



**HİBRİT YÜZEY İŞLEMİ UYGULANMIŞ Ti6Al4V
ALAŞIMININ MEKANİK, TRİBOLOJİK VE
ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN
BELİRLENMESİ**

Ammar YILDIZ

Yüksek Lisans Tezi

Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ali Fatih YETİM

2024

Her hakkı saklıdır.



FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
YÜKSEK LİSANS TEZİ

**HİBRİT YÜZEY İŞLEMİ UYGULANMIŞ Tİ6A14V ALAŞIMININ MEKANİK,
TRİBOLOJİK VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN
BELİRLENMESİ**

Ammar YILDIZ

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Ali Fatih YETİM

Anabilim Dalı: Makine Mühendisliği

Erzurum

2024

Her hakkı saklıdır

T.C.
ERZURUM TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
TEZ ONAY FORMU

**HİBRİT YÜZEY İŞLEMİ UYGULANMIŞ Ti6A14V ALAŞIMININ MEKANİK,
TRİBOLOJİK VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN
BELİRLENMESİ**

Prof. Dr. Ali Fatih YETİM danışmanlığında, Ammar YILDIZ tarafından hazırlanan bu çalışma 08 / 11 / 2024 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak **Oy birliği ile (3/3)** kabul edilmiştir.

Başkan : Doç. Dr. Yakup UZUN

İmza :

Üye : Prof. Dr. Ali Fatih YETİM

İmza :

Üye : Doç. Dr. Onur ÇOMAKLI

İmza :

Yukarıdaki sonucu onaylıyorum

Doç. Dr. Bünyamin ÖZGERİŞ

Enstitü Müdürü

*Bu tez çalışması tarafından nolu proje ile desteklenmiştir.

ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI

Erzurum Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez içindeki tüm bilgilerin doğru ve tam olduğunu, bilgilerin üretilmesi aşamasında bilimsel etiğe uygun davrandığımı, yararlandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi beyan ederim.

08 / 11 / 2024

İmzası

Ammar YILDIZ

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HİBRİT YÜZEY İŞLEMİ UYGULANMIŞ Ti6Al4V ALAŞIMININ MEKANİK, TRİBOLOJİK VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Ammar YILDIZ

Erzurum Teknik Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ali Fatih YETİM

İmplant olarak kullanılan biyomalzemelerin, hem canlı organizmalarla uyumlu olması hem de belirli mekanik özellikleri ve fonksiyonellik gereksinimlerini karşılaması beklenir. Biyomalzemenin mekanik performansı, genellikle kütleli özellikleriyle ilişkiliyken, canlı sistemlerle uyum, aşınma ve korozyon gibi davranışlar ise yüzey özellikleriyle bağlantılıdır. İmplantlar, kısa süre içerisinde hasar gördüğünde, bu durum hastanın psikolojik ekonomik açıdan olumsuz etkilenmesine neden olabilir. Bu sebeple, biyomalzemelerin kullanım amacına ve yerleştirileceği ortama uygun şekilde tasarlanması, en uygun yüzey özelliklerini elde etmek adına önemlidir. Bu çalışmada, Ti6Al4V alaşımının fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemiyle niyobyum oksit kaplanarak, aşınma ve korozyon özelliklerinin incelenmesi amaçlanmaktadır.

2024, 55 sayfa

Anahtar Kelimeler: Niyobyum, Aşınma, Korozyon, Biyouyumluluk, Ti6Al4V

ABSTRACT

MS. Thesis

DETERMINATION OF MECHANICAL, TRIBOLOGICAL AND ELECTROCHEMICAL PROPERTIES OF DUPLEX NIOBIUM OXIDE COATED Ti6Al4V ALLOY

Ammar YILDIZ

Erzurum Technical University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Mechanical Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Ali Fatih YETİM

Biomaterials used as implants are expected to be compatible with living organisms and meet certain mechanical properties and functional requirements. While the mechanical performance of biomaterials is generally related to their bulk properties, behaviors such as compatibility with living systems, wear and corrosion are related to their surface properties. When implants are damaged in a short period of time, this situation may cause negative effects on the patient in terms of psychological and economic aspects. For this reason, it is important to design biomaterials in accordance with their intended use and the environment in which they will be placed in order to obtain the most appropriate surface properties. In this study, it is aimed to investigate the wear and corrosion properties of Ti6Al4V alloy by coating it with niobium oxide using the physical vapor deposition (PVD) method.

2024, 55 page

Keywords: Niobium, Wear, Corrosion, Biocompatibility, Ti6Al4V

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın hazırlanmasında, desteğini, yardımını ve hoşgörüsünü hiçbir zaman esirgemeyen, bilgisi, tecrübesi ve çalışma prensibiyle örnek olan öğrencisi olmaktan mutluluk ve gurur duyduğum ve hayatımın her evresinde örnek aldığım çok değerli danışman hocam Prof. Dr. Ali Fatih YETİM'e en içten duygularıyla saygı ve sevgilerimi sunar teşekkür ederim.

Deneyisel çalışmalarında yardımcı olan ETÜ Yüksek Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nden Dr. Öğretim Üyesi Mustafa YAZICI'ya, Araştırma Görevlisi Hilmi TEKDIR'e, Öğretim Görevlisi Kerem TURALIOĞLU'na ve Sayın Dr. Merve TAFTALI' ya teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca bu süreçte sürekli yanımda olan çok değerli arkadaşım Yüksek Makine Mühendisi Yunus Emre ACAR'a ve emeği geçen tüm hoca ve arkadaşlarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Beni yetiştiren, maddi manevi yanımda olan ve hiçbir zaman desteğini esirgemeyen çok değerli aileme teşekkürlerimi sunarım.

Ammar YILDIZ
Kasım 2024

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
1. GİRİŞ	1
1.1. Biyouyumluluk.....	2
1.2. Biyomalzemelerde Gelecek	4
2. KAYNAK ÖZETLERİ	9
2.1. Fiziksel Buhar Kaplama (PVD)	9
2.1.1. Sıçratma ile kaplama	12
2.2. Biyomalzemeler	13
3. MATERYAL ve YÖNTEM	21
3.2. Yüzey İşlemleri	21
3.3. Plazma İle Yapılan Termokimyasal İşlemler	22
3.3.1. Plazma ile Nitrüleme İşlemi	22
3.4. Kaplama Sistemi	26
3.5. XRD, SEM ve Optik Mikroskop Çalışmaları	27
3.7. Mikrosertlik Ölçümleri.....	29
3.8. Aşınma Deneyleri.....	30
3.9. 3D Yüzey Profilometre Analizleri	32
3.10. Korozyon Deneyleri	33
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	36
4.1. Yapısal Analizler.....	36
4.2. Sürtünme ve Aşınma Analizleri	39
4.3. Aşınma İzlerinin 3D Profilometre Görüntüleri	43
4.4. Korozyon Analizleri.....	45
5. SONUÇ ve ÖNERİLER	51

KAYNAKLAR	53
------------------------	-----------



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

Açıklama

°	Derece
C	Çevrim zamanı (dakika)
K	Kelvin
m	Metre
P	Basınç

Kısaltmalar

CoF	Sürtünme Katsayısı
DC	Doğru Akım
EDS	Enerji Dispersiv Spektrumu
HV	Vickers Sertlik Değeri
PVD	Fiziksel Buhar Kaplama
RF	Radio Frekansı
Ra	Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
YUTAM	Yüksek Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi
XRD	X-Ray Difraktometre
V	Gerilim birimi, Volt
W	Watt

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Sıçratma ile Kaplama Yöntemi.....	9
Şekil 2.2. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemleri	11
Şekil 2.3. Sıçratma Mekanizması (Seshan 2002).....	12
Şekil 2.4. Sıçratma ile Kaplama Yöntemi.....	13
Şekil 3.1. Plazma ile nitrürleme düzeneği	22
Şekil 3.2. CFUMBS Sistemi	27
Şekil 3.3. XRD Cihazı	28
Şekil 3.4. Taramalı Elektron Mikroskobu.....	29
Şekil 3.5. Mikrosertlik ölçüm cihazı.....	30
Şekil 3.6. Pim-disk aşınma cihazı şematik gösterimi	31
Şekil 3.7. Aşınma test cihazı.....	32
Şekil 3.8. 3D Profilometre Cihazı.....	33
Şekil 3.9. Korozyon deney düzeneği şematik gösterimi.....	34
Şekil 3.10. Korozyon test düzeneği	34
Şekil 4.1. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının XRD analizi.....	37
Şekil 4.2. Hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının kesit SEM görüntüsü ..	39
Şekil 4.3. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının sürtünme katsayısı-zaman grafiği ...	40
Şekil 4.4. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının aşınma oranı grafiği	42
Şekil 4.5. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının aşınma izlerinin SEM görüntüleri ...	43
Şekil 4.6. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının aşınma izlerinin 3D Profilometre görüntüleri	45
Şekil 4.7. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının OCP eğrileri	46
Şekil 4.8. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının akım yoğunluğu-potansiyel eğrileri.....	47

Şekil 4.9. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının Nyquist eğrileri	48
Şekil 4.10. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının Bode-Faz eğrileri	48
Şekil 4.11. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının Bode-Magnitude eğrileri.....	49
Şekil 4.12. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının korozyon sonrası SEM görüntüleri	50



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Kemik ve metalik biyomalzemelerin bazı mekanik özellikleri	19
Çizelge 3.1. Ti6Al4V alaşımının kimyasal kompozisyonu	21
Çizelge 3.2. Aşınma Parametreleri	31
Çizelge 4.1. Farklı yüzey işlemleri sonrası elde edilen deney sonuçları	39



1. GİRİŞ

Gelişen teknoloji ile birlikte insanların ortalama ömür süreleri de artmaktadır. Özellikle gelişmiş ülkelerde ortalama yaş sınırının 40'ın üzerine çıkmıştır. İnsan hayatının uzamasıyla birlikte geçmişten günümüze trafik kazaları, yaralanmalar, savaşlar veya iskelet yapısının yıpranıp kırılmasından dolayı kemik uzuvlarını kaybedebilmektedir.

Bu durumlarda insanın hayatını en iyi şekilde devam ettirebilmesi için bu eksiklikleri en az hissedecek şekilde hayatına devam edebilmesi sağlanmalıdır. Bu alanda biyomalzemelere olan ihtiyaç her geçen gün artmaktadır.

İleri yaşlarda, kemik yoğunluğu ve dayanımı önemli ölçüde azalır, bu da kemik üreten hücreler olan osteoblastların yeni kemik üretme kapasitesinin ve kemikte oluşan mikro çatlakların iyileşmesindeki etkinliğinin düşmesine yol açar. Ayrıca, gelişmekte olan ülkeler ve üçüncü dünya ülkelerindeki savaşlar ve şiddet olayları, insanların kalıcı sakatlıklar yaşamasına sebep olmaktadır.

Kaza, savaş ve benzeri olaylarda organların fonksiyonlarının azalması veya tamamen kaybolması durumunda, bu kayıpları telafi etmek ve bireylerin bu tür ihtiyaçlarını karşılamak amacıyla biyomalzeme kullanılarak yapay organlar geliştirilmiştir (Yetim 2009).

Biyomalzeme Bilimi, günümüzde önemli bilimsel çalışmaların yapıldığı ve büyük gelişmelerin gözlendiği bir bilim dalıdır. İnsan vücudundaki canlı dokuların işlevlerini desteklemek amacıyla kullanılan bu doğal veya yapay malzemeler, esas olarak tıp alanında kullanılsa da biyoteknoloji alanında da vücudun çeşitli bölgelerinde farklı amaçlarla kullanılabilir.

Kullanım sürecinde biyomalzemeler, sürekli olarak veya belli bir süre için vücut içinde akışkanlar ile temas halinde olup vücudun bu malzemelere karşı verdiği tepkiler son derece farklıdır.

1.1. Biyouyumluluk

Biyouyumluluk, bir malzemenin kullanım sırasında vücut sistemiyle uyumlu bir şekilde tepki vermesi, çevresindeki dokuların normal işlevlerini bozmaması ve iltihaplanma yaratmaması olarak tanımlanır.

Son yıllarda, biyomalzeme ve doku etkileşimleri üzerine yapılan önemli araştırmalar sonucunda, vücudun doğal dokularını yeniden oluşturmak amacıyla biyouyumlu malzemeler geliştirilmiştir.

Yüksek biyouyumluluğa sahip biyomalzemeler arasında metalik biyomalzemeler, biyoseramikler, polimer biyomalzemeler ve biyokompozitler yer almaktadır. Bu çalışma, tıp alanında biyomalzeme seçimi yapacak olan ortopedistlere, protez ve implant üreticilerine, biyomalzemelerin biyouyumluluk ve mekanik özellikleri hakkında bilgi sağlamayı amaçlamaktadır (Öztürk 2015).

Biyomalzeme alanında son otuz yılda kaydedilen hızlı ilerlemelere rağmen, insan vücudundaki organların işlevselliğini artırmak amacıyla implantların kullanımı, eski medeniyetlere kadar uzanmaktadır. Mısır mumyalarında bulunan yapay gözler, burunlar ve dişler, bu uygulamanın en çarpıcı örneklerindendir.

Biyomalzemelerin gelişim süreci üç ana aşamaya ayrılabilir. İlk aşama, 1850 yılına kadar, tahtadan, fildişinden yapılan malzemelerle birlikte altın, gümüş ve bakır gibi yaygın metallerin kullanıldığı dönemi kapsar.

İkinci kısım, biyomalzemelerde önemli ilerlemelerin olduğu 1850–1925 yıllar arasındır. Bu yıllar arasında, özellikle anestezinin keşfi sayesinde cerrahi işlemler sırasında hastaların acı çekmemesi, biyomalzemelere olan talebin artmasına yol açmıştır. Ayrıca X ışınının keşfi ile tüm vücuttaki hasarlı bölgelerin daha iyi belirlenebilmesi ve ne tür bir hasarın olduğu gözlemlenmiştir.

1. GİRİŞ

1925'ten günümüze kadar olan dönem, özellikle iki büyük dünya savaşının etkisiyle biyomalzeme teknolojilerinde hızlı bir gelişim yaşanmıştır. Bu süreç sonunda, günümüzde kullanılan çeşitli biyomalzemeler önemli ölçüde ilerlemiştir.

Ancak, biyomalzemelerin insan vücudunda yaygın olarak kullanılmaya başlanmasıyla birlikte bazı zorluklar ve kısıtlamalar da ortaya çıkmıştır. Bunlar şunlardır:

- Pıhtılaşma,
- Korozyon,
- Kireçlenme,
- İltihaplanma,
- Hücre zehirlenmesi,
- Kan ile uyumsuzluk,
- Mekanik özelliklerde kısıtlar (esneklik, hafiflik, dayanım, yorulma, ömür),
- Ekonomiklik,
- Hammadde sıkıntısı,
- Cerrahi olarak tatbik edilebilirlik, uygulanabilirlik,
- Tasarım, şekillendirilebilirlik, üretim,
- Onarılabilirlik, onarım koşulları vs.dir (Yetim 2009).

Biyomalzemelerin amaçlarını maddeler halinde sayacak olursak;

- Vücutta hastalanmış veya zarar görmüş organların ya da uzuvların yerine geçmek üzere kullanılır.
- Vücutta hasarlı organın fonksiyonelliğini artırmak amacıyla kullanılır.
- Kozmetik sıkıntıları gidermek amacıyla kullanılır.
- Hasarlı bölgenin iyileşmesine yardımcı olması için kullanılır.
- Hastalığın teşhisine yardımcı olma vb. gibi birçok alanlarda kullanılır.

Sonuç olarak; bilim adamlarının görevi insanlığa faydalı olmaktır. Bilim adamları çalışmalarında görevini yerine getiremeyen dokuları incelemişlerdir. Bunun sonucunda

birçok biyomalzeme türü ortaya çıkmıştır. Biyomalzeme alanındaki çalışmalar son hızıyla devam etmektedir.

Tek kullanımlık teknolojiye olan artan talep, atıkları azaltmak ve esnek elektronikte inovasyonu teşvik etmek için umut verici çözümler sunan biyolojik olarak parçalanabilir ve geçici cihazlara olan ilgiyi artırmıştır. Bu gelişmeler, verimli elektronik atık bertarafı ve tekrarlayan cerrahi müdahalelere olan ihtiyacı azaltan canlı uygulamaların geliştirilmesi gibi zorlukları ele almaktadır. Yenilebilir ve geçici elektronikler de dahil olmak üzere geçici cihazlar, olağanüstü biyouyumlulukla geliştirilmekte olup, tıbbi müdahalelerde ve giyilebilir teknolojilerde çevre dostu çözümler ve yeni olasılıklar için yol açmaktadır (Wan et al. 2024).

1.2. Biyomalzemelerde Gelecek

Geçmişe ve bugüne baktığımızda, biyomalzemeler alanındaki gelişim büyük bir değişim göstermiştir. Geçmişte, bir doku hasar gördüğünde veya işlevini kaybettiğinde genellikle bu doku vücuttan uzaklaştırılırdı. Ancak, 20. yüzyılın başlarında antiseptikler, penisilin ve diğer antibiyotiklerin keşfi, hijyenin sağlanması ve aşıların yaygınlaşmasıyla birlikte gelişmiş ülkelerde insan yaşam süresi önemli ölçüde artmıştır ve 80 yılın üzerine çıkmıştır. Bu gelişmelerin sonucu olarak, özellikle son 60 yılda, yaşam kalitesinin korunabilmesi için hasar gören dokunun yerine sağlıklı dokuların yerleştirilmesi gerekliliği ön plana çıkmıştır. Bu gereklilik, iki şekilde karşılanabilir:

1. **Transplantasyon** (nakil),

2. **İmplantasyon** (yerleştirme).

Transplantasyonda, hasarlı dokular hastanın kendi dokusuyla veya başka bir insandan ya da hayvandan alınan dokularla değiştirilir. İmplantasyonda ise biyomalzemeler kullanılır. Ancak, biyomalzeme içeren implantların ömürleri sınırlıdır ve özellikle bu implantların dokularla biyolojik olarak uyumlu şekilde sabitlenmesi, ortopedik protezlerin ömrünü uzatmada önemli bir rol oynamaktadır.

Gelecekte biyomalzeme alanındaki arařtırmalar, vücutun kendi kendini iyileřtirme kapasitesini kullanmayı veya bu kapasiteyi artırmayı hedefleyecektir. Böylelikle, doğal dokuların yenilenmesini sağlayacak biyomalzemelerin kullanılması mümkün hale gelecektir. Bu gelişmeler, protezlerin kullanım sürelerini önemli ölçüde artırabilir. Ayrıca biyomalzemelerin geleceęi, nanoteknolojiyle de dönüşüm yaşayacak gibi görünmektedir.

