

**T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MEKANİK ÖZELLİKLERİ GELİŞTİRİLMİŞ BİYOUYUMLU İMPLANT
MALZEMELERİNİN ÜRETİMİNDE AŞIRI PLASTİK DEFORMASYON
TEKNİĞİNİN UYGULANMA KOŞULLARININ ARAŞTIRILMASI**

ASLI GÜNAY BULUTSUZ

**DOKTORA TEZİ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
İMAL USULLERİ PROGRAMI**

**DANIŞMAN
PROF. MEHMET EMİN YURCİ**

İSTANBUL, 2017

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MEKANİK ÖZELLİKLERİ GELİŞTİRİLMİŞ BİYOUYUMLU İMPLANT
MALZEMELERİNİN ÜRETİMİNDE AŞIRI PLASTİK DEFORMASYON
TEKNİĞİNİN UYGULANMA KOŞULLARININ ARAŞTIRILMASI**

Aslı GÜNAY BULUTSUZ tarafından hazırlanan tez çalışması 25.12.2017 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makina Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı

Prof. Mehmet Emin YURCİ

Yıldız Teknik Üniversitesi

Eş Danışman

Prof. Dr. M. Numan DURAKBAŞA

Viyana Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri

Prof. Mehmet Emin YURCİ

Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Ahmet Bülent KATİBOĞLU

İstanbul Üniversitesi

Prof. Dr. Aygöl YEPREM

Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Erhan ALTAN

Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Mehmet FIRAT

Sakarya Üniversitesi

Bu alıřma, Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri Koordinatörlüğü' nün 2015-07-02-KAP01 numaralı projesi ile desteklenmiřtir.

ÖNSÖZ

Bu çalışmada aşırı plastik deformasyon tekniklerinden olan Hidrostatik Ekstrüzyon ve Eş Kanal Açılı Ekstrüzyon teknikleri saf titanyum ve Ti13Nb13Zr malzemelerine başarı ile uygulanmış, işlemin uygulanma koşulları araştırılmış ve elde edilen numunelerin mekanik özellikleri, mikro-nano yapıları detaylı olarak incelenmiştir. Son yıllarda özellikle biyomedikal malzemelerin mekanik özelliklerini iyileştirmek amacı ile ilgi gören bu tekniklerin işlem verimliliği artırılmış ve bu aşırı plastik deformasyon tekniklerinin sektörde daha yaygın kullanabileceği, mevcut sorunlara çözümlerin geliştirilebileceği tez çalışması kapsamında anlaşılmıştır.

Doktora eğitimim boyunca beni yönlendiren, bilgi ve tecrübelerini esirgmeden destek veren değerli hocam Prof. Mehmet Emin YURCI'ye, Prof. Dr. Numan DURAKBAŞA' ya, ve jüri üyelerime çok teşekkür ederim. Tezim kapsamında Hidrostatik Ekstrüzyon çalışmalarımı gerçekleştirirken çalıştığım Varşova Teknik Üniversitesin 'de desteklerini esirgemeyen Prof. Dr. LEWANDOWSKA' ya, Dr. Kadir ÖZALTIN'a çok teşekkür ederim. Pres desteği için Uğur Vida A.Ş. Uğur KARADUMAN'a, çekme testlerim için yardımcı olan Zwick Avrasya Malzeme Test Sistemleri San. ve Tic. Ltd. Sti. ve Matil-Malzeme Test ve İnovasyon A.Ş.'ye, her türlü harcanır malzeme, pres, kalıp imalatı destekleri için TEM Teknik Elektrik Malzemeleri San. Ve Tic. A.Ş. firmasına ve destekleri için çalışanlarına çok teşekkür ederim. Anabilim Dalı öğretim üyelerine ve çalışma arkadaşlarıma çok teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca bugüne gelmemi sağlayan, ihtiyacım olan her anımda maddi manevi destek olan annem Memnune GÜNAY'a, babam Adnan Ferit GÜNAY'a, abim Ali Rıza GÜNAY'a çok teşekkür ederim. Motivasyon kaynağım canım kızım Bade BULUTSUZ'a, gerek manevi desteği gerekse teknik konularda desteği ile ortaya çıkarmış olduğum bu çalışma için değerli eşim Ali BULUTUSUZ' a çok teşekkür ederim. Sevgileri ve destekleri için Nevin BULUTSUZ'a Doğu BULUTSUZ'a, Işıl BULUTSUZ'a ve Nezaket YILMAZ'a çok teşekkür ederim.

Eylül, 2017

Aslı GÜNAY BULUTSUZ

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
SİMGE LİSTESİ.....	viii
KISALTMA LİSTESİ.....	ix
ŞEKİL LİSTESİ.....	x
ÇİZELGE LİSTESİ	xiv
ÖZET	xvi
ABSTRACT.....	xix
BÖLÜM 1	
GİRİŞ.....	22
1.1 Literatür Özeti	22
1.2 Tezin Amacı	8
1.3 Hipotez	9
BÖLÜM 2	
GENEL BİLGİLER.....	9
2.1 Titanyum ve Titanyum Alaşımları	12
2.2 Aşırı Plastik Deformasyon Tekniği.....	17
2.2.1.1 Aşırı Plastik Deformasyon Esnasında Seçilen İşlem Parametrelerinin İçyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisi.....	20
2.2.2 Hidrostatik Ekstrüzyon ile Aşırı Plastik Deformasyon.....	21
2.2.3 Eş Kanal Açılı Ekstrüzyon Tekniği ile Aşırı Plastik Deformasyon	22
BÖLÜM 3	
DENEYSEL ÇALIŞMALAR	27
3.1 Hidrostatik Ekstrüzyon Tekniği ile Aşırı Plastik Deformasyon	27
3.1.1 Deneyler	27
3.1.2 Deney Numuneleri.....	28

3.2	Eş Kanal Açılı Ekstrüzyon İşlemi ile Aşırı Plastik Deformasyon	28
3.2.1	Sonlu Elemanlar Tekniği ile Simulasyon	29
3.2.2	Deney Numuneleri ve Kalıplar	32
3.2.2.1	EKAP Kalıp Tasarımı.....	32
3.2.2.2	İtici Pim ve Tutucu Tasarımı	34
3.2.3	Deneyler	36
3.2.3.1	İşlem Sıcaklığının Ölçülmesi	37
3.2.3.2	İlerleme Hızının Seçilmesi	38
3.2.3.3	Saf titanyum ve Ti13Nb13Zr için gerçekleştirilen deneylerin tasarımı	38
3.3	Sonuç Gözlem Teknikleri.....	40
3.3.1	Mikroskoplar ve Profilometre	41
3.3.1.1	Optik Mikroskop.....	41
3.3.1.2	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	42
3.3.1.3	Geçirimli elektron mikroskobu (TEM).....	42
3.3.1.4	Geri Saçılımlı Elektron Difraksiyonu	43
3.3.1.5	Optik Profilometre	43
3.3.1.6	Mekanik Profilometre	43
3.3.2	X-Ray Difraksiyon	44
3.3.3	Temas Açısı Ölçümü.....	45
3.3.4	Mekanik Testler	46
3.3.4.1	Çekme Testi.....	46
3.3.4.2	Mikro Sertlik	48
3.3.4.3	Nano İndentasyon.....	49
3.3.4.4	Aşınma Testi	51
3.3.4.5	Abutment İmplant Arasındaki Mikro Açıklık Ölçümü	51
3.3.5	Yüzey modifikasyonu ve Biyouyumluluk Testi.....	52
3.4	Bulgular	55
3.4.1	Hidrostatik Ekstrüzyon Tekniği ile Aşırı Plastik Deformasyon	55
3.4.1.1	Mikroskop Bulguları	55
	Geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ve Optik Mikroskop	55
3.4.1.2	X-Ray Difraksiyon (XRD)	58
3.4.1.3	Mekanik Test Sonuçları	59
	Çekme Testi.....	59
	Mikrosertlik Testi	61
3.4.1.4	Aşınma Testi	62
3.4.1.5	Yüzey Modifikasyonu ve Yüzey İncelemeleri	67
3.4.2	Eş Kanal Açılı Ekstrüzyon İşlemi ile Aşırı Plastik Deformasyon	69
3.4.2.1	Mikroskop Bulguları	69
	Geri Saçılmış Elektron Difraksiyonu (EBSD)	71
	Geçirimli Elektron Mikroskobu	76
3.4.2.2	X-Ray Difraksiyon (XRD)	84
3.4.2.3	Mekanik Test Sonuçları	87
	Çekme Testi.....	87
	Mikro Sertlik Testi	91
	Nano İndentasyon Testi	96

Aşınma Testi Sonuçları	98
3.4.2.4 Yüzey Modifikasyonu ve Biyouyumuluk Testi.....	99
3.4.2.5 Abutment İmplant Arasındaki Mikro Açıklık Ölçümü	106
3.4.2.6 Yüzey Temas Açısı Ölçümleri.....	108
3.4.2.7 Deneysel Tasarım ve ANOVA	111
BÖLÜM 4	
TARTIŞMA	114
4.1 Titanyumun Aşırı Plastik Deformasyonu Sonrası Oluşan Tane Yapısı.....	114
4.2 Mikro Yapı Homojenitesi, Mekanik Özellikler ve Parametrelerin Optimizasyonu	125
4.3 Ultra İnce Taneli Malzemelerin Biyomedikal İmplant Olarak Uygunlukları - Aşınma ve Biyolojik Uyumluluk.....	133
BÖLÜM 5	
SONUÇ VE ÖNERİLER	143
KAYNAKLAR	148
ÖZGEÇMİŞ	162

SİMGE LİSTESİ

β	Beta Fazı
α	Alfa Fazı
α'	Alfa Martensit Fazı
ω	Omega
ψ	Kanal Dış Açısı
ϕ	Kanal İç Açısı

KISALTMA LİSTESİ

APD	Aşırı Plastik Deformasyon
BATS	Büyük Açılı Tane Sınırı
EBSD	Geri Saçılımlı Elektron Difraksiyonu
EKAP	Eş Kanal Açılı Pres
HE	Hidrostatik Ekstrüzyon
İT	İri Taneli
KATS	Küçük Açılı Tane Sınırı
KD	Kutup Deseni
OM	Optik Mikroskop
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
S4	Seviye 4
UİT	Ultra İnce Taneli
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
XRD	X ışını difraksiyonu

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2. 1 Titanyum kristal yapıları b) Titanyum faz diyagramı üzerinde alaşım elementlerinin etkisi [59-64]	13
Şekil 2. 2 Saf titanyumun Basınç ve Sıcaklığa bağlı faz değişimleri [60-63].	14
Şekil 2. 3 Biyomedikal alaşımların elastiklik katsayıları [69]	17
Şekil 2. 4 İri Tane ve Ultra İnce Taneli malzemelerin tane boyutunun büyüklükleri.....	18
Şekil 2. 5 Başlıca Aşırı Plastik Deformasyon Teknikleri [86].	19
Şekil 2. 6 Hidrostatik Ekstrüzyon Tekniği (116).....	22
Şekil 2. 7 a) Matristen geçiş esnasında oluşan plastik deformasyon, b) Tane sınırlarında etkili olan plastik deformasyon bileşenleri [117]	22
Şekil 2. 8 a) Eş Kanal Açılı Ekstrüzyon Kalıbı, b) Kalıp Açıları.....	23
Şekil 2. 9 a) Kayma rotalarının [130], b) aktif kayma sistemlerinin görünümü [133].	25
Şekil 2. 10 Ardışık pasolar arasında uygulanan farklı rotalara göre deformasyon düzlemleri	26
Şekil 3. 1 Hidrostatik Ekstrüzyon sonrası numune görünüşleri.....	28
Şekil 3. 2 Ansys analizinde kullanılan kalıp ve Yarı mamul katı modeli	30
Şekil 3. 3 Ansys analizinde simüle edilen yarı mamulün kanal içinde akışı	31
Şekil 3. 4 Malzeme yapısında meydana gelen maksimum plastik gerinimlerin grafik gösterimi.....	33
Şekil 3. 5 a) Tasarlanan Kalıp Yarı b) İmal edilen Kalıp	33
Şekil 3. 6 a) Pim, İtici İstampa, Koruyucu Kovan, b) Pim, İtici İstampa, Koruyucu Kovan kesit görünüşü	36
Şekil 3.7 Koruyucu kovani ile birlikte ıstampa tutucu.....	36
Şekil 3. 8 Deney düzeneği	37
Şekil 3. 9 Deney düzeneği	38
Şekil 3. 10 Mekanik Profilometre.....	46
Şekil 3. 11 AXS BRUKER D8 XRD cihazı	47
Şekil 3. 12 ThetaLite Temas Açısı Ölçüm Cihazı Yüzey Temas Ölçüm Cihazı	47
Şekil 3. 13 Çekme testi için hazırlanmış farklı büyüklük ve boyutlardaki numuneler	49
Şekil 3. 14 a) Çekme Testi için Kullanılan Aparat b) Çekme Testi Cihazı (Zwick 25 Ton)50	
Şekil 3. 15 a) Deneysel tasarım için alınan sertlik ölçüm noktaları b) Optimum deney sonuçları için oluşturulan sertlik haritası.....	51
Şekil 3. 16 Yük ve derinlik grafiğinin şematik gösterimi [149]	52
Şekil 3. 17. Aşındırma test cihazının şematik görünümü.....	53
Şekil 3. 18 Akrilik reçine içerisine sabitlenmiş abutment sistemi ve yorulma testinin uygulanma açısı	54

Şekil 3.19 Tel erozyon sonrası ve parlatılan numune yüzeylerinin görüntüleri	55
Şekil 3.20 BEGO Yüzey kumlama cihazı	55
Şekil 3.21. Ti13Nb13Zr'un başlangıçta sahip olduğu içyapı (optik mikroskop)	57
Şekil 3.22 Ti13Nb13Zr'un başlangıçta sahip olduğu içyapı-geçirimli elektron mikroskobu	58
Şekil 3.23 Ti13Nb13Zr'un başlangıçta sahip olduğu içyapı- geçirimli elektron mikroskobundan elde edilmiş kutup desenleri	58
Şekil 3.24 Ti13Nb13Zr'un hidrostatik ekstrüzyon sonrası sahip olduğu içyapı-geçirimli elektron mikroskobu ile elde edilmiş	59
Şekil 3.25 Ti13Nb13Zr'un hidrostatik ekstrüzyon sonrası sahip olduğu içyapı -geçirimli elektron mikroskobundan elde edilmiş kutup deseni	59
Şekil 3.26 HE 20 numunesine ait TEM kesit görüntüsü ve KD'leri.....	60
Şekil 3.27 Ti-13Nb-13Zr'un yatay ve dikey kesitinden alınmış XRD analizleri	61
Şekil 3.28 Başlangıç durum için çekme testi sonuçları	62
Şekil 3.29 HE20 için tekrarlı çekme testi sonuçları	63
Şekil 3.30 HE16 için çekme testi	63
Şekil 3.31 Mikro sertlik test sonuçları.....	64
Şekil 3.32 Sertlik değerlerinin alındığı bölgeleri gösteren numune kesiti	65
Şekil 3. 33 Taramalı elektron mikroskobundan alınan Ti13Nb13Zr yüzey görüntüleri; (a, d) İT (b, e) HE20 (c, f) HE16: (1) uzun aşınma izleri, (2) aşınma izleri, (3) tabaka izleri, (4-6) dairesel açınma izleri	66
Şekil 3.34 Optik profilometre ile ölçülmüş aşınma değerini gösteren profiller.....	66
Şekil 3.35 a) İlk hale b) HE16'ya ait optik mikroskop ile alınmış 3D olarak aşınma izlerini gösteren profil	66
Şekil 3.36 5N yük altında gerçekleştirilmiş teste ait sürtünme katsayısı değişimleri	67
Şekil 3.37 Seramik topun taramalı elektron mikroskop görüntüsü (b) EDS ile 1 alanı içerisinde noktasal olarak gerçekleştirilen malzeme analizi	68
Şekil 3.38 Aşınma testi sonrasında HE16 numunesi üzerinden gerçekleştirilen a) Geçirimli elektron mikroskobu görüntüsü ve b) TEM analizinden elde edilen kutup desenleri c) İlk haldeki TEM analizi	69
Şekil 3.39 Farklı tanecik boyutlarına sahip kumlanmış yüzeylerin taramalı elektron mikroskop görüntüleri (a) ilk hal, (b) HE20 Ti13Nb13Zr , (c) HE16 Ti13Nb13Zr	71
Şekil 3.40 EKAP işlemi öncesi saf titanyum Ti (a) 1 paso (b) 2 paso (c) 3 paso (d) 4 paso (e) 5 paso (f) 6 paso için mikro yapı görüntüleri	73
Şekil 3. 41 a) Saf Ti 8 Paso sonra b) tane sınırı açılmal yöneliminin oransal dağılımı	75
Şekil 3. 42 a) Saf titanyum 10 Paso sonra b) tane sınırı açılmal yöneliminin oransal dağılımı	75
Şekil 3. 43 a) Saf titanyum 2 Paso sonra b) tane sınırı açılmal yöneliminin oransal dağılımı c) Tane boyutu dağılımı	76
Şekil 3. 44 a) Saf titanyum 10 Paso sonra b) tane sınırı açılmal yöneliminin oransal dağılımı	77
Şekil 3. 45 a) Ti13Nb13Zr ilk hal b) b) tane sınırı açılmal yöneliminin oransal dağılımı	77
Şekil 3. 46 a) Ti13Nb13Zr 8 Paso Sonra b) tane sınırı açılmal yöneliminin oransal dağılımı	78
Şekil 3. 47 Saf titanyum ilk hal	79

Şekil 3. 48 a,b) Saf titanyum 100 °C 1 paso+ 450 °C 1 paso c) Kutup deseni.....	80
Şekil 3. 49 a,b) Saf titanium 450 °C 2 paso c) Kutup deseni	81
Şekil 3. 50 Saf titanyumun 450 °C 8 paso'da elde edilmiş numune.....	83
Şekil 3. 51 8 paso 450 °C Saf Ti.....	84
Şekil 3. 52 Ti13Nb13Zr ilk hal.....	85
Şekil 3. 53 T Ti13Nb13Zr 600 °C'de 1 Paso	86
Şekil 3. 54 Ti13Nb13Zr 600 °C 8 Paso	87
Şekil 3. 55 1 paso ve 8 paso için saf titanyum XRD profil pikleri	88
Şekil 3. 56 İT Saf Ti, 1 paso 100 °C+1 paso 450 °C, 2 Paso 450 °Caso için saf titanyum XRD profil pikleri	88
Şekil 3. 57 Williamson-Hall değer dağılımı ve bu değerlerden elde edilen denklem	90
Şekil 3. 58 a) Saf Ti Başlangıç b) Saf Ti 8 ve 10 paso c) Saf Ti 100 °C+450 °C ve 2 Paso 450 °C d) Ti13Nb13Zr 600 °C 8 Paso.....	91
Şekil 3. 59 Saf titanyum ilk hal çekme testi sonrası bu bölgenin sahip olduğu yüzey morfolojisini gösteren farklı büyütmelerdeki SEM resimleri: a) Kopmanın gerçekleştiği kesit büyütülmüş b) Kopmanın gerçekleştiği kesitin karşı yüzeyi c) Tane için ve tane sınırından kopmanın gerçekleştiğini gösteren iri taneli büyütülmüş görünüm	92
Şekil 3. 60 1 paso EKAP uygulanmış saf titanyum çekme testi sonrası bu bölgenin sahip olduğu yüzey morfolojisini gösteren farklı büyütmelerdeki SEM resimleri: a) Kopmanın gerçekleştiği kesit büyütülmüş b) Kopmanın gerçekleştiği kesitin karşı yüzeyi c) Tane içi kopmanın gerçekleştiğini gösteren görünüm	93
Şekil 3. 61 8 paso EKAP uygulanmış UİT saf titanyum çekme testi sonrası bu bölgenin sahip olduğu yüzey morfolojisini gösteren farklı büyütmelerdeki SEM resimleri: a) Kopmanın gerçekleştiği kesit büyütülmüş b) Kopmanın gerçekleştiği kesitin karşı yüzeyi c) Sünek kırılan UİT mikro yapı.....	94
Şekil 3. 62 Deneysel tasarımın vermiş olduğu optimum şartlarda imal edilen 8 pasolu numune kesitine ait sertlik dağılımı (0.1 pres hızı, 300 °C işlem sıcaklığı, Bc rotası).....	98
Şekil 3. 63 Deneysel tasarımın vermiş olduğu optimum şartlarda imal edilen 8 pasolu numune kesitine ait sertlik dağılımı (0.1 pres hızı, 300 °C işlem sıcaklığı, Bc rotası).....	98
Şekil 3. 64 Bc rotası ile 450 C'de iki paso basılarak elde edilen numunenin sertlik haritası	99
Şekil 3. 65 Bc rotası ile Bir paso 100 °C'de sonra 1 paso 450 °C'de, toplamda iki paso .	99
Şekil 3. 66 Saf Ti ilk hal, 8 paso ve 10 pasoya ait indentasyon eğrileri	100
Şekil 3. 67 Saf Ti ilk hal, 2 Paso 100 C+450 °C, 2 Paso 450 °C'ye ait indentasyon eğrileri	101
Şekil 3. 68 T13Nb13Zr ilk hal, 8 Paso 600 °C'ye ait indentasyon eğrileri.....	101
Şekil 3. 69 5N yük altında sürtünme kaysayıların değişimi.....	103
Şekil 3. 70 Saf Titanyuma Ait a) Optik Mikroskop ile görüntülenmiş ilk Hal kumlanmış ve b) Kompakal Optik Mikroskop ile görüntülenmiş UİT Kumlanmış Yüzey	104
Şekil 3. 71 Kumlama sonrası yüzey görüntüleri: (a)İlk Hal, (b) UİT Saf Ti, (c) UİT Ti13Nb13Zr	105
Şekil 3. 72 Optik profilometre ile ölçülen kumlanmış yüzey profili	106
Şekil 3. 73 DiOC6 (4 mM) boyama ile gerçekleştirilen hücre ekimi sonrasında 12, 24, 48	

ve 72. Saatlerde alınmış görüntüler. Her yüzeye 1×10^4 hücre ekilmiştir ve 4 mM DiOC6'de 30 dakika 37°C'de bekletilmiştir. Sonrasında yüzeyler 3 defa PBS ile yıkanmıştır. İşlem tamamlandıktan sonra bekletilmeden florasan mikroskobunda ölçüm gerçekleştirilmiştir.	104
Şekil 3. 74 Mitotraker kırmızı boyama ile gerçekleştirilen hücre testi a) 1×10^4 tane hücre farklı yüzeylere ekilmiştir ve 24 saat sonra gözlemlenmiştir hücre çekirdekleri DAPI ile boyanmıştır b) Boyama işleminden sonra Flouromtre ile ölçülen mitokondriyal membran potansiyelleri.....	105
Şekil 3. 75 Mitotraker kırmızı boyama ile gerçekleştirilen hücre testi a) 1×10^4 tane hücre farklı yüzeylere ekilmiştir ve 72 saat sonra gözlemlenmiştir hücre çekirdekleri DAPI ile boyanmıştır a) İT Ti13Nb13Zr b) UİT Ti13Nb13Zr	106
Şekil 3. 76 Yorulma testinden önce a) Implant-Abutment temas bölgesinin kesit görüntüsü b)yük uygulanan abutment bölgesi	107
Şekil 3. 77 Yorulma testinden sonra a) Soğuk çekilmiş b) UİT abutment ve implant temas bölgesi	108
Şekil 3. 78 a) Parlatılmış Saf Titanyum Ti İlk Durum-b) Titanyum İlk Durum Kumlu....	109
Şekil 3. 79 a)Ultra İnce Taneli Parlatılmış Yüzey b)Ultra İnce Taneli Kumlu Yüzey.....	109
Şekil 3. 80 a) Ti 450 °C+100 °C b) Ti 450 °C 2 Paso.....	110
Şekil 3. 81 a) Ultra İnce Taneli Parlatılmış Ti13Nb13Zr Yüzeyi, b)Ultra İnce Taneli Kumlanmış Ti13Nb13Zr Yüzeyi, c) İri Taneli Kumlanmış Ti13Nb13Zr Yüzeyi.	111
Şekil 3. 82 Sertlik değerinin kesitteki standart sapmasına bağlı olarak tespit edilen S/N grafiği	111

ÇİZELGE LİSTESİ

	Sayfa
Çizelge 2.1 Saf titanyum ve alaşımlarının bazı mekanik özellikleri ve sahip oldukları fazlar.....	16
Çizelge 3.1 HE esnasında çap, alan değişimleri ve uygulanan basınç değeri.....	27
Çizelge 3. 2 Deneylerde kullanılan numunelerinin kimyasal bileşimi.....	28
Çizelge 3.3 Malzeme yapısında meydana gelen değişimler.....	31
Çizelge 3. 4 Toolox 44 Malzemesinin Kimyasal İçeriği ve Mekanik Özellikleri.....	33
Çizelge 3.5 Toolox 44 Malzemesinin Aşınma Dayanımının Karşılaştırması.....	34
Çizelge 3.6 EKAP işlem parametrelerinin optimizasyonu.....	39
Çizelge 3.7 Saf titanyum ve Ti13Nb13Zr'un farklı sıcaklıklarda incelenmesi.....	40
Çizelge 3.8 Farklı sıcaklıklarda EKAP işlemi.....	40
Çizelge 3.9 Saf titanyumum farklı pasolar çekme testi sonuçları.....	61
Çizelge 3 10 Aşınma testinden önce ve sonra meydana gelen değişimler.....	65
Çizelge 3.11 Yüzeylere ait R_a ve R_z Değerleri.....	67
Çizelge 3.12 Saf titanyumum farklı pasolar çekme testi sonuçları.....	87
Çizelge 3.13 Ti13Nb13Zr 'nin ilk hal ve 8 paso için çekme testi sonuçları.....	88
Çizelge 3.14 Saf Ti ve Ti13Nb13Zr için ilk hal ve ultra ince taneli hal için sertlik değerleri.....	92
Çizelge 3.15 Saf titanyum ve Ti13Nb13Zr için paso sayısına göre değişen sertlik değerleri.....	92
Çizelge 3.16 Farklı sıcaklık rotalarında gerçekleştirilen deneylere ait ortalama sertlik değerleri.....	93
Çizelge 3.17 İndentasyon testi ile elde edilmiş numune gruplarına ait elastiklik katsayıları.....	98
Çizelge 3.18 Aşınma sonrası meydana gelen değişimler.....	99
Çizelge 3.19 Parlak ve kumlanmış yüzeylere ait R_a Pürüzlülük değerleri.....	100
Çizelge 3.20 Hücre miktarları a) ilk 12 ve 24 saatte tespit edilen tutunma miktarları b) Hücre 45, 72 ve 90 saat içerisinde meydana gelen hücre artış miktarları (Değerler 3 defa tekrarlanan test verilerin ortalamasını ifade etmektedir. Verileri işlemek amacı ile 2 yönlü ANOVA Bonferroni testi uygulanmıştır** $p<0,002$,*** $p<0,0001$	103
Çizelge 3.21 İT ve UİT Ti13Nb13Zr yüzeylere hücre ekimi sonrasında belirli yüzeylerde tespit edilen hücre miktarları.....	105
Çizelge 3.22 Ti S4 için yüzey ıslanabilirliklerinin ortalama temas açısı.....	108

Çizelge 3.23 Sertlik değerinin kesitteki standart sapmasına bağlı olarak tespit edilen S/N değerleri.....	112
Çizelge 3.24 Deneysel Sonuçlara Bağlı Olarak Gerçekleştirilen Varyans Analizi Sonuçları.....	112

**MEKANİK ÖZELLİKLERİ GELİŞTİRİLMİŞ BİYUYUMLU İMPLANT
MALZEMELERİNİN ÜRETİMİNDE AŞIRI PLASTİK DEFORMASYON
TEKNİĞİNİN UYGULANMA KOŞULLARININ ARAŞTIRILMASI**

Aslı GÜNAY BULUTSUZ

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı

Doktora Tezi

Tez Danışmanı: Prof. Mehmet Emin YURCİ

Eş Danışman: Prof. Dr. M. Numan DURAKBAŞA

Gerçekleştirilen tez çalışmasında alfa fazlı saf titanyum ve yakın beta fazlı Ti13Nb13Zr alaşımına eş kanal açılı presleme (EKAP) işlemi, beta fazlı Ti13Nb13Zr alaşımına hidrostatik ekstrüzyon (HE) işlemi uygulanmış ve ultra ince taneli biyoyumlu malzeme elde edilmiştir. Her iki teknik ile elde edilen Ti13Nb13Zr alaşımlarının mekanik ve mikro yapısal özellikleri kıyaslanarak aşırı plastik deformasyonun (APD) uygulama koşulları

incelenmiştir. EKAP işlemi ile saf titanyum ve Ti13Nb13Zr malzemeleri farklı sıcaklık ve paso değerlerinde ekstrüzyon işlemine tabii tutulmuş, deformasyon sonrası meydana gelen değişimlerin sebep olduğu mekanik özellikler ve oluşan son mikro yapı incelenmiş ve tekniğin uygulama koşulları araştırılmıştır. Literatürde şimdiye kadar gerçekleştirilmemiş, ardışık pasolar için farklı sıcaklıklarda EKAP işlemi gerçekleştirilerek oluşan mikro yapısal değişimler değerlendirilmiştir.

Çalışmada ilk halde 260 nm beta lamellere sahip Ti13Nb13Zr her iki teknik ile; 58 µm çaplı tanelere sahip saf titanyum EKAP tekniği ile ultra ince taneli (UİT) hale getirilmiştir. Nano boyutta incelemeleri gerçekleştirmek amacı ile Geri Saçılımlı Elektron Difraksiyonu (EBSD) ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) kullanılmıştır. EBSD tekniği daha büyük bir alan üzerinden inceleme gerçekleştirmektedir. Bu sebeple tane boyutu ölçümü için EBSD kullanılmıştır. EBSD ve TEM analizlerinden faydalanarak sırası ile EKAP ve HE teknikleri ile elde edilen UİT numunelerin ortalama tanecik boyutu EKAP saf Ti için 550 nm, HE Ti13Nb13Zr için beta lamellerin genişliği 80 nm olarak tespit edilmiştir. EKAP ile elde edilen Ti13Nb13Zr'de HE'de elde edilen beta lamelli yapının olmadığı ardışık rotalar sebebi ile tanelerin yuvarlaklaştığı gözlemlenmiştir. EBSD analizlerinde 8 paso EKAP Ti13Nb13Zr ortalama tane boyutu yaklaşık 410 nm olarak belirlenmiştir. Tane boyutu ölçümü için her iki teknikte TEM incelemelerinden faydalanırken, EKAP ile elde edilen UİT saf Ti için XRD ölçümleri sonucundan yola çıkılmış, teorik olarak Williamson-Hall denkleminde faydalanarak hesaplanmış ve yaklaşık tane boyutu 420 nm olarak bulunmuştur. Mekanik dayanımlarını yükseltmek için gerçekleştirilen aşırı plastik deformasyon işlemleri sırası ile EKAP işlemi ile saf titanyumun dayanım değeri yaklaşık ~1.5 katına yükselirken Ti13Nb13Zr'daki artış 60 MPa (~ 1. 1 katı) gibi bir değerle nispeten daha az olmuştur. HE işlemi ile elde edilen Ti13Nb13Zr numunelerin dayanım değeri ise ~1.41 kat artmıştır. HE ile imal edilen Ti13Nb13Zr'un süneklik değeri 19.56 mm'dan 9.032 mm değerine düşmüştür. EKAP ile imal edilen Ti13Nb13Zr'da 8 paso sonrası bu değer 6.91 mm olarak tespit edilmiştir. EKAP ile imal edilen saf titanyumun süneklik değerinin uygulanan EKAP işlemi sonrası Ti13Nb13Zr'da olduğu gibi azaldığı gözlemlenmiştir. Nitekim titanyumun kopma uzaması değeri 13.90 mm'den, 8 paso sonrası 8.34 mm'ye düşmüştür. Deneysel tasarım yapılarak en uygun imalat şartlarının araştırıldığı EKAP işlemi için 0.1 mm/sn pres iniş hızı, 300 °C işlem sıcaklığı ve ardışık pasolar arası B_c yönelimi homojen mikroyapı için ideal parametreler olarak tespit edilmiştir. Kalite karakteristiği olan mikro yapının homojenliği sertlik dağılımına göre tespit edilmiştir. Sıcak ve soğuk rotaların bir arada değerlendirildiği orijinal çalışmada ise EKAP işlem veriminde artış gözlemlenmiştir. 2 paso 450 °C ve 1 Paso 100 °C sonrasında 1 Paso 450 °C rotası takip edilerek elde edilen numuneler kıyaslandığında çekme dayanımı numunelerde sırası ile 758.40 MPa ve 792.34 MPa olarak tespit edilmiştir. EBSD incelemesinde 2 paso 450 °C'de basılan taneciğin tane boyutu 1.7 µm ölçülmüştür. 1 paso 100 °C+ 1 paso 450 °C rotası ile imal edilen numunenin tanecik boyutu 1.9 µm olarak tespit edilmiştir. Taneler arasındaki açı ise 2 paso 100 °C+1 450 °C, 2 paso 450 °C için sırasıyla %41 ve %36 olarak tespit edilmiştir. Elastiklik katsayısı 2 paso 100 °C+1 450 °C, 2 paso 450 °C sırasıyla 143.19 GPa ve 152.57 GPa olarak tespit edilmiştir. Bütün bu veriler incelendiğinde düşük ve yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilen EKAP işleminde işlem veriminin artırıldığı gözlemlenmiştir.

Aşırı plastik deformasyon sonrasında elde edilen mukavemet artışına rağmen EKAP işlemi titanyumun aşınma davranışı üzerinde önemli bir etkisinin olmadığı aşınma testlerinde tespit edilmiştir. Biyolojik uyumluluğa katkısını belirlemek amacı ile gerçekleştirilen hücre testlerinde yüzey modifikasyonunun ve ultra ince taneli yapının olumlu etkisi tespit edilmiş, EKAP ile elde edilmiş UİT kumlanmış saf titanyum yüzeyinde 96 saat sonra ölçülen hücre miktarı 53×10^2 olurken İR Saf titanyum yüzeyde 40×10^2 tane hücre gözlemlenmiştir. EKAP ile elde edilmiş UİT parlak Ti13Nb13Zr yüzeyde ise 72 saat sonra 116×10^3 hücre gözlemlenirken İT taneli parlak Ti13Nb13Zr yüzeyde bu değer 98×10^3 'e artmıştır. Yüzey ıslanabilirlik testinde minimum aç kumlanmış UİT saf Ti için tespit edilmiştir ve bu değer 14.02°'dir. Abutment implant sisteminde en küçük parça olan abutment vidası formunda imal edilen ultra ince taneli saf titanyum yorulma test standardında ifade edilen şartlara uygun olarak test edilerek biyomekanik dayanım özelliği incelenmiş ve abutment implant arasındaki açıklık konvensiyonel abutment vidasına göre 5.74 µm düşürülmüştür.

EKAP işlemi ile saf titanyum ve TNZ'den elde edilen ultra ince taneli numunelerin mekanik, yüzey özelliklerinin değerlendirildiği incelemelerde biyomedikal uyumluluğunun iyileştiği gözlemlenmiştir. Mekanik testler ve mikroyapı incelemelerinde elde edilen sonuçlar doğrultusunda düşük ve yüksek sıcakta gerçekleştirilen EKAP işleminde işlem veriminin artırıldığı gözlemlenmiştir. HE ve EKAP APD işleminin uygulandığı TNZ için mekanik özelliklerin biyomedikal uygunluk için HE APD işlemi ile daha fazla iyileştirilmiştir. Saf Ti S4'ün homojen sertlik dağılımının araştırıldığı optimal işlem koşullarının incelendiği çalışmada 300 °C, 0.1 mm/sn pres iniş hızı ve B_c rotası olarak tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Plastik deformasyon, Eş Kanal Açılı Ekstrüzyon, Hidrostatik Ekstrüzyon, Saf Titanyum, Ti13Nb13Z

ABSTRACT

**INVESTIGATION OF SEVERE PLASTIC DEFORMATION METHOD
PROCEDURE PARAMETERS FOR MANUFACTURING BIOMEDICAL
MATERIALS WITH IMPROVED MECHANICAL PROPERTIES**

Aslı GÜNAY BULUTSUZ

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı

Doktora Tezi

Tez Danışmanı: Prof. Mehmet Emin YURCI

Eş Danışman: Prof. Dr. M. Numan DURAKBAŞA

In this thesis alpha phase pure titanium and near beta Ti13Nb13Zr was processed with Equal Angular Channel Extrusion (ECAE) and Ti13Nb13Zr was processed with Hydrostatic (HE) extrusion in order to obtain ultrafine grained biomaterials. With these two techniques efficiency were compared for Ti13Nb13Zr with its mechanical and microstructural properties. With ECAE procedure different procedure parameters such

as; process velocity, temperature were used in order to understand its effect on microstructure and mechanical properties. From this point of view optimal process parameters were observed for both pure titanium and Ti13Nb13Zr. A novel ECAE route was used that combine low and warm temperature in subsequent extrusions. After application of this combined route its effect on mechanical properties and microstructure were observed. Initial Ti13Nb13Zr were observed and beta lath were determined with 260 nm width. Initial pure titanium grain sizes were observed as 58 μm . With severe plastic deformation methods these size decreased. For pure titanium after 8 pass with ECAE the final grain size was determined as 550 nm. For Ti13Nb13Zr after HE procedure beta lath width was observed as 80 nm. After ECAE of Ti13Nb13Zr the final grained were observed to be more granular than HE processed Ti13Nb13Zr due to the rotations in the subsequent passes. The final grain size was measured as 410 nm from EBSD results. Electron back scattering diffraction (EBSD) and Transmission Electron Microscope were used for nano-scale investigation. EBSD measurements were applied in a larger area of specimen which results higher accurate measurement. Thus, grain size measurements applied with EBSD as far as possible. Moreover from XRD results grain size of ultrafine grained specimens that manufactured with ECAE procedure, obtained with Williamson-Hall Approach. With this method ultrafine grained final grain size concluded as 420 nm. Severe plastic deformation methods applied in order to improve mechanical strength and for pure titanium mechanical strength were ~ 1.5 times higher than initial state. For ECAE-Ti13Nb13Zr the maximum tensile strength increased only 60 MPa which equals 1.1 times of initial state. HE- Ti13Nb13Zr ultrafine grained materials maximum mechanical strength was ~1.41 times higher than initial state. HE- Ti13Nb13Zr ultrafine grained materials ductility value decreased to 9.032 mm from 19.56 mm. ECAE- Ti13Nb13Zr ductility decreased to 6.91mm. After ECAE of pure titanium ductility decreased as in Ti13Nb13Zr. Titanium elongation was decreased to 8.34 mm from 13.90 mm. Despite of increase in the mechanical properties wear resistant were not increased significantly. With experimental design of ECAE procedure, optimal process parameters were obtained as; 0.1 mm/sn extrusion velocity, 300 °C process temperature and route B_c. For this experimental design quality characteristic was selected as homogeneity of micro structure that obtained from Vickers hardness test.

In order to obtain novel combined temperature routes efficient mechanical tests and microstructural observations were applied and the tensile strength were determined for 2 times pressed at 450 °C and 1 Pass 100 °C +1 Pass 450 °C specimens respectively 758.40 MPa and 792.34 MPa. According to the EBSD investigation the grain size of these two specimen groups measured and for 2 times pressed at 450 °C 1.7 μm and for 1 Pass 100 °C +1 Pass 450 °C 1.9 μm were found. The angle between grains were measured as %36 for 2 times pressed at 450 °C and %41 for 1 Pass 100 °C +1 Pass 450 °C. Young modulus of specimens determined as 143.19 GPa for 1 Pass 100 °C +1 Pass 450 °C and 152.57 for 2 times pressed at 450 °C. After analyzing all of these results it can be concluded that combine temperature route improved process efficient.

In order to understand these ultra-fine grained materials behavior as biomaterials cell cultures were applied. More over surface modifications were also applied to these materials in order to understand its effect on ultrafine grained materials. After 96 hours of cell culture the cell quantity were determined as 53×10^2 for sand blasted

ultrafine grained pure titanium and this value was 40×10^2 for initial state. Cell culture tests also applied to ECAE processed ultrafine grained Ti13Nb13Zr and obtained as 116×10^3 which was 98×10^3 for initial state. Surface wettability was determined as 14.02° for sand blasted pure titanium which shows it is a hydrophilic surface. This value was 82.56° for initial state. Ultrafine grained abutments and abutments screws were manufactured and fatigue test were applied according to ISO14801 and the micro gap between implant and abutment decreased $5.74 \mu\text{m}$.

Mechanical and surface properties for biomedical compability improved with ECAP procedure for TNZ and pure Ti G4. The novel combined temperature ECAP process route found to be more productive for pure Ti grade 4. Severe plastic deformation of TNZ compared for HE ve ECAP processes and HE process found to be more productive for TNZ as a SPD procedure. The optimal process parmeter for Pure Ti Grade 4 found to be 300°C , 0.1 mm/s ram speed, and route B_c. In these optimisation study the quality characteristic was selected as homogenous hardness of microstructure.

Keywords: Plastic Deformation, Equal Channel Angular Extrusion, Hydrostatic Extrusion, Pure Titanium, Ti13Nb13Zr

BÖLÜM 1

GİRİŞ

1.1 Literatür Özeti

Biyomedikal alanda implant malzemesi olarak kullanılan saf metal ve metal alaşımlarından öncelikli olarak vücuda zarar vermemesi, biyolojik olarak uyumlu davranış göstermesi ve mekanik şartları azami ölçüde karşılayabilmesi istenmektedir. Biyomedikal kullanım için kemik içerisine yerleştirilen implantın mekanik davranışlarının mümkün olduğunca kemiğe yakın olmasına ihtiyaç duyulmaktadır. İmplant malzemesinin mekanik özellikleri vücudun sahip olduğu değerlere yaklaştıkça, implant vücut ile birlikte daha uyumlu hareket etmekte ve implantın kullanım ömrü uzamaktadır [1-3]. Yapılan literatür araştırmasında implant kaybına sebep olan problemler incelenmiş ve bu problemlerden birisinin de küçük kesitli implantın yetersiz mekanik dayanımı olduğu gözlemlenmiştir. Kayıpların yaklaşık %5-20'sinin yük altında iken meydana geldiği tespit edilmiştir [4-7]. Elde edilen bu veriden günümüzde daha yüksek dayanıma sahip biyouyumlu implant malzemesine ihtiyaç duyulduğu anlaşılmaktadır.

Titanyum ve titanyum alaşımları düşük elastiklik katsayıları, yüksek korozyon dayanımları ve sahip olduğu mekanik özellikler sebebi ile yaygın olarak tercih edilen biyomedikal malzeme grupları olmuştur. Günümüzde titanyum ve titanyum alaşımları her ne kadar azami şartları sağlasa da implantların vücut ile daha uyumlu olması ve implant tasarımlarının çeşitliliğini artabilmesi amacı ile malzeme özelliklerinin geliştirilmesi gerekliliği oluşmuştur. Özellikle ortopedi alanında kullanılan implantlar için malzemenin sahip olduğu elastiklik katsayısının mümkün olduğunca düşük ve kemiğe yakın olması, implantın yük altında kemiğin kırılmasına engel olan bir davranış sergilemesini sağlamaktadır. Bu farkın artması durumunda yük altında implant kemiğe oranla daha fazla esnemekte, çevresinde bulunan kemik üzerinde stres kalkını oluşturmaktadır [7-10]. Bu durumda implant kemikten daha fazla esneyerek kemik üzerinde ekstra yük oluşturmaktadır. Bu ekstra yük oluşumu uzun dönemde kemikte doku kaybına ve bölgesel kemik erimesine neden olmaktadır. Hatta kemiğin ve implantın elastikiyet katsayısı arasındaki farkın çok fazla olması durumunda kemiğin implantın sebep olduğu ekstra yük sebebi ile kırıldığı gözlemlenmiştir [11].

Biyomedikal malzemelerin biyolojik uyumluluk ve mekanik özelliklerini geliştirmek amacı ile implant malzemelerine alaşımlama veya plastik deformasyon teknikleri uygulanmaktadır. Bu iki teknik arasından yaygın olarak saf titanyum için alaşımlama tekniği tercih edilmektedir. Günümüze kadar titanyum özellikle başta Al, V olmak üzere birçok farklı ilave malzeme ile alaşımlanarak mekanik dayanımı artırılmıştır. Ancak özellikle vanadyumun vücuda zararlı etkisi sebebi ile ilave olarak eklenebilen malzeme çeşitliliği kısıtlıdır. Bunların yerine alternatif malzeme arayışları uzun bir dönemdir sürmektedir [12-13]. Devam eden araştırmalarda titanyum alaşımları içerisinde hem mekanik özellikleri yüksek olan hem de elastikiyet kat sayısının nispeten daha düşük olan β fazlı titanyum alaşımları tercih edildiği gözlemlenmiştir. Saf halde α fazına sahip olan titanyum ile Nb, Zr, Ta, Mo ve Sn gibi farklı alaşım elementleri kullanarak β fazı içyapıda kararlı hale getirilebilmektedir. Ancak titanyumun alaşımlama işlemi gerek tekniğinin zor olması, gerek bahsi geçen ilave malzemelerin maliyetleri sebebi ile üretim giderleri oldukça yüksektir [12-13]. Diğer bir teknik olan aşırı plastik deformasyon tekniği, mikro yapıda değişiklik yaparak tanecik boyutlarının küçülmesini sağlamakta bu sayede mekanik özelliklerin iyileştirilmesini mümkün kılmaktadır [14-

16]. Bunun yanı sıra tane incelmesinin malzemenin biyolojik uyumluluğuna katkıda bulunduğu yapılan çalışmalarda tespit edilmiştir [17-18]. Hücre kültürü testlerinde implantın yüzeyinde hücre oluşumunun öncelikli olarak yüksek enerjiye sahip tane sınırları boyunca oluşmaya başladığı gözlemlenmiş, tane sınırı arttıkça iyileşme sürecinin de hızlanacağı ön görüşünde bulunmaktadır [19]. Ayrıca birim alanda artan tane sınırlarının yüzey enerjisini artırdığı bunun da hücre tutunumunu hızlandığı gözlemlenmiştir [20].

Aşırı plastik deformasyon (APD) teknikleri mekanik dayanımı artırmak ve biyomedikal özelliklerinin geliştirmesine ihtiyaç duyulan biyomedikal metaller için çözüm niteliği taşımaktadır. Aşırı plastik deformasyon: yüksek basınç altında boyutsal değişim gerçekleştirmeden, malzeme mikro yapısında yüksek gerinim miktarları oluşturmak suretiyle tane inceltme işlemi olarak adlandırılmaktadır [21]. APD teknikleri ile elde edilen ultra ince taneli (UİT) yapılar konvansiyonel termo-mekanik işlemler ile imal edilememektedir. Yöntem bu yönü ile son yıllarda oldukça fazla ilgi görmektedir. APD ile elde edilen UİT yapılar büyüklüğü 1 μm 'den küçük, taneler arası açının geniş olduğu yapılar olarak tanımlanmaktadır [21]. G. Langdon'ın yaptığı incelemede vurguladığı gibi APD tekniklerinin kullanımı aslında antik çağa uzanmaktadır. Milattan önce 200 yılında Çin'de çelik ustaları tekrarlı katlama ve dövme yöntemini kullanarak kılıç imalatı gerçekleştirmişlerdir. Ünlü Bai-Lian çeliği olarak geçen bu malzemeler uygulanan APD imalat yöntemi sayesinde yüksek dayanım ve sertliğe ulaşmaktadır. Gerçekleştirilen arkeolojik kazılarda araştırmacılar daha sonraki dönemlerde Woots gibi hem yüksek sertliğe hem de yüksek sıcaklıklarda süper plastik davranışa sahip olan çeliğe rastlamışlardır. Orta Doğu bölgesinde gerçekleştirilen kazılarda, Suriye bölgesinde APD ile imal edilmiş Damascus-Şam çeliğine rastlanılmıştır [22]. Antik çağda bu yüksek dayanımlı çelik malzemelerin imal edilmiş olmasına karşın mikro yapı özelliklerini inceleyecek teknolojik donanım mevcut değildi. Detaylı nanoyapı ve mikro yapı incelemeleri yapılamıyordu. İlk defa 1930'lu yıllarda Harward Üniversitesinde Profesör P.W. Bridgman yüksek basınç altında torsiyon ile imal edilmiş nano yapıli metalleri detayli olarak incelemişlerdir. 1970 tarihinde Profesör H.J.Rack geçirimli elektron mikroskobu kullanarak aşırı plastik deformasyon ile elde edilmiş telleri incelemiştir [23]. Bunu takip eden dönemde Sovyetler Birliğinden Segal ve diğerleri çalışmaları

devam ettirmiş ve EKAP tekniğini geliştirmişlerdir [24]. Daha sonra ise Valiev ve diğerlerinin mikro yapı incelemeleri için geçirimli elektron mikroskobu (TEM), geri yayımlı elektron mikroskobu (GYEM) ve X-Ray teknikleri kullanarak mikro yapıdaki oluşumları gözlemlemişlerdir. 1980 sonrası çalışmalar Ufa'da Valiev ve diğerleri tarafından geliştirilerek özellikle Al, Cu için tane incelme mekanizmaları ve mekanik özellikler detaylı olarak incelenmiştir [25]. Devam eden yıllarda birçok farklı APD metotları geliştirilmiştir. Valiev ve diğerlerinin vurguladığı gibi bu farklı metotların karşılaması gereken temel gereksinimler mevcuttur. Öncelikle APD metodu ultra ince taneli ($<1 \mu\text{m}$) ve geniş açılı tane yapısına sahip olmalıdır. İstenilen ikinci özellik ise oluşan nano yapının mümkün olduğunca homojen dağılmış olması istenmektedir. Üçüncü özellik ise aşırı plastik deformasyona maruz kalmış numunelerin yüzeyinde veya içinde herhangi çatlak, hasar bulunmamasıdır [14].

Sonraki dönemlerde plastik deformasyon ile elde edilmiş malzemelerin tanınması, mikro yapıda meydana gelen deformasyon sistemlerinin anlaşılması, işlem esnasında kullanılan parametrelerin etkilerinin anlaşılması ve verimliliğinin artırılmasına yönelik çalışmalar devam etmiştir. N.H Ahmadeev ve diğerlerinin gerçekleştirdikleri çalışmada EKAP işlemi ile geniş açılı ÜT yapılı metal imal etmişler ve mikro yapıda elde edilen farklı büyüklükteki taneleri sınıflandırmışlardır. Bakır ile 12 pasoda gerçekleştirilen EKAP işlemi ile ortalama 210 nm büyüklüğünde, homojen ve nano yapılı numune elde etmişlerdir. TEM ile gerçekleştirdikleri tane boyutu ölçümlerinde ortalama 210 nm değerini veren tane boyutlarını üç farklı grupta sınıflandırmışlardır. Bu tanelerin en küçükleri nano kristaller olarak adlandırılmış ve çapları 100 nm'nin altında ölçülmüştür. Bu tanelerin içerisinde kafes dislokasyonları çok az gözlemlenmiştir. Orta büyüklükteki (400-500 nm) tanelerde ise karmaşık olarak dağılmış dislokasyon yapıları gözlemlenmiştir. Ortalama dislokasyon yoğunluğu $5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ olarak ölçülmüştür. Bu dislokasyon yoğunluğun pasolar arasında numunenin kalıba yerleştirilme yönelimine göre değiştiği yapılan çalışmalarda vurgulanmıştır [26-27]. EKAP rotasının mikro yapıya etkilerinin incelendiği çalışmalarda ise mikro yapı homojenitesi ve işlem verimi artırılmak istenmiştir [28-31]. Pasolar gerçekleştirildikten sonra yapılan mikro yapı incelemesinde ardışık pasolar arasında farklı açılarda ve yönlerde döndürülerek yerleştirilen numunelerin yapısında farklı gerinim doğrultuları oluşmaktadır. Bu

doğrultu değişimleri yeni dislokasyon yapıları oluşturarak tane boyutunun incelenmesine sebep olmaktadır. Farklı yönelimlerin farklı deformasyon mekanizmalarına ve dolayısıyla son mikro yapıya etki ettiği çalışmalarda vurgulanmıştır [32]. V. V Stolyarov ve diğerleri [33] gerçekleştirdikleri çalışmada EKAP işlemi sırasında numunenin kalıba yerleştirilme yönelimlerinin mikro yapıya etkilerini incelemişlerdir. Çalışmada B_c , B_a ve C rotalarını denemişlerdir. EKAP işlemini 450 °C sıcaklıkta 90° kalıp açısında gerçekleştirmişlerdir. Elde ettikleri numunelerin mikro yapıları, mikrosertlik değerleri, çekme değerleri, termal kararlılıkları incelenmiştir. Tane küçültme için en etkili rota B_c olarak tespit edilmiştir. B_a ve C rotasında uygulanan açılı yönelimleri sebebi ile daha çok uzamış taneler gözlemlenmiştir. Çalışmada uygulanan rotaların sertlik üzerinde önemli bir etkisine rastlanmazken, B_c rotası ile maksimum çekme dayanımı elde edilmiştir. Numunelerin hepsi termal olarak kararlı tespit edilirken, 450 °C'de gerçekleştirilen ısıtma işlemlerinde önemli bir tane büyümesi gerçekleşmemiştir. Gerçekleştirilen bu işlem tane içi ve sınırlarındaki dislokasyon yoğunluğunun azalmasını sağlamıştır. Ancak bu çalışmada son mikro yapıya ulaşmak için oluşan mikro yapı mekanizmaları incelenmemiştir.

I. Kim ve diğerlerinin gerçekleştirdikleri deneysel çalışmada titanyumun aşırı plastik deformasyonu sonrasında mikro yapısında meydana gelen şekil değiştirme mekanizmalarını incelemişlerdir. Çalışmada ideal c/a oranına sahip olmayan saf titanyumun oldukça karmaşık kayma sistemleri ve ikizlenme düzlemlerine sahip olduğu vurgulanmıştır. İdeal olan c/a oranı 1,63 iken saf titanyum bu ideal değere sahip olmayan 20 elementten birisidir. Titanyumun sahip olduğu hegzagonal yapıda şekil değiştirme esnasında kayma sistemlerinden daha çok ikizlenme mekanizmasının aktif olduğu vurgulanmıştır. Plastik deformasyon sonrasında yapıda daha çok $[1\bar{0}11]$ düzleminde gerçekleşen paralel ikizlenmiş yapılar gözlemlenirken bu tanelerin içerisinde daha az dislokasyon yoğunluğu gözlemlenmiştir [34]. Araştırmacıların bir paso ile gerçekleştirdikleri bu çalışma meydana gelen şekil değişim mekanizması ile ilgili bilgi vermektedir. Uygulanan pasoların deformasyon miktarına ve türlerine etkisinin yanı sıra gerinim hızının da etkisi oldukça önemlidir. Örneğin EKAP yapılırken pres hızının değişmesi deformasyon işlemi esnasında meydana gelen akma gerilmesi, iç ısınmayı etkilemektedir [35-39]. Yavaş pres hızları tane sınırlarından şekil değişimini

sağlayarak dengeli taneler oluşturmaktadır [40]. Daha yüksek pres hızları ise yüksek akma gerilmesi ve beraberinde kararsız iç enerjiye sahip tane oluşumuna sebep olmaktadır. M. Moradi ve diğerlerinin gerçekleştirdiği deneysel incelemede EKAP işlemi esnasında oluşan deformasyon kesitindeki sıcaklık artışını kızıl ötesi kameralar ile incelenmişlerdir. Deneylerinde kızılötesi ışınları geçiren bir kalıp kullanan araştırmacılar deney malzemesi olarak saf kurşun kullanmışlardır. Aynı zamanda teorik hesaplamayı gerçekleştirmek amacı ile dijital görüntü korelasyon tekniğini kullanan araştırmacılar deneysel hesaplamaları gerçekleştirmiş ve uygulamalı deney ile benzer sonuçlar elde etmişlerdir. Araştırmacılar 2-30 mm/s arasındaki hız aralığında gerçekleştirdikleri deneylerinde deformasyon bölgesindeki sıcaklık artışının hız ile doğru orantılı olduğunu sayısal olarak tespit etmişlerdir [41]. Sürtünme sebebi ile oluşan sıcaklık artışı özellikle yüksek hızlarda gerçekleştirilen işlemler için önemlidir [40, 42, 43].

İşlem sıcaklığı deformasyon parametreleri arasında diğer bir önemli etkili faktördür. Yüksek sıcaklıklar malzemenin şekil değiştirmeye karşı olan direncini düşürerek dislokasyon hareketini sağlamak ve plastik deformasyonu kolaylaştırmaktadır [44]. I. Kim ve diğerleri sıcaklığın titanyumun aşırı plastik deformasyonu üzerindeki etkileri incelenmiştir [45]. 200-600 °C arasında tek paso ile gerçekleştirilen incelemelerde deformasyon mekanizmalarında farklılık gözlemlenmiştir. 200 °C’de gerçekleştirilen işlemde kayma gözlemlenirken 250 °C’nin üzerinde $[10\bar{1}1]$ düzleminde ikizlenme gözlemlenmiştir. Mikro yapıdaki ikizlenme miktarlarındaki artış 350 °C’ye kadar arttığı gözlemlenirken bu sıcaklığın üstündeki değerlerde ikizlenme yoğunluğu düşmüştür. Aynı zamanda 350 °C’ye kadar ikizlenme miktarının artmış olmasına karşın 250 °C’ye göre dislokasyon yoğunluğunda düşüş gözlemlenmiştir. 600 °C’de gerçekleştirilen incelemelerde kayma düzlemlerinin yakınlarında yeniden kristalleşmiş ince taneler gözlemlenmiştir. Literatürde vurgulandığı gibi titanyum gibi şekillendirilmesi güç malzemeler için işlem sıcaklığı oldukça önemlidir. Titanyumun oda sıcaklığında EKAP ile aşırı plastik deformasyonun gerçekleştirildiği çalışmalar mevcuttur. Ancak sonuçlar birbirini ile çelişmektedir. Bazı araştırmacılar bunun başarılı sonuç verdiğini çalışmalarında vurgularken [38] bazı araştırmacılar olumlu sonuç elde edememiştir [46]. X. Zhao ve diğerlerinin gerçekleştirdikleri deneysel çalışmada, 15x15 mm² kesitinde 80 mm uzunluğunda saf titanyum numuneler 120 ° açığa sahip EKAP kalıbında

0.5 mm s⁻¹ pres iniş hızında tek paso ile plastik deformasyon işlemi gerçekleştirmişlerdir. Elde ettikleri mekanik dayanım değeri yüksek sıcaklıkta daha fazla pasoda elde edilen numuneler ile eşdeğer olan 680 MPa olarak tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra sertlik değerinde oldukça fazla artış gözlemlenmiştir. Düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilen EKAP ile oluşan yüksek enerjili kararsız mikro yapı homojen olmayan sertlik dayanımı ve mekanik dayanım gibi olumsuz biyomekanik özelliklerin oluşmasına yol açabilmektedir [47]. Titanyum için farklı sıcaklıkta gerçekleştirilmiş çalışmalar olmasına rağmen hem düşük hem yüksek sıcaklıkların aynı rotada uygulandığı bir çalışmaya rastlanılmamıştır.

Titanyumum sahip olduğu olumlu biyomekanik ve biyokimyasal özelliklerin yanında yüzeyi biyolojik olarak hücre yerleşimi için aktif değildir. Yüzeyde hücre aktivasyonunu sağlamak amacı ile bir takım yüzey modifikasyonları gerçekleştirilmektedir [48]. Bunun yanı sıra gerçekleştirilen bazı yüzey modifikasyonları implantların mekanik özelliklerini olumlu yönde etkilemektedir. Bunlar temel olarak kumlama, asitleme, kumlama ve asitleme, kaplama olarak sınıflandırılmaktadır [49-53]. Literatürde birçok farklı yüzey çalışması gerçekleştirilmiş ve karşılaştırılmalar yapılmıştır. Bazı araştırmacılar tarafından son dönemde UİT malzemelerin yüzey modifikasyonu ile ilgili çalışmalar gerçekleştirilmiştir. A.E Medvedev ve diğerlerinin gerçekleştirdikleri çalışmada UİT saf titanyumum kumlama ve asitleme sonrası yüzey özellikleri incelenmiştir. Araştırmacılar kumlama işlemi esnasında yüzeyde oluşan basınç sebebi ile bölgesel gerinim oluştuğunu, bu durumdan yorulma dayanımının olumsuz etkilendiğini vurgulamışlardır. EKAP tekniği ile elde ettikleri saf titanyumları aynı şartlar altında kumlayan ve asitleyen araştırmacılar elde ettikleri numunelerin yorulma dayanımını incelemişlerdir. Kumlama işlemi iri taneli malzemelerin yüzeyinde yorulma dayanımının artmasını sağlayacak iyileşmiş taneler oluştururken, UİT malzemelerde böyle bir etki gözlemlenmemiştir. Kumlanmış iri taneli saf titanyumun yorulma dayanımı artarken, kumlanmış UİT saf titanyumun yorulma dayanımı en yüksek değer olmuştur. UİT saf titanyumun yüzey pürüzlülüğü ise aynı şartlar altında gerçekleştirilen kumlama sebebi ile sertliği ve dayanımı daha düşük olan iri taneli titanyumdan daha düşük olmuştur. Biyolojik aktiviteyi kıyaslayabilmek için yakın pürüzlülük değerlerine ulaşmak gerekmektedir [55]. A.E Medvedev ve diğerlerinin bu çalışmaya paralel olarak devam ettirdikleri

alışmasında ise yzeyleri biyolojik aktivitesini deęerlendirmişlerdir. Parlatılmış yzeylerde UİT numunelerin biyolojik aktivitesi daha yksek ıkarken kumlanmış ve asitle daęlanmış yzeylerde herhangi bir farklılık gözlemlenmemiştir. Oluşan bu durum hücre testi şartlarına dayandırılmış olsa da biyolojik aktivite üzerinde oldukça yksek etkisi olan yzey przllklerinin farklı olması deęerlendirmeyi etkilemiştir [56].

Bu konuda gerekleştirilen literatr alışması oldukça kısıtlıdır. Tez alışması kapsamında yakın przllk deęerlerine sahip UİT ve İT saf titanyum numunelerin biyolojik aktivitesi deęerlendirilmiştir.

1.2 Tezin Amacı

alışmada mekanik zelliklerini geliştirmek amacı ile biyolojik olarak uyumlu implant malzemelerine aşırı plastik deformasyon yntemleri uygulayarak ultra ince taneli yarı mamul elde etmek ve homojen mikroyapıya sahip ideal imalat koşullarının tespit edilmesi amaçlanmıştır. UİT malzemedен imal edilmiş numunelerin biyomedikal kullanıma uygunluęunu belirlemek amacı ile mikro yapı incelemeleri ve mekanik testler gerekleştirilmiştir.

Gnmzde oldukça popler plastik deformasyon tekniklerinden olan EKAP ve HE yntemleri ile birok farklı malzemeler incelenmiştir. Şekillendirilmesi g olan titanyum ve titanyum alaşımları iin mevcut literatr bilgileri kolay şekillendirilen malzemelere kıyasla kısıtlıdır. EKAP işleminde kullanılan işlem parametrelerinin mikro yapı ve mekanik zelliklere etkisinin incelendięi sistematik bir alışma ise mevcut deęildir. Ayrıca farklı sıcaklıkların ardışık pasolar ile uygulandięı bir alışma mevcut deęildir. Tez alışması kapsamında yapılan detaylı işlem incelemesi ile birlikte parametrelerin son mikro yapı üzerindeki etkileri vurgulanarak mikro yapı oluşumu optik ve mekanik yntemler ile detaylı olarak incelenmiştir. Optimum işlem parametreleri sistematik olarak belirlenerek ideal EKAP işlem parametrelerinin oluşturulması hedeflenmiştir. Aynı zamanda dşk ve yksek sıcaklıkların bir arada kullanıldığı EKAP deneylerinde imalat srelerinin kısaltılması hedeflenmiştir.

Mekanik ve mikro yapı incelemeleri tamamlanan EKAP işlemine tabii tutulmuş numunelerin yzey alışmalarında ise biyolojik uyumluluk testleri gerekleştirilerek

biyomedikal implant olarak uygunluğunun belirlenmesi amaçlanmıştır. Yapılacak deneysel çalışmada, her test için aşırı plastik deformasyon ile elde edilen numunelerin konvansiyonel teknik ile elde edilmiş kontrol grubu ile deneysel çalışma aracılığı ile kıyaslanması amaçlanmıştır.

Tez çalışmasında kullanılacak malzeme seçimi ise biyomedikal alandaki ihtiyaçlara göre belirlenmiştir. Seçilen Ti ve Ti-13Nb-13Zr alaşımları biyomedikal alanında yaygın olarak kullanılan ve implant malzemesi olarak geliştirilmesine ihtiyaç duyulan malzemelerdir. Yaygın olarak sahip oldukları yüksek mekanik ve biyomedikal özellikleri sebebiyle 1'den 4'e kadar derecelendirilmiş saf titanyum implant malzemesi olarak kullanılmaktadır. Bu farklı dereceler, saf titanyumun içeriğinde bulunan farklı miktardaki oksijen ve demir oranlarına göre değişmektedir. Ticari saflıkta titanyum içerdiği oksijen (0,18-0,40 %) ve demir (0,20-0,50 %) miktarına göre dört değişik seviyede elde edilebilir. Bu oranlar saf titanyumun fiziksel ve mekanik özelliklerine önemli miktarda etki eder. İmplantlar için dayanımı en yüksek olan seviye 4 tercih edilmektedir [57]. Ti13Nb13Zr ise sahip olduğu düşük elastiklik katsayısı ile özellikle ortapedik implantlar için ihtiyaç duyulmaktadır. EKAP ve HE yöntemleri uygulanarak biyomekanik özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır.

