



## FARKLI ALTTAŞ BİRİKTİRME SICAKLIKLARINDA KAPLANMIŞ NİTİ KAPLAMALARIN TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Mehmet POYRAZ\*

Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Muğla, Türkiye

### Anahtar Kelimeler

*Triboloji,  
NiTi Film Kaplama,  
RF Magnetron Saçtırma.*

### Öz

Ticari saf titanyum; dental ve ortopedik uygulamalarda yaygın olarak tercih edilen, hafif, biyouyumlu, yüksek mukavemetli ve korozyona dayanıklı bir implant malzemesidir. Bu çalışmanın amacı; dental implant malzemelerinden ticari saf titanyumun metallerle temasında göstermiş olduğu yüksek kararsız sürtünme katsayılarını önlemek ve malzemenin sürtünme, aşınma özelliklerinin iyileştirilmeye çalışılmasıdır. Bu maksatla Ti alttaş numunelere farklı biriktirme sıcaklıklarında RF magnetron saçtırma yöntemi kullanılarak NiTi film kaplamalar uygulanmıştır. NiTi kaplamaların kaplama malzemesi olarak seçilmesinin sebebi; literatür incelemelerinde bu kaplamaların uygulanan stresi elastik deformasyona dönüştürebilmesi, düşük sertlik, yüksek mukavemet vermesi ve implant malzemeleri üzerinde biyouyumlu ve yapışkan olduğunun gösterilmesidir. Kaplamalar sonrası Taramalı Elektron Mikroskopunun EDS dedektörü kullanılarak filmlerin yüzeyinden kimyasal kompozisyonlar belirlenmiştir. XRD cihazı kullanılarak farklı alttaş biriktirme sıcaklıklarında biriktirilen filmlerin X-Işınları kırınım ölçümleri gerçekleştirilmiştir. NiTi film kaplamaların sürtünme katsayısı ve aşınma oranlarının alttaş biriktirme sıcaklıklarındaki değişimle nasıl etkilendiğini belirlemek için, nano tribometre aşınma cihazında bu filmler teste tabii tutulmuştur.

## INVESTIGATION OF THE TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF COATED NİTİ COATINGS AT DIFFERENT SUBSTRATE DEPOSITING TEMPERATURES

### Keywords

*Tribology,  
NiTi Film Coating,  
RF Magnetron Sputtering.*

### Abstract

Commercial pure titanium; It is a lightweight, biocompatible, high-strength and corrosion-resistant implant material that is widely preferred in dental and orthopedic applications. The aim of this study; It is an attempt to improve the friction and wear properties of the material in order to prevent the high unstable friction coefficients of commercial pure titanium, which is one of the dental implant materials, in contact with metals. For this purpose, NiTi film coatings were applied to Ti substrate samples at different deposition temperatures by RF magnetron sputtering method. The reason for choosing NiTi coatings as coating material; literature review shows that NiTi coatings can convert the applied stress into elastic deformation, give low hardness, high strength, and are biocompatible and sticky on implant materials. After coatings, chemical compositions were determined from the surface of the films using the EDS detector of the Scanning Electron Microscope. X-Ray diffraction measurements of the films deposited at different substrate deposition temperatures were carried out using the XRD device. How the friction coefficient and wear rates of NiTi film coatings are affected by the change in substrate deposition temperatures has been revealed as a result of testing in the nano tribometer wear device.

### Alıntı / Cite

Poyraz, M., (2022). Farklı Alttaş Biriktirme Sıcaklıklarında Kaplanmış NiTi Kaplamaların Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi, Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi, 10(4), 1325-1332.

\* İlgili yazar / Corresponding author: mpoyraz@mu.edu.tr, +90-252-211-1129

Yazar Kimliği / Author ID (ORCID Number)	Makale Süreci / Article Process	
M. Poyraz, 0000-0002-9469-8037	Başvuru Tarihi / Submission Date	25.05.2022
	Revizyon Tarihi / Revision Date	20.07.2022
	Kabul Tarihi / Accepted Date	11.08.2022
	Yayın Tarihi / Published Date	30.12.2022

## 1. Giriş (Introduction)

Ticari saf Ti, 316 L, kobalt-krom-molibden ve Ti6Al4V alaşımları yaygın olarak kullanılmakta olan dental implant malzemelerindendir (Cortada 2000). Bunlar arasında ticari saf Ti; düşük maliyetli, biyoyumlu, korozyona dayanıklı, yüksek mukavemetli olan hafif ve dayanıklı bir implant malzemesidir. Ancak ticari saf Ti, yüksek kararsız sürtünme katsayılarına sahip olduğundan, diğer metallerle temasında şiddetli aşınmaya uğramaktadır. Üzerindeki koruyucu TiO<sub>2</sub> filminin çıkarılması da alerjik reaksiyon ve enfeksiyon gibi sorunlara yol açmaktadır (Agains, 1988).

Literatürde yer alan NiTi kaplamaların; uygulanan stresi elastik deformasyona dönüştürebildiği, implantlarda düşük sertlik, yüksek mukavemet, yüksek geri kazanılabilir gerilimler verdiği, Ti üzerinde biyoyumlu ve yapışkan kaplamalar oluşturduğu gösterilmiştir. Bu nedenle NiTi kaplamalar önerilen bir kaplama malzemesi olarak karşımıza çıkmıştır.

