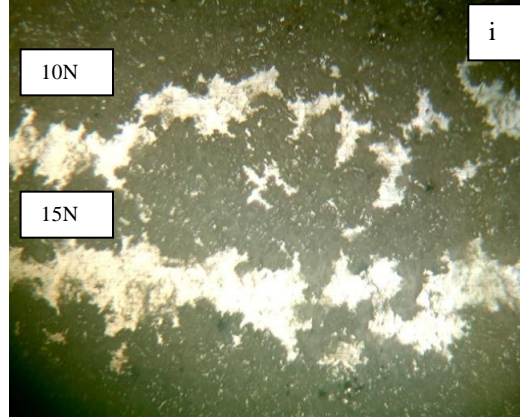
Şekil 4.113. Farklı yüklerde çok pasolu çizme testine maruz bırakılmış Al_2O_3 kaplamada sürtünme katsayısı değişimi



Şekil 4.114. Farklı yüklerde çok pasolu çizme testine maruz bırakılmış Al_2O_3 kaplamada aşınma oranı ve yüzey sertliği arasındaki ilişki

Şekil 4.115'te çok pasolu çizme testi sonrası elde edilen aşınma izlerinin optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Görüldüğü gibi düşük yüklerde her iki taban malzeme için iz genişliği düşük iken, yük arttıkça iz genişlikleri artmaktadır. Yüzey pürüzlülüğünün yüksek olması, iz boyunca homojen bir aşınmanın meydana gelmesini engellemiştir. Her iki taban malzeme için de kaplama akımında meydana gelen değişiklik aşınma izini etkilememiştir. 316L üzerine uygulanmış Al_2O_3 kaplamaların iz genişlikleri Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmışlardan yüksektir.

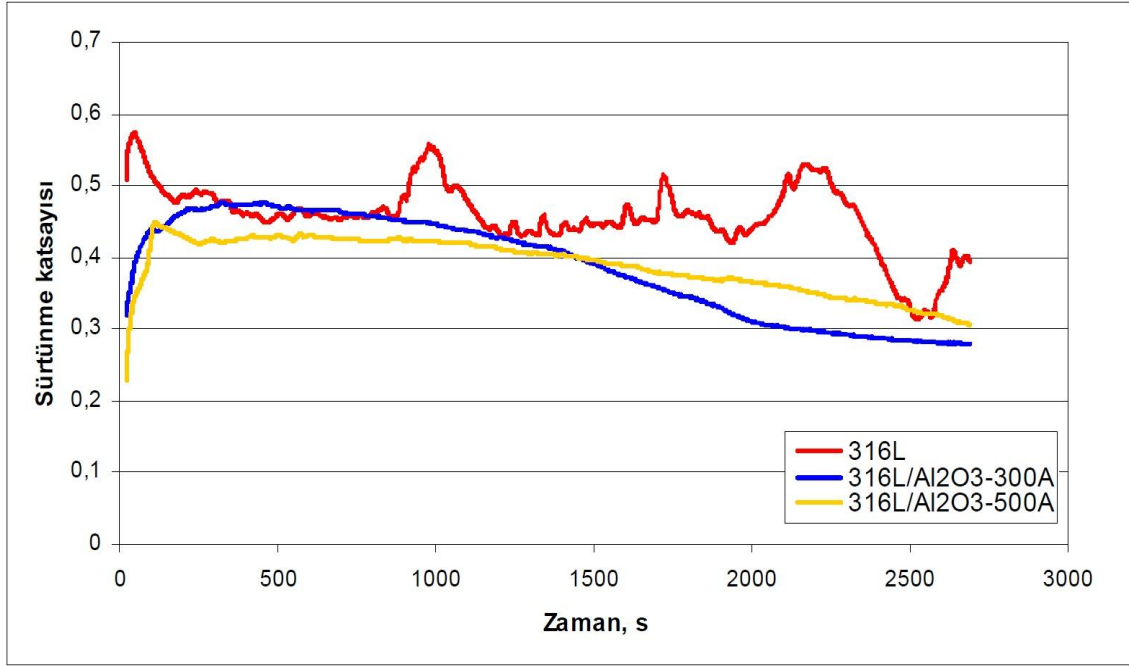




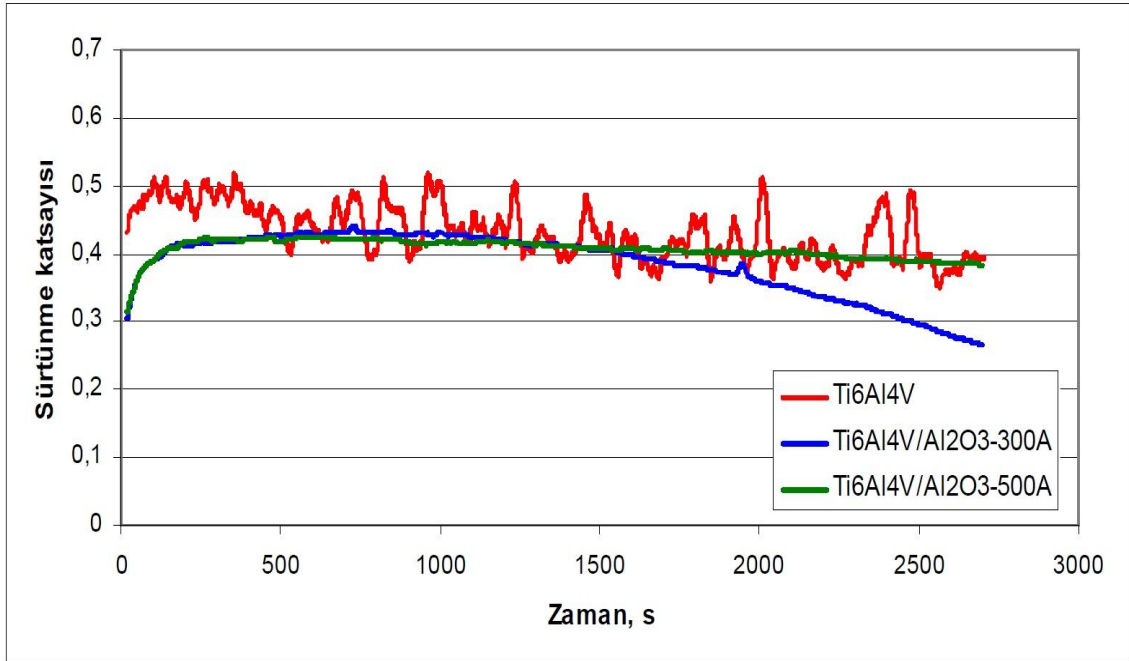
Şekil 4.115. Farklı yüklerde çok pasolu çizme testine maruz bırakılmış Al_2O_3 kaplamanın iz görüntüleri a-c) $Al_2O_3/316L$ 300A, d-e) $Al_2O_3/316L$ 500A, f-g) $Al_2O_3/Ti6Al4V$ 300A, h-i) $Al_2O_3/Ti6Al4V$ 500A

4.3.6. Sürtünme ve aşınma analizleri

Taban malzeme türü ve kaplama şartlarına göre elde edilen sürtünme test sonuçları Şekil 4.116 ve 4.117’de verilmiştir. Al_2O_3 kaplama sonrası yüzey pürüzlülüğü arttığı için Hertzian teması her iki grafikte de açıkça belirgindir. Pimin ilk teması esnasında, etkili temas bölgesi küçük olduğu için bilye, pürüzlülüğün maksimum olduğu noktalar ile temastadır. Test süresi arttıkça etkili temas alanı artmış ve sürtünme katsayısı da kararlı hale gelmiştir. Kaplama işlemi sonrası sürtünme katsayısı değerleri taban malzemeye oranla daha düşük olup farklı kaplama akımlarında (300 A-500 A) kaplanan numunelerin sürtünme katsayılarında önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Aşınma testi sonunda, kaplama kalınlığı fazla olduğu için taban malzemeye ulaşılmamıştır.

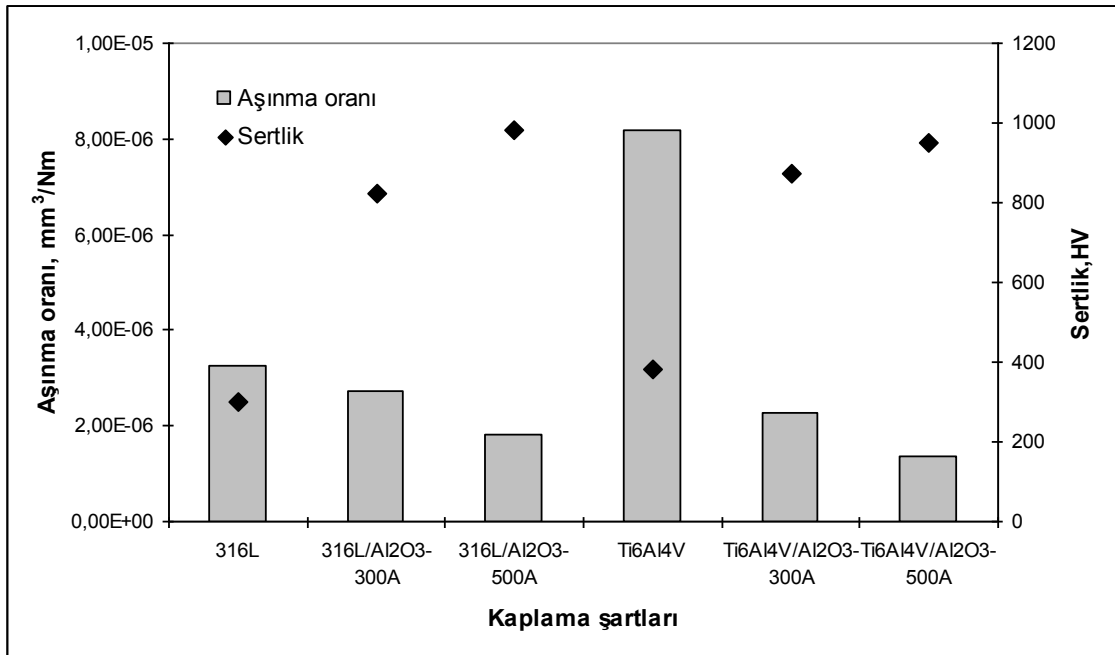


Şekil 4.116. 316L çeliği üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamanın sürtünme katsayısı-zaman grafiği



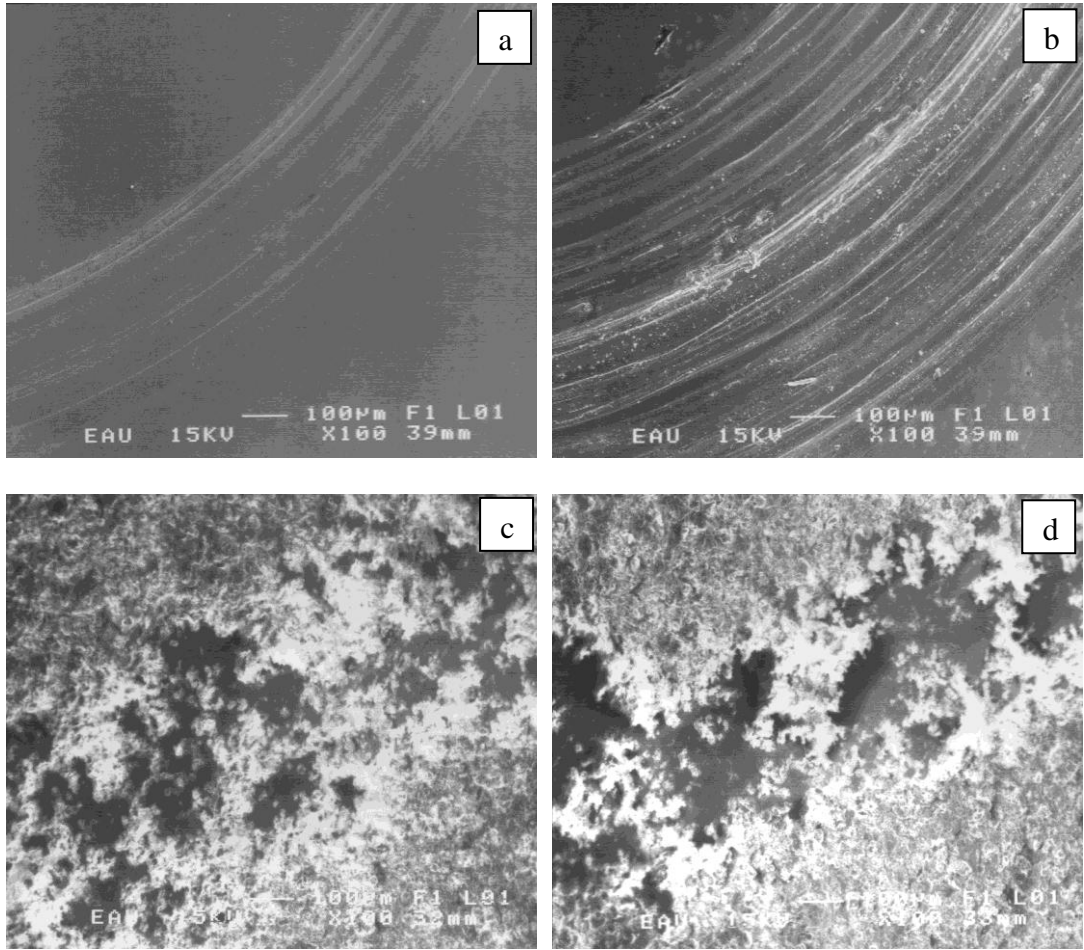
Şekil 4.117. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamanın sürtünme katsayısı-zaman grafiği

