

Bor Katkılı AISI 420 Medikal Matkap Ucu Malzemesinin Mekanik Alařımlama ve SPS
Yöntemi ile Üretilmesi ve Ařınma Özelliklerinin İncelenmesi

Mehmet Niyazi Çöl

DOKTORA TEZİ

Makine Mühendisliđi Anabilim Dalı

Temmuz 2020

Production of Boron Doped AISI 420 Medical Drill Bit Material by Mechanical Alloying
and SPS Method and Investigation of Wear Properties

Mehmet Niyazi Çöl

DOCTORAL DISSERTATION

Department of Mechanical Engineering

July 2020

Bor Katkılı AISI 420 Medikal Matkap Ucu Malzemesinin Mekanik Alařımlama ve SPS
Yöntemi ile Üretilmesi ve Ařınma Özelliklerinin İncelenmesi

Mehmet Niyazi Çöl

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Lisansüstü Yönetmelięi Uyarınca

Makine Mühendislięi Anabilim Dalı

Konstrüksiyon-İmalat Bilim Dalında

DOKTORA TEZİ

Olarak Hazırlanmıştır.

Danışman: Prof. Dr. Hakan Gařan

Temmuz 2020

ETİK BEYAN

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Prof. Dr. Hakan GAŞAN danışmanlığında hazırlamış olduğum “Bor Katkılı AISI 420 Medikal Matkap Ucu Malzemesinin Mekanik Alaşım ve SPS Yöntemi ile Üretilmesi ve Aşınma Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı DOKTORA tezimin özgün bir çalışma olduğunu, tez çalışmamın tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı, tezimde verdiğim bilgileri, verileri akademik ve bilimsel etik ilke ve kurallara uygun olarak elde ettiğimi, tez çalışmamda yararlandığım eserlerin tümüne atıf yaptığımı ve kaynak gösterdiğimi ve bilgi, belge ve sonuçları bilimsel etik ilke ve kurallara göre sunduğumu beyan ederim. 07/07/2020

Mehmet Niyazi Çöl

ÖZET

Tıbbi cerrahi gerektiren birçok alanda sert dokuların kesilmesi veya delinmesi gerekmektedir. İnsan bedeninin oldukça korozif etkilere sahip olması bu alanda kullanılacak kesici ve delici aletlerin kısıtlanmasına neden olmaktadır. Ayrıca kullanılan aletlerin çalıştırılmaları sırasında canlı dokunun hasarına neden olmaması da gerekmektedir.

Bu çalışma kapsamında, cerrahi müdahale gereken sert dokuların kesilmesi amacıyla kullanılmakta olan metal kesici takımların mekanik ve tıbbi niteliklerini geliştirmeye yönelik bir araştırma yapılmıştır.

Çalışma kapsamında AISI 420 paslanmaz çelik malzemeden SPS yöntemi ile daha önce denenmemiş olan bor katkılı alaşımlar üretilmiş, üretilen farklı bor miktarına sahip malzemeler cerrahi uygulamalarda kemik delme amacına uygun matkap formunda şekillendirilmiştir. Bor katkılı AISI 420 paslanmaz çelik malzemeden imal edilen matkap uçlarının bor katkısız matkap uçlarına göre hem aşınma özellikleri, hem de ortaya çıkardığı sıcaklık artışının daha az olması açısından daha iyi sonuçlar verdiği tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: AISI 420, Bor, SPS, Medikal Matkap Ucu

SUMMARY

In many areas requiring medical surgery, hard tissues need to be cut or drilled. The highly corrosive effects of the human body lead to the restriction of the cutting and drilling tools that can be used in this field. Similarly, tools used must not cause damage to the living tissue during operation.

Within the scope of this study, a research was carried out to improve the mechanical and medical qualities of the metal cutting tools which are used for the removal of the hard tissues by the need of surgical intervention.

Within the scope of the study, B-doped alloys which have not been tried before by SPS method were produced from AISI 420 stainless steel material and the materials with different boron amount were produced in the form of drill suitable for bone drilling purpose in surgical applications. It has been found that drill bits made of AISI 420 stainless steel material with boron additive gives better results in terms of both wear properties and thermal properties than drill bits without boron additive.

Key words: AISI 420, Boron, SPS, Medical Drill Bit

TEŞEKKÜR

Çalışmamın her aşamasında gayret ve sabırla beni yönlendiren ve çabalarımın olumlu sonuca varmasını sağlayan danışman hocam Prof. Dr. Hakan Gaşan'a, tüm birikimi ile bana yol gösteren, destekleyen ve gayretlendiren sayın hocam Doç. Dr. Osman Nuri Çelik'e, yönlendirici davranışları ile ufkumu açan Doç. Dr. Erhan Ayas'a, SPS çalışmalarında büyük yardımını aldığım Arş. Gör. Kübra Gürcan'a, her ihtiyaç duyduğumda ellerinden gelen yardımı esirgemeyen Akın Özcan ve İrem Özkır'a, matkapların üretiminde tüm imkanlarını kullandırmaktan çekinmeyen Karcan Firması'na, matkapların imali ve kemikler üzerine deliklerin delinmesi aşamalarında tüm teknik yardımı esirgemeyen Yılmazlar Makine firmasına, tıbbi bilgisinden çok yararlandığım ESOGÜ Tıp Fakültesi'nden Prof. Dr. Nusret Köse'ye, 201715A237 no'lu projemize verdiği destekten ötürü ESOGÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonuna, sevgili dostum veteriner hekim Refik Artan'a ve yaşamım boyunca tüm desteği ile arkamda hissettiğim ve güç aldığım sevgili eşime teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	vi
SUMMARY	vii
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xv
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	4
3. MATERYAL VE YÖNTEM	10
3.1. Mekanik Alaşımama Ve Öğütme	10
3.1.1. Yöntemin tanımlanması ve geçmişi	10
3.1.2. Mekanik alaşımama donanım ve ekipmanı	11
3.1.3. Geleneksel yatay bilyeli öğütücü	12
3.1.4. Atritör öğütücü	12
3.1.5. Vibrasyonlu öğütücü	13
3.1.6. Planetary bilyeli öğütücü	13
3.1.7. Mekanik alaşımama ekipman ve işlem parametreleri	14
3.2. Spark Plazma Sinterleme (SPS)	17
3.3. Bor Katkısı	26
3.4. Termodinamik Hesaplamalar	27
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	28
4.1. Deneylede Kullanılan Malzemeler	28
4.2. Deneylede Kullanılan Cihazlar Ve Özellikleri	30
4.3. Termodinamik Hesaplamalar	36
4.4. Deney Planı	41
4.5. Deneylede Ve Sonuçları	44
4.5.1. Numunelerin hazırlanması	60
4.5.2. Performans testleri için malzeme seçimi	62

4.5.3. Kemiklerin delinmesi ve performans testleri.....	63
4.5.4. Mikroyapı incelemeleri.....	71
5. BULGULAR VE TARTIŞMA	75
6. SONUÇ VE ÖNERİLER	77
KAYNAKLAR DİZİNİ	78
ÖZGEÇMİŞ	81

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Matkap talaş açısı	6
3.1 Geleneksel yatay bilyeli öğütücü	12
3.2(a) Fritsch Pulverisette tipi planetary tip öğütücü.....	14
3.2(b) Öğütücünün içinde bilyelerin hareketlerini gösteren şema	14
3.3 Sinterleme sırasında malzeme transferi	17
3.4 Mikroskopik ölçekte enerji dağılımı	18
3.5 Sinterleme yöntemlerinin şematik gösterilimi (a) HP, (b) SPS	18
3.6 Sinterleme teknikleri	20
3.7 SPS sistem konfigürasyonu ve vakum hücresi	21
3.8 Partiküller arasında palslı akımın geçişi	23
3.9 ON-OFF palslı akımın SP sinterleme makinası içinden geçişi	24
3.10 SP ile meydana gelen boyun formasyonunun temel mekanizması	25
3.11 SPS sinterleme aşamaları	26
4.1 Sandwik – Osprey AISI 420 malzemeye ait SEM görüntüsü	29
4.2.(a) Deneylede kullanılan Fritsch, Pulverisette model planetary bilyeli öğütücü	30
4.2.(b) Öğütme kabı ve bilyeler	30
4.3 SPS cihazı.....	31
4.4 SPS kalıp parçaları	31
4.5 SPS kalıp hazırlama ve prese yerleştirme adımları	32
4.6 Sertlik ölçüm cihazı	33
4.7(a) Deneylede kullanılan aşınma (CSM Instruments) cihazı	33
4.7(b) Yüzey profil ölçüm cihazı (Mitutoyo SJ 400)	33
4.8(a) Numune hazırlama sürecinde kullanılan Struers marka parlatma cihazı	34
4.8(b) Numunelerin ısıl işleminde kullanılan Protherm PLF 150/9 modeli fırın	34
4.9(a) Nova Nanosem marka taramalı elektron mikroskobu (SEM)	35
4.9(b) Jeol marka taramalı elektron mikroskobu (SEM)	35
4.10(a) SPS ile üretilen parçadan silindirik numune çıkarılması	35
4.10(b) Matkap formu verilmiş numuneler	35

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.11	AISI 420 + B sistemine ait faz diyagramı 36
4.12	AISI 420 alaşımı denge durumu katılaşma diyagramı 37
4.13	AISI 420 + 0,1B alaşımı denge durumu katılaşma diyagramı 37
4.14	AISI 420 + 0,3B alaşımı denge durumu katılaşma diyagramı 38
4.15	AISI 420 + 0,5B alaşımı denge durumu katılaşma diyagramı 38
4.16	AISI 420 + 1,0B alaşımı denge durumu katılaşma diyagramı 39
4.17	AISI 420 paslanmaz çeliğin XRD diyagramı ve SEM görüntüleri 45
4.18	Farklı sürelerde öğütülerek SPS işlemine tabi tutulan numunelerin yoğunluk değerleri 46
4.19	Farklı sürelerde öğütülerek SPS işlemine tabi tutulan numunelerin XRD diyagramları 46
4.20	25 numaralı numune (bor katkısız) aşınma yüzey profili 47
4.21(a)	%0.3 bor katkılı SPS ürünü malzemenin aşınma izi 48
4.21(b)	Hadde ürünü AISI 420 malzemenin aşınma izi 48
4.22	Farklı miktarlarda bor katkısına sahip malzemeler, 5 ve 7 saatlik öğütme sonrası XRD diyagramları 48
4.23	5 ve 7 saat öğütülen bor katkılı numuneler sertlik değerleri 50
4.24	16 numaralı numune aşınma test grafiği 51
4.25	17 numaralı numune aşınma test grafiği 51
4.26	18 numaralı numune aşınma test grafiği 51
4.27	19 numaralı numune aşınma test grafiği 52
4.28	28 numaralı numune aşınma test grafiği 53
4.29	29 numaralı numune aşınma test grafiği 53
4.30	30 numaralı numune aşınma test grafiği 54
4.31	31 numaralı numune aşınma test grafiği 54
4.32	Farklı bor oranlarına sahip parçaların özgül ağırlıkları 57
4.33	36 numaralı numune aşınma test grafiği 57
4.34	37 numaralı numune aşınma test grafiği 58
4.35	38 numaralı numune aşınma test grafiği 58
4.36	39 numaralı numune aşınma test grafiği 58

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.37	40 numaralı numune aşınma test grafiği 59
4.38	41 numaralı numune aşınma test grafiği 59
4.39	42 numaralı numune aşınma test grafiği 59
4.40	Farklı bor oranına sahip parçaların aşınma alanlarını gösteren grafik 60
4.41	40 mm çapında, SPS yöntemi ile üretilmiş disk. Tel erozyon yöntemi ile silindirik parçalar çıkarılmış hali 61
4.42(a)	Çıkarılan silindirik parçanın bütünleştirilmiş hali 61
4.42(b)	Matkap formu işlenmiş hali 61
4.43	Delik delme testlerinde kullanılabilir büyükbaş hayvan kemikleri 62
4.44(a)	Kemiklerin, delik delme testlerinde kullanılabilmesi için yapılacak kesme işlemlerinin yerleri 63
4.44(b)	Kesilmiş, ilikleri çıkarılmış ve basınçlı su ile temizlenmiş kemikler 63
4.45(a)	Kemik üzerine, 1. tip matkap ucu ile yaklaşık 20 mm ara ile deliklerin delinmesi 64
4.45(b)	Birinci tip matkap ucu ile delinen deliklerin mavi renk boya ile markalanması 64
4.45(c)	Mavi deliklerin aralarına 2. tip matkap ucu ile delikleri delinmesi ve kırmızı renk ile markalanması 64
4.46(a)	Bor katkısı içermeyen AISI 420 paslanmaz çelikten üretilmiş matkap ucu, kullanılmamış durumda 65
4.46(b)	Aynı matkap ucu 170 adet delik deldikten sonra 65
4.47(a)	%0.5 bor içeren AISI 420 paslanmaz çelikten üretilmiş matkap ucu, kullanılmamış durumda 65
4.47(b)	Aynı matkap ucu 170 adet delik deldikten sonra 65
4.48	CNC Freze tezgahı 66
4.49	Isınma testleri için CNC frezenin kullanılışı 67
4.50	Isınma testlerinde kullanılacak kemikler üzerinde delik yerleşim planı ve bu plana uygun yapılan çalışma sonucunda kemiğin görünüşü 67
4.51(a)	AISI 420 malzemeden TM yöntemi ile imal edilmiş yeni (kullanılmamış) matkap ucu SEM görüntüsü 69

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.51(b) %0.5 bor katkılı, AISI 420 malzemedan TM yöntemi ile imal edilmiş yeni (kullanılmamış) matkap ucu SEM görüntüsü	69
4.52(a) AISI 420 malzemedan TM yöntemi ile imal edilmiş matkap ucunun 300 adet delik delindikten sonra SEM görüntüsü	70
4.52(b) %0.5 bor katkılı, AISI 420 malzemedan TM yöntemi ile imal edilmiş matkap ucunun 300 adet delik delindikten sonra SEM görüntüsü	70
4.52(c) AISI 420 malzemedan TM yöntemi ile imal edilmiş matkap ucunun 700 adet delik delindikten sonra SEM görüntüsü	70
4.52(d) %0.5 bor katkılı, AISI 420 malzemedan TM yöntemi ile imal edilmiş matkap ucunun 700 adet delik delindikten sonra SEM görüntüsü	70
4.53(a) %0 borlu AISI 420, 10.000 büyütme ile SEM görüntüsü	71
4.53(b) %0 borlu AISI 420, 30.000 büyütme ile SEM görüntüsü	71
4.53(c) %0 borlu AISI 420, 50.000 büyütme ile SEM görüntüsü	71
4.54(a) %0.5 borlu AISI 420, 10.000 büyütme ile SEM görüntüsü	72
4.54(b) %0.5 borlu AISI 420, 30.000 büyütme ile SEM görüntüsü	72
4.54(c) %0.5 borlu AISI 420, 50.000 büyütme ile SEM görüntüsü	72
4.55(a) %0.5 borlu AISI 420, 10.000 büyütme ile SEM görüntüsü	72
4.55(b) %0.5 borlu AISI 420, 30.000 büyütme ile SEM görüntüsü	72
4.55(c) %0.5 borlu AISI 420, 50.000 büyütme ile SEM görüntüsü	72
4.56(a) %0.5 bor katkılı AISI 420 malzemenin SEM görüntüsü	73
4.56(b) %0.5 bor katkılı AISI 420 malzemenin EDS sonuç tablosu	73
4.56(c) %0.5 bor katkılı AISI 420 malzemenin EDS grafiği	73

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
3.1 ON-OFF doğru akımın etkileri	23
4.1 Kullanılan AISI 420 paslanmaz çelik tozun kimyasal bileşimi (%)	28
4.2 Deneylerde kullanılan bor elementinin özellikleri	29
4.3 SPS sıcaklıklarında denge durumunda oluşan fazlar ve miktarları (%mol)	40
4.4 Numunelerin deney parametreleri, B katkı miktarları ve kodları	42
4.5 16-23 numaralı numuneler, işlem detayları	49
4.6 28-31 numaralı numuneler işlem dökümü	52
4.7 32-42 numaralı numuneler işlem dökümü	55

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Başlıca ortopedi, plastik ve rekonstrüktif cerrahi, kulak-burun-boğaz cerrahisi ve kraniomaksilofasiyal cerrahi alanlarında olmak üzere, canlıların sert dokuları üzerine kesme işlemleri sıkça uygulanmaktadır. Delme kelimesi ile ifade edeceğimiz sert (kemik) doku üzerinde silindirik kanal açma işlemi, sözü geçen kesme operasyonlarının önemli bölümünü oluşturmaktadır.

Bu çalışmada, tıbbi cerrahide delme amacıyla kullanılan kesici aletlerin imal edildiği malzemelerin geliştirilmesi hedef alınmıştır. Çalışmanın temel amacı yaygın olarak kullanılan AISI 420 çelik malzemelerin bor elementi katkısıyla özelliklerinin iyileştirilmesi ve kesme işlemi sırasında canlı dokulara en az hasarı vermesinin sağlanmasıdır

Delme işlemi, çoğunlukla metal esaslı silindirik-helisel formlu matkap uçlarının (drill bits), yüksek hızlı döndürme makinalarına bağlanması ve bu mekanizmanın operatör eli ya da kontrollü makinalar – robotlar aracılığı ile sürülmesi biçiminde açıklanabilir.

Çalışmanın konusu olan matkap uçları, halen çoğunlukla paslanmaz çelik özelliğinde metal malzemelerden imal edilmektedir. Bu matkap uçlarında karşılaşılan önemli sorunlar; delme işlemi sırasında kemiğin ısınmasına neden olması ve körelme ile kesme özelliklerinin yitirilmesi ve matkap ucunun kırılmasıdır. Değişik matkap ucu malzemelerinin değişik seviyelerde ısınma meydana getirdiği literatürden bilinmektedir. Körlenme ve kırılma ise sıkça yaşanan diğer bir sorundur. Temel olarak körelme olayı sürtünmeyi artırmakta ve bu durum ısınmanın artmasına neden olmaktadır. Dolayısıyla bu tür kesici takımların karakterizasyonunda sürtünme-aşınma özelliklerinin incelenmesi ve temas sırasında sıcaklık artışının kontrol edilmesi iki temel kriter olmaktadır.

Çalışmanın kapsamı içinde mevcutlara göre daha üstün özellikli matkap ucu malzemesi araştırılmıştır. Bu amaçla halen başarı ile kullanılan AISI 420 malzeme seçilmiş ve metalurjik yaklaşımla, yeni tekniklerin uygulanması ile daha yüksek performanslı malzeme geliştirilmesine gayret edilmiştir. Bu çerçevede malzemelerin mekanik

özelliklerini artırma konusunda başarılı olduğu çok sayıda örnekle ortaya konmuş olan bor elementi katkısı ile olumlu sonuç almak hedeflenmiştir. Delinen kemikte meydana gelen ısınmanın azaltılmasının yaşamsal önemi bulunmaktadır. Yine matkap kesici ucunun körlenmesi sonucu meydana gelen kırılmalar da sağlık açısından büyük riskler doğurmaktadır. Ayrıca daha başarılı matkap ucu malzemesinin getireceği ekonomik katkılar ve toplam matkap ucu sarfiyatının azalması olumlu beklentilerdir

Bor elementinin Türkiye açısından önemi büyüktür. Dünyada mevcut bor rezervinin %73,4 kadarı Türkiye’de bulunmaktadır. Birçok çalışmada malzemelerin bor katkısı ile mekanik özelliklerinin geliştirilmesi üzerine araştırmalar yapılmıştır. Ancak medikal alan için yapılmış çalışmalar kısıtlıdır. Ayrıca, mevcut şartlarda kullanılmakta olan matkap ucu malzemelerinin tamamına yakını hadde mamulü çubuklardan yola çıkılarak talaşlı imalat yöntemleri ile elde edilmiş takımlardır. Henüz bu alanda toz metalürjisi ürünlerinin kullanımı yaygın değildir. Cerrahi takımlar gibi yaşamsal öneme sahip kesme ve delme ekipmanının teknik başarısının artırılması insan sağlığı açısından oldukça olumlu bir gelişme olacaktır..

Çalışma kapsamında AISI 420 paslanmaz çelik malzemeden bor katkılı numuneler mekanik alaşımlama ve SPS sinterleme metodu kullanılarak üretilmiştir. Bor katkılı numunelerin özellikleri, bor katkısı olmayan referans numune ile karşılaştırılmıştır. Tez çalışması kapsamında AISI 420 malzemeye %0,1-%0,3-%0,5-%7-%9 ve %1 ağırlık oranlarında bor ilave edilmiştir. Elde edilen numunelerin karakterizasyonu için aşınma, sertlik ve saha testleri yapılmıştır

Tezin giriş ve amaç bölümünü takiben, ayrıntılı literatür özeti yer verilmiştir. Bu bölümde medikal matkap uçları, mekanik, termal ve cerrahi özellikleri konusunda önceden yapılmış araştırmalar, tez konusu ile bağlantıları gözetilerek ele alınmıştır. Günümüzde kullanılmakta olan matkap ucu malzemeleri özellikleri açısından incelenmiş ve özellikle AISI 420 malzeme ile yapılan çalışmalar dikkate alınmıştır.

Materyal ve yöntem bölümünde ise, AISI 420 ve bor katkısı konuları, deneylerde kullanılan makine ve ekipman ile deney planı açıklanmıştır.

Deneysel Çalışmalar bölümü, uygulama faaliyetini, elde edilen deneysel sonuçları ve bunlarla ilgili çıktıları içermektedir.

Sonuçlar, Tartışma ve Öneriler bölümlerinde, tez çalışmasından elde edilen sonuçlar, bu sonuçlar hakkında görüşler ve konu ile ilgili ileride yapılması yararlı olacak çalışmalar hakkında görüşler yer almış olup, tez çalışmasına bütüncül açıdan bakıldığında üzerinde durulması gereken değerlendirme notları ifade edilmiştir.

Tez çalışmasının tıp, mühendislik, Ar-Ge ve üretim dallarında mevcut teknik koşulların iyileştirilmesini sağlayacak, ayrıca cerrahi tedavi alanında hem hekim, hem de hasta güvenlik ve konforunu artıracak farklılıklar yaratacağı düşünülmektedir. Kemiklerin delinmesi sırasında yaşanan ekipman kaynaklı sorunlardan önemli iki tanesi, kesici ucun körlenmesi ve/veya kırılması olarak ele alındığında, tez çalışmasının sonucunda elde edilen teknik başarının her iki probleme de olumlu yönde katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Literatür özeti, hem medikal alanda kullanılmakta olan kesici takımlarda kullanılan malzemeleri ve bunlarla ilgili yapılmış olan çalışmaları hem de bu malzemelere uygulanan ısı işlem, mekanik işlem ve üretim yöntemlerini ayrıntılı olarak içermektedir.

Günümüzde yaygın olarak medikal matkap imalatında; AISI 431 (Domitran vd., 2018), Tungsten karbür (Feldmann vd., 2016), AISI 440A (1.4116 veya DIN X50CrMoV15) (Clement vd., 2015), AISI 440B (1.4112 veya DIN X90CrMoV18) (Clement vd., 2015; Albertini vd., 2012), AISI 420 (1.4021 veya DIN X20Cr13) (Albertini vd., 2012), AISI 420B (1.4028 veya DIN X30Cr13) (Albertini vd., 2012) ve HSS (Clement vd., 2015) malzemeler kullanılmakta ve yapılan çalışmalar da özellikle bu malzemeler üzerine yoğunlaşmaktadır. Kullanılmakta olan bu malzemelerin her biri için ayrı ayrı sıralanabilecek tercih edilen veya tercih edilmeyen özellikleri mevcuttur.

Halen kullanılmakta olan matkap uçlarının önemli bölümü AISI 420 malzemenin imal edilmektedir. Alternatif malzeme olarak AISI 440A ve AISI440B kodlu malzemeler kullanılmaktadır. Albertini vd. tarafından yapılan bir araştırma (Albertini vd., 2012). AISI 420 malzemenin, AISI 440 kodlu malzemeye göre daha başarılı olduğunu ortaya koymaktadır.

Medikal matkapların işlem esnasında yaratması mümkün olan en önemli sorun ısınmadır. Canlı kemik dokusunun bir dakikadan daha uzun süre 47 °C veya üstü sıcaklığa maruz kalması sonucu osteonekroz oluşmakta ve doku geri döndürülemez biçimde yaşamsal hasar görmektedir. Delme işlemi sırasında, kemik dokunun bu sıcaklık seviyesine çıkmaması için alınacak tedbirler ve çalışma yöntemleri çok sayıda bilimsel araştırmanın konusu olmuştur.

Matkap uçlarının yaratabileceği diğer önemli sorun ise kırılmadır. Matkap ucunun kırılması hususunda başlıca iki nedenden söz edilebilir. Bunlardan birincisi operatörün hatalı uygulamalarıdır. Bu konu tez çalışmasının kapsamı dışında olduğundan değinilmeyecektir.

Tez çalışması kapsamında değerlendirilen ve asıl önemli konu olan hata olasılığı ise körülenmedir. Bilindiği gibi, medikal matkap uçları çok kullanım amaçlı takımlardır. Aynı ameliyat sırasında ya da sterilize edilip ardışık ameliyatlarda, aynı matkap ucu çok defa kullanılmaktadır (Allan vd., 2005). Sonuçta aşınan ve kesme yeteneğinde azalma meydana gelen matkap ucunun kemik doku ile arasındaki sürtünme katsayısı artmakta, aynı devir sayısı ve ilerleme değerlerinde döndürülebilmesi için daha büyük moment değerleri gerekmektedir. Bu moment değerinin kritik sınırları aşması halinde ise matkap ucu doku içinde kırılmaktadır.

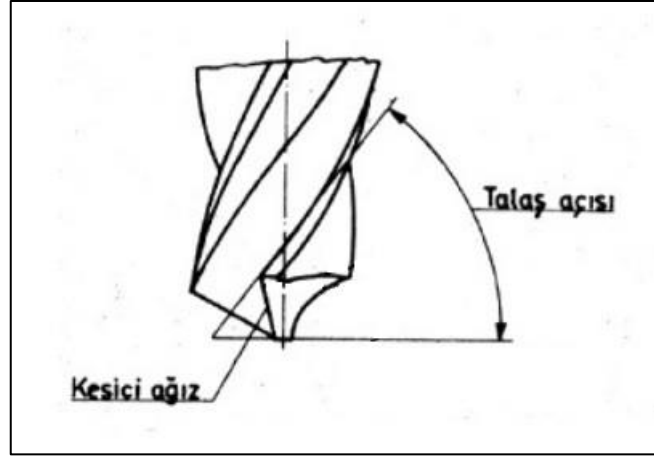
Pratikte ısınma ve körlenme birlikte meydana gelen aşamalardır. Matkap ucunun körlenmesi mekanik işlemin doğası gereği ısınmayı da beraberinde getirmektedir.

Yapılan bazı araştırmaların sonuçlarına göre (Allan vd., 2005; Jochum vd., 2000), matkap ucunun ilk 40 kullanımında (40 adet delik delme işlemi süresince) kayda değer bir ısınma artışı gözlenmemektedir. Yine bu araştırmalar, daha fazla delik delme işlemi sonrasında ısınmada artış gözlendiğini ortaya koymaktadır. Aşınmış matkap uçlarının büyük miktarda ısınmaya neden olduğunu gösteren araştırmalar mevcuttur (Matthews vd., 1972).

Diğer bir araştırma ise (Omara vd., 2018), matkap ucu çapının değişmesi ile ısınmanın bağlantısı olmadığını ortaya koymuştur. Aynı araştırma, soğutma sıvısının ısınmayı önemli ölçüde düşürdüğünü, meydana gelen sıcaklık artışının ölçülmesi için en uygun aracın termokupl olduğunu ifade etmektedir. Bu çalışmada sıcaklık ölçümleri termokupl aracılığı ile alınmış, ayrıca alternatif yöntem olarak infrared termometre denenmiştir. Infrared termometre kullanımının, termokupl ile ölçmeye göre dezavantajları anılan çalışmada ortaya konmuştur (Omara vd., 2018).

Travma cerrahisi alanında yapılan bir başka araştırmada (Augustin vd., 2008), kesme hızının artırılmasının ısınmayı artırdığı belirtilmektedir. Yine aynı araştırmada, Matkap uç bileme açısının değişiminin ısınmaya önemli bir katkısının bulunmadığı, ilerlemenin artırılmasının ise ısınmayı ancak düşük miktarda artırdığı tespit edilmiştir.

Kemiklerin delinme prosesi hakkında yapılan bir arařtırmada (Jacob vd., 1976) matkap uçlarının pozitif talař açısına sahip olması gerektiđi, delme iřleminin 750-1250 d/dak aralıđında gerekleřtirilmesinin uygun olacađı belirtilmektedir. (Saha vd., 1982) gibi ok sayıda arařtırma da bu tespiti onaylamaktadır.



řekil 2.1. Matkap talař açısı

Delme iřlemi sırasında meydana gelen ısınmanın azaltılması (Feldmann vd., 2016) üzerine yapılan bir alıřmada, paso derinliđinin artması halinde, kesme iřleminin metallere talař kaldırma gibi (yani kesme kuvveti etkisi ile talařın kopması) deđil, atlama ve kırılmalar halinde meydana geldiđi aıklanmaktadır.

Cerrahi matkap ucu geometrisi üzerine yapılan bir arařtırmada (Soriano vd., 2014) pozitif talař açısının nemi vurgulanmıř, AISI 420 ve WC-Co malzemeden yapılmıř matkap uçları karřılařtırılmıř ve farklı malzemelerin birbirlerine belirgin bir stünlük sađlamadıđı tespit edilmiřtir.

Isınma karakteristikleri ile ilgili diđer bir arařtırmada (Natali vd., 1996) deđiřik zelliklerde matkap uçları ile ısınma testleri yapılmıř ve en yksek ısınmanın helisel kanalları doldurularak talař bořaltımının zorlařtırıldıđı matkap uçlarında meydana geldiđi grlmüřtr. Krlenmiř matkap uçları dahi bu seviyede ısınma meydana getirmemiřtir. Kesme sırasında meydana gelen talařın hızla ve uygun helisel kanallardan bořaltılmasının nemi anlařılmaktadır.