Ticari saf titanyum metallerle temasa geçtiğinde yüksek kararsız sürtünme katsayıları sergilediği için, bu çalışmada malzemenin tribolojik özelliklerinin geliştirilmesi maksadıyla RF Magnetron Sputter yöntemiyle NiTi kaplamalar farklı parametrelerde biriktirilmiştir. Literatür araştırmalarında Ti altaşlar üzerinde kaplama yapışması ve biyoyumluluk olarak en uygun kaplamanın NiTi filmler olduğu önerilmiştir (Lepule, 2015). Literatürde genellikle NiTi kaplamalar büyütülürken, kaplama parametresi olarak Ag'nin değişik oranlarda kaplama içine dahil edilmesinin tribolojik özelliklere etkisi incelenmişken, çalışmamızda NiTi içerisine başka bir katkı kaplaması yapılmadan, altaş biriktirme sıcaklığı değişiminin tribolojik özelliklere etkisi incelenmiştir.

Çalışmanın içeriği aşağıdaki başlıklar altında sunulmuştur. İkinci bölümde kaynak araştırması bulunmaktadır. Üçüncü bölümde film kaplamaların yapılmasında hangi materyallerin kullanıldığı ve kaplama parametreleri ile kaplamalara uygulanmış analizlerin sırası anlatılmıştır. Dördüncü bölümde analizlerde kullanılan cihazlar doğrultusunda elde edilen araştırma bulguları verilmektedir. Son bölüm tartışma ve sonuç bölümünde ise NiTi filmlerden tribolojik olarak elde edilen sonuçlar ortaya konarak, literatürle kıyaslama yapıldığında nasıl bir sonuç elde edildiği tartışılmıştır.

## 2. Kaynak Araştırması (Literature Survey)

Biyomalzemeler, insan vücudundaki canlı dokuların işlevlerini yerine getirmek amacıyla kullanılan doğal yada sentetik malzemelerdir. Biyoyumluluk ise kullanım sürecinde malzemenin vücut sistemine uygun cevap verebilme, vücutla uyusabilme, kendini çevreleyen dokuların normal fonksiyonlarına engel olmama ve iltihaplanma oluşturmama yeteneği olarak tanımlanmaktadır (Güven, 2014). Ticari olarak saf titanyum ve ana tıbbi alaşımı Ti-6Al-4V, biyoyumlulukları, mekanik özellikleri ve modern görüntüleme teknikleri sırasındaki nötr interferans nedeniyle diş hekimliği ve ortopedide klinik olarak yaygın kullanılmaktadır. Hem titanyum hem de Ti-6Al-4V alaşımı havaya veya sulu ortama maruz kaldığında oldukça kararlı bir yüzey oksit tabakası geliştirirler (Lausmaa, 1986). Titanyum implantlar klinik olarak yaygın kullanılmaktadır, ancak implantla ilişkili enfeksiyon en ciddi komplikasyonlardan biri olmaya devam etmektedir. Bu durumun tedavisi zordur ve bazen implantın çıkarılmasını ve tekrarlanan ameliyatları gerektirebilir (Zhao, 2009). İmplantlar yaşam boyunca bakteri istilasına karşı savunmasızdır. Bu nedenle normal işlevleri sürdürmek ve implantlar üzerinde bakteri kolonizasyonu ile mücadele etmek için uzun vadeli yetenek elde etmek önemlidir (Monteiro, 2009).

NiTi kaplamalar, metal implant malzemeleri üzerinde yapışkan ve biyoyumlu kaplamalar oluşturmaktadır. Bu nedenle, NiTi kaplamaların biyoyumluluğu ve korozyon davranışları ile ilgili çok sayıda çalışma son zamanlarda literatürde yer almaktadır (Lepule, 2015). İmplantlarda biyofilm oluşumunu önlemek için antibakteriyel kaplamalar geniş çapta araştırılmış olsa da, uzun vadeli antibakteriyel kapasiteye sahip olanları üretme girişimleri nispeten azdır, ancak antibakteriyel ajanların biyomedikal implantlardaki kaplamalara dahil edilmesine artan bir ilgi vardır. İmplantla ilişkili enfeksiyonu önlemek için antibakteriyel yeteneğe sahip bir yüzey arzu edilmektedir. Zhao (2011), çalışmada bu amaca ulaşmak için Ti implantlar üzerinde gümüş nanoparçacıkları ile birleştirilmiş titanyumdioksit nanotüpler (TiO<sub>2</sub>-NT) üretmiştir. Uzun vadeli antibakteriyel yetenek ve iyi doku entegrasyonu sağlayan bu kontrol edilebilir NT-Ag yapısı; ortopedi, diş hekimliği ve diğer biyomedikal cihazlarda umut verici uygulamalara sahiptir.

Metal biyomalzemelerin yüzeyinde kaplamalar hazırlamak için plazma püskürtme, elektro biriktirme, sol-jel, daldırma kaplama, kimyasal buhar biriktirme ve fiziksel buhar biriktirme gibi birçok yöntem vardır (Wang, 1998). PVD teknolojisinde kaplama gerektiren nesne üzerinde biriktirilen bir hedef malzemenin buharını üretmek için fiziksel işlem kullanılır (Su, 2018). PVD teknolojisi tarafından sağlanan kaplama, mükemmel korozyon direncine, süper sert yüzey sertliğine, iyi biyouyumluluğa, alt tabaka ile güçlü bir bağlama kuvvetine sahiptir ve film tabakası, insan vücudu için iyi bir koruma sağlayan yoğunlukta ve homojendir (Ye, 2014). PVD yöntemlerinden RF Magnetron Saçtırma Tekniği kullanılarak MoS<sub>2</sub> ince film kaplama malzemesi, AISI440C alttaşı üzerinde biriktirilmiştir. Elde edilen katı yağlayıcının kayma sırasında düşük sürtünme sergilediği tespit edilmiştir (Poyraz, 2016).

