

# Sol-Jel Yöntemiyle TiO<sub>2</sub> ve HAP Kaplanan Ti6Al7Nb Alaşımının Mikroyapı ve Aşınma Davranışı

## Nihat Tosun

Fırat Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Elazığ  
[ntosun@firat.edu.tr](mailto:ntosun@firat.edu.tr), ORCID: 0000-0002-6211-5044

## Saleh Zakar Kurmi

Fırat Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Elazığ  
[salehzakar@gmail.com](mailto:salehzakar@gmail.com), ORCID: 0000-0001-5205-4738

## Gül Tosun

Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Elazığ  
[gultosun@firat.edu.tr](mailto:gultosun@firat.edu.tr), ORCID: 0000-0001-8828-827X

Geliş: 27.12.2019, Revizyon: 25.02. 2020, Kabul: 10.03.2020

## Öz

*Bu çalışmada, implant olarak kullanılacak Ti6Al7Nb titanyum alaşımı üzerine sol-jel daldırma yöntemiyle farklı çözeltide bekletme sürelerinde (30, 60 ve 120 dak) yapılan kaplamaların mikroyapıları ve aşınma davranışları incelendi. Çalışmada, altlık malzemesi olarak Ti6Al7Nb alaşımı, kaplama malzemeleri olarak ise titanyum dioksit (TiO<sub>2</sub>) ve hidroksiapatit (HAP) kullanıldı. İki farklı kaplama yapılmış olup, birinci grup numuneler sadece TiO<sub>2</sub> ile kaplanırken, ikinci bir grup numuneler ise ilk önce TiO<sub>2</sub> ile daha sonra HAP ile kaplandı. Kaplanan numunelerin mekanik özelliğinin tespit edilmesi amacıyla, çizilme testleri yapılarak aşınma davranışları incelendi. Yapılan kaplamaların mikroyapı incelemeleri optik mikroskop ve SEM altında incelendi, katı hal elementel fraksiyonları EDX analizi ile belirlendi.*

**Anahtar kelimeler:** Sol-Jel, TiO<sub>2</sub>, HAP, Mikroyapı, Aşınma

## Giriş

Yüzey kaplama, yeni bir yüzey tabakası elde etmek amacıyla, ana malzemedan farklı özellikte olan ve kimyasal bileşimi bilinen bir malzemenin ana malzeme yüzeyine kaplanması işlemidir. Yüzeyinin yapışkanlığı, ıslanabilirliği, optik özellikleri, korozyon direnci, darbe direnci, aşınma direnci, çizilmeye karşı direnci vs. gibi fiziksel, kimyasal veya mekanik özelliklerini geliştirmek ve orijinal veya bozulan parçaların tamir etmek amacıyla yüzey kaplama uygulanmaktadır. Kaplamada, bir altlık malzeme yüzeyine ince ve koruyucu değeri yüksek bir tabakanın oluşturulmasıyla malzeme özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmaktadır [1]. Kaplama işlemleri sıvı, gaz veya katı madde olarak uygulanabilir. Yüzey kaplama sıcak daldırma, ısı püskürtme, lazer, kaynak yöntemi vs. kullanılarak fiziksel, mekanik ve kimyasal yöntemler ile gerçekleştirilmektedir. Uygulamalarda kullanılan kaplama yöntemleri, sert yüzey kaplama, takviye kaplama (dolgu kaplama) ve giydirmeye kaplama (koruyucu kaplama) olarak sıralayabiliriz. Farklı malzemeler ve alaşımları üzerine yapılan kaplamalarda; kimyasal buhar biriktirme (CVD), fiziksel buhar biriktirme (PVD), termokimyasal kaplama, termal sprey ile kaplama, sol-jel yöntemi gibi çeşitli yöntemler geliştirilmiştir.

Kaplama yöntemlerinden biri olan sol-jel yöntemi, uygulamada oldukça önemli bir yere sahiptir. Sol-jel yöntemi, diğer kaplama yöntemlerine göre birtakım avantajlara sahip olması nedeniyle tercih edilmektedir. Homojen ve saf filmlerin düşük ısılarla hazırlanabilmesi ve enerji tasarrufu sağlanabilmesi, değişik geometrilere sahip parçaların bu metod kullanılarak homojen bir şekilde kaplanabilmesi, kirliliğe sebep olmaması bu yöntemin avantajları arasındadır. Kimyasallarla ilgili bir sorun olmadığı sürece sol-jel yöntemi tehlikesizdir. Kaplanan filmin mikro yapısı kolay bir biçimde kontrol edilebilmektedir. Bu yöntem ile gözenekli yapı elde edilebildiği için düşük kırılma indisli filmler elde etmek mümkündür. Ayrıca, çok katlı kaplama yapılabilen ve yöntem, cismin geometrisi ile sınırlı olmamaktadır. Sol-jel yönteminin avantajlarının yanında bazı dezavantajları da mevcuttur. Bu

dezavantajların başında, sol-jel yöntemi ile yapılan kaplama işlemi esnasında çok fazla malzeme kaybı olmasıdır. Zor bulunan bir kimyasal malzeme kullanılıyor ise maliyet yükselir, filmlerde karbon çözültüsü kalır, kullanılan kimyasal sağlığa zararlı olabilir. Bunun dışında, küçük gözeneklerin kalması, kaplama işleminin uzun sürmesi diğer dezavantajlar arasındadır [2].

