



**T.C.**

**HİTİT ÜNİVERSİTESİ**

**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**GRAFEN-  $\text{Si}_3\text{N}_4$  TAKVİYELİ TİTANYUM HİBRİT  
KOMPOZİTLERİN TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN  
İNCELENMESİ**

**Yüksek Lisans**

**Halil İbrahim BİLİCİ**

**Çorum - 2023**



**GRAFEN- Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> TAKVİYELİ TİTANYUM HİBRİT KOMPOZİTLERİN  
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Halil İbrahim BİLİCİ**

**Lisansüstü Eğitim Enstitüsü  
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Yüksek Lisans**

**TEZ DANIŞMANI**

**Dr. Öğr. Üyesi Yusuf KANCA**

**İkinci Danışman: Doç. Dr. Mevlüt GÜRBÜZ**

**Çorum 2023**

## KABUL VE ONAY

Halil İbrahim BİLİCİ tarafından hazırlanan "Grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Takviyeli Titanyum Hibrit Kompozitlerin Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi" adlı tez çalışması 25/01/2023 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından oy birliği ile Hitit Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Makina Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Naci KURGAN

.....

Jüri Başkanı

Dr. Öğr. Üyesi Yusuf KANCA

.....

Üye ( Danışman)

Dr. Öğr. Üyesi Ayşenur KELEŞ DAYAUÇ

.....

Üye

Hitit Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulunun .../.../..... tarih ve ..... sayılı kararı ile Halil İbrahim BİLİCİ'nin Makina Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans derecesi alması onanmıştır.

Prof. Dr. Muhammed Asif YOLDAŞ

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdür V.

## TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını beyan ederim.

(İmza)

Halil İbrahim BİLİCİ



# GRAFEN- Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> TAKVİYELİ Ti6Al4V MATRİSLİ HİBRİT KOMPOZİTLERİN TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Halil İbrahim BİLİCİ

ORCID:0000-0002-6947-2925

HİTİT ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Yüksek Lisans

OCAK 2023

## ÖZET

Ti-6Al-4V (Ti64) alaşımı, düşük yoğunluk, yüksek mukavemet ve biyouyumluluk gibi özelliklere sahip olması ile özellikle medikal alanda en çok tercih edilen alaşımlarından birisi olmasına rağmen düşük sertlik ve aşınma direnci alaşımın kullanım alanını kısıtlamaktadır. Bu sebeple farklı takviye elemanları ile Ti64 alaşımının mekanik özelliklerinin iyileştirilmesine yönelik çalışmalar her geçen gün artmaktadır. Bu tez çalışmasında, ikinci danışman ve tez öğrencisi tarafından toz metalürjisi yöntemiyle üretilmiş grafen/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli Ti64 hibrit kompozitlerin biyotribolojik performansı incelenmiştir. Deneyler 10 N yük ve 20 mm/s hızda kuru ve fizyolojik sıvı (PBS ve BCS) ortamlarında 6 mm çapında alümina topa karşı gerçekleştirilmiştir. Test sonrası aşınma yüzeylerine ait aşınma mekanizmaları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile belirlenmiştir. Kuru ortamda yapılan deneylerde en yüksek aşınma oranı ( $38,7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) Ti64 alaşımında elde edilmiştir. Ti64 alaşıma grafen takviyesiyle aşınma direncinde artış gözlemlenmiştir ve en düşük aşınma oranı ( $29,5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) en düşük gözeneklilik, en yüksek basma dayanımı ve sertlik değerlerine sahip Ti64-0,15Gr kompozitte bulunmuştur. Ti64 alaşımı yüzeyinde oluşan yoğun aşınma partikülleri sayesinde Ti64 alaşımının ortalama sürtünme katsayısı (0,32) Ti64-Gr kompozitlerin ortalama sürtünme katsayısından (0,54-0,60) daha düşük bulunmuştur. PBS ve BCS çözeltilerinde aşınma yüzeyinde sınır tabaka yağlama oluşumu ile sürtünme katsayıları (0,28-0,35) ve aşınma oranları ( $17,2-23,4 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) kuru ortama göre daha düşük bulunmuştur. BCS sıvısında bulunan proteinler sayesinde sınır yağlaması daha da etkin olarak sürtünme katsayıları ve aşınma oranları daha düşük bulunmuştur. Ti64 alaşıma Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesiyle artan plastik deformasyon direncine bağlı olarak üç farklı ortamda da sürtünme katsayıları artarken aşınma oranları düşmüştür. Kuru ortamda Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviye edilmiş Ti64 kompozitler arasında en düşük aşınma oranı ( $2,82 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) Ti64-3SN numunede elde edilmiştir. Biyolojik çözeltilerde ise en düşük aşınma oranı Ti64-7SN kompozitinde PBS ve BCS çözeltileri için

sırasıyla  $3,54 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ve  $1,22 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  olarak hesaplanmıştır.  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -grafen takviyeli Ti64 hibrit kompozitlerde katı yağlayıcı olan grafenin  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ile oluşturduğu sinerji ile kuru ve BCS ortamlarında grafen oranının artması Ti64 alaşımının aşınma direncinde artış sağlamıştır. PBS'de ise grafen oranının artması azalan sertlik ile aşınma direncinin düşmesine sebep olmuştur. Bütün test gruplarında en baskın aşınma mekanizmasının abrasiv aşınma olduğu görülmüştür. Bunlara ek olarak az miktarda plastik deformasyon, tribokatman delaminasyonları ve çatlaklar tespit edilmiştir. PBS ve BCS çözeltileri yağlayıcı olarak işlev gördüğü için aşınma mekanizmaları daha az miktarda görülmüştür.

**Anahtar Kavramlar:** Ti-6Al-4V, grafen, silisyum nitrid, aşınma ve sürtünme, fizyolojik sıvılar

**Bilim Kodu:** 91421



# INVESTIGATIONS ON TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF GRAPHENE-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> REINFORCED Ti64 MATRIX HYBRID COMPOSITES

Halil İbrahim BİLİCİ

ORCID: 0000-0002-6947-2925

HITIT UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL

Master of Science

JANUARY 2023

## ABSTRACT

Although Ti-6Al-4V (Ti64) alloy is one of the most preferred alloys, especially in the medical field, with features such as low density, high strength and biocompatibility, its low hardness and wear resistance limit the use of the alloy. For this reason, studies on improving the mechanical properties of Ti64 alloy with different reinforcement elements are increasing day by day. In this thesis, biotribological performance of graphene/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> reinforced Ti64 hybrid composites was investigated, produced by powder metallurgy by the second advisor and thesis student. Experiments were performed against a 6 mm diameter alumina ball in dry-sliding condition and physiological lubricants (PBS and BCS) under a load of 10 N and a sliding speed of 20 mm/s. After the tests, the wear mechanisms of the wear surfaces were determined by scanning electron microscopy (SEM). The highest wear rate ( $38.7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) was obtained in Ti64 alloy in the experiments carried out in dry-sliding condition. An increase in wear resistance was observed with graphene reinforcement to Ti64 alloy and the lowest wear rate ( $29.5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) was found in Ti64-0.15Gr composite with the lowest porosity, highest compressive strength and hardness values. Thanks to the intense wear particles formed on the surface of the Ti64 alloy, the average friction coefficient of Ti64 alloy (0.32) was found to be lower than that of the Ti64-Gr composites (0.54-0.60). The friction coefficients (0.28-0.35) and wear rates ( $17.2\text{-}23.4 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) were found to be lower in PBS and BCS lubricants than dry-sliding condition, owing to the formation of boundary lubrication on the wear surface. The presence of proteins in BCS lubricant enables boundary lubrication even more effective, and thus friction coefficients and wear rates were found to be lower. Due to the increased plastic deformation resistance with Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> reinforcement to Ti64 alloy, the friction coefficients increased in all three test conditions while the wear rates decreased. The lowest wear rate ( $2.82 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) among Ti64 composites reinforced with Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> in dry conditions was obtained in the Ti64-3SN sample. In biological lubricants, the lowest wear rate

was calculated as  $3.54 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  and  $1.22 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  for PBS and BCS solutions, respectively, in Ti64-7SN composite. The synergy between the solid lubricant graphene and  $\text{Si}_3\text{N}_4$  in  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -graphene reinforced Ti64 hybrid composites and the increase in graphene ratio in dry-sliding condition and BCS lubricant provided an increase in the wear resistance of Ti64 alloy. In PBS, on the other hand, the increase in graphene ratio caused a decrease in wear resistance with decreasing hardness. It was observed that the dominant wear mechanism in all test groups was abrasive wear. In addition to these, a small amount of plastic deformation, tribolayer delaminations and cracks were detected. Less wear mechanisms were observed in PBS and BCS solutions as they acted as lubricants.

**Key Terms:** Ti-6Al-4V, graphene, silicon nitride, wear and friction, physiological lubricants

**Science Code:** 91421



## TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın her aşamasında katkılarını esirgemeyen, değerli bilgilerini paylaşan ve destek olan tez danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Yusuf KANCA'ya çok teşekkür ederim.

Tez çalışmamın çeşitli aşamalarında bilgi birikimlerinden yararlandığım ve tez ikinci danışmanım olan Doç. Dr. Mevlüt GÜRBÜZ'e, hibrit kompozit üretimi için Erdem SAYIN'a ve tezin yazımı aşamasında vermiş olduğu sonsuz desteklerden dolayı Dr. Öğr. Üyesi Ayşenur KELEŞ DAYAUÇ'a teşekkür ederim.

Hayatım boyunca hiçbir desteğini benden esirgemeyen hayatımın her aşamasında düşünce ve fikirleriyle bana doğru yolu gösteren bana her zaman inanıp güvenen başta babam Başöğretmen Aydın BİLİCİ'ye annem Cihan BİLİCİ kardeşlerim Murathan ve Cemil Bahadır BİLİCİ'ye sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Halil İbrahim BİLİCİ

Bu tez çalışmasına, MUH19004.21.007 numaralı “Grafen/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli titanyum hibrit kompozitlerin tribolojik özelliklerinin incelenmesi” başlıklı proje kapsamında vermiş oldukları destekten dolayı Hitit Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne teşekkür ederim.

Halil İbrahim BİLİCİ

## İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET .....	iv
ABSTRACT .....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER .....	x
TABLolar DİZİNİ.....	xii
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	xiii
RESİMLER DİZİNİ .....	xv
SİMGELER VE KISALTMALAR .....	xvi
GİRİŞ .....	1
<b>1. BÖLÜM</b>	
<b>KOMPOZİT MALZEMELER</b>	
1.1.Seramik Matrisli Kompozitler .....	3
1.2.Polimer Matrisli Kompozitler.....	3
1.3.Metal Matrisli Kompozitler.....	3
<b>2. BÖLÜM</b>	
<b>TOZ METALURJİSİ</b>	
2.1. Sinterleme.....	6
<b>3. BÖLÜM</b>	
<b>TİTANYUM VE TİTANYUM ALAŞIMLARI</b>	
3.1. Titanyum Alaşımı Üzerine Yapılmış Olan Çalışmalar .....	9
<b>4. BÖLÜM</b>	
<b>MATERYAL VE YÖNTEM</b>	
4.1. Materyal.....	13
4.1.1. Ti64 kompozit numunesi .....	13
4.1.2. Test Sıvıları.....	14
4.2. Yöntem .....	15
4.2.1. Ti64 Alaşım Matrisli Grafen-Si3N4 Takviyeli Kompozit Üretimi.....	15
4.2.2. Numune yüzey hazırlama.....	17
4.2.3. Aşınma ve sürtünme testleri.....	18
4.2.4. Aşınma deneyi sonrası yüzey incelemesi .....	20

## 5. BÖLÜM

### BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1. Titanyum matrisli grafen takviyeli (Ti-Gr) Kompozitlerin Deneysel Sonuçları .....	24
5.1.1. Aşınma test sonuçları.....	25
5.1.2 Sürtünme test sonuçları.....	30
5.1.3 Aşınma yüzey analizi .....	33
5.2. Titanyum matrisli Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> takviyeli (Ti-SN) Kompozitlerin Deneysel Sonuçları.....	37
5.2.1. Aşınma test sonuçları.....	37
5.2.2 Sürtünme test sonuçları.....	41
5.2.3 Aşınma yüzey analizi .....	43
5.3. Titanyum matrisli Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -grafen takviyeli Hibrit Kompozitlerin Deneysel Sonuçları .....	46
5.3.1. Aşınma test sonuçları.....	46
5.3.2 Sürtünme test sonuçları.....	49
5.3.3 Aşınma yüzey analizi .....	51
<b>SONUÇ/SONUÇ VE ÖNERİLER .....</b>	<b>53</b>
<b>KAYNAKÇA.....</b>	<b>56</b>

## TABLolar DİZİNİ

<b>Tablo</b>	<b>Sayfa</b>
<b>Tablo 4.1.</b> Ti64 ün kimyasal kompozisyonu ağırlık % .....	<b>13</b>
<b>Tablo 4.2.</b> Ti64 ün fiziksel ve mekanik özellikleri .....	<b>13</b>
<b>Tablo 4.3.</b> Grafenin genel özellikleri.....	<b>14</b>
<b>Tablo 4.4.</b> Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ' ün fiziksel ve mekanik özellikleri .....	<b>14</b>
<b>Tablo 4.5.</b> Ti64 alaşım matrisli grafen-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> takviyeli kompozitlerin numune kodları .....	<b>16</b>
<b>Tablo 5.1.</b> Aşınma Testi Öncesi Malzeme Yüzeylerinin Yüzey Pürüzlülükleri.....	<b>23</b>
<b>Tablo 5.2.</b> Aşınma testi sonrası grafen katkılı Ti64 kompozitlerde ortalama yüzey pürüzlülüğü aşınma izi genişliği ve derinliği ölçüm sonuçları.....	<b>26</b>
<b>Tablo 5.3.</b> Aşınma testi sonrası Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> katkılı Ti64 kompozitlerde ortalama yüzey pürüzlülüğü aşınma izi genişliği ve derinliği ölçüm sonuçları.....	<b>37</b>
<b>Tablo 5.4.</b> Aşınma testi sonrası Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -grafen katkılı Ti64 hibrit kompozitlerde ortalama yüzey pürüzlülüğü aşınma izi genişliği ve derinliği ölçüm sonuçları. ....	<b>46</b>

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Sinterleme Teorisi.....	8
Şekil 4.1. MATLAB programında aşınma izi kesiti yüzey alanı hesaplanması.....	21
Şekil 5.1. Kuru ortamda test edilen grafen katkılı Ti64 kompozitlerin aşınma izi profilleri...	25
Şekil 5.2. Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) aşınma testi yapılan grafen katkılı Ti64 kompozitlerde oluşan hacim kayıpları. ....	27
Şekil 5.3. Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) aşınma testi yapılan grafen katkılı Ti64 kompozitlerde hesaplanan aşınma oranları.....	28
Şekil 5.4. Grafen katkılı Ti64 kompozitlerin farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) zamana bağlı sürtünme katsayısı grafikleri. ....	30
Şekil 5.5. Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) test edilen grafen katkılı Ti64 kompozitlerin ortalama sürtünme katsayıları. ....	32
Şekil 5.6. Ti64 alaşımına farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) yapılan aşınma deneyleri sonrasında meydana gelen aşınma izlerine ait fotoğraflar, düşük (50x) ve yüksek (1000x) büyütme SEM görüntüleri ve EDS analizleri.....	35
Şekil 5.7. Ti64-0.15Gr kompozite farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) yapılan aşınma deneyleri sonrasında meydana gelen aşınma izlerine ait fotoğraflar, düşük (50x) ve yüksek (1000x) büyütme SEM görüntüleri ve EDS analizleri.....	36
Şekil 5.8. Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen Si3N4 katkılı Ti64 kompozitlerde aşınma testi sonrasında oluşan hacim kayıpları.....	39
Şekil 5.9. Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen Si3N4 katkılı Ti64 kompozitlerde meydana gelen aşınma oranları.....	40
Şekil 5.10. Si3N4 katkılı Ti64 kompozitlerin farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) zamana bağlı sürtünme katsayısı grafikleri .....	42
Şekil 5.11. Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen Si3N4 katkılı Ti64 kompozitlerin ortalama sürtünme katsayıları .....	43
Şekil 5.12. Ti64-1SN kompozite farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) yapılan aşınma deneyleri sonrasında meydana gelen aşınma izlerine ait fotoğraflar, düşük (50x) ve yüksek (1000x) büyütme SEM görüntüleri ve EDS analizleri.....	45
Şekil 5.13. Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen grafen-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> katkılı Ti64 kompozitlerde aşınma testi sonrasında oluşan hacim kayıpları.....	48

- Şekil 5.14.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkı Ti64 kompozitlerde meydana gelen aşınma oranları..... **49**
- Şekil 5.15.** Grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkı Ti64 kompozitlerin farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) zamana bağlı sürtünme katsayısı grafikleri.....**50**
- Şekil 5.16.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkı Ti64 kompozitlerin ortalama sürtünme katsayıları..... **51**
- Şekil 5.17.** Ti64-1SN-0.15Gr kompozite farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) yapılan aşınma deneyleri sonrasında meydana gelen aşınma izlerine ait fotoğraflar, düşük (50x) ve yüksek (1000x) büyütme SEM görüntüleri ve EDS analizleri..... **52**



## RESİMLER DİZİNİ

Resim	Sayfa
<b>Resim 4.1.</b> Metkon FORCIPOL 1V parlatma ve zımparalama cihazı.....	<b>17</b>
<b>Resim 4.2.</b> PBS sıvısında yapılan doğrusal git-gel aşınma testine ait görseller.....	<b>18</b>
<b>Resim 4.3.</b> Marsurf/M300 Portatif 2B Profilometre.....	<b>20</b>
<b>Resim 4.4.</b> Jeol JSM7001F taramalı electron mikroskobu .....	<b>22</b>



## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

Al	Alüminyum
cBN	Kübik Bor Nitrür
E	Elastisite modülü
F	Normal kuvvet
F <sub>s</sub>	Sürtünme kuvveti
g	Gram
Gr	Grafen
HV	Vickers sertlik
L	Litre
R <sub>a</sub>	Ortalama yüzey pürüzlülüğü
S	Kayma mesafesi
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Silisyum Nitrür
Ti	Titanyum
TiC	Titanyum Karbür
TiN	Titanyum Nitrür
Ti64	Ti-6Al-4V
V	Vanadyum
W	Aşınma oranı
WC	Tungsten karbür
σ	Gerilme
ε	Birim şekil değişimi
μ	Sürtünme katsayısı
ΔV	Aşınma hacmi

## Kısaltmalar

BCS	Sığır serumu
ÇKG	Çok katmanlı grafen
EDS	Enerji Dispersif Spektrometre
HA	Hidroksi Apatit
M	Molar
MMK	Metal matrisli kompozitler
MWCNT	Çok duvarlı karbon nanotüp
PBS	Fosfat tamponlu salin
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SPH	Sıkı paket hegzagonal
TM	Toz metalürjisi
TiMMK	Titanyum metal matris kompozit
2B	İki boyutlu

## GİRİŞ

Medikal sektördeki uygulamalarda kullanılan implantların aşınma ve sürtünme gibi tribolojik etkiler neticesinde azalan kullanım ömürlerinin uzatılması için mekanik özelliklerinin iyileştirilmesine yönelik yoğun çalışmalar yürütülmektedir. Bu bağlamda yeni mühendislik malzemelerine duyulan ihtiyaç sürekli artmaktadır. Bu ihtiyacı karşılamak amacıyla kullanılan malzemelerden bir tanesi de kompozitlerdir (Şenel vd., 2015; Öztop, 2017).

İki veya daha fazla malzemenin bir araya gelerek oluşturduğu kombinasyona kompozit malzeme denir. Bu kombinasyon tek başına kullanılan bileşenlerin özelliklerinden daha iyi özelliklere sahip olmasına neden olmaktadır. Kompozitler temelde takviye ve matrisin oluşmaktadır. Kompozit malzeme üretiminde kullanılan matrisin amacı, takviye malzemelerini yük altında bir arada tutabilmek ve lifler arasında yükü homojen olarak dağıtmaktır. Böylece takviye edilen malzemelerde, plastik deformasyon gerçekleştiğinde meydana gelebilecek çatlak ilerlemesinin önüne geçilmiş olmaktadır. Kompozit malzemelerin diğer bir avantajı da yüksek dayanım, sertlik ve düşük yoğunluğa sahip olmalarıdır (Campbell, 2010).

Bu çalışma kapsamında matris malzemesi olarak kullanılacak olan Ti64 (Ti64) alaşımı, düşük yoğunluk, yüksek mukavemet ve biyouyumluluk gibi yapısal özelliklere sahip olması sebebiyle en çok tercih edilen titanyum alaşımlarından biridir. Ti64 alaşımı dünyadaki tüm titanyumun %60'ını tek başına oluşturmaktadır. Havacılık endüstrisinde ise üretilmiş olan Ti64 alaşımının %80'i kullanılmaktadır. Ancak yapısal olarak düşük sertlik, zayıf aşınma direnci ve yüksek sıcaklıklardaki kimyasal afinitesi Ti64 alaşımının kullanım alanını kısıtlamaktadır (Boyer vd., 2007). Bu nedenle bu alaşımın kompozit formunda üretimi önemli hale gelmiş olup, seramik takviyesinin yanında son yıllarda kullanılan takviye elemanlarından biri de grafendir.

Bu proje kapsamında medikal sanayisinde sıkça kullanılan Ti64 alaşımına takviye elemanları olarak grafen ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ilave edilerek toz metalurjisi yöntemiyle yeni kompozitler ikinci danışman ve öğrencisi tarafından geliştirilmiştir. Böylece kompozitlerin sürtünme ve aşınma performansı iyileştirilerek sektör için daha uzun ömürlü hammadde elde edilmesi amaçlanmıştır. Farklı takviye oranlarında ilave edilen grafen ve silisyum nitrür'ün (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) 10 N yük altında, 125m kayma mesafesinde ve 20 mm/s kayma hızında aşınma ve sürtünme davranışı pin-on-disk test cihazında incelenmiştir. Yapılacak olan deneysel çalışmalar ile farklı oranlarda grafen (ağ% 0,15, 0,30, 0,45, ve 0,60) ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (ağ% 1, 3, 5 ve 7) takviyeli Ti64 kompozitlerin fizyolojik sıvıslarda (fosfat tamponlu salin (PBS) ve sığır serumu (BCS)) sürtünme ve aşınma performansı ilk defa araştırılmıştır. Aşınma yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelenerek aşınma mekanizmaları yorumlanmıştır.

## 1. BÖLÜM

### KOMPOZİT MALZEMELER

Kompozit malzemeler, en az iki farklı malzemenin biraraya getirilmesi ile üretilen uygulama için istenilen özellikleri sağlayan malzemelerdir. Yeni malzemenin kimyasal ve fiziksel özellikleri bileşenlerinden farklıdır. Kompozit kelimesi, ayrı faza sahip tek yapısal malzemeler oluşturmak için farklı faz malzemelerin bileşimidir ve özellikler ayrı bileşenlerin hiçbirinde bulunmaz. Bu kombinasyon, geleneksel olarak kullanılan malzemelerin sınırlamalarını ortadan kaldırmaya veya en aza indirmeye yardımcı olur. Kompozit malzemedeki istenilen mekanik özelliğin elde edilebilmesi için takviye edilen matris malzemesi ile uyumlu birçok malzeme oluşturulabilir. Bir kompozit malzeme yapısı genellikle üç ana bölümden oluşur; birincil faz, takviye malzemelerini birleştirmek için kullanılan matris, ikincil faz, istenilen mekanik mukavemeti vermek ve yükü taşımak için kullanılan takviye malzemeleri, üçüncü kısım ise matris ile takviye malzemesini ayıran interfaz (ara yüzey) olarak adlandırılır (Nagavally 2017).

Kompozit üretiminde son yıllarda kullanılmaya başlanan malzemelerden biri de grafendir. Grafen, altıgen bir düzende düzenlenmiş tek bir atomik karbon atomu tabakasıdır. Yalnızca 0,334 nm kalınlığa sahip olup, bu onu dünyanın en ince malzemesi yapmaktadır (Urade vd; 2021). Özellikle grafen takviyeli kompozit malzeme üretiminin bilimsel ve endüstriyel açıdan önemi çok büyüktür. Literatür incelemesi yapıldığında bu konu ile ilgili oldukça az çalışma bulunmaktadır. Grafen sentezi ilk olarak 2004 yılında gerçekleştirilmiştir. Titanyum ile birlikte kullanılarak kompozit oluşturulmaya ise 2015 yılından sonra başlanmıştır.

Silisyum nitrür ( $Si_3N_4$ ), doğada nadiren gözlenen, ancak göktaşı kaya parçacıklarında bulunduğu için doğal olarak nadir bulunabilen, oksit olmayan bir seramiktir. Sentetik  $Si_3N_4$  ilk olarak 1859'da Deville ve Wöhler tarafından geliştirilmiştir. Günümüzde  $Si_3N_4$  ve kompozitleri endüstriyel uygulamalarda yüksek performanslı yataklar, türbin kanatları ve bujilerde (yani yüksek kırılma tokluk ile mukavemet ve düşük aşınma özelliklerine sahip bir malzeme gerektiren uygulamalar) kullanılmaya başlanmıştır.  $Si_3N_4$ 'ten yapılmış seramik bilyalı rulmanlar, aşırı güç ve tokluğun gerekli olduğu endüstriyel uygulamalarda kullanılır. Ayrıca  $Si_3N_4$ 'ün biyouyumlu olması ve düz radyografilerde (plain radiographs) kısmen radyolüsent (radiolucent) bir malzeme olarak görülebilmesi nedeniyle biyomedikal alanlarda kullanılabilir (Bal & Rahaman, 2012; Subramaniam vd., 2021).

Kompozit malzemeler yapısında bulunan matris malzemelere göre genel olarak:

- Seramik matrisli kompozitler
- Polimer matrisli kompozitler
- Metal matrisli kompozitler olarak sınıflandırılırlar.

### **1.1. Seramik Matrisli Kompozitler**

Seramik matrisli kompozitler yapıları gereği yüksek sıcaklıklarda mukavemetli, yüksek sertliğe sahip olmasına karşın düşük toklukları ile dikkat çekmektedirler. Bu düşük tokluklarından ötürü kullanım ve imalat aşamasında çabuk kırılabilirler. Seramikler hem matris hem de takviye malzemesi olarak kullanılmaktadır. Seramik matrisli kompozit yapılar, bir seramik matrisin herhangi bir tür seramik oksit ve karbür veya herhangi bir takviye malzemesi ile kombinasyonu ile oluşturulur. Oluşturulan bu kompozitler düşük yoğunluk, yüksek termal kararlılık, yüksek sıcaklıklarda olağanüstü mekanik performans, termal kararlılıkla termal şoka karşı daha iyi direnç, olağanüstü sağlamlık ve tokluk, yüksek sıcaklıklarda korozyona karşı daha iyi direnç ile karakterize edilir (Rajak vd. 2019).

