### TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN MAGNEZYUM ALAŞIMLARININ KARAKTERİZASYONU VE MİKRO-İŞLENEBİLİRLİĞİ

#### DOKTORA TEZİ

### Ali ERÇETİN

Danışman Prof. Dr. Kubilay ASLANTAŞ

İkinci Danışman Dr. Öğr. Üyesi Özgür ÖZGÜN

#### MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

#### ARALIK 2019

Bu tez çalışması 18.FEN.BİL.61 numaralı proje ile AKÜBAPK tarafından desteklenmiştir.

## AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

# TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN MAGNEZYUM ALAŞIMLARININ KARAKTERİZASYONU VE MİKRO-İŞLENEBİLİRLİĞİ

Ali ERÇETİN

Danışman Prof. Dr. Kubilay ASLANTAŞ

İkinci Danışman Dr. Öğr. Üyesi Özgür ÖZGÜN

### MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ARALIK 2019

#### **TEZ ONAY SAYFASI**

Ali ERÇETİN tarafından hazırlanan "Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen magnezyum alaşımlarının karakterizasyonu ve mikro-işlenebilirliği" adlı tez çalışması lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca 20/12/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından **oy birliği** ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Kubilay ASLANTAŞİkinci Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Özgür ÖZGÜN

Başkan	: Prof. Dr. Adem ÇİÇEK
	AYBÜ, Mühendislik ve Doğa Bil. Fak.
Üye	: Prof. Dr. Kubilay ASLANTAŞ
	AKÜ, Teknoloji Fak.
Üye	: Prof. Dr. Bekir YALÇIN
	ISUBÜ, Teknoloji Fak.
Üye	: Doç. Dr. Aytekin HİTİT
	AKÜ, Mühendislik Fak.
Üye	: Dr. Öğr. Üyesi Şükrü ÜLKER
	AKÜ, Teknoloji Fak.

İmza

Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun ...... tarih ve .....sayılı kararıyla onaylanmıştır. Prof. Dr. İbrahim EROL Enstitü Müdürü

### BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI Afyon Kocatepe Üniversitesi

### Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- Tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

20/12/2019

Ali ERÇETİN

#### ÖZET

#### Doktora Tezi

### TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN MAGNEZYUM ALAŞIMLARININ KARAKTERİZASYONU VE MİKRO-İŞLENEBİLİRLİĞİ

#### Ali ERÇETİN

Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Danışman: Prof. Dr. Kubilay ASLANTAŞ İkinci Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Özgür ÖZGÜN

Bu tez çalışmasında, biyomedikal uygulamalarda kullanılabilecek, Mg alaşımının üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Çalışmada, toz metalurjisi (T/M) tekniği olan sıcak presleme yöntemi kullanılarak, Mg5Sn-xZn (ağırlıkça %x=0, 1, 2, 3, 4, 5) numunelerinin üretimi yapılmıştır. Her bir alaşıma ait mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilerek, mekanik ve korozyon özellikleri tespit edilmiştir. Bununla birlikte insan nöron hücrelerine karşı toksisite etkisini belirlemek için hücre canlılık analizi uygulanmıştır. Korozyon, biyouyumluluk ve mekanik testler sonucu, optimum özelliklere sahip olan alaşım numunesinin mikro işlenebilirlik parametrelerinin tayin edilebilmesi için, mikro frezeleme deneyleri gerçekleştirilmiştir.

Elde edilen sonuçlar göstermiştir ki, sıcak presleme metoduyla Mg5Sn-xZn alaşımının üretimi mümkündür. Numune yüzeylerinden alınan SEM/EDS incelemeleri neticesinde; homojen bir mikroyapı elde edilebildiği, oluşan ikincil fazların tane sınırlarında homojen bir şekilde dağıldığı gözlenmiştir. Artan Zn oranıyla birlikte genel olarak korozyon direncinde artış tespit edilmiştir. Korozyon testi sonrası numune yüzeylerinde koruyucu film şeklinde apatit yapılarının oluştuğu belirlenmiştir. En yüksek korozyon direnci, apatit yapılarının da yoğun bir şekilde oluştuğu TZ54 numunesinden elde

edilmiştir. Bununla birlikte, Zn miktarındaki artışın mekanik özellikleri de iyileştirdiği tespit edilmiştir. En yüksek mekanik özellikler TZ55 numunesinden elde edilmiştir. Alaşımlara Zn ilavesi biyouyumluluk açısından SH-SY5Y hücrelerine herhangi bir toksik etki oluşturmamıştır. Korozyon ve biyouyumluluk özellikleri bakımından optimum özellikleri TZ54 numunesi sağlamıştır. Bu amaçla farklı kesme parametreleri dikkate alınarak TZ54 alaşımının mikro frezeleme deneyleri gerçekleştirilmiştir. Uygun kesme parametrelerine karar verebilmek için kesme kuvvetleri, işlenen yüzey kalitesi ve çapak genişliğinin değişimi araştırılmıştır. TZ54 alaşımının mikro frezelenmesinde elde edilen kesme kuvvetleri, diğer biyomedikal malzemelere nazaran oldukça küçüktür. Hem kesme kuvvetleri hem de yüzey pürüzlülüğü açısından, minimum talaş kalınlığının, takım kenar radyüsünün yaklaşık %7'si olduğu sonucuna varılmıştır. Bununla birlikte Ti6Al4V ve AZ31 gibi alaşımlarla kıyaslandığında, çapak oluşumu daha küçük düzeydedir. Minimum talaş kalınlığından daha düşük ilerleme hızlarında çapak genişliği artmaktadır. Kesici takımda baskın olan hasar tipi abrasiv aşınmadır. Kısmen talaş yapışmasının da meydana geldiği gözlemlenmiştir. Takım ömrü, yüzey pürüzlülüğü ve çapak oluşumu dikkate alındığında, TZ54 alaşımının kolay işlenebilen, alternatif bir biyomedikal malzeme olabileceği öngörülmektedir.

#### 2019, xvi + 141 sayfa

Anahtar Kelimeler: Toz Metalurjisi, Magnezyum Alaşımları, Korozyon, Biyouyumluluk, Mekanik Özellikler, Mikro-işlenebilirlik.

#### ABSTRACT

Ph.D. Thesis

### CHARACTERIZATION AND MICRO-MACHINABILITY OF Mg ALLOYS PRODUCED THROUGH POWDER METALLURGY METHOD

#### Ali ERÇETİN

Afyon Kocatepe University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Mechanical Engineering **Supervisor:** Prof. Kubilay ASLANTAŞ **Co-Supervisor:** Asst. Prof. Özgür ÖZGÜN

In this thesis study, production and characterization of Mg alloy which can be used in biomedical applications has been realized. In study, Mg5Sn-xZn (x = 0, 1, 2, 3, 4 and 5 wt%) samples were produced by using the hot pressing method which is a powder metallurgy (P/M) technique. Microstructure investigations of each alloy were carried out and mechanical and corrosion properties were determined. However, cell viability analysis was performed to determine the effect of toxicity against human neuron cells. As a result of corrosion, biocompatibility and mechanical tests, micro-milling tests were carried out to determine the micro-machinability parameters of the alloy sample with optimum properties.

The results showed that it is possible to produce Mg5Sn-xZn alloy by hot pressing method. From the SEM/EDS results of the specimen surfaces, it was observed that a homogeneous microstructure could be obtained, and the formed secondary phases were uniformly distributed at the grain boundaries. It was determined that the corrosion resistance increased with increasing Zn ratios. After the corrosion tests, it was determined that apatite structures were formed in the form of protective films on the specimen surface. The highest corrosion resistance was obtained from TZ54 alloy, in

which the apatite structures formed intensively; however, an increase in the amount of Zn was found to enhance the mechanical properties with the highest mechanical properties being obtained from TZ55 alloy. The addition of Zn to the alloys had no toxic effects on SH-SY5Y cells in terms of biocompatibility but was effective for cell growth. For the properties of corrosion and biocompatibility, the TZ54 sample provided optimum properties. For this purpose, micro milling experiments were carried out, considering different cutting parameters. In order to determine the appropriate cutting parameters, the cutting forces, surface quality and variation of burr width were investigated. The cutting forces obtained in micro milling of the TZ54 alloy are relatively small compared to other biomedical materials. In terms of both cutting forces and surface roughness, minimum chip thickness was determined to be approximately 7% of the tool edge radius. However, compared to alloys such as Ti6Al4V and AZ31, the formation of burrs is smaller. The burr width increases at feed rates lower than the minimum chip thickness. The predominant type of damage in the cutting tool is abrasive wear. Partial chip adhesion has also been observed. In view of tool life, surface roughness and burr formation, it is envisaged that the TZ54 alloy can be an easily machinable, alternative biomedical material.

#### 2019, xvi + 141 pages

**Keywords:** Powder Metallurgy, Magnesium Alloys, Corrosion, Biocompatibility, Mechanical Properties, Micro-machinability.

#### TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarına başladığımız andan bitimine kadar geçen sürede vakit gözetmeksizin her daim desteğini hissettiğim, sayesinde tezin konusunu ve deneysel çalışmaları yönlendirebildiğim ve sonuçları irdeleyebildiğim I. Tez danışman hocam Sayın Prof. Dr. Kubilay ASLANTAŞ'a, tezin konusu, araştırması, deneysel çalışmaları ve tez yazım aşamasında yardımlarını esirgemeyen II. Tez danışman hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi Özgür ÖZGÜN'e ayrı ayrı sonsuz teşekkürlerimi sunarım. İlerleyen tez çalışması sürecinde, her konuda öneri ve destekleriyle yardımcı olan Tez İzleme Komitesi (TİK) üyeleri Sayın Prof. Dr. Bekir YALÇIN ve Sayın Doç. Dr. Aytekin HİTİT hocalarıma ayrı ayrı teşekkür ederim. Çalışmanın korozyon deneylerinin yönlendirilmesinde bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen Bingöl Üniversitesi Rektör Yardımcısı Sayın Prof. Dr. Ramazan SOLMAZ'a, deneysel çalışmalar esnasında yardımlarını gördüğüm Bingöl Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dekanı Sayın Prof. Dr. İbrahim Yasin ERDOĞAN'a, doktora eğitimim esnasında yardımlarını gördüğüm Sayın Prof. Dr. İbrahim TÜRKOĞLU'na ve hücre kültürü deneylerini birlikte gerçekleştirdiğim, bilgi ve deneyimlerini paylaşan sevgili arkadaşım Sayın Arş. Gör. Gürkan AYKUTOĞLU'na içten teşekkürlerimi sunarım. Bu çalışmaya, 18.FEN.BİL.61 numaralı proje ile sağladığı maddi destekten dolayı Afyon Kocatepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon (BAPK) Birimi'ne teşekkürü bir borç bilirim. Bingöl Üniversitesi'ne ve Afyon Kocatepe Üniversitesi'ne maddi manevi desteklerinden dolayı, BÜ ve AKÜ Merkezi Laboratuvarı çalışanlarına analizlerim esnasında verdikleri emeklerden dolayı ayrı ayrı teşekkürlerimi sunarım.

Bu araştırma boyunca her daim maddi manevi desteklerini esirgemeyen anneme, babama, kardeşlerime, kayınvalideme, kayınpederime ve daha ismini sayamadığım nice dost ve akrabalarıma teşekkürü bir borç bilirim. Tez çalışmalarım süresince en büyük neşe ve moral kaynaklarım olan eşime ve oğluma ayrı ayrı sonsuz teşekkür ederim.

### Ali ERÇETİN AFYONKARAHİSAR, 2019

# İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET.	i
ABSTR	ACTiii
TEŞEK	KÜR v
İÇİNDI	EKİLER DİZİNİ vi
SİMGE	LER ve KISALTMALAR DİZİNİix
ŞEKİLI	LER DİZİNİ xii
ÇİZEL	GELER DİZİNİ xvi
1. GİRİ	Ş1
1.1	Tezin Gerekçesi ve Amacı
2. LİTE	RATÜR BİLGİLERİ 6
2.1	Biyomalzemeler 6
2.2	Magnezyumun Genel Özellikleri9
2.3	Magnezyum Alaşımları
2.4	Magnezyuma İlave Edilen Alaşım Elementlerinin Mekanik, Korozyon ve Biyouyumluluk Özelliklerine Etkileri11
2.5	Magnezyum Alaşımlarının Üretim Yöntemleri15
2	.5.1 Döküm 15
2	.5.2 Plastik Şekil Verme 17
2	.5.3 Toz Metalurjisi 18
2	.5.4 Sıcak Pres Yöntemi 20
2.6	Magnezyum Alaşımlarının Uygulama Alanları 21
2.7	Biyobozunur Magnezyum Alaşımları 23
2.8	Mg Esaslı Alaşımların Biyobozunma Mekanizması 24
2.9	Mikro Mekanik İşleme
2	.9.1 Mikro İşlemede Boyut Etkisi ve Minimum Talaş Kalınlığı
2	.9.2 Mikroyapının Etkisi 29
2	.9.3 Mikro Frezeleme İşleminde Kesme Kuvvetlerinin Önemi ve Talaş Oluşumu 
2	.9.4 İş Parçası Yüzey Pürüzlülüğü
2	.9.5 Mikro Frezeleme Sonrası Çapak Oluşumları
2	.9.6 Kullanılan Kesici Takımlar
2	.9.7 Kesici Takımların Aşınma Mekanizmaları

2.10 Mg Alaşımlarının İşlenebilirliği	37
3. MATERYAL ve METOT	40
3.1 Malzeme Üretimi	40
3.1.1 Mg ve İlave Edilen Alaşım Tozlarının Özellikleri	40
3.1.2 Alaşım Kompozisyonlarının Belirlenmesi, Tozların Parafinle Kaplanma Farklı Kompozisyonlardaki Mg5Sn-xZn Karışımlarının Hazırlanması	sı ve 41
3.1.3 Grafit Kalıbın Hazırlanması ve Sıcak Pres Sinterleme İşlemi	44
3.2 Yoğunluk Ölçümleri ve Bağıl Yoğunluk Hesaplamaları	45
3.3 Mikroyapı İncelemeleri	46
3.4 Korozyon Testleri	46
3.4.1 Ağırlıkça % Kayıpların Belirlenmesi	47
3.4.2 Hidrojen Gazı Ölçümleri	48
3.5 Hücre Kültür Çalışmaları	49
3.6 Mekanik Testler	53
3.6.1 Sertlik Ölçümleri	53
3.6.2 Çekme Testi	54
3.7 Mikro İşlenebilirlik Testleri	54
3.7.1 Mikro İşleme Deneylerinde Kullanılan İş Parçası ve Kesici Takım	55
3.7.2 Mikro Kesme Deneylerinin Gerçekleştirilmesi	56
3.7.3 Mikro Kesme Kuvvetlerinin Ölçümü	58
3.7.4 Optik 3B Yüzey Pürüzlülük Ölçümlerinin ve Çapak Oluşumlarının Ar	nalizi 60
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	62
4.1 Üretilen Alaşımların Yoğunluk ve Bağıl Yoğunluk Değerlerinin Saptanma	sı 62
4.2 Metalografik Bulgular	63
4.2.1 XRD Analizleri	63
4.2.2 SEM/EDS Analizleri	65
4.3 Korozyon Test Sonuçları	69
4.3.1 Korozyona Uğrayan Numunelerin XRD Analizi	69
4.3.2 Korozyon Sonrası Yüzeylerin SEM ve EDS Analizleri	70
4.3.3 Ağırlık Kaybı Ölçümlerinin Değerlendirilmesi	74
4.3.4 Korozyon Hızının Değerlendirilmesi	77
4.4 Hücre Zehirlenmesi (Sitotoksisite) Sonuçları	81
4.5 Mekanik Özelliklerin Değerlendirilmesi	82

4.5.1 Sertlik Testleri	
4.5.2 Çekme Deneyi Testleri	
4.6 Mikro İşlenebilirlik Deneylerinin Değerlendirilmesi	87
4.6.1 Kesme Kuvvetleri	88
4.6.2 Yüzey Pürüzlülüğü	
4.6.3 Çapak Oluşumları	
4.6.4 Takım Aşınması	100
4.6.5 Talaş Yapıları	101
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	104
5.1 Sonuçlar	104
5.2 Öneriler	107
6. KAYNAKLAR	109
ÖZGEÇMİŞ	

### SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler	
Al	Alüminyum
Ag	Gümüş
ap	Kesme derinliği
Ca	Kalsiyum
$(Ca,Mg)_3(PO_4)_2$	Magnezyum katkılı apatit
$Ca_5(PO_4)_3(OH)$	Hidroksiapatit
Ce	Seryum
Со	Kobalt
$CO_2$	Karbondioksit
Cr	Krom
Cu	Bakır
ECV304	Kan damarı ile ilgili hücre
e	elektron
Fe	Demir
fz	Kesici ağız başına ilerleme hızı
HNO <sub>3</sub>	Nitrik asit
Li	Lityum
L-929	Fibroblast hücresi
MC3T3-E1	Osteoblast hücresi
MG63	İnsan kemik hücresi
Mg	Magnezyum
MgO	Magnezyumoksit
$Mg(OH)_2$	Magnezyum hidroksit
Mn	Mangan
Nb	Niyobyum
Nd	Neodimyum
NIH3T3	Fibroblast hücresi
Ni	Nikel
OH	Hidroksit
Р	Fosfor
re veya Re	Kesici uç yarıçapı
SH-SY5Y	İnsan nöron hücresi
Si	Silisyum
Sn	Kalay
Sr	Stronsiyum
t <sub>c</sub>	Talaş derinliği
t <sub>cmin</sub>	Kritik talaş derinliği
tu	Talaş derinliği
Th	Toryum
Ti	Titanyum
V	Vanadyum
Vc	Kesme hızı
VSMC	Kan hücresi
WC	Tungsten karbür

Simgeler (Devam	)	
Y	İtriyum	
Zn	Çinko	
Zr	Zirkonyum	
$\alpha^{(o)}$	Talaş açısı	
$\gamma^{(0)}$	Boşluk açısı	
$\Theta^{(0)}$	Helis açsı	
%	Yüzde	

### Kısaltmalar

Kişanınalal	
AB	Alçak Boyda
ASTM	American Society for Testing and Materials
$cm^2$	Santimetre kare
DNA	Deoksiribo Nükleik Asit
dev/dk	Devir bölü dakika
EDS	Enerji dağılım spektrometresi
gr	Gram
gr/cm <sup>3</sup>	Gram bölü santimetre küp
gr/L	Gram bölü litre
HA	Hidroksiapatit
HV	Hardness of Vickers
$H_2$	Hidrojen
kHz	Kilohertz
kN	Kilonewton
L	Litre
L/dk	Litre bölü dakika
m	Metre
mbar	Milibar
mg	Miligram
mg/gün	Miligram bölü gün
mL	Mililitre
mL/cm <sup>2</sup>	Mililitre bölü santimetre kare
mm	milimetre
mm/dk	Milimetre bölü dakika
mm/yıl	Milimetre bölü yıl
MPIF	Metal Powder Industries Federation
m/dk	Metre bölü dakika
MPa	Mega Paskal
MRR	Material remove rate (Talaş kaldırma hızı)
μg	Mikrogram
μL	Mikrolitre
μm	Mikrometre
µm/ağız	Mikrometre bölü ağız
OD 450 nm	450 nm dalga boyundaki optik yoğunluğu (abzorbans)
RNA	Ribo Nükleik Asit
RPMI	Roswell Park Memorial Institute
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
T/M	Toz Metalurjisi

Kısaltmalar (Devamı)	
XRD	X-ışını kırınımı
YB	Yüksek Boyda
3B	3 boyutlu
°C	Santigrat derece
°/sn	Derece bölü saniye

### ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1	(a) Kardiyovasküler, (b) dental, (c) ortopedik implantlar (İnt.Kyn.1, İnt.Kyn.2, İnt.Kyn.3)
Şekil 2.1	Biyomalzeme örnekleri; (a) polimerik (İnt.Kyn.5), (b) dental (İnt.Kyn.6), (c) metalik (İnt.Kyn.7), (d) kompozit (İnt.Kyn.8)
Şekil 2.2	Magnezyumun hafifliğinin çelik ve titanyum ile kıyaslanması
Şekil 2.3	Magnezyum alaşımlarının gelişimi ve spesifik özelliklerinin farklı alaşım ve üretim yöntemlerine bağlı olarak değişimi (Polmear 2006, Seçgin 2012) 15
Şekil 2.4	Yüksek basınçlı döküm yönteminin şematik gösterimi (İnt.Kyn.13) 16
Şekil 2.5	Mikroyapı görüntüleri; (a) toz metalurjisi ile üretilen Mg5Sn alaşımı (Özgün), (b) döküm ile üretilen AZ31 magnezyum alaşımı (İnt.Kyn.14) 17
Şekil 2.6	(a) Haddeleme, (b) dövme, (c) ekstrüzyon (İnt.Kyn.15)
Şekil 2.7	Toz metalurjisi yönteminde karıştırma süresine bağlı olarak tozların homojen karışması (Burke and Kipouros 2007)
Şekil 2.8	T/M yönteminde basınç uygulaması esnasındaki aşamalar (Burke ve Kipouros 2007)
Şekil 2.9	Sıcak presleme işlemine ait kesit görüntüsü (Cura 2002) 21
Şekil 2.10	Mg alaşımlarının bazı uygulama alanları (a) otomobil uygulamaları (Mordike 2001, Demirci vd. 2015), (b) havacılık uygulamaları (Kacar 2006), (c) askeri ekipman uygulamaları (Demirci vd. 2015), (d) biyomedikal uygulamalar (Chen <i>et al.</i> 2014)
Şekil 2.11	Magnezyumun vücut içi bozunma mekanizması (Zheng 2014, Tahmasebifar 2015)
Şekil 2.12	Kesici uç yarıçapının minimum talaş kalınlığına etkisi (Dharnoker and Özel 2008, Ucun 2013a)
Şekil 2.13	Minimum talaş kalınlığı etkisinin şematik gösterimi (Chae 2006, Ucun 2013a)
Şekil 2.14	(a) Mikro frezeleme işleminde kesme kuvvetinin kesit boyunca karakteristiği (Li 2009), (b) düşük ilerleme hızlarında talaş oluşumu (Filiz <i>et al.</i> 2007)
Şekil 2.15	Kritik talaş derinliğinden büyük ve küçük ilerleme değerlerinde oluşan pürüzlülük değerleri (Li 2008b)
Şekil 2.16	Ferrit ve perlit yapısı içeren iki farklı malzemenin işlenmesi sonucu yüzey kalitelerinin kıyaslanması (Weule 2001)
Şekil 2.17	Çapak oluşumu ve genişliğine ait SEM görüntüsü (Aslantaş et al. 2018a). 34
Şekil 2.18	Farklı geometrilerin takım performansı üzerindeki etkileri (Li 2009, Ucun vd. 2011)

Şekil 2.19	Farklı geometrik tasarımlara sahip mikro freze uçları (Fang 2003, Ucun vd. 2011)
Şekil 2.20	Biyobozunur magnezyum implantların gerçek uygulamaları (Chen <i>et al.</i> 2014): (a) kardiyovasküler stentler (Erbel 2007), (b) vida implant (Windhagen 2013), (c) mikro klips (Chng <i>et al.</i> 2012), (d) biyobozunur ortopedik implant (Waizy 2013), (e) yara kapama cihazı (Hanzi 2011) 38
Şekil 3.1	Çalışmada kullanılan tozlar; (a) Mg, (b) Sn, (c) Zn tozu 40
Şekil 3.2	Argon gaz atmosfer ve vakum kontrollü eldivenli kabin (glove box) 42
Şekil 3.3	Mg, alaşım elementleri ve parafinin karıştırılması işleminin şematik ifadesi. 
Şekil 3.4	Mg, Sn ve Zn tozlarının homojen karışımı sonrasında toz karışımına ait SEM görüntüsü
Şekil 3.5	Alçak Boyda (AB) ve Yüksek Boyda (YB) grafit soketler ve metal çerçeve içerisinde diziliş durumları
Şekil 3.6	(a) Sıcak pres sistemi, (b) şematik sıcak press sistemi, (c) numune kalıp ayırıcı, (d) fırın iç donanımlar, (e) üretilen Mg alaşım numuneleri
Şekil 3.7	Numunelerin Hank çözeltisinde açığa çıkan hidrojen gazının ölçüm yöntemi
Şekil 3.8	Biyouyumluluk testlerinde kullanılan araç ve gereçler, (a) besiyeri, (b) wst kit sıvısı, (c) fetal bovin serum, (d) T flask, (e) pipet, (f) pipet ucu, (g) pipet pompası, (h) falkon tüp, (ı) falkon tüplere besiyeri doldurulma anı
Şekil 3.9	Falkon tüp santrifüj cihazı ve şematik gösterimi
Şekil 3.10	İnkübatörde hücre çoğaltma işlemi; (a) inkübatör, (b) T-flask, (c) optik mikroskop, (d) SH-SY5Y nöron kanser hücreleri
Şekil 3.11	T-flask içerisinde çoğaltılan hücreler ve şematik gösterimi
Şekil 3.12	Mg5Sn-xZn alaşımlarının farklı dozlarda 96 kuyucuk plakasına eklenmiş hali
Şekil 3.13	Çekme testlerinde kullanılan MPIF-10 standardına uygun çekme numunesinin teknik resmi (MPIF standard 10)
Şekil 3.14	Kullanılmamış kaplamasız kesici takıma ait SEM görüntüleri 55
Şekil 3.15	Mikro frezeleme deneylerinde kullanılan deney düzeneği 58
Şekil 3.16	Kesme kuvvetlerinin belirlenmesi; (a) kesici takım ve iş parçası pozisyonu, (b) şematik mikro frezeleme işlemi, (c) veri transferi, (d) kesme kuvvetlerinin ölçümü
Şekil 3.17	(a) İş parçasının yüzey analizi için kullanılan Nanovea 3B optik profilometre, (b) mikro kanallardan yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinin alındığı bölgeler, (c) profilometre cihazı ile ölçülen bir kanal örneği, (d) çapak oluşumunun analizi için kanaldan alınan SEM görüntüsü
Şekil 4.1	Farklı kompozisyonlardaki Mg5Sn-xZn alaşımlarının yoğunluk ve bağıl yoğunluk değerleri

