



BOR DERGİSİ

JOURNAL OF BORON

<https://dergipark.org.tr/boron>



Hekzagonal bor nitrür ilavesinin basınçsız sinterlenmiş alumina matrisli kompozitler üzerine etkisi

Yapıncak Göncü^{1*}, İbrahim Ceyhun Onar², Nuran Ay³

¹Osmangazi Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Biyomedikal Mühendisliği Bölümü ve BORTEK Bor Teknolojileri ve Mekatronik A.Ş., Eskişehir, Türkiye, ORCID ID orcid.org/0000-0002-8602-9765

²Eskişehir Teknik Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Eskişehir, Türkiye,

³Eskişehir Teknik Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Eskişehir, Türkiye, ORCID ID orcid.org/0000-0002-2228-9904

MAKALE BİLGİSİ

Makale geçmişi:

İlk gönderi 15 Ekim 2019
Revize gönderi 23 Mart 2020
Kabul 23 Mart 2020
Online 29 Mart 2020

Araştırma makalesi

DOI: [10.30728/boron.633242](https://doi.org/10.30728/boron.633242)

Anahtar kelimeler:

Alümina,
Bor nitrür,
Kompozit,
Karakterizasyon.

ÖZET

Yapay diş, kemik uygulamaları gibi biyomalzemelerde, yüksek mukavemet, iyi kimyasal dayanım ve aşınma direnci göstermeleri nedeni ile yapısal seramikler kullanılmaktadır. Alümina (Al_2O_3) yüksek mukavemeti, yüksek kimyasal direnci ve beyaz renkli oluşu nedeni ile yapay diş uygulamalarına iyi bir adaydır. Ancak, insan diş ve kemiği ile karşılaştırıldığında Elastik modülü ve sertliğinin oldukça yüksek olması nedeni ile implant olarak kullanıldıklarında diş ve kemiğe zarar vermektedirler. Hekzagonal bor nitrür (hBN), yapısal olarak grafit benzer beyaz renkli, biyouyumlu yapay seramik bir malzemedir. hBN ilave edilerek Alümina'nın fiziksel özelliklerinin değiştirilmesi ile implant uygulamalarda kullanım potansiyelinin artırılması mümkün olabilir. Bu çalışmada, farklı oranlarda nano hBN ilavesinin hBN-alümina kompozitin fiziksel özelliklerine etkisi incelenmiştir. $\alpha-Al_2O_3$, nano hBN ve sinterleme ilavesi olarak MgO tozları kullanılarak hazırlanan kompozit tozlar hidrolik presle şekillendirilmiş ve koruyucu atmosfer altında basınçsız sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin fiziksel özellikleri (yoğunluk, elastik ve kayma modülleri, Poisson oranı) belirlenmiştir. Faz analizi (XRD) ve mikroyapı karakterizasyonları (SEM) yapılmıştır. hBN kompozit içerisinde homojen bir dağılım göstermiştir. Kompozitte hBN miktarının artması ile göreceli yoğunluğun azaldığı, gözenekliliğin arttığı, Elastik modülünün ve sertliğin düştüğü tespit edilmiştir.

The effect of hexagonal boron nitride addition on pressureless sintered alumina matrix composites

ARTICLE INFO

Article history:

Received 15 October 2019
Received in revised form 23 March 2020
Accepted 23 March 2020
Available online 29 March 2020

Review Article

DOI: [10.30728/boron.633242](https://doi.org/10.30728/boron.633242)

Keywords:

Alumina,
Boron nitride,
Composite,
Characterization.

ABSTRACT

The structural ceramics use in biomaterials such as artificial teeth and bone applications because of their high strength, good chemical resistance, and abrasion resistance. Alumina (Al_2O_3) is a good candidate for artificial tooth applications due to its high strength, high chemical resistance, and white color. However, their elastic modulus and stiffness are quite high compared to human teeth and bone, so they damage the teeth and bone when used as an implant. Hexagonal boron nitride (hBN) is a white, biocompatible artificial ceramic material that is structurally similar to graphite. By changing the physical properties of Al_2O_3 with adding hBN, it is possible to increase the potential of use in implant applications. In this study, the physical properties of the composite were investigated by adding different amounts of nano hBN into the hBN-alumina composite. The composite powders prepared by using $\alpha-Al_2O_3$, nano hBN and MgO as a sintering agent were shaped by the hydraulic press and pressureless sintered under a protective atmosphere. Physical properties (density, elastic and shear modulus, Poisson's ratio) of sintered samples were determined. Phase analysis (XRD) and microstructure characterization (SEM) were performed. hBN showed a homogeneous distribution in the composite. It was determined that relative density decreased, porosity increased, elastic modulus and stiffness decreased with the increasing amount of hBN in the composite.

