



T.C.
MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BIYOMEDİKAL UYGULAMALARDA KULLANILAN CoCrMo
ALAŞIMLARININ MİKRO YAPI VE KOROZYON DİRENCİNE Pd
KATKISININ ARAŞTIRILMASI

Süleyman UZUNOĞLU

FİZİK ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HATAY
OCAK-2015



T.C.
MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BIYOMEDİKAL UYGULAMALARDA KULLANILAN CoCrMo
ALAŞIMLARININ MİKRO YAPI VE KOROZYON DİRENCİNE Pd
KATKISININ ARAŞTIRILMASI**

Süleyman UZUNOĞLU

FİZİK ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ


**HATAY
OCAK-2015**

T.C.
MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BİYOMEDİKAL UYGULAMALARDA KULLANILAN CoCrMo
ALAŞIMLARININ MİKRO YAPI ve KOROZYON DİRENCİNE Pd
KATKISININ ARAŞTIRILMASI

SÜLEYMAN UZUNOĞLU
FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Doç. Dr. Osman ŞAHİN danışmanlığında hazırlanan bu tez 09/01/2015 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından OYBİRLİĞİ ile kabul edilmiştir.


Doç. Dr. Osman ŞAHİN
Başkan


Prof. Dr. Musa GÖĞEBAKAN
Üye


Doç. Dr. Hacı Ali ÇETİNKARA
Üye

Kod No: 793

Prof. Dr. İsmail Hakkı KARAHAN
Enstitü Müdürü

Bu çalışma MKÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenmiştir.
Proje No: 8481

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.

09.01.2015

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.

Süleyman UZUNOĞLU

ÖZET

BİYOMEDİKAL UYGULAMALARDA KULLANILAN CoCrMo ALAŞIMLARININ MİKRO YAPI VE KOROZYON DİRENCİNE Pd KATKISININ ARAŞTIRILMASI

CoCrMo alaşımları mekanik özellikleri, korozyon dirençleri, aşınma dirençleri ve biyouyumlulukları nedeniyle kalça protezi, diz ve dental malzemeler olarak en yaygın kullanılan malzemelerdir. Bu çalışmada farklı paladyum miktarına (kütlece %1.68, % 2.70 ve % 4.33 Pd) sahip CoCrMo alaşımları argon atmosferi altında hassas döküm yöntemiyle üretildi. Alaşımlar mikrosertlik, nanosertlik ve korozyon deneyleri için uygun uzunlukta kesildi. Bu alaşımların hazırlanmasından sonra, taramalı elektron mikroskobu (SEM), X-ışını kırınımı yöntemi (XRD), mikro ve nanoçentik testleri alaşımların mekanik özelliklerini incelemek için kullanıldı. Mikroçentik testi yük aralığı 0.245 N ile 9.8 N arasında değişen Vickers ve Knoop uçları kullanılarak gerçekleştirildi. Alaşımlar belirgin şekilde yüke bağımlılık gösterdi (örneğin çentik boyutu etkisi, (ÇBE)). Mikrosertlik deneyi sonuçları Meyer Kanunu, Orantılı Numune Direnci Modeli, Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci Modeli, Hays-Kendall vb. modeller kullanılarak analiz edildi. Yükten bağımsız sertliğin hesaplaması için en iyi model Hays-Kendall Modeli olarak bulundu. Statik sertlik deneylerinden Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına ait elastik modül değerleri sırasıyla 418.4, 408.9 ve 364.5 GPa'dır. Paladyum katkısının artmasıyla elastik modülün azaldığı gözlemlendi.

Bu alaşımların nanoçentik sertliği 1000 ile 10000 μN artan yük aralığında ölçüldü. Nanoçentik testi tamamen ayarlanmış (Hysitron TI-950 Triboindenter) Berkovich uç kullanılarak gerçekleştirildi. Yük-yerdeğiştirme eğrilerinin analizinde en yaygın olan Oliver-Pharr Metodu kullanıldı. Mikrosertliğin aksine, nanosertlik deney sonuçları, uygulanan çentik test yükünün artmasıyla (ters çentik boyutu etkisi) nanosertliğin arttığını açıkça ortaya koydu. Mikrosertlik gibi nanosertlik sonuçları da Meyer Kanunu, Orantılı Numune Direnci Modeli, Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci Modeli, Hays-Kendall vb. modeller kullanılarak analiz edildi. Bu çalışmada nanosertlik değerleri sırasıyla Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 için 6.83, 6.20 ve 5.67 GPa'dır. Dinamik sertlik deneylerinden Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına ait elastik modül değerleri sırasıyla 260.6, 252.2 ve 232.4 GPa'dır. Paladyum katkısının artmasıyla elastik modülün azaldığı gözlemlendi.

Polarizasyon testleri % 0.09'lük NaCl çözeltisinde yapıldı. Polarizasyon tarama hızı 1 mVs^{-1} olarak seçildi ve potansiyel aralığı -500 ile +250 mV aralığında belirlendi. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımları için korozyon potansiyeli, korozyon akımı ve lineer polarizasyon direnci Tafel Metodu ile belirlendi. Artan Pd oranı ile korozyon direncinin arttığı gözlemlendi.

2015, 132 sayfa

Anahtar Kelimeler: CoCrMo alaşımları, mikrosertlik, nanosertlik, korozyon, çentik boyutu etkisi, ters çentik boyutu etkisi

ABSTRACT

INVESTIGATIONS OF Pd ADDITIVES ON CORROSION RESISTANCE AND MICROSTRUCTURE OF CoCrMo ALLOYS USED BIOMEDICAL APPLICATIONS

CoCrMo alloys are one of the most commonly used materials for hip arthroplasty, knee and dental materials because of its mechanical properties, corrosion resistance, wear resistance and biocompatibility. There for, in this study CoCrMo alloys having different palladium amount (mass %1.68, %2.70 and %4.33 Pd) produced by investment casting method under argon atmosphere. The alloys were cut in proper length for microhardness, nanohardness and corrosion experiments. After preparation of these alloys, scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction method (XRD), micro and nanoindentation test were used to examine the mechanical properties of the alloys. Microindentation test were carried out using Vickers and Knoop indenter that the loads ranging 0.245 to 9.8N. Both Vickers and Knoop indenters were used, the alloys exhibit significant load-dependence (i.e indentation size effect, (ISE)). The experimental microhardness results were analyzed by Meyer's law, Proportional Specimen Resistance model, Modified Proportional Specimen Resistance Model, Hays-Kendall etc. model. The best model for the load independent microhardness calculation in our case was found to be Hays-Kendall Model. The elastic modulus values obtained from static hardness experiments of Pd-1, Pd-2 and Pd-3 alloys were found 418.4, 408.9 and 364.5 GPa respectively. Consequently, the elastic modulus decreases with increasing palladium contribution.

The nanoindentation hardness of these alloys were measured in the peak load range from 1000 to 10000 μN . The nanoindentation test were conducted with a Berkovich indenter using a fully calibrated (Hysitron TI-950 Triboindenter). The most common Oliver-Pharr Method used the analysis of load-displacement curves. Unlike the microhardness, nanohardness experimental results revealed that apparent nanohardness increases with increasing applied indentation test load (reverse indentation size effect (RISE)). Same as the microhardness, nanohardness results were analyzed by Meyer's law, Proportional Specimen Resistance Model, Modified Proportional Specimen Resistance Model, Hays-Kendall etc. model. In the present study the corresponding nanohardness values were 6.83, 6.20, and 5.67 GPa for Pd-1, Pd-2, and Pd-3, respectively. The elastic modulus values obtained from dynamic hardness experiments of Pd-1, Pd-2 and Pd-3 alloys were found 260.6, 252.2 and 232.4 GPa respectively. Consequently, the elastic modulus decreases with increasing palladium contribution.

The polarization tests were carried out at NaCl solution (mass % 0.09). The potential scan rate chosen was 1 mVs^{-1} and the potential range were identified from -500 to +250 mV. Corrosion potential, corrosion current and linear polarization resistance of Pd-1, Pd-2 and Pd-3 were determined by the Tafel Method. The results showed us corrosion resistance increases with increasing Pd ratio.

2015, 132 pages

Key Words: CoCrMo alloys, microhardness, nanohardness, corrosion, indentation size effect, reverse indentation size effect

TEŞEKKÜR

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

Çalışmalarım esnasında değerli görüş, katkı ve fikirlerini esirgemeyen Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyelerine, tez çalışmalarımın gerek deneysel gerekse teorik kısımlarında benden yardımlarını esirgemeyen değerli çalışma arkadaşlarım Kadir ÖZTEKİN, Faris Haluk ERTSAK, Hasan SARIGÜL, Nazan DEMİRYÜREK, araştırma görevlileri Ali TOZAR ve Selma ÖZARSLAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Hayatımın bütün aşamalarında destek ve yardımlarını esirgemeyen çok değerli babam Yusuf UZUNOĞLU ve annem Sevim UZUNOĞLU'na, kardeşlerim Ali UZUNOĞLU ve Meltem UZUNOĞLU'na sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu yüksek lisans tez çalışması, MKÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü Birimi (Proje No: 8481 ve Proje No: 08F0501) ve Devlet Planlama Teşkilatı (Proje No: 2010K121220) tarafından desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	I
ABSTRACT.....	II
TEŞEKKÜR.....	III
İÇİNDEKİLER	IV
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VI
ÇİZELGELER DİZİNİ	IX
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	X
1. GİRİŞ	1
1.1. BİYOMALZEMELER.....	2
1.1.1. Biyomalzeme Türleri	3
1.1.2. Metalik Biyomalzemeler.....	4
1.1.3. Metalik Biyomalzemelerden Beklenen Özellikler.....	5
1.1.4. Metalik Biyomalzemelerin Kullanım Alanları	7
1.1.5. CoCrMo Alaşımları	7
1.2. KOROZYON	8
1.2.1. Korozyon ve Önemi Hakkında Bilgiler	8
1.2.2. Korozyonun Önlenmesinde Genel Yöntemler.....	10
1.3. KOROZYON HIZI	11
1.3.1. Korozyon Hızı Belirleme Yöntemleri.....	11
1.3.2. Tafel Ekstrapolasyon Yöntemi	12
1.4. DÖKÜM YÖNTEMİ	13
1.5. HASSAS DÖKÜM	15
1.5.1. Hassas Döküm Uygulama Yöntemleri.....	16
1.5.2. Hassas Döküm Uygulaması	20
1.6. SERTLİK	21
1.6.1. Sertlik Deneyleri	22
1.6.2. Sertliğin Yüke Bağlı Değişimi.....	27
1.6.3. Oliver-Pharr Metodu.....	29
1.6.4. Meyer Kanunu	33
1.6.5. Hays-Kendall Yaklaşımı.....	34
1.6.6. Orantılı Numune Direnci (Proportional Specimen Resistance; PSR) Modeli.....	34
1.6.7. Geliştirilmiş PSR (Modified Proportional Specimen Resistance; MPSR) Modeli.....	35
1.6.8. Çentiğin Sebep Olduğu Çatlama Modeli (Indentation Induced Cracking; IIC).....	36
2. LİTERATÜR ÖZETİ.....	38
3. MATERYAL VE YÖNTEM	46
3.1. MATERYAL	46
3.2. YÖNTEM	47
3.2.1. Malzemelerin Karakterizasyon Hazırlığı	49
3.2.2. Numunelerin Statik Sertlik Analizi.....	52
3.2.3. Numunelerin Dinamik Sertlik Analizi	52
3.2.4. Numunelerin Korozyon Analizi.....	54

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMALAR	55
4.1. STATİK SERTLİK ANALİZLERİ	61
4.1.1. Vickers Sertlik Analizi.....	61
4.1.2. Knoop Sertlik Analizi	71
4.2. DİNAMİK SERTLİK ANALİZLERİ	80
4.2.1. Meyer Kanunu'na Göre Analiz.....	101
4.2.2. Hays-Kendall Yaklaşımı'na Göre Analiz	102
4.2.3. PSR Modeli'ne Göre Analiz	105
4.2.4. Geliştirilmiş PSR (MPSR) Modeli'ne Göre Analiz.....	107
4.3. KOROZYON ANALİZLERİ	110
4.3.1. Potansiyodinamik Polarizasyon Testleri	111
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	114
KAYNAKLAR	117
ÖZGEÇMİŞ	132

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Tafel ekstrapolasyonu ile korozyon hızının bulunması	13
Şekil 1.2. Hassas dökümün prosesi için basit adımlar	21
Şekil 1.3. Vickers çentisinin şematik gösterimi	22
Şekil 1.4. Knoop çentisinin şematik gösterimi	23
Şekil 1.5. Tipik bir çentme testi için a) Yükleme profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi	24
Şekil 1.6. Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük-yer deęiştirme eğrileri a) Tamamen elastik b) Elastoplastik c) İdeal plastik numune	25
Şekil 1.7. Mikrosertliğin test yüküne göre deęişimi	28
Şekil 1.8. Vickers çentici etrafında meydana gelen a) Yıęılma b) Çökme davranışı	29
Şekil 1.9. (a) Çentięin yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodu'nda kullanılan yük-yerdeğiştirme eğrisinin şematik gösterimi	31
Şekil 3.1. Manşet ve kalıp	47
Şekil 3.2. Hassas Döküm Cihazı	48
Şekil 3.3. (a) Manşet Fırını, (b) Kalıptan çıkarılan numune	48
Şekil 3.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	49
Şekil 3.5. X- ışınları difaksiyonu (XRD)	49
Şekil 3.6. İkili Kuşlama Cihazı	50
Şekil 3.7. (a) Hassas Kesme Cihazı, (b) Metalografik Kalıplama Cihazı, (c) Yük Kontrollü Hassas Parlatma Cihazı	50
Şekil 3.8. (a) Kalıplama haznesi, (b) Kalıplanıp parlatılmış numune	51
Şekil 3.9. Mikrosertlik Cihazı	52
Şekil 3.10. Ters Metal Mikroskobu	52
Şekil 3.11. Dinamik sertlik analizinde yükleme profili	53
Şekil 3.12. Sertlik deneyleri için kullanılan TI 950 TriboIndenter test cihazının genel görünümü	53
Şekil 3.13. Berkovich çentisinin şematik gösterimi	53
Şekil 3.14. Elektrokimyasal test sistemi	54
Şekil 4.1. Parlatma öncesi, zımpara ve keçelerden sonra yüzey görüntüsü	55
Şekil 4.2. Pd-1 alaşımının optik görüntüsü	56
Şekil 4.3. Pd-2 alaşımının optik görüntüsü	56
Şekil 4.4. Pd-3 alaşımının optik görüntüsü	56
Şekil 4.5. Pd-1 alaşımına ait SEM görüntüleri	57
Şekil 4.6. Pd-2 alaşımına ait SEM görüntüleri	57
Şekil 4.7. Pd-3 alaşımına ait SEM görüntüleri	58
Şekil 4.8. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımalarının XRD desenleri	59
Şekil 4.9. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımalarının uygulanan maksimum yükün Vickers mikrosertliğine baęlı deęişimi	61
Şekil 4.10. (a) 1.96 N'luk çentik izi (b) 4.9 N'luk çentik izi	62
Şekil 4.11. Vickers çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımalarının $\ln P_{maks}-\ln d$ grafięi	63
Şekil 4.12. Vickers çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımalarının $(P_{maks}/d)-d$ grafięi	65
Şekil 4.13. Vickers çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımalarının $P_{maks}-d$ grafięi	66
Şekil 4.14. Geometrik olarak oluşturulmuş dislokasyon ilmeklerinin şematik gösterimi (Nix ve Gao; 1998).	67
Şekil 4.15. Vickers çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımalarının $H^2-(1/h)$ grafięi	68

Şekil 4.16. Vickers çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{etkin}-d^2$ grafiği	69
Şekil 4.17. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının uygulanan maksimum yükün Knoop mikrosertliğine bağlı değişimi	71
Şekil 4.18. (a) 9.8N'luk çentik izi (b) 2.94N'luk çentik izi	72
Şekil 4.19. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $\ln P_{maks}-\ln L$ grafiği	73
Şekil 4.20. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $(P_{maks}/L)-L$ grafiği	74
Şekil 4.21. Knoop çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{maks}-L$ grafiği	75
Şekil 4.22. Knoop çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $H^2-(1/h)$ grafiği	77
Şekil 4.23. Knoop çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{etkin}-L^2$ grafiği	78
Şekil 4.24. Pd-1 alaşımının yük-yerdeğiştirme eğrisi	81
Şekil 4.25. Pd-1 alaşımına nanosertlik uygulanan yük eğrisi	82
Şekil 4.26. Pd-1 alaşımına ait a) Çentik öncesi yüzey b) Çentik sonrası yüzey c) Çentik sonrası yüzey topoğrafyasının SPM görüntüsü	83
Şekil 4.27. Pd-1 alaşımı için Şekil 4.26.'da verilen çentiğin 3D görüntüsü	84
Şekil 4.28. Pd-1 alaşımında oluşturulan çentiğin "a" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi	84
Şekil 4.29. Pd-1 alaşımında oluşturulan çentiğin "b" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi	85
Şekil 4.30. Pd-1 alaşımında oluşturulan çentiğin "c" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi	86
Şekil 4.31. Pd-2 alaşımının yük-yerdeğiştirme eğrisi	87
Şekil 4.32. Pd-2 alaşımına ait nanosertlik uygulanan yük eğrisi	88
Şekil 4.33. Pd-2 alaşımına ait a) Çentik öncesi yüzey b) Çentik sonrası yüzey c) Çentik sonrası yüzey topoğrafyasının SPM görüntüsü	89
Şekil 4.34. Pd-2 alaşımı için Şekil 4.33.'te verilen çentiğin 3D görüntüsü	90
Şekil 4.35. Pd-2 alaşımında oluşturulan çentiğin "a" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi	90
Şekil 4.36. Pd-2 alaşımında oluşturulan çentiğin "b" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi	91
Şekil 4.37. Pd-2 alaşımında oluşturulan çentiğin "c" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi	92
Şekil 4.38. Pd-3 alaşımının yük-yerdeğiştirme eğrisi	92
Şekil 4.39. Pd-3 alaşımının nanosertlik uygulanan yük eğrisi	93
Şekil 4.40. Pd-3 alaşımına ait a) Çentik öncesi yüzey b) Çentik sonrası yüzey c) Çentik sonrası yüzey topoğrafyasının SPM görüntüsü	94
Şekil 4.41. Pd-3 alaşımı için Şekil 4.40.'ta verilen çentiğin 3D görüntüsü	95
Şekil 4.42. Pd-3 alaşımında oluşturulan çentiğin "a" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi	95
Şekil 4.43. Pd-3 alaşımında oluşturulan çentiğin "b" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi	96
Şekil 4.44. Pd-3 alaşımında oluşturulan çentiğin "c" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi	96
Şekil 4.45. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının uygulanan maksimum yük-yerdeğiştirme eğrileri	97
Şekil 4.46. Dinamik nanosertliğin uygulanan maksimum yüke bağlı değişimi	98
Şekil 4.47. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $\ln P_{maks}-\ln h_c$ grafiği	101
Şekil 4.48. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{etkin}-h_c^2$ grafiği	103
Şekil 4.49. Pd-1 alaşımının 700 μN 'luk yükteki yük-yerdeğiştirme grafiği	104

Şekil 4.50. Pd-2 alaşımının 600 μN 'luk yükteki yük-yerdeğiştirme grafiği.....	104
Şekil 4.51. Pd-3 alaşımının 500 μN 'luk yükteki yük-yerdeğiştirme grafiği.....	105
Şekil 4.52. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{maks}/h_c - h_c$ grafiği.....	106
Şekil 4.53. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{maks}-h_c$ grafiği.....	107
Şekil 4.54. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının elastik modülünün uygulanan maksimum yüke bağlı değişimi.....	109
Şekil 4.55. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına ait tafel eğrileri.....	111
Şekil 4.56. Pd-1 alaşımının a) Korozyon öncesi b) Korozyon sonrası yüzey görüntüsü.....	112
Şekil 4.57. Pd-2 alaşımının a) Korozyon öncesi b) Korozyon sonrası yüzey görüntüsü.....	113
Şekil 4.58. Pd-3 alaşımının a) Korozyon öncesi b) Korozyon sonrası yüzey görüntüsü.....	113

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. Üretimi yapılan alaşımların kimyasal kompozisyonu (% ağırlık)	47
Çizelge 4.1. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 malzemelerinin hesaplanan FWHM, mikrozorlanma (ϵ), dislokasyon yoğunluğu (ρ) ve kristalit boyutu (D).....	59
Çizelge 4.2. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Vickers çentici için Denklem (4.1)'e göre hesaplanan n ve A değerleri.....	63
Çizelge 4.3. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Vickers çentici için Denklem (4.3)'e göre analizi	65
Çizelge 4.4. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Vickers çentici için Denklem (4.5)'e göre analizi	67
Çizelge 4.5. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Vickers çentici için Denklem (4.6)'ya göre analizi	69
Çizelge 4.6. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Vickers çentici için Denklem (4.8)'e göre analizi	70
Çizelge 4.7. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Knoop çentici için Denklem (4.1)'e göre hesaplanan n ve A değerleri.....	72
Çizelge 4.8. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Knoop çentici için Denklem (4.3)'e göre analizi	74
Çizelge 4.9. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Knoop çentici için Denklem (4.5)'e göre analizi	76
Çizelge 4.10. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Knoop çentici için Denklem (4.6)'ya göre analizi	77
Çizelge 4.11. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Knoop çentici için Denklem (4.8)'e göre analizi	78
Çizelge 4.12. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına ait Vickers ve Knoop Sertlik değerleri	79
Çizelge 4.13. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına Elastiklik modülü (E) ve Akma mukavemeti (Y) değerleri	80
Çizelge 4.14. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Berkovich çentici için Denklem (1.21)'e göre analizi.....	103
Çizelge 4.15. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Berkovich çentici için Denklem (1.24)'e göre analizi.....	106
Çizelge 4.16. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Berkovich çentici için Denklem (1.26)'ya göre analizi.....	108
Çizelge 4.17. Farklı yükler altında Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına ait elastik modül (E_r) değerleri.....	110
Çizelge 4.18. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Tafel Ekspolarasyon Yöntemiyle elde edilmiş korozyon verileri.....	112

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Co	: Kobalt
Cr	: Krom
Mo	: Molibden
Pd	: Paladyum
Si	: Silisyum
Fe	: Demir
Au	: Altın
Ni	: Nikel
C	: Karbon
Pt	: Platin
Ti	: Titanyum
Al	: Alüminyum
V	: Vanadyum
Ru	: Rutenyum
In	: İndiyum
NaCl	: Sodyum Klorür
H	: Malzemenin Sertliği
H_V	: Vickers Sertliği
H_K	: Knoop Sertliği
H_B	: Brinnel Sertliği
HK	: Hays-Kendall
H_{HK}	: Hays Kendall Modeli için yükten bağımsız sertlik değeri
PSR	: Orantılı Numune Direnci
H_{PSR}	: Orantılı Numune Direnci Modeli için yükten bağımsız sertlik değeri
MPSR	: Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci
H_{MPSR}	: Geliştirilmiş PSR Modeli'ne göre yükten bağımsız sertlik değeri
NG	: Nix-Gao
H_{NG}	: Nix-Gao Modeli için yükten bağımsız sertlik değeri
IIC	: Çentiğin Sebep Olduğu Çatlama Modeli
H_{LI}	: Yükten bağımsız bölge
OP	: Oliver Pharr
P_{etkin}	: Etkin Yük
P_{maks}	: Uygulanan Maksimum Yük
d	: Açılan izin Çap ortalaması
d_0	: Kritik Çentik Boyutu
P_0	: Kritik Test Yüğü
n	: Meyer İndisi
a_0	: Yüzey işlemlerinin sebep olduğu artık zor ile ilgili sabit
a_1	: Numunenin elastik özellikleri ile ilgili sabit
a_2	: Numunenin plastik özellikleri ile ilgili sabit ve yükten bağımsız sertliğin bir ölçüsü
h	: Toplam Yerdeğiştirme
h_{maks}	: Maksimum Yüğüteki Yerdeğiştirme
h_0	: Elastik geri kazanımdan dolayı h_c 'ye eklenen düzeltme terimi
H_0	: Yükten Bağımsız Sertlik
h^*	: Çentisinin Şekli ve Malzemeye Bağlı Karakteristik Derinlik

h_s	: Kontak Çevresindeki Yüzeyin Yerdeğiřtirmesi
h_c	: Maksimum Yükteki Kontak Derinliđi
h_p	: Numune Yüzeyinde Kalan İzin Derinliđi
A_c	: Kontak Alanı
E_r	: Elastiklik Sabiti
ϵ	: Konik Uç İin Geometrik Sabit
W	: Kalıcı Deformasyon Oluřturmak İin Gereken Minimum Yük
λ_1	: Test Yüküne Bađlı Sabit
K_1	: Geometrik Dönüřüm Faktörü
K_2	: Test Yüküne Bađlı Sabit
E_{kor}	: Denge korozyon potansiyeli
I_{kor}	: Korozyon akımı
I	: Ölülen hücre akımı
R_p	: Polarizasyon Direnci
A	: Yüzey alanı
V	: Volt
mA	: Miliamper
g	: Gram
R_a	: Ortalama Pürüzlülük Deđeri
$RMS(R_q)$: Karekök Ortalama Pürüzlülük
DDM	: Derinlik Duyarlı Mikrosertlik
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SPM	: Taramalı U Mikroskobu
OM	: Optik Mikroskop
δP	: Yükteki artış
δh	: Yerdeğiřtirmedeki artış
S	: Kontak katılıđı

1. GİRİŞ

Gelişen teknoloji ile birlikte malzeme bilimi alanında da gelişmeler hızlı bir şekilde giderek artmaktadır. Malzeme alanındaki gelişmeler insanın yaşamsal unsurlarına bağlı yapısal çözümler bulunmasına yönelik ilerlemektedir. Günümüzde biyolojik kaynaklı olan bu malzemelerin üretimi ve geliştirilmesi oldukça önem arz etmektedir. Bu gelişmeler ışığında insanın yaşamsal fonksiyonlarını daha rahat sürdürebilmesi ve yaşam kalitesinin artırılması amacıyla vücutta kullanılacak malzemenin belirlenmesi oldukça önemlidir. Vücut içerisinde kullanılacak malzemenin, bir başka deyişle "biyomalzeme" 'nin vücut ile uyumluluğunun olması aynı zamanda işlevselliğinin yüksek bir malzeme olması gereklidir. Bu uyumluluk ve işlevsellik göz önüne alındığında geçmişten günümüze kadar vücutta implant ve protez malzemeleri olarak metal ve metal alaşımları kullanılmaktadır.

Metaller, belirli sınırlarda ağır, uzun süreli, değişken ve ani yüklenmelere karşı özelliklerini kaybetmeden dayanabilmeleri nedeni ile de tercih edilmektedirler (Somunkıran, 2006; Er, 2008).

Günümüzde başlıca üç metal grubu ve bunların değişik türevleri ortopedi ameliyatlarında fabrikasyon protez malzemesi olarak kullanılmaktadır. Bunlar paslanmaz çelikler, kobalt-krom esaslı alaşımlar ve titanyum esaslı alaşımlardır. En yaygın olarak kullanılan saf ya da alaşım halindeki protezler ise; Co-Cr-Mo, Co-Ni-Cr-Mo-Ti, Co-Cr-W-Ni, Ti-Al-V alaşımları ile saf titanyum ve paslanmaz çelik çeşitleridir (Er, 2008).

Dökülebilir Co-Cr-Mo alaşımı, dişçilik alanında uzun süreden beri kullanılmaktadır. Son zamanlarda bu alaşımın suni eklem yapımında kullanıldığı da görülmektedir. Co-Cr-Ni-Mo alaşımı ise, yükün fazla olduğu bacak ve kol eklemlerinde kullanılmaktadır (Park ve Kim, 2000; Er, 2008).

Metal ve metal alaşımları, yapay sert doku yerine kullanılan biyomedikal implantlar için belki de en yaygın kullanılan biyomalzemelerdir. Dünya genelinde her yıl sert doku tamiri ve dönüşümü için harcanan 12 milyar dolar içinde biyomalzeme

endüstrisi 2.3 milyar dolar gibi bir yer tutmaktadır. Biyomalzemeye olan ihtiyaç da giderek artan şekilde devam edecektir (Li ve ark., 2000; Er, 2008).

Bu tez kapsamında, implant ve protez malzemesi olarak kullanılan CoCrMo alaşımlarına Pd katkılması yapılacaktır. Pd katkılı malzemenin; mekanik ve korozyon deneyleri yapılacaktır. Mekanik deneylerin gerçekleştirilmesinde mikrosertlik ve nanosertlik olmak üzere iki yöntem kullanılacaktır. Mikrosertlik deneylerinde Vickers ve Knoop çentik uçları, nanosertlik deneylerinde ise Berkovich çentik ucu kullanılacaktır. Korozyon deneyleri lineer ve potansiyodinamik polarizasyon tekniği kullanılarak % 0.09'luk NaCl çözeltisinde gerçekleştirilecektir.

1.1. Biyomalzemeler

Günümüzde hemen hemen her gün önemli gelişmelerin görüldüğü bilim dallarından biri "Biyomalzeme Bilimi" dir. Biyomalzeme Bilimi; tıp alanında kullanılan malzemelerin özellikleri, ister doğal ister yapay olsun bu malzemelerin biyolojik sistemler ile temas halinde iken uygulamalarını ve özelliklerini içerisine almaktadır. Bu malzemeler genellikle biyomalzemeler olarak adlandırılırlar. Biyomalzemeler yaklaşık yarım yüzyıldır tıp, biyoloji, kimya, fizik ve malzeme bilimini kapsayan, hızla büyüyen oldukça heyecan verici bir alandır.

Biyomalzemeler insan vücudundaki canlı dokuların işlevlerini yerine getirmek ya da desteklemek amacıyla kullanılan doğal ya da sentetik malzemeler olup sürekli olarak ya da belli aralıklarla vücut akışkanlarıyla temas ederler (Ercan, 2000). Bundan dolayı malzemelerin öncelikle, yerini aldıkları organın mekanik yapısı ve fonksiyonunu karşılayabilir özellikte olmaları gerekmektedir (Vaudoaux ve ark., 1989).

Daha açık bir şekilde ifade edilecek olursa, biyomalzemelerden beklenen özellikler; biyoyumlu olmaları, mekanik dayanımlarının olması, vücut sıvılarını bünyelerine alıp şişmemeleri, deforme olmamaları, korozyona uğramamaları, aşınmamaları şeklinde sıralanabilirler (Hin, 2004).

Biyomalzemeler insan vücudunun çok değişken koşullara sahip olan ortamında kullanılırlar. Örneğin vücut sıvılarının pH değeri farklı dokulara göre 1 ile 9 arasında değişir. Günlük aktivitelerimiz sırasında kemiklerimiz yaklaşık 4 MPa, tendonlar ise 40-80 MPa değerinde gerilmeye maruz kalır. Bir kalça eklemindeki ortalama yük vücut

ağırlığının 10 katı olabilir. Vücudumuzdaki bu gerilmeler ayakta durma, oturma ve koşma gibi faaliyetler sırasında sürekli tekrarlanır. Biyomalzemelerin tüm bu zor koşullara dayanıklı olması gerekir. Geçmişte gerek tahta, kauçuk gibi doğal malzemelerin gerekse altın, cam gibi yapay malzemelerin biyomalzeme olarak kullanımı deneme yanılma yoluyla yapılmaktaydı. Vücudun bu malzemelere verdiği cevaplar son derece farklıydı. Belirli koşullar altında bazı malzemeler vücut tarafından kabul görürken aynı malzemeler koşullar değiştiğinde vücut tarafından reddedilebilmekteydi. Son 30 yıl içinde biyomalzeme-doku etkileşimlerinin anlaşılması konusunda önemli bilgiler elde edilmiştir (Ayhan, 2002).

1.1.1. Biyomalzeme Türleri

Biyomalzemeler; metaller, seramikler, polimerler ve kompozitler olmak üzere 4 ana gruba ayrılırlar. Her bir grup istenilen amaçlar doğrultusunda levha, tel halde veya kaplama olarak kullanılabilir. Ayrıca uygulama alanı olarak biyomalzemeler, sert doku yerine kullanılacak biyomalzemeler ve yumuşak doku yerine kullanılacak biyomalzemeler olmak üzere iki gruba ayrılır (Park ve Lakes, 1992).

Metalik biyomalzemeler, yüksek mekanik özellikleri nedeniyle genellikle sert dokular yerine kullanılırlar (Kohn, 1998).

Seramik malzemeler, sert dokular yerine kullanılan, biyoyumlulukları yüksek olup, vücut sıvılarının etkilerine karşı dayanıklı olmalarının yanında, mekanik özellikleri düşük, kırılğan, esnek olmayan ve yoğunluğu yüksek malzemelerdir (Pasinli, 2004).

Polimerler ve kompozitler daha çok yumuşak doku hasarları ya da yitikleri üzerine yapılan çalışmalarda kullanılmakta olup yine biyoyumlulukları çok yüksek malzemelerdir. Sadece eksilen ya da yıpranan organların yerine değil estetik kaygılarla genel plastik cerrahide ve ülkemizde sıkça karşılaşılan kalp-damar sistemi hasarlarının tedavisinde de bu malzemelerden yararlanılmaktadır (Yang ve ark., 2004).

1.1.2. Metalik Biyomalzemeler

Kristal yapılar ve sahip oldukları güçlü mekanik bağlar nedeniyle üstün mekanik özellikler taşıyan metal ve metal alaşımlarının biyomalzeme alanında payı büyüktür. Ortopedik uygulamalarda eklem protezi ve kemik yenileme malzemesi olarak, çene cerrahisinde diş implantı olarak, kalp-damar cerrahisinde yapay kalp parçaları, vana, kalp kapakçığı olarak kullanılmaktadır. Biyomalzeme pazarındaki en büyük payıya teşhis ve tedavi amaçlı aygıtların metalik aksamlarının oluşturulmasındadır (Korkusuz ve Şenköylü, 2003).

Metalik biyomalzemeler kas/iskelet sistemimizin mekanik koşullarına en iyi uyum gösteren malzemelerin başında gelir. Metalik biyomalzemeler belirli sınırlarda, ağır, uzun süreli, değişken ve ani yüklemelere karşı özelliklerini kaybetmeden dayanabilmeleri nedeniyle tercih edilir (Gür, 2003).

Bütün biyomalzemelerin taşımak zorunda olduğu esas özellikler; korozyon dayanımı, biyouyumluluk, biyoadhezyon (kemik gelişim), biyofonksiyonellik (mekanik özelliklere sahip olmak, özellikle yorulma dayanımı ve young modülünün kemiğinkine mümkün olabildiğince yakın olması). Bu özellikler değişik biyomalzeme grupları tarafından daha az veya daha fazla tatminle gerçekleştirilmektedir. Farklı malzemelerle karşılaştırıldığında, beklentilere göre farklı davranışlar ortaya çıkar. İyi bir korozyon direncine sahip bir malzeme yeterli biyouyumluluk göstermeyebilir. Zıt şekilde iyi bir biyouyumluluğa sahip malzeme de daha kötü bir korozyon direncine sahip olabilir. Korozyon özellikle diz eklemleri veya vida sistemlerinde önemli sorunlar ortaya çıkabilir. Genellikle malzemenin karakteristik özellikleri onun uygulama şeklini belirler. Örneğin amalgamlar (cıva-metal karışımı) düşük biyouyumlulukları ve korozyon dayanımı özelliklerine rağmen, oda sıcaklığında şekillendirilebilmeleri ve buna rağmen yüksek sertlik göstermeleri nedeniyle uzun süre diş yapılandırılmalarında kullanılmıştır (Yılmaz, 2011).

İnsan vücudundaki çeşitli iyonlar, metalik malzemeler için korozif bir ortamdır. Uygun seçilmeyen bir metalik malzeme vücutta korozyon sonucu çözünmekte ve doku içerisine girerek zarar vermektedir (Güven ve Delikanlı, 2006). Metallerin korozyon özellikleri kötü olduğu bilinmesine karşın canlı organizmada biyoimplant olarak kullanılan metal malzemelerin yüzeylerinde oluşan pasif filmler, yüzeydeki oksitlenme

reaksiyonlarını yavaşlatmakta, vücut sıvısı içinde metalin, minimum düzeyde çözünmesini sağlamakta ve vücut içinde kullanım süresini de uzatmış olmaktadır (Çakır, 1995).

En yaygın olarak kullanılan saf ya da alaşım halindeki biyomalzemeler; Co, Ti, V, Al, Cr, W, Mo ve Ni'nin farklı kombinasyonundaki alaşımları ile saf titanyum ve paslanmaz çelik çeşitleridir. Metallerin saf haldeki kullanımının uygunluğu çoğu alaşımlara nazaran iyi değildir. Bir metalin tek başına sağlayamadığı bazı özellikler, diğerlerinin katkısıyla oluşturulabileceğinden metallerin alaşım olarak kullanımı tercih edilir. Buna rağmen, istenilen özelliklerin tümü tam olarak alaşımlarda da bulunmayabilir. Ticari metalik malzemelerin de pek çoğu alaşım halindedir. Günümüzde başlıca üç metal grubu ve bunların değişik türevleri ortopedi ameliyatlarında fabrikasyon protez malzemesi olarak kullanılmaktadır. Bunlar paslanmaz çelikler, kobalt-krom esaslı alaşımlar ve titanyum esaslı alaşımlardır. En yaygın olarak kullanılan saf ya da alaşım halindeki protezler ise; Co-Cr-Mo, Co-Ni-Cr-Mo-Ti, Co-Cr-W-Ni, Ti-Al-V alaşımları ile saf titanyum ve paslanmaz çelik çeşitleridir (Langer ve ark., 1990).

1.1.3. Metalik Biyomalzemelerden Beklenen Özellikler

a) Biyoyumluluk

Biyoyumluluk, implant malzemesinin çevreleyen doku tarafından iyi tolere edilmesidir. Bir başka deyişle; malzemeyi çevreleyen dokunun işlevlerinin zaman içerisinde nakil uygulamasından dolayı bozulmaması gerekir. İmplant malzemesi bünyeye yerleştirildiğinde, vücut dokusu implantı ya tam anlamıyla reddeder ya da bazı komplikasyonlar ile bünye içinde tutar. İyi bir uygulama için hedef; hiçbir komplikasyon ya da kötü etkiye meydan vermeksizin implant malzemeyi bünyeye kabul ettirmektir.

b) Toksik Oluşturmama

Litaratürde doku ile ya da vücut sıvıları ile direkt temas halindeki malzemelerin yaygınlıkla toksit özellik kazandığı belirtilmektedir. Bu tip malzemeler için çok dikkat

etmek gerekir. Bu malzemelerin direkt temas halinde bulunmamalarını sağlamak zorunludur.

c) Korozyon Direnci

Cerrahi operasyonlarda dikkat edilmesi gereken en önemli konulardan birisi de korozyondur. Yüksek döngülü gerilimler ve korozif sıvılar malzemeleri etkiler. Bünyedeki ortamlar metaller için yüksek korozyon koşulları oluşturacak dinamik bir ortamdır. Metaller aşınmaya uğradığında oluşacak ürünler bünye için tehlike oluştururlar. Ayrıca doku implant ara yüzeyinde yalıtılarak uygulanmış toksik implantlar, korozyon sonrasında alerjik ve kanserojen tepkimelere girebilirler.

d) Kimyasal Kararlılık

Bu durum yukarıda konu edilen korozyonla yakından ilgilidir. Fakat bazı durumlarda korozyon meydana gelmeden malzemenin vücut sıvılarını absorblayıp sonrasında özelliklerini değiştirdiği görülmüştür.

e) Uygun Yorulma Dayancı

Tüm metaller belli bir döngüsel gerilim sonrasında kırılırlar. Önemli ölçüde gerilim ve korozif çevrede olduğu için kemik protezlerindeki yorulma hasarları hiçbir zaman önemini yitirmez. Bu nedenle implant malzemesi üretim ve tasarımda dikkat edilecek konuların başında yorulma dayanımı gelir. Bir implant tasarlanırken seçilen malzemenin vücuda karşı güvenirligi hesaplanırken insan vücudundaki gerilimler iyi bilinmelidir.

f) Uygun Tasarım ve Üretim

Ortopedik implant malzemelerinden beklenen biyolojik uyumluluktan sonra en önemli özellik kemik ile mekanik özelliklerinin benzeşmesidir. Kemikle benzer davranış sergilemesi için malzemenin elastikliği çok önemlidir. Bu kriteri sağlayan mükemmel bir malzeme bile doğru tasarlanmazsa beklenmedik hasarlara neden olabilir.

1.1.4. Metalik Biyomalzemelerin Kullanım Alanları

Metal biyomalzemeler en çok kullanım alanı olan biyomalzemelerdir. Vidalar, teller ve kalça protezleri gibi birçok malzemeler metallere yapılır. Metaller güçlü bir dayanıma, mukavemetli bir yapıya sahip olduklarından ve kırılmadan önce plastik deformasyon sergilediklerinden dolayı biyomalzeme olarak çok kullanılırlar. Bu özellikleri nedeniyle metaller ortopedik uygulamalarda geniş bir yer bulmuşlardır.

Metaller, kas-iskelet sisteminin biyomekanik koşullarına en iyi uyum gösteren malzemelerdendir. Metaller, belirli sınırlarda ağır, uzun süreli, değişken ve ani yüklenmelere karşı özelliklerini kaybetmeden dayanabilmeleri nedeni ile tercih edilmektedirler (Sarsılmaz, 2000). Tıp alanında oldukça geniş bir kullanım alanı bulan metaller şekillendirilmeleri ve üretilmelerindeki güçlüğüne rağmen sert dokuları ve yüksek dayanımları nedeniyle kemik yerine kullanımları uygun bulunmuştur (Er, 2008).

1.1.5. CoCrMo Alaşımları

Bu alaşımların içeriğinde esas olarak %53-68 kobalt, %25-34 krom bulunur. Nikel ve berilyum içermedikleri için nikel-krom alaşımlarına göre biyolojik üstünlükleri olsa da nikel-krom alaşımlarından daha yüksek sertliğe sahip oldukları için, döküm ve laboratuvar çalışması zorluğu, karışık arktaki dişlerin aşınmasına neden olması, daha fazla oksitlenmeleri bu alaşımların kullanımını kısıtlamıştır (Hruska 1987, Donley ve Gillette 1991).

Kobalt esaslı alaşımlar genellikle nikel esaslı alaşımlara göre daha yüksek miktarlarda krom içerirler. Krom içeriği genellikle en fazla % 30'dur. Bunun sonucu olarak, bu alaşımlar nikel esaslı alaşımlardan daha iyi korozyon direncine sahiptir. Diğer alaşım elementleri karbon (C), tungsten (volfram(W)), niyobyum (Nb), silisyum (Si), manganez (Mn), rutenyum (Ru), alüminyum (Al) ve molibdendir (Mo) (Baran, 1985; Ersoy, 2002; Rosenstiel ve ark., 2001). Karbon, alaşımı güçlendirmek için ilave edilir. Karbon oranındaki yaklaşık % 0,2'lik bir değişim alaşımın diş hekimliğinde kullanılabilir olma özelliğini yitirmesine yol açar. Örneğin karbon oranı alaşım için belirtilen miktarın % 0,2'si kadar arttığında alaşım çok sert ve kırılabilir olur, % 0,2'si kadar azaltıldığında ise alaşımın bükülme ve nihai direnci çok azalacaktır. Her iki koşulda da alaşım diş hekimliği için uygun olmayacaktır. Alaşımı oluşturan bütün

elementler (Cr, Si, Mo, Co ve Ni) karbon ile etkileşerek karbidleri oluşturur ve bu yeni oluşum, alaşımın özelliğini değiştirir (Baran, 2002).

1.2. Korozyon

Metal ve alaşımların içinde buldukları ortamın etkisiyle kimyasal veya elektrokimyasal tepkime sonucu çözünerek aşınmasına korozyon denir (Berkem, 1984; Perez, 2004; Uhlig ve Revie, 2008).

Metallerin büyük bir kısmı su ve atmosfer etkisine dayanıklı olmayıp normal şartlar altında bile korozyona uğrayabilir. Bunun nedeni, çevresiyle çeşitli etkileşimlere giren metalin, bu etkileşimler sonucu kimyasal değişime uğrayarak doğal şartlarda bulunan en kararlı haline dönme eğilimidir. Doğada metaller, en düşük enerji taşıyan bileşikleri olan yani en kararlı halleri olarak tabir edilen mineralleri halinde bulunurlar. Bu mineraller özel metalurjik yöntemler vasıtasıyla metal haline dönüştürülür. Ancak metallerin çoğu, element halinde, termodinamik olarak kararlı değildir. Uygun bir ortamın bulunması halinde üzerinde taşımış oldukları kimyasal enerjiyi geri vererek yeniden minimum enerji taşıyan kararlı bileşikler haline dönüşmek isterler. Bu sebeple korozyon olayı enerji açığa çıkararak kendiliğinden yürür. Örneğin; demir, yağmur sularının etkisi ile pas haline dönüşür. Eğer pas analiz edilecek olursa onun demirin değişik değerlikli oksitleri olduğu görülür. Paslanma ile demir yeniden doğal haline dönüşmüştür. Bazı soy metaller hariç teknolojik öneme sahip bütün metal ve alaşımlar korozyona uğrayabilir. Tunç, pirinç, paslanmaz çelik, çinko ve alüminyum koruma olmaksızın uzun süre dayanacakları umulan kullanım koşulları altında çok yavaş bir korozyona uğrarlar (Yiğitoğlu, 2009).

1.2.1. Korozyon ve Önemi Hakkında Bilgiler

Metallerin hemen hemen hepsi doğada bileşikler halinde bulunurlar. Bu bileşiklerden ilave malzeme, enerji, emek ve bilgi kullanmak suretiyle metal veya alaşım üretilir. Üretilen metal ve alaşımların ise tekrar kararlı durumları olan bileşik haline dönme eğilimleri yüksektir. Bu nedenle, metaller içinde buldukları ortamın elemanları ile reaksiyona girerek önce iyonik duruma, sonra da ortamdaki başka

elementlerle birleşerek bileşik haline dönmeye çalışırlar. Böylece, kimyasal değişime veya bozunuma uğrarlar. Sonuçta, metallerin fiziksel, kimyasal, mekanik ve elektriksel özelliklerinde istenmeyen bazı değişiklikler meydana gelir ve bu değişiklikler bazı zararlara yol açar. Hem metal malzemelerin bozunma reaksiyonuna, hem de bu reaksiyonun neden olduğu zarara korozyon adı verilir. Genel anlamda ise; ortamın kimyasal ve elektrokimyasal etkilerinden dolayı metalik malzemelerde meydana gelen hasara korozyon denir.

Korozyon büyük zararlara yol açarak önemli israf kaynaklarından birini oluşturur. Korozyon nedeniyle meydana gelen malzeme, enerji ve emek kaybının yıllık değeri, ülkelerin gayri safi milli gelirlerinin (GSMG) yaklaşık % 5'i düzeyindedir. Bu değer ciddi bir ekonomik kayıp demektir. Korozyon maddi kayıplardan başka, çevre kirliliğine de yol açar. Bu nedenle, korozyon ve korozyonu önleme ilkelerinin metal malzeme kullanan her kesim ve özellikle teknik elemanlar tarafından bilinerek uygulanmasında büyük yararlar vardır. Korozyonu önleme yöntemlerini doğru uygulamak suretiyle korozyon kayıpları %20 ile 40 arasında azaltılabilir (Keleş, 2008).

Korozyon çalışmaları

- Ekonomik
- Güvenlik
- Kaynakların korunması,
açısından önem kazanmaktadır.

- Ekonomik Açıdan: Korozyonla kaybolan ve işe yaramaz hale gelen metallerin korozyon önlemleri ile kazanılması, bir başka deyişle kazanılmış malzemenin ömrünü uzatarak daha verimli kullanılması sağlanır.

- Güvenlik Açısından: Çalışmakta olan sistemlerde, korozyon sonucu meydana gelecek dayanım zayıflaması sistemin çökmesine ve önemli kazalara neden olabilir. Örneğin, basınçlı kazanlarda ve buhar kazanlarında patlama, zehirli maddelerin bulunduğu metalik kaplarda sızıntı, köprü ayaklarında çökme vb.

- Kaynakların Korunması Açısından: Dünya rezervlerinin sınırlı olması nedeniyle boşa giden her türlü emek ve enerji dışında, metalik malzemelerin geleceğe ait stokları da verimsizce kullanılmış olacaktır (Erbil, 1985).

1.2.2. Korozyonun Önlenmesinde Genel Yöntemler

Korozyonun teknik ve ekonomik açıdan en düşük düzeye indirilmesi veya zorunlu hallerde tamamen önlenmesi için kullanılan yöntemler çok çeşitlidir. Endüstride en çok kullanılan korozyon önleme yöntemleri aşağıda sıralanmıştır:

- Alaşım elementi katma: Alaşım elementi katmak suretiyle bazı metallerin korozyon direnci artırılabilir. Örneğin, ostenitik paslanmaz çelikler 880 °C ile 1380 °C arasındaki sıcaklıklarda soğutulduğunda tane sınırlarında krom karbürler çökeler. Bu çökme, çeliği taneler arası korozyona duyarlı hale getirir. Bu tür korozyonu önlemek için ya karbon oranını düşürmek ya da karbürleri daha kararlı bir şekle dönüştürmek gerekir.

Karbürleri daha kararlı bir duruma dönüştürmek için çeliğe titanyum ve kolombiyum katılır. Karbona karşı ilgileri yüksek olan bu elementler, yüksek sıcaklıkta ostenit fazı içinde çözünmeyen daha kararlı karbürler oluştururlar. Bunun sonucunda, krom ile birleşmesi için çok az karbon kalır ve çelik stabilize edilmiş olur. Bazı alaşım elementleri malzemenin yüzeyinde gözeneksiz oksit filmleri oluşturarak veya oluşmasına yardım ederek malzemenin korozyon direncini artırırlar. Örneğin; bakır alaşımlarına katılan mangan ve alüminyum, paslanmaz çeliğe katılan molibden ve alüminyuma katılan magnezyum bu malzemelerin korozyon dirençlerini artırır (Keleş, 2008).

- Dayanıklı malzeme kullanmak: Korozif ortamda kullanılacak malzeme seçilirken, ortamın özelliği iyi bilinmeli ve bu ortama direnç gösterecek özellikteki metal ve/veya alaşımlar seçilmelidir (Yalçın ve Koç, 1991).

- Ortamın korozif etkisini giderecek önlemler almak: Korozyon hızını azaltmanın en etkin yollarından biri ortam şartlarını kontrol etmektir. Korozif ortamın sıcaklığı, derişimi, akış hızı, içerdiği oksijen ve oksitleyicilerin miktarı gözlem altında tutularak korozyon hızı belirli düzeyde tutulabilir. Korozif etkiyi gidermenin bir diğer yolu da aktif ortama inhibitör ya da pasifleştirici ilave etmektir (Zhou, 2010).

- Metal yüzeyini kaplama: Kaplamaların görevi, metal yüzeyi ile korozif ortam arasında bir engel oluşturarak metali korumaktır. Genellikle kaplamalar çok korozif

ortamlarda kullanılmazlar. Ancak atmosfer, toprak, su gibi doğal ortamlarda kullanılırlar (Üneri, 1998).

- Katodik koruma yapmak: Katodik korumanın temel ilkesi elektrokimyasal korozyon teorisine dayanır. Bu teoriye göre bir elektrokimyasal hücreden net bir akım geçtiğinde anotta oksidasyon (yükseltgenme) tepkimesi, katotta ise buna eşdeğer indirgenme tepkimesi yürür. Böyle bir sistem içinde katot bölgesinde hiçbir şekilde korozyon olayı meydana gelmez. Bu teoriye dayanarak bir metalin yüzeyindeki anodik bölgeler, katot haline dönüştürülerek korozyon olayı kesin şekilde önlenir (Short ve ark., 1996).

