BÜLENT ECEVİT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ELEKTRİKSEL KIVILCIMLA İŞLEMEDE MİKRONİZE HİDROKSİAPATİT TOZ KATKISININ YÜZEY ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ

MAKİNA MÜHENDİLİĞİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SELİM AKBAŞ

ZONGULDAK

OCAK 2018

BÜLENT ECEVİT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ELEKTRİKSEL KIVILCIMLA İŞLEMEDE MİKRONİZE HİDROKSİAPATİT TOZ KATKISININ YÜZEY ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ

MAKİNA MÜHENDİLİĞİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Selim AKBAŞ

DANIŞMAN: Yrd. Doç. Dr. Nihal EKMEKÇİ

ZONGULDAK
Ocak 2018

KABUL:

Selim AKBAŞ tarafından hazırlanan "Elektriksel Kıvılcımla İşlemede Mikronize Hidroksiapatit Toz Katkısının Yüzey Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi" başlıklı bu çalışma jürimiz tarafından değerlendirilerek Bülent Ecevit Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans Tezi olarak oybirliğiyle kabul edilmiştir. 25/01/2018

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Nihal EKMEKCİ .....
Bülent Ecevit Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü

Üye: Doç. Dr. Cengiz BAYKASOĞLU .....
Hitit Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü

Üye: Yrd. Doç. Dr. Öncü AKYILDIZ .....
Hitit Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

ONAY:

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylarım. ..../..../20....

Doç. Dr. Ahmet ÖZARSLAN
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

"Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim."

Selim AKBAŞ

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ELEKTRİKSEL KIVILCIMLA İŞLEMEDE MİKRONİZE HİDROKSİAPATİT TOZ KATKISININ YÜZEY ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Selim AKBAŞ

Bülent Ecevit Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Nihal EKMEKÇİ
Ocak 2018, 73 sayfa

Elektriksel Kıvılcım ile İşleme (EKİ), dielektrik sıvı içerisinde iş parçası ile elektrot arasında ardışık biçimde uygulanan elektrik darbe gerilimleri sonucunda oluşan kıvılcımların termal etkisiyle malzeme kaldırma prensibine dayanmaktadır. İşleme sırasında kesme kuvvetlerinin oluşmaması ve yöntemin termal doğası gereği, çok sert ve karmaşık şekilli parçalar kolaylıkla işlenebilmektedir. Yöntemde, darbe akımı, darbe süresi, bekleme süresi, darbe gerilimi, iş parçası malzemesi, elektrot malzemesi ve dielektrik sıvı özellikleri, elde edilen yüzey özelliklerini ve işleme performansını doğrudan etkileyen faktörlerdir. Toz Katkılı Elektriksel Kıvılcımla İşleme (TKEKİ) yönteminde; dielektrik sıvıya ilave edilen ve dielektrik sıvı içerisinde asılı tutulan toz katkısıyla işlem performansının artırılması hedeflenmiştir. Titanyum alaşımları; sahip olduğu korozyon direnci ve mekanik özellikleri ile medikal uygulamalarda tercih edilmektedir. Fakat, vücut sıvısı ile etkileşimleri sonucu bölgesel korozyona uğramaları ve çevresindeki dokulara iyon salınımı yada kemikle bütünleşmelerinde yaşanan sorunlar, onların kemiklerle etkileşimleri çok daha iyi olan

malzemelerle kaplanması gereğini doğurmuştur. Hidroksiapatit (HA) genellikle ampute kemiklerde dolgu olarak yada implantları desteklemek için kullanılan bio uyumlu bir seramiktir. Bio seramiklerin, implantlar olarak üretilip kullanılabilmeleri, güvenirliliği, virütik ve bakteriyel bir risk taşımamaları ve yaşayan dokunun çevresiyle etkileşmemeleri en önemli avantajlarıdır. Bu sebeple medikal metallerin kaplanmasında tercih edilmektedir.

Bu çalışmada, dielektrik sıvıya mikronize hidroksiapatit toz katkısı eklenerek EKİ yöntemiyle işlenmiş Ti-6Al-4V alaşımının yüzey özellikleri konu edilmiştir. Farklı darbe süreleri ve farklı darbe akımları kullanılarak 40 numuneden oluşan parametrik bir deney çalışması yapılmıştır. İşlenen yüzeyler taramalı elektron mikroskobisi, X ışını kırınım difraktometresi ve optik mikroskobisi ile incelenmiştir. HA toz katkılı EKİ ile yüzeyde HA yönünden zengin yapıların oluştuğu belirlenmiş ve bu yapıların oluştuğu parametreler tespit edilmiştir. İşlemelerde kullanılan 7, 12, 22, 42 Amper akım seviyelerinde, en iyi nüfuziyetin 22 A'de ve 100-1600 µs darbe süresi aralığında gerçekleştiği gözlemlenmiştir.

Elde edilen sonuçlar, karmaşık geometrili parçaların işlenebilmesinin, aynı zamanda işleme ile birlikte medikal uygulamalar için HA yönünden zengin fonksiyonel yüzeylerin elde edilebilmesinin mümkün olduğunu göstermektedir.

Anahtar Kelimeler: Elektriksel Kıvılcım ile İşleme, EKİ, Biyoseramikler, Toz Katkılı Elektriksel Kıvılcımla İşleme, TKEKİ, Hidroksiapatit.

Bilim Kodu: 625.02.05

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

THE INVESTIGATION OF EFFECT ON THE SURFACE PROPERTIES OF MICRONIZED HYDROXYAPATITE POWDER ADDITIVE IN ELEKTRICAL DISCHARGE MACHINING

Selim AKBAŞ

Bülent Ecevit University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering

Thesis Advisor: Assist. Prof. Dr. Nihal EKMEKÇİ
January 2018, 73 pages

Electrical Discharge Machining (EDM) is one of the non-traditional production process and it is based on material removal by thermal effect of sparks which are formed by applied consecutive electrical pulse voltages between workpiece and electrode inside the dielectric. Very hard and complex parts can be machined easily due to the thermal nature of the process and the absence of cutting forces during machining. In this method, applied pulse current, pulse duration, pause duration, open gap voltage, workpiece material, tool electrode and dielectric liquid are the direct affecting factors for machining and surface finish. In Powder Mixed Electrical Discharge Machining (PMEDM), increasing the machining performance by the effect of powders which are added to dielectric and suspended in dielectric is aimed. Titanyum alloys are preferred in medical applications due to the good corrosion resistance and excellent mechanical properties. It needs to be coating with the materials good interaction with bones due to the regional corrosion of interactions with body fluid and ion release into

surrounding tissues or problems in integration with bones. Hydroxyapatite (HA) is a biocompatible bioceramic which is generally used as filler in amputed bone or support for the implants. Manufacturing and using as implants, reliability, have no viral or bacterial risk and bioinert ceramics have no interaction with living texture environment are the advantages of bioceramic.So, they are preferred for coating of medical metals.

In this study, surface characteristics of EDM'ed Ti-6Al-4V alloy by adding the micronized hydroxyapatite powder to dielectric are aimed. Parametric series of experiments consisting of 40 samples are employed by using different pulse duration and different pulse current. Machined samples are investigated by scanning electron microscopy, X ray difractometry and optic microscopy. HA-rich structures are identified and the parameters at which these structures occured are determined. It is observed that, the best result of 7,12, 22, 42 Amper pulse current is 22 Amper and between 100-1600 μs pulse duration.

Obtained result showed that, machinability of complex part at the same time the HA-rich functional surfaces are possible.

Keywords: Electrical Discharge Machining, EDM, Bioceramics, Powder Mixed Electrical Discharge Machining, PMEDM, Hydroxyapatite.

Science Code: 625.02.05

TEŞEKKÜR

Elektriksel kıvılcımla işlemede mikronize hidroksiapatit toz katkısının yüzey özelliklerine etkisinin incelenmesi konulu tez çalışmasında çok kıymetli insanların katkısı olmuştur. Yüksek lisans sürecinde ve tez çalışmasının yönetiminde engin bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım, bu projenin her anında verdiği önemli desteklerinden ve göstermiş olduğu sabırdan dolayı danışman hocam Yrd.Doç.Dr Nihal EKMEKÇİ'ye teşekkürlerimi sunarım.

Tez sürecinde gösterdiği yol haritası ve katkıları ile daha iyi çalışmalar ortaya çıkmasını sağlayan hocam Prof.Dr.Bülent EKMEKÇİ'ye sonsuz teşekkürlerimi sunmak istiyorum. Süreçte yapılan deneyler, analizler ve testlerde olan yardımlarından dolayı BEÜ Makine Mühendisliği araştırma görevlisi Hamidullah YAŞAR'a ve Makine Mühendisliği Bölümü'ne teşekkür ediyorum. Proje aşamasında çalışmalarıma zaman ayırmamı sağlayan TTK Maden Makinaları Fabrika İşletme Müdürlüğü yöneticileri Kadir ÇELİK ve Aydın BALEKOĞLU'na teşekkür ederim.

İş sahibi olana kadar eğitimim sürecinde desteğini her zaman hissettiğim aileme sonsuz teşekkür ederim. Ayrıca tez süreci boyunca bana sabırlı bir şekilde destek veren biricik eşime sonsuz teşekkür ediyorum.

Bu tez 2015-77654622-03 nolu BEÜ Bilimsel Araştırma Projesi ile desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

KABUL ii
ÖZET iii
ABSTRACT v
TEŞEKKÜR vii
İÇİNDEKİLER ix
ŞEKİLLER DİZİNİ xi
ÇİZELGELER DİZİNİ xv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ xvii

BÖLÜM 1 ÇALIŞMANIN LİTERATÜRDEKİ YERİ 1

1.1 EKİ VE TKEKİ ÜZERİNE YAPILAN ÇALIŞMALAR 1
1.2 TİTANYUM ALAŞIMLARI VE HİDROKSİAPATİT KAPLANMASI İLE İLGİLİ ÇALIŞMALAR 4

BÖLÜM 2 GİRİŞ 7

2.1 ELEKTRİKSEL KIVILCIMLA İŞLEME 7
2.2 EKİ TEZGAHI 9
2.3 EKİ MEKANİZMASI VE ETKİN PARAMETRELERİ 9
2.3.1 Ana Bileşenler 9
2.3.2 Etkin Parametreler 10
2.4 TOZ KATKILI ELEKTRİKSEL KIVILCIM İLE İŞLEME 12
2.5 EKİ'DE YÜZEY ÖZELLİKLERİ 13
2.6 TİTANYUM VE TİTANYUM ALAŞIMLARI 15
2.7 HİDROKSİAPATİT 17
2.7.1 Hidroksiapatit Kaplama Yöntemleri 18
2.7.1.1 Plazma Püskürtme Metodu 18

İÇİNDEKİLER (devam ediyor)

Sayfa

2.7.1.2 Sol Jel Metodu 19
2.7.1.3 Biyomimetik Yöntem 19
2.8 ÇALIŞMANIN AMACI 19

BÖLÜM 3 DENEY TASARIMI 21

3.1 NUMUNE VE ELEKTROT ÖZELLİKLERİ 21
3.2 TEZGAH ÖZELLİKLERİ 22
3.3 DİELEKTRİK SIVI VE TOZ KATKISI ÖZELLİKLERİ 24
3.4 DENEY PARAMETRELERİ 25
3.5 ANALİZLERDE KULLANILAN CİHAZLAR 25

BÖLÜM 4 ANALİZLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ 29

4.1 YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ 29
4.2 YÜZEY TOPOLOJİSİ 30
4.2.1 Krater Yapıları 30
4.2.2 Mikro Çatlaklar, Eklentiler ve Gözenek Yapıları 34
4.2.3 Hidroksiapatit Toz Katkısı 39
4.3 KESİT MİKROYAPISI 52
4.4 X-IŞINI KIRINIM DİFRAKTOMETRESİ (XRD) ANALİZİ 55

BÖLÜM 5 SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME 59

5.1 SONUÇLAR 59
5.2 DEĞERLENDİRME 66

KAYNAKLAR 69
ÖZGEÇMİŞ 73

ŞEKİLLER DİZİNİ

No Sayfa

Şekil 2.1 EKİ işlem mekanizması 8

Şekil 2.2 Ajan CNC Model 983 dalma erozyon tezgâhı 9

Şekil 2.3 Darbe profili 11

Şekil 2.4 Toz katkısı davranış çeşitleri 12

Şekil 2.5 EKİ'ye tabi çelik malzeme yüzeyinde krater ve izlerin genel görünümü a)Genel görünüm b) Büyütülmüş görünüm 13

Şekil 2.6 EKİ'ye tabi çelik malzeme kesit görünümü (22 A darbe akımı ve 400 µs darbe süresi) a) Dentritik yapılar ve çatlaklar b) Sertleşip katılaşan tabaka üzerinde çubuksu taneler c) Üst üste yığılı katmanlar d) Katılaşma sırasında birbiri ardına oluşan termal etkiler 14

Şekil 2.7 Titanyum alaşımlarının mikroyapıları (500x). (a) Tavlanmış α alaşımı. (b) Tavlanmış Ti6Al4V α + β alaşımı. (c) Tavlanmış β alaşımı. (d) Ti6Al4V, 1650ºC de ısıl işlem görüp su verilmiş martensit yapısı 16

Şekil 2.8 Ti-6Al-4V alaşımı çubuk malzemeler 17

Şekil 3.1 Kesilmiş ve fırınlanmış numuneler 21

Şekil 3.2 Titanyum (Grade 2) elektrot 22

Şekil 3.3 Deney serisine uygun tasarlanmış işlem havuzu 23

Şekil 3.4 Tezgah, tasarlanan işlem havuzu, osiloskop ve bilgisayardan oluşan deney setinin genel görünümü 23

Şekil 3.5 Agilent 54622A osiloskop (100 MHz, 20 MSa/s) 23

Şekil 3.6 Mikronize HA ve özellikleri 24

Şekil 3.7 Su arıtma cihazı ve hassas terazi 24

Şekil 3.8 Yüzey pürüzlülük cihazı ve taramalı elektron mikroskopu (TEM) 26

Şekil 3.9 Metkon yüksek hızda hassas kesme cihazı ve bakalit presi 26

Şekil 3.10 Parlatma cihazi ve optik mikroskop 27

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam ediyor)

No Sayfa

Şekil 4.1 Değişen akım ve darbe süresine göre ortalama pürüzlülük değerleri (Darbe süreleri logaritmik gösterilmiştir). 29

Şekil 4.2 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Akımı: 7A Darbe süresi: a) 3 µs b)1600 µs..... 31

Şekil 4.3 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Akımı: 12A Darbe süresi: a) 3 µs b)1600 µs..... 32

Şekil 4.4 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Akımı: 22A Darbe süresi: a) 3 µs b)1600 µs..... 33

Şekil 4.5 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Akımı: 42A Darbe süresi: a) 3 µs b)1600 µs..... 34

Şekil 4.6 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Süresi:3 µs Darbe akımı: a) 7A b) 12 A..... 35

Şekil 4.7 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Süresi:3 µs Darbe akımı: a) 22A b) 42 A..... 36

Şekil 4.8 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Süresi:400 µs Darbe akımı: a) 7A b) 12 A..... 37

Şekil 4.9 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Süresi:400 µs Darbe akımı: a) 22A b) 42 A..... 38

Şekil 4.10 Hidroksiapatit tozlarının a) Genel görünümü b) Yüksek büyütmedeki görünümü 39

Şekil 4.11 Hidroksiapatit tozlarının a) Genel görünümü b) EDS izleri 39

Şekil 4.12 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı:7A Darbe Süresi:3 µs 40

Şekil 4.13 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı:7A Darbe Süresi:6 µs 41

Şekil 4.14 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı:7A Darbe Süresi:12 µs 42

Şekil 4.15 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 12A Darbe Süresi: 50 µs 43

Şekil 4.16 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 22A Darbe Süresi: 6 µs 44

Şekil 4.17 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 42A Darbe Süresi: 6 µs 45

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam ediyor)

No Sayfa

Şekil 4.18 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 7A Darbe Süresi: 800 µs 46

Şekil 4.19 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 12A Darbe Süresi: 100 µs 47

Şekil 4.20 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 22A Darbe Süresi: 200 µs 48

Şekil 4.21 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 22A Darbe Süresi: 800 µs 49

Şekil 4.22 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 42A Darbe Süresi: 400 µs 50

Şekil 4.23 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a-) TEM görüntüsü b-) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 42A Darbe Süresi: 1600 µs 51

Şekil 4.24 İşlenmiş numunenin yüzey kesitinin genel görünümü. 52

Şekil 4.25 Farklı akım seviyelerinde işlenmiş numune kesitleri 53

Şekil 4.26 İşlenmiş numunelerin yüzey kesitleri 54

Şekil 4.27 Mikronize HA tozlarının XRD izleri 55

Şekil 4.28 Orijinal Ti-6Al-4V alaşımının işlenmeden önceki XRD izleri 56

Şekil 4.29 XRD izleri. (a) Mikronize HA (b) işlenmemiş ana malzeme (Tİ-6Al-4V) (c) Saf suda 42 A, 800 µs'de işlenmiş numune (d) HA toz katkılı 7A, 800 µs'de işlenmiş numune (e) HA toz katkılı 12A, 800 µs'de işlenmiş numune (f) HA toz katkılı 22A, 800 µs'de işlenmiş numune (g) HA toz katkılı 42A, 800 µs'de işlenmiş numune. 57

Şekil 4.30 Değişik paremetrelerde Ti toz katkılı EKİ'ye ait XRD izleri. 57

Şekil 5.1 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeyde HA nüfuziyetinin gözlemlenemediği numunenin TEM görüntüsü ve alansal EDS izleri. Darbe akımı: 22A 62

Şekil 5.2 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeyde HA nüfuziyetinin az miktarda gözlemlendiği numunenin TEM görüntüsü ve alansal EDS izleri. Darbe akımı: 22A 63

Şekil 5.3 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeyde HA nüfuziyetinin orta derecede gözlemlendiği numunenin TEM görüntüsü ve alansal EDS izleri. Darbe akımı: 22A 64

Şekil 5.4 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeyde HA nüfuziyetinin yüksek oranda gözlemlendiği numunenin TEM görüntüsü ve alansal EDS izleri. Darbe akımı: 22A 65

ÇİZELGELER DİZİNİ

No Sayfa

Çizelge 2.1 Ti-6Al-4V alaşımı kimyasal bileşimi 16
Çizelge 2.2 Hidroksiapatitin fizikokimyasal, mekanik ve biyolojik özellikleri 18
Çizelge 3.1 Tezgah özellikleri 22
Çizelge 3.2 İşleme Parametreleri. 25
Çizelge 5.1 Akım seviyesine göre pürüzlülük genel ortalaması 60
Çizelge 5.2 İşlem parametrelerine bağlı nüfuziyet ve pürüzlülük durumu 60
Çizelge 5.3 Yüzey pürüzlülüğüne HA toz katkısının etkisi 61

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

^0K	: Kelvin
A	: Amper
V	: Volt
µs	: Mikro Saniye
ºC	: Santigrat Derece
Ti	: Titanyum
Al	: Alüminyum
V	: Vanadyum
Mo	: Molibden
Ni	: Nikel
Sn	: Kalay
Zn	: Çinko
Pd	: Paladyum
Ca	: Kalsiyum
P	: Fosfor
O	: Oksijen
H	: Hidrojen
g	: Gram
TiC	: Titanyum Karbür
WC	: Tungsten Karbür
SiC	: Silisyum Karbür
Nb	: Niyobyum
Zr	: Zirkonyum
ml	: Mililitre
l	: Litre
CO_2	: Karbondioksit

Co	: Kobalt
Cr	: Krom
HV	: Vikers Sertlik Değeri
KW	: KiloWat
Kg	: Kilogram
MHz	: Megahertz
Cu	: Bakır
β	: Beta
TiO	: Titanyum oksit
α	: Alfa
α-Ti	: Alfa Titanyum
β-Ti	: Beta Titanyum
Å	: Angström
kV	: Kilo Volt
µm	: Mikro Metre
Fe_3C	: Sementit
H_3BO_3	: Borik Asit

KISALTMALAR

ASTM	**:** American Society for Testing and Materials
BEÜ	**:** Bülent Ecevit Üniversitesi
EDS	**:** Enerji Dağılım Spektrometresi
EKİ	**:** Elektriksel Kıvılcımla İşleme
HA	**:** Hidroksiapatit
PMEDM	**:** Powder Mixed Elektrical Discharge Machining
SBF	**:** (simulated body fluid=yapay vücut sıvısı)
TEM	**:** Taramalı Elektron Mikroskopu
TKEKİ	**:** Toz Katkılı Elektriksel Kıvılcımla İşleme
XRD	**:** X-ışınları Kırınım Difraktometresi
XPS	**:** X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi

BÖLÜM 1

ÇALIŞMANIN LİTERATÜRDEKİ YERİ

1.1 EKİ VE TKEKİ ÜZERİNE YAPILAN ÇALIŞMALAR

Kıvılcımla işlenmiş yüzeylerin metalürjisi ile ilgili ilk bilimsel çalışmalar 1965 yılında yapılmıştır (Lloyd and Warren 1965). Kıvılcım atlaması sırasında oluşan tahmini noktasal sıcaklıkların 20000 ^{0}K, ısı transferinin ise 10^{17} W/m^{2} gibi çok yüksek değerlere ulaştığı bilgilerine ise 1980'lerde ulaşılmaktadır (McGeough and Rasmussen 1982). Devam eden yıllarda ise EKİ (Elektriksel Kıvılcımla İşleme)'nin karmaşık doğasını oluşturan parametreler ve beraberinde oluşan yüzey özellikleri ile ilgili çalışmalar yapılmıştır.

Özellikle EKİ parametreleri ve parametrelerin işleme sonucu oluşan yüzey modifikasyonuna ve mikroyapıya olası etkileri en çok araştırılan konular olmuştur (Kumar vd. 2009). EKİ sırasında elektrotla iş parçası arasında malzeme taşınımı deneysel olarak çalışılmış; kalıp çeliklerinin işlenmesinde, bakır-tungsten elektrotla iş parçası arasında malzeme taşınımı gösterilmiş, ısıl etkilenmiş ve işleme sonucu katılaşmış tabakalardaki sertlik değerlerinin arttığı belirtilmiştir (Soni and Chakraverti 1996). Elektrot malzemesi, dielektrik sıvı, püskürtme şekli, elektrot boyutları, işleme derinliği ve planet hareketin EKİ performansı üzerindeki etkileri incelenmiş ve elektrot malzemesinin aşınma ve yüzey pürüzlülüğü üzerinde, püskürtme şeklinin malzeme kaldırma ve elektrot aşınması üzerinde, elektrot boyutlarının verimlilik ve elektrot aşınması üzerinde etkin olduğu belirtilmiştir (Lonardo and Bruzzone 1999). EKİ sırasında hızla gerçekleşen ısısal çevrimler sonucu yüzeylerde yüksek artık gerilmeler oluşmaktadır. Bu gerilmelerin tabaka kaldırma yöntemiyle derinliğe bağlı olarak yarı empirik bir yaklaşımla ifadesinin mümkün olduğu gösterilmiştir (Ekmekci vd. 2006). Bunların yanında elektrota uygulanan ultrasonik titreşimlerin (Abbas vd. 2007) ve iş parçasına uygulanan titreşimlerin etkileri de incelenmiştir. EKİ performansını iyileştirmek için boşalım akımı ve işleme derinliği gibi farklı işleme koşullarında iş parçasına farklı frekansta titreşimler uygulandığında elektrot aşınması ve bağıl aşınmanın azaldığı

gözlemlenmiştir. Bunun yanında, işleme hızı ve ortalama yüzey pürüzlülüğündeki değişimlerin daha az olduğu belirtilmiştir (Özgedik ve Çoğun 2014).

Ticari olarak kullanılan EKİ tezgahlarında dielektrik sıvı olarak gazyağı ve su kullanılmakla birlikte, farklı dielektrik sıvıların kullanılması ve bunların olası etkileri araştırmacıların ilgisini çekmiştir. Dielektrik sıvı olarak suyun kullanılmasına ilişkin ilk çalışma 1981'de yapılmıştır (Jeswani 1981). Bu çalışmada gazyağı ve saf suda yapılan işlemeler karşılaştırıldığında yüksek enerji seviyelerinde saf sudaki işlemelerde daha yüksek malzeme kaldırma ve daha düşük elektrot aşınma oranının yanında daha iyi yüzey kalitesi elde edildiği belirtilmiştir. Aynı şekilde, EKİ sonrası ısıl işlem uygulanmış numunelerde gazyağı ve saf sudaki işlemeler karşılaştırıldığında gazyağında işlenmiş numunelerde tanecik sınırı boyunca çatlak ilerlemesi gözlemlenirken, saf suda sadece oksidasyon gözlemlenmiştir (Kang and Kim 2005). Dielektrik ortam olarak saf su kullanılmasının, iş parçası yüzeyi üzerindeki eriyip katılaşan tabakada dekarbonizasyona neden olduğu, bunun yanında iletken olmayan yağ kullanıldığı zaman ise eriyip tekrar katılaşan tabaka yüzeyindeki karbon oranın arttığı gözlemlenmiştir. Bu yapıların eriyip katılaşan bölgede (Fe_3C) formunda dendritik yapılar şeklinde olduğu gözlemlenmiştir (Kruth et al. 1995). Bununla birlikte, gaz yağı ve saf suda EKİ'ye tabi, Ti–6A1–4V malzemesinin yüzey özellikleri incelendiğinde, gazyağı kullanıldığında malzeme yüzeyinde karbür, saf su kullandığında ise oksit bölgelerinin oluştuğu belirtilmiştir (Chen et al. 1999). Literatürde, yalıtkan ortam olarak hava kullanılan kuru EKİ'ye ait çalışmalar da mevcuttur. Burada eksi polarizasyonda Cu elektrot ile çelik malzeme işlendiği zaman daha az elektrot aşınması ve daha fazla malzeme kaldırma oranı gözlemlenmiştir (Kunieda and Yoshida 1997).

EKİ yöntemi, daha sonraları dielektrik sıvıya çeşitli toz katkıları katılarak geliştirilmiştir. TKEKİ (Toz Katkılı Elektriksel Kıvılcımla İşleme) üzerine yapılan çalışmalarda, ilk olarak (Erden ve Bilgin 1980) dielektrik sıvıya katılan bakır, alüminyum, demir ve karbon toz katkılarına rastlanmaktadır. Çalışmada, toz katkısı oranı arttıkça malzeme kaldırma oranının da arttığı ancak belli bir orandan sonra bu tozların kıvılcım atma boşluğunu doldurarak kısa devreye yol açtığı belirtilmiştir. Dielektrik sıvıya katılan tozların yüzey pürüzlülüğü üzerinde de olumlu etki yaptığı, pürüzlülüğü azaltıp ayna parlaklığında yüzeylerin oluşumunu desteklediği gösterilmiştir (Wong 1998, Pecas and Henriques 2003). Rival (2005), titanyum alaşımının W elektrot kullanarak elektriksel kıvılcımla işlenmesinde dielektrik ortama SiC tozu ilavesinin sonuçlarını incelediği deneyinde, 2 g/l'ye kadar olan yoğunluklarda daha güzel

yüzey kalitesi elde edildiğini, fakat 6 g/l'den fazla yoğunluklarda yüzey kalitesinin azaldığını gözlemlemiştir. Toz katkısı fazlalaştıkça yüzeyde mikro çatlakların azaldığını gözlemlemiştir. Benzer şekilde SiC toz katkılı dielektrik sıvıda yapılan işlemelerde toz katkısının, kıvılcım atma enerjisini dağıttığı böylece yüzey pürüzlülüğünü azalttığı aynı zamanda da malzeme kaldırma oranını artırdığı gözlemlenmiştir (Chow et al. 2008).

Literatürde, pürüzlülüğü ve elektrot aşınmasını azaltmak, malzeme kaldırma oranını artırmak amacıyla yapılan çalışmalarda kullanılan toz katkısı olarak alüminyum tozu (Yan and Chen 1999), silisyum tozu (Kansal vd. 2005), grafit ve borik asit (H_3BO_3) tozu (Özerkan ve Çoğun 2005) örnek verilebilir.

Çalışmaların toz katkısı üzerine yoğunlaşmasının bir diğer nedeni ise toz katkılarının işleme sırasında iş parçası yüzeyine nüfuz ederek yüzeyi zenginleştirmesidir. Dielektrik sıvıya eklenen toz katkılarının, elektrot ve iş parçası arasında hareketlerinin farklı şekillerde gerçekleştiği, dielektrik sıvının hareket yönünün ve elektrotun dönme şeklinin de iş parçası ile elektrot arasında biriken tozların konsantrasyonunu dolayısıyla da tozların yüzeye nüfüziyetini etkilediği belirtilmiştir (Furutani vd. 2001). Deşarj kanalı etrafındaki dielektik sıvı içerisindeki asılı parçacıkların, işlem sırasında ivmelenerek eriyen metal havuzu içerisine nüfuz edecek hıza ulaştıkları kaydedilmiştir (Ekmekci ve Ersöz 2012). Plastik kalıp çeliğinin elektriksel kıvılcımla işlenmesinde dielektrik sıvı içerisine katılan silisyum karbür (SiC) tozlarının belli parametrelerde (darbe süresi, akım seviyesi, bekleme süresi gibi) işlenen yüzey üzerine nüfuz ettiği gözlemlenmiştir (Ekmekci vd. 2015a). Farklı dielektrik sıvılar ve bu sıvılara farklı miktarlarda ilave edilen (SiC) tozlarının, iş parçası yüzeyinde oluşturduğu etkilerin incelenmesi sonucunda, dielektrik sıvıda toz yoğunluğunun artması ile birlikte ısıl etkilenmiş katman kalınlıklarının artığı gözlemlenmiştir. Ayrıca, su bazlı dielektrik sıvı kullanıldığında, asılı toz katkılarından, iş parçası yüzeyine karbon difüzyonu tespit edilmiştir. (Ersöz 2009). Kullanılan takım elektrot malzemesi ya da toz katkılarına bağlı olmaksızın suda işlenen numunelerin yeniden katılaşan katman sertliğinin değişmediği görülmüştür. Ancak hidrokarbon temelli dielektrik sıvıda (EKİ yağı) işleme yapıldığında sertlik hızla artmakta ve 850 HV değerine ulaşmaktadır. Takım elektrot malzemesi, dielektrik sıvı ve toz katkıları ise derinliğe bağlı sertlik değişimlerini etkilemektedir (Ekmekçi 2016).

