

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

BİYOMEDİKAL TİTANYUM ALAŞIMLARININ BİLYALI
DÖVME SONRASI DEĞİŞEN YÜZEY VE YÜZEY ALTI
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

EMİRHAN ÇALIM

KOCAELİ 2023

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

BİYOMEDİKAL TİTANYUM ALAŞIMLARININ BİLYALI
DÖVME SONRASI DEĞİŞEN YÜZEY VE YÜZEY ALTI
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

EMİRHAN ÇALIM

Doç. Dr. Egemen AVCU

Danışman, Kocaeli Üniv.

.....

Doç. Dr. Abdulkadir CENGİZ

Jüri Üyesi, Kocaeli Üniv.

.....

Doç. Dr. Cihan Kaboğlu

Jüri Üyesi, Bursa Teknik Üniv.

.....

Tezin Savunulduğu Tarih: 09.01.2023

ETİK BEYAN VE ARAŞTIRMA FONU DESTEĞİ

Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez/proje çalışmada,

- Bu tezin/projenin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu,
 - Çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı,
 - Bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi,
 - Bu çalışmanın Kocaeli Üniversitesi'nin abone olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Fen Bilimleri Enstitüsü'nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun olduğunu,
 - Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
 - Tezin/Projenin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez/proje çalışması olarak sunmadığımı,
- beyan ederim.

☒ Bu tez/proje çalışmasının herhangi bir aşaması hiçbir kurum/kuruluş tarafından maddi/alt yapı desteği ile desteklenmemiştir.

☐ Bu tez/proje çalışması kapsamında üretilen veri ve bilgiler..... tarafından..... no'lu proje kapsamında maddi/alt yapı desteği alınarak gerçekleştirilmiştir.

Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Emirhan ÇALIM

YAYIMLAMA VE FİKİR MÜLKİYET HAKLARI

Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından onaylanan lisansüstü tezimin/~~projemin~~ tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda belirtilen koşullarla kullanıma açma izninin Kocaeli Üniversitesi'ne verdiğimi beyan ederim. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet haklarım bende kalacak, tezimin/~~projemin~~ tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanımı bana ait olacaktır.

Tezin/~~projenin~~ kendi özgün çalışmam olduğunu, başkalarının haklarını ihlal etmediğimi ve tezimin/~~projenin~~ tek yetkili sahibi olduğumu beyan ve taahhüt ederim. Tezimde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanılması zorunlu metinlerin yazılı izin alarak kullandığımı ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederim,

Yükseköğretim kurulu tarafından yayınlanan **"Lisansüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge"** kapsamında tezim aşağıda belirtilen koşullar haricinde YÖK Ulusal Tez Merkezi/ Kocaeli Üniversitesi Kütüphaneleri Açık Erişim Sisteminde erişime açılır.

- ☐ Enstitü yönetim kurulu kararı ile tezimin/~~projemin~~ erişime açılması mezuniyet tarihinden itibaren 2 yıl ertelenmiştir,
- ☐ Enstitü yönetim kurulu gerekçeli kararı ile tezimin/projemin erişime açılması mezuniyet tarihinden itibaren 6 ay ertelenmiştir.
- ☒ Tezim/~~projem~~ ile ilgili gizlilik kararı verilmemiştir.

Emirhan ÇALIM

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Bilyalı dövme, hedef malzemenin yüzeyine kontrollü şartlar altında bilya püskürtülerek plastik deformasyon oluşturma prensibine dayanmaktadır. Yüzeyde oluşan plastik deformasyonlar yüzey ve yüzey altı özelliklerinin değişmesine sebep olmaktadır. Bilyalı dövme malzemelerin yorulma dayanımlarını ve sertliklerini arttırmada, yüzey ve yüzey altı bölgede kalıntı basma gerilmesi oluşturmada ve tane boyutunu küçültmede, yüzeye istenen pürüzlülük değerini kazandırmada sıklıkla tercih edilen bir soğuk şekillendirme yöntemidir. Havacılık ve otomotiv sektörlerinde sıklıkla kullanılmaktadır. Kolay uygulanabilir ve düşük maliyetli olması bilyalı dövmenin kullanım sıklığını arttırmaktadır.

Titanyum alaşımları, yüksek spesifik mukavemeti, yüksek biyouyumluluğu ve korozyon dayanımı, kemik elastisite modülüne yakın elastisite modülüne sahip olması nedeniyle biyomedikal uygulamalarda sıkça kullanılmaktadır. Ancak kullanım avantajlarının yanı sıra düşük aşınma direnci ve yüksek sürtünme katsayısı değeri bu alandaki kullanım potansiyeline ulaşmasına engel olmaktadır.

Titanyum alaşımlarının çeşitli yöntemler kullanılarak mekanik özelliklerinin geliştirilmesi oldukça kritik bir konudur. Özellikler yaşam standartı beklentilerinin yüksek olduğu ve revizyon operasyonlarının ciddi sıkıntılara sebep olduğu biyomedikal uygulamalarda malzemenin yüksek performanslı ve uzun ömürlü olması çok önemlidir.

Bu tez çalışmasında, ticari saflıkta titanyum alaşımı (Cp-Ti), Ti6Al4V ve bunların yanı sıra yenilikçi ve gelecek vadeden Ti13Nb13Zr ve Ti10Mo5Fe titanyum alaşımları toz metalürjisi yöntemi ile üretilmiş ve bilyalı dövme işlemi uygulanmıştır. Bilyalı dövme öncesi ve sonrası mekanik özellik incelemeleri yapılarak bilyalı dövmenin malzeme üzerindeki etkisi incelenmiştir. Bununla beraber çalışmadan çıkan sonuçlara göre yenilikçi bir malzemenin literatüre kazandırılmasının yanında bilyalı dövmenin biyomedikal alanda kullanım potansiyelinin artmasını da olanak vermesi umulmaktadır.

Yüksek lisans sürecimde bana her zaman yol gösteren ve desteğini hiçbir zaman esirgemeyen değerli danışmanım Doç. Dr. Egemen AVCU' ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans sürecimde yaptığım bütün çalışmalarda bana destek olan, değerli fikir ve yorumlarıyla yanımda olan hocam Dr. Öğr. Üyesi Yasemin Yıldırım AVCU' ya teşekkürlerimi sunarım.

Yapılan çalışmalara her zaman katkı veren ve numunelerin üretimini sağladığımız Kocaeli Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Toz Metalürji Laboratuvarı'na bizi kabul eden değerli hocam Doç. Dr. Rıdvan YAMANOĞLU' na şükranlarımı sunarım.

Tezim için yüksek önem arz eden sertlik haritalama analizlerinde yardımlarını esirgemeyen Manchester Üniversitesi Doktora Sonrası Araştırmacısı ve Cummins Ar-Ge mühendisi Eleftherios Iakovakis'e teşekkürlerimi sunarım.

Yazım konusunda bana çok şey katan ve hiç sıkılmadan bana yol gösteren Dr. Öğr. Üyesi Fikret SÖNMEZ'e teşekkür ederim.

Laboratuvarıda beraber çalışma fırsatı bulduğum ve bana hiçbir konuda yardımlarını esirgemeyen Dr. Funda GÜL KOÇ, Ar. Gör. Hasan İsmail YAVUZ, Onur MURATAL, Can DURAN, Arş. Gör. İdris GÖKALP ve Berker BALA'ya teşekkür ederim.

Öğrenim hayatım boyunca her zaman yanımda olan ve desteklerini bir an olsun eksik etmeyen annem Dilek ÇALIM, babam Kadir ÇALIM ve anneannem Tülin ÇELİKSU'ya gösterdikleri büyük fedakarlıkları için teşekkürlerimi sunarım.

Ocak-2023

Emirhan ÇALIM



İÇİNDEKİLER

ETİK BEYAN VE ARAŞTIRMA FONU DESTEĞİ.....	i
YAYIMLAMA VE FİKİR MÜLKİYET HAKLARI	ii
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
TABLolar DİZİNİ.....	viii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	ix
ÖZET	xi
ABSTRACT	xii
1. GİRİŞ.....	1
2. TİTANYUM ALAŞIMLARI	3
3. BİLYALI DÖVME.....	5
4. TİTANYUM ALAŞIMLARININ BİLYALI DÖVME SONRASI DEĞİŞEN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN LİTARETÜRDE İNCELENMESİ.....	7
4.1. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Yorulma Davranışının İncelenmesi	7
4.2. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Mikroyapı Değişiminin İncelenmesi	8
4.3. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Pürüzlülük Değişiminin İncelenmesi	9
4.4. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Sertlik Değişiminin İncelenmesi	10
4.5. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Biyolojik Davranışının İncelenmesi	11
4.6. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Tribolojik Davranışının İncelenmesi	12
4.7. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Değişen Mekanik Özelliklerinin İndentasyon Yöntemiyle İncelenmesi	13
5. MALZEME VE YÖNTEM	17
5.1. Alaşımların Kimyasal Kompozisyonu.....	17
5.2. Tozların Karıştırılması.....	17
5.3. Tozların Sıcak Pres ile Sinterlenmesi	18
5.4. Tozlarının Sinterlenme Parametreleri	20
5.5. Sinterleme Sonrası Metalografik İşlemlerin Uygulanması.....	21
5.6. Yoğunluk Ölçümü	22
5.7. Bilyalı Dövme.....	23
5.8. Numunelerin Yüzey Özelliklerinin Karakterizasyonu	24
5.9. Numunelerin Mikroyapısal Karakterizasyonu.....	24
5.10. Numunelerin Mekanik Karakterizasyonu	24
6. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA	27
7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	37
KAYNAKLAR.....	40
KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER.....	46
ÖZGEÇMİŞ.....	47

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 4.1.	Bilyalı dövülmüş ve ısıtılmış numunelerin incelenmesi a) kalıntı basma gerilmesi grafiği, b) yorulma ömrü karşılaştırması	7
Şekil 4.2.	a) Bilyalı dövülmüş AISI 304 optik mikroskop görüntüsü, b) Bilyalı dövülmüş Ti6Al4V optik mikroskop görüntüsü.....	8
Şekil 4.3.	Ti6Al4V alaşımının şiddetli bilyalı dövme sonrası FESEM görüntüsü.....	9
Şekil 4.4.	Ti6Al4V numunelerinin kesit sertliğinin derinliğe bağlı değişimi (90 μ m – 140 μ m (S10) ve 700 μ m – 1000 μ m (S60))	10
Şekil 4.5.	Ti6Al4V alaşımına uygulanan farklı bilyalı dövme işlemleri öncesi ve sonrası sertlik değerleri karşılaştırılması	11
Şekil 4.6.	a) İndentasyon ölçümlerinde malzeme yüzeyinde oluşturulmuş iz b) İndentasyon ölçümlerinde yük-penetrasyon derinliği grafiği.....	14
Şekil 5.1.	a) 40 cc cam kavanoz, b) bilyalı değirmen cihazı	18
Şekil 5.2.	a) Kalıbın kesit görüntüsü, b) kalıbın şematik görüntüsü	19
Şekil 5.3.	Sinterleme işlemlerinde kullanılan sıcak pres cihazı	19
Şekil 5.4.	Ti6Al4V sinterleme grafiği	20
Şekil 5.5.	Ti6Al4V toz metalürjik numune	21
Şekil 5.6.	Otomatik parlatma cihazı	22
Şekil 5.7.	Hassas terazi	22
Şekil 5.8.	Bilyalı dövme işleminin şematik gösterimi.....	23
Şekil 5.9.	Taramalı elektron mikroskobu	24
Şekil 5.10.	Optik mikroskop cihazı	25
Şekil 5.11.	Zwick marka mikrosertlik cihazı.....	25
Şekil 5.12.	Cp-Ti kesit sertlik taraması	26
Şekil 6.1.	CP-Ti referans numunenin bilyalı dövme sonrası yüzeyinin SEM görüntüleri a) 250x büyütme ve b) 500x büyütme plastik deformasyon mekanizmaları.....	27
Şekil 6.2.	Ti6Al4V numunenin bilyalı dövme sonrası yüzey SEM görüntüleri a)100x, b) 250x, c) 500x ve d) 1kx büyütmede plastik deformasyon mekanizmaları	28
Şekil 6.3.	Ti13Nb13Zr numunesinin bilyalı dövme sonrası yüzey SEM görüntüleri a)100x, b) 250x, c) 500x ve d) 1kx büyütmede plastik deformasyon mekanizmaları	28
Şekil 6.4.	Ti10Mo5Fe numunesinin bilyalı dövme sonrası yüzey SEM görüntüleri a)100x, b) 250x, c) 500x ve d) 1kx büyütmede plastik deformasyon mekanizmaları	29
Şekil 6.5.	Bilyalı dövülmüş Cp-Ti numunenin kesitinin a) SEM görüntüsü b) optik mikroskop görüntüsü.....	31
Şekil 6.6.	Ti6Al4V numunesinin bilyalı dövme önce ve sonrasındaki mikroyapısı	31

Şekil 6.7.	Ti13Nb13Zr numunesinin bilyalı dövme önce ve sonrasındaki mikroyapısı	31
Şekil 6.8.	Ti10Mo5Fe numunesinin bilyalı dövme önce ve sonrasındaki mikroyapısı	32
Şekil 6.9.	Cp-Ti alaşımasının bilyalı dövme sonrası sertlik dağılımını gösteren iki boyutlu sertlik haritası	33
Şekil 6.10.	Ti6Al4V alaşımasının bilyalı dövme sonrası sertlik dağılımını gösteren iki boyutlu sertlik haritası	34
Şekil 6.11.	Ti13Nb13Zr alaşımasının bilyalı dövme sonrası sertlik dağılımını gösteren iki boyutlu sertlik haritası	34
Şekil 6.12.	Ti10Mo5Fe alaşımasının bilyalı dövme sonrası sertlik dağılımını gösteren iki boyutlu sertlik haritası	35



TABLolar DİZİNİ

Tablo 4.1.	Numunelerin korozyon akım yoğunluğu (R_p), polarizasyon direnci (i_{corr}) ve yüzey ve yüzey altındaki kalıntı basma gerilmesi değerleri	12
Tablo 4.2.	Farklı basınçlarda bilyalı dövülen numunelerin sertlik değerleri ve aşınma oranları	13
Tablo 5.1.	Çalışmadaki toz metalürjik titanyum alaşımlarının kompozisyonları (kütlece %)	17
Tablo 5.2.	Yapılacak karışımlardaki toz miktarları ve toplam toz ağırlıkları	18
Tablo 5.3.	Otomatik zımparalama ve parlatma parametreleri	21
Tablo 5.4.	Bilyalı dövme parametreleri.....	23
Tablo 6.1.	Titanyum alaşımı numunelerin bilyalı dövme öncesi ve sonrasındaki sertlik değerleri ve yaklaşık artış miktarları	35

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Al	: Alüminyum
°C	: Santigrat derece
cc	: Santimetre küp
Cp	: Commercially pure (Ticari saflıkta)
Cl	: Klor
E	: Elastite modülü (GPa)
F	: Flor
Fe	: Demir
GPa	: Gigapascal
H	: Hidrojen
I_{corr}	: Polarizasyon direnci (mA/cm^2)
kN	: Kilonewton
m	: Kütle
mbar	: Milibar
Mg	: Magnezyum
mL	: Mililitre
mm	: Milimetre
Mn	: Mangan
mN	: Micronewton
Mo	: Molibden
MPa	: Megapascal
N	: Nitrür
N	: Azot
Nb	: Niyobyum
nN	: Nanonewton
R_p	: Akım yoğunluğu ($M\Omega cm^2$)
S	: Shot
s	: saniye
Ti	: Titanyum
V	: Vanadyum
Zr	: Zirkonyum
μm	: Mikrometre
μ	: Mikron
ρ	: Yoğunluk, (g/cm^3)

Kısaltmalar

AA	: Aluminium Alloy (Alüminyum Alaşımı)
AISI	: American Iron and Steel Institute (Amerikan Demir ve Çelik Enstitüsü)
ASTM	: American Society for Testing and Materials (Amerikan Testleme ve Malzeme Topluluğu)
CMC	: Continuous Multi-Cycle (Tekrarlı Çoklu Çevrim)
D	: Dimension (Boyut)
HV	: Vickers Hardness (Vickers Sertliği)
Hz	: Hertz (frekans)
MüM	: Metal üzeri Metal

MüP	: Metal üzeri Polietilen
OECD	: Organisation for Economic Co-operation and Development (Ekonomik Kalkınma ve İş birliği Örgütü)
RASP	: Rotationally Accelerated Shot Peening (Dönerek İvmelenmiş Bilyalı Dövme)
SEM	: Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu)
TA2	: Titanyum Alaşımı Grade 2
USSP	: Ultrasonic Shot Peening (Ultrasonik Bilyalı Dövme)



BİYOMEDİKAL TİTANYUM ALAŞIMLARININ BİLYALI DÖVME SONRASIDEĞİŞEN YÜZEY VE YÜZEY ALTI MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Titanyum alaşımları üstün mekanik özellikleri, yüksek ağırlık-mukavemet oranları ve biyouyumlulukları sebebiyle biyomedikal uygulamalarda sıklıkla tercih edilmektedir. Diğer metalik biyomedikal alaşımlarla karşılaştırıldığında kemik elastite modülüne daha yakın elastite modülüne sahip olması da titanyum alaşımlarının bu alanda kullanım potansiyelini arttırmaktadır. Bu çalışmada toz metalürji yöntemi kullanılarak üretilen ticari saflıkta Cp-Ti, Ti6Al4V ve yenilikçi titanyum alaşımları olan Ti13Nb13Zr ve Ti10Mo5Fe numunelere bilyalı dövme işlemi uygulanarak mekanik özelliklerinin geliştirilmesi ve değişen mekanik özelliklerinin yenilikçi bir yöntem olan iki boyutlu mekanik özellik haritalama yöntemi kullanılarak incelenmesi amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda kimyasal kompozisyona uygun hazırlanan tozlar sıcak pres cihazında 950 °C’de 30 dakika sinterlenerek üretilmişlerdir. Üretilen numuneler daha sonra CNC kontrollü özel tasarım bilyalı dövme cihazında 7 bar basınçta 10 dakika süreyle 600 µm -1000 µm arası boyutta paslanmaz çelik bilyalar kullanılarak dövülmüştür. Bilyalı dövülmüş numunelerin yüzey karakterizasyonu 3-boyutlu profilometre ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile gerçekleştirilmiştir. Numunelerin bilyalı dövme sonrası mikroyapı incelemeleri için optik mikroskop kullanılmıştır. Numunelerin mekanik karakterizasyonu ise bu alanda daha önce denenmemiş olan 2-boyutlu haritalama yöntemi kullanılarak yapılmıştır. Kesit bölgesinde belirli bir alanda yapılan 200 adet mikrosertlik ölçümünden elde edilen sonucun işlenmesi ve sertlik haritalarının eldesi için Matlab programı kullanılmıştır. Sonuçlar incelendiğinde, bilyalı dövmenin malzemenin yüzeyinde plastik deformasyona sebep olduğu ve yüzey pürüzlülüğünü arttırdığı görülmüştür. Bununla beraber yüzey altı bölgede bilyalı dövmenin etkisine bağlı olarak tane incelmeleri ve tane yönelmesi gözlemlenmiştir. Ayrıca, dövmenin etkisinin görüldüğü yüzey altı bölgede (yaklaşık 600 µm) sertlik değerlerinin arttığı görülmüştür. Sertlik değerlerindeki bu artışın sebebinin mikroyapısal incelemelerde görülen tane incelmeleri ve tane yönelmesi mekanizmaları olduğu yorumu yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Bilyalı Dövme, Biyomedikal Titanyum Alaşımları, Mekanik Karakterizasyon, Sertlik, Sertlik Haritalama, Yüzey Morfolojisi.