Thangavel (2019), çalışmasında NiTi/Ag kaplı Cp-Ti alttaşları hazırlamıştır ve kapsamlı bir analize tabi tutmuştur. Değişken %Ag içeren NiTi-Ag alaşımı, radyo frekans (RF) saçtırma yöntemi ile Cp-Ti üzerine kaplanmıştır. Ortaya çıkan malzeme, sito-uyumluluk, korozyon davranışı ve aşınma direnci için karakterize edilmiştir. Korozyon direnci, uyarılmış bir biyolojik sıvıda test edilmiştir. Aşınma özellikleri, sürtünme katsayısı ve aşınmış yüzeyin elementel bileşimi açısından değerlendirilmiştir.

### 3. Materyal ve Yöntem (Material and Method)

#### 3.1. Alttaşların ve Saçtırma Hedefinin Temini (Obtaining Substrates and Sputtering Targets from the Company)

Ticari saf titanyum 35 mm çap ve 500 mm uzunluklu çubuk olarak tedarik edilmiştir. İnce film kaplamalarda kullanılmış olan ticari saf titanyum alttaşlar (30 mm çaplı) ve (2 mm kalınlıklı) olacak şekilde hassas kestirilmiştir. Çubuk çapının 35 mm'den 30 mm'e indirilmesi işlemi (JML-6630) torna tezgahında ve 2 mm et kalınlıklı diskler şeklinde kestirilmesi işlemi (JBS-200T) testere makinesinde gerçekleştirilmiştir. Kaplamalarda kullanılmış olan NiTi saçtırma hedefleri (%99.9 saflıkta, 50,8 mm çap ve 3,18 mm kalınlıklı) olacak şekilde temin edilmiştir.

#### 3.2. RF Magnetron Saçtırma Kaplama İşlemlerinin Yapılması (Performing RF Magnetron Sputter Coating Processes)

NiTi film kaplamalar Fiziksel Buhar Biriktirme yöntemlerinden RF Magnetron Saçtırma ile (Vaksis PVD-MT/1M4T) film kaplama cihazı kullanılarak üretilmiştir. Ticari saf titanyum alt taşlar eşit sürelerde 500, 800, 1200 ve 4000 meshlik SiC zımpalarla ince zımparalamaya tabi tutulmuştur. Ticari saf titanyum alttaşlar üzerine alkol içinde ultrasonik temizleme ve kurutma işlemleri uygulanmıştır. Kaplamaların ilk grubunda; Cp-Ti alttaş üzerinde, NiTi filmler (1.1 kaplama parametresinde); ikinci grubunda ise (1.2 kaplama parametresinde) biriktirilmiştir. Her iki gruptaki kaplamalara; 250 W RF saçtırma gücü uygulanmış olup, kaplamaların alttaş biriktirme sıcaklıkları sırasıyla oda sıcaklığı ve 550 °C seçilmiştir. Farklı alttaş biriktirme sıcaklıklarının biriktirilen filmin yapısal özelliklerine etkisini anlamak için, birbirine uzak iki alttaş biriktirme sıcaklığı seçilmiştir. Biriktirmelerde en yüksek 550 °C seçilmesinin sebebi kaplamaların gerçekleştirildiği PVD-MT/1M4T film kaplama cihazının manualinde alttaşları biriktirmek için müsaade edilen en yüksek sıcaklığın 600 °C olmasıdır. Bu nedenle cihazın sıcaklık PID kontrol edicisinin set edilen sıcaklıkta emniyetle çalışabilmesi için en yüksek 550 °C biriktirme sıcaklığı seçilmiştir. Kaplama biriktirme odası turbo moleküler ve mekanik pompa vasıtasıyla (5x10<sup>-5</sup> mbar) taban basıncına pompalanmıştır. Kaplamalar sırasında yüksek saflıktaki argon (%99.999), (50 sccm'de) akışı sağlanmış olup, akış kontrollü bir MKS kütle akış kontrolü ile kontrol edilmiştir. Kaplamaların biriktirilmesi sırasında uygulanan parametreler Tablo 1'de gösterilmiştir.

**Tablo 1.** Kaplamaların RF Magnetron Biriktirme Parametreleri (RF Magnetron Deposition Parameters of Coatings)

Kaplama Parametre	Kaplama Malzeme	RF saçtırma gücü (W)	Alttaş Sıcaklık (°C)	Kaplama Süre (dk)
1.1.	NiTi	250	Oda	60
1.2.	NiTi	250	550	60

#### 3.3. Film Kaplanmış Numunelerin Elektron Mikroskopi Görüntülerinin Alınması (Electron Microscope Images of Film Coated Samples)

Kaplamalar sonrasında NiTi filmlerin yüzeyi Taramalı Elektron Mikroskobu (JEOL JSM-7600F SEM) kullanılarak gözlemlenmiştir. Kaplamanın kompozisyon ve yapısı Enerji Dağılım Spektroskopisi ile analiz edilmiştir. Böylece yüzey görüntüsünden alınan spektrum ile kaplama malzemenin kimyasal kompozisyonu belirlenmiştir.

### 3.4. Film Kaplamaların Sertlik Ölçümlerinin Yapılması (Hardness Measurements of Film Coatings)

Bir nanoindentation sistemi kullanılarak, kaplanmış örneklerin yüzeylerine dik olacak şekilde maksimum bir yük değerine ulaşılmış sonra tekrar dereceli olarak geri yükleme yapılmıştır. Bu şekilde 1.1. ve 1.2. kaplama parametrelerinde biriktirilmiş olan NiTi filmlerin sertlik değerleri elde edilmiştir.