1.2 TİTANYUM ALAŞIMLARI VE HİDROKSİAPATİT KAPLANMASI İLE İLGİLİ ÇALIŞMALAR

Titanyum (Ti) ve Ti alaşımları; düşük yoğunlukları, yüksek mukavemetleri, korozyon direnci, toksik madde içermemeleri ve kemiklerle biyouyumlu olmalarından dolayı medikal uygulamalarda yaklaşık 40 yıldır en çok tercih edilen malzemelerdir (Brunette et al. 2002). Kemik bağlantıları, vidalar ve yapay eklemlerde kullanılan metalik biyomalzemelerin metal iyonları saldıkları bilinmektedir. Bu durum, organlar üzerinde negatif bir etki yaratmakta ve alerjilere sebep olmaktadır (Hanawa et al. 2004). Örneğin Ti-7Nb-6Al, Ti-13Nb-13Zr, Ti-15Zr-4Nb olmak üzere üç titanyum alaşımının XPS (X-ray photoelectron spectroscopy) yardımıyla yüzey karakteristikleri incelendiğinde, alaşımların hava ile temasında yüzeyde Al ve Zr oksitlerinin oluştuğunu gözlemlenmiştir (Lopez vd. 2001). Bu ve benzeri problemlerin önüne geçebilmek için implantların daha uyumlu bir malzeme ile kaplanması gerekmektedir. Kaplamalarda, hidroksiapatit (HA) ve trikalsiyum fosfat gibi kalsiyum-fosfat bazlı seramikleri kullanmak olası problemlerin önlenmesinde etkili olmaktadır (Kasuga 2010). Kalsiyum hidroksiapatit genellikle hidroksiapatit olarak adlandırılır ve yapısında Ca/P oranı 1.67 olan $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ bileşiğidir (Legeros and Legeros 2008). Literatürde, birçok kaplama yöntemi mevcuttur. En çok kullanılan yöntemlerin başında plasma-püskürtme metodu olmakla birlikte sulu püskürtme, elektrokimyasal kaplama, darbeli lazer kaplama, biyomimetik kaplama ve argon atmosferli plazma püskürtme yöntemleri de kullanılmaktadır. Yaygın kullanılan kaplama yöntemleri ayrı ayrı incelendiğinde her birinde etkin olan yönteme özgü parametreler öne çıkmaktadır. Plazma püskürtme yöntemiyle HA kaplanmasında, yüksek kristallilik derecesi, kaplamanın iyi yapışması ve optimum gözenekli yapı gibi kriterler kaplamalarda istenen özellikler olarak gösterilmiştir (Cheang and Khor 1996). Ti yüzey üzerine darbeli lazer çökeltme yöntemiyle HA kaplanmasında ise çökeltme parametrelerinin yapısal karakterizasyon üzerinde doğrudan etkili olduğu belirtilmiştir (Wang et al. 1997). Bunun yanında, elektrokimyasal yöntemle titanyum flamentler üzerine HA kaplaması uygulandığında akım ve yükleme zamanının HA'nın granül boyutu ve miktarını büyük ölçüde etkilediği gösterilmiştir. Düşük akımda iğne yapılı HA oluşumu, yüksek akımda ise düzensiz granül yapıların oluştuğu belirtilmiştir (Lin 2007). Sulu elektrolitler kullanarak elektrokimyasal yöntemle Ti-6Al-4V alaşımının üzerine HA kaplaması incelendiğinde, piyasadan alınan ile deniz kabuğundan elde edilen kalsiyum nitrat ve değişen zaman aralıklarına göre farklı kaplamaların elde edildiği görülmüştür. Deniz kabuğu kullanılarak elde edilen kaplamanın daha üstün özelliklere sahip olduğu gözlemlenmiştir (Narayanan et al.

2006). Sol-jel metodu ile Ti6Al4V alaşımı üzerine flörürlü HA kaplaması yapıldığında, flor konsantrasyonu ve ısıtma sıcaklığı arttıkça yapışma mukavemetinin de arttığı kaplama ve kaplama altı arayüzeyinin kırılgan değil sünek olduğu ifade edilmiştir (Zhang et al. 2006). Kolajen içeren aşırı doymuş bir çözelti kullanılarak Ti altlık üzerine biyomimetik yöntemle HA kaplandığında, HA'nın metal altlık üzerine daha hızlı çökeldiği ve daha stabil bir kaplama elde edildiği görülmüştür (Ciobanu et al. 2013).

Medikal uygulamalarda özellikle biyouyumlu metalik malzemelerin HA ile kaplanmasının önemi yadsınamaz bir gerçek olarak ortaya çıkmaktadır. Yukarıda belirtilen kaplama yöntemleri yanında olası avantajları sağlayacak diğer yöntemlerin de araştırılması gerekmektedir. TKEKİ yöntemi ile ilgili yapılan çalışmalar daha çok, malzeme kaldırma hızı, elektrot aşınması ve yüzey pürüzlülüğünün iyileştirilmesi üzerinde toz katkısının etkilerini kapsayıcı niteliktedir. Toz katkısıyla zenginleştirilmiş fonksiyonel yüzeyler elde edilmesi ile ilgili çalışmalar kısıtlıdır. Özellikle medikal uygulamalar için TKEKİ yöntemiyle, metalik malzemelerin yüzeylerinin HA ile zenginleştirilmesine dair çalışmaya rastlanamamıştır. Bu bağlamda toz katkılı elektriksel kıvılcımla işleme yöntemiyle Ti-6Al-4V alaşımı üzerine HA çökeltilmesi ve çökelmenin gözlemlendiği parametrelerin belirlenmesi üzerine yapılan çalışma önem arzetmektedir (Ekmekci ve Ekmekci 2014). Bu çalışmada kullanılan HA tozları, mikro ve nano boyutları kapsayacak şekilde bir karışımı içermektedir ve işleme parametreleri de sayıca daha az seçilmiştir. Hazırlanan bu tez kapsamında kullanılan HA tozları ise yalnızca mikro boyutta (2-10 μm) ve düzgün küresel yapıdadır. İşlemede kullanılan parametreler ise en geniş yelpazede ele alınmıştır.

BÖLÜM 2

GİRİŞ

2.1 ELEKTRİKSEL KIVILCIMLA İŞLEME

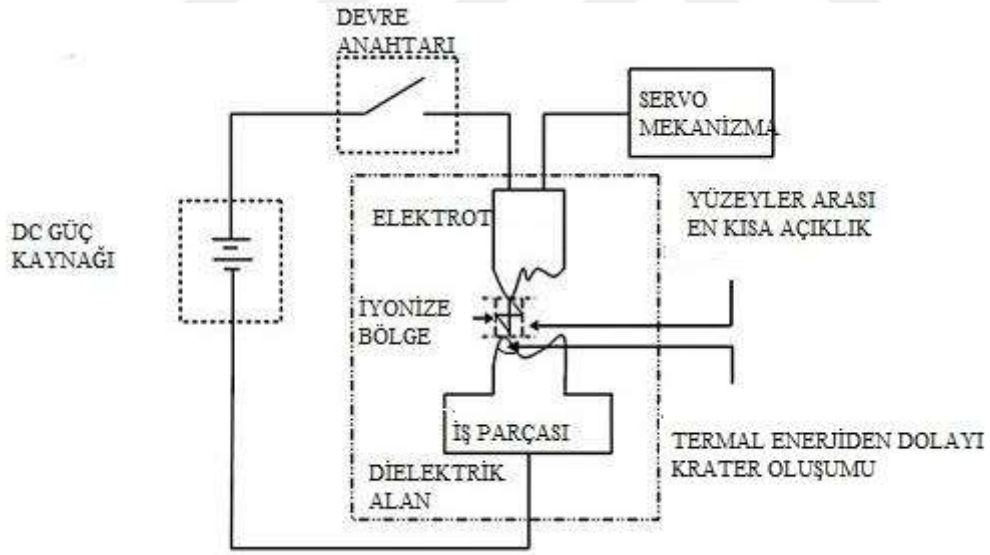
Alışılmış imalat yöntemleri, torna kalemi, freze bıçağı, matkap ucu, kesici uçlar yada taşlama taşı gibi takımlarla fiziksel bir temas yoluyla malzeme kaldırma esasına dayanır. Bu yöntemler çok uzun zamandır yaygın kullanılan yöntemler olup, bilgi birikimi ve tecrübe yönünden de bir üstünlüğe sahiptirler. Yöntemde, iş malzemesi ve kesici takım arasında sürekli bir fiziksel temas ve göreceli bir hareket olduğundan meydana gelen gerilmeler ve aşınma çoğu kez sorun olmaktadır. Bu yöntemlerde çok küçük boyutlarda çalışmak aradaki fiziksel temas zorunluluğu sebebiyle mümkün olamamaktadır. Ayrıca çok sert malzemelerin işlenmesi de olanaksız hale gelebilmektedir. Bununla birlikte takım titreşimi de önemli bir sorun teşkil etmektedir.

Alışılmamış imalat yöntemlerinde ise kesici takım kullanmadan, dolayısıyla mekanik bir kuvvet oluşmadan, bir fiziksel temas ve göreceli hareket olmaksızın, ısı, mekanik, kimyasal veya elektriksel enerji tekniklerini kulanarak malzeme kaldırılır. Böylece çok küçük boyutlarda, karmaşık ve sert malzemelerin işlenmesi mümkün olmaktadır. Günümüzde aşındırıcı jet ve su jeti ile işleme, ultrasonik işleme gibi mekanik işlemler; elektriksel aşındırma, lazer, elektron demeti gibi elektro termal işlemler; elektro kimyasal ve kimyasal işlemler gibi 80'e yakın alışılmamış imalat yöntemi mevcuttur.

Elektriksel Kıvılcımla İşleme (EKİ) 1943'de, metallerin sertliğine bağlı olamaksızın kıvılcım atlaması ile birbirlerini aşındırabildikleri gerçeğinin Rus araştırmacılar tarafından tespit edilmesi ile imalat tekniği olarak ele alınmaya başlanmıştır. Bu yöntemde, herhangi bir mekanik kuvvet uygulanmaksızın, yalıtkan dielektrik sıvı içerisinde oluşturulan ardışık kıvılcımlar vasıtasıyla meydana gelen noktasal erime ve akabinde buharlaşma ile malzeme kaldırılır.

Kıvılcımlar, aralarında kontrollü bir mesafe bulunan iş parçası ve elektrot arasında en yakın mesafede birbiri ardına oluşturulan elektriksel darbeler sonucu oluşmaktadır. Eğer elektrotlar birbirlerine değerse kısa devre olur ve erozyon işlemi gerçekleşmez. Açık aralık gerilimde yüklenmiş olan elektrot, bir hareket denetleyici ve motor aracılığı ile iş parçasına doğru yaklaştırılır. Elektrot iş parçasına doğru yavaşça yaklaşmakta ve sınır değerde dielektrik sıvı polarize olur. Bu noktada artık elektriksel gerilim yalıtılamaz, akabinde açık aralık gerilimi düşer ve düşük dirençli plazma alanı oluşarak iş parçası ve elektrot yüzeyinde iyon ve elektron hareketi yani kıvılcım oluşur.

Plazma alanı dielektrik sıvı tarafından dar bir alanda sınırlandırılarak noktasal akım geçişi sağlanır. Bu şekilde deşarj kanalı içerisinde meydana gelecek ısının tahminen 10^{17} W/m^2, noktasal sıcaklıkların ise 20 000 ^{0}K değerlerine ulaştığı söylenebilir. Kıvılcım, elektronik anahtarlama vasıtasıyla akımın kesilmesiyle söndürülür. Erimiş metal tanecikleri dielektrik sıvının bu bölgeye hücum etmesiyle yüzeyden uzaklaşarak yüzmeye başlar. Böylece birbirine en yakın iki nokta arasında malzeme kaldırılmış olur (Şekil 2.1).



Şekil 2.1 EKİ işlem mekanizması (Muthuramalingam and Mohan 2015)

2.2 EKİ TEZGAHI

Elektrik ileten her malzeme; sertliği ve karmaşıklığı ne olursa olsun EKİ tezgahı (Şekil 2.2) ile işlenebilir. İşlemede biri iş parçası diğeri ise takım olmak üzere iki adet elektrot kullanılır. Elektrotlar, üzerine gerilim uygulanmış elektrik ileten metaller olarak tanımlanabilir. Tezgah, kontrollü elektriksel kıvılcımların iş parçası üzerinde dolaşmasıyla elektrodun negatif şeklini iş parçasına işler. Tezgah üzerinde işleme programı tanımlandıktan sonra operatörün başında durmasına gerek kalmaz.

Şekil 2.2 Ajan CNC Model 983 dalma erozyon tezgâhı

Tanımlanan iş bittiğinde veya normal işleme dışında bir durum sözkonusu, tezgah ikaz vererek kısa bir süre sonra kendini kapatır. Farklı imalat teknikleri ile hazırlanan elektrot, kompleks parçaların işlenmesinde ve maliyeti düşürmede yararlı olur.

2.3 EKİ MEKANİZMASI VE ETKİN PARAMETRELERİ

2.3.1 Ana Bileşenler

Servo sistemi, güç kaynağı, dielektrik sıvı sistemi EKİ tezgahının ana bileşenleridir.

Servo sistemi, bir elektrik sürücü motoru vasıtasıyla aralarındaki referans gerilime ulaşıncaya kadar elektrodu kontrollü bir biçimde iş parçasına yaklaştıran sistemdir. Raferans gerilime ulaşıp deşarj süresi boyunca elektrotla iş parçası arasındaki aralığı dengede tutar. Çünkü kıvılcım atlaması belirli bir mesafede gerçekleşir. Eğer elektrotlar birbirlerine değerse kısa devre olur ve kıvılcım atlaması başarısız olur. Bu durum tezgah tarafından bir ikaz sesiyle operatöre iletilir.

Güç kaynağı, istenilen formda ve sürede elektrik sinyali üretimini sağlayan sistemdir.

Dielektrik sıvı sistemi, dielektrik sıvının sürekli sirkülasyonu ile işlem sırasında eriyip katılaşan atıkları işlem bölgesinden uzaklaştıran, aynı zamanda bu bölgenin soğumasını sağlayan sistemdir.

2.3.2 Etkin Parametreler

Kıvılcım atlaması lokal olarak çok küçük boyutlarda, çok kısa sürelerde ve ardışık olarak meydana geldiğinden EKİ'de işlem mekanizması oldukça karmaşıktır. EKİ'de etkin parametreler; deşarj gerilimi, darbe akımı, darbe süresi ve bekleme süresi, dielektrik sıvı, elektrot ve iş parçası malzemeleri olarak ele alınabilir.

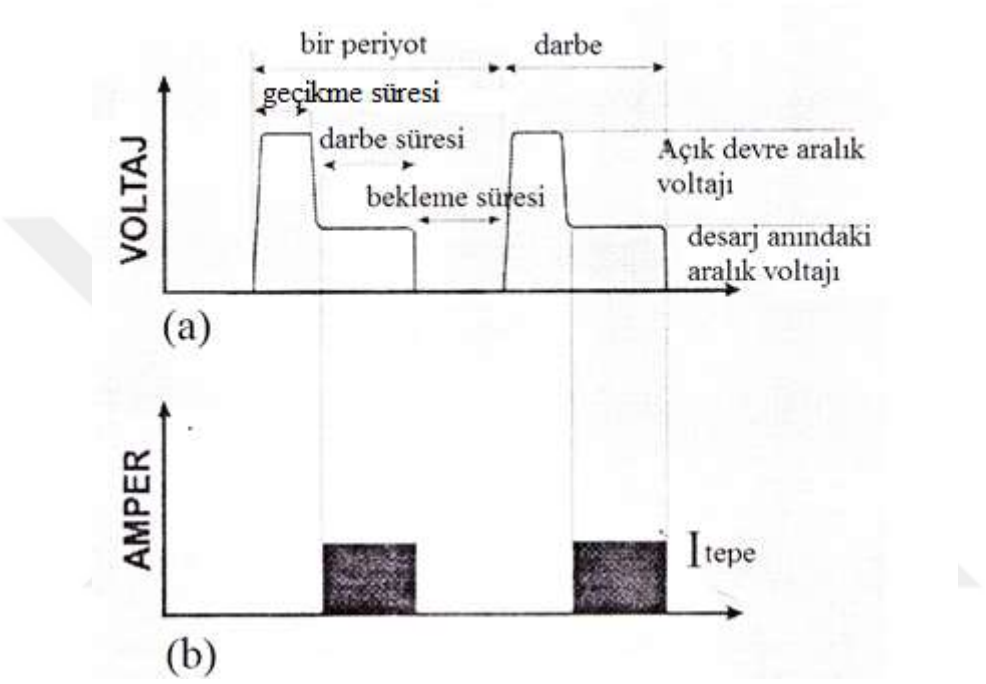
Deşarj gerilimi: Dielektrik sıvıda iyoninasyon meydana gelinceye kadar açık aralık gerilimi artar. Akımın akmaya başlamasıyla birlikte düşer. Ajan CNC Model 983 dalma erozyon tezgâhı için açık aralık gerilimi 75 V-150 V civarındadır (Şekil 2.3a).

Darbe akımı: Kıvılcım atlaması sırasındaki akım değeridir.Yüzey kalitesini ve malzeme kaldırma hızını önemli ölçüde etkileyen bir parametredir. Kullanılacak iş parçası, elektrot, dielektrik sıvı, yüzey pürüzlülüğü ve malzeme kaldırma hızına bağlı olarak 7A, 12A, 22A, 42A ve 72 A akım seviyeleri kullanılabilir (Şekil 2.3b).

Darbe süresi: Mikro saniyeler mertebesinde bir kıvılcım atlama süresini ifade eder. Standart olarak uygulanan darbe süreleri: 2 µs, 3 µs, 4 µs, 6 µs, 12 µs, 25 µs, 50 µs, 100 µs, 200 µs, 400 µs, 800 µs ve 1600 µs'dir.

Bekleme süresi: Darbe süresi sona erdikten sonra bunu takip eden ve hiçbir elektriksel aktivitenin olmadığı süredir. Bu süreçte, iş parçasından kaldırılan atık malzemeler işlem bölgesinden uzaklaştırılmış ve yeni kıvılcım için uygun ortam hazırlanmış olacaktır (Şekil 2.3).

Gecikme zamanı: Çalışma alanına uygulanan voltaj ile deşarj oluşumu arasındaki zaman aralığıdır.



Şekil 2.3 Darbe profili

Dielektrik Sıvı: Genellikle hidrokarbon bazlı sıvı kullanılmakla birlikte saf su yada başka saf su içine katkı katılmış karışımlar da kullanılabilir.

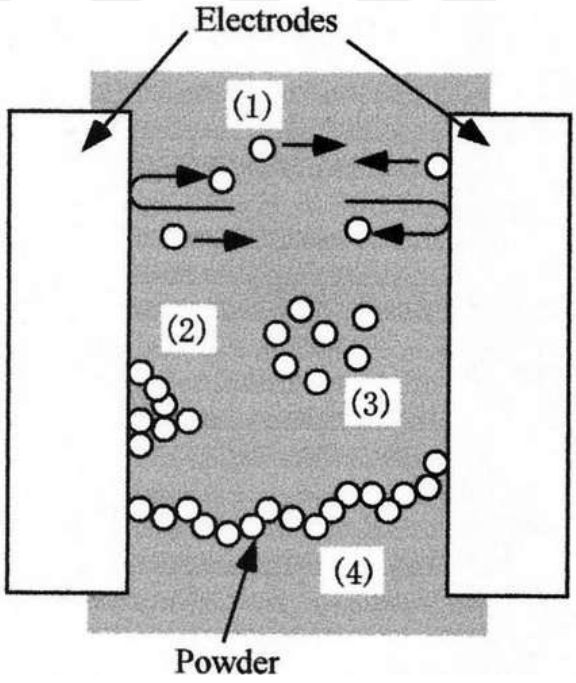
Elektrot ve iş parçası: Elektrik ileten her tür metal hem iş parçası hem de elektrot olarak kullanılabilir. Fakat kullanılan malzemenin mekanik özelliklerinin işlemi tamamen etkileyeceği bilinmelidir.

Sayılan tüm parametrelerin birbiriyle ilişkili olması işlemin karmaşık doğasını ortaya koymaktadır.

2.4 TOZ KATKILI ELEKTRİKSEL KIVILCIM İLE İŞLEME

Toz Katkılı Elektriksel Kıvılcım ile İşleme (TKEKİ) yöntemi, işlem performansını arttırmak için dielektrik sıvı içerisine genellikle metal tozu olmak üzere çeşitli metal ya da seramik toz katkıları katılarak gerçekleştirilen EKİ nin diğer bir türüdür. Bu yöntemde toz katkılarının sürekli karıştırılmak suretiyle çökelmesi önlenir. Böylece katkılar akımın elektrottan iş parçasına iletilmesinde kullanılır. Dielektrik sıvı içerisindeki toz katkıları bir ara yüzey oluşturarak deşarj sırasında bir elektrik yükü yoğunlaşmasına ve seri deşarjlara sebep olmaktadır. Bu sayede daha etkin kıvılcımlama ve malzeme kaldırma oranının yanısıra daha iyi yüzey kalitesi elde edilmektedir.

Toz katkılarının iki elektrot arasındaki olası hareket çeşitleri Şekil 2.4'te özetlenmiştir. Buna göre tanecikler; her iki elektrot arasında gelip giden bir hareket içerisinde olacaktır. (1), her iki elektrot yüzeyine yapışma (2), dielektrik sıvı içinde birbirine topaklanmış şekillerden biri şeklinde hareket edebilirler. (3), elektrotlar arası boşlukta bir zincir oluşturma (4).

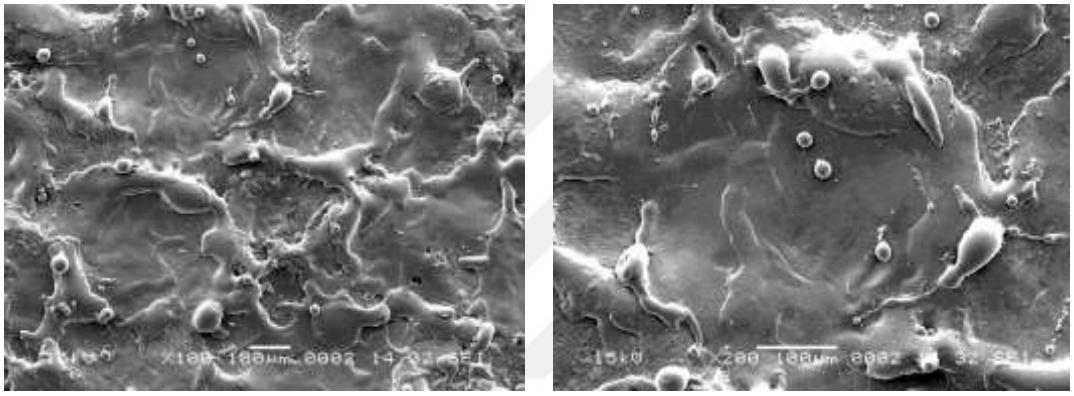


Şekil 2.4 Toz katkısı davranış çeşitleri (Furutania et al. 2001).

Yapılan çalışmalar dielektrik sıvıya katılan toz katkılarıyla zengin bir yüzeyin mümkün olabileceğini göstermiştir (Ekmekci vd. 2015b).

2.5 EKİ'DE YÜZEY ÖZELLİKLERİ

EKİ'ye tabi yüzeylerin, üst üste rastgele yayılmış kraterlerden ötürü donuk bir görüntüsü vardır. Kıvılcımlanma sırasındaki erimiş metal parçaları krater çeperlerinde yükseltiler oluşturmaktadır. Kıvılcımlanma çok kısa sürelerde gerçekleştiğinden ve noktasal olarak çok yüksek sıcaklıklara (20000 ºK) ulaşıldığından eriyen metalin ani bir şekilde dielektrik sıvı ile karşılaşması sonucu kürecikler ve eklentiler oluşmaktadır. Yüzeyde oluşan izler; ard arda oluşan kıvılcımların ve çok kısa sürelerde meydana gelen eriyip katılaşma ve değişimlerin bir sonucunu yansıtmaktadır ve Taramalı Elektron Mikroskopu (TEM) görüntülerinde de görülmektedir (Şekil 2.5).

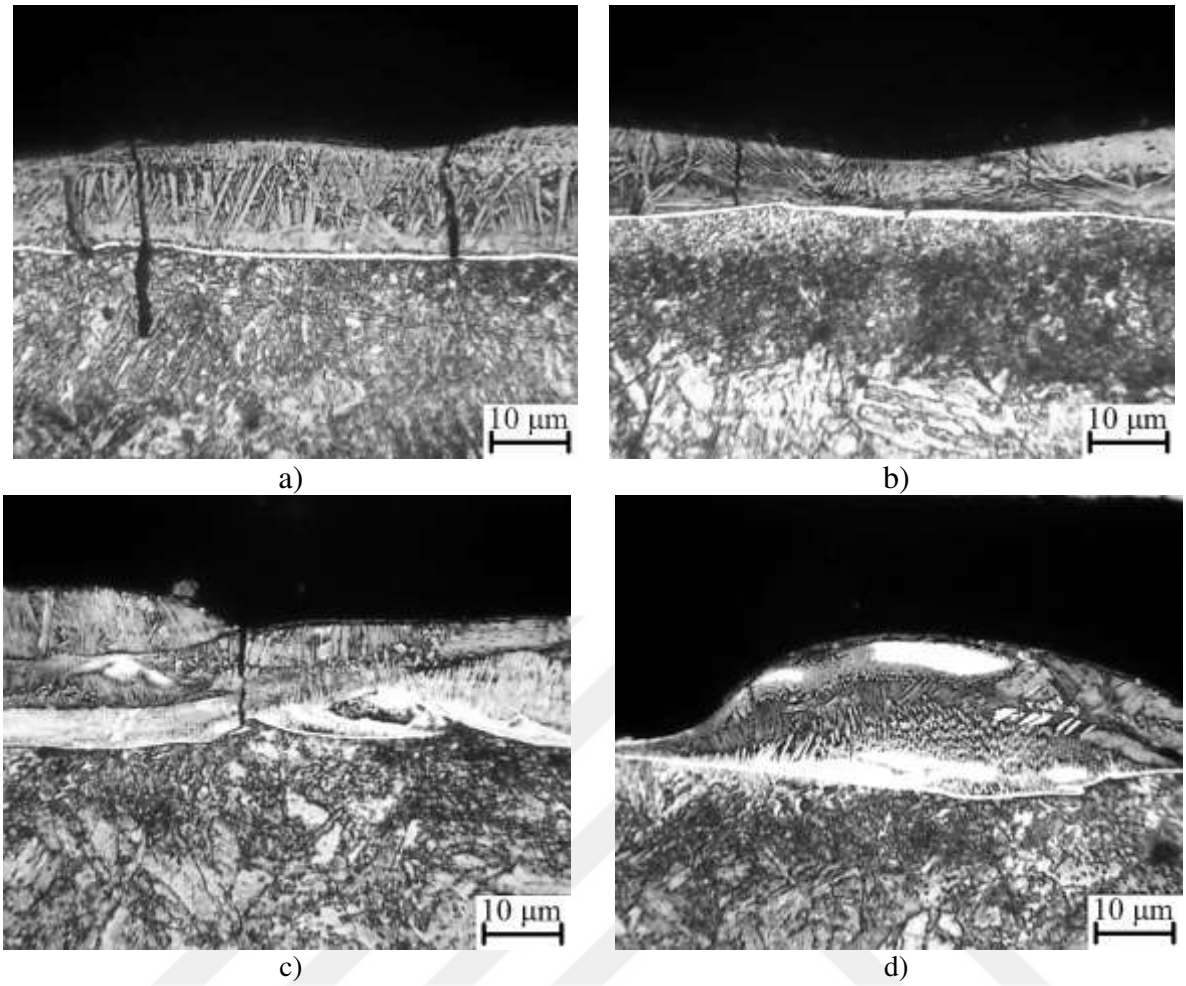


a) b)

Şekil 2.5 EKİ'ye tabi çelik malzeme yüzeyinde krater ve izlerin genel görünümü a)Genel görünüm b) Büyütülmüş görünüm (Ekmekci vd. 2015b)

EKİ'de etkin parametreler olan deşarj gerilimi, darbe akımı, darbe süresi, bekleme süresi, dielektrik sıvı, elektrot ve iş parçası yüzey özelliklerini doğrudan etkilemektedir. Yüksek darbe süresi deşarj kanalının genişleyip, daha büyük çapta kraterlerin oluşumuna yol açarken, yüksek akım seviyeleri daha derin kraterlerin oluşumuna neden olmaktadır. Bunlara bağlı olarak da yüzey pürüzlülüğü de değişmektedir. Ayrıca aynı anda tüm parametrelerin etkisi göz önünde bulundurulmalıdır. Kullanılan parametreler yüzey çatlaklarının oluşumunu da doğrudan etkilemektedir.

Sadece yüzey değil, yüzey altı da işlemin karmaşık doğasından etkilenmektedir. Yüzey altında farklı özellik, fiziksel karakteristik ve görünüme sahip katmanlar oluşmaktadır. Şekil 2.6'da plastik kalıp çeliklerinde gözlemlenen farklı özelliklerde katmanlar görülmektedir.



Şekil 2.6 EKİ'ye tabi çelik malzeme kesit görünümü (22 A darbe akımı ve 400 µs darbe süresi) a) Dentritik yapılar ve çatlaklar b) Sertleşip katılaşan tabaka üzerinde çubuksu taneler c) Üst üste yığılı katmanlar d) Katılaşma sırasında birbiri ardına oluşan termal etkiler (Ekmekci vd., 2015b)

Yukarıdaki şekillerde de görüldüğü gibi kıvılcım sonrası noktasal olarak yüksek ısıya maruz kalan iş parçası yüzeylerinde değişik karakteristik yapılar meydana gelmektedir. Yüksek darbe akımlarında ve yüksek darbe sürelerinde yayvanlaşan krater yapıları ve mikro çatlarlar meydana gelmektedir. Kıvılcım sonrası noktasal olarak buharlaşan bölgelerde dielektrik sıvı ile karşılaşılılması sonucu mikro çatlaklar dentrik yapılar meydana gelmektedir. Aniden katılaşan bu bölgede oluşan dentrik yapılar o bölgenin çok sert olduğunu göstermektedir. Yüksek darbe akımlarında ve yüksek darbe sürelerinde oluşan üst üste yığılı katmanlar o bölgede oluşan yüksek ısısal çevrimler olduğunu göstermektedir.