INVESTIGATION OF SURFACE AND SUBSURFACE MECHANICAL PROPERTIES OF SHOT PEENED BIOMEDICAL TITANIUM ALLOYS

ABSTRACT

Titanium alloys are frequently preferred in biomedical applications due to their superior mechanical properties, high weight-strength ratios, and biocompatibility. The fact that titanium alloys have a lower modulus of elasticity compared to other metallic implant materials increases their potential for use in this area. In this study, it was aimed to improve the mechanical properties of Cp-Ti, Ti6Al4V, Ti13Nb13Zr and Ti10Mo5Fe samples produced by powder metallurgy method by applying shot peening process and to investigate their changing mechanical properties using an innovative two-dimensional mechanical property mapping method. For this purpose, in the first stage, the samples were produced by sintering in a hot press device at 950 °C for 30 minutes. The produced samples were then peened for 10 minutes at 7 bar pressure in a CNC-controlled specially designed shot peening device. Surface characterization of peened samples was performed by 3D profilometer and scanning electron microscope (SEM). Optical microscopy was used to examine the changes in the microstructure of the samples after shot peening. The mechanical characterization of the samples was made using the 2D mapping method, which has not been tried before in this field. Matlab® program was used to process the results obtained from 200 microhardness measurements made in a certain area in the cross section and to obtain the hardness maps. When the results were examined, it was seen that shot peening caused plastic deformation on the surface of the material and increased the surface roughness. Additionally, grain refinement and grain orientation were observed in the subsurface region due to the effect of shot peening. Also, it was observed that the hardness values increased in the subsurface region (approximately 600 μm) where the effect of shot peening was observed. It has been interpreted that the reason for this increase in hardness values is due to grain refinement and grain orientation mechanisms seen in microstructural studies.

Keywords: Shot Peening, Biomedical Titanium Alloys, Mechanical Characterization, Hardness, Hardness Mapping, Surface Morphology.

1. GİRİŞ

Dünya çapında insanların yaşam sürelerine olan beklentileri her geçen gün artmaktadır. Bu durum biyomedikal implantlara duyulan talebin artmasına neden olmaktadır. Daha kaliteli bir yaşam için kalıcı implantların insan dokusuna yeterli yapışma, korozyon direnci, biyoaktivite ve uygun tribolojik özellikler ve yorulma ömrü sunması gerekmektedir. Örneğin, OECD (Ekonomik İş Birliği ve Kalkınma Örgütü) ülkelerinde her yıl 2,2 milyondan fazla insan kalça veya diz protezi yaptırmaktadır. Ayrıca diz protezi uygulama oranları 2000 yılından bu yana ikiye katlanmış, kalça protezleri ise %30 oranında artmıştır. İmplantların revizyona ihtiyaç duyması durumunda hastalar, fiziksel, psikolojik ve ekonomik olarak zarar görmektedirler. Ek olarak, günümüz hastaları daha genç ve daha aktiftir, bu da implantların daha fazla yüke maruz kalmasına neden olmaktadır. Bu durum implant malzemesi seçiminin ve dizaynının önemini bir kez daha göstermektedir. Bu nedenle biyomedikal implantlar üzerinde yapılan çalışmalar sonucunda yeni kabullerin ve teknolojik gelişmelerin ortaya koyulması hem bilimsel hem de teknolojik açıdan kritik bir öneme sahiptir.

Titanyum alaşımları, yüksek biyouyumlulukları, kemik elastite modülüne diğer biyomedikal alaşımlara göre daha yakın elastite modülleri, yüksek yorulma dayanımları ve korozyon dirençleri nedeniyle biyomedikal implant malzemeleri olarak sıklıkla tercih edilmektedirler. Titanyum alaşımları, sahip oldukları avantajların yanı sıra düşük aşınma direnci ve düşük kesme dayanımı gibi biyomedikal alanda kullanım potansiyellerini sınırlayan özelliklere de sahiptirler. Titanyum alaşımlarının sahip olduğu bu dezavantajların giderilmesi amacıyla yapılan çalışmalar, biyomedikal alanda titanyum alaşımlarının kullanımının artması açısından oldukça önemlidir. Biyomedikal kaplamaların titanyum alaşımların yüzeylerine biriktirilmesi ve yüzey özelliklerinin uyarlanması gibi yüzey modifikasyon yöntemleri uygulanmıştır. Titanyum alaşımlarının biyolojik, kimyasal ve mekanik özelliklerini iyileştirmek için özellikleri geliştirmek amacıyla yüzey kaplama (hidroksiapatit, TiN vb.) ve kimyasal ve mekanik yüzey işlemleriyle yüzey deseni oluşturma (elektro erozyon, CNC vb.) yöntemleri uygulanmıştır. Bu sebeple özellikle son yıllarda implant malzemesi – vücut etkileşimini ciddi şekilde arttıran yüzey deseni oluşturulmuş implantlar üzerinde yapılan çalışmalar ciddi şekilde artmıştır.

Son zamanlarda, metal üzeri metal (MüM) implantlar üzerinde spesifik yüzey dokularının geliştirilmesinin, yağlamayı iyileştirerek ve aşınmayı azaltarak implantların toksisitesini azalttığı gösterilmiştir. Mikro çukurlu yüzey özellikleri, tribolojik koşullarda sürtünmeyi azaltmaya yardımcı olabilmektedir. Ek olarak, yüzey çukurları yüzeylerin temas etmesini önleyerek katı sürtünme oluşumunu engeller ve bunun sonucunda aşınma kalıntılarının oluşumunu ve yüzey özelliklerinin bozulmasını azaltmaktadır. Desenli yüzeyler, daha özel olarak şekillendirilmiş çukurlar, sınır yağlama koşulunda aşınma kalıntılarını hapsedebilmektedir. Bu nedenle, yüzey desenli implantlar, aşınma kalıntısı oluşumu ve metal iyonu salınımı ile ilişkili toksisiteyi azaltma konusunda yüksek potansiyeli olduğu ileri sürülebilir.

Biyomedikal alaşımlarının yüzeyine desen oluşturmada birçok teknik kullanılmıştır. Ancak literatür incelendiğinde bilyalı dövmenin biyomedikal implantlarda yüzey deseni oluşturmada kullanıldığı ve oluşturulan desenin implant performansı üzerindeki etkilerinin incelendiği çalışmaların çok sınırlı olduğu görülmektedir. Biyomedikal titanyum alaşımlarının aşınma davranışlarının bilyalı dövme gibi kolay uygulanabilir, çevreci ve düşük maliyetli bir metodoloji ile geliştirilmesi biyomedikal alandaki kullanımının genişlemesi açısından çok önemlidir.

Net şekilli parçalar üretilebilmesi, yeni alaşım sistemlerinin eldesi ve nihai ürünün gözenek oranının ayarlanabilmesine olanak vermesi sebebiyle, biyomedikal titanyum alaşımlarının üretiminde toz metalürjisi yöntemi kullanılacaktır. Bu yöntem ile üretilen biyomedikal implantlarda yüksek mekanik özellik eldesinin (örneğin; yüksek akma dayanımı ve düşük elastisite modülü) yanı sıra biyouyumluluğu yüksek ürünlerin (istenilen hücre üremesinin eldesi ve elde edilen gözenekli yapı ile hücre tutunmasında iyileşme) elde edilebildiği literatürde raporlanmıştır.

Hazırlanan bu tez çalışmasının ilk bölümünde titanyum alaşımları ve biyomedikal alanda kullanım potansiyelleri hakkında bilgiler verilmiştir. İkinci bölümde ise bilyalı dövme detaylı olarak ele alınmıştır. Sonraki bölümde bilyalı dövmenin titanyum alaşımlarının mekanik, tribolojik, mikroyapısal ve biyolojik özellikleri üzerindeki etkisi üzerine literatürde yer alan çalışmalar derlenmiştir. Genel bilgilerin ve literatür incelemelerinin bulunduğu bölümlerden sonra, yapılan deneysel çalışmalar kapsamlı şekilde ele alınmış, sonuçlar detaylı şekilde ortaya konmuş ve tartışılmıştır.

2. TİTANYUM ALAŞIMLARI

Her yıl biyouyumlu malzemelerin implant uygulamalarında kullanılmasına olan talep artmaktadır. Yalnızca Amerika Birleşik Devletleri'nde yılda 1 milyondan fazla diz ve kalça eklemi implantı işlemi gerçekleştirilmektedir ve 2030 yılına kadar yılda 272.000 kalça implantı işleminin gerçekleştirileceği tahmin edilmektedir (Matuła ve diğ., 2019; Rack ve Qazi, 2006). Ancak 2000 yılında yapılan toplam 152.000 kalça implantı işleminin %12,8'i implant revizyonudur. İmplant revizyonları hem kişinin sağlığını olumsuz etkilemekte hem de maddi açıdan istenmeyen harcamalara neden olmaktadır. İmplant revizyonuna olan ihtiyaç, implant malzemesi seçiminin ve geliştirilmesinin ciddiyetini göstermektedir (Rack ve Qazi, 2006). Bu nedenlerle uygun implant malzemesinin seçilmesi kritik bir konudur.

Paslanmaz çelik, Co-Cr-Mo alaşımları ve titanyum alaşımları gibi metalik implantlar ortopedik uygulamalarda sıklıkla tercih edilmektedir. Bu malzemelerden titanyum alaşımları, yüksek mukavemet/ağırlık oranı, mükemmel korozyon direnci, yüksek yorulma direnci, yüksek spesifik mukavemet değerleri ve iyi biyouyumluluğu nedeniyle ortopedik implant ve protezlerde yoğun olarak tercih edilmektedir (Sonntag ve diğ., 2013) (Yang ve diğ., 2016).

Tarihsel süreç incelendiğinde birçok malzemenin (cam, polimerler, metal alaşımlar, seramikler, kompozitler vb.) biyomedikal implantlarda kullanılmaya çalışıldığı görülmektedir. Bu malzemelerin biyouyumluluklarını (Merola ve Affatato, 2019), yorulma ömürlerini, sertliklerini, statik ve dinamik yükler altındaki davranışlarını ve aşınma dirençlerini optimize etmek hep zorlu bir görev olmuştur. 1950 yılından 2000'lere kadar olan süreçte MüM implantlar oldukça popüler olmuştur. Ancak aşınmaları sırasındaki metal iyon salınımlarının riskli olduğu tespit edildikten sonra popülerliklerini belirli ölçüde kaybetmişlerdir. Ancak MüM implantların aşınma oranlarının azaltılması yönünde yapılan çalışmalar sonucunda günümüzde kullanımları artmaya başlamıştır. Ara süreçte metal üzeri polietilen (MüP) ve seramik üzeri seramik implant malzemeleri de kullanılmıştır (Merola ve Affatato, 2019).

Biyomedikal uygulamalar için Ti bazlı malzemelerin potansiyeli, çeliklere veya kobalt alaşımlarına göre daha yüksektir. Bu durum, düşük elastisite modülü, yüksek yorulma

mukavemeti ve düşük yoğunluk gibi birçok önemli avantajdan kaynaklanmaktadır (Alshammari ve diğ., 2019).

Titanyum alaşımlarının avantajlarının yanı sıra, düşük kesme mukavemeti ve düşük aşınma direnci, biyomedikal uygulamalarda özellikle de hareketli parçalarda titanyum alaşımlarının kullanımlarını sınırlayıcı faktörler de bulunmaktadır (Sonntag ve diğ., 2013).

Ayrıca titanyum alaşımının elastisite modülü (100-110 GPa) ile kemiklerin elastisite modülleri (20-25 GPa) arasındaki fark kemik çekilmesine sebebiyet veren gerilme kalkını etkisini ortaya çıkarmaktadır. Kullanılan implant malzemesi ile kemik arasındaki elastisite modülü farkı nedeniyle yük implant malzemesi üzerinden taşınmakta ve bu durum zaman içerisinde kemiğin çekilerek implantın gevşemesine sebep olmaktadır (Castillo ve diğ., 2019; Xu ve diğ., 2020). Bunların yanı sıra titanyum alaşımlarının düşük aşınma direnci de dikkate alınması gereken en önemli konulardan biridir (Yang ve diğ., 2016).

Bu noktada biyomedikal titanyum alaşımlarının bilyalı dövme ile biyomedikal uygulamalar için daha uyumlu ve performanslı hale getirilmesi literatürde önemli bir araştırma konusudur (Xu ve diğ., 2020).

3. BİLYALI DÖVME

Uzun ömürlü implantların, biyoaktivite, gevşeme, yorulma hatası ve aşınmadan kaynaklanan bakteriyel enfeksiyon gibi implant revizyonuna sebep olabilecek sıkıntıları önlemek için insan dokusuna yeterli yapışma, korozyon direnci, biyoaktivite, bakteriyel aktivite ve uygun tribolojik özellikler ve yorulma ömrü sunması gerekir (Avcu ve diğ., 2018; X. Cai ve diğ., 2016; Xinjie Cai ve diğ., 2016; Moskalewicz ve diğ., 2013; Sak ve diğ., 2016; Sharma ve diğ., 2009; Yanovska ve diğ., 2014; Zujur ve diğ., 2015). İmplantların biyolojik, kimyasal ve mekanik özelliklerini iyileştirmek için biyomedikal kaplamalar ve yüzey özelliklerinin kimyasal ve mekanik işlemlerle modifiye edilmesi gibi yöntemler uygulanmıştır (Ghosh ve Abanteriba, 2016). Örneğin, işlenmiş yüzey dokusu, temas halindeki yüzeyler arasındaki film kalınlığını arttırmakta ve bir yağlayıcı rezervuar görevi görerek tribolojik performansı iyileştirmektedir. Bu film kalınlığı, temas yüzeyleri arasında hidrodinamik basınç oluşturarak ek bir kaldırma etkisi sağlamaktadır. Böylece yüzeyleri temastan korur ve katı sürtünme oluşumunu engeller. Yüzey dokusunun oluşturduğu çukurlar, sınır yağlama koşullarında aşınma kalıntılarını hapsedebilmekte ve üç elemanlı aşınmanın önüne kısmen geçilebilmektedir.

Uygun yüzey dokusu ayrıca, temas alanını azaltmakta ve bunun sonucunda yapışmayı azaltmaktadır (Ghosh ve Abanteriba, 2016). Bu nedenle, implant-vücut etkileşimlerini etkileyebilecek olan mikro-modelleme (μ -modelleme) ve implantların yüzey topografya uyarlamak çok önemlidir (Avcu ve diğ., 2018). Tüm yüzey modifikasyon teknikleri arasında bilyalı dövme, biyomedikal titanyum alaşımlarının sertlik, aşınma direnci, yorulma ömrü gibi mekanik özelliklerini iyileştirmede önemli bir yöntemdir. Bilyalı dövme, malzemelerin yüzeyine bir nozul vasıtasıyla bilyaların püskürtülmesi için genellikle yüksek basınçlı hava kullanan mekanik bir yüzey işleme yöntemidir.

Bilyalı dövme işlemi uygulaması kolay ve maliyeti düşüktür (Kulekci ve Esme, 2014), iş parçası için şekil sınırlaması yoktur ve benzer amaçlarla kullanılan diğer yöntemlere göre çevreye daha az zarar vermektedir.

Bilyalar ile yüzey arasındaki elastik ve plastik darbe bilyalar arasındaki kinetik enerjiyi hedef malzemeye aktarmaktadır (Schulze, 2006). Bu çarpma, bilyalı dövme sonrası malzemelerin yüzey ve yüzey altı özelliklerinin değişmesine neden olmakta ve bilyalı

dövme parametreleri (hedef malzeme özellikleri, bilya özellikleri, çalışma parametreleri, ortam koşulları) ile kontrol edilebilmektedir (Gariépy ve diğ., 2013; Žagar ve Grum, 2013). Bu nedenle bilyalı dövme işlemini etkileyen parametrelerin anlaşılması, olumsuz etkilerin kontrol altına alınması ve bilyalı dövme işleminin istenilen şekilde uygulanması için oldukça kritiktir.



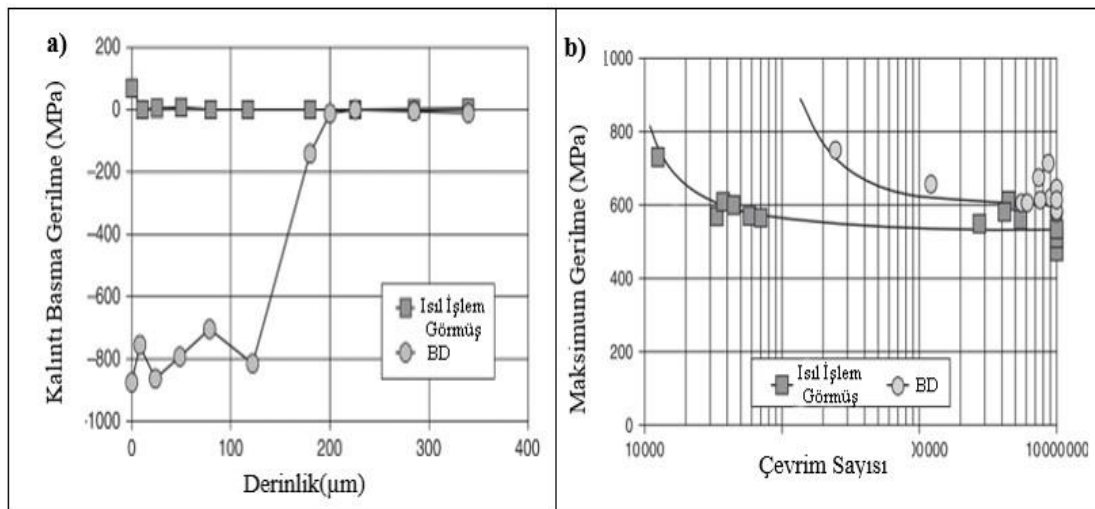
4. TİTANYUM ALAŞIMLARININ BİLYALI DÖVME SONRASI DEĞİŞEN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN LİTARETÜRDE İNCELENMESİ

4.1. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Yorulma Davranışının İncelenmesi

Bilyalı dövme, malzeme yüzeyine çok sayıda bilyanın püskürtülerek plastik deformasyona sebep olması prensibine dayanmaktadır. Malzeme yüzeyinde oluşan bu plastik deformasyon, yüzey altı bölgede kalıntı basma gerilmesine sebep olmaktadır. Yüzey altı bölgedeki kalıntı basma gerilmeler, malzeme yüzeyindeki gerilmeleri gidererek hasarların oluşmasını ve çatlak gelişiminin geciktirmektedir. Bu durum malzemenin yorulma dayanımı arttırmaktadır (Lindemann ve diğ., 2006).

Sonntag ve arkadaşları (Sonntag ve diğ., 2013) ortopedi alanında bilyalı dövmenin potansiyelini tartışmış ve ortopedik Ti6Al4V alaşımına uygulanan bilyalı dövme işleminin malzemenin yorulma ömrüne etkisini incelemiştir. Deney sonucunda yorulma ömrünü geliştiren yüzey altında oluşan kalıntı basma gerilmesinin 130 µm derinlikte 800 MPa ile maksimum değerine ulaştığı görülmektedir (Şekil 4.1-a).

Aynı numunelere uygulanan yorulma testi sonucu oluşturulan Wöhler diyagramında malzemelerin kırıldığı noktalar grafik üzerinde gösterilmiştir (Şekil 4.1-b). Bilyalı dövülen numunelerin yorulma ömrü ısıt işlem görmüş numunelere göre %12,3 daha fazla olduğu belirtilmiştir.