Şekil 4.2	Üretilen alaşım numunelerinin XRD desenleri
Şekil 4.3	Mg5Sn-xZn alaşımlarının yüzey morfolojisini içeren 500x büyütmedeki SEM görüntüleri
Şekil 4.4	Mg5Sn-xZn alaşımlarının yüzey morfolojisini içeren 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri
Şekil 4.5	Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin 500x büyütmede yüzeyinden alınmış EDS alan analizi
Şekil 4.6	Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisinde korozyon işlemi sonrasında uygulanan XRD desenleri
Şekil 4.7	Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisinde 3 gün bekletildikten sonraki yüzey morfolojilerine ait SEM görüntüleri
Şekil 4.8	Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisinde 10 gün bekletildikten sonraki yüzey morfolojilerine ait SEM görüntüleri
Şekil 4.9	Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisinde 10 gün bekletildikten sonraki yüzey morfolojilerine ait EDS analizi görüntüleri
Şekil 4.10	Mg5Sn-xZn alaşımlarının Hank çözeltisinde zamana bağlı ağırlıkça % kayıpları
Şekil 4.11	Hank çözeltisinde Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin birim alanından açığa çıkan H <sub>2</sub> gaz ölçümleri
Şekil 4.12	Mg5Sn-xZn alaşım numunelerine ait korozyon hızları
Şekil 4.13	Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin SH-SY5Y insan nöron hücrelerine etkileri
Şekil 4.14	Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait sertlik değerleri
Şekil 4.15	TZ54 alaşımının kesitinde farklı konumlardan alınan ait sertlik değerleri 84
Şekil 4.16	Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait akma mukavemeti, çekme mukavemeti ve % uzama değerleri
Şekil 4.17	Çekme deneyi sonrası kırılma yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri 87
Şekil 4.18	TZ54 alaşımına ait; (a) SEM görüntüsü, (b) XRD analizi, (c) alansal EDX analizi
Şekil 4.19	Ağız başına ilerleme değerlerine bağlı olarak Fx, Fy ve Fz kesme kuvvetlerinin değişimi
Şekil 4.20	Fx, Fy ve Fz kesme kuvveti değerlerinin değişimi; (a) kesme hızına bağlı olarak, (b) kesme derinliğine bağlı olarak
Şekil 4.21	İlerleme değerlerine bağlı olarak işlenen mikro kanallardan alınan Sa ve Sz değerleri (sabit Vc= 47,1 m/dk ve sabit ap=250 µm)
Şekil 4.22	İlerleme değerlerine bağlı olarak işlenen mikro kanallardan alınan 3B yüzey profili görüntüleri
Şekil 4.23	Farklı kesme hızlarına bağlı olarak Sa ve Sz yüzey pürüzlülüğü değerlerinin değişimi

Şekil 4.24	Farklı kesme derinliklerine bağlı olarak Sa ve Sz yüzey pürüzlülüğü değerlerinin değişimi
Şekil 4.25	İlerleme hızlarına bağlı olarak kanal kenarlarında oluşan çapakların SEM görüntüleri
Şekil 4.26	Artan kesme hızlarına bağlı olarak kanallarda oluşan çapakların SEM görüntüleri
Şekil 4.27	Kesme derinliklerine bağlı olarak kanallarda oluşan çapakların SEM görüntüleri
Şekil 4.28	Kanallarda oluşan maksimum çapak genişlikleri (a) ilerleme hızına, (b) kesme hızına, (c) kesme derinliğine bağlı olarak
Şekil 4.29	Farklı parametrelerde kullanılan kesici takımların SEM görüntüleri; (a) yüksek fz etkisi, (b) yüksek Vc etkisi, (c) uygun fz ve Vc seçimleriyle ap etkisi
Şekil 4.30	Farklı ilerleme hızlarına bağlı olarak değişen talaş oluşumlarına ait SEM görüntüleri
Şekil 4.31	Farklı kesme hızlarına bağlı olarak değişen talaş oluşumlarına ait SEM görüntüleri
Şekil 4.32	Farklı kesme derinliklerine bağlı olarak değişen talaş oluşumlarına ait SEM görüntüleri

### ÇİZELGELER DİZİNİ

### Sayfa

<b>Çizelge 2.1</b> Bazı metalik biyomalzemelerin mekanik özellikleri (Wu <i>et al.</i> 2013, Tahmasebifar 2015)
Çizelge 2.2 Mg alaşım elementlerini ifade eden harflendirme sistemi (Ghali 2010, Seçgin 2012).10
Çizelge 2.3 Mg esaslı alaşımların tabi tutuldukları işlemler (Oğuz 1990) 11
Çizelge 2.4 Bazı Mg alaşımlarının standartlarla gösterimi (İnt.Kyn.12) 11
Çizelge 2.5 Yaygın kullanılan alaşım elementlerinin Mg içerisindeki katı çözünürlük değerleri (Polmear 1994)
Çizelge 3.1 Farklı kompozisyonlardaki Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait kimyasal bileşim.41
Çizelge 3.2 Hank solüsyonunun kimyasal bileşimi (g/L) (Zhang 2008) 47
Çizelge 3.3 Kesici takıma ait geometrik ve karakteristik özellikler
Çizelge 3.4 Mg5Sn-xZnalaşımınınmikrofrezelenmesindekullanılankesmeparametreleri.57
Çizelge 4.1 Sıcak presleme yöntemiyle üretilen TZ54 magnezyum alaşımının genelözellikleri

#### 1. GİRİŞ

Gelişen teknoloji ile birlikte biyomedikal alanda her geçen gün yeni biyomalzemeler üretilmekte ve insanoğlunun hizmetine sunulmaktadır. Bu malzemeler doku veya organların görevlerini üstlenebilmekte veya bunların işlevlerini yerine getirmede yardımcı olabilmektedir. Biyomalzemeler genellikle polimerik, metalik, kompozit ve seramik malzemeler olarak gruplandırılmaktadırlar (Lee et al. 2000, Koç 2013). Polimerler biyolojik olarak parçalanabilir ve emilebilir implant materyalleri olarak kullanılan ilk biyomalzemelerdir (Heller et al. 1990, Bostman 1991). Fakat bu malzemelerin mekanik özelliklerinin düşük olması nedeniyle kullanımları sınırlı kalmıştır (Levesque et al. 2004). Gevrek yapısı itibariyle yeterli esnekliğe sahip olmayan seramikler, özellikle kemik dokularında güç kalkanı etkisini (stress shielding) karşılayacak kadar esnek olmadıklarından kullanım alanı sınırlı olmaktadır (Bilgen et al. 2011). Ancak, dişçilik gibi uygulamalarda daha yaygın bir şekilde kullanılmaktadırlar (Silva et al. 2001). Bu durum, bilim insanlarını mukavemet ve kırılma toklukları, polimerlerden ve seramiklerden daha üstün olan paslanmaz çelikler ve titanyum alaşımları gibi metalik biyomalzemelere yönlendirmiştir. Bu üstünlükleri sayesinde metalik biyomalzemeler, özellikle kalp damar cerrahisi (Şekil 1.1a), dişçilik (Şekil 1.1b) ve ortopedi (Şekil 1.1c) gibi biyomedikal alanlarda kullanılmaktadırlar (Wu et al. 2007, Hu et al. 2012).



Şekil 1.1 (a) Kalp damar cerrahisi, (b) dişçilik, (c) ortopedik implantlar (İnt.Kyn.1, İnt.Kyn.2, İnt.Kyn.3).

Paslanmaz çelikler, Ni esaslı, CoCr esaslı, Ti ve Ti esaslı alaşımlar gibi geçici metalik biyomalzemeler (Nagels et al. 2003, Niinomi et al. 2012), dokuların iyileşmesi esnasında mekanik bütünlüğü koruyabilmektedirler (Wu et al. 2007, Hu et al. 2012). Ancak, özellikle Ni esaslı biyomalzemelerin vücut içinde korozyonu esnasında, ciddi alerjik reaksiyonlara (lokal anafilaksi ve enflamasyona) ve hayati tehlikelere neden olan toksik iyonları serbest bıraktığı bazı uygulamalar sonucunda tespit edilmiştir (Shadanbaz and Dias 2012, Tahmasebifar 2015). Diğer metalik biyomalzemelerden paslanmaz çelikler, CoCr ve Ti alaşımları, biyomedikal uygulamalarda halen kullanımını sürdürmektedir. Ancak, 3 ana nedenden dolayı, kullanımları bazı uygulamalarda (özellikle geçici implant uygulamalarında) sınırlı kalmıştır. Birincisi, bazı metalik biyomalzemelerin kemik ile bağlantısında güç kalkanı etkisini önleyecek kadar esnek olmamasıdır (Nagels et al. 2003, Bilgen et al. 2011, Niinomi et al. 2012). İkincisi, yerleştirilen implantların bazı doku ve uzuvlarla biyouyumluluğunun sağlanamamasıdır (Wu 2013, Tahmasebifar 2015). Üçüncüsü ise, ameliyatın tekrarlanacak olmasıdır. Geleneksel vidalar, plakalar veya stentler gibi geçici implant malzemeleri, fizyolojik ortamda bozunmaz ve iyileşme sonrasında yeni bir cerrahi ameliyatla çıkarılması gerekir. Geçici implant malzemenin, iyileşme sonrası ikincil bir cerrahi operasyonla alınacak olması, talepte bulunan insanları endişelendirmektedir (Park and Webster 2005). Bu nedenle, malzeme bilimcileri ve mühendisleri geleneksel biyometallerin yerini alacak yeni biyobozunur malzemeler araştırmaktadırlar (Song et al. 2009, Moravej and Mantovani 2011, Jung et al. 2012, Kraus et al. 2012, Yu et al. 2013, Zhao et al. 2013, Li et al. 2014, Li et al. 2016).

Biyobozunur malzemeler iyileşme işlemi tamamlandıktan sonra erir ve bu nedenle iyileşme sonrasında bu implantların çıkarılması için tekrar ameliyat uygulanmasına gerek yoktur (Park and Webster 2005, Peeters *et al.* 2005, Hamid and Coltart 2007). Bu malzemeler vücut içinde çözünür, çözünen ürünlerin vücut tarafından metabolize olabilmesi ve böylece biyolojik olarak emilebilir olması önemlidir (Peeters *et al.* 2005, Hamid and Coltart 2007). Biyolojik olarak parçalanabilen implantların, yeterli stabilite, orta ve homojen bir bozunma, 12-15 ay içinde tam kemik rejenerasyonu ve biyouyumluluk da dahil olmak üzere birkaç spesifik özelliğe sahip olması gerekmektedir (Kraus *et al.* 2012).

Mg ve Mg alaşımları sahip oldukları biyouyumluluk, üstün korozyon direnci ve mekanik özellikler sayesinde en çok dikkat çeken biyomalzemelerdendir (Annur et al. 2015, Kraus et al. 2012, Jung et al. 2012, Li et al. 2014, Moravej and Mantovani 2011, Song et al. 2009, Yu et al. 2013, Zhao et al. 2013). Bu alaşımların yoğunluğu 1,74-2,0 gr/cm<sup>3</sup> aralığında olup, geleneksel biyomalzemelerden olan Ti alaşımlarının yoğunluğundan (4,4-4,5 gr/cm<sup>3</sup>) çok daha az ve kemik yoğunluğuna (1,8-2,1 gr/cm<sup>3</sup>) oldukça yakındır (Li et al. 2016). Kırılma tokluğu seramik biyomalzemelerden daha yüksek olan magnezyumun elastisite modülü değeri (41-45 GPa) insan kemiğinin elastisite modülüne oldukça yakındır. Normal bir insan vücudunun günlük Mg ihtiyacı, 300-400 mg arasında olup bu element insan metabolizması için oldukça gereklidir (Vormann 2003, Song 2007). Kemik dokusunda depolanan toplam içeriğin yaklaşık yarısı ile insan vücudundaki en güçlü dördüncü katyon Mg'dir. Birçok enzimin aktif hale gelmesi için protein yapısında bulunmayan metal iyonlarının (kofaktör) oluşumunu sağlayan Mg, DNA ve RNA yapılarını stabilize eder (Staiger et al. 2006, Saris 2000). Mg esaslı alaşımların bazı gereklilikleri iyi karşıladığı düşünülmektedir (Li et al. 2016). Vücut içinde erken biyobozunma aşamasında, mukavemetdeki hızlı kayıplar düşünüldüğünde, saf haldeki Mg mukavemeti hala yeterince yüksek değildir (Ruedi and Murphy 2001, Gu and Zheng 2010). Bu nedenle Mg'ye yeni alaşım elementleri ilave edilerek mekanik, biyouyumluluk ve korozyon özelliklerini iyileştirmeye yönelik çalışmalarla yeni Mg alaşımları üretilmelidir.

#### 1.1 Tezin Gerekçesi ve Amacı

Sn ve Zn alaşım elementleri, insan vücudunda bulunan temel elementler grubunda olması nedeniyle dikkatleri üzerine çekmektedirler. Bunlar, Mg ile belirli oranlarda alaşım oluşturduklarında; mikroyapıda, korozyon direncinde, biyouyumluluk ve mekanik özelliklerde önemli oranda etki etmektedirler. Literatür kısmında belirtildiği üzere, magnezyuma Sn alaşım elementi ilave edilerek Mg-Sn alaşımlarının döküm yöntemiyle üretimi üzerine birçok çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalardan elde edilen kesin bir sonuç şudur ki; Sn ilavesi ağırlıkça %5 değerine kadar mekanik özellikleri arttırmakta; ancak bu değerin üzerinde Sn ilavesiyle mekanik dayanımında düşüş meydana gelmektedir (Nayeb and Clark 1988, Liu *et al.* 2007, Cheng *et al.* 2010b, Zhou

et al. 2016). Mevcut tez çalışmasından önce yapılan bir ön çalışmada, Mg'ye farklı oranlarında Sn ilavesi yapılarak, Mg-Sn alaşımı toz metalurjisi yöntemlerinden sıcak pres metoduyla üretilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, sıcak pres ile üretilen Mg-Sn alaşımlarında da Sn oranındaki artış ile birlikte mekanik dayanımda artış meydana gelmiştir (Özgün et al.). Yapılan bu ön çalışma döküm ile yapılan çalışmalarla kıyaslandığında, uyguladığımız yeni yöntemler sıcak pres yöntemiyle daha iyi mekanik özelliklere sahip olan diğer Mg alaşımlarının da üretilebileceği sinyalini vermiştir. Bu çalışmadaki Mg5Sn-xZn alaşım kompozisyonu belirlenirken Sn oranının ağırlıkça %5 seçilmesinin nedeni; ağırlıkça %5 oranından daha fazla Sn ilavesinin korozyon direncini düşürerek, alaşımın galvanik korozyona uğramasına ve korozyon mekanizmasının daha hızlı işlemesiyle açığa çıkan H2 gazı miktarında artışa neden olmaktadır. Mg-Sn alaşımlarının korozyonu üzerine yapılan çalışmalarda da, Sn oranı ağırlıkça %5 değerinin üzerinde seçilmemiştir (Ha et al. 2014, Yim 2015, Zhou et al. 2016, Shuai et al. 2017). Ayrıca, hücre kültürü çalışmalarında da, aynı oranın üzerinde Sn ilavesiyle üretilmiş Mg-Sn alaşımlarının MG63 hücrelerine (kemik hücrelerine) zarar verdiği tespit edilmiştir (Zhao et al. 2015). Bu nedenle, Sn ilavesiyle mekanik özelliklerin arttırıldığı MgSn alaşımlarında yeterli korozyon direncine ulaşılamamıştır. Korozyon direncini ve mekanik özellikleri arttırıcı etkiye sahip olan, aynı zamanda insan hücrelerinin büyümesinde etkin rol oynadığı bilinen Zn alaşım elementinin ilavesiyle, daha üstün özellikli Mg alaşımları üretilebilecektir (Song 2007, Gu et al. 2009, Cai et al. 2012, Qi et al. 2014, Ha et al. 2014, Yim 2015).

Literatür çalışmaları neticesinde, biyomedikal Mg alaşımlarının imalatının genellikle döküm yöntemiyle gerçekleştirildiği, Mg'nin oksijene karşı ilgisinin yüksek olması nedeniyle magnezyum alaşımlarının geleneksel T/M yöntemiyle imalatı üzerine çalışmaların neredeyse yok denecek kadar az olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte, T/M yöntemi ile üretilen malzemelerde homojen tane dağılımı sağlanarak daha iyi mikroyapılı ürünler elde edilebildiği (Pollock and Tin 2006, Gökçe *et al.* 2011, Özgün *et al.* 2013) ve biyomedikal malzemelerin korozyon direncinin mikroyapı ile doğrudan bağlantılı olduğu (Song *et al.* 1998, Ambat *et al.* 2000, Song *et al.* 2010) bilinen bir gerçektir. Dolayısıyla, tezin en önemli amaçlarından birisi, Mg alaşımlarının T/M yöntemleriyle üretilebilirliğine imkan sağlayacak yeni yöntemlerin uygulanması,

dökümle üretilen benzer Mg esaslı biyomalzemelerin mekanik ve korozyon özelliklerinden daha üstün biyomalzemelerin T/M yöntemiyle üretimidir. Döküm yönteminde eriyiğin akıcılığını arttırdığından dolayı kullanımı gerekli olan (Wu et al. 2010, Chen et al. 2014, Willbold et al. 2015); ancak Alzheimer hastalığına da sebep olduğu bilinen Al alaşım elementinin ilave edildiği bazı biyomalzemeler (AZ serisi) piyasada hâlihazırda kullanılmaktadır. Al, nöron dokularında fosfat azalmasına neden olduğundan dolayı Alzheimer hastalığına sebep olmaktadır (El-Rahman 2003, Chen et al. 2014). Bu çalışmanın başka bir önemli amacı ise; içeriğinde Al bulunmayan yeni Mg5Sn-xZn alaşımlarını T/M yöntemiyle üretmek ve elde edilen alaşımların insan nöroblastom kanser hücreleri (SH-SY5Y) üzerindeki toksik etkilerini araştırmaktır. Çünkü, MgSnZn alaşımlarının toksisite etkisi ile ilgili çalışmaya literatürde rastlanmamıştır. Piyasada hâlihazırda mevcut biyomedikal Mg alaşımlarının uygulama alanları itibariyle neredeyse mikron mertebesine kadar küçük boyutlarda üretimi gerçekleştirilebilmektedir. Ürünlere istenilen geometriyi kazandırabilmek adına mikro işleme proseslerinin de uygulanması gerekmektedir. Tezin diğer bir önemli hedefi ise, korozyon, biyouyumluluk ve mekanik özellikleri bakımından optimum özellikleri sağlayan Mg alaşımının mikro işlenebilirlik özelliklerinin karakterize edilmesidir.

#### 2. LİTERATÜR BİLGİLERİ

#### 2.1 Biyomalzemeler

Biyomalzemeler; hastalıklı veya yaralı parçayı değiştirmek (yapay diz protezi), iyileşmeye yardımcı olmak (ameliyat iplikleri, kemik plaka veya vidaları), hastalıklı organın daha iyi görev yapmasını sağlamak (kalp pili, kontakt lens), fonksiyonel anormalliği azaltmak (Harrington omurga çubuğu) için kullanılmaktadırlar (Park 2003, Brar 2009, İnt.Kyn.4). Bu malzemeleri polimerik (Nylon, silikon kauçuk, polietilen, polilaktid, polipropilen), seramik (kalsiyum-fosfat, biyoaktif cam, hidroksiapatit ve alümina esaslı), metalik (altın, paslanmaz çelik, tantal, Co-Cr alaşımı, Ti alaşımı) ve farklı (Karbon-polietilen, grafit-epoksi) olmak kompozit üzere 4 grupta sınıflandırabiliriz (Tahmasebifar 2015).

Kompleks şekil ve yapılarda kolaylıkla imal edilebilen polimerik biyomalzemeler (Şekil 2.1(a)), genişçe bir kullanıma sahiptirler. Ancak polimerler yumuşak malzemeler olduğundan mekanik yüklemeleri karşılayamazlar ve içeriğinde vücuda zarar verici plastikleştirici veya stabilizatörler gibi toksik etkisi bulunan ilaveler yapıldığında vücut sıvısında konak dokulara zararlı olabilirler (Ratner 2004, Tahmasebifar 2015).

Kalsiyum fosfatlar, zirkonya dental kaplamalar gibi seramik biyomalzemeler (Şekil 2.1(b)), osteokondüktif (hücre ve doku büyümesini destekleyen), toksik olmayan ve iyi biyouyumluluk özellikleri sayesinde yaygınca kullanılsalar da düşük mekanik özellikleri (çekme mukavemeti), kırılgan yapıları ve yüksek korozyon hızına sahip olması seramiklerin kullanımını da sınırlamaktadır (Tahmasebifar 2015).

Metalik biyomalzemeler (Şekil 2.1(c)), polimer ve seramik esaslı biyomalzemelerle kıyaslandığında olağanüstü mekanik özellikleri nedeniyle sert dokuları onarmak için yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Bazı metalik biyomalzemelere ait mekanik özellikler Çizelge 2.1'de verilmiştir (Wu 2013, Tahmasebifar 2015).



Şekil 2.1 Biyomalzeme örnekleri; (a) polimerik (İnt.Kyn.5), (b) seramik (dental) (İnt.Kyn.6), (c) metalik (İnt.Kyn.7), (d) kompozit (İnt.Kyn.8).

**Çizelge 2.1** Bazı metalik biyomalzemelerin mekanik özellikleri (Wu *et al.* 2013, Tahmasebifar 2015).

Malzemeler	Elastisite Modülü (GPa)	Akma Mukavemeti (MPa)	Çekme Mukavemeti (MPa)
Kiriş kemiği	1-2	10-90	120-200
Sert kemik	10-27	-	-
Mg esaslı	40-45	75-200	135-285
Ni-Ti	80	70-140	700-1100
Ti6Al7Nb	105	795	860
Ti5Al2,5Fe	110	820	900
Ti6Al4V	110	860	930
316L paslanmaz çelik	193	205-380	515-585
Co esaslı	220-230	450-1500	655-1900

Kemik implantları için metalik biyomalzemelerden istenen iki önemli faktör vardır. Bunlar, mekanik özellikleri karşılaması ve biyouyumluluk özelliklerinin iyi olmasıdır (Wu 2013, Tahmasebifar 2015). Biyo-metal malzemelerin vücut içinde korozyon ve aşınma kalıntıları biyouyumluluğunu etkileyen önemli unsurlardandır. Metal implantlarda, korozyon ve aşınma sonucu zararlı metal iyonları ortaya çıkarak, iltihaplanma (inflamasyon), hücre ölümü (apoptozisi) ve diğer yıkıcı doku reaksiyonlarına neden olabilmektedir (Biesiekierski 2012, Wu 2013, Tahmasebifar 2015). Örneğin, nikelin hücreye toksik şekilde etki edip hücreyi öldürdüğü veya fonksiyonunu durdurduğu (sitotoksik), mutasyona neden olan bir hücre içindeki genetik bilgiye zarar verebildiği (genotoksik) ve kansere yol açabildiği bilinmektedir (Tahmasebifar 2015). Cr (Co-Cr alaşımları), V, Nb, Ni (Ti esaslı) iyonların serbest bırakılmasının doku ve vücut sıvısındaki konsantrasyonu aşarak zararlı doku reaksiyonuna neden olduğu yapılan çalışmalar neticesinde tespit edilmiştir (Biesiekierski 2012, Wu 2013, Tahmasebifar 2015).

Metal implantlarda en önemli problemlerden birisi de güç kalkanı etkisidir (Bilgen *et al.* 2011, Biesiekierski 2012, Li 2015, Tahmasebifar 2015). İdeal bir metal implant güç kalkanı etkisini önleyecek kadar esnek ve implant yerleştirildiğinde implantta hareket olmayacak (primer stabilite) kadar da sert olmalıdır. İmplant uygulamalarında kemiğin çürümesi (osteoliz), enfeksiyon ve çıkık gibi başarısızlıkları önlemek için cerrahi teknik kadar implant seçimi de önemlidir (Bilgen *et al.* 2011).

Çizelge 2.1'den de anlaşılacağı üzere (Wu 2013, Tahmasebifar 2015), diğer metal implantlar ile kıyaslandığında Mg'nin elastisite modülü, insan kemiğinin elastisite modülüne en yakın değerdedir (Staiger *et al.* 2006, Bowen 2013, Purnama 2010). Mg, 1,74 gr/cm<sup>3</sup> yoğunluğu ile insan vücudundaki tüm iskeletin %80'ini oluşturan kortikal (İnt.Kyn.9, İnt.Kyn.10) kemiğinin yoğunluğuna (1,75 gr/cm<sup>3</sup>) da oldukça benzerdir (Li 2004, Li 2013). Biyouyumluluk açısından, insan metabolizması için gerekli olan Mg'ye (Staiger *et al.* 2006, Saris 2000), vücutta günlük 375 mg kadar ihtiyaç duyulmaktadır (Song 2007, Li 2013). Mg vücut içerisinde biyobozunabilir bir element olduğundan, implant takılan bölgenin iyileşmesi sonucu cerrahi operasyon tekrarına gerek kalmamaktadır (Park and Webster 2005). Bu gibi özellikler sayesinde biyomalzemeler alanında, Mg ve Mg esaslı alaşımlar çok dikkat çekmektedirler (Song *et al.* 2003, Li *et al.* 2014, Zhao *et al.* 2015, Zhou *et al.* 2016, Shuai *et al.* 2017).