A. Szewczyk-Nykiel tarafından yapılan bir arařtırmada (Szewczyk-Nykiel, A., 2014) bor elementinin, demir esaslı malzemelerin ve paslanmaz eliklerin sinterlenmesi sırasında sıvı faz oluřturarak toz yuzyeylelerinin ıslanmasını sađladıđı aıklanmaktadır. Bunun sonucunda porozitenin azalması, gzeneklerin yuvarlaklařması ve yođunluk artışı elde edilmektedir. alıřmada 17-4 PH paslanmaz elik (630 kalite paslanmaz elik , %17 Cr, %4Ni iermektedir) ile %0.2-0.4-0.6 ađırlık oranlarında bor elementinin birlikte sinterlenmesinin sonuları arařtırılmıř ve %0.6 ađırlık oranında bor elementi ilavesinin optimum sonucu verdiđi tespit edilmiřtir.

Farid Akhtar 2007, tarafından martenzitik paslanmaz eliklere FeB eklenmesi ile yapılan sinterleme sonunda optimum bor katkısının%1-1.5 arasında olacađı belirlenmiřtir. Elde edilen sonulara gre en yuzyek yođunluđun %1 FeB katkısı ile elde edildiđi, FeB miktarının %1.5 ađırlık oranının uzerine ıkması ile yođunluđun dřtđ grlmřtir. Farid Akhtar'ın alıřmasında bu olayın nedeni olarak, FeB miktarının artırılması ile ikincil gzeneklerin meydana gelmesi gsterilmektedir.

Prasan K. Samal vd. tarafından yapılan arařtırmada (Samal, P. K. vd., 2009) 440C martenzitik paslanmaz eliđin toz metalurjisi yntemleri ile sinterlenerek elde edilmesi deđerlendirilmiř ve teorik yođunluđun %98 ine ulařılabildiđi grlmřtir.

Benzer řekilde Truong Doa vd. tarafından yapılan alıřmada (Doa, T. vd., 2017), 316 ve 420 kalite paslanmaz elik ve bor tozları (B, BC ve BN), 3D printer vasıtası ile ve BJP (binder jet printing) yntemi kullanılarak istenen forma getirilmiř ve ardından sinterlenmiřtir. Sadece bor tozlarının katkısı ile yapılan iřlem sonucunda teorik yođunluđun %95'ine, aynı iřlemin vakum altında yapılmasıyla ise %99.6'sına ulařıldıđı tespit edilmiřtir. Elde edilen sonuların 420 kalite paslanmaz elikte, 316 kaliteye gre daha uřtn olduđu grlmektedir.

Chris Schade vd. tarafından yapılan alıřmada (Schade, C. vd., 2005) , paslanmaz eliđe bor katkısı deđerlik bir yoldan incelenmiřtir. Toz metalurjisi alanında kullanılacak 316L paslanmaz elik tozunun uzerini sırasında atomizasyon ncesi ařamada bor yapıya dahil edilmiř ve bu yolla elde edilen malzemenin de yođunluđunun yuzyek deđerlere ulařtıđı tespit edilmiřtir. Arařtırma raporunda, borun yapıya element olarak ya da n

alaşımlandırma yöntemi ile katılması durumlarının her ikisinde de düşük ergime sıcaklığına sahip ötektik oluşturarak sıvı faz sinterlemeyi mümkün hale getirdiği açıklanmaktadır. Paslanmaz çeliğe bor katkısının incelendiği her araştırmada olduğu gibi burada da bor miktarının önemi vurgulanmakta, 316L paslanmaz çelik için %0.15 -0.25 aralığının uygun olduğu, daha üst değerlerde katılacak borun tane sınırlarında çökelmeye ya da aşırı miktarda ötektik faz oluşumuna yol açacağı, bunun da tokluğu düşüreceği ifade edilmektedir.

Guilherme Zepona vd. tarafından yapılan araştırmada (Zepona, G. vd., 2013), spray forming tekniği kullanılarak yüksek kimyasal ve mikroyapısal homojenliğe sahip, yüksek yoğunlukta süpermartenzitik paslanmaz çelik üretimin mümkün olduğu belirtilerek bu yapıya bor katılmasının etkileri araştırılmıştır. Bor katkısı ile ostenit tane sınırlarında M_2B borürlerin çökmesi sağlanmakta, bu yolla sertlik ve aşınma direncinin yükseldiği tespit edilmektedir. %0.7 bor katılmış süpermartenzitik paslanmaz çeliğin sertliği 47 HRC olmasına karşın aşınma direnci 60 HRC sertlikteki D2 takım çeliğinden daha yüksektir.

Sürtünme katsayısının bor ilavesi ile olumlu yönde değişimi konusunda Peruzzo vd.'nin çalışması (Peruzzo, M., vd. 2018, s.117) sinter 316L paslanmaz çeliğe bor katılması ile sürtünme katsayısının düştüğünü göstermektedir. Bunun nedeninin sert borürlerin sürtünen yüzeylerdeki plastik deformasyonu engellemesi olarak açıklanmıştır.

M. Sarasola vd. tarafından yapılan bir araştırmada (Sarasola, M., 2004), Fe-3.5%Mo tozunun sinterlenmesi sırasında bor katılması ile ötektik reaksiyon ve sıvı faz oluşumu açıklanmaktadır.

Truong Do vd. tarafından yapılan araştırmada (Do, T. vd., 2015), 3 boyutlu printer yardımı ile AISI 420 paslanmaz çeliğe bor ilave edilerek parça oluşturulmuş ve ardından sinterlenerek final ürün elde edilmiştir. Bu araştırma da göstermiştir ki, %1 oranında katılan bor elementi yardımı ile 1250 °C civarlarında sinterleme işlemi yapıldığında elde edilen sıvı faz vasıtası ile teorik yoğunluğun %97'sine ulaşmak mümkün olabilmiştir. Bu işlem sırasında sıvı fazın aşırı miktarda oluşumu sonucunda önemli ölçüde deformasyonun meydana geldiği tespit edilmiştir.

J.A. Cabral Miramontes vd. tarafından yapılan arařtırmada (Miramontes, J.A.C. vd., 2009), ferritik paslanmaz eliklerin sinterlenmesi iřleminde, bor katkısının yoęunluk artırıcı etkisi incelenmiřtir. ok sayıda dięer arařtırmada da tespit edildięi gibi bor elementinin, sinterleme sırasında sıvı faz oluřumunu teřvik ettięi ve bunun sonucunda tektik reaksiyon oluřtuęu kaydedilmiřtir. Sıvı faz oluřumu, mikroyapı morfolojisini, porozite geometrisini, yoęunluęu ve sertlięi etkilemektedir.

Peruzzo vd. tarafından yapılan bir arařtırmada (Peruzzo vd, 2018), elementer halde bor ilavesinin 316L paslanmaz elikte yoęunluęu artırıcı etkisi aıklanmaktadır. Ostenitik paslanmaz elik matris ile bor arasındaki tektik reaksiyon ok sayıda arařtırmanın konusu olmuřtur. Genelde, bor elementinin kk miktarda (%0.2-0.8) ilavesi, malzemenin yaklařık teorik yoęunluęunu elde etmek ve aynı zamanda yksek mekanik zellikleri ile dřk ařınma zelliklerini saęlamak iin yeterlidir.

Sulima, I. tarafından yapılan bir arařtırmada, (Sulima, I,2015) elik matrise bor ilavesi ile elastisite modl ve ařınma direncinin artırıldıęı gsterilmiřtir.

Tez kapsamında tasarımı, retimi ve denemeleri yapılacak olan bor katkılı AISI 420 paslanmaz elik malzemelerde, literatrde belirtilen arařtırma sonularından hareketle bor elementi miktarı, u boyutları ve geometrisi, talař kanalları geometrisi ve aęız aıları gibi bir grup parametre belirlenmiřtir. Bu parametrelerle numuneler retilmiř ve hem labotaruvar kořullarında hem de doęrudan sert kemik doku zerinde testler gerekleřtirilmiřtir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

Tez kapsamında kullanılan malzemeler ve yöntemler bu bölümde ele alınmıştır. Bölüm içeriği, alaşım hazırlama, SPS sinterleme metodu, bor elementi ilavesi ve elde edilen alaşıma ait termodinamik hesaplamaları içermektedir

3.1. Mekanik Alaşımlama Ve Öğütme

Tez çalışmasının amacı, toz metalurjisi tekniklerini kullanarak ve bor elementlerinin sinterleme yöntemi ile AISI 420 matris içinde yer almasını temin ederek başarılı metalik yapılar oluşturmaktır. Bu amaca yönelik tozların hazırlanması için, bor ve AISI 420'nin farklı ergime sıcaklıklarına sahip olmaları nedeni ile en uygun metot olarak, mekanik öğütme/alaşımlama seçilmiştir. Yöntemin kısaca açıklanması, hem uygulanan tekniklerin bütünlük içinde ifade edilmesini hem de sonuçların değerlendirilmesini sağlayacağı için yararlı olacaktır.

3.1.1. Yöntemin tanımlanması ve geçmişi

Mekanik alaşımlama, bir katı hal reaksiyon prosesidir. Bu proseste, farklı tozlar, kontrollü atmosfer koşullarında (genellikle argon atmosferinde), alaşıma dönüştürülür. Bu dönüştürme işlemi bir seri yüksek enerjili çarpışma ile gerçekleştirilir. (Wang 2000). Farklı sonuçlara sahip benzer prosesler olan mekanik alaşımlama ve mekanik öğütme teknikleri arasındaki temel fark, mekanik alaşımlamada farklı tozların birlikte öğütülmesi sonucunda, başlangıçta olandan farklı metalürjik yapıların (alaşımların) meydana gelmesi, buna karşın mekanik öğütme sonucunda başlangıçtaki ile aynı yapıda fakat farklı partikül boyutunda tozun elde edilmesidir. Bununla birlikte, bazı araştırmalarda, mekanik alaşımlama terimi her iki yöntemi de kapsayan bir ifade olarak kullanılmaktadır (Suryanarayana and Froes, 1992).

Mekanik alaşımlama, 1966'da John Benjamin tarafından oksit dağılım sertleştirmeli alaşımların üretilmesinde geliştirilmiştir (Benjamin,J.S., 1992).

Mekanik alaşımlama ile ilk denemeler, thoria dağılımı ile Ni-Cr-Al-Ti ve nikel alaşımlarının üretilmesi üzerine yapılmıştır. Bu denemelerde elde edilen başarılar, bu işlemle ilgili ilk patentin alınmasını sağlamıştır. 1981’de Y-Co metallere bileşiminden ve 1983’te Ni-Nb sisteminde mekanik öğütme ile amorf fazın oluşturulması, mekanik alaşımlama işleminin önemini artırmıştır. 1980’lerin ortalarından başlayarak, farklı türde malzemelerin üretilmesi için çok sayıda inceleme ortaya konulmuştur. Bu basit ancak etkili mekanik alaşımlama tekniğini, metallere, seramiklere, polimerlere ve kompozit malzemelere uygulamak ve tekniğin esaslarını anlayabilmek için yapılan çalışmalar 1990’ların başından beri devam etmektedir (Gaşan 2008).

3.1.2. Mekanik alaşımlama donanım ve ekipmanı

Mekanik alaşımlamanın temeli öğütmedir. Bu amaçla kullanılan başlıca dört değişik tipte öğütme makinası mevcuttur.

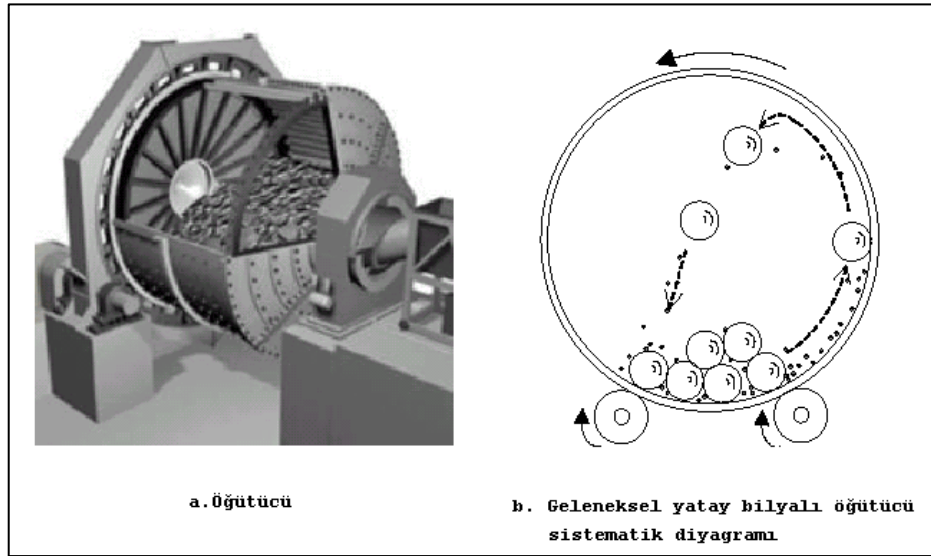
- Atritör
- Yatay bilyalı öğütücü
- Vibrasyonlu bilyalı öğütücü
- Planetary bilyalı öğütücü

Bunların dışında daha az kullanılan diğer öğütücü tipleri ise, disk öğütücü, çubuklu öğütücü, modifiye edilmiş çubuklu öğütücü olarak sıralanabilir.

Mekanik alaşımlama işleminde, öğütülecek toz ve öğütücü bilyeler, inert veya kontrollü atmosfer şartlarında öğütme kabı içine yerleştirilir. Öğütücü cisim olarak çoğunlukla sertleştirilmiş metal, paslanmaz çelik ya da seramik küreler kullanılmaktadır. Öğütme kabı, içine toz ve bilyalar yerleştirildikten sonra öğütme makinası içine yerleştirilerek yüksek enerjili çarpışmaların meydana getirileceği mekanik hareketler başlatılır (Wang 2000).

3.1.3. Geleneksel yatay bilyeli öğütücü

Diğer tip öğütüçülere kıyasla daha ekonomik bir öğütücüdür. Çapı bir metreden büyük ve eksenini yatay olarak yerleştirilmiş silindirik gövdeye sahiptir. Eksenini etrafında düşük hızla döndürülerek içinde bulunan bilyelerin merkezkaç kuvvetle çepere yapışmadan belli yükseklikten düşmeleri prensibine göre çalışmaktadır.



Şekil 3.1. Geleneksel yatay bilyeli öğütücü

3.1.4. Atritör öğütücü

Atritör öğütücü, John Benjamin tarafından mekanik alaşımlamada kullanılan ilk yüksek enerjili bilyeli öğütücüdür (Gaşan 2008). Genellikle atritör tipi öğütücülerin dönme eksenini düşeydir (Suryanarayana, 2001). Toz ve bilye karışımı, pervaneler vasıtasıyla karıştırılarak yüksek enerjili çarpışmalar meydana getirilir. Pervane mekanizması ve kap, öğütücü bilyeler ile yüksek düzeyde sürtünmeye maruz kalmakta ve bu nedenle tozların kirlenmesi sorunu ortaya çıkmaktadır. Kullanılan cihazların bazı kısımlarının öğütülen toz malzemesi ile aynı özellikte malzemelerle kaplanması, kirlenmenin önüne geçmek için alınan tedbirler arasındadır. Öğütme kabının sabit olması kolay ve etkin soğutma imkanı sağlamakta fakat düşey eksenli karıştırma mekanizması yerçekimi nedeni ile her yere aynı seviyede etki etmemektedir (Wang 2000).

3.1.5. Vibrasyonlu öğütücü

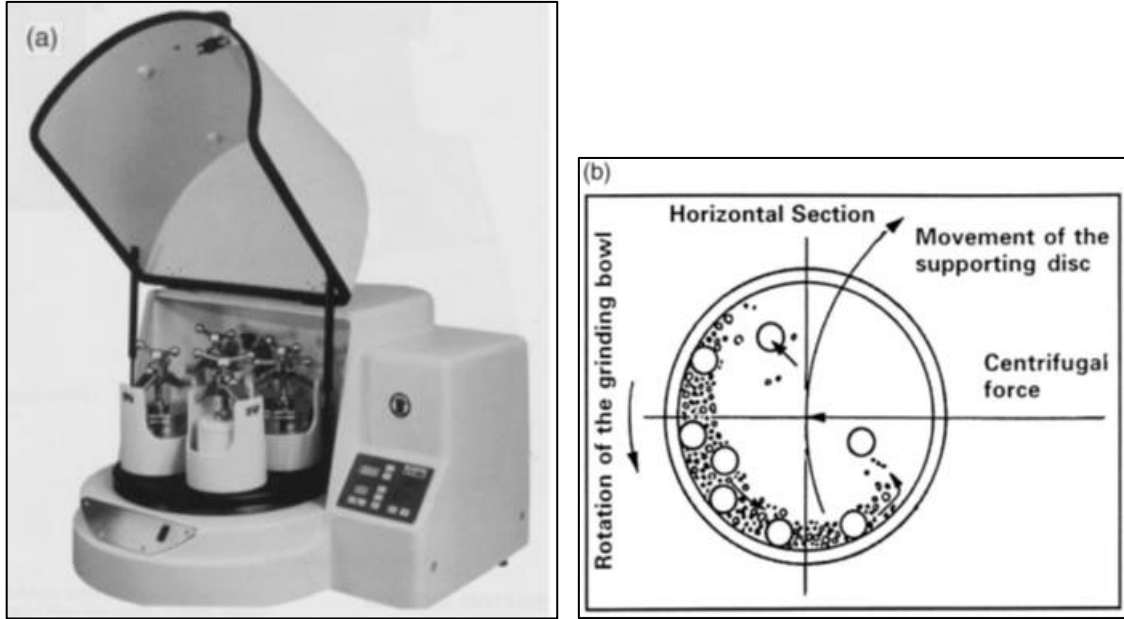
Vibrasyonlu öğütücüler, genelde 15 gramdan daha düşük miktarlarda, araştırma-laboratuvar ihtiyaçlarını karşılama amaçlı olarak kullanılan yüksek enerjili öğütücülerdir. Küçük hacimli bir öğütme kabı, öğütücü içindeki mekanik donanım vasıtası ile yüksek frekanslı ve karmaşık çevrimlere sahip hareketler yaparak üç boyutlu çarpışmalar meydana getirir (Wang 2000).

3.1.6. Planetary bilyeli öğütücü

Bu tür öğütücüler, birkaç grama kadar inebilen düşük miktardaki tozların öğütülmesi veya mekanik alaşımlandırılması amacı ile laboratuvar düzeyinde kullanılmaktadır (Şekil 3.2).

Planetary bilyeli öğütücünün mekanik hareketi, dünyanın kendi ekseninde ve aynı zamanda güneş etrafında yaptığı dönme hareketlerinin benzeridir. Yatay yerleştirilmiş bir disk, kendi düşey ekseninde dönerken, bu disk üzerine merkezden kaçık olarak konumlandırılmış ve diskin dönme hareketi ile bağlantılı kendi eksenlerinde dönme hareketi yapan öğütme kapları diskin dönüş yönünün tersine dönmektedir. Bu tür öğütücülerde öğütme kaplarının kendi eksenlerinde yaptığı dönme hareketi nedeni ile oluşan merkezkaç kuvvet sonucu bilyelerin çepere yapışma olayı, diskin dönmesi ile önlenmekte olup yüksek enerjili çok sayıda çarpışma elde edilebilmektedir. Diskin dönme hızı değiştirilerek bilyelerin çarpışma enerjileri ayarlanabilmektedir.

Planetary tip öğütücülerde çarpışma enerjisinin yanısıra yüksek çarpışma frekansı elde edilmesinin sonucu olarak öğütme süreleri azaltılabilmektedir (Wang 2000).



Şekil 3.2. Fritsch Pulverisette marka planetary tip öğütücü. (a), Öğütücünün içinde bilyelerin hareketlerini gösteren şema (b)

3.1.7. Mekanik alaşımlama ekipman ve işlem parametreleri

Mekanik alaşımlama, sonuçta istenen ürünün ve/veya mikroyapının elde edilmesi amacı ile kullanılan, çok sayıda değişkenin optimizasyonuna dayalı kompleks bir işlemdir. Aşağıda listelenen değişkenler, final ürünün özelliklerini etkileyen başlıca unsurlardır. (Suryanarayana 2001)

Öğütücü türü,

Öğütme kabı,

Öğütme hızı,

Öğütücü elemanın özellikleri (tip, ölçü ve boyutsal dağılımı),

Bilye-toz ağırlık oranı,

Öğütücü kabın doluluk oranı,

Öğütme atmosferi,

İşlem kontrol ajanları,

Öğütme sıcaklığı

Yukarıda listelenen değişkenler bağımsız değildir. Örneğin, optimum öğütme süresi, öğütücü tipine, bilye ölçüsüne, öğütme sıcaklığına, bilye - toz oranına; vs bağlıdır.

Yukarıda açıklandığı biçimde, mekanik alaşımlama - öğütme prosesi için, kapasite, işlem hızı, öğütme sıcaklığının kontrol edilebilmesi ve kirlenmenin düzeyi açılarından değişik tipte öğütücüler mevcuttur. Tozun tipine, miktarına ve final özelliklerine uygun öğütücü seçilmelidir. Vibrasyonlu öğütücüler küçük miktarlarda alaşım deneme çalışmaları için, planetary ve atritör tipleri ise daha büyük miktarlarda tozun öğütülmesi amacı ile kullanılmaktadır (Suryanarayana 2001).

Öğütme kabının imal edileceği malzeme, proses sırasında meydana gelen yüksek enerjili çarpışmaların sonucunda öğütme kabının iç cidarından malzeme kopması ve bunun sonucunda tozun kirlenmesi ya da kimyasal özelliklerinin değişmesi açısından önemlidir. Eğer öğütme kabının malzemesi öğütülen tozdan farklı ise toz, öğütme kabı malzemesinin karışımı ile kirlenebilir. Aksi takdirde, yani malzemeler aynı ise, cidardan kopan malzemeler nedeni ile tozdaki bir bileşenin miktarı artar ve final ürünün kimyasal özellikleri değişir. Sertleştirilmiş çelik, takım çelikleri, sertleştirilmiş krom çelikleri, paslanmaz çelik, WC-Co, WC-astarlı çelik ve yatak çeliği başlıca öğütme kabı malzemeleridir. Öğütme elemanı malzemeleri de öğütme kabı malzemeleri ile aynıdır. Tozun öğütme kabı ve bilyelerden kopacak malzemelerle kirlenmesini önleme amacı ile bunların aynı malzemedan imal edilmiş olması tercih edilir (Suryanarayana 2001).

Öğütme hızı arttıkça toza daha fazla enerji aktarılacağı bellidir. Bununla birlikte, öğütücü tipine bağlı olarak belli hız limitleri vardır. Geleneksel yatay eksenli bilyeli öğütücüde hızı artırmak bilyelerin merkezkaç kuvvet etkisi ile cidara yapışmaları ve çarpma etkisinin çok azalması sonucunu doğuracaktır. Bu nedenle çalışma hızının, bilyelerin belli bir yükseklikten düşmelerine izin verecek kritik hızın altında olması gerekmektedir. Başka bir sınır ise sıcaklık nedenlidir. Hız arttıkça sıcaklığın artması bazı durumlar için örneğin difüzyonun amaçlandığı işlemlerde homojenizasyonu artıracığı için avantaj olarak kabul edilebilir fakat diğer bazı durumlar için sıcaklığın yükselmesine, istenmeyen kimyasal değişimlere yol açabileceği ve kirlenmeyi artırabileceği için izin verilmez (Suryanarayana 2001).

Bilye-toz ağırlık oranı (bazı dokümanlarda şarj oranı olarak isimlendirilir), öğütme işleminin önemli değişkenlerinden biridir. SPEX değirmeni gibi küçük kapasiteli öğütücülerde 1:1 değerine kadar düşen küçük ağırlık oranları kullanılmasına karşın, atritör

gibi yüksek kapasiteli öğütücülerde 50:1-100:1 ağırlık oranlarına kadar yükselir. Oran yükseldikçe birim zamandaki çarpışma adedi artacağından tozlara daha fazla enerji aktarılabilir ve bunun sonucunda toplam öğütme süresi azalır (Suryanarayana 2001).

Öğütücü kabın doluluk oranı diğer bir önemli parametredir. Eğer öğütme kabı içindeki bilye ve toz miktarı az ise her öğütmede elde edilebilecek toz miktarı azalacaktır. Buna karşın eğer doluluk fazla ise bilyelerin uygun hareketleri için yeterli alan kalmayacaktır. Genel kabul olarak öğütme kabının %50 oranında doldurulması uygundur (Suryanarayana 2001).

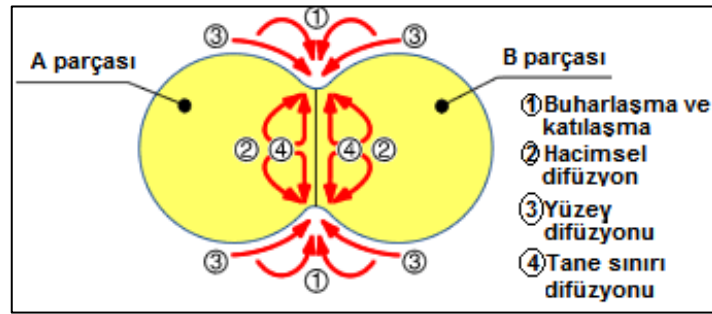
Öğütme kabı içindeki atmosferin önemi tozun kirlenmesine neden olmasıdır. Bu nedenle öğütme kabının içi ya vakuma alınmalı ya da asal gaz ile doldurulmalıdır. Azotun metalik tozlarla reaksiyona girmesi nedeni ile bu amaçla kullanılamaz. En uygun gaz, oksitlenmeyi ve/veya kirlenmeyi önlemesi nedeni ile yüksek saflıkta argondur. Öğütme kabının doldurulup boşaltılması tekrarlı boşaltma-gaz ile doldurma işleminden geçirilen glove box içinde yapılarak uygun atmosferin sağlanması temin edilir (Suryanarayana 2001).

Mekanik alaşımlama esnasında, özellikle sünek toz partikülleri yüksek plastik deformasyon özelliklerinden dolayı birbirlerine soğuk kaynar. Soğuk kaynamanın engellenmesi için, çoğunlukla organik bileşikler öğütme kabına ilave edilir. Genellikle stearik asit, hekzan, metanol veya alkol, işlem kontrol etkeni olarak, öğütülen toz miktarının ağırlıkça %1-5 oranında kullanılır. Gevrek malzemelerin öğütülmesinde işlem kontrol etkenlerinin kullanılmasına gerek yoktur (Gaşan 2008).

Öğütme sıcaklığı, finalde elde edilen tozun özelliklerini etkileyen diğer bir önemli değişkendir. Bazı tür malzemeler için öğütme sıcaklığının yapıyı değiştiren etkisi olmaktadır (Suryanarayana 2001).

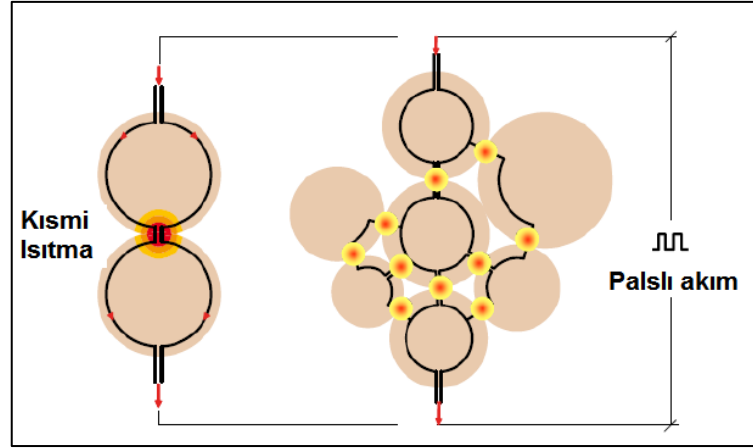
3.2. Spark Plazma Sinterleme (SPS)

Spark Plazma Sinterleme (SPS) veya diğer adı ile Pulsalı Elektrik Akımı İle Sinterleme (PECS), tozları, kütle formuna getirmek için düşük atmosferik basınçta ve yüksek hız ile birbirlerine kaynatabilmek için tek eksenli kuvvet uygulanarak ve pulsalı (on-off) doğru akım kullanılarak yapılan işlemdir. Isıtma için uygulanan bu direkt yöntem, çok yüksek ısıtma ve soğutma hızları tatbik edilmesine imkân vermekte ve tane büyümesine yol açan diğer difüzyon mekanizmalarına göre daha yüksek yoğunluk sağlanması mümkün olmaktadır (Şekil 3.3). Ayrıca bu yöntem sayesinde nano tozların özelliklerini değiştirmeden tam dolu (boşluksuz) malzeme üretimi sağlanabilmektedir (Suarez, M. vd., 2013).



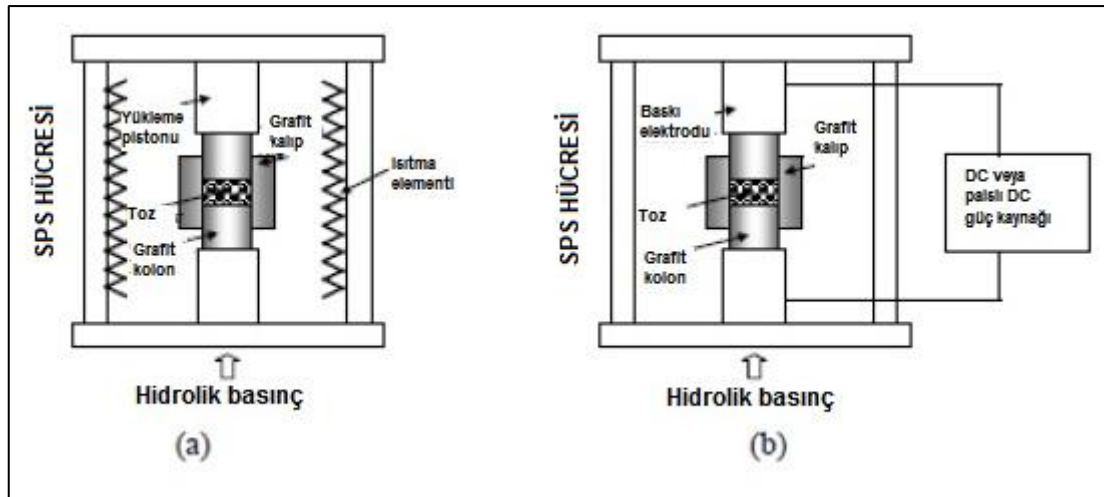
Şekil 3.3. Sinterleme sırasında malzeme transferi

SPS yönteminde, ısı enerjisi, tüm malzeme hacmi üzerinde makroskopik boyutta homojen olarak yayılmak yerine, mikroskobik ölçekte sinterleme için tam gereken yerlere yani parçacıkların temas noktalarına uygulanır. Bu nedenle SPS, hızlı sinterleme yöntemi olarak kabul edilir (Şekil 3.4). Bu oluşum daha az tane büyümesi ve tozun ayrışması sonuçlarını doğurduğu için sinterleme açısından tercih edilen bir prosestir (Suarez, M. vd., 2013).