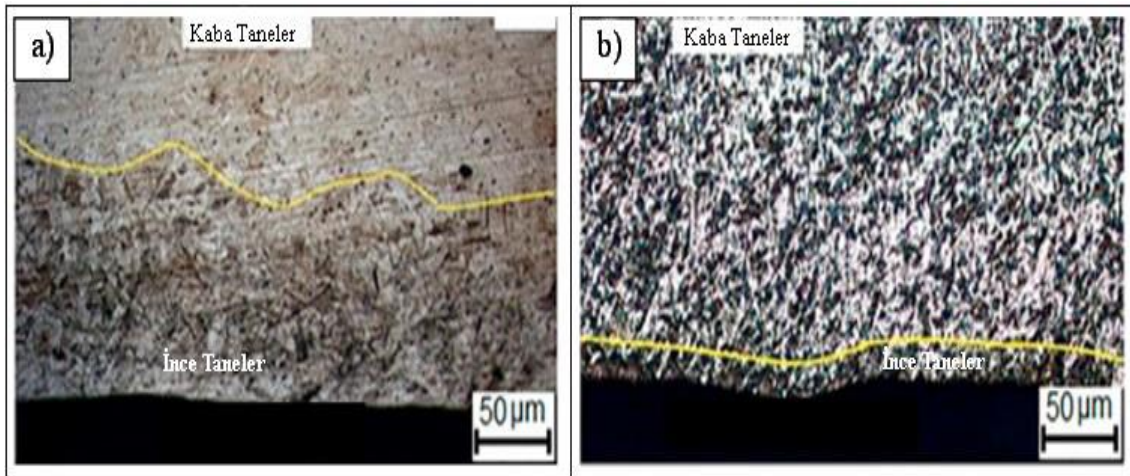


Şekil 4.1. Bilyalı dövülmüş ve ısıt işlem görmüş numunelerin incelenmesi a) kalıntı basma gerilmesi grafiği, b) yorulma ömrü karşılaştırması (Sonntag ve diğ., 2013)

Yanzhong ve arkadaşları (Yanzhong Wang ve diğ., 2020) yaptıkları çalışmada bilyalı dövmenin yorulma çatlaklarının büyümesi üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Numunelere tek eksenli, 5 Hz frekanslı, 12 kN dinamik yükleme altında yorulma testleri yapılmıştır. Sırasıyla referans ve bilyalı dövülmüş numunelerde farklı gerilme döngüleri altında çatlak uzunluğu ve çatlak yayılma hızı hesaplanmıştır. Çalışma sonunda bilyalı dövmenin çatlak oluşumunu %64,3 geciktirdiği ve küçük çatlakların büyümesini 34 % ~ 60 % arasında azalttığı görülmüştür. Bununla beraber büyük çatlakların büyümesinde de negatif etkiye sebep olduğu belirlenmiştir.

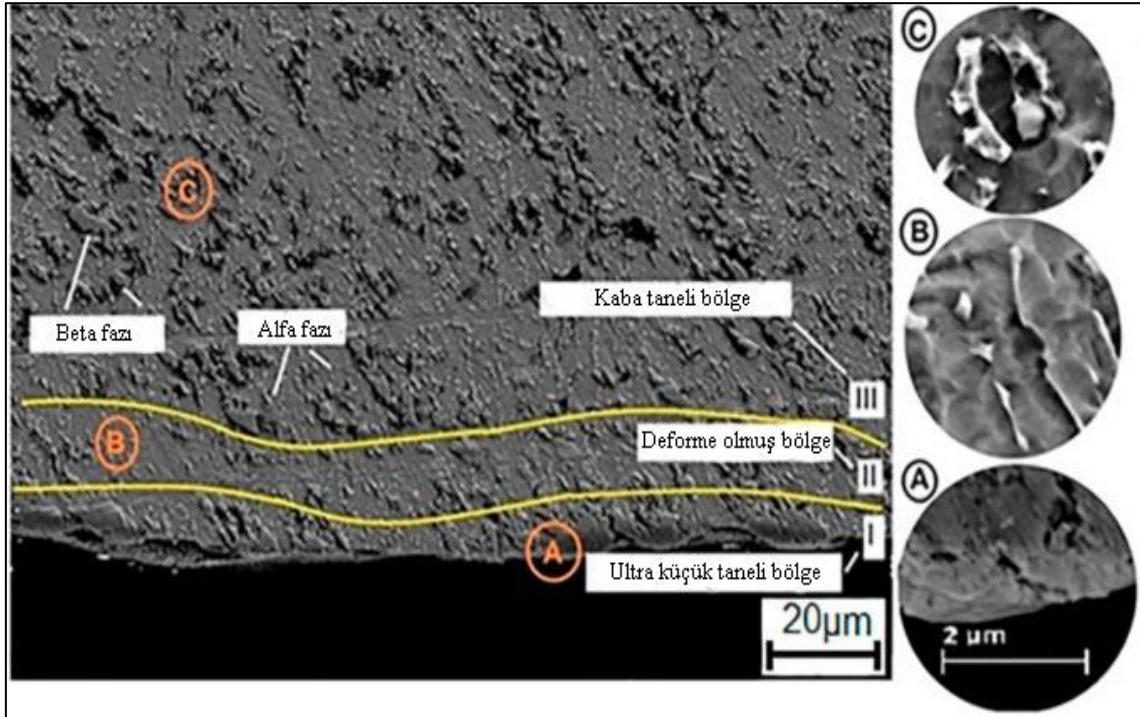
4.2. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Mikroyapı Değişiminin İncelenmesi

Bilyalı dövme uygulandığı yüzeyden yaklaşık 600 µm derinliğe kadar etkisini gösterebilmektedir. Bilyalı dövülen malzemenin mikro yapısında da bu değişimi görmek mümkündür. Tevlek ve arkadaşları (Tevlek ve diğ., 2019) yaptıkları çalışmada bilyalı dövmenin biyomedikal Ti6Al4V ve AISI 304 biyomedikal paslanmaz çelik alaşımının mikroyapı değişimleri üzerindeki etkisini incelemişler ve araştırmışlardır. Şekil 4.2.-a ve Şekil 4.2.-b’de verilen optik mikroskop görüntülerinden de anlaşılacağı üzere bilyalı dövme AISI 304 paslanmaz çeliğinin yüzeyinde ciddi plastik deformasyona neden olmuş ve yüzey altındaki kaba tanecikleri küçültmüştür. Ancak, Ti6Al4V alaşımı, iç yapısı nedeniyle oldukça az plastik deformasyona uğramıştır. Deformasyon kalınlığı 40 µm ± 5 µm ile sınırlı kalmıştır. Bu durum bilyalı dövmenin mikro yapı üzerinde gösterdiği etkinin malzeme özelliklerine bağlı olarak da değiştiğini göstermektedir.



Şekil 4.2. a) Bilyalı dövülmüş AISI 304 optik mikroskop görüntüsü, b) Bilyalı dövülmüş Ti6Al4V optik mikroskop görüntüsü (Tevlek ve diğ., 2019)

Ayrıca şiddetli bilyalı dövülmüş Ti6Al4V alaşımının yüzey ve yüzey altında 3 ayrı faz gözlenmiştir (Şekil 4.3.). En üst bölgede α fazı ve β partikülleri arasındaki sınırlar yok olmuş ve homojen bir dağılım göstermişlerdir (A bölgesi). B bölgesi deforme olmuş bölge olarak tanımlanabilir. Bu bölgede β partikülleri deforme olmuş ve daha ince hale gelmişlerdir. C bölgesi ise daha büyük bir α fazı ve deforme olmamış iri taneli β partiküllerinden oluşmaktadır.



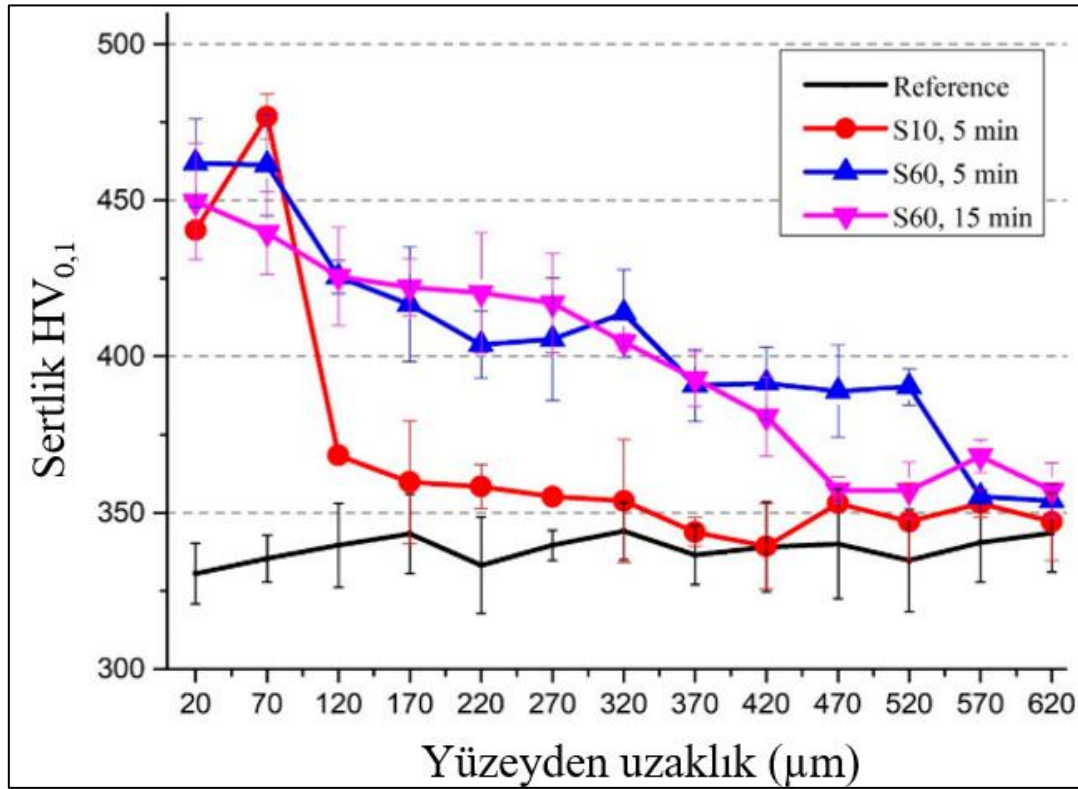
Şekil 4.3. Ti6Al4V alaşımının şiddetli bilyalı dövme sonrası FESEM görüntüsü (Tevlek ve diğ., 2019)

4.3. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Pürüzlülük Değişiminin İncelenmesi

Kumar ve arkadaşları (R.K.Kumar ve diğ., 2019) yaptıkları çalışmada bilyalı dövmenin Ti6Al4V alaşımının yüzey pürüzlülüğü üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Numuneler 1,5 bar, 2 bar, 3 bar ve 3,5 bar basınç altında 5, 10, 15, 20 dakika sürelerde 0,6 mm çapında çelik bilyalar ile dövülmüştür. Çalışma sonucunda, bilyalı dövmenin yüzey pürüzlülüğünü ciddi şekilde arttırdığı görülmektedir. Bununla beraber, yüzey pürüzlülüğünün yorulma dayanımını önemli ölçüde etkilediği de belirtilmektedir. Pürüzlü yüzey profilleri, çatlak başlangıçlarına sebep olmakla beraber numune yüzeyinde gerilmelere de neden olabilmektedir. Bunun sonucunda malzemenin yorulma performansı negatif yönde etkilenmektedir.

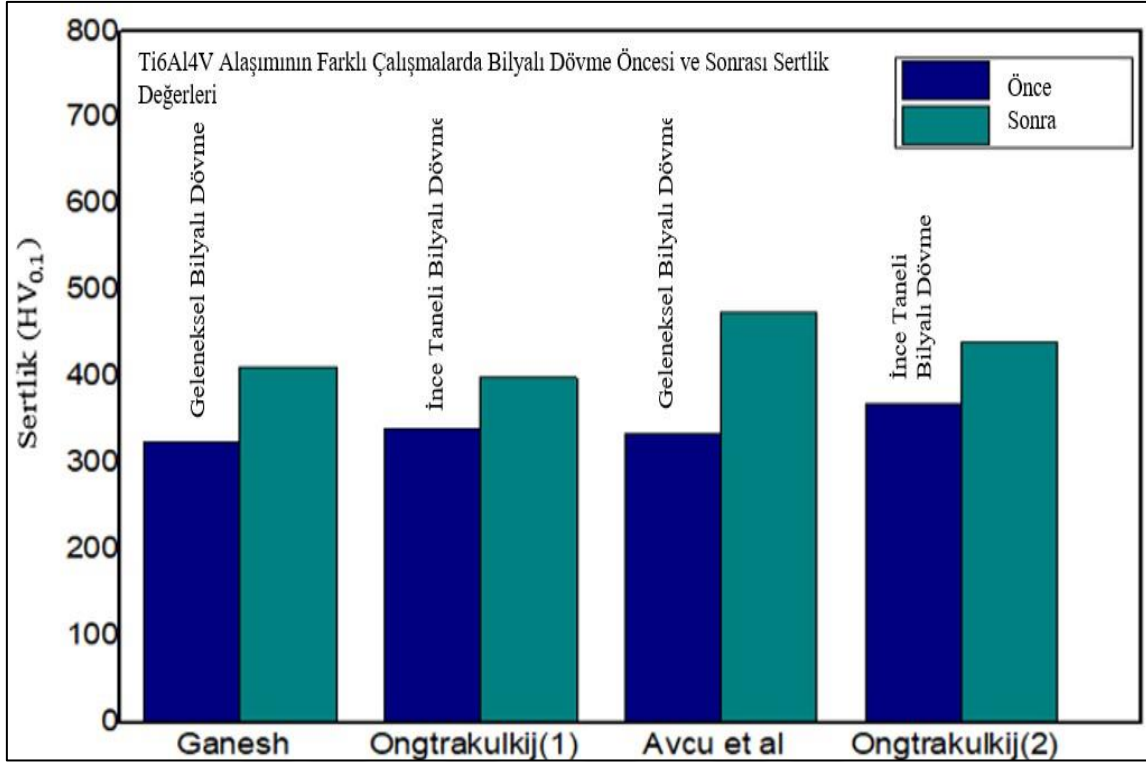
4.4. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Sertlik Değişiminin İncelenmesi

Avcu ve arkadaşları (Yıldıran Avcu ve diğ., 2020) Ti6Al4V alaşımı üzerinde yaptığı çalışmada referans numunede ölçülen 320-350 HV_{0,1} sertlik değerinin bilyalı dövme sonucu en fazla etki gören yüzeye yakın bölgede 475 HV_{0,1} olarak ölçmüştür. Bu da sertlik değerinin %35 arttığını göstermektedir. Kesit boyunca derinlere inildiğinde (yaklaşık 550 µm) bilyalı dövme etkisinin kaybolduğu ve referans numune sertlik değeri elde edildiği görülmüştür (Şekil 4.4.).



Şekil 4.4. Ti6Al4V numunelerinin kesit sertliğinin derinliğe bağlı değişimi (90 µm – 140 µm (S10) ve 700 µm – 1000 µm (S60)) (Yıldıran Avcu ve diğ., 2020)

Yüzeye yakın bölgelerde (20-70 µm) yapılan ölçümlerde S10 medyasıyla dövülen numunenin sertliğinde artış gözlenirken S60 medyasıyla dövülen numunelerde bir azalma tespit edilmiştir. Bunun nedeninin S60 medyasıyla yapılan dövme işlemi sonucunda oluşan plastik deformasyon yoğunluğunun fazla olması ve bu yoğunluğun mikro çatlaklar ve gözenekler gibi istenmeyen mikroyapı kusurlarına neden olduğu düşünülmektedir. Bilindiği gibi plastik deformasyon numune üzerine gönderilen partiküllerin kinetik enerjisiyle yakından ilgilidir.



Şekil 4.5.Ti6Al4V alaşımına uygulanan farklı bilyalı dövme işlemleri öncesi ve sonrası sertlik değerleri karşılaştırılması (Ganesh ve diğ., 2014) (Ongtrakulkij ve Khantachawana, 2019) (Yildiran Avcu ve diğ., 2020) (Ongtrakulkij ve diğ., 2020)

Bilyalı dövmenin titanyum alaşımlarına uygulandığı ve sertlik değerlerindeki değişimlerin incelendiği Ganesh ve arkadaşları (Ganesh ve diğ., 2014), Ongtrakulkij ve arkadaşları (Ongtrakulkij ve Khantachawana, 2019) (Ongtrakulkij ve diğ., 2020) gibi çalışmalarda da bilyalı dövmenin malzemenin sertlik değerlerini arttırdığını görülebilmektedir (Şekil 4.5.).

4.5. Bilyalı Dövmüş Titanyum Alaşımlarının Biyolojik Davranışının İncelenmesi

Agrawal ve arkadaşları (Agrawal ve diğ., 2020) yaptıkları çalışmada, ticari olarak saf titanyumun (Cp-Ti) farklı ultrasonik bilyeli dövme (USSP) sürelerini takiben mikroyapısal değişiklikleri ve korozyon davranışı incelenmiştir. Ticari saflıktaki titanyum alaşımı (Cp-Ti) numuneler 0'dan 120 saniye kadar farklı süreler (30 s, 60 s, 90 s ve 120 s) boyunca bilyalı dövmüş ve meydana gelen mikroyapısal değişiklikler, hücre canlılığı ve korozyon davranışı açısından incelenmiştir. Çalışma sonucunda, 90 s boyunca ultrasonik bilyalı dövme işlemine tabii tutulmuş numunenin yüzeyindeki hücrelerin canlılığının arttığı ve korozyon direncinin arttığı gözlemlenmiştir.

Bir başka çalışmada, Nabiee ve arkadaşları (Nabiee ve diğ., 2019) bilyalı dövme işlemi uygulanmış ve uygulanmamış numuneleri Ringer sıvısı içerisinde 1, 4 ve 7 günlük sürelerde bekletmiş ve numunelerin korozyon davranışlarını karşılaştırmıştır. İşlem gören numunelerin korozyon davranışlarını değerlendirmek için sıvı içerisinde belirli süreler bekletilen numunelere elektrokimyasal empedans spektroskopi testi uygulanmıştır.

Sonuçlara göre bilyalı dövülmüş numuneler referans numunelere göre daha iyi korozyon davranışı göstermiştir. Bilyalı dövmenin malzemelerin korozyon davranışlarını geliştirdiği yorumu yapılabilir. Vücut sıvısının simüle edildiği Ringer sıvısında bekleme süresi arttıkça numunelerin korozyon davranışı gelişme göstermiştir.

Bilyalı dövülmüş numunelerin korozyon davranışları karşılaştırıldığında en düşük korozyon akım yoğunluğu ve en yüksek polarizasyon direnci değerine sahip numunenin T3 numunesi olduğu görülmüştür (Tablo 4.1). Bu da T3 numunesinin diğer numunelerden daha iyi korozyon direncine sahip olduğu anlamını taşımaktadır. Malzemelerin korozyon davranışlarıyla yüzeylerindeki kalıntı basma gerilmesi değerlerinin yakından ilişkili olduğu söylenmiştir. T3 numunesinin diğer numunelerden daha iyi korozyon davranışına sahip olmasının nedeni yüzeyde daha fazla kalıntı basma gerilmesi değerine sahip olması olduğu belirtilmiştir (Tablo 4.1.).

Tablo 4.1. Numunelerin korozyon akım yoğunluğu (R_p), polarizasyon direnci (i_{corr}) ve yüzey ve yüzey altındaki kalıntı basma gerilmesi değerleri

Numuneler	$R_p(M\Omega cm^2)$	$i_{corr}(mA/ cm^2)$	50 μm 'daki kalıntı basma gerilme (MPa)	Yüzeydeki kalıntı basma gerilme (MPa)
T1	0,0058	60,0E-6	-532,15	-662,760
T2	0,059	13/2E-6	-556,29	-769,135
T3	6,779	1,31E-6	-550,31	-859,535
Referans N.	0,506	7,78E-6	-	-

4.6. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Tribolojik Davranışının İncelenmesi

Ganesh ve arkadaşları (Ganesh ve diğ., 2014) yaptıkları çalışmada farklı püskürtme basınçlarında gerçekleştirilen bilyalı dövme işleminin zayıf aşınma direncine sahip Ti6Al4V ve Ti6Al7Nb biyomedikal alaşımları üzerindeki etkilerini incelemiştir. Yapılan deneyler sonucunda Tablo 4.2'deki değerler elde edilmiştir.