#### 2.2 Magnezyumun Genel Özellikleri

Magnezyum elementi; alüminyum ve demirden sonra en bol bulunan elementtir. Ancak, tabiatta okyanuslar, tuz gölleri (İnt.Kyn.11) ve yer kabuğunun %2,7'sini oluşturduğu dikkate alındığında açık ara farkla en bol bulunan metal özelliğine sahiptir (Polmear, 1994, Kojima 2000). Sahip olduğu 1,74 g/cm<sup>3</sup> yoğunluk değeri ile çelikten yaklaşık 5 kat, Ti'den yaklaşık 3 kat hafif olan (Şekil 2.2) aynı zamanda en hafif yapısal metal unvanını taşıyan Mg (Lloyd 1994, Lindroos 1995, Ohara 1998, Avedesian and Baker 1999, Fukuda 2010, Changizian 2012); yüksek mukavemet/ağırlık oranı, mükemmel titreşim sönümleme kabiliyeti, kolay işlenebilirlik, yüksek ısıl iletkenlik, kolay geri dönüştürülebilme ve biyouyumluluk gibi üstün özelliklere sahiptir (Kojima 2000, Yong 2004, Dobrzanski 2007, Dobrzanski 2008).



Şekil 2.2 Magnezyumun hafifliğinin çelik ve titanyum ile kıyaslanması.

İnsan metabolizması için günlük 240-420 mg aralığında (Chen *et al.* 2014) alınması gerekli olan Mg (Staiger *et al.* 2006, Saris 2000), sahip olduğu 1,74 g/cm<sup>3</sup> yoğunluk (Kraus *et al.* 2012) ve 41–45 GPa değerleri arasındaki elastisite modülü (Staiger *et al.* 2006, Bowen 2013, Purnama 2010) ile de insan kemiğine benzer özellikler sergileyen biyobozunur bir elementtir. Saf haldeki Mg'nin, çok düşük mekanik dayanıma sahip olması (Kulekci 2008), korozyon direncinin düşük olması ve erken bozunma aşamasındaki hızlı güç kaybı göz önüne alındığında (Zhang 2010), element alaşımlama Mg'nin performansını arttırmanın etkili yollarından biridir (Kulekci 2008, Zhang 2012).

#### 2.3 Magnezyum Alaşımları

Mg, mühendislik uygulamalarında en çok Al ve Zn elementleriyle alaşımlandırılarak

kullanılmaktadır. Diğer yaygın şekilde kullanılan alaşım elementleri olarak; mangan, zirkonyum, kalay, nadir toprak elementleri, toryum, gümüş gibi metaller sıralanabilir (Birol 2009, Polmear 2006, Seçgin 2012). Mg alaşımlarının isimlendirilmesinde genellikle ASTM B275-94 standardı kullanılmakta ve her alaşım elementi farklı bir harf kullanılarak kodlanmaktadır (Çizelge 2.2) (Ghali 2010, Seçgin 2012).

Harf	Alaşım Elementi	Harf	Alaşım Elementi
А	Alüminyum	Μ	Mangan
В	Bizmut	Ν	Nikel
С	Bakır	Р	Kurşun
D	Kadmiyum	Q	Gümüş
Е	Nadir Toprak Elementleri	R	Krom
F	Demir	S	Silisyum
Н	Toryum	Т	Kalay
J	Stronsiyum	W	İtriyum
Κ	Zirkonyum	Y	Antimon
L	Lityum	Ζ	Çinko

**Çizelge 2.2** Mg alaşım elementlerini ifade eden harflendirme sistemi (Ghali 2010, Seçgin 2012).

Alaşımın isimlendirilmesinde Mg metali matris eleman olup isimlendirmede herhangi bir harf ile gösterilmemektedir. Alaşımlama sistemleri olarak ikili veya üçlü alaşımlama sistemi kullanılabilmekte olup, genellikle ikili alaşım sistemi tercih edilmektedir. İlave edilen alaşım elementlerinden, ağırlıkça % oranı daha fazla olan elementin ismi ilk sırada yazılmaktadır. Alaşım elementleri aynı % ağırlık değerine sahip olduğunda harfler alfabetik sıraya göre yazılmaktadır (Ghali 2010, Seçgin 2012). Örneğin; ağırlıkça %3 Al, %1 Zn içeren bir magnezyum alaşımı AZ31 olarak isimlendirilmektedir. AZ31 alaşımı içeriğinde %0,25-0,3 aralığında Mn içerir; ancak bu miktar oldukça düşük olması ve %0,5 değerinden az olması nedeniyle alaşım kodlamasında isimlendirilmez. Mg esaslı alaşımlarını tâbi tutuldukları işlemler Çizelge 2.3'te verilmiştir. İşlem gösterilişi alaşım gösterilişinden bir tire ile ayrılmaktadır (Oğuz 1990). Bazı Mg alaşımlarının standartlarla gösterimi Çizelge 2.4'te verilmiştir.

Harf	İşlem Türü	Harf	İşlem Türü
F	İmalattan çıktığı gibi	T6	Eriyik işlemi ve yapay yaşlandırma görmüş
T2	Stabilize (homojenleştirilmiş) veya tavlanmış (sadece dökme	0	Tavlanmış (sadece şekillendirilmiş ürünler için)
T4 T5	Eriyik ısıl işlemi görmüş Yaşlandırılmış	H24	Sert haddelenmiş saç

Çizelge 2.3 Mg esaslı alaşımların tabi tutuldukları işlemler (Oğuz 1990).

Seri Adı	İçerik	Örnek Alaşım
AE Serisi	Magnezyum, Alüminyum ve nadir toprak	AE42
	alaşımları	
AJ Serisi	Magnezyum, Alüminyum ve stronsiyum	AJ52 HP
	alaşımları	(Yüksek Basınç)
AM Serisi	Magnezyum, Alüminyum ve mangan alaşımları	AM60B
AS Serisi	Magnezyum, Alüminyum ve silisyum alaşımları	AS31
AZ Serisi	Magnezyum, Alüminyum ve çinko alaşımları	AZ91D
EQ Serisi	Magnezyum, nadir toprak ve gümüş alaşımları	EQ21
EZ Serisi	Magnezyum, nadir toprak ve çinko alaşımları	EZ33A
HM Serisi	Magnezyum, toryum ve mangan alaşımları	HM21A
HZ Serisi	Magnezyum, toryum ve zirkonyum alaşımları	HZ32A
QE Serisi	Magnezyum, gümüş ve nadir toprak alaşımları	QE22A
QH Serisi	Magnezyum, gümüş ve toryum alaşımları	QH21
WE Serisi	Magnezyum, itriyum ve nadir toprak alaşımları	WE43
ZC Serisi	Magnezyum, çinko ve bakır	ZC71
ZK Serisi	Magnezyum, çinko ve zirkonyum	ZK11
ZT Serisi	Magnezyum, çinko ve kalay alaşımları	ZT32

Çizelge 2.4 Bazı Mg alaşımlarının standartlarla gösterimi (İnt.Kyn.12).

# 2.4 Magnezyuma İlave Edilen Alaşım Elementlerinin Mekanik, Korozyon ve Biyouyumluluk Özelliklerine Etkileri

Alüminyum (Al), çinko (Zn), mangan (Mn), kalay (Sn), zirkonyum (Zr), lityum (Li), silisyum (Si), kalsiyum (Ca), seryum (Ce), gümüş (Ag), toryum (Th), neodimyum (Nd) ve itriyum (Y) elementleri Mg alaşımlarında yaygın bir şekilde kullanılan alaşım elementleridir. Bu alaşım elementlerinden en yaygın olarak kullanılanlarının Mg içerisindeki katı çözünürlük değerleri Çizelge 2.5'te verilmektedir.

Ağırlıkça % Katı Çözünürlük	Sistem
5,5	Ötektik
12,7	Ötektik
15	Ötektik
12,5	Ötektik
6,2	Ötektik
14,48	Ötektik
~3	Ötektik
3,8	Peritektik
2,2	Peritektik
4,75	Ötektik
0,5	Ötektik
	Ağırlıkça % Katı Çözünürlük 5,5 12,7 15 12,5 6,2 14,48 ~3 3,8 2,2 4,75 0,5

**Çizelge 2.5** Yaygın kullanılan alaşım elementlerinin Mg içerisindeki katı çözünürlük değerleri (Polmear 1994).

Al ilavesi mekanik özellikleri ve döküm kabiliyetini arttırırken sünekliğin azalmasına neden olmaktadır (Wu *et al.* 2010, Chen *et al.* 2014, Willbold *et al.* 2015). Alaşım elementlerinin dağılımına bağlı olarak Mg-Al alaşımlarının korozyon davranışları değişebilmektedir (Ghali 2010, Seçgin 2012). Al, Mg ile alaşım oluşturduğunda mikroyapıda β-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> fazı oluşmakta ve bu faz bariyer görevi görerek MgAl alaşımının korozyon özelliklerini iyileştirmektedir. Bununla birlikte, korozyon esnasında Mg'nin yüzeyinde oluşan Mg(OH)2 filminin bileşimini de değiştirerek korozyon direncini arttırdığı da bilinmektedir (Song 1999, Seçgin 2012). Ancak ağırlıkça %9 Al içeriğine kadar Mg alaşımlarının mekanik özelliklerinde gelişmeler olsa da, ağırlıkça %3 den daha fazla Al içeren Mg alaşımlarının korozyon direncini olumsuz etkilemektedir (Homayun 2014). Yüksek konsantrasyonda Al'nin vücutta çözünmesi, nöron ve kemik dokularında fosfat azalmasına sebep olabilmekte, sindirim sisteminde fosfat emilimini azaltabilmekte ve fosfat azalması nedeniyle de hastada Alzheimer hastalığının oluşumuna zemin hazırlayabilmektedir (El-Rahman 2003, Koç 2013, Chen *et al.* 2014).

Mg'a ilave edilen alaşım elementlerinden Zn alaşım elementi; mekanik özellikleri ve sünekliği arttırdığı ve yaşlanma kabiliyetini geliştirdiği için Mg alaşımlarında Al'den sonra en sık kullanılan elementlerden birisidir (Emley 1966, Sasaki 2006, Mendis 2006,

Ghosh 2012, Ha 2013, Song 2013, Cai et al. 2012, Mahallawy 2016). Zn, döküm esnasında ergimiş alaşımın akıcılığını arttırmaktadır. Fakat döküm malzemelerde mikro poroziteye neden olabilmektedir (Emley 1966). Zn, tane inceltici olarak rol alır ve bu durum Hall Petch etkisi sonucu mekanik dayanımda artışa neden olabilmektedir (Emley 1966, Lee et al. 2000, Kammer 2000, Caceres 2002, Mann 2004, Chen et al. 2014). Bununla birlikte magnezyum alaşımının korozyon özelliklerine zararlı etkileri olan demir ve nikel safsızlığının üstesinden gelmeye yardım eder (Hand Book 1999). Temelde magnezyumun elektrokimyasal olarak daha soy olmasını sağlayan Zn ilavesi, korozyon hızını da düşürmektedir (Song 1999, Ghali 2010, Seçgin 2012, Yim et al. 2015). Ayrıca Zn alaşım elementinin hücreye zehirli olma durumu olmadığından (Cai et al. 2012, Song 2007, Yang 2009, Song 2014, Song 2012, Diler 2012); son zamanlarda Zn, mükemmel biyouyumluluğu sayesinde biyobozunur metalik malzeme olarak biyomalzemelerde en çok kullanılan alaşım elementidir (Chen 2011). Zn, hücre metabolizmasını hızlandırıcı etkiye sahiptir. İnsanlar için gerekli olan protein bileşeni ve minerallerin oluşumunda da önemli bir elementtir. Ancak Zn konsantrasyonunun çok yüksek olması kemik gelişimine engel olabilmekte ve sinir sistemlerine zarar verebilmektedir (Prasad 2008, Koc 2013).

Sn, Mg ile alaşımlama yapıldığında tane boyutunu azaltıcı ve tane düzenleyici etkisinin olduğu bilinen Mg<sub>2</sub>Sn fazını oluşturmaktadır. Alaşım elementi olarak ilave edilen Sn miktarındaki artış ile birlikte Mg<sub>2</sub>Sn fazında da artış görülmektedir (Zhou *et al.* 2016). Sn alaşım elementi, Mg ile sert bir faz olan Mg<sub>2</sub>Sn fazını oluşturmakta, sertlik ve mukavemet özelliklerini arttırmaktadır (Nayeb and Clark 1988, Liu *et al.* 2007, Cheng *et al.* 2010, Zhou *et al.* 2016). Ancak ağırlıkça %5'ten daha fazla Sn ilavesi, mikroyapıda Mg<sub>2</sub>Sn faz miktarını arttırmaktadır. Bunun sonucunda galvanik korozyona neden olarak korozyon direncini düşürmektedir (Zhao *et al.* 2015, Zhou *et al.* 2016). Sn insan vücudu için gerekli bir element olup (Wang 2012), klinik uygulamalar için mükemmel bir alaşım elementidir (Gu *et al.* 2009). Vücut büyümesi ve gelişmesinde, kandaki hemoglobinin ayrışmasında, dokuların büyümesinde ve yaraların iyileşmesinde etkin rol oynamaktadır (Kubasek 2013).

Zr elementinin tane inceltici özelliği sayesinde, oluşturduğu Mg alaşımlarının mekanik

dayanım ve süneklik değerleri artmaktadır (Gu *et al.* 2009). Bununla birlikte Zn, tane sınırlarının pürüzsüzleşmesini ve korozyon direncinin gelişmesini sağlamaktadır (Ramsden 2007). Vücut için herhangi bir yan etkisine henüz rastlanmamıştır. Zr vücut içi çalışmalarda çok iyi biyouyumluluk, düşük iyonik sitotoksisite ve Ti'ye benzer bir uyumluluk göstermektedir; ancak yüksek konsantrasyonda vücutta bulunduğunda karaciğer ve safra kesesinde birikme yapar (Gu and Zheng 2010, Gu 2011). Ağırlıkça %5'ten daha fazla oranda Zr'nin ilavesi malzemede alaşımsız Zr fazına neden olmaktadır (Gu *et al.* 2011). Alaşımsız Zr fazı, korozyon direncinde düşüşe neden olmakta ve bu nedenle biyolojik olarak uyumsuzluğa yol açmaktadır (Li *et al.* 2012).

Fe, Ni ve Cu gibi elementler, Mg alaşımlarının korozyon performanslarını olumsuz etkilemektedirler. Bu elementlerin zararlı etkilerini azaltmak ve korozyon direncini arttırmak amacıyla alaşıma Mn ilavesi yapılmaktadır. Mg alaşımlarının bileşiminde içerdiği Fe oranı korozyon hızını etkilemektedir. İlave edilen Mn, eriyik haldeki demir ile birleşmektedir. Daha sonra eriyiğin dip kısmına çöken ve Mg alaşımının demir oranını düşüren intermetalik bir bileşik meydana getirmektedir. Alaşım içerisindeki Mn'nin, cökelme ile uzaklaştırılamayan ve demirin olumsuz etkisini azaltıcı bir etkisi vardır. Bununla birlikte Mn elementi, katılaşma esnasında alaşım içerisinde kalan demir partiküllerini kuşatarak aktif olmalarını engellemektedir (Song 1999, Seçgin 2012). Ancak AlMn veya AlMnFe intermetalik fazlarının oluşumunu sağlayacak kadar MgAl alaşımına Mn ilavesi yapıldığında, yüksek katot potansiyeline sahip bu fazlar nedeniyle MgAl alaşımının korozyon hızı artmaktadır (Skar 1999, Seçgin 2012). Mn'nin mekanik dayanımı arttırdığı bilindiği gibi sünekliği ciddi oranda düşürdüğü için Mg alaşımlarına genelde çok az miktarda ilave edilmektedir. Bununla birlikte, aşırı miktarda Mn içeren Mg alaşımları vücutta nörotoksik etki yapmaktadır. Bu yüzden ağırlıkça %1'den fazla ilavesiyle hücre zehirlenmesine yol açmaktadır (Gu et al. 2009).

Nadir toprak elementi içeren ticari magnezyum alaşımlarının mekanik özelliklerinin ciddi oranda geliştiği görülmüştür. Ancak, biyomedikal uygulamalarda ciddi karaciğer zehirlenmeleri saptanmıştır (Hirano 1996, Gu and Zheng 2010). Gümüş ilavesi alaşımın yüksek sıcaklık dayanımını ve sürünme direncini yükseltmektedir (Avedesian and Baker 1999, Muhaffel 2012). Antibakteriyal özelliğine sahip olduğu için vücut içi

implantlar için uygun değildirler (Tie 2013). Silisyum miktarındaki artış ergimiş alaşımların akışkanlığını arttırmaktadır. Demir ile beraber kullanımda ise korozyon direncinde düşüşe sebep olmaktadır (Gupta 2011, Muhaffel 2012).

#### 2.5 Magnezyum Alaşımlarının Üretim Yöntemleri

Mg alaşımlarının yaygınlaşmış üretim yöntemleri döküm ve dövme (wrought) teknikleridir. Şekil 2.3'te magnezyum alaşımlarının gelişimi ve spesifik özelliklerinin farklı alaşım ve üretim yöntemlerine bağlı olarak değişimi verilmiştir (Polmear 2006).



**Şekil 2.3** Magnezyum alaşımlarının gelişimi ve spesifik özelliklerinin farklı alaşım ve üretim yöntemlerine bağlı olarak değişimi (Polmear 2006, Seçgin 2012).

#### 2.5.1 Döküm

Mg'nin döküm kabiliyetinin iyi olması sayesinde (Kulekci 2008), alaşımlarının üretiminde yüksek basınçlı döküm, savurma döküm, sürekli döküm ve kum döküm gibi döküm yöntemleri uygulanabilmektedir (Friedrich 2006, Seçgin 2012). Bu yöntemler arasından yüksek basınçlı döküm yöntemi en çok tercih edilenlerindendir (Şekil 2.4). Al içeriği sayesinde akıcılığı ve dökülebilirliği geliştirilen AZ serisi magnezyum alaşımlarının üretimi, bu yöntemle daha çok gerçekleştirilmektedir (Dahle 2000).



Şekil 2.4 Yüksek basınçlı döküm yönteminin şematik gösterimi (İnt.Kyn.13).

Mg alaşımlarının döküm yöntemiyle üretiminde karşılaşılan bazı problemler bulunmaktadır. Dökümdeki değişen katılaşma koşulları sebebiyle malzeme yapısı iri taneli ve daha heterojen olabilmektedir (Şekil 2.5). Bu durum mukavemet değerlerinin azalmasına neden olmaktadır (Perez 2007). Bununla birlikte döküm yöntemiyle üretilen Mg alaşımlarında, intermetalik çökeltilerin daha büyük olması ve dendritler arası mesafenin uzun olması nedeniyle döküm sonrası homojenizasyon ısıl işlemine ihtiyaç duyulmaktadır (Pollock and Tin 2006, Perez 2007). Üretilen parçaların geometrilerinin sınırlı olması da döküm yönteminin eksikliklerindendir (Dahle 2000). Diğer bir problem ise; Al alaşım elementi dökülebilirliği arttırdığı için, Al içeriğinin azaldığı Mg alaşımlarında dökümle üretilebilirlik zorlaşmaktadır (Dahle 2000, Doege 2001, Beetles 2005, Friedrich 2006, Laser 2006, Gu 2011). Alaşımın dökülebilirliği azaldığı için, döküm işlemi sonucunda gözenekli mikroyapıyı gidermede, ilave proses olarak dövme, ekstrüzyon sıcak haddeleme gibi plastik şekil işlemleri veya verme gerçekleştirilmektedir (Gu 2011).


Şekil 2.5 Mikroyapı görüntüleri; (a) toz metalurjisi ile üretilen Mg5Sn alaşımı (Özgün *et al.*),
(b) döküm ile üretilen AZ31 magnezyum alaşımı (İnt.Kyn.14).

### 2.5.2 Plastik Şekil Verme

Haddeleme prosesinde (Sekil 2.6(a)), parça iki merdane arasında ezilir ve parçanın kalınlığı merdaneler arasındaki boşluk miktarına kadar daralır. Dövme yönteminde (Sekil 2.6(b)), üretilecek parçanın geometrisine sahip boşlukta, iki kalıp arasında aralıklı ani basınçların uygulandığı parça, boşluğun şeklini alır (Çapan 2010, Ilgaz 2014). Bu yöntemle üretilen alaşımların mukavemet ve sünekliğinin, döküm alaşımları ile karşılaştırıldığında daha iyi olduğu bilinmektedir (Beetles 2005, Doege 2001, Friedrich 2006, Laser 2006). Ekstrüzyon işleminde ise (Şekil 2.6(c)), parça bir kalıp içerisine yerleştirilir ve üzerine basınç uygulanır. Parça, üretilmesi istenilen ve kalıpta tasarlanmış olan kesitten uygulanan basınç etkisiyle daralarak çıkmaya zorlanır (Çapan 2010, Ilgaz 2014). Plastik şekil verme işleminde, Mg alaşımının ergime ve sıcak yırtılma durumları arasında çok dar bir aralığın olması nedeniyle, Mg alaşımının üretim hızı Al alaşımına kıyasla 5-10 kat daha yavaş yapılmalıdır (Agnew 2004). Bu durum parça üretim maliyetlerinin artmasına da neden olmaktadır (Bolen 2007). Geleneksel yöntemler geliştirilerek homojen ve daha ince taneli mikroyapılar elde edilmesi (Mordike 2001) ve mevcut yöntemlere alternatif olacak üretim proseslerinin olması gerekmektedir (Haferkamp 2001).



Şekil 2.6 (a) Haddeleme, (b) dövme, (c) ekstrüzyon (İnt.Kyn.15).

## 2.5.3 Toz Metalurjisi

T/M metodu, belirli bir kompozisyonda karıştırılmış saf metal veya seramik tozlarının bir kalıp içerisinde belirli bir basınç altında şekil verildikten sonra koruyucu gaz atmosferinde sinterlenmesi ile nitelikli parça üretimini kapsamaktadır (Banhart 2000, Liu and Liang 2001, Gülsoy 2007). Karıştırma süresi kısa tutulduğunda tozlar homojen karışmazken (Şekil 2.7), bu süre çok uzun tutulduğunda da karışım yapan kabın çevresine sıvanma yapmaktadır. Homojen bir şekilde karıştırılan tozlar, bir kalıp içerisinde basınç altında sıkıştırılarak (Şekil 2.8) şekil verilir (Erçetin 2017). T/M yöntemi, alaşımların dökümü esnasında karşılaşılan kusurları çözüme kavuşturarak homojen mikroyapılı, ince taneli ve üstün özellikli metalik parçaların üretimini mümkün kılar (Pollock and Tin 2006, Gökçe *et al.* 2011, Özgün *et al.* 2013). T/M yönteminin avantajlarını genel olarak şu şekilde sıralayabiliriz:

- T/M metodunda küçük boyutlu tozların birleşmesiyle üretilen parçaların mikroyapısında segregasyon mesafesi kullanılan tozların boyutuyla sınırlı kalmaktadır (Pollock and Tin 2006). Bu sayede daha küçük intermetalik çökeltiler oluşmakta ve dendritler arası mesafe de kısalmaktadır. Dolayısıyla ileve bir homojenizasyon ısıl işlemine gerek kalmamaktadır (Sims 1987, Pollock and Tin 2006).
- İngot olarak üretilebilmesi mümkün olmayan alaşım sistemlerinin esnekliğini arttırarak üretimine imkan tanımakta ve stratejik elementlerin de kullanılmasını sağlayarak geniş bir malzeme yelpazesi oluşturmaktadır (Vervoort 1996, Stoloff

2005, Simchi 2006).

- Yüksek mekanik özellikler ince tane yapısı sayesinde elde edilebilir (Stoloff 2005).
- Hammaddelerin daha verimli kullanılmasıyla malzeme tasarrufu sağlanabilmektedir (Özgün 2012).



Şekil 2.7 Toz metalurjisi yönteminde karıştırma süresine bağlı olarak tozların homojen karışması (Burke ve Kipouros 2007).



Şekil 2.8 T/M yönteminde basınç uygulaması esnasındaki aşamalar (Burke ve Kipouros 2007).

T/M metodunun tüm bu iyileştirici özelliklerini Mg alaşımlarına uygulayabilmek için aşılması gereken bazı önemli engeller bulunmaktadır. Bu engeller, aynı zamanda birçok araştırmacının da toz metalurjisi yöntemiyle Mg alaşımlarının üretiminden kaçındığı hususlardandır. Bunlardan en önemlisi, Mg elementinin kimyasal reaktivitesinin yüksek olmasıdır. Atmosfere açık ortamda çok çabuk oksitlenebilmektedir. Özellikle toz halindeyken, tozların belirli oranlarda karıştırılması esnasında, tanelerin birbirine yüzey

temasları söz konusudur. Dolayısıyla, taneler arasında oluşan sürtünme neticesinde tozların tutuşması gerçekleşmektedir (Han 2000, Rashad 2015). Bu nedenle kompozisyonu oluşturan tozların tartılmasından sinterlemesine kadarki geçen proseslerde tozların oksijenle temasının kesilmesi sağlanmalıdır (Lei et al. 2012). Diğer bir neden ise, sinterleme aşamasına kadarki süreç başarıyla tamamlansa bile, sinterleme işlemi esnasında Mg alaşımlarının yeterince yoğunlaşamamasıdır (Burke ve Kipouros 2007). Bu nedenle, ek bir homojenizasyon işlemine gerek duyulmaktadır. Dolayısıyla, ilave bir proses uygulanmasının önlenebilmesi için, sinterleme işleminin basınç altında (Şekil 2.8) gerçekleştirilmesine ihtiyaç vardır. Mg alaşımları için T/M yönteminin kullanımını kolaylaştıracak yeni yöntemlerin uygulandığı ve oksitlenme probleminin çözüldüğüne dair bir çalışma, bu tez çalışması öncesinde uygulanmıştır (Özgün et al.). Literatürde örneği verilen çalışmada uygulan yöntem dahilinde; tozların tartım öncesi parafin ile kaplanması, koruyucu inert gaz ortamında sinterlemesi ve bu esnada basınçla şekil verme proseslerinin eş zamanlı yapılması (sıcak presleme), T/M metodunun uygulanmasına kolaylık sağlayarak parça üretimine imkan kılacaktır (Lei et al. 2012, Özgün *et al.*).