2.6 TİTANYUM VE TİTANYUM ALAŞIMLARI

Titanyum (Ti) ve titanyum alaşımları; iyi derecede korozyon direnci ve mekanik özelliklere sahip, kemiklerle yüksek oranda biouyumlu malzemelerdir. Bununla birlikte, vücut içindeki sıvılara karşı dirençli ve vücudun yabancı madde reaksiyonu göstermediği alaşımlar olduğundan uzun süreli implantasyonda biyouyumluluk en iyi şekilde sağlanabilmektedir. Yoğunlukları düşük ve hafif olmalarının yanısıra kimyasal reaksiyona girme olasılıkları ve alerjik özellikleri düşüktür.

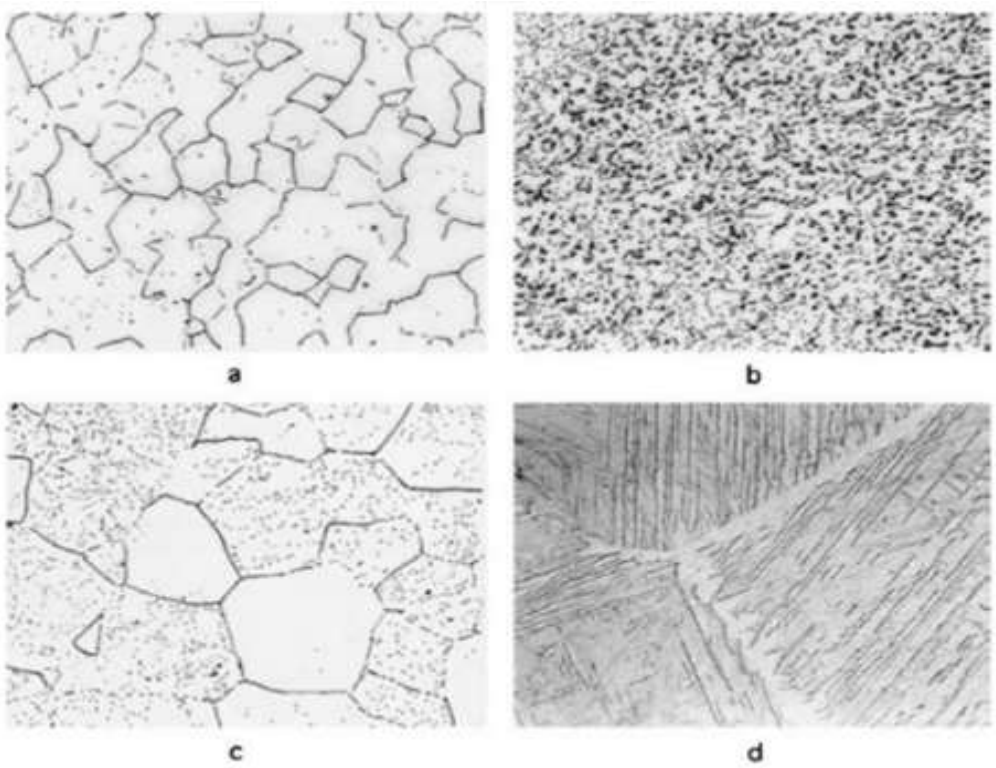
Saf titanyum ve titanyum alaşımları, biyomalzeme üretiminde kullanımı 1930‟lu yılların sonlarıdır. Fiziksel ve kimyasal açıdan üstün özellikler gösteren titanyum, paslanmaz çelik ve kobalt alaşımlarına göre daha hafif bir malzemedir. Saf metalde oksitlenmenin ilerlemesini ve korozif kimyasal maddelerle tepkimeyi engelleyici katı bir oksit tabakası oluşturması sonucu, titanyum korozyona karsı direnç kazanır. Titanyumun elde edilmesi ve işlenmesi çok zor olduğundan metal olarak kullanılması çok özel alanlarla sınırlandırılmıştır.

Titanyum çelik malzemelere göre yaklaşık % 56 düşük yoğunluğa sahip olmasına rağmen yüksek özgül dayanıma (çekme mukavemeti/yoğunluk) sahip bir malzemedir. Titanyum manyetik özelliği olmayan, korozyona dayanımı ve biyouyumluluğu yüksek malzeme olarak tanımlanır (Leyens and Peters 2003).

Bu özelliklerinden dolayı kimya, uzay, biyomalzeme ve kesici takım yüzey kaplama teknolojilerinde tercih edilen ileri mühendislik malzemesidir. Ancak Ti esaslı parçaların yüksek üretim maliyeti kullanım alanlarını da oldukça sınırlamaktadır. Ti alaşımlarının özellikleri fazların dönüşümü ile karakterize edilir. Endüstriyel uygulamalarda Ti alaşımları fazların dönüşümlerine göre seçilmekte olup biyomalzeme imalatında sıklıkla α/β ve β’ ya yakın fazlar önerilmektedir. Ti-6Al-4V (Çizelge 2.1) alaşımları α/β alaşımlarıdır ve sıklıkla uçak iniş takımları, gaz türbin çarkları ve kalça implant implant imalatı için tercih edilen malzeme olarak literatürde görülmektedir (Donachie 2000). Ancak bu alaşımların döküm yöntemiyle imalatından sonra talaşlı imalat yöntemlerinin kullanılmasıyla parça imalatı, işleme zorlukları ile birlikte malzeme sarfiyatıyla yüksek maliyetleri doğurmaktadır. Bu yüzden, pahalı bu alaşımlardan parça imalatı son şekle yakın parça üretim tekniklerinin kullanılmasını zorunlu hale getirmiştir. Titanyum alaşımlarının mikro yapıları Şekil 2.7 de gösterilmiştir.

Çizelge 2.1 Ti-6Al-4V alaşımı kimyasal bileşimi

Alaşım Elemanı	Ti	Al	V	Zn-S
Ağırlık (%)	90	6	4	0,6
Ergime Sıcaklığı (°C)	1668	660	1910	120-124



Şekil 2.7 Titanyum alaşımlarının mikroyapıları (500x). (a) Tavlanmış α alaşımı. (b) Tavlanmış Ti6Al4V α + β alaşımı. (c) Tavlanmış β alaşımı. (d) Ti6Al4V, 1650ºC de ısıl işlem görüp su verilmiş martensit yapısı (Park and Kim 2002).

Ti-6Al-4V alaşımı ilk olarak; ısıl direnci, mukavemeti, şekil verilebilirliği, tokluğu, kaynak kabiliyeti, korozyon direnci ve biyouyumluluğu mükemmel bir malzeme olarak 1954 yılında geliştirilmiştir (Şekil 2.8). Günümüzde, dünya çapında Ti–6Al–4V, Ti–5Al–2.5Sn, Ti–2Al–2.5Zr, Ti–32Mo, Ti–Mo–Ni, Ti–Pd, Ti-811, Ti-6242, Ti-1023, Ti-10-5-3 gibi 20-30 çeşit titanyum alaşımı geliştirilmiştir. Fakat tüm çeşitler içerisinde tüketimin % 75-85'ini Ti-6Al-4V alaşımı teşkil etmektedir (Chunxiang 2011).

Şekil 2.8 Ti-6Al-4V alaşımı çubuk malzemeler

2.7 HİDROKSİAPATİT

Bölüm 1'de de değinildiği üzere Hidroksiapatit (HA), kimyasal formülü $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ olan bir kalsiyum tuzudur. Dişlerin mine ve dentin tabakası ve kemikte bulunur. Doğada elmastan sonra bilinen en sert moleküldür. Hidroksiapatit genellikle ampute kemiklerde dolgu olarak yada implantları desteklemek için kullanılan biyouyumlu bir seramiktir. Bioseramiklerin, implantlar olarak üretilip kullanılabilmeleri, güvenirliliği, virütik ve bakteriyel bir risk taşımamaları ve bioinert seramiklerin yaşayan dokunun çevresiyle etkileşmemeleri en önemli avantajlarıdır. HA'nın kimyasal bileşimi (Çizelge 2.2) ve kristal yapısı insan iskelet sistemindeki yapıya benzer olduğundan kemik yerine kullanılması uygundur. Kemik yapısına benzer şekilde kalsiyum fosfor oranı 1.67 civarındadır (Legeros 2008). Çizelge 2.2 HA'nın fizikokimyasal, mekanik ve biyolojik özellikleri (Furutania et al. 2001).

Çizelge 2.2 Hidroksiapatitin fizikokimyasal, mekanik ve biyolojik özellikleri

Özellik	Değer
Molekül Formülü	Ca10(PO4)6(OH)2
Ca/P oranı	1,67
Kristal yapı	Hegzagonal
Elastiklik modülü (GPa)	114
Yoğunluk (g/m3)	3,16
Sertlik (HV)	600
Bozunma sıcaklığı (°C)	> 1000
Erime noktası (°C)	1614
Biyouygunluk	Yüksek
Biyoaktiflik	Yüksek
Hücresel uygunluk	Yüksek

2.7.1 Hidroksiapatit Kaplama Yöntemleri

Literatürde, birçok kaplama yöntemi mevcuttur. En çok kullanılan yöntem plasma-püskürtme metodu olmakla birlikte sulu püskürtme, elektrokimyasal kaplama, darbeli lazer kaplama, biyomimetik kaplama, kimyasal ve fiziksel buhar çöktürme, sol-jel metodu ve argon atmosferli plazma püskürtme yöntemleri gibi birçok yöntem kullanılmaktadır. kullanılmaktadır.

2.7.1.1 Plazma Püskürtme Metodu

Bu yöntemde kaplama malzemesi (toz/tel) öncelikle bir enerji kaynağı yardımıyla ısıtılılır ve ardından eriyik/yarı eriyik forma dönüştürülür. Isıtılmış partiküller gaz veya atomizasyon jetiyle hızlandırılır ve hazırlanmış altlık üzerine çarptırılarak birbirlerine bağlanması sağlanır.

2.7.1.2 Sol Jel Metodu

Sol-jel yöntemi, uygun başlangıç kimyasalları yardımıyla çözelti hazırlamayı içeriren bir yöntemdir. Yöntemde, alkoksitler, metal tuzları ya da nitratlar gibi kimyasallar kullanılır. İşlemde, başlangıç kimyasalları, bir süspansiyon (sol) oluşturmak için nano boyutlu partiküllere dönüştürülür ve bu partiküller bir jel içerisinde birbiri ile bağlanır. Genel olarak sol-jel sürecinde sistem sıvı fazdan (sol) katı faza (jel) geçiş yapar. Bu jele dönüşüm pek çok yolla başlatılabilir. Burada reaksiyon solüsyonunun pH'ını değiştirmek en uygun yaklaşım olur. Sol-jel yöntemi ince film elde etmek için uygun bir yöntemdir. Döndürme, püskürtme, daldırma gibi yöntemlerle bir alt tabaka üzerine sol'ün kaplanması ve akabinde ıslak jel haline dönüşmesiyle ince film tabakalar oluşturulur.

2.7.1.3 Biyomimetik Yöntem

Biyomimetik kelime olarak biyolojik taklit anlamına gelmektedir. Yöntemde, kaplanmak istenen plakalar, fizyolojik sıcaklık ve pH değerinde hazırlanan (simulated body fluid=yapay vücut sıvısı) SBF içerisinde bekletilerek kaplama işlemi gerçekleştirilir.

2.8 ÇALIŞMANIN AMACI

Son zamanlarda özellikle tıp ve mühendislik alanında gelişmelere paralel olarak biyomalzemelerin önemi giderek artmaktadır. Biyomalzemeler, gerek eksik dişlerin yerini tamamlayan çene kemiğine yerleştirilen implantların yapımında gerekse yaralanmalar, iltihaplar, tümörler, kangren, ve benzeri sebeplerle oluşan kayıpların giderilmesi ya da doğuştan eksik veya işlevini yapamayan organların onarımı amacıyla kullanılan malzemelerdir. Metal, seramik, polimer veya kompozit olabilirler. Yaygın olarak iskelet sisteminde titanyum, titanyum alaşımları, paslanmaz çelik, kemik dolgusu olarak hidroksiapatit, lensler için ise silikon ve kauçuk gibi malzemeler kullanılmaktadır.

Biyomalzemeler insan vücuduna hem kimyasal, hem fiziksel hem de biyolojik olarak uygun olmalıdır. Ayrıca vücudun sergilediği mekanik davranışa da uygun yapıda olmalıdır. Kullanılan malzemenin olası toksik etkisi sebebiyle çevresindeki dokulara zarar vermesi, özellikle metallerde olabilecek korozif etkiler ya da iyon salınımı gibi sebepler biyomalzemelerin bu problemlerin giderilmesini sağlayacak bir malzemeyle kaplanması

gereğini doğurmuştur. Çizelge 2.1'de özellikleri verilen hidroksiapatit bunun için son derece uygun malzemedir. Böylece özellikle metalik malzemelerin üstün mekanik özellikleri ile HA'nın yüksek biyouyumluluğu ve biyoaktifliği bütünleştirilmiş olacaktır. Metaller üzerine HA kaplanması ile ilgili birçok yöntem mevcuttur. Kısım 2.7.1'de bunlardan yaygın olarak kullanılanlara örnekler verilmiştir. Ayrıca TKEKİ yöntemi ile dielektrik sıvıya ilave edilen toz katkısının nüfuz etmesiyle fonksiyonel yüzeylerin oluşumunun mümkün olabileceği belirtilmiştir. Bu çalışmanın amacı, hidroksiapatit toz katkısının EKİ'de yüzey morfolojisi ve mikroyapıya etkisinin araştırılması ve özellikle medikal uygulamalar için HA yönünden zengin fonksiyonel yüzeylerin oluşma durumunun incelenmesidir.

BÖLÜM 3

DENEY TASARIMI

Çalışma kapsamında 40 adet Ti-6Al-4V numune belirlenen boyutlarda kesilmiş, gerilim giderme işlemine tabi tutulmuş ve yüzeyleri parlatılarak işlemeye hazır hale getirilmiştir. Ardından çeşitli parametrelerde TKEKİ'ye tabi tutulmuş ve işlenen numuneler üzerinde Taramalı Elektron Mikroskopu (TEM), X Işını Kırınım Difraktometresi (XRD) ve kesit analizleri yapılmıştır. Numunelerin kesilmesi, parlatılması, işlenmesi ve kesit analizleri için tamamiyle Makina Mühendisliği Laboratuvarlarında mevcut olan tezgah ve cihazlardan yararlanılmıştır. TEM ve XRD analizleri ise Bülent Ecevit Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde yaptırılmıştır.

3.1 NUMUNE VE ELEKTROT ÖZELLİKLERİ

EKİ tezgahında işlemek üzere 10 mm çaplı Ti-6Al-4V (Grade 5) titanyum alaşımı çubuktan 8 mm boyunda numuneler (iş parçası) kesilmiştir. Kesilen numuneler 600 ^{o}C'de gerilim giderme işlemine tabi tutulmuştur (Şekil 3.1). Ardından elektrot-iş parçası paralelliğini sağlamak amacıyla numune yüzeyleri zımpara kum kağıdı ile parlatılmıştır.

Şekil 3.1 Kesilmiş ve fırınlanmış numuneler

Numuneleri işlemek için 20 mm çaplı saf titanyum malzeme kullanılmıştır (Şekil 3.2).

Şekil 3.2 Titanyum (Grade 2) elektrot

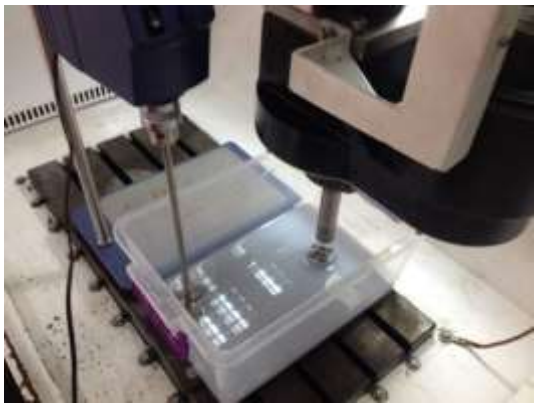
3.2 TEZGAH ÖZELLİKLERİ

Numuneleri işlemek için Bülent Ecevit Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü'nde mevcut Ajan CNC Model 983 dalma tip erozyon tezgâhı kullanılmıştır (Çizelge 3.1). Kulanılacak toz katkısı ve farklı dielektrik sıvının tezgaha zarar vermemesi amacıyla mevcut sirkülasyon sistemi çıkarılıp deney serisine uygun tasarlanmış sistem ve işlem havuzu adapte edilmiştir. Tasarımda işleme sırasında kaldırılan malzemeyi, eriyip katılaşan küresel artık malzemeleri ve dielektrik sıvıya katılan toz katkılarını işleme bölgesinden uzaklaştırmak amacıyla sisteme bir mekanik karıştırıcı ilave edilmiştir.

Çizelge 3.1 Tezgah özellikleri

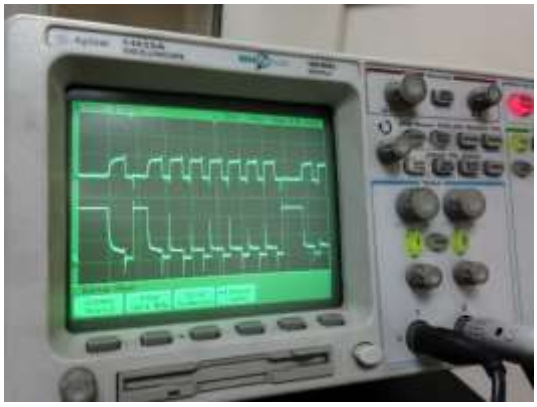
Makina Adı	: CNC Erozyon Makinası
Makine Modeli	: EDM-CNC 983
Güç	: 4.5 KW
Eksen Hareketleri	: (x)420 X (y)270 X (z)250 mm
Çalışma Tablası	: 625X215 mm
Makine Ağırlığı	: 1250 kg

Hazırlanan toz katkılı dielektrik sıvı 1000 dev/dak sirkülasyona tabi tutulmuştur (Şekil 3.3, 3.4) TKEKİ sırasında meydana gelen gerilim ve akım değerlerindeki değişimleri gözlemlemek için osiloskoptan yararlanılmıştır (Şekil 3.5)



Şekil 3.3 Deney serisine uygun tasarlanmış işlem havuzu

Şekil 3.4 Tezgah, tasarlanan işlem havuzu, osiloskop ve bilgisayardan oluşan deney setinin genel görünümü



Şekil 3.5 Agilent 54622A osiloskop (100 MHz, 20 MSa/s)

3.3 DİELEKTRİK SIVI VE TOZ KATKISI ÖZELLİKLERİ

Tasarlanan deney serisi için dielektrik sıvı olarak analizlerde yanılgıya sebebiyet vermemek amacıyla organik ve inorganiklerden arındırılmış deiyonize su kullanılmıştır. TKEKİ için dielektrik sıvının içine mikronize Hidroksiapatit (HA) toz katkısı ilave edilmiştir (Şekil 3.6). Tasarlanan işlem havuzunda 3 litre (l) saf su ve 45 gram (g) HA toz katkısı kullanışmıştır. Dolayısıyla dielektrik sıvı konsantrasyonu 15g/l olarak seçilmiştir. Şekil 3.7 'de Makine Mühendisliği Bölümünde mevcut olan deiyonize su elde etmek için kullanılan arıtma cihazı ve 45 g HA toz katkısını tartmak için kullanılan hassas terazi görülmektedir.

MİKRONİZE HİDROKSİAPATİT

Saflık : %99

Parça Boyutu: 2-10 µm

Renk : Beyaz

Morfoloji :Küresel

Şekil 3.6 Mikronize HA ve özellikleri

Şekil 3.7 Su arıtma cihazı ve hassas terazi

3.4 DENEY PARAMETRELERİ

Numuneler, 3-1600 µs darbe süresi ve 7-42 A darbe akımı kullanılarak geniş bir aralıkta işlenmiştir. Parametreler ve numune numaraları Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.2 İşleme Parametreleri.

Dielektrik Sıvı : Saf Su 3 l				
Toz Katkı: Hidroksiapatit 15 g/l				
Elektrot: Saf Titanyum Grade 2 çap 20 mm dönüyor				
İş Parçası: Ti Grade 5				
Dielektrik Sıvı Sirkülasyonu 1000 devir				
Darbe Akımı				
	22 A	**12 A**	**7 A**	**42 A**
Darbe Süreleri	**Numune Numarası**			
3 µs	1	11	21	31
6 µs	2	12	22	32
12 µs	3	13	23	33
25 µs	4	14	24	34
50 µs	5	15	25	35
100 µs	6	16	26	36
200 µs	7	17	27	37
400 µs	8	18	28	38
800 µs	9	19	29	39
1600 µs	10	20	30	40

3.5 ANALİZLERDE KULLANILAN CİHAZLAR

Belirlenen parametrelerde işlenen numunelerin öncelikle yüzey pürüzlülüklerine bakılmıştır. Bunun için Tylor Hobson yüzey pürüzlülük cihazı kullanılmıştır. Böylece parametrelerin pürüzlülük üzerindeki etkisi karşılaştırılmalı olarak belirlenmiştir. Sonrasında numunelerin TEM, Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) ve XRD analizleri yapılmıştır (Şekil 3.8).

Şekil 3.8 Yüzey pürüzlülük cihazı ve taramalı elektron mikroskopu (TEM)

EKİ'de işlem sırasında oluşan farklı özelliklere sahip katmanlardaki değişimlerin gözlemlenebilmesi için numuneler öncelikle yüksek hızlı hassas kesme cihazında kesilmiş, beraberinde bakalite alınmıştır (Şekil 3.9).

Şekil 3.9 Metkon yüksek hızda hassas kesme cihazı ve bakalit presi

Bakalite alınan numuneler 240, 400, 800 ve 1200 grid zımparalanma sonrasında 6, 1, 0.25 µm süspansiyolarla çuhalarda parlatılmış ve dağlanarak Metkon IMM 901 model optik mikroskop yardımıyla kesit analizleri yapılmıştır (Şekil 3.10).

Şekil 3.10 Parlatma cihazi ve optik mikroskop

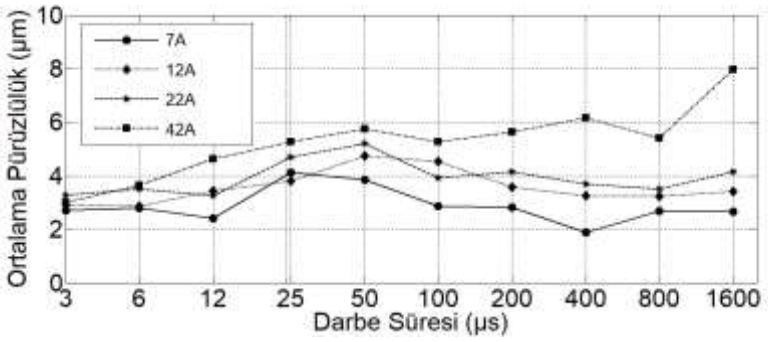
BÖLÜM 4

ANALİZLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu bölümde; toz katkılı elektriksel kıvılcımla işlenen, ardından yüzey pürüzlülüğü, TEM, XRD ve kesit analizleri yapılan 40 adet numune için elde edilen analiz sonuçları adım adım ayrıntılı biçimde değerlendirilecektir.

4.1 YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ

Çalışmanın başlangıcında, 10 mm çaplı Ti-6Al-4V (Grade 5) titanyum alaşımı çubuk 8 mm boyunda kesilerek elde edilen numuneler 600 ^{o}C'de gerilim giderme işlemine tabi tutulduktan sonra yüzeyleri zımpara kum kağıdı ile parlatılmıştır. Numuneleri işlemek için 20 mm çaplı saf titanyum (Grade 2) malzeme elektrot olarak kullanılmıştır. Deiyonize saf su dielektrik sıvısının içine mikronize hidroksiapatit toz katkısı katılarak numuneler elektriksel kıvılcımla işlenmiştir. İşlemenin ardından yüzey pürüzlülük değerleri ölçülmüştür. Bu aşamada her bir numune için 10 adet ölçüm alınmış, bunların arasından en büyük ve en küçük olan iki değer çıkarılıp geriye kalan 8 ölçümün ortalaması alınmıştır. EKİ prosesinin doğası gereği yüzeyde oluşan, darbe akımı arttıkça derinleşen ve darbe süresi arttıkça da yayvanlaşan kraterlerin pürüzlülük üzerindeki etkisi de gözlemlenmiştir (Şekil 4.1). Bunun yanında pürüzlülük değerlerine toz katkısı etkisi de incelenecektir.



Şekil 4.1 Değişen akım ve darbe süresine göre ortalama pürüzlülük değerleri (Darbe süreleri logaritmik gösterilmiştir).

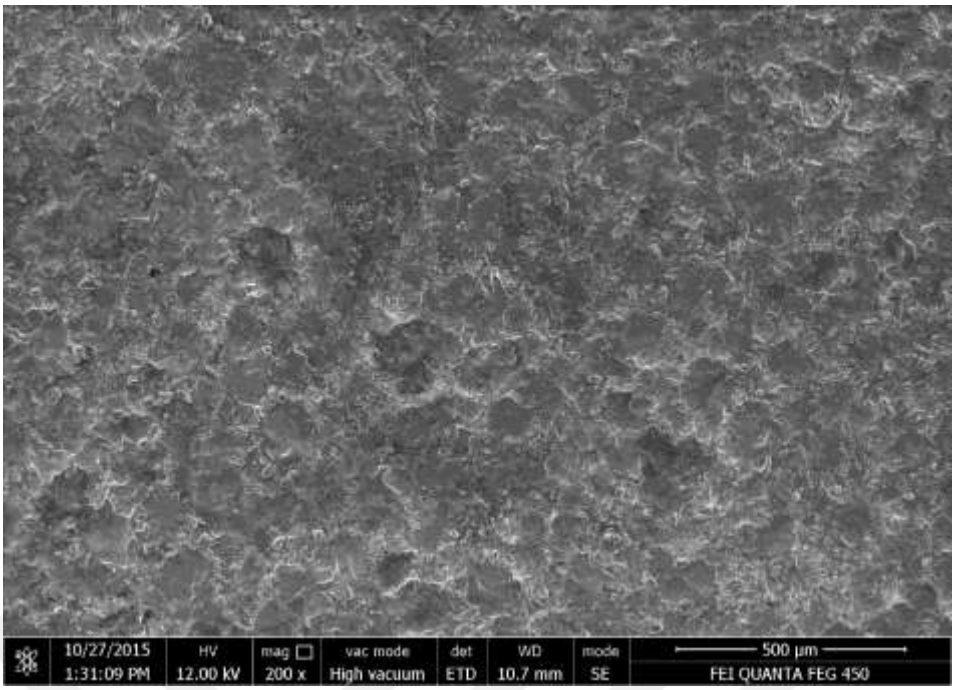
Darbe akımı arttıkça küçük sapmalar hariç pürüzlülüğün de arttığı açıkca görülmektedir. Darbe süreleri göz önüne alındığında ise, pürüzlülük değerlerinin küçük sapmalar dışında 50 µs'ye kadar düzenli arttığı bundan sonra 42 A darbe akımı hariç diğer akım seviyelerinde artan darbe süresiyle azaldığı 400-800 µs aralığında ise kısmen arttığı gözlemlenmektedir. Diğer akım seviyelerinden farklı olarak 42 A darbe akımında yapılan işlemelerde, 100 µs ve 800 µs darbe süresi hariç pürüzlülük değerleri artma eğilimindedir.

Yapılan deneylerde en düşük ortalama pürüzlülük değeri 7 A darbe akımı ve 400 µs darbe süresinde 1.895 µm, en yüksek ortalama pürüzlülük değeri ise 42 A darbe akımı ve 1600 µs darbe süresinde 7.971 µm olarak belirlenmiştir. Burada pürüzlülük değerleri üzerinde toz katkısının etkisi de yadsınamaz. Bu durum yüzey topolojileri değerlendirmesinde ve sonuçlar kısmında tekrar ele alınacaktır.

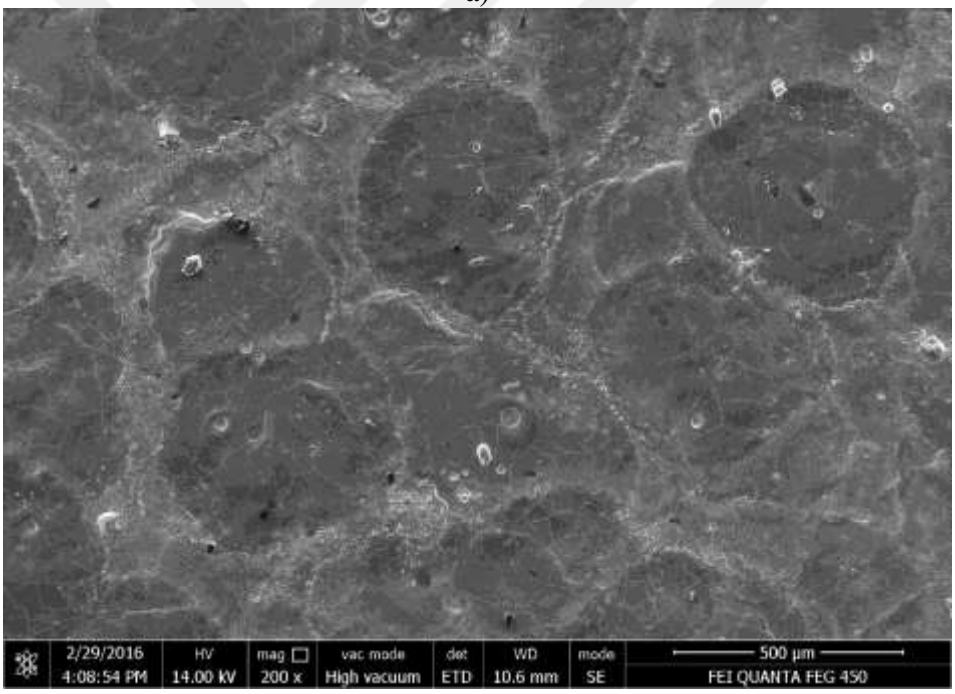
4.2 YÜZEY TOPOLOJİSİ

4.2.1 Krater Yapıları

EKİ prosesinde yüzeye etkiyen ardışık kıvılcımlar sonucu; yüksek darbe akımlarında derin, yüksek darbe sürelerinde ise üst üste binmiş yayvan kraterlerin oluşumu beklenen bir durumdur. Özellikle 3 µs darbe süresi ile 1600 µs darbe süresi arasındaki işlemelerde, kraterlerin çaplarındaki artış bariz şekilde görülmektedir (Şekil 4.2, 4.3, 4.4, 4.5). Artan akım seviyelerinde krater derinliklerinin de arttığıda gözlemlenmektedir. Aynı 3 µs darbe süresinde, 7 A darbe akımı ile 42 A darbe akımları arasında işlenen numunelerde oluşan kraterlerin derinliklerindeki farklılaşma açıkça göze çarpmaktadır (Şekil 4.2a, 4.3a, 4.4a, 4.5a). 1600 µs gibi yüksek darbe süresinde yapılan işlemelerde darbe akımı 7 A'den (Şekil 4.2b) 12 A'e (Şekil 4.3b) artırıldığında krater derinliklerinin artttığı ve yayvanlaştığı, 22 A (Şekil 4.4b) çıkarıldığında yüzeyde eriyik malzemenin saçılıp tekrar katılaşması ile oluşan karmaşık yönelim izlerinin olduğu görülmektedir. 42 A akım seviyesinde (Şekil 4.5b) ise ardışık elektriksel kıvılcımların etkisi ile oluşmuş iç içe kraterler ve olgunlaşmış elektriksel alanın kırılmasıyla oluşan ikincil kıvılcımların etkisiyle oluşan dalgalanmalar ve küçük krater yapıları görülmektedir.