*Sorumlu yazar: yapincak.goncu@ogu.edu.tr

1. Giriş (Introduction)

Yüksek mukavemeti, kimyasal kararlılığı fizyolojik ortamlarda biyouyumlu oluşu ve aşınmalara karşı direnci nedeni ile yapısal seramik malzemelere biyomalzeme alanında ilgi giderek artmaktadır. Biyomedikal uygulama alanlarında kullanılan seramiklerden biyo inert, biyouyumlu veya biyobozunur olması istenmektedir. Alümina, (Al_2O_3), yüksek saflıkta, yoğun ve ince mikro yapısı nedeni ile 1964 yılından beri implant malzeme olarak kullanılmakla beraber son yıllarda biyomedikal uygulamalarda kullanım potansiyeli giderek artan biyoseramik bir malzemedir [1]. Tüm kalça protezleri ve diş implantlarında metal alaşımlara alternatiftir [2]. *In-vivo* ortamda mükemmel aşınma mukavemeti nedeni ile ortopedik uygulamalarda kullanılmaktadır [3,4]. Dokudan azami tepki ortaya çıkartır ve uzun yıllar boyu bozulmadan kalabilir. Özellikle kanser ya da travmatik yaralanmalar sonucunda meydana gelen kayıplarda kemik yerine %30 dan fazla gözeneğe sahip alümina kemik tutucular kullanılmaktadır. Metal pinler kullanılarak doğal doku içine yerleştirilen kemik tutucuların porlu yapısı içine kemik hücrelerinin nüfus etmesi sonucunda kemik oluşumu meydana gelir. Tipik por boyutu $100 \mu m$ 'dan büyüktür. Bu porlar doğrudan kemik oluşumuna izin vermekle kalmaz damar oluşumunu da teşvik eder [3]. Vücut içerisinde kullanılacak implant malzemelerden kullanılacağı yerle benzer fiziksel ve mekanik özelliklere sahip olması beklenir. Malzemeyi tanımlayan temel parametrelerden biri elastik modüldür. Sadece araştırmacılar için değil aynı zamanda klinik uygulayıcılar da elastik modül ile ilgilenir çünkü yer değiştireceği malzeme ile benzer deforme özelliklerine sahip olması malzeme seçiminde belirleyici bir rol oynar. Kuvvet taşıyan yapılarda, yük altında sınırlı sapma ve gerilme sonrası orijinal şekline dönebilmesi için sıklıkla yüksek elastik modülü tercih edilir. Kemiğin elastik modülü 15-45 GPa arasındadır. Bireysel farklılıklar ve kemiğin vücut içerisindeki yerine göre elastik modül değişkenlik gösterir. Kortikol kemikleri 7-30 GPa iken, insan diş minesi 9-90 GPa, insan diş dentin 11-20 GPa elastik modülüne sahiptir [5].

Al_2O_3 'ün mekanik özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir [6]. Al_2O_3 , diğer biyoseramik malzemeler gibi yüksek elastik modülüne sahiptir ve zor işlenebilir özellik gösterir. Yüksek mukavemeti, iyi kimyasal direnci ve beyaz renkli oluşu nedeni ile yapay diş uygulamalarında da iyi bir adaydır. Ancak elastik modülü ve sertliğinin insan diş ve kemiği ile karşılaştırıldığında oldukça yüksek olması nedeni ile implant olarak kullanıldıklarında diş ve kemiğe zarar vermektedirler [7]. Ortopedik uygulamalar için en iyi malzeme oluşu söylenemez çünkü elastik modülü 380-420 GPa arasında değişir. Bu değer, süngerimsi kemik ya da kortikol kemikleri ile karşılaştırıldığında çok fazladır. Alümina implant kemiği sarar ve gelebilecek tüm yükler implant tarafından taşınır. Bu mekanik kalkan kemik üzerinde basma gerilmesi meydana getirir ve implant kırılması ile sonuçlanacak

olan doku çözünmesi ve kemiğin zayıflamasına neden olur [3]. Bu nedenle alümina tek başına kullanılması yerine kompozit yapı içerisinde yer alarak ortopedik uygulamalarda takviye edici olarak görev yapar [1,8]. Chiba ve ark. [9] çalışmasında hidroksiapatite (HA) ilave edilen Al_2O_3 'ün biyouyumluluğu bozmadan mekanik mukavemeti artırılabilirliğini ifade etmektedir. Polikristalin formda alümina biyo inertken, nanokristalin alümina biyoaktif oluşu nedeni ile HA/nano alümina kompozit yapılar da implant uygulamaları için ilgi çekici bir malzeme olduğu belirtilmektedir [10-12]. Ancak hidroksiapatit ile oluşturduğu kompozitler kalsiyum fosfatlarla karşılaştırıldığında daha iyi mekanik mukavemete sahip olsa da dokularla ara yüzey bağ oluşturmazlar [11]. Bununla birlikte dental uygulamalarda alüminanın tokluğu ve kırılma mukavemetinin artırılması için magnezyum oksit (MgO), zirkonyum oksit (ZrO_2), kromiyum oksit (Cr_2O_3) gibi ilaveler yapılmaktadır [13-16].

Çizelge 1. Biyomalzeme kalitesinde Alümina'nın mekanik özellikleri (Mechanical properties of Alumina as a biomaterial quality) [6].

Mekanik Özellik	Alumina
Yoğunluk (g/cm^3)	3,97
Sertlik (Vickers)	2200
Eğme Mukavemeti (MPa)	500
Basma Mukavemeti (MPa)	4100
Kırılma Tokluğu ($MPa \cdot m^{1/2}$)	4
Elastik Modülü (GPa)	380
Termal Genleşme Katsayısı ($1/K$)	8×10^{-6}

Hegzagonal bor nitrür ise kendine has fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip oluşu nedeni ile mühendislik uygulamalarında tercih edilen bir malzemedir. Yapısal olarak grafit benzer. Kendine has fiziksel ve kimyasal özellikleri nedeni ile birçok mühendislik uygulaması bulunmaktadır. Isıl iletkenliğinin yüksek oluşu ve iyi bir katı yağlayıcı olması nedeni ile alüminanın yapısına ilave edildiğinde kompozitin sertlik ve kırılma mukavemeti değerlerinin zor koşullarda bile çeliklerin işlenmesine izin vereceği belirtilmektedir [17]. Kusunose ve ark. alümina matris içerisinde turbostratik bor nitrür (tBN) ilave etmiş ve sıcak pres ile şekillendirmişlerdir. Nano boyutlu hBN partiküllerin yapı içinde oluştuğu ve kompozitin yüksek mukavemet ve düşük elastik modülüne sahip olduğu tespit edilmiştir [7]. Son yıllarda hBN, düşük yoğunluğu, yüksek ısıl iletkenliği, kimyasal kararlılığı biyouyumlu oluşu ve toksik olmaması gibi özellikleri nedeni ile tıp, ilaç ve kozmetik sektöründe de tercih edilen bir malzemedir. Atilla ve ark. Hidroksiapatit (HA)/hBN kompozitlerini rat femurlarına implantasyonu sonrasında serumdaki bor konsantrasyonlarını inceledikleri çalışmaları sonrasında HA/hBN kompozitlerin implant malzemesi olarak umut vadettiğini belirtmektedir [18]. Kıvanç ve ark. hBN nanopartiküllerin antimikrobiyal ve anti biyofilm aktivitesini inceledikleri çalışmalarında belirli bir konsantrasyona kadar hBN'in sitotoksik etki göstermediğini, yüksek biyofilm aktivitesi gösterdiğini, bakterileri öldürmediği