## 2.5.4 Sıcak Pres Yöntemi

Sinterleme işlemi ve basıncın eş zamanlı olarak uygulandığı, üretilen malzemenin iç yapısında gözeneklilik durumunun neredeyse ortadan kaldırıldığı toz metalurjisi üretim yöntemlerinden birisi de, sıcak pres üretim yöntemidir. Geleneksel T/M yönteminde, toz karışımları soğuk preslenerek bir şekil kazandırılır ve daha sonra atmosfer kontrollü fırın içerisinde sinterleme işlemleri gerçekleştirilir. Sıcak pres bu yöntem ile kıyaslandığında, daha yüksek yoğunluklarda ve daha kısa sinterleme süresinde toz metal parça üretimi gerçekleştirilebilmektedir (Çelik vd. 2010). Sıcak presleme cihazlarında çalışma prensipleri itibariyle farklı tipte sistemler bulunmaktadır. Bunlar grafit kalıpların, direk elektrik akımıyla ısıtıldığı veya bir ısıtıcı yardımıyla ısıtıldığı sistemlerdir. Şekil 2.9'da grafit kalıpların ısıtıcı dirençler yardımıyla ısıtıldığı üzere tozlar alt ve üst panç denilen kısımlar arasında kalır. Basınç kuvveti genellikle üst panç ile uygulanır ve alt panç genellikle sabit kalır. Kalıp malzemesi olarak yüksek sıcaklıklarda

mukavemeti fazla olan grafitler kullanılmaktadır. Sinterleme işlemi esnasında kabini vakuma alma veya koruyucu gaz kullanımı gereklidir. Sinterlenen malzemelerin kalıba yapışmaması için grafit kalıp iç çeperlerine hegzagonal bor nitrür sıvısı ince bir tabaka şeklinde uygulanır (Cura 2002).



Şekil 2.9 Sıcak presleme işlemine ait kesit görüntüsü (Cura 2002).

## 2.6 Magnezyum Alaşımlarının Uygulama Alanları

Yapısı itibariyle hafif olan ve alaşımları sayesinde kazandığı mekanik, kimyasal ve biyolojik özellikler Mg'yi; otomobil parçaları, uzay ve havacılık uygulamaları, askeri ekipmanlar, bilgisayar bileşenleri, mobil telefonlar, biyomedikal uygulamalar, ev ve ofis donanımları, spor eşyaları ve el aletleri gibi çok sayıda uygulama için (Polmear 1994, Kuwahara 2000) en çok gelecek vadeden malzemelerden biri yapmaktadır (Liu and Dong 2006a, Chai 2013, Sabetghadam-Isfahani 2016).

Mg alaşımlarının uygulama alanlarında kullanıldığı parçalardan söz edilecek olunursa:

Otomotiv uygulamalarında; direksiyon simidinde, boksör tipi motorların gövdesinde, oto koltuk çerçevelerinde, salmastra flanşında, bazı dişli kutusu ve şanzıman gövdelerinde (Şekil 2.10(a)) (Mordike 2001, Demirci vd. 2015),

- Havacılık uygulamalarında; üzerine yük binmeyen; motor kaportası, gövde ve kanatların alt kaplaması (Demirci vd. 2015), jet motorlarında dişli kutusu gövdesi, hidrolik depolar, yakıt depoları, kuyruk paneline hareket veren quadrant gibi parçalarda (Şekil 2.10(b)) (Kacar 2006),
- Askeri ekipmanlarda; bazı tüfek ve tabanca gövdelerinde, işaret fişeklerinde, el ve kola giyilen led ekranlarda, askerlerin kullandığı bilgi ekranları ve bilgisayarlarda (Şekil 2.10(c)) (Demirci vd. 2015),
- Elektronik uygulamalarda; cep telefonu, dizüstü bilgisayar ve LCD ekran gövdelerinde (Demirci vd. 2015),
- Biyomedikal uygulamalarda kullanımı kalıcı bir malzeme olarak değil, zamanla vücut içerisinde çözünecek ve emilecek (biyobozunma) olduğundan geçici bir implant malzemesi olarak kullanılmaktadır. Biyomedikal uygulamalarda; kardiyovasküler stentlerde, vida implantlarda, mikro klipslerde, biyobozunur implant, plaka ve çivilerde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Şekil 2.10(d)) (Chen *et al.* 2014).



Şekil 2.10 Mg alaşımlarının bazı uygulama alanları (a) otomobil uygulamaları (Mordike 2001, Demirci vd. 2015), (b) havacılık uygulamaları (Kacar 2006), (c) askeri ekipman uygulamaları (Demirci vd. 2015), (d) biyomedikal uygulamalar (Chen *et al.* 2014).

#### 2.7 Biyobozunur Magnezyum Alaşımları

Mg ve alaşımları, insan kemiğine uyumlu mekanik ve fiziksel özellikler sunarak diğer biyomalzemelerden farklıdırlar. İmplant ve kemik arasındaki yoğunluk ve elastisite modülünün oldukça yakın olması, birbirleri arasındaki elastik uyumsuzluğu da giderecek düzeydedir (Chen *et al.* 2014, Dorozhkin 2014, Tahmasebifar 2015). Vücuda yerleştirilen implant ve kemiğin elastisite modülleri arasında büyük fark olması; güç kalkanı (stress shielding) olarak adlandırılan implantların başarısız olmasına ve ardından implantın gevşemesine neden olabilmektedir (Willbold *et al.* 2015, Tahmasebifar 2015). Mg alaşımları, bu başarısızlıkların üstesinden gelebilecek düzeyde olup, insan kemiğinin içeriğinde doğal olarak bulunmakta ve insan metabolizması için günlük alınması mecburi bir elementtir (Saris *et al.* 2000, Tahmasebifar 2015). Ayrıca, Mg alaşımlarının vücut içerisinde biyobozunur özelliği sayesinde, sadece tek bir cerrahi operasyon yapılmakta ve uygulamanın yapıldığı hastalar ikinci bir ameliyat stresinden ve sıkıntısından kurtulmaktadırlar (Tahmasebifar 2015). Ancak Mg esaslı implantların

temel problemi, canlı bir sistem içerisinde hızlı ve beklenmedik bir biyobozunma davranışı gösteren düşük korozyon direncidir (Tahmasebifar 2015). Araştırmacılar korozyon direncini arttırmaya ve biyolojik anlamda zararsız veya hayati tehlike oluşturmayacak anlamda az zararlı Mg alaşımları üzerine yoğunlaşmaktadırlar (Li *et al.* 2016). Mg alaşımları üzerine yapılan klinik çalışmalar, Mg-Ca (Zeng 2015), Mg-Zr (Li 2012), Mg-Si (Zhang 2010), Mg-Sr (Bornapour 2015), Mg-RE (Hort 2010), Mg-Sn (Zhou *et al.* 2016, Shuai *et al.* 2017), Mg-Zn (Zhang 2010) ve MgCaZn (Annur *et al.* 2015) gibi Mg esaslı biyomalzemelerin kardiyovasküler stentlere (Haude 2013, Raimund 2007) ve kemik implantlarına (Windhagen 2013, Cha 2013) uygulanmasına odaklanmaktadır (Li *et al.* 2016).

#### 2.8 Mg Esaslı Alaşımların Biyobozunma Mekanizması

Mg alaşımlarının vücut içerisinde biyobozunması olayı, saf Mg'nin korozyon mekanizması ile benzerlik göstermektedir (Song 1999, Song 2003, Seçgin 2012). Mg alaşımları içinde bulunduğu ortam ile kimyasal bir reaksiyona girerek, metalik yapıları diğer kimyasal yapılara dönüşmekte; mekanik, fiziksel ve kimyasal özelliklerinde istenmeyen hasarlar meydana gelebilmektedir (Talbot 1998, Jones 1996, Seçgin 2012). Mg'nin metal yüzeyinde gri oksit tabakası oluşmakta ve bu film Mg'nin korozyona karşı direncini yüksek tutmaktadır. Koruyucu film zarar gördüğünde korozyon olayı gerçekleşmeye başlamaktadır. Mg, hava ortamına göre su bazlı çözeltilerde çok daha hızlı korozyona uğramaktadır (Friedrich 2006, Ghali 2010, Seçgin 2012). Mg, su ile katodik reaksiyon sonucu ayrışarak H<sub>2</sub> gazını ve Mg(OH)<sub>2</sub> kristal filmini oluşturmaktadır. Mg'nin çözünmesi, H<sub>2</sub> gazı oluşumu, Mg(OH)<sub>2</sub> ürün oluşumu ve toplam reaksiyon bağıntıları Eşitlik 2.1, 2.2, 2.3 ve 2.4'te verilmiştir (Song 1999, Song 2003, Seçgin 2012).

Mg 
$$\longrightarrow$$
 Mg<sup>2+</sup> + 2e<sup>-</sup> (anodik reaksiyon) (2.1)

$$2H_2O + 2e^- \longrightarrow 2OH^- + H_2$$
 (katodik reaksiyon) (2.2)

$$Mg^{2+} + 2OH^{-} \longrightarrow Mg(OH)_2$$
 (ürün oluşumu) (2.3)

$$Mg + 2H_2O \longrightarrow Mg(OH)_2 + H2$$
 (toplam reaksiyon) (2.4)

Normal koşullarda anodik reaksiyon (anodik çözünme) hızı arttıkça, katodik reaksiyon (H<sub>2</sub> gazı oluşumu) hızı azalmaktadır (Song 1999, Song 2003, Thomaz 2010, Seçgin 2012). Ancak Mg'nin korozyonu esnasında; anodik reaksiyon hızı artarken yüksek miktarda hidrojen gazının açığa çıkması sebebiyle Mg'nin korozyonunda negatif fark etkisi gözlenir. Bununla birlikte, Mg ve alaşımları, proteinlerin, amino asitlerin ve sayısız iyonların varlığına bağlı olarak fizyolojik ortamda öngörülemeyen davranış göstermektedir (Sanchez 2015, Tahmasebifar 2015). Mg ve alaşımlarının çözülme oranı, proteinlerin, amino asitlerin ve lipitlerin implant yüzeyine adsorpsiyonuna bağlı olarak değişir (Şekil 2.11) (Yamamoto 2009, Zheng 2014, Tahmasebifar 2015). Ayrıca, Mg-bazlı implantların yüzeyi üzerinde Mg(OH)<sub>2</sub> koruyucu tabakanın oluşumu, korozyon hızı üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Tahmasebifar 2015). Ancak, fizyolojik ortamdaki yüksek klorür iyonu konsantrasyonu, Mg(OH)<sub>2</sub> koruyucu tabakasını kırarak oyuk aşınmasına neden olur (Tahmasebifar 2015). Mg(OH)2 koruyucu filmler klorür iyonlarıyla reaksiyona girerler ve orta derecede çözünerek MgCl<sub>2</sub> yapısını üretirler (Willumeit 2011, Zheng 2014, Tahmasebifar 2015). MgCl<sub>2</sub>'nin biyo-uyumlu olduğu ve vücutta toksik reaksiyon göstermediği bildirilmiştir (Zheng 2014, Tahmasebifar 2015). Ayrıca, biyolojik ortamda alkalizasyon ve yüksek kalsiyum ve fosfat konsantrasyonları, Mg(OH)2'nin yüzeyinde kalsiyum fosfat çökelmesine (apatit yapıları) neden olur (Zheng 2014, Tahmasebifar 2015).



Şekil 2.11 Magnezyumun vücut içi bozunma mekanizması (Zheng 2014, Tahmasebifar 2015).

İnorganik iyonlar, organik moleküller, çözünmüş oksijen ve stres gibi çevresel faktörler, Mg-esaslı implantların biyobozunur davranışları üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Zheng 2014, Tahmasebifar 2015). Cl<sup>-</sup> ve  $SO_4^{2^-}$  gibi organik anyonların varlığı, fizyolojik ortamda Mg'nin korozyon oranını olumsuz yönde etkilemektedir. Cl<sup>-</sup> ve  $SO_4^{2^-}$ anyonları, Mg esaslı implantlar için agresif olup, implant yüzeyindeki koruyucu filmi parçalamaktadırlar. Ancak, Ca<sup>2+</sup> ve  $PO_4^{2^-}$  ve  $CO_3^{2^-}$  gibi katyonların ve anyonların varlığı, fosfat ve karbonat koruyucu tabakaların oluşturulmasıyla Mg'nin korozyon hızını azaltmıştır (Zheng 2014, Tahmasebifar 2015). Buna karşılık, Mg implantlarının yüzeyinde protein (Fetal Bovine Serum) adsorpsiyonu korozyon direncini arttırmıştır (Zheng 2014, Tahmasebifar 2015).

Fizyolojik ortamda dört farklı türde korozyon oluşması olasıdır (Bauer 2013, Tahmasebifar 2015). Galvanik, aşındırıcı, çatlak ve çukur korozyonları en yaygın korozyon tipleridir. Galvanik korozyon, aynı elektrolitte farklı elektrokimyasal potansiyeli olan iki metalin varlığından kaynaklanır. Metallerden biri anot, diğeri katot

gibi davranır ve galvanik bir çift oluşturur (Bauer 2013, Tahmasebifar 2015). Böylece, anot metali iki metal arasındaki elektrokimyasal potansiyel farkı nedeniyle korozyona uğrar. Fizyolojik ortamda Mg implant için galvanik korozyon olasılığı yüksektir. Farklı alaşım elementleri ve fazlarının varlığından dolayı Mg alaşımlarında mikro galvanik korozyon sıklıkla görülür (Liu and Schlesinger 2009, Tahmasebifar 2015). Galvanik çift oluşumundan dolayı mikro düzeyde galvanik korozyon meydana gelir (Tahmasebifar 2015).

Çukur korozyonu, vücut sıvısındaki klorür iyonları gibi agresif iyonların bulunduğu ortamlarda yaygın olarak görülür (Zeng 2006). Klorür iyonlarının varlığında; Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> gibi ikinci fazlara bitişik bölgelerde çukur korozyonu meydana gelir (Zeng 2006, Tahmasebifar 2015).

Metallerin temas yüzeylerinde aşınma korozyonu meydana gelir. Mekanik aşınmaya neden olan bu tür korozyon Mg esaslı metal implantlarda dikkate alınmalıdır (Bauer 2013, Tahmasebifar 2015).

Çatlak korozyonu mekanizması çukur korozyonuna benzer ve Mg implant yüzeyinde lokal korozyonla sonuçlanır. Mikro çatlaklar, çatlak korozyonunu tetikleyebilir (Bauer 2013, Tahmasebifar 2015).

### 2.9 Mikro Mekanik İşleme

Günümüzde biyoteknoloji gibi alanlarda mikro boyutlu ürünlere olan ilgi ve taleplerin artmasıyla birlikte, mikro mekanik işleme yöntemleri (mikro frezeleme, mikro tornalama, mikro delme ve mikro taşlama) yaygın bir biçimde kullanılmaya başlanmıştır. Kesici takım çapının genellikle 1 mm'den küçük seçildiği mikro frezeleme yöntemi diğer yöntemlerle kıyaslandığında; farklı geometrilere sahip parçaları işleyebilme yeteneği, imalat hızı ve maliyet gibi pek çok avantajı sağlaması sayesinde, çoğunlukla tercih edilen bir yöntem olduğu bilinmektedir (Friedrich 1997, Dhanorker 2008, Ucun 2013a, Kuram 2013, Kuram 2016, Kuram 2017). Mikro frezeleme işleminde düzgün bir talaş akışının gerçekleştirilebilmesi için talaş kaldırma esnasında

kesme parametrelerinin belirlenmesi önem arz etmektedir. İşleme parametrelerinin yeterli olmadığı durumlarda, kesici takım iş parçası yüzeyinde kesme işleminin yanısıra ovalama/kazıma işlemi yapmakta ve iş parçasında elastik-plastik şekil değiştirmesine neden olmaktadır (Liu *et al.* 2004a, b, Kim 2004, Ucun 2013a). Şekil 2.12'de kesme derinliğinin küçük seçilmesi durumunda iş parçasında meydana gelen elastik deformasyon görülebilmektedir.



Şekil 2.12 Kesici uç yarıçapının minimum talaş kalınlığına etkisi (Dharnoker and Özel 2008, Ucun 2013a).

## 2.9.1 Mikro İşlemede Boyut Etkisi ve Minimum Talaş Kalınlığı

Mikro frezeleme ile konvansiyonel frezeleme arasındaki boyut farklılığı, bu prosesleri birbirinden ayıran temel unsurlardandır. Mikro frezeleme işleminde talaş kalınlığı ve talaş derinliği, kesici takım kenar radyüsü ile kıyaslanabilecek ölçektedir. Takım kenar yarıçapının talaş kalınlığından küçük olduğu durumlarda, kesme işlemi kayma mekanizması yerine kazınma mekanizmasının bir sonucu olarak gerçekleşir. Bu nedenle takım kenar radyüsü ile ilerleme hızı arasında kiritik bir oran vardır. Belirlenen bu oran, minimum talaş kalınlığı olarak isimlendirilmektedir (Shimada 1993, Spath 1999, Chae 2006, Li 2009).

Mikro frezelemede minimum talaş kalınlığına bağlı olarak iki temel deformasyon mekanizması meydana gelmektedir. Kesme esnasındaki talaş kalınlığı, minimum talaş kalınlığından büyük olduğu talaş oluşumu kayma mekanizmasının bir sonucu olarak gerçekleşir. Hem işlenen yüzey kalitesi daha iyi olur, hem de çapak oluşumu minimum seviyededir (Chae 2006, Rezaei 2018). Talaş kalınlığı minimum talaş kalınlığından daha küçük ise (Şekil 2.13), ovalama/kazıma ağırlıklı bir kesme işlemi meydana gelir (Chae 2006). Bunun sonucu olarak da yüzey kalitesi azalırken çapak oluşumu da artar (Yuan 1996, Chae 2006, Filiz *et al.* 2007, Rezaei 2018). Bu nedenle mikro frezeleme işlemleri öncesinde minimum talaş kalınlığının tespit edilmesi hem kesici takım hem de iş parçası açısından önemlidir (Liu *et al.* 2006b).



Şekil 2.13 Minimum talaş kalınlığı etkisinin şematik gösterimi (Chae 2006, Ucun 2013a).

Minimum talaş kalınlığını belirlemek için analitik yaklaşımlar (Son 2005, Malekian 2012), nümerik çözümler (Woon 2008, Wang 2009, Lai 2008, SrinivasRao 2013, Ducobu 2017, Shi 2017, Ucun 2017) and deneysel yöntemler (Weule 2001, Scmidt 2002, Filiz *et al.* 2007, Kang 2011, Oliveira 2015, Kim 2005, Wu 2016, Oliaei 2016, Jun 2006, Cuba Ramos 2012, Mian 2011, Erçetin *et al.* 2018) kullanılmaktadır. Deneysel yöntemler arasında yer alan yöntemlerin başında, yüzey pürüzlülüğü, kesme kuvvetleri ve spesifik kesme enerjisindeki değişim gelmektedir (Lopez de Lacalle 2004, Philippe 2006, Rezaei 2018).

#### 2.9.2 Mikroyapının Etkisi

İş parçası malzemesinin mikroyapısı, mikrofrezelemede önemli bir parametredir. Çünkü mikroyapıdaki tane boyutunun büyüklüğü; kesici takım kenar yarıçapından, kesme derinliğinden ve ilerleme hızından daha büyük olabilmektedir (Dornfeld 2006). Bununla birlikte mikroyapının homojen bir yapıya sahip olmaması, kesme işlemi boyunca elde edilen kesme kuvveti değerlerinin oldukça farklı bir şekilde değişkenlik göstermesine neden olmaktadır (Ueda 1980, Grum 2003, Liu *et al.* 2004, Simoneau 2006, Min 2006, Dornfeld 2006). Konuyla ilgili yapılan bir çalışmada (Lee 2001, Lee 2002),

mikroyapının homojen olmaması nedeniyle titreşimlerin meydana geldiği belirlenmiştir. Bununla birlikte, iş parçasının sertliğinin de kesme kuvveti değerlerini etkilediği yapılan deneysel çalışmalarla keşfedilmiştir (Grum 2003, Ucun *et al.* 2013a, Erçetin *et al.* 2018).

# 2.9.3 Mikro Frezeleme İşleminde Kesme Kuvvetlerinin Önemi ve Talaş Oluşumu

Kesme işlemi boyunca meydana gelen kesme kuvvetleri, mikro işleme prosesinin niteliğini belirleyen önemli parametrelerden olup kesici takım ömrünü ve imal edilecek ürünün kalitesini önemli ölçüde etkilemektedir. Kesme kuvvetlerinin anlık olarak takip edilmesi halinde, takımda meydana gelen herhangi bir anormallik tespit edilerek iş parçasının belirlenen boyutlarının hatalı olarak işlenmesi önlenebilmektedir (Yang 1998, Lopez 2004, Philippe 2006, Ucun vd. 2011).

Mikro frezelemede, iki önemli husus kesme kuvvetini tanımlamaktadır. Birincisi, kritik talaş derinliğinin altında seçilen kesme derinliği sebebiyle, kesme esnasında oluşan kazıma/ovalama (plowing) kuvvettidir. İkincisi ise, talaşın kayarak ve düzgün bir biçimde şekillendiği kesme işleminde meydana gelen kayma kuvvetidir (Şekil 2.14) (Özel 2007). Bu nedenle kesme derinliği, kesme hızı ve ilerleme hızı parametreleri kesme kuvvetlerini oldukça etkilemektedir (Sim 1993, Yazar 1994, Ucun 2015b, Aslantaş *et al.* 2016). Kesme hızı, ilerleme hızı ve kesme derinliği parametrelerinin optimizasyonu ile kesme kuvvetleri istenilen ölçüde azaltılabilmektedir (Philippe 2006, Ucun 2013a).



Şekil 2.14 (a) Mikro frezeleme işleminde kesme kuvvetinin kesit boyunca karakteristiği (Li 2009), (b) düşük ilerleme hızlarında talaş oluşumu (Filiz et al. 2007).

# 2.9.4 İş Parçası Yüzey Pürüzlülüğü

Mikro frezeleme işleminde ürün kalitesini belirleyici önemli parametrelerden birisi de islenen vüzeyin vüzey pürüzlülüğüdür. Yapılan arastırmalar neticesinde, kesme derinliğinin seçiminin yüzey pürüzlülüğünü önemli ölçüde etkilediği tespit edilmiştir (Yuan 1996, Bissacco 2006, Shreyes 2006, Li 2008b). İşleme esnasında kesici takım dönerken meydana gelen eksantrikliğin de, yüzey kalitesini olumsuz etkilediği belirlenmiştir (Kline 1983, Lee 2001, Schmitz 2007, Makki 2009). Bununla ilgili yapılan bir çalışmada, kesici takımın kesme esnasında eksantriklik oluştuğu ve bunun sonucunda is parçasında homojen olmayan kesme izleri meydana gelerek yüzey pürüzlülüğü kalitesinin olumsuz etkilendiği belirlenmiştir (Lee 2001, Ucun 2013a). Yüzey pürüzlülüğü ile ilgili yapılan başka bir çalışmada, kesme derinliği değerlerinin kritik kesme derinliği değerinden küçük seçilmesi ve aynı sekilde ağız başına ilerleme hızlarının da bu değerden küçük seçilmesi yüzey pürüzlülüğü kalitesini düşürmektedir (Waule 2001, Vogler 2004, Takacs et al. 2003, Chae 2006, Armcharoen 2008). Vogler ve arkadaşlarının yaptığı benzer bir çalışmada da (Vogler 2004), kritik talaş kalınlığının altında seçilen ağız başına ilerleme hızının yüzey pürüzlülük değerlerini arttırdığı tespit edilmiştir. Başka bir çalışmada (Son 2005), kritik talaş kalınlığından düşük seçilen ağız başına ilerleme parametresi nedeniyle, kesici takım iş parçasından talaşı keserek değil kazıma/ovalama yaparak kopardığı belirtilmiştir. Doğal olarak bunun sonucunda yüzey kalitesinin de bozulduğu ifade edilmiştir. Li ve arkadaşlarının gerçekleştirdikleri bir çalışmaya göre (Li 2008b), ağız başına ilerleme hızının yüzey pürüzlülük değerlerine etkisini gösteren grafik Şekil 2.15'te verilmiştir.



Şekil 2.15 Kritik talaş derinliğinden büyük ve küçük ilerleme değerlerinde oluşan pürüzlülük değerleri (Li 2008b).

Yüzey pürüzlülüğünü etkileyen önemli parametrelerden bir diğeri ise iş parçasının malzemesidir. Yumuşak malzemelerin sünek bir yapıya sahip olmaları, bu malzemelerin işlenmesi esnasında elastik deformasyon oluşumuna imkan tanımaktadır. Dolayısıyla bu duruma bağlı elastik hareketliliğin meydana geldiği iş parçası yüzeylerinde daha pürüzlü bir yapı oluşabilmektedir. Buna karşın aynı parametrelerle gevrek malzemelerin işlenmesi sonrasında daha iyi yüzey kalitesinin edildiği tespit edilmiştir (Weule 2001, Schmidt 2004, Uhlmann 2005). Bu durumu kanıtlar nitelikte olan bir çalışmada (Weule 2001), kesme işlemi esnasında iş parçasındaki ferritik yapının elastik davranış sergilediği ve yüzey pürüzlülük değerlerinin olumsuz etkilendiği belirtilmiştir. Ancak daha sert yapı olan perlitik yapılarda yüzey kalitesinin daha iyi elde edildiği de vurgulanmıştır (Şekil 2.16).



Şekil 2.16 Ferrit ve perlit yapısı içeren iki farklı malzemenin işlenmesi sonucu yüzey kalitelerinin kıyaslanması (Weule 2001).