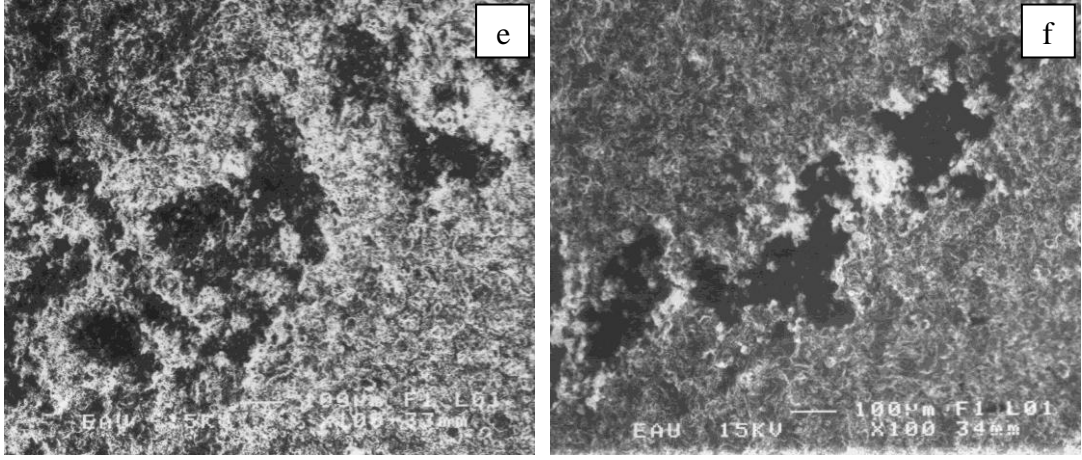
Şekil 4.118’de aşınma testi sonrası elde edilen aşınma oranı ile yüzey sertliği arasındaki ilişki verilmiştir. Al_2O_3 kaplama işlemi sonrası taban malzemelerin aşınma dirençlerinin önemli oranda arttığı görülmektedir. Ti6Al4V alaşımı üzerine yapılan kaplamalarda aşınma oranınının 316L paslanmaz çelik üzerine uygulanan kaplamalara oranla daha düşük olduğu görülmektedir. 300 A’de her iki taban malzeme üzerine yapılan Al_2O_3 kaplamaların yüzey pürüzlülüğü $2.82 \mu m$ iken, 500 A’de bu değer $3.14 \mu m$ ’ye çıkmıştır. Al_2O_3 kaplamaların yüzey pürüzlülükleri de taban malzemeye göre değişmezken aşınma oranındaki bu farklılık taban malzemenin aşınma testi üzerinde etkisini göstermektedir. Yani Al_2O_3 kaplamanın Ti6Al4V alaşımı ile arasındaki adezyon, 316L çeliğine göre çok daha iyidir. Ayrıca kaplama sertliğinin yüksek olması aşındırıcı pimin kaplama üzerinde deformasyon oluşturma ihtimalini azaltarak aşınma oranınının da azalmasını sağlamıştır. En düşük aşınma oranı Ti6Al4V alaşımı üzerine 500 A kaplama akımında kaplanmış numune için elde edilmiştir.



Şekil 4.118. 316L çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamanın aşınma oranı ve sertlik arasındaki ilişki

Şekil 4.119'da aşınma izi SEM görüntüleri verilmiştir. Kaplama işlemi sonrası aşınma iz genişliklerinin taban malzemelere oranla önemli oranda azaldığı görülmektedir. Ti6Al4V alaşımı üzerine kaplanmış Al_2O_3 kaplamanın aşınma iz genişlikleri, 316L taban malzemeye göre düşüktür. Ayrıca 500A'de kaplanan numunelerin aşınma izi genişlikleri 300A'de kaplanan numunelere göre daha düşüktür. En düşük aşınma iz genişliği Ti6Al4V alaşımı üzerine 500A kaplama akımında büyütülen Al_2O_3 kaplama için elde edilmiş olup bu sonuç aşınma oranları ile de desteklenmektedir (Şekil 4.118).

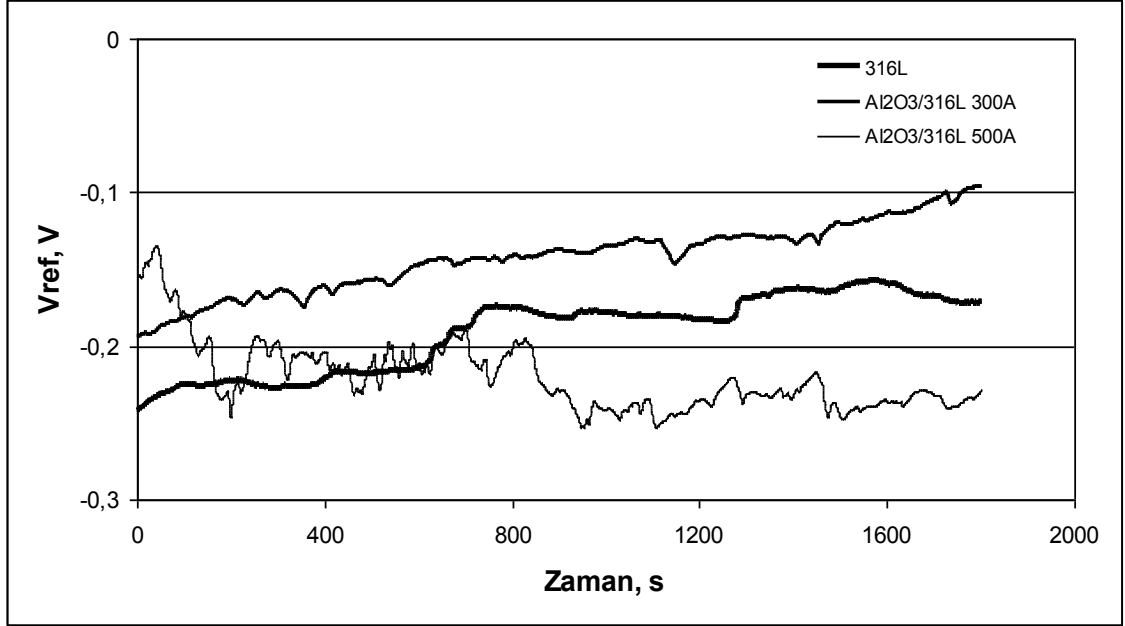




Şekil 4.119. Farklı kaplama şartlarına göre Al_2O_3 kaplamaların aşınma izleri a) 316L, b) Ti6Al4V, c) 316L/ Al_2O_3 -300A, d) Ti6Al4V/ Al_2O_3 -300A, e) 316L/ Al_2O_3 -500A, f) Ti6Al4V/ Al_2O_3 -500A

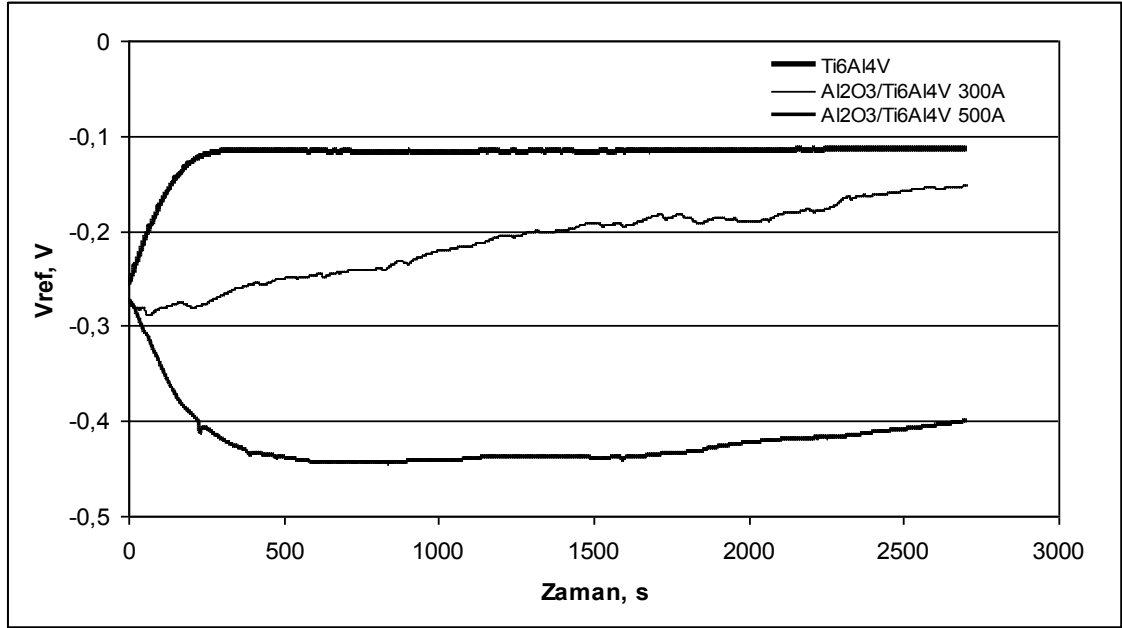
4.3.7. Korozyon testleri

Şekil 4.120 ve 4.121’de işlemsiz 316L paslanmaz çeliği ve Ti6Al4V alaşımı ile farklı iki plazma akımında (300 A-500 A) büyütülmüş Al_2O_3 kaplamalar için açık devre potansiyelleri (OCP) verilmiştir. Şekil 4.120’de görüldüğü gibi 316L çeliği üzerine 300 A’de kaplanmış Al_2O_3 kaplama için eğrinin yukarıya doğru yönlendiği görülmektedir. Bu durum pasifleşmenin varlığına işaret etmektedir. 316L çeliği üzerine 500 A’de kaplanmış Al_2O_3 kaplamalarda ise eğrinin negatif yönde ilerlediği görülmektedir. Bu durumun sebebi, kaplama akımının artışı ile yüzey pürüzlülüğü değerlerinin artması ve korozyon sıvısının bu pürüzlülüklere sızarak korozyon direncini azaltmasıdır.