- Anodik koruma yapmak: Katodik korumada olduğu gibi metale dıştan bir akım uygulanarak koruma sağlanır. Anodik koruma bir pasifleştirme işlemi olarak kabul edilebilir. Bu sebeple bu yöntem ancak pasifleşme özelliği olan metallere uygulanabilir. Eğer sistemde bir arıza meydana gelirse, korunan metal kısa sürede korozyona uğrayabilir (Schweitzer, 1996).

1.3. Korozyon Hızı

Metal ve alaşımların korozyona karşı dirençleri korozyon hızı ile ifade edilir. Korozyon hızı bir metalin birim zamandaki çözünme miktarıdır. Bölgesel korozyonun olduğu sistemlerde korozyon hızı, korozyonun derinlemesine ilerleme biçiminde de verilebilir. Korozyon hızının en kısa sürede ölçülmesi elektrokimyasal yöntemlerle mümkündür. Bu yöntemlerde hız, akım yoğunluğu olarak verilmektedir (Erbil, 1984).

1.3.1. Korozyon Hızı Belirleme Yöntemleri

Korozyon hızı belirlemede olayların kimyasal veya elektrokimyasal oluşuna göre hız belirleme yöntemleri farklılık gösterir. Bu farklılıklar neticesinde izlenecek yöntemler aşağıda verilmiştir.

Kimyasal olaylarda korozyon hızı;

-Kütle kaybı yöntemiyle,

Elektrokimyasal olaylarda ise;

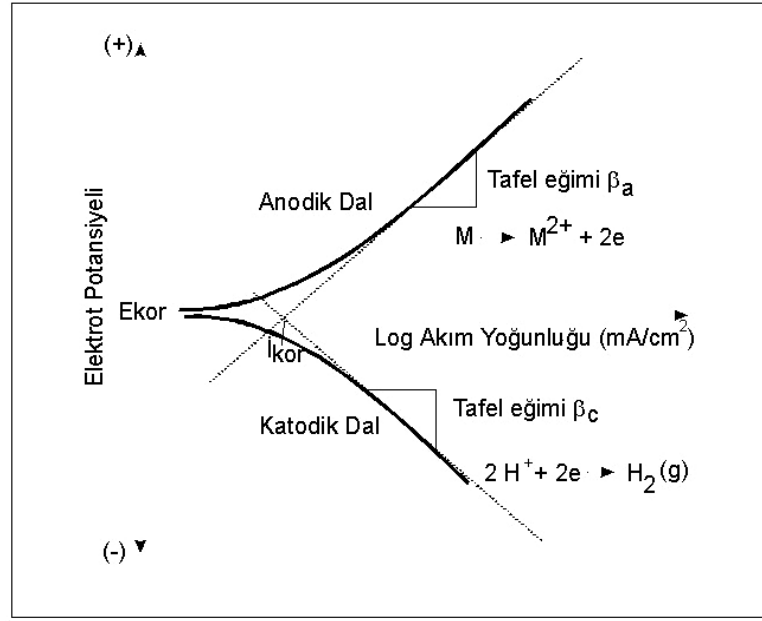
- Tafel ekstrapolasyon yöntemi,
- Lineer polarizasyon yöntemi,
- Alternatif akım empedans ölçme yöntemi ile ölçülür.

1.3.2. Tafel Ekstrapolasyon Yöntemi

Anodik ve katodik polarizasyon eğrilerinin Tafel bölgelerinin korozyon potansiyeline ekstrapole edilmesiyle korozyon akımı yani korozyon hızı belirlenir. Anodik ve katodik Tafel bölgeleri bir arada elde edilmediği zaman ise sadece birinin korozyon potansiyeline ekstrapolasyonu ile de korozyon hızı bulunabilir.

Korozyon olayları bir tek çözünme tepkimesinden oluşmaz. Elektrot yüzeyinde birçok indirgenme ve yükseltgenme tepkimesi birlikte yürür. Özellikle alaşımlar için bu tepkimeler daha çok karmaşıktır. Bu yüzden elektrokimyasal yöntemlerle korozyon olayı incelenirken tüm sistemin davranışını topluca gösteren karma potansiyel kuramından yararlanılır. Tek bir elektrokimyasal olayda, yükseltgenme akımının indirgenme akımına eşit olduğu potansiyele denge potansiyeli (E_d), iki veya daha fazla indirgenme ve yükseltgenme tepkimesinin birlikte yürüdüğü bir ortamda toplam indirgenme akımının toplam yükseltgenme akımına eşit olduğu potansiyele ise korozyon potansiyeli (E_{kor}) denir. Korozyon potansiyelinde net bir akım vardır. Ama toplam anodik akım, toplam katodik akıma eşit olduğundan bu akım okunmaz. Doğrudan ölçülmeyen bu akıma korozyon akımı (I_{kor}) denir. Korozyon akımının elektrodun yüzey alanına bölünmesiyle de elde edilen akım yoğunluğu (i_{kor}), metalin korozyon hızını verir.

Akım-potansiyel eğrileri, ya akım ya da potansiyellerden birinin kontrollü olarak değiştirilmesiyle diğerinin aldığı değerler grafiğe geçirilerek elde edilir. Korozyona uğrayan bir metal için anodik ve katodik Tafel eğrileri deneysel yoldan belirlenir. Deneysel sonuçları grafiğe geçirildiğinde çizgisel olan kısımlar uzatılır ve kesim noktalarında o sistem için korozyon hızı bulunur. Korozyon hızı i_{kor} ve korozyon potansiyeli E_{kor} Şekil 1.1.'de gösterilmiştir.



Şekil 1.1. Tafel ekstrapolasyonu ile korozyon hızının bulunması

Hem anodik hem de katodik Tafel eşitlikleri Stern-Geary eşitliği ile birleştirildiğinde aşağıdaki eşitlik elde edilir.

$$I = I_{kor} \left\{ \exp[2.303(E - E_{kor})] - \exp[2.303(E - E_{kor})] \right\} \quad (1.1)$$

Burada:

I : Ölçülen hücre akımı, amper.

I_{kor} : Korozyon akımı, korozyon hızının bir ölçüsü, amper.

E_{kor} : Korozyon potansiyeli, volt.

E : Elektroda uygulanan gerilim, volt.

β_a, β_c : Anodik ve katodik Tafel katsayıları.

Korozyon potansiyeli civarında polarizasyon eğrileri lineer bölge gösteriyorsa korozyon hızı hakkında kantitatif bilgi elde edilebilir (Konus, 2005).

1.4. Döküm Yöntemi

Döküm işlemi, içinde üretilmek istenen, parçanın biçimine sahip bir boşluk bulunan kalıplara sıvı metalin doldurulması ile yapılır. Kalıp boşluğunun boyutları elde

edilmek istenen parçadan biraz daha büyüktür; bu şekilde katılaşma ve soğuma sırasındaki boyut azalmaları dengelenir. Sıvı metalin doldurulduğu kalıp açık veya kapalı olabilir. Döküm teknolojisinde daha yaygın olarak kullanılan kapalı kalıplarda, sıvı metalin kalıba doldurulması için bir yolluk sistemi bulunur. Kalıplar değişik refrakter malzemelerden yapılabilir. Bunlar arasında kum, alçı, seramik ve metal sayılabilir. Katılaşma sonrasında bazı döküm yöntemlerinde parçanın çıkarılması için kalıbın bozulması gerekir, yani kalıplar sadece bir kez kullanılır.

Döküm öncesinde metal eritilir ve döküm sıcaklığına çıkarılır. Kalıba dolan metal soğumaya başlar, sıcaklık belirli bir değere düştüğü zaman katılaşma başlar ve katılaşma tamamlandığında hala sıcak olan parça oda sıcaklığına kadar soğur. Bu sırada önemli miktarda ısı uzaklaştırılır ve faz dönüşümleri olabilir. Bütün bu süreç boyunca parçanın boyut ve biçimi yanında malzemenin iç yapısı ve dolayısıyla özellikleri belirlenir. Döküm sonrasında parça kalıptan çıkarılır, parçaya ait olmayan kısımlar uzaklaştırılır, yüzey temizlenir, varsa ısıl işlem yapılır ve gerekli kontrollerden sonra imalat tamamlanmış olur.

Döküm Yönteminin Avantajları

- Yöntemin sınırları çok geniş olup hem çok küçük parçaların, hem de tonlarca ağırlıktaki büyük parçaların üretimine uygun değişik teknikler bulunmaktadır.
- Çok karmaşık biçimli ve içi boş parçaların üretimi mümkündür.
- Hemen hemen tüm metal alaşımların dökümü mümkündür. Bazı malzemeler ise (örneğin dökme demir) sadece döküm yoluyla elde edilebilir.
- Seri üretime uygun döküm yöntemleri geliştirilmiştir.

Döküm Yönteminin Dezavantajları

- Çok ince kesitleri elde edilmesi güçtür.
- Az sayıda parça üretimi için genellikle ekonomik değildir.
- Aynı malzemenin plastik şekil verme yöntemleri(örneğin dövme) ile elde edilmiş olanı, dayanım bakımından genellikle daha üstündür.
- Genellikle hassas boyut toleranslarının ve iyi yüzey kalitelerinin sağlanması güçtür.
- Çevre dostu bir imalat yöntemi değildir.

Döküm tekniğinde kaliteyi, büyük ölçüde erimiş metalin içine dökülen kalıpların türü ve hazırlanışında gösterilen özenler belirler. Uygulanacak kalıplama yönteminin seçiminde: üretilen parça sayısı, amaçlanan üretim hızı, boyut hassasiyeti, yüzey kalitesi, metalurjik kriterler ve yonteme özgü diğer özellikler dikkate alınır. Metal döküm teknikleri kullanılan kalıpların türüne göre iki gruba ayrılır:

- **Harcanan kalıp (bozulabilir) kullanılan yöntemler:** Bu yöntemlerde katılma sonrasında parça çıkarılırken kalıp bozulur. Yani her yeni parça için yeni bir kalıp gereklidir. Bozulabilir kalıp yöntemleri 3 tiptir.
 - Hassas Döküm Yöntemi
 - Alçı Kalıba Döküm Yöntemi
 - Seramik Kalıba Döküm Yöntemi
- **Kalıcı kalıp kullanılan yöntemler:** Bu yöntemlerde kalıp defalarca kullanılabilirdiğinden, seri üretim için daha ekonomik çözümdür. Kalıcı kalıp yöntemleri 3 tiptir.
 - Kalıcı Kalıba Döküm Yöntemi
 - Basınç Döküm Yöntemi
 - Savurma (Santrifüj) Döküm Yöntemi

1.5. Hassas Döküm

“Investment Casting” (hassas döküm), “Ceramic Shell Casting” (seramik kabuk dökümü) veya “Lost Wax Process” (kaybedilmiş mum prosesi) terimleri aynı döküm şeklini ifade eder.

Prensibi: Mum ve benzer modeller kullanılarak hazırlanan kalıpların ısıtılması ile eriyen model malzemesinin kalıptan dışarı akıtılarak veya buharlaştırılarak kalıp boşluğunun oluşturulmasıdır.

Bu teknik sayesinde elde uygun malzemedan yapılmış bir model olduğu sürece çok karmaşık metal dökümler yüksek hassasiyet ve yüzey kalitesi ile yapılabilmektedir. Bu özelliği ile hassas döküm, birçok talaşlı imalat işleminin gereğini ortadan kaldırır. Hassas döküm teknikleri temelde ikiye ayrılır: Hassas kabuk döküm (Investment Shell Casting) tekniğinde, seramik kalıp, ince cidarlı bir kabuk şeklinde modelin etrafını

örterken, hassas fanus döküm (Investment Flask Casting) tekniğinde ise bir kabın içindeki kalıp boşluğu haricindeki tüm hacim seramik/alçı malzeme ile doldurulur.

Hassas döküm ilk uygulamalarda genellikle mücevher yapımında, havacılık alanında ve dişle ilgili problemlerin çözümünde (protez yapımı) kullanıldığından gerek estetik yönden gerekse mekanik özelliklerin homojen olmasının istenmesi ve bünyenin tok bir yapıda olmasının istenmesi yönünden tam bir boyutsal düzgünlük ve biçimsel tamlik göstermek zorundadır.

Hassas döküm yöntemi, günümüzde uygulama alanını genişletmiştir. Başta silah sanayi olmak üzere, tekstil sanayi ve diğer sanayi alanlarında uygulanmaya başlanmıştır. Bu alanlara uzay, havacılık ve savunma sanayi, tıbbi ve ortopedik cihaz sanayi, otomotiv ve motor sanayi, mekanik ve elektromekanik sanayi örnek verilebilir.

1.5.1. Hassas Döküm Uygulama Yöntemleri

Dökülen metalin türü, parça boyutları, istenen soğuma hızı gibi faktörlere bağlı olarak aşağıdaki üç farklı döküm yönteminden biri seçilir. Bunlar;

- Dereceli Hassas Döküm Yöntemi (Solid Investment - Flask Investment)
- Seramik Kabuklu Hassas Döküm Yöntemi (Shell Investment)
- Vakumlu Hassas Döküm Yöntemi (Investment Casting)

1.5.1.1. Dereceli Hassas Döküm Yöntemi

Bu hassas döküm yöntemi uygulamada demir esaslı ve demir dışı alaşımlar için olmak üzere ikiye ayrılır. Demir esaslılarda ve döküm sıcaklığı yüksek olan demir dışı alaşımlarda, kalıp malzemesinin 1100 °C'ye kadar bozulmadan dayanabilmesi gerekmektedir.

Demir dışı alaşımlar için kullanılabilen alçı, demir esaslılara uygun bağlayıcı veya refrakter malzeme olmayacaktır. Demir dışı alaşımlar için modelde ön kaplamaya ihtiyaç olmamakla beraber, demir esaslılarda ön kaplama yapmak gerekmektedir.

Mum model salkımı, 1000 °C'den daha yüksek sıcaklıklarda eriyen metallerin dökümü için önce refrakter çamura daldırılarak ön kaplama yapılır. Düşük sıcaklıkta

eriyen metaller için gerekli olmayan bu ön kaplamadan sonra model salkımı paslanmaz çelik bir derece içinde refrakter bir karışımla kalıplanır.

Kalıplama masasına titreşim uygulanarak kalıp harcının yerleşmesi ve modeli tümüyle sarması sağlanır. Kalıplar kaplamadan sonra ters çevrilir ve 95-150 °C sıcaklığa ısıtılarak eriyen mum dışarı akıtılır (Anlar, 2009).

1.5.1.2 Seramik Kabuk Hassas Döküm Yöntemi

Seramik Kabuk hassas döküm yöntemi öncelikle karbon çelikleri ve alaşımli çeliklerle, paslanmaz çelikler ve ısıya dirençli alaşımların dökümünde kullanılır. Bu yöntemde modeller, bir sıvı içinde süspansiyon halinde bulunan seramik tozunun meydana getirdiği çamur içine daldırılır ve seramik kaplı ıslak yüzeye, kuru refrakter taneleri, bir akışkan yatak içinde veya başka bir yöntemle püskürtülerek yapıştırılır. Bu işlem yeterli kabuk kalınlığı elde edilinceye kadar tekrar edilir. Başlangıçtaki kaplamaya "ön kaplama" adı verilir ve genellikle çok ince öğütülmüş tanelerden oluşan bir çamur kullanılır. Böylece düzgün bir yüzey elde edilir. Ön kaplamanın düzgünlüğü, döküm yüzeyinin düzgünlüğünü tayin eder. Bundan sonraki kaplamalarda giderek artan refrakter tane iriliği söz konusudur. Yapılan kaplamaların sayısı, kabuktan beklenen kalınlığa bağlıdır (Çavuşoğlu, 1992).

1.5.1.3. Vakumlu Hassas Döküm

Vakumlu Hassas Döküm yönteminde salkımlara kapalı bir ortamda 10^{-3} mbar vakum altında alaşım sınırlaması olmaksızın döküm yapılmaktadır. Bu yöntemle döküm boşluğu çıkma riski hemen hemen yoktur.

Süper alaşımlar ergitme esnasında hava ortamında bulunmamalıdır ve mutlaka vakum veya inert bir atmosfer altında dökülmelidirler. Ni, Co, Mo gibi önemli süper alaşımların oksijene karşı afinitesi yüksektir. Eğer bu alaşımlar hava ortamında ergitilirse oksidasyon reaksiyonu meydana gelebilir ve bu da oluşan inkluzyonlar nedeniyle parçanın performans özelliklerini azaltır. Vakum altında ergitme işleminde minimum oksitlenme meydana gelir. Böylece karşılaşılan sorun en aza indirilmiş olur.

Vakum altında hassas döküm, yüksek kalite ve performans gerektiren birçok parçanın üretiminde kullanılmaktadır. Nikel, kobalt molibden alaşımları gibi vakum altında dökülen süper alaşımların esas kullanım alanlarını şöyle sayabiliriz:

- Türbin kanatları ve diğer türbin endüstrisi
- Uzay sanayi
- Savunma sanayi
- Elektronik sanayi
- Tıp ve ortopedi

Vakum altında hassas döküm ile bu sektörlere çok yüksek kalitede parça dökümü yapılabilmektedir (Demiryürek, 2014).

Bu çalışmada tüm metal uygulamalarında olduğu gibi biyomedikal uygulamalarda da çok büyük önem teşkil eden Vakumlu Hassas Dökümü Yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemin kullanılma nedeni döküm sonrası ilave bir işlem gerektirmemesidir. Aynı zamanda biyomedikal ürünlerin üretiminde hassas döküm yönteminin kullanılmasının etkilerini incelemek amacı ile bu yöntem kullanılmıştır.

1.5.1.4. Hassas Dökümün Avantajları

Hassas dökümün diğer yöntemlere kıyasla birçok avantajı vardır. Bunları sıralamak gerekirse:

1. Konvansiyonel yolla dökümü imkansız veya zor olan karmaşık şekilli parçaların dökümüne olanak sağlar.

2. Diğer döküm yöntemlerinden farklı olarak, kullanılan kalıp malzemesi ve tekniği, üretilen parçada (kopyada) daha iyi boyutsal doğruluk ve daha düzgün yüzey oluşturulmasına izin verir.

3. Malzeme seçiminde büyük serbestlik vardır. Standartlara uygun, düşük ve yüksek alaşımlı karbon çelikleri, paslanmaz çelikler, alüminyum ve bakır alaşımlarının yanı sıra, ihtiyaca göre özel alaşımlar hazırlanarak ve istenilen kullanım şartlarına uygun ısıl işlemler yapılarak, neredeyse sınırsız metalürjik ve mekanik özellikler elde edilebilir. Yöntem ergitilebilen ve dökülebilen bütün metallere uygulanabilir. Döküm parçasının birden fazla metal içerdiği durumlarda uygulanabilir. Böylelikle tüm mühendislik ihtiyaçlarına cevap vermektedir.

4. Döküm parçalar çok az bitirme işlemiyle veya hiç bitirme işlemi istemeden üretilebilirler. Bu nedenle yöntemde kolay işlenebilen metallerle döküm yapılması sınırlaması yoktur.

5. Ana yöntemdeki değişikliklerle 25 kg'ye kadar parçaların üretimi bilinen bir uygulamadır. Büyük miktarlarda yapılan döküm üretimi nadiren investment yöntemi ile yapılırsa 500 kg'ye kadar parçaların dökümü mümkündür.

6. Parça tasarımında büyük serbestlik vardır. Talaşlı imalat yöntemleri ile üretilmesi çok zor ve hatta imkansız karmaşık şekilli parçaları, kısa sürede ve çok sayıda üretmek, Hassas Döküm Yöntemi'yle mümkündür. Ayrıca iki veya daha fazla parçadan oluşan ürünlerin estetik görünüme sahip, daha hafif ve daha dayanıklı tek parça halinde dökülebilmeye olanak sağlar.

7. Yöntem alaşımların eritilmesinde ve dökümünde vakum altında döküm veya inert atmosfer döküm uygulamalarına adapte edilebilir.

8. İmal edilen döküm parçalarında bölme yüzeyi izi dahi olmaz. Gerçekte hassas dökümde yekpare kalıp kullanıldığından bölme yüzeyi yoktur.

9. Talaşlı işleme yerine hassas döküm kullanıldığında üretim kapasitesi % 90 oranında artmaktadır.

10. Hassas dökümde elde edilen boyut hassasiyeti diğer döküm yöntemlerine göre çok daha iyidir.

11. İnce detayların üretilebilme imkanı hassas dökümde vardır. Hassas döküm tekniğinde parça üzerindeki toleranslara uygun delik, kanal, kama kanalı, yazı, gravür, diş, hatta bazı durumlarda vidalar bile dökülebilmektedir.

12. Son derece ekonomik kalıp yatırımı vardır. Üretimin yapılabilmesi için gerekli olan tek yatırım mum enjeksiyon kalıbı olup, maliyetleri, dizayn karmaşıklığı göz önüne alındığında oldukça düşüktür. Bu sebeple az miktarda üretime olanak sağlar. Ayrıca kalıbın çok uzun ömürlü olması sebebiyle yüz binlerce parça üretilebilmektedir.

13. Hassas döküm prosesi gereğince talaşlı işlemler en aza indirgenmiştir. Hassas döküm yöntemiyle, klasik döküm yöntemlerine göre oldukça dar ölçü toleransları ve daha ince yapılı son derece düzgün yüzeyler elde edilmektedir. Böylece döküm sonrası işlemler azaltılarak malzeme ve zamandan önemli ölçüde tasarruf sağlanmaktadır. Hatta birçok durumda parçalar hiçbir ilave işlem yapılmaksızın kullanılabilir.

14. Daha küçük tane yapısı ve dağılım ile daha yüksek mukavemet elde edilmektedir (Barkay, 1995; Çiğdem, 1996; Sönmez, 2003).

1.5.1.5. Hassas Dökümün Dezavantajları

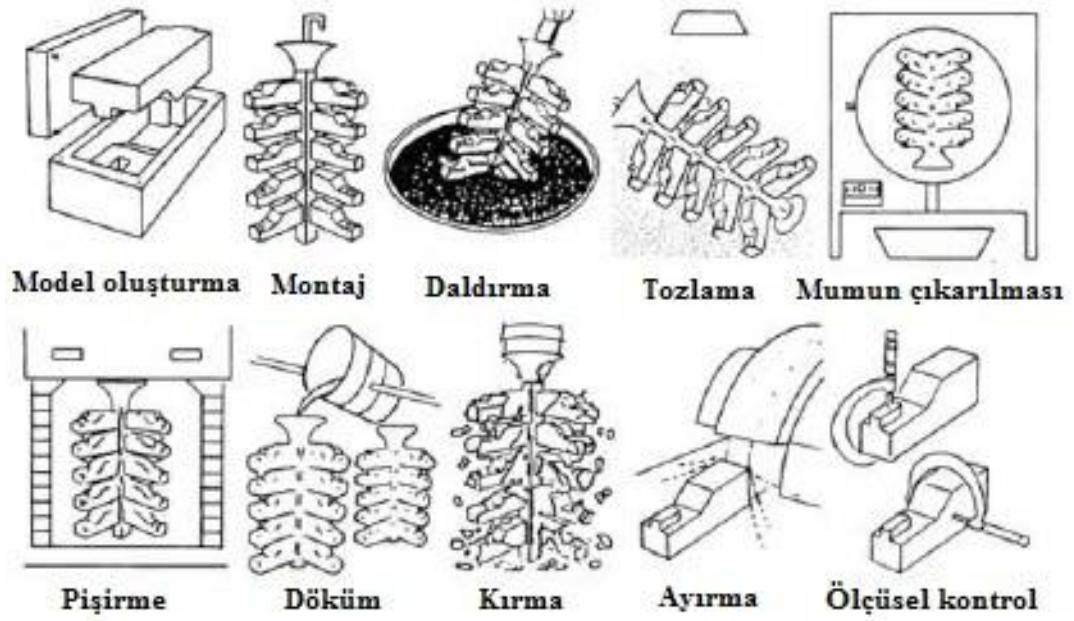
Hassas dökümün de kendine has sınırlamaları vardır:

1. Model ve kalıp bu yöntemde harcanan tiptendir. Dolayısıyla her bir parça için ayrı bir model üretilmesi gerekmektedir.
2. Yöntem mekanizasyona uygun olmayıp üretim hızı ve kapasitesi düşüktür.
3. Model ve kalıp malzemelerinin pahalı olması ve üretimin çok sayıda işlem içermesi nedeniyle parça maliyeti yüksektir.
4. Ancak 5 kg'den daha küçük parçaların dökümü için elverişlidir. Temel donatım maliyetleri (5-25) kg arası dökümler için oldukça yüksek olmaktadır. Dolayısıyla belli bir parça sayısından sonra yöntem ekonomikleşir (Barkay, 1995; Çiğdem, 1996; Sönmez, 2003).

1.5.2. Hassas Döküm Uygulaması

Hassas döküm uygulamasının aşamaları Şekil 1.2.'de sırası ile verilmektedir.

1. Mum Model oluşturulur.
2. Birkaç model, bir model salkımı oluşturmak üzere birbirine montajlanır.
3. Model salkımı seramik çamuruna daldırılır.
4. Daha sonra seramik tozuna tutulur. Yeterli kalınlığa gelene kadar işlem tekrarlanarak kurumaya bırakılır.
5. Kalıp ters çevrilir ve mumun kalıp boşluğundan eriyerek akması için bir etüvde pişirilir.
6. Kalıp yüksek bir sıcaklıkta tavllanır.
7. Tavlanan kalıba erimiş metal dökülür ve soğumaya bırakılır.
8. Kalıp kırılarak bitmiş döküm çıkarılır.
9. Parçalar yolluktan ayrılır.
10. Döküm parçaları ölçüsel olarak kontrol edilir.



Őekil 1.2. Hassas dökümün prosesi için basit adımlar (Sinan, 2010)

1.6. Sertlik

Bir malzemenin izilmeye, kesilmeye, aşınmaya ve delinmeye karşı gösterdiği dirence sertlik denir. Bilimsel anlamda ise, bir malzemenin dislokasyon hareketine veya plastik deformasyona karşı gösterdiği diren sertlik olarak ifade edilebilir.

Sertlik deneyinde bir malzemenin yüzeyine batırılan bir uca veya kesici takıma karşı gösterdiği diren ölçülür. Standart deneylerin çoğunda yük, batıcı ucu malzeme yüzeyine dik doğrultuda ve yavaş yavaş bastırarak şekilde uygulanır (Őahin, 2006).

Sertlik ölçümünde dikkat edilmesi gereken bazı hususlar vardır. Örneğın; sertlik örneklerinin ölçme ve oturma yüzeylerinin düzgün ve birbirine tam olarak paralel olması gerekir. Sertlik örneğının kalınlığı, iz derinliğinin en az on katı olmalıdır. Batıcı uç, örnek kenarlarına yakın bölgede uygulanmamalı ve izler arasında iz apının veya ortalama köşegen uzunluğının en az 3 katı kadar bir uzaklık bulunmalıdır. Malzemenin sertliği, uygulanan yüke baėlı olarak, ya örnek yüzeyinde oluřan izin yüzey alanına ya da batıcı ucun batma derinliğine göre belirlenir. Genelde sertlik; uygulanan yükün örnekte oluřan kalıcı izin yüzey alanına bölünmesiyle bulunur (Savařkan, 1999).

Sertliğın ölçümü, hangi sertlik tipinin kullanıldığına baėlıdır. Bunun sonucu olarak birçok sertlik deėerinden bahsedilmektedir. Ancak sertlik, homojenlik

çalışmalarında üretim kontrolü ve malzeme seçiminde çok önemli bir özelliktir. Sertlik testleri, diğer yapılan testler ile karşılaştırılınca daha az maliyetli olması ve temel olarak malzemeyi fazla tahrip etmemesi nedeniyle çok yaygındır. Sertlik değerleri deney koşullarına çok bağlı olduğundan ancak aynı koşullar altında elde edilen sonuçlar birbirleri ile karşılaştırılmalıdır (Şahin, 2006).

1.6.1. Sertlik Deneyleri

1.6.1.1. Vickers Sertlik Deneyi

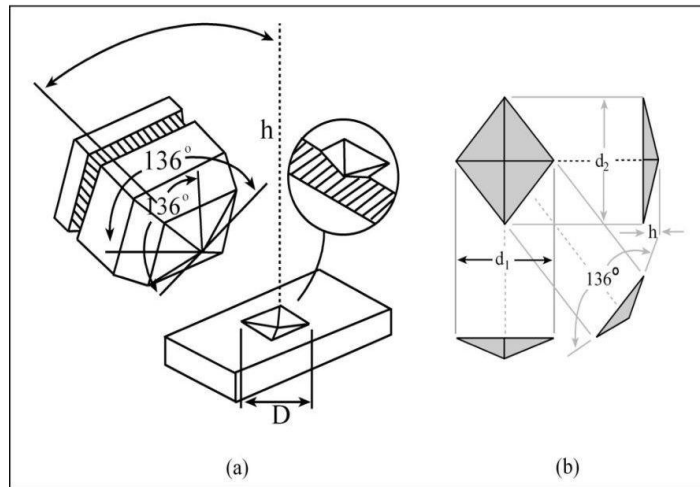
Vickers sertlik ölçümü Smith ve Sandland (1922) tarafından ortaya konulmuş olup daha sonra Vickers-Armstrong şirketi tarafından geliştirilmiştir. Vickers sertlik deneyinde, piramit biçiminde ve tabanı kare olan batıcı çentici kullanılır. Elmastan yapılan piramidin tepe açısı $\alpha = 136^\circ$ 'dir. Şekil 1.3.'te gösterilmektedir.

Vickers sertlik deneyi; söz konusu batıcı ucun malzemenin yüzeyine, malzeme cinsine göre seçilen bir yük altında (10, 25, 50, 100, 200, 300, 400, 500g ve 1kg) belirli bekleme süresi (10, 15s) ile batırılarak oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesinden ibarettir. Vickers sertlik değeri (H_v);

$$H_v = 1,8544F/d^2 \quad (1.2)$$

bağıntısı ile bulunur. Burada; F numuneye uygulanan yük olup d izin ortama köşegen uzunluğudur.

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (1.3)$$



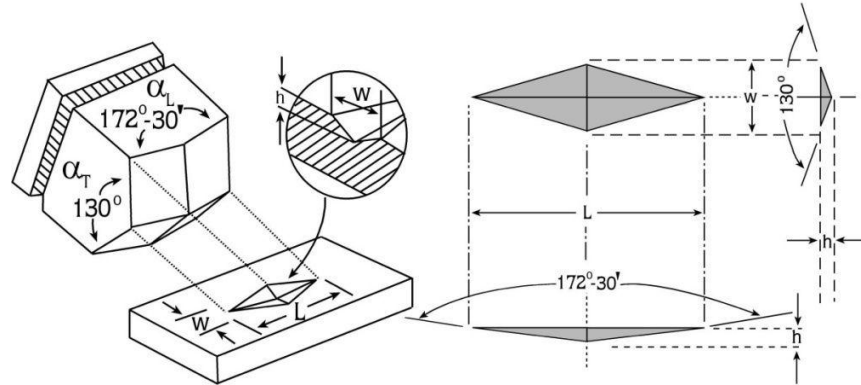
Şekil 1.3. Vickers çentisinin şematik gösterimi

1.6.1.2. Knoop Sertlik Deneyi

Özellikle çok ince ve gevrek malzemeler için Vickers sertlik testine alternatif olarak kullanılan Knoop sertlik testi (Knoop ve ark., 1939), Vickers sertlik testinden hem çentçinin geometrisi hem de sertlik tanımının özelliğinden dolayı farklıdır. Knoop çentici eşkenar dörtgen tabanlı piramit şeklindedir ve çentçinin zıt yüzeylerinin iki çifti arasındaki açılar eşit değildir. Büyük açı $172^{\circ}30'$ ve küçük açı 130° 'dir. Knoop sertliği uygulanan yükün kalıcı izin temas yüzey alanına oranı olarak hesaplanır.

$$H_K = \frac{F}{\frac{1}{2}Lw} = \frac{2F}{L^2 \cot(\alpha_L/2) \tan(\alpha_T/2)} = 14,229 \frac{F}{L^2} \quad (1.4)$$

Burada L , w , α_L ve α_T Şekil 1.4.'te gösterilmiştir. Denklem (1.4)'te F numuneye uygulanan yük, L izin uzunluğudur.



Şekil 1.4. Knoop çentçinin şematik gösterimi

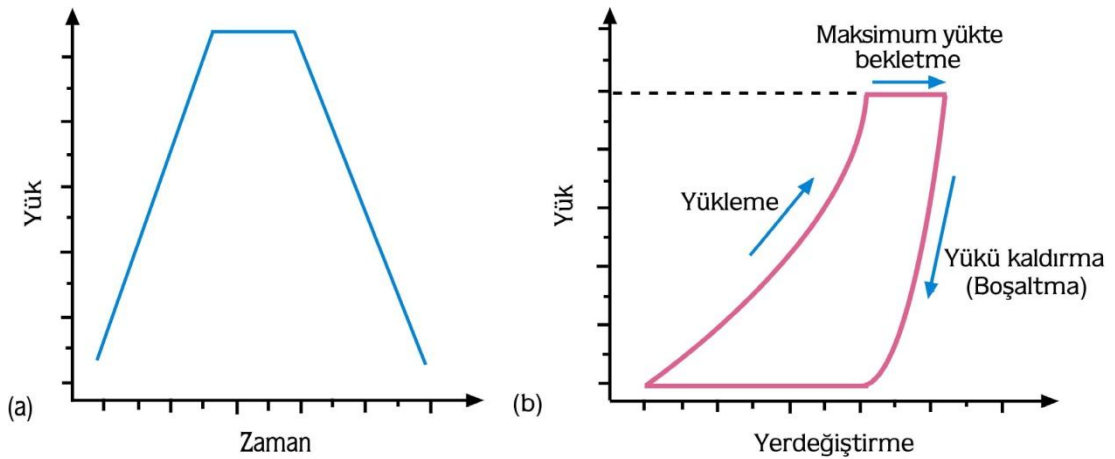
1.6.1.3. Derinlik Duyarlı Çentme

Çentme testleri, yaygın olarak malzemelerin sertlik analizi için kullanılmaktadır. Geleneksel sertlik testleri ile derinlik duyarlı mikrosertlik (DDM) analizleri arasında farklılıklar olsa da, her ikisinde de amaç aynıdır. Geleneksel sertlik testlerinde, çentici vasıtasıyla uygulanan yükün kaldırılmasından sonra geride kalan iz, kontak alanını belirlemek amacıyla optik olarak ölçülür. Uygulanan yükün, numune üzerinde oluşturduğu izin kontak alanına oranı, sertlik olarak tanımlanır.

$$H_{makro} = \frac{P_{uygulanan}}{A_{kalan}} \quad (1.5)$$

Bu ifadeden elde edilen sertlik değeri, malzemenin uygulanan yüke gösterdiği plastik tepkidir. Kontak alanının hassas bir şekilde belirlenebilmesi, izi görüntülemek için kullanılan mikroskobun ayırma gücüne bağlıdır. Optik mikroskobun ayırma gücünden daha küçük ölçeklerde, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ya da Taramalı Uç Mikroskobu (SPM) kullanılması gerekir. Nanometre boyutundaki ölçümler için ise bu tekniklerin hiçbirisi uygun olmayıp daha çok Atomik Kuvvet mikroskopları (AFM) kullanılmaktadır. Yer değiştirme miktarını doğru bir şekilde ölçen ve yükün çok hassas bir biçimde uygulanmasını sağlayan yeni test yöntemleri, çentilen bölgenin mikroskobik yöntemlerle incelenme gerekliliğini de ortadan kaldırmaktadır. Ayrıca, geleneksel tekniklerle sadece numune yüzeyinde kalan plastiklik ölçülmesine rağmen, DDM tekniği ile yükün kaldırılması (boşaltma) esnasında ortaya çıkan elastik geri kazanım ve başlangıç elastikliği de ölçülebilir hale gelmiştir.

Nanoçentme deneylerinde, yükün uygulanması (yükleme) ve kaldırılması (boşaltma) süreçlerinde, yer değiştirme verileri sürekli olarak kaydedilmektedir. Bu ölçümler en az 0.1 nm yer değiştirme çözünürlüğüne ve 0.1 mN yük duyarlılığına sahip cihazlarla yapılmaktadır (Baker ve Burnham, 2000). Şekil 1.5.'te, derinlik duyarlı mikroçentme için bir yüklem profili ve bu profile karşılık gelen yük-yerdeğiştirme eğrisi görülmektedir. Yüklem eğrisinin eğimi, öncelikli olarak numuneye, çentiminin şekline ve boyutuna bağlıdır.

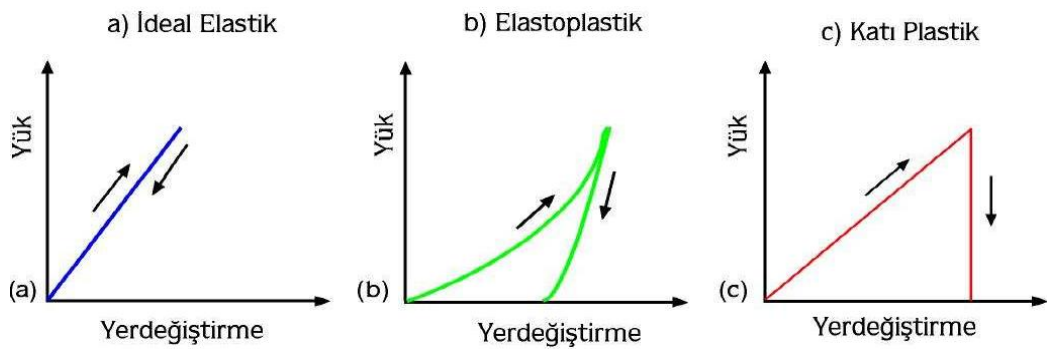


Şekil 1.5. Tipik bir çentme testi için a) Yüklem profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi

Yükün maksimumunda tutulduğu bölüm ise zamana bağlı plastiklik ya da sürünme (creep) analizlerinde kullanılır. Zamana bağlı plastiklik olarak adlandırılır. Yükün kaldırılmasına bağlı olarak batma derinliğindeki geri kazanım miktarı, direkt olarak elastiklik derecesi ve geri kazanılmış elastik deformasyonla ilişkilidir. Elastik olarak deforme edilmiş bir malzemede, yükleme sırasında açılan iz, yükün kaldırılması sırasında ortadan kalkacaktır. Bu durum, yük-yerdeğiştirme eğrisinde, boşaltma eğrisinin, yükleme eğrisi üzerinden geri dönmesi şeklinde gözlenecektir (Şekil 1.6. (a)).

Elastoplastik bir malzemeye ait yük-yerdeğiştirme eğrisi ise Şekil 1.6.(b)'de görülmektedir. Bu tür malzemeler hem plastik hem de elastik davranışın bir karışımını sergiler. Plastik deformasyona uğramış bir malzemede, hemen hemen hiçbir geri kazanım gözlenmez (Şekil 1.6.(c)). Kauçuk gibi tamamen elastik özellik gösteren bir malzemenin, geleneksel çentme yöntemleri ile sertliği ölçüldüğünde, belirli bir sertlik değeri elde edilemeyecektir. Çünkü numune tamamen kendini toparlayacak ve geride bir çentme izi kalmayacaktır. Bu sebeple, derinlik duyarlı çentik testleri, geleneksel yöntemlerle belirlenemeyen elastiklik özelliklerinin incelenmesine imkân vermesi dolayısıyla, büyük avantajlar sağlamaktadır.

Yükleme-boşaltma eğrisinin (profilinin) her bölümü için farklı bir analiz tekniği geliştirilmiştir. Yükleme kısmı hem elastikliği hem de plastikliği içeren bir model gerektirir. Yükü tutma (veya maksimum yükte bekletme) kısmı, genelde sürünme (creep) davranışını incelemek için kullanılır.



Şekil 1.6. Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük-yerdeğiştirme eğrileri
a) Tamamen elastik b) Elastoplastik c) İdeal plastik numune

Yükü kaldırma kısmı ise malzemenin elastik geri kazanımını göstermektedir. Yükleme, boşaltma ve maksimum yükte bekletme eğrilerinin incelenmesi, pratikte

plastiklik ve kontak alanı arasındaki ilişkiler hakkında pek çok kabul gerektirir. Kullanılan modele en az bağımlılık göstermesinden dolayı, çentme eğrisinin boşaltma kısmının kullanıldığı teknikler, en yaygın kullanıma sahiptir. Nanoçentme deneylerinden elde edilen verilerin yorumlanması amacıyla kullanılan teknikler, genel olarak dört varsayım üzerine kurulmuştur. Bu varsayımlara göre; (i) çentimin eğrilik yarıçapının numune yüzeyi ile karşılaştırıldığında çok küçük olduğu, (ii) çentimin ve numune boyutlarının kontak alanına kıyasla çok büyük olduğu, (iii) çentik boyutunun, tüm sistemle karşılaştırıldığında çok küçük olduğu ve (iv) kontak halindeki cisimlerin sürtünmesiz olduğu ve sadece normal doğrultudaki kuvvetin numuneye iletildiği kabul edilmektedir.

Pek çok araştırma gurubu, bir çentme testinden elde edilen yük-yer değiştirme verilerinin nasıl daha iyi yorumlanabileceği üzerinde çalışmışlardır. Elastikliğin deformasyon mekanizması üzerindeki etkisinin araştırılması, günümüzde kullanılan yeni test tekniklerinin geliştirilmesinden çok daha önce başlamıştır. 1961 yılında Stillwell ve Tabor konik çentimler kullanarak elastik toparlanmayı ve bunların mekanik özellikler üzerindeki etkisini incelemişlerdir (Tabor, 1961). Armstrong ve Robinson (1974), malzemelerin birleştirilmiş elastik ve plastik deformasyonlarını Lawn ve Howes (1981) ise, elastik toparlanmayı irdelenmişlerdir. Kontak alanını, yük-yer değiştirme eğrilerinin boşaltma kısmını kullanarak belirleyen ilk araştırmacılar, Bulychev, Alekhin, Shorshorov ve Ternovskii'dir (Bulychev ve ark., 1975). Doerner ve Nix (1986), çentik boyutunun optik aletler kullanılarak ölçülemeyecek kadar küçük olduğu milinewton (mN) yük aralığında, DDM tekniğini ilk kez kullanmışlardır. Oliver ve Pharr (1992) ise, bu tekniği tamamen düzelterek daha kullanışlı bir hale getirmişlerdir. Benzer bir analiz tekniği, Field ve Swain (1993) tarafından, küresel çentimler üzerine odaklanarak geliştirmiştir. 2001 yılında ise, bu son iki tekniğin aynı teknik olduğu gösterilmiştir (Cripps, 2001). Yukarıda kısaca özetlenen çentme teknikleri, idealize edilmiş katı bir küre ile düz bir yüzeyin kontağının incelenmesi esasına dayanır. Sneddon (1965), çeşitli geometrilerdeki katı çentimler ile izotropik elastik yarı uzay arasındaki kontak için aşağıdaki basit ifadeyi geliştirerek, kontak katılığının (Contact stiffness; S), yükteki artışının (δP), yerdeğiştirmedeki artışa (δh) oranı olarak tanımlanabileceğini gösterdi.

$$S = \left. \frac{\delta P}{\delta h} \right|_{elastik} \quad (1.6)$$

Yük-yerdeğiřtirme eğrisindeki yükün kaldırılması kısmının başlangıcı ile ilişkili olan bu oran, boşaltma kısmının başlangıcının tamamen elastik olduđu kabulüne dayanır. Çođu malzeme, hem elastik hem de plastik tarzda deforme olsa da, yükün boşaltılmasına bađlı geri kazanımın büyük bir kısmının elastik olduđu varsayılır. Geride kalan artık (residual) deformasyon, en son derinlikle (h_p) ilgili olan plastikliđi temsil eder. Aynı zamanda, çentici ucun ideal bir katı olduđu varsayılır. Bununla birlikte, çenticide meydana gelebilecek herhangi bir elastik deformasyonun, indirgenmiş elastiklik sabitinin hesaplanmasında dikkate alındıđının hatırlanması yararlı olacaktır. Bu bağlamda, kontak katılıđı, maksimum yükteki indirgenmiş elastiklik modülü ve kontak alanının (A_c) bir fonksiyonu olarak ařađıdaki řekilde ifade edilir (Sneddon, 1965).

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (1.7)$$

Bu iliřki, Sneddon'un katılık denklemi olarak adlandırılır. Kontak alanı çentici ucun řekline bađlı olup her çentici için girme derinliđine bađlı iyi tanımlanmış bir alan fonksiyonu vardır. Denklemden kolayca görüleceđi üzere, boşaltma eğrisinin eğimi, malzemenin elastiklik sabiti ve kontak alanının karekökü ile orantılıdır.

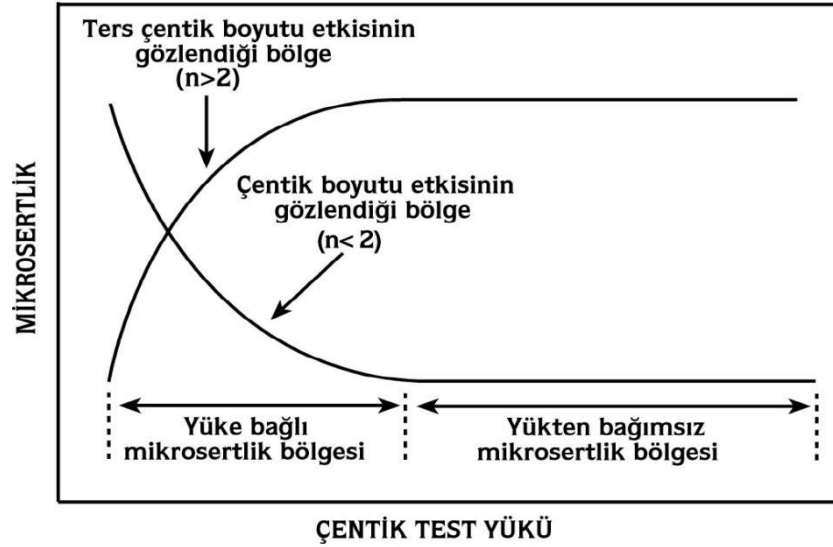
Bu prensipler ışığında, nanoçentme deneylerinden elde edilen yük-yerdeğiřtirme eğrileri kullanılarak sertlik ve elastiklik sabitinin belirlenmesi amacıyla, literatürde farklı metotlar geliştirilmiştir. Bunlardan en yaygın olarak kullanılanı Oliver-Pharr Metodu'dur (řahin, 2006). Bu metot Bölüm 1.6.3.'te ayrıntılı olarak verilecektir.

1.6.2. Sertliđin Yüke Bađlı Deđiřimi

Çentik testleri üzerindeki ilginin son yıllarda artma sebeplerinden birisi, plastik deformasyonun başlangıç ařamalarında, plastik deformasyonun nasıl bir rol üstlendiđinin yorumlanmasından kaynaklanmaktadır. Diđer bir neden ise genellikle küçük yüklerde (küçük çentik boyutlarında) büyük sertlik deđerlerinin elde edilmesinin (çentik boyutu etkisi) nedenlerinin arařtırılmasıdır. Diđer yandan, küçük çentik test yüklerinde plastik deformasyonun başlangıç ařamalarının dikkatli takibi, çentik testlerinin temel dođasının daha iyi anlaşılmasına yardımcı olacaktır. Çentik testleri üzerindeki bu ilgi; hem çentik yükü/deformasyon davranıřı hem de çentik atılan

materyalin yapısının gözlemlenmesinde (günümüzdeki test aletlerinin oldukça duyarlı hale gelmesinden dolayı) şu ana kadar yapılan çalışmalara yeni bir boyut kazandırmıştır (Armstrong ve ark. 2006).

Literatürde farklı malzemelerde üzerinde yapılan deneylerde, mikrosertliğin uygulanan test yüküne bağlı olduğu gözlenmektedir (Gong ve ark., 1999; Şahin ve ark., 2005).



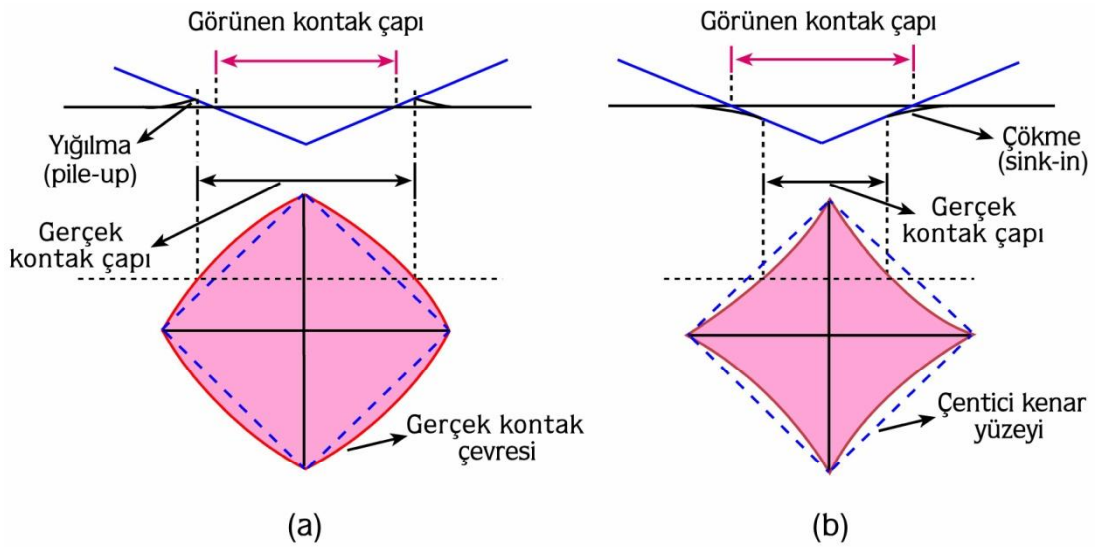
Şekil 1.7. Mikrosertliğin test yüküne göre değişimi

Şekil 1.7'den görüldüğü gibi mikrosertlik; çentik test yükünün (çentik boyutunun) artması ile azalan, çentik boyutu etkisi (ÇBE) (Indentation Size Effect; ISE), ve test yükünün artması ile artan, ters çentik boyutu etkisi (Reverse Indentation Size Effect; RISE), şeklinde karşımıza çıkmaktadır. Her iki durum için sertlik, belirli kritik yük değerinden sonra sabit kalmaktadır. ÇBE davranışı; çentiğin elastik toparlanması (Tate, 1945; Mott, 1956), çentme işlemi sırasında oluşan işlem sertleşmesi (Mott, 1956; Bückle 1973), plastik deformasyonun başlayabilmesi için gerekli olan minimum yük (Hays ve Kendall, 1973), çentme esnasında oluşan dislokasyon ilmeklerinin büyüklüğü (Upit ve Varchenya, 1986), malzemenin elastik/plastik deformasyona tepkisi (Bull ve ark., 1989), gerilme gradiyentinin dislokasyonlarla olan ilişkisi (Li ve Bradt, 1993), çentici/numune arasındaki sürtünme direncinin elastik direnç ile ilişkisi (Li ve Bradt, 1993; Li ve ark., 1994), yüzeysel (derin olmayan) izlerde, çentici köşelerinin plastik bir menteşe gibi hareketi (Ma ve Clarke, 1995), yüzeyde meydana gelen oksitlenme veya kimyasal kirlenmeler (Sargent, 1986; Liu ve Ngan, 2001), sıcaklık (Ren ve ark., 2002),

ve çentici etrafında oluşan yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) (Gao ve Huang, 2003) gibi sebeplere dayandırılmaktadır.