Tablo 4.2. Farklı basınçlarda bilyalı dövülen numunelerin sertlik değerleri ve aşınma oranları

Alaşımlar	Şartlar	Sertlik (Mikro sertlik (HV _{0,5}))	Aşınma Oranı ($\times 10^{-11} \text{ m}^3/\text{m}$)
Ti6Al4V	Bilyalı dövme yok	326 ± 1	2,016 ± 0,110
	3,5 Bar basınçta bilyalama	412 ± 47	0,976 ± 0,012
	4,5 Bar basınçta bilyalama	439 ± 66	0,907 ± 0,079
Ti6Al7Nb	Bilyalı dövme yok	319 ± 1	0,974 ± 0,132
	3,5 Bar basınçta bilyalama	377 ± 20	0,807 ± 0,012
	4,5 Bar basınçta bilyalama	352 ± 16	0,786 ± 0,004

Elde edilen sonuçlara göre bilyalı dövme sonrası artan yüzey sertliği değerinin numunelerin aşınma dayanımını arttırdığı ve sonuç olarak bilyalı dövmenin numunelerin aşınma dayanımını 2 katına kadar çıkarabildiği belirtilmiştir. Ancak Ti6Al7Nb alaşımına 4,5 bar basınçta elde edilen sertlik değeri 3,5 bar basınçta elde edilen sertlik değerinden daha düşük olmasına rağmen aşınma oranında bir azalma meydana gelmiştir. Bu da yüzey sertliği ile aşınma direncinin artması arasında kesin bir ilişki kurulmasının yanlış olabileceği şeklinde yorumlanabilmektedir.

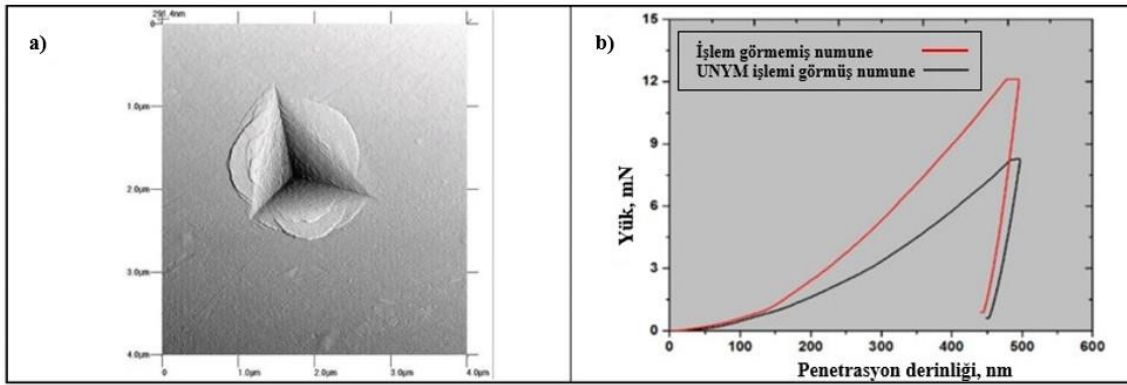
4.7. Bilyalı Dövülmüş Titanyum Alaşımlarının Değişen Mekanik Özelliklerinin İndentasyon Yöntemiyle İncelenmesi

Malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemede kullanılabilecek en önemli yöntemlerden biri de sertlik ölçümüdür. Sertlik ölçümlerinde (Rockwell, Brinell, Vickers vb.) farklı indenter (batıcı) uçlar ile malzemenin mekanik özellikleri tespit edilmektedir. Bununla birlikte malzemenin elastisite modülü gibi ilave mekanik özellikleri ölçülmek istenmesi durumunda bölgesel indentasyon testleri yapılmamaktadır.

İndentasyon testleri, bölgesel mekanik özelliklerinin tespit edilmesinde kullanılmaktadır. Malzeme üzerinde geometrisi bilinen bir indenter ile belirli yük ve sürede iz oluşturarak (Şekil 4.6.-a), malzemenin plastik deformasyona karşı gösterdiği direnci karakterize etme prensibine dayalı bir yöntemdir. İndentasyon yöntemi ölçülmek istenen malzemenin veya ölçülmek istenen ölçümün çok küçük olduğu durumlarda sıklıkla tercih edilmektedir. İndentasyon yöntemi sıklıkla elastisite modülü ve sertlik tespitinde kullanılmaktadır.

İndentasyon testleri, malzemelerin yerel mekanik özelliklerini belirlemeye yardımcı olmaktadır (Staszczuk ve diğ., 2020). İndentasyon sertliği analizi, belirli bir yük altında

bir iş parçasının yüzeyinde bilinen geometriye sahip bir iz oluşturup bu izin geometrisini malzemelerin plastik deformasyona karşı direncini karakterize etmek için kullanılan iyi kurulmuş bir tekniktir (Brayshaw ve diğ., 2016). Bunun yanında indenterin malzeme içerisinde ilerlemesinin belirlenmesiyle de malzemenin mekanik özellikleri incelenebilmektedir (Şekil 4.6-b). İndentasyon testleri, mekanik özellikleri, özellikle küçük hacmi ölçmek için kullanılır. En yaygın olarak, girinti yoluyla ölçülen özellikler elastik modül ve sertliktir. Bu çalışmada, indentasyon yöntemiyle bilyalı dövme uygulanan biyomedikal alaşımların sertlik, yorulma ömrü, mekanik ve biyolojik özelliklerinin araştırılmasına yönelik literatürdeki son çalışmaların gözden geçirilmesi amaçlanmıştır.



Şekil 4.6. a) İndentasyon ölçümlerinde malzeme yüzeyinde oluşturulmuş iz (Sagadevan ve Murugasen, 2014), b) İndentasyon ölçümlerinde yük-penetrasyon derinliği grafiği (Amanov ve Pyun, 2015)

Thomas ve arkadaşları (Thomas ve Jackson, 2012) iki titanyum alaşımı (Cp-Ti ve Ti-834) için bilyalı dövme sırasında malzeme sıcaklığının malzemede oluşan plastik deformasyon üzerindeki rolünü araştırmışlardır. Bilyalı dövülmüş Cp-Ti'nin mikroyapısal değişimi ve yüzey altı mekanik özellikleri üzerinde iş parçası sıcaklığının etkisini gösterilmek istenmiştir. Çalışmada, yüzey altı mekanik özelliklerini araştırmak için, mikrosertlik ölçümleri bir Vickers indenter kullanılarak 0,05–0,2 kg yük aralığında ve 15 s bekleme süresi kullanılarak ölçümler yapılmıştır.

Cp-Ti numunesi, bilyalı dövme sırasında iş parçasının sıcaklığının yükseltilmesinin, yüzey altı bölgelere uygulanan plastik gerilmeyi arttırdığı ve bu durumun ikizlenme ve yüzey altı sertleşmesinde bir artış olarak ortaya çıktığı ileri sürülmektedir. Bu da bilyalı dövme işleminin malzemenin sertliğini arttırdığı yönünde yorumlanmıştır.

Ma ve arkadaşları (Ma ve diğ.Chen ve diğ.Lu ve diğ., 2021) sürekli çok çevrimli (CMC) kullanarak bir dizi nanoindentasyon testi gerçekleştirerek rotasyonel olarak hızlandırılmış bilyalı dövme (RASP) ile işlenmiş yarı kararlı gradyan nanoyapılı β titanyum alaşımının nanoindentasyon davranışını karakterize etmek için kullanmıştır.

RASP ile işlenmiş Ti-10V-2Fe3Al alaşımındaki gradyan nanoyapılı yapının yerel mekanik özelliklerinin homojenliğini elde etmek için, 1 nN ve maksimum 10 mN yük aralığında çalışan bir nano-indenter (Hysitron TI980) kullanılarak oda sıcaklığında bir dizi nanoindentasyon testi gerçekleştirilmiştir. Nanoindentasyon testleri için RASP ile işlenmiş numunelerin enine kesiti, önce kolloidal silika bulamacı ile dikkatli bir şekilde mekanik parlatmadan sonra deformasyonsuz bir yüzey elde etmek için elektrokimyasal olarak da parlatılmıştır. Berkovich elmas indenter CMC modunda çalıştırılarak 0,05 mN ile 9 mN arasında değişen 20 farklı pik yük ile gerçekleştirilmiştir. Her çevrimde yükleme süresi ve boşaltma süresi 1 s, tutma süresi 0 s olmak üzere 20 çevrimli CMC test için geçen süre 40 s'dir.

Nanoindentasyon testlerinden sonra, Berkovich elmas indenterin neden olduğu izler, taramalı prob mikroskopisi (SPM, Hysitron TI980) kullanılarak karakterize edilmiştir. Çıkan sonuçlar analiz edildiğinde indentasyon sırasında oluşan izlerin derinliğinin küçülen tane boyutunun bir sonucu olarak azaldığı görülmüştür. Bu sonuç, RASP sonucu malzemenin küçülen tane boyutunun malzemenin sertliğini oldukça arttırdığı şeklinde yorumlanmıştır.

Ünal ve arkadaşları (Unal ve diğ., 2014) ve arkadaşları Cp- Ti (grade 2) üzerinde farklı Almen yoğunluklarında (A28-30, A30-32, A32-34, A34-36, C4-6, C6-8, C8-10) şiddetli bilyalı dövme işlemi uygulamış ve numune yüzeyleri Almen yoğunluğuna (plastik deformasyon hızı) göre incelenmiştir. Ayrıca nanoindentasyon testleri yapılarak sertlik ve elastite modülü gibi mekanik özellikler araştırılmıştır. İndentasyon testi sırasında yükleme ve iz derinliğinin değişimi kaydedilmiştir.

Sertlik ölçümleri nanoindentasyon yöntemleri kullanılarak yapılmıştır. Sertlik değerleri yüzeyden aşağı doğru ilerledikçe azalmıştır. Bilyalı dövmenin etkilerinin azaldığı bölgelerde sertlik değerleri düştüğü görülmüştür. Bilyalı dövmenin neden olduğu plastik deformasyon, yüzey altı bölgede tane boyutunu küçültmekte ve dislokasyon

yoğunluğunun arttırmaktadır. Bilyalı dövmenin gösterdiği bu etkiler malzemenin sertlik değerlerini arttırdığını göstermektedir.

Ayrıca, farklı Almen şiddetlerinin yüzey sertliği üzerindeki etkisini de incelenmiştir. C8-10 Almen yoğunluğunda malzemenin sertlik değeri maksimum değerine (9,5 GPa) ulaşmıştır. A34-36 Almen yoğunluk değeri ile tane boyutu 25-30 nm'ye düşmüş ancak sertlik değerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir.

Zhang ve arkadaşları (Zhang ve diğ., 2019) yüksek enerjili bilyalı dövmenin (HESP) TA2 alaşımının yüzeyine uygulanan TiN kaplamasının aşınma direnci üzerindeki etkisini araştırmıştır. Bu çalışmada, TiN filmlerin nanosertlik değerleri (H) ve elastisite modülü (E), elmas Berkovich indenterine sahip bir nanoindentasyon test cihazı ile ölçülmüştür. TiN ince filmlerin yük – indenterin yer değiştirme ilişkisi, bir nanoindentasyon test cihazı ile ölçülmüştür. Kaplama ile ilgili fikir sahibi olmak ve malzeme ile etkileşime girmemek amacıyla için iz derinliği film kalınlığının 1/3'ünü geçmemesine dikkat edilmiştir. Bu nedenle, maksimum nanoindentasyon derinliği 0,5 µm olarak belirlenmiştir.

HESP süresinin artmasıyla birlikte TA2 yüzeyindeki TiN filmlerin nanosertlik değerleri arttığı gözlemlenmiştir. 30 dakika HESP uygulanan numunenin nanosertliği 29,7 GPa iken, orijinal TA2 yüzeyinde bu değer 14 GPa'dır. Buna karşılık, elastisite modülünde önemli bir fark gözlenmemiştir.

5. MALZEME VE YÖNTEM

5.1. Alaşımların Kimyasal Kompozisyonu

Tez çalışmasında çeşitli kimyasal kompozisyonlara uygun olarak belirlenen dört adet numune (Tablo 5.1) toz metalürji yöntemiyle üretilmiştir. Numunelerin üretiminde kullanılan saf titanyum (Ti) tozları, ön alaşımlı Ti6Al4V tozları ve Zirkonyum (Zr) tozları ticari olarak satın alınmıştır (Nanografi Nano Technology – Türkiye). Üretilen yeni nesil numunelerin karşılaştırılması amacıyla referans numune hazırlama yöntemi seçilmiştir. Referans numunelerin üretimi için Ti6Al4V ve saf titanyum tozları kullanılmıştır. Literatürde daha az karşılaşılan veya daha önce kullanılmamış numunelerin üretiminde ise saf titanyum tozunun içerisine ağırlıkça farklı oranlarda elementel tozlar (Mo, Nb, Zr ve Fe) karıştırılarak numunelerin üretimleri yapılmıştır. Elde edilen ve çalışmada kullanılan tüm numunelerin kimyasal kompozisyonları ve ağırlıkça oranları Tablo 5.1’de verilmiştir.

Tablo 5.1. Çalışmadaki toz metalürjik titanyum alaşımlarının kompozisyonları (kütlece %)

Titanyum Alaşımı	Mo	Nb	Al	Fe	Sn	Zr	V	Ti
Ti6Al4V (Referans Numune)	-	-	6	-	-	-	4	Kalan
Cp-Ti (Ticari saflıkta Ti)	-	-	-	-	-	-	-	Kalan
Ti13Nb13Zr	-	13	-	-	-	13	-	Kalan
Ti10Mo5Fe	10	-	-	5	-	-	-	Kalan

5.2. Tozların Karıştırılması

Tablo 5.1’de verilen ağırlıkça oranlarda hazırlanan tozlar 40 cc boyutunda cam kavanoz (Şekil 5.1-a) içerisine 8 mm çapında çelik bilyalar ile birlikte konulmuştur. Çelik bilyalar tozların homojen olarak karıştırılması amacıyla kullanılmıştır. Çelik bilyaların cam kavanozun toplam hacminin yaklaşık %50’si oranında (4-5 adet) olmasına özen gösterilmiştir. Bilyalı değirmen cihazı (Şekil 5.1-b) içinde bir saat boyunca karıştırılmıştır. Ardından kavanoz ve bilya yüzeyine yapışan tozlar bu yüzeylerden kazınarak tekrar tartılmış ve toz kaybının önüne geçilmiştir.



Şekil 5.1. a) 40 cc cam kavanoz, b) bilyalı değirmen cihazı

5.3. Tozların Sıcak Pres ile Sinterlenmesi

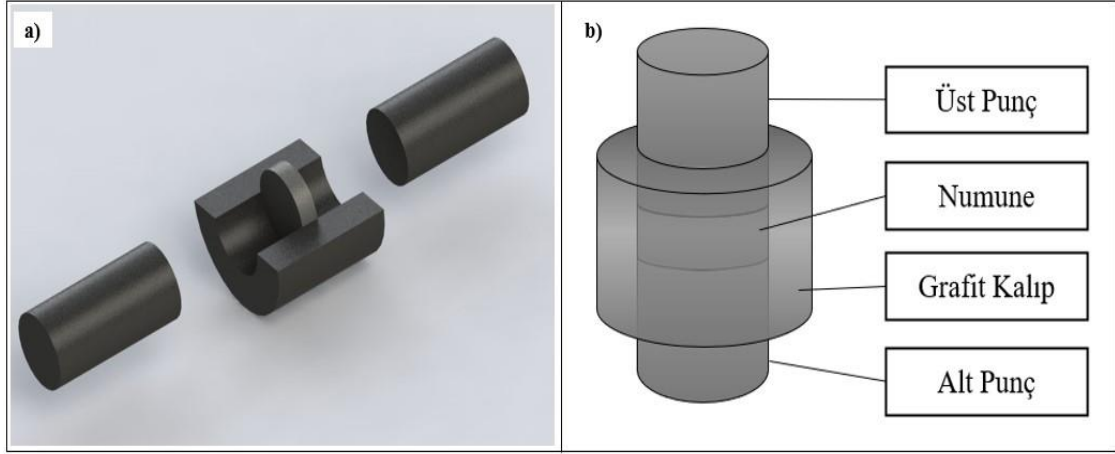
Çalışmada kullanılacak numunelerin üretimi için seçilen toz karışımlarının kompozisyonları, içerdikleri toz miktarları ve toplam toz ağırlıkları Tablo 5.2’de verilmiştir.

Tablo 5.2. Yapılacak karışımlardaki toz miktarları ve toplam toz ağırlıkları

Titanyum Alaşımları	Toz Miktarları	Toplam Numune Ağırlıkları
Ti6Al4V	Ön alaşımlı olarak satın alınmıştır.	Toplam Numune Ağırlığı=5,56 gr
Ti13Nb13Zr	Ti=6,142gr Nb=1,08gr Zr=1,08 gr	Toplam Numune Ağırlığı= 8,32 gr
Ti10Mo5Fe	Ti=7gr Mo=0,823gr Fe = 0,412 gr	Toplam Numune Ağırlığı= 8,23 gr
Cp-Ti (Saf Ti)	Ti= 7,065 gr	Toplam Numune Ağırlığı= 7,065 gr

Homojen olarak karıştırılan tozlar, kesit görüntüsü (Şekil 5.2-a) ve şematik görüntüsü (Şekil 5.2-b) verilen 20 mm çapındaki grafit kalıplara yerleştirilmiştir. Tozların miktarı numune üretimi tamamlandıktan sonra numunelerin yükseklikleri 4 mm olacak şekilde, hacim hesabı yapılarak ($m = v \cdot d$) belirlenmiştir. Üretim esnasında tozların kalıba

yapışmaması amacıyla kalıbın içi grafit kâğıt ile kaplanmıştır. Homojen bir sıcaklık dağılımı için kalıp punçlarının yükseklikleri eşit şekilde ayarlanmıştır.



Şekil 5.2. a) Kalıbın kesit görüntüsü, b) kalıbın şematik görüntüsü

Hazırlanan kalıplar sinterleme işlemi için DİEX marka (Şekil 5.3) sıcak pres cihazına yerleştirilmiştir. Tozların oksitlenmesinin önüne geçilmek için sinterleme işlemi vakum ortamında (10^{-4} mbar) gerçekleştirilmiştir.