Şekil 4.120. 316L çeliği üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamannın açık devre potansiyelleri

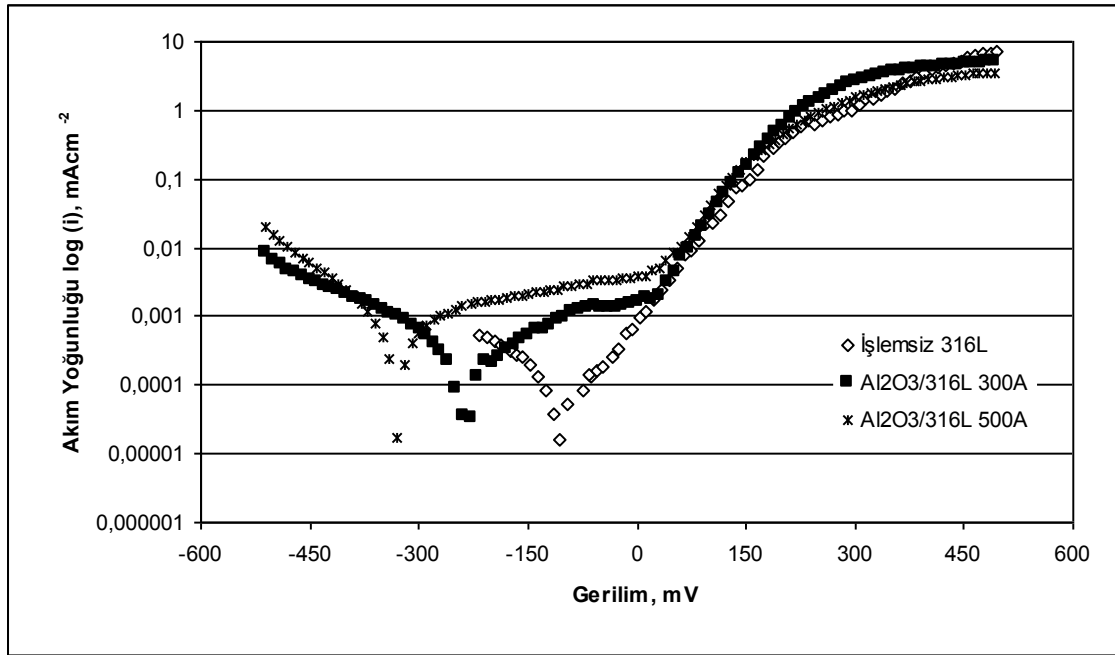
Şekil 4.121’de Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülen Al_2O_3 kaplamalar için OCP eğrileri verilmiştir. 300 A’de kaplanmış numune için eğrinin eğimi sürekli artmakta yani pasifleşme görülmektedir. 500 A’de kaplanan numune için ise bu durum söz konusu değildir. OCP eğrisi incelendiğinde Ti6Al4V taban malzemenin korozyon akım yoğunluğunun (I_{corr}) Al_2O_3 kaplanmış numunelere göre daha düşük olmasından dolayı taban malzemenin korozyon direnci daha iyi görülmektedir. 300 A ve 500 A’de yapılan kaplama işlemleri için numunelerin korozyon akım yoğunlukları birbirine yakın olduğundan korozyon potansiyelleri arasında bir karşılaştırma yapılması durumunda 300 A’ de kaplanan numunenin korozyon direncinin daha iyi olduğu söylenebilir.



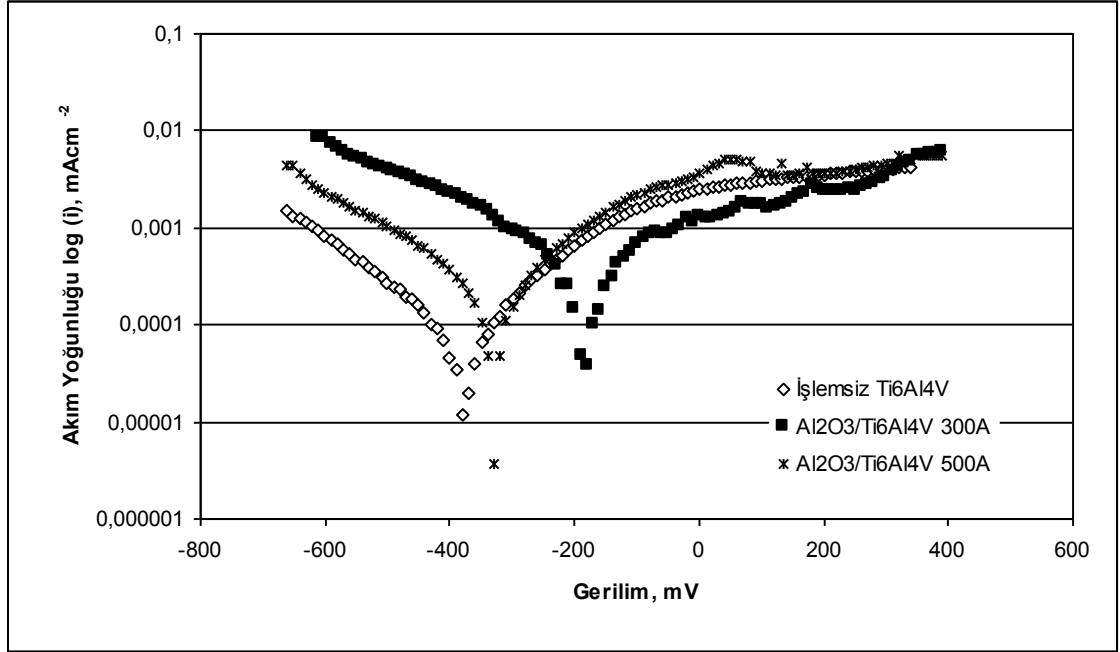
Şekil 4.121. Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamasının açık devre potansiyelleri

Şekil 4.122’de 316L taban malzeme üzerine 300 A ve 500 A kaplama akımlarında büyütülmüş Al_2O_3 kaplamalar için polarizasyon eğrileri verilmiştir. Polarizasyon eğrileri incelendiğinde 316L taban malzemenin korozyon direncinin Al_2O_3 kaplamaların korozyon direncinden daha yüksek olduğu ancak aralarında aşırı bir farklılığın olmadığı görülmektedir. 316L taban malzeme üzerinde büyütülen Al_2O_3 kaplamaların poroz bir yapıya sahip olması ve yüzey pürüzlülüğünün kaplama işlemi sonrası artması Al_2O_3 kaplanmış numunelerin korozyon direncini düşürmüştür. Yapılan yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinde Al_2O_3 kaplama ile yüzey pürüzlülüğünün arttığı ve kaplama akımının artışı ile yüzey pürüzlülüğünün arttığı belirlenmişti. 500A’da kaplanan numunenin yüzey pürüzlülüğü 300 A’de kaplanan numuneye göre daha yüksek olduğu için bu numunenin korozyon direnci 300 A’de kaplanan numuneye göre daha düşüktür. 300 A’de kaplanmış numunenin korozyon potansiyel değeri 500 A’e göre daha yüksek olmasına rağmen, polarizasyon eğrilerinden her iki numune için korozyon potansiyel değerlerinin eşit olduğu görülmüştür.

Şekil 4.123'te Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamalar için polarizasyon eğrileri verilmiştir. Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülen kaplamalarda en yüksek korozyon direnci 300 A'de kaplanan numune için elde edilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi her iki akımda kaplanmış numunelerin korozyon akım yoğunluğu (I_{corr}) değeri taban malzemeye göre düşüktür. Korozyon potansiyelleri (E_{corr}) ise taban malzemeye göre yüksektir. Yani her iki kaplama akımında kaplanmış numuneler için korozyon direncinde artış sağlanmıştır. Ayrıca Çizelge 4.8'de de korozyon potansiyelleri ve akım değerleri verilmiştir. Görüldüğü gibi Tafel eğrisi sonuçlarına göre de Al_2O_3 kaplamanın korozyon potansiyeli ve akımı 316L çeliğine göre kötüyken, Ti6Al4V alaşımına göre daha iyidir. Ayrıca artan kaplama akımı ile korozyon potansiyelleri azalmıştır.



Şekil 4.122. 316L çeliği üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın polarizasyon eğrileri



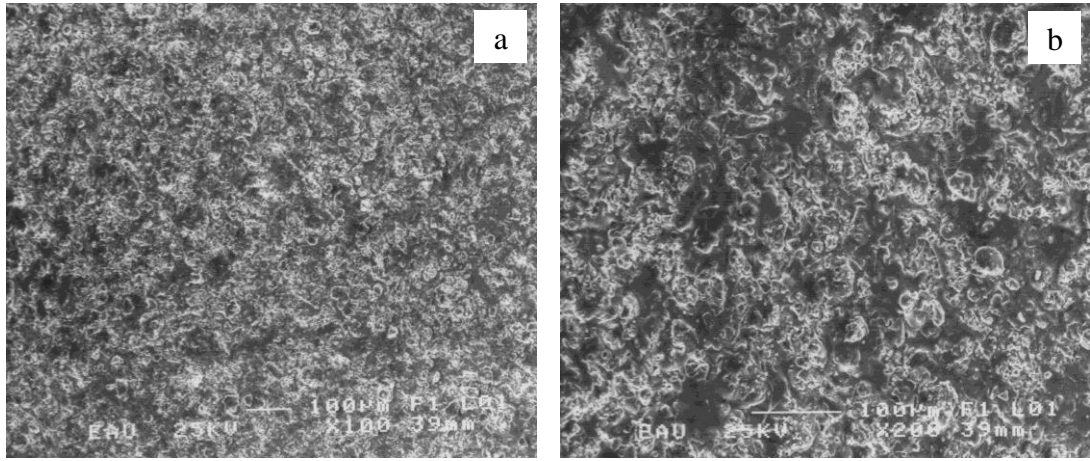
Şekil 4.123. Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın polarizasyon eğrileri

Çizelge 4.8. Farklı kaplama şartlarına göre Al_2O_3 kaplama için polarizasyon sonuçları

Numune	E_{corr} mV	I_{corr} $mAcm^{-2}(x10^{-5})$
$Al_2O_3/Ti6Al4V$ 300A	-194	46
$Al_2O_3/Ti6Al4V$ 500A	-335	24.5
$Al_2O_3/316L$ 300A	-233	38
$Al_2O_3/316L$ 500A	-336	109
Ti6Al4V	-324	95.5
316L	-83	15

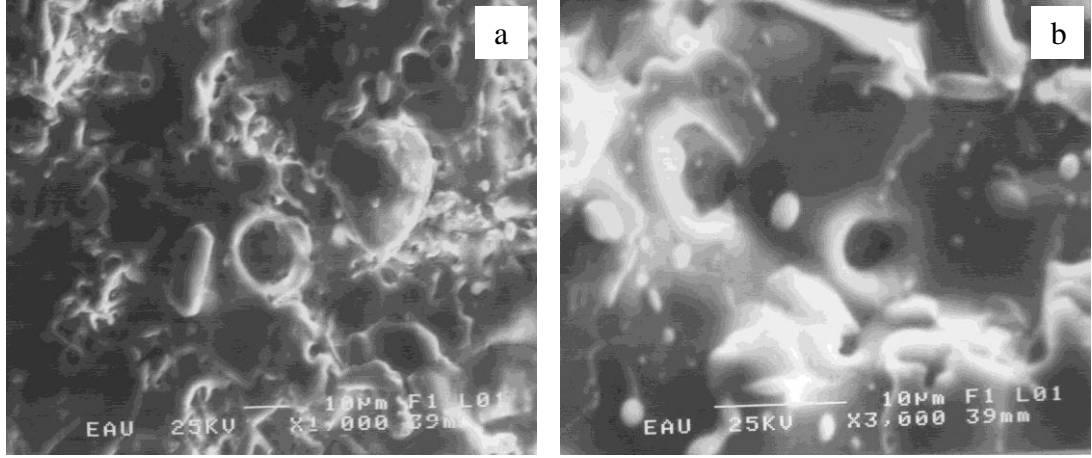
Korozyona uğramış numunelere ait SEM resimleri incelendiğinde korozyon mekanizmasının çukurcuk korozyonu olduğu görülmektedir. Plazma sprey ile üretilmiş kaplamalar yapısal kusurlara, mikroçatlaklara ve poroz bir yapıya sahip oldukları için korozif ortamın taban malzemeye ulaşması muhtemeldir. Bu da hızlı bir bölgesel galvanik korozyona ve çukurcuk korozyonuna sebep olur. Şekil 4.124'te 316L taban

malzeme üzerine 300 A ve 500 A’de kaplanmış Al_2O_3 kaplamalar için korozyon testleri sonrası çekilmiş SEM görüntüleri verilmiştir. Şekilden etkin korozyon mekanizmasının çukurcuk tipi korozyon olduğu görülmektedir. Her iki görüntü incelendiğinde 500 A kaplama akımı uygulanmış numunenin daha fazla korozyona uğradığı görülmektedir. Numunelerin yüzeyinde çukurcuk oluşumu rahatlıkla görülebilmektedir. 300 A’de kaplanan numunede daha az çukurcuk oluştuğu ve oluşan çukurcukların 500 A’e göre daha küçük formda olduğu görülmektedir.