### **1.2. Polimer Matrisli Kompozitler**

Polimer malzemeler yaşantımızda önemli bir rol oynamaktadır. Günlük hayatımızda kullandığımız malzemelerin çoğu polimer malzemelerden yapılmaktadır. Bunun sebebi, daha hafif olmaları, kolay işlenebilmeleri, korozyona uğramamaları ve daha düşük elektrik iletkenlikleri gibi fiziksel ve mekanik özellikleridir. 1980'li yıllarda polimer malzemeler matris malzemesi olarak kullanılmaya başlanmıştır. Polimer matrisler, polimer, seramik, metal ve bunların alaşımlarını bağlamak için kullanılan birincil fazdır. Termoplastik ve termoset tipi polimerik matrisler en yaygın şekilde kullanılır. Çoğunlukla polimerik kompozit malzemelerin fiziksel ve mekanik özellikleri, nem ve sıcaklık gibi çevresel koşullardan önemli ölçüde etkilenir. Malzemeler neme maruz kaldığında aynı polimerik matrisler şişmeye başlar. Bu, bağlantı bölgelerinde takviye malzemesinin delaminasyonuna neden olur (Jose&Joseph, 2012).

### **1.3. Metal Matrisli Kompozitler**

Metal matrisli kompozit (MMK), her biri kendi özelliğine sahip iki veya daha fazla malzeme içeren bir kompozit türüdür (Pecker vd., 2005). MMK'ler çoğu durumda matris olarak metallerin ve seramik veya metaller gibi takviye parçacıklarının bir kombinasyonudur. Bu özelliklerin birleşimi, herhangi bir geleneksel mühendislik malzemesinde bulunmayan performans profillerinin geliştirilmesini sağlar (Mei vd., 2009). Kompozit malzemeler, önemli ölçüde geliştirilmiş özelliklere sahip çelik gibi yaygın olarak kullanılan malzemelerin yerini alabilir (Zhang vd., 2008). Kompozit malzemelerin, doğal malzemelere göre daha güçlü, daha hafif, daha sert ve daha iyi ısı direncine sahip olacak şekilde imal edilmesinin mümkün olduğu kanıtlanmıştır.

Seramik tozlarla güçlendirilmiş MMK'ler malzemenin özelliklerini iyileştirmek için geliştirilmiş yeni bir mühendislik malzemesi sınıfıdır (Bejjani vd., 2011). MMK'ler, diğer alaşımlı malzemelerle karşılaştırıldığında daha yüksek aşınma ve yorulma direnci, daha yüksek deformasyon direnci, daha yüksek sertlik ve daha iyi termal şok direnci gibi daha iyi özelliklere sahiptir (Muthukrishnan vd., 2008; Chigal & Saini, 2012). Titanyum alaşımlarının tribolojik özelliklerinin seramiklerle takviye edilerek iyileştirilebileceği kanıtlanmıştır (Poletti

vd., 2004). Titanyum Metal Matris Kompozit (TiMMK), mükemmel özellik kombinasyonuna sahip önemli bir mühendislik malzemesidir. TiMMK'nin kullanıldığı yerlere bir örnek, sağladığı ağırlık azalması sonucunda daha iyi yakıt ekonomisi, daha düşük emisyon, daha düşük gürültü ve titreşim sağlayan araçlardaki bağlantı çubukları ve piston pimlerinin üretimindedir (Abkowitz vd., 2004). Ti64'ün yüzeyinde seramik kaplama ile güçlendirilmiş metal matrisli kompozit oluşturmanın, bu önemli havacılık alaşımının aşınma direnci davranışını iyileştirmede çok etkili olduğu kanıtlanmıştır. Titanyum ve alaşımlarının farklı takviye elemanlarıyla oluşturulan kompozitlere ait literatür aşağıda verilmiştir.

Rashad ve arkadaşları (2013), toz metalürjisi ardından sıcak ekstrüzyon ile ağırlık % 10 magnezyum içeren titanyum (Mg10Ti) alaşımına grafen takviye ederek mekanik özelliklerini incelemiştir. Mg10Ti alaşımına ağırlıkça % 0,18 grafen eklenmesiyle akma mukavemetinde ve sünekliğinde artış sağlanmıştır.

Mutuk ve Gürbüz (2017), farklı grafen takviye oranlarındaki titanyum kompozit numuneleri toz metalürjisi yöntemi kullanarak 1100 °C'de 2 saat sinterleyerek elde etmişlerdir. Ağırlık % 0,15 grafen takviyesi titanyumun yoğunluğunu ve sertliğini en fazla arttıran oran olarak bulunmuştur.

Kgoete ve arkadaşları (2018), kıvılcım plazma sinterleme yöntemi (1000 °C'de 50 MPa altında 6 dakika boyunca) ile Ti64 matris malzemesine farklı oranlarda Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve TiN takviye elemanı eklemiştir. Sertlik değerinin 585,73 HV'a ulaşmış olduğu, mikroyapısında TiSi<sub>2</sub> gibi ara fazların oluşmadığı ve korozyon dayanımının Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesiyle arttığı gözlemlenmiştir.

Mu ve arkadaşları (2018), kıvılcım plazma sinterleme yöntemi ile titanyum tozu ve ağırlık % 0,8 ÇKG kullanarak kompozit malzeme üretmişler, sonrasında iç kusurları azaltmak için sıcak haddeleme yöntemi kullanmışlardır. Çok katmanlı grafen ve grafen ile titanyum matris arayüzünde TiC fazı oluşumu sonucunda sertlikte yaklaşık %96 ve elastiklik modülünde %16 artış gözlemlenmiştir.

Li ve arkadaşları (2019), Ti64 tozlarına takviye elemanı olarak ağırlık % 0,1, 0,5, 0,9 grafit ekleyerek kıvılcım plazma sinterleme yöntemi ile kompozit numune üretimi gerçekleştirmişlerdir. Sinterleme 100 °C/dakika ısıtma hızı ile 900 °C'de 5 dakika boyunca yapılmıştır. Sonuç olarak, % 0,5 katkı oranına sahip kompozit numunede 470 HV sertlik, 1228,6 MPa akma dayanımı ve 1651,7 MPa basma dayanımı ile önemli bir artış sağlandığı görülmüştür.

Zhang ve arkadaşları (2020), kıvılcım plazma sinterleme tekniği ile ÇKG takviyeli Ti64 alaşım matrisli nanokompozitler üretmiştir. Çok katmanlı grafenler ağırlıkça % 0,25, 0,5, 0,75, 1, 1,5 oranlarında uygulanmıştır. Sinterleme aşamasında ÇKG ile Ti64 arasında gerçekleşen reaksiyon sonucunda TiC oluştuğu görülmüştür. Katkısız Ti64'e göre ağırlıkça % 0,5 takviyeli ÇKG yüksek basma dayanımı ve süneklik sergilemiştir.

Yapılan alıřmalara bakıldıđında daha ok alařımların mekanik zelliklerinin geliřtirilmesi hedeflenmiřtir. Bu alıřmalara bakıldıđında biyomedikal amalı sıvılarda ařınma davranıřı henüz irdelenmemiř olup, bu alıřma bu yn ile zgn hal kazanmıřtır.



## 2. BÖLÜM

### TOZ METALURJİSİ

#### 2.1. Sinterleme

Toz metalurjisi toz halinde bulunan parçacıkların preslenerek şekillendirilip daha sonrasında sinterlenmesi ile malzeme elde edilmesine dayanan bir imalat yöntemidir. Böylelikle şekillendirilmesi zor karmaşık parçaların üretimi de kolaylaştırılmakla beraber ortaya çıkan malzeme kalitesi de artmaktadır (Yavuz ve Güner, 2002; Dee vd, 2004). Toz metalürjisi üretim yöntemi uzay ve havacılık endüstrisi, elektronik parça üretimi gibi birçok sanayi alanında kullanılmaktadır (Yavuz ve Güner, 2002).

Toz metalürjisi, bir toz malzemenin çeşitli uygulamalarda kullanılabilecek şekilli nesnelere dönüştürüldüğü birkaç üretim sürecini bir araya getirir. Eski insanlar, metal tozundan mücevher yapmak için tozlar kullanmıştır. Filament üretimi için toz metalürjisinin kullanımı, 1879'da Thomas Edison tarafından elektrik lambasının icadıyla ortaya çıkmıştır. 1909'da W.D. Coolidge, Edison'un lambası için tungsten tozu kullanarak sünek bir tungsten filament geliştirmesiyle toz metalürjisinin en büyük dönüm noktalarından birinde rol almıştır. Daha sonra toz metalurjisi kullanılarak gözenekli yataklar, sement karbürler ve elektrikli ve manyetik malzemeler geliştirilmiştir. Bu teknoloji, diğerlerinin yanı sıra otomotiv bileşenleri, kontrollü gözenekli yapılar, elektrik ve elektronik uygulamaları, estetik malzeme ve cihazlar, biyomedikal bileşenler (implantlar gibi) gibi çok sayıda uygulamada kullanılabilmektedir.

Toz metalurji teknikleri, döküm, işleme, sıcak dövme vb. gibi geleneksel yöntemlerle karşılaştırıldığında rekabetçi hale gelmiştir. Bunun en önemli sebebi toz metalürjisinin tüm malzeme gruplarına uygulanabilmesidir. Ek olarak, toz metalurji ile iyi bir tolerans ve yüzey pürüzlülüğüne sahip malzemeler elde edilebilmektedir. Ayrıca toz metalurji teknolojisi pahalı yöntem görülsede seri üretim için maliyeti ekonomik olarak kabul edilmektedir. Toz metalürjisi teknolojisinin en önemli avantajlarından biri tekniğe bağlı olarak yüksek mukavemetli malzeme üretilmesidir (German, 2016).

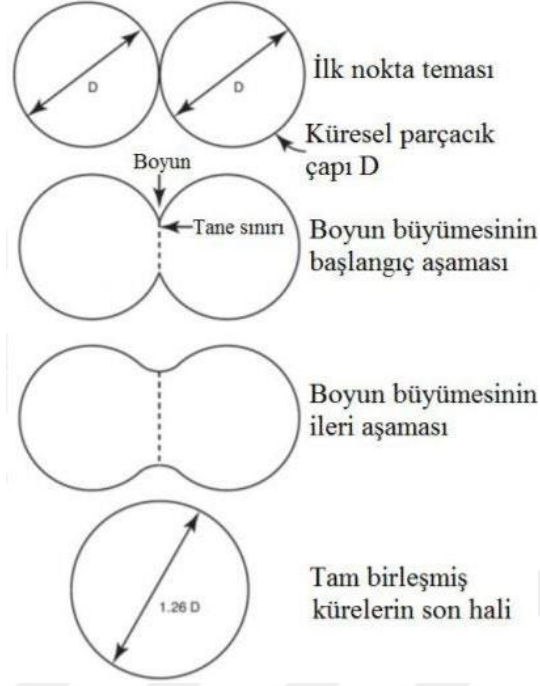
Sinterleme, yüksek dereceli fırınlarda matris ve takviye malzemesinin birbirine iyi derecede bağlanmasını sağlayan termal bir prosestir. Tozlara basınç uygulayarak yoğunlaştıran ve ardından basınç uygulamadan birleşmesini sağlayan toz metalurjisi yöntemidir. Sıkıştırma işlemi birkaç aşamadan geçer. İlk olarak, toz bir kalıba yerleştirilir ve tozu preslemek için bir eksen boyunca basınç uygulamak üzere hareket eden bir üst ve alt zımba tarafından basınç uygulanır (genellikle oda sıcaklığında). Basınç uygulandığında, toz parçacıkları uyum sağlar (yeniden paketlenir), deforme olur ve son olarak bağlanır. Bu işlem, tipik olarak, yeşil parçanın konsolidasyonunu sağlayacak olan sinterleme işlemine kadar oluşan parçanın (aynı zamanda yeşil parça olarak da anılır) bütünlüğünün korunmasına izin verecek bir bağlayıcının varlığını gerektirir. Bağlayıcı, sinterleme sırasında kompaktan yanarak uzaklaşmaktadır.

Bu teknoloji, düşük üretim maliyetli malzemelerin üretilmesini sağlar, ancak yoğunlaştırma işlemi, gözenekliliğin varlığını engellemez. Gözenekliliğin azaltılmasıyla daha yüksek mekanik özelliklerin elde edildiği bilinmektedir. Bu nedenle, yüksek performans gerektiren malzemeler için, bozulmasını önlemek için tam yoğunlaştırma esastır. Bu nedenle sıcaklıkla birlikte stres uygulamak gözenekleri daraltarak gözenekliliğin giderilmesine yardımcı olacaktır. Sıcaklık, malzemeleri sünek hale getirecek ve sertleşmeden deformasyonlarına izin verecektir. Bu tam yoğunlaştırma daha sonra, sıcak presleme işlemi gibi aynı anda basınç ve sıcaklık içeren işlemler kullanılarak elde edilir.

Sıcak presleme, aynı anda basınç ve sıcaklık uygulayan tamamen yoğun özelliğe sahip malzeme üreten işlemdir. Sıcak presleme sürecinde tozların bir kalıba yerleştirilerek ısıtılması ve sıcak presleme ekipmanında çift etkili zımbalarla sıkıştırılmasıyla tozların karıştırılması sağlanır. En çok kullanılan kalıp malzemesi grafit olup, vakum altında 2500 °C'ye kadar sıcaklık artışı sağlar. Toz sıcaklığındaki artış, kalıbın etrafına yerleştirilmiş bir bobinle, tipik olarak bir indüksiyon sistemi aracılığıyla, harici bir ısı kaynağından radyasyon yoluyla ısıtılmasıyla elde edilir.

Toz kalıbın içine yerleştirildiğinde, zımbaların doğru konumlandırılması ile sistem sıcak presleme ekipmanına yerleştirilir. Tozların yeniden düzenlenmesini desteklemek için bir başlangıç basıncı uygulanır. Ardından, toz istenen sıcaklığa kadar ısıtılır. Arzu edilen basınç daha sonra uygulanır ve her iki parametre de toz tam yoğunlaşana kadar bir süre korunur. Buna sinterleme aşaması denir. Son olarak, basınç ve sıcaklık kaldırılarak malzemenin soğuması sağlanır.

Sinterleme yapılırken sıcaklık artmasıyla beraber atomların enerjisi de artar ve bu sayede parçacıklar birbirine bağlanır malzemedeki gözenek boyutları değişimi gibi olaylar gözlemlenir. Sıcaklık artışına istinaden atomlar enerjilerini artırarak aralarındaki bağları koparır ve hareketli hale geçerler. İşte bu hareketli hale geçebilmeleri için almaları gereken en düşük enerji miktarına aktivasyon enerjisi denir. Şekil 2.1'de temel bir katı hal sinterleme süreci verilmiştir. Sinterleme sonrasında atomsal taşınım ile taneler arası boyun oluşumu meydana gelmekte, malzemenin türüne göre bir miktar sinterleme sonrası boyutsal çekme olmaktadır.



**Şekil 2.1.** Sinterleme teorisi (German, 2016)

Genel olarak, sinterleme ile mukavemet, sertlik, süneklik, aşınma direnci vb. gibi malzeme özellikleri artmaktadır. Ayrıca, sıcaklık ve basıncın aynı anda kullanılması, malzemelerin geleneksel sinterleme işlemine göre çok daha düşük sıcaklıklarda yoğunlaştırılmasını sağlamaktadır.

Sinterleme yüksek dereceli fırınlarda matris ve takviye malzemesinin birbirine iyi derecede bağlanmasını sağlayan ısı işlem türüdür. Sinterleme esnasında malzeme içerisindeki parçacıkların atom boyutunda birbiriyle bağlanmasını sağlamaktadır. Sinterlemenin fırında sinterleme, mikrodalgada sinterleme, lazer sinterleme, deşarj sinterleme, plazma sinterleme gibi yöntemleri vardır. Fırında sinterlemede ısınma yüzeyde başlar ve iç kısımlara doğru ilerler. Mikrodalga ve plazmayla sinterlemede ısınma malzemenin içinde ve dışında aynı anda gerçekleşmiş olur. Deşarjla sinterlemede malzemeye manyetik akımın verilmesiyle gerçekleşir (German, 2016).

### 3. BÖLÜM

#### TİTANYUM VE TİTANYUM ALAŞIMLARI

Titanyum metali ilk olarak 1971'de İngiliz kimyager William Gregor tarafından keşfedilmiştir. Titanyum tipik olarak havacılık, otomotiv, biyomedikal ve diğer mekanik uygulamalarda kullanılır. Yüksek mukavemet-ağırlık oranı, iyi korozyon direnci, yüksek sıcaklıklarda kararlılığı ve yorulma direnci, onu çeşitli mühendislik uygulamaları için popüler bir malzeme seçimi haline getirir. Demir, nikel ve alüminyum gibi yaygın olarak kullanılan endüstriyel metallere karşılaştırıldığında, titanyum dört malzeme arasında en yüksek mukavemet-yoğunluk (özgül mukavemet) oranına sahiptir. Titanyum, alüminyuma kıyasla iyi bir avantaj sağlayan yüksek erime sıcaklığı nedeniyle sürünme direnci gerektiren uygulamalar için de arzu edilen bir malzeme adaydır (Ltjering&Williams, 2007).

Saf titanyumun iki farklı kristal yapısı vardır: alfa ( $\alpha$ ) düşük sıcaklık bölgesi fazında sıkı paket hekzagonal ve beta ( $\beta$ ) yüksek sıcaklık rejimi fazında hacim merkezli kübik yapı. Saf titanyum, 882°C'de allotropik faz dönüşümüne tabi tutulur, burada soğuma sırasında beta fazı alfa fazına dönüşür. Safsızlıklar ve alaşımlama, beta transus sıcaklığı olarak da bilinen bu geçiş sıcaklığını yükseltebilir veya azaltabilir. Alfa, beta ve alfa + beta yapıları, titanyumun üç ana fazını oluşturur (Ltjering&Williams, 2007).

Titanyum ve alaşımlarının, malzeme seçimi sırasında tasarımcıların ilgisini çeken pek çok faydalı malzeme özelliği olsa da, kullanımdaki en büyük dezavantajları, zayıf tribolojik davranışları olmaya devam etmektedir. Genellikle titanyumun zayıf tribolojik özelliği plastik kayma (plastic shearing) ve pekleşme direncinin zayıflığına, düşük termal iletkenliğine ve ayrıca yüzey oksitlerinin kavrama ve mikrodökülmesi sonucu yüzeyin düşük koruma direncine bağlanabilir. Titanyum ve alaşımlarının aşınma davranışı genellikle, yüksek sürtünme katsayılarının eşlik ettiği şiddetli adeziv ve düşük aşınma direncini içerir. Alfa titanyum SPH yapısından dolayı diğer metallere göre düşük elastik modüle ve düşük teorik kayma ve çekme dayanımı değerlerine sahiptir. Ayrıca, daha düşük mukavemetli malzemeler, adeziv aşınmasına yol açan daha fazla malzeme aktarımına maruz kalma eğilimindedir ve titanyumun oksijene karşı reaktivitesi oksit oluşumuna yol açma eğilimindedir, bu da oksidasyon aşınmasının yanı sıra yüzeyler arasında oksitlerin transferinden kaynaklanan adeziv aşınmasına neden olur (Budinski, 1991; Yerramareddy ve Bahadur, 1992; Molinari vd., 1997).

##### 3.1. Titanyum Alaşımı Üzerinde Yapılmış Olan Çalışmalar

Atar ve arkadaşları (2008) borlanmış Ti64 alaşımının mikro yapısı, sertliği ve aşınmasını incelemiştir. Aşınma testleri, ASTM G133 standardına göre tasarlanmış doğrusal git-gel hareket yapan aşınma test cihazı kullanılarak, kuru ve yağlı ortamlarda, işlem görmemiş ve borlanmış Ti64 alaşımlara uygulandı. Aşınma testi normal atmosferik koşullar altında (20 °C ve %50 bağıl nem), 10 mm çapında safir bilye kullanılarak, 8 mm strok ve 20 mm/s kayma hızında ve 150 dk olarak yapılmıştır. Hem kuru hem de yağlı ortamda, borlanmış Ti64

alaşımları işlemsiz numunelere kıyasen hem aşınma kaybını hem de sürtünme katsayısını önemli ölçüde düşürmüştür.

Tkachenko ve arkadaşları (2014) biyomedikal uygulamalarda kullanılan Ti64 ve CoCr alaşımlarına aday olan Ti-xSi-5Zr alaşımının aşınma ve sürtünme özelliklerini araştırmak (x = ağırlık% 1,25; 2,5; 6) ve Ti-Si-Zr alaşımlarının geçerli bir alternatif olup olmayacağını değerlendirmek için çalışma yapmıştır. Aşınma testi ASTM F732 standardında ball-on-disk test cihazında 6 mm çapındaki Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> bilye kullanılarak, 5 mm aşınma çapında, 40 mm/s dönme hızında, 1N yük altında ve 160,8 m mesafede gerçekleştirilmiştir. Test sıvısı olarak %25 sığır serumu (BCS) kullanılmıştır. Bütün Ti-Si-Zr alaşımları Ti64 alaşımına göre daha düşük sürtünme katsayısı göstermiştir. Ayrıca Ti-Si-Zr alaşımları Ti64 alaşımına göre 2- 7 kat daha düşük aşınma oranı göstermiştir. Bütün titanyum alaşımlarında baskın aşınma davranışının abraziv aşınma olduğu rapor edilmiştir.

Zhou ve arkadaşları (2019) farklı parametrelerle lazer dövme (laser peening) yapılmış Ti64 alaşımının Hank çözeltisinde aşınma ve sürtünme davranışı üzerindeki etkilerini araştırmıştır. Aşınma testi 8 mm çapında GCr15 top (750 HV, R<sub>a</sub> < 0,1 µm) kullanılarak, 3 mm aşınma yarıçapında ve 120 dev/dk hızında 30 dk olarak yapılmıştır. Test yükü deney boyunca biyomedikal implant uygulamasının durumuna yakın olması için 5 N kullanılmıştır. Lazer dövme olan numunelerin yüzey mikro sertlik değeri, dövme yapılmamış numuneye kıyasla önemli ölçüde (%25,7 oranında) arttığını ve daha yüksek aşınma direnci gösterdiğini rapor etmiştir.

Yazdi ve arkadaşları (2020) 850 °C sıcaklıkta üç ve altı saat boyunca termal oksidasyon ile üretilen oksijen difüzyon tabakalarının tribokorozyon davranışını fosfat tamponlu salin (phosphate buffered saline, PBS) solüsyonu içinde 5 mm çapında alümina bilye kullanarak incelemiştir. Aşınma deneyi ASTM F2129 standardında 7,5, 15 ve 30 N'lik normal yükler altında, 0,1 m/s'lik bir kayma hızında ve 1000 m kayma mesafesinde yapılmıştır. Termal oksidasyon yapılmış Ti64 için tribokorozyon oranları, daha yüksek sertlik, dayanıklı bir tribofilm varlığı ve daha düşük korozyon miktarı nedeniyle çeşitli normal yükler altında Ti64 ile karşılaştırıldığında yaklaşık 25 kat azaldığı bildirilmiştir.

### **Titanyum matrisli kompozitler üzerinde yapılmış olan çalışmalar;**

Titanyum matrisli kompozitler başlangıçta, yüksek mukavemet ve sürünme direnci gibi gelişmiş özellikler kazandırmak için havacılık uygulamaları için geliştirilmiştir. Bu gibi durumlarda, fiber takviyeli titanyum matrisli kompozitler oldukça araştırılmıştır (Leyens ve Peters, 2006). Son yıllarda metal-seramik kompozitlerin kullanımı, daha uzun ömürlü ve daha dayanıklı biyomalzemelere olan yüksek talep nedeniyle biyomedikal alanda büyük ölçüde popüler hale gelmiştir. Titanyum ve alaşımları, bu malzemeler için matris olarak geniş ilgi kazanmıştır.

Kim ve arkadaşları (2013) ile Karanjai ve arkadaşları (2008) TiB, TiC ve kalsiyum fosfat ile güçlendirilmiş titanyum matrisli kompozitleri araştırmıştır. Bu çalışmaların sonuçları, titanyuma takviye eklenmesinin daha iyi aşınmaya ve bazı durumlarda daha iyi tribokorozyon özelliklerine sebep olduğunu göstermiştir. Titanyum ayrıca çeşitli uygulamalar için bir matris malzemesi olarak başarıyla kullanılmıştır. Ti64, otomotiv uygulamaları için yapısal malzemeler olarak TiB ve TiC takviyeli titanyum matris kompozitler için bir matris malzemesi olarak başarıyla kullanılmıştır (Tjong ve Mai, 2008).

Xu ve arkadaşları (2014), kıvılcım plazma sinterleme yöntemi kullanarak çok katmanlı grafen (ÇKG) ile güçlendirilmiş Ti/Al alaşım matrisli kompozitler hazırlamış ve tribolojik özelliklerini incelenmiştir. ÇKG kullanımı ile sürtünme katsayısı 4 kat ve aşınma miktarı ise 4-9 kat azalmıştır.

Buciumeanu ve arkadaşları (2017), yük taşıyan implant uygulamaları için Ti64-HA (hidroksiapatit) kompozitleri için matris olarak Ti64 alaşımı kullanmıştır. Ti64 alaşımı ve Ti64-HA kompozitlerinin tribokorozyonunu değerlendirmek için doğrusal git-gel hareketi yapan ball-on-plate tribometre kullanılmıştır. Tribokorozyon testi 10 mm çapında alümina bilye kullanılarak 1 N yük altında, 1 Hz frekansta, 3 mm strokta ve 1800 s boyunca yapılmıştır. Test sonucu Ti64-HA kompozitinin aşınma oranı Ti64 e göre daha düşük olduğu rapor edilmiştir.