#### 2.9.5 Mikro Frezeleme Sonrası Çapak Oluşumları

Mikro frezeleme işleminde yüzey pürüzlülüğü kadar önem arz eden başka bir husus ise, mikro çapak oluşumlarıdır. Çapak oluşumu, talaşlı imalatta istenmeyen bir durum olup; konvensiyonel kesme işlemeleri sonrasında çeşitli yöntemlerle çapakların temizlenmesi mümkündür. Fakat mikro kesme işlemlerinde hem işlenen geometri hem de meydana gelen çapak boyutları çok küçük olduğundan, ikinci bir operasyonla temizlenmesi çok zordur. Bu nedenle minimum çapak oluşumu için uygun kesme parametrelerinin belirlenmesi gerekir. Bunun için, kullanılan bazı optimizasyon yöntemleri ile minimum çapak oluşumu ve iyi bir yüzey kalitesi için uyun kesme parametreleri tayin edilmektedir (Thepsonthi 2012, Ucun 2014, Aslantas et al. 2018a). Mikro frezeleme işleminde çapak oluşumu sadece kesme parametrelerine değil, aynı zamanda iş parçasının türüyle de alakalıdır (Dornfeld 2006). Biyomedikal malzeme olarak kullanılan Ti6Al4V ve NiTi şekil hafızalı alaşımlarda çapak boyutlarının oldukça büyük olduğu tespit edilmiştir. Özellikle minimum talaş kalınlığına yakın ilerleme değerlerinde meydana gelen çapak genişlikleri ikinci bir işlemle temizlenemeyecek kadar büyüktür. İş parçasının üretim yöntemi ve tane boyutu da göz önünde bulundurulması gereken diğer unsurlardır. Sürekli döküm yöntemi ile üretilen malzemelerde çapak boyutları daha geniş iken (Lee 2012), toz metalurjisi yöntemi ile üretilen malzemelerin mikro frezelenmesinde çapak boyutları daha küçük boyutlardadır (Erçetin 2018). Bununla birlikte kesme esnasında açığa çıkan ısı ve kesici takımın dönüşü esnasında meydana gelen eksantriklik de çapak oluşumu üzerinde etkilidir (Weule 2001, Lee 2002, Litwinski 2006, Chern et al. 2007). Çapak oluşumu üzerine yapılan çalışmalarda (Weule 2001, Lee 2005), sert malzemelerin işlenmesi esnasında kesici takımın daha çabuk aşınmaya maruz kaldığı ve bunun sonucunda da çapak oluşumunda artış gerçekleştiği tespit edilmiştir. Bununla birlikte, artan ilerleme hızının etkisiyle çapak oluşumlarında artış olduğu da belirlenmiştir. Ayrıca artan kesme hızının etkisiyle takımın daha çabuk aşındığı ve bunun sonucunda çapak oluşumlarında artış olduğu da belirtilmiştir. Bu konu üzerine yapılan bazı çalışmalar, çapak oluşumunu minimize etmeye yönelik olmuştur (Schaller 1999, Chern *et al.* 2007). Deneysel bir çalışmada, mikro işleme esnasında kesme derinliği ve ağız başına ilerleme hızı değerlerinin olabildiğince düşük tutulması gerektiği belirtilmiştir (Schaller 1999, Ucun 2013a). Deneysel bir çalışmada (Aslantaş *et al.* 2018a), mikro frezeleme işlemi sonrasında, işlenen bölgede meydana gelen çapak oluşumuna ait SEM görüntüsü Şekil 2.17'de verilmiştir.



Şekil 2.17 Çapak oluşumu ve genişliğine ait SEM görüntüsü (Aslantaş et al. 2018a).

# 2.9.6 Kullanılan Kesici Takımlar

Mikro işlemeyle imalat esnasında ürün kalitesi ve ürünün imalat maliyeti kullanılan kesici takımın özelliklerine bağlı olarak değişmektedir (Chae 2006). Bu nedenle, imalat işleminin boyutunu ve hassasiyetini belirleyici etkiye sahip olan kesici takımın seçimi büyük önem arz etmektedir (Cox 2004, Chae 2006, Ucun 2015a, Aslantaş *et al.* 2016). Elmas kesici takımlar, sahip oldukları sertlikleri ve kristal yapıları itibariyle kesici kenar

bölgelerine kolay bir şekilde istenilen formun verildiği takımlardır. Ancak demir içerikli malzemelerle kimyasal reaksiyona girebilmeleri nedeniyle bu takımlar kolaylıkla aşınmaya maruz kalabilmektedirler (Weck 1997, Kalpakjian 2002, Shabouk 2003, Sun 2010, Ucun vd. 2011). Bu nedenle, WC içerikli takımlar mikro işleme proseslerinde daha çok tercih edilmektedir. Bu tür kesici takımların iç yapısında WC ve Co bulundurmaları kesici takımda yüksek bir aşınma direnci özelliğinin oluşmasını sağlamaktadır (Kalpakjian 2002, Chae 2006, Ucun vd. 2011).

Mikro frezeleme işlemlerinde kullanılan kesici takımların daha iyi performans sergileyebilmesi adına kesici takımların geometrik özelliklerinde değişiklik yoluna gidilerek mikro işlemeye etkileri üzerine araştırmalar gerçekleştirilmiştir (Fang 2003, Uhlmann 2005, Li 2009). Li ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği bir çalışmada (Li 2009), yeni 2 ve 4 ağızlı kesici takımlar tasarlanarak deneysel performansları incelenmiştir. Elde ettikleri sonuca göre, yeni tasarımların iyi bir rijitliğe sahip olduğunu ve takımların yüksek aşınma performansı sergilediklerini belirtmişlerdir (Şekil 2.18). Başka bir çalışmada (Fang 2003); yarım daire, üçgen ve helis kanallı geometrilere sahip kesici takımların performansı yapılmıştır. Bu takımlar içerisinde en iyi performansın yarım daire profiline sahip olan kesici takımların kesme işlemi esnasında talaşları tahliye edemedikleri ve buna bağlı olarak iş parçasının yüzeyini bozdukları tespit edilmiştir (Şekil 2.19).



Şekil 2.18 Farklı geometrilerin takım performansı üzerindeki etkileri (Li 2009, Ucun vd. 2011).



Şekil 2.19 Farklı geometrik tasarımlara sahip mikro freze uçları (Fang 2003, Ucun vd. 2011).

### 2.9.7 Kesici Takımların Aşınma Mekanizmaları

Aşınmayı, kesici takımın temas yüzeylerinde meydana gelen malzeme kaybı olarak tanımlayabiliriz. Aşınma mekanizmaları, abrasif aşınma, difüzyon ile aşınma, adeziv aşınma, yorulma ile aşınma ve oksidasyon aşınması şeklinde sıralanabilir (Özdemir ve Erten 2003, Çakır 2018, İnt.Kyn.16).

Abrasif aşınma; kesici takım ile iş parçası yüzeyi arasına giren sert partiküllerin yüzeyden parçacıklar koparması şeklinde görülür. Kopan parçalar ara yüzeyden uzaklaşırlar. Yapışma oluşmadığı için yüzeyde malzeme kaybının fazla olduğu ve en sık görülen bir aşınma tipidir (Özdemir ve Erten 2003, Çakır 2018, İnt.Kyn.16).

Kesici takımın iş parçasına temas ettiği bölgede, yüksek sıcaklıklara ulaşılırsa ve bu sıcaklık takımın malzemesinin akan talaş haline dönüşümüne izin verecek seviyede olursa difüzyon aşınması meydana gelir. Takım malzemesi mikroyapısal değişime uğrar. Bu aşınmanın oluşumunda basıncın da etkisi söz konusudur (Özdemir ve Erten 2003, Çakır 2018, İnt.Kyn.16).

Adeziv aşınma; takım ile iş parçasının birbirine temas eden kısımlarının birbirine yapışmasıyla başlayan ve yeniden ayrılma esnasında zayıf olan malzemenin ana

parçadan kopmasıyla oluşan bir aşınma tipidir. Genellikle takımın talaş yüzeyindeki düşük ilerleme sıcaklıklarından dolayı meydana gelir (Özdemir ve Erten 2003, Çakır 2018, İnt.Kyn.16).

Yorulma aşınması; termo-mekanik bir aşınma tipidir. Takıma etkiyen kuvvetler ile sıcaklıktaki dalgalanmaların sıfır ile maksimum değerler arasında değişmesi, kesici kenarların çatlamasına, hatta kırılmasına neden olur. Aralıklı kesme işlemi de, kesici ağızın sürekli ısınıp soğumasına neden olarak talaş ile kesici kenarda şok etkisine neden olur (Özdemir ve Erten 2003, Çakır 2018, İnt.Kyn.16).

Oksidasyon aşınması; kesme işlemlerinin yüksek sıcaklıklarda ve hava ortamında gerçekleştiği durumlarda görülmekteydi. Günümüzde gelişen teknolojiyle birlikte günümüzde pek yaygın olmayan bir aşınma tipidir (Özdemir ve Erten 2003, Çakır 2018, İnt.Kyn.16).

# 2.10 Mg Alaşımlarının İşlenebilirliği

Vücut içerisine yerleştirilen kardiyovasküler stentler, vida implantlar, ortopedik implantlar ve mikro klipsler (Şekil 2.20) gibi Mg esaslı biyomedikal malzemelerin çoğunluğu oldukça küçük boyutlardadır (Erbel 2007, Chng *et al.* 2012, Waizy 2013, Hanzi 2011, Windhagen 2013, Chen *et al.* 2014). Böylesine küçük boyutlardaki karmaşık ve hassas mikro parçaların imalatı, mikro işleme prosesini gerekli kılmaktadır (Fıçıcı vd. 2016).



Şekil 2.20 Biyobozunur magnezyum implantların gerçek uygulamaları (Chen *et al.* 2014): (a) kardiyovasküler stentler (Erbel 2007), (b) vida implant (Windhagen 2013), (c) mikro klips (Chng *et al.* 2012), (d) biyobozunur ortopedik implant (Waizy 2013), (e) yara kapama cihazı (Hanzi 2011).

Mg alaşımlarının işlenmesi, diğer demir dışı alaşımlara kıyasla karmaşık olup; bu alaşımlarının işlenebilirliği esnasında karşılaşılan temel problem, ergime noktalarının düşük olmasından dolayı işleme ve taşlama işlemlerinde tutuşma tehlikesi/riskidir (Kurihara 1994, Sreejith 2000, Kulekci 2008, Sunil 2015). Kaba kesimlerde talaşlar genellikle kalındır ve tutuşacak kadar ısınmaları muhtemel değildir (ASM Handbook 1961). Ancak mikro işleme yöntemlerinde talaş kalınlıkları oldukça ince olduğundan talaşların ısınması ve tutuşması daha olasıdır. Bununla birlikte kesici takım çapının oldukça küçük olması kesme hızının yüksek seçilmesini gerektirmektedir. Yüksek kesme hızlarında kesici takımda oluşan ısının daha fazla olması nedeniyle bazı uygulamalarda soğutma sıvısı kullanılması gerekebilir (Kulekci 2008). Ancak Mg'nin su ile reaksiyona girmesinden dolayı, içeriğinde su bulunan soğutma sıvılarının kullanımı yangın riskini arttırmaktadır. Çünkü, işleme esnasında oluşan ince talaşlar, talaş kaldırma esnasında oluşan sıcaklık ile tutuşup yanabilir. Bu esnada su içerikli

soğutma sıvısının eklenmesi, yanan talaşların ayrıca su ile de reaksiyona girerek yanmasına ve Mg esaslı iş parçasının da bu esnada oksitlenmesine sebep olabilecektir (Kurihara 1994, Sreejith 2000, Kulekci 2008). Bu nedenle Mg esaslı alaşımların işlenmesi esnasında; su içerikli soğutucuların yerine kuru kesme koşullarının uygulanması, oluşan talaşların pnömatik hava veya koruyucu gaz sistemiyle kesme bölgesinden uzaklaştırılması, karbür esaslı kesici takımların kullanılması ve uygun işleme parametrelerinin seçilmesi tavsiye edilmektedir (Sunil 2015). Mg alaşımlarının mikro işlenebilirliğinde tüm bu olumsuz durumlardan dolayı literatürde çok az sayıda çalışma mevcuttur.

# **3. MATERYAL ve METOT**

# 3.1 Malzeme Üretimi

## 3.1.1 Mg ve İlave Edilen Alaşım Tozlarının Özellikleri

Çalışmalarda, partikül boyutu 45  $\mu$ m'den küçük olan %99.5 saflığa sahip Mg tozu, %99.9 saflığa ve 10  $\mu$ m'den küçük partikül boyutuna sahip Sn tozu, %99 saflığa ve 10  $\mu$ m'den küçük partikül boyutuna sahip Zn tozu kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan metal tozlarına ait SEM görüntüleri (Şekil 3.1) incelendiğinde Mg tozlarının karmaşık şekilli bir geometriye, Sn ve Zn tozlarının ise küresel geometriye sahip oldukları görülmektedir. SEM görüntülerinde belirtilen ölçü barları ile tozların boyutları kıyaslanacak olursa; Mg tozlarının boyutlarının çoğunlukla 45  $\mu$ m değerinin altında olduğu, Sn ve Zn tozlarının büyük bir çoğunluğunun 3-4  $\mu$ m dolaylarında olduğu görülmektedir. Farklı oranlardaki Mg5Sn-xZn alaşımlarını oluşturmak için tozların istenilen ağırlıklarda tartım işlemleri 10<sup>-4</sup> gr ölçüm hassasiyetine sahip Precisa marka hassas terazi ile sağlanmıştır.



Şekil 3.1 Çalışmada kullanılan tozlar; (a) Mg, (b) Sn, (c) Zn tozu.

# 3.1.2 Alaşım Kompozisyonlarının Belirlenmesi, Tozların Parafinle Kaplanması ve Farklı Kompozisyonlardaki Mg5Sn-xZn Karışımlarının Hazırlanması

Literatür araştırmaları neticesinde bu tez çalışmasında, 6 farklı kompozisyona sahip Mg5Sn-xZn alaşımları üretilmiştir. Mg tozuna, ağırlıkça sabit bir oranda (%5) Sn ilavesi ve ağırlıkça değişken oranlarda (% 0, 1, 2, 3, 4, 5) Zn ilavesi gerçekleştirilmiştir. Farklı oranlarda alaşım elementi içeren Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait kimyasal kompozisyonlar Çizelge 3.1'de verilmiştir.

		Ağırlıkça		Standart
Alaşım Kodları	% Sn	% Zn	% Mg	İsimlendirme
Mg5Sn-0Zn	5	0	95	TZ50
Mg5Sn-1Zn	5	1	94	TZ51
Mg5Sn-2Zn	5	2	93	TZ52
Mg5Sn-3Zn	5	3	92	TZ53
Mg5Sn-4Zn	5	4	91	TZ54
Mg5Sn-5Zn	5	5	90	TZ55

Çizelge 3.1 Farklı kompozisyonlardaki Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait kimyasal bileşim.

Tozların karıştırılması Mg'un hava ile temasını engelleme fikrine dayanan farklı bir teknikle gerçekleştirilmiştir. Bu karıştırma tekniğinde Mg tozunun oksijenle temasının kesilmesi için formülünde oksijen bulunmayan bir uçucu madde (hegzan) içerisinde eritilen parafin ile kaplanması sağlanmıştır. Öncelikle, 2000 mL'lik erlen içerisine %99 saflıkta 300 mL hegzan ve Mg tozunun hacimsel olarak %20'si kadar parafin mum ilave edilerek 60 °C'de (parafin mumun erime sıcaklığı üzerinde) parafin mum eriyene kadar beklenmiştir. Daha sonra ambalaj ağırlığı belli olan (500 gr) Mg tozu, atmosfer ve basınç kontrollü özel olarak tasarlanmış bir eldivenli kabin (glove box, Şekil 3.2) içerisinde açılmıştır. Kabin iç hacmi 125 L olup, sistemde kabin içi vakum basıncını 2x10<sup>-3</sup> mbar değerine kadar düşürebilecek 2 adet vakum pompası bulunmaktadır. Her iki vakum pompası birbirine paralel bağlı olup eş zamanlı çalışabilmekte ve kabinden toplamda 150 L/dk debi ile hava boşaltabilme kapasitesine sahiptir. Kabine inert gaz girişini sağlayabilmek için kabinin alt kısmından bir giriş bulunmakta ve kabinin üst

kısmından oksijenin dışarı çıkışını sağlamak için iki adet çıkış bulunmaktadır. Kabin gaz çıkışlarının hemen dışında hava klape sistemi bulunmaktadır. Vakum pompaları durdurulduğunda kabine çıkış bölümünden gaz girişi engellenmiştir. Kabin vakuma alınmadan önce sisteme kabinin zeminindeki bir girişten 9 L/dk debi ile %99,999 saflıkta argon gazı verilmiş ve kabin tamamen argon gazı ile dolana kadar bu işleme devam edilmiştir. Argon gazı havadan ağır olduğu için kabini tabanından itibaren doldurarak yukarıya yükselmekte ve en üst kısımdaki gaz çıkış hattından içerdeki havayı dışarı atarak çıkmaktadır. Piyasadaki bütün vakum sistemleri kabin iç basıncını sıfır (0) mbar basınç değerine ulaştırmaya çalışmaktadır. Ancak bu durum pratikte hiçbir zaman gerçekleştirilememektedir. Sistemi direk vakum sistemi ile çalıştırmak yerine önce argon gazı ile kabinin doldurulması, daha sonra vakum işleminin gerçekleştirilmesi sayesinde, kabin içerisinde kalan hava miktarı minimize edilmiştir.



Şekil 3.2 Argon gaz atmosfer ve vakum kontrollü eldivenli kabin (glove box).

Eldivenli kabin içerisinde açılan Mg tozu, hekzan+parafin karışımını içeren 2000 mL'lik erlen içerisine boşaltılmıştır. Erlen içerisindekiler karıştırılmak üzere eldivenli kabin içerisinden çıkarılarak ısıtıcı ve karıştırıcı sistemine yerleştirilmiştir (Şekil 3.3). Bu karıştırma işlemi için özel olarak hazırlanmış pervaneli bir dikey karıştırıcı kullanılmıştır. Isıtıcının sıcaklığı hegzanın kaynama sıcaklığının üzerine çıkarılarak (100 °C) erlen içerisindeki tüm hegzan uçana kadar karıştırma işlemi devam etmiştir. Hegzanın uçması sonucu geriye parafin mum ile kaplanmış Mg tozu kalmıştır. İlave edilen parafin hacimce %20 oranında olduğundan; alaşım kompozisyonları hazırlanırken tozların tartımı esnasında bu oran dikkate alınarak hesaplanmış ve Mg'nin

ağırlıkça istenilen miktarda alaşımın kompozisyonunda olması sağlanmıştır.



Şekil 3.3 Mg, alaşım elementleri ve parafinin karıştırılması işleminin şematik ifadesi.

Mg, Sn ve Zn tozlarının homojen karışımı sonrasında toz karışımına ait SEM görüntüsü Şekil 3.4'te verilmektedir. SEM görüntüsü incelendiğinde Sn ve Zn tozlarının ince taneler halinde Mg tozlarının etrafını homojen bir şekilde sardığı görülmektedir. Parafin ile kaplama işlemi neticesinde, Mg tanelerinin üzerindeki parafin film kaplama net bir şekilde görülebilmektedir.



Şekil 3.4 Mg, Sn ve Zn tozlarının homojen karışımı sonrasında toz karışımına ait SEM görüntüsü.

#### 3.1.3 Grafit Kalıbın Hazırlanması ve Sıcak Pres Sinterleme İşlemi

Grafit kalıp oluşturulması için sistemde iki farklı ölçüde (70x40x10 mm ve 70x20x10 mm) grafit bulunmaktadır. 40 mm yüksekliğindeki grafiti yüksek boyda (YB) grafit ve 20 mm yüksekliğindeki grafiti alçak boyda (AB) grafit olarak isimlendirmek gerekirse; metal çerçeve içerisine grafitler yerleştirilirken 1 YB ve 1 AB grafitler yanyana tekrar eden sırayla yerleştirilmiştir (Şekil 3.5). YB ve AB grafitler yan yana konulduklarında AB grafitlerin bulunduğu kısımda metal toz karışımlarının doldurulacağı yuvalar oluşmaktadır. Bu yuvaların açık bulunan 2 uç kısmına da birer adet YB grafit yerleştirilerek kalıp sistemi oluşturulmuştur.



Şekil 3.5 Alçak Boyda (AB) ve Yüksek Boyda (YB) grafit soketler ve metal çerçeve içerisinde diziliş durumları.

Grafit soketler metal çerçeve içerisine Şekil 3.5'teki gibi yerleştirildikten sonra, sinterleme sonrası parça yapışmasını önlemek için yuvaların iç yüzeylerine bir fırça yardımıyla hegzagonal bor nitrür sıvısı uygulanmış ve kuruması sağlanmıştır. Daha sonra bu yuvalara beşer (5'er) gram toz karışımı doldurulmuş ve tozların üzerine de basıncın uygulanacağı YB grafitler yerleştirilmiştir. Bu şekilde hazırlanan grafit kalıp, sıcak pres fırını içerisindeki basıncı uygulayan pistonun altına yerleştirilmiştir (Şekil 3.6 (b)). Sinterleme işlemi, argon gaz atmosferinde 635 °C sıcaklıkta ve 30 dk süre ile gerçekleştirildi. Bu esnada her bir numuneye 50 MPa basınç tek tesirli olarak uygulanmıştır. Şekil 3.6'da sıcak pres sistemine ait görüntüler verilmektedir. Sıcak pres

ile sinterleme işlemi sonrasında, fırın içerisinden çıkarılan grafit kalıp, 2 ton kapasiteli özel olarak imal edilmiş bir kalıp ayırıcı (Şekil 3.6 (c)) sisteme yerleştirilmiş ve üretilen numunelerin grafit yuvalarından ayrılmaları sağlanmıştır.



Şekil 3.6 (a) Sıcak pres sistemi, (b) şematik sıcak press sistemi, (c) numune kalıp ayırıcı, (d) fırın iç donanımlar, (e) üretilen Mg alaşım numuneleri.

## 3.2 Yoğunluk Ölçümleri ve Bağıl Yoğunluk Hesaplamaları

Sinterleme işlemlerinin başarısı, yoğunluk ölçümleri ile tespit edilmiştir. Numunelerin yoğunluk ölçümleri Arşimed prensibine dayanılarak ölçülmüştür. Arşimed prensibine göre ölçülen yoğunluk (gr/cm<sup>3</sup>) Eşitlik (3.1)'e göre hesaplanmaktadır (Özgün *et al.* 2013). Farklı kompozisyonlardaki Mg5Sn-xZn alaşımlarının teorik yoğunlukları (gr/cm<sup>3</sup>) da karışım kuralına göre elde edilmiştir. Numunelerin teorik yoğunlukları (Sriharitha 2014, Yang 2014) Eşitlik (3.2) ile, bağıl yoğunluk yüzdeleri ise Eşitlik (3.3) ile hesaplanmıştır (Özgün *et al.* 2013).

$$\ddot{O}lç\ddot{u}len Yoğunluk = \frac{Havadaki ağırlık}{(Havadaki ağırlık) - (Sudaki ağırlık)}$$
(3.1)

$$Teorik Yoğunluk = \frac{Toplam K "utle"}{Toplam Hacim} = \frac{(Mg k"utlesi) + (Sn k"utlesi) + (Zn k"utlesi)}{\left[\frac{Mg k"utlesi}{Mg "ozk"utlesi}\right] + \left[\frac{Sn k"utlesi}{Sn "ozk"utlesi}\right] + \left[\frac{Zn k"utlesi}{Zn "ozk"utlesi}\right]} (3.2)$$

$$Bağıl Yoğunluk (\%) = \frac{Ölçülen yoğunluk}{Teorik yoğunluk} x100$$
(3.3)

#### 3.3 Mikroyapı İncelemeleri

Sıcak pres yöntemiyle üretilen numuneleri metalografik incelemelere hazır hale getirmek için, sırasıyla 100, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200 ve 1500 grit zımparalama aşamaları uygulanmıştır. Literatür uygulaması dikkate alınarak (Zong 2012, Shuai et al. 2017), zımparalama işleminden sonra numunelerin temizlenmesi için önce distile edilmiş su, ardından saf etil alkol kullanılmış ve desikatör içerisinde kurumaya bırakılmıştır. Numuneleri parlatma işlemi, 1 mikronluk elmas süspansiyon kullanılarak parlatma cuhasında gerçekleştirilmiştir. Numunelerin dağlama işlemi gerçekleştirilirken, literatürde benzer Mg esaslı alaşımlarda kullanılan dağlayıcı karışımından (hacimce %95 etil alkol + %5 nitrik asit (HNO<sub>3</sub>)) yararlanılmıştır (Liu etal. 2007, Nayyeri 2010, Wahba 2012). Dağlama işleminden sonra numuneler önce saf su daha sonra da saf etil alkol ile temizlenmiştir. Numunelerin mikroyapı incelemelerinde, mikroyapıdaki gözenek durumları, tane sınırları ve tane yapılarının ve faz dağılımlarının belirlenmesi için JEOL JSM 6510 marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Elementel dağılımların tayini için IXRF 550 marka enerji dağılım spektrometresi (EDS) cihazından yararlanılmıştır. Mikroyapıdaki faz oluşumları ise XRD analizi ile tespit edilmiştir. XRD analizi RigakuUltima IV marka X-Ray Difractometer cihazında Cu X-ışını tüpü ( $\lambda$ =1,5405 A°) kullanılarak 0,02/0,4 °/sn tarama hızı ile yapılmıştır.

