



**T.C.
MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BİYOBOZUNUR AZ31 MAGNEZYUM ALAŞIMLARININ ÜRETİLEREK
MEKANİK VE KOROZYON DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ**

KADİR ÖZTEKİN

**FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**HATAY
OCAK-2016**



T.C.
MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BİYOBÖZÜNÜR AZ31 MAGNEZYUM ALAŞIMLARININ ÜRETİLEREK
MEKANİK VE KOROZYON DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ**

KADİR ÖZTEKİN

FİZİK ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**HATAY
OCAK-2016**


T.C.
MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ


BİYOBOZUNUR AZ31 MAGNEZYUM ALAŞIMLARININ ÜRETİLEREK,
MEKANİK VE KOROZYON DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

KADİR ÖZTEKİN
FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Doç. Dr. Osman ŞAHİN danışmanlığında hazırlanan bu tez 20/01/2016 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından OYBİRLİĞİ ile kabul edilmiştir.


Doç. Dr. Osman ŞAHİN
Başkan


Yrd. Doç. Dr. Erdoğan KANCA
Üye


Doç. Dr. İdris SORAR
Üye

Kod No: 891

Prof. Dr. Okan ŞENER
Enstitü Müdürü

Bu çalışma MKÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenmiştir.
Proje No: 10740

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

20.01.2016

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını ve tez üzerinde Yükseköğretim Kurulu tarafından hiçbir değişiklik yapılamayacağı için tezin bilgisayar ekranında görüntülendiğinde asıl nüsha ile aynı olması sorumluluğunun tarafıma ait olduğunu beyan ederim.

Kadir ÖZTEKİN

ÖZET

BİYOBOZUNUR AZ31 MAGNEZYUM ALAŞIMLARININ ÜRETİLEREK MEKANİK VE KOROZYON DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

AZ31 alaşımları yüksek biyouyumluluğa ve biyobozunurluğa sahip olduklarından dolayı ve vücut hücrelerinde ve dokularda toksik etkiye neden olmadığı için yüksek potansiyele sahip bir biyomalzemedir. Bu çalışmada AZ31 alaşımları mekanik alaşımlama yöntemi ile üretildi, korozyon ve mekanik özellikleri incelendi. 3, 6 ve 9 saatlik farklı öğütme sürelerinin alaşımların korozyon ve mekanik özellikleri üzerindeki etkileri araştırıldı. AZ31 alaşım tozlarının mikroyapısı taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve X-ışını difraksiyon (XRD) spektrumu kullanılarak analiz edildi. Üretilen alaşımlar preslenip bulk haline getirildi ve 400 °C'de sinterlendi. Alaşımların statik ve dinamik sertlik analizleri yapıldı. Statik sertlik analizleri için Vickers ve Knoop çentici kullanıldı. Dinamik nanosertlik analizleri için Berkoviç çentici kullanıldı. Korozyon özelliklerini incelemek amacıyla Tafel Ekstrapolarizasyon Yöntemi kullanıldı. Deneysel %3,5 NaCl çözeltide daldırma yöntemi ile gerçekleştirildi.

Statik sertlik analizleri için 0,49 N ile 9,8 N arasında değişen yükler kullanıldı. Statik sertlik analizlerine göre AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımları için Vickers çenticiyle elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri sırasıyla 0,495 GPa, 0,721 GPa ve 0,925 GPa ve Knoop çenticiyle elde edilen sertlik değerleri ise 0,490 GPa, 0,613 GPa ve 0,904 GPa olarak ölçüldü. Hem Knoop hem de Vickers çentici ile yapılan analizlere göre alaşımların yükten bağımsız sertliğini hesaplamak amacıyla kullanılan modellerden Multifraktal (MFSL) yaklaşımı en iyi sonucu verdi.

Dinamik nanosertlik analizleri için 1000 µN ile 10000 µN arasında değişen yükler kullanıldı. AZ31 alaşımlarının dinamik nanosertlik analizleri Triboindenter cihazı ile yapıldı. Yük-yerdeğiştirme eğrilerinin analizi Oliver-Pharr yaklaşımı ile yapıldı. Yük-yerdeğiştirme eğrilerinde içe göçme (pop-in) davranışı gözlemlendi. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının dinamik nanosertlik analizlerinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri sırasıyla 0,669 GPa, 0,932 GPa ve 1,376 GPa olarak hesaplandı. Elastik modül değerleri sırasıyla 35,42 GPa, 45,39 GPa ve 49,25 GPa olarak bulundu. Yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için en uygun yaklaşımın MFSL yaklaşımı olduğu sonucuna varıldı. Hem statik hem de dinamik sertlik analizlerine göre öğütme süresi arttıkça sertlik değerlerinin arttığı sonucuna varıldı.

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının korozyon testlerinden elde edilen sonuçlara göre öğütme süresinin artması ile korozyon direnci artmıştır. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının korozyon dirençleri sırasıyla 10,76 kΩ, 21,69 kΩ ve 37,72 kΩ olarak ölçüldü.

2016, 104 sayfa

Anahtar Kelimeler: Mekanik alaşımlama, statik sertlik, dinamik sertlik, çentik boyutu etkisi, korozyon

ABSTRACT

INVESTIGATION OF MECHANICAL AND CORROSION BEHAVIOURS BY PRODUCING OF BIODEGRADABLE AZ31 MAGNESIUM ALLOYS

AZ31 alloys have high biocompatibility and biodegradable. As AZ31 alloys doesn't cause toxic effect in body cells and tissues, they are biomaterials that have a high potential. In this study, AZ31 alloys were produced with mechanical alloying and were examined corrosion and mechanical properties. Effects on corrosion and mechanical properties of alloys of 3h, 6h and 9h different milling times were investigated. Microstructure of AZ31 alloy powders were analyzed by using scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffraction (XRD) spectrum. Produced alloys were pressed and sintered at 400 °C. Static and dynamic hardness analysis of alloys were done. It were used Vickers and Knoop indenter for static hardness analysis and were used Berkovich indenter for dynamic nanohardness analysis. Tafel extrapolation method was used with the aim of investigating corrosion properties. Experiments were done by using with immersion technique in %3,5 NaCl solution.

It were used variable loads between 0,49 N and 9,8 N for static hardness analysis. According to static hardness analysis, load independent hardness values acquired from Vickers indenter, of AZ31-3h, AZ31-6h and AZ31-9h alloys respectively were calculated as 0,495 GPa, 0,721 GPa and 0,925 GPa and hardness values acquired by using Knoop indenter also were calculated as 0,490 GPa, 0,613 GPa and 0,904 GPa. According to analysis done by using both Vickers indenter and Knoop indenter is the most appropriate Multifractal scaling law (MFSL) approach used with the aim of calculating load independent hardness of alloys.

It were used variable loads between 1000 μ N and 10000 μ N for dynamic hardness analysis. Dynamic hardness analysis of AZ31 alloys were done by using Triboindenter. Analysis of their load-displacement graphics were done by using Oliver-Pharr approach. It was observed pop-in effect in load-displacement graphics. According to dynamic hardness analysis, load independent hardness values acquired by using Berkovich indenter, of AZ31-3h, AZ31-6h and AZ31-9h alloys respectively were calculated as 0,669 GPa, 0,932 GPa and 1,376 GPa. Their elastic modulus values were calculated respectively as 35,42 GPa, 45,39 GPa and 49,25 GPa. According to dynamic hardness analysis is the most appropriate MFSL approach used with the aim of calculating load independent hardness values of alloys. According to both static and dynamic hardness analysis were concluded increase of hardness values as increase milling time.

According to corrosion test results of AZ31-3h, AZ31-6h and AZ31-9h alloys increased corrosion resistance as increase milling time. Corrosion resistances of AZ31 alloys were measured respectively as 10,76 k Ω , 21,69 k Ω and 37,72 k Ω .

2016, 104 pages

Key words: Mechanical alloying, static hardness, dynamic hardness, indentation size effect, corrosion

TEŞEKKÜR

Tez çalışmamın her aşamasında büyük bir titizlik, sabır ve özveriyle desteklerini ve katkılarını benden esirgemeyen, bilimsel çalışmanın yöntem ve ilkelerini öğreten değerli danışman hocam Sayın Doç. Dr. Osman ŞAHİN'e en içten saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarında değerli görüş, katkı ve fikirlerini esirgemeyen Fizik Bölümü Öğretim Üyelerine, tez çalışmalarımın deneysel ve teorik kısımlarında yardımlarını benden esirgemeyen değerli çalışma arkadaşlarım Süleyman UZUNOĞLU, Faris Haluk ERTSAK ve Araştırma Görevlisi Selma ÖZARSLAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Tüm yaşamım ve eğitim hayatım boyunca destek ve yardımlarını esirgemeyen çok değerli annem Hatice ÖZTEKİN'e, babam Osman Nuri ÖZTEKİN'e, kardeşim Nur ÖZTEKİN'e ve değerli dostlarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu yüksek lisans tez çalışması, MKÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü Birimi (Proje No: 10740 ve 12880) tarafından desteklenmiştir. Devlet Planlama Teşkilatı (Proje No: 2010K121220) ve TÜBİTAK (Proje No: 231M699) tarafından kısmi olarak desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET.....	I
ABSTRACT.....	II
TEŞEKKÜR.....	III
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	IV
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	V
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VII
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	X
1. GİRİŞ.....	1
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	4
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	14
3.1. Materyal.....	14
3.2. Yöntem.....	15
3.2.1. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Üretilmesi.....	15
3.2.2. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Karakterizasyon Hazırlığı.....	18
3.2.3. Alaşımların Statik Sertlik Deneyleri.....	20
3.2.4. Alaşımların Dinamik Sertlik Deneyleri.....	20
3.2.5. AZ31 Mg Alaşımlarının Korozyon Deneyleri.....	22
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMALAR.....	23
4.1. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Mikroyapı Analizi.....	24
4.2. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Statik Sertlik Analizleri.....	29
4.2.1. Vickers Sertlik Analizi.....	30
4.2.2. Knoop Sertlik Analizi.....	44
4.3. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Dinamik Sertlik Analizleri.....	56
4.3.1. Meyer Kanunu'na Göre Analiz.....	79
4.3.2. Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz.....	80
4.3.3. Orantılı Numune Direnci (PSR) Yaklaşımına Göre Analiz.....	81
4.3.4. Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci (MPSR) Yaklaşımına Göre Analiz.....	82
4.3.5. Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) Yaklaşımına Göre Analiz.....	84
4.3.6. Nix-Gao Yaklaşımına Göre Analiz.....	85
4.3.7. Multifraktal (MFSL) Yaklaşımına Göre Analiz.....	86
4.4. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Korozyon Analizleri.....	88
4.4.1. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Potansiyodinamik Polarizasyon Testleri.....	89
5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	91
KAYNAKLAR.....	93
ÖZGEÇMİŞ.....	104

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. AZ31 Mg alaşımı elementlerin kütlece % değerleri	14
Çizelge 3.2. AZ31 alaşımındaki elementlerin kütlesi	16
Çizelge 4.1. AZ31 Mg alaşımlarının mikrozorlanma, dislokasyon yoğunluğu ve kristalit boyutu hesaplamaları	25
Çizelge 4.2. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentici den elde edilen Meyer kanunu verileri	34
Çizelge 4.3. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentici den elde edilen Hays-Kendall modeli W, C ve H_{HK} verileri	35
Çizelge 4.4. AZ31 alaşımlarının Vickers çentici den elde edilen PSR modeline ait a_1 , a_2 ve H_{PSR} verileri	37
Çizelge 4.5. AZ31 alaşımlarının Vickers çentici den elde edilen MPSR modeline ait a_0 , a_1 , a_2 ve H_{MPSR} verileri	38
Çizelge 4.6. AZ31 alaşımlarının Vickers çentici den elde edilen EPD modeline ait d_0 , A_2 ve H_{EPD} verileri	40
Çizelge 4.7. AZ31 alaşımlarının Vickers çentici den elde edilen Nix-Gao modeline ait h^* ve H_{NG} verileri	41
Çizelge 4.8. AZ31 alaşımlarının Vickers çentici den elde edilen MFSL modeline ait d^* ve H_{MFSL} verileri	43
Çizelge 4.9. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentici den elde edilen n ve A değerleri	47
Çizelge 4.10. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentici den elde edilen W, C ve H_{HK} değerleri	48
Çizelge 4.11. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentici den elde edilen a_1 , a_2 ve H_{PSR} verileri	50
Çizelge 4.12. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentici den elde edilen a_0 , a_1 , a_2 ve H_{MPSR} verileri	51
Çizelge 4.13. AZ31 alaşımlarına ait Knoop Çentici den elde edilen L_0 , A_2 ve H_{EPD} verileri	52
Çizelge 4.14. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentici den elde edilen h^* , H_{NG} verileri	53
Çizelge 4.15. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentici den elde edilen L^* ve H_{MFSL} verileri	54
Çizelge 4.16. AZ31 alaşımlarına ait Statik Sertlik analizlerinden elde edilen plato değerleri	55
Çizelge 4.17. AZ31 alaşımlarına ait Elastik Modül (E) ve Akma Dayanımı (Y) değerleri	56
Çizelge 4.18. AZ31 alaşımlarına ait Meyer kanunundan elde edilen veriler	80
Çizelge 4.19. AZ31 alaşımlarına ait W ve H_{HK} verileri	81
Çizelge 4.20. AZ31 alaşımlarına ait a_1 , a_2 ve H_{PSR} verileri	82
Çizelge 4.21. AZ31 alaşımlarına ait a_0 , a_1 , a_2 ve H_{MPSR} verileri	83
Çizelge 4.22. AZ31 alaşımlarına ait h_c^* , A_2 ve H_{EPD} verileri	84
Çizelge 4.23. AZ31 alaşımlarına ait h^* ve H_{NG} verileri	85

Çizelge 4.24. AZ31 alaşımlarına ait h_c^* ve H_{MFSL} verileri.....	87
Çizelge 4.25. AZ31 alaşımlarına ait I_{kor} , R_{kor} ve V_{denge} değerleri	90



ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 3.1. Innovative technology IL-2GB marka glove box	15
Şekil 3.2. (a); Hassas terazi (b); çelik hazne	15
Şekil 3.3. Bilyeli öğütme cihazı	16
Şekil 3.4. (a); Test eleği (b); oval altlık (c); quartz pota	17
Şekil 3.5. Protherm atmosfer kontrollü fırın	17
Şekil 3.6. (a); Tira 24500 pres (b); kalıp	18
Şekil 3.7. Sinterleme sonra AZ31 alaşımları	18
Şekil 3.8. (a); Metamount kalıplama cihazı (b); Struers parlatma cihazı.....	19
Şekil 3.9. Kalıplama sonrası numuneler	19
Şekil 3.10. (a); Future-Tech mikrosertlik cihazı (b); optik metal mikroskopu	20
Şekil 3.11. Nanosertlik yükleme profili	21
Şekil 3.12. Hysitron TI-950 nanosertlik cihazı	21
Şekil 3.13. Berkovich nanoçentici	22
Şekil 3.14. (a); CH Instruments 602E korozyon cihazı (b); korozyon hücresi	22
Şekil 4.1. AZ31 parlatma aşamaları (a); parlatmasız (b); 800 grid (c); 1200 grid (d); 2400 grid (e); 4000 grid (f); keçeler sonrası.....	23
Şekil 4.2. AZ31 alaşımlarının XRD deseni.....	24
Şekil 4.3. (002) α -Mg pikinde oluşan kayma.....	26
Şekil 4.4. (101) α -Mg pikinde oluşan kayma.....	26
Şekil 4.5. Öğütme süresi-kristalit boyutu ilişkisi	27
Şekil 4.6. AZ31-3h alaşımına ait SEM görüntüsü	28
Şekil 4.7. AZ31-6h alaşımına ait SEM görüntüsü	28
Şekil 4.8. AZ31-9h alaşımına ait SEM görüntüsü	29
Şekil 4.9. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen H_v - P_{maks} grafiği	30
Şekil 4.10. AZ31-9h alaşımına ait Vickers çentiden elde edilen 9,8 N'luk iz.....	31
Şekil 4.11. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen H_v - $D^{-1/2}$ grafiği	32
Şekil 4.12. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen $\ln P$ - $\ln d$ grafiği.....	33
Şekil 4.13. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen P_{etkin} - d^2 grafiği	35
Şekil 4.14. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen (P_{maks}/d) - d grafiği.....	36
Şekil 4.15. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen P_{maks} - d grafiği	38
Şekil 4.16. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen P_{maks} - $(d+d_0)^2$ grafiği	39
Şekil 4.17. Dislokasyon ilmeklerinin şematik gösterimi (Nix ve Gao, 1998)	40
Şekil 4.18. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen H^2 - $1/h$ grafiği	41
Şekil 4.19. MFSL yaklaşımındaki d^* sabitinin hesaplanma şekli	42
Şekil 4.20. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen $\log(H_v)$ - $\log(d)$ grafiği	43
Şekil 4.21. Knoop çenticiye ait 9,8 N'luk yük için elde edilen izin optik görüntüsü	44

Şekil 4.22. AZ31 alaşımlarının Knoop sertlik ölçümlerinin yüke bağlı değişim grafiği	45
Şekil 4.23. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $H_K-D^{-1/2}$ grafiği.....	46
Şekil 4.24. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $\ln P-\ln L$ grafiği.....	47
Şekil 4.25. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $P_{etkin}-L_2$ grafiği.....	48
Şekil 4.26. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $(P_{maks}/L)-L$ grafiği	49
Şekil 4.27. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $P_{maks}-L$ grafiği.....	50
Şekil 4.28. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $P_{maks}-(L+L_0)^2$ grafiği	52
Şekil 4.29. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen H^2-1/h grafiği.....	53
Şekil 4.30. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $\log(H_K)-\log(d)$ grafiği	54
Şekil 4.31. AZ31-3h alaşımına ait yük-yerdeğiştirme grafiği	57
Şekil 4.32. AZ31-3h alaşımına ait 1000 μN -1500 μN aralığındaki yükleme eğrisi	58
Şekil 4.33. AZ31-3h alaşımına ait 5500 μN -6000 μN aralığındaki yükleme eğrisi	58
Şekil 4.34. AZ31-3h alaşımına ait 7500 μN -8500 μN aralığındaki yükleme eğrisi	59
Şekil 4.35. AZ31-3h alaşımına ait H_d-P_{maks} grafiği	59
Şekil 4.36. AZ31-3h alaşımına ait a) Yüzey görüntüsü b) çentik sonrası yüzey görüntüsü c) çentik sonrası yüzey topografyasının STM görüntüsü.....	60
Şekil 4.37. AZ31-3h alaşımına ait Şekil 4.36.'da verilen çentiğin 3D görüntüsü	61
Şekil 4.38. AZ31-3h alaşımında oluşturulan çentiğin 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi	61
Şekil 4.39. AZ31-3h alaşımında oluşturulan çentiğin 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi	62
Şekil 4.40. AZ31-3h alaşımında oluşturulan çentiğin 'c' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi	62
Şekil 4.41. AZ31-6h alaşımına ait yük-yerdeğiştirme grafiği	63
Şekil 4.42. AZ31-6h alaşımına ait 4000 μN -5000 μN aralığındaki yükleme eğrisi	64
Şekil 4.43. AZ31-6h alaşımına ait 6000 μN -7000 μN aralığındaki yükleme eğrisi	64
Şekil 4.44. AZ31-6h alaşımına ait 8000 μN -9500 μN aralığındaki yükleme eğrisi	65
Şekil 4.45. AZ31-6h alaşımına ait H_d-P_{maks} grafiği	65
Şekil 4.46. AZ31-6h alaşımına ait a) Yüzey görüntüsü b) çentik sonrası yüzey görüntüsü c) çentik sonrası yüzey topografyasının STM görüntüsü.....	66
Şekil 4.47. AZ31-6h alaşımına ait Şekil 4.46.'da verilen çentiğin 3D görüntüsü	67
Şekil 4.48. AZ31-6h alaşımında oluşturulan çentiğin 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi	67
Şekil 4.49. AZ31-6h alaşımında oluşturulan çentiğin 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi	68
Şekil 4.50. AZ31-6h alaşımında oluşturulan çentiğin 'c' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi	68
Şekil 4.51. AZ31-9h alaşımına ait yük-yerdeğiştirme grafiği	69
Şekil 4.52. AZ31-9h alaşımına ait 1000 μN -1500 μN aralığındaki yükleme eğrisi	70

Şekil 4.53. AZ31-9h alaşımına ait 8250 μ N-8500 μ N aralığındaki yükleme eğrisi	70
Şekil 4.54. AZ31-9h alaşımına ait H_d - P_{maks} grafiği	71
Şekil 4.55. AZ31-9h alaşımına ait a) Yüzey görüntüsü b) çentik sonrası yüzey görüntüsü c) çentik sonrası yüzey topografyasının STM görüntüsü.....	71
Şekil 4.56. AZ31-9h alaşımına ait Şekil 4.55.'te verilen çentiğin 3D görüntüsü	72
Şekil 4.57. AZ31-9h alaşımında oluşturulan çentiğin 'a' ayırıtından alınan STM görüntüsünün analizi	72
Şekil 4.58. AZ31-9h alaşımında oluşturulan çentiğin 'b' ayırıtından alınan STM görüntüsünün analizi	73
Şekil 4.59. AZ31-9h alaşımında oluşturulan çentiğin 'c' ayırıtından alınan STM görüntüsünün analizi	73
Şekil 4.60. AZ31 alaşımlarına ait yük-yerdeğiştirme eğrileri.....	74
Şekil 4.61. AZ31 alaşımlarına ait H_d - P_{maks} grafiği.....	76
Şekil 4.62. AZ31 alaşımlarına ait Berkoviç nanoçentiden elde edilen H_d - $D^{-1/2}$ grafiği	78
Şekil 4.63. AZ31 alaşımlarına ait $\ln P_{maks}$ - $\ln h_c$ grafiği	79
Şekil 4.64. AZ31 alaşımlarına ait P_{etkin} - h_c^2 grafiği.....	81
Şekil 4.65. AZ31 alaşımına ait (P_{maks}/h_c) - h_c grafiği.....	82
Şekil 4.66. AZ31 alaşımlarına ait P_{maks} - h_c grafiği.....	83
Şekil 4.67. AZ31 alaşımlarına ait P_{maks} - $(h_c+h_c^*)^2$ grafiği.....	84
Şekil 4.68. AZ31 alaşımlarına ait H_d^2 - $1/h$ grafiği	85
Şekil 4.69. AZ31 alaşımlarına ait $\log(H_d)$ - $\log(h_c)$ grafiği.....	86
Şekil 4.70. AZ31 alaşımlarına ait (E_r-P_{maks}) grafiği.....	87
Şekil 4.71. AZ31 alaşımlarına ait korozyon deneylerinden elde edilen $\log(I)$ - V grafiği	89

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

KISALTMALAR

H	: Sertlik
H _V	: Vickers Sertlik Değeri
H _K	: Knoop Sertlik Değeri
H _d	: Dinamik Sertlik Değeri
PSR	: Orantılı Numune Direnci Yaklaşımı
H _{PSR}	: PSR Yaklaşımından Elde Edilen Sertlik
HK	: Hays-Kendall Yaklaşımı
H _{HK}	: HK Yaklaşımından Elde Edilen Sertlik
MPSR	: Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci Yaklaşımı
H _{MPSR}	: MPSR Yaklaşımından Elde Edilen Sertlik
MFSL	: Multifraktal Yaklaşım
H _{MFSL}	: MFSL Yaklaşımından Elde Edilen Sertlik
EPD	: Elastik/Plastik Deformasyon Yaklaşımı
H _{EPD}	: EPD Yaklaşımından Elde Edilen Sertlik
NG	: Nix-Gao Yaklaşımı
H _{NG}	: NG Yaklaşımından Elde Edilen Sertlik
H _{LI}	: Yükten Bağımsız Sertlik
P _{etkin}	: Etkin Yük
P _{maks}	: Maksimum Yük
n	: Meyer Üssü
h _c	: Yük kaldırıldıktan sonraki yerdeğiştirme
h _{maks}	: Maksimum Yükteki Yerdeğiştirme
E	: Elastik Modül
W	: Kalıcı Deformasyon Oluşturmak İçin Gereken Minimum Yük
V _{kor}	: Korozyon Potansiyeli
I _{kor}	: Korozyon Akımı
R _{kor}	: Korozyon Direnci
R _a	: Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü
R _q	: Karekök Ortalama Pürüzlülük
ÇBE	: Çentik Boyutu Etkisi
TÇBE	: Ters Çentik Boyutu Etkisi

1. GİRİŞ

İnsanların yaşları ilerledikçe kemik, kırıldak, kan damarları ve hatta iç organlar gibi sert ve yumuşak dokuları onarma ve iyileştirme ihtiyacı artmıştır (Holzapfel ve ark. 2012). Bu ihtiyacı karşılamak amacı ile tasarlanan biyomalzemeler bireyin yaşam kalitesini muhafaza etmek için doku veya organ yerine kullanılan ve bozulmuş vücut fonksiyonunu tedavi etme amacı taşıyan doğal ve yapay malzemeler olarak tanımlanmıştır (Ratner ve ark. 2004; Bergman ve Stumpf 2013). Biyomalzemelerin uygulama alanları eklem ve uzuv tedavileri, yapay atardamar, cilt, kontakt lensler ve protez dişler gibi çok geniş bir alana yayılmaktadır. Biyomalzemeler için günden güne artan talep ve özellikle yaşlı insanların yaşam kaliteleri için önemi daha yüksek beklentileri de beraberinde getirmektedir. 2012 yılı verilerine göre endüstride geliştirilen biyomalzemeler yıllık %15'lik artış ile yaklaşık 28 milyar dolar değerindeydi ve 2014 yılında biyomalzemelerin pazar payının 58.1 milyar dolar olması beklenmekteydi. Biyomalzemeler kuşkusuz her yıl insanların yaşam kalitelerini geliştirmektedir. Dünya çapında yaklaşık olarak her yıl bir buçuk milyon ortopedik implant kullanılmakta ve 10 milyar doların üzerinde bir maliyet hacmi oluşturmaktadır (Holzapfel ve ark. 2012).

Metalik biyomalzemelerin kullanımı metal işleme tesislerinin kurulduğu sanayi devrimine kadar dayanır (Park ve Lakes, 2007). Geleneksel implant olarak kullanılan ilk malzeme 316L paslanmaz çelik alaşımıdır. Son yıllarda kobalt-krom ve titanyum bazlı alaşımlar diş, omurilik, diz ve kalça implantı olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır (Abramson ve ark., 2004). Fakat bu alaşımlar yaygın olarak kullanılmalarına rağmen nikel, krom ve kobalt gibi korozyon ürünleri vücutta toksik etkiye sebep olduğu ve alerjik tepkimelere yol açtığı için sınırlı bir tedavi olanağı sağlarlar (Wapner 1991; Mcgregor ve ark., 2000). Metaller yüksek çekme ve yorulma dayanımlarından dolayı destek implantı olarak kullanılmaya elverişlidir. Ancak kobalt-krom ya da 316L paslanmaz çelik alaşımlarının elastik modülü ile dokuların elastik modülü arasındaki büyük fark gerilme kalkanı (stress-shielding) olarak bilinen olaya yol açar ve kemik erimesine neden olabilir (Bobyne ve ark., 1990; 1992; Sychterz ve ark., 2001). Halihazırda kullanılan alaşımlar içerisinde elastik modülü kemiğe en yakın olan titanyum ve titanyum alaşımları gerilme kalkanı olayını ve kemik erimesini azaltabilir

(Sumner ve ark., 1998). Titanyum ve titanyum alaşımları ideal korozyon direncine ve iyi biyouyumluluğa sahip olmalarına rağmen kayma mukavemeti düşük olduğu için kullanımı sınırlıdır. Özellikle vida ve plaka olarak kullanıldığı zaman sorun çıkmaktadır (Steinmann, 1998; Geetha ve ark., 2009). Ayrıca uzun süreli tedavilerde akla ilk seçenek olarak gelen Ti-6Al-4V gibi titanyum bazlı alaşımların korozyon ürünlerinin vücutta toksik etki meydana getirdiği görülmüştür (Eisenbarth ve ark., 2004; Nag ve ark., 2005).

Biyomalzemelerde daha iyi klinik sonuçlar ve uzun vadeli iyileştirme için yeni fikirler ortaya çıkmaktadır. Doku yapısı ve doku fonksiyonunu tamir etmeye ve yeniden yapılandırmaya odaklanan daha biyolojik yaklaşımlara, kalıcı implantlara ve doku yenileme yöntemlerine ihtiyaç duyulur (Hutmacher, 2006). Yeni nesil biyomalzemeler fiziksel ve kimyasal malzeme davranışlarının anlaşılmasında önemli avantajlar sağlamasına rağmen klinikte çok az uygulama yapılabilmektedir. Yine de yeni nesil biyomalzemeler ile ilgili raporlarda 2009 yılında 47 milyar dolara sahip olan yatırım hacminin 2025 yılına kadar 113 milyar dolara yükseleceği öngörülmektedir (Avrupa Birliği Komisyonu, 2009). Klinik uygulamalar için yeni nesil biyomalzemeler çevreden gelen uyarıcılarla etkileşime giren, hasarlı doku yenileme sürecine aktif şekilde katılan malzemeler olarak tanımlanır. Bu yüzden yeni nesil biyomalzemelerde biyouyumluluk hayati öneme sahiptir (Holzapfel ve ark. 2012). Yeni gelişmeler yüksek biyouyumluluğa sahip olan üçüncü nesil biyomalzemelerden magnezyum ve magnezyum alaşımlarının metalik biyomalzemelerin uygulanmasında içinden çıkılmaz bir hal alan sorunların çözümü için yüksek potansiyele sahip olduğunu göstermektedir (Heublein ve ark., 2003; Staiger ve ark., 2006; Witte, 2010).

Magnezyum Dünya’da en bol bulunan sekizinci elementtir. Magnezyum $1,74 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğuyla son derece hafif bir metaldir. Sırasıyla alüminyumun ve çeliğin yoğunluğu magnezyumun yoğunluğunun 1,6 ve 4,5 katıdır (Kojima, 2000). Magnezyumun elastik modülü ve akma dayanımı yaygın olarak kullanılan diğer malzemelere göre kemiğe daha yakın olmasına rağmen kırılma tokluğu daha fazladır (Hartwig, 2001; Okuma, 2001; Vormann, 2003; Wolf ve Cittadini, 2003). Ayrıca magnezyum insan vücudunda en çok bulunan dördüncü elementtir. Yetmiş kilogramlık yetişkin bir insanda yaklaşık bir mol magnezyum bulunur (Staiger ve ark., 2006). Vücuttaki çoğu enzim, DNA ve RNA yapısı için yardımcı bir elementtir (Hartwig,

2001). Magnezyumun insan vücudunda bu kadar çok bulunması magnezyum alaşımlarının biyouyumluluğunun mükemmel olmasının ve biyomalzeme olarak iyi bir gelecek vaat etmesinin en büyük nedenidir. Ancak saf magnezyum ilk kez ortopedik implant olarak kullanıldığında yüksek korozyon hızı nedeniyle 8 gün sonra işlevini yitirmiştir (Staiger ve ark., 2006). Bu durum magnezyum alaşımlarının kullanımına ciddi sınırlar getirdiği için korozyon sürecini yavaşlatmak amacı ile çeşitli magnezyum alaşımları geliştirilmiştir (Witte ve ark., 2001; Scholz, 2004; Witte ve ark. 2005). Günümüzde alüminyum ve çinko elementlerinden oluşan (AZ31 ve AZ91), yitrium ve nadir toprak elementlerinden oluşan (WE43) ve son olarak lityum, alüminyum ve nadir toprak elementlerinden oluşan (LAE442) magnezyum alaşımları üzerinde durulmakta ve klinikte uygulamaları ile ilgili önemli araştırmalar yapılmaktadır (Witte ve ark., 2001; Witte ve ark., 2005; Staiger ve ark., 2006).

Yeni nesil biyomalzemeler geleneksel üretim yöntemlerinin dışında yeni üretim yöntemlerinin de ortaya çıkmasını ve kullanılmasını sağlamıştır. Bu yöntemlerden biri olan mekanik alaşımlama yöntemi biyomalzeme üretiminde kullanılmaya başlanmıştır. Bu yöntem sayesinde yeni biyomalzemelerin geliştirilmesinde önemli bir yol kat edilmiştir (Zhao ve ark., 2009). Mekanik alaşımlama yöntemi bir toz üretim tekniğidir ve John S. Benjamin tarafından 1966 yılında geliştirilmiştir. Yöntemin diğer adı bilyeli öğütme olarak bilinir ve bu yöntemin en büyük avantajı üretilmesi mümkün olmayan alaşımların bile üretilmesini sağlayarak farklı alaşım grupları oluşturulmasına imkan tanıyor olmasıdır. Mekanik alaşımlama yöntemi toz parçacıklarını soğuk bir ortamda parçalayıp tekrar kaynaştıran bir üretim tekniğidir. Bu durum ergime sıcaklığı farkından doğan olumsuz koşulları ortadan kaldırır ve yeni alaşımlar elde edilmesini sağlar. Mekanik alaşımlama yöntemi öğütme hızı, öğütme tipi, öğütme süresi ve toz-bilye oranı gibi birçok parametreye sahiptir ve her bir parametre alaşım tozları üzerinde farklı etkilere sahiptir (Suryanarayana ve Nasser, 2012).

Bu tez çalışmasında biyomedikal uygulamalarda kullanılan AZ31 (%3 Al ve %1 Zn) magnezyum alaşımı mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilerek daha iyi mekanik ve korozyon özellikleri elde edilmesi amaçlanmıştır. AZ31 magnezyum alaşımı 3, 6 ve 9 saatlik öğütme süreleri kullanılarak üretilmiştir. Değişen öğütme sürelerinin alaşımların mikroyapı, mekanik ve korozyon davranışları üzerindeki etkisi incelenmiştir.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Grosjean ve ark. (2004) 40 saate kadar farklı öğütme süreleri kullanarak magnezyumu mekanik alaşımlama yöntemi ile üretmişlerdir. Mekanik alaşımlama yönteminin magnezyumun korozyon davranışı üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Elektrokimyasal yöntemleri kullanarak yüzeysel, morfolojik, yapısal ve kimyasal analizler yapılmıştır. 10 saatlik öğütme sonrası 34 nm kristal boyutuna ulaşmışlardır ve daha yüksek sürelerde kristal boyunda anlamlı bir küçülme olmadığını gözlemlemişlerdir. Mekanik alaşımlama yöntemi ile öğütülen magnezyumun öğütülmemiş magnezyuma kıyasla korozyon direncinin arttığını bulmuşlardır.

Yuan ve ark. (2004) $\text{LaMg}_{11}\text{Ni}$ malzemesinin hidrojen depolama özelliği üzerine mekanik alaşımlama yönteminin etkisini incelemişlerdir. Hidrojen depolama ve absorbe etme kapasitesini hesaplamışlardır. Çalışmalarında 20 saatlik öğütme sonrası hidrojen absorbe etme kapasitesinin arttığını gözlemlemişlerdir.

Witte ve ark. (2006) AZ91D ve LAE442 magnezyum alaşımlarının vücut içi ve vücut dışı yapay ortamda korozyon davranışını incelemişlerdir. Vücut içi korozyon testleri için alaşımlar domuz kemiğine implante edilmiştir. Vücut içi korozyon deneylerinin vücut dışı yapay ortamdakine göre yaklaşık 10^{-4} kat daha iyi sonuç verdiğini gözlemlemişlerdir.

Zhang ve ark. (2007) AZ31 magnezyum alaşımını sıcak haddelemeye tabi tutmuşlardır. Kalınlığın kırılma olmaksızın 0,6 mm azaltılabildiğini gözlemlemişlerdir. Bu azalmanın mikroyapı ve sertlik üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Kalınlıktaki azalmanın ortaya çıkardığı yeniden kristallenme sayesinde (0002) düzleminde 20 μm ortalama tanecik boyutu ve homojen mikroyapı elde edildiğini gözlemlemişlerdir. Haddeme işlemi alaşımların sertliğini 0,49 GPa'dan 0,79 GPa'a yükseltmiştir. Kalınlıkta ortaya çıkan %97'lik azalma sayesinde en yüksek sertlik değerini 0,88 GPa olarak elde etmişlerdir.

Al-Aqeeli ve ark. (2008) alüminyum temelli ikili (Al-Mg) ve üçlü (Al-Mg-Zr) toz karışımını yeni Al-Mg-Zr nanokompozit malzeme geliştirmek amacıyla mekanik alaşımlama işlemine tabi tutmuşlardır. Elde ettikleri $\text{Al}_{90-x}\text{Mg}_{10}\text{Zr}_x$ kimyasal formulu üçlü alaşım sistemindeki Zr oranını %5, %20 ve %35 oranında değiştirmişlerdir. Zr oranı arttıkça alaşımın sertlik değerinin arttığını gözlemlemişlerdir. %35 Zr oranında sertlik

değerinin ikiye katlandığı sonucuna ulaşmışlardır.

Xie ve ark. (2008) AZ81 magnezyum alaşımının mikroyapı ve mekanik özellikleri üzerine itriyum (Y) ve neodimyum (Nd) nadir toprak elementlerinin etkisini incelemiştir. Nadir toprak elementinin oranı arttıkça β -Mg₁₇Al₁₂ fazlarının etkisinin azaldığını ve Al₂Y ve Al₂Nd fazlarının oluştuğunu gözlemlemiştir. Nadir toprak elementlerinin oranı %2'ye kadar artırıldığı zaman çekme dayanımını oda sıcaklığında ve 150 °C'de sırasıyla 282 MPa ve 212 MPa olarak elde etmiştir.

Kang ve ark. (2008) AZ31 magnezyum alaşımlarının mikroyapısı ve mekanik özellikleri üzerine tane küçülmesinin etkisini incelemiştir. Uygulanan sıcaklık azaldıkça tane boyutunun azaldığını ve sertliğin arttığını gözlemlemiştir. Mekanik özellikleri incelemek amacıyla yapılan deneylerde tane boyutunun azalmasıyla sertliğin arttığını bulmuşlardır.

Zarandi ve ark. (2008) AZ serisi magnezyum alaşımlarının haddeleme ve deformasyon davranışı üzerine Mn ve Al katkısının etkisini incelemiştir. AZ31, AZ41 ve AZ61 alaşımlarının ve 3 farklı oranda Mn ilave edilmiş hallerinin sıcak haddeleme ve çekme dayanımı davranışı üzerine odaklanmışlardır. AZ31 ve AZ41 alaşımları tatmin edici bir şekilde haddelenebilmiştir. AZ61 alaşımında haddeleme sürecinde kenar çatlakları gerçekleştiğini gözlemlemiştir. Ayrıca %0,06'dan 0,25'e çıkarılan Mn oranının AZ61 alaşımının haddelenebilirliği üzerindeki kırılma etkisini azalttığını gözlemlemiştir. Mn elementi hem haddelenmiş hem de tavlanmış AZ61 alaşımının tane boyutunu azaltmıştır. Çalışmalarında dislokasyon kayması, eriyik çözelti kayması ve tane sınırı kayması şeklinde 3 tip deformasyon tipi ortaya çıktığını rapor etmişlerdir. Dislokasyon kayması düşük sıcaklıklarda ve yüksek gerilme oranında gözlemlenirken diğer deformasyon tiplerinin sıcaklık artışı ile açığa çıktığını gözlemlemiştir.

Luo ve ark. (2008) magnezyum-kalsiyum (Mg-Ca) alaşımına çinko (Zn) katkılayarak korozyon ve nanomekanik özelliklerini incelemiştir. Mg-Ca alaşımına Zn ilavesi yapıldığında sertlik ve elastik modülün $0,9 \cdot 10^{17}$ iyon/cm² dozunda önemli bir şekilde arttığını gözlemlemiştir. Fakat korozyon direncinin azaldığını gözlemlemiştir ve Zn elementinin Mg-Ca alaşımına katılanmasının olumlu bir yanının olmadığını ifade etmişlerdir.

Sun ve ark. (2009) Mg-10Gd-3Y magnezyum alaşımının mikroyapısı, mekanik

özellikleri ve korozyon direnci üzerine zirkonyum (Zr) elementinin etkisini araştırmışlardır. Zr oranının artması ile tane boyutunun azaldığı, akma mukavemetinin ve kopma mukavemetinin arttığı gözlemlenmiştir. Zr oranı %0,42'ye çıkarıldıkça korozyon oranının azaldığı ve %0,42'den %0,93'e çıkarıldıkça korozyon oranının arttığı sonucuna ulaşmışlardır. Bu yüzden ideal alaşımın Mg-10Gd-3Y-0,42Zr olduğunu rapor etmişlerdir.

Escudero ve ark. (2010) farklı tane boyutlarına sahip AZ31 magnezyum alaşımının yapay vücut sıvısı içerisindeki korozyon davranışını araştırmışlardır. Tuzlu su çözeltisinde (NaCl) ve fosfat tamponlu (PBS) çözeltideki korozyon davranışı ile kıyaslamışlardır. Ayrıca alaşımın çözelti içerisine daldırılma süresinin etkisini de incelemişlerdir. Açık devre potansiyeli (OCP) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi gibi elektrokimyasal yöntemler kullanılmıştır. İki farklı tane boyutuna sahip AZ31 magnezyum alaşımlarında yapılan deneylere dayanarak en iyi korozyon direncinin tane boyutu küçük olan ve PBS çözeltisine 6 gün daldırılan alaşımdan elde edildiğini rapor etmişlerdir. Kısa süreli deneylerde NaCl çözeltideki korozyon direncinin daha iyi olduğunu ancak uzun süreli deneylerde PBS çözeltideki korozyon direncinin klor iyonlarının fosfat iyonlarına göre daha agresif olmasından dolayı yükseldiğini söylemişlerdir. Sonuç olarak alaşımların korozyon deneylerinde en iyi sonuç tane boyutu küçük olan ve PBS çözeltide 6 gün kalan alaşımdan elde edilmiştir.

Aung ve Zhou (2010) AZ31B magnezyum alaşımının korozyon davranışı üzerine tane boyutunun ve ikizlenmenin etkilerini araştırmışlardır. Korozyon deneyleri için %3,5 NaCl çözelti kullanılmıştır. İkizlenme olmayan mikro yapının tane boyutunu arttırarak korozyon direncini azaltabileceğini ileri sürmüşlerdir ve tane boyutunun 65 µm'den 250 µm'ye artışı ile korozyon oranının %30'a kadar arttığını bulmuşlardır. Sonuç olarak ikizlenmelerin varlığının korozyon sürecinde önemli bir role sahip olduğunu ifade etmişlerdir.

Razavi ve ark. (2010) biyomedikal uygulamalarda kullanılan AZ91 magnezyum alaşımına florapatit (FA) katkılayarak mikroyapı, korozyon ve mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Florapatit (FA) nanopartiküllerini ve AZ91 magnezyum alaşımını mekanik alaşımlama yöntemi ile üretmişlerdir. Florapatit nanopartiküllerini %10, %20 ve %30 oranında katkılamışlardır. AZ91 alaşımındaki florapatit oranı arttıkça sertlik ve elastik modülün arttığını bulmuşlardır. %20 oranında

florapatit katkılı AZ91 alaşımının en yüksek sertlik ve elastik modüle sahip olduğunu ve florapatit katkısı arttıkça korozyon direncinde önemli bir artış olduğunu ifade etmişlerdir. Sonuç olarak mekanik ve korozyon özellikleri incelendiği zaman en uygun alaşımın %20 florapatit katkılı AZ91-FA alaşımı olduğunu rapor etmişlerdir.

Conceicao ve ark. (2010) AZ31 magnezyum alaşımının yüzey modifikasyonu ve korozyon davranışı üzerine hidroflorik asitin etkisini araştırmışlardır. Numuneleri farklı zamanlarda hidroflorik asite maruz bırakarak optik yöntemlerle yüzey değişimini gözlemlemişlerdir. Elektrokimyasal empedans spektroskopisi ve potansiyodinamik polarizasyon yöntemleri ile korozyon deneylerini gerçekleştirmişlerdir. Korozyon oranının asitle dağlanmamış olan numunelere kıyasla 20 kat daha fazla olduğunu rapor etmişlerdir ve en iyi korozyon davranışının 14 ve 20 mol/L konsantrasyonlarda gerçekleştiği sonucuna ulaşmışlardır.