### 3.5. Film Yapısal Özelliklerinin Belirlenmesi için XRD Kullanılması (Using XRD to Determine Film Structural Properties)

Oda sıcaklığı ve 550 °C alttaş biriktirme sıcaklıklarında RF magnetron saçtırma yöntemiyle kaplanmış filmlerin farklı alttaş biriktirilme sıcaklıklarının yapısal özelliklerine etkisini araştırmak için X-Işınları Difraktometresi (Rigaku Smartlab X-Işınları XRD) cihazı kullanılmıştır. Örnek üzerinden kırınımına uğrayan X-ışınları aralıklardan geçerek dedektöre ulaşmış ve bragg yasasına göre numuneye ait kırınım desenleri alınabilmektedir. Filmlerin X-Işını Kırınım Ölçümleri oda sıcaklığında  $20^{\circ} \leq 2\theta \leq 80^{\circ}$  aralığında, 0.5 der/dak tarama hızında yapılmıştır.

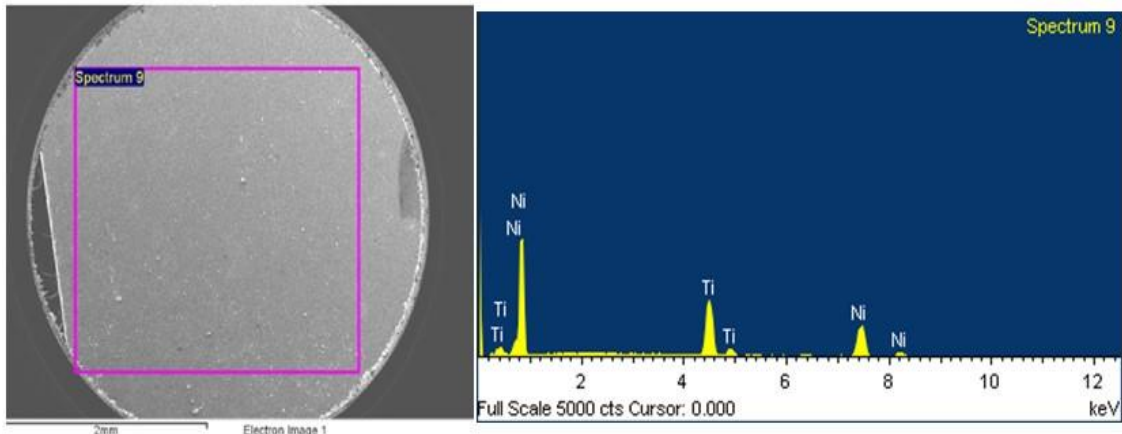
### 3.6. Film Kaplamalara Tribolojik Testlerin Uygulanması (Application of Tribological Tests to Film Coatings)

NiTi kaplanmış filmlerin tribolojik özelliklerini belirlemek için numunelere; kuru atmosfer ortamında nano-tribometre aşınma test cihazında (Anton Paar Tribometer NTR<sup>3</sup>), 50 mN yük ve 0.3 mm/s hız altında tribolojik testler uygulanmıştır. Toplamda 1 metre mesafe yol aldırılarak, 25 °C ortam sıcaklığında ve 2500 çevrimde aşınma testleri uygulanmıştır. Tribolojik testlerde aşındırıcı olarak 2 mm çaplı, AISI420 çeliğinden üretilmiş bilya kullanılmıştır. Herbir örnek için 2500 çevrim sonucunda bir ortalama sürtünme katsayısı belirlenmiştir. Örnekler için minimum 3 test yapılmıştır. Bu 3 testten her bir 2500 çevrim sonucunda elde edilen 3 farklı ortalama sürtünme katsayılarının ortalaması alınarak, farklı parametrelerde biriktirilen kaplamaların ortalama sürtünme katsayıları elde edilmiştir. Tribolojik testler neticesinde, NiTi filmlerin sürtünme katsayısı-yol grafikleri belirlenerek, kaplamaların aşınma oranları grafikleri sunulmuştur. Kaplamalara ait ortalama sürtünme katsayısı ve aşınma oranları değerleri tablolaştırılmıştır. Kaplamaların aşınma oranları bu kaplamalar için gözlemlenen aşınma derinlikleri kullanılarak hesaplanmıştır (Archard 1961).

## 4. Deneysel Sonuçlar (Experimental Results)

### 4.1. NiTi Kaplamalı Alttaş Malzemenin Yüzey EDS Bulguları (Surface EDS Results of NiTi Coated Substrate Material)

NiTi kaplama yapılmış Cp-Ti alttaşın yüzeyinden alınan taramalı elektron mikroskop görüntüsü Şekil 1 ile gösterilmiştir. Malzemenin kimyasal kompozisyonu Tablo 2’de verilmiştir.



**Şekil 1.** NiTi Kaplamalı Cp-Ti Alttaş Yüzey Görüntüsü ve EDS Spektrumu (Surface Image and EDS Spectrum of NiTi Coated Cp-Ti Substrate)