ancak bakterilerin çoğalmasını engellediğini tespit etmişlerdir [19]. hBN'in hidroksiapatit yapısında mekanik özellikleri geliştirdiği literatürde belirtilmekte olup, bu özellikleri nedeni ile medikal uygulamalar için umut vadetmektedir [20-22]. Tüm bu çalışmalar hBN'in dental restorasyon malzemesi olarak kullanılabilirliği fikrini doğrulamıştır. Bununla birlikte BN'ün iyi bir katı yağlayıcı olması nedeni ile şekillendirmede kalıptan kolay çıkma veya kesme işlemlerini kolaylaştırması açısından uygulamada da kolaylık sağlayacağı, iyi ısı iletimi, ısı şoklarına karşı dirençli olması nedeni ile yapısına gireceği kompozitin özelliklerini geliştireceği ve ağız içerisinde meydana gelebilecek sıcak soğuk farkının kaplamaya olumsuz etkisini azaltacağı düşünülmektedir. Bu nedenle alümina matris içerisine ilave edilen bor nitrid partiküllerle, oluşturulacak mikro yapısal değişikliklerin alüminanın fiziksel ve mekanik özelliklerindeki değişiminin belirlenmesiyle, işlenebilirliğinin artırılması sağlanabilir ve dental uygulamalarda kullanımının yaygınlaştırılması mümkün olabilir. Bu çalışmada, alümina matris içerisine farklı oranlarda nano hBN'in ilavesinin kompozitin fiziksel özelliklerine etkisi incelenmiştir. α -Al₂O₃, nano hBN ve sinterleme ilavesi olarak MgO tozları kullanılarak hazırlanan karışım tek eksenli izostatik presle şekillendirilmiş ve koruyucu atmosfer altında basınçsız sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin fiziksel özellikleri (yoğunluk, elastik ve kayma modülleri, Poisson oranı) belirlenmiştir. Faz analizi (XRD) ve mikroyapı karakterizasyonları (SEM) yapılmıştır.

2. Malzemeler ve yöntemler (Materials and methods)

DeneySEL çalışmalarda başlangıç malzemesi olarak α -Al₂O₃ (>%99,99 saflık, 80 μ m, Sigma Aldrich), hBN (>99%, 120 nm, BORTEK A.Ş.) ve sinterleme ilavesi olarak MgO (%99) kullanılmıştır. Kompozit yapılarda takviye edici fazın özelliği, matris içerisindeki miktarı ve dağılımı kompozitin özelliklerini etkiler. Bor Nitrid ilave edildiği matriste sinterlemeyi güçleştirmesi nedeniyle belirli oranlarda ilave edilmelidir [23]. Bu nedenle hBN miktarı hacimce %0-20 aralığında ilave edilmiştir. Alümina matris içerisine sinterleme katkısı olarak ilave edilen MgO sinterleme sıcaklığını düşürür, yoğunluğu artırarak yapıda spinel ikincil fazı oluşturur. Bu çalışmada, hBN ilavesinin etkisinin belirlenmesi için kompozisyonlar hazırlanırken tüm bileşimlerde aynı oranda MgO sinterleme ilavesi olarak kullanılmıştır. Kompozisyonlar hacimce %0, 5, 10, 15 ve 20 oranlarında hBN, ağırlıkça %3 MgO ilave edilerek yaş metot ile bilyalı değirmende izopropil alkol ortamında, bilya/toz oranı 10:1 olacak şekilde, 16 sa. süre ile öğütülerek hazırlanmıştır. 80°C'lik etüvde 16 saat kurutulduktan sonra agat havanda öğütülmüş ve 150 μ m'lik elekten elenmiştir. Elde edilen tozlar 70MPa basınç altında 50mm çapında ve 4,5 mm kalınlığında olacak şekilde tek eksenli preste şekillendirilmiştir. Hazırlanan numuneler etüvde kurutulmuş sonrasında N₂ atmosferinde 10°C/dk. ısıtma hızında, 1750°C'de 2 sa. sinterlenmiştir.

Şekil 1'de kompozit üretim akım şeması verilmiştir. Numuneler kompozisyonadaki hBN miktarına göre (AIB0, AIB5, AIB10, AIB15, AIB20) kodlanmıştır.

Numunelerin faz analizleri Rigaku Miniflex x-ışınları cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yığın yoğunluklar Ohaus yoğunluk ölçüm kiti kullanılarak hesaplanmıştır. Elastik modül, kütle modülü, kayma modülü ve Poisson oranı, Olympus Panametrics tahribatsız muayene test cihazı ile ölçülmüştür. Kompozitlerin fiziksel özellikleri:

$$b = V_s/V_t \quad (1)$$

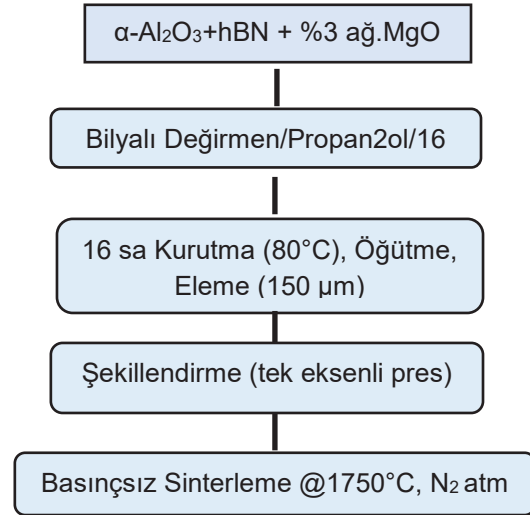
$$\vartheta = (1 - 2b^2)/(2 - 2b^2) \quad (2)$$

$$G = (V_s)^2 \cdot \rho \quad (3)$$

$$K = E/[3(1 - \vartheta)] \quad (4)$$

$$E = (V_t)^2 \rho (1 + \vartheta)(1 - 2\vartheta)/(1 - \vartheta) \quad (5)$$

formüller kullanılarak hesaplanmıştır. V_t ve V_s boyuna ve kayma dalga hızları (m/s), elastik modülü (E), kütle modülü (K), kayma modülü (G) ve Poisson oranıdır (ϑ).