Sol jelden türetilen ürünlerin uygulama alanları çok geniştir. Sol-jel yöntemi kullanılarak dünyanın en hafif malzemeleri ve üretilmesi en zor olan seramikleri üretilmiştir. Bu yöntemin en fazla kullanıldığı yerler, bir altlık parçasının üzerine spin kaplama veya daldırma kaplama ile üretilen ince filmlerin üretildiği imalatlardır. Ayrıca koruyucu ve dekoratif kaplamalar ve elektro optik bileşenler, cam, metallerin kaplanmasında bu yöntem kolaylıkla kullanılmaktadır[3]. Düşük maliyetli güneş fotovoltaik uygulamalarında oksit ince filmler üretmek amacıyla bu yöntemden faydalanılmaktadır [4]. Diş hekimliğinde ve ortopedik cerrahide kullanılan titanyum alaşımı ve paslanmaz çeliğin üzerine sol-jel metodu ile çeşitli biyoaktif kaplamalar elde edilerek, bu kaplamaların karakterizasyonu ve gelişimi incelenmiş, ayrıca kaplanmış numuneler elektrokimyasal özellikleri ve biyoaktif tepkileri için in vitro olarak test edilmiştir. Yapılan çalışmalarda, metalik malzemeleri korumak için biyoaktif parçacıkları içeren sol-jel koruyucu kaplamaların, kaplanmamış alt tabakadan daha fazla korozyona karşı dirençli olduğu ortaya konulmuştur. Ayrıca alt tabakadaki metalik iyonların kaplamayı geçemediği için metalik iyon salınımının büyük ölçüde engellendiği ve dokular üzerindeki zararlı etkilerin azaltıldığı belirtilmiştir. Çevre dokularında iyonların veya metal parçacıklarının zararlı etkisinin bulunmadığı için kaplamanın hem eski kemiğe (yeniden şekillendirme bölgesi) temas eden hem de kemik iliğinde (yeni kemik ile temas halinde) implantın çevresinde yeni kemiğin oluşumunu ve büyümesini arttırdığı görülmüştür [5]–[8]. Sol-jel yöntemi ile yapılan çalışmalarda araştırmacılar, genellikle kaplama yapılan tabakanın yüzey morfolojisi, mikroyapısı, optik özellikleri, sertlik ve yapışma özelliklerini incelemiştirler [9-20].

Bu çalışmada, implant olarak kullanılacak Ti6Al7Nb titanyum alaşımı üzerine sol-jel daldırma yöntemiyle titanyum dioksit (TiO<sub>2</sub>) ve hidroksiapatit (HAP) kombinasyonu kaplamaların aşınma davranışı incelendi.

## Yöntem

Bu çalışmada, altlık malzemesi olarak kullanılan Ti6Al7Nb titanyum alaşımı plakalar, metalografik numune kesme cihazı kullanılarak 25×25×4 mm ebatlarında kesildi. Kullanılan altlık Ti6Al7Nb malzemesinin kimyasal bileşimi Tablo 1’de, fiziksel ve mekanik özellikleri ise Tablo 2’de görülmektedir. Kaplama öncesi altlık malzemesinin kaplama yapılacak yüzeyi sırasıyla 180-240-400-600-800-1000 ve 1200 mesh’lik zımparalarla temizlendi. Daha sonra 3 µm boyutlu elmas pasta ile parlatıldı. Parlatılan numuneler saf su ve ardından alkol ile yıkandıktan sonra oda sıcaklığında kurutuldu.

**Tablo 1.** Ti6Al7Nb alaşımının kimyasal bileşimi (%)

| Al      | Nb      | Ta    | Fe    | N <sub>2</sub> | O <sub>2</sub> | C     | H <sub>2</sub> | Ti         |
|---------|---------|-------|-------|----------------|----------------|-------|----------------|------------|
| 5.5-6.5 | 6.5-7.5 | <0.50 | <0.25 | <0.05          | <0.20          | <0.08 | <0.009         | Geri kalan |

**Tablo 2.** Ti6Al7Nb alaşımının fiziksel ve mekanik özellikleri

| Özellikleri                   | Değeri |
|-------------------------------|--------|
| Çekme mukavemeti (MPa)        | 1000   |
| Akma mukavemeti (MPa)         | 900    |
| % Uzama                       | 12     |
| % Kesit daralması             | 35     |
| Elastisite modülü (GPa)       | 5      |
| Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> ) | 4.52   |

Çalışmada, altlık malzemesi olarak Ti6Al7Nb alaşımı, kaplama malzemeleri olarak ise Titanyum dioksit (TiO<sub>2</sub>) ve hidroksiapatit (HAP) kullanıldı. Sol-jel kaplamalarda kullanılmak üzere TiO<sub>2</sub> çözeltisi, HAP çözeltisi ve NaOH çözeltileri hazırlandı.