Çentici etrafında oluşan yığılma ve çökme, kontak alanının olması gereken değerden farklı belirlenmesine sebep olur (Şekil 1.8.). Literatürde farklı tek kristaller üzerinde yapılan çalışmalarda gözlenen yığılma davranışı kristal yönelimi (Zong ve Soboyejo, 2005) ve dislokasyon kayma sistemlerinin yönelimi (Horstemeyer ve ark., 2001) ile ilişkilendirilmiştir.

Diğer yandan ters ÇBE davranışı ise kristallerin ara yüzeyine yakın deforme olmuş (bu ikizlenme de olabilir) bir bölge (Berzina ve Savintsev, 1965; Sangwal, 1971, 1989; Sargent, 1986), küçük yüklerde titreşimin ve çentici körlüğünün etkisi (Hanneman ve Westbrook, 1968), çentici etrafında numunenin ufalanması ile uygulanan enerjideki kayıp (Banerjee ve Feltham, 1974; Feltham ve Banerjee, 1992) ve çentme esnasında çatlakların meydana gelmesi (Li ve Bradt, 1996) nedenleri ile açıklanmıştır. Fakat bu olay hala tam olarak anlaşılammıştır (Adeva ve ark., 1995; Sangwal, 2000; Şahin, 2006).



Şekil 1.8. Vickers çentici etrafında meydana gelen a) Yığılma b) Çökme davranışı

1.6.3. Oliver-Pharr Metodu

1970'li yılların başlarında Ternovskii (Ternovskii ve ark., 1973), Bulychev (Bulychev ve ark., 1975; 1976; 1987), Shorshorov (Shorshorov ve ark., 1982) gibi

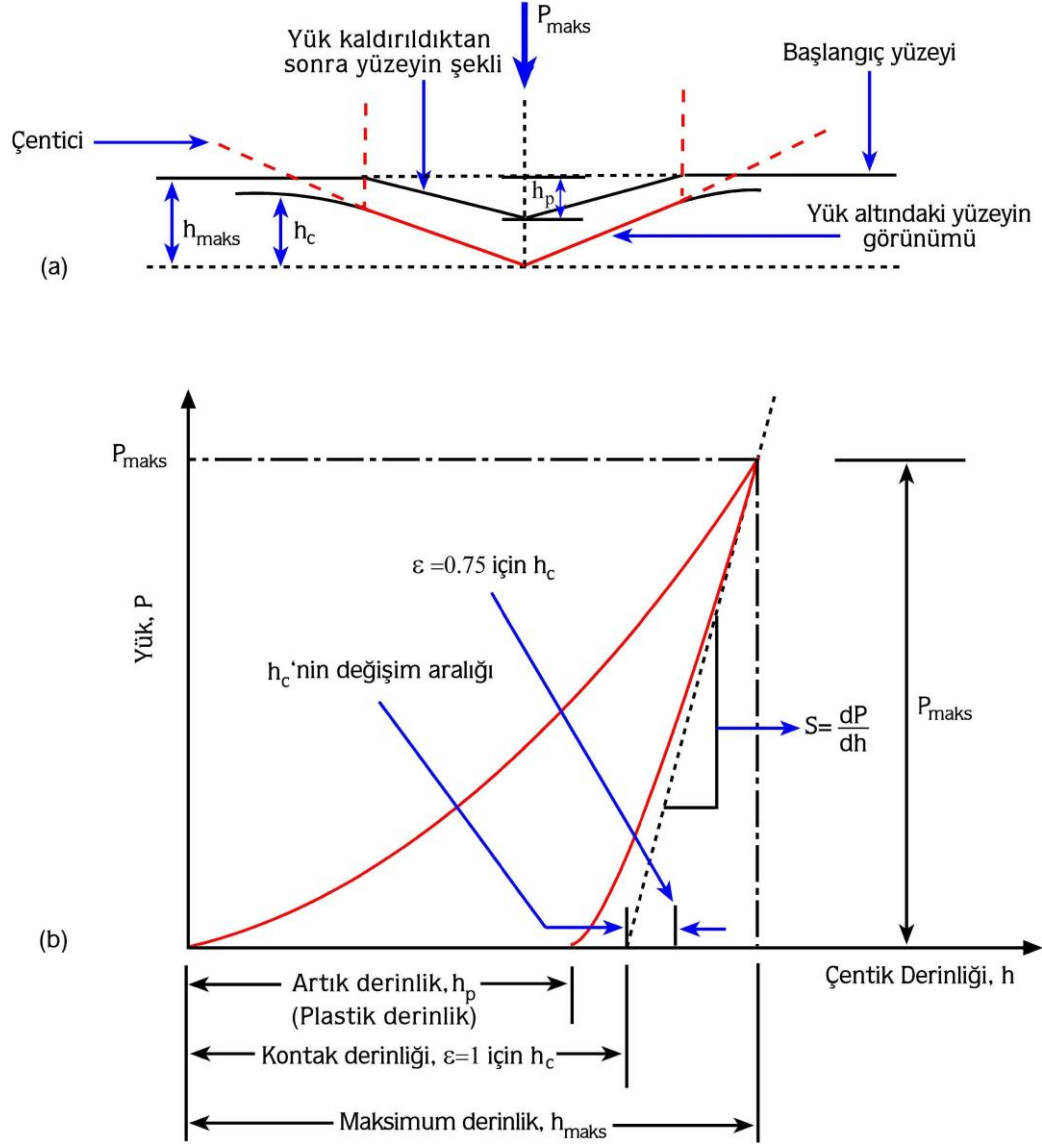
arařtırmacılar, DDM deneylerinden elde ettikleri yük-yerdeęiřtirme (Őekil 1.9.) eęrilerini, elastiklik modülünün elde edilmesinde kullanmıřlardır.

1986 yılında Dorner ve Nix tarafından, yük-yerdeęiřtirme eęrilerini analiz etmekte kullanılan yeni bir yöntem geliřtirilmiřtir. Oldukça yoęun ilgi gören bu yöntemde, bořaltma eęrisinin bařlangıç kısmı lineer kabul edilir ve çentisinin (indenter) kontak derinlięi, bořaltma eęrisinin bařlangıç kısmına çizilen teęetin, yerdeęiřtirme eęrisini keřtięi nokta dikkate alınarak hesaplanır. Bu Őekilde oldukça basit lineer bir yaklařımla elde edilen verilerden hesaplanan sertlik ve elastiklik modül deęerleri, bazı durumlarda (ÇBE sebebi ile) olası deęerden oldukça büyük çıkmaktadır (Franco ve ark., 2004).

1992’de Oliver ve Pharr, yaptıkları çalıřmalarında Őekil 1.9. (a)’da yatay kesiti verilen bir çentici için farklı parametreler kullanarak, elastiklik sabiti hesabı için,

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (1.8)$$

denklemini önermiřlerdir. Denklemdaki $S = \frac{dP}{dh}$, Őekil 1.9.(b)’den de görüleceęi gibi, yük-yerdeęiřtirme eęrisinin bořaltma kısmının bařlangıcından deneysel olarak ölçölmektedir. Denklemdaki E_r , indirgenmiř modülünü A_c ise elastik kontakın izdüřüm alanını göstermektedir. Bařlangıç kontak katılıęı (S) ve kontak alanı (A_c) (optik olarak ölçölen izdüřüm alanına eřit olduęu kabulü ile) belirlenerek indirgenmiř modül deęeri türetilmiřtir (Oliver ve Pharr, 1992).



Şekil 1.9. (a) Çentığın yatay kesiti (b) Oliver-Pharr Metodu'nda kullanılan yük-yerdeğiştirme eğrisinin şematik gösterimi

Kontak alanı; çentici geometrisi ve maksimum yükteki kontak derinliği h_c , kullanılarak belirlenebilir. Çentici önemli şekilde deforme olmadığı takdirde, maksimum yükteki izdüşüm kontak alanı,

$$A = F(h_c) \quad (1.9)$$

ile hesaplanabilir. F 'nin fonksiyon türü, analiz yapılmadan önce belirlenmelidir.

Şekil 1.9. (a)'da yatay kesiti verilen bir çentici ile numuneye yükün uyguladığı herhangi bir anda toplam yerdeğiştirme h 'yi,

$$h = h_c + h_s \quad (1.10)$$

Şeklinde ifade etmişlerdir. h_c , kontak derinliği, h_s ise kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesidir. Maksimum yük P_{maks} , bu yükteki yerdeğiştirme h_{maks} 'dır.

Çentici üzerindeki yük kaldırıldığında, elastik yerdeğiştirmenin toparlandığı ve çentici tamamen numuneden geri çekildiğinde, numune yüzeyinde kalan iz derinliği h_p 'dir (Şekil 1.9.(b)).

Deneysel kontak derinliği,

$$h_c = h_{maks} - h_s \quad (1.11)$$

şeklinde belirlenir. Denklem (1.11)'de verilen h_{maks} , deneysel olarak ölçülebilmektedir. Bu durumda, analiz için belirleyici olan, yük-yerdeğiştirme eğrisinden kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesi h_s 'nin nasıl belirleneceğidir.

Kontak çevresindeki yüzeyin eğriliği, çenticingin geometrisine bağlıdır. Konik bir çentici için, kontak dışındaki yüzey alanı Sneddon (1965) tarafından,

$$h_s = \frac{(\pi - 2)}{\pi} (h - h_p) \quad (1.12)$$

ifadesi ile verilmiştir. Sneddon'un çözümü, yerdeğiştirmenin sadece elastik bileşeni için uygulandığından Denklem (1.12)'deki $(h - h_p)$ niceliği, h yerine kullanılmıştır. Buna ilave olarak Sneddon tarafından yük-yerdeğiştirme ilişkisi konik çentimler için,

$$(h - h_p) = 2 \frac{P_{maks}}{S} \quad (1.13)$$

şeklinde ifade edilmiştir. Burada S , stiffness sabiti olup katının deformasyona karşı direncinin bir ölçüsüdür. Denklem (1.13) denklem (1.12)'de yerine yazılarak maksimum yükteki kontak alanı,

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (1.14)$$

elde edilir. Denklem (1.14)'te ε , Berkovich uç şekline bağlı geometrik sabittir. Silindirik, konik, küresel ve parabolit uçlar için sırasıyla 1, 0.72, 0.75 ve 0.75 değerlerini alır. Bu değer Denklem (1.11)'de yerine yazılırsa, kontak derinliği,

$$h_c = h_{maks} - \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (1.15)$$

şeklinde elde edilmiş olur.

Oliver-Pharr Metodu ile elastiklik modülüne ilave olarak sertlik de hesaplanabilmektedir. Bu metotta sertlik, materyallerin yük altında dayanabileceği basınç olarak tanımlanmıştır. Bu tanım ile sertlik,

$$H = \frac{P_{maks}}{A} \quad (1.16)$$

denklemini ile hesaplanılmaktadır. Denklemdaki A , Denklem (1.9) ile hesaplanan maksimum yükteki izdüşüm alanıdır. Diğer taraftan, Denklem (1.16) ile hesaplanan sertlik değeri, çentik boyutunun direkt ölçülmesi (geleneksel metot) ile hesaplanan sertlik değerinden farklı olabilir. Bu durum, yük altında bazı malzemelerin, kontak alanının belirli oranda plastik olarak deforme olmamasından kaynaklanmaktadır. Bunun sonucunda, geleneksel metot kullanılarak ölçülen kontak alanı (çentik atıldıktan sonra geriye kalan izin optik yolla ölçülmesi), maksimum yükte belirlenen kontak alanından daha küçük olabilmektedir. Bu durum Oliver-Pharr tarafından geniş bir şekilde tartışılmıştır (1992).

Yapılan deneyler sonrası sertliğin yüke bağlı değişiminde ÇBE (Şekil 1.7.) gözlenmesi durumunda, bu durumu açıklamaya çalışan literatürdeki modeller sonraki bölümde (1.6.4, 1.6.5., 1.6.6. ve 1.6.7.) sırası ile verilmektedir.

1.6.4. Meyer Kanunu

Meyer Kanunu, çentme yükü P_{maks} ve çentik boyutu h_c arasındaki ilişkiyi veren, basit deneysel bir ifadedir. Buna göre P_{maks} ve h_c arasındaki ilişki,

$$P_{maks} = Kh_c^n \quad (1.17)$$

şeklindedir (Tabor, 1951). Denklemden K sabittir. n ise Meyer indisidir. Genel olarak malzemeler $n < 2$ ise ÇBE ve $n > 2$ ise ters ÇBE davranışı sergilemektedirler. $n = 2$ ise Meyer Kanunu Denklem (1.18)'de verilen Kick Yasası'na dönüşür. Böylece, Kick Yasa'sına Meyer kanunu'nun özel bir hali olarak bakılabilir (Şahin, 2006).

$$P_{maks} = Kh_c^2 \quad (1.18)$$

1.6.5. Hays-Kendall Yaklaşımı

Hays ve Kendall, numunede kalıcı deformasyon oluşturabilmek için minimum bir yük değerinin (W) olması gerektiğini ileri sürmüşlerdir (Hays ve Kendall., 1973). Eğer uygulanan yük bu direnci aşamaz ise kalıcı deformasyon oluşmaz ve sadece elastik deformasyon meydana gelir. Hays-Kendall bu durumu dikkate alarak numunede kalıcı deformasyona sebep olan etkin yükü,

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = K_1 h_c^2 \quad (1.19)$$

denklemini ile ifade etmişlerdir. Burada K_1 yüke bağlı bir sabit olup W , kalıcı deformasyon oluşturmak için gereken minimum yüküdür. Uygulanan maksimum yük (P_{maks}) ve çentik boyutu h_c kullanılarak elde edilen sertlik değeri

$$H = 0.0408 \frac{P_{maks}}{h_c^2} \quad (1.20)$$

denklemindeki P_{maks} yerine, (1.19) denkleminde hesaplanan P_{etkin} değeri konularak aşağıdaki denklemde verilen yükten bağımsız sertlik değeri elde edilir.

$$H_{HK} = 0.0408 \frac{(P_{maks} - W)}{h_c^2} = 0.0408 K_1 \quad (1.21)$$

Burada 0.0408 çentisinin geometrisine bağlı sabittir (Uzun, 2011).

1.6.6. Orantılı Numune Direnci (Proportional Specimen Resistance; PSR) Modeli

Li ve Bradt (1993) tarafından ortaya konan Orantılı Numune Direnci Modeli, Hays-Kendall yaklaşımının geliştirilmiş şekli olarak düşünülebilir. Bu modelde numune direncinin sabit olmadığı ve çentik derinliğinin doğrusal olarak arttığı kabul edilir.

$$W = a_1 h_c \quad (1.22)$$

sıkıştırma ya da gerilme biçimindeki bir zor etkisi altında bulunan yayda oluşan geri çağırıcı kuvvet ($F = -kx$) ile benzer formdadır. Buna göre etkin çentme yükü ve çentik boyutu ile,

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = P_{maks} - a_1 h_c = a_2 h_c^2 \quad (1.23)$$

şeklinde ilişkilendirilir. Denklemden a_1 ve a_2 verilen malzeme için sabitlerdir. Li ve Bradt'in analizlerine göre a_1 ve a_2 parametreleri malzemenin elastik ve plastik özellikleri ile ilgilidir. Özellikle a_2 , yükten bağımsız sertliğin bir ölçüsüdür. Berkovich çentici ile yapılan bir çentme deneyi için H_{PSR} direkt olarak a_2 'den Denklem (1.24) kullanılarak elde edilir.

$$H_{PSR} = \frac{P_{etkin}}{24.5 h_c^2} = \frac{P_{maks} - a_1 h_c}{24.5 h_c^2} = \frac{a_2}{24.5} \quad (1.24)$$

Denklem (1.23),

$$\frac{P_{maks}}{h_c} = a_1 + a_2 h_c \quad (1.25)$$

şeklinde yeniden yazılabilir. Denklem (1.14)'deki a_1 ve a_2 parametreleri, $P_{maks}/h_c - h_c$ grafiğinden tespit edilebilir.

ÇBE analizlerinde, Orantılı Numune Direnci Modeli'nin uygulanabilirliği, $(H_{MPSR}) = a_2/24.5$ denkleminde elde edilebilir.

1.6.7. Geliştirilmiş PSR (Modified Proportional Specimen Resistance; MPSR) Modeli

Gong ve arkadaşları (Gong ve ark. 1999), farklı malzemelerde ÇBE davranışının açıklanması için önerilen PSR Modeli'nin,

$$P_{maks} = a_0 + a_1 h_c + a_2 h_c^2 \quad (1.26)$$

şeklinde geliştirilmesini önermişlerdir.

MPSR Modeli'nde de, PSR Modeli'ne benzer şekilde yükten bağımsız sertlik aşağıdaki denklem yardımı ile hesaplanabilir.

$$H_{MPSR} = a_2/24.5 \quad (1.27)$$

Meyer Kanunu dışında kalan modellerin tamamında, sertliğin yüke bağımlı kısmından yükten bağımsız kısmı ayrılmaya çalışılmıştır. Bu sebeple, her bir modelde temelde birbirinden farklı olmayan, bir materyalin sertliğini tanımlayan sabitlerin bulunması şaşırtıcı değildir. Ayrıca, şu ana kadar farklı kristallerin ÇBE davranışını açıklamak için yapılan çalışmalar, bu modellerden herhangi birinin en iyi olarak kabul edilemeyeceğini göstermiştir (Sangwal ve ark., 2003).

Şu ana kadar izah edilen ISE davranışını açıklamaya çalışmaktadır. Ancak yükün sertliğe bağlı değişimi ters ÇBE (Şekil 1.7.) şeklinde olur ise bu durum literatürde çentiklerin neden olduğu çatlak (IIC) modeli ile açıklanmaktadır.

1.6.8. Çentığın Sebep Olduğu Çatlama Modeli (Indentation Induced Cracking; IIC)

Ters ÇBE davranışı ise kristallerin ara yüzeyine yakın deforme olmuş (bu ikizlenme de olabilir) bir bölge (Berzina ve Savintsev, 1965; Sangwal, 1971,1989; Sargent, 1986), küçük yüklerde titreşimin ve çentici körlüğünün etkisi, çentici etrafında numunenin ufalanması ile uygulanan enerjideki kayıp (Banerjee ve Feltham, 1974; Feltham ve Banerjee, 1992) ve çentme esnasında çatlakların meydana gelmesi (Li ve Bradt, 1996) nedenleri ile açıklanmıştır. Fakat bu olay hala tam olarak anlaşılammıştır (Adeva ve ark., 1995; Sangwal, 2000).

Li ve Bradt, (1996) ters ÇBE davranışını açıklarken uygulanan çentik test yükünün maksimumda iken numune direncinin dört bileşen tarafından dengelendiğini öne sürmektedir. Bunlar i) Numune ve çentici arasındaki sürtünme (sürtünme bileşeni, ii) elastik deformasyon iii) plastik deformasyon iv) numunede meydana gelen çatlaklar. Li ve Bradt (1996)'e göre sürtünme ve elastik etkiler normal ÇBE'ye sebep olurken, çentisinin numunede meydana getirdiği çatlaklar ters ÇBE'nin oluşmasına katkıda bulunmaktadır. Çatlakların meydana gelmesi durumunda Vickers uç ile ölçülen sertlik denklem (1.28) ile hesaplanabilir.

$$H = \lambda_1 K_1 \left(\frac{P}{d^2} \right) + K_2 \left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right) \quad (1.28)$$

Denklemdede d ; çentik boyutu, λ_1 , K_1 , ve K_2 sabitlerdir. K_2 sabiti uygulayan test yüküne bağlı iken K_1 sabit çentici geometrisine bağlı geometrik dönüşüm faktörüdür.

İdeal mükemmel plastik bir numune için $\lambda_1 = 1$ ve $K_2 \left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right) = 0$ olup denklem

$$H = K_1 \left(\frac{P}{d^2} \right) \quad (1.29)$$

dönüşür. Ancak numune gevrek ise, $\lambda_1 = 0$ olup ve $\lambda_1 K_1 \left(\frac{P}{d^2} \right) = 0$ olacağından,

numunenin ölçülen sertlik değeri

$$H = K_2 \left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right) \quad (1.30)$$

denklemiyle elde edilir. Sangwall tarafından çok sayıda deneysel veri analiz edildikten sonra sertlik formülü,

$$H = K \left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right)^m \quad (1.31)$$

şeklinde düzenlenmiştir. K ve m sabitler olup $\ln H$ 'ın $\ln \left(P^{5/3} / d^3 \right)$ 'ye göre grafiğinden bulunabilirler. Bu denklem bir malzemenin sertliğinin yüke ve çentik boyutuna göre değişimini gösterir.

Sangwall (2000) denklem (1.28)'deki çentik boyutu d ile çentik derinliği h arasındaki ilişkiyi $d=7.5h$ olarak kabul etmiştir. Denklem (1.28) yük kaldırıldığında elastik toparlanmanın olmadığı durum için geçerlidir. Genellikle numunelerde bir miktar toparlanma olduğu için $d>7.5h$ olup denklemdeki sapma çalışılan numuneye bağlı olarak değişmektedir.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

Kuzucu ve arkadaşları (1997), Co bazlı alaşımlara Cr, Ni, W ve C ilave edilerek oluşan fazları incelemişlerdir. Döküm yöntemiyle elde ettikleri Co-27.74Cr-19.27Ni-6.11W-1.1C alaşımları, sıvı azot ve suda soğutulmuştur. Metalografik incelemelerinde; dendritik kollar arasında ötektik karbürlerin çökeldiği, dendritik mikroyapılı numuneler elde etmişlerdir. Farklı soğutma ortamlarında hızla soğutulan numunelerde, çökelmiş karbür fazı sonucunda daha küçük dendrit tanelerinin ve daha ince dendritik kollarının oluştuğunu belirlemişlerdir.

Montero-Ocampo ve arkadaşları (1999), CoCrMoC alaşımlarının mekanik özelliklerine alaşımın ön ısıtma işleminin etkisini incelemişlerdir. Bu amaçla iki farklı içerikli sahip iki CoCrMoC numuneleri 1125°C’de ısıtma işlemi öncesi ayrı ayrı 815°C, 950°C ve 1100°C’de 4 saat süreli ön ısıtmaya tabi tutmuşlardır. Farklı sıcaklıklarda ısıtma işlemine tabi tutulan numunelerin mekanik özelliklerini karşılaştırmak amacıyla çekme ve basma testleri yapmışlardır. En iyi mekanik özelliklere sahip numunenin 815°C’de ön ısıtma işlemine tabi tutulan numuneler olduğunu belirlemişlerdir.

Hsu ve Lian (2003), yüksek basınçlı plazma ergitme (HPPM) yöntemi ile yüksek miktarda N içeren Co-Cr-Mo implant alaşımı üreterek ısıtma işlemi sonrası çekme ve aşınma özelliklerini araştırmışlardır. Azot oranı yüksek numunelerin gerek aşınma gerekse çekme dayanımlarının azot oranı düşük olanlardan daha iyi olduğunu tespit etmişlerdir.

Somunkıran ve Çelik (2007), toz metalurjisi (TM) yöntemiyle üretilmiş farklı krom oranına sahip, kobalt esaslı Co-Cr-Mo alaşımlarının mikroyapı ve mekanik özellikleri araştırmışlardır. Çalışmalarında, alaşımın Mo içeriği sabit tutularak Cr içeriğini % 15-35 arasında değiştirmişlerdir. Numunelerin mekanik özelliklerini, basma deneyi ve sertlik ölçümüyle, metalografik özelliklerini ise optik mikroskop, taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılımlı spektrometre (EDS) ile belirlemişlerdir. Artan Cr oranıyla alaşımların mekanik özellikleride belli bir oranda iyileştiğini gözlemlemişlerdir.

Lee ve arkadaşları (2007), içinde Ni ve C katkısı bulunmayan CoCrMo alaşımının mikroyapısı ve mekanik özelliklerine Fe katkısının etkisini araştırmışlardır. Fe oranını ağırlıkça % 5 ile % 20 arasında değiştirerek çekme mukavemeti, akma mukavemeti, uzama mukavemeti ve Rockwell C sertlik testlerine tabi tutmuşlardır. Alaşımları

1230°C de 3s ve 1250°C de 5s boyunca ısıl işleme tabi tutmuşlardır. Alaşımların kristal ve mikroyapılarını optik mikroskop ve XRD kullanarak belirlemişlerdir. Mekanik özelliklerin Fe katkısı ile iyileştiğini, ancak Fe katkısının % 10'u geçmeyen değerlerde bu iyileşmenin gerçekleştiğini gözlemlemişlerdir.

Dahklea ve arkadaşları (2008), toz metalurjisi ile ürettikleri CoCrMo alaşımlarına % 10 oranında kalsiyum fosfat, boron karbit ve silikon nitrit katkılarak, oluşan yeni malzemelerin mekanik özelliklerini araştırmışlardır. CoCrMo alaşımları ile kıyaslandığında, kalsiyum fosfat katkılı malzemenin mekanik özelliklerinin oldukça avantajlı olduğunu ve bu malzemenin sıkıştırılabilirlik özelliğinin en yüksek olduğunu belirtmişlerdir.

Lee ve arkadaşları (2008), biyomedikal CoCrMo alaşımlarını yüksek frekanslı indüksiyon ocağında üretmişlerdir. Alaşımlarında N ve Cr katkısı ile mekanik özelliklerde meydana gelen değişimleri incelemişlerdir. Bu alaşımlarda Cr oranının kütlece % 29'dan % 34'e artması ile N çözünürlüğünün arttığını gözlemlemişlerdir. Bununla birlikte akma zoru, çekme mukavemeti ve kopma uzaması gibi mekanik özelliklerin de iyileştiğini belirtmişlerdir. CoCrMo alaşımlarında N katkısı ile modifiye edilen ve ağırlıkça Cr oranının % 34 olduğu alaşımların, yapay kalça ve diz eklemleri için uygun malzemeler olduğunu ifade etmişlerdir.

Şahin ve arkadaşları (2011), CoCrMo alaşımını ASTM F-75 standartlarında hassas döküm yöntemi ile üretmişlerdir. Elde ettikleri alaşımın mekanik özelliklerini SEM, XRD ve mikrosertlik cihazı ile analiz etmişlerdir. Vickers ve Knoop ucu kullanarak elde ettikleri geleneksel sertlik değerlerinde çentik boyutu etkisi gözlemlemişlerdir. Literatürdeki farklı modeller kullanarak alaşımlarının yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamışlardır.

Mori ve arkadaşları (2012), biyomedikal Co-29Cr-6Mo-0.14N alaşımının mekanik özellikleri ve mikroyapı oluşumu üzerinde sıcak haddeleme işleminin etkisini araştırmışlardır. Farklı iki değerde yapılan haddelemeye (92.8 pct ve 60.0 pct) tabi tutulmuş Co-29Cr-6Mo-0.14N alaşımında malzemenin kuvvetlendirilme mekanizmasını tartışmışlardır. Bu bağlamda sıcak haddeleme ile birlikte incelen taneler ve dislokasyonlar dikkate alınmıştır. Yapılan testler sonucunda, sıcak haddeleme işleminin artmasıyla malzemenin tane boyutlarının küçüldüğü, numunenin dayanımının arttığı ve

süneklikte önemli bir değişme olmamakla birlikte malzemenin akma dayanımının arttığı gözlemlenmiştir.

Matkoviç ve arkadaşları (2004), CoCr dental alaşımlarının mikroyapı ve diğer özelliklerine Mo ve Ni katkısının etkisini incelemişlerdir. Üretmiş oldukları 10 farklı numunedan $Co_{55}Cr_{40}Ni_5$ ve $Co_{60}Cr_{30}Ni_{10}$ alaşımların dentiritik mikroyapıda katılaştığını ifade etmişlerdir. Çalışmalarında, Sertlik sonuçları ve korozyon direncini, mikroyapı ve farklı katkı elemanlarının etkisiyle ilişkilendirmişlerdir. Artan nikel katkısıyla alaşımın sertliği azalmış, fakat krom katkısının artması ile alaşımın sertliğinde artma gözlemlenmiştir. Elde ettikleri sonuçlardan, Co-Cr-Ni alaşımlarının sertliğinin Co-Cr-Mo alaşımlarından daha küçük olduğunu belirlemişlerdir. Yapay tükürük çözeltisinde alaşımların korozyon dirençlerini incelemişler, en iyi korozyon direncinin, tipik dentiritik mikroyapılı numunelerin yüksek krom içeren numunlerden daha iyi olduğunu gözlemlenmiştir.

Dobrzonski ve Reimann (2011), diş hekimliği alanında kullanılan CoCrMo alaşımlarına farklı oranlarda krom ve kobalt katkısının, korozyon direnci ve sertlik üzerine etkisini araştırmışlardır. Bu çalışmalarında, prosthodontia'da kullanılan temelde kobalt esaslı olan CoCrMo alaşımlarının krom içeriğinin korozyon direnci üzerindeki ve kobalt içeriğinin sertlik üzerindeki etkisi arasındaki ilişkiyi belirlemeyi amaçlamışlardır. Çalışmalarında, CoCrMo alaşımları içindeki Co içeriğinin sertlik üzerinde etkili mümkün olan tek parametre olduğu sonucuna varılmıştır. Co içeriğinin en yüksek olduğu alaşımlar için sertliğin en yüksek değerde olduğunu bulmuşlardır. Alaşımlarının tümünde yapı içerisinde dentiritik kristaller tanımlanmıştır. Korozyon direnci üzerindeki etki içerisinde en önemli faktör krom içeriğidir. En yüksek Cr içeren alaşımı yüksek aktif potansiyel gösterdiği ifade edilmiştir.

Henriques ve arkadaşları (2012), farklı iki yöntemle ürettikleri CoCrMo alaşımlarının mikroyapı, sertlik ve korozyon direncini inceleyerek iki üretim yöntemi arasında kıyaslama yapmışlardır. Üretilen CoCrMo örneklerinin mikroyapıları incelendiğinde döküm yöntemi ile üretilen numunenin dentiritik mikroyapıda, sıcak presleme ile üretilen numunenin ise küresel mikroyapıda olduğu gözlemlenmiştir. Mikrosertlik deneylerinden sıcak presleme yöntemiyle üretilen numunenin, döküm yöntemiyle üretilen numuneye nazaran daha sert olduğunu tespit etmişlerdir. Korozyon deneylerinden sıcak presleme yöntemiyle üretilen numunenin döküm yöntemi ile

üretilen numuneye göre, çok büyük bir fark olmaksızın, daha iyi korozyon direnci gösterdiği belirtmişlerdir.

Kurz ve arkadaşları (2002), CoCrMo üzerindeki pasif filmin korozyon karakterizasyonunu, SBS ve tuzlu su içerisinde elektrokimyasal teknikler kullanarak incelemişlerdir. Alaşım yüzeyinde oluşan koruyucu tabakanın çoğunlukla Cr_2O_3 olduğunu Co ve Mo oksitlerinin ise az bir kısmını teşkil ettiğini gözlemlemişlerdir. CoCrMo alaşımlarının pasivizasyonunun büyük oranda krom içeriğiyle sağlandığını ortaya koymuşlardır.

Horasawa ve Marek (2003), gümüş-paladyum alaşımında tekrarlanan dökümün, bir gümüş bazlı dental alaşımın korozyon davranışı üzerine zararlı bir etkisi olup olmadığını belirlemeye çalışmışlardır. Ticari Ag-Pd-Cu-Au alaşımını dökmüşler ve bu alaşımın dökümünü dört kez tekrarlamışlardır. Yapay tükürük içerisindeki korozyon akım yoğunluğu ve polarizasyon parametreleri üzerine yeniden dökümün etkisini belirleyebilmek için alaşımları elektrokimyasal testlere tabi tutmuşlardır. Korozyon özellikleri üzerinde ciddi bir bozulmayı beşinci döküm sonrasında gösterdiğini gözlemlemişlerdir. Bu tür bir diş alaşımının sağlıklı olması için sadece çok az sayıda yeniden döküm yapılması gerektiğini ifade etmişlerdir.

Katzer ve arkadaşları (2003), CoCrMo ve Ti6Al aşınma parçacıklarının vücut içerisindeki toksitlik ve radyasyon hızlandırıcılık (mutajenisite) özelliklerini incelemişlerdir. Standart koşullar altında tekrarlanan testler sonucunda ne bakteriyel ortamda ne de memeli hücre sistemi içerisinde aşınan parçacıkların ne kanserojen ne de mutajenik bir etkisine rastlayabilmişlerdir. Bu nedenle de CoCrMo ve Ti6Al alaşımlarının aşınma parçacıklarının kanserojen bir etki başlatmasının beklenemeyeceği sonucuna ulaşmışlardır.

Kocijan ve arkadaşları (2004), ortopedik uygulamalarda kullanılan kobalt bazlı alaşımların elektrokimyasal ve XPS analizlerini yapmışlar, bu amaçla CoCrMo ve CoNiCrMo alaşımlarının Hank's solüsyonu ve EDTA çözeltisi içerisinde farklı pasivasyon potansiyelleri altında elektrokimyasal oksidasyonu sonucu oluşan pasif filmlerin kompozisyonunu incelemişlerdir. Yapılan analizler sonucunda her iki alaşımında pasif film içeriğinin büyük kısmının kromoksit olarak oluştuğunu gözlemlemişlerdir. Elektrokimyasal test sonuçlarından kobalt bazlı alaşımların her ikisinin de vücut sıvısı içerisinde çok iyi pasivize olduğu, EDTA çözeltisi içerisinde

çözünürlüğün artış gösterdiği ve nikelin fazla miktarda olmasının pasivasyonu bir miktar zayıflattığını belirtmişlerdir.

Hiromoto ve arkadaşları (2005), geliştirdikleri düşük nikel içerikli Co-29-Cr-6,8-Mo alaşımlarını ASTM F75 Co-29Cr-6Mo-1Ni alaşımının mikroyapı ve korozyon davranışları ile karşılaştırmak için tuzlu su, Hank's solüsyonu ve EMEM+FBS solüsyonları içerisinde incelemiştir. Düşük nikel içerikli alaşımların ASTM standartları gibi yüksek korozyon direnci gösterdiği gözlemlenmiştir. Yüzey kompozisyonlarının ASTM alaşımı ile aynı olduğunu belirtmişlerdir. Ağırlıkça % 0.03 nikel içerikli alaşımların pasif akım yoğunlukları tuzlu suda az miktar da olsa ASTM alaşımlarından yüksek olduğunu, diğer solüsyonlarda ise hemen hemen eşit olduğunu gözlemlemişlerdir. Düşük nikel içerikli alaşımların tane sınırlarındaki artışla, korozyon direncinde azalma meydana geldiğini tespit etmişlerdir.

Reclaru ve arkadaşları (2005), CoCr alaşımına değerli metaller (Au, Pt, In, Ru) ekleyerek alaşımların aşınma davranışlarını ve değerli metallerin katkılanmasıyla korozyon direncinin üzerine nasıl değiştiğini araştırmışlardır. Farklı katkı oranlarına sahip CoCr alaşımlarının NaCl ve yapay ağız sıvısı (fusayama) kullanarak korozyon dirençlerini araştırmışlardır. Çalışmalarında, değerli metallerin katkısı ile CoCr alaşımlarının korozyon davranışını kötüleştirdiğini gözlemlemişlerdir. Özellikle altın katkısı ile korozyon atağını zayıflatan heterojen mikro yapılar oluşabildiği ifade edilmiştir.

Viennot ve arkadaşları (2005), sabit protetik restorasyonlarda kullanılan kobalt-krom ve paladyum-gümüş alaşımlarının yapay ağız sıvısı (fusayama) test çözeltisi içerisindeki korozyon dirençlerini araştırmışlardır. CoCr alaşımının korozyon potansiyeli Pd-bazlı alaşımlardan (iki farklı alaşım) daha düşük olmasına rağmen, korozyon akımları ve polarizasyon direnç değerleri her üç alaşım için de benzer olduğunu bulmuşlardır. Tüm malzemelerin korozyona karşı oldukça iyi direnç gösterdiğini ifade etmişlerdir. Co-Cr alaşımlarının faydalı özelliklerinin önceden bilindiği göz önüne alındığında, bu tip alaşımın sabit diş protezleri üretmek için uygun bir alternatif olarak kullanılabileceğini ifade etmişlerdir.

Kurosu ve arkadaşları (2006) Co-29Cr-6Mo-1Ni alaşımının tuzlu su içerisindeki korozyon davranışına σ fazının etkisini araştırmışlardır. σ fazının artmasıyla kobalt

iyonlarının salınma miktarı hemen hemen aynı kalırken Cr, Ni ve Mo iyonlarının salınımının arttığını gözlemlemişlerdir.

Yan ve arkadaşları (2006), düşük ve yüksek karbon içerikli CoCrMo alaşımlarının elektrokimyasal davranışına uygulanan potansiyelin etkisini araştırmışlardır. Bu amaçla numuneleri 0, 100, 250 ve 500 mV değerlerindeki potansiyeller altında elektrokimyasal korozyon testine tabi tutmuşlardır. Elektrokimyasal ölçümlerini, ortamdaki protein ve aminoasitlerin korozyon süreci üzerindeki etkisini incelemek amacıyla, % 50 sığır serumu, yapay vücut sıvısı ve % 0,36 NaCl solüsyonlarında 37°C sabit sıcaklık altında almışlardır. Test sonuçlarından pasivasyon kinetiğinin ne uygulanan potansiyele ne de kullanılan solüsyona bağlı olmadığı sonucunu elde etmişlerdir. Sadece 500 mV değerinde uygulanan potansiyelde pasif akım yoğunluğunda artış gözlemlemişlerdir.

Metikoš-Huković ve Babić (2007), saf kobalt ve CoCrMo alaşımının pasivizasyon ve korozyon davranışlarını 6.8 pH değerine sahip SPS [Hank's solüsyonu] içerisinde incelemişlerdir. Cyclic voltametri ve Empedans spektrometri yöntemlerini kullanmışlardır. Yapılan deneyler sonucunda Cr ve Mo varlığının kobaltın çözünmesini önemli bir ölçüde engellediğini gözlemlemişlerdir. Alaşımın, krom gibi iyi pasivize olduğu ve tek başına saf kobaltın pasivizasyonunun alaşıma nazaran kötü olduğu sonuçlarına ulaşmışlardır.

Vazquez-Gutierrez ve Muñoz (2007), CoCrMo alaşımlarının elektrokimyasal davranışında potansiyelin etkisini araştırmışlardır. Alaşımın elektrokimyasal davranışını yapay vücut sıvısı içerisinde empedans spektroskopisi kullanarak incelemişlerdir. Potansiyeli 0, 100, 250 ve 500 mV olarak birer saat süreyle uygulamışlardır. Yapılan çalışmalar sonucu 500 mV da polarizasyon direnci düşmekte olduğunu gözlemlemişlerdir. Özellikle ortamda fosfat olması durumunda bu düşüşün daha hızlı olduğunu, ortamda albümin olması durumun da ise ara yüzeyin kapasitif davranışının etkilendiğini ortaya koymuşlardır.

Valero ve Muñoz (2007), yapay vücut sıvısı içerisinde inceledikleri biyomedikal CoCrMo alaşımının pasif davranışını araştırmışlardır. CoCrMo alaşımının elektrokimyasal özellikleri üzerinde uygulanan potansiyelin ve ısıl işlemin etkisini belirlemek istemişlerdir. Üç farklı ısıl işlem uygulanmış yüksek karbonlu CoCrMo alaşımına, farklı potansiyeller uygulayarak, yapay vücut sıvısı içerisinde elektrokimyasal testler uygulamışlardır. Yapılan testler sonucunda malzeme/sıvı ara

yüzeyinde oluşan reaksiyonların hem ısı işleme hem de uygulanan potansiyele bağlı olduğunu tespit etmişler. Tercih edilen potansiyel değerlerinden -50 mV’de oluşan pasif katmanın direncinin, 350 mV’de oluşandan daha yüksek olduğunu ortaya koymuşlardır.

Saji ve Choe (2009), Co-Cr ve Ni-Cr alaşımlarının elektrokimyasal davranışlarını, kütlece % 0,9 NaCl çözeltisi içerisinde incelemiştir. İki farklı döküm yöntemiyle üretilen CoCrMo ve NiCrMo alaşımlarından CoCrMo alaşımının NiCrMo alaşımına nazaran daha iyi korozyon direnci gösterdiğini, NiCrMo alaşımlarının özellikle nikelce zengin bölgelerinde ciddi çözünmeler meydana geldiğini ifade etmişlerdir. Bununla birlikte, döküm yönteminin malzemenin elektrokimyasal davranışına çok fazla etkisi olmadığını ortaya koymuşlardır.

Henriques ve arkadaşları (2012), çalışmalarında döküm ve sıcak pres yöntemiyle elde ettikleri iki farklı CoCrMo alaşımının mikroyapısını, sertliğini, korozyon direncini ve metal-seramik bağ mukavemetini incelemiştir. Optik mikroskop, taramalı elektron mikroskopu ve enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi yardımı ile alaşımların mikroyapılarını incelemiş ve sertlik testlerine tabi tutmuşlardır. 8 g NaCl/L tuzlu su çözelti içerisinde potansiyodinamik testler (TAFEL) yardımı ile elektrokimyasal davranışı incelemiştir. Kesme testleri ile diş porselen ve metal-porselen bağ mukavemetini incelemiştir. Sıcak presleme ile elde edilen numunelerin ana yapı (matriks) boyunca ikincil faz yayılması ve tipik küresel mikroyapı sergilediğini döküm örneklerinin ise dendritik mikroyapı sergilediğini belirlemiştir. Sıcak presleme ile elde edilen numunelerin döküm numunelerinden daha sert olduğunu bulmuşlardır. Sıcak presleme ile elde edilen numunelerin döküm numunelerine kıyasla daha iyi korozyon özelliklerine sahip olduğunu belirlemiştir. Döküm numunelerinin metal-seramik bağ mukavemetinin, sıcak presleme ile elde edilen numunelere göre daha yüksek olduğunu bulmuşlardır.

Bettini ve arkadaşları (2013), fosfat tamponlanmış tuzlu (PBS) solüsyon içerisinde korozyona maruz bırakılmış CoCrMo alaşımının transpasif davranışını, cyclic polarizasyon ve potansiyostatik polarizasyon yöntemlerini kullanarak yüksek anodik potansiyeldeki akım artışının doğasını açıklamak için incelemiştir. Serbest metal iyonlarının miktarını potansiyometrik ölçümlerle belirlemiştir. Faraday Yasası ile metal çözünme miktarının toplam akıma etkisini hesaplamışlardır. Optik mikroskopla (OM) yapılan gözlemler oksijen kabarcıklarının hızlı evrimini ortaya koyarken atomik

kuvvet mikroskobu (AFM) ile yapılan haritalama 0,65 V Ag/AgCl'de belirgin topografik deęişiklik olmadığını göstermiştir. Sonuç olarak su oksidasyonunun yüksek potansiyelde akım artışına büyük oranda katkı sağlayan bir dięer önemli süreç olduğunu gözlemlemişlerdir.

Panigrahi ve arkadaşları (2013), in vitro ortamda korozyona maruz bırakılan farklı mikroyapı ve karbon içeriğine sahip CoCrMo alaşımının korozyon hızını; açık devre, cyclic polarizasyon, elektrokimyasal empedans spektroskopisi yöntemlerini kullanarak incelemişlerdir. Daha uzun süre ve daha yüksek sıcaklıkta tavlanan çözeltilerde iri taneli ve kısmen çözülmüş ikincil fazlar içeren yüksek karbonlu CoCrMo alaşımının korozyon hızının % 80 azaldığını gözlemlemişlerdir. Faz sınırlarında ve yüksek enerjili tane sınırlarında taneler arası çukurcuk korozyonu olduğunu, düşük enerjili tane sınırlarında oluşmadığını gözlemlemişlerdir. Bu sonuç implant aygıtların performansı açısından tane sınırı tekniğinin önemli olduğunu göstermiştir.

Chen ve arkadaşları (2014), çalışmalarında bilye ile aşınma (pin-on-disk) testlerini kullanarak Hanks solüsyonu içerisinde düşük karbonlu ve yüksek karbonlu CoCrMo alaşımlarının korozyon davranışına α -fazı ve karbürlerin etkisini incelemişlerdir. Kırılan ya da parçalanmış α -faz tortularının hem düşük karbonlu hem de yüksek karbonlu alaşımların aşınması için ana etken olduğunu gözlemlemişlerdir. Buna karşın yıpranmış yüzeyde oluşan gerilmeden kaynaklı martensitik yapının düşük karbonlu alaşımın sertliğinin ve korozyon direncinin artmasına neden olduğunu bulmuşlardır.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. MATERYAL

CoCrMo alaşımlarından biyomedikal amaçlı malzemeler üretebilmek için döküm, dövme ve toz metalürjisi yöntemleri kullanılmaktadır. CoCrMo alaşımı genellikle dişçilikte kullanılırken özellikle yüksek yüklere maruz kalan kalça ve diz implantlarında da kullanılmaktadır. CoCr alaşımlarının ana alaşım elementleri kobalt (%65) ve kromdur.

Kobalt (Co); CoCr alaşımlarında temel alaşım elementleri olan Co ve Cr, alaşımın çözeltilere karşı olan korozyon dayanımı Co tarafından sağlanmaktadır. Krom (Cr); Krom miktarının artırılması alaşımın katı çözeltilere karşı olan korozyon dayanımını daha da artırır. Aynı zamanda sertliği de arttırmaktadır (Ayhan, 2002). Molibden (Mo); İnce taneli bir yapı oluşturmak böylece mukavemeti artırmak için alaşım içerisine katılanmaktadır (Bayrak 2007). Molibden, malzemelerde sıklıkla görünen çukurcuk ve çatlak korozyonuna karşı direnç arttırmak için katılanır (Friend, 1980).

Silisyum (Si); Silisyum, çeliklerin mukavemetini ve özgül ağırlığını artırır. Silisyum katı çözelti sertleştirilmesi yaparak mukavemeti çok artırır. Düşük silisyum miktarlarında mukavemet artışı problem oluşturmaz; fakat yüksek silisyum miktarları çeliğin gevrekleşmesine yol açar. Silisyum erime esnasında diğer elementlerin oksidasyonunu sağlamak için oksit yapısından istenmeyen bileşenleri uzaklaştırıcı bir ajandır. Ayrıca sertliği arttırıcı etkisi de vardır (Naylor 1992).

Paladyum (Pd); Altın alaşımlara ilave edildiğinde dayanıklılığı, sertliği, bükülme direncini, korozyona ve kararmaya karşı direnci arttırır. Ayrıca erime derecesini ve bükülme direncini arttırır. Hidrojen, oksijen ve karbona yüksek afinitesi (çekim gücü) vardır. Oldukça yüksek bir beyaz renk verici etkiye sahiptir, % 90 altın ve sadece % 10 paladyum içeren bir alaşım beyaz renkte görünür (Naylor 1992).

Bu çalışmada, hassas döküm yöntemi kullanılarak CoCrMo alaşımının içerisine Pd elementi katılarak hassas döküm yöntemi ile üretimini gerçekleştirdiğimiz alaşımın kompozisyonu Çizelge 3.1.'de verilmektedir.

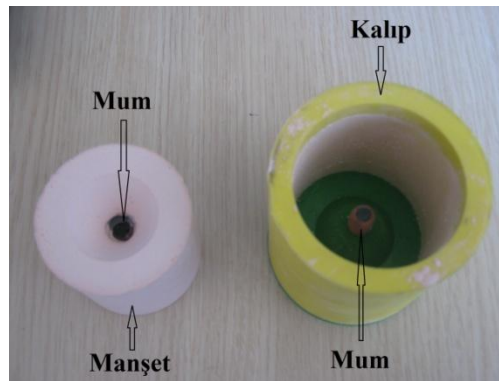
Çizelge 3.1. Üretimi yapılan alaşımların kimyasal kompozisyonu (% ağırlık)

Numune Kodu	Cr	Mo	Pd	Si	Diğer	Co
Pd-1	29.50	4.90	1.68	0.98	0.69	Kalan
Pd-2	29.19	4.87	2.70	0.97	0.68	Kalan
Pd-3	29.00	4.80	4.33	0.96	0.67	Kalan

3.2. YÖNTEM

Bu çalışmada Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 şeklinde kodlamaları yapılan alaşımlar Hassas Döküm Yöntemi (investment casting) ile üretildi.

Hassas Döküm Yöntemi'nde, öncelikli olarak üretimi yapılacak olan alaşımların döküleceği mum ve benzer malzemeler kullanılarak bir model oluşturulur. Sonrasında model refrakter malzemeyle kaplanılır. Hazırlanan kalıplar fırında ısıtılır. Isıtma işlemiyle beraber model buharlaştırılarak kalıp boşluğu oluşturulur ve bu boşluk içerisine metal dökümü yapılır. Bu model oluşumu ve manşet (kalıp) yapımı için Polywax marka, ısıyla buharlaşabilen mumlar kullanıldı. Mumlar, 8 mm çapında, 15 mm yüksekliğinde silindirler şeklinde hazırlandı ve manşet zeminine oturtuldu (Şekil 3.1.). Wirovest marka refrakter malzemesiyle hazırlanan harç dökülerek kalıp oluşturuldu. Kalıp kurutulduktan sonra manşetten çıkarılıp 1000°C'de kül fırınında pişirildi.



Şekil 3.1. Manşet ve kalıp

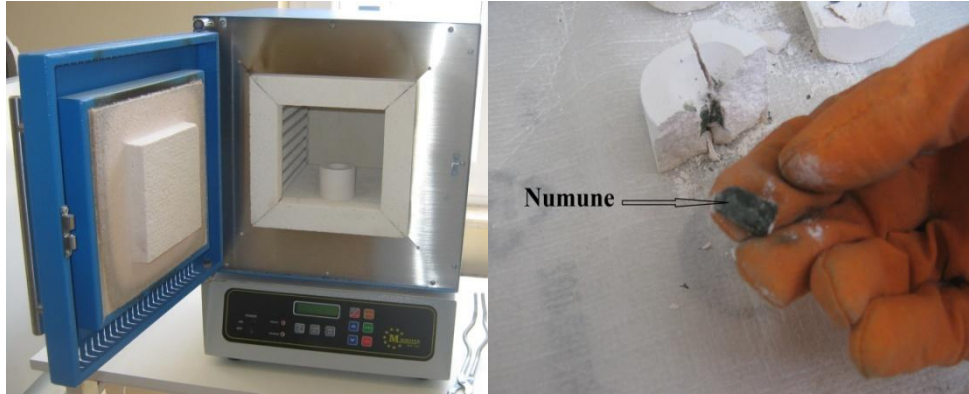
Ağırlıkça yüzde oranları verilen CoCrMo alaşımları içerisine sırası ile % 1.68 (Pd-1), % 2.70 (Pd-2) ve % 4.33 (Pd-3) oranlarında paladyum katkılıdır. Belirlenen oranlardaki malzemeler döküm potasının içine yerleştirildi. Döküm işlemi



Şekil 3.2. Hassas Döküm Cihazı (MKÜ Mikro/Nano Mekanik Karakterizasyon Lab.)

Şekil 3.2. ile gösterilen Techno Gaz ASM 20 PLUS hassas döküm cihazı kullanılarak gerçekleştirildi. Alaşımın ve eklenecek paladyumun erime noktaları göz önünde bulundurularak (sırasıyla 1410°C ve 1520°C) eritme sıcaklığı 1580°C’de eritildi. Metallerin dökümü atmosfer kontrollü ortamda yapıldı.