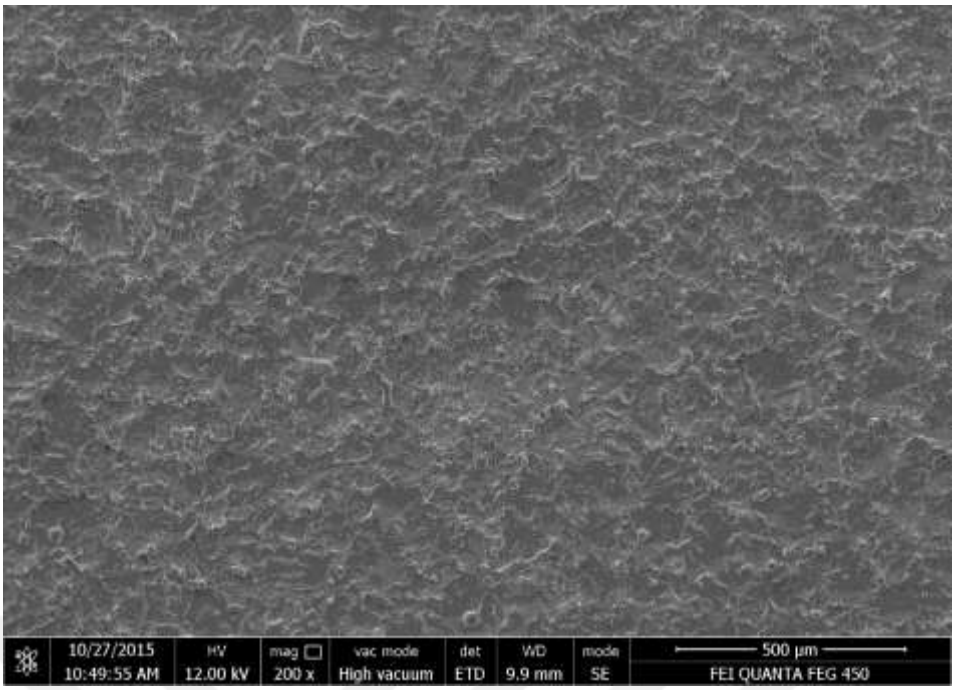


a)

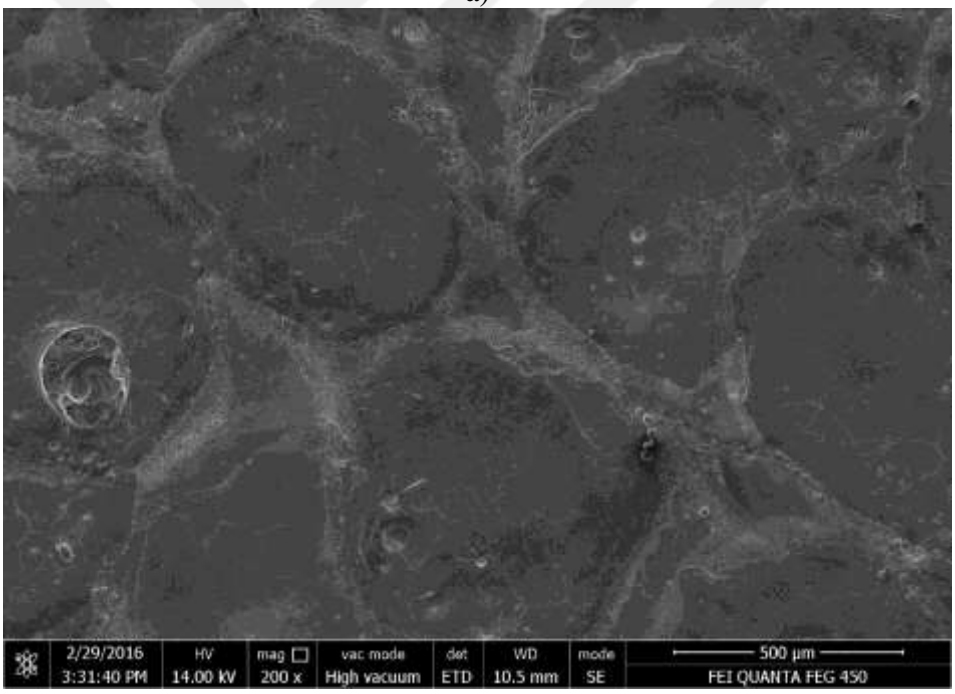


b)

Şekil 4.2 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Akımı: 7A Darbe süresi: a) 3 µs b)1600 µs

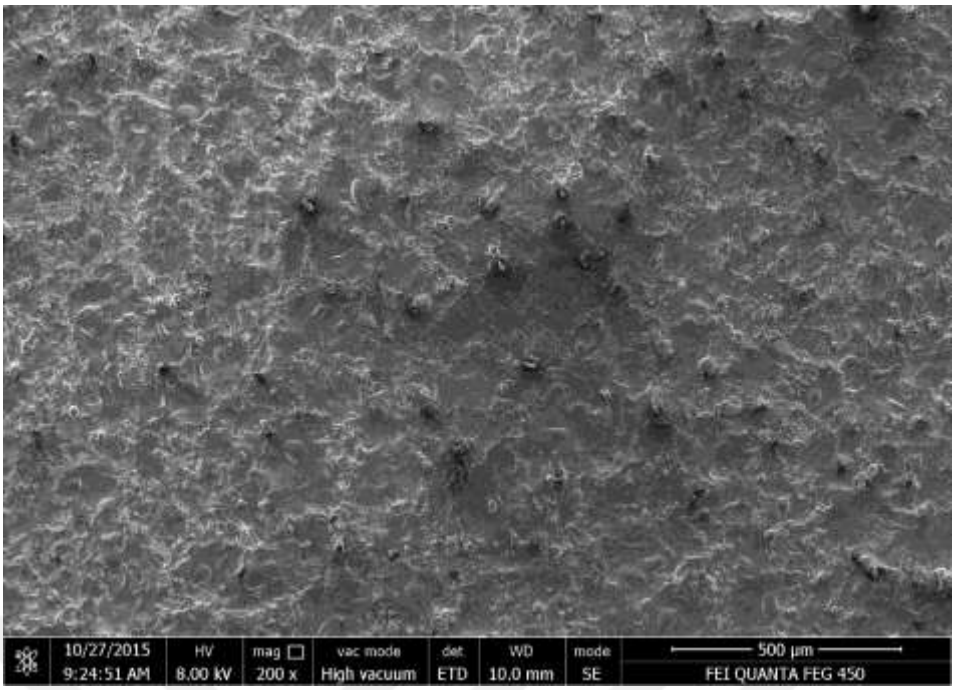


a)

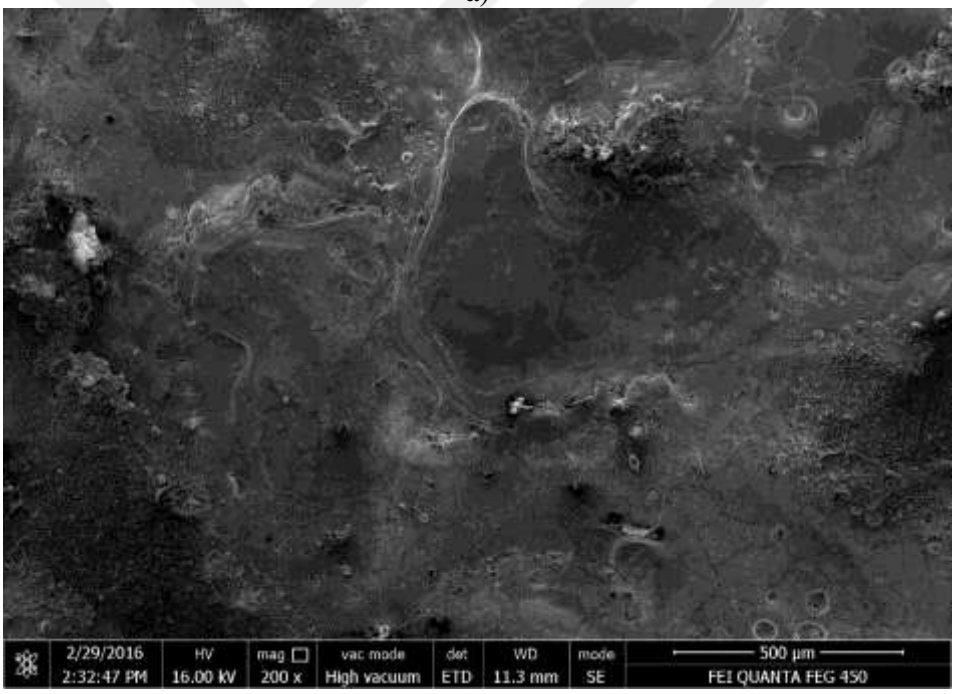


b)

Şekil 4.3 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Akımı: 12A Darbe süresi: a) 3 µs b)1600 µs

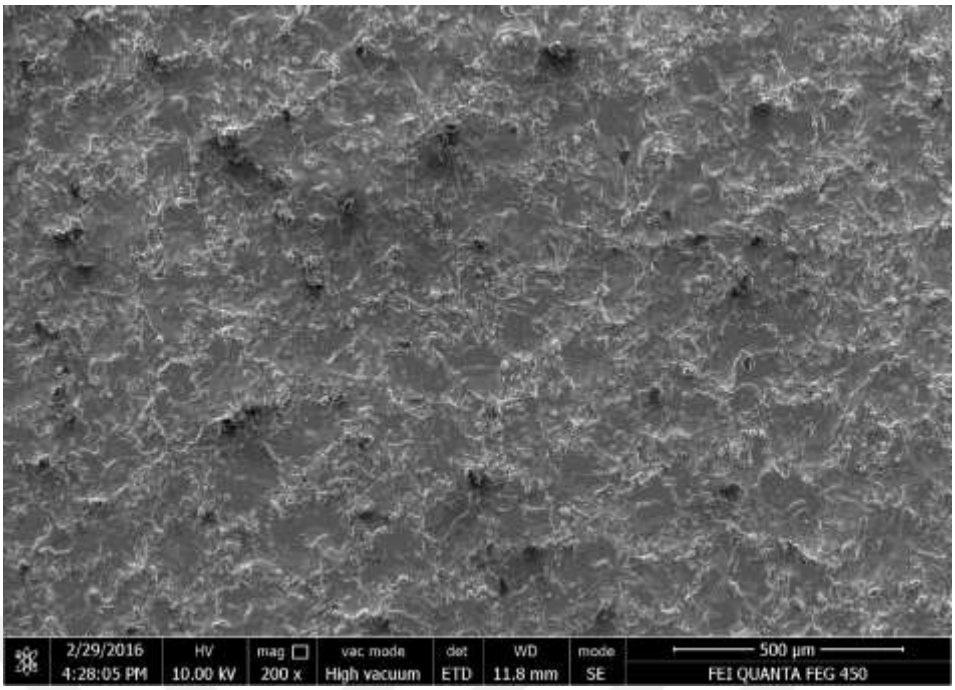


a)

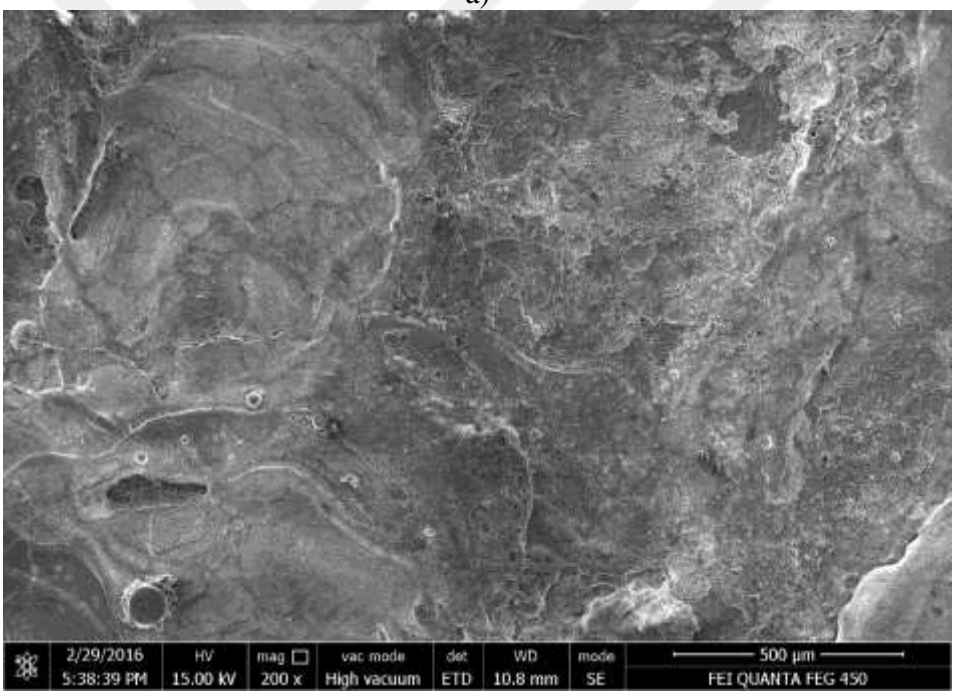


b)

Şekil 4.4 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Akımı: 22A Darbe süresi: a) 3 µs b)1600 µs



a)



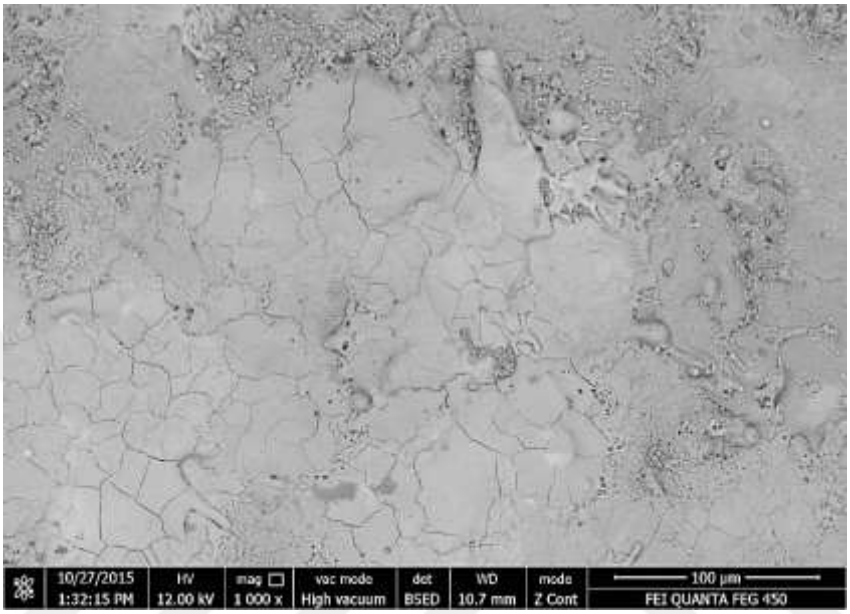
b)

Şekil 4.5 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Akımı: 42A Darbe süresi: a) 3 µs b)1600 µs

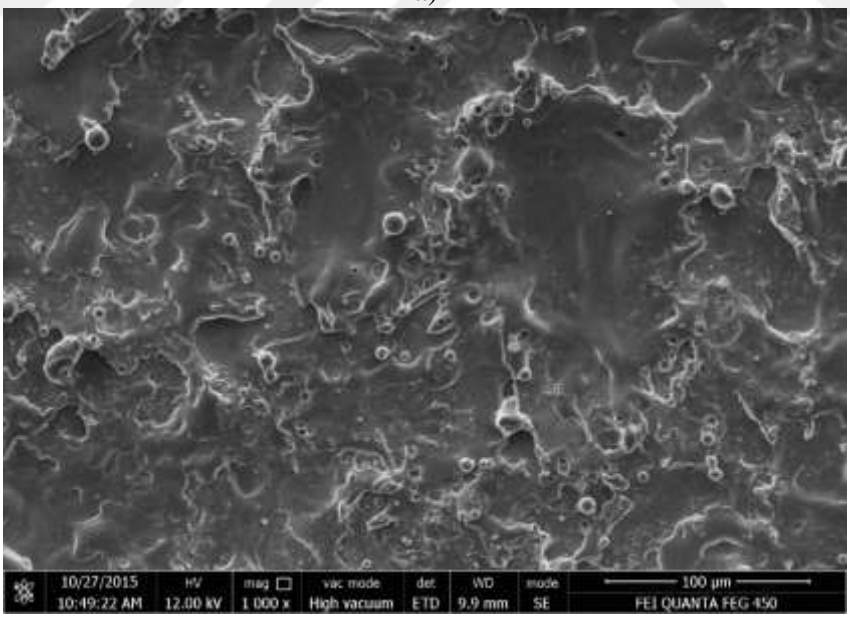
4.2.2 Mikro Çatlaklar, Eklentiler ve Gözenek Yapıları

EKi yönteminde, ard arda meydan gelen kıvılcımlar, noktasal olarak ani sıcaklık artışı ve beraberinde yüzeyden malzeme kaldırılması ve eriyik malzemenin dielektrik sıvı tarafından uzaklaştırılması sırasında oluşan ısısal çevrimler sonucu yoğun çatlama ağları da

oluşmaktadır. 3 µs düşük darbe süresinde çatlaklar düşük akımlarda (Şekil 4.6) ve yüksek akımlarda (Şekil 4.7) belirgin olarak gözlemlenememektedir. Eriyik metalin sebep olduğu buhar zerreleri soğuk dielektrik sıvı ile karşılaştığında, ani bir şekilde küre benzeri yapılar şeklinde katılaşmaktadır. Küre benzeri yapıların daha çok krater çeperlerinde oluştuğu ve darbe akımı arttıkça yoğunlaştığı gözlemlenmektedir.

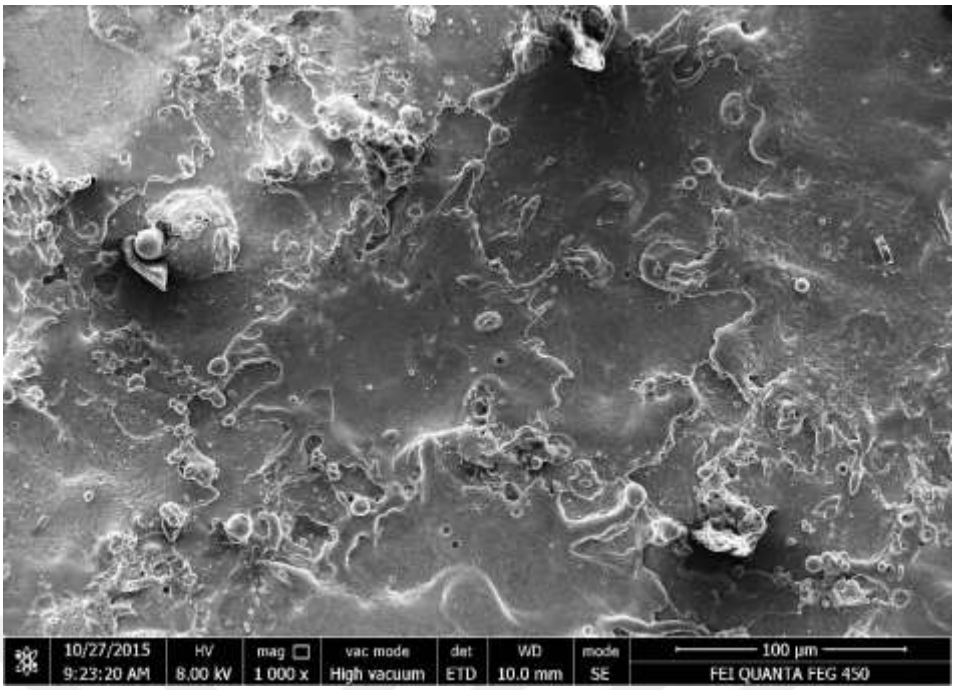


a)

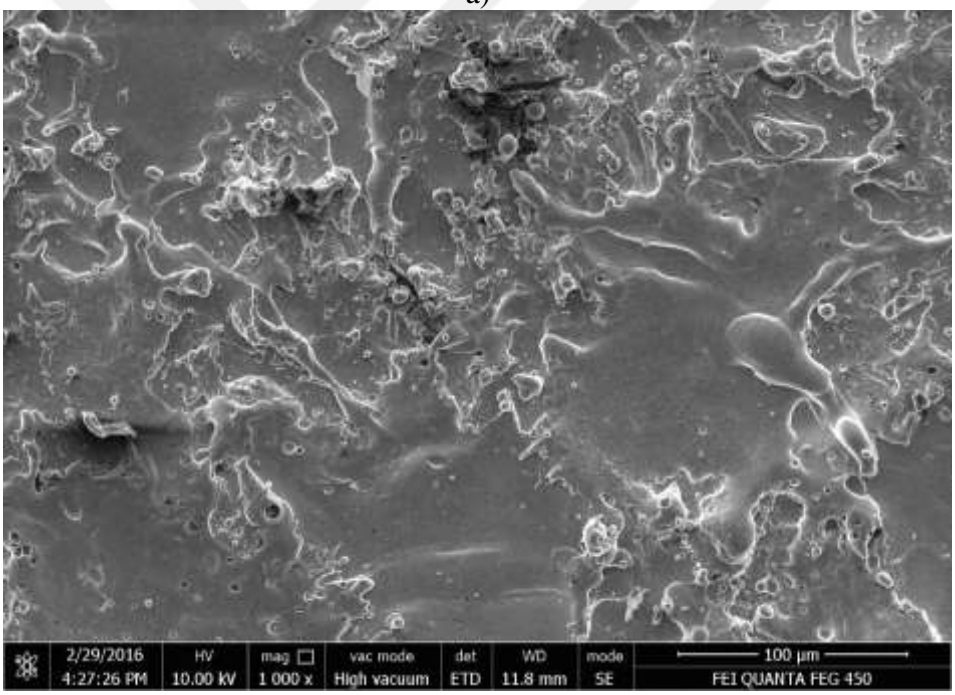


b)

Şekil 4.6 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Süresi:3 µs Darbe akımı: a) 7A b) 12 A



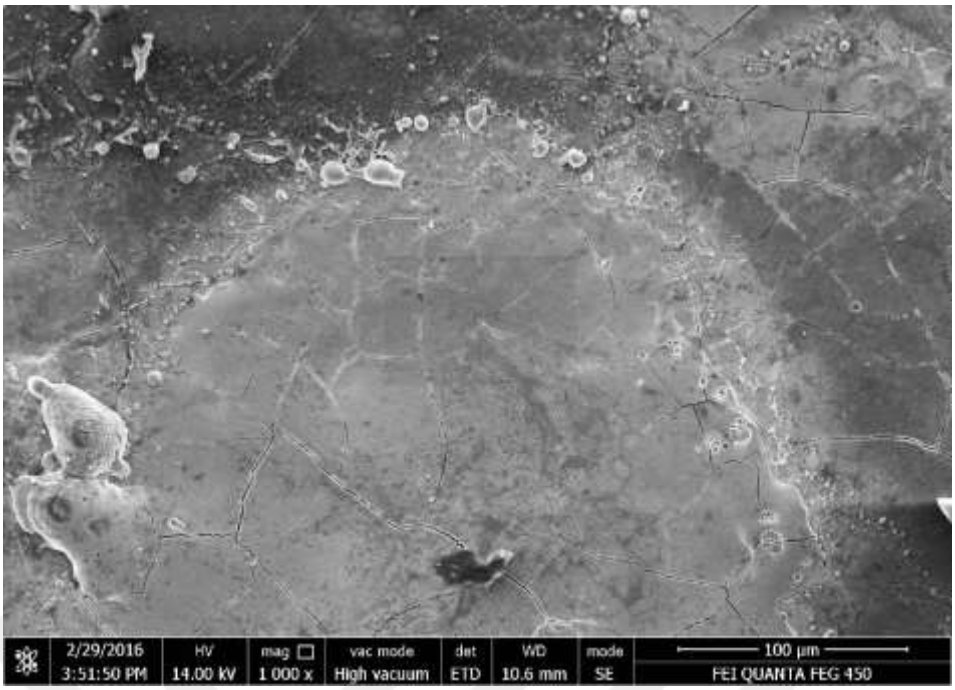
a)



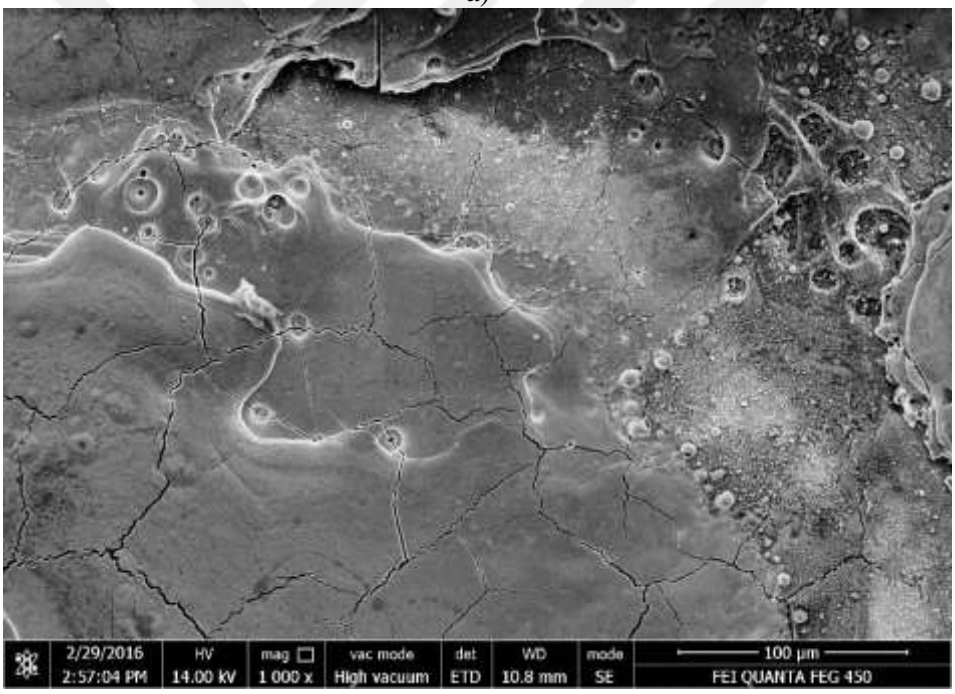
b)

Şekil 4.7 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Süresi:3 µs Darbe akımı: a) 22A b) 42 A

400 µs'den 1600 µs'ye kadar yüksek darbe sürelerinde işlenen numunelerde çatlaklar çok daha belirgin hale gelmişlerdir. Yüzeyde küre benzeri eklentilerin düşük darbe sürelerindeki işlemelere göre daha az olduğu (Şekil 4.8) bununla birlikte gözeneklerin ise arttığı (Şekil 4.9) görülmektedir.