Nano robotlar, bakteri ve virüs enfeksiyonlarını tedavi etmek, kanser hücrelerini tespit edip yok etmek, dolařım sistemindeki zararlı maddeleri temizlemek, hasarlı dokulara oksijen sağlamak ve çeřitli hastalıkların teşhisini ve takibini yapmak için kullanılabilir. Bu sayede, biyomalzemelerin gelecekteki kullanımı, sadece dokuların onarılmasıyla kalmayıp saęlık hizmetlerinin her aşamasında fayda sağlayabilir (Pasinli 2004).

Agresif bir ortam (NaF ve Hank's solüsyonu) göz önünde bulundurularak kaplanmış ve kaplanmamış numuneler OM, SEM/EDX, AFM, DRX/Rietveld iyileřtirme ve XPS teknikleri ile karakterize edilmiştir. Daha sonra CPDP ve SVET testleri gerçekleştirilmiştir. Sonuç olarak, mevcut arařtırmada kullanılan teknięin Ti6Al4V yüzeyleri üzerinde ince film kaplamak niyobyumun korozyon direnci oluşturduęunu göstermiştir (do Nascimento et al. 2021).

$Al_2O_3-Nb_2O_5$ kompozit oksit filmlerin düşük voltajlı aşındırılmış alüminyum folyo üzerinde kompleks oluřturma-çökeltme ve anodizasyon ile oluřturulması isimli çalışmada, niyobyum pentaoksit (Nb_2O_5) ince filmler, kompleksleřtirme-çökeltme ve ardından ısıl işlem yoluyla aşınmış alüminyum folyolar üzerinde biriktirilmiştir.

Daha sonra $Al_2O_3-Nb_2O_5$ (Al-Nb) kompozit oksit filmler, alüminyum elektrolitik kapasitörlerde kullanılan eloksallı alüminyum folyoların kapasitansını arttırmak için anotlama ile oluřturulmuřtur.

Niyobyum biriktirme tabakasının bileřimi ve yapısı, x-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) ve X-ışını kırınımı (XRD) ile karakterize edilmiş ve anodik oksit

filmlerin mikro yapıları ve dielektrik özellikleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve elektrokimyasal empedans ile incelenmiştir.

Normal eloksallı alüminyum folyolarla karşılaştırıldığında, 30 volt potansiyelde anotlanmış Al-Nb kompozit oksit filmlili numuneler, saf alüminyum oksit filmlili numunelerden yaklaşık %20 daha yüksek spesifik kapasitans sergilediği gözlemlenmiştir (Feng et al. 2012).

Biyomedikal uygulamalar için niyobyum oksinitrür kaplamaların üretimi, yapısal, korozyon ve in-vitro biyoyum-antimikrobiyal özelliklerinin incelendiği çalışmada, biyomalzeme olarak kullanılan 316L alaşımı üzerine, korozyondan korunma, antimikrobiyal ve biyoyum özelliklerini arttırmak amacıyla fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi kullanılarak, NbO_xN_y (niyobyum oksinitrür) kaplamaları farklı azot/oksijen oranlarında büyütülmüştür.

Kaplama parametrelerinin konu edilen özellikler üzerindeki etkisini incelemek için, gümüş katkılı niyobyum oksinitrür yapıları ile karşılaştırmalı olarak in-vitro korozyon özellikleri, biyoyumluluk ve biyoaktivite süreçlerinin araştırılması hedeflenmiştir. Çalışma sonucunda, niyobyum oksinitrür yapıların biyomedikal uygulamalar için kullanılabileceği, gümüş ilavesinin ise niyobyum oksinitrür yapıların antimikrobiyal özellikleri iyileştirdiği tespit edilmiştir (Şenocak 2020).

Titanyum niyobyum ve zirkonyum katkılı 316L paslanmaz çeliklerin in-vitro biyoyumlarının araştırıldığı çalışmada, 316L östenitik tip paslanmaz çeliğe titanyum (Ti), niyobyum (Nb) ve zirkonyum (Zr) katkıları yapılarak in-vitro biyoyumlulukları değerlendirilmiştir.

Bu amaçla hazırlanan örneklerin biyoyumluluğunu incelemek için Tripan mavisi, MTT, ROS, SEM, ICP-MS ve SBF gibi çeşitli testler uygulanmıştır. Elde edilen bulgular, titanyum (Ti), niyobyum (Nb) ve zirkonyum (Zr) katkılarının 316L paslanmaz çeliğin biyoyumluluğunu olumlu yönde artırdığını ve bu alaşımların biyomedikal uygulamalar için daha uygun hale geldiğini göstermektedir (Öztürk 2015).

Cerrahi uygulamalar için paslanmaz çelik 316L üzerinde PVD ile büyütülmüş Gümüş-Tantal Oksit bazlı nanoyapılı ince filmin mekanik, antibakteriyel ve biyouyumluluk mekanizması isimli çalışmada, paslanmaz 316L çeliğinin zayıf olan; antibakteriyel, korozyon direnci ve biyouyumluluk gibi özelliklerini iyileştirmek için yapılan kaplamanın etkisi incelenmiştir.

Ameliyat esnasında canlı doku ile temas eden kesici ve/veya delici aletlerin yüzeylerine yapışan bakteriyel hücreler aletin farklı alanlarda kullanımı ile bir yerden bir yere taşınabilir. Bu durum çeşitli enfeksiyonlara sebep olarak hem dokunun iyileşme sürecini uzatmakta hem de bu sürecin sancılı geçmesine sebep olabilmektedir. Bu nedenle: Bakterilerin, cerrahi aletlerin yüzeyine tutunmasını engelleyen bir antibakteriyel özellik büyük ölçüde gereklidir.

Sonuç olarak, PVD Magnetron Püskürtme yöntemiyle kaplama yapılan aletlerde yapılan testler sonucu korozyon direnci, antibakteriyel ve biyouyumluluk gibi özelliklerde iyileşmeler gözlenmiştir (Alias et al. 2019).

Yüksek hızlı çelik lazer sert kaplamaların tokluğunu ve korozyon direncini geliştirmede niyobyumun rolü isimli bu çalışmada, niyobyum içeriğinin mekanik ve korozyon özellikleri üzerindeki rolünü araştırmak amacıyla yüksek güçlü bir doğrudan diyot lazer kullanılarak yüksek hız çeliği sert kaplamalar yapılmıştır.

Elde edilen sonuçlarda niyobyum içeriğinin sert dolgu mikro yapısı ve bunun sonucunda ortaya çıkan mekanik özellikler üzerinde yüksek bir etkiye sahip olduğunu görülmüştür. Özellikle, niyobyum, yüksek hız çeliği lazer sert dolguların aşınma direncini önemli ölçüde iyileştirmiştir. Bu iyileştirmeye üstün bir korozyon direncinin eşlik ettiği gözlemlenmiştir (Rodríguez Ripoll et al. 2016).

PVD ile üretilen çift katmanlı Zn-Al-Mg kaplamaların mikro yapısı ve ilk korozyon davranışı isimli bu çalışmada, PVD prosesi ve ısıtma işlemi ile çift katmanlı Zn-Al-Mg kaplamalar üretilmiştir. 20 günlük daldırma deneyi sırasında mikro yapı ve ilk korozyon davranışı incelenmiştir.

Ayrıca ısıt işlemin farklı sıcaklıklardaki etkisi incelenmiştir. Bunlara ek olarak, magnezyumun Zn-Al kaplamaların korozyon direncini iyileştirdiği gözlenmiştir. Magnezyumun düşük maliyeti ve çevre dostu olması nedeniyle, kaplamanın servis ömrünü artırmak için magnezyum alaşımı yapmak bakım maliyetlerini büyük ölçüde azaltabilir. Yapılan 20 günlük daldırma sonrasında, kaplamaların makroskobik yüzey korozyon görüntüleri ve kesitsel mikro yapıları incelendiğinde çift katmanlı korozyon özelliklerinin daha iyi olduğu gözlenmiştir (Ye et al. 2019).

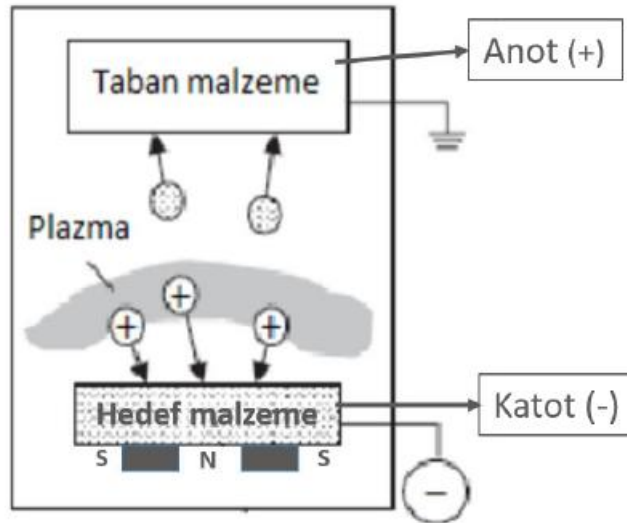


2. KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Fiziksel Buhar Kaplama (PVD)

Sıçratma, vakum ortamında yapılan ve momentum transferine dayalı olarak yaygın şekilde kullanılan bir plazma kaplama tekniğidir. Bu süreçte, katı malzeme pozitif iyonlarla bombardıman edilerek, malzemenin yüzeyinden atomlar ayrılır. Kaplanacak yüzey, hızlandırılmış iyonlar gibi enerjik parçacıklarla vurulduğunda, hedeften kopan atomlar taban malzeme yüzeyine yerleşir ve burada bir film tabakası oluşturur. Şekil 2.1, magnetron püskürtme sisteminin basitleştirilmiş şematik diyagramını sunmaktadır.

Yüksek enerjili bombardıman parçacıkları, pozitif iyonlardır. Hedef (katot) ve taban malzeme (anot) arasına bir potansiyel uygulanarak vakum odasında bir plazma ortamı oluşturulur. Sıçratma işleminin biriktirme hızını artırmak için, elektronları ve plazmanın yüklü parçacıklarını hedefin yüzeyine yakın bir yerde tutmak için hedefin altına güçlü mıknatıslar yerleştirilir. Plazmayı hedefin yakınında sınırlamak, magnetron püskürtme işleminin plazma yoğunluğunu ve biriktirme hızını artırmaya yardımcı olur. Magnetron püskürtmenin yaygın kullanımı, düşük maliyetine, yüksek biriktirme oranlarına, adımların ve küçük özelliklerin mükemmel kapsamına, ısıya duyarlı alt tabakaları kaplama kabiliyetine ve benzerlerine dayanmaktadır.



Şekil 2.1. Sıçratma ile Kaplama Yöntemi

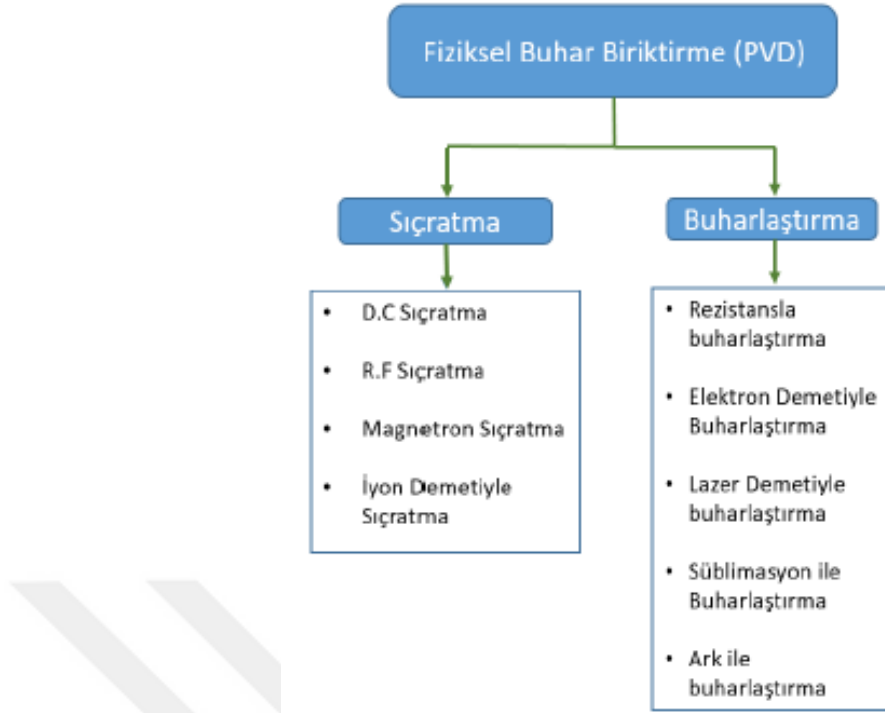
Magnetron, hedef ve katodu barındıran ve yüklü plazma parçacıklarını püskürtme hedefinin yüzeyine yakın bir yerde tutmak için güçlü elektrik ve manyetik alanlar kullanan bir plazma kaynağı görevi görür. Manyetik ve elektrik alanların varlığında, elektronlar manyetik alan çizgileri etrafında sarmal yollar izleyerek hedef yüzeye yakın gaz halindeki nötrlerle daha fazla iyonlaştırıcı çarpışmalara maruz kalırlar. Plazma tarafından üretilen Ar^+ iyonları, Şekil 2.1’de gösterildiği gibi negatif eğilimli hedefe doğru hızlandırılır.

Pozitif argon iyonunun kinetik enerjisine bağlı olarak hedefi bombalayabilir ve hedef yüzeyden yansıyabilir, hedef yüzeyden hedef atomları/molekülleri nakavt edebilir veya hedef malzemeye nüfuz edebilir. Ayrıca, enerjik iyonların hedef yüzeylerle etkileşimi, ikincil elektronlar, nötrler, fotonlar, x-ışını ve atomların alt tabakaya implantasyonu gibi çeşitli parçacıklar oluşturacaktır.

Yayılan ikincil elektron, plazma deşarjının korunmasına yardımcı olur. Püskürtülen parçacıkların tipik kinetik enerjisi, 1 - 10 eV'nin 7'si mertebesinde. Bu kinetik enerji çekirdeklenme ve büyüme süreçlerine yardımcı olabilir, film yoğunluğunu artırabilir, film yapışmasını iyileştirebilir ve film dokusunu kolaylaştırabilir.

Reaktif püskürtmede, püskürtülen parçacıklarla reaksiyona girebilen ve hedef ve reaktif gaz elementinin bir bileşiği olarak altlık üzerinde çökelebilen bir reaktif gaz kullanılır. Hedef malzeme ile reaktif gaz arasındaki reaksiyonların çoğunun ya substratta ya da hedef yüzeyde meydana geldiğine inanılmaktadır.

Bileşik oluşumunun enerjisi veya parçacıkların kinetik enerjisi kolayca dağılamadığı için gaz fazında meydana gelen reaktif sürecin olası olmadığına inanılır, bu da gaz fazında oluşsa bile bileşiğin kendiliğinden ayrışmasına neden olur (Acar 2022; Sarkar 2010).



Şekil 2.2. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemleri

Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemleri çoğunlukla sıçratma ve buharlaştırma olmak üzere alt başlıklardan oluşmaktadır. Şekil 2.2’de gösterilen şemada;

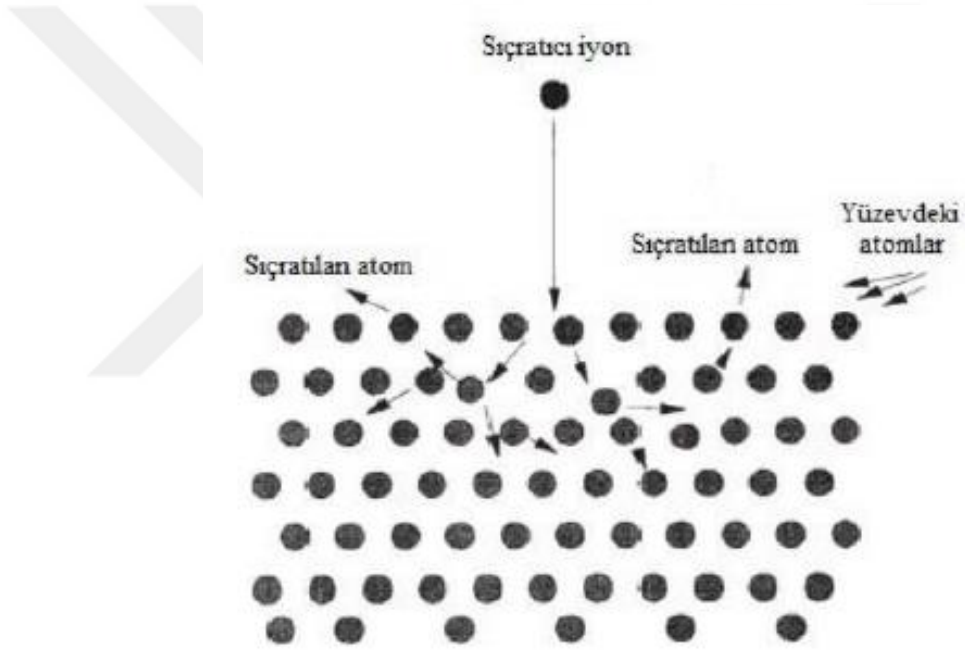
Sıçratma başlığı altında D.C sıçratma, R.F sıçratma, Magnetron sıçratma ve iyon demetiyle sıçratma yöntemleri bulunurken, buharlaştırma başlığı altında rezistansla buharlaştırma, elektron demetiyle buharlaştırma, lazer demetiyle buharlaştırma, süblimasyon ile buharlaştırma ve ark ile buharlaştırma yöntemleri bulunmaktadır.

Yeni bir termal püskürtme yöntemi olarak, plazma püskürtme-fiziksel buhar biriktirme (PS-PVD), çeşitli uygulamalar için kaplamalar üretmek adına umut verici bir teknolojidir. Kaplamaların yapısal özellikleri, performanslarını doğrudan etkileyen önemli faktörlerdir. Geleneksel olarak "kolonlar" olarak adlandırılan gözenekler, termal şoklar altında malzemenin kullanım ömrünü önemli ölçüde uzatırken, kolon içindeki gözenekler ise termal iletkenliği azaltarak kaplamanın sıcaklık dayanımını iyileştirir.

Bu nedenle, istenilen kaplama yapılarının elde edilmesi için püskürtme parametrelerinin dikkatlice ayarlanması, günümüzde bu alandaki en önemli araştırma ve üretim odaklarından biri haline gelmiştir (Huang et al. 2024).