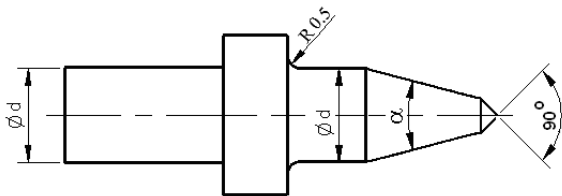
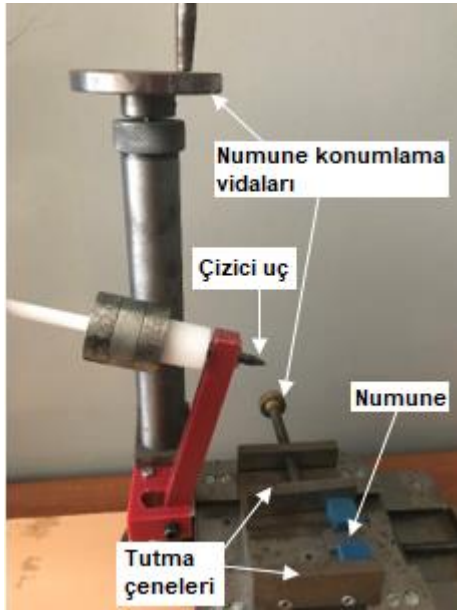
NaOH çözeltisi hazırlanmak için, 3 gr NaOH, 0.1 mmol HCl ve 50 ml saf su kullanılarak, manyetik karıştırıcıda karıştırılarak NaOH çözeltisi hazırlandı. TiO<sub>2</sub> çözeltisi hazırlamak için, 1 mmol Titanyum (IV) izopropoksit (C<sub>12</sub>H<sub>28</sub>O<sub>4</sub>Ti), 1 mmol dietanolamin (C<sub>4</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>), 1 mmol saf su ve 26.5 mmol etanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) manyetik karıştırıcıda 60 dakika boyunca karıştırılarak hazırlanan çözelti 24 saat süreyle oda sıcaklığında bekletilerek TiO<sub>2</sub> sol-jeli elde edildi. HAP çözeltisini elde etmek için ise, Etanol su karışımı solüsyonuna kalsiyum nitrat tetrahidrat (Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O) eklenerek çözünmesi sağlandı. pH 8 olana kadar amonyum fosfat ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>) çözeltisi eklendi ve sonra diamonyum hidrojen ortofosfat (NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) çözeltisi eklenerek elde edilen HAP çözeltisi 24 saat süreyle oda sıcaklığında bekletilerek HAP sol-jeli elde edildi.

Altlık üzerine iki farklı kaplama yapılmış olup, birinci grup numuneler (A-grubu) ilk önce TiO<sub>2</sub> ile daha sonra HAP ile kaplanırken, ikinci bir grup numuneler (B-grubu) ise sadece TiO<sub>2</sub> ile kaplandı. Sol-gel kaplama işlemi yapılmadan önce, numuneler saf suda durularak 2 saat süreyle 200°C’de kurutuldu. Numuneler kaplama çözeltisine dik olarak daldırıldı. NaOH çözeltisi ile muamele edilen Ti6Al7Nb numunelerinden A1-B1 numuneleri 30 dak, A2-B2 numuneleri 60 dak ve A3-B3 120 dak daldırma sürelerinde, daldırma kaplama yöntemi ile TiO<sub>2</sub> sol-jel çözeltisi içerisinde bekletildikten sonra 2 mm/s’lik bir çekme hızı ile çekilerek TiO<sub>2</sub> film kaplamalar elde edildi. Elde edilen kaplamalar 30 dak süre ile oda sıcaklığında ve ayrıca 30 dak süreyle 80°C’de Nüve MF120 marka kül fırınında kurutuldu. Kurutulmuş örnekler daha sonra aynı fırında 10°C/dak sıcaklık artış hızıyla 400°C’de 10 dak süreyle kalsine edildi. TiO<sub>2</sub> kaplanmış bir grup numuneler, daha sonra tekrar sol-jel daldırma yöntemi kullanılarak HAP sol-jeli içerisine 10 dak süreyle daldırıldı ve 2 mm/s’lik bir çekme hızıyla HAP filmleri elde edildi.

Kaplama yüzeylerinin yüzey morfolojisi Nikon MA100 ters metal mikroskobu ve Clemex görüntü analiz sistemi kullanılarak incelenmiştir. SEM incelemeleri için ZEISS EVO MA 10 marka taramalı elektron mikroskobu (SEM)

kullanıldı. EDX analiziyle, kaplamada katı haldeki elementel yüzdeler belirlendi.

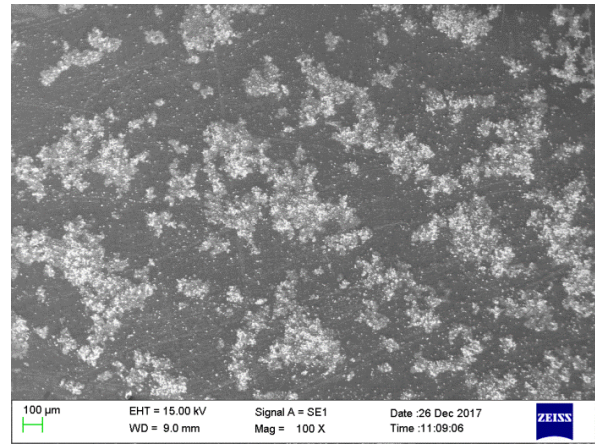
İnce film kaplamaların sertlikleri çizme sertliği cinsinden belirtilir. Sol-jel ince filmlerin mekanik özelliklerini tespit etmek amacıyla, çizilme testleri sabit normal yüklerle gerçekleştirildi. Çizilme testleri ASTM C1624-05 standardına uygun olarak yapıldı. Çizilme testi için, karbür bir uç kullanıldı. Çizilme testlerinde kullanılan test cihazı ve çizici uç geometrisi Şekil 1’de görülmektedir. Numuneler cihaz tablası üzerine düzgün bir şekilde yerleştirilerek sabitlendi. Daha sonra 1N ağırlığında sabit yük uygulanarak numuneler çizildi. Sabit yük testi daha fazla zaman gerektirir, ancak daha fazla istatistiksel güven sağladığı için tercih edilmektedir [21]. Çizilme testlerinden sonra her bir çizik, optik mikroskop ile incelenerek, numunelerin çizilme genişlikleri ölçüldü.