Şekil 3.4. Mikroskopik ölçekte enerji dağılımı

SPS yöntemi , sıcak presleme (HP), sıcak izostatik presleme (HIP) veya atmosferik fırın gibi geleneksel sinterleme yöntemlerine göre, işlem kolaylığı, sinterleme enerjisinin hassas biçimde kontrolü, yüksek sinterleme hızı, hızlı biçimde yeniden üretime hazırlama, güvenilirlik ve iş emniyeti gibi hususlarda üstünlüğe sahiptir. Bazı açılardan aynı detaylara sahip olan HP ve SPS, bir güç kaynağından elde edilen elektrik akımının uygulanması yönü ile değerlendirildiğinde, SPS yönteminin çok daha hızlı ve etkin bir ısıtma sağladığı görülmektedir (Şekil 3.5) (Suarez, M. vd., 2013).



Şekil 3.5. Sinterleme yöntemlerinin şematik gösterimi (a) HP, (b) SPS

Geleneksel sinterleme tekniklerinde, tozun bulunduğu hücre, kapalı bir fırın içinde dış ısıtma elemanları kullanılarak radyasyonla ve mümkün olan durumlarda soy gazların konveksiyonu ile ısıtılır. Dolayısı ile tozun ısıtılması için gereken ısı enerjisi, içinde tozun bulunduğu kabın dışarıdan ısıtılması ve buradan kondüksiyonla toza iletilmesi yolu ile gerçekleşir. Bu yöntemin sonucu olarak ısıtma işlemi yavaştır ve saatler sürmektedir. İlaveten, ısı enerjisinin büyük bölümü gereksiz yere tüm hacmi ısıtmak için kullanılarak ziyan edilmekte ve asıl ısıtılmak istenen kısım, ısı enerjisini ısıtılmış olan dış bölümden dolaylı olarak almaktadır. SPS yönteminde bu durumun tersine ısı enerjisi etkin biçimde kullanılmakta, elektriksel olarak yalıtılmış durumdaki toz üzerine palslı elektrik akımı uygulanarak işlem gerçekleştirilmektedir (Suarez, M. vd., 2013).

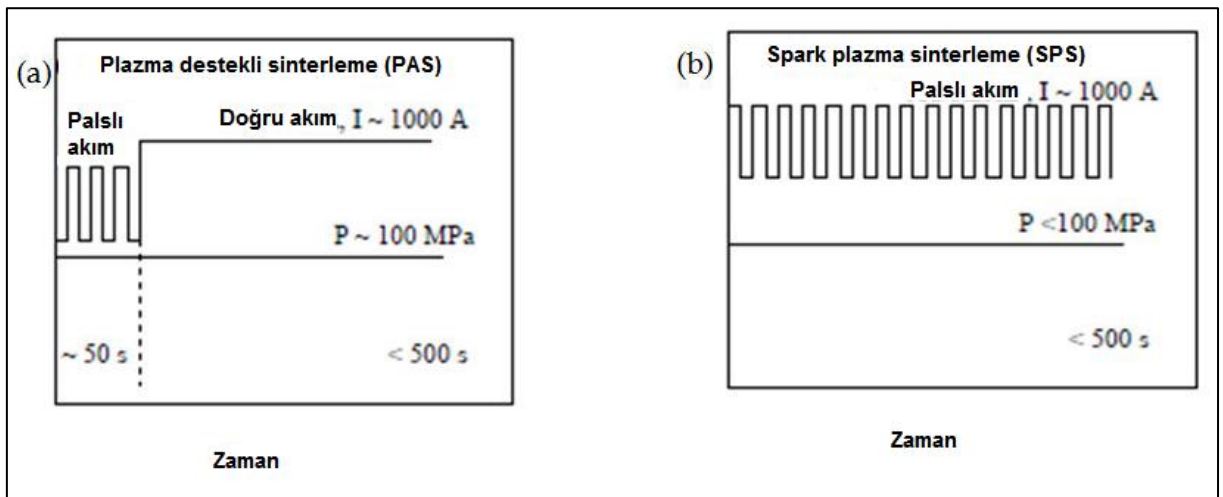
Bununla birlikte, SPS yönteminde toz parçacıklarının elektriksel iletkenliğinin uygun olması ve sıcaklık dağılımının homojenliğinin sağlanmasının çok önemli olduğu akılda tutulmalıdır. SPS yönteminde, elektrik akımı, tozun niteliğine ve özelliklerine bağlı olarak değişik şiddette ve dalga formunda olmalıdır. Homojen bir sinterleme davranışı elde edebilmek için, tozun içinde sıcaklık farklılığının minimum düzeyde tutulması gereklidir. Toz içinde sıcaklık dağılımını düzgün seviyede tutabilmek için en önemli parametreler, toz parçacıkları arasındaki elektrik iletkenliği, kalıp cidar kalınlığı ve grafit elektrot ile toz partikülleri arasında elektriksel iletkenliğini garanti altına almak için kullanılması gereken grafit kağıtların varlığıdır (Suarez, M. vd., 2013).

Sinterlemeye yardımcı olarak dışarıdan elektrik akımı uygulama yöntemi, ilk olarak 1933 yılında Taylor tarafından, sıcak presleme uygulanan semente karbür malzemeye elektrik akımı verilerek uygulanmıştır (Taylor, G.F., 1933).

Takiben Cremer, 1944 yılında bakır, bronz ve pirinç malzemeyi bir direnç kaynağı makinasında birleştirme yöntemi üzerine patent almıştır (Cremer, G.D., 1944). Elektrik akımı kullanılarak metalik malzemelerin yüksek yoğunlukta (teorik yoğunluğunun %90'ından fazla) birleştirilmesi için elektrik deşarj yönteminin kullanılması konsepti 1960'larda Inoue tarafından önerilmiştir. Inoue'nin açıklamalarına göre, SPS ilk aşamalarında düşük ergime sıcaklığına sahip metaller (bizmut, kadmiyum, kurşun, kalay, vs.) ve daha sonraki aşamalarında ise yüksek ergime sıcaklığına sahip metaller (krom, molibden, tungsten) için efektifir (Inoue, K., 1965). ABD'de Lenel 1955 yılında metalleri

sinterlemek için punta kaynak makinası kullanmıştır. Sürekli palslı akım uygulamanın yanında bazı araştırmacılar, bir kondansatör gurubundan tek seferde bir dalga halinde akım uygulamayı araştırmışlardır. 1970'lerin sonunda Clyens vd. ve 1975'te Geuzin vd. elektrik deşarjı ile birleştirme (EDC) veya elektrik deşarjı ile sinterleme (EDS) yöntemleri üzerine çalışma yapmışlardır. Bütün bu yöntemlerde, elektriksel olarak iletken tozlar bir elektrik güç kaynağından yararlanılarak malzemenin parçaları arasındaki geçiş direncinden akım geçmesi sırasında ısınması (Joule ısınması) prensibinden yararlanmıştır (Suarez, M. vd., 2019).

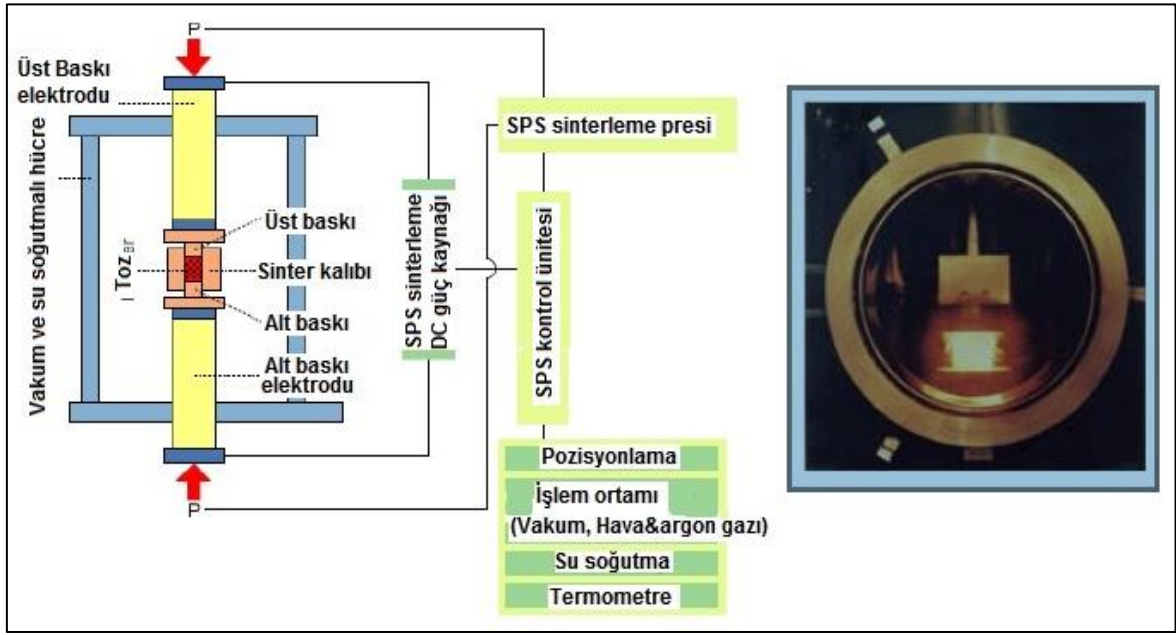
1990 yılında, Sumitomo Ağır Sanayi firması, elektriksel iletken grafit elektrotlar ve grafit kalıplar kullanan ilk ticari plazma ile destekli sinterleme (PAS) ve spark plazma sinterleme (SPS) makinalarını üretmiştir. Bu makinaların dikkat çeken bir özelliği de iletken malzemelere ek olarak yalıtkan malzemelerde de yüksek yoğunluk elde edilebilmesi olmuştur. PAS yönteminde, palslı elektrik akımı, normalde oda sıcaklığında işlemin başlangıcında kısa bir süre için uygulanır, ardından sabit değerinde bir doğru akım işlemin geri kalan süresi boyunca tatbik edilir (Şekil 3.6). Bu yöntem genelde literatürde "tek palslı çevrim prosesi" olarak adlandırılır. SPS yönteminde ise, palslı doğru akım, işlemin başından sonuna kadar tekrarlayan biçimde uygulanır (Şekil 3.6). Bu yöntem ise "çok palslı çevrim prosesi" biçiminde isimlendirilir (Suarez, M. vd., 2019).



Şekil 3.6. Sinterleme teknikleri

Tipik SPS yönteminin temel konfigürasyonu Şekil 3.7'de gösterilmiştir. Sistem şu birimlerden oluşur; düşey eksenden basınç uygulama imkanı olan bir SPS sinterleme

makinası, üzerinde su soğutma ünitesi bulunan özel enerji ünitesi, su soğutmalı vakum hücresi, atmosfer kontrol birimleri, vakum ünitesi, özel sinterleme DC palslı akım jeneratörü ve SPS kontrol ünitesi. Sinterlenecek toz, kalıp içinde, alttan ve üstten elektrodlar tarafından sıkıştırılarak tutulur. Basınç altında ve elektrik akımı uygulanması ile sıcaklık kısa sürede ortam sıcaklığının 1000-2500 °C üzerine çıkar ve bu yolla birkaç dakika içinde yüksek kalitede sinterleme elde edilir (Tokita, M., 2013).



Şekil 3.7. SPS sistem konfigürasyonu ve vakum hücresi

SPS prosesi elektrik ark deşarjı olayına dayanmaktadır. Bu işlemde, düşük gerilime sahip palslı akım, çok kısa bir sürede yüksek miktarda enerji ile spark plazmayı oluşturur ve bu plazma, parçacıklar arasında optimum ısı ve elektrolitik difüzyonu oluşturacak biçimde birkaç dereceden birkaç onbin dereceye çıkaracak biçimde tam istenen yerde ısınmayı sağlar. SPS sinterlemede, geleneksel sinterleme yöntemlerine göre 200 ila 500 °C daha düşük olmak üzere düşük sıcaklıklardan 2000 °C ye kadar olan sıcaklık değerleri kullanılır. Sıcaklığın yükselmesi ve istenen sıcaklıkta tutma süreleri de dahil olmak üzere, buharlaşma, ergime ve sinterleme işlemlerinin tamamı 5 ila 20 dakika arasında tamamlanır. SPS işleminin etkileri üzerine birkaç açıklama biçimi önerilmektedir (Suarez, M. vd., 2019).

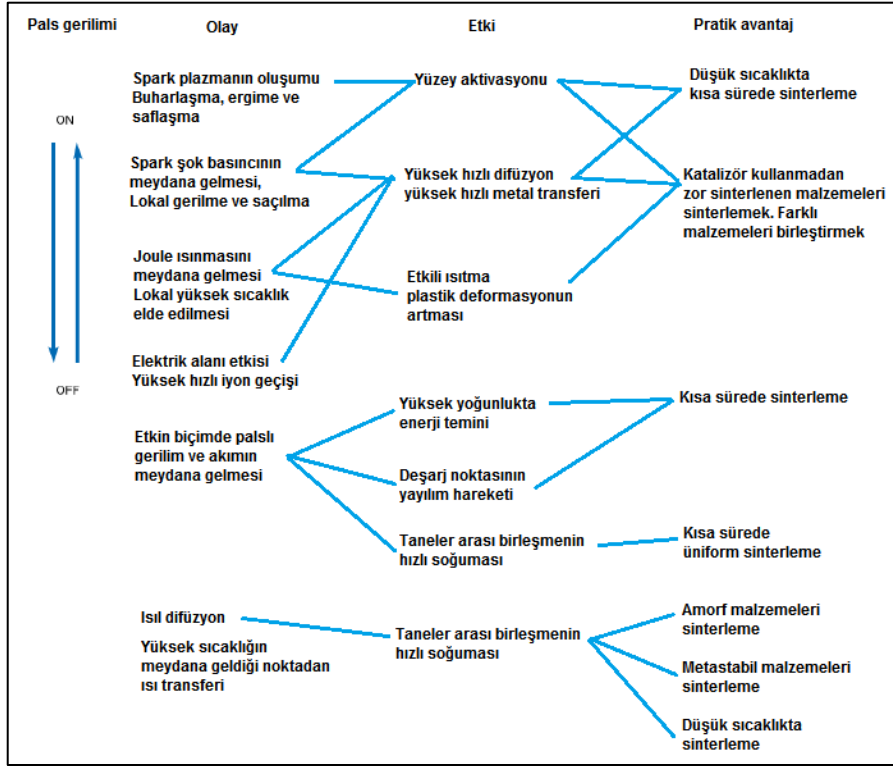
Başlangıçta Inoue ve SPS mucitlerinin belirttiği üzere, palslı akımın ürettiği arklar ve partiküller arasında gerçekleşen plazma deşarjları bu yönteme spark plazma sinterleme ve plazma etkisi ile sinterleme isimlerinin verilmesine neden olmuştur (Inoue, K.). Bu kişilerin düşüncesine göre, temas halindeki partiküller arasında meydana gelen ark deşarjları sırasında oluşan iyonizasyon, “impulsif basınç” etkisi yaratarak temas eden atomlar arasındaki difüzyonu kolaylaştırmaktadır. Groza et al. 1999’da, partiküller arasında oksidasyona uğramamış tane sınırları görmesinin sonucunda, palslı akımın partikül yüzeylerini temizleyici etkisinin olduğunu öne sürmüştür. Bu durumun plazma sayesinde olup olmadığı henüz araştırmacılar tarafından doğrulanmamıştır. SPS prosesinde plazma etkisi hakkında karar vermemize yetecek seviyede veri henüz mevcut değildir. Plazma deşarjının meydana gelip gelmediği henüz tartışma aşamasındadır, fakat mikroskobik seviyede rastgele elektrik deşarjlarının meydana geldiği giderek daha geniş bir çevre tarafından kabul edilmektedir (Grozaa, J.R. ve Zavaliangos, A., 2000).

Conrad tarafından yapılan elektroplastik olay çalışmalarında, metal tozlarının bir elektrik alan içinde daha düşük akma mukavemetine sahip oldukları gözlenmiştir (Conrad, H., 2002).

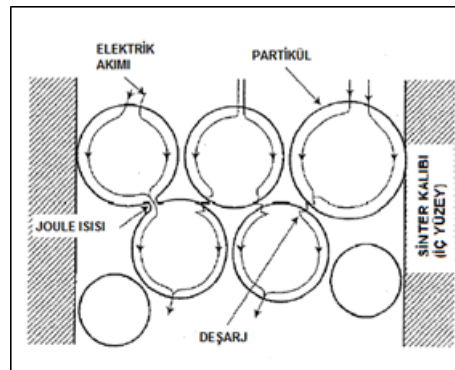
Elektrik akımının partiküllerden birbirlerine geçmelerinin sonucu meydana gelen Joule ısınması, mekanik basınç altındaki partiküllerin kaynamasına yardım etmektedir. Partiküllerin temas noktalarında yoğun bir Joule ısınması, genellikle metalin kaynama noktasına kadar ısınmasını sağlar ve yerel olarak buharlaşmaya ya da yüzeyin temizlenmesine yol açar ve bu olay sayesinde elektrik akımı en uygun yolu takip eder (Tiwari, D. vd., 2009).

On-Off, DC palslı akım sayesinde (1) spark plazma, (2) Spark şok basıncı (3) Joule ısınması ve (4) Elektriksel alan difüzyon etkisi meydana gelir (Çizelge 3.1).

Çizelge 3.1. ON-OFF doğru akımın etkileri

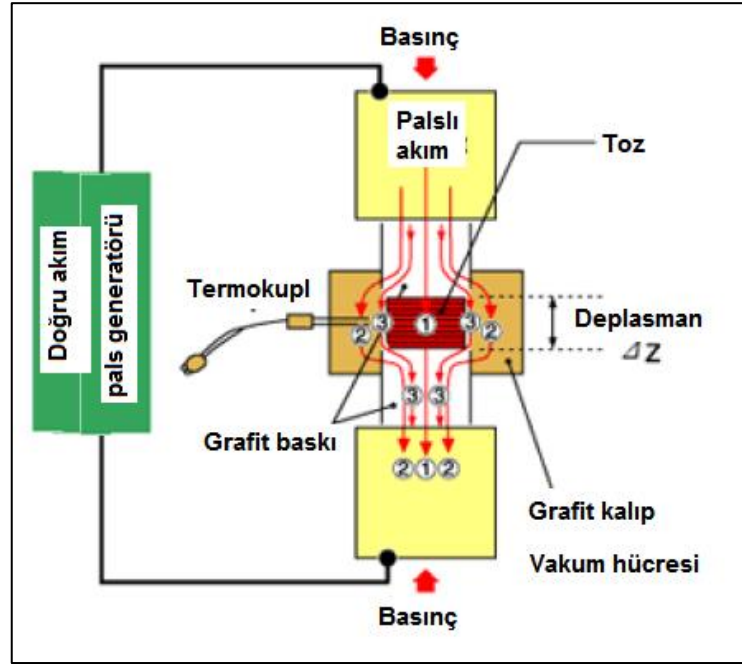


SPS prosesinde, partikül yüzeyleri, geleneksel elektrikli sinterleme yöntemlere göre daha kolaylıkla temizlenebilir ve aktive edilebilir. Böylece malzemenin mikro ve makro seviyede transferi teşvik edilmiş olur. Dolayısı ile düşük sıcaklıkta yüksek kalitede sinterleme, geleneksel yöntemlere göre daha kısa sürede elde edilebilir. Şekil 3.8’de, sinter kalıbının içinde puls akımının partiküller arasında nasıl yol aldığı gösterilmektedir (Tokita, M., 2013).



Şekil 3.8. Partiküller arasında pulslı akımın geçişi

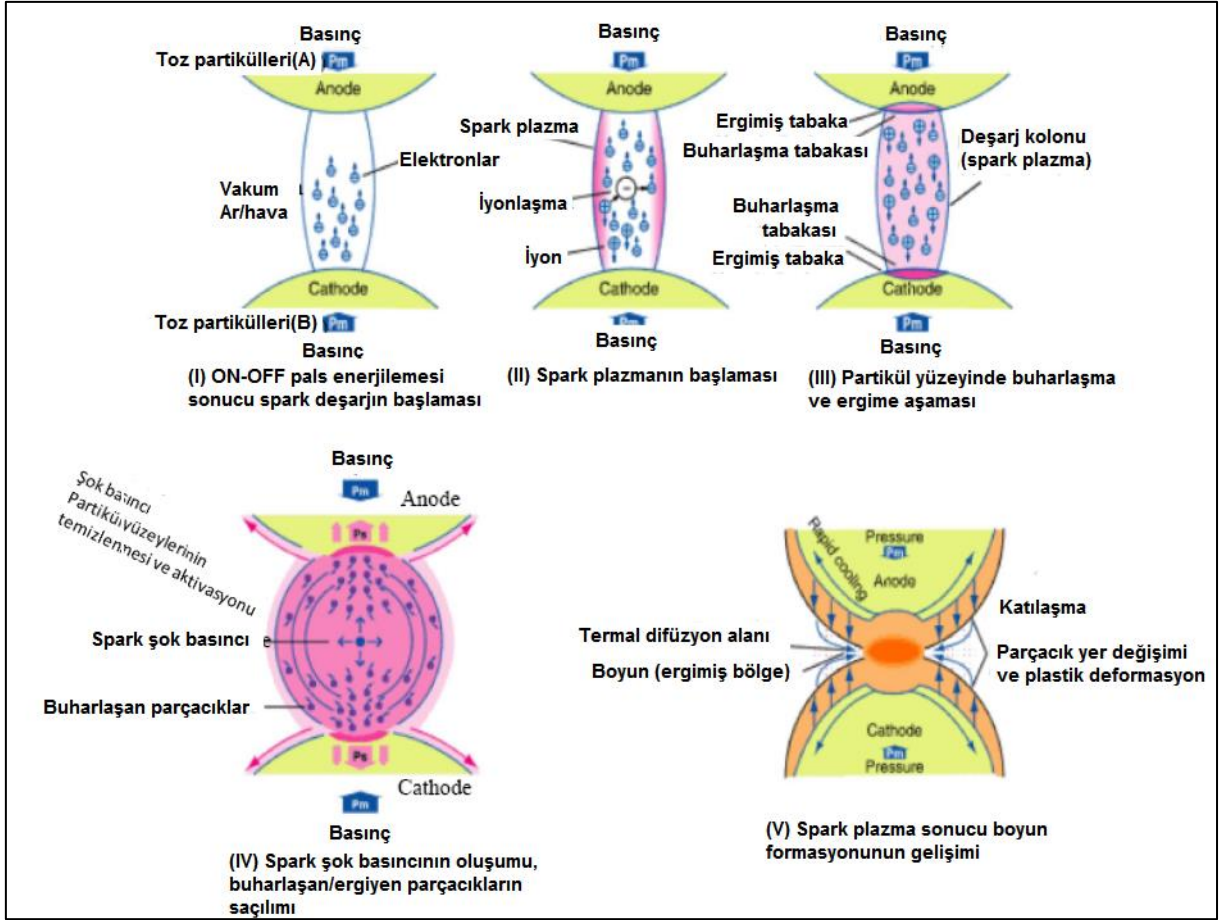
SPS prosesi, sinterlenecek tozun partiküllerine özel bir palslı akım jeneratöründen elde edilen ON-OFF doğru akım palslı gerilim ve akımı uygulayarak gerçekleştirilen bir elektrikli sinterleme tekniğidir (Şekil 3.9). Yukarıda açıklanan sinterlemeye katkı sağlayan unsurlara ek olarak, sinterlemenin ilk aşamasında partiküller arasında deşarjlar meydana gelmektedir.



Şekil 3.9. ON-OFF palslı akımın SP sinterleme makinası içinden geçişi

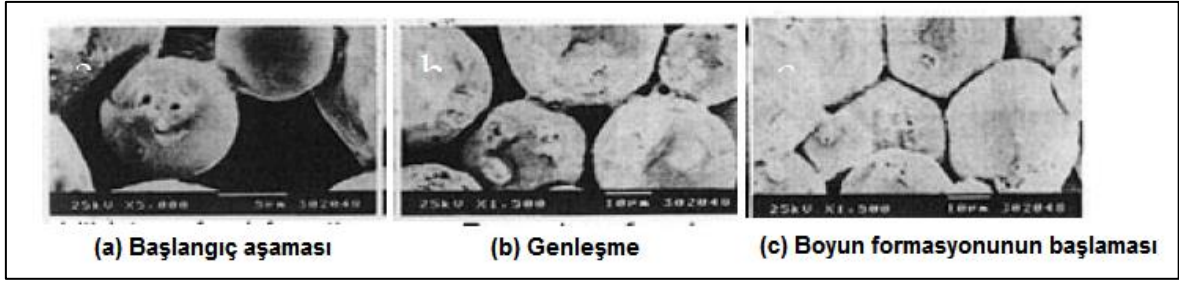
Spark plazma etkisi ile yüksek sıcaklıkta saçılma olayı ve spark şok basıncı, toz partiküllerinin yüzeyinde mevcut olan emili gazları ve impürileri yok eder. Elektrik alanı, iyonların yüksek hızlı yer değiştirmelerine bağlı olarak yüksek hızlı difüzyona yol açar (Tokita, M., 2013).

Partiküller arası boşlukta ya da temas noktalarında ark deşarjı meydana geldiğinde aniden lokal olarak birkaç onbin derecelik sıcaklık durumu (deşarj kolonu) meydana gelir. Bunun sonucunda, SPS prosesinde, partiküllerin yüzeyinde buharlaşma ve ergimeler oluşur. Devamında da temas noktalarında “boyun” formları meydana gelir. Şekil 3.10’da spark plazma sonucu meydana gelen “boyun” formasyonunun temel mekanizması görülmektedir (Tokita, M., 2013).



Şekil 3.10. SP ile meydana gelen boyun formasyonunun temel mekanizması

Şekil 3.11a'da, plazma içindeki arklar (sparks) nedeni ile meydana gelen boyun formasyonunun başlangıcı görülmektedir. Oluşan ısı, spark deşarj kolonunun merkezinden parçacık yüzeyine derhal akmakta ve parçacıkların eklendiği kısım hızla soğumaktadır. Çok sayıda boyun formasyonunun görüldüğü Şekil 3.11b'de, pals enerjileme yöntemi sonucunda, spark deşarjları bir parçacıktan diğerine atlayarak devam etmektedir. Tek bir parçacığın dahi komşu diğer parçacıklarla arasında çok sayıda deşarj ve sonucunda boyun noktası oluştuğu görülmektedir. Şekil 3.11c'de ise, sinterlemenin ilerleyen aşamasında SPS sinter tane sınırının plastik deformasyon sonucunda aldığı şekil gösterilmektedir (Suárez, M. vd., 2019).



Şekil 3.11. SPS sinterleme aşamaları

3.3. Bor Katkısı

Bor elementinin çelik yapı üzerindeki etkileri literatür araştırması bölümünde belirtildiği biçimde bilinmektedir. Düşük miktarlarda bor katkısı, sinterleme prosesinde boşluk azaltıcı ve dolayısı ile yoğunluğu yükseltici etkiye sahiptir. Chris Schade vd. tarafından yapılan çalışmada, borun yapıya element olarak ya da ön alaşımlandırma yöntemi ile katılması durumlarının her ikisinde de düşük ergime sıcaklığına sahip ötektik oluşturarak sıvı faz sinterlemeyi mümkün hale getirdiği açıklanmaktadır (Schade, C. vd., 2005).

Bor katkısı ile çeliklerin aşınma dirençlerinin yükseldiği ve sertliklerinin arttığı yaygın kabul görmüş bilgidir.

Bor elementi, kontrollü olarak ve düşük miktarlarda (bu çalışma kapsamında ağırlıkça %1 den daha az) çelik yapıya sinterleme yolu ile katıldığında sıvı faz oluşumunu sağlamakta, poroziteyi azaltmakta ve bu yolla yüksek yoğunlukta katı iç yapı oluşumunu mümkün kılmaktadır.

Tez çalışmasının konusu olan tıbbi medikal kesici cihazların, daha önceki bölümlerde açıklanan özelliklerini iyileştirme bağlamında, bor elementinin halen başarı ile kullanılan AISI 420 martenzitik paslanmaz çelik yapısına iyileştirici özellikler sağlayacağı düşünülmüştür. Bu çalışmanın literatür özeti kısmında detaylandırıldığı gibi; A. Szweczyk-Nykiel (Szweczyk-Nykiel, A., 2014), Farid Akhtar (Farid Akhtar 2007), Truong Doa (Doa, T. vd., 2017), Chris Schade (Schade, C. vd., 2005), J.A. Cabral Miramontes ve diğer araştırmacılar tarafından paslanmaz çeliklere bor eklenerek sinterleme yöntemi ile malzeme üretilmesi yolu ile mekanik ve tribolojik özelliklerde iyileştirme sağlanmıştır. Bu

olumlu sonuçların elde edilmesinde başlıca, sıvı faz elde edilmesi ve tane sınırlarında M₂B borürlerin çökmesi mekanizmalarının rol aldığı anlaşılmaktadır.

3.4. Termodinamik Hesaplamalar

AISI 420 paslanmaz çeliğe bor elementi ilavesi ile alaşımda meydana gelecek değişimlerin deneysel çalışmalar paralelinde ve bu amaçla geliştirilmiş bir yazılım kullanılarak öngörülmesi amacıyla ThermoCalc 2017b yazılımı ve TCFE9 veritabanı kullanılmıştır. Bu yolla, AISI 420 malzemeye değişik oranlarda bor elementi ilavesi durumunda katılaşma simülasyonları ve faz diyagramlarının hesaplanması sağlanmıştır. Bu konuda yapılan çalışmalar “Deneysel Çalışmalar” bölümünde detaylı biçimde verilmiştir.

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Tez kapsamında AISI 420 paslanmaz çelik malzemenin bor elementi katkısı ile mekanik karıştırma ile hazırlanması ve SPS yöntemi kullanılarak üretilmesi gerçekleştirilmiştir. Farklı oranlarda bor elementi içeren numuneler katkısız olarak üretilen referans numune ile sertlik, aşınma, mikroyapı özellikleri açısından mukayese edilmiştir. Çalışmanın devamında, mekanik ve tribolojik açıdan başarılı olacağı tespit edilen malzeme yeterli miktar ve geometride üretilerek laboratuvar dışı test çalışmalarında kullanılmıştır. Bu amaçla laboratuvarında üretilen bor katkılı AISI 420 malzemenin matkaplar üretilmiş ve insan kemiğine biyolojik açıdan yeterince benzer olduğu bilinen kemikler üzerinde delme, aşınma ve ısınma testleri gerçekleştirilmiştir. Bu bölümde deneysel çalışmaların yapılmasında izlenen yol, kullanılan malzeme ve cihazlar anlatılmıştır.