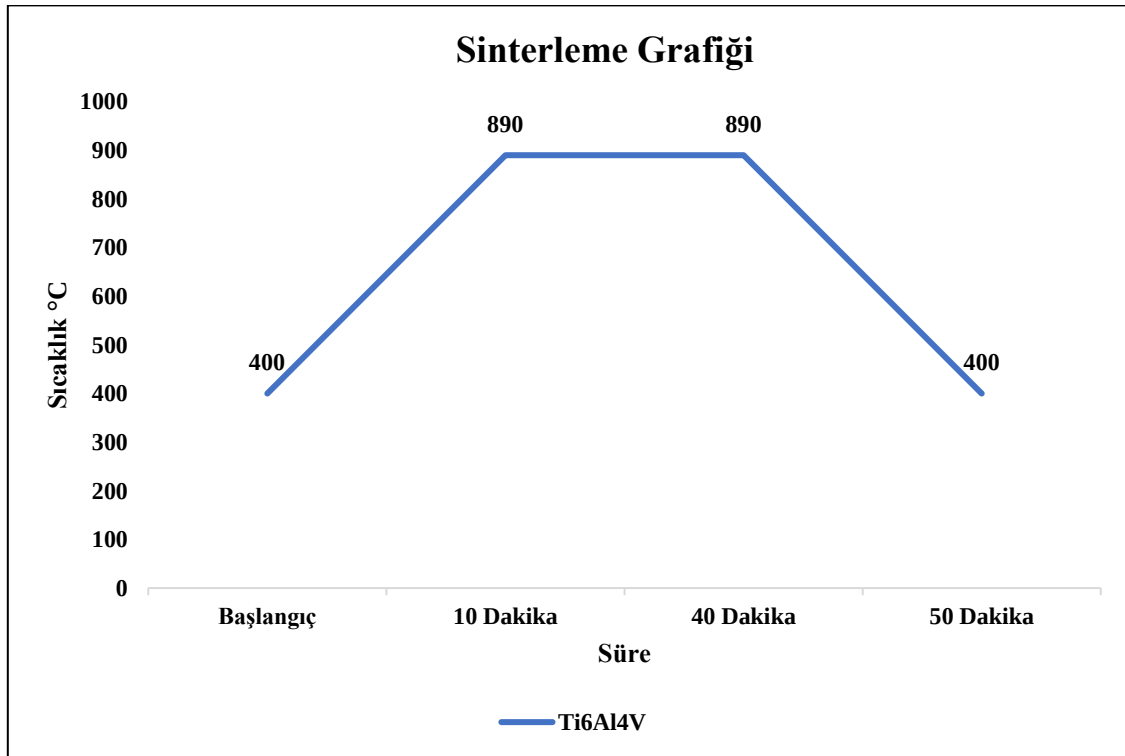


Şekil 5.3. Sinterleme işlemlerinde kullanılan sıcak pres cihazı

Her numune için farklı sinterleme parametreleri uygulanmıştır. Bu parametreler numune kompozisyonu içinde bulunan tozların karakteristiğine göre belirlenmiştir.

5.4. Tozlarının Sinterlenme Parametreleri

Sinterleme işlemi basınçlı veya basınçsız ortamda yapılabilir. Basınçlı ortamda yapılan sinterleme işlemleri aynı şartlar altında daha yoğun numunelerin üretilmesine olanak sağlamaktadır. Bu çalışma kapsamında daha yoğun numuneler elde etmek amacıyla basınçlı sinterleme cihazı kullanılmıştır. Basınçla sinterleme işleminde 14 kN baskı kuvveti uygulanmıştır. Cihaz teknik olarak 400°C ve 950°C sıcaklık aralığında çalışabilmektedir. Ergime noktası bu sıcaklıktan düşük olan tozları barındıran numunelerde, bu tozların difüzyonuna izin vermek amacıyla ergime noktalarından yaklaşık 30-40°C daha düşük sıcaklıklarda 10 dakika süreyle bekletilmiştir. Sinterleme sonrası 10 dakika süreyle sıcak pres cihazı içerisinde soğuma işlemi gerçekleştirilmiştir. Üretilen numunelerin her birinde farklı sinterleme sıcaklıklarına ve farklı sinterleme sürelerinin kullanılması gerekmektedir. Şekil 5.4'te Ti6Al4V için örnek bir sıcaklık zaman grafiği verilmiştir. İşlem sonucunda kesin ölçülere yakın numune elde edilmiştir (Şekil 5.5.).



Şekil 5.4.Ti6Al4V sinterleme grafiği



Şekil 5.5. Ti6Al4V toz metalürjik numune

5.5. Sinterleme Sonrası Metalografik İşlemlerin Uygulanması

Numunelerin zımparalanması ve parlatılması METKON Gripo 2V (Almanya) otomatik parlatma cihazı (Şekil 5.6) ile yapılmıştır. Bu amaçla öncelikle 320 grit ve 1000 gritlik zımparalar kullanılmıştır. Parlatma işlemi ise 9 μm , 3 μm ve 1 μm 'lik elmas solüsyon kullanılarak yapılmıştır. Numunelerin zımparalama ve parlatma aşamalarında kullanılan parametreler Tablo 5.3.'de verilmiştir.

Tablo 5.3. Otomatik zımparalama ve parlatma parametreleri

Aşama		Uygulanan Kuvvet	Dönme Hızı	Numune ve Tablanın Rölatif Hareketi	Süre
Zımparalama	320 Grid	40 N	300 dev/dk	Aynı Yönlü (rev)	Derin izler kaybolana kadar
	1000 Grid	40 N	300 dev/dk	Aynı Yönlü (rev)	Derin izler kaybolana kadar
Parlatma	9 μm	30 N	150 dev/dk	Zıt Yönlü (FWD)	8 Dakika
	3 μm	20 N	150 dev/dk	Zıt Yönlü (FWD)	3 Dakika
	1 μm	15 N	150 dev/dk	Zıt Yönlü (FWD)	4 Dakika

Numuneler zımparalama ve parlatma işleminden sonra mikroyapı görüntülerinin elde edilmesi için dağlanmıştır. Dağlama işleminde Weeks dağlayıcısı (6 mL Amonyum Bi Floride (NH_4HF_2), 4 mL Hidroklorik Asit (HCL), 90 mL saf su) kullanılmıştır.



Şekil 5.6. Otomatik parlatma cihazı

5.6.Yoğunluk Ölçümü

Numunelerin yoğunlukları Arşimet prensibine göre yapılmıştır. Numunenin önce hava ortamında daha sonra yoğunluğu bilinen bir sıvıda (bu çalışmada musluk suyu) ayrı ayrı tartılması ve Denklem 5.1’ de verilen denklemin uygulanması ile Arşimet yoğunluğu bulunabilmektedir. Bu işlem AND GR-200 (Almanya) (Şekil 5.7) marka hassas terazi ile gerçekleştirilmiştir.

$$\rho = \frac{m_{\text{havada}}}{m_{\text{havada}} - m_{\text{suda}}} \times (\rho_{\text{sıvı}} - \rho_{\text{hava}}) + \rho_{\text{hava}} \quad (5.1)$$



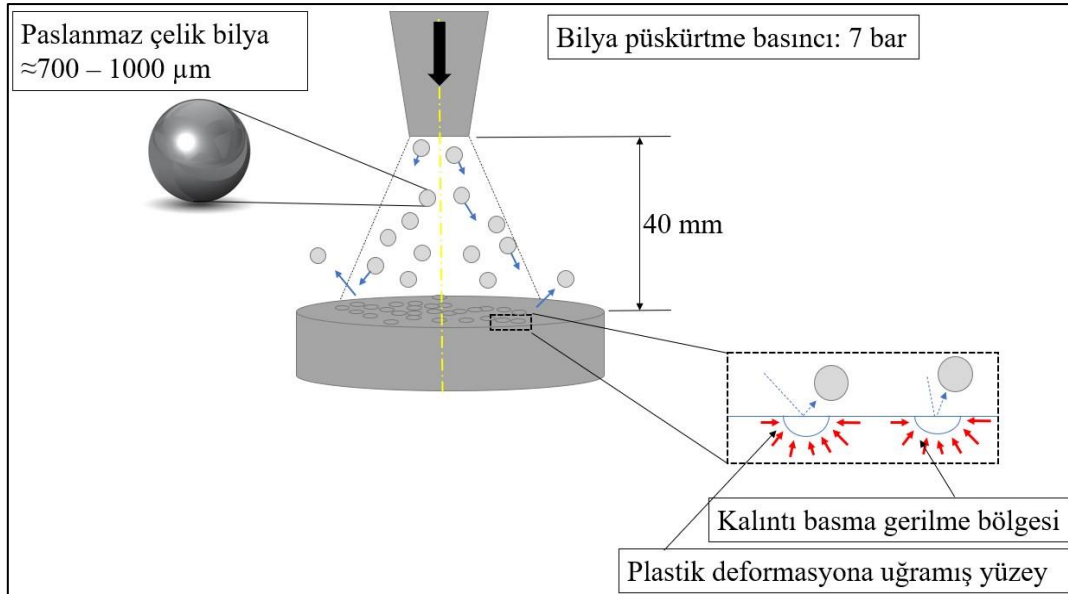
Şekil 5.7. Hassas terazi

5.7. Bilyalı Dövme

Bilyalı dövme işlemleri özel olarak tasarlanan otomatik kontrollü bilyalı dövme test düzeneğinde gerçekleştirilmiştir (Bu cihaz Kocaeli Üniversitesi, BAP tarafından desteklenen 2017/049 kodlu proje kapsamında geliştirilmiştir). Otomatik kontrollü bilyalı dövme test cihazı ile kritik dövme parametreleri (bilya püskürtme basıncı, çarpma açısı, nozul mesafesi, dövme süresi) yüksek hassasiyet ile kontrol edilerek dövme işlemleri gerçekleştirilebilmektedir. Çalışma kapsamında numunelere Tablo 5.4'te verilen parametreler kullanılarak dövme işlemi uygulanacaktır. Bilyalı dövme testleri için 0,7-1 mm çapında paslanmaz çelik bilya temin edilmiştir. (Şekil 5.8).

Tablo 5.4. Bilyalı dövme parametreleri

Bilya türü	Paslanmaz çelik bilya (S60)
Bilya çapı (mm) (Elek aralığı)	700 – 1000 μm
Bilya sertliği (HV1)	450
Püskürtme basıncı (bar)	7
Çarpma açısı ($^{\circ}$)	90
Süre (dk)	10



Şekil 5.8. Bilyalı dövme işleminin şematik gösterimi

5.8. Numunelerin Yüzey Özelliklerinin Karakterizasyonu

Bilyalı dövülmüş numunelerin yüzey karakterizasyonları Kocaeli Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği bünyesinde bulunan JEOL JSM-6060 (Japonya) taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope (SEM)) kullanılarak yapılmıştır (Şekil 5.9). Numuneler, SEM görüntülerinin en doğru sonucu vermesi amacıyla ultrasonik banyoda yıkanarak bilyalı dövme sonrası yüzeylerine saplanan bilyalar ve diğer kalıntılar uzaklaştırılmıştır.



Şekil 5.9. Taramalı elektron mikroskobu

5.9. Numunelerin Mikroyapısal Karakterizasyonu

Numunelerin bilyalı dövme öncesi ve sonrası kesit alanı mikroyapısal karakterizasyonları Kocaeli Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği'nde yer alan Olympus (Japonya) marka optik mikroskop kullanılarak yapılmıştır (Şekil 5.10). Görüntüler sırasıyla 5, 10, 20 ve 50 kat büyütme kullanılarak alınmıştır.

5.10. Numunelerin Mekanik Karakterizasyonu

Numunelerin bilyalı dövme sonrası değişen mekanik özelliklerinin incelenmesi amacıyla özgün bir yöntem olan mekanik özellik haritalama metodu seçilmiştir. Numunelerin yüzey ve yüzey altı bölgedeki sertlik değişimlerini 2-boyutlu haritalara dönüştürülmesi amacıyla kesit alanında Kocaeli Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği

bünyesinde bulunan Zwick (Almanya) marka sertlik cihazı ile tekrarlı sertlik ölçümleri yapılmıştır (Şekil 5.11).

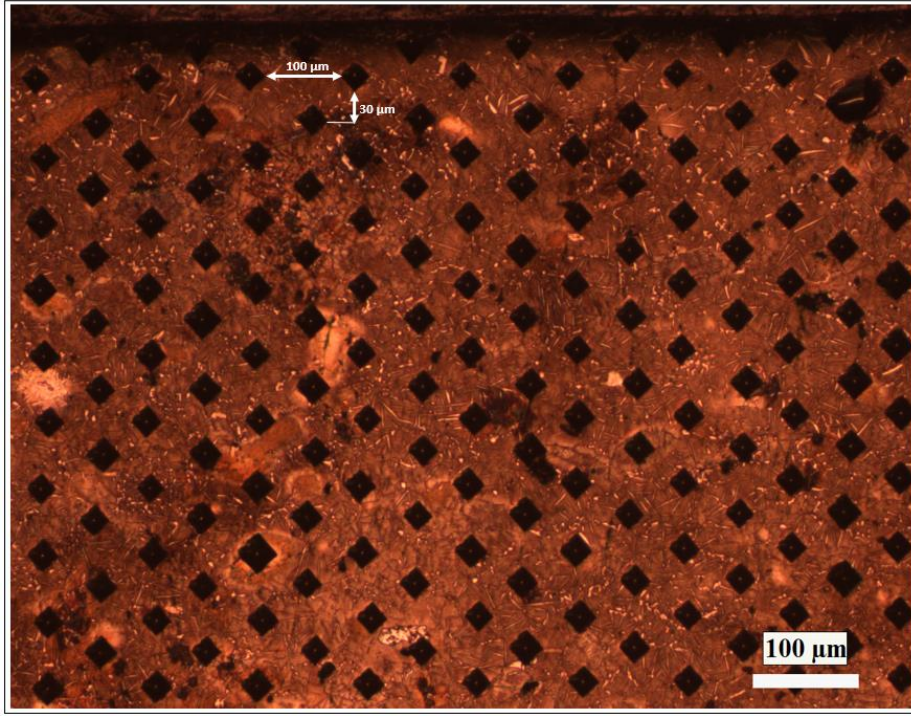


Şekil 5.10. Optik mikroskop cihazı

Sertlik testleri ASTM E348-17 standartları altında, yüzeyden 30 μm mesafeden başlayarak, 0,2 kg yük altında, 10 s uygulama süresinde, 100 μm mesafe bırakılarak gerçekleştirilmiştir. Sertlik testi esnasında 900 μm x 540 μm dikdörtgen bir alan taraması yapılmıştır (Şekil 5.12). Elde edilen sertlik değerlerinden Matlab® programı kullanılarak sertlik haritaları elde edilmiştir.



Şekil 5.11. Zwick marka mikrosertlik cihazı



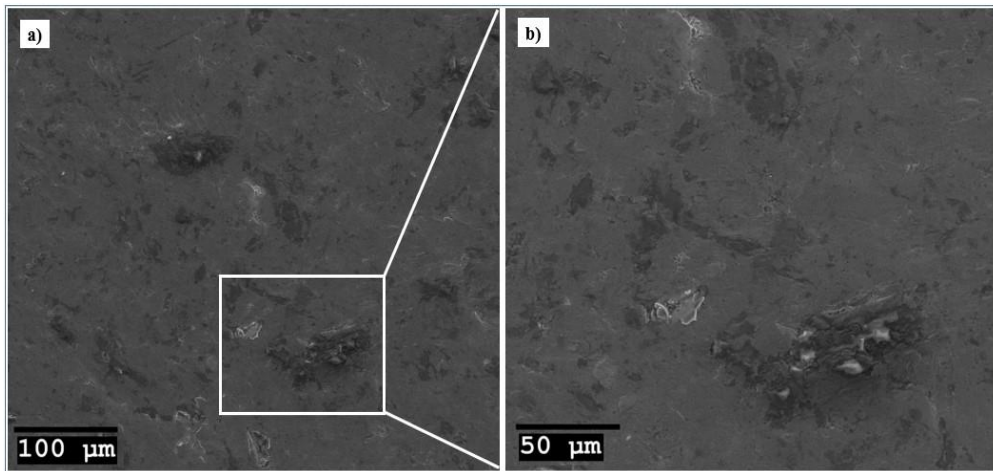
Şekil 5.12. Cp-Ti kesit sertlik taraması

6. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

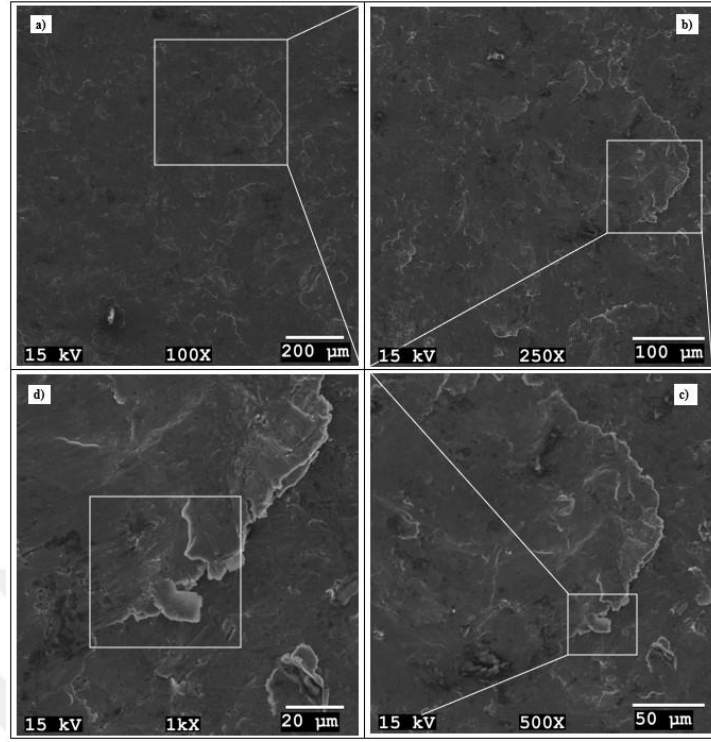
6.1. Yüzey Morfolojisinin Bilyalı Dövme ile Değişimi

Biyomedikal malzemelerin kullanım ömürlerini ve performansını etkileyen en önemli faktörlerden biri yüzey özellikleridir (Merola ve Affatato, 2019). İmplant malzemesinin kemik ile birleşmesi (osseointegrasyon), aşınma dayanımının yüksek olması ve hücre tutunması ve gelişmesi için implant malzemesinin yüzey özelliklerinin uygun şekilde belirlenmesi oldukça önemlidir (Gao ve diğ., 2010; McGee ve diğ., 2000). Çalışmanın bu bölümünde bilyalı dövmenin uygulandığı malzemenin yüzey özellikleri üzerindeki etkisi ve değişen özelliklerin malzeme performansı üzerindeki etkisi üzerinde durulmuştur.

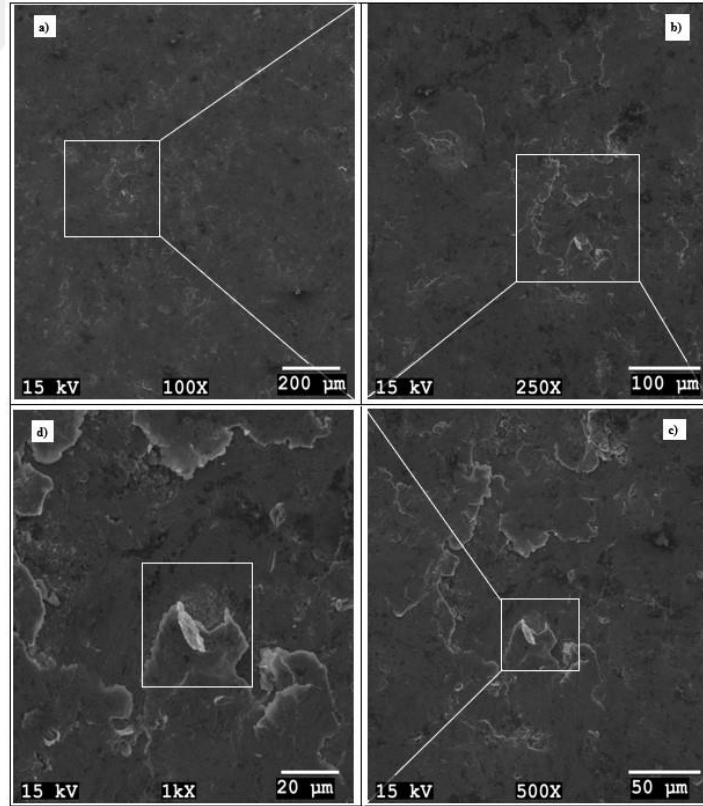
Çalışmada kullanılan referans numunelerin (Cp-Ti ve Ti6Al4V) ve yenilikçi alaşım malzemelerin (Ti13Nb13Zr ve Ti10Mo5Fe) malzemelerin bilyalı dövme sonrası farklı büyütme (100x, 250x, 500x ve 1kx) alınmış SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 6.1, 6.2, 6.3 ve 6.4’de verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde yüzeye yüksek kinetik enerji ile tekrarlı olarak gönderilen bilyalar uygulandığı malzemenin yüzeyinde ciddi plastik deformasyonlara ve şekil değişimine sebep olduğu görülmektedir. Bilyalı dövmenin sebep olduğu bu plastik deformasyonlar sonucunda yüzeyde tepe ve çukurlar oluşmuştur. Ayrıca yüzeyde krater benzeri yapıların oluştuğu da gözlemlenmektedir. Ancak titanyum alaşımları kafes yapıları (sıkı düzen hekzagonal) sebebiyle sahip oldukları düşük şekil değiştirme kabiliyetleri bu şekil değiştirme mekanizmalarının bazılarının oluşumlarını tamamlayamamalarına sebep olmuştur.