1.3 Hipotez

Tez çalışması kapsamında implant alanında kullanımına ihtiyaç duyulan saf titanyum ve Ti13Nb13Zr tercih edilmiştir. Mekanik özelliklerini geliştirmek amacı ile APD yöntemlerinden olan EKAP ve HE tercih edilmiştir. APD sonrası elde edilen malzemelerin üstün mekanik özellikleri sebebi ile bu yöntemler birçok araştırmacı tarafından incelenmiş ve teknik farklı malzemelere uygulanmıştır. Şekillendirilmesi güç olan titanyum gibi malzemeler de birçok araştırmacı tarafından araştırılırken bunlar mevcut APD çalışmaların kısıtlı bölümünü oluşturmaktadırlar. Tez çalışması kapsamında saf Ti S4 farklı işlem parametrelerinde tekrarlı deneylere tabii tutularak en uygun EKAP işlem parametreleri tespit edilmiştir. Bu uygunluk araştırılırken işlem parametrelerin çok fazla olması sebebi ile deneysel tasarım oluşturulmuş, sonuçların sistematik olarak değerlendirmesi sağlanmıştır. Kalite karakteristiği olarak mikro yapı homojenliği tercih edilmiştir. Bunun tespiti için ise mikro sertlik testi EKAP yönüne dik kesitte, önceden

belirlenmiş noktalara uygulanmıştır. Ayrıca EKAP işlem verimini artırmak amacı ile saf titanyum için farklı sıcaklıkların bir arada uygulandığı yeni bir rota kullanılmıştır. Bunun için numune ardışık pasolar arasında farklı sıcaklıklarda aynı yönelimler ile EKAP' a tabii tutulmuştur. Yüksek sıcaklıkta aynı rota sayısında gerçekleştirilen numune ile kıyaslanarak değerlendirilmiştir. EKAP ve şekillendirilmesi güç olan titanyum için farklı sıcaklıkların ardışık pasolar ile uygulandığı bir çalışmaya literatürde rastlanılmamıştır. Bu özgün yöntem işlem verimini artırmaya yönelik çözüm niteliği taşıması açısından önemlidir.

İncelenecek diğer bir numune grubu ise Ti13Nb13Zr olarak tercih edilmiştir. Yakın beta (β) fazlı Ti13Nb13Zr ise vücut içerisinde zararlı davranış göstermemesinin yanı sıra düşük elastiklik katsayısı ile stres altında kemik ile diğer metallere göre daha uyumlu davranış göstermektedir. Bu malzemenin saf Ti'da olduğu gibi APD teknikleri ile UİT malzeme imalatının geliştirilmesine, imalat veriminin artırılmasına ihtiyaç duyulmaktadır. Bu amaçla bu malzeme iki farklı APD tekniği ile incelenmiştir. İlk adımda AB birliği desteği ile gerçekleştirilen FP7/2007–13-264635 no'lu proje kapsamında hidrostatik ekstrüzyon gerçekleştirilmiş ve incelemeleri yapılmıştır. Daha sonra HE gerçekleştirilen aynı başlangıç yarı mamullere EKAP uygulanmıştır. Beta fazlı Ti13Nb13Zr EKAP işlemi ile 8 paso yüksek sıcaklıklarda yarı mamuller elde edilirken, HE tekniği ile nispeten düşük sıcaklıklarda UİT olarak imal edilmiştir. Her iki teknik ile elde edilen numuneler kıyaslanarak mikro yapı homojenitesinin, işlem veriminin değerlendirilmesi tekniklerin uygunluğunun araştırılması için önemlidir. Bunun için işlem parametreleri detaylı olarak incelenerek, oluşan son mikro yapı ve mekanik özellikler üzerindeki etkileri incelenmiştir.

Elde edilen numuneleri değerlendirmek amacı ile birçok farklı gözlem tekniği uygulanmış ve bu teknikler başlıca optik ve mekanik testler olarak sınıflandırılmışlardır. Optik metotlar altında optik mikroskop, Veeco optik profilometre, taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirimli elektron mikroskobu (TEM), geri saçılımlı elektron difraksiyonu kullanılmıştır (EBSD). Optik mikroskop iri taneli mikro yapıya sahip malzemelerin ve kumlanmış yüzeylerin incelemesinde kullanılmıştır. UİT malzemelerin incelemesi için ise TEM ve EBSD kullanılmıştır. TEM mikro yapıda bulunan deformasyon miktarlarının ve türünün tespiti için de kullanılırken EBSD tane boyutu ölçümü ve tane

yönelimlerini belirlemek amacı ile kullanılmıştır. Faz değişimini tespit etmek amacı ile X-Ray difraksiyonu kullanılmıştır. Optik profilometre yüzey modifikasyonu sonrası yüzey topografisini belirlemek amacı ile kullanılırken aynı zamanda aşınma testi sonrasında aşınma hacmini tespit etmek için kullanılmıştır. Aşınan bölgelerin yüzey karakterizasyonunda veeko optik profilometre kullanılmıştır. Mekanik testler altında çekme testi, mikro sertlik testi, indentasyon testi, mekanik profilometre ve aşınma testi olarak gerçekleştirilmiştir. Çekme testi akma ve kopma dayanımı tespit etmek amacı ile gerçekleştirilirken indentasyon testi elastiklik katsayısını tespit etmek amacı ile gerçekleştirilmiştir. Mikro sertlik testi ise hem değişen sertliği hem de mikro yapı homojenliğini tespit etmek amacı ile uygulanmıştır. Mekanik profilometre yüzey modifikasyonu sonrasında pürüzlülük değerinde meydana gelen değişikliği tespit etmek amacı ile uygulanmıştır. Aşınma testi ise biyomedikal malzemeler için oldukça önemli olan aşınma miktarını tespit etmek amacı ile gerçekleştirilmiştir.

UİT olarak elde edilen numunelerin biyolojik uyumluluğunu değerlendirmek amacı ile parlatılmış ve yüzey modifikasyonu gerçekleştirilmiş numunelere hücre çalışması gerçekleştirilmiştir. UİT yarı mamullerden abutment ve abutment vidası imal edilerek abutment ile implant arasında oluşan mikro açıklık değerlendirilmiştir. Bunu gerçekleştirmek amacı ile tez çalışmasında UİT numunelerden imal edilen abutment ve abutment vidası uygulamada belirtilen tork değerinde implant içerisine monte edilmiş ve sonrasında yorulma deneyi gerçekleştirilmiştir. SEM ile boyun bölgesinde meydana gelen açıklık değeri ölçülmüştür.

Elde edilen UİT yarı mamullerin biyolojik uyumluluğunu test etmek amacı ile yüzey ıslanabilirlik ve hücre kültürü testleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca değişen mekanik özelliklerin yüzey modifikasyonu sonrasında oluşabilecek muhtemel etkisini tespit etmek amacı ile yüzey modifikasyonu ve bu yüzeylerin ıslanabilirlik ve hücre kültürü testleri gerçekleştirilmiştir.

BÖLÜM 2

GENEL BİLGİLER

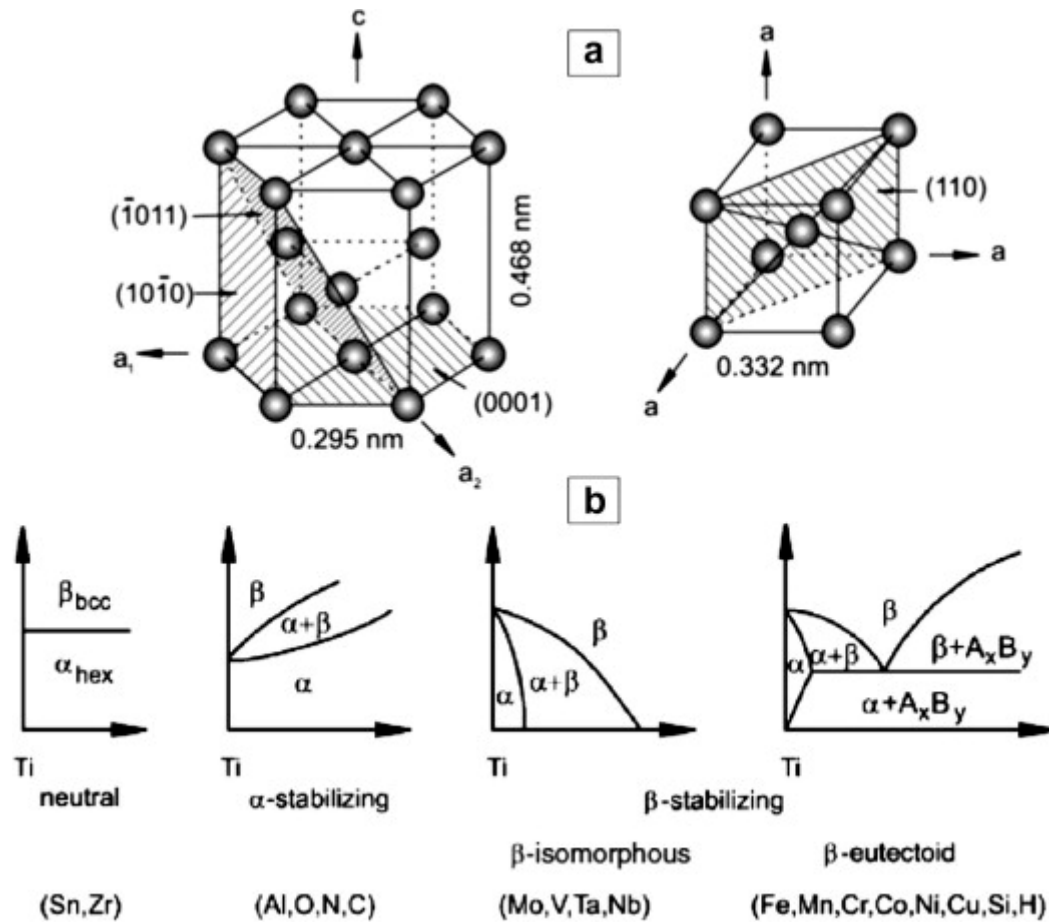
2.1 Titanyum ve Titanyum Alaşımları

Titanyum yer kabuğunun %0,6'lık bir kısmını oluşturmaktadır dolayısıyla alüminyum, demir ve magnezyumdan sonra dünyada en çok bulunan malzemedir. En çok ilmenit (FeTiO_3) ve rutil (TiO_2) mineral kaynaklarından elde edilir [58]. Titanyuma olan ilgi ikinci dünya savaşı sonrasında (1940-1950) artmış, Amerika destekli araştırma programları başlatarak TIMET, RMI gibi günümüzde de çalışılmaya devam eden yüksek üretim kapasiteli firmalar kurmuştur. İngiltere 1951, Japonya 1952, Sovyet Rusya 1954 ve Fransa 1963 yılında titanyum üretimine başlayan diğer ülkelerdir [58].

Yüksek dayanım, düşük elastiklik katsayısı ve yüksek korozyon dayanımı sayesinde titanyum ve alaşımları birçok kullanım alanında öncelikli tercih edilen malzeme grubudur. Ti ve alaşımları biyomedikal implant ve biyomedikal cihazlarda, havacılık ve uzay alanında kullanılan cihazlarda, nano boyutlu robot parçalarında ihtiyaçlara cevap verebilmektedir.

Titanyumun allotropik kristal yapısı sayesinde uygulanan ısıtma işlem ve alaşımlama metotları ile birden fazla fazın yapısında bulunması mümkündür. Titanyum alaşımları oda sıcaklığında yapısında kararlı halde bulunan alfa, beta gibi fazların miktarına göre

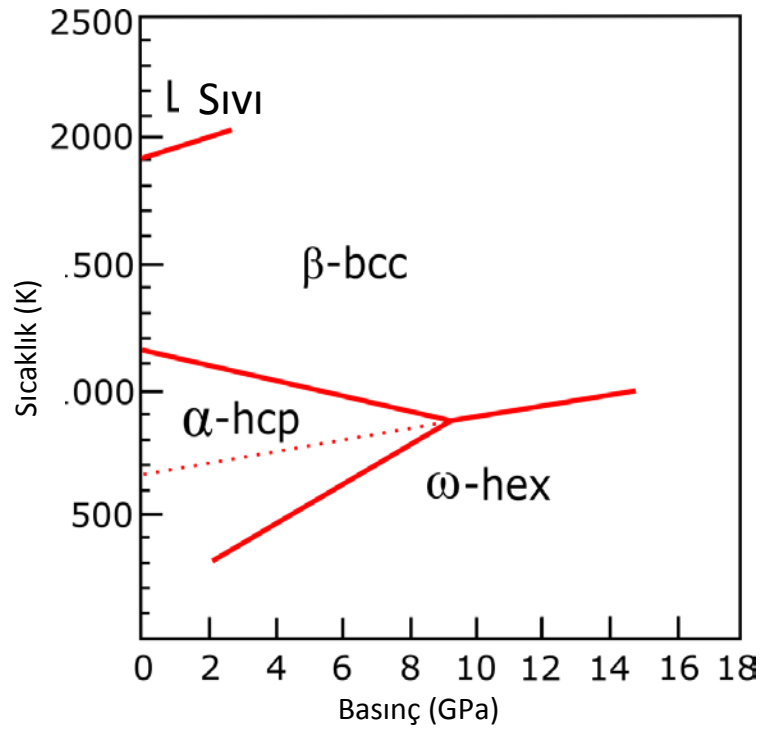
sınıflandırılmaktadır. Bu sınıflandırma kapsamında titanyum ve alaşımları α , β , yakın α veya yarı β olarak gruplanmaktadır (Şekil 2. 1 a). Saf titanyum 882 °C allotropik faz değişimi gerçekleştirerek, yüksek sıcaklıklarda hacim merkezli kübik (β faz) kristal yapıda bulunurken daha düşük sıcaklıklarda hekzagonal sıkı paket (α faz) yapıda bulunmaktadır. Faz değişim sıcaklığı malzemenin saflığına bağlı olduğu basınç ve sıcaklık değerlerine bağlı olarak değişmektedir (Şekil2.2). Hekzagonal sıkı paket ve hacim merkezli kübik atomik birim hücre yapıları Şekil 2. 1 a’da gösterilmiştir.



Şekil 2. 1 Titanyum Kristal Yapıları B) Titanyum Faz Diyagramı Üzerinde Alaşım Elementlerinin Etkisi [59-64]

Şematik şekil üzerinde en yoğun atom düzlemi ve yönelimleri belirtilmiştir (Şekil 2. 2a)). Şekilde hekzagonal sıkı paket (HSP) yapıya sahip saf titanyumun oda sıcaklığındaki kafes yapısına ait parametreler; a : 0,295 nm ve c : 0,486 nm olarak verilmiştir. Bu değerlerden saf titanyumun c/a oranının 1,587 olduğu ve hekzagonal sıkı paket yapıya sahip kristaller için ideal oran olan 1,633 değerinden daha düşük olduğu görülmektedir.

Atomlar içerisinde çözünen C,N O gibi atomlar ve daha küçük atomik çapa sahip Al gibi atomların kristal yapı içerisinde bulunması sebebi ile c/a oranı α Ti için yükselmektedir. İdeal HSP kristal yapısına göre daha düşük c/a oranına sahip olan titanyum prizma düzlemleri arasında daha fazla mesafeye sahiptir (Şekil 2.1 a). Bu mesafe prizmatik düzlem yoğunluğunun bazal düzleme göre daha fazla olmasına, kayma düzlemlerinin prizmatik düzlemler üzerinde daha kolay oluşmasına sebep olmaktadır [64] .



Şekil 2. 2 Saf Titanyumun Basınç Ve Sıcaklığa Bağlı Faz Değişimleri [60-63].

Von Misses kriterine göre homojen plastik şekil değişimi için birbirinden bağımsız en az 5 farklı düzleme ihtiyaç vardır. Hegzagonal sıkı paket titanyum her bir prizmatik ve bazal düzlemlerinde üç adet kayma düzlemine sahiptir. Ancak Şekil 2. 1 a) da gözlemlendiği üzere bu düzlemlerden yalnızca ikisi birbirinden bağımsızdır. Bu sebeple titanyumun homojen plastik deformasyonu oldukça zordur [64,65]. Şekil değişimi ikincil kayma sistemlerinde oluşan ilave deformasyonlar ve ikizlenme mekanizması ile oluşmaktadır.

Yukarıda vurgulandığı gibi ısıtma işlemi veya alaşımlama işlemi uygulanarak farklı fazlar kararlı hale getirilmektedir. Yapıda alfa fazını kararlı hale getirmek amacı ile Şekil 2. 1b)' de gösterildiği gibi Al, O, N, C gibi alaşımlama elementleri kullanılmaktadır. Değişen faz ve ilave olan alaşım elementine göre mekanik özellikler değişmektedir (Çizelge 2.1). Bu

alařım elementlerinin en bařında Al gelmektedir. Al ayrıca korozyon, mekanik dayanımını artırırken yoğunluęu dūřurmektedir. Alfa ve yakın alfa faza sahip titanyum alařımları saf titanyuma gōre daha yūksək dayanıma sahip olabilirken, ortalama řekil deęiřtirme ve kaynak olma kabiliyetine sahiptir [64].

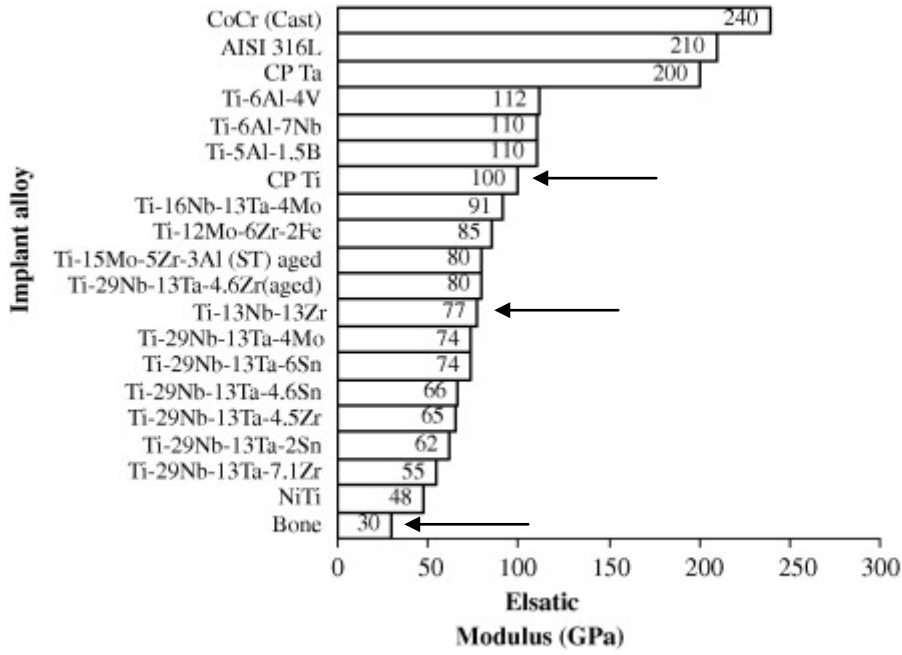
Sadece alfa fazının kararlı olduęu yapılar ise azdır (Ti-5Al-2.5Sn). Ticari olarak α adı altında kullanılan titanyum ve alařımları genel olarak yakın alfa fazına sahiptir. Esnek bir yapıya sahip olmakla birlikte ısıtılma yatkın deęildir. Yakın alfa titanyum alařımları alfa matrisi ięerisine daęılmıř az miktarda beta faza sahiptir. Yakın alfa fazı genel olarak %5-8 oranında alūminyuma sahiptir. Alfa-beta alařımları ise yapısında hem α hem de β fazına sahiptir. α fazını kararlı hale getirmek ięin Al kullanımının yanı sıra; β fazı ięin V tercih edilmektedir. α fazı mekanik ōzellikleri iyileřtirirken β fazı alařımın ısıtılma yatkınlıęını artırmaktadır. $\alpha+\beta$ 'ya sahip alařımlar iyi mekanik ōzellikleri sayesinde ōzellikle uzay ve havacılık sektōründe %90 gibi yūksək oranlarda kullanılmaktadır [63].

Havacılık, uzay sektōrū ve biręok farklı alanlarda tercih edilen titanyum ve alařımları biyomedikal alanında da sahip olduęu ōstūn ōzellikleri sebebi ile tercih edilmektedir. Bu ōzellikler arasında yūksək korozyon dayanımı, yorulma dayanımı ve biyolojik uyumluluęu gelmektedir [67].

Titanyum alařımları kendi ięerisinde sahip olduęu olumlu ōzellikler aęısından farklılıklar ięermektedir (Çizelge 2.1). Bunlar elastiklik katsayısı, mekanik dayanımı ve vūcut sıvısı ięerisindeki iyon salınımı gibi farklı ōzellikleridir. Őrneęin Al, V ięeren Ti Seviye 5 (Ti-6Al-4V) mekanik dayanımı saf titanyuma gōre daha yūksək iken vūcut ięerisinde gōsterdięi zehirleyici ōzellik sebebi ile tercih edilmemektedir. Elastiklik katsayısı aslında malzemenin atomik baęlarına baęlı olarak deęiřen bir ōzelliktir. Bu katsayının deęiřimi sadece malzemenin kristal yapısına baęlı olarak deęil kristal yapılar arasındaki mesafeye baęlı olarak da deęiřmektedir. Bu yūzden dięer malzemelerde olduęu gibi titanyumda elastiklik katsayısı ısıtılma, plastik deformasyon ve alařımlama gibi prosesler ile deęiřtirilebilir [68].

Çizelge 2.1 Saf Titanyum ve Alaşımlarının Bazı Mekanik Özellikleri Ve Sahip Oldukları Fazlar [66]

MEKANİK ÖZELLİK ALAŞIM	Çekme Dayanımı (MPa)	Akma Dayanımı (MPa)	Uzama %	Kesit Daralması %	Elastiklik Katsayısı (GPa)	Alaşım Tipi
Saf Ti 1.Cins	240	170	24	30	102,7	α
Saf Ti 2.Cins	345	275	20	30	102,7	α
Saf Ti 3.Cins	450	380	18	30	103,4	α
Saf Ti 4.Cins	550	485	15	25	104,1	α
Ti-6Al-4V	960-970	850-900	10-15	25-47	110	$\alpha+\beta$
Ti-6Al-7Nb	900-1050	880-950	8,1-15	25-45	114	$\alpha+\beta$
Ti13Nb13 Zr	973-1037	836-908	10-16	27-53	79-84	β
Ti 29Nb Kemik	90-140	-	10-40	-	-	β Viskoelastik Kompozit



Şekil 2. 3 Biyomedikal Alaşımların Elastiklik Katsayıları [69]

Sıklıkla tercih edilen saf titanyum ve diğer biyomedikal malzemeler sahip oldukları yüksek elastiklik katsayısı sebebi ile baskı altında kemikten daha fazla esneyerek kemik hücrelerinin ölmesine hatta daha fazla yük altında kemiğin kırılmasına sebebiyet vermektedir (stres kalkanı etkisi). Bu sorun için, alaşımlama işlemi ile içerisinde β fazının kararlı hale getirildiği titanyum alaşımları daha düşük elastiklik kat sayısı ile çözüm niteliği taşımaktadır (Şekil 2.3). Bu alaşımlardan birisi olan Ti13Nb13Zr sahip olduğu 77 GPa elastiklik katsayısı ile mekanik olarak biyolojik uyumluluğu daha yüksek bir biyomedikal alaşımdır. Bu alaşım içerisinde Zr ilavesi yapıda beta fazın kararlı hale gelmesini sağlamanın yanı sıra, malzemenin biyolojik uyumluluğu ve korozyon dayanımını artırmaktadır [59-64]. Buna ilave olarak, özellikle ortapedik implantlar için önemli olan yorulma dayanımı ise diğer titanyum alaşımlarına göre daha düşük bulunmuştur [65,67].

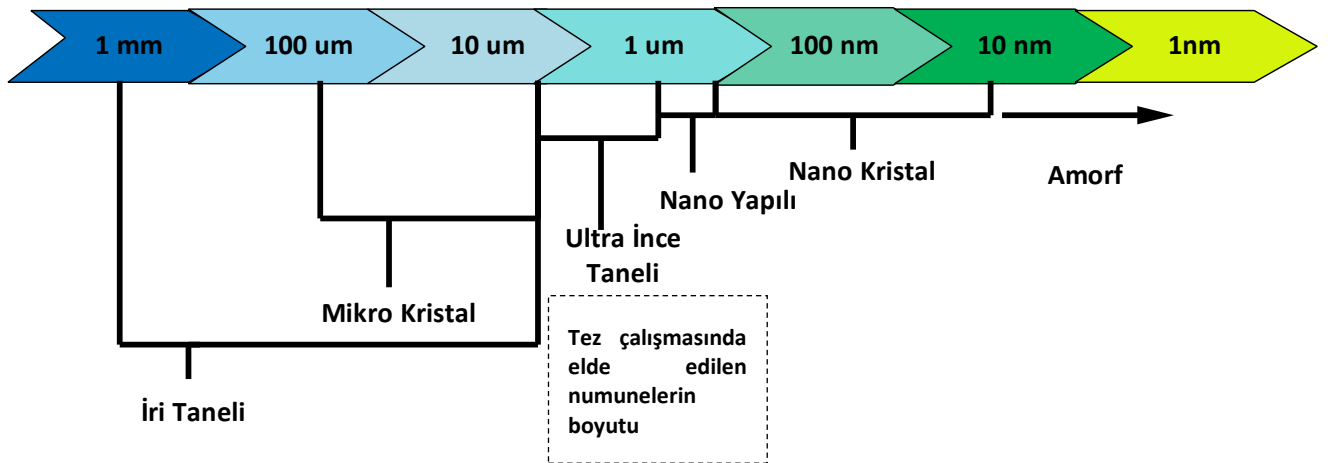
2.2 Aşırı Plastik Deformasyon Tekniği

Tane boyutunun malzemelerin mekanik özellikleri üzerinde oldukça etkisi olduğu bilinmektedir. 1950 yılının başlarında iki bilim adamı (Hall and Petch) dayanım ve tane

boyutu arasındaki ilişkiyi matematiksel olarak ifade etmiştir. Bahsi geçen denklem çok kristalli malzemenin tane boyutu (d) ve akma dayanımı (σ_y) arasındaki ilişkiyi ifade etmektedir (Denklem 2.1).

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (2.1)$$

Denklemden σ_0 sürtünme gerinimi k ise malzemeye bağlı sabittir. Denklemden de anlaşılacağı üzere tane boyutu azaldıkça malzemenin dayanımı artmaktadır. Ultra ince taneli çok kristalli malzemeler daha ince taneli olmaları sebebi ile daha fazla tane sınırına sahiptirler. Bahsi geçen ultra ince taneli malzemelerin tanecik boyutu $1 \mu\text{m}$ 'den küçüktür (Şekil 2.4), [70]. Nano kristalli malzemelerde ise değer yaklaşık olarak 100 nm 'dir.

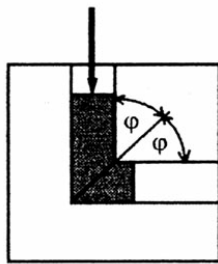


Şekil 2. 4 İri Tane Ve Ultra İnce Taneli Malzemelerin Tane Boyutunun Büyüklükleri [71]

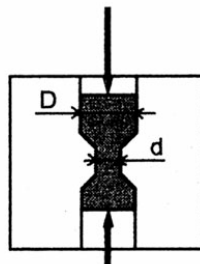
Plastik deformasyon teknikleri uygulanarak mikro yapının iyileşmesi kimyasal alaşımlama yapmadan mekanik özelliklerin iyileştirilmesini mümkün kılmaktadır [74]. Aşırı plastik deformasyon tekniği birçok farklı yöntem ile uygulanmakla birlikte mamulün boyutu işlemde önce ve sonra birbirlerine yakın geometrilere olmaktadır. Yapıda meydana gelen deformasyonlar uygulanan kuvvetin türüne göre tek eksenli

kayma, döndürme etkisi ile veya bu farklı tekniklerin bir arada kullanıldığı teknikler ile gerçekleştirilmektedir. Bunlar;

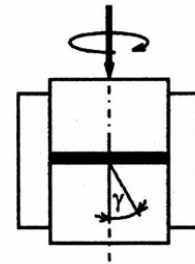
- Eş Kanal Açılı Presleme (EKAP) [72, 77, 79]
- Yüksek Basınç Altında Burma (YBAB) [81]
- Hidrostatik Ekstrüzyon (HE) [80, 82-84]
- Kapalı Kalıpta Tekrarlı Basma (85)
- Tekrarlı Bükme ve Doğrultma (TBD), [75,76]



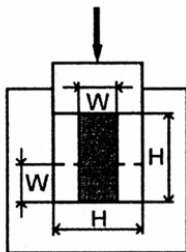
$$\varepsilon = n \frac{2}{\sqrt{3}} \cot \varphi$$



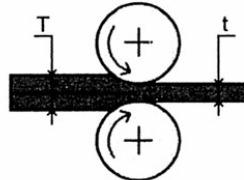
$$\varepsilon = n 4 \ln \left(\frac{D}{d} \right)$$



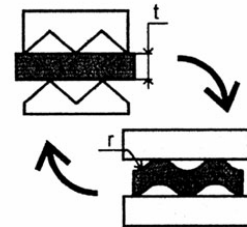
$$\varepsilon = \frac{t g \gamma}{\sqrt{3}}$$



$$\varepsilon = n \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{H}{W} \right)$$



$$\varepsilon = n \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{T}{t} \right)$$



$$\varepsilon = n \frac{4}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{r+t}{r+0.5t} \right)$$

Şekil 2. 5 Başlıca Aşırı Plastik Deformasyon Teknikleri [86]

Aşırı plastik deformasyon tekniği metal ve alaşımlarının tane yapısını mikron altı mertebede incelterek, geniş tane açısına sahip mekanik özellikleri iyileştirilmiş malzeme imalatını ile dayanımı iyileştirilmiş yeni malzemenin daha az miktarlarda kullanılmasını mümkün kılmaktadır. Bu durum %30-50 oranda tasarımın hafiflemesini sağlamaktadır. Aynı zamanda teknik malzeme dayanımı artırmak, mekanik özellikleri iyileştirmek amacı ile pahalı veya zararlı alaşım elementlerinin kullanım zorunluluğunu

ortadan kaldırmaktadır. Genel olarak plastik deformasyon tekniklerinde süneklik düşerken APD tekniğinde sertlik kabul edilebilir seviyelerde kalmakta hatta işlem parametrelerinin optimizasyonu ile iyileştirilebilmektedir [87].

2.2.1.1 Aşırı Plastik Deformasyon Esnasında Seçilen İşlem Parametrelerinin İçyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisi

Saf titanyumun sahip olduğu düşük plastik şekillendirme kabiliyeti ve sünekliği sebebi ile talaşsız şekillendirilmesi oldukça zordur. Hekzagonal sıkı paket kristal yapısına sahip olan titanyumun yapısında kayma düzlemleri oldukça kısıtlıdır [88]. Yüksek işlem sıcaklıklarında deformasyon gerçekleştirerek farklı kayma düzlemleri aktifleştirilir ve şekillendirme kolaylaşabilir. Örneğin ortam sıcaklığında $\{10\bar{1}2\}$, $\{11\bar{2}1\}$, $\{11\bar{2}2\}$ ikiz düzlemleri aktif olmakla birlikte 350 °C'da $\{10\bar{1}1\}$ ikizlenme düzlemi aktiftir [89-90,91]. Görüleceği üzere oluşan mikro yapıyı etkileyen ikiz düzlem sayısı işlem sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir. Mikro yapıda ikiz oluşumu süneklik gibi, mekanik özellikler üzerinde oldukça etkilidir [92-93]. İlave kayma düzlemlerini aktifleştirmek, dinamik yeniden kristalleştirmeyi artırmak dengeli bir ultra ince taneli mikro yapı elde etmek amacı ile araştırmacılar daha yüksek işlem sıcaklıklarında APD uygulamayı tercih etmektedirler [89,94-104]. Bu yüksek sıcaklıkların yanı sıra nispeten daha düşük 275 °C gibi sıcaklıklarda başarı ile titanyumun APD örnekleri mevcuttur [101-103]. Yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen APD işlemi esnasında tane irileşmesinin gerçekleşmesi ve işlem veriminin düşmesi söz konusu olabilmektedir. Bu duruma karşın düşük sıcaklıkta gerçekleştirilen işlemler yüksek sıcaklıklara göre daha dengesiz, yüksek iç enerjili tane yapısına, düşük sünekliğe, yüksek sertlik gibi mekanik özellikler ile sonuçlanabilmektedir.

APD işlemleri esnasında kullanılan parametreler şekil değiştirme mekanizmalarını oldukça etkilemektedir. Örneğin EKAP işlemi esnasında mikro yapıyı etkileyen önemli parametrelerden birisi pres hızı yani şekillendirme hızıdır. Pres hızı mikro yapının toparlanma süresini, akma gerilmesi ve iç ısınmayı etkilemektedir [103-105]. Plastik toparlanma süresi uzayan mikro yapı tane sınırlarından kaymayı tercih ederek dengeli yeni tane oluşumunu sağlamaktadır. Bu sebeple daha düşük pres hızlarında gerçekleştirilen işlemler enerji dengesi sağlanmış mikro yapı oluşumunu mümkün

kılmaktadır [110]. Daha yüksek hızlar ise akış stresini artırmakta, dengesiz enerjiye sahip, yüksek dislokasyon dağılımlı yeni mikro yapı oluşumuna sebep olmaktadır. Ayrıca [108,111-114] çalışmalarından da görüleceği üzere, artan hız ile birlikte sürtünme etkisi artmakta oluşan iç sıcaklık artmaktadır. Bu tane irileşmesine sebebiyet verebilmekte büyük ve küçük tane boyutlarının bir arada bulunduğu- bimodal mikro yapı oluşumuna sebep olmaktadır [110-112].

2.2.2 Hidrostatik Ekstrüzyon ile Aşırı Plastik Deformasyon

Hidrostatik ekstrüzyon tekniğinde plastik deformasyon için gerekli olan itici kuvvet sıvı yardımı ile malzeme üzerinde yüksek basınç ortamı sağlanarak oluşturulmaktadır (Şekil 2.6). Hidrostatik basınç etkisi altında olan numune matristen geçerek plastik deformasyona uğramaktadır. Hidrostatik basıncı sağlayan sıvı sayesinde numune ile kovan arasındaki sürtünme kuvveti gözardı edilecek kadar azaltılarak istenilen uzunlukta numuneler ekstrüzyon işlemine tabii tutulabilmektedir. Bu teknik ile hem sıcak hem de soğuk şekillendirme gerçekleştirilebilmektedir. Hidrostatik ekstrüzyon işlem esnasında numuneye uygulanan radyal basınç aksel basınca eşittir.

Tekniğin öne çıkan olumlu etkisi büyük hacimli, ince kesitli boru veya tüp gibi karmaşık geometrilere sahip mamullerin yapısında kolaylıkla büyük gerinim miktarlarının oluşturabilmesidir.

Hidrostatik ekstrüzyon esnasında oluşan gerinim miktarı Von Mises'e göre şu şekilde verilmiştir;

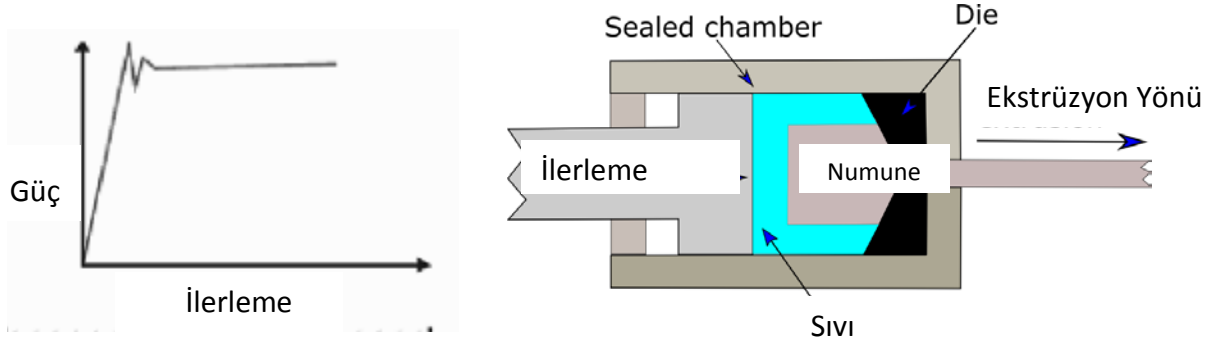
$$\varepsilon = 2 \ln \left(\frac{D_B}{D_S} \right) \quad (2.2)$$

bu denklemdeki D_B başlangıç durumundaki numune çapı iken, D_S çıkış kanalındaki çaptır (115).

Hazne

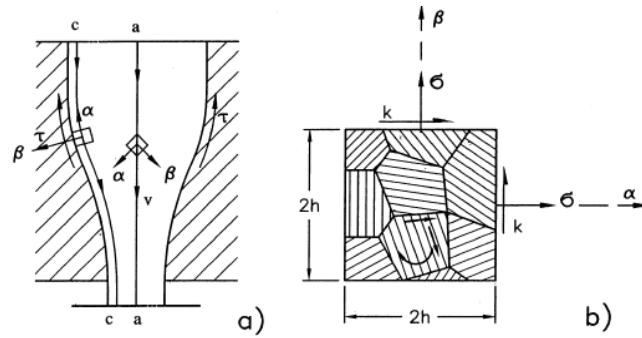
Kalıp

Matris



Şekil 2. 6 Hidrostatik Ekstrüzyon Tekniği (116)

Numunenin matrinden geçirilmesi esnasında şekil değiştirme düzlemlerinde etkili olan plastik şekil değiştirme bileşenleri Şekil 2.7 'de gösterilmiştir.



Ş. 1. (a) Plane plastic flow through a convergent die and (b) the material element along slip lines.

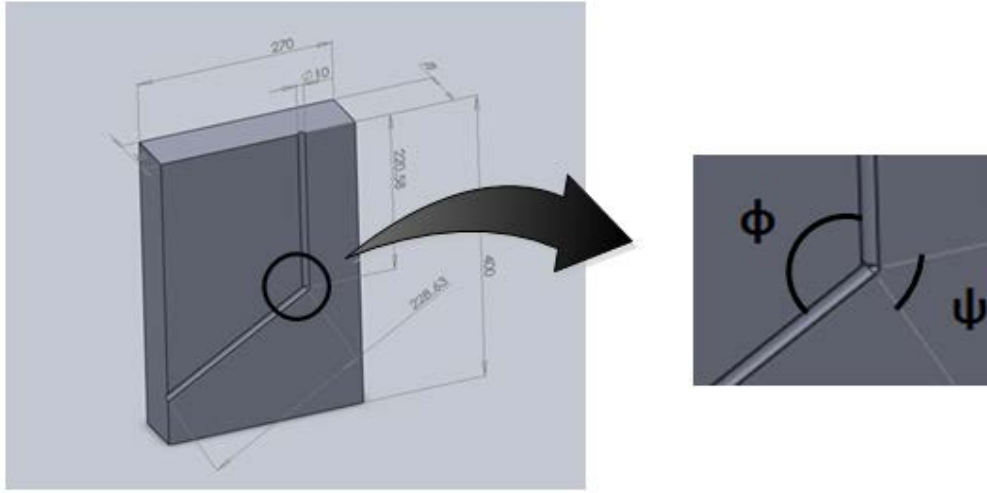
Şekil 2. 7 a) Matrinden Geçiş Esnasında Oluşan Plastik Deformasyon, B) Tane Sınırlarında Etkili Olan Plastik Deformasyon Bileşenleri [117]

2.2.3 Eş Kanal Açılı Ekstrüzyon Tekniği ile Aşırı Plastik Deformasyon

Eş kanal açılı ekstrüzyon (EKAP) tekniği Segal tarafından 1977 yılında patentlenmiştir [118]. Segal ve diğerleri tarafından geliştirilmiş olmasına karşın, bulunuşundan sonra yaklaşık 30 yıl kadar herhangi bir uygulamaya literatürde rastlanılmamıştır [119,120].

Kullanılan farklı tekniklere karşı, eş kanal açılı ekstrüzyon imal edebildiği ultra ince mikron altı hatta nano boyutlu tane yapıları sebebiyle oldukça dikkat çekmektedir [121, 122]. Bu tekniğin diğer bir üstünlüğü ise yarı mamulün kesitinin değişmemesidir. Bu vesile ile aşırı plastik deformasyon birden fazla pasoda gerçekleştirilerek yapıdaki gerilim miktarı artırılabilir [123,124]. Eş kanal açılı ekstrüzyon tekniği ilk başta Segal tarafından araştırılarak malzemede ideale yakın deformasyonu anlamak amacı ile kullanılmıştır. 1950 Yılında A. Nadai ve diğerleri ekstrüzyon ve çekme işlemleri için ideal

deformasyonun saf kayma olduğunu ifade etmişlerdir [125]. Eş kanal açılı ekstrüzyon tekniği Şekil 2.8’ de gösterilmiştir. Burada görüleceği üzere kalıp içerisinde eş açılara sahip bir kanalın bulunduğu bloktan oluşmaktadır. Ekstrüzyon işlemi için kanal ve numune malzemelerine ve işlem sıcaklığına uygun yağlayıcılar uygulanır. Sonrasında numune kanal içerisine yerleştirilir ve ıstampa bir pres yardımı ile bu numunenin kesitten geçirerek ilerletir. Malzemenin ilerlemesi esnasında kesit bölümünde numune yapısında ideal basit kayma çok ince katmanlar halinde meydana gelmektedir. Numunenin tamamı bu kesitten geçirildiğinde sürtünme sebebi ile numunenin baş ve son kısımlarındaki ölü bölgeler hariç her yerinde uniform deformasyon sağlanmaktadır. Numunenin eş kanallardan geçirilmesi yapısında eş miktarda deformasyon sayesinde yapısında deformasyon ile artabilecek anizotropi engellemektedir.



(a)

Şekil 2. 8 a) Eş Kanal Açılı Ekstrüzyon Kalıbı, b) Kalıp Açıları

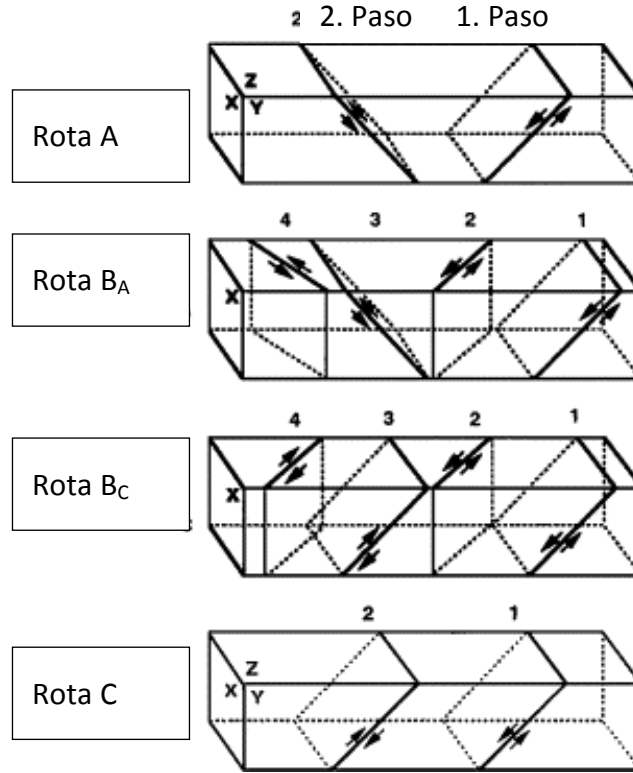
Eş kanal açılı ekstrüzyon işlemi için kullanılan kalıplarda, numunenin kanal içerisinden kıvrılarak ilerlemesini kolaylaştırmak amacı ile kanalın dönüş bölümüne ψ ve ϕ açıları oluşturulmaktadır (Şekil2. 8). Malzeme yapısında meydana gelecek gerinim miktarı için oldukça önemli bir işlem parametresidir. Diğer önemli parametre ise bu kanalların birleştiği iç kısımdaki ψ açısıdır (Şekil 2. 8). ψ açısı arttıkça malzeme yapısında meydana gelen gerinim miktarında azalma gözlemlenirken 90° keskin köşeli kanallarda da malzemede ölü bölgenin arttığı yapılan çalışmalarda gözlemlenmiştir. Bu açı genellikle 10° - 30° aralığında tutulmuştur [126]. Kanal açılarından yola çıkarak etkili von

Misses gerinim miktarını hesaplamak mümkündür (Denklem 2.3). Bu sayede değişen mekanik özellikler, mikro yapı kontrol edilmektedir [127].

$$\varepsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\varphi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \csc \frac{\varphi}{2} + \frac{\psi}{2} \right] \quad (2.3)$$

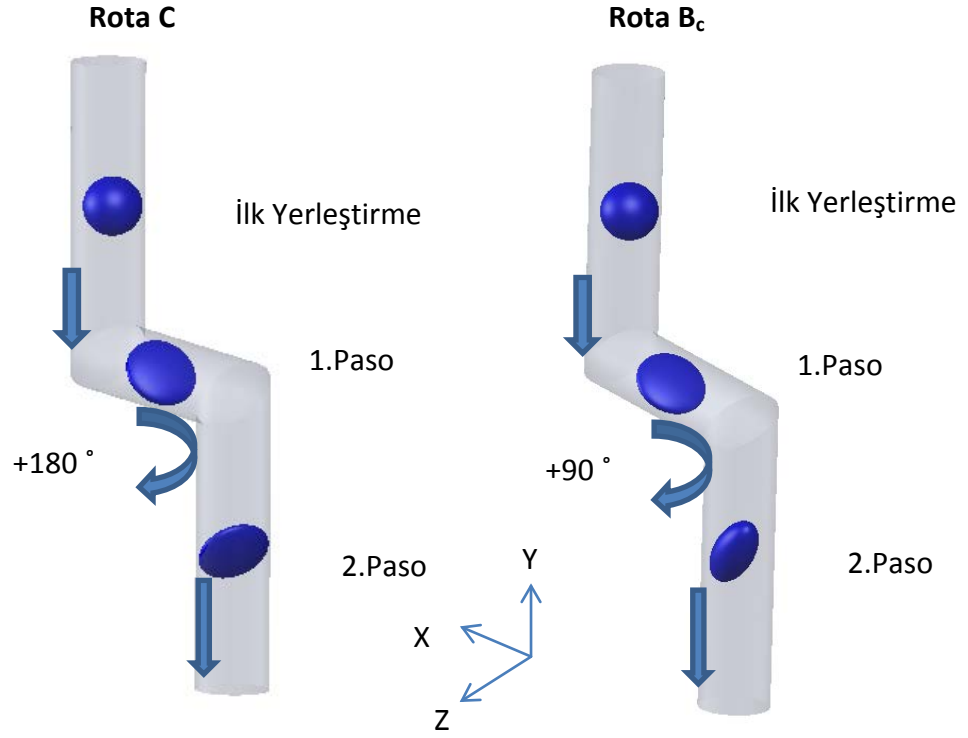
Eş kanal açılı ekstrüzyon tekniğinde numuneler farklı açılarda kanallardan geçirilerek APD gerçekleştirilme, yapısında yoğun plastik deformasyonlar meydana gelmektedir. İşlem ekstrüzyona uğramış numunenin farklı yönelimlerde tekrar kanala yerleştirilmesi ile birden fazla paso ile tekrarlanmaktadır (Şekil 2.9)

Eş kanal açılı ekstrüzyon tekniği malzeme yapısında basit kayma ile yüksek dislokasyon miktarlarının oluşturulmasını sağlamaktadır. Titanyum ve alaşımlarının EKAP ile deformasyonu Al, Cu gibi yüzey merkezli kübik faza sahip malzemelerden farklıdır. Deformasyon sadece kayma ile değil ikizlenme mekanizması ile de gerçekleşmektedir [128]. İkizlenme mekanizması ile oluşan atomik yer değiştirme kayma'ya göre daha düşüktür. Bu sebeple malzeme ikizlenme mekanizması ile yüksek deformasyon miktarlarını absorbe edemez. İşlem sıcaklığına bağlı olarak, yüksek deformasyon miktarlarında kayma ile birlikte ikizlenme de titanyumun yapısında sıklıkla gözlemlenmektedir. EKAP esnasında mamul geometrisi değişmemektedir. Bu durum ardışık pasolar arasında numunenin yönelimi değiştirilerek her pasoda ilk deformasyon kesitinden farklı düzlemlerin deformasyona tabii tutulmasını mümkün kılmaktadır[129]. Uygulanan her rota farklı kayma düzlemlerini harekete geçirmektedir ve oluşan son mikro yapı bu durumdan etkilenmektedir [132-133]. Literatürde saf titanyum için ilk pasoda $[10\bar{1}1]$ düzleminin aktif olduğunu daha sonrada ise sırası ile prizmatik, bazal ve piramit kayma düzlemlerinin aktifleştigi vurgulanmıştır. İlk pasodan sonra ikizlenme mekanizması için gerekli olan aktivasyon enerjisi artmaktadır bu sebeple ikincil kayma düzlemleri aktifleşmektedir. Farklı kayma düzlemlerinin deformasyon esnası aktif olması sayesinde homojen yapılı ultra ince yapıda malzeme elde edilmektedir.



Şekil 2. 9 a) Kayma Rotalarının [130], b) Aktif Kayma Sistemlerinin Görünümü [133]

Numunenin kanala yerleştirilme yönüne göre standart olarak kullanılan rotalar vardır. Bunlardan A rotasında numune yönü hiç değiştirilmeden tekrar kanala yerleştirilmekte ve deformasyon esnasında Şekil 2.9'da gözlemlenen şekilde kayma düzlemleri oluşmaktadır. Rota B_A 'da ise bir pasoda saat yönünde veya tersinde 90° 'lik döndürme söz konusudur. Devam eden pasoda ise döndürülen yönün tersine 90° 'lik bir dönüş söz konusudur. Şekil 2.9-10' görüldüğü gibi Rota B_C 'de numune her pasoda saat yönünün tersi yönde yerleştirilmektedir. Rota C'de numune kanala 180° döndürülerek yerleştirilmektedir. Gözlemlendiği gibi Rota A boyunca kayma düzlemi aynı kalmaktadır. Rota B_A 'da ardışık 4 pasoda farklı kayma düzlemleri oluşurken, her 4 pasoda bir kayma düzleminde tekrar söz konusudur. Rota B_C 'de ardışık pasolarda birbirinin tersi 90° 'lik dönüşler sayesinde her bir pasoda farklı yönde kayma düzlemi oluşmaktadır. Rota C'de ardışık her pasoda kayma düzleminin açısı birbirinin aynısı iken kayma düzleminin yönü değişmektedir.



Şekil 2. 10 Ardışık Pasolar Arasında Uygulanan Farklı Rotalara Göre Deformasyon Düzlemleri

Rota A ve C'de numunelerin ardışık pasoları arasında yerleştirilme doğrultusu sebebi ile x ve y düzleminde kayma gerçekleşirken z ekseninde herhangi bir deformasyon olmamaktadır [134]. Buna alternatif olarak B_c rotasında z ekseninde deformasyon gerçekleşmektedir. Figür 2.10 da tane de meydana gelen değişim gösterilmiştir. Yapılan deneysel çalışmalar B_c rotası ile oluşturulan çok yönlü deformasyon diğer rotalara göre daha homojen bir mikro yapıli geniş açılı tane yapısının oluşumunu sağlamıştır [135-141]. Rota C'de ise sürekli aynı düzlemin deformasyonu sebebi ile bu düzlemlerde en yoğun gerinim oluşumu gözlemlenmiştir [142-145].

BÖLÜM 3

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1 Hidrostatik Ekstrüzyon Tekniği ile Aşırı Plastik Deformasyon

Hidrostatik ekstrüzyon ile aşırı plastik deformasyon işlemi Ti13Nb13Zr malzemesine iki ayrı paso uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Detayları Deneyler kısmında verilmiştir. Mikro yapı ve mekanik özellikleri sonuçlar kısmında verilmiştir.

3.1.1 Deneyler

İki pasoda gerçekleştirilen deneylerde bütün pasolardan sonra kalıp çıkışında su verme işlemi gerçekleştirilmiştir. Silindirik yarı mamullerin çapı iki ayrı paso uygulanarak 16 mm'ye düşürülmüştür. Mikro yapısında oluşan gerinim miktarı ve kullanılan basınç değerleri Çizelge 3.1 de yer almaktadır.

Çizelge 3.1 HE Esnasında Çap, Alan Değişimleri Ve Uygulanan Basınç Değeri

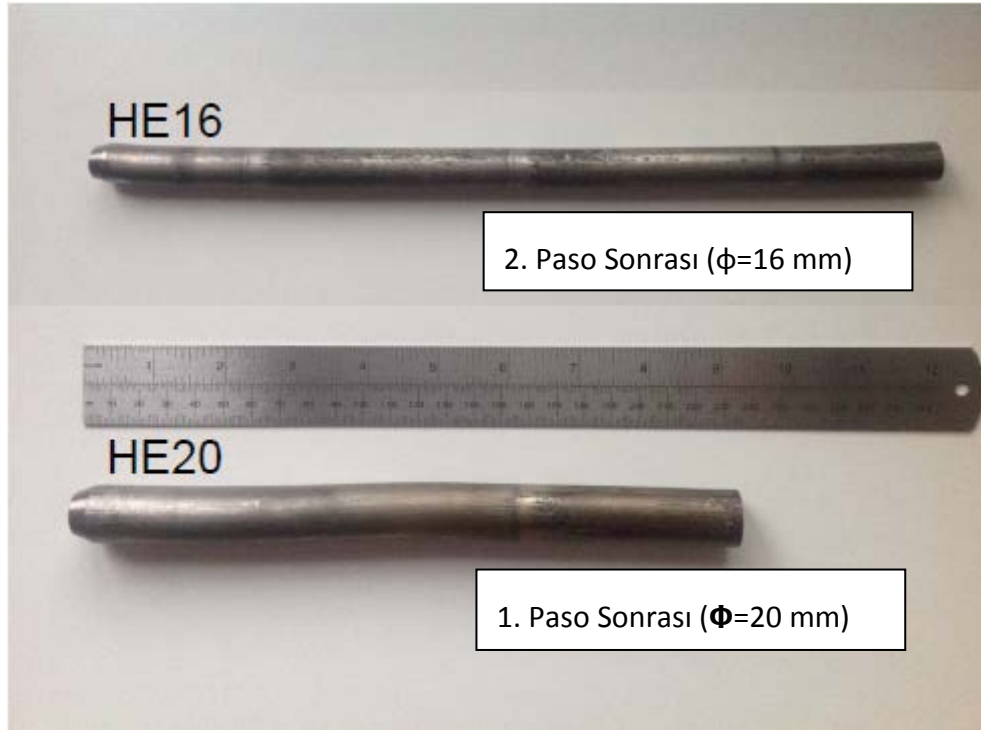
Adımlar	İlk Yarıçap (mm)	Son Yarıçap (mm)	Gerinim	Basınç (MPa)
1. Paso (HE20)	30	20	1.32	1010
2. Paso (HE16)	20	16	1.17	971

3.1.2 Deney Numuneleri

Yakın β faza sahip Ti-13Nb-13Zr malzemesi Polonya, KAMB firmasından temin edilmiştir. Temin edilen silindirik yarı mamuller sıcak haddelenmiş halde olup, 30 mm başlangıç çapına sahiptir. Deney numunelerinin kimyasal bileşimi Çizelge 3.2’de numunelerin görüntüleri ise Şekil 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3. 2 Deneylerde Kullanılan Numunelerinin Kimyasal Bileşimi

Birleşik	Nb	Zr	Fe	C	N	O	H	Ti
Ti13Nb13Zr	12.45	13.80	0.059	0.009	0.024	0.09	0.003	-



Şekil 3. 1 Hidrostatik Ekstrüzyon Sonrası Numune Görünümleri

3.2 Eş Kanal Açılı Ekstrüzyon İşlemi ile Aşırı Plastik Deformasyon

Farklı sıcaklık, uygulama rotası gibi işlem parametreleri deneysel tasarımlar ile detaylı olarak incelenmiş “Deneyler” bölümünde tablolar halinde verilmiştir. Ekstrüzyon işlemi esnasında kullanılan işlem parametreleri ve ultra ince taneli mamulden imal edilen nihai ürünler üzerinde detaylı incelemeler sonuçlar kısmında verilmiştir.

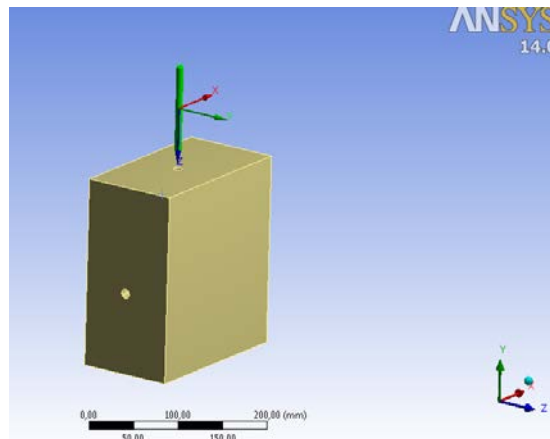
İşlem parametrelerinin incelenmesi için deneysel tasarım oluşturulmuştur (Taguchi L27). Sonuçları değerlendirmek amacı ile ANOVA analizi gerçekleştirilmiş ve sinyal gürültü grafikleri incelenmiştir. Mikro yapı homojenitesi sertlik testi ile değerlendirilmiş ve deneysel tasarım için kalite karakteristiği olarak değerlendirilmiştir.

3.2.1 Sonlu Elemanlar Tekniği ile Simulasyon

Sonlu elemanlar tekniği kullanarak tasarlanan kalıbın basit ön denemeleri gerçekleştirilmiştir. Numune üzerindeki başarılı sonuç veren kalıp simülasyon sonuçları sonrasında gerçekleştirilen gözlemlerden faydalananarak imal edilmiştir.

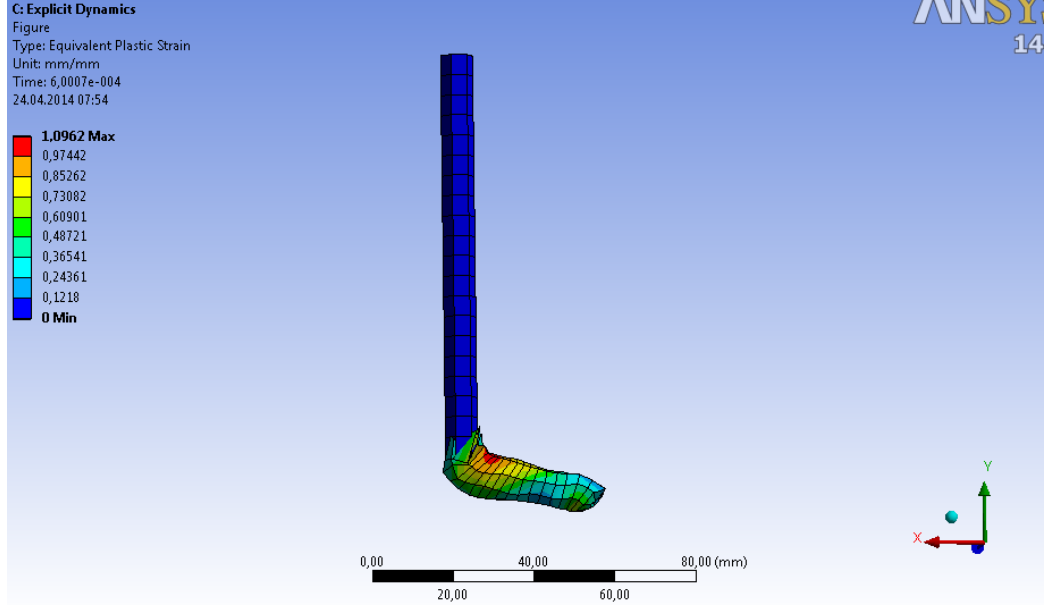
Sonlu elemanlar analizi Ansys Versiyon 14.0, Workbench Explicit Dynamics Mechinics modülü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kullanılan katı modeller ise Solid Works (2013) programı aracılığı ile oluşturulmuştur. Analizler için 5 mm çapında 50 mm uzunluğunda silindirik saf Ti yarı mamul katı modeli kullanılmıştır. En zor şartlar için geliştirilmiş analiz planı oda sıcaklığında, 110° derece kanal açısı için simule edilmiştir.

Kullanılan tüm malzemeler non-lineer kabul edilmiştir. Kalıp malzemesi olarak kalıp çeliği seçilmiş ve rijit olarak tanımlanmıştır. Kalıp dört tarafından sabitlenmiştir ve hareketsiz kabul edilmiştir. Kalıp yarıları bir bütün gibi düşünülerek modellenmiştir (Şekil 3. 2). İtici pim Wolfram seçilerek non lineer ve rijit olarak tanımlanmıştır. Bütün kalıp elemanları ve yarı mamul için referans çerçeve olarak lagranj seçilmiştir.



Şekil 3. 2 Ansys analizinde kullanılan kalıp ve Yarı mamul katı modeli

Kalıp için Poisson oranı 0,31 iken Young modülüsü 193000 MPa; Ti için Poisson oranı 0,32 iken Young Modülüsü 96000 MPa olarak kullanılmıştır. Bütün parçalar için toplamda 7630 nod ve 35544 element ile Quad ve Tri tipte elementler (meshler) kullanılmıştır. Analizler esnasında sürtünme katsayısı 0,1 olarak seçilmiştir. Eş kanallı ekstrüzyon işlemi için oda sıcaklığı tercih edilmiştir.



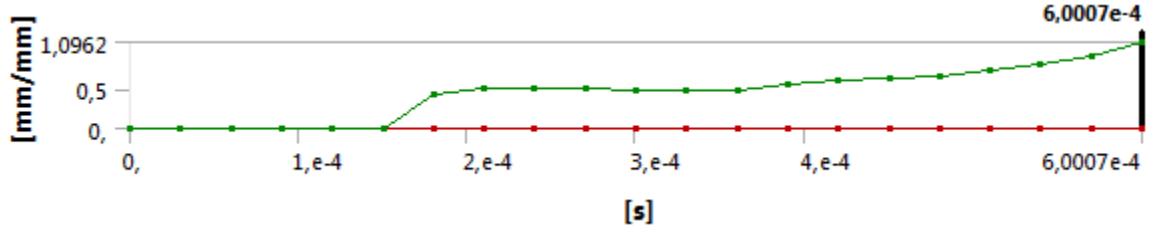
Şekil 3. 3 Anasys analizinde simule edilen yarı mamulün kanal içinde akışı

Kalıp ve itici pim rijit kabul edilmesi sebebi ile bu kalıp elemanları üzerinde meydana gelen deformasyon miktarları analiz sonuçlarında görülmemektedir. Bütün kalıp elemanları arasında dinamik sürtünme katsayısı ise 0,09 olarak tercih edilmiştir. İtici pimin iniş hızı ise adım başına 0,0006 s olarak toplamda 21 adımda işlem gerçekleştirilmiştir. İtici pimin adımına ve zamana bağlı olarak yarı mamul yapısında meydana gelen plastik gerinim miktarı, stres ve deformasyon miktarları Çizelge 3.3’de gösterilmiştir. Malzeme yapısında meydana gelen maksimum plastik gerinimlerin zamana bağlı olarak meydana gelen değişim Şekil 3. 3’de gösterilmiştir.