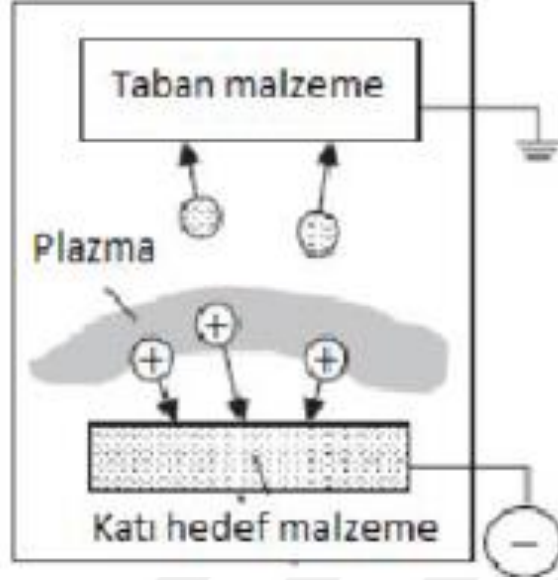
2.1.1. Sıçratma ile kaplama

Sıçratma ile kaplamada hedef malzeme pozitif iyonlar ile bombardımana tutularak yüzenden atom kopartır. Momentum transferine dayanır. Kopartılan atomlar taban malzeme yüzeyine giderek yapışır ve film tabakası oluştururlar.



Şekil 2.3. Sıçratma Mekanizması (Seshan 2001)

PVD sıçratma, vakum ortamında sıçratma enerji yüklü partiküller yoluyla hedef yüzeyinden iyon koparma işlemidir.



Şekil 2.4. Sıçratma ile Kaplama Yöntemi

Hedef malzeme ile taban malzeme birbirine paralel bir şekilde bulunurlar. Taban malzeme ve hedef malzeme duruma göre sıcaklık verilir ya da soğuk tutulabilir. Genelde basınç 10^{-3} - 10^{-2} mbar aralığındadır. Hedef malzemeye 2-3 kV'lık enerji uygulanarak ortaya çıkan plazma pozitif iyonları hedefe çarparak atom koparırlar. Bu duruma sıçratma denmektedir.

Sıçratma sonrasında kopan atomlar taban malzeme yüzeyine yapışarak ince filmler oluştururlar (Arnell and Kelly 1999).Sıçratma işleminde diğer malzemelerle reaksiyona girmemek için inert gaz kullanılır. En yaygın kullanılan pozitif yüklü olarak argon gazı kullanılır (Bunshah and Juntz 1972).

2.2. Biyomalzemeler

Mühendislik alanındaki uygulamalar, teknolojik ilerlemelerden hızla etkilenmiş ve malzeme bilimi, insan sağlığıyla ilgili çeşitli uygulamalarla genişlemiştir. Biyomalzeme terimi, 20. yüzyılın başlarında ortaya çıkmış olup, insan vücudunda işlevini yerine getiremeyen doku veya organların fonksiyonlarını desteklemek amacıyla kullanılan, vücutla sürekli ya da aralıklı olarak temas eden yapay veya doğal malzemeleri ifade eder. Bu tür malzemeler, ortopedik cihazlar, protezler, diş implantları ve plakalar gibi çeşitli uygulamalarda kullanılır (Taftali 2018).

Biyomalzemeler bilimsel açıdan yeni bir kavram olarak kabul edilse de, bu malzemelerin pratikteki kullanımı çok eski zamanlara dayanmaktadır. Mısır mumyalarında bulunan yapay gözler, burunlar ve dişler, biyomalzemelerin tarihsel kullanımının en önemli örneklerindendir. Bronz ve bakırdan yapılan kemik implantları ise MÖ dönemlerine kadar uzanmaktadır.

Bakırın zehirleyici etkilerine rağmen, alternatif bir malzeme bulunamadığı için bu metalin implant olarak kullanımı devam etmiştir. 19. yüzyıldan sonra ise vücutta yabancı malzemelerin kullanımı üzerine daha kapsamlı araştırmalar yapılmaya başlanmıştır (Yetim 2009).

Biyomedikal uygulamalar için materyalleri kullanmadan önce dikkate alınması gereken birkaç faktör vardır. Metalik biyomalzemeler yeterli dayanıma, yüksek korozyon direncine, yüksek aşınma direncine ve düşük sürtünmeye sahip olmalıdır. İmplant edilebilir metalik biyomalzemelerin mekanik özellikleri, daha uzun süre işlev görebilmeleri için düşük modüllü yüksek mukavemet içermelidir (Chua et al. 2021).

Biyomalzemelerin etkili bir şekilde kullanılabilmesi için belirli özelliklere sahip olmaları gerekmektedir. Bu özellikler, malzemenin hem biyolojik uyumunu hem de mekanik ve kimyasal performansını içermektedir. Biyomalzemelerin sahip olması gereken temel nitelikler şunlardır:

- Canlı ve cansız doku ile uyumlu, yüksek biyouyumluluk göstermeleri
- Vücutta alerjik, toksik veya kanserojen etkiler oluşturmamaları
- Gelişmiş mekanik özelliklere sahip olmaları
- Yeterli yorulma ömrüne sahip olmaları
- Kolay kullanım için uygun ağırlık ve yoğunluk seviyelerine sahip olmaları
- Çalışma ortamında kimyasal olarak inert ve stabil kalmaları
- Vücut sıvıları ile etkileşimde şekil değişimi yapmamaları (şişme, büzülme vb.)
- Korozyona karşı dayanıklı olmaları
- Mekanik etkilerle aşınma sorunları yaşamamaları
- Metabolizmada zararlı zehirli ürünler üretmemeleri

- Kolay temin edilebilir ve geniş çapta üretilebilir olmaları
- Ekonomik olmaları
- Kullanım amacına göre uygun geometrik özellikler taşımaları
- Doku ile temas ettiğinde değişken kalınlıkta fiberimsi tabakalar oluşturabilmeleri
- İltihaplanma, pıhtılaşma gibi olumsuz biyolojik reaksiyonlar yaratmamaları
- Hasar sonrası onarılabilir olmaları
- Enzim, doku ve hücre ile uyumlu bir şekilde çalışabilmeleri (Tekdir 2019).

2.2.1. Metalik Biyomalzemeler

Fiziksel yaralanmalar, doğuştan gelen bedensel engeller veya eklem iltihapları (artrit) gibi durumlarda sıklıkla kullanılan ortopedik protezler, özellikle kalça ve diz eklem protezleri olarak yaygın bir şekilde tercih edilmektedir. Bu protezler, kullanıldıkları bölgelerin özelliklerinden dolayı yüksek mekanik dayanıklılığa sahip olmalıdır.

Ortopedik protezler, özellikle yüksek gerilmelere karşı dirençli olmalıdır. Bu nedenle, kalça, diz, dirsek gibi gerilmelere maruz kalan ve yük taşıyan eklem protezlerinin üretiminde metalik biyouyumlu malzemeler tercih edilmektedir (Tekdir, 2019; Zhu et al. 2016). Ayrıca, bu malzemelerin uzun ömürlü olmaları, tercih edilme sebeplerinden biri olarak öne çıkmaktadır.

İnsan vücudunda ilk kez kullanılan metal bazlı malzeme, vityum çeliğidir. Bu malzeme, kemikteki kıkırdak yapılarında plaka ve vida şeklinde kullanılmıştır. İlk uygulamalar sonrasında yapılan testlerde, vityum çeliği bazlı protezlerin iltihaplanmaya yol açtığı ve vücut dokusuyla etkileşimi sonucunda oluşan korozyonun ciddi sorunlara sebep olduğu gözlemlenmiştir. Ancak günümüzde teknolojik ilerlemeler, farklı metaller ve üretim yöntemleri kullanılarak yeni biyomalzemelerin geliştirilmesine ve bu malzemelerin kullanılmasına olanak tanımaktadır (Yetim 2009).

Metal bazlı implant malzemeleri başlıca şu türlerden oluşmaktadır:

- A) Paslanmaz çelikler (316L)
- B) Saf ve alaşımlı titanyum (CpTi, Ti6Al4V, Ti6Al7Nb gibi)
- C) Kobalt bazlı alaşımlar (CoCrMo, CoCrNi vb.)
- D) Nikel-titanyum (Ni-Ti) alaşımları
- E) Daha az yaygın olsa da, platin, gümüş ve altın gibi metaller de metalik biyomalzeme olarak kullanılmaktadır.

A) 316L Paslanmaz Çelik

316L Paslanmaz Çelik, 1800'lü yıllarda Fransız metalürjistlerinin demir-krom alaşımlarının korozyona karşı dayanıklılığını keşfetmesiyle ilgi görmüştür. Ancak, dönemin gelişmemiş işlem koşulları nedeniyle bu alaşımlar, ilk kez 1913 yılında tüfek namlularının üretimi için yapılan çalışmalarda kullanılmaya başlanmıştır. 1920'lerde, 18-8 olarak bilinen (304) östenitik paslanmaz çeliklerin keşfi ile bu malzeme türü daha yaygın hale gelmiş, 1930'lardan sonra ise kullanım alanı hızla artmış ve günlük yaşamda önemli bir yer edinmiştir.

Paslanmaz çelikler, içinde en az %10,5 krom bulunan demir-karbon alaşımları olarak tanımlanır. Krom, çeliğin paslanmasını engelleyen başlıca elementtir. Korozyona karşı daha dirençli olan çeliklerde ise krom oranı %12 ve daha fazla olabilmektedir.

Yapıdaki krom oranının en az %12 olması istenirken, krom oranı %28'e ulaşırsa, paslanmaz çeliğin korozyon direncini artırmak amacıyla yapısına molibden (Mo) eklenmiştir. Ayrıca, 0,08 karbon içeriği bulunan 316 paslanmaz çeliğinin karbon oranı, 0,03'e düşürülerek 316L tipi paslanmaz çelik elde edilmiştir (Yetim 2009).

316L paslanmaz çeliğin bileşiminde genellikle %60-65 demir (Fe), %17-19 krom (Cr), %12-14 nikel (Ni), ve düşük miktarda nitrojen (N), mangan (Mn), molibden (Mo), fosfor (P), silikon (Si) ve sülfür (S) bulunur (Pasinli 2004; Tekdir 2019).

Yapısındaki nikel ve molibden, korozyon direncini artıran elementlerdir. Ayrıca, çeliğin yapısındaki karbon, paslanmaz çeliğin korozyon direncini olumsuz etkileyebilir.

Özellikle sıcak şekil verme ve yüksek sıcaklıkta yapılan ısıt işlemler sırasında, karbon matris yapısı krom ile reaksiyona girerek homojen olmayan mikro yapıya sahip krom karbürlerin oluşmasına ve bu da krom içeriğinin matris yapıda azalmasına yol açar (Tekdir 2019).

Paslanmaz çelikler, kristal yapılarına göre ferritik (hacim merkezli kübik), östenitik (yüzey merkezli kübik) ve martenzitik (tetragonal) olmak üzere üç ana kategoride sınıflandırılabilir. Östenitik paslanmaz çelikler ferromanyetik değildir ve genellikle korozyon direnci, dayanıklılık ve işlevsellik açısından öne çıkar. 316L paslanmaz çelik, 17Cr, 8Ni, 2Mo içerir ve krom tükenmesini engellemek için çok düşük karbon oranına sahiptir. 'L' harfi, bu düşük karbon içeriğini belirtir. 316L, özellikle yapay diz ve kalça protezlerinde yaygın olarak kullanılır. Diğer metalik implantlarla karşılaştırıldığında ekonomikliği, mükemmel korozyon direnci ve kabul edilebilir biyouyumluluğu gibi önemli avantajlara sahiptir.

Ancak, 316L paslanmaz çeliğin içeriğindeki nikel ve krom, uzun süre vücutta kaldığında toksik etkilere yol açabilir. Ayrıca, gelişmiş korozyon direncine rağmen, zayıf tribolojik özellikleri, aşınma ve yorulma gibi sorunların önemli olduğu uygulamalarda bu malzemenin kullanımını sınırlandırabilir. Bunun yanı sıra, 316L paslanmaz çeliğin elastisite modülünün kemiğe göre daha yüksek olması, protezlerin gevşemesine neden olabilir (Geetha et al. 2009; Tekdir 2019).

B) Titanyum ve Alaşımları

Titanyum, ilk kez 18. yüzyılda İngiltere'de William Gregor tarafından keşfedilmiştir. Gregor, nehirden ilmenit (FeTiO_3) (manyetik demir tozu) çıkarmak için mıknatıs kullanarak, bu cevherden hidroklorik asit ile siyah tozu ayırmış ve geriye kalan maddeyi titanyum oksidi olarak tespit etmiştir.

1795'te Heinrich Klaproth, rutil (TiO_2) minerali üzerinde analiz yaparak farklı bir oksit yapısını tanımlamıştır. Klaproth, Yunan mitolojisindeki Titanlardan ilham alarak bu elemente "Titanyum" adını vermiştir (Wikipedia 2024).

İkinci Dünya Savaşı sonrasına kadar savunma sanayisinde kullanılan titanyum alaşımları, 1950'li yıllardan itibaren implant malzemesi olarak başarılı sonuçlar vermeye başlamış ve özellikle diş hekimliği implant tedavileri ile kalça protez uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır (Geetha et al. 2009; Tekdir 2019).

Yüksek çekme dayanımı-ağırlık oranı, mükemmel korozyon direnci ve biyouyumluluğu nedeniyle titanyum (Ti), biyomedikal uygulamalar için yüksek potansiyele sahiptir. Ancak, Ti'nin yetersiz sertliği ve düşük aşınma direnci, biyomedikal implantlar gibi birçok uygulamada kullanımını sınırlamaktadır.

Diğer elementlerle alaşım yapıldığında Ti' nin mekanik özellikleri önemli ölçüde iyileşebilse de, bu durum Ti' nin biyomedikal uygulamalardaki sitotoksik uyumluluğunu bozabilir, çünkü vücuda metal iyonlarının salınımı söz konusu olabilir. Bu nedenle, saf Ti' nin biyomedikal uygulamalarda sağladığı faydaları daha da geliştirebilmek amacıyla, araştırmacılar, sınırlı yüzey mekanik özelliklerini iyileştirmek için yüzey modifikasyonu işlemlerine yoğunlaşmışlardır (Madadi et al. 2024).

Titanyum ve alaşımları, düşük sıcaklıklarda hegzagonal sıkı paket (HSP) kristal yapısında alfa (α) fazında bulunur. Yüksek sıcaklıklarda ise hacim merkezli kübik (HMK) yapılı beta (β) fazına dönüşür. 882 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda, α -Ti (alfa fazı) β -Ti (beta fazı) yapılarına dönüşüm geçirir ve bu dönüşüm sırasında hacimde yaklaşık %0,1'lik bir değişim meydana gelir.

Titanyum ve alaşımları, farklı sıcaklıklarda α , β ve $\alpha+\beta$ fazları olarak sınıflandırılabilir. Düşük sıcaklıklarda alfa-Ti, yüksek sıcaklıklarda ise beta-Ti olarak adlandırılır. Beta fazını dengeleyen elementler, örneğin vanadyum ve niyobyum gibi, Ti6Al4V gibi $\alpha+\beta$ fazlarını içeren alaşımlarının oluşmasına katkı sağlar (Verstrynge et al. 2003).

C) Kobalt ve Alaşımları

Bu malzemeler, kobalt-krom alaşımlarına dayanmaktadır ve iki ana türü bulunmaktadır: kobalt-krom-molibden alaşımı ve kobalt-nikel-krom-molibden alaşımıdır. Kobalt-krom-molibden alaşımı, uzun yıllar diş hekimliği alanında kullanılmakta olup, son zamanlarda yapay eklem protezlerinin üretiminde de tercih edilmektedir. Kobalt-nikel-krom-molibden alaşımı ise daha yeni bir malzeme olup, özellikle yüksek yük taşıyan eklemler (diz, kalça gibi) ve protezlerde kullanılmaktadır.

Bu alaşımların bileşimi genellikle %65 kobalt ve geri kalan kısmı kromdan oluşmaktadır. Daha iyi mekanik özellikler ve tanecik yapısının iyileştirilmesi amacıyla alaşıma molibden de eklenir. Molibden, alaşımların dayanıklılığını artırarak daha homojen bir mikro yapı sağlar. Kobalt içeren bu alaşımlar, elastik modül açısından paslanmaz çelikten daha yüksek değerlere sahiptir, bu da onları özellikle eklem protezleri ve dişçilik uygulamaları için ideal kılar. Kobalt alaşımlarının yüksek elastik modülü, bu malzemelerin sert ve dayanıklı olmalarını sağlarken, aynı zamanda vücutla uyumlu özellikler gösterir, böylece biyomedikal uygulamalarda kullanıma uygun hale gelirler. Bu tür alaşımlar, genellikle üstün aşınma direnci ve korozyon dayanıklılığı ile dikkat çeker. Bu özellikler, kobalt-krom alaşımlarını özellikle vücut içi ortamlarda, yani vücut sıvılarıyla sürekli temasta olan yerlerde, tercih edilebilir bir seçenek haline getirir (Pasinli 2004). Çizelge 2.1.'de kemik, titanyum ve diğer metalik biyomalzemelerin bazı mekanik özellikleri verilmiştir (Tie 2012; Tekdir 2019).

Çizelge 2.1. Kemik ve metalik biyomalzemelerin bazı mekanik özellikleri

Malzeme	Elastisite Modülü (GPa)	Akma Mukavemeti (MPa)	Çekme Mukavemeti (MPa)	Yorulma Dayanımı (Mpa)
Kemik	15-30	30-70	70-150	-
Paslanmaz Çelik	190	221-1.213	586-1.351	241-820
Co-Cr alaşımı	210-253	448-1.606	665-1.896	207-950
Titanyum (Ti)	110	485	760	300
Ti6Al4V	116	596-1.034	965-1.103	620

Biyomalzemelerin, özellikle ortopedik, travmatolojik veya dental implantların geliştirilmesi ve kullanımına olan talep her geçen gün artmaktadır. Metalik biyomalzemeler arasında titanyum (Ti) ve alaşımları ortopedik implant olarak tercih edilmektedir.

Kobalt alaşımı katmanlarının östenitik paslanmaz çelik yüzeyine kaplanması, aşınma ve korozyon dirençlerini önemli ölçüde artırarak kullanım alanlarını genişletir. Kobalt bazlı alaşımlar, çeşitli özellikleri nedeniyle vana yüzey modifikasyonunda yüksek bir değere sahiptir. Stellite alaşımı, en yaygın kullanılan kobalt bazlı alaşımlardan biridir. Bu alaşımlar, korozyon, kavitasyon, aşınma ve yüksek sıcaklıklara karşı dirençleri sayesinde, özellikle zorlu koşullar için ideal kaplama malzemeleridir. Bu özelliklerinden dolayı, yüzey modifikasyonunda geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Geleneksel olarak, kobalt bazlı alaşımlar, ekipman yüzeylerine kaplanarak performanslarını artırmak amacıyla kullanılır (Yu et al. 2024).

Yüksek erime noktası, sertlik, süneklik ve korozyon direnci nedeniyle kobalt alaşımları, sert malzeme sektörü, tıbbi mühendislik, elektronik enerji endüstrisi ve gaz türbini uygulamaları dahil olmak üzere çeşitli endüstrilerde kendine bulmuştur. Bu çeşitli uygulamaların pratik talepleri, kobalt alaşımlarının mukavemet, tokluk, sertlik ve aşınma direnci gibi belirli nitelikler sergilemesini gerektirir.