#### 3.4 Korozyon Testleri

Korozyon testleri, ASTM-G31-72 standartlarına uygun bir şekilde uygulanmıştır (Song 2003, Annual Book of ASTM standarts). Mg5Sn-xZn alaşımlarının Hank çözeltisindeki korozyon davranışları, açığa çıkan H<sub>2</sub> gazı ölçümleri ve ağırlıkça yüzde kayıpları dikkate alınarak tespit edilmiştir. Hank çözeltisinin kimyasal bileşimi Çizelge 3.2'de

verilmiştir. Uygulanacak korozyon sıvısı miktarını belirlemek için her bir alaşımın yüzey alanları cm<sup>2</sup> cinsinden hesaplanmıştır. Ağırlıkça % kayıpları ve H<sub>2</sub> ölçümlerinde, Hank çözeltisinin her bir alaşım için uygulandığı miktarın (mL) alaşımların yüzey alanına (cm<sup>2</sup>) oranı 20:1 (mL/cm<sup>2</sup>) olacak şekilde korozyon sıvısı miktarı ayarlanmıştır. Farklı kompozisyonlardaki Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin her biri korozyon testleri için 10x10x3 mm boyutlarında hazırlanmıştır. Korozyon testleri sonrasında, numunelerin yüzeylerinde oluşan yeni fazlar XRD analiziyle, yüzeyinde oluşan mikroyapının elementel dağılımları ise EDS analiziyle belirlenmiştir. Korozyon testleri sonrasında numunelerin iletkenlik özellikleri azalacağı ve SEM/EDS cihazında görüntü alma olanağı zorlaşacağı için; EDS incelemeleri öncesinde numunelere altın flament kaplama uygulanmıştır.

Kimyasal Formül İsimlendirme	Miktar (gr/L)
NaCl Sodyum klorür	8,00
KCl Potasyum klorür	0,40
CaCl <sub>2</sub> Kalsiyum klorür	0,14
NaHCO <sub>3</sub> Sodyum bikarbona	t 0,35
MgSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O Magnezyum sülfat	heptahidrat 0,20
Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> .12H <sub>2</sub> O Sodyum fosfat diba	azik 0,12
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> Monobazik potasy	um fosfat 0,06

Çizelge 3.2 Hank solüsyonunun kimyasal bileşimi (gr/L) (Zhang 2008).

# 3.4.1 Ağırlıkça % Kayıpların Belirlenmesi

Numuneler sırasıyla 100 ile 1500 numara arası zımparalama işlemlerine tabi tutulmuşlardır. Zımparalama işlemi sonrasında her bir alaşım numunesi, distile edilmiş su ve saf etil alkol ile iyice temizlenmiş ve desikatör içerisine kurutulmak üzere bırakılmıştır. Kurutma işlemi sonrasında her bir numunenin ağırlıkları ölçülmüştür. Her alaşım için 250 mL beher içerisine önceden belirlenen miktar kadar Hank çözeltisi konularak, farklı kompozisyondaki alaşımlar ayrı beherler içerisine bırakılmıştır. Her 24 saat sonunda numuneler korozyon sıvısından alınmış, önce distile edilmiş su ile durulanmış, daha sonra yüksek saflıktaki etil alkol ile iyice temizlenmiştir. Numunelerin

nemden tamamen arınması ve kuruması için 1 saat süreyle desikatöre bırakılmışlardır. Kurutma işlemi sonrası numunelerin ağırlıkları ölçülmüş ve her bir beher içerisindeki korozyon sıvıları yenilenerek numuneler tekrar korozyon ortamına bırakılmışlardır. Bu şekilde ölçümler 240 saat sonuna kadar devam etmiştir. Her bir alaşımın ağırlıkça % kayıplarının belirlenmesinde Eşitlik 3.4 kullanılmıştır (Zhou *et al.* 2016). Numunelerin tüm yüzeylerinde yıl bazında bozunma hızları (mm/yıl), Eşitlik 3.5'ten faydalanılarak elde edilmiştir (Annual Book of ASTM Standards 2004, Zhang 2010). Eşitlik 3.5'te belirtilen terimler; sabit katsayı K=8,76x10<sup>4</sup>, numunenin ağırlık kaybı W (gr), numune toplam yüzey alanı A (cm<sup>2</sup>), korozyona maruz kalma süresi T (saat) ve numune yoğunluğu D (gr/cm<sup>3</sup>) olarak tanımlanmaktadır (Zhang 2010).

Toplam Ağırlık Kaybı Yüzdesi (%) = 
$$\frac{Numunenin (ilk ağırlığı- son ağırlığı)}{Numunenin ilk ağırlığı} x100 (3.4)$$

$$Korozyon Hizi (mm/yil) = \frac{(K * W)}{(A * T * D)}$$
(3.5)

#### 3.4.2 Hidrojen Gazı Ölçümleri

Alaşımların Hank çözeltisinde korozyona uğraması esnasında açığa çıkan hidrojen gazlarının ölçümleri literatürde (Shi 2011, Xin 2011, Zong 2012) tarif edildiği şekilde gerçekleştirilmiştir. Sistemde her bir alaşım için 1 adet 250 mL beher ve 0,01 mL hassasiyetinde 50 mL mezür kullanılmıştır. Numunelerin yüzey alanına göre belirlenen Hank çözeltisi mezür yardımıyla ölçülmüş ve içerisinde Hank çözeltisi bulunan mezür içerisine alaşım numuneleri bırakılmıştır. 250 mL'lik beher, mezürün ağız kısmına ters çevrilerek kapatılmış ve ikisi beraber 180 derece ters çevrilmiştir. Dolayısıyla numune mezürün ağız kısmında olup beherin tabanında yerini almıştır (Şekil 3.7). Mezür içerisinde korozyon sıvısı ile dış basınç eşitlendiği için korozyon sıvısı mezür içerisinde kalmıştır. Numuneler bu şekilde özel olarak imal edilmiş ısıtıcı kabin içerisine yerleştirilmiş ve ısıtıcı sistem sürekli vücut sıcaklığı olan 37 <sup>o</sup>C sıcaklığında çalışmaya bırakılmıştır. Isıtıcı sistem 0,1 <sup>o</sup>C hassasiyetle çalışmakta ve ısıtıcı kabin içerisini 2 farklı bölgede bulunan sıcaklık termometresi kontrol etmektedir. Korozyon sıvısı her 24 saatte bir yenilenmiştir. Zamanla açığa çıkan H<sub>2</sub> gazları mezürün en üstünde birikmeye

başlamış ve biriktiği miktar kadar korozyon sıvısını mezürün dışına çıkarmıştır. Mezür içerisinde biriken hidrojen gaz miktarını tespit etmek için, numunelerin ısıtıcı kabine bırakıldığında ve 24 saat sonra alındığında mezür içerisindeki sıvı seviyelerinin farkı alınmıştır. Ölçümler toplamda 240 saat (ASTM-G31-72 standardına göre) uygulanmıştır.



Şekil 3.7 Numunelerin Hank çözeltisinde açığa çıkan hidrojen gazının ölçüm yöntemi.

## 3.5 Hücre Kültür Çalışmaları

Çalışmada, hücrelerin beslendikleri ve canlılık faaliyetlerini sürdürerek çoğalmalarını sağlayan 500 mL'lik RPMI 1640 tipi besiyeri (Şekil 3.8(a)) kullanılmıştır. Uygulanan yöntemler ISO 10993-5 standardına göre görçekleştirilmiştir. Besiyeri içerisine belirli oranlarda (her 89 ml besiyeri için 10 mL fetal bovin serumu (Şekil 3.8(c)) ve 1 mL penisilin-spreptomisin antibiyotik ilavesi) serum ve antibiyotik ilave edilmiştir. 6 farklı kompozisyondan oluşan Mg5Sn-xZn alaşımlarının tozları, içerisinde besiyeri karışımı bulunan 50 mL'lik falkon tüplere (Şekil 3.8(h)) ilave edilmiş ve alaşım tozlarının çözünmeleri için birkaç hafta beklenmiştir.



Şekil 3.8 Biyouyumluluk testlerinde kullanılan araç ve gereçler, (a) besiyeri, (b) wst kit sıvısı, (c) fetal bovin serum, (d) T flask, (e) pipet, (f) pipet ucu, (g) pipet pompası, (h) falkon tüp, (ı) falkon tüplere besiyeri doldurulma anı.

Besiyeri içerisinde alaşım tozlarının çözünmesi sürecinde; analizlerde kullanılacak olan insan nöroblastom kanser hücreleri (SH-SY5Y), karyotüpler içerisinde -80 <sup>0</sup>C'de muhafaza edilmiş olarak Bingöl Üniversitesi Merkez Laboratuvarı'ndan temin edilmiştir. Bu hücreler karyotüp içerisinden alınarak besiyeri ilavesiyle birlikte 15 mL lik falkon tüplere doldurulmuş, daha sonra falkon tüp santrifüj cihazına konularak 2500 devir/dk hızında 3 dk süreyle uygulanmış (Şekil 3.9) ve merkez kaç kuvvetinin etkisiyle hücrelerin falkon tüpün dibine çöktürülmesi sağlanmıştır. Falkon tüp içerisindeki hücreler dibe çöktüğü için üst kısmındaki besiyeri alınmış, içerisine 4 mL kadarlık yeni besiyeri eklenmiş ve besiyeri+hücreler 25 mL kapasitesindeki T flaskı hücre kültürü ortamına (Şekil 3.8(d)) eklenmiştir. İnkübasyon işlemi için hücreler, T flask içerisindeki serum ve antibiyotik içeren RPMI 1640 hücre besiyeri ile birlikte inkübatör cihazına

konulmuş ve hücreler 37 °C sıcaklığında, %5 CO<sub>2</sub> gazı içeren etüv cihazı içerisinde pasajlanarak çoğaltılmıştır (Şekil 3.10).



Şekil 3.9 Falkon tüp santrifüj cihazı ve şematik gösterimi.



Şekil 3.10 İnkübatörde hücre çoğaltma işlemi; (a) inkübatör, (b) T-flask, (c) optik mikroskop, (d) SH-SY5Y nöron kanser hücreleri.

T flask içerisinde çoğaltılan hücreler tabana tutunmaktayken, ölen hücreler T flask içerisindeki besiyerinin üstünde toplanmaktadır (Şekil 3.11). Ölü hücrelerin besiyeri derişimini etkilemesini önlemek için T flask içerisindeki besiyeri hergün yenilenmiştir. Çoğaltılan canlı hücre sayısı yeterli miktara ulaştığında, T flask tabanına tutunan hücreleri ayırmak için belirli oranda proteaz enzimi olan tripsin ilavesi (25 mL T flask

için 1 mL tripsin) yapılmaktadır. Hücreleri cam yüzeyden ayırdıktan sonra ilave edilen tripsini inaktif etmek için tekrar besiyeri ilave edilmiştir. Besiyerinin içinde bulunan serumdaki proteinler tripsini inaktif etmektedir. Besiyeri + hücreler 15 mL'lik falkon tüpe boşaltıldıktan sonra santrifüj cihazına yerleştirilerek 2 dk süreyle 2500 rpm devir hızı uygulanmış ve hücrelerin tüp dibine çökmeleri sağlanarak falkon tüp içerisindeki besiyeri yenilenmiştir. Hücre canlılığı analizi, hücre canlılık kitinin (WST-1) (Şekil 3.8(b)) reçetesinde belirtilen protokole göre yapılmıştır. Falkon tüpteki besiyeri+hücre karışımı, 96 kuyucuklu plaka (96- well plate) içindeki her bir kuyucuğa 100 µl hacminde (en az 10000 hücre) olacak şekilde ekilmiş, daha sonra 96 kuyucuklu plaka etüv inkübatör cihazına konularak SH-SY5Y hücrelerinin 24 saat çoğalmaları beklenmiştir.



Şekil 3.11 T-flask içerisinde çoğaltılan hücreler ve şematik gösterimi.

Şekil 3.12'de görüldüğü gibi 96 kuyucuklu plaka 8 satır ve 12 sütunlu kuyucuklardan oluşmaktadır. Her bir satır yukarıdan aşağıya alfabetik sırayla A, B, C, D, E, F, G, H şeklinde isimlendirilirken, her bir sütun ise 1'den 12'ye kadar rakamlarla işaretlenmiştir. İlk satırdaki her bir kuyucuktaki 100 µl besiyerlerinin tamamı boşaltılarak, kuyucukların her birinde tabana tutunmuş hücreler kalmıştır. Daha önce hazırlanmış 6 farklı kompozisyon içeren besiyeri+Mg5Sn-xZn alaşım çözeltileri, her bir kuyucuğa 200 µl hacminde ve her alaşım çözeltisi için 3 tekrarlı (her alaşım kompozisyonu için 3 sütun) olacak şekilde eklenmiştir. A satırına alaşım çözeltileri ilave edilirken her bir farklı kompozisyondaki alaşım çözeltisi için pipet ucu yenilenmiştir. 1. sütundan başlamak suretiyle; A satırındaki kuyucuktan 100 µl hacminde alınarak B satırına karıştırılmış, B satırından aynı miktarda C satırına karıştırılarak devam eden ve G satırında son bulan sıvı aktarımı ile her satırda alaşım
çözeltisinin dozunun yüzde % 50 yarılanmasıyla işlem tamamlanmıştır. Son satır olan H satırına aktarım yapılmayarak kontrol için bırakılmıştır. Diğer sütunlarda da aynı işlemler tekrarlanarak uygulanmıştır. Uygulama sonrası 96 kuyucuklu plakalar tekrar inkübatör cihazına konulmuş ve alaşım çözeltilerinin hücrelere etki etmeleri için 24 saat beklenmiştir. Alaşım çözeltilerinin hücrelere etki derecesini tespit etmek için her bir kuyucuğa 3 µl WST-1 maddesi eklenmiştir. Üç saat inkübasyondan sonra elisa reader cihazı kullanılarak her bir kuyucuğun 450 nm'deki absorbans değerleri (OD <sub>450 nm</sub>) alınmış ve SH-SY5Y hücrelerinin canlılık analizleri yapılmıştır. Verilerin istatiksel analizi Graphpad Prism 5 programı kullanılarak yapılmıştır. Grupların birbirleriyle istatiksel olarak kıyaslanması Dunet testiyle yapılmıştır. Verilerin istatiksel olarak anlamlılık derecesi One-way Anova programıyla analiz edilmiştir. En düşük istatiksel önem derecesi olarak p<0,05 alınmıştır. Herbir gruptaki ölçümler en az üç tekrarlı yapılmıştır.



Şekil 3.12 Mg5Sn-xZn alaşımlarının farklı dozlarda 96 kuyucuk plakasına eklenmiş hali.

### 3.6 Mekanik Testler

# 3.6.1 Sertlik Ölçümleri

Üretilen numunelerin yüzeyleri zımparalama işlemine tabi tutulduktan sonra, sertlik ölçümleri Bingöl Üniversitesi Makine Mühendisliği bölümünde bulunan Labtt marka Vickers sertlik cihazında 200 gr yük, 10 sn uygulanarak gerçekleştirilmiştir. 8 farklı noktadan alınan sertlik ölçümlerinin ortalaması ölçüm yapılan numunenin sertlik değeri kabul edilmiştir.

### 3.6.2 Çekme Testi

Toz metalurjisi ile üretilen malzemelerin çekme özelliklerini belirlemek için MPIF-10 standardı kullanılmaktadır (MPIF Standard-10, 2002). 30x10x3 mm boyutlarında sıcak presleme ile üretilen dikdörtgen prizma şeklindeki numuneler tel erozyon ile kesilerek Şekil 3.13'te verilmiş MPIF-10 standardına uygun çekme numuneleri haline getirilmiştir. Çekme testleri 10 kN kapasiteli Shimadzu marka çekme cihazında 0,5 mm/dk çekme hızıyla oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. 4 adet numuneden elde edilen çekme testi verilerinin ortalama değerleri, her bir alaşım grubunun verileri olarak kabul edilmiştir. Çekme testleri sonrasında numunelerin kırılma yüzeyleri SEM analiziyle incelenmiştir.



**Şekil 3.13** Çekme testlerinde kullanılan MPIF-10 standardına uygun çekme numunesinin teknik resmi (MPIF standard 10).

### 3.7 Mikro İşlenebilirlik Testleri

Mikro işleme çalışmaları, kesme kuvvetleri ve yüzey pürüzlülük ölçümleri, Afyon Kocatepe Üniversitesi bünyesindeki mikro işleme laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Mikro frezeleme deneylerinde farklı parametrelerin uygulanması neticesinde oluşan mikro talaşların geometrileri ve iş parçasında açılan kanallardaki çapak oluşumları, Bingöl Üniversitesi bünyesindeki merkez laboratuvarında bulunan SEM/EDS cihazı ile incelenmiştir.

### 3.7.1 Mikro İşleme Deneylerinde Kullanılan İş Parçası ve Kesici Takım

Mg5Sn-xZn alaşımlarına mekanik, biyouyumluluk ve korozyon testleri uygulandıktan sonra, biyomedikal malzeme olma özelliğini sergileyen numune, mikro frezeleme işlemlerinde iş parçası malzemesi olarak kullanılmıştır. Mikro mekanik işlemede kullanılan mikro kesici takım iki ağızlı, 500 µm çapında ve kaplamasızdır. %92 WC ve %8 Co içeriğine sahiptir. Mikro frezeleme işleminde kesici takıma ait kenar radyüsü yapılan SEM analizi ile tespit edilmiştir. Yapılan ölçümler neticesinde kenar radyüsünün yaklaşık 1,45 µm olduğu tespit edilmiştir (Şekil 3.14). Ayrıca takıma ait talaş açısı ve boşluk açıları yine Şekil 3.14'te gösterilmiştir. Takıma ait diğer geometrik datalar Çizelge 3.3'te sunulmuştur.



Şekil 3.14 Kullanılmamış kaplamasız kesici takıma ait SEM görüntüleri.

Geometrik Özellikle	er		Karakteristik Özellikler		
Gövde çapı (mm)	3,2	Helis uzunluğu (mm)	2,3	Kaplama tipi	Kaplanmamış
Takım çapı (mm)	0,508	Helis açısı, o (°)	30	Sertlik (HV 0,05)	1680
Uzunluk (mm)	38,3	Talaş açısı, $\alpha$ (°)	15	Sürtünme katsayısı	0,4-0,6
Ağız sayısı	2	Boşluk açısı, $\gamma$ (°)	6	Kesici kenar yarıçapı (µm)	1-1,5

Çizelge 3.3 Kesici takıma ait geometrik ve karakteristik özellikler.

### 3.7.2 Mikro Kesme Deneylerinin Gerçekleştirilmesi

Mikro frezeleme deneylerinde, kesme parametrelerinin etkisini belirlemek için kesme hızı, ilerleme ve talaş derinliği değişken olarak alınmıştır. Minimum talaş kalınlığını belirlemek için 10 farklı ilerleme değeri dikkate alınmıştır. Deneylerde kullanılan ilerleme değerleri için kesici takımın kenar radyüsü dikkate alınmıştır. Bununla birlikte, 7 farklı kesme hızı ve 6 farklı talaş derinliği dikkate alınmıştır (Çizelge 3.4). Kesme testleri için, yüksek hız ve yüksek hassasiyette kesme işlemi yapmak üzere tasarlanmış olan bir deney düzeneği kullanılmıştır (Şekil 3.15). Deney düzeneği üç eksenli yatay bir işleme merkezine benzemektedir. Kullanılan spindle ın max dönme hızı 60000 dev/dk dır. Deney düzeneğinde kullanılan eksenlerin hassasiyeti 0.1 µm ve tekrarlanabilirlik hassasiyeti ise 0.4 µm dur. Kesici takımın radyal sapma miktarı 2 µm olarak ölçülmüştür. Her bir kesme parametresi dikkate alınarak uygulanan kesme testleri, 10 mm' lik sabit bir kesme uzunluğu dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Kesme kuvveti için yapılan deneyler an az üç defa tekrarlanmış olup, elde edilen sonuçlar, bu üç deneyin ortalamasını ifade etmektedir.

Deney No	Devir (dev/dk)	Kesme Hızı (m/dk)	Diş Başı İlerleme Hızı (µm/ağız)	Kesme Derinliği (µm)	Kesme Uzunluğu (mm)	Deneyin amacı
1	30000	47,1	$\begin{array}{c} 0,05;\\ 0,07;0,1;\\ 0,25;0,5;\\ 1;2,5;5;\\ 10;20 \end{array}$	250	10	Minimum talaş kalınlığının belirlenmesi ve ağız başına ilerleme hızının çapak genişliğine etkisi
2	5000; 10000; 20000; 30000; 35000; 50000; 60000	7,85; 15,7; 31,4; 47,1; 54,95; 78,5; 94,2	5	150	10	Kesme hızının çapak genişliğine etkisi
3	30000	47.1	5	50; 100; 150; 250; 350; 500	10	Kesme derinliğinin çapak genişliğine etkisi

Çizelge 3.4 Mg5Sn-xZn alaşımının mikro frezelenmesinde kullanılan kesme parametreleri.



Şekil 3.15 Mikro frezeleme deneylerinde kullanılan deney düzeneği.

# 3.7.3 Mikro Kesme Kuvvetlerinin Ölçümü

Mikro frezeleme esnasında meydana gelen kesme kuvvetlerini ölçmek için Kistler 9119AA1 marka mini dinamometre kullanılmıştır. Kesme kuvvetlerinin ölçümünde kullanılan örnekleme frekansı 7 kHz'dir. Kesici takımda meydana gelebilecek aşınmanın etkilerini bertaraf etmek için her bir testte yeni kesici takım kullanılmıştır. Kesme kuvveti sinyalleri amplifikatör vasıtasıyla kuvvete dönüştürülerek Dynoware yazılımı ile bilgisayara kaydedilmiştir (Şekil 3.16). Kesme sürecince değişken olan kuvvet verilerinin maksimum ile minimum değerleri arasındaki fark (tepe ve çukur değerleri) kesme kuvveti olarak alınmıştır. Kesme kuvvetlerinin ölçümünde, takım aşınmasının, sonuçları etkilememesi için kesme mesafesi (10mm) kısa tutulmuştur.



Şekil 3.16 Kesme kuvvetlerinin belirlenmesi; (a) kesici takım ve iş parçası pozisyonu, (b) şematik mikro frezeleme işlemi, (c) veri transferi, (d) kesme kuvvetlerinin ölçümü.

Kesme hızı ve talaş kaldırma hızlarının hesaplanmasında Eşitlik 3.6, 3.7 ve 3.8 kullanılmıştır. Burada Eşitlik 3.6, 3.7 ve 3.8'de belirtilen terimler; kesme hızı Vc (m/dk), kesici takım çapı d (mm), takım devri n (dev/dk), iş parçası ilerleme hızı Vf (mm/dk), kesici takım ağız başına ilerleme fz ( $\mu$ m/ağız), kesici ağız sayısı Z, kesme derinliği ap ( $\mu$ m) ve talaş kaldırma hızı (MRR, mm<sup>3</sup>/dk) olarak tanımlanmaktadır. Burada tam slot frezelenmesinde ae (mm) radyal derinlik olup kesici takım çapına eşittir.

$$Vc = \frac{(\Omega * d * n)}{1000}$$
(3.6)

$$Vf = \frac{fz}{1000} * n * Z \tag{3.7}$$

$$MRR = Vf * ae * \frac{ap}{1000} \tag{3.8}$$

## 3.7.4 Optik 3B Yüzey Pürüzlülük Ölçümlerinin ve Çapak Oluşumlarının Analizi

Yüzey pürüzlülüğü ölçümleri için Nanovea 3B Optik profilometre kullanılmıştır (Şekil 3.17). Kanal genişliği boyunca üç boyutlu yüzey taraması yapılarak kanalın alan yüzey pürüzlülüğü elde edilmiştir. Yüzey pürüzlülük ölçümü sonrasında elde edilen bir yüzeye ait üç boyutlu topoğrafik görüntü Şekil 3.17(c)'de görülmektedir. Kanal kenarlarında meydana gelen çapaklar için her bir kanalın üst yüzeyinden SEM görüntüleri alınmıştır. Çapak genişliği ölçümleri, SEM görüntüleri üzerinden Screen Caliper yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.17(d)).



Şekil 3.17 (a) İş parçasının yüzey analizi için kullanılan Nanovea 3B optik profilometre, (b) mikro kanallardan yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinin alındığı bölgeler, (c) profilometre cihazı ile ölçülen bir kanal örneği, (d) çapak oluşumunun analizi için kanaldan alınan SEM görüntüsü.

### 4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

Tez çalışmasında deneysel çalışmalar gerçekleştirilirken, öncelikle ilave edilen alaşım elementlerinin de etkileri göz önünde bulundurulmuştur. Sinterleme işlemlerinin başarılı olması adına üretim sonrası her bir numunenin bağıl yoğunluk değeri %99 ve üzerinde elde edilmeye çalışılmıştır. Dolayısıyla sıcaklık ve zaman parametreleri bağıl yoğunluk değerlerine göre belirlenmiştir. Tam yoğunlaşmış alaşım numunelerinin üretilmesinin ardından XRD ve mikroyapı analizleri gerçekleştirilmiştir. Korozyon ve biyouyumluluk test sonuçları değerlendirildikten sonra, mekanik testler uygulanmıştır. Korozyon, biyouyumluluk ve mekanik özellikleri elde edilen Mg5Sn-xZn alaşımları içerisinde optimum özelliklere sahip olan TZ54 alaşım numunesine mikro işleme testleri uygulanmıştır.