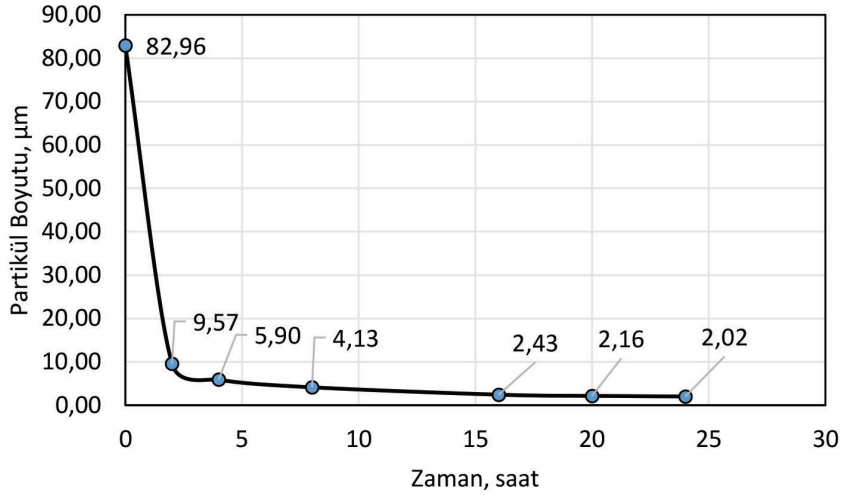
Şekil 1. Kompozitlerin üretim akım şeması (The production flow chart of composites).

Kırık ve parlatılmış yüzeylerden görüntü ve elementel analiz Zeiss Supra 50VP taramalı elektron mikroskobu ve buna bağlı Oxford Instrument marka EDS cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

3. Sonuçlar ve tartışma (Results and discussion)

Alüminanın başlangıç tane boyutu 82,9 μ m olarak ölçülmüştür. Bilyalı değirmende 2, 4, 8, 16, 20, 24 sa. süre ile öğütülmüş ve tane boyut analizi yapılmıştır (Şekil 2). 16 sa. sonunda alüminanın ortalama tane boyutu 2,4 μ m boyutuna kadar inmiş bu süreden sonra alüminanın tane boyutunda önemli bir değişim olması nedeni ile tüm kompozitler 16 sa. süre ile öğütme ve karıştırma işlemine tabi tutularak hazırlanmıştır.

Numunelere ait x-ışınları kırınım eğrileri Şekil 3'te verilmiştir. AIB0 numunesinde Al₂O₃ (JCPDS Kart

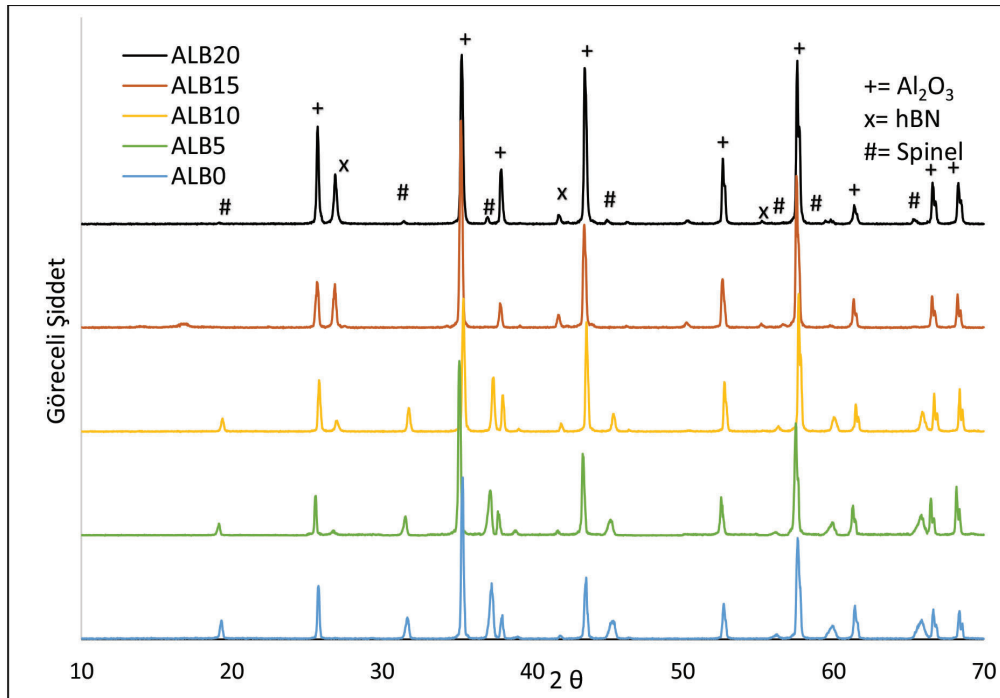


Şekil 2. Alüminanın öğütülmesinin zamana bağlı olarak tane boyutundaki değişimi (The variation of particle size of Alumina versus time).

No: 46-1212) ve spinel yapıya ($MgAl_2O_4$) (JCPDS Kart no: 21-1152) ait karakteristik pikleri tespit edilmiştir. Kompozisyona sinterleme katkısı olarak ilave edilen MgO spinel yapıyı oluşturmaktadır. MgO- Al_2O_3 faz diyagramında spinel yapı yalnızca 1600°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda meydana gelir. 1750°C'de spinel yapı içerisinde MgO ve Al_2O_3 katı çözelti oluşturur [24]. Magnezyum alümina spinel oluşum mekanizmalarıyla ilgili yapılan araştırmalarda, reaksiyonun, sabit bir oksijen kafesi boyunca Al^{3+} ve Mg^{2+} iyonlarının difüzyon mekanizmalarıyla kontrol edildiği belirtilmiştir [25]. Alümina ve magnezyum partikülleri arasındaki arayüzde spinel tabaka oluşumu, Al^{3+} iyonlarının alümina partiküllerinden magnezyum partiküllerine göç etmesi ve Mg^{2+} zıt yönde difüze olması ile açıklanabilir. Ayrıca yapıda spinel oluşum hızının MgO ve Al_2O_3 'ün tane boyutunun azalması ile arttığını tespit edilmiştir [26].