Zhou ve arkadaşları (2019) kıvılcım plazma sinterleme yöntemini kullanarak Ti64 alaşımı üzerinde çok katmanlı grafen (ÇKG) ve Ag maddeleriyle kompozit üretilen bu kompozitlerin kendini onarma ve yağlama etkilerini araştırmışlardır. Kompozitlerin sürtünme özelliklerini belirlemek için 6 mm çaplı Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramik bilye kullanılarak 5 mm kayma yarıçapında 50 dk boyunca aşınma testi yapılmıştır. Uygulanan yükler 5, 10 ve 15 N, kayma hızları ise 0,1, 0,2 ve 0,3 m/s olarak ayarlanmıştır. Test sonuçları Ti64-1.5 ağırlık % -5 ağırlık % ÇKG kompozitinin diğer kompozitlere göre daha iyi tribolojik özellik gösterdiğini vurgulamıştır.

Adegbenjo vd. (2018) 850-1000 °C'de 50 MPa basınç altında kıvılcım plazma sinterleme yöntemiyle ürettiği ağırlık % 1, 2 ve 3 oranlarında çok duvarlı karbon nanotüp (multi-walled carbon nanotubes, MWCNTs) takviyeli Ti64 kompozitlerin tribolojik davranışlarını incelemiştir. Aşınma testleri kuru koşulda, oda sıcaklığında, 2 mm strok mesafesinde, 10 mm/s kayma hızında, 10 m kayma mesafesinde, 5, 15 ve 25 N yükler altında, 10 mm çapında tungsten karbür (WC) aşındırıcı topa karşı ASTM G-133 standardına göre yapılmıştır. Yazarlar, Ti64 alaşımına kıyasen MWCNT takviyeli numunelerde aşınma hacmi ve sürtünme katsayısı değerlerinde iyileşme olduğunu kaydetmişlerdir. Aşınma direncindeki artış Ti64 içindeki MWCNT dağılımı, Ti64 ve MWCNT arasındaki arayüz bağ kuvveti ve sert TiC arayüz fazının oluşumu ile ilişkilendirilmiştir. Ayrıca düşük MWCNT takviye oranında Ti64 matris içinde daha homojen bir dağılım gözlemlenmiştir.

Zhao ve arkadaşları (2021) lazer kaplama (laser cladding) yöntemiyle ağırlık % 0,5 grafen takviyeli Ti64 matrisli kompozit kaplama üretim kaplamanın mikroyapısı ve tribolojik davranışını incelemiştir. Aşınma testleri yüksek hızlı doğrusal git-gel hareket yapan tribometrede karşıt yüzey olarak 4 mm çapında GCr15 rulman çeliği kullanılarak yapılmıştır. Kuru ortamda ve oda sıcaklığında yapılan testler 5 mm strokta, 20, 30 ve 40 N yük altında, 0,4, 0,7 ve 1 m/s hızda ve 15 dk süreyle yapılmıştır. Kompozitte oluşan TiC sert parçacıkları ve katı yağlayıcı özelliği bulunan grafen kompozitin sertleşmesine ve aşınma direncinin artmasına sebep olmuştur. Kompozitin aşınma oranı ve sürtünme katsayısı kayma hızının artmasıyla azalmış; kayma hızının artmasıyla, sürtünme ısısı altında kompozitin aşınma yüzeyinde, alt tabakayı koruyan ve sürtünme çifti ile kompozit kaplamanın yüzeyi arasındaki teması etkili bir şekilde azaltan bir mekanik karışım tabakası oluşmuştur. Aynı zamanda, grafenin kendi kendini yağlama özelliklerinden dolayı, katmanlar arası kayma kolayca meydana gelmiş ve bu da sürtünmeyi etkili bir şekilde azaltmıştır. Kompozitin aşınma oranı yükün artmasıyla artmış, ancak sürtünme katsayısı azalmıştır. Mekanik karışım tabakasının plastik deformasyonu, yüksek yük altında daha ciddi olmuş ve aşınma arayüzleri arasında, sürtünme katsayısını etkili bir şekilde azaltan, koruyucu bir etkiye sahip, kararlı, kendinden yağlamalı, mekanik bir karışım tabakası oluşmuştur. Yükteki artışla aşınma mekanizması, hafif abrasif aşınma ve oksidasyon aşınmasından delaminasyon aşınması, yorulma aşınması ve oksidasyon aşınmasına dönüştüğü rapor edilmiştir.

Literatür araştırmalarına bakıldığında grafen ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli Ti64 kompozitlerin kuru ortamda ve biyomedikal amaçlı sıvılarda (PBS ve BCS) tribolojik özellikleri üzerine yeterince çalışma bulunmadığı görülmektedir. Bu nedenle bu tez çalışması bu yönü ile özgün hal kazanmıştır.

## 4. BÖLÜM

### MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada, matris malzemesi olarak kullanılan Ti64 (Ti-6Al-4V) alaşım tozlarına farklı oranlarda grafen (Gr) ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (SN) tozları takviye edilerek toz metalurjisi yöntemiyle kopozit malzemeler bu tezin ikinci danışmanı ve öğrencisi tarafından üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) aşınma ve sürtünme davranışı ise bu tez çalışmasında belirlenmiştir. Aşınma sonrası aşınma izi 2B profilometre ile ve aşınma mekanizmaları taramalı electron mikroskobu (scanning electron microscope, SEM) ile incelenmiştir.

#### 4.1. Materyal

##### 4.1.1. Ti64 kompozit test numunesi

Matris malzemesi olarak kullanılan Ti64 alaşımın ağırlıkça % kimyasal kompozisyonu Tablo 4.1'de ve fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikleri ise Tablo 4.2'te verilmiştir. Yoğunluğu 4,43 g/cm<sup>3</sup> olan Ti64 alaşımının sertliği 330-370 HV (3,24-3,63 GPa), Elastisite modülü 100-130 GPa ve akma dayanımı ise 820 MPa'dır.

**Tablo 4.1.** Ti64 ün kimyasal kompozisyonu ağırlıkça % (Zain vd., 2010)

N	C	H	Fe	O	Al	V	Ti
≤0,05	≤0,08	≤0,015	≤0,08	≤0,20	5,5-6,26	3,5-4,5	Kalan yüzde

**Tablo 4.2.** Ti64'ün fiziksel ve mekanik özellikleri (Zain vd, 2010)

Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Ergime Sıcaklığı (°C)	Akma Dayanımı (MPa)	Sertlik (HV)	Termal İletkenlik (W/mK)	Elastisite Modülü (GPa)	Gerilme Direnci (MPa)
4,43	1650	820	330-370	7	100-130	960-1270

Takviye elemanı olarak kullanılan grafenin genel özellikleri Tablo 4.3'te verilmiştir. Grafen altı adet karbon halkasının bir araya gelmesiyle (hegzagonal yapı) oluşan 5-8 nm kalınlığında ve yaklaşık 10 µm nominal çapında nano karbon tabakalarıdır. Gerçek yoğunluğu 2,25 g/cm<sup>3</sup> olan grafenin Elastisite modülü Ti64 alaşımının yaklaşık 8-10 katı (1000 GPa civarında) olduğu rapor edilmiştir.

**Tablo 4.3.** Grafen'in genel özellikleri (Şenel vd., 2015)

Tabaka sayısı	Kristal yapısı	Gerçek yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Kalınlık (nm)	Yüzey alanı (m <sup>2</sup> /g)	Termal iletkenliği (WmK <sup>-1</sup> )	Elastisite modülü (GPa)
Tek	Hegzagonal	2,25	5-8	2600	4840-5300	1000

Tez çalışmasında kullanılan diğer bir takviye elamanı Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'dür. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramik malzeme grubunda olup yüksek sertlik, aşınma direnci, oksidasyon ve korozyon direnci neticesinde havacılık, uzay ve biyomedikal alanlarda kullanılmaktadır (Yan vd., 2018). Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün fiziksel ve mekanik özellikleri Tablo 4.4'te verilmiştir. Yoğunluğu 3,25 g/cm<sup>3</sup> olan Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 310 GPa Elastisite modülüne sahiptir.

**Tablo 4.4.** Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün fiziksel ve mekanik özellikleri (Yan vd, 2018)

Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Poisson Oranı	Kırılma Tokluğu (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Eğilme Direnci (MPa)	Isı iletim katsayısı (10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	Elastisite modülü (GPa)
3,25	0,26	6,0	900	3,2	310

Bu çalışmada kullanılan kompozit malzemelerin matris malzemesi olarak kullanılan Ti64 alaşım tozları (Nanografi Nanotechnology, Türkiye) ≤43 µm boyut aralığına ve % 99 saflığa sahiptir. Öte yandan, takviye malzemesi olarak kullanılan Gr tozların (Nanografi Nanotechnology, Türkiye) saflığı % 99,5 ve kalınlığı 5-8 nm'dir. Kompozit malzeme üretiminde kullanılan diğer toz takviyesi S<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozunun (UBE Industries, Japan) ortalama boyutu ise 0,8 µm'dir.

#### 4.1.2. Test sıvıları

Aşınma deneylerinde kullanılan iki farklı test sıvısı aşağıda verilmiştir;

##### a. Fosfat tamponlu salin (phosphate buffered saline, PBS)

Fosfat tamponlu salin (PBS) eklem sıvısı pH değeri ve iyon dağılımı ile uyum halinde olduğu için biyomalzeme triboloji testlerinde test sıvısı olarak yaygın kullanıma sahiptir (Yazdı vd., 2020). Bu çalışmada 200 mL saf suda çözülmüş bir tablet PBS (Sigma-Aldrich; Katalog No: P4417), 25 °C'de 7,4 pH değerinde 0,01 M fosfat tamponu, 0,0027 M potasyum klorür ve 0,137 M sodyum klorür içermektedir. Hazırlanan PBS çözeltisi buzdolabında 4 °C sıcaklıkta saklanmıştır ve iki hafta içinde tüketilmiştir.

##### b. Sığır serumu (bovine calf serum, BCS)

Bu çalışmada kullanılan sığır serumu (BCS) 12 aydan küçük sığırların kanlarından elde edilmiştir. Test sıvısı olarak BCS kullanılan aşınma deneylerinde klinik performans benzer malzeme yüzey görünümü, aşınma mekanizması, aşınma kalıntı morfolojisi oluşması sebebiyle

son yıllarda yapılan çalışmalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Literatür ile kıyaslama noktasında kolaylık sağlanması ve hayvanlardan elde edilen eklem sıvısına kıyasen daha ucuz olması BCS sıvısının bu çalışmada kullanılmasının sebeplerindedir. Ticari olarak temin edilebilen BCS'nin temel bileşenleri su, proteinler ve elektrolitlerdir. Protein bileşeni Albumin, Alpha Globulin, Beta Globulin, ve Gamma Globulin içerir ve konsantrasyonu geniş bir aralıkta değişir (40-80 g/L) (Harsha & Joyce, 2011). Protein konsantrasyonunun aşınma ve sürtünme sonuçlarını büyük oranda değiştirdiği bilinmektedir (Saikko, 2003). Sağlıklı bir insan eklemine yaklaşık olarak 18-35 g/L yoğunlukta protein bulunmaktadır (Decker vd., 1959; Binette, 1965; Saari vd., 1993). ASTM F732 standardında ise aşınma deneylerinde kullanılacak BCS'nin kütle konsantrasyonu 20 g/L olarak tavsiye edilmiştir. BCS içeriğindeki proteinler sınır yağlama rejiminin oluşturulmasında ve eklem kıkırdağının aşınmadan korunmasında önemli bir rol oynamaktadır (Kitano vd., 2001; Wimmer vd., 2003). Bu çalışmada kullanılan Albumin/Globulin oranı 0,6 olan 75 g/L toplam protein konsantrasyonuna sahip BCS (Sigma-Aldrich; Katalog No: 12133C), PBS ile seyreltilerek 20 g/L protein konsantrasyonlu BCS elde edilmiştir. Seyreltilmiş BCS'ler 50 mL'lik kaplara koyularak test gününe kadar buzdolabında -20 °C sıcaklıkta saklanmıştır.

## 4.2. Yöntem

### 4.2.1. Ti64 Alaşım Matrisli Grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Takviyeli Kompozit Üretimi

Bu tez çalışmasında Ti64 alaşımı, Gr takviyeli Ti64 matrisli kompozitler (Ti64-Gr), Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli Ti64 matrisli kompozitler (Ti64-SN) ve Gr-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli Ti64 matrisli hibrit kompozitler (Ti64-SN-Gr) toz metalürjisi yöntemi ile ikinci danışman ve öğrencisi tarafından üretilmiş olup üretim aşağıda özetlenmiştir (Sayın, 2020).

- Toz kompozisyonları topraklarından arınması ve birbiri içerisinde homojen olarak dağılması için ultrasonik dağıtıcı ile 15 dakika boyunca karıştırılmıştır.
- Tozların birbiri içerisine iyice dağılması için yüksek hızlı titreşime sahip bilyalı değirmen aracılığı ile 800 dev/dakika hızında 20 dakika boyunca karıştırılmıştır.
- Karıştırılan tozlar 125 mm kalınlıktaki süzgeç kâğıtları ile süzölmüştür ve etüv makinasında 50 °C sıcaklıkta 12 dakika boyunca kurutulmuştur.
- Numuneye şekil kazandırmak için tek eksenli manuel el presi ile numune preslenmiştir.
- Preslenen numune sinterleme fırınında 1300 °C sıcaklığında 120 dakika boyunca sinterlenmiştir.

Sayın ve Gürbüz tarafından deney numuneleri 1 adet Ti64 alaşımı, 4 adet Ti64-Gr kompozit (ağ% 0,15, 0,30, 0,45, ve 0,60 grafen), 4 adet Ti64-SN kompozit (ağ% 1, 3, 5, ve 7 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) ve 4 adet Ti64-SN-Gr kompozit (ağ% 1 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve ağ% 0,15, 0,30, 0,45, 0,60 grafen) olacak şekilde 13 farklı mazlemeden oluşmaktadır. Numune ebatları kalınlık 3-4 mm, en 9-10 mm ve boy 9-10 mm olarak kumpas yardımıyla ölçülmüştür. Çalışmada kullanılan Ti64 alaşımı ve grafen, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkıli kompozit malzemeler Tablo 4.5.'teki gibi kodlanmıştır.

**Tablo 4.5.** Ti64 alaşım matrisli grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli kompozitlerin numune kodları

No	Malzeme	Numune kodu
1	Katkısız Ti64 alaşımı	Ti64
2	Ağ.% 0,15 grafen katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-0,15Gr
3	Ağ.% 0,30 grafen katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-0,30Gr
4	Ağ.% 0,45 grafen katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-0,45Gr
5	Ağ.% 0,60 grafen katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-0,60Gr
6	Ağ.% 1 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-1SN
7	Ağ.% 3 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-3SN
8	Ağ.% 5 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-5SN
9	Ağ.% 7 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-7SN
10	Ağ.% 1 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ve ağ.% 0,15 grafen katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-1SN-0,15Gr
11	Ağ.% 1 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ve ağ.% 0,30 grafen katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-1SN-0,30Gr
12	Ağ.% 1 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ve ağ.% 0,45 grafen katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-1SN-0,45Gr
13	Ağ.% 1 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ve ağ.% 0,60 grafen katkıli Ti64 matrisli kompozit	Ti64-1SN-0,60Gr

#### 4.2.2. Numune yüzey hazırlama

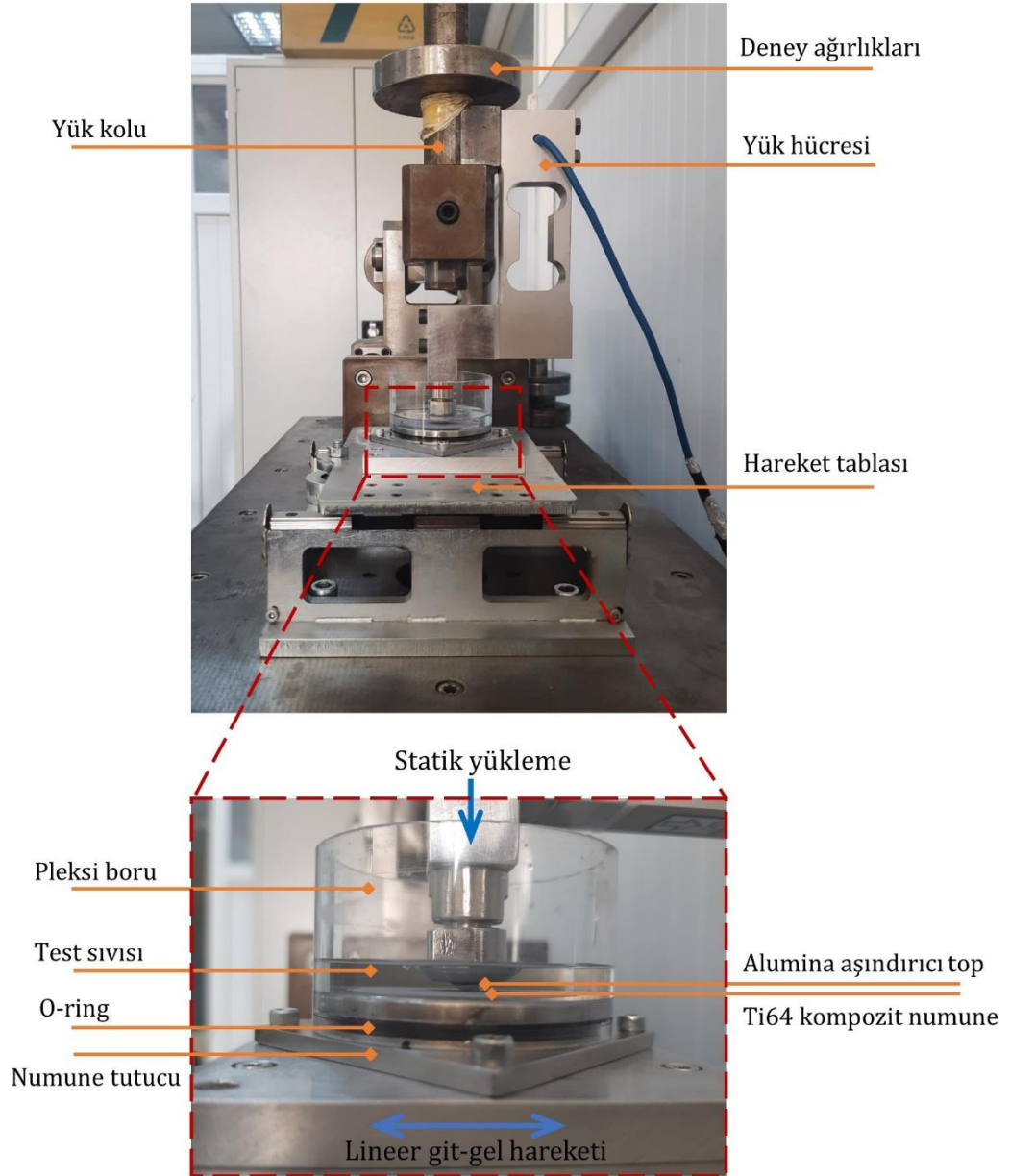
Üretimi gerçekleştirilen kompozit malzemelerin aşınma testi öncesinde zımparalanması gerekmektedir. Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen numuneler triboloji testleri yapılmadan önce bakalite alınarak yüzeyleri 180-400-800-1000-1200 meshlik silisyum karbür (SiC) zımpara kâğıtlarıyla parlatılmıştır. Zımpara kağıt numarası yükseldikçe numune yüzeyi numune eksenine göre 90° çevrilerek parlatma işlemine devam edilmiştir. Mekanik parlatma esnasında soğutma sıvısı olarak su kullanılmıştır. Şekil 4.1’de bu çalışmada kullanılan Metkon FORCIPOL 1V parlatma ve zımparalama cihazı görülmektedir. Herbir numunenin yüzey pürüzlülüğü yaklaşık  $Ra \sim 0,25 \mu m$  olacak şekilde mekanik parlatma işlemi yapılmıştır.



**Resim 4.1.** Metkon FORCIPOL 1V parlatma ve zımparalama cihazı

### 4.2.3. Aşınma ve sürtünme testleri

Bu kısımda Ti64, Ti64-Gr, Ti64-SN, Ti64-SN-Gr numunelerin aşınma ve sürtünme performansı üç farklı ortamda (kuru, PBS ve BCS) ASTM G-133 ve ASTM F-732 standartlarına göre detaylı olarak incelenmiştir. Deneylerde kullanılan aşınma test cihazına ait görseller Resim 4.2'de sunulmuştur.



**Resim 4.2.** PBS sıvısında yapılan doğrusal git-gel aşınma testine ait görseller.

Cihaza ait servo motorun çalışmasıyla motor-redüktör çıkış milinin dönme hareketi krank-biyel mekanizması ile hareket tablasının Şekil 4.2'de gösterildiği gibi yatay ekseninde doğrusal git-gel hareketi yapmasını netice vermektedir. Ti64 kompozit numune, numune tutucuya, numune tutucu da hareket tablasına vidalar ile sabitlenerek numunenin yatayda doğrusal git-

gel hareketi yapması sağlanmaktadır. Karşıt yüzeyde ise statik yüklem altında tutucuya tespit edilmiş aşındırıcı top bulunmaktadır. Sabit olan aşındırıcı top karşısında Ti64 numunenin yatay hareketi ile sürtünme (temas) yüzeyi oluşturulmaktadır. Statik yüklem, deney ağırlıklarının daha önceden denge konumuna getirilen yük kolunun üzerine Resim 4.2'de gösterildiği gibi yerleştirilmesiyle sağlanmıştır. Sıvı ortamda (PBS veya BCS) yapılan deneylerde pleksi boru kullanılmıştır. Pleksi malzeme saydam yapısı ile testin gerçek zamanlı olarak gözlemlenmesine fırsat tanımaktadır ve cama kıyasen daha tok yapısı ile yüksek kırılma dayanımına sahip olduğundan tercih edilmiştir. Paslanmaz çelikten üretilen numune tutucu ile pleksi boru birleşim bölgesinde kullanılan O-ring ise test sıvısı kaçışına engel olarak sızdırmazlık sağlamaktadır (Resim 4.2).

Bu çalışma Ti64 kompozitlerin potansiyel medikal uygulamasına yoğunlaştığı için test sıvısı olarak PBS ve BCS kullanılmıştır (Kanca vd., 2018a, Kanca vd., 2018b; Yazdi vd., 2020). PBS oynar eklem sıvısında bulunan su ve elektrolitleri içerirken BCS su ve elektrolitlere ek olarak eklem sıvısında bulunan Albumin ve Globulin proteinleri içermektedir. Böylece bahsi geçen test sıvılarının Ti64 kompozitlerin tribolojik davranışını ne oranda etkilediği hakkında bilgi edinilmiş olacaktır.

Toz metalurjisi ile üretilen 13 farklı malzemenin tribolojik davranışı 3 farklı ortamda (kuru, PBS, BCS) incelenmiştir. Bu bağlamda deneyler toplamda 39 gruptan oluşmaktadır. Ti64, Ti64-Gr, Ti64-SN, Ti64-SN-Gr numunelerin aşınma testleri 10 N yük altında, 5 mm strok mesafesinde, 20 mm/s kayma hızında ve 125 m kayma mesafesinde gerçekleştirilmiştir. Aşındırıcı olarak 16,18 GPa sertlikte (Alvi vd., 2020) ve 0,05 µm ortalama yüzey pürüzlülüğünde 6 mm çapında alümina top kullanılmış olup her bir testte topun kullanılmamış yüzeyi temas oluşturacak şekilde top çevrilmiştir.

Testler arasında kontaminasyonu engellemek amacıyla kuru ortamda yapılan deneylerden sonra test numunesi ve numune tutucular asetonlu bir bez ile silinerek test esnasında yüzeylerde biriken aşınma tozlarından arındırılmıştır. Sıvı ortamda yapılan deneylerden sonra ise numune ve test aparatları su ile seyreltilmiş hacimce %5 deterjan (Distel™ Surface Disinfectant) içeren bir temizleyici kullanılarak titizlikle yıkanmıştır ve kurulmuştur.

Deneyler esnasında 15 N kapasiteli yük hücresi (Resim 4.2) tarafından ölçülen sürtünme kuvvetleri 40 Hz'de analog-to-dijital veri dönüştürücü ve yükseltici vasıtasıyla bilgisayara kaydedilmiştir. Sürtünme katsayısı hesap edilirken yalnızca aşınma izinin orta kısımlarında etkin olan dinamik sürtünme kuvvetleri hesaba katılırken strok sonlarında etkin olan statik sürtünme kuvvetleri hesaba katılmamıştır. Dinamik sürtünme katsayısı ( $\mu$ ) aşağıdaki formülde verildiği gibi test boyunca sürekli ölçülen dinamik sürtünme kuvvetinin ( $F_s$ ) uygulanan statik yüke ( $F$ ) oranı ile elde edilmiştir;

$$\mu = \frac{F_s}{F} \quad \text{Denklem (1)}$$

#### 4.2.4. Aşınma deneyi sonrası yüzey incelemesi

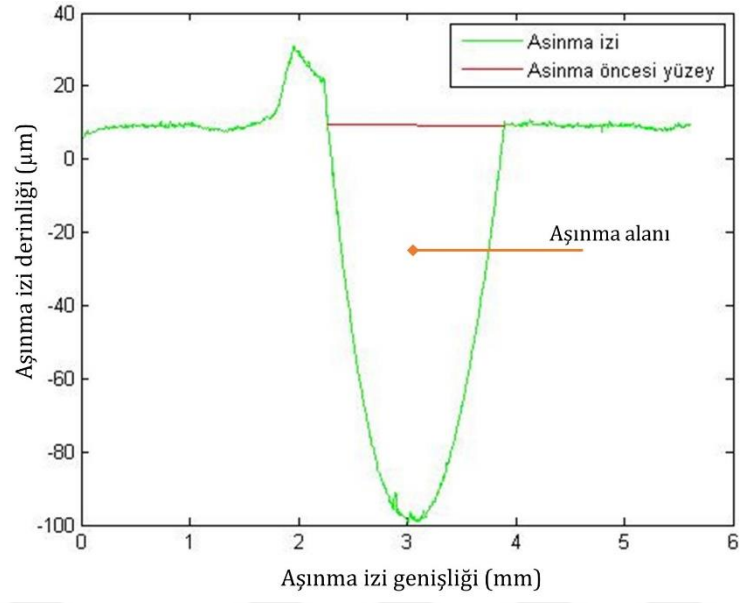
##### a) 2B profilometre

Aşınma testi sonrasında oluşan izlerinin profilleri ve ortalama yüzey pürüzlülük ( $R_a$ ) değerleri MarSurf/M300 Portatif marka 2B profilometre (Resim 4.3) ile elde edilmiştir. Ölçümlerde 0,5 mm/s hızda ve 5,6 mm uzunlukta tarama yapılmıştır.