Feliu ve ark. (2011) AZ31 ve AZ61 magnezyum alaşımlarının korozyon davranışlarını devamlı gaz yoğunlaşmasının olduğu bir ortamda incelemişlerdir. Deneyin başlangıç periyodunda metal yüzeyin sadece küçük bir bölümünde korozyon meydana geldiğini gözlemlemişlerdir. Uzun süren deneyler sonucunda metalin yüzeyinde bir korozyon tabakası oluştuğunu ve bu tabakanın korozyondan korunma davranışını azaltma eğiliminde olduğunu gözlemlemişlerdir.

Willumeit ve ark. (2011) proteinli ve proteinsiz hücre kültürü ortamında magnezyumun korozyon davranışını incelemişlerdir. Çalışmalarında vücut içi ortama çok yakın olan bir vücut dışı ortam oluşturmayı amaçlamışlardır. Korozyon testlerinden önce numunelerin ağırlığını ve korozif ortamın pH değerini ölçmüşlerdir. Deney sonuçlarından magnezyumun özellikle aminoasit ve proteinlerle etkileştiği için korozyon oranının azaldığını ve hücre büyümesine izin verdiğini gözlemlemişlerdir.

Gupta ve ark. (2011) magnezyum temelli AZ31 alaşımına %1 ve %2 oranında Al katkılayarak yeni AZ41 ve AZ51 alaşımları üretmeyi amaçlamışlardır. AZ31 magnezyum alaşımına eşzamanlı olarak %1,5 alümina ve alüminyum katkılayarak AZ41-Al₂O₃ ve AZ51-Al₂O₃ nanokompozitlerini başarılı bir şekilde sentezlemişlerdir. Alaşım ve kompozit numunelerini 400°C'de preslemişlerdir. Alüminyumun ve Al₂O₃'ün katkılanmasının mekanik özellikleri, sertliği ve kopma mukavemetini geliştirdiği sonucuna ulaşmışlardır.

Safari ve ark. (2011) Al-Mg/Al₂O₃ nanokompozitlerini mekanik alaşımlama

yöntemi ile üreterek mikroyapı ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. %5 Al₂O₃ ile güçlendirilmiş Al-%10Mg matrisli nanokompozit malzemelerin mekanik özellikleri ve mikroyapıları üzerine öğütme zamanının etkisini araştırmışlardır. 20 saatlik öğütme sonrası Al matrixte Mg'un çözünmesinden dolayı Al-10Mg/5Al₂O₃ nanokompozitinin oluştuğunu gözlemlemişlerdir. Aynı öğütme süresinde Al/5Al₂O₃ nanokompozitinin oluşumunu gözlemleyememişlerdir. 10 saatlik öğütme sonrası baskın bir Al-Mg ikili fazı gözlemlemişlerdir. Öğütme sırasında Al örgüsüne Mg atomlarının dağılmasından dolayı örgü parametresinin arttığını rapor etmişlerdir. Ayrıca 10 saatlik öğütme sonrası tane boyutunun küçülmesi ve katı çözümlü oluşumundan dolayı mikrosertlikte önemli bir artış olduğunu vickers sertlik deneylerini kullanarak hesaplamışlardır. 10 saatlik öğütmeden 20 saatlik öğütmeye kadar mikrosertlikteki artışın daha yavaş olmasının nedenini tozların alaşımlanma sürecine, statik ve dinamik iyileşmenin tamamlanmasına dayandırmışlardır.

Fang ve ark. (2011) Mg-3Al-Zn alaşımını üretmek için mekanik alaşımlama yöntemini kullanmışlardır. 360 rpm öğütme hızı, 40 saat öğütme süresi ve 40:1 bilye-toz oranı kullanarak ortalama tane boyutu 45 nm olan bir alaşım üretmişlerdir. Alaşımı hem oda sıcaklığında soğuk olarak hem de 633 K sıcaklıkta preslemişlerdir. Soğuk ve sıcak preslenmiş alaşımların yoğunluklarını sırasıyla 1,777 g/cm³ ve 1,8 g/cm³ olarak hesaplamışlardır. Alaşımın kopma dayanımını 479 MPa olarak elde etmişlerdir.

Yuan ve ark. (2012) Mg-Nd-Zn-Zr alaşımının Hank solüsyonundaki korozyon davranışını AZ31 magnezyum alaşımını referans alarak incelemişlerdir. Açık devre potansiteli ve potansiyodinamik polarizasyon testlerini kullanmışlardır. Hank solüsyonunda 240 saat kalan alaşımların korozyon oranlarını sırasıyla Mg-Nd-Zn-Zr için 0,28 mm/yıl ve AZ31 alaşımı için 1,02 mm/yıl olarak hesaplamışlardır. Optik incelemelerde AZ31 alaşımının yüzeyinde derin çukurlar ve Mg-Nd-Zn-Zr alaşımında pürüzsüz bir yüzey gözlemlemişlerdir.

Cai ve ark. (2013) AZ31 magnezyum alaşımının mikroyapı ve mekanik özellikleri üzerine yeniden kristallenmenin ve deformasyon sıcaklığının etkilerini incelemişlerdir. Yeniden kristallenme davranışının sıcak presleme sonrası meydana geldiğini gözlemlemişlerdir. Tane boyutu dağılımlarının 320 °C'de homojen olarak deformasyona uğradığını ve yeniden kristallenmenin yeterli olmasına rağmen sıcaklık arttıkça deformasyonların gözden kaybolduğunu rapor etmişlerdir.

Langdon ve ark. (2013) AZ31 magnezyum alařımını 110 derecelik bir aısal ynelimle 473 K'de preslemişlerdir. Aısal ynelimli presleme iřlemi sırasında ya da daha fazla geiřten sonra iyi bir sertlik homojenitesine ulařıldığını gzlemlemişlerdir. 8 tur aısal preslemeden sonra yaklaşık 1µm tane boyutuna ulařıldığını rapor edilmiştir. Aısal ynelimli sıcak pres ynteminde geiř sayısının artması ile ortalama sertlik deęerinin arttığı sonucuna varmışlardır.

Hamouda ve ark. (2013) literatrde retilmemiş AZ41/Al₂O₃-Ca ve AZ51/Al₂O₃-Ca nanokompozitlerini retmek iin AZ31 alařımına %1 ve %2 Al, %1 ve %2 Ca ve %1,5 oranında Al₂O₃ katkılarını yapmışlardır. Alařımların mekanik zelliklerini ve mikroyapılarını incelemişlerdir. Alařımları 400 °C'de preslemişlerdir. AZ41 ve AZ51 alařımlarına Ca ve Al₂O₃ nanoparacıklarının ilave edilmesi ile ortalama tanecik boyutunun ve Mg₁₇Al₁₂ ikincil fazı ile yeni oluřan Mg₂Al₂Ca faz apının azaldığını gzlemlemişlerdir. AZ serisi magnezyum alařımlarına ilave edilen Al₂O₃ ve Ca elementinin oranı arttıka mikrosertlik deęerinin arttığı sonucuna ulařmışlardır.

Xin ve ark. (2013) ZK60 ve AZ31 magnezyum alařımlarını kaynařtırma yntemi ile plaka haline getirerek mikroyapı ve mekanik zelliklerini incelemişlerdir. 2 tip malzemele dzenlemişlerdir ve birinde ZK60 alařımına AZ31'i kaynařtırırken dięerinde AZ31 alařımına ZK60 alařımını kaynařtırmışlardır. Her iki malzemede de kusur grlmediğini ve bařarılı bir kaynařtırma yapılabildiğini bildirmişlerdir. Kaynařtırma sırasında alařımların tane boyutlarında nemli bir azalma olduęunu gzlemlemişlerdir. AZ31 alařımına yapılan kaynařtırmada kaynařma blgesi ile alařım arasında net bir sınır gzlenirken ZK60 alařımına yapılan kaynařtırmada bu sınırın oluřmadığı sonucuna ulařmışlardır. AZ31 metaline yapılan kaynařtırmada birleřme yerindeki kopma mukavemetinin alařımın %78-%82'i kadar olduęunu hesaplamışlardır. Birleřme yerinden AZ31 alařım yzeyine kadar sertlięin azaldığını bildirmişlerdir. Numunelerde kırılma davranışının birleřme yerinin sınırında bařladıęını ifade etmişlerdir.

Zeng ve ark. (2014) AZ31 magnezyum alařımının korozyon davranışı zerine tuzlu su zeltilerindeki anyonların etkisini arařtırmışlardır. Hidrojen fosfat ve dihidrojen fosfatın korozyonu geciktirmesine ve aık devre potansiyelini azaltmasına raęmen bikarbonat ve slfat iyonlarının ilave edilmesiyle korozyonun hızlandıęını gzlemlemişlerdir. Anyonların etkisi nedeniyle zeltinin pH deęeri zamanla deęiřtięi iin magnezyum alařımlarının korozyon hızı ile anyon etkileri arasında baę

kurulamadığını ifade etmişlerdir.

Walton ve ark. (2014) çözeltiye daldırma ve tuz spreyi yöntemlerini kullanarak haddelenmiş AZ31 magnezyum alaşımının kopma ve gerilme davranışları üzerine korozyonun etkilerini incelemişlerdir. Numuneleri eş zamanlı olarak %3,5 NaCl çözelti içerisinde aşındırmışlardır. AZ31 magnezyum alaşımının oda sıcaklığında ve %3,5 NaCl çözültide gevşeme davranışı gösterdiğini açık bir şekilde gözlemlemişlerdir. Optik incelemelere göre oluşan kırılma yüzeylerinin yüksek bir hassasiyet gösterdiğini gözlemlemişlerdir.

Alonso ve ark. (2014) matematiksel modellemeyi ve deneysel sonuçları birleştirerek magnezyum implantlarının vücut içindeki biyobozunurluğunu etkileyen değişkenleri tanımlamayı amaçlamışlardır. AZ31 alaşımını tavşana implante ederek vücut içi korozyon davranışını araştırmışlardır. Bilgisayarlı tomografi yardımı ile vücut içerisindeki gaz çıkışının durumunu incelemişlerdir. Sonuç olarak magnezyum alaşımlarının vücut içi biyobozunma davranışlarının kalınlığa bağlı olduğunu ve implantasyonun sonuçlarının önceden kestirilebileceğini öne sürmüşlerdir.

Singh ve ark. (2015) döküm yöntemiyle üretilen Mg, AZ31 ve AZ91 alaşımlarının %3,5 NaCl çözeltideki korozyon davranışını incelemişlerdir. Daldırmanın üçüncü saatinde AZ91 alaşımının yüzeyinde galvanik korozyon gerçekleştiğini gözlemlemişlerdir. Daldırma süresinin artması ile AZ31 alaşımının korozyon hızında bir artış meydana geldiğini ama bu artışın AZ91'dekine kıyasla daha az olduğunu ifade etmişlerdir. Deneysel sonuçlarında Mg'nun korozyon direncinin AZ91 alaşımından daha iyi olduğunu ve AZ91 alaşımının korozyon direncinin de AZ31 alaşımından iyi olduğu sonucuna varmışlardır.

Seetharaman ve ark. (2015) Mg-Al ikili alaşım sistemlerinin mikroyapı, korozyon ve mekanik özellikleri üzerine erbiyum (Er) etkisini incelemişlerdir. Saf Mg, Mg-3Al, Mg-6Al, Mg-9Al alaşımlarını 750°C'de döküm yöntemiyle üretilmişlerdir. Bu alaşımlara 0,1, 0,3 ve 0,5 oranında Er ilave ederek Mg-3Al-0,1Er, Mg-6Al-0,3Er ve Mg-9Al-0,5Er alaşımlarını oluşturmuşlardır. Alaşımların mikroyapılarını inceledikleri zaman iyi bir saflık, tane boyutunda küçülme, homojen bir ikincil faz dağılımı ve Er ilavesinden kaynaklanan Al₃Er faz oluşumu gözlemlemişlerdir. Mekanik özellikler incelendiği zaman Er katkısı olmayan alaşımlara kıyasla Mg-3Al-0,1Er alaşımının sünekliğinde %19'a kadar, Mg-6Al-0,3Er alaşımının sünekliğinde %29'a kadar ve Mg-

9Al-0,5Er alařımının sunecliğinde %58'e kadar bir artış olduđunu gözlemlemişlerdir. Mg-6Al-0,3Er alařımını en iyi sunecliđi sergilemesine rađmen Mg-9Al-0,5Er alařımının hem gerilme hem de basınç yükleri altında en iyi dirence sahip olduđunu ifade etmişlerdir. Ayrıca genel olarak yüksek korozyon hızına sahip olan Mg-Al ikili alařımlarına Er ilavesi yapıldığında daha iyi bir korozyon direnci elde edildiđini gözlemlemişlerdir.

Asgari ve ark. (2015) Mg-4Y-3RE alařımının yüksek gerilme oranı üzerine tane boyutunun etkisini arařtırmışlardır. Alařımı presleyerek dinamik mekanik davranışını incelemişlerdir. Üretilen 8 µm, 25 µm ve 46 µm'lik tane boyutuna sahip alařımlar ani yük uygulaması ile şoklanarak incelenmiştir. Tane boyutunun artması ile hem mukavemetin hem de sunecliđin azaldıđını gözlemlemişlerdir.

Zhang ve ark. (2015) farklı sıcaklıklarda kısmi olarak haddelenen AZ31 Mg alařımının birleşme yerlerinin mikroyapı, mekanik özellikler ve kırılma davranışı üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Kaynaşma bölgesindeki mikroyapı oluşumundan dolayı haddeleme kısılması ile hem mukavemetin hem de uzanımın önemli bir şekilde arttıđını bulmuşlardır. Ayrıca başlangıçta 0,558 GPa olan mikrosertlik deđerinin haddeleme işleminden sonra kaynaşma bölgelerinde yaklaşık 0,784 GPa'a çıktıđını hesaplamışlardır.

Lu ve ark. (2015) Mg-3Zn-0,3Ca alařımının korozyon davranışını 37 °C derecede yapay vücut sıvısı içerisine daldırarak incelemişlerdir. Alařımın korozyon davranışı üzerine ikincil fazların ve tane boyutunun etkisini incelemek amacıyla ısıl işlem uygulamışlardır. Alařımların korozyon direncinin ısıl işlemle geliştirilebileceđini öne sürmüşlerdir. Hem ikincil fazların hem de tane boyutunun alařımların korozyon oranını kontrol etmede önemli bir role sahip olduđunu rapor etmişlerdir. İkincil fazların hacmi arttıkça korozyonun arttıđı sonucuna ulaşmışlardır.

Huang ve ark. (2015) biyobozunur Mg-2Zn-0,5Ca alařımını beta trikalsiyum fosfat (β -TCP) parçacıkları ile güçlendirerek korozyon ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Alařımın 300°C'de haddelenmesi ile iyi bir mikroyapı ve β -TCP partikül dağılımı gözlendiđini ifade etmişlerdir. Sonuç olarak Mg-2Zn-0,5Ca alařımına β -TCP katkılanması ile sertliđin ve korozyon direncinin arttıđını rapor etmişlerdir.

Li ve ark. (2015) AZ31 magnezyum alařımının mikroyapısını modifiye etmek amacıyla sıcak haddeleme yöntemini kullanmışlardır. Eşit açısız yönelimli presleme

(ECAP) yöntemi ile yapılan haddelemenin sonucunda AZ31 Mg alaşımının kırılma tokluğunun ve kopma uzanımının arttığını gözlemişlerdir. Çalışmalarında tane boyutunun 16,5 µm'den 1,8 µm'ye düştüğünü ifade etmişlerdir.

Wagih (2015) mekanik alaşımlama ile ürettikleri Al ve %10 Al₂O₃ ile güçlendirilmiş Al-10Mg nanokompozitlerinin mikroyapı ve mekanik özellikleri üzerine öğütme süresinin etkisini incelemişlerdir. Magnezyum elementinin, Al fcc ana yapı içerisinde çözünmesinden dolayı 20 saatlik öğütme sonrası Al-10Mg/10Al₂O₃ nanokompozit oluşumu gözlemlenmiştir. Aynı sürede Al/Al₂O₃ yapı oluşumu gözlemlenmemiştir. 20 saat öğütme sonrası Al-Mg alaşımının ortalama kristal boyutunu 25 nm olarak ölçmüşlerdir. 10 saatlik öğütme sonrası tane boyutundaki küçülmenin ve katı çözümlü oluşümünün bir sonucu olarak mikrosertlikte büyük bir artış gözlemişlerdir. Ancak 10 saatten 20 saate kadar öğütme işlemine devam edildiğinde aynı dramatik artışın gerçekleşmediğini ifade etmişlerdir. Mikrosertliğin 10 saatte 1,863 GPa ve 20 saatte 1,971 GPa değerlerine ulaştığını hesaplamışlardır.

Bocan ve ark. (2015) AZ31 magnezyum alaşımının nanomekanik özelliklerini inceleyerek saf magnezyum alaşımı ile kıyaslamışlardır. AZ31 alaşımının nanosertliğinin saf magnezyumun üzerinde olduğunu hesaplamışlardır. Nanosertlik deneylerinde ucun batma açısını değiştirmişlerdir. Açı parametresinin değiştirilmesinin nedeninin nanoçentiğin yönelimi ile mekanik davranış arasında bağ kurmak olduğunu ifade etmişlerdir. Yapılan ölçümlerde hem saf magnezyum için hem de AZ31 alaşımı için çentik boyutu etkisi (ISE) gözlemişlerdir. Yükün uygulama açısı 55° olduğunda hem AZ31 hem de saf Mg için en yüksek nanosertlik değerinin elde edildiğini ifade etmişlerdir. Sonuç olarak AZ31 alaşımının ve saf Mg'un benzer mekanik davranışlar gösterdiğini rapor etmişlerdir.

Dziubinska ve ark. (2015) dövülmüş AZ31 Mg alaşımının mikroyapı ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Dövme işleminden elde edilen AZ31 alaşımının yer yer heterojen bir yapı sergilediğini gözlemişlerdir. Homojen bir yapı için Mg alaşımlarında dövme işlemi yapıldıktan sonra ısıl işlem metotlarının uygulanabileceğini ya da başka bir metot ile yapılması gerektiğini önermişlerdir.

Sampath ve ark. (2015) eşit açısız yönelimli presleme (ECAP) yöntemi kullanılarak üretilen ince tanecikli biyobozunur AZ31 alaşımının vücut içi ve vücut dışı korozyon davranışlarını incelemişlerdir. AZ31 alaşımını 300°C'de preslemişlerdir. Eşit

açısal yönelimli presleme yöntemi (ECAP) kullanılarak yapılan işlemlerde 4.geçişten sonra malzemenin tane boyutunun 46 μm 'den 1-5 μm 'ye kadar küçüldüğünü gözlemlemişlerdir. Alaşımların korozyon deneylerini yapay vücut sıvısı içerisinde gerçekleştirmişlerdir. Korozyon deneylerinde AZ31 alaşımının tane küçülmesinden dolayı hızlı mineralizasyon davranışı gösterdiğini gözlemlemişlerdir. Alaşımların stotoksisitesini incelemişlerdir. Vücut içi korozyon davranışını değerlendirmek amacıyla alaşımları 60 gün boyunca tavşana implante etmişlerdir. 60 gün sonunda tavşanda sağlık açısından hiçbir anormallik gözlemlememişlerdir. Sonuç olarak AZ31 alaşımının tane boyutundaki küçülmenin bozunma mekanizması üzerinde çok önemli bir etkiye sahip olduğunu ifade etmişlerdir. Tane boyutundaki küçülmenin AZ31 ve diğer Mg alaşımlarının korozyon oranını azaltmak için yararlı olabileceğini öne sürmüşlerdir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

Magnezyum alaşımları biyobozunur oldukları ve vücut içerisinde toksik etkiye neden olmadıkları için implant malzeme olarak kullanılabilirlerdir. Alüminyum (Al) ve çinko (Zn) elementleri ile alaşım grubu oluşturan AZ31 Mg alaşımı çok popüler bir alaşımdır ve biyomalzeme olarak kullanımı konusunda önemli araştırmalar yapılmaktadır. AZ31 Mg alaşımı yeni üretim teknikleri ortaya çıkana kadar çoğu araştırmalarda döküm yöntemi ile üretilmekteydi. Ancak son yıllarda yapılan çalışmalarda mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilebileceği ortaya çıkmıştır. AZ31 alaşımının tasarlanmasının temel nedeni Mg'un korozyon direncinin çok düşük olması olarak ifade edilmektedir. Alaşım kompozisyonunda %3 Al, %1 Zn ve % 96 oranında Mg bulunmaktadır. Bu tezde üretilen alaşımın kimyasal kompozisyonu Çizelge 3.1.'de verilmektedir.

Çizelge 3.1. AZ31 Mg alaşımı elementlerin kütlece % değerleri

<i>Malzeme</i>	<i>Mg</i>	<i>Al</i>	<i>Zn</i>	<i>Mn</i>
<i>AZ31</i>	95,55	3	1	0,45

Magnezyum (Mg); AZ31 alaşımının temel elementi olarak biyobozunurluğu sağlamaktadır.

Alüminyum (Al); AZ31 alaşımının %3'lük bölümünü oluşturur ve alaşımın mekanik özelliklerini iyileştirmektedir.

Çinko (Zn); AZ31 alaşımının %1'lik bölümünü oluşturur, toksik olmaması ve korozyon direncine olumlu etkide bulunması nedeniyle AZ31 alaşımı içerisinde yer alır.

Mangan (Mn); AZ31 alaşımı içerisinde yer alan takviye edici elementlerden biridir ve korozyon direncini olumlu yönde etkilemektedir.

Bu tez çalışmasında Çizelge 3.1.'deki kimyasal kompozisyona sahip olan AZ31 Mg alaşımı mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilmiştir. Öğütme süresinin alaşımın mekanik ve korozyon özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir.

3.2. Yöntem

3.2.1. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Üretilmesi

AZ31 alaşımının üretiminde kullanılan tozların özellikleri %99,8 saflıkta Mg (abcr), %2 yağ ile sağlamlaştırılmış saf Al (Merck), %99,9 saflıkta Zn (abcr), %99,6 saflıkta Mn (abcr) şeklindedir. Alaşımda kullanılan tozlar oksijenle anında etkileşime girdiği ve yapıları bozulduğu için argon (Ar) atmosferine sahip olan Innovative Technology IL-2GB marka (Şekil 3.1.) glove box içerisinde üretim yapılmıştır.



Şekil 3.1. Innovative technology IL-2GB marka glove box

Alaşımların üretiminde kullanılan tozlar hassas terazi (3.2. (a)) ile istenilen oranlarda tartılmıştır. Tartılan elementler FRITSCH Pulverisette 7 markalı bilyeli öğütme cihazı (Şekil 3.3.) içerisinde alaşımlanmak üzere 316L paslanmaz çelik hazneler (Şekil 3.2. (b)) içerisine konuldu (MKÜ Fen-Edebiyat Fak. Fizik Böl. Mikro/Nanomekanik Karakterizasyon Lab.).



Şekil 3.2. (a); Hassas terazi (b); çelik hazne



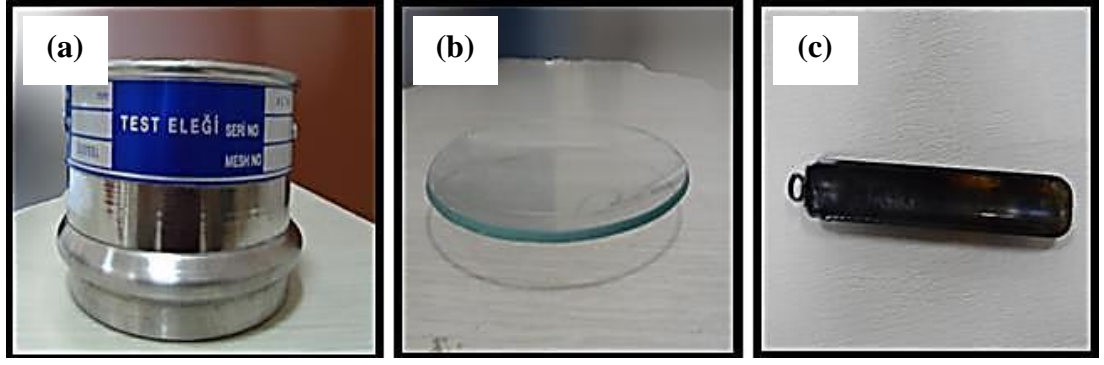
Şekil 3.3. Bilyeli öğütme cihazı

Öğütme işleminde alaşımların topaklanmasını ve tozların sürtünmeden kaynaklanan ani deformasyonunu önlemek amacıyla %2 oranında yağlayıcı stearik asit kullanıldı. Alaşımlar 500 rpm öğütme hızında, 15:1 bilye-toz oranı ve 3, 6, 9 saatlik öğütme zamanları kullanılarak üretildi. AZ31 alaşımı 5'er gram halinde üretildi ve 75 gr bilye kullanıldı. Elementlerin ve yağlayıcı asitin kütlesi 5 gr üzerinden hesaplandı.

Çizelge 3.2. AZ31 alaşımındaki elementlerin kütlesi (gr)

<i>Malzeme</i>	<i>Mg</i>	<i>Al</i>	<i>Zn</i>	<i>Mn</i>	<i>Stearik asit</i>
<i>AZ31</i>	4,778	0,150	0,050	0,022	0,1

Homojen bir yapı elde etmek amacıyla öğütme işleminde kullanılan yan parametrelerden tur sayısı 2 olarak ayarlandı ve her tur arasında 30 dk beklendikten sonra öğütme işlemine ilk turun tersi yönünde devam edildi. Öğütme işlemi bittikten sonra alaşımlar glove box içerisinde 1 mm'lik elekler (Şekil 3.4. (a)) yardımı ile oval altlık (Şekil 3.4. (b)) üzerine elenerek çıkarılmıştır. Elde edilen toz alaşımlar ön ısıtma işlemi uygulamak amacıyla quartz potalar (Şekil 3.4. (c)) içerisine konulmuştur. Ön ısıtma işlemi atmosfer kontrollü PROTHERM marka fırın (Şekil 3.5.) içerisinde 400°C'de gerçekleştirilmiştir. Ön ısıtma işlemin amacı öğütme işleminden önce hazne içerisine eklenen ve buharlaşma sıcaklığı 361°C olan stearik asiti buharlaştırmaktır.



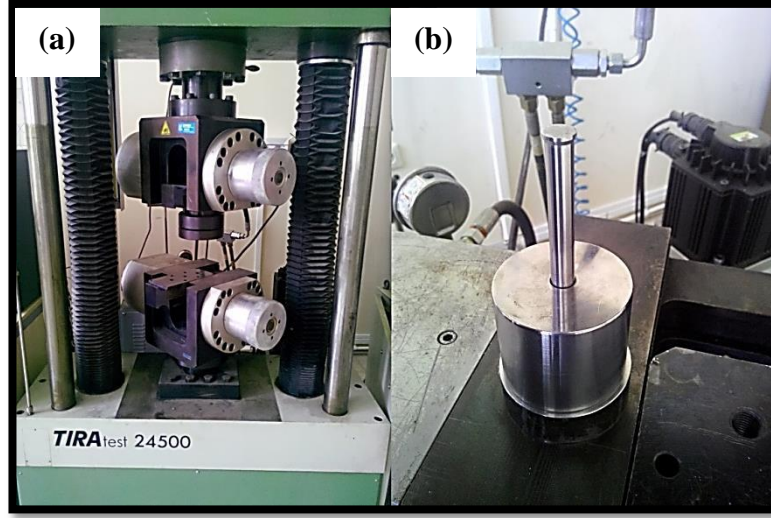
Şekil 3.4. (a); Test eleği (b); oval altlık (c); quartz pota

Ön ısıtım sonrası elde edilen alaşım tozları mekanik ve korozyon özelliklerinin incelenebilmesi için TIRA test 24500 pres makinesi (Şekil 3.6. (a)) ve uygun kalıp (Şekil 3.6. (b)) yardımı ile 7000 tonluk bir yükte 10 dk yük altında bırakılarak preslendi.



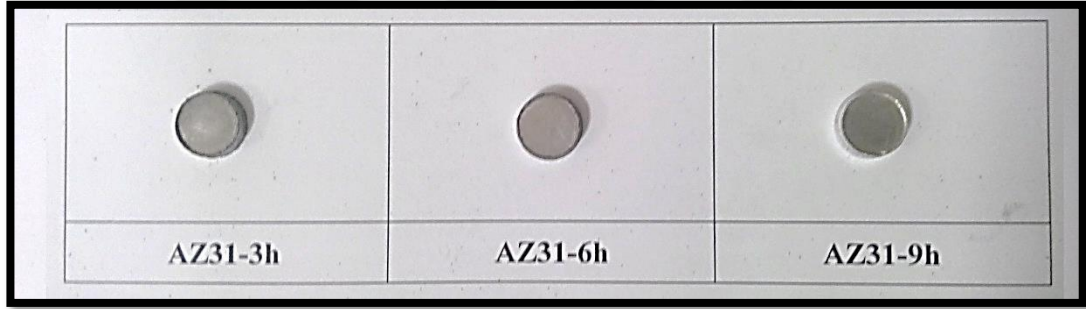
Şekil 3.5. Protherm atmosfer kontrollü fırın

Preslenen alaşımlar Şekil 3.5.'te görülen atmosfer kontrollü fırın yardımı ile 400°C'de sinterlendi. Sinterleme sürecinde fırının 400°C'ye çıkma süresi 180 dk olarak ayarlandı ve alaşımlar 400°C'de 30 dk sinterlendi. Sinterleme işlemi bittikten sonra alaşımlar kontrollü bir şekilde soğutuldu. Numunelerin sinterleme sıcaklığı Mg-Al fazının erime sıcaklığına yakın bir sıcaklık olduğu için 400°C olarak seçildi. Sinterleme işlemi tozların iyi bir şekilde kaynaşmasını sağlamak için yapılır. Amaç korozyon ve mekanik özellikleri doğrudan etkileyen gözenek oranının minimum düzeye indirilmesidir. Presleme işleminden sonra sinterlenen alaşımlar korozyon, mikrosertlik ve nanosertlik deneyleri için hazır hale gelmiştir (MKÜ Fen-Edebiyat Fak. Fizik Böl. Mikro/Nanomekanik Karakterizasyon Lab.).



Şekil 3.6. (a); Tira 24500 pres (b); kalıp

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h kodlu alaşımların sinterlendikten sonraki halleri Şekil 3.7.'de verilmektedir.



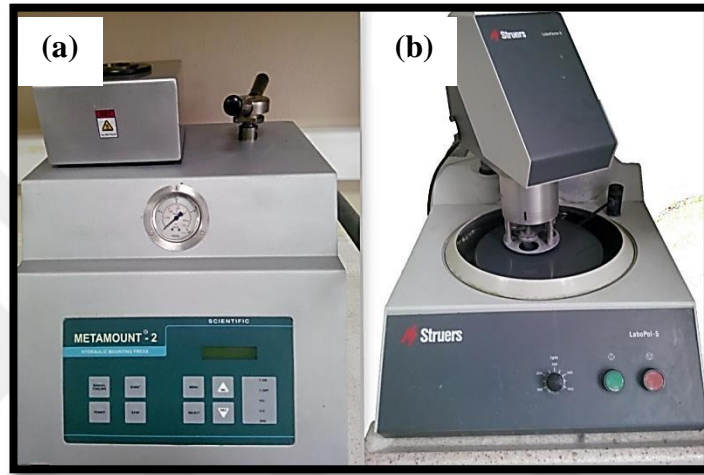
Şekil 3.7. Sinterleme sonra AZ31 alaşımları

3.2.2. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Karakterizasyon Hazırlığı

Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen alaşımlara mikrosertlik, nanosertlik ve korozyon testleri uygulanabilmesi için yüzey parlatma, kalıplama gibi işlemler yapılması gerekir. Bu durumun nedeni özellikle Mg temelli alaşımların hava ile tepkimeye girip oksitlenerek yüzeyde bir oksit tabaka oluşturmasıdır. Ayrıca sinterleme ve pres gibi işlemler alaşımların yüzeyinde deformasyonlar oluşturur ve alaşımların iç yapıları daha homojen olmasına rağmen yüzeyde kusurlar oluşur. Deney sonuçlarının hatasız olması açısından malzeme yüzeyinin alaşımların iç yapısını yansıtmaması ve en kusursuz bir yüzeye sahip olması gerektiği için alaşımlar parlatılır. Özellikle sertlik deneyleri açısından önemli olan bir diğer hazırlık aşaması ise kalıplama işlemidir. Bu

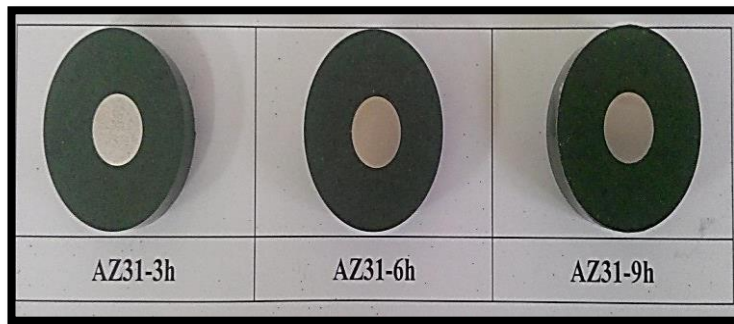
işlem alaşımların paralel yüzeyler arasında sıkıştırılmasını ve düz bir yüzey oluşumunu sağlar. Bu da sertlik deneyleri yapıldığında uygulanan yükün malzemeye doğrudan dik bir şekilde etki etmesini sağlar ve tutarlı sonuçlar elde edilebilir.

Bu nedenle alaşımlar Metamount-2 metalografik kalıplama cihazı (Şekil 3.8. (a)) ile kalıplandı. Kalıplanan numuneler Struers Labopol marka parlatma cihazı (Şekil 3.8. (b)) ile parlatıldı ve mekanik özelliklerini incelemek için hazır hale getirildi (MKÜ Fen-Edebiyat Fak. Fizik Böl. Mikro/Nanomekanik Karakterizasyon Lab.).



Şekil 3.8. (a); Metamount kalıplama cihazı (b); Struers parlatma cihazı

Kalıplama sonrası numuneler Şekil 3.9.'da verilmektedir.



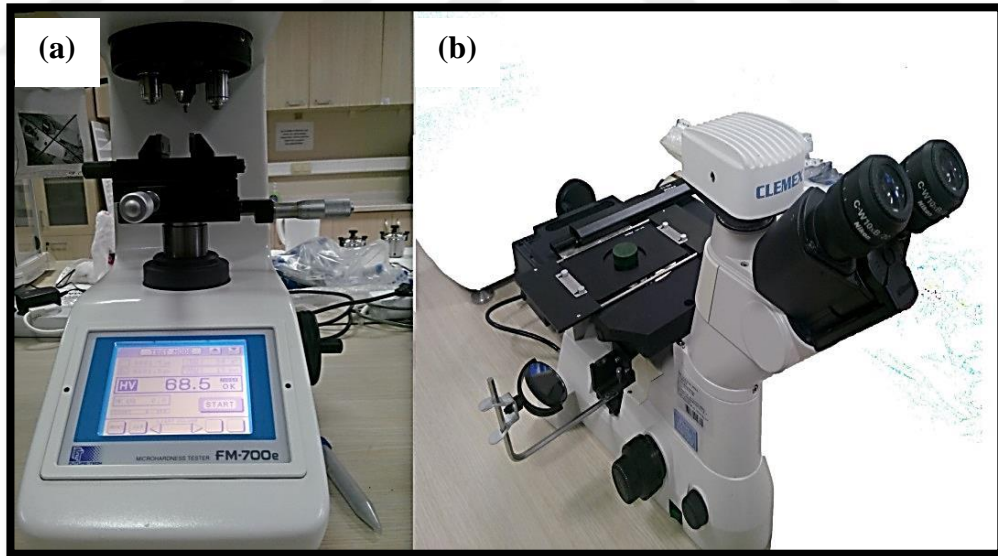
Şekil 3.9. Kalıplama sonrası numuneler

Parlatma aşamasında 800, 1200, 2400 ve 4000 gridlik SiC zımparalar ve 3 μm , 1 μm ve 0,25 μm 'lik parlatma solüsyonlarına sahip keçeler kullanıldı. Keçelerden sonra koloidal silika kullanılarak alaşımlar parlatıldı. Parlatma devri AZ31 alaşımının

yumuşak olmasından dolayı yüzeyde derin izler oluşmaması için 150 devir/dk olarak seçildi. Mikrosertlik ve nanosertlik deneyleri için alaşımlar istenilen yüzey elde edilene kadar parlatıldı ve her aşamanın optik görüntüleri alındı. Yüzey görüntüleri araştırma ve bulgular kısmında detaylı olarak verilecektir. Parlatma aşaması bittikten sonra alaşımların korozyon, mikrosertlik ve nanosertlik deneyleri yapıldı.

3.2.3. Alaşımların Statik Sertlik Deneyleri

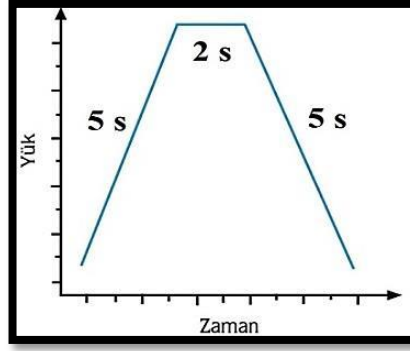
AZ31 Mg alaşımlarının mikrosertlik deneyleri Future-Tech FM 700 (3.10. (a)) marka mikrosertlik cihazı ile yapıldı, Clemex Captiva 2.0 yazılımı ve Nikon MA optik metal mikroskobu (3.10. (b)) yardımı ile ölçüldü (MKÜ Fen-Edebiyat Fak. Fizik Böl. Mikro/Nanomekanik Karakterizasyon Lab.). Mikrosertlik ölçümleri Vickers ve Knoop çentici için ayrı ayrı yapıldı. Mikrosertlik deneylerinde her iki çentici için de 6 farklı yük (0,49 N, 0,98 N, 1,96 N, 2,94 N, 4,9 N, 9,8 N) uygulandı. Mikrosertlik ölçümlerinde ideal süre olan 15 s'lik çentik atma süresi seçildi ve optik metal mikroskobu yardımı ile izlerin köşegen uzunlukları ölçüldü.



Şekil 3.10. (a); Future-Tech mikrosertlik cihazı (b); optik metal mikroskobu

3.2.4. Alaşımların Dinamik Sertlik Deneyleri

AZ31 Mg alaşımlarının nanosertlik deneylerinde 1000 μN 'dan 10000 μN 'a kadar değişen yükler kademeli yükleme boşaltma (step load-unload) şeklinde uygulandı. Yükleme profili Şekil 3.11.'de verilmiştir.



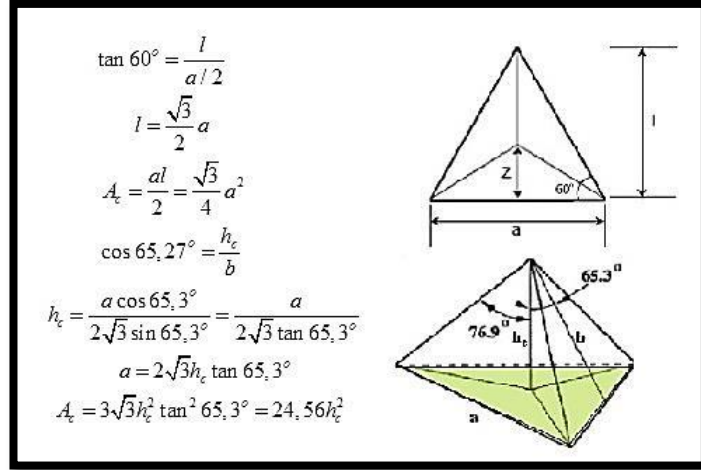
Şekil 3.11. Nanosertlik yükleme profili

Alaşımın nanosertlik deneyleri Hysitron TI-950 TriboIndenter test cihazı (Şekil 3.12.) kullanılarak yapıldı.



Şekil 3.12. Hysitron TI-950 nanosertlik cihazı

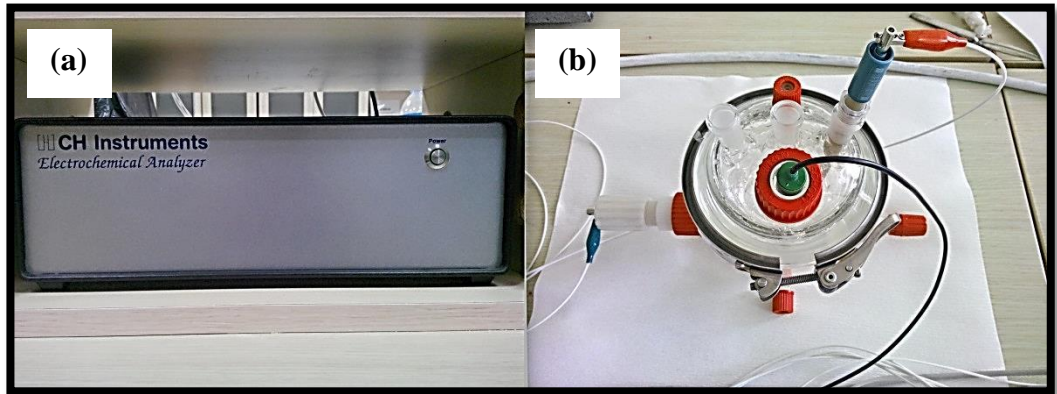
Alaşımın dinamik sertliklerinde Berkovich çentici kullanıldı. Şematik olarak gösterimi Şekil 3.13.'de verilmiştir. Çentiğin kontak alanı A_c ; $24,56h_c^2$ 'dir (h_c :yük kaldırıldıktan sonraki çentik derinliği). Dinamik sertlik ölçümlerinin analizi için Oliver-Pharr metodu kullanıldı (Oliver ve Pharr, 1992).



Şekil 3.13. Berkovich nanoçentici

3.2.5. AZ31 Mg Alaşımlarının Korozyon Deneyleri

Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen AZ31 alaşımlarının korozyon deneyleri CH Instruments 602E Electrochemical Analyzer (Şekil 3.14. (a)) cihazında yapıldı (MKÜ Fen-Edebiyat Fak. Fizik Böl. Mikro/Nanomekanik Karakterizasyon Lab.). Deneyler 3 elektrotlu daldırma sistemi için özel olarak tasarlanmış korozyon hücresinde (Şekil 3.14. (b)) yapıldı. Karşıt elektrot olarak platin (Pt) elektrot, referans elektrot için ise kalomel elektrot kullanıldı. Alaşımların korozyon analizleri açık devre potansiyeli (OCP) ve tafel ekstrapolarizasyon yöntemleri kullanılarak alınan ölçümlerle yapıldı.