Bu çalışmada ise öğütme karıştırma işlemi sırasında tane boyutunda meydana gelen değişimin yapıda spinel oluşumunu hızlandırdığı düşünülmektedir.

hBN ilavesi ile birlikte hBN (JCPDS Kart No: 034-0421) karakteristik pikleri tüm numunelerde tespit edilmiştir. Artan hBN miktarı ile birlikte hBN pik şiddetlerinde artma Şekil 3'te görülmektedir. hBN miktarının artmasıyla birlikte x ışınları kırınım eğrilerinde spinel fazın pik şiddetinin azaldığı tespit edilmiştir. Kompozisyonda hBN miktarının artması ile birlikte hBN tanelerinin alümina etrafında bariyer oluşturduğu ve spinel fazın oluşmasına engel olduğu düşünülmektedir. ALB20 numunesinde spinel yapının başlangıca göre oldukça azaldığı tespit edilmiştir. Spinel yapı yüksek refrakterlik özelliği, düşük ısıl genleşme, ısıl şok dayanımı ve korozyon özelliği ile dental uygulamalarda da kullanılan bir yapıdır [27].



Şekil 3. Numunelere ait x ışınları difraktogramları (X-ray diffractogram of the samples).

Dental restorasyonlarda döküm yöntemi ile şekillendirilen seramiklerde bulunan fazlardan biridir ve yapıya transparanlık sağlar [28-30].

Kompozitlerde artan hBN miktarına göre numunelerin yığın yoğunluk, göreceli yoğunluk ve gözenek miktarları Çizelge 2'de verilmiştir. hBN miktarının artması ile yoğunluğun azaldığı ve gözenek miktarının arttığı tespit edilmiştir. En düşük yoğunluk ve en yüksek gözenek hacimce %20 hBN içeren numunede ölçülmüştür. hBN'in yapı içerisine girmesi ile kompozitin yoğunluğunda meydana gelen azalma hBN'in düşük sinterleme kabiliyeti nedeniyleledir.

Çizelge 2. Al₂O₃/hBN kompozitlerin yığın yoğunluk, göreceli yoğunluk ve gözenek değerleri (The bulk, relative density and pore values of Al₂O₃/hBN composites).

Numune kodu	h-BN miktarı (vol%)	Yığın Yoğunluk (g/cm ³)	Görece Yoğunluk (%)	Gözenek (%)
AIB0	0	3,95	99,92	0,08
AIB5	5	3,71	95,37	4,63
AIB10	10	3,26	86,61	13,39
AIB15	15	3,14	85,55	14,45
AIB20	20	2,48	67,82	32,18

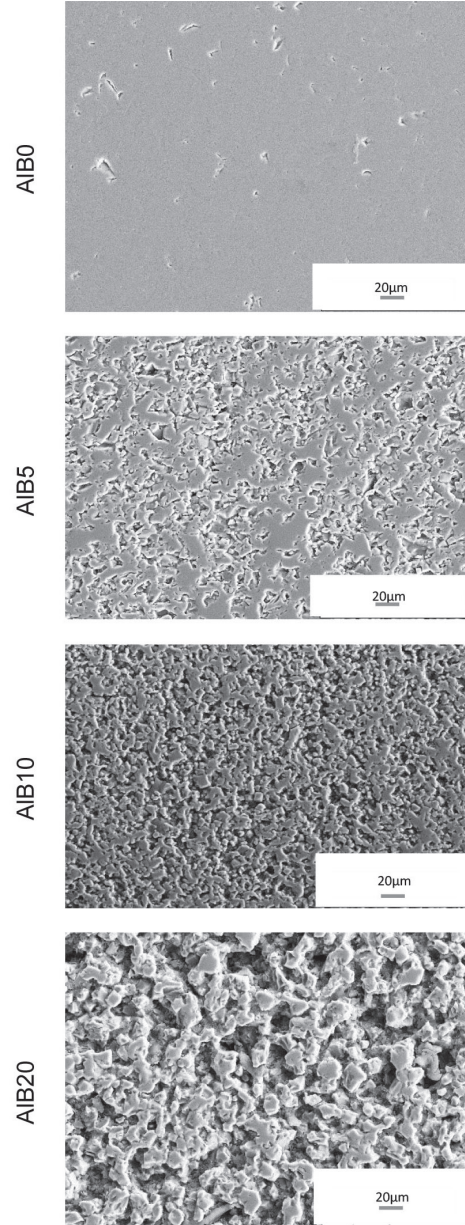
Numunelerin elastik modülü, kütle modülü ve kayma modülü ve Poisson oranları Çizelge 3'tedir. Yapıda hBN miktarının artması ile artan gözenek, elastik modülü, kütle modülü ve kayma modülünün azalmasına yol açmıştır. Lee ve ark. dental restorasyon malzemelerinde destek çekirdek malzemenin elastik modülünün artırılması ile seramik dental kron/köprü yapıların kırılma mukavemetinin artırılabilceğini rapor etmişlerdir. Ancak mekanik açıdan bakıldığında biyoseramikler ve onların uygulandıkları yerler ile benzer elastik modülü, sertlik gibi standartları karşılaması gerekmektedir [5]. Alümina mükemmel sertlik ve aşınma özellikleri gösterir ancak kırılımandır. Sert ve kırılma oluşu nedeni ile uygulama aşamasında kompozit şeklinde olması tercih edilir. 380 GPa elastik modülüne sahip olan Al₂O₃'ün elastik modülünün hBN ilavesi ile azalması dental uygulamalarda doku implant arasındaki uyumu artırabileceği düşünülmektedir. Alümina yüksek maliyetli oluşuna rağmen, kırılma mukavemetinin ve elastik modülünün yüksek olması nedeni ile yapısal seramikler içerisinde önemli bir yere sahiptir. Alüminanın uygulama alanlarının geliştirilmesi için alümina matris içerisine ikincil fazların eklenmesi ile mekanik özelliklerindeki değişimlerin incelendiği çalışmalar bulunmaktadır [31,32]. Sert seramiklerin kırılma mukavemeti yüksekken işlenebilirliğini geliştirmede hBN takviye kullanımı farklı araştırmalara konu olmuştur [32-34] Bu çalışmada hBN ilavesiyle dental uygulamalar için alüminanın kolay işlenmesi ile uygulamada kolaylık sağlayacağı öngörülmektedir.