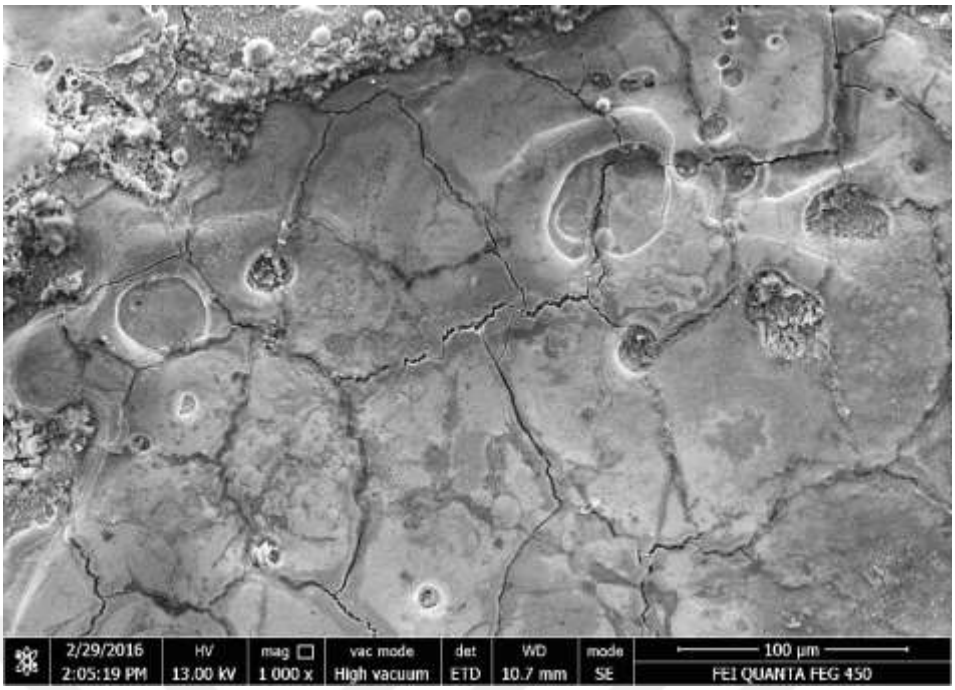


a)

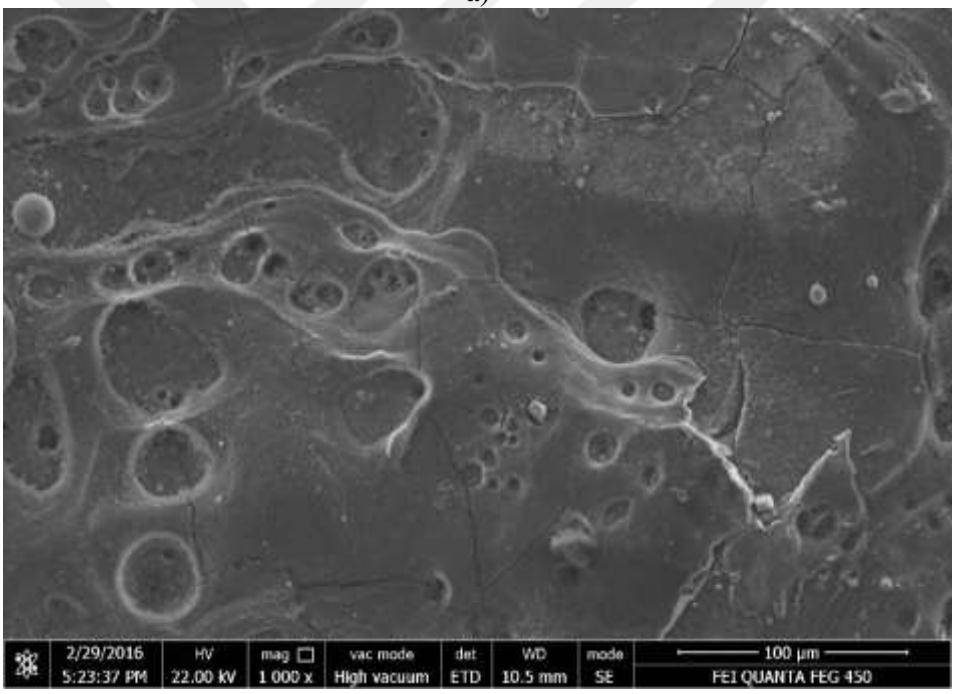


b)

Şekil 4.8 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Süresi:400 µs Darbe akımı: a) 7A b) 12 A



a)

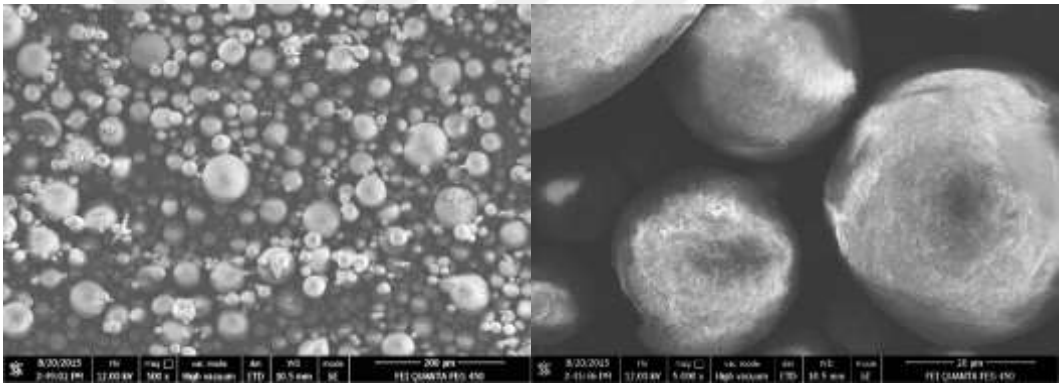


b)

Şekil 4.9 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeylerin TEM görüntüleri. Darbe Süresi:400 µs Darbe akımı: a) 22A b) 42 A

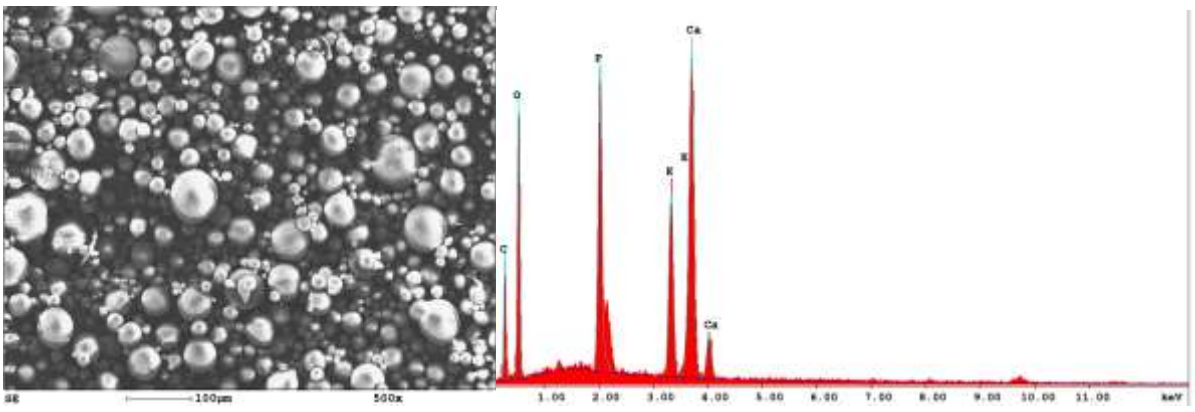
4.2.3 Hidroksiapatit Toz Katkısı

Çalışmanın asıl çatısını oluşturan etken, hidroksiapatit toz katkılı EKİ ile yüzeye toz katkısı nüfuziyetinin oluşumudur. Özellikle yüzeye nüfuziyetin en iyi şekilde gerçekleştiği işleme parametrelerini belirlemektir. Bu amaçla işlenen numunelerde belirli noktalarda gerçekleştirilen EDS analizleri incelenmiş, hidroksiapatit yapısında yer alan 1.67 kalsiyum fosfor oranı aranmıştır. Öncelikle EKİ'de toz katkısı olarak kullanılan mikronize hidroksiapatit tozlarının TEM görüntüleri incelenmiştir. Tozların küresel tane yapıları, büyüklükleri ve dağılımları açıkça görülmektedir (Şekil 4.10a). Ortalama toz boyutu 2-10 µm olarak belirtilmiştir. Yüksek büyütmelerde yapılan incelemelerde (Şekil 4.10b) boyutları 20 µm'yi aşan tozlar görülmektedir. Ayrıca hidroksiapatitin tane yapısının yanında, Ca/P oranı gözlemlenmiştir (Şekil 4.11).



a) b)

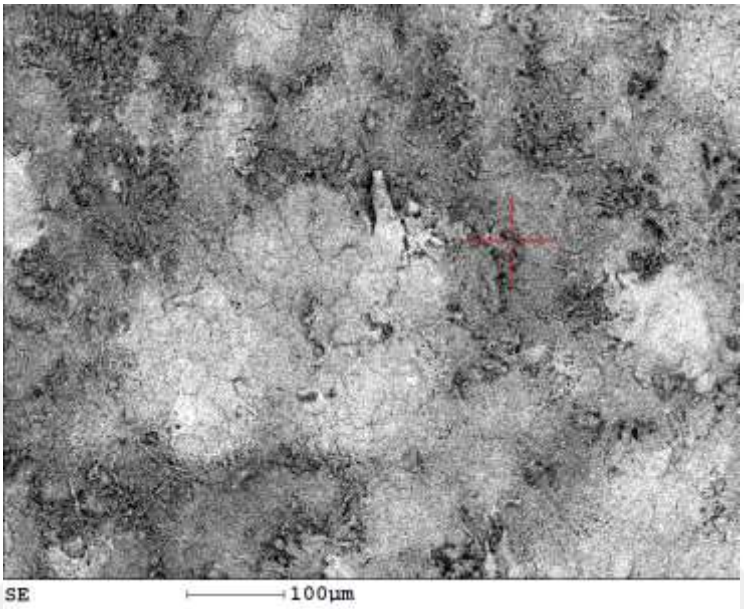
Şekil 4.10 Hidroksiapatit tozlarının a) Genel görünümü b) Yüksek büyütmedeki görünümü



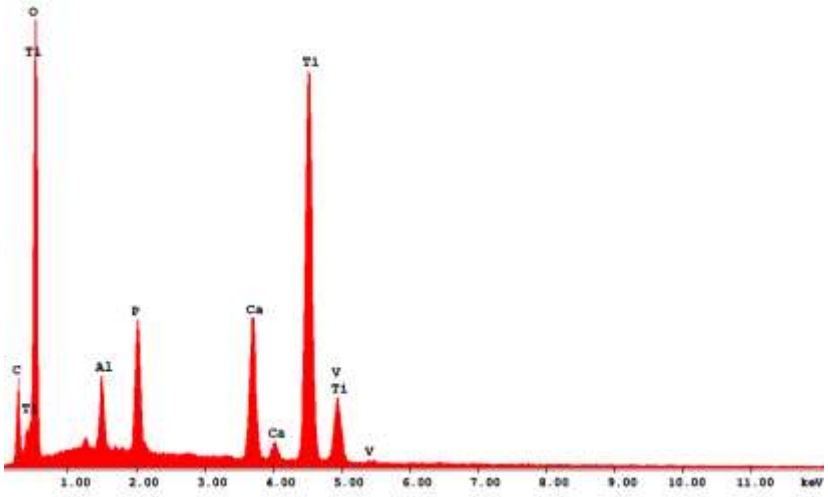
a) b)

Şekil 4.11 Hidroksiapatit tozlarının a) Genel görünümü b) EDS izleri

İşlenen 40 adet numunenin EDS izleri incelendiğinde, 4 akım seviyesinde (7A, 12A, 22A, 42A) düşük darbe sürelerinde (3 µs, 6 µs, 12 µs, 25 µs, 50 µs) yüzeye HA nüfuziyetinin bölgesel olmaktan ziyade, noktasal olarak topaklanma şeklinde gerçekleştiği görülmektedir. 7 A darbe akımında yapılan işlemelerde bu topaklanmaların daha çok 3 µs (Şekil 4.12), 6 µs (Şekil 4.13) ve 12 µs (Şekil 4.14) darbe sürelerinde meydana geldiği görülmektedir.



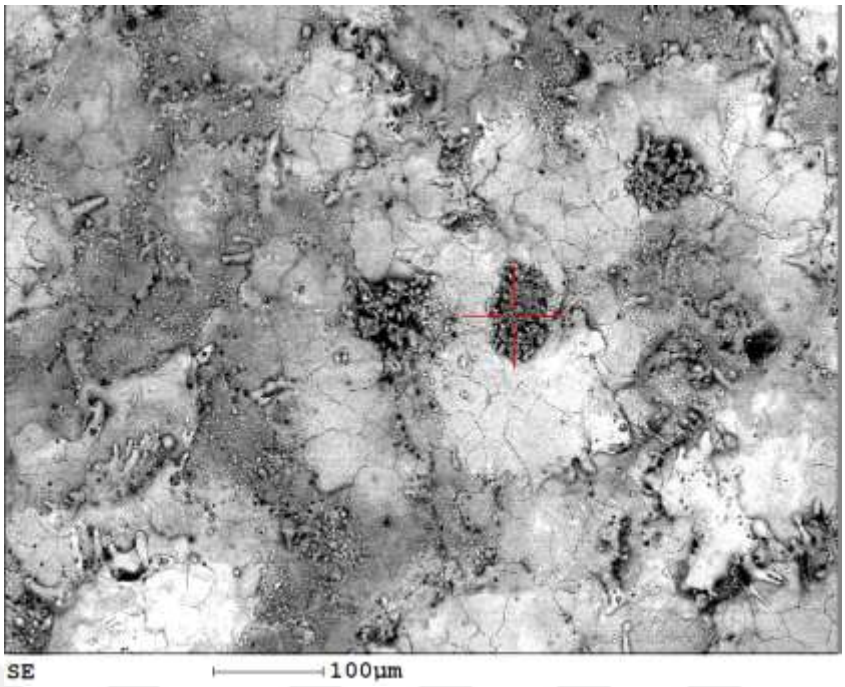
a)



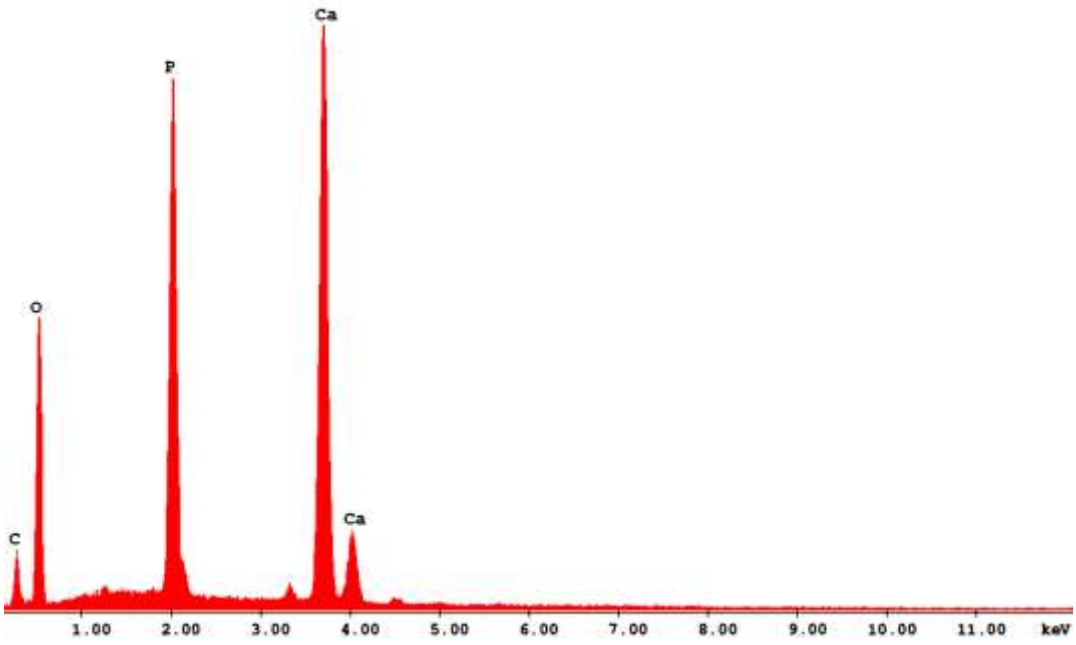
b)

Şekil 4.12 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı:7A Darbe Süresi:3 µs

Apatitin toplandığı kısımların ana metale göre daha koyu renkte olduğu ve tanecikler şeklinde topaklandığı gözlemlenmektedir. Özellikle 7 A 6 µs'de gerçekleştirilen işlemede ana metale ait Ti pikinin görülmemesi, bu noktada tamamen apatit varlığına işaret etmektedir.

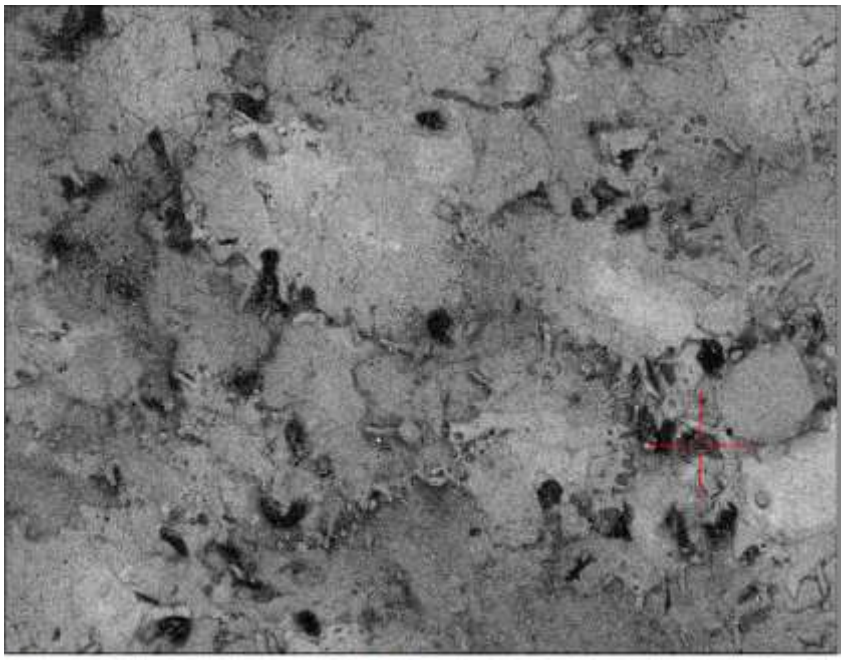


a)

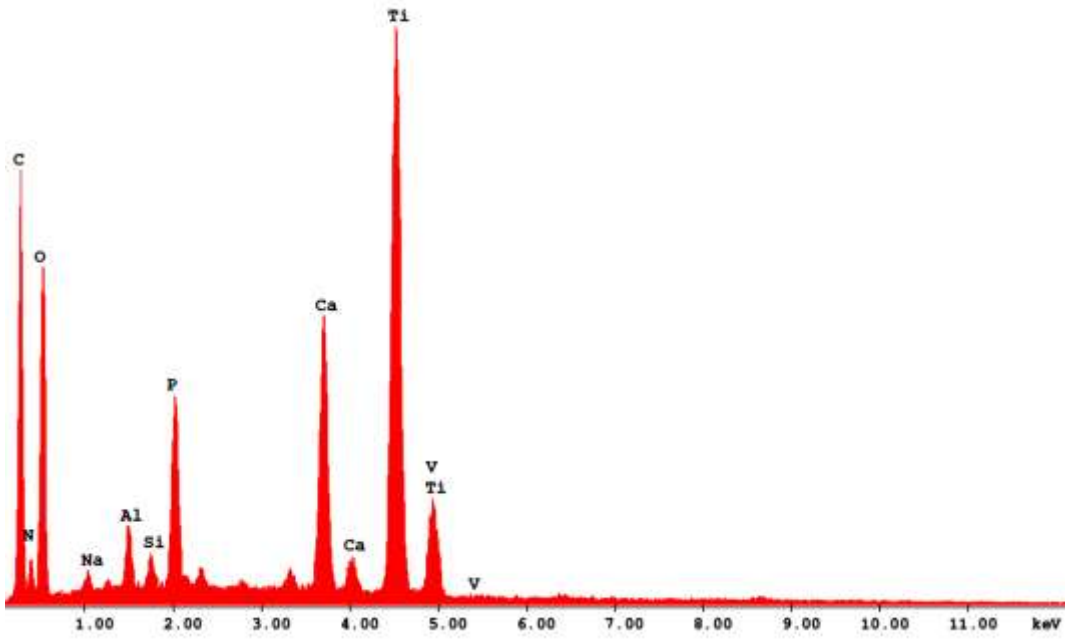


b)

Şekil 4.13 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı:7A Darbe Süresi:6 µs



a)

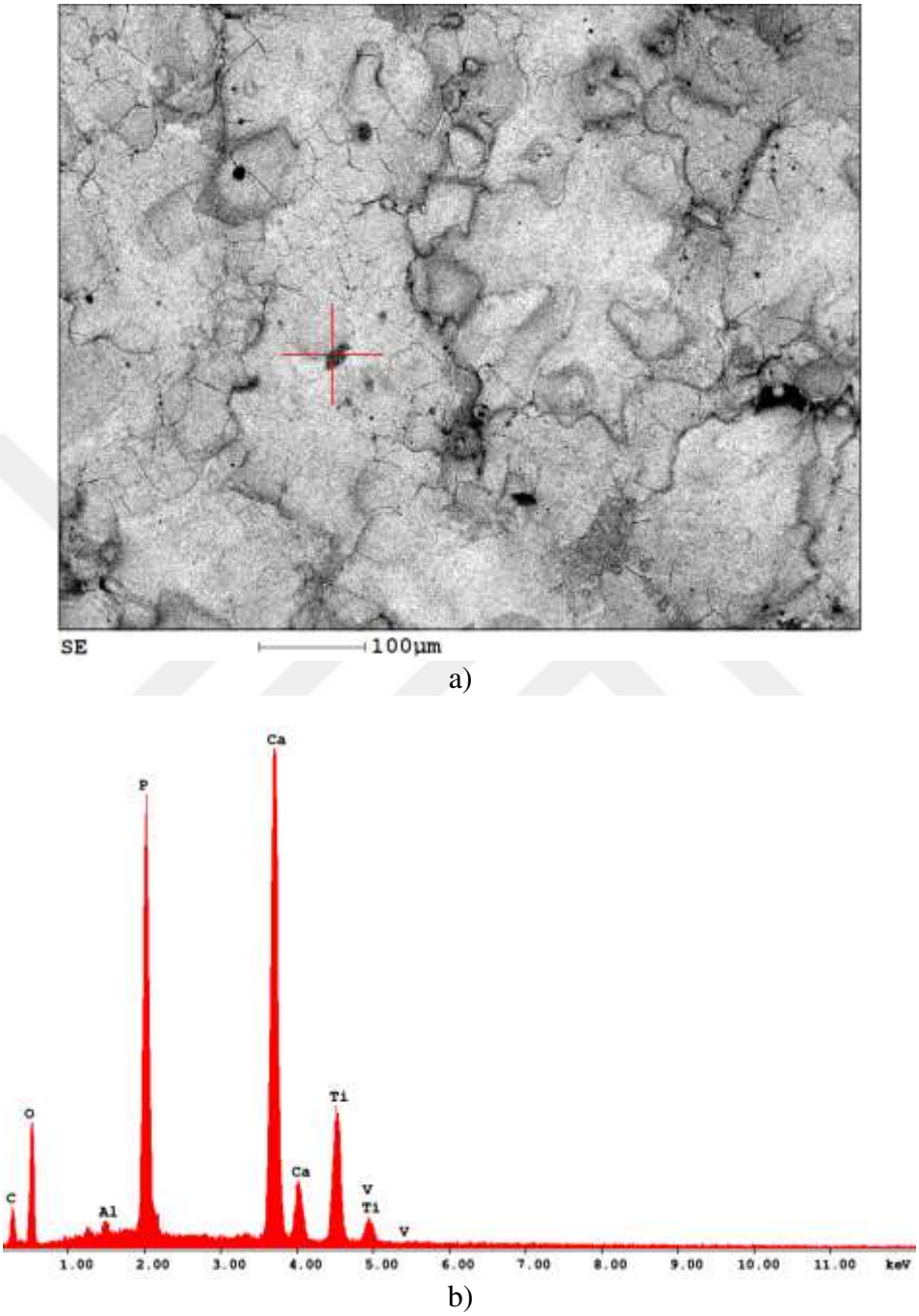


b)

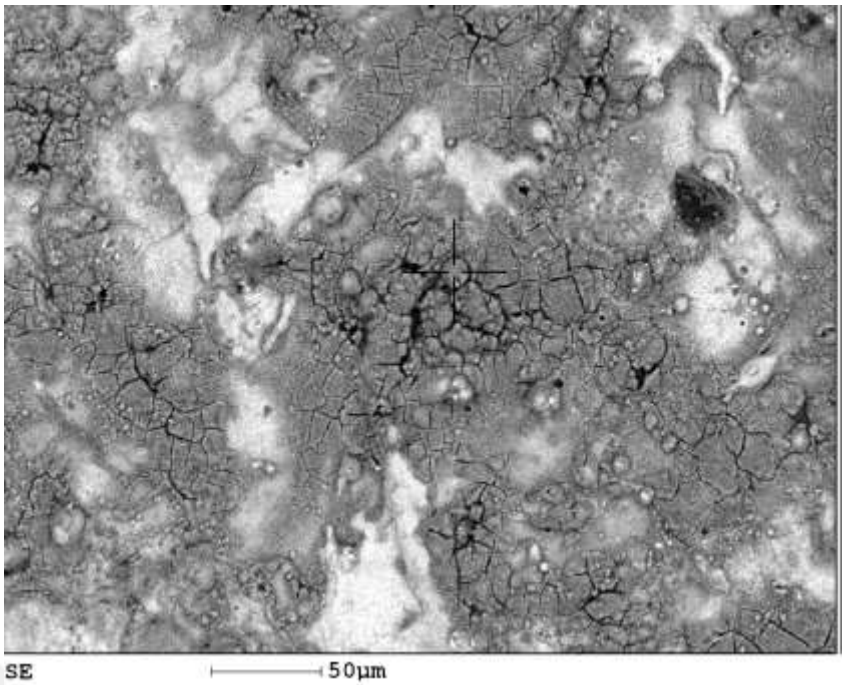
Şekil 4.14 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı:7A Darbe Süresi:12 µs

3-50 µs düşük darbe sürelerinde diğer akım seviyelerindeki işlemelere bakıldığında, noktasal olarak apatitin yoğunlaştığı numunelerin 12A 50 µs (Şekil 4.15), 22A, 6 µs (Şekil 4.16), 42A, 6 µs (Şekil 4.17) parametrelerinde işlenen numuneler olduğu görülür. 12A 50 µs'de işlenen numunelerde tamamen noktasal nüfuziyete sahip bir yüzey gözlemlenmektedir. 22A 6 µs'de işlenen numunelerde ise daha yoğun bölgesel nüfuziyet olarak nitelendirilebilecek yüzeyler

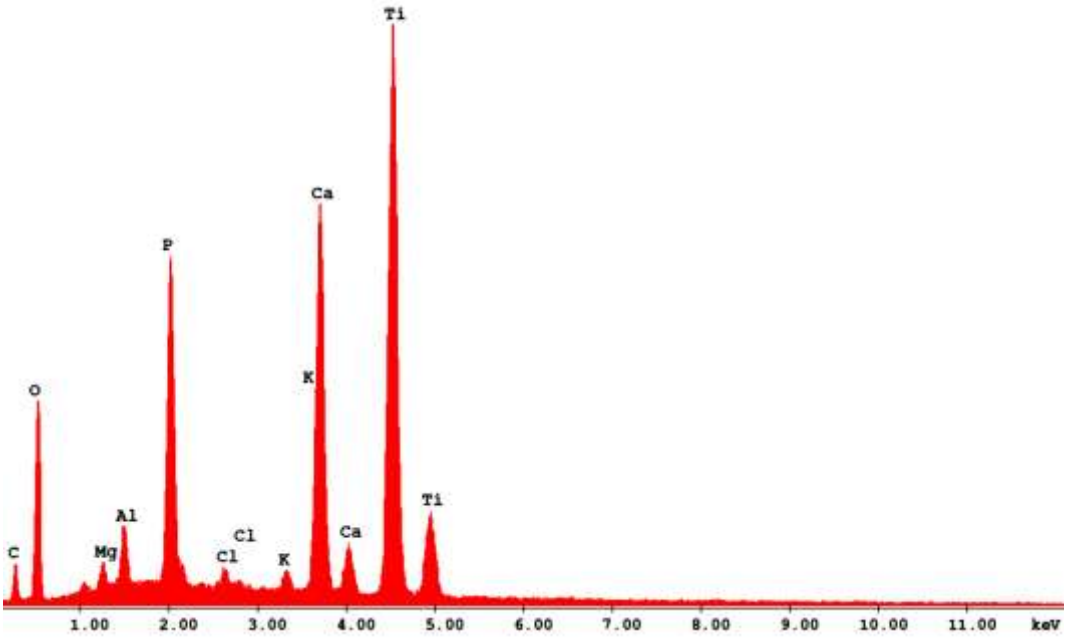
göze çarpmaktadır. 42A 6 µs'de işlenen numunelerde de yoğun olmasa da bölgesel nüfuziyetin oluştuğu yüzeyler görülmektedir.