Bilim ve teknolojiye sürekli ilerleme, malzemelerin devam eden ilerlemesini ve evrimini teşvik etmiştir. Sonuç olarak, uygulama gereksinimleriyle uyum sağlamak, iş parçalarının veya bileşenlerin hizmet ömrünü uzatmak ve kobalt alaşımlarının mekanik özelliklerini geliştirmek için zorunlu hale gelmektedir (Zhang et al. 2024).

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Bu çalışmada DC sıçratma yöntemi ile NbO filmlerin sentezleme işlemi yapılmıştır. Filmlerin yapısal ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Filmlerin yapısal ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi için Ti6Al4V taban malzemesi kullanılmıştır.

Çizelge 3.1. Ti6Al4V alaşımının kimyasal kompozisyonu

Ti	N	Fe	Al	V	C
Kalan	0,007	0,06	6,11	4	0,01

3.2. Yüzey İşlemleri

Teknolojinin hızla geliştiği günümüzde, hızla artan dünya nüfusu, teknolojik ürünlere olan talebin de aynı hızla yükselmesine yol açmıştır. Enerji ve işçilik maliyetlerinin yüksekliği, hammadde üreten makineler ve sistemlerin maliyetlerini artırmıştır. Bu sebeple, kullanıcılar, yüksek maliyetlerle satın alınan bu ürünlerden maksimum verim elde etmeyi amaçlamaktadır. Bu durum, kalite beklentilerini de beraberinde getirmiştir.

Mühendislik ürünlerinde dikkate alınan temel üç unsur, emniyet, ekonomik verimlilik ve estetikdir. Bir makine elemanının maruz kaldığı yükler, büyük ölçüde elemanın yapısal özellikleriyle karşılanırken, aşınma, yorulma, korozyon gibi hasarlar ise yüzey özellikleriyle önlenir veya minimize edilir.

Bu bağlamda, yüzey özelliklerinin kritik olduğu durumlarda yalnızca yüzeydeki özelliklerin iyileştirilmesi, maliyet açısından da zaman açısından da önemli tasarruflar sağlamaktadır. Bu durum, yüzey mühendisliği ve yüzey işlemleri gibi kavramların gelişmesine neden olmuştur (Yetim 2009).

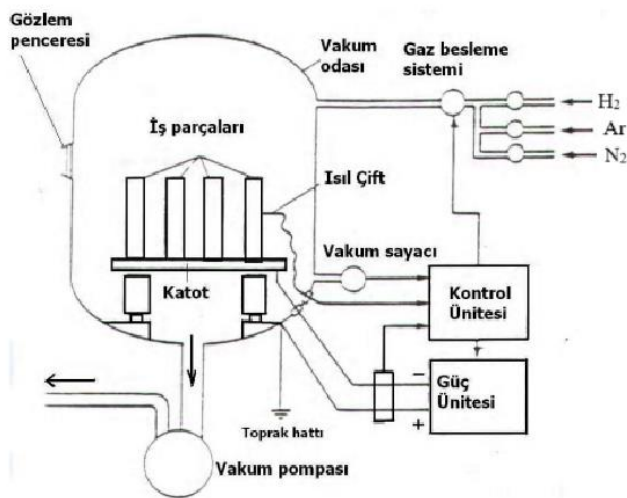
3.3. Plazma İle Yapılan Termokimyasal İşlemler

Plazma ile nitrürleme, karbürleme, borlama ve nitrokarbürleme gibi işlemler, plazma ile yapılan termokimyasal işlemler. Yaptığım çalışmada, plazma ile nitrürleme işlemi uygulanmıştır.

3.3.1. Plazma ile Nitrürleme İşlemi

Atatürk Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü'nde üretilen ve Şekil 3.1'de gösterilen laboratuvar tipi iyon nitrürleme sisteminde gerçekleştirilmiştir. Bu sistemin temel bileşenleri arasında vakum ünitesi, gaz dağıtım sistemi, güç ünitesi ve paslanmaz çelikten yapılmış vakum odası yer almaktadır. Vakum odasında, numune tutucusu olarak ortada bulunan katot ve karşısında yer alan anot kullanılmıştır.

Katoda, izole edilmiş bir şekilde negatif kutup ve sıcaklık ölçümü yapmak için bir termokupul bağlanmıştır. Sıcaklık ölçümleri, katot üzerinde bulunan numunelerin alt kısmında açılan delikten geçirilen 0,5 mm çapında bir Ni-Cr-Ni termokupul ile yapılmıştır. Numuneler, silindirik bir anot ile çevrilmiş olup, bu anot sayesinde numuneler plazma ortamında homojen bir şekilde bombardımana tutulmaktadır.



Şekil 3.1. Plazma ile nitrürleme düzeneği

Plazma ile nitrürleme işleminin yapım aşaması şu şekilde gerçekleşmiştir:

- Numuneler istenilen fiziksel boyutlarda kesildi. Sonra 220 ile 1.200 arasındaki zımparalarla mekanik olarak parlatılan numunelere daha sonra 5, 3 ve 1 μm 'lik alümina tozları ile ince parlatma işlemi uygulandı.
- Alkol ile yüzeyleri temizlenen numuneler, numune tutucuya yerleştirildi ve vakum pompası kullanılarak ortam 3 Pa basınca kadar vakumlanmıştır.
- Numuneler üzerindeki olası kirlilikleri temizlemek için, gerilim değeri 400 V olacak şekilde 15 dakika süre boyunca ortama H_2 gazı verilerek bir ön saçılma işlemi yapılmıştır. Daha sonra iyon nitrürleme işlemi yapıldı.
- Deney planında belirlenen oranda Ti6Al4V alaşımına %75 N_2 -%25Ar gaz karışımı ortama verilmiştir.
- İğne vanalar aracılığıyla ortam basıncı 500 Pa'da sabit tutulmuştur.
- Güç ünitesinin açılması ile birlikte elektriksel boşalma başlamıştır.
- Uygulanan gerilim, numunenin sıcaklığı hedeflenen deney sıcaklığına ulaşınca kadar artırılmıştır. Tutucunun üzerinde bulunan numuneler kendi aralarında simetrik yerleştirilme nedeniyle ortada bulunan bir numuneden alınan sıcaklık değeri diğer numuneler içinde referans kabul edilmiştir.
- Nitrürleme işlemi, numuneler hedeflenen sıcaklığı ulaşınca hemen başlamıştır.
- Deney başarıyla tamamlandıktan sonra vakum ortamında bulunan numuneler oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur.

Bu çalışmada, implant malzemesi olarak kullanılan Ti6Al4V alaşımına plazma nitrürleme işlemi uygulanmıştır. Nitrürleme süresi ve sıcaklığının artışı ile birlikte TiN ve Ti_2N fazlarının miktarının belirgin bir şekilde arttığı gözlemlenmiştir. Aşınma testleri sonrasında ise, nitrürleme işleminin sürtünme katsayısını önemli ölçüde etkilemediği, ancak buna rağmen aşınma direncinin belirgin bir şekilde arttığı sonucuna varılmıştır (Tekdir 2019; Yıldız et al. 2008).

Bu çalışmada, çift katmanlı yüzey işlemlerinin Ti6Al4V alaşımının tribolojik özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir. İlk aşamada, alaşım 750 °C’de 2 saat süreyle %75 N₂ ve %25 Ar gaz karışımında nitrülenmiş, ardından Diamond-Like Carbon (DLC) filmi ile kaplanmıştır. Yapılan tüm işlemler sonucunda, yüzey sertliğinin 4 ila 7 kat arasında arttığı ve dupleks yapının en yüksek sertliğe sahip olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca, plazma nitrüleme ve Ti-DLC kaplama işlemi uygulanan Ti6Al4V numunelerinin, en iyi aşınma performansını sergilediği belirlenmiştir (Yetim et al. 2010).

Titanyum ve alaşımları, iyi dayanım, korozyon direnci, biyouyumluluk ve düşük ağırlık gibi özel özellikleri nedeniyle çok çeşitli uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Ancak, titanyum ve alaşımlarının yüzey özellikleri genellikle zayıf olduğundan, yüzey özelliklerini iyileştirmek için bu malzemeler genellikle yüzey işleme işlemlerine tabi tutulmaktadır. Tüm yüzey işleme yöntemleri arasında plazma ile nitrüleme işlemi, titanyum ve alaşımlarının yüzey özelliklerini geliştirmek için en yaygın kullanılan yöntemdir.

Bu araştırmada, Ti6Al4V alaşımının mekanik, korozyon ve aşınma özelliklerine plazma ile nitrüleme işleminin etkisi incelenmiştir. Plazma ile nitrüleme işlemi, %80 azot ve %20 hidrojen atmosferinde 500°C sıcaklıkta 8 saat boyunca gerçekleştirilmiş ve böylece yüzey özelliklerindeki iyileşmeler, temel malzemenin yüzey özellikleriyle karşılaştırılmıştır.

Elektron dispersif enerji analizleri (EDS), yüzey tabakasında nitrürlerin oluşumunu doğrulamıştır. Aşınma testi kuru sürtünme koşullarında yapılmış ve korozyon testi güçlü bir hidrojen sülfat çözeltisinde gerçekleştirilmiştir. Plazma iyon nitriding ile işlenen örnek, temel malzemeye kıyasla daha iyi korozyon direnci, aşınma direnci ve yüksek sertlik sergilemiştir (Balasubramanian et al. 2021).

Fiziksel buhar birikimi (PVD) kaplama, ince filmlerin yüzeylere depo edilmesinde kullanılan, çok yönlü ve yaygın bir yöntemdir. Elektronikten optiğe, otomotivden medikal ekipmanlara kadar birçok endüstride PVD kaplamalar, çeşitli

fonksiyonel ve estetik avantajlar sunduğu için oldukça faydalıdır. PVD kaplama teknolojisi, medikal implantların etkinliğini ve kalitesini önemli ölçüde artırmaktadır.

PVD kaplı medikal implantlar, osseointegrasyonu iyileştirir, aşınma ve sürtünmeyi azaltır, korozyona karşı dayanıklılığı artırır ve antibakteriyel özelliklere sahiptir. Bu da daha iyi hasta sonuçları, daha az komplikasyon ve implantable medikal cihazlara ihtiyaç duyan bireylerin genel yaşam kalitesinde artış sağlar. Çalışmanın başında, PVD kaplamanın temel kavramları ve kullanılan çeşitli depo teknikleri ile malzemeler ele alınmıştır. Daha sonra, PVD kaplamalı medikal implantların, ortopedik ve dental implantlar, kardiyovasküler ve nöroşirürjik cihazlar gibi spesifik kullanımları vurgulanmıştır.

İnceleme, ayrıca PVD kaplamalarının aşınma ve sürtünmeyi azaltma, korozyona karşı direnç sağlama, biyouyumluluğu artırma, osseointegrasyonu iyileştirme ve estetik cazibeyi artırma gibi katkılarına da dikkat çekmektedir (Safin Kaosar Saad et al. 2024).

Plazma püskürtme teknolojisi, 1950’lerde icat edilmesinden bu yana hızla gelişmekte olup, yüksek erime noktalı seramik kaplamaların hazırlanmasında benzersiz avantajlara sahiptir. Plazma püskürtme için çok çeşitli malzemeler mevcuttur. Plazma püskürtmenin ısı kaynağı sıcaklığı 10.000 °C’den fazladır ve fiziksel erime noktasına sahip malzemeler eritilebilir ve püskürtülebilir.

Plazma püskürtme, özellikle kalın kaplamaların biriktirilmesi için uygundur. Buhar biriktirme, magnetron püskürtme ve termal reaksiyon difüzyonu ile karşılaştırıldığında, plazma püskürtme yüksek biriktirme verimliliğine, yüksek üretim verimliliğine sahiptir ve kaplamanın kalınlığı birkaç yüz mikrondan birkaç milimetreye kadar kontrol edilebilir.

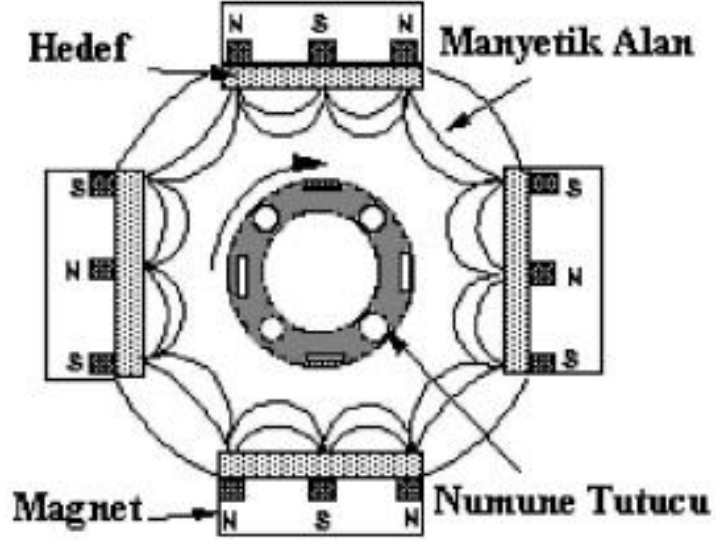
Plazma püskürtmenin parametrelerini ayarlayarak veya plazma püskürtme için kullanılan malzemelerin türünü ve oranını değiştirerek, kaplamanın faz bileşimini, mikro yapısını ve özelliklerini ayarlamak kolaydır (Li et al. 2023).

3.4. Kaplama Sistemi

NbO film kaplama ve hibrit/dubleks yüzey işleme işlemleri, Teer Co. tarafından üretilen ve Şekil 3.2'de şematik olarak sunulan CFUBMS (Cold-Fingered Universal Magnetron Sputtering) sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sistem, dört adet magnetron ünitesine sahip olup, her biri farklı kutuplanmış magnetlerle donatılmıştır.

Kaplama işlemi sırasında, numunelerin daha homojen ve yoğun bir kaplama ile kaplanabilmesi amacıyla, numuneler plazma ortamında döndürülmüştür. Kaplama süreci şu adımlarla gerçekleştirilmiştir:

- İlk olarak, hazırlanan numuneler vakum odasına yerleştirilmiştir.
- Vakum pompaları ile oda basıncı 2-2.5 Pa seviyesine kadar düşürülmüş, ardından ortamın sabit çalışma basıncına ulaşması için argon (Ar) gazı eklenmiştir.
- Taban malzeme yüzeyindeki olası kirliliklerin giderilmesi amacıyla iyon temizleme işlemi uygulanmıştır.
- Deneyde belirlenen parametrelere göre, (-100V taban malzeme ön gerilimi, 6A Ti hedef akımı, 100 Hz frekans, 2,5 µs darbe süresi) koşullarında işlemler gerçekleştirilmiş ve iyonlaştırma için argon (Ar) gazı kullanılmıştır. Kaplama işlemi tamamlandığında, akım ve gerilim kesilerek numunelerin soğuması için ortamda bırakılmıştır.



Şekil 3.2. CFUMBS Sistemi

Yüzey işlemi uygulanan numunelerin karşılaştırıldığı grafiklerde, işlemsiz, plazma ile nitrülenmiş, NbO kaplanmış, hibrit/dubleks yüzey işlemleri uygulanan numuneler kullanılmıştır. Karşılaştırmaların uygun olabilmesi için, Ti6Al4V alaşımının 750°C’de 4 saat süreyle nitrürlendiği numuneler ile aynı koşullarda nitrüleme işlemi yapılan numunelere, ardından NbO kaplama uygulanarak hibrit/dubleks yüzey işlemleri gerçekleştirilmiştir.

3.5. XRD, SEM ve Optik Mikroskop Çalışmaları

Plazma ile nitrülenmiş, NbO kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımı yüzeyinde oluşan fazlar $\lambda=1.5405 \text{ Å}$ dalga boyuna sahip Cu-K α kullanılarak Şekil 3.3’te gösterilen Erzurum Teknik Üniversitesi YÜTAM’ da bulunan GNR marka Explorer model XRD cihazı ile tespit edilmiştir.



Şekil 3.3. XRD Cihazı

Veriler, JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pik listeleri ile karşılaştırılarak, oluşan fazların kimyasal bileşimleri belirlenmiştir. Numunelerin iç yapıları, yüzey görünümleri, aşınma izleri, korozyon sonrası yüzey görüntüleri Jeol 6400 SEM (taramalı elektron mikroskobu) ile incelenmiştir.

3.6. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri

Ti6Al4V alaşımına ait tabakalı numunelerin üretimi, aşınma ve korozyon deneyleri sonrasında yüzey analizleri, ETÜ YÜTAM laboratuvarında bulunan FEI-QUANTA FEG 250 marka ve modelindeki taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile gerçekleştirilmiştir. SEM cihazının görseli Şekil 3.4'te sunulmuştur.

Numunelerin kesit görüntülerini almadan önce, yüzeyleri 400-1.200 arası grit numarasına sahip SiC zımpara kağıdıyla zımparalanmış ve ardından dağlama işlemi uygulanmıştır. Dağlama çözeltisi, 100 ml HCl, 33 ml HNO₃ ve 10 ml H₂SO₄ karışımından oluşmaktadır (Uzun et al. 2019). Kesitler, parlatma işleminden sonra 3 dakika süreyle hazırlanan dağlama solüsyonu ile dağlanmıştır.



Şekil 3.4. Taramalı Elektron Mikroskobu

3.7. Mikrosertlik Ölçümleri

Ti6Al4V taban malzemeye sahip, plazma ile nitrülenmiş ve dubleks ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış malzemelerin sertlik değerleri Erzurum Teknik Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü Laboratuvarında bulunan SHIMADZU markalı mikro sertlik cihazı yardımıyla ölçülmüştür.

Deneyde, numunelerin köşelerinden bir mesafe uzaklıkta, 100 gramlık bir yük altında ve 15 saniyelik bekleme süresi boyunca ölçümler yapılmıştır. Her bir ölçüm, doğruluğun artırılması amacıyla 10 kez tekrarlanmış ve elde edilen sonuçlar kaydedilmiştir.