**Resim 4.3.**Marsurf/M300 Portatif 2B Profilometre

Oluşturulan MATLAB kodu ile 2B profilometreden elde edilen aşınma izi profilinde aşınmamış yüzey referans alınarak tahmini bir aşınma öncesi yüzeyi oluşturulmuştur (Şekil 4.1'de kırmızı çizgi). Sonrasında, aşınma izi (Şekil 4.1'de yeşil eğri) ile aşınma öncesi tahmini yüzey arasında kalan alan (aşınma alanı) hesaplanmıştır. Her bir aşınma izi için 3 farklı bölgeden profil ölçümü alınmıştır. Aşınma hacmi ( $\Delta V$ ) hesap edilirken 3 farklı bölgede hesaplanan aşınma alanlarının ortalaması alınarak aşınma izi uzunluğu ile çarpılmıştır. Aşınma izi uzunluğunun hesaplanmasında ImageJ programı kullanılmıştır.



**Şekil 4.1.** MATLAB programında aşınma izi kesiti yüzey alanı hesaplanması.

Aşınma oranı ( $W$ ) aşağıda verilen Archard eşitliği kullanılarak hesap edilmiştir (Archard, 1980);

$$W = \frac{\Delta V}{F \cdot S}$$

Denklem (2)

Burada  $\Delta V$  aşınma hacmi ( $\text{mm}^3$ ),  $F$  statik yük (N) ve  $S$  kayma mesafesidir (m).

## b) SEM analizleri

Jeol JSM7001F marka (Resim 4.4) taramalı elektron mikroskobu (SEM, scanning electron microscope) kullanılarak farklı ortamlarda test edilen numunelerin aşınma izlerinde oluşan aşınma mekanizmaları incelenmiştir. Ayrıca aşınma yüzeylerinin elementel analizinde enerji dağılım spektroskopisi (EDS, energy dispersive spectroscopy) kullanılmıştır.



**Resim 4.4.** Jeol JSM7001F taramalı electron mikroskobu (SEM, scanning electron microscope)

## 5. BÖLÜM

### BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu tez çalışmasında farklı partiküller farklı oranlarda takviye edilerek Ti64 matrisli kompozit malzemeler üretilmiştir. Farklı partikül takviyesi olarak grafen ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> nano boyutlu tozlar kullanılmıştır. Ti64, Ti64-Gr, Ti64-SN ve Ti64-SN-Gr numunelere farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) tribolojik testler yapılmıştır.

Aşınma deneyi öncesinde üretilen malzemelerin ortalama yüzey pürüzlülükleri (R<sub>a</sub>) ölçülmüştür ve sonuçlar Tablo 5.1 de verilmiştir. R<sub>a</sub> değerleri incelendiğinde deney öncesi yapılan mekanik parlatma işlemi sonrasında numune yüzey pürüzlülük değerleri birbirine yakın ve 0,209-0,343 µm aralığında ölçülmüştür.

**Tablo 5.1.** Aşınma Testi Öncesi Malzeme Yüzeylerinin Ortalama Yüzey Pürüzlülükleri

Malzeme	Ortalama yüzey pürüzlülük değeri, R <sub>a</sub> (µm)
	Ortalama ± St. Sapma
Ti64	0,240 ± 0,063
Ti64-0.15Gr	0,248 ± 0,009
Ti64-0.30Gr	0,215 ± 0,033
Ti64-0.45Gr	0,222 ± 0,027
Ti64-0.60Gr	0,215 ± 0,010
Ti64-1SN	0,343 ± 0,045
Ti64-3SN	0,329 ± 0,024
Ti64-5SN	0,253 ± 0,089
Ti64-7SN	0,323 ± 0,133
Ti64-1SN	0,343 ± 0,045
Ti64-1SN-0.15Gr	0,321 ± 0,063
Ti64-1SN-0.30Gr	0,209 ± 0,011
Ti64-1SN-0.45Gr	0,233 ± 0,076
Ti64-1SN-0.60Gr	0,228 ± 0,046

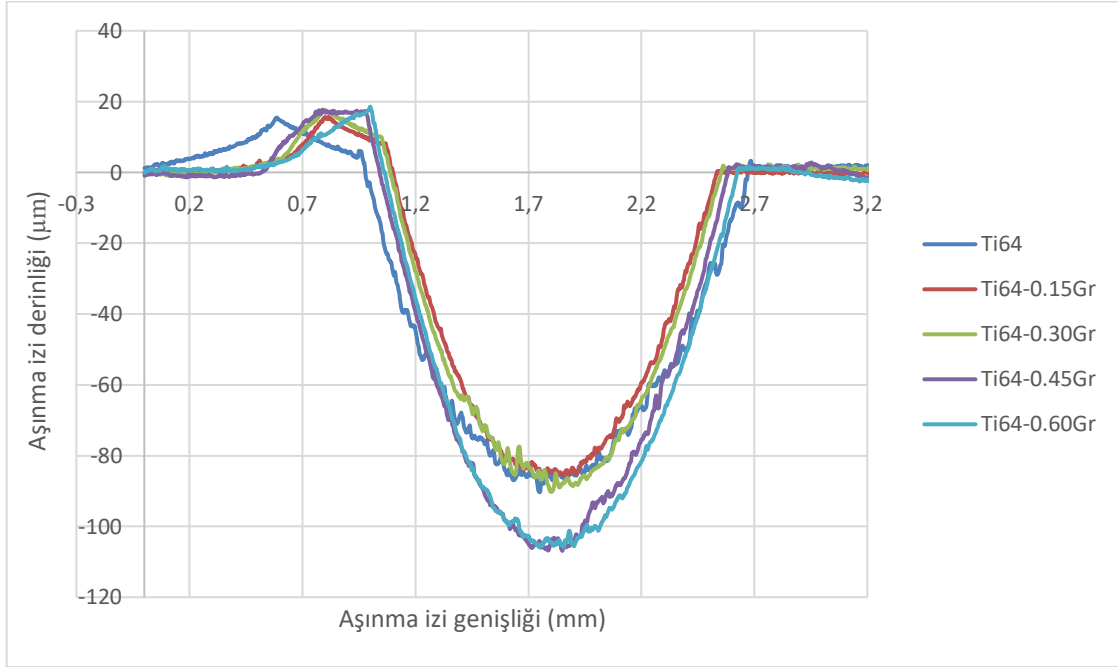
### 5.1. Titanyum Matrisli Grafen Takviyeli (Ti-Gr) Kompozitlerin Deneysel Sonuları

alıřmanın bu kısmında Ti64 matrise ađ% 0,15, ađ% 0,30, ađ% 0,45, ve ađ% 0,60 oranlarında grafen takviye edilmiřtir. Toz metalurjisi yntemiyle retilen Ti-Gr malzemelerin ařınma ve srtnme analizleri yapılmıřtır. Deney sonrasında ařınma izleri SEM ve EDS kullanılarak analiz edilmiřtir. Bu blmde analizlerin sonuları deđerlendirilecektir.



### 5.1.1. Aşınma test sonuçları

Ti64-Gr kompozitlere ait kuru ortamda yapılan deneyler sonucunda elde edilen aşınma izi profilleri Şekil 5.1'de verilmiştir. Tablo 5.2'de ise üç farklı ortamda yapılan deneylerde elde edilen aşınma izi genişliği ve derinliği verileri listelenmiştir. Aşınma izi profilleri incelendiğinde en yüksek aşınma izi genişliği (1,72 mm) Sayın (2020) tarafından sertliği en düşük ölçülen Ti64 alaşımında bulunurken en düşük aşınma izi genişliği (1,50 mm) ise Sayın (Sayın, 2020) tarafından sertliği en yüksek ölçülen Ti64-0.15Gr malzemesinde elde edilmiştir.



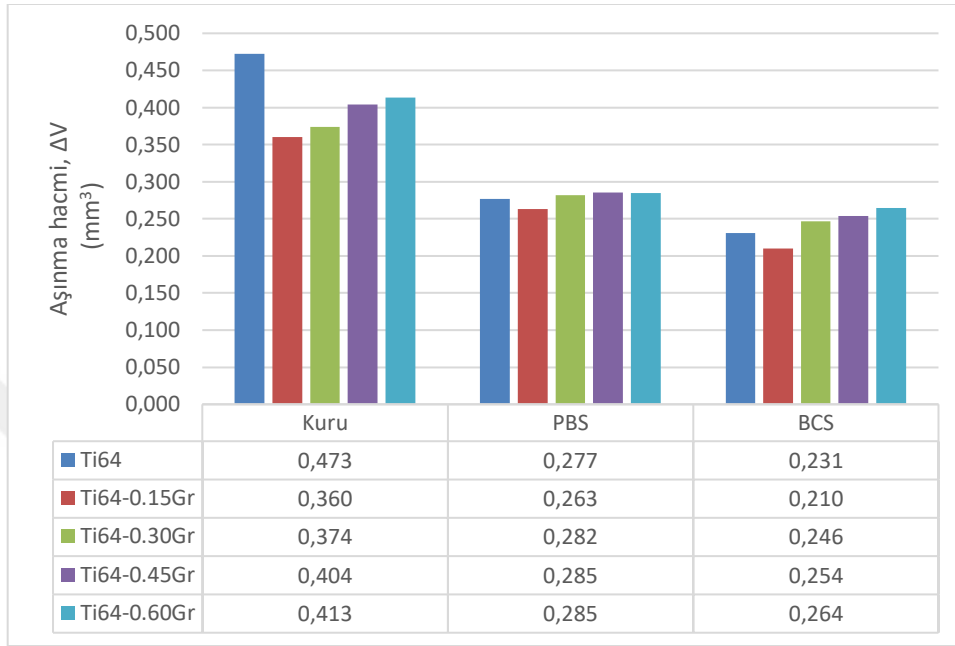
Şekil 5.1. Kuru ortamda test edilen grafen katkılı Ti64 kompozitlerin aşınma izi profilleri.

**Tablo 5.2.** Aşınma testi sonrası grafen katkılı Ti64 kompozitlerde ortalama yüzey pürüzlülüğü, aşınma izi genişliği ve derinliği ölçüm sonuçları.

Ortam	Malzeme	Ortalama yüzey pürüzlülük değeri, $R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	Aşınma izi genişliği (mm)	Aşınma izi derinliği ( $\mu\text{m}$ )
		Ortalama $\pm$ St. Sapma	Ortalama $\pm$ St. Sapma	Ortalama $\pm$ St. Sapma
Kuru	Ti64	2.114 $\pm$ 0.087	1.72 $\pm$ 0.02	91.10 $\pm$ 2.66
	Ti64-0.15Gr	2.412 $\pm$ 0.305	1.50 $\pm$ 0.11	93.13 $\pm$ 12.93
	Ti64-0.30Gr	2.378 $\pm$ 0.114	1.56 $\pm$ 0.03	94.67 $\pm$ 6.48
	Ti64-0.45Gr	2.757 $\pm$ 0.261	1.52 $\pm$ 0.09	104.40 $\pm$ 9.83
	Ti64-0.60Gr	2.685 $\pm$ 0.216	1.57 $\pm$ 0.13	103.03 $\pm$ 14.10
PBS	Ti64	1.989 $\pm$ 0.213	1.42 $\pm$ 0.11	74.28 $\pm$ 8.22
	Ti64-0.15Gr	1.939 $\pm$ 0.074	1.43 $\pm$ 0.06	72.02 $\pm$ 4.83
	Ti64-0.30Gr	2.202 $\pm$ 0.021	1.42 $\pm$ 0.05	78.86 $\pm$ 5.49
	Ti64-0.45Gr	2.156 $\pm$ 0.017	1.44 $\pm$ 0.03	77.93 $\pm$ 1.55
	Ti64-0.60Gr	1.984 $\pm$ 0.047	1.45 $\pm$ 0.02	75.91 $\pm$ 3.16
BCS	Ti64	1.718 $\pm$ 0.106	1.31 $\pm$ 0.01	65.78 $\pm$ 2.90
	Ti64-0.15Gr	1.848 $\pm$ 0.023	1.52 $\pm$ 0.02	58.09 $\pm$ 1.45
	Ti64-0.30Gr	1.775 $\pm$ 0.079	1.59 $\pm$ 0.06	63.50 $\pm$ 3.52
	Ti64-0.45Gr	1.879 $\pm$ 0.180	1.52 $\pm$ 0.07	65.64 $\pm$ 4.91
	Ti64-0.60Gr	1.533 $\pm$ 0.184	1.53 $\pm$ 0.06	60.27 $\pm$ 6.43

Şekil 5.2’de kuru, PBS ve BCS ortamlarında test edilen Ti64-Gr kompozitlere ait aşınma hacimleri verilmiştir. Kuru ortamda yapılan deneylerde en yüksek aşınma hacmi Ti64 alaşımında 0,473 mm<sup>3</sup> olarak elde edilirken en düşük aşınma hacmi Sayın (2020) tarafından sertliği en yüksek rapor edilen Ti64-0.15Gr malzemesinde 0,360 mm<sup>3</sup> olarak bulunmuştur. Hacim kaybındaki düşüş %24’e denk gelmektedir. Buna rağmen, grafen katkı oranının ağ% 0,15’ten 0,60’a yükselmesiyle hacim kaybı %15’lik artışla 0,413 mm<sup>3</sup>e yükselmiştir. Sayın (2020) tez çalışmasında Ti64’e ağ% 0,15 oranında grafen eklenmesi ile sertlik ve basma gerilmesi değerlerinin arttığını, grafen katkısının ağ% 0,15’in üzerine çıkması ile sertlikte ve basma dayanımında düşüş meydana geldiğini rapor etmiştir. Yazar grafen oranının artmasıyla birlikte sertlikteki azalmayı mikroyapıdaki gözeneklilik artışı ve grafen tozlarındaki topaklanma eğilimindeki artış ile ilişkilendirmiştir. Yazar toz metalurjisi ile ürettiği grafen takviyeli Ti64 kompozit numunelerin dönen aşındırıcı diske karşı aşınma performansını kuru ortamda değerlendirdiğinde sertlik ve basma test sonuçlarında en yüksek performansı gösteren Ti64-0,15Gr numunesinde en düşük aşınma hacmini bulduğunu rapor etmiştir. Bu tez çalışmasında alümina aşındırıcı top ile doğrusal git-gel hareket yapan Ti64 hibrit kompozitler

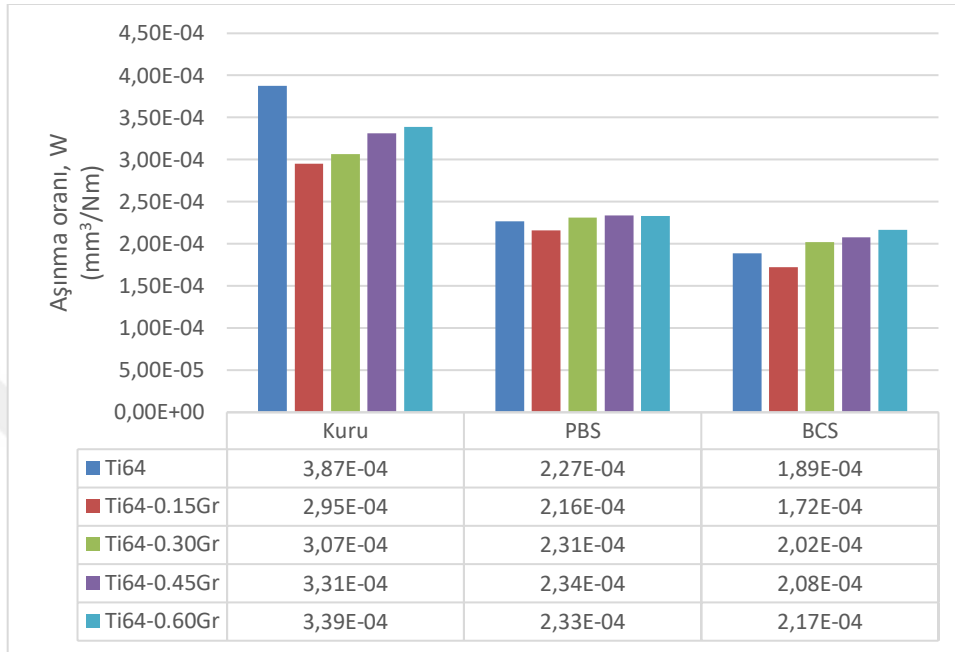
arasında oluşturulan temas yüzeyinde benzer sonuç bulunmuştur. Sonuç olarak grafen katkı oranının ağ. %0,15'ten fazla olması durumunda Ti64 kompozitlerin aşınma hacminin yükselmesi oluşan topaklanma eğilimi ve gözeneklilik artışına bağlı olarak sertlik ve basma dayanımının azalmasına atfedilebilir.



**Şekil 5.2.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) aşınma testi yapılan grafen katkılı Ti64 kompozitlerde oluşan hacim kayıpları.

Ti64 alaşımının aşınma hacmi kuru ortama kıyasen PBS sıvısında %41'lik bir azalma ile 0,277 mm<sup>3</sup>'e, BCS sıvısında ise %51'lik bir azalma ile 0,231 mm<sup>3</sup>'e düşmüştür. Bu durum Bölüm 4.1.2'de detaylandırılan PBS ve BCS sıvılarının temas yüzeyinde sınır tabaka yağlama oluşturmasına atfedilebilir. PBS'de yapılan deneylerde ağ% 0,15 grafen takviyeli numunede en düşük aşınma hacmi (0,263 mm<sup>3</sup>) rapor edilmiştir. Aşınma hacmindeki bu azalma Ti64 alaşıma kıyasen %5'e karşılık gelmektedir. Takviye oranının %0,15'in üzerine çıkarılmasıyla aşınma hacminde %7-8 oranında artış görülerek 0,282-0,285 mm<sup>3</sup> aralığına yükselmiştir. Benzer davranış daha düşük aşınma hacimleriyle BCS'de yapılan deneylerde de görülmektedir. BCS sıvısında ağ% 0,15 grafen takviyesiyle en düşük aşınma hacmi 0,210 mm<sup>3</sup> olarak hesaplanmıştır. Bu durum sadece kuru ortamda değil sıvı ortamlarda da (PBS, BCS) benzer trend ile en iyi aşınma dayanımı sağlayan malzemenin Ti64-0,15Gr olduğunu ortaya koymuştur.

Şekil 5.3 üç farklı ortamda (kuru, PBS ve BCS) aşınma testine tabi tutulan Ti64-Gr kompozitlerde Denklem 2'deki formülle hesaplanan aşınma oranlarını göstermektedir. Yapılan deneylerde yük ve kayma mesafesi sabit tutulduğu için aşınma oranı (W) aşınma hacmi ( $\Delta V$ ) ile benzer trend sergilemiştir.



**Şekil 5.3.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) aşınma testi yapılan grafen katkılı Ti64 kompozitlerde hesaplanan aşınma oranları.

Şekil 5.3 incelendiğinde kuru ortamda en yüksek aşınma oranı  $38,7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile Ti64 alaşımında bulunurken en düşük aşınma oranı ise  $29,5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile Ti64-0,15Gr numunede edilmiştir. Bu durum Holm-Archard eşitliği ile açıklanabilmektedir (Archard, 1953). Eşitlikte aşınma katsayısı malzemelerin aşınma hacmi ile sertliğinin çarpımının, kayma mesafesi ve uygulanan yükün çarpımına oranına eşittir. Bu sebeple malzemenin sertlik değeri arttıkça aşınma oranı artmıştır.

PBS'de yapılan deneylerde aşınma oranı  $21,6-23,4 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  aralığında bulunup en düşük değer Ti64-0,15Gr numunede elde edilmiştir. BCS'de ise yine en düşük değer  $17,2 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile Ti64-0,15Gr kodlu numunede elde edilmiştir. Ti64 alaşımına ağırlık % 0,15 grafen katkısıyla aşınma oranı kuru ortamda %24'lük bir azalma ( $38,7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 'den  $29,5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 'ye) sergilerken PBS'de %5'lik bir azalma ( $22,7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 'den  $21,6 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 'ye) göstermiştir. BCS'de ise %9'lik bir azalma ( $18,9 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 'den  $17,2 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 'ye) göstermiştir.

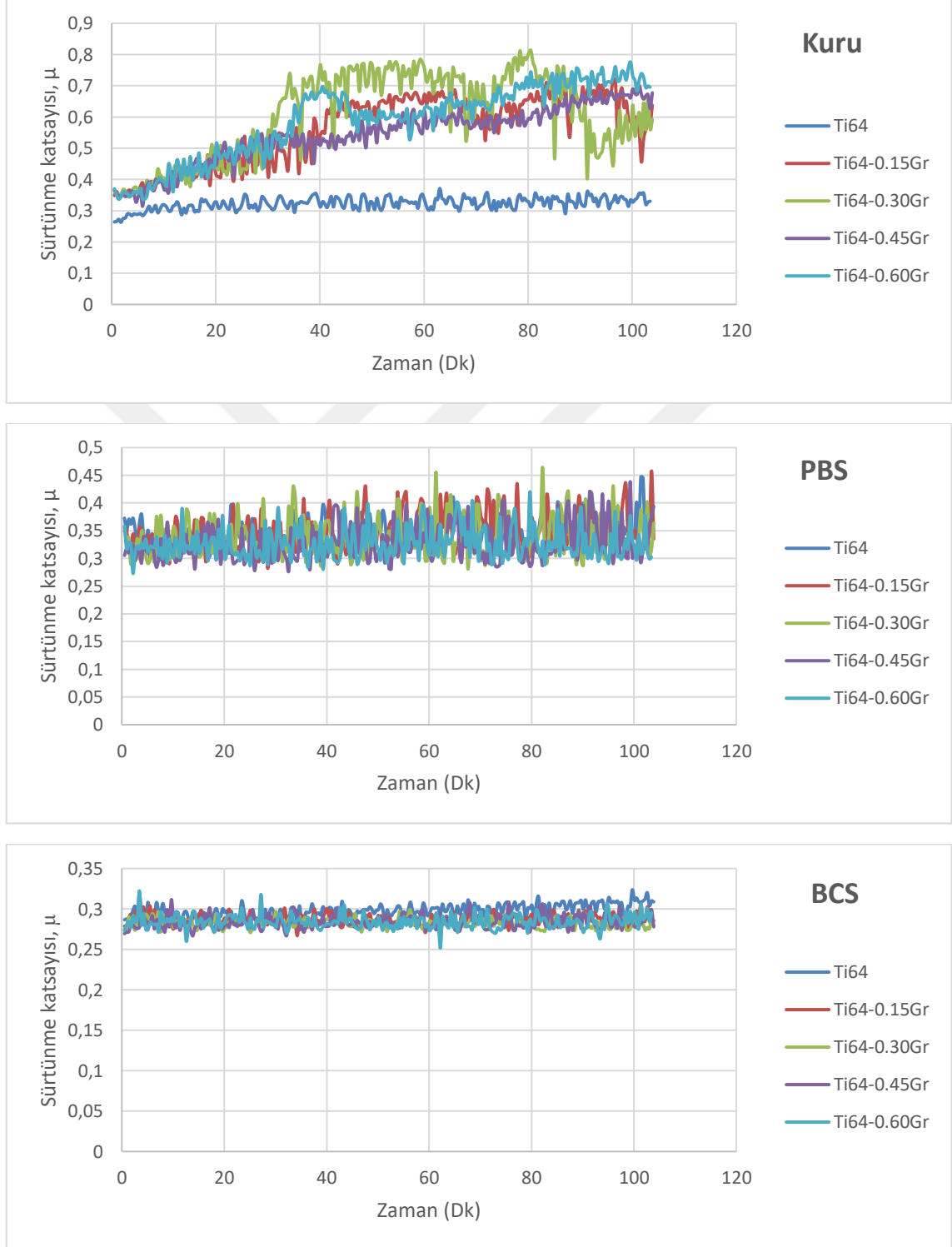
Zhao ve arkadaşları (2021) grafen takviyeli Ti64 kompozitin aşınma davranışını doğrusal git-gel hareketi yapan bir tribometrede, kuru ortamda ve GCr15 rulman çeliği topa karşı değerlendirmiştir. Yazarlar aşınma oranının azalan yüklerle azaldığını ve azalan kayma hızı ile arttığını bulmuşlardır. Ve 20 N yük altında ve 0,4 m/s kayma hızında Ti64 alaşımı ve ağırlık % 0,5

grafen katkı Ti64 kompozitin aşınma oranlarını sırasıyla  $34 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ve  $31 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  olarak bulmuşlardır. Buldukları sonuçlar bu çalışmada bulunan sonuçlar ile uyum halindedir.



### 5.1.2. Sürtünme test sonuçları

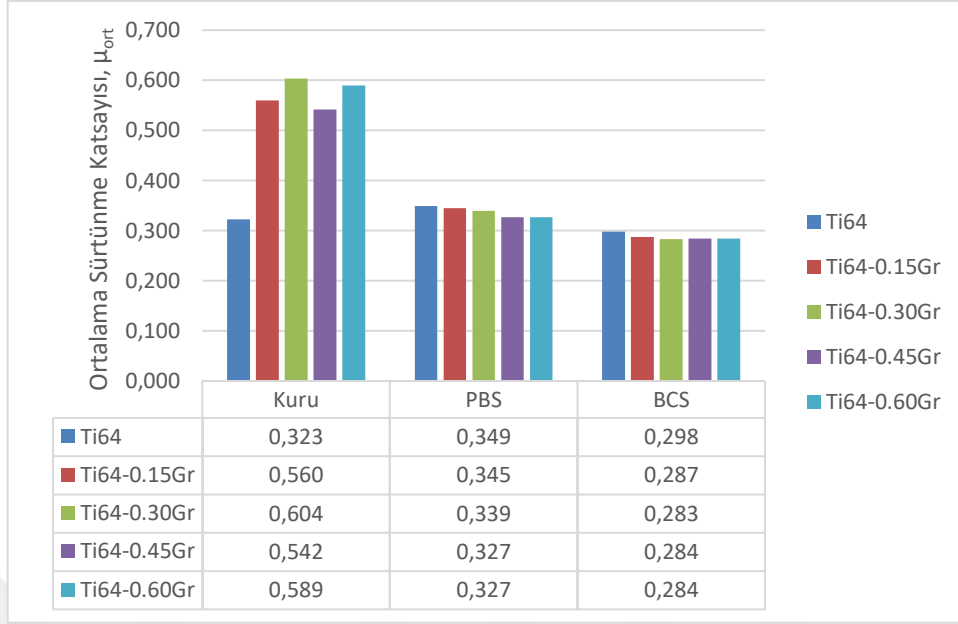
Farklı oranlarda grafen takviyeli Ti64 kompozitlerin üç farklı ortamda (kuru, PBS ve BCS) zamana bağlı sürtünme katsayısı grafikleri Şekil 5.4'de sunulmuştur.



Şekil 5.4. Grafen katkı Ti64 kompozitlerin farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) zamana bağlı sürtünme katsayısı grafikleri.

Şekil 5.4.'de görüldüğü üzere kuru ortamda yapılan deneylerde Ti64 alaşımının sürtünme katsayısı 0,26'dan başlayarak 10 dakikada 0,32'ye yükselmiştir ve sonrasında test boyunca bu değere yakın bir seviyede seyretmiştir. Diğer taraftan, grafen takviyeli numunelerde ise takviye oranından bağımsız olarak 0,35'ten başlayan sürtünme katsayısı test boyunca sürekli bir artış sergileyerek kararlı olmayan (unsteady) davranış göstermiştir ve test sonunda takviye oranına bağlı olarak 0,60-0,74 seviyelerinde sona ermiştir. Sürtünme katsayısı Ti-Gr kompozitlerde daha yüksek değerden başlaması Ti-Gr kompozitlerin daha yüksek maksimum basma dayanımına atfedilebilir. Sayın (Sayın, 2020) hazırladığı tez çalışmasında Ti64 alaşımının maksimum basma dayanımını 1519 MPa bulurken Ti-Gr kompozitlerin maksimum basma dayanımını 1626-1736 MPa olarak bulmuştur. Alumina karşıt topun daha yüksek basma dayanımlı Ti-Gr kompozit yüzeyde kayması artan plastik deformasyon direncine bağlı olarak daha zor olacağından sürtünme katsayısı daha yüksek bulunmuştur (Babalola vd., 2020; Kanca vd., 2023). Şekil 5.6 ve 5.7'deki SEM görüntüleri incelendiğinde Ti64 alaşımının aşınma yüzeyinde Ti-Gr kompozite ait aşınma yüzeyine kıyasen daha fazla miktarda plastik deformasyon meydana gelmesiyle bulguları destekler niteliktedir. Ti64-Gr kompozitler kendi içinde değerlendirildiğinde maksimum basma dayanımı değerleri benzer olduğu için sürtünme katsayısı değerleri de birbirine yakın değerlerde bulunmuştur. Sıvı ortamlarda (PBS veya BCS) yapılan deneylerde sürtünme katsayısının kararlı bir davranış gösterdiği ve kuru ortama kıyasen daha düşük değerlerde (PBS için 0,33-0,35; BCS için 0,28-0,30) izlediği görülmektedir.

Şekil 5.5'de numunelere ait ortalama sürtünme katsayıları gösterilmektedir. Kuru ortamda katkısız Ti64 alaşımının ortalama sürtünme katsayısı 0,32'dir ve grafen takviyesi ile ortalama sürtünme katsayısı 0,54-0,60 aralığına yükselmiştir. Aşınma öncesi yüzeylerde  $R_a$  değeri Ti64 alaşımı ve Ti-Gr kompozitler için benzer değerlerde sırasıyla 0,240 ve 0,215-0,248  $\mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür (Tablo 5.1). Aşınma testi sonrasında oluşan yüzeyler incelendiğinde  $R_a$  değerleri Ti64 için 2,114  $\mu\text{m}$  iken Ti64-Gr kompozit için 2,378-2,757  $\mu\text{m}$  aralığında bulunmuştur (Tablo 5.2). Bu durum test esnasında Ti64-Gr kompozitlerin yüzey pürüzlülüğünün Ti64 alaşımına kıyasen daha fazla arttığını göstermektedir. Ortalama sürtünme katsayısı değerlerine bakıldığında (Şekil 5.2)  $R_a$  değerlerine benzer şekilde Ti64-Gr kompozitlerin ortalama sürtünme katsayısı (0,54-0,60) Ti64 alaşımının ortalama sürtünme katsayısından (0,32) daha yüksek çıkmıştır. Ti64 alaşımına kıyasen daha fazla artan yüzey pürüzlülüğü ile Ti64-Gr kompozitlerin sürtünme katsayısı daha fazla artmıştır. Öte yandan kuru ortamda aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri incelendiğinde Ti64 alaşımına ait aşınma izinde (Şekil 5.6) Ti64-Gr kompozite ait aşınma izine (Şekil 5.7) kıyasen daha yoğun aşınma partikülleri (wear particles) oluşumu dikkat çekmektedir. Oluşan yoğun aşınma partikülleri gerçek temas yüzey alanını azaltarak sürtünme katsayısının Ti64 alaşımında daha düşük bulunmasını netice verdiği düşünülmektedir.



**Şekil 5.5.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) test edilen grafen katkılı Ti64 kompozitlerin ortalama sürtünme katsayıları.

PBS’de ortalama sürtünme katsayısı Ti64 alaşımı için 0,35 olup grafen katkısı arttıkça ortalama sürtünme katsayısı düşmüştür ve en düşük ortalama sürtünme katsayısı ağırlık % 0,60 grafen takviyeli numunede 0,33 olarak bulunmuştur. BCS’de ise en yüksek ortalama sürtünme katsayısı 0,30 ile Ti64 alaşımında görülürken grafen takviyesi arttıkça ortalama sürtünme katsayısı düşmüştür ve en düşük ortalama sürtünme katsayısı ağırlık % 0,60 grafen katkılı numunede 0,28 olarak ölçülmüştür. Grafen katkılı Ti64 alaşımlarının PBS veya BCS sıvılarındaki sürtünme katsayıları (0,28-0,35) kuru ortamdaki sürtünme katsayılarının (0,54-0,60) neredeyse yarısı kadar ölçülmüştür. PBS’de bulunan tuz iyonlarının (elektrolitler) üzerine adsorbe olan su molekülleri sınır yağlamasını da geliştiren bir tür moleküler bilye yatağı oluşturur (Zhang vd., 2016). Bu nedenle bu çalışmada PBS ortamında yapılan deneylerde kuru ortama göre sürtünme katsayısında azalma meydana gelmiştir. Ayrıca BCS sıvısında sürtünme değerlerinin daha düşük olması ise BCS sıvısında tuz iyonlarına ilave olarak bulunan Albumin ve Globulin proteinleri sayesinde sınır yağlaması daha da etkin olmasına atfedilebilir (Kanca vd., 2018a-b).

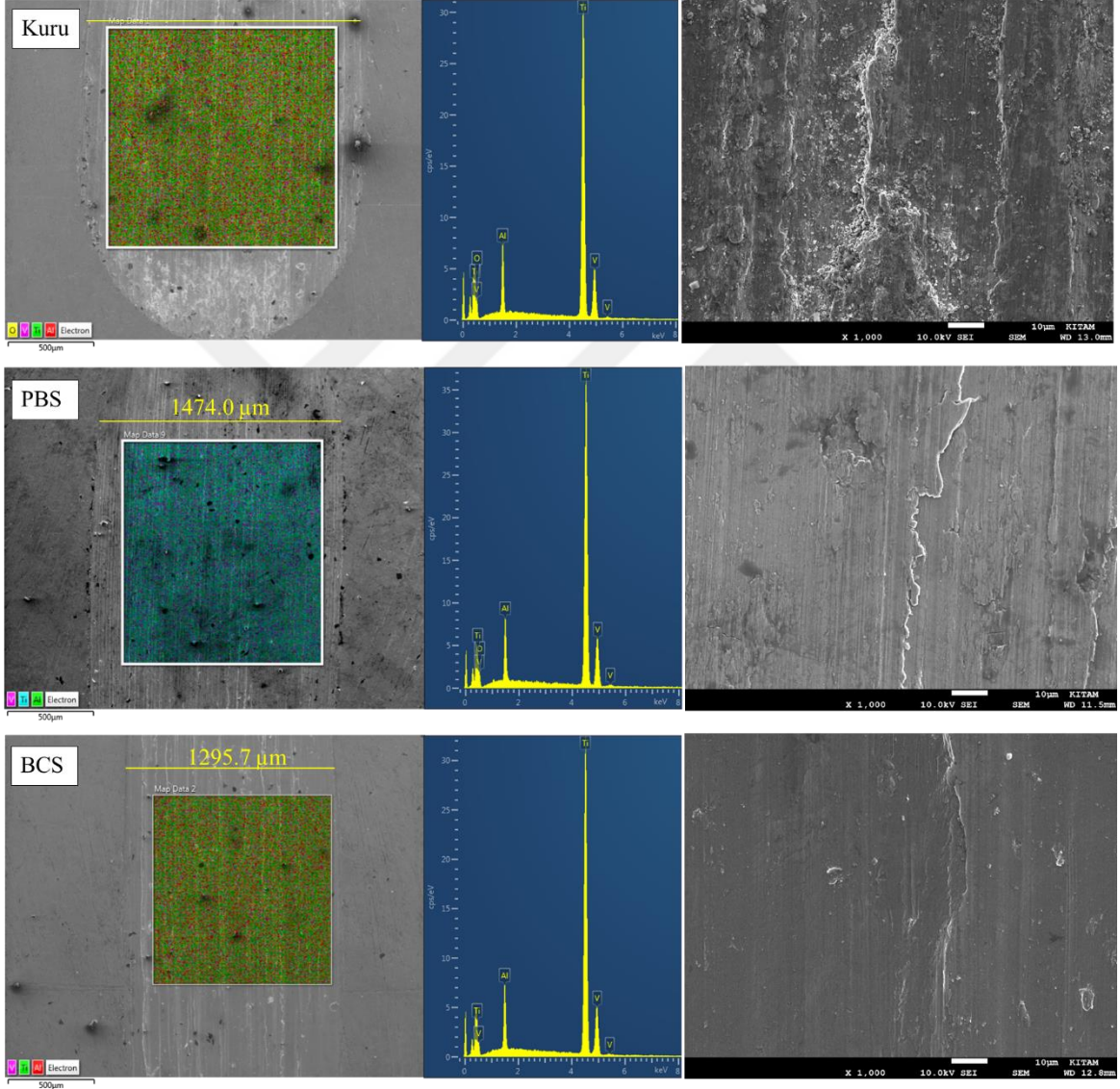
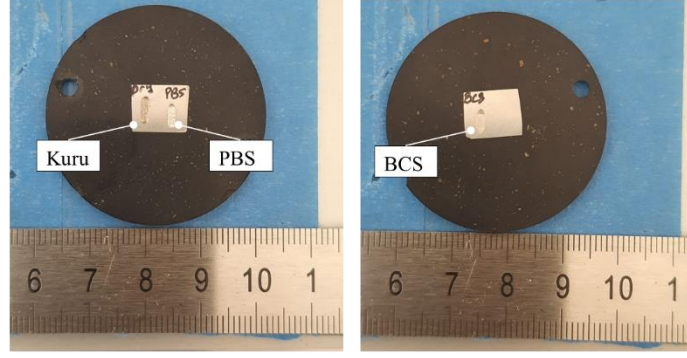
### 5.1.3. Aşınma yüzeyi analizi

Şekil 5.6'da ve 5.7'de sırasıyla Ti64 alaşımı ve Ti64-0.15Gr kompozitte üç farklı ortamda (kuru, PBS ve BCS) elde edilen aşınma izlerinin fotoğrafları verilmiştir. Aşınma izlerine ait 2B profillerinden ölçülen aşınma izi genişliği değerleri (Tablo 5.2) SEM görüntülerinde ölçülen değerler ile uyum halindedir (Şekil 5.6 ve 5.7). Aşınma türleri incelendiğinde bütün ortamlarda grafen takviyeli ve takviyesiz Ti64 numunelerde abrasiv aşınma (abrasive wear) baskın mekanizmadır. Abrasiv aşınmanın meydana gelmesi nedeniyle tüm numunelerde oluklanma (grooves) mevcuttur. Bu durum Ti64 alaşımının düşük sertlik değerine atfedilebilir. SEM görüntüleri incelendiğinde Ti64 yüzeylerinde bir çeşit abrasiv aşınma türü olan pulluklanma (ploughing) olduğu da gözlemlenmiştir. Buna ek olarak aşınma yüzeyinde az miktarda plastik deformasyon oluşumu bulunmaktadır. Aşırı plastik deformasyonun oluşumu test sırasında oluşan pekleşme tabakası ile engellendiği düşünülmektedir. Başka bir ifade ile temas yüzeyinde oluşan sürtünme kuvveti ile aşınma yüzeyinde meydana gelen plastik deformasyona bağlı olarak dislokasyon ve ikizlenme yoğunluğu artmıştır. Artan dislokasyon ve ikizlenme yoğunluğu daha fazla malzeme akışına (plastik deformasyona) karşı engel oluşturmuştur (Salem vd., 2005; Salem vd., 2006; Yazdi vd., 2018). Ayrıca yüzeylerde çatlaklar gözlemlenmiştir. Yapılan analizler sonucunda da görüldüğü gibi kuru ortamlarda yapılan testler sonucunda numune mikroyapısında aşınma partiküllerinin (wear particles) aşınma mekanizmasına dahil olması sonucunda (three body abrasive) sıvanma meydana gelmiştir. PBS ve BCS çözeltileri yağlayıcı olarak işlev gördüğü için aşınma partikülleri temas yüzeyinden uzaklaştırılmıştır. Ayrıca, kuru ortamda Ti64 alaşımına grafen ilavesi ile sıvanmanın miktarı azalmıştır.

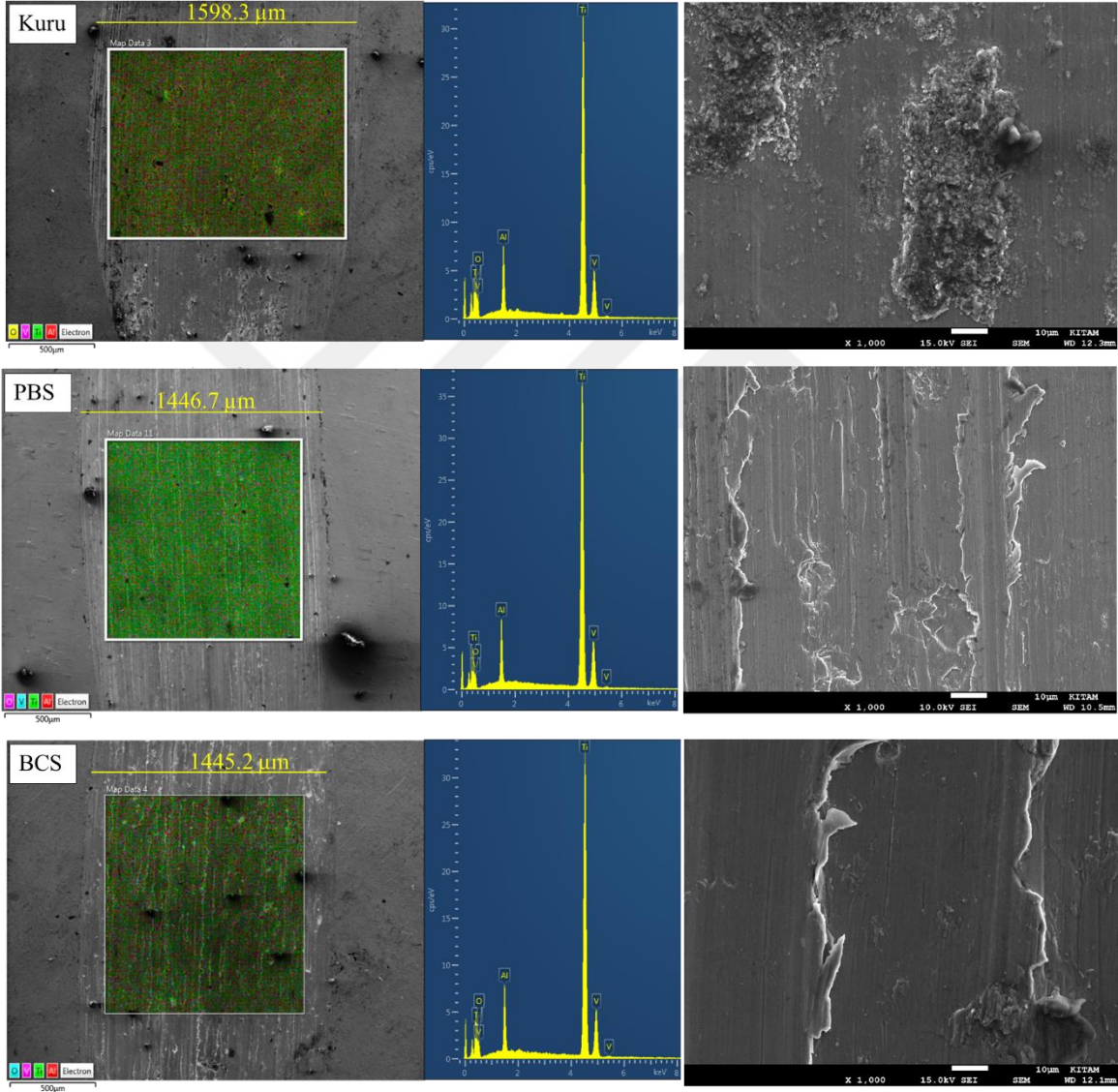
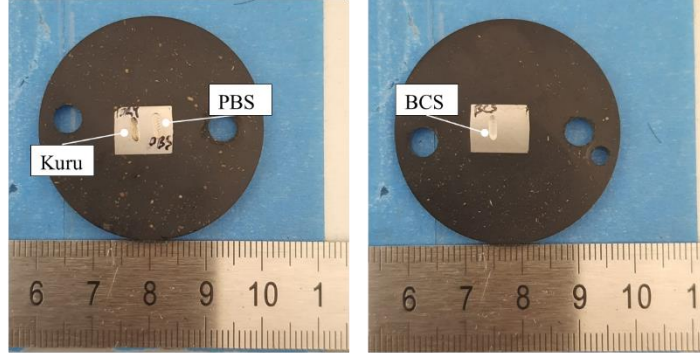
EDS sonuçları incelendiğinde Ti64 alaşımının kuru ortamda yapılan deneylerde oluşan aşınma yüzeylerinin oksijen içeriği (ağ.% 6,8), oksijen içeren bir tribokatman (tribolayer) oluşumuna işaret etmektedir. Bu durum kuru ortamda yapılan testler esnasında temas yüzeyinde sıcaklık artışına bağlı olarak oluşmaktadır. Bu sebeple yüzeyde aşınma anında oksidasyondan dolayı aşınma meydana gelebilir. PBS ve BCS ortamlarında yapılan deneyler sonucunda kuru ortama göre daha az (ağ.% 4,6) oranlarda oksijen içeriği tespit edilmiştir. Kayma esnasında yüksek deformasyon enerjisine sahip aşınma yüzeyleri, PBS veya BCS'de çözülmüş oksijen ile reaksiyona girerek oksijen içeren bir tribokatman oluşturabilir. Ek olarak, aşınma yüzeylerinde düşük miktarda tespit edilen fosfor (ağ.% 0,2), bu elementin tedarik kaynağı olarak PBS veya BCS'den aşınma yüzeyine adsorbe edilmesi sonucu ortaya çıkması şeklinde yorumlanabilir (Yazdi vd., 2017; Yazdi vd., 2019; Yazdi vd., 2020). Bu aşınma mekanizmalarına ek olarak bütün ortamlarda takviye elemanı ve/veya tribokatmandan dolayı tabaka delaminasyon (delamination) oluşumu dikkat çekmektedir (Kumar & Megalingam, 2019). Sıvı ortamlarda yapılan aşınma izleri kıyaslandığında BCS'ye ait aşınma izlerinin daha dar ve aşınma mekanizmalarının daha az (delaminasyon, oluklanma) olduğu görülmektedir. Bunun sebebi BCS'de bulunan proteinlerin sınır tabaka yağlama miktarını arttırmasına atfedilebilir.

SEM görüntüleri incelendiğinde beklendiği gibi grafen takviyesi Ti64 alaşımının aşınma direncini iyileştirmede etkili olmuştur. Hem Ti64 alaşımı hem de Ti64-Gr kompozitler için farklı ortamda yapılan deneyler arasında en yüksek aşınma oranı kuru ortamda gözlemlenmiştir (Şekil 5.3). PBS ve BCS deneylerinde davranış birbirine benzer ve grafen eklenmesiyle sürtünme katsayısı azalmıştır. Bu da grafenin yağlayıcı etkisine atfedilebilir.





**Şekil 5.6.** Ti64 alaşımına farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) yapılan aşınma deneyleri sonrasında meydana gelen aşınma izlerine ait fotoğraflar, düşük (50x) ve yüksek (1000x) büyütmeli SEM görüntüleri ve EDS analizleri.



**Şekil 5.7.** Ti64-0.15Gr kompozite farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) yapılan aşınma deneyleri sonrasında meydana gelen aşınma izlerine ait fotoğraflar, düşük (50x) ve yüksek (1000x) büyütme SEM görüntüleri ve EDS analizleri.

## 5.2. Titanyum matrisli Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli (Ti-SN) Kompozitlerin Deneysel Sonuçları

Çalışmanın bu kısmında Ti64 matrise ağırlık % 1, 3, 5, ve 7 oranlarında Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviye edilmiştir. Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen Ti-SN numunelerin aşınma ve sürtünme analizleri yapılmıştır. Deney sonrasında aşınma izleri SEM EDS ile analiz edilmiştir. Bu bölümde analizlerin sonuçları değerlendirilecektir.

### 5.2.1. Aşınma Test Sonuçları

Tablo 5.3'te Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkılı Ti64 kompozitlerde üç farklı ortamda yapılan aşınma deneyleri sonrasında elde edilen ortalama yüzey pürüzlülüğü, aşınma izi genişliği ve derinliği ölçüm sonuçları verilmiştir. Aşınma izleri incelendiğinde kuru ortamda en yüksek aşınma izi genişliği (1,72 mm) ve derinliği (91,10 µm) Ti64 alaşımında bulunurken en düşük aşınma izi genişliği (0,78 mm) ve derinliği (72,22 µm) Ti64-3SN numunesinde elde edilmiştir. Kuru ortama kıyasen sıvı ortamda yapılan deneylerde sonuçlar daha farklı gözlemlenmiştir. PBS'de en yüksek aşınma izi genişliği (2,23 mm) ve derinliği (72,22 µm) Ti64-3SN kompozit numunesinde bulunurken en düşük aşınma izi genişliği (0,98 mm) ve derinliği (19,31 µm) Ti64-7SN numunesinde elde edilmiştir. BCS'de yapılan deneylerde aşınma izi genişliği ve derinliği değerleri PBS'ye kıyasen daha düşük değerlerde benzer trend göstermektedir.

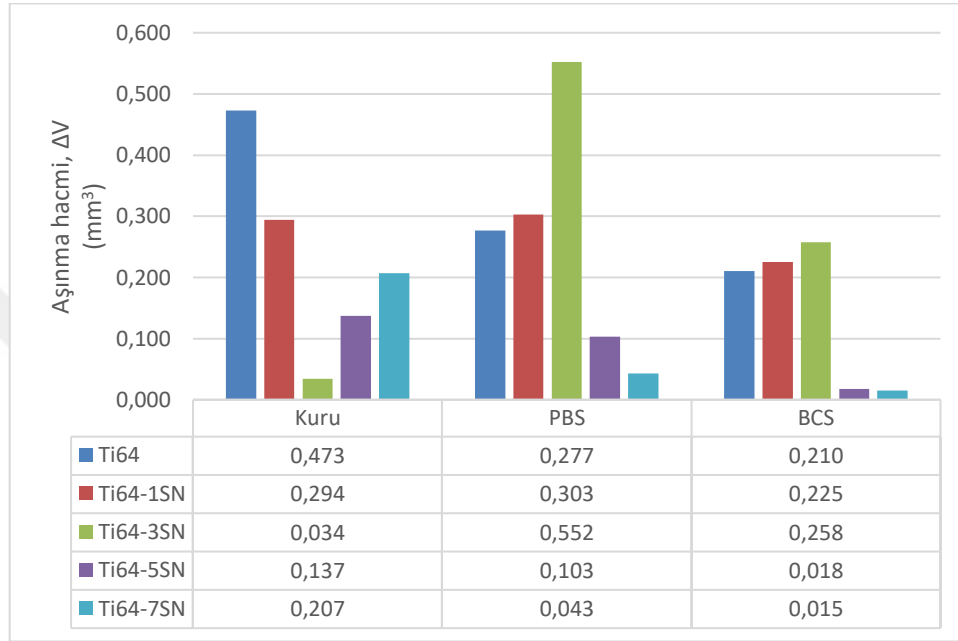
**Tablo 5.3.** Aşınma testi sonrası Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkılı Ti64 kompozitlerde ortalama yüzey pürüzlülüğü, aşınma izi genişliği ve derinliği ölçüm sonuçları

Ortam	Malzeme	Ortalama yüzey pürüzlülük değeri, R <sub>a</sub> (µm)	Aşınma izi genişliği (mm)	Aşınma izi derinliği (µm)
		Ortalama ± St. Sapma	Ortalama ± St. Sapma	Ortalama ± St. Sapma
Kuru	Ti64	2.114 ± 0.087	1.72 ± 0.02	91.10 ± 2.66
	Ti64-1SN	2.562 ± 0.037	1.46 ± 0.01	72.86 ± 3.86
	Ti64-3SN	1.790 ± 0.013	0.78 ± 0.04	13.42 ± 2.43
	Ti64-5SN	1.330 ± 0.139	1.44 ± 0.04	31.23 ± 5.31
	Ti64-7SN	1.163 ± 0.041	1.69 ± 0.05	49.14 ± 6.65
PBS	Ti64	1.718 ± 0.106	1.31 ± 0.01	65.78 ± 2.90
	Ti64-1SN	1.683 ± 0.060	1.62 ± 0.03	60.62 ± 3.46
	Ti64-3SN	1.203 ± 0.078	2.23 ± 0.07	72.22 ± 1.51
	Ti64-5SN	0.978 ± 0.013	1.17 ± 0.02	27.56 ± 1.05
	Ti64-7SN	0.942 ± 0.070	0.98 ± 0.03	19.31 ± 1.53
BCS	Ti64	1.989 ± 0.213	1.42 ± 0.11	74.28 ± 8.22
	Ti64-1SN	1.544 ± 0.184	1.48 ± 0.01	57.19 ± 2.72
	Ti64-3SN	1.487 ± 0.074	1.49 ± 0.06	58.15 ± 3.71
	Ti64-5SN	0.802 ± 0.037	0.63 ± 0.04	12.28 ± 0.77
	Ti64-7SN	0.637 ± 0.019	0.67 ± 0.04	12.35 ± 0.64

Yüzey pürüzlülük değerleri incelendiğinde kuru ortamda yapılan deneylerde (1,163-2,562 µm) sıvı ortamlarda yapılan deneylere göre (PBS’de 0,942-1,718 µm; BCS’de 0,637-1,989 µm) daha yüksek yüzey pürüzlülük değerleri elde edilmiştir. Bu durum sıvı ortamlarda sınır tabaka oluşumu ile aşınma yüzeylerinin daha az hasara uğraması sonucu ortaya çıkmıştır. Ayrıca, en düşük yüzey pürüzlülük değerleri bütün ortamlarda Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> oranının en yüksek olduğu Ti64-7SN kompozit numunelerde elde edilmiştir.

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli Ti64 kompozitlerde kuru, PBS ve BCS ortamlarında oluşan aşınma hacimleri Şekil 5.8’de verilmiştir. Kuru ortamda yapılan deneylerde en düşük sertlik değerine sahip Ti64 alaşımı (4,01 GPa) (Sayın, 2020) en yüksek aşınma hacmi (0,473 mm<sup>3</sup>) göstermiştir. Aşınma hacmi Ti64 alaşıma ağırlık % 1 oranında Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesi sonucunda %38’lik bir azalma ile 0,294 mm<sup>3</sup>e düşerken ağırlık % 3 oranında Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesi sonucunda %93’lük bir azalma ile 0,034 mm<sup>3</sup>e düşmüştür. Takviye oranının ağırlık % 3’den fazla eklenmesi aşınma hacimlerinde artışa sebep olarak ağırlık % 7 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesi sonucunda 0,207 mm<sup>3</sup>e yükselmiştir. Sayın (2020) tez

çalışmasında Ti64 matris içerisine takviye edilen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  oranının kademeli olarak ağırlık % 7'ye çıkarılmasıyla Ti64 kompozitlerin sertliğinin sürekli arttığını buna rağmen gözeneklilik ve topaklanmanın en az olduğu numunenin Ti64-1SN olduğunu rapor etmiştir. Bu bağlamda, takviye oranı ağırlık % 1'den 3'e çıkarıldığında gözeneklilik ve topaklanma artsa bile sertliğin artmasıyla birlikte bu tez çalışmasında kuru ortamda en düşük hacim kaybı Ti64-3SN'de bulunmuştur.

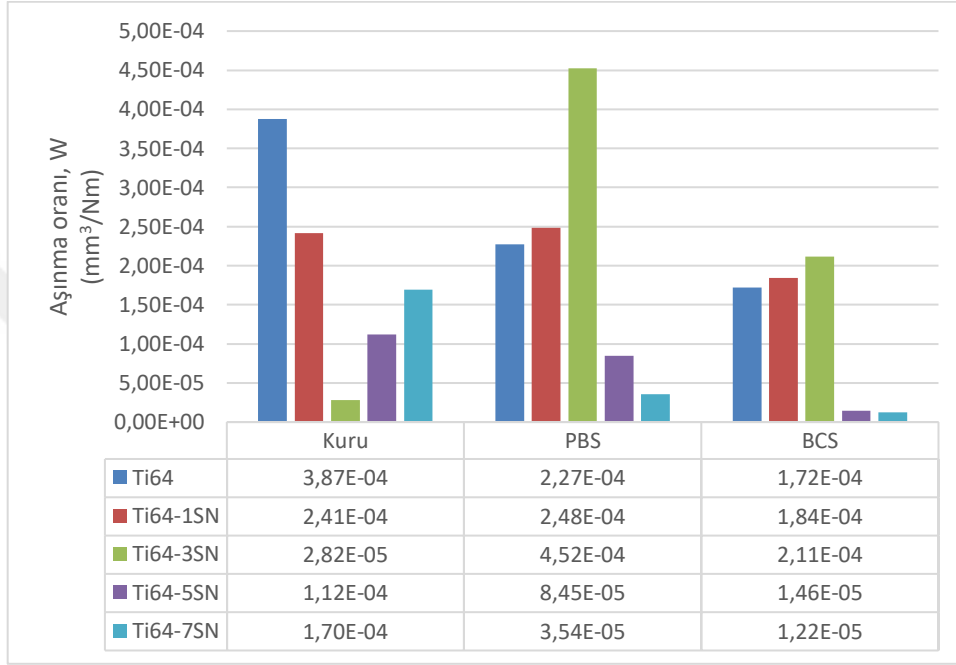


**Şekil 5.8.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkılı Ti64 kompozitlerde aşınma testi sonrasında oluşan hacim kayıpları.

PBS'de yapılan deneylerde  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviye oranının ağırlık % 3'e yükselmesiyle birlikte en yüksek aşınma hacmi (0,552  $\text{mm}^3$ ) rapor edilmiştir. Ti64 alaşıma ağırlık % 3  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesi ile aşınma hacmi yaklaşık iki katına çıkmıştır. Takviye oranının %3'ün üzerine çıkarılmasıyla aşınma hacminde keskin bir azalma seyri görülmüştür ve en düşük aşınma hacmi Ti64-7SN'de 0,043  $\text{mm}^3$  olarak bulunmuştur. Aşınma hacmindeki bu azalma Ti64 alaşıma kıyasen %84'e karşılık gelmektedir. Benzer trend daha düşük aşınma hacimleriyle BCS'de yapılan deneylerde de görülmektedir. Ti64 alaşımına ağırlık % 3  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesiyle BCS ortamında aşınma hacmi %23'lük bir artışla en yüksek değere (0,258  $\text{mm}^3$ ) ulaşmıştır. Takviye oranının ağırlık % 7'ye çıkarılmasıyla aşınma hacmi %93'lük keskin bir düşüşle 0,015  $\text{mm}^3$  seviyelerinde bulunmuştur. Sıvı ortamlarda yapılan deneylerde aşınma hacminin ağırlık % 3  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviye oranına kadar artması, malzeme yüzeyinde ve içinde  $\text{Si}_3\text{N}_4$  topaklanma miktarının artmasıyla aşınma miktarını artırmasına sebep olur. Aşınma hacminin ağırlık % 3'ten fazla  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesiyle keskin bir şekilde azalması ise artan takviye oranına bağlı olarak gözeneklilikteki artış ve Elastisite modülündeki azalma (Sayın, 2020) ile ilişkilendirilebilir. Artan gözeneklilik ve azalan rijitlik tam sınır yağlama (full fluid film lubrication) oluşumuna katkıda bulunabileceği düşünülmektedir. O'Carroll ve arkadaşları (1990) yapay kalça eklemine düşük Elastik modüllü asetabular kap kullanılmasının sınır yağlama oluşumunu desteklediğini bildirmiştir. Sayın (2020) tarafından

yapılan tez çalışmasında  $\text{Si}_3\text{N}_4$  oranının artmasıyla  $\sigma$ - $\epsilon$  eğrisinin eğiminde ve dolayısıyla basma modülünde keskin azalma olduğu görülmektedir.

Şekil 5.9 üç farklı ortamda (kuru, PBS ve BCS) aşınma testine tabi tutulan Ti64-SN kompozitlerde Denklem 2'deki formülle hesaplanan aşınma oranlarını göstermektedir. Yapılan deneylerde yük ve kayma mesafesi sabit tutulduğu için aşınma oranı (W) aşınma hacmi ( $\Delta V$ ) ile benzer trend sergilemiştir.



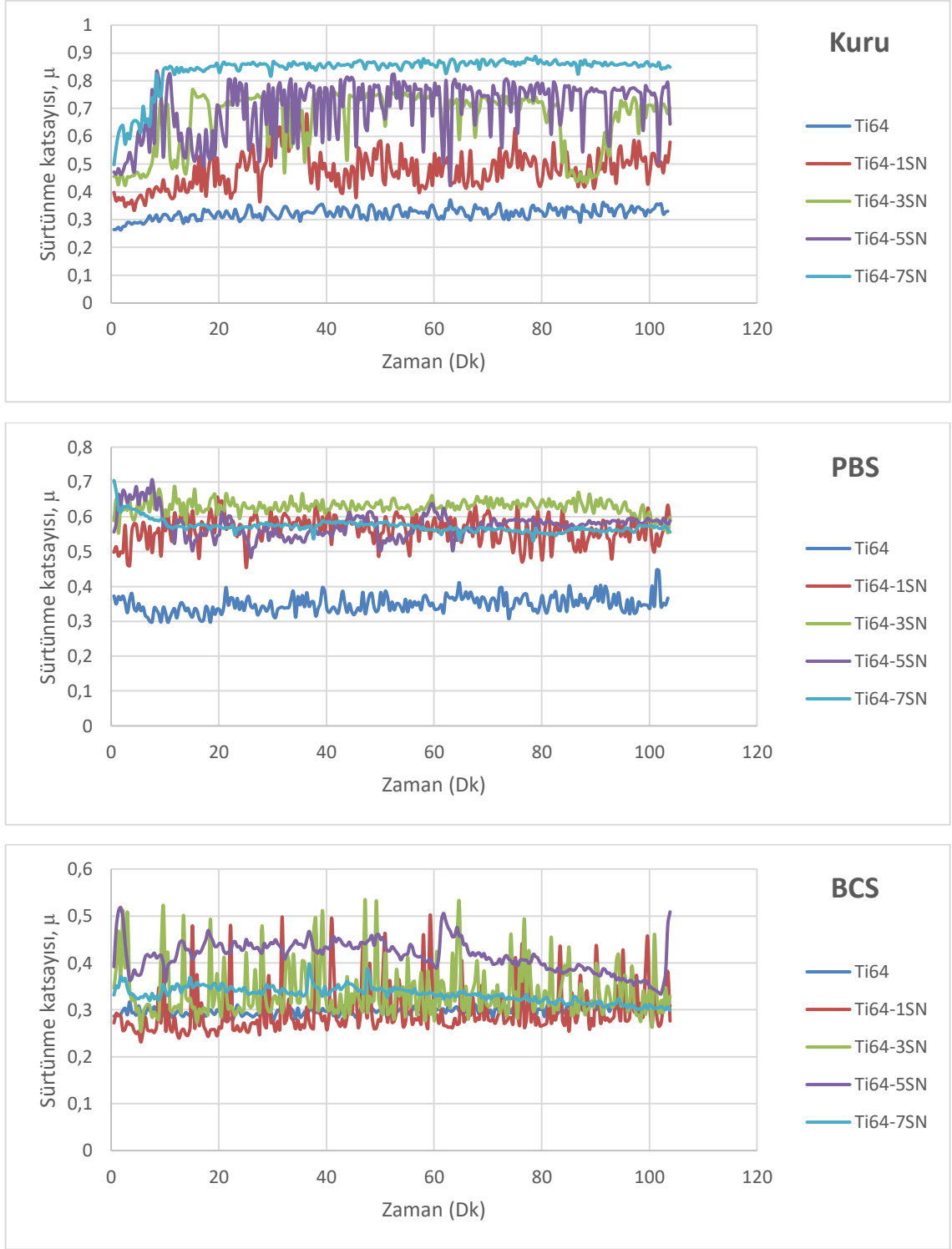
**Şekil 5.9.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkılı Ti64 kompozitlerde meydana gelen aşınma oranları.

Şekil 5.9 incelendiğinde kuru ortamda en düşük aşınma oranı  $2,82 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile Ti64-3SN kodlu numunede bulunurken en yüksek aşınma oranı ise  $38,7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile Ti64 numunede elde edilmiştir. Kuru ortamda yapılan deneylerde Ti64 alaşımının aşınma direnci (aşınma oranının tersi ile ifade edilir)  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesiyle kayda değer seviyede artmıştır. Bu durum temel olarak artan arayüz bağ kuvveti ve sert arayüz faz oluşumuna bağlı olarak artan sertlik değerleri ile kompozitlerin aşınma testi sırasında deformasyona karşı artan direncine atfedilebilir (Kumar vd., 2016; Hussain vd., 2017; Adegbenjo vd., 2018). Bu bulguları destekler nitelikte Zhang ve arkadaşları (2019) saf alüminyum matrisine  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesiyle aşınma direncinin önemli ölçüde arttığını rapor etmiştir. Baradeswaran ve arkadaşları (2013), metal matrisine sert seramik takviyesinin matris ve karşıt yüzey arasındaki temas alanını azaltarak ve matris yüzeyinde mikro kesme hareketine karşı direnç göstererek aşınma direncini arttırdığını belirtmiştir. Öte yandan, yüksek oranda seramik takviye elemanı eklenmesi arayüz bağ kuvvetini azalttığından aşınma direnci azalmıştır. Bu ifadeleri destekler nitelikte Hussain ve arkadaşları (2017) Ti64 alaşımına yüksek oranda kübik bor nitrür (cBN) takviyesi ile matris partiküllerinin arayüz bağ kuvvetlerinin zayıfladığını rapor etmiştir.

PBS'de yapılan deneylerde aşınma oranı  $3,54 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  (Ti64-7SN) ile  $45,2 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  (Ti64-3SN) aralığında bulunmuştur. BCS'de ise  $1,22 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  (Ti64-7SN) ile  $21,1 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  (Ti64-3SN) aralığında bulunmuştur. Kuru ortamda en düşük aşınma oranı ağırlık % 3  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli kompozitte bulunsan bile fizyolojik sıvılarda (PBS ve BCS) daha farklı bir aşınma davranışı sergilenmiş ve en düşük aşınma oranı ağırlık % 7  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli kompozitte bulunmuştur. Bu durum geliştirilen malzemelerin kuru ortamdaki ziyade fizyolojik sıvılarda tribolojik davranışlarının değerlendirilmesinin önemini ortaya koymaktadır.

### 5.2.2. Sürtünme test sonuçları

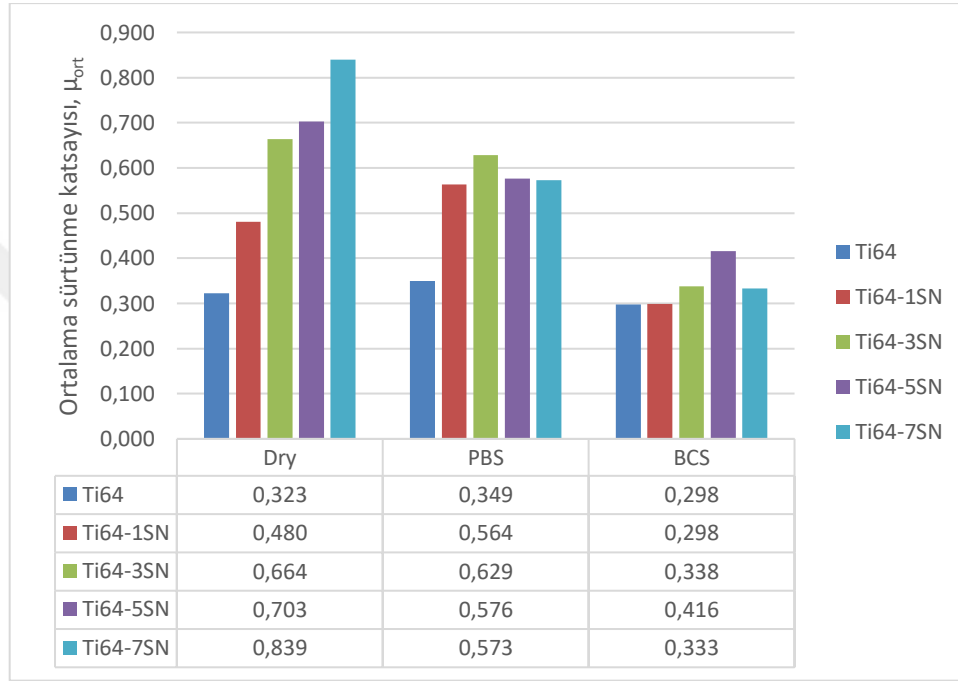
Farklı oranlarda  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli Ti64 kompozitlerin üç farklı ortamda (kuru, PBS ve BCS) zamana bağlı sürtünme katsayısı grafikleri Şekil 5.10'da verilmiştir. Şekil 5.10'da görüldüğü üzere kuru ortamda yapılan deneylerde Ti64 alaşımının sürtünme katsayısı 0,26'dan başlayarak 10 dakikada 0,32'ye yükselmiştir ve sonrasında test boyunca bu değere yakın bir seviyede seyretmiştir. Diğer taraftan,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli numunelerde ise takviye oranına bağlı olarak 0,40-0,50 aralığında başlayan sürtünme katsayıları testin yaklaşık ilk 10 dakikasında artarak 0,48-0,84 seviyelerine ulaşmıştır ve testin geri kalan sürecinde kararlı bir davranış sergilemiştir. Sıvı ortamlarda (PBS veya BCS) yapılan deneylerde sürtünme katsayısının test boyunca kararlı bir davranış gösterdiği ve kuru ortama kıyasen daha düşük değerlerde (PBS için 0,35-0,63; BCS için 0,30-0,42) izlediği görülmektedir.



**Şekil 5.10.**  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkıli Ti64 kompozitlerin farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) zamana bağlı sürtünme katsayısı grafikleri.

Şekil 5.11’de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkıli kompozitlere ait ortalama sürtünme katsayıları verilmiştir. Kuru ortamda katkısiz Ti64 alaşımı için 0,32 olarak ölçülen ortalama sürtünme katsayısı  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesi ile kademeli olarak artmıştır. Sürtünme katsayısı Ti64 alaşımına kıyasen ağ% 1  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli kompozitte %50 artışla 0,48; ağ% 3  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli kompozitte %109 artışla 0,67; ağ%

5 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli kompozitte %119 artışla 0,70; ağ% 7 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli kompozitte %163 artışla 0,84 olarak ölçülmüştür. PBS'te yapılan deneylerde Ti64 alaşımı için 0,35 olan ortalama sürtünme katsayısı Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesi ile %60-80 aralığında artışla 0,56-0,63 aralığında bulunmuştur. BCS'de ise Ti64 alaşımı için 0,30 olan ortalama sürtünme katsayısı ağ% 1 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviye edildiğinde benzer değerde kalmasına rağmen takviye oranının ağ% 1'in üzerine çıkarılmasıyla birlikte %13-40 aralığında artışla 0,34-0,42 aralığında bulunmuştur. Üç farklı ortam içerisinde en düşük sürtünme katsayıları BCS fizyolojik sıvısında elde edilmiştir.



**Şekil 5.11.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkı Ti64 kompozitlerin ortalama sürtünme katsayıları.

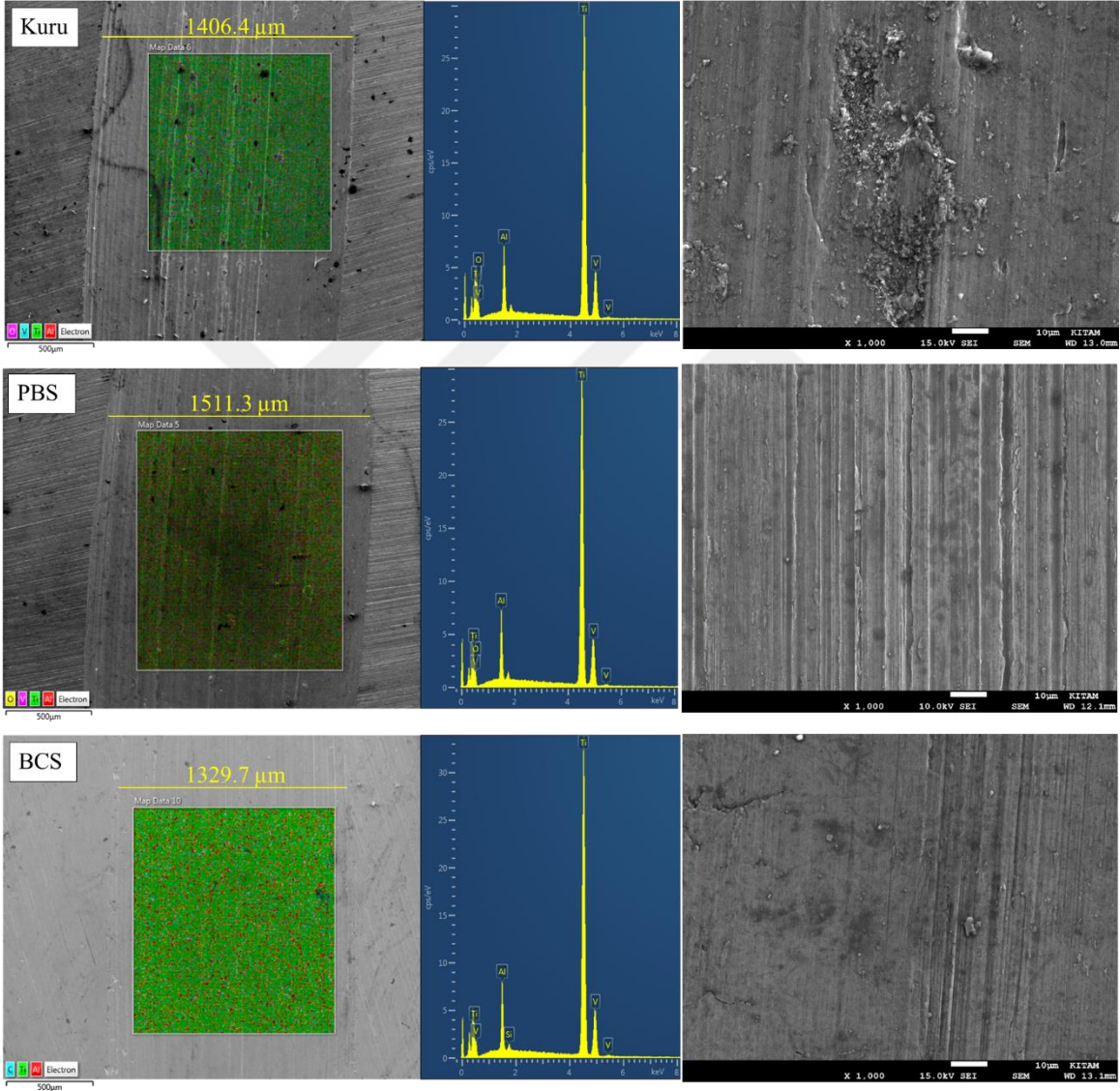
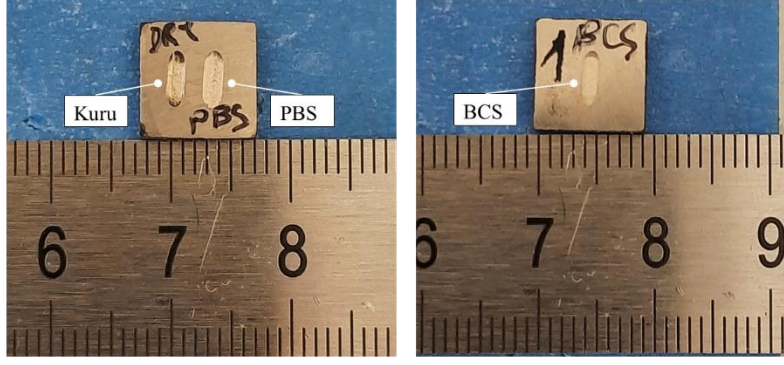
Üç farklı ortamda da Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesi ile sürtünme katsayıları artma eğilimindedir. Bu durum Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesi ile malzemelerin artan sertlik değerlerine atfedilebilir. Öte yandan, sıvı ortamlarda yapılan deneylerde yüksek Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviye oranlarında (PBS için ağ% 5 ve 7, BCS için ağ% 7) sürtünme katsayıları azaldığı görülmektedir. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> oranının artmasıyla artan gözeneklilik ve azalan Elastisite modülünün (Sayın, 2020) tam sınır yağlama (full fluid film lubrication) oluşumuna katkıda bulunabileceği düşünülmektedir. Sürtünme davranışına ek olarak, ağ. %5 ve 7 oranlarında Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkıli numunelerde elde edilen yüksek aşınma direnci (Şekil 5.9) sınır yağlama tabakası oluşumundan kaynaklandığı düşünülmektedir.

### 5.2.3. Aşınma yüzey analizi

Şekil 5.12'de Ti64-1SN kompozitte üç farklı ortamda (kuru, PBS ve BCS) elde edilen aşınma izlerinin fotoğrafları verilmiştir. Aşınma izlerine ait 2B profillerinden ölçülen aşınma izi genişliği değerleri (Tablo 5.3) SEM görüntülerinde ölçülen değerler ile uyum halindedir (Şekil 5.12). Aşınma türleri incelendiğinde bütün ortamlarda Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli Ti64 kompozitlerde abrasiv aşınma (abrasive wear) baskın mekanizmadır. PBS ve BCS ortamları ile

kıyaslandığında kuru ortamda aşınma yüzeylerinde daha fazla aşınma partikülleri oluşmuştur. PBS ve BCS çözeltileri yağlayıcı olarak işlev gördüğü için aşınma partikülleri temas yüzeyinden uzaklaştırılmıştır. Kuru ortamda bu partiküllerin aşınma mekanizmasına dahil olması sonucunda (three body abrasive) ise sıvanma meydana gelmiştir. Aşınma mekanizmaları incelendiğinde bütün ortamlarda abrasiv aşınmanın meydana gelmesi nedeniyle oluklanma (grooves) mevcuttur. Ayrıca sadece kuru ortamdaki numune yüzeyinde çatlaklar ve tribokatman delaminasyonları oluşmuştur. Genel olarak  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesinin Ti64 alaşımlarının aşınma davranışını iyileştirdiği söylenebilir.





**Şekil 5.12.** Ti64-1S1N kompozite farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) yapılan aşınma deneyleri sonrasında meydana gelen aşınma izlerine ait fotoğraflar, düşük (50x) ve yüksek (1000x) büyütmeli SEM görüntüleri ve EDS analizleri.

### 5.3. Titanyum matrisli Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-grafen takviyeli (Ti-SN-Gr) Hibrit Kompozitlerin Deneysel Sonuçları

Çalışmanın bu kısmında Ti64 matrise ağırlık % 1 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve sırasıyla ağırlık % 0,15, ağırlık % 0,30, ağırlık % 0,45 ve ağırlık % 0,60 oranlarında grafen takviye edilmiştir. Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen Ti-SN-Gr hibrit kompozitlerin aşınma ve sürtünme analizleri yapılmıştır. Deney sonrasında aşınma izleri SEM EDS ile analiz edilmiştir. Bu bölümde analizlerin sonuçları değerlendirilecektir.

#### 5.3.1. Aşınma test sonuçları

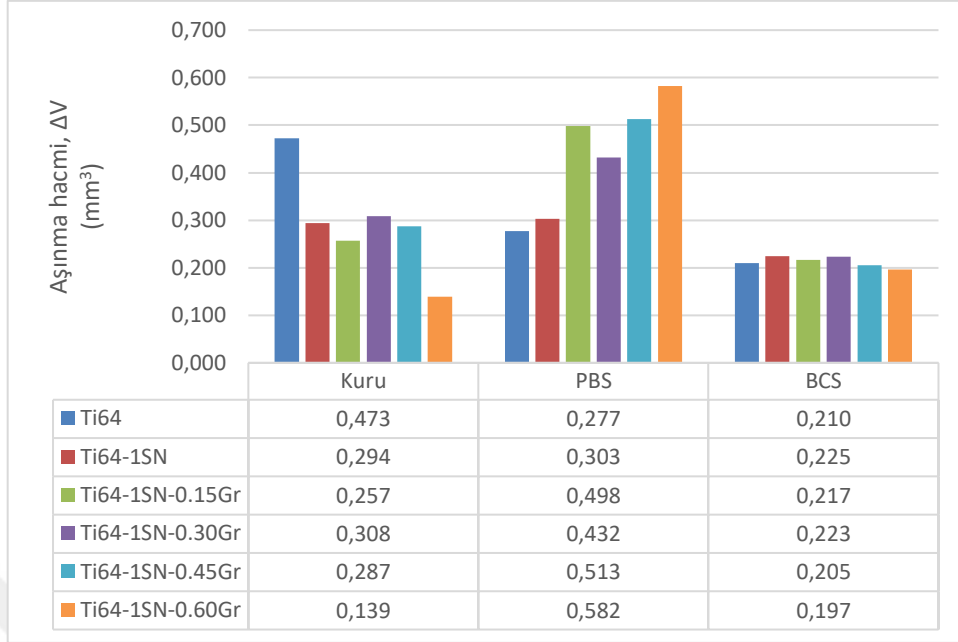
Tablo 5.4'te grafen ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkı Ti64 hibrit kompozitlere üç farklı ortamda yapılan aşınma deneyleri sonrasında elde edilen ortalama yüzey pürüzlülüğü, aşınma izi genişliği ve derinliği ölçüm sonuçları verilmiştir.

**Tablo 5.4.** Aşınma Testi Sonrası Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-grafen katkı Ti64 hibrit kompozitlerde ortalama yüzey pürüzlülüğü, aşınma izi genişliği ve derinliği ölçüm sonuçları.

Ortam	Malzeme	Ortalama yüzey pürüzlülük değeri, R <sub>a</sub> (µm) Ortalama ± St. Sapma	Aşınma izi genişliği (mm) Ortalama ± St. Sapma	Aşınma izi derinliği (µm) Ortalama ± St. Sapma
<b>Kuru</b>	Ti64	2.114 ± 0.087	1.72 ± 0.02	91.10 ± 2.66
	Ti64-1SN	2.562 ± 0.037	1.46 ± 0.01	72.86 ± 3.86
	Ti64-1SN-0.15Gr	2.326 ± 0.066	1.45 ± 0.03	65.59 ± 0.57
	Ti64-1SN-0.30Gr	2.175 ± 0.092	1.46 ± 0.02	74.35 ± 2.02
	Ti64-1SN-0.45Gr	2.376 ± 0.040	1.43 ± 0.02	74.09 ± 1.11
	Ti64-1SN-0.60Gr	1.649 ± 0.069	1.24 ± 0.02	39.33 ± 0.61
<b>PBS</b>	Ti64	1.718 ± 0.106	1.31 ± 0.01	60.62 ± 2.90
	Ti64-1SN	1.683 ± 0.060	1.62 ± 0.03	65.78 ± 3.46
	Ti64-1SN-0.15Gr	1.847 ± 0.057	2.01 ± 0.01	74.20 ± 1.84
	Ti64-1SN-0.30Gr	1.324 ± 0.081	1.92 ± 0.05	68.63 ± 5.76
	Ti64-1SN-0.45Gr	1.620 ± 0.057	2.03 ± 0.05	73.58 ± 5.10
	Ti64-1SN-0.60Gr	1.428 ± 0.123	2.14 ± 0.05	79.69 ± 4.40
<b>BCS</b>	Ti64	1.989 ± 0.213	1.48 ± 0.11	74.28 ± 8.22
	Ti64-1SN	1.544 ± 0.184	1.42 ± 0.01	57.19 ± 2.72
	Ti64-1SN-0.15Gr	1.707 ± 0.021	1.35 ± 0.01	56.32 ± 1.95
	Ti64-1SN-0.30Gr	1.515 ± 0.049	1.38 ± 0.06	57.11 ± 1.34
	Ti64-1SN-0.45Gr	1.542 ± 0.033	1.30 ± 0.01	53.30 ± 1.20
	Ti64-1SN-0.60Gr	1.427 ± 0.027	1.28 ± 0.01	51.69 ± 0.60

Yüzey pürüzlülük değerleri incelendiğinde kuru ortamda yapılan deneylerde (1,649-2,562  $\mu\text{m}$ ) sıvı ortamlarda yapılan deneylere göre (PBS'de 1,324-1,847  $\mu\text{m}$ ; BCS'de 1,427-1,989  $\mu\text{m}$ ) daha yüksek yüzey pürüzlülük değerleri elde edilmiştir. Bu durum sıvı ortamlarda sınır tabaka oluşumu ile aşınma yüzeylerinin daha az hasara uğraması sonucu ortaya çıkmıştır. Ayrıca, en düşük yüzey pürüzlülük değerleri genel olarak grafen oranının en yüksek olduğu Ti64-1SN-0,60Gr hibrit kompozit numunelerde elde edilmiştir. Aşınma izleri incelendiğinde kuru ortamda en yüksek aşınma izi genişliği (1,72 mm) ve derinliği (91,10  $\mu\text{m}$ ) Ti64 alaşımında bulunurken en düşük aşınma izi genişliği (1,24 mm) ve derinliği (39,33  $\mu\text{m}$ ) Ti64-1SN-0,60Gr numunesinde elde edilmiştir. PBS'de en yüksek aşınma izi genişliği (2,14 mm) ve derinliği (79,69  $\mu\text{m}$ ) Ti64-1SN-0,60Gr kompozit numunesinde bulunurken en düşük aşınma izi genişliği (1,31 mm) ve derinliği (60,62  $\mu\text{m}$ ) Ti64 alaşımında elde edilmiştir. BCS'de ise en yüksek aşınma izi genişliği (1,48 mm) ve derinliği (74,28  $\mu\text{m}$ ) Ti64 alaşımında bulunurken en düşük aşınma izi genişliği (1,28 mm) ve derinliği (51,69  $\mu\text{m}$ ) Ti64-1SN-0,60Gr hibrit kompozit numunesinde elde edilmiştir. En düşük aşınma izi ölçüleri BCS'de yapılan deneylerden elde edilmiştir. Kuru ve BCS ortamlarında hibrit kompozitte grafen oranının artmasıyla aşınma izi ölçüleri azalmıştır fakat PBS'de artmıştır.

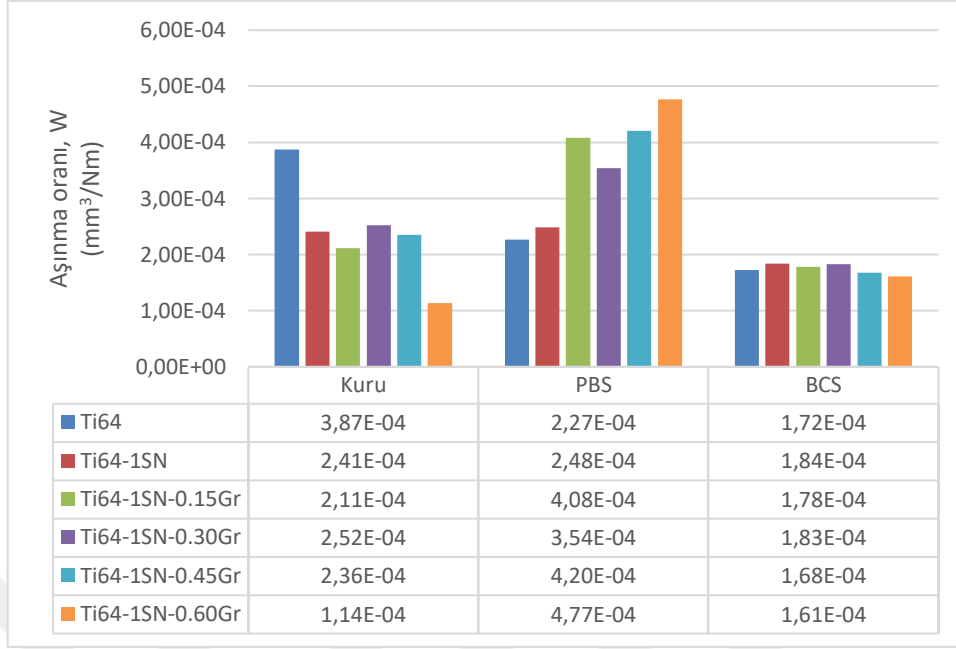
$\text{Si}_3\text{N}_4$ -grafen takviyeli Ti64 hibrit kompozitlerde kuru, PBS ve BCS ortamlarında oluşan aşınma hacimleri Şekil 5.15'de verilmiştir. Kuru ortamda yapılan deneylerde hibrit kompozitte grafen oranının artmasıyla aşınma hacminde önemli ölçüde bir azalma olduğu görülmektedir. Ti64 alaşım için 0,473  $\text{mm}^3$  olan aşınma hacmi %71'lik bir azalma ile Ti64-1SN-0,60Gr hibrit kompozitte 0,139  $\text{mm}^3$ 'e düşmüştür. Katı yağlayıcı olan grafenin  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ile oluşturduğu sinerji ile Ti64 alaşımına yüksek aşınma direnci sağlamıştır ve bu nedenle grafen- $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesinin aşınma hacmi daha düşük çıkmıştır. Bu sonuçları destekler nitelikte Sayın (Sayın, 2020) yaptığı tez çalışmasında ürettiği grafen- $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli Ti64 hibrit numunelerin dönen aşındırıcı diske karşı aşınma performansını değerlendirmiştir ve benzer sonuçlar bulmuştur.



**Şekil 5.13.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkılı Ti64 kompozitlerde aşınma testi sonrasında oluşan hacim kayıpları

PBS’de yapılan deneylerde artan grafen oranıyla aşınma hacminde artış gözlemlenmiştir. Balázs ve arkadaşları (2017) Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-grafen nanokompozitlerin tribolojik performansını oda sıcaklığında su içerisinde değerlendirmiştir ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>’e ağırlık % 1 oranında ÇKG eklediğinde aşınma hacminde artış gözlemlenmiştir. Yazarlar hibrit kompozitte grafenin artmasıyla Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramik taneleri arasında yer alan daha geniş ve yumuşak karbon parçaları sertliğin düşmesine ve aşınma hacminin artmasına neden olabileceğini belirtmiştir (Balázs vd., 2017). BCS’de en düşük aşınma hacmi 0,197 mm<sup>3</sup> ile Ti64-1SN-0,60Gr hibrit kompozitte bulunmuştur. BCS’de bulunan proteinlerin sınır tabaka yağlama oluşturmasıyla sürtünme katsayısının ve aşınma hacminin azalmasını sağlamıştır.

Şekil 5.14 üç farklı ortamda (kuru, PBS ve BCS) aşınma testine tabi tutulan Ti64-SN-Gr hibrit kompozitlerde Denklem 2’deki formülle hesaplanan aşınma oranlarını göstermektedir. Yapılan deneylerde yük ve kayma mesafesi sabit tutulduğu için aşınma oranı (W) aşınma hacmi (ΔV) ile benzer trend sergilemiştir.

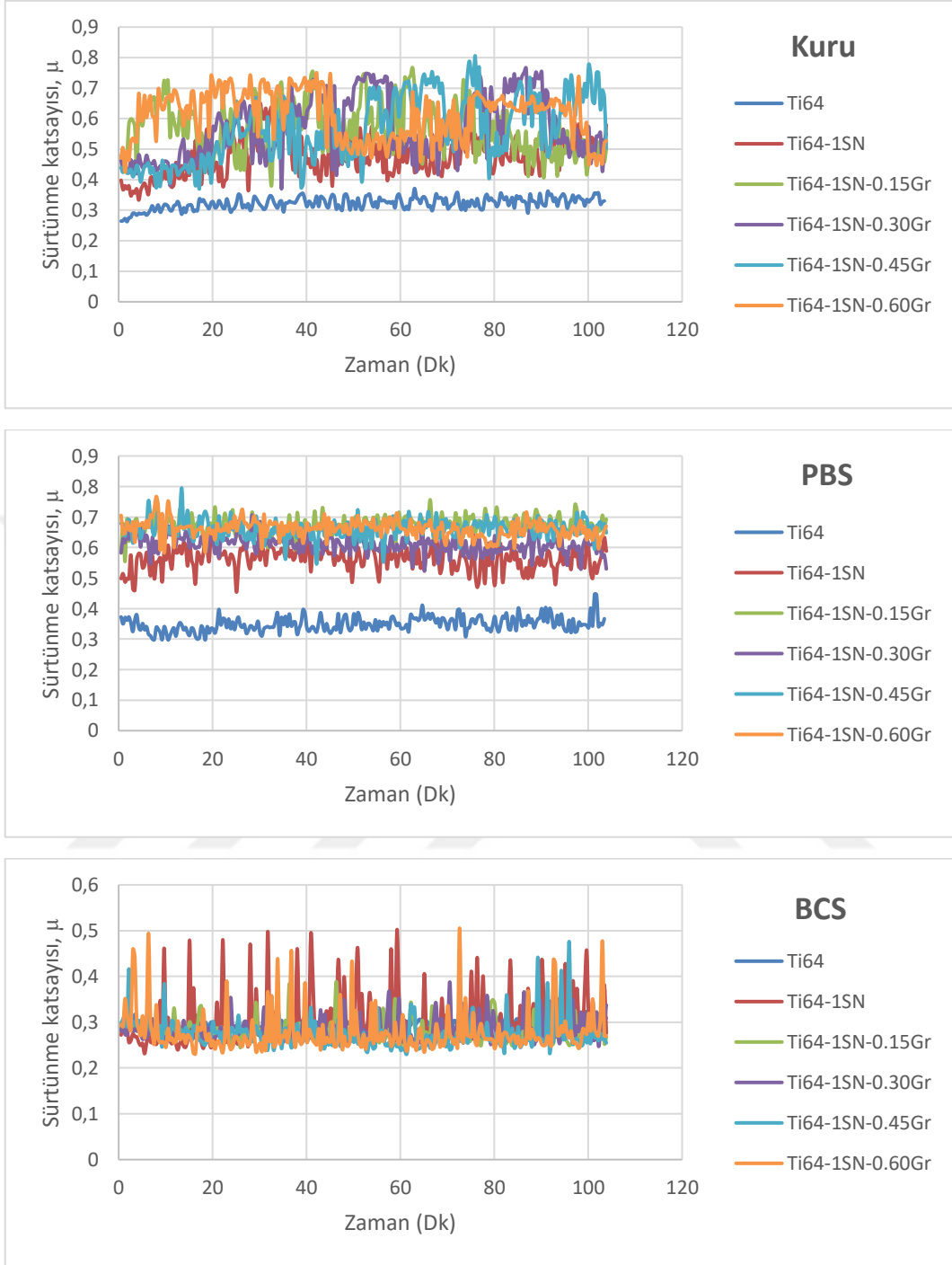


**Şekil 5.14.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkılı Ti64 kompozitlerde meydana gelen aşınma oranları.

Şekil 5.9 incelendiğinde kuru ortamda en düşük aşınma oranı  $11,4 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile Ti64-1SN-0,60Gr kodlu numunede bulunurken en yüksek aşınma oranı ise  $38,7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile Ti64 numunede elde edilmiştir. Kuru ortamda yapılan deneylerde Ti64 alaşımının aşınma direnci (aşınma oranının tersi ile ifade edilir) Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve grafen takviyesiyle kayda değer seviyede artmıştır. PBS’de yapılan deneylerde aşınma oranı  $22,7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  (Ti64) ile  $47,7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  (Ti64-1SN-0,60Gr) aralığında bulunmuştur. BCS’de ise  $16,1 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  (Ti64-1SN-0,60Gr) ile  $18,4 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  (Ti64-1SN) aralığında bulunmuştur.

### 5.3.2. Sürtünme test sonuçları

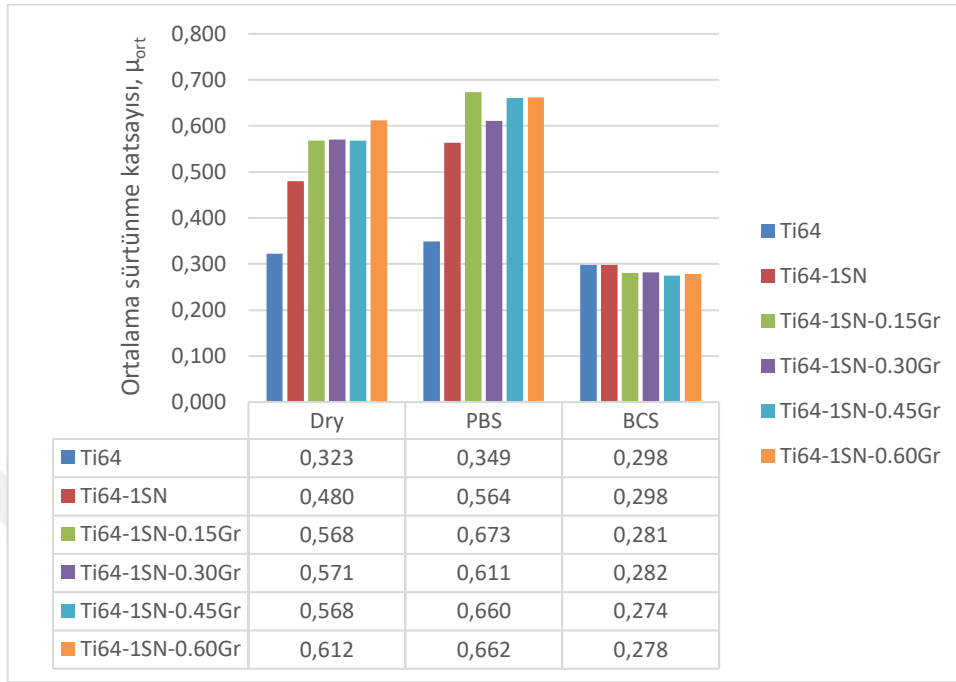
Farklı oranlarda Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve grafen takviyeli Ti64 hibrit kompozitlerin üç farklı ortamda (kuru, PBS ve BCS) zamana bağlı sürtünme katsayısı grafikleri Şekil 5.15’te verilmiştir. Şekil 5.15’te görüldüğü üzere kuru ortamda yapılan deneylerde Ti64 alaşımının sürtünme katsayısı 0,26’dan başlayarak 10 dakikada 0,32’ye yükselmiştir ve sonrasında test boyunca bu değere yakın bir seviyede seyretmiştir. Diğer taraftan, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve grafen takviyeli numunelerde ise takviye oranına bağlı olarak 0,46 seviyelerinden başlayan sürtünme katsayıları testin yaklaşık ilk 10-20 dakikasında artarak 0,57-0,61 seviyelerine ulaşmıştır ve testin geri kalan sürecinde kararlı bir davranış sergilemiştir. Sıvı ortamlarda (PBS veya BCS) yapılan deneylerde sürtünme katsayısının test boyunca kararlı bir davranış gösterdiği ve kuru ortama kıyasen daha düşük değerlerde (PBS = 0,61-0,67; BCS  $\approx$  0,28) izlediği görülmektedir.



**Şekil 5.15.** Grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkılı Ti64 kompozitlerin farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) zamana bağlı sürtünme katsayısı grafikleri.

Şekil 5.16'da Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve grafen katkılı hibrit kompozitlere ait ortalama sürtünme katsayıları verilmiştir. Kuru ortamda katkısız Ti64 alaşımı için 0,32 olarak ölçülen ortalama sürtünme katsayısı Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve grafen takviyesi ile kademeli olarak artmıştır. PBS'de yapılan deneylerde Ti64 alaşımı için 0,35 olan ortalama sürtünme katsayısı ağı% 1 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve ağı% 0,60 grafen takviyesi ile 0,66'ya ulaşmıştır. BCS'de ise Ti64 alaşımı için 0,30 olan ortalama sürtünme

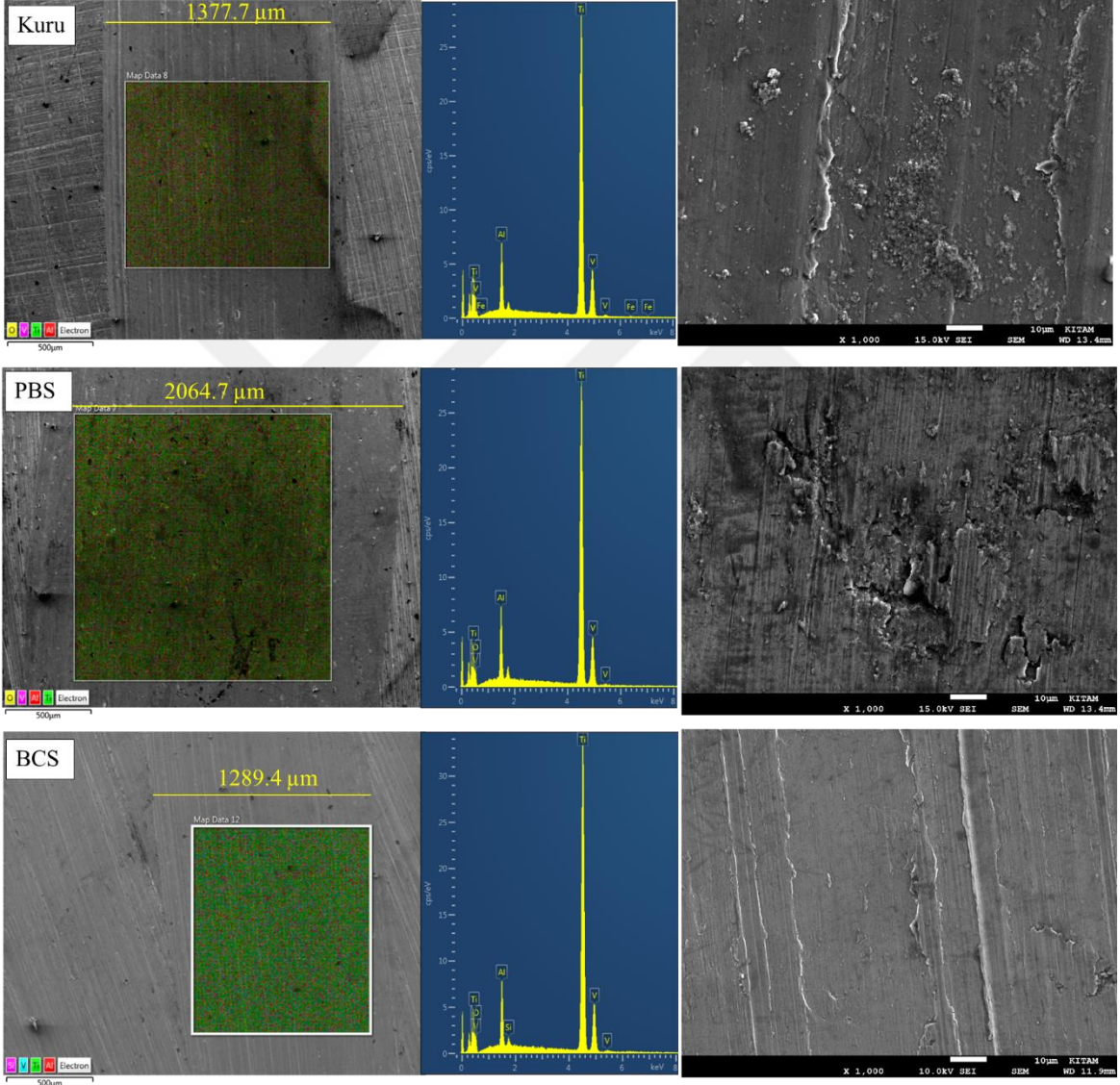
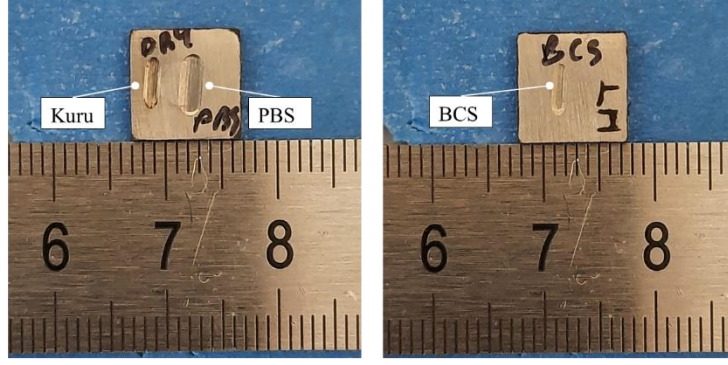
katsayısı ağırlık % 1  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ve ağırlık % 0,60 grafen takviye edildiğinde 0,28'e düşmüştür. Üç farklı ortam içerisinde en düşük sürtünme katsayıları BCS fizyolojik sıvısında elde edilmiştir.



**Şekil 5.16.** Farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS sıvıları) test edilen grafen- $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkılı Ti64 kompozitlerin ortalama sürtünme katsayıları.