Şekil 4.15 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 12A Darbe Süresi: 50 µs

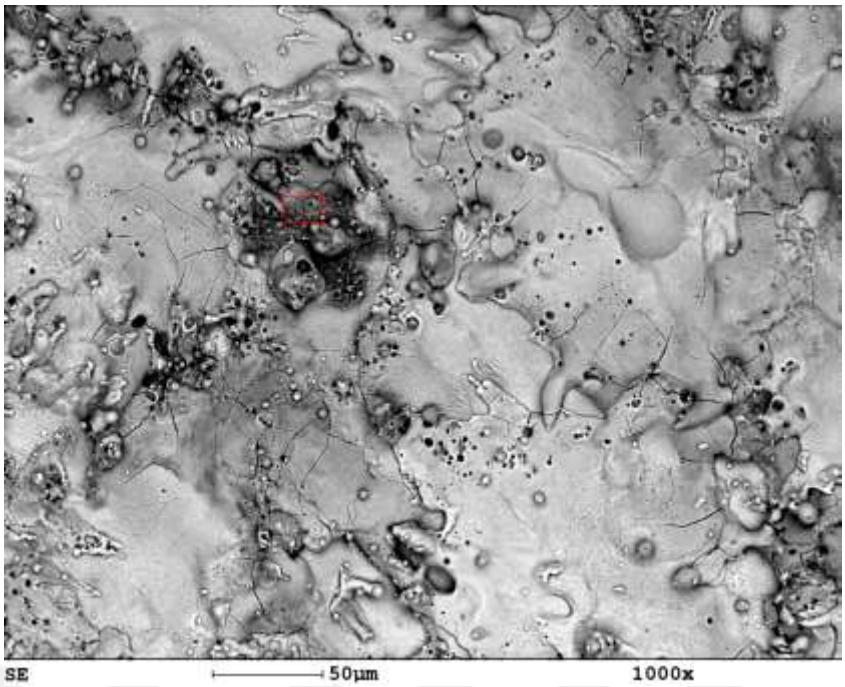


a)

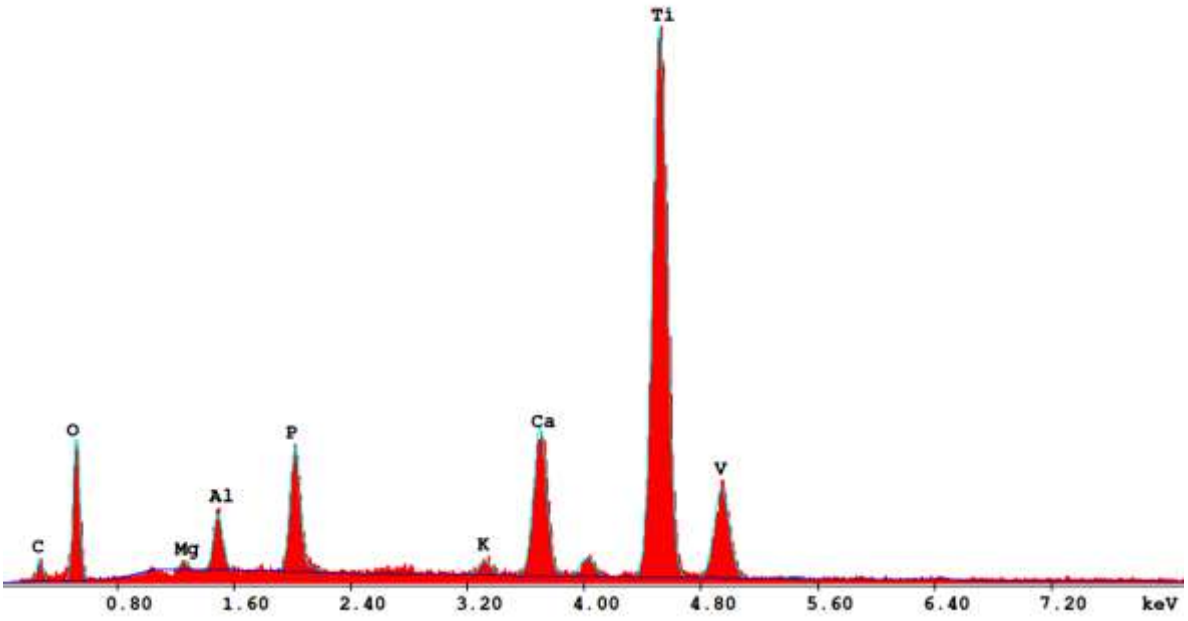


b)

Şekil 4.16 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 22A Darbe Süresi: 6 µs



a)

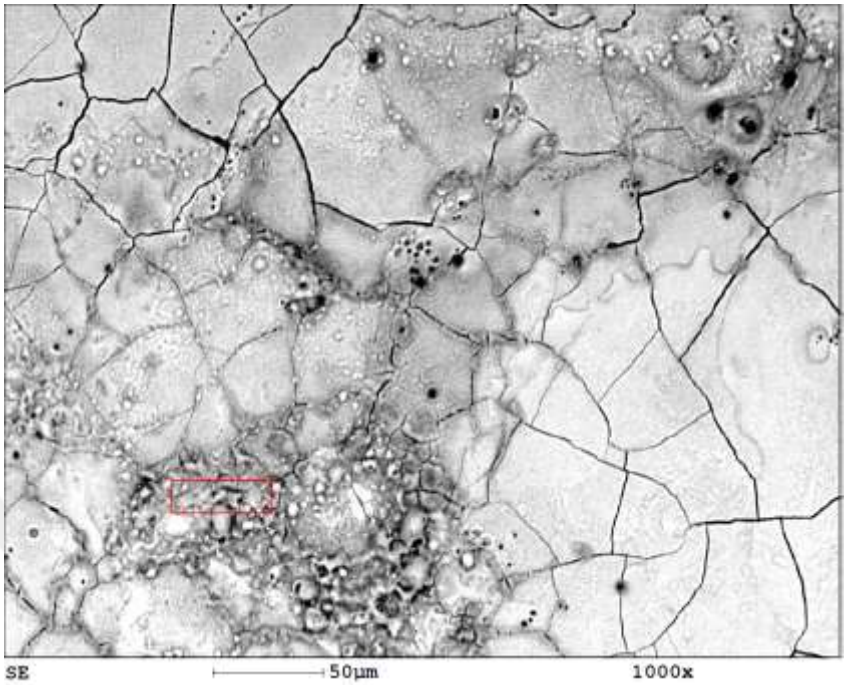


b)

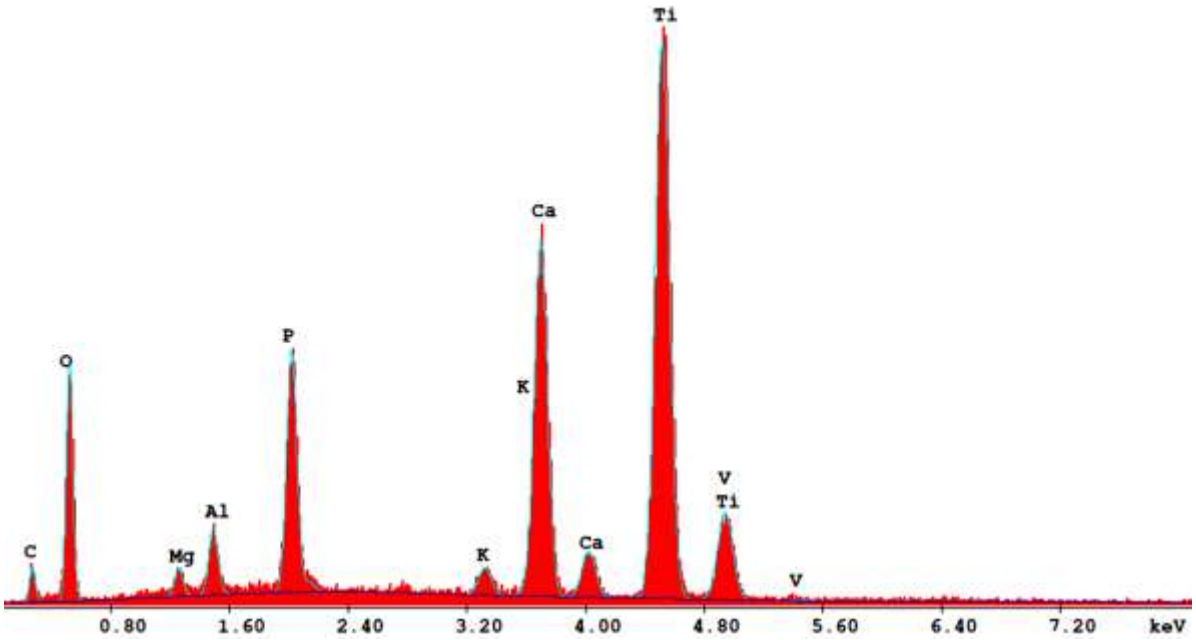
Şekil 4.17 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 42A Darbe Süresi: 6 µs

Bununla birlikte, işlenen numunelerin EDS izleri incelendiğinde, 4 akım seviyesinde (7A, 12A, 22A, 42A) ve yüksek darbe sürelerinde (100 µs, 200 µs, 400 µs, 800 µs, 1600 µs) yüzeye nüfuziyetin noktasal olmaktan ziyade, bölgesel ve daha yoğun olarak gerçekleştiği

görülmektedir. 7A, 800 µs'de işlenen numunede (Şekil 4.18) kısmen bölgesel bir nüfuziyetin olduğu görülmektedir. Ana metalin olduğu kısımlarda yoğun çatlak ağları göze çarpmaktadır.



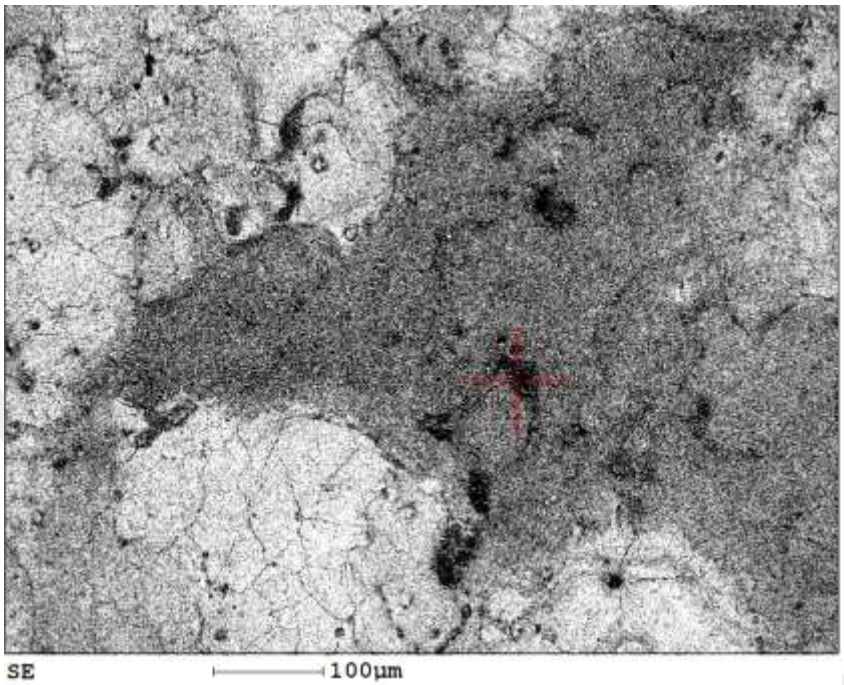
a)



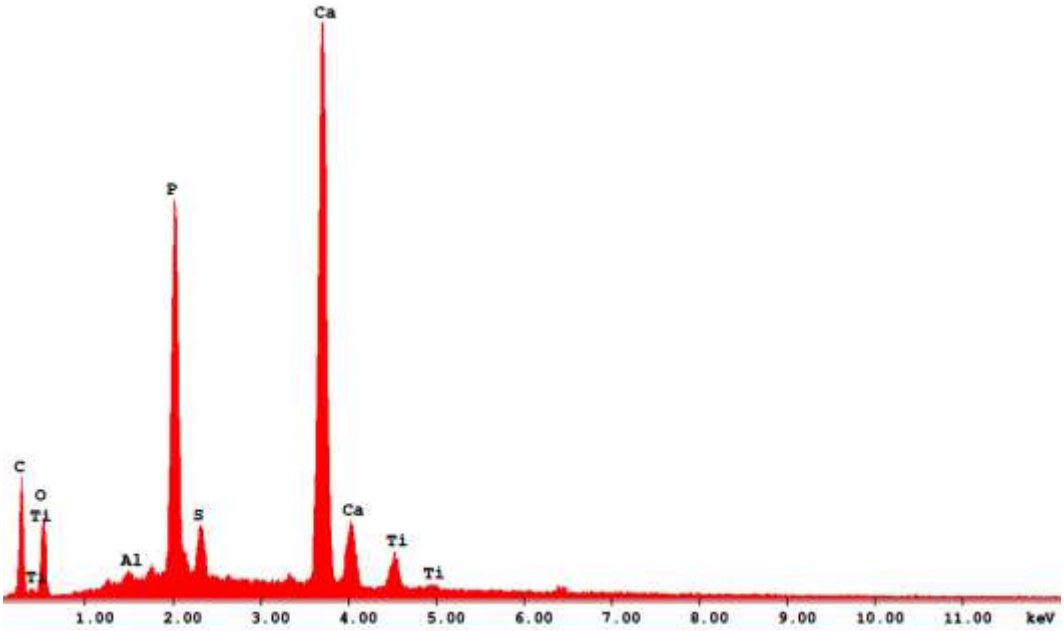
b)

Şekil 4.18 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 7A Darbe Süresi: 800 µs

12A, 100 µs'de işlenen numunede ise (Şekil 4.19) bölgesel nüfuziyetin 7 A dekine göre daha yoğun olduğu Ti piklerinin Ca ve P piklerine göre çok daha az olmasından anlaşılmaktadır. Ayrıca bu numunede ana metalde çatlak ağlarının ve derin çatlakların daha az olduğu gözlemlenmektedir.



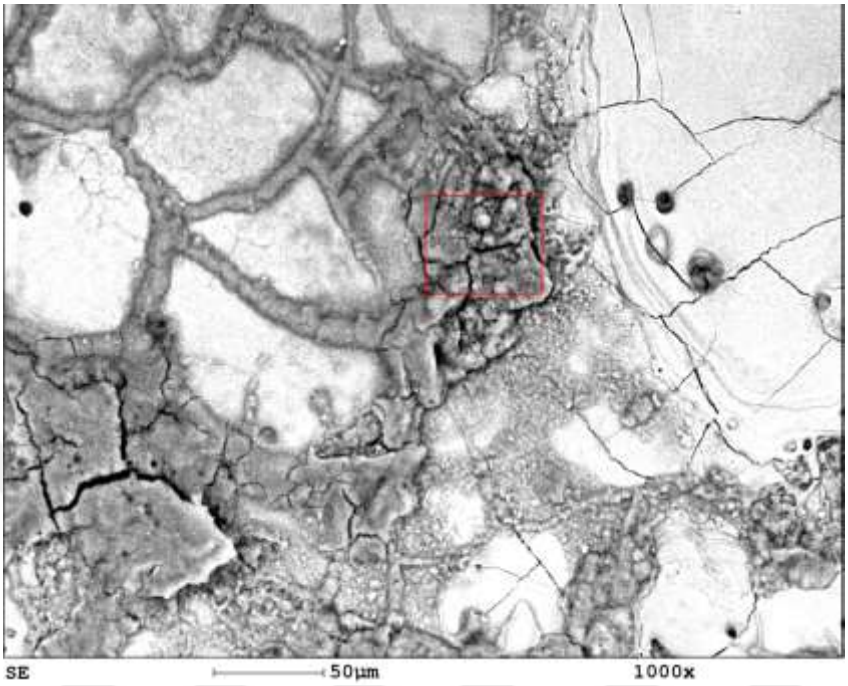
a)



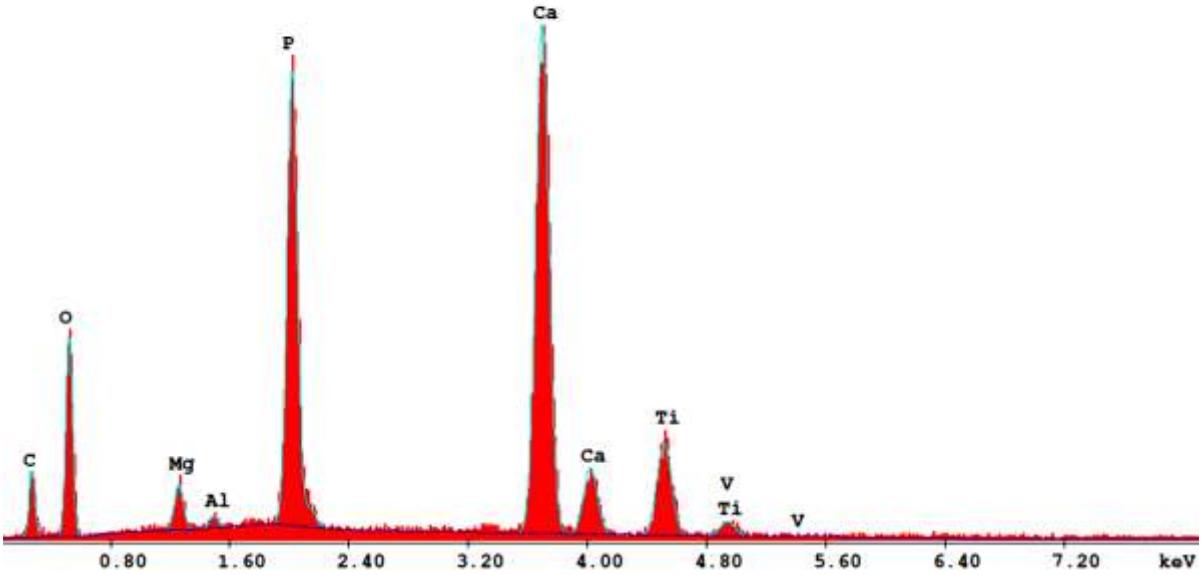
b)

Şekil 4.19 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 12A Darbe Süresi: 100 µs

22A'de yüksek darbe sürelerinde işlenen numunelerde, nüfuziyetin bölgesel olarak daha da yoğun olduğu görülmektedir. Özellikle 200 µs (Şekil 4.20) ve 800 µs'de (Şekil 4.21) gerçekleştirilen işlemelerde yüzeye gömülü yoğun apatit ağları göze çarpmaktadır.



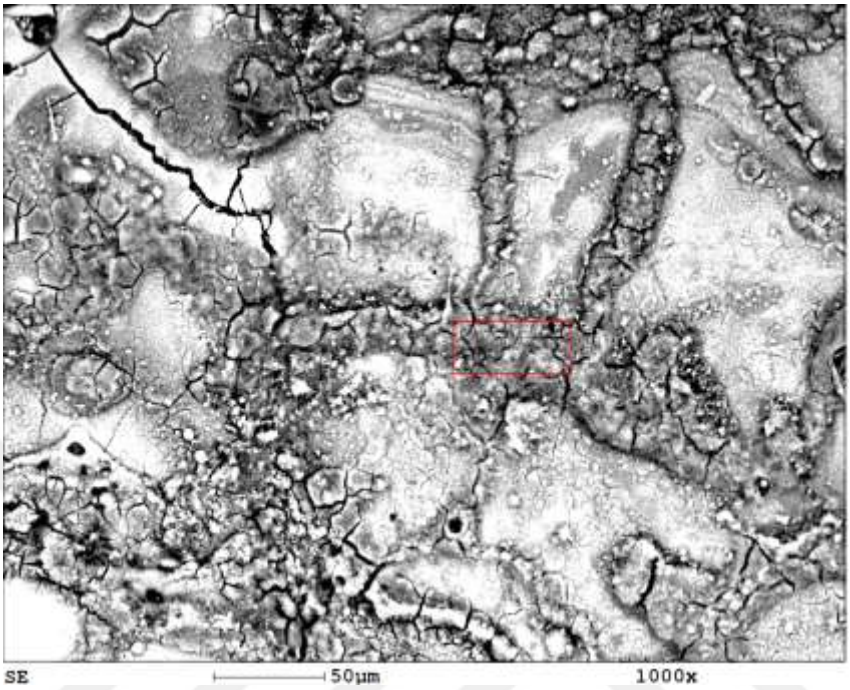
a)



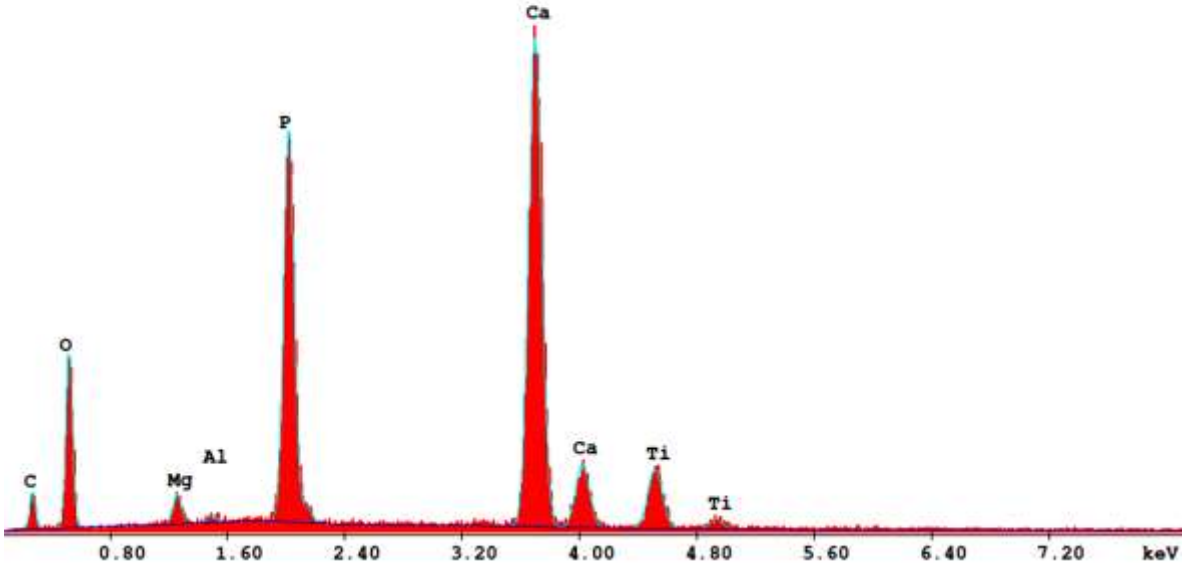
b)

Şekil 4.20 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 22A Darbe Süresi: 200 µs

Apatitin daha çok çatlak ağları ve krater çeperlerinde toplandığı ve apatit ağı görünümü sergilediği gözlemlenmektedir. Apatitin yoğun olduğu bölgelerde bölgesel görüntü alındığında Ti piklerinin az olduğu dolayısıyla yüzeyin apatit ile yoğunlaştığı anlaşılmaktadır.



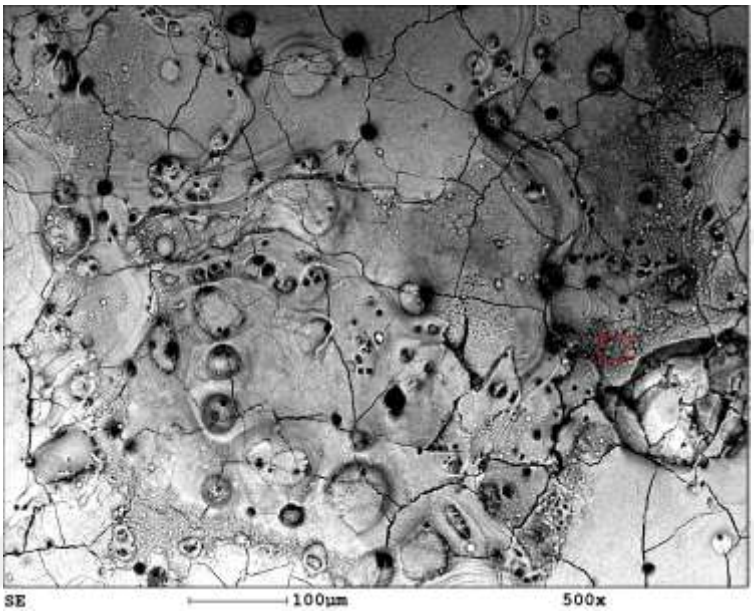
a)



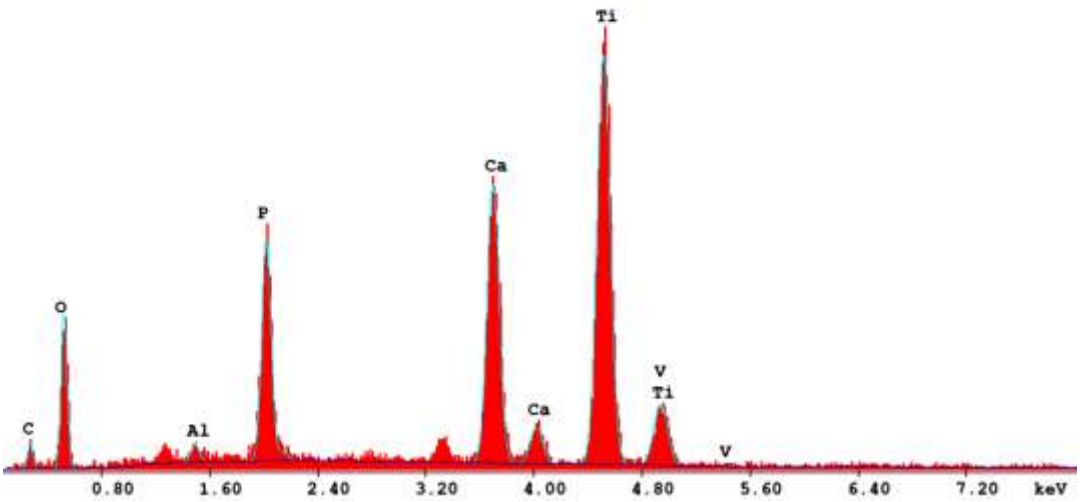
b)

Şekil 4.21 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 22A Darbe Süresi: 800 µs

42A'de yüksek darbe sürelerinde işlenen numunelerde, bölgesel nüfuziyete rastlanmıştır. Özellikle 400 µs (Şekil 4.22) ve 1600 µs'de (Şekil 4.23) gerçekleştirilen işlemelerde yüzeye gömülü yoğun apatit bölgeleri göze çarpmaktadır. 22 A'dekinden farklı olarak ağsı bir nüfuziyet gözlemlenememektedir. Apatit olan bölgelerde Ti pikleri de gözlemlenmektedir. Bu da nüfuziyetin bir katmandan ziyade ara ara taneciklerin gömülmesi şeklinde olduğu sonucunu çıkarmaktadır.

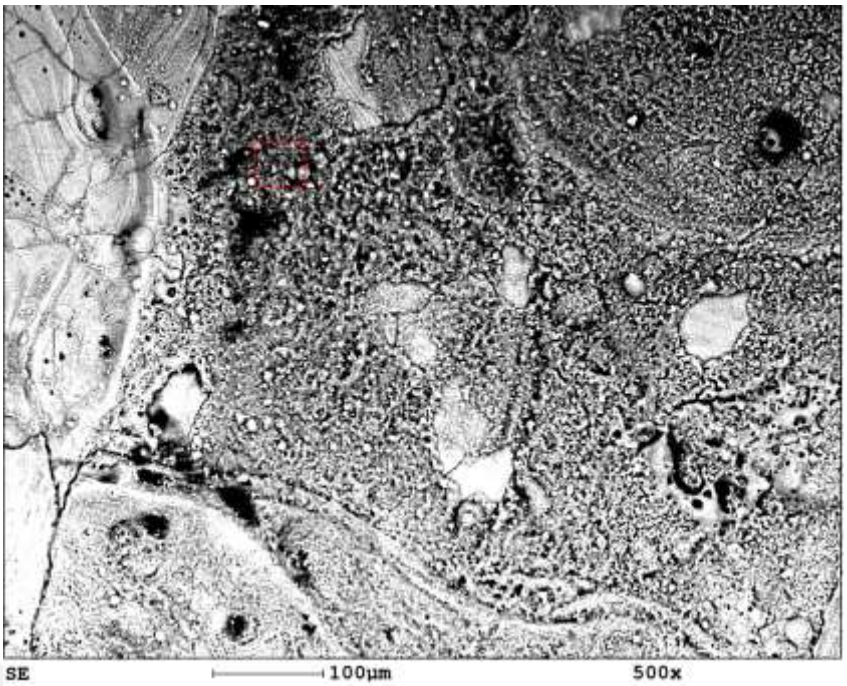


a)

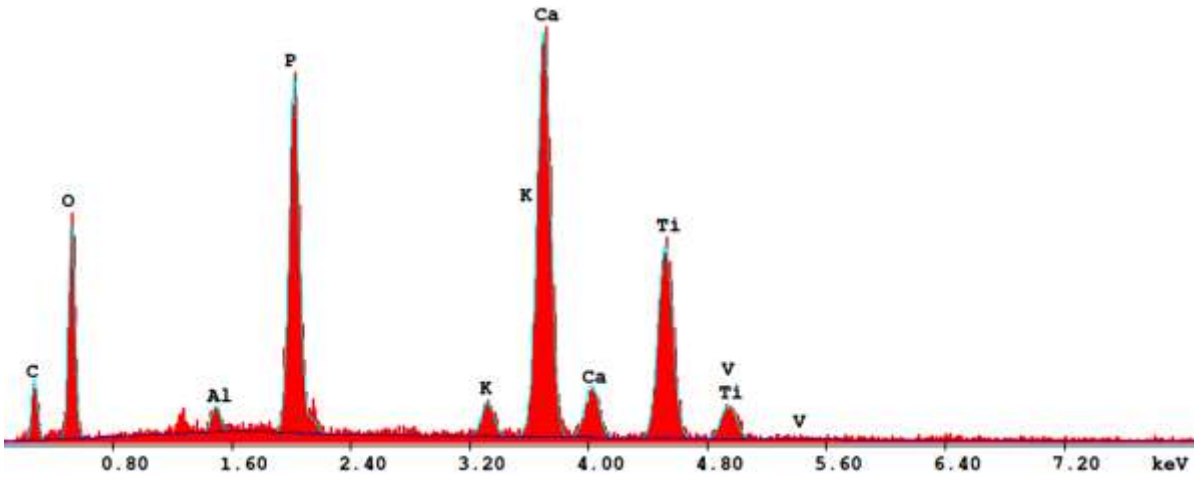


b)

Şekil 4.22 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 42A Darbe Süresi: 400 µs



a)

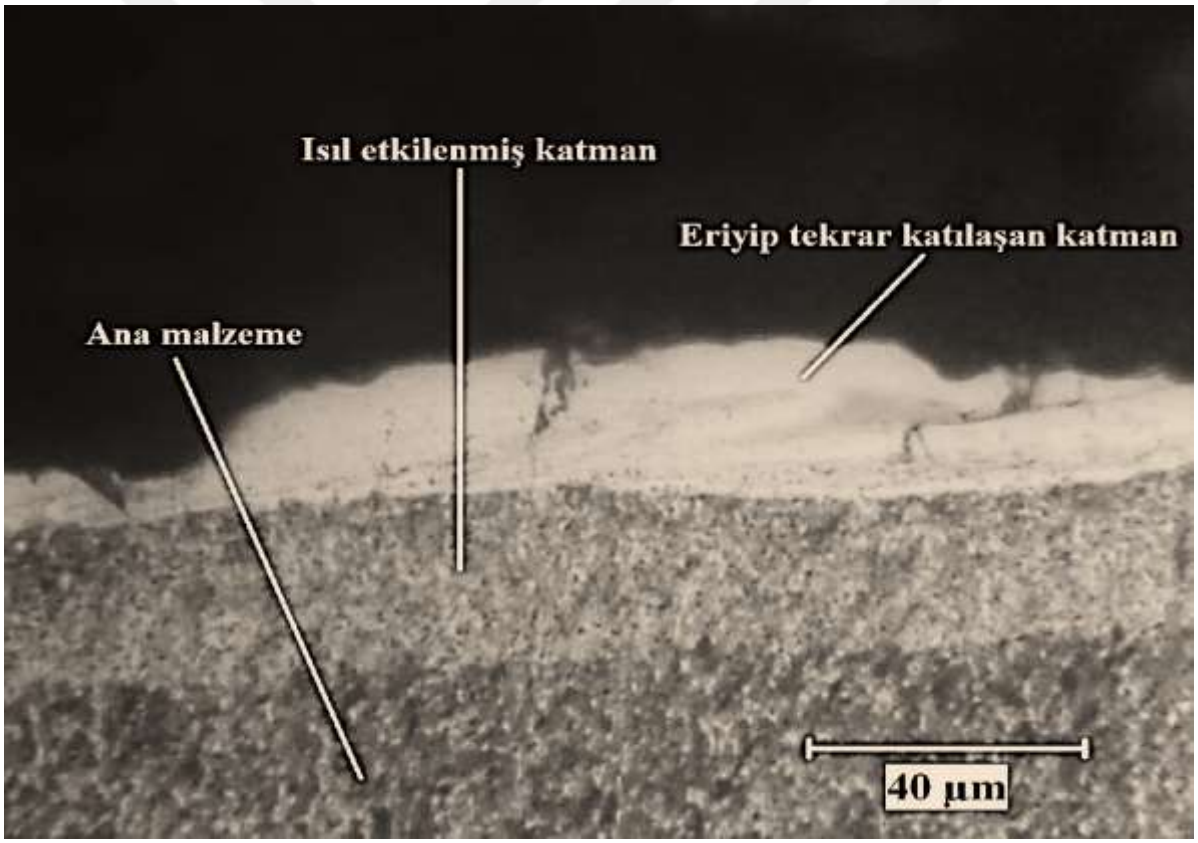


b)

Şekil 4.23 HA toz katkılı EKİ'ye tabi numunelerin a) TEM görüntüsü b) noktasal EDS izleri. Darbe akımı: 42A Darbe Süresi: 1600 µs

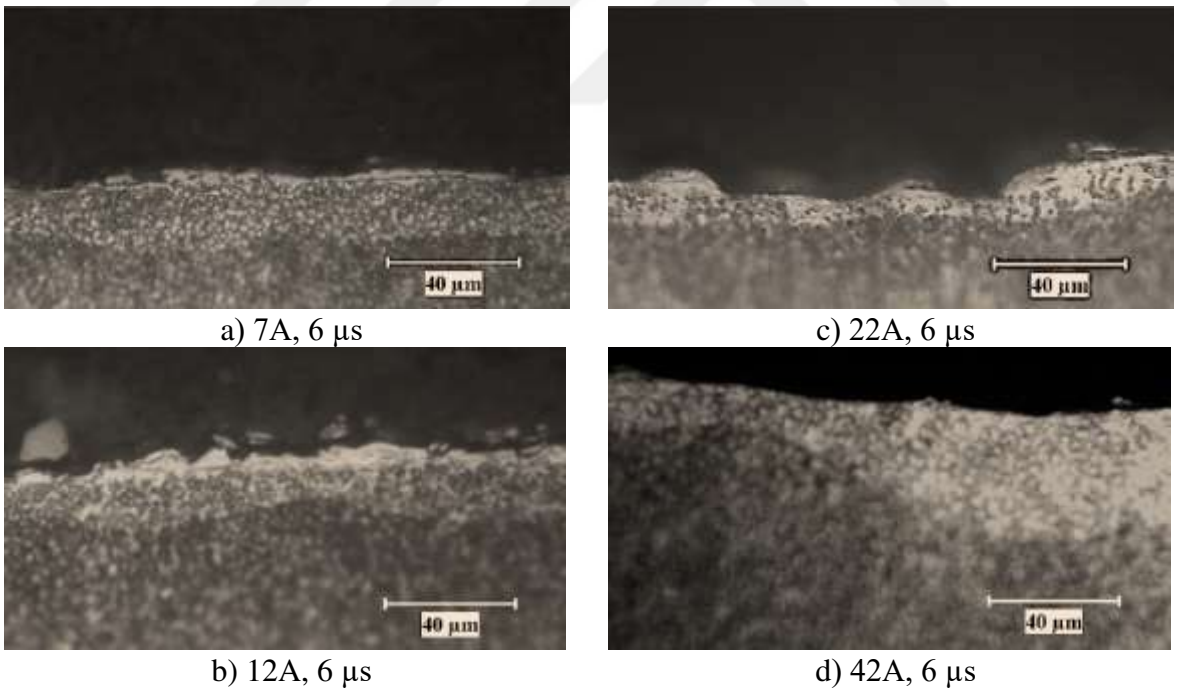
4.3 KESİT MİKROYAPISI

EKİ prosesinin karmaşık doğası birçok metalürjik karakteristiğin oluşumunu desteklemektedir. Özellikle çok yüksek noktasal sıcaklıkların sebep olduğu alışılmamış faz değişimleri ve oluşan kraterlerin metallürjik karakteristiklerinin çeşitliliği yüzey ve mikroyapı incelemelerini de genişletmektedir. Mikroyapı incelemelerinde işlenen yüzeyden ana malzemeye inildikçe farklı karakteristiğe ve görünüme sahip tabakaların oluşumu gözlemlenmektedir. Literatürdeki çalışmalar, işleme sırasında yüzeyin hemen altında dağlamaya dirençli ve ana metalden çok daha sert ve genellikle beyaz renkte gözlemlenen tabakanın varlığını ortaya koymaktadır (Ekmekci 2009). Eriyip tekrar katılaşan bu beyaz tabakanın altında ısıl etkilenmiş bir tabaka ve nihayetinde ana malzeme yer almaktadır (Şekil 4.24).