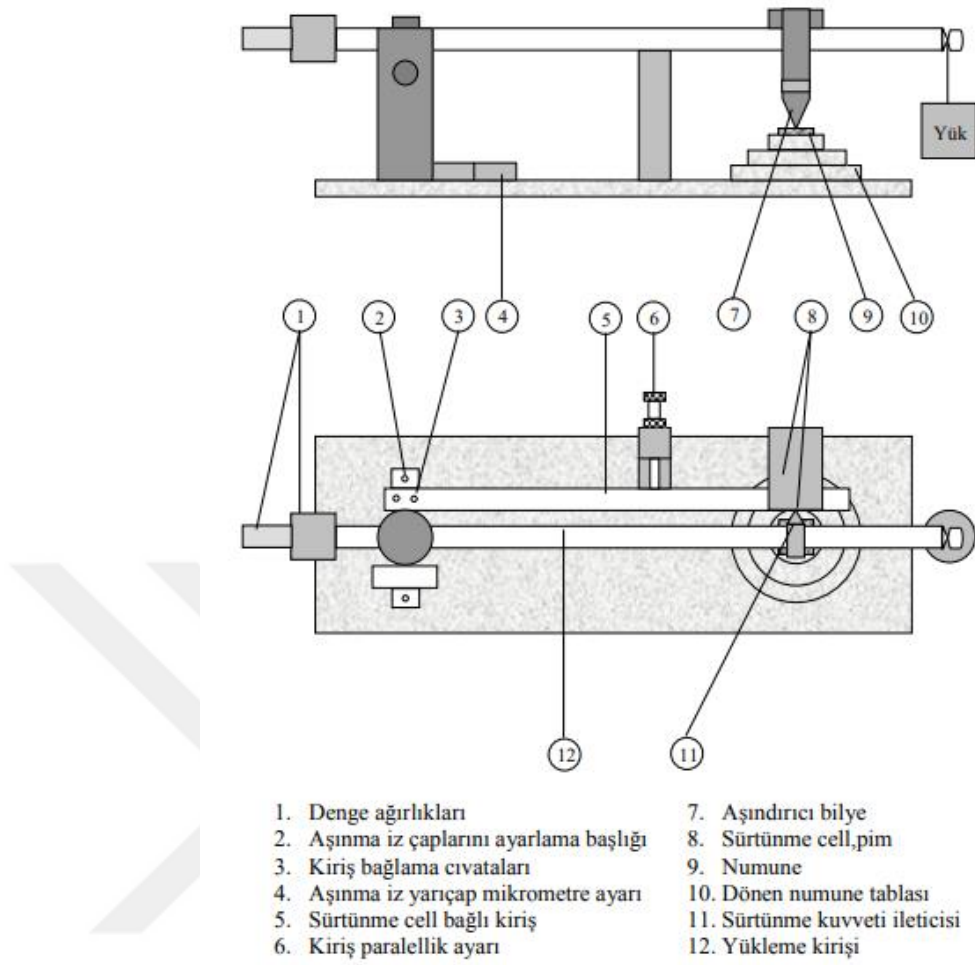
Şekil 3.5. Mikrosertlik ölçüm cihazı

3.8. Aşınma Deneyleri

İki yüzey arasında temas halinde gerçekleşen, malzemenin istenmeyen şekilde katı yüzeyden koparak ayrılması olayı aşınma olarak tanımlanır. Bu süreçte, yüzeyler başlangıçtaki şekillerini kaybeder ve işlevlerini uygun şekilde yerine getiremez hale gelirler.

Aşınma, adezif, abrazif, yorulma, korozyon, fretting, katı partikül, akışkan veya kavitasyon gibi çeşitli etkenlerle meydana gelebilir. Tribolojik özelliklerin belirlenmesi amacıyla, Şekil 3.6'da şematik olarak gösterilen Teer POD2 pim-disk aşınma cihazı kullanılmıştır.

Deneyde, hazırlanan numuneler, 5 mm çapında tungsten karbür bilye ile kuru sürtünme koşullarında aşındırılmıştır. Pim-disk aşınma deneyinin uygulama koşulları ise Çizelge 3.2'de belirtilmiştir.



Şekil 3.6. Pim-disk aşınma cihazı şematik gösterimi

Çizelge 3.2. Aşınma Parametreleri

PARAMETRELER	DEĞERLER
Test Türü	Lineer
Uygulanan Yük (N)	2
Aşınma Boyu (mm)	7
Aşınma Süresi (sn)	1.800
Aşınma Hızı (mm/sn)	14
Karşı Bilye Malzemesi	Al ₂ O ₃ (alümina)
Karşı Bilye Çapı(mm)	0,5
Sıcaklık	20 ±2 °C

Deneyler sırasında sürtünme katsayısı, deney cihazı tarafından otomatik olarak ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülüğü, Mitutoyo yapılan yüzey işlemlerinden önce ve sonrasında olmak üzere marka yüzey profilometresi ile ölçülerek kaydedilmiştir. Kaplamanın aşınma oranı ise aşağıda verilen formüller aracılığıyla hesaplanmıştır.

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

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

$$\text{Aşınma oranı (mm}^3\text{/Nm)} = \frac{\text{aşındırılan hacim (mm}^3\text{)}}{\text{Uygulanan yük(N)} \times \text{Aşınma mesafesi (m)}} \quad (3.3)$$



Şekil 3.7. Aşınma test cihazı

3.9. 3D Yüzey Profilometre Analizleri

Aşınma deneyleri sonrasında meydana gelen aşınma izlerinin pürüzlülük ve aşınma hacmi değerleri, ETÜ YÜTAM'da bulunan Bruker Contour marka GT serisi 3D profilometre cihazı ile ölçülmüştür. Aşınma hacmi, aşınma izinin kesit alanı ile çevresinin çarpımı ile hesaplanmaktadır (Aşınma hacmi = Aşınma kesit alanı $\times$ Aşınma izi çevresi). Deneyin gerçekleştirildiği cihazın görseli, Şekil 3.8'de sunulmuştur.



Şekil 3.8. 3D Profilometre Cihazı

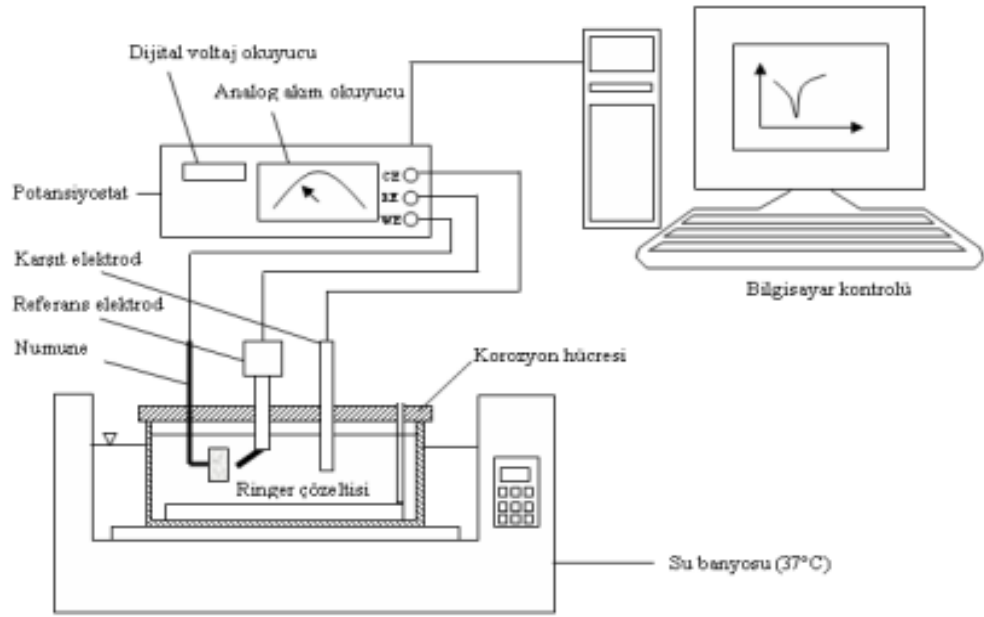
3.10. Korozyon Deneyleri

Korozyon testleri, vücut sıvısına benzer bir ortam sağlamak amacıyla oksijenden arındırılmış Ringer çözeltisinde gerçekleştirilmiştir. Testler, WENKING markalı PGS95 polarizasyon test cihazı kullanılarak yapılmıştır. Deney düzeneği, Şekil 3.9'da şematik olarak gösterilmiştir.

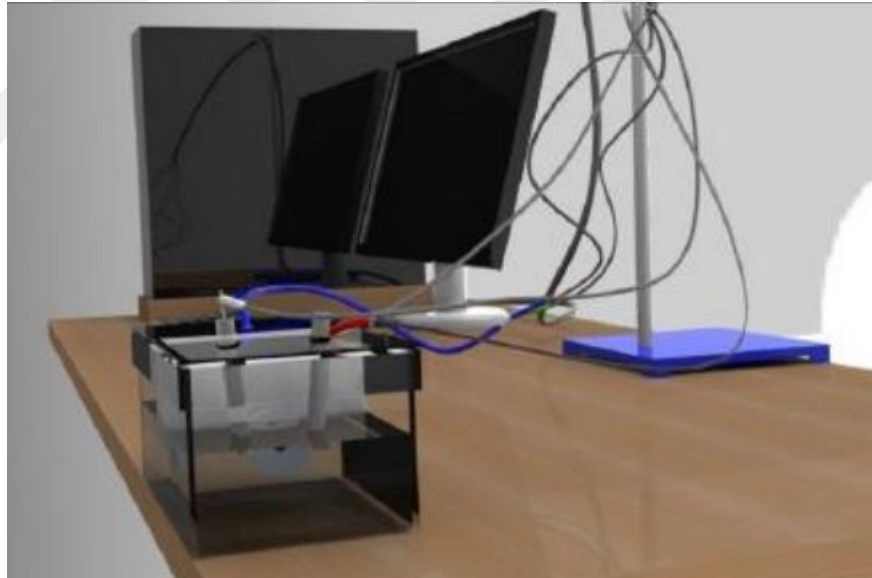
Polarizasyon ölçümleri, Ag/AgCl referans elektrotu (RE) ve platin levha (Pt) karşıt elektrotu (CE) kullanılarak üç elektrot tekniği ile bir korozyon hücresinde yapılmıştır. Bu korozyon hücresi, deneyin gereksinimlerine uygun şekilde özel olarak tasarlanmış ve üretilmiştir.

Numuneler, ilk olarak oksijenden arındırılmış ortamda (N_2 atmosferinde) yaklaşık 45 dakika bekletilerek açık devre potansiyeline (OCP) ulaşması sağlanmıştır. Ardından, tüm deney numuneleri, -600/-600 mV potansiyel aralığında ve 1000 mV/dak tarama hızında potansiyodinamik polarizasyon ölçümlerine tabi tutulmuştur.

Gerçek vücut koşullarını simüle edebilmek amacıyla, korozyon hücresinin sıcaklık kontrolü sağlanarak 37 °C'de tutulmuştur ve tüm deneyler bir su banyosunda gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.9. Korozyon deney düzeneği şematik gösterimi



Şekil 3.10. Korozyon test düzeneği

Korozyon, metalik implantların ömrünü belirleyen kritik bir faktördür ve birçok değişkenden etkilenebilir, örneğin malzeme türü, üretim süreci, mikro yapı ve biyolojik sıvılar gibi etmenler. Bu parametrelerin herhangi biri, implantın insan vücuduyla uyumluluğunu ve performansını etkileyebilir. Titanyum (Ti) ve özellikle Ti6Al4V alaşımı, biyouyumluluk, yüksek korozyon direnci ve uygun mekanik özellikleri sayesinde implant üretimi için tercih edilen materyaller arasında yer alır. Bu özellikler, ortopedik,

kalça ve dental implantlar gibi farklı uygulamalar için gerekli temel gereksinimleri karşılar. Ancak, uzun süreli kullanıma bağlı olarak, Ti6Al4V tabanlı implantlar, özellikle aşınma korozyonu nedeniyle erken hasar görebilir.

Yapılan araştırmalarda, Ti6Al4V implantlarının aşındırıcı koşullara maruz kaldığında alüminyum (Al) ve vanadyum (V) iyonları gibi toksik maddeler salabileceği, bunun da nöropati, osteomalazi ve Alzheimer gibi hastalıklara yol açabileceği belirtilmiştir.

Malzemenin sürekli olarak bozulması, implantların erken arızalanmasına da neden olabilir. Ayrıca, vücut sıvılarındaki tuzluluk, Ti6Al4V implantlar için önemli bir aşındırıcı etki yaratır, bu da yüzeydeki TiO₂ oksit tabakasının stabilitesini engelleyebilir ve implantın korozyon direncini zayıflatır. Bu sebeple, Ti6Al4V alaşımının korozyon direncinin artırılması, implantların uzun ömürlü olabilmesi için önemli bir gereklilik haline gelir (Goyal et al. 2024).

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

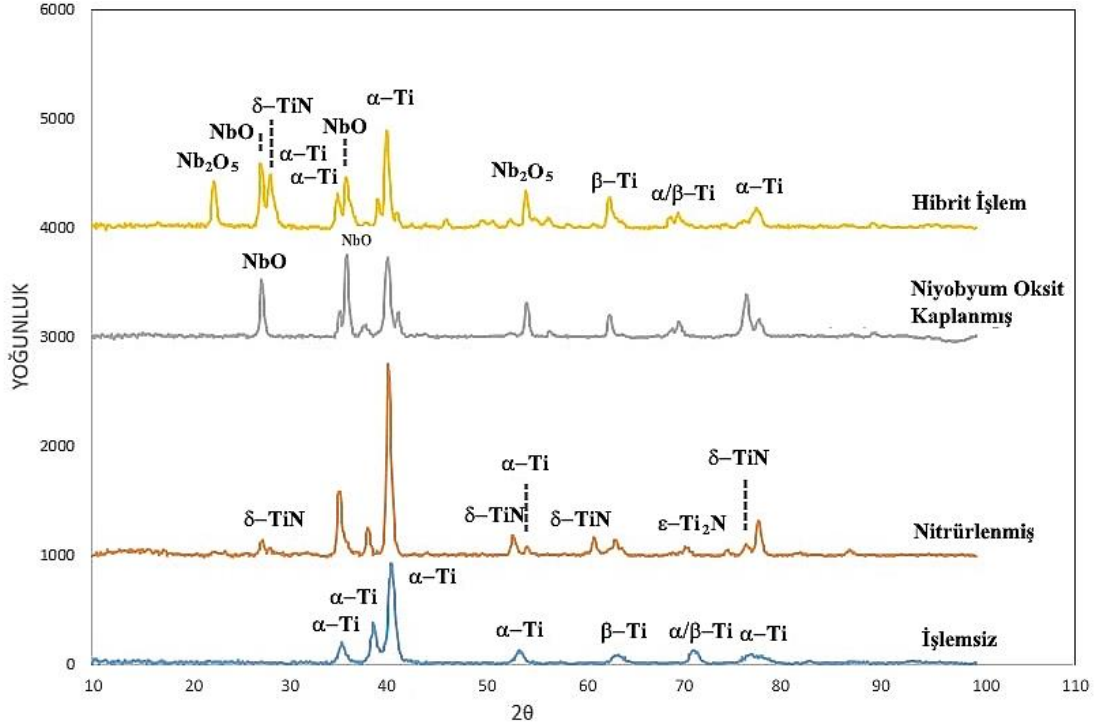
4.1. Yapısal Analizler

İşlemsiz, 750 °C’de 4 saat süre plazma ile nitrülenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımı ait XRD grafikleri Şekil 4.1’de verilmiştir. Bilindiği gibi, Ti6Al4V alaşımı hegzagonal sıkı paket kristal kafes yapısına sahip α fazı ile hacim merkezli kübik kristal kafes yapısına sahip β fazlarından oluşan $\alpha + \beta$ yapısına sahip bir titanyum esaslı bir malzemedir. Bu nedenle işlemsiz Ti6Al4V alaşımının XRD grafiğinde yoğun olarak α fazına ait pikler baskın olmakla beraber β fazına ait piklerde gözlemlenmiştir.

Plazma ile nitrüleme sonrasında yüzeyde oluşan modifiye tabakada yüzey merkezli kübik (ymk) δ -TiN ve hacim merkezli tetragonal (hmt) kristal kafese sahip ϵ -Ti₂N fazlarına ait piklerin yansıdığı görülmektedir. Titanyum esaslı malzemelerin α/β dönüşüm sıcaklığının (883° C) nitrülenmesinde azot atomlarının α titanyum yapısı içerisine difüze olarak arayer çözeltisi oluşturmaktadır.

Difüze olan azot atomlarının arayer çözeltisi oluşturmaları α fazının azot çözebilme kapasitesine kadar devam etmektedir. Bu kapasitenin üzerinde azot difüzyonu olduğu zaman azot atomlarının titanyum atomları ile seramik esaslı ϵ -Ti₂N fazını oluşturmaktadırlar. Plazma ile nitrüleme süresi ve sıcaklığı arttıkça aktivasyonu artan ve difüze olan azot yoğunluğunun daha da artması yapıda δ -TiN fazlarının oluşumu gerçekleşmektedir (Malinov et al. 2003).

750 °C’de 4 saat süre plazma ile nitrüleme sonucunda işlem sıcaklığının, α/β dönüşüm sıcaklığına yakın olmasından dolayı XRD grafiklerinde baskın nitrür fazının δ -TiN fazı olduğu tespit edilmiştir. Niyobyum oksit kaplanmış numunelerde ise tabandan gelen α fazına ait piklerle birlikte kaplamanın gerçekleştiğini gösteren NbO fazına ait yansımalar görülmektedir. Hibrit yüzey işlemi görmüş numunelerde ise son işlem olan niyobyum oksit kaplamadan dolayı baskın olarak NbO piklerinin yanında TiN fazına ait piklerde tespit edilmiştir.



Şekil 4.1. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının XRD analizi.

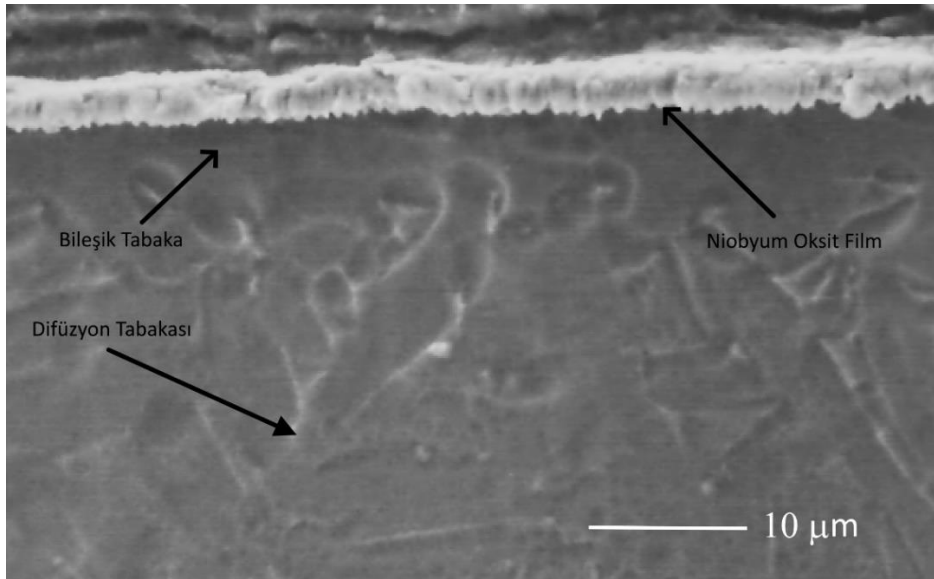
Şekil 4.2’de nitrürlendikten sonra üzerine niyobyum oksit film büyütülerek elde edilerek hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımına ait kesit SEM görüntüsü verilmiştir. Hem niyobyum oksit film büyütülmüş yapı hem de nitrürleme sonrası oluşan mikro yapı görüntüsü aynı anda görüldüğü için hibrit işlem görmüş numunenin kesit görüntüsünün verilmesi tercih edilmiştir. Kesit SEM resminden de görüldüğü gibi hibrit yüzey işlemi Ti6Al4V alaşımı üzerine başarı ile uygulanmıştır.