Homojen bir şekilde karışmasını sağlamak için, eriyik karbon çubuk ile karıştırıldı. Karışımın oksitlenmemesi için ortama sürekli argon gazı ilave edildi. Bu işlemlerden sonra fırında 1000°C’de bekletilen kalıp bir maşa yardımıyla pota ağzına yerleştirilerek cihazın kapağı kapatıldı. Döküm kapalı ortamda, kompresör yardımıyla gerçekleşti. Kalıp döküm cihazından alınarak fırına konuldu (Şekil 3.3.(a)) ve kontrollü olarak oda sıcaklığına kadar soğuması için bekletildi. Kalıbın tam olarak soğuması sonrasında kırılarak numune kalıptan çıkartıldı (Şekil 3.3.(b)).



Şekil 3.3. (a) Manşet Fırını, (b) Kalıptan çıkarılan numune



Şekil 3.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Aksaray Üni.(ASÜBTAM)

Taramalı elektron mikroskobu analizleri Şekil 3.4.'te görüntüsü verilen Fei marka Quanta FEG 250 model cihaz kullanılarak alınmıştır. Analizler, ikincil elektron (SE) ve geri saçılan elektron (BSE) modlarında yapılmıştır.

Numunelerin X-ışınları (XRD) analizleri, Şekil 3.5.'te görüntüsü verilen Rigaku marka RadB-DMAX II model cihaz ile gerçekleştirilmiştir. XRD analizlerinde yüksek enerjili monokromatik $\text{CuK}\alpha$ radyasyonu ($\lambda=1,54056$ nm) kullanılmıştır. Bütün ölçümler için 2θ açısı $30-80^\circ$ aralığında alınmıştır.



Şekil 3.5. X- ışınları difaksiyonu (XRD), İnönü Üni.(İBTAM)

3.2.1. Malzemelerin Karakterizasyon Hazırlığı

Döküm yöntemiyle elde edilen numunelerin yüzeylerinde oluşan oksit tabakasının giderilebilmesi için ikili kumlama cihazında önce kalın taneli kumlar, sonrasında ince



Şekil 3.6. İkili Kumlama Cihazı

taneli kumlar kullanılarak kumlama işlemine tabi tutuldu. Kalın taneli kumlama işlemi yüzeydeki oksit tabakaları kaldırırken, ince taneli kumlama işlemi numunedeki ince girintilerdeki oksit tabakasını kaldırmıştır. Şekil 3.6.'da ikili kumlama cihazı ve kumlama esnasındaki işlem görülmektedir.

Kumlama işlemi sonrası numuneler, çentme işleminden önce sırasıyla: kesme, kalıplama ve parlatma işlemlerine tabi tutuldu. Numuneler Struers Minitom kesme cihazı (Şekil 3.7.(a)) yardımıyla istenilen boyutlarda kesilmiştir.

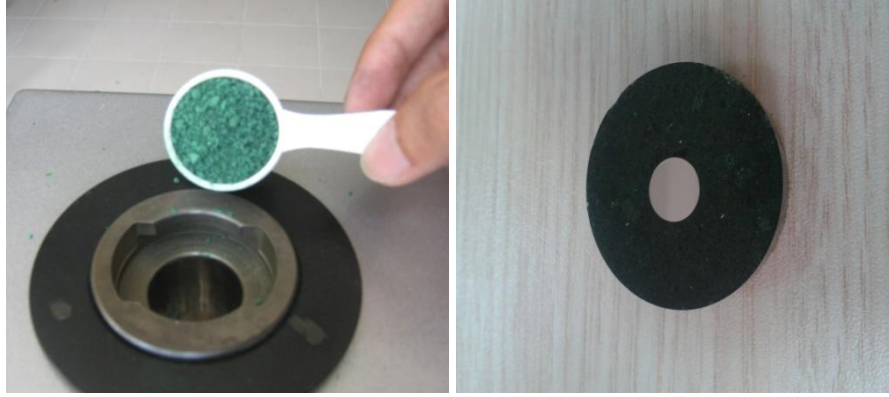
Numuneler Metalografik kalıplama cihazı (Şekil 3.7.(b)) yardımıyla kalıplandı. Buradaki amaç çentik deneyi yapılacak olan numuneyi düz bir zemine oturtmaktır. Böylece çentme sırasında uygulanan yük tam dik olarak yüzeye uygulanabilecektir.

Sertlik deneylerinin yapılabilmesi için numunenin yüzeyi literatürde "mirror like" olarak geçen ayna gibi parlak yüzey olmalıdır.



Şekil 3.7. (a) Hassas Kesme Cihazı, (b) Metalografik Kalıplama Cihazı, (c) Yük Kontrollü Hassas Parlatma Cihazı (MKÜ Mikro/Nano Mekanik Karakterizasyon Lab.)

Bu amaçla kalıplanan numunelerin sertlik deneyinin yapılacağı yüzeyleri otomatik yük uygulama ünitesine sahip hassas parlatma cihazında (Şekil 3.7.(c)) manyetik zımparalar kullanılarak numune yüzeyi mikron seviyesinde parlatıldı. Şekil 3.8.'de numune kalıplanırken ve kalıplandıktan sonra yüzeyi aşamalı olarak parlatılarak çentik atılabilecek duruma getirilmiş bir numune yer almaktadır.



Şekil 3.8. (a) Kalıplama haznesi, (b) Kalıplanıp parlatılmış numune

Numunelerin parlatılması için uluslararası standartları içeren parlatma aşamaları kullanıldı. Her bir kademedeki numune yüzeyinde oluşan deformasyon ve çiziklerin minimum olması için bir öncekinde kullanılan aşındırıcılardan daha ince aşındırıcılar kullanıldı. Her bir aşamada numune yüzeyi metal mikroskop ile incelenerek bir sonraki aşamaya geçildi. Parlatma işlemi istenilen şekilde değil ise bu aşama tekrar edildi. Parlatma işlemi için Struers Labopol marka cihazında sırasıyla 800, 1200, 2400, 4000 Gridlik zımpara kâğıtları kullanıldı. Bu işlemler esnasında, numunenin deformasyonunu önlemek için zımpara kâğıtlarına otomatik olarak sürekli su tatbik edildi. Bu aşamadan sonra, nihai parlatma sırasıyla 3 μm , 1 μm , 1/4 μm 'lik parlatma sıvıları kullanılarak farklı keçeler ile numune yüzeyi kontrollü olarak aşındırıldı. En son koloidal silika ile numune yüzeyi ayna yüzey haline getirildi. Yüzey görüntüleri Araştırma Bulguları ve Tartışma kısmında verilmektedir.

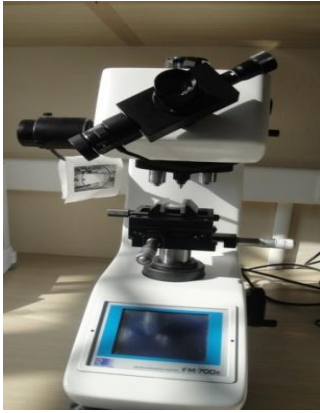
Bütün parlatma kademelerinde yük kontrollü numune parlatma cihazının devir hızı 300 devir/dk olarak ayarlandı. Her kademe sonrası, numune yüzeyinde kalan parçacıkların bir sonraki kademedeki çizici etkisini engellemek için, numuneler saf su ile yıkandı. Aynı zamanda numune yüzeyindeki tek yönlü aşınmayı önlemek için belirli aralıklarla malzemenin çark üzerindeki tutulma yönü kontrollü olarak değiştirildi.

Malzemelerin mekanik karakterizasyonu için numunelerin ön hazırlık aşamalarının tamamı; numunelerin kumlanması, kesilmesi, kalıplanması ve parlatılması için kullanılan yukarıda adı geçen tüm işlemler, Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Mikro/Nano Mekanik Karakterizasyonu Laboratuvarı'nda yapıldı.

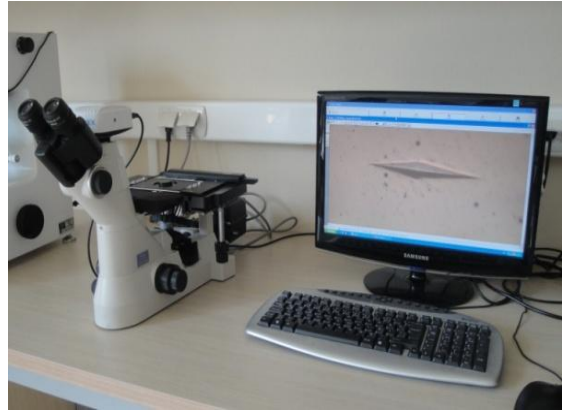
3.2.2. Numunelerin Statik Sertlik Analizi

3.2.2.1. Numunelerin Vickers ve Knoop Sertliklerinin İncelenmesi

Bu çalışmadaki statik (geleneksel) sertlik deneyler Future-Tech FM 700 marka mikrosertlik cihazında (Şekil 3.9.) Vickers ve Knoop uçları kullanılarak ayrı ayrı yapıldı. Her iki uç için 8 farklı yük (0.098 N-0.245 N-0.49 N-0.98 N-1.96 N-2.94 N-4.9 N-9.8 N) uygulandı. Her bir yük için 15s'lik bekleme zamanı cihazdan otomatik olarak ayarlandı. Elde edilen izlerin görüntüsü Nikon MA 100 ters metal mikroskobu (Şekil 3.10.) ile alındı. Çentik boyutlarının ölçümü, Clemex görüntü analiz sistemi ile yapıldı.



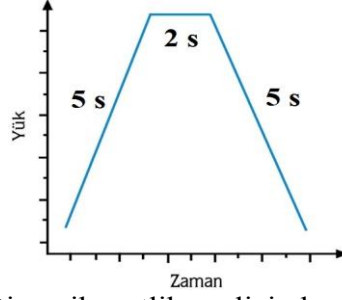
Şekil 3.9. Mikrosertlik Cihazı



Şekil 3.10. Ters Metal Mikroskobu

3.2.3. Numunelerin Dinamik Sertlik Analizi

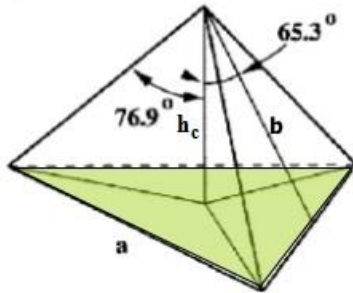
Bu çalışmadaki derinlik duyarlı (dinamik) nanosertlik ölçümleri, HYSITRON TI-950 TriboIndenter test cihazı kullanılarak yapılmıştır (Şekil 3.12.). Dinamik analizler, 1000 μN 'dan 10000 μN 'a kadar 1000 μN 'luk artışlarla kademeli yükleme boşaltma (step load-unload) eğrileri ile elde edilmiştir. Bütün ölçümler için maksimum yükteki bekletme süresi 2 s olarak seçilmiştir. Ayrıca yükleme ve boşaltma hızları da bütün ölçümler için aynıdır (Şekil 3.11.).



Şekil 3.11. Dinamik sertlik analizinde yükleme profili



Şekil 3.12. Sertlik deneyleri için kullanılan TI 950 TriboIndenter test cihazının genel görünümü

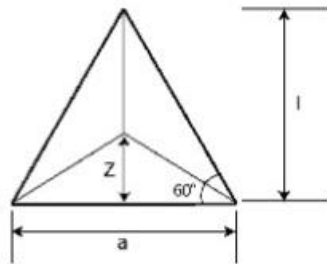


$$\tan 60^\circ = \frac{l}{a/2}$$

$$l = \frac{\sqrt{3}}{2} a$$

$$A_c = \frac{al}{2} = \frac{\sqrt{3}}{4} a^2$$

$$\cos 65.27^\circ = \frac{h_c}{b}$$



$$h_c = \frac{a \cos 65.3^\circ}{2\sqrt{3} \sin 65.3^\circ} = \frac{a}{2\sqrt{3} \tan 65.3^\circ}$$

$$a = 2\sqrt{3} h_c \tan 65.3^\circ$$

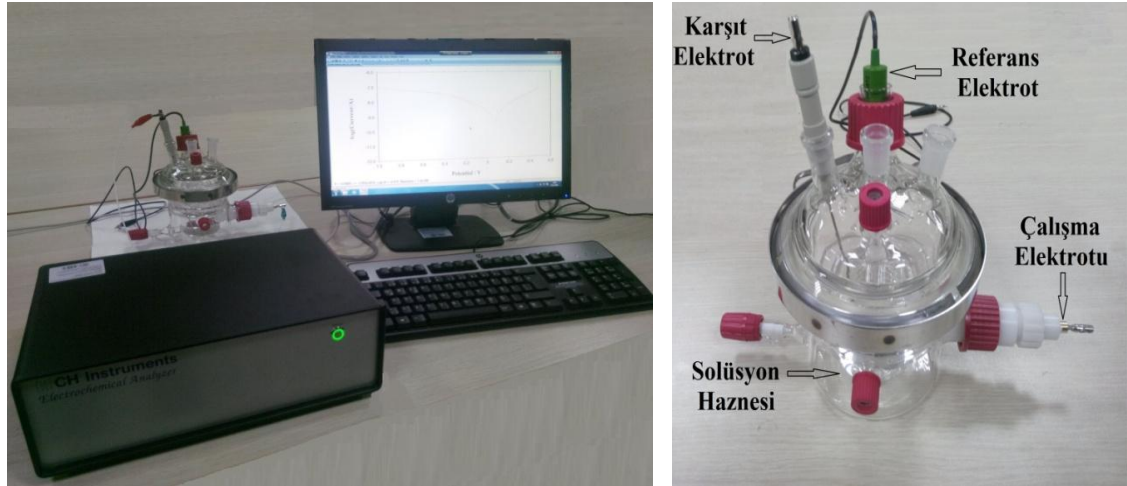
$$A_c = 3\sqrt{3} h_c^2 \tan^2 65.3^\circ = 24.56 h_c^2$$

Şekil 3.13. Berkovich çentcinin şematik gösterimi

Derinlik duyarlı mikro çentik deneylerinde Oliver-Pharr (OP) Metodu kullanılmıştır (Oliver ve Pharr, 1992). OP Metodu'nun ayrıntıları Bölüm 1.6.3'te ayrıntılı olarak verilmiştir.

3.2.4. Numunelerin Korozyon Analizi

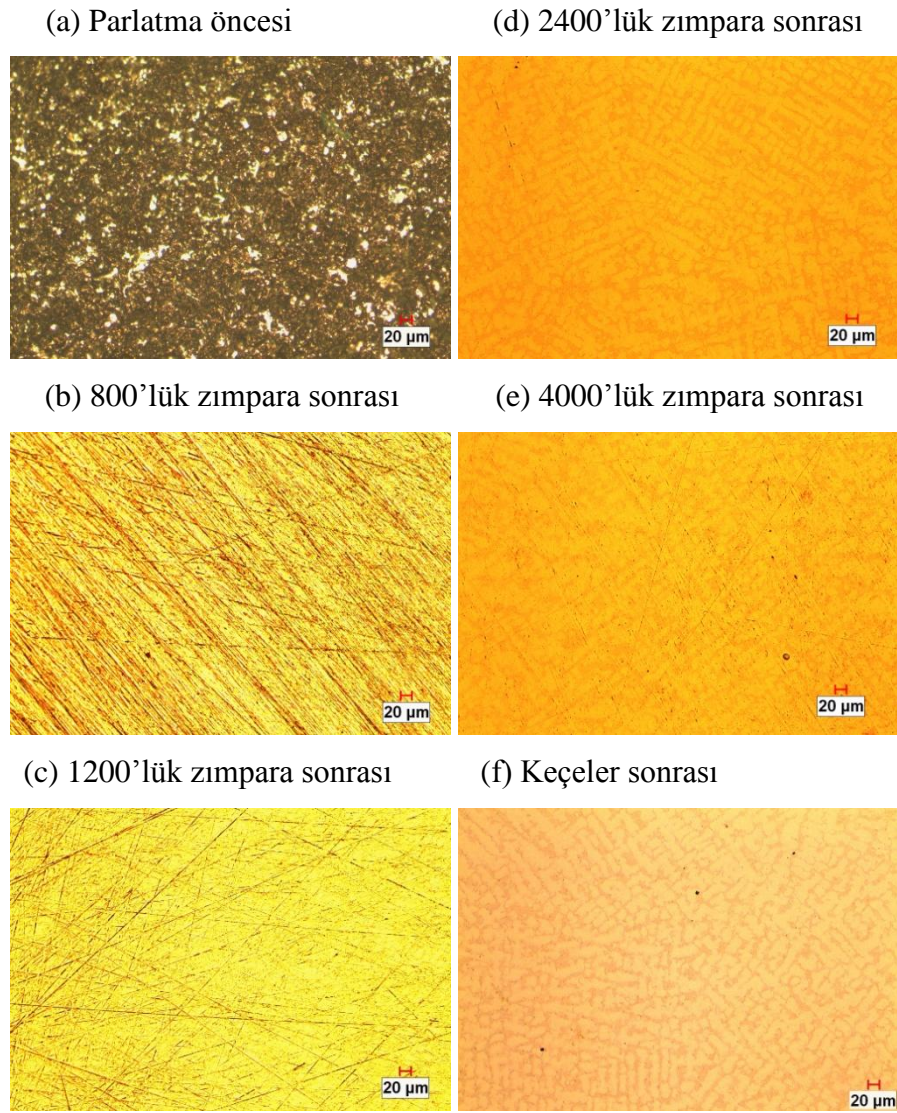
Numunelerin korozyon deneyleri Şekil 3.14.'te gösterilen CH Instruments firmasının "Electrochemical Analyzer" markalı 602E modeli "potansiyostat/galvanostat" cihazı kullanılarak yapıldı. Deneylerimizin tamamında özellikle yüksek çözelti direncine sahip hücreler için kullanılan standart 3 elektrotlu sistem kullanıldı. Sistemde, çalışma elektrotu (Pd-1, Pd-2 ve Pd-3), karşıt elektrot (platin tel) ve referans elektrot (doygun kalomel elektrot (SCE)) kullanıldı.



Şekil 3.14. Elektrokimyasal test sistemi

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMALAR

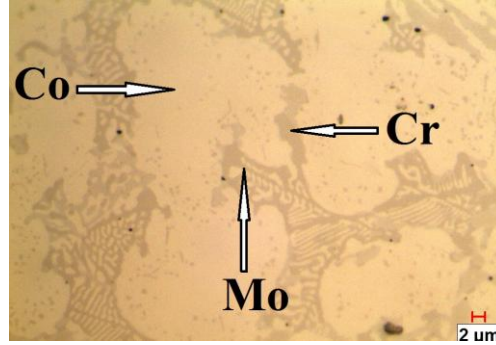
Üretim ve mekanik karakterizasyon hazırlıkları Bölüm 3.2.'de anlatılan Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının parlatma aşamalarının her birinin görüntüsü Şekil 4.1.'de verilmektedir. Şekilde görüldüğü gibi 2400'lük zımpara işlemi sonrasında yüzeyin dentritik mikroyapısı ortaya çıkmaktadır. Ayrıntıları Bölüm 3.2.'de verilen ve parlatma işlemleri için kullanılan keçeler sonrasında yüzeyin mikroyapısı tamamen ortaya çıkmaktadır.



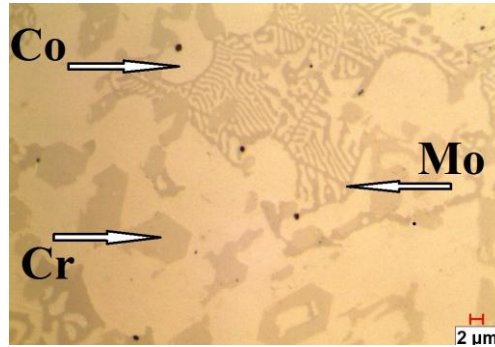
Şekil 4.1. Parlatma öncesi, zımpara ve keçelerden sonra yüzey görüntüsü

Yüzey işlemleri malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemede kullanılacak testlerin hassasiyetleri açısından oldukça önemlidir. Üretim sonrasında malzemenin ana mikroyapısı ancak bu aşamaların oldukça hassas bir şekilde yapılmasına bağlıdır.

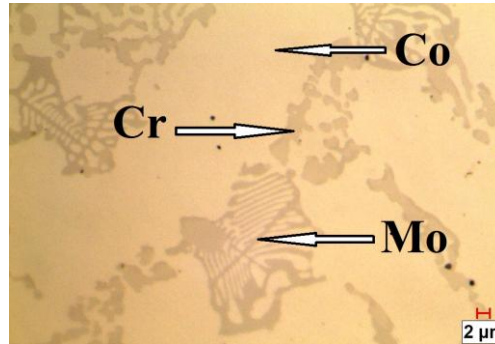
Parlatma sonrası alaşımların yüzeylerinin optik mikroskop görüntüleri Şekil 4.2.; 4.3. ve 4.4.'te verilmektedir. Optik mikroskop görüntülerinden Co, Cr ve Mo elementleri açıkça görülmektedir. Alaşımların her üçü homojen yapıya sahiptir.



Şekil 4.2. Pd-1 alaşımının optik görüntüsü



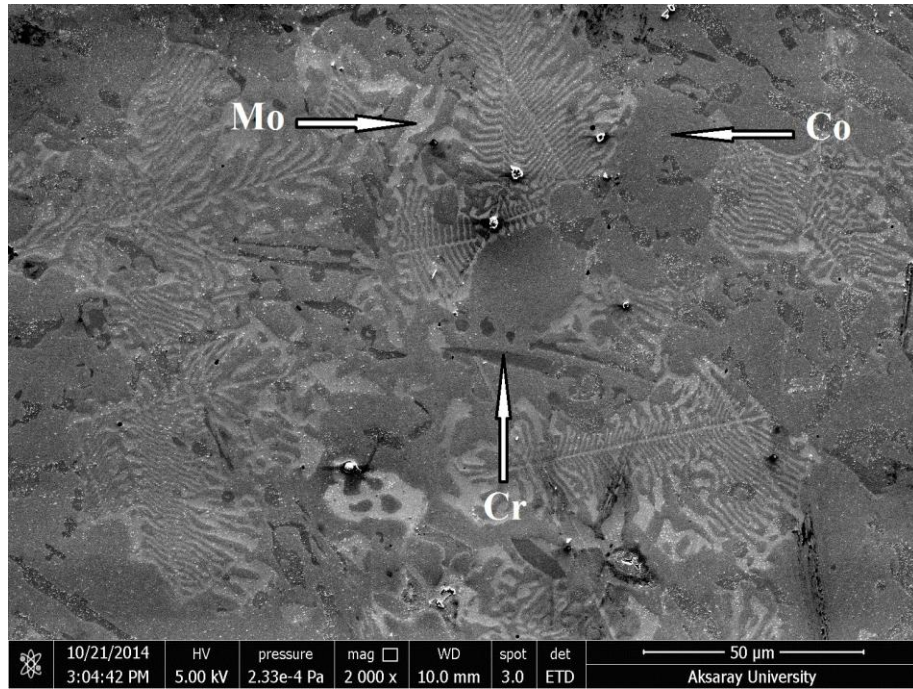
Şekil 4.3. Pd-2 alaşımının optik görüntüsü



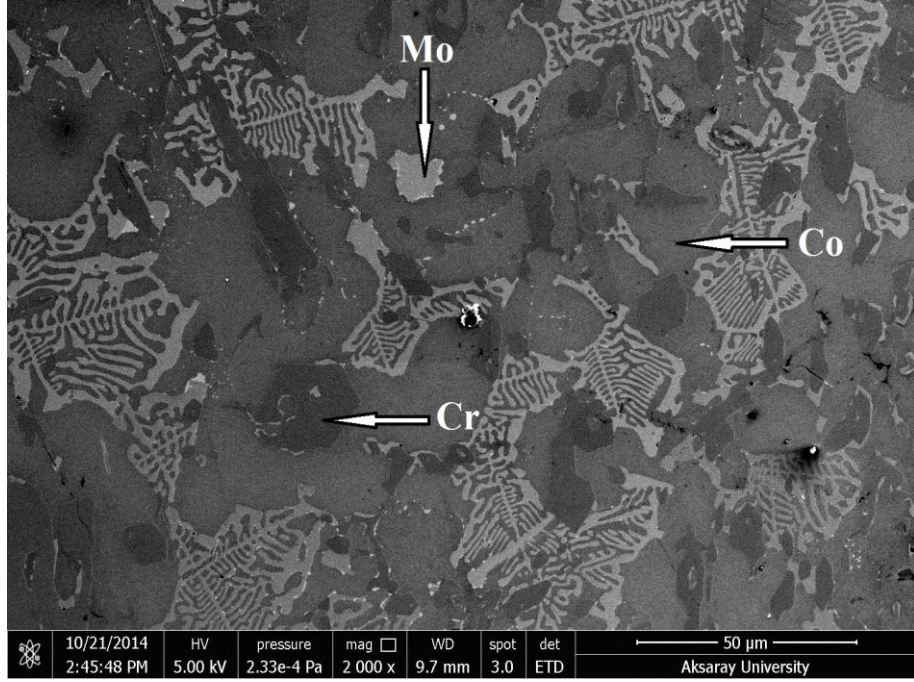
Şekil 4.4. Pd-3 alaşımının optik görüntüsü



Şekil 4.5. Pd-1 alaşımına ait SEM görüntüleri



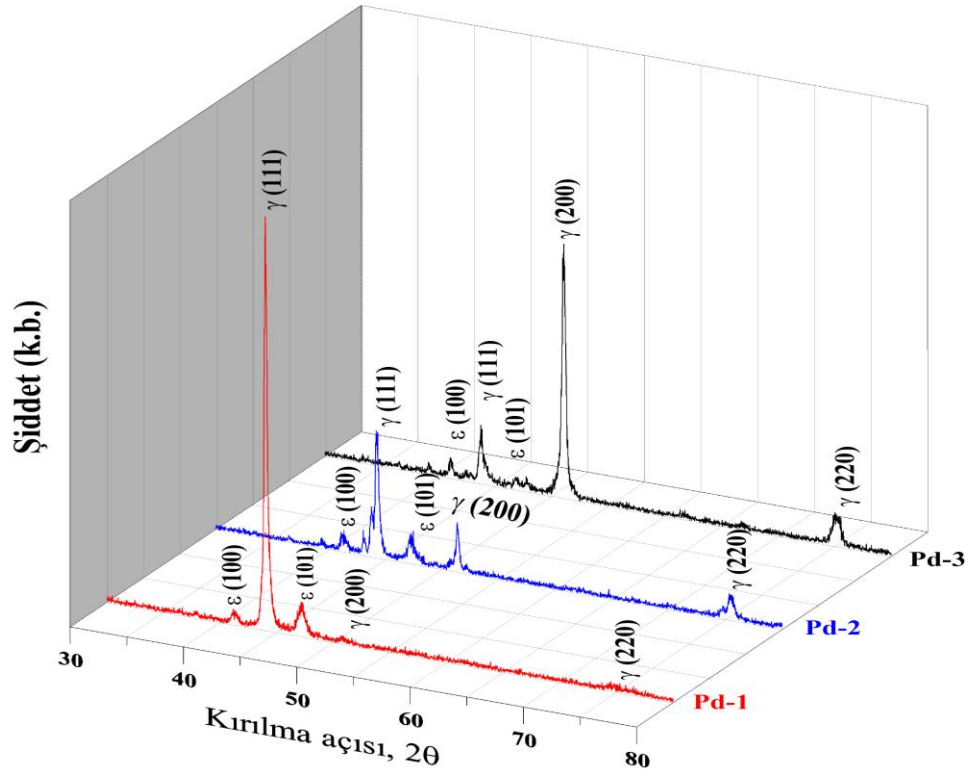
Şekil 4.6. Pd-2 alaşımına ait SEM görüntüleri



Şekil 4.7. Pd-3 alaşımına ait SEM görüntüleri

Alaşımın SEM görüntülerinden her birinin oldukça homojen yapıları görülmektedir. Alaşım içerisinde molibdenin beyaz renkli ve dentritik yapıda, krom'un ise kobalt içerisinde daha koyu renkli bir şekilde dağıldığı görülmektedir.

Alaşımın XRD ölçümleri öncesi, yüzeyleri 1 μm ve 0,3 μm Al₂O₃, sonrasında koloidal silika ile parlatıldı. Şekil 4.8.'de tüm alaşımlar için X-ışını kırınım desenleri görülmektedir. Şekilden açıkça görüleceği gibi alaşımlar γ -CoCr ve ε-CoCr kobalt ana yapılarından meydana gelmektedir. Bu fazlardan γ -CoCr fazının baskınlığı ilk bakışta dikkati çekmektedir. Hegzagonal sıkı paket yapıdaki γ -CoCr fazının elde edilmesi, Co/Cr faz diyagramı ile uyumludur. Yüzey merkezli kübik yapıdaki γ -CoCr fazının bulunması soğuma sırasındaki dönüşümün kararsız bir halidir. XRD grafiğinden açıkça görüldüğü gibi Pd katkı miktarının artması ile birlikte (111) düzleminin pik şiddeti azalmakta ve (220) düzleminin pik şiddeti artmaktadır. Pik şiddetindeki bu azalma (111) ve (220) düzlemlerinin tercihli yönelim düzlemleri olduğunun göstergesidir. Bu durum hassas döküm esnasında katkılanan Pd'nin alaşım içerisindeki iç zorları tetiklemesinden kaynaklanabilir. Bu durum farklı düzlem ve yönelimleri arasındaki enerji dengelerini değiştirebilir. Böylece belirli şartlar altında tercihli yapıya sebebiyet verebilir.



Şekil 4.8. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının XRD desenleri

Şekil 4.8.'de verilen XRD grafiğinde artan Pd katkısı ile alaşımların kristalit boyutu artarken dislokasyon yoğunluğu azalmaktadır (Çizelge 4.1.). Bu durum alaşımların mikroyapılarındaki değişimi oldukça açık bir şekilde ortaya koymaktadır.

Numunelerin kristalit boyutu (D), $\left(D = \frac{0.94\lambda}{\beta \cos \theta} \right)$ Debye-Scherrer eşitliği kullanılarak hesaplanır. Burada λ kullanılan X-ışınının dalgaboyu, β pikin yarı maksimum genişliği

Çizelge 4.1. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 malzemelerinin hesaplanan FWHM, mikrozorlanma (ϵ), dislokasyon yoğunluğu (ρ) ve kristalit boyutu (D)

Numune Kodu	FWHM	ϵ	ρ ($\text{cm}^{-2} \times 10^{15}$)	D (nm)
Pd-1	0,423	$1,73 \times 10^{-3}$	5,65	20,95
Pd-2	0,404	$1,65 \times 10^{-3}$	5,15	21,93
Pd-3	0,352	$1,44 \times 10^{-3}$	3,90	25,16

(FWHM) radyan cinsinden değeri ve θ ise değerlendirilen pikin Bragg yansıma açısıdır (Kahraman ve ark., 2012).

Debye-Scherrer eşitliğinden elde edilen Pd-1 numunesinin kristalit boyutu 20.95 nm, Pd-2 numunesinin kristalit boyutu 21.93 nm ve Pd-3 numunesinin kristalit boyutu ise 25.16 nm'dir. Kristalit boyutu ile sertlik parametrelerinin ters orantılı olduğu göz önüne alınırsa, deneyler sonucunda elde edilen sertlik değerleriyle hesaplanan kristalit boyutları arasındaki uyum Vickers, Knoop ve Berkovich sertlik deneylerinde gözlenmektedir.

Dislokasyon yoğunluğu önemli bir parametre olup malzemeye uygulanan zora bağlı olarak değişir (Şahin ve Uçar, 2006). Bir malzeme plastik olarak deforme olduğu zaman dislokasyon yoğunluğu artar. Bu durum malzemelerde işlem sertleşmesine neden olur (Graça ve ark., 2008).

Dislokasyon yoğunluğu, kristalin birim hacmi başına düşen dislokasyon çizgilerin uzunluğu olarak $\rho = \frac{15\varepsilon}{aD}$ denklemiyle hesaplanabilir. Mikro zorlanma ise $\varepsilon = \frac{\beta \cos \theta}{4}$ denkleminde elde edilir. Burada β pikin yarı maksimum genişliğinin (FWHM) radyan cinsinden değeri ve θ ise değerlendirilen pikin Bragg yansıma açısıdır. ε , mikro zorlanma, a örgü sabiti ve D ise kristalit boyutudur (Gülen ve ark., 2014).

Dislokasyon yoğunlukları Pd-1 için $5.65 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$, Pd-2 için $5.15 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$ ve Pd-3 için $3.90 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$ olarak elde edilmiştir. Dislokasyon yoğunlukları sertlik değerleri ile aynı paralellikte değişim göstermektedir. Dislokasyon yoğunluğu en fazla olan Pd-1 numunesi en sert, dislokasyon yoğunluğu en az olan Pd-3 numunesi ise sertliği en az olan numune olarak sıralanmıştır.

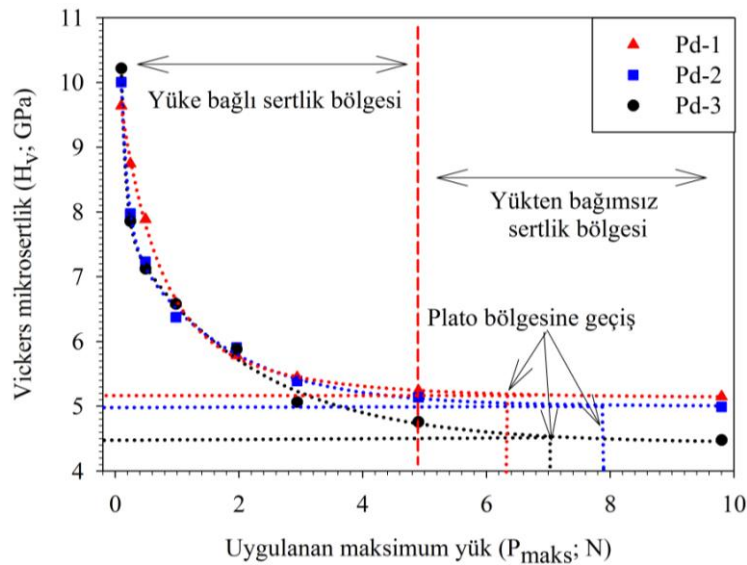
Bu çalışmada, hassas döküm yöntemiyle CoCrMo alaşımlarına farklı oranlarda paladyum katkılanarak elde edilen Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin statik ve dinamik sertlik ölçümleri yapılmıştır. Yapılan ölçümler ile elde edilen bulgular, bu bölümde sırası ile, ilk olarak statik sertlik ve dinamik sertlik sonrasında korozyon analizleri şeklinde verilmiştir.

4.1. Statik Sertlik Analizleri

Teorisi Bölüm 1.6.1.'de verilen statik sertlik deneylerinden öncelikle Vickers çentici sonrasında da Knoop çentici ile elde edilen verilerin analizleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar literatür ile karşılaştırılmıştır. CoCrMo alaşımlarına paladyum katkılanması ile elde edilen numunelerin Vickers ve Knoop mikrosertlik değerlerinin uygulanan yüke bağlı değişimleri ile ilgili elde edilen bulgular, grafikler ve analizler verilmiştir.

4.1.1. Vickers Sertlik Analizi

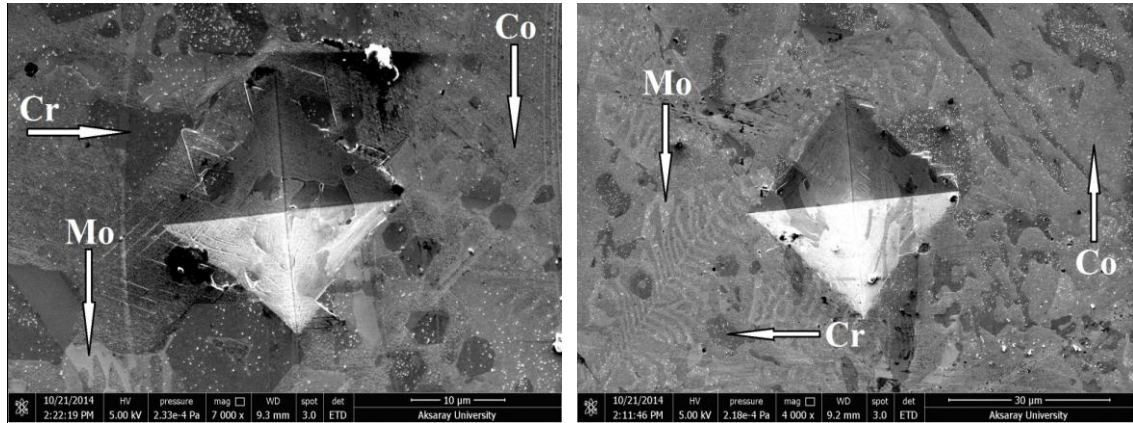
Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin Vickers uç kullanılarak elde edilen mikrosertlik değerlerinin yüke bağlı değişimi Şekil 4.9.'da verilmektedir. Her bir numuneye Vickers çentici uç ile 8 farklı yük (0.098 N-0.245 N-0.49 N-0.98 N-1.96 N-2.94 N-4.9 N-9.8 N), 15'er saniye süre ile uygulandı. Uygulama süresinin 15s olması literatür ile uyumludur (Spinelli ve ark., 2014; Zhou ve ark., 2014; Kandil ve ark., 2014; Strnad ve Buka, 2014). Uygulanan her bir yük için elde edilen mikrosertliğe bağlı grafik Şekil 4.1.'de verilmektedir. Grafikler incelendiğinde uygulanan yükün artmasıyla mikrosertliğinin azaldığı, 4.9 N'luk yükte mikrosertliğin doyum noktasına ulaştığı görülmektedir. Bölüm 1.6.2.'de izah edilen bu davranış literatürde gözlenen "Çentik Boyutu Etkisi" (ÇBE) davranışı olarak adlandırılmaktadır (Şahin ve ark., 2011; Lu ve ark., 2014).



Şekil 4.9. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının uygulanan maksimum yükün Vickers mikrosertliğine bağlı değişimi

Şekil 4.9. incelendiğinde sertliğin 4.9 N'dan sonraki büyük yük bölgesinde (H_{LI} ; yükten bağımsız bölge) hemen hemen doyuma ulaştığı ve küçük yük bölgesinde (H_{LD} ; yüke bağlı bölge) yüke bağlı olarak değiştiği görülmektedir.

Şekil 4.9.'da gözlenen sertlik davranışı çentik atılan yüzeyin doğası göz önüne alınarak açıklanabilir. Küçük yük bölgesinde çentici, kristallerin sadece üst yüzey tabakalarına nüfus etmektedir. Bu tabakaların zor katkılarına bağlı olarak (küçük yük bölgesindeki) sertlik değerlerinde oldukça keskin bir düşüş gözlenmektedir. Yükün artmasına paralel olarak çentinin numune içerisindeki derinliği de artmaktadır. Sertliği, yüzey ve iç tabakaları birlikte etkilemekte ve sertlik yüke bağlı lineer olmayan bir değişim sergilemektedir. Büyük yüklerde iç tabakaların etkisi daha baskın hale gelmekte, sonuç olarak yükün artması sertlikte hemen hemen herhangi bir değişim meydana getirmemektedir. ÇBE davranışı olarak bilinen bu durum, tek kristaller (Lu ve ark., 2014), biyomalzemeler (Renjo ve ark., 2014), ince filmler (Şahin ve ark., 2015), seramikler (Chakraborty ve ark., 2012; Renjo ve ark., 2014) ve birçok alaşımlarda benzerlik arz etmektedir (Li ve Bradt, 1993; Gong ve ark., 2000; Şahin ve ark., 2005; Demirkol, 2010; Lu ve ark., 2014).



Şekil 4.10. (a) 1.96 N'luk çentik izi

(b) 4.9 N'luk çentik izi

Farklı tür malzemelerde gözlenen ÇBE davranışını açıklamak için, uygulanan test yükü ve çentik boyutu arasındaki ilişki, literatürde farklı modeller kullanılarak açıklanmaya çalışılmıştır. Bu modellerden geleneksel Meyer Kanunu, uygulanan test yükü ve oluşan çentik boyutu arasındaki ilişkiyi, aşağıdaki ifade ile vermektedir.

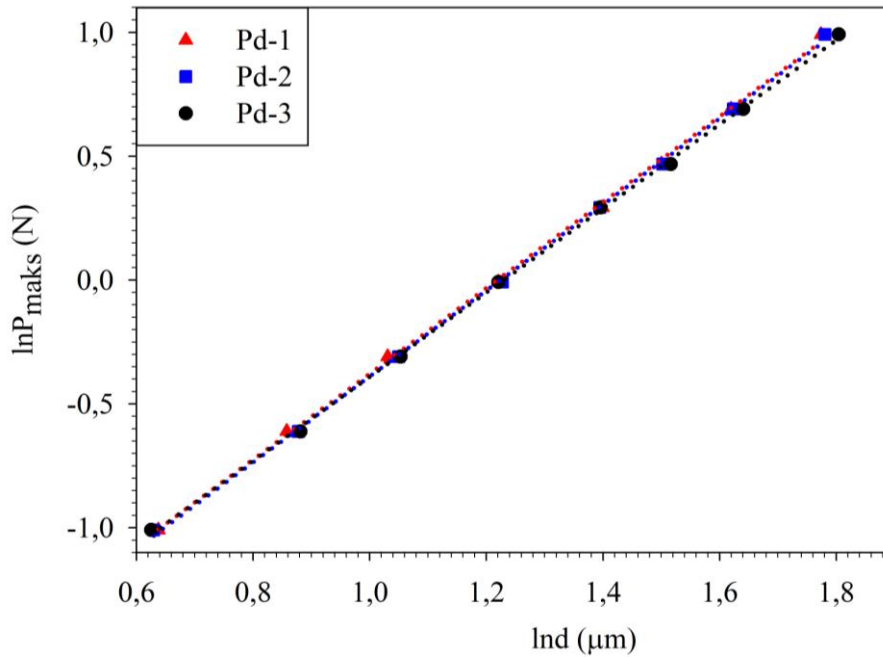
$$P = Ad^n \quad (4.1)$$

Çizelge 4.2. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Vickers çentici için Denklem (4.1)'e göre hesaplanan n ve A değerleri (r^2 ; n ve A parametrelerine fit edilen eğrinin uyumunu göstermektedir.)

Numune Kodu	$\ln A$	A	n	r^2
Pd-1	-2,086	0,12418	1,716	0,998
Pd-2	-2,124	0,11955	1,735	0,999
Pd-3	-2,089	0,12381	1,698	0,999

Denklemden ' n ' Meyer üssü, ÇBE'nin bir ölçüsü, A ise malzeme sabitidir. $n < 2$ için normal ÇBE, $n > 2$ olduğunda ters ÇBE davranışı gözlenmektedir. $n = 2$ olması durumunda, sertlik uygulanan yükten bağımsız olmaktadır. Denklemden A ve n değerleri Şekil 4.11.'de verilen $\ln P - \ln d$ grafiğinden elde edilmektedir. Bu grafikten elde edilen n ve A değerleri Çizelge 4.2.'de verilmektedir.

Yukarıda da belirtildiği gibi ÇBE davranışı için $n < 2$ olmalıdır. $\ln P - \ln d$ grafiğinden elde edilen n değerleri bu değerle oldukça uyumludur (Şahin ve ark., 2005; Demirkol, 2010; Terzioğlu ve ark., 2014; Smith ve ark., 2014; Renjo ve ark., 2014). Upit ve Varchenya (1973), ' n ' değerini dislokasyon ilmeklerinin birbiri ve kristal yüzeyi ile etkileşiminin göstergesi olarak önerilmesine rağmen, ' n ' ve A parametrelerinin fiziksel anlamı halen tam olarak anlaşılabilmiştir (Gong ve ark., 2000; Şahin, 2006).



Şekil 4.11. Vickers çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $\ln P_{maks} - \ln d$ grafiği

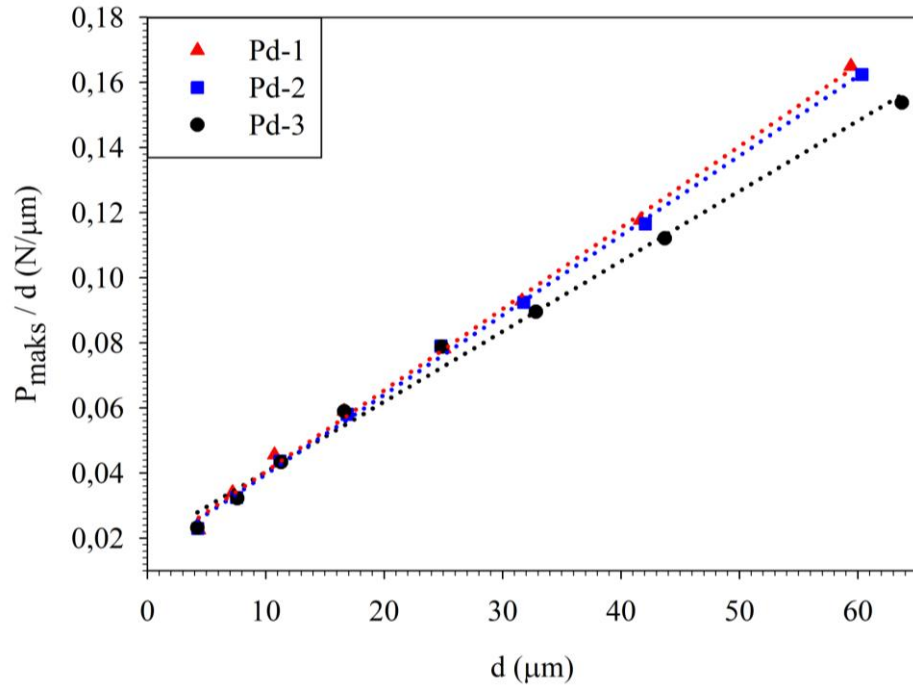
Test yükü ve çentik boyutu arasındaki ilişkiyi tanımlayan Meyer Kanunu, sadece küçük test yüklerinde uygun sonuçlar vermektedir. Şekil 4.9.'da görüldüğü gibi, tüm numunelerin sertlik değerleri, büyük test yüklerinde doyuma ulaşmaktadır. ÇBE davranışı için büyük yüklerde gözlenen bu sapma, Meyer Kanunu ile açıklanamamaktadır (Karan ve Gupta., 2005; Demirkol, 2010; Smith ve ark., 2014). Bu nedenle bu davranışı açıklamak ve nedenlerini kestirebilmek için daha fazla bilgiye ihtiyaç vardır.

Bu konunun anlaşılabilmesi için literatürde farklı modeller önerilmiştir. Bu modellerden orantılı numune direnci modelinde (PSR), ÇBE davranışının yüke bağlı ve yükten bağımsız mikrosertlik bölgesi için ayrıntıları aşağıda verilen analizin uygun olduğu öne sürülmüştür (Li ve ark., 1994; Pal ve Kar, 2003; Silva ve ark., 2013; Terzioğlu ve ark., 2014; Doğruer ve ark., 2014; Yılmazlar ve ark., 2014; Şahin ve ark., 2015). Bu modele göre çentik boyutunun yüke bağlı değişimi Denklem (4.2) ile verilmektedir.

$$P_{maks} = a_1d + a_2d^2 = a_1d + \left(\frac{P_c}{d_0^2} \right) d^2 \quad (4.2)$$

Denklem (4.2) kullanılarak elde edilen (P_{maks}/d) - d grafiğinden elde edilen a_1 , PSR modelinin mikrosertliğe katkısını, a_2 ise yükten bağımsız mikrosertliği karakterize etmektedir. P_c ve d_0 sırası ile kritik test yükü ve kritik çentik boyutudur. Mikrosertlik, bu kritik değer üstünde yükten bağımsızdır. Denklemdaki a_1 ve a_2 sabitlerinin sırasıyla, materyalin elastik ve plastik özellikleri ile ilişkili olduğu (Li ve Bradt, 1993) vurgulanmıştır. Aynı araştırmacılar tarafından, a_1 sabitinin test numunesinin çentici tarafından elastik sıkıştırılmasından ve numune ile çentici arasındaki sürtünme direncinden meydana geldiği belirtilmektedir.

Denklem (4.2)'ye göre (P_{maks}/d) - d grafiği teorik olarak düz bir çizgidir (Şekil 4.12.). Bu grafiğin y eksenini kestiği nokta a_1 , eğim ise a_2 değerine karşılık gelir. PSR modeline göre a_2 değeri, yükten bağımsız sertliğin ölçüsüdür. Vickers çentici ile yapılan mikrosertlik testlerinde H_{PSR} , toplam test yükü yerine etkin yük (P_{etkin}), kullanılarak aşağıdaki denklem yardımı ile bulunabilir (Gong ve ark., 2000).



Şekil 4.12. Vickers çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının (P_{maks}/d)- d grafiği

$$H_{PSR} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_1 d}{d^2} \right) = \alpha a_2 \quad (4.3)$$

Burada α , çentici geometrisine bağlı sabit olup, Vickers çentici için 1,8544'tür.

Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin a_1 , a_2 ve yükten bağımsız sertlik değerleri Çizelge 4.3.'te verilmektedir. Çizelgede verilen yükten bağımsız sertlik değerleri ile Şekil 4.9.'dan elde edilen plato bölgesi sertlik değerlerine yakın değildir. Elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri plato değerlerine yakın olmalı ve yükten bağımsız sertlik bölgesinin bulunduğu plato bölgesi içerisinde olmalıdır. Bu sebeple literatürde bulunan diğer modeller ile yükten bağımsız sertlik değerlerinin hesaplanması gerekmektedir.

Çizelge 4.3. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Vickers çentici için Denklem (4.3)'e göre analizi

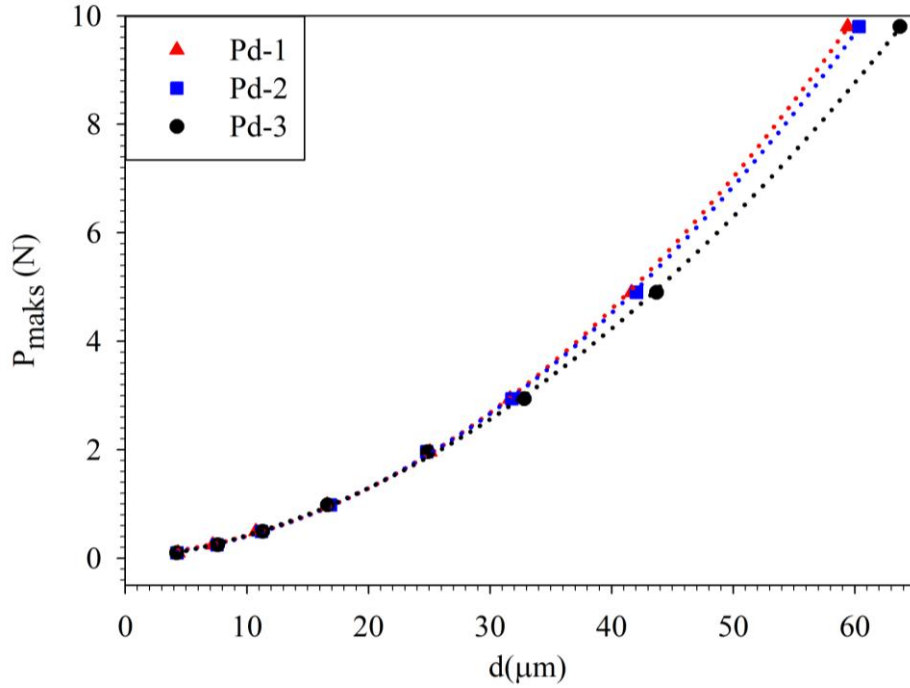
Numune Kodu	a_1 (N/μm)	a_2 (N/μm) ²	H_{PSR} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	16,25	2,480	4,598	5,105	0,997
Pd-2	15,10	2,447	4,538	4,990	0,998
Pd-3	18,81	2,157	3,999	4,477	0,993

Literatürde kobalt bazlı alaşımlar için yapılan çalışmada (P_{maks}/d)- d grafiğinden iki farklı eğim elde edilmiştir (Sangwal ve ark., 2003). Grafiklerde görülen süreksizlikler, tek kristallerde malzemenin ihtiva ettiği kusur yapısı, polikristallerde ise tane büyüklükleri ile ilişkilendirilmiştir. Sangwal ve arkadaşları (2003) tarafından bu süreksizlikler, çentik zorlarının toparlanma süreci ile açıklanmıştır.

Yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamada kullanılan diğer bir model, Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci Modeli (MPSR)'dir. Bu modelde numunenin sertlik öncesi tabii tutulduğu mekanik işlemler dikkate alınarak Denklem (4.4) Gong ve ark. (1999) tarafından ileri sürülmüştür.

$$P_{maks} = a_0 + a_1d + a_2d^2 \quad (4.4)$$

Denklem (4.4)'te verilen a_0 , mekaniksel işlemlerin sebep olduğu artık yüzey zorları ile ilgili sabittir. a_1 ve a_2 parametreleri Denklem (4.3)'te tanımlanan PSR modeli ile aynı fiziksel anlama sahiptir. Bu parametreler, P_{maks} - d deneysel verilerine fit edilen eğriden hesaplanmaktadır (Şekil 4.13.).



Şekil 4.13. Vickers çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının P_{maks} - d grafiği

Çizelge 4.4. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Vickers çentici için Denklem (4.5)'e göre analizi

Numune Kodu	a_0 (N)	a_1 (N/ μm)	a_2 (N/ μm) ²	H_{MPSR} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	47,85	10,39	2,582	4,788	5,105	0,999
Pd-2	-1,472	16,45	2,413	4,475	4,990	0,999
Pd-3	-52,06	27,35	1,993	3,696	4,477	0,999

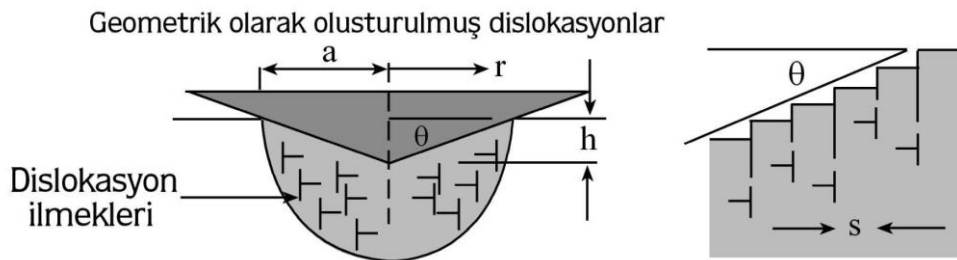
MPSR Modeli için yükten bağımsız sertlik değeri, H_{MPSR} , etkin yük kullanılarak,

$$H_{MPSR} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_0 - a_1 d}{d^2} \right) = \alpha a_2 \quad (4.5)$$

şekilde hesaplanabilir. Denklemdaki; a_0 , a_1 , a_2 parametreleri ve elde edilen H_{MPSR} değerleri Çizelge 4.4.'te verilmektedir. Çizelgeden de görüleceği gibi, elde edilen H_{MPSR} değerleri Şekil 4.9.'da elde edilen plato değerlerinden oldukça farklıdır. Bu sebeple MPSR Modeli bu çalışmada üretilen Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamada yeterli değildir. Bu sebeple farklı bir model ile yükten bağımsız sertlik hesabı için irdeleme yapılması gerekmektedir.

Nix ve ark. (1998)'lerinin ortaya koydukları teori ile farklı numuneler üzerinde gözlenen çentik boyutu etkisini numunenin üzerine uygulanan yük değişimine bağlı gelişen plastik deformasyonu göz önüne alarak açıklamışlardır. Bu teoriye göre çentici, Şekil 4.14.'te görüldüğü gibi, geometrik olarak zorlanmış dislokasyonların içine yerleşir. Nix ve ark., sertliğin çentik derinliğine bağlılığını Denklem (4.6) ile ifade etmişlerdir.

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad (4.6)$$

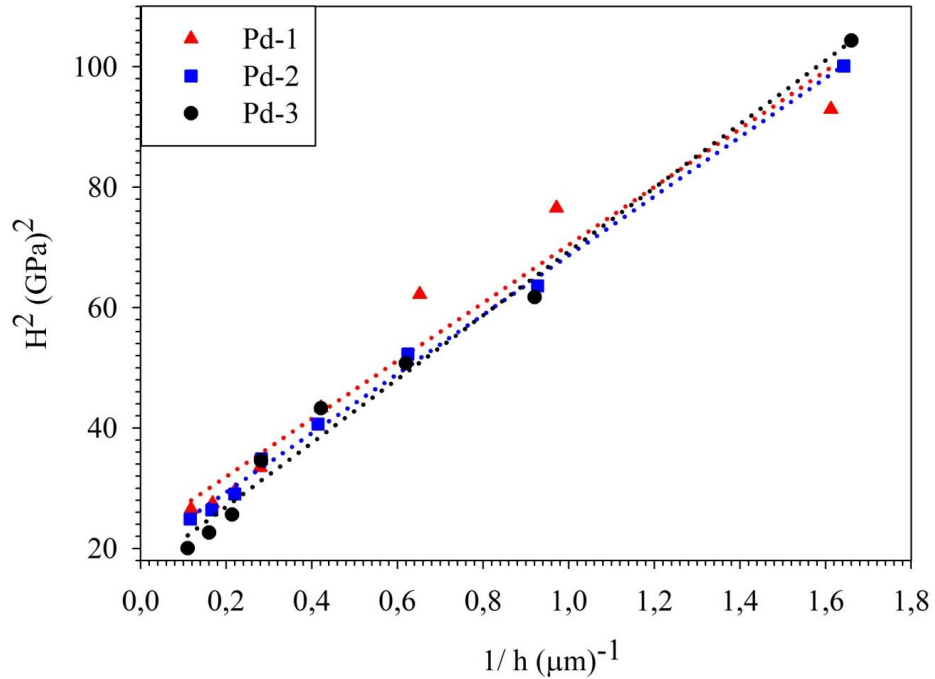


Şekil 4.14. Geometrik olarak oluşturulmuş dislokasyon ilmeklerinin şematik gösterimi (Nix ve Gao; 1998).

Bu eşitlikte H , belirli bir derinlikte ölçülen sertlik, h ve h^* çentisinin şekli ve malzemeye bağlı karakteristik derinlik iken H_0 yükten bağımsız sertliktir. Denklemden H^2 ve $1/h$ arasında lineer bir ilişki görülmektedir. Bu ilişki çentik boyutu etkisi ile sertliğin azalması anlamına gelmektedir. Ayrıca H^2-1/h grafiğinin eğimi ve y eksenini kestiği noktadan H_0 ve h^* değerleri bulunabilir. Geometrik olarak izin derinliği (h), Vickers iz için ölçülen çentik boyutu (d) ile orantılıdır. İzin derinliği ile çentik boyutu arasındaki ilişki Denklem (4.7)'de verilmektedir.

$$d = 2\sqrt{2} \tan\left(\frac{\phi}{2}\right) \delta \approx 7h \quad (4.7)$$

Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numuneleri için Denklem (4.7) kullanılarak her bir yükteki çentik boyutlarına karşılık gelen derinlikler elde edilmiştir. Yapılan hesaplamalarda elde edilen sonuçların Denklem (4.6) ile uyumlu olduğu görülmüştür. Bu uyum Şekil 4.15.'te verilen grafikte görülmektedir. Grafikten elde edilen H_{NG} ve h^* değerleri Çizelge 4.5.'te verilmektedir. Elde edilen yükten bağımsız sertlik değeri Şekil 4.1.'de gösterilen plato bölgesindeki değerlere göre farklılık göstermektedir. Sonuç olarak, Nix-Gao Modeli Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin mikrosertlik analizinde yükten bağımsız sertliği elde etmek için uygun bir model değildir.

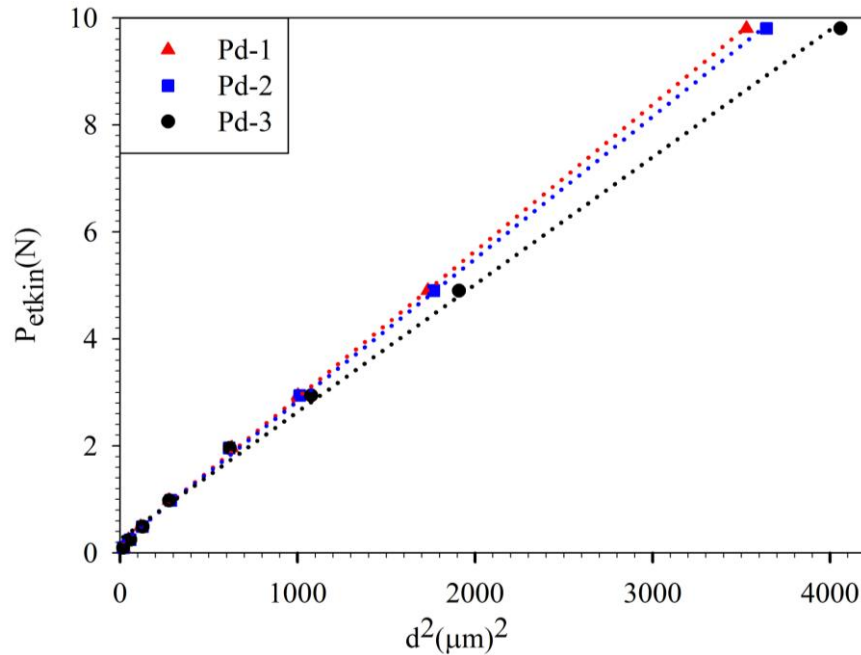


Şekil 4.15. Vickers çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $H^2-(1/h)$ grafiği

Çizelge 4.5. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Vickers çentici için Denklem (4.6)'ya göre analizi

Numune Kodu	h^* ($\times 10^{-6}$)	H_{NG} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	2,157	4,722	5,105	0,955
Pd-2	2,520	4,416	4,990	0,997
Pd-3	3,235	4,045	4,477	0,989

Hays ve arkadaşları 1973 yılında çok sayıda malzeme üzerinde yapılan mikrosertlik testlerinde gözlenen ÇBE davranışı için, uygulanan test yükünün belirli bir limit değerinin altında sadece elastik deformasyon, bu değer üstünde ise plastik deformasyon meydana geldiğini ortaya koymuşlardır. Gane ve arkadaşları ise 1968'de bu durumu farklı malzemelerde çentocinin kritik bir yük değerine kadar numuneye girmemesi (bu değerden sonra ise aniden girmesi) şeklinde gözlemlemişlerdir. Ayrıca test yükünün artmasına rağmen kritik yük değerine ulaşmadan çentiğın büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Çentiklerin deneysel olarak ölçülen büyüklüklerinin, uygulanan test yükü P_{maks} yerine etkin yük ($P_{etkin}=P_{maks}-W$) (Denklem (1.19)) ile orantılı olduğunu (Hays ve ark., 1973) ifade etmişlerdir. Bu denkleme göre $P_{etkin}-d^2$ grafiğı düz bir çizgi verecektir. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numuneleri için çizilen $P_{etkin}-d^2$ grafiğinin (Şekil 4.16.) uyum katsayısının oldukça yüksek ($r^2>0.999$) olduğu görülmektedir.



Şekil 4.16. Vickers çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{etkin}-d^2$ grafiğı

Çizelge 4.6. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Vickers çentici için Denklem (4.8)'e göre analizi

Numune Kodu	W (N)	C_1 (N/ μm) ²	H_{HK} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	0,1609	2,739	5,079	5,105	0,999
Pd-2	0,1770	2,658	4,929	4,990	0,999
Pd-3	0,2539	2,380	4,413	4,477	0,999

Vickers çentici ile yapılan mikrosertlik deneylerinde toplam test yükü yerine etkin yük (P_{etkin}) kullanılarak, yükten bağımsız sertlik H_{HK} değeri Denklem (4.8) kullanılarak bulunabilir (Gong ve ark., 2000).

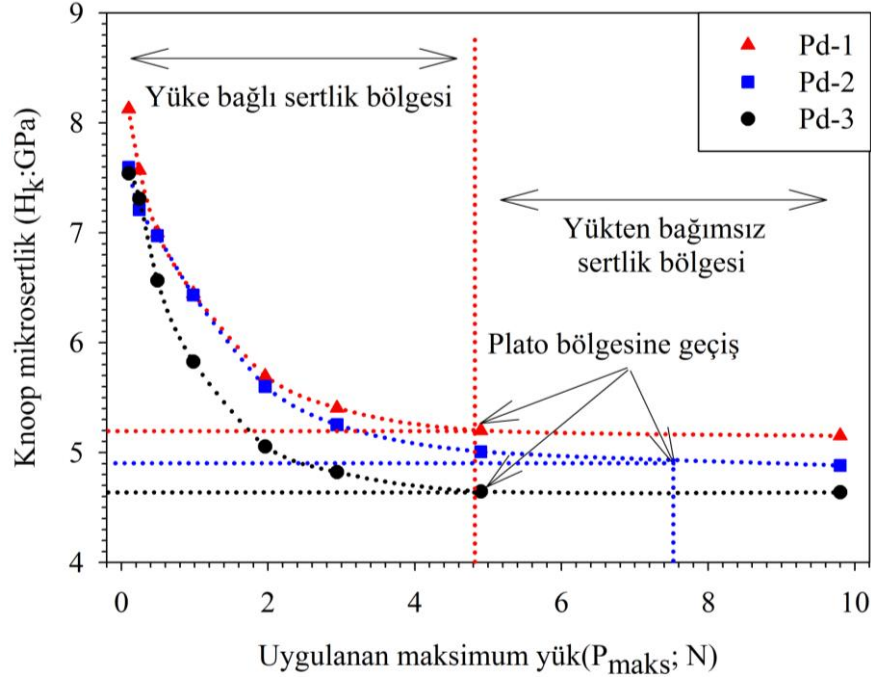
$$H_{HK} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - W}{d^2} \right) = \alpha C_1 \quad (4.8)$$

Denklem (4.8)'e göre, $P_{etkin}-d^2$ grafiklerinden elde edilen r^2 , W , C ve yükten bağımsız sertlik değerleri (H_{LI}) ve Hays-Kendall Modeli ile elde edilen sertlik değerleri (H_{HK}) Çizelge 4.6.'da verilmektedir.

Çizelgeden de görüleceği üzere H_{HK} değeri Şekil 4.9.'da elde edilen plato bölgesine oldukça yakındır. Bu sebeple Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numuneleri için yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamada Hays-Kendall Modeli'nin kullanılabilmesi ifade edilebilir.

4.1.2. Knoop Sertlik Analizi

Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin Knoop çentici kullanılarak elde edilen mikrosertlik değerlerinin yüke bağlı değişimi Şekil 4.17.'de verilmektedir.



Şekil 4.17. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının uygulanan maksimum yükün Knoop mikrosertliğine bağlı değişimi.

Mikrosertlik değerleri (0.098 N-0.245 N-0.49 N-0.98 N-1.96 N-2.94 N-4.9 N-9.8 N) yükleri numuneye 15 s'lik süre ile uygulanarak elde edilmiştir. Şekil 4.17.'den görüldüğü gibi mikrosertlik değeri 4.9 N'luk yüke kadar azalmakta bu değerden sonra sabit kalmaktadır. Knoop çentici ile elde edilen bu davranış, Vickers çentici ile elde edilen davranışa benzerlik göstermektedir. Şekil 4.18.'de Knoop çentici uç ile 2 farklı büyüklükte kuvvet uygulanarak numune yüzeyinde oluşturulmuş izlerin SEM görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 4.18. (a) 9.8N'luk çentik izi

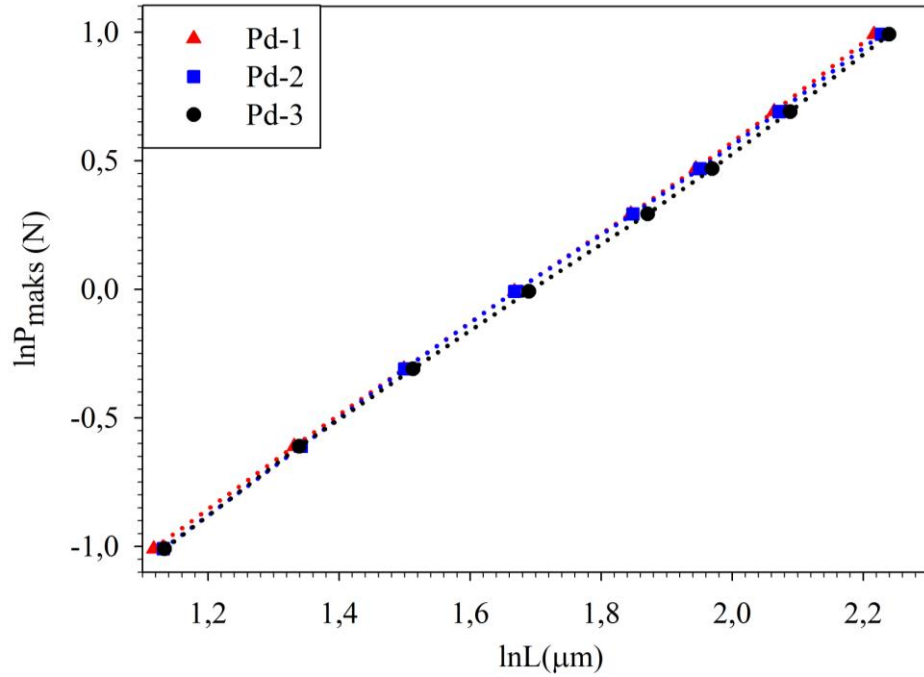
(b) 2.94N'luk çentik izi

Elde edilen SEM görüntülerinden numune yüzeyinde çentici izinin oldukça belirgin bir şekilde meydana geldiği ve herhangi bir çatlak oluşmadığı gözlenmektedir.

Knoop çentici uygulanarak elde edilen çentik boyutu arasındaki ilişki, Denklem (4.1)'de verilen Meyer Kanunu ($P = AL^n$) kullanılarak açıklanabilir. Denklemde 'n' Meyer indisi (üssü), ÇBE'nin bir ölçüsü, A ise malzeme sabitidir. $n < 2$ için normal ÇBE, $n > 2$ olduğunda ters ÇBE davranışı gözlenmektedir. $n = 2$ olması durumunda, sertlik uygulanan yükten bağımsız olmaktadır. Denklemdaki A ve 'n' değerleri $\ln P - \ln L$ grafiğinden elde edilmektedir (Şekil 4.19.). Bu grafikten elde edilen n ve A değerleri Çizelge 4.7.'de verilmektedir.

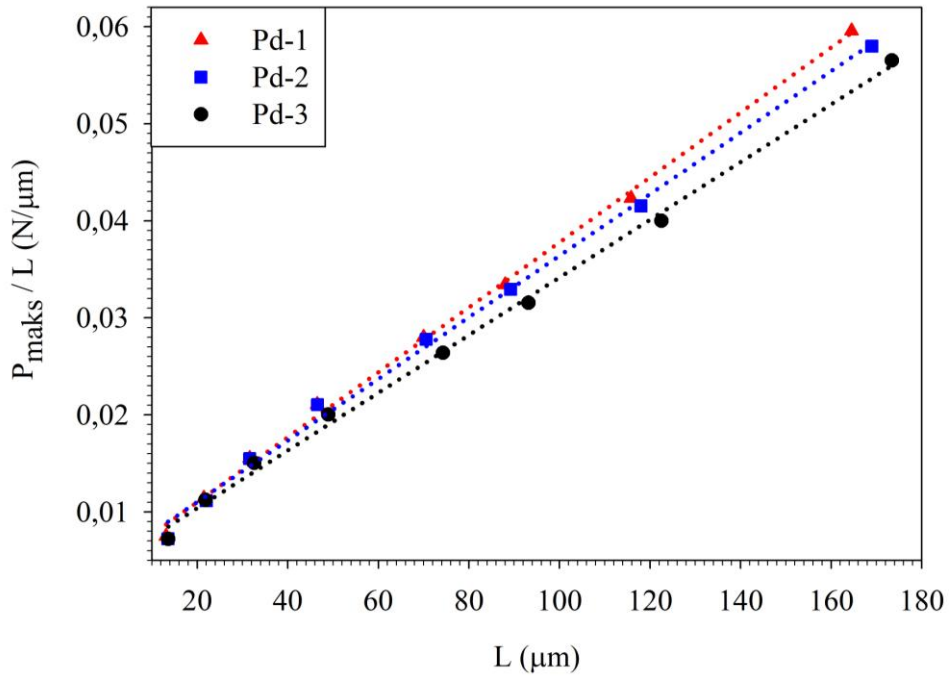
Çizelge 4.7. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Knoop çentici için Denklem (4.1)'e göre hesaplanan n ve A değerleri (r^2 ; n ve A parametrelerine fit edilen eğrinin uyumunu göstermektedir.)

Numune Kodu	$\ln A$	A	n	r^2
Pd-1	-6,937	$9,7117 \times 10^{-4}$	1,798	0,999
Pd-2	-6,981	$9,2937 \times 10^{-4}$	1,802	0,999
Pd-3	-6,925	$9,8290 \times 10^{-4}$	1,774	0,999



Şekil 4.19. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $\ln P_{maks}-\ln L$ grafiği

Şekil 4.17.'de gözlenen ÇBE davranışı için 'n' değerlerinin ikiden küçük çıkması, literatürde verilen sonuçlar ile oldukça uyumludur (Gong ve ark., 1999; Şahin ve ark., 2005; Şahin 2006; Terzioğlu ve ark., 2014; Smith ve ark., 2014; Renjo ve ark., 2014; Şahin ve ark., 2015). Şekil 4.9.'dan da görüldüğü gibi, tüm numunelerin sertlik değerleri küçük test yüklerinde uygulanan yükün artmasıyla azalış gösterirken, büyük test yüklerinde doyuma ulaşmıştır. Meyer Kanunu, sadece küçük test yüklerinde uygun sonuçlar vermektedir. ÇBE davranışı için büyük yüklerde gözlediğimiz sapma (Şekil 4.9.), Meyer Kanunu ile açıklanamamaktadır (Gong ve ark., 1999; Karan ve Gupta., 2005; Demirkol, 2010; Smith ve ark., 2014). Malzemelerdeki bu davranışı meydana getiren nedenlerin açıklanabilmesi için mevcut bilgiden daha fazlasına ihtiyaç duyulmaktadır.



Şekil 4.20. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının (P_{maks}/L)- L grafiği

ÇBE davranışının yüke bağlı ve yükten bağımsız (plato bölgesi) mikrosertlik bölgesinin analizi için PSR Modeli'nin uygun olduğu farklı araştırmacılar tarafından önerilmiştir (Li ve ark., 1994; Şahin ve ark., 2015). PSR Modelinde (P_{maks}/L)- L grafiğinden (Şekil 4.20.) elde edilen a_1 , PSR Modeli'nin mikrosertliğe katkısını, a_2 ise yükten bağımsız mikrosertliği karakterize etmektedir. Bu model kullanılarak yükten bağımsız sertlik değeri Denklem (4.3)'ten ($H_{PSR} = \alpha \frac{P_{etkin}}{L^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_1 L}{L^2} \right) = \alpha a_2$) elde edilen a_1 , a_2 ve H_{PSR} değerleri Çizelge 4.8.'de verilmektedir.

Çizelge 4.8. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Knoop çentici için Denklem (4.3)'e göre analizi

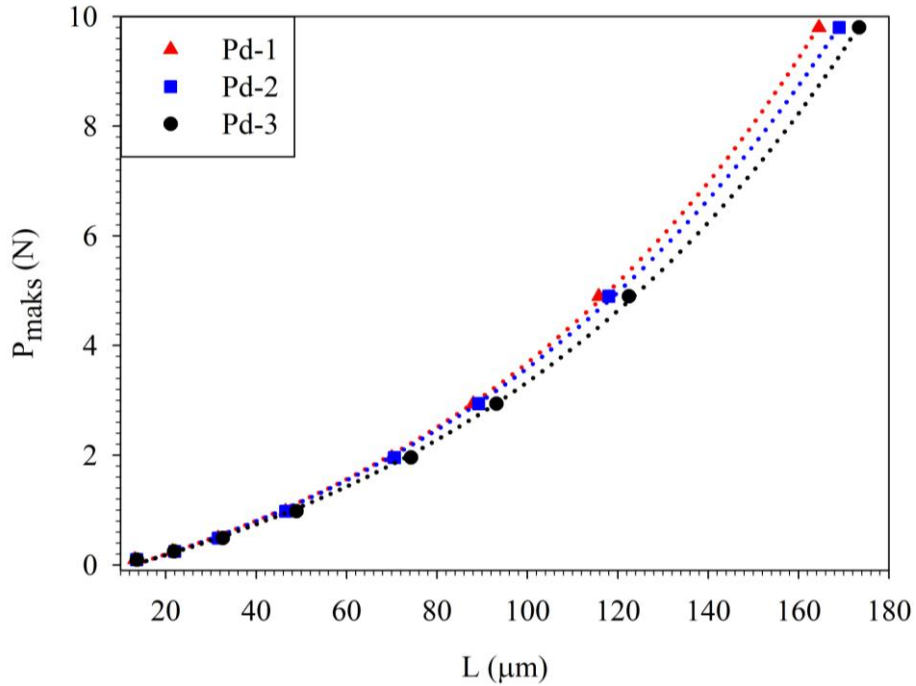
Numune Kodu	a_1 (N/μm)	a_2 (N/μm) ²	H_{PSR} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	4,308	0,335	4,761	5,153	0,998
Pd-2	4,678	0,317	4,512	4,882	0,996
Pd-3	4,437	0,297	4,228	4,637	0,997

Çizelge 4.8'den görüldüğü üzere, yükten bağımsız sertlik değeri, H_{PSR} plato değerlerinden farklılık göstermektedir. Bu sebeple Orantılı Numune Direnci Modeli'nin Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numuneleri için yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için uygun bir model değildir.

Yükten bağımsız sertlik değerinin hesaplanmasında kullanılan bir diğer model Düzeltilmiş Orantılı Numune Modeli'dir (Gong ve ark., 1999). Bu model kullanılarak yükten bağımsız sertlik hesabı Denklem (4.5)'ten faydalanılarak yapılabilir

$$(H_{MPSR} = \alpha \frac{P_{etkin}}{L^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_0 - a_1 L}{L^2} \right) = \alpha a_2). \text{ Bu denklemden } a_0, \text{ mekaniksel işlemlerin}$$

sebebi olduğu artık yüzey zorları ile ilgili sabittir. a_1 ve a_2 parametreleri Denklem (4.3)'te tanımlanan PSR Modeli ile aynı fiziksel anlama sahiptir. Bu parametreler, $P_{maks}-L$ deneysel verilerinin grafiğine fit edilen eğriden hesaplanmaktadır. Bu eğriler deneysel verilerle oldukça uyumlu ($r^2=0.999$) olup, Şekil 4.21.'de verilmektedir. Bu şekilde hesaplanan fit parametreleri ve yükten bağımsız sertlik değerleri, H_{MPSR} , Çizelge 4.9.'da görülmektedir. Çizelgeden görüleceği üzere elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri plato bölgesine oldukça yakındır.



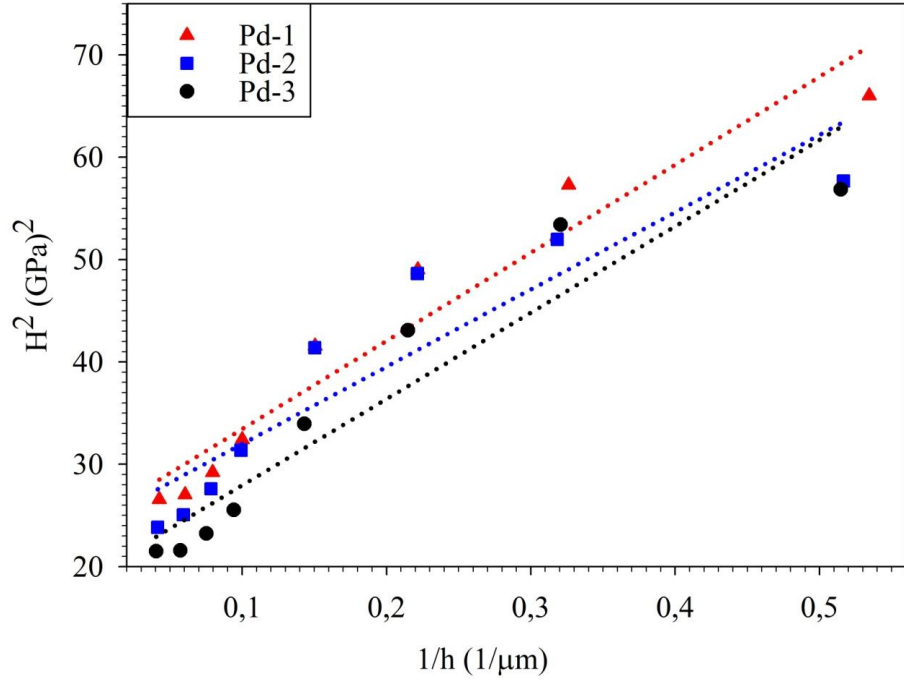
Şekil 4.21. Knoop çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{maks}-L$ grafiği

Çizelge 4.9. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Knoop çentici için Denklem (4.5)'e göre analizi

Numune Kodu	a_0 (N)	a_1 (N/ μm) ²	a_2 (N/ μm) ²	H_{MPSR} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	33,26	3,265	3,400	4,837	5,153	0,999
Pd-2	-6,187	5,551	0,310	4,407	4,882	0,999
Pd-3	64,70	2,057	0,311	4,422	4,637	0,999

Düzeltilmiş Orantılı Numune Modeli'nde elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri, Şekil 4.17.'den elde edilen plato bölgesine oldukça yakın olmalarına rağmen Pd-2 kodlu numunede, mekaniksel işlemlerin sebep olduğu artık yüzey zorları olan a_0 negatif değere sahiptir. Negatif değer hiçbir fiziksel anlamı olmadığından bu modelin kullanılması uygun değildir.

Farklı numuneler üzerinde gözlenen çentik boyutu etkisi, numunenin üzerine uygulanan yük değişimine bağlı gelişen plastik deformasyon göz önüne alınarak Nix ve Gao (1998) tarafından açıklanmıştır. Bu modele göre sertliğin çentik derinliğine bağlılığını Denklem (4.6)'daki şekilde ifade etmişlerdir. Denklemde H , belirli bir derinlikte ölçülen sertlik, h ve h^* çenticinin şekli ve malzemeye bağlı karakteristik derinlik iken H_0 yükten bağımsız sertliktir. Denklemde H^2 ve $1/h$ arasında lineer bir ilişki görülmektedir. Bu ilişki çentik boyutu etkisi ile sertliğin azalması anlamına gelmektedir. Ayrıca H^2-1/h grafiğinin eğimi ve y eksenini kestiği noktadan H_0 ve h^* değerleri bulunabilir (Şekil 4.22.).



Şekil 4.22. Knoop çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $H^2-(1/h)$ grafiği

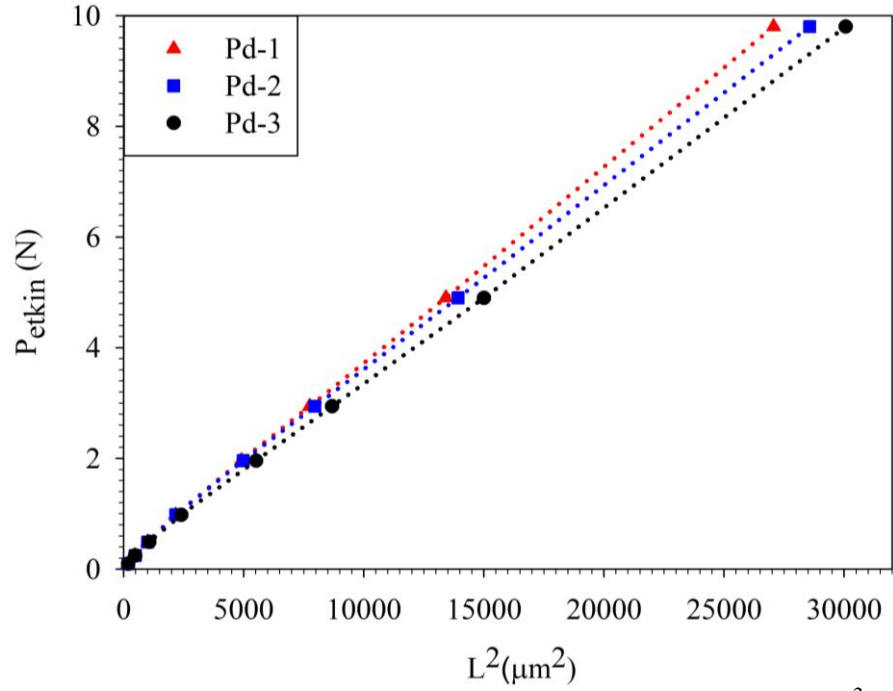
Knoop çentici için Şekil 4.22.'den elde edilen H_{NG} ve h^* değerleri

Çizelge 4.10.'da verilmiştir. Nix-Gao Modeli ile Denklem (4.6)'dan $\left(\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}\right)$

faydalanarak elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri incelendiğinde Pd-2 numunesi için plato değerlerinden daha yüksek bir değer elde edilmektedir. Bununla birlikte özellikle Pd-2 numunesi olmak üzere, her üç numune için elde edilen kolerasyon katsayısı oldukça düşüktür. Bu sebeplerden dolayı, yükten bağımsız sertlik değerlerinin hesaplanması için Nix-Gao Modeli uygun değildir.

Çizelge 4.10. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Knoop çentici için Denklem (4.6)'ya göre analizi

Numune Kodu	h^* ($\times 10^{-6}$)	H_{NG} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	3,466	4,983	5,153	0,935
Pd-2	3,090	4,923	4,882	0,862
Pd-3	4,326	4,416	4,637	0,905



Şekil 4.23. Knoop çentici için Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{aktif}-L^2$ grafiği

Yükten bağımsız sertlik değerinin hesaplanmasında kullanılan bir diğer model Hays-Kendall Modeli'dir. Hays ve arkadaşları 1973 yılında çok sayıda malzeme üzerinde yaptıkları mikrosertlik testlerinde gözledikleri ÇBE davranışı için; uygulanan test yükü belirli bir limit değerinin altında ise sadece elastik deformasyon, bu değer üstünde ise plastik deformasyon meydana geldiğini ortaya koymuşlardır. Hays ve Kendall (1973), uygulanan test yükü P_{maks} yerine etkin yük ($P_{aktif}=P_{maks}-W$) (Denklem (1.19)) ifadesini kullanmışlardır. Bu denkleme göre $P_{aktif}-L^2$ grafiği düz bir çizgi verecektir. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numuneleri için Şekil 4.23.'te çizilen $P_{aktif}-L^2$ grafiğinden elde edilen uyum katsayılarının oldukça yüksek ($r^2>0.999$) olduğu görülmektedir (Çizelge 4.11.).

Çizelge 4.11. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Knoop çentici için Denklem (4.8)'e göre analizi

Numune Kodu	W (N)	C_1 ($N/\mu m^2$) ²	H_{HK} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	0,1316	0,3578	5,090	5,153	0,999
Pd-2	0,1647	0,3391	4,825	4,882	0,999
Pd-3	0,1294	0,3215	4,575	4,637	0,999

Knoop çentici ile yapılan mikrosertlik deneylerinde toplam test yükü yerine etkin yük (P_{etkin}) kullanılarak, yükten bağımsız sertlik H_{HK} değeri Denklem (4.8)

$$(H_{HK} = \alpha \frac{P_{etkin}}{L^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - W}{L^2} \right) = \alpha C_1) \text{ kullanılarak bulunabilir.}$$

Denkleme göre, $P_{etkin}-L^2$ grafiklerinden elde edilen W , C_1 , r^2 , yükten bağımsız sertlik değerleri (H_{LI}) ve Hays-Kendall Modeli ile elde edilen sertlik değerleri (H_{HK}) Çizelge 4.10'da verilmektedir. Çizelgeden de görüleceği üzere H_{HK} değeri Şekil 4.17.'deki plato bölgesine oldukça yakındır. Bu sebeple Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numuneleri için yükten bağımsız sertlik değeri hesaplamada kullanılacak en uygun model Hays-Kendall Modeli'dir.

Her üç alaşım için plato bölgesi değerleri küçük de olsa farklılık göstermektedir. Vickers çentici ve Knoop çentici için Çizelge 4.12.'de plato bölgesi değerleri verilmektedir. Bu durum literatürde farklı yorumlara sebebiyet vermiştir. Shaw ve ark. (1996), Atkinson ve ark.(1989,1995), Shi ve Atkinson (1990) Knoop ve Vickers sertlik değerlerindeki numune ve çentici arasındaki sürtünme ile açıklamaya çalışmışlardır. Araştırmalar çentici ve numune arasındaki sürtünmenin çentici geometrisine bağlı olduğunu Vickers ve Knoop çenticilerin geometrik farklılığından sertlik değerlerinde farklılık olabileceğini ifade etmişlerdir. Benzer bir durum Güder ve ark. (2011) Sialon seramiklerinde gözlemlemişlerdir. Lawn ve Howes (1981), Marshall ve ark. (1982), çentici numune yüzeyinden kaldırıldıktan sonra elastik toparlanma meydana geldiğini çentici altındaki plastik bölge ve etrafındaki çevrili deforme olmuş elastik bölge arasındaki uyumsuzluk meydana gelebileceğini belirtmişlerdir. Çenticilerin spesifik şekilleri nedeni ile Knoop ve Vickers çenticinin elastik toparlanmasının farklı olacağını ifade etmişlerdir (Chicot ve ark., 2007).

Çizelge 4.12. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına ait Vickers ve Knoop Sertlik değerleri

Numune Kodu	Vickers	Knoop
	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)
Pd-1	5,105	5,153
Pd-2	4,990	4,882
Pd-3	4,477	4,637

Malzemelerin Elastik modül (E) ve akma mukavemeti (Y) Denklem (4.9) ve Denklem (4.10) kullanılarak hesaplanabilir (Saritekin ve ark., 2014).

$$E = 81.9635H_v \quad (4.9)$$

$$Y \approx \frac{H_v}{3} \quad (4.10)$$

Burada H_v Vickers çentici uç ile elde edilen H_{LI} sertlik plato değeridir. Elde edilen elastiklik modül ve akma mukavemeti değerleri Çizelge 4.13.'te verilmektedir.

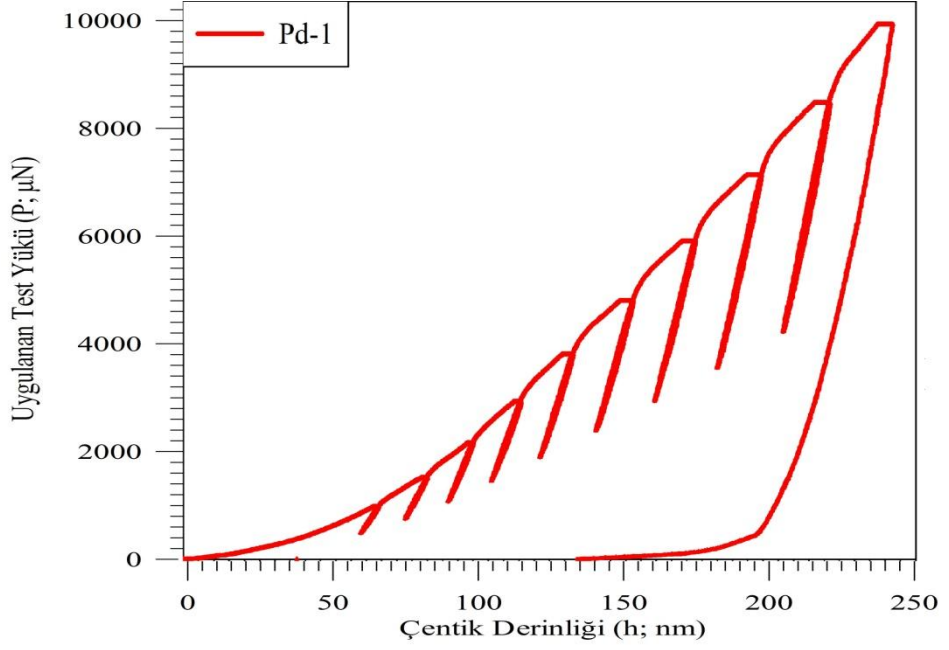
Çizelge 4.13. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına Elastiklik modülü (E) ve Akma mukavemeti (Y) değerleri

Numune Kodu	Elastik modülü (GPa)	Akma mukavemeti (GPa)
Pd-1	418,4	1,701
Pd-2	408,9	1,663
Pd-3	364,5	1,482

Bu bölümde elde edilen Elastik modül değerleri ile nanosertlik yöntemi kullanılarak elde edilen Bölüm 4.2.'deki Elastik modül değerleri karşılaştırılacaktır.

4.2. Dinamik Sertlik Analizleri

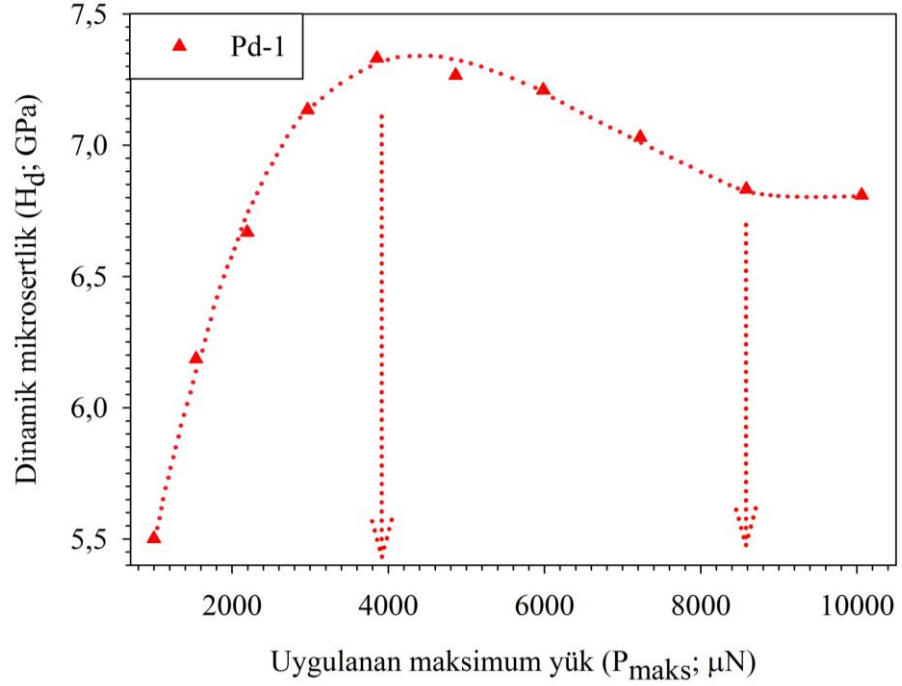
Nanosertlik deneylerinden elde edilen kademeli yük-yerdeğiştirme eğrileri, alaşımların sembollerinin yazılım sırasına göre Pd-1 numunesi için Şekil 4.24., Pd-2 numunesi için Şekil 4.31. ve Pd-3 numunesi için Şekil 4.38.'de verilmektedir. Bu bölümde, öncelikle her bir numune için ayrı ayrı elde edilen yük-yerdeğiştirme, nanosertlik-uygulanan yük grafikleri ve her bir alaşımdan taramalı uç mikroskobu (SPM) ile elde edilen yüzey topoğrafyası görüntüleri sırası ile verilmektedir.



Şekil 4.24. Pd-1 alaşımının yük-yerdeğiştirme eğrisi

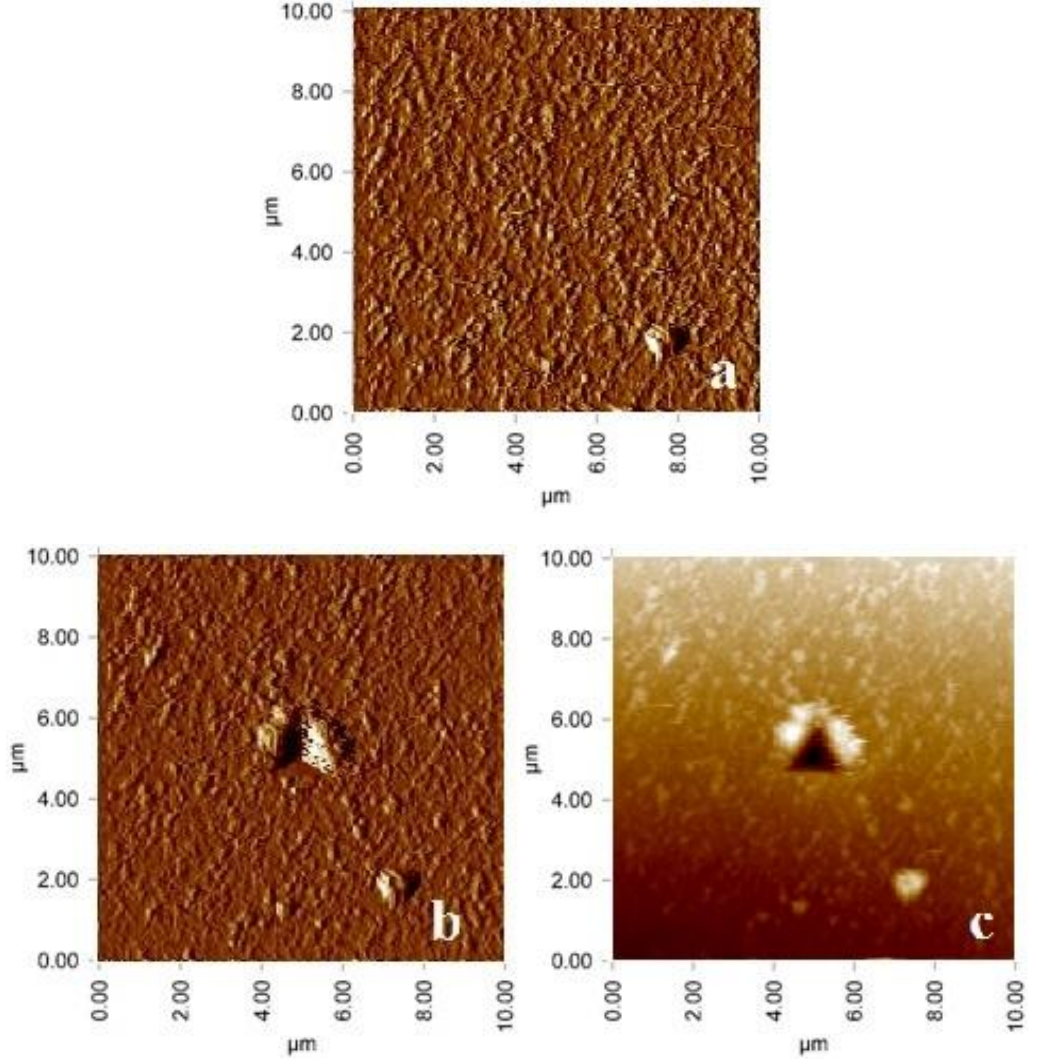
Pd-1 alaşımına ait uygulanan test yükünün çentik derinliğine bağlı değişimi Şekil 4.24.'te verilmektedir. Bu şekilden açıkça görüleceği üzere 1000 ile 10000 μN 'luk yük-yerdeğiştirme eğrisinin yükleme kısmı üstel olarak oldukça düzenli bir şekilde artmakta ve boşalma kısmı ise her bir yük için paralellik arz etmektedir. Yükün artması ile birlikte çentik derinliği artmaktadır.

Şekil 4.24.'te kademeli yük-yerdeğiştirme eğrisi verilen Pd-1 alaşımının her bir yük için elde edilen nanosertlik değerlerinin uygulanan yüke bağlı değişimi Şekil 4.25.'te verilmektedir. Şekilden açıkça görüleceği üzere, küçük yüklerde nanosertlik değeri küçük olup, yük arttıkça bu değer artmakta (4000) μN yükte maksimuma ulaşmakta sonrasında azalarak 9000 μN 'luk yükten sonra nanosertlik değeri sabit kalmaktadır.



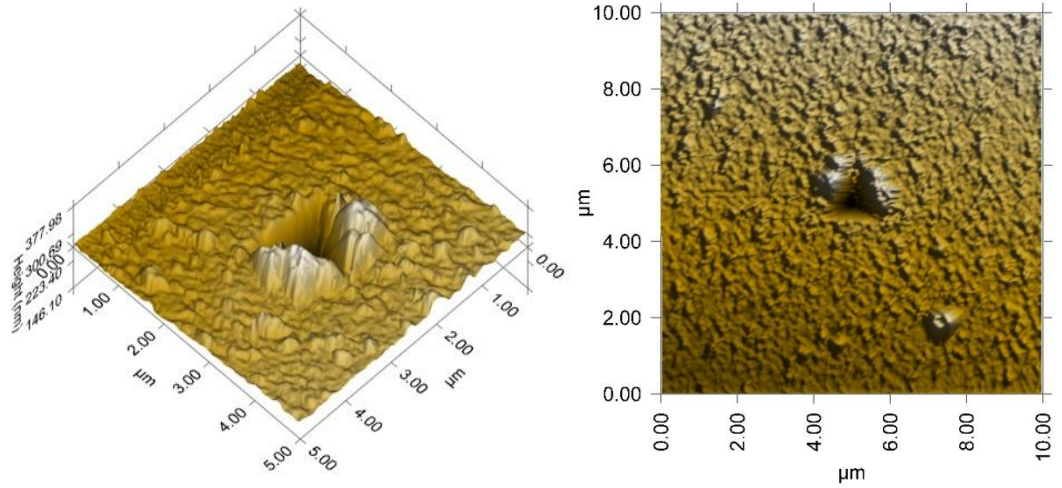
Şekil 4.25. Pd-1 alaşımına nanosertlik uygulanan yük eğrisi

Sertliğin yüke bağlı değişimi Bölüm 1.6.2’de ayrıntılı olarak ele alındı. Nanosertlik deneylerinde elde edilen yüke bağımlılık, statik sertlik deneylerinde elde edilen (Bölüm 4.1 ve 4.2) yüke bağımlılıktan farklılık göstermektedir. Statik sertlik ölçümleri için hem Vickers hem de Knoop çentici ile elde edilen ÇBE’nin aksine nanosertlik deneyleri için ters ÇBE davranışı gözlenmiştir. Bu sebeple her üç alaşım için karşılaştırmalı olarak analiz yapılmadan önce her üç alaşım üzerinde yapılan nanosertlik deneylerinden elde edilen yüzeylerin analizleri yapılacak, sonrasında nanosertlik deney verilerinin analizine geçilecektir.