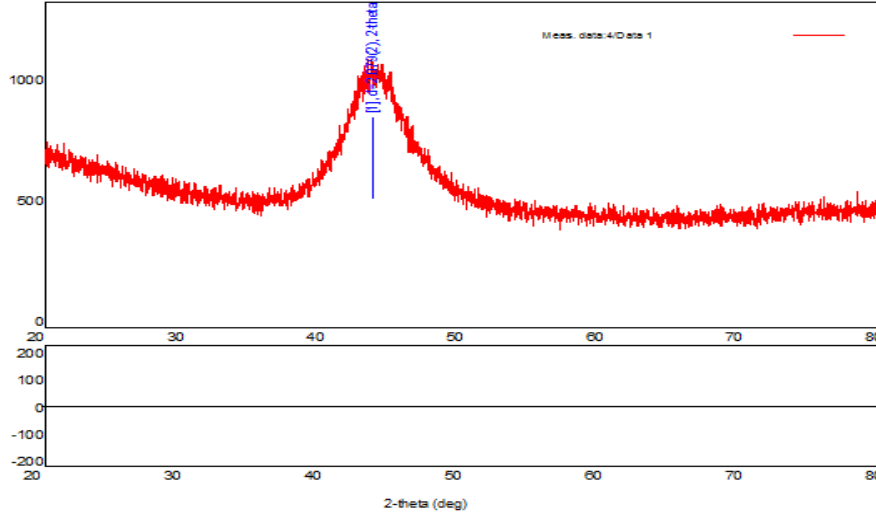
**Tablo 2.** NiTi Kaplamalı Cp-Ti Alttaş Yüzey EDS Spektrum Sonuçları (Surface EDS Spectrum Results of NiTi Coated Cp-Ti Substrate)

Element	Ağırlık %	Atomik %
Ti K	36.13	40.65
Ni K	63.87	59.35

Tablo 2'den elde edilen EDS sonuçları incelendiğinde NiTi filmlerinin RF magnetron saçırma yöntemi ile üretilebildiği ve bileşimde herhangi bir safsızlık elementine rastlanılmadığı görülmüştür.

#### 4.2. Filmlerin X-Işınları Kırınım Analizi Bulguları (Findings of X-Rays Diffraction Analysis of Films)

Oda sıcaklığında ve 550 °C'de biriktirilmiş NiTi filmlerin kırınım açısına karşılık kırınım yoğunluğunu gösteren spektrumları sırasıyla Şekil 2 ve Şekil 3'te verilmiştir. Böylece kırınım desenindeki her bir pik bir kristalografik düzleme karşılık gelmiştir.

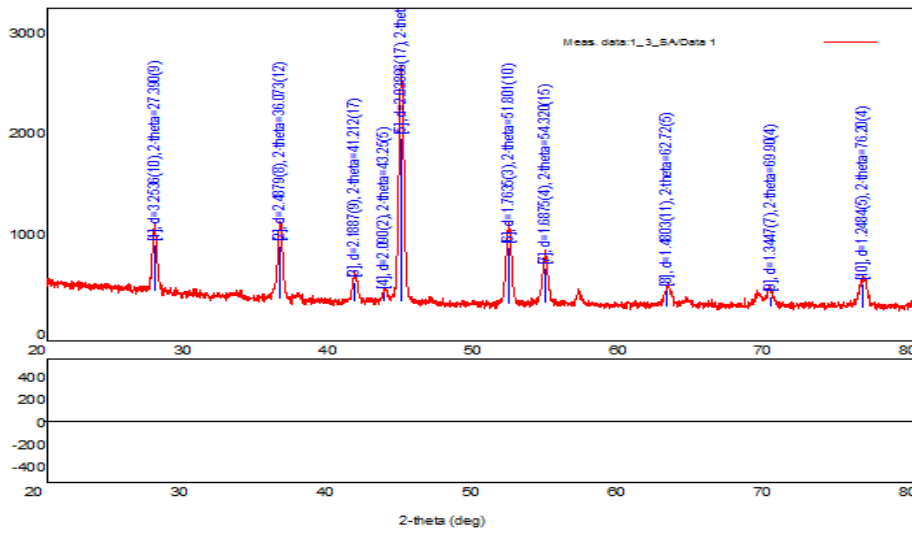


Şekil 2. Oda Sıcaklığında Biriktirilmiş NiTi Kaplamalı Filmin XRD Deseni (XRD Pattern of NiTi Coated Film-Deposited at Room Temperature)

Tablo 3. Oda Sıcaklığında Biriktirilmiş NiTi Kaplamalı Filmin XRD Deseni Pik Listesi (Peak List of XRD Pattern of NiTi Coated Film-Deposited at Room Temperature)

2-theta(deg)	d (Å)	Height(cps)	Int. I(cps deg)	FWHM(deg)	Size
43.49(5)	2.079(2)	337(17)	1984(17)	5.19(5)	17.21(16)

Şekil 2'den elde edilen XRD sonucu ile oda sıcaklığında biriktirilen NiTi filmlerin yapısının amorf olduğu görülmüştür. Altaş üzerinde biriken atomik yığınların kristalleşme durumu ortaya çıkmamıştır.



Şekil 3. 550 °C'de Biriktirilmiş NiTi Kaplamalı Filmin XRD Deseni (XRD Pattern of NiTi Coated Film-Deposited at 550 °C Temperature)