En üst kısımda PVD ile büyütülmüş filmlerin tipik morfolojik özelliklerini sergileyen niyobyum oksit filmi görülmektedir. Büyütülen filmin yaklaşık 2 µm kalınlığında olduğu ve kolonsal bir büyüme sergilediği görülmektedir. Ayrıca film yapısının oldukça bütünleşik olduğu, film ile nitrürlenmiş yüzey arasında bir ayrılma veya çatlamların olmadığı görülmektedir. Niyobyum oksit filmin altında klasik olarak Ti6Al4V alaşımlarında rastlanılan üstte bileşik tabaka ve alt kısımda ise difüzyon tabakası şeklinde bir modifiye tabakanın oluştuğu tespit edilmiştir. Bileşik tabakanın yaklaşık 10 µm kalınlığında olduğu ölçülmüştür.

Difüzyon tabakası kalınlığı ise yüzeyden itibaren taban malzeme sertliği elde edilinceye kadar numunenin iç kısımlarına doğru belirli mesafe aralıklarında sertlik ölçümü yapılarak tespit edilmiş ve difüzyon tabakası kalınlığının yaklaşık 100 μm olduğu belirlenmiştir. Difüzyon bölgesinin mikro yapısı, ana malzemeden belirgin bir şekilde farklılık göstermektedir. Nitrüleme işlemi esnasında β fazının kısmen α fazına dönüşmesi ile Widmanstatten yapısının oluştuğu gözlemlenmiştir.

Yapılan sertlik ölçümlerinde Ti6Al4V alaşımının sertliği 350-370 $\text{HV}_{0.01}$ ölçülmüş iken bu sertlik değeri niyobyum oksit film kaplama ile 800-820 $\text{HV}_{0.01}$ değerine, nitrüleme sonrası ise 1.350-1.400 $\text{HV}_{0.01}$ değerine kadar yükselmiştir. Hibrit yüzey işlemi görmüş numunelerin yüzey sertlikleri ise 1.800-1.850 $\text{HV}_{0.01}$ değerine kadar çıkmıştır.

Hem niyobyum oksit yapısının hem de plazma ile nitrüleme sonucu oluşan δ -TiN ve ϵ -Ti₂N fazlarının seramik esaslı olmaları nedeniyle kaplama ve nitrüleme işlemleri sonucu oluşan yüzey sertliklerinin taban malzemeye göre yaklaşık 2-5 kat arasında artışa neden olduğu görülmektedir. Uygulanan yüzey işlemleri sonucu elde edilen tabaka kalınlıkları ve sertlik değerler Çizelge 4.1’de verilmektedir.

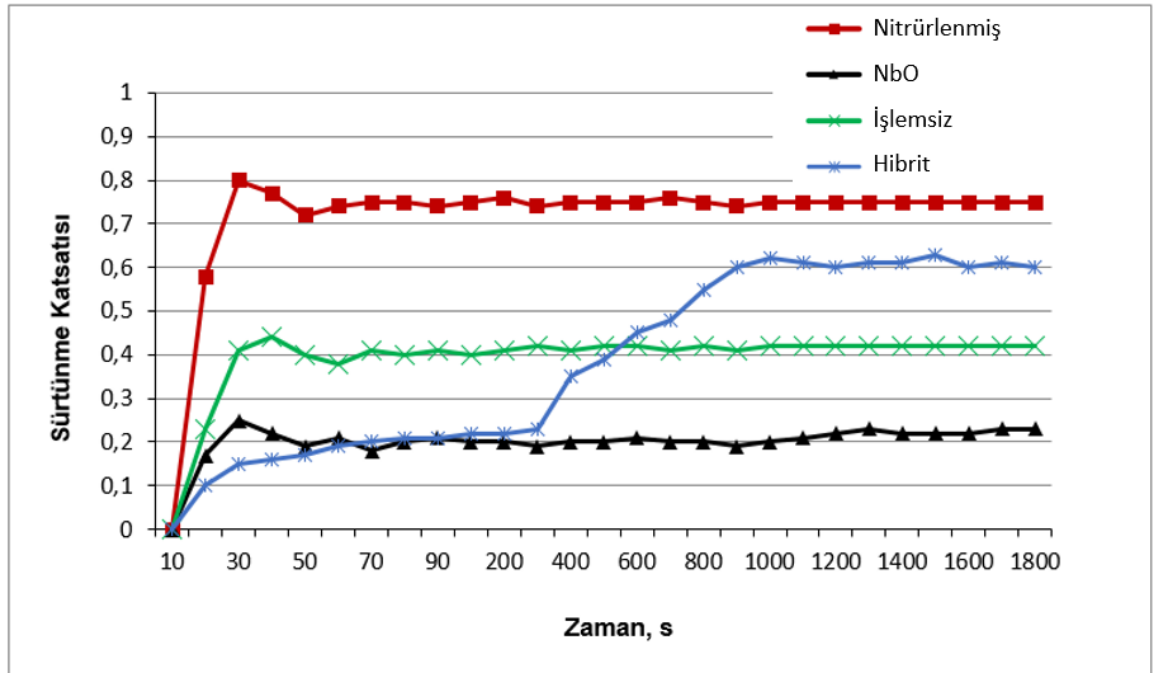


Şekil 4.2. Hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının kesit SEM görüntüsü

Çizelge 4.1. Farklı yüzey işlemleri sonrası elde edilen deney sonuçları

Numune	Bileşik Tabaka Kalınlığı (µm)	Difüzyon Tabakası Kalınlığı (µm)	Sertlik (HV _{0.01})	Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)	Ortalama Sürtünme Katsayısı	Aşınma Oranı (mm ³ /Nm)
Ti6Al4V	-	-	350-370	0,08	0,41	6,98x10 ⁻⁶
750°C-4h Nitrürlenmiş	10	100	1.350-1.400	0,25	0,75	2,22x10 ⁻⁶
Niyobyum Oksit Kaplanmış	2		800-820	0,12	0,21	2,86x10 ⁻⁶
Hibrit İşlem Uygulanmış	10	100	1.800-1.850	0,28	0,21/0,61	1,31x10 ⁻⁶

4.2. Sürtünme ve Aşınma Analizleri

**Şekil 4.3.** İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının sürtünme katsayısı-zaman grafiği.

İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının ortalama sürtünme katsayısı değerleri Çizelge 4.1’de ve sürtünme katsayısı-zaman grafikleri ise Şekil 4.3’te verilmiştir.

İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının ortalama sürtünme katsayısı değeri 0,41 iken, plazma ortamında nitrülenmiş numunenin ortalama sürtünme katsayısı nitrüleme sonucu oluşan modifiye tabakanın pürüzlü yapısından dolayı 0,75 değerine yükselmiştir. Diğer taraftan niyobyum oksit film kaplanmış numunenin sürtünme katsayısı değeri film yapısı kolonsal olmasına ve bu yüzden bir miktar yüzey pürüzlülüğünü artırmasında rağmen uygulanan yüzey işlemleri içerisinde en düşük sürtünme katsayısı değeri olan 0,21 olarak ölçülmüştür.

Hibrit yüzey işlemi uygulanmış numunenin ise testin başlangıcında 0,21 iken testin 400 saniyesinden sonra hızla yükselerek 0,61 değerine kadar çıkmıştır. Bu duruma başlangıçta sürtünmenin niyobyum oksit film tarafından kontrol edilmesinin daha sonra filmin yer yer kırılması ile sürtünme oksit film/nitrülenmiş ara yüzeyin etkin olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

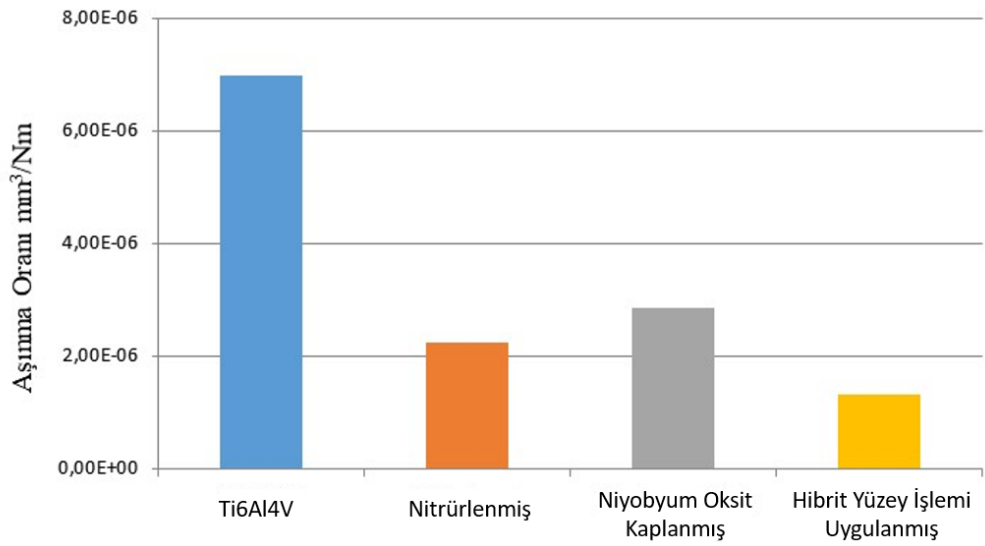
Genel olarak grafik formları incelendiğinde, sürtünme testi başlangıcında (Run-in-period), Hertzian teması sebebiyle sürtünme katsayısında anlık bir yüksek değerle karşılaşıldığı, ancak temas eden yüzeylerinin birbirine alışmasıyla birlikte (steady state) kararlı bir sürtünme katsayısı değeri elde edildiği gözlemlenmiştir. Hibrit işlem hariç sürtünme-zaman grafiklerinde sürtünme katsayılarında önemli bir değişiklik olmaması yüzey işlemleri ile elde edilen yapıların kararlı olup, meydana gelen aşınmada taban malzemeye kadar ilerlemediğini göstermektedir.

Şekil 4.4.'te işlemsiz, plazma ile nitrülenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının aşınma oranı grafiği görülmektedir. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının yüksek aşınma oranına sahip olduğu, uygulanan bütün yüzey işlemleri sonucu, Ti6Al4V alaşımının aşınma direncinde önemli iyileşmeler elde edildiği görülmektedir.

Hem plazma ile nitrüleme hem de niyobyum oksit kaplama sonucu yüzeyde oluşturulan seramik esaslı fazların yüksek sertlik ve kararlı yapılarından dolayı aşınma testleri sırasında aşındırıcı karşıt malzemenin yüzey ile tutunması ve yüzeye batma derinliği azaltılmış ve bu sayede Ti6Al4V alaşımının temel aşınma mekanizması olan

adezif aşınmanın önüne geçilmiştir. Böylece uygulanan hem kaplama hem de nitrürleme işlemleri sonucunda aşınma oranlarında 2-4 kat arasında düşüş sağlanmıştır. En düşük aşınma oranı, hibrit yüzey işlemi uygulanan numunelerden elde edilmiştir.

Hibrit yüzey işlemi uygulanmış numunelerdeki aşınma direncindeki artış, bu işlemin ilk aşaması olan nitrürleme sürecine ve nitrürleme sonrasında oluşturulan niyobyum oksit tabakasının birleşik etkisine bağlıdır. Bu iki faktör, malzemenin aşınmaya karşı daha dirençli hale gelmesini sağlamaktadır.



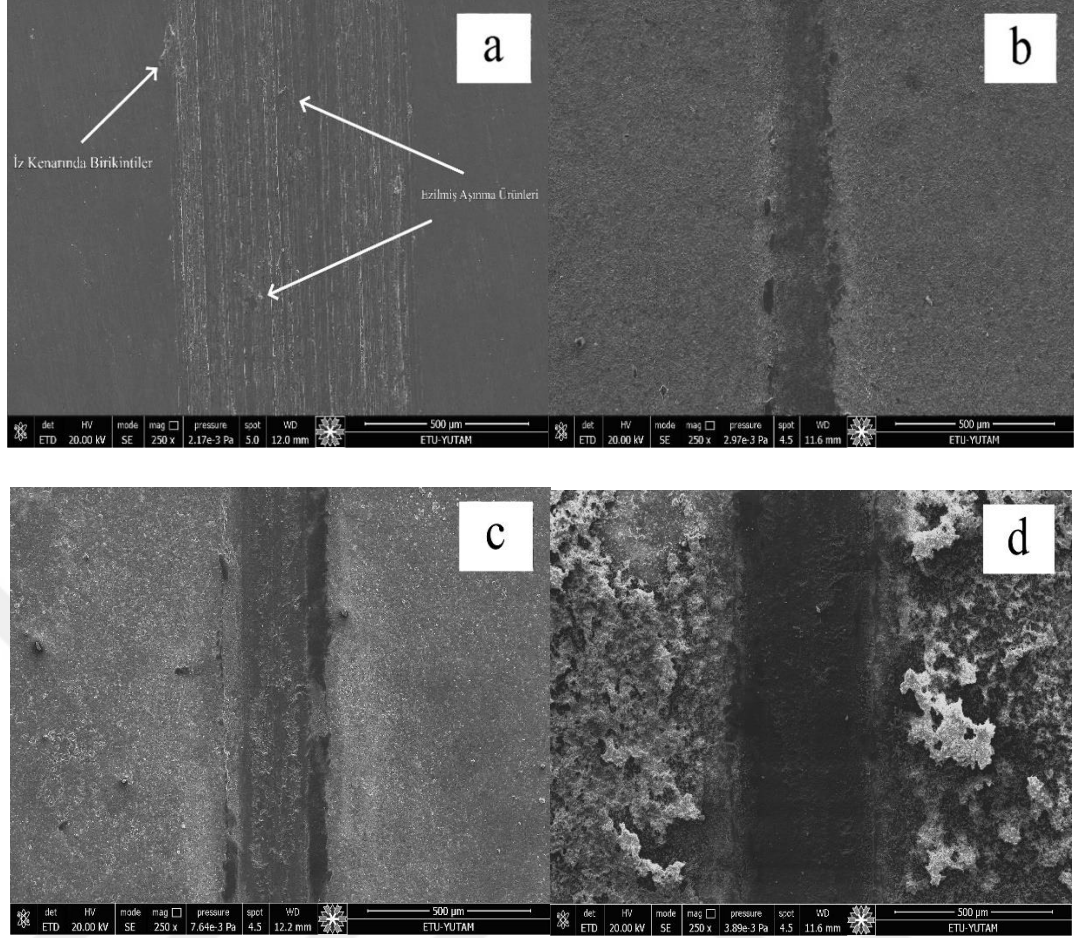
Şekil 4.4. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının aşınma oranı grafiği.

İşlemsiz, 750 °C’de 4 saat süre plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımı ait aşınma sonrası elde edilen aşınma izlerinin SEM görüntüleri Şekil 4.5’te verilmiştir. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının aşınmasında baskın olan aşınma türünün adezif aşınma olduğu Şekil 5a’da görülmektedir. İz kenarlarında oluşan yığılmalar aşındırıcı bilyenin uygulanan normal yükün etkisi ile işlemsiz Ti6Al4V alaşımını plastik deformasyona uğrattığı, iz içerisinde ve iz kenarlarında işlemsiz numuneden aşındırıcı yüzeyine tutunarak kopan ve kayma sırasında taban ile aşındırıcı arasında ezilip yüzeye sıvanan aşınma ürünlerinin varlığı tipik adezif aşınmanın belirtileri olarak görülmektedir.

Genel olarak uygulanan nitrüleme, niyobyum oksit kaplama ve hibrit yüzey işlemleri ile işlemsiz numunenin temel aşınma mekanizması olana adezif aşınmanın azaltıldığı görülmektedir. Yüzey işlemleri ile elde edilen sert, kimyasal olarak kararlı ve düşük kayma gerilmeleri ile kaymaya neden olan yüzeylerin tabanın yük taşıma kapasitesini artırdığı ve taban ile aşındırıcı bilye arasındaki adezyonu azaltarak adezif aşınmayı önlediği düşünülmektedir.

Şekil 4.5b’de plazma ile nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının aşınma iz görüntüsü verilmiştir. En dar aşınma izi nitrülenmiş numunenin aşınması sonucu elde edilmiştir. Nitrüleme sonucu oluşan nitrür fazlarının aşınma direncini artırdığı ancak aşınma sırasında bu fazların zaman zaman kırılması abrazif etkiye neden olmaktadır. Bu tür aşınma ürünleri nitrülenmiş numunelerin iz kenarlarında görülmektedir.