Şekil 4'te Al₂O₃/hBN numunelerin parlatılmış yüzeyden alınan görüntüleri verilmiştir. Artan hBN oranına bağlı olarak gözeneklerin arttığı hBN'lerin alümina tanelerinin

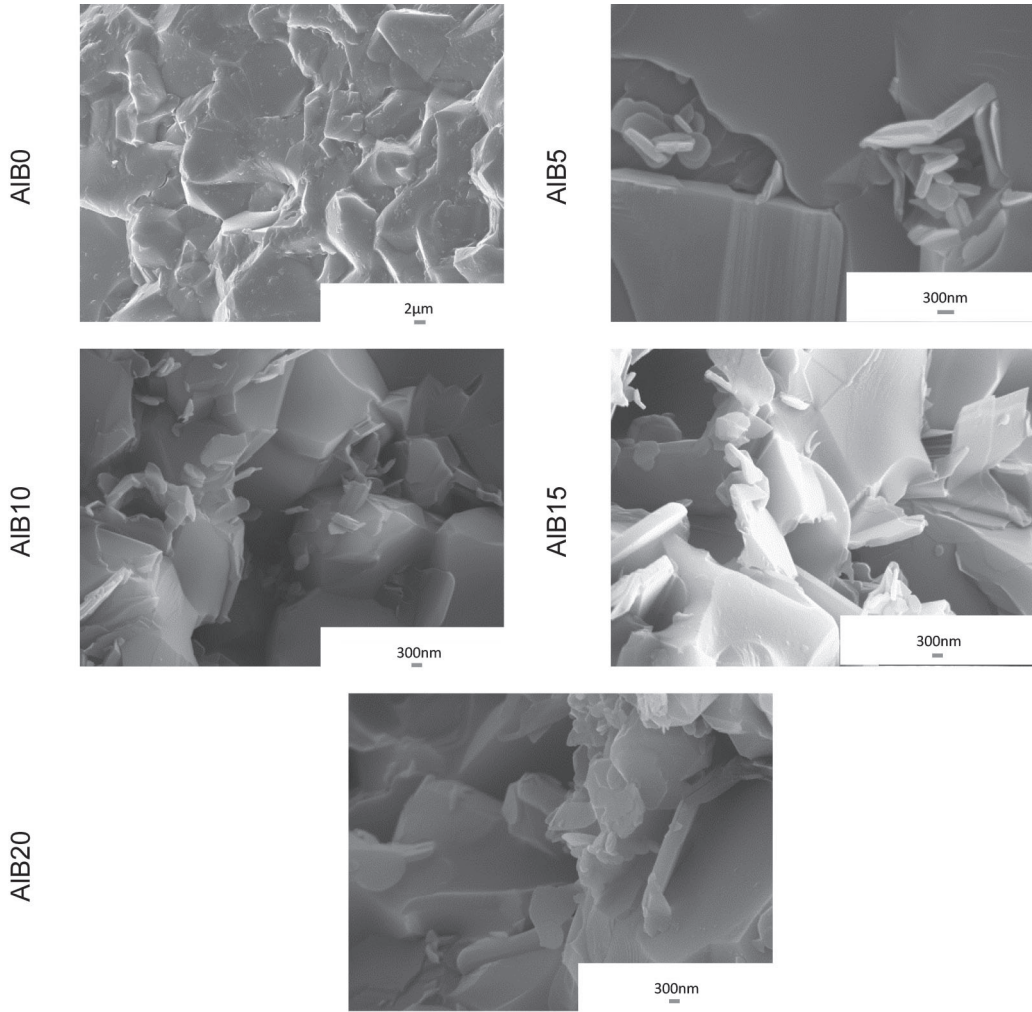
Çizelge 3. Numunelerin elastik, kütle ve kayma modülleri ve Poisson oranları (The elastic, bulk and shear modulus and Poisson ratios of samples).

Numune	Elastik Modülü (GPa)	Kütle Modülü (GPa)	Kayma Modülü (GPa)	Poisson Oranı
AIB0	376.492	231.876	153.22	0.229
AIB5	304.559	180.467	124.939	0.219
AIB10	168.059	91.907	70.305	0.195
AIB15	199.375	106.046	84.07	0.198
AIB20	61.346	25.561	27.885	0.100

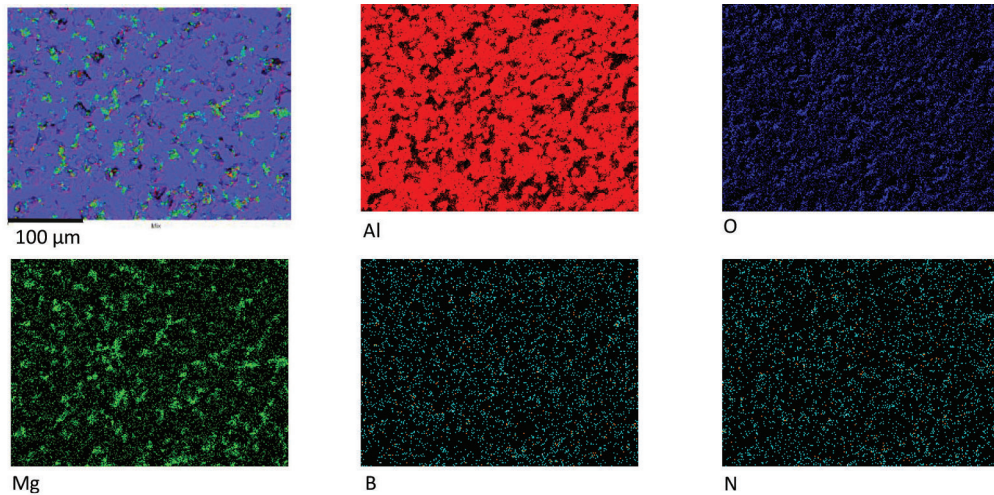
tane sınırlarında yerleştiği ve homojen bir dağılım sergilediği tespit edilmiştir (Şekil 5 ve Şekil 6). Isıl işlemle birlikte hBN'in başlangıç tane boyutunda büyüme meydana geldiği tespit edilmiştir. hBN'in miktarının artırılması mekanik mukavemeti düşüreceğinden belirli sınırlar içinde tutulması gerekmektedir.