Sonuçlar literatür ile kıyaslanarak değerlendirilmiş ve yapısında homojen dağılımlı gerinim oluşumu gözlemlenmiştir. Maksimum gerinim miktarı iki kanalın birleşme noktasında iç köşeye yakın olan bölgede 1,0962 değeri ile

Çizelge 3.3 Malzeme yapısında meydana gelen değişimler

Adımlar	Zaman	Maksimum (mm/mm)	Von-Misses Stres (MPa)	Toplam Deformasyon (mm/mm)
1	1,1755e-038	0	0	0
2	3,0022e-005	0,	0,	6,0044
3	6,0022e-005	0,	0,	12,004
4	9,0022e-005	0,	0,	18,004
5	1,2002e-004	0,	0,	24,004
6	1,5002e-004	0,	0,	30,004
7	1,8002e-004	0,42597	1830,	36,004
8	2,1002e-004	0,51748	753,28	42,004
9	2,4002e-004	0,51718	1555,3	48,004
10	2,7002e-004	0,50232	1920,1	54,004
11	3,0002e-004	0,49682	346,03	60,004
12	3,3002e-004	0,49682	703,78	66,004
13	3,6001e-004	0,48772	1885,8	72,002
14	3,9004e-004	0,56617	1753,8	78,007
15	4,2006e-004	0,60388	2089,7	84,011
16	4,5006e-004	0,64129	2138,9	90,013
17	4,8005e-004	0,65646	2143,3	96,011
18	5,1e-004	0,74709	2612,4	102,00
19	5,4008e-004	0,80809	2716,4	108,02
20	5,7004e-004	0,92421	3001,9	114,01
21	6,0007e-004	1,0962	3342,8	120,01



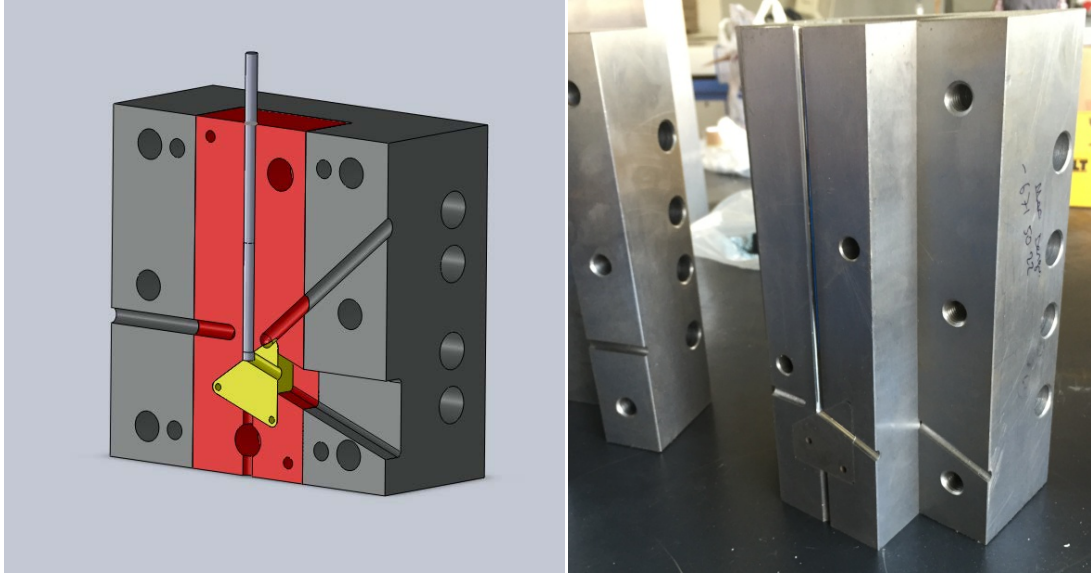
Şekil 3. 4 Malzeme yapısında meydana gelen maksimum plastik gerinimlerin grafik gösterimi

oluştugu gözlemlenmiştir. Bu bulgular literatür incelemeleri ile desteklenmiştir (1, 2, 3).

3.2.2 Deney Numuneleri ve Kalıplar

3.2.2.1 EKAP Kalıp Tasarımı

EKAP kalıpları taşıyıcı ve çekirdek olmak üzere iki parçalı olarak tasarlanmıştır. Bu tasarım, çekirdek kısmı değiştirilerek farklı kanal açılarının aynı taşıyıcı ile kullanımını sağlamıştır. Aynı zamanda kalıpta en fazla zarar göreceği ön görülen çekirdek bölümünün bu tasarım sayesinde kolayca değiştirilmesi sağlanmıştır Şekil 3. 5. Bu sayede deneylerde ihtiyaç duyulan kalıpların maliyeti düşürülmüştür.



Şekil 3. 5 a) Tasarlanan Kalıp Yarısı b) İmal Edilen Kalıp

Kalıp malzemesi olarak Toolox 44 kullanılmıştır (Çizelge 3.5). Bu malzeme %0,32 oranında karbon içermekle birlikte Si, Mo gibi birçok alaşım malzemesi içermektedir

(Çizelge 3. 5). Bu malzeme iyi mekanik özellikleri ve yüksek aşınma dayanımı sayesinde plastik enjeksiyon, dövme, form verme gibi farklı uygulamaların yanı sıra oksijen, lazer ve su jeti ile kesilebilmesi sayesinde birçok mühendislik uygulamasında kullanılmaktadır (Çizelge 3.5, Çizelge 3.6). Toolox 44, sertleştirilmiş ve temperlenmiş olarak tedarik edilmektedir. Gerilim giderme işlemi uygulanarak temin edilen Toolox 44 işleme esnasında yüksek ölçü kararlılığına sahiptir.

Malzemenin temas edeceği kanal kısmı sürtünmenin minimumda tutulması hedeflenerek taslanmıştır. Taşıyıcı kısmı kalıp geometrisinin rijitliğini sağlayacak boyutlarda tasarlanmıştır. Çekirdeğin taşıyıcı içerisine tam oturması için taşıyıcı faturalı yapılmıştır. Ekstrüzyon işlemi esnasında ihtiyaç duyulan işlem sıcaklığını sağlamak amacı ile ceket kısmına 8 adet resistans kanalı açılmış, 16V fişek resistans kullanılmıştır.

Çizelge 3. 4 Toolox 44 Malzemesinin Kimyasal İçeriği ve Mekanik Özellikleri

Kimyasal İçeriği		Mekanik Özellikleri		
C	%0,32		+20 °C	+200 °C
Si	%0,6-1.1	Çekme Dayanımı (MPa)	1450	1380
Mn	%0,8	Akma Dayanımı (MPa)	1300	1200
P	Max %0,01	Uzamana (%)	13	10
S	Max %0,003	Sertlik (HRC)	45	
Cr	%1,35			
Mo	%0,80			
V	%0,14			
Ni	Max %1			
CEIIW	0,92-0,96			
CET	0,55-0,57			

Eş kanal açılı ekstrüzyon işlemi için kullanılan kalıplarda, numunenin kanal içerisinden ilerlemesini kolaylaştırmak amacı ile kanalın dönüş bölümüne ψ ve ϕ açıları, numunelerin yapısında meydana gelen gerilim miktarını doğrudan etkilemektedir (Şekil 3. 5 a), (Denklem 2. 3).

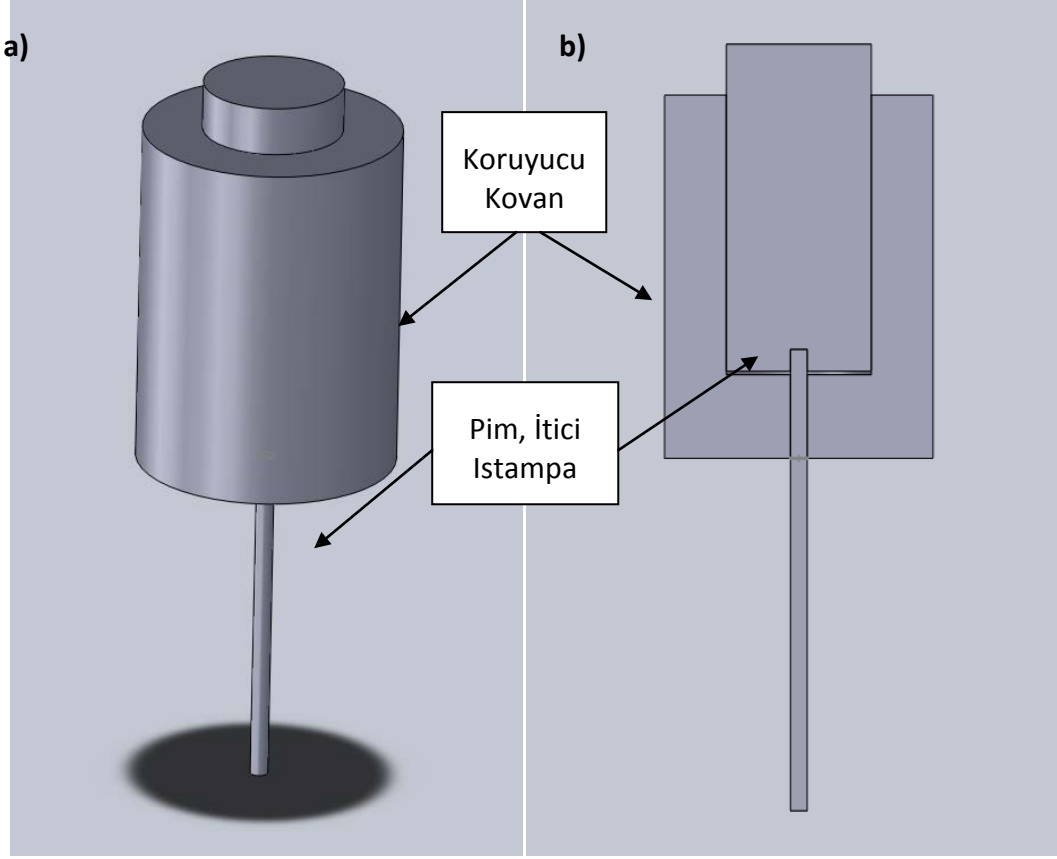
Çizelge 3.5 Toolox 44 Malzemesinin Aşınma Dayanımının Karşılaştırması

Malzeme	Sertlik	Kalıp Ömrü	Hasar Mekanizması
1.2714	42 HRc	2.000 Adet	Sıcak Aşınma
1.2344	46-47 HRc	4.500 Adet	Sıcak Aşınma ve Kırılma
Toolox 44	45 HRc	6.000 Adet	Sıcak Aşınma

Çalışmada deneysel tasarım için birçok farklı şartın aynı anda değerlendirilebilmesi (düşük ve yüksek sıcaklıklar gibi) için kanal açısı $\phi=110^\circ$ seçilmiştir (Şekil 3.5). Bu sayede titanyumun düşük sıcaklıklarda şekillendirme zorluğu bertaraf edilmek istenilmiştir. Ayrıca 0° - 30° arasında değişen büyüklüklerde kullanılan ψ açısı tasarımımızda $\sim 0^\circ$ olarak tercih edilmiştir. Bu değer bir pasoda numune yapısında oluşacak gerinim miktarını artırmaktadır (Denklem 2. 3, [1]). Ayrıca bu açının $\sim 0^\circ$ olarak tercih edilmesi ile kanal açısının imalatı esnasında oluşabilecek tolerans sapmaları da önlenmiştir. Kalıp içerisinde $\psi \sim 0^\circ$ bir kanalın matkap veya freze kullanılarak tolerans sapması olmaksızın imalatının mümkün olmaması sebebi ile kanal tel erozyon kullanılarak imal edilmiştir. Bu amaçla çekirdek kısmından tel erozyon ile üçgen biçiminde bölüm kanal açısı 110° olacak şekilde kesilmiş, döndürülerek tekrar yerleştirilmiştir (Şekil 3. 5).

3.2.2.2 İtici Pim ve Tutucu Tasarımı

Takım çeliğinden (3344) imal edilmiş, 5 mm çapa sahip ıstampalar temin edilmiştir. İstampanın kırılma ve etrafa sıçrama tehlikesi sebebi ile içi honlanmış çelik koruyucu kovan imal edilmiştir Şekil 3. 6, Şekil 3. 7. Koruyucu kovayı prese bağlamak ve ekstrüzyon işlemi esnasından rijitliği sağlayabilmek amacı ile koruyucu kovana tam oturan ıstampa tutucu imal edilmiştir (Şekil 3. 6, Şekil 3. 7).



Şekil 3. 6 a) Pim, İtici İstampa, Koruyucu Kovan, b) Pim, İtici İstampa, Koruyucu Kovan kesit görünüşü

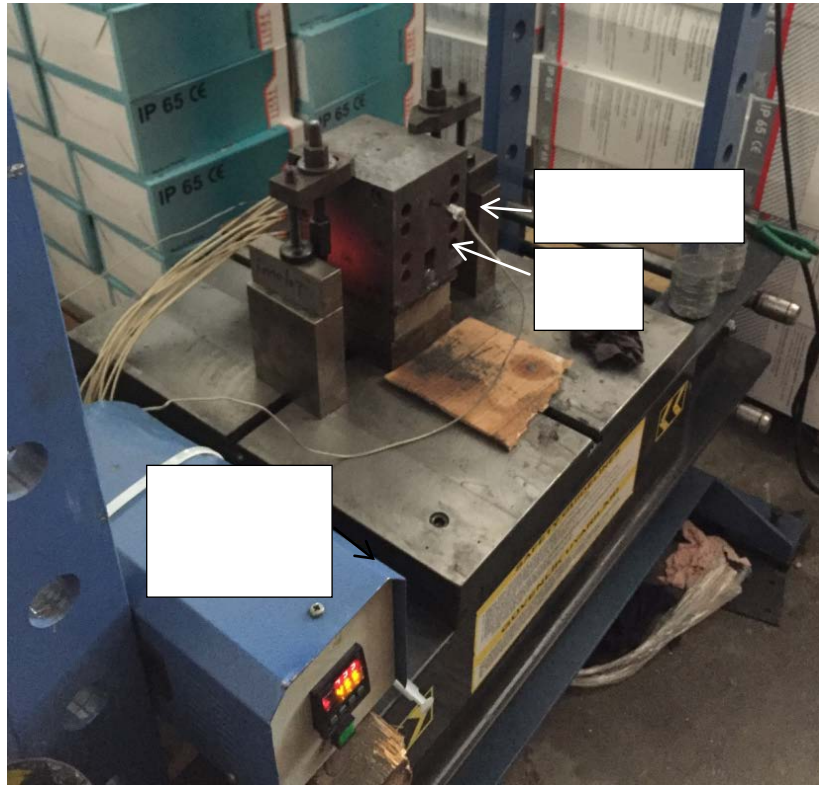


Şekil 3.7 Koruyucu kovanı ile birlikte ıstampa tutucu

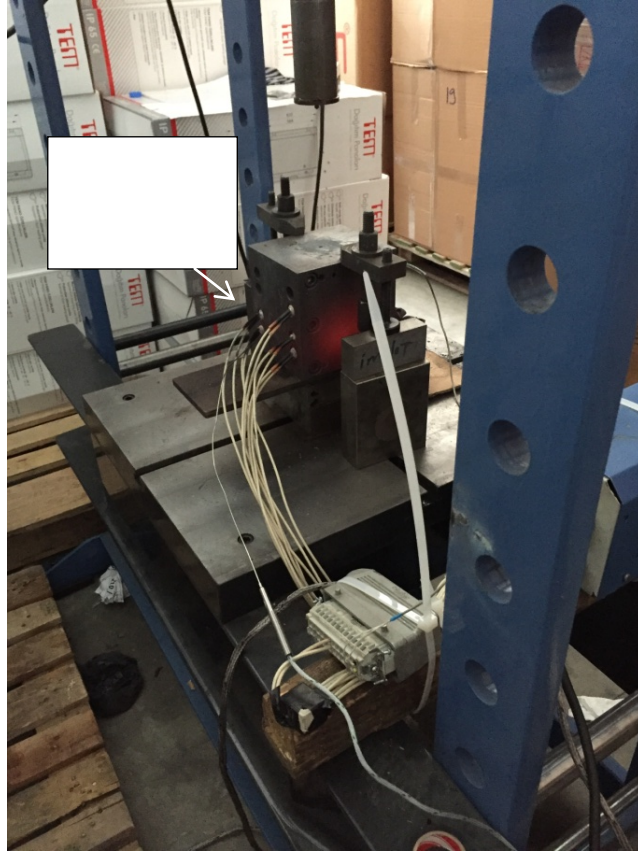
3.2.3 Deneyler

Deney numuneleri soğuk çekilmiş olarak temin edilmesi sebebi ile öncelikle mikro yapıdaki bu etkiyi gidermek istenmiş ve ısıtım işlemi uygulanmıştır. Numuneler argon gazı korumalı fırında 700 °C'de 2 saat tavlantı edilmiştir. Ekstrüzyon işlemi esnasında sürtünmeyi azaltmak amacı ile yüksek sıcaklığa dayanıklı grafit katkılı MoS₂ (MolyDuval-ERSA Endüstriyel Yağlar Kimyasal Tekstil Ürünleri İthalat İhracat Sanayi Ticaret Limited Şirketi tarafından temin edilmiştir) mineral yağ kullanılmıştır. Bahsi geçen yağ ile numune, kanal ve itici ıstampa yağlanmıştır.

İtici ıstampa ekstrüzyon işlemi esnasında 0. 1-5 mm/s hız ile ilerlemiş geri çıkış esnasında ise 10 mm/s hızla çıkmıştır. Numunelerden biri basıldıktan sonra itici ıstampa çıkarılmış ikinci numune kanal içerisine yerleştirilmiştir. Numune ve kalıp istenilen sıcaklığa ulaştıktan sonra ikinci numune basılarak önceki numune kalıptan çıkarılmıştır. EKAP işlemi deneysel tasarım kullanarak hedeflenen işlem sıcaklıklarında ve hedeflenen rotalarda uygulanmıştır. Deneysel düzenek Şekil 3. 8 ve Şekil 3. 9'de verilmiştir.



Şekil 3. 8 Deney düzenegi



Şekil 3. 9 Deney düzeneği

3.2.3.1 İşlem Sıcaklığının Ölçülmesi

İşlem sıcaklığı veri kaydedici (PicoTech Marka) kullanılarak kayıt altına alınmıştır. NiCr-Ni (K tipi) koruyuculu, kılıf çapı 1,5 mm olan CB çelik blendaj izolasyonlu termokupol (ELİMKO LTD. ŞTİ. tarafından temin edilmiştir.) kullanarak sıcaklık ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Veri kaydedici ve termokupollar akredite bir laboratuvar (TETCIS LTD. ŞTİ. tarafından temin edilmiştir.) tarafından kalibre edilmiştir.

Sıcaklık ölçümü için kalıp içerisine iki farklı kanal açılmıştır. Kanallar termokupolların girebileceği büyüklüktedir ve kanalların numuneye uzaklığı 1,5 cm'dir (Şekil 3.5).

3.2.3.2 İlerleme Hızının Seçilmesi

Uygun hız kullanımı EKAP başarısını oldukça fazla etkilemektedir. Önceki bölümlerde homojen mikro yapı ve çatlaksız numune yüzeyi için düşük hızlarda ekstrüzyon işleminin önemi vurgulanmıştır [38]. Ayrıca başka bir deneysel çalışmada vurgulanan ilginç bir bulgu ise $<2.5 \text{ mm} \cdot \text{sn}^{-1}$ değerinin altındaki ekstrüzyon hızlarında daha düşük köşe boşluğunun oluştuğu gözlemlenmiştir [146]. Tez çalışması kapsamında deneysel tasarım kullanarak farklı hızların mikro yapıya etkisi incelenmiştir. Hız aralığı ise 0.1- 5 mm/sn arasında tercih edilmiştir.

3.2.3.3 Saf Titanyum Ve Ti13Nb13Zr İçin Gerçekleştirilen Deneylerin Tasarımı

Deneysel tasarım EKAP işleminin optimum şartlarının tespiti için kullanılmıştır. Bu seçimdeki amaç farklı sıcaklık, farklı hız ve farklı rotaların mikro yapı'ya etkisini tespit ederek optimum şartları tespit etmek, detaylı bir inceleme gerçekleştirmektedir. Homojen mikroyapı için optimum şartların tespiti için hazırlanan deneysel tasarım Taguchi L27'ye göre planlanmış ve deneyler gerçekleştirilmiştir (Çizelge 3.6). Çizelge 3.6'daki deneylerde tekrarlı testler gerçekleştirebilmek için her numuneden aynı şartlarda ikişer adet elde edilmiştir. Numunelerin mikro yapı homojenliğini değerlendirmek amacı ile sertlik değerleri incelenmiştir ve sonuçlar bölümünde verilmiştir. Çizelge 3.6'daki deneyler için numunelerin ilk halleri dâhil olmak üzere 54 adet numune elde edilmiştir.

Deney setlerinden bir diğeri de saf titanyum ve Ti13Nb13Zr'den oluşan numune gruplarına farklı sıcaklıklarda (450 ve 600 °C) EKAP işlemi için oluşturulmuştur (Çizelge 3.7). Bu seçimdeki amaç farklı işlem sıcaklıkların mikro yapı ve mekanik özelliklerine etkisini incelemektir. Çizelge 3.7'deki deneyler için numunelerin ilk halleri dâhil olmak üzere 9 adet numune elde edilmiştir.

Literatürde şimdiye kadar ardışık pasolar için farklı yönlendirilmeler tercih edilmiştir. Tez çalışması kapsamında ardışık rotalar için farklı sıcaklık uygulaması gerçekleştirilmiş ve etkisi incelenmiştir. Saf titanyumda oluşan numune gruplarına düşük ve yüksek sıcaklıkta oluşan B_c rotası takip edilerek gerçekleştirilen EKAP

uygulama planı Çizelge 3.8’de verilmiştir. Bu deneyler için numunelerden 6 adet elde edilmiştir.

Çizelge 3.6 EKAP işlem parametrelerinin optimizasyonu

Deneyler	Pres hızı (mm/s)	İşlem Sıcaklığı (°C)	Rota
1	0.1	450	B _c
2	0.1	450	B _c
3	0.1	450	B _c
4	0.1	300	A
5	0.1	300	A
6	0.1	300	A
7	0,1	150	C
8	0.1	150	C
9	0.1	150	C
10	0.5	300	B _c
11	0.5	300	B _c
12	0.5	300	B _c
13	0.5	150	A
14	0.5	150	A
15	0.5	150	A
16	0.5	450	C
17	0.5	450	C
18	0.5	450	C
19	5	150	B _c
20	5	150	B _c
21	5	150	B _c
22	5	450	A
23	5	450	A
24	5	450	A
25	5	300	C
26	5	300	C
27	5	300	C

Çizelge 3.7 Saf titanyum ve Ti13Nb13Zr'un farklı sıcaklıklarda incelenmesi

Deneyler	Sıcaklık	Malzeme	1 Paso	8 Paso
1	450	TNZ	+	-
2	450	CpTi	+	-
3	600	TNZ	+	-

Çizelge 3.8 Farklı sıcaklıklarda EKAP işlemi

Deneyler	1. paso	2. paso
1	100(°C)	450(°C)
2	450(°C)	450(°C)

3.3 Sonuç Gözlem Teknikleri

EKAP ve HE işlemi sonrasında değişen mikro yapısal ve mekanik özellikleri tespit etmek amacı ile detaylı karakterizasyon gerçekleştirilmiştir. Optik inceleme için numune gruplarına sırasıyla zımparalama, parlatma ve asitle dağlama (Kroll asit; 3HF:6HNO3:100H2O) işlemleri uygulanmıştır. Mikro yapı incelemesi ilk haldeki tane boyutu ölçümü için gerçekleştirilirken 8 ve 10 paso sonrası elde edilen ultra ince taneli yapının incelemesi taramalı elektron mikroskobu ve geri saçılımlı elektron difraksiyonu ile gerçekleştirilmiştir. Geri saçılımlı elektron difraksiyon (EBSD) analizi geri saçılan elektronları seçen detektöre sahip olan bir taramalı elektron mikroskobunda gerçekleştirilmektedir. Bu teknik geçirimli elektron mikroskobun göre daha büyük bir alandan inceleme yapmaktadır ve tane boyutu ölçümleri için daha yüksek doğrulukta sonuç vermektedir. Bu sebeple tane boyutu ölçümleri için mümkün olduğunca bu teknik kullanılmıştır. Aşınma testleri sonrasında oluşan aşınma izinin ölçümü için mekanik ve optik profilometre kullanılmıştır. Nano yapı-kafes yapısını incelemeleri için geçirimli elektron mikroskobu (TEM-Transmission Electron Microscope) kullanılmıştır. Geçirimli elektron mikroskop ile incelenme üzere elektro parlatma tekniği (Struers TenuPol5) uygulanarak numuneleri hazırlanmıştır. Bütün numuneler 120 kV çalışma voltajı kullanarak geçirimli elektron mikroskobunda incelenmiştir (Jeol JEM 1200).

Değişen mekanik değerlerin tespiti için çekme testi gerçekleştirilirken, sertlik değerini ve mikro yapı homojenliğini tespit etmek ve değerlendirmek için Vickers mikro sertlik testi kullanılmıştır. Elastiklik katsayısındaki değişimi gözlemlemek amacı ile numunelere indentasyon testi uygulanmıştır. Çekme testi numuneleri ekstrüzyon yönünde küçük ve büyük çekme numuneleri hazırlanmıştır. Numunelerin sertlik ölçümleri Zwick-Roell ZHU 2.5 mikro sertlik ölçüm makinası ve HVS-1000 sertlik ölçüm makinası ile gerçekleştirilmiştir. İndentasyon testi ise çekme testi esnasında tespit edilemeyen elastiklik katsayısını belirlemek amacı ile kullanılmıştır, deneyler CSM marka indentasyon cihazı kullanarak gerçekleştirilmiştir. Faz analizi X-Ray difraksiyon ölçümleri ile gerçekleştirilmiş, AXS BRUKER D8 difraktometre kullanılarak Cu-K α radyasyonunda ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$) ve Ti-13Nb-13Zr için 0.5 mm spot ışığında ölçümler gerçekleştirilmiştir. Değişen aşınma davranışını tespit etmek amacı ile seramik aşındırıcı topraklar kullanarak kuru şartlarda aşınma testi gerçekleştirilmiştir.

HE ve EKAP tekniği ile elde edilmiş numunelere yüzey modifikasyonu gerçekleştirerek yüzey morfolojisi optik gözlemler ile incelenmiştir. Biyolojik uyumluluğunu test etmek amacı ile yüzey ıslanabilirlik testi ve hücre testi gerçekleştirilmiştir. EKAP tekniği ile elde edilen ultra ince taneli yarı mamulün biyolojik davranışını incelemek amacı ile testler hem parlak yüzeylere hem de yüzey modifikasyonu gerçekleştirilmiş yüzeylere uygulanmıştır. Elde edilen saf titanyum UİT malzemelerin Dental İmplant sisteminde kullanımını incelemek amacı ile UİT Abutment ve Abutment vidası imal edilerek yorulma testleri gerçekleştirilmiştir. Abutment ve implant vidası boyun bölgesindeki açıklık SEM ile tespit edilmiştir.

3.3.1 Mikroskoplar ve Profilometre

3.3.1.1 Optik Mikroskop

Optik inceleme öncesinde bütün numunelere aynı metalografi yöntemi uygulanmıştır. Yüzeyler 2000 SiC taneli abrasifler kullanarak zımparalandı sonrasında 0.1 mikron elmas parlaticılar kullanarak yüzeyler dağlama işlemine hazır hale getirilmiştir. Yüzeyler Kroll dağlayıcısı (3 ml HF + 6 ml HNO₃ 100 ml distile su içerisinde) kullanarak dağlanmıştır.

Optik mikroskoptan faydalananak, numuneler deformasyona uğratılmadan önce iri taneli olduğu durumlar incelenmiştir. Bu amaçla saf titanyum ilk hal ve 6. Pasoya kadar olan pasolar incelenmiştir. Buna ilave olarak Ti13Nb13Zr ilk hal incelenmiştir. Devam eden pasolarda tane küçülmesi sebebi ile optik mikroskoptan bilgi alınamamıştır bu sebeple diğer mikroskoplar ile inceleme devam etmiştir.

3.3.1.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Deformasyon sonrasında içyapıyı gözlemlemek amacıyla taramalı elektron mikroskobu kullanıldı. Mikro yapı karakterizasyonu için Zeiss FEI XL30 kullanıldı. Bu işlem gerçekleştirilmeden önce yüzeyler optik mikroskop ile aynı işlem basamaklarından geçirildi. Numuneler oda sıcaklığında epoksi reçine kullanarak kalıplandı ve sonrasında 80'den başlayarak 4000'lik zımparaya kadar zımparalandı. İnce bölgeleri elde etmek amacı ile metanol-perklorik (4:1) asit banyosunda ikili-jet parlatma sistemi kullanılmıştır.

Taramalı elektron mikroskobundan faydalananak çekme testi uygulanmış Ti Başlangıç, Titanyum 1 Paso ve Titanyum 8 Paso numuneleri üzerinde, kopma bölgelerinde inceleme yapılmıştır. Ayrıca kumlama sonrası yüzey incelemesi gerçekleştirebilmek amacıyla İT ve UİT Ti ve Ti13Nb13Zr numuneleri incelenmiştir.

3.3.1.3 Geçirimli elektron mikroskobu (TEM)

Numunelerin kafes yapısını, faz değişimlerini, tane boyutu ölçümlerini ve tane yönelimlerini incelenmek üzere elektro parlatma tekniği (JEOL JEM 1200 EX) uygulanarak, geçirimli elektron mikroskop (TEM) numuneleri hazırlanmıştır. TEM olarak Jeol JEM 1200 marka cihaz 120 kV'da kullanılmıştır. TEM mikroskobu incelemesi için farklı kısımların kesitlerinden tel erozyon tekniği kullanarak örnek numuneler alınmıştır. Bu numuneler mekanik aşındırma yöntemi ile 100 µm inceliğinde işlenmiş, zımba kullanarak 3 mm yarıçapında dairesel kesitli numune haline getirilmiştir. Numuneler % H₂SO₄ metanol solüsyonu içerisinde 20 kV elektrokimyasal parlatma uygulanmıştır.

TEM incelemeleri iç yapıda meydana gelen deformasyon oranlarını, faz değişimlerini, tane boyutlarını gözlemlemek amacıyla İT, UİT Ti ve Ti₁₃Nb₁₃Zr'a, 1 paso 100 °C 1 paso 450 °C'de Ti, 2 Paso 450 °C Ti numuneleri ile gerçekleştirilmiştir.

3.3.1.4 Geri Saçılımlı Elektron Difraksiyonu

Tane yönelimi ve tane boyutunun doğrudan tespitini gerçekleştirmek amacı ile belirlenmiş numune gruplarına geri saçılmış elektron difraksiyonu (electron backscattered diffraction-EBSD) özelliği olan taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. İnceleme gerçekleştirmek amacı ile parlatılmış numune yüzeylerine 20 kV'da çalıştırılan Nordlys Nano EBSD dedektöre sahip Tescan Lyra 3 marka bir SEM kullanılarak, numunenin 70° tilt açısı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sonrasında elde edilen veriler Oxford Instruments'in geliştirilmiş olduğu HKL Channel 5 yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

EBSD analizleri özellikle daha büyük bir alan üzerinden tane boyutu incelemesi için gerçekleştirmek üzere yapılmıştır. Aynı zamanda taneler arası açığı gözlemlemek üzere EKAP TNZ İT ve UİT (8 Paso 450 °C), Ti 8 Paso, 450 °C 10 Paso, 1 paso 100 °C 1 paso 450 °C'de Ti, 2 Paso 450 °C Ti numuneleri için bu analiz gerçekleştirilmiştir.

3.3.1.5 Optik Profilometre

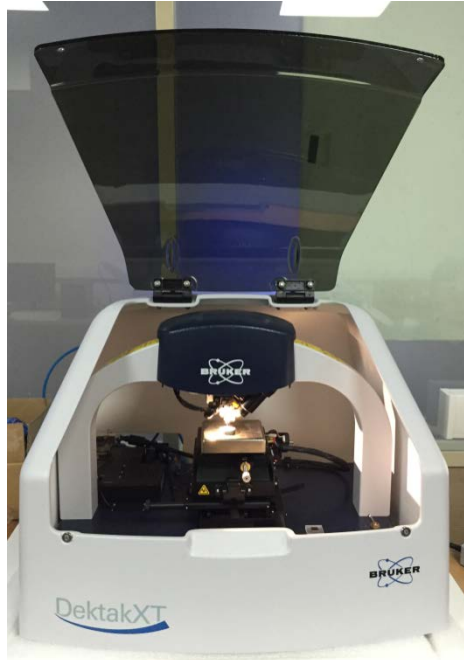
Optik profilometre UİT ve iri taneli deney numunelerinin aşınma sonrası aşınan bölgedeki oluşan aşınma mekanizmalarını incelemek amacı ile kullanılmıştır. Sistem herhangi bir temas gerçekleştirmeden bilgisayar kontrolü ile iki ve üç boyutlu yüzey verileri almaktadır. Bu amaçla Varşova Teknik Üniversitesinde Veeco Wyko NT9300 optik profilometre kullanılmıştır. Hidrostatik ekstrüzyon ile elde edilen Ti₁₃Nb₁₃Zr numunelerinin aşınma testi sonrası oluşan aşınma bölgeleri incelenmiştir.

3.3.1.6 Mekanik Profilometre

Mekanik profilometre aşınma ve yüzey modifikasyonları sonrasında yüzeylerin topografik incelemeleri için kullanılmıştır Şekil 3.16. Bu amaçla Bruker markanın Dektak XT modeli mekanik profilometre kullanılmıştır (Şekil 3.16). Ölçüm işlemi esnasında 12.5 µm'lik uç kullanılmıştır ve tarama 2500 µm arasında 625 µm/s hız 2.08

çözünürlükte farklı noktalardan değer olarak gerçekleştirilmiştir. Sonuçların değerlendirilmesinde Gauss filtresi kullanılmıştır.

Mekanik profilometre ile ölçümler yüzey işlemleri sonrasında pürüzlülüğü artan yüzeylerin Ra değerlerini elde etmek amacı ile İT ve UİT Saf Ti ve Ti13Nb13Zr numuneler üzerinde gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. 10 Mekanik Profilometre

3.3.2 X-Ray Difraksiyon

X-Ray difraksiyonu, malzemelerin kristal özelliklerini ve plastik deformasyon öncesi sonrası faz değişimini tespit etmek için kullanılan hasarsız bir analiz metodudur. İçerdiği fazlar hakkında bilgi sahibi olmak amacı ile numunelerin analizi sonucunda elde edilen verilerin ilgili veri tabanı ile karşılaştırılma gerçekleştirilmektedir. Faz analizi ve tane boyutu ölçümlerinin bir kısmı X-Ray difraksiyon (AXS BRUKER D8) ölçümleri ile gerçekleştirilmiş Şekil 3.10. Difraktometre kullanılarak Cu-K α radyasyonunda ($\lambda = 1.5442 \text{ \AA}$) 0.5 mm spot ışığında ölçümler gerçekleştirilmiştir

XRD testi özellikle UİT ve İT taneli Ti ve Ti13Nb13Zr numunelere gerçekleştirilerek tane incelmesinin faz değişimine etkisi incelenmek istenmiştir. Buna ilave olarak farklı sıcaklıkların aynı rotaya uygulandığı numune üzerinde de XRD analizi gerçekleştirilmiş ve farklı sıcaklıkların etkisi incelenmiştir.



Şekil 3. 11 AXS BRUKER D8 XRD cihazı

3.3.3 Temas Açısı Ölçümü

Temas açısı ölçümleri yüzey ıslanabilirliğini test etmek amacı ile gerçekleştirilmiştir. Ölçümler için ThetaLite Temas Açısı Ölçüm Cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.11). Bütün yüzeylere aynı ml de iyonize edilmiş su aynı hızda damlatılmış ve kamera ile ölçümler gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. 12 ThetaLite Temas Açısı Ölçüm Cihazı Yüzey Temas Ölçüm Cihazı

Temas açısı ölçümleri özellikle yüzey modifikasyonunu ve tane boyutunun etkisini incelemek amacı ile UİT Ti ve Ti13Nb13Zr kumlanmış ve parlak yüzeylere uygulanmıştır.

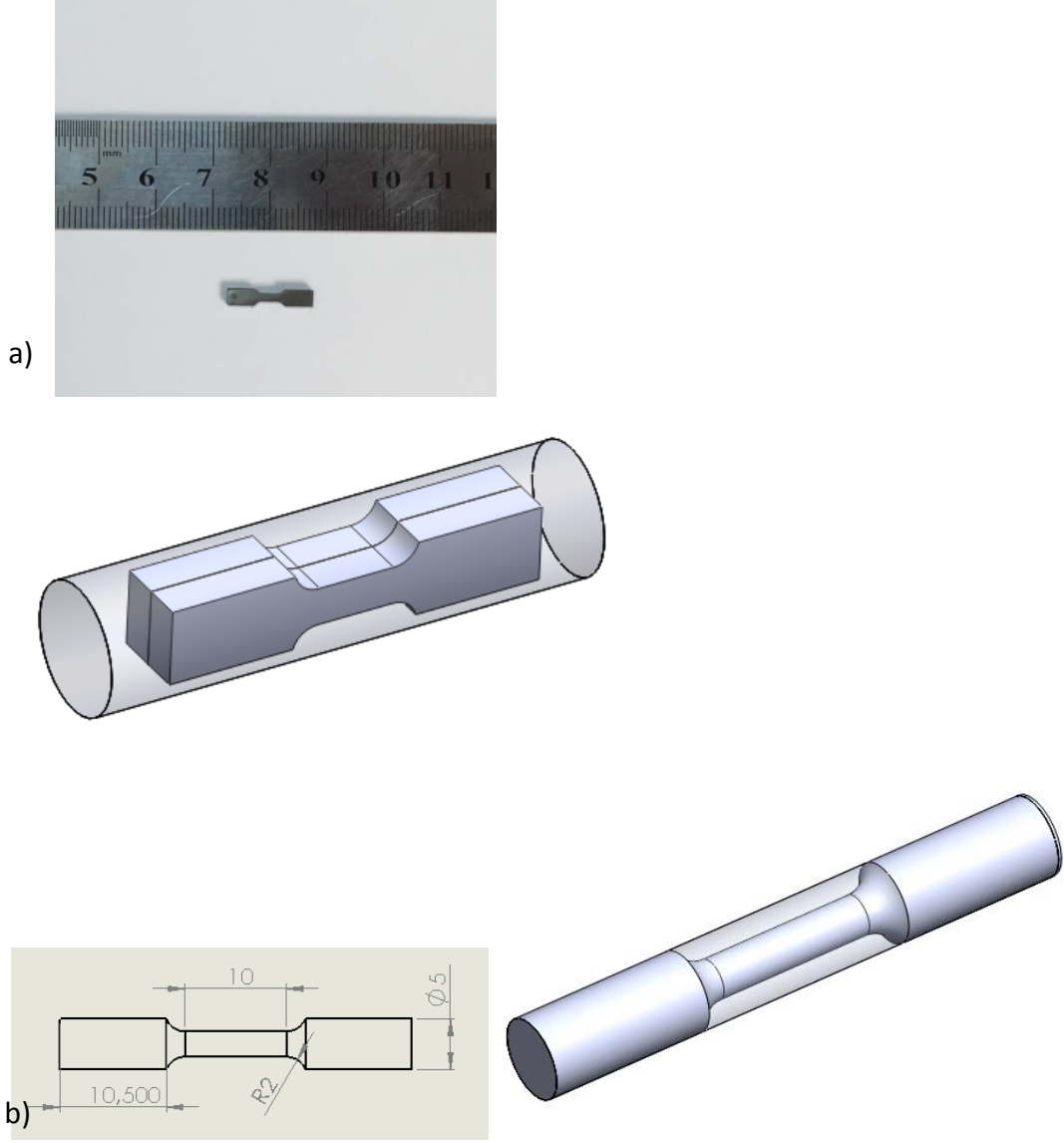
3.3.4 Mekanik Testler

Mekanik özelliklerin tespiti amacı ile çekme ve mikro sertlik testleri gerçekleştirilmiştir. Çekme testini gerçekleştirmek amacı ile 25 ton kapasiteli Zwick marka bir çekme test makinası tercih edilirken sertlik testi için Zwick-Roell ZHU 2.5 mikro sertlik ölçüm makinası ve HVS1000 sertlik ölçüm makinası tercih edilmiştir. Sertlik testleri ekstrüzyon yönüne dik kesitlerde gerçekleştirilirken çekme testi ekstrüzyon yönüne paralel gerçekleştirilmiştir.

3.3.4.1 Çekme Testi

ECAP ve HE numunelerin çekme testi ekstrüzyon yönüne dik farklı çekme numunesi boyutları için gruplandırarak gerçekleştirilmiştir. Numune boyutlarının farklı seçilmesinin sebebi düşük sıcaklıkta imal edilebilecek numune boyunun kısıtlı olmasıdır. L27 deneysel tasarımda yüksek ve düşük sıcaklıklar bir arada değerlendirilmek istenmektedir. Bunun dışındaki deneylerde kullanılacak numuneler için büyük geometri tercih edilmiştir. Deneyler esnasında kullanılan numune boyutları Şekil 3.12’de verilmiştir.

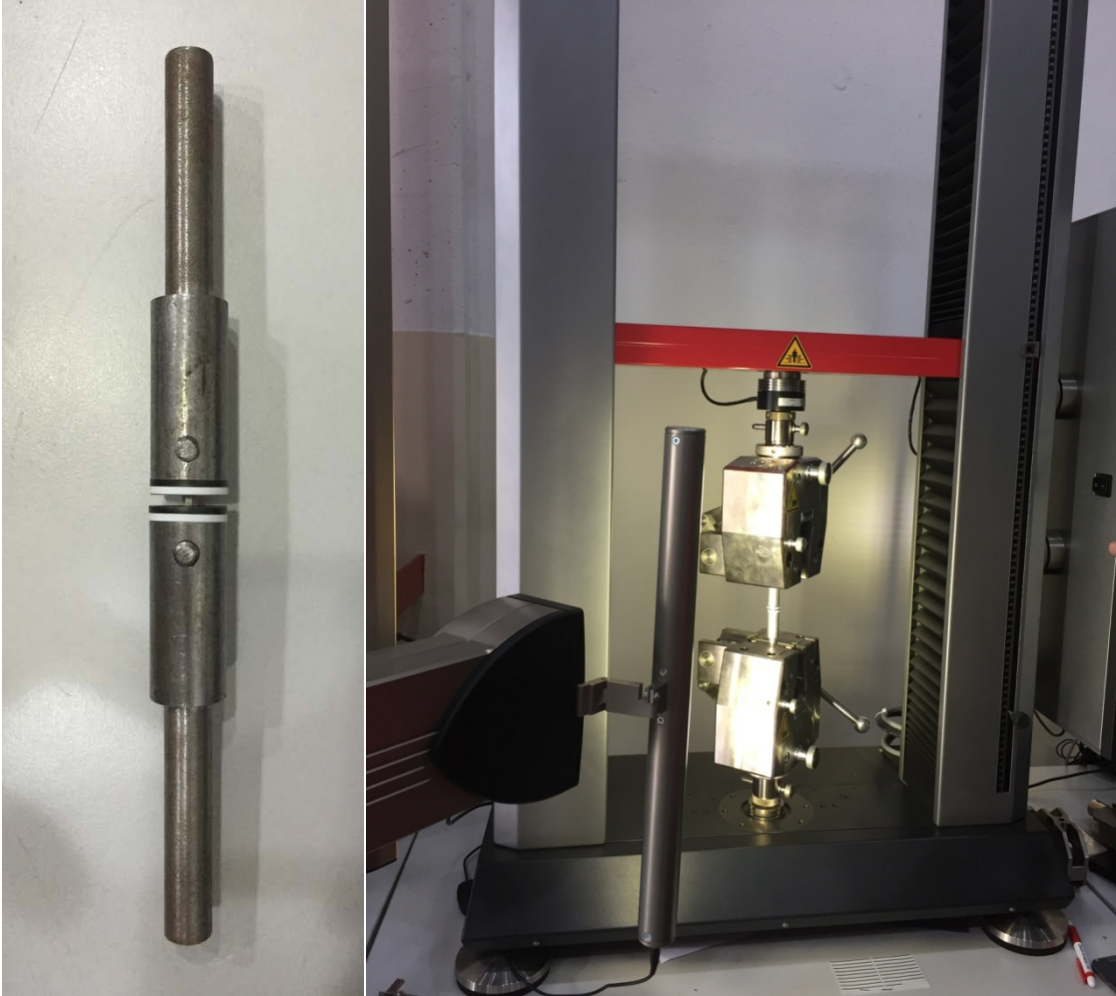
Şekil 3. 12 a, b de verilen küçük numunenin geometrisi sırası ile 4x1.5x15 (genişlik, kalınlık, boy) mm’dir. Tel Erozyon yöntemi uygulanarak bu geometri oluşturulmuştur. Tel erozyon ile kesme işlemi düşük sıcaklıkta gerçekleştirilmesine rağmen numune yüzeyinde bırakabileceği etkiler düşünülerek 2000 taneli aşındırıcı ile yüzeyler parlatılmış ve deneyler gerçekleştirilmiştir. Deneyler oda sıcaklığında Şekil 3. 13 b)’de gösterilen Zwick marka 25 Ton kapasiteli çekme cihazı ve videolu eksansometre kullanarak gerçekleştirilmiştir. Daha büyük numuneler için ise aparat kullanmadan deneyler gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. 13. Çekme Testi İçin Hazırlanmış Farklı Büyüklük Ve Boyutlardaki Numuneler

Aparat kullanarak gerçekleştirilen deneylerin akma verisi aparat etkisi sebebi ile kullanılmamıştır. [147]'de vurgulandığı gibi özellikle küçük çene mesafeleri kullanımlarında boyun verme noktası, süneklik değerleri ve daha birçok özellik etkilenebilmektedir. Bu sebeple sadece küçük numunelerin mekanik dayanımı tespit etmek amacı ile aparat kullanılmıştır. Kullanılan çekme aparatı ve çekme test cihazının görüntüleri Şekil 3. 13'de verilmiştir. Büyük numuneler ise CNC torna tezgâhında hazırlanmıştır.

Mekanik testler maksimum çekme dayanımı akma ve kopma noktasını tespit etmek amacı ile İT, UİT Ti13Nb13Zr, Ti 10 450 °C Paso, 1 Paso 100 °C+ 450 °C, 2 Paso °C için uygulanmıştır.

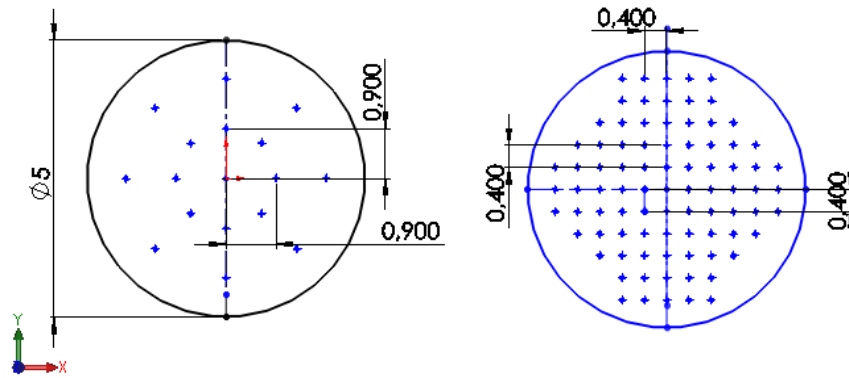


Şekil 3. 14 a) Çekme Testi için Kullanılan Aparat b) Çekme Testi Cihazı (Zwick 25 Ton)

3.3.4.2 Mikro Sertlik

Sertlik testi Zwick-Roell ZHU 2.5 mikro sertlik ölçüm makinası ve HVS1000 sertlik ölçüm makinası kullanarak HV200, HV500 değerlerinde 10 sn baskı süresi kullanarak Bütün numunelere gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri ekstrüzyon yönüne dik yüzey üzerinden gerçekleştirilmiştir. Numuneleri ortalama sertlik deneyini tespit etmek amacı ile belirlenen bir yarıçap doğrultusu boyunca 6 ölçüm gerçekleştirilmiş ortalama değer bulunmuştur. Deneyisel tasarımda kullanılacak değerler için ise kalite karakteristiği olarak sertlik değerlerinin standart sapması tercih edilmiştir. Sertlik ölçüm noktalarının

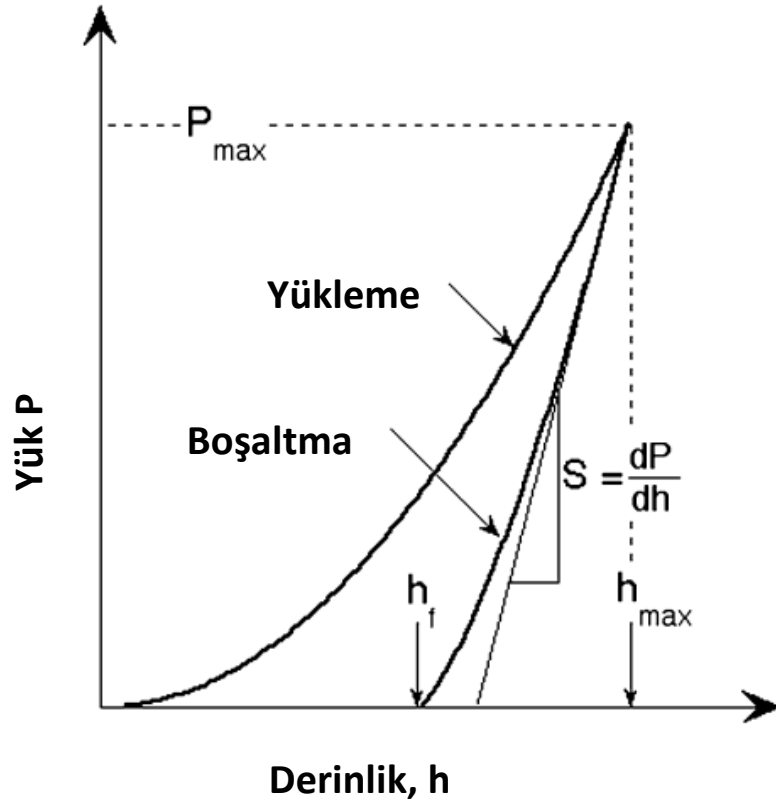
dağılımı ise Şekil 3.14 a)' da verilmiştir. Her bir ölçüm adım aralığı 0.4 mm olarak belirlenmiştir. Toplam 17 noktadan ölçüm gerçekleştirilmiştir. Taguchi ve ANOVA sonuçlarına göre en iyi çıkan setin sertlik haritası Şekil 3.14 b)'ya göre gerçekleştirilmiştir. Bunun için 0.4 mm mesafelerde ölçümler gerçekleştirilmiş. Toplamda 85 noktadan ölçüm verisi alınmıştır. Bu haritalar değerlendirilerek mikro yapının homojenliği hakkında bilgi edinilmiştir.



Şekil 3. 15 a) Deneysel Tasarım İçin Alınan Sertlik Ölçüm Noktaları b) Optimum Deney Sonuçları İçin Oluşturulan Sertlik Haritası

3.3.4.3 İndentasyon Testi

İndentasyon tekniği malzemelerin sertlik değerini ve elastiklik katsayısını tespit etmek amacı ile kullanılmaktadır [148,149]. Teknik konvansiyonel sertlik ölçme tekniklerinin aksine sonucu yüzeyde bıraktığı iz üzerinden değil, yük-(batma) derinliği grafiğinden matematiksel yöntemler ile belirlemektedir. Bahsi geçen grafik Şekil 3.15 'de gösterilmiştir. Bu grafikteki veriler yükleme ve yük boşaltma esnasında polinomlar ile gösterilmektedir. Bu fonksiyonların değişimi dolaylı olarak malzemenin plastik ve elastik şekil değişimine bağlıdır ve Şekil 3.15'de gözlemlendiği gibi Vicker's uç tarafından uygulanan kuvvet ile birlikte hem elastik hem plastik şekil değişimi meydana gelmektedir. Bu sebeple konvansiyonel yöntemlerde elastik ve plastik şekil değiştirme değerlerini tespit etmek güçtür.



Şekil 3. 16 Yük Ve Derinlik Grafiğinin Şematik Gösterimi [149]

Uygulanan yük değeri ve malzemenin elastiklik katsayısı arasındaki ilişkiyi bulmak amacı ile matematiksel yaklaşımlar kullanılmaktadır. Elastiklik katsayısını belirlemek amacı ile gerçekleştirdiğimiz deneyimizde ise Oliver-Pharr metodu, Vickers uç ile kullanılmıştır. Bu denklem;

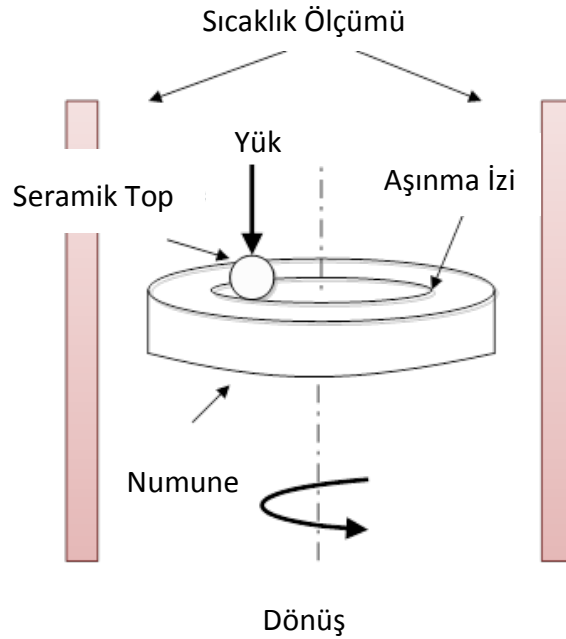
$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (3.1)$$

Buradaki P değeri batma basıncı, h batma yüksekliği, E elastiklik katsayısı A ile uygulama alanındaki elastik değme bölgesidir. Deneyler ise CSMTM Instrument indentasyon test cihazında yüzey hazırlama işlemi sonrası gerçekleştirilmiştir. Deneyler ISO 14577-1 2015'e uygun oradak gerçekleştirilmiştir, Deney esnasında 550 mg yük uygulanmıştır.

Bu deney özellikle çekme testi esnasında elastiklik katsayısı belirlenemeyen İT Ti, Ti13Nb13Zr ve EKAP UİT Ti13Nb13Zr, Ti 10 paso 450 °C, 1 Paso 100 °C+ 450 °C, 2 Paso °C için uygulanmıştır.

3.3.4.4 Aşınma Testi

Aşınma testi için dairesel aşındırma hareket kabiliyetine sahip T21 test cihazı kullanılmıştır. Aşındırıcı olarak 6.35 mm çapında, 1800 Hv sertliğe sahip Al_2O_3 seramik toplar kullanılmıştır. Bütün testler üç defa tekrarlı olmak üzere 5 N altında ASTM G99-05 standardında ifade edildiği gibi her bir numuneye 5000 (158 m) tur uygulanmıştır (Şekil 3.17. Testlerden önce yüzeyler aseton ile temizlenmiştir. Testler laboratuvar ortamında (25-27 °C arasında %75 nemlilik değerinde) gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.17). Sıcaklık numuneye 30 mm mesafeden kontrol edilmiştir. Literatürde ifade edildiği gibi farklı dönme hızları aşınma karakteristiğinde farklılıklar oluşturabilmektedir [151]. Bu sebeple bütün testler için aynı hız tercih edilmiştir. Bu test tane küçülme etkisinin aşınma davranışı üzerindeki etkisini incelemek amacıyla İT, UİT HE Ti13Nb13Zr;İT, UİT 8 Paso Ti üzerinde uygulanmıştır.

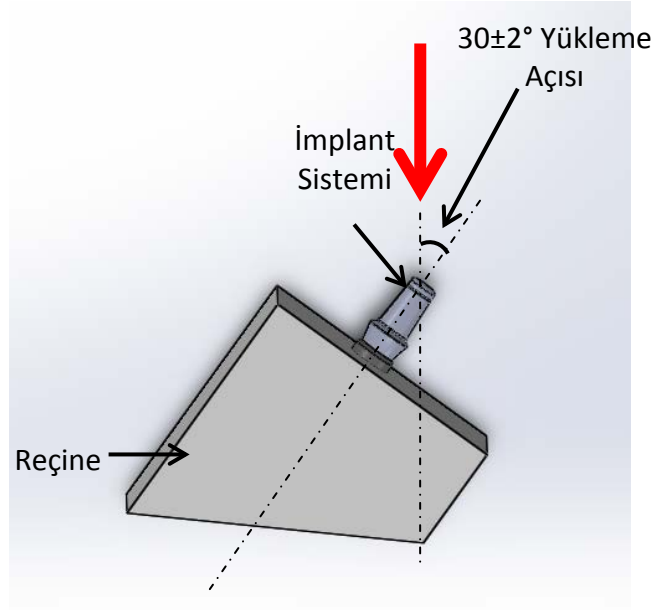


Şekil 3. 17. Aşındırma Test Cihazının Şematik Görünümü

3.3.4.5 Abutment İmplant Arasındaki Mikro Açıklık Ölçümü

UİT saf titanyumların abutment ve implant sisteminin en küçük parçası olan abutment olarak kullanımı esnasında uygunluğunu incelemek ve günümüzde kullanılmakta olan soğuk çekilmiş aynı tip abutment ve abutment vidası ile kıyaslanmıştır. Gerekli testler

ISO 14801'e uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Abutmentlar 30 N yük altında 30° açı ile 10.000 defa basılarak yorulma işlemi gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.18). Sonrasında tel erozyon ile abutment sistemi belirli bir derinliğe kadar kesilmiş ve abutment-implant kesiti taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir.



Şekil 3. 18 Akrilik Reçine İçerisine Sabitlenmiş Abutment Sistemi Ve Yorulma Testinin Uygulanma Açısı

3.3.5 Yüzey modifikasyonu ve Biyouyumluluk Testi

Yüzey kumlama ile gerçekleştirilecek modifikasyon öncesinde bütün yüzeylere, optik mikroskop incelemelerinde olduğu, gibi zımparalama ve parlatma işlemleri uygulanmıştır. Tel erozyon ile 1 mm kalınlığında kesilen numuneler yüzey modifikasyonu için sırası ile 320, 400, 600, 800, 1200,2000 no'lu zımparalar ve sonrasında elmas süspansiyonu kullanılarak parlatılmıştır (Şekil 3.19). Daha sonra TiO₂ parçacıklar kullanarak kumlama işlemi gerçekleştirilmiştir. Sonrasında ve öncesinde profilometre kullanarak pürüzlülük ölçümleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. 19 Tel Erozyon Sonrası Ve Parlatılan Numune Yüzeylerinin Görüntüleri

Yüzey modifikasyonu için Bruker Easy marka kumlama cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.20). Yüzey modifikasyonu gerçekleştirmek amacı ile yaklaşık 60-100 μm çapa sahip titanyum oksit (TiO_2) parçacıklar kullanılmıştır. Kumlama işlemi 4 Bar basınç altında 10-60 sn'de aralığında değişen sürelerde kumlanmıştır. Yüzeyde meydana gelen değişimler taramalı elektron mikroskobu kullanarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. 20 BEGO Yüzey kumlama cihazı

Tane boyutunun biyolojik uyumluluk üzerinde etkisini tespit etmek amacıyla özellikle İT ve UİT EKAP Ti13Nb13Zr ve Ti için testler gerçekleştirilmiştir.

Hücre Sağkalımı

MEE, MEF (Mouse embryonic fibroblast,epitel) hücreleri ayrı ayrı kuyucuklara, 12 kuyucuklu petrilere ekilmiştir. Her 24 saatte bir olacak şekilde hücrelerin sayımı iki tekrarlı olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla önce örnekler 1X PBS ile yıkanmış ve tripsin ile yüzeyden kaldırılmıştır. Santrifüj edilen hücrelerin üzerine 50 μl 0.4 % (

w/v) Tripan avisi eklenmiş ve bu karışımdan 10 µl çekilerek Neubauer hemositometresi kullanarak sayılmıştır.

Floresan Problar Aracılığı ile Hücre Ölümünün Belirlenmesi

Propidyum Iodür (PI)

Hücre ekiminden 24 saat sonra hücreler 5mg/ml PI ile 37°C de 30 dakika inkübe edilmiştir. Daha sonra ters floresan mikroskobunda Ex:536 nm/Em: 617 nm olacak şekilde inceleme yapılmıştır.

DiOC₆

Hücre ekiminden 24 saat sonra hücreler 4 nM DiOC₆ ile 37°C de 15 dakika inkübe edilmiştir. Daha sonra invert floresan mikroskobunda Ex: 488 nm/Em: 535 nm olacak şekilde inceleme yapılmıştır.

DAPI

Hücre ekiminden 24 saat sonra hücreler 5mg/ml DAPI ile 37°C de 10 dakika inkübe edilmiştir. Daha sonra ters floresan mikroskobunda Ex: 350 nm/ Em: 570 nm olacak şekilde inceleme yapılmıştır.

MitoTracker

Hücre ekiminden 24 saat sonra hücreler 200 nM Mito Tracker Red ile 37°C de 15 dakika inkübe edilmiştir. Fiksasyon işlemi için; boyama işleminin ardından hücreler, %3 formaldehit bulunan medya ile 15 dakika inkübe edilmiş ve süre sonunda medya ile yıkanmıştır. Perbmiabilizasyon için %0.2 Triton-x100 kullanılmış ve hücreler %0.2 lik Triton-x100 içeren medya ile inkübe edilmiştir. Son olarak hücreler, soğuk aseton ile 5 dakika inkübe edildikten sonra 1xPBS ile yıkanmıştır. Fiksasyon ve permiabilizasyon işlemleri uygulandıktan sonra ters floresan mikroskobunda Ex: 579 nm/ Em: 599 nm olacak şekilde inceleme yapılmıştır.

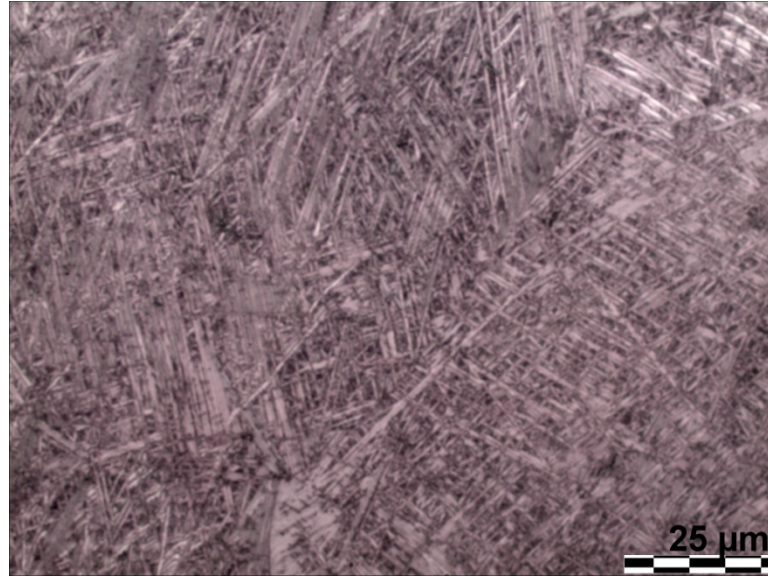
3.4 Bulgular

3.4.1 Hidrostatik Ekstrüzyon Tekniđi ile Aşırı Plastik Deformasyon

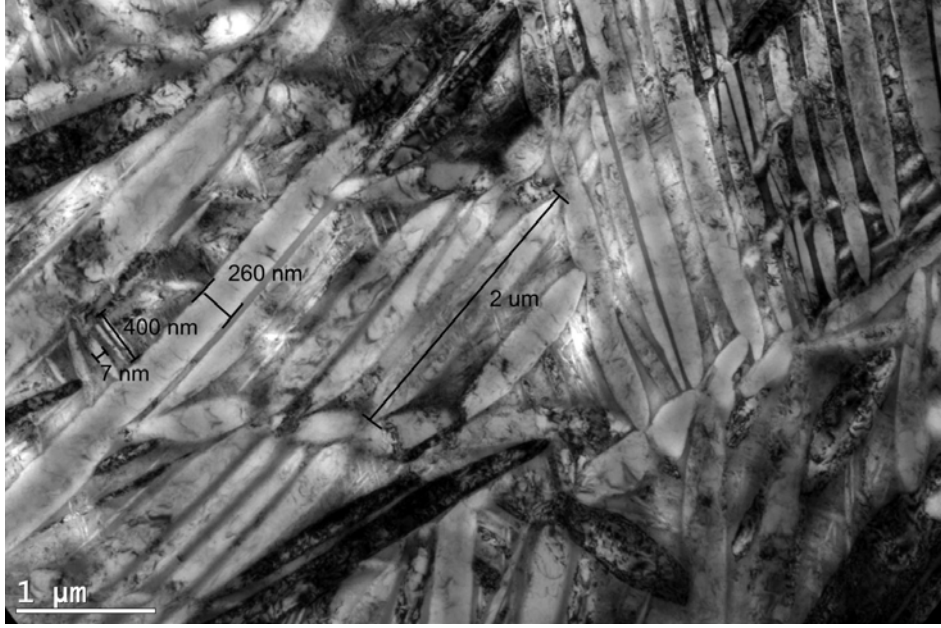
3.4.1.1 Mikroskop Bulguları

Geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ve Optik Mikroskop

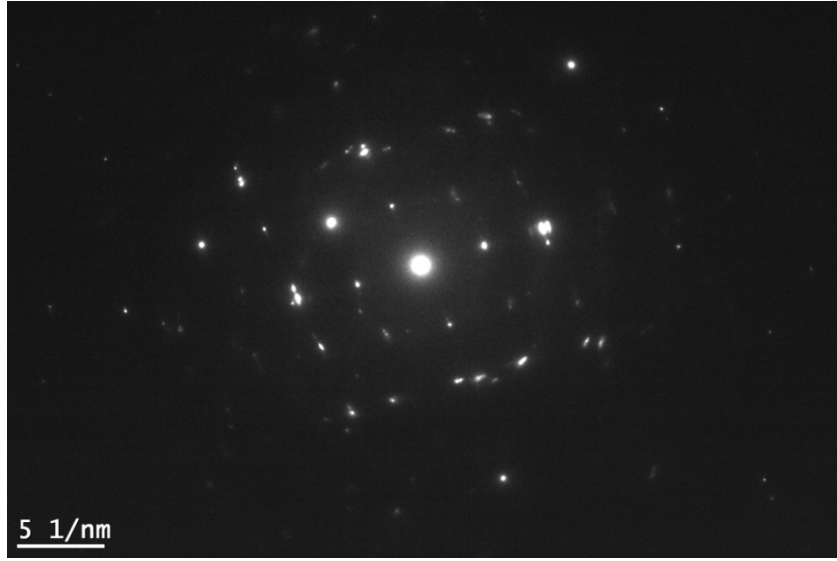
Ti-13Nb-13Zr'un başlangıçta sahip olduđu iç yapı Şekil 3.21-22'de kutup deseni ise 3.23'de gösterilmiştir. Yapı iğne biçimli α tanelerinden ve az miktarda β fazından oluşmuştur. İğne yapılı α taneleri 260 nm olarak ölçülmüştür. Aynı zamanda aralarda 7 nm genişliğinde ve 40 nm uzunluğunda iğne biçimli α taneleri gözlemlenmiştir.