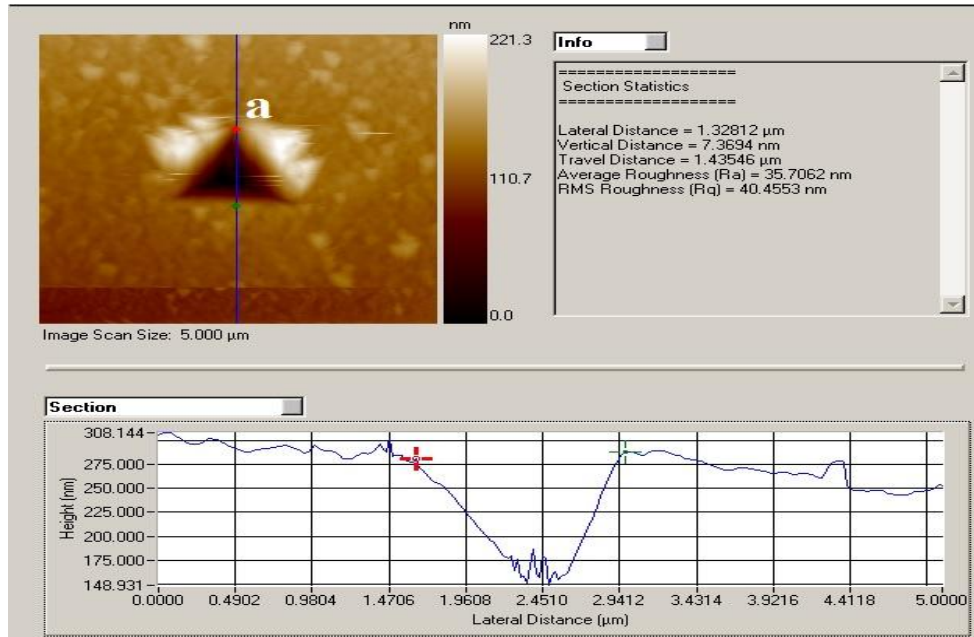
Şekil 4.26. Pd-1 alaşımına ait a) Çentik öncesi yüzey b) Çentik sonrası yüzey c) Çentik sonrası yüzey topoğrafyasının SPM görüntüsü

Pd-1 alaşımının çentik atılmadan önce ve çentik atıldıktan sonra alınan SPM görüntüsü Şekil 4.26.'da verilmektedir. Şekilden yüzeyin oldukça homojen olduğu ve yüzeyde herhangi bir çatlak olmadığı açıkça görülmektedir. Şekil 4.26.'da tepeden görünümü verilen yüzeyin ve çentiğinin ayrıntılı analizi Şekil 4.27.- 4.30.'da yapılmıştır. Çentik sonrası elde edilen izin üç boyutlu görüntüsü Şekil 4.27.'de verilmektedir.



Şekil 4.27. Pd-1 alaşımı için Şekil 4.26.'da verilen çentiğin 3D görüntüsü

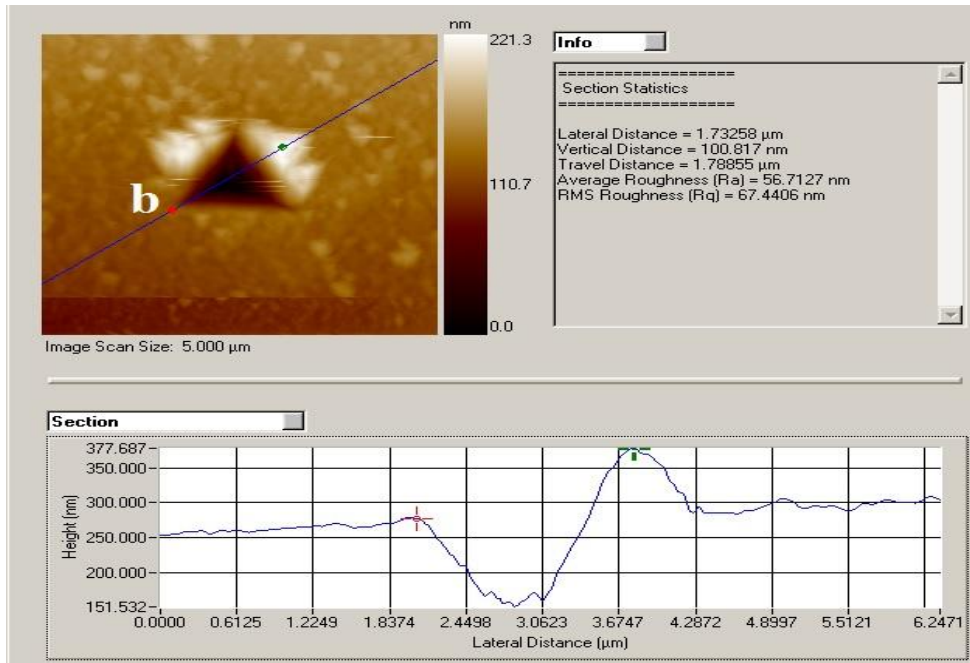
Şekil 4.27.'den de görüldüğü üzere çentik sonrasında yüzeyde plastik deformasyon meydana geldiği oldukça net görülmektedir. Çentiğin kenarlarında yığılma (pile-up) meydana gelmiştir. Yüzeyde oluşturulan çentiğin SPM görüntüsü ve ayrıntılı analizi Şekil 4.28.-4.30.'da verilmektedir. Bu üç şekilde elde edilen izin her bir ayrıtı için ayrıntılı analiz verilmektedir. Çentik sırasında oluşturulan izin doğası ayrıntılı olarak ortaya konulmaktadır.



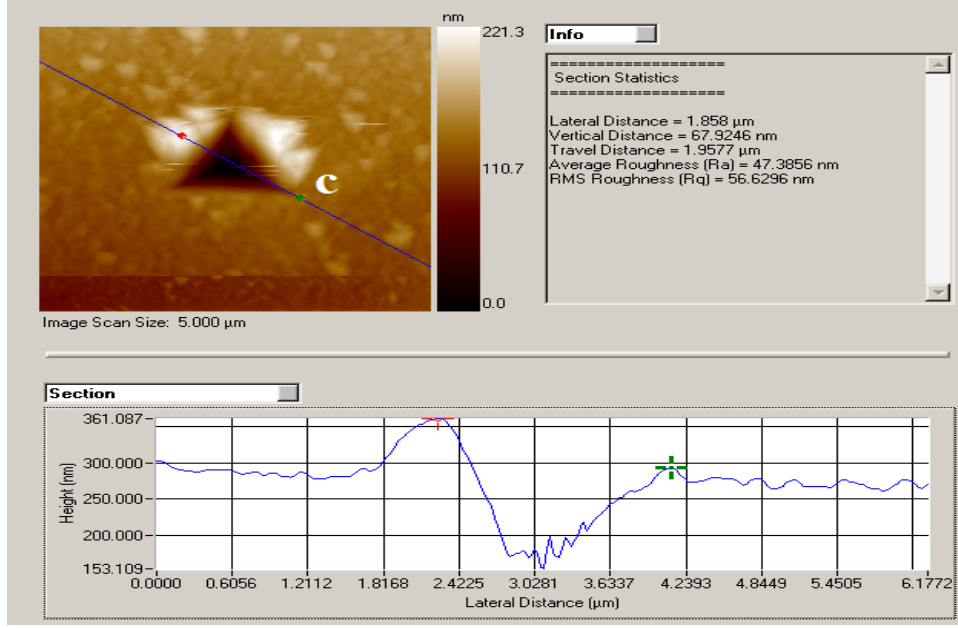
Şekil 4.28. Pd-1 alaşımında oluşturulan çentiğin "a" ayrıntısından SPM görüntüsünün analizi

Şekil 4.28.'de SPM görüntüsünün üzerinde belirlenen kesimin analizi ve kesit görüntüsü verilmektedir. Yüzeydeki ortalama pürüzlülük (Ra) değeri 35.7062 nm olup RMS (ortalama karekök) pürüzlülük 40.5553 nm'dir. Kesitten ve SPM görüntüsünden açıkça görüleceği üzere yığılma (pile-up) görülmemektedir. Yığılma ile ilgili teorik bilgi Bölüm 1.6.2'de verilmektedir.

Şekil 4.29.'da SPM görüntüsünün üzerinde belirlenen kesimin analizi ve kesit görüntüsü verilmektedir. Yüzeydeki ortalama pürüzlülük (Ra) değeri 56.7127 nm olup RMS pürüzlülük 67.4406 nm'dir. Kesitten ve SPM görüntüsünden yığılma (pile-up) görülmektedir. Şekil 4.28. ve Şekil 4.30. ile kıyaslandığında yüzey pürüzlülük değeri en fazla olan kesit bu kesittir. Bununla birlikte yığılmanın en fazla olduğu kesittir. Buradan yüzey pürüzlülüğünün yığılma davranışına ciddi katkısının olduğunu söyleyebiliriz.



Şekil 4.29. Pd-1 alaşımında oluşturulan çentiğin "b" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi



Şekil 4.30. Pd-1 alaşımında oluşturulan çentiğin "c" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi

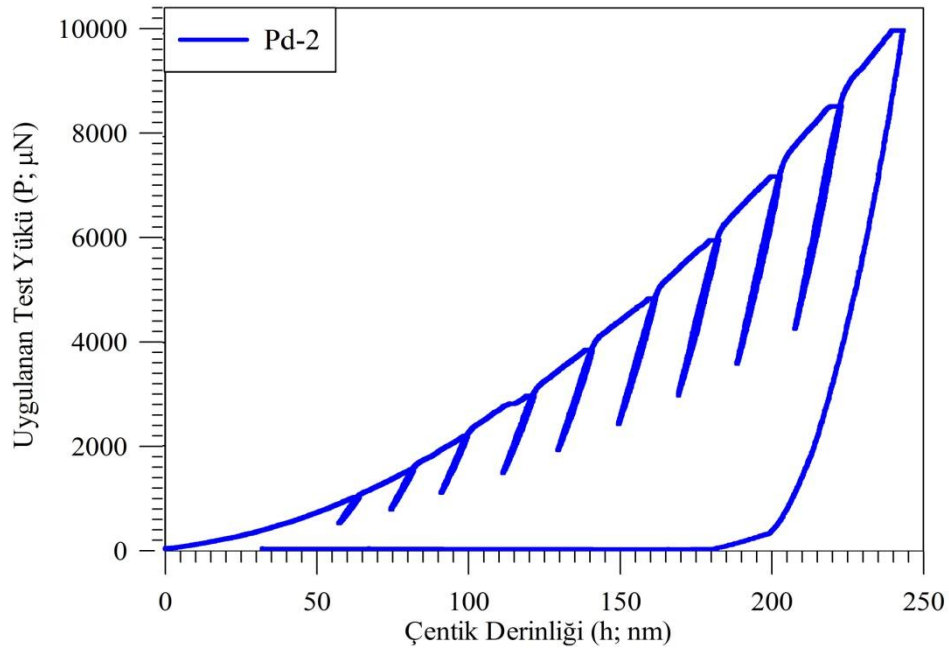
Şekil 4.30.'da SPM görüntüsünün üzerinde belirlenen kesimin analizi ve kesit görüntüsü verilmektedir. Yüzeydeki ortalama pürüzlülük (Ra) değeri 47.3856 nm olup RMS pürüzlülük 56.6296 nm'dir. Kesitten ve SPM görüntüsünden yığılma (pile-up) görülmektedir. Şekil 4.28.'de yığılma davranışı gözlenmezken Şekil 4.29. ve Şekil 4.30.'da belirgin bir yığılma gözlenmektedir. Bununla birlikte bu kesitlerde ciddi anlamda pürüzlülük vardır. Pürüzlülük ile yığılma miktarı paralellik göstermektedir. Ancak bu durum ile ilgili daha kesin ifadeler kullanmak için ayrıntılı çalışma yapılmasına ihtiyaç vardır.

Literatürde yapılan çalışmalarda Ni tek kristalinin farklı doğrultuları için atomik kuvvet mikroskobu ile elde edilen görüntülerinden yığılma davranışı gözlemlendiği görülmektedir (Zong ve Soboyejo, 2005). Elde ettikleri yığılma davranışı Ni tek kristalinde kelebek şeklinde iken, (011) yönelimindeki altın ve gümüş numuneleri için klasik yığılma elde etmişlerdir. Buradaki en önemli etmenlerden birisi, çalışılan numunenin tek kristal olması nedeni ile çentiğin davranışında yönelimin etkisinin oldukça büyük olmasından kaynaklanmaktadır. Ancak çalışılan Pd-1 alaşımı için Şekil 4.28.'de yığılma gözlenmeyip Şekil 4.29. ve Şekil 4.30.'da gözlenen yığılmanın yüzey pürüzlülüğünden kaynaklandığı düşünülmektedir. Yığılmanın gözlemlendiği yönelimlerin yüzey pürüzlülüğü diğer yönelime göre daha büyüktür.

Diğer taraftan, malzemede deformasyon meydana gelirken çoklu kayma sistemleri (multiple slip systems) deformasyona dahil olmakta ve çentici kenarındaki yığılan malzeme miktarı artmaktadır. Bu durum çentici altındaki deformasyon (yük) arttıkça daha belirgin hale gelmektedir. Literatürde gözlenen yığılma davranışları malzemeden malzemeye değişiklik göstermektedir. Stemashenko ve ark., (1993) çalışmalarında tungsten için pile-up yüksekliğinin çentik derinliğine bağlı olarak değiştiğini ifade etmişlerdir. Bunun temelindeki neden ise çentici altında meydana gelen deformasyonun radyal bir çıkış meydana getirdiği düşünülmektedir. Bu durum sıkıştırıcı bir elastik strese neden olmakta ve elastik enerjiyi arttırmaktadır. Elastik enerji ise akma mukavemetinin karekökü ile orantılı olduğundan dolayı, sert malzemelerde serbest enerjiyi minimize edecek akış sistemi dışarı doğru kaydırmaktadır.

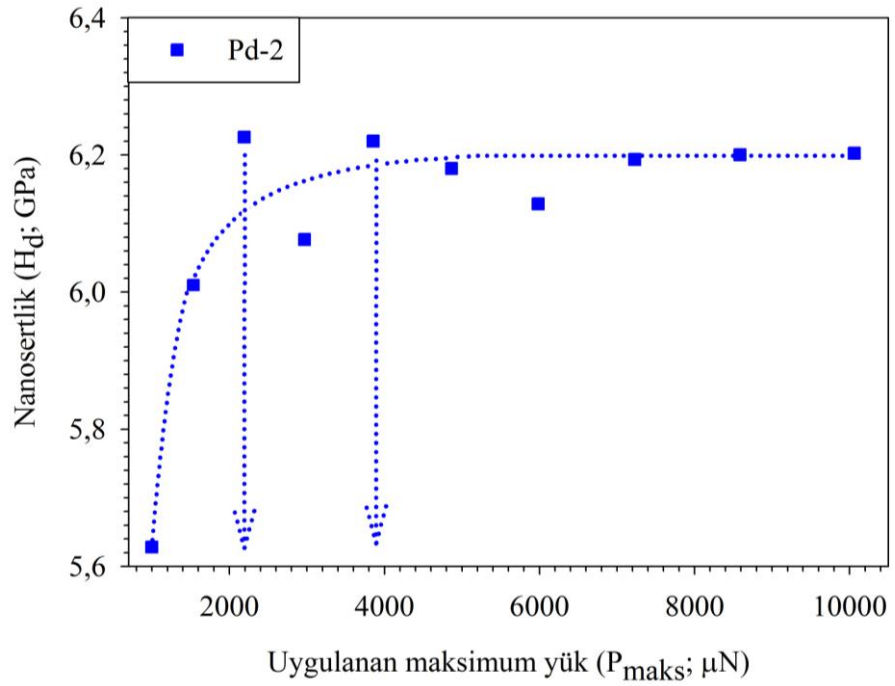
Zong ve arkadaşları (2006) tarafından yapılan çalışmada, mikroskalada oluşturulan çentikler etrafındaki gözlenen yığılma (pile-up) yüksekliğinin çentik derinliğine kıyasla daha küçük olduğu ifade edilmektedir.

Pd-2 alaşımı için 1000 ile 10000 μN 'luk yük-yerdeğiştirme eğrisi Şekil 4.31.'de verilmektedir. Pd-1 alaşımında elde edilen yük-yerdeğiştirme davranışına benzer davranış sergilemiştir. Ancak Pd-1 alaşımı ile kıyaslandığında Pd-2 alaşımının yük-yerdeğiştirme eğrisinin boşaltma kısımlarındaki eğrinin daha dik olduğu görülmektedir.

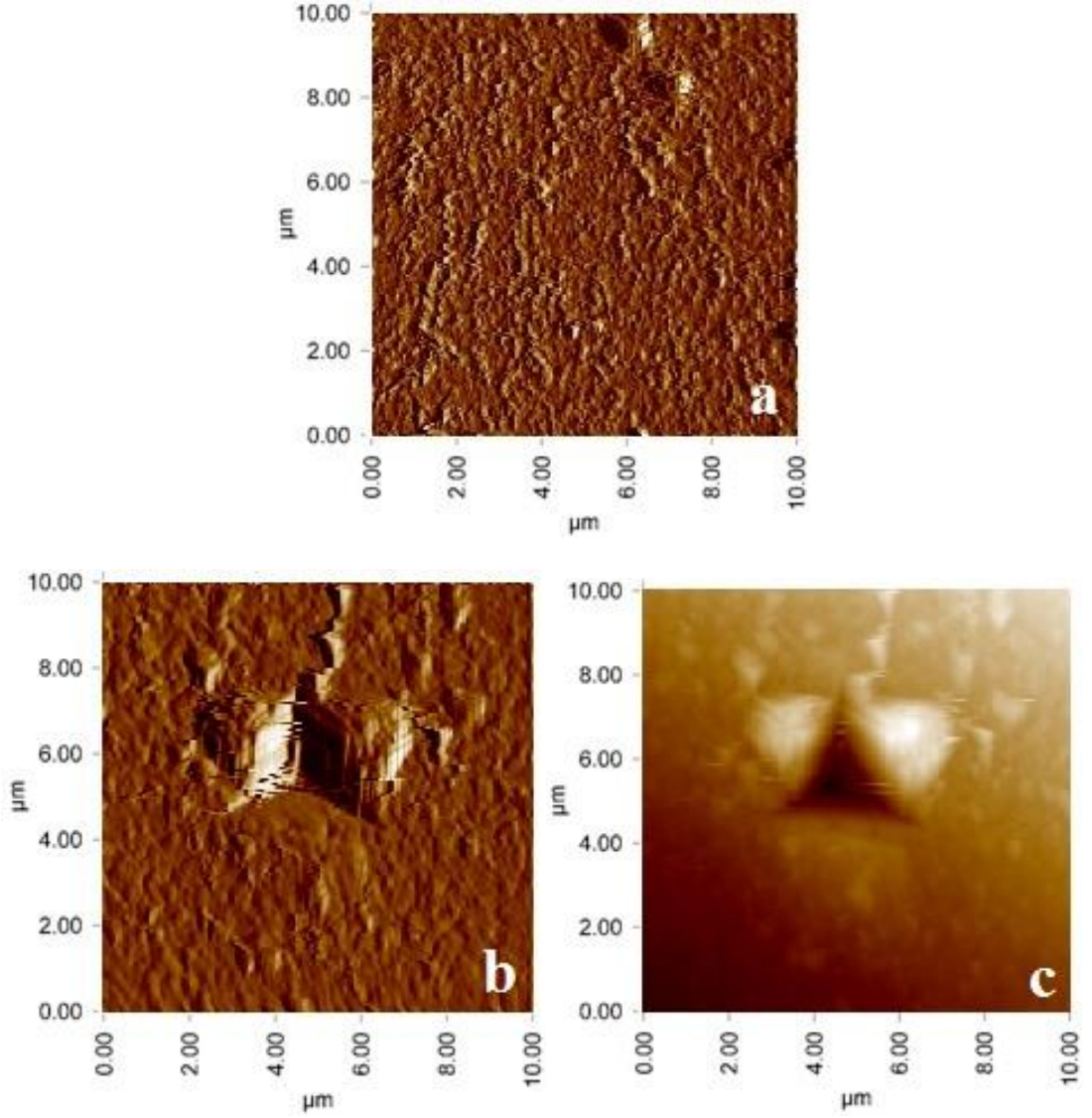


Şekil 4.31. Pd-2 alaşımının yük-yerdeğiştirme eğrisi

Yük-yerdeğiřtirme eğrisi Şekil 4.31.'de verilen Pd-2 alařımı için elde edilen nanosertlik yük deęiřimi Şekil 4.32.'de verilmektedir. Eğriden açıkça, nanosertlik deęeri küçük yüklerde küçük olup yük arttıkça bu deęer artmakta 2000 μN 'luk yükte maksimum deęere ulařmakta, sonrasında azalarak 7000 μN 'luk yükten sonra sabit kalmaktadır. Pd-1 alařımında 4000 μN 'luk yükten sonra 9000 μN 'luk yüke kadar nanosertlik deęerinde gözlenen kısmi azalma Pd-2 alařımında görülmemektedir. Pd-1 alařımı ile benzer olarak statik sertlik deneylerinin aksine Pd-2 alařımında da ters ÇBE davranıřı gözlenmiřtir.

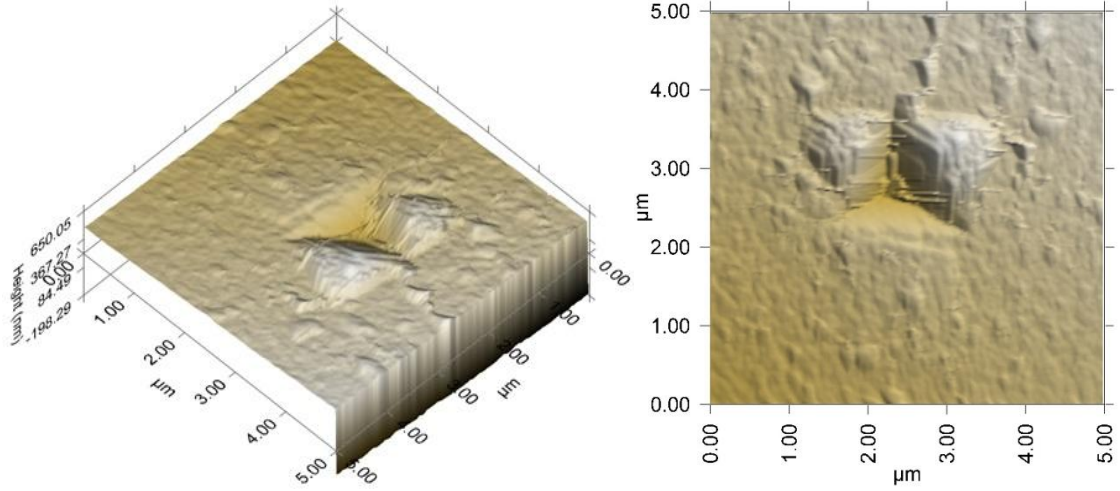


Şekil 4.32. Pd-2 alařımına ait nanosertlik uygulanan yük eğrisi



Şekil 4.33. Pd-2 alaşımına ait a) Çentik öncesi yüzey b) Çentik sonrası yüzey c) Çentik sonrası yüzey topoğrafyasının SPM görüntüsü

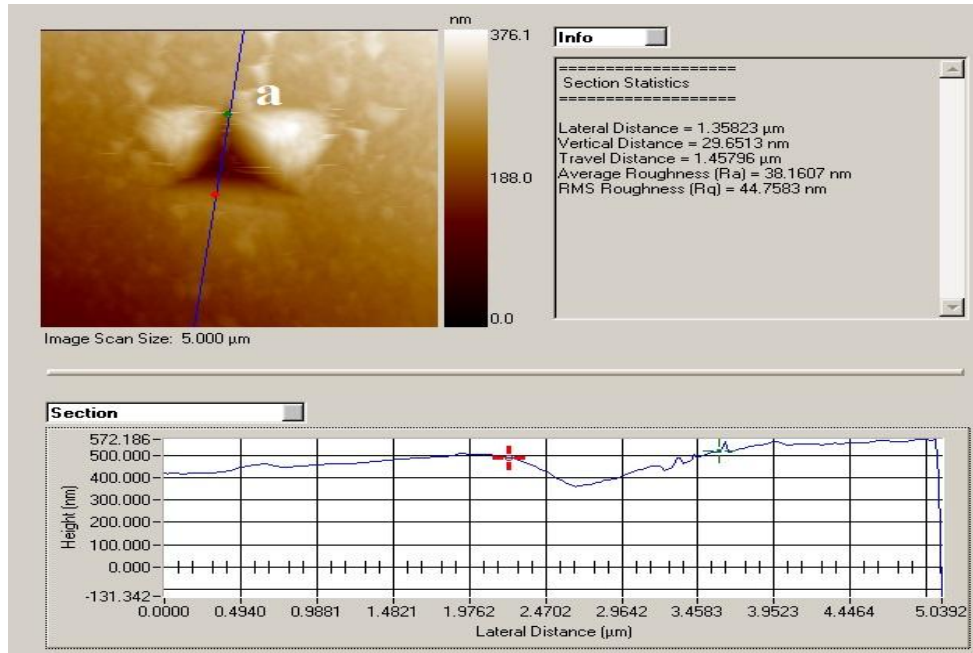
Şekil 4.33.'te Pd-2 alaşımının çentik atılmadan öncesinde (4.33.a) ve sonrasında (4.33.b ve c) alınan SPM görüntüsü verilmektedir. Yüzeyin tamamen homojen yapıları olduğu görülmektedir. 10 μ m x 10 μ m'lik tepeden görüntüsü verilen çentiğin üç boyutlu görüntüsü Şekil 4.34.'te verilmektedir.



Şekil 4.34. Pd-2 alaşımı için Şekil 4.33.'te verilen çentiğin 3D görüntüsü

Şekil 4.33.'te verilen çentiğin 3D görüntüsü Şekil 4.34.'te verilmektedir. Bu şekilden de görüldüğü üzere çentik sonrasında yüzeyde plastik deformasyon meydana gelmiştir. Çentiğin kenarlarında yığılma (pile-up) meydana gelmiştir. Yüzeyde oluşturulan çentiğin 5 μm 'lik SPM görüntüsü ve ayrıntılı analizi Şekil 4.35.-4.37.'de verilmektedir.

Şekil 4.35.'te SPM görüntüsünün üzerinde belirlenen kesimin analizi ve kesit görüntüsü verilmektedir. Yüzeydeki ortalama pürüzlülük (Ra) değeri 38.1607 nm olup

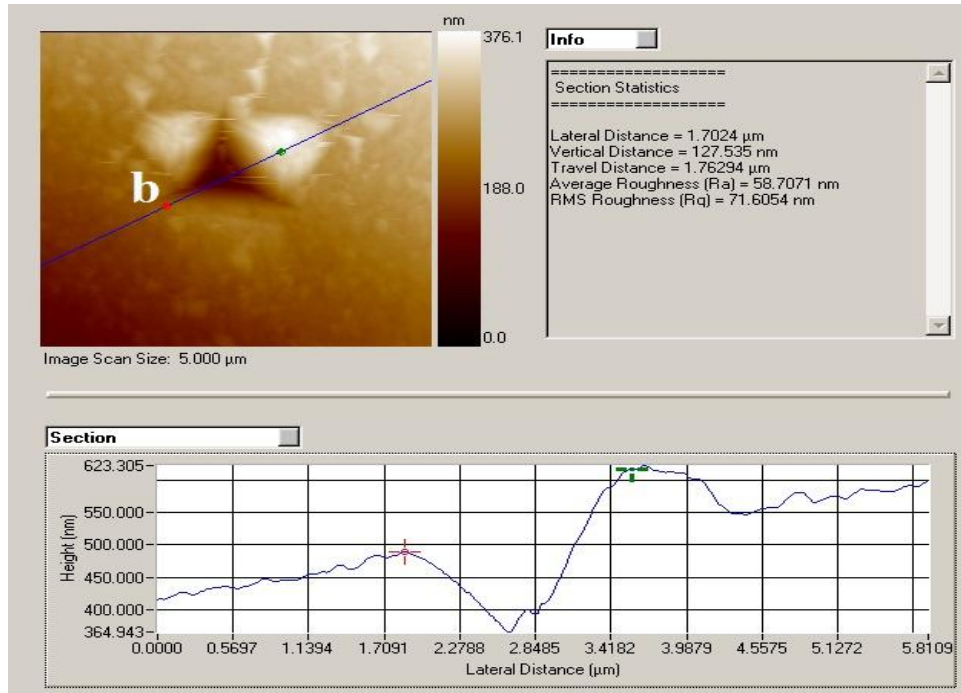


Şekil 4.35. Pd-2 alaşımında oluşturulan çentiğin "a" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi

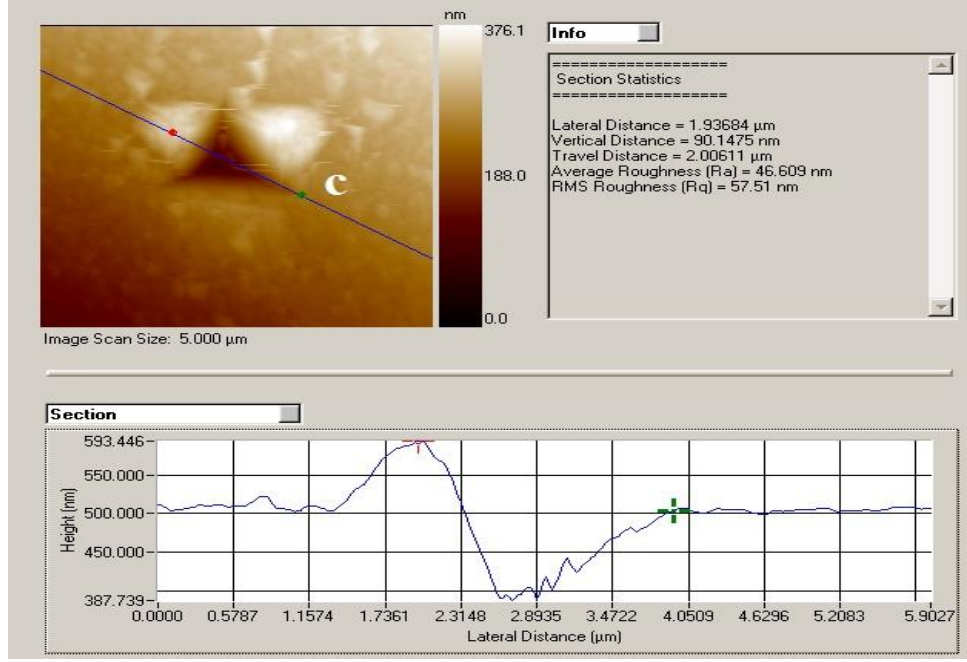
RMS pürüzlülük 44.7583 nm'dir. Kesitten ve SPM görüntüsünden yığılma (pile-up) görülmektedir.

Şekil 4.36.'da SPM görüntüsünün üzerinde belirlenen kesimin analizi ve kesit görüntüsü verilmektedir. Yüzeydeki ortalama pürüzlülük (Ra) değeri 58.7071 nm olup RMS pürüzlülük 71.6054 nm'dir. Kesitten ve SPM görüntüsünden yığılma (pile-up) görülmektedir. Pd-2 alaşımında gözlenen yığılma davranışı Pd-1 alaşımı ile benzerlik arz etmektedir.

Şekil 4.37.'de SPM görüntüsünün üzerinde belirlenen kesimin analizi ve kesit görüntüsü verilmektedir. Yüzeydeki ortalama pürüzlülük (Ra) değeri 46.609 nm olup RMS pürüzlülük 57.51 nm'dir. Kesitten ve SPM görüntüsünden yığılma (pile-up) görülmektedir.

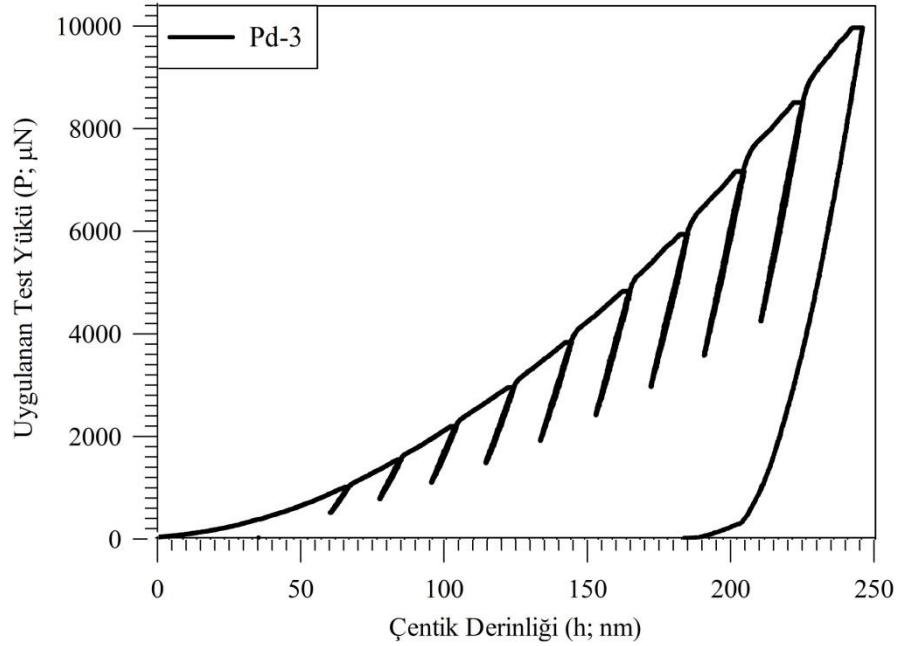


Şekil 4.36. Pd-2 alaşımında oluşturulan çentiğin "b" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi



Şekil 4.37. Pd-2 alaşımında oluşturulan çentiğin "c" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi

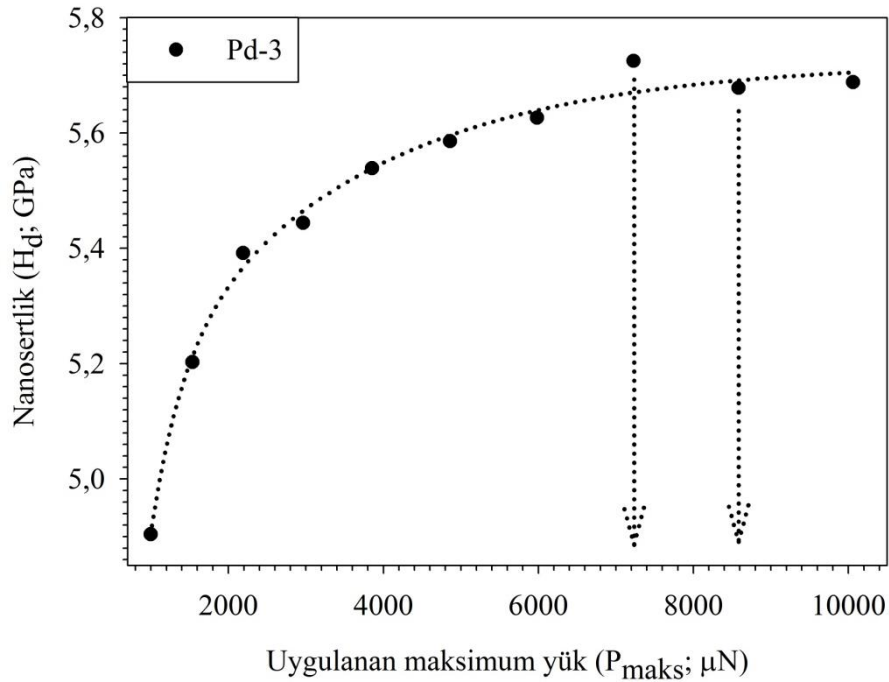
Pd-1 alaşımında Berkovich çentici ile oluşturulan izin göstermiş olduğu davranışa benzer bir davranış Pd-2 alaşımı tarafından sergilenmiştir. Pd-2 alaşımında elde edilen çentiğin iki kesitinde de yığılma davranışı gözlenmiştir.



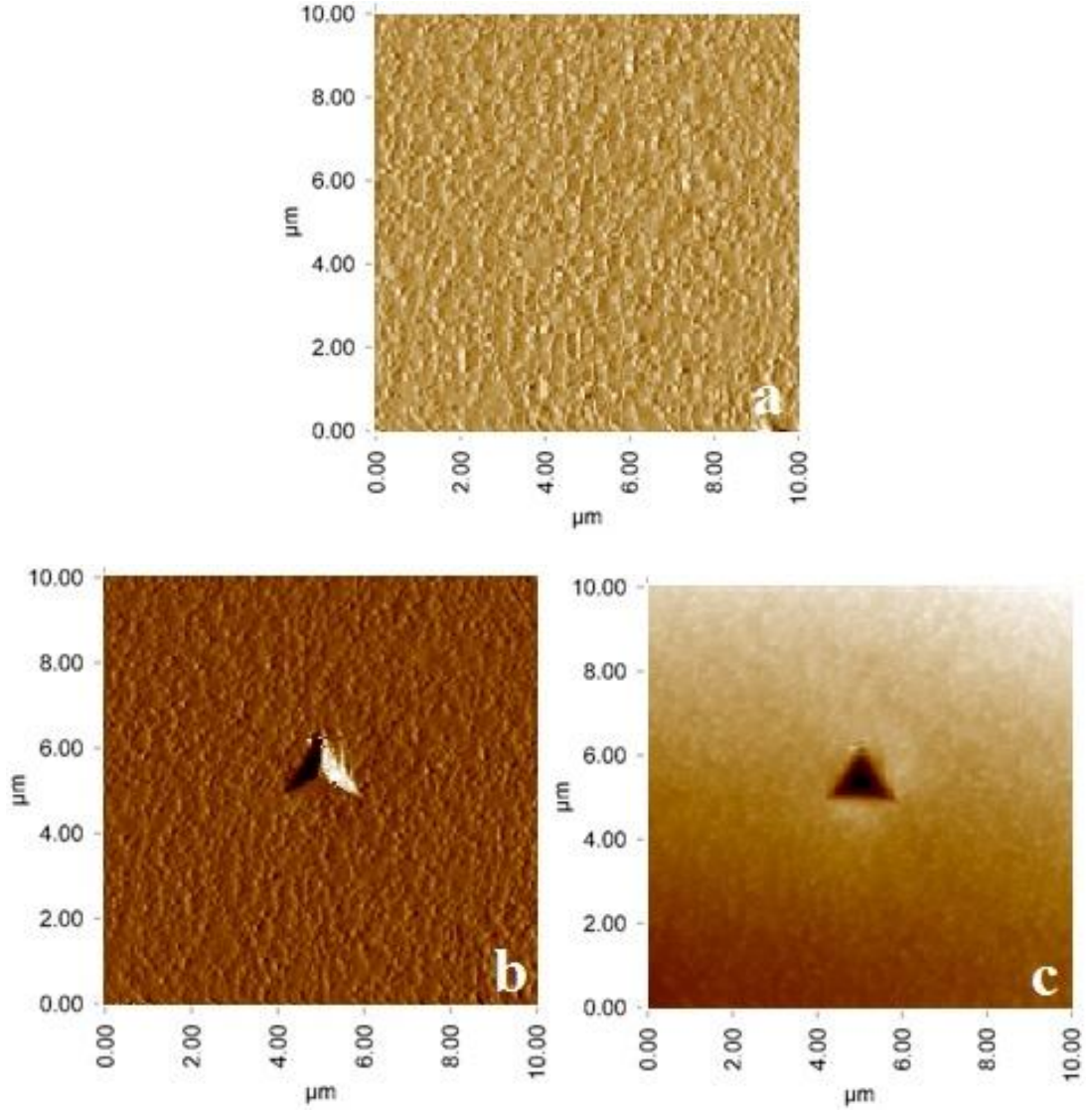
Şekil 4.38. Pd-3 alaşımının yük-yerdeğıştirme eğrisi

Pd-3 alařımı iin elde edilen yk-yerdeđiřtirme grafiđinden (Őekil 4.38.) aıka grleceđi zere 1000 ile 10000 μN 'luk ykleme kısmının stel olarak olduka dzenli bir Őekilde artmakta ve bořalma kısmı ise her bir yk iin paralellik arz ettiđi grlmektedir. Bu davranıř Pd-1 ve Pd-2 alařımı ile benzerlik gstermektedir. Diđer iki alařımda olduđu gibi Pd-3 alařımı iin de eđrilerde herhangi bir kesiklilik (pop-in) davranıřı grlmemiřtir.

Yk-yerdeđiřtirme eđrisi Őekil 4.38.'de verilen Pd-3 alařımı iin elde edilen nanosertliđin uygulanan yke bađlı deđiřimi Őekil 4.39.'da verilmektedir. Eđriden aıka grleceđi zere, kk yklerde nanosertlik deđerı kk olup yk arttıka bu deđer artmakta 7000 μN ykte maksimuma ulařmakta sonrasında azalarak 8000 μN 'luk ykten sonra sabit kalmaktadır. Pd-1 ve Pd-2 alařımında benzer davranıř gzlenmiřtir. Bu davranıř literatrde gzlenen ters BE olarak adlandırılmaktadır.

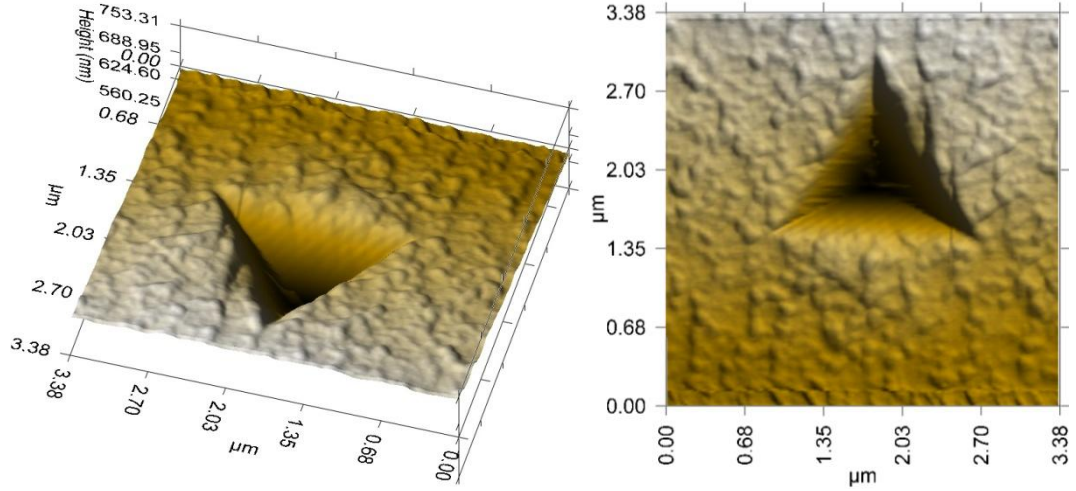


Őekil 4.39. Pd-3 alařımının nanosertlik uygulanan yk eđrisi



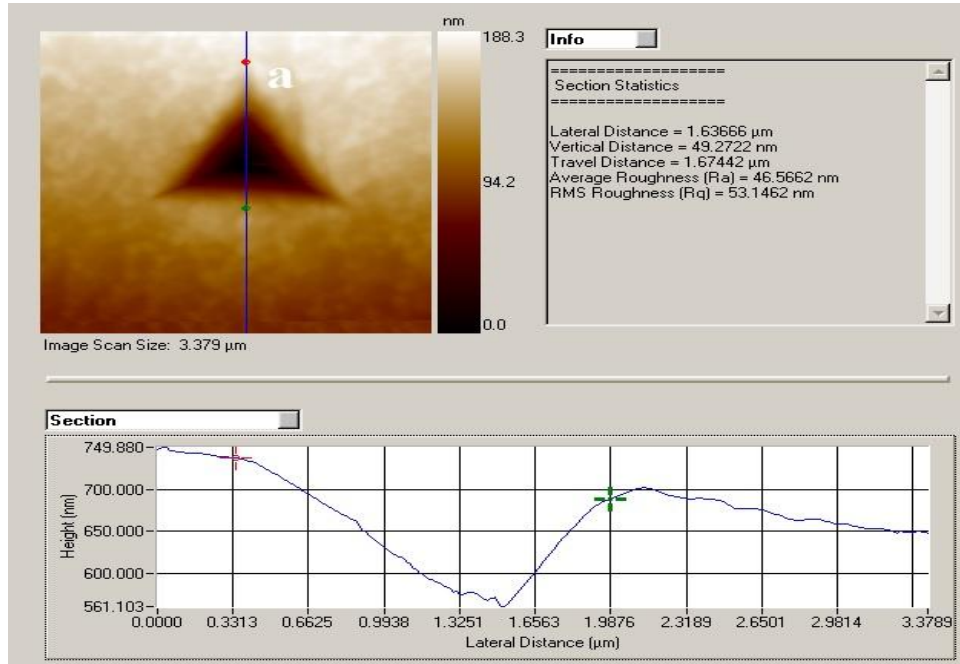
Şekil 4.40. Pd-3 alaşımına ait a) Çentik öncesi yüzey b) Çentik sonrası yüzey c) Çentik sonrası yüzey topoğrafyasının SPM görüntüsü

Şekil 4.40.'ta Pd-3 alaşımının çentik atılmadan öncesinde ve sonrasında alınan SPM görüntüsü açıkça görülmektedir. Şekilden yüzeyin oldukça homojen, herhangi bir çatlak olmadığı açıkça görülmektedir. Şekilde görülen çentiğin üç boyutlu görüntüsü Şekil 4.41.'de verilmektedir.



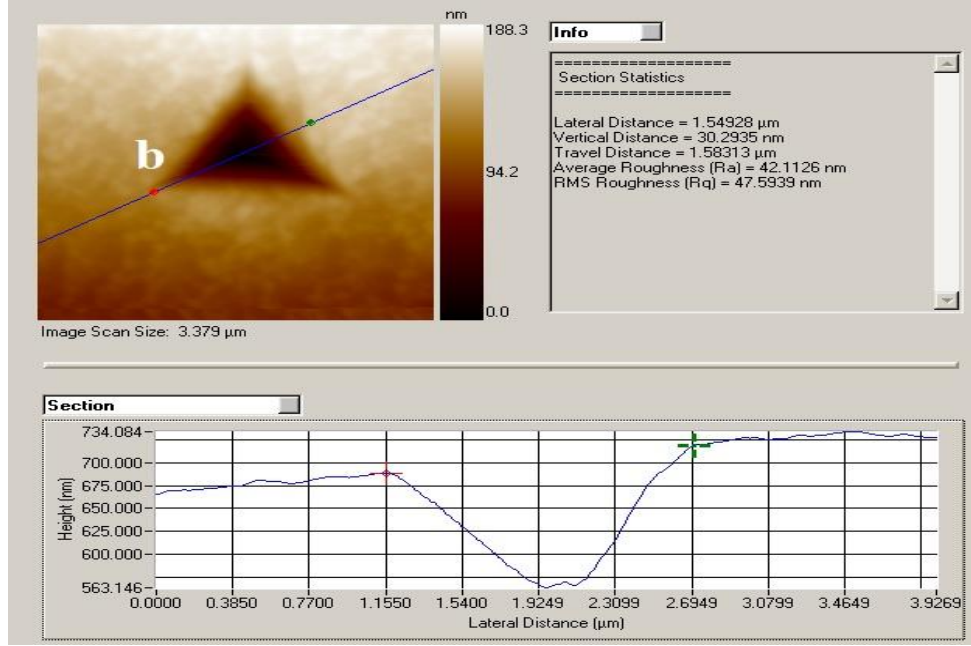
Şekil 4.41. Pd-3 alaşımı için Şekil 4.40.'ta verilen çentiğin 3D görüntüsü

Şekil 4.41.'den de görüldüğü üzere çentiğin kenarlarında herhangi bir yığılma (pile-up) meydana gelmemiştir. Yüzeyde oluşturulan çentiğin 5 µm'lik SPM görüntüsü ve ayrıntılı analizi Şekil 4.42.-4.44.'te verilmektedir.



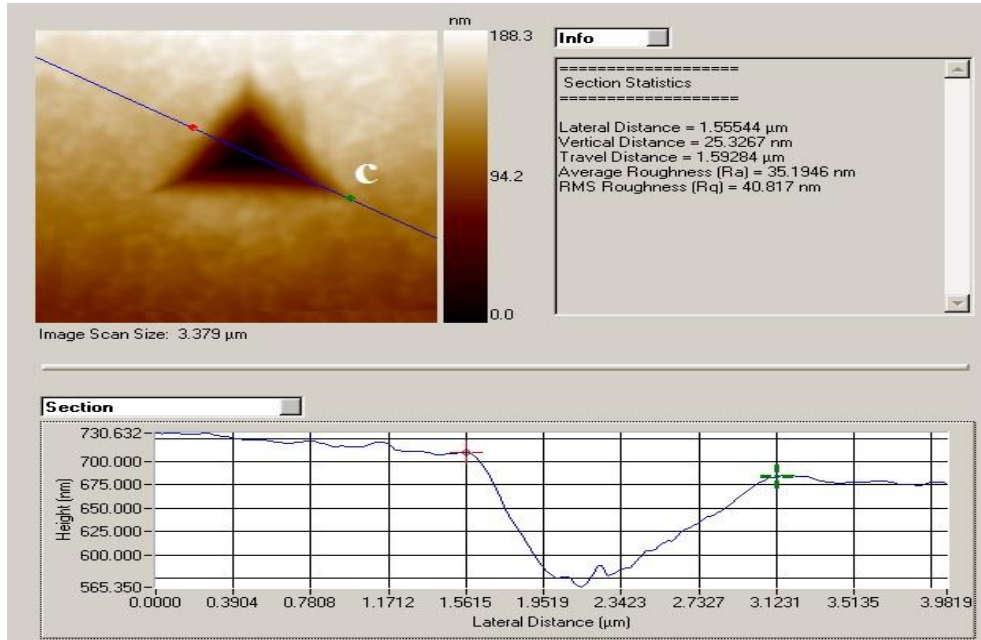
Şekil 4.42. Pd-3 alaşımında oluşturulan çentiğin "a" ayrıntısından SPM görüntüsünün analizi

Şekil 4.42.'de SPM görüntüsünün üzerinde belirlenen kesimin analizi ve kesit görüntüsü verilmektedir. Yüzeydeki ortalama pürüzlülük (Ra) değeri 46,5662 nm olup RMS pürüzlülük 53,1462 nm'dir. Kesitten ve SPM görüntüsünden yığılma (pile-up) görülmemektedir.



Şekil 4.43. Pd-3 alaşımında oluşturulan çentiğin "b" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi

Şekil 4.43.'te SPM görüntüsünün üzerinde belirlenen kesimin analizi ve kesit görüntüsü verilmektedir. Yüzeyle ilgili ortalama pürüzlülük (Ra) değeri 42.1126 nm olup RMS pürüzlülük 47.5939 nm'dir. Kesitten ve SPM görüntüsünden yığılma (pile-up) görülmemektedir.

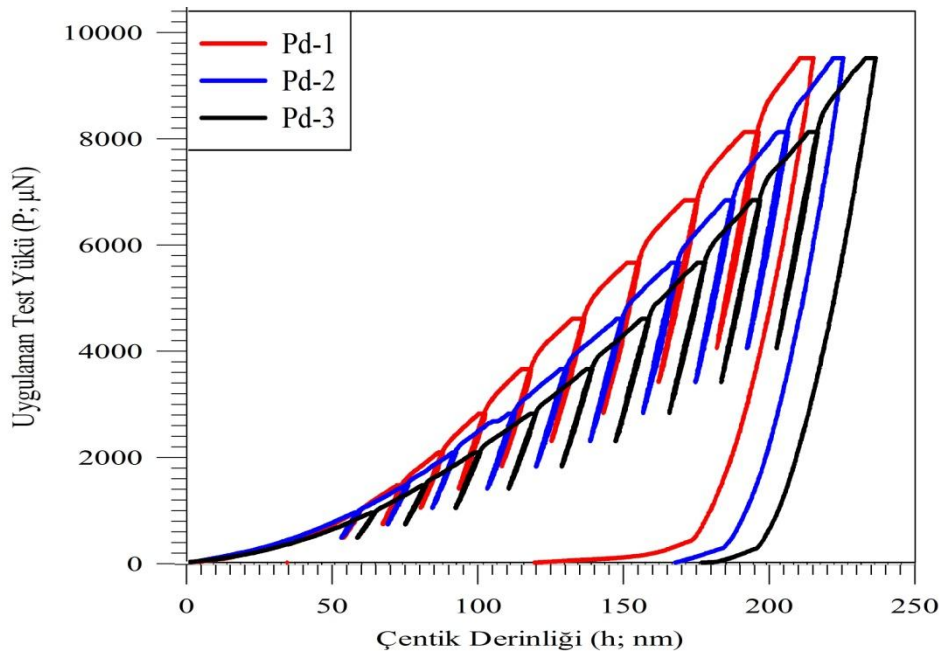


Şekil 4.44. Pd-3 alaşımında oluşturulan çentiğin "c" ayrıtından SPM görüntüsünün analizi

Şekil 4.44.'te SPM görüntüsünün üzerinde belirlenen kesimin analizi ve kesit görüntüsü verilmektedir. Yüzeydeki ortalama pürüzlülük (Ra) değeri 35.1946 nm olup RMS pürüzlülük 40.817 nm'dir. Kesitten ve SPM görüntüsünden yığılma (pile-up) görülmemektedir.