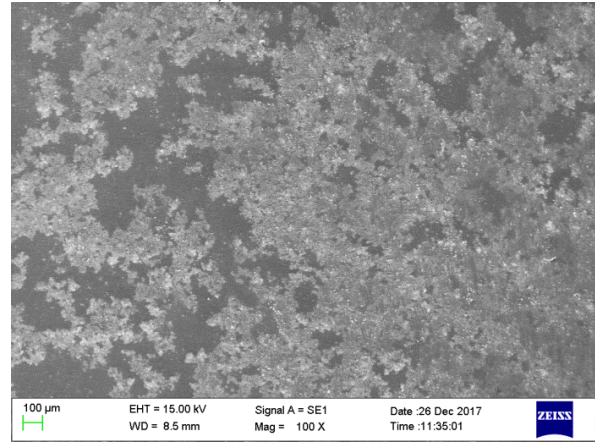
Şekil 1. Çizilme test cihazı ve çizici uç geometrisi

## Bulgular ve tartışma

A-grubu deney numunelerine ait Şekil 2’deki SEM fotoğrafları incelendiğinde, değişen daldırma süresiyle mikroyapıda birtakım değişikliklerin meydana geldiği gözlemlendi. Şekil 2’de, gri renkli bölgeler  $TiO_2$  kaplamaları temsil etmekte, açık renkli bölgeler HAP kaplamaları temsil etmekte ve koyu siyah bölgeler ise kaplama olmayan  $Ti6Al7Nb$  altlık malzemesini temsil etmektedir. Kaplamadaki katı haldeki elementel yüzdeler ise yapılan EDX analizleriyle tespit edilmiştir (Şekil 3).



a) A1 numunesi



b) A3 numunesi

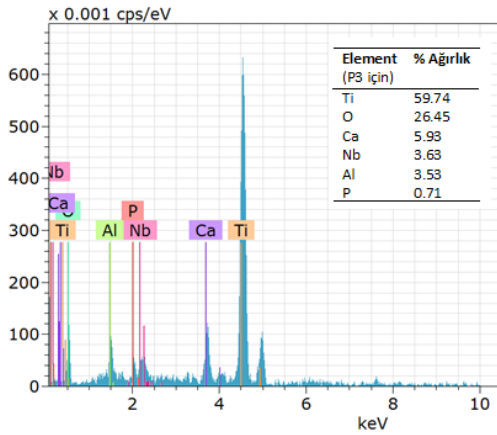
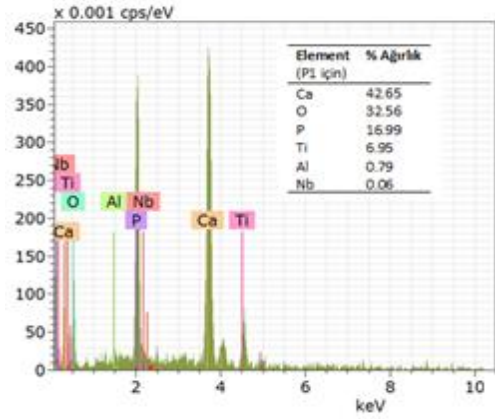
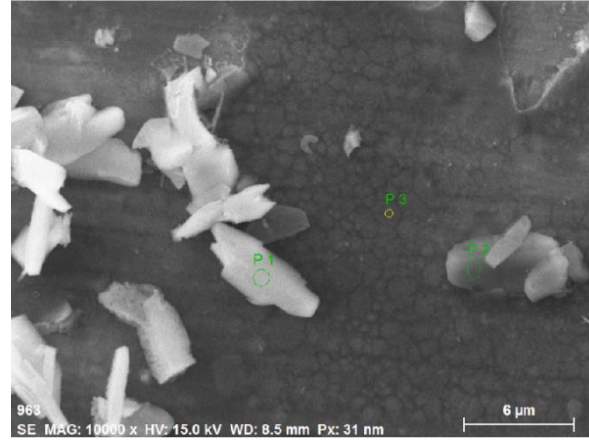
Şekil 2. A-grubu numunelere ait SEM görüntüsü

30 dakika süreyle  $TiO_2$  çözeltisine ve daha sonra 10 dak HAP çözeltisine daldırılan numunelerde, kaplamanın tam anlamıyla büyümeyerek altlığı kaplamadığı görüldü. Bu şartlar altında daldırma süresinin yetersiz olduğu kanaatine varıldı. Meydana gelen kaplamanın içeriğine bakıldığı zaman ise kaplama içerisindeki  $TiO_2$  miktarının

HAP'a oranla daha fazla olduğu, HAP'ın yeni yeni tutunmaya başladığı görülmüştür (Şekil 2a). Kaplama süresinin 120 dakikaya çıkarılmasıyla, daha kısa daldırma süresinde yapılan kaplamaya kıyasla daha homojen yapıda dağıldığı, kaplama içerisinde yine TiO<sub>2</sub> miktarının kaplamanın çoğunu oluşturduğu kaplama içerisinde HAP'ın ise homojen dağılmaya başladığı görüldü (Şekil 2b). A-grubu numunelerde, kaplama süresinin artmasıyla TiO<sub>2</sub> miktarının arttığı ve üstüne kaplanan HAP'ın ise daha yoğun bir yapıda yayılım gösterdiği tespit edilmiştir [11].