Şekil 3. 21. Ti13Nb13Zr'un Başlangıçta Sahip Olduđu İçyapı (Optik Mikroskop)



Şekil 3. 22 Ti13Nb13Zr'un Başlangıçta Sahip Olduğu İçyapı-Geçirimli Elektron Mikroskobu

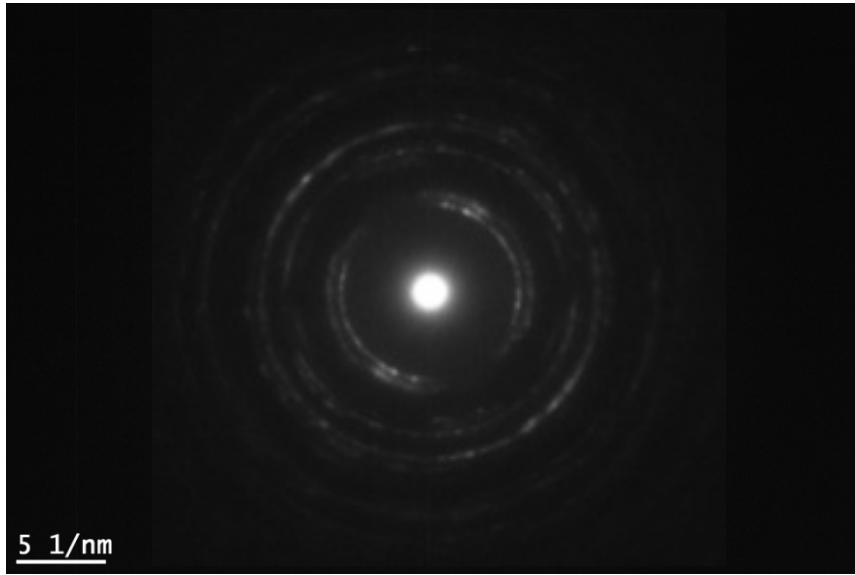


Şekil 3. 23 Ti13Nb13Zr'un Başlangıçta Sahip Olduğu İçyapı- Geçirimli Elektron Mikroskobundan Elde Edilmiş Kutup Desenleri

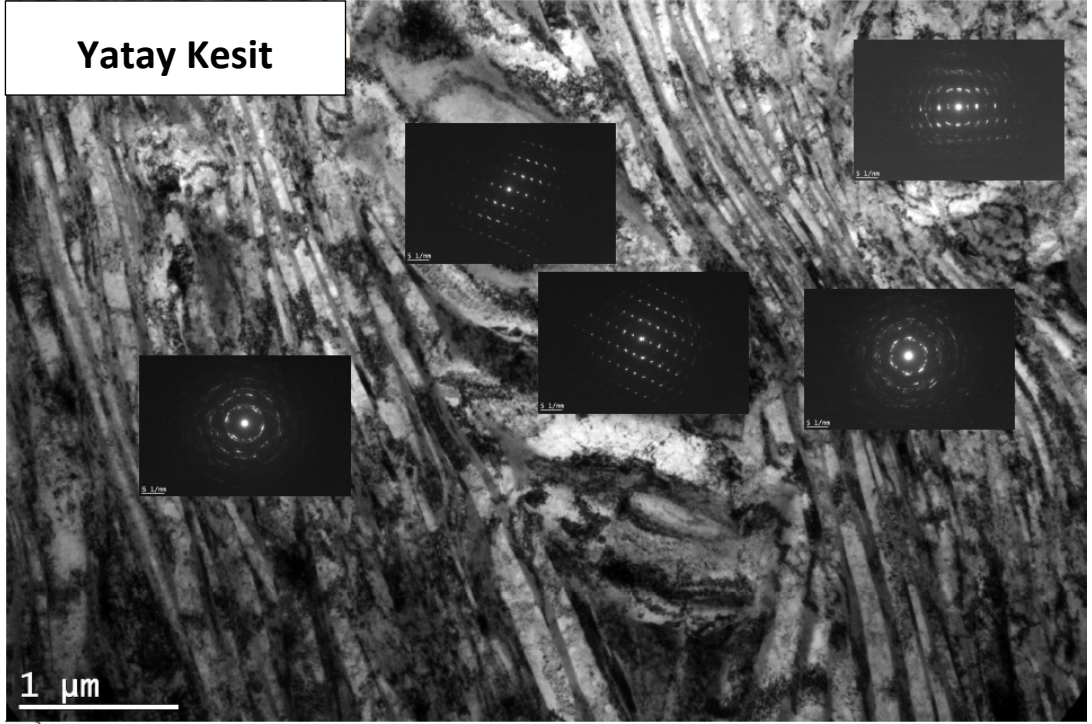
Ti13Nb13Zr malzemelere iki paso hidrostatik ekstrüzyon uygulamasından sonra 260 nm olan tane genişlikleri 80 nm' ye düşerken iğne biçimli tane geometrisi uzamış tane geometrisine dönüşmüştür (Şekil 3.24). TEM kutup deseninden gözlemlendiği üzere, mikro yapı ikiz oluşumu içeren ultra ince taneli yapıdadır (Şekil 3.25).



Şekil 3. 24 Ti13Nb13Zr'un Hidrostatik Ekstrüzyon Sonrasın Sahip Olduğu İçyapı-Geçirimli Elektron Mikroskobu İle Elde Edilmiş



Şekil 3. 25 Ti13Nb13Zr'un Hidrostatik Ekstrüzyon Sonrasın Sahip Olduğu İçyapı - Geçirimli Elektron Mikroskobundan Elde Edilmiş Kutup Deseni



Şekil 3. 26 HE 20 Numunesine Ait TEM Kesit Görüntüsü ve KD'leri

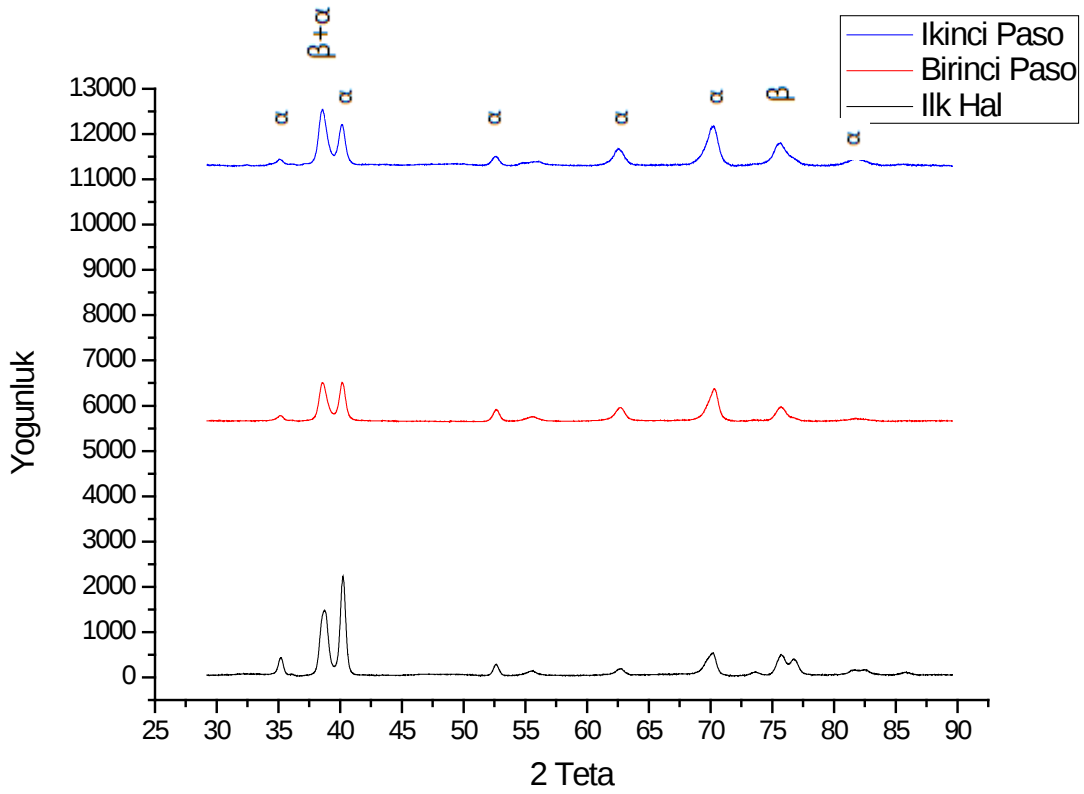
Numunenin ekstrüzyon yönüne dik gerçekleştirilen TEM incelemesinde Şekil 3.26'de görüldüğü üzere ultra ince taneli yapılar mikro ve nano boyutlarda taneciklerden oluşmaktadır. Çift modlu (bimodal) olarak adlandırılan bu yapıda nano boyutlu tanecikler dayanımı artırırken, mikro boyutlu tanecikler sünekliği artırmaktadır (Şekil 3.26).

3.4.1.2 X-Ray Difraksiyon (XRD)

Ti-13Nb-13Zr için yatay (ekstrüzyon doğrultusunda) XRD analizleri gerçekleştirilmiştir (Şekil 3. 27). Analiz sonuçlarında gözlemlendiği üzere bütün pik noktaları mikro yapıda α ve β fazına karşılık gelmiştir.

İlk halin XRD analizlerinde α ve β fazlarına ait pikler yatay kesitte tespit edilmiştir. HE20 numunesinde bazal (0002) düzleminin ve piramit (10-11) düzleminin yoğunluğunun ilk hale göre daha fazla yükseldiği gözlemlenmektedir Şekil 3.27. HE16 numunesinde ise bazal (0002) düzleminde her hangi bir değişiklik olmadığı ancak α (10-11) düzleminde hafif bir düşüş olduğu gözlemlenmektedir. İlk duruma göre piklerin genişliklerindeki değişim tane boyutu ile ilgiliyken, pik tepelerinin denk geldiği açılar değerlerinin kayması ise mikro yapı içerisindeki dislokasyon yoğunluğu, düzlemsel

hatalar ile ilgilidir. HE16 için pik genişliklerinin ilk duruma göre daha geniş olduğu, piklerin yerlerindeki değişimler ise düzlemsel hata ve artan dislokasyon yoğunluğunu işaret etmektedir [152].

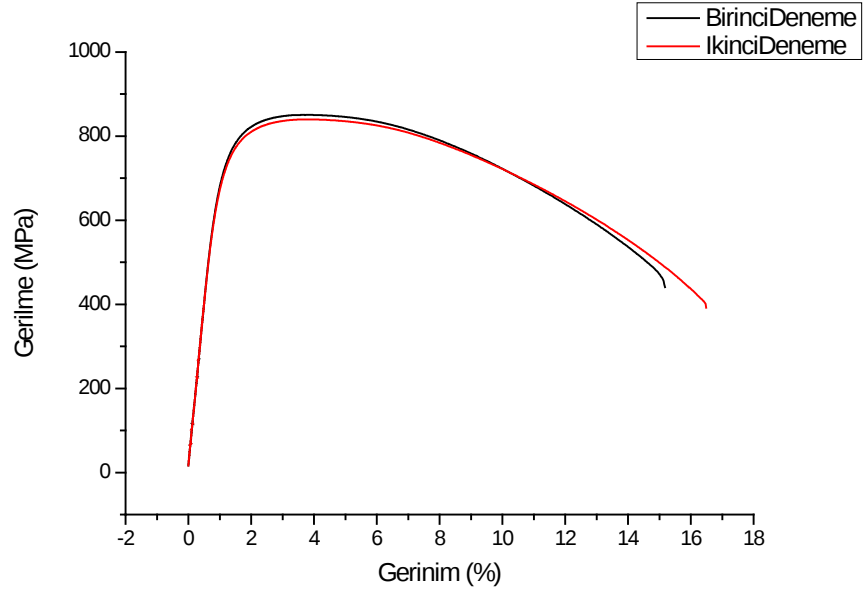


Şekil 3. 27 Ti-13Nb-13Zr'un yatay kesitten alınmış XRD analizleri

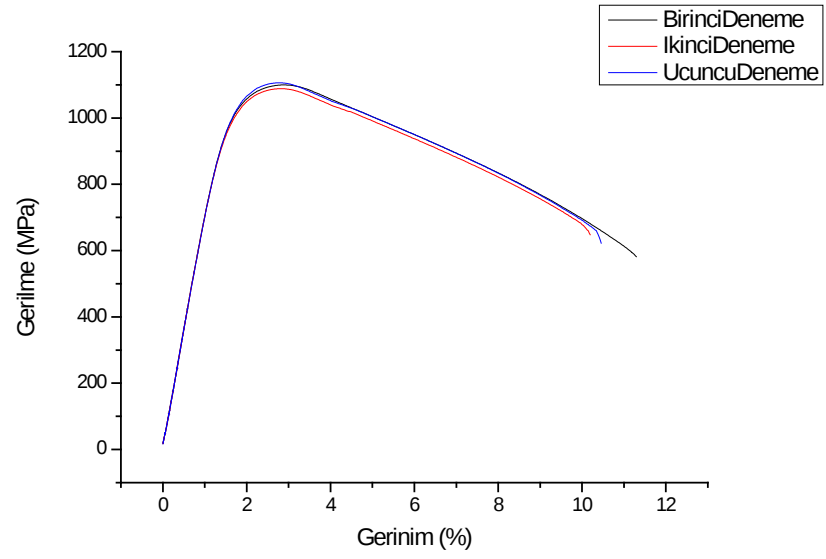
3.4.1.3 Mekanik Test Sonuçları

Çekme Testi

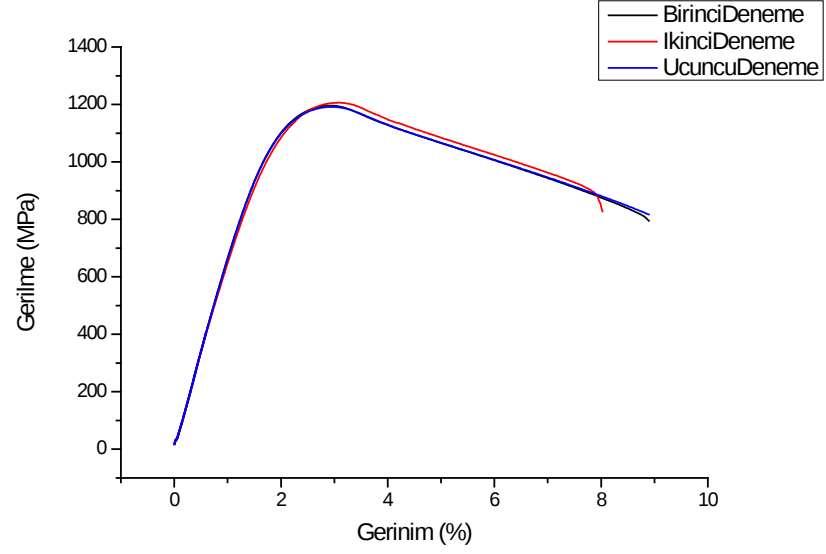
Ti-13Nb-13Zr numune grubuna ait maksimum çekme dayanımı ve akma dayanımının sırasıyla 845 MPa'dan 1200 MPa'a, 690 MPa'dan 975 MPa değerine yükseldiği gözlemlenmiştir. Kopma dayanımının %17,5 değerinden %8,8 değerine düştüğü gözlemlenmiştir (Çizelge 3. 9, Şekil 3.28-30).



Şekil 3. 28 Başlangıç Durum İçin Çekme Testi Sonuçları



Şekil 3.29 HE20 İçin Tekrarlı Çekme Testi Sonuçları



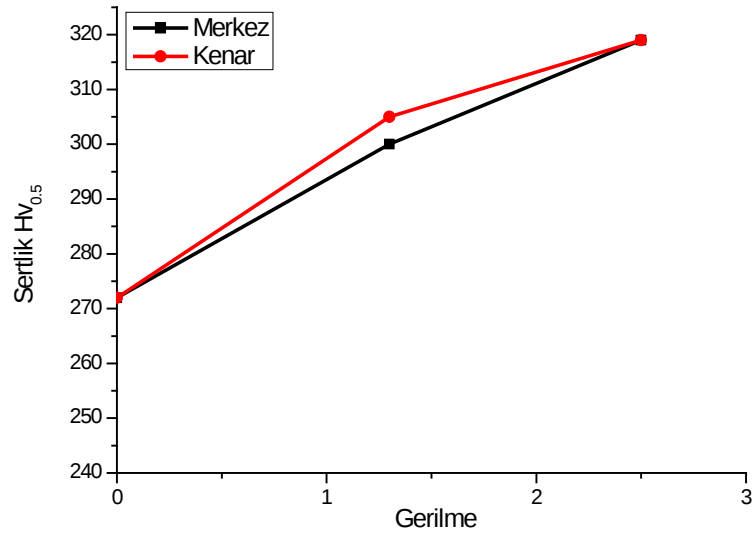
Şekil 3.30 HE16 İçin Çekme Testi

Çizelge 3.9 Saf Titanyumum Farklı Pasolar Çekme Testi Sonuçları

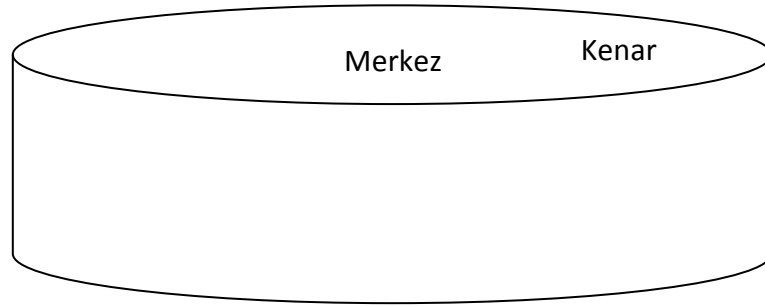
Özellikler	Başlangıç	HE 20	HE 16
Akma Dayanımı (MPa)	690.56	958.86	981.39
Çekme Dayanımı (MPa)	850.31	1099.62	1201.35
Kopma Uzaması (%)	19.56	11.29	9.03
Elastiklik Kat Sayısı	78,23	72.74	70.60

Mikrosertlik Testi

Ti13Nb13Zr -HE16 Numunesi için Mikro sertlik testi sonucunda numunelere ait sertliğin başlangıç numunesi için 271 HV0.5 değerinde iken, iki paso sonrasında 319 HV0.5 değerine yükseldiği gözlemlenmiştir (Şekil 3.31, Şekil 3.32).



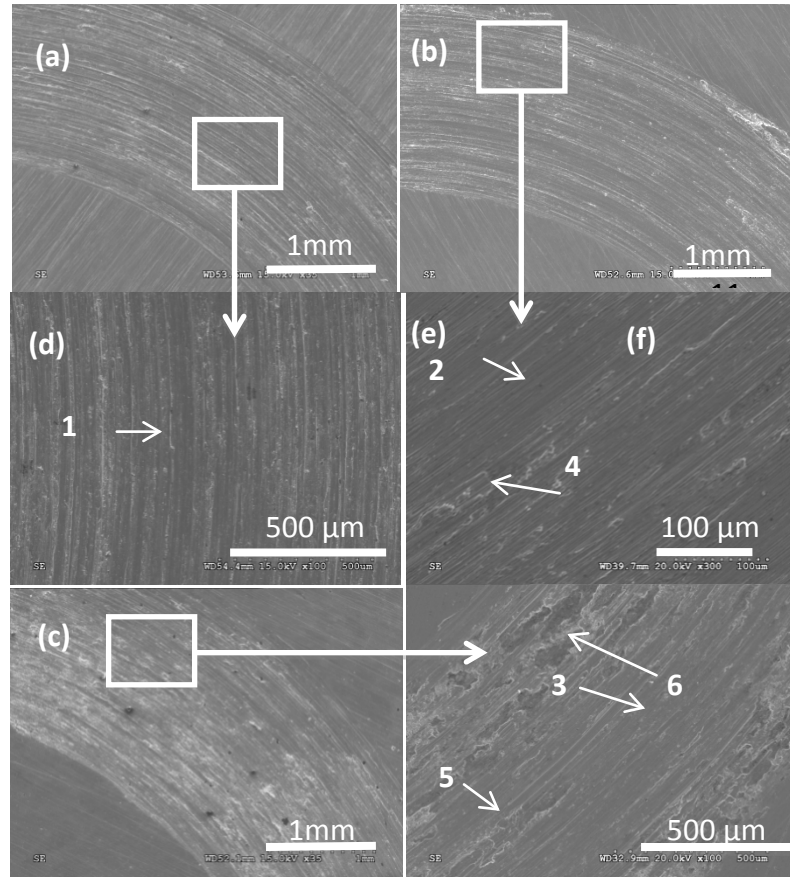
Şekil 3. 31 Mikro Sertlik Test Sonuçları



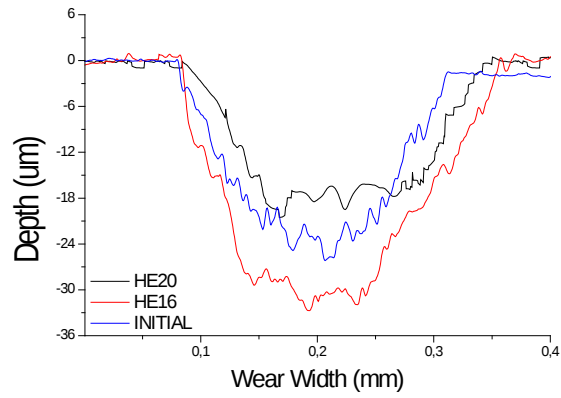
Şekil 3.32 Sertlik Değerlerinin Alındığı Bölgeleri Gösteren Numune Kesiti

3.4.1.4 Aşınma Testi

Aşınma testleri sonucunda Şekil 3.33’de optik iki boyutlu profil Şekil 3.34’de üç boyutlu aşınma izinin topografisi ve Çizelge 3.16’da aşınma değerleri sayısal olarak ifade edilmiştir. Şekil 3.34’de ise aşınma bölgelerine ait SEM görüntüleri verilmiştir. İlk hal için aşınma sonrasında uzun, derin ve paralel aşınma izleri gözlemlenmiştir (Şekil 3.33 a, d’de 1 ile gösterilmiştir.). Benzer aşınma çizgileri bütün numunelerde mevcuttur ancak HE16 ve HE20 için bu izler daha kısadır (Şekil 3. 34 b, e, c, f).



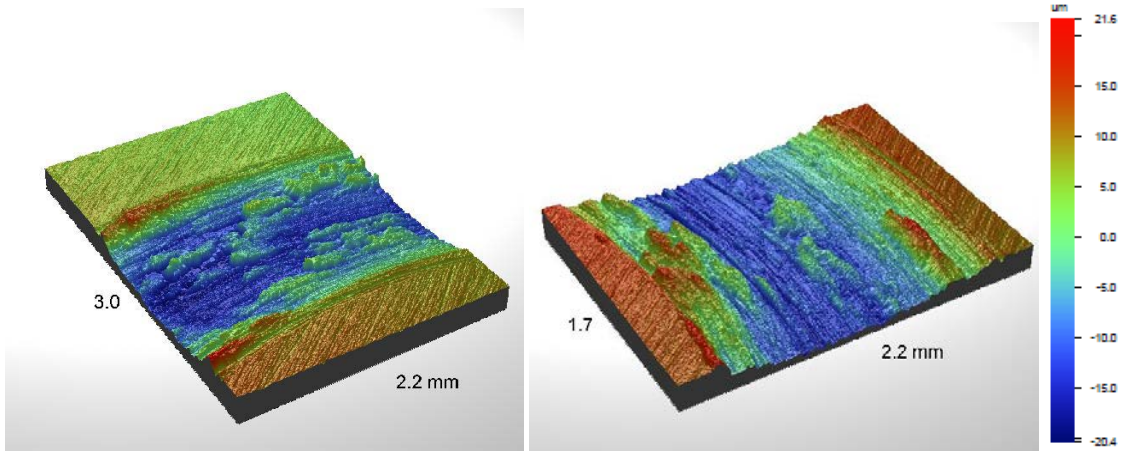
Şekil 3. 33 Taramalı Elektron Mikroskobundan Alınan Ti13Nb13Zr Yüzey Görüntüleri; (A, D) İT (B, E) HE20 (C, F) HE16: (1) Uzun Aşınma İzleri, (2) Aşınma İzleri, (3) Tabaka İzleri, (4-6) Dairesel Aşınma İzleri



Şekil 3. 34 Optik Profilometre İle Ölçülmüş Aşınma Değerini Gösteren Profiller

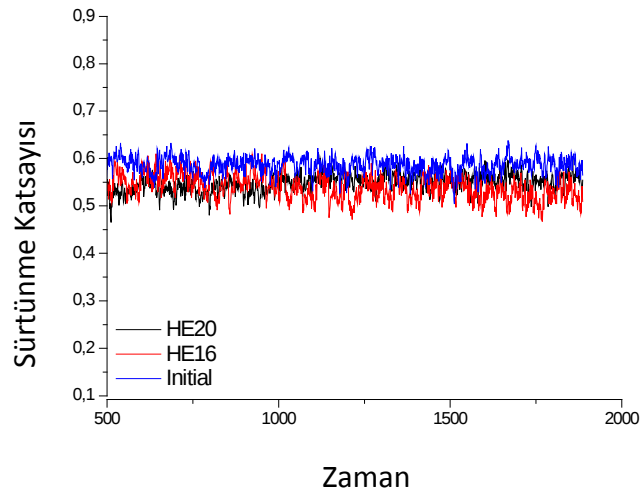
Mekanik profilometre ölçümleri 10 farklı yerden gerçekleştirilerek ortalama değere yakın olan profiller Şekil 3. 34'de verilmiştir. Profilden anlaşılacağı gibi aralarında çok

büyük bir fark olmamasına karşın ilk durum için numunenin pürüzlülük profili HE olmuş olan numunelere göre daha derindir.



Şekil 3.35 A) İlk Hale B) HE16'ya Ait Optik Mikroskop İle Alınmış 3D Olarak Aşınma İzlerini Gösteren Profil

Yüzeylerde tipik abrasif aşınma gözlemlenirken pürüzlülük profillerden anlaşılacağı üzere aşınma yönünde farklı yükseklikte çizgisel kanallar oluşmuştur. Ekstrüzyon ile tane inceltmesi gerçekleştirilen numunelerde bahsi geçen kanallar daha yüzeyel ve geniş olduğu optik mikroskop ve SEM incelemelerinden gözlemlenmiştir (Şekil 3.33-3.35).



Şekil 3. 36 5N Yük Altında Gerçekleştirilmiş Teste Ait Sürtünme Katsayısı Değişimleri

Cihaz tarafından kaydedilen sürtünme katsayısı değerlerinden gözlemleneceği üzere aşırı plastik deformasyon işleminin çok az etkisi olmuştur. Bulunan değerler literatür ile kıyaslanmış ve 0.52-0.58 benzer değerler aralığında olduğu tespit edilmiştir [153]. Ortalama değerler Şekil 3. 36'de çizelge 3.10'da verildiği gibi ilk hal, HE20, HE16 için sırasıyla 0.59, 0.55, 0.54 olarak tespit edilmiştir. Aşınma testi öncesinde alkol ile ultrasonik temizleyici kullanarak temizlenmiş numuneler 3'er defa hassas terazide tartılmış ve elde edilen ortalama değerler Çizelge 3.10'da verilmiştir.

Çizelge 3.10 Aşınma Testinden Önce Ve Sonra Meydana Gelen Değişimler

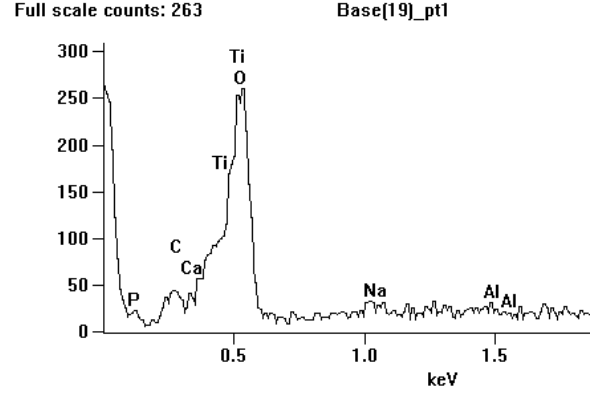
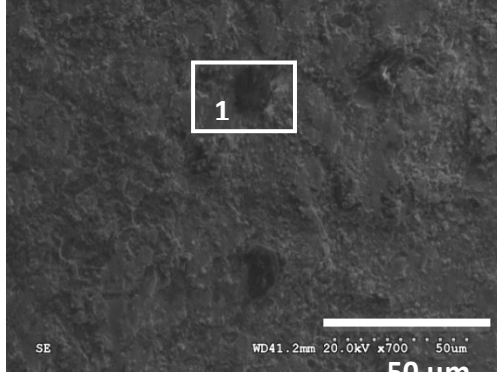
Numuneler	Kütle Kaybı (gr)	Sürtünme kat sayısı (ort)	Aşınma alanı (ort, mm ²)	Aşınma oranı (µm ² /N)
	5N	5N	5N	5N
İlk Hal	13.5*10 ⁻⁴	0.59	2.6*10 ⁻²	51.6*10 ⁻²
HE20	10.3*10 ⁻⁴	0.55	2.2*10 ⁻²	43.7*10 ⁻²
HE16	9.3*10 ⁻⁴	0.54	1.6*10 ⁻²	31.7*10 ⁻²

Aşınma alanları mekanik profilometre ile ölçümler esnasında cihaz tarafından belirlenmiştir. Aşınma alanları ilk hal, HE20 ve HE16 için sırasıyla 2.6*10⁻², 2.2*10⁻², 1.6*10⁻². Değerlerin çok yakın olmasına karşın HE20 numunesinin değeri en düşük olarak tespit edildi (Çizelge 3.10). Aşınma oranının tespiti için ise;

$$W_v = \frac{V}{F.s} \quad (3.2)$$

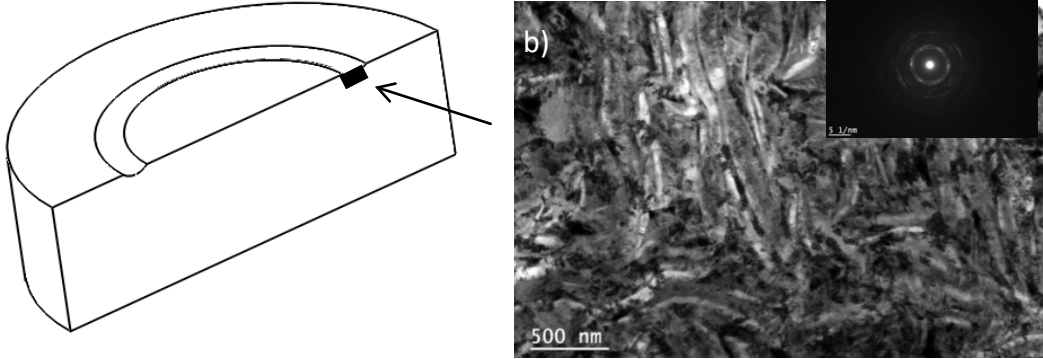
Bu denklemdeki W_v aşınma oranını, V cihazdan elde edilen kesit aşınma alanının aşınma izi çevresi ile çarpılması elde edilirken, F değeri deneyler esnasında kullanılan kuvvet (5 N), S ise aşınma için kullanılan toplam mesafedir (158m).

Abrasif aşınmayı tespit edilmek üzere aşındırıcı topun SEM ve EDS analizleri gerçekleştirilmiş, aşındırıcı top üzerinde tespit edilen parçacıkların titanyum olduğu ispatlanmıştır (Şekil 3.37).



Şekil 3. 37 Seramik Topun Taramalı Elektron Mikroskop Görüntüsü (B) EDS İle 1 Alanı İçerisinden Noktasal Olarak Gerçekleştirilen Malzeme Analizi

Aşınma esnasında oluşan basınç sebebi ile tanecik boyutu veya faz değişimlerinde herhangi bir değişim olup olmadığını tespit etmek amacı ile HE16 numunesinin aşınan bölgesinden TEM numunesi hazırlanarak inceleme gerçekleştirilmiş ve aşınma testi uygulanmayan numuneye göre herhangi bir değişim gözlemlenmemiştir (Şekil 3.38).



Şekil 3. 38 Aşınma Testi Sonrasında HE16 Numunesi Üzerinden Gerçekleştirilen A) Geçirimli Elektron Mikroskobu Görüntüsü Ve B) TEM Analizinden Elde Edilen Kutup Desenleri C) İlk Haldeki TEM Analizi



Şekil 3. 39 Aşınma Testi Sonrasında HE16 Numunesi Üzerinden Gerçekleştirilen A) Geçirimli Elektron Mikroskobu Görüntüsü Ve B) TEM Analizinden Elde Edilen Kutup Desenleri C) İlk Haldeki TEM Analizi

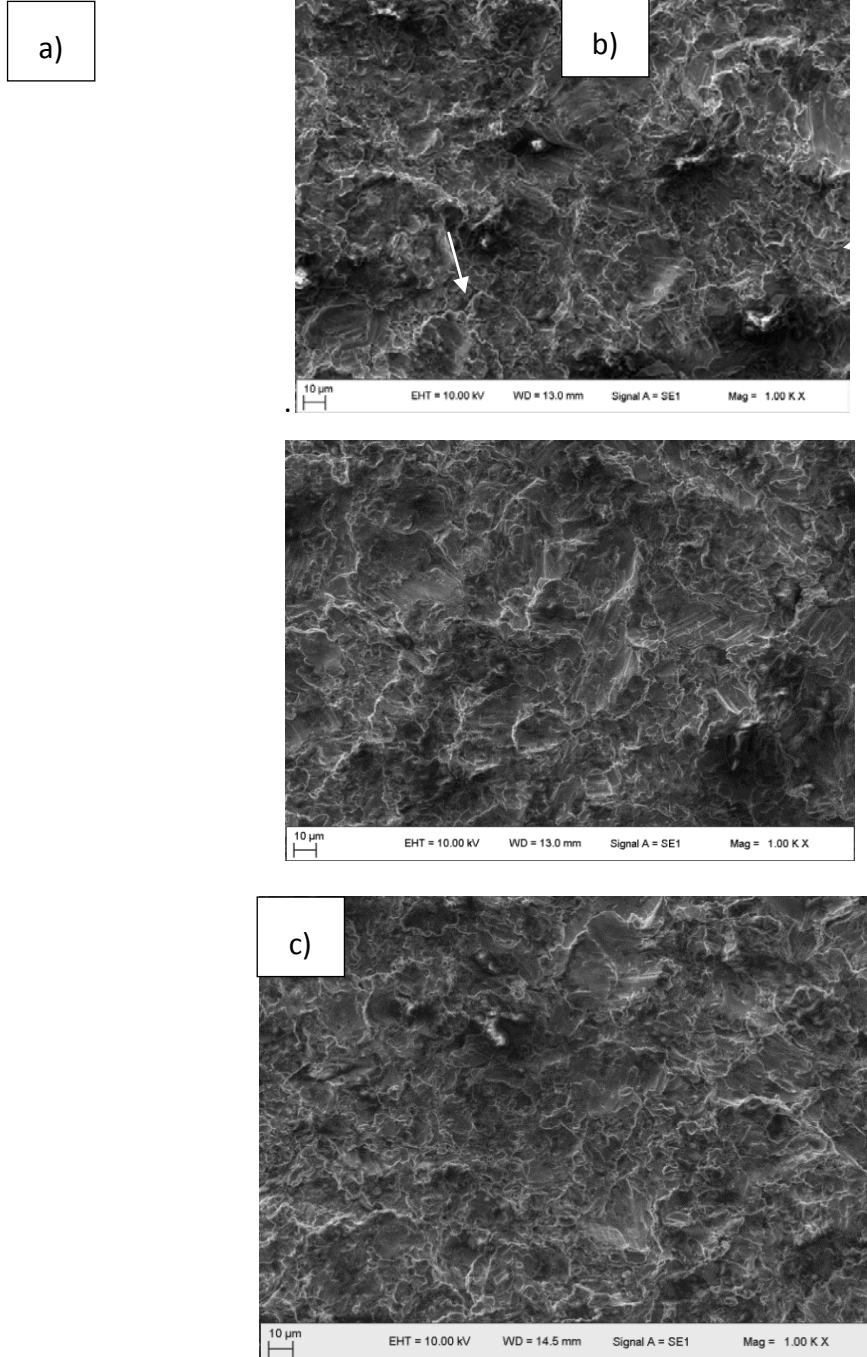
3.4.1.5 Yüzey Modifikasyonu ve Yüzey İncelemeleri

Yüzeylerde meydana gelen değişimler taramalı elektron mikroskobu, optik ve mekanik profilometre kullanarak gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.11 Yüzeyle Ait R_a Ve R_z Değerleri

Numune Yüzeyleri	İlk Hal HE30		HE20		HE16	
Ölçümler	R_a (μm)	R_z (μm)	R_a (μm)	R_z (μm)	R_a (μm)	R_z (μm)
1	2.31	13.0	1.86	11.8	1.76	11.9
2	2.04	15.7	1.92	11.5	1.52	11.6
3	2.15	13.5	1.83	12.5	1.84	11.4
4	2.14	12.8	1.97	12.4	1.67	12.1
5	2.16	16.6	1.95	13.6	1.58	11.3
Ortalama Değerler	2.16	14.32	1.90	12.36	1.67	11.66

Taramalı elektron mikroskopundan elde edilen deęişimler Şekil 3.39’de verilmiştir. Gerçekleştirilen yüzey modifikasyonu sonrasında elde edilen yüzey pürüzlülük deęerleri Çizelge 3.11’da verilmiştir. İri taneli Ti13Nb13Zr için ortalama R_a deęeri $2.16 \pm 0.05 \mu\text{m}$, iken HE20 Ti13Nb13Zr ve HE16 Ti13Nb13Zr için bu deęer sırası ile $1,906 \pm 0.03 \mu\text{m}$ ve $1.674 \pm 0.09 \mu\text{m}$ olarak tespit edilmiştir.



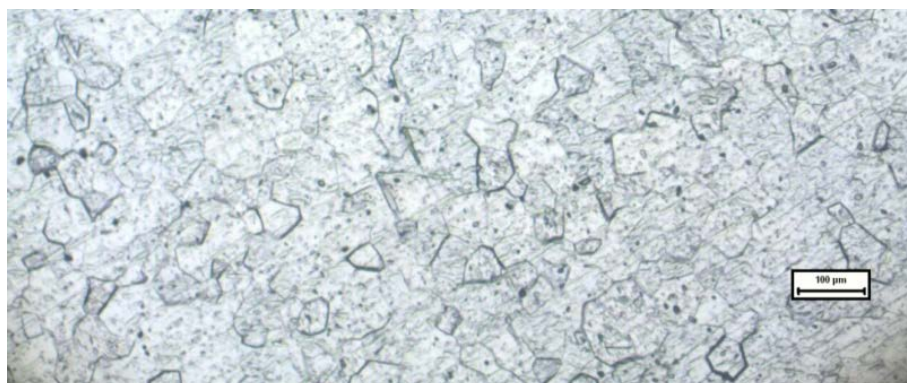
Şekil 3. 40 Farklı tanecik boyutlarına sahip kumlanmış yüzeylerin taramalı elektron mikroskop görüntüleri (a)ilk hal, (b) HE20 Ti13Nb13Zr , (c) HE16 Ti13Nb13Zr

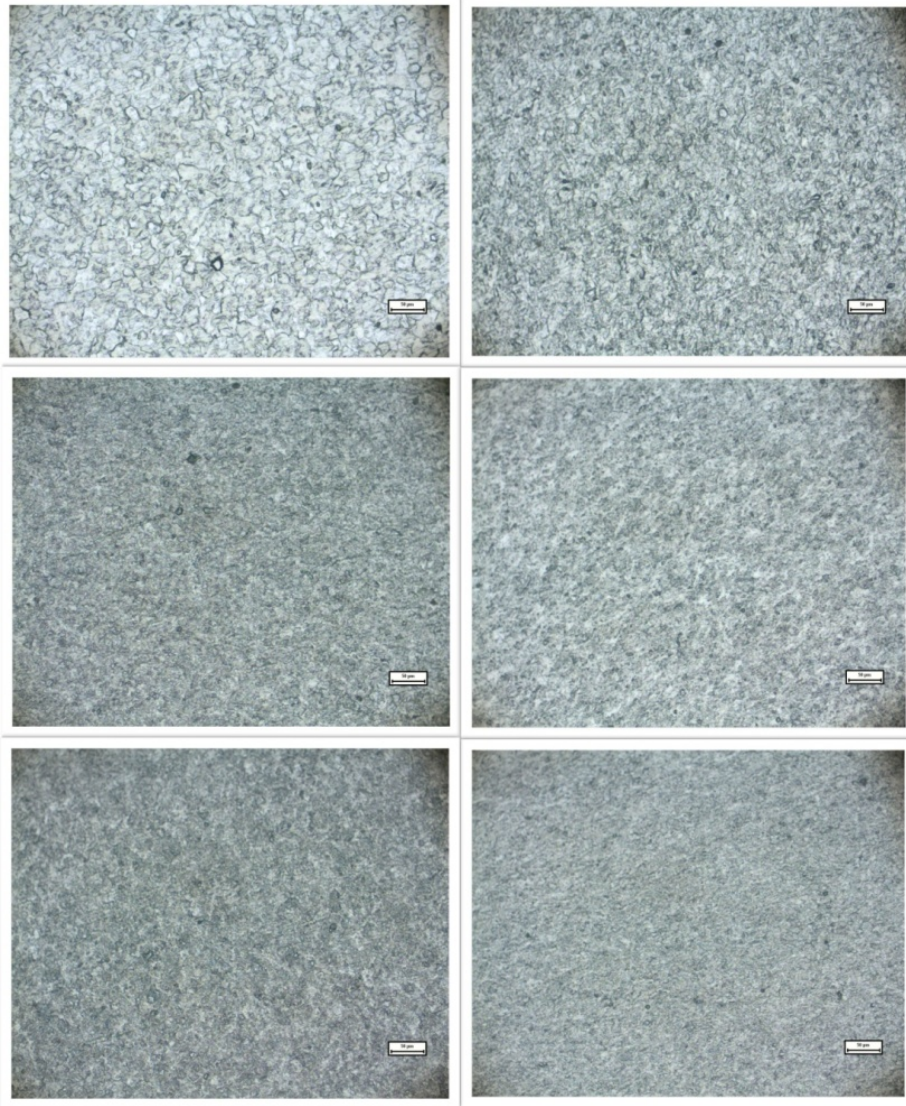
HE20 ve iri taneli Ti13Nb13Zr pürüzlülük değerlerinin birbirine oldukça yakın olduğu gözlemlenirken, HE16 için bu değerin yaklaşık 3 µm daha düşük olduğu görülmektedir. Yüzey modifikasyonun etkisini incelemek amacı ile gerçekleştirilen bu çalışmada yüzey işlemi esnasında uygulanan kumlama basıncı ve süresi eşit tutulmuştur. Üç numune grubunun yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri ile topografyalar incelenmiştir. Bütün yüzeylerde kumlamaya bağlı olarak oluşan keskin köşeler ve yüzeyde kalmış kum tanelerinin oluşturduğu düzensiz yapılar gözlemlenmiştir. Şekil 3. 40 a'da yüzeyde kalan kum tanecikleri gözlemlenmektedir. Bunun yanı sıra kum taneciklerinin oluşturmuş olduğu derinliklerde Şekil 3.39 b'de oklar ile gösterilmiştir. Optik gözlemlerle HE16 üzerinde yapılan incelemelerde diğer numunelere göre nispeten daha az tepe ve kumlama sebebi ile oluşan derinlikler gözlemlenirken oluşan pürüzlülüğün daha homojen olduğu görüntülerden anlaşılmaktadır.

3.4.2 Eş Kanal Açılı Ekstrüzyon İşlemi ile Aşırı Plastik Deformasyon

3.4.2.1 Mikroskop Bulguları

Parlatma ve asitle dağlama sonrası gerçekleştirilen optik incelemede (Şekil 3.41) mikro yapı fotoğraflanmıştır. Sonrasında Gimp 2 ve Image J görüntü işleme programları kullanarak tane boyutu ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Belirli bir paso sayısından sonra tanelerin incelmesi, mikro yapıdaki gerinim miktarının artması ile birlikte optik mikroskop görüntülerinde tane sınırları belirginliğini kaybetmiştir (Şekil 3.40). Bu sebeple mikro altı tane boyutu ölçümleri ve tane yapısı incelemeleri için EBSD ve SEM kullanılmıştır. EKAP öncesi tane boyutu yaklaşık olarak 52 µm ölçülmüştür. Sonrasındaki pasolarda ortalama tane boyutu sırası ile bir ve ikinci pasolar için ~22 µm, ~9 µm olarak ölçülmüştür.





Şekil 3. 41 EKAP İşlemi Öncesi Saf Titanyum Ti (A)1 Paso (B) 2 Paso (C) 3 Paso (D) 4 Paso (E) 5 Paso (F) 6 Paso İçin Mikro Yapı Görüntüleri

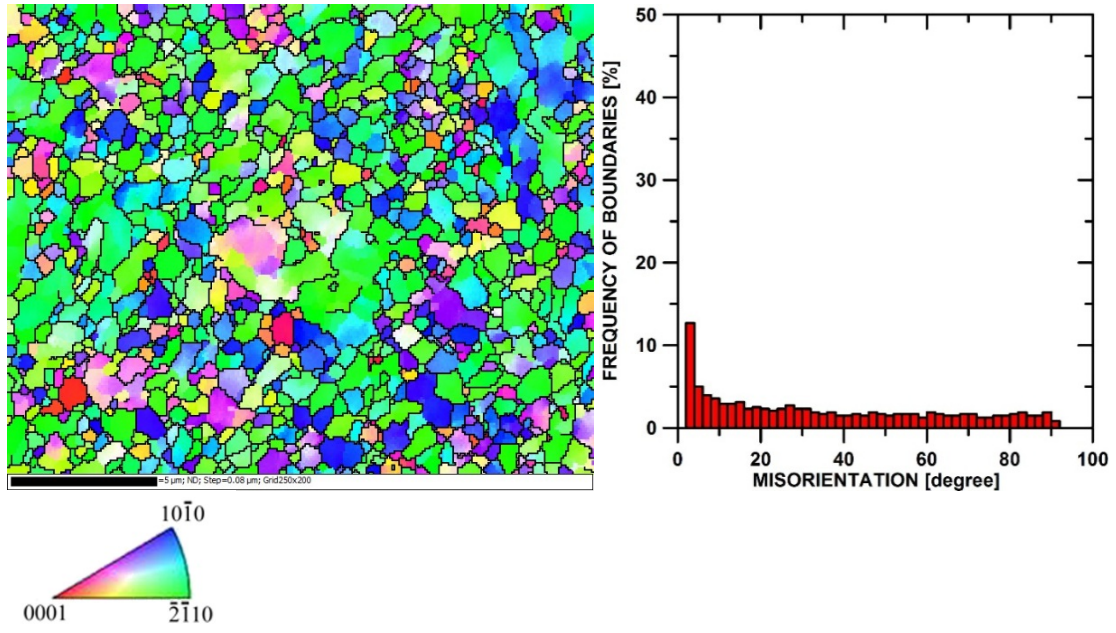
Geri Saçılmış Elektron Difraksiyonu (EBSD)

Tane yönelimi ve tane boyutunun doğrudan tespitini gerçekleştirmek amacı ile belirlenmiş numune gruplarına EBSD ile incelemeler gerçekleştirilmiş taneler arası açı, tane boyutu ve mikro yapıda deformasyon sebebi ile oluşan deformasyon türleri incelenmiştir ve elde edilen sonuçlar çizelge 3.13 ve 3.41-46 arası verilmiştir.

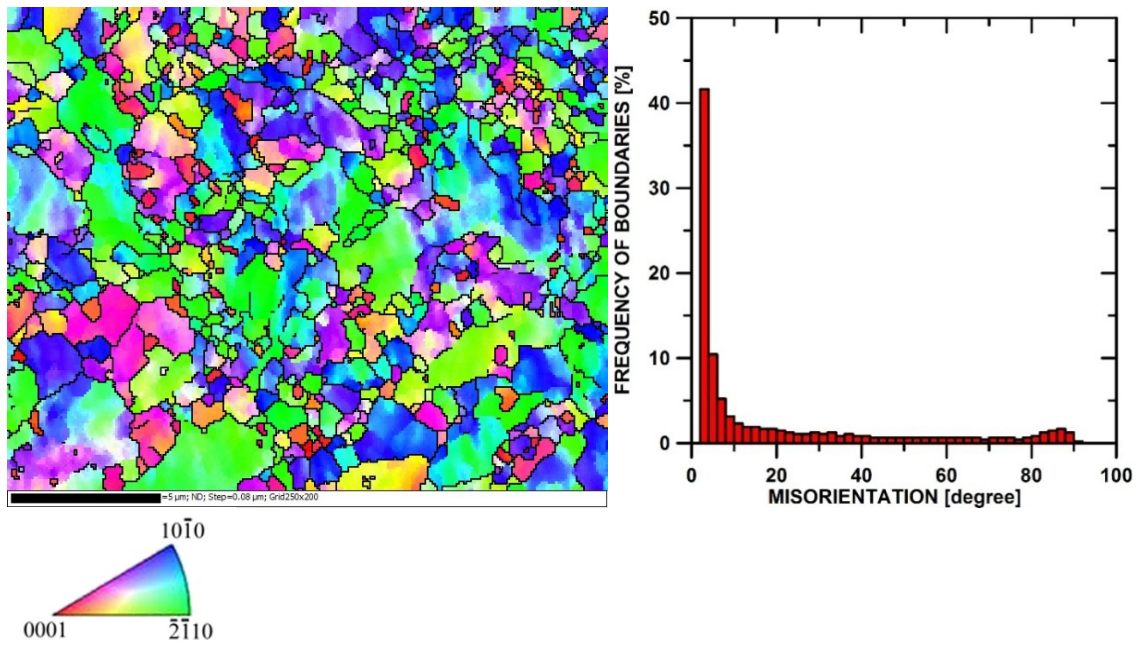
Çizelge 3.13 Paso sayılarına göre değişen tanecik boyutu ve taneler arası aç

Numune	Tanecik Boyutu (μm)	Taneler arası aç (%)
Saf Ti İlk Hal	58 (Optik Mikroskop)	32 (EBDS)
Saf Ti 8 Paso	0.52 (EBDS)	68 (EBDS)
Saf Ti 10 Paso	0.55 (EBDS)	36 (EBDS)
Saf Ti 1+1 2Paso	1.9 (EBDS)	41 (EBDS)
Saf Ti 2 Paso	1.7 (EBDS)	36 (EBDS)
Ti13Nb13Zr İlk Hal	45 (Optik Mikroskop)	-
Ti13Nb13Zr 8 Paso	0.41 (EBDS)	84 (EBDS)

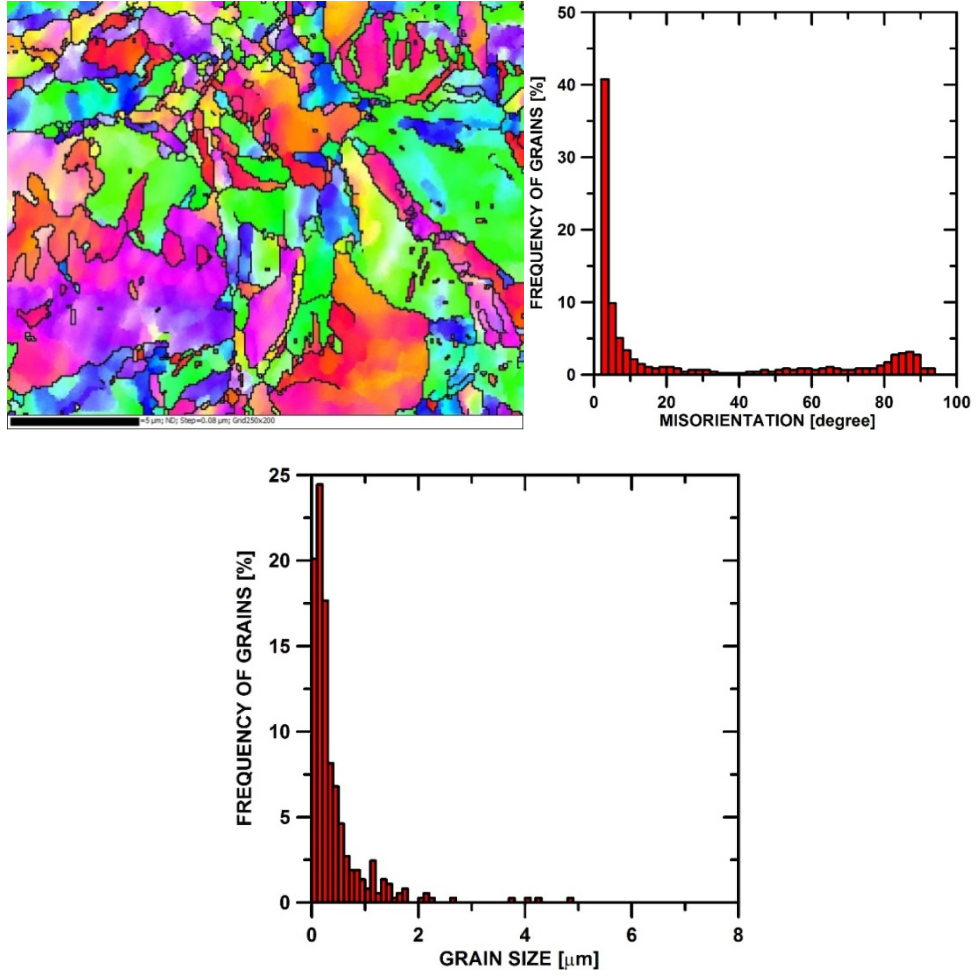
Şekil 3.41-42b görüntülerinde histogram olarak ve çizelge 3.13’de yüzde olarak tane yönelim oranları verilmiştir. Bu verilerden anlaşılağı üzere EKAP’da uygulanan paso sayısının artması ile birlikte tane yönelim miktarı artmıştır. Bunun yanı sıra 8 paso ve 10 paso için tane boyutu sırasıyla yaklaşık 520 nm ve 550 nm olarak ölçülmüştür. Paso sayısı artmasına rağmen tane boyutları birbirlerine yakın değlerdedir. Taneler arasında aç ise paso sayısının artması ile azalmıştır.



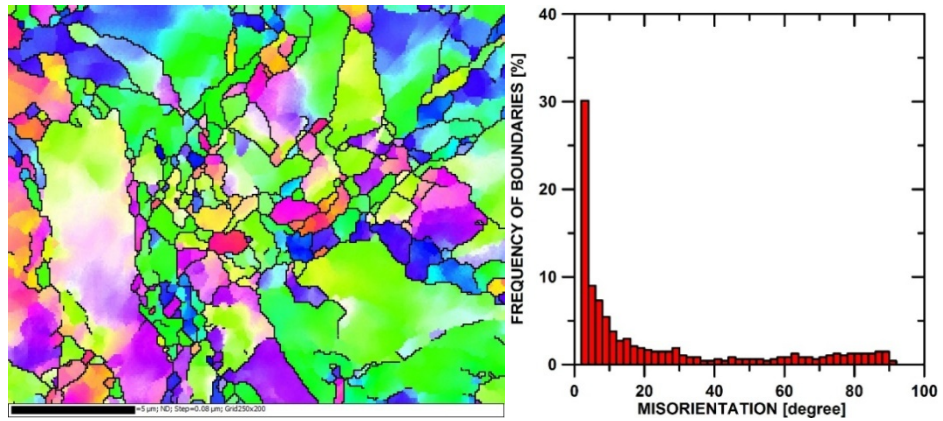
Şekil 3. 42 A) Saf Ti 8 Paso Sonra B) Tane Sınırı Açısıl Yöneliminin Oransal Dağılımı

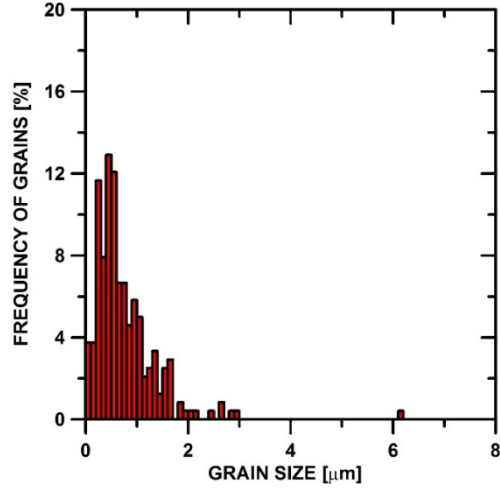


Şekil 3. 43 A) Saf Titanum 10 Paso Sonra B) Tane Sınırı Açısıl Yöneliminin Oransal Dağılımı

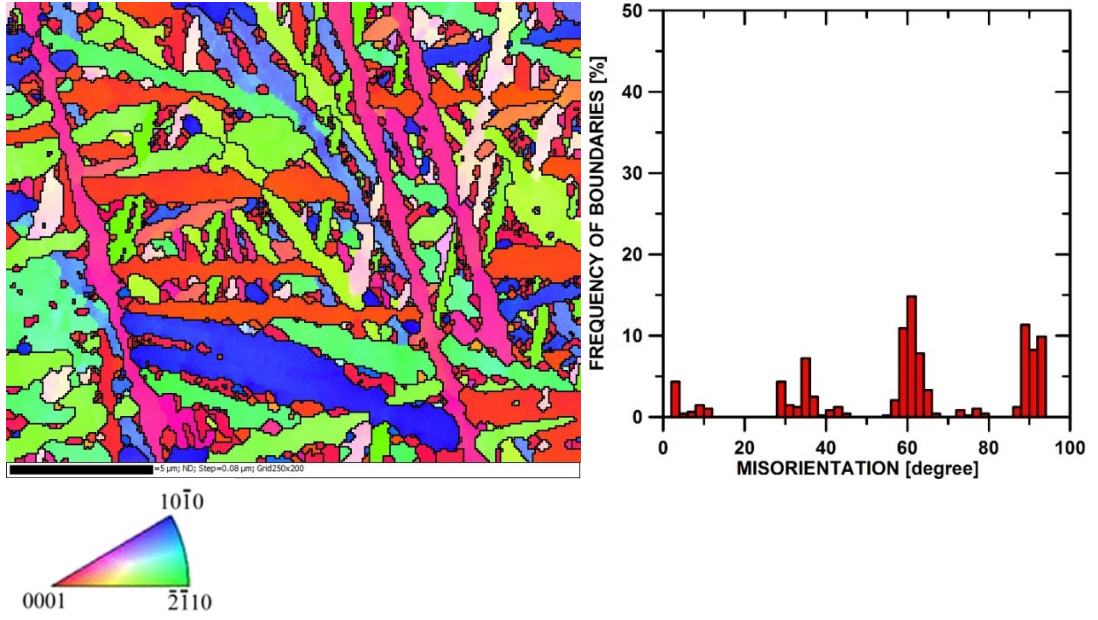


Şekil 3. 44 A) Saf Titanum 2 Paso Sonra B) Tane Sınırı Açısıl Yöneliminin Oransal Dağılımı C) Tane Boyutu Dağılımı

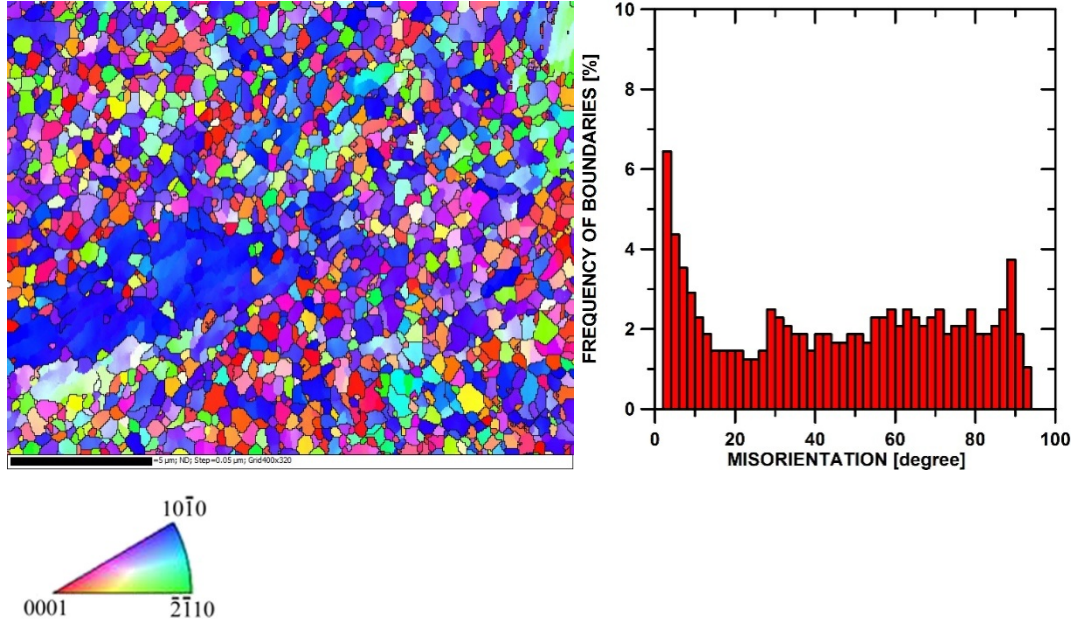




Şekil 3. 45 a) Saf Titanum 1 Paso 100 °C 1 Paso 450 °C Basıldıktan Sonra b) Tane Sınırı Açısal Yöneliminin Oransal Dağılımı



Şekil 3. 46 a) Ti13Nb13Zr İlk Hal b) Tane Sınırı Açısal Yöneliminin Oransal Dağılımı

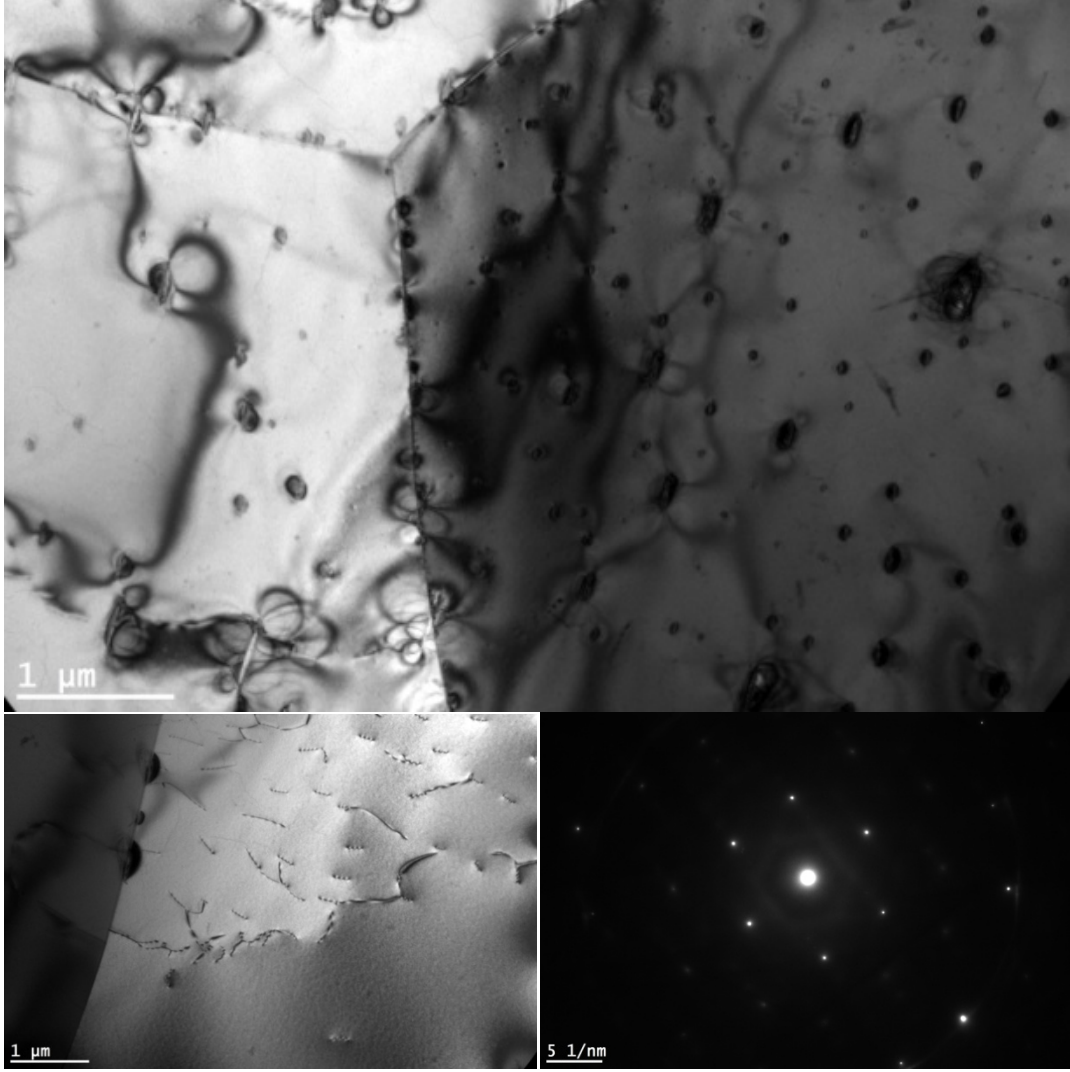


Şekil 3. 47 a) Ti13Nb13Zr 8 Paso Sonra b) Tane Sınırı Açısal Yöneliminin Oransal Dağılımı

Geçirimli Elektron Mikroskobu

Saf titanyum ve Ti13Nb13Zr ile EKAP uygulamasından önce ve sonraki bazı pasolar için gerçekleştirilen TEM incelemesi Şekil 3.50-57 ile verilmiştir. Bütün TEM incelemeleri ekstrüzyon yönüne dik kesitten gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.50’de safi titanyum için başlangıç durumuna ait, Şekil 3.51’de 2 paso 450 °C durumuna ait, Şekil 3.52’de 1 Paso 100 C+ 1 Paso 450 °C’de durumuna ait, Şekil 3.53-54’de saf titanyum 8 paso 450 °C durumuna ait, Şekil 3.55’de Ti13Nb13Zr başlangıç durumuna ait, Şekil 3.56’de Ti13Nb13Zr 1 paso 600 °C durumuna ait, Şekil 3.57’de Ti13Nb13Zr 8 paso 600 °C durumuna ait TEM görüntüleri verilmiştir. Başlangıç durumundaki TEM görüntüsünde ısıtılma işleminden kaynaklanan kristal hatalara ve iri tane boyutuna sahip olduğu gözlemlenmektedir (Şekil 3.49). Kutup deseninden görüldüğü gibi mikro yapıda mevcut dislokasyon yoktur, iç enerji düşüktür (Şekil 3. 49 c).