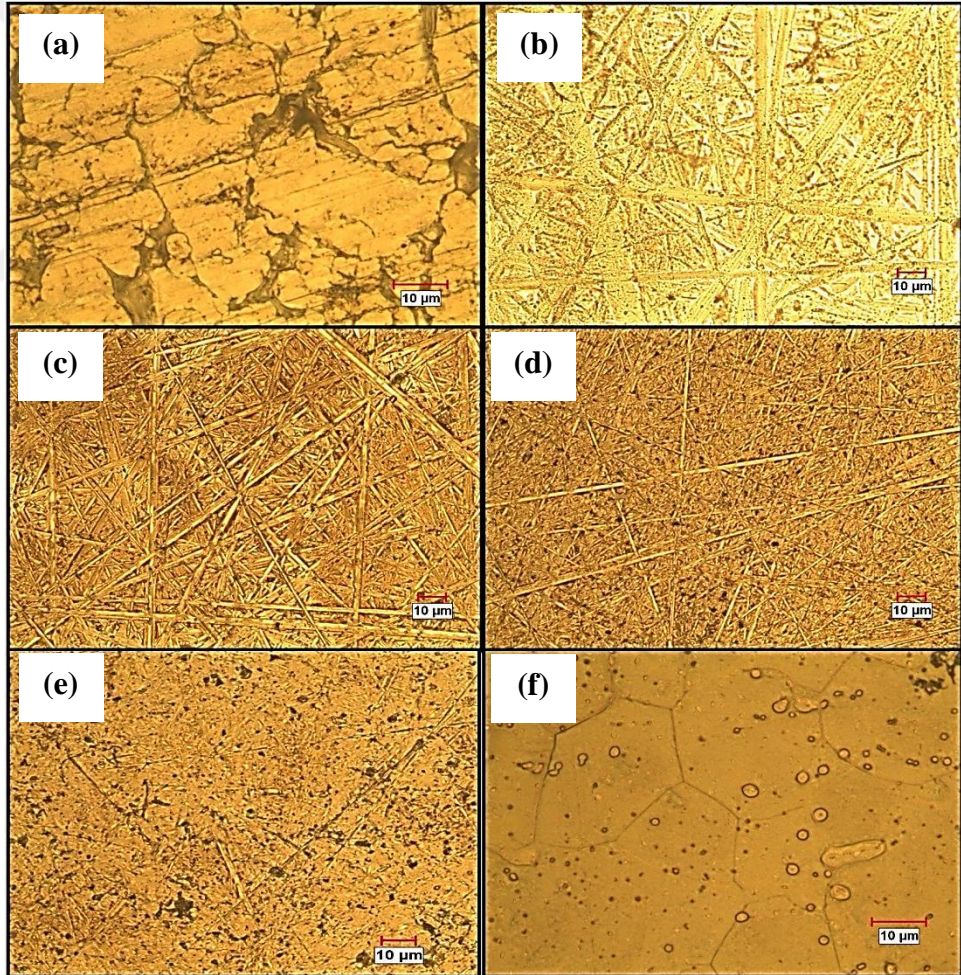


Şekil 3.14. (a); CH Instruments 602E korozyon cihazı (b); korozyon hücresi

Şekil 3.14. (b)'teki korozyon hücresinde yeşil çalışma elektrotu, kırmızı karşıt elektrot ve beyaz referans elektrottur.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMALAR

Mekanik alaşımlama yöntemi kullanılarak üretilen AZ31 Mg alaşım tozlarına statik sertlik, dinamik sertlik ve korozyon deneylerinin yapılabilmesi için gerekli olan hazırlıklar Bölüm 3.2.2.'de ayrıntılı bir şekilde anlatılmıştır. Deneilerin doğruluğu açısından numune yüzeylerinin homojen ve parlak olması gerekmektedir. Bu nedenle numune yüzeyleri Bölüm 3.2.2.'de anlatıldığı gibi 800, 1200, 2400, 4000 gridlik SiC zımparalarla parlatıldıktan sonra 3 μm , 1 μm , 0,25 μm ve koloidal silika parlatma solüsyonu aşamalarından geçirilerek hazır hale getirilmiştir. Parlatma işlemine ait yüzey görüntüleri Şekil 4.1.'de aşama aşama verilmiştir. Şekil 4.1. (f)'de de görüldüğü gibi keçeler uygulandıktan sonra malzemenin mikroyapısı net bir şekilde ortaya çıkmaktadır.

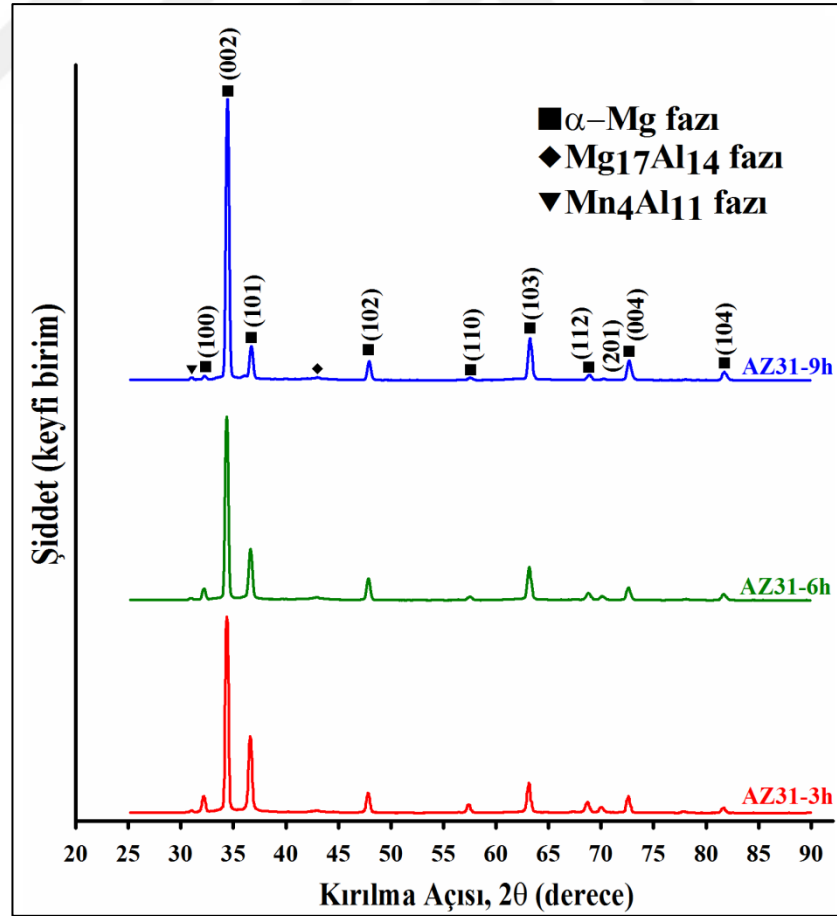


Şekil 4.1. AZ31 parlatma aşamaları (a); parlatmasız (b); 800 grid (c); 1200 grid (d); 2400 grid (e); 4000 grid (f); keçeler sonrası

4.1. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Mikroyapı Analizi

Mekanik alaşımlama yönteminin ana parametreleri öğütme hızı, öğütme süresi, bilye-toz oranı ve öğütme haznesidir. Öğütme hızı malzemelerdeki kristal oluşumu ve alaşımlama için gerekli olan enerjinin kaynağıdır. Bilyeler öğütme hızının açığa çıkardığı enerjiyi element tozlarına transfer eder. Öğütme haznesi ve bilyelerin yapısı malzemedeki kirliliği kontrol etmek amacıyla önemlidir ve metalik malzemeler öğütülürken metalik bilye ve haznelerin kullanılmasına dikkat edilir. Öğütme süresi ise alaşımın tane boyutunu, partikül boyutunu ve kristalit boyutunu etkiler (Suryanarayana, 2002). Parametrelerin bu etkileri düşünüldüğü zaman öğütmeden sonra elde edilen alaşımların mikroyapı incelemeleri büyük önem arz etmektedir.

AZ31 Mg alaşımının mikroyapısını incelemek amacıyla X-ışını kırınımı ve taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Alaşımların XRD desenleri Şekil 4.2.'de verilmektedir. AZ31 Mg alaşımları 3 saat, 6 saat ve 9 saatlik üretim parametrelerine bağlı olarak sırası ile AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h şeklinde kodlanmıştır.



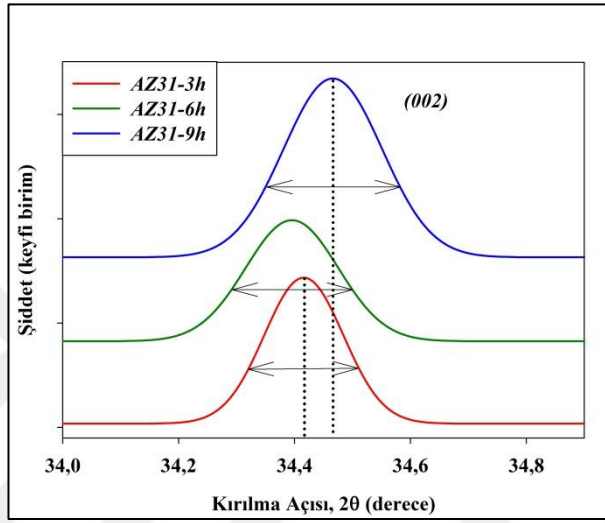
Alaşımların kristalit boyutu (D), $\left(D = \frac{0.94\lambda}{\beta \cos \theta}\right)$ Debye-Scherrer eşitliğinden, mikrozorlanma (ε), $\left(\varepsilon = \frac{\beta \cos \theta}{4}\right)$ eşitliğinden ve dislokasyon yoğunluğu (ρ), $\left(\rho = \frac{1}{D^2}\right)$ eşitliğinden yararlanılarak hesaplanmıştır. Denklemlerdeki β , yarı yükseklikteki tam genişlik (FWHM) değerlerinin radyan cinsinden değerini temsil eder ve θ kırılma açısı, D ise kristalit boyutudur (Ramesh ve ark., 2014; Boukhachem ve ark., 2015). Alaşımların XRD desenlerinden elde edilen mikrozorlanma, dislokasyon yoğunluğu ve kristalit boyutları Çizelge 4.1.'de verilmektedir.

Çizelge 4.1. AZ31 Mg alaşımlarının mikrozorlanma, dislokasyon yoğunluğu ve kristalit boyutu hesaplamaları

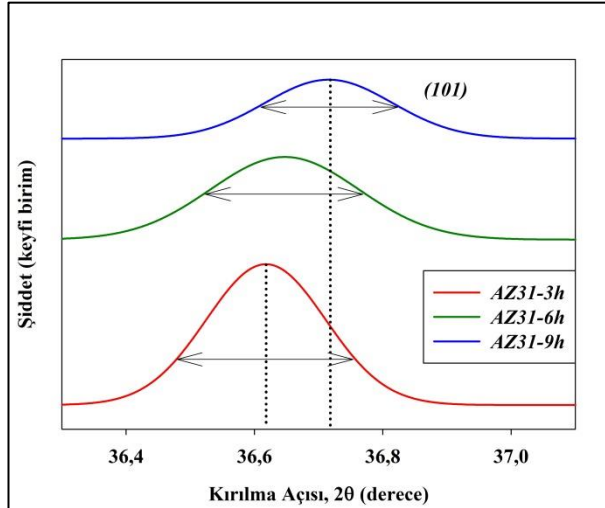
<i>Numune</i>	<i>FWHM</i>	ε	$\rho (10^{14} \text{xm}^{-2})$	<i>D (nm)</i>
AZ31-3h	0,092	$4,8 \times 10^{-4}$	1,811	77,41
	0,142			
	0,136			
	0,131			
	0,114			
AZ31-6h	0,153	$7,56 \times 10^{-4}$	4,521	49,56
	0,227			
	0,186			
	0,239			
	0,163			
AZ31-9h	0,167	$8,26 \times 10^{-4}$	5,273	44,28
	0,187			
	0,210			
	0,256			
	0,248			

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h kodlu alaşımların XRD desenleri incelendiği zaman 3 saatlik öğütme sonucunda oluşan şiddeti düşük $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{14}$ fazı 9 saatlik öğütmede gözlemlenmemiştir. Bu durum Al elementlerinin Mg'un hekzagonal örgü yapısı içerisinde çözündüğünü göstermektedir. Ayrıca gerileyen bu fazın yanı sıra 9 saatlik öğütmeden sonra $\text{Mn}_4\text{Al}_{11}$ fazı belirlemeye başlamıştır. Üretilen alaşımlar içerisinde kütlece %0,45 oranında bulunan Mn ve %3 oranındaki Al arasında oluşan bu faz AZ31 alaşımının mekanik ve korozyon özelliklerini de etkilemektedir. Diğer fazlar

incelendiğinde öğütme süresi arttıkça (104) düzleminde α -Mg fazı ortaya çıkarken, (110), (100) ve (201) düzlemlerinin şiddetinde azalma olmuştur ve bu fazların yerine Mn_4Al_{11} fazı oluşmuştur. Bu sonuçların yanı sıra (002), (101), (102), (103) ve (004) piklerinin genişlediği gözlemlenmiştir. Ayrıca (002) (Şekil 4.3.) ve (101) (Şekil 4.4.) α -Mg piklerinde öğütme süresinin artması ile büyük açılara doğru bir kayma gözlemlenmiştir.



Şekil 4.3. (002) α -Mg pikinde oluşan kayma

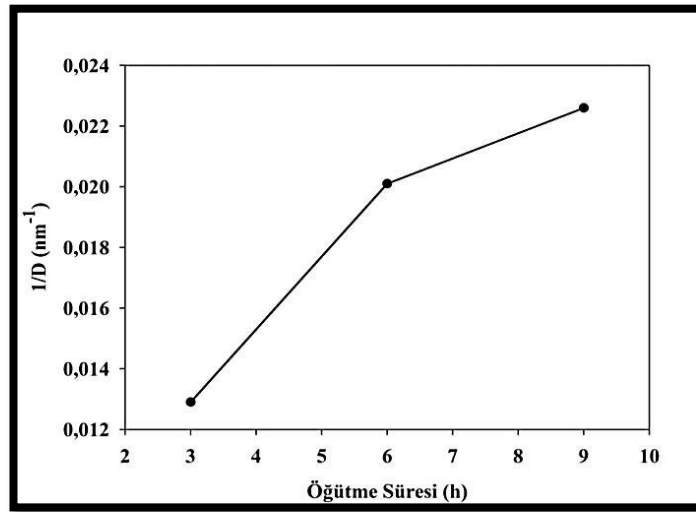


Şekil 4.4. (101) α -Mg pikinde oluşan kayma

Zaman parametresine bağlı olarak XRD pik yüksekliğinin azaldığı ve bu piklerde genişlemeler olduğu gözlenmektedir. Özellikle (002), (101), (102), (103) ve (004) piklerinde gözlenen bu durum literatürdeki çalışmalarda da gözlenmektedir (Safari ve

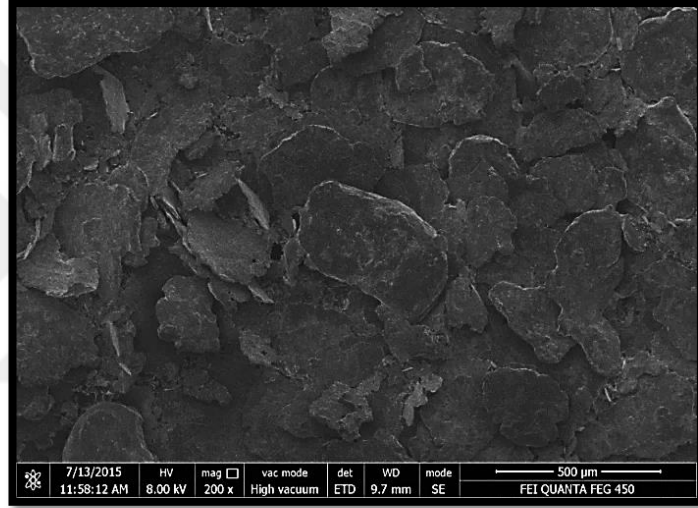
ark., 2013; Wagih, 2014). Öğütme işlemi sırasında partiküller plastik deformasyona uğradığı için kristal kusurlarında ve dislokasyon yoğunluklarında bir artış meydana geleceği ifade edilmiştir (Safari ve ark., 2011; Fathy ve ark., 2014). XRD piklerinde meydana gelen kayma daha önceki çalışmalarda alaşımların atomik yarıçaplarındaki farklara, dislokasyon yoğunluklarına ve örgü parametresine bağlanmıştır. Wagih (2014) çalışmasında öğütme süresinin artması ile Al piklerinde küçük açılara doğru bir kayma gözlemlenmiştir ve buna atomik yarıçapı büyük Mg atomlarının Al fcc örgü yapısına difuze olmasının neden olduğunu açıklamıştır (Wagih, 2014). Fathy ve arkadaşlarının (2014) yaptığı bir diğer çalışmada ise Mg katkı miktarının artması ile küçük açılara doğru bir kayma gözlemlenmiştir. Aynı sonucu Safari ve arkadaşları (2013) da gözlemlenmiştir. Namazu (2006) çekme gerilmesinin artması ile XRD piklerinde büyük açılara doğru bir kayma olduğunu ifade etmiştir.

Çizelge 4.1. incelendiği zaman öğütme zamanının artması ile kristalit boyutunun azaldığı, dislokasyon yoğunluğunun ve mikrozorlanmanın arttığı görülmektedir. Bu sonuç literatürde belirtilen öğütme zamanı arttıkça kristalit boyutunun, tane boyutunun azalacağı ve dislokasyon yoğunluklarının artacağı sonucuyla uyumludur. Ancak belli bir kritik öğütme süresi aşıldığında tane boyutunda ve kristalit boyutunda dikkate değer bir azalma gözlenmediği de rapor edilmiştir (Suryanarayana, 2002; Nouri ve ark., 2011; Safari ve ark., 2011; Baghbaderani ve ark., 2012; Wang ve ark., 2012; Son ve ark., 2013; Liu ve ark., 2013; Gheisari ve ark., 2013). AZ31 alaşımlarının kristalit boyutu- öğütme zamanı ilişkisini gösteren grafik Şekil 4.5.'te verilmektedir.

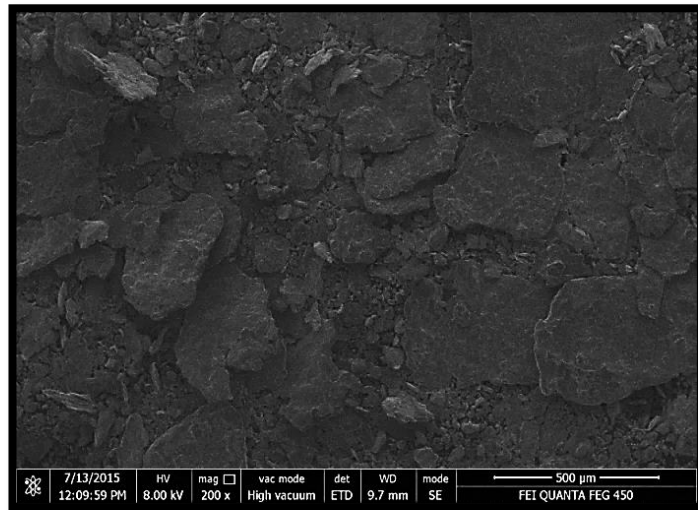


Şekil 4.5. Öğütme süresi-kristalit boyutu ilişkisi

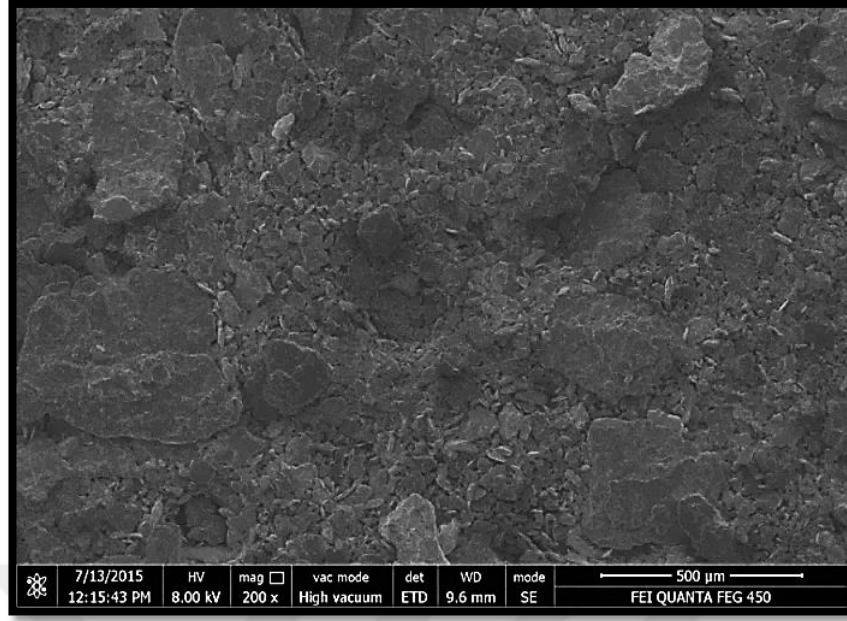
Şekil 4.5.'te öğütme süresi arttıkça kristalit boyutunun azaldığı ve kritik bir öğütme süresinde alaşım tozlarının kristalit boyutunun sabit olma eğiliminde olduğu görülmektedir (Suryanarayana, 2002; Nouri ve ark., 2011; Safari ve ark., 2011; Baghbaderani ve ark., 2012; Wang ve ark., 2012; Son ve ark., 2013; Liu ve ark., 2013; Gheisari ve ark., 2013). Alaşımların tane boyutları için de aynı durum söz konusudur. Tane boyutundaki değişimi incelemek amacıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. AZ31-3h alaşımının SEM görüntüsü Şekil 4.6.'da, AZ31-6h alaşımının SEM görüntüsü Şekil 4.7.'de ve AZ31-9h alaşımının SEM görüntüsü Şekil 4.8.'de verilmiştir.



Şekil 4.6. AZ31-3h alaşımına ait SEM görüntüsü



Şekil 4.7. AZ31-6h alaşımına ait SEM görüntüsü



Şekil 4.8. AZ31-9h alaşımına ait SEM görüntüsü

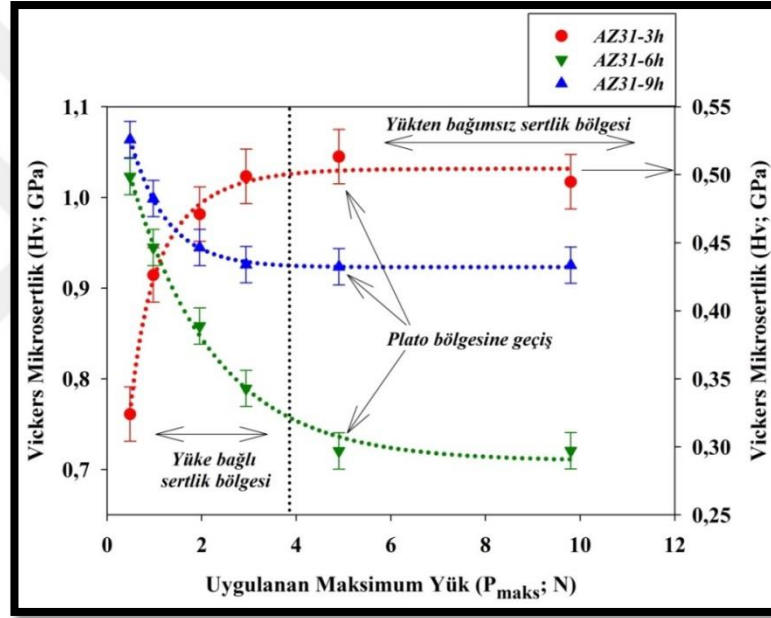
Alaşımın XRD desenleri ve SEM görüntüleri incelediğinde öğütme süresi arttıkça tane boyutunun ve kristalit boyutunun azaldığı açıkça görülmektedir. Öğütme süresinin mikroyapı üzerinde gerçekleştirdiği bu değişim alaşımların sertlik ve korozyon özelliklerini de etkilemiştir. Dolayısıyla kalan bölümlerde mikroyapıdaki değişimin korozyon ve mekanik özellikler üzerindeki etkileri incelenecektir.

4.2. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Statik Sertlik Analizleri

Bölüm 3.2.2.'de anlatılan karakterizasyon hazırlıkları sonrası AZ31 Mg alaşımlarının statik sertlik deneyleri yapıldı. Kalıplama ve parlatma aşamalarından sonra AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının statik sertlik deneyleri için Vickers ve Knoop olmak üzere iki farklı çentici kullanılmıştır. Her iki çentici için malzemelere 6 farklı yük (0,49 N, 0,98 N, 1,96 N, 2,94 N, 4,9 N ve 9,8 N) uygulandı. Uygulama süresi 15s olarak belirlendi. Elde edilen sonuçlar literatürle kıyaslanmış malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerleri; literatürde yaygın olarak kullanılan Meyer, Hays-Kendall, Orantılı Numune Direnci (PSR), Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci (MPSR), Elastik/Plastik Deformasyon Modeli (EPD), Multifraktal yaklaşım (MFSL) ve Nix-Gao (NG) modelleri kullanılarak hesaplanmıştır. Elde edilen sertlik değerleri kullanılarak malzemelerin elastik modülleri ve akma dayanımları hesaplanmıştır. Sertlik ve kristalit boyutu ilişkisi Hall-Petch ilişkisi ile izah edilmiştir.

4.2.1. Vickers Sertlik Analizi

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h kodlu alaşımların Vickers sertlik deneylerinden elde edilen yüke bağlı değişim grafiği Şekil 4.9.'da verilmiştir. Deneyde kullanılan 6 farklı yükün (0,49 N, 0,98 N, 1,96 N, 2,94 N, 4,9 N ve 9,8 N) her biri için 15'er saniyelik uygulama süresi kullanıldı. Uygulama süresinin 15s olması literatürle uyumludur (Zhang ve ark., 2015; Almazrouee ve ark., 2015). Sertliğin yüke bağlı değişim grafiğini incelediğimizde AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının yükten bağımsız sertlik (H_{LI}) değerlerinin 4,9 N'luk yük altında elde edilebildiği ortaya çıkmaktadır.

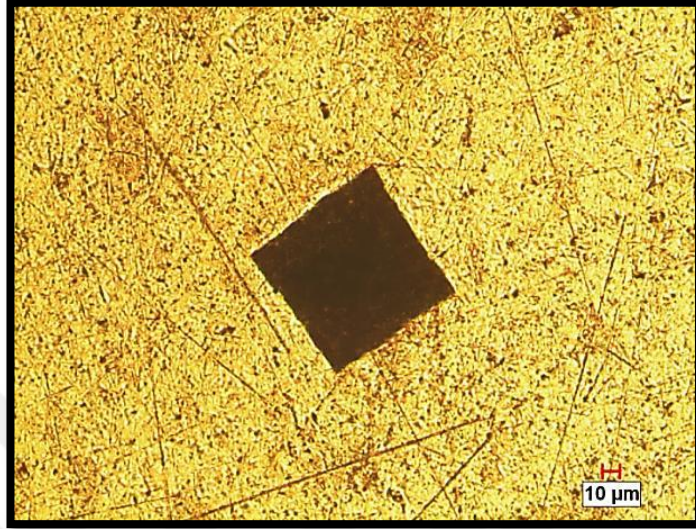


Şekil 4.9. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentinden elde edilen H_v - P_{maks} grafiği

Vickers mikrosertlik deneylerinde (H_v), $\left(H_v = 1,8544 \frac{P}{d^2} \right)$ formülü kullanılarak

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının yükten bağımsız sertlik (H_{LI}) değerleri sırasıyla 0,495 GPa, 0,721 GPa ve 0,925 GPa olarak ölçülmüştür. Alaşımların sertliğinin yüke bağlı değişim grafiği incelendiği zaman AZ31-3h alaşımında literatürde birçok çalışmada görülen ters çentik boyutu etkisi (TÇBE) davranışı (Sangwal, 2000; Gong ve ark., 2001; Sangwal, 2009; Liu ve ark., 2009; Kavetsky ve ark., 2010; Awad ve ark., 2011; Dogruer ve ark., 2013) ve AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarında çentik boyutu etkisi (ÇBE) davranışı (Durst ve ark., 2006; Şahin ve ark., 2006; Cheng ve ark.,

2010; Curkovic ve ark., 2014; Liu ve ark., 2015) gözlenmiştir. Sertlik deneyleri yapılan numunelerden AZ31-9h kodlu numuneye ait Vickers çentisinin optik görüntüsü Şekil 4.10.'da verilmektedir.



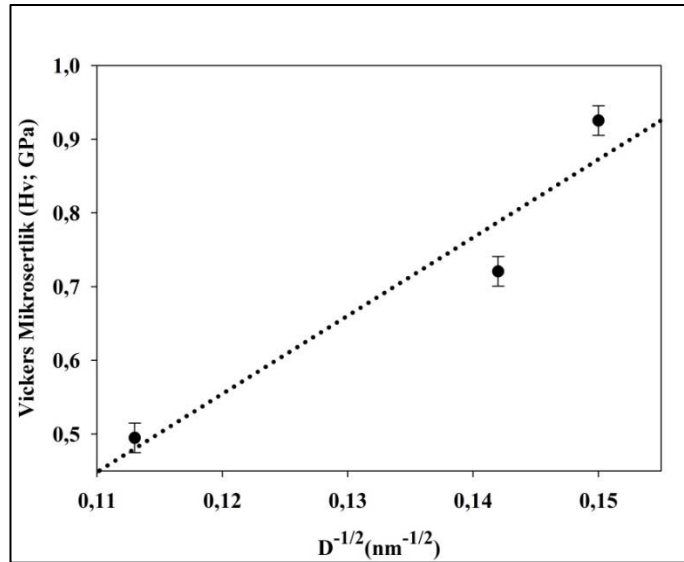
Şekil 4.10. AZ31-9h alaşımına ait Vickers çentiden elde edilen 9,8 N'luk iz

AZ31-3h alaşımının sertliği uygulanan yüklerle artmaktadır (TÇBE). Bunun nedeni malzemenin 3 saatlik öğütme sonrası homojen bir mikroyapıya sahip olmaması ve yarı kararlı fazlardan kaynaklandığı şeklinde ifade edilebilir. Bu durum malzemenin kırılğan bir yapıda olmasına ve uygulanan yüke bağlı olarak yüzeyde çatlaklar oluşmasına neden olmuştur. AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarında ise durum farklıdır. Öğütme süresinin artması ile küçülen tane boyutu ve kristalit boyutu malzemelerin daha kararlı fazlar oluşturmasına ve daha sert olmasına yol açmıştır. Bu durumun sonucunda ise her iki alaşımda da ÇBE davranışı gözlenmiştir. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarına uygulanan büyük yüklerde iç tabakaların etkisiyle malzemelerin sertlik değerleri doyuma ulaşmıştır. Doyum noktasındaki bu değer yükten bağımsız sertlik (H_{LI}) olarak adlandırılır. Ayrıca AZ31-9h alaşımının mikroyapısı incelediğinde Mn_4Al_{11} fazının oluşmaya başladığı görülmektedir (Şekil 4.2.). Oluşan bu faz sayesinde AZ31-9h alaşımı AZ31-3h ve AZ31-6h alaşımına göre daha yüksek sertliğe sahiptir. Sertlik analizleri incelediğinde öğütme süresinin artması ile sertliğin arttığı sonucuna ulaşılmıştır. Mikroyapı incelemelerinde (Bölüm 4.1.) öğütme süresinin artması ile kristalit boyutu ve tane boyutunun küçüldüğü ifade edilmiştir. Kristalit boyutunun azalmasına bağlı olarak sertliğin arttığı literatürde birçok çalışmada gözlenmiştir (Kang

ve ark., 2008; Nouri ve ark., 2011; Safari ve ark., 2011; Amini ve ark., 2014; Liu ve ark., 2015). Bununla birlikte incelenen malzemelerin diskolasyon yoğunluğunda ve mikrozorlanmada artış gözlenmiştir (Çizelge 4.1.). Dislokasyon yoğunluğu plastik deformasyon mekanizmasını doğrudan etkileyen malzemelerdeki çizgisel kusurlardır. Düzenli kristal yapılarda herhangi bir kusur veya tane sınırları plastik deformasyonu zorlaştıran dislokasyonlara engel teşkil eder. Bu durum dislokasyonların aşılması için ekstra kuvvete ihtiyaç duyulmasını gerektirir. Sonuç olarak tane sınır yoğunluğundaki fazlalık veya kristal kusurlarındaki fazlalık malzemenin sertliğini artırır. Bu durum literatürde de görülmektedir (Uzun ve ark., 2011). Literatürde kristal boyutu ve sertlik arasındaki ilişki Hall-Petch ilişkisi (Denklem 4.1.) ile açıklanmaktadır (Ferreira ve Carlton, 2007; Chen ve Wu, 2013; Wang ve ark., 2015; Fang ve ark., 2015).

$$H(D) = H_0 + k_{H-P} D^{-1/2} \quad (4.1.)$$

Denklem 4.1.'de H_0 örgü sürtünme gerilmesi, k_{H-P} değeri ise Hall-Petch sabiti olarak bilinir. D Çizelge 4.1.'de verilen AZ31 alaşımlarına ait kristalit boyutudur. Şekil 4.11.'de alaşımların Hall-Petch etkisi grafiği verilmektedir.



Şekil 4.11. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen $H_v-D^{-1/2}$ grafiği

Hall-Petch ilişkisinin grafiğinden hesaplanan Hall-Petch eşitliği Denklem 4.2.'de verilmiştir.

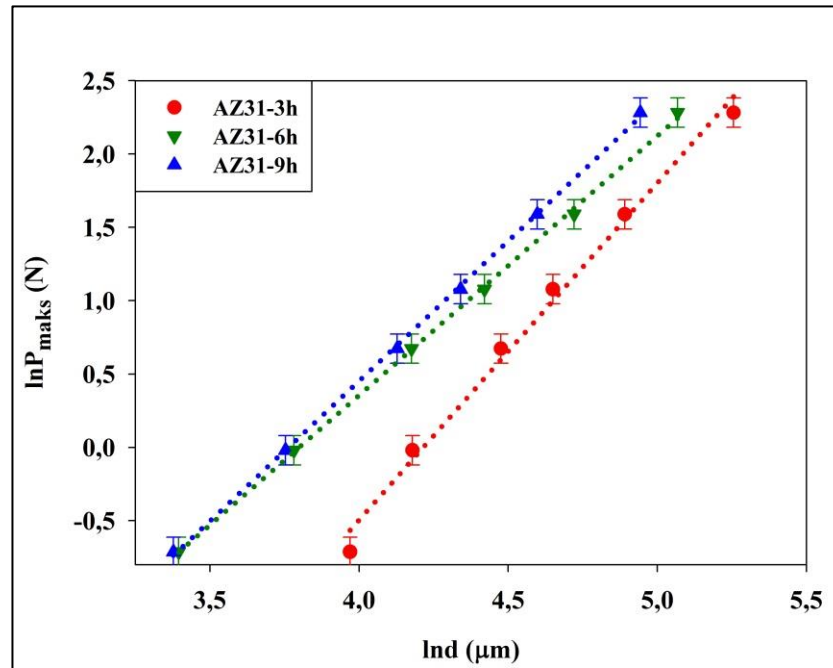
$$H(D) = 10,604D^{-1/2} - 0,718 \quad (4.2.)$$

Denklem 4.2.'ye göre örgü sürtünme gerilmesi -0,718 GPa ve k_{H-P} değeri 10,604 GPa.nm^{1/2} dir. Hall-Petch denklemi sadece sertliğin değil malzemenin sahip olduğu tüm mekanik özelliklerin kristalit boyutu ile etkileşimini açıklamak için kullanılan önemli bir eşitliktir.

Çentik boyutu etkisi (ÇBE) ve ters çentik boyutu etkisi (TÇBE) davranışı gözlenen malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerini elde etmek amacıyla kullanılan birçok model vardır. Ancak özel olarak malzemenin ÇBE davranışını ya da TÇBE davranışını izah etmek amacıyla yalnızca Meyer Kanunu kullanılır. Denklem 4.3.'te formülü verilen Meyer Kanunu test yükü ve çentik boyutu arasındaki ilişkiden yola çıkarak malzemenin ÇBE ya da TÇBE davranışını izah eder.

$$P = Ad^n \quad (4.3.)$$

Denklem 4.3.'teki A ve n değerlerini elde etmek amacıyla $\ln P_{maks} - \ln d$ grafiği çizilmiştir (Şekil 4.12.). Grafikten elde edilen n ve A değerleri Çizelge 4.2.'de verilmektedir.



Şekil 4.12. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen $\ln P - \ln d$ grafiği

Çizelge 4.2. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentigiden elde edilen Meyer kanunu verileri

<i>Numune</i>	<i>lnA</i>	<i>A</i>	<i>n</i>	<i>r²</i>
AZ31-3h	-9,692	6,178x10 ⁻⁵	2,299	0,991
AZ31-6h	-6,722	1,204x10 ⁻³	1,769	0,999
AZ31-9h	-7,187	7,564x10 ⁻⁴	1,910	0,999

Denklem 4.3.'teki formülde n , ÇBE ya da TÇBE davranışını ortaya koyan Meyer üssüdür. A malzeme sabiti, P test yükü ve d deneysel olarak ölçülen çentik uzunluğudur. Grafiğin eğiminden n değeri hesaplanır. $n < 2$ değeri için ÇBE davranışı, $n > 2$ için ise TÇBE davranışı gözleneceği literatürde belirtilmiştir (Sangwal, 2000; Gong ve ark., 2001; Şahin ve ark., 2007, 2011; Machaka ve ark., 2011; Uzunoğlu, 2014; Curkovic ve ark. 2014; Karaca ve ark., 2015). Şekil 4.7.'deki H_v-P_{maks} grafiğinde görülen AZ31-3h alaşımı için TÇBE davranışı, AZ31-6h ve AZ31-9h ÇBE davranışı Meyer Kanunundan elde edilen n değerleri ile desteklenmektedir. AZ31-3h alaşımı için $n=2,299$, AZ31-6h alaşımı için $n=1,769$ ve AZ31-9h alaşımı için $n=1,910$ olarak hesaplanmıştır. Sertlik deneylerinden elde edilen grafikte n değerleri arasındaki uyum alaşımların TÇBE ve ÇBE davranışlarının Meyer Kanunu ile doğrulanabildiğini göstermektedir.

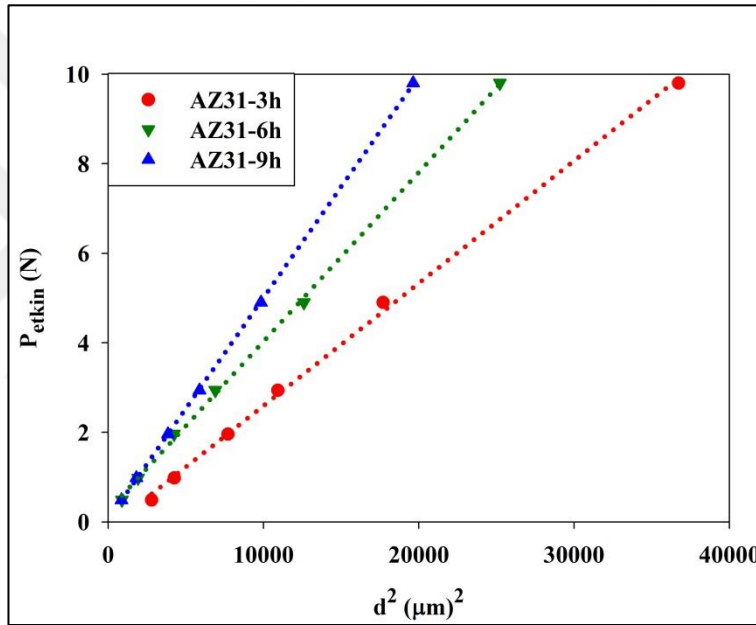
Upit ve Varchenya (1973), ' n ' değerinin dislokasyon ilmeklerinin birbiri ve kristal yüzeyi ile etkileşiminden kaynaklandığını öne sürmüşlerdir. Ancak ' n ' ve A parametrelerinin fiziksel anlamı tam olarak bilinmemektedir (Gong ve ark., 2000; Şahin, 2006).

Meyer kanunu uygulanan yük ile çentik boyutu arasındaki ilişkiyi tanımlamasına rağmen küçük test yüklerinde uygun sonuçlar vermektedir. Şekil 4.7.'de görüldüğü gibi 4.9 N'luk yük ve daha sonrasında numunelerin sertlik değerleri doyuma ulaşmaktadır. TÇBE ve ÇBE davranışındaki bu sapma Meyer Kanunu ile açıklanamamaktadır (Karan ve Gupta, 2005; Demirkol, 2010; Smith ve ark., 2014). Plato bölgesinin açıklanması için daha farklı modeller ile gözlenen davranışın detaylı olarak irdelenmesi gerekmektedir.

Malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerlerini, TÇBE ve ÇBE davranışlarını açıklamak amacıyla kullanılan bir diğer model Hays-Kendall modelidir. Bu model 1973 yılında Hays ve arkadaşları tarafından yükten bağımsız sertliği izah etmek amacı ile ortaya atılmıştır. Farklı malzemelerde çentiginin kritik bir yük değerine kadar numuneye girmedeği ve bu değerden sonra ise aniden girdiği gözlenmiştir (Gane ve ark., 1968).

Kritik yük değerine ulaşılmadıkça test yükü artsa bile izin büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Bu nedenle Hays-Kendall modelinde P_{maks} yerine etkin yük ($P_{etkin} = P_{maks} - W$) şeklinde kullanılır (Hays ve ark., 1973). Bu denkleme göre yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak amacıyla $P_{etkin}-d^2$ grafiği (Şekil 4.13.) çizilmiştir. Grafiğin eğimi Denklem 4.4.'te yerine konularak H_{HK} hesaplanır. Denklem 4.4.'teki α değeri Vickers çentici için 1,8544'tür.

$$H_{HK} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - W}{d^2} \right) = \alpha C \quad (4.4.)$$



Şekil 4.13. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentici ile elde edilen $P_{etkin}-d^2$ grafiği

Alaşımların $P_{etkin}-d^2$ grafiğinden W , r^2 ve C değerleri hesaplanabilir. Grafiğin eğiminden elde edilen C değeri ile Denklem 4.4.'ten yararlanılarak H_{HK} hesaplanır. Hays-Kendall modelinden elde edilen veriler Çizelge 4.3.'te verilmiştir.

Çizelge 4.3. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentici ile elde edilen Hays-Kendall modeli W , C ve H_{HK} verileri

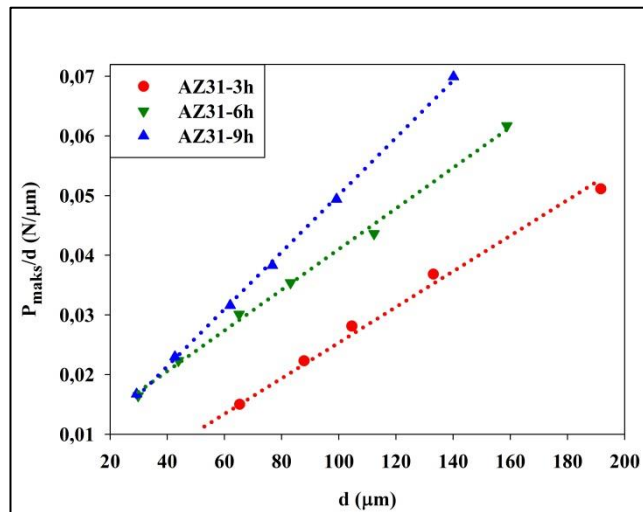
<i>Numune</i>	<i>W (N)</i>	<i>C (N/µm²)</i>	<i>H_{HK} (GPa)</i>	<i>H_{LI} (GPa)</i>	<i>r²</i>
<i>AZ31-3h</i>	-0,143	0,00027	0,501	0,495	0,998
<i>AZ31-6h</i>	0,251	0,00038	0,705	0,721	0,999
<i>AZ31-9h</i>	0,054	0,0005	0,927	0,925	0,999

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alařımlarının Hays-Kendall yaklařımına gre elde edilen sonuları incelendiğinde H_{HK} deęerlerinin alařımların ykten baęımsız sertlik deęerlerine ok yakın bir sonu verdięi grlmektedir. AZ31-6h ve AZ31-9h alařımları iin HK modelinin uygun olduęu aıka grlmektedir. Ancak AZ31-3h alařımının W deęeri negatif olduęu ve $-W$ deęerinin fiziksel anlamı olmadıęından dolayı (Sangwal ve ark., 2002) bu alařımın ykten baęımsız sertlięini farklı bir modelle aıklamaya ihtiya duyulmaktadır.

Malzemelerin ykten baęımsız sertlik deęerini izah etmek amacıyla yaygın olarak kullanılan bir dięer model orantılı numune direnci (PSR) modelidir (Li ve ark., 1994; Bekteř ve ark., 2004; Curkovic ve ark., 2014; İbrahim ve ark., 2015; řahin ve ark., 2011, 2015). PSR yaklařımında entik boyutunun yke baęlı deęiřimi Denklem 4.5.'te verilmektedir.

$$P_{maks} = a_1d + a_2d^2 = a_1d + \left(\frac{P_c}{d_0^2}\right)d^2 \quad (4.5.)$$

Denklem 4.5.'e gre H_{PSR} deęerini hesaplamak iin (P_{maks}/d) - d grafięi izilir (řekil 4.14.). Grafikten elde edilen a_1 deęeri, PSR modelinin mikrosertlięe katkısını, a_2 deęeri ise mikrosertlięi karakterize etmektedir. P_c ve d_0 deęerleri kritik yk ve kritik entik boyuttur. a_1 ve a_2 deęerlerinin malzemelerin elastik ve plastik zellikleri ile iliřkili olduęu ne srlmřtr (Li ve Bradt, 1993).