Yüzeyde oluşturulan TiO<sub>2</sub> tabaka implant yada protez olarak kullanılacak metalik biyomalzemeler için çok önemlidir. Çünkü yüzeyde oluşturulan bu tabaka metal biyomalzeme ile doku arasındaki teması keserek zamanla dokuya metal iyonları geçişini engelleyen bir bariyer görevi yapacaktır. Böylelikle metal iyonlarının dokuya geçişinden dolayı hem metalik biyomalzeme mukavemet açısından zayıflamayacak hem de dokuda bozunmalar, toksik etkiler meydana gelmeyecektir [8].

Şekil 3'te P1 ile gösterilen bölgede, Ca ve P oranının yüksek olması bu bölgelerin HAP bölgeleri olduğunu göstermektedir. Şekil 3'teki P1 ve P2 bölgeleri kimyasal içerik açısından yakın sonuç verdiği için P2 bölgesine ait EDX grafiği burada verilmemiştir. Yani P2 bölgesi de HAP yönünden zengin bir bölgedir. Ayrıca Şekil 3'te P3 ile gösterilen bölgede ise Ti ve O miktarı Ca ve P oranına göre daha fazladır. Bu nedenle bu bölgeler TiO<sub>2</sub> varlığına işaret etmektedir. Her üç noktanın EDX analizindeki grafiklerde görülen Ti, Nb, Al içerikleri altlık malzemesi olan Ti6Al7Nb'dan kaynaklanmaktadır.



Şekil 3. A2 numunesindeki farklı bölgelerin EDX analizi

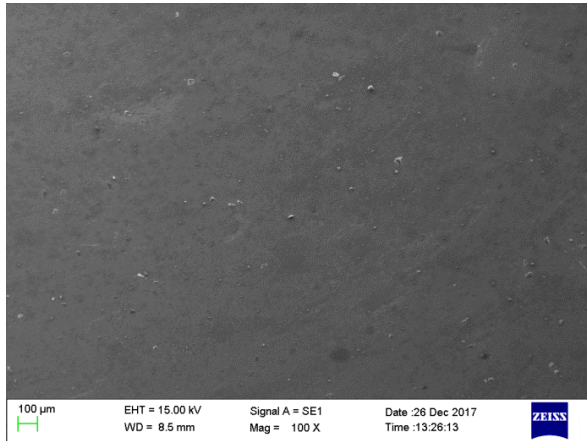
Şekil 4'deki B-grubu numuneler sol-jel daldırma yöntemi kullanılarak, 30, 60 ve 120 dak sürelerde sadece TiO<sub>2</sub> ile kaplanmıştır. B-grubu numunelere ait SEM mikroyapı fotoğrafları incelendiğinde, kaplama süresi arttıkça yüzeyde TiO<sub>2</sub> varlığının arttığı görülmüştür. Sol-jel çözeltilisine daldırma süresi 30 dak seçildiğinde (B1 numunesi), SEM görüntülerinde altlık üzerinde TiO<sub>2</sub> tabakası bazı bölgelerde oluşmaya başlamış ama daldırma süresinin kısa



olmasından dolayı hazırlanan jel, altlığın tüm yüzeyine tutunamamıştır (Şekil 4a). Daldırma süresini 120 dakikaya çıkarıldığı B3 numunelerin SEM görüntülerin Ti6Al7Nb altlık malzemesinin tüm yüzeyinin TiO<sub>2</sub> ile kaplandığı görüldü (Şekil 4b).