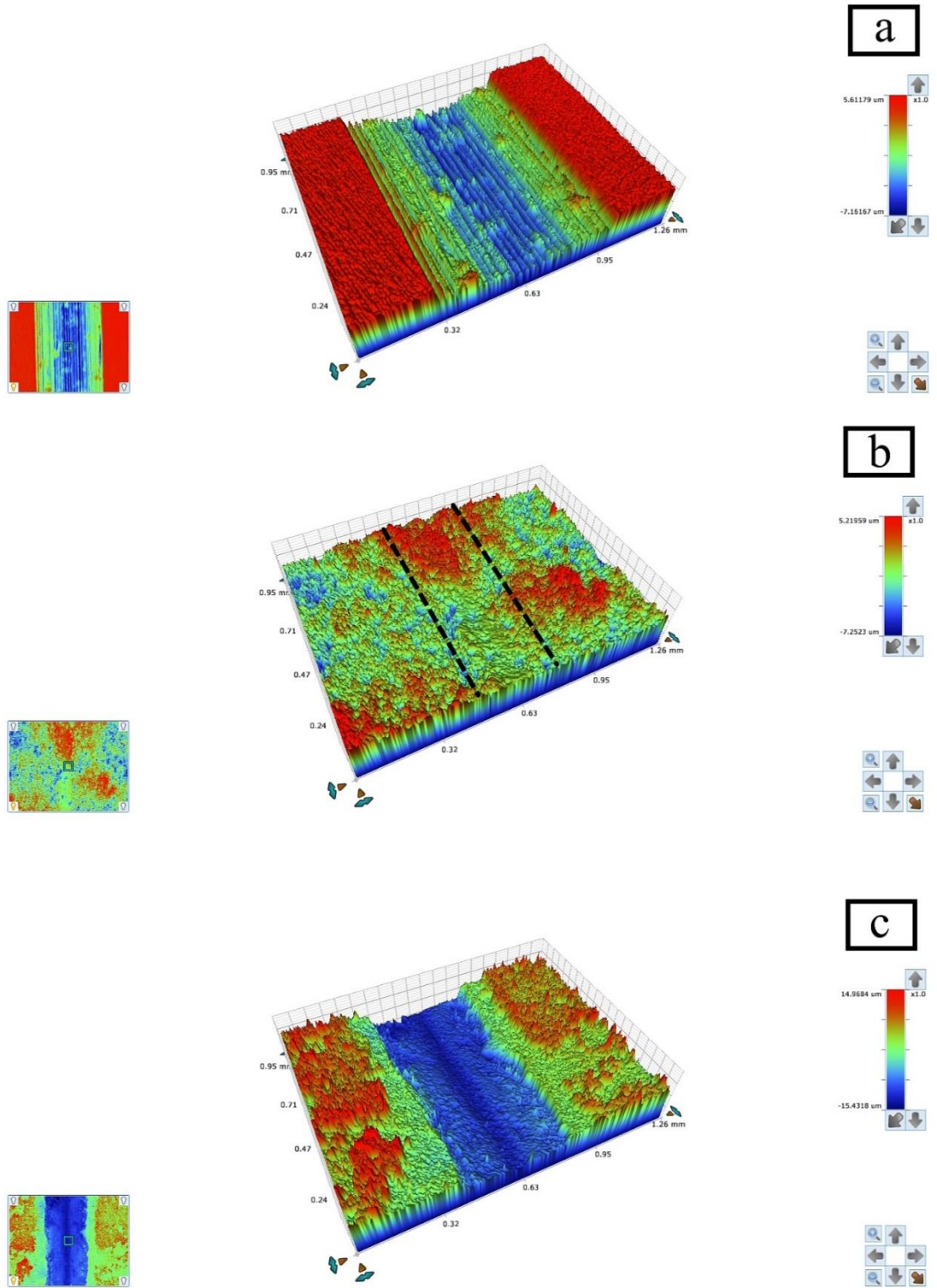
Niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış numunelerde ise izlerin benzer özellikler sergilediği, kaplanmış numunelerde film ile taban, hibrit işlem görmüş numunelerde ise film ile nitrülenmiş yüzey arasında bir transfer filminin oluştuğu ve filmin aşınma sırasında bazı yerlerde lokal olarak koparak alttaki yüzeyin görüldüğü tespit edilmiştir (Şekil 4.5c ve d).

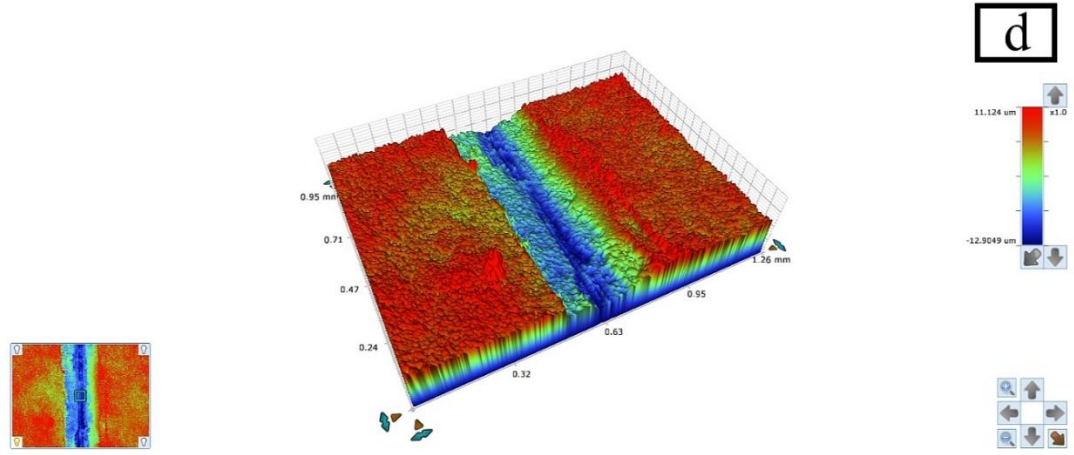


Şekil 4.5. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının aşınma izlerinin SEM görüntüleri.

4.3. Aşınma İzlerinin 3D Profilometre Görüntüleri

Şekil 4.6'da İşlemsiz, 750 °C'de 4 saat süre plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit büyütülmüş ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımı ait aşınma sonrası elde edilen aşınma izlerinin 3D profilometre görüntüleri verilmiştir. İşlemsiz numunelerin şiddetli adeziv aşınma sonrası hem iz genişliğinin hem de iz derinliğinin en fazla olduğu Şekil 4.6a'da görülmektedir. Nitrürlenmiş numunelerde sert titanyum nitrür fazlarının oluşturduğu nispeten pürüzlü yüzeyin uç kısımlarının aşındığı tespit edilmiştir. (Şekil 4.6b). Niyobyum kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış numunelerde ise aşınmanın kaplama içerisinde kaldığı, hibrit yüzey işlemi uygulanmış numunelerde neredeyse nitrürlenmiş yüzeye iz derinliğinin inmediği görülmüştür. (Şekil 4.6c ve d).





Şekil 4.6. İşlemsiz, plazma ile nitrülenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının aşınma izlerinin 3D Profilometre görüntüleri.

4.4. Korozyon Analizleri

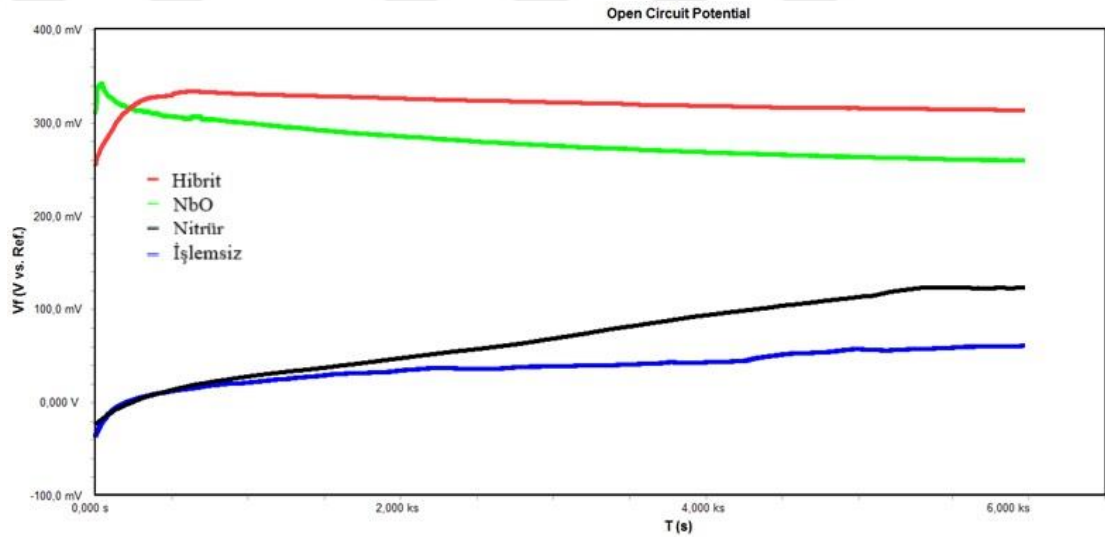
İşlemsiz, plazma ile nitrülenmiş, niyobyum oksit büyütülmüş ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının yapılan elektrokimyasal testler sonucunda elde edilen açık devre potansiyel ve Tafel eğrileri Şekil 4.7 ve Şekil 4.8’de verilmiştir. Açık devre potansiyelleri incelendiğinde uygulanan bütün yüzey işlemleri ile işlemsiz numuneye göre daha yüksek potansiyel değerleri elde edilmiştir.

Özellikle niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit işlem görmüş numunelerin potansiyellerinin birbirlerine oldukça yakın olduğu ve işlemsiz ve nitrülenmiş numunelere göre oldukça yüksek değerler sergilediği görülmektedir. Şekil 4.8’de verilen akım yoğunluğu-gerilim eğrileri incelendiğinde ise her üç yüzey işlemi ile Ti6Al4V alaşımının korozyon direnci arttığı gözlemlenmiştir.

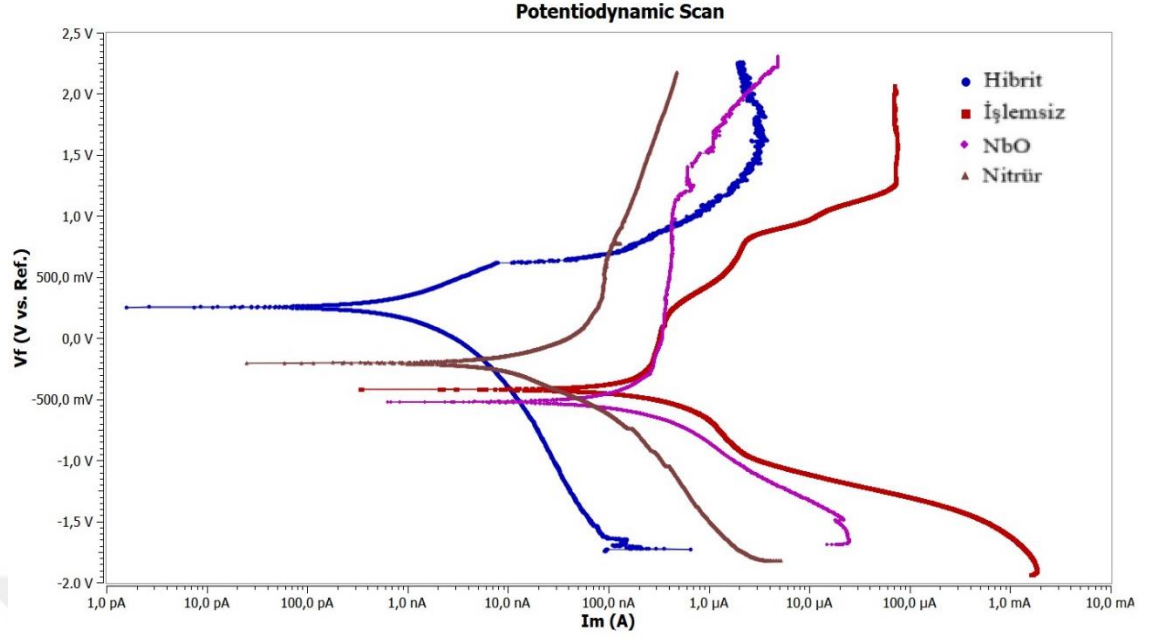
Polarizasyon eğrilerinde yüzey işlemi görmemiş, niyobyum oksit kaplanmış ve nitrülenmiş numunelerin pasif davranışa yakın bir davranış sergilediği, hibrit işlem görmüş numunenin ise nispeten aktif davranış gösterdiği görülmektedir. En düşük akım yoğunluğu hibrit işlem görmüş numunelerden elde edilmiştir. Niyobyum oksit film kaplanmış, nitrülenmiş ve işlemsiz numunelerin polarizasyon eğrisi daha yüksek korozyon potansiyel değerine sahipken buna karşılık hibrit işlem görmüş numunelere göre daha yüksek akım yoğunluğuna sahip oldukları da tespit edilmiştir.

Aslında yüzey işlemi uygulanan bütün numunelerdeki korozyon direncinin artışı yüzeydeki elektron iletkenliğinin azalması ile bağlantılıdır. Niyobyum oksit kaplanmış numunelerde elde edilen seramik esaslı oksit yapı, nitrürleme sonucu elde edilen pasif δ -TiN ϵ -Ti₂N fazlarının oluşumu yüzeylerin yalıtkanlıklarını artırarak akım yoğunluklarının düşük olmasına neden olmuştur.

Hibrit işlem görmüş numuneler ise korozyon potansiyel değerinin nispeten düşük olmasının sebebinin hibrit yüzey işlemlerinden biri olan nitrürleme işlemi esnasında yüzeyde oluşan pürüzlü ve kolonsal nitrürlenmiş yüzeyin yer yer niyobyum oksit tabakanın kırılmasına neden olmasından dolayı olduğu düşünülmektedir.



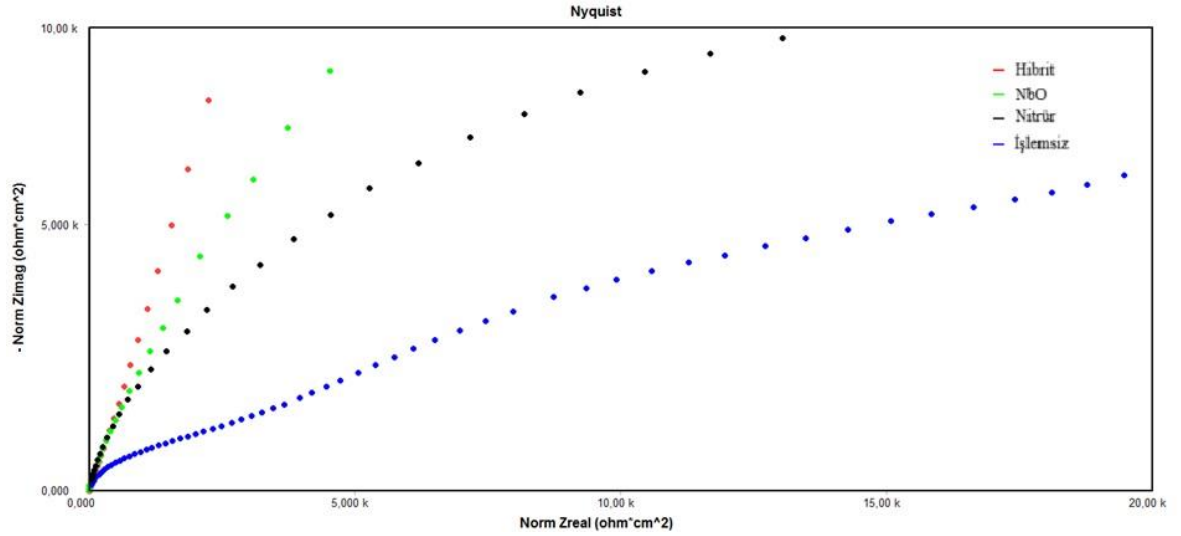
Şekil 4.7. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının OCP eğrileri.



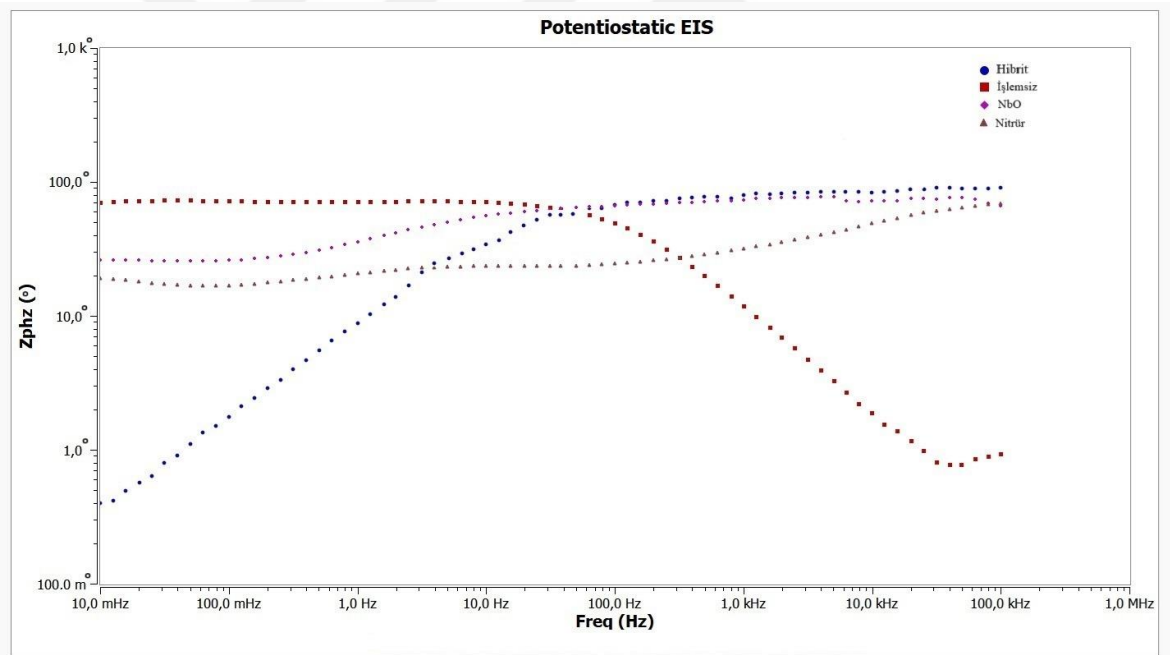
Şekil 4.8. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının akım yoğunluğu-potansiyel eğrileri.

İşlemsiz ve farklı yüzey işlemleri uygulanmış Ti6Al4V alaşımının elektrokimyasal empedans spektroskopi test sonuçları Şekil 4.9-4.11’de verilmiştir. Şekil 4.9’da Nyquist grafikleri görülmektedir. Nyquist eğrilerine göre, Uygulanan tüm yüzey işlemlerinin işlemsiz numunelere göre kapasitif halkaları artırdığı ve en büyük kapasitif halkanın hibrit işlem görmüş numunelerden elde edildiği görülmektedir. Bilindiği gibi, kapasitif halka genişliği arttıkça daha yüksek empedans değerleri elde edildiğinden korozyon direncinin de arttığına işaret eder.