4.1. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Malzemeler

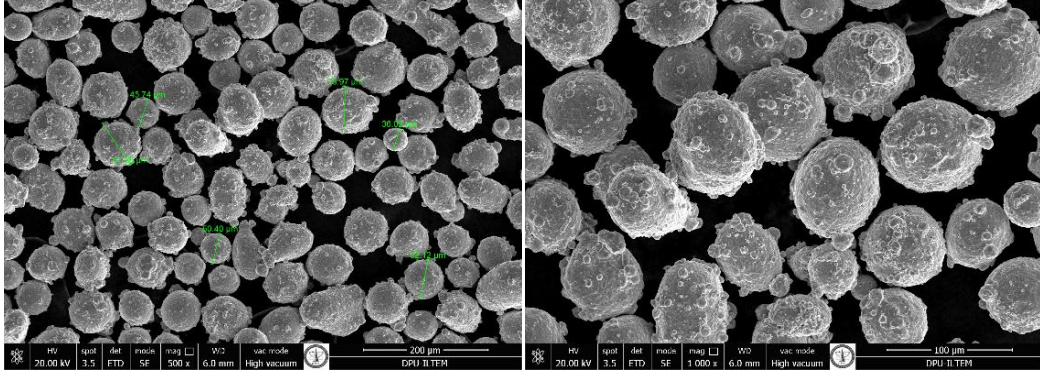
Çalışmaların temelini AISI 420 paslanmaz çelik malzeme oluşturmaktadır. Deneysel çalışmalarda oluşabilecek harici etkilerin veya yapıda bulunan katışkı elementlerin etkilerine dönük sorun olmaması açısından saflığı garanti edilen toz malzeme temin edilmiştir. AISI 420 paslanmaz çelikler 3 grupta üretilmektedir, bunlar; AISI 420A 1.4021 veya X20Cr13, AISI 420B 1.4028 veya X30Cr13 ve AISI 420C 1.4034 veya X46Cr13'tür. Bu çalışma kapsamında AISI 420A malzeme kullanılmıştır, tez içinde AISI 420 olarak gösterilmiştir. AISI 420 malzemenin teorik yoğunluğu $7,75 \text{ gr/cm}^3$ 'tür.

Deneysel çalışmalarda kullanılan ve Sandvik-Osprey firmasından temin edilmiş olan AISI 420 paslanmaz çelik tozunun nominal kimyasal bileşimi Çizelge 4.1'de verilmiştir.

Çizelge 4.1 Kullanılan AISI 420 paslanmaz çelik tozunun kimyasal bileşimi (%).

	Fe	Cr	Mn	Si	C	P	S
Nominal	Balans	12-14	<1	<1	0,15-0,40	0,04	0,03
Kullanılan	Balans	13,1	0,8	0,9	0,4	0,011	0,007

Deneyleerde kullanılan, küresel partiküllerden oluşan AISI 420 kalite martenzitik çelik toza ait SEM görüntüsü Şekil 4.1’de verilmiştir.



Şekil 4.1 Sandvik-Osprey AISI 420 malzemeye ait SEM görüntüsü.

Şekil 4.1’de görüldüğü gibi deneyleerde kullanılan AISI 420 paslanmaz çelik malzeme büyük ölçüde homojen dağılımlı ve küresel partiküller halindedir. Bu durum mekanik karıştırma aşaması için önem arz etmektedir.

Bor, periyodik tabloda “B” simgesi ile gösterilen, atom numarası 5, atom ağırlığı 10,81 g/mol, yoğunluğu 2,34 gr/cm³, ergime noktası 2.200 °C ve kaynama noktası 4.002 °C, siyah renkte olan metalle ametal arası yarı iletken özelliğe sahip bir elementtir (Anonim, 2018). Literatür özetinde belirtildiği gibi bor katkısı ile AISI 420 malzemenin mekanik ve tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi amaçlanmıştır. Paslanmaz çeliklerde bor katkısı ile yoğunluğun arttığı ve ergime sıcaklığının düştüğü, buna bağlı olarak porozitenin azaldığı bilinmektedir. Tez kapsamında kullanılan bor elementi Alfa Aesar firmasından temin edilmiştir. Elementin özellikleri Çizelge 4.2’de verilmiştir.

Çizelge 4.2. Deneyleerde kullanılan bor elementinin özellikleri

FİZİKSEL ÖZELLİK	DEĞER
Atomik kütlesi	10.811
Ergime noktası	2200 °C
Kaynama noktası	4002 °C
Termal genişleme katsayısı	0.0000083cm/cm/ °C (0°C)
Yoğunluk	2.34/cm ³ 300 °K

4.2. Deneyleerde Kullanılan Cihazlar Ve Özellikleri

Deneysel çalışmalar mekanik karıştırma, alaşımın üretilmesi, matkap formunda takımın üretilmesi, üretilen alaşımın mekanik ve mikroyapısal karakterizasyonu ve son aşamada saha deneylelerinden oluşmaktadır. Mekanik karıştırma işlemi kontrollü atmosfer altında Fritsch marka Pulverisette model planetary bilyeli öğütücü cihazında gerçekleştirilmiştir. Cihazın resmi, kullanılan öğütme kabı ve bilyeler Şekil 4.2’de verilmiştir.

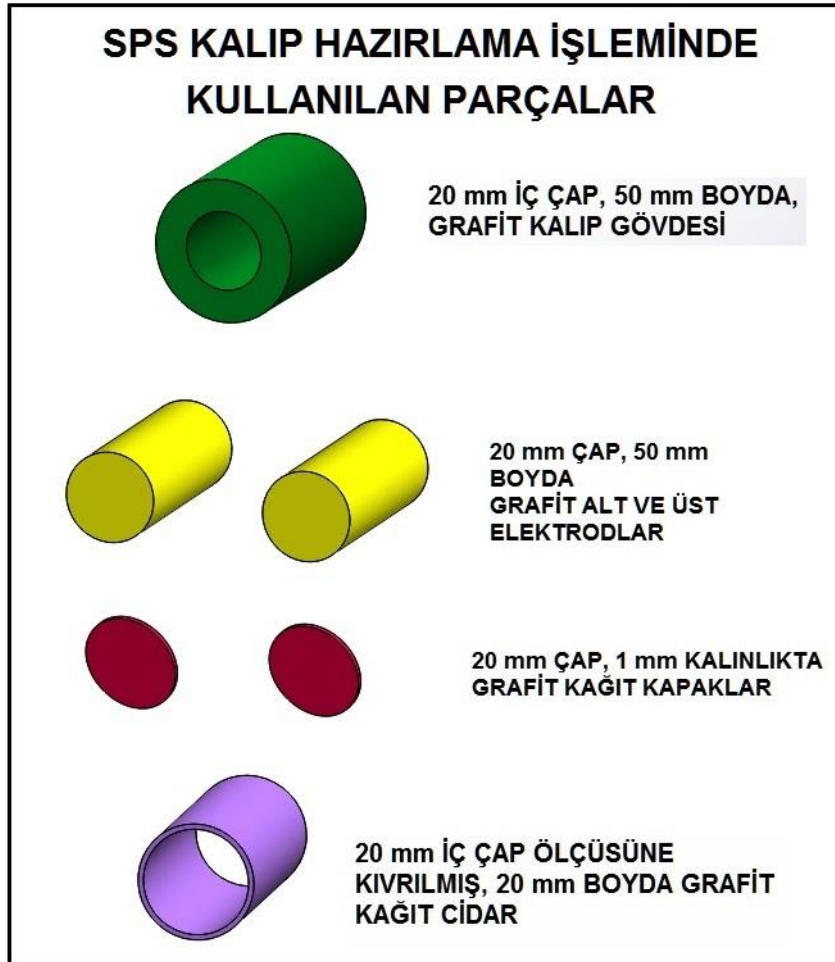


Şekil 4.2. (a) Deneyleerde kullanılan Fritsch, Pulverisette model planetary bilyeli öğütücü. (b) Öğütme kabı ve bilyeler.

Planetary bilyeli öğütücü ile hazırlanan tozlar hazırlanan kalıp içinde Şekil 4.4’de verilen geometride olacak şekilde FCT marka HPD25 model SPS cihazında sinterlenmiş olup, cihazın resmi Şekil 4.3’de verilmiştir.

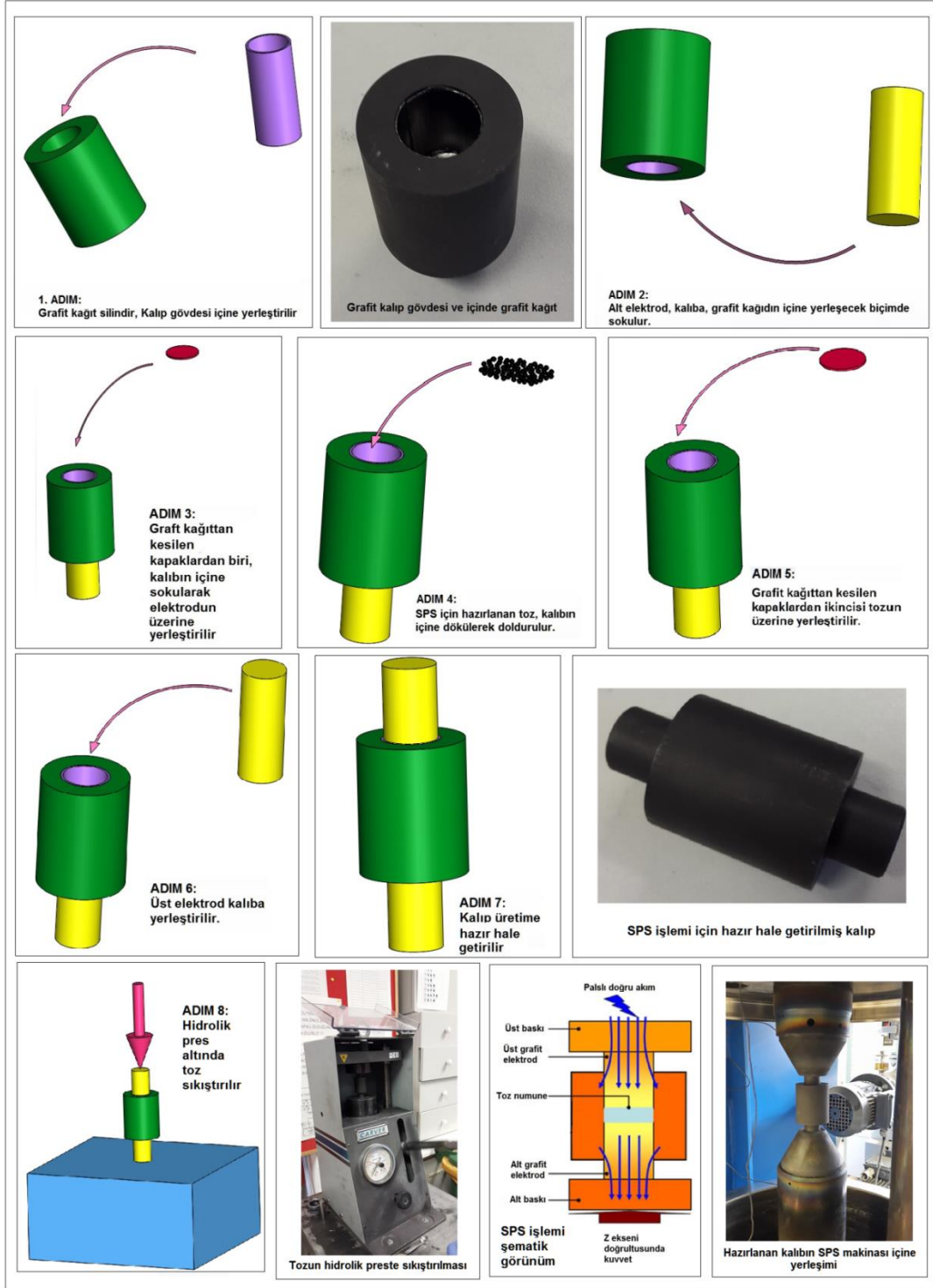


Şekil 4.3. SPS cihazı



Şekil 4.4. SPS kalıp parçaları

SPS prosesi için kalıp hazırlama işlem adımları aşağıda Şekil 4.5 te verilmiştir. Kullanılan grafit kalıp ve elektrodlar bu şemaya uygun biçimde hazırlanmıştır.



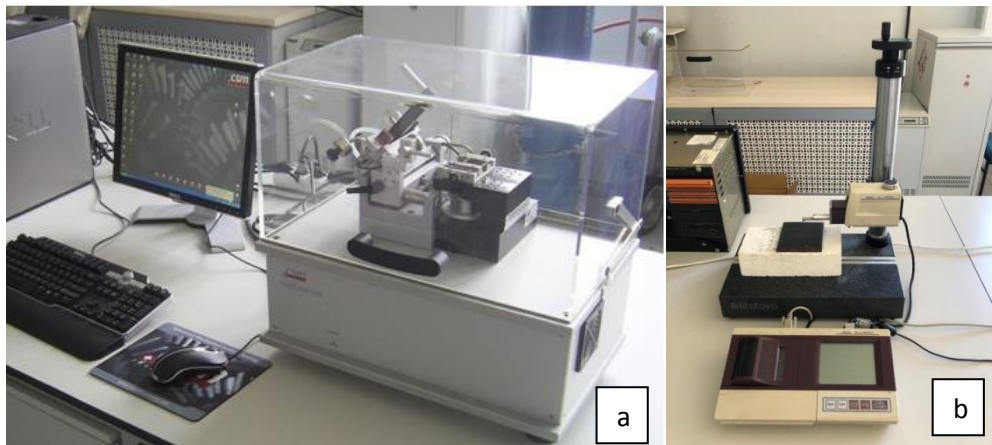
Şekil 4.5. SPS kalıp hazırlama ve prese yerleştirme adımları

Üretilen referans numunenin ve bor katkılı numunelerin sertlik ölçümleri Zwick marka, 3106 model cihazda yapılmıştır. Sertlik ölçüm cihazının resmi Şekil 4.6'da verilmiştir.



Şekil 4.6. Sertlik ölçüm cihazı (Zwick marka, 3106 model)

Hazırlanan numunelerin tümü laboratuvar koşullarında aşınma testine tabi tutulmuştur. Aşınma testleri ball-on-disk geometrisinde, CSM Instruments marka cihazda gerçekleştirilmiştir. Aşınan yüzeylerin profilleri Mitutoyo SJ400 profil ölçüm cihazında ölçülmüştür. Kullanılan aşınma test cihazının ve yüzey profil ölçüm cihazının resmi Şekil 4.7'de verilmiştir.



Şekil 4.7. (a) Deneylede kullanılan aşınma (CSM Instruments) cihazı, (b) yüzey profil ölçüm cihazı (Mitutoyo SJ 400)

Numunelerin tümü standart metalografik süreçte hazırlanmıştır. Uygun ölçülerde SPS yöntemi ile hazırlanan numuneler zımparalama ve parlatma işlemlerinden sonra optik mikroskop ve görüntü analiz sistemiyle incelenmiştir. Ardından numunelerin SEM ve EDS çalışmaları yapılmıştır. Numunelerin hazırlanmasında kullanılan metalografik cihazlar Şekil 4.8’de verilmiştir.



a

b

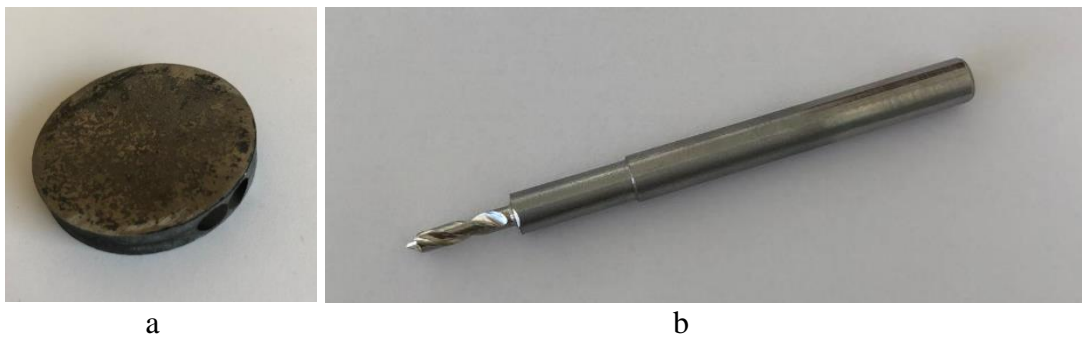
Şekil 4.8. a) Numune hazırlama sürecinde kullanılan Struers marka parlatma cihazı,
b) Numunelerin ısıl işleminde kullanılan Protherm PLF 150/9 modeli fırın

Numunelerin SEM ve EDS analizlerinde kullanılan taramalı elektron mikroskoplarının resimleri Şekil 4.9’da verilmiştir.



Şekil 4.9. Nova Nanosem marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) (a) , Jeol marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) (b)

SPS ile üretilen parçalar üzerinden tel erezyon tezgahı ile silindirik numuneler çıkarılmıştır. Bu numuneler belirlenen geometrilere, kesme açlarına uygun olarak KARCAN firmasında matkap formunda işlenmiştir. Silindirik numune kesimi ve işlenmiş olan parçaya ait örnek resim Şekil 4.10’da verilmiştir.



a

b

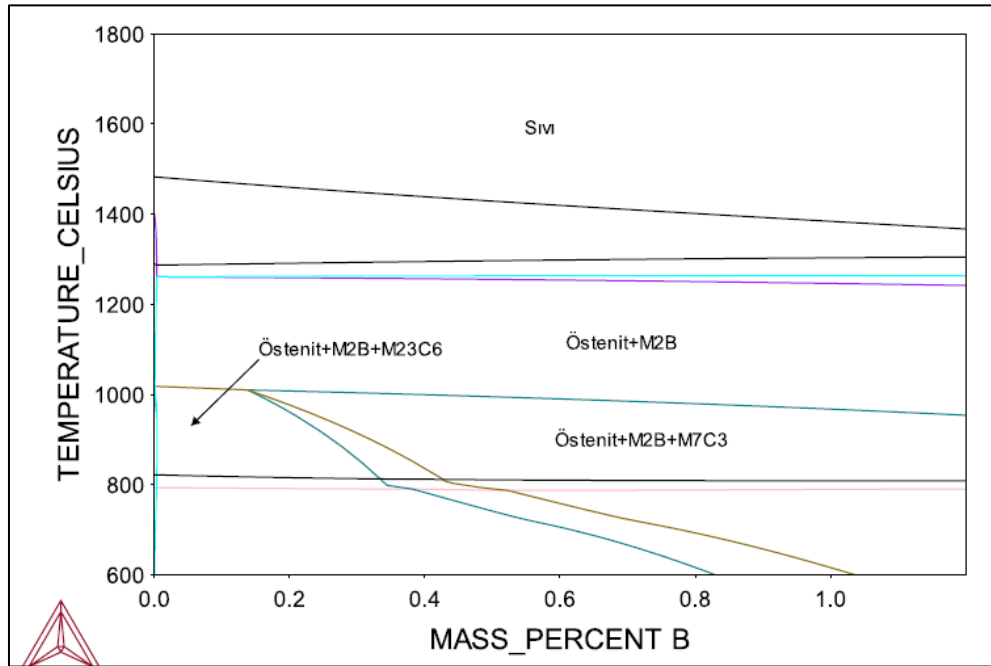
Şekil 4.10. SPS ile üretilen parçadan silindirik numune çıkarılması(a) ve matkap formu verilmiş numuneler (b).

4.3. Termodinamik Hesaplamalar

AISI 420 paslanmaz çeliğine bor elementi ilavesi ile alaşımda meydana gelecek değişimlerin öngörülmesi amacıyla ThermoCalc 2017b yazılımı ve TCFE9 veritabanı kullanılarak, %0,1, %0,3, %0,5 ve %1,0 bor ilavesi için denge durumu katılaşma simülasyonları ve faz diyagramı hesaplanmıştır.

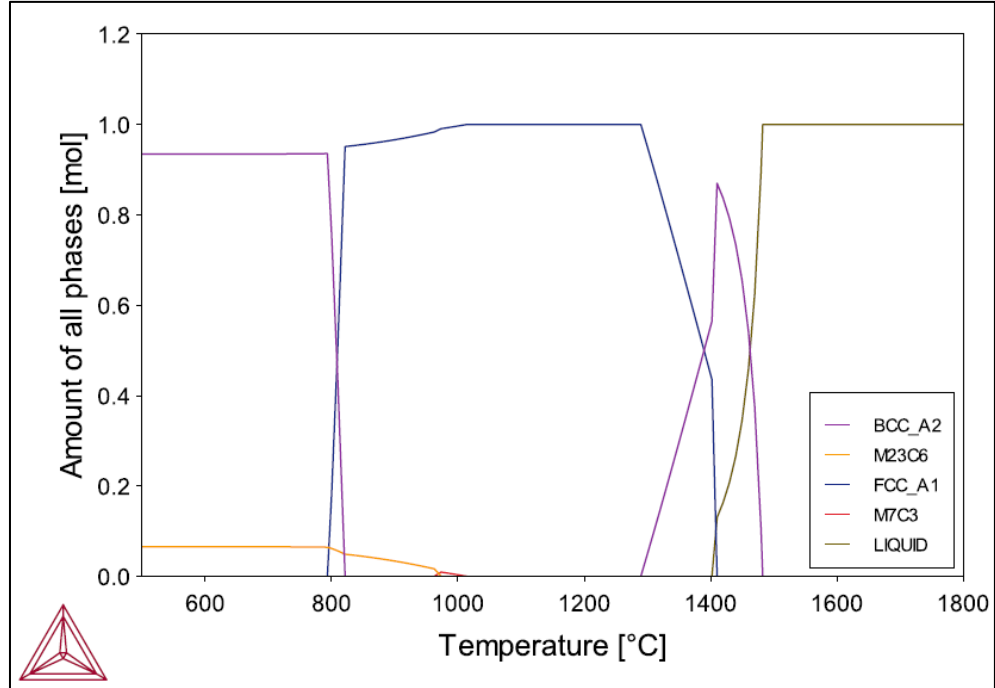
Denge durumu hesaplamalarından, SPS işleminin yapıldığı 950 ve 1050 °C’de oluşabilecek fazlar ve bu fazların miktarları hesaplanmıştır. Aynı zamanda farklı bor ilavelerinde alaşımın likidüs sıcaklığı ve fazların oluşum sıcaklıkları hesaplanmıştır.

AISI 420 + B sisteminin ThermoCalc programı yardımıyla hesaplanan faz diyagramı Şekil 4.11’de verilmiştir.

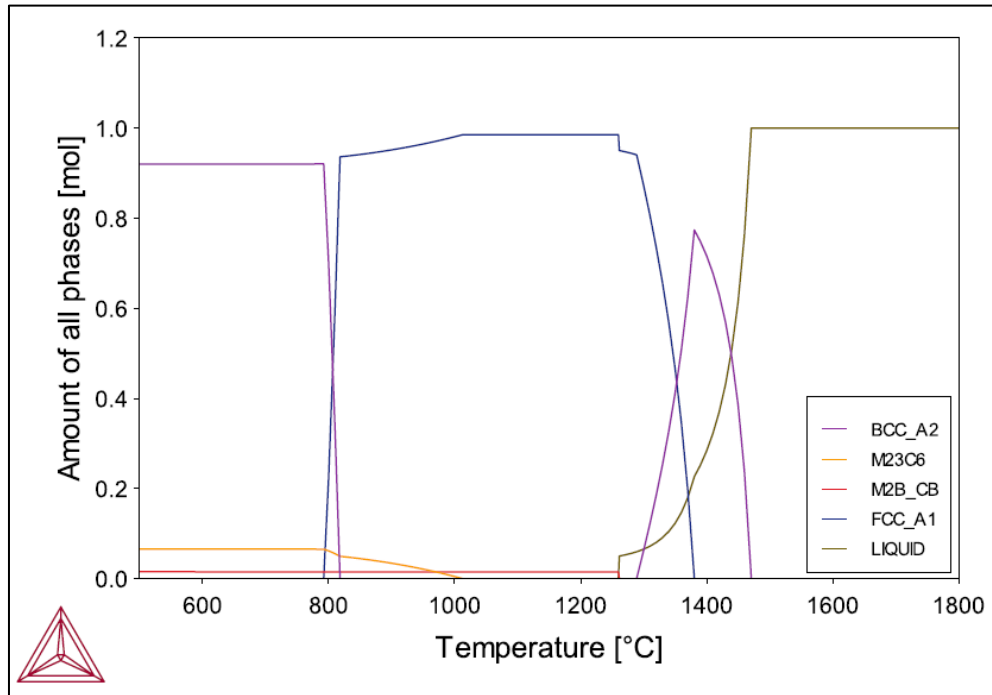


Şekil 4.11. AISI 420 + B sistemine ait faz diyagramı.

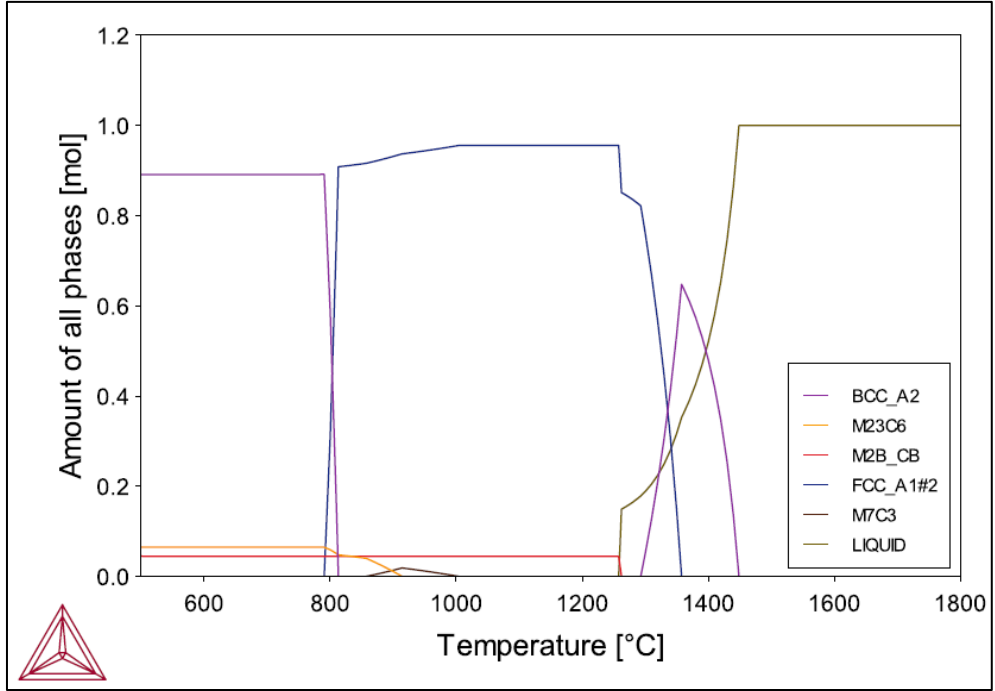
Gerçekleştirilen denge durumu katılaşma simülasyonları sonucu elde edilen diyagramlar Şekil 4.12 – 4.16’da verilmiştir.



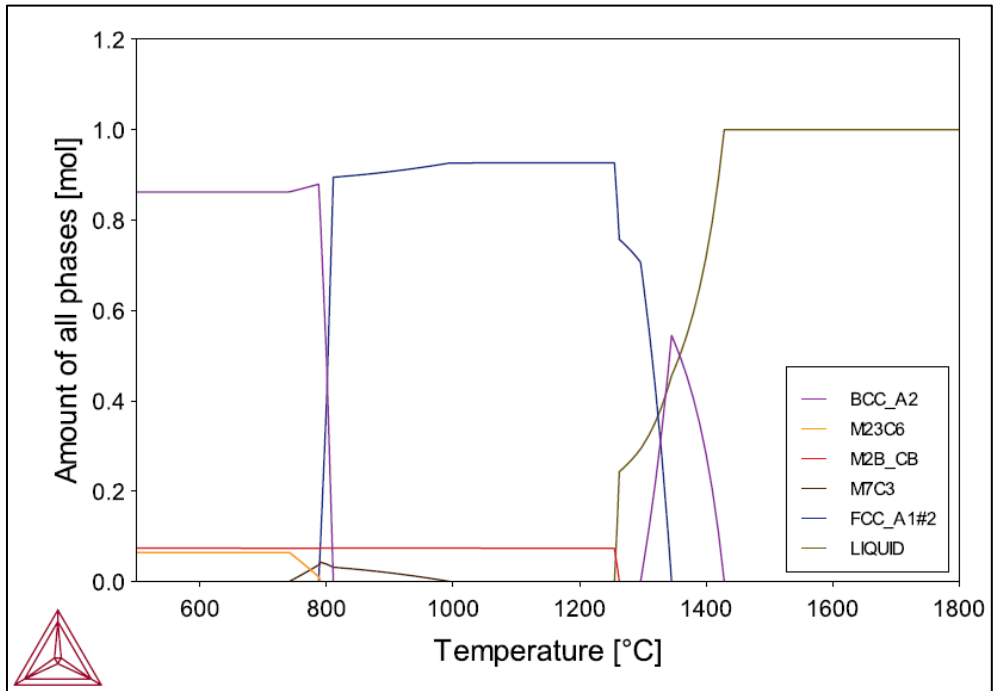
Şekil 4.12. AISI 420 alaşımı denge durumu katılaşma diyagramı.