řekil 4.14. AZ31 alařımlarına ait Vickers entiden elde edilen (P_{maks}/d) - d grafięi

Denklem 4.5.'e göre elde edilen (P_{maks}/d)- d grafiđi teorik olarak lineer bir grafiđtir. Grafiđin y eksenini kestiđi nokta a_1 , grafiđin eđimi ise a_2 deđerine karřılık gelir. PSR modeline gre sertlik P_{maks} yerine P_{etkin} yazılarak Denklem 4.6. kullanılarak hesaplanır (Gong ve ark., 2000; řahin ve ark., 2015).

$$H_{PSR} = 1,8544 \frac{P_{etkin}}{d^2} = 1,8544 \left(\frac{P_{maks} - a_1 d}{d^2} \right) = 1,8544 a_2 \quad (4.6.)$$

Denklem 4.6.'dan hesaplanan a_1 , a_2 ve H_{PSR} deđerleri izelge 4.4.'te verilmektedir.

izelge 4.4. AZ31 alařımlarının Vickers entciden elde edilen PSR modeline ait a_1 , a_2 ve H_{PSR} verileri

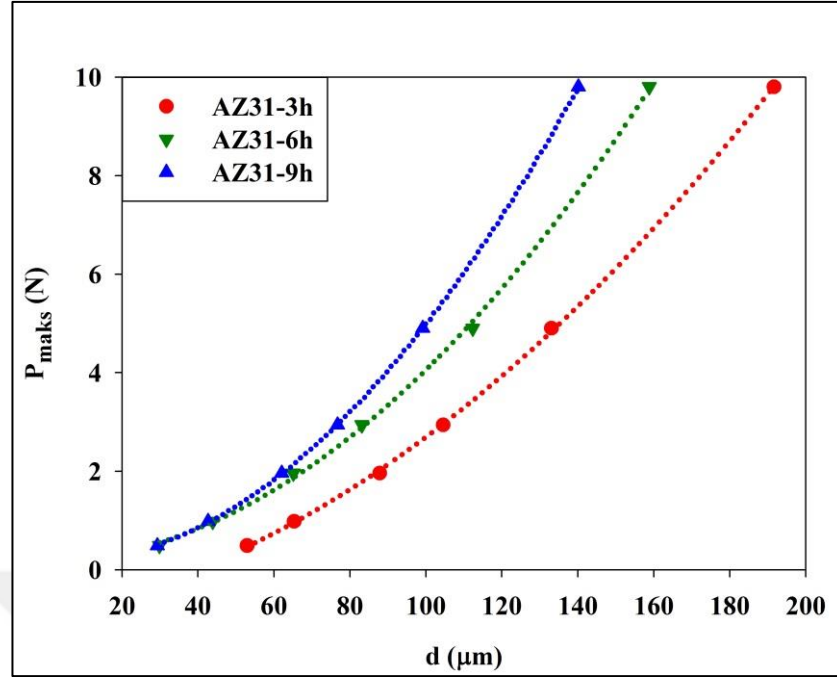
<i>Numune</i>	a_1 (N/ μ m)	a_2 (N/ μ m ²)	H_{PSR} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	-0,0045	0,00029	0,538	0,495	0,990
AZ31-6h	0,0069	0,00034	0,630	0,721	0,997
AZ31-9h	0,0022	0,00047	0,872	0,925	0,999

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alařımlarının PSR modelinden elde edilen ykten bađımsız sertlik deđerleri (H_{PSR}), deneyden llen ykten bađımsız sertlik deđerlerinden (H_{LI}) olduka farklıdır. Bu nedenle ykten bađımsız sertlik deđerini hesaplamak iin literatrde yer alan bařka bir model kullanılacaktır.

Literatrde farklı malzemelerin sertlik deđerini hesaplamak iin kullanılan bir diđer model Dzelti miř Orantılı Numune Direnci (MPSR) modelidir. MPSR modeli 1999 yılında Gong ve arkadaşları tarafından ortaya atılmıřtır. Bu model yardımıyla ykten bađımsız sertliđi hesaplamak iin Denklem 4.7.'den yararlanılır.

$$P_{maks} = a_0 + a_1 d + a_2 d^2 \quad (4.7.)$$

Denklem 4.7.'deki a_0 , mekaniksel iřlemlerden kaynaklanan artık yzey zorları ile iliřkilidir. a_1 ve a_2 sabitleri PSR modelindeki a_1 ve a_2 sabitleri ile aynı fiziksel anlama sahiptir. a_0 , a_1 ve a_2 sabitlerini bulmak iin P_{maks} - d grafiđi izilmelidir (řekil 4.15.).



Şekil 4.15. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentinden elde edilen P_{maks} -d grafiği

MPSR modeli için yükten bağımsız sertlik değeri (H_{MPSR}) P_{maks} yerine P_{etkin} kullanılarak hesaplanmıştır (Denklem 4.8.).

$$H_{MPSR} = 1,8544 \frac{P_{etkin}}{d^2} = 1,8544 \left(\frac{P_{maks} - a_0 - a_1 d}{d^2} \right) = 1,8544 a_2 \quad (4.8.)$$

Çizelge 4.5. AZ31 alaşımlarının Vickers çentinden elde edilen MPSR modeline ait a_0 , a_1 , a_2 ve H_{MPSR} verileri

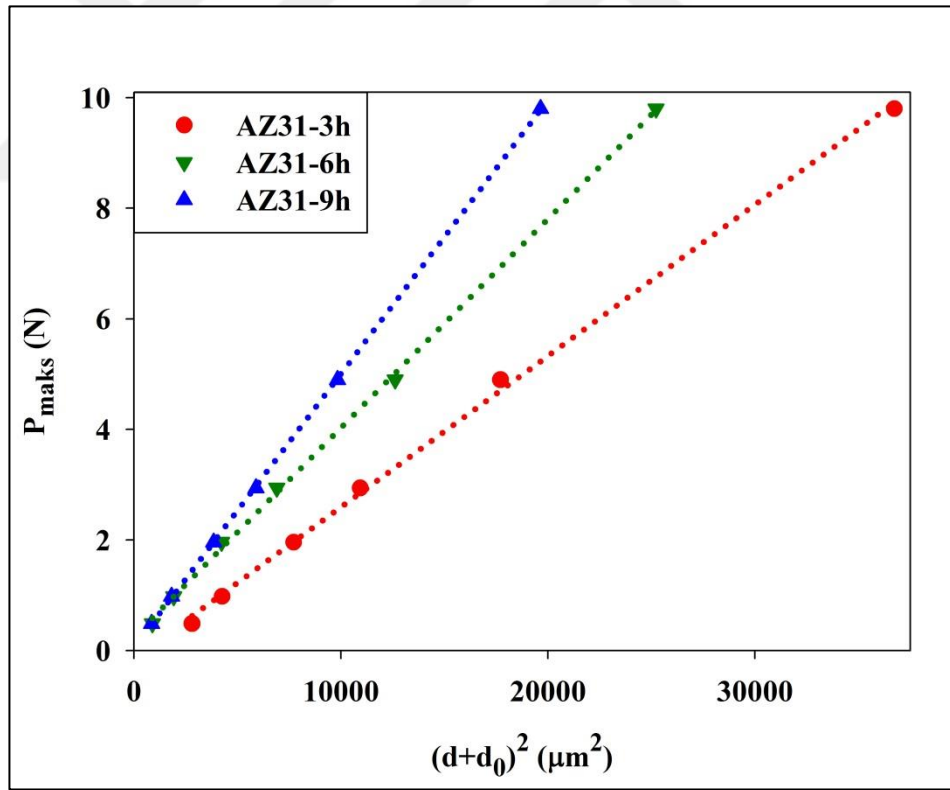
Numune	a_0 (N)	a_1 (N/µm)	a_2 (N/µm ²)	H_{MPSR} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	-0,865	0,0136	0,00022	0,408	0,495	0,999
AZ31-6h	0,145	0,0028	0,00036	0,668	0,721	0,999
AZ31-9h	0,138	-0,0024	0,00051	0,946	0,925	0,999

Denklem 4.8.'den hesaplanan H_{MPSR} değerleri, Şekil 4.15.'ten hesaplanan a_0 , a_1 ve a_2 değerleri Çizelge 4.5.'te verilmiştir. MPSR modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri deneysel ölçümlerden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinden farklıdır. Bununla birlikte AZ31-3h numunesi için elde edilen a_0 parametresi eksi çıkmıştır. Bu eksi değer fiziksel anlamı yoktur. Bu nedenle MPSR modelinin AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için uygun bir model olmadığı ifade edilir.

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak amacıyla kullanılan bir başka model Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) modelidir. Bu model çentici kusuru ve elastik toparlanma ile plastik deformasyon çizgileri arasındaki ilişkiye dayanır (Weiss, 1987; Bull ve ark., 1989). EPD modelini uygulamak için Denklem 4.9.'daki bağıntıdan yararlanır.

$$P_{maks} = A_2 (d + d_0)^2 \quad (4.9.)$$

Denklem 4.9.'daki d_0 sabitini hesaplamak için \sqrt{P} -d grafiği çizilir ve grafiğin eğiminden d_0 bulunur. EPD modeline göre yükten bağımsız sertliği hesaplamak için ise $P_{maks}-(d+d_0)^2$ grafiği (Şekil 4.16.) çizilir. Grafiğin eğiminden A_2 değeri bulunur, ($H_{EPD} = 1,8544A_2$) formülünde yerine yazılır ve yükten bağımsız sertlik değeri bulunur.



Şekil 4.16. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen $P_{maks}-(d+d_0)^2$ grafiği

$P_{maks}-(d+d_0)^2$ grafiği Şekil 4.16.'da ve alaşımların A_2 , d_0 , H_{EPD} değerleri Çizelge 4.6.'da verilmiştir.

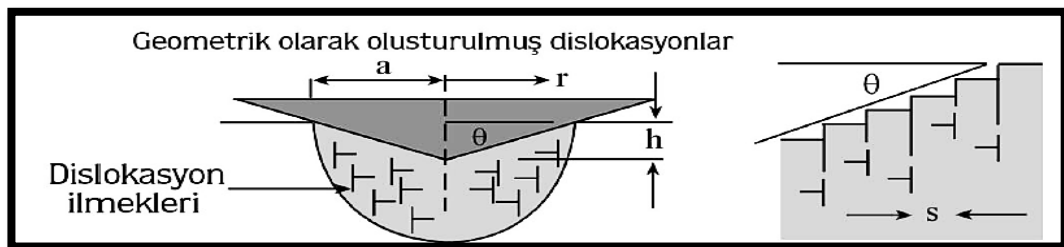
Çizelge 4.6. AZ31 alaşımlarının Vickers çentiden elde edilen EPD modeline ait d_0 , A_2 ve H_{EPD} verileri

Numune	d_0	A_2 (GPa)	H_{EPD} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	0,0174	$2,736 \times 10^{-4}$	0,507	0,495	0,998
AZ31-6h	0,0186	$3,778 \times 10^{-4}$	0,701	0,721	0,999
AZ31-9h	0,0219	$4,951 \times 10^{-4}$	0,918	0,925	0,999

EPD modelinden elde edilen H_{EPD} değerleri incelendiği zaman deneysel verilerden elde edilen H_{LI} değerleri ile nispeten uyumlu sonuçlar elde edildiği görülmektedir. Ancak AZ31-3h alaşımı için hesaplanan yükten bağımsız sertlik değeri plato bölgesinden yüksek çıkmıştır. Ayrıca AZ31-6h alaşımının H_{EPD} değeri plato bölgesindeki değerden düşük çıkmıştır. Elde edilen bu değerler ve H_{LI} değerleri arasındaki fark neredeyse hata barı kadardır. Bu nedenle AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için başka bir modele ihtiyaç duyulmaktadır.

Literatürde yükten bağımsız sertliği hesaplamak için kullanılan bir diğer model Nix ve Gao tarafından 1998’de ortaya atılan Nix-Gao yaklaşımıdır. Bu modelle farklı numunelerde gözlenen ÇBE ve TÇBE davranışlarının analiz edilebileceğini ifade etmişlerdir. Nix-Gao modeline göre çentici Şekil 4.17.’de görüldüğü gibi geometrik olarak zorlanan dislokasyonların içine yerleşir. Nix-Gao yaklaşımına göre sertliği hesaplayabilmek için Denklem 4.10. kullanılır (Liu ve ark., 2015).

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad (4.10.)$$



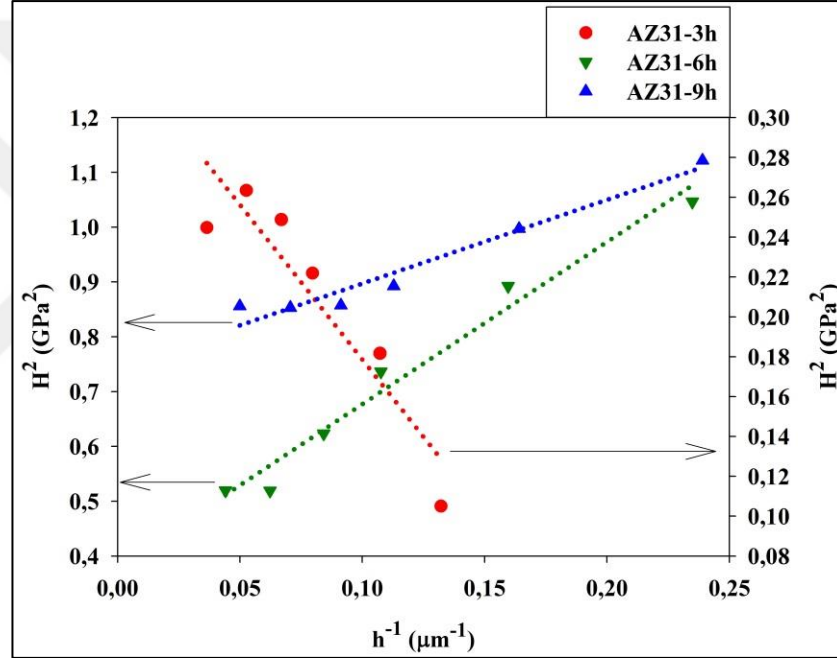
Şekil 4.17. Dislokasyon ilmeklerinin şematik gösterimi (Nix ve Gao, 1998)

Denklem 4.10.’daki H , deneyde kullanılan her bir yük için sertlik, h ve h^* çentisinin şekli ve malzemeye bağlı karakteristik derinliktir. H_0 yükten bağımsız sertliktir. Nix-Gao yaklaşımını kullanarak sertliği hesaplayabilmek için H^2-1/h grafiği

çizilmelidir. Grafiğin eğimi h^* 'ı ve y eksenini kestiği noktanın karekökü H_0 'ı verir. İzin derinliği (h) ve Vickers çentecinin bıraktığı iz (d) arasındaki ilişki Denklem 4.11.'de verilmiştir.

$$d = 2\sqrt{2} \tan\left(\frac{\phi}{2}\right) \delta \approx 7h \quad (4.11.)$$

Denklem 4.11.'den her bir yüke karşılık gelen h değerleri bulunmuştur. H^2-1/h grafiği Şekil 4.18.'de verilmiştir.



Şekil 4.18. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çenteciden elde edilen H^2-1/h grafiği

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının Nix-Gao yaklaşımına göre hesaplanan H_{NG} değerleri sırasıyla 0,578 GPa, 0,617 GPa ve 0,863 GPa'dır. Nix-Gao yaklaşımından elde edilen H_{NG} ve h^* değerleri Çizelge 4.7.'de verilmiştir.

Çizelge 4.7. AZ31 alaşımlarının Vickers çenteciden elde edilen Nix-Gao modeline ait h^* ve H_{NG} verileri

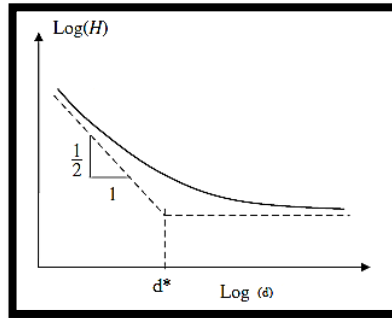
Numune	h^*	H_{NG} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	-1,552	0,578	0,495	0,861
AZ31-6h	2,959	0,617	0,721	0,973
AZ31-9h	1,527	0,863	0,925	0,955

Nix-Gao yaklaşımından elde edilen sonuçlar Vickers çentici ile yapılan sertlik deneyleri ile karşılaştırıldığı zaman H_{NG} değerlerinin deneysel verilerden elde edilen H_{LI} değerlerine göre oldukça farklı olduğu görülmektedir. Bu nedenle bu çalışmada üretimi yapılan AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için Nix-Gao modeli uygun değildir.

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için kullanılan bir diğer yöntem Carpinteri ve Puzzi tarafından 2006 yılında ortaya atılan Multifraktal (MFSL) yaklaşımıdır. Fraktal terimi geometride kendisine benzeme eğilimi olan düzensiz geometrik şekillerin genel adıdır. MFSL yaklaşımı malzeme hasarı ve deformasyonun fraktal doğasına sahip olmasından dolayı ortaya atılmıştır. Daha önceki çalışmalarda metallerdeki kırılma yüzeylerinin fraktal doğasına sahip olduğu gösterilmiştir (Mandelbrot ve ark. 1984). Metalik malzemelerdeki fraktal desenleri Kleiser ve Bocek tarafından da gözlemlenmiştir (Kleiser ve Bocek, 1986). Literatürde statik sertlik deneylerinde ÇBE davranışını açıklamak için kullanıldığı çalışmalar vardır (Machaka ve ark., 2011; Gong ve ark., 2013). MFSL modeline göre yükten bağımsız sertliği hesaplamak için Denklem 4.12. kullanılır.

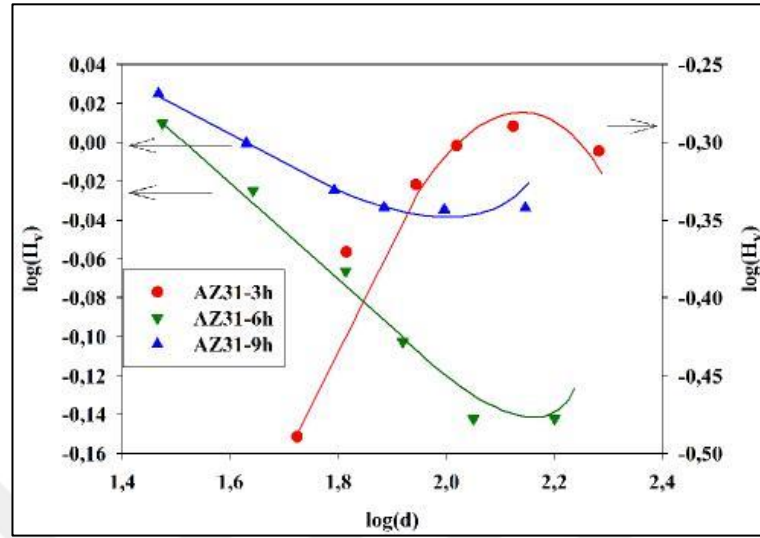
$$H = H_{MFSL} \sqrt{\left(1 + \frac{d^*}{d}\right)} \quad (4.12.)$$

Denklem 4.12.'de H yükten bağımsız sertliği, d^* malzemeye bağlı karakteristik sabiti ve d her bir yük için ölçülen izin boyutunu temsil eder. Malzemeye bağlı karakteristik sabit olan d^* değeri alaşımların $\log(H)$ - $\log(d)$ grafiklerinden hesaplanır (Şekil 4.19.).



Şekil 4.19. MFSL yaklaşımındaki d^* sabitinin hesaplanma şekli

Alaşımın log(H)-log(d) grafikleri Şekil 4.20.'de verilmektedir.



Şekil 4.20. AZ31 alaşımlarına ait Vickers çentiden elde edilen log (H_v)-log(d) grafiği

AZ31 alaşımlarının MFSL modeline göre yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için öncelikle malzemenin karakteristik sabiti olan d^* değerleri Şekil 4.19.'daki gibi hesaplanır. Multifraktal yaklaşıma göre yükten bağımsız sertlik değerlerinin hesaplanabilmesi için Şekil 4.9.'da 4,9 N ve 9,8 N'luk yüklere karşılık gelen plato bölgesindeki sertlik değerleri kullanılır. Şekil 4.20.'den elde edilen d^* değerleri ve deneysel verilerden elde edilen H değerleri Denklem 4.12.'de yerine yazılarak AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerleri hesaplanır ve ortalamaları H_{MFSL} olarak kabul edilir.

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının her biri için d^* değerleri sırasıyla 1,984, 2,034 ve 1,882'dir. Grafikten ve Denklem 4.12.'den elde edilen d^* ve H_{MFSL} değerleri Çizelge 4.8.'de verilmiştir.

Çizelge 4.8. AZ31 alaşımlarının Vickers çentiden elde edilen MFSL modeline ait d^* ve H_{MFSL} verileri

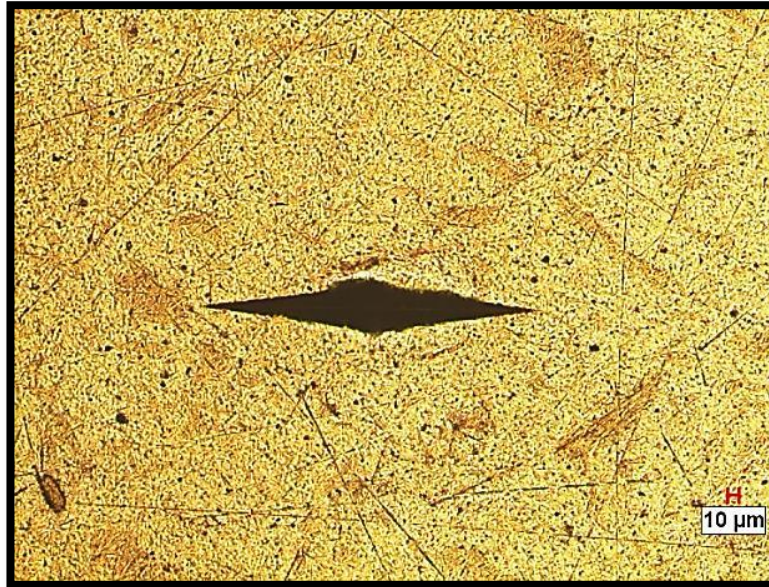
<i>Numune</i>	d^*	H_{MFSL} (GPa)	H_{LI} (GPa)
<i>AZ31-3h</i>	1,984	0,498	0,495
<i>AZ31-6h</i>	2,034	0,710	0,721
<i>AZ31-9h</i>	1,882	0,910	0,925

AZ31 alaşımlarının MFSL modeline göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik

(H_{MFSL}) deęerleri incelendięi zaman Vickers entiden elde edilen ykten baęımsız sertlik (H_{LI}) deęerlerine olduka yakın olduęu gzlenmektedir. Bu nedenle AZ31 alařımlarının ykten baęımsız sertlik deęerlerini hesaplamak iin MFSL modelinin kullanılması uygundur. Vickers sertlik analizlerine gre AZ31-3h alařımının ykten baęımsız sertlięinin MFSL modeli ve EPD modeli ile, AZ31-6h ve AZ31-9h alařımlarının ykten baęımsız sertlik deęerlerinin ise hem HK hem MFSL hem de EPD modeli ile hesaplanması uygundur. Ancak incelenen alařımlardan AZ31-3h alařımının dięer iki alařımdan farklı olarak TBE davranıřı gstermesi de dikkate alınırsa MFSL modeli dięer modellerden bir adım ne ıkmaktadır. Bu sebeple, AZ31-3h alařımının ykten baęımsız sertlik deęerinin dięer modellerle hesaplanamaması nedeniyle ortaya ıkan sorun MFSL modelinin kullanımı ile zlmřtr.

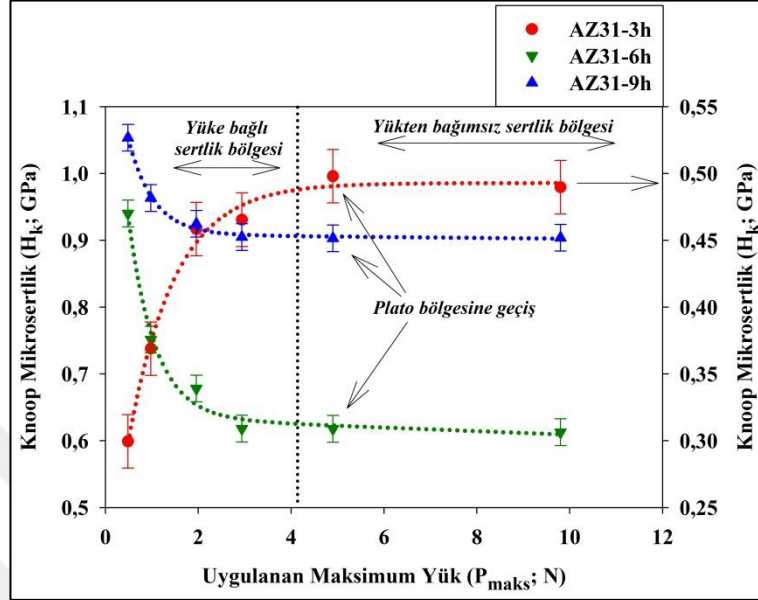
4.2.2. Knoop Sertlik Analizi

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alařımlarının statik sertlik analizleri iin kullanılan dięer yntem Knoop Sertlik analizidir. AZ31 alařımlarının Knoop entici ile yapılan deneylerinde Vickers entici ile yapılan deneylere benzer Őekilde 6 farklı yk (0,49 N, 0,98 N, 1,96 N, 2,94 N, 4,9 N ve 9,8 N) kullanılmıřtır. Ykn uygulanma sresi Vickers entici ile yapılan analizlerle aynıdır (15 s). Knoop enticiye ait 9,8 N'luk yk iin elde edilen optik mikroskop grnts Őekil 4.21.'de verilmiřtir.



Őekil 4.21. Knoop enticiye ait 9,8 N'luk yk iin elde edilen izin optik grnts

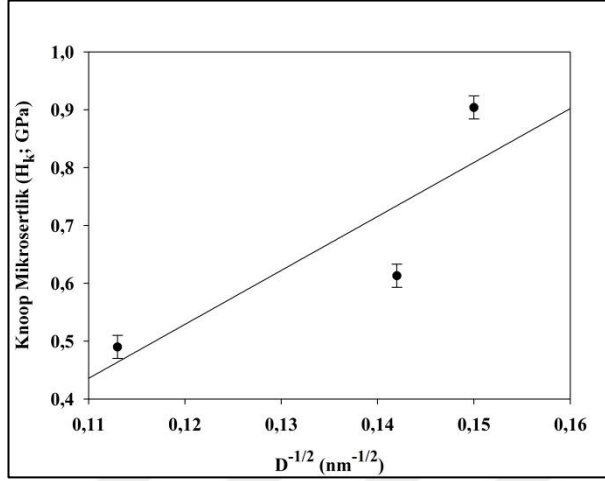
AZ31 alaşımlarının Knoop çentiden elde edilen H_k - P_{maks} grafikleri Şekil 4.22.'de verilmiştir.



Şekil 4.22. AZ31 alaşımlarının Knoop sertlik ölçümlerinin yüke bağlı değişim grafiği

Knoop mikrosertlik deneylerinde (H_K), $\left(H_K = 14,2 \frac{P}{L^2} \right)$ formülü kullanılarak hesaplanmıştır. Denklemdaki 14,2 sabiti çentici geometrisinden kaynaklanmaktadır. Vickers çentici için 1,8544 olan sabit Knoop çentici için 14,2'dir. Denklemda P uygulanan yükü, L ise izin uzun kenar uzunluğunu ifade etmektedir. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarına ait yükten bağımsız sertlik (H_{LI}) değerleri Şekil 4.22. yakından incelenirse 4,9 N'luk yükten sonraki plato bölgesine karşılık gelmekte olup her bir alaşım için bu değerler sırasıyla 0,490 GPa, 0,613 GPa ve 0,904 GPa'dır. Şekil 4.22.'deki H_k - P_{maks} grafiği incelendiği zaman Bölüm 4.2.'de ayrıntılı incelemesi yapılan ve Şekil 4.9.'da verilen H_v - P_{maks} grafiği ile aynı karakteristik özelliğe sahip olduğu görülmektedir. AZ31-3h alaşımı için TÇBE davranışı gözlenirken, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımları için ÇBE davranışı gözlenmiştir. Her üç alaşım için yükten bağımsız sertlik değerlerinin öğütme süresinin artması ile artış gösterdiği görülmektedir. Bu durum Bölüm 4.2.1.'de ifade edildiği gibi literatürle uyumludur. Sertliğin doyuma ulaştığı nokta 4,9 N'luk yüküdür. Öğütme süresinin artması ile Vickers sertlik değerlerinde olduğu gibi Knoop sertlik değerlerinde de artış görülmektedir. Kristal boyutu ile sertlik arasındaki ilişkiyi açıklamak için Hall-Petch ilişkisi kullanılmıştır.

Knoop sertlik analizinden elde edilen verilere göre çizilen $H_K-D^{-1/2}$ grafiği Şekil 4.23.'te verilmektedir.



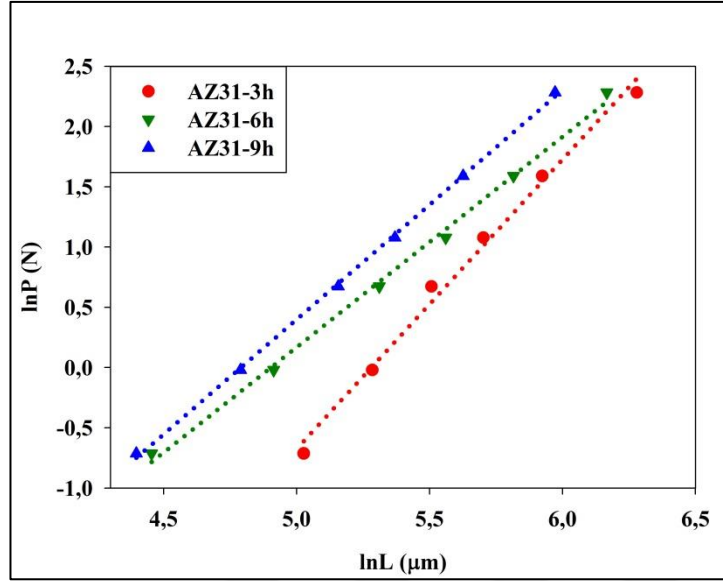
Şekil 4.23. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $H_K-D^{-1/2}$ grafiği

Knoop sertlik analizine göre elde edilen Hall-Petch eşitliği Denklem 4.13.'te verilmektedir.

$$H(D) = 9,328D^{-1/2} - 0,590 \quad (4.13.)$$

Denklem 4.13.'e göre örgü sürtünme gerilmesi -0,590 GPa ve k_{H-P} değeri 9,328 GPa.nm^{1/2}, dir. Şekil 4.23.'ün ayrıntılı olarak incelenmesi ile kristalit boyutunun artması ile sertliğin azaldığı, bunun tam aksine kristalit boyutunun azalması ile sertliğin arttığı açıkça görülmektedir. Bu durum literatürde görülmektedir (Ferreira ve Carlton, 2007; Chen ve Wu, 2013; Wang ve ark., 2015; Fang ve ark., 2015). Knoop çentici ile elde edilen yüke bağlı ve yükten bağımsız bölgeler için AZ31 alaşımlarının analizleri Meyer, HK, PSR, MPSR, EPD, Nix-Gao ve MFSL modelleri uygulanarak H_{LI} değerleri hesaplanacaktır.

AZ31 alaşımlarında gözlenen TÇBE ve ÇBE davranışlarını açıklamak için ilk olarak Meyer Kanunu ($P = AL^n$) kullanılmıştır. Denklemde 'n' Meyer üssü ÇBE ve TÇBE davranışlarının bir ölçüsü ve A malzeme sabitidir. $n < 2$ olduğunda ÇBE davranışı, $n > 2$ olduğunda TÇBE davranışı gözlenir. A ve 'n' değerleri lnP-lnL grafiğinden elde edilir (Şekil 4.24.).



Şekil 4.24. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen lnP-lnL grafiği

lnP-lnL grafiğinden elde edilen veriler Çizelge 4.9.'da verilmiştir.

Çizelge 4.9. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen n ve A değerleri

<i>Numune</i>	<i>lnA</i>	<i>A</i>	<i>n</i>	<i>r²</i>
AZ31-3h	-12,683	$3,1 \times 10^{-6}$	2,402	0,992
AZ31-6h	-8,566	$1,91 \times 10^{-4}$	1,747	0,997
AZ31-9h	-9,123	$1,1 \times 10^{-4}$	1,904	0,999

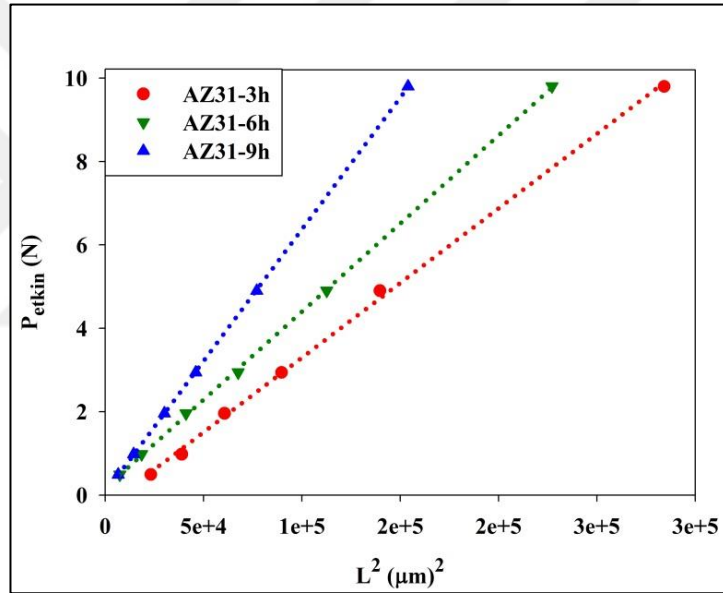
Şekil 4.24. ve Çizelge 4.9. birlikte incelenirse AZ31 alaşımlarına ait 'n' değerleri Şekil 4.22.'de gözlenen AZ31-3h alaşımı için TÇBE, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımları için ÇBE davranışını desteklemektedir. Literatürde yapılan çalışmalarda farklı tür malzemeler için $n > 2$ için TÇBE ve $n < 2$ için ÇBE görüldüğü ifade edilmiştir (Sangwal, 2000; Gong ve ark., 2001; Şahin ve ark., 2007; Machaka ve ark., 2011; Uzunoglu, 2014; Curkovic ve ark. 2014; Karaca ve ark., 2015). Bu çalışmada AZ31 alaşımları için lnP-lnL grafiğinden elde edilen sonuçlar literatürle uyumludur. Ancak elde edilen TÇBE ve ÇBE davranışı için büyük yüklerde meydana gelen sapma Meyer Kanunu ile açıklanamamaktadır (Karan ve Gupta, 2005; Demirkol, 2010; Smith ve ark., 2014). Plato bölgesi olarak adlandırdığımız bu sapmanın açıklanması için literatürde kullanılan farklı yaklaşımların kullanılmasına ihtiyaç vardır.

Alaşımların yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için kullanılan yaklaşımlardan biri HK yaklaşımıdır (Hays ve ark., 1973). Hays-Kendall yaklaşımı

Bölüm 4.2.1.'de detaylı bir şekilde anlatılmıştır. Bu yaklaşıma göre yükten bağımsız sertliğin hesaplanabilmesi için maksimum yükün (P_{maks}) yerine etkin yük değeri $P_{etkin} = P_{maks} - W$ kullanılır. Alaşımların yükten bağımsız sertlik değerleri Denklem 4.14. kullanılarak hesaplanır.

$$H_{HK} = \alpha \left(\frac{P_{etkin}}{L^2} \right) = \alpha \left(\frac{P_{maks} - W}{L^2} \right) = \alpha C \quad (4.14.)$$

α Knoop çentici için 14.2 olan sabit sayıyı, C ise grafiğin eğimini temsil eder. $P_{etkin}-L^2$ grafiği Şekil 4.25.'te verilmiştir.



Şekil 4.25. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $P_{etkin}-L^2$ grafiği

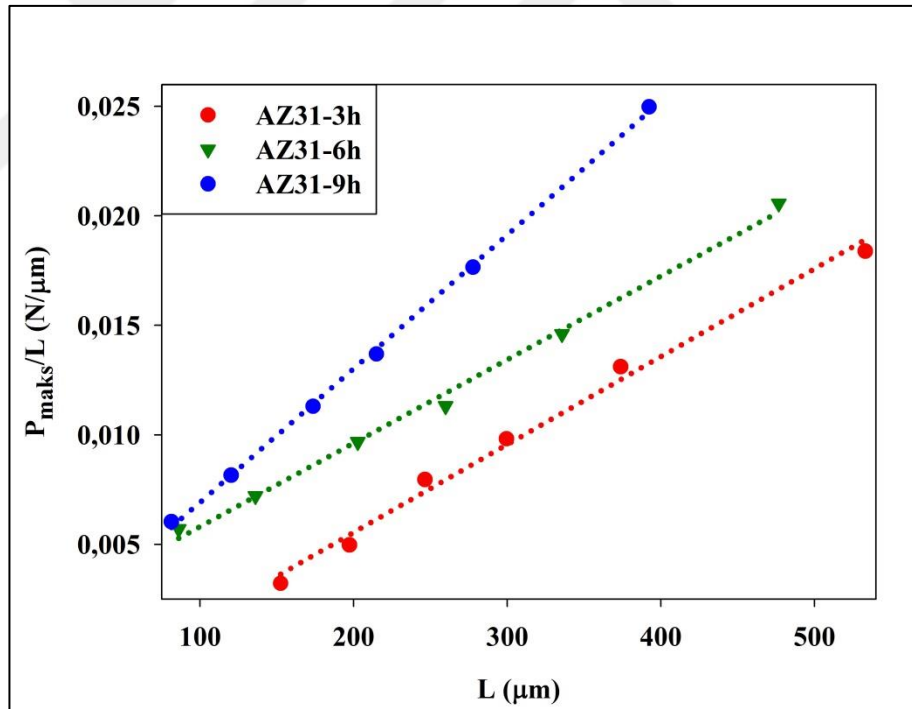
Knoop Sertlik analizlerinden elde edilen $P_{etkin}-L^2$ grafiği çizilerek grafiğin eğiminden C sabiti bulunur ve Denklem 4.14.'te yerine konularak H_{HK} hesaplanır. Knoop çentiden elde edilen W , C ve H_{HK} değerleri Çizelge 4.10.'da verilmiştir.

Çizelge 4.10. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen W , C ve H_{HK} değerleri

Numune	W (N)	C ($N/\mu m^2$)	H_{HK} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	-0,2861	$3,58 \times 10^{-5}$	0,508	0,490	0,999
AZ31-6h	0,1704	$4,23 \times 10^{-5}$	0,601	0,613	0,999
AZ31-9h	0,0544	$6,32 \times 10^{-5}$	0,897	0,904	0,999

HK yaklaşımına göre hesaplanan Çizelge 4.10.'daki yükten bağımsız sertlik değerleri Şekil 4.22.'deki plato bölgesine oldukça yakın değerlerdir. Elde edilen sonuçlar incelendiği zaman özellikle AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının yükten bağımsız sertliğini hesaplamak için HK modelinin son derece uygun olduğu görülmektedir. Ancak AZ31-3h alaşımının $-W$ değerinin fiziksel bir anlamı yoktur. Bu sebeple alaşımların yükten bağımsız sertlik değerlerinin hesaplanmasında farklı bir modelin kullanılması uygun olacaktır.

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için kullanılan bir diğer yöntem PSR modelidir (Li ve ark., 1994; Bekteş ve ark., 2004; Curkovic ve ark., 2014; İbrahim ve ark., 2015). Knoop çentici ile elde edilen veriler ile PSR modeli kullanılarak yükten bağımsız sertliği hesaplayabilmek için (P_{maks}/L) -L grafiği (Şekil 4.26.) çizilir. Grafikten elde edilen a_1 değeri, PSR modelinin mikrosertliğe katkısını, a_2 ise yükten bağımsız sertliği karakterize eder.



Şekil 4.26. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentici ile elde edilen (P_{maks}/L) -L grafiği

Orantılı Numune Direnci (PSR) Modeli kullanılarak yükten bağımsız sertliği hesaplamak için $\left(H_{PSR} = 14,2 \frac{P_{etkin}}{L^2} = 14,2 \left(\frac{P_{maks} - a_1 L}{L^2} \right) = 14,2 a_2 \right)$ formülü kullanılır.

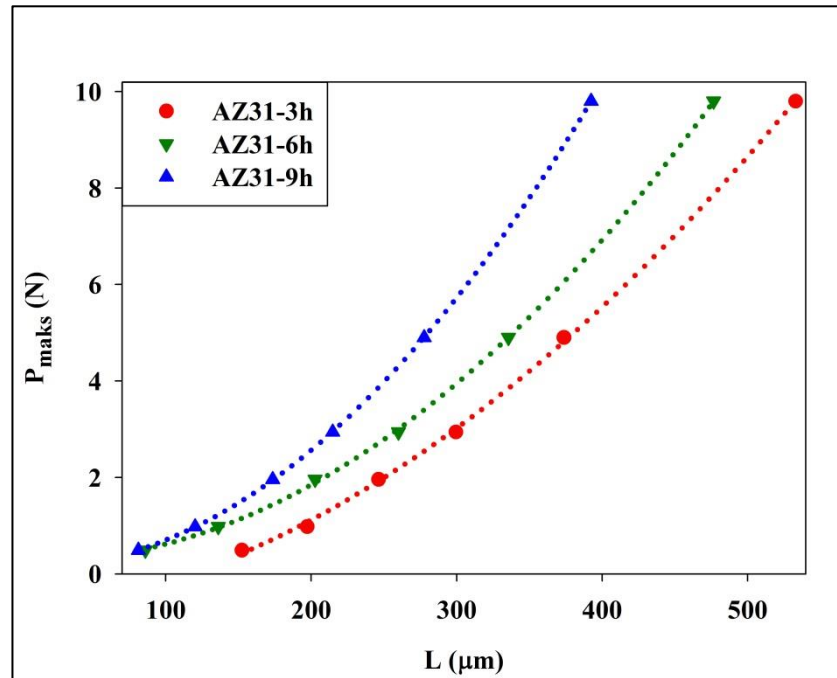
PSR yaklaşımından elde edilen veriler Çizelge 4.11.'de verilmiştir.

Çizelge 4.11. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen a_1 , a_2 ve H_{PSR} verileri

Numune	a_1 ($N/\mu m$)	a_2 ($N/\mu m^2$)	H_{PSR} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	-0,0025	$4,01 \times 10^{-5}$	0,569	0,490	0,991
AZ31-6h	0,0020	$3,81 \times 10^{-5}$	0,541	0,613	0,995
AZ31-9h	0,0008	$6,1 \times 10^{-5}$	0,866	0,904	0,999

Çizelge 4.11.'deki veriler incelendiği zaman PSR yaklaşımından elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin Şekil 4.22.'deki plato bölgesi değerlerinden oldukça farklı olduğu görülmektedir. Bu nedenle PSR yaklaşımı AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için uygun değildir.

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için kullanılan yaklaşımlardan bir diğeri Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci (MPSR) modelidir (Gong ve ark., 1999). MPSR modeli ile sertlik hesaplamak için (H_{MPSR}), $\left(H_{MPSR} = 14,2 \frac{P_{etkin}}{L^2} = 14,2 \left(\frac{P_{maks} - a_0 - a_1 L}{L^2} \right) = 14,2 a_2 \right)$ formülü kullanılır. Denklemdaki a_0 mekaniksel işlemlerin sebep olduğu artık yüzey zorlarını temsil eder. a_1 ve a_2 sabitleri ise Orantılı Numune Direnci (PSR) modelindeki ile aynı fiziksel anlama sahiptir. Parametreler ve H_{MPSR} değerleri P_{maks} -L grafiğine fit edilen eğrilerden hesaplanmaktadır (Şekil 4.27.).



Şekil 4.27. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen P_{maks} -L grafiği

Şekil 4.27.'den hesaplanan a_0 , a_1 , a_2 ve H_{MPSR} verileri Çizelge 4.12.'de verilmektedir.