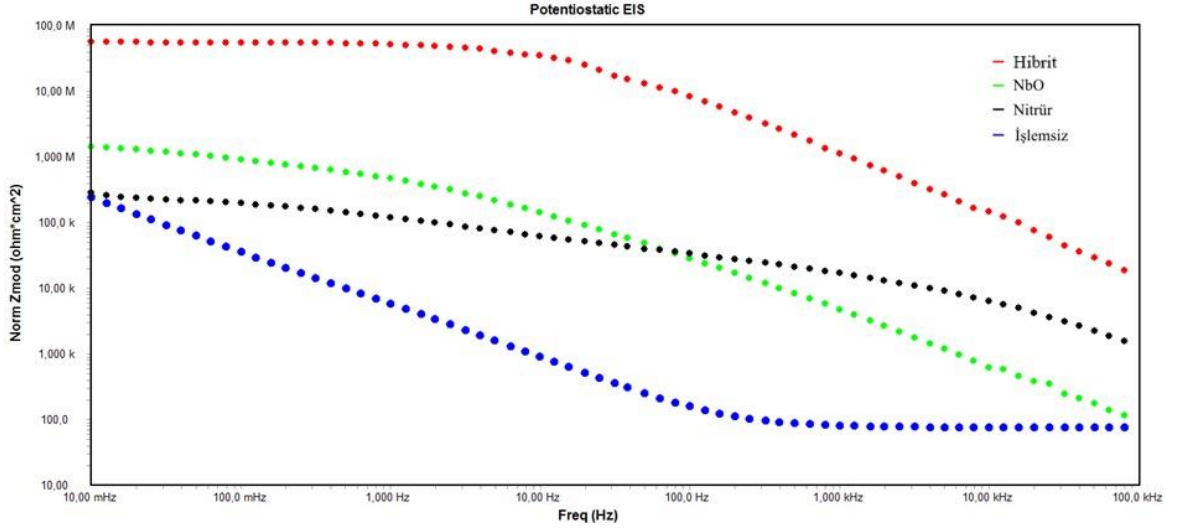
Bu durum Bode eğrilerinde de görülmektedir (Şekil 4.10 ve 4.11). Faz açısı yükseldikçe yüzeyde koruyucu ve pasif bir tabakanın oluştuğu anlaşılmaktadır. Bu bağlamda tüm yüzey işlemlerinin işlemsiz numunenin korozyon direncini iyileştirdiği görülmektedir. Özellikle önce nitrürlendikten sonra niyobyum oksit kaplanarak hibrit yüzey işlemi uygulanmış numunelerin hem nitrüleme hem de oksit film kaplama neticesinde akım yoğunluğu düşük, kararlı ve pasif bir yapının elde edilmesi en iyi korozyon sonuçlarının sergilemesine neden olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.9. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının Nyquist eğrileri.



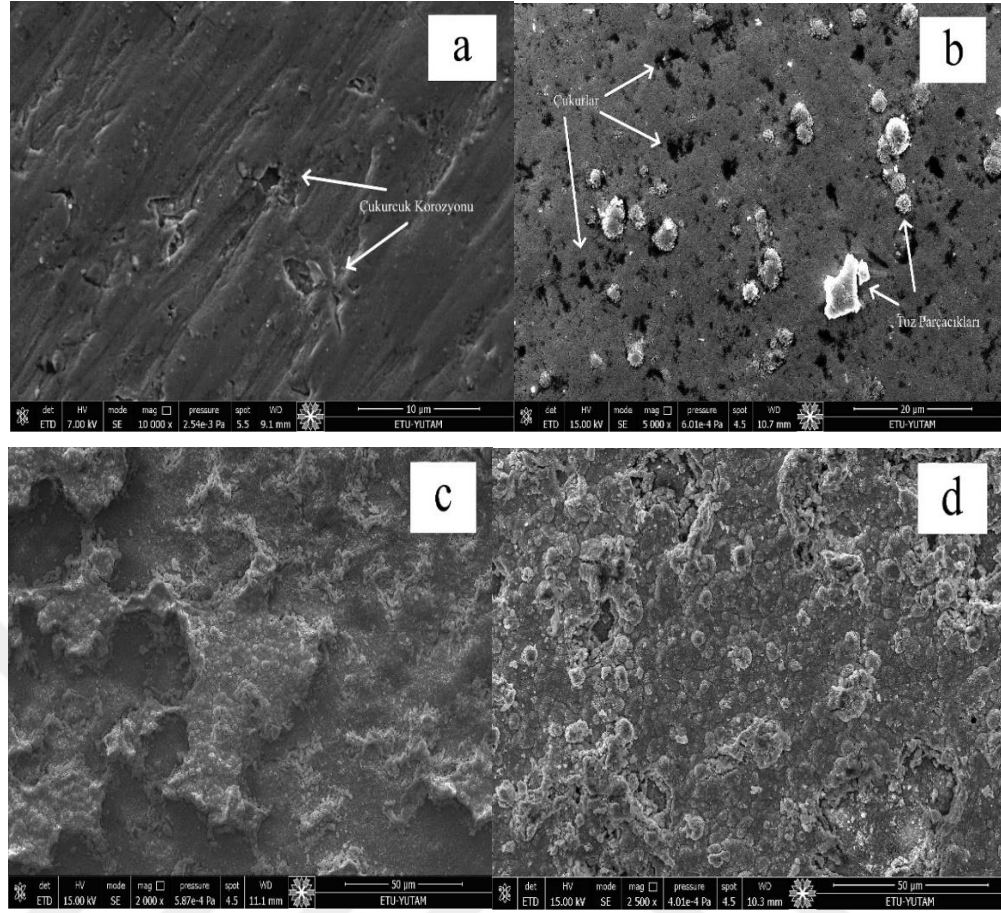
Şekil 4.10. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının Bode-Faz eğrileri.



Şekil 4.11. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının Bode-Magnitude eğrileri.

İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının korozyon sonrası SEM görüntüleri Şekil 4.12'de verilmiştir. Genel olarak hem işlemsiz hem de yüzey işlemi uygulanmış tüm numunelerin çukurcuk tipi korozyona maruz kaldığı görülmektedir. Çukurcuk korozyon tipini tehlikeli sınıfına sokan, çukurcuğun çevresi ve içi galvanik bir çift oluşturarak metalin o bölgeden kısa sürede tahrip olmasıdır. Nitrürlenmiş numunenin yüzeyi incelendiğinde pürüzlü ve kolonsal yüzeyin çukurcuk oluşumu için uygun bölgeler oluşturarak çukurcuk tipi korozyonun oluşmasında neden olmuştur (Şekil 4.12b).

Niyobyum oksit kaplanmış numuneler kararlı bir yapı oluşturarak çukurcuk korozyonuna dirençli bir yüzey oluşturduğu görülmüştür (Şekil 4.12c). Ancak hibrit yüzey işlemi görmüş numunelerde işlemin ilk kademesi olan nitrürlenme işlemi sırasında yüzeyde oluşan pürüzlü nitrür tabakası niyobyum oksit ince filmin bölgesel olarak bozulmasına ve çukurcuk oluşumuna sebep olduğu tespit edilmiştir. Filmin sürekliliğinin pürüzlü nitrürlenmiş yüzey tarafından bazı bölgelerde bozulması, elektrolitin film ile nitrürlenmiş yüzey arasına girerek çukurcukların oluşmasına sebep olduğu Şekil 4.12d'de görülmektedir.



Şekil 4.12. İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının korozyon sonrası SEM görüntüleri.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Ti6Al4V taban malzemesi üzerine NbO filmler fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemlerinden biri olan sıçratma yöntemiyle büyütme işlemi yapılmıştır. Elde edilen kaplamaların yapısal ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Yapılan çalışmaların sonuçları aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- İşlemsiz, plazma ile nitrürlenmiş, niyobyum oksit kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış Ti6Al4V alaşımının ortalama sürtünme katsayısı değerleri incelenmiştir. İşlemsiz Ti6Al4V alaşımının ortalama sürtünme katsayısı değeri 0,41 iken plazma ortamında nitrürlenmiş numunenin ortalama sürtünme katsayısı nitrürlenme sonucu oluşan modifiye tabakanın pürüzlü yapısından dolayı 0,75 değerine yükselmiştir.
- Niyobyum oksit film kaplanmış numunenin sürtünme katsayısı değeri film yapısı kolonsal olmasına ve bu yüzden bir miktar yüzey pürüzlülüğünü artırmasında rağmen uygulanan yüzey işlemleri içerisinde en düşük sürtünme katsayısı değeri olan 0,21 olarak ölçülmüştür.
- Yapılan sertlik ölçümlerinde Ti6Al4V alaşımının sertliği 350-370 HV_{0.01} ölçülmüş iken bu sertlik değeri niyobyum oksit film kaplama ile 800-820 HV_{0.01} değerine, nitrürlenme sonrası ise 1.350-1.400 HV_{0.01} değerine kadar yükselmiştir. Hibrit yüzey işlemi görmüş numunelerin yüzey sertlikleri ise 1.800-1.850 HV_{0.01} değerine kadar çıkmıştır.
- Hibrit yüzey işlemi uygulanmış numunenin ise testin başlangıcında 0,21 iken testin 400 saniyesinden sonra hızla yükselerek 0,61 değerine kadar çıkmıştır. Bu duruma başlangıçta sürtünmenin niyobyum oksit film tarafından kontrol edilmesinin daha sonra filmin yer yer kırılması ile sürtünme oksit film/nitrürlenmiş ara yüzeyin etkin olmasından kaynaklandığı gözlemlenmiştir.
- Uygulanan nitrürlenme, niyobyum oksit kaplama ve hibrit yüzey işlemleri ile işlemsiz numunenin temel aşınma mekanizması olan adezif aşınmanın azaltıldığı

görülmektedir. Yüzey işlemleri ile elde edilen sert, kimyasal olarak kararlı ve düşük kayma gerilmeleri ile kaymaya neden olan yüzeylerin tabanın yük taşıma kapasitesini artırdığı ve taban ile aşındırıcı bilye arasındaki adezyonu azaltarak adezif aşınmayı önlediği gözlemlenmiştir.

- İşlemsiz numunelerin şiddetli adezif aşınma sonrası hem iz genişliğinin hem de iz derinliğinin en fazla olduğu görülmektedir. Nitrürlenmiş numunelerde sert titanyum nitrür fazlarının oluşturduğu nispeten pürüzlü yüzeyin uç kısımlarının aşındığı tespit edilmiştir. Niyobyum kaplanmış ve hibrit yüzey işlemi uygulanmış numunelerde ise aşınmanın kaplama içerisinde kaldığı, hibrit yüzey işlemi uygulanmış numunelerde neredeyse nitrürlenmiş yüzeye iz derinliğinin inmediği görülmüştür.
- Niyobyum oksit film kaplanmış, nitrürlenmiş ve işlemsiz numunelerin polarizasyon eğrisi daha yüksek korozyon potansiyel değerine sahipken buna karşılık hibrit işlem görmüş numunelere göre daha yüksek akım yoğunluğuna sahip oldukları tespit edilmiştir.
- Nyquist eğrilerine göre, Uygulanan tüm yüzey işlemlerinin işlemsiz numunelere göre kapasitif halkaları artırdığı ve en büyük kapasitif halkanın hibrit işlem görmüş numunelerden elde edildiği görülmüştür.
- İşlemsiz ve yüzey işlemi uygulanmış tüm numunelerin çukurcuk tipi korozyona maruz kaldığı gözlemlenmiştir.
- Hibrit yüzey işlemi görmüş numunelerde, işlemin ilk kademesi olan nitrürleme işlemi sırasında yüzeyde oluşan pürüzlü nitrür tabakası niyobyum oksit ince filmin bölgesel olarak bozulmasına ve çukurcuk oluşumuna sebep olduğu tespit edilmiştir.

KAYNAKLAR

- Acar, Y. E. 2022, TiSiN kaplamaların üretilmesi, mekanik ve aşınma özelliklerinin araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Erzurum Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 60, Erzurum.
- Alias, R., Mahmoodian, R. and Abd Shukor, M. H. 2019. Development and characterization of a multilayer silver/silver-tantalum oxide thin film coating on stainless steel for biomedical applications. *International Journal Of Adhesion and Adhesives*, 92, 89–98, Kuala Terengganu.
- Anonymous, 2024. Web Sitesi: https://tr.wikipedia.org/wiki/martin_heinrich_klaproth, Erişim Tarihi: 15.08.2024.
- Arnell, R. D. and Kelly, P. J. 1999. Recent advances in magnetron sputtering. *surface and coatings technology*, 112 (1–3), Salford.
- Balasubramanian, K., Bragadeesvaran, S. R., Adarsh, S. A., Baranitharan, M. and Gokulakrishnan, K. 2021. Surface properties of Ti-6Al-4V alloy treated by plasma ion nitriding process. In *Materials Today: Proceedings* (Vol. 45), 957-961, TamilNadu.
- Bunshah, R. F. and Juntz, R. S. 1972. The influence of ion bombardment on the microstructure of thick deposits produced by high rate physical vapor deposition processes. *Journal Of Vacum Science and Technology*, 9 (6), California.
- Chua, K., Khan, I., Malhotra, R. and Zhu, D. 2021, January 1. Additive manufacturing and 3d printing of metallic biomaterials. *Engineered Regeneration*. Keai Communications Co, 288-299, New York.
- Do Nascimento, J. P. L., Ferreira, M. O. A., Gelamo, R. V., Scarmínio, J., Steffen, T. T., Da Silva, B. P., Aoki, I. V., Dos Santos, A. G., De Castro, V. V., De Fraga Malfatti, C. and Moreto, J. A. 2021. Enhancing the corrosion protection of Ai-6Al-4V alloy through reactive sputtering niobium oxide thin films. *Surface and Coatings Technology*, 428, Rio Grande do Sul.
- Feng, Z. S., Chen, J. J., Zhang, R. and Zhao, N. 2012. Formation of Al_2O_3 - Nb_2O_5 composite oxide films on low-voltage etched aluminum foil by complexation-precipitation and anodizing. *Ceramics International*, 38 (4), 3057–3061, Chengdu.
- Geetha, M., Singh, A. K., Asokamani, R. and Gogia, A. K. 2009. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants - A Review. *Progress In Materials Science*, 397-425, Vellore.
- Goyal, V., Prasad, N. K. And Verma, G. 2024. Experimental investigations into corrosion behaviour of dmls manufactured Ti6Al4V alloy in different biofluids for orthopedic implants. *Department of Metallurgical Engineering and Materials Science*, 111158, Simrol.

- Huang, L., Liu, M.-J., Yang, G.-J. and Li, C.-J. 2024. Treelike ps-pvd coating: hierarchical branching by shading and sintering. *Acta Materialia*, (280), 120321, Xi'an.
- Li, W., Yang, Y., Liang, H. En, Zhang, X., Wang, Y. Wei and Gou, J. Feng. 2023. Ablation resistance and mechanism of niobium carbide coatings fabricated by plasma spraying. *Surface and Coatings Technology*, 472, Guangzhou.
- Madadi, R., Pishbin, S. M. H., Fatemi, S. M., Zarei, A. and Cho, J. H. 2024. Friction stir processing of pure titanium/nanodiamonds nanocomposites: microstructure, tribological and corrosion properties. *Materials Today Communications*, 40, Gyeongnam.
- Malinov, S., Sha, W. and Markovsky, P. 2003. Experimental study and computer modelling of the $\beta \Rightarrow \alpha + \beta$ phase transformation in $\beta 21s$ alloy at isothermal conditions. *Journal Of Alloys and Compounds*, 110–118, Kiev.
- Öztürk, B. 2015. Titanyum niyobyum ve zirkonyum katkılı 316L paslanmaz çeliklerin in vitro biyouyumlarının araştırılması. Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 89, İstanbul.
- Pasinli, A. 2004. Hidroksiapatit biyoseramiklerin biyomedikal uygulamaları. Doktora Tezi, Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makina Mühendisliği Anabilim Dalı, 94, Manisa.
- Rodríguez Ripoll, M., Ojala, N., Katsich, C., Totolin, V., Tomastik, C. and Hradil, K. 2016. The role of niobium in improving toughness and corrosion resistance of high speed steel laser hardfacings. *Materials and Design*, 99, 509–520, Vienna.
- Safin Kaosar Saad, K., Saba, T. and Bin Rashid, A. 2024, August 30. Application of PVD coatings in medical implantology for enhanced performance, biocompatibility, and quality of life. *Heliyon*. Elsevier Ltd, 35541, Bangladesh.
- Sarkar, J. 2010. Sputtering materials for vlsi and thin film devices. sputtering materials for vlsi and thin film devices. William Andrew, 603, USA.
- Şenocak, T. Ç. 2020. Biyomedikal uygulamalar için niyobyum oksinitrür kaplamaların üretimi, yapısal, korozyon ve in-vitro biyouyum-antimikrobiyal özelliklerinin incelenmesi. Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Seshan, K. 2001. Handbook of thin film deposition processes and techniques (second edition). *Handbook Of Thin Film Deposition Processes and Techniques*, 72, California.
- Taftali, M. 2018. Seçici lazer ergitme (SLM) yöntemi kullanılarak farklı yüzey geometrilerinde üretilmiş metal destekli dental seramik alt yapıların statik ve dinamik davranışlarının belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Erzurum Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 94, Erzurum.
- Tekdir, H. 2019. Seçici lazer ergitme (SLE) ile üretilen 316L/Ti6Al4V tabakalı yapıların tribolojik özelliklerinin plazma oksidasyon ile iyileştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi,

Erzurum Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 95, Erzurum.

- Tie-, Zhang Yi L U. 2011. The research of reactive oxygen species roshin plants. International Journal Of Emerging Technology and Advanced Engineering 2(4): 91 101.
- Uzun, Y., Kovacı, H., Yetim, A. F. and Çelik, A. 2019. Effect of boronizing on the structural, mechanical and tribological properties of coCrW dental alloy produced by selective laser melting. Industrial Lubrication and Tribology, 71 (3), Erzurum.
- Verstrynge, Astrid, Jan Van Humbeeck, and Guy Willems 2003. "Beta-Titanium orthodontic wires." : 460–70.
- Wan, P., Li, S., Ye, Y., Huang, H., He, X. and Wan, S. 2024. A Biocompatible, degradable, and recyclable photothermal actuator. Materials Letters, 376, Fuzhou.
- Ye, C., Jia, L., Xu, G., Wang, F., Wang, X. and Zhang, H. 2019. Microstructure and initial corrosion behavior of double-layer Zn-Al-Mg coatings produced by PVD. Surface and Coatings Technology, 366, 214–226, Beijing.
- Yetim, A. F., Celik, A. and Alsaran, A. 2010. Improving tribological properties of Ti6Al4V alloy with duplex surface treatment. Surface and Coatings Technology, 205 (2), Erzurum.
- Yetim, A. Fatih. 2009. Biyomalzeme olarak kullanılan AISI316L paslanmaz çelik ve Ti6Al4V alaşımının plazma ile nitrürleme davranışı, Ti-DLC ince film kaplama ile karşılaştırılması. Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 153, Erzurum.
- Yildiz, F., Yetim, A. F., Alsaran, A. and Çelik, A. 2008. Plasma nitriding behavior of Ti6Al4V orthopedic alloy. Surface and Coatings Technology, 202 (11), Erzurum.
- Yu, Q., Zhang, W., Shang, J., Liu, B., Pei, Y., Li, Y. and Ao, S. 2024. Comparative investigation on the microstructure and corrosion properties of surfacing cobalt alloys by various methods. Surface and Coatings Technology, 494 (1), 131386, Foshan.
- Zhang, Y., Liu, Y., Liu, C. and Wang, L. 2024. Developing high strength and ductility in cobalt alloy via chromium carbonitride addition. Retrieved From <https://doi.org/10.1016/j.surf.2024.131386>, 39, 108932, Chengdu.
- Zhu, Y., Chen, X., Zou, J. and Yang, H. 2016. Sliding wear of selective laser melting processed Ti6Al4V under boundary lubrication conditions. Wear, 368–369, Hangzhou.