a) B1 numunesi

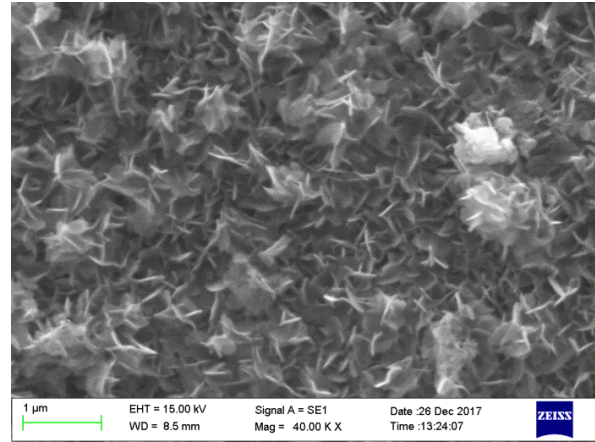


b) B3 numunesi

Şekil 4. B-grubu numunelere ait SEM görüntüsü

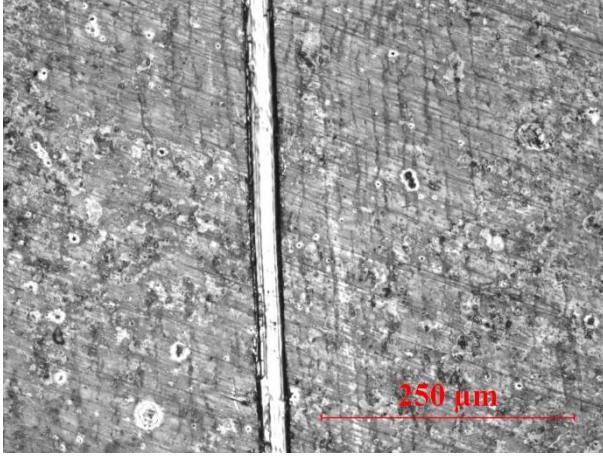
TiO<sub>2</sub> ile sol-jel daldırma kaplama yapılan deneylerde, 120 dak bekleme süresinin yüzeyin tamamen kaplanıp jelin büyümesi için 30 dak ve 60 dak'ya göre daha uygun bir süre olduğu kanaatine varıldı. TiO<sub>2</sub> kaplama tabakasının daldırma süresinden büyük ölçüde etkilendiği görüldü. Daldırma süresinin artırılmasıyla altlığa tutunan yüzeyler artmakla birlikte, yüzeyde TiO<sub>2</sub> kristalize partikülleri ile beraber TiO<sub>2</sub> ağ yapısının meydana geldiği görüldü (Şekil 5). Oluşan bu yapı gözenekli yapı oluşumunu işaret etmektedir. İmplant içerisindeki gözenekli kısımlar biyomalzemenin doku ilerlemesine

müsaade ettiği için dokunun biyomalzeme kabul etmesi açısından çok önemlidir. Biyomalzeme yüzeyinin bu şekilde morfoloji sunması kemik üreten hücrelerin oluşmasında nükleasyonların birikmesini olumlu yönde etkiler. Böylece kemiğin osteointegrasyonu (kemik tümleşimi) kolaylaşır [8].

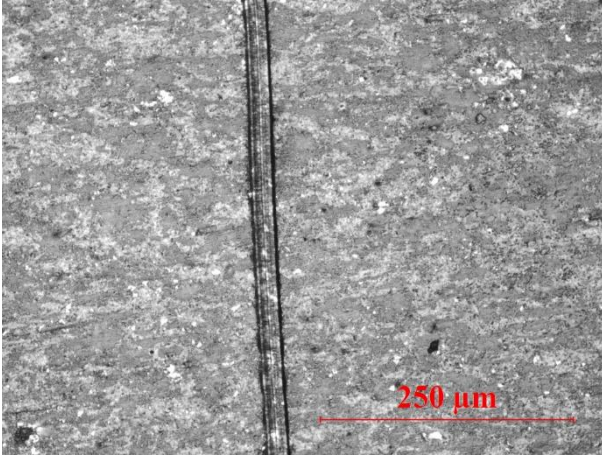


Şekil 5. B1 numunesinde oluşan ağ yapısına ait SEM görüntüsü

Şekil 6 ve Şekil 7'deki optik görüntüler, sol-jel ince filmlerinin çizilme testleri sonrası meydana gelen çizik görüntüleridir. Kaplama süresinin çizilme genişliği üzerinde etkisi ise Şekil 8'da görülmektedir. 1N yük altında, kaplama süresi arttığında A-grubu numunelerde kaplama süresinin artmasıyla çizilme genişliğinin arttığı görüldü. Yani çizilmeye karşı direnç artan kaplama süresiyle birlikte azalmıştır. B-grubu numunelerde ise kaplama süresinin 60 dak'ya çıkarılmasıyla çizilme genişliğinin düştüğü, 120 dak'ya çıkarılmasıyla çizilme genişliğinin arttığı görüldü. Yani çizilmeye karşı direnç önce artmış daha sonra azalmıştır.



Şekil 6. A2 numunesine ait çizikğin optik görüntüsü X200

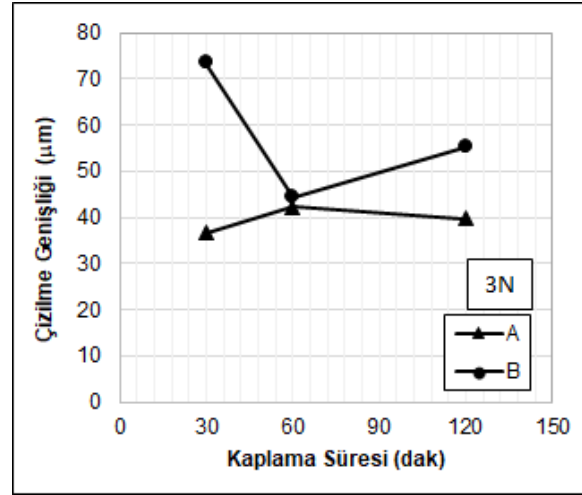
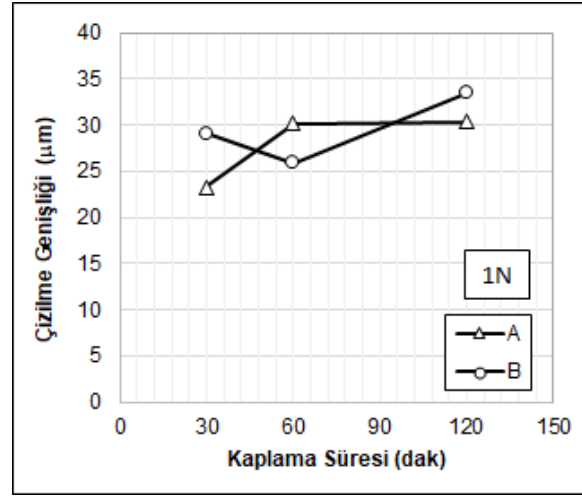


Şekil 7. B2 numunesine ait çizikğin optik görüntüsü X200

Kaplanmış numuneler 3N yük uygulanarak çizilme testine tabi tutulduğunda ise, A-grubu numunelerde kaplama süresinin 60 dakikaya çıkarılmasıyla çizilme direncinin düştüğü, 120 dakikaya çıkarılmasıyla ise çizilme direncinin arttığı görülmüştür. B-grubu numunelerde ise, kaplama süresinin 60 dakikaya çıkarılmasıyla, çizilme direncinin arttığı, 120 dakikaya çıkarılmasıyla ise çizilmeye karşı direncin bir miktar azaldığı görülmüştür.