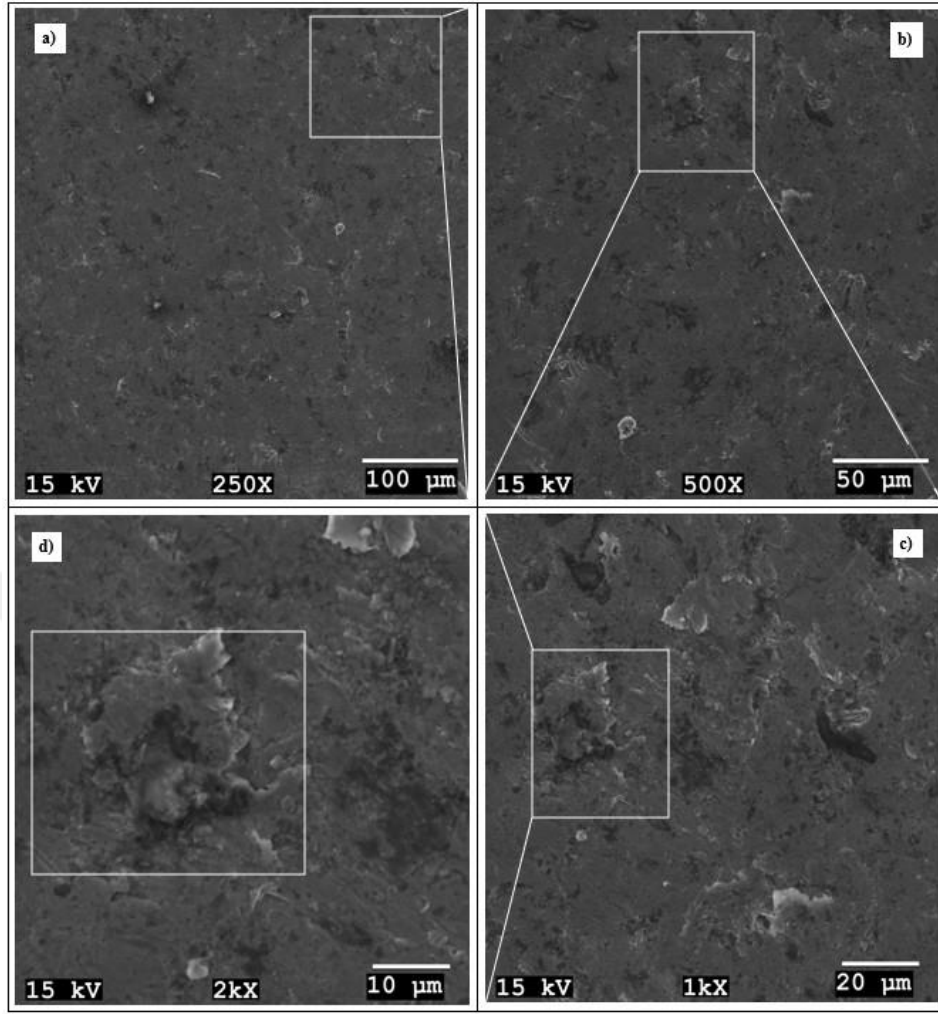
Şekil 6.1. CP-Ti referans numunenin bilyalı dövme sonrası yüzeyinin SEM görüntüleri
a) 250x büyütme ve b) 500x büyütme plastik deformasyon mekanizmaları



Şekil 6.2. Ti6Al4V numunenin bilyalı dövme sonrası yüzey SEM görüntüleri a)100x, b) 250x, c) 500x ve d) 1kx büyütmede plastik deformasyon mekanizmaları



Şekil 6.3. Ti13Nb13Zr numunesinin bilyalı dövme sonrası yüzey SEM görüntüleri a)100x, b) 250x, c) 500x ve d) 1kx büyütmede plastik deformasyon mekanizmaları



Şekil 6.4. Ti10Mo5Fe numunesinin bilyalı dövme sonrası yüzey SEM görüntüleri a)100x, b) 250x, c) 500x ve d) 1kx büyütmede plastik deformasyon mekanizmaları

Şekillerde detaylı olarak incelenen ve işaretlenen alanlara bakıldığında bu oluşumların tamamlanamadığı, bunun sonucunda da katlanma ve mikro boyutta çatlakların oluştuğu görülmektedir. Bilyalı dövmenin uygulandığı yüzeylerin morfolojilerinde sebep olduğu değişimler üzerine yapılan çalışmalar incelendiğinde de benzer sonuçlarla karşılaşmıştır. Xu ve arkadaşları (Xu ve diğ., 2017) yüksek enerjili bilyalı dövmenin Mg/Ti kaynak noktasının mikroyapısının ve mekanik özelliklerinin etkisini incelemek için yaptığı çalışmada bilyalı dövülen yüzeylerde morfoloji incelemeleri gerçekleştirmişlerdir. İnceleme sonucunda yüzeye tekrarlı şekilde çarpan bilyaların yüzeyde plastik deformasyona sebep olduğu belirtilmiştir. Almen yoğunluğunun artması ile birlikte daha yüksek enerji ile yüzeye çarpan bilyaların yüzey daha fazla plastik deformasyona sebep olduğunu gözlemlemişlerdir. Tsuji ve arkadaşları (Tsuji ve diğ., 2009) plazma karbürleme ve bilyalı dövme işlemlerinin Ti6Al4V alaşımının yorulma ve

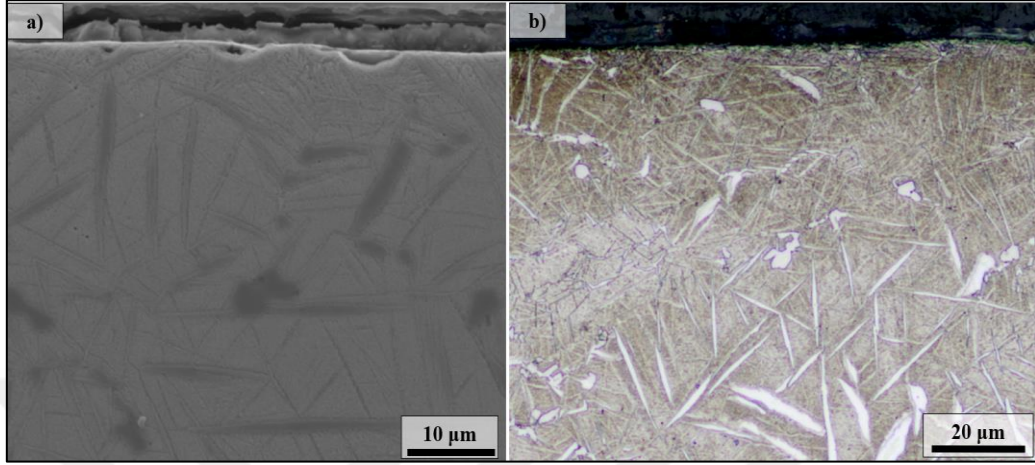
aşınma davranışları üzerindeki etkisini inceledikleri çalışmada bilyalı dövme işlemi uygulanmış numunelerin yüzey morfolojilerinin incelenmesinde SEM görüntülerini kullanmışlardır. Çıkan sonuçlarda bilyalı dövme sonucu yüzeyde çok sayıda tepe ve çukur yapılarının oluştuğunu ancak ince taneli bilya kullanımı sebebiyle bu yapıların derinliğinin az olduğunu gözlemlemişlerdir. Zhang ve arkadaşları (Q. Zhang ve diğ., 2021) aynı titanyum alaşımı üzerinde bilyalı dövmenin etkisini incelemişler ve SEM görüntüleri üzerinden morfoloji değişimini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda bilyalı dövmenin malzemenin yüzey pürüzlülüğünü arttırdığını ve pürüzlülük artışında bilyalı dövmenin yüzeyde sebep olduğu tepe ve çukur oluşumlarının neden olduğunu belirtmişlerdir. Avcu ve arkadaşları (Avcu, 2017) yaptıkları çalışmada bilyalı dövmenin AA7075 alaşımının yüzey özellikleri üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Morfoloji incelemeleri sonucunda bilyalı dövülmüş yüzeylerde bilyaların çarpması sonucu çukur yapılarının oluştuğunu gözlemlemişlerdir. Bununla beraber bilyalı dövme etkisinin malzeme yüzeyinde mikro boyutta çatlaklara sebep olabildiğini ortaya koymuşlardır. Bilyalı dövmenin sebep olduğu plastik deformasyonun ve mikro boyuttaki çatlakların oluşumunda bilyalı dövmenin şiddetinin ve kullanılan bilyaların boyutlarının etkili olduğunu belirtmişlerdir.

6.2. Mikroyapıların Bilyalı Dövme Etkisiyle Değişimi

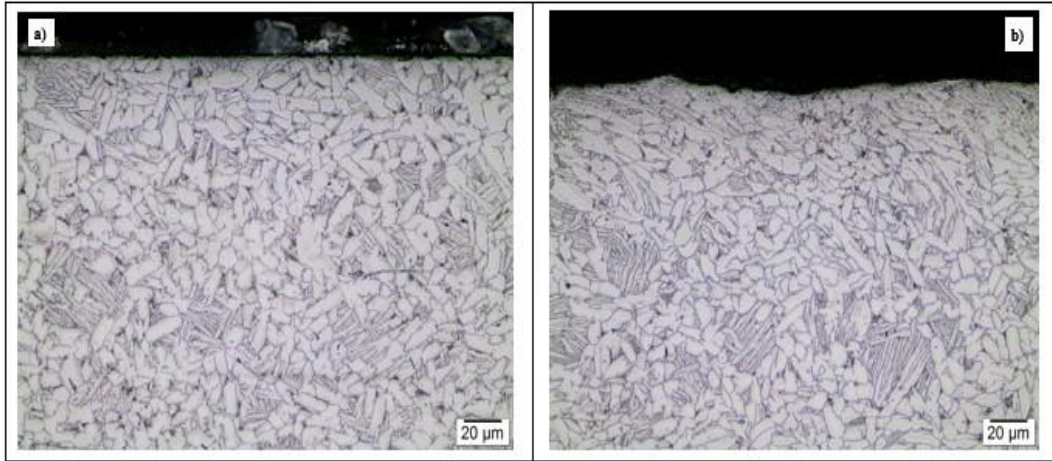
Bilyalı dövme, malzemelerin yüzey altı özelliklerini de etkilemektedir. Bilyalı dövülmüş Cp-Ti, Ti6Al4V, Ti13Nb13Zr ve Ti10Mo5Fe titanyum alaşımı numunelerin kesitinin optik mikroskop kullanılarak elde edilmiş görüntüleri sırasıyla Şekil 6.5, Şekil 6.6, Şekil 6.7 ve Şekil 6.8’de verilmiştir. Şekiller incelendiğinde malzeme yüzeyinde bilyaların yüksek enerjili ve tekrarlı şekilde çarpması sonucu gerçekleşen plastik deformasyonun yüzey altı bölgede tane incelmeye ve tane yönelmesi mekanizmalarına neden olduğu görülmektedir. Bazı bölgelerde ise bu durum tane sınırlarının kaybolması şeklinde etkisini göstermiştir. Bunun yanı sıra yüzeye yakın plastik deformasyonun etkisinin yoğun olduğu bölgelerde (yaklaşık 250-300 µm) mikro boyutta çatlakların oluştuğu gözlemlenmektedir.

Literatürde bilyalı dövmenin uygulandığı malzemelerin mikroyapılarındaki değişimlerin incelendiği birçok çalışma mevcuttur. Ma ve arkadaşları (Ma ve diğ., 2021) bilyalı dövmenin beta titanyum alaşımların mikroyapıları üzerindeki etkisini incelemişlerdir.

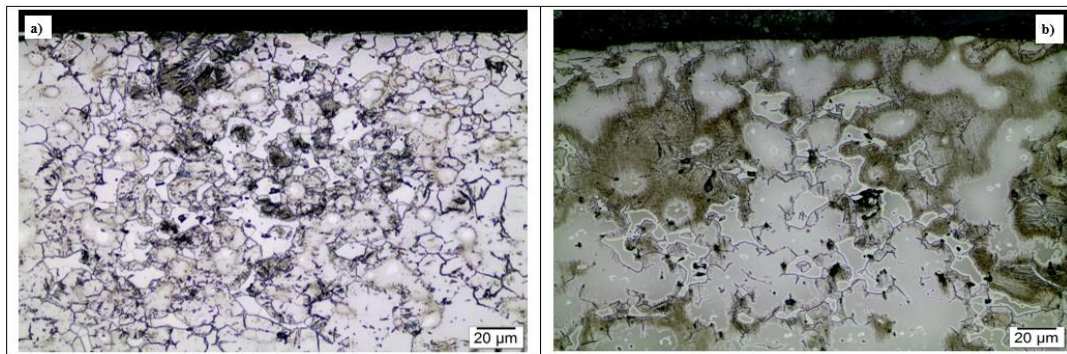
Çalışmada yapılan kesit incelemesi sonucunda bilyalı dövmenin etkisinin yüksek olduğu yüzeye yakın bölgelerde tane sınırlarının çok incelmesi ve neredeyse ortadan kaybolduğunu belirtmişlerdir.



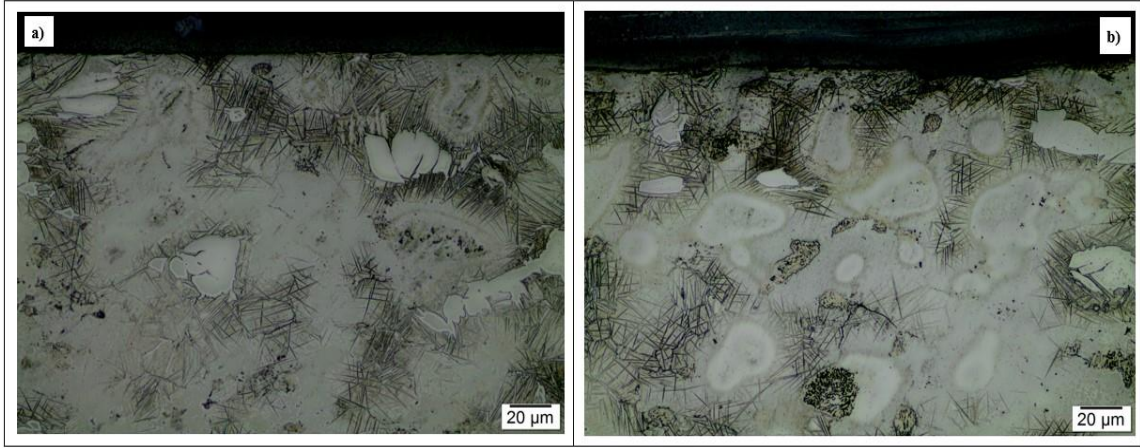
Şekil 6.5. Bilyalı dövülmüş Cp-Ti numunenin kesitinin a) SEM görüntüsü b) optik mikroskop görüntüsü



Şekil 6.6. Ti6Al4V numunesinin bilyalı dövme önce ve sonrasındaki mikroyapısı



Şekil 6.7. Ti13Nb13Zr numunesinin bilyalı dövme önce ve sonrasındaki mikroyapısı



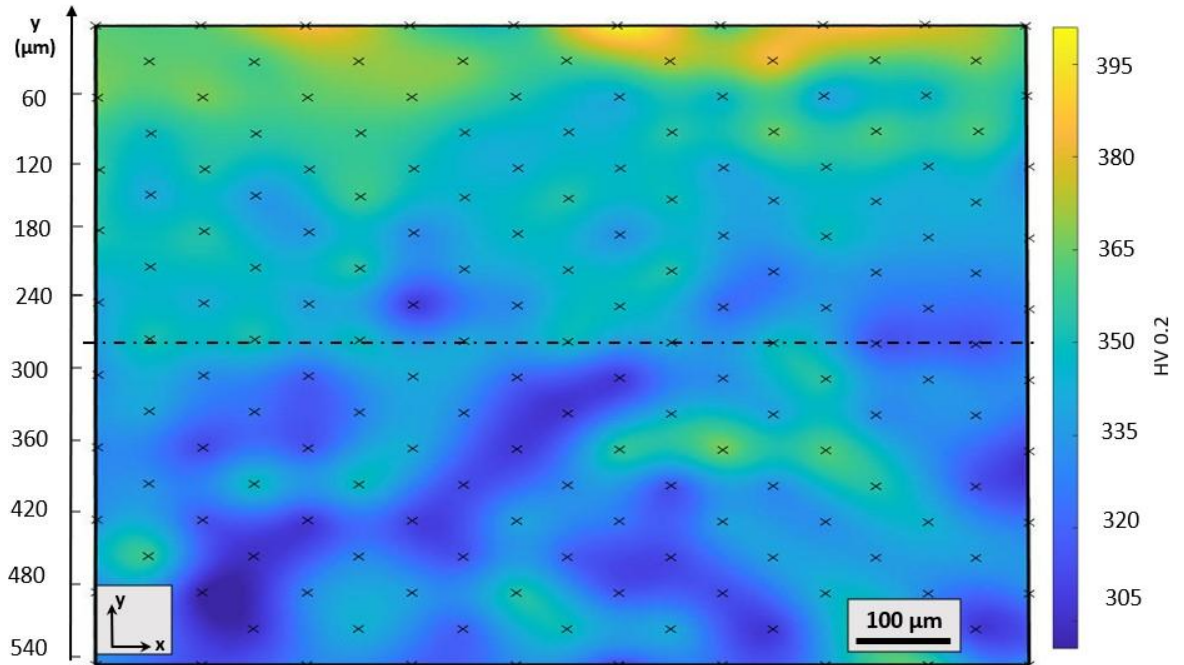
Şekil 6.8. Ti10Mo5Fe numunesinin bilyalı dövme önce ve sonrasındaki mikroyapısı

Kesit derinliğinin artmasıyla birlikte düşen bilyalı dövme etkisiyle birlikte ise tane boyutunun arttığını gözlemlemişlerdir. Zhang ve arkadaşları (C. Zhang ve diğ., 2021) Ti4Al2V titanyum alaşımına bilyalı dövme işlemi uygulamışlar ve mikroyapı değişimini optik mikroskop ve SEM görüntüleri yardımıyla incelemişlerdir. Yapılan incelemeler sonucunda bilyalı dövmenin etkisiyle yüzey altı bölgede kaba tanelerin ortadan kalktığını, tane sınırlarının daha düşük açılı hale geldiğini, nano boyuttaki tanelerin oluştuğu ve ikizlenme mekanizmalarının gözlemlendiğini belirtmişlerdir. Artan bilyalı dövme süresiyle birlikte ise bilyalı dövmenin etki alanının arttığını gözlemlemişlerdir. Mikroyapıdaki bu değişimin sebebinin bilyalı dövmenin yüzeyde sebep olduğu plastik deformasyonun yüzey altı bölgeye olan etkisi olduğu şeklinde yorumlamışlardır. Xu ve arkadaşları (Xu ve diğ., 2021) Ti4Al1.5Mn plakaya ultrasonik bilyalı dövme uyguladıkları çalışmada bilyalı dövmenin mikroyapı üzerindeki etkisini de incelemişlerdir. Farklı Almen yoğunluklarında yapılan ultrasonik bilyalı dövme işlemi öncesinde ve sonrasında alınan SEM görüntüleri incelendiğinde dislokasyon mekanizmalarının oluştuğunu ve artan Almen şiddeti ile birlikte dislokasyon mekanizmalarının yoğunluğunun arttığını gözlemlemişlerdir.