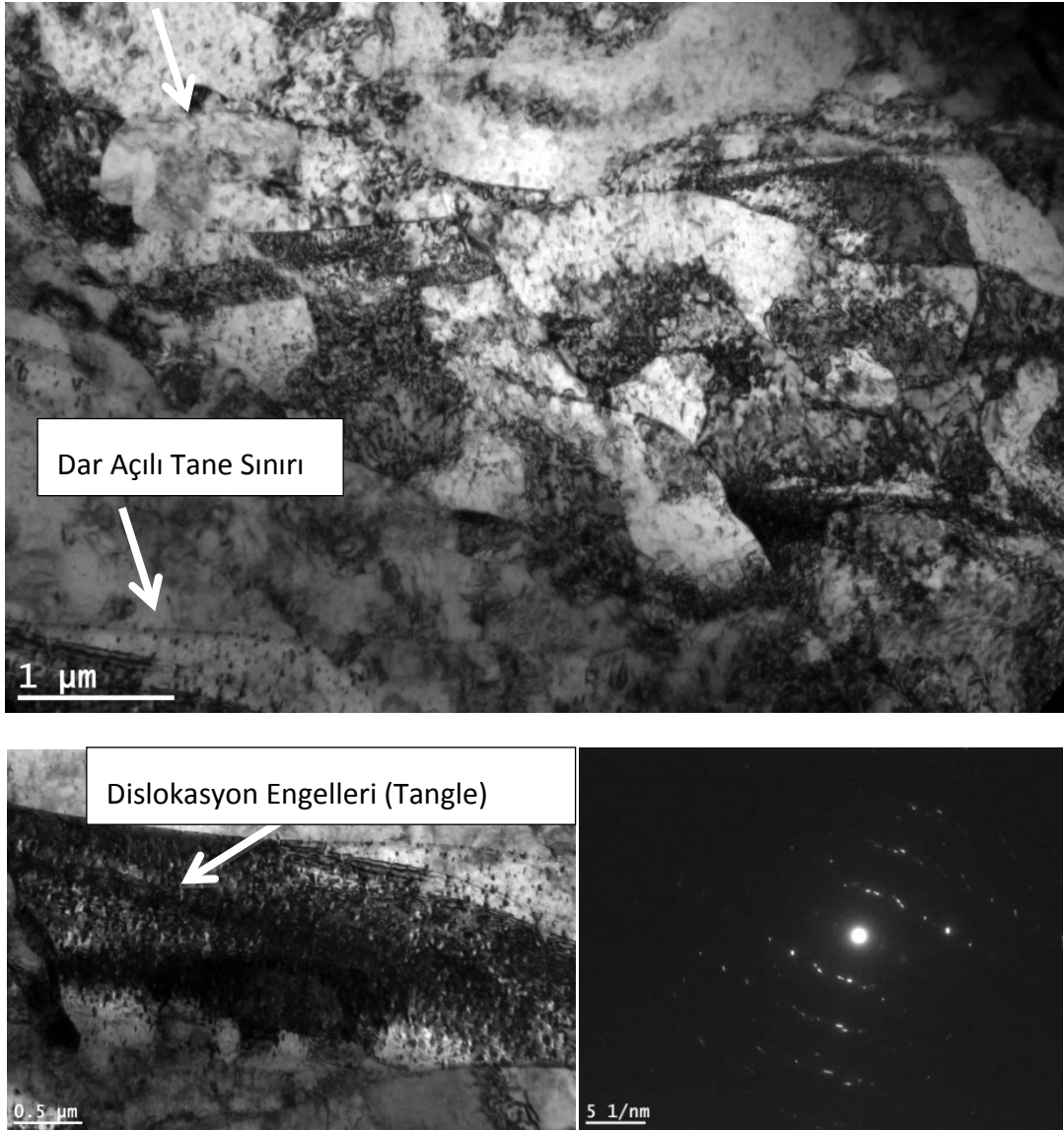
Uygulanan ardışık pasolar ile mikro yapıda deformasyon miktarının arttığı ve gerinim etkisi ile yeni küçük tanelerin ve alt tanelerin oluştuğu görülmektedir (Şekil 3. 50- Şekil 3. 51 iki paso Ti). 2 Paso 450 °C ve 1 Paso 100 °C +1 Paso 450 °C’de EKAP işlemi gerçekleştirilen saf titanyumun nano yapısı incelendiğinde her ikisinde de uzamış ve yuvarlak taneler bir arada görülmektedir.



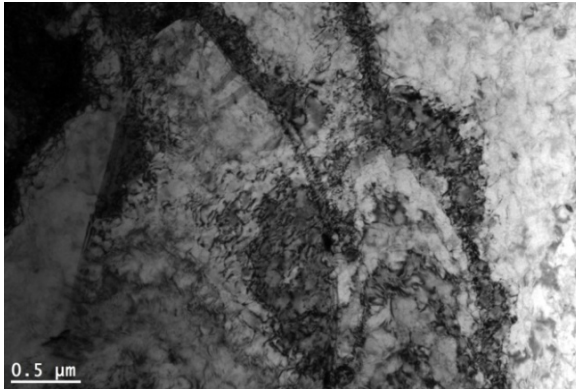
Şekil 3. 48 Saf Titanyum İlk Hal

EBSD ölçümlerinde 1 Paso 100 °C +1 Paso 450 °C’de elde edilen numunenin tane boyutu $\sim 0.76 \mu\text{m}$ ölçülürken SEM görüntüsünden 2 Paso 450 °C tane boyutu $\sim 0.98 \mu\text{m}$ ölçülmüştür. Şekil 3.50’de beyaz oklar ile malzeme yapısındaki dar açılı tane sınırları gözlemlenmektedir. Yeni tane oluşumunu sağlayacak alt tane oluşumu Şekil 3.50’de oklar ile gösterilmiştir. Bu durum numunenin aynı zamanda kararsız tane yapısına sahip olduğunu göstermektedir. Bu veriler 2 pasoluk plastik deformasyonun henüz geniş açılı küçük tane oluşumunu sağlamadığı ve kararsız yapıda bir mikro yapı oluşturduğunu göstermektedir. Kutup deseni incelendiğinde yüksek sıcaklıkta (450°C) gerçekleştirilen deformasyon miktarının 100 °C+ 450 °C gerçekleştirilen deformasyona göre daha az deformasyon miktarına sahip olduğu görülmektedir. Şekil 3. 51- Şekil 3.52’den anlaşılacağı üzere 100 °C+ 450 °C gerçekleştirilen 2 pasonun tane küçülmesinde daha

etkili olduđu ancak her iki mikro yapının da henüz kararsız bir yapıda olduđu gözlemlenmektedir.



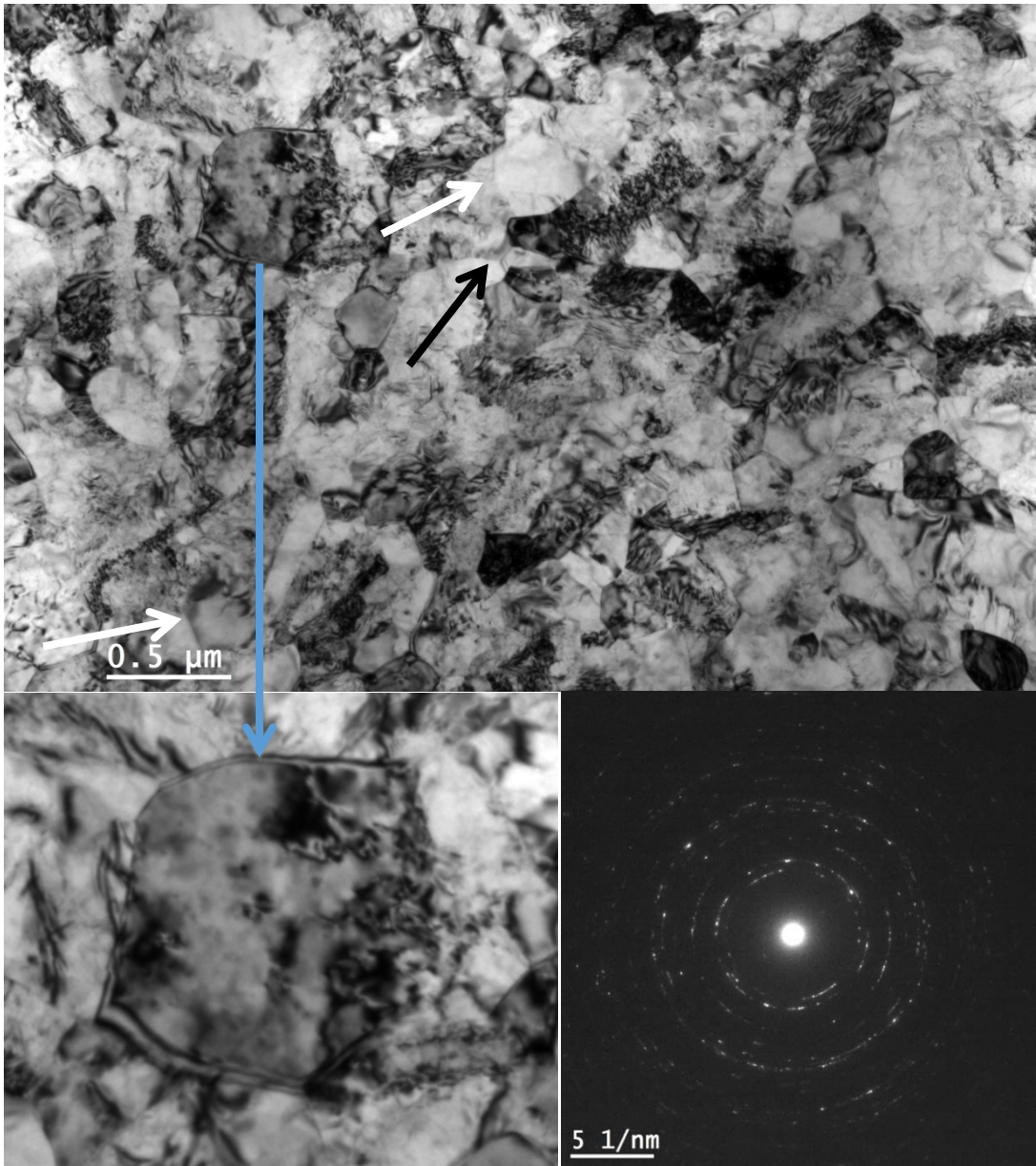
Şekil 3. 49 a,b) Saf Titanyum 100 °C 1 Paso+ 450 °C 1 Paso c) Kutup Deseni



Şekil 3. 50 a,b) Saf titanium 450 °C 2 paso c) Kutup deseni

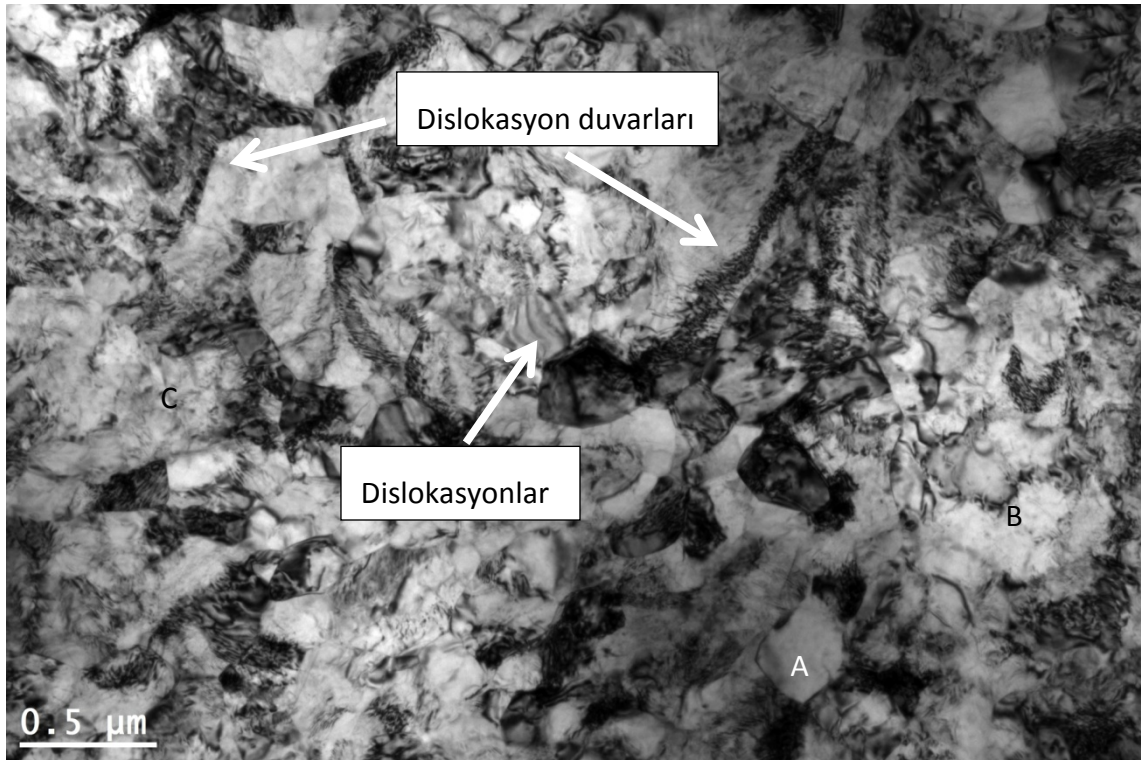
Kutup (SAD) desenlerinden görüldüğü gibi paso sayısı arttıkça desendeki nokta sayısı artmakta ve noktaların şekilleri değişmektedir. Başlangıç durumundaki Kutup

deseninde noktalar yuvarlak ve belirli bir düzende iken paso sayısının artması ile dairesel bir çizgi etrafında noktalar artmaktadır. 8 pasoda dislokasyon yoğunluğunun artması ile birlikte dairesel görünüm arttığı gözlemlenmiştir (Şekil 3.52). Bazı noktaların ayrı bir şekilde tek başına görünüyorsa mikro yapıda mevcut geniş açılı olan alt taneleri gösterirken uzamış noktalar yüksek iç enerjiyi göstermektedir. Aşırı plastik deformasyon ile farklı boyutlardaki küçük ve büyük taneler bir arada mikro yapıda gözlemlenmektedir. Geniş açılı (siyah ok) ve dar açılı (beyaz oklar) ile gösterilen bu durum mikro yapıda mevcuttur.

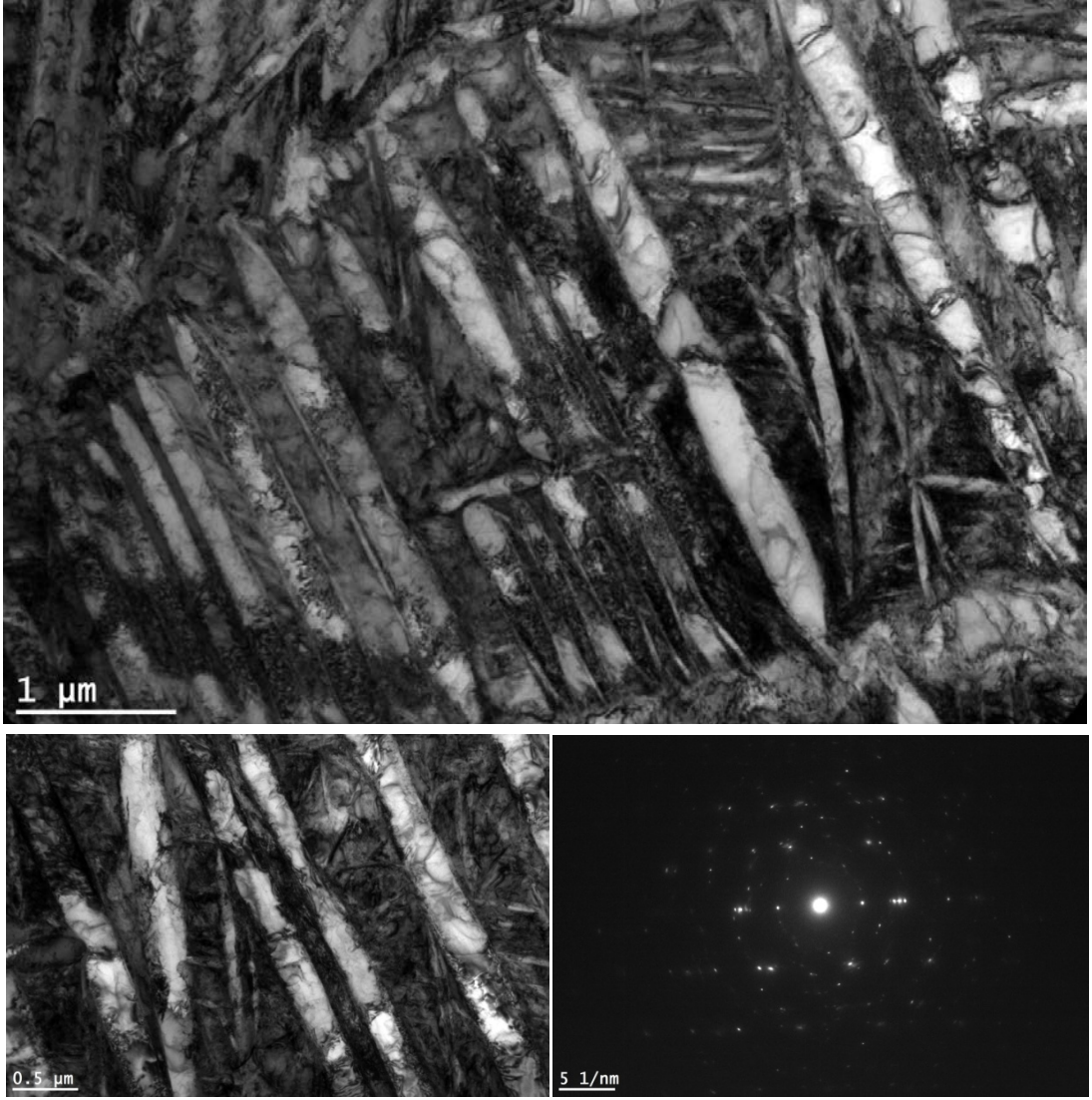


Şekil 3. 51 Saf Titanyumun 450 °C 8 Paso'da Elde Edilmiş Numune

Şekil 3. 52'de görüldüğü üzere tane içerisinde dislokasyonlar gelişmiş güzel bir şekilde dağılmıştır. Dislokasyon yoğunluğunun artması ile birlikte bazılarında tane sınırında yoğunlaşan dislokasyonlar bazılarında tane içerisinde kalmıştır. Karasız tane yapısının doğasından kaynaklanan belirgin olmayan tane sınırları Şekil 3. 52'de görülmektedir. Bu tip dislokasyon dağılımı aşırı plastik deformasyonun gerçekleştirildiği çalışmalarda gözlemlenmiştir [155]. Örneğin, Purçek ve diğerlerinin yaptığı çalışmada oluşan bu durum yüksek sıcaklık ve yüksek iç enerji sebebi ile dislokasyonları rahat hareket etmesi, tane sınırlarındaki dislokasyonlar ve kimyasal kirlilikler olarak gösterilmiştir. Tane içerisinde mevcut olan farklı kontrastlar yüksek dislokasyon ve yüksek kristal hata yoğunluğunu göstermektedir.

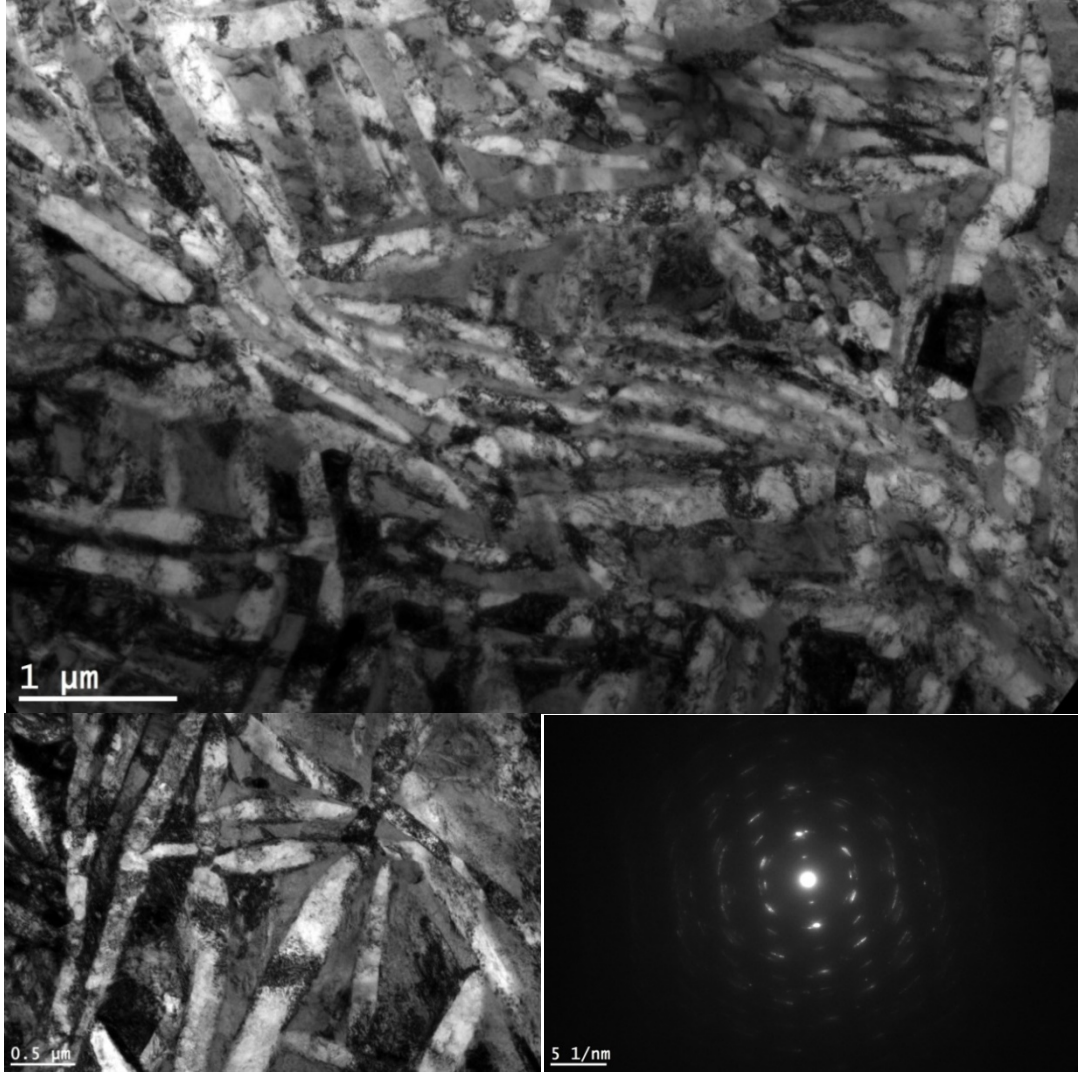


Şekil 3. 52 8 Paso 450 °C Saf Ti



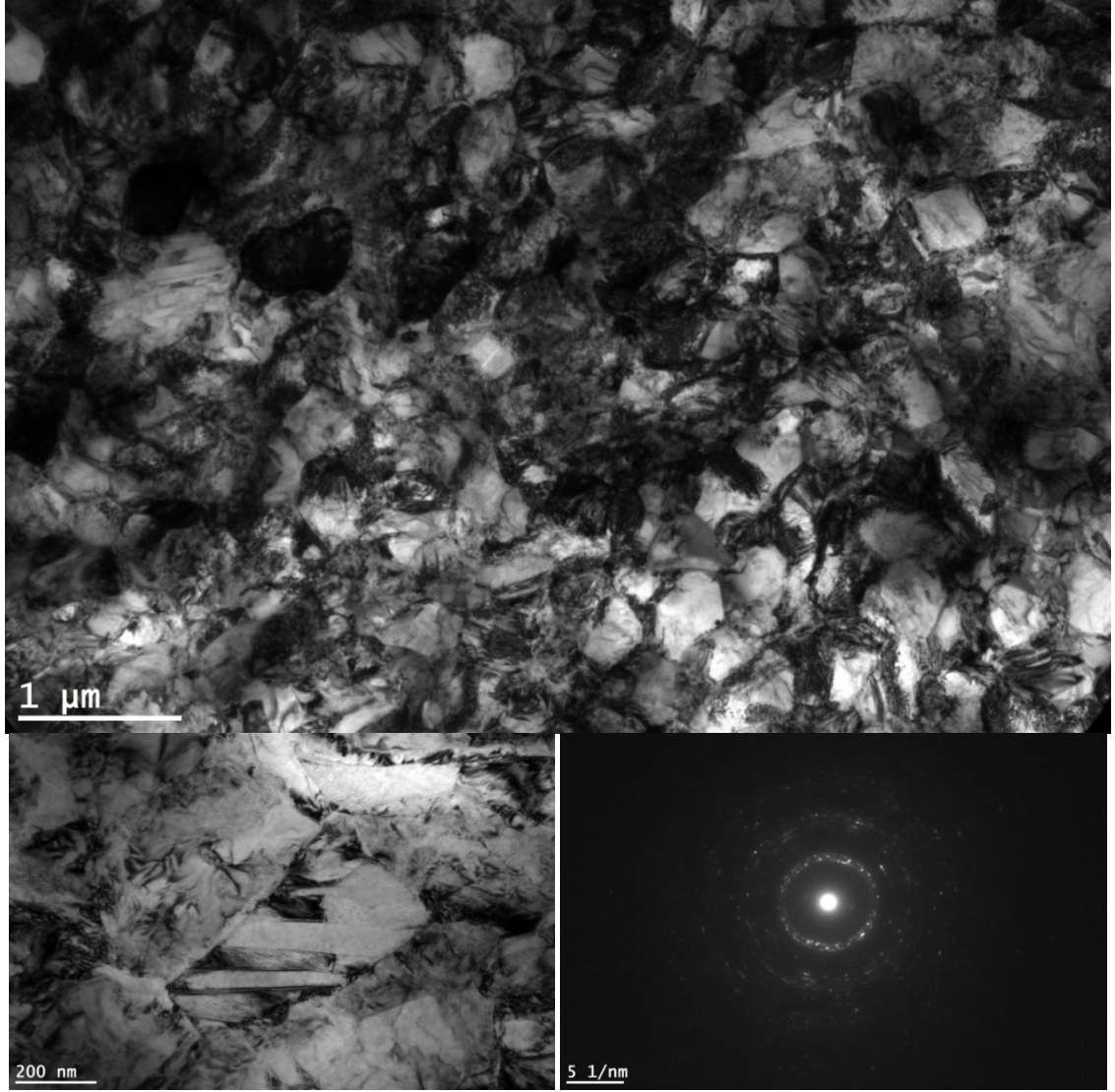
Şekil 3. 53 Ti13Nb13Zr İlk Hal

Şekil 3.54'de görüldüğü üzere başlangıç numunesi sıcak haddelenmiş tipik bir beta faz titanium yapısına sahiptir. Mikroyapı iğnemsli α' ve β çubuklarından oluşmaktadır. Kutup deseninden görüleceği üzere iç yapıda gerinim miktarı düşüktür.



Şekil 3. 54 T Ti13Nb13Zr 600 °C'de 1 Paso

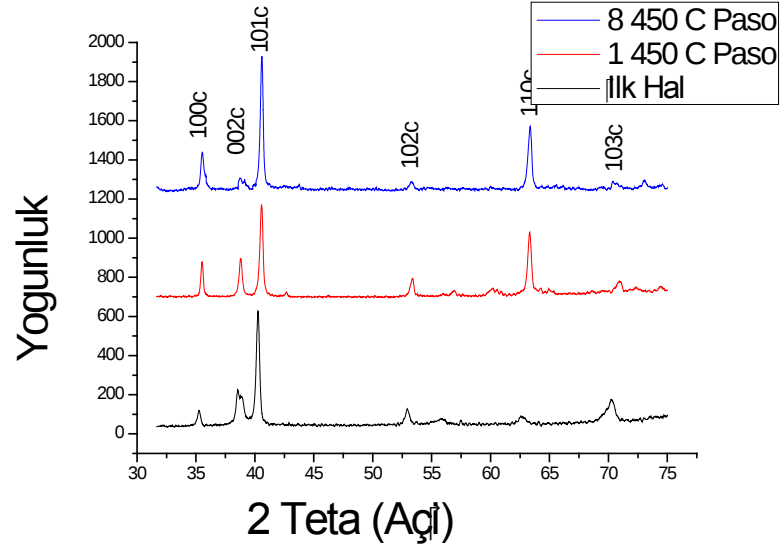
Bir paso sonrasında ise Şekil 3.55'de gözlemleneceği üzere yüksek gerinim ve EKAP işleminin uygulandığı Bc döndürme rotası sebebi ile çubukların yuvarlaklaştığı gözlemlenmiştir. Ardışık pasoların artması ile birlikte yönelimin de etkisi ile çubuklar kırılmış ve daha kısa çubuklardan ve yuvarlak tanelerden oluşan yeni bir mikroyapı oluşmuştur (Şekil 3.56). Kutup deseninden anlaşılacağı üzere gerinim miktarı oldukça fazladır.



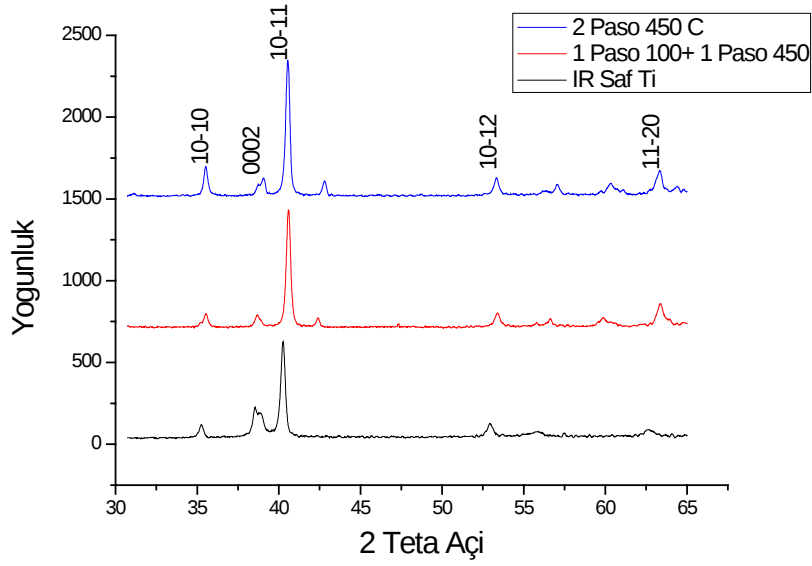
Şekil 3. 55 Ti13Nb13Zr 600 °C 8 Paso

3.4.2.2 X-Ray Difraksiyon (XRD)

XRD testleri seçilmiş numune grupları için parlatılmış yüzeylere ekstrüzyon yönüne dik kesitlerde gerçekleştirilmiştir. İlk halin XRD analizlerinde α fazına ait pikler tespit edilmiştir. Bu pikler ait oldukları düzlemler ile birlikte Şekil 3.47 'de verilmiştir. Paso sayısının artması ile birlikte 100c, 002c, 101c 110c piklerinde artış gözlemlenmiştir. 102c Düzleminde ise 8 paso için hafif bir düşüş gözlemlenmiştir. İlk duruma göre piklerin genişliklerindeki değişim tane boyutunun küçüldüğünü gösterilen pik tepelerinin denk geldiği açı değerlerinin kayması ise mikro yapı içerisindeki dislokasyon yoğunluğu göstermektedir [154].



Şekil 3. 56 1 Paso Ve 8 Paso İçin Saf Titanyum XRD Profil Pikleri



Şekil 3. 57 İT Saf Ti, 1 Paso 100 °C+1 Paso 450 °C, 2 Paso 450 °Caso İçin Saf Titanyum XRD Profil Pikleri

Williamson-Hall denklemi kullanarak (Denklem 4) 8 paso EKAP'ı gerçekleştirilen numunenin yaklaşık tane boyutu ölçümü gerçekleştirilmiştir. Literatürde bu metodun özellikle tane boyutu $<1 \mu\text{m}$ 'nin altında olan mikro yapılar için daha doğru sonuç verdiği vurgulanmıştır. Daha büyük taneler optik mikroskop ile incelenmiştir.

$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + 4\epsilon \sin \theta \quad (3.3)$$

Bu denklemde D: Tane boyutu (nm)

K:0,89 Kristal şekil sabiti

λ : 1.542 Å°

Beta: Pik değerinin yarı çizgisindeki kalınlık değerini ifade etmektedir (rad)

Theta: Bragg Açısı (rad)

E: Mikro Denklem 2'den hesaplanan

$$\varepsilon = \frac{d-d_0}{d_0} \quad (3.4)$$

Bu eşitlikteki d değerleri UNITCELL programı kullanarak elde edilmiştir.

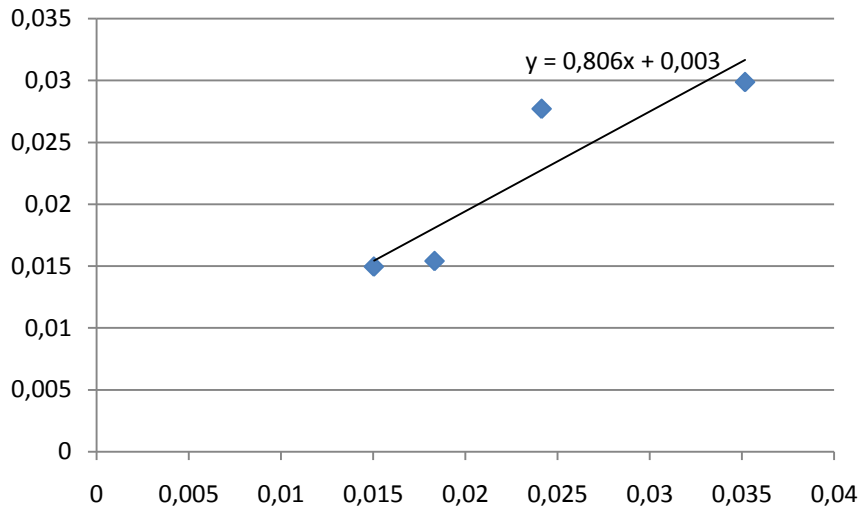
Bütün parametreleri nm değerine dönüştürmek için Denklem 3 kullanılmıştır.

$$\beta(nm) = \frac{\cos \theta_{hkl}}{\lambda} \beta(rad) \quad (3.5)$$

Denklemdaki θ_{hkl} değeri Denklem 7'den Bragg eşitlikliğinden hesaplanmıştır;

$$Q = \frac{1}{d_{hkl}} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} = \frac{2 \sin \theta_{hkl}}{\lambda} \quad (3.6)$$

Denklem 7'deki a değeri hegzagonal sıkı pakette ait birim hücre değerini ifade etmektedir.



Şekil 3.58 Williamson-Hall değer dağılımı ve bu değerlerden elde edilen denklem

Şekil 3.47’de elde edilen grafiğin doğruları kesim noktasında tane boyutu 420 nm olarak ölçülmüştür.

3.4.2.3 Mekanik Test Sonuçları

Çekme Testi

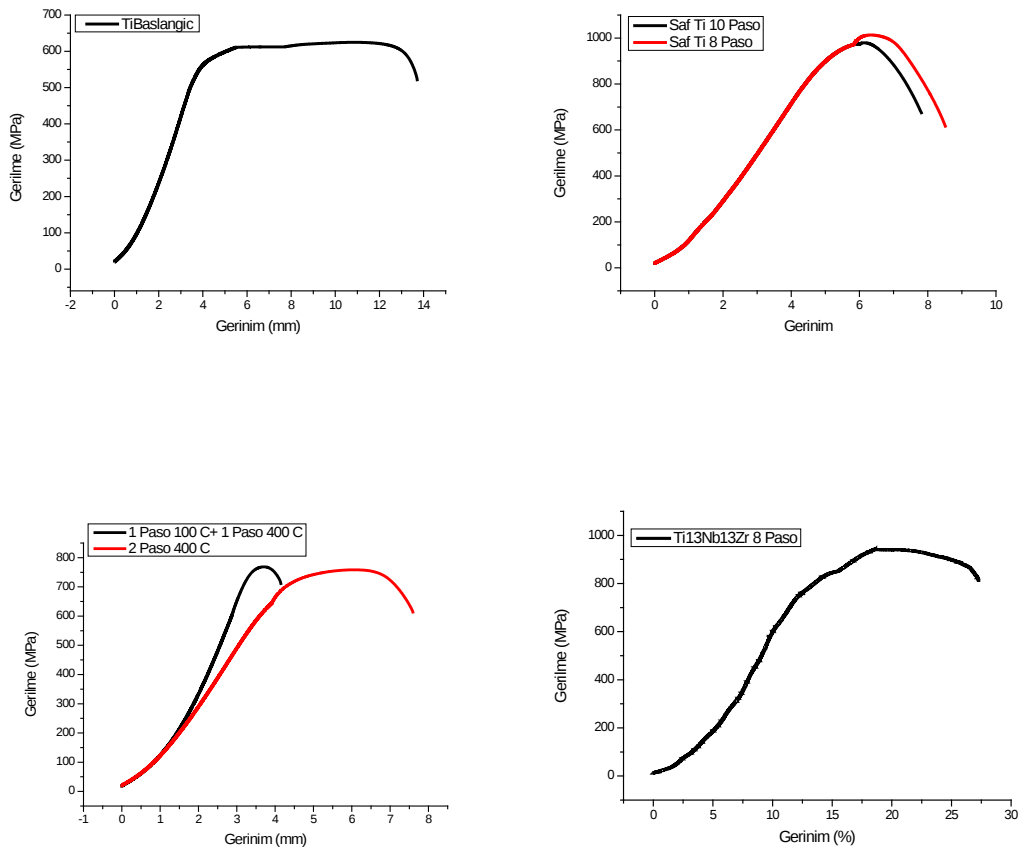
İri taneli ve EKAP uygulanmış UİT numunelere aynı şartlar altında çekme testi uygulayarak, ekstrüzyon doğrultusundaki gerilme-uzama eğrileri elde edilmiştir. Düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilen numune boyutlarının küçük olması sebebi ile bu numunelerin deneyleri esnasında eksansometre kullanılamamıştır. Bu sebep ile elastiklik kat sayısı elde edilememiştir. Elastiklik kat sayısının değişimini kontrol etmek amacı ile mikro indentasyon testi gerçekleştirilmiştir. Çekme testlerinden elde edilen akma dayanımı, çekme dayanımı ve kopma uzaması değerleri Çizelge 3. 12,13’de verilmiştir. Bu değerlerin işlem uygulanan paso sayısına göre değişimini gösteren eğriler ise Şekil 3.57’de gösterilmiştir.

Çizelge 3.12 Saf Titanyumum Farklı Pasolar Çekme Testi Sonuçları

Özellikler	Başlangıç	1 Paso 100°C+ 1 Paso 450 °C	2 Paso 450 °C	8 Paso	10 Paso
Akma Dayanımı (MPa)	553.22	757.82	712.11	924.72	890.69
Çekme Dayanımı (MPa)	612.78	792.34	758.40	1053.18	921.39
Kopma Uzaması (%)	13.90	3.98	7.58	8.34	7.86

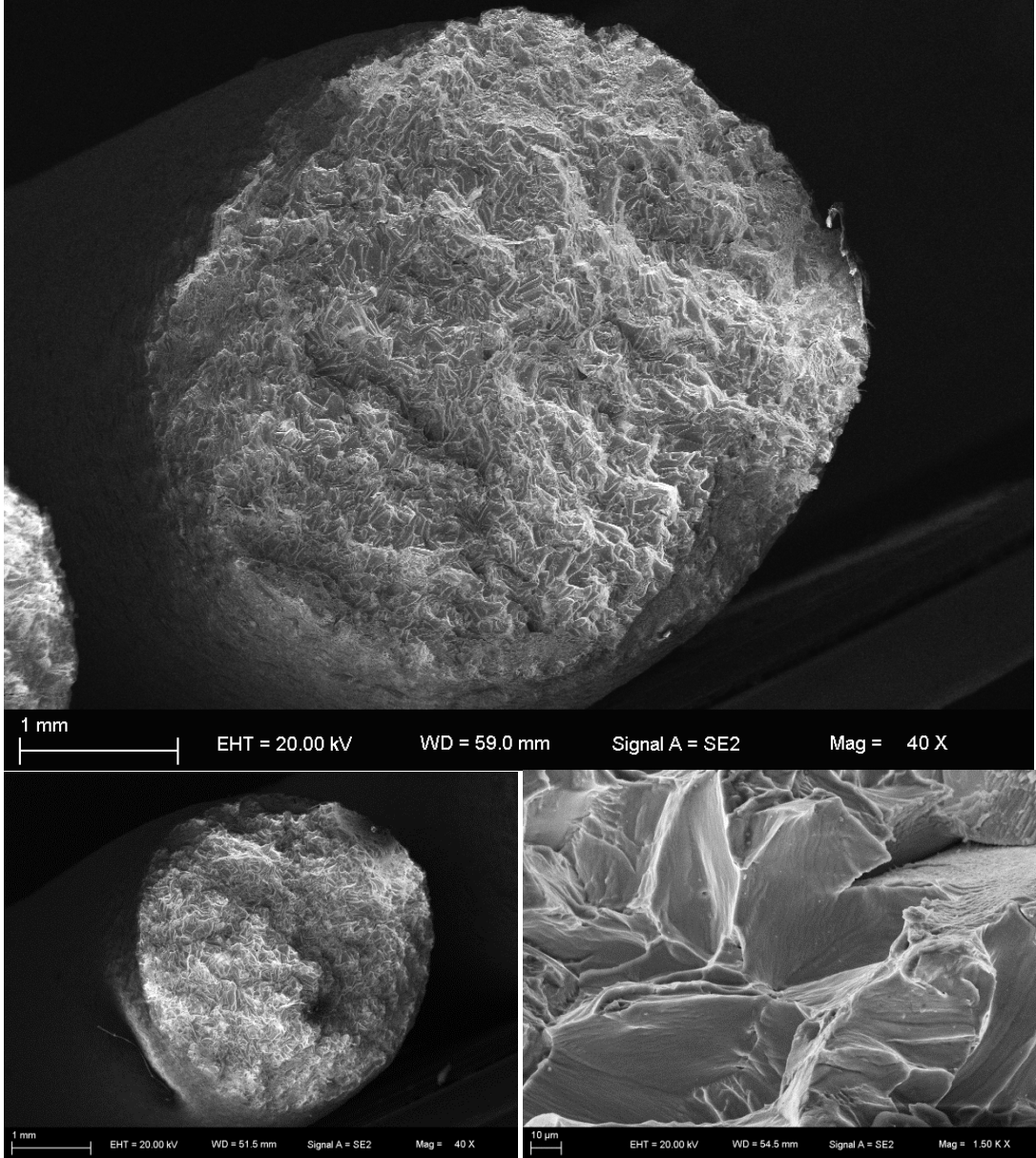
Çizelge 3.13 Ti13Nb13Zr 'Nin İlk Hal Ve 8 Paso İçin Çekme Testi Sonuçları

Özellikler	Ti13Nb13Zr Başlangıç	Ti13Nb13Zr 8 Paso
Akma Dayanımı (MPa)	690.50	911.65
Çekme Dayanımı (MPa)	850.31	918.15
Kopma Uzaması (mm)	19.56	6.91

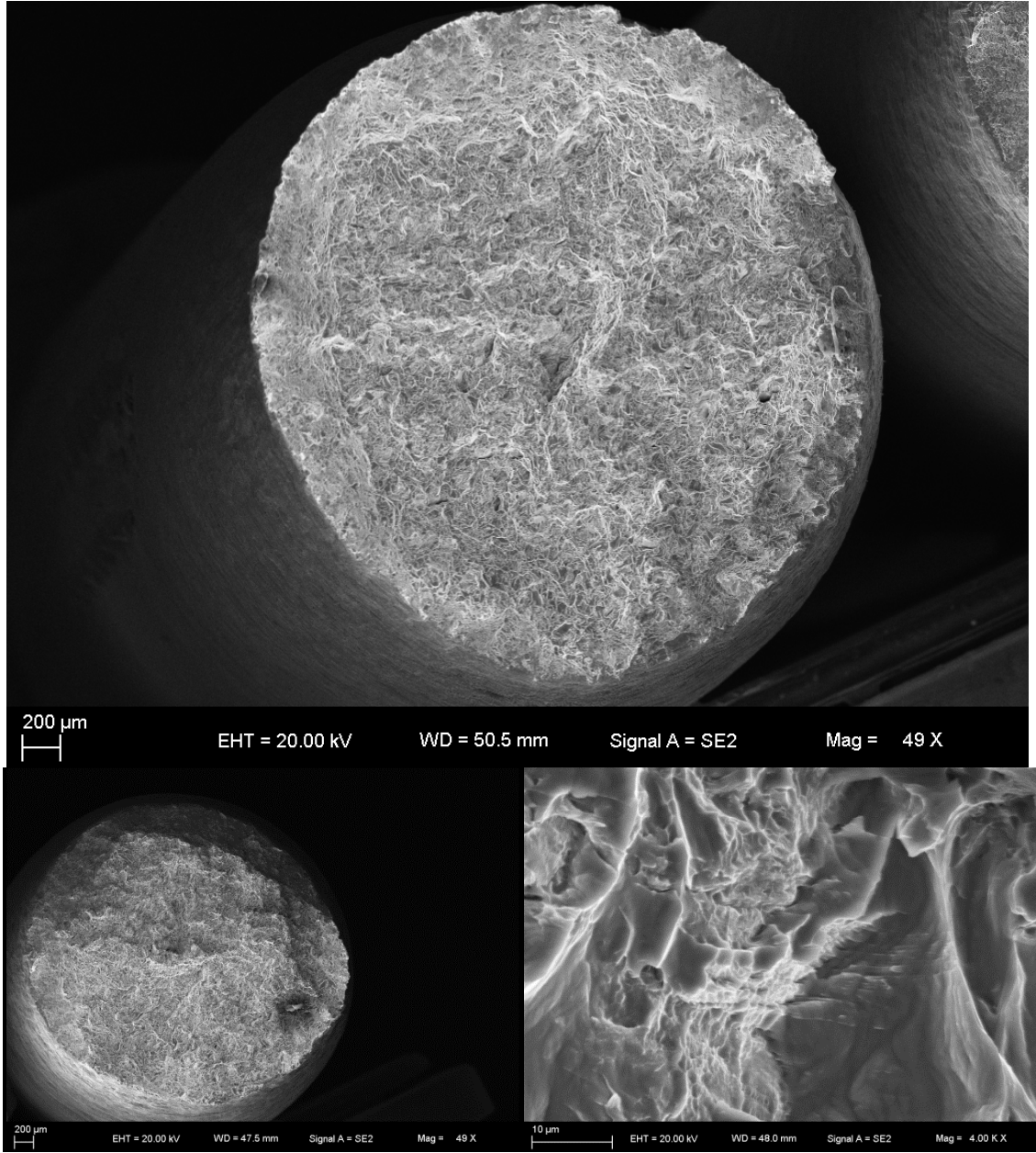


Şekil 3.59 a) Saf Ti Başlangıç b) Saf Ti 8 ve 10 paso c) Saf Ti 100 °C+450 °C ve 2 Paso 450 °C d) Ti13Nb13Zr 600 °C 8 Paso

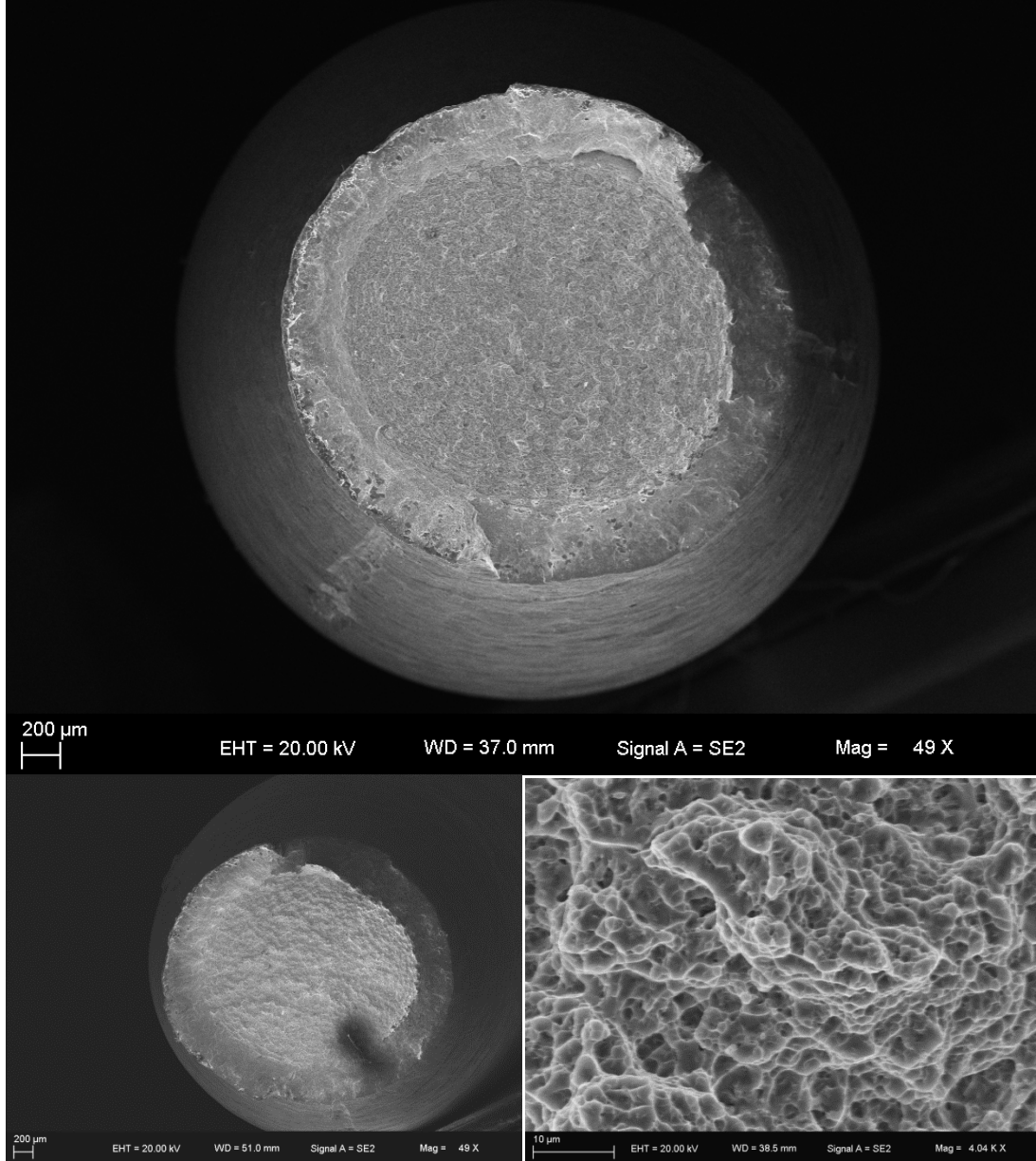
Kopma bölgelerine ait taramalı elektron mikroskop görüntüleri ise Şekil 3. 59-61'de verilmiştir. Görüntülerden gözlemleneceği üzere ilk duruma ait kopma bölgesinde sünek kopmanın gerçekleştiği gözlemlenmektedir. 1. Pasodan sonra mikro yapıda hem iri taneler hem de ince tanelerden kopma gözlemlenmektedir (Şekil 3.60). Şekil 3.61'de ise ultra ince taneli numunenin kopma bölgesinde sünek kopma izleri gözlemlenmektedir.



Şekil 3. 60 Saf Titanyum İlk Hal Çekme Testi Sonrası Bu Bölgenin Sahip Olduğu Yüzey Morfolojisini Gösteren Farklı Büyütmelerdeki SEM Resimleri: a) Kopmanın Gerçekleştiği Kesit Büyütülmüş b) Kopmanın Gerçekleştiği Kesitin Karşı Yüzeyi c) Tane İçin Ve Tane Sınırından Kopmanın Gerçekleştiğini Gösteren İri Taneli Büyütülmüş Görünüm



Şekil 3. 61.1 Paso EKAP Uygulanmış Saf Titanyum Çekme Testi Sonrası Bu Bölgenin Sahip Olduğu Yüzey Morfolojisini Gösteren Farklı Büyütmelerdeki SEM Resimleri: a) Kopmanın Gerçekleştiği Kesit Büyütülmüş b) Kopmanın Gerçekleştiği Kesitin Karşı Yüzeyi c) Tane İçi Kopmanın Gerçekleştiğini Gösteren Görünüm



Şekil 3. 62.8 MPa EKAP Uygulanmış UİT Saf Titanyum Çekme Testi Sonrası Bu Bölgenin Sahip Olduğu Yüzey Morfolojisini Gösteren Farklı Büyütmelerdeki SEM Resimleri: a) Kopmanın Gerçekleştiği Kesit Büyütülmüş b) Kopmanın Gerçekleştiği Kesitin Karşı Yüzeyi c) Sünek Kırılan UİT Mikro Yapı

Mikro Sertlik Testi

Sertlik değerlerini değerlendirmek amacı ile bütün numuneler için aynı sertlik cihazında 100 g ve 200 g ağırlık değeri ve aynı ölçüm parametreleri kullanarak gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda mikro yapı homojenliğini değerlendirmek amacı ile sertlik alınacak rotalar önceden haritalandırılmış ve bu bölgelerden sertlik değerleri ölçülmüştür.

Sertlik ölçümünün gerçekleştirildiği deneyler ve sonuçları Çizelge 3.14-15 ve Şekil 3.61’de verilmiştir.

Çizelge 3.14 Saf Ti Ve Ti13Nb13Zr için İlk Hal Ve Ultra İnce Taneli Hal için Sertlik Değerleri

Numune	Sertlik Değeri (Ortalama HV_{0.2})
Saf Ti ilk Hal	179.84
Saf Ti 8 Paso	309.35
Ti13Nb13Zr İlk Hal	262.78
Ti13Nb13Zr 8 Paso	332.05

Çizelge 3.15 Saf Titanyum ve Ti13Nb13Zr için Paso Sayısına Göre Değişen Sertlik Değerleri

Paso Sayısı	Sertlik Değeri (Ortalama Hv_{0.2})
0	179.84
1	242.97
2	244.59
3	279.07
4	277.93
5	294.29
6	299.75
8	309.35
10	302.26

Deney	Pres Hızı (A) (mm/sn)	İşlem Sıcaklığı (B) (°C)	Rota (C)	Sertlik HV _{0.1} (MPa)	Standart Sapma (HV)
1	0.1	450	B _c	2557	16.81
2	0.1	450	B _c	2450	15.17
3	0.1	450	B _c	2460	16.24
4	0.1	300	A	2602	17.74
5	0.1	300	A	2604	16.81
6	0.1	300	A	2651	18.26
7	0.1	150	C	2650	20.89
8	0.1	150	C	2684	18.12
9	0.1	150	C	2602	18.32
10	0.5	300	B _c	2800	18.64
11	0.5	300	B _c	2790	18.22
12	0.5	300	B _c	2772	17.96
13	0.5	150	A	2807	18.04
14	0.5	150	A	2550	16.3
15	0.5	150	A	2587	16.79
16	0.5	450	C	2650	18.32
17	0.5	450	C	2751	20.1
18	0.5	450	C	2787	17.32
19	5	150	B _c	3020	22.7
20	5	150	B _c	3050	21.96
21	5	150	B _c	2960	23.3
22	5	450	A	2750	19.32
23	5	450	A	2724	20.51
24	5	450	A	2499	16.1
25	5	300	C	3065	26.33
26	5	300	C	3020	25.09
27	5	300	C	3240	24.26

Şekil 3. 63 DeneySEL Tasarımın Vermiş Olduğu Optimum Şartlarda İmal Edilen 8 Pasolu Numune Kesitine Ait Sertlik Dağılımı (0.1 Pres Hızı, 300 °C İşlem Sıcaklığı, B_c Rotası)

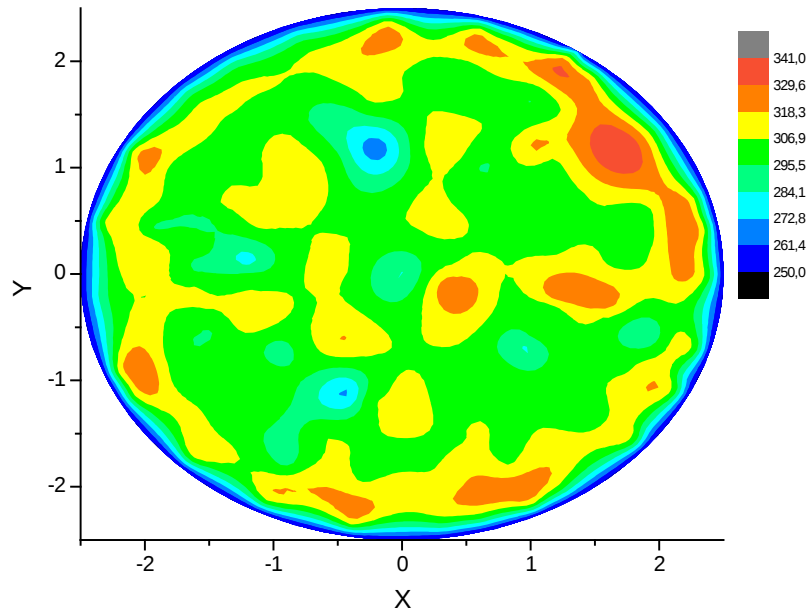
Çizelge 3.16 Farklı Sıcaklık Rotalarında Gerçekleştirilen Deneylere Ait Ortalama Sertlik Değerleri

Pasolar	450 °C 2 Paso	450 °C ve 100 °C 2 Paso
Sertlik Değeri Ortalama (HV_{0.2})	244.59	272.18

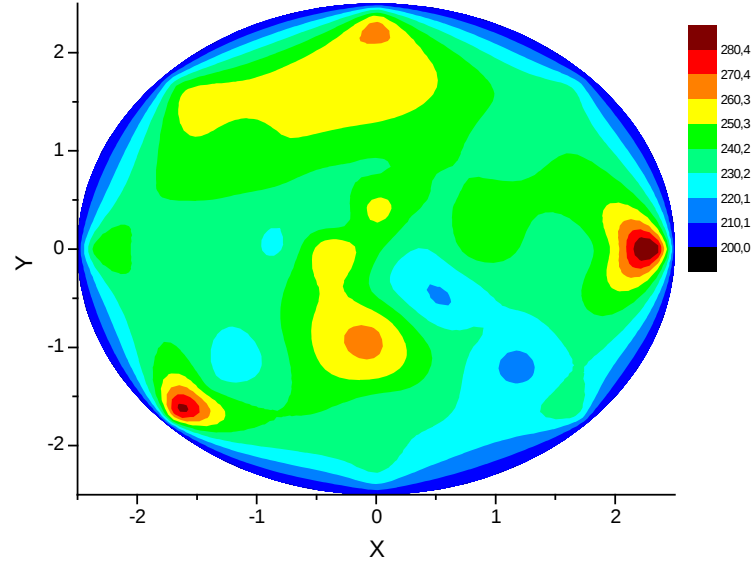
Çizelge 3.13’de görüldüğü üzere aşırı plastik deformasyon işleminin uygulanması ile birlikte $Hv_{0.2}$ değerine göre ölçüm sonuçları saf Ti için sırası ile 179,84’ den 309,35’e yükselmiş ve Ti13Nb13Zr için 262,78’den 332,05 değerine yükselmiştir.

Sadece saf Ti için ardışık pasolar arasında gerçekleştirilen sertlik ölçüm değerleri Çizelge 3.14’de gözlemlenmektedir. Çizelgeden görüleceği üzere paso sayısının artması ile sertlik süreklilik artmış en yüksek artış ise ilk pasoda gerçekleşmiştir. En yüksek sertlik değeri ise 10. Paso’da gözlemlenmiştir.

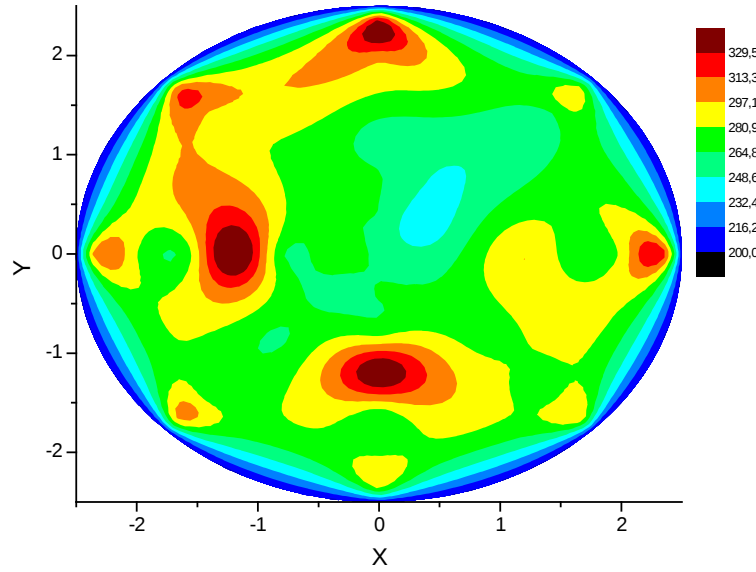
Farklı işlem sıcaklığı, ardışık pasolar arasında uygulanan rota ve iniş hızının optimizasyonu amacı ile gerçekleştirilen tekrarlı deneylerde sonucun değerlendirilmesi için mikro sertlik testi uygulanmıştır. Bütün ölçüm kesitlerinde aynı noktalardan ölçüm gerçekleştirmek amacı ile Şekil 3.14’de belirtilen sertlik haritasından faydalanılmıştır. Kalite karakteristiği olarak elde edilen 17 ölçümün ortalaması kullanılmıştır.