Şu ana kadar her bir aşım için elde edilen sonuçlar kısaca verildi. Şimdi bu aşımın analizleri karşılaştırmalı olarak verilecektir.

Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numuneleri için yükün kontrollü bir şekilde artırılıp azaltılmasıyla elde edilen yükleme boşaltma eğrileri Şekil 4.45.'te bir arada verilmiştir. Her bir eğri için on farklı yükün numuneye uygulanması ile 10000 μN 'luk maksimum yüke ulaşılmıştır. Yük-yerdeğiştirme eğrilerinden aynı maksimum yüke karşılık elde edilen çentik derinliğinin değiştiği görülmektedir. Aşımındaki Pd miktarının artması ile aşım içerisindeki çenticeğinin girmiş olduğu derinlik de artmaktadır. Her üç aşım için elde edilen $P-h$ eğrilerinin birbirine yakın olmaları bu aşımın homojen mikroyapıya sahip olduğunun göstergesidir (Peng ve ark., 2004). Elde edilen her bir $P-h$ eğrisinde ani yerdeğiştirmeler (düzensizlikler) yoktur. Şekilde her bir maksimum yük için nanosertlik değerleri denklem $(H = 0.0408P_{maks} / h_c^2)$ kullanılarak hesaplandı.

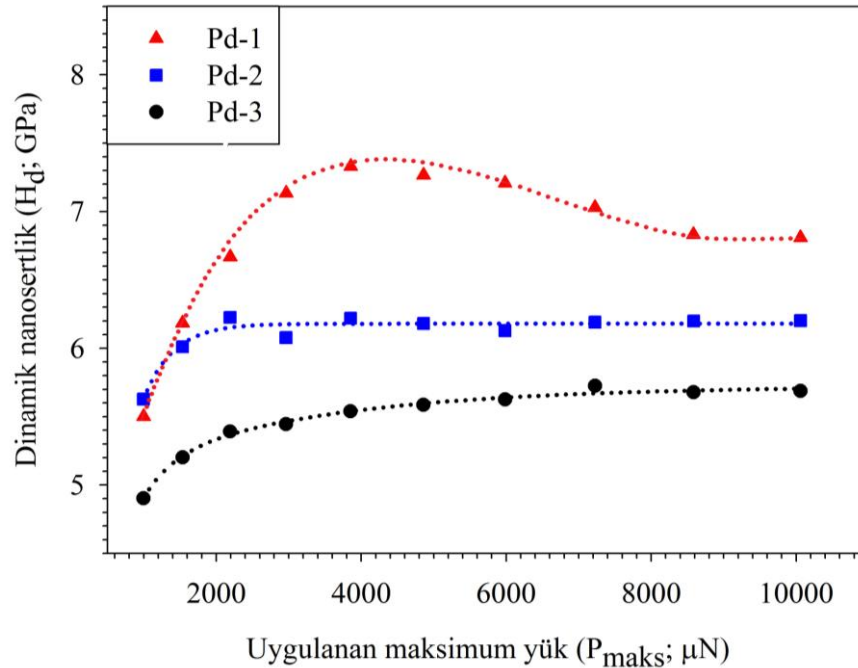


Şekil 4.45. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 aşımının Uygulanan maksimum yük-yerdeğiştirme eğrileri

Uygulanan yüke karşı elde edilen nanosertlik değerinin değişimi Şekil 4.46.'da verilmektedir. Şekil incelendiğinde uygulanan yükün artmasıyla nanosertlik değerlerinin lineer olmayan bir biçimde arttığını, büyük yüklerde doyuma ulaşma eğilimi içinde olduğu görülmektedir. Bu olay genel olarak literatürde iyi bilinen ters ÇBE olarak bilinmektedir (Sangwal, 2000; Güder ve ark., 2011; Doğruer ve ark., 2014).

Pd-1 alaşımında gözlenen ters ÇBE diğer Pd-2 ve Pd-3 alaşımına göre bir miktar farklılık göstermektedir. Bu alaşımda 5000 μN 'luk yüke kadar nanosertliğin arttığı, bu artışı 9000 μN 'luk yüke kadar olan kısımda bir azalmanın takip ettiği ve sonrasında yükün artmasına rağmen sertliğin değişmediği görülmektedir. Ancak Pd-2 ve Pd-3 numunesinde 5000 μN 'luk yükten sonra nanosertlik değerinde herhangi bir değişimin olmadığı görülmektedir.

Normal çentik boyutu davranışının aksine, çentik boyutunun tersi (ters çentik boyutu), uygulanan yükün artması ile sertliğin artması literatürde görülen bir davranıştır (Sangwal, 1989, 2000; Feltham ve Banerjee, 1992; Manimaran ve ark., 1995; Güder ve ark., 2011; Turkoz ve ark., 2013; Doğruer ve ark., 2014). Bu durumun; titreşim etkisi ve küçük yüklerde çentici körlüğü (Westbrook, 1967, Hanneman ve Westbrook, 1968), kristalde ara yüzeye yakın deforme olmuş bir bölge (Berzina ve Sawintsev, 1965; Sangwal, 1971),



Şekil 4.46. Dinamik nanosertliğin uygulanan maksimum yüke bağlı değişimi

küçük yüklerde numunenin ufalanması ile numuneye uygulanan yükteki kayıp (Banerjee ve Feltham, 1974) ve çentme sırasında meydana gelen çatlaklardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Ancak bu olay halen tam olarak anlaşılammıştır (Adeva ve ark., 1995; Sangwal, 2000).

Literatürde yapılan çalışmalarda BaFCl kristalinde 0.08 ile 0.8 N yük aralığında yapılan deneylerde (100) düzleminde ters çentik boyutu etkisi gözlenirken (001) düzleminde çentik boyutu etkisi gözlenmiştir (Guille ve Sieskind, 1991). Sangwal (1989), PbS kristalinde farklı ısıl işleme tabi tutarak (100) düzlemi üzerinde 15s'lik süreli 0.2 ile 1.5 N'luk yük aralığında yapmış olduğu sertlik deneylerinde ters ÇBE gözlemlemiştir. Farklı ısıl işlem görmüş PbS kristalinde sertlik değeri bir maksimum değere kadar çıkmış, sonrasında sertlik değeri sabit bir değerde kalmıştır. Yükün artması ile sertlik değeri değişmemiştir. BaFCl ve PbS kristalinden gözlenen sertlik değerleri için Sangwal (2000) maksimum sertliğin dislokasyonların çekirdeklenmesi ve hareketi ile ilişkilendirmiş kristal yüzeyinde çentici tarafından noktasal kusurların oluşturulduğunu ifade etmiştir. Kristal yüzeyinde çentiğin atıldığı yönelim çentici etrafındaki noktasal kusurlar ve dislokasyonların katkısı belirler (Boyarskaya ve ark., 1979).

Pbs kristalinin (100) yüzeyi (Sangwal ve Patel, 1974,1975) ve BaFCl kristalinin (100) çentik etrafında kayma çizgileri gözlenirken, BaFCl'nin (001) yüzeyinde oldukça küçük yüklerde çatlakların meydana geldiği rapor edilmiştir (Guille ve Sieskind, 1991). Literatürde yapılan bu çalışmada BaFCL kristalinin (100) yüzeyi ve Pbs kristalinin (100) yüzeyinde ters ÇBE gözlenirken, BaFCl'nin (001) yüzeyinde normal ÇBE gözlenmiştir. Literatürde yapılan birçok çalışmada ki bunların içerisinde cam malzemeleri içerisinde alan gevrek malzemelerde ÇBE (Li ve ark., 1994; Jain ve ark., 1994; Michels ve Frischat, 1982; Arora ve ark., 1984; Rethinam, 1994; Güder, 2011) davranışı gözlenmesine rağmen, plastik deformasyona maruz kalan tek kristal yüzeylerinde ters ÇBE davranışı (Bull ve ark., 1989; Li ve ark., 1994; Arora ve ark., 1984) gözlenmiştir. Bu sebeple ters ÇBE davranışının sadece plastik deformasyon davranışının gözlemlendiği malzemelerde görüldüğü ifade edilebilir (Sangwal, 2000).

Şekil 4.46.'da gözlenen ters ÇBE'nin benzeri literatürde Sialon seramiklerinde (Basu ve ark., 2009; Güder ve ark., 2011), TiCN seramiklerinde (Gong ve ark., 2001), camlarda (Sebastian ve Khadar, 2005) ve tek kristallerde (Sangwal ve Surowska, 2003) gözlenmiştir. Normal çentik boyutunun aksine, ters ÇBE gözlenen malzemelerde, çentiğin olduğu bölgeden uzaklaştıkça, çatlak oluşumu, dislokasyon aktiviteleri ve çentiğin elastik deformasyonu, çentik zorunun rahatlaması gözlemlenir. Bu durum gevrek malzemelerde çentik oluşturma sürecinde çatlak oluşumu şeklinde ortaya çıkar. Feltham ve Banerjee (1992), ilk olarak bu durumun çentik meydana getirilirken çatlak oluşumu sırasında enerji kaybından kaynaklanabileceğini önermiştir. Çatlak meydana gelirken enerjinin bir kısmı çatlak oluşturmaya ve diğer bir kısmı ise çentiği meydana getirmek için harcanır. Bu sebeple, çentik testlerinde belirgin yüksek sertlik değeri gözlenir. Bu durum Güder ve arkadaşları (2011) tarafından düşük yüklerde dislokasyon plastisitesinin daha fazla deformasyona sebep olmasına ve β -Sialon seramiklerinde sertliğin azalmasına sebep olduğu şeklinde yorumlanmıştır.

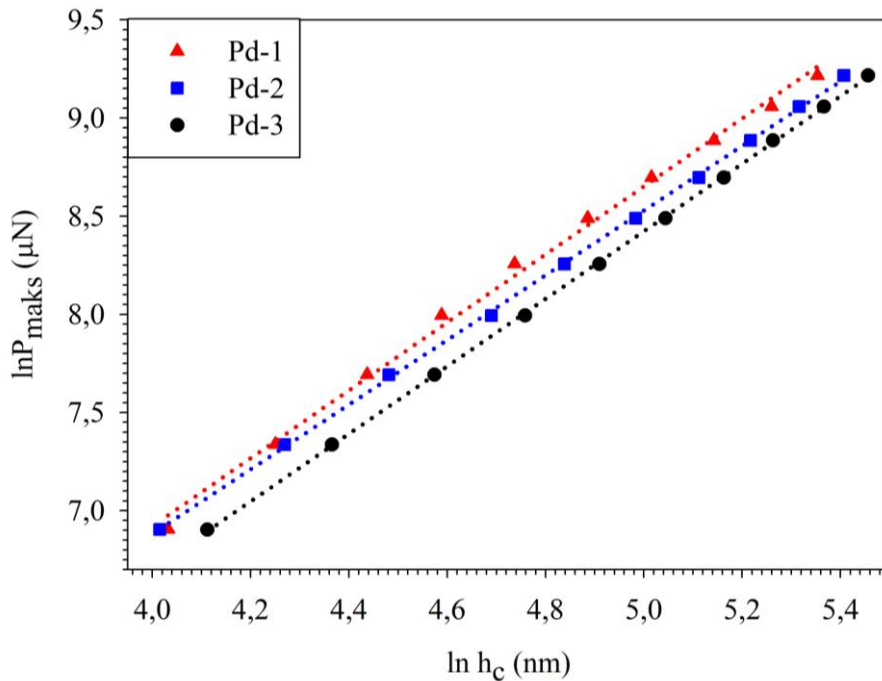
Li ve Bradt (1993), ters çentik boyutunu izah ederken, uygulanan çentik test yükünün toplam numune direnci ile dengelendiğini ve bu direncin dört bileşenden meydana geldiğini belirtmişlerdir. Bunlar; i) çentici/numune arasındaki sürtünme (sürtünme bileşeni) ii) elastik deformasyon iii) plastik deformasyon ve iv) numunede gözlemlenen çatlaklar. Li ve Bradt'e göre çatlaklar ters çentik boyutuna katkı sağlarken, sürtünme ve elastik etki normal ÇBE'ne katkı sağlamaktadır.

Literatürde kobalt temelli alaşımlarda yapılan mikrosertlik ölçümlerinde (Sangwal ve ark, 2002), Hanemann Metodu ile yapılan çalışmada ÇBE davranışı gözlenirken PMT-3 sertlik testi ile yapılan çalışmada ters ÇBE davranışı gözlenmiştir. Her iki çalışmada da aynı yük aralığı kullanılmıştır. Diğer taraftan Şahin ve ark. (CoCrMo 2011), hassas döküm yöntemiyle üretmiş oldukları CoCrMo alaşımında yaptıkları mikrosertlik çalışmasında ÇBE davranışı gözlemlemişlerdir. Elde ettikleri bu davranışı literatürde verilen farklı modeller ile yorumlamışlardır. Yapılan çalışmalardan üretilen alaşımın üretilme yöntemi, kullanılan sertlik yöntemi ve yük aralığı, alaşımın mikroyapısı elde edilen davranışı etkilemektedir. Bu sebeple burada gözlenen ters çentik boyutu kısaca analiz edilmeye çalışılacaktır.

4.2.1. Meyer Kanunu'na Göre Analiz

Çentik boyutu etkisinin tanımlanmasında kullanılan en yaygın kanun Meyer kanunu'dur. Numuneye uygulanan yük, P_{etkin} ile numunedeki girme derinliği h_c arasındaki ilişki $P_{maks}=Kh_c^2$ (Denklem (1.18)) ile verilmektedir. Denklemde n ve K deneysel verilerle fit edilen eğrilerden elde edilmektedir. Denklemdeki " n " ÇBE davranışının bir ölçüsüdür. Meyer üssü " n " 'in ikiden büyük olması durumunda ters ÇBE, ikiden küçük olması durumunda ÇBE davranışı, ikiye eşit olması durumunda ÇBE davranışı gözlenmez (Kölemen, 2006; Şahin, 2006). Sangwal ve ark. (2002) kobalt bazlı alaşımlarda yapmış oldukları mikrosertlik deneyleri için PMT-3 metodu için $n \geq 2$ bulunurken Hanemann Metodu'nda $n \leq 2$ bulunmuştur. Şahin ve ark. (2011) CoCrMo alaşımı için $n < 2$ elde etmişlerdir. Bu çalışmada TI-950 Triboindenter ile elde edilen nanosertlik deneylerinde $n > 2$ elde edilmiştir.

Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımı için elde edilen kontak derinliğinin test yüküne bağlı değişimini veren $\ln P_{maks}-\ln h_c$ grafiği Şekil 4.47.'de verilmektedir. Grafikten elde edilen lineer ilişki nanosertlik verilerini tanımlamada Meyer Kanunu'nun uygun olduğunu göstermektedir.

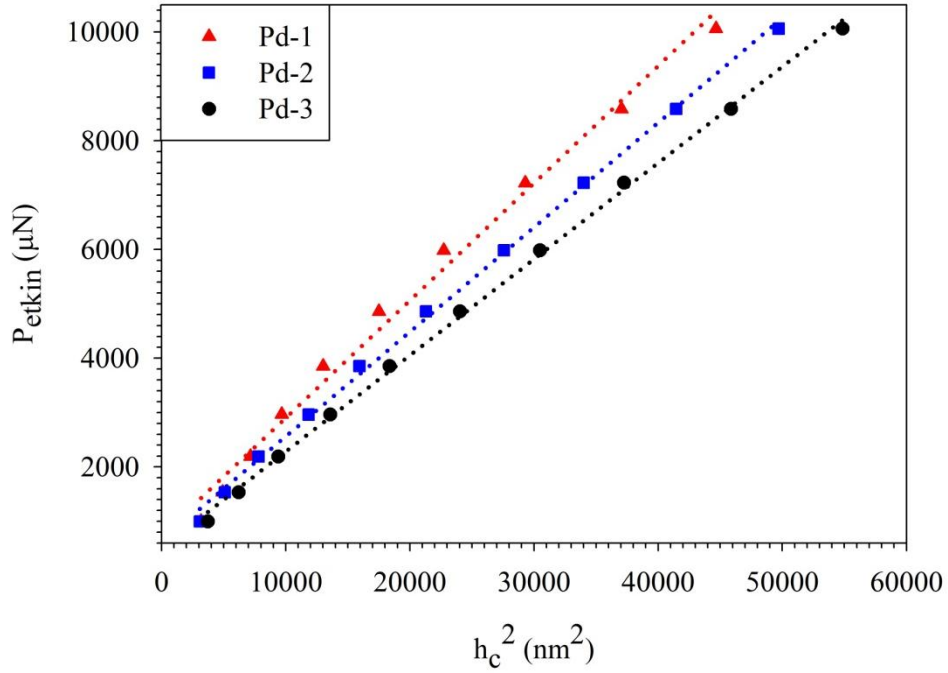


Şekil 4.47. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $\ln P_{maks}-\ln h_c$ grafiği

Uygulanan test yükü P_{maks} , kontak derinliği h_c , K ve ' n ' parametreleri test edilen malzemelere göre farklılıklar göstermektedir. Hem Knoop hem de Vickers çenteciler ile elde edilen parametreleri tanımlamada Meyer Kanunu kullanılmıştır (Upit ve Varchenya., 1973; Sargent., 1986). Bu parametreler üzerinde olası mikroyapısal etkiler göz önüne alınarak Sargent ve Page (1978) tarafından, ' n degerlerinin $\ln K$ ile olan ilişkisi sınıflandırılmaya çalışılmıştır. Polikristal seramiklerde ' n ' degerlerinin büyük $\ln K$ ile ilişkili olduğunu bulmuşlardır. Bu durumu, 'tane büyüklüğünün artması ile malzemelerin akma zorlarının azalması' şeklinde açıklamışlardır. Sargent (1986) tarafından standart sertlik degeri H_s , tanımlanarak küçük ' n ' degerlerinin büyük H_s degerleri ile orantılı olduğu ortaya konulmuştur. Tek kristallerdeki gibi polikristallerde de açık olmayan bu durum, malzemelerin mikroyapısal etkilerinin ÇBE'ye getirdiği ilave katkı olarak Li ve Bradt (1993) tarafından yorumlanmıştır. ' n ' ve ' K ' arasındaki ilişki tek kristallerde daha açık olarak elde edilmiştir. Li ve Bradt (1993) tarafından farklı kristalografik düzlem ve doğrultulara sahip TiO_2 ve SnO_2 tek kristallerinde ' n ' ve K arasında ters bir ilişki elde edilmiştir. Başka bir çalışmada ise (Li ve Bradt, 1991) bu ilişkide $n=2$ için $K=0$ olduğunu belirleyerek Meyer Kanunu'nun sadece ÇBE davranışı gözlemlendiğinde uygulanabileceğini kanıtlamışlardır. Li ve Bradt (1991) yaptıkları çalışmada, LaB_6 tek kristalinin farklı kristal düzlemleri üzerinde farklı kristalografik doğrultularda ' n ' degeri 1.37-1.46 arasında değiştiği ve aynı zamanda ' n ' ve ' K ' arasındaki ilişkiyi, malzemelerin kristal yapısı ve bu kristal yapının bağlanma karakterlerine bağlı olduğu şeklinde ifade etmişlerdir. Bu karakterler, çentme esnasında iz oluşturmak için gerekli olan enerji ile ilişkilendirilmiştir. Fakat ' n ' ve ' K ' arasındaki ilişkiden elde edilecek bilgi ÇBE davranışının anlaşılmasında oldukça az ehemmiyete sahiptir. Çünkü, Gong ve arkadaşları (Gong ve ark., 2000) tarafından yapılan çalışmada farklı birim sistemlerinde ' n ' ve ' K ' arasındaki eğilimin değiştiği bildirilmiştir.

4.2.2. Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz

Hay-Kendall (1973) farklı türden malzemeler üzerinde yapmış oldukları çentik deneylerinde gözlemlenmiş oldukları ÇBE davranışını açıklarken; numuneye uygulanan yükün belirli bir limit degeri altında kalması durumunda sadece elastik deformasyonun meydana geldiğini ancak bu limit degerlerinin aşılması durumunda plastik deformasyonun oluşacağını ortaya koymuşlardır. Hays-Kendall (1973) elde ettikleri izin büyüklüğü ile test yükü arasındaki ilişkiyi etkin yük kavramı ile izah etmişlerdir.



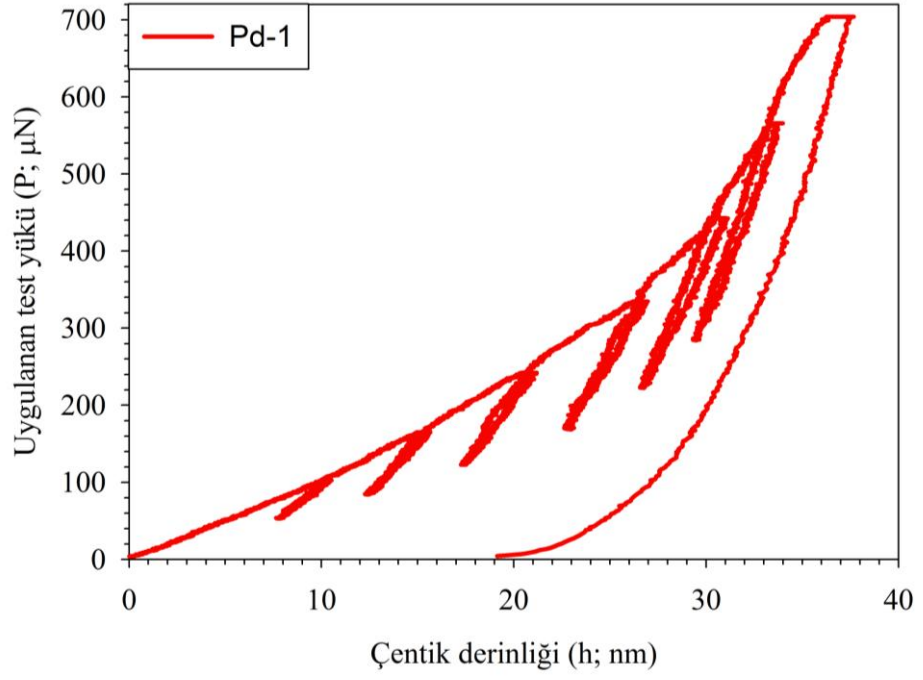
Şekil 4.48. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{etkin}-h_c^2$ grafiği

$P_{etkin} = P_{maks} - W$ denklemindeki W ise deformasyon oluşturmak için uygulanması gerekli minimum yükür. Bu durum Denklem (1.19)'da $P_{etkin} = P_{maks} - W = Kh_c^2$ olarak bildirilmiştir. Denklemden etkin yükün (maksimum yükün) çentik derinliğine bağlı değişimi çizildiğinde düz bir çizgi elde edilecektir. Şekil 4.48.'de Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımları için çizilen bu grafiğin korelasyon katsayılarının oldukça yüksek olduğu görülmektedir (Çizelge 4.14.).

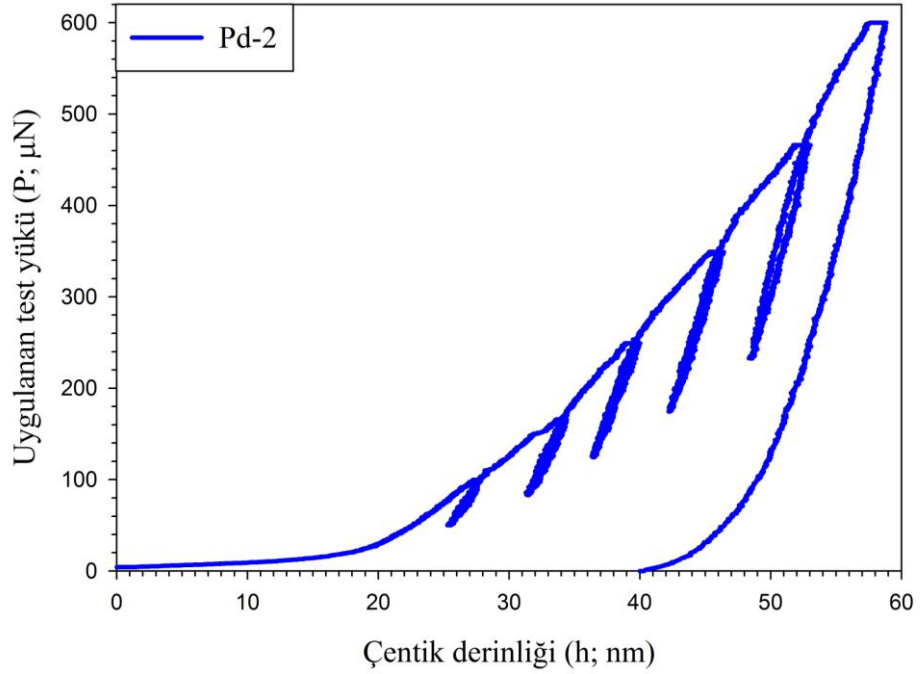
Çizelgeden görüleceği üzere plastik deformasyon meydana getirmek için gerekli en küçük yük 511 μN ile Pd-3 alaşımına ait olup bu değer Pd-2 alaşımı için 634 μN ve Pd-1 alaşımı için 743 μN 'dur. Bu değerlerin doğruluğunu kontrol etmek için her üç numunede ayrı ayrı 500, 600 ve 700 μN 'luk yüklerde yük-yerdeğiştirme deneyi yapılmıştır.

Çizelge 4.14. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Berkovich çentici için Denklem (1.21)'e göre analizi

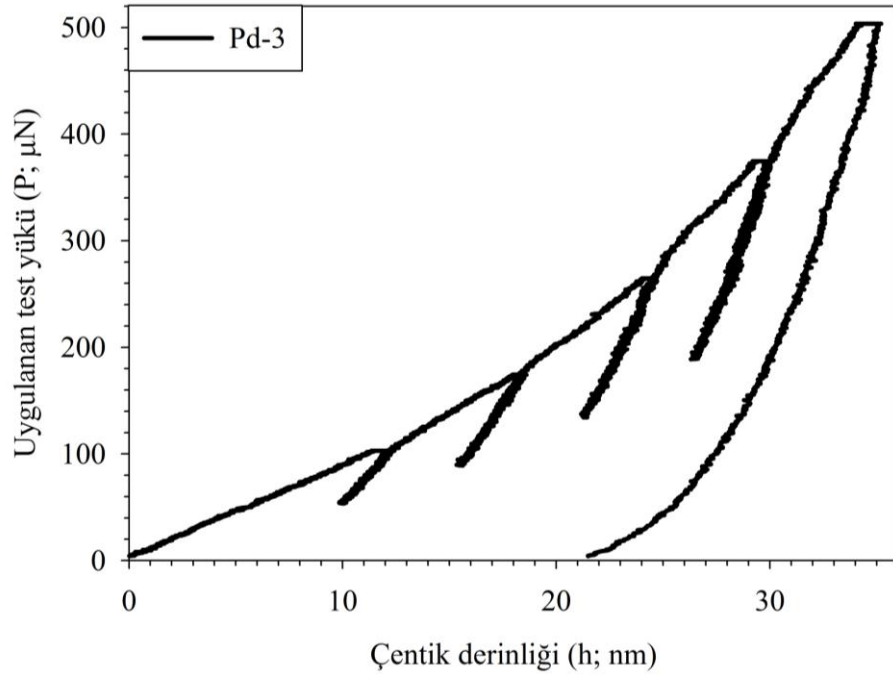
Numune Kodu	W (μN)	K_I ($\mu\text{N}/\text{nm}^2$)	H_{HK} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	743,0	$2,158 \times 10^{-1}$	8,805	6,83	0,991
Pd-2	634,9	$1,924 \times 10^{-1}$	7,850	6,20	0,999
Pd-3	511,4	$1,770 \times 10^{-1}$	7,222	5,67	0,999



Şekil 4.49. Pd-1 alaşımının 700 µN'luk yükteki yük-yerdeğiştirme grafiği



Şekil 4.50. Pd-2 alaşımının 600 µN'luk yükteki yük-yerdeğiştirme grafiği



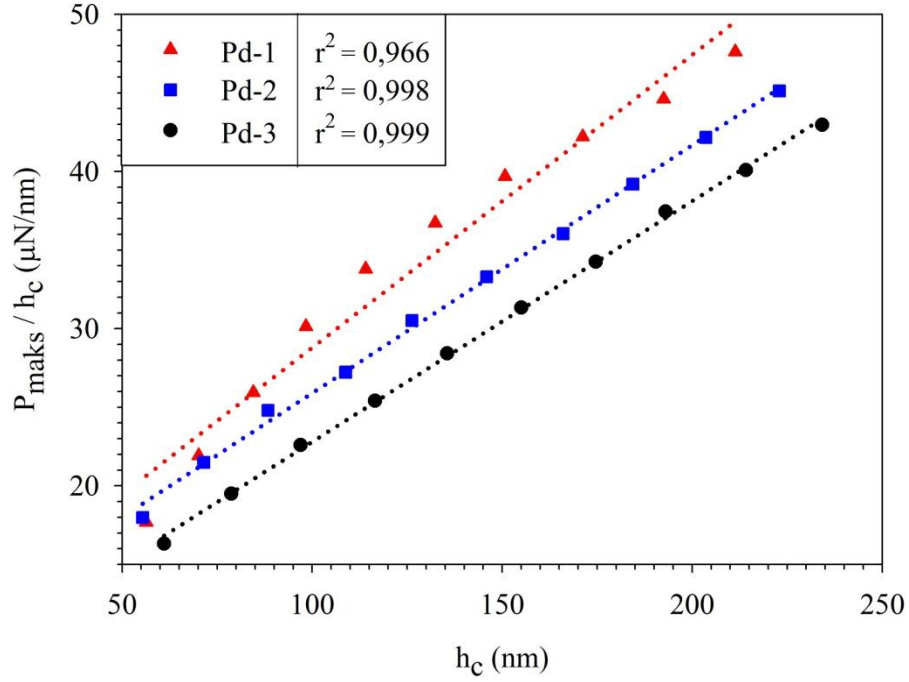
Şekil 4.51. Pd-3 alaşımının 500 µN'luk yükteki yük-yerdeğiştirme grafiği

Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numuneleri için ayrı ayrı yapılan 700, 600 ve 500 µN'luk yüklerdeki yük-yerdeğiştirme eğrileri Şekil 4.49.-Şekil 4.51.'de görülmektedir. Şekillerden de açıkça görüldüğü gibi bu eğrilerin yükleme ve boşaltma kısımları oldukça ayrıdır. Bu durum alaşımlara çentik atılırken plastik deformasyonun meydana geldiğinin göstergesidir. Hays-Kendall yaklaşımı ile yapılan analiz ile elde edilen "W" değerleri (Çizelge 4.13.) kabul edilemeyecek kadar büyüktür. Bu ise ÇBE'nin analizinde kullanılan bu yaklaşımın yetersiz kaldığının bir göstergesidir. Benzer bir durum Kölemen (2006), Peng ve ark. (2004) ve Şahin (2006) tarafından da ortaya konulmuştur. Bu sebeple Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının nanosertlik verilerinin analizinde farklı bir model ile analiz yapılmasına ihtiyaç duyulmaktadır.

4.2.3. PSR Modeli'ne Göre Analiz

Her üç alaşımda da gözlenen ÇBE davranışını analiz etmek için kullanılacak diğer bir yöntem orantılı numune direnci (PSR) Modelidir. Bu model incelendiğinde Hays-Kendall Modeli'nin düzenlenmiş halinin olduğu görülür. Hays ve Kendall kalıcı deformasyon oluşturmak için malzemenin uyguladığı direncin sabit ($W=a_1h_c$) olduğunu söyler. Ancak PSR Modeli bu direncin çentik buyutu ile orantılı bir şekilde değiştiğini ifade eder (Li ve Bradt, 1993). Li ve Bradt tarafından literatüre kazandırılan PSR

Modeli'nin farklı malzemeler üzerinde yapılan sertlik deneyi sonuçlarını açıklamada memnun edici sonuçlar verdiği gözlenmiştir.



Şekil 4.52. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{maks}/h_c - h_c$ grafiği

PSR modeline göre yükten bağımsız sertlik değeri

$$H_{PSR} = \frac{P_{etkin}}{24.5h_c^2} = \frac{P_{maks} - a_1h_c}{24.5h_c^2} = \frac{a_2}{24.5} \quad (\text{Denklem (1.24)}) \text{ şeklinde hesaplanmaktadır.}$$

Şekil 4.52.'de PSR Modeli'ne göre çizdirilen grafikten elde edilen a_1 , a_2 , H_{PSR} ve r^2 değerleri Çizelge 4.15.'te verilmektedir. Çizelgeden görüleceği üzere Pd-1 alaşımı dışında diğer iki alaşımın uyum katsayıları oldukça yüksektir.

Ancak PSR Modeli'nden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri (Çizelge 4.15.) ve plato bölgesi değerleri uyumsuzluk göstermektedir. Bu sebeple nanoçentik verilerinin analizi için başka bir model kullanılacaktır.

Çizelge 4.15. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Berkovich çentici için Denklem (1.24)'e göre analizi

Numune Kodu	a_1 ($\mu\text{N}/\text{nm}$)	a_2 ($\mu\text{N}/\text{nm}$) ²	H_{PSR} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	$1,015 \times 10^1$	$1,863 \times 10^{-1}$	7,601	6,83	0,966
Pd-2	$1,012 \times 10^1$	$1,578 \times 10^{-1}$	6,438	6,20	0,998
Pd-3	$0,747 \times 10^1$	$1,532 \times 10^{-1}$	6,251	5,67	0,999

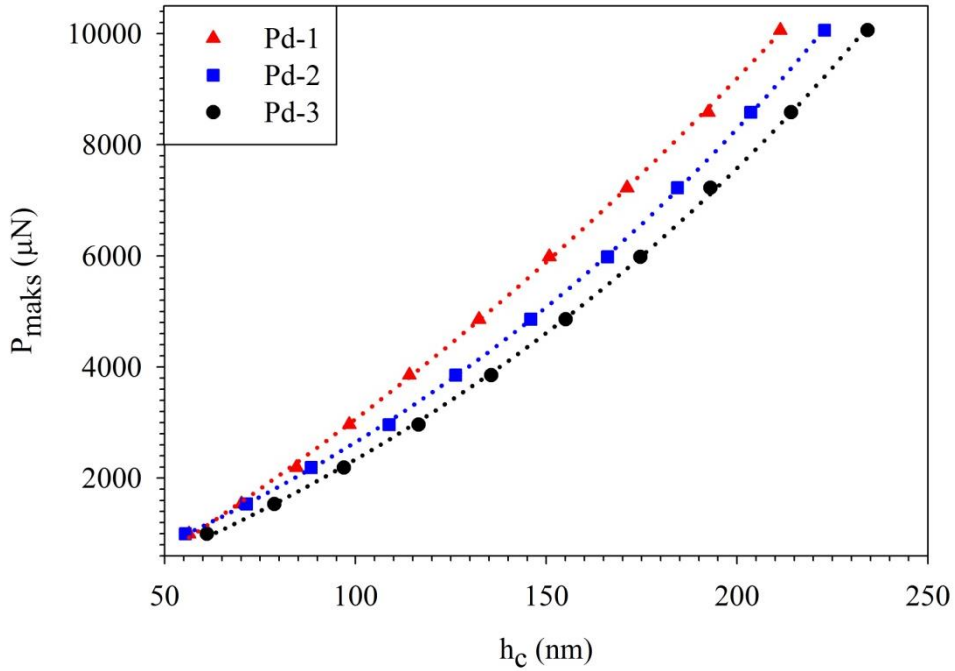
4.2.4. Geliştirilmiş PSR (MPSR) Modeli'ne Göre Analiz

Orantılı Numune Direnci Modeli'nde $h_c=0$ olduğunda $W=a_1h_c$ değerinde sıfır olmaktadır. Bu durum kalıcı deformasyon oluşturmak için gerekli olan minimum yükün sıfır olması anlamına gelir. Ancak yapılan çalışmalarda (Gong ve ark., 1999) bu tanımlamanın doğru olmadığı ifade edilmiştir. Çentik deneyleri öncesinde mekanik işlemler ile yüzeyleri parlatılan alaşımların fiziksel modellemesi yapılır iken, serbest bir yay olarak değil, sıkıştırılma işlemine tabi olmuş bir yay olarak düşünülmesi gerekmektedir. Ayrıca PSR Modeli'ndeki $P_{maks}/h_c - h_c$ grafiğinde lineerlikten muhtemel sapmalar, plastik deformasyon için numune direncinin yanlış tanımlanmasından kaynaklanabilmektedir. Bu durum sonucunda Gong ve arkadaşları tarafından PSR Modeli'nin düzeltilmiş formu, $P_{maks} = a_0 + a_1h_c + a_2h_c^2$ (Denklem (1.26)) MPSR literatüre kazandırılmıştır.

MPSR Modeli'nde verilen denklemdeki a_1 ve a_2 parametrelerinin fiziksel anlamı PSR Modeli'nde yükten bağımsız sertlik hesabı yapılırken benzer yol takip edilecektir.

$$H_{MPSR} = \alpha \frac{P_{etkin}}{h_c^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_0 - a_1h_c}{h_c^2} \right) = \alpha a_2$$
 şeklinde yükten bağımsız sertlik değerleri

her bir alaşım için hesaplanabilir. Şekil 4.53.'te $P_{maks}-h_c$ grafiği görülmektedir.



Şekil 4.53. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının $P_{maks}-h_c$ grafiği

Grafikten elde edilen a_0 , a_1 ve a_2 , H_{MPSR} ve r^2 değerleri Çizelge 4.16.'da verilmektedir.

Çizelge 4.16. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Berkovich çentici için Denklem (1.26)'ya göre analizi

Numune Kodu	a_0 (μN)	a_1 ($\mu\text{N}/\text{nm}$)	a_2 ($\mu\text{N}/\text{nm}^2$)	H_{MPSR} (GPa)	H_{LI} Plato Değeri (GPa)	r^2
Pd-1	$-1,258 \times 10^3$	$3,393 \times 10^1$	$9,172 \times 10^{-2}$	3,74	6,83	0,999
Pd-2	$-1,020 \times 10^1$	$1,210 \times 10^1$	$1,499 \times 10^{-1}$	6,12	6,20	0,999
Pd-3	$-1,937 \times 10^2$	$1,079 \times 10^1$	$1,413 \times 10^{-1}$	5,76	5,67	0,999

MPSR modeli ile elde edilen H_{MPSR} değerleri, plato sertlik değerlerinden (H_{LI}) oldukça düşüktür (Çizelge 4.16.). Bununla birlikte Denklem (1.26) ile verilen ($P_{maks} = a_0 + a_1 h_c + a_2 h_c^2$) a_0 parametresi Hays-Kendall Modeli ile ifade edilen W ile aynı fiziksel anlama sahiptir. MPSR Modeli ile elde edilen a_0 değerleri negatiftir. Negatif a_0 değerleri fiziksel bir anlama sahip değildir. Literatürde a_0 ile ilgili benzer bir uyumsuzluk Peng (2004) ve arkadaşları tarafından ortaya konulmuştur. Bu sebeple MPSR Modeli de her üç alaşım için yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamada yetersiz kalmıştır.

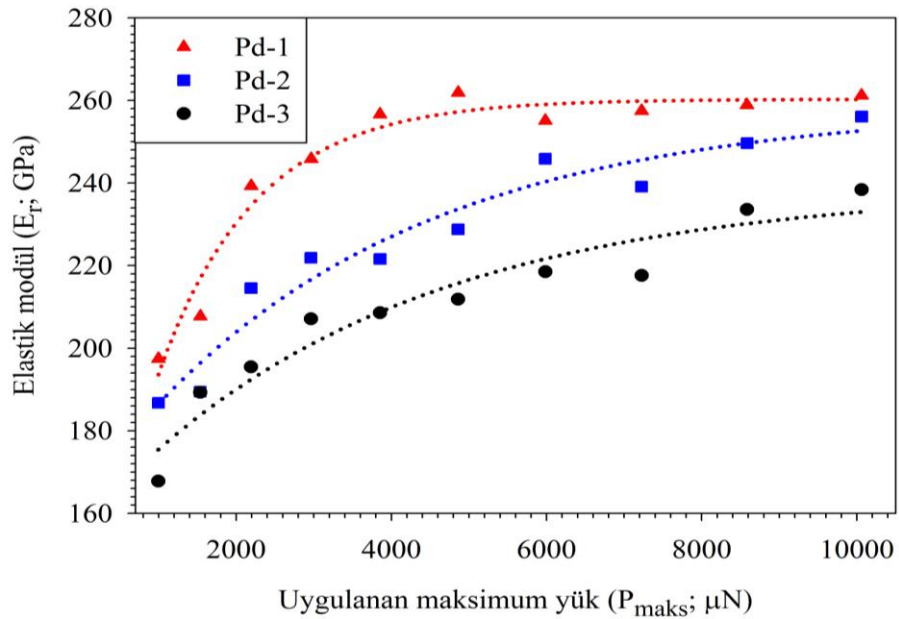
Sertlik basit bir ifade ile malzemelerin plastik deformasyona veya çentiğe karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanır. Bir başka deyişle, malzemedeki yüksek sertlik plastik deformasyona karşı gösterilen yüksek dirençtir. P-h eğrileri malzemenin plastik deformasyon miktarı hakkında bilgi verir. Boşaltma işlemi sonrasındaki son derinlik plastik deformasyonun bir ölçüsüdür. Yüksek dirençli bir malzemeye yük uygulandığında meydana gelen plastik deformasyon sonrası malzemedeki son derinlik küçük olacaktır. Şekil 4.45.'te gösterilen numunelerin son derinlikleri dikkate alındığında Pd-1 numunesinin Pd-2 ve Pd-3 numunelerinden daha sert olduğu söylenebilir.

Karaca ve arkadaşları (2009) ZnO katkılı BSCCO (BiPbSrCaCuO)'nun mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Çalışmalarında elde ettikleri sertlik değerleri ile literatür arasında küçük bir fark olduğunu ve bunun hazırlama teknikleri nedeniyle olabileceğini ifade etmişlerdir. Kölemen ve arkadaşları (2006), Sm katkılı BSCCO'nun mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Bu çalışmada katkılanan BSCCO numunelerinin

sertliğinin saf olan numuneden daha büyük sertliğe sahip olduğunu bulmuşlardır. Bu artışın meydana gelmesi hem kirlilik alanlarındaki dislokasyonların çivilenmesi hem de kristalde kirlilik atomlarının mevcut olması ve aynı zamanda kirlilikleri içeren bağ kuvvetlerinin çeşitliliğine bağlı olabileceğini ifade etmişlerdir. Ayrıca mikroyapı incelemesinde yüzeydeki boşlukların büyüklüğünün ve sayısının (tane bağlanabilirliği ile ters orantılı) Zn zenginleşmesiyle azaldığını ortaya koymuşlardır.

Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımları için E_r değerleri Denklem (1.8) $E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}}$ ile

hesaplandı. Elastik modülün yüke bağlı değişimi Şekil 4.54.'te verilmektedir. Şekilden de açıkça görüleceği üzere, elastik modül değerleri yük arttıkça artmakta ve belirli bir yük değerinden sonra hemen hemen değişmemektedir. Alaşımların her üçü için nanosertlik grafiklerinde gözlenen davranışın benzeri elastik modül grafiklerinde de görülmektedir.



Şekil 4.54. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının elastik modülünün uygulanan maksimum yüke bağlı değişimi

Elastik modül, bir malzemeye kuvvet uygulandığında, malzemenin elastik olarak deforme olma eğilimi olarak tanımlanabilir. Farklı şekilde ifade etmek gerekirse,

temelde malzemedeki atom veya moleküller arasındaki bağ kuvvetleriyle ilişkilidir. Bağlar ne kadar kuvvetli ise, elastik modül değeri de o kadar yüksek olur. Tipik olarak, elastik modül ve süneklik arasındaki ilişki terstir. Süneklikteki azalma çatlaklara sebebiyet verecek böylelikle elastik modül değerinde azalma gözlenecektir.

Şekil 4.54'te elde edilen elastik modül değerleri yaklaşık olarak 9000 μN 'luk yükten sonra plato bölgesine ulaşmaktadır. Plato bölgesi değerleri bu alaşımların gerçek elastik modül değerleri olarak alınabilir. Her üç alaşım için bu değerler Çizelge 4.17'de verilmektedir. Çizelgeden de görüldüğü gibi paladyum katkısının artması ile birlikte elastik modül değerleri azalmaktadır.

Çizelge 4.13'te statik sertlik değerleri kullanılarak elde edilen elastik modül değerleri verilmektedir. Bu değerler dinamik sertlik değerinden elde edilen elastik modül değerlerinden yaklaşık olarak iki kat daha fazladır. Kullanılan yöntemin farklılıkları dikkate alınırsa bu durum oldukça doğaldır. Ancak her iki yöntem ile elde edilen değerlerde paladyum katkı miktarı arttıkça modül değerleri azalmaktadır.

Çizelge 4.17. Farklı yükler altında Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına ait elastik modül (E_r) değerleri

Numune Kodu	Elastik modülü (GPa)
Pd-1	260,6
Pd-2	252,2
Pd-3	232,4

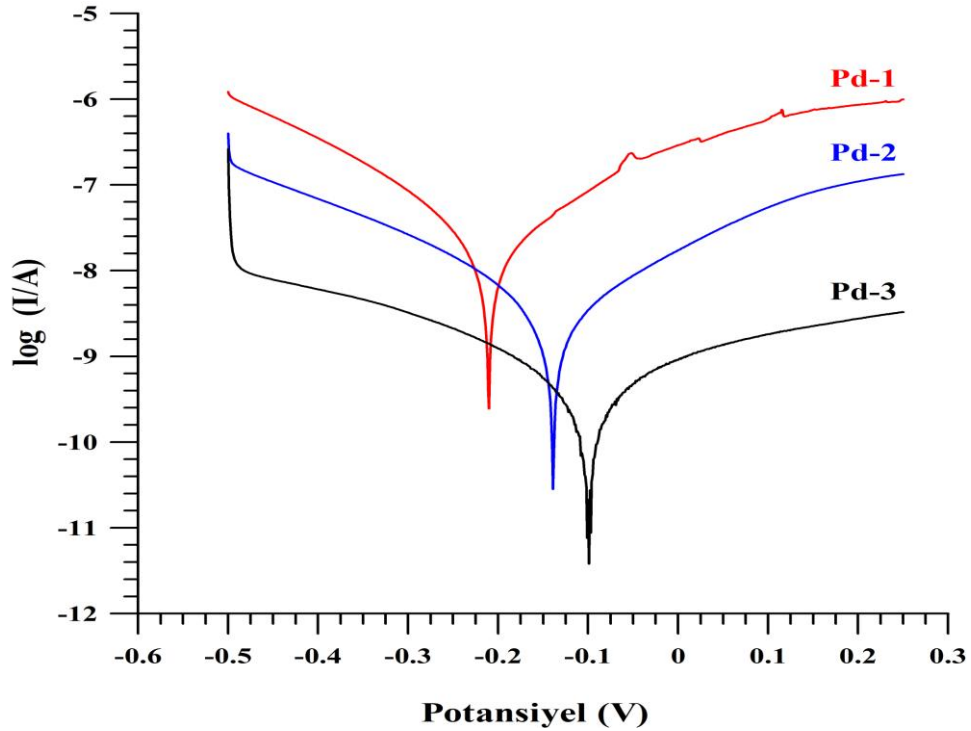
4.3. Korozyon Analizleri

Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numuneleri için korozyon deneyleri kütlece % 0.09'luk NaCl çözeltisi içinde gerçekleştirildi. Çözeltinin % 0.09'luk NaCl olması literatür ile uyumludur (Cai ve ark., 1999; Reclaru ve ark., 2002; Sun ve ark., 2009; Milosev, 2012). Açık devre potansiyeli iyonik bir çözeltide anodik ve katodik reaksiyonların bir denge potansiyelidir. Bu iyonik çözelti korozif özellik taşıyorsa ölçülen bu açık devre potansiyeli serbest korozyon potansiyeli olarak adlandırılabilir.

Numuneler korozyon deneylerine tabii tutulmadan önce stabil bir potansiyel değeri (açık devre potansiyeli) elde etmek için 7200s boyunca NaCl çözeltisi içerisinde bekletildi. Serbest korozyon potansiyelleri (E_{kor}) ölçüldü. Daha sonrasında ise, potansiyodinamik polarizasyon testi uygulandı.

4.3.1. Potansiyodinamik Polarizasyon Testleri

Polarizasyon testleri kütlece % 0.09'luk NaCl çözeltisinde gerçekleştirildi. Tarama hızı 1 mVs^{-1} ve taranacak potansiyel aralığı -500'den +250 mV SCE olarak belirlendi. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının korozyon potansiyelleri, korozyon akımları ve polarizasyon direnci Tafel ekstrapolarizasyon yöntemiyle belirlendi.