Şekil 4. Kompozitlerin parlatılmış yüzeyden alınan SEM görüntüleri (The SEM images of polished composite surfaces).



Şekil 5. AIB5 ve AIB10 numunelerinin parlatılmış yüzeyden alınan SEM görüntü analizi (The SEM images analysis of polished surfaces of AIB5 and AIB10 samples).



Şekil 6. AIB15 numunesine ait haritalama analizi (The mapping analysis of AIB15).

AIB0 numunesi, basınçsız sinterleme ile %99,92 yoğunlukta ve 376,492 GPa elastik modülü ile literatürde elde elastik modül değerine yakın bir sonuç elde edilmiştir. Popat ve ark. [3] %99,5 saflıkta Alüminanın elastik modülünün 300GPa, kütle Modülü 172 GPa kayma modülü 125 GPa, olarak ifade etmişlerdir. %5 hBN

ilavesi ile yoğunluğun %99,92'den %95,37'ye azalmasına rağmen elastik modülü 304,55 GPa, kütle modülü 180,46 ve kayma modülü 124,9 GPa olarak ölçülmüştür. Yoğunluk, gözeneklilik ve elastik modül göz önüne alındığında alüminaya hacimce %0-5 arasında ilave edilen hBN'in ilave edilebileceği söylenebilir. hBN'in

katı yağlayıcı özelliği ile dental uygulamalarda şekillendirme aşamasında kolaylık sağlaması ile alüminanın biyomedikal uygulamalarda kullanımını artırması mümkün olabilir.

4. Sonuçlar (Conclusions)

Hacimce %0-20 arasında hBN ilavesi ile Al_2O_3 /hBN kompozit üretimi N_2 atmosferinde basınçsız sinterleme ile gerçekleştirilmiştir. Tüm numunelerde hBN yapı içerisinde tane sınırlarında ve homojen olarak dağıldığı tespit edilmiştir. Sinterleme ilavesi olarak yapıya ilave edilen MgO ile yapıda spinel ($MgAl_2O_4$) yapının oluştuğu tespit edilmiştir. Basınçsız sinterleme ile üretilen alümina numunenin yoğunluk %99,92 ve 376,492GPa olarak ölçülmüştür. hBN miktarının artması ile yoğunluğun azaldığı ve gözeneklerin arttığı tespit edilmiştir. En düşük yoğunluk ve en yüksek gözenek hacimce %20 hBN içeren kompozitte ölçülmüştür. Yapıda hBN miktarının artması ile birlikte gözenekliğin arttığı bunun sonucunda da elastik modülü, kütle ve kayma modülünde azalma tespit edilmiştir. hBN'in miktarının artırılması mekanik mukavemeti düşüreğinden belirli sınırlar içinde tutulması gerekmektedir. %5 hBN ilavesi ile yoğunluğun %99,92'den %95,37'ye azalmasına rağmen elastik modülü 304,55 GPa, kütle modülü 180,46 ve kayma modülü 124,9 GPa olarak ölçülmüştür. Hacimce %0-5 arasında ilave edilen hBN'in dental uygulamalarda şekillendirme aşamasında katı yağlayıcı görevi göstereceği ve Alüminanın biyomedikal uygulamalarda kullanımının artırması mümkün olabileceği düşünülmektedir.

Teşekkürler (Acknowledgment)

Bu çalışma Anadolu Üniversitesi 1605F418 numaralı Bilimsel Araştırma Projesi tarafından desteklenmiştir.

Kaynaklar (References)