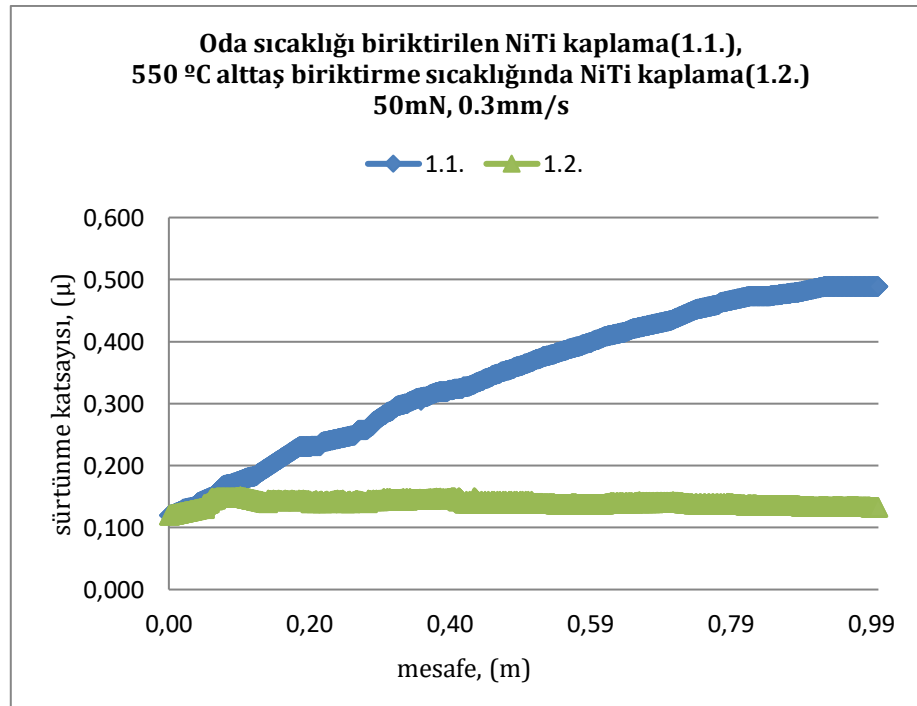
**Tablo 4.** 550 °C'de Biriktirilmiş NiTi Kaplamalı Filmin XRD Deseni Pik Listesi (Peak List of XRD Pattern of NiTi Coated Film Deposited at 550 °C )

2-theta(deg)	d (Å)	Height(cps)	Int. I(cps deg)	FWHM(deg)	Size
27.390(9)	3.2536(10)	457(20)	193(4)	0.341(7)	251(5)
36.073(12)	2.4879(8)	525(21)	233(5)	0.369(9)	236(6)
41.212(17)	2.1887(9)	190(13)	74(3)	0.366(13)	242(9)
43.25(5)	2.090(2)	77(8)	30(2)	0.29(6)	308(62)
44.400(4)	2.03866(17)	1611(37)	666(5)	0.374(3)	239.5(18)
51.801(10)	1.7635(3)	547(21)	236(4)	0.406(7)	227(4)
54.320(15)	1.6875(4)	336(17)	146(4)	0.399(11)	234(6)
62.72(5)	1.4803(11)	148(11)	93(4)	0.41(5)	236(27)
69.90(4)	1.3447(7)	96(9)	135(7)	1.16(6)	87(4)
76.20(4)	1.2484(5)	226(14)	190(5)	0.55(4)	193(13)

Şekil 3'ten elde edilen XRD sonucu ile 550 °C atış biriktirme sıcaklığında biriktirilen NiTi filmlerin yapısının kristal hale geldiği görülmüştür. Daha önce amorf yapıda olan filmlerin B2 austenite kristal yapıya sahip olduğu görülmüştür.

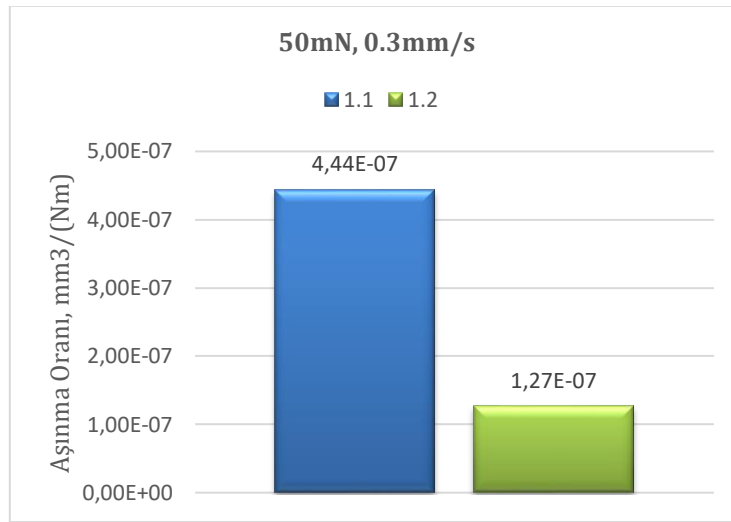
#### 4.3. NiTi Kaplamaların Tribolojik ve Sertlik Bulguları (Tribological and Hardness Findings of NiTi Coatings)

Kaplamalar; Cp-Ti altaşlar üzerinde, RF=250 W saçtırma gücünde kaplanmıştır. Tribolojik testlere, 1.1 kaplama parametrelili oda sıcaklığında biriktirilmiş NiTi kaplama ve 1.2 kaplama parametrelili 550 °C altaş biriktirme sıcaklığında biriktirilmiş NiTi kaplamalar tabii tutulmuştur. Kaplamaların 50 mN yük ve 0.3 mm/s hız altında, sürtünme katsayısı-yol ve aşınma oranları grafikleri sırasıyla Şekil 4 ve Şekil 5'te sunulmuştur. Kaplamaların ortalama sürtünme katsayıları ve aşınma oranları Tablo 5'te verilmiştir.



**Şekil 4.** Biriktirilen NiTi Kaplamaların Karşılaştırmalı Sürtünme Katsayısı-Yol Grafiği (Comparative Coefficient of Friction-Distance Graphs of NiTi Coatings)

Şekil 4'te 1.1. kaplama parametrelili oda sıcaklığında biriktirilmiş NiTi kaplamadan tribolojik testler neticesinde kararsız bir eğri ile yaklaşık 0.346 sürtünme katsayısı elde edilmiştir. 1.2. kaplama parametrelili 550 °C altaş biriktirme sıcaklığında biriktirilmiş NiTi kaplamanın tribolojik testleri neticesinde yaklaşık 0.140 gibi çok düşük ve kararlı bir sürtünme katsayısı elde edildiği görülmektedir.