### 4.1 Üretilen Alaşımların Yoğunluk ve Bağıl Yoğunluk Değerlerinin Saptanması

Şekil 4.1'de sıcak pres yöntemiyle üretilen Mg5Sn-xZn alaşımlarının Arşimed prensibine göre belirlenen voğunluk ve bağıl voğunluk değerleri verilmiştir. Artan Zn oranıyla birlikte üretilen alaşım numunelerinin yoğunluk değerleri de artmıştır. Her bir alaşım grubundan 3'er numunenin yoğunluk ölçümü gerçekleştirilerek ortalama yoğunluk değerleri bulunmuştur. Ortalama yoğunluk değerleri artan Zn oranına (%0 Zn, %1 Zn, %2 Zn, %3 Zn, %4 Zn ve %5 Zn) göre sırasıyla 1,803, 1,811, 1,822, 1,835, 1,85 ve 1,863 gr/cm<sup>3</sup> olarak ölçülmüş olup teorik yoğunluk değerlerine oldukça yakındırlar. Bu değerlerin teorik yoğunluklara bölünmesiyle elde edilen ortalama bağıl yoğunluk değerleri sırasıyla %99,72, %99,34, %99,19, %99,04, %99,08 ve %98,97 olmuştur. Neredeyse tüm numunelerin %99'un üzerinde bağıl yoğunluk değerlerine sahip olması sinterleme işleminin başarısını göstermektedir. Turan ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada, sıcak presleme işlemi ile üretilen saf Mg parçalarda %99.76 bağıl yoğunluğa ulaşıldığı rapor edilmiştir (Turan 2017). Mg alaşımları geniş bir katılaşma aralığı sergilerler. Bu nedenle bu alaşımlar, gözenekliliğin de önemli bir yere sahip olduğu bir dizi döküm hatasına karşı oldukça hassastırlar (Sannes 1998, Dahle 2001). Hem Turan ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada (Turan 2017) hem de bu tez çalışmasında, Mg5Sn-xZn alaşımlarının sıcak presleme işlemi ile teorik yoğunluğa çok yakın bağıl yoğunluk değerlerine ulaştırılabilmesi, T/M'nin Mg alaşımlarının üretimi bakımından gelecek vadeden bir üretim yöntemi olduğunu göstermektedir. Tüm numunelerde teorik yoğunluğa çok yakın bağıl yoğunluk değerlerine ulaşılmış olmasına rağmen beklenenin aksine artan Zn oranıyla birlikte elde edilen bağıl yoğunluk değerlerinde genellikle bir düşüş olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.1).



Şekil 4.1 Farklı kompozisyonlardaki Mg5Sn-xZn alaşımlarının yoğunluk ve bağıl yoğunluk değerleri.

### 4.2 Metalografik Bulgular

### 4.2.1 XRD Analizleri

Sıcak presleme yöntemiyle üretilen Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin XRD analizi sonucu elde edilen kırınım desenleri Şekil 4.2'de verilmiştir. Yapılan XRD analizleri sonucunda elde edilen desenlerde, tipik α-Mg fazı ve ikincil fazlar olarak Mg<sub>2</sub>Sn ve MgZn intermetalik fazları tespit edilmiştir. Tüm Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait desenlerde Mg<sub>2</sub>Sn fazlarının varlığı belirlenmiştir. Benzer literatür çalışmalarındaki XRD analizleri bu fazın varlığını desteklemektedir (Hort 2006, Jihua 2009, Cheng *et al.* 2013, Chen *et al.* 2014, Qi *et al.* 2014, Yim 2015, Khalilpour 2016).

Ağırlıkça %5'ten daha az oranda Zn içeren Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait desenlerde MgZn fazlarına rastlanılmamıştır. Ha ve arkadaşlarının benzer bir çalışmasında (Ha *et al.* 2014), döküm yöntemiyle ürettikleri Mg alaşımlarına Zn ilavesi yaparak korozyon özelliklerine etkisini araştırmışlardır. Elde ettikleri sonuca göre, ağırlıkça %4 oranına kadar Zn içeren XRD analizlerinde MgZn fazına rastlanmamıştır (Ha *et al.* 2014). Tez çalışmasında, MgZn fazının ağırlıkça %5 oranında Zn ilavesi yapılan TZ55 alaşımına ait XRD desenlerinde belirgin bir şekilde oluştuğu Şekil 4.2'de görülmektedir. Mg-Zn alaşımları üzerine yapılan benzer çalışmalarda da (Jihua 2009, Zhang 2011, Cai *et al.* 2012, Cheng *et al.* 2013), MgZn fazına ait piklerin varlığının ağırlıkça %5 ve daha fazla oranda Zn içeren malzemelere ait XRD desenlerinde ortaya çıktığı tespit edilmiştir.

Bu tez çalışmasında, XRD analiz sonuçlarının Mg-Sn ve Mg-Zn ikili faz diyagramıyla uyumlu olduğu görülmektedir. Faz diyagramları (ASM Handbook 1961, Peng 2015) incelendiğinde, Sn'nin oda sıcaklığında Mg içerisinde neredeyse hiç çözünemediği ve Zn'nin ağırlıkça yaklaşık %2 oranında çözündüğü görülmektedir. Faz diyagramları ve tez çalışmasında kullanılan alaşım oranlarına göre mikroyapının α-Mg, Mg<sub>2</sub>Sn ve MgZn fazlarından oluşabileceği söylenebilir. XRD analizi ile elde edilen kırınım desenlerinde MgO fazına ait piklere rastlanmamış olması; Mg tozlarının parafinle kaplanması, diğer tozlarla karıştırılması ve sinterlenmesi gibi T/M parça eldesine kadar geçen tüm üretim süreci boyunca oksitlenmenin önlenebildiğini kanıtlar niteliktedir.



**Şekil 4.2** Üretilen alaşım numunelerinin XRD desenleri.

### 4.2.2 SEM/EDS Analizleri

Zımparalama, parlatma ve dağlama işlemlerinden geçirildikten sonra Mg5Sn-xZn alaşımlarının mikroyapıları SEM ve EDS analizleriyle incelenmiştir. Uygulanan üretim parametreleri sayesinde, gözenek içermeyen oldukça yoğun bir mikroyapı eldesinin sağlandığı; Şekil 4.1'deki yoğunluk ölçümleri ile Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'teki SEM görüntüleriyle desteklenmektedir. SEM görüntüleri aynı büyütmelerde (500x ve 1000x) verilmiştir. Mikroyapının tipik  $\alpha$ -Mg matrisinden ve tane sınırları boyunca homojen bir şekilde dağılmış olan ve XRD analiziyle de belirlenmiş ikincil fazlardan oluştuğu görülmektedir. Tane sınırlarında net bir şekilde görülen beyaz renkli çökeltiler Mg<sub>2</sub>Sn fazlarını ifade etmektedir. Tane sınırlarındaki örümcek ağını andıran çökeltilerin Mg<sub>2</sub>Sn fazına ait olduğu, bu çalışmaya ait EDS analizleri ile daha net anlaşılmaktadır (Şekil 4.5). Bu kanıyı destekleyici benzer bir çalışmada (Liu et al. 2007), dökümle üretilen Mg-Sn alaşımlarında katılaşma esnasında azalan sıcaklıkla çözünebilirliği hızla azalan Sn atomlarının Mg<sub>2</sub>Sn çökeltilerini oluşturduğu bildirilmiştir. Bu tez çalışmasında, sıcak presleme işlemi 635 <sup>0</sup>C'de gerçekleştirilmiştir. Faz diyagramlarına göre ilave ettiğimiz tüm Sn ve Zn'nin, bu sıcaklıkta Mg içerisinde çözünmesi gerekmektedir. Çünkü literatür kısmında da Mg-Sn ve Mg-Zn faz diyagramlarıyla belirtildiği üzere (ASM Handbook 1961), Sn 562 °C'de ağırlıkça %14,48 oranında, Zn ise 340 °C'de ağırlıkça %6,2 oranında Mg içerisinde çözünebilmektedir. Oda sıcaklığında ise Sn hiç çözünmezken, Zn ise ağırlıkça yaklaşık %2 oranında Mg içerisinde çözünmüş vaziyette bulunabilmektedir. Ancak sinterleme işlemi sonrasında numuneler oda sıcaklığına kadar soğutulurken, azalan sıcaklıkla birlikte Sn atomlarının yeni bir faz (Mg<sub>2</sub>Sn) oluşturarak, Mg'den tamamen tahliye olmaları, ağırlıkça %2 oranından fazla Zn içeren alaşımlarda ise fazla içerikteki Zn atomlarının yeni bir faz (MgZn) oluşturarak Mg'den tahliye olmaları gerekmektedir. SEM görüntüleri Mg2Sn çökeltilerinin özellikle tane sınırlarında oluşmuş olduğunu göstermektedir. Bu durum, tane sınırlarında difüzyonun daha kolay gerçeklesiyor olmasına bağlanmaktadır. Tüm alaşım gruplarında aynı oranda Sn içeriğinin olmasıyla, literatüre göre tüm alaşım gruplarının mikroyapılarında genel olarak daha ince taneli yapıların hakim olduğu SEM görüntülerinden de anlaşılmaktadır. Farklı Sn içeriğine sahip Mg-Sn alaşımının döküm yöntemiyle üretildiği bir çalışmada (Cheng et al. 2010), mikroyapıda Mg<sub>2</sub>Sn fazlarının oluşumuyla daha ince taneli bir mikroyapı elde edildiği bildirilmiştir. Bu durumu, Mg<sub>2</sub>Sn partiküllerinin tane irileşmesini engelleyen bariyerler gibi davranmalarına bağlamışlardır. Benzer bulgulara Liu ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada da ulaşılmıştır (Liu et al. 2007). Literatürde farklı alaşım sistemlerinde de buna benzer açıklamalar bulunmaktadır. Örneğin süperalaşımlarda tane sınırlarında oluşan sert fazların etkileyici bir şekilde tane büyümesine engel oldukları bildirilmektedir (Pollock and Tin 2006, Özgün et al. 2013, Gülsoy *et al.* 2016).

Literatür kısmında Zn'nin de, tane inceltici etkisinden bahsedilmişti. Şekil 4.4'teki SEM görüntülerinde Zn oranındaki artışa bağlı olarak daha ince taneli bir mikroyapı elde edildiği ve tane sınırlarındaki intermetalik çökeltilerin boyutlarının küçüldüğü

görülmektedir. Bununla birlikte artan Zn oranıyla tane sınırlarında oluşan ince çökeltiler daha homojen bir dağılım göstermiştir.



Şekil 4.3 Mg5Sn-xZn alaşımlarının yüzey morfolojisini içeren 500x büyütmedeki SEM görüntüleri.



Şekil 4.4 Mg5Sn-xZn alaşımlarının yüzey morfolojisini içeren 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri.

Şekil 4.5'te Mg5Sn-xZn alaşım grubunun yüzeyinden alınmış SEM/EDS alan analizine ait görüntüler verilmiştir. EDS analizleri incelendiğinde Sn ve Zn alaşım elementleri için belirlenen kompozisyon değerlerine çok yakın elementel analiz sonuçlarının elde edildiği görülmektedir. EDS analizlerinde çok az bir miktarda oksijen varlığı tespit edilmiştir. Bu oksit oluşumunun, numunelerin dağlama işlemi sonrasında distile edilmiş su ve alkol ile temizlenmesi esnasında yüzeyde meydana gelebilecek ince MgOH tabakasından kaynaklı olabileceği düşünülmektedir. Çünkü numuneler EDS analizi için

dağlama işlemi yapılmadan hemen önce XRD analizi uygulanmış ve XRD analizinde oksit bileşiklerine ait herhangi bir pike rastlanmamıştır.



Şekil 4.5 Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin 500x büyütmede yüzeyinden alınmış EDS alan analizi.

### 4.3 Korozyon Test Sonuçları

### 4.3.1 Korozyona Uğrayan Numunelerin XRD Analizi

Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin 240 saat Hank çözeltisine daldırma işlemi sonrasında XRD analizine ait desenler Şekil 4.6'da verilmektedir. Desenlerdeki pikler incelendiğinde korozif ürünlerin; kalsiyum fosfat temelli bir seramik olan hidroksiapatit (HA), magnezyum hidroksit (Mg(OH)<sub>2</sub>) ve bir çeşit magnezyum katkılı apatit olan (Ca,Mg)<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> içerdiği görülmektedir. Kuwahara ve arkadaşlarının çalışmasına göre (Kuwahara 2001), Hank çözeltisinde daldırma işlemi sonrasında korozyon kalıntıları içerisinde magnezyum katkılı apatit tespit etmişlerdir. Korozyon tabakasında bu tür amorf magnezyum katkılı apatit oluşumunun korozyon islemi esnasında gerçekleşebileceğinden bahsetmişlerdir. Zhang ve arkadaşlarının yaptıkları benzer bir calışmada (Zhang 2009), korozyon işlemi uyguladıkları Mg-Zn alaşımına XRD analizi uyguladıklarında HA ve Mg(OH)2 piklerini elde etmişlerdir. Bu çalışmadaki XRD

analiziyle belirlenen desenlerde, Zn ilavesinin arttığı numunelerde magnezyum hidroksit (Mg(OH)<sub>2</sub>) piklerinin azaldığı, HA piklerinde artış olduğu görülmektedir. Bununla birlikte Mg(OH)<sub>2</sub> piklerinin azaldığı bölgelerde yeni (Ca,Mg)<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> pik şiddetlerinin oluşumu da Şekil 4.6'da gözlenmiştir. Pasif film katmanı halindeki Mg(OH)<sub>2</sub> yapılarının Hank çözeltisinde çözünerek fosfat yapılarıyla birleştiği ve yeni apatit piklerinin bu şekilde oluştuğu düşünülmektedir. Apatit yapılarının oluşumu, korozyon esnasında H<sub>2</sub> çıkış hızının analizi kısmında ayrıntılı olarak anlatılmıştır.



**Şekil 4.6** Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisinde korozyon işlemi sonrasında uygulanan XRD desenleri.

#### 4.3.2 Korozyon Sonrası Yüzeylerin SEM ve EDS Analizleri

6 farklı kompozisyondaki Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisinde 3 gün ve 10 gün bekletildikten sonra, korozyona uğrayan bölgelerine ait yüzey morfolojileri Şekil 4.7 ve Şekil 4.8'de verilmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde, beyaz renkli olarak görülen kısımların korozif ürünlere ait olduğu düşünülmektedir. Korozyona uğrayan yüzeylerde çatlak oluşumları tespit edilmiştir. Hidrojen gaz çıkışından dolayı numune yüzeylerinde belirlenen çatlakların oluştuğu düşünülmektedir. Literatür çalışmaları da bu düşünceleri desteklemektedir (Kuwahara 2001, Zhang 2009, Waizy

2012). İçeriğinde Zn bulunmayan Mg5Sn alaşımında galvanik korozyonunun daha fazla oluştuğu görülmektedir. Artan Zn miktarıyla birlikte korozyon yüzeyindeki çukurlar ortadan kalkarak yüzey morfolojisinde iyileşmeler gerçekleşmiştir.



Şekil 4.7 Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisinde 3 gün bekletildikten sonraki yüzey morfolojilerine ait SEM görüntüleri.



**Şekil 4.8** Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisinde 10 gün bekletildikten sonraki yüzey morfolojilerine ait SEM görüntüleri.

Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisinde 10 gün bekletme işlemi gerçekleştirildikten sonraki yüzey morfolojilerine ait EDS görüntüleri Şekil 4.9'da verilmiştir. Alansal olarak yapılan EDS analizi sonucu, numune yüzeyinde Mg, O, Ca, P ve Zn içeren bir korozyon tabakası olduğu açıktır. Bu tabakaların XRD analiziyle tespit edilen (HA), Mg(OH)<sub>2</sub> ve (Ca,Mg)<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> piklerini oluşturduğu düşünülmektedir. İçeriğinde Zn bulunmayan Mg5Sn alaşım numunesine ait Şekil 4.9'daki EDS analizi incelendiğinde, yüzey tabakasının yoğun bir şekilde Mg ve O içerikli tabakadan oluştuğu görülmektedir. Hidrojen (H) elementinin karakteristik X ışını olmadığından

dolayı EDS analizinde tespit edilememektedir. Ancak, bu yapının yoğun olarak Mg(OH)<sub>2</sub> içerdiği düşünülmektedir. Aynı numunenin yüzey yapısında çok az bir oranda Ca ve P elementlerinin var olduğu görülmektedir. Bu da az bir oranda HA yapısının olduğunu göstermektedir. Ancak bu numune içeriğinde Zn olmamasına rağmen, EDS analizi sonucu yüzeyde eser miktarda Zn elementi tespit edilmiştir. Korozyon testleri öncesinde TZ50 numunesine uygulanan zımparalama işlemi esnasında, numunenin önemsiz bir oranda kontaminasyona maruz kaldığı düşünülmektedir. Zn içerikli numunelerde Ca ve P oranlarının daha yüksek olması bu numunelerde kalsiyum (Ca) ve fosfat (PO<sub>4</sub>-<sup>3</sup>) içerikli apatit yapılarının daha fazla oranda olduğuna işaret etmektedir. EDS sonuçlarındaki ağırlıkça % P ve % Ca oranları da bunu kanıtlamaktadır (Şekil 4.9). Benzer bir çalışmada, Zhang ve arkadaşlarının (Zhang 2009); Mg6Zn alaşımlarına uyguladıkları korozyon işlemi sonrasında HA yapısından EDS analiziyle elde ettikleri Ca ve P oranları, bu çalışmadaki Zn içerikli numunelerden elde edilen oranlarla çok benzerdir. Numunelerin EDS analizlerinden çıkarılabilecek bir diğer sonuç ise; korozyon yüzeylerinden elde edilen elementel dağılımlardan da görüleceği üzere, numunelerdeki artan Zn ilavesine bağlı olarak koruyucu yapılar olan apatit yapılarının yüzeyde oluşumları artmıştır. Bu yapıların tane sınırlarında yoğunlaştığı görülmekte olup, apatit yapılarının bariyer görevi görerek korozyon direncini arttırıcı etki yaptıkları düşünülmektedir. Bu kanıyla ilgili daha ayrıntılı bilgi korozyon esnasında açığa çıkan H<sub>2</sub> gaz ölçümlerinin değerlendirildiği kısmında verilmiştir.



Şekil 4.9 Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisinde 10 gün bekletildikten sonraki yüzey morfolojilerine ait EDS analizi görüntüleri.

### 4.3.3 Ağırlık Kaybı Ölçümlerinin Değerlendirilmesi

Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin Hank çözeltisi içerisindeyken, % olarak her 24 saatte bir kaybettiği ağırlık ölçümlerini gösteren grafik Şekil 4.10'da verilmektedir. Bilindiği üzere, malzemelerin korozyon sıvısı içerisinde uğradığı ağırlık kaybı ne kadar fazla ise malzemenin korozyon direnci o kadar düşük, korozyon hızı ise o kadar yüksektir. Dolayısıyla en az ağırlık kaybının elde edildiği numune, en yüksek korozyon direncine sahip olmuş olacaktır. Şekil 4.10'daki korozyon ağırlık kaybı ölçümleri incelendiğinde, korozyon hızı zamana bağlı olarak azalmaktadır. Bunun nedeni olarak, korozyon yüzeyinde oluşan magnezyum hidroksit ve diğer apatit yapılarının koruyucu ve bozunmayı (degradation) önleyici özelliklere sahip olmasıdır. Literatür çalışmalarında da (Zhang 2009), korozif ürünlerinin malzemeyi koruyucu tabaka olarak davrandığı belirtilmiştir. Grafikte dikkat çeken diğer bir husus ise, Mg5Sn-xZn alaşımlarına ilave edilen Zn miktarı ağırlıkça %4 oranına kadar arttıkça, % ağırlık kaybının azalmasıdır. Bu oran aşıldığında, % ağırlık kaybı tekrar artış göstermektedir. Mikroyapıdaki intermetalik fazların tane sınırlarında homojen bir şekilde dağılması ve Zn ilavesiyle daha ince taneli yapıların oluşması, korozyon direncini arttırıcı etkiler sergilemiştir. Benzer bir çalışmada mikroyapıda daha ince yapılı tane oluşturmanın korozyon

direncini arttırdığına dair araştırmalar yapıldığı gibi (Shuai *et al.* 2017), diğer literatür çalışmalarına göre de (Song 1999, Czerwinski 2008, Seçgin 2012), faz dağılımı ve tane boyutu gibi mikroyapısal parametreler, Mg esaslı alaşımların korozyon davranışlarını etkilemektedir. Alaşım mikroyapısı üretim yöntemine bağlı olarak değiştiğinden, Mg alaşımlarının korozyon özellikleri de değişmektedir. Hızlı katılaşma sayesinde homojen ve ince taneli bir mikroyapı oluşumu sağlanabilmekte olup bu durum alaşımların korozyon direncini arttırmaktadır (Czerwinski 2008, Song 1999, Seçgin 2012).



Şekil 4.10 Mg5Sn-xZn alaşımlarının Hank çözeltisinde zamana bağlı ağırlıkça % kayıpları.

Zn ilavesinin artışı ile birlikte genel olarak % ağırlık kaybı oranlarında azalma gerçekleşmiştir; ancak TZ55 alaşımı diğer alaşımlara göre en yüksek oranda Zn (ağırlıkça %5) içermesine rağmen Şekil 4.10'daki korozyon ağırlık kaybı grafiğinde bu alaşımın korozyon direncinin düştüğü görülmektedir. Bu duruma neden olan etkenin, Şekil 4.2'deki XRD analiziyle de tespit edilen ve sadece TZ55 alaşımında oluştuğu belirlenen MgZn intermetalik fazı olduğu düşünülmektedir. Literatürde (Zeng 2006, Seçgin 2012), galvanik korozyonunun genel olarak pasif film altındaki intermetalik

fazlara bitişik durumdaki hatalardan başladığı gözlemlenmiştir. Mg matrisinin anot olarak davranması ve katot davranışını da tane sınırlarında oluştuğu gözlemlenen intermetalik ikincil faz partiküllerinin sağlaması nedeniyle korozyon olayının bu bölgelerde hızlanmasına neden olmaktadır (Zeng 2006, Cai et al. 2012, Seçgin 2012). Örneğin, AM60 alaşımının % 3,5 NaCl çözeltisi içerisindeki korozyon deneyleri esnasında, galvanik korozyonlarının Al-Mn partiküllerinin çevresinden başladığı görülmüştür (Zeng 2006, Seçgin 2012). Cai ve arkadaşları (Cai et al. 2012), Mg'ye ağırlıkça %3, %5 ve %7 oranlarında Zn ilavesi yaparak elde ettikleri alaşımların korozyon özelliklerini araştırmışlardır. Elde ettikleri sonuca göre sadece %5 ve %7 oranında Zn içeren alaşımlarda MgZn fazlarına rastlanmış ve Zn oranındaki artışa bağlı olarak bu alaşımların korozyon direnci azalmıştır. Korozyon direncindeki düşüşü ise, iki sebebe bağlamışlardır. Birincisi artan Zn miktarıyla birlikte XRD analizinden elde ettikleri MgZn piklerinin şiddetleri artış göstermiştir. Dolayısıyla artan ikincil faz miktarı daha fazla anodik ve katodik sınırlar oluşturmuş ve bu sınırlarda daha fazla galvanik korozyon meydana getirmiştir. İkincisi ise döküm yöntemiyle üretilen bu alaşımlarda tane sınırlarında dağılan ikincil fazlar sürekli bir ağ şeklinde bulunmaktadır. Sürekli ağların oluşmuş olması anodik katodik şınırlarını arttırdığından daha fazla galvanik korozyon meydana gelmiştir. Bu çalışmada, toz metalurjisi yöntemlerinden sıcak pres uygulanarak üretilen Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait SEM görüntülerinde (Şekil 4.3 ve Şekil 4.4), ikincil fazlar tane sınırlarında sürekli bir ağ şeklinde değil, kesikli olarak devam etmektedir. Dolayısıyla, bu çalışmada elde edilen korozyon direncinin, literatür çalışmalarından (Cai et al. 2012, Ha et al. 2014, Zhou et al. 2016, Shuai et al. 2017) daha iyi çıkmasının bir sebebi de bu duruma bağlanabilir. İkincil fazların korozyon direncine etkisiyle ilgili başka bir benzer çalışmada, farklı oranlarda Sn içeren Mg-Sn alaşımlarına korozyon işlemi uygulanmış, Sn oranındaki artış ile birlikte Mg<sub>2</sub>Sn fazının arttığı ve bu fazın miktarındaki artışın daha fazla galvanik korozyona neden olarak korozyon direncini düşürücü etki yaptığı bilinmektedir (Zhou et al. 2016).

Bu çalışmada sıcak presleme yöntemiyle üretilen TZ54 alaşımı Hank çözeltisine daldırılmadan önce 365,9 mg ağırlığına sahip iken, 10 günlük daldırma işlemi sonrasında ağırlığı 329,4 mg değerine düşmüştür. Bu alaşımın korozyon hızı 3,65 mg/gün olarak belirlenmiş olup, hâlihazırda biyomedikal malzeme olarak kullanılmakta

olan AZ31 alaşımının kaplama yapılmış halinin korozyon hızından (8 mg/gün) çok daha düşüktür (Gray-Munro 2008).

#### 4.3.4 Korozyon Hızının Değerlendirilmesi

Hank çözeltisine daldırma işlemi esnasında, Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin birim alanından açığa çıkan H<sub>2</sub> hacmine ait grafik Şekil 4.11'de verilmiştir. Hank çözeltisine daldırma süresinin 120 saat uygulanması sürecinde açığa çıkan H<sub>2</sub> gazı hacminde artış görülmektedir. 120 saat daldırma işleminin uygulanmasının ardından, 24 saatte aralıkla ölçülen H<sub>2</sub> gaz hacminde azalmalar 240 saat tamamlanıncaya kadar devam etmiştir. Bu durum ilk 120 saat (5 gün) için korozyon hızın artış gösterdiğini, bu süreden itibaren 240 saat (10 gün) tamamlanıncaya kadarki kalan zaman diliminde korozyon hızının azaldığını söylemek mümkündür. Daldırma işleminin başlarında, numune yüzeyi oksit/hidroksit filminden dolayı korunmaktadır. Ancak bu filmin bazik ortamda çözünmesi veya Cl<sup>-</sup> iyonları tarafından bozunması ile yüzey çözünmeye başlamaktadır. Yüzey çözündükçe numunenin yüzey alanı artmaktadır. Dolayısıyla, H<sub>2</sub> çıkış hızı da artmaktadır. Belirli bir süre sonra difüzyon kontrollü olduğundan H2 gaz çıkış hızı sabit kalmaktadır. Açığa çıkan H<sub>2</sub> gazı hacmi ile korozyon hızı arasındaki ilişkiyi korozyon mekanizmasından bahsederek de açıklamak mümkün. Magnezyum Hank çözeltisi içerisindeyken Eşitlik 4.1, 4.2, 4.3 ve 4.4'teki reaksiyonlara göre çözünmektedir (Song 1997, Zhou et al. 2016, Shuai et al. 2017).