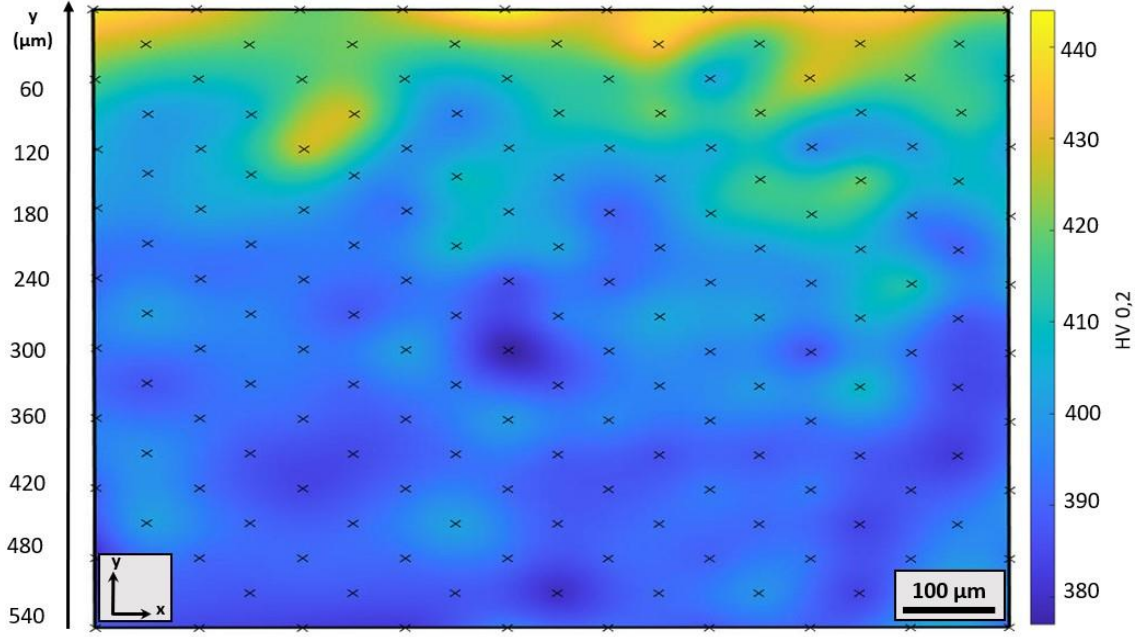
6.3. Malzemelerin Sertlik Değerlerinin Bilyalı Dövme Etkisiyle Değişimi

Bilyalı dövme sonucu yüzey ve yüzey altı bölgelerinde görülen değişimler malzemelerin mekanik özelliklerini de etkilemektedir. Malzemelerin sertlik değerleri de yüzey ve yüzey altı bölgede gerçekleşen morfolojik ve mikroyapısal değişimlerde ciddi şekilde etkilenmektedir. Bu çalışmada bilyalı dövme sonucu malzemelerin sertlik değerlerindeki değişimin daha net anlaşılması amacıyla sertlik dağılımını net bir şekilde ortaya koyan

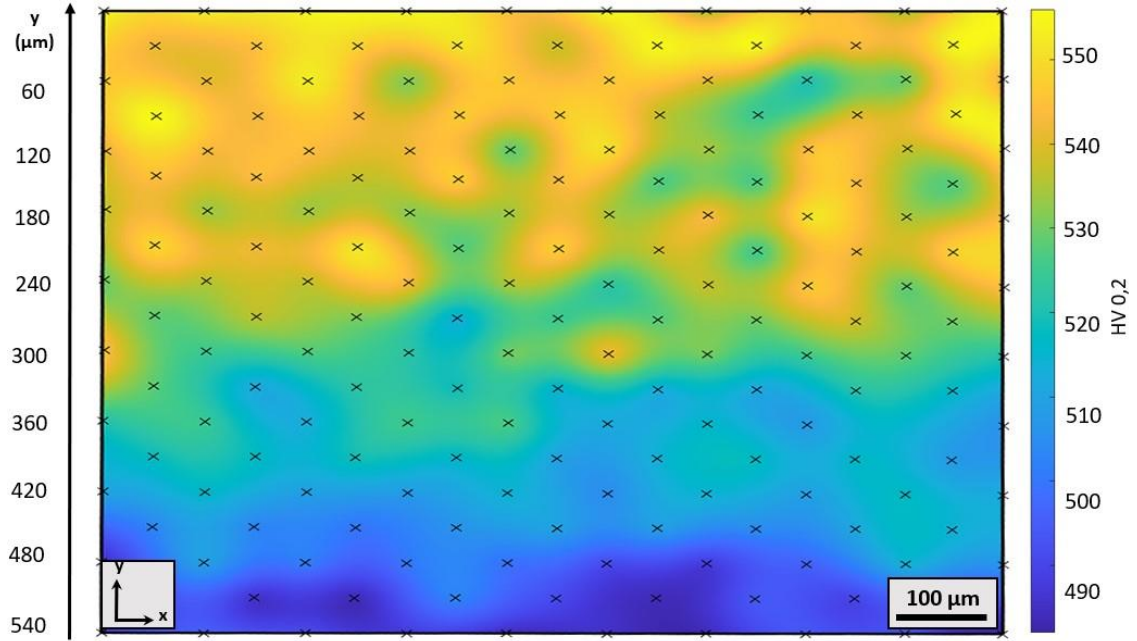
sertlik haritaları elde edilmiştir. Sertlik haritalarının elde edilmesinde özelleştirilmiş bir Matlab® kodunun güncelleştirilmiş bir versiyonu kullanılmıştır (Brayshaw ve diğ., 2016; Iakovakis ve diğ., 2022). Şekil 6.9, Şekil 6.10, Şekil 6.11 ve 6.12’de bilyalı dövülmüş titanyum alaşımlarının sertlik dağılımlarını gösteren iki boyutlu sertlik haritaları verilmiştir. Verilen sertlik haritalarının üzerinde yer alan işaretler her bir sertlik ölçümünün yapıldığı yeri temsil etmektedir. Haritalar incelendiğinde bilyalı dövmenin etkisinin görüldüğü bölgelerde malzemelerin sertlik değerlerinin arttığı görülmektedir. Bilyalı dövme etkisinin yoğun olduğu yüzeye yakın bölgelerde sertlik değerlerindeki artış daha fazla iken dövme etkisinin düşmesiyle birlikte sertlik değerleri de azalmaktadır. Dövme işleminin numunelerin yüzeyden yaklaşık 550 μm derinliğe kadar etki ettiği de verilen sertlik haritaları incelendiğinde görülebilmektedir. Bilyalı dövmenin etkisinin ortadan kalktığı bölümlerde numunelerin sertlik değerleri işlem görmemiş hallerindeki sertlik değerlerine düştüğü görülmüştür. Bilyalı dövme öncesi ve sonrasında elde edilen sertlik değerleri ve bu değerlerdeki yaklaşık artış Tablo 6.1’de verilmiştir. Tablodaki değerler incelendiğinde bilyalı dövmenin etkisiyle malzemelerin sertlik değerlerinin %12 ila %30 arasında arttığı görülmektedir.



Şekil 6.9. Cp-Ti alaışımının bilyalı dövme sonrası sertlik dağılımını gösteren iki boyutlu sertlik haritası

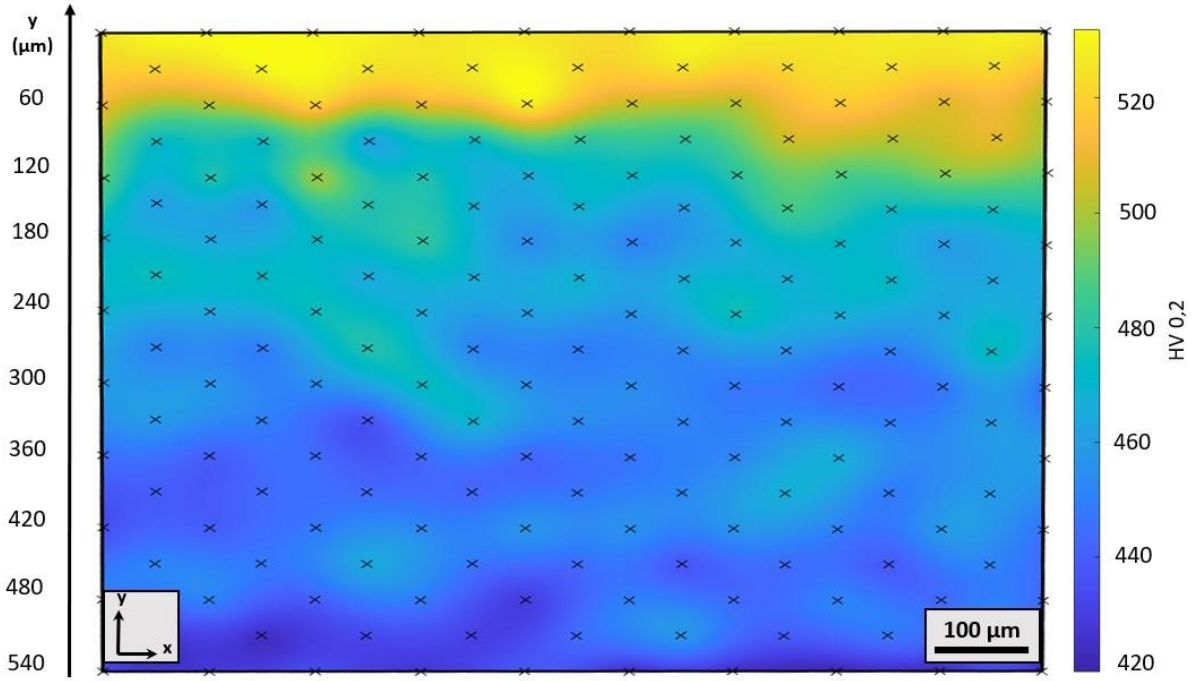


Şekil 6.10. Ti6Al4V alaşımının bilyalı dövme sonrası sertlik dağılımını gösteren iki boyutlu sertlik haritası



Şekil 6.11. Ti13Nb13Zr alaşımının bilyalı dövme sonrası sertlik dağılımını gösteren iki boyutlu sertlik haritası

Sertlik üzerine yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar incelendiğinde bilyalı dövmenin malzemelerin sertlik değerlerini arttırdığı görülmüştür. Örneğin, Avcu ve arkadaşları (Avcu ve diğ., 2021) AA1050 alüminyum alaşımına bilyalı dövme işlemi uygulayarak bilyalı dövmenin yüzey ve yüzey altı özelliklere etkisini ortaya koymayı amaçlamışlardır.



Şekil 6.12. Ti10Mo5Fe alaşımlarının bilyalı dövme sonrası sertlik dağılımını gösteren iki boyutlu sertlik haritası

Tablo 6.1. Titanyum alaşımları numunelerin bilyalı dövme öncesi ve sonrasındaki sertlik değerleri ve yaklaşık artış miktarları

Numuneler	Bilyalı dövme öncesi sertlik değerleri	Bilyalı dövme sonrası sertlik değerleri	Sertlik değerlerindeki artış
Cp-Ti	305 HV	395 HV	~%30
Ti6Al4V	380 HV	440 HV	~%16
Ti13Nb13Zr	490 HV	550 HV	~%12
Ti10Mo5Fe	420 HV	520 HV	~%24

Dövme işlemini farklı parametreler (1 bar ve 5 bar dövme basıncı; %100 ve %1000 örtme oranı) altında gerçekleştirilerek değişen parametrelerin bu özelliklerin değişimindeki rolünü incelemiştir. Çalışma sonucunda 1 bar basınç ile dövülmüş malzemelerin sertlik değerlerinin %48, 5 bar basınç altında dövülmüş numunelerin %70 oranında arttığı gözlemlenmiştir. Bilyalı dövmenin örtme oranındaki değişimin sertlik değeri üzerinde çok az bir etkiye sahip olduğu da görülmüştür.

Malzemelerin sertlik deęerlerindeki artış dövme sonucu yüzeye yakın bölgelerde gerçekleşen tane incelmesi (Hall-Petch mekanizması) ile ilişkilendirilebilir (Mohammadi ve dię., 2021). Bilyalı dövmenin etkisinin görüldüğü bölgelerde gerçekleşen tane incelmesi, bu bölgelerde dislokasyon hareketliliğini engelleyerek dislokasyon yoğunluğunun artmasına neden olmaktadır (Alyani ve Kazeminezhad, 2021). Bu etki malzemede gerinim sertleşmesine sebebiyet vermektedir (Eivani ve Rahimi, 2019). Böylece malzeme yüzeyinde gerçekleşen plastik deformasyonlar etki ettięi bölgede malzemenin mekanik özelliklerini geliştirmektedir (Al-Fadhalah ve dię., 2019; Alyani ve Kazeminezhad, 2021; Eivani ve Rahimi, 2019; Mohammadi ve dię., 2021; Naseri ve dię., 2016). Malzemedeki sertlik artışını dięer mekanik özellikler üzerinden açıklamak zor olsa da yine de bu özellikler ve sertlik artışı arasında bir ilişki kurulabilmek mümkündür (Khodabakhshi ve dię., 2015; Tiryakioęlu ve dię., 2015). Örneęin; Tiryakioęlu ve arkadaşları yaptıkları çalışmada AA7050 alüminyum alaşıımı için sertlik, akma ve kopma mukavemeti arasındaki ilişkiyi ortaya koymuşlardır (Tiryakioęlu ve dię., 2015). Sonuç olarak, malzemelerin sertlik deęerleri yüzeye yüksek enerjili bilyaların çarparak sebep olduęu plastik deformasyon kaynaklı tane incelmesi, buna baęlı dislokasyon yoğunluęundaki artış ve gerinme sertleşmesi mekanizması ile açıklanabilmektedir (Yanfei Wang ve dię., 2020). Bunun yanı sıra yüzey altı bölgede yüksek dislokasyon yoğunluęuna sahip bir nanokristalin tabaka oluşturmak mikrosertlięi arttırmaktadır (Maleki ve Unal, 2018).

7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında biyomedikal implant ve protezlerde sıklıkla kullanılan titanyum alaşımların üretimi toz metalürji yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Numuneler sıcak pres cihazında gerçekleştirilen üretim işleminden sonra özel tasarım otomatik kontrollü bilyalı dövme cihazı kullanılarak dövülmüştür. Numunelerin bilyalı dövme işlemi sonrası değişen özelliklerin incelenmesi için bir dizi karakterizasyon işlemi uygulanmıştır. Mikroyapı incelemeleri için numunelerin kesit mikroyapıları optik mikroskop kullanılarak yapılmıştır. Bilyalı dövme sonrasında yüzeyde meydana gelen değişimlerin ortaya konması amacıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Mekanik karakterizasyon ise literatürde bu alanda daha önce kullanılmayan bir yöntem olan iki boyutlu mekanik özellik haritalama yöntemi kullanılarak yapılmıştır. Sertlik haritalarının eldesi için numunelerin kesit bölgesinde yüzeyden başlayarak 200 ölçüm olacak şekilde mikrosertlik taraması yapılmıştır. Elde edilen sertlik değerleri özel olarak geliştirilmiş Matlab programı kullanılarak sertlik haritalarına dönüştürülmüştür. Bu çalışma ile birlikte yenilikçi bir mekanik karakterizasyon metodunun bilyalı dövülmüş numuneler üzerinde kullanılabilirliğinin test edilmesi amaçlanmıştır. Çalışma sonucunda aşağıdaki sonuçlara varılmıştır.

1) Bilyalı dövme sonucunda malzemelerin yüzey morfolojilerinde değişimler gerçekleşmiştir. Yüzeye çarpan yüksek kinetik enerjiye sahip bilyaların, bu enerjilerini numune yüzeyine aktarması sonucu yüzeyde plastik deformasyon gözlemlenmiştir. Yüzeyde tepe ve çukur bölgeleri oluşmuştur. Bunun yanı sıra bilyaların çarpması ile yüzeyde krater benzeri yapıların oluştuğu görülmüştür. Ancak düşük şekil değiştirme kabiliyetine sahip olan titanyum alaşımları, bazı bölgelerde oluşan krater yapılarının şekil değiştirme enerjisini karşılayamamıştır. Bu sebeple yer yer krater yapıların oluşumu tamamlanamamış ve katlanma, sürünme ve mikro çatlak oluşumları gözlemlenmiştir.

2) Bilyalı dövme uygulandığı malzemelerin mikroyapıları üzerinde de etkiye sahiptir. Yüzeyde gerçekleşen plastik deformasyon, yüzey altı bölgede tane incelmeleri ve tane yönlenmesine neden olmuştur. Bazı bölgelerde tane sınırlarının ortadan kalktığı da gözlemlenmiştir. Bilyalı dövmenin etkisinin yoğun olduğu bazı yüzey altı bölgelerde ise mikro boyutta çatlak kusurlarının oluştuğu görülmüştür.

3) Çalışmanın asıl amacı olan sertlik haritaları incelendiğinde bilyalı dövme işleminin numunelerin sertlik değerlerini arttırdığı görülmektedir. Bilyalı dövmenin etkisinin yoğun olduğu bölgelerde sertlik değerlerindeki artış daha belirgin olmuştur. Derinliğe bağlı olarak azalan bilyalı dövme etkisiyle birlikte sertlik değerlerindeki artış daha az seviyelerde olmuştur. Dövme etkisinin görülmediği alanlarda ise sertlik değerleri işlem görmemiş numune ile aynı değerlere inmiştir. Sertlik değerlerindeki artış tane incelmesi mekanizması ile açıklanmıştır. Yüzeyde meydana gelen plastik deformasyonların yüzey altı bölgede tane incelmesi ve tane yönlenmesine neden olduğu önceki maddede belirtilmişti. Yüzey altı bölgede meydana gelen değişimler sonucunda bu bölgedeki dislokasyon hareketleri engellenmiş ve dislokasyon yoğunluğu artmıştır. Dislokasyon yoğunluğundaki bu artış gerinme sertleşmesi mekanizmasına sebebiyet vermiş ve bunun sonucunda malzemelerin sertlik değerleri artmıştır.

Literatür çalışmaları incelendiğinde yeni nesil malzemelerin bilyalı dövme sonrası değişen yüzey ve yüzey altı mekanik özelliklerinin iki boyutlu sertlik haritalaması ile incelenmesi daha önce çalışılmamış bir konudur. Çalışmadan çıkacak sonuçlar ile literatürdeki bu eksiğin giderilmesi hedeflenmiştir. Bunun yanı sıra tez çalışması farklı kompozisyonlarda toz metalürjik titanyum alaşımlarının bilyalı dövülmesi ile ilgili de çok sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır. Tez çalışması ile birlikte toz metalürjik malzemelerin bilyalı dövülmesi üzerine bir çalışma literatüre kazandırılırken yenilikçi titanyum alaşımlarının yüksek performans beklentisi olan biyomedikal alanda kullanım potansiyelleri de ortaya koyulmuştur. Literatür incelendiğinde görüleceği gibi bilyalı dövülen malzemelerin kesit mekanik özelliklerinin incelenmesi için 2D mekanik özellik haritalama yöntemi kullanılmamıştır. Bu bağlamda yenilikçi bir test metodolojisi literatüre kazandırılmaya çalışılmıştır.