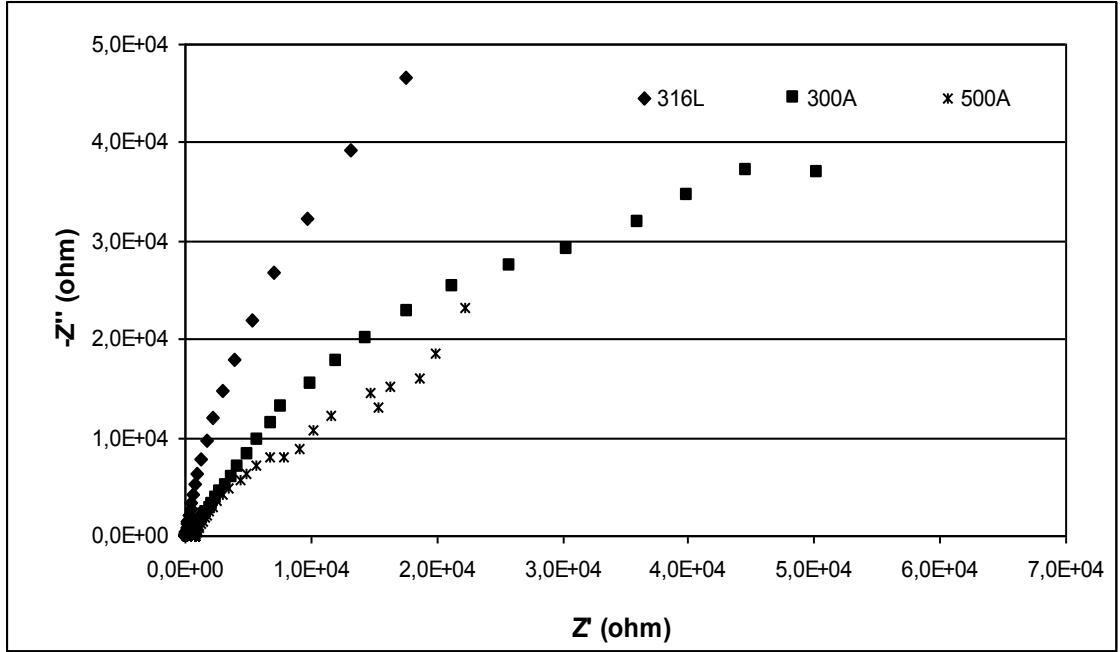
Şekil 4.124. 316L çeliği üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın korozyon testi sonrası SEM görüntüleri; a) 300A, b) 500A

Şekil 4.125’te Ti6Al4V taban malzeme üzerine büyütülen Al_2O_3 kaplamalar için korozyon görüntüleri verilmiştir. Her iki görüntü incelendiğinde malzeme yüzeyinde oluşan çukurcuklar görülmektedir. Özellikle 500 A’de kaplanan numune yüzeyinde oluşan tipik bir çukurcuğun derinliği göze çarpmaktadır. 300 A’de büyütülen kaplamanın SEM resmi incelendiğinde test sonrası oluşan yüzeyin 500 A’de büyütülen kaplamaya göre daha az korozyona uğradığı görülmektedir. Elde edilen bu görüntüler polarizasyon eğrilerinden elde edilen sonuçlarla aynı paraleldedir.

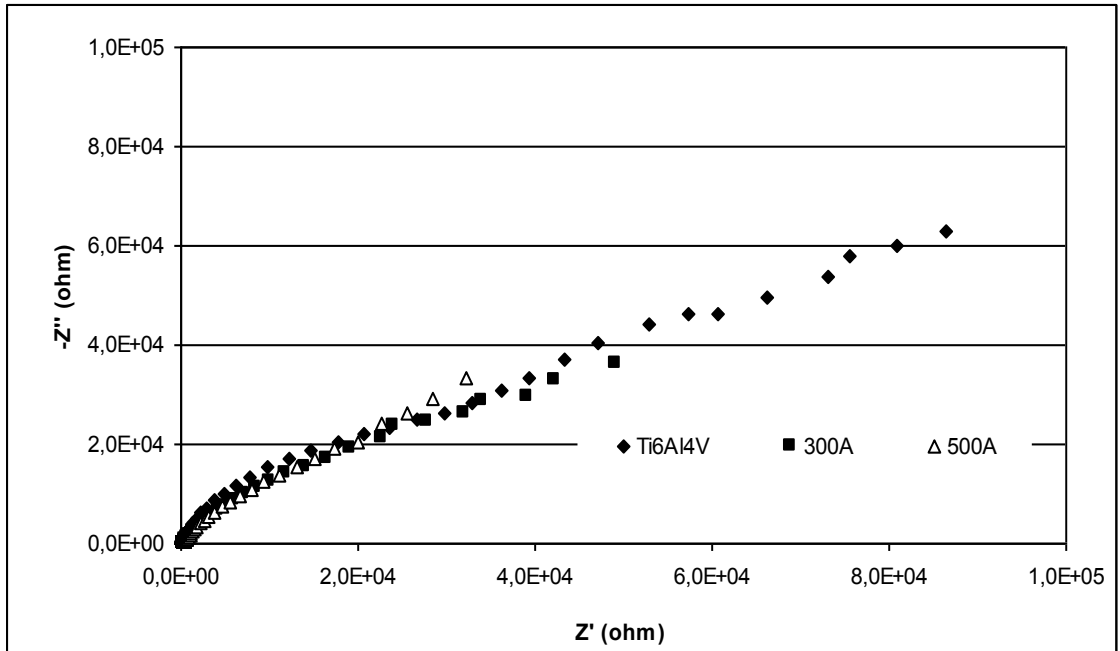


Şekil 4.125. Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülmüş Al_2O_3 kaplamanın korozyon testi sonrası SEM görüntüleri; a) 300A, b) 500A

Şekil 4.126'da 316L taban malzeme üzerine uygulanan Al_2O_3 kaplamalar için empedans ölçümlerinin Nyquist grafiği verilmiştir. Kaplama işlemi sonrası elde edilen empedans değerleri taban malzemeye göre oldukça düşüktür. Kaplama akımına göre bir irdeleme yapıldığında 300 A'de kaplanan numunenin 500 A'de kaplanan numuneye göre daha yüksek korozyon direncine sahip olduğu görülmektedir. Polarizasyon eğrilerinde de benzer bir durum söz konusuydu. Korozyon testleri sonucu itibariyle, Al_2O_3 kaplamanın işlemsiz 316L çeliğine göre daha kötü bir korozyon direncine sahip olduğu söylenebilir. Şekil 4.127'de Ti6Al4V taban malzeme üzerine uygulanan Al_2O_3 kaplamalar için empedans ölçümlerinin Nyquist grafiği verilmiştir. Korozyon direnci açısından işlemsiz Ti6Al4V alaşımı ile Al_2O_3 kaplamanın benzer özelliklere sahip olduğu görülmüştür.



Şekil 4.126. 316L çeliği üzerine büyütülmüş Al₂O₃ kaplamanın Nyquist grafikleri



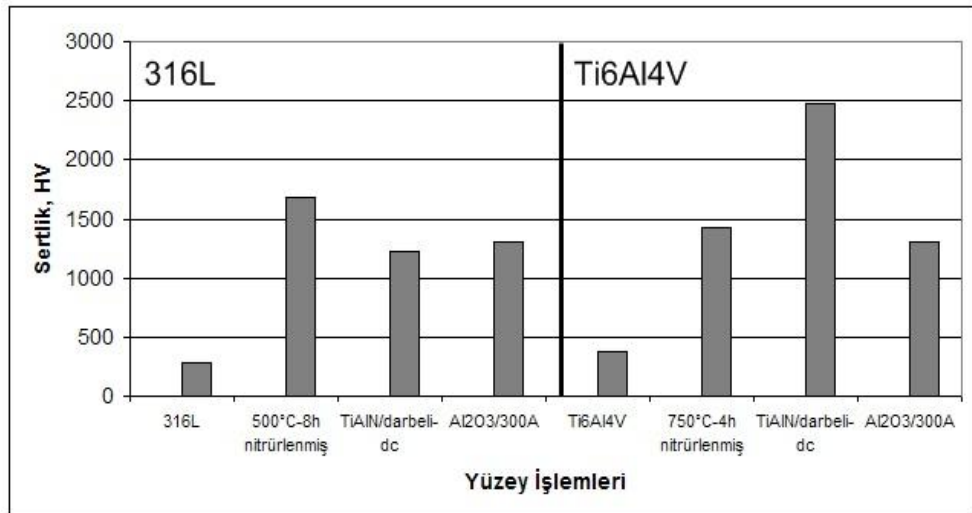
Şekil 4.127. Ti6Al4V alaşımı üzerine büyütülmüş Al₂O₃ kaplamanın Nyquist grafikleri

4.4. Uygulanan Yüzey İşlemlerinin Karşılaştırılması

İmplant malzeme olarak kullanılan 316L paslanmaz çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine uygulanan plazma nitrürleme, TiAlN ve Al₂O₃ kaplama işlemleri, söz konusu taban malzemelerin birtakım özellikleri açısından olumlu etkiye sahipken, bazı özellikleri açısından da olumsuz etki göstermiştir. Ayrıca uygulanan yüzey işlemlerinin farklı parametrelerinin de taban malzemeler üzerinde değişik etkilere sahip olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla yüzey işlemlerinin birbiriyle mukayese edilmesi, implant malzeme olarak kullanım açısından en uygun yüzey işlemi ve parametresinin belirlenebilmesi için büyük önem taşımaktadır. Bu amaç doğrultusunda, taban malzemelerin ve uygulanan yüzey işlemlerinin en üstün parametrelerine göre mekanik, tribolojik ve elektrokimyasal özellikler bakımından bir karşılaştırma yapılmıştır.

4.4.1. Mekanik özelliklerin karşılaştırılması

4.4.1.a. Mikrosertliklerin karşılaştırılması

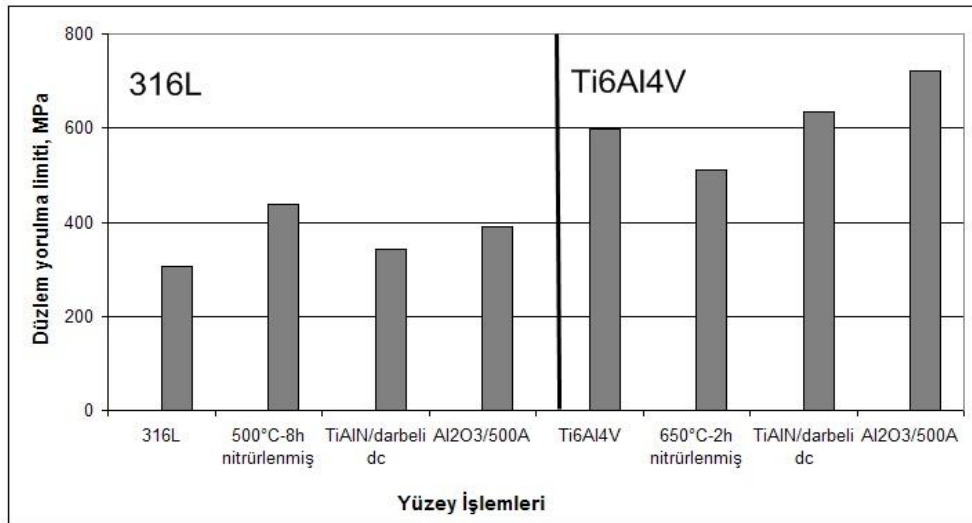


Şekil 4.128. Mikrosertlik değerlerinin karşılaştırılması

Şekil 4.128’de farklı parametrelerde uygulanmış yüzey işlemlerinin mikrosertlik özellikleri karşılaştırılmıştır. Şekilde görüldüğü gibi 316L paslanmaz çeliğin sertliği uygulanan yüzey işlemleri neticesinde 4-6 kat artmıştır. En yüksek yüzey sertliği 1680 HV olarak 500°C’de 8 saat nitrürleme işlemi sonucu elde edilmiştir. Sertliği 380 HV olan Ti6Al4V alaşımının ise yüzey işlemleri sonrası sertliği 3.5-6.5 kat artmış ve en yüksek yüzey sertliği darbeli-dc ile kaplanmış TiAlN ince film için elde edilmiştir.