**Şekil 5.** Biriktirilen NiTi Kaplamaların karşılaştırmalı Aşınma Oranları Grafiği (Comparative Wear Rates Graphs of NiTi Coatings)

Şekil 5'ten 1.1 ve 1.2 kaplama parametrelili NiTi kaplamaların ortalama aşınma oranları sırasıyla  $4,44 \times 10^{-7}$  ve  $1,27 \times 10^{-7}$  mm<sup>3</sup>/Nm elde edilmiştir. NiTi kaplamaların Cp-Ti alttaşlar üzerinde RF magnetron saçırma biriktirilmesinde, alttaş biriktirme sıcaklıklarının artmasıyla kaplama sürtünme katsayısı ve aşınma oranının düştüğü grafiklerden belirlenmiştir.

1.1 ve 1.2 kaplama parametrelili filmlerin nanoindentasyon testleri neticesinde sırasıyla filmlerden 9.2 ve 11.4 GPa sertlik değerleri elde edilmiştir. Filmlerden alttaş biriktirme sıcaklığı artışıyla daha sert kaplamalar elde edilmiştir. 1.1. kaplama parametresinde 3.5 µm olan kaplama kalınlığı, 1.2. kaplama parametresinde 4.3 µm'ye yükselmiştir. Dolayısıyla filmlerde alttaş biriktirme sıcaklıkları arttıkça kaplama kalınlıklarının arttığı, kaplama sertliklerinin yükseldiği ve bu da filmlerin sürtünme katsayısı ve aşınma oranlarına azaltıcı yönde etki ettiği gösterilmiştir.

**Tablo 5.** NiTi Kaplamaların Tribolojik Test Sonuçları (Tribological Test Results of NiTi Coatings)

Parametre	Kaplama Malzeme	Sürtünme Katsayısı	Aşınma Oranı mm <sup>3</sup> /(Nm)
1.1.	NiTi (T=Oda)	0.346	$4.44 \times 10^{-7}$
1.2.	NiTi (T=550 °C)	0.140	$1.27 \times 10^{-7}$

## 5. Sonuç ve Tartışma (Result and Discussion)

Bu çalışmada dental ve ortopedik uygulamalarda yaygın olarak tercih edilmekte olan ticari saf titanyum malzemesinin sürtünme ve aşınma özelliklerinin geliştirilmesi hedeflenmiştir. Bu maksatla RF magnetron saçırma yöntemi kullanılarak, farklı alttaş biriktirme sıcaklıklarında NiTi kaplamalar ticari saf titanyum alttaşlar üzerinde biriktirilmiştir.

NiTi filmler; ticari saf titanyum üzerinde, (RF=250 W saçırma gücünde, oda sıcaklığı ve 550 °C alttaş biriktirme sıcaklıklarında) olmak üzere iki farklı kaplama parametresinde biriktirilmiştir.

NiTi film kaplanmış ticari saf titanyum malzeme yüzeyinden alınan taramalı elektron mikroskobu görüntüleri vasıtasıyla EDS sonuçlarından, malzemenin NiTi film kaplanabildiği kesinleşmiştir. Kaplama yüzey EDS verilerinden yapı içerisine atomik olarak (%40.65 Ti K ve %59.35 Ni K) girdiği görülmüştür.

Filmlerden elde edilen XRD sonucu ile 550 °C alttaş biriktirme sıcaklığında biriktirilen NiTi filmlerin yapısının kristal hale geldiği görülmüştür. Oda sıcaklığında biriktirilen ve amorf yapıda olan NiTi filmlerin yapısının 550 °C'de biriktirilen filmlerde B2 austenite kristal yapıya sahip olduğu görülmüştür.

Oda sıcaklığı ve 550 °C alttaş biriktirme sıcaklıklarında biriktirilmiş NiTi filmlere; 50 mN yükte tribolojik testler uygulanmıştır. Tribolojik testler sonucunda, en düşük ortalama sürtünme katsayısını (0.140) ve en düşük aşınma oranını ( $1.27 \times 10^{-7}$  mm<sup>3</sup>/Nm) ile 1.2 kaplama parametrelili, T=550 °C alttaş biriktirme sıcaklığında biriktirilmiş filmler göstermiştir. En yüksek ortalama sürtünme katsayısı (0.346) ve en yüksek aşınma oranı ( $4.44 \times 10^{-7}$  mm<sup>3</sup>/Nm) ile 1.1 kaplama parametrelili oda sıcaklığında biriktirilmiş NiTi filmler göstermiştir. Böylece filmlerin

ticari saf titanyum alt taşlar üzerinde RF magnetron saçtırma kaplanması sırasında; filmlere aynı RF saçtırma güçleri uygulanırken alt taş biriktirme sıcaklıklarının artırılmasıyla film yapısının amorf kristal yapıya dönüştüğü ve bunun NiTi filmlerde sürtünme katsayısı ve aşınma oranlarını azaltıcı yönde etki yaptığı gösterilmiştir. Alttaş biriktirme sıcaklığı artışıyla NiTi filmde elde edilen ortalama sürtünme katsayısı azalmış ve dolayısıyla filmin aşınma oranı da azalmıştır.

1.1. kaplama parametrelili oda sıcaklığında biriktirilmiş 3.5 µm kalınlıklı ve 1.2. kaplama parametrelili 550 °C'de biriktirilmiş 4.3 µm kalınlıklı NiTi filmlerin nanoindentasyon testlerinden sırasıyla 9.2 ve 11.4 GPa sertlik değerleri elde edilmiş olup, kaplama biriktirme sıcaklığı arttıkça kaplamaların kalınlık ve sertlik değerinin yükseldiği gösterilmiştir. Literatürde NiTi filmlerin biriktirilmesi için RF magnetron saçtırma tekniği kullanılmış olup, film kalınlığının 0.6 µm'den 1.7 µm'ye artışı ile kaplama sertliğinin 5 GPa'dan 8.2 Pa'a çıktığı gösterilmiştir (Choudhary, 2011).