Şekil 4.24 İşlenmiş numunenin yüzey kesitinin genel görünümü.

Çalışma kapsamında hazırlanan Ti-6Al-4V numuneler, öncelikle hidroksiapatit toz katkılı EKİ'ye tabi tutulduktan sonra çapak kalmaması için işlenmiş yüzeyden tabana doğru hassas testere ile kesilip mikroyapı incelemesi için 190^{o}C de sıcaklıkta bakalite alınmıştır. Bakalite alınan numuneler, 240, 400, 800 ve 1200 grid zımparalarla ve sonrasında 6, 1, 0.25 µm süspansiyolarla çuhalarda parlatılmış Ti-6Al-4V malzemesine uygun Weck dağlama ajanı kullanılarak dağlanmıştır. Weck dağlama ajanı, 5 g Amonyum Biflörür ve 100 ml de-iyonize su (saf su) içermektedir. Dağlanarak kesit incelemesine uygun hale getirilen numunelerin, optik mikroskop altında 100X ve 400X büyütmelerde kesitleri incelenmiştir. İncelemelerde, darbe akımı arttıkça beyaz tabakanın kalınlığının artttığı da gözlemlenmektedir (Şekil 4.25). Özellikle 7A ve 12A'de yapılan işlemelerde beyaz tabakanın altında ondan çok daha kalın ısıl etkilenmiş katman ve dielektrik sıvı ile ani şekilde etkileşime girip yeniden katılaşan koyu ve süreksiz tabakalar gözlemlenmektedir (Şekil 4.25 a, Şekil 4.25 b). 22A'deki işlemede ise yükselen darbe akımının etkisiyle oluşan yoğun ve derin krater boşlukları yer almaktadır (Şekil 4.25 c). 42 A'deki işlemede ise kalınlaşan beyaz katman göze çarpmaktadır (Şekil 4.25 d).

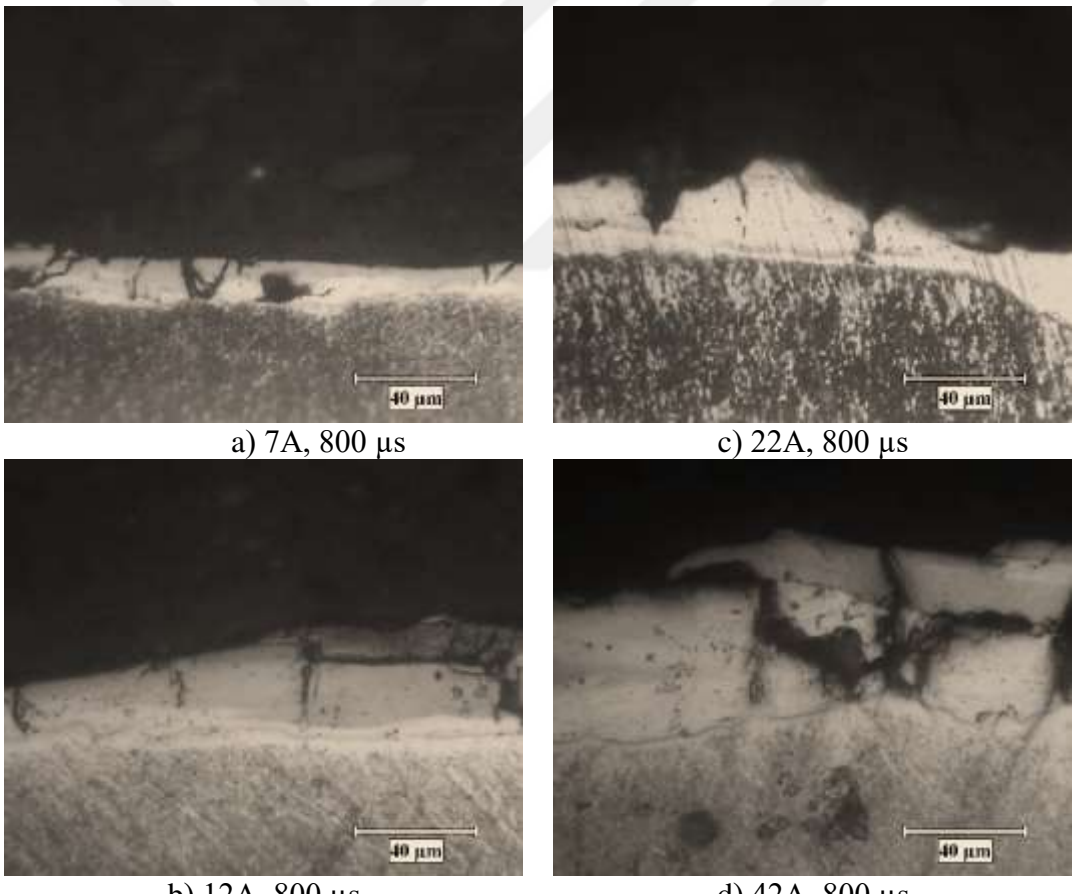


a) 7A, 6 µs c) 22A, 6 µs

b) 12A, 6 µs d) 42A, 6 µs

Şekil 4.25 Farklı akım seviyelerinde işlenmiş numune kesitleri

Yüksek darbe süresinde işlenen numunelerde artan darbe akımlarıyla birlikte artan beyaz tabaka kalınlığına ilaveten ısıl etkilenmiş katmana kadar uzanan çatlak ağları da göze çarpmaktadır (Şekil 4.26). Çatlakların faz dönüşümleri sonucu oluşan ve malzemenin kopma mukavemetini de aşan yüksek gerilmeler sebebiyle oluştuğu yapılan çalışmalarda mevcuttur (Ekmekci 2009). Bu çatlaklar genellikle beyaz katman boyunca ilerleyip ısıl etkilenmiş katmanda son bulmaktadır. Çatlakların ana metalin içlerine kadar ilerlememesinin en büyük nedenlerinden biri ise toz katkısı olarak açıklanabilir (Ersöz 2009). Ayrıca artan darbe akımıyla birlikte düzensizliklerin de arttığı gözlemlenmektedir. Artan darbe akımıyla krater çapları da büyümekte ve krater çeperlerinde eriyik metal kümelenmiş ve aniden dielektrik sıvı ile katılaşmıştır. Özellikle yüksek darbe akımı ve süresinde (Şekil 4.26 d). karmaşık ve birbiri içine geçmiş yapılar ve dielektrik sıvı ile etkileşime geçmiş koyu tabaka ve boşluklar göze çarpmaktadır.



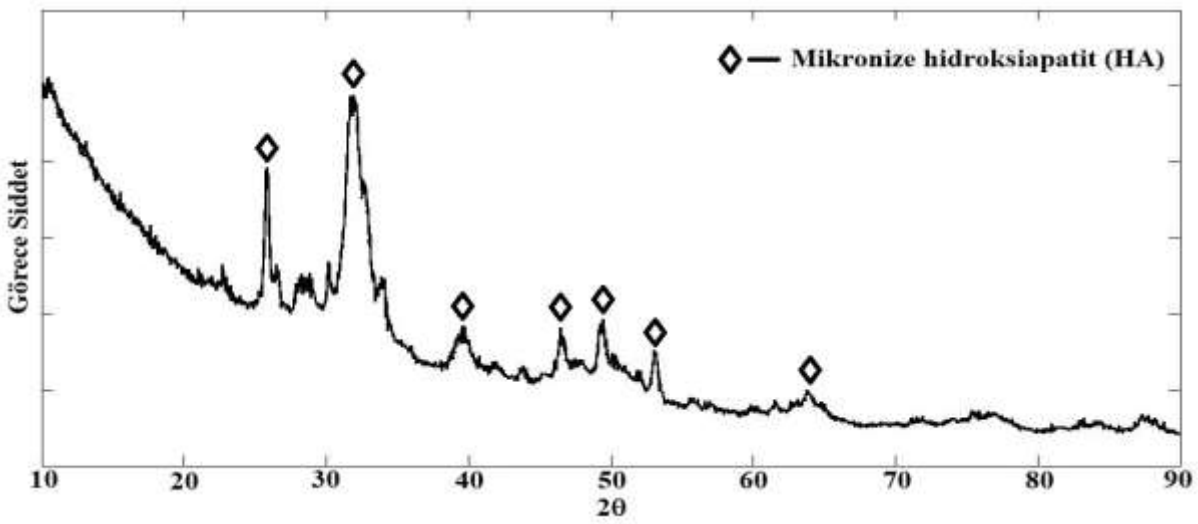
a) 7A, 800 µs c) 22A, 800 µs

b) 12A, 800 µs d) 42A, 800 µs

Şekil 4.26 İşlenmiş numunelerin yüzey kesitleri

4.4 X-IŞINI KIRINIM DİFRAKTOMETRESİ (XRD) ANALİZİ

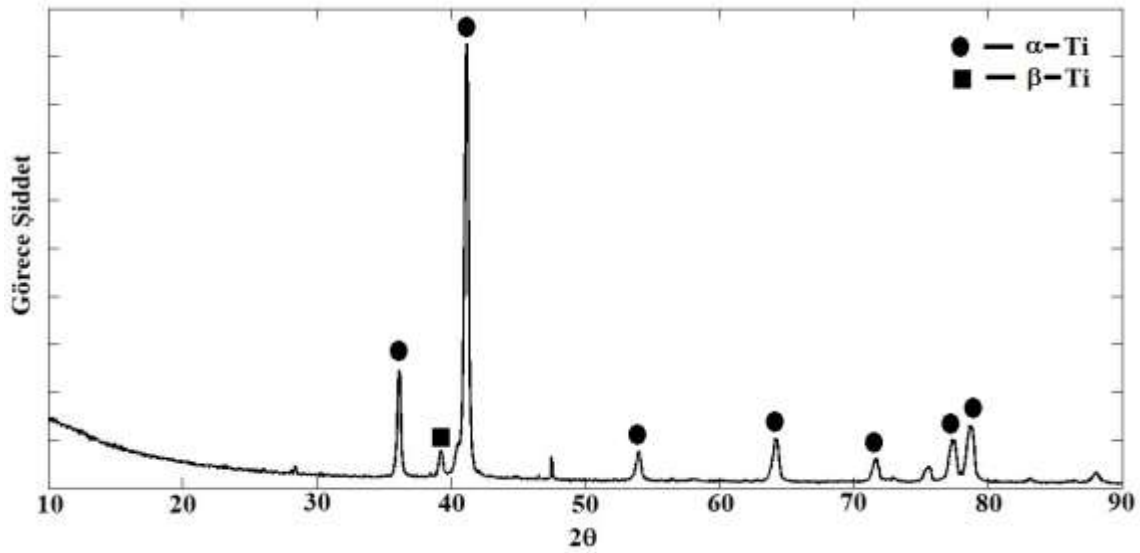
XRD analizi, katı ve toz formundaki numunelerin yapılarında yer alan kristal yapı özellikleri ve fazları hakkında bilgi veren analitik bir yöntemdir. Numune üzerine X-ışını göndererek, her bir kristalin, fazın atomik dizilimlerine bağlı olarak X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması temeline dayanmaktadır. Bu yöntemle, malzemenin içerdiği fazların yanında fazların konsantrasyonu, kristal olmayan fazların miktarı ve boyutları incelenir. Metaller, seramikler, alaşımlar ve katı çözeltilerden böbrek ve mesane taşları analizlerine, toprak analizlerine, doğal yada yapay minerallerin içerdiği bileşik yada elementlerin tayinine kadar birçok alanda başvurulan bir yöntemdir. Standart kalitatif XRD analizlerinde numunelerin, Ni filtreli Cu X-ışın tüplü cihazlar ile 2-70 derece arasında analizleri gerçekleştirilmekte, elde edilen X-ışın difraktogramları ise ASTM standartlarına göre yorumlanmaktadır. Bu bağlamda XRD analizi için öncelikle EDS analiz sonuçlarına göre belirlenen HA toz katkılı EKİ ile 4 akım seviyesinde ve 800 µs darbe süresinde işlenmiş 4 adet numune belirlenmiştir. Belirlenen numunelere ilaveten karşılaştırma yapabilmek amacıyla mikronize apatit tozu (Şekil 4.27) değerlendirilmiştir.



Şekil 4.27 Mikronize HA tozlarının XRD izleri

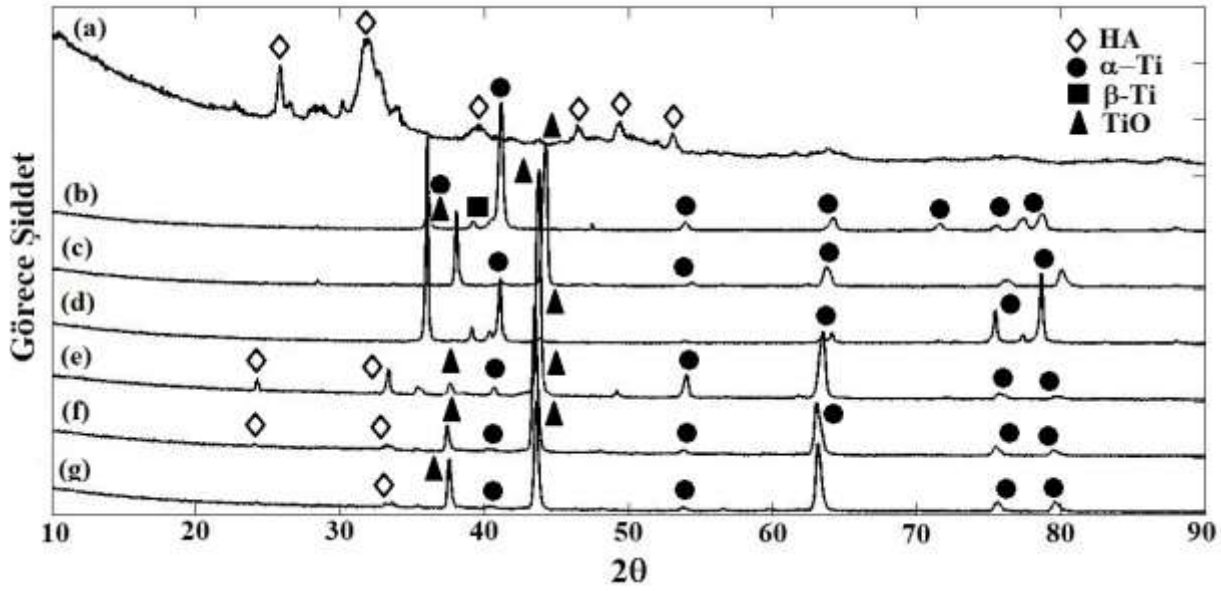
1 adet işlenmemiş numune (Şekil 4.28) ve 2 adet saf suda işlenmiş numune olmak üzere 8 örnek analiz edilmiştir. Analizler, Panalytical marka Empyrean model XRD cihazında 45 kV, 40 mA konfigürasyonunda, Cu (kα) 1.54056 Å X- ışını tüplü cihaz ile 10–90 derece arasında ölçümler alınarak gerçekleştirilmiştir. Analizde, işlenmemiş ve saf suda işlenmiş ana

malzemenin fazları ve HA piklerine göre işlemeye bağlı yüzeye gömülü HA tozları etkisiyle oluşan pikler değerlendirilmiştir.

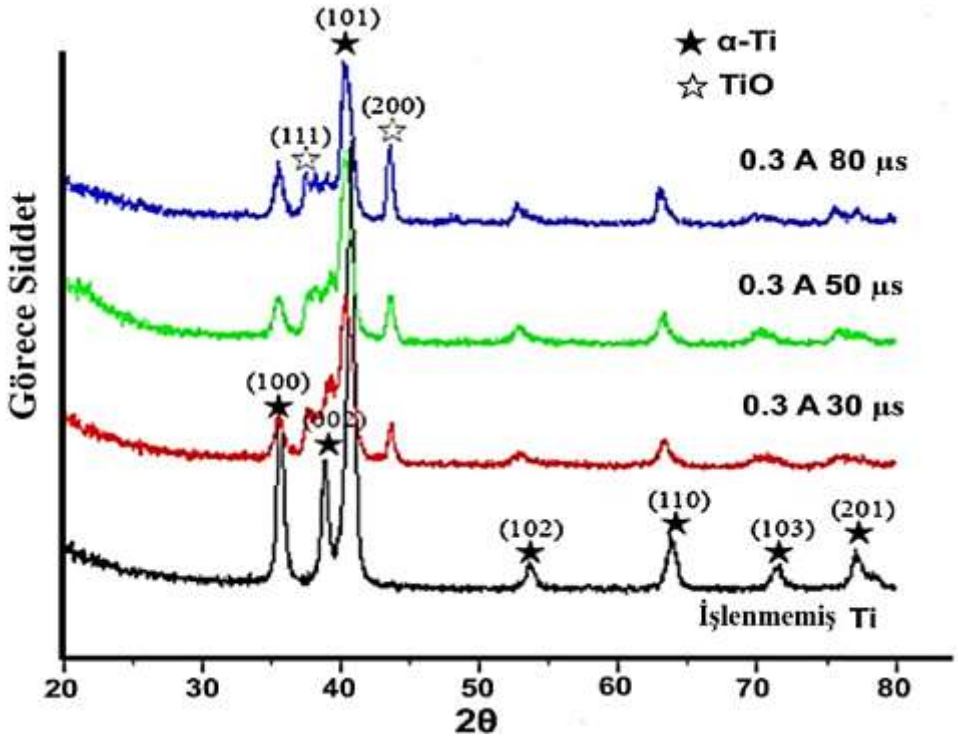


Şekil 4.28 Orijinal Ti-6Al-4V alaşımının işlenmeden önceki XRD izleri

Şekil 4.29'da analizi yapılan numunelerden alınan izler, karşılaştırma yapmak amacıyla aynı grafik üzerinde toplu halde gösterilmiştir. Burada en tepede mikronize HA tozlarının XRD analizindeki pikleri verilmiştir (a). Sonrasında ise ana malzemenin (Ti-6Al-4V) pikleri yer almaktadır (b). Ana malzemede daha çok α-Ti pikleri mevcut olmakla birlikte β-Ti pikleri de yer almaktadır. Devamında yer alan saf suda işlenmiş numunede ilaveten ortamdan ve sudan kaynaklı TiO piki (Şekil 4.30) gözlemlenmektedir (c). Sonrasında 7A darbe akımında HA toz katkısı ile işlenmiş numune yer almaktadır. Buradaki pikler ana malzemeyle neredeyse aynıdır. Bunun sebebi, analizin toz katkısı nüfuziyetinin olmadığı bir bölgede gerçekleştirilmesi olarak açıklanabilir (d). Bunu takip eden 12A 800µs (e), 22A 800µs (f) ve 42A 800µs'de (g) yapılan işlemelerde HA pikleri gözlemlenmiştir.



Şekil 4.29 XRD izleri. (a) Mikronize HA (b) işlenmemiş ana malzeme (Tİ-6Al-4V) (c) Saf suda 42 A, 800 µs'de işlenmiş numune (d) HA toz katkılı 7A, 800 µs'de işlenmiş numune (e) HA toz katkılı 12A, 800 µs'de işlenmiş numune (f) HA toz katkılı 22A, 800 µs'de işlenmiş numune (g) HA toz katkılı 42A, 800 µs'de işlenmiş numune.



Şekil 4.30 Değişik paremetrelerde Ti toz katkılı EKİ'ye ait XRD izleri (Chen et al. 2014).

BÖLÜM 5

SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

5.1 SONUÇLAR

Literatürde, özellikle biyouyumlu metaller üzerine hidroksiapatit kaplaması ile ilgili çeşitli yöntemler mevcuttur. Plazma püskürtme, sol-jel, biyomimetik yöntem gibi sıkça kullanılan kaplama yöntemlerinin dezavantajlarına karşılık elektriksel kıvılcımla işleme yönteminin kullanılabilirliğini araştırmak bu tezin hazırlanmasına gerek duyurmuştur. Önceden belirlenen ve Bölüm 3'te belirtilen parametrelerle gerçekleştirilen deneyler ve Bölüm 4'te gösterilen analizler neticesinde genel sonuçlar elde edilmiştir. Çizelge 5.1'de akım seviyesine göre pürüzlülük genel ortalaması verilmiştir. Burada akım arttıkça pürüzlülüğün de arttığı gözlemlenmektedir. Bu EKİ'de beklenen bir durumdur. Fakat aynı trend darbe süresi için geçerli olmamaktadır (Çizelge 5.2). Burada toz katkısının oluşturulan kıvılcım şekli üzerindeki etkisi görülmektedir. Dielektrik sıvıya katılan toz katkısı; oluşturulan kıvılcımların tekil kıvılcımlar, tekil kıvılcımlardan düşük enerji seviyelerinde ayrılan sayıca az ikincil kıvılcımlar, tekil kıvılcım kanalının merkezinden başlayarak çok sayıda ayrılmış ikincil kıvılcımlar, kıvılcım kanalının tamamını kapsayacak şekilde oluşan ikincil kıvılcımlar yada ikincil kıvılcımlardan ayrılmış üçüncül kıvılcımlar şeklinde oluşmasını belirleyen önemli bir etkendir. Oluşan bu kıvılcımlar rassal olmayıp oluşan yüzey morfolojisini doğrudan etkilemekte, aynı zamanda toz katkısının yüzeye nüfuziyetinin de nasıl olacağı hakkında bilgi vermektedir (Ekmekci vd. 2016). Kıvılcım mekanizmasının yüzey morfolojisine ve nüfuziyete etkisinin yanında bağlantılı olarak pürüzlülüğüne etkisi de yadsınamaz bu bağlamda daha detaylı araştırma yapılabilir.

Bununla birlikte toz katkılarının EKİ'de pürüzlülüğü azalttığına ve ayna parlaklığında yüzeyler elde edilmesini sağladığına dair çalışmalara Bölüm 2'de değinilmişti. Burada işlenmemiş numune, toz katkısız saf suda işlenmiş numune ve saf suda toz katkılı olarak işlenmiş 3 numune karşılaştırıldığında toz katkısının pürüzlülük üzerinde etkisi açıkça görülmektedir (Çizelge 5.3). 12 A, 800 µs 'de işlenen numunede toz katkısı ortalama

pürüzlülüğü 5 µm, 42 A, 800 µs ‘de işlenen numunede ise 4.8 µm düşürmektedir. Pürüzlülük yüksek akımlarda yaklaşık yarı yarıya, düşük akımlarda ise üçte bir oranında düşmektedir.

Çizelge 5.1 Akım seviyesine göre pürüzlülük genel ortalaması

Akım (A)	7	12	22	42
Pürüzlülük (µm)	2.885	3.582	3.935	5.275

Çizelge 5.2 İşlem parametrelerine bağlı nüfuziyet ve pürüzlülük durumu

7 Amper darbe akımı			**12 amper darbe akımı**		
Darbe süresi	**Ortalama yüzey pürüzlülüğü**	**HA nüfuziyet durumu**	**Darbe süresi**	**Ortalama yüzey pürüzlülüğü**	**HA nüfuziyet durumu**
3 µs	2,717 µm	az ✓	**3 µs**	2,915 µm	gözlemlenemedi
6 µs	2,801 µm	az ✓	**6 µs**	2,866 µm	gözlemlenemedi
12 µs	2,421 µm	az ✓	**12 µs**	3,437 µm	gözlemlenemedi
25 µs	4,121 µm	gözlemlenemedi	**25 µs**	3,812 µm	az ✓
50 µs	3,863 µm	gözlemlenemedi	**50 µs**	4,743 µm	gözlemlenemedi
100 µs	2,881 µm	gözlemlenemedi	**100 µs**	4,536 µm	az ✓
200 µs	2,815 µm	gözlemlenemedi	**200 µs**	3,571 µm	gözlemlenemedi
400 µs	1,895 µm	az ✓	**400 µs**	3,263 µm	gözlemlenemedi
800 µs	2,681 µm	orta ✓✓	**800 µs**	3,231 µm	az ✓
1600 µs	2,658 µm	orta ✓✓	**1600 µs**	3,427 µm	az ✓
22 amper darbe akımı			**42 amper darbe akımı**		
Darbe süresi	**Ortalama yüzey pürüzlülüğü**	**HA nüfuziyet durumu**	**Darbe süresi**	**Ortalama yüzey pürüzlülüğü**	**HA nüfuziyet durumu**
3 µs	3,282 µm	gözlemlenemedi	**3 µs**	3,005 µm	gözlemlenemedi
6 µs	3,503 µm	orta ✓✓	**6 µs**	3,658 µm	gözlemlenemedi
12 µs	3,251 µm	gözlemlenemedi	**12 µs**	4,627 µm	gözlemlenemedi
25 µs	4,703 µm	gözlemlenemedi	**25 µs**	5,265 µm	gözlemlenemedi
50 µs	5,198 µm	az ✓	**50 µs**	5,755 µm	gözlemlenemedi
100 µs	3,922 µm	yüksek ✓✓✓	**100 µs**	5,272 µm	gözlemlenemedi
200 µs	4,147 µm	orta ✓✓	**200 µs**	5,633 µm	az ✓
400 µs	3,697 µm	az ✓	**400 µs**	6,156 µm	orta ✓✓
800 µs	3,507 µm	yüksek ✓✓✓	**800 µs**	5,416 µm	az ✓
1600 µs	4,148 µm	az ✓	**1600 µs**	7,971 µm	yüksek ✓✓✓

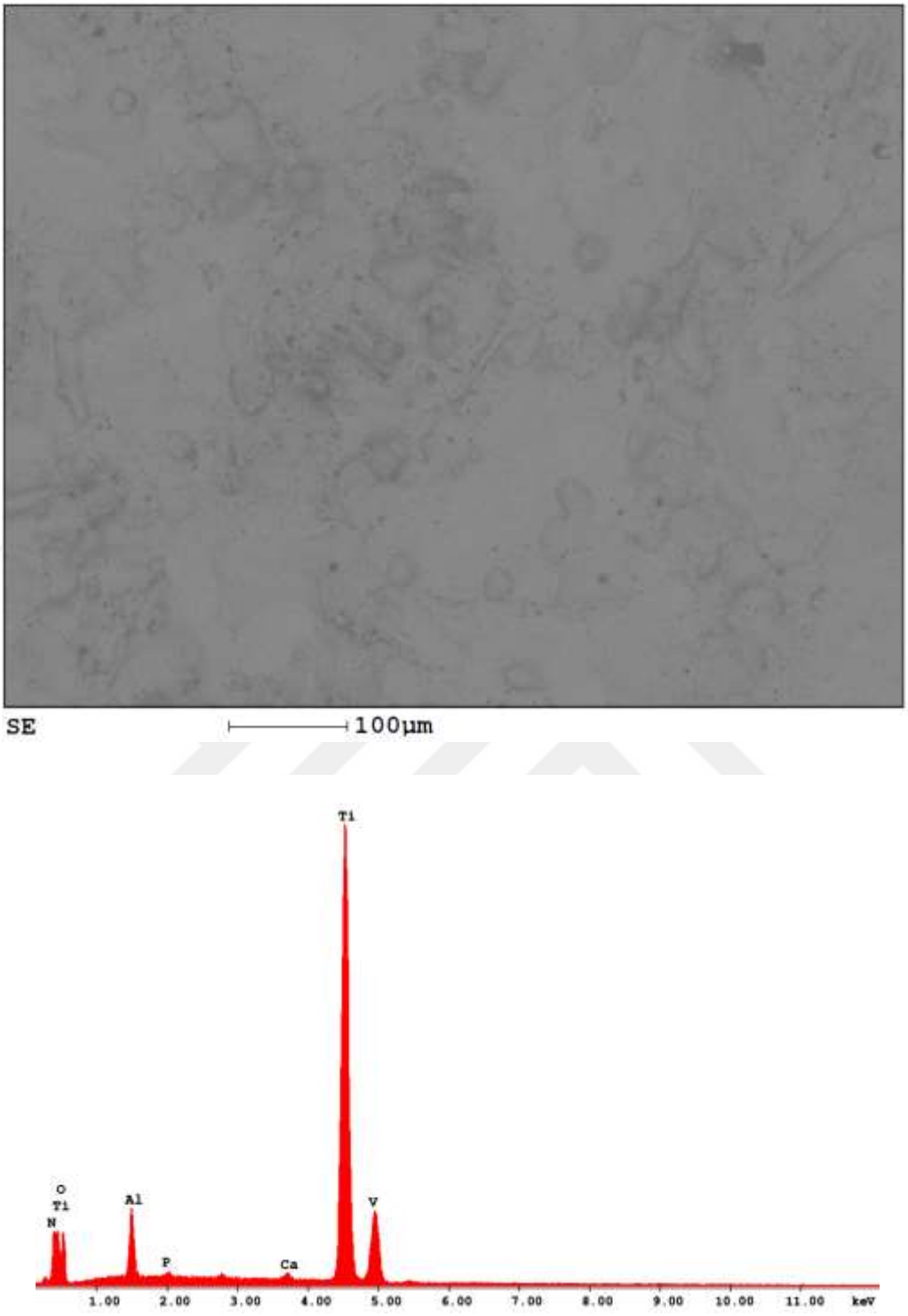
EDS analizleri baz alınarak işlem parametrelerine bağlı nüfuziyet durumuna genel olarak bakıldığında 7 A'de yapılan işlemeler hariç toz katkısı nüfuziyetinin yüksek darbe sürelerinde meydana geldiği göze çarpmaktadır (Çizelge 5.2). Kıvılcım atarken ana boşalım kanalının yoğunlukça eşit sayılabilecek ikincil kıvılcımlara ayrılması sırasında arada sıkışmış toz taneleri bulunmakta ve bu toz taneleri darbe süresinin sonlanması ile kapanan boşalım kanalının oluşturduğu negatif basıncın etkisi ile eriyik havuzuna hücum ederek saplanıp kalmaktadır. Yani ikincil hatta üçüncül kıvılcımların nüfuziyet üzerinde etkisi pozitiftir. Yüksek enerji yoğunluğunun ikincil ve üçüncül kıvılcım oluşumunu desteklediği söylenebilir. Bu bağlamda hem yüksek akımlarda hem de yüksek darbe sürelerinde nüfuziyetin daha iyi olduğu görülmektedir. Bununla birlikte 7 A düşük darbe akımında ise yine düşük darbe sürelerinde az miktarda nüfuziyet gözlemlenmiştir.