Şekil 4.55. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına ait tafel eğrileri

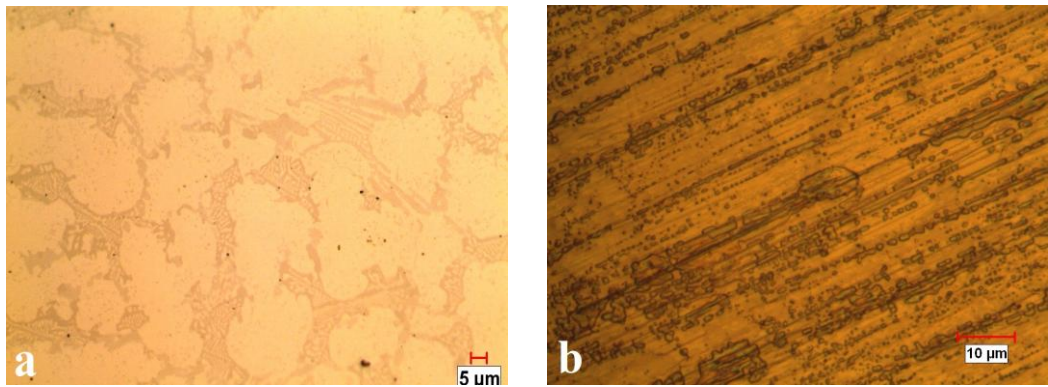
Şekil 4.55.'te Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına ait potansiyodinamik polarizasyon (tafel) eğrileri görülmektedir. Çizelge 4.18.'de ise bu eğrilere ait korozyon potansiyeli (denge potansiyeli), lineer polarizasyon dirençleri ve korozyon akımı değerleri görülmektedir. Artan Pd oranlarıyla korozyon potansiyelinin -0.21 V değerinden -0.099 V değerine kadar çıktığı gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.18. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarının Tafel Ekspolarasyon Yöntemiyle elde edilmiş korozyon verileri

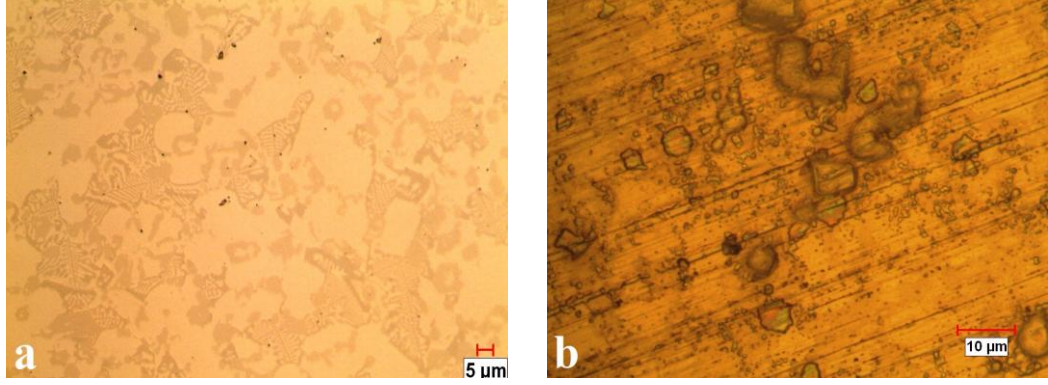
Numune Kodu	Denge Potansiyeli (V)	Lineer Polarizasyon Direnci(MΩ)	Korozyon Akımı(A)
Pd-1	-0.21	1.587	1.907×10^{-8}
Pd-2	-0.139	10.692	3.337×10^{-9}
Pd-3	-0.099	99.831	4.180×10^{-10}

Aynı zamanda polarizasyon direncinin arttığı gözlemlenmiştir. Bunun sebebi daha soy bir metal olan Pd'un alaşımdaki oranının artmasıyla anodik ve katodik reaksiyonun denge potansiyeli olan korozyon potansiyelini daha soy olan tarafa doğru yaklaştırmasıdır. Bir başka ifadeyle daha geç polarize olmasını sağlamasıdır. Bunun paralelinde de korozyon akımı değerinin de artan Pd oranlarıyla birlikte azaldığı gözlemlenmiştir. Eğrinin metal çözünmesini temsil eden anodik tarafı incelendiğinde, Pd-3 alaşımı için anodik akım yoğunluğu daha düşükken, Pd-1 alaşımı için daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun anlamı aynı potansiyel aralığında Pd-3 alaşımındaki metal çözünmesi daha düşüktür. Bu bilgiler ışığında en iyi korozyon direncini Pd-3 alaşımının gösterdiği söylenebilir. Artan Pd oranlarının korozyon direncini iyileştirdiği görülmektedir.

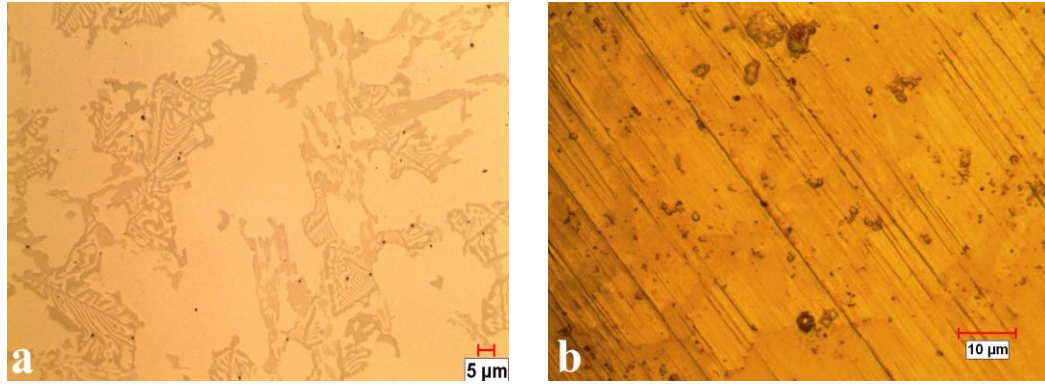
Şekil 4.56.'da Pd-1, Şekil 4.57.'de Pd-2 ve Şekil 4.58.'de Pd-3 numunelerinin korozyon deneyleri öncesi ve sonrasında alınan optik mikroskop görüntüleri yer almaktadır. Görüntülerden de anlaşılacağı üzere Pd katkı oranı arttıkça numunenin korozyon direnci arttığından numune üzerinde oluşan korozyon ürünlerinde azalmalar olduğu görülmektedir.



Şekil 4.56. Pd-1 alaşımının a) Korozyon öncesi b) Korozyon sonrası yüzey görüntüsü



Şekil 4.57. Pd-2 alaşımasının a) Korozyon öncesi b) Korozyon sonrası yüzey görüntüsü



Şekil 4.58. Pd-3 alaşımasının a) Korozyon öncesi b) Korozyon sonrası yüzey görüntüsü

Matkoviç ve arkadaşları (2004), CoCr dental alaşımlarının mikroyapı ve diğer özelliklerine Mo ve Ni katkısının etkisini incelemiştir. Çalışmalarında, Sertlik sonuçları ve korozyon direncini, mikroyapı ve farklı katkı elemanlarının etkisiyle ilişkilendirmişlerdir. Yapay tükürük çözeltisinde alaşımların korozyon dirençlerini incelemişler, en iyi korozyon direncinin, tipik dendritik mikroyapılı numunelerin yüksek krom içeren numunelerden daha iyi olduğunu gözlemlemişlerdir.

Dobrzonski ve arkadaşları (2011), dişilikte kullanılan CoCrMo alaşımlarına farklı oranlarda Krom ve Kobalt katkısının, korozyon direnci ve sertlik üzerine etkisini araştırmışlardır. Çalışmalarında, CoCrMo alaşımları içindeki Co içeriğinin sertlik üzerinde etkili mümkün olan tek parametre olduğu sonucuna varılmıştır. Co içeriğinin en yüksek olduğu alaşımlar için sertliğin en yüksek değerde olduğunu bulmuşlardır. Alaşımlarının tümünde yapı içerisinde dentritik kristaller tanımlanmıştır. Korozyon direnci üzerindeki etki içerisinde en önemli faktör krom içeriğidir. En yüksek Cr içeren alaşımın yüksek aktif potansiyel gösterdiği ifade edilmiştir.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu tez kapsamında, CoCrMoPd (% 1.68, % 2.70 ve % 4.33 Pd) bileşimine sahip dental alaşımlar hassas döküm yöntemi ile üretildi. Alaşımların kristalit yapı, mikroyapı, mekanik ve korozyon analizleri sonucunda aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

1. Hassas döküm yöntemi ile üretilen alaşımların XRD analizlerinden CoCrMo ana alaşımına ait piklerin tamamında γ -CoCr ve ε -CoCr ana yapısı gözlemlendi. Bu fazlardan γ fazının baskın olduğu belirlenmiştir. Pd katkısının artması ile birlikte (Pd-1, Pd-2 ve Pd-3) alaşımlarda $\gamma(111)$ düzleminin şiddetinde ($2\theta \approx 47^\circ$) azalma gözlenirken $\gamma(200)$ düzleminin şiddetinde ($2\theta \approx 53^\circ$) artma gözlenmiştir.
2. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına Vickers çentici ile yapılan mikrosertlik deneylerinden ÇBE davranışı gözlenmiştir. Bu davranış Meyer, PSR, MPSR, Hays-Kendall ve Nix-Gao Model'leri ile analiz edilmiştir. ÇBE davranışını analiz etmede ve yükten bağımsız sertlik değerini elde etme noktasında Hays-Kendall Modeli diğer modellerden daha başarılı olmuştur. Bu nedenle Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin Vickers çentici için yükten bağımsız sertlik değerini elde etmede en uygun model Hays-Kendall Modeli'dir. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin sırası ile statik sertlik değerleri 5.105 GPa, 4.990 GPa ve 4.477 GPa'dır.
3. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına Knoop çentici kullanılarak elde edilen davranış Vickers çentici ile elde edilen ÇBE davranışına benzer bir davranış sergilemektedir. Knoop çentici ile elde edilen sonuçlar aynı şekilde Meyer, PSR, MPSR, Hays-Kendall ve Nix-Gao modelleri ile analiz edilmiştir. PSR Modeli'nde elde edilen sertlik değerleri yükten bağımsız sertlik değerlerine oldukça uzak değerlerdir. Bu nedenle bu modelin kullanılması uygun değildir. MPSR Modeli'nde ise Pd-2 kodlu numunede mekaniksel işlemlerin sebep olduğu artık yüzey zorları olan a_0 negatif bir değere sahiptir. a_0 negatif bir değer alamayacağından dolayı bu modelde uygun değildir. Knoop çentici ile elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri ile Hays-Kendall Modeli'nden elde edilen sertlik değerleri birbirlerine oldukça yakın değerlerdir. Knoop çentici için yükten bağımsız statik sertlik değeri hesabı için en uygun model Hays-Kendall

Modeli'dir. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin statik sertlik deęerleri sırası ile 5.090 GPa, 4.825 GPa, 4.575 GPa'dır.

4. Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 alaşımlarına Berkovich çentici ile yapılan dinamik nanosertlik deneylerinde statik sertlik deneylerinin aksine, ters ÇBE davranışı gözlenmiştir. Bu davranış Meyer, PSR, MPSR ve Hays-Kendall modelleri ile analiz edilmiştir. Ancak bu modeller ile plato deęerine yakın deęerler elde edilemedięi için ters çentik boyutu etkisini açıklamada yetersiz kalmışlardır.
5. Dinamik nanosertlik deneylerinde Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin dinamik sertlik deęerleri sırası ile 6.83 GPa, 6.20 GPa ve 5.67 GPa'dır.
6. Dinamik nanosertlik deęerleri ile statik mikrosertlik deęerleri farklılık göstermektedir. Bunun nedeni maksimum yükte hesaplanan sertlik deęeri, çentik boyutunun direkt ölçülmesi (geleneksel metot) ile hesaplanan sertlik deęerinden farklı olabilir. Bu durum, yük altında bazı malzemelerin, kontak alanının belirli oranda plastik olarak deforme olmamasından kaynaklanmaktadır. Bunun sonucunda, geleneksel metot kullanılarak ölçülen kontak alanı (çentik atıldıktan sonra geriye kalan izin optik yolla ölçülmesi), maksimum yükte belirlenen kontak alanından daha küçük olabilmektedir. Bir dięer neden ise çentici ucun geometrisinden kaynaklanabilir. Statik sertlik deneylerinde Vickers ve Knoop çentici uçları kullanılırken, dinamik sertlik deneylerinde Berkovich çentici ucu kullanılmıştır.
7. Üretilen numunelerden Pd-1 numunesinin kristalit boyutu 20.95 nm, Pd-2 numunesinin kristalit boyutu 21.93 nm ve Pd-3 numunesinin kristalit boyutu 25.16 nm şeklindedir. Pd katkı miktarı arttıkça kristalit boyutu artmaktadır. Kristalit boyutunun artması ile kristalit sınırları yoğunluğu azalacaktır. Dolayısıyla dislokasyon hareketleri artacağından numune içerisine çentici ucun girmesi kolaylaşarak numunenin sertlięi azalmıştır. Bu durum hem statik hem de dinamik sertlik analizlerinde elde edilmiştir.
8. Dislokasyon yoğunluğu Pd katkı miktarıyla ters orantılı olarak deęişmektedir. Sertlik ile karşılaştırıldığında ise bir paralellik söz konusudur. Bir başka deyişle, sert olan bir malzemenin dislokasyon yoğunluğu fazla, daha düşük sertlikte olan bir malzemenin ise dislokasyon yoğunluğu daha düşük olur.

9. Paladyum katkısının artması ile alařımın elastik modül deęerleri azalmaktadır. Dinamik nanosertlik deneylerinden Pd-1, Pd-2 ve Pd-3 numunelerinin elastik modül deęerleri sırası ile 260.6 GPa, 252.2 GPa ve 232.4 GPa olarak elde edilmiřtir.
10. Alařımların korozyon deneyleri % 0.09'luk NaCl çözeltilisinde yapılmıřtır. Paladyum katkısının artması ile korozyon denge potansiyeli ve korozyon akımı azalmaktadır. Sonuç olarak Pd katkısının artması ile alařımların korozyon direnci artmıřtır.

Bu tez çalıřmasında, hassas döküm yöntemi ile CoCrMo alařımlarına katkılanan paladyumun hem statik sertlik deęerlerini hem de dinamik sertlik deęerlerini azalttıđını gördük. Vücut içerisinde kullanılabilen bu alařımların korozyon direncini artırdıđını korozyon deneyleri sonucunda elde ettik. Üç farklı oranda yapılan katkının üzerine ađırlıkça % 20'ye kadar katkı miktarının artırılarak elde edilen mekanik ve korozyon özellikleri incelenebilir.

Alařımlar döküm sonrasında kontrollü olarak sođutulmuřtur. Sođuma sonrasında ısıtıl iřleme tabii tutularak mekanik ve korozyon özellikleri incelenerek ısıtıl iřlemin etkisi irdelenebilir.

Oldukça güzel sonuçlar elde edilen bu alařımlar ile ilgili olarak farklı çalıřmaların yapılabileceđi tez sonuçlarıyla ortaya çıkmaktadır.

KAYNAKLAR

- Abrikosov, A.A., 1988. Fundamentals of The Theory of Metals. **Elsevier Sciences Publishing Company**, Inc., New York.
- 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.
- Anisotropy İn Pore Structure, *Acta Materialia*, 48, 3895 – 3904.
- Anlar, T.T., 2009. Hassas Dökümde Kullanılan Mum Kalıbında Besleme Yolluklarının Yerinin Optimizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, **Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**, Gebze.
- Armstrong, R. W., ve Robinson, W. H., 1974. Combined elastic and plastic deformation behaviour from a continuous indentation hardness test. **New Zeland Journal of Science**, 17, 429-433.
- Armstrong, R. W., Jr. Ferranti Louis., ve Thadhani Naresh N., 2006. Elastic/plastic/cracking indentation behavior of hard materials. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, 24 (1-2), 11–16.
- 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.
- 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.
- Atkinson, M., 1995. Further analysis of the size effect in indentation hardness tests of some metals, **J. Mater. Res.**, 10, 2908–2915.
- Ayhan, H., 2002. Biyomalzemeler, Hacettepe Üniversitesi, **Bilim Teknik Dergisi**, Tem., 2-11.
- Baker, S. P., ve Burnham, N. 2000. Measuring Mechanical Properties in the Nanometer Range. **In Materials Research Society- Tutorial**, Boston.
- Banerjee, R. K. ve Feltham, P., 1974. Deformation and fracture of germanium single crystals, **J. Mater. Sci.**, 9 (9), 1478-1482.
- Baran G.R., 1985. Selection Criteria For Base Metal Alloys For Use With Porcelains, **Dent Clin North America**, 29(4): 779- 787.
- Baran G.R., 2002. Cast And Wrought Base Metal Alloys, In: Restorative Dental Materials, Craig RG, Powers JM, Eds. 11th Ed. St.Louis: Mosby, 2002b: p. 163- 180.

- Barkay O., 1995. Hassas Döküm Tekniği ve Kullanılan Refrakter Malzemeler, Seminer Notları, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Basu, B., Manisha, Mukhopadhyay, N.K., 2009. Understanding the mechanical properties of hot pressed Ba-doped S-Phase SiAlON ceramics **J. Eur. Ceram. Soc.**, 29, pp. 801–811.
- Bayrak, Ö., 2007. Plazma İle Nitrülenmiş CoCrMo İmplant Malzemenin Yapısal ve Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi, Y.Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Erzurum.
- Berkem, A.R., 1984. Elektrokimya, İstanbul Üniversitesi Yayınları, İstanbul, Türkiye.
- Berzina, I.G., ve Savintsev P.A., 1965. Mutual solution of components during contact melting. **Russian Physics Journal**, 8 (1), 55-57.
- Bettini, E., Leygraf, C., Pan, C., 2013. Nature Of Current Increase For a CoCrMo Alloy: “Transpassive” Dissolution Vs. Water Oxidation, **Int. J. Electrochem. Sci.**, 8, 11791-11804.
- Brett, C., M. A., Brett, A.M.O., 1993. Electrochemistry Principles, Methods, and Applications, **Oxford University Press**, New York, USA.
- Boyarskaya, Y.S., Grabko, D.Z., Purich, E.I., 1979. Anomalies in the Knoop microhardness anisotropy of crystals (Letter), **Journal of Materials Science**, Volume 14, Issue 3, Pages 737-741.
- Bull, S J; Page, T F; Yoffe, E H.1989. An Explanation of the Indentation Size Effect in **Ceramics. Philos. Mag. Lett.**, 59 (6), 281-288.
- Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., Shorshorov, M. Kh., Ternovskii, A. P., Shnyrev, G. D., 1975. Determination of Young’s modulus from the indenter penetration diagram **Zavod. Lab**, 41 (9), 1137-1140.
- Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., Shorshorov, M. Kh., Ternovskii, A. P., 1976. Mechanical properties of material studied from kinetic diagrams of load versus depth of impression during microimpression. **J. Prob. Prochn**, 9, 79-83.
- Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., 1987. Method of Kinetic Hardness and Microhardness Testing by Indentor Indentation. **Zavod Lab**, 53 (11), 76-80.
- Bückle, H. 1973. The Science of Hardness Testing and Its Research Applications, Westbrook, J. H., ve Conrad, H. Edited. **Metals Park**, OH, ASME, 456-491.
- Cai, Z., Vermilyea, S.G., Brantley, W.A., 1999. In Vitro Corrosion Resistance of High-Palladium Dental Casting Alloys, **Dental Materials**, 15, 202-210.
- Chakraborty, R., Dey, A., Mukhopadhyay, A.K., Joshi, K.D., Rav, A., Mandal, A.K., Bysakh, S., Biswas, S.K., Gupta, S.C., 2012. Indentation Size Effect of Alumina Ceramic Shocked at 12 GPa, **Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, 33, 22-32.

- Chen, Y., Li, Y., Kurosu, S., Yamanaka, K., Tang, N., Koizumi, Y., Chiba, A., 2014. Effect of Sigma Phase And Carbide on The Wear Behavior of CoCrMo Alloys In Hanks Solution, **Wear**, Volume 310, Issues 1–2, 2014, Pages 51–62.
- 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.
- Cripps-Fischer, A. C. 2001. Study of analysis methods of depth-sensing indentation test data for spherical indenters. **Journal of Materials Research**, 16 (6), 1579-1584.
- Çakır, A., 1995. İnsan Vücudunda Kullanılan Metalik İmplantların Dünü ve Bugünü, **8th International Metallurgy And Materials Congress**.
- Çavuşoğlu E.N., 1992. Döküm Teknolojisi I, Hassas Döküm Yöntemi, İTÜ Kimya-Metalürji Fakültesi Ofset Atölyesi, İstanbul.
- Çiğdem M., 1996. İmal Usulleri, Çağlayan Kitabevi, İstanbul.
- Dahlke, G.M., Dąbrowski, J.R., Dąbrowski, B., 2008. Modification of Mechanical Properties of Sintered İmplant Materials on The Base of Co–Cr–Mo Alloy, **Journal of Materials Processing Technology**, Volume 204, Issues 1–3, Pages 199–205.
- Demirkol, İ., 2010. Zirkonyum Seramiklerinin Üretilmesi ve Mekanik Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi. Mustafa Kemal Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Fizik Anabilim Dalı. Hatay.
- Demiryürek, N., 2014. Nikel Katkılı Biyomedikal CoCrMo Alaşımlarının Fiziksel özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi. Mustafa Kemal Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Fizik Anabilim Dalı. Hatay.
- Dobrzanski, L. A., Reimann, L., 2011. Influence of Cr And Co on Hardness And Corrosion Resistance CoCrMo Alloys Used on Dentures, **Journal of Achievements In Materials And Manufacturing Engineering**, 49/2, 193-199.
- Doerner, M. F., ve Nix, W. D., 1986. A method for interpreting the data depthsensing indentation instruments. **Journal of Materials Research**, 1 (4), 601-609.
- Doğruer, M., Terzioğlu, C., Yıldırım, G., Görür, O., 2014. Significant Change in Mechanical Properties of YBa₂Cu₃O_{7-x} Bulk Superconductors Diffused with Sn Nanoparticles, **J Supercond Nov Magn**, 27, 755-761.
- Donley T.G., Gillette W.B., 1991. Titanium Endosseous İmplant-Soft Tissue İnterface: A Literature Review, **J Periodontol**, 62(2): 153- 160.

- Doruk, M., 1982. Korozyon ve Önlenmesi, Ankara: ODTÜ Mühendislik Fak., Yayın No:70.
- Er, Ö., 2012. Bor Katkılı 316L Paslanmaz Çeliklerin Korozyon Davranışlarının Elektrokimyasal Yöntemle İncelenmesi, Marmara Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Yüksek Lisans Tezi, 5-6, İstanbul.
- Er, Y., 2008. Nikel - Krom - Molibden Alaşımından, Üç Boyutlu Gözenekli Bir İmplant Üretimi ve İn-Vivo Şartlarda Biyouyumunun Araştırılması, Fırat Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, , Elazığ, Doktora Tezi.
- Erbil, M., 1984. “Korozyon İnhibitörleri ve İnhibitör Etkinliklerinin Saptanması”, Segem, Ankara, 148s.
- Erbil, M., 1985. Korozyon-I, Segem, Ankara, 270s.
- Ercan, P., 2000. Production And Morphological Investigation of A Polyethylene Based Composite İmplant, **Msthesıs**, Boğaziçi Üniversitesi.
- Ersoy A.E., 2002. Protetik Restoratif Alaşımlar, **TDB Derg.**, 71: 86-90.
- Feltham, P., ve Banerjee, R. K., 1992. Theory and application microindentation in studies of glide and cracking single crystals of elemental and compound semiconductors. **Mater. Sci.**, 27 (6), 1626-1632.
- Field, J. S., ve Svain, M. V. 1993. A Simple Predictive Model for Spherical Indentation. **Journal of Materials Research**, 8 (2), 297-306.
- Franco, A. R., Pintaúde G., Sinatora, A., Pinedo, C. E., Tschiptschin, A. P., 2004. The use of a Vickers indenter in depth sensing indentation for measuring elastic modulus and vickers hardness. **Materials Research**, 7 (3), 483–491.
- Friend, W.Z., 1980. Corrosion of nickel and nickel-base alloys, Yayıncı; Wiley, Michigan Üniversitesi.
- Gao, H., ve Huang, Y., 2003. Geometrically necessary dislocation and size-dependent plasticity. **Scripta Materialia**, 48, 113–118.
- Gane, N., ve Bowden, F. P. 1968. Microdeformation of Solids. **Journal of Applied Physics**, 39, 1432-1435.
- 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.
- Gong, J., Miao, H., Zhao, Z., Guan, Z.,. 2001. Load-dependence of the measured hardness of Ti(C,N)-based cermets. **Materials Sci. Eng A.**, 303,179-186.

- Graça, S., Colaço, R., Carvalho, P.A., Vilar, R., 2008. Determination of dislocation density from hardness measurement in metals, **Materials Letters**, 62, 3812-3814.
- Guille, J., Sieskind, M., Microindentation studies on BaFCl single crystals, 1991. **Journal of Materials Science**, Volume 26, Issue 4, pp 899-903.
- Güder, H.S., Şahin, E., Şahin, O., Göçmez, H., Duran, C., Çetinkara, H.A., 2011. Vickers And Knoop İndentation Microhardness Study of β -Sialon Ceramic, **Acta Physica Polonica A**, 120, 1026-1032.
- Gülen, Y., Şahin, B., Bayansal, F. ve Çetinkara, H.A., 2014. Solution-phase synthesis of un-doped and Pb doped CdO films, **Superlattices and Microstructures**, 68, 48-55.
- Gür A. K., 2003. Şekil Hafıza Özelliğine Sahip Ni-Ti Alaşımının Biyouyumluluğu, Fırat Üniv. **Fen Bil. Enst.**, Yüksek Lisans Semineri, Elazığ.
- Gürlek, Z. K., 2009. “Asidik ve Bazik Akımsız Nikel Kaplamaların Korozyon Davranışlarının İncelenmesi”. Yüksek Lisans Tezi. Gazi Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Metal Eğitimi Anabilim Dalı. Ankara.
- Gürü, M., Yalçın, H., 2004. Malzeme Bilgisi, Palme Yayıncılık, Ankara, 173-190.
- Güven, Ş.Y., Delikanlı, K., 2006. Metalik Biyomalzemelerde Son Gelişmeler, **Timak-Tasarım İmalat Analiz Kongresi**, Balıkesir.
- 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, 1968 pages 73-88.
- Hays, C., ve Kendall, E. G. 1973. An Analysis of Knoop Microhardness. **Metallography**, 6 (4) 275–282.
- Henriques, B., Soares, D., Silva, F., 2012. Microstructure, Hardness, Corrosion Resistance And Porcelain Shear Bond Strength Comparison Between Cast and Hot Pressed CoCrMo Alloy For Metal–Ceramic Dental Restorations, **J. Mech. Behav. Biomed. Mater.**, Vol. 12, P.83-92.
- Hin, T.S., 2004. Engineering Metarials For Biomedical Applications, Cilt 1, 1-3.
- Hiromoto, S., Onodera E., Chiba A., Asami K., Hanawa T., 2005. Microstructure And Corrosion Behaviour İn Biological Environments of The Newforged Low-Ni Co–Cr–Mo Alloys, **Biomaterials**, 26, 4912–4923.
- Horasawa, N., Marek, M., 2003, The Effect of Recasting on Corrosion of A Silver-Palladium Alloy, **Dental Materials**, 20,352-357.
- Horstemeyer, M. F., Bakes, M. I., ve Plimpton, S. J., 2001. Length scale and time scale effects on the plastic flow of fcc metals. **Acta Materialia**, 49, 4363–4374.

- Hruska A.R.,1987. Intraoral Welding of Pure Titanium, **Quintessence Int.**, 18(10), 683-688.
- Hsu, H.C., Lian, S.S., 2003. Wear Properties of Co–Cr–Mo–N Plasma-Melted Surgical, **Journal of Materials Processing Technology**, 138, 231-235.
- Jain, A., Razdan, A.K., Kotru, P.N., Wanklyn, B.M., 1994. Load and directional effects on microhardness and estimation of toughness and brittleness for flux-grown LaBO₃ crystals, **Journal of Materials Science**, Volume 29, Issue 14, Pages 3847-3856.
- Kahraman, S., Bayansal, F., Çakmak, H.M., Çetinkara, H.A. ve Güder, H.S., 2012. Synthesis and characterization of undoped and tin-doped ZnO nanostructures, **Applied Physics A**, 109, 87-93.
- Kandil, E., Labib, A.H., Alhadainy, H.A., 2014. Effect of Different Irrigant Solutions on Microhardness And Smear Layer Removal of Root Canal Dentin, **Tanta Dental Journal**, Volume 11, Issue 1, Pages 1-11.
- Karaca, I., Uzun, O., Kölemen, U., Yılmaz, F., Şahin, O., 2009. Effects of ZnO addition on mechanical properties of Bi_{1.84}Pb_{0.34}Sr_{1.91}Ca_{2.03}Cu_{3.06}O₁₀ prepared by a wet technique, **Journal of Alloys and Compounds**, Volume 476, Issues 1–2, Pages 486–491.
- 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.
- Katzer, A., Hockertz, S., Buchhorn, G.H., Loehr, J.F., 2003. In Vitro Toxicity and Mutagenicity of CoCrMo and Ti6Al Wear Particles. **Toxicology**, 28;190 (3):145-54.
- Keleş, H., 2008. “Yumuşak Çeliğin Asidik Ortamdaki Korozyonuna Bazı Organik Maddelerin İnhibitör Etkilerinin İncelenmesi”. Doktora Tezi. Çukurova Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Kimya Anabilim Dalı. Adana
- Knoop, F., Peters, C.G., Emerson, W.B., 1939. Sensitive pyramidal-diamond tool for indentation measurement; U.S. National Bureau of Standarts, Research Paper No RP1220; **The Bureau’s Journal of Research**, 39-61.
- Kocijan, A., Milosev, I., Pihlar, B., 2004. Cobalt-Based Alloys For Orthopedic Applications Studied By Electrochemical And XPS Analysis. Kluwer Academic Publishers. **Journal of Materials Science: Materials In Medicine**, (15) 643-650.
- Kohn, D.H., 1998. Metals In Medical Applications, **Current Opinion in Solid State and Materials Science**,3,3,309 – 316.
- Konuş, M.T., 2005. Alüminyum – Bakır-Silisyum Alaşımlarının Sulu Ortamlardaki Korozyonuna Lantanitlerin Etkisi Ankara Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Kimya Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Ankara.

- Korkusuz, F., Şenköylü, A., 2003. Sert Doku-Biyomateryal Etkileşimleri-1; Genel Kavramlar ve Kemik Metal Etkileşimleri Review, 14, 51-57.
- Kölemen, U., 2006. Analysis of ISE in microhardness measurements of bulk MgB₂ superconductors using different models, **Journal of Alloys and Compounds**, 425, (1-2), 429-435.
- Kölemen, U., Uzun, O., Yılmazlar M., Güçlü, N., Yanmaz, E., 2006. Hardness and microstructural analysis of Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{2-x}Sm_xCu₃O_y polycrystalline superconductors, **Journal of Alloys and Compounds**, Volume 415, Issues 1-2, Pages 300-306.
- Kurosu, S., Nomura, N., And Chiba, A., 2006. Effect of Sigma Phase in Co-29Cr-6Mo Alloy on Corrosion Behavior İn Saline Solution, **Materials Transactions**, Vol. 47, No. 8, Pp. 1961-1964.
- Kurz, A.W.E., Hodgson, S., Virtanen, V., 2002. Corrosion Characterisation of Passive Films on CoCrMo With Electrochemical Techniques in Saline and Simulated Biological Solutions S. Fervel & S. Mischler Vol 3, 26-27.
- Kuzucu, V., Ceylan M., Çelik , H., Aksoy, I., 1997. Microstructure Ant Phase of Stellite 6 Plus Wt. % Mo Alloy, **Journal of Materials Processing Technology** , 69 (1-3), 257-263.
- Küstü, C., 2008. Asitli Ortamdaki Korozyona Karşı Schiff Bazı Temelli Bazı Yeni İnhibitörlerin Geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, Türkiye, 4-5, 21-34.
- Langer, R., Cima, L.G., Tamada, J.A., Wintermantel, E., 1990. Future Directions in Biomaterials, **Biomaterials**, 11, S.738-745.
- Lawn, B. R., ve Howes, V. R. 1981. Elastic recovery at hardness indentations. **Journal of Materials Science**, 16 (10), 2745-2752.
- Lee, S.H., Nomura, N., And Chiba, A., 2007. Effect of Fe Addition on Microstructures And Mechanical Properties of Ni- And C-Free Co-Cr-Mo Alloys, **Materials Transactions**, Vol. 48, No. 8 Pp. 2207-2211.
- Lee, S.H., Namura, N., Chiba, A., 2008. Significant Improvement İn Mechanical Properties of Biomedical Co-Cr-Mo Alloys With Combination Of N Addition And Cr-Enrichment, **Materials Transactions**, Vol. 49, No. 2, Pp. 260-264.
- Li, B.Y., Rong, L.J., Li, Y.Y., Gjunter, V.E., (2000). Synthesis of porous Ni-Ti shape-memory alloys by self-propagating high-temperature synthesis: reaction mechanism and anisotropy in pore structure, **Acta Materialia**, 48 (15), 3895-3904.
- Li, H., Bradt, R. C., 1991. Knoop microhardness anisotropy of single-crystal LaB₆. **Materials Science and Engineering**, A142, 51-61.

- 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., Bradt, R. C. 1996. The effect of indentation-induced cracking on the apparent microhardness. **Journal of Materials Science**, 31 (4), 1065-1070.
- Li. H., Han, Y. H., ve Bradt, R. C. 1994. Knoop microhardness of single crystal sulphur. **Journal of Materials Science**, 29, 5641-5645.
- Liu, Y., Ngan, A. H. W., 2001. Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation. **Scripta Materialia**, 44, 237–241.
- Lu, C., Liu, M., Tieu A.K., 2014. Crystal Plasticity finite Element Method Modelling of Indentation Size Effect, **International Journal of Solids And Structures**, In Press.
- Ma, Q., ve Clarke, D. R. 1995. Size dependent hardness of silver single crystals. **Journal of Materials Research**, 10 (4), 853-863.
- Manimaran, M., Kalkura, S. N., Ramasamy, P., 1995. Crystallization of ZnSnAs₂ by physical vapour transport, **Journal of Materials Science Letters**, Volume 14, Issue 19, pp 1366-1368.
- 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.
- Matkovic T., Matkovic P., Malina J., 2004. Effects of Ni And Mo on The Microstructure and Some Other Properties of Co–Cr Dental Alloys, **Journal of Alloys and Compounds**, 366, 293–297.
- Metikoš-Huković, M., Babić, R., 2007. Passivation and Corrosion Behaviours of Cobalt and Cobalt–Chromium–Molybdenum Alloy, **Corrosion Science**, Vol. 49, No. 9, Pp. 3570–3579.
- Michels, B.D., Frischat, G.H., 1982. Microhardness of chalcogenide glasses of the system Se-Ge-As, **Journal of Materials Science**, Volume 17, Issue 2, Pages 329-334.
- Milosev, I., Strehblow, H.H., 2003. The Composition of The Surface Passive Film Formed on CoCrMo Alloy In Simulated Physiological Solution, **Electrochimica Acta**, 48, 2767-2774.
- Milosev, I., 2012. The effect of biomolecules on the behaviour of CoCrMo alloy in various simulated physiological solutions, **Electrochimica Acta**, 78 , 259-273.
- Montero-Ocampo, C., Lopez, H., Talavera, M., 1999. Effect of Alloy Preheating on The Mechanical Properties of As-Cast Co-Cr-Mo-C Alloys, **Metallurgical and Materials Transactions A**, Vol. 30, No. 3, Pp. 611-620,.

- Mori, M., Yamanaka, K., Sato, S., Wagatsuma, K., Chiba, A., 2012. Microstructure And Mechanical Properties of Biomedical Co-29Cr-6Mo-0.14N Alloys Processed By Hot Rolling, **Metallurgical and Materials Transactions A**, Vol. 43, No. 9, Pp. 3108-3119.
- Mott, B. 1956. Micro-indentation Hardness Testing, Butterworths, London.
- Naylor W.P., 1992, Introduction To Metal Ceramic Technology, Illinois: Quintessence Publishing Co.
- 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.
- 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.
- Otiti, T., Cao, Y., Allameh, S. M., Zong, Z., Akogwu, O., and Soboyejo, W. O., 2005. Nanoindentation Measurements of The Mechanical Properties Of Ni Thin Films: Effects of Film Microstructure And Substrate Modulus, **Journal Of Engineering Materials and Technology**, Materials and Manufacturing Processes Volume 22, Issue 2.
- Pal, T., Kar, T. 2003. Vickers microhardness studies of L-arginine halide mixed crystals. **Materials Science and Engineering A**, 354 (1-2), 331-336.
- Panigrahi P., Liao Y., Mathew MT., Fischer A., Wimmer MA., Jacobs JJ., Marks LD.J., 2013. Intergranular Pitting Corrosion Of CoCrMo Biomedical Implant Alloy, **Biomed Mater Res B Appl Biomater.**, 102 (4): 850-9.
- Park, J.B., Lakes, R.S., 1992. Biomaterials An Introduction, Second Edition, Plenum Press, USA.
- Park, J.B., Kim, Y.K., 2000. Metallic Biomaterials, **The Biomedical Engineering Handbook.**, CRC Press LLC.
- Pasinli, A., 2004. Biyomedikal Uygulamalarda Kullanılan Biyomalzemeler, **Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi**, ISSN:1304-4141(4) 25-34 Bornova/İZMİR.
- Peng, Z., Gong, J., Miao, H., 2004. On The Description of Indentation Size Effect in Hardness Testing for Ceramics: Analysis of The Nanoindentation Data, **Journal of The European Ceramics Society**, 24(8); 2193-2201.
- Perez, N., 2004. Electrochemistry and Corrosion Science, **Kluwer Academic Publishers**, Boston, USA.
- Reclaru, L., Lerf, R., Eschler, P.Y., Blatter, A., Meyer, J.M., 2002. Pitting, Crevice and Galvanic Corrosion of REX Stainless-Steel/CoCr Orthopedic Implant Material, **Biomaterials**, 23, 3479-3485.

- Reclaru, L., Lüthy, H., Eschler, P. Y., Blatter, A., Susz, C., 2005. Corrosion Behaviour of Cobalt-Chromium Dental Alloys Doped With Precious Metals, **Biomaterials**, Vol. 26, Pp. 4358-4365.
- Ren, X. J., Hooper, R. M., Griffiths, C., ve Henshall, J. L., 2002. Indentation-size effect in single-crystal MgO. **Philosophical Magazine A**, 82 (10), 2113-2120.
- Renjo, M.M., Curkovic, L., Stefancic, S., Coric, D., 2014. Indentation Size Effect of Y-TZP Dental Ceramics, **Dental Materials**, 30, 371-376.
- Rethinam J.F., Ramasamy, S., Arivouli, D., and Ramasamy, P., 1994. Microhardness studies on doped and undoped strontium tartrate tetrahydrate crystals, **J. Mater. Sci. Lett.**, 13, 263-265.
- Rosenstiel S.F., Land M.F., Fujimoto J., 2001. Contemporary Fixed Prosthodontics. Missouri: Mosby Inc.
- Saji, S.V., ve Choe H.C., 2009. Electrochemical Behavior of Co-Cr And Ni-Cr Dental Cast Alloys. **Trans. Nonferrous Met. Soc.**, China, 19, 785-790.
- San, O.N., 2012. Aerobik Bakterilerin Nikel Alaşımlarının Korozyonuna Etkisinin Araştırılması, Ankara Üniversitesi, **Biyoteknoloji Enstitüsü**, Temel Biyoteknoloji Anabilim Dalı, Doktora Tezi, Ankara.
- Sangwal, K., 1971. Ph.D. Thesis, Sardar Patel University, Vallabh Vidyanagar, India.
- Sangwal, K., Patel, A.R., 1974. Change in dislocation distribution and hardness of galena on air-annealing **Journal of Physics D: Applied Physics**, Volume 7, Issue 15, Article number 307, Pages 2031-2035.
- Sangwal, K., 1989. Microhardness of as-grown and annealed lead sulphide crystals. **J. Mater. Sci.**, 24 (3), 1128-1132.
- Sangwal, K., 2000. On The Reverse Indentation Size Effect and Microhardness Measurement of Solids, **Materials Chemistry And Physics**, 63, 145-152.
- 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.
- Sangwal, K., Surowska, B., 2003. Study of Indentation Size Effect and Microhardness of SrLaAlO₄ and SrLaGaO₄ Single Crystals. **Mat. Res. Innovat**, 7(9), 91–104.
- Sangwal, K., Surowska, B., P. B.aziak., 2003. Relationship between indentation size effect and material properties in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys. **Materials Chemistry and Physics**, 80, 428–437.
- Sargent, P. M., ve Page, T. F. 1978. The influence on the microhardness of ceramic materials. **Proc. Brit. Ceram. Soc.**, 26, 209-224.

- Sargent, P. M., 1986. Use of the indentation size effect on microhardness for metals characterization, P. J. Blau ve B. R. Lawn eds, **American Society for Testing and Materials Philadelphia**, PA, 160-174.
- Sarıtekin, N.K., Zalaoglu, 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.
- Sarsılmaz, F., 2000, Biyomalzemeler, Yüksek Lisans Semineri, Fırat Üniversitesi, Elazığ.
- Savaşkan, T., 1999. Malzeme Bilgisi Ve Muayenesi, Derya Kitabevi, Karadeniz Teknik Üniversitesi **Makina Mühendisliği Bölümü**.
- Schweitzer, P.A., 1996. Corrosion Engineering Handbook. Marcel Dekker Press. P. 736, Usa.
- Sebastian, S., Khadar, M.A., 2005. Microhardness indentation size effect studies in 60B2O 3-(40-x)PbO-xMCl₂ and 50B2O₃-(50-x) PbO-xMCl₂ (M = Pb, Cd) glasses, **Journal of Materials Science**, Volume 40, Issue 7, Pages 1655-1659.
- 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.
- Shorshorov, M. Kh., Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., 1982. Work of Plastic Deformation during Indenter Indentation, **Sov. Phys. Dokl**, 26 (8), 769-771.
- Short, N.R., Zhou, S., Dennis, J.K. 1996. Electrochemical studies on the corrosion of a range of zinc alloy coated steel in alkaline solutions. **Surface & Coatings Technology**, 79; 218-224.
- Shreir, L.L., Burnstein, G.T., 2000. Butterworth-Heinemann, S.A. Corrosion Volume I **Metal/Environment Reactions**, Jordan Hills, Oxford OX2 8DP, P. 1432.
- Silva, I.C., Sanchez, E.H., Castro, G.R., Cimenoglu, H., Sanchez, J.L.N., 2013. A study of indentation for mechanical characterization of the Fe₂B layer, **Surface & Coating Technology**, 232, 173-181.
- Sinan, D., 2010. Hassas Döküm İçin Seramik Kalıpların Hazırlanmasında Otomatik Sistemlerin İncelenmesi ve Geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enst., **Müh. ve Fen Bil. Enst.**, Makine Müh. Anabilim Dalı, Gebze.

- Smith, R., ve Sandland, G., 1922. An accurate method of determining the hardness of metals, with particular reference to those of a high degree of hardness, **Proc. Instn. Mech. Engrs.**, 1;623.
- 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.
- Sneddon, I. N., 1965. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq' problem for a punch of arbitrary profile. **International Journal of Science Engineering**, 3, 47-57.
- Somunkıran, İ., 2006, "Kobalt Esaslı Alaşımların Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi, Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması", Fırat Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Elazığ, Doktora Tezi
- Somunkıran, İ., Çelik, H., 2007. T/M Yöntemiyle Üretilmiş Co Esaslı CoCrMo Alaşımlarının Mikroyapı Ve Mekanik Özelliklerine Cr Oranının Etkisi, **Fen ve Müh. Bil. Dergisi**, 19(2), 235-241.
- Sönmez H., 2003. Döküm Teknolojisinde Gelişmeler, Yüksek Lisans Ders Notları, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Spinelli, J.E., Silva, B.L., Cheung, N., Garcia, A., 2014. The Use of A Directional Solidification Technique To Investigate The Interrelationship of Thermal Parameters, Microstructure And Microhardness of Bi-Ag Solder Alloys, **Materials Characterization**, Volume 96, 115-125.
- Stelmashenko, N.A., Walls, M.G., Brown, L.M., Milman, Yu.V., 1993. Microindentations on W and Mo Oriented Single Crystals: An STM Study, **Acta Metallurgica Et Materialia**, Volume 41, Issue 10, Pages 2855-2865.
- Strnad, G., Buka, I., 2014. Effect of Acid Erosion Followed by Remineralization Process on Microhardness of Dental Enamel, **Procedia Technology**, 12, 308-315.
- Sun, D., Wharton, J.A., Wood, R.J.K., 2009. Micro-Abrasion-Corrosion of Cast CoCrMo-Effects of Micron and Sub-Micron Sized Abrasives, **Wear**, 267, 52-60.
- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Düzgün, B., ve Uçar, N. 2005. Indentation Size Effect and Microhardness Study of β -Sn Single Crystals. **Chin. Phys. Lett.**, 22 (12), 3137-3140.
- Şahin, O., 2006. β -Sn Tek Kristallerinin Bazı Mekaniksel özellikleri ile kristal yönelimi arasındaki ilişki, Doktora Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Fizik Anabilim Dalı. Isparta.
- Şahin, O., ve Uçar, N., 2006. Creep behaviour of Fe-mn Binary Alloys, **Chin. Phys. Lett.**, Vol. 23, 11, 3037-3040.

- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Ve Uçar, N. 2006. Vickers Microhardness Studies of β -Sn Single Crystals. **Materials Characterization**, 28;194-204.
- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Uçar, N., 2008. Mechanical Characterization For β -Sn Single Crystals Using Nanoindentation Tests, **Materials Characterization**, Volume 59, Issue 4, 427–434.
- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Uçar, N., 2008. Vickers Microindentation Hardness Studies of β -Sn Single Crystals, **Materials Characterization**, Volume 58, Issue 2, Pages 197–204.
- Şahin, O., Tunçdemir, A.R., Çetinkara, H.A., Güder, H.S., ve Şahin, E., 2011. Production and Mechanical Behaviour of Biomedical CoCrMo Alloy, **Chinese Phys. Lett.**, 28, 126-201.
- Şahin, O., Özmetin, A.E., Ongun, E., Kuru, M., 2015. Mechanical Characterization of MgB_2 Thin Films Using Nanoindentation Technique, **Journal of Alloys and Compounds**, 619, 262-266.
- Tabor, D. 1951. The Hardness of Metals, London: Oxford University Pres; 1996, **Philosophical Magazine**. A 74, 1207.
- Tabor, D. 1961. Elastic Recovery of conical indentations. **Phys. Proc. Soc.**, 78 (2), 169-179.
- Talbot, D., Talbot, J., 1998. Corrosion Science and Technology, CRC Press LLC, USA.
- Tate, D. R., 1945. A comparison of microhardness indentation test. Transaction of American ceramic society. **Transactions Of American Society For Metals** 35, 374–375.
- Ternovskii, A. P., Alekhin, V. P., Shorshorov, M. Kh., Khrushchov, M. M., Skvortsov, V. N., 1973. Micromechanical Testing of Materials by Depression. **Zavod Lab**, 39, 1620-1624.
- Terzioğlu, C., Yıldırım, G., Doğruer, M., Karaboğa, F., 2014. Formation of Nucleation Centers for Vortices in Bi-2223 Superconducting Core by Dispersed Sn Nanoparticles, **Journal of Alloys and Compounds**, 584, 344-351.
- Tozar, A., 2012. Düşük Karbonlu Çeliğin Çevreci Zn/Polianilin İletken Polimer İle Kaplanması ve Kaplanan Çeliğin Korozyon Davranışının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi. Mustafa Kemal Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Fizik Anabilim Dalı, Hatay.
- Turkoz, M.B., Nezir, S., Öztürk, O., Asikuzun, E., Yıldırım, G., Terzioğlu, C., Varilci, A., 2013. Experimental and Theoretical Approaches on Mechanical Evaluation Of Y123 System by Lu Addition, **J Mater Sci: Mater Electron**, 24, 2414-2421.
- Uhlig, H.H., Revie, R.W., 2008. Corrosion and Corrosion Control, A John Wiley and Sons, Inc., Publication, USA.

- 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.
- Upit , G. P. ve Varchenya , S. A. *Scientific Instruments* (Matis , I. G. , ed.). Zinatne , Riga , 1986 , 12.
- Uzun, O., Başman, N., Alkan, C., Kölemen, U., Yılmaz, F., 2011. Investigation of Mechanical and Creep Properties of Polypyrrole by Depth-Sensing Indentation, **Polym. Bull.**, 66, 649-660.
- Üneri, S., 1998. Korozyonun Temel İlkeleri, Sagem, S. 462.
- Valero V. C., ve Muñoz, I. A., 2008. Electrochemical Characterisation of Biomedical Alloys For Surgical Implants In Simulated Body Fluids. **Corrosion Science**, 50(7), 1954-1961.
- Vaudaux, P.E., Lew, D.P., Waldvogel, F.A., 1989. Host Factors Predisposing To Foreign Body Infections, Infections Associated With Indwelling Medical Devices, Bisno, A.L. Ve Waldvogel, F.A., Ed., **American Society For Microbiology**, Washington D.C., Pp. 3-26.
- Vázquez-Gutiérrez, J.L., Igual-Muñoz, A., 2007. Influence of Potential on The Electrochemical Behaviour of Co-Cr-Mo Alloy In Simulated Body Fluids Using Electrochemical Impedance Spectroscopy, **European Cells and Materials**, Vol. 14. Suppl. 3, 24.
- Videla, H.A., 1996. *Manual of Biocorrosion*, Lewis Publishers/CRC Press Incorporated, Boca Raton, FL.
- Viennot, S., Dalard, F., Lissac, M., Grosgeat, B., 2005. Corrosion Resistance of Cobalt-Chromium And Palladium-Silver Alloys Used In Fixed Prosthetic Restorations, **Eur J Oral Sci**; 113:90-95.
- Wayne Z., Friend, *Corrosion of Nickel and Nickel-Base Alloys*, Yayıncı; Wiley, 1980, Michigan Üniversitesi.
- Westbrook ,J.H., In: Westwood ARC, Stoloff NS (eds), 1967. Environment-Sensitive Mechanical Behaviour, Gordon-Breach, New York, p 247.
- Yalçın, H., Koç, T. 1991. *Demir Çelik Yapıların Korozyonu ve Katodik Korunması*, İller Bankası Yayıncılık, Ankara, S. 47.
- Yalçın, H., Koç, T., 1998. *Mühendisler İçin Korozyon*, **TMMOB Kimya Mühendisleri Odası**, Ankara, Türkiye, 2.1.
- Yan, Y., Neville, A., Dowson D., 2006. Biotribocorrosion-An Appraisal of The Time Dependence of Wear and Corrosion Interactions: II. Surface Analysis, **Journal of Physics D-Applied Physics.**, 39(15): P. 3206-3212.

- Yang Y., Bessho, K., Ong, J.L., 2004. "Plasma-Sprayed Hydroxyapatite-Coated and Plasma-Sprayed Titanium-Coated Implants". [Yaszemski, M.J.]. **Biomaterials in Orthopedics.**, Marcel Dekker Inc. ISBN:0-8247-4294-X. USA.
- Yaszemski, M.J., Bessho, K., Ong, J.L., 2004. Plasma-Sprayed Hydroxyapatite-Coated and Plasma-Sprayed Titanium-Coated Implants. **Biomaterials In Orthopedics.** Marcel Dekker Inc., ISBN:0-8247-4294-X. USA.
- Yılmaz Y., Metalik Biyomalzemeler, Yüksek Lisans Semineri, **Fen Bilimleri Enstitüsü**, Elazığ, 2011.
- Yılmazlar, M., Terzioğlu, C., Doğruer, M., Karaboğa, F., Soylu, N., Zalaoğlu, Y., Yıldırım, G., Öztürk, O., 2014. Evaluation of Microstructural and Mechanical Properties of Ag-Diffused Bulk MgB_2 Superconductors, **J Supercond Nov Magn**, 24, 77-82.
- Yiğitoğlu, O., 2009. Polipirol, Poli (N-Metil Pirel) ve Kopolimerlerinin Sentezi Ve Uygulamaları, Mustafa Kemal Üniversitesi, **Fen Bilimleri Enstitüsü**.
- Zhou, W., 2010. System Reliability Of Corroding Pipelines. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, 87; 587-595.
- Zhou, Z., Zhao, M., Ding, Q., Tan, J., 2014. The Investigation of Y Doping Content Effect on The Microstructure and Microhardness of Tungsten Materials. **Materials Science and Engineering: A**, Volume 618, 17, Pages 572–577.
- Zong, Z., Soboyejo, W., 2005. Indentation size effect in face centered cubic single crystal thin films. **Materials Science and Engineering A**, 404, 281-290.
- Zong, Z., Lou, J., Adewoye, O.O., Elmustafa, A.A., Hammad, F., And Soboyejo, W.O., 2006. Indentation Size Effects In The Nano and Microhardness of FCC Single Crystal Metals, **Materials Science and Engineering A**, Vol. 434, 178-187.

ÖZGEÇMİŞ

Yazar, 1986 yılında Antakya’da doğdu. İlköğretimini Vali Teoman İlköğretim Okulu’nda tamamladı. Ortaöğretimini Selim Nevzat Şahin Anadolu Lisesi’nde tamamladı. Erciyes Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü’nden 2011 yılında mezun oldu. Mustafa Kemal Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü’nde Yüksek Lisans öğrenimine başladı. Halen bu bölümde öğrenimine devam etmektedir.