Çizelge 4.12. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen a_0 , a_1 , a_2 ve H_{MPSR} verileri

<i>Numune</i>	a_0 (N)	a_1 (N/ μm)	a_2 (N/ μm^2)	H_{MPSR} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	-0,87	0,0039	$3,04 \times 10^{-5}$	0,432	0,490	0,999
AZ31-6h	0,27	-0,0008	$4,37 \times 10^{-5}$	0,621	0,613	0,999
AZ31-9h	0,14	-0,0008	$6,49 \times 10^{-5}$	0,922	0,904	0,999

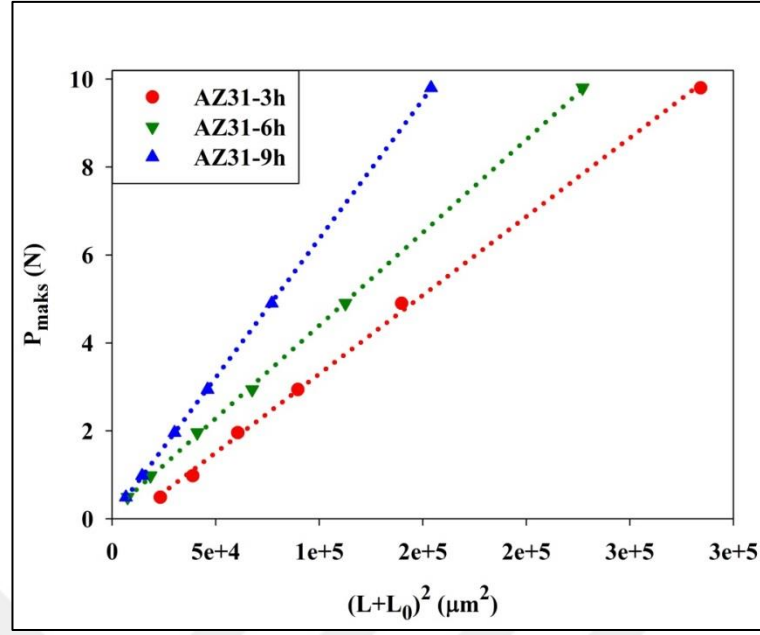
AZ31 alaşımlarının MPSR yaklaşımından elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri (H_{MPSR}), deneysel ölçümlerden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri (H_{LI}) ile kıyaslandığında AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımları için MPSR modelinin kısmen uygun olduğu görülmektedir. Ancak AZ31-3h alaşımı için elde edilen değer plato bölgesine oldukça uzaktır. Bununla birlikte a_0 değerinin negatif olmasının herhangi bir fiziksel anlamı yoktur. Bu nedenle AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için başka bir model kullanılarak analiz yapılacaktır.

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak amacıyla kullanılan bir diğer yöntem Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) yaklaşımıdır (Weiss, 1987; Bull ve ark., 1989). Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) modeline göre yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için Denklem 4.15. kullanılmalıdır.

$$P_{maks} = A_2(L + L_0)^2 \quad (4.15.)$$

Denklem 4.15.'teki L_0 sabiti \sqrt{P} -L grafiğinin eğiminden hesaplanan sabit sayıyı, A_2 ise yükten bağımsız sertliği hesaplamak için kullanılan $P_{maks}-(L+L_0)^2$ grafiğinin eğimini temsil eder. Grafiğin eğimi ($H_{EPD} = 14,2A_2$) formülünde yerine yazılarak yükten bağımsız sertlik değeri hesaplanır.

AZ31 alaşımlarının Knoop çentiden elde edilen $P_{maks}-(L+L_0)^2$ grafiği Şekil 4.28.'de verilmiştir.



Şekil 4.28. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $P_{maks}-(L+L_0)^2$ grafiği

Alaşımların $P_{maks}-(L+L_0)^2$ grafiğinden elde edilen L_0 , A_2 ve H_{EPD} değerleri Çizelge 4.13.'te verilmiştir.

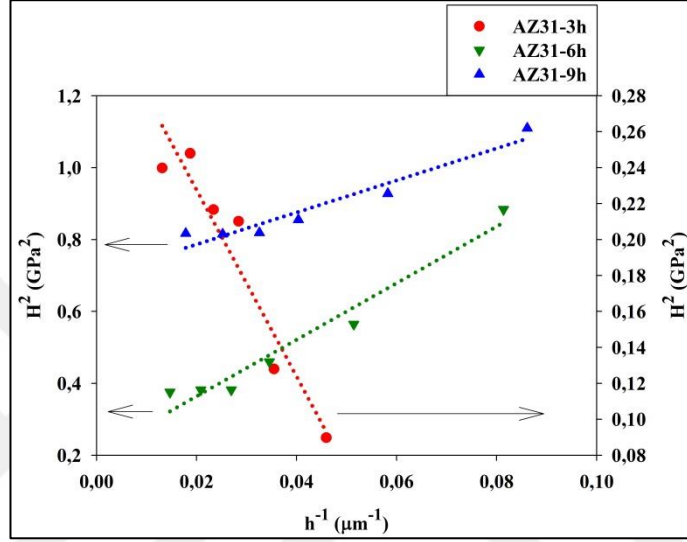
Çizelge 4.13. AZ31 alaşımlarına ait Knoop Çentiden elde edilen L_0 , A_2 ve H_{EPD} verileri

<i>Numune</i>	L_0	$A_2 (N/\mu m^2)$	$H_{EPD} (GPa)$	$H_{LI} (GPa)$	r^2
AZ31-3h	0,0064	$3,58 \times 10^{-5}$	0,508	0,490	0,999
AZ31-6h	0,0062	$4,23 \times 10^{-5}$	0,601	0,613	0,999
AZ31-9h	0,0078	$6,32 \times 10^{-5}$	0,897	0,904	0,999

EPD yaklaşımından hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerleri incelendiği zaman Şekil 4.22.'deki plato bölgesi değerlerine oldukça yakın olduğu gözlenmektedir. Bu nedenle AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertliğini hesaplamada EPD modeli uygun bir modeldir denilebilir. Ancak AZ31-3h alaşımı için elde edilen H_{EPD} değerinin plato bölgesindeki sertlik değerinden yüksek çıktığı görülmektedir. Ayrıca AZ31-6h alaşımının H_{EPD} değeri için de benzer bir durum söz konusudur. Bu sebeple AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamada bir başka yöntem araştırılacaktır.

Literatürde yükten bağımsız sertliği hesaplamak için kullanılan bir diğer yöntem Nix-Gao modelidir (Nix ve Gao, 1998). Nix-Gao yaklaşımına göre yükten bağımsız

sertliği hesaplayabilmek için Denklem 4.10. $\left(\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}\right)$ kullanılır ve Knoop çentici için $L=7h$ formülü kullanılır. AZ31 alaşımlarının H_{NG} değerlerinin hesaplanması için H^2-1/h grafiği çizilir. Grafiğin eğimi h^* ve y eksenini kestiği noktanın karekökü H_0 değerini verir. AZ31 alaşımlarına ait H^2-1/h grafiği Şekil 4.29.'da verilmiştir.



Şekil 4.29. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çenticiyle elde edilen H^2-1/h grafiği

AZ31 alaşımlarına ait Knoop çenticiyle elde edilen h^* , H_{NG} verileri Çizelge 4.14.'te verilmiştir.

Çizelge 4.14. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çenticiyle elde edilen h^* , H_{NG} verileri

<i>Numune</i>	<i>h*</i>	<i>H_{NG} (GPa)</i>	<i>H_{LI} (GPa)</i>	<i>r²</i>
<i>AZ31-3h</i>	-5,19	0,576	0,490	0,911
<i>AZ31-6h</i>	7,87	0,454	0,613	0,958
<i>AZ31-9h</i>	4,45	0,835	0,904	0,935

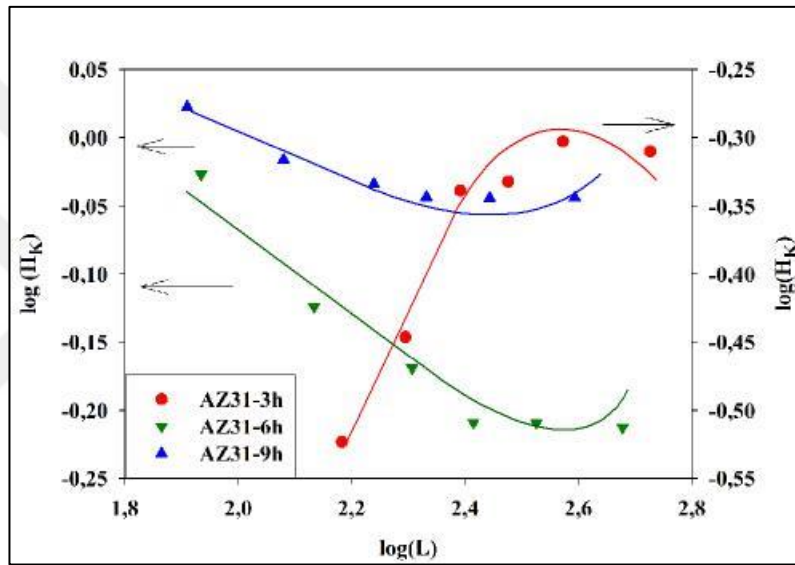
Nix-Gao yaklaşımından hesaplanan H_{NG} değerleri Knoop çentici ile yapılan deneylerden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri ile kıyaslandığında H_{NG} değerlerinin plato bölgesinden oldukça farklı hesaplandığı görülmektedir. Bu nedenle AZ31 alaşımlarının Knoop çenticiyle elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için Nix-Gao modelinin uygun olmadığı ortaya çıkmaktadır.

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için kullanılan bir diğer yöntem Multifraktal (MFSL) yaklaşımıdır. Multifraktal yaklaşım

(MFSL) kullanılarak yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için Denklem 4.16. kullanılır.

$$H = H_{MFSL} \sqrt{1 + \frac{L^*}{L}} \quad (4.16.)$$

Denklem 4.16.'daki L^* sabiti AZ31 alaşımlarının $\log(H_K)$ - $\log(L)$ grafiğinden (Şekil 4.30.) hesaplanır.



Şekil 4.30. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen $\log(H_K)$ - $\log(d)$ grafiği

L^* değerleri hesaplandıktan sonra Denklem 4.16.'da yerine yazılarak yükten bağımsız sertlik değerleri hesaplanır. Bu sertlik değerlerinin hesaplanmasında plato bölgesindeki 4,9 N ve 9,8 N'luk yüke karşılık gelen H_K değerleri kullanılır. AZ31 alaşımlarının her bir yük için ayrı ayrı sertlik değerleri hesaplanır ve ortalamaları (H_{MFSL}) alınır. Denklem 4.16. ve Şekil 4.30.'dan elde edilen MFSL yaklaşımına ait L^* ve H_{MFSL} değerleri Çizelge 4.15.'te verilmiştir.

Çizelge 4.15. AZ31 alaşımlarına ait Knoop çentiden elde edilen L^* ve H_{MFSL} verileri

Numune	L^*	H_{MFSL} (GPa)	H_{LI} (GPa)
AZ31-3h	2,451	0,491	0,490
AZ31-6h	2,469	0,611	0,613
AZ31-9h	2,388	0,897	0,904

Knoop çentici ile yapılan deneylerde elde edilen verilerin analizi; Hays-Kendall (HK), Orantılı Numune Direnci (PSR), Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci (MPSR), Elastik/Plastik Deformasyon (EPD), Nix-Gao (NG) ve Multifraktal (MFSL) modelleri ile ayrı ayrı irdelendi. Bu modellerin her biri ile yapılan hesaplamada irdelenen modelin neden olmayacağı izah edildi. En son irdelenmesi yapılan MFSL modelinden elde edilen veriler incelendiği zaman H_{MFSL} değerlerinin Knoop çentici ile elde edilen plato değerlerine oldukça yakın olduğu görülmektedir. Bu sebeple MFSL modeli diğer modellerden bir adım öne çıkarak yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamada AZ31 alaşımları için en uygun yöntem olmuştur.

AZ31 alaşımlarının Knoop ve Vickers Sertlik analizleri incelendiği zaman küçük de olsa plato bölgelerinde (Çizelge 4.16.) farklılıklar olduğu gözlenmektedir (Güder ve ark., 2011; Şahin ve ark., 2013). Literatürde bu durumun çentici geometrisi ile ilgili olduğu ifade edilmiştir. Çentici ve numune yüzeyi arasındaki sürtünmenin çentici geometrisine bağlı olduğu ifade edilmektedir. Bu nedenle literatürde yapılan çalışmalarda Vickers ve Knoop Sertlik hesaplamalarında farklılıklar olabileceği öne sürülmüştür (Atkinson ve ark., 1989; Shi ve Atkinson, 1990; Atkinson ve ark., 1995; Shaw ve ark., 1996). Literatürde benzer bir durum Güder ve ark. (2011) tarafından seramik malzemeler için yapılan çalışmalarında da gözlemlenmiştir. Diğer taraftan numune yüzeyine uygulanan çentici kaldırıldığında numune yüzeyinde elastik toparlanma meydana gelir ve çentici altında kalan alan ile etrafındaki numune yüzeyinde bir uyumsuzluk meydana gelebilir (Lawn ve Howes, 1981; Marshall ve ark., 1982). Dolayısıyla Knoop ve Vickers geometrilerindeki farklılık nedeniyle numune yüzeyinde meydana gelen elastik toparlanma miktarında da farklılık görülecektir. Bu durum her iki çentici ile elde edilecek sertlik değerlerini etkileyecektir (Chicot ve ark., 2007).

Çizelge 4.16. AZ31 alaşımlarına ait Statik Sertlik analizlerinden elde edilen plato değerleri

<i>Numune</i>	<i>Vickers H_{LI} Plato Değeri (GPa)</i>	<i>Knoop H_{LI} Plato Değeri (GPa)</i>
<i>AZ31-3h</i>	0,495	0,490
<i>AZ31-6h</i>	0,721	0,613
<i>AZ31-9h</i>	0,925	0,904

Malzemelerin mekanik özellikleri söz konusu olduğunda sertlik değerlerinin

dışında Elastik Modül ve Akma Dayanımları da büyük bir öneme sahiptir. Elastik modül (E) ve akma dayanımı (Y) Denklem 4.17. ve Denklem 4.18. kullanılarak hesaplanabilir (Saritekin ve ark., 2014).

$$E = 81,9635H_v \quad (4.17.)$$

$$Y \approx \frac{H_v}{3} \quad (4.18.)$$

Denklem 4.17. ve Denklem 4.18.'de kullanılan H_v değerleri Vickers Sertlik analizinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değeridir. Denklemlerden hesaplanan AZ31 alaşımlarına ait E ve Y değerleri Çizelge 4.17.'de verilmiştir.

Çizelge 4.17. AZ31 alaşımlarına ait Elastik Modül (E) ve Akma Dayanımı (Y) değerleri

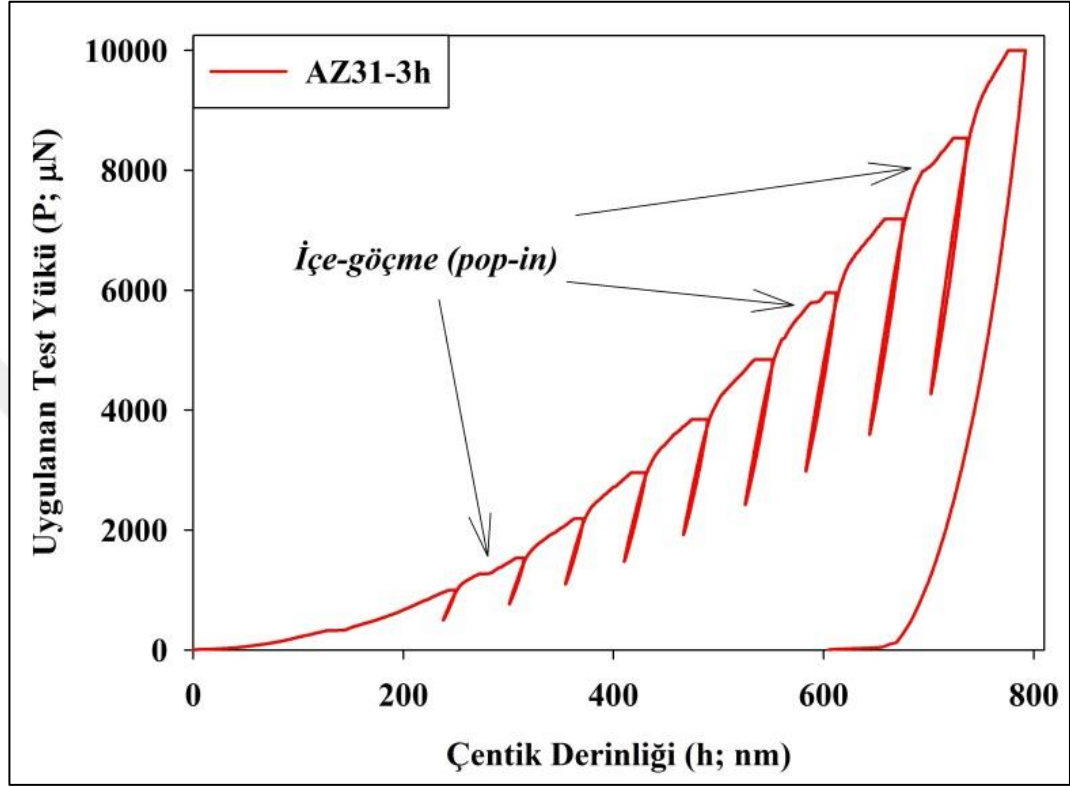
<i>Numune</i>	<i>Elastik Modül (GPa)</i>	<i>Akma Dayanımı (MPa)</i>
<i>AZ31-3h</i>	40,57	165,0
<i>AZ31-6h</i>	59,09	240,3
<i>AZ31-9h</i>	75,82	308,3

AZ31 alaşımlarının Statik Sertlik Analizi sonuçlarına göre öğütme süresinin artması ile mikrosertlik, elastik modül ve akma dayanımı artmıştır. Statik sertlik deneylerine göre öğütme süresinin artması alaşımların mekanik özelliklerini iyileştirmiştir.

4.3. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Dinamik Sertlik Analizleri

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının nanosertlik deneyleri standart olarak kullanılan Berkovich çentici kullanılarak yapıldı. Alaşımların Dinamik Sertlik deneyleri; 1000 μN 'dan 10000 μN 'a artan test yüklerinin kademeli yükleme-boşaltma (step load-unload) şeklinde uygulanması ile yapılmıştır. Bölüm 4.3.'te öncelikle AZ31 alaşımlarının her birine ait uygulanan test yükü-çentik derinliği eğrileri, dinamik nanosertlik-uygulanan maksimum yük grafikleri ve taramalı uç mikroskopundan (STM) elde edilen yüzey görüntüleri verilecektir. Aynı ayrı verilecek olan bu grafiklerin karşılaştırmalı olarak analizleri ve literatür ile kıyaslanmaları birlikte verildikleri

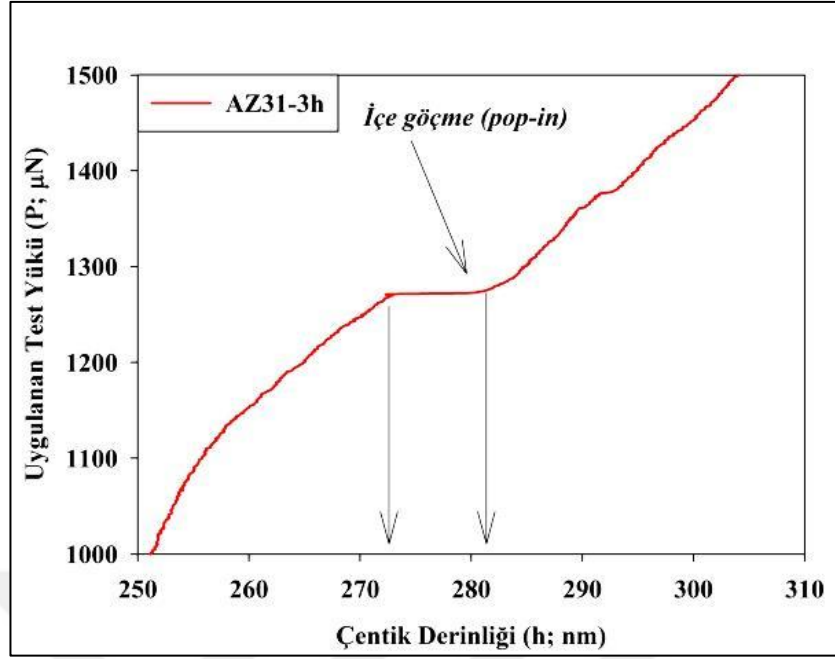
grafikler sonrasında yapılacaktır. En son olarak elde edilen dinamik nanosertliklerin uygulanan maksimum yüke göre grafiklerinin irdelenmesi yapılacaktır. AZ31-3h alaşımına ait uygulanan test yükü-çentik derinliği grafiği Şekil 4.31.'de verilmiştir.



Şekil 4.31. AZ31-3h alaşımına ait yük-yerdeğiştirme grafiği

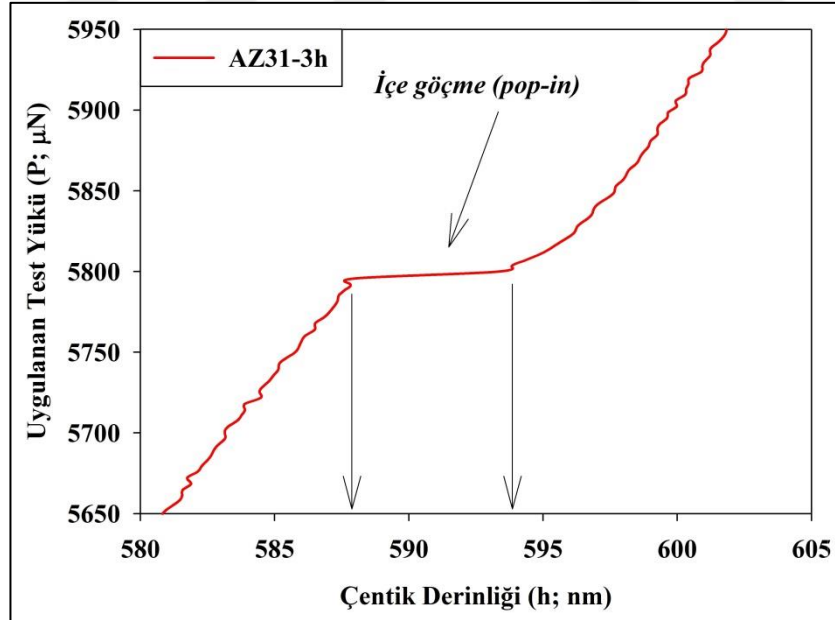
AZ31-3h alaşımına ait P-h grafiği (Şekil 4.31.) incelendiğinde 1000 μN 'dan 10000 μN 'a yük arttıkça çentik derinliğinin yükün artması ile birlikte arttığı görülmektedir. AZ31-3h alaşımı için elde edilen grafikte gerek yükleme gerekse boşaltma eğrilerinde herhangi bir süreksizlik görülmemektedir. Ancak AZ31-3h alaşımının bazı yükleme bölgelerinde dalgalanmalar ve literatürde 'pop-in' olarak ifade edilen süreksizlikler görülmektedir (Stus ve ark.; 2005; Şahin, 2006; Şahin ve ark., 2008; Zhang ve Chang, 2009; Ebisu ve Horibe, 2010; Durst ve ark.,2011; Wang ve ark., 2014; Kalidindi ve Pathak, 2015; Ma ve ark., 2015; Gu ve Xiong, 2015).

AZ31-3h alaşımına ait içe göçme (pop-in) davranışının meydana geldiği bölgelerin yükleme eğrileri ayrıntılı olarak Şekil 4.32.'de, Şekil 4.33.'te ve Şekil 4.34.'te verilmektedir.



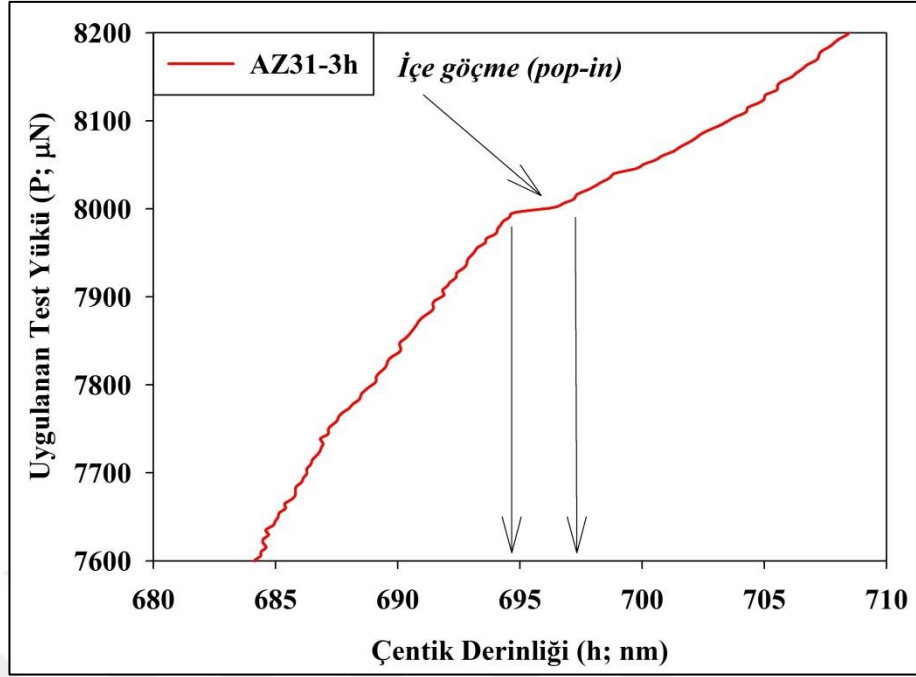
Şekil 4.32. AZ31-3h alaşımına ait 1000 μN -1500 μN aralığındaki yükleme eğrisi

Şekil 4.32.'de de görüldüğü gibi uygulanan yükün artması ile beraber yaklaşık 1270 μN 'luk yükte çentik derinliğinde 10 nm'lik ani bir artış meydana gelmiştir.



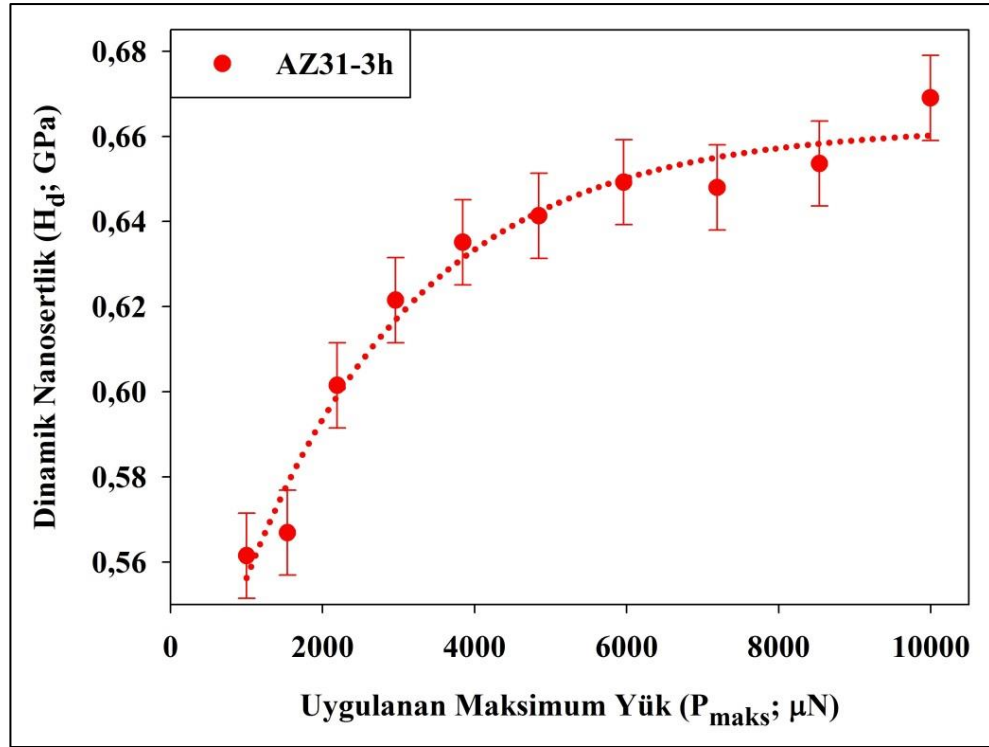
Şekil 4.33. AZ31-3h alaşımına ait 5500 μN -6000 μN aralığındaki yükleme eğrisi

Şekil 4.33.'de de görüldüğü gibi uygulanan yükün artması ile beraber yaklaşık 5800 μN 'luk yükte çentik derinliğinde 7 nm'lik ani bir artış meydana gelmiştir. Şekil 4.34.'te de benzer bir durum görülmektedir.



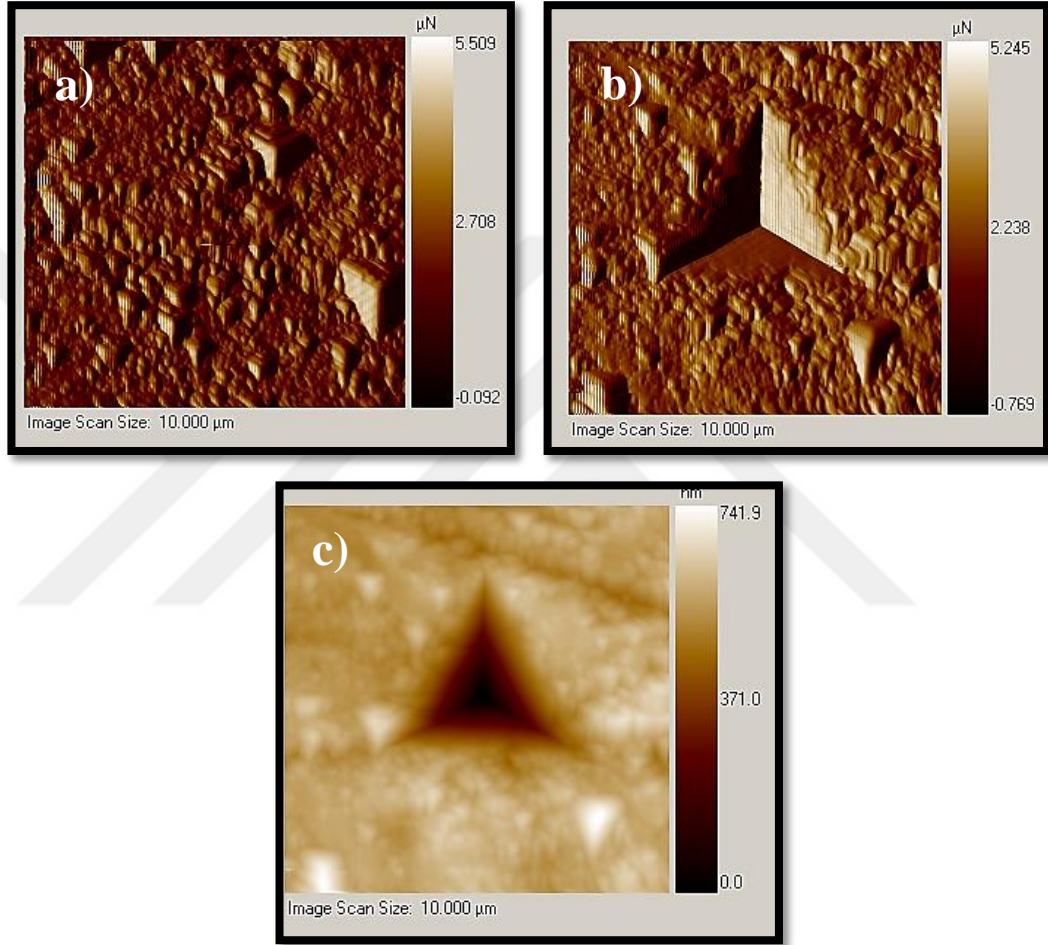
Şekil 4.34. AZ31-3h alaşımına ait 7500 µN-8500 µN aralığındaki yükleme eğrisi

AZ31-3h alaşımına ait kademeli yük-yerdeğiştirme eğrisi Şekil 4.31.'de incelenmiştir. AZ31-3h alaşımının her bir yük için hesaplanan dinamik nanosertlik değerinin uygulanan maksimum yüke bağlı değişim grafiği Şekil 4.35.'te verilmiştir.



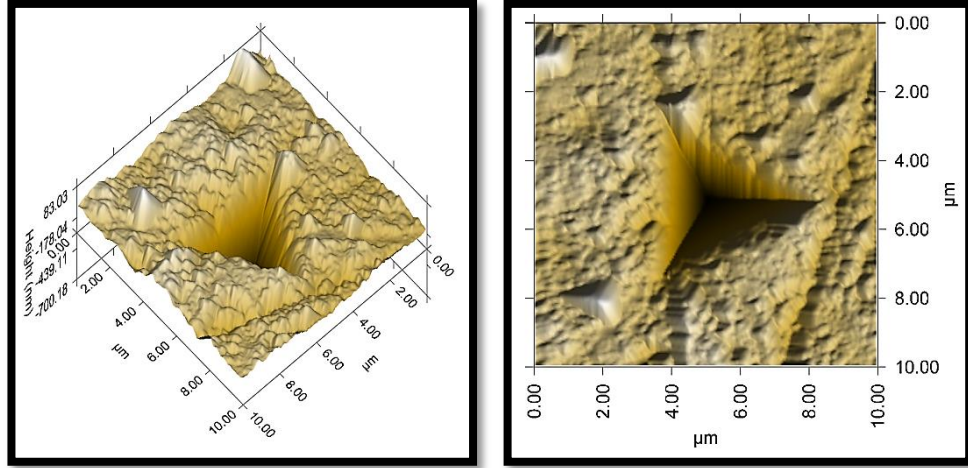
Şekil 4.35. AZ31-3h alaşımına ait H_d-P_{maks} grafiği

Şekil 4.35. incelendiği zaman AZ31-3h alaşımının sertliği uygulanan yüklerle beraber artmaktadır. Ancak 6000 μN 'luk yükte plato bölgesine geçişin başladığı gözlemlenmektedir. AZ31-3h alaşımının dinamik nanosertliğinin yüke bağlı değişimi Knoop ve Vickers statik sertlik analizlerindeki TÇBE davranışı ile benzerlik göstermektedir. AZ31-3h alaşımına ait STM görüntüleri Şekil 4.36.'da verilmiştir.



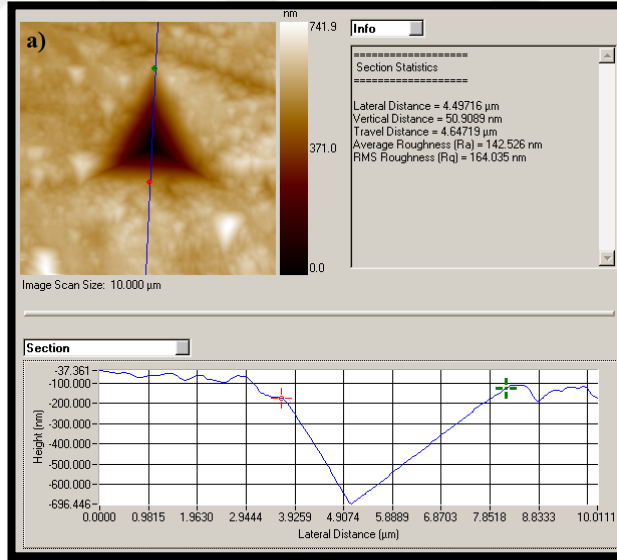
Şekil 4.36. AZ31-3h alaşımına ait a) Yüzey görüntüsü b) çentik sonrası yüzey görüntüsü c) çentik sonrası yüzey topografyasının STM görüntüsü

Şekil 4.36.'da AZ31-3h alaşımına ait çentik öncesi yüzey görüntüsü ve çentik sonrası yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekilde açıkça görüldüğü gibi AZ31-3h alaşımının pürüzlü bir yüzeyi vardır. Yüzeyin ve çentiğin ayrıntılı analizi için AZ31-3h alaşımına ait 3D yüzey görüntüsü ve yüzey pürüzlülük analizleri Şekil 4.37.-Şekil 4.40.'ta verilmiştir.



Şekil 4.37. AZ31-3h alaşımına ait Şekil 4.36.'da verilen çentiğin 3D görüntüsü

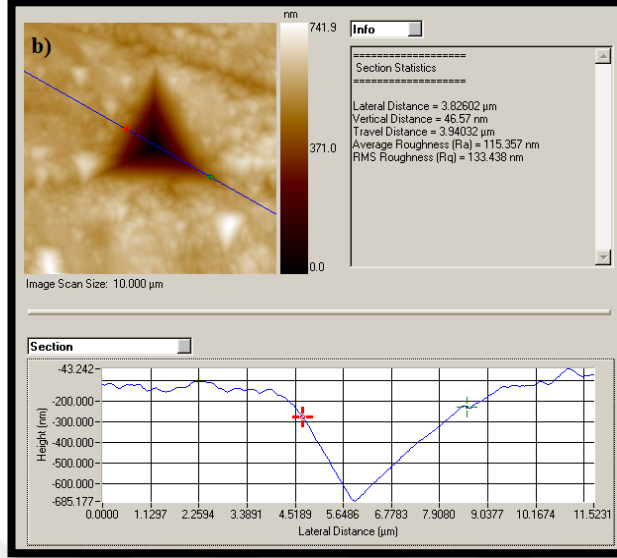
Şekil 4.37.'de 3D görüntüsü verilen çentik incelendiği zaman AZ31-3h alaşımının yüzeyinde plastik deformasyon meydana geldiği açıkça gözlemlenmektedir. Ayrıca görüntüden de anlaşıldığı gibi çentiğin kenarlarında çökmeler (pop-in) vardır ve bu durum yük-yerdeğiştirme eğrileri ile uyum göstermektedir. AZ31-3h alaşımının yüzeyinde oluşturulan çentiğin ayrıntılı analizi Şekil 4.38.-Şekil 4.40.'da verilmektedir.



Şekil 4.38. AZ31-3h alaşımında oluşturulan çentiğin 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi

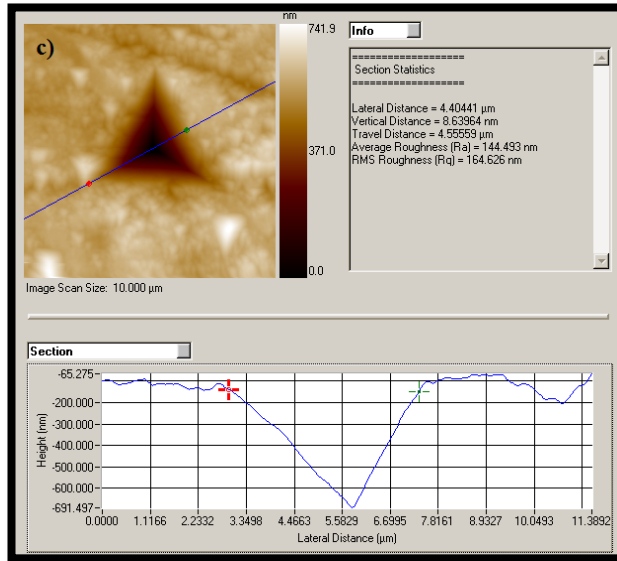
Şekil 4.38.'de AZ31-3h alaşımında oluşturulan çentiğin 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsü verilmiştir. 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsüne göre AZ31-3h alaşımının ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve RMS yüzey pürüzlülüğü (Rq) sırasıyla 142,526 nm

ve 164,035 nm olarak ölçülmüştür.



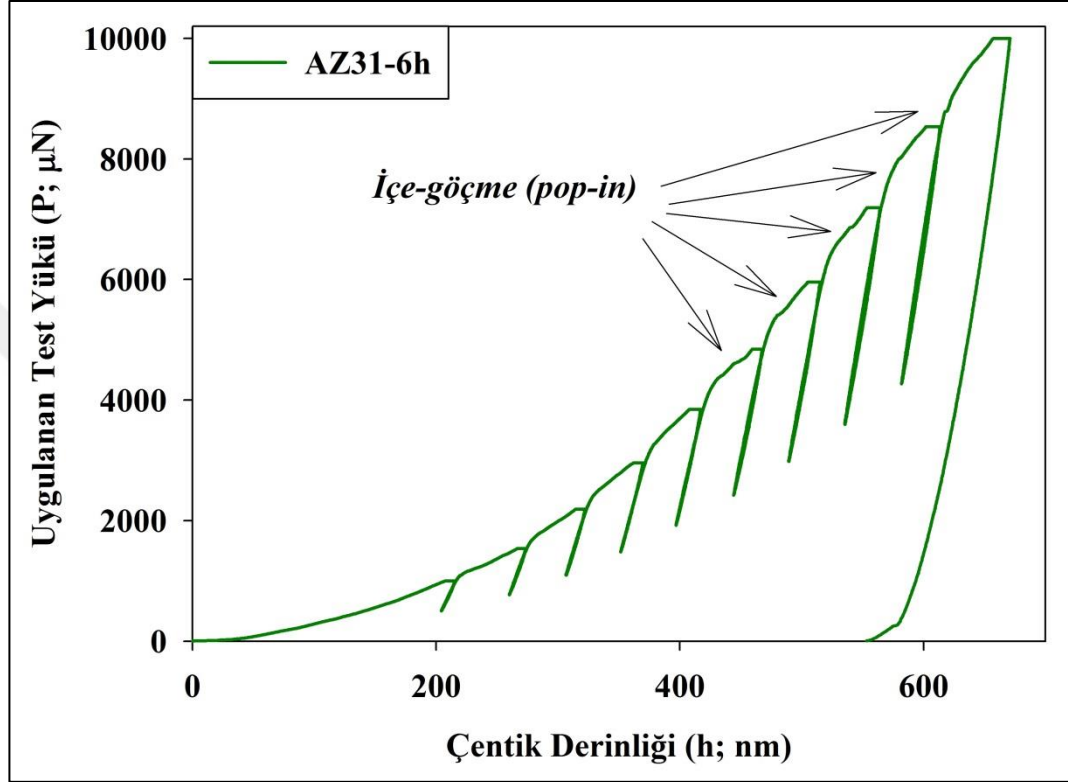
Şekil 4.39. AZ31-3h alaşımında oluşturulan çentiğin 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi

Şekil 4.39.'da AZ31-3h alaşımında oluşturulan çentiğin 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsü verilmiştir. 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsüne göre AZ31-3h alaşımının ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve RMS yüzey pürüzlülüğü (Rq) sırasıyla 115,357 nm ve 133,438 nm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.40. AZ31-3h alaşımında oluşturulan çentiğin 'c' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi

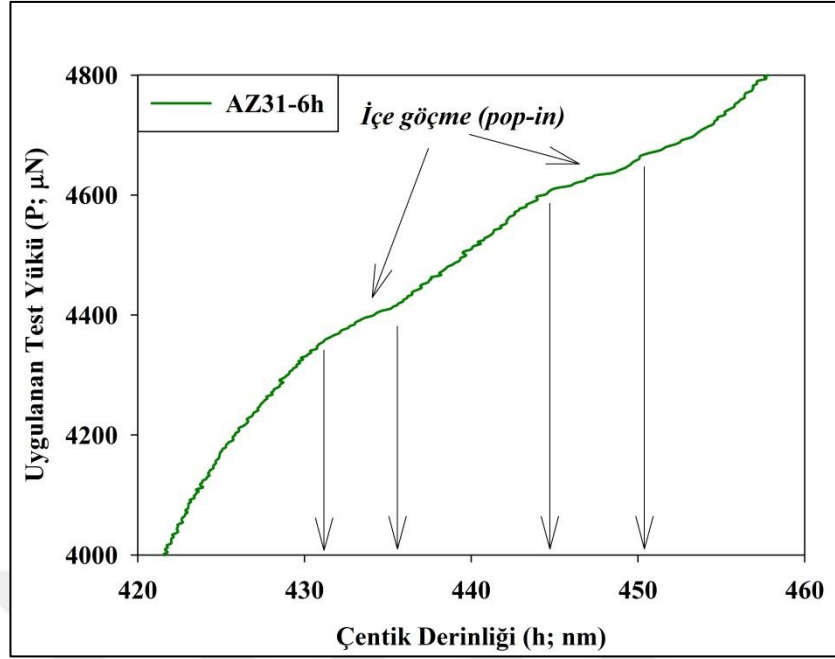
Şekil 4.40.'ta AZ31-3h alaşımında oluşturulan çentiğin 'c' ayrıtından alınan STM görüntüsü verilmiştir. 'c' ayrıtından alınan STM görüntüsüne göre AZ31-3h alaşımının ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve RMS yüzey pürüzlülüğü (Rq) sırasıyla 144,493 nm ve 164,626 nm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.41. AZ31-6h alaşımına ait yük-yerdeğiştirme grafiği

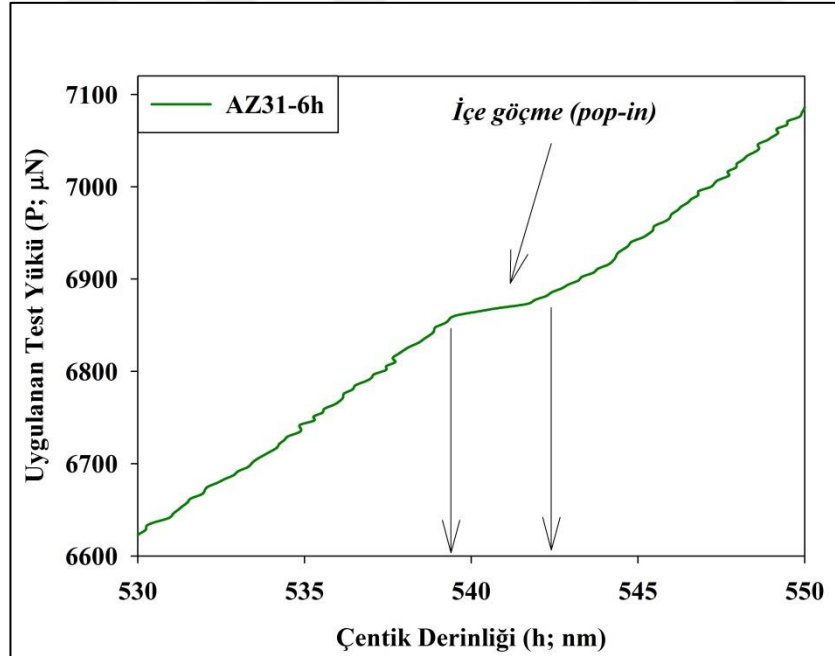
AZ31-6h alaşımına ait P-h grafiği (Şekil 4.41.) incelendiğinde 1000 µN'dan 10000 µN'a yük arttıkça çentik derinliğinin yükün artması ile birlikte arttığı görülmektedir. AZ31-6h alaşımı için elde edilen grafikte gerek yükleme gerekse boşaltma eğrilerinde herhangi bir süreksizlik görülmemektedir. Ancak AZ31-6h alaşımının bazı yükleme bölgelerinde dalgalanmalar ve literatürde 'pop-in' olarak ifade edilen süreksizlikler görülmektedir (Stus ve ark.; 2005; Şahin, 2006; Şahin ve ark., 2008; Zhang ve Chang, 2009; Ebisu ve Horibe, 2010; Durst ve ark.,2011; Wang ve ark., 2014; Kalidindi ve Pathak, 2015; Ma ve ark., 2015; Gu ve Xiong, 2015).

AZ31-6h alaşımına ait içe göçme (pop-in) davranışının meydana geldiği bölgelerin yükleme eğrileri ayrıntılı olarak Şekil 4.42.'de, Şekil 4.43.'te ve Şekil 4.44.'te verilmektedir.



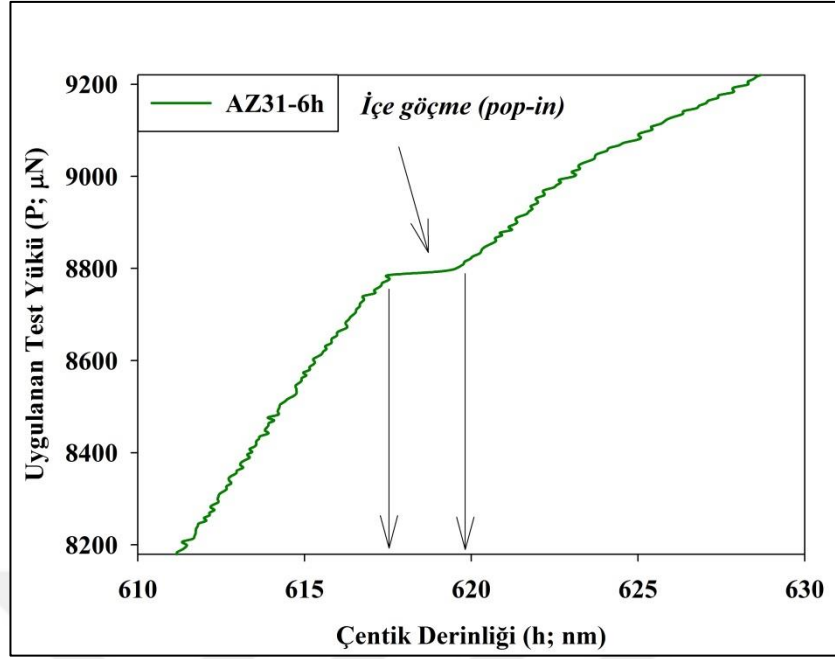
Şekil 4.42. AZ31-6h alaşımına ait 4000 μN -5000 μN aralığındaki yükleme eğrisi

Şekil 4.42. incelendiğinde uygulanan yükün artması ile beraber yaklaşık 4400 μN yükte çentik derinliğinde 5 nm'lik ani bir artış meydana gelmiştir.



Şekil 4.43. AZ31-6h alaşımına ait 6000 μN -7000 μN aralığındaki yükleme eğrisi

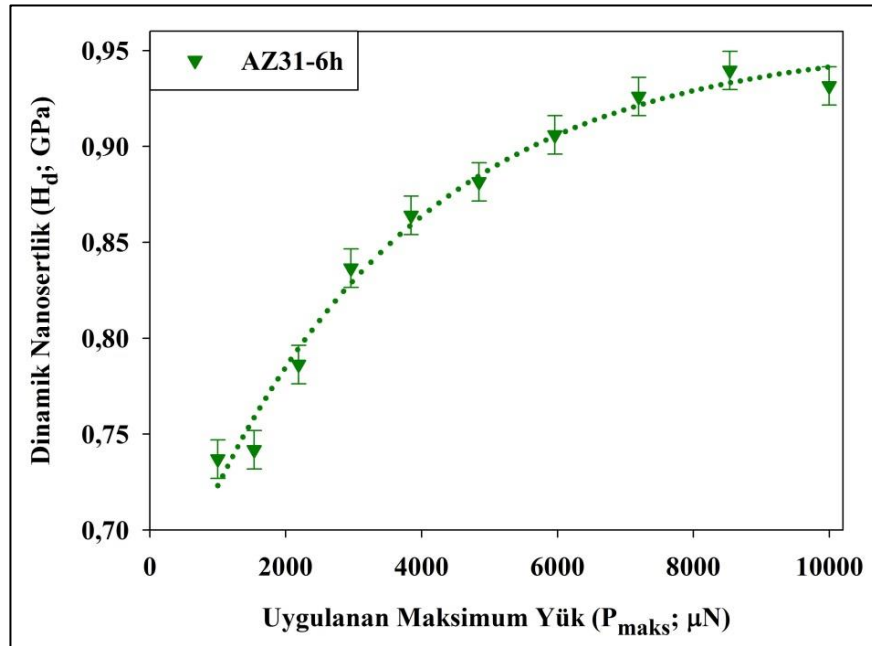
Şekil 4.43. incelendiğinde uygulanan yükün artması ile beraber yaklaşık 6850 μN yükte çentik derinliğinde 4 nm'lik ani bir artış meydana gelmiştir.



Şekil 4.44. AZ31-6h alaşımına ait 8000 µN-9500 µN aralığındaki yüklenme eğrisi

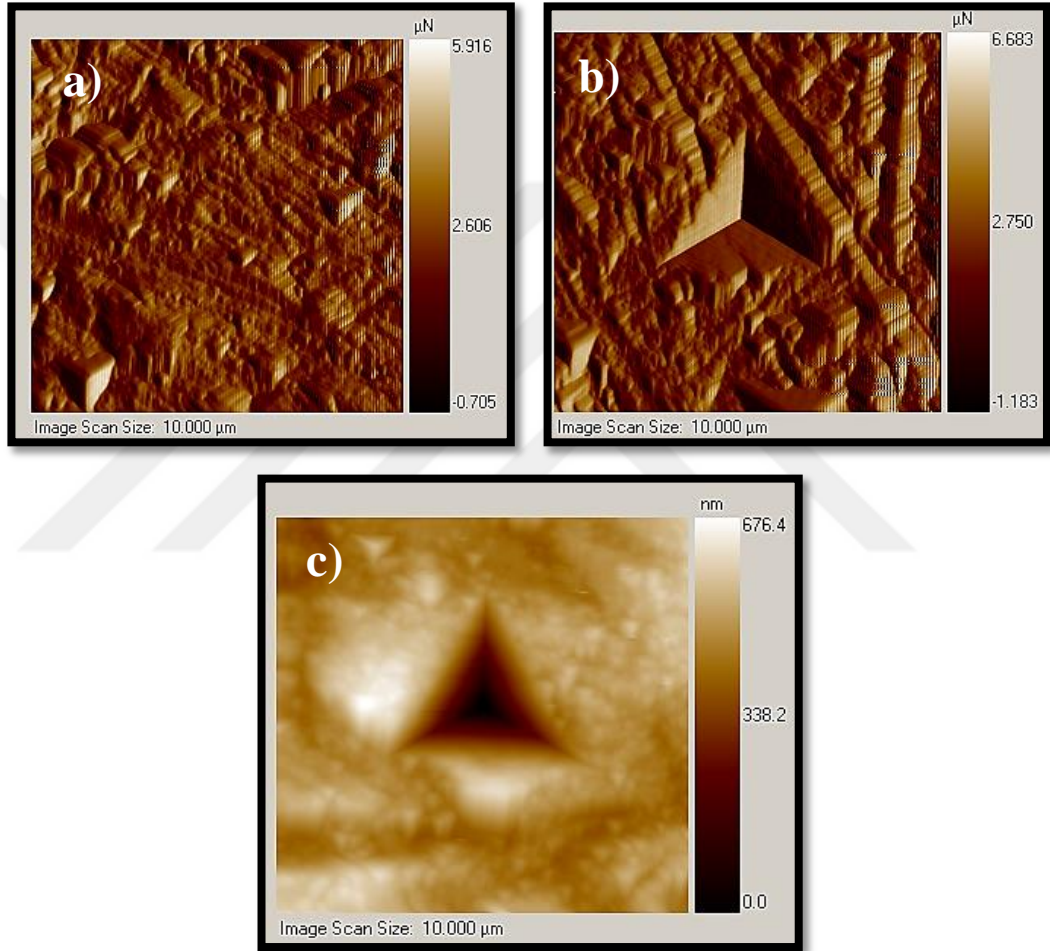
Şekil 4.44. incelendiğinde uygulanan yükün artması ile beraber yaklaşık 8800 µN yükte çentik derinliğinde 4 nm'lik ani bir artış meydana gelmiştir.

AZ31-6h alaşımına ait kademeli yük-yerdeğiştirme eğrisi Şekil 4.41.'de incelenmiştir. AZ31-6h alaşımının her bir yük için hesaplanan dinamik nanosertlik değerinin uygulanan maksimum yüke bağlı değişim grafiği Şekil 4.45.'te verilmiştir.



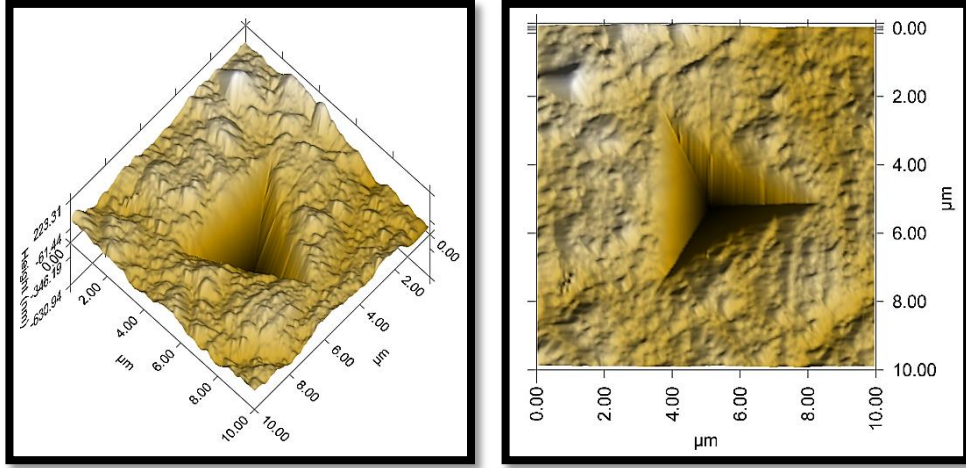
Şekil 4.45. AZ31-6h alaşımına ait H_d-P_{maks} grafiği

Şekil 4.45. incelendiği zaman AZ31-6h alaşımının sertliği uygulanan yüklerle beraber artmaktadır. Ancak yaklaşık 8000 μN 'luk yükte plato bölgesine geçişin başladığı gözlemlenmektedir. AZ31-6h alaşımının dinamik nanosertliğinin yüke bağlı değişimi Knoop ve Vickers statik sertlik analizlerindeki ÇBE davranışından farklı olarak TÇBE davranışı göstermiştir. AZ31-6h alaşımına ait STM görüntüleri Şekil 4.46.'da verilmiştir.



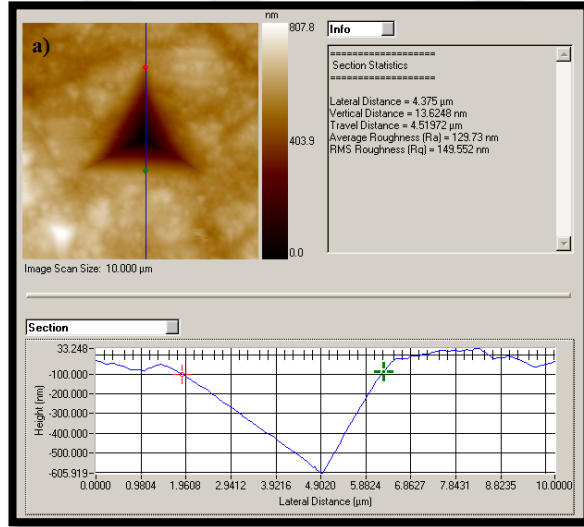
Şekil 4.46. AZ31-6h alaşımına ait a) Yüze görüntüsü b) çentik sonrası yüze görüntüsü c) çentik sonrası yüze topografyasının STM görüntüsü

Şekil 4.46.'da AZ31-6h alaşımına ait çentik öncesi yüze görüntüsü ve çentik sonrası yüze görüntüleri verilmiştir. Şekilde açıkça görüldüğü gibi AZ31-6h alaşımının pürüzlü bir yüze vardır. Yüze ve çentiğin ayrıntılı analizi için AZ31-6h alaşımına ait 3D yüze görüntüsü ve yüze pürüzlülük analizleri Şekil 4.47.-Şekil 4.50.'de verilmiştir.



Şekil 4.47. AZ31-6h alaşımına ait Şekil 4.46.'da verilen çentiğin 3D görüntüsü

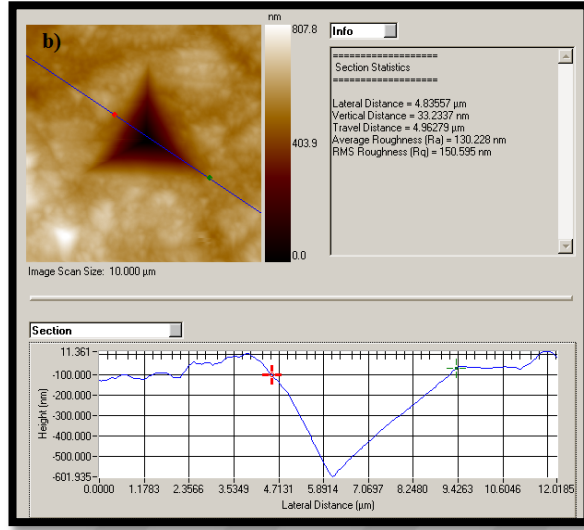
Şekil 4.47.'de 3D görüntüsü verilen çentik incelendiği zaman AZ31-6h alaşımının yüzeyinde plastik deformasyon meydana geldiği açıkça gözlemlenmektedir. Ayrıca görüntüden de anlaşıldığı gibi çentiğin kenarlarında çökmeler (pop-in) vardır ve bu durum yük-yerdeğiştirme eğrileri ile uyum göstermektedir. AZ31-6h alaşımının yüzeyinde oluşturulan çentiğin ayrıntılı analizi Şekil 4.48.- Şekil 4.50.'de verilmektedir.



Şekil 4.48. AZ31-6h alaşımında oluşturulan çentiğin 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi

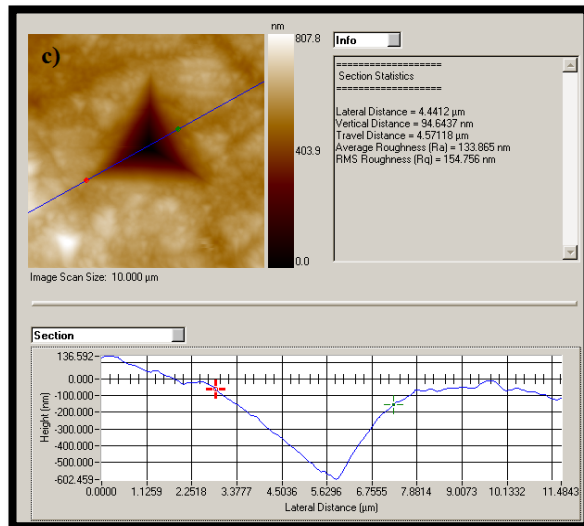
Şekil 4.48.'de AZ31-6h alaşımında oluşturulan çentiğin 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsü verilmiştir. 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsüne göre AZ31-6h alaşımının ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve RMS yüzey pürüzlülüğü (Rq) sırasıyla 129,730 nm

ve 149,552 nm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.49. AZ31-6h alaşımında oluşturulan çentiğin 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi

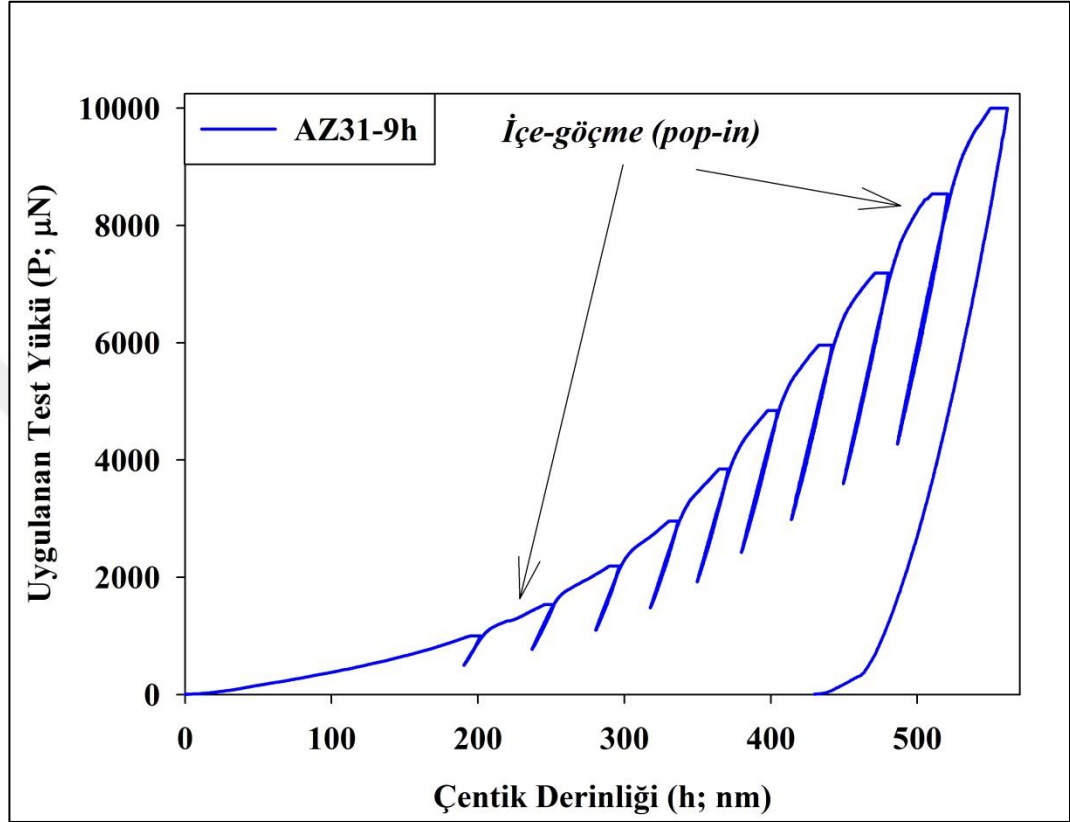
Şekil 4.49.'da AZ31-6h alaşımında oluşturulan çentiğin 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsü verilmiştir. 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsüne göre AZ31-6h alaşımının ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve RMS yüzey pürüzlülüğü (Rq) sırasıyla 130,228 nm ve 150,595 nm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.50. AZ31-6h alaşımında oluşturulan çentiğin 'c' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi

Şekil 4.50.'de AZ31-6h alaşımında oluşturulan çentiğin 'c' ayrıtından alınan STM

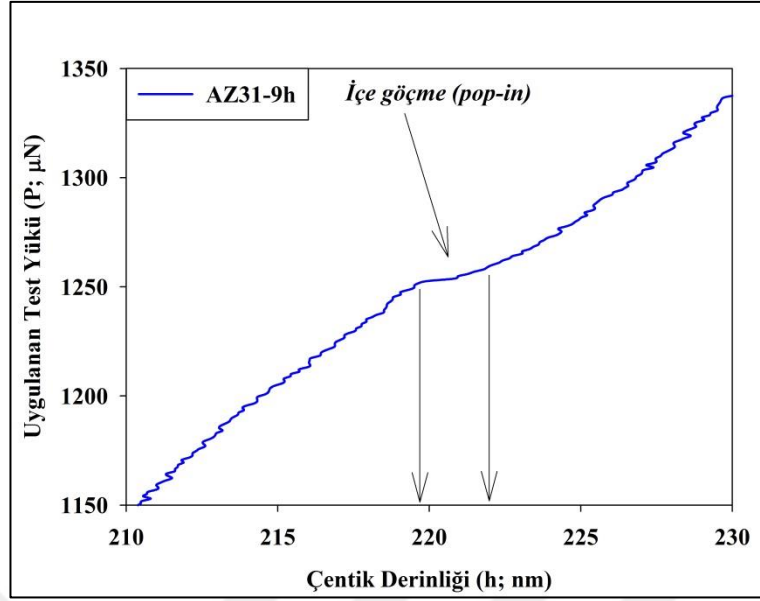
görüntüsü verilmiştir. 'c' ayırından alınan STM görüntüsüne göre AZ31-6h alaşımının ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve RMS yüzey pürüzlülüğü (Rq) sırasıyla 133,865 nm ve 154,756 nm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.51. AZ31-9h alaşımına ait yük-yerdeğiştirme grafiği

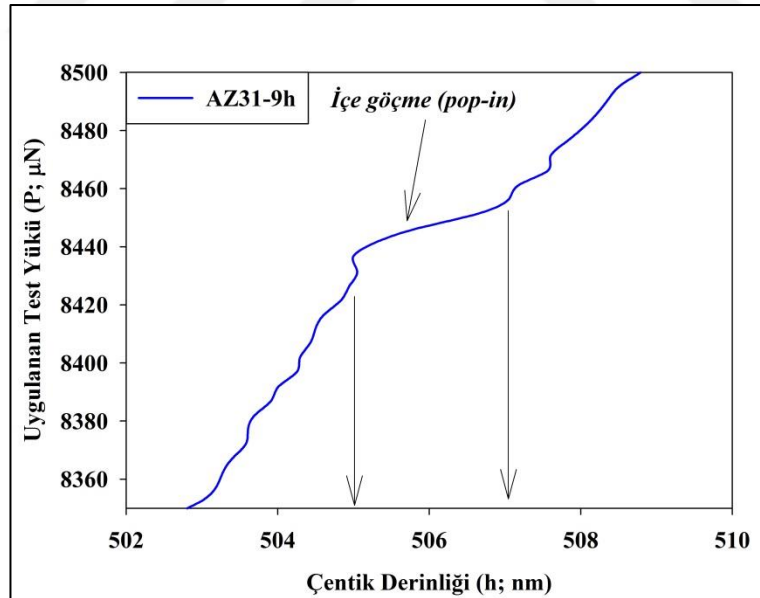
AZ31-9h alaşımına ait P-h grafiği (Şekil 4.51.) incelendiğinde 1000 μN 'dan 10000 μN 'a yük arttıkça çentik derinliğinin yükün artması ile birlikte arttığı görülmektedir. AZ31-9h alaşımı için elde edilen grafikte gerek yükleme gerekse boşaltma eğrilerinde herhangi bir süreksizlik görülmemektedir. Ancak AZ31-9h alaşımının bazı yükleme bölgelerinde dalgalanmalar ve literatürde 'pop-in' olarak ifade edilen süreksizlikler görülmektedir (Stus ve ark.; 2005; Şahin, 2006; Şahin ve ark., 2008; Zhang ve Chang, 2009; Ebisu ve Horibe, 2010; Durst ve ark.,2011; Wang ve ark., 2014; Kalidindi ve Pathak, 2015; Ma ve ark., 2015; Gu ve Xiong, 2015).

AZ31-9h alaşımına ait içe göçme (pop-in) davranışının meydana geldiği bölgelerin yükleme eğrileri ayrıntılı olarak Şekil 4.52.'de, Şekil 4.53.'te ve Şekil 4.54.'te verilmektedir.



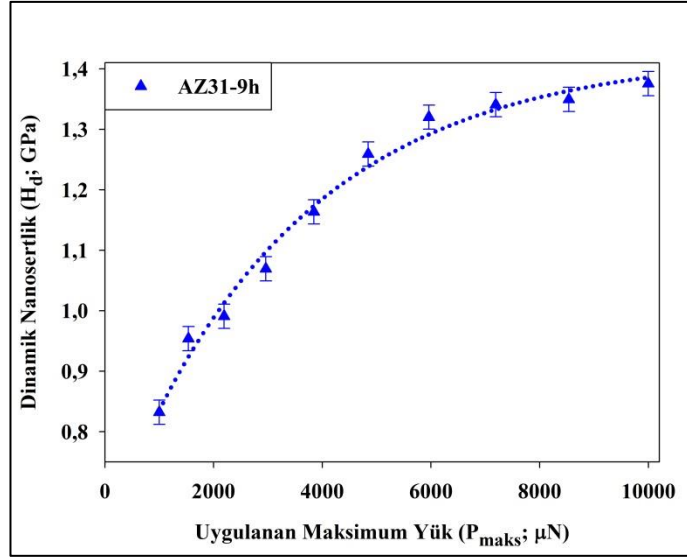
Şekil 4.52. AZ31-9h alaşımına ait 1000 µN-1500 µN aralığındaki yükleme eğrisi

Şekil 4.52. incelendiğinde uygulanan yükün artması ile beraber yaklaşık 1250 µN yükte çentik derinliğinde 3 nm'lik ani bir artış meydana gelmiştir. Şekil 4.53.'te de benzer bir durum görülmektedir.



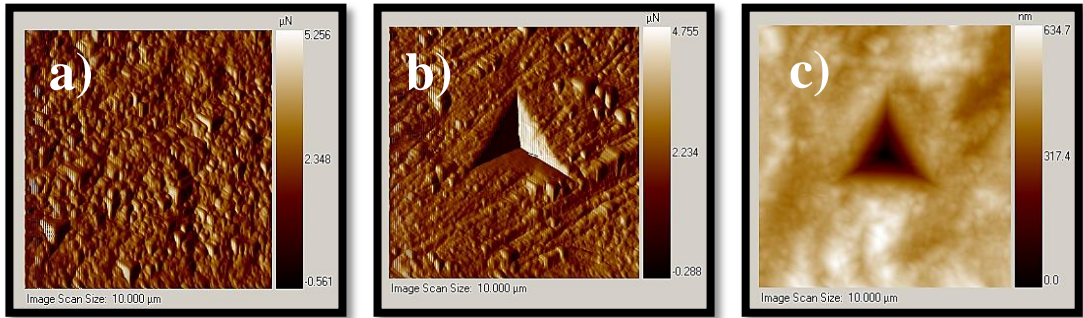
Şekil 4.53. AZ31-9h alaşımına ait 8250 µN-8500 µN aralığındaki yükleme eğrisi

AZ31-9h alaşımına ait kademeli yük-yerdeğiştirme eğrisi Şekil 4.51.'de incelenmiştir. AZ31-9h alaşımının her bir yük için hesaplanan dinamik nanosertlik değerinin uygulanan maksimum yüke bağlı değişim grafiği Şekil 4.54.'te verilmiştir.



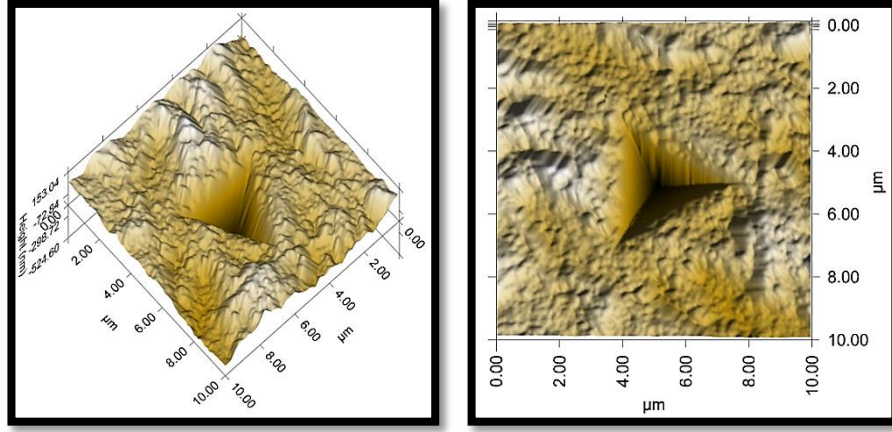
Şekil 4.54. AZ31-9h alaşımına ait H_d-P_{maxs} grafiği

Şekil 4.54. incelendiği zaman AZ31-9h alaşımının sertliği uygulanan yüklerle beraber artmaktadır. Ancak yaklaşık 6000 µN'luk yükte plato bölgesine geçişin başladığı gözlemlenmektedir. AZ31-9h alaşımının dinamik nanosertliğinin yüke bağlı değişimi Knoop ve Vickers statik sertlik analizlerindeki ÇBE davranışından farklı olarak TÇBE davranışı göstermiştir. AZ31-9h alaşımına ait STM görüntüleri Şekil 4.55.'te verilmiştir.



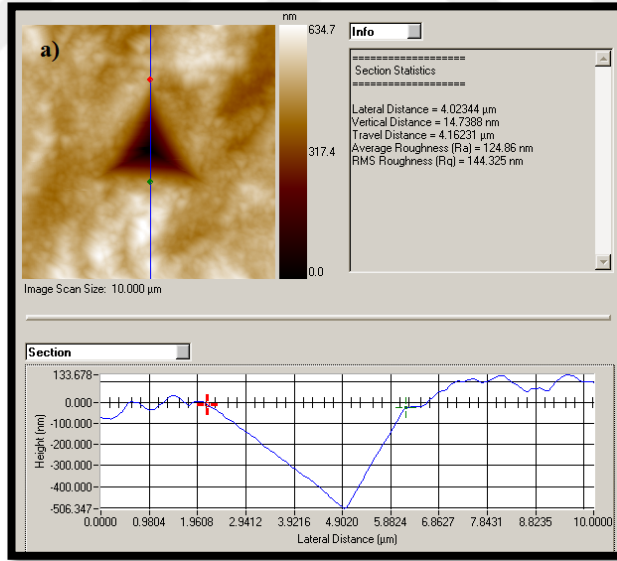
Şekil 4.55. AZ31-9h alaşımına ait a) Yüzey görüntüsü b) çentik sonrası yüzey görüntüsü c) çentik sonrası yüzey topografyasının STM görüntüsü

Şekil 4.55.'te AZ31-9h alaşımına ait çentik öncesi yüzey görüntüsü ve çentik sonrası yüzey görüntüleri verilmiştir. Şekilde açıkça görüldüğü gibi AZ31-6h alaşımının pürüzlü bir yüzeyi vardır. Yüzeyin ve çentiğin ayrıntılı analizi için AZ31-9h alaşımına ait 3D yüzey görüntüsü ve yüzey pürüzlülük analizleri Şekil 4.56.-Şekil 4.59.'da verilmiştir.



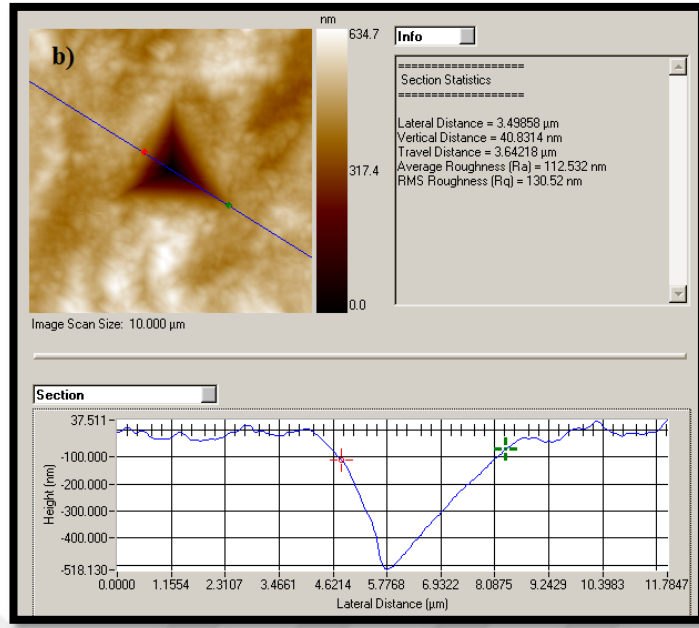
Şekil 4.56. AZ31-9h alaşımına ait Şekil 4.55.'te verilen çentiğin 3D görüntüsü

Şekil 4.56.'da 3D görüntüsü verilen çentik incelendiği zaman AZ31-9h alaşımının yüzeyinde plastik deformasyon meydana geldiği açıkça gözlemlenmektedir. Ayrıca görüntüden de anlaşıldığı gibi çentiğin kenarlarında çökmeler (pop-in) vardır ve bu durum yük-yerdeğiştirme eğrileri ile uyum göstermektedir. AZ31-9h alaşımının yüzeyinde oluşturulan çentiğin ayrıntılı analizi Şekil 4.57.- Şekil 4.59.'da verilmektedir.



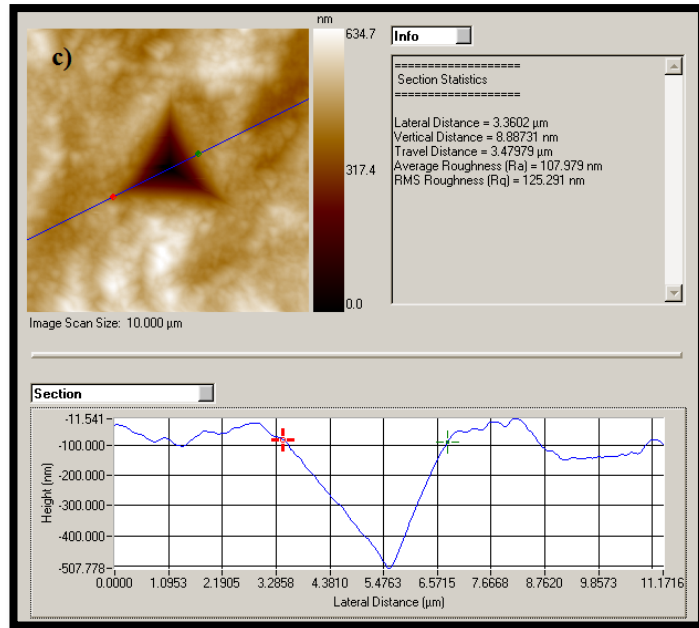
Şekil 4.57. AZ31-9h alaşımında oluşturulan çentiğin 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi

Şekil 4.57.'de AZ31-9h alaşımında oluşturulan çentiğin 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsü verilmiştir. 'a' ayrıtından alınan STM görüntüsüne göre AZ31-9h alaşımının ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve RMS yüzey pürüzlülüğü (Rq) sırasıyla 124,860 nm ve 144,325 nm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.58. AZ31-9h alaşımında oluşturulan çentiğin 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi

Şekil 4.58.'de AZ31-9h alaşımında oluşturulan çentiğin 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsü verilmiştir. 'b' ayrıtından alınan STM görüntüsüne göre AZ31-9h alaşımının ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve RMS yüzey pürüzlülüğü (Rq) sırasıyla 112,532 nm ve 130,520 nm olarak ölçülmüştür.



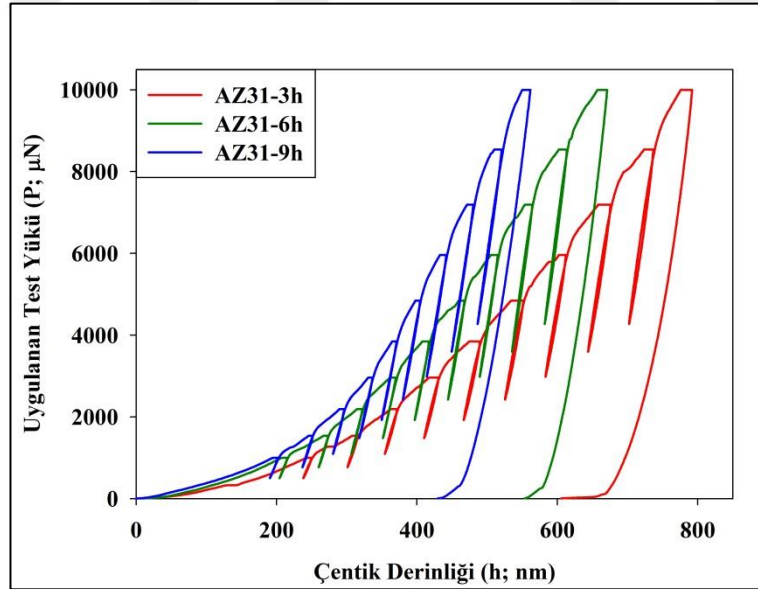
Şekil 4.59. AZ31-9h alaşımında oluşturulan çentiğin 'c' ayrıtından alınan STM görüntüsünün analizi

Şekil 4.59.'da AZ31-9h alaşımında oluşturulan çentiğin 'c' ayırıtından alınan STM görüntüsü verilmiştir. 'c' ayırıtından alınan STM görüntüsüne göre AZ31-9h alaşımının ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve RMS yüzey pürüzlülüğü (Rq) sırasıyla 107,979 nm ve 125,291 nm olarak ölçülmüştür.

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının yüzey analizleri, yük-yerdeğiştirme eğrileri ve sertliğin yüke bağlı değişimini gösteren grafikler ayrı ayrı incelenmiştir. Şimdi ise yük-yerdeğiştirme eğrileri ve H_d - P_{maks} grafikleri karşılaştırmalı olarak incelenecektir.

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarına ait uygulanan test yükü-çentik derinliği grafiği Şekil 4.60.'ta bir arada verilmiştir. Yük-yerdeğiştirme eğrileri yükün kontrollü bir şekilde artırılıp azaltılmasıyla elde edilmiştir. 10000 μ N'a kadar uygulanan her bir yük için yerdeğiştirme ve nanosertlik değerleri hesaplanmıştır. Alaşımların sertlik değerleri Denklem 4.19. kullanılarak hesaplandı.

$$H_d = 0,0408 \frac{P_{maks}}{h_c^2} \quad (4.19.)$$



Şekil 4.60. AZ31 alaşımlarına ait yük-yerdeğiştirme eğrileri

Şekil 4.60.'ta AZ31 alaşımlarına ait uygulanan test yükünün çentik derinliğine bağlı değişimi verilmektedir. Şekilden öğütme süresinin artması ile çenticinin alaşımların içerisindeki ilerleme miktarının azaldığı görülmektedir. Deneylede

kullanılan yüklerin aynı ve deney prosedürünün aynı olması sebebiyle öğütme süresinin artması alaşımların sertliğini de arttırmaktadır.

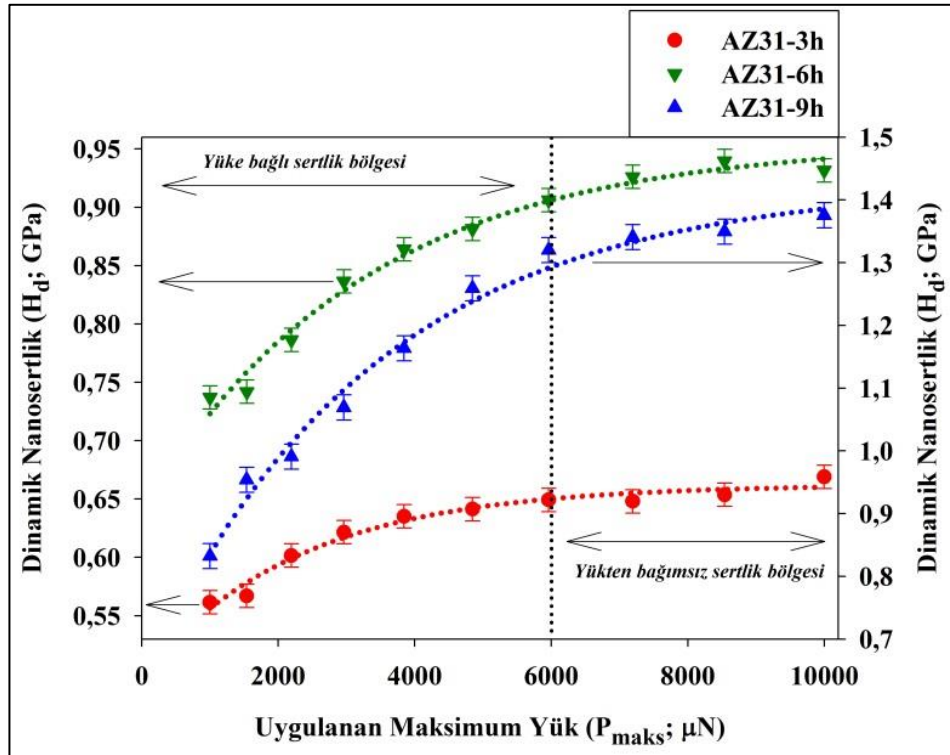
AZ31 alaşımlarına ait Şekil 4.60.'ta verilen yük yerdeğiştirme eğrileri incelendiği zaman belirli yüklerde malzemelerin çentik derinliğinde ani bir artış meydana geldiği görülmüştür. Literatürde içe göçme (pop-in) olarak ifade edilen bu davranışın malzemelerde meydana gelen ani plastik deformasyonlardan (Schuh, 2006), dislokasyonlardan kaynaklandığı ve ayrıca kristalin farklı düzlemlerinde içe göçme davranışının gözlemlenebileceği ifade edilmiştir (Stus ve ark., 2005; Schuh ve ark., 2006; Şahin ve ark., 2008; Zhang ve Chang, 2009; Ebisu ve Horibe, 2010; Durst ve ark., 2011; Wang ve ark., 2014; Ma ve ark., 2015; Pathak ve Kalidindi, 2015). AZ31 alaşımlarına ait yük-yerdeğiştirme eğrilerinde yükün uygulanmaya başladığı andan itibaren yükleme bölgelerinde dalgalanmalar oluşmaktadır. Bu dalgalanmalar belli yüklerde çentik derinliğinin aniden artmasıyla malzeme içyapılarında süreksiz bölgeler olduğunu göstermektedir. Çentiğin bulunduğu bölgenin iç tabakalarındaki süreksizlik ve dislokasyon yoğunlukları ani plastik deformasyonlara neden olarak içe göçme davranışını oluşturmaktadır. Literatürde farklı çalışmalarda magnezyum ve magnezyum alaşımları için içe göçme davranışı gözlemlenmiştir (Burgess ve ark., 2008; Somekawa ve Schuh, 2011, 2013; Choi ve ark., 2013; Prado ve ark., 2014; Guo ve ark., 2015).

Stus ve arkadaşları (2005) çalışmalarında lityum borat kristalinin (100) düzleminde içe göçme (pop-in) etkisi gözlemlenirken (112), (001) ve (011) düzlemlerinde gözlemlenmediğini ve bu durumun (100) düzlemindeki dislokasyon yoğunluğundan ve süreksizliklerden kaynaklandığını ifade etmişlerdir. Burges ve arkadaşları (2008) çalışmalarında $Mg_{65}Cu_{25}Y_{10}$ alaşımının yükleme eğrilerinde dalgalanmalar ve içe göçme davranışı gözlemlenmiştir. Zhang ve Chang (2009) silikondan elde ettikleri yük-yerdeğiştirme eğrilerinde içe göçme davranışı gözlemlenmiştir. Bu durumu silikon yüzeyinde meydana gelen ani plastik deformasyonların kritik bir yükte içe göçme davranışına neden olduğu şeklinde izah etmişlerdir. Ebisu ve Horibe (2010) hekzagonal kristal yapıya sahip malzemelerde yapmış oldukları çalışmada çoklu içe göçme davranışı gözlemlenmiştir. Somekawa ve Schuh (2011) çalışmalarında Mg alaşımlarında plastik deformasyonun başlaması ile birlikte kritik bir yükte içe göçme davranışı oluştuğunu ve bu durumun çentiğin altında kalan alandaki dislokasyon yoğunlukları ile ilişkili olduğunu ifade etmişlerdir. Durst ve

arkadaşları (2011) CaF₂ tek kristallerinde içe göçme davranışı gözlemlemişlerdir. Choi ve arkadaşları (2013) çalışmalarında Mg tek kristallerinde içe göçme davranışı gözlemlemişlerdir. Guo ve arkadaşları (2015) çalışmalarında AZ31 alaşımlarının nanoçentik testlerinde içe göçme davranışı gözlemlemişlerdir.

AZ31 alaşımlarına ait yük-yerdeğiştirme eğrileri ve literatürdeki çalışmalar kıyaslandığı zaman mekanik alaşımlama ile üretilen AZ31 alaşımlarının iç tabakalarında süreksizlikler olduğu ve öğütme süresinin artmasıyla beraber artan dislokasyon yoğunluklarının malzemenin nanoçentik deneylerinde içe göçme davranışına neden olduğu sonucuna varılmaktadır. Bu durum uygulanan her bir yüke karşı malzemelerin dinamik sertlik analizlerini önemli kılmaktadır.

AZ31 alaşımlarına ait dinamik nanosertliğin-uygulanan maksimum yüke bağlı (H_d - P_{maks}) değişimi Şekil 4.61.'de verilmiştir. Şekil 4.61.'de verilen eğriler incelendiği zaman AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının dinamik nanosertlik değerleri uygulanan yükle artmaktadır. Ancak AZ31-3h alaşımı yaklaşık 4000 μ N, AZ31-6h alaşımı yaklaşık 8000 μ N ve AZ31-9h alaşımı ise yaklaşık 6000 μ N'luk yükte plato bölgesine geçişin başladığı görülmektedir. Bu yük değerleri sonrasında küçük dalgalanmalar dışında nanosertlik değerleri hemen hemen değişim göstermemektedir.



Şekil 4.61. AZ31 alaşımlarına ait H_d - P_{maks} grafiği

Bu durum statik sertlik deneylerinde de ifade edilmiş olan TÇBE davranışıdır. Literatürde birçok çalışmada TÇBE gözlemlenmiştir (Sangwal, 2000; Gong ve ark., 2001; Sangwal, 2009; Liu ve ark., 2009; Kavetsky ve ark., 2010; Awad ve ark., 2011; Güder ve ark., 2011; Dogruer ve ark., 2013). Alaşımların dinamik nanosertlik deneylerinden elde edilen H_d-P_{maks} grafiğinin plato bölgesindeki yükten bağımsız sertlik değerleri AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımları için sırasıyla 0,669 GPa, 0,932 GPa ve 1,376 GPa olarak hesaplanmıştır.

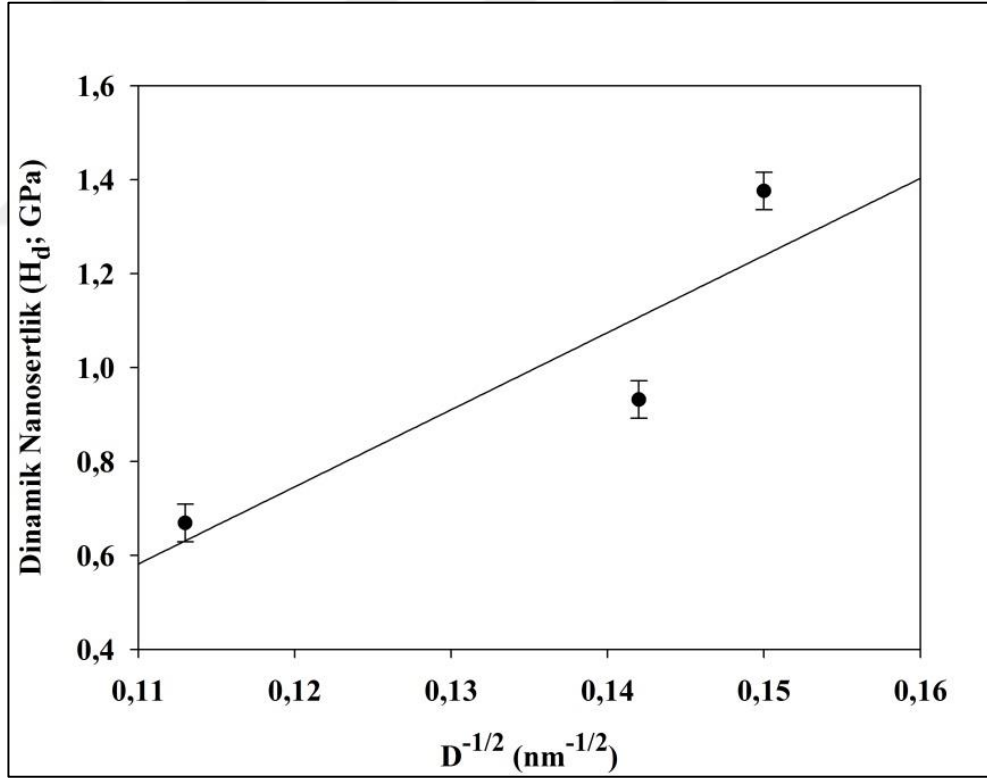
Çentik boyutu etkisi (ÇBE) davranışından farklı olarak TÇBE davranışında yükün artması ile birlikte sertlik de artmaktadır (Sangwal, 2000; Gong ve ark., 2001; Sangwal, 2009; Liu ve ark., 2009; Kavetsky ve ark., 2010; Awad ve ark., 2011; Güder ve ark., 2011; Dogruer ve ark., 2013). Literatürde bu durumun nedeni üzerine birçok fikir öne sürülmüştür. Küçük yüklerde çentici körlüğünden ve titreşim etkisinden (Westbrook, 1967; Hanneman ve Westbrook, 1968) kristalde ara yüzeye yakın deforme olmuş bir bölgeden (Berzina ve Sawintsev, 1965; Sangwal, 1971) kaynaklanabileceği ifade edilmiştir. Ayrıca küçük yüklerde numunenin ufalanması ile uygulanan yükteki kayıp (Banerjee ve Feltham, 1974) ve çentme sırasında meydana gelen ani plastik deformasyonlardan ve çatlaklardan (Adeva ve ark., 1995; Sangwal, 2000) kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Önceki çalışmalarda ters ÇBE davranışının gözlemlenmiş olmasına rağmen bu davranış hala tam olarak açıklanamamaktadır. Ancak AZ31 alaşımlarının yük-yerdeğiştirme eğrilerinde görülen dalgalanmalar ve içe göçme (pop-in) davranışının malzemelerin mikroyapısındaki kusurlarla, dislokasyon yoğunlukları ve malzeme yüzeyinde meydana gelen ani plastik deformasyonlarla ilişkili olduğu literatürde yapılan birçok çalışmada ifade edilmiştir. Ayrıca TÇBE davranışının plastik deformasyona maruz kalan tek kristal yüzeylerinde (Arora ve ark., 1984; Bull ve ark., 1989; Li ve ark., 1994) ve sadece plastik deformasyona uğrayan malzemelerde (Sangwal, 2000) meydana geldiği de literatürde ifade edilmektedir.

Literatürde yapılan çalışmalar, yük-yerdeğiştirme eğrileri ve sertliğin yüke bağlı değişim grafikleri karşılaştırıldığında bu tez çalışmasında kullanılan AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının yükleme eğrilerinde ortaya çıkan içe göçme davranışı ile nanosertliğin yüke bağlı değişimini gösteren grafiklerdeki TÇBE davranışı arasında bir ilişki olduğu öne sürülebilir. Çünkü hem TÇBE, hem de içe göçme (pop-in) davranışı

malzemelerde oluşan plastik deformasyonlarla, kristal düzlemleriyle ve dislokasyon yoğunlukları ile ilişkilendirebilir.

Sonuç olarak AZ31 alaşımlarının dinamik nanosertlik analizleri incelendiğinde öğütme süresinin artması ile malzemelerin yükten bağımsız sertliğinin arttığı görülmektedir. Yük-yerdeğiştirme eğrilerine göre malzemenin iç tabakalarında süreksizlikler olduğu görülmektedir ve AZ31 alaşımlarının üçünde de TÇBE davranışı ortaya çıkmaktadır. Elde edilen sonuçlardan yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için literatürde kullanılan farklı yaklaşımlar kullanılacaktır. Bununla birlikte alaşımlara ait nanosertlik değerlerinin kristalit boyutu ile ilişkisi (Wang ve ark., 2015) incelenecektir. AZ31 alaşımlarına ait dinamik nanosertlik- $D^{-1/2}$ grafiği Şekil 4.62.'de verilmektedir. Şekilden nanosertlik değerinin $D^{-1/2}$ ile lineer ilişkili olduğu görülmektedir. Bu durum elde edilen nanosertlik sonuçları ile uyum göstermektedir.



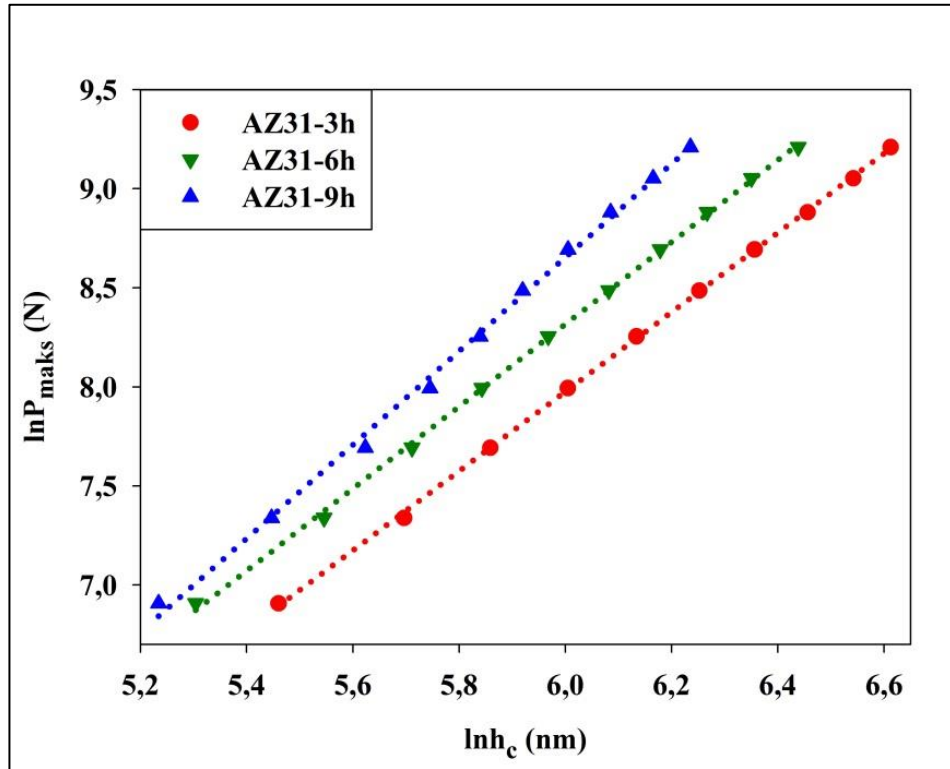
Şekil 4.62. AZ31 alaşımlarına ait Berkoviç nanoçentiden elde edilen $H_d-D^{-1/2}$ grafiği

Şekil 4.62.'den Hall-Petch denklemi $H(D)=16,42D^{-1/2}-1,224$ şeklinde elde edilmiştir. Denkleme göre örgü sürtünme gerilmesi -1,224 GPa ve k_{H-P} değeri 16,42 GPa.nm^{1/2} dir.

Şekil 4.61.'de her üç AZ31 alaşımı için elde edilen nanosertlik-yük grafiklerinin analizleri ayrı ayrı yapılarak literatür ile kıyaslaması yapılacaktır.

4.3.1. Meyer Kanunu'na Göre Analiz

Farklı tür malzemelerde gözlemlenen ÇBE ve ters ÇBE davranışlarının analizi ilk olarak Meyer Kanunu ile yapılmaktadır. Bu kanuna göre; numuneye uygulanan yük P_{maks} ile çentik derinliği h_c arasındaki ilişki $P_{maks} = Kh_c^n$ şeklinde ifade edilir. Denklemdaki 'n' ve 'K' sabiti $\ln P_{maks} - \ln h_c$ grafiğinden elde edilen sabit sayılardır. Denklemdaki 'n' sabiti Meyer üssüdür. Malzemelerde oluşan ÇBE ve ters ÇBE davranışlarının bir ölçüsüdür. Literatürde yapılan farklı tür malzemelerdeki çalışmalarda 'n' sabitinin ikiden büyük olması durumunda TÇBE, ikiden küçük olması durumunda ÇBE gözlemlendiği ifade edilmiştir (Gong ve ark., 2004; Güçlü ve ark., 2008; Şahin ve ark., 2008; Milman ve ark., 2011; Machaka ve ark., 2011; Özmetin ve ark., 2015). AZ31 alaşımlarına ait $\ln P_{maks} - \ln h_c$ grafiği Şekil 4.63.'te ve elde edilen veriler Çizelge 4.18.'de verilmiştir. Grafikten elde edilen 'n' değerleri ikiden büyük çıkmıştır. Bu nedenle Meyer kanunu AZ31 alaşımlarının TÇBE davranışını açıklamak için uygundur.



Şekil 4.63. AZ31 alaşımlarına ait $\ln P_{maks} - \ln h_c$ grafiği

Çizelge 4.18. AZ31 alaşımlarına ait Meyer kanunundan elde edilen veriler

<i>Numune</i>	<i>lnK</i>	<i>K</i>	<i>n</i>	<i>r²</i>
<i>AZ31-3h</i>	-4,046	0,0175	2,004	0,999
<i>AZ31-6h</i>	-4,124	0,0162	2,073	0,999
<i>AZ31-9h</i>	-5,527	0,0040	2,363	0,997

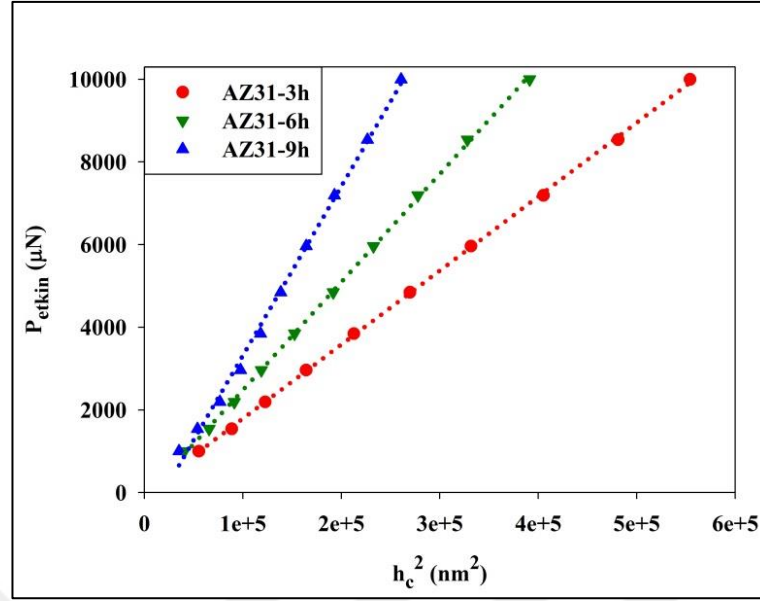
Meyer Kanunu kullanılarak yapılan analiz ile AZ31 alaşımlarındaki ÇBE ve TÇBE davranışı belirlenmesine rağmen alaşımların yükten bağımsız sertliği hesaplanamamaktadır. Bu sebeple her bir alaşımın yükten bağımsız sertliğini hesaplamak için literatürde kullanılan diğer yaklaşımlar kullanılarak sırası ile analiz yapılacaktır. Bu analizlerden AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertliğini hesaplamak için kullanılacak en uygun yaklaşım belirlenmeye çalışılacaktır.

4.3.2. Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertliğini hesaplamak için kullanılan en yaygın yaklaşımlardan biri de Hays-Kendall yaklaşımıdır. Bu yaklaşım Hays ve Kendall tarafından 1973 yılında farklı malzemelerin çentik boyutu etkisi davranışlarını incelemek amacıyla literatüre kazandırılmıştır. Hays ve Kendall (1973) çalışmalarında malzemeye uygulanan yükün belli bir değerin altında olması durumunda numune yüzeyinde sadece elastik deformasyon meydana geleceğini ifade etmişlerdir. Bu nedenle numuneye uygulanan yükün P_{maks} değil etkin yük olduğunu (P_{etkin}) ifade etmişlerdir. Yükten bağımsız sertliği hesaplayabilmek için $P_{etkin} = P_{maks} - W$ şeklinde ifade etmişlerdir. Denklemden W malzemelerin yüzeyinde plastik deformasyon oluşturabilmek için gerekli olan minimum yükü ifade eder. Bu değer $P_{etkin}-h_c^2$ grafiğinden elde edilir ve Denklem 4.20. kullanılarak yükten bağımsız sertlik (H_{HK}) değeri hesaplanır.

$$H_{HK} = \sigma \left(\frac{P_{etkin}}{h_c^2} \right) = \sigma \left(\frac{P_{maks} - W}{h_c^2} \right) = \sigma C = 0,0408C \quad (4.20.)$$

Denklem 4.20.'deki σ sabiti Berkoviç çentisinin geometrisinden kaynaklanan sabit sayıyı, C ise $P_{etkin}-h_c^2$ grafiğinin eğimini ifade eder. AZ31 alaşımlarının HK yaklaşımından elde edilen verileri Çizelge 4.19.'da ve $P_{etkin}-h_c^2$ grafiği Şekil 4.64.'te verilmiştir.



Şekil 4.64. AZ31 alaşımlarına ait $P_{\text{aktif}}-h_c^2$ grafiği

Çizelge 4.19. AZ31 alaşımlarına ait W ve H_{HK} verileri

Numune	W (μN)	C ($\mu N/nm^2$)	H_{HK} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	-2,514	0,0179	0,730	0,669	0,999
AZ31-6h	-136,703	0,0262	1,069	0,932	0,999
AZ31-9h	-782,121	0,0410	1,672	1,376	0,997

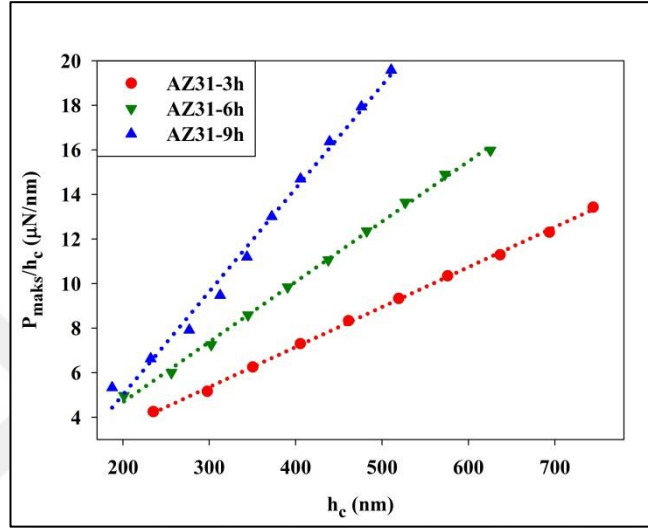
Çizelge 4.19.'daki veriler incelendiğinde HK yaklaşımından elde edilen yükten bağımsız sertlik (H_{HK}) değerleri dinamik nanosertlik deneylerinden elde edilen yükten bağımsız sertlik (H_{LI}) değerlerine göre farklılık göstermektedir. Bununla birlikte elde edilen W değerleri negatiftir. Negatif W değerinin fiziksel herhangi bir anlamı yoktur. Bu nedenler göz önünde bulundurulduğunda HK yaklaşımının AZ31 alaşımlarına ait yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için uygun olmadığı sonucu ortaya çıkmaktadır. Bu nedenle AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için farklı bir yaklaşım kullanılacaktır.

4.3.3 Orantılı Numune Direnci (PSR) Yaklaşımına Göre Analiz

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertliğini hesaplamak için kullanılan bir diğer yaklaşım Li ve Bradt tarafından 1993 yılında ortaya atılan Orantılı Numune Direnci (PSR) yaklaşımıdır. Bu yaklaşıma göre uygulanan yük çentik derinliği ile $P_{maks} = a_1 h_c + a_2 h_c^2$ şeklinde bir değişime sahiptir. Yükten bağımsız sertlik (H_{PSR})

değerlerini hesaplamak için $H_{PSR} = 0,0408 \frac{(P_{maks} - a_1 h_c)}{h_c^2} = 0,0408 a_2$ denklemi

kullanılır. Denklemdaki a_2 sabiti (P_{maks}/h_c) - h_c grafiğinin eğiminden hesaplanır. PSR modelinden elde edilen a_1 , a_2 ve H_{PSR} verileri Şekil 4.65.'te verilen (P_{maks}/h_c) - h_c grafiğinden elde edilmiş olup bu değerler Çizelge 4.20.'de verilmektedir.



Şekil 4.65. AZ31 alaşımına ait (P_{maks}/h_c) - h_c grafiği

Çizelge 4.20. AZ31 alaşımlarına ait a_1 , a_2 ve H_{PSR} verileri

Numune	a_1 ($\mu\text{N}/\text{nm}$)	a_2 ($\mu\text{N}/\text{nm}^2$)	H_{PSR} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	-0,0206	0,0179	0,730	0,669	0,999
AZ31-6h	-0,7202	0,0270	1,102	0,932	0,998
AZ31-9h	-4,2548	0,0463	1,889	1,376	0,990

Çizelge 4.20.'deki veriler incelendiğinde PSR yaklaşımından elde edilen yükten bağımsız sertlik (H_{PSR}) değerlerinin dinamik nanosertlik deneylerinden elde edilen yükten bağımsız sertlik (H_{LI}) değerlerine göre oldukça farklı olduğu görülmektedir. Sonuçlar AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için PSR yaklaşımının uygun olmadığını göstermektedir. Bu nedenle AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için farklı bir yaklaşım kullanılacaktır.

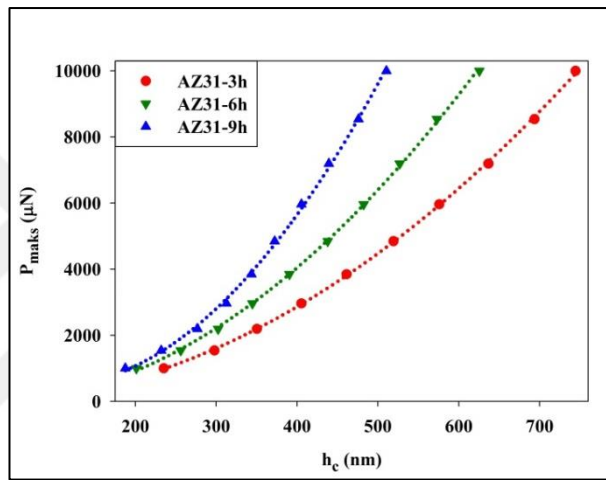
4.3.4. Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci (MPSR) Yaklaşımına Göre Analiz

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertliğini hesaplamak için kullanılan bir diğer yaklaşım olan Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci (MPSR) yaklaşımı, PSR

yaklaşımının düzeltilmiş halidir. (Gong ve ark., 1999). MPSR yaklaşımında P_{maks} , $P_{maks} = a_0 + a_1 h_c + a_2 h_c^2$ formülü ile tanımlanmıştır. Bu yaklaşıma göre yükten bağımsız sertlik (H_{MPSR}) değerlerinin hesaplanabilmesi için

$$H_{MPSR} = 0,0408 \frac{P_{etkin}}{h_c^2} = 0,0408 \left(\frac{P_{maks} - a_0 - a_1 h_c}{h_c^2} \right) = 0,0408 a_2 \quad \text{denklemi kullanılır.}$$

Sertliğin hesaplanmasında kullanılan a_2 sabiti P_{maks} - h_c grafiğinden hesaplanır. AZ31 alaşımlarına ait P_{maks} - h_c grafiği Şekil 4.66. ve MPSR yaklaşımından elde edilen a_0 , a_1 , a_2 ve H_{MPSR} değerleri Çizelge 4.21.'de verilmiştir.



Şekil 4.66. AZ31 alaşımlarına ait P_{maks} - h_c grafiği

Çizelge 4.21. AZ31 alaşımlarına ait a_0 , a_1 , a_2 ve H_{MPSR} verileri

Numune	a_0 (μN)	a_1 ($\mu\text{N}/\text{nm}$)	a_2 ($\mu\text{N}/\text{nm}^2$)	H_{MPSR} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	-10,765	0,0367	0,0179	0,730	0,669	0,999
AZ31-6h	-105,205	-0,165	0,0263	1,073	0,932	0,999
AZ31-9h	933,761	-10,433	0,0556	2,268	1,376	0,999

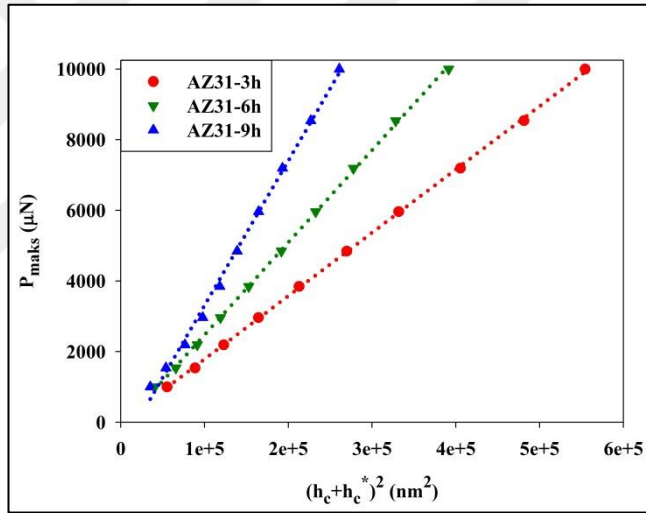
Çizelge 4.21.'deki veriler incelendiğinde MPSR yaklaşımından elde edilen yükten bağımsız sertlik (H_{MPSR}) değerlerinin dinamik nanosertlik deneylerinden elde edilen yükten bağımsız sertlik (H_{LI}) değerlerine göre oldukça farklı olduğu görülmektedir. Bu yaklaşıma göre elde edilen negatif a_0 değerinin herhangi bir fiziksel anlamı yoktur. Bu durum AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için MPSR yaklaşımının uygun olmadığını göstermektedir. Bu nedenle AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için farklı bir yaklaşım kullanılacaktır.

4.3.5. Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) Yaklaşımına Göre Analiz

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertliğini hesaplamak için kullanılan bir diğer yaklaşım Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) yaklaşımıdır (Weiss, 1987; Bull ve ark., 1989; Şahin ve ark., 2008). EPD yaklaşımının uygulanması için $P_{maks} = A_2 (h_c + h_c^*)^2$ şeklinde bir yük tanımlanır. Denklemdaki h_c^* değeri $\sqrt{P_{maks}} - h_c$ grafiğine fit edilen eğrinin eğiminden bulunur. EPD yaklaşımına göre yükten bağımsız

sertliği hesaplamak için $H_{EPD} = 0,0408 \frac{P_{maks}}{h_c^2} = 0,0408 A_2$ denklemi kullanılır.

Denklemdaki A_2 sabiti $P_{maks} - (h_c + h_c^*)^2$ grafiğinin eğiminden hesaplanır. AZ31 alaşımlarına ait $P_{maks} - (h_c + h_c^*)^2$ grafiği Şekil 4.67.'de ve grafikten elde edilen h_c^* , A_2 ve H_{EPD} değerleri Çizelge 4.22.'de verilmiştir.



Şekil 4.67. AZ31 alaşımlarına ait $P_{maks} - (h_c + h_c^*)^2$ grafiği

Çizelge 4.22. AZ31 alaşımlarına ait h_c^* , A_2 ve H_{EPD} verileri

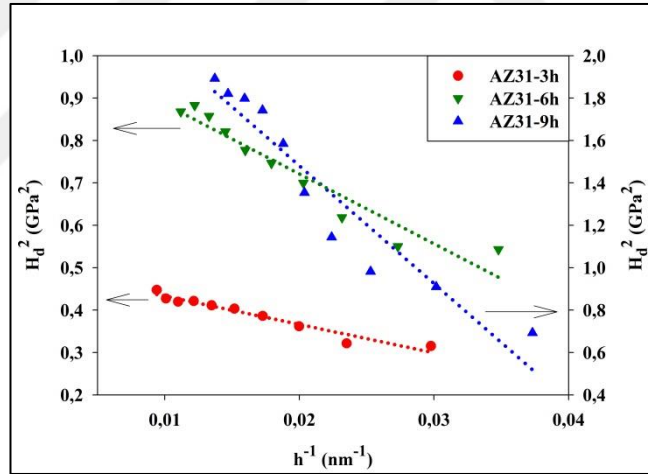
Numune	h_c^*	A_2 ($\mu N/nm^2$)	H_{EPD} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	0,134	0,0179	0,730	0,669	0,999
AZ31-6h	0,164	0,0261	1,065	0,932	0,999
AZ31-9h	0,218	0,0409	1,669	1,376	0,997

Çizelge 4.22. incelendiği zaman EPD yaklaşımından elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin (H_{EPD}) dinamik nanosertlik deneylerinden elde edilen yükten bağımsız sertlik (H_{LI}) değerlerinden uzak olduğu görülmektedir. Bu nedenle AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için EPD modeli uygun

olmayıp literatürde kullanılan bir başka yaklaşım ile hesaplama yapılacaktır.

4.3.6. Nix-Gao Yaklaşımına Göre Analiz

Literatürde malzemelerin yükten bağımsız sertliğini hesaplamak için kullanılan bir diğer yaklaşım Bölüm 4.2.1.'de ayrıntılı bir şekilde anlatılmış olan Nix-Gao (NG) yaklaşımıdır (Nix ve ark., 1998; Şahin ve ark., 2007). Yükten bağımsız sertliği hesaplamak için $H = H_0 \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}$ denklemi kullanılır. Denklemdaki H , deneyde kullanılan her bir yük için sertlik, h ve h^* çentinin şekli ve malzemeye bağlı karakteristik derinliktir. Bu denklemden yola çıkarak H_d^2-1/h grafiği çizilir grafiğin y eksenini kestiği noktanın karekökünden yükten bağımsız sertlik değerleri hesaplanır. Şekil 4.68.'de H_d^2-1/h grafiği verilmiştir. Grafikten elde edilen h^* ve H_{NG} değerleri Çizelge 4.23.'te verilmiştir.



Şekil 4.68. AZ31 alaşımlarına ait H_d^2-1/h grafiği

Çizelge 4.23. AZ31 alaşımlarına ait h^* ve H_{NG} verileri

Numune	h^*	H_{NG} (GPa)	H_{LI} (GPa)	r^2
AZ31-3h	-6,689	0,707	0,669	0,951
AZ31-6h	-16,473	1,025	0,932	0,922
AZ31-9h	-55,577	1,610	1,376	0,911

Çizelge 4.23. incelendiği zaman NG yaklaşımından elde edilen H_{NG} değerlerinin plato bölgesinden farklı olduğu görülmektedir. Ayrıca Şekil 4.68.'deki H_d^2-1/h grafiğine fit edilen eğrilerin uyum katsayıları oldukça düşüktür. Bu nedenle alaşımların yükten

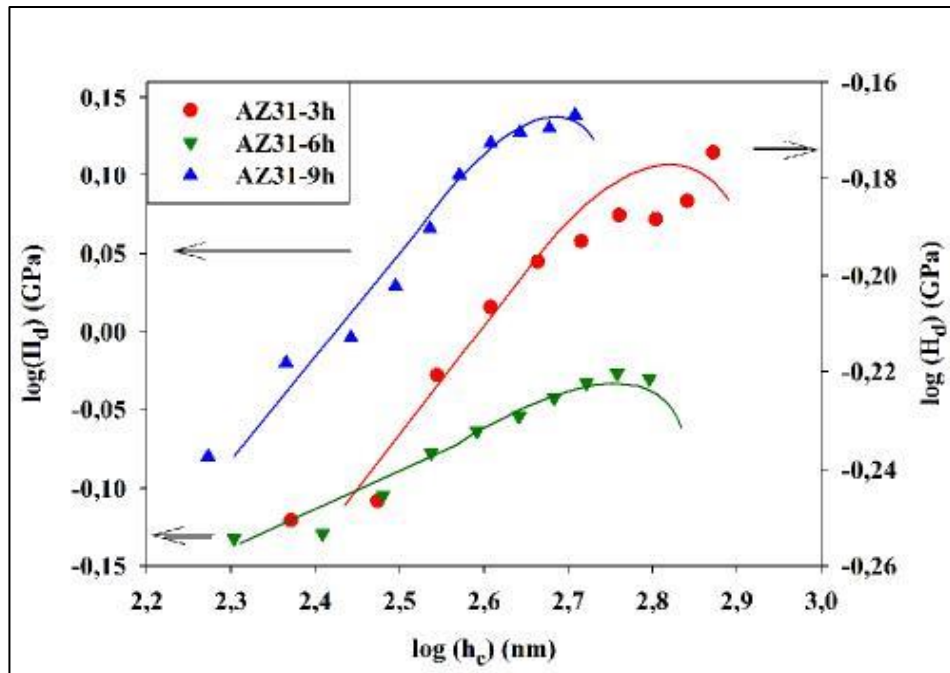
bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için NG yaklaşımı uyumlu olmayıp literatürde kullanılan bir başka yaklaşım ile hesaplama yapılacaktır.

4.3.7. Multifraktal (MFSL) Yaklaşımına Göre Analiz

Malzemelerin yükten bağımsız sertliklerini açıklamak için literatürde kullanılan bir diğer yaklaşım Multifraktal (MFSL) yaklaşımıdır (Carpinteri ve Puzzi, 2006). MFSL yaklaşımı Bölüm 4.2.1.'de ayrıntılı bir şekilde anlatılmıştır. Literatürde nanosertlik deneylerinde yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için MFSL yaklaşımının kullanıldığı çalışmalar vardır (Machaka ve ark., 2011). MFSL yaklaşımına göre yükten

bağımsız sertliği hesaplamak için $H_d = H_{MFSL} \sqrt{1 + \frac{h_c^*}{h_c}}$ denklemi kullanılır. Denklemden

h_c^* sabiti $\log(H_d) - \log(h_c)$ grafiğinden hesaplanır. Şekil 4.69.'da verilen grafikten h_c^* değerleri hesaplanılarak denklemden yerine yazılır ve MFSL yaklaşımına göre yükten bağımsız sertlik değerleri hesaplanır. Sertliğin hesaplanmasında kullanılacak H_d değerleri plato bölgesindeki değerlerdir. AZ31-3h alaşımında yaklaşık 4000 μN , AZ31-6h alaşımında yaklaşık 6000 μN ve AZ31-9h alaşımında yaklaşık 8000 μN 'luk yüke ve sonrasında ait nanosertlik değerleri hesaplanır ve ortalamaları H_{MFSL} olarak alınır. MFSL yaklaşımından elde edilen h_c^* ve H_{MFSL} değerleri Çizelge 4.24.'te verilmiştir.



Şekil 4.69. AZ31 alaşımlarına ait $\log(H_d) - \log(h_c)$ grafiği

Çizelge 4.24. AZ31 alaşımlarına ait h_c^* ve H_{MFSL} verileri

Numune	h_c^*	H_{MFSL} (GPa)	H_{LI} (GPa)
AZ31-3h	2,715	0,649	0,669
AZ31-6h	2,675	0,921	0,932
AZ31-9h	2,577	1,355	1,376

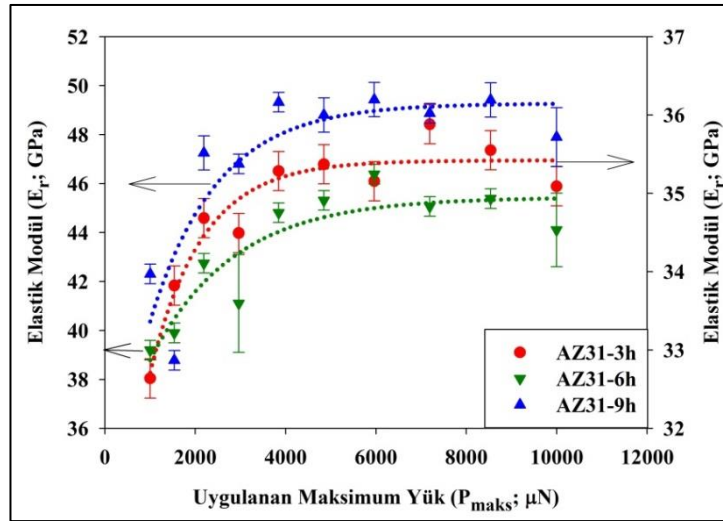
Çizelge 4.24. incelendiği zaman MFSL yaklaşımından hesaplanan yükten bağımsız sertlik (H_{MFSL}) değerlerinin dinamik nanosertlik deneylerinden elde edilen yükten bağımsız sertlik (H_{LI}) değerlerine yakın olduğu görülmektedir. Bu nedenle AZ31 alaşımlarının yükten bağımsız sertliğini hesaplamak için MFSL yaklaşımının uygun olduğu görülmektedir.

Buraya kadar ayrıntılı bir şekilde verilen modellerin tamamı (Meyer Kanunu hariç) elde edilen yüke bağlı sertlik ve yükten bağımsız sertlik bölgesini ayırt etmeye çalışmaktadır. Her bir yaklaşımın kendi içerisinde tanımlama farklılıkları olsa da yapmaya çalıştıkları malzemelerin yükten bağımsız sertliğini hesaplamaktır.

Malzemelerin Elastik modül (E_r) değerleri Denklem 4.21.'den hesaplanmıştır.

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (4.21.)$$

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarına ait elastik modül değerlerinin yüke bağlı değişimi Şekil 4.70.'de verilmiştir.



Şekil 4.70. AZ31 alaşımlarına ait (E_r - P_{maks}) grafiği

Elastik modül malzemenin uygulanan yüke nasıl bir tepki vereceğini belirleyen karakteristik bir değerdir. Malzemelerin elastik modül değerleri atom ve moleküller arasındaki bağ kuvvetleriyle ilişkilidir. Şekil 4.70.'de açıkça görüldüğü gibi öğütme süresinin artmasıyla alaşımların elastik modül değerleri artmıştır. Ayrıca elastik modülün yüke bağlı değişimini gösteren grafikteki TÇBE davranışı ile sertliğin yüke bağlı değişimini gösteren grafikte meydana gelen TÇBE davranışı arasında paralellik vardır. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarına ait dinamik nanosertlik deneylerinden elde edilen plato bölgesine karşılık gelen elastik modül değerleri sırasıyla 35,42 GPa, 45,39 GPa ve 49,25 GPa olarak hesaplanmıştır.

AZ31 alaşımlarının dinamik nanosertlik analizlerinde elde edilen sonuçlara göre öğütme süresinin artmasıyla alaşımların dinamik nanosertlik ve elastik modül değerleri artmıştır. Bu durum malzemenin kristalit boyutundaki azalmadan kaynaklanmaktadır. Literatürde kristalit boyutunun azalmasıyla sertliğin arttığını ifade eden birçok çalışma vardır (Amini ve ark., 2014; Liu ve ark., 2015; Wang ve ark., 2015).

AZ31 alaşımlarının hem statik hem de dinamik sertlik analizlerinde öğütme süresindeki artışla malzemenin mekanik özellikleri iyileştirilmiştir. Şimdiye kadar alaşımların mikroyapıları ve mekanik özellikleri incelendi. Bölüm 4.4.'te ise AZ31 alaşımlarının korozyon analizleri yapılacaktır.

4.4. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Korozyon Analizleri

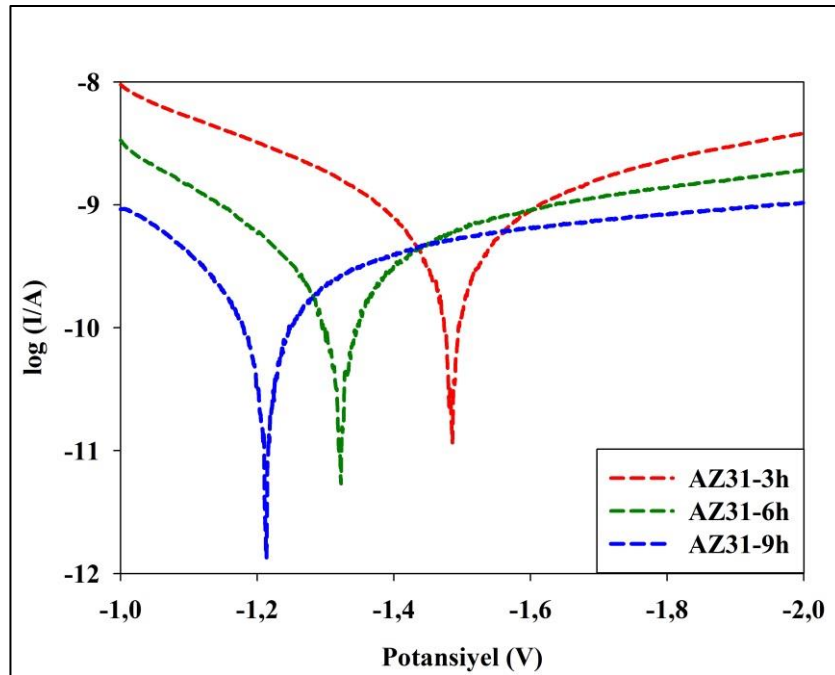
Mekanik alaşımlama yöntemi kullanılarak üretilen alaşımların korozyon özelliklerinin iyileştiği Bölüm 2'de verilen önceki çalışmalarda görülmüştür. Ek olarak Gupta ve arkadaşları 2015 yılında yüksek enerjili bilyeli öğütme kullanarak ürettikleri Al ve Al-Cr alaşımının korozyon özelliklerinin iyileştiğini rapor etmişlerdir.

AZ31 ve diğer Mg alaşımlarının korozyon davranışını incelemek amacıyla literatürde yapılan birçok çalışmada korozyon ortamı olarak %3,5 NaCl çözeltisi kullanılmıştır (Zeng ve ark., 2006; Zhou ve Aung, 2010; Xin ve ark., 2011; Walton ve ark., 2014; Xu ve ark., 2015; Singh ve ark., 2015). Bunun nedeni %3,5 NaCl çözeltisinin en temel korozif ortamlardan biri olmasıdır. Ayrıca literatürde bazı çalışmalarda vücut içi ve vücut dışı yapay vücut sıvılarıyla da korozyon davranışı incelenmiştir (Escudero ve ark., 2010; Liu ve ark., 2012; Kumar ve ark., 2015). Literatürde farklı çözeltilerde de Mg ve Mg alaşımlarının korozyon davranışının

incelendiği çalışmalar vardır (Zhu ve ark., 2007; Ishihara ve ark., 2008; Zeng ve ark., 2014). Bu tez çalışmasında mekanik alaşımlama yöntemi kullanılarak üretilen AZ31 alaşımlarının korozyon davranışını incelemek amacı ile potansiyodinamik polarizasyon testleri kullanılacaktır.