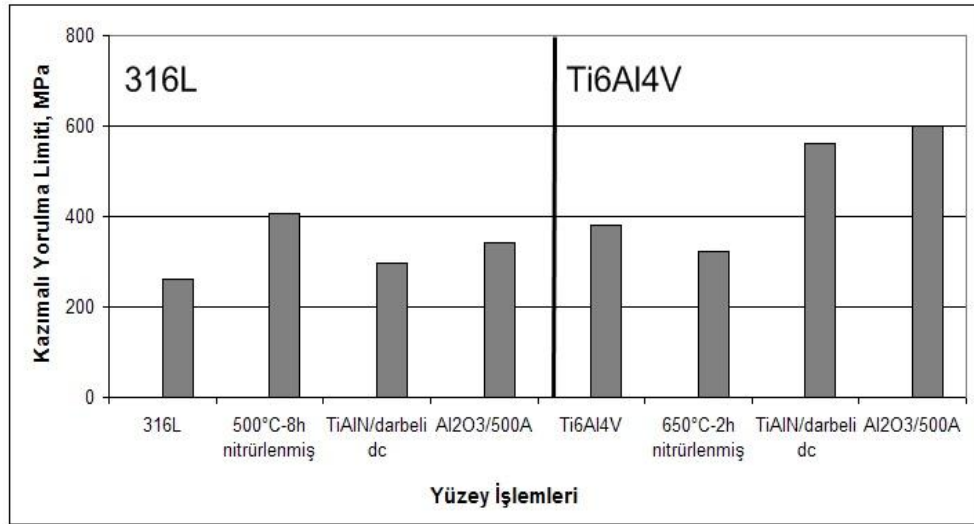
4.4.1.b. Yorulma özelliklerinin karşılaştırılması

Şekil 4.129’da iki farklı taban malzeme üzerine uygulanmış yüzey işlemlerinin düzlem yorulma limitleri karşılaştırılmıştır. 316L paslanmaz çelik üzerine uygulanan bütün yüzey işlemlerinin taban malzemenin düzlem yorulma özelliklerini iyileştirdiği görülmektedir. En üstün sonucun 500°C’de 8 saat süre ile gerçekleştirilen nitrürleme işlemi sonrası elde edildiği ve taban malzemenin yorulma limitinin yaklaşık olarak %40 oranında arttığı belirlenmiştir (Yetim 2009). Ti6Al4V alaşımına uygulanan yüzey işlemleri incelendiğinde ise TiAlN ve Al₂O₃ kaplamaların düzlem yorulma özellikleri açısından olumlu etkiye sahip olduğu görülmektedir. Nitrürleme işleminin ise taban malzemenin yorulma limitini düşürdüğü ifade edilmiştir (Yetim 2009). 500A plazma akımında kaplanan Al₂O₃ kaplama, Ti6Al4V alaşımının yorulma limitini yaklaşık olarak %20 oranında arttırmıştır.



Şekil 4.129. Düzlem yorulma limitlerinin karşılaştırılması

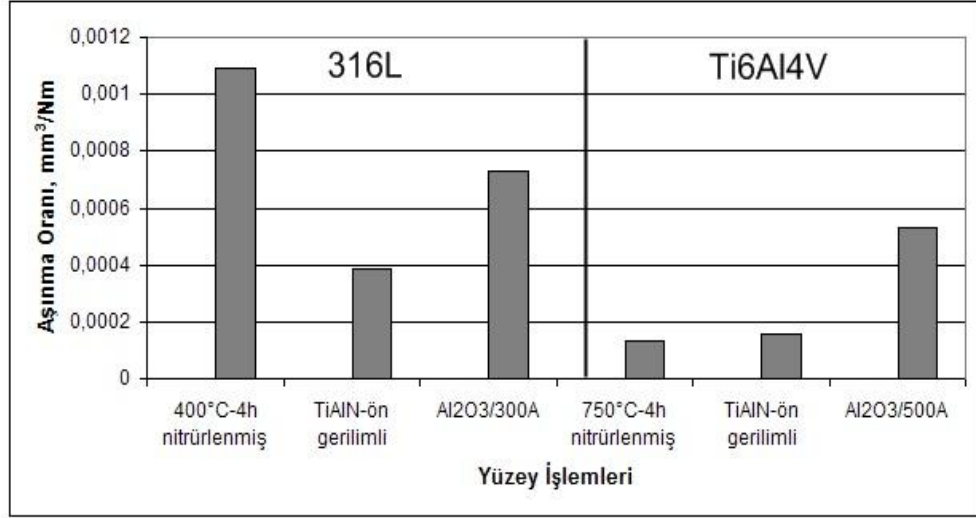
Şekil 4.130’da yüzey işlemlerine göre kazımalı yorulma limitlerinin karşılaştırması yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar düzlem yorulma özellikleri ile aynı paraleldedir. Ancak genel olarak limit değerlerine bakıldığında, kazımalı yorulmada uygulanan temas basıncının etkisi ile yorulma limit değerlerinin daha aşağıda olduğu görülmektedir. 500°C’de gerçekleştirilen 8 saat nitrürleme işleminin 316L paslanmaz çeliğin kazımalı yorulma limitini yaklaşık olarak %55 oranında iyileştirdiği görülmektedir. Ti6Al4V alaşımı üzerine 500 A’de kaplanan Al₂O₃ kaplama ise taban malzemenin kazımalı yorulma limitini %57 artırarak en uygun sonucu vermiştir.



Şekil 4.130. Kazımalı yorulma limitlerinin karşılaştırılması

4.4.1.c. Çok pasolu çizme testi sonuçlarının karşılaştırılması

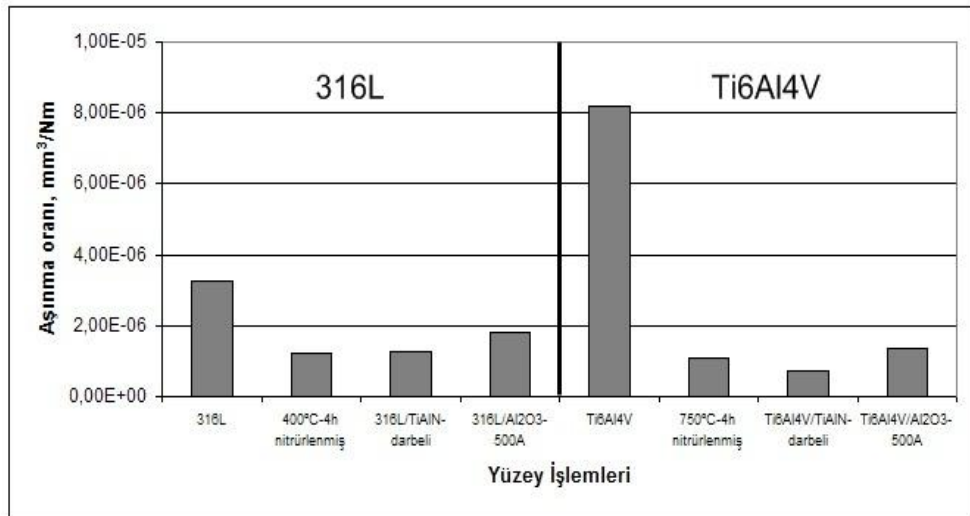
Şekil 4.131’de 15 N yük altında gerçekleştirilen çok pasolu çizme testi sonrası elde edilen aşınma oranı değerleri karşılaştırılmıştır. 316L paslanmaz çelik için en düşük aşınma oranı ön gerilimli olarak kaplanmış TiAlN film için elde edilmişken, Ti6Al4V alaşımı için en düşük aşınma oranı 750°C’de 4 saat nitrürleme ve ön gerilimli TiAlN kaplama için elde edilmiştir.



Şekil 4.131. Çok pasolu çizme testi sonuçlarının karşılaştırılması

4.4.2. Tribolojik özelliklerin karşılaştırılması

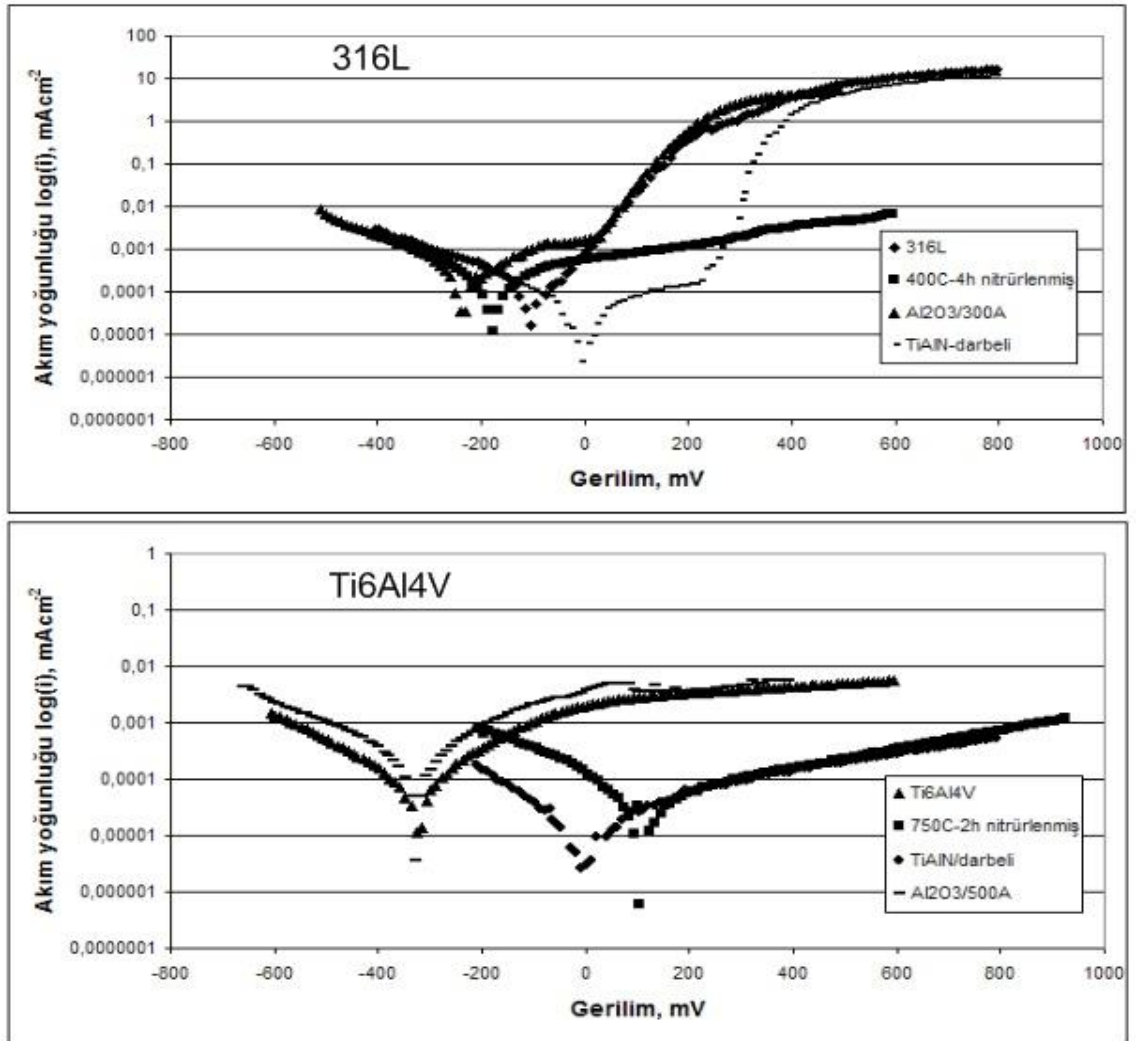
Şekil 4.132’de 37°C’de Ringer solüsyonu içinde yapılan aşınma testleri sonucu elde edilen aşınma oranları karşılaştırılmıştır. Şekilde görüldüğü gibi bütün yüzey işlemleri her iki taban malzemenin aşınma oranlarını düşürerek aşınma direncinde artışa sebep olmuştur. Nitrüleme ve TiAlN ince film kaplama işlemleri taban malzemelerin aşınma oranlarında ciddi bir düşüşe yol açmışken, yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip Al₂O₃ kaplamaların diğer yüzey işlemleri kadar etkili olmadığı görülmüştür.