Mg 
$$\longrightarrow$$
 Mg<sup>2+</sup> + 2e<sup>-</sup> (anodik reaksiyon) (4.1)

$$2H_2O + 2e^- \longrightarrow 2OH^- + H_2$$
 (katodik reaksiyon) (4.2)

$$Mg^{2+} + 2OH^{-} \longrightarrow Mg(OH)_2$$
 (ürün oluşumu) (4.3)

$$Mg + 2H_2O \longrightarrow Mg(OH)_2 + H_2$$
 (toplam reaksiyon) (4.4)



Şekil 4.11 Hank çözeltisinde Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin birim alanından açığa çıkan H<sub>2</sub> gaz ölçümleri.

Eşitlik 4.1, 4.2, 4.3 ve 4.4'ten de anlaşılacağı üzere, korozif ürün olarak Mg(OH)<sub>2</sub> oluşumu ne kadar fazla ise o kadar hidrojen gazı açığa çıkmaktadır. Şekil 4.6'daki korozyon sonrası numunelere uygulanan XRD analizine ait grafik incelenecek olursa; Mg(OH)<sub>2</sub> fazına ait en yüksek pik şiddeti değerleri, içeriğinde Zn bulunmayan TZ50 alaşımından elde edilmişti. Beklenildiği üzere, açığa çıkan hidrojen miktarları en çok TZ50 alaşımından elde edilmiştir (Şekil 4.11). Korozyon hızında artışın olduğu zaman diliminde, pasif Mg(OH)<sub>2</sub> film yapıları da artmaktadır. Korozyon hızında azalmanın gerçekleştiği zaman diliminde ise, pasif haldeki bu film tabakası dönüşüme uğrayarak fosfat içerikli apatit yapılarına dönüstüğü ve bu apatit yapılarının daha kararlı olması sayesinde korozyon hızında azalmanın gerçekleştiği düşünülmektedir. Hank çözeltisi içerisindeki serbest haldeki Cl<sup>-</sup> iyonlar zamanla Mg(OH)<sub>2</sub> yapısını Eşitlik 4.5 doğrultusunda MgCl<sub>2</sub> yapısına dönüştürmektedir (Gray-Munro 2008, Li 2008a, Zhang 2009). Daha sonra MgCl<sub>2</sub> yapısı Mg<sup>2+</sup> ve 2Cl<sup>-</sup> iyonları şeklinde çözünerek numune yüzeyine yerleşmekte, ortama da ekstradan OH<sup>-</sup> bırakmaktadır (Wang 2008). Bunun sonucunda, Hank çözeltisindeki serbest haldeki fosfat iyonları (H2PO4-, HPO4-2 ve  $PO_4^{-3}$ ) (Eşitlik 4.6) ve  $Ca^{2+}$  iyonları,  $OH^-$  ile reaksiyona girerek XRD analizinde belirlenen HA ve diğer apatit yapılarını Eşitlik 4.7 denklemine göre oluşturabilmektedir (Zhang 2009, Wang 2010, Waizy 2012). Bu yüzden biyolojik apatitlerde Mg<sup>2+</sup> iyonu ana yer değiştiricilerden biridir ve magnezyum katkılı apatit yapısının numune yüzeyinde çökelmesi muhtemeldir (Kuwahara 2001). Sonuç olarak, HA ve diğer magnezyum katkılı apatit içeren korozif ürünler, korozyon çatlaklarını doldurarak yüzeyde koruyucu bir tabaka oluşturup korozyon hızını düşürebilirler (Zhang 2009).

$$Mg(OH)_2 + 2 Cl^{-} \longrightarrow MgCl_2 + 2OH^{-}$$
(4.5)

$$H_2 PO_4^{-} \longrightarrow HPO_4^{-2} + PO_4^{-3}$$

$$(4.6)$$

$$10Ca^{+2} + 6PO_4^{-3} + 2OH^{-} \longrightarrow Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$$
(4.7)

Literatüre dayalı açıklamalar neticesinde, korozyon testlerinin başlangıç ve bitiş zaman dilimleri içerisinde korozyon hızlarındaki farklılığın nedenleri anlaşılmaktadır. Bu çalışmada, Şekil 4.6'daki XRD analizi grafiğinden ve Şekil 4.9'daki EDS analizlerinden de anlaşılacağı üzere, yüzey morfolojisindeki apatit yapılarının miktar olarak daha fazla olduğu numuneler daha az korozyona maruz kalmıştır. Oluşan apatit yapılarının yüzeyde koruyucu bir tabaka oluşturduğu ve artan apatit yapılarıyla birlikte numunelerin korozyon hızlarında (Şekil 4.12) düşüş gerçekleştiği belirlenmiştir. Bu nedenledir ki, korozyon sonrası numune yüzeylerinin incelenmesi neticesinde apatit yapıları en çok TZ54 alaşım numunesinin yüzeyinde meydana gelmiştir. Buna bağlı olarak, en düşük H<sub>2</sub> gazı miktarı, yaklaşık 15 mL/cm<sup>2</sup> değeriyle sıcak pres yöntemiyle üretilen TZ54 alaşımından elde edilmiştir. Benzer bir çalışmada Shuai ve arkadaşları (Shuai et al. 2017), geleneksel T/M yöntemiyle ürettikleri farklı oranlarda Zn içeren MgSnZn alaşımlarını Hank çözeltisine daldırma işlemi uygulamışlar ve korozyon esnasında alaşımların yüzeyinden açığa çıkan H<sub>2</sub> hacmini ölçmüşlerdir. Yaklaşık 40 mL/cm<sup>2</sup> değeriyle en düşük  $H_2$  gazı ölçümünü, TZ54 alaşımından elde etmişlerdir. Literatürde (Song 2005, Song 2007), 1 mL H2 gazının açığa çıkması için 1 mg Mg çözünmesi gerektiğinden bahsedilmektedir (Vormann 2003, Song 2007). Normal bir insanın günlük alması gereken Mg miktarının 300-400 mg olduğu da bilinmektedir (Vormann 2003, Song 2007, Li 2013). Mevcut tez çalışmasında ise, en iyi korozyon özelliklerini sergileyen TZ54 alaşım numunesi; korozyona uğrarken, bir insanın günlük alması gereken Mg miktarının yaklaşık %10'u kadar ağırlığı kaybetmiştir.

Şekil 4.12'de, Mg5Sn-xZn alaşımlarının korozyon hızlarına ait grafikleri bar şeklinde verilmiştir. Artan Zn içeriğine bağlı olarak korozyon hızı genellikle düşüş göstermiştir. En düşük korozyon hızının, TZ54 alaşım numunesinin daldırma işleminde gerçekleştiği görülmektedir. Zn içeriğinin ağırlıkça %4'ten % 5 oranına yükselmesiyle birlikte korozyon hızında artış gerçekleşmiştir. Daha önce de belirtildiği üzere, bu durumun, sadece TZ55 alaşımının XRD analizinde varlığı belirlenen MgZn fazından kaynaklandığı düşünülmektedir. Yim ve arkadaşları (Yim 2015), döküm yöntemiyle ürettikleri farklı oranlarda Zn içeren Mg5Sn-xZn alaşımlarının mikroyapısını homojenleştirmek için ekstra bir ısıl işlem uygulamışlar ve daha sonra bu alaşımları korozyon hızlarını sırasıyla yaklaşık 2,6 mm/yıl, 2,8 mm/yıl ve 3,7 mm/yıl olarak elde etmişlerdir. Bu tez çalışmasında, en iyi korozyon özelliklerine sahip TZ54 alaşım numunesinin korozyon hızı, 1,49 mm/yıl olarak elde edilmiştir (Şekil 4.12). Bu değer Yim ve arkadaşlarının elde ettiği en düşük korozyon hızından (Yim 2015) % 42,6 daha azdır.



Şekil 4.12 Mg5Sn-xZn alaşım numunelerine ait korozyon hızları.

### 4.4 Hücre Zehirlenmesi (Sitotoksisite) Sonuçları

SH-SY5Y hücrelerinin canlılığı üzerine Mg5Sn-xZn alaşımlarının 24 saatlik etkisini gösteren grafik Şekil 4.13'te verilmiştir. Farklı oranlarda Zn içeren bu alaşımlar hücre besiyerinde çözündürülerek 3, 7, 15, 31, 62, 125 ve 250 µg/mL konsantrasyonlarında elde edilmiştir. SH-SY5Y hücreleri üzerinde 24 saatlik süre için eklenen hiçbir dozda hücre canlılığını azaltıcı bir etki göstermemiştir. Bununla birlikte artan dozlara bağlı olarak hücre canlılıklarının arttığı görülmektedir. Literatürde Zn'nin korozyon direncini arttırıcı etkisi olduğu gibi aynı zamanda insan hücrelerinin büyümesinde de etkin rol oynadığı bilinen bir gerçektir (Song 2007). Gu ve çalışma arkadaşları (Gu *et al.* 2009), döküm yöntemiyle ürettikleri ikili Mg alaşımlarının fibroblast hücreleri (L-929 ve NIH3T3), osteoblast hücreleri (MC3T3-E1) ve kan damarı ile ilgili hücreler (ECV304 ve VSMC) üzerinde etkilerini araştırmışlardır. Elde ettikleri sonuca göre, Zn ilaveli konsantrasyon eklenen tüm hücrelerde, hücre canlılığında artış gözlenmiştir. Sn içerikli konsantrasyon ilavelerinde de, L-929, NIH3T3 ve MC3T3-E1 hücreleri üzerinde toksik etki oluşmadığı tespit edilmiştir (Gu *et al.* 2009).



Şekil 4.13 Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin SH-SY5Y insan nöron hücrelerine etkileri.

# 4.5 Mekanik Özelliklerin Değerlendirilmesi

### 4.5.1 Sertlik Testleri

Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait sertlik değerleri Şekil 4.14'te verilmiştir. Artan Zn ilavesiyle elde edilen sertlik değerlerinin arttığı ve en yüksek sertliğe %5 Zn ilave edilen numunede ulaşıldığı görülmektedir. Benzer bir çalışmada, sıcak presleme ile üretilen % 99,76 bağıl yoğunluğa sahip saf magnezyumun ortalama 40,2 HV sertliğe sahip olduğu bildirilmiştir (Turan 2017). Bu çalışmada ise, Zn içermeyen Mg5Sn alaşımının sertliği

ortalama 59 HV<sub>(0,2)</sub> olup saf Mg'ye göre %46,76 daha yüksektir. Başka bir çalışmada, döküm yöntemiyle üretilen Mg7Sn alaşımından 52,6 HV sertlik değeri elde edilmiştir (Li 2017). Mg'ye ilave edilen Sn oranının ağırlıkça %10'a kadar ilavesiyle sertlik değerlerinin arttığı bilinmektedir (Liu *et al.* 2007). Mevcut çalışmada, Zn içermeyen Mg5Sn alaşımının sertliği ortalama 59 HV<sub>(0,2)</sub> olup, daha yüksek Sn içeriğine sahip dökümle üretilmiş Mg7Sn alaşımının sertliğinden % 12,16 daha yüksektir.

Qi ve arkadaşları (Qi *et al.* 2014), döküm yöntemiyle ürettikleri Mg6Zn4Sn ve Mg6Zn6Sn alaşımlarının sırasıyla ortalama 62 HV ve 65 HV sertliğe sahip olduklarını belirtmişlerdir. Bu alaşımlara yaklaşık 2 saat kadar yaşlandırma işlemleri uygulayarak alaşımların sertlik değerlerini sırasıyla 85 HV ve 90 HV değerlerine çıkarmışlardır. Mevcut tez çalışmasında ise, TZ55 alaşımının sıcak pres yöntemiyle üretildikten sonraki ortalama sertlik değeri 89,7 HV<sub>(0,2)</sub> olarak elde edilmiştir. Herhangi bir yaşlandırma işlemi uygulanmadan elde edilen bu değer; Qi ve arkadaşlarının döküm yöntemiyle ürettiği Mg6Zn6Sn alaşımının sertlik değerine göre %38, Turan ve arkadaşlarının ürettiği saf Mg'ye göre ise %123 daha yüksektir. Artan Zn oranıyla birlikte mikroyapıdaki iyileşmeler, yeni ikincil sert fazların oluşumu ve homojen dağılımı ile sertlik değerlerinde artış sağlandığı düşünülmektedir.



Şekil 4.14 Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait sertlik değerleri.

Numunenin sinterlenmesi esnasında, basınç uygulanan yüzeyden numune tabanına

doğru sertlik değişimini tespit etmek amacıyla, TZ54 numunesinin yan kesiti üzerinden farklı noktalardan sertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.15(a)). Numunenin üst ve alt yüzeylerinden orta bölgelerine doğru sertlik değerleri azalmaktadır (Şekil 4.15(b)). Yüzeye yakın bölgelerin orta bölgelerden daha sert olduğunu söylemek mümkün.



Şekil 4.15 TZ54 alaşımının kesitinde farklı noktalardan alınan sertlik değerleri.

### 4.5.2 Çekme Deneyi Testleri

Şekil 4.16'da sıcak presleme yöntemiyle üretilen Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait akma mukavemeti, çekme mukavemeti ve % uzama değerleri verilmiştir. Zn ilavesindeki artış, sertlik değerlerini arttırdığı gibi mukavemet değerlerini de arttırmaktadır. Şekil 4.16'daki grafik incelendiğinde artan Zn oranıyla birlikte çekme mukavemeti değerlerinin arttığı ve en yüksek çekme mukavemeti değerinin 265 MPa olarak TZ55 alaşımında elde edildiği görülmektedir. Ancak % uzama değerleri %2 Zn oranına kadar artmakta, bu oranın aşılmasından itibaren azalmaktadır. En yüksek % uzama değeri ağırlıkça %2 Zn içeren alaşımda % 11 uzama olarak elde edilmiştir. Bu durumun, Zn'nin oda sıcaklığında çözünürlük oranının ağırlıkça %2 olması ile ilişkili olduğu düşünülmektedir. Zn oranının %2'nin üzerine çıkmasıyla % uzama değerinin azalması, tane sınırlarında daha yüksek miktarda intermetalik çökelti oluşmasına bağlanmıştır. Bu çalışmada, TZ55 alaşımıyla elde ettiğimiz en yüksek çekme mukavemeti (265 MPa) değeri, doğal kemiğin çekme mukavemetiyle (35-283 MPa) çok benzer, saf Mg'nin çekme mukavemetinden (100 MPa) % 165 daha yüksek, Mg5Sn alaşımının çekme mukavemetinden (125 MPa) % 112 daha yüksek ve Mg5Zn alaşımının çekme mukavemetinden % 36,5 daha yüksektir.



Şekil 4.16 Mg5Sn-xZn alaşımlarına ait akma mukavemeti, çekme mukavemeti ve % uzama değerleri.

Bu çalışmada, sıcak presleme yöntemiyle ürettilen Mg5Sn alaşımının ortalama çekme mukavemeti değeri 145 MPa olarak elde edilirken aynı alaşım için % uzama değeri 8,5 olarak elde edilmiştir. Sıcak presleme ile üretilen Mg5Sn alaşımından elde edilen çekme mukavemeti değeri, Zhang ve arkadaşlarının (Zhang 2008) bulduğu çekme mukavemeti

değerinden %16 daha yüksek iken, Liu ve arkadaşlarının (Liu *et al.* 2007) elde ettikleri çekme mukavemeti değerinden % 20,8 daha yüksektir.

Her ne kadar en iyi mukavemet özellikleri ağırlıkça % 5 Zn içeren numuneden elde edilmiş olsa da, korozyon ve hücre kültürü testlerine göre en iyi sonuçlar ağırlıkça % 4 Zn içeren TZ54 alaşımından elde edilmiştir. Şekil 4.16'ya göre TZ54 alaşımının çekme mukavemeti (231 MPa) TZ55 alaşımının çekme mukavemetinden yaklaşık % 13 daha az iken, % uzama değeri % 18,7 daha fazladır. Bununla birlikte TZ54 alaşımının çekme mukavemeti; döküm ile üretilen AZ91 alaşımının çekme mukavemetine (230 MPa) ve biyomedikal malzeme olarak hâlihazırda kullanılmakta olan, ilave ekstrüzyon işlemi uygulanmış AZ31 alaşımının çekme mukavemetine (235 MPa) oldukça yakın değerlerdedir.

Çekme deneyi sonrası numunelerin kırılma yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri Şekil 4.17'de verilmiştir. Numunelerin mikroyapısına ait SEM görüntüleri gibi kırılma yüzeylerinde de gözeneğe rastlanmamaktadır. Kırılma yüzeyleri karşılaştırıldığında, çekme deneyleri ile belirlenen süneklik değerleri ile uyumlu olarak artan Zn oranıyla daha sünek bir kırılma yüzeyi elde edildiği görülmektedir. Özellikle %3 ve %4 Zn ilave edilmiş numunelerde bol miktarda eş eksenli oyukların oluşumları göze çarpmaktadır. Bununla birlikte tüm numunelerde kırılmanın tane içlerinden gerçekleşmiş olduğu da görülmektedir.



Şekil 4.17 Çekme deneyi sonrası kırılma yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri.

# 4.6 Mikro İşlenebilirlik Deneylerinin Değerlendirilmesi

Ağırlıkça farklı oranlarda Zn içeren Mg5Sn-xZn alaşımlarına uygulanan mekanik, biyouyumluluk ve korozyon testleri sonucu, optimum değerleri sağlayan malzemenin TZ54 alaşımı olduğu tespit edilmiştir. Dolayısıyla, Çizelge 4.1'de de genel özellikleri belirtilen TZ54 alaşımı, mikro frezeleme testlerinde iş parçası malzemesi olarak kullanılmıştır. Tezgaha bağlanacak alaşım numunesinin boyutları 70x10x3,5 mm ölçülerinde seçilmiştir. TZ54 alaşımının mikroyapı, XRD ve EDX analizi görüntüleri Şekil 4.18'de verilmektedir.

	•	•••••	
UzunlukxGenişlikxYükse	klik 70x10x3,5	Çekme Mukavemeti	231
(mm)		(MPa)	
Yoğunluk	1,85	Akma Mukavemeti	145
$(gr/cm^3)$		(MPa)	
Bağıl Yoğunluk	99,08	Uzama	9,5
(%)		(%)	
Sertlik	81,8	Hank Çözeltisinde Korozyon	
(HV <sub>0.2</sub> )		Hızı	1,49
		(mm/yıl)	
Kimyasal bileşim	%5,099 Sn,	%3,917 Zn, %0,022 Cu, %0,0	15Zr, Kalan
	Mg		

Çizelge 4.1 Sıcak presleme yöntemiyle üretilen TZ54 magnezyum alaşımının genel özellikleri.



Şekil 4.18 TZ54 alaşımına ait; (a) SEM görüntüsü, (b) XRD analizi, (c) alansal EDX analizi.

Numune yüzeyinden yaklaşık 1000 µm derinliklerine kadar benzer sertlik değerleri elde edilmiştir (Şekil 4.15(b)). Ancak, daha derin bölgelerde sertlik değerleri azalmaktadır. Bu nedenle mikro-işleme test sonuçlarının sertlik değişiminden etkilenmemesi için maksimum kesme derinliği değeri 500 µm olarak belirlenmiştir.

### 4.6.1 Kesme Kuvvetleri

TZ54 alaşım numunesinin mikro frezelenmesinde, ağız başına ilerleme değerine (fz) bağlı olarak Fx, Fy ve Fz kesme kuvvetlerinin değişimi Şekil 4.19'da verilmiştir.
Minimum kesme kuvvetleri, fz = 0,1  $\mu$ m/ağız da elde edilmiştir. Fakat 0,1≤fz≤0,5 µm/ağız aralığında kesme kuvvetlerinin sabit kaldığını söylemek mümkün. fz>0,5 µm/ağız için kesme kuvvetleri lineer olarak artmaktadır. Kesme kuvvetlerindeki değişim dikkate alındığında, minimum talaş kalınlığının 0,1 µm olduğu söylenebilir. İlerleme hızının, minimum talaş kalınlığından daha küçük olduğu durumda kesme kuvvetlerinin arttığı bilinmektedir (Chae 2006, Ucun 2015a, Ucun 2015b). Mikro frezeleme esnasında, anlık talaş kalınlığı, minimum talaş kalınlığından küçük olduğu sürece, kazınma meydana gelir. Kesici takım ağzı, kazınma ve elastik deformasyon nedeniyle, kesemediği talaşı, bir sonraki dönmesinde kesmeye çalışır. Bu durum kesme kuvvetlerinin kararsız ve daha büyük olmasına neden olur. Minimum talaş kalınlığının iş parçasının cinsine ve kesici takım kenar yarıçapına da bağlı olarak değiştiği bilinmektedir (Yuan 1996, Ucun 2013b). Literatürde, alüminyum gibi hafif alaşım malzemelerinin mikro işlenmesinde minimum talaş kalınlığı değerinin, kesici takım kenar yarıçapının %20'si ile %40'ı arasında olduğu tespit edilmiştir (Yuan 1996). Bu çalışmada, Şekil 4.19'dan da görüldüğü üzere kritik ilerleme hızının 0,1 µm/ağız olup, bu değer kesici takım kenar yarıçapının yaklaşık % 7'sine denk gelmektedir. Yuan ve arkadaşları tarafından belirlenen sınır (Yuan 1996), alüminyum esaslı hafif alaşımlar içindir. Mg esaslı alaşımların mikro işlenebilirliğinde kritik ilerleme hızı hakkında literatürde yeterli bilgi bulunmamaktadır. Dolayısıyla, hafif alaşımlar için belirlenmiş olan %20 değerinin, Mg alaşımları için daha düşük olduğu söylenebilir. Bununla birlikte, 0,5 µm/ağız ilerleme hızı ile kesici takım kenar yarıçapı kıyaslanacak olunursa; ilerleme hızı kesici kenar yarıçapının % 34,48'ine denk gelmektedir. Dolayısıyla, TZ54 alaşımı için kritik ilerleme hızı aralığının, kesici takım kenar yarıçapının %7 ile % 34'ü arasında olduğunu söylemek mümkün.



Şekil 4.19 Ağız başına ilerleme değerlerine bağlı olarak Fx, Fy ve Fz kesme kuvvetlerinin değişimi.

Şekil 4.20(a)'da kesme hızına bağlı olarak kesme kuvvetlerinin değişimi verilmektedir. Hem geleneksel frezeleme işleminde hem de mikro frezeleme de artan kesme hızı, kesme kuvvetlerinin bir miktar azalmasına neden olur (Ucun 2013b, Aslantaş 2018b). Artan kesme hızı, kesme bölgesindeki sıcaklığın artmasına ve iş parçasının termal yumuşamasına neden olur. Özellikle mikro frezeleme de talaş kesiti çok küçük olduğundan, kesme bölgesinde oluşan ısı, kesme kuvvetlerinin daha da azalmasına katkıda bulunur (Ucun 2013b, Aslantaş 2018b). Şekil 4.20(b)'de, kesme derinliğine bağlı olarak Fx, Fy ve Fz kesme kuvvetlerindeki değişim verilmektedir. Artan kesme derinliği, talaş kesitinin de artmasına neden olur. Bunun sonucunda kesme kuvvetlerinin de lineer olarak artması beklenir. 500 µm talaş derinliğinde bile kesme kuvvetleri 2,5 N'dan daha küçük olarak gerçekleşmiştir. Biyomedikal implant ve ekipman üretiminde, kullanılan Ti6Al4V ve CoCr alaşımlarının en önemli dezavantajı, işlenebilirliklerinin zor olmasıdır (Karpuschewski 2013, Wan 2012). Yüksek kesme kuvvetleri, kesme bölgesindeki sıcaklığın ve abrasiv aşınmanın da artmasına neden olmaktadır. Bunun sonucunda mikro kesici geometrisi (özellikle de kenar radyüsü ve takım çapı) değişir ve yüzey kalitesi azalır. Şekil 4.20'de birim zamanda kaldırılan talaş hacminin (MRR) değişimi de verilmektedir. Artan kesme hızı ve talaş derinliği MRR'nin de artmasına neden olur. TZ54 alaşımı için artan MRR ile birlikte kesme kuvvetlerinin de azaldığı görülmektedir. Artan talaş derinliği ile MRR artarken, kesme kuvvetleri Ti6Al4V alaşımının benzer kesme şartlarına göre kesme kuvvetleri yaklaşık 3 kat daha küçüktür (Aslantaş *et al.* 2016). Dolayısıyla mikro işleme için yüksek sayılabilecek MRR değerlerinde bile, kesme kuvvetlerinin küçük olması, TZ54 alaşımının kolay kesilebilirliğinin bir göstergesidir.



Şekil 4.20 Fx, Fy ve Fz kesme kuvveti değerlerinin değişimi; (a) kesme hızına bağlı olarak, (b) kesme derinliğine bağlı olarak.

### 4.6.2 Yüzey Pürüzlülüğü

İlerleme hızına bağlı olarak, işlenen yüzeylerin alansal ortalama yüzey pürüzlülüğü (Sa) ve maksimum yüzey pürüzlülüğü (Sz) değerleri Şekil 4.21'de verilmektedir. fz < 0,1 $\mu$ m/ağız (kırmızı bölge) için Sa ve Sz değerleri önemli bir artış göstermektedir. 0,1 < fz < 4 µm/ağız aralığında (mavi bölge) Sa değerlerinin sabit kaldığını söylemek mümkündür. fz  $\ge 4 \ \mu m/ağız$  için yüzey pürüzlülüğü bir artış gösterse de, fz  $\ge 10$ µm/ağız için Sa ve Sz değerlerinin sabit kaldığı görülmektedir. Şekil 4.19 ve Şekil 4.21 beraber değerlendirildiğinde, TZ54 alaşımı için minimum talaş kalınlığının 0,1 µm olduğu söylenebilir. fz < 0,1  $\mu$ m/ağız için kazınma ağırlıklı bir kesme işlemi gerçekleşmektedir. Kazınma, sadece kesme kuvvetlerinin artmasına değil, aynı zamanda yüzey kalitesