
MİKRONİZE HİDROKSİAPATİT TOZ KATKILI ELEKTRİKSEL KIVILCIMLA İŞLENMİŞ Tİ-6AL-4V ALAŞIMININ YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ VE YÜZEYE TOZ KATKISI NÜFUZİYETİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

*Nihal EKMEKÇİ **
*Selim AKBAŞ ***

Alınma: 21.12.2018 ; düzeltme: 13.02.2019 ; kabul: 05.03.2019

Öz: Elektriksel Kıvılcımla İşleme (EKİ), özellikle çok sert ve karmaşık şekilli malzemelerin işlenmesinde tercih edilen alışılmamış imalat yöntemidir. Toz Katkılı Elektriksel Kıvılcımla İşleme (TKEKİ) yönteminde ise dielektrik sıvıya katılan toz partikülleri ile işlem performansının artırılması amaçlanmıştır. Bu amaçla, silisyum karbür (SiC), bakır (Cu), alüminyum (Al), demir (Fe) ve karbon (C) gibi birçok toz katkısı kullanılmaktadır. Hidroksiapatit (HA) genellikle kemiklerde dolgu malzemesi olarak ya da implantları desteklemek amacıyla kullanılan biouyumlu seramiktir. Bunun yanında, Titanyum (Ti) ve titanyum alaşımları da sahip olduğu mekanik özellikleri ve korozyon direnci nedeniyle medikal uygulamalarda sıkça tercih edilmektedir. Bu çalışmada, mikronize HA toz katkılı EKİ yöntemiyle işlenmiş Ti-6Al-4V alaşımının yüzey özellikleri ve işleme sırasında yüzeye toz katkısı nüfuziyeti incelenmiştir. Numuneler, 4 farklı akım seviyesinde ve her bir akım seviyesi için 10 farklı darbe süresi uygulanarak işlenmiştir. İşlenen numuneler, Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM), Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS), X-Işını Kırınım Diffraktometresi (XRD) ve Optik Mikroskop ile incelenmiştir. Yüzeyde HA yönünden zengin oluşumlar gözlemlenmiş ve bu oluşumların gözlemlendiği parametreler tespit edilmiştir. Buna göre en iyi nüfuziyetin 22 A darbe akımı ve 100 µs ve 800 µs darbe sürelerinde gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Tıbbi uygulamalar için HA bakımından zengin fonksiyonel yüzeyler talep edilmektedir. Ayrıca bu yüzeylerin TKEKİ yöntemiyle elde edilmesi yenilikçi bir yaklaşımdır.

Anahtar Kelimeler: Toz Katkılı Elektriksel Kıvılcımla İşleme, Hidroksiapatit, Yüzey Özellikleri, Biyoseramikler

Investigation of Surface Properties of Ti-6Al-4V Alloy Machined by Micronized Hydroxyapatite Powder Mixed Electrical Discharge Machining and Evaluation of the Powder Penetration to the Surface

Abstract: Electrical Discharge Machining (EDM) is a nontraditional manufacturing processes that is particularly preferred in the machining of very hard and complex shaped materials. It is aimed to increase the process performance with powder additive added to the dielectric liquid in the Powder Mixed Electrical Discharge Machining (PMEDM). For this purpose, many powder additives such as silicon carbide (SiC), copper (Cu), aluminum (Al), iron (Fe) and carbon (C) have been used. Hydroxyapatite (HA) is a biocompatible ceramic that is usually used as a filler in bones or to support implants. Besides

* Zonguldak Bülent Ecevit Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 67100, İncevez, ZONGULDAK

** Türkiye Taşkömürü Kurumu, Yayla Mahallesi İhsan Soyak Sokak, No: 6, 67030, ZONGULDAK

İletişim Yazarı: Nihal Ekmekci (nekmekci@beun.edu.tr)

this, Titanium (Ti) and titanium alloys are frequently preferred in medical applications due to their mechanical properties and corrosion resistance. In this study, surface properties of Ti-6Al-4V alloy machined by micronized HA mixed EDM and powder penetration on the surface during machining were investigated. Samples were processed at 4 different current levels with 10 different pulse duration for each current level. Machined samples were examined by Scanning Electron Microscope (SEM), Energy Distribution Spectrometer (EDS), X-Ray Diffractometer (XRD) and Optical Microscope. HA-rich occurrences were observed on the surface and parameters in which the occurrences are observed were determined. Accordingly, the best penetration was observed in the pulse current of 22 A and the pulse durations of 100 μ s and 800 μ s. HA-rich functional surfaces are demanded for medical applications. In addition, it is an innovative approach to obtain these surfaces by PMEDM method. points of the article will be included in this section. Not to exceed two hundred words, abstract stating the main points of the article will be included in this section.

Keywords: Powder Mixed Electrical Discharge Machining, Hydroxyapatite, Surface Properties, Bioceramics

1. GİRİŞ

Geleneksel imalat yöntemleri, kesici uçlar yada taşlama taşı gibi takımlarla fiziksel temas yoluyla malzeme kaldırma esasına dayanır. İş parçası ve kesici takım arasında devamlı bir fiziksel temas ve göreceli hareket olduğundan meydana gelen gerilmeler ve aşınma sorun teşkil etmektedir. Çok küçük boyutlarda çalışılması, çok sert malzemelerin işlenmesi ve takım titreşiminin önlenmesi de çoğu kez mümkün olamamaktadır. Elektriksel kıvılcımla işleme (EKİ) bu sorunların çözümünde etkin bir alışılmamış imalat yöntemidir. Yöntem, fiziksel temas olmaksızın elektrik yüklü elektrot ve dielektrik sıvı içerisinde bulunan iş parçası arasında oluşturulan kontrollü ardışık kıvılcımların termal etkileriyle malzemelerin işlenmesi esasına dayanmaktadır. Yöntemde, açık aralık gerilimi ile yüklü elektrot iş parçasına doğru yaklaşır, bu esnada dielektrik sıvının yalıtım direnci düşerek kritik eşiğe ulaşır ve direnç kırıldığı anda kıvılcım atlaması gerçekleşir. Darbe süresi boyunca güç kaynağından sağlanan akım uygulanır. Elektron ve iyon bombardımanına maruz iş parçası ile elektrot yüzeylerinde ani sıcaklık ve basınç yükselmesi meydana gelmektedir ve oluşan tahmini noktasal sıcaklıklar 20000 $^{\circ}$ K'ı bulmakta, ısı transferi ise 10^{17} W/m² civarında olmaktadır (McGeough ve Rasmussen, 1982). Bu denli yüksek sıcaklıklar iş parçası malzemesinin buharlaşma sıcaklığının da üzerindedir ve kıvılcım atlaması sırasında oluşan plazma kanalındaki yüksek basınçla buharlaşma engellenmektedir. Ancak darbe süresi sonunda plazma kanalı kapanır ve basınç aniden düşer, böylece dielektrik sıvının etkisiyle de eriyik metal aniden katılaştır. Dielektrik sıvı ile aniden katılaştırılan malzeme devamlı olarak sirküle olan dielektrik sıvıyla birlikte işlem bölgesinden uzaklaştırılır. İş parçası üzerinde, noktasal olarak çok yüksek sıcaklıklar altında eriyip dielektrik sıvıya karışan malzemelerin bıraktığı mikroskobik kraterler kalır. İş parçası ile elektrot arasındaki mesafe de krater boyutları üzerinde etkin rol oynamaktadır Lloyd ve Warren (1965) ve tezgah üzerinden ayarlanabilmektedir. Darbe süreleri arttıkça, yüksek darbe enerjileri sebebiyle oluşan kraterlerin büyüklükleri de artmaktadır (Ghanem ve diğ., 2003). Bu bağlamda EKİ yöntemiyle işlenen yüzeylerin karakteristiği ve kalitesi en eski araştırma konularından biri olmuştur. Dielektrik sıvı, elektrot ve iş parçası malzemeleri, darbe akımı, darbe gerilimi, darbe süresi, bekleme süresi; işlenen yüzey ve yüzey altı karakteristiğini ve işlem performansını etkileyen parametrelerdir. Literatürde, darbe akımının, darbe süresine kıyasla yüzey pürüzlülüğü üzerinde daha baskın bir etkiye sahip olduğunu gösteren çalışmalar mevcuttur. Bu durum yüksek darbe akımının, dielektrik sıvıyı daha sık kırıp dallara ayırması ve dolayısıyla eriyen malzemenin küçük parçalar halinde uzaklaştırılmasına atfedilmiştir. Ayrıca yüksek darbe enerjilerinde hızla gerçekleşen ısınma ve soğuma çevrimleri sonucu meydana gelen gerilmeler, yüzeyden başlayıp ana malzemeye kadar uzanan mikro çatlakların oluşmasına neden olmaktadır (Lee ve Tai, 2003, Ekmekci ve diğ., 2005). Elektrot malzemesi ve boyutları da aşınma ve yüzey pürüzlülüğü üzerinde etkin olmaktadır Lonardo ve Bruzzone (1999) ve işleme sırasında

elektrottan iş parçasına, iş parçasından da elektrota malzeme taşınımı gerçekleşmektedir (Soni ve Chakraverti, 1996). EKİ tezgahlarında genellikle dielektrik sıvı olarak gazyağı kullanılmakla birlikte, saf su kullanıldığında yüksek malzeme kaldırma oranı ve düşük elektrot aşınma oranının meydana geldiği dolayısıyla daha iyi bir yüzey kalitesi elde edildiği gözlemlenmiştir (Jeswani, 1981). EKİ sonrası ısıl işlem uygulanan gazyağında işlenmiş numunelerde tanecik sınırı boyunca çatlak ilerlemesi kaydedilirken, aynı şekilde saf suda işlenenlerde sadece oksidasyon gözlemlenmiştir (Kang ve Kim, 2005). EKİ yöntemiyle işlenmiş Ti-6Al-4V malzemesinin yüzey özellikleri incelendiğinde, gazyağında malzeme yüzeyinde karbür, saf suda ise oksit bölgelerinin olduğu görülmüştür (Chen ve diğ., 1999). Ayrıca; malzeme kaldırma oranının artırılması, yüzey pürüzlülüğünün azaltılması, işleme sırasında eriyip tekrar katılan katman sertliğinin artırılması ve işlenen yüzeye toz katkısı nüfuziyetinin sağlanarak fonksiyonel yüzeyler elde edilmesi gibi amaçlarla dielektrik sıvıya çeşitli toz katkıları ilave edilmiştir (Erden ve Bilgin (1980), Wong ve diğ. (1998), Pecas ve Henriques (2003), Rival (2005), Chow ve diğ. (2008), Ekmekci B ve Ekmekci N (2014), Ekmekci ve diğ. (2015)). Toz Katkılı Elektriksel Kıvılcımla İşleme (TKEKİ) yönteminde toz tanelerinin etkisiyle kıvılcım atlama sırasında ana boşalım kanalı alt kıvılcımlara bölünür. Toz tanelerinin alt ve üst kısımlarında pozitif ve negatif elektrik yükleri sıralanır ve tozların oluşturduğu zincir elektrik alan yoğunluğunu azaltarak yalıtkanlığın kırılmasını kolaylaştırır (Zhao ve diğ., 2002).

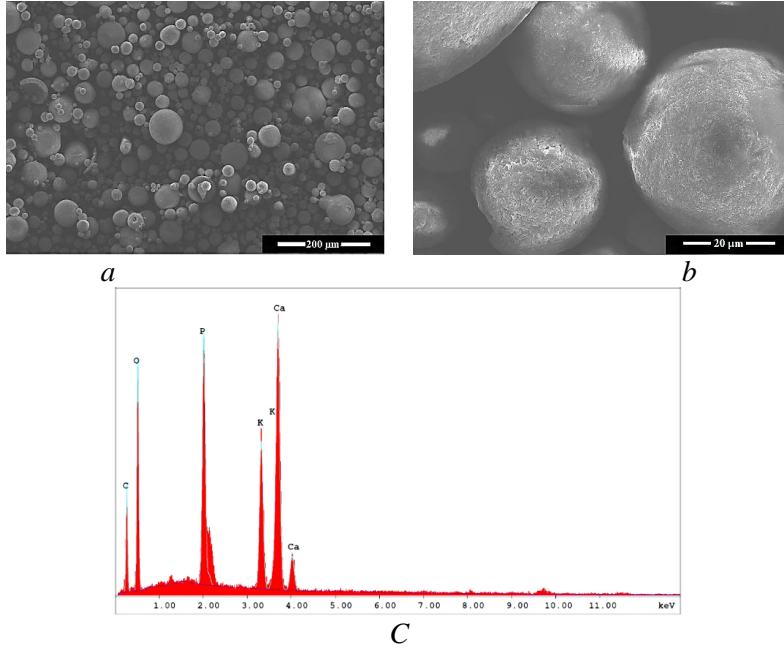
Diğer bir yandan medikal uygulamalar ele alınacak olursa, bu alanda biyouyumlu birçok metal kullanılmaktadır. Özellikle Titanyum (Ti) ve Ti alaşımları; düşük yoğunluğa, yüksek mukavemete ve iyi derecede korozyon direncine sahip toksik madde içermeyen kemiklerle biyouyumlu malzemeler olmalarından dolayı medikal uygulamalarda 40 yılı aşkın süredir en çok tercih edilen malzemelerdir. Metalik biyomalzemeler; yapay eklemler, kemik bağlantıları ve vidalarda kullanılmaktadırlar. Bu malzemelerin olası toksik etkileri sebebiyle çevresindeki dokulara zarar verme olasılığı, olabilecek korozyon etkileri, iyon salınımı ya da alerjilere sebep olma ihtimalleri sağlık açısından negatif bir durum teşkil etmektedir (Hanawa, 2004). Medikal uygulamalarda kullanılan metallerin vücut ile çok daha uyumlu ve benzer sorunları içermeyecek malzemelerle kaplanması bu problemlerin çözümü için başvurulan bir yöntem olmuştur. Bu noktada, kimyasal formülü $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ olarak ifade edilen, aynı zamanda bir kalsiyum tuzu ve biyouyumlu bir seramik olan Hidroksiapatit (HA) en iyi seçenek olarak karşımıza çıkmaktadır. HA, dişlerin mine ve dentin tabakası ve kemikte bulunan doğada elmadan sonra bilinen en sert moleküldür. Genellikle kemiklerde dolgu olarak ya da implantları desteklemek için kullanılan, virütik ve bakteriyel bir risk taşımayan ve kemik yapısına benzer şekilde kalsiyum (Ca) fosfor (P) oranı 1.67 civarında olan biyo inert bir seramiktir (Legeros RZ ve Legeros JP, 2008). Literatürde metalleri HA ile kaplamak için birçok yöntem mevcuttur. Isıtılıp eriyik/yarı eriyik forma dönüştürülen kaplama malzemesinin gaz veya atomizasyon jetiyle hızlandırılıp hazırlanmış altlık üzerine çarptırılarak birbirlerine bağlanması esasına dayanan *Plazma Püskürtme Metodu*, seçilen başlangıç kimyasallarının bir süspansiyon (sol) oluşturmak için nano boyutlu partiküllere dönüştürülüp bir jel içerisinde birbiri ile bağlanmasıyla bir altlık üzerinde film tabakalarının oluşturulması esasına dayanan *sol-jel metodu* ve kaplanmak istenen plakaların fizyolojik sıcaklık ve pH değerinde hazırlanan yapay vücut sıvısı içerisinde bekletilerek kaplanması esasına dayanan *biyomimetik yöntem* en sık kullanılanlardır.

TKEKİ yönteminde elektrottan iş parçasına, iş parçasından da elektrota malzeme taşınımının olması ve böylece fonksiyonel yüzeylerin elde edilebilmesi mümkündür. Böylece biyouyumlu malzemeleri metaller üzerine çökeltmek fonksiyonel yüzeyler elde edilmesi mümkün olacaktır. TKEKİ yönteminde, kullanılan toz katkılarına örnek olarak alüminyum tozu Yan ve Chen (1999), silisyum tozu Kansal ve diğ. (2005), grafit ve borik asit (H_3BO_3) tozu Özerkan ve Çoğun (2005) verilebilir. Bu noktada metal ve seramik tozların yanında medikal uygulamalar için biyouyumlu tozların da kullanılabilirliği ile ilgili çalışmalara literatürde ancak son yıllarda rastlanabilmektedir. HA'nın EKİ'de kullanımına ilişkin ilk çalışma 2014 yılına tekabül etmektedir (Ekmekci N ve Ekmekci B, 2014). Devamı olan 2016'daki çalışmada ise HA

nüfuziyeti için optimum parametreler 22A darbe akımı ve 12 µs darbe süresi olarak belirlenmiştir (Ekmeçci N ve Ekmeçci B, 2016). Her iki çalışmada kullanılan HA tozlarının boyutları 10-40 µm aralığında geniş bir alanda dağılırken, mevcut çalışmada mikronize boyutlar (2-10 µm) ele alınmıştır ve çok daha geniş parametre aralığı incelenmiştir (Çizelge 1). EKİ ile işlemede kullanılan tozların içeriği kadar özellikle nüfuziyet için boyutları da önem kazanmaktadır. Literatürde biyomalzemeler için EKİ ile işlemede toz boyutunun etkisinin açık ve geniş bir şekilde vurgulandığı çalışmalara henüz rastlanamamıştır. Bu bağlamda, bu çalışma EKİ yönteminin medikal uygulamalara uyarlanabilmesi ve toz boyutunun yüzeye nüfuziyet üzerindeki etkisini ele alması bakımından önem arz etmektedir. Ayrıca bu çalışmanın amacı, mikronize hidroksiapatit toz katkısının EKİ’de kullanılabilirliğinin yanında HA’nın yüzey morfolojisi ve mikroyapıya etkisinin araştırılması ve özellikle medikal uygulamalar için HA yönünden zengin yüzeylerin oluşacağı işlem parametrelerinin belirlenmesidir.

2. GEREÇ VE YÖNTEM

Ajan CNC Model 983 marka 4 eksenli dalma tip elektriksel erozyon tezgahında TKEKİ yöntemiyle işlenmek üzere 40 adet numune (iş parçası) hazırlanmıştır. Numuneler 8 mm boyunda olacak şekilde 10 mm çaplı Ti-6Al-4V (Grade 5) titanyum alaşımı çubuktan kesilmiş, ardından 600 OC’de gerilim giderme işlemi uygulanmış ve yüzeyleri zımpara kum kağıdı ile parlatılmıştır. Farklı dielektrik sıvı ve toz katkılarının tezgaha zarar vermemesi için mevcut sirkülasyon sistemi çıkarılıp deneyler için tasarlanmış işlem havuzu adapte edilmiştir. Havuz içerisinde tozların sirkülasyonu 1000 dev/dak. olacak şekilde bir mekanik karıştırıcı vasıtasıyla sağlanmıştır. Elektrottan iş parçasına olası malzeme transferinin gerçekleşip analizlerde yanılığa sebebiyet vermemesi için numunelerin işlenmesinde saf titanyum malzemeden elektrot kullanılmıştır. İşleme sırasında köşe etkilerini azaltmak ve düzgün bir yüzey elde etmek için numune çapından daha büyük 20 mm çaplı elektrot seçilmiştir. Dielektrik sıvı olarak organik ve inorganiklerden arındırılmış saf su kullanılmıştır. TKEKİ için dielektrik sıvının içine 15 gram/litre (g/l) olacak şekilde mikronize HA ilave edilmiştir. Mikronize HA, 2-10 µm çapında, küresel formda ve %99 saflıktadır (Şekil 1).



Şekil 1:

Mikronize hidroksiapatit tozu

a. Genel görünüm b. Büyütmüş görünüm c. Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) izleri

Böylelikle 40 numuneden oluşan parametrik bir deney serisi tasarlanmış (Tablo 1) ve numuneler bu seriye göre TKEKİ yöntemiyle işlenmiştir. Bütün işlemlerde bekleme süresi darbe süresinin yarısı kadardır. 5 s aralıklarla takım elektrodu 2 s süresince 1 mm geriye çekilerek numuneler işlenmiştir

Tablo 1. TKEKİ parametreleri

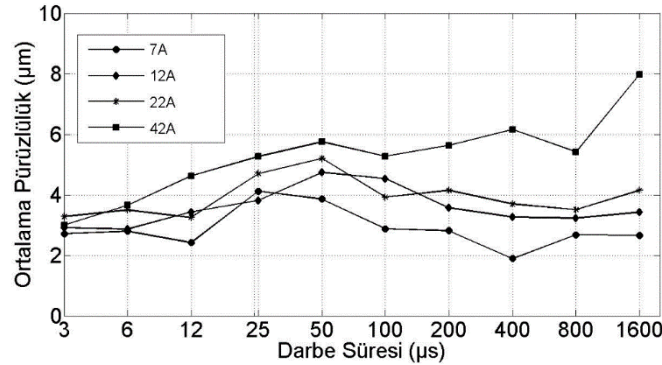
Darbe Akımı (amper, A)	7, 12, 22, 42
Darbe Süresi (mikro saniye, μs)	3, 6, 12, 25, 50, 100, 200, 400, 800, 1600

İşlenen numunelerin ilk olarak Tylor Hobson yüzey pürüzlülük cihazı ile yüzey pürüzlülüklerine bakılmıştır. Pürüzlülük ölçümlerinde ölçüm uzunluğu 4 mm olarak alınmıştır. Sonrasında numunelerin QUANTA 450 Field Emission Gun (FEG) yüksek çözünürlüklü taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yüzey görüntüleri ve Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) ile elementel dağılım izleri alınmıştır. İşlenen yüzeylerdeki malzemenin içerdiği fazlar, fazların konsantrasyonu, kristal olmayan fazların miktarı ve boyutlarını incelemek amacıyla X-ışını Kırınım Difraktometresi (XRD) analizleri yapılmıştır. Analizler, Panalytical marka Empyrean model XRD cihazında 45 kV, 40 mA konfigürasyonunda, Cu (α) 1.54056 Å X-ışını tüplü cihaz ile 10–90 derece arasında gerçekleştirilmiştir. Yüzey incelemeleri biten numuneler kesit incelemeleri için işlenen yüzeyden tabana doğru kesilerek bakalite alınmış, 240, 400, 800 ve 1200 grid zımparalarla ve sonrasında 6, 1, 0.25 μ m süspansiyolarla çuhalarda parlatılmıştır. Sonrasında kesitler mikroyapı incelemesi için Weck dağlama ajanı (5 g Amonyum Biflorür ve 100 ml saf su) ile dağlanmıştır.

3. BULGULAR

3.1. Yüzey Pürüzlülüğünün Değerlendirilmesi

Mikronize HA toz katkılı EKİ yöntemiyle işlenmiş her bir numune yüzeyinden 10 pürüzlülük ölçümü alınmış, en büyük ve en küçük değerler çıkarılarak 8 ölçümün ortalaması alınmıştır. Buna göre her bir darbe akımı ve darbe süresine bağlı pürüzlülük değerleri ortak bir grafikte gösterilmiştir (Şekil 2). EKİ yönteminin doğası gereği kıvılcım atlaması eriyen malzemenin oluşturduğu kraterlerin darbe akımı arttıkça derinleşmesi ve darbe süresi arttıkça da yayvanlaşması dolayısıyla da pürüzlülük üzerindeki etkileri değerlendirilmiştir.



Şekil 2:

Değişen akım ve darbe süresine göre ortalama pürüzlülük değerleri (Darbe süreleri logaritmik gösterilmiştir).

Beklenildiği gibi darbe akımının artmasıyla küçük sapmalar dışında pürüzlülük de artmaktadır. Bu durum 50 μ s'ye kadar darbe süreleri için de geçerlidir. Ancak bu noktadan sonra 42A darbe akımı hariç diğer darbe akımlarında azalma eğilimindedir. 400-800 μ s

aralığında ise kısmen artmaktadır. 42 A darbe akımında genel olarak, 100 μ s ve 800 μ s darbe süreleri dışında pürüzlülükler artma eğilimindedir. Genel bir değerlendirme yapıldığında en düşük pürüzlülük değeri 7A darbe akımı ve 400 μ s darbe süresinde $R_a=1.89 \mu$ m, en yüksek pürüzlülük ise 42 A darbe akımı ve 1600 μ s darbe süresinde $R_a=7.97 \mu$ m olarak ölçülmüştür.

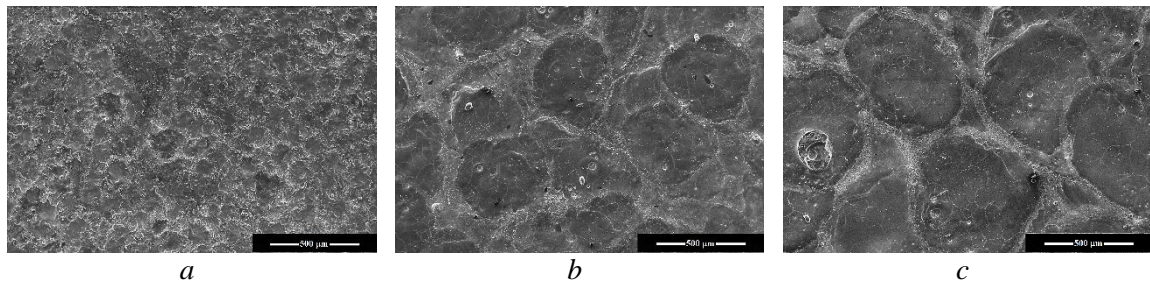
Ayrıca literatürde toz katkısının yüzey pürüzlülüğünü önemli ölçüde azalttığına dair çalışmalara sıkça rastlanmaktadır. Bu noktadan yola çıkarak toz katkısının pürüzlülük üzerinde etkisini değerlendirmek için aynı darbe süresinde farklı akım seviyesinde toz katkılı ve katkısız işlenmiş numunelerin yüzey pürüzlülüğü değerlendirilmiştir (Tablo 2). Buna göre 12 A, 800 μ s 'de işlenen numunede toz katkısı ortalama pürüzlülüğü 5 μ m, 42 A, 800 μ s 'de işlenen numunede ise 4.8 μ m düşürmektedir.

Tablo 2. HA toz katkısının yüzey pürüzlülüğüne etkisi

İşleme Yöntemi	Saf suda EKI	Mikronize HA katkılı EKI	Saf suda EKI	Mikronize HA katkılı EKI
İşleme Parametreleri	12 A, 800 μ s	12 A, 800 μ s	42 A, 800 μ s	42 A, 800 μ s
Ortalama Pürüzlülük R_a (μ m)	8.736	3.781	10.223	5.429
Standart Sapma (μ m)	0.939	0.473	1.225	0.972

3.2. SEM Analiziyle Yüzey Topolojisinin Değerlendirilmesi

Yüzeyde aktif halde olan ardışık kıvılcıklar nedeniyle yüksek darbe akımlarında derin kraterlerin ve yüksek darbe sürelerinde geniş kraterlerin oluşumu gözlenmiştir (Şekil 3). Bununla birlikte, darbe akımı arttıkça, eriyik malzemenin saçılıp yeniden katılaşmasıyla ortaya çıkan karmaşık yönelim izleri göze çarpmaktadır (Şekil 4a). 42 A darbe akımında (Şekil 4b) ardışık elektriksel kıvılcıkların sonucu oluşmuş iç içe kraterler ve artık olgunlaşmış elektriksel alanın kırılmasıyla oluşan ikincil kıvılcıkların oluşturduğu dalgalanmalar ve küçük krater yapıları belirgindir.

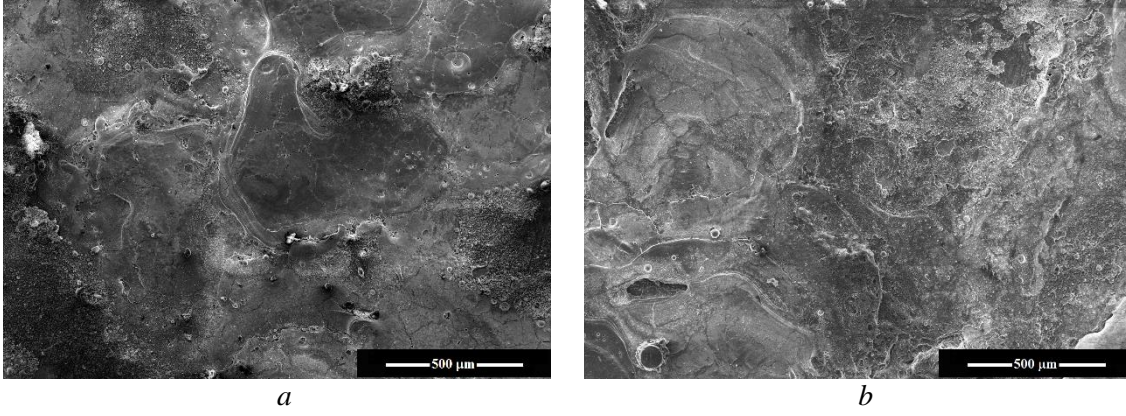


Şekil 3:

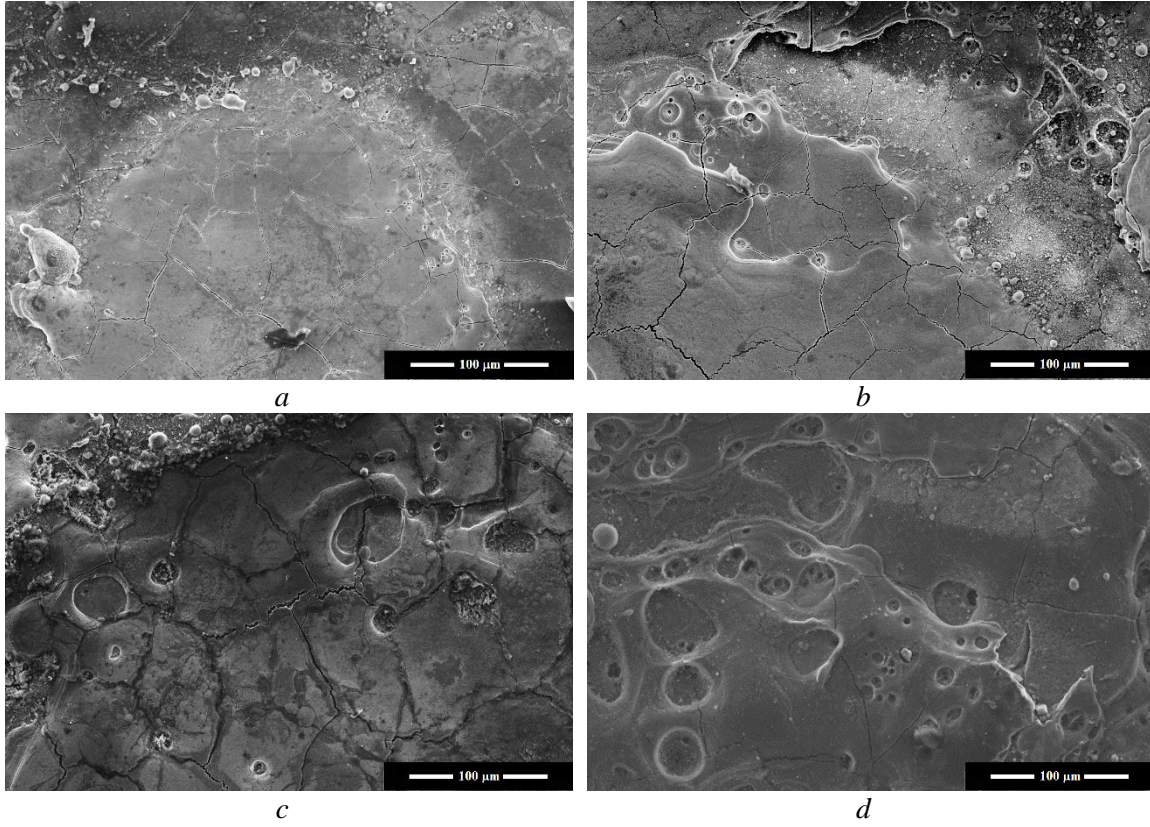
Mikronize HA toz katkılı EKI yöntemiyle işlenmiş numune yüzeyleri

a. 7 A, 3 μ s b. 7 A, 1600 μ s c. 12 A, 1600 μ s

Erimiş metalden ayrılan buhar parçacıkları aniden soğuk dielektrik sıvı ile karşılaştığında, birden küre benzeri yapılar olarak katılaşmaktadır. Bu yapıların çoğunlukla krater çeperlerinde yoğunlaştığı gözlemlenmektedir. Isısal çevrimler sonucu oluşan çatlak ağlarının yüksek darbe sürelerinde daha belirgin hale geldiği ve gözenekler artarken küre benzeri yapıların azaldığı görülmektedir (Şekil 5).



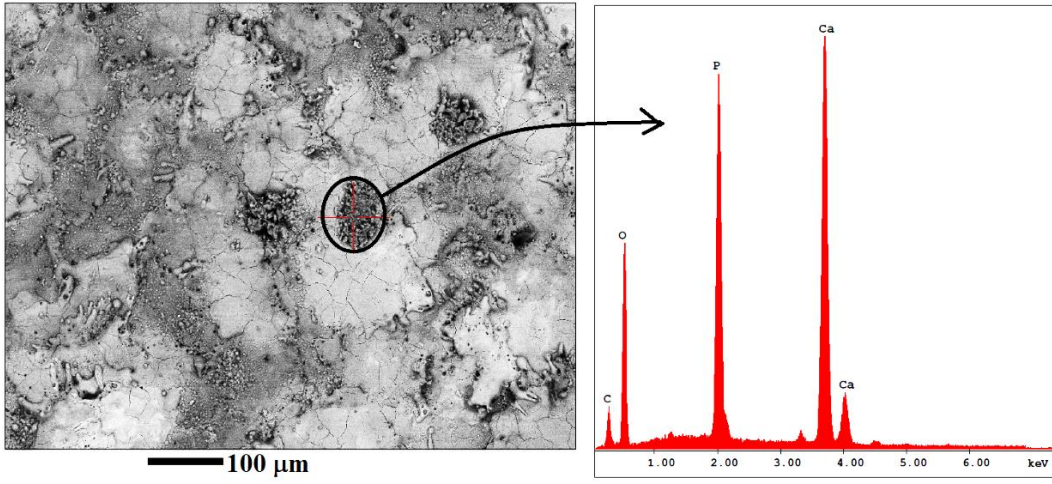
Şekil 4:
Mikronize HA toz katkılı EKİ yöntemiyle işlenmiş numune yüzeyleri
a. 22 A, 1600 μs b. 42 A, 1600 μs



Şekil 5:
400 μs'de Mikronize HA toz katkılı EKİ yöntemiyle işlenmiş numune yüzeyleri
a. 7 A b. 12 A c. 22 A d. 42 A

3.3. EDS Analiziyle Toz Katkısının Etkisinin Değerlendirilmesi

Çalışmanın amacı EKİ yönteminde mikronize HA toz katkısının kullanılabilirliği ve yüzeye toz katkısı nüfuziyetinin gözlemlenmesi, dolayısıyla medikal uygulamalar için HA yönünden zengin yüzeyler elde edilebilmesidir. Bunun için yüzeye nüfuziyetin en iyi şekilde gerçekleştiği işleme parametrelerinin belirlenmesi büyük önem arz etmektedir. Bileşimi bakımından HA yapısındaki Ca/P oranı, mol yüzdesi olarak 1,67'dir ve bu molar oran parametresi mineralin biyomalzeme olarak kullanılma sınırları konusunda belirleyicidir. Bu amaçla mikronize HA toz katkılı EKİ yöntemiyle belirlenen parametrelerde işlenen numunelerin EDS analizleri incelenmiş ve bu oran aranmıştır. İncelemelerde tüm numuneler için Ti-6Al-4V yüzeyine homojen yayılmış HA nüfuziyetinden ziyade, noktasal ya da bölgesel dağılımlar gözlemlenmiştir. Bu şekilde HA nüfuziyeti yönünden zengin bölgelerin seçilen parametrelerle yakından ilişkili olduğu ve EDS görüntülerinde bu kısımların ana malzemeye göre koyu renkte olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 6).

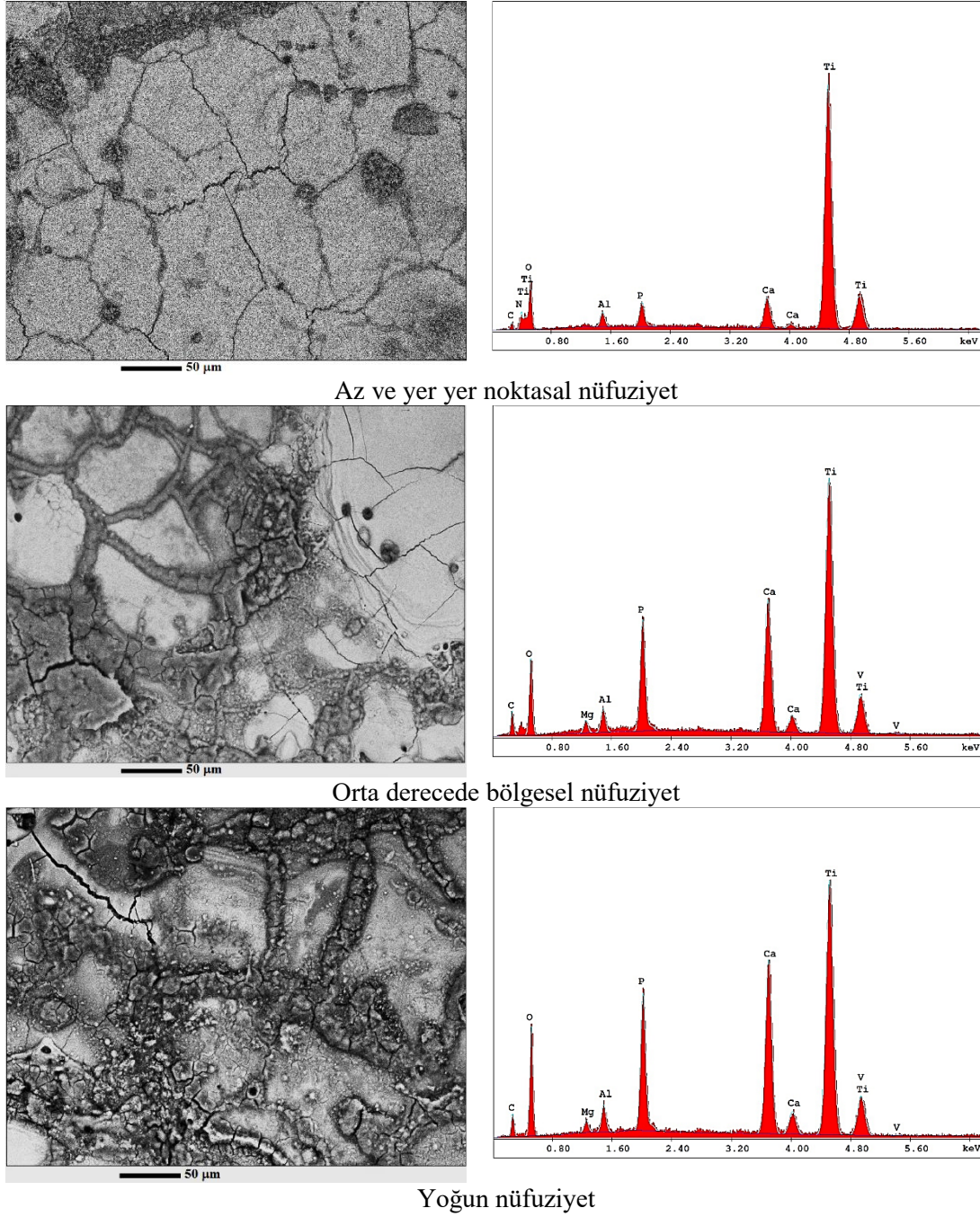


Şekil 6:

Mikronize HA toz katkılı EKİ yöntemiyle işlenmiş numunenin EDS izleri (7 A, 6 µs)

EDS izleri incelendiğinde nüfuziyetin genellikle yüksek darbe sürelerinde gerçekleştiği görülmektedir. Kıvılcım atmasının son bulup darbe süresinin bitimiyle deşarj kanalı kapanır ve negatif bir basınç oluşur. Oluşan bu basınçın etkisiyle ana deşarj kanalında tutulan toz katkıları eriyik havuzuna hücum eder. Yüksek darbe sürelerinin bir sonucu oluşan yüksek enerji yoğunluğunun ana boşalım kanalını ikincil veya daha fazla deşarjlara bölmek için desteklediği söylenebilir. Bu bağlamda, kısmen hem yüksek darbe akımlarında hem de yüksek darbe sürelerinde nüfuziyetin daha iyi olduğu görülmektedir. Benzer şekilde HA nüfuziyetinin çatlak ağlarını takip ettiği ve krater çeperlerinde yoğunlaştığı ağımsı bir görünüm sergilediği gözlemlenmektedir. Apatitin yoğun olduğu bölgelerde Ti piklerinin çok az olduğu dolayısıyla yüzeyin apatit ile yoğunlaştığı görülmektedir. **Genel bir değerlendirme yapıldığında; 7A** darbe akımında 3-12 µs aralığındaki işlemlerde az ve yer yer noktasal, 25-200 µs aralığında eser miktarda, 400 µs'de az ve yer yer noktasal, 800-1600 µs aralığında ise orta derecede bölgesel nüfuziyet gözlemlenmiştir. **12A**, genel olarak en az nüfuziyetin görüldüğü darbe akımı seviyesi olmuştur. Tüm darbe süreleri içinde 25 µs, 100 µs, 800 µs ve 1600 µs sürelerinde az ve yer yer noktasal nüfuziyet görülmüştür. **22A** genel olarak nüfuziyetin en iyi gerçekleştiği akım seviyesi olmakla birlikte 3 µs, 12 µs ve 25 µs sürelerinde eser miktarda nüfuziyet gözlemlenmiştir. 50 µs, 400 µs, 1600 µs'lerde az ve yer yer noktasal nüfuziyet gözlemlenirken 100 µs ve 800 µs'de en yoğun nüfuziyet görülmüştür. **42A** akımında 100 µs'ye kadar eser miktarda nüfuziyet gözlemlenmiştir.

çarparken 200-1600 µs aralığında artmakta ve en yüksek nüfuziyet 1600 µs'de gerçekleşmiştir (Şekil 7).



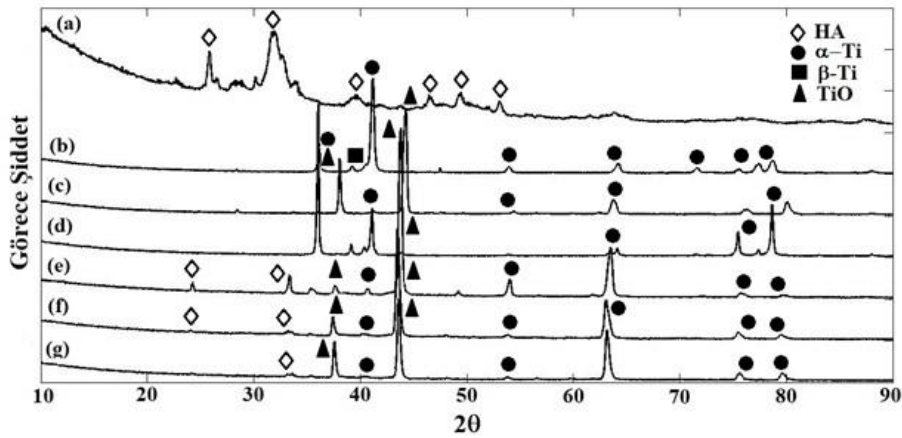
Şekil 7:

Mikronize HA toz katkılı EKİ yöntemiyle işlenmiş numune yüzeyleri ve yüzeylere ait alansal EDS izlerine göre nüfuziyet değerlendirmesi. Darbe akımı: 22A

3.4. XRD Analiziyle Kristal Yapı ve Fazlarının Değerlendirilmesi

XRD analizi öncesi gerçekleştirilen EDS analiz sonuçlarından, yüzeye toz nüfuziyetinin yoğun-bölgesel ya da noktasal-seyrek olup olmadığı hakkında bilgi edinilmiştir. Bu bağlamda,

karşılaştırma da yapabilmek için her akım seviyesinde fakat aynı darbe süresinde 4 numune ve bunlara ilaveten bir adet işlenmemiş ve 1 adet de saf suda işlenmiş Ti-6Al-4V alaşımı, son olarak da HA tozunun XRD analizi gerçekleştirilmiştir. XRD sonuçları yine karşılaştırmak amacıyla aynı grafikte toplanmıştır (Şekil 8). Grafikte en üstte mikronize HA tozlarının pikleri verilmiştir (Şekil 8a). Sonrasında ise ana malzeme Ti-6Al-4V alaşımının pikleri yer almaktadır. Burada alaşım malzemesinde yer alan çok sayıda α -Ti pikleri ile birlikte β -Ti piki de gözlemlenmektedir (Şekil 8b). Devamında yer alan saf suda işlenmiş numunedeki alaşım malzemesinde yer alan piklere ilaveten ortamdan ve sudan kaynaklı TiO piki yer almaktadır (Şekil 8c). Sonrasında 7A darbe akımında mikronize HA toz katkısı ile işlenmiş numune yer almaktadır. Buradaki HA piklerinin bariz bir şekilde gözlemlenememesinin sebebi, analizin toz katkısı nüfuziyetinin olmadığı bir bölgede gerçekleştirilmesi olarak açıklanabilir (Şekil 8d). Bunu takip eden 12A 800 μ s (Şekil 8e), 22A 800 μ s (Şekil 8f) ve 42A 800 μ s'de (Şekil 8g) yapılan işlemlerde HA pikleri gözlemlenmiştir.



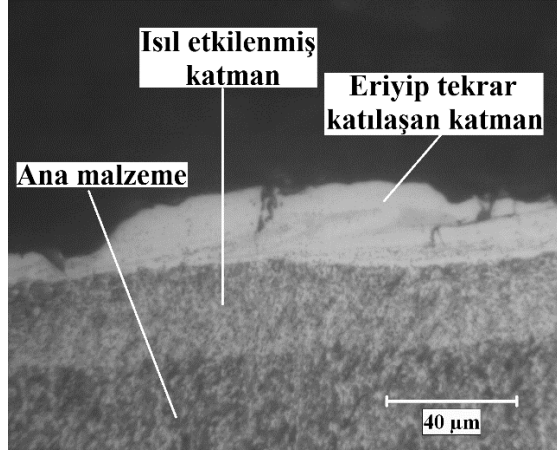
Şekil 8:

Numunelere ait XRD izleri

a. Mikronize HA b. işlenmemiş ana malzeme (Tİ-6Al-4V) c. Saf suda 42 A, 800 μ s'de işlenmiş numune d. HA toz katkılı 7A, 800 μ s'de işlenmiş numune e. HA toz katkılı 12A, 800 μ s'de işlenmiş numune f. HA toz katkılı 22A, 800 μ s'de işlenmiş numune g. HA toz katkılı 42A, 800 μ s'de işlenmiş numune.

3.5. Kesit Mikroyapısının Değerlendirilmesi

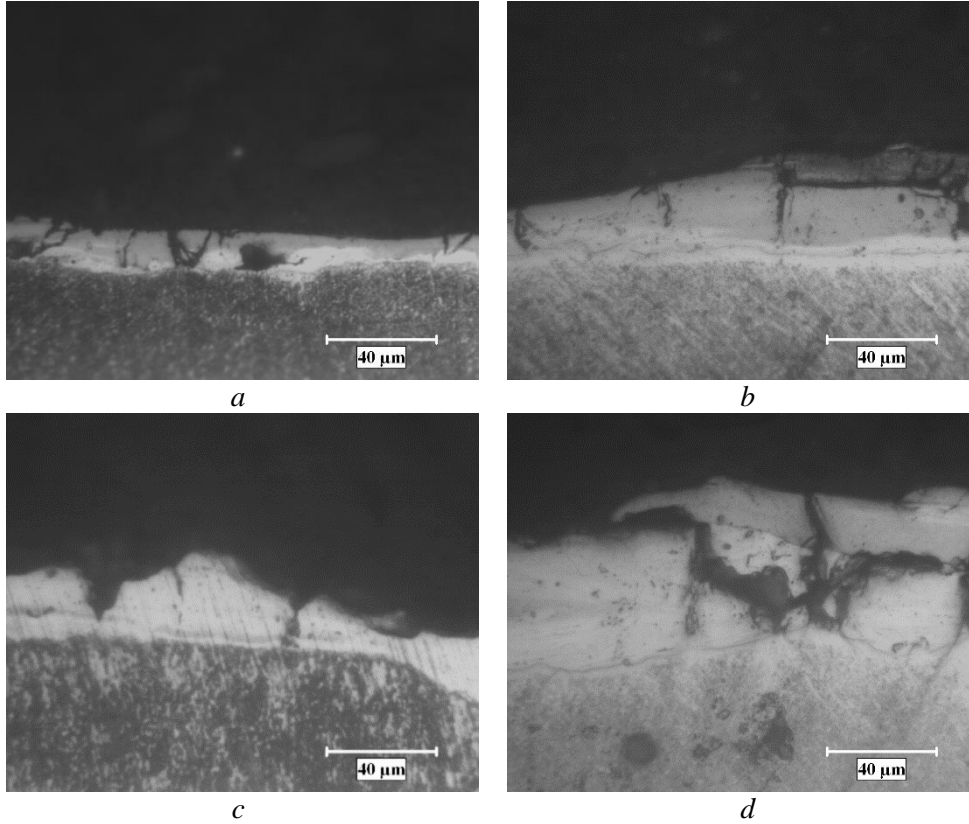
EKİ yönteminde mikro saniyeler içinde gerçekleşen ve diğer geleneksel yöntemlere nazaran çok yüksek noktasal sıcaklıkların sebep olduğu alışılmamış faz değişimleri ve oluşan kraterlerin metallürjik karakteristikleri ve bunlara bağlı prosesin karmaşık doğası yüzey ve mikroyapı incelemelerini de genişletmektedir. Mikroyapı incelemelerinde işlenen yüzeyden ana malzemeye inildikçe farklı özellik ve görünümde katmanlara rastlanmaktadır. Kesitten bakıldığında en üstteki katman, dağlamaya dirençli, ana metalden çok daha sert ve görünüm itibarıyla genellikle beyaz renkte gözlemlenen eriyip tekrar katılan katmandır (Ekmekci, 2009). Bu katmanın altında ısıl etkilenmiş katman ve nihayetinde ana malzeme yer almaktadır. Kesit incelemelerinde darbe akımının artması ile birlikte kalınlığı artan ve eriyip tekrar katılan katman gözlemlenmektedir. Bu katmanın altında yer alan ısıl etkilenmiş katman kalınlığı ise yer yer eriyip katılan katmandan daha fazla ve kesit boyunca daha homojen bir dağılım sergilemektedir (Şekil 9).



Şekil 9:

Mikronize HA toz katkılı EKİ yöntemiyle işlenmiş numune kesitinin genel görünümü

Yüksek darbe süresinde, artan darbe akımlarıyla birlikte ısı etkilenmiş katmana kadar uzanan çatlaklar ve düzensizlikler göze çarpmaktadır. Bununla birlikte aniden dielektrik sıvı ile karşılaşan ve yeniden katılaştıran koyu ve süreksiz oluşumlar ve yoğun ve derin krater boşlukları gözlemlenmektedir. Özellikle darbe akımı ve süresinin yükseldiği durumlarda birbiri içine geçmiş karmaşık yapılar ve dielektrik sıvının etkisiyle aniden katılaştıran koyu tabaka ve eriyip ayrılan metalin bıraktığı boşluklar göze çarpmaktadır (Şekil 10).



Şekil 10:

Mikronize HA toz katkılı EKİ yöntemiyle işlenmiş numunelerin kesitinin genel görünümü. a. 800 µs 7 A b. 800 µs 12 A c. 800 µs 22 A d. 800 µs 42 A

4. SONUÇLAR

Tekil kıvılcımların oluşturduğu yüksek enerji yoğunluğuna nazaran ikincil yada daha fazla dala ayrılmış kıvılcımlarla bölünen enerji yoğunluğunun yüzeyde oluşturduğu krater derinlik ve çapları da azaltmaktadır. Kıvılcım yapısına bağlı olarak eriyik malzemenin oluşturduğu diğer kalıntıların yapısı da pürüzlülüğü etkilemektedir. Ayrıca oluşan bu kıvılcımlar rassal olmayıp oluşan yüzey morfolojisini ve yüzeye toz katkısı nüfuziyetini de belirlemektedir (Ekmekci ve diğ., 2016). Bununla birlikte toz katkıları pürüzlülüğü saf suda işlemeye nazaran yaklaşık yarı yarıya azaltmaktadır (Tablo 2).

Eriyik metalin aniden katılaşımla oluşan eklentiler ve gözenekler ve ana boşalım kanalının kıvılcım atlaması sonucu aniden kapanmasıyla oluşan negatif basıncın sebep olduğu çatlaklar yüzeyde belirgindir.

Genel olarak yüksek darbe sürelerinde gerçekleşmekle birlikte nüfuziyet için net bir tablo ortaya konulamamaktadır. Bunun sebebi EKİ yönteminin karmaşık doğası ve geniş bir yelpazede seçilen işleme parametreleri yanında kullanılan toz katkılarının oluşan kıvılcım formu üzerindeki etkisidir.

Numunelerin kesitleri alınıp optik mikroskopta yapılan incelemelerde en üstte yer alan eriyip tekrar katılan katmanın altında yer alan ısı etkilenmiş katman kalınlığının çok daha fazla olduğu gözlemlenmiştir. Ana malzemeye inildikçe soğumanın yavaş bir şekilde gerçekleştiği görülmektedir. Kesit üzerinde ayrıca hızla gerçekleşen faz dönüşümlerinin sebep olduğu malzemenin kopma mukavemetini de aşan yüksek gerilmeler sonucu oluşan genellikle ısı etkilenmiş katmanda son bulan çatlaklar görülmektedir. Çatlakların ana metalin içlerine kadar ilerlememesinin en büyük nedenlerinden biri ise toz katkısı olarak açıklanabilir.

EKİ, karmaşık geometrilere sahip malzemelerin işlenmesinde etkin bir yöntemdir. HA toz katkılı EKİ ile hem karmaşık geometrilere sahip malzemelerin işlenmesi mümkün olurken hem de medikal uygulamalar için toz katkısı nüfuziyetiyle zenginleşen fonksiyonel yüzeylerin elde edilmesi mümkün olacaktır. HA nüfuziyeti için diğer yöntemlerde gerek duyulan çözücüler, başlatıcılar, stabilizörler gibi kimyasallara gerek duyulmayacaktır. EKİ işleminin doğası gereği oluşan yüksek termal gerilmeler sonucu oluşan mikro çatlaklar ve yüzeyden ayrılan eriyik metalin bıraktığı kraterler, metallerin biyoyumlu malzemelerle kaplanması için istenen gözenekli doku özelliğini destekleyici niteliktedir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Zonguldak Bülent Ecevit Üniversitesi **2015-77654622-03** nolu Bilimsel Araştırma Projesi (BAP) tarafından desteklenmiştir. Yazarlar verilen desteklerden dolayı teşekkür eder.

KAYNAKLAR

1. Chen, S. L., Yan, B. H. and Huang, F. Y. (1999) Influence of kerosene and distilled water as dielectric on the electric discharge machining characteristics of Ti-6Al-4V. Journal of Materials Processing Technology, 87, 107–111. doi:10.1016/S0924-0136(98)00340-9
2. Chow, H. M., Yang, L. D., Lin, C. T. and Chen, Y. F. (2008) The use of SiC powder in water as dielectric for micro-slit EDM machining. Journal of Materials Processing Technology, 195(1-3), 160-170. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.04.130
3. Ekmekci, B., Elkoca, O., Erden, A. (2005) A comparative study on the surface integrity of plastic mold steel due to electric discharge machining, Metallurgical and Materials Transactions B, 36(1), 117-124. doi: 10.1007/s11663-005-0011-6

4. Ekmekci B. (2009) White layer composition, heat treatment, and crack formation in electric discharge machining process, *Journal of Metallurgical and Materials Transactions B*, 40(B), 70-81. doi: 10.1007/s11663-008-9220-0
5. Ekmekci, B. and Ekmekci, N. (2014) Hydroxyapatite deposition onto Ti-6Al-4V surface in powder mixed electrical discharge machining', *Advanced Materials Research*, 856, 205-209. doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.856.205
6. Ekmekci, B., Ulusöz, F., Ekmekci, N. and Yaşar, H. (2015) Suspended SiC particle deposition on plastic mold steel surfaces in powder mixed electrical discharge machining, *Proc IMech E Part B: J Engineering Manufacture*, 229(3), 475-486. doi: 10.1177/0954405414530902
7. Ekmekci, N. and Ekmekci, B. (2016) Electrical discharge machining of Ti6Al4V in hydroxyapatite powder mixed dielectric liquid, *Materials and Manufacturing Processes*, 31(13), 1663-1670. doi: 10.1080/10426914.2015.1090591
8. Ekmekci, B., Yaşar, H. and Ekmekci, N. (2016) A discharge separation model for powder mixed electrical discharge machining, *Journal of manufacturing science and engineering, Transactions of the ASME*, 138 (8), 1-9. doi: 10.1115/1.4033042
9. Erden, A. and Bilgin, S. (1980) Role of impurities in electric discharge machining, *Proceedings of the 21. International Machine Tool Design and Research Conference*, Macmillan, London, 345-350.
10. Ghanem, F., Braham, C., Sidhom, H. (2003) Influence of steel type on electrical discharge machined surface integrity, *Journal of Materials Processing Technology*, 142, 163-173. doi:10.1016/S0924-0136(03)00572-7
11. Hanawa, T. (2004) Metal ion release from metal implants, *Materials Science and Engineering C*, 24, 745-752. doi: 10.1016/j.msec.2004.08.018
12. Jeswani, M. L. (1981) Electrical discharge machining in distilled water, *Wear*, 72, 81-88. doi:10.1016/0043-1648(81)90285-4
13. Kang, S. H. and Kim, D. E. (2005) Effect of Electrical Discharge Machining Process on Crack Susceptibility of Nickel Based Heat Resistant Alloy, *Material Science Technology*, 21(7), 817-823. doi:10.1179/174328405X36601
14. Kansal, H. K., Singh, S. and Kumar, P. (2005) Parametric optimization of powder mixed electrical discharge machining by response surface methodology, *Journal of Materials Processing Technology*, 169, 427-436. doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.03.028
15. Lee, H. T. and Tai, T. Y. (2003) Relationship between EDM parameters and surface crack formation, *Journal of Materials Processing Technology*, 142, 676-683. doi:10.1016/S0924-0136(03)00688-5
16. Legeros, R. Z. and Legeros, J. P. (2008) Hydroxyapatite, in: T. Kokubo (Ed.), *Bioceramics and their clinical applications*, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England.
17. Lloyd, H. K. and Warren, R. H. (1965) Metallurgy of spark-machined surfaces, *Journal of Iron and Steel Ins.*, 203, 238-247.
18. Lonardo, P. M. and Bruzzone, A. (1999) Effect of flushing and electrode material on die sinking EDM, *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 48 (1), 123-126. doi:10.1016/S0007-8506(07)63146-1

19. McGeough, J. A. and Rasmussen, H. (1982) A macroscopic model of electro-discharge machining, *International Journal of Machine Tool Design and Research*, 22(4), 333-339. doi:10.1016/0020-7357(82)90010-5
20. Özerkan, B. and Çoğun, C. (2005) Effect of powder mixed dielectric on machining performance in electric discharge machining (EDM), *G.U Journal of Science*, 18(2), 211-228.
21. Pecas, P. and Henriques, E. (2003) Influence of silicon powder mixed dielectric on conventional electrical discharge machining, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 43(14), 1465-1471. doi: 10.1016/S0890-6955(03)00169-X
22. Rival, R. (2005) Electrical discharge machining of titanium alloy using copper tungsten electrode with SiC powder suspension dielectric fluid. Masters Thesis, Universiti Teknologi Malaysia, Faculty of Mechanical Engineering, Malaysia.
23. Soni, J. S. and Chakraverti, G. (1996) Experimental investigation on migration of material during EDM of T 215 Cr12 die steel, *Journal of Materials Processing Technology*, 56, 439–451. doi: 10.1016/0924-0136(95)01858-1
24. Wong, Y. S., Lim, L. C., Rahuman, I. and Tee, W. M. (1998) Near-mirror-finish phenomenon in EDM using powder-mixed dielectric. *Journal of Materials Processing Technology*, 79(1-3), 30–40. doi: 10.1016/S0924-0136(97)00450-0
25. Yan, H. and Chen, S. L. (1999) Effects of dielectric with suspended aluminum powder on EDM, *The Journal of Chinese Society of Mechanical Engineers*, 14(3), 307–312.
26. Zhao, W. S., Meng, O. G., Wang, Z. L. (2002) The application of research on powder mixed EDM in rough machining, *Journal of Materials Processing Technology*, 129, 30-33.