Literatür araştırmalarında ticari saf titanyum üzerinde biriktirilmiş NiTi filmlerin sürtünme katsayısını azaltmak için genelde farklı oranlarda Ag ilavesi yapılarak sürtünme katsayısı iyileştirmeleri yapılmıştır. Bu çalışmalara alternatif olabilecek çalışmamız; alt taş biriktirme sıcaklıklarının artırılmasıyla da tribolojik iyileştirmenin sağlanabileceğinin gösterilmesi açısından önemlidir. Literatürde 150 W RF saçtırma gücünde biriktirilmiş %3 Ag katkılı NiTi filmin ortalama sürtünme katsayısı 0.1 ve aşınma oranı  $0.69 \times 10^{-7}$  mm<sup>3</sup>/Nm elde edilmişken (Thangavel, 2019), çalışmamızda 250 W RF saçtırma gücünde ve 550 °C alttaş biriktirme sıcaklığında elde edilen 0.140 ortalama sürtünme katsayısı ve  $1.27 \times 10^{-7}$  mm<sup>3</sup>/Nm aşınma oranı literatürle bir uyum olduğunu göstermiştir. Çalışmamız NiTi filmlere Ag ilavesi yerine, alttaş sıcaklık değişimleriyle sürtünme katsayılarının azaltılabilmesi açısından literatüre alternatif oluşturulmuştur.

### Çıkar Çatışması (Conflict of Interest)

Yazar tarafından herhangi bir çıkar çatışması beyan edilmemiştir. No conflict of interest was declared by the author.

### Kaynaklar (References)

- Agins, H.J., Alcock, N.W., Bansal, M., Salvati, E.A., Wilson, P.D., Pellicci, P.M., Bullough, P.G., 1988. Metallic Wear in Failed Titanium-Alloy Total Hip Replacements. A Histological and Quantitative Analysis. *J. Bone Joint Surgery*, 70, 347-356.
- Archard, J.F., 1961. Single Contacts and Multiple Encounters. *J. Appl. Phys.*, 32, 1420-1425.
- Cortada, M., Giner, L., Costa, S., Gil, F.J., Rodriguez, D., Planell, J.A., 2000. Galvanic Corrosion Behavior of Titanium Implants Coupled to Dental Alloys. *J. Materials Science Materials in Medicine*, 11, 287-293.
- Güven, Ş.Y., 2014. Biyouyumluluk ve Biyomalzemelerin Seçimi. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 2(3), 303-311.
- Choudhary, N., Kharat, D.K., Kaur, D., 2011. Structural, Electrical and Mechanical Properties of Magnetron Sputtered NiTi/PZT/TiO<sub>x</sub> Thin Film Heterostructures. *Surface and Coatings Technology*, 205(11), 3387-3396.
- Lausmaa, J., Mattson, L., Rolander, U., Kasemo, B., 1986. Chemical Composition and Morphology of Titanium Surface Oxides. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 55, 351-359.
- Lepule, M., Obadele, B., Andrews, A., Olubambi, P., 2015. Corrosion and Wear Behaviour of ZrO<sub>2</sub> Modified NiTi Coatings on AISI 316 Stainless Steel. *Surface and Coatings Technology*, 261, 21-27.
- Monteriro, D.R., Gorup, L.F., Takamiya, A.C., Ruvollo, E.R., Camargo, E.R., Barbosa, D.B., 2009. The Growing Importance of Materials that Prevent Microbial Adhesion: Antimicrobial Effect of Medical Devices Containing Silver. *International Journal Antimicrob Agents*, 34, 103-110.
- Poyraz, M., Tunay, R.F., 2016. RF Magnetron Saçtırma Tekniği ile AISI 440C Çelik Alttaşlar Üzerine MoS<sub>2</sub> İnce Film Kaplama Uygulaması. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 4(2), 75-84.
- Su, Y.M., Wang, W.P., He, J., 2018. Research and Development of Plasma Physical Vapor Deposition Equipment. *Hot Working Technology*, 47, 21-26.
- Thangavel, E., Dhandapani, V.S., Dharmalingam, K., Marimuthu, M., Veerapandian, M., Kim, S., Kim, B., Ramasundaram, S., Kim, D.E., 2019. RF Magnetron Sputtering Mediated NiTi/Ag Coating on Ti-Alloy Substrate with Enhanced Biocompatibility and Durability. *Materials Science*, 99, 304-314.
- Wang, Y.L., Wan, Y.Z., Tao, H.M., 1998. Bioactive Calcium Phosphate Ceramic Coatings Prepared by Electrodeposition. *Plating and Finishing*, 20, 20-23.
- Ye, Y.Y., 2014. High-End Manufacturing Technology and Life Science Combined with Implantable Medical Instruments Malignant New Trend. *Magnetic Element and Power Supply*, 150-153.
- Zhao, L., Wang, H., Huo, K., Cui, L., Zhang, W., Ni, H., Zhang, Y., Wu, Z., Chu, P., 2011. Antibacterial Nano-Structured Titania Coating Incorporated with Silver Nanoparticles. *Biomaterials*, 32(24), 5706-5716.
- Zhao, L., Chu, P.K., Zhang, Y., Wu, Z., 2009. Antibacterial Coatings on Titanium Implants. *Journal of Biomedical Materials Research Part B Applied Biomaterials*, 91, 470-480.