Şekil 3. 64 Deneysel tasarımın vermiş olduğu optimum şartlarda imal edilen 8 pasolu numune kesitine ait sertlik dağılımı (0.1 pres hızı, 300 °C işlem sıcaklığı, B_c rotası)



Şekil 3. 65 B_c Rotası İle 450 C’de İki Paso Basılarak Elde Edilen Numunenin Sertlik Haritası



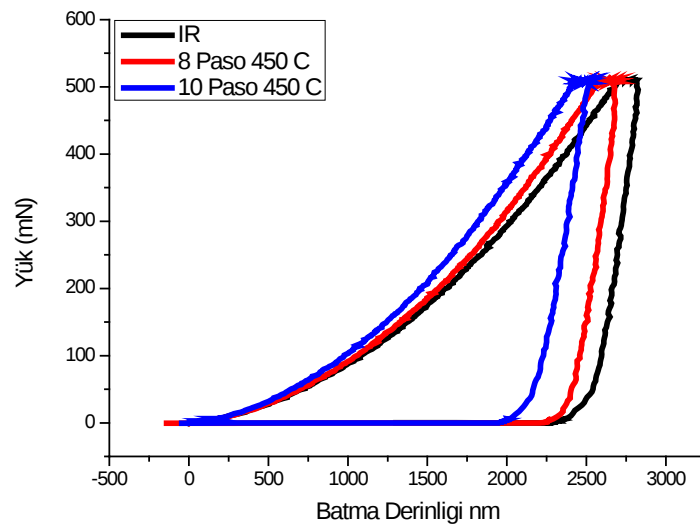
Şekil 3. 66 B_c Rotası İle Bir Paso 100 °C’de Sonra 1 Paso 450 °C’de, Toplamda İki Paso

Deneysel tasarımla gerçekleştirilen deneylerden elde edilen optimum sonucum 85 farklı noktadan sertlik ölçümü gerçekleştirilerek sertlik haritası çıkarılmıştır. Şekil 3.63 verilen haritada gözlemlendiği gibi sertliğin dış yüzeye göre artışı çoğu bölgede ise sertlik değerinin 264.1-306.9 arasında değiştiği gözlemlenmektedir. Şekil 3.63 ve 64’de verilen dağılımda gözleneceği üzere 2 paso 450 °C’de basılan numunenin sertlik

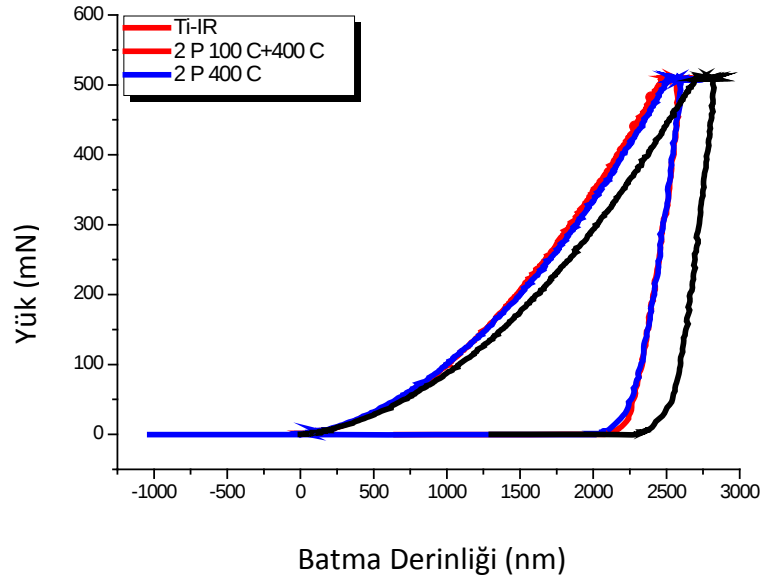
dağılımı 1 paso 100 °C’de ve sonra 1 paso 450 °C’de basılan numuneye göre daha homojendir. Elde edilen ortalama sertlik değerleri ise 2 paso 450 °C’de basılan numune için 244. 59 Hv0.2 iken, 1 paso 100 °C’de ve sonra 1 paso 450 °C’de basılan numune için bu değer 272. 18 Hv0.2 olarak tespit edilmiştir.

Nano İndentasyon Testi

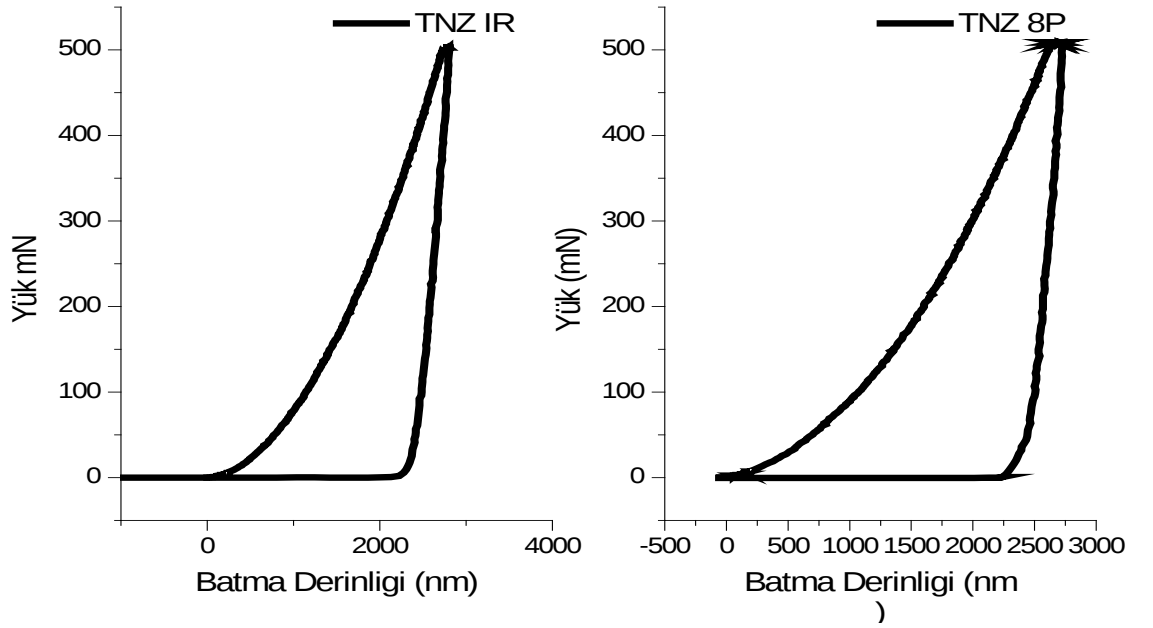
Çekme deneyleri esnasında kullanılan küçük numuneler sebebi ile tespit edilemeyen elastiklik katsayısı mikro indentasyon testi ile tespit edilmiştir. Parlatılmış numune yüzeyinden dairesel olarak 10 farklı noktadan ölçüm gerçekleştirmiş ve ortalama elastiklik katsayı belirlenmiştir. Bütün numuneler içi elde edilen indentasyon eğrileri Şekil 3.65-67 arasında verilmiştir.



Şekil 3. 67 Saf Ti İlk Hal, 8 Paso ve 10 Pasoya Ait İndentasyon Eğrileri



Şekil 3. 68 Saf Ti ilk hal, 2 Paso 100 C+450 °C, 2 Paso 450 °C'ye ait indentasyon eğrileri



Şekil 3. 69 T13Nb13Zr İlk Hal, 8 Paso 600 °c'ye Ait İndentasyon Eğrileri

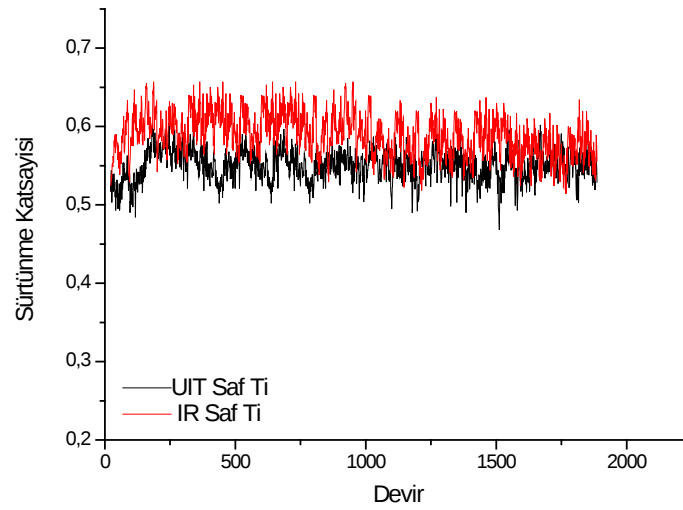
Çizelge 3. 17 İndentasyon Testi İle Elde Edilmiş Numune Gruplarına Ait Elastiklik Katsayıları

Numune Grupları	Elastiklik Katsayıları (GPa)
Ti3Nb13Zr İlk Hal	104.10
Ti3Nb13Zr 8 Paso 600 °C	163.61
Saf Ti İlk Hal	161.69
Saf Ti 2 Paso 100 °C+°450 C	143.19
Saf Ti 2 Paso 450 °C	152.57
Saf Ti 8 Paso 450 °C	156.13
Saf Ti 10 Paso 450 °C	157.03

Eğrilerden (Şekil 3. 65-66) ve Çizelge 3.17’den anlaşılacağı üzere Ti3Nb13Zr elastiklik değerinde 104.15 GPa değerinden 163.61 GPa değerine bir artış gözlemlenmiştir. Bunun yanı sıra saf titanyuma ait verilerde Ti3Nb13Zr’da olduğu gibi fazla bir değişiklik gözlemlenmezken elastiklik değerinin 2 paso için 161. 69 GPa değerinden 143.19 GPa’a kadar düştüğü, paso sayısının artması ile birlikte tekrar 157.03 GPa değerine kadar yükseldiği gözlemlenmiştir.

Aşınma Testi Sonuçları

Aşınma miktarlarının tespiti için aşınma hacimleri ve aşınma ağırlıkları tespit edilmiştir. Deneyler esnasında sürtünme katsayısının değişimi ise cihaz tarafından kaydedilmiş Şekil 3.68 ’de ve Çizelge 3.18’de verilmiştir. Bu verilerden anlaşılacağı üzere sonuçlar oldukça birbirine yakındır. Tane inceltme işleminin aşınma üzerinde çok önemli bir etkisi olmadığı yapılan testlerde tespit edilmiştir.



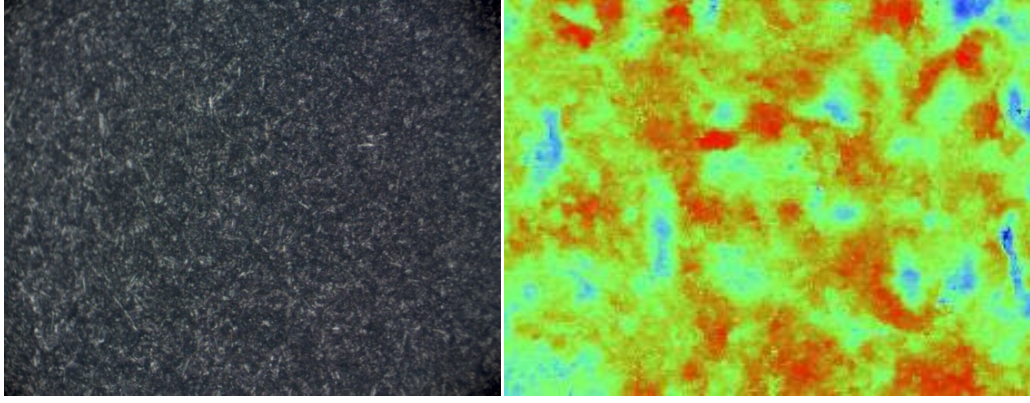
Şekil 3. 70 5N Yük Altında Sürtünme Katsayıların Değişimi

Çizelge 3.18 Aşınma Sonrası Meydana Gelen Değişimler

Numuneler	Kütle değişimi (gr)	Sürtünme katsayısı (ort.)
	5N	5N
İlk Hal	$11.6 \cdot 10^{-4}$	0.61
8 Paso 450 °C	$10.7 \cdot 10^{-4}$	0.59

3.4.2.4 Yüzey Modifikasyonu ve Biyouyumuluk Testi

Kumlamanın biyolojik uyumluluk üzerindeki etkisinin oldukça fazla olduğu bilinmektedir. Tanecik boyutunun etkisini maskeleyişinin önüne geçmek amacı ile bütün yüzeylerde ortalama R_a değerlerini oluşturulmuştur. Kumlama işlemi 4 Bar basınç altında 10-60 sn'de aralığında değişen sürelerde kumlanmıştır. Numunelerin değişen sertlik değerleri sebebi ile kumlama süresi değiştirilmiştir. Birbirine yakın bir ortalama pürüzlülük değeri elde edilmeye çalışılmıştır. Ortalama yüzey pürüzlülüğü $1.2 \mu m R_a$ olarak ölçülmüştür elde edilen pürüzlülük değerleri Çizelge 3.19'da optik mikroskop ve optik mikroskop görüntüsü ise Şekil 3.69'da verilmiştir.

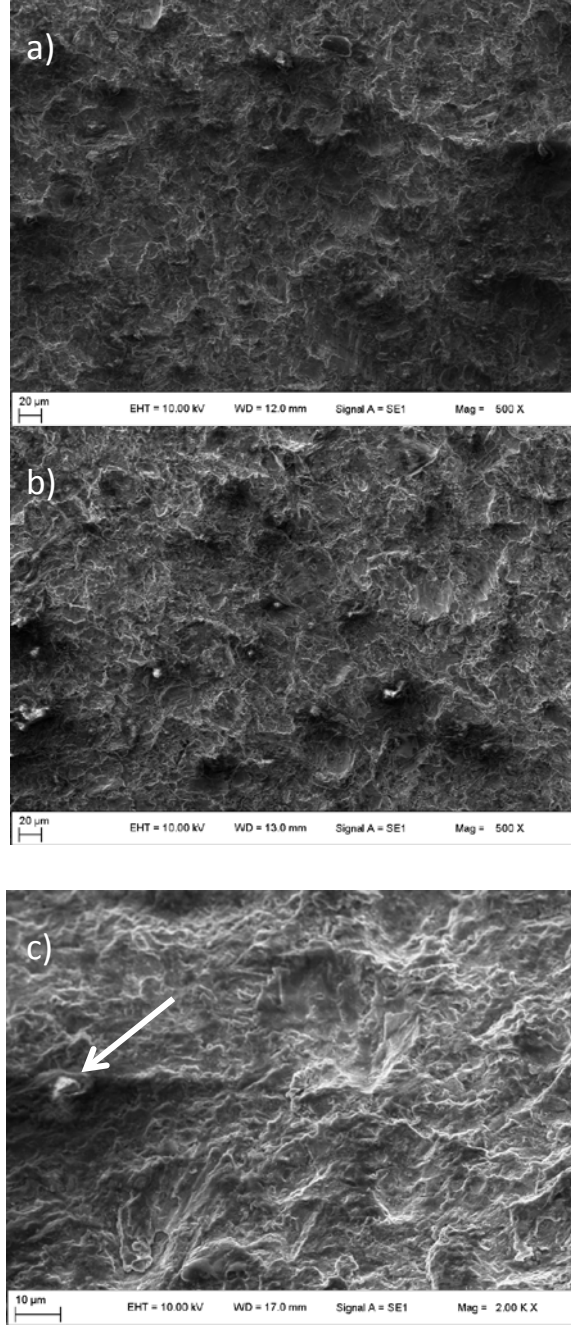


Şekil 3. 71 Saf Titanyuma Ait a) Optik Mikroskop ile görüntülenmiş ilk Hal kumlanmış ve b) Kompakal Optik Mikroskop ile görüntülenmiş UİT Kumlanmış Yüzey

Çizelge 3. 19. Parlak Ve Kumlanmış Yüzeylere Ait R_a Pürüzlülük Değerleri

Numune Grupları	Yüzey Pürüzlülükleri- R_a Mm
İT Saf Ti	0.61
İT Saf Ti Kumlanmış Yüzey	1.75
UİT Saf Ti	0.45
UİT Saf Ti Kumlanmış Yüzey	1.82
İT Ti13Nb13Zr	2.04
UİT Ti13Nb13Zr Kumlanmış Yüzey	1.84

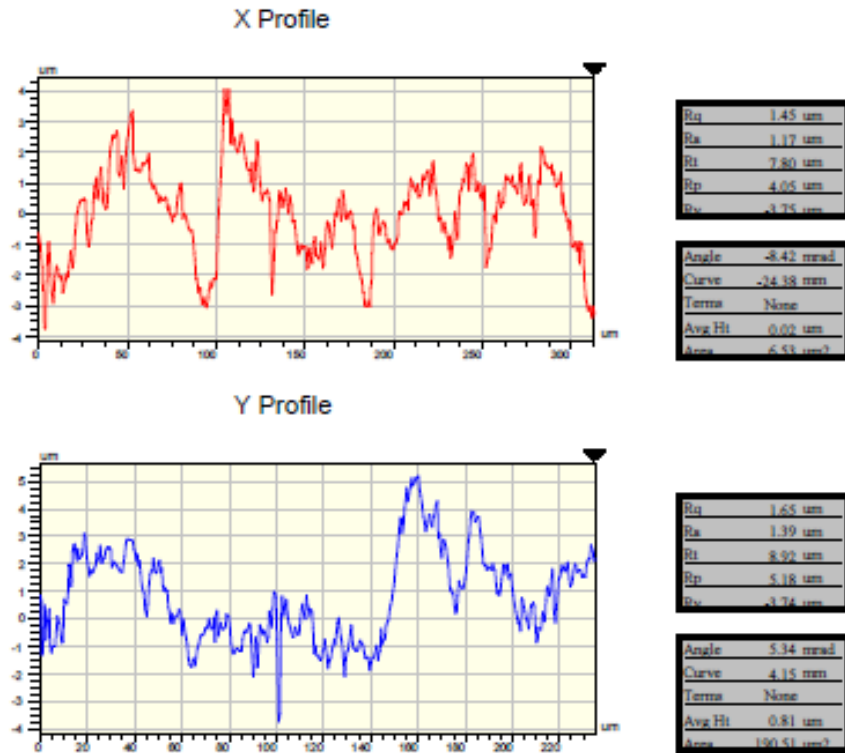
Gerçekleştirilen yüzey modifikasyonu sonrasında elde edilen yüzey pürüzlülük değerleri Çizelge 3.19’da verilmiştir. İri taneli parlak yüzey Ti için ortalama R_a değeri 0.61 μm , iken kumlanmış yüzey için bu değer 1.75 μm olarak tespit edilmiştir. UİT Ti için parlak ve kumlanmış pürüzlülük değerleri sırası ile 0.45 μm ve 1.82 μm olarak tespit edilmiştir. İri taneli Ti13Nb13Zr ve EKAP ile tane yapısı inceltirilmiş Ti13Nb13Zr için pürüzlülük değerleri sırası ile 2.04 μm ve 1.84 μm olarak tespit edilmiştir. Tane boyutunun etkisini tespit etmek amacı ile kumlama süresi değiştirilerek pürüzlülük değerleri mümkün olduğunca yakın tutulmaya çalışılmıştır.



Şekil 3. 72 Kumlama Sonrası Yüzey Görüntüleri: (A)İlk Hal, (B) Uİt Saf Ti, (C) Uİt Ti13Nb13Zr

Üç numune grubunun yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri ile ((a)İlk Hal, (b) UİT Saf Ti, (c) UİT Ti13Nb13Zr yüzeyler incelenmiştir. Bütün yüzeylerde kumlamaya bağlı olarak oluşan keskin köşeler ve yüzeyde kalmış kum tanelerinin oluşturduğu düzensiz yapılar gözlemlenmiştir. Şekil 3. 70 a-b-c’de yüzeyde kalan kum tanecikleri gözlemlenmektedir.

Bunun yanı sıra kum taneciklerinin oluşturmuş olduğu tepecikler Şekil 3.70 c’de ok ile gösterilmiştir.



Şekil 3. 73 Optik Profilometre İle Ölçülen Kumlanmış Yüzey Profili

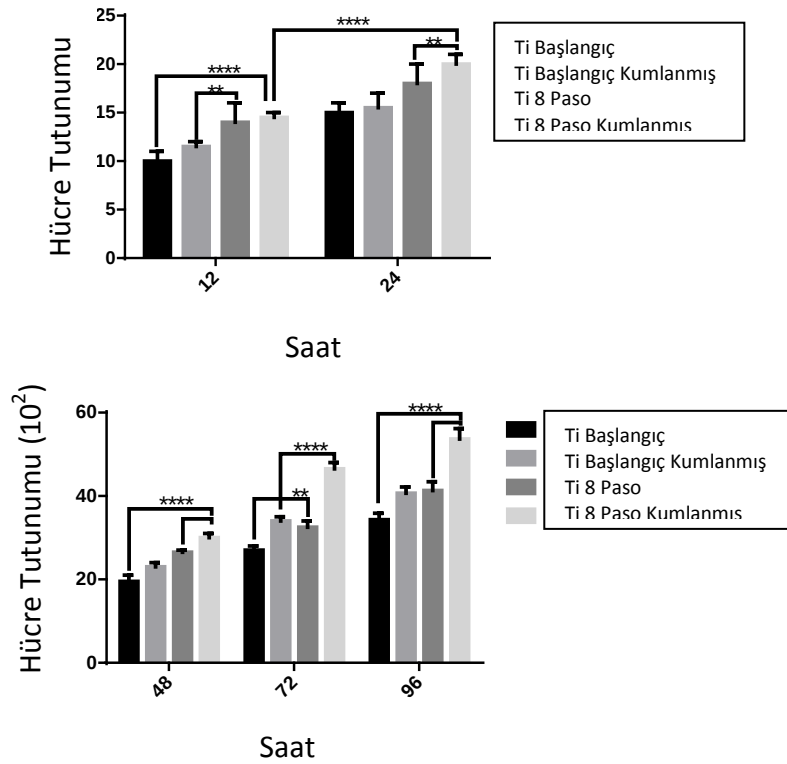
HGF’nin titanyum yüzeye yapışma kabiliyeti

Titanyum yüzeylerin biyolojik uyumluluk kabiliyetini test etmek amacı ile belirli süreler içerisinde yüzeyde biriken hücre miktarı tespit edilmiştir. İlk 24 saat içerisinde yüzeyde çoğalan hücre miktarı yüzeye ilk tutunan hücreler olarak değerlendirilmiştir ve tespit edilen değerler Çizelge 3.20-21’de verilmiştir. Hücre sayısını tespit etmek amacı ile tripan mavi testi uygulanmıştır. Hücre ekimini takip eden 24 saat içerisinde UİT kumlanmış yüzeydeki hücre miktarının diğer yüzeylerden fazla olduğu Çizelge 3.20-21’da görülmektedir. 96 saat sonra ise kumlanmış UİT saf titanyum en yüksek sayıda hücreye sahip olduğu, UİT parlak yüzey ve kumlanmış İT Ti yüzey arasında istatistiksel olarak fark gözlemlenmemiştir.

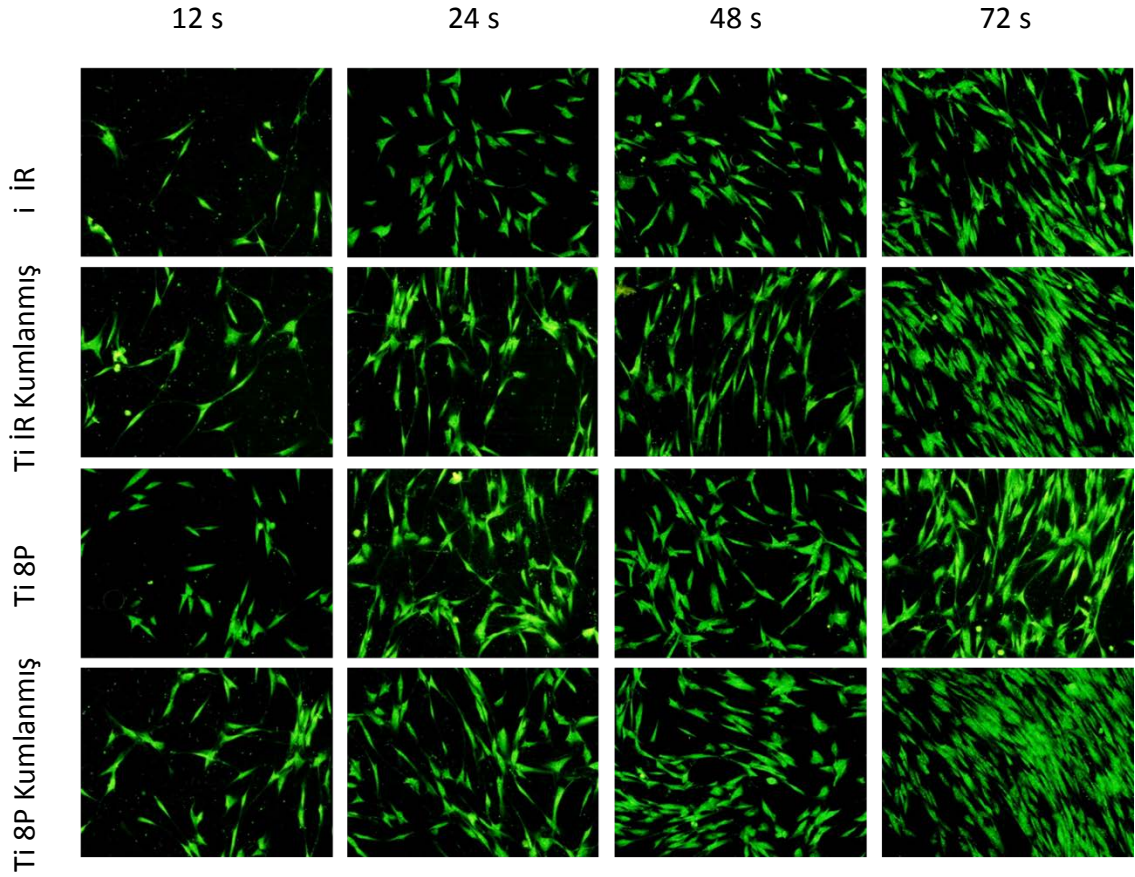
Hücrelerin yüzeye tutulum şeklini daha iyi incelemek amacı ile saf titanyum yüzeylere hücreler DiOC6 boyaması ile mitokondriyal membranların görünür hale gelmesi

sağlanmıştır. DiOC6 boyamasını takip eden 12, 24, 48 ve 72 saat sonrasında floresan mikroskop ile görüntüler alınmıştır (Şekil 3.72).

Çizelge 3. 20. Hücre miktarları a) ilk 12 ve 24 saatte tespit edilen tutunma miktarları b) Hücre 48, 72 ve 96 saat içerisinde meydana gelen hücre artış miktarları (Değerler 3 defa tekrarlanan test verilerin ortalamasını ifade etmektedir. Verileri işlemek amacı ile 2 yönlü ANOVA Bonferroni testi uygulanmıştır** p<0,002;****p<0,0001

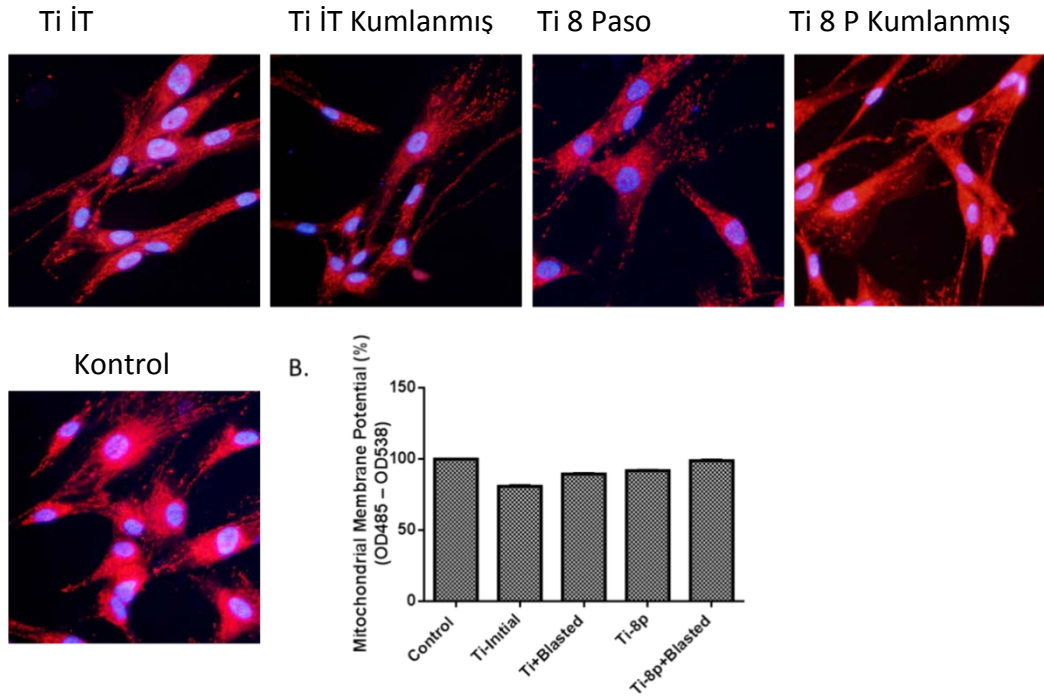


Görüntüden de anlaşılacağı üzere yüzeylerde artan hücre miktarı en fazla kumlanmış UİT titanyum yüzeydedir. DiOC6 boyama ile gerçekleştirilen testte hücrelerin yüzeye tutunma şekilleri arasında farklılık tespit edilmemiştir. Sürenin artması ile birlikte HFG hücrelerinin kendi aralarında da bağlantılar oluşturarak tüm yüzeyi kaplama yöneliminde olduğu Şekil 3.72’de gözlemlenmektedir.



Şekil 3. 74. Dioc6 (4 Mm) Boyama İle Gerçekleştirilen Hücre Ekimi Sonrasında 12, 24, 48 Ve 72. Saatlerde Alınmış Görüntüler. Her Yüzeye 1×10^4 Hücre Ekilmiştir Ve 4 Mm Dioc6'de 30 Dakika 37°C'de Bekletilmiştir. Sonrasında Yüzeyler 3 Defa PBS İle Yıkanmıştır. İşlem Tamamlandıktan Sonra Bekletilmeden Florasan Mikroskobunda Ölçüm Gerçekleştirilmiştir

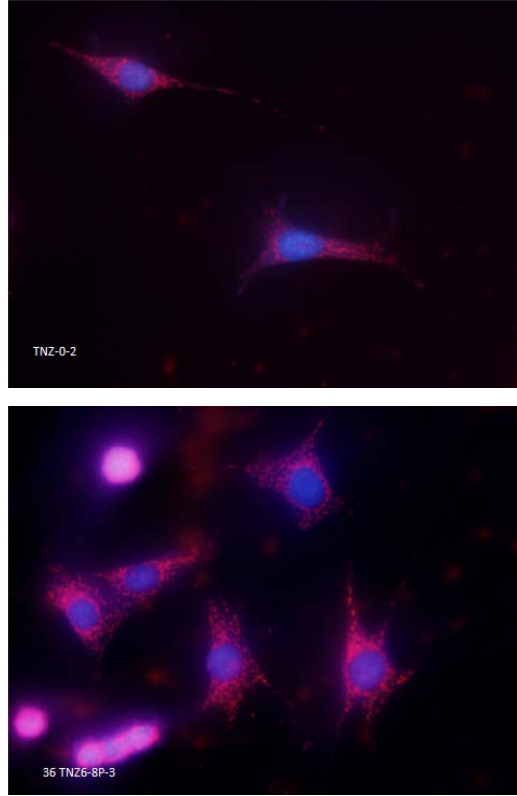
Hücre miktarlarının daha sağlıklı sayılması amacı ile mitotraker kullanarak hücreler kırmızıya boyanmıştır. Tutunan hücre miktarını belirlemek için mitokondri membranları fluorimetre kullanarak ölçülmüştür. Boyanmış mitokondrilerin mikroskopta tespiti ile elde edilen grafikler, hücre artış oranlarını Şekil 3.73'de verilmiştir. Görüntüler X400 büyütmede MitoTracker probu ile florasan mikroskobunda alınmıştır (Şekil 3.73). Bütün numune grupları kontrol grupları ile kıyaslanmıştır ve bütün yüzeylerde hücre tutulumu gerçekleşmiştir. Bütün yüzeylere hücrelerin tutunma şekli de benzerlik gösterirken UİT yüzeylerdeki çoğu hücreler yüzeye daha çok bağ kurarak tutunmuştur (Şekil 3.73).



Şekil 3. 75 Mitotraker Kırmızı Boyama İle Gerçekleştirilen Hücre Testi A) 1×10^4 Tane Hücre Farklı Yüzeyle Eklmiştir Ve 24 Saat Sonra Gözlemlenmiştir Hücre Çekirdekleri DAPI İle Boyanmıştır B) Boyama İşleminde Sonra Flourometre İle Ölçülen Mitokondriyal Membran Potansiyelleri

Çizelge 3. 21 İR Ve UİT Ti13Nb13Zr Yüzeyle Hücre Ekimi Sonrasında Belirli Yüzeylede Tespit Edilen Hücre Miktarları

Ekimden sonra	Numuneler ($\times 10^3$)			
	Kumlanmış		Kumlanmış	
	UİT	UİT	İR	İR
Geçen Süre (saat)	Ti13Nb13Zr	Ti13Nb13Zr	İR Ti13Nb13Zr	Ti13Nb13Zr
0	50	50	50	50
24	71	73	65	62
48	88	85	76	78
72	116	120	98	95



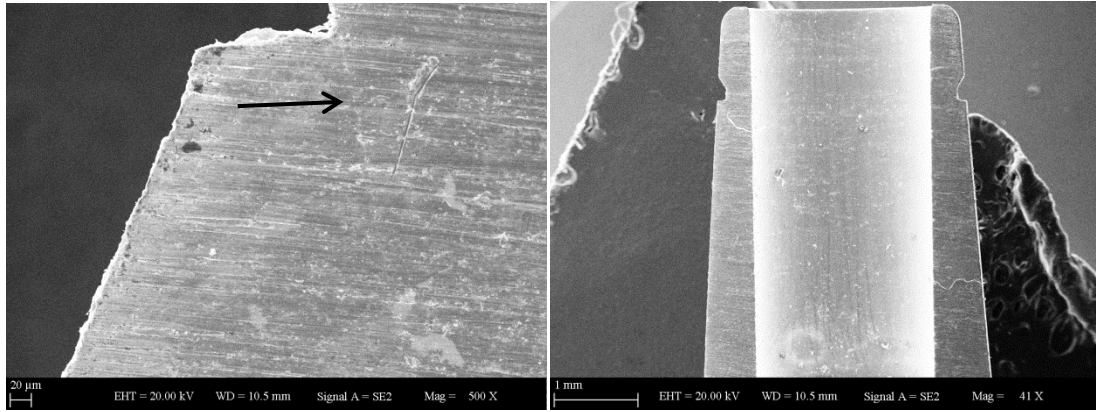
Şekil 3. 76 Mitotraker Kırmızı Boyama İle Gerçekleştirilen Hücre Testi A) 1×10^4 Tane Hücre Farklı Yüzeylere Ekilmiştir Ve 72 Saat Sonra Gözlemlenmiştir Hücre Çekirdekleri DAPI İle Boyanmıştır a) İR Ti13Nb13Zr b) UİT Ti13Nb13Zr

EKAP ile elde edilmiş İri taneli ve Ultra ince taneli Ti13Nb13 parlak yüzeyler saf titanyum ile aynı hücre testleri gerçekleştirilmiştir. Çizelge 3.21’de gözlemlendiği üzere UİT yüzeyde çoğalan hücre sayısı İR olan numuneye göre daha fazla olmuştur. İR Yüzeylerde hücrelerin tutunma şekli de daha az kollu iken UİT yüzeylerdeki çoğu hücreler yüzeye daha çok bağ kurarak tutunduğu Şekil 3.74’de gözlemlenmektedir.

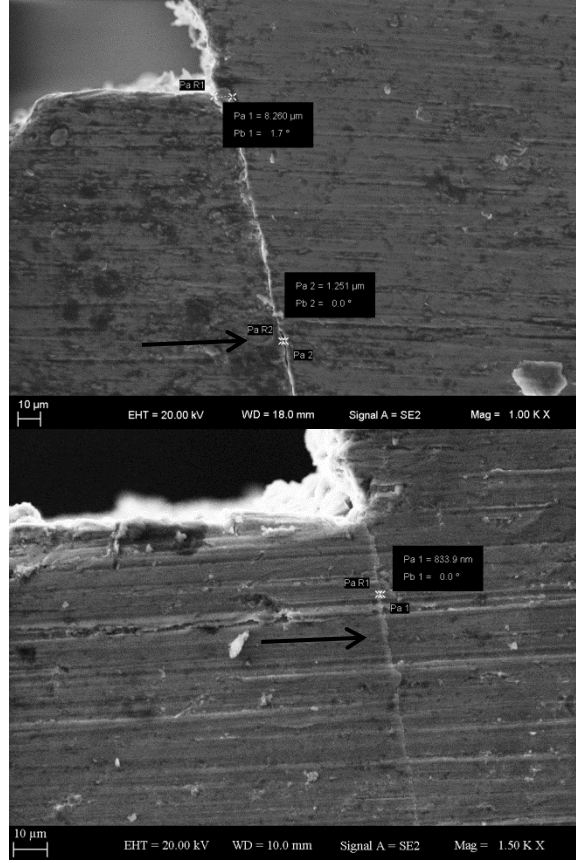
3.4.2.5 Abutment İmplant Arasındaki Mikro Açıklık Ölçümü

UİT saf titanyumların abutment ve implant sisteminin en küçük parçası olan abutment kullanımı olarak kullanımı esnasında uygunluğunu incelemek ve günümüzde kullanılmakta olan soğuk çekilmiş aynı tip abutment ve abutment vidası ile kıyaslanmıştır. Gerekli testler ISO 14801’e uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Abutmentlar 30 N yük altında 30° açı ile 10.000 defa basılarak yorulma işlemi gerçekleştirilmiştir. Sonrasında tel erozyon ile abutment sistemi belirli bir derinliğe kadar kesilmiş ve abutment-implant kesiti taramalı elektron mikroskobu ile

incelenmiştir. İncelemeler hem ilk hal, günümüzde kullanılmakta olan soğuk çekilmiş numune ve UİT numuneler için gerçekleştirilmiştir (Şekil 3. 75-76). SEM incelemesi ile aynı bölgelerden alınan ölçümlerde yorulma testi öncesinde açıklık gözlemlenmezken, sonrasında soğuk çekilmiş numunede açıklığın yaklaşık 6.78 μm olduğu gözlemlenirken UİT olan numunelerde bu değer yaklaşık 1.04 μm olarak tespit edilmiştir. Gerçekleştirilen yorulma testinde APD tekniğinin olumlu etkisi gözlemlenmiştir (Şekil 3. 75-76).



Şekil 3. 77 Yorulma Testinden Önce a) Implant-Abutment Temas Bölgesinin Kesit Görüntüsü b)Yük Uygulanan Abutment Bölgesi



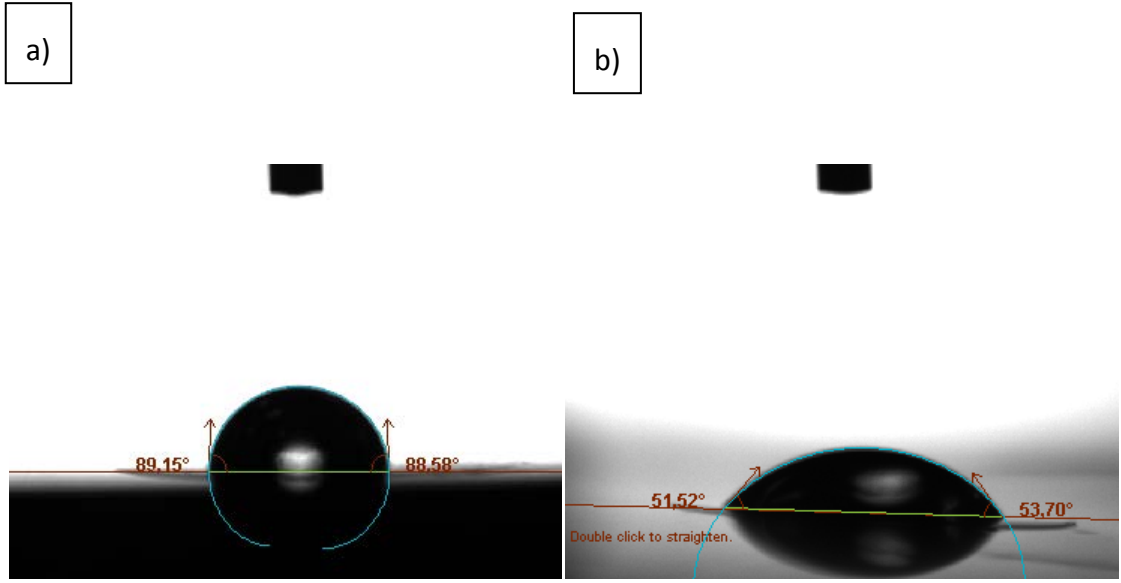
Şekil 3. 78 Yorulma testinden sonra a) Soğuk çekilmiş b) UİT abutment ve implant temas bölgesi

3.4.2.6 Yüzey Temas Açısı Ölçümleri

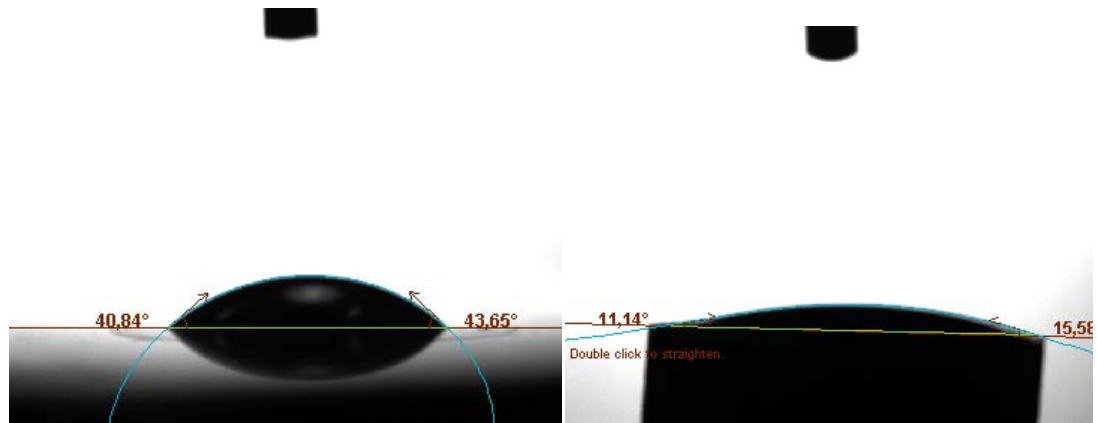
Temas açısı ölçümleri için bütün yüzeyler aynı şartlarda hazırlandıktan sonra alkol kullanarak ultrasonik temizleyici ile temizlenip otoklavlanmıştır. Sonrasında yüzeylere aynı ml saf su damlatılmış ve damla açıları ölçülerek yüzey ıslanabilirliği değerlendirilmiştir. Bu noktada en yüksek ıslanabilirlik değerini 14.02° ile kumlanmış UİT Ti S4 verirken sonrasında 32.22° ile parlatılmış kumlanmış İR Ti S4 yüzey ve 41.28° ile parlatılmış UİT Ti S4 yüzeyi vermiştir (Şekil 3.77-79, Çizelge 3.22).

Çizelge 3. 22 Ti S4 İçin Yüzey Islanabilirliklerinin Ortalama Temas Açısı

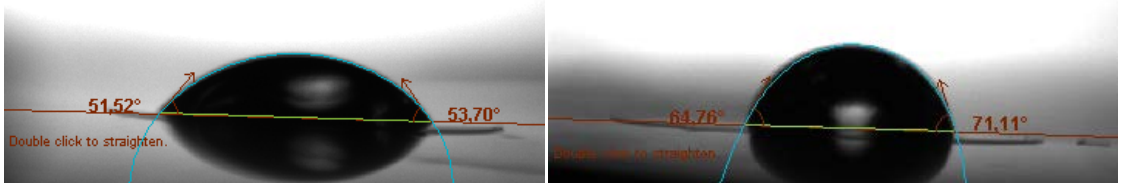
Numune	Derece
Ti İT	82.56
Kumlanmış Ti İT	32.22
Ti UİT	41.28



řekil 3. 79 a) Parlatılmıř Saf Titanyum Ti İlk Durum-b) Titanyum İlk Durum Kumlu



řekil 3. 80 a)Ultra İnce Taneli Parlatılmıř Yüzey b)Ultra İnce Taneli Kumlu Yüzey

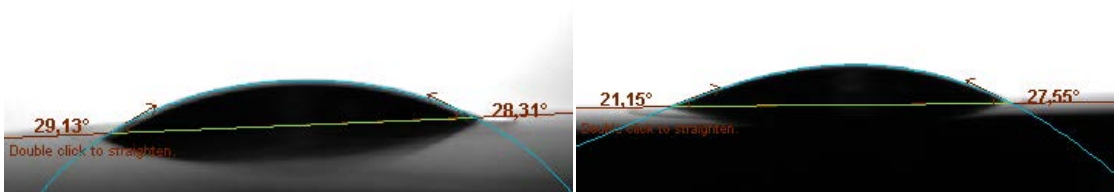


Şekil 3. 81 a) Ti 450 °C+100 °C b) Ti 450 °C 2 Paso

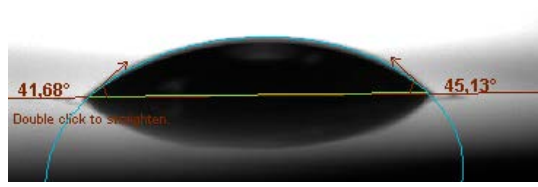
Saf Ti'da olduğu gibi Ti13Nb13Zr için de bütün yüzeyler aynı şartlarda hazırlandıktan sonra ultrasonic temizleyici ile temizlenip otoklavlanmıştır. Sonrasında yüzeylere aynı ml saf su damlatılmış ve damla açıları ölçülerek yüzey ıslanabilirliği değerlendirilmiştir. Bu noktada en yüksek ıslanabilirlik değerini 25,55° ile kumlanmış UİT Ti13Nb13Zr verirken sonrasında 28.71° ile parlatılmış UİT yüzey ve 43,76 ile parlatılmış İT Ti13Nb13Zr yüzeyi vermiştir (Şekil 3.80). Elde edilen sayısal veriler Çizelge 3.23'de verilmiştir.

a)

b)



c)



Şekil 3. 82 a) Ultra İnce Taneli Parlatılmış Ti13Nb13Zr Yüzeyi, b)Ultra İnce Taneli Kumlanmış Ti13Nb13Zr Yüzeyi, c) İri Taneli Kumlanmış Ti13Nb13Zr Yüzeyi

3.4.2.7 Deneysel Tasarım ve ANOVA

Taguchi L27 orthogonal deneysel tasarıma uygun olarak gerçekleştirilen deneylerde kalite karakteristiği olarak mikro yapıdaki sertlik değerinin standart sapması kullanılmıştır. Kalite karakteristiğini değerlendirmek amacı ile Denklem 8’de verilen en küçük en iyi fonksiyonu kullanılmıştır.

$$\frac{S}{N} = -10 \log \frac{1}{n} (\sum y^2) \quad (3.7)$$

Deneysel verilerden en küçük en iyi fonksiyonuna göre hesaplanan sinyal gürültü oranı (S/N) Çizelge 3.24’de verilmiştir. Verilerin grafiği ise Şekil 3.81’de verilmiştir. Çizelge 3.24 incelendiğinde istatistiksel sonuçlara göre en etkili parametre sıralaması verilmiştir. Buna göre sırasıyla işlem hızı, işlem sıcaklığı, uygulanan rota etkili bulunmuştur. Grafik verileri incelendiğinde elde edilen grafiklerin maksimum pik noktaları en uygun deney parametrelerinin seviyeleri görülmektedir. İşlem hızı %45.25 ile en etkili parametre olarak tespit edilmiştir.



Şekil 3. 83 Sertlik Değerinin Kesitteki Standart Sapmasına Bağlı Olarak Tespit Edilen S/N Grafiği

Çizelge 3. 23 Sertlik Değerinin Kesitteki Standart Sapmasına Bağlı Olarak Tespit Edilen S/N Değerleri

Seviye	Pres Hızı	İşlem sıcaklığı	Rota
1	-24.92	-25.52	-25.02
2	-25.09	-25.00	-26.07
3	-26.87	-26.36	-25.80
Delta	1.95	1.36	1.05
Etki	1	2	3

Sonuçların istatistiki anlamlılık değerlendirmesini gerçekleştirmek amacı ile varyans analizi gerçekleştirilmiştir (ANOVA). Bu analiz kapsamında işlem parametrelerinin sertlik dağılımı üzerinde etkisi incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 3.25’de verilmiştir. Sonuçların güvenilirliğini test etmek amacı ile P test ve F test uygulanmıştır. P teste göre %95 güvenirlilik için P değerlerinin 0.05’de küçük olması gerekmektedir. Elde edilen bütün değerler 0.05’de küçüktür ve istatistiksel olarak anlamlıdır. F testte göre ise %95 güvenirlilik için F kritik değeri ilgili dağılımdan 3.37 olarak tespit edilmiştir. Çizelge 3.24 incelendiğinde bütün değerlerin bu kritik değerden yüksek olduğu ve istatistiksel olarak anlamlı olduğu tespit edilmiştir. Varyans analizinin R^2 değeri ise %86 çıkarken düzeltilmiş değer %81.80 olarak tespit edilmiştir.

Deneylerin güvenilirliği için elde edilen optimal işlem parametreleri ile tekrar deney gerçekleştirilmiştir. Optimum parametreler olan A1, B2 ve C1’den oluşan deney seti ile elde edilen numune üzerinde gerçekleştirilen sertlik testi verileri arasındaki standart sapma 15.9 olarak tespit edilmiştir. Bu değer elde edilen en küçük değer standart sapma değeridir.

Çizelge 3.24 Deneysel Sonuçlara Bağlı Olarak Gerçekleştirilen Varyans Analizi Sonuçları

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F-test	P	F _{0.05}
A	2	115.146	115.146	57.573	36.610	0.000	Anlamlı
B	2	46.964	46.964	23.482	14.930	0.000	Anlamlı

C	2	31.021	31.021	15.511	9.860	0.001	Anlamlı
Hata	20	31.448	31.448	1.572			
Toplam	26	224.578					
R ² =%86.00 R ² (adj) = %81.80							

TARTIŞMA**4.1 Titanyumun Aşırı Plastik Deformasyonu Sonrası Oluşan Tane Yapısı**

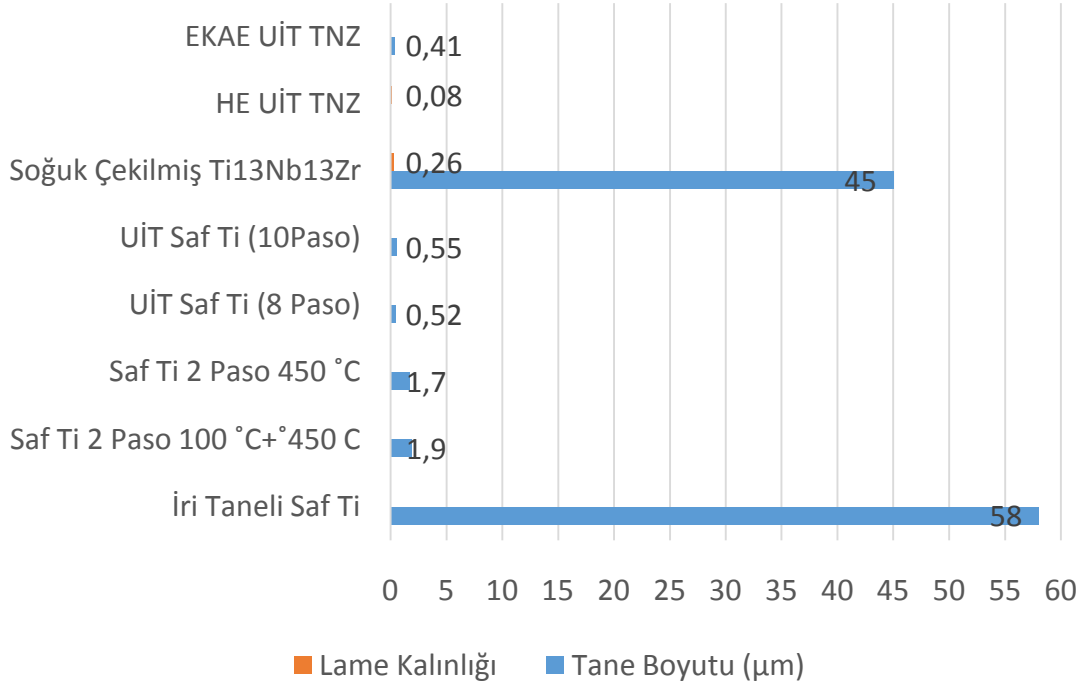
Soğuk çekilmiş olarak temin edilen numunelerin mikro yapısındaki deformasyon etkisini gidermek amacı ile iki saat argon gazı koruması altında ısıtılma işlemi uygulanmış titanyum numunelere EKAP ile aşırı plastik deformasyon uygulaması gerçekleştirilmiş ve mikron altı mertebelerde ultra ince taneli yapılar elde edilmiştir. Saf titanyum numunelere ısıtılma işlemi uygulandıktan sonra numunelerin ilk halindeki tane boyutunu tespit etmek amacı ile optik mikroskop altında parlatılmış numuneler incelenmiş ve ortalama tane boyutu 58 μm olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.1, Şekil 3. 40a). Daha sonra uygulanan ardışık pasolar ile deformasyon oranı artmış, taneler incelmış ve farklı büyüklükte tane yapıları bir arada gözlemlenmiştir (Şekil 3.40). İlk paso sonrasında içyapıda yoğun dislokasyon artışı meydana gelmiş bazı tanelerde basit kayma ile alt taneler oluşturmuştur (Şekil 3.40b,3.53). Alt tanelerin oluşabilmesi için tane içerisinde dağınık olan dislokasyonların organize olarak yani tane sınırlarını oluşturması gerekmektedir. Bu durum tane iç enerjisinin artması ve devam eden pasolar ile birlikte yeni tanelerin oluşması ile devam etmektedir. EKAP saf titanyum için elde ettiğimiz sonuçlarla paralel olarak literatürde ilk pasoda sahip oldukları enerjiden dolayı büyük tanelerin içinde küçük tanelere nazaran daha çok dislokasyon oluştuğu vurgulanmıştır [156]. Bu durumda enerjisi artan büyük tanelerin uygulanacak ardışık pasolar ile küçük tanelere göre daha az enerji ile alt taneleri oluşturması beklenmektedir. Bu mekanizma sebebi ile küçük tane oluşumu büyük tanelerden başlamakta ve tane incelmeleri hızlanmaktadır. Yapılmış olan optik incelemeler esnasında bu mekanizma gözlemlenmiştir. İlk durumda mevcut olan büyük ve daha küçük tane boyutları arasındaki fark ikinci pasoda azalmıştır. Saf titanyumun tane incelmeleri ardışık pasolar ile hızla ilerlemiştir. Birinci ve ikinci pasolardan sonra ortalama tane boyutu yaklaşık olarak $\sim 22 \mu\text{m}$ ve $\sim 9 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür (Çizelge 4.1, Şekil 4.1, Şekil 3.40 b-c). Taneler arasındaki açının deformasyon miktarına paralel olarak yükseldiği ancak UİT saf

titanyum 10 paso'daki düşükte gözlemlendiği gibi belirli bir paso sayısından sonra açının büyüdüğü buna ilave olarak tanelerin küçülme hızının düştüğü hatta bu değerin büyüdüğü gözlemlenmiştir (Çizelge 4.1, Şekil 4.2). Ti13Nb13Zr'un ise başlangıçta lamelli bir yapıya sahip olduğu 0.26 μm lamel kalınlığına sahip olduğu gözlemlenirken EKAP işleminden sonra bu lamelli yapı ortadan kalmış ve 0.41 μm yuvarlak yeni tanecikler gözlemlenmiştir.

Çizelge 4. 1 APD Öncesi Ve Sonrası Numunelerin Tane Boyutu Ve Taneler Arasındaki Açılar Değerleri

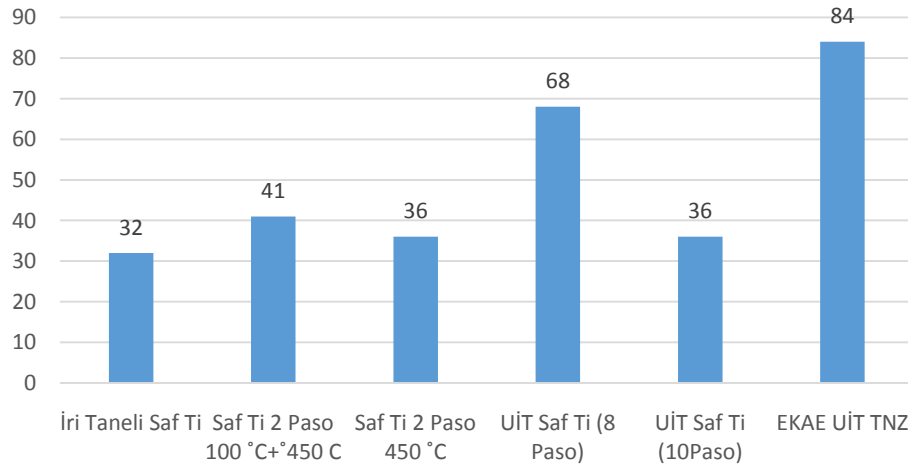
Numuneler / Özellikler	İri Taneli Saf Ti	Saf Ti 2 Paso 100 °C+°4 50 C	Saf Ti 2 Paso 450 °C	UİT Saf Ti (8 Paso)	UİT Saf Ti (10 Paso)	Soğuk Çekilmiş Ti13Nb13Zr	HE UİT Ti13Nb 13Zr	EKAP UİT Ti13Nb 13Zr
Tane Boyutu (μm)	58	1.9	1.7	0.52	0.55	0.26 (α Lamel Kalınlığı) 45	0.08 (α Lamel Kalınlığı) ı)	0.41
Taneler Arasındaki Açılar (%)	32	68	36	68	36	-	-	84

Tane Boyutu- Lamel Kalınlığı



Şekil 4. 1 Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanmış Numunelerin Tane Boyutu ve Lamel Kalınlığı Değişimleri

Taneler Arasındaki Açı (%)

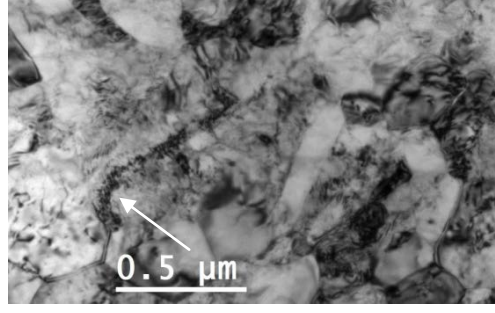


Şekil 4. 2 Farklı Paso sayılarında ve Farklı Sıcaklıklarda Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanmış Numunelerin Taneler Arasındaki Açıları

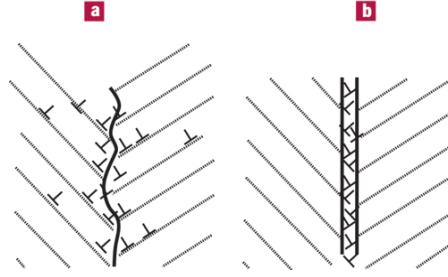
Saf titanyum için Şekil 3.50 ve Şekil 3.51’de görüldüğü üzere bazı tanelerin tane sınırları belirgin değildir, bunların farklı taneler olduğu değişen renk ile anlaşılmaktadır. Bu taneler tane içerisinde ve sınırlarında dağınık dislokasyonlara sahiptir. Paso sayısının

artması ile birlikte Şekil 3.53'de görüldüğü gibi kararsız tane sınırlarında artış gözlemlenmektedir. Bunun sebebi artan dağınık dislokasyonlar ile oluşmuş, enerjisi dengesi sağlanamamış taneler olarak tespit edilmiştir. Benzer bir yapı Şekil 3.54 B'de de gözlemlenmektedir. Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'de gösterilen bu durum tane incelmesi sebebi ile malzemenin dayanımı artsa da mekanik özelliklerin homojen dağılımının azalmasına sebep olması beklenmektedir. Devam eden pasolarda bu durum azalmakta ve homojenite artmaktadır. İlave pasolar ile tane içerisinde serbest dislokasyonlar organize olarak alt taneleri oluşturmaktadır bu durum Şekil 3.54 C'de gözlemlenmektedir. Devam eden pasolarda tane içerisindeki dağınık dislokasyonlar organize olarak alt taneler oluşturmaktadır. Benzer sonuçlar literatürde vurgulanmıştır, Young Gun Ko ve diğerlerinin gerçekleştirdiği çalışmada dislokasyon birikmesinin tane içerisinde gerçekleştiği ancak APD sebebi ile oluşan yüksek dislokasyon miktarlarının dislokasyon ilerlemesine karşı oluşan güçlü engeller olarak tane sınırlarında birikerek, kararsız tane sınırları oluşturduğu vurgulanmıştır. Bu tür bir mikro yapı belirli bir noktadan sonra gelecek ilave dislokasyonlar ile tane irileşmesini desteklemektedir [157-159].

Saf titanyum için gerçekleştirilen EKAP'de dislokasyon artışının doyum noktasına kadar devam ettirilen paso sayısında uygulamaları sonucu taneler küçülerek sınırlarındaki dislokasyon yoğunluğu azalmakta ve kararlı tane sınırları oluşmaktadır. Tane sınırları artmakta ve taneler arasındaki açının artması ile birlikte dislokasyonların deformasyon için alması gereken yol artmaktadır. Bu durumda malzemenin dayanımı artmaktadır (Şekil 3.50-53). Çekme eğrileri ve elde edilen maksimum çekme değerleri bu durumu doğrulamaktadır (Çizelge 3.13, Çizelge 4.2). Ancak belirli bir doyum noktasından sonra tanelerin daha fazla küçülmediği 10 paso uygulanan UİT Saf Ti'da gözlemlenmiştir (Çizelge 4.1).



Şekil 4. 3 Yüksek Dislokasyon Yoğunluğuna Sahip Tane Sınırı



Şekil 4. 4 Yüksek Dislokasyon Yoğunluğuna Sahip Tane Sınırları Şematik Gösterim

Saf titanyumun oda sıcaklığında gerçekleştirilen deneylerde yüzeyde derin çatlaklar gözlemlenmiştir. Titanyumun deformasyon işlemi esnasında kayma düzlem sayısının etkisi oluşan son mikroyapı için oldukça önemlidir. Literatürde fazla kayma düzlemine sahip yüzey merkezli kübik kafes kristal yapılı malzemeler için geniş kapsamlı mikro yapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir [160 -162]. Daha az sayıda kayma düzlemine sahip olan hegzagonal sıkı paket için plastik deformasyon işlemi büyük bir yoğunlukla yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilmektedir. Yüksek sıcaklık ikincil kayma düzlemlerinin aktifleşmesi ve difüzyonun artması ile şekil değiştirmeyi kolaylaştırmaktadır [88]. Bu sıcaklık malzemenin mutlak ergime sıcaklığının yarısı olarak kabul edilmektedir [163]. Yeniden kristalleşme sıcaklığına tekabül eden bu sıcaklık malzeme yapısında artan gerinim miktarı ile düşmektedir. Lowe T. ve diğerlerinin yapmış olduğu deneysel çalışmada titanyum için bu kritik sıcaklığın 200 °C olduğunu ifade etmiştir [164]. Hekzogonal sıkı paket yapıda az sayıda kayma düzlemi olması sebebi ile deformasyon düzleminde bazı tanelerde basit kayma gerçekleşirken bazıları deformasyona uğramamaktadır. Bu sebeple uygulanan ardışık pasolar ile bazı tanelerin büyüklüğü 300 nm ve daha küçük boyuta inerken bazıları ultra-ince taneli olarak kalabilmektedir. Bu durum Şekil 3.53'da gözlemlenmektedir. Tane küçülme mekanizmasına ilave olarak paso sayısı arttıkça yeniden kristalleşme sıcaklığının altında tane irileşmesi söz konusu

olmaktadır. Yukarıda vurgulandığı gibi deformasyon kesitinde bazı taneler deformasyona uğrarken bazıları uğramamaktadır ve farklı boyutta, geniş açılı taneler meydana gelmektedir. Şekil değiştirmeyen tanelerde dislokasyonlar birikmekte, iç enerji artmaktadır. Bu enerji artışında etkili olan tek faktör oluşan dislokasyonlar değildir. Etki eden diğer faktörler tane içerisinde depolanan enerji formülü ile ifade edilmiştir;

$$U_0^{Depolanan} = \frac{1}{2}\gamma^2 G + U_0^{Hata} \quad (4.1)$$

Buradaki γ deformasyon sonrası gerinim miktarını ifade ederken, G kayma modülü, U_0^{Hata} ise hatalardan dolayı depolanan enerji miktarını ifade etmektedir. Tane iç enerjisinin artışı tane sınırı ve ikizlenme artışına bağlı olarak ilerleyen pasolarda devam etmektedir.

$$U_0^{Hata} = U_{Dislakasyon} + U_{ikizlenme} + U_{Tane\ Sınırı} + U_{Noktasal\ Hatalar} \quad (4.2)$$

[12]

Buradaki $U_{Dislakasyon}$ dislokasyon yığılması sebebi ile $U_{ikizlenme}$ ikizlenme sebebi ile $U_{Tane\ Sınırı}$ tane sınırlarındaki, $U_{Noktasal\ Hatalar}$ noktasal hatalar sebebi ile tanede biriken enerjilerdir. Taneler enerjisini azaltmak istemektedir. Bunların hepsi itici güç oluşturarak düşük sıcaklıklarda yeniden kristalleşme ve tane irileşmesinin gerçekleşmesine sebep olabilmektedirler. Dar açılı tanelerde oluşan bu durum onların geniş açılı tanelere dönüşmesini sağlamaktadır. Daha sonraki pasolarda bu sistem aynı şekilde devam etmekte ve malzemenin tane yapısı incelmektedir. Figür 3.41b-3.42b-3.43b'de tane yönelim oranları verilmiştir. Bu verilerden anlaşılacağı üzere EKAP'da uygulanan paso sayısı 8'den 10'a yükseldiğinde tane yönelim miktarı azalmıştır. 8 pasolu durum için geniş açılı tane miktarı yaklaşık olarak ~ 68 % iken, 10 pasolu durum için bu değer ~ 36 %'e düşmüştür. Bunun yanı sıra 8 paso ve 10 paso için tane boyutu 550 nm olarak ölçülmüştür. Paso sayısı artmasına rağmen tane boyutu küçülmemiştir. Tane boyutunun büyümemiş olmasına rağmen tane yöneliminin azalmış olması dinamik yeniden kristalleşme, toparlanma oluşumuna işaret etmektedir [165-166]. Gerçekleştirilen ilave pasolar ile toparlanma gerçekleşmiş ve içyapıdaki dislokasyon yoğunluğu yeniden düzenlenmiştir. Oluşan bu yeni mikroyapıda dislokasyonlar poliganizasyon denilen yeni bir düzene girer ve taneler arasındaki açı azalır [167].