Şekil 8'deki grafikler genel olarak değerlendirilecek olursa, 60 dakikalık TiO<sub>2</sub> kaplama süreleri hariç A-grubu numunelerin B-grubu numunelere göre aşınmaya daha dirençli olduğu görülmektedir. Bu durum ise, TiO<sub>2</sub> kaplama sonrası A-grubu numuneler üzerine ikincil tabaka olarak kaplanan HAP kaplamanın

aşınma direncini artırmada olumlu yönde etkisi olduğu ile açıklanabilir.



Şekil 8. Çizilme genişliğinin kaplama süresine göre değişimi

## Sonuçlar

A ve B-grubu numunelerde, daldırma süresi arttıkça yüzeydeki TiO<sub>2</sub> yapısının arttığı tespit edilmiştir. A-grubu numunelerde TiO<sub>2</sub> kaplama tabakası üstüne sabit daldırma süreli HAP kaplamalarda, HAP miktarında bariz bir değişiklik söz konusu olmadığı ve HAP yapısının homojen bir şekilde dağıldığı görülmüştür.

Yüzeyde oluşturulan TiO<sub>2</sub> yapısı metal biyomalzeme ile doku arasındaki teması keserek zamanla dokuya metal iyonları geçişini engelleyen bir bariyer görevi yapacaktır [8]. Böylelikle metal iyonlarının dokuya geçişinden dolayı hem metalik biyomalzeme mukavemet

açısından zayıflamayacak hem de dokuda bozunmalar, toksik etkiler meydana gelmeyecektir. Yüzeyde TiO<sub>2</sub> kristalize partikülleri ile beraber TiO<sub>2</sub> ağ yapısının meydana geldiği ve bu yapının gözenekli olduğu gözlemlendi. TiO<sub>2</sub> ve HAP'ın yapısının morfolojik olarak pürüzlü ve gözenekli olması biyomalzemenin doku ilerlemesine müsaade eder.

A-grubu numunelerin B-grubu numunelere göre 60 dakikalık TiO<sub>2</sub> kaplama süresi hariç aşınmaya daha dirençli olduğu görülmektedir. Bu durum ise, TiO<sub>2</sub> kaplama sonrası A-grubu numuneler üzerine ikincil tabaka olarak kaplanan HAP yapısına atfedilmiştir.

### Teşekkür

Bu çalışması Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (FÜBAP) tarafından MF.17.45 nolu proje olarak desteklenmiştir. Desteklerinden dolayı FÜBAP'a teşekkür ederiz.

### Kaynaklar

- [1] Ö. Akdemir, "Aşımli beyaz dökme demirlerin mikroyapı analizi ve aşınma özellikleri / Microstructure analysis and wear properties of alloyed white cast irons," İstanbul Teknik Üniversitesi / Fen Bilimleri Enstitüsü, 1994.
- [2] C.J. Brinker; G. W. Scherer, *Sol-gel science: The physics and chemistry of sol-gel processing*. Academic Press, Inc., 1990.
- [3] J. D. (John D. Wright and N. A. J. M. Sommerdijk, *Sol-gel materials: chemistry and applications*. Gordon and Breach Science Publishers, 2001.
- [4] B. O'Regan and M. Grätzel, "A low-cost, high-efficiency solar cell based on dye-sensitized colloidal TiO<sub>2</sub> films," *Nature*, vol. 353, no. 6346, pp. 737–740, Oct. 1991.
- [5] J. Ballarre, I. Manjubala, W. H. Schreiner, J. C. Orellano, P. Fratzl, and S. Ceré, "Improving the osteointegration and bone-implant interface by incorporation of bioactive particles in sol-gel coatings of stainless steel implants," *Acta Biomaterialia*, vol. 6, no. 4, pp. 1601–1609, Apr. 2010.
- [6] M. H. Fathi and A. Doost Mohammadi,