Çizelge 5.3 Yüzey pürüzlülüğüne HA toz katkısının etkisi

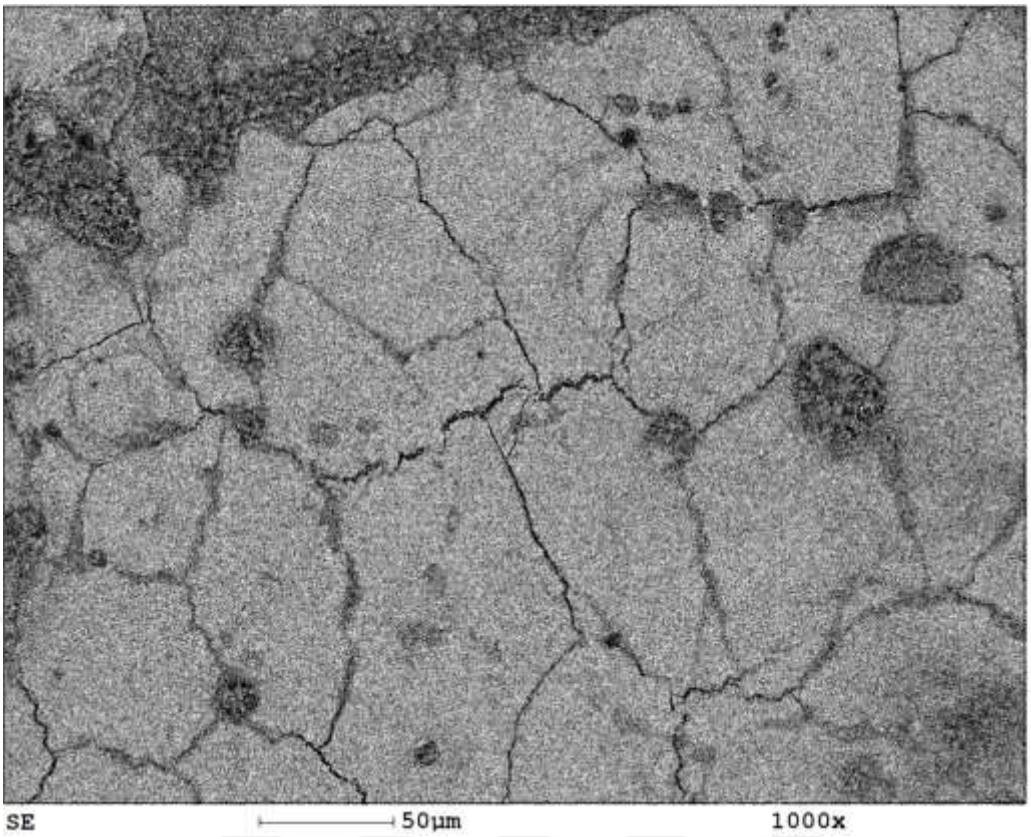
Numune	**İşlenmemiş**	**Saf suda 12 A 800 µs**	**Toz katkılı 12 A 800 µs**	**Saf suda 42 A 800 µs**	**Toz katkılı 42 A 800 µs**
Ortalama Pürüzlülük **(µm)**	0.0843	8.736	3.781	10.223	5.429
Standart Sapma **(µm)**	0.011	0.939	0.473	1.225	0.972

Bu durum düşük enerji seviyelerinde tekil kıvılcımlardan ayrılmış az sayıda ikincil kıvılcımların etkisi olarak açıklanabilir. Bunun yanında her seviyede en çok nüfuziyet olduğu işleme koşulu 22 A olarak ortaya çıkmaktadır (Çizelge 5.2).

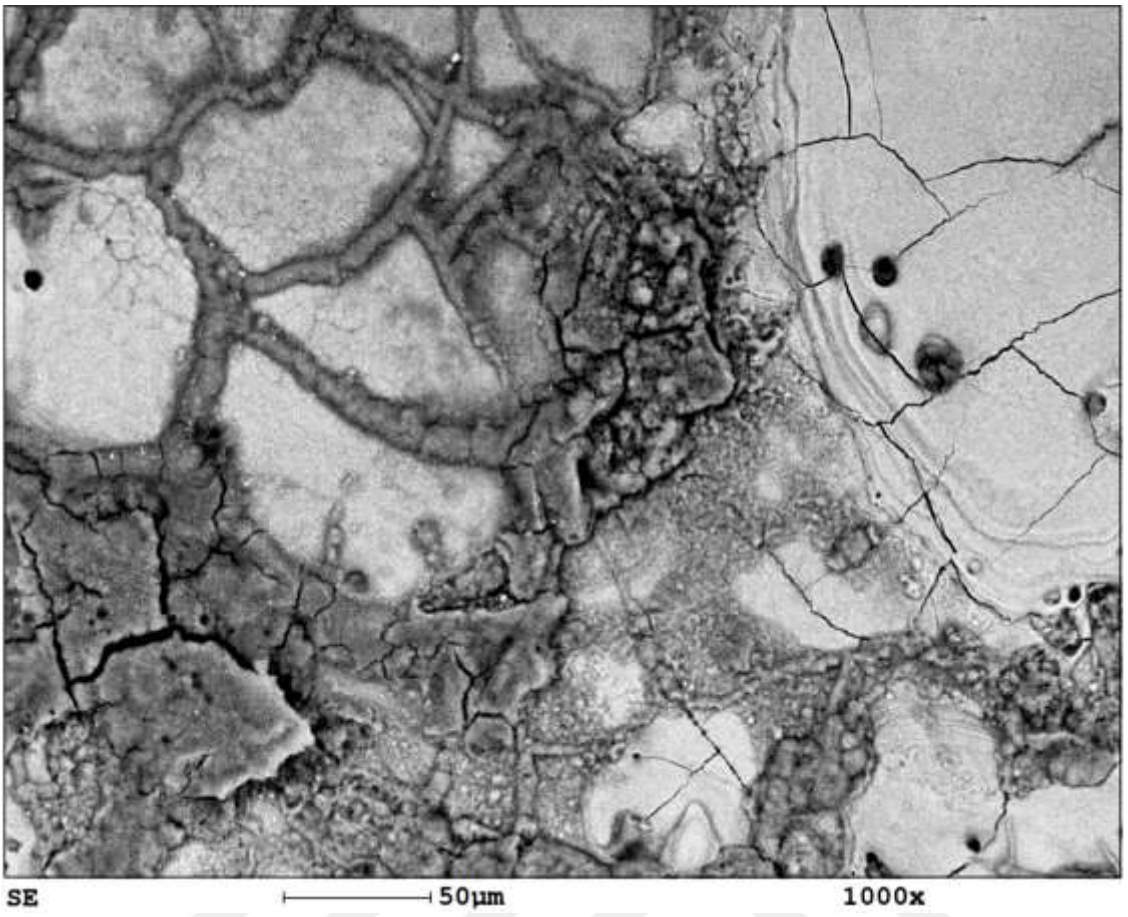
HA toz katkısı ile 4 farklı darbe akımında ve 10 farklı darbe süresinde işlenen 40 adet numuneden elde edilen EDS izlerine bakıldığında gözlemlenen element pikleri; yüzeye toz katkısı nüfuziyetinin gözlemlenemediği (Şekil 5.1), az miktarda gözlemlendiği (Şekil 5.2), orta derecede nüfuziyetin olduğu (Şekil 5.3) ve yüksek derecede toz katkısı nüfuziyetinin olduğu (Şekil 5.4) numuneleri açıkça ortaya sermektedir. Nüfuziyetin yoğun olduğu bölgeler daha çok enerji yoğunluğunun çok olduğu çatlak kenarlarında ve koyu renkte görülmektedir. Ayrıca Ca/P oranı da yaklaşık 1.67 olarak gözlemlenmektedir.

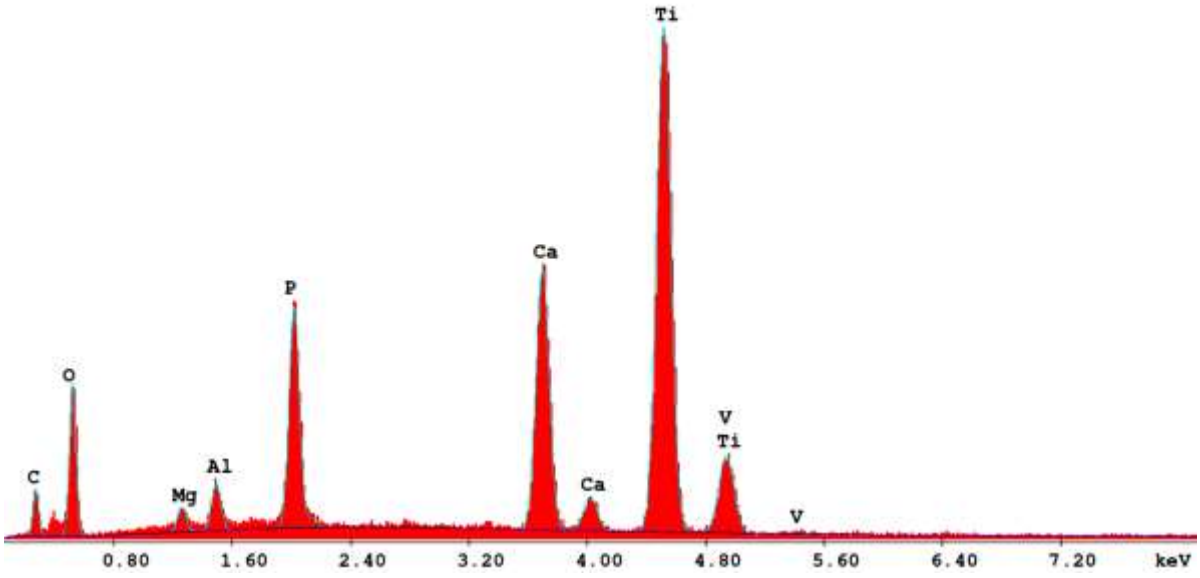


Şekil 5.1 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeyde HA nüfuziyetinin gözlemlenemediği numunenin TEM görüntüsü ve alansal EDS izleri. Darbe akımı: 22A

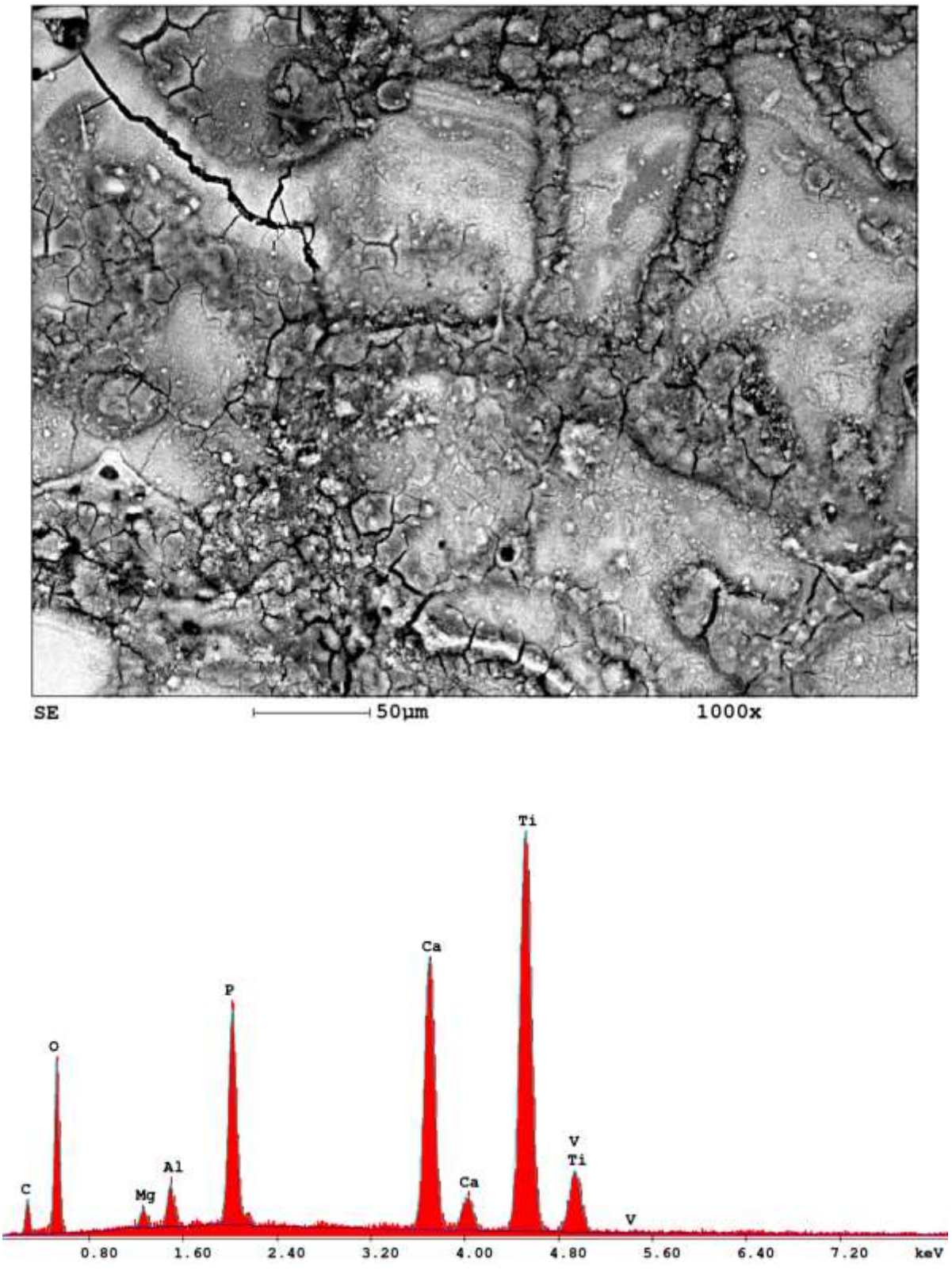


Şekil 5.2 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeyde HA nüfuziyetinin az miktarda gözlemlendiği numunenin TEM görüntüsü ve alansal EDS izleri. Darbe akımı: 22A





Şekil 5.3 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeyde HA nüfuziyetinin orta derecede gözlemlendiği numunenin TEM görüntüsü ve alansal EDS izleri. Darbe akımı: 22A



Şekil 5.4 HA toz katkılı EKİ'ye tabi yüzeyde HA nüfuziyetinin yüksek oranda gözlemlendiği numunenin TEM görüntüsü ve alansal EDS izleri. Darbe akımı: 22A

5.2 DEĞERLENDİRME

Literatürde Protez ve implantlarda kullanılan Ti ve Ti alaşımları gibi biyouyumlu metallerin vücut sıvısı ile etkileşimleri sonucu bölgesel korozyona uğramaları ve çevresindeki dokulara iyon salınımı yada kemikle bütünleşmelerinde yaşanan sorunlar, onların kemiklerle etkileşimleri çok daha iyi olan malzemelerle kaplanması gereğini doğurmuştur. Hidroksiapatit kalsiyum fosfat bazlı, kemiğe benzerliği sebebiyle kemik dokusu yerine kullanılan bir biyoseramiktir. Yaşayan ana kemik dokusuyla yüksek kimyasal bağ oluşturan, doku uyumunu iyileştiren, dokular için toksik olmayan, antibakteriyel özelliklere sahip bir malzeme olduğundan protez, kaplama ve implantlarda yaygın kullanılmasının yanında yeni nesil medikal kaplamalarda tercih sebebidir.

Bu tez kapsamında ele alınan TKEKİ yöntemi ile toz katkıları ile zenginleştirilmiş fonksiyonel yüzeylerin elde edilmesi aşağıdaki avantajları beraberinde getirecektir.

- EKİ yöntemi karmaşık geometrilerin işlenmesi için en uygun yöntemlerden biridir. Yöntem sayesinde karmaşık geometrilere sahip parçalar için toz katkısıyla zenginleştirilmiş fonksiyonel yüzeylerin elde edilmesi sağlanacaktır.
- TKEKİ yönteminde iş parçasının hem istenilen geometride işlenebilmesi hem de toz katkısı yönünden zengin bir yüzey mümkün olabilmektedir.
- Diğer yöntemlerde gerek duyulan çözücüler, başlatıcılar, stabilizörler gibi kimyasallara gerek duyulmayacaktır. Deiyonize suya eklenen HA tozları yeterli olacaktır.
- TEKİ yönteminin uygulanması yalnızca dakikalar almaktadır ve akabinde sonucu görmek mümkün olacaktır.
- TEKİ işleminde, işlem sırasında yüksek termal gerilmelerin sebep olduğu ana metalin yüzeyinde oluşan mikro çatlaklar bu tür kaplamalarda istenen gözenekli doku özelliğini destekleyici olabilir. Ayrıca işlemin gereği olarak yüzeyde oluşan kraterler için de aynı şey söylenebilir.
- Aynı dielektrik sıvı içerisinde birden çok işleme yapılabilmektedir. Dielektrik sıvının sonraki kullanım için muhafazası için ek işlemlere ya da uygun koşulların oluşturulmasına gerek duyulmaz.

Tüm bu avantajların gerçekleşebilmesi için homojen olarak tamamen toz katkılarının nüfuz ettiği homojen, fonksiyonel bir yüzeyin elde edileceği parametrelerin belirlenmesi ve bu durumun her defasında aynı şekilde sağlanabilmesi için ek çalışmalara ihtiyaç vardır. Bununla birlikte toz katkılarının metale yapışma mukavemetlerinin ve özelliklerinin araştırılması ve biyouyumluluğunun incelenmesi ayrı bir araştırma alanını açmaktadır.

KAYNAKLAR

Abbasi S M and Shokuhfar A (2007) İmprovement of Mechanical Properties of Cr-Ni-Mo-Cu-Ti Stainless Steel With Addition of Vanadium, *Journal of Iron and Steel Research,İnternational,*14(6): 74-78

Brunette M (2002) 'Biomimetic modification of titanium dental implant model surfaces using the RGDSP-peptide sequence: A cell morphology study' *Biomaterials* 27(11): 4003-4015

Cheang P and Khor K A (1996) Addressing processing problems associated with plasma spraying hydroxyapatite coatings, *Biomaterials,* 17(5): 537-544

Chen S L, Yan B H and Huang F Y (1999) Influence of kerosene and distilled water as dielectric on the electric discharge machining characteristics of Ti-6Al-4V. *Journal of Materials Processing Technology*, 87:107–111

Chunxiang C (2011) 'Titanium alloy production technology, market prospects and industry development', *Materials &Design,* 32(3): 1684-1691

Chow H M, Yang L D, Lin C T and Chen Y F (2008) The use of SiC powder in water as dielectric for micro-slit EDM machining. *Journal of Materials Processing Technology*, 195: 160-170

Ciobanu C S, İcoranu S L, Chifıriuc M C, Costescu A, Coustumer P L and Predoi D (2013) 'Synthesis and Antimicrobial Activity of Silver-Doped Hydroxyapatite Nanoparticles', *BioMed Research İnternational* p.10

Donachie M J (2000) Titanium a Technical Guide, *The Material Information Society, 2.St. Edition, OHIO, USA*, 381 pp.

Ekmekçi B (2006) **'**A semi-empirical approach for residual stresses in electric discharge machining (EDM)', *İnternational Journal of Machina Tools and Manufacture*, 46(7-8): 858-86

Ekmekci B and Ersöz Y (2012) 'How suspended particles affect surface morphology in powder mixed electrical discharge machining (PMEDM)', *Metallurgical and Materials Transactions B,* 43: 1138-1148

Ekmekci B and Ekmekci N (2014) 'Hydroxyapatite Deposition onto Ti-6Al-4V Surface in Powder Mixed Electrical Discharge Machining'**,** *Advanced Materials Research,* 856: 205-209

Ekmekci B, Ulusöz F, Ekmekci N and Yaşar H (2015a) 'Suspended SiC particle deposition on plastic mold steel surfaces in powder mixed electrical discharge machining' , *Proc IMech E Part B: J Engineering Manufacture,* 229(3): 475–486.

KAYNAKLAR (devam ediyor)

Ekmekci B, Ekmekci N and Yaşar H (2015b) 'Electrical Discharge Machining' (EDM): Types, Technologies and Applications', Surfaces in Electrical Discharge Machining. Edited by M.P. Jahan, Nova Publishers, New York 2015, p.507

Ekmekci B, Yaşar H and Ekmekci N (2016) A discharge separation model for powder mixed electrical discharge machining, *Journal of manufacturing science and engineering*, Transactions of the ASME, 138 (8): 1-9

Ekmekçi N (2016) 'Farklı Dielektrik Ortamlarda Elektriksel Kıvılcımla İşlenmiş DIN 1.4442 Çift Fazlı Çeliğin Mikroyapı ve Mikrosertlik Değişimleri' *Karaelmas Fen ve Müh. Derg.* 6(2): 412-422

Erden A and Bilgin S (1980) ('Role of impurities in Electric Discharge Machining'), *Proceedings of the 21.İnternational Machine Tool Design and Research Conference,* 12 Eylül 2011, Macmillon, London, 345-350

Ersöz Y (2009) 'Elektriksel Aşındırma Yöntemi İle İşlemede Di-Elektrik Sıvıda Asılı SiC Taneciklerinin If Çeliği Yüzeyindeki Etkilerinin İncelenmesi' *Yüksek Lisans Tezi,* Bülent Ecevit Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Zonguldak, 181 s.

Furutani K, Saneto A, Takezawa H, Mohri N and Miyake H (2001) **'**Accretion of titanium carbide by electrical discharge machining with powder suspended in working fluid'. *Precision Engineering and Nanotechnology*, 25: 138–144

Hanawa T (2004) 'Metal ion release from metal implants', *Materials Science and Engineering C,* 24: 745–752

Jeswani M L, (1981). "Electrical discharge machining in distilled water," *Wear*, 72: 81-88.

Soni J S and Chakraverti G (1996) "Experimental investigation on migration of material during EDM of T 215 Cr12 die steel"*, Journal of Materials Processing Technology,* 56: 439–451.

J H Lin, C H Chang, Y S Chen, and G T Lin (2007) 'Applied Science and manufacturing' *Composites: Part A Vol.* 38: 535-539

Kang S H and Kim D E (2005) "Effect of Electrical Discharge Machining Process on Crack Susceptibility of Nickel Based Heat Resistant Alloy," *Material Science Technology*, vol.21

Kansal H K, Sehijpal S and Pradeep K (2007) Effects of Silicon Powder Mixed EDM on Machining Rate of AISI D2 Die Steel. *Journal of Manufacturing Processes*, 9: 13-22

Kansal H K, Singh S and Kumar P (2005) Parametric optimization of powder mixed electrical discharge machining by response surface methodology, *Journal of Materials Processing Technology*,169: 427–436.

KAYNAKLAR (devam ediyor)

Kumar S, Singh R, Singh T P and Sethi B L (2009) **'**Surface modification by electrical discharge machining': *A review', Journal of Materials Processing Technology,* 209: 3675-3687

Kruth J P, Stevens L, Froyen L and Lauwers B (1995) Study of the white layer of a surface machined by die-sinking electro-discharge machining. CIRP *Annals-Manufacturing Technology*, 44: 169–172.

Kunieda M and Yoshida M (1997) Electric discharge machining in gas. *Annals of the CIRP* 46 (1): 143–146

Leyens C and Peters M (2003) Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications, Weinheim: *Wiley VCH.*

Lloyd H K and Warren R H (1965) Metallurgy of spark-machined surfaces. *Journal of Iron and Steel Ins*. 203: 238-247

Lonardo P M and Bruzzone A (1999) 'Effect of flushing and electrode material on die sinking EDM'*, CIRP Annals - Manufacturing Technology,* 48 (1): 123– 126.

López M F, Gutiérrez A and Jiménez J A (2001) 'Surface characterization of new non-toxic titanium alloys for use as biomaterials', *Surface Science,* 482-485: 300-305

Legeros R Z and Legeros J P (2008) Hydroxyapatite, in: T. Kokubo (Ed.), *Bioceramics and their clinical applications,* Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 784 pp..

McGeough J A and Rasmussen H (1982) "A macroscopic model of electro-discharge machining" *International Journal of Machine Tool Design and Research,* 22(4): 333-339

Murugan R and Ramakrishna S (2005) 'Development of nanocomposites for bone grafting', *Composites Sciences and Technology,* 65: 2385-2406

Muthuramalingam T and Mohan B (2014) **'**A review on influence of electrical process parameters in EDM process', *Archives of civil and mechanical engineering* 15 (2015):87-94

Narayanan R, Dutta S and Seshadri S K (2006) 'Hydroxy apatite coatings on Ti-6Al-4V from seashell', *Surface and Coatings Technology,* 200: 4720-4730

Özerkan B and Çoğun C (2005) Effect of Powder Mixed Dielectric on Machining Performance in Electric Discharge Machining (EDM).G.U *Journal of Science*, vol.18, no.2,p211-228.

Özgedik A ve Çoğun C (2014) 'Farklı İşleme Derinliklerinde Uygulanan Titreşimlerin Elektro-Erozyon ile İşleme Performansına Etkisi'. *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi* 11(3): 1-9

KAYNAKLAR (devam ediyor)

Park, J B and Kim Y K (2002) Metallic biomaterials. J. B. Park ve J. D. Bronzino, (Ed.), Biomaterials: Principles and applications. *CRC Press :Boca Raton FL* (1 – 21)

Pecas P and Henriques E (2003) Influence of Silicon Powder Mixed Dielectric on Conventional Electrical Discharge Machining. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 43: 1465-1471.

Rival R (2005) Electrical Discharge Machining of Titanium Alloy Using Copper Tungsten Electrode With SiC Powder Suspension Dielectric Fluid.Masters Thesis, *Universiti Teknologi Malaysia, Faculty of Machanical Engineering*, p.16-24.

Chen S L, Lin M H, Huang G X and Wang C C (2014) Research of the recast layer on implant surface modified by micro-current electrical discharge machining using deionized water mixed with titanium powder as dielectric solvent *Applied Surface Science* 311: 47–53

Kasuga T (2010) 'Coatings for metallic biomaterials', *Biomaterials* 260-282

Wang C K, Lin J H C, Ju C P, Ong H C and Chang R P H (1997) 'Structural characterization of pulsed laser-deposited hydroxyapatite film on titanium substrate', *Biomaterials,* 18: 1331-1338

Wang Z L, Fang Y, Wu P N, Zhao W S and Cheng K (2002) Surface modification process by electrical discharge machining with a Ti powder green compact electrode. *Journal of Materials Processing Technology*, 129: 139-142.

Wong Y S, Lim L C, Rahuman I and Tee W M (1998) Near-mirror-finish phenomenon in EDM using powder-mixed dielectric. *Journal of Materials Processing Technology*, 79:30– 40.

Yan H and Chen S L (1999) Effects of dielectric with suspended aluminum powder on EDM.*J Chin Society of Mechanical Engineers*. 14(3): 307–312.

Zhang Q H, Du, R, Zhang, J H and Zhang, Q B (2006) "An investigation of ultrasonicassisted electrical discharge machining in gas", *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46 (12-13): 1582-1588.

ÖZGEÇMİŞ

Selim AKBAŞ 1985'de Kdz. Ereğli / ZONGULDAK'ta doğdu. İlk orta ve lise öğrenim dönemini Kdz. Ereğli'de tamamladı. 2008 yılında İzmir Dokuz Eylül Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünden mezun oldu. 2012 yılında TTK Maden Makinaları Fabrika İşletme Müdürlüğü Dökümhane Servisinde Üretim Mühendisi olarak çalışmaya başladı ve halen aynı fabrikada vekaleten Döküm Başmühendisi olarak çalışmaktadır.

ADRES BİLGİLERİ:

Adres: Yayla Mahallesi İhsan Soyak Sokak TTK 36 Daire Loj. E Blok no:14 D:3
Merkez/ZONGULDAK

Tel: (+90) 542 793 08 90

E-posta: selimakbas571@gmail.com