Şekil 4.132. Aşınma oranlarının karşılaştırılması

4.4.3. Elektrokimyasal özelliklerin karşılaştırılması

Şekil 4.133'te taban malzemelere ve korozyon direnci açısından en uygun parametre ile uygulanmış yüzey işlemlerine ait polarizasyon eğrileri görülmektedir. 316L paslanmaz çeliğe uygulanan yüzey işlemlerinin taban malzemenin korozyon direncini düşürdüğü ancak elde edilen değerlerin taban malzemenin çok uzak olmadığı görülmektedir. Ti6Al4V alaşımı için bir irdeleme yapıldığında ise 750°C'de 2 saat nitrürleme ve darbeli-dc TiAlN kaplama işlemlerinin alaşımın korozyon direncini önemli oranda arttırdığı, 500 A'de büyütülen Al₂O₃ kaplamanın ise taban malzeme ile eşit korozyon direncine sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 4.133. Elektrokimyasal özelliklerin karşılaştırılması

5. SONUÇLAR

İmplant malzeme olarak kullanılan 316L paslanmaz çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine plazma nitrürleme, TiAlN ince film kaplama ve Al₂O₃ plazma sprey kaplama olmak üzere üç farklı yüzey işlemi uygulanmış ve uygulanan işlemler sonrası yapısal, mekanik, tribolojik ve elektrokimyasal özellikler incelenerek elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

▪ Plazma nitrürleme

➤ 316L paslanmaz çeliğinin plazma ile nitrürlenmesi sonucu malzeme yüzeyinde, işlem parametrelerine bağlı olarak s-fazı, Fe₄N ve CrN fazlarından oluşan modifiye tabaka meydana gelmiştir. Düşük işlem sıcaklığı ve sürelerinde modifiye tabakanın ağırlıklı olarak s-fazından oluştuğu, işlem sıcaklığı ve süresinin artışı ile tabaka içerisinde Fe₄N ve CrN fazlarının oluştuğu gözlenmiştir. Modifiye tabakayı oluşturan fazlar doğrudan mekanik, tribolojik ve elektrokimyasal özellikleri etkilemiştir. Yüksek sıcaklık ve işlem sürelerinde oluşan Fe₄N-CrN çift fazlı yapı, yüksek mikrosertlik, aşınma direnci ve yorulma dayanımı sağlamasına rağmen, korozyon direnci açısından olumsuz sonuçlar doğurmuştur. Nitrürleme işleminde kullanılan bütün parametreler için 316L paslanmaz çeliğin korozyon direncinin düşmesine rağmen, düşük işlem sıcaklığı ve sürelerinde oluşan s-fazı ağırlıklı modifiye tabakanın korozyon direncinin 316L paslanmaz çeliğin korozyon direncine yakın olduğu görülmüştür. s-fazı, CrN ve Fe₄N fazlarına göre düşük sertlik ve aşınma direncine sahip olmasına rağmen, gerek kazımalı yorulma ömrü gerekse korozyon direnci yüksektir. İmplant olarak kullanılacak bir malzemenin sürekli vücut akışkanları ile temas halinde olduğu ve korozif ortamlarda çalıştığı düşünülecek olursa, nitrürlenmiş 316L çeliği için s-fazından oluşan modifiye tabakanın tercih edilmesi uygun olacaktır.

➤ Ti6Al4V alaşımının plazma ile nitrülenmesi sonucu malzeme yüzeyinde Ti₂N ve TiN fazlarından oluşan bileşik tabaka, altında ise arayer azot atomları ile zenginleştirilmiş α-Ti yapısından oluşan difüzyon tabakası oluşmuştur. İşlem süresi ve sıcaklığı arttıkça hem bileşik hem de difüzyon tabaka kalınlıkları artmıştır. Nitrüleme işlemi Ti6Al4V alaşımının sertlik, aşınma ve korozyon direncini arttırmasına rağmen, düzlem ve kazımalı yorulma direncini işlemsiz alaşıma göre düşürmüştür. Ancak düşük nitrüleme sürelerinde bu olumsuzluğun etkisi azalmıştır. Bu nedenle implant malzeme olarak kullanılacak Ti alaşımları için nitrüleme süresinin düşük tutulması gerekmektedir. Bu durum korozyon direnci için de önemlidir. Çünkü yüksek nitrüleme sıcaklığı ve sürelerinde, yüzeyde oluşan bileşik tabaka, kolonsal bir yapıya sahip olacağı için, kolonlar arasında oluşacak bir süreksizlik korozyon direncini düşürecektir. Düşük sıcaklıklarda yapılan nitrüleme işlemi ise bileşik tabakada Ti₂N fazının oluşumuna sebep olacağı için korozyon direnci açısından tercih edilmemelidir. Özellikle TiN oluşumunu sağlayacak nitrüleme şartları kazımalı yorulma direnci açısından da yarar sağlayacaktır.

▪ TiAlN ince film kaplama

➤ 316L paslanmaz çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine CFUBMS yöntemiyle ön gerilimli ve darbeli olarak kaplanmış TiAlN ince filmi, (111) ve (200) düzlemlerinde büyümüştür. Her iki kaplama şartı için de mekanik, tribolojik ve korozyon özellikleri taban malzemeye göre iyileşmiştir. Elde edilen sonuçlar Ti6Al4V taban malzeme için daha iyidir. Çünkü bu taban malzeme üzerinde film, (111) düzleminde tercihli olarak büyümüştür. TiAlN kaplama, taban malzemelerin düzlem ve kazımalı yorulma dayanımlarını bir miktar arttırmasına rağmen filmin çok ince olması nedeniyle istenildiği kadar etkili olamamıştır. Yapılan testler sonucu TiAlN ince filmin taban malzemelerin aşınma ve korozyon direncini önemli oranda arttırdığı görülmüştür. Ayrıca darbeli olarak üretilen filmlerin yoğun ve kolonsuz bir yapı içermesi nedeni ile ön gerilimli olarak üretilmiş kaplamalara göre daha iyi sertlik, yorulma dayanımı, aşınma ve korozyon direncine sahip olduğu görülmüştür. Gerçekleştirilen testler sonucunda ince film kaplamanın implant uygulamalarında kullanılabilmesi için

öncelikle taban malzeme ile film arasındaki adezyonun iyi olması gerektiği sonucuna ulaşılmıştır. Çünkü herhangi bir implant üzerine uygulanacak ince film kaplamada, eğer adezyon yeterince iyi olmazsa temas anında film kopacak ve abrazyon etki yapacaktır. Bu kopan parçacıklar da bulunduğu bölgelerde iltihaplanmaya sebep olabilir.

▪ Al₂O₃ kaplama

➤ 316L paslanmaz çeliği ve Ti6Al4V alaşımı üzerine plazma sprej yöntemiyle iki farklı kaplama akımında (300 A-500 A) Al₂O₃ kaplanması sonucu yüzeyde α ve γ -Al₂O₃ fazlarından meydana gelen bir yapı oluşmuştur. Bu yapı yüksek sertliğe sahip olduğu için mekanik ve tribolojik özellikler taban malzemelere göre iyileşmiştir. Ancak plazma sprej yöntemi ile büyütülen Al₂O₃ kaplamaların yüzey pürüzlülüğünün fazla olması ve adezyon problemi gibi nedenlerden dolayı abrazyon aşınma hızlanmıştır. Dolayısıyla ile Al₂O₃ kaplamalar, taban malzemelerin aşınma direncinin artırılmasında plazma nitrüleme ve TiAlN kaplama kadar etkili olamamıştır. Yorulma testleri sonucunda Al₂O₃ kaplamaların taban malzemelerin düzlem ve kazımalı yorulma dirençlerinin artırılmasında etkili olduğu görülmüştür. Yapılan elektrokimyasal testler sonucunda Al₂O₃ kaplamanın 316L paslanmaz çeliğin korozyon direncinde bir miktar azalmaya sebep olduğu, Ti6Al4V alaşımının ise korozyon direncini artırdığı tespit edilmiştir. Düşük kaplama akımında elde edilen kaplamaların daha düşük poroziteye sahip olmaları nedeniyle, korozyon direnci açısından daha üstün sonuçlar verdiği görülmüştür. Mekanik ve tribolojik özelliklerin kaplama akımı ile fazla değişmemesi, korozyon direncinin daha iyi olması için kaplama işleminin düşük akımlarda yapılması gerektiğini göstermiştir.

Elde edilen sonuçlara göre implant malzeme üzerine uygulanacak yüzey işlemi için öncelikle korozyon probleminin aşılması gerektiği görülmektedir. Uygulanan bütün yüzey işlemleri mekanik ve tribolojik özellikleri iyileştirdiği için, korozyon direnci maksimum, yorulma dayanımı ve aşınma direnci de makul bir seviyede olabilecek yüzey işlemi tercih edilmelidir. Özellikle implant malzemesinin kemikle bütünlüğü sağlanmalıdır. Bunun için de özellikle implant yüzeyinin poroz olması gerekmektedir.

İnce film kaplamaların poroz yapı içirme olanağı düşük olduđu için, yüksek mekanik, tribolojik ve korozyon özellikleri nedeniyle daha çok cerrahi aletlerde kullanılmalıdır. Plazma ile nitrürleme işlemi ise difüzyon tabakası içerdiği için yük taşıyan implantlarda tercih edilmeli, fakat taban malzemesi türüne göre yanlış seçilecek nitrürleme parametrelerinin korozyon problemi oluşturacağı unutulmamalıdır. Al_2O_3 kaplamalar ise hem iyi mekanik, tribolojik ve korozyon özelliklerine hem de poroz yapıya sahip olmaları nedeniyle implant malzemelerde rahatlıkla kullanılabilir. Bu kaplama için de sınırlama taban malzeme ile kaplama arasındaki adezyondur. Bu problem de uygun kaplama teknikleri ile giderilebilir.