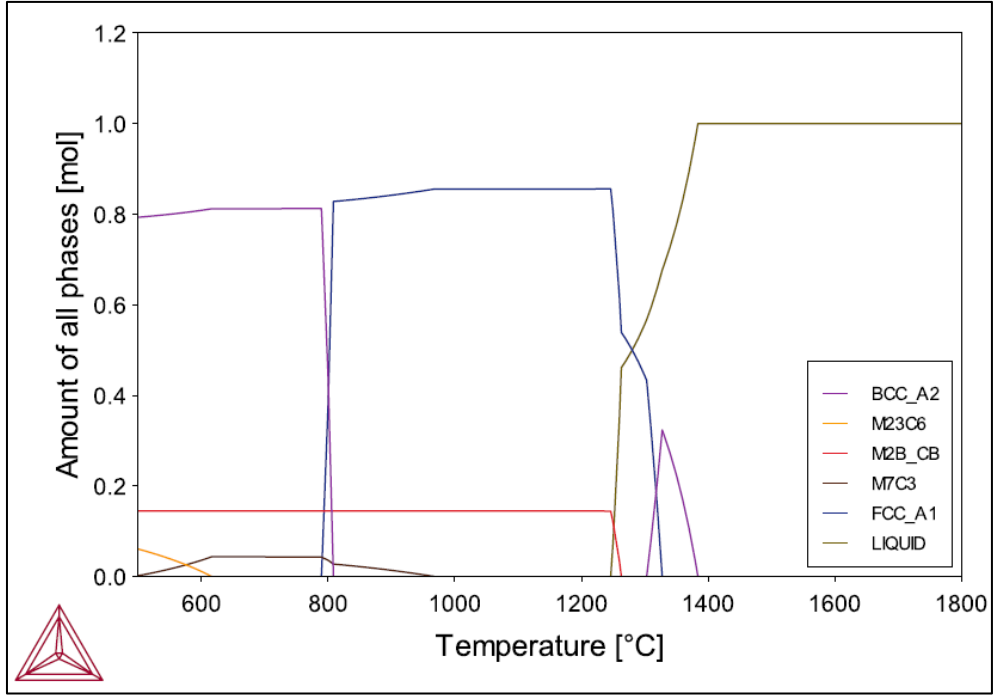
Şekil 4.13. AISI 420 + 0,1B alaşımı denge durumu katılaşma diyagramı.



Şekil 4.14. AISI 420 + 0,3B alaşımı denge durumu katılaşma diyagramı.



Şekil 4.15. AISI 420 + 0,5B alaşımı denge durumu katılaşma diyagramı.



Şekil 4.16. AISI 420 + 1,0B alaşımı denge durumu katılaşma diyagramı.

Elde edilen diyagramlardan, artan bor elementi ilave ile alaşımın liküdis sıcaklığının 1470 °C'den 1384 °C ye kadar düştüğü gözlenmiştir. Bor miktarının %0,3 değerini geçtiği durumlarda alaşımda M_7C_3 formunda yeni karbür fazının oluştuğu görülmüştür.

950 ve 1050 °C'de denge durumunda oluşan fazların miktarları Çizelge 4.3'te verilmiştir.

Çizelge 4.3. SPS sıcaklıklarında denge durumunda oluşan fazlar ve miktarları (%mol).

B miktarı Ağ. %	SPS Sıcaklığı	Östenit V%	M_7C_3 V%	$M_{23}C_6$ V%	M_2B V%
0,0	950°C	97,96	-	2,04	-
	1050°C	100	-	-	-
0,1	950°C	96,47	-	2,09	1,44
	1050°C	98,52	-	-	1,48
0,3	950°C	94,37	1,18	-	4,45
	1050°C	95,56	-	-	4,44
0,5	950°C	91,64	0,99	-	7,37
	1050°C	92,64	-	-	7,36
1,0	950°C	85,16	0,38	-	14,46
	1050°C	85,54	-	-	14,46

Çizelge 4.3'te bor miktarının artışına bağlı olarak 950 °C'de karbür miktarlarında bir miktar düşüş olduğu ve oluşan borür miktarının arttığı görülmektedir.

4.4. Deney Planı

Tez kapsamında “Bor Katkılı AISI 420 Medikal Matkap Ucu Malzemesinin Mekanik Alaşım ve SPS Yöntemi ile Üretilmesi ve Aşınma Özelliklerinin İncelenmesi” amaçlanmış ve bu amaca uygun olarak AISI 420 malzemenin bor ilavesi ile üretimi planlanmıştır. Doğrudan AISI 420 çelik malzemeye, SPS yöntemi ile medikal matkap malzemesi imal etmek amaçlı bor katkısı içeren bir çalışma olmamakla beraber alaşımın üretilmesi için seçilen öğütme süresi, bor katkı oranları literatürde yapılan diğer çalışmalar esas alınarak belirlenmiştir. Öğütme hızı ve mekanik karışma özelliklerinin daha üstün olması nedeniyle mekanik karıştırma işlemi planetary bilyeli öğütücü cihazında gerçekleştirilmiştir. Benzer şekilde üretilmesi planlanan numunelerin homojenliği ve teorik yoğunluğa yakın özellikler vermesi için sinterleme metodu olarak SPS kullanılmıştır.

Literatürde AISI 420 (Soriano), AISI 316 (Truong Doa), Martenzitik paslanmaz çelik + FeB (Farid Akhtar), 440 C martenzitik paslanmaz çelik (Prasan K. Samal) gibi bu tez çalışmasına yakın alanlarda araştırmalara rastlanmaktadır. AISI 420 paslanmaz çeliğe, toz metalürjisi yöntemleri ile ve SPS tekniğini kullanılarak bor elementinin katılması ise, spesifik olarak bu tez çalışmasının konusunu oluşturmaktadır. Çalışma sürecinde, tüm aşamalar, deney-değerlendirme-bir sonraki adım hakkında karar verme şeklinde adımlarla ilerlemiştir.

Bu bağlamda, deneyler dört aşamalı bir plan çerçevesinde sürdürülmüştür.

Birinci aşamada, mekanik alaşım için bilyeli öğütücüde uygulanacak işlem süreleri konusunda çalışma yapılmıştır. Bu amaçla yürütülen literatür araştırması sonucunda 1 saat ile 10 saat arası sürelerde öğütme işlemi uygulanması ve bu uzunluktaki öğütmeler sonucunda elde edilen tozların incelenmesi uygun bulunmuştur.

İkinci aşamada, farklı miktarlarda bor katkısı üzerine denemeler yapılmıştır. Buradan elde edilen bulgular sonucunda 7 saat öğütme süresi ve %0.5 bor katkısının amaca en uygun kombinasyon olduğu tespit edilmiştir.

Üçüncü aşamada belirtilen değerlerde hazırlanan tozlar, farklı SPS parametreleri ile sinterleme işlemine tabi tutulmuş, elde edilen disklerin sertlik, özgül ağırlık, mikroyapı ve aşınma karakteristiklerinin değerlendirilmesinin ardından ısıtma işlem ve matkap ucu imali aşamalarına geçilmesi kararı verilmiştir.

Son aşamada ise, talaşlı imalat ile elde edilen matkap uçları kullanılarak cansız hayvan kemikleri üzerinde performans testleri yapılarak deneyler sonuçlandırılmıştır.

Hazırlanan numunelerin deney parametreleri, bor katkı miktarları ve kodları Çizelge 4.4'te verilmiştir.

Çizelge 4.4. Numunelerin deney parametreleri, bor katkı miktarları ve kodları

NUMUNE SIRA NO	NUMUNE KODU	% B	ÖĞÜTME SÜRESİ (SAAT)	SİNERLEME SÜRESİ (DAKİKA)	ISIL İŞLEM KOŞULU
1	N00-01-00	0	1	SİNERLENMEDİ	ISIL İŞLEM YAPILMADI
2	N00-03-00	0	3	SİNERLENMEDİ	ISIL İŞLEM YAPILMADI
3	N00-05-00	0	5	SİNERLENMEDİ	ISIL İŞLEM YAPILMADI
4	N00-07-00	0	7	SİNERLENMEDİ	ISIL İŞLEM YAPILMADI
5	N00-10-00	0	10	SİNERLENMEDİ	ISIL İŞLEM YAPILMADI
6	N00-00-05	0	0	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
7	N00-00-10	0	0	10	ISIL İŞLEM YAPILMADI
8	N00-01-05	0	1	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
9	N00-03-05	0	3	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
10	N00-05-05	0	5	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
11	N00-07-05	0	7	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
12	N00-10-05	0	10	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
16	N01-07-05	0.1	7	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
17	N03-07-05	0.3	7	5	1025°C 10 DAKİKA

Çizelge 4.4. (Devam) Numunelerin deney parametreleri, bor katkı miktarları ve kodları

NUMUNE SIRA NO	NUMUNE KODU	% B	ÖĞÜTME SÜRESİ (SAAT)	SİNERLEME SÜRESİ (DAKİKA)	ISIL İŞLEM KOŞULU
18	N05-07-05	0.5	7	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
19	N10-07-05	1	7	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
20	N01-05-05	0.1	5	5	1025 °C 10 DAKİKA
21	N03-05-05	0.3	5	5	1025 °C 10 DAKİKA
22	N05-05-05	0.5	5	5	1025 °C 10 DAKİKA
23	N10-05-05	1	5	5	1025 °C 10 DAKİKA
28	N01-07-05	0.1	7	5	1025 °C 10 DAKİKA
29	N03-07-05	0.3	7	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
30	N05-07-05	0.5	7	5	1025 °C 10 DAKİKA
31	N10-07-05	1	7	5	1025 °C 10 DAKİKA
33	N10-07-05	1	7	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
35	N05-07-05	0.5	7	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
36	N07-07-05	0.7	7	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
37	N09-07-05	0.9	7	5	ISIL İŞLEM YAPILMADI
52	N05-07-05	0.5	7	5	1025 °C 10 DAKİKA
62	N05-07-05	0.5	7	5	1025 °C 10 DAKİKA
63	N05-07-05	0.5	7	5	1025 °C 10 DAKİKA
72	N00-07-05	0	7	5	1025 °C 10 DAKİKA
73	N00-07-05	0	7	5	1025 °C 10 DAKİKA

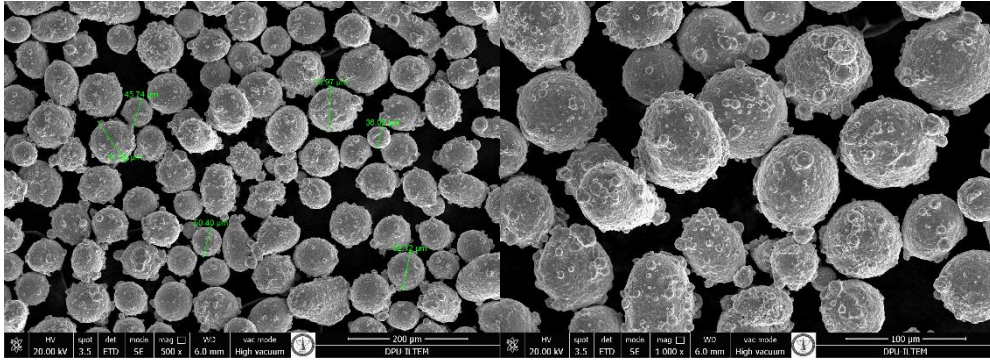
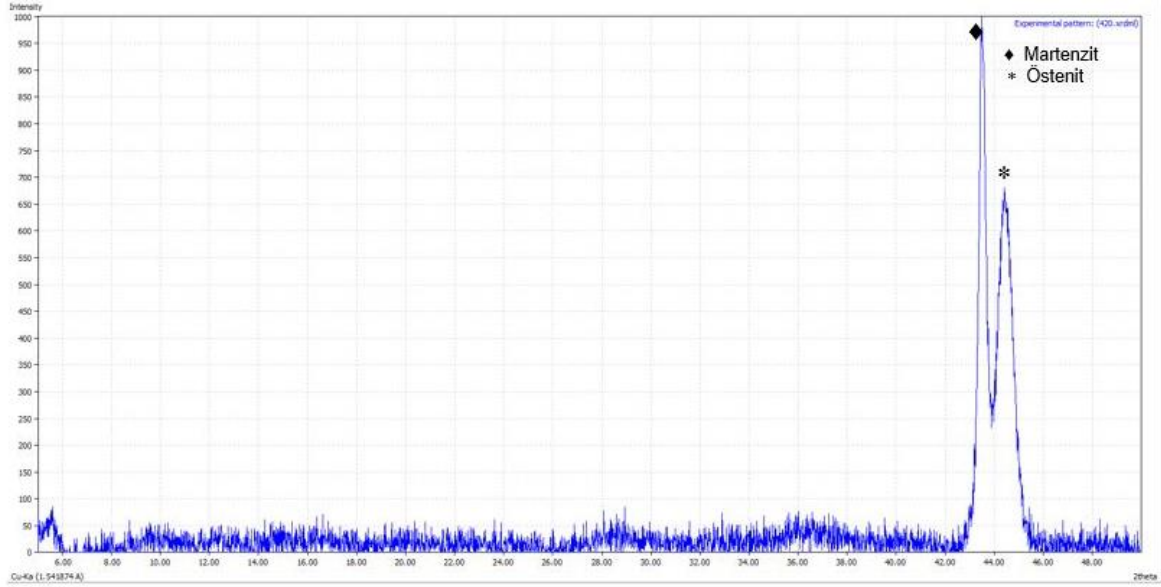
4.5. DeneYler Ve Sonuları

“DeneY Planı” bařlıklı 4.3 maddesinde belirtildiĐi gibi deneYlerin ilk ařamasında bor katkısı olmayan AISI 420 toz formundaki malzeme uzerinde uygun oĐutme parametrelerinin tespiti alıřması yapılmıřtır. Bu amala 1,3,5,7 ve 10 saat srelerle oĐutlen bor katkısız AISI 420 malzeme numuneleri SEM ile incelenmiř, elde edilen tozlardan SPS yntemi ile numune diskler uzerilerek sertlik, yoĐunluk ve ařınma alıřmaları yapılmıřtır. Bu yolla, oĐutme sresi ve SPS parametreleri iin optimum deĐerler tespit edilmiřtir. Bu konuda detaylı bilgi tez alıřmasının ileri blmlerinde verilmektedir.

Sandvik Osprey firmasından alınan AISI 420 tozu, SPS ařamasına kadar olan sre iinde daima oksijenle temastan korunmuř, yrtlen iřlemler glove box iinde ve argon atmosferinde gerekleřtirilmiřtir. Bu yolla uzerilen tozların SPS cihazına transferi PVC koruyucular iinde gerekleřtirilmiř, SPS iřleminden birka dakika nce ambalajdan SPS grafit kalıbına dklerek derhal vakum altında sinterlemeye bařlanmıřtır. Sonu olarak malzemenin saflıĐı deneYler boyunca saĐlanmıř, havanın ve zellikle oksijenin etkilerinden korunmuřtur.

Kullanılan AISI 420 tozun karakterizasyon alıřmaları yapılmıř olup, elde edilen XRD grafiĐi ve SEM grntleri Őekil 4.17’de verilmiřtir.

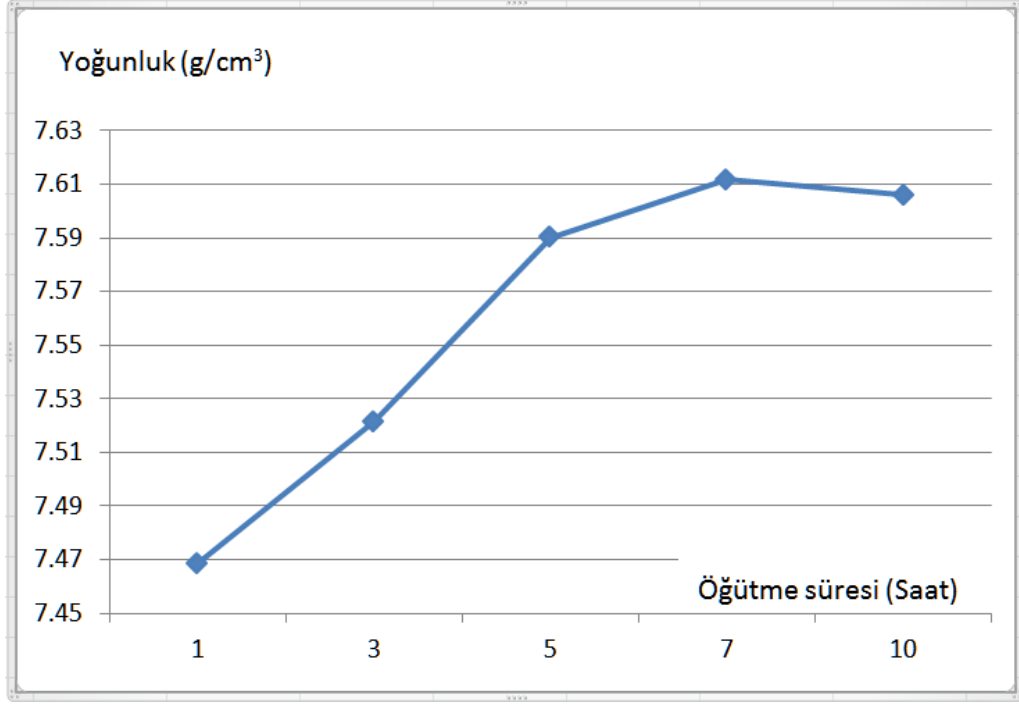
OĐutme sonrası elde edilen tozların sinterleme tekniĐi olarak kullanılacak olan SPS iřlemine ait parametrelerin doĐru bir Őekilde belirlenebilmesi iin, herhangi bir oĐutme iřlemine tabi tutulmayan AISI 420 bařlangı tozları, SPS cihazında farklı parametrelerde sinterleme iřlemine tabi tutulmuřtur. 1050 C, 60 MPa ve 5 dk parametrelerde sinterlenen numunelerin yoĐunlukları 7,70 g/cm³, 1050 C, 60 MPa ve 10 dk parametrelerde sinterlenen numunelerin yoĐunlukları 7,72 g/cm³ olarak llmřtr. Her iki iřlem sonucunda elde edilen numunelerin yoĐunlukları birbirine olduka yakın olduĐundan, srenin etkisiyle tanelerin irileřmesi riskini azaltmak amaıyla 5 dk sreye sahip iřlem parametreleri bundan sonra yapılacak iřlemlerde kullanılmak zere seilmiřtir.



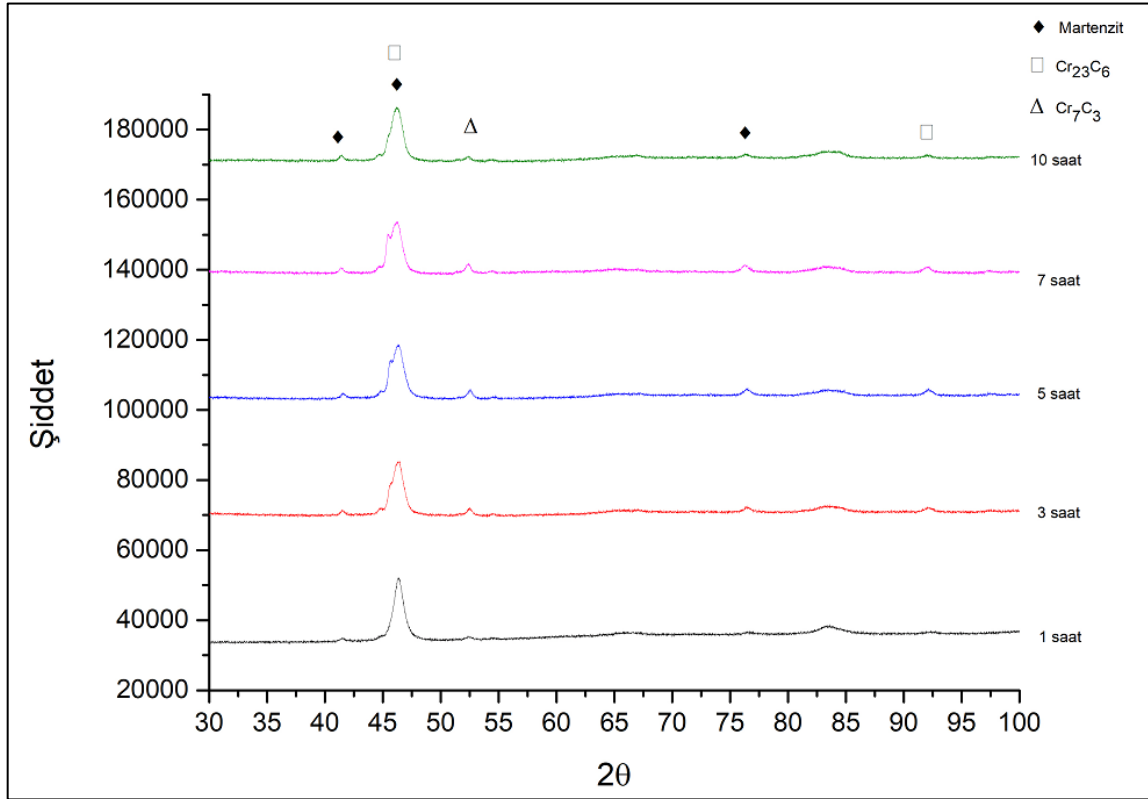
Şekil 4.17. AISI 420 paslanmaz çelik tozun XRD diyagramı ve SEM görüntüleri.

Öğütme süresinin optimizasyonu amacıyla, AISI 420 tozu 1,3,5,7 ve 10 saat sürelerle öğütülmüştür. Farklı öğütme sürelerinde elde edilen malzemeler SPS ile 20 mm çapında 6 mm yüksekliğinde disk şeklinde sinterlenmiştir.

Üretilen numunelerin yoğunlukları ölçülerek (Şekil 4.18), yapısal değişimlerin belirlenmesi amacıyla XRD incelemeleri gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.19). Bu çalışmanın sonucunda öğütme süresinin malzemenin iç yapısına menfi bir etki yapmadığı ancak 7 saat öğütme süresinde en yüksek yoğunluk değerinin elde edildiğini ortaya koymuştur. 5 saat süreyle yapılan öğütme sonunda elde edilen yoğunluk değerinin de çok düşük olmaması nedeniyle yapılacak çalışmalarda her iki sürenin de denemeleri yapılmıştır



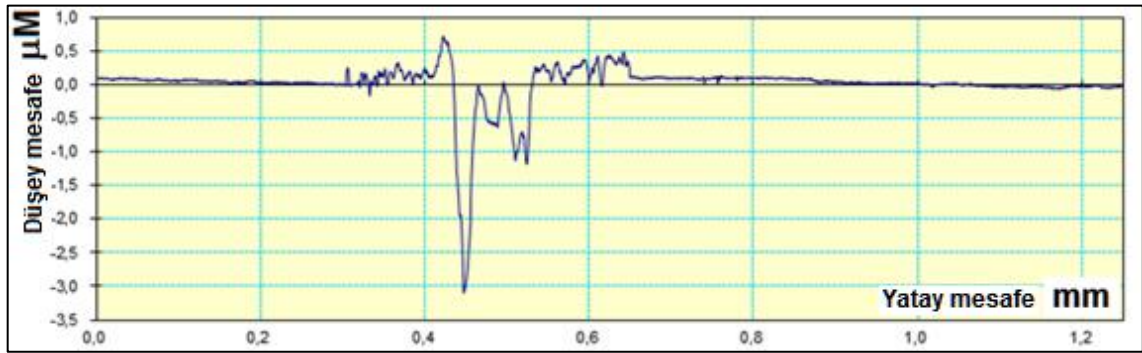
Şekil 4.18. Farklı sürelerde öğütülerek SPS işlemine tabi tutulan numunelerin yoğunluk değerleri.



Şekil 4.19. Farklı sürelerde öğütülerek SPS işlemine tabi tutulan numunelerin XRD diyagramları.

Deneysel çalışmaların ikinci aşamasında, bor katkısının etkileri incelenmiştir. Bu amaca yönelik olarak, ağırlıkça %0.1, %0.3, %0.5 ve %1 bor içeren karışımlar hazırlanmıştır.

Şekil 4.20’de, 25 numaralı bor katkısız AISI 420 paslanmaz çelik numunenin aşınma yüzey profili görünmektedir. Aynı numune üzerinde, birbirlerine 90° açı yapacak doğrultuda 4 ölçüm yapılmış ve ortalama aşınma alanı olarak 0.00013 mm² bulunmuştur.

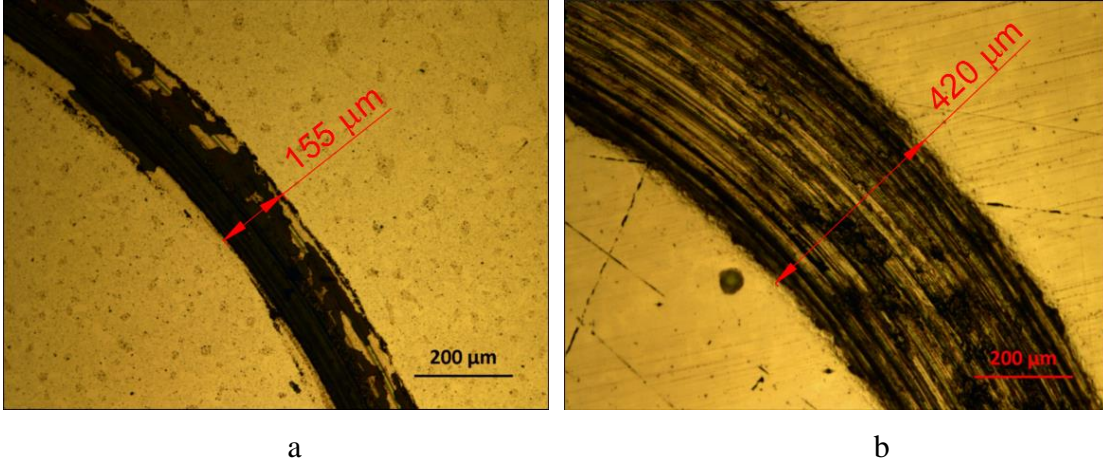


Şekil 4.20. 25 numaralı numune (bor katkısız) aşınma yüzey profili

Referans numunenin ve SPS ile üretilen %0.3 bor katkılı numunenin aşınma izleri Şekil 4.21’de verilmiştir. Her iki numune de 7 N yük altında, $\phi 3$ mm bilye kullanılarak ball-on-disc geometrisinde aşınma testine tabi tutulmuştur. Deneyler 3 cm/sn çizgisel hız ile gerçekleştirilmiştir.

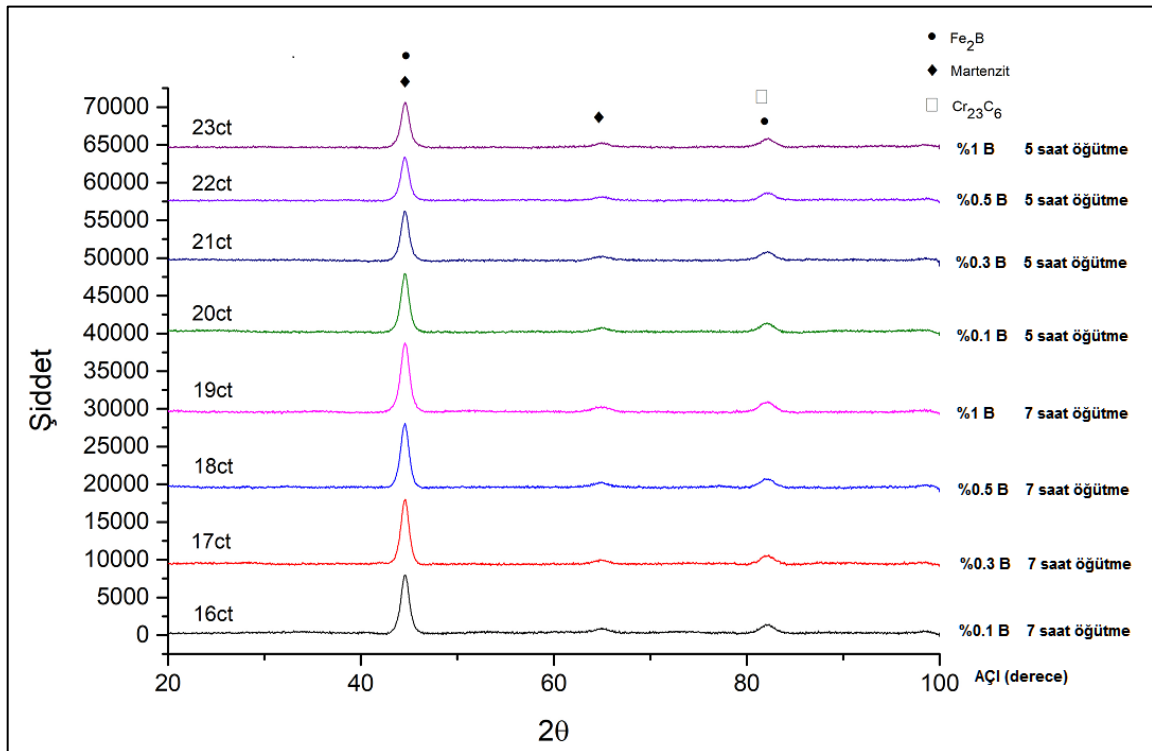
Şekilden görüleceği üzere, referans numuneye göre bor katkılı SPS ile üretilen numunede aşınma çok düşüktür. İz genişlikleri karşılaştırıldığında SPS ürünü numunede % 63 iyileşme elde edildiği görülmektedir. Bu değerler literatürde paslanmaz çelik malzemelerin aşınma özellikleri incelendiğinde referans numune için uyumludur.

SPS ile üretilen numunede aşınma direncinin bu derece artması özellikle üretim yönteminden dolayı daha yoğun, ince taneli ve daha sert yapı elde edilmesi ile açıklanabilir.



Şekil 4.21. %0.3 bor katlı SPS ürünü malzemenin aşınma izi (a), Hadde ürünü AISI 420 malzemenin aşınma izi (b)

Belirlenen öğütme süreleri dikkate alınarak, yedi saat öğütülen 16,17,18 ve 19 numaralı numuneler ile 5 saat öğütülen 20,21,22,23 numaralı numuneler hazırlanarak önce XRD grafikleri elde edilmiş, ardından SPS yöntemi ile 20 mm çaplı peletler haline getirilmiştir. Numunelere ait XRD diyagramları Şekil 4.22’de verilmiştir.



Şekil 4.22. Farklı miktarlarda bor katısına sahip malzemeler, 5 ve 7 saatlik öğütme sonrası XRD diyagramları

16- 23 numaralı numunelere ait işlem parametreleri Çizelge 4.5’te verilmiştir.