Yukarıda vurgulandığı gibi $U_{Dislokasyon}$, $U_{İkizlenme}$, $U_{Tane Sınırı}$ $U_{Noktasal Hatalar}$ değerlerinin hepsi bu oluşuma sebep olan faktörlerdir. Dinamik yeniden kristalleşme ve tane büyümesi için en önemli etkin faktör ise EKAP numunesinin deformasyon kesidinden geçerken dislokasyon yoğunluğunun doyum noktasına ulaşması ile birlikte oluşmaktadır. Bu değer literatürde ϵ_c olarak ifade edilmiştir. Sonraki pasolarda dislokasyon yoğunluğu arttıkça bu değer in yükseliş i, gerçekleşecek pekleşme azalarak artmaya devam edecektir. Dinamik yeniden kristalleşme doyum noktasına ulaştığında ise ϵ_c , ϵ_p değerine dönüşecek malzemenin sertliğinde düşme olması beklenmektedir. 10. Pasoda malzeme sertliğinde az bir düşüş gözlemlenmiştir (Çizelge 3.16), [88,166,168]. Gerçekleştirdiğimiz deneyde, 8 pasodan sonra dislokasyonların belirli bir doyuma ulaştığı 10 pasoda tane boyutunun küçülmeye devam etmemesi ile açıklanmaktadır. Dislokasyon oranının artışı ve işlem sıcaklığı ile birlikte tane irileşmesinin muhtemel olduğu bu durum 10 paso için yapılan EBSD incelemesinde rastlanılmamıştır.

Yüksek sıcaklık altında meydana gelen deformasyonlarda yeniden kristalleşme teorisinin açıklanması faz dönüşümleri sebebi ile oldukça zordur [88,166,168]. Saf Ti ve HE Ti₁₃Nb₁₃Zr için Gerçekleştirdiğimiz XRD analizlerinde omega faz dönüşümüne rastlanılmamıştır. Ancak titanyum için yüksek gerinim miktarlarında oluşması muhtemel olan omega fazı oldukça küçük kristal yapıya sahiptir ve faz analizlerinde gözlemlenmek oldukça güçtür. Yapılan bir çalışmada bu fazın TEM numunesi hazırlığı esnasında oluşan ısı sebebi ile çoğunlukla alfa fazına dönüştüğü vurgulanmıştır. Saf titanyum için gerçekleştirdiğimiz TEM incelemelerinde bu faza rastlanılmamıştır.

Her iki malzeme için de gerek TEM gerek EBSD görüntülerinde malzeme yapısında farklı boyutlarda tanelerin bir arada olduğu gözlemlenmektedir (Şekil 3.22-3.26,3.41-54). Malzeme yapısında oluşan farklı büyüklükteki tane yapılarının istenilen bir sonuç olduğu literatürde vurgulanmıştır [169-172]. Son dönemde aşırı plastik deformasyon ile nano yapı ve ultra ince taneli malzeme imalatı üzerinde birçok farklı teknik geliştirilmiştir. Numunelerde tane yapısı incelti lerek mekanik dayanımda artışlar sağlanmıştır ancak bu yapıların aşınma değeri için aynı artış sağlanamamıştır (Çizelge 3.18). Plastik deformasyon sonrası pekleşme sebebi ile sünekliğin azaldığı bilinmektedir [173]. Ancak tane boyutunun küçülmesi ve tane sınırlarından kayma

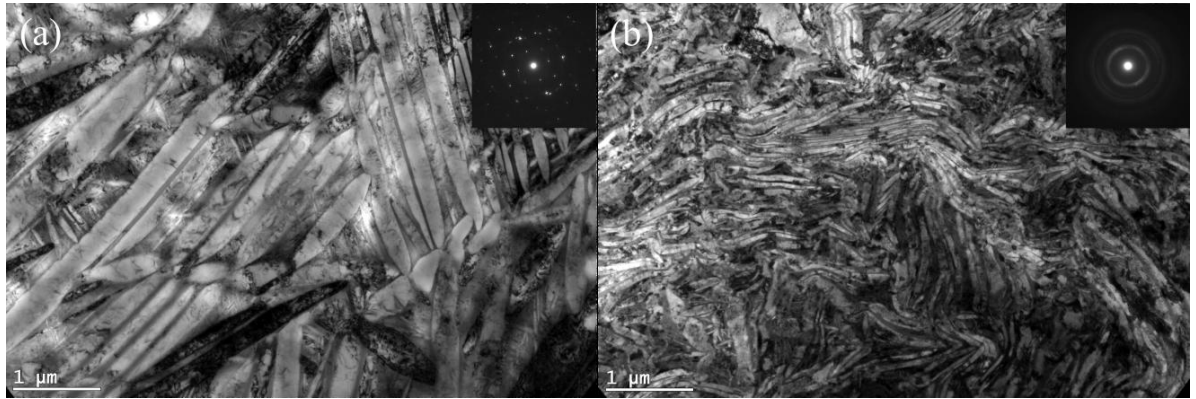
sünekliği olumlu yönde etkileyen diğer önemli kriterdir. Literatürde aşırı plastik deformasyon sonrası sünekliğin istenilen miktarlarda yükselmemesinin sebebi mikro yapıda oluşan pekleşme, dislokasyon birikmesi, tane sınırlarında oluşan ikincil fazlar olarak gösterilmiştir. Ayrıca titanyumun sahip olduğu yüksek iç enerji bölgesel dislokasyon oluşumunu engelleyerek sünekliğin düşmesine sebep olmaktadır. Aşırı plastik deformasyon ile elde edilmiş daha büyük tanelerin bir arada olduğu ultra ince taneli bimodal mikroyapıların sünekliğinin daha yüksek olduğu tespit edilmiştir [169].

Her iki numune ve teknik için de APD öncesi ve sonrasına nano yapıda meydana gelen değişimleri gözlemlemek amacı ile detaylı TEM incelemesi gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.22-26, Şekil 3.49-54). Bu görüntülerde hem titanyum hem Ti₁₃Nb₁₃Zr numuneleri için artan paso sayısı ile birlikte tane boyutunun küçüldüğü gözlemlenirken kutup desenlerinden içyapıdaki gerinim miktarının ve taneler arası açısının arttığı gözlemlenmektedir. 2 Paso 450 °C ve 1 Paso 100 °C +1 Paso 450 °C’de EKAP işlemi gerçekleştirilen saf titanyumun nano yapısı incelendiğinde her ikisinde de uzamış ve yuvarlak taneler bir arada görülmektedir. Ancak 1 Paso 100 °C +1 Paso 450 °C’de gerçekleştirilen EKAP işleminin tane küçültme üzerine etkisi EBSD sonuçlarında olduğu gibi daha az olmuştur (Şekil 3.46-3.47). Kutup deseni de incelendiğinde mikro yapıdaki dislokasyon oranının daha fazla olduğu gözlemlenmektedir. Her iki pasoda oluşmuş alt taneler, parçalı ve tane sınırlarında uzanan dislokasyon duvarları gözlemlenmektedir (Şekil 3.51). Malzeme içerisinde deformasyon arttıkça mikro yapı öncelikle deformasyon bantları oluşturarak tekrar organize olmaktadır. Sonrasında tane küçülmesi ile birlikte akış yönüne bağlı olarak kristal yönelimleri dönmektedir ve farklı taneler arasında farklı yönlerde dönüşler gerçekleşmektedir. Bu durumda geniş açılı küçük taneler oluşacaktır [174]. Bunu sağlayamayan taneler ise büyük ve dar açılı olarak kalmaktadır. 8 paso için gerçekleştirilen TEM incelemesinde ise tane boyutunun ultra ince taneli olduğu (>1 µm) ve yüksek iç enerjiye, dislokasyon yoğunluğuna sahip olduğu gözlemlenmektedir. Kutup deseni ise diğer tüm görüntülere nispeten daha uzamış ve fazla sayıda nokta içermektedir. Bu görüntüden numunenin yüksek deformasyon içeren geniş tane açısına sahip bir yapıda olduğunu anlaşılmaktadır.

Tez çalışmasında incelenmiş diğer bir malzeme ise yakın β fazlı Ti₁₃Nb₁₃’dur. Bu numuneler sıcak haddelenmiş olarak temin edilmiştir. EKAP, HE teknikleri kullanılarak

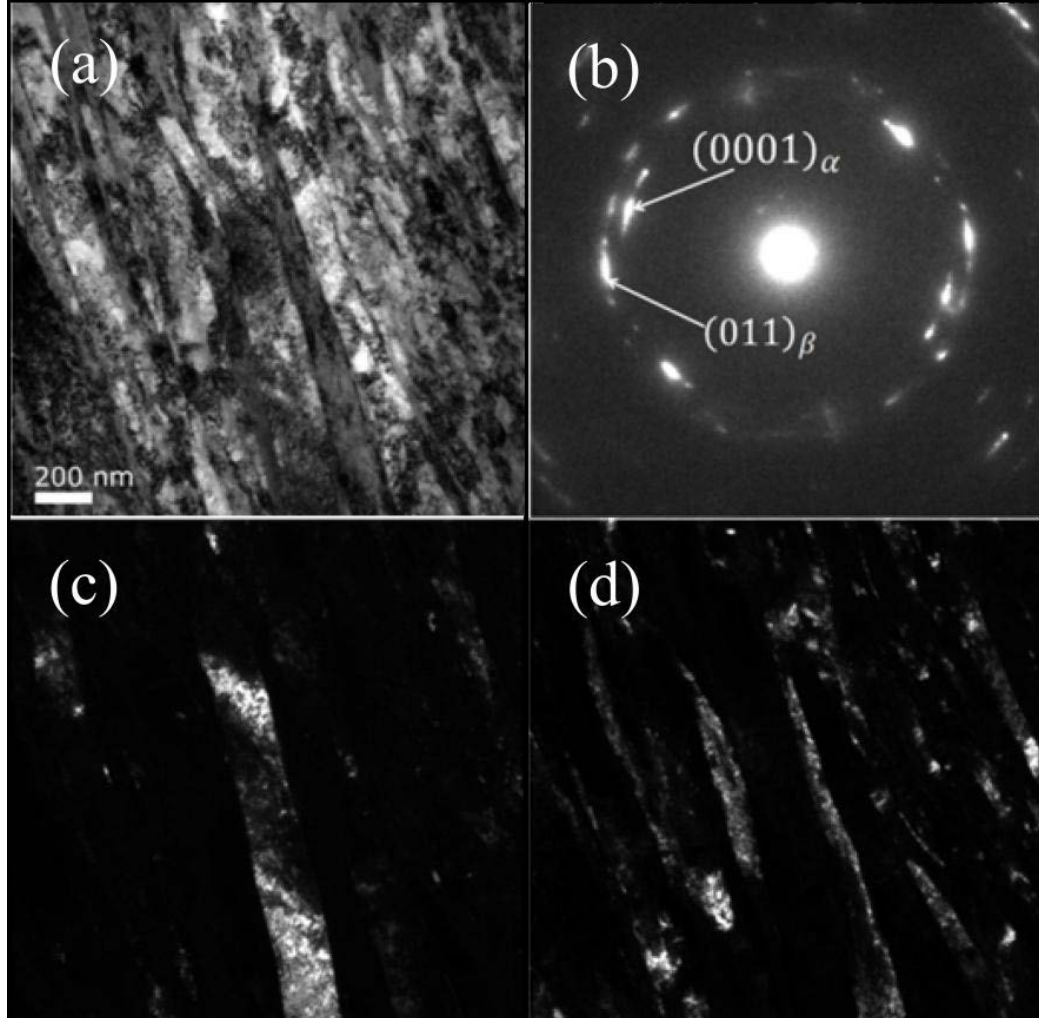
ultra ince taneli mikro yapı oluşturulmuştur. Her iki teknik için aynı yarı mamulden kesilmiş numuneler kullanılmıştır. Numunelerin ilk hali Şekil 3.21’de verilmiştir. Şekil 3.22’de yakın β faza ait lamelli mikro yapı gözlemlenmektedir. Aynı zamanda bu β fazların arasında α' lar gözlemlenmektedir (Şekil 3.23). Bu iğnemsî alfa oluşumlarının alaşımlama ve sıcak haddeleme işlemleri esnasında oluştuğu düşünülmektedir ve yakın beta fazına sahip malzemeler için bu durumun literatürde örneği mevcuttur [175]. Optik görüntü üzerinde yapılan incelemelerde ortalama tane boyutunun yaklaşık 45 μm olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.1, Şekil 4.1). TEM gözlemlerinde olduğu gibi ilk halin mikroyapısında gerinime rastlanılmamıştır.

HE işleminin sonrasında önemli oranda tane incilmesi gözlemlenmiştir Şekil 3.22. Yakın alfa fazlarının uzadığı ve eğildiği Şekil 3.22’de gözlemlenmektedir. α' (martenzit) fazının şekillendirilmesinin β fazına göre daha kolay olması sebebi ile mikro yapı morfolojisinde etkisinin daha yüksek olduğu literatürde vurgulanmıştır [176]. α' fazındaki bu tane iyileşmesinin yanı sıra yüksek gerinim miktarı sebebi ile mikro yapıda yoğun dislokasyonlar gözlemlenmektedir Şekil 4.5. Bütün bu değişimler mekanik dayanımın artışında etkili olan faktörlerdir.



Şekil 4. 5 HE a)Öncesi Ve b) Sonrası Ti13Nb13Zr Nano Yapı TEM Görüntüleri

Şekil 3.23-24’de ve Şekil 4.5 a)’da açık ve koyu renkte tanelerin yan yana dizildiği ve HE yönünde uzadığı gözlemlenmektedir. Aynı zamanda tane sınırlarına dik olarak α' fazının renk kontrastında değişiklikler gözlemlenmektedir. Bu değişimler dislokasyonlar sebebi ile oluşmuş farklı yönlerde doğru dönüş alt mikro yapıları göstermektedir. Literatürde örnek gözlemler yapılmıştır [176-177].



Şekil 4. 6 Ti13Nb13Zr HE 16'ya Ait TEM Ve KD Görüntüleri

Şekil 3. 25'de görüleceği gibi, Şekil 4.6 b'de difraksiyon deseninde gözlemlendiği üzere mikro yapıda α ve β fazına ait halkalar görülmektedir. Difraksiyon desen görüntüsünde tespit edilen $(0001)_\alpha$ and $(011)_\beta$ noktaları bu iki fazında mikro yapı içerisinde farklı iki kontrast renk ile mevcut olduğunu ispatlanmaktadır (Şekil 4.6 c,d). Difraksiyon noktalarının halka görünümü alması mikro yapıda tanelerin yönelim oranlarının arttığını göstermektedir. Şekil 3.27'de HE 16 numunesinin kesitinden alınmış TEM görüntüsü ve farklı noktalardan alınmış KD'leri gösterilmiştir. KD'lerinden anlaşılaacağı üzere kesit içerisinde farklı dislokasyon değerlerine sahip taneler mevcut bimodal tane yapısı görülmektedir.

EKAP uygulanmış Ti13Nb13Zr malzemesinde oluşan son mikroyapı ise HE işleminde elde edilen son mikroyapıdan oldukça farklı olduğu TEM ve EBSD görüntülerinde gözlemlenmiştir. İlk başta kullanılan sıcak haddelenmiş numunelerin mikroyapılarında

beta matrisinin içerisinde yayılmış iğnemsiz α' lar gözlemlenirken (Şekil 3.54) devam eden ardışık pasolarda bu çubukların kırıldığı ve sonrası ilave pasolarda yuvarlaklaştığı gözlemlenmiştir. T.Lee ve arkadaşları dinamik yuvarlaklaşma işleminin meydana gelmesini iki basamakta sınıflandırmıştır. İlk adımda tanelerin ayrılması ve sonrasında hataların hareket etmesi gerçekleşirken sonrasında yuvarlaklaşma süreci kayma bantlarının farklı fazlar arasında oluşan yivlerde başlamakta ve devam etmektedir. Birinci pasoda, Şekil 3.55'de gözlemleneceği üzere yüksek gerinimin ve EKAP işleminin uygulandığı B_c döndürme rotası sebebi ile çubukların yuvarlaklaştığı gözlemlenmiştir. Benzer sonuçlar APD işleminin uygulandığı diğer $Ti_{13}Nb_{13}Zr$ çalışmalarında da gözlemlenmiştir [206,207]. 8 pasonun sonunda ise yuvarlak tane yapısı gözlemlenmiştir.

4.2 Mikro Yapı Homojenitesi, Mekanik Özellikler ve Parametrelerin

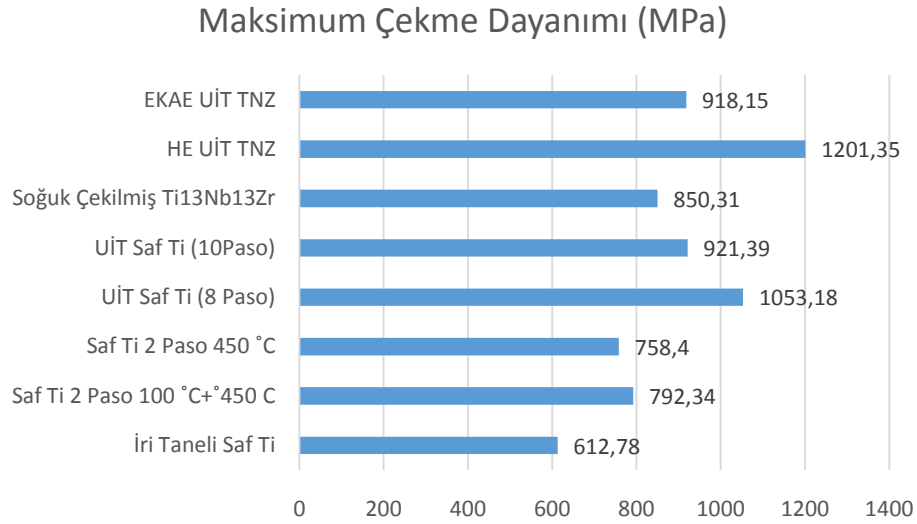
Optimizasyonu

Başarılı bir aşırı plastik deformasyon işlemi gerçekleştirebilmek için öncelikle numunenin yüzeyinde çatlak bulunmaması ve sertlik dağılımının homojen olması hedeflenmiştir. İlk adımda düzgün yüzeye sahip (çatlaksız) numune elde etmek için farklı sıcaklık ve rotalarda ekstrüzyon işleminde gerçekleştirilmiştir.

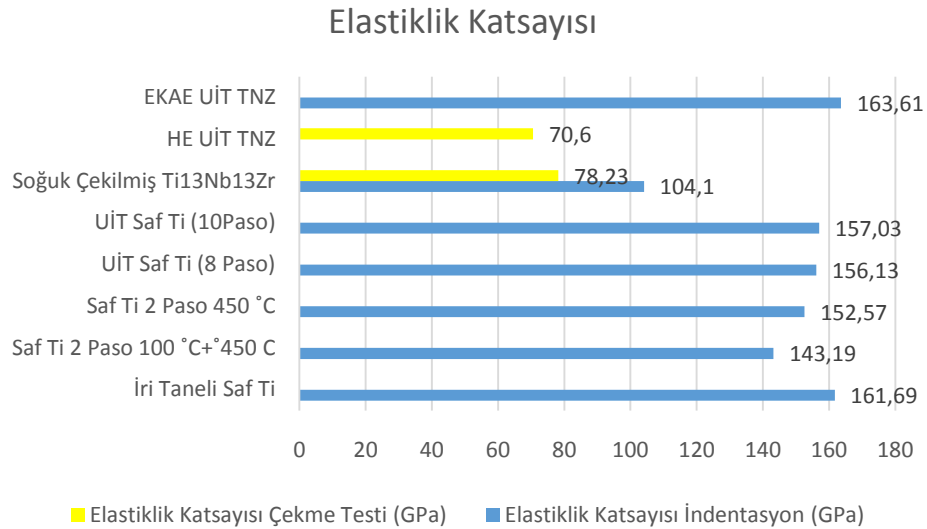
Çizelge 4.2 APD Öncesi ve Sonrası Numunelerin Mekanik Özellikleri

Numuneler	İri Taneli Saf Ti	Saf Ti 2 Paso 100 °C+°450 C	Saf Ti 2 Paso 450 °C	UİT Saf Ti (8 Paso)	UİT Saf Ti (10Paso)	Soğuk Çekilmiş Ti13Nb13Zr	HE UİT Ti13Nb1 3Zr	EKAP UİT Ti13Nb1 3Zr
Maksimum Çekme Dayanımı (MPa)	612.78	792.34	758.40	1053.18	921.39	850.31	1201.35	918.15
Kopma Uzaması (mm)	13.90	3.98	7.58	8.34	7.86	19.56	9.03	6.91
Elastiklik Katsayısı (GPa)	161.69 (Nano İn.)	143.19 (Nano İn.)	152.57 (Nano İn.)	156.13 (Nano İn.)	157.03 (Nano İn.)	78.23 (Çekme Testi) 104.10	70.60 (Çekme Testi)	163.61 (Nano İn.)
Sertlik	179 Hv0.2	272 Hv0.2	244 Hv0.2	309.35 Hv0.2	302.26 Hv0.2	271 Hv 0.5 262 Hv0.2	319 Hv 0.5 312 Hv0.2	332 Hv0.5 329 Hv0.2

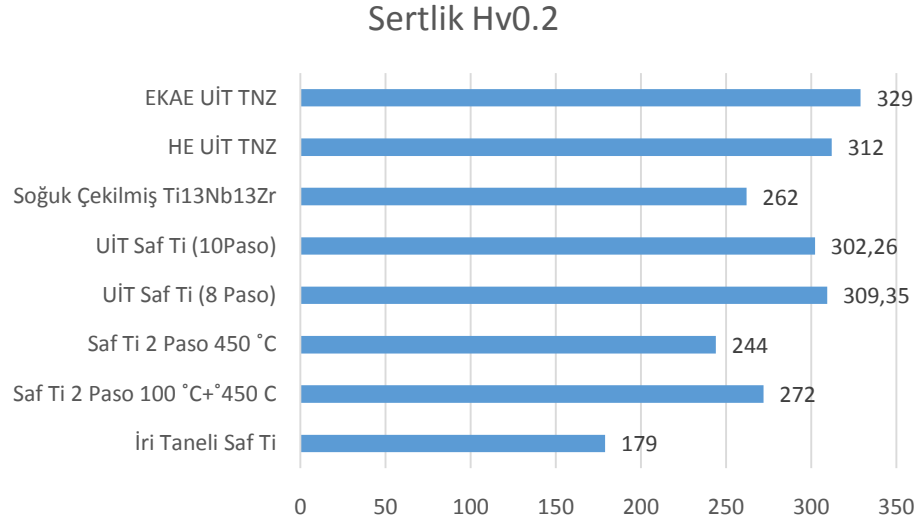
Özellikle Ti₁₃Nb₁₃Zr için minimum çalışma sıcaklığının oldukça yüksek 600 °C olduğu gözlemlenirken saf titanyum 100 °C'de basılabilmektedir. Şekil 4.10' da görüldüğü gibi 450 °C'de basılan Ti₁₃Nb₁₃Zr numunede derin çatlaklar gözlemlenmiştir. Farklı malzemelerde ve paso değerleri için elde edilen mekanik testlere ait sayısal veriler Çizelge 4.2'de verilmiştir.



Şekil 4. 7 Farklı Sıcaklıkta ve Paso Değerlerinde Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanmış Numunelere Ait Maksimum Çekme Dayanımı Değerleri



Şekil 4. 8 Farklı Sıcaklıkta ve Paso Değerlerinde Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanmış Numunelere Ait Elastiklik Katsayısı Değerleri



Şekil 4. 9 Farklı Sıcaklıkta ve Paso Değerlerinde Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanmış Numunelere Ait Sertlik Değerleri



Şekil 4. 10 450 °C'de aşırı plastik deformasyon uygulanan Ti13Nb13Zr numuneler sırasıyla 1-3 paso

Uzun numune boylarının pim kırılmasına sebep olduğu, daha kısa olanların ise aynı numuneden gerçekleştirilmek istenen optik ve mekanik incelemeler için yeterli miktarı karşılayamadığı gözlemlenmiştir (Şekil 4.11). Optimum işlem sıcaklığı ve numune boyu tespit edildikten sonra tekrarlı deneyler ile APD işlemi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4. 11 a) Uzun Numuneler İçin Kullanılan Kalıbın Pim Kırılması Sonrası Kalıp Görüntüsü b) Kısa Numuneler İçin Kullanılan Kalıbın Aşınması Sonrası Kalıp Görüntüsü

EKAP işlemi gerçekleştirilen UİT saf titanyumun dayanımında oldukça yüksek bir artış gözlemlenmiştir. Maksimum çekme dayanımı başlangıç durumunda 622.78 N iken bu değer tane incelmesi ile birlikte 1053.18 N değerine yükselmiştir. Yüksek deformasyon oranları ile mikroyapıda meydana gelen değişimler kopmanın gerçekleşeceği noktaya kadar oluşan bölgenin azalmasına sebep olmuştur. Literatürde gerçekleştirilen saf titanyum EKAP çalışmalarında farklı değerler elde edilmiştir. Bu değerler EKAP sonrası gerçekleştirilen ilave ısıtılma veya termo-mekanik işlemler ile 877-1250 MPa arasında değişmektedir [178-180]. Tane incelmesi ile açıklanan mekanik dayanımdaki bu artış dislokasyon pekleşmesi ve tane iyileşmesi yani Hall-Petch denklemi ile açıklanabilirken, gerçekleştirilen çalışmalarda numunelerin UİT olmasına rağmen farklı dayanım değerlerinin açıklanması için yetersiz kalmaktadır. Bu durumun sebepleri arasında farklı sıcaklıkta gerçekleştirilen işlemler ve farklı başlangıç numunelerinin mikroyapılarında oluşabilecek ikincil fazlar, alt tanelerde oluşan küçük açılı tane sınırlarıdır ($KATS < 15^\circ$). Hall-Petch denklemi genel olarak geniş açılı tane sınırı kabulü yapmaktadır ve yukarıda bahsi geçen farklılıklara formülde yer verilmemiştir [181]. Bu sebeple daha yakın hesaplamalar gerçekleştirmek amacı ile Hall-Petch denklemi geliştirilmiştir; $\sigma = \sigma_0 + \sigma_{BATS} + \sigma_{KATS} + \Delta\sigma_{TOD}$ (4. 1)[181]

Bu formüldeki σ_{BATS} büyük açılı tane sınırı, σ_{KATS} küçük açılı tane sınırı sebebi ile oluşan dayanım artış veya azalışı olurken $\Delta\sigma_{TOD}$ ikincil fazlara pontasiyel oluşturan taneler arasında dağılmış oksit sebebi ile oluşan dayanım değişimidir.

Saf titanyum için artan paso miktarı ile başlangıç durumuna göre malzemenin pekleşme kabiliyetinin düştüğü maksimum çekme dayanımına ulaştıktan sonra kopmanın gerçekleştiği görülmektedir (Şekil 3.58, Çizelge 4.2, Şekil 4.7). Başlangıç durumuna göre oluşan bu değişim deformasyon sırasında oluşan geniş açılı tane sınırlarının mekanik dayanımın artışını sağlarken dar açılı ve kararsız alt tane sınırları dislokasyonların tane sınırlarından ilerlemesini, homojen şekil değişimini engellemektedir. Titanyumun sahip olduğu şekil değiştirme mekanizmalarının bu değişime katkısı önemlidir. Limitli kayma düzlemine sahip hegzagonal sıkı paket kristal yapısına sahip saf titanyum, yüksek deformasyon oranlarının etkisi ile ikizlenme ile de şekilde değiştirmektedir. Ancak ikizlenme esnasında atomik yer değiştirme kaymaya göre daha azdır. Bu yüzden sadece ikizlenme mekanizmasının etkin olduğu bir şekil değiştirme ile EKAP'nin sebep olduğu deformasyon oranlarını mikroyapısında oluşturmada yeterli değildir. Bu durumda ikizlenme mekanizmasına ilave olarak kayma gerçekleşmektedir. Bu özellikle düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilen EKAP işlemi için önemlidir. Oluşan bu sistemler yüksek deformasyon oranlarında kaymanın yeni tane oluşumunu tamamlanmasını sağlayamadığı gözlemlenmiştir [182]. Oluşan dar açılı alt taneler yüksek dislokasyon içeren kararsız yapıdadır. Bunlar ilerlemeye çalışan dislokasyonları engellemektedir ve bu oluşumum akma noktasından sonra daha erken kopmaya sebep olduğu düşünülmektedir. Saf titanyumun kopma uzaması 13.9 mm değerinden 8.34 mm'ye düşmüştür. Bu düşüşe rağmen mekanik dayanımdaki artış APD tekniğini üstün kılmaktadır. Ayrıca Çizelge 4.2'de gözlemlendiği gibi paso sayısının artması ile birlikte kopma uzaması artmaktadır. APD işleminin ilk pasolarında dislokasyonlar tane içerisinde birikmekte veya kayma bantları oluşmaktadır. Devam eden pasolarda numuneler döndürülerek tekrar kalıba yerleştirilmekte ve bu sefer farklı yönlerde yeni bantlar oluşmakta tane küçülmesi sebebi ile yeni daha düşük iç enerjiye sahip küçük taneler oluşmaktadır [29]. Bu durum ilk pasolarda meydana gelen homojen olmayan dağılımın azalması anlamına gelmektedir. İlk pasolarda oldukça düşen kopma uzaması devam eden pasolarda artmaktadır.

8. Pasodan sonra ilave olarak gerçekleştirilen EKAP işleminin çekme dayanımına negatif etkisi Şekil 3.58'deki grafikde Çizelge 4.2'deki mekanik değerlerde ve Şekil 4.7'deki histogramda gözlemlenmektedir. Akma noktasına kadar benzer davranış gösteren bu iki numune grubu akma noktasından sonra kopmaya kadar olan bölgenin 10 paso basılmış numune için daraldığı görülmektedir. Bu durum malzeme yapısında artan pekleşme miktarı ile açıklanmaktadır. Mekanik dayanımdaki azalış ise artan iç enerji ile oluşması muhtemel olan tane irileşmesi, bölgesel olarak yoğunlaşan homojen olmayan taneler ile açıklanmaktadır.

2 paso 450 °C ve 1 Paso 100 °C sonrasında 1 Paso 450 °C rotası ile basılan numuneler kıyaslandığında iki numune rotasının birbirine yakın maksimum çekme dayanım değeri verdiği, farklı sıcaklıklarda basılan numunenin maksimum çekme değerinin yaklaşık 34 MPa daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca, soğuk basılan numunenin deformasyon kopma uzamasının sıcak basılan numuneye göre daha az olduğu gözlemlenmektedir. Bu durum soğuk basılan numunenin mikro yapısında oluşan homojen olmayan yoğun dislokasyonlar ile açıklanmaktadır, optik teknikler ile gerçekleştirilen mikro yapı incelemelerinde gözlemlenmiştir. Yapılan EBSD incelemesinde 1 Paso 100 °C sonrasında 1 Paso 450 °C rotası basılan numunenin taneler arasındaki açının 2 paso 450 °C numunesine göre daha fazla olduğu tespit edilmiştir. Bu değerler 1 Paso 100 °C sonrasında 1 Paso 450 °C, 2 paso 450 °C için sırasıyla %41 ve %48 olarak tespit edilmiştir. EBSD ile taranan bölgelerde 2 paso 450 °C için ikizler gözlemlenmiş ancak TEM görüntülerinde bunlara rastlanılmamıştır. Geliştirilen bu yeni rota tane incelmesinde daha etkili olurken mikro yapının homojenitesinin azaldığı gözlemlenmiştir.

Yakın β fazına sahip $\text{Ti}_{13}\text{Nb}_{13}\text{Zr}$ alaşımının EKAP işlemi ile elde edilen UİT mikro yapıdaki numunenin çekme testinde ilk duruma göre 850.31 MPa değerinden 918.15 MPa değerine artış gözlemlenmiştir. Beta titanyum ile gerçekleştirilen EKAP işlemi için literatürde benzer değerler mevcuttur. EKAP işlemine ilave olarak gerçekleştirilen plastik deformasyonlar ile bu değer yaklaşık 1100 MPa değerlerine yükselmiştir [183]. HE tekniğine göre EKAP tekniğinde mekanik artış daha az olmuştur. HE tekniği ile başlangıç durumunda çekme dayanımı 850 MPa iken birinci pasoda bu değer 1099 MPa'a yükselirken ikinci pasoda bu değer 1201 MPa değerine yükselmiştir. HE tekniği

etkin bir şekilde tane incelmesi sağlarken maksimum çekme dayanımında EKAP tekniğine göre önemli oranda daha fazla artış sağlamıştır. TEM görüntüleri incelendiğinde EKAP ile elde edilen numunelerin tanelerinin ultra ince taneli yapıda olmasının yanı sıra eş eksenli olduğu gözlemlenmiştir. HE tekniğine ait TEM görüntülerinde ise tane incelmesinin yanı sıra, mikro yapıda yönelimli taneler mevcuttur, bu yapı dayanımın daha fazla artmasını sağlamıştır. Bu inceleme ile mekanik dayanımın artmasında tane küçülmesinin yanı sıra uzamış tanelerin oldukça fazla etkisi olduğu gözlemlenmiştir.

10 paso basınlan saf Ti dışında paso sayısının artması ile birlikte bütün numunelerde sertlik değerlerinde artış gözlemlenmiştir. Başlangıç koşullarında 179.84 HV_{0.2} sertliğinde olan saf titanyum 10. Pasodan sonra bu değerinin 302.26 HV_{0.2} değerine ulaştığı gözlemlenmiştir. En büyük artış birinci pasoda 242.97 değeri ile gözlemlenmiştir. Sonraki 5. ve 6.pasolarda bu değerler birbirine yakın iken 8. Pasoda yaklaşık 10 HV_{0.2} artmıştır (Şekil 3.31). Ti13Nb13Zr için gerçekleştirilen EKAP işleminde başlangıç durumunda olan 262.78 HV_{0.2} değeri EKAP tekniği ile UİT durumunda 332.05 HV_{0.2} değerine yükselmiştir. HE ekstürüzyon ile tane inceltmesi gerçekleştirilen Ti13Nb13Zr'nin sertlik değeri başlangıçta 271 HV_{0.5} iken daha sonra 319 HV_{0.5} olarak ölçülmüştür. EKAP tekniği ile gerçekleştirilen deneylerde sertlik değerinin bu kadar fazla artması işlem sıcaklığının oldukça yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi sebebi ile mikroyapıda artan karbon ve oksijen gibi diğer elementlerin yol açtığı düşünülmektedir. HE tekniğinde bu kadar fazla artışın olmaması ve işlemin oda sıcaklığında gerçekleştirilmiş olması bu sonucu desteklemektedir.

Farklı sıcaklıkların ardışık pasolarda uygulandığı numunelerin sertlik değerleri incelendiğinde 2 paso 450 °C'de basılmış numunenin sertlik değerinin 244.59 HV_{0.2} ile en düşük değeri verirken 100 °C'de basılmış numunenin 276.51 HV_{0.2} ile en yüksek değeri verdiği gözlemlenmektedir. Farklı sıcaklıkların uygulandığı 100 °C+ 450 °C rotasında ise 100 °C iki paso basılan rotaya göre nispeten daha düşük olan 272 HV_{0.2} değerine ulaşmıştır. Deformasyon sıcaklığına bağlı olarak sertlik değerinin değişmesi farklı sıcaklıklarda şekil değişim mekanizmaları ile ilgilidir [97]. Bu artış; 300 °C'nin altındaki sıcaklıklarda gerçekleştirilen EKAP işleminde ikizlenme mekanizmasının baskın şekil değiştirme mekanizması olması, mikro yapıda artan dislokasyon tırmanmasını

baskılayacak şekilde tane sınırlarında bulunması, homojen olmayan şekil değiştirme ile açıklanabilmektedir [97].

Mikro yapı homojenliğini değerlendirmek amacı ile yüzeylerin sertlik haritası çıkarılmıştır. 8 paso 450 °C'de basılarak elde edilen numunenin sertlik haritası yüzeyinde 4 µm adım aralıklar ile 85 farklı noktadan ölçüm alarak oluşturulmuştur (Şekil 3.63). Sertlik dağılımının genel olarak homojen olduğu dış kısımlarda ise 10-20 HV_{0.2} kadar daha düşük olduğu gözlemlenmektedir. Bu değerler sertlik dağılımına bağlı olarak mikro yapının homojen olduğunu göstermektedir. Farklı sıcaklıkların uygulandığı 100 °C+ 450 °C rotasında ise 450 °C iki paso basılan rotaya göre nispeten daha düşük homojenliğe sahip olduğu Şekil 3.64 ve Şekil 3.65'de gözlemlenmektedir.

Numunelerin elastik katsayısının değişimini öğrenmek amacı ile indentasyon testi uygulanmıştır. Elde edilen veriler numunelerdeki değişimi değerlendirmek amacı ile yapılmıştır. Bu değerlerin literatürde mevcut olan standart çekme testi ile elde edilmiş verilerden daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Gerçekleştirilen bu tez çalışmasında elastiklik katsayısındaki değişimin indentasyon testi ile incelenmesinin nedeni ise numunelerin küçük ve standart dışı olması, çekme testi esnasında videolu eksansometre kullanılamaması sebebi ile elastiklik katsayısı verilerinin güvenilir olmamasıdır. Bu nedenle bütün numuneler kalibre edilmiş bir indentasyon cihazı kullanarak aynı şartlar altında aynı ölçüm parametreleri ile test edilmiş ve elastiklik katsayısındaki değişim değerlendirilmiştir. Bilindiği üzere elastiklik katsayısı malzeme yapısında bulunan atomların birine olan mesafesine bağlı olarak değişen bir özelliktir. Metallerde bu değeri değiştirmek amacı ile farklı alaşım elementleri kullanarak kristal yapılar değiştirilmektedir. Ancak yapılan çalışmalarda elastiklik katsayısının soğuk deformasyonla sağlanan tane yönelimlerinin değişiminin ve ısıtım işlemlerin de bu değeri değiştirdiği gözlemlenmiştir [184-185]. Tez çalışması kapsamında elde edilen sonuçlarda elastiklik katsayısı tane incelmesi ile birlikte saf titanyum için yakın değerlerde olduğu, ~ 14 GPa düştüğü gözlemlenmiştir. Bu durum kristal yapılarda çok önemli bir değişimin meydana gelmediğini göstermektedir. Ti₁₃Nb₁₃Zr 'da ise oldukça fazla bir yükseliş olduğu gözlemlenmektedir. Elastiklik katsayısı genel olarak soğuk deformasyon ile yükselen bir değerdir [208]. Bu yükselişin sebebi pekleşme olduğu gibi buna ilave olarak 600 °C gibi oldukça yüksek bir sıcaklıkta gerçekleştirilen EKAP işlemi

esnasında oluşması muhtemel olan başka elementlerin mikro yapıya nüfus etmesidir. A. T. Perez ve diğerlerinin gerçekleştirdiği deneysel bir çalışmada beta fazlı titanyum alaşımına uygulanan soğuk deformasyon sonrası yapıda deformasyon güdümlü omega faz oluşumu sebebi ile elastiklik kat sayısında artış gözlemlenmiştir [185]. İşlem esnasında karbon, oksijen, demir gibi elementler malzeme yapısındaki kafesler arasına yerleşerek kristal hatalara sebep olabilmektedir. Bu durum mikro yapıya nüfus eden elementin türüne bağlı olarak sertlik de olduğu gibi elastiklik katsayısını da artırıp azaltabilmektedir.

EKAP işlemi esnasında hangi parametrenin ne kadar etkisi olduğunu ve seçilen seviyeler arasından optimal koşulları tespit etmek amacı ile kullanılan Taguchi L27 tablosu, mikro sertlik homojenite dağılımına bağlı olarak Sinyal/Gürültü grafiğinde sırasıyla A1, B2 ve C1 parametreleri olarak tespit edilmiştir. Bu parametrelerin karşılığı sırasıyla 0.1 mm/s pres hızı; 300 °C sıcaklık B_c rotasıdır. Oda sıcaklığında 5-0.1mm/s hız aralığında gerçekleştirilen deneyler malzeme yüzeyinde meydana gelen çatlaklar ve kopmalar sebebi ile başarıya ulaşamamıştır. Optimal işlem sıcaklığı ise literatürde yaygın olarak kullanılan 450°C'nin aksine 300 °C olarak tespit edilmiştir. Deneylerde kullanılan parametreler arasında en etkili olanı %48.5 oranla pres hızı olarak bulunmuştur. Doğrulama testi gerçekleştirmek amacı ile optimum deney parametreleri ile numune elde edilmiştir ve bu numunenin sertlik dağılımının standart sapması 15.9 ile en küçük değer olarak elde edilmiştir. İstatistiksel olarak anlamlılığı değerlendirmek amacıyla Varyans analizi uygulanmış ve analiz %86 R² değeri ile bütün parametreleri anlamlı bulunmuştur.

4.3 Ultra İnce Taneli Malzemelerin Biyomedikal İmplant Olarak Uygunlukları - Aşınma ve Biyolojik Uyumluluk

Biyomedikal implant olarak uygunlukları, aşınma ve biyolojik uyumluluğu test etmek amacı ile gerçekleştirilen deneyler ve elde edilen sayısal veriler karşılaştırılmalı olarak Çizelge 4.3-4'de ve Şekil 4.13-16'daki histogramlarda verilmiştir. Aşınma testi HE

Çizelge 4. 2 APD öncesi ve sonrası numunelerin biyolojik uyumluluğunu gözlemlemek için gerçekleştirilen test sonuçları

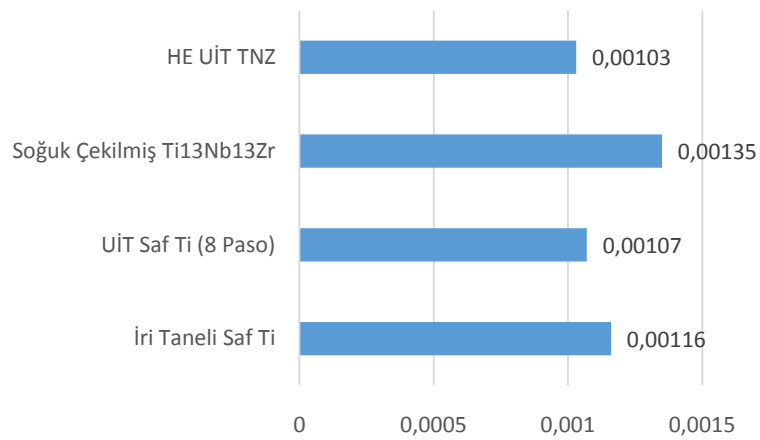
Numuneler Özellikler	İri Taneli Saf Ti	UİT Saf Ti (8 Paso)	Sıcak HaddelenmişTi1 3Nb13Zr	HE UİT Ti13Nb13Zr	EKAP UİT Ti13Nb13Zr
Aşınma Dayanımı- Kütlesi (gr)	$11.6 \cdot 10^{-4}$	$10.7 \cdot 10^{-4}$	$13.5 \cdot 10^{-4}$	$10.3 \cdot 10^{-4}$	
Aşınma Dayanımı- Sürtünme Katsayısı	0.61	0.59	0.59	0.55	
Yüzey Yüzey Modifikasyonu, Pürüzlülüğü Ortalama R_a Değerleri	1.75	1.82	2.16	1.67	1.84
Biyolojik Uyumluluk (Hücre Tutunumu-12,24 Saat)	Parlak: $11 \cdot 10^2$, $15 \cdot 10^2$ Kumlanmış : $11.6 \cdot 10^2$, $16.6 \cdot 10^2$	Parlak: $14 \cdot 10^2$, $18 \cdot 10^2$ Kumlanmış : $15.6 \cdot 10^2$, $20 \cdot 10^2$	24 saat: Parlak: $65 \cdot 10^3$ /K umlanmış: $62 \cdot 10^3$		24 saat: Parlak: $71 \cdot 10^3$ /Kumla nmış: $73 \cdot 10^3$
Biyolojik Uyumluluk (Hücre Çoğalması-48,72, 96 Saat)	Parlak: $19.6 \cdot 10^2$, $27 \cdot 10^2$, $34.3 \cdot 10^2$ Kumlanmış : $23 \cdot 10^2$, $34 \cdot 10^2$, $40.6 \cdot 10^2$	Parlak: $27 \cdot 10^2$, $32 \cdot 10^2$, $41 \cdot 10^2$ Kumlanmış : $30 \cdot 10^2$, $46 \cdot 10^2$, $53 \cdot 10^2$	48,72 saat: Parlak: $76 \cdot 10^3$, $98 \cdot 10^2$ /Kumlan mış: $78 \cdot 10^3$, $95 \cdot 10^3$		48,72 Saat Parlak: $88 \cdot 10^3$, $116 \cdot 10^2$ /Kumlanm ış: $85 \cdot 10^3$, $120 \cdot 10^2$

Çizelge 4. 4 APD öncesi ve sonrası numunelerin biyolojik uyumluluğunu gözlemlemek için gerçekleştirilen Abutment İmplant Açıklığı ve Yüzey Islanabilirlik test sonuçları

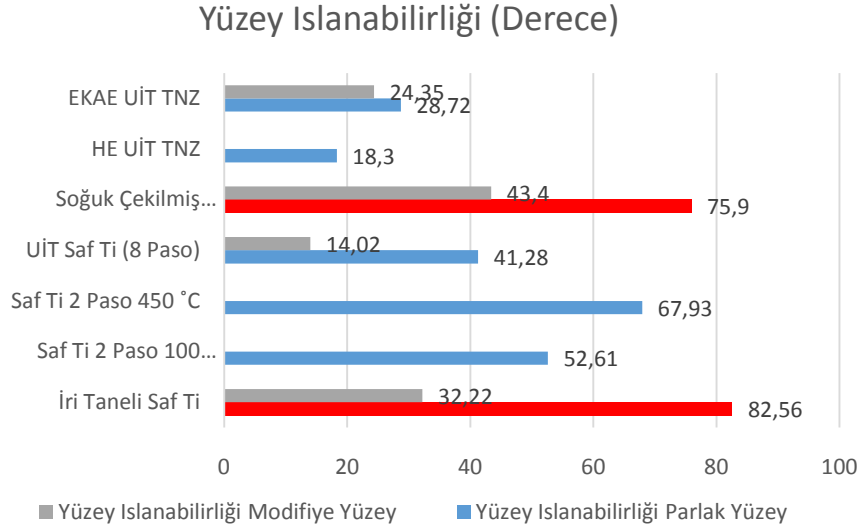
Numuneler Özellikler	İri Taneli Saf Ti	Saf Ti 2 Paso 100 °C+°450 C	Saf Ti 2 Paso 450 °C	UİT Saf Ti (8 Paso)	Sıcak Haddelen mişTi13Nb 13Zr	EKAP UİT Ti13Nb13Z r
Abutment- implant Açıklık (µm)	6.68			1.04		
Yüzey Islanabilirliği Parlak/Modif ive Yüzey (°)	82.56/ 32.22	52.61	67.93	41.28/1 4.02	/43.40	28.72/ 24.35

Mekanik profilometre ile gerçekleştirilen ölçümlerde aşınma alanını tespiti için aşınma alanının genişliği tercih edilmiştir. Bazı çalışmalarda bu amaçla aşınma alanının sınırlarının tercih edildiği görülürken, Stolyarov V.A.T. ve diğerlerinin çalışmasında ifade edildiği gibi aşınma sınırlarının genişliği üzerinden gerçekleştirilen formüllerde aşınma sınırlarının düzensiz olması ölçüm sonuçlarını etkilediği gözlemlenmiştir. Bu sebeple aşınma alanı kullanarak hesaplama gerçekleştirilmiştir [186].

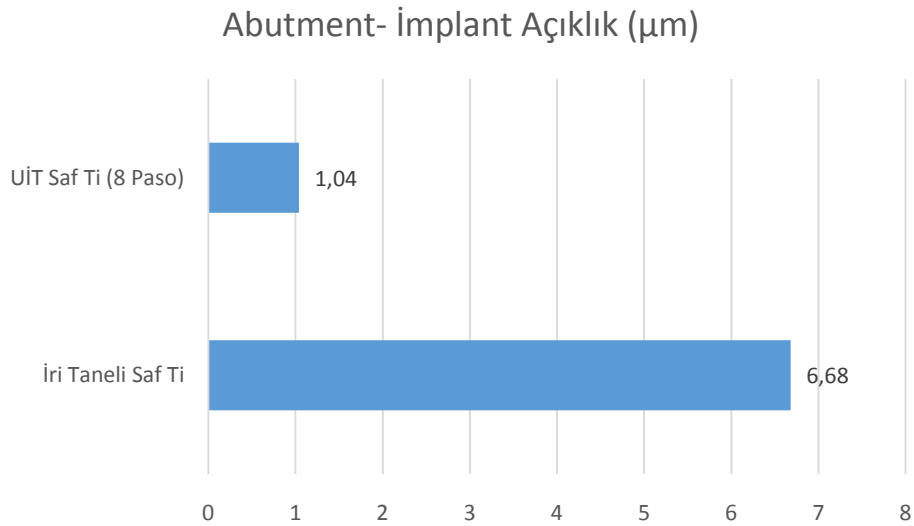
Aşınma Dayanımı- Kütle Değişimi (gr)



Şekil 4. 12 Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanmış Saf Titanyum Seviye 4 ve Ti13Nb13Zr için Aşınma Testinde Elde Edilen Kütle Değişim Değerleri

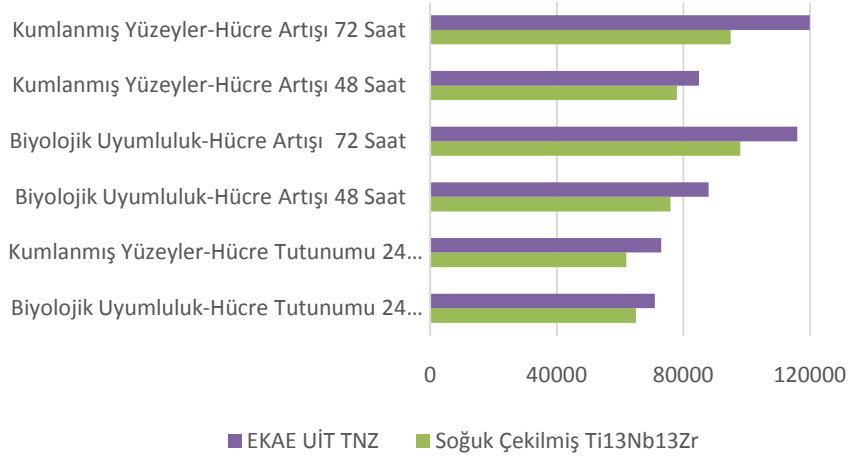


Şekil 4. 13 Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanmış Parlak ve Kumlanmış Yüzeylere Ait Yüzey Islanabilirlik Değerleri



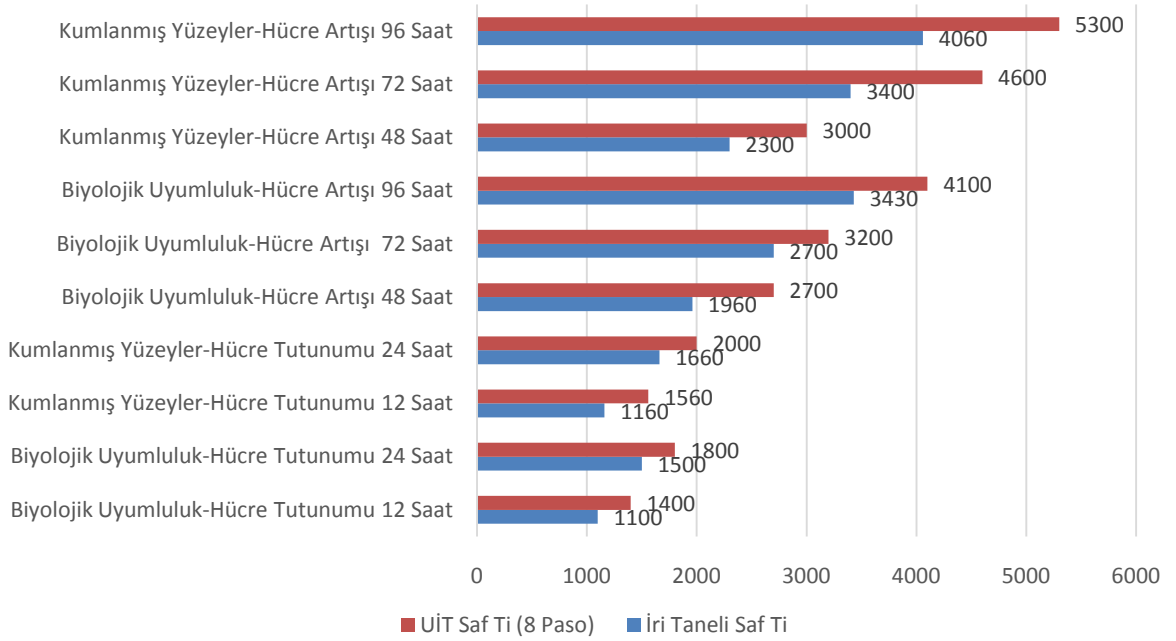
Şekil 4. 14 Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanmış Saf Titanyum Seviye 4'e Ait Abutment İmplant açıklık Değerleri

Hücre Testleri Ti13Nb13Zr



Şekil 4. 15 Ti13Nb13Zr'a Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanmış Parlak ve Modifiye Yüzeylere Ait Hücre Testleri

Hücre Testleri Saf Ti



Şekil 4. 16 Saf Titanyum Seviye 4'e Aşırı Plastik Deformasyon Uygulanmış Parlak ve Modifiye Yüzeylere Ait Hücre Testleri

Aşınma oranlarına göre değerler ilk hal HE20 ve HE16 için sırasıyla $51.6 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^2$, $43.7 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^2$, $31.7 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^2$ olarak hesaplanmıştır. EKAP ile elde edilen saf titanyum için hassas terazi ile gerçekleştirilen testlerden önce ve sonra ağırlık ölçümü

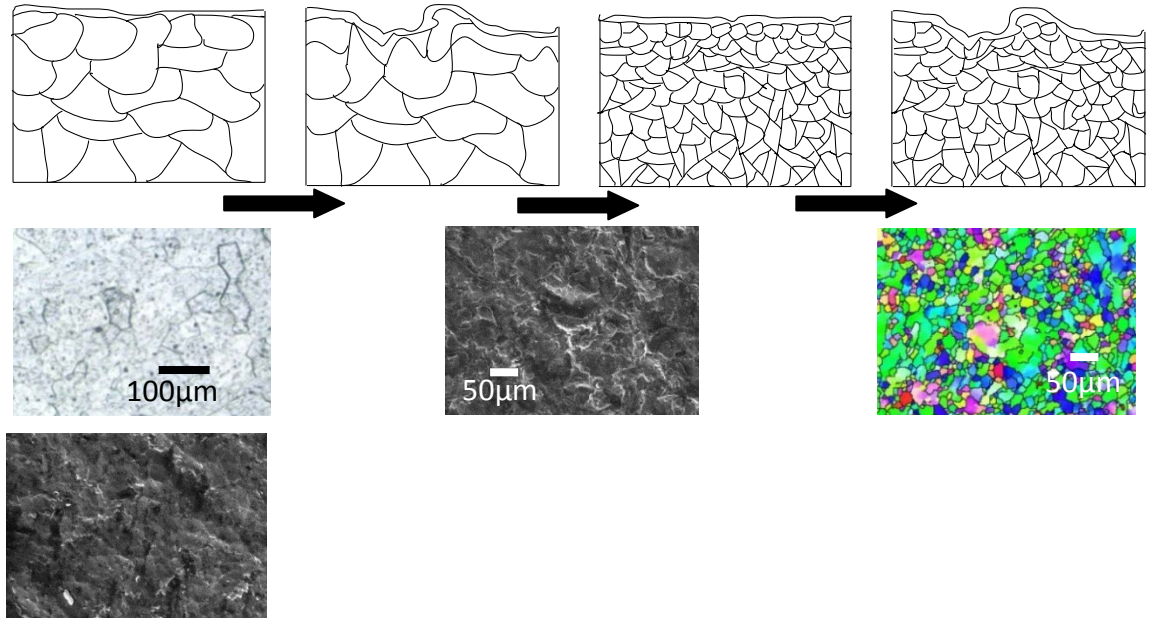
gerçekleştirilmiş ve aşınma miktarları UİT ve İT için sırası ile $10.07 \cdot 10^{-4}$ gr, $11.6 \cdot 10^{-4}$ gr olarak tespit edilmiştir. Değerler birbirine oldukça yakın olmak ile birlikte UİT olan malzeme gruplarının İT olanlara göre daha düşük olduğu görülmektedir. Sürtünme katsayısının ise EKAP için neredeyse hiç değişmediği UİT ve İT için sırası ile 0.59 ve 0.61 olduğu gözlemlenmiştir. HE uygulanan Ti13Nb13Zr numuneleri için de sürtünme katsayılarının oldukça yakın olduğu İT, HE20 ve HE16 için bu değer sırası ile 0.59, 0.55 ve 0.54 olduğu gözlemlenmiştir. HE uygulanarak çap 20 mm'den 16 mm'ye düşürülmüş ve teorik olarak toplam yaklaşık 2.49 gerinim uygulanmıştır. İlk duruma göre mekanik dayanımı yaklaşık olarak 1.41 kat artmıştır. EKAP tekniği ile Saf Ti numuneye 8 paso uygulayarak tanecik boyutu ortalama $\sim 58 \mu\text{m}$ 'den 520 nm değerine düşürülmüştür dayanımı yaklaşık olarak 1.5 kat artmıştır. Bütün bu değişimler arasında aşırı plastik deformasyonun sürtünme katsayısı üzerine etkisi ise çok az olduğu verilen değerlerden ve literatür incelemesinden anlaşılmaktadır [153]. Aşınma oranları arasındaki farkın çok fazla olmaması da bu durum ile ilişkilidir. Sürtünme katsayısı aslında (μ_a) adezyon değeri ve (μ_d), deformasyon değerlerinin oranı ile elde edilmektedir. Bu iki değer arasında adezyon direk mekanik özellikler ile ilgiliyken [187], deformasyon değeri deneyler esnasında uygulanan yük miktarına bağlı olarak değişmektedir. Bu değer değişiminin etkisi kaldırma ve tanecik boyutunun etkisini tespit etmek amacı ile bütün testler aynı yük altında (5N) gerçekleştirilmiştir. Adezyon değerinin artmasında etkili olan en önemli mekanik özellik ise artan sertlik değeri olarak gösterilmektedir [187,188]. APD çalışmalarında sürtünme katsayısının dayanımın artması ile birlikte yükseldiği gözlemlenmiştir [187,189]. Bununla birlikte bazı APD çalışmalarında sürtünme katsayısında herhangi bir değişim gözlemlenmemiştir [189-191]. Literatürde birbiri ile çelişen sonuçlar mevcuttur [187, 192, 193]. Bu noktada sonuçlardaki bu farklılıkların; değişen test metodu, uygulanan yük miktarı, deneyler esnasında kullanılan farklı yağlayıcı, değişen mikro yapı ve farklı yüzey pürüzlülüğünün etkisi ile oluşabileceği düşünülmektedir. Bunların yanı sıra karasız mikro yapı, oksit tabaka, tribo-kimyasal aşınma mekanizması bu çelişen sonuçlar için ifade edilen diğer önemli faktörler arasındadır (Çizelge 4.2,Çizelge 4.3-4), [191,194]. Aşınma değerindeki düşüş sertlik değerindeki artış ile ilişkilendirilmiştir [195-197]. EKAP ile elde edilen UİT titanyumdaki iyileşmenin HE ile elde edilen iyileşmeden daha az olduğu

gözlemlenmiştir. Mekanik özelliklerdeki olumlu değişime karşı aşınma dayanımında benzer bir artış gözlemlenmemiştir. Oluşan bu mevcut durumun oksijen tabakasının UİT yapıyı maskeleymesi sebebi ile olduğu düşünülmektedir. Bunun yanı sıra değerlendirme yapmak için HE- Ti13Nb13Zr numunesinin aşınma mekanizmaları da incelenmiştir. Aşınma mekanizmasını incelemek amacı ile HE ile APD işlemi gerçekleştirilen numunelerinin TEM incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.33'de Ti13Nb13Zr numuneleri için elde edilen aşınma bölgelerine ait görüntüler verilmiştir. İlk hal için aşınma sonrasında uzun, derin ve paralel aşınma izlerin gözlemlenmiştir (Şekil 3.33 a, d'de 1 ile gösterilmiştir). Benzer aşınma çizgileri bütün numunelerde gözlemlenmiştir ancak HE16 ve HE20 için bu izler daha kısadır (Şekil 3.33 b, e, c, f). Bu durum numunelerin sertliğinin daha yüksek ve sünekliğinin daha düşük olması ile ilişkilendirilmiştir. HE16 ve HE20 aşınma izlerinde gözlemlenen diğer bir olgu ise sert geçişli ve düzensiz izler olmuştur Şekil 3.33'de ok ile gösterilmiştir. Çizelge 3.10'daki değerler ve Şekil 3.34 ve 3.35'deki 3 boyutlu aşınma verileri incelendiği zaman değerlerin yakın olmasına rağmen HE16 numunesinin aşınma verilerinin HE20'den daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Bu durum tanecik boyutunun küçülmesine ve mekanik dayanımının artmasına sebep olan daha yüksek gerinim miktarları ile mikro yapıda artan dislokasyon yoğunluğu ve sertliğin değerinin yükselmesi ile ilişkilendirilmektedir. Artan sertlik sebebi ile daha yuvarlak, düzlemsel izler yüzeyde görülmektedir (Şekil 3.33 e (4), f(5-6)). Bu tür aşınma mekanizmaları, yüzeyde meydana gelen aşınma sebebi ile kopan ve tekrar aşındırıcı yüzey arasında kalan üçlü aşınma mekanizmaları sebebi ile olduğu bilinmektedir [88,200].

Biyolojik uyumluluğu değerlendirmek amacı ile yüzeylerin ıslanabilirlik değerleri ölçülmüştür. Literatürde vurgulandığı üzere yüzey ıslanabilirliği implantın vücuda yerleştirildikten sonra hücre implant etkileşimi için oldukça önemli bir özelliktir [197,204-205]. Yüzey gerilimi olarak da adlandırılan ıslanabilirlik yüzeyin serbest enerjisi ve alanının değişiminden etkilenmektedir. Artırılmış yüzey alanı yüzeye sıvı ve protein absorpsiyonunu artırarak hücre tutulumunu artırmaktadır [195, 198]. Wenzel kanununa göre pürüzlülük değerinin artması ile birlikte yüzey hidrofilik karakterde olmaktadır ve ıslanabilirlik artmaktadır ancak bazı çalışmalarda bu paralel artış gözlemlenmemiştir (Çizelge 4.4), [191, 199]. Gerçekleştirdiğimiz çalışmada ise tane

boyutu küçüldükçe ve yüzey pürüzlülüğü arttıkça ıslanabilirlik artmıştır. İri taneli ve EKAP uygulanan saf titanyumun yüzey ıslanabilirlik değerleri sırası ile 82.56° ve 40.28° olarak tespit edilmiştir. Kumlama işlemi ile bu değerlerin İT ve UİT için sırası ile 32.22° ve 14.22° olduğu gözlemlenmiştir. Ti13Nb13Zr için ise kumlanmış İT ve parlak UİT ve kumlanmış UİT için değerler sırası ile 43.71° , 28.22° , 26.17° olarak tespit edilmiştir.

APD işleminin yüzey ıslanabilirliğini olumlu yönde etkilediği gözlemlenirken kumlama işleminde her iki numune grubunu olumlu etkilediği gözlemlenmiştir. Benzer bir deneysel çalışmada UİT saf titanyumun yüzey ıslanabilirlik değeri 92.68° ve 65.66° olarak tespit edilmiştir [201]. APD tekniğinin mekanik özelliklere olumlu etkisinin yanı sıra hidrofilik yüzey imalatına olumlu etkisi bu değerlerden anlaşılmaktadır. Paralel sonuçlar da literatürde vurgulanmıştır [153]. Gerçekleştirilen yüzey modifikasyonları ile hidrofobik yüzey imalatı da söz konusu olabilmektedir. Literatürde örnek çalışmalar tespit edilmiştir. Stepanov, N. D., ve diğerlerinin gerçekleştirdiği çalışmada kum püskürtülen ve asit ile dağlanan yüzeyin ıslanabilirlik açısının 157° olduğu gözlemlenmiştir [31]. Başlangıçta bu değer 92° olarak ölçülmüştür. Bir başka çalışmada ise araştırmacılar plazma tekniği ile ıslanabilirlik değerini 66.17° 'den 30.46° 'ne düşürmüştür [202].