KAYNAKLAR

- Allen, C., Li, C.X., Bell, T., Sun, Y., 2003. The effect of fretting on the fatigue behaviour of plasma nitrided stainless steels. *Wear*, 254, 1106-1112.
- Alsaran, A., Karakan, M. and Çelik, A., 2002. The investigation of mechanical properties of ion-nitrided 5140 low alloy steel. *Materials Characterization*, 48, 4, 323-326.
- Angelini, E., Burdese, A., De Benetti, B., 1988. Ion-nitriding of austenitic stainless steel. *Metallurgical Science and Technology*, 6, 33-39.
- Baragetti, S., Vecchia, M., Terranova, A., 2003. Fatigue behavior and FEM modeling of thin-coated components. *International Journal of Fatigue*, 25, 1229-1238.
- Berletta, M., Costanza, G., Polinim, R., 2006. Al₂O₃ thin coating of AA 6082 T6 components using a fast regime fluidized bed. *Thin Solid Films*, 515, 141-151.
- Bobzin, K., Lugscheider, E., Maes, M. and Pinero, C., 2006. Relation of hardness and oxygen flow of Al₂O₃ coatings deposited by reactive bipolar pulsed magnetron sputtering. *Thin Solid Film*, 494, 255-262.
- Borgioli, F., Fossati, A., Galvanetto, E., Bacci, T., 2005. Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature. *Surface and Coatings Technology*, 200, 2474-2480.
- Borgioli, F., Fossati, A., Galvanetto, E., Bacci, T., Pradelli, G., 2006. Glow discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: Influence of treatment pressure. *Surface and Coatings Technology*, 200, 5505-5513.
- Braic, M., Balaceanu, M., Braic, V., Vladescu, A., Pavelescu, G. and Albulescu, M., 2005. Synthesis and characterization of TiN, TiAlN and TiN/TiAlN biocompatible coatings. *Surface and Coatings Technology*, 200, 1014-1017.
- Bressan, J.D., Hesse, R., Silva, E.M., 2001. Abrasive wear behavior of high speed steel and hard metal coated with TiAlN and TiCN. *Wear*, 250, 561-568.
- Buciumeanu, M., Miranda, A.S., Silva, F.S., 2008. Effect of Relative Displacement and Normal Contact Load on Fretting Fatigue Behaviour of Ti6Al4V Alloy. *Ciencia e Tecnologia dos Materials*, 20, 92-98.
- Bull, S.J., 1997. Failure mode map in the thin film scratch adhesion test. *Tribology International*, 30, 491-498.
- Burmeister, F., Schaffer, E., Kleer, G., Doll, W., Blasi, B., Gombert, A., 2005. Investigation of structured TiAlN and TiO₂ coatings with moth-eye-like surface morphology. *Surface and Coatings Technology*, 200, 1088-1092.
- Burnett, J.P., Rickbery, D.S., 1987. The relationship between hardness and scratch adhesion, *Thin Solid Films*, 154, 403-416.
- Caron, I., Gras, R., Ganne, T., Monicault, J.M., 2006. Coatings on Ti6Al4V as palliatives for fretting fatigue in cryogenic environment. *Tribology International*, 39, 1045-1051.
- Castanho, J.M., Vieira, M.T., 2003. Effect of ductile layers in mechanical behaviour of TiAlN thin coatings. *Journal of Materials Processing Technology*, 143, 352-357.
- Chung, K.H., Liu, G.T., Duh, J.G., Wang, J.H., 2004. Biocompatibility of a titanium-aluminum nitride film coating on a dental alloy. *Surface and Coatings*

- Technology, 188,745-749.
- Collins, J.A., 1993. Failure of materials in mechanical design, John Wiley&Sons, USA, 374-385.
- Ctibor, P., Bohac, P., Stranyanek, M., Ctvrtlik, R., 2006. Structure and mechanical properties of plasma sprayed coatings of titania and alumina. *Journal of the European Ceramic Society*, 26, 3509–3514.
- Cunha, L., Andritschky, M., Rebouta, L., Pischow, K., 1999. Corrosion of CrN and TiAlN coatings in chloride-containing atmospheres. *Surface and Coatings Technology*, 116, 1152-1160.
- Çelik, E., Demirkiran, A.S., Avcı, E., 1999. Effect of grit blasting of substrate on the corrosion behaviour of plasma-sprayed Al₂O₃ coatings. *Surface and Coatings Technology* 116, 1061-1064.
- Da Silva, S.L.R., Kerber, L.O., Amaral, L., Dos Santos, C.A., 1999. X-ray diffraction measurements of plasma nitrided Ti6Al4V. *Surface and Coatings Technology*, 116, 342-346.
- Derflinger, V.H., Schütze, A. and Ante, M., 2006. Mechanical and structural properties of various alloyed TiAlN-based hard coatings. *Surface and Coatings Technology*, 20, 4963-4970.
- Dianran, Y., Jining, H., Jianjun, W., Wanqi, Q., Jing, M., 1997. The corrosion behaviour of a plasma spraying Al₂O₃ ceramic coating in dilute HCl solution. *Surface and Coatings Technology*, 89, 191-195.
- Dubok, V.A., 2000. Bioceramics-Yesterday, Today, Tomorrow. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 39, 381-392.
- Dykhuisen, R.C., 1994. Review of impact and solidification of molten thermal spray droplets, *J. Thermal Spray Technology*, 3, 351-361.
- Edenhofer, B., 1974. Physical and metallurgical aspect of ionitriding. *Heat Treat. of Metals*, 2, 23-28.
- Fadag, H.A., Mall, S., Jain, V.K., 2008. A finite element analysis of fretting fatigue crack growth behavior in Ti-6Al-4V. *Engineering Fracture Mechanics*, 75, 1384-1399.
- Fouquet, V., Pichon, L., Drouet, M., Straboni, A., 2004. Plasma assisted nitridation of Ti-6Al-4V. *Applied Surface Science*, 221, 248-258.
- Fossati, A., Borgioli, F., Galvanetto, E., Bacci, T., 2006. Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment time. *Surface and Coatings Technology*, 200, 3511-3517.
- Fu, L., Khor, K.A. and Lim, V.J.P., 2000. Characterization of Plasma Sprayed HA/ZrO₂ Composite Coatings. *Bioceramics: Materials and Applications III*, *Ceramic Transactions*, 110, 146-155.
- Gao, Y., Xu, X., Yan, Z., Xin, G., High hardness alumina coatings prepared by low power plasma spraying. *Surface and Coating Technolgy*, 154, 189-193.
- Geetha, M., Singh, A.K., Asokamani, R., Gogia, A.K., 2009. Ti based materials, the ultimate choice for orthopaedic implants-A review. *Progress in Materials Science*, 54, 397-425.
- Geringer, J., Forest, B. and Combrade, P., 2005. Fretting-corrosion of materials used as orthopaedic implants. *Wear*, 259, 943-951.

- Gil, L., Brühl, S., Jimenez, L., Leon, O., Guevara, R. and Staia, M., 2006. Corrosion Performance of The Plasma Nitrided 316L Stainless Steel. *Surface and Coatings Technology*, 201, 4424-4429.
- Golden, P.J. and Grandt, A.F., 2004. Fracture mechanics based fretting fatigue life predictions in Ti-6Al-4V. *Engineering Fracture Mechanics*, 71, 2229-2243.
- Golden, P.J., Hutson, A., Sundaram, V. and Arps, J.H., 2006. Effect of Surface Treatments on Fretting Fatigue of Ti6Al4V. *International Journal of Fatigue*.
- Goller, G., 2004. The effect of bond coat mechanical properties of plasma sprayed bioglass-titanium coatings. *Ceramic International*, 30, 351-355.
- Gratton, D.G., Aquilino, S. A., Stanford, C. M., 2001. Micromotion and dynamic fatigue properties of the dental implant-abutment interface. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 85, 47-52.
- Grzesik, W., Zalisz, Z. and Krol, S., 2006. Tribological behaviour of TiAlN coated carbides in dry sliding tests. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 17, 181-184.
- Guagliano, M. and Vergani, L., 2004. Fatigue Crack Growth Behavior of Nitrided and Shot Peened Specimens, *Convegno IGF XVII, Session VI, Bologna*.
- Gümüşderelioğlu, M., 2002. *Biyomalzemeler, Bilim Teknik, Temmuz*.
- Hallab, N.J., Anderson, S., Stafford, T., Glant, T., Jacobs, J.J., 2005. Lymphocyte responses in patients with total hip arthroplasty. *Journal of Orthopaedic Research*, 23, 384-391.
- Hansen, D.C., 2008. Metal corrosion in the human body: The ultimate bio-corrosion sceneario. *Interface*, 17, 31-35.
- Hench, L.L. and Ethridge, E.C., 1982. *Biomaterials-an interfacial approach. Biophysics and Bioengineering, Vol:4, Newyork, Academic Press*.
- Hong, L., Bing, S., Aaron, F. and Timothy, C., 2004. Applications of plasma coatings in artificial joints: an overview. *Vacuum*, 73, 317-326.
- Hutson, A.L., Niinomi, M., Nicholas, T., Eylon, D., 2002. Effect of various surface conditions on fretting fatigue behavior of Ti-6Al-4V. *International Journal of Fatigue*, 24, 1223-1234.
- Ichii, K., Fujimura, K., Takase, T., 1986. Structure of the ion-nitrided layer of 18-8 stainless steel. *Technology Reports of Kansai University*, 27, 135.
- İnal, O. T. and Robino, C.V., 1982. Structural characterization of some ion nitrided steel. *Thin Solid Film*, 95, 195-207.
- Jindal, P.C., Santhanam, A.T., Schleinkofer, U., Shuster, A.F., 1999. Performance of PVD TiN, TiCN, and TiAlN coated cemented carbide tools in turning. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 17, 163-170.
- Katti, K.S., 2004. Biomaterials in total joint replacement. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 39, 133-142.
- Kim, G., Lee, S., Hahn, J., 2005. Properties of TiAlN coatings synthesized by closed-field unbalanced magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 193, 213-218.
- Kloosterman, A.B. and Hosson, J., 1997. Cellular growth and dislocation structures in laser nitrided titanium. *J. Materials Science*, 32, 6201-6207.
- Kovarik, O., Siegl, J., Nohava, J., Chraska, P., 2005. Young's Modulus and Fatigue Behavior of Plasma-Sprayed Alumina Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, 14, 231- 238.

- Kurtz, S., Ong, K., Lau, E., Mowat, F., Halpern, M., 2007. Future Clinical and Economic Impact of Revision Total Hip and Knee Arthroplasty. *Journal of Bone Joint Surgery American*, 89, 780–785.
- Lanoué, F., Vadean, A., Sanschagrin, B., 2009, Finite element analysis and contact modelling considerations of interference fits for fretting fatigue strength calculations. *Simulation Modelling Practice and Theory*, 17, 1587-1602.
- Lecis, N., Vecchia, G.M., Boniardi, M, Derrico, F., 2006. Fatigue behavior of duplex-treated samples coated with Cr(C,N) film. *Surface and Coating Technology*, 201, 2335-2340.
- Li, C.X., Sun, Y. and Bell, T., 2000. Factors Influencing Fretting Fatigue Properties of Plasma Nitrided Low Alloy Steel. *Materials Science and Engineering*, A292, 18-25.
- Li, G.J., Peng, Q., Li, C., Wang, Y., Gao, J., Chen, S., Wang, J., Shen, B., 2008. Effect of DC plasma nitriding temperature on microstructure and dry-sliding wear properties 316L stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 202, 2749-2754.
- Lykins, C.D., Mall, S., Jain, V., 2001. A shear-based parameter for fretting fatigue crack initiation. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 24, 461-473.
- Man, B.Y., Guzman, L., Mitello, A. and Adami, M., 2004. Microstructure, Oxidation and H₂ Permeation Resistance of TiAlN films deposited by DC Magnetron Sputtering Technique. *Surface and Coatings Technology*, 180-181, 9-14.
- Marchev, K., Cooper, C.V., Blucher, J.T., Giessen, B.C., 1998. Conditions for the formation of a martensitic single-phase compound layer in ion-nitrided 316L austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 99, 225-228.
- Mcpherson, R., 1980. The structure of plasma-prepared Al₂O₃-TiO₂ powders. *Materials Science*, 15, 1915-1925.
- Menthe, E., Rie, K.T., Schultze, J.W., Simson, S., 1995. Structure and properties of plasma-nitrided stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 74, 412-416.
- Menthe, E., Bulak, A., Olfe, J., Zimmermann, A., Rie, K.T., 2000. Improvement of the mechanical properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 133, 259-263.
- Mishra, S.C., Nayak, B.B., Mohanty, B.C., Mills, B., 2003. Surface nitriding of titanium in arc plasma. *Journal of Materials Processing Technology*, 132, 143-148.
- Mubarak, A.M., Raman, G.S.S., Pathak, S.D., Gnanamoorthy, R., 2009. Influence of plasma nitriding on fretting wear behaviour of Ti-6Al-4V. *Tribology International*, in press.
- Murthy, H., Mseis, G., Farris, T.N., 2009. Life estimation of Ti-6Al-4V specimens subjected to fretting fatigue and effect of surface treatments. *Tribology International*, 42, 1304-1315.
- Nag, S., Banerjee, R., Fraser, H.L., 2005. Microstructural evolution and strengthening mechanisms in Ti-Nb-Zr-Ta, Ti-Mo-Zr-Fe and Ti-15Mo biocompatible alloys. *Materials Science and Engineering C*, 25, 357–362.
- Nakamura, T., 1996. *Bioceramics in Orthopedic Surgery*. Elsevier Science Ltd, 31,32, Pergamon.
- Niinomi, M., 2007. Fatigue characteristics of metallic biomaterials. *International Journal of Fatigue*, 29, 992-1000.