Çizelge 4.5. 16-23 numaralı numuneler işlem detayları

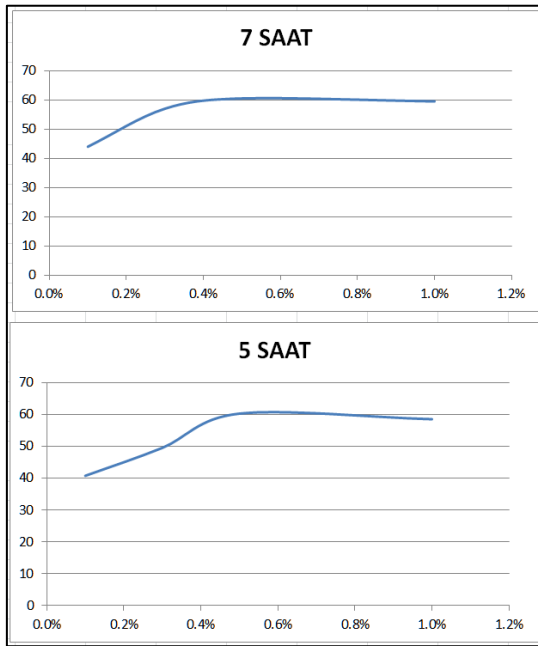
NUMUNE NO	NUMUNE KODU	KARIŞIM	MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA	SPS	ISIL İŞLEM
16	N01-07-05	14.985g AISI 420 + 0.015g B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	1050 °C DE 60 Mpa 5 DAKİKA SPS	1025 °C DE 10 DAKİKA TUTMA, HAVADA SOĞUTMA, 250 °C DE 15 DAKİKA TEMPERLEME
17	N03-07-05	14.955g AISI 420 + 0.045g B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma		
18	N05-07-05	14.925g AISI 420 + 0.075g B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma		
19	N10-07-05	14.85g AISI 420 + 0.15g B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma		
20	N01-05-05	14.985g AISI 420 + 0.015g B	5 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma		
21	N03-05-05	14.955g AISI 420 + 0.045g B	5 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma		
22	N05-05-05	14.925g AISI 420 + 0.075g B	5 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma		
23	N10-05-05	14.85g AISI 420 + 0.15g B	5 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma		

16-23 numaralı numunelere ait sertlik değerleri Şekil 4.23'te verilmiştir. Sertlik ölçümlerinde görüleceği üzere bor katkısı bulunmayan numuneler yaklaşık 40 HRC sertlik

değerindeyken bor katkısı ile sertlik 60 HRC değere çıkmaktadır. 7 saat ve 5 saat öğütme işlemleri sonunda yoğunluk değerlerinin çok değişmediği görülmüştür.

Sertlik ölçümleri yapılan numunelerin aşınma testleri ball-on-disk geometrisinde 3 mm çaplı WC bilye 7N normal yük ve 3 cm/s çevresel hızla gerçekleştirilmiştir. Deneyler 100 m mesafede yapılmış ve deney süresince sürtünme katsayısı değerleri mesafeye göre kayıt altına alınmıştır.

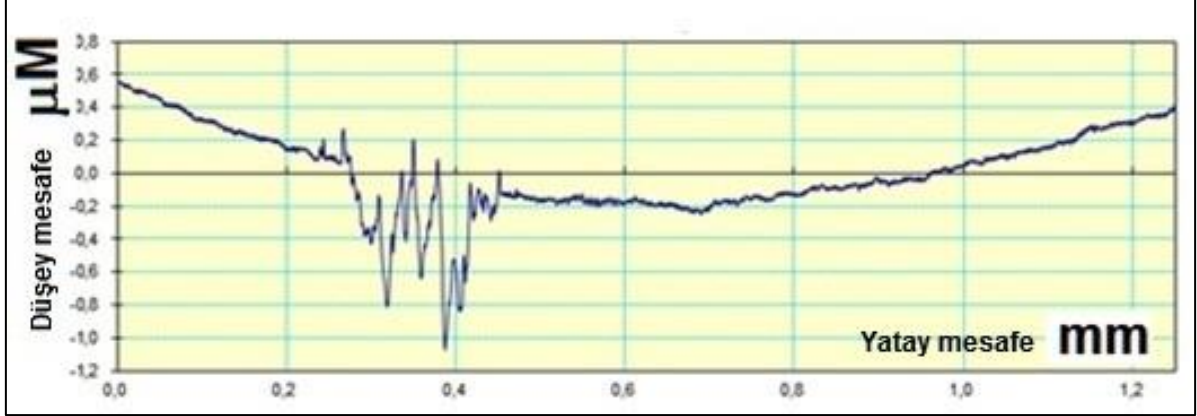
Uygulanan yük ve geometri dikkate alındığında bilye ile yüzey arasında meydana gelen temas gerilmesi yaklaşık olarak 1,5 GPa'dır. Temas yüzeyinde meydana gelen gerilmenin büyüklüğüne rağmen numuneler üzerinde anlamlı bir aşınma meydana gelmemiştir.



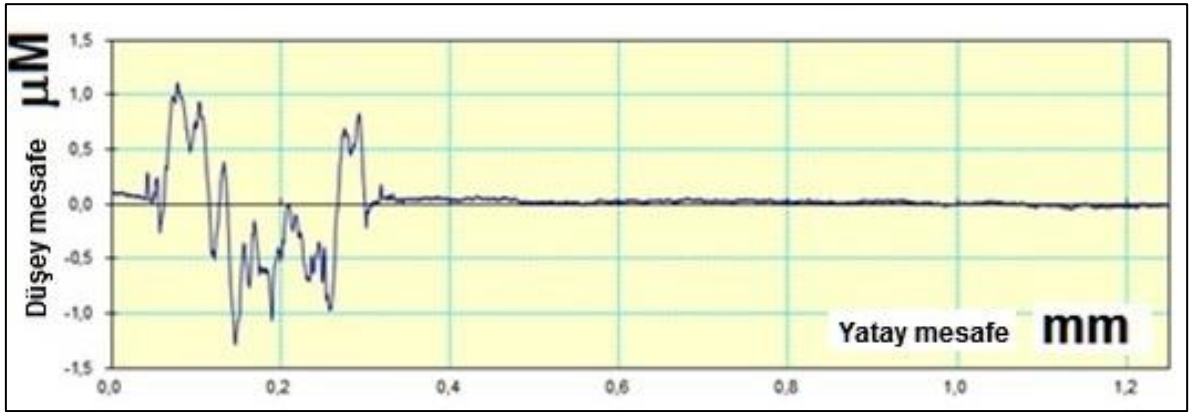
Numune no	BOR ORANI	ÖĞÜTME SÜRESİ (SAAT)	ORTALAMA SERTLİK (HRC)
16	0.1%	7	44
17	0.3%	7	57
18	0.5%	7	60.5
19	1.0%	7	59.5
20	0.1%	5	40.75
21	0.3%	5	49.5
22	0.5%	5	60.25
23	1.0%	5	58.5

Şekil 4.23. 5 ve 7 saat öğütülen bor katkılı numuneler sertlik değerleri

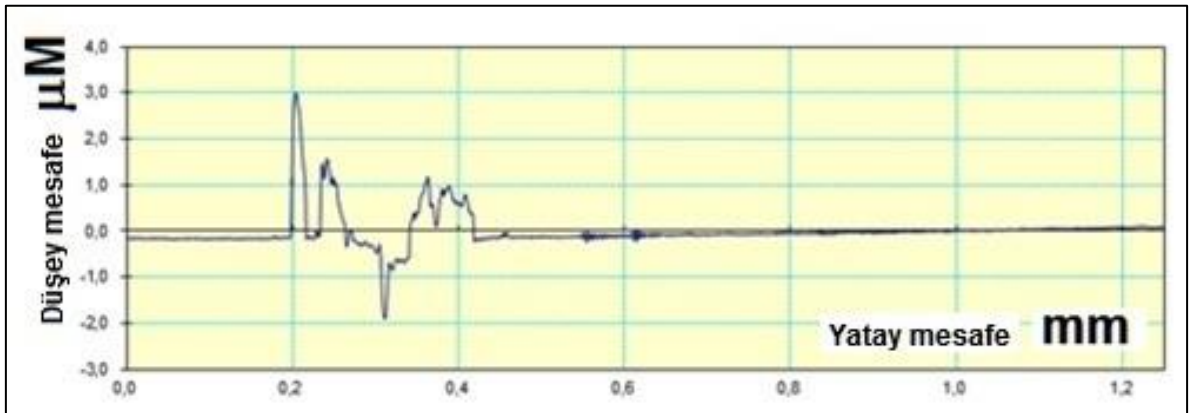
16-19 numaralı numunelere ait aşınma sonrası yüzey profilleri Şekil 4.24-4.27'de verilmiştir.



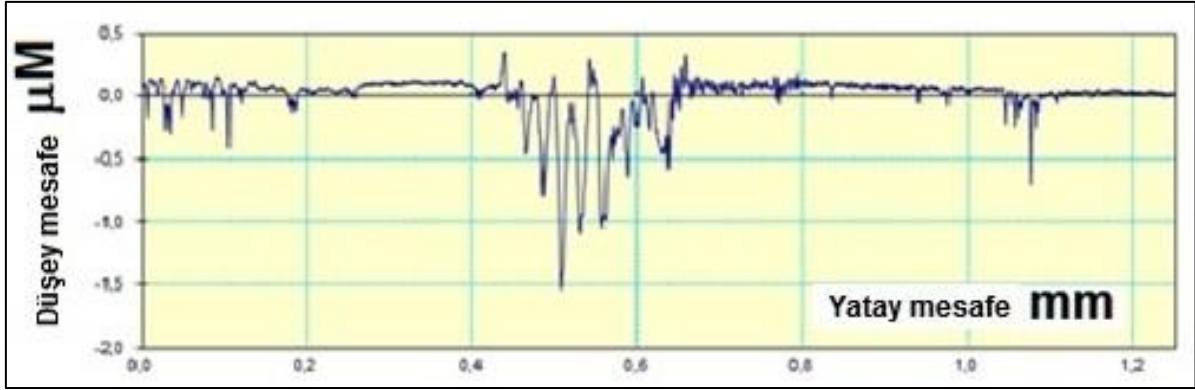
Şekil 4.24. 16 numaralı numune (%0,1 B) aşınma test grafiği



Şekil 4.25. 17 numaralı numune (%0,3 B) aşınma test grafiği



Şekil 4.26. 18 numaralı numune (%0,5 B) aşınma test grafiği



Şekil 4.27. 19 numaralı numune (%1 B) aşınma test grafiği

Yüzey profilleri incelendiğinde yüzeyde meydana gelen büyük temas gerilmesine rağmen aşınma iz derinliklerinin 0,8-5 µm seviyesinde kaldığı görülmektedir. Bu durum numunenin referans numune ile karşılaştırıldığında bor katkılı durumda aşınma açısından önemli bir iyileşme olduğunu göstermektedir. Bu sonuç, mekanik alaşımlama ve SPS tekniklerinin, malzemenin üretiminde kullanılan ve özellikleri oldukça iyileştiren uygulamalar olmasından ileri gelmektedir.

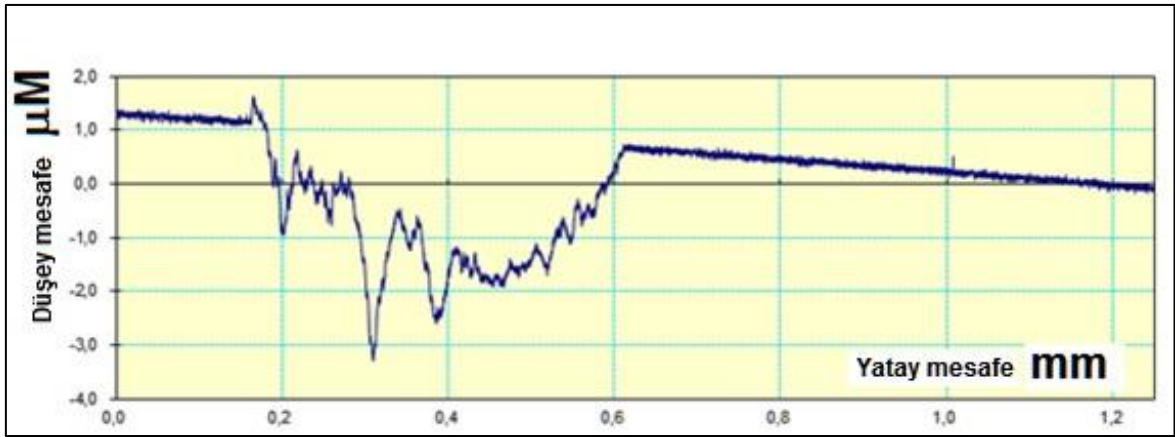
SPS ile sinterleme çalışmalarında literatürde incelenen çalışmalar dikkate alınarak 40MPa ile 60 MPa arasında bir basınç değerinin uygun olacağı kararı verilmiştir. Ancak yapılan ön denemeler sonrasında çalışmalarda 40MPa basıncın kullanılmasının daha stabil sonuçlar ürettiği belirlenmiş ve deneylerde bu basınç değeri kullanılmıştır. Çizelge 4.6'da bu koşullara uygun olarak yapılan deneylerin bilgisi verilmiştir.

Çizelge 4.6. 28-31 numaralı numuneler işlem dökümü

NUMUNE NO	NUMUNE KODU	KARIŞIM	MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA	SPS	ISIL İŞLEM
28	N01-07-05	14.985g AISI 420 + 0.015g B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	1050 °C DE 60 Mpa 5 DAKİKA SPS	1025 °C DE 10 DAKİKA , HAVADA SOĞUTMA, 250 °C DE 15 DAKİKA TEMPERLE ME
29	N03-07-05	14.955g AISI 420 + 0.045g B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma		
30	N05-07-05	14.925g AISI 420 + 0.075g B	5 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma		
31	N10-07-05	14.85g AISI 420 + 0.15g B	5 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma		

Sinterleme işlemi sırasında metalin kalıp içinde ergimesi istenen bir durum değildir. Yapılan testler sonucunda, üretilmiş olan numunelerde ergime olduğuna işaret eden herhangi bir hacim veya ağırlık kaybı tespit edilmemiştir.

1-27 numaralı numunelerde aşınma testleri için 100 m mesafe esas alınmıştır. Bu mesafede numunelerin aşınmadığı özellikle referans numuneye göre bor katkısının olumlu sonuçlar verdiği görülmüştür. Ancak aşınma mekanizmasının anlaşılabilmesi ve aşınma yüzeylerinin karakterize edilebilmesi için 28 numaralı numuneden itibaren aşınma mesafesi 1000 m olarak alınmıştır. Bu şekilde elde edilen aşınma profillerinde ortalama 5-12 μm profil derinliği oluşmuştur. Bu değerlerde meydana gelen aşınma bor katkılı numunelerde daha azdır. Mesafenin artırılması ile daha anlamlı aşınma izleri elde edilmiş ve aşınan bölgelerin karakterize edilmesi mümkün olmuştur. Şekil 4.28 - 4.31'de 28-31 numaralı numunelerin aşınma test sonuçları verilmiştir.



Şekil 4.28. 28 numaralı numunenin (%0,1 B) aşınma test grafiği



Şekil 4.29. 29 numaralı numunenin (%0,3 B) aşınma test grafiği



Şekil 4.30. 30 numaralı numunenin (%0,5 B) aşınma test grafiği



Şekil 4.31. 31 numaralı numunenin (%1 B) aşınma test grafiği

Elde edilen sonuçların değerlendirilmesinin ardından B katkısının daha etkin kontrol edilmesi amacı ile %0-%1 bor katkısı daha küçük aralıklarla değiştirilecek şekilde yeni bir numune seti hazırlanmış ve 32-35 arası numaralandırılmıştır. Yeni deney setine ait numuneler hazırlanırken SPS cihazının panç hareketinin takibi yapılmıştır. Bu hareket sinterleme sırasında malzemenin ergime noktasını geçip geçmediğinin kontrolünü sağlamaktadır.

Yapılan testlerde bu hareketin 1 mm değerine yaklaşması nedeniyle sinterleme işleminin 900 °C sıcaklıkta yapılmasına karar verilmiştir. Bu yüzden 1050 °C sıcaklıkta sinterlenmiş olan 32-35 numaralı numuneler değerlendirme dışı bırakılmış ve sinterleme sıcaklığı dışında diğer parametreler aynı olacak şekilde 36-42 numaralı numuneler

hazırlanmıştır. 36-42 numaralar arası 7 adet numune, 900 °C sıcaklıkta ve 40 MPa basınçta altında SPS işlemi ile sinterlenmiş, bu süreçte koçun düşey hareketinin çok düşük seviyelerde kaldığı (0,2 mm civarı) gözlenmiştir.

Gerek peletlerin dış görünüşlerinde gerekse peleti aldıktan sonra koçların kondüsyonlarında ergime olayını düşündürecek bir bulguya rastlanmamıştır. Değerlendirilen numunelerin hepsi aynı koşullarda ısıl işleme tabi tutulmuştur. Yeni deney setinin tümüne (32-42) ait detaylar Çizelge 4.7’de verilmiştir.

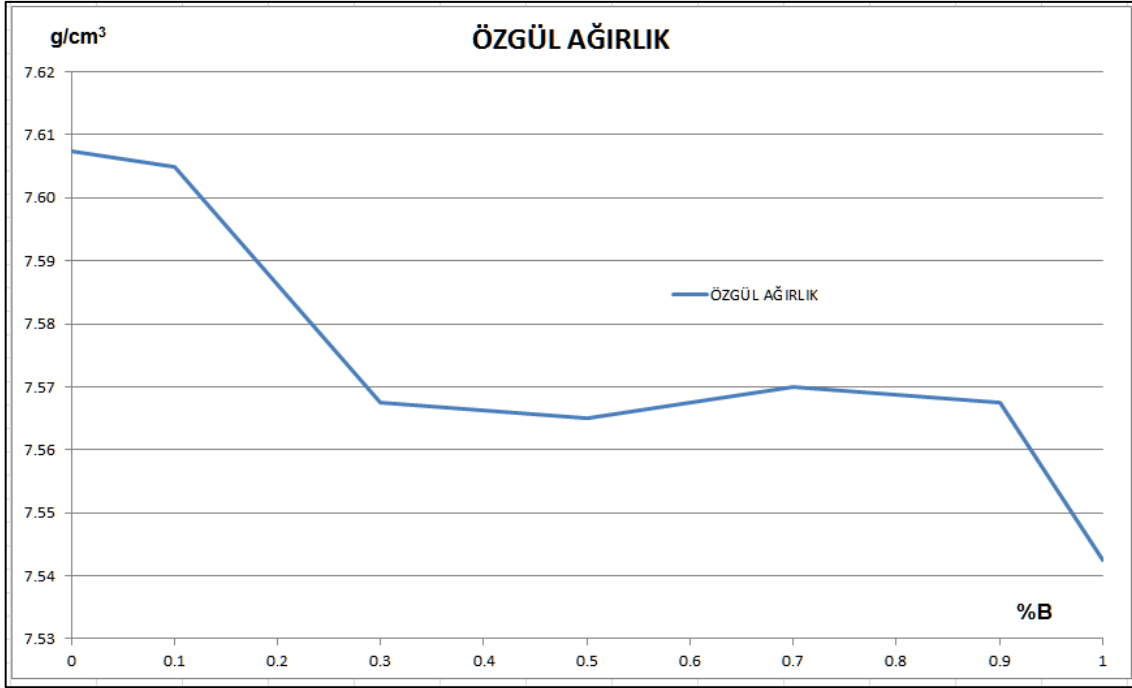
Çizelge 4.7. 32-42 numaralı numuneler işlem dökümü

NUMUNE NO	NUMUNE KODU	KARIŞIM ORANI	MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA	SPS DETAYLARI
32	N00-07-05	16g AISI 420 + %0 B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	SPS 1050 °C, 40 MPa, 5 dk yapıldı. Ergime gözlendi. Değerlendirme dışı bırakılarak yerine 39 numaralı numune yapıldı
33	N10-07-05	15.984g AISI 420 + 0.016g B, %0.1B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	SPS 1050 °C, 40 MPa, 5 dk yapıldı. Ergime gözlendi. Değerlendirme dışı bırakılarak yerine 40 numaralı numune yapıldı
34	N03-07-05	15.952g AISI 420 + 0.048g B, %0.3B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	SPS 1050 °C, 40 MPa, 5 dk yapıldı. Ergime gözlendi. Değerlendirme dışı bırakılarak yerine 41 numaralı numune yapıldı
35	N05-07-05	15.92g AISI 420 + 0.08g B, %0.5 B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	SPS 1050 °C, 40 MPa, 5 dk yapıldı. Ergime gözlendi. Değerlendirme dışı bırakılarak yerine 42 numaralı numune yapıldı
36	N07-07-05	15.888g AISI 420 + 0.112g B %0.7 B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	SPS 900 °C, 40 MPa, 5 dk yapıldı.

Çizelge 4.7. 32-42 (Devam) numaralı numuneler işlem dökümü

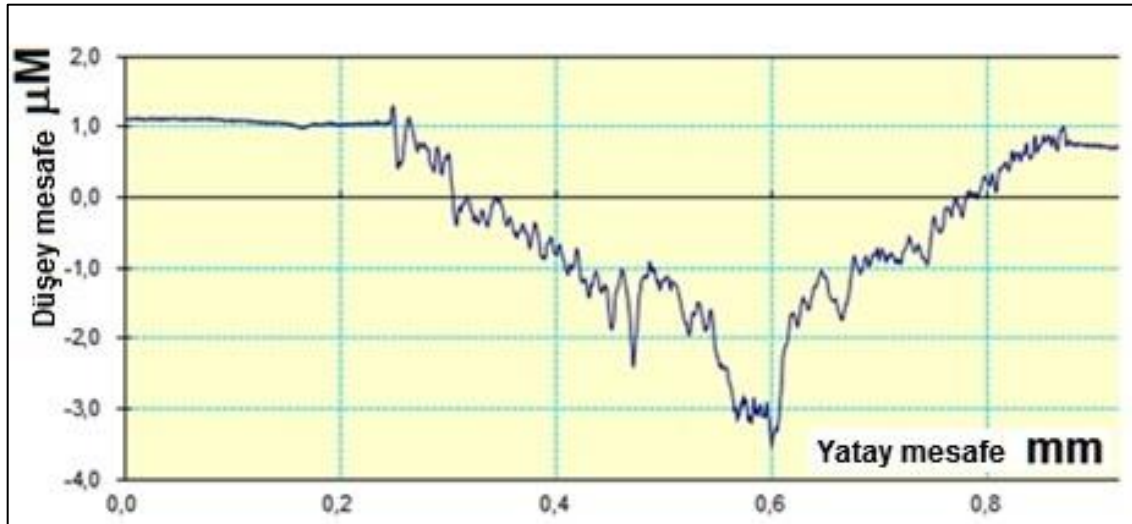
NUMUNE NO	NUMUNE KODU	KARIŞIM ORANI	MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA	SPS DETAYLARI
37	N09-07-05	15.856g AISI 420 + 0.144g B %0.9B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	SPS 900 °C, 40 MPa, 5 dk yapıldı.
38	N10-07-05	15.84g AISI 420 + 0.16g B %1B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	
39	N00-07-05	16g AISI 420 + 0.0gB %0B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	
40	N01-07-05	15.984g AISI 420 + 0.016g B %0.1B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	
41	N03-07-05	15.952g AISI 420 + 0.048g B %0.3B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	
42	N05-07-05	15.92g AISI 420 + 0.08g B %0.5B	7 saat öğütme, 400 d/dak. 1 saat öğütme, 15 dak soğutma	

Numunelerin özgül ağırlıkları (Şekil 4.32) ölçülmüş, ardından aşınma testleri yapılmıştır.

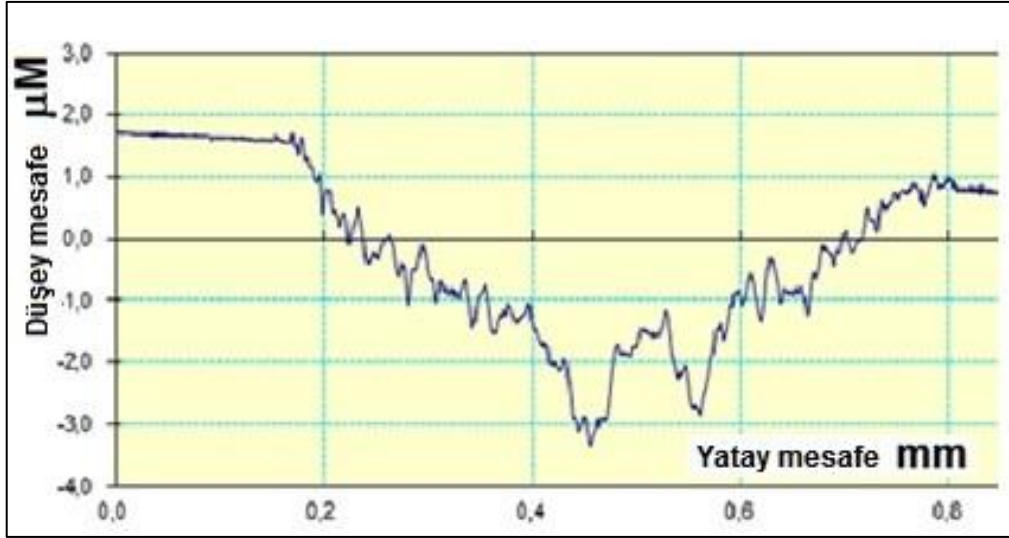


Şekil 4.32. Farklı bor oranlarına sahip numunelerin yoğunlukları.

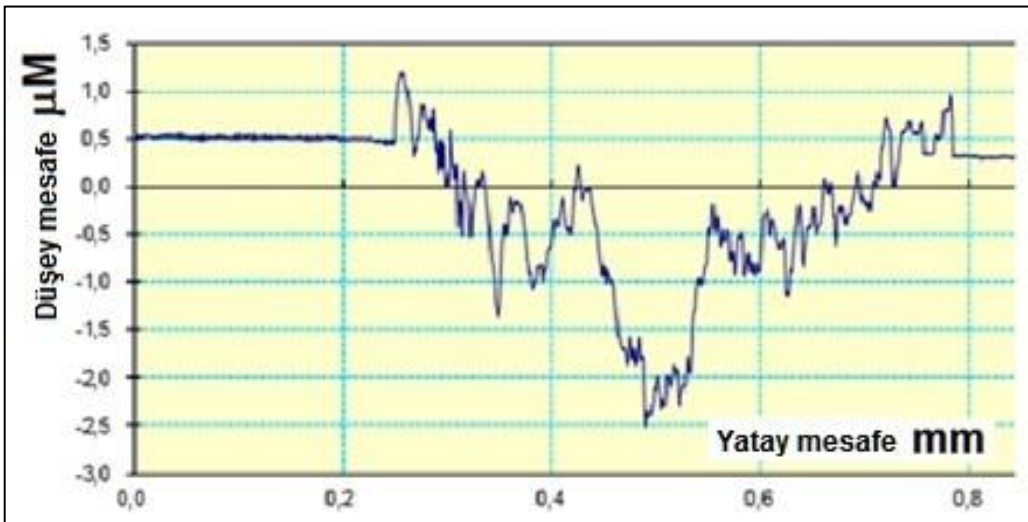
36-42 numaralı numuneler 7 N yük, 3 cm/sn çizgisel hız değerinde ball-on-disk geometrisinde 3 mm çaplı WC bilye kullanılarak, 1000 metre mesafeyle aşınma deneyine tabi tutulmuştur. Aşınma deneyleri sonunda elde edilen yüzey profilleri Şekil 4.33-4.39 arasında verilmiştir.



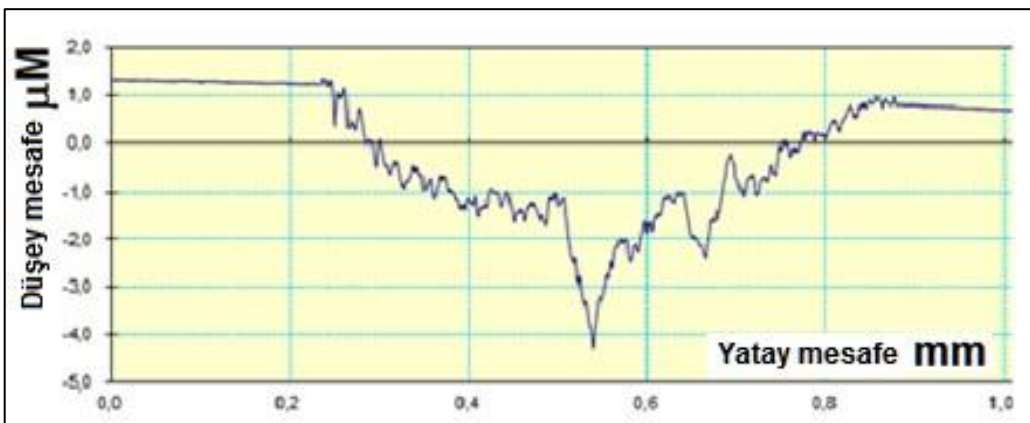
Şekil 4.33. 36 numaralı numune (%0,7 B) aşınma test grafiği



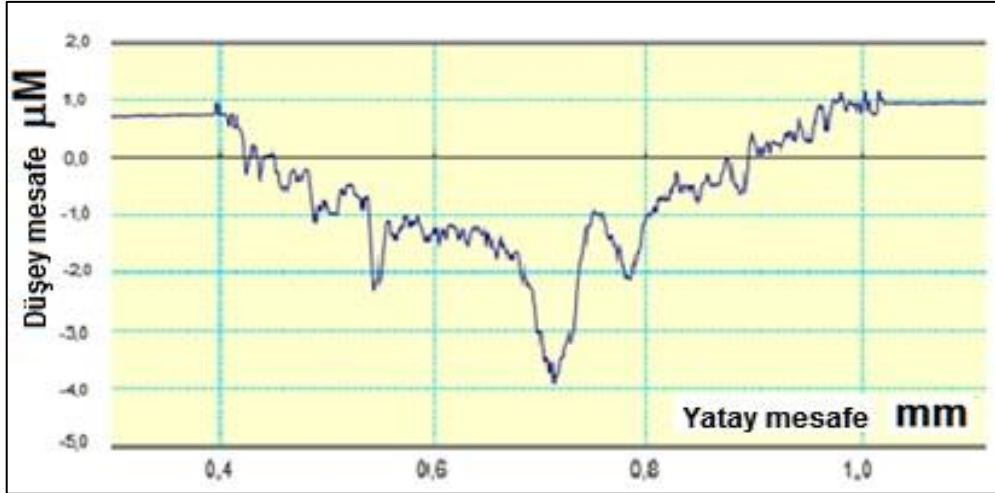
Şekil 4.34. 37 numaralı numune (%0,9 B) aşınma test grafiği



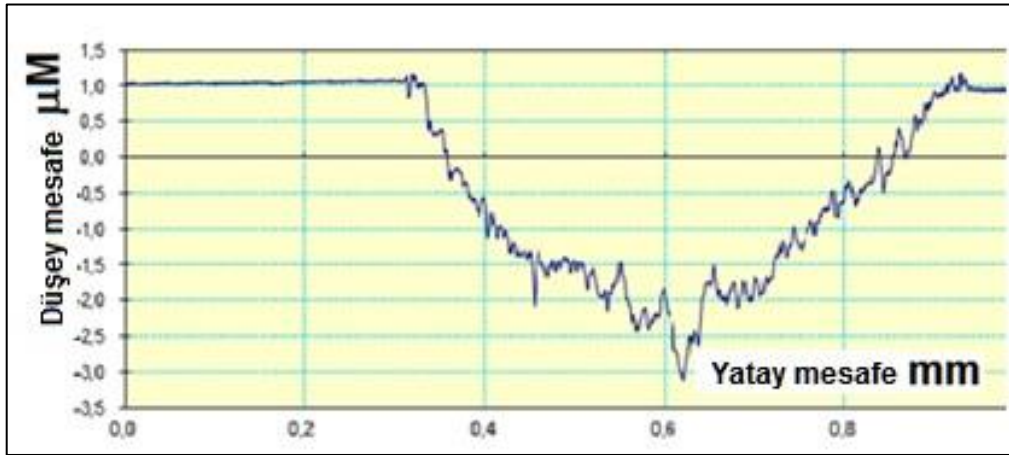
Şekil 4.35. 38 numaralı numune (%1 B) aşınma test grafiği



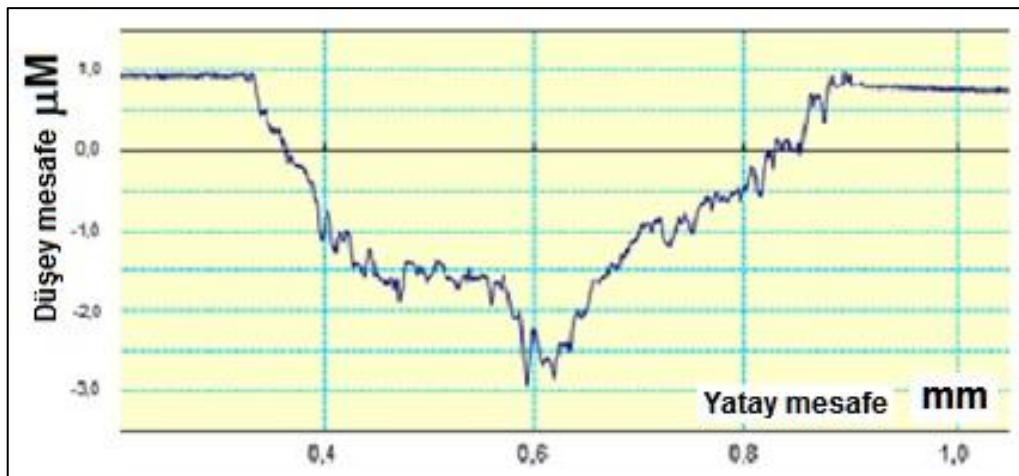
Şekil 4.36. 39 numaralı numune (%0 B) aşınma test grafiği



Şekil 4.37. 40 numaralı numune (%0,1 B) aşınma test grafiği



Şekil 4.38. 41 numaralı numune (%0,3 B) aşınma test grafiği



Şekil 4.39. 42 numaralı numune (%0,5 B) aşınma test grafiği



Şekil 4.40. Farklı bor oranına sahip parçaların aşınma alanlarını gösteren grafik

Aşınma testlerinin sonuçları Şekil 4.40 ta gösterilmiştir.