- "Preparation and characterization of sol-gel bioactive glass coating for improvement of biocompatibility of human body implant," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 474, no. 1–2, pp. 128–133, Feb. 2008.
- [7] S. Höhn and S. Virtanen, "Biocorrosion of TiO<sub>2</sub> nanoparticle coating of Ti-6Al-4V in DMEM under specific in vitro conditions," *Applied Surface Science*, vol. 329, pp. 356–362, Feb. 2015.
- [8] A. Büyüksağış, "The Coating of Hydroxyapatite ( HAP ) on 316L Stainless Steel and Ti6Al4V Alloy use by Sol-Gel Method," *Electronic Journal of Machine Technologies*, vol. 7, no. 1, pp. 1–11, 2010.
- [9] M. Z. Atashbar, H. T. Sun, B. Gong, W. Wlodarski, and R. Lamb, "XPS study of Nb-doped oxygen sensing TiO<sub>2</sub> thin films prepared by sol-gel method," *Thin Solid Films*, vol. 326, no. 1–2, pp. 238–244, Aug. 1998.
- [10] İ. Türhan, "TiO<sub>2</sub> ve katkılı TiO<sub>2</sub> ince filmlerinin hazırlanması ve karakterizasyonu," İstanbul Teknik Üniversitesi / Fen Bilimleri Enstitüsü, 2000.
- [11] R. Azari, H. R. Rezaie, and A. Khavandi, "Investigation of functionally graded HA-TiO<sub>2</sub> coating on Ti-6Al-4V substrate fabricated by sol-gel method," *Ceramics International*, 2019.
- [12] S. F. Robertson, A. Bandyopadhyay, and S. Bose, "Titania nanotube interface to increase adhesion strength of hydroxyapatite sol-gel coatings on Ti-6Al-4V for orthopedic applications," *Surface and Coatings Technology*, 2019.
- [13] T. Wen, J. Gao, J. Shen, and Z. Zhou, "Preparation and characterization of TiO<sub>2</sub> thin films by the sol-gel process," *Journal of Materials Science*, vol. 36, no. 24, pp. 5923–5926, Dec. 2001.
- [14] M. A. Hamid and İsmail Ab. Rahman, "Preparation of Titanium Dioxide (TiO<sub>2</sub>) thin films by sol gel dip coating method," *Malaysian Journal of Chemistry*, vol. 5, no. 1, pp. 086–091, 2003.
- [15] R. . Zoppi, B. . Trasferetti, and C. . Davanzo, "Sol-gel titanium dioxide thin films on platinum substrates: preparation and characterization," *Journal of Electroanalytical Chemistry*, vol. 544, pp. 47–57, Mar. 2003.
- [16] T. Miki, K. Nishizawa, K. Suzuki, and K. Kato,



- “Preparation of nanoporous TiO<sub>2</sub> film with large surface area using aqueous sol with trehalose,” *Materials Letters*, vol. 58, no. 22–23, pp. 2751–2753, Sep. 2004.
- [17] S. Sönmezolu, A. Arslan, T. Serin, and N. Serin, “The effects of film thickness on the optical properties of TiO<sub>2</sub>-SnO<sub>2</sub> compound thin films,” *Physica Scripta*, vol. 84, no. 6, Dec. 2011.
- [18] R. Mechiakh, N. Ben Sedrine, and R. Chtourou, “Sol-gel synthesis, characterization and optical properties of mercury-doped TiO<sub>2</sub> thin films deposited on ITO glass substrates,” *Applied Surface Science*, vol. 257, no. 21, pp. 9103–9109, Aug. 2011.
- [19] M. Catauro, F. Bollino, F. Papale, S. Marciano, and S. Pacifico, “TiO<sub>2</sub>/PCL hybrid materials synthesized via sol-gel technique for biomedical applications,” *Materials Science and Engineering C*, vol. 47, pp. 135–141, Feb. 2015.
- [20] C. Domínguez-Trujillo *et al.*, “Sol-gel deposition of hydroxyapatite coatings on porous titanium for biomedical applications,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 333, pp. 158–162, Jan. 2018.
- [21] S. Kuiry, “Advanced Scratch Testing for Evaluation of Coatings,” 2012.

## Microstructure and Wear Behavior of TiO<sub>2</sub> and HAP Coated Ti6Al7Nb Alloy by Sol-Gel Method

### Extended abstract

*Surface coating is the process of coating the main material surface with another substance with different characteristics and chemical composition in order to obtain a new surface layer. It is applied so as to improve physical, chemical and mechanical features such as viscosity, wettability, optical properties, corrosion resistance, impact resistance, wear resistance, scratch resistance, etc. and to fix the original or broken pieces. Coating is carried out with liquid, gas or solid substances. Sol-gel method as a coating technique has a substantial place in practice. It is preferred for it has some advantages when compared to other coating methods. Among these advantages are that it makes it possible to save energy by preparing homogenous and pure films in low heat, to coat materials in different geometrical shapes homogeneously, avoid waste and contamination. Sol-gel method is safe unless there is a problem with the chemicals. The micro-structure of the coated film can be easily controlled. It is possible to obtain films with low refractive index because the structure becomes porous. Moreover, a multilayer coating is accomplishable and the method is not limited to the geometry of the material. There are a few disadvantages of sol-gel method along with the advantages. The high amount of material waste, high costs when a rare chemical is used, carbon solution left on the films and insanitariness of the chemicals used, small pores that are left and the long coating time is among the disadvantages.*

*In this study, the microstructures and wear behaviors of coatings performed on Ti6Al7Nb titanium alloy to be used as an implant performed in different solution retention times (30, 60 and 120 min) by sol-gel immersion method were investigated. In the study, Ti6Al7Nb alloy is used as the substrate material and the titanium dioxide*

*(TiO<sub>2</sub>) and hydroxyapatite (HAP) are used as the coating material also. Two different coatings were made, while the first group of samples were coated with TiO<sub>2</sub> only, while a second group of samples were coated first with TiO<sub>2</sub> and then with HAP. In order to determine the mechanical properties of the coated specimens, scratch tests were carried out to investigate the wear behavior. Microstructure investigations of the prepared coatings were examined under optical microscope and SEM, solid state elemental fractions were determined by EDX analysis.*

**Keywords:** Sol-Gel, TiO<sub>2</sub>, HAP, Microstructure, Wear