- Pabst, W., Gregorova, E. and Ticha, G., 2006. Elasticity of porous ceramics- A critical study of modulus-porosity relations. *Journal of the European Ceramic Society*, 26, 1085-1097.
- Pan, W.L., Yu, G., Huang, J., 1998. Mechanical properties of ion-plated TiN films on AISI D2 steel, *Surface and Coatings Technology*, 110, 111-119.
- Paris, P.C., Erdogan, F.A., 1963. Critical analysis of crack propagation laws. *Journal of Basic Engineering*, 85, 528-534.
- Quesada, F., Marino, A. and Restrepo, E., 2006. TiAlN coatings deposited by r.f. magnetron sputtering on previously treated ASTM A36 steel. *Surface and Coatings Technology*, 201, 2925-2929.
- Rahman, M., Reid, I., Duggan, P., Dowling, D.P., Hughes, G., Hashmi, M.S.J., 2007. Structural and tribological properties of the plasma nitrided Ti-alloy biomaterials: Influence of the treatment temperature. *Surface and Coatings Technology*, 201, 4865-4872.
- Rajasekaran, B. and Raman, G.S.S., 2008. Plain Fatigue and Fretting Fatigue Behaviour of Plasma Nitrided Ti6Al4V. *Materials Letters*, 62, 2473-2475.
- Rajasekaran, B., Raman, G.S.S., Joshib, S.V., Sundararajan, G., 2008. Influence of detonation gun sprayed alumina coating on AA 6063 samples under cyclic loading with and without fretting. *Tribology International*, 41, 315-322.
- Ramalho, A., Correia, L.M. and Costa, J.D., 2000. Fretting Fatigue of Zinc Coated Low Carbon Steel EN H320 M. *Tribology International*, 33, 761-768.
- Raman, S.G.S and Jayaprakash, M., 2007. Influence of plasma nitriding on plain fatigue and fretting fatigue behaviour of AISI 304 austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 201, 5906-5911.
- Ren, W., Mall, S., Sanders, J.H. and Sharma, S.K., 2005. Evaluation of Coatings on Ti6Al4V Substrate Under Fretting Fatigue. *Surface and Coatings Technology*, 192, 177-188.
- Rossi, S., Fedrizzi, L., Bacci, T., Pradelli, G., 2003. Corrosion behaviour of glow discharge nitrided titanium alloys. *Corrosion Science*, 45, 511-529.
- Ruhi, G., Modi, O.P., Singh, I.B., Jha, A.K. and Yegneswaran, A.H., 2006. Wear and electrochemical characterization of sol-gel alumina coating on chemically pre-treated mild steel substrate. *Surface and Coatings Technology*, 201, 1866-1872.
- Ryszkowska, M., Matysiak, H., Miskiewicz, M., Skolek, E., Wierzchon, T., Kurzydowski, K.J., 2008. Structure and properties of the glow discharge nitrided layers produced on austenitic steel. *Advances in Materials Science*, 8, 38-48.
- Samandi, M., Shedden, B.A., Smith, D.I., Collins, G.A., Hutchings, R., Tendys, J., 1993. Microstructure, corrosion and tribological behaviour of plasma immersion ion-implanted austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 59, 261-266.
- Sarafoglou, C.I., Pantelis, D.I., Beauvais, S., Jeandin, M., 2007. Study of Al₂O₃ coatings on AISI 316 stainless steel obtained by controlled atmosphere plasma spraying (CAPS). *Surface and Coatings Technology*, 202, 155-161.
- Sargeant, A. and Goswami, T., 2006. Hip implants: Paper V. Physiological effects. *Material and Design*, 27, 287-307.
- Schepers, E., Ducheyne, P. and Barbier, L., 1996. Long Term Clinical of Bioactive Glass Particles of Narrow Size Range. Elsevier Science Ltd, 100, Pergamon.

- Sever, K., 2003. Demir Dışı Metal ve Alaşımlarda İyonitürasyon ile Sertleştirme ve Sertleştirme Sonucu Oluşan Malzeme Özelliklerinin Tesbiti. Yüksek Lisans Tezi, İzmir.
- Shackelford, J.F., 1999. Bioceramics-Current Status and Future Trends. Trans Tech Publication, 103, Switzerland.
- Shibata, H., Tokaji, K., Ogawa, T., Hari, C., 1994. The effect of gas nitriding on fatigue behaviour in titanium alloys, *International Journal of Fatigue*, 16, 370-376.
- Shih, C.C., Shih, C.M., Su, Y.Y., Su, L.H.J., Chang, M.S. and Lin, S.J., 2004. Effect of Surface Oxide Properties on Corrosion Resistance of 316L Stainless Steel for Biomedical Applications. *Corrosion Science*, 46, 427-441.
- Shkarayev, S. and Mall, S., 2003. Computational modeling of shot-peening effects on crack propagation under fretting fatigue. *Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 38, 495-506.
- Singh, V., Marchev, K., Cooper, C.V., Meletis, E.I., 2002. Intensified plasma-assisted nitriding of AISI 316L stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 160, 249-258.
- Sokolowska, A., Rudnicki, J., Niedzielski, P., Boczkowska, A., Boguslawski, G., Wierzchon, T. and Mitura, S., 2005. TiN–NCD composite coating produced on the Ti6Al4V alloy for medical applications. *Surface and Coatings Technology*, 200, 87-89.
- Souto, R.M. and Alanyali, H., 2000. Electrochemical characteristics of steel coated with TiN and TiAlN coatings. *Corrosion Science*, 42, 2201-2211.
- Suh, C.M., Hwang, B.W., Murakami, R.I., 2003. Behaviors of residual stress and high-temperature fatigue life in ceramic coatings produced by PVD. *Materials Science and Engineering A*, 343, 1-7.
- Sumner, D.R., Turner, T.M., Igloria R., Urban R.M., Galante J.O., 1998. Functional adaptation and ingrowth of bone vary as function of hip implant stiffness. *Journal of Biomechanics*, 31, 909-917.
- Sun, Y., Bell, T., Wood, G., 2004. Wear behaviour of plasma nitrided martensitic stainless steel. *Wear*, 178, 131-138.
- Sun, Y and Bell, T., 1998. Sliding wear characteristics of low temperature plasma nitrided 316 austenitic stainless steel. *Wear*, 218, 34-42.
- Teer, D. G., 1996. Magnetron sputter ion plating, US Patent 5.556.519, Patent GB2258343B.
- Tokaji, K., Ogawa, T., Shibata, H., 1994. The effect of gas nitriding on fatigue behaviour in pure titanium. *International Journal of Fatigue*, 16, 331-336.
- Totik, Y., Efeoğlu, İ., Gavgalı., M. and Sadeler, R., 2001. An Investigation of the Relationship Between Heat Treatment and Microstructure in (TiAlV)N and (TiAl)N Ceramic Films. *Material Characterization*, 47, 55-60.
- Usta, M., Oney, I., Yildiz, M., Akalin, Y. and Ucisik, H., 2004. Nitriding of AISI 316L Surgical Stainless Steel in Fluidized Bed Reactor. *Vacuum*, 73, 505-510.
- Vadiraj, A. and Kamaraj, M., 2005. Characterization of Fretting Fatigue Damage of PVD TiN Coated Biomedical Titanium Alloys. *Surface and Coating Technology*, 200, 4538-4542.
- Vadiraj, A. and Kamaraj, M., 2007. effect of surface treatments on fretting fatigue damage of biomedical titanium alloys. *Tribology International*, 40, 82-88.

- Viceconti, M., Muccini, R., Bernakiewicz, M., Baleani, M., Cristofolini, L., 2000. Large-sliding contact elements accurately predict levels of bone-implant micromotion relevant to osseointegration. *Journal of Biomechanics*, 33, 1611-1618.
- Vilches, L.V., Uribe, J.A. and Toro, A., 2008. Wear of materials used for artificial joints in total hip replacements. *Wear*, 265, 143-149.
- Watters, E., Spedding, P., Grimshaw, J., Duffy, J. and Spedding, R., 2005. Wear of artificial hip joint material. *Chemical Engineering Journal*, 112, 137-144.
- Yang, Q., Seo, D.Y., Zhao, L.R. and Zeng, X.T., 2004. Erosion resistance performance of magnetron sputtering deposited TiAlN coatings. *Surface and Coating Technology*, 188, 168-173.
- Yetim, A.F., 2009. Biyomalzeme olarak kullanılan AISI316L paslanmaz çelik ve Ti6Al4V alaşımının plazma ile nitrüleme davranışı, Ti-DLC ince film kaplama ile karşılaştırılması. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Yılbaş, B.S., Şahin, A.Z., Al-Garni, A.Z., Said, S.A.M., Ahmed, Z., Abdulaleem, B.J., Sami, M., 1996. Plasma nitriding of Ti-6Al-4V alloy to improve some tribological properties. *Surface and Coating Technology*, 80, 287-292.
- Yılbaş, B.S., Hashmi M.S.H., Shuja, S.Z., 2001. Laser treatment and PVD TiN coating of Ti-6Al-4V alloy, *Surface and Coating Technology*, 140, 244-249.
- Yılmaz, Ş., Ipek, M., Çelebi, G.F. and Bindal, C., 2005. The effect of bond coat on mechanical properties of plasma-sprayed Al₂O₃ and Al₂O₃-13 wt%TiO₂ coatings on AISI 316L stainless steel. *Vacuum*, 77, 315-321.
- Yin, Z., Tao, S., Zhou, X., Ding, C., 2007. Tribological properties of plasma sprayed Al/ Al₂O₃ composite coatings, *Wear*, 263, 1430-1437.
- Yin, Z., Tao, S., Zhou, X., Ding, C., 2008. Microstructure and mechanical properties of Al₂O₃/Al composite coatings deposited by plasma spraying, *Applied Surface Science* 254, 1636-1643.
- Yunshu, D., Baoyu, Z. and Weili, L., 1988. The fretting behaviour of a nitrided steel 38CrMoAl. *Wear*, 125, 193-204.
- Wu, S.K., Lin, H.C., Liu, P.L., 2000. An investigation of unbalanced-magnetron sputtered TiAlN films on SKH51 high-speed steel. *Surface and Coatings Technology*, 124, 97-103.
- Zhao, Q., Zhai, G., Zhang, X. and Chen, Z., 1998. Surface modification of Al₂O₃ bioceramic by NH₂ ion implantation. *Biomaterials*, 20, 595-599.
- Zhecheva, A., Sha, W., Malinov, S., Long, A., 2005. Enhancing the microstructure and properties of titanium alloys through nitriding and other surface engineering methods, *Surface and Coating Technology*, 200, 2192-2207.
- Zheng, D., Zhu, S., Wang, F., 2007. The influence of TiAlN and enamel coatings on the corrosion behavior of Ti6Al4V alloy in the presence of solid NaCl deposit and water vapor at 450°C. *Surface and Coating Technology*, 201, 5859-5864.
- Zhu, M.H., Zhou, Z.R., Kapsa, Ph. and Vincent, L., 2001. Radial Fretting Fatigue Damage of Surface Coatings. *Wear*, 250, 650-657.

ÖZGEÇMİŞ

1981 yılında Erzurum'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Erzurum'da tamamladı. 1998 yılında girdiği Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü'nden 2002 yılında mezun oldu. 2002 yılında Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans, 2005 yılında ise doktora öğrenimine başladı.

2004 yılı Aralık ayından beri Atatürk Üniversitesi Aşkale Meslek Yüksekokulu Doğalgaz Isıtma ve Sıhhi Tesisat Bölümünde Okutman olarak çalışmaktadır.