Şekil 4. 1 Saf Ti S4 İT, Kumlanmış İT, Parlak UİT ve Kumlanmış UİT yüzeyler

Yüzey ıslanabilirliğinin hücre tutunumu üzerindeki etkisinin yanı sıra pürüzlülük değeri de yüzey alanını etkilemekte ve hücre tutunumu üzerinde etkili olmaktadır. Yüzey pürüzlülüğünün artması ile birlikte hücrelerin tutunabileceği alan artmaktadır ve daha fazla hücre yüzeye tutunmaktadır (Şekil 3.73), [192, 203]. Laboratuvar ortamında gerçekleştirilen deneysel çalışmalarda yüzey pürüzlülüğünün artması ile birlikte hücrelerin büyümesini sağlayan sitokinin tane boyutundan etkilendiği ve osteoblast hücrelerin büyümesinin arttığı gözlemlenmiştir [189-190]. Tane sınırının artmasının yüzey enerjisini etkilediği bunun da hücre tutumunu artırmış olabileceği çalışmalarda vurgulanmıştır [186, 203]. Örneğin gerçekleştirilen bir hayvan çalışmasında ultra ince taneli ve iri taneli implantlar tavşan kemiğine yerleştirilmiş ve 8 hafta sonra çıkarılırken tork değerleri ölçülmüştür. Yapılan ölçümlerde İT implantın tork değeri 17.0 ± 4.2 N.cm olarak tespit edilirken UİT numunenin tork değeri 18.9 ± 1.9 N.cm olarak ölçülmüştür [201]. Bu değerden anlaşılacağı üzere UİT olan numunenin hücre tutunumu biyolojik uyumluluğu daha fazla olmuştur. Bir başka çalışmada osteoblast tutunumu incelemek amacı ile tane boyutu 100 nm'den küçük olan nano yapılı malzeme kullanılmıştır. Yüksek çözünürlüklü optik mikroskopta yapılan incelemede hücrelerin öncelikle tane sınırlarına yerleştiği gözlemlenmiştir [206]. Gerçekleştirdiğimiz deneylerde hücre tutumu tane boyutunun küçülmesi ile birlikte artmıştır (Şekil 3.73-75). Ayrıca pürüzlülük değerinin artması ile birlikte hücre ekiminden 12 saat sonra yapılan ölçümlerde hücre tutunum yüzdesinin %10'dan %14'e yükseldiği gözlemlenmiştir. Buna ilave olarak hücre ekiminden 24 saat sonra gerçekleştirilen ölçümlerde UİT ve kumlanmış yüzeylerin İT Ti'a göre sırası ile değer ekle daha fazla hücreye sahip olduğu gözlemlenmiştir Çizelge 3.20. Benzer davranışlar 72 ve 96 saat sonra da tespit edilmiştir (Şekil 3.73-75). Hücre tutulumunun yanı sıra hücre artışının daha fazla olduğu anlamına gelen bu sonuçlar saf titanyum UİT, İT değerler için 72 ve 96 saat sonrası sırası ile $32 \cdot 10^2$, $41 \cdot 10^2$ ve $27 \cdot 10^2$, $27 \cdot 10^2$ olarak tespit edilmiştir. EKAP ile elde edilen Ti13Nb13Zr için de benzer sonuçlar elde edilmiştir ve 24 , 48 ve 72 saat sonrasında UİT Ti13Nb13Zr için gerçekleştirilen ölçümler sırası ile $71 \cdot 10^2$, $88 \cdot 10^2$, $116 \cdot 10^2$ ve İT için sırasıyla $65 \cdot 10^2$, $76 \cdot 10^2$, $98 \cdot 10^2$ olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.3, Çizelge 3.21).

Florascope mikroskobu ile gerçekleştirilen incelemelerde hücre tutulumunu tespit etmek amacı ile hücreler kırmızı mito-izleyici ve DAPI ile boyanmıştır ve gözlem sonuçları

önceki testleri desteklemiştir. Bu verilerden farklı olarak ayraç ile gerçekleştirilen testlerde hücreler yüzeye tutunum şeklinin farklı olduğu gözlemlenmiştir. 24 saat sonra gerçekleştirilen gözlemlerde UİT ve Kumlanmış yüzeylerdeki HGF hücrelerin uzun kollar ile yıldız şeklinde tutunduğu gözlemlenmiştir (Şekil 3.74). İT taneli yüzeylerin ise UİT ve kumlanmış yüzeylere göre daha az sayıda bağ ile yüzeye tutunduğu gözlemlenmektedir. Elde edilen bu sonuçlarda tane boyutunun küçülmesi ve kumlama işlemi ile birlikte pürüzlülük değerinin artırılması olumlu etkisi gözlemlenmektedir. APD işlemi mekanik özellikleri iyileştirmenin yanı sıra yüzey enerjisini, ıslanabilirliğini ve biyolojik uyumluluğunu olumlu yönde etkilemiştir.

Hücre çalışmalarının yanı sıra APD ile elde edilen UİT malzemelerin abutment ve abutment vidası olarak uygunluğunu test etmek amacı ile deneyler gerçekleştirilmiştir. Günümüzde dental implant malzemesi olarak soğuk çekilmiş titanyum kullanılmaktadır. Kemiğe yerleştirildikten bir süre sonra kullanıma bağlı olarak implant ve abutment bölgesinde açıklıklar oluşmaktadır. Oluşan bu açıklık sebebi ile zamanla bölgede bakteri birikmesi olmakta ve çene kemiği bu durumdan zarar görmektedir. Tane incelmesinin bu özelliğe etkisini tespit etmek amacı ile UİT malzemeden abutment ve abutment vidası imal edilmiştir ve implant sistemi imalatçı firmanın belirlediği tork değerlerinde sıkılarak ISO 14801 (2003)'e uygun olarak 30 N yük altında 30° açı ile 10.000 defa basılarak yorulma işlemi gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.18). Sonrasında tel erozyon ile abutment sistemi belirli bir derinliğe kadar kesilmiş ve abutment-implant kesiti taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. İncelemeler günümüzde kullanılmakta olan soğuk çekilmiş numune ve UİT numuneler için gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.76-77). SEM incelemesi ile aynı bölgelerden alınan ölçümlerde yorulma testi öncesinde açıklık gözlemlenmezken, sonrasında soğuk çekilmiş numunede açıklığın yaklaşık 6.78 µm olduğu tespit edilmiştir. UİT olan numunelerde ise bu değer yaklaşık 1.04 µm olarak tespit edilmiştir. Gerçekleştirilen yorulma testinde APD tekniğinin olumlu etkisi gözlemlenmiştir (Şekil 3.76-77).

BÖLÜM 5

SONUÇ VE ÖNERİLER

Tez çalışması kapsamında biyomedikal alanda kullanılmakta olan saf titanyum seviye 4 ve Ti13Nb13Zr alaşımı ile EKAP ve HE uygulaması incelenmiştir. Ti13Nb13Zr alaşımı her iki teknikte elde edilerek optik incelemeleri, mekanik testleri ve biyolojik uyumluluk testleri gerçekleştirilerek APD yöntemleri kıyaslanmıştır. Saf titanyumun EKAP uygulanarak elde edilen numunelerin testleri gerçekleştirilerek detaylı işlem incelemesi gerçekleştirilmiş ve optimum deney parametreleri belirlenmiştir. Farklı sıcaklıkların bir arada uygulandığı farklı bir EKAP rotası saf titanyum üzerinde uygulanarak işlem verimi incelenmiştir. Bütün deneylerden sonra mekanik testler, optik incelemeler ve biyolojik uyumluluk testleri gerçekleştirilerek sonuçlar değerlendirilmiştir. Bu incelemeden elde edilen sonuçlar;

Mekanik Özellikleri Ve Tane Yapısı İçin HE Uygulanan Ti13Nb13Zr ve Bunun EKAP ile Kıyaslanması;

- HE uygulaması ile beta fazlı Ti13Nb13Zr'un başlangıçta sahip olduğu β lamellerinin kalınlığı 260 nm' den 80 nm değerine düşmüştür. Uygulanan çekme testinde maksimum çekme dayanımının 845 MPa'dan 1200 MPa'a yükseldiği gözlemlenmiştir. Elastiklik katsayısının ise başlangıç durumunda 78.23 GPa olduğu, yapıdaki gerinim miktarlarının artması ile birlikte ilk pasoda 72.74 GPa sonrakinde ise 70.60 GPa olduğu tespit edilmiştir.

- EKAP yöntemi Ti13Nb13Zr numunesine uygulanmış 450 °C’de yüzeyde meydana gelen çatlaklar ve numunede meydana gelen kopmalar sebebi ile başarılı olmamıştır. Aynı işlem 600 °C’de yapılmıştır ve çatlaksız yüzeye sahip 70 mm uzunluğunda numuneler elde edilmiştir. Gerçekleştirilen TEM incelemesinde sahip olduğu yakın beta lamelli yapının bozulduğu, lamellerin kırılarak yuvarlaklaştığı gözlemlenmiştir. TEM görüntülerinden gerçekleştirilen analizlerde ortalama tane boyutu yaklaşık 410 nm olarak tespit edilmiştir. İndentasyon testinden elde edilen elastiklik katsayı başlangıç durumunda 104.10 GPa olarak tespit edilen değerin daha sonra 163.61 GPa değerine yükseldiğini gözlemlenmiştir.
- Her iki teknik UİT son yarı mamullerin mekanik özellikleri açısından kıyaslandığı zaman Ti13Nb13Zr’un aşırı plastik deformasyon işlemi için oda sıcaklığında gerçekleştirilen HE işleminin mekanik özellikler açısından daha başarılı olduğu gözlemlenmektedir. TEM görüntüleri incelendiğinde HE ile elde edilmiş nano kalınlıkta uzamış tanelerin yanı sıra EKAP tekniğinde UİT eş eksenli taneler gözlemlenmiştir. Bu sebeple EKAP tekniğinde mekanik dayanımda HE tekniğine göre daha bir az artış olmuştur. Buna ilave olarak 600 °C gibi yüksek sıcaklıkta yapılan bir işlemi karbon gibi farklı metallerin mikro yapıda kirlilik yaratması gibi sebepler ile tane iyileşmesinin etkisini maskeleyiği gözlemlenmiştir.
- Her iki teknikle elde edilen numuneler için gerçekleştirilen aşınma testi sonrasında ultra ince taneli yapılar için aşınma dayanımlarının az bir oranda iyileştiği gözlemlenmiştir. Sürtünme katsayılarında ise az bir miktarda düşüş gözlemlenmiştir. HE olan numuneler için sürtünme katsayısı değeri 0.58’den 0.52 değerine düşmüştür. EKAP olan numuneler için sürtünme katsayısı ise 0.61’den 0.59’a düşmüştür.

Saf Ti için EKAP İşlemi

- Saf titanyuma EKAP işlemi başarı ile 10 paso kadar uygulanmış ve çekme testinde çekme dayanımının 8 paso için 612.78 MPa’dan 1053.18 MPa’ a yükseldiği tespit edilmiştir. Gerçekleştirilen EBSD incelemesinde tanecik boyutunun 10 pasolu ve 8 pasolu numunede 0.52 µm olduğu tespit edilmiştir

ancak taneler arası açısının %68'den %36 değerine düştüğü gözlemlenmiştir. Maksimum çekme dayanımı 8 paso'da elde edilmiştir. Vicker's sertlik değeri 8 paso için 309.35 Hv_{0.2} iken 10 paso için bu değer 302.26 Hv_{0.2} olarak tespit edilmiştir. Elastiklik katsayısının birbirine yakın çıktığı indentasyon testi ile tespit edilmiş ve 8 paso için bu değer 156.13 GPa iken, 10 paso için bu değer 157.03 GPa olduğu tespit edilmiştir. Saf titanyum S4'ün 10 paso değerinde ise sertlik ve maksimum çekme değerinin 8 pasoya göre biraz daha düştüğü ve tane boyutlarının yakın olduğu tespit edilmiştir. Saf titanyumun çekme dayanımı 8 paso için 1053.18 MPa iken bu değer 10 paso için 921.39 MPa olarak tespit edilmiştir. Bu verilerden anlaşılabileceği üzere EKAP işlemi için 8 pasoda maksimum tane inceltme değerine ulaşılmıştır. Daha sonraki pasolarda gerçekleşmesi muhtemel olan yeniden kristalleşme, tane büyümesi sebebi ile tane küçülmesi devam etmemiştir.

Farklı İşlem Sıcaklıklarının Bir Arada Uygulanması İle İşlem Veriminin Artırılması

- Farklı işlem sıcaklıklarının bir arada uygulandığı rotada 2 paso ile sıcak ve soğuk basılmış saf titanyum S4 numuneleri incelenmiştir. Gerçekleştirilen bu incelemede maksimum çekme dayanımının 1 100 °C+1 450 °C ve 2 paso 450 °C'de gerçekleştirilen numunelerde sırası ile 792.34 MPa ve 758.40 MPa olarak tespit edilmiştir. EBSD incelemesinde tanelerin büyük olması sebebi ile 2 paso 450 °C'de basılan taneciğin tane boyutu 1.7 µm, 100 °C+1 450 °C olan numunenin tanecik boyutu 1.9 µm olarak tespit edilmiştir. Taneler arasındaki açı ise 2 paso 100 °C+1 450 °C, 2 paso 450 °C için sırasıyla %41 ve %36 olarak tespit edilmiştir. Elastiklik katsayısı 2 paso 100 °C+1 450 °C, 2 paso 450 °C sırasıyla 143.19 GPa ve 152.57 GPa olarak tespit edilmiştir. Bütün bu veriler incelendiğinde soğuk ve sıcak olarak gerçekleştirilen EKAP işleminde işlem veriminin artırıldığı gözlemlenmektedir.

Saf Ti için EKAP Optimum İşlem Parametrelerinin Tespiti

- Deneysel tasarım ile gerçekleştirilen deneylerde optimum işlem parametreleri Sinyal/Gürültü grafiğinde sırasıyla A1, B2 ve C1 parametreleri olarak tespit edilmiştir. Bunlar 0.1 mm/s pres hızı; 300 °C sıcaklık B_c rotasıdır. Oda

sıcaklığında 5-0.1mm/s hız aralığında gerçekleştirilen deneyler malzeme yüzeyinde meydana gelen çatlaklar ve kopmalar sebebi ile başarıya ulaşamamıştır. Deneylerde kullanılan parametreler arasında en etkili olanı %48.5 oranla pres hızı olarak bulunmuştur. Doğrulama testi gerçekleştirmek amacı ile optimum deney parametreleri ile numune elde edilmiştir ve bu numune ile elde edilen sertlik dağılımının standart sapması 15.9 olarak elde edilmiştir.

Biyolojik Uyumluluk Testi

- Dental implant uygunluğunu test etmek amacı ile gerçekleştirilen biyolojik uyumluluk testlerinde aynı sürede ve eşit şartlar altında yapılan gözlemlerde tane küçüldükçe yüzeyde çoğalan hücre sayısının arttığı gözlemlenmiştir. 50×10^3 hücre ekiminden sonra 76 saat içerisinde bu değerin iri taneli Ti13Nb13Zr için 98×10^3 değerine UİT EKAP Ti13Nb13Zr için ise 116×10^3 değerine yükseldiği gözlemlenmiştir. Yüzey kumlama işleminin yüzey alanının artması ile birlikte hücre tutunumu ve büyümesine olumlu etkisi tespit edilmiştir. UİT EKAP Ti13Nb13Zr kumlanmamış yüzeydeki 72 saat sonraki hücre sayısı 120×10^2 olarak tespit edilirken kumlanmış ilk duruma ait Ti13Nb13Zr'de hücre sayısı 95×10^2 olarak tespit edilmiştir. Saf titanyum için gerçekleştirilen hücre testlerinde tane boyutunun küçülmesi ile birlikte olumlu bir artış elde edilmiştir. 96 saat sonunda elde edilen deneylerde başlangıçta 20×10^2 hücre ekiminden sonra İT taneli numune için bu değer 34.3×10^2 değerine yükselirken UİT numune için bu değer 41×10^2 değerine yükselmiştir. Kumlanmış yüzeyler için ise bu değer İT ve UİT Ti13Nb13Zr için sırasıyla 40.6×10^2 , 53×10^2 olarak tespit edilmiştir. Biyolojik uyumluluk için önemli olan diğer bir özellik yüzey ıslanabilirliği kumlanmış iri taneli Ti13Nb13Zr için 43.4° iken, UİT EKAP Ti13Nb13Zr için bu değer 24.35° 'ye düşmüştür. İri taneli saf titanyum için 82.56° olarak tespit edilirken, UİT titanyum için 41.28° , kumlanmış UİT titanyum için 14.02° olarak tespit edilmiştir. UİT mikro yapının implant ve abutment arasındaki açıklığa etkisini tespit etmek amacı ile gerçekleştirilen yorulma testinde ise bu açıklığın $6.78 \mu\text{m}$ değerinden $1.04 \mu\text{m}$ 'e düştüğü gözlemlenmiştir.

Gerçekleştirilen deneylerde tasarlanıp imal edilen kalıp başarı ile çalışmıştır ancak kalıp aşınması sebebi ile kalıbın sürekli yenilenmesi gerekmektedir. Ayrıca imal edilen numune boyutunun hassas implant imalatı için oldukça küçük olması sebebi ile teknik seri imalata uygun bulunmamıştır. APD tekniği ile elde edilen numunelerin geliştirilen özelliklerin ise biyomedikal alanda kullanılan implantlar için ne kadar önemli olduğu yapılan optik, mekanik ve biyolojik uyumluluk testlerinde gözlemlenmiş ve vurgulanmıştır. UİT malzemelerin implant alanında daha yaygın kullanılabilmesi için APD tekniklerinin seri imalata uyarlandığı sürekli modellerinin araştırılması ve mevcut sistemlerin geliştirilmesi gerekmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Geetha, M., Singh, A. K., Muraleedharan, K., Gogia, A. K., ve Asokamani, R. (2001). "Effect of thermomechanical processing on microstructure of a Ti-13Nb-13Zr alloy", 329: 264-271.
- [2] Eisenbarth, E., Velten, D., Müller, M., Thull, R., ve Breme, J. (2004). "Biocompatibility of β -stabilizing elements of titanium alloys.", Biomaterials 25:5705-5713.
- [3] Bulutsuz, A. G., Lewandowska M. ve Yurci, M. E. (2015). "Influence of Severe Plastic Deformation Technique on Ti13Nb13Zr Surface Morphology', 2-5.
- [4] Segal V.M. et al., Russian Metall., 1 (1981), 99
- [5] Simonis, P., Dufour, T. ve Tenenbaum, H. (2010). "Long-term implant survival ve success: A 10-16-year follow-up of non-submerged dental implants." Clinical Oral Implants Research 21:772-777.
- [6] Shin D.H., Kim I., Kim J. ve Zhu Y. T. Shear strain accommodation during severe plastic deformation oftitanium using equal channel angular pressing, Materials Science ve Engineering A 334:239-245.
- [7] Shemtov-Yona, K. ve Rittel, D. (2016). "Fatigue of Dental Implants: Facts ve Fallacies.", Dentistry Journal 4: 16.
- [8] Hosseini MJ, Shaki F, Ghazi-Khansari M, ve Pourahmad J. (2013). "Toxicity of vanadium on isolated rat liver mitochondria: a new mechanistic approach." Metallomics 5(2):152-66.
- [9] Niinomi, M, (1998). "Mechanical properties of biomedical titanium alloys." Materials Science and Engineering A Volume 243 (1-2): 231-236.
- [10] S.S. Huja, A.S. Litsky, F.M. Beck, K.A. Johnson ve P.E. Larsen, (2005). "Pull-out strength of monocortical screws placed in maxillae and mandibles of dogs." Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop. 127:307-313.
- [11] Sabirov I., Kolednik O., Valiev R.Z. ve Pippin R., (2005). "Equal channel angular pressing of metal matrix composites: Effect on particle distribution and fracture toughness", Acta Materialia 53(18): 4919-4930
- [12] Niinomi, M. (2003). "Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods", Science and Technology of Advanced Materials, 4(5):445-454.

- [13] Kuroda, D. (1998). "Design and mechanical properties of new i type titanium alloys for implant materials", *Materials Science and Engineering* 243:244–249
- [14] Valiev, R. Z., Islamgaliev, R. K. ve Alexandrov, I. V. (2000). "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation", *Progress in Materials Science*. doi: 10.1016/S0079-6425(99)00007-9.
- [15] Estrin, Y. ve Vinogradov, A. (2013). "Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science", *Acta Materialia*. *Acta Materialia Inc.*, 61(3):782–817. doi: 10.1016/j.actamat.2012.10.038.
- [16] Valiev, R. Z. (2016). "Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later", *Jom*, 68(4):1216–1226.
- [17] Bagherifard, S. (2014). "Cell response to nanocrystallized metallic substrates obtained through severe plastic deformation", *ACS Applied Materials and Interfaces*, 7963–7985.
- [18] Saldaña, L. (2007). "In vitro biocompatibility of an ultrafine grained zirconium", *Biomaterials*, 28(30), pp. 4343–4354. doi: 10.1016/j.biomaterials.2007.06.015.
- [19] Webster, T. J. ve Ejiofor, J. U. (2004). "Increased osteoblast adhesion on nanophase metals: Ti, Ti6Al4V, and CoCrMo", *Biomaterials*, 25(19):4731–4739.
- [20] Kim, T. N. (2008). "In vitro fibroblast response to ultra fine grained titanium produced by a severe plastic deformation process", *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 19(2):553–557.
- [21] Langdon, T. G. (2010). "Processing by Severe Plastic Deformation: Historical Developments and Current Impact.". *Materials Science Forum* 669:9–14.
- [22] Srinivasan S. ve Ranganathan S., (2004). "India's Legendary Wootz Steel: An Advanced Material of, the Ancient World" O.D. Sherby and J. Wadsworth: *J. Mater. Proc. Technol.* 117:347.
- [23] Rack, H.J. ve Cohen, M., (1970). "Preparation of tranverse sections of heavily drawn wires for transmission electron microscopy", *Metallurgical Transactions* 1(4):1050-1051.
- [24] Smirnova N.A., Levit V.I., Pilyugin V.I., Kuznetsov R.I., Davydova L.S. ve Sazonova V.A. (1986): *Fiz. Metal. Metalloved.* 61:1170.
- [25] R.Z. Valiev, O.A. Kaibyshev, R.I. Kuznetsov, R.Sh. Musalimov ve N.K. Tsenev (1988). "Effect of prior working on the structure and deformation capacity of Mn-29.5% Al-0.5% C alloy", *Dokl. Akad. Nauk SSSR* 301: 864
- [26] Akhmadeev, N. a., Kobelev, N. P., Mulyukov, R. R., Soifer, Y. M. ve Valiev, R. Z. (1993). " The effect of heat treatment on the elastic and dissipative properties of copper with the submicrocrystalline structure." *Acta Metallurgica Et Materialia* 41: 1041–1046
- [27] Stepanov, N. D., Kuznetsov, a. V., Salishchev, G. a., Raab, G. I. ve Valiev, R. Z. (2012) Effect of cold rolling on microstructure and mechanical properties of copper subjected to ECAP with various numbers of passes. *Materials Science and Engineering A* 554:105–115.

- [28] Stolyarov, V. V., Theodore Zhu, Y., Alexandrov, I. V., Lowe, T. C. ve Valiev, R. Z. (2001) Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti. *Materials Science and Engineering A* 299: 59–67.
- [29] Furukawa, M., Iwahashi, Y., Horita, Z., Nemoto, M. ve Langdon, T. G. (1998) The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A* 257: 328–332.
- [30] Horita Z, Smith DJ, Nemoto M, Valiev RZ ve Langdon TG. (1998) *J Mater Research* 13:446.
- [31] Stepanov, N. D., Kozin, a N., Salishchev, G. a, Khlebova, N. E. Ve Pantsyrny, V. I. (2014). "Effect of ECAP on microstructure and mechanical properties of Cu-14Fe microcomposite alloy.", *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 63, 012098.
- [32] Iwahashi, Y. (1998). "The process of grain refinement in equal-channel angular pressing", *Acta Materialia*, 46(9): 3317–3331.
- [33] Stolyarov, V. V., Theodore Zhu, Y., Alexandrov, I. V., Lowe, T. C. ve Valiev, R. Z. (2001). "Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti.", *Materials Science and Engineering A* 299:59–67.
- [34] Kim, I. (2001). "Deformation structures of pure Ti produced by equal channel angular pressing", *Scripta Materialia*, 45(5), pp. 575–580. doi: 10.1016/S1359-6462(01)01065-X.
- [35] Stolyarov V V., Zhu YT, Lowe TC ve Valiev RZ (2001). "Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion." *Mater Sci Eng A* 303:82–89.
- [36] Quang, P., Krishnaiah, a., Hong, S. I. ve Kim, H. S. (2009) Coupled Analysis of Heat Transfer and Deformation in Equal Channel Angular Pressing of Al and Steel. *Materials Transactions* 50. 40–43.
- [37] Yamashita A, Yamaguchi D, Horita Z ve Langdon TG (2000). "Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing." *Mater Sci Eng A* 287:100–106.
- [38] Zhang Y, Figueiredo RB ve Alhajeri SN, (2011). "Structure and mechanical properties of commercial purity titanium processed by ECAP at room temperature." *Mater Sci Eng A*. 528:7708–7714.
- [39] Quang P, Nghiep DM ve Kim YJ (2015). "Simulation of Effective Stress and Temperature Field of the Die and Workpiece during ECAP of pure Titanium at different Ram speeds by Finite Volume Method.", 657:532–537.
- [40] Yamaguchi D, Horita Z, Nemoto M ve Langdon TG (1999). "Significance of Adiabatic Heating in Equal- Channel Angular Pressing." *Scr Mater* 41:791–796.
- [41] Moradi, M., Basu, S. ve Shankar, M. R. (2015). "In situ measurement of deformation mechanics and its spatio-temporal scaling behavior in equal channel angular pressing", *Journal of Materials Research*, 30(6):798–810.
- [42] Yamaguchi D., Horita Z., Nemoto M., ve Langdon T.G., (1999) "Significance of adiabatic heating in equal-channel angular pressing." *Scr. Mater.* 41(8): 791.
- [43] Pei Q.X., Hu B.H., Lu C. ve Wang Y.Y., (2003). "A finite element study of the temperature rise during equal channel angular pressing", *Scr. Mater.*, 49:303–308

- [44] Lee, W.-S., Lin, C.-F., Chen, T.-H. ve Hwang, H.-H. (2008) Effects of strain rate and temperature on mechanical behaviour of Ti-15 Mo-5 Zr-3 Al alloy. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 1:336–344.
- [45] Kim, I., Kim, J., Shin, D. H., Lee, C. S. ve Hwang, S. K. (2003) Effects of equal channel angular pressing temperature on deformation structures of pure titanium. *Mater. Sci. Engng A* 342: 302–310.
- [46] Semiatin, S. L. (1999). "Workability of commercial-purity titanium and 4340 steel during equal channel angular extrusion at cold-working temperatures", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30(5):354
- [47] Zhao, X. (2008). "Microstructure and properties of pure titanium processed by equal-channel angular pressing at room temperature", *Scripta Materialia*, 59(5):542–545.
- [48] Zheng C.Y., Nie F.L., Zheng Y.F., Cheng Y., Wei S.C. ve Valiev R.Z., (2011) "Enhanced in vitro biocompatibility of ultrafine-grained biomedical NiTi alloy with microporous surface, *Applied Surface Science*", V. 257 (21):9086–9093.
- [49] Kern M. ve Thompson V.P., (1994). "Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic-volume loss, morphology, and changes in the surface composition", *J. Prosth Dent*, 71(3): 453-461.
- [50] Conforto, E., Aronsson, B. O., Salito, a., Crestou, C. ve Caillard, D. (2004). "Rough surfaces of titanium and titanium alloys for implants and prostheses." *Materials Science and Engineering C* 24: 611–618.
- [51] Guehennec Le, Lopez-Heredia L., M.-A., Enkel, B., Weiss, P., Amouriq, Y., ve Layrolle, P. (2008). "Osteoblastic cell behaviour on different titanium implant surfaces". *Acta Biomaterialia* 4: 535–543.
- [52] Germanier, Y., Tosatti, S., Brogginini, N., Textor, M., ve Buser, D. (2006). "Enhanced bone apposition around biofunctionalized sandblasted and acid-etched titanium implant surfaces: A histomorphometric study in miniature pigs." *Clinical Oral Implants Research* 17:251–257.
- [53] Pető G., Karacs A., Pászti Z., Guczi L., Divinyi T. ve Joób A., (2002). "Surface treatment of screw shaped titanium dental implants by high intensity laser pulses." *Applied Surface Science* 186 (1–4):7–13
- [54] Catauro M., Bollino F., Papale F., Giovanardi R. ve Veronesi P., (2014). "Corrosion behavior and mechanical properties of bioactive sol-gel coatings on titanium implants" *Materials Science and Engineering: C* 43: 375–382.
- [55] Medvedev, a. E., Ng, H. P., Lapovok, R., Estrin, Y., Lowe, T. C. ve Anumalasetty, V. N. (2016). "Effect of bulk microstructure of commercially pure titanium on surface characteristics and fatigue properties after surface modification by sand blasting and acid-etching." *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 57: 55–68.
- [56] Medvedev, A. E., Neumann, A., Ng, H. P., Lapovok, R., Kasper, C., Lowe, T. C., Anumalasetty, V. N. ve Estrin, Y. (2017). "Combined effect of grain refinement and surface modification of pure titanium on the attachment of mesenchymal stem cells and osteoblast-like SaOS-2 cells." *Materials Science and Engineering C* 71: 746–757.
- [57] Gerhard W., Rodney ve B.E. W. Collings (2007), "Materials Properties Handbook: Titanium Alloys" ASM International

- [58] Book Engineering Materials, Processes 2007, Titanium, Gerd Lütjering, James C. Williams ISBN: 978-3-540-71397-5 (Print) 978-3-540-73036-1
- [59] Olejnik, L., Chrominski, W., Rosochowski, a, Lipinska, M. ve Lewandowska, M. (2014) Incremental ECAP as a novel tool for producing ultrafine grained aluminium plates. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 63:12004
- [60] Banerjee, P. (2007). "Phase Transformations: Examples from Titanium and Zirconium alloys", First Edit, Pergamon Materials Series, Elsevier, Oxford, UK.
- [61] Sikka S.K., Vohra Y.K.,ve Chidambaram R. (1982). "Omega phase in materials", Prog. Mater. Sci. 27: 245–310.
- [62] Young D.A., (1975). "Phase diagrams of the elements". doi:10.2172/4010212.
- [63] Panigrahi, A. (2016), "Mechanical properties and phase transformation of biocompatible nanostructured Ti-Nb alloys processed by severe plastic deformation", Doktora Tezi, Viyana Üniversitesi.
- [64] Leyens C. ve Peters M.,(2003). "Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications" ISBN: 978-3-527-30534-6 532.
- [65] Hazell P. J., Appleby G. J., Wielewski E. Ve Escobedo J. P.,(2014). "The shock and spall response of three industrially important hexagonal close-packed metals: magnesium, titanium and zirconium" DOI: 10.1098/rsta.2013.0204).
- [66] J.R. Davis Davis, Alloying, Understanding The Basics, Edited by & Associates, ASM International, Materials Park, Ohio 44073-0002.
- [67] Long M. ve Rack H.J. (1998). "Titanium alloys in total joint replacementDa materials science perspective", Biomaterials 19:1621-1639
- [68] Saito, T., Furuta, T., Hwang, J. H., Kuramoto, S., Nishino, K., Suzuki, N., Chen, R., Yamada, A., Ito, K., Seno, Y., Nonaka, T., Ikehata, H., Nagasako, N., Iwamoto, C., Ikuhara, Y. ve Sakuma, T. (2003). "Multi Functional Titanium Alloy GUM METAL". Materials Science Forum 432: 681–688.
- [69] M. Geetha, A.K. Singh, R. Asokamani ve A.K. Gogia, (2009) "Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants", Progress in Materials Science, 54(3):397–425
- [70] Ikehata, H., Nagasako, N., Furuta, T., Fukumoto, A., Miwa, K. ve Saito, T. (2004)" First-principles calculations for development of low elastic modulus Ti alloys". Physical Review B 70:174.
- [71] Djavanroodi, F. (2014). "Effect of Equal Channel Angular Pressing Process on Impact Property of Pure Copper" 48:30–34.
- [72] Zhu, Y. T., Lowe, T. C. ve Langdon, T. G. (2004) "Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation". Scripta Materialia 51: 825–830.

- [73] N. Petch, J. Iron Steel Inst. 25–30 (1953).
- [74] Mani, B., Jahedi, M. ve Paydar, M. H. (2012). "Consolidation of commercial pure aluminum powder by torsional-equal channel angular pressing (T-ECAP) at room temperature." Powder Technology 219: 1–8.
- [75] Zrnik, J., Dobatkin, S. ve Mamuzic, I. (2008) "Processing of metals by severe plastic deformation (SPD)-structure and mechanical properties respond". Metalurgija 47:211–216.
- [76] Y.T. Zhu "Method for Producing Ultrafine Grained Materials Using Repetitive Corrugation and Straightening," U.S. patent 6,197,129 (2002).
- [77] Segal V. M., Patent No. 575892, 1977
- [78] Richert J., Richert M., Zasadzinski J. ve Korbel A., Patent PLR No. 123026, 1979
- [79] Segal V.M. (1995). "Materials processing by simple shear", Mater. Sci. Eng. A. 197 157–164.
- [80] Bridgman P.W., (1943). "On torsion combined with compression", J. Appl. Phys. 14:273–283.
- [81] Vorhauer A. ve Pippan R., (2004). "On the homogeneity of deformation by high pressure torsion", Scr. Mater. 51. 921–925.
- [82] Topolski K., Pachla W. ve Garbacz H.,(2013). "Progress in hydrostatic extrusion of titanium", J. Mater. Sci. 48: 4543–4548.
- [83] Lewandowska, M. ve Kurzydłowski, K.J.,(2008). "Recent development in grain refinement by hydrostatic extrusion", Journal of Materials Science 43 (23-24):7299-7306.
- [84] Garbacz, H., Lewandowska, M., Pachla, W. ve Kurzydłowski, K.J., (2006). "Structural and mechanical properties of nanocrystalline titanium and 316LVM steel processed by hydrostatic extrusion", Journal of Microscopy, 223 (3):272-274,
- [85] Rec, J. Ve M. Richert, Zasadzinski, Korbel, 1979
- [86] Zrnik, J., Dobatkin, S. ve Mamuzic, I. (2008). "Processing of metals by severe plastic deformation (SPD)-structure and mechanical properties respond." Metalurgija 47: 211–216.
- [87] Gzyl, M., Rosochowski, A., Boczkal, S., Olejnik, L. ve Katimon, M. N. (2016) "Producing High-Strength Metals by I-ECAP". Advanced Engineering Materials 18:219–223.
- [88] Lütjering G. Titanium second edition
- [89] Shin, D. H., Kim, I., Kim, J., Kim, Y. S. ve Semiatin, S. L. (2003). "Microstructure development during equal-channel angular pressing of titanium." Acta Materialia 51:983–996.
- [90] M.H. Yoo: Metall. Trans. A, 1981, 12: 409-18.
- [91] Kim, I., Jeong, W.-S., Kim, J., Park, K.-T. ve Shin, D. H. (2001). "Deformation structures of pure Ti produced by equal channel angular pressing.", Scripta Materialia 45: 575–580.
- [92] Yoo M.H.: Metall. Trans. A, 1981, 12: 409-18.
- [93] Yoo, M. H., Morris, J. R., Ho, K. M. ve Agnew, S. R. (2002) "Nonbasal deformation modes of HCP metals and alloys: Role of dislocation source and mobility". Metallurgical and Materials Transactions A 33:813–822.

- [94] Stolyarov, V. V, Zhu, Y. T., Lowe, T. C., ve Valiev, R. Z. (2001). "Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion". *Materials Science and Engineering: A* 303: 82–89.
- [95] Numakura, H. ve Koiwa, M., (1998). "Dislocation in metals and alloys with the hexagonal close-packed structure". *Metall. Sci. Technol.* 16:4–19
- [96] Kim, I., Jeong, W.-S., Kim, J., Park, K.-T. ve Shin, D. H. (2001). "Deformation structures of pure Ti produced by equal channel angular pressing.", *Scripta Materialia* 45: 575–580.
- [97] Kim, I., Kim, J., Shin, D. H., Lee, C. S. ve Hwang, S. K. (2003). "Effects of equal channel angular pressing temperature on deformation structures of pure Ti. " *Materials Science and Engineering A* 342: 302–310.
- [98] Shin, D. H., Kim, I., Kim, J., Kim, Y. S. ve Semiatin, S. L. (2003) "Microstructure development during equal-channel angular pressing of titanium. " *Acta Materialia* 51: 983–996.
- [99] Gzyl, M., Rosochowski, A., Boczekal, S., Olejnik, L. ve Katimon, M. N. (2016). "Producing High-Strength Metals by I-ECAP." *Advanced Engineering Materials* 18: 219–223.
- [100] Stolyarov, V. V., Zhu, Y. T., Lowe, T. C., Islamgaliev, R. K. ve Valiev, R. Z. (1999). "Two step SPD processing of ultrafine-grained titanium.", *Nanostructured Materials* 11: 947–954.
- [101] Wang, G. J., Zhao, X. C., Yang, X. R. ve Liu, X. Y. (2013). "Texture evolution in commercially pure titanium after equal channel angular pressing at room temperature." *Materials Science and Technology* 29:961–967.
- [102] Zhao, X. , Wang, X., Yang, X., Wang, C. ve Liu, X. (2011). "Microstructure and properties of TA1 pure titanium processed by 8 ECAP passes using a 120° die at room temperature", *Rare Metal Materials And Engineering*.
- [103] Jinshu X., (2015). "Microstructure and properties of CP-Ti plates processed by ECAP at room temperature", *Chinese Journal of Rare Metals* 39 (12):1071-1075
- [104] Kim I., Jeong W.-Sk, Kim J. ve Park K.-T., (2001). "Dong Hyuk Shin Deformation structures of pure Ti produced by equal channel angular pressing", 45(5)575–580.
- [105] Semiatin, S. L., Berbon, P. B., ve Langdon, T. G. (2001). "Deformation heating and its effect on grain size evolution during equal channel angular extrusion", 44: 135–140.
- [106] H.S. Kim (2001). "Prediction of temperature rise in equal channel angular pressing", *Materials Transactions*, V. 42, Issue 3, 2001, 536-538.
- [107] Kim, H. S. (2002). "Evaluation of strain rate during equal-channel angular pressing.", *J. Mater. Res.* 17:172–179.
- [108] Roodposhti, P. S., Farahbakhsh, N., Sarkar, A. ve Murty, K. L. (2015). "Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium—A review.", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 25:1353–1366.
- [109] Stolyarov, V. V., Zhu, Y. T., Lowe, T. C.. ve Valiev, R. Z. (2001). "Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion.". *Materials Science and Engineering A* 303: 82–89.

- [110] Patrick B. B., Furukawa M., Horita Z., Nemoto M. ve Langdon T. G., (1999). "Influence of pressing speed on microstructural development in equal-channel angular pressing", *Metallurgical and Materials Transaction A*, 30:1989–1997.
- [111] Yamaguchi D., Horita Z., Nemoto M. ve Langdon T. G. (1999). "Significance Of Adiabatic Heating In Equal Channel Angular Pressing", *Scripta Materialia*, 41: 791–796.
- [112] Moradi, M., Basu, S., ve Shankar, M. R. (2015). "In situ measurement of deformation mechanics and its spatio-temporal scaling behavior in equal channel angular pressing.", *Journal of Materials Research* 30:798–810.
- [113] VALIEV R. ve LANGDON T. G., (2006). " Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement". *Progress in Materials Science*, 51: 881–981.
- [114] Pei Q.X., Hu B.H., Lu C. ve Wang Y.Y., (2003). "A finite element study of the temperature rise during equal channel angular pressing", *Scr. Mater.*, 49: 303–308
- [115] Dinda, G. P., Rösner, H. ve Wilde, G. (2005). "Synthesis of bulk nanostructured materials by repeated cold-rolling.", *Materials Science and Engineering A* 410:328–331.
- [116] The Library of Manufacturing, Hydrostatic Extrusion, http://thelibraryofmanufacturing.com/hydrostatic_extrusion ,02.12.2017.
- [117] Segal, V. M. (2002) Severe plastic deformation: simple shear versus pure shear 338:331–344.
- [118] V. M. Segal, (1977). Patent No. 575892.
- [119] Ferrasse, S., Segal, V. M., and Alford, F. (2004). "Texture evolution during equal channel angular extrusion (ECAE) Part II. An effect of post-deformation annealing.", *Materials Science and Engineering A* 372:235–244.
- [120] Segal, V. M. (2004). "Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE)", *Materials Science and Engineering A* 386:269–276.
- [121] Troia, M. G., Henriques, G. E. P., Mesquita, M. F. ve Fragoso, W. S. (2008) The effect of surface modifications on titanium to enable titanium-porcelain bonding. *Dental Materials* 24:28–33.
- [122] LeGeros R. Z. (1993), "Biodegradation and bioresorption of calcium phosphate ceramics", *Clin Mater.* 14(1):65-88.
- [123] R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulyukov, (1993). "Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation ",*Materials Science and Engineering: A* V. 168, I.2, P.141-148.
- [124] Alexandrov, Y.T. Zhu, T.C. Lowe, R.K. Islamgaliev ve R.Z. Valiev, (1998). "Severe plastic deformation: New technique for powder consolidation and grain size refinement". *Powder Metallurgy* 41(1):11-13
- [125] Nadai A., (1950). "Theory of Flow ve Fracture.", Mc-Graw-Hill.New York.
- [126] Shin, D. H., Kim, I., Kim, J. ve Zhu, Y. T. (2002). "Shear strain accommodation during severe plastic deformation of titanium using equal channel angular pressing.", *Materials Science and Engineering A* 334: 239–245.

- [127] Iwahashi Y, Wang J, Horita Z, Nemoto M ve Langdon TG., (1996). "Principle of equal channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials.", *Scripta Materialia*. 35(2):143-146
- [128] Shin D. H., (1993). "Development of Ultra-Fine Grained Ti and Ti-6Al-4V Alloy by Equal Channel Angular Extrusion" Final Report to AFORS/AOARD, Hanyang University.
- [129] Segal, V. M. (1995). "Materials processing by simple shear.", *Materials Science and Engineering: A* 197:157–164.
- [130] Nakashima, K., Horita, Z., Nemoto, M. ve Langdon, T. G. (2000). "Development of a multi-pass facility for equal-channel angular processing to high total strains.", *Materials Science & Engineering A* 281:82–87.
- [131] Lee, S. ve LANGDON T.G., (1999). "Influence of Equal-Channel Angular Pressing on the Superplastic Properties of Commercial Aluminum Alloys." *Superplasticity- Current Status and Future Potential* 2000: 601-359.
- [132] Furukawa, M., Iwahashi, Y., Horita, Z., Nemoto, M. ve Langdon, T. G. (1998). "The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing." *Materials Science and Engineering: A* 257:328–332.
- [133] Yamashita, A., Yamaguchi, D., Horita, Z. Ve Langdon, T. G. (2000). "Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing." *Materials Science and Engineering A* 287:100–106.
- [134] Furukawa M., Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., ve Langdon T. G., "The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing", *Materials Science and Engineering: A* 257(2): 328–332.
- [135] Stolyarov V. V., Zhu Y. T., Alexandrov I. V., Lowe T.C. ve Valiev R. Z., (2001). "Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti" *Materials Science and Engineering: A* 299(1–2):59–67.
- [136] Shin D.H., Kim I., Kim J., Kim Y.S. ve Semiatin S.L., (2001). "Microstructure development during equal-channel angular pressing of titanium" *Materials Science and Engineering: A* Volume 299(1–2) 59–67.
- [137] Zhilyaev, A., Parkhimovich, N., Raab, G., Popov, V. ve Danilenko, V. (2015). "Microstructure and texture homogeneity of ecap titanium." *Reviews on Advanced Materials Science* 43:61–66.
- [138] Shin D.H., Kim I., Kim J. Ve Zhu, Y. T. (2002). "Shear strain accommodation during severe plastic deformation of titanium using equal channel angular pressing", *Materials Science and Engineering: A*, V. 334 (1–2):239–245.
- [139] Lapovok R., Tomus D., Mang J., Estrin Y. Ve Lowe T.C., (2009), "Evolution of nanoscale porosity during equal-channel angular pressing of titanium ", *Acta Materialia* 57(10):2909–2918.
- [140] Nagasekhar A.V., Chakkingal U. Ve Venugopal P. , (2006). "Candidature of equal channel angular pressing for processing of tubular commercial purity-titanium", *Journal of Materials Processing Technology*, 173 (1): 53–60.
- [141] Avvari, M., Narendranath, S. ve Nayaka, H. S. (2014) Effect of Processing Routes on AZ31 Alloy Processed By Severe Plastic Deformation. *Procedia Materials Science* 5:1560–1566.

- [142] Ko, Y. G., Lee, C. S., Shin, D. H. ve Semiatin, S. L. (2006) Low-temperature superplasticity of ultra-fine-grained Ti-6Al-4V processed by equal-channel angular pressing. *Metall. Mater. Trans. A* 37:381–391.
- [143] Valiev, R.Z., Islamgaliev, R.K., (2000), “SPD processing and superplasticity in ultrafine-grained alloys”, *Materials Research Society Symposium - Proceedings*, 601:335-345.
- [144] Langdon, T. G. (2001), “An Evaluation of the Flow Behavior during High Strain Rate Superplasticity in an Al-Mg-Sc Alloy” 32.
- [145] Shin, D. H., Kim, B. C., Park, K. T. ve Choo, W. Y. (2000). “Microstructural changes in equal channel angular pressed low carbon steel by static annealing”. *Acta Materialia* 48: 3245–3252.
- [146] Kim, H. S., Seo, M. H. ve Hong, S. I. (2000). “On the die corner gap formation in equal channel angular pressing.” *Materials Science and Engineering A* 291: 86–90.
- [147] Jäger, a., Gärtnerova, V. ve Tesař, K. (2015). “Microstructure and anisotropy of the mechanical properties in commercially pure titanium after equal channel angular pressing with back pressure at room temperature.”, *Materials Science and Engineering: A* 644:114–120.
- [148] W.C. Oliver ve G.M. Pharr (2004). “Determination of the hardness and elastic modulus from continuous Vickers indentation testing Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology” , *Journal of Materials Research* Publisher: Cambridge University Press (CUP) DOI: 10.1557/jmr.2004.19.1.3
- [149] Qian, L., Li, M., Zhou, Z., Yang, H. ve Shi, X. (2005) Comparison of nano-indentation hardness to microhardness. *Surface and Coatings Technology* 195: 264–271.
- [150] Fröhlich, F., Grau, P. ve Grellmann, W. . (1977). “Performance and analysis of recording microhardness tests”, 42 (1):79-89
- [151] Niinomi, M. (2003). “Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods. “. *Science and Technology of Advanced Materials* 4, 445–454.
- [152] Ungár, T. (2004). “Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening.”, *Scripta Materialia* 51:777–781.
- [153] Suresh, K. S., Geetha, M., Richard, C., Landoulsi, J., Ramasawmy, H., Suwas, S. ve Asokamani, R. (2012) Effect of equal channel angular extrusion on wear and corrosion behavior of the orthopedic Ti-13Nb-13Zr alloy in simulated body fluid. *Materials Science and Engineering C* 32:763–771.
- [154] Rogl, G., Grytsiv, A., Bursik, J., Horky, J., Anbalagan, R., Bauer, E., Mallik, R. C., Rogl, P. ve Zehetbauer, M. (2014) Changes in microstructure and physical properties of skutterudites after severe plastic deformation. *Phys. Chem. Chem. Phys.* 17:3715–3722.

- [155] Purcek, G., Yapici, G. G., Karaman, I. Ve Maier, H. J. (2011). "Effect of commercial purity levels on the mechanical properties of ultrafine-grained titanium.", *Materials Science and Engineering A* 528:2303–2308.
- [156] Mishra, a., Richard, V., Grégori, F., Asaro, R. J. ve Meyers, M. a. (2005) Microstructural evolution in copper processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A* 410:290–298.
- [157] Ko, Y. G., Shin, D. H., Park, K.-T. ve Lee, C. S. (2006). "An analysis of the strain hardening behavior of ultra-fine grain pure titanium", *Scripta Materialia* 54: 1785–1789.
- [158] Łojkowski, W. (1991)." On the spreading of grain boundary dislocations and its effect on grain boundary properties.", *Acta Metallurgica Et Materialia* 39: 1891–1899.
- [159] Nazarov, A.A. ve A.E., Romanov, (1990)," Incorporation model for the spreading of extrinsic grain boundary dislocations", *R.Z. Valiev Scripta Mater*, 24:19-29.
- [160] Hebesberger, T., Stüwe, H.P., Vorhauer, A., Wetscher, F. ve Pippan, R.(2005)," Structure of Cu deformed by high pressure torsion", *Acta Materialia*,Volume 53 (2):393-402
- [161] Huang, C.X., Wang, K., Wu, S.D. , Zhang, Z.F., Li, G.Y., ve Li, S.X. (2006)."Deformation twinning in polycrystalline copper at room temperature and low strain rate", *Acta Materialia*, 54(3):655-665
- [162] Apps, P.J. , Bowen, J.R. ve Prangnell, P.B.,(2003),"The effect of coarse second-phase particles on the rate of grain refinement during severe deformation processing" *Acta Materialia*, 51,(10-11):2811-2822
- [163] Bozzolo, N., Dewobroto, N., Grosdidier, T.ve Wagner, F., (2005)."Texture evolution during grain growth in recrystallized commercially pure titanium", *Materials Science and Engineering A* 397:346–355
- [164] Lowe, T.ve Valiev, R. Z.,(1999). "Investigations and applications of severe plastic deformation", *Kluwer Academic Publishers*
- [165] Sakai, T., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Miura, H. ve Jonas, J. J. (2014)."Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions", *Progress in Materials Science* 60:130–207.
- [166] Avrami, M.(1939)."Kinetics of Phase change (I)- General Theory", *Journal of Chemical Physics*, 45:1103-1113.
- [167] Lee, Y.,(2004)."Rod and Bar Rolling", *New York Publishing*.
- [168] Johnson, W.A. ve Mehl R.F, (1939)."Reaction kinetics in processes of nucleation and growth, *Transactions" AIME*,135:416-458.
- [169] Zhang, Z. Q., Dong, L. M., Yang, Y., Guan, S. X., Liu, Y. Y. ve Yang, R. (2012). "Microstructure refinement of a dual phase titanium alloy by severe room temperature compression." *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)* 22:2604–2608.
- [170] Wang, Y., Chen, M., Zhou, F. ve Ma, E. (2002)."High tensile ductility in a nanostructured metal".*Nature* 419:912–915.
- [171] Zhao, Y. H., Bingert, J. F., Liao, X. Z., Cui, B. Z., Han, K., Sergueeva, A. V., Mukherjee, A. K., Valiev, R. Z., Langdon, T. G. ve Zhu, Y. T.

- (2006). "Simultaneously increasing the ductility and strength of ultra-fine-grained pure copper". *Advanced Materials* 18:2949–2953.
- [172] He, G., Eckert, J., Dai, Q. L., Sui, M. L., Löser, W., Hagiwara, M. ve Ma, E. (2003). "Nanostructured Ti-based multi-component alloys with potential for biomedical applications". *Biomaterials* 24:5115–5120.
- [173] Valiev, R. Z., Alexandrov, I. V., Zhu, Y. T. ve Lowe, T. C. (2002). "Paradox of Strength and Ductility in Metals Processed Bysevere Plastic Deformation.". *Journal of Materials Research* 17(5–8):269
- [174] Suresh, K. S., Gurao, N. P., Singh D., S., Suwas, S., Chattopadhyay, K., Zharebtsov, S. V. ve Salishchev, G. A. (2013). "Effect of equal channel angular pressing on grain refinement and texture evolution in a biomedical alloy Ti13Nb13Zr.". *Materials Characterization* 82:73–85.
- [175] Ari-Gur, P. ve Semiatin, S. L. (1998) "Evolution of microstructure, macrotexture and microtexture during hot rolling of Ti-6Al-4V", *Materials Science and Engineering: A*, 257(1):118–127
- [176] Dheda, S. S. ve Mohamed, F. A. (2011) "Effect of initial microstructure on the processing of titanium using equal channel angular pressing", *Materials Science and Engineering A. Elsevier B.V.*, 528(28): 8179–8186.
- [177] Estrin, Y., Ivanova, E. P., Michalska, A., Truong, V. K., Lapovok, R. ve Boyd, R. (2011). "Accelerated stem cell attachment to ultrafine grained titanium.". *Acta Biomaterialia* 7:900–906.
- [178] Handtrack, D., Sauer, C. ve Kieback, B. (2008) "Microstructure and properties of ultrafine-grained and dispersion- strengthened titanium materials for implants". *Journal of Materials Science* 43:671–679.
- [179] Semenova, I. P., Valiev, R. Z., Yakushina, E. B., Salimgareeva, G. H. ve Lowe, T. C. (2008) "Strength and fatigue properties enhancement in ultrafine-grained Ti produced by severe plastic deformation". *Journal of Materials Science* 43: 7354–7359.
- [180] Luo, P., McDonald, D. T., Xu, W., Palanisamy, S., Dargusch, M. S. ve Xia, K. (2012). "A modified Hall-Petch relationship in ultrafine-grained titanium recycled from chips by equal channel angular pressing.". *Scripta Materialia* 66: 785–788.
- [181] Kim, I., Jeong, W.-S., Kim, J., Park, K.-T. ve Shin, D. H. (2001). "Deformation structures of pure Ti produced by equal channel angular pressing.". *Scripta Materialia* 45:575–580.
- [182] Zhao, Y. (2013) "Fabrication of bulk ultrafine grained titanium alloy via equal channel angular pressing based thermomechanical treatment", *Materials and Design*, 46: 889–894.
- [183] Inamura, T. (2005) 'Anisotropy and Temperature Dependence of Young's Modulus in Textured TiNbAl Biomedical Shape Memory Alloy', *Materials Transactions*, 46(7): 1597–1303
- [184] Liu, H. (2014) 'Deformation-induced changeable Young's modulus with high strength in β -type Ti-Cr-O alloys for spinal fixture', *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. Elsevier*, 30: 205–213.

- [185] Pérez, A. T., Battez, A. H., García-Atance, G., Viesca, J. L., González, R., ve Hadfield, M. (2011). "Use of optical profilometry in the ASTM D4172 standard". *Wear* 271:2963–2967.
- [186] Stolyarov, V. V., Shuster, L. S., Migranov, M. S., Valiev, R. Z. ve Zhu, Y. T. (2004) Reduction of friction coefficient of ultrafine-grained CP titanium. *Materials Science and Engineering A* 371:313–317.
- [187] Hutchings, J. M., (1992). "Tribology: friction and wear of engineering materials.", CRC Press, - Technology & Engineering
- [188] La, P., Ma, J., Zhu, Y. T., Yang, J., Liu, W., Xue, Q., ve Valiev, R. Z. (2005). "Dry-sliding tribological properties of ultrafine-grained Ti prepared by severe plastic deformation.". *Acta Materialia* 53: 5167–5173.
- [189] Wang, C. T., Gao, N., Wood, R. J. K. ve Langdon, T. G. (2011). "Wear behavior of an aluminum alloy processed by equal-channel angular pressing.". *Journal of Materials Science* 46:123–130.
- [190] Purcek, G., Saray, O., Kul, O., Karaman, I., Yapici, G. G., Haouaoui, M. ve Maier, H. J. (2009)."Mechanical and wear properties of ultrafine-grained pure Ti produced by multi-pass equal-channel angular extrusion.". *Materials Science and Engineering A* 517:97–104.
- [191] Wang, C. T., Gao, N., Gee, M. G., Wood, R. J. K. ve Langdon, T. G. (2012). "Effect of grain size on the micro-tribological behavior of pure titanium processed by high-pressure torsion.". *Wear* 280-281: 28–35.
- [192] Garbacz, H., Gradzka-Dahlke, M. ve Kurzydłowski, K. J. (2007)."The tribological properties of nano-titanium obtained by hydrostatic extrusion.". *Wear* 263: 572–578.
- [193] Hajizadeh, K., Eghbali, B., Topolski, K. ve Kurzydłowski, K. J. (2014) Ultra-fine grained bulk CP-Ti processed by multi-pass ECAP at warm deformation region. *Materials Chemistry and Physics* 143:1032–1038.
- [194] Çelik, İ., Alsaran, A., ve Purcek, G. (2014) Effect of different surface oxidation treatments on structural, mechanical and tribological properties of ultrafine-grained titanium. *Surface and Coatings Technology* 258:842–848.
- [195] Budinski, K. G. (1991). "Tribological properties of titanium-alloys.", *Wear* 151: 203–217.
- [196] Kim, H. S. ve Kim, W. J. (2014). "Annealing effects on the corrosion resistance of ultrafine-grained pure titanium.". *Corrosion Science* 89:331–337.
- [197] Neis, P. D., Ferreira, N. F. ve Silva, F. P. (2014). "Comparison between methods for measuring wear in brake friction materials.". *Wear* 319:191–199.
- [198] Purcek, G., Saray, O., Kul, O., Karaman, I., Yapici, G. G., Haouaoui, M. ve Maier, H. J. (2009)."Mechanical and wear properties of ultrafine-grained pure Ti produced by multi-pass equal-channel angular extrusion.". *Materials Science and Engineering A* 517:97–104.

- [199] Rementeria, R., García, I., Aranda, M. M. ve Caballero, F. G. (2015). "Reciprocating-sliding wear behavior of nanostructured and ultra-fine high-silicon bainitic steels.". *Wear* 338-339: 202–209.
- [200] Antunes, R. A. ve de Oliveira, M. C. L. (2013). "Corrosion in biomass combustion: A materials selection analysis and its interaction with corrosion mechanisms and mitigation strategies." *Corrosion Science* 76:6–26.
- [201] Hutchings, J. M., (1992). "Tribology: friction and wear of engineering materials.", CRC Press, - Technology & Engineering
- [202] Lu, Z. C., Zeng, M. Q., Gao, Y. ve Zhu, M. (2013). "Minimizing tribolayer damage by strength-ductility matching in dual-scale structured Al-Sn alloys: A mechanism for improving wear performance.". *Wear* 304, 162–172.
- [203] SONG, D., MA, A. b., JIANG, J. h., LIN, P. h. ve YANG, D. h. (2009) Corrosion behavior of ultra-fine grained industrial pure Al fabricated by ECAP. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)* 19, 1065–1070.
- [204] Balyanov, A., Kutnyakova, J., Amirkhanova, N. A., Stolyarov, V. V., Valiev, R. Z., Liao, X. Z., Zhao, Y. H., Jiang, Y. B., Xu, H. F., Lowe, T. C. ve Zhu, Y. T. (2004) "Corrosion resistance of ultra fine-grained Ti". *Scripta Materialia* 51:225–229.
- [205] Pu, Z., Song, G. L., Yang, S., Outeiro, J. C., Dillon, O. W., Puleo, D. A. ve Jawahir, I. S. (2012) Grain refined and basal textured surface produced by burnishing for improved corrosion performance of AZ31B Mg alloy. *Corrosion Science* 57: 192–201.
- [206] Dimić I., Cvijović-Alagić I., Völker B., Hohenwarter A., Pippan R., Veljović D., Rakin M. ve Bugarski B., (2016), "Microstructural evolution and strain-hardening behavior of multi-pass caliber-rolled Ti-13Nb-13Zr" *Mater. Des.*, 91: 340–7.
- [207] Suresh K.S., Geetha M., Richard C., Landoulsi J., Ramasawmy H., Suwas S. ve Asokamani R., (2012), "Effect of equal channel angular extrusion on wear and corrosion behavior of the orthopedic Ti-13Nb-13Zr alloy in simulated body fluid", *Mater. Sci. Eng. C*, 32:763–71.
- [208] H. Liu, M. Niinomi, M. Nakai, J. Hieda ve K. Cho, (2014), "Deformation-induced changeable Young's modulus with high strength in β -type Ti-Cr-O alloys for spinal fixture", *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, 30: 205–13.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı :Aslı GÜNAY BULUTSUZ

Doğum Tarihi ve Yeri :29.04.1987, Malatya

Yabancı Dili :İngilizce, Almanca

E-posta :asligunaya@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU

Derece	Alan	Okul/Üniversite	Mezuniyet Yılı
Y. Lisans	Makine Mühendisliği	Yıldız Teknik Üniversitesi	2011
Lisans	Makine Mühendisliği	Trakya Üniversitesi	2009
Lise	Sayısal	Bahçelievler Süper Lisesi	2005

İŞ TECRÜBESİ

Yıl	Firma/Kurum	Görevi
2010-	Yıldız Teknik Üniversitesi	Araştırma Görevlisi

YAYINLARI

Makale

1. K. OZALTIN, A. PANIGRAHI, W. CHROMINSKI, A.G. BULUTSUZ, M. KULCZYK, M.J. ZEHETBAUER, and M. LEWANDOWSKA, Microstructure and Texture Evolutions of Biomedical Ti-13Nb-13Zr Alloy Processed by Hydrostatic Extrusion, METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, August, 2017, DOI: 10.1007/s11661-017-4278-4
2. Bulutsuz AG, Mercan, Karapinar G, Katiboğlu AB, Lewandowska M. Estimation of surface modification methods effect on the topography of dental implants by using metrological observation techniques. Acta Phys Pol A 2016;129:625–7. doi:10.12693/APhysPolA.129.625.
3. Asli G. Bulutsuz, Kaan Yetilmezsoy, M. Numan Durakbasa: Application of fuzzy logic methodology for predicting dynamic

- measurement errors related to process parameters of coordinate measuring machines. *Journal of Intelligent and Fuzzy Systems* 10/2015; 29(4):1619-1633. DOI:10.3233/IFS-151641
4. Aslı Günay Bulutsuz, Rüştü Cem Tanyel, Ahmet Bülent Katipoğlu: Measurement of Temperature Change During the Implant Site Preparation to Determine Influence of Tool Characteristics, *Measurement* Volume 79, February 2016, Pages 354-359, <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2015.05.046>
 5. M. Numan Durakbasa, Anil Akdogan, Ali Serdar Vanli, Asli Gunay Bulutsuz: Optimization of end milling parameters and determination of the effects of edge profile for high surface quality of AISI H13 steel by using precise and fast measurements. *Measurement* 05/2015; 68. DOI:10.1016/j.measurement.2015.02.042
 6. Katarzyna Sharman, Piotr Bazarnik, Tomasz Brynk, Asli Gunay Bulutsuz, Malgorzata Lewandowska, Yi Huang, Terence G. Langdon: Enhancement in mechanical properties of a β -titanium alloy by high-pressure torsion. *Journal of Materials Research and Technology* 03/2015; 4(1):79-83. DOI:10.1016/j.jmrt.2014.10.010
 7. Gunay, A., Sagbas, B., Durakbasa, M.N. Importance of measurement parameters for the dental implant surface characterization, *ACTA PHYSICA POLONICA A*, Vol. 125 (2014)

Bildiri

1. Asli GUNAY BULUTSUZ, Cigdem UNLU MERCAN, Gokay KARAPINAR, Ahmet Bulent KATIOPOGLU, Malgorzata LEWANDOWSKA: Estimation of Surface Modification Methods Effect on Topography of Dental Implants by Using Metrological Observation Techniques. BIOMATSEN 2015 INTERNATIONAL CONGRESS ON BIOMATERIALS AND BIOSENSORS; 04/2015
2. Asli GUNAY BULUTSUZ, M. Emin YURCI, M. Numan DURAKBAŞA INVESTIGATION CMM MEASUREMENT PARAMETERS EFFECT TO THE MEASUREMENT ERROR, TC14 - Measurement of Geometrical Quantities, XXI IMEKO World Congress, 2015
3. Asli GUNAY BULUTSUZ, M. Emin YURCI, Malgorzata LEWANDOWSKA INFLUENCE OF SEVERE PLASTIC DEFORMATION ON Ti13Nb13Zr SURFACE MORPHOLOGY, TC13 - Measurements in Biology and Medicine II., XXI IMEKO World Congress, 2015
4. Aslı G. Bulutsuz, Aygöl Yeprem, Mehmet Emin YURCI, Investigation Modified Surfaces Of Ultrafine Grained Pure Titanium Grade 4 Material For Dental Implant Application -Collaborative Conference on 3D and Materials Research

Proje

1. Ortopedi Alanında Kullanılan Titanyum Bazlı Biyouyumlu Inovatif Yapılar için Akademi ve Endüstri-Temel Eğitim Ağı, Avrupa Birliği, Araştırmacı, 01/01/2011 - 30/12/2014 (ULUSLARARASI)
2. Asırı Plastik Deformasyon ile Ulaşılmış Ultra İnce Tane Yapıdaki Biyomedikal Malzemelerin Yüzey Modifikasyonu, Yükseköğretim Kurumları tarafından destekli bilimsel araştırma projesi, Araştırmacı, 01/04/2015 (Devam Ediyor) (ULUSAL)
3. Biyomedikal Alanda Kullanılan Saf Titanyuma Ultrasonik Titreşim

- Etkisi Altında Aşırı Plastik Deformasyon Uygulaması, TUBİTAK, 216M037, 15.07.2017- Devam Ediyor (ULUSAL)
4. Kesici Takım Uç Geometrilerinin Üç Boyutlu Modern Ölçme Teknigi Metotları ile Yüksek Hassasiyette Tespiti ve Is Parçası Yüzey Dokusuna Etkilerinin Arastırılması, Yükseköğretim Kurumları tarafından destekli bilimsel araştırma projesi, Arastirmacı, 01/03/2013 - 01/02/2014 (ULUSAL)

ÖDÜLLERİ

1. TUBİTAK 2210 YURT İÇİ DOKTORA BURSUSU
2. MADAM CURIE ARAŞTIRMACI BURSUSU