Bu aşamaya kadar yapılan deneyler sonucunda sertlik ve aşınma değerleri açısından daha iyi sonuçlar veren %0,5 bor katkılı, 7 saat öğütülmüş numune matkap ucu yapılmak üzere seçilmiştir. Bu amaçla tıbbi cerrahide güncel olarak kullanılmakta olan bir matkap ucu seçilmiş ve form örneği olarak kullanılmıştır.

4.5.1. Numunelerin Hazırlanması

%0,5 bor katkılı AISI 420 malzemenin sinterlenmesi işlemi için 40 mm çapta grafit kalıp hazırlanmıştır. Bu kalıp kullanılarak iki adet 40 mm çapta ve 6 mm kalınlıkta sinterlenmiş disk parça üretilmiştir. Üretimi yapılan disk üzerinden Şekil 4.41’de gösterildiği biçimde, tel erozyon metodu ile 4 mm çapında yaklaşık 25 mm uzunluğunda silindirik numuneler çıkarılmıştır. Bu numuneler uç kısımlarına matkap formu işlenmek üzere 10 mm çapında sap takılarak desteklenmiştir. KARCAN Kesici Takım Sanayi A.Ş. firmasında hassas taşlama tezgahları kullanılarak seçilmiş olan matkap geometrisi bu uçlara işlenmiştir. (Şekil 4.42) Ayrıca bor katkılı olarak üretimi yapılan matkap uçlarının

performansının mukayese edilebilmesi için bor katkısı içermeyen AISI 420 malzemedan mamul matkap uçları da üretilmiştir.



Şekil 4.41. 40 mm çapında, SPS yöntemi ile üretilmiş disk. Tel erozyon yöntemi ile silindirik parçalar çıkarılmış hali.

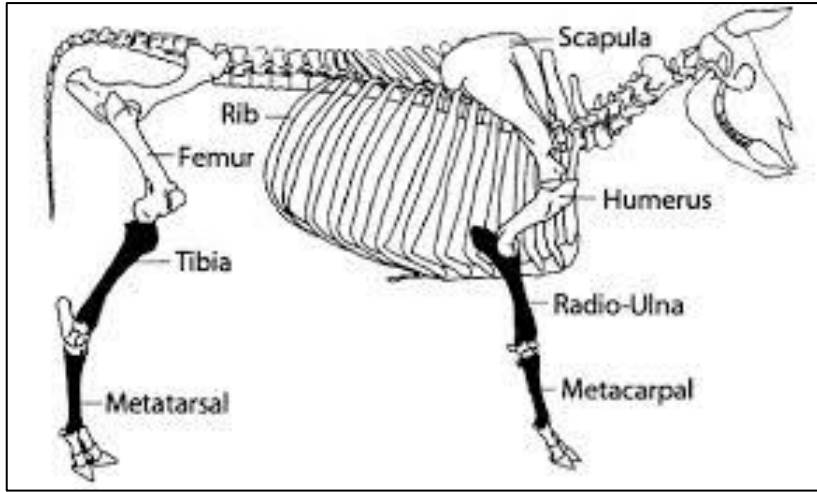
İşlenmek üzere hazırlanan matkap uçlarının işleme öncesi ve sonrası resimleri Şekil 4.42’te verilmiştir.



Şekil 4.42. Çıkarılan silindirik parçanın bütünleştirilmiş (a) ve matkap formu işlenmiş hali (b).

4.5.2. Performans Testleri İçin Malzeme Seçimi

Hazırlanan matkap uçlarının test edilebilmesi ve performanslarının doğru olarak belirlenebilmesi için özellikle insan kemiği ile çok yakın sertlik ve kesme özelliklerine sahip olan büyükbaş hayvanların ön (kol) veya tercihen arka (bacak) kemikleri üzerinden alınabilecek FEMUR ve TIBIA kemiklerinin kullanılmasına karar verilmiştir. Ayrıca tipik bir ameliyat sırasında kemik üzerinde hangi aralıklarla delikler açıldığı, bu işlemin hangi sürelerde yapıldığı belirlenmiştir. Testler için seçimi yapılan kemiklerin büyükbaş hayvan üzerindeki konumları Şekil 4.43'te gösterilmiştir.



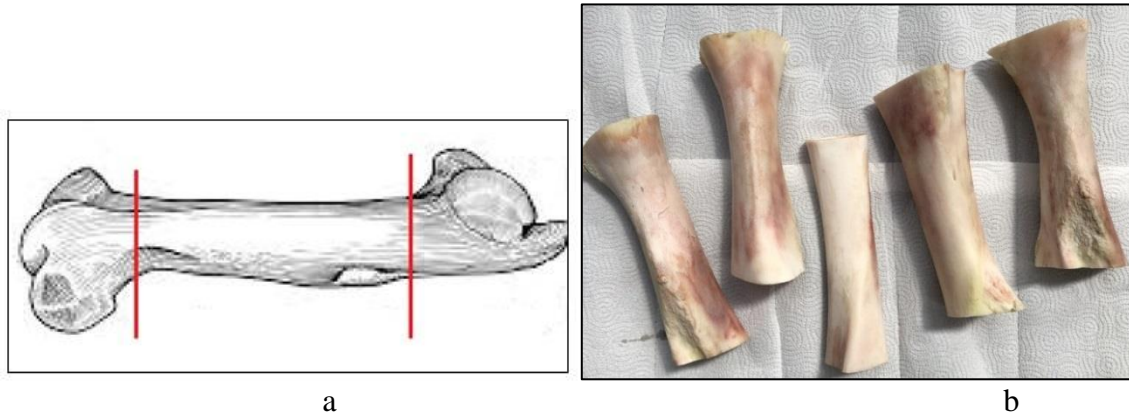
Şekil 4.43. Delik delme testlerinde kullanılabilir büyükbaş hayvan kemikleri

Bu süreçte, insan kemikleri üzerine yapılan ameliyatlarda mevcut matkap uçlarının başarılı delme sınırları tespit edilmiştir. Matkap ucunun keskinliğini kaybettiği durumda delme işleminin mümkün olmadığı, operatörün döndürücü makinaya (matkap) uyguladığı aksenal kuvveti artırması halinde bile delme işleminin gerçekleşmediği, kemiğin aşırı ısınarak yandığı (nekroz) belirlenmiştir. Ayrıca yeni ya da yeni bilenmiş bir matkap ucunun, başarı ile delebildiği delik sayısının mevcut kullanımı olan matkap uçlarında 50 adet civarında olduğu tespit edilmiştir.

Belirlenen bu rakam ameliyatlarda sırasında açılan uzun delikler için geçerli olan rakamdır, daha kısa deliklerde veya farklı uygulamalarda daha fazla sayıda delik açılabilmektedir. Bu tez çalışması kapsamında yapılan denelerde matkabın uzun delikler

açacak şekilde kullanılması sağlanmış ve testler için bu sayının üzeri başarılı olarak değerlendirilmiştir.

Femur ve tibia kemiklerinin toparlak uç kısımları, ahşap malzeme kesmeye yarayan daire ve şerit testereler ile ısıtılmadan kesilerek ayrılmış ve boru formunda orta kısımları alınmıştır (Şekil 4.44). Ardından içlerindeki ilik çıkarılarak basınçlı su ile temizlenmiştir.



Şekil 4.44. (a) Kemiklerin, delik delme testlerinde kullanılabilmesi için yapılacak kesme işlemlerinin yerleri, (b) Kesilmiş, ilikleri çıkarılmış ve basınçlı su ile temizlenmiş kemikler .

Performans testleri için seçilen kemiklerin canlı doku özelliklerini yitirmemeleri için soğuk ortamda muhafaza edilmeleri ve testler sırasında ortam sıcaklığına getirilerek deneylerin yapılmasına özen gösterilmiştir.

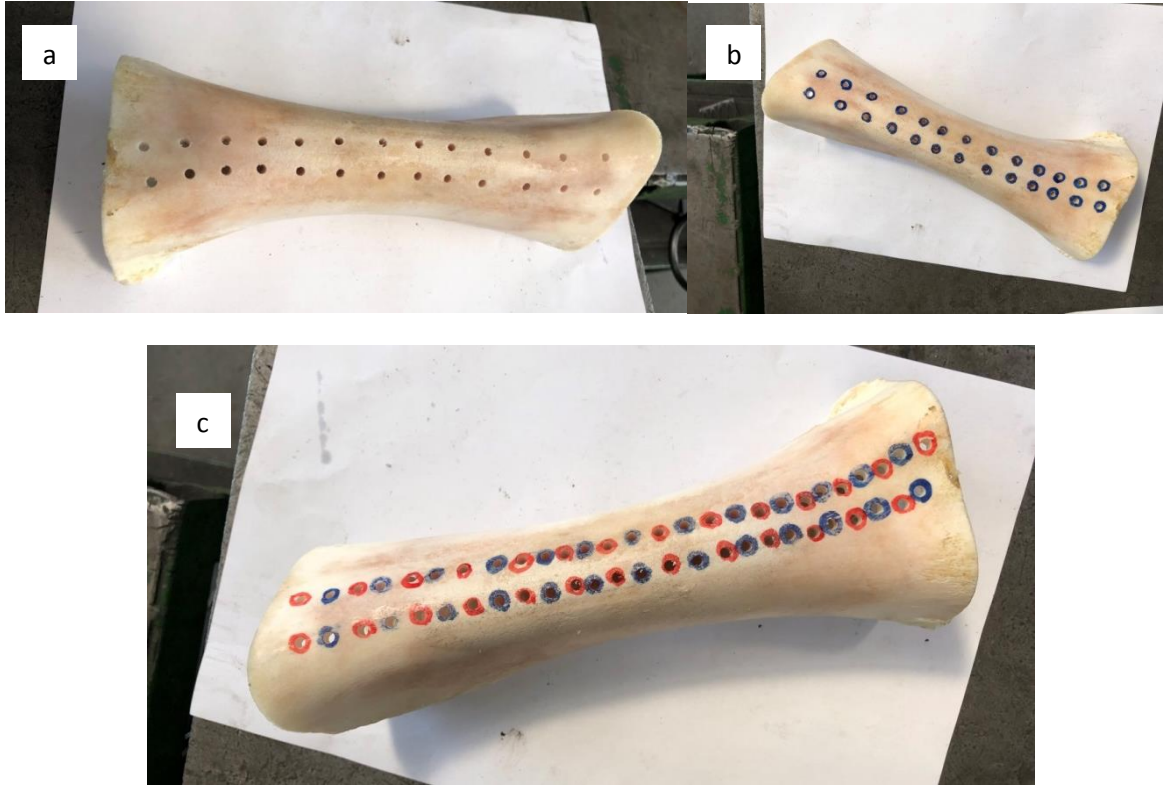
4.5.3. Kemiklerin delinmesi ve performans testleri

Kemikler üzerinde delme işlemleri hem AISI 420 malzemedan üretilmiş olan bor katkısı içermeyen matkap ile hem de %0,5 bor katkılı sinterleme ile üretilen matkap ile yapılmıştır. Her iki numunenin doğru şekilde mukayese edilebilmesi için matkap formlarının aynı olmasına özen gösterilmiştir. Kemikler üzerinde 20 mm mesafe aralıklarla ardışık delikler delinmiştir.

Delme işlemleri dikey sütunlu matkapta, salgı kontrolleri yapıldıktan sonra 900 d/d dönme hızı ve 0,1 mm/d ilerleme hızı sabit olacak şekilde yapılmıştır. Her kemik üzerine iki seri delik delinmiştir. Birinci seri katkısız malzemedan üretilen matkap ile delinirken

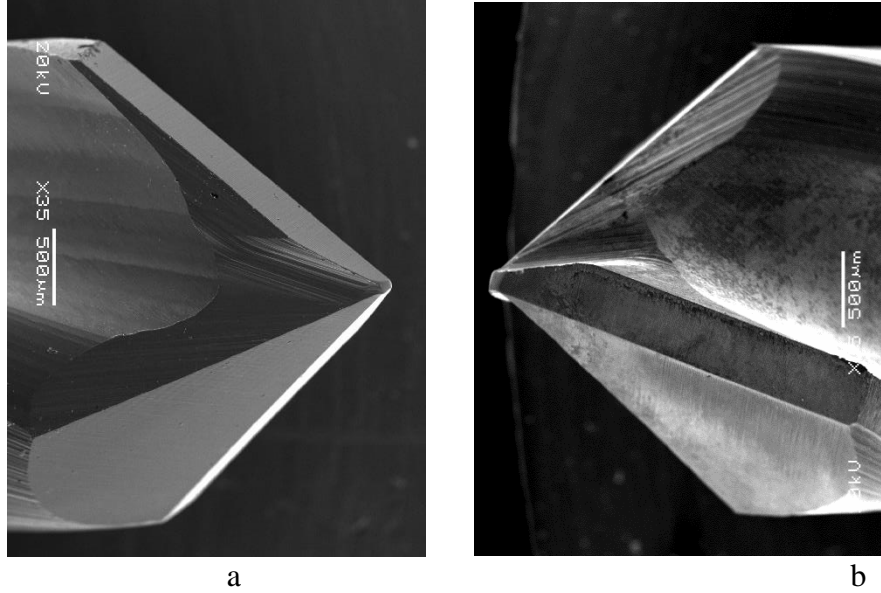
ikinci seri bor katkılı matkap ile delinen deliklerden oluşmaktadır. Bir kemik üzerine 20 mm aralıklarla delinebilecek deliklerin tamamı delindikten sonra bu delikler mavi renkli bir kalemle işaretlenmiş ve sayılmıştır.

İkinci aşamada diğer matkap ucu tezgaha bağlanarak ilk matkap ucu ile delinen deliklerin aralarındaki alana yeni delikler delinmiş ve bu ikinci grup delikler kırmızı renkli bir kalemle işaretlenmiştir. Bu yolla her iki matkap ucunun da aynı ortama ve birbirine çok yakın noktalara aynı sayıda delik delmesi sağlanmıştır. Örnek bir uygulama için delinmiş kemiklere ait resimler Şekil 4.45'te verilmiştir.

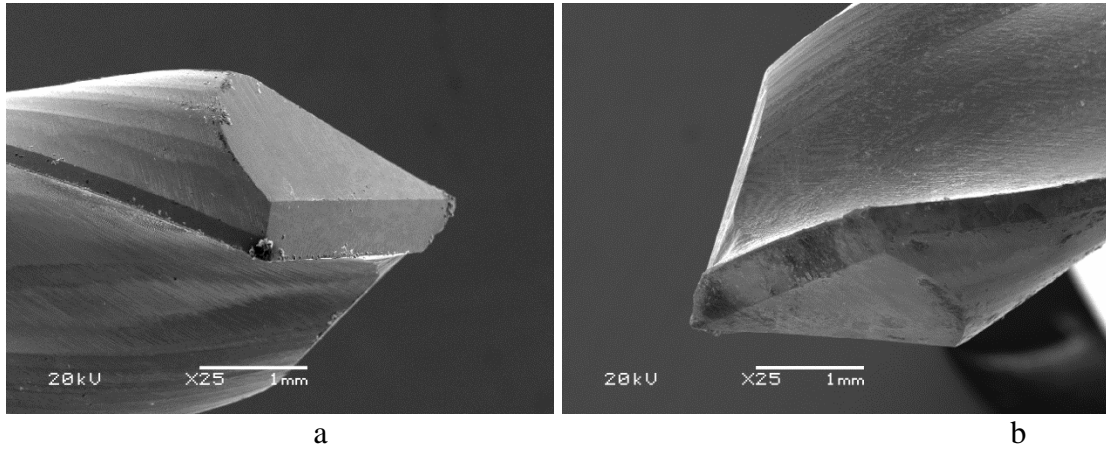


Şekil 4.45. (a) Kemik üzerine, birinci tip matkap ucu ile yaklaşık 20 mm ara ile deliklerin delinmesi, (b) Birinci tip matkap ucu ile delinen deliklerin mavi renk boya ile markalanması. (c) Mavi deliklerin aralarına ikinci tip matkap ucu ile deliklerin delinmesi ve kırmızı renk ile markalanması.

Birinci deneme seti içinde dört adet kemiğe her bir matkap ucu ile 170'şer adet 3,5 mm çapında delik delinmiştir. İşlem sonrası matkap uçlarının aşınma performanslarının belirlenebilmesi için SEM görüntüleri alınmıştır. Matkap uçlarına ait SEM görüntüleri Şekil 4.46 ve 4.47'de verilmiştir.



Şekil 4.46. (a) Bor katkısı içermeyen AISI 420 paslanmaz çelikten üretilmiş matkap ucu, kullanılmamış durumda, (b) Aynı matkap ucu 170 adet delik deldikten sonra.



Şekil 4.47. (a) %0.5 bor içeren AISI 420 paslanmaz çelikten üretilmiş matkap ucu, kullanılmamış durumda. (b) Aynı matkap ucu 170 adet delik deldikten sonra.

Matkap uçlarına ait SEM görüntüleri incelendiğinde 170 adet delik delme işlemi sonrasında %0,5 bor katkılı matkap ucunda belirgin aşınma olmadığı, matkabin kesme

kenarındaki formunun korunduğu belirlenmiştir. Ameliyatlar için belirtilen 50 adet delik sayısının aşılmış olması bor katkılı matkap uçlarının başarı ile çalışacağını göstermektedir. Yapılan performans testlerinde delikler arasında bırakılan mesafenin büyük olması kemiğin ısınmasını engellemiştir. Bu aşamadan itibaren delme işlemi sırasında kemiğin ısınma karakteristiklerinin ölçümünü yapabilmek üzere belirlenen bir motifte art arda ve birbirine yakın olacak şekilde deliklerin açılması için bir CNC freze tezgâhının kullanılmasına karar verilmiştir. (Şekil 4.48)

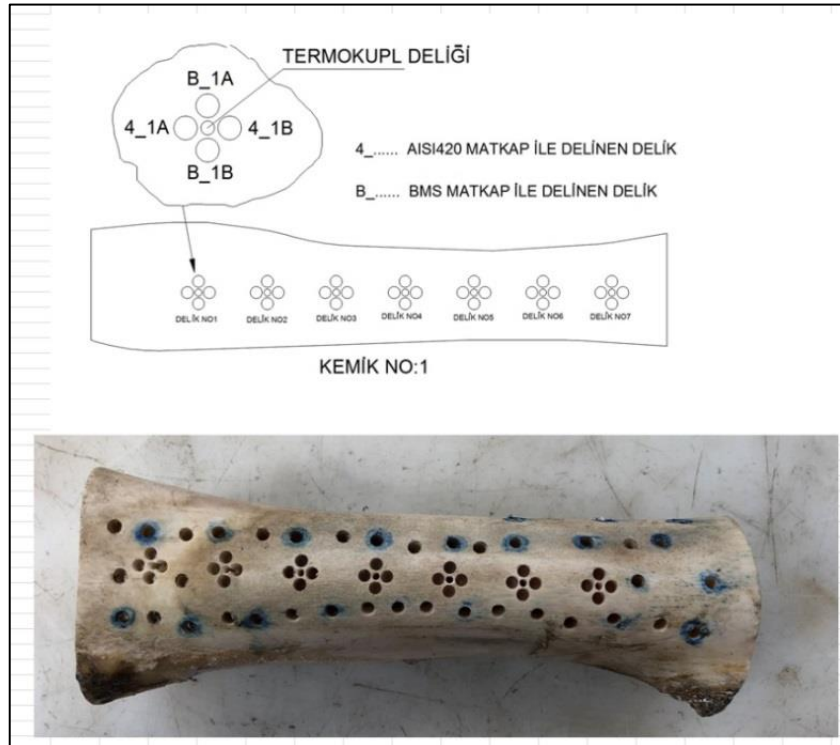


Şekil 4.48 CNC Freze tezgâhı

CNC tezgâhı üzerinde, kemik yatay olarak mengene vasıtası ile tezgâh tablasına sabitlenmiş, matkap ucu ise tezgâhın mandreline salgısız olarak bağlanmıştır (Şekil 4.49). Önce 20 şer mm aralıkla 2 mm çaplı termometre sensörü delikleri delinmiştir. Ardından bu deliğin etrafında papatya yaprakları formunda, radyal yerleşimde 4 adet delik yeri tespit edilmiş, ortadaki 2 mm çaplı deliğe termometre sensörü yerleştirilmiştir. Çevreye delinecek deliklerin cidarı ile termometre sensörü yerleştirilen deliğin iç cidarı arasında 0,5 mm kalınlıkta kemik kalacak biçimde delik pozisyonları yerleştirilmiştir. Matkap ucu 1000 d/d hızla döndürülmüş ilerleme hızı 0,1 mm/devir olarak seçilmiştir. Bu şekilde kemik üzerine açılan deliklerin resmi Şekil 4.50'de verilmiştir.



Şekil 4.49. Isınma testleri için CNC frezenin kullanılışı



Şekil 4.50. Isınma testlerinde kullanılacak kemikler üzerinde delik yerleşim planı ve bu plana uygun yapılan çalışma sonucunda kemiğin görünüşü.

Bu çalışma sonucunda iki adet kemik üzerinde 16 delik gurubu oluşturulmuş, yani her bir matkapla 32'şer adet delik delinmiş, delme süresince meydana gelen sıcaklık değişimleri kaydedilmiştir. Delmenin başlangıcındaki sıcaklık (ortam sıcaklığı) ile çıkılan

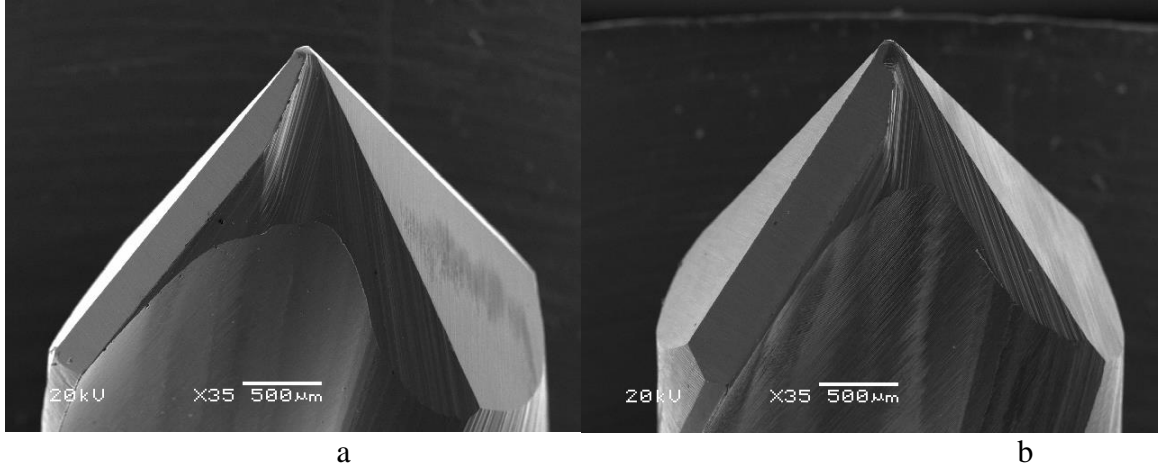
en büyük sıcaklık değeri arasındaki fark değerlendirme kriteri olarak seçilmiştir. Sonuç olarak AISI 420 hadde mamulü matkap ve %0,5 bor katkılı AISI 420 matkap arasında belirgin bir ısınma farkı bulunmamıştır. Her iki uçla yapılan deneylerde ölçülen en büyük sıcaklık değeri 43.58 °C olarak ölçülmüştür. Bu değer kemiklerin canlı dokularında meydana gelebilecek aşırı ısınmaya bağlı nekroz durumunu oluşturabilecek sıcaklık değerinin altındadır.

Bu aşamada tamamlanan deneyler ve elde edilen sonuçlar dikkate alınarak, aynı denemelerin farklı biçimde tekrarlanmasının uygun olacağına karar verilmiştir. Bu amaçla AISI 420 tozdan 7 saat öğütme ardından SPS ile disk oluşturulması ve bu malzemedan matkap ucu yapılarak %0,5 bor katkılı malzemedan yapılanlarla daha fazla delik delinerek (300 ve 700 delik) aynı denemelerin yeniden yapılması uygun bulunmuştur.

AISI 420 toz malzemedan 7 saat öğütme ile hazırlanan malzeme kullanılarak iki adet 40 mm çapında ve 6 mm kalınlığında disk SPS yöntemi ile üretilmiştir. Üretilen disk üzerinden tel erozyon ile 4 mm çapında 28 mm boyunda altı adet silindirik çubuk çıkarılmıştır. Elde edilen çubuklara önceki çalışmalarda yapıldığı şekilde sap takılmış ve matkap formunda işlenmiştir.

Üretimi yapılan matkap uçları kullanılarak, ilk deney seti ile yapılan delme operasyonları aynı şekilde tekrar edilmiş ve SPS sinterleme yoluyla üretilen, bor katkısı olmayan ve %0,5 bor katkısı içeren numuneler delme performansları açısından mukayese edilmiştir.

SPS yöntemiyle üretilmiş olan AISI 420 kullanılmamış matkap ucuna ve %0,5 B katkılı AISI 420 kullanılmamış matkap ucuna ait SEM görüntüsü Şekil 4.51'de verilmiştir.

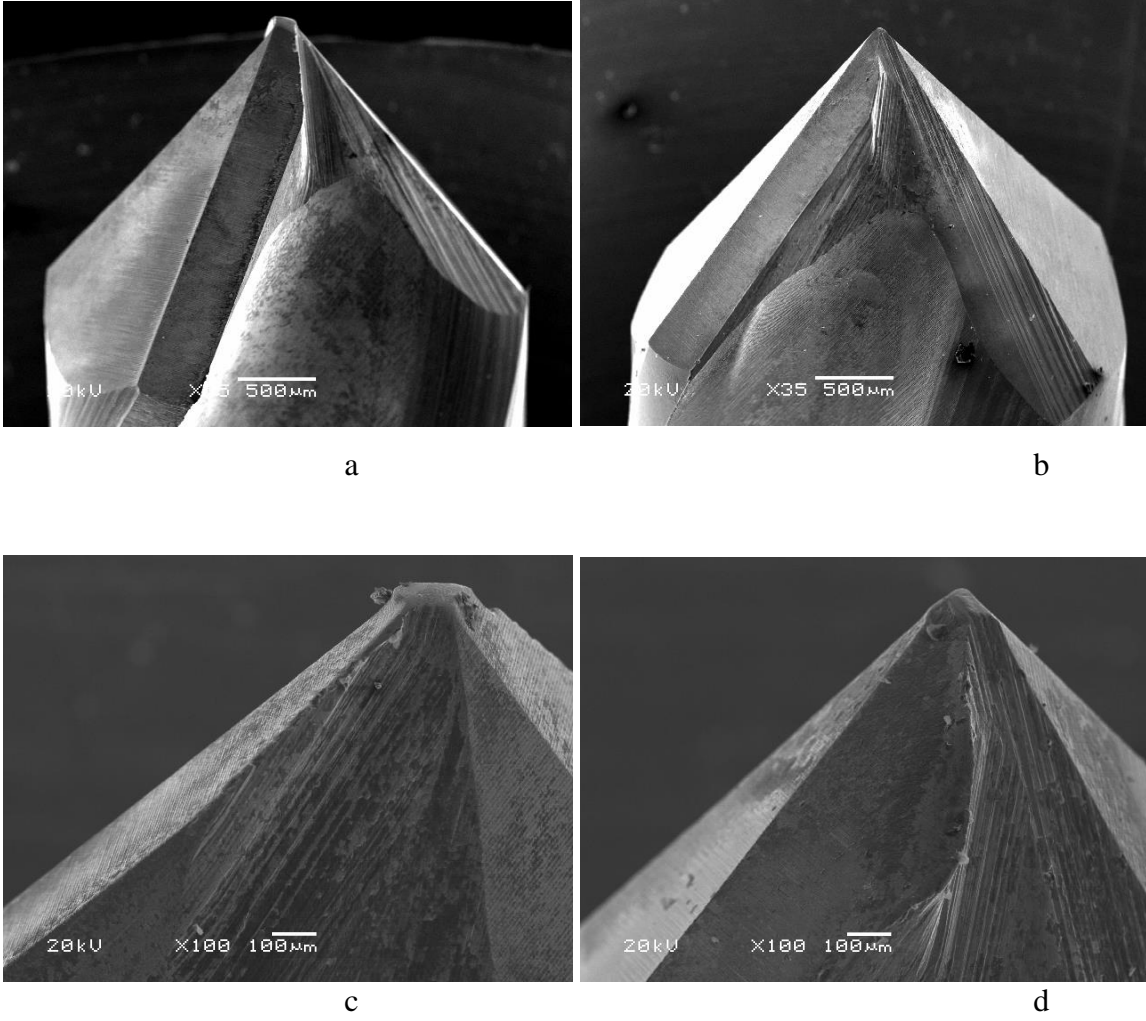


Şekil 4.51. (a) AISI 420 malzemedeki TM yöntemi ile imal edilmiş yeni (kullanılmamış) matkap ucu SEM görüntüsü. (b) %0.5 bor katkı, AISI 420 malzemedeki TM yöntemi ile imal edilmiş yeni (kullanılmamış) matkap ucu SEM görüntüsü .