### 5.3.3. Aşınma yüzey analizi

Şekil 5.12'de Ti64-1SN-0,15Gr hibrit kompozitte üç farklı ortamda (kuru, PBS ve BCS) elde edilen aşınma izlerinin fotoğrafları verilmiştir. Aşınma izlerine ait 2B profillerinden ölçülen aşınma izi genişliği değerleri (Tablo 5.4) SEM görüntülerinde ölçülen değerler ile uyum halindedir (Şekil 5.17). Aşınma türleri incelendiğinde bütün ortamlarda  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ve grafen takviyeli Ti64 hibrit kompozitlerde abrasiv aşınma (abrasive wear) baskın mekanizmadır. Bütün ortamlarda aşınma yüzeylerinde tribokatman delaminasyonları oluşmuştur. Kuru ortamda aşınma partiküllerinin aşınma mekanizmasına dahil olması sonucunda (three body abrasive) sıvanma meydana gelmiştir.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli Ti64 kompozitlere grafen eklenmesiyle maksimum basma dayanımında azalma oluşmuştur. Bu durum PBS ortamında yapılan aşınma deneylerinde yorulma kaynaklı yüzey çatlaklarının oluşmasına sebep olmuştur. Bu sebeple PBS ortamında yapılan deneylerde  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli Ti64 kompozitlere grafen eklenmesiyle aşınma oranı da artmıştır. SEM fotoğrafları incelendiğinde üç farklı ortam arasında en düşük aşınma mekanizmalarının BCS'de yapılan deneylerde daha az olduğu gözlemlenmiştir. Genel olarak  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesinin Ti64 alaşımlarının aşınma davranışını iyileştirdiği söylenebilir.



**Şekil 5.17.** Ti64-1SN-0.15Gr kompozite farklı ortamlarda (kuru, PBS ve BCS) yapılan aşınma deneyleri sonrasında meydana gelen aşınma izlerine ait fotoğraflar, düşük (50x) ve yüksek (1000x) büyütme SEM görüntüleri ve EDS analizleri.

## SONUÇ/SONUÇ VE ÖNERİLER

- Bu çalışmada, sinterleme yöntemi ile Ti64 alaşımının tribolojik özelliklerini iyileştirmek amacıyla farklı oranlarda grafen (ağ.% 0,15, 0,30, 0,45 ve 0,60), Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (ağ.% 1, 3, 5, 7) ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-grafen (ağ.% 1 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve ağ.% 0,15, 0,30, 0,45 ve 0,60) takviye edilerek kompozit numuneler üretilmiştir.
- Üretilen Ti64 matrisli kompozitlerin kuru ortamda ve fizyolojik sıvılarda (fosfat tamponlu salin (PBS) ve sığır serumu (BCS)) tribolojik performansı incelenmiştir.
- Kuru ortamda yapılan deneylerde en yüksek aşınma oranı ( $38,7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) Ti64 alaşımında elde edilmiştir.
- Ti64 alaşıma grafen takviyesiyle aşınma direncinde artış gözlemlenmiştir. Grafen takviye edilmiş Ti64 kompozitler kıyaslandığında en düşük aşınma oranı ( $29,5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) en düşük gözeneklilik, en yüksek basma dayanımı ve sertlik değerlerine sahip Ti64-0,15Gr numunede elde edilmiştir.
- PBS ve BCS'de yapılan deneylerde aşınma oranı sınır tabaka yağlama oluşmasına bağlı olarak kuru ortama kıyasen daha düşük bulunmuştur. Aşınma oranı PBS'de  $21,6-23,4 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  aralığında bulunurken BCS'de ise  $17,2-21,7 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  aralığında bulunmuştur. Sıvı ortamlarda da en iyi aşınma direnci Ti64-0,15Gr kompozit numunede bulunmuştur.
- Kuru ortamda Ti64-Gr kompozitlerin ortalama sürtünme katsayısı (0,54-0,60) Ti64 alaşımının ortalama sürtünme katsayısından (0,32) daha yüksek çıkmıştır. Aşınma deneyi esnasında Ti64 alaşımı yüzeyinde oluşan yoğun aşınma partikülleri gerçek temas yüzey alanını azaltarak sürtünme katsayısının Ti64 alaşımında daha düşük bulunmasına sebep olmuştur.
- PBS ve BCS çözeltilerinde sürtünme katsayıları (0,28-0,35) kuru ortama göre daha düşük bulunmuştur. Sürtünme katsayısının düşük olması sınır tabaka yağlamasının oluşması ile ilişkilendirilmiştir. Ayrıca BCS sıvısında bulunan proteinler sayesinde sınır yağlaması daha da etkin olması sebebiyle sürtünme katsayıları daha düşük bulunmuştur.
- Grafen takviyesi ile üretilmiş Ti64 kompozitlerin aşınma mekanizmaları incelendiğinde en baskın aşınma mekanizmasının abrasiv aşınma olduğu görülmüştür. Aşınma yüzeyleri incelendiğinde az miktarda plastik deformasyon meydana geldiği ve aşırı plastik deformasyonun oluşumu test esnasında oluşan pekleşme tabakası ile engellenmiştir. Ayrıca kuru ortamda aşınma partiküllerinin dahil olmayla sıvanma meydana gelmiştir.
- PBS ve BCS çözeltileri yağlayıcı olarak işlev gördüğü için aşınma mekanizmaları daha az miktarda görülmüştür.
- Ti64 alaşıma Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesiyle aşınma direncinde artış gözlemlenmiştir. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviye edilmiş Ti64 kompozitler kıyaslandığında en düşük aşınma oranı ( $2,82 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) Ti64-3SN numunede elde edilmiştir. Bunun sebebi artan arayüz bağ kuvveti ve sert

arayüz faz oluşumuna bağlı olarak artan sertlik değerlerinin kompozitlerin aşınma testi sırasında deformasyona karşı artan direncine atfedilmiştir.

- PBS ve BCS'de yapılan deneylerde aşınma oranı sınır tabaka yağlama oluşmasına bağlı olarak kuru ortama kıyasen daha düşük bulunmuştur. Aşınma oranları biyolojik çözeltilerde en düşük olarak Ti64-7SN kompozitinde PBS ve BCS çözeltileri için sırasıyla  $3,54 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ve  $1,22 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  olarak hesaplanmıştır.
- Kuru ortamda Ti64-SN kompozitlerin ortalama sürtünme katsayısı 0,48-0,84 aralığında elde edilmiştir. Alumina karşıt topun daha yüksek basma dayanımlı Ti-SN kompozit yüzeyde kayması artan plastik deformasyon direncine bağlı olarak daha zor olacağından sürtünme katsayısı Ti64 alaşımına kıyasen daha yüksek bulunmuştur.
- $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesi ile üretilmiş Ti64 kompozitlerin sürtünme katsayıları gözlemlendiğinde üç farklı ortam içerisinde en düşük sürtünme katsayıları BCS fizyolojik sıvısında elde edilmiştir. Üç farklı ortamda da  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesi ile sürtünme katsayıları artma eğilimi göstermiştir. Bu durum  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesi ile malzemelerin artan sertlik değerlerine atfedilmiştir.
- $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesi ile üretilmiş Ti64 kompozitlerin aşınma mekanizmaları incelendiğinde en baskın aşınma mekanizmasının abrasiv aşınma olduğu görülmüştür. PBS ve BCS ortamları ile kıyaslandığında kuru ortamda aşınma yüzeylerinde daha fazla aşınma partikülleri oluşmuştur. Sadece kuru ortamdaki numune yüzeyinde çatlaklar ve tribokatman delaminasyonları oluşmuştur. Genel olarak  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesinin Ti64 alaşımlarının aşınma davranışını iyileştirdiği görülmüştür.
- $\text{Si}_3\text{N}_4$ -grafen takviyeli Ti64 hibrit kompozitlerde katı yağlayıcı olan grafenin  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ile oluşturduğu sinerji ile kuru ortamda grafen oranının artması Ti64 alaşımının aşınma direncinde artış sağlamıştır.
- PBS'de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -grafen takviyeli Ti64 hibrit kompozitlerde grafen oranının artması  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramik taneleri arasında yer alan daha geniş ve yumuşak karbon parçalarının meydana gelmesine, sertliğin düşmesine ve aşınma direncinin düşmesine sebep olmuştur. Kuru ve PBS ortamları ile karşılaştırıldığında BCS'de daha düşük aşınma oranları elde edilmiştir. BCS'de bulunan proteinlerin sınır tabaka yağlama oluşturmasıyla sürtünme katsayısının ve aşınma hacminin azalmasını sağlamıştır.
- $\text{Si}_3\text{N}_4$ -grafen takviyeli Ti64 hibrit kompozitlerde grafenin artması kuru ortamda sürtünme katsayısının artmasına sebep olmuştur. Sıvı ortamlarda (PBS veya BCS) yapılan deneylerde sürtünme katsayısının test boyunca kararlı bir davranış gösterdiği ve kuru ortama kıyasen daha düşük değerlerde (PBS = 0,61-0,67; BCS  $\approx$  0,28) izlediği gözlemlenmiştir. Üç farklı ortam içerisinde en düşük sürtünme katsayıları BCS fizyolojik sıvısında elde edilmiştir.
- $\text{Si}_3\text{N}_4$ -grafen takviyeli Ti64 hibrit kompozitlerde aşınma mekanizmaları incelendiğinde en baskın aşınma mekanizmasının abrasiv aşınma olduğu görülmüştür. Bütün ortamlarda aşınma yüzeylerinde tribokatman delaminasyonları oluşmuştur.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli Ti64 kompozitlere grafen eklenmesiyle maksimum basma dayanımında

azalma olmuştur. Bu durum PBS ortamında yapılan aşınma deneylerinde yorulma kaynaklı yüzey çatlaklarının oluşmasına sebep olmuştur. Üç farklı ortam arasında en düşük aşınma mekanizmalarının BCS'de yapılan deneylerde daha az olduğu gözlemlenmiştir. Genel olarak Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesinin Ti64 alaşımlarının aşınma davranışını gözlemlenmiştir.

### ***Test Sonrasında Yapılabilecek Çalışmalara Yönelik Öneriler***

Bu tez sonrasında yapılabilecek çalışmalara yönelik öneriler aşağıda sunulmuştur.

- Sürtünme ve aşınma deneylerinde uygulanan yük, kayma hızı ve kayma mesafesi gibi parametreler tek değer üzerinden yürütülmüştür. Bu değerler çeşitlendirilerek etkileri araştırılabilir.
- Takviye malzemesi olarak geniş kullanıma sahip karbon nanotüp ve silisyum karbür gibi farklı partiküller kullanılarak üretilecek malzemelerin tribolojik özellikleri incelenebilir.
- Üretilen malzemelerin vücut içinde potansiyel uygulaması amaçlandığı için bu malzemelerin tribolojik performansı detaylı in-vitro ve in-vivo araştırmalar ile değerlendirilebilir.
- Fizyolojik sıvılarda (PBS ve BCS) en düşük aşınma oranı en yüksek Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviye oranı olan ağırlık % 7'de bulunmuştur. Takviye oranının % 7'den daha fazla katılmasının aşınma hacmi üzerine etkisi irdelenebilir.

## KAYNAKÇA

Abkowitz, S., Abkowitz, S. M., Fisher, H., and Schwartz, P. J. (2004). CermeTi® discontinuously reinforced Ti-matrix composites: Manufacturing, properties, and applications. *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, 56(5): 37-41.

Adegbenjo, A. O., Obadele, B. A., & Olubambi, P. A. (2018). Densification, hardness and tribological characteristics of MWCNTs reinforced Ti6Al4V compacts consolidated by spark plasma sintering. *Journal of Alloys and Compounds*, 749, 818-833.

Alvi, S., Saeidi, K., & Akhtar, F. (2020). High temperature tribology and wear of selective laser melted (SLM) 316L stainless steel. *Wear*, 448, 203228.

Archard, J. (1953). Contact and rubbing of flat surfaces. *Journal of applied physics*, 24(8), 981-988.

Archard, J.F., 1980. *Wear Theory and Mechanisms*. New York, NY, ASME. New York, NY.

ASTM G133-05(2016). Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear.

Atar, E., Kayali, E. S., & Cimenoglu, H. (2008). Characteristics and wear performance of borided Ti6Al4V alloy. *Surface and Coatings technology*, 202(19), 4583-4590.

Babalola, B. J., Salifu, S., & Olubambi, P. A. (2020). Effect of mechanical milling on the mechanical, Dry sliding wear, and impact response of sintered nickel based superalloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 29, 8348-8358.

Bal, B. S., & Rahaman, M. N. (2012). Orthopedic applications of silicon nitride ceramics. *Acta biomaterialia*, 8(8), 2889-2898.

Balázsi, C., Fogarassy, Z., Tapasztó, O., Kailer, A., Schröder, C., Parchoviansky, M., ... & Balázsi, K. (2017). Si3N4/graphene nanocomposites for tribological application in aqueous environments prepared by attritor milling and hot pressing. *Journal of the European Ceramic Society*, 37(12), 3797-3804.

Baradeswaran, A. E. P. A., & Perumal, A. E. (2013). Influence of B4C on the tribological and mechanical properties of Al 7075–B4C composites. *Composites Part B: Engineering*, 54, 146-152.

Bejjani, R., Balazinski, M., Shi, B., Attia, H., and Kishawy, H. (2011). Machinability and chip formation of Titanium metal matrix composites. *International Journal of Advanced Manufacturing Systems*, 13(1): 75-90.

Binette, J. P., & Schmid, K. (1965). The proteins of synovial fluid: A study of the  $\alpha_1/\alpha_2$  globulin ratio. *Arthritis & Rheumatism: Official Journal of the American College of Rheumatology*, 8(1), 14-28.

Boyer, R., Welsch, G. ve Collins, E. W. (2007) *Materials properties handbook: Titanium alloys*, materials park, USA: ASM International.

Buciumeanu, M., Araujo, A., Carvalho, O., Miranda, G., Souza, J. C. M., Silva, F. S., & Henriques, B. (2017). Study of the tribocorrosion behaviour of Ti6Al4V–HA biocomposites. *Tribology International*, 107, 77-84.

Budinski, K. G. (1991). Tribological properties of titanium alloys. *Wear*, 151(2), 203-217.

- Campbell, F. C. (2010). Structural composite materials. ASM international.
- Chigal, G. and Saini, G. (2012), Mechanical testing of Al6061/silicon carbide metal matrix composite. International Journal of Research in Engineering & Applied Sciences, 2(2): 220-238.
- Decker, B., McKenzie, B. F., McGuckin, W. F., & Slocumb, C. H. (1959). Comparative distribution of proteins and glycoproteins of serum and synovial fluid. Arthritis & Rheumatism: Official Journal of the American College of Rheumatology, 2(2), 162-177.
- Dee, K. C., Puleo, D. A. ve Bizios, R. (2004). An introduction to tissue-biomaterial interactions, 419-425.
- German, R. M. (2016). Powder metallurgy & particulate materials processing 1st ed., 59-94, Ankara: Türk Toz Metalurjisi Derneği.
- Harsha, A. P., & Joyce, T. J. (2011). Challenges associated with using bovine serum in wear testing orthopaedic biopolymers. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part H: Journal of Engineering in Medicine, 225(10), 948-958.
- Hussain, M., Kumar, V., Mandal, V., Singh, P. K., Kumar, P., & Das, A. K. (2017). Development of cBN reinforced Ti6Al4V MMCs through laser sintering and process optimization. Materials and Manufacturing Processes, 32(14), 1667-1677.
- Jose, J. P., & Joseph, K. (2012). Advances in polymer composites: macro-and microcomposites–state of the art, new challenges, and opportunities. Polymer composites, 1-16.
- Kanca, Y., Milner P., Dini D., Amis, A, 2018a, Tribological properties of PVA/PVP blend hydrogels against articular cartilage. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. 78 (2018), pp. 36-45.
- Kanca, Y., Milner P., Dini D., Amis, A, 2018b, Tribological evaluation of biomedical polycarbonate urethanes against articular cartilage. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. 82 (2018), pp. 394-402.
- Kanca, Y., Uçgun, M. C., & Günen, A. (2022). Microstructural and Tribological Behavior of Pack-Borided Ni-Based Hastelloy C-276 Superalloy. Metallurgical and Materials Transactions A, 1-17.
- Kanca, Y., Uçgun, M. C., & Günen, A. (2023). Microstructural and Tribological Behavior of Pack-Borided Ni-Based Hastelloy C-276 Superalloy. Metallurgical and Materials Transactions A, 54(2), 671-687.
- Karanjai, M., Sundaresan, R., Mohan, T. R. R., & Kashyap, B. P. (2008). Evaluation of growth of calcium phosphate ceramics on sintered Ti–Ca–P composites. Materials Science and Engineering: C, 28(8), 1401-1407.
- Kim, J. S., Lee, K. M., Cho, D. H., & Lee, Y. Z. (2013). Fretting wear characteristics of titanium matrix composites reinforced by titanium boride and titanium carbide particulates. Wear, 301(1-2), 562-568.
- Kitano, T., Ateshian, G. A., Mow, V. C., Kadoya, Y., & Yamano, Y. (2001). Constituents and pH changes in protein rich hyaluronan solution affect the biotribological properties of artificial articular joints. Journal of biomechanics, 34(8), 1031-1037.

- Kgoete, F. M., Popoola, A. P. I., Fayomi, O. S. I., & Adebisi, I. D. (2018). Spark plasma sintered Ti-6Al-4V-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-TiN ternary composites: Effect of combined microsized Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and TiN addition on microstructure and mechanical properties for aerospace application. *Journal of Alloys and Compounds*, 769, 817-823.
- Kumar, N., Gautam, G., Gautam, R. K., Mohan, A., & Mohan, S. (2016). Wear, friction and profilometer studies of insitu AA5052/ZrB<sub>2</sub> composites. *Tribology International*, 97, 313-326.
- Kumar, M., & Megalingam, A. (2019). Tribological characterization of Al6061/alumina/graphite/redmud hybrid composite for brake rotor application. *Particulate Science and Technology*, 37(3), 261-274.
- Leyens, C., & Peters, M. (Eds.). (2006). *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. Wiley-vch.
- Li, A., Shi, L., Zhang, W., Zhou, S., Yang, Y., Ma, S., Liu, M. ve Sun, Y. (2019) A simple way to fabricate Ti64 matrix composites reinforced by graphene with exceptional mechanical properties. *Materials Letters*, 257.
- Ltjering, G., & Williams, J. C. (2007). *Titanium, Engineering Materials and Processes*.
- Mei, Z. G., Shang, S. L., Wang, Y. and Liu, Z. K. (2009). Density - functional study of the thermodynamic properties and the pressure-temperature phase diagram of Ti. *Physical Review B*, Vol.80, Pp. 104116-1-104116-9.
- Molinari, A., Straffelini, G., Tesi, B., & Bacci, T. (1997). Dry sliding wear mechanisms of the Ti6Al4V alloy. *Wear*, 208(1-2), 105-112.
- Mu, X. N., Cai, H. N., Zhang, H. M., Fan, Q. B., Wang, F. C., Zhang, Z. H., Wu, Y., Ge, Y. X., Chang, S., Shi, R., Zhou, Y. ve Wang, D. D. (2018) Uniform dispersion of multi-layer graphene reinforced pure titanium matrix composites via flake powder metallurgy. *Materials Science and Engineering: A*, 725, 541-548.
- Muthukrishnan, N., Murugan M., and Prahlada, R. K. (2008). Machinability issues in turning of Al-SiC metal matrix composites. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 39 (3): 211-218.
- Mutuk, T., & Gürbüz, M. (2017). Grafen Takviyesi Miktarının Titanyum Matrisli Kompozitlerin Özelliklerine Etkisi. *Gaziosmanpaşa Bilimsel Araştırma Dergisi*, 6(Özel Sayı (ISMSIT2017)), 1-9.
- Nagavally, R. R. (2017). Composite materials-history, types, fabrication techniques, advantages, and applications. *Int. J. Mech. Prod. Eng*, 5(9), 82-87.
- O'Carroll, S., Jin, Z. M., Dowson, D., Fisher, J., & Jobbins, B. (1990). Determination of contact area in 'cushion form' bearings for artificial hip joints. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part H: Journal of Engineering in Medicine*, 204(4), 217-223.
- Öztop, B. (2017). Atık alüminyum kullanarak grafen ve silisyum nitrür takviyeli kompozit üretimi ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 123, Ulusal Tez Merkezi. (468146).

- Pecker, S., Eliezer, S., Fisher, D., Henis, Z. and Zinamon, Z. (2005). A multiphase equation of state of three solid phases, liquid, and gas for titanium. *Journal of Applied Physics*, Vol. 98, pp. 043516 - 1 -043516 - 12.
- Poletti, C., Merstallinger, A., Schubert, T., Marketz, W., Degischer H. P. (2004), *Wear and Friction Coefficient of Particle Reinforced Ti-Alloys. Material Science and Engineering Technology*, 35(10-11): 741-9.
- Rajak, D. K., Pagar, D. D., Menezes, P. L., & Linul, E. (2019). Fiber-reinforced polymer composites: Manufacturing, properties, and applications. *Polymers*, 11(10), 1667.
- Rashad, M., Pan, F., Tang, A., Lu, Y., Asif, M., Hussain, S., She, J., Gou, J. ve Mao, J. (2013) Effect of graphene nanoplatelets (GNPs) addition on strength and ductility of magnesium-titanium alloys. *Journal of Magnesium and Alloys*, 1 (3), 242-248.
- Saari, H., Santavirta, S., Nordström, D., Paavolainen, P., & Konttinen, Y. T. (1993). Hyaluronate in total hip replacement. *The Journal of rheumatology*, 20(1), 87-90.
- Saikko, V. (2003). Effect of lubricant protein concentration on the wear of ultra-high molecular weight polyethylene sliding against a CoCr counterface. *J. Trib.*, 125(3), 638-642.
- Salem, A. A., Kalidindi, S. R., & Semiatin, S. L. (2005). Strain hardening due to deformation twinning in  $\alpha$ -titanium: Constitutive relations and crystal-plasticity modeling. *Acta Materialia*, 53(12), 3495-3502.
- Salem, A. A., Kalidindi, S. R., Doherty, R. D., & Semiatin, S. L. (2006). Strain hardening due to deformation twinning in  $\alpha$ -titanium: mechanisms. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37, 259-268.
- Sayın E. (2020) Grafen-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Takviyeli Ti64 Matrisli Hibrit Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Samsun Ondokuz Mayıs Üniversitesi.
- Subramaniam, S., Nithyaprakash, R., Abbas, G., Pramanik, A., & Basak, A. K. (2021). Tribological behavior of silicon nitride-based ceramics-A review. *Jurnal Tribologi*, 29, 57-71.
- Şenel, C. M., Gürbüz, M. ve Koç, E. (2015a). Grafen takviyeli alüminyum matrisli yeni nesil kompozitler. *Mühendis ve Makina Dergisi*, 56, 669.
- Tkachenko, S., Datskevich, O., Kulak, L., Jacobson, S., Engqvist, H., & Persson, C. (2014). Wear and friction properties of experimental Ti-Si-Zr alloys for biomedical applications. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 39, 61-72.
- Tjong, S. C., & Mai, Y. W. (2008). Processing-structure-property aspects of particulate-and whisker-reinforced titanium matrix composites. *Composites science and technology*, 68(3-4), 583-601.
- Urade, A. R., Lahiri, I., & Suresh, K. S. (2022). Graphene Properties, Synthesis and Applications: A Review. *JOM*, 1-17.
- Wimmer, M. A., Sprecher, C., Hauert, R., Täger, G., & Fischer, A. (2003). Tribochemical reaction on metal-on-metal hip joint bearings: a comparison between in-vitro and in-vivo results. *Wear*, 255(7-12), 1007-1014.

- Xu, Z., Shi, X., Zhai, W., Yao, J., Song, S. ve Zhang, Q. (2014) Preparation and tribological properties of TiAl matrix composites reinforced by multilayer graphene. *Carbon*, 67, 168-177.
- Yan, H., Wu, Y. ve Wang, H. (2018). Research on surface quality of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramics by internal grinding. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 399.
- Yavuz, N. ve Güner, R. (2002). Demir esaslı toz metal parçaların elektrik direnç kaynağında optimum kaynak şartlarının belirlenmesi. *Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 7.
- Yazdi, R., Ghasemi, H. M., Wang, C., & Neville, A. (2017). Bio-corrosion behaviour of oxygen diffusion layer on Ti-6Al-4V during tribocorrosion. *Corrosion Science*, 128, 23-32.
- Yazdi, R., Ghasemi, H. M., Abedini, M., Wang, C., & Neville, A. (2018). Mechanism of tribofilm formation on Ti64 oxygen diffusion layer in a simulated body fluid. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 77, 660-670.
- Yazdi, R., Ghasemi, H. M., Abedini, M., Wang, C., & Neville, A. (2019). Oxygen diffusion layer on Ti-6Al-4V alloy: scratch and dry wear resistance. *Tribology Letters*, 67, 1-15.
- Yazdi, R., Ghasemi, H. M., Abedini, M., & Monshi, M. (2020). Interplay between mechanical wear and electrochemical corrosion during tribocorrosion of oxygen diffusion layer on Ti-6Al-4V in PBS solution. *Applied Surface Science*, 518, 146048.
- Yerramareddy, S., & Bahadur, S. (1992). The effect of laser surface treatments on the tribological behavior of Ti-6Al-4V. *Wear*, 157(2), 245-262.
- Zain, A. M., Haron, H. ve Sharif, S. (2010). Simulated annealing to estimate the optimal cutting conditions for minimizing surface roughness in end milling Ti-6Al-4V. *Machining Science and Technology*, 14 (1), 43-62.
- Zhang, J., Zhao, Y., Hixson, R. S.; Gray III, G. T., Wang, L.; Utsumi, W., Hiroyuki, S. and Takanori, H. (2008). Experimental constraints on the phase diagram of titanium metal. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Vol.69, P. p. 2559 - 2563.
- Zhang, C., Liu, Z., Liu, Y., Cheng, Q., Yang, C., & Cai, L. (2016). Investigation of the mechanisms for stable superlubricity of poly (vinylphosphonic acid)(PVPA) coatings affected by lubricant. *Friction*, 4, 303-312.
- Zhang, C., Yao, D., Yin, J., Zuo, K., Xia, Y., Liang, H., & Zeng, Y. P. (2019). Effects of  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> whiskers addition on mechanical properties and tribological behaviors of Al matrix composites. *Wear*, 430, 145-156.
- Zhang, F., Wang, J., Liu, T. ve Shang, C. (2020) Enhanced mechanical properties of few-layer graphene reinforced titanium alloy matrix nanocomposites with a network architecture. *Materials & Design*, 186.
- Zhao, Z., Zhang, L., Bai, P., Du, W., Wang, S., Xu, X., ... & Han, B. (2021). Tribological behavior of in situ TiC/graphene/graphite/Ti6Al4V matrix composite through laser cladding. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 34, 1317-1330.
- Zhou, J., Sun, Y., Huang, S., Sheng, J., Li, J., & Agyenim-Boateng, E. (2019). Effect of laser peening on friction and wear behavior of medical Ti6Al4V alloy. *Optics & Laser Technology*, 109, 263-269.