Tez çalışmasının literatüre yapması planlanan katkının yanı sıra endüstriyel uygulamalar için de önemli bir çalışma olduğu düşünülmektedir. Çalışmadan elde edilen sonuçlar, kullanılan yöntemlerin endüstriyel uygulamalara adapte edilmesinde rehber niteliğinde olacağı düşünülmektedir. Bilyalı dövme sonrası değişen mekanik özelliklerin yenilikçi metotlarla detaylı ve güvenilir bir şekilde incelenebilmesi, bilyalı dövmenin endüstriyel alanda kullanılabilirliğini arttıracaktır. Çalışma, üretim yöntemi olarak tercih edilen toz

metalürjisi yönteminin biyomedikal alanda kullanımının artması katkı sağlarken üretilen yenilikçi alaşımların bu alanda kullanım potansiyellerini ortaya koymaktadır.

Tez çalışmasının, biyomedikal implantların daha kolay ulaşılabilir, daha uzun ömürlü ve yüksek performansa sahip olması amacıyla yürütülen çalışmaların başlangıcı niteliğinde olması beklenmektedir. Üretimin toz metalürjisi gibi net şekilli parça üretimine olanak veren ve düşük maliyetli bir üretim yöntemi olması ve üretilen malzemelerin mekanik özelliklerinin geliştirilmesinde bilyalı dövme gibi uygulaması kolay ve düşük maliyetli bir yöntemin kullanıldığı çalışma, implant uygulamalarının maliyetlerinin düşmesi ve toplumun her kesimine ulaştırılabilmesi bakımından oldukça değerlidir.

Tez çalışmasını takip eden çalışmalarda bilyalı dövmenin diğer mekanik özellikler üzerindeki etkisinin iki boyutlu mekanik özellik karakterizasyonu yöntemi kullanılarak yapılması planlanmaktadır. Bununla beraber bu mekanik özellik karakterizasyonlarında elde edilen sonuçların değişen mikroyapı ile ilişkilendirilmesi de yine üzerine çalışılması düşünülen konular arasındadır.

KAYNAKLAR

- Agrawal, R. K., Pandey, V., Barhanpurkar-Naik, A., Wani, M. R., Chattopadhyay, K., Singh, V. (2020). Effect of ultrasonic shot peening duration on microstructure, corrosion behavior and cell response of cp-Ti. *Ultrasonics*, 104, 106110. doi:10.1016/j.ultras.2020.106110
- Al-Fadhalah, K. J., Alyazidi, M. K., Rafiq, M. (2019). Effect of Microstructure Refinement on Hardness Homogeneity of Aluminum Alloy 1100 Processed by Accumulative Roll Bonding. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28(8), 4693-4706. doi:10.1007/s11665-019-04228-3
- Alshammari, Y., Yang, F., Bolzoni, L. (2019). Mechanical properties and microstructure of Ti-Mn alloys produced via powder metallurgy for biomedical applications. *J Mech Behav Biomed Mater*, 91, 391-397. doi:10.1016/j.jmbbm.2018.12.005
- Alyani, A., Kazeminezhad, M. (2021). Annealing behavior of aluminum after low-temperature severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, 824. doi:10.1016/j.msea.2021.141810
- Amanov, A., Pyun, Y. S. (2015). A comprehensive review of nanostructured materials by ultrasonic nanocrystal surface modification technique. *The Journal of Engineering*, 2015(13), 144-149. doi:10.1049/joe.2015.0067
- Avcu, E. (2017). Surface Properties of AA7075 Aluminium Alloy Shot Peened. *Acta Materialia Turcica*, 1, 3-10.
- Avcu, E., Yıldıran Avcu, Y., Baştan, F. E., Rehman, M. A. U., Üstel, F., Boccaccini, A. R. (2018). Tailoring the surface characteristics of electrophoretically deposited chitosan-based bioactive glass composite coatings on titanium implants via grit blasting. *Progress in Organic Coatings*, 123, 362-373. doi:10.1016/j.porgcoat.2018.07.021
- Brayshaw, W. J., Roy, M. J., Sun, T., Akrivos, V., Sherry, A. H. (2016). Iterative mesh-based hardness mapping. *Science and Technology of Welding and Joining*, 22(5), 404-411. doi:10.1080/13621718.2016.1251713
- Cai, X., Cai, J., Ma, K., Huang, P., Gong, L., Huang, D., Jiang, T., Wang, Y. (2016). Fabrication and characterization of Mg-doped chitosan-gelatin nanocomposite coatings for titanium surface functionalization. *J Biomater Sci Polym Ed*, 27(10), 954-971. doi:10.1080/09205063.2016.1170416
- Cai, X., Ma, K., Zhou, Y., Jiang, T., Wang, Y. (2016). Surface functionalization of titanium with tetracycline loaded chitosan-gelatin nanosphere coatings via EPD: fabrication, characterization and mechanism. *RSC Advances*, 6(9), 7674-7682. doi:10.1039/c5ra17109a

- Castillo, S. M., Muñoz, S., Trueba, P., Díaz, E., Torres, Y. (2019). Influence of the Compaction Pressure and Sintering Temperature on the Mechanical Properties of Porous Titanium for Biomedical Applications. *Metals*, 9(12). doi:10.3390/met9121249
- Eivani, A. R., Rahimi, F. (2019). Inhomogeneity in deformation, microstructure, tensile properties and damage development in AA1050 during multiple cycles of pure shear extrusion. *Materials Science and Engineering: A*, 745, 159-167. doi:10.1016/j.msea.2018.12.068
- Ganesh, B. K. C., Sha, W., Ramanaiah, N., Krishnaiah, A. (2014). Effect of shotpeening on sliding wear and tensile behavior of titanium implant alloys. *Materials & Design (1980-2015)*, 56, 480-486. doi:10.1016/j.matdes.2013.11.052
- Gao, L., Yang, P., Dymond, I., Fisher, J., Jin, Z. (2010). Effect of surface texturing on the elastohydrodynamic lubrication analysis of metal-on-metal hip implants. *Tribology International*, 43(10), 1851-1860. doi:10.1016/j.triboint.2010.02.006
- Gariépy, A., Bridier, F., Hoseini, M., Bocher, P., Perron, C., Lévesque, M. (2013). Experimental and numerical investigation of material heterogeneity in shot peened aluminium alloy AA2024-T351. *Surface and Coatings Technology*, 219, 15-30. doi:10.1016/j.surfcoat.2012.12.046
- Ghosh, S., Abanteriba, S. (2016). Status of surface modification techniques for artificial hip implants. *Sci Technol Adv Mater*, 17(1), 715-735. doi:10.1080/14686996.2016.1240575
- Iakovakis, E., Avcu, E., Roy, M. J., Gee, M., Matthews, A. (2022). Wear resistance of an additively manufactured high-carbon martensitic stainless steel. *Sci Rep*, 12(1), 12554. doi:10.1038/s41598-022-15621-9
- Khodabakhshi, F., Haghshenas, M., Eskandari, H., Koohbor, B. (2015). Hardness–strength relationships in fine and ultra-fine grained metals processed through constrained groove pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 636, 331-339. doi:10.1016/j.msea.2015.03.122
- Kulekci, M. K., Esme, U. (2014). Critical analysis of processes and apparatus for industrial surface peening technologies. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 74(9-12), 1551-1565. doi:10.1007/s00170-014-6088-9
- Lindemann, J., Buque, C., Appel, F. (2006). Effect of shot peening on fatigue performance of a lamellar titanium aluminide alloy. *Acta Materialia*, 54(4), 1155-1164. doi:10.1016/j.actamat.2005.10.043
- Ma, X., Chen, Z., Lu, W., Xiao, L. (2021). Continuous multi-cycle nanoindentation behavior of a gradient nanostructured metastable β titanium alloy fabricated by

- rotationally accelerated shot peening. *Materials Science and Engineering: A*, 799. doi:10.1016/j.msea.2020.140370
- Ma, X., Chen, Z., Zhong, D., Luo, S. N., Xiao, L., Lu, W., Zhang, S. (2021). Effect of rotationally accelerated shot peening on the microstructure and mechanical behavior of a metastable β titanium alloy. *Journal of Materials Science & Technology*, 75, 27-38. doi:10.1016/j.jmst.2020.10.034
- Maleki, E., Unal, O. (2018). Roles of surface coverage increase and re-peening on properties of AISI 1045 carbon steel in conventional and severe shot peening processes. *Surfaces and Interfaces*, 11, 82-90. doi:10.1016/j.surfin.2018.03.003
- Matuła, I., Dercz, G., Barczyk, J. (2019). Titanium/Zirconium functionally graded materials with porosity gradients for potential biomedical applications. *Materials Science and Technology*, 36(9), 972-977. doi:10.1080/02670836.2019.1593603
- McGee, M. A., Howie, D. W., Costi, K., Haynes, D. R., Wildenauer, C. I., Percy, M. J., McLean, J. D. (2000). Implant retrieval studies of the wear and loosening of prosthetic joints: a review. *Wear*, 241(2), 158-165. doi:10.1016/S0043-1648(00)00370-7
- Merola, M., Affatato, S. (2019). Materials for Hip Prostheses: A Review of Wear and Loading Considerations. *Materials (Basel)*, 12(3). doi:10.3390/ma12030495
- Mohammadi, A., Enikeev, N. A., Murashkin, M. Y., Arita, M., Edalati, K. (2021). Examination of inverse Hall-Petch relation in nanostructured aluminum alloys by ultra-severe plastic deformation. *Journal of Materials Science & Technology*, 91, 78-89. doi:10.1016/j.jmst.2021.01.096
- Moskalewicz, T., Seuss, S., Boccaccini, A. R. (2013). Microstructure and properties of composite polyetheretherketone/Bioglass® coatings deposited on Ti-6Al-7Nb alloy for medical applications. *Applied Surface Science*, 273, 62-67. doi:10.1016/j.apsusc.2013.01.174
- Nabiee, M., Fattah-alhosseini, A., Mahmoudi, A.-H. (2019). Shot peening effects on corrosion behavior of commercial pure titanium in body simulating solution. *Materials Research Express*, 6(11). doi:10.1088/2053-1591/ab49a6
- Naseri, M., Reihanian, M., Borhani, E. (2016). Effect of strain path on microstructure, deformation texture and mechanical properties of nano/ultrafine grained AA1050 processed by accumulative roll bonding (ARB). *Materials Science and Engineering: A*, 673, 288-298. doi:10.1016/j.msea.2016.07.031
- Ongrakulkij, G., Khantachawana, A. (2019). Influence of Fine Shot Peening on Mechanical Properties of Orthopedic Plate and Screw. *Key Engineering Materials*, 803, 148-152. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.803.148

- Ongtrakulkij, G., Khantachawana, A., Kondoh, K. (2020). Effects of media parameters on enhance ability of hardness and residual stress of Ti6Al4V by fine shot peening. *Surfaces and Interfaces*, 18. doi:10.1016/j.surfin.2019.100424
- R.K.Kumar, P.SampathKumaran, S.Seetharamu, AnandKumar, S., T.Pramod,G.J.Naveenf. (2019). Investigation of Shot Peening Effect on Titanium Alloy Affecting Surface Residual Stress and Roughness for Aerospace Applications. *Procedia Structural Integrity*, 14, 134-141.
- Rack, H. J.,Qazi, J. I. (2006). Titanium alloys for biomedical applications. *Materials Science and Engineering: C*, 26(8), 1269-1277. doi:10.1016/j.msec.2005.08.032
- Sagadevan, S.,Murugasen, P. (2014). Novel Analysis on the Influence of Tip Radius and Shape of the Nanoindenter on the Hardness of Materials. *Procedia Materials Science*, 6, 1871-1878. doi:10.1016/j.mspro.2014.07.218
- Sak, A., Moskalewicz, T., Zimowski, S., Cieniek, L., Dubiel, B., Radziszewska, A., Kot, M.,Lukaszczyk, A. (2016). Influence of polyetheretherketone coatings on the Ti-13Nb-13Zr titanium alloy's bio-tribological properties and corrosion resistance. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*, 63, 52-61. doi:10.1016/j.msec.2016.02.043
- Schulze, V. (2006). *Modern Mechanical Surface Treatment*. Weinheim: WILEY-VCH.
- Sharma, S., Soni, V. P.,Bellare, J. R. (2009). Electrophoretic deposition of nanobiocomposites for orthopedic applications: influence of current density and coating duration. *J Mater Sci Mater Med*, 20 Suppl 1, S93-100. doi:10.1007/s10856-008-3490-6
- Sonntag, R., Reinders, J., Gibmeier, J.,Kretzer, J. P. (2013). Fatigue strengthening of an orthopedic Ti6Al4V alloy: what is the potential of a final shot peening process? In *Biomaterials and Medical Tribology* (pp. 217-237).
- Staszczuk, A., Sawicki, J., Kołodziejczyk, Ł.,Lipa, S. (2020). Nanoindentation Study of Intermetallic Particles in 2024 Aluminium Alloy. *Coatings*, 10(9). doi:10.3390/coatings10090846
- Tevlek, A., Aydin, H. M., Maleki, E., Varol, R.,Unal, O. (2019). Effects of severe plastic deformation on pre-osteoblast cell behavior and proliferation on AISI 304 and Ti-6Al-4V metallic substrates. *Surface and Coatings Technology*, 366, 204-213. doi:10.1016/j.surfcoat.2019.03.034
- Thomas, M.,Jackson, M. (2012). The role of temperature and alloy chemistry on subsurface deformation mechanisms during shot peening of titanium alloys. *Scripta Materialia*, 66(12), 1065-1068. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.02.049

- Tiryakioğlu, M., Robinson, J. S., Salazar-Guapuriche, M. A., Zhao, Y. Y., Eason, P. D. (2015). Hardness–strength relationships in the aluminum alloy 7010. *Materials Science and Engineering: A*, 631, 196-200. doi:10.1016/j.msea.2015.02.049
- Tsuji, N., Tanaka, S., Takasugi, T. (2009). Effects of combined plasma-carburizing and shot-peening on fatigue and wear properties of Ti–6Al–4V alloy. *Surface and Coatings Technology*, 203(10-11), 1400-1405. doi:10.1016/j.surfcoat.2008.11.013
- Unal, O., Cahit Karaoglanli, A., Varol, R., Kobayashi, A. (2014). Microstructure evolution and mechanical behavior of severe shot peened commercially pure titanium. *Vacuum*, 110, 202-206. doi:10.1016/j.vacuum.2014.08.004
- Wang, Y., Xie, H., Zhou, Z., Li, X., Wu, W., Gong, J. (2020). Effect of shot peening coverage on hydrogen embrittlement of a ferrite-pearlite steel. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45(11), 7169-7184. doi:10.1016/j.ijhydene.2020.01.021
- Wang, Y., Zhang, Y., Song, G., Niu, W., Xu, Z., Huang, C. (2020). Effect of shot peening on fatigue crack propagation of Ti6Al4V. *Materials Today Communications*, 25. doi:10.1016/j.mtcomm.2020.101430
- Xu, C., Sheng, G., Wang, H., Jiao, Y., Yuan, X. (2017). Effect of high energy shot peening on the microstructure and mechanical properties of Mg/Ti joints. *Journal of Alloys and Compounds*, 695, 1383-1391. doi:10.1016/j.jallcom.2016.10.262
- Xu, Q., Cao, Y., Cai, J., Yu, J., Si, C. (2021). The influence of ultrasonic shot peening on the surface roughness, microstructure, and mechanical properties of TC2 thin-sheet. *Journal of Materials Research and Technology*, 15, 384-393. doi:10.1016/j.jmrt.2021.08.029
- Xu, W., Hou, C., Mao, Y., Yang, L., Tamaddon, M., Zhang, J., Qu, X., Liu, C., Su, B., Lu, X. (2020). Characteristics of novel Ti-10Mo-xCu alloy by powder metallurgy for potential biomedical implant applications. *Bioact Mater*, 5(3), 659-666. doi:10.1016/j.bioactmat.2020.04.012
- Yang, W.-Z., Huang, W.-M., Wang, Z.-F., Shang, F.-J., Huang, W., Zhang, B.-Y. (2016). Thermal and Mechanical Properties of Graphene–Titanium Composites Synthesized by Microwave Sintering. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 29(8), 707-713. doi:10.1007/s40195-016-0445-7
- Yanovska, A. A., Stanislavov, A. S., Sukhodub, L. B., Kuznetsov, V. N., Illiashenko, V. Y., Danilchenko, S. N., Sukhodub, L. F. (2014). Silver-doped hydroxyapatite coatings formed on Ti-6Al-4V substrates and their characterization. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*, 36, 215-220. doi:10.1016/j.msec.2013.12.011

- Yildiran Avcu, Y., Yetik, O., Guney, M., Iakovakis, E., Sinmazcelik, T., Avcu, E. (2020). Surface, Subsurface and Tribological Properties of Ti6Al4V Alloy Shot Peened under Different Parameters. *Materials (Basel)*, 13(19). doi:10.3390/ma13194363
- Žagar, S., Grum, J. (2013). Surface Modification Analysis after Shot Peening of AA 7075 in Different States. *Materials Science Forum*, 768-769, 519-525. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.768-769.519
- Zhang, C., Fu, T., Chen, H., Gao, Y. (2021). Microstructure Evolution of Surface Gradient Nanocrystalline by Shot Peening of TA17 Titanium Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 52(5), 1790-1798. doi:10.1007/s11661-021-06189-6
- Zhang, C., Zheng, M., Wang, Y., Gao, P., Gan, B. (2019). Effect of high energy shot peening on the wear resistance of TiN films on a TA2 surface. *Surface and Coatings Technology*, 378. doi:10.1016/j.surfcoat.2019.07.045
- Zhang, Q., Duan, B., Zhang, Z., Wang, J., Si, C. (2021). Effect of ultrasonic shot peening on microstructure evolution and corrosion resistance of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 11, 1090-1099. doi:10.1016/j.jmrt.2021.01.091
- Zujur, D., Moret, J., Rodriguez, D., Cruz, L., Lira, J., Gil, L., Dominguez, E., Alvarez-Barreto, J. (2015). A novel photocrosslinkable and cytocompatible chitosan coating for Ti6Al4V surfaces. *J Appl Biomater Funct Mater*, 13(3), e210-219. doi:10.5301/jabfm.5000227

KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER

- Avcu YY, Iakovakis E, Guney M, **Çalım E**, Özkılınç A, Abakay E, Sönmez F, Koç FG, Ymanoğlu R, Cengiz A, Avcu E. (2023). Surface and Tribological Properties of Powder Metallurgical Cp-Ti Titanium Alloy Modified by Shot Peening. *Coatings*, 13(1), 89.
- Çalım E.**, Sönmez F., Yıldırım Avcu Y., Iakovakis L., Abakay E., Gül Koç F, Ymanoğlu R., Avcu E. (2022). Investigation of Surface and Subsurface Mechanical Properties of Shot Peened Biomedical Alloys. *International Asian Congress On Contemporary Sciences Congress Book*, 7, 236-249.
- Çalım E.**, Yıldırım Avcu Y., Ymanoğlu R., Sönmez F., Avcu E.. (2022). Characterization of Mechanical Properties of Shot-peened Materials. *Tuyidergi*(5), 8-15.
- M. İlçe Bahadır, Yıldırım Avcu Y., **Çalım E.**, Gül Koç F., Uzunuer H., Ymanoğlu R., Sönmez F., Güney M., (2022). Processing Special Surface Patterns with Shot Peening on Biomedical Ti6Al4V Alloy to Improve Surface Properties. *Ege International Conference on Applied Sciences Conference Book*, 5, 244-259.

ÖZGEÇMİŞ

İlkokul, ortaokul ve lise öğrenimini İstanbul'da tamamladı. 2014 yılında Kocaeli Üniversitesi Makine Mühendisliği bölümünden 2019 yılında mezun oldu. 2020 yılında başladığı Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans öğrenimi devam etmektedir.