300 ve 700 delik delme işlemleri sonrasında matkap uçlarından alınan SEM görüntüleri Şekil 4.52’de verilmiştir.

SEM görüntüleri incelendiğinde 300 delik delme işlemi sonrasında katkısız numune üzerinde aşınmanın başladığı, %0,5 bor katkı numune üzerinde ise belirgin bir aşınma olmadığı görülmektedir. 700 delik delme işlemi sonrasında da katkısız matkap ucunda belirgin aşınma görülürken katkı matkap ucunun belirgin şekilde aşınmadığı, 300 delik delme işlemine göre göreceli bir aşınmanın olduğu görülmektedir.

Bu durumda bor katkısının delme işlemi sırasında aynı koşullarda çalıştırılan bor katkı matkap ucuna göre daha yüksek performansa sahip olduğu söylenebilir. Ayrıca her iki matkap ucu birlikte gerçek hayvan kemikleri üzerinde ısınma testlerine de tabi tutulmuştur.



Şekil 4.52. (a) AISI 420 malzemeden imal edilmiş matkap ucunun 300 adet delik delindikten sonra SEM görüntüsü. (b) %0.5 bor katkı, AISI 420 malzemeden imal edilmiş matkap ucunun 300 adet delik delindikten sonra SEM görüntüsü. (c) AISI 420 malzemeden imal edilmiş matkap ucunun 700 adet delik delindikten sonra SEM görüntüsü. (d) %0.5 bor katkı, AISI 420 malzemeden imal edilmiş matkap ucunun 700 adet delik delindikten sonra SEM görüntüsü.

%0,5 bor katkıli AISI 420 malzemeden imal edilen matkap ucunun delme işlemleri sırasında kemikte en yüksek 9,76 °C sıcaklık artışı tespit edilirken, bor katkısı olmayan SPS ile üretilmiş AISI 420 malzemeden imal edilen matkap ucunda 10,84 °C mertebesinde sıcaklık artışı olduğu tespit edilmiştir. Canlı doku üzerinde yapılan delme işlemlerinde dokunun sıcaklığı olabilecek en düşük seviyelere indirilse bile işlem sırasında 40 °C seviyesinin aşılması istenmektedir. Çalışılan sıcaklık aralıklarının oldukça düşük seviyede ve küçük sıcaklık artışlarının bile dokuda nekroza neden olabileceği düşünüldüğünde bu değerler bor katkıli matkap ucunun daha az ısındığını göstermektedir.

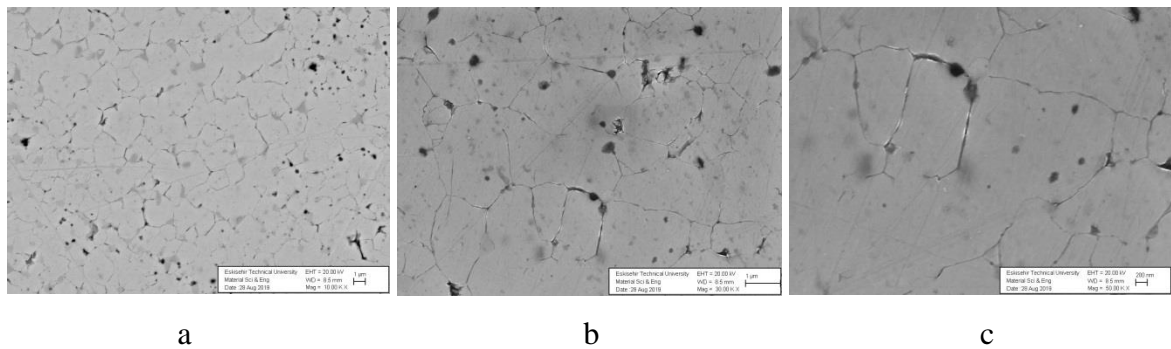
Bu durum doğrudan matkap geometrisinin daha uzun süre keskin olarak kalmasıyla izah edilebilir.

Elde edilen iyileşmenin nedenlerini daha detaylı ortaya çıkarabilmek için tüm numunelerin mikroyapı incelemeleri yapılmıştır.

4.5.4. Mikroyapı incelemeleri

Şekil 4.52’de verilen SEM görüntülerinden ayırt edildiği üzere, %0,5 bor katkılı matkap ucunun tepe noktasındaki deformasyon, bor katkısız AISI 420 malzemeden imal edilen matkap ucuna göre daha azdır. Yine kesici kenardaki testere dişine benzer mekanik aşınma izleri borlu alaşıma sahip matkapta görünmez iken bor katkısız AISI 420 malzemeli matkapta açıkça fark edilmektedir. Bu durum bor katkılı numunelerde keskinliğin daha uzun süre korunduğunu ve özellikle ısınmanın bu durumdan etkilendiğini göstermektedir. Bor katkılı ve katkısız numunelerde mikroyapısal olarak ne gibi değişikliklerin olduğu bu aşamada incelenmiştir.

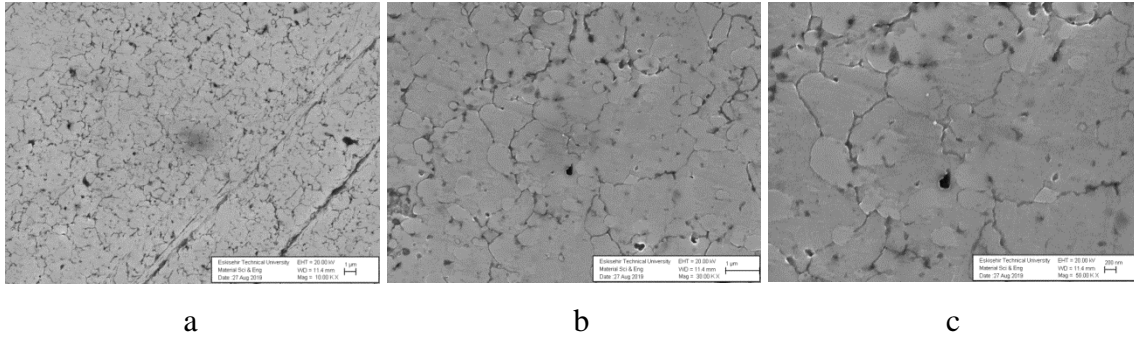
Mikroyapı incelemeleri için numuneler matkap üretiminde kullanılan silindirik parçalar üzerinden standart metalografik süreçte hazırlanarak alınmış ve kalıplanmıştır. Numunelerin dağlanması %2 lik Nital çözeltisi kullanılmıştır. Numunelere ait mikroyapı resimleri Şekil 4.53, 4.54 ve 4.55’de verilmiştir.



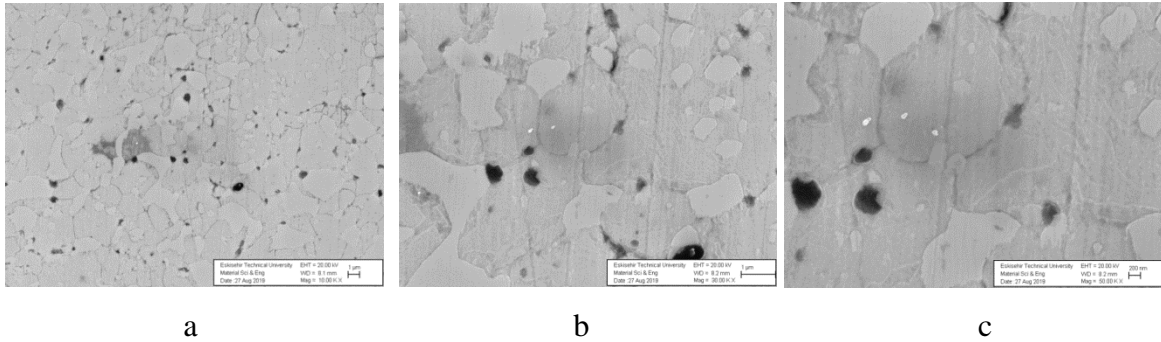
Şekil 4.53. %0 borlu AISI 420 numuneye ait SEM görüntüleri, (a) 10.000x, (b) 30000x ve (c) 50000 x

Mikroyapı görüntüleri incelendiğinde SPS ile üretimi yapılan bor katkısız numunelerde homojen bir yapı elde edildiği görülmektedir. Bor katkılı numunelerde

özellikle 50000x resimlerden görüleceği şekilde farklı tane boyutlarının görüldüğü ve faz yapılarının katkısız numuneye göre farklılaştığı anlaşılmaktadır. Bu nedenle bu numunelerde SEM+EDS çalışmaları yapılarak oluşan farklı fazların karakterize edilmesi ve bu fazların aşınma karakteri üzerine etkisi ortaya çıkarılmıştır.



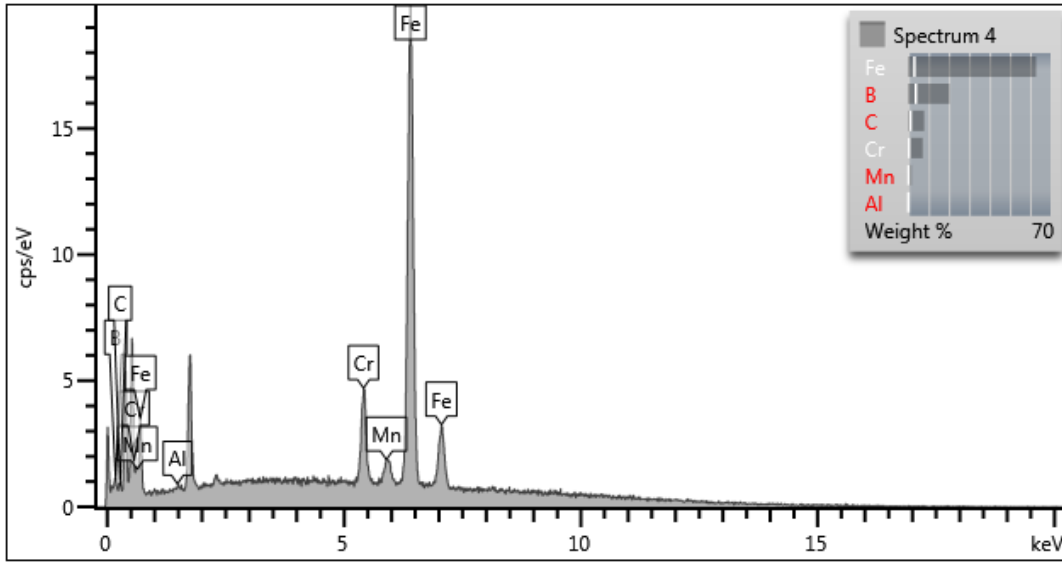
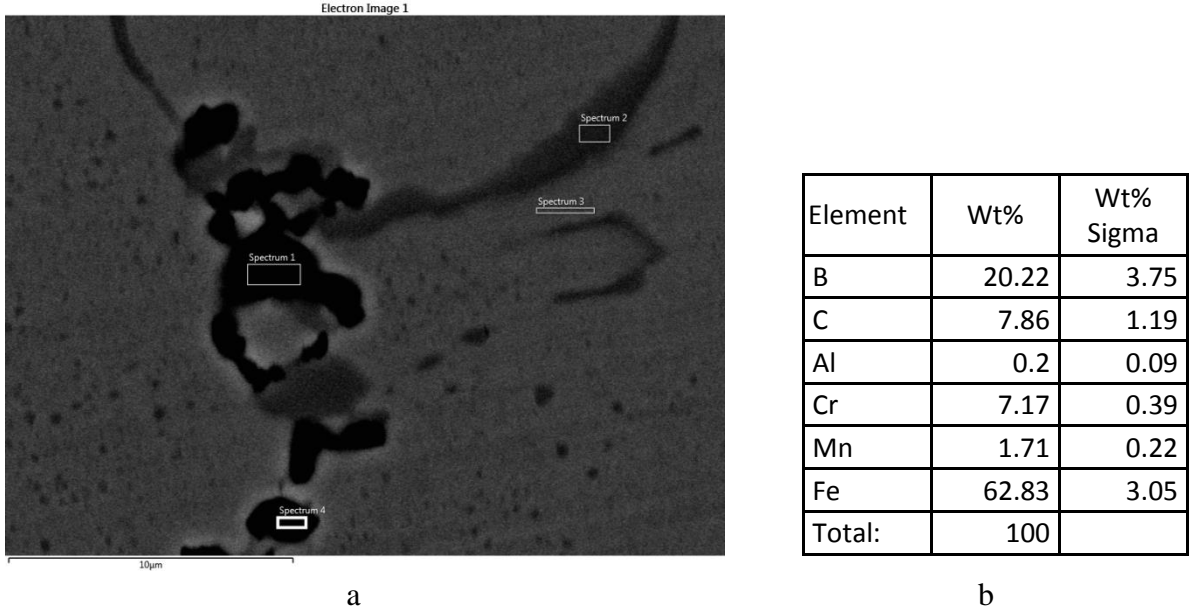
Şekil 4.54. %0,5 bor katkılı AISI 420 numuneye ait SEM görüntüleri, (a) 10.000x, (b) 30000x ve (c) 50000 x (42A kodlu numune).



Şekil 4.55. %0,5 bor katkılı AISI 420 numuneye ait SEM görüntüleri, (a) 10.000x , (b) 30000x ve (c) 50000 x (52A kodlu numune).

Yapılan SEM ve EDS çalışmalarının sonuçları Şekil 4.56'da verilmiştir. Genel görüntü içinde özellikle tane sınırı bölgelerinde bor ve bileşik oluşturabilecek fazların bulunduğu görülmektedir. Şekil 4.56(a) da görüleceği üzere tane sınırlarında B_4C fazı oluşumu vardır.

Literatürde doğrudan AISI 420 malzeme için bilgi bulunmamakla beraber, Lakshmanan v.d. (2019) yaptıkları çalışmada bakır alaşımında nano B_4C partiküllerinin benzer şekilde tane sınırlarında çökelediği ve bu durumun malzemenin aşınma özelliklerini iyileştirdiği belirtilmektedir.



Şekil 4.56. %0.5 bor katkılı AISI 420 malzemenin SEM görüntüsü (a), EDS sonuç tablosu (b) ve EDS grafiği (c).

Yapıda %1.5 oranında bulunan nano B_4C partiküllerin en yüksek aşınma direncini sağladığı belirtilmiştir. Bu iyileşmenin nano partikül ve monolitik alaşımlarda özellikle temas gerilmelerinin artmasıyla partiküllerin sürtünme katsayısını azalmasına bağlandığı görülmektedir.

Alizadeh v.d. (2011)'de yaptıkları çalışmada nano B_4C partiküllerinin Al matrisli kompozitlerde mukavemeti olumlu etkilediğini %2-4 arasında yapıya katılan B_4C

partiküllerinin mukavemeti artırdığını, ancak bu oran aşıldığında mukavemetin azaldığını ifade etmişlerdir.

Bu tez kapsamında hazırlanan numunelerde %0-1 ağ. bor elementi alaşıma katılmış ve tüm numuneler SPS yöntemi ile üretilmiştir. Numunelerin üretimi sırasında özellikle tane sınırlarında B_4C oluşumu meydana geldiği EDS analizlerinden elde edilen sonuçlardan çıkarılmıştır.

Yapılan aşınma testlerinde elde edilen iyileşmenin de tane sınırlarında oluşan B_4C fazına bağlı olduğu kanaatine varılmıştır.

5. BULGULAR VE TARTIŞMA

Tez çalışmasından önce gerçekleştirilen benzer araştırmalarda da tesbit edildiği üzere, paslanmaz çelik malzemeye bor katılması malzemenin mekanik ve tribolojik özelliklerine olumlu katkı yapmaktadır. Bu fiziksel gerçek, çalışmadan elde edilen sonuçlarla da doğrulanmıştır.

Çalışma kapsamında önce toz metalujisi teknikleri yardımı ile AISI 420 toz kullanılarak işe başlanmış ve sonuçta elde edilmesi amaçlanan malzeme özelliklerine uygun hammadde, öğütme süreleri, bor katkı miktarları ve SPS parametreleri üzerine yapılan seri denemeler sonucunda elde edilmiştir.

Uygun toz malzemenin ve ardından SPS yöntemi ile solid parçaların elde edilmesinin ardından matkap formunda parçalar üretilmiş, bu matkapların kullanımı ile insan kemiğine yakın özellikte hayvan kemikleri üzerinde çok sayıda delik delinerek matkapların aşınması sağlanmış, bor katkı miktarları farklı olan matkapların aşınma özellikleri incelenmiştir. Aynı zamanda, eşit miktarda delik delmiş bulunan farklı bor katkısına sahip matkapların, deldikleri kemiklerin lokal olarak ne kadar ısınmasına yol açtıkları ölçülmüştür.

Yukarıda açıklanan faaliyetin süresince, toz malzemedan kullanılmış ve aşınmış matkap uçlarına kadar devam eden sürecin değişik aşamalarında karakterizasyon çalışmaları yapılmış, optik mikroskop incelemeleri, SEM çalışmaları, EDS ölçümleri, aşınma ve ısınma testleri bu kapsamda gerçekleştirilmiştir.

Yapılan çalışma ve değerlendirmeler sonucunda, bor katkılı malzemenin, hem mekanik aşınma özellikleri hem de ısınma karakteristiği açısından bor içermeyen alaşıma göre daha başarılı olduğu tesbit edilmiştir. Ortalama olarak 1.08 °C farklı ısınma değerleri ölçülmüştür.

Ayrıca SEM fotoğraflarında görüldüğü gibi, bor katkılı matkap ucunun kesici kısmı, diğer matkap ucuna göre daha az ezilmiş/deforme olmuştur.

Çalışmanın deneysel kısmında kullanılan matkap uçlarının malzemesi, toz metalurjisi yöntemi ile ve SPS kullanılarak elde edilmiştir. Literatürde benzer çalışmalarda ulaşılan başarılı delik sayılarından çok daha yüksek delik sayılarına ulaşılmasında bu tekniğin payı olduğu anlaşılmaktadır.

6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışması ve elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde, hem toz metalürjisi tekniklerinin ve SPS yönteminin kullanılması hem de AISI 420 malzemeye bor katılarak farklı özellikler elde edilmesi sonucunda mekanik, tribolojik ve termal açılarından olumlu sonuçlar elde etmek mümkündür.

Benzer çalışmaların sürdürülmesi, bu alanda öncü görevi yapan çalışmamızın elde ettiği başlangıç düzeyindeki olumlu sonuçları ileri seviyelere taşıyabilecektir. Bu amaçla AISI 420 dışında diğer martenzitik paslanmaz çelikler gibi farklı baz malzemelerinin benzer yöntemlerle denenmesi, bor katkı miktarlarında daha yüksek seviyelerin araştırılması, bor dışındaki diğer katkı bileşiklerinin etkilerinin anlaşılması ve elde edilen malzeme üzerinde ısı işlemler uygulanması önerilebilir.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Akhtar, F., 2007, Sintering Behavior of Elemental Powders with FeB Addition in the Composition of Martensitic Stainless Steel, *Journal of Materials Engineering and Performance* 16(6), p. 726-729.
- Albertini, M., Herrero-Climent, M., Lázaro, P., Rios, J.V., Gil, F.J., 2012, Comparative study on AISI 440 and AISI 420B stainless steel for dental drill performance, *Materials Letters*, Volume 79, 15 July 2012, p.163-165.
- A. Alizadeh, A., Taheri-Nassaj, E., Hajizamani, M., 2011, Hot Extrusion Process Effect on Mechanical Behavior of Stir Cast Al Based Composites Reinforced with Mechanically Milled B4C Nanoparticles
- Allan, W., Williams, E.D., Kerawala, C.J., 2005, Effects of repeated drill use on temperature of bone during preparation for osteosynthesis self-tapping screws, *British Journal of Oral and Maxillofacial Surgery* (2005) 43, p.314-319.
- Anonim, 2018, Boren, Anasayfa, Bor Elementi, <https://www.boren.gov.tr/Sayfa/bor-elementi/23>
- Augustin, G., Davila, S., Mihoci, K., Udiljak, T., Vedrına, D.S, vd, 2008, Thermal osteonecrosis and bone drilling parameters revisited, *Arch Orthop Trauma Surg*, (2008), 128, p.71-77.
- Benjamin, J.S., 1992, Fundamentals of Mechanical alloying, *Materials Science Forum*, Vol. 88-90, p. 1-18.
- Clement, H., Zopf, C., Brandner, M., Tesch, N.P., Vallant, R., vd, 2015, Performance test of different 3.5 mm drill bits and consequences for orthopaedic surgery, *Arch Orthop Trauma Surg* (2015) 135, p.1675-1682.
- Conrad, H., 2002, Thermally activated plastic flow of metals and ceramics with an electric field or current, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 322, Issues 1–2, 15 January 2002, p. 100-107.
- Cremer, G.D., 1944, Sintering Together Powders Metals Such as Bronze, Brass or Aluminum, US Patent No. 2,355,954. February.
- Do, T., Shin, C. S., Stetsko, D., VanConant, G., Vartanian, A., Pei, S., vd, 2015, Improving Structural Integrity with Boron-Based Additives for 3D printed 420 Stainless Steel, *Procedia Manufacturing*, Volume 1, 2015, p. 263-272.
- Doa, T., Kwona, P., Shinb, C. B., 2017, Process development toward full-density stainless steel parts with binder jetting printing, *International Journal Of Machine Tools & Manufacture*, 121, (2017), p. 50–60.

- Domitran, Z., Brezak, D., Staroveski, T., Klaic, M., Bruketa, T., 2018, Experimental and finite element analysis of surgical drill bits with and without irrigation channel –A case study approach, *Medical Engineering And Physics* 62 (2018), p.29-35.
- Feldmann, A., Wandel, J., Zysset, P., 2016, Reducing temperature elevation of robotic bone drilling, *Medical Engineering and Physics* 38 (2016), p.1495-1504.
- Gaşan, H., 2008, Mg Esaslı Hidrojen Depolayıcı Malzemelerin Mekanik Alaşımlandırma Yöntemi ile Üretilmesi ve Depolama Özelliklerine Üretim Koşullarının Etkisi, Doktora Tezi.
- Grozaa, J. R., Zavaliangos, A., 2000, Sintering activation by external electrical field, *Materials Science and Engineering*, A287, 2000, p. 171–177.
- Inoue, K., 1965, Electric Discharge Heat Treatment of Metals in Electrolytes, US Patent No. 3,188,245, June.
- Jacob, C. H., Berry, J. T., Pope, M. H., Hoaglund, F. T., 1976, A Study Of The Bone Machining Process-Drilling, *Journal of Biomechanics*, Volume 9, Issue 5, 1976, p.343-344
- Jochum, R.M., Reichart, P.A., 2000, Influence of multiple use of Timedur-titanium cannon drills: thermal response and scanning electron microscopic findings, *Clin Oral Implants Res.* 2000, Apr;11(2), p.139-43.
- Lakshmanan, P., Dharmaselvan, S., Paramasivam, S., Kirubanandan, L. K., Vignesh, R., 2019, Tribological Properties of B₄C Nano Particulates Reinforced Copper Matrix Nanocomposites.
- Matthews, L. S., Hirsch, C., 1972, Temperatures Measured in Human Cortical Bone When Drilling, *The Journal Of Bone & Joint Surgery*, JBJS, March 1972, Volume 54, Issue 2, p.297-308.
- Miramontes, J. A. C., Sanchez, J. D. O. B., Calderon, F. A., Villafane, A. M., Nava, J. G. C., 2009, Effect of Boron Additions on Sintering and Densification of a Ferritic Stainless Steel, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 880 - Volume 19(6), August 2010.
- Natali, C., Ingle, P., Dowell, J., 1996, Orthopaedic Bone Drills– Can They Be Improved? Temperature Changes Near The Drilling Face, *J Bone Joint Surg [Br]* 1996;78-B:357-62.
- Omara, N.A., Mc.Kinley, J.C., 2018, Measurement of temperature induced in bone during drilling in minimally invasive foot surgery, *The Foot*, 35, (2018), p.63–69.
- Peruzzoa, M., Serafinia, F.L., Ordoñezb, M.F.C., Souzaab, R.M., Fariasa, M.C.M., 2018, Reciprocating sliding wear of the sintered 316L stainless steel with boron additions, p.109.

- Saha, S., Pal, S., Albright, J. A., 1982, Surgical Drilling: Design and Performance of an Improved Drill, *Journal of Biomechanical Engineering*, August 1982, Vol. 104/245.
- Samal, P. K., Valko, J. C., Pannell, J. D., 2009, Processing and Properties of PM 440C Stainless Steel, North American Hoganas, Hollsopple, PA 15935.
- Sarasola, M., Gomez-Acebo, T., Castro, F., Liquid generation during sintering of Fe–3.5%Mo powder compacts with elemental boron additions, *Acta Materialia*, 52, 2004, p. 4615–4622
- Schade, C., Schaberl, J., Thakur, S. N., Vaidehi, C., 2005, Pre alloyed boron in powdered metal (P/M) stainless steel
- Soriano, J., Garay, A., Aristimuño, P., Arrazola, P. J., 2014, Study and improvement of surgical drill bit geometry for implant site preparation, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, September 2014, Volume 74, Issue 5–8, p. 615–627.
- Suárez, M., Fernández, A., Menéndez, J. L., Torrecillas, R., Kessel, H. U., vd, 2013, Challenges and Opportunities for Spark Plasma Sintering: A Key Technology for a New Generation of Materials, <http://dx.doi.org/10.5772/53706>, erişim tarihi: 02.09.2019.
- Sulima, I., 2015, Role of boron addition on the consolidation and properties of steel composites prepared by SPS, p. 1840.
- Suryanarayana, C., 2001, Mechanical alloying and milling, *Progress in Materials Science* 46 (2001) p. 1-184
- Szewczyk – Nykiel, A., 2014, The Effects Of The Addition Of Boron On The Densification, Microstructure And Properties Of Sintered 17-4 Ph Stainless Steel
- Taylor, G. F., 1933, Apparatus for Making Hard Metal Compositions. US Patent No. 1,896,854, February 7.1933.
- Tiwari, D., Basu, B., Biswas, K., 2009, Simulation of thermal and electrical field evolution during spark plasma sintering, *Ceramics International*, (2009). 35, 2, p. 699-708.
- Tokita, M., 2013, Spark Plasma Sintering (SPS) Method, *Systems And Applications, Handbook of Advanced Ceramics*, Chapter 11.2.3, p.1149-1177
- Wang, W., 2000, Modeling and simulation of the dynamic process in high energy ball milling of metal powders, Doctor of Philosophy Thesis, p. 195.
- Zepona, G., Kiminamib, C. S., Filhob, W. J. B., Bolfarinib, C., 2013, Microstructure and Wear Resistance of Spray-Formed Supermartensitic Stainless Steel, *Materials Research*. 2013; 16(3), p. 642-646.



ÖZGEÇMİŞ

İsim: Mehmet Niyazi Çöl

Doğum yeri ve yılı: İzmit 11/06/1955

Medeni durum: Evli

Askerlik görevi: Kasım 1978- Haziran 1980 arasında yedek subay olarak tamamlandı.

Öğrenim: İTÜ Gemi İnşa Mühendisliği Fakültesi'nden lisans eğitimini tamamlayarak 1977 yılında mezun oldu.

Eskişehir OGÜ Makine Mühendisliği bölümünden 2013 yılında tezli yüksek lisansını tamamladı.

Eskişehir OGÜ Makine Mühendisliği bölümünde 2020 yılında doktora çalışmasını tamamladı.

Yabancı dil: İyi düzeyde İngilizce ve orta düzeyde Fransızca.

Bilgisayar: Programlama ve kullanma alanlarında ileri düzeyde, CAD konusunda uzman seviyesinde.

Amerika Birleşik Devletleri'nde robotik ve robot programlama konularında uzmanlık düzeyinde eğitim aldım.

İş deneyimi:

1981 – 1983 İstanbul Tuzla Erkal Tersanesi'nde mühendis ve başmühendislik

1983 – 1986 Kendi firmamda ticaret

1986 – 1989 Eskişehir Esen Makina (genel makine üretimi) üretim müdürlüğü

1989 – 1991 İstanbul Erinoks (paslanmaz makina üretimi) firmasında üretim müdürlüğü

1991 – 2000 Eskişehir Jamak (jant imali) firmasında üretim müdürlüğü ve genel müdürlük, bu süre içinde (1995-1996) geçici görevle Tunus'ta kurulu bir firmanın (konteyner imali) genel md. yardımcılığı

2000 – 2011 Eskişehir Aspen firmasında (metal tavan paneli imali) fabrika müdürlüğü

2011 - 2012 Eskişehir Hatipoğlu Cam firmasında Genel Müdür Yardımcılığı

2012 - 2015 Eskişehir Şahlan Kabin firması Teknik Müdürlüğü

2015 - Yurt içi ve yurt dışı firmalara uzmanlık alanlarında teknik danışmanlık.

Adres: Batıkent, Çayırhan sokak, Damla sitesi A blok 2/4 Eskişehir 26180

Tel: 0533 345 95 59 0222 224 00 94