4.4.1. AZ31 Magnezyum Alaşımlarının Potansiyodinamik Polarizasyon Testleri

AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının korozyon davranışlarını incelemek amacıyla Tafel Ekstapolarizasyon Yöntemi kullanılmıştır. Tafel yönteminin kullanılması literatürle uyumludur. Tafel ölçümlerini yapmak amacıyla Bölüm 3.2.5.'te detaylı bir şekilde anlatılan korozyon ölçüm cihazı ve korozyon hücresi kullanılmıştır. Deneysel 300 mL'lik NaCl çözelti, karşıt elektrot olarak Pt ve referans elektrot olarak kalomel elektrot kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Tafel eğrilerinin doğru bir şekilde ölçülebilmesi için öncelikle alaşımların %3,5 NaCl çözeltide 1 saat Açık Devre Potansiyeli (OCP) ölçümü alınmıştır. AZ31 alaşımları 1 saatlik ölçüm sonucunda denge potansiyeline ulaşmış ve Tafel ölçümlerine geçebilmek için hazır hale gelmiştir. 1 saatlik OCP ölçümlerinden sonra Tafel Ölçümleri için denge potansiyeline göre ± 500 mV aralıkta tarama yapılmıştır. Alaşımların korozyon deneylerinden elde edilen sonuçlar Şekil 4.71.'de ve Çizelge 4.25.'te verilmiştir.



Şekil 4.71. AZ31 alaşımlarına ait korozyon deneylerinden elde edilen log(I)-V grafiği

Çizelge 4.25. AZ31 alaşımlarına ait I_{kor} , R_{kor} ve V_{denge} değerleri

<i>Numune</i>	<i>V_{denge} (V)</i>	<i>I_{kor} (μA)</i>	<i>R_{kor} (kΩ)</i>
AZ31-3h	-1,486	4,049	10,76
AZ31-6h	-1,321	3,781	21,69
AZ31-9h	-1,212	1,124	37,72

Korozyon deneylerinden elde edilen sonuçlar literatürle karşılaştırıldığında (Walton ve ark., 2014; Singh ve ark., 2015) bilyeli öğütme ile üretilen AZ31 Mg alaşımlarının korozyon özelliklerinin iyileştiği görülmektedir. Çizelge 4.25.'te görüldüğü gibi öğütme süresinin artması ile korozyon direnci 10,76 kΩ'dan 37,72 kΩ'a çıkmıştır. Bu sonucun iki temel nedeni vardır öğütme süresi arttıkça alaşımların tane boyutundaki küçülmeye bağlı olarak çukurcuk korozyonunun etkisinin azalması ve AZ31-9h alaşımında görülen Mn_4Al_{11} fazıdır. Sonuçlar literatürde tane boyutunun korozyon ile ilişkisini ele alan çalışmalarla uyumludur (Zhou ve Aung, 2010; Escudero ve ark., 2010; Ralston ve ark., 2011; Mishra ve ark., 2012; S. Kim ve J. Kim, 2014).

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında mekanik alaşımlama ile üretilen AZ31 Mg alaşımlarının korozyon ve mekanik özellikleri üzerine öğütme süresinin etkileri incelendi. Öğütme süresinin etkilerini incelemek amacıyla mikroyapı analizi, statik sertlik, dinamik sertlik ve korozyon deneyleri yapıldı. Öğütme süresinin etkileri literatürle kıyaslandı. Literatürle kıyaslaması yapılan ve özgün sonuçlar maddeler halinde sunuldu.

1. AZ31 Mg alaşımları 3,6 ve 9 saatlik öğütme süreleri kullanılarak mekanik alaşımlama yöntemi ile üretildi. Öğütme süresinin artması ile kristalit boyutunun azaldığı gözlemlendi. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının kristalit boyutları sırasıyla 77,41 nm, 49,56 nm ve 44,28 nm olarak hesaplandı. Bu alaşımlardan, AZ31-9h alaşımında Mn_4Al_{11} faz oluşumu gözlemlendi.
2. Öğütme süresi arttıkça dislokasyon yoğunluğunun ve mikrozorlanmanın da arttığı görüldü.
3. Mekanik alaşımlama ile üretilen tozların öğütme süresinin artmasına bağlı olarak tane boyutlarında bir küçülme olduğu SEM görüntüleri ile desteklendi.
4. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının Vickers uçla yapılan statik sertlik deneylerinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri sırasıyla 0,495 GPa, 0,721 GPa ve 0,925 GPa olarak ölçüldü.
5. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının Knoop uçla yapılan statik sertlik deneylerinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri sırasıyla 0,490 GPa, 0,613 GPa ve 0,904 GPa olarak ölçüldü.
6. Hem Vickers hem de Knoop ucuyla yapılan deneylerde AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarında ÇBE davranışı gözlemlenirken AZ31-3h alaşımında ise TÇBE davranışı gözlemlendi.
7. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının yük-yerdeğiştirme eğrilerinin yüklenme bölgelerinde dalgalanmalar ve belli yüklerde içe göçme (pop-in) davranışı gözlemlendi. İçe göçme davranışının ortaya çıkmasından dolayı malzemenin iç tabakalarında süreksizlikler olabileceği sonucuna varıldı.
8. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımları dinamik nanosertlik deneylerine tabi tutuldu. AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerleri sırasıyla 0,669 GPa, 0,932 GPa ve 1,376 GPa olarak ölçüldü. Yükten

bağımsız sertlik değerini hesaplamak amacıyla kullanılan yöntemlerden sadece MFSL yaklaşımı ile hesaplanan değerler plato bölgesi değerleri ile uyumluluk gösterdi.

9. Nanosertlik deneyleri yapılan AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımlarında TÇBE davranışı gözlemlendi.
10. Statik sertlik deneylerine göre elastik modül değerleri AZ31-3h, AZ31-6h ve AZ31-9h alaşımları için sırasıyla 40,57 GPa, 59,09 GPa ve 75,82 GPa olarak hesaplandı. Dinamik sertlik deneylerinde ise 35,42 GPa, 45,39 ve 49,25 GPa olarak hesaplandı.
11. Statik ve dinamik sertlik deneylerinden elde edilen sonuçlara göre öğütme süresinin artması ile alaşımların elastik modül değerlerinde artış gözlemlendi.
12. Alaşımların korozyon deneyleri %3,5 NaCl çözeltide yapıldı. Öğütme süresinin artması ile korozyon direncinin arttığı sonucuna ulaşıldı. Ayrıca AZ31-9h alaşımının korozyonundaki iyileşme oluşan Mn_4Al_{11} fazı ile ilişkilendirildi.

Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen AZ31 alaşımlarının mekanik ve korozyon davranışlarının öğütme zamanının artmasına bağlı olarak daha iyi bir duruma geldiği sonucuna ulaşıldı. Sonuçlar literatürle kıyaslandı ve uyumlu sonuçlar elde edildi.

Elde edilen sonuçlar AZ31 alaşımlarının geleceği ile ilgili daha fazla çalışma yapılması gerektiği sonucunu açıkça ortaya koymaktadır. Bu nedenle AZ31 alaşımları ile ilgili daha farklı çalışmalar yapılabilir. Mn elementinin katkısı artırılarak ya da farklı elementler katkılanarak korozyon ve mekanik özellikleri iyileştirilebilir. Vücut içi ve vücut dışı doğal ortamlarda geniş çaplı çalışmalar yapılabilir. Öğütme parametreleri değiştirilerek mekanik ve korozyon özelliklerine etkisi incelenebilir. Ayrıca bu alaşımlar için farklı üretim teknikleri ve farklı katkı elementleri kullanılarak korozyon ve mekanik özellikler üzerindeki etkileri incelenebilir.

KAYNAKLAR

- Abdulla A., Khaled J.A., Saleh N.A., Terence G.L., 2015. Microstructure and microhardness of OFHC copper processed by high- pressure torsion. **Materials Science&Engineering A** 641 21–28.
- Abramson S., Alexander H., Best S., Bokros J. C., Brunski J. B., Colas A., Cooper S. L., Curtis J., Haubold A., Hensch L. L., Hergenrother R. W., Hoffman A. S., Hubbel J. E., Jansen J. A., King M. W., Kohn J., Lamba N. M. K., Langer R., Migliaresci C., More R.B., Peppas N.A., Ratner B.D., Visser S.A., Von Recum A., Weinberg S., Yannas I.V., 2004. Classes of materials used medicine. *Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine*, **Elsevier Academic Press**, pp. 67-137.
- Adeva, P., Caruana, G., Ruano, O. A., Torralba, M., 1995. Microstructure and high temperature mechanical properties of tin. **Materials Science and Engineering**, A194, 17–23.
- Alama, Han, Bau, Salem, Gupta, 2011. Development of new magnesium based alloys and their nanocomposites. **Journal of Alloys and Compounds** 509 8522-8529.
- Alijani F., Amini R., Ghaffari M., Alizadeh, Okyay A.K., 2014. Effect of milling time on the structure, micro-hardness, and thermal behavior of amorphous/nanocrystalline TiNiCu shape memory alloys developed by mechanical alloying. **Materials and Design** 55 373–380.
- Anna D., Andrzej G., Karina H., Pawel P., 2015. The microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy aircraft brackets produced by a new forging technology. **Procedia Manufacturing** 2 337–341.
- Argade G.R., Panigrahi S.K., Mishr R.S., 2012. Effects of grain size on the corrosion resistance of wrought magnesium alloys containing neodymium, **Corrosion Science** 58 145–151.
- Arora, S.K., Trivikrama Rao, G.S., Batra, N.M., 1984. Vickers micromechanical indentation of BaMoO₄ crystals, **Journal of Materials Science**, Volume 19, Issue 1, Pages 297-302.
- Asgari H., Szpunar J.A., Odeshi A.G., Zeng L.J., Olsson E., 2015. Effect of grain size on high strain rate deformation of rolled Mg–4Y–3RE alloying compression. **Materials Science&Engineering A** 633 92–102.
- Atkinson, M., 1995. Further analysis of the size effect in indentation hardness tests of some metals, **J. Mater. Res.** 10, 2908–2915.
- Atkinson, M., Shi, H., 1989. Friction effect in low load hardness testing of iron, **Materials Science and Technology**, Volume 5, Issue 6, Pages 613-614.
- Aung N.N., Zhou W., 2010. Effect of grain size and twins on corrosion behaviour of AZ31B magnesium alloy. **Corrosion Science** 52 589–594.
- Awad R., Abou A., Kamal M., Anas M., 2011. Mechanical Properties of (Cu_{0.5}Ti_{0.5})-1223. **Substituted by Pr J Supercond Nov Magn** 24:1947–1956.
- Baghbaderani H.A., Sharafi S., Chermahini M.D., 2012. Investigation of nanostructure formation mechanism and magnetic properties in Fe₄₅Co₄₅Ni₁₀ system synthesized by mechanical alloying. **Powder Technology** 230 241–246.

- Banerjee, R. K. ve Feltham, P., 1974. Deformation and fracture of germanium single crystals, **J. Mater. Sci.** 9 (9), 1478-1482.
- Bekteř M., Uzun O., Aktürk S., Ekinci AE., Uçar N., 2004. **Chin J. Phys.** 42(6):733-9.
- Bergman C. P., Stumpf A., 2013. Dental Ceramics. **Metallurgy and Materials Engineering** p 9-15.
- Berzina, I.G., ve Savintsev P.A., 1965. Mutual solution of components during contact melting. **Russian Physics Journal**, 8 (1), 55-57.
- Bobyn J.D., Glassman A.H., Goto H., Krygier J.J., Miller J.E., Brooks C.E., 1990. The effect of stem stiffness on femoral bone resorption after canine porous-coated total hip arthroplasty. **Clin. Orthop. Relat. Res.** 196-213.
- Bobyn J.D., Mortimer E.S., Glassman A.H., Engh C.A., Miller J.E., Brooks C.E., 1992. Producing and avoiding stress shielding laboratory and clinical observations of noncemented total hip arthroplasty. **Clin. Orthop. Relat. Res.** 79-96.
- Bocan J., Manak J., Jager A., 2015. Nanomechanical analysis of AZ31 magnesium alloy and pure magnesium correlated with crystallographic orientation. **Materials Science&Engineering A** 644 121-128.
- Bull S.J., Page T.F., Yoffe E.H., 1989. **Philos. Mag. Lett.** 59 281.
- Burgess T., Laws K.J., Ferry M., 2008. Effect of loading rate on the serrated flow of a bulk metallic glass during nanoindentation, **Acta Materialia** 56 4829-4835.
- Carlton C.E., Ferreira P.J., 2007. What is behind the inverse Hall-Petch effect in nanocrystalline materials. **Acta Materialia** 55 3749-3756.
- Carpinteri A., Puzzi S., 2006. A fractal approach to indentation size effect, **Engineering Fracture Mechanics** 73 2110-2122.
- Chai S., Zhang D., Dong Y., Pan F., 2015. Effect of partial rolling on the microstructure, mechanical properties and fracture behavior of AZ31 Mg alloy joints. **Materials Science&Engineering A** 620 1-9.
- Chang L., Zhang L., 2009. Mechanical behaviour characterisation of silicon and effect of loading rate on pop-in: A nanoindentation study under ultra-low loads, **Materials Science and Engineering A** 506 125-129.
- Chen Y.T., Wu C.W., 2013. Effect of grain size on nano-indentation property of Co₆₀Fe₂₀B₂₀ thin film. **Journal of Alloys and Compounds** 551 360-364.
- Cheng W.L., Park S.S., Tang W. N., You B.S., Koo B.H., 2010. Influence of alloying elements on microstructure and microhardness of Mg-Sn-Zn based alloys. **Trans. Nonferrous Met. Soc. China** 20 2246-2252.
- Chicot, D., Mercier, D., Roudet, F., Silva, K., Staia, M.H., Lesage, J., 2007. Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics, **Journal of the European Ceramic Society**, Volume 27, Issue 4, Pages 1905-1911.
- Christopher A.W., Holly J.M., Horstemeyer M.F., Wilburn R.W., Horstemeyer C.J., Paul T.W., 2014. Corrosion stress relaxation and tensile strength effects in an extruded AZ31 magnesium alloy. **Corrosion Science** 80 503-510.
- Conceicao, Scharnagl N., Blawert C., Dietzel W., Kainer K.U., 2010. Surface modification of magnesium alloy AZ31 by hydrofluoric acid treatment and its effect on the corrosion behaviour. **Thin Solid Films** 518 5209-5218.

- Demirkol, İ., 2010. Zirkonyum Seramiklerinin Üretilmesi ve Mekanik Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi. Mustafa Kemal Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Fizik Anabilim Dalı. Hatay.
- Deng Y., Ye R., Xu G., Yang J., Pan Q., Peng B., Cao X., Duan Y., Wang Y., Lu L., Yin Z., 2015. Corrosion behaviour and mechanism of new aerospace Al–Zn–Mg alloy friction stir welded joints and the effects of secondary Al₃Sc_xZr_{1-x} nanoparticles, **Corrosion Science** 90 359-374.
- Dogruer M., Karaboga F., Yıldırım G., Terzioğlu C., 2013. Comparative study on indentation size effect, indentation cracks and superconducting properties of undoped and MgB₂ doped Bi-2223 ceramics. **J Mater Sci: Mater Electron** 24:2327–2338.
- Dong X., Chen F., Chen S., Liu Y., Huang Z., Hui C., Feng S., Zhao L., Zhilin W., Zhang X., 2015. Microstructure and microhardness of hot extruded 7075 aluminum alloy micro-gear. **Journal of Materials Processing Technology** 219 199–208.
- Durst K., Backes B., Franke O., Göken M., 2006. Indentation size effect in metallic materials: Modeling strength from pop-in to macroscopic hardness using geometrically necessary dislocations. **Acta Materialia** 54 2547–2555.
- Ebisu T., Horibe S., 2010. Analysis of the indentation size effect in brittle materials from nanoindentation load–displacement curve, **Journal of the European Ceramic Society** 30 2419–2426.
- Eisenbarth E., Velten D., Müller M., Thull R., Breme J., 2004. Biocompatibility of beta-stabilizing elements of titanium alloys. **Biomaterials** 25 5705-5713.
- Ershadul A., Hamouda A.M.S., Nguyen Q.B., Gupta M., 2013. Improving microstructural and mechanical response of new AZ41 and AZ51 magnesium alloys through simultaneous addition of nano-sized Al₂O₃ particulates and Ca. **Journal of Alloys and Compounds** 574 565–572.
- Fang W., Fang W., Sun H., 2011. Preparation of bulk ultrafine-grained Mg-3Al-Zn alloys by consolidation of ball milling nanocrystalline powders. **Trans. Nonferrous Met. Soc. China** 21 s247-s251.
- Fathy A., Wagih A., Hamid M., Hassan A.A., 2014. The effect of Mg add on morphology and mechanical properties of Al–xMg/10Al₂O₃ nanocomposite produced by mechanical alloying. **Advanced Powder Technology** 25 1345–1350.
- Feliu Jr. S., Maffiotte C., Galvan J. C., Barranco V., 2011. Atmospheric corrosion of magnesium alloys AZ31 and AZ61 under continuous condensation conditions. **Corrosion Science** 53 1865–1872.
- Gane, N., ve Bowden, F. P. 1968. Microdeformation of Solids. **Journal of Applied Physics**, 39, 1432-1435.
- Gangyi C., Huang X., Shaomin Q., 2013. Effect of hot compression process on recrystallization microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy. **Physics Procedia** 50 61 – 67.
- Geetha M., Singh A.K., Asokamani A., Gogia A.K., 2009. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants - a review. **Prog. Mater. Sci.** 54 397-425.
- Gheisari K., Shahriari S., Javadpour S., 2013. Structural evolution and magnetic

- properties of nanocrystalline 50 Permalloy powders prepared by mechanical alloying. **Journal of Alloys and Compounds** 574 71–82.
- Gong J., Miao H., Zhao Z., Guan Z., 2001. Load-dependence of the measured hardness of Ti (C, N)-based cermets. **Materials Science and Engineering A** 303 179-186.
- Gong J., Peng Z., Miao H., 2004. On the description of indentation size effect in hardness testing for ceramics: Analysis of the nanoindentation data, **Journal of the European Ceramic Society** 24 2193–2201.
- Gong, J., Wu, J., Guan, Z., 1999. Examination of the indentation size effect in lowload Vickers hardness testing of ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, 19, 2625-2631.
- Gong, J., Zhao, Z., Guan, Z., Miao, H. 2000. Load-Dependence of Knoop Hardness of Al₂O₃-TiC Composites. **Journal of The European Ceramic Society**, 20, 1895-1900.
- Grosjean M.H., Zidoune M., Lionel R., Jacques H., Schulz R., 2004. Effect of ball milling on the corrosion resistance of magnesium in aqueous media. **Electrochimica Acta** 49 2461–2470.
- Guo T., Siska F., Barnett M.R., 2016. Distinguishing between slip and twinning events during nanoindentation of magnesium alloy AZ31, **Scripta Materialia** 110 10–13.
- Gupta R.K., Fabijanic D., Zhang R., Birbilis N., 2015. Corrosion behaviour and hardness of in situ consolidated nanostructured Al and Al–Cr alloys produced via high-energy ball milling, **Corrosion Science** 98 643–650.
- Güder, H.S., Şahin, E., Şahin, O., Göçmez, H., Duran, C., Çetinkara, H.A., 2011. Vickers And Knopp İndentation Microhardness Study of β-Sialon Ceramic, **Acta Physica Polonica A**, 120, 1026-1032.
- Hanneman, R. E., ve Westbrook, J.H., 1968. Effects of adsorption on the indentation deformation of non-metallic solids, **Philosophical Magazine**, Volume 18, Issue 151, pages 73-88.
- Hartwig A., 2001. Role of magnesium in genomic stability. **Mutat Res/Fund Mol Mech Mutagen** 475:113–21.
- Hays, C., ve Kendall, E. G. 1973. An Analysis of Knoop Microhardness. **Metallography**, 6 (4) 275–282.
- Heublein B., Rohde R., Kaese V., Niemeyer M., Hartung W., Haverich A., 2003. **Heart** 89 651–656.
- Holzapfel B. M., Reicher J. C., Schantz J. T., Gbureck U., Rackwitz L., Nöth U., Jakob F., Rudert M., Groll J., Werner D. H., 2012. How smart do biomaterials need to be ? A translational science and clinical point of view. **Advanced Drug Delivery Reviews** (p23).
- Huang CC., Chiang TC., Fang TH., 2015. Grain size effect on indentation of nanocrystalline copper. **Applied Surface Science** 353 494-498.
- Huang Y., Liu D., Anguilano L., Chen Y., Chen M., 2015. Fabrication and characterization of a biodegradable Mg–2Zn–0.5Ca/1β-TCP composite. **Materials Science and Engineering C** 54 120–132.
- Hutmacher D.W., 2006. Regenerative medicine will impact, but not replace, the medical device industry. **Expert Rev. Med. Devices** 3 409–412.

- Joint European Commission, 2009. ETN nanomedicine: roadmaps in nanomedicine towards 2020. **Expert Report** p.56.
- Kang S.H., Lee Y.S., Lee J.H. 2008. Effect of grain refinement of magnesium alloy AZ31 by severe plastic deformation on material characteristics. **Journal of Materials Pro. Tech.** 201 436-440.
- Karan, S., Gupta, S.P. Sen., 2005. Vickers microhardness studies on solution-grown single crystals of magnesium sulphate hepta-hydrate. **Materials Science and Engineering A**, 398 (1-2), 198-203.
- Kavetsky T., Borc J., Sangwal K., Tsmots V., 2010. Indentation size effect and Vickers microhardness measurement of metal-modified arsenic chalcogenide glasses. **Journal of Optoelectronics and Advanced Materials** Vol.12, No.10, p. 2082-2091.
- Kim H.S., Kim W.J., 2014. Annealing effects on the corrosion resistance of ultrafine-grained pure titanium, **Corrosion Science** 89 331–337.
- Kleiser T., Bocek M., 1986. The fractal nature of slip in crystals. **Zeitschrift für Metallkunde** 77:582–7.
- Kojima Y., 2000. **Mater Sci. Forum** 350-351 3.
- Lawn, B. R., ve Howes, V. R. 1981. Elastic recovery at hardness indentations. **Journal of Materials Science**, 16 (10), 2745-2752.
- Li N., Liu L., Chan K.C., Chen Q., Pan J., 2009. Deformation behavior and indentation size effect of $\text{Au}_{49}\text{Ag}_{5.5}\text{Pd}_{2.3}\text{Cu}_{26.9}\text{Si}_{16.3}$ bulk metallic glass at elevated temperatures. **Intermetallics** 17 227–230.
- Li, H., Bradt, R.C., 1993. The Microhardness Indentation Load/Size Effect In Rutile And Cassiterite Single Crystals, **Journal of Materials Science**, 28, 917-926.
- Li. H., Han, Y. H., ve Bradt, R. C. 1994. Knoop microhardness of single crystal sulphur. **Journal of Materials Science**, 29, 5641-5645.
- Liu G., Ni S., Song M. 2015. Effect of indentation size and grain/sub-grain size on microhardness of high purity tungsten. **Trans. Nonferrous Met. Soc. China** 25 3240-3246.
- Liu W., Wang Y., Man Y., Yu Q., Huang Y., 2016. Nanoindentation study on micromechanical behaviors of Au–Ni–Sn intermetallic layers in Au–20Sn/Ni solder joints, **Materials Science&Engineering A** 653 13–22.
- Lodes M.A., Hartmaier A., Göken M., Durst K., 2011. Influence of dislocation density on the pop-in behavior and indentation size effect in CaF_2 single crystals: Experiments and molecular dynamics simulations, **Acta Materialia** 59 4264-4273.
- Lopez M. A., Pereda M. D., Del Valle J.A., Fernandez-Lorenzo M., Garcia-Alonso M.C., Ruano O.A., Escudero M.L., 2010. Corrosion behaviour of AZ31 magnesium alloy with different grain sizes in simulated biological fluids. **Acta Biomaterialia** 6 1763–1771.
- Lu Y., Bradshaw A.R., Chiu Y.L., Jones I.P., 2015. Effects of secondary phase and grain size on the corrosion of biodegradable Mg–Zn–Ca alloys. **Materials Science and Engineering C** 48 480–486.
- Machaka R., Trevor E.D., Lakovos S., Herrmann M., 2011. Herrmann, Analysis of the indentation size effect in the microhardness measurements in B_2O_3 , **Advances in**

Materials Science and Engineering Article ID 539252, 6 pages.

- Machaka R., Trevor E.D., Sigalas L., 2011. Nanoindentation hardness of hot-pressed boron suboxide. **Materials Science and Engineering A** 528 5778-5783.
- Mandelbrot B.B., Passoja D.E., Paullay A.J., 1984. Fractal character of fracture surfaces of metals. **Nature** 308:721–2.
- Marshall, D.B., Lawn, B.R., Evans, A.G., 1982. Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Lateral Crack System, **Journal of the American Ceramic Society**, Volume 65, Issue 11, Pages 561-566.
- Mason J.K., Lund A.C., Schuh C.A., 2006. Determining the activation energy and volume for the onset of plasticity during nanoindentation, **Physical Review B**, 73, 054102.
- Mcgregor D.B., Baan R.A., Partensky C., Rice J.M., Wilbourn J.D., 2000. Evaluation of the carcinogenic risks to humans associated with surgical implants and other foreign bodies - a report of an IARC Monographs Programme Meeting. **International Agency for Research on Cancer**, 36 307-313.
- Milman Y.V., Golubenko A.A., Dub S.N., 2011. Indentation size effect in nanohardness, **Acta Materialia** 59 7480-7487.
- Montoya R., Iglesias C., Escudero M.L., Garcia-Alonso M.C., 2014. Modeling in vivo corrosion of AZ31 as temporary biodegradable implants. Experimental validation in rats. **Materials Science and Engineering C** 41 127–133.
- Mrabet C., Kamoun O., Boukhachem A., Amlouk M., Manoubi T., 2015. Some physical investigations on hexagonal-shaped nanorods of lanthanum-doped ZnO. **Journal of Alloys and Compounds** 648 826-837.
- Nag S., Banerjee R., Stechschulte J., Fraser H.L., 2005. Comparison of microstructural evolution in Ti–Mo–Zr–Fe and Ti–15Mo biocompatible alloys. **J. Mater. Sci. Mater. Med.** 16 679-685.
- Namazu T., 2006. Uniaxial Tensile Test for MEMS Materials. **Advanced Micro & Nanosystems Volume 6** p 123-162.
- Nan Z.Y., Ishihara S., Goshima T., 2008. Corrosion fatigue behavior of extruded magnesium alloy AZ31 in sodium chloride solution, **International Journal of Fatigue** 30 1181–1188.
- Nassar A. A., Suarez G.M., Suryanarayana C., Drewa R.A.L., 2008. Development of new Al-based nanocomposites by mechanical alloying. **Materials Science and Engineering A** 480 392–396.
- Nix, W. D., ve Gao, H. 1998. Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, 46 (3), 411-425.
- Nouri A., Hodgson P. D., Wen C., 2011. Effect of ball-milling time on the structural characteristics of biomedical porous Ti–Sn–Nb alloy. **Materials Science and Engineering C** 31 921–928.
- Okuma T., 2001. Magnesium and bone strength. **Nutrition** 17;679-80.
- Oliver, W. C., Pharr, G. M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **J. Mater. Res**, 7 (6), 1564–1583.

- Pang Y., Liu Y., Zhang X., Gao M., Pan H., 2013. Role of particle size, grain size, microstrain and lattice distortion in improved dehydrogenation properties of the ball-milled $\text{Mg}(\text{AlH}_4)_2$. **International Journal of Hydrogen Energy** 38 I460-I468.
- Park J. B., Lakes R. S., 2007. *Biomaterials; An Introduction*. Springer, New York.
- Pathak S., Kalidindi S.R., 2015. Spherical nanoindentation stress–strain curves, **Materials Science and Engineering R** 91 1–36.
- Raja K., Ramesh P.S., Geetha D., 2014. Synthesis, structural and optical properties of ZnO and Ni-doped ZnO hexagonal nanorods by Co-precipitation method. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy** 120 19-24.
- Ralston K.D., Fabijanic D., Birbilis N., 2011. Effect of grain size on corrosion of high purity aluminium, **Electrochimica Acta** 56 1729–1736.
- Ratner B. D., Hoffman A. S., Schoen F. J., Lemons J., 2004. *Biomaterials Science: A multidisciplinary endeavor*. **Biomaterials Science**, 2nd Edition.
- Razavi M., Fathi M.H., Meratian M., 2010. Microstructure, mechanical properties and bio-corrosion evaluation of biodegradable AZ91-FA nanocomposites for biomedical applications. **Materials Science and Engineering A** 527 6938–6944.
- Regine W., Janine F., Frank F., Norbert H., Ulrich B., Stefanie H., Borianna M., 2011. Chemical surface alteration of biodegradable magnesium exposed to corrosion media. **Acta Biomaterialia** 7 2704–2715.
- Renjo M.M., Curkovic L., Stefancic S., Danko C., 2014. Indentation size effect of Y-TZP dental ceramics. **Dental Materials** 30 e371-e376.
- Safari J., Akbari G.H., Chermahini M. D., 2013. The effect of reinforcement content and milling time on microstructure and mechanical properties of Al–10Mg/xAl₂O₃ nanocomposites. **Materials Science & Engineering A** 569 86–91.
- Safari J., Akbari G.H., Shahbazkhan A., Chermahini D. M., 2011. Microstructural and mechanical properties of Al–Mg/Al₂O₃ nanocomposite prepared by mechanical alloying. **Journal of Alloys and Compounds** 509 9419– 9424.
- Sanchez M., Prado M.T., Segurado J., Bohlen J., Gutierrez I., Llorca J., Molina J.M., 2014. Measuring the critical resolved shear stresses in Mg alloys by instrumented nanoindentation, **Acta Materialia** 71 283–292.
- Sangwal K., 2000. On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids. **Materials Chemistry and Physics** 63 145-152.
- Sangwal K., 2009. Review: Indentation size effect, indentation cracks and microhardness measurement of brittle crystalline solids – some basic concepts and trends. **Cryst. Res. Technol.** 44, No. 10, 1019 – 1037.
- Sangwal, K., 1971. Ph.D. Thesis, **Sardar Patel University**, Vallabh Vidyanagar, India.
- Sangwal, K., Surowska, B., Błaziak, P., 2002. Analysis of the indentation size effect in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys, **Materials Chemistry and Physics**, Volume 77, Issue 2, 15, Pages 511–520.
- Saritekin, N.K., Zalaoğlu, Y., Yıldırım, G., Doğruer, M., Terzioğlu, C., Varilci, A., Görür, O., 2014. Determination of Solid Solubility Level of Ho Nanoparticles in Y-123 Superconducting Matrix and Strong Cu1 Site Preference of Nanoparticles, **Journal of Alloys and Compounds**, 610, 361-371.

- Scholz W., 2004. Supporting or sustaining part for implant in bone composed of porous magnesium filled with calcium phosphate. **German patent no.** 102 41 572, 2004.
- Schuh C.A., 2006. Nanoindentation studies of materials. **Mater Today** 9:32.
- Seetharaman S., Blawert C., Milton B., Leong W., Wong E., Chwee S.G., Hort N., Gupta M., 2015. Effect of erbium modification on the microstructure, mechanical and corrosion characteristics of binary Mg-Al alloys. **Journal of Alloys and Compounds** 648 759-770.
- Shaw, Y., Li, Jones, H., 1996. Effect of load and lubrication on low load hardness solidified light alloy, **Materials Letters**, 28, 33-36.
- Shi, H., Atkinson, M., 1990. A friction effect in low-load hardness testing of copper and aluminium, **Journal of Materials Science**, Volume 25, Issue 4, Pages 2111-2114.
- Shin J.H., Kim S.H., Ha T.K., Oh K.H., Choi I.S., Han H.N., 2013. Nanoindentation study for deformation twinning of magnesium single crystal, **Scripta Materialia** 68 483-486.
- Singh I.B., Singh M., Das S., 2015. A comparative corrosion behavior of Mg, AZ31 and AZ91 alloys in 3.5% NaCl solution. **Journal of Magnesium and Alloys** 3 142-148.
- Smith, C.M., Jiang, D., Gong, J., Yin, L., 2014. Determination of The Mechanical Behavior of Lithium Disilicate Glass Ceramics by Nanoindentation & Scanning Probe Microscopy, **Materials Chemistry and Physics**, 148, 1036-1044.
- Somekawa H., Schuh C.A., 2011. Effect of solid solution elements on nanoindentation hardness, rate dependence, and incipient plasticity in fine grained magnesium alloys, **Acta Materialia** 59 7554-7563.
- Somekawa H., Schuh C.A., 2013. Nanoindentation behavior and deformed microstructures in coarse-grained magnesium alloys, **Scripta Materialia** 68 416-419.
- Son J.H., Oh M.W., Kim B.S., Park S.D., Min B.K., Kim M.H., Lee H.W., 2013. Effect of ball milling time on the thermoelectric properties of p-type (Bi,Sb)₂Te₃. **Journal of Alloys and Compounds** 566 168-174.
- Staiger M.P., Pietak A.M., Huadmai J., Dias G., 2006. **Biomaterials** 27 1728-1734.
- Steinemann S.G., 1998. Titanium-the material of choice ? **Periodontol** 2000 (17) 7-21.
- Stus N.V., Dub S.N., Stratiychuk D.A., Lisnyak V.V., 2005. Pop-in effect at nanoindentation of lithium tetraborate (100) face, **Journal of Alloys and Compounds** 403 305-307.
- Sumner D.R., Turner T.M., Igloria R., Urban R.M., Galante J.O., 1998. Functional adaptation and in growth of bone vary as a function of hip implant stiffness, **J. Biomech.** 31 909-917.
- Sunil B.R., Kumar T.S.S., Chakkingal U., Nandakumar V., Doble M., Prasad V.D., Raghunath, 2016. In vitro and in vivo studies of biodegradable fine grained AZ31 magnesium alloy produced by equal channel angular pressing. **Materials Science and Engineering C** 59 356-367.
- Suryanarayana C., 2001. Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science** 46 1-184.
- Suryanarayana C., Nasser A. A., 2012. Mechanically alloyed nanocomposites. **Progress**

in **Materials Science** 58 383–502.

- Sychterz C.J., Topoleski L.D., Sacco M., Engh C.A., 2001. Effect of femoral stiffness on bone remodeling after uncemented arthroplasty. **Clin. Orthop. Relat. Res.**, 218-227.
- Şahin O., 2006. B-Sn Tek Kristallerinin Bazı Mekaniksel Özellikleri İle Kristal Yönelimi Arasındaki İlişki. Süleyman Demirel Üniversitesi. **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Doktora Tezi.
- Şahin O., Demirkol İ., Göçmez H., Tuncer M., Çetinkara H.A., Güder H.S., Şahin E., Tunçdemir A.R., 2013. Mechanical Properties of Nanocrystalline Tetragonal Zirconia Stabilized with CaO, MgO and Y₂O₃, **Acta Physica Polonica A** Vol. 123.
- Şahin O., Tunçdemir A.R., Çetinkara H.A., Güder H.S., Şahin E., 2011. Production and Mechanical Behaviour of Biomedical CoCrMo Alloy, **Chin. Phys. Lett.** Vol.28, No.12 126201.
- Şahin O., Uzun O., Kölemen U., Uçar N., 2007. Dynamic hardness and reduced modulus determination on the (001) face of β -Sn single crystals by a depth sensing indentation technique, **J. Phys.: Condens. Matter** 19 306001 (17pp).
- Şahin O., Uzun O., Kölemen U., Uçar N., 2007. Vickers microindentation hardness studies of β -Sn single crystals. **Materials Characterization** 58 197–204.
- Şahin O., Uzun O., Kölemen U., Uçar N., 2008. Analysis of ISE in dynamic hardness measurements of β -Sn single crystals using a depth-sensing indentation technique, **Materials Characterization** 59 729-736.
- Şahin O., Uzun O., Kölemen U., Uçar N., 2008. Mechanical characterization for β -Sn single crystals using nanoindentation tests. **Materials Characterization** 59 427-434.
- Şahin O., Uzunoglu S., Şahin E., 2015. Influence of Pd Addition of CoCrMo Biomedical Alloys on the Microhardness Behaviour. **Acta Physica Polonica A**. Vol. 128 2-B.
- Şahin O., Uzunoglu S., Şahin E., 2015. Mechanical Characterization of CoCrMo Alloys Consisting of Different Palladium Ratios Produced by Investment Casting Method. **Acta Physica Polonica A**. Vol. 128 Issue 2B, pB-149.
- Şahin, O., Özmetin, A.E., Ongun, E., Kuru, M., 2015. Mechanical Characterization of MgB₂ Thin Films Using Nanoindentation Technique, **Journal of Alloys and Compounds**, 619, 262-266.
- Toplu A., Karaca İ., Köleme U., 2015. Calculation of True Hardness Value of Zn added (BiPb)SrCaCuO Superconductor by Different Models. **Ceramics International** 41 953-960.
- Upit, G. P., ve Varchenya, S. A. 1973. The size effect in the hardness of single crystals, in J. H. Westbrook ve H. Conrad (eds), The Science of Hardness Testing and Its Research Applications, **American Society for Metals, Metals Park, OH**. 135-144.
- Uzun O., Güçlü N., Kölemen U., Şahin O., 2008. Analysis of data on indentation load against penetration depth for bulk MgB₂ crystal using indentation work and Oliver–Pharr approaches, **Materials Chemistry and Physics** 112 5–10.
- Uzun O., Yılmaz C., Kölemen U., Başman N., 2011. Sb effect on micro structural and

- mechanical properties of rapidly solidified Al–12Si alloy. **Journal of Alloys and Compounds** 509 21-26.
- Uzunoğlu S., 2014. Biyomedikal Uygulamalarda Kullanılan CoCrMo Alaşımlarının Mikro Yapı ve Korozyon Direncine Pd Katkısının Araştırılması. Mustafa Kemal Üniversitesi. **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Yüksek Lisans Tezi.
- Vormann J., 2003. Magnesium: nutrition and metabolism. **Mol. Aspects Med.** 24;3-9.
- Wagih A., 2015. Mechanical properties of Al-Mg/Al₂O₃ nanocomposite powder produced by mechanical alloying. **Advanced Powder Technology** 26 253–258.
- Walton C.A., Martin H.J., Horstemeyer M.F., Whittington W.R., Horstemeyer C.J., Wang P.T., 2014. Corrosion stress relaxation and tensile strength effects in an extruded AZ31 magnesium alloy, **Corrosion Science** 80 503–510.
- Wana Y.Z., Xiong G.Y., Luo H.L., Hea F., Huang Y., Wang Y.L., 2008. Influence of zinc ion implantation on surface nanomechanical performance and corrosion resistance of biomedical magnesium–calcium alloys. **Applied Surface Science** 254 5514–5516.
- Wang M., Wang D., Kups T., Schaaf P., 2015. Size effect on mechanical behavior of Al/Si₃N₄ multilayers by nanoindentation, **Materials Science&Engineering A** 644 2075-283.
- Wang X., Hu L., Liu K., Zhang Y., 2012. Grain growth kinetics of bulk AZ31 magnesium alloy by hot pressing. **Journal of Alloys and Compounds** 527 193-196.
- Wang Y., Liu W., Man Y., Huang Y., Tang Y., Luo H., Yu Q., 2014. Indentation depth dependent micromechanical properties and rate dependent pop-in events of (Au,Cu)₅Sn, **Materials Letters** 131 57–60.
- Wapner K.L., 1991. Implications of metallic corrosion in total knee arthroplasty. **Clin. Orthop. Relat. Res.**, 12-20.
- Weiss H.J., 1987. **Phys. Stat. Sol.** (a)99 491.
- Westbrook J.H., In: Westwood ARC, Stoloff NS (eds), 1967. **Environment-Sensitive Mechanical Behaviour**, Gordon-Breach, New York, p 247.
- Witte F., 2010. The history of biodegradable magnesium implants: a review. **Acta Biomater.** 6 1680–1692.
- Witte F., Crostack HA., Nellesen J., Beckman F., 2001. Characterization of degradable magnesium alloys as orthopaedic implant material by synchrotron-radiation-based microtomography.
- Witte F., Fischer J., Jens N., Crostack H. A., Kaese V., Alexander P. Felix B., Windhagen H., 2006. In vitro and in vivo corrosion measurements of magnesium alloys. **Biomaterials** 27 1013–1018.
- Witte F., Kaese V., Haferkamp H., Switzer E., Meyer-Lindenberg A., Wirth CJ., 2005. In vivo corrosion of four magnesium alloys and the associated bone response. **Biomaterials** 26:3557–63.
- Wolf F. I., Cittadini A., 2003. Chemistry and biochemistry of magnesium. **Mol. Aspects Med.** 24;3-9.
- Xie J. C., Li Q., Wang X. Q., Li J. H., 2008. Microstructure and mechanical properties of AZ81 magnesium alloy with Y and Nd elements. **Trans. Nonferrous Met.**

Soc. Chine 18 303-308.

- Xin R., Luo Y., Zuo A., Gao J., Liu Q., 2012. Texture effect on corrosion behavior of AZ31 Mg alloy in simulated physiological environment, **Materials Letters** 72 1-4.
- Xiong K., Jianfeng G., 2015. Understanding pop-in phenomena in FeNi₃ nanoindentation, **Intermetallics** 67 111-120.
- Xu J., Shirooyeh M., Jitraporn W.N., Shan D., Guo B., Terence G.L., 2013. Hardness homogeneity and micro-tensile behavior in a magnesium AZ31 alloy processed by equal-channel angular pressing. **Materials Science & Engineering A586** 108-114.
- Yu X., Li Y., Li L., 2015. Fracture mechanism of AZ31 magnesium alloy processed by equal channel angular pressing comparing three point bending test and tensile test. **Engineering Failure Analysis** 58 322-335.
- Yuan H., Yue A., Xu G., Chen C., 2004. Hydriding behavior of magnesium-based hydrogen storage alloy modified by mechanical ball-milling. **Materials Chemistry and Physics** 83 340-344.
- Zarandi F., Seale G., Verm R., Essadiqi E., Yue S., 2008. Effect of Al and Mn additions on rolling and deformation behavior of AZ series magnesium alloys. **Materials Science and Engineering A** 496 159-168.
- Zeng R., Zhang J., Huang W., Dietzel W., Kainer K.U., Blawert C., Ke W., 2006. Review of studies on corrosion of magnesium alloys, **Trans. Nonferrous Met. Soc. China** 16 763-771.
- Zeng R.C., Hu Y., Guan S.K., Cui H.Z., Han E., 2014. Corrosion of magnesium alloy AZ31: The influence of bicarbonate, sulphate, hydrogen phosphate and dihydrogen phosphate ions in saline solution. **Corrosion Science** 86 171-182.
- Zhang B. P., Tu YF., Chen JY., Zhang H. L., Kang Y.L., Hirowo G.S., 2007. Preparation and characterization of as-rolled AZ31 magnesium alloy sheets. **Journal of Materials Processing Technology** 184 102-107.
- Zhao X.Y., Qiang A., Yang L.W., Yang YF., Sun J.C., Gai G. S., 2009. Application of superfine pulverization technology in Biomaterial Industry. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers** 40 337-343.
- Zhao Y., Gong B., Deng C., 2013. A fractal interpretation of size effects on the strength of metallic glasses. **Physics Letters A** 377 2877-2879.
- Zhu X.M., Yang H.G., Lei M.K., 2007. Corrosion resistance of Al ion implanted AZ31 magnesium alloy at elevated temperature, **Surface & Coatings Technology** 201 6663-6666.
- Zong Y., Yuan G., Zhang X., Mao L., Niu J., Ding W., 2012. Comparison of biodegradable behaviors of AZ31 and Mg-Nd-Zn-Zr alloys in Hank's physiological solution. **Materials Science and Engineering B** 177 395-401.

ÖZGEÇMİŞ

Yazar, 1990 yılında İstanbul'da doğdu. İlköğretim eğitimini Şirinevler İlköğretim Okulu'nda ve ortaöğretimi Tekkeköy Lisesinde tamamladı. Mustafa Kemal Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nden 2012 yılında mezun oldu. Mustafa Kemal Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde Yüksek Lisans öğrenimine başladı. Halen bu bölümde öğrenimine devam etmektedir.