- Andersson M.Odén A., A new all-ceramic crown: A dense-sintered, high-purity alumina coping with porcelain, *Acta Odontol. Scand.*, 51 (1), 59-64, 1993.
- Ben-Nissan B., Choi A. H.Cordingley R., Alumina Ceramics, Chap.10: Bioceramics and their Clinical Applications, Woodhead Publishing, 223-242, 2008.
- Popat K. C., Desai T. A., Alumina, Chap 1.2: Biomaterials Science (Third Edition), Academic Press, 162-166, 2013.
- Tayyebi S. A., Mirjalili F. H., Samadi H.Nemati A., Review of synthesis and properties of hydroxyapatite/alumina nano composite powder, *Chemistry Journal.*, 5 (2), 8, 2015.
- Kokubo T., Bioceramics and their clinical applications, Ed. T. Kokubo. Cambridge, England, Woodhead Pub. and Maney Pub., 784, 2008.
- A Al-Sanabani F., Madfa A.H Al-Qudaimi N., Alumina ceramic for dental applications: A review article, *American J. Mater. Res.*, 1 (1), 26-34, 2014.
- Kusunose T., Kim Y. H., Sekino T., Matsumoto T., Tanaka N., Nakayama T.Niihara K., Fabrication of Al_2O_3 /BN nanocomposites by chemical processing and their mechanical properties, *J. Mater. Res.*, 20 (1), 183-190, 2005.
- Tayyebi S. A., Mirjalili F., Samadi, H., Nemati, A., Review of synthesis and properties of hydroxyapatite/alumina nano composite powder, *Chemistry Journal*, 5 (2), 8, 2015.
- Chiba A., Kimura S., Raghukandan K.Morizono Y., Effect of alumina addition on hydroxyapatite biocomposites fabricated by underwater-shock compaction, *Mater. Sci. Eng., A*, 350 (1), 179-183, 2003.
- Li J., Fartash B.Hermansson L., Hydroxyapatite-alumina composites and bone-bonding, *Biomaterials*, 16 (5), 417-22, 1995.
- Kim S., Kong Y. M., Lee I. S.Kim H. E., Effect of calcinations of starting powder on mechanical properties of hydroxyapatite-alumina bioceramic composite, *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 13 (3), 307-310, 2002.
- Viswanath B., Ravishankar N., Interfacial reactions in hydroxyapatite/alumina nanocomposites, *Scr. Mater.* 55 (10). 3, 2006.
- Cavalcanti A. N., Foxton R. M., Watson T. F., Oliveira M. T., Giannini M., Marchi G. M., Y-TZP Ceramics: Key concepts for clinical application, *Operative Dentistry*, 34 (3). 344-351, 2009.
- Moraes M. C., Elias C. N., Duailibi Filho J., Oliveira L. G. D., Mechanical properties of alumina-zirconia composites for ceramic abutments, *Mater. Res.* 7. 643-649, 2004.
- Maccauro G., Lommetti P. R., Raffaelli L., Manicone P. F., Biomaterials: Applications for nanomedicine, In Tech, Rijeca, Croatia 299, 2011.
- López J. P., Alumina, zirconia, and other non-oxide inert bioceramics, Chap 6: Bio-ceramics with clinical applications, John Wiley & Sons, Ltd., 153-173, 2014.
- Borovinskaya I. P., Ignat'eva T. I., Vershinnikov V. I., Khurtina G. G., Sachkova N. V., Preparation of ultra-fine boron nitride powders by self-propagating high-temperature synthesis, *Inorg Mater.*, 39 (6), 588-593, 2003.
- Atila A., Halici Z., Cadirci E., Karakus E., Palabiyik S. S., Ay N., Bakan F., vd., Study of the boron levels in serum after implantation of different ratios nano-hexagonal boron nitride-hydroxy apatite in rat femurs, *Mater. Sci. Eng. C*, 58, 1082-1089, 2016.
- Kıvanç M., Barutca B., Koparal A. T., Göncü Y., Bostancı S. H., Ay N., Effects of hexagonal boron nitride nanoparticles on antimicrobial and antibiofilm activities, cell viability, *Mater. Sci. Eng. C*, 91, 115-124, 2018.
- Göncü Y., Geçgin M., Bakan F., Ay N., Electrophoretic deposition of hydroxyapatite-hexagonal boron nitride composite coatings on Ti substrate, *Mater. Sci. Eng. C.*, 79, 343-353, 2017.
- Aguirre T. G., Cramer C. L., Torres V. P., Hammann T. J., Holland T. B., Ma K., Effects of the addition of boron nitride nanoplate on the fracture toughness, flex-

- ural strength, and Weibull Distribution of hydroxyapatite composites prepared by spark plasma sintering, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, 93, 105-117, 2019.
- [22] Tozar A., Karahan İ. H., A comprehensive study on electrophoretic deposition of a novel type of collagen and hexagonal boron nitride reinforced hydroxyapatite/chitosan biocomposite coating, *Appl. Surf. Sci.*, 452, 322-336, 2018.
- [23] Duan X., Yang Z., Chen L., Tian Z., Cai D., Wang Y., Jia D., vd., Review on the properties of hexagonal boron nitride matrix composite ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 36 (15), 3725-3737, 2016.
- [24] Ibram G., A Review on magnesium aluminate ($MgAl_2O_4$) Spinel: Synthesis, processing and applications, *Int. Mater. Rev.*, 58, 63-112, 2013.
- [25] Sako E. Y., Braulio M. A. L., Zinngrebe E., Van der Laan S. R., Pandolfelli V. C., Fundamentals and applications on in situ spinel formation mechanisms in Al_2O_3 -MgO refractory castables, *Ceram. Int.*, 38 (3), 2243-2251, 2012.
- [26] Uylas O., Timuçin M., Suvacı E., Bilgiç M., Özdemir B., Uysal O., Cengiz U., vd. A Study on Spinel formation and sintering behavior of Al_2O_3 -MgO System for induction furnace linings, 18 international metallurgy and materials congress, İstanbul, TÜRKİYE: UCTEA the Chamber of Metallurgical and Materials Engineers, 2016.
- [27] Tripathi H. S., Mukherjee B., Das S., Haldar M. K., Das S. K., Ghosh A., Synthesis and densification of magnesium aluminate spinel: Effect of MgO reactivity, *Ceram. Int.* 29 (8), 915-918, 2003.
- [28] Kelly J. R., Ceramics in restorative and prosthetic dentistry, *Annu. Rev. Mater. Sci.*, 27 (1), 443-468, 1997.
- [29] Denry I. L., Recent advances in ceramics for dentistry, *Crit. Rev. Oral. Biol. Ued.*, 7 (2), 134-143, 1996.
- [30] Denry I., Holloway J. A., Ceramics for dental applications: A Review. *Materials (Basel)*, 3 (1), 351-368, 2010.
- [31] Ohji T., Hirano T., Nakahira A., Niihara K., Particle/Matrix interface and its role in creep inhibition in alumina/silicon carbide nanocomposites, *J. Am. Ceram. Soc.*, 79 (1), 33-45, 1996.
- [32] Kusunose T., Nomoto T., Sekino T., Kim B. S., Yamamoto Y., Niihara K., Machinability and contact damage of Al_2O_3 /BN composites fabricated through chemical processing, *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 111 (1299), 821-825, 2003.
- [33] Kusunose T., Sekino T., Choa Y. H., Niihara K., Machinability of silicon nitride/boron nitride nanocomposite, *J. Am. Ceram. Soc.*, 85, 2689-2695, 2002.
- [34] Xu J., Lee K. J., Beck S. Y., Ha S. J., Shin B. C., Cho M. W., Won-Seung C., Mechanical properties and machinability of AlN-hBN ceramics prepared by spark plasma sintering, *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 117, 1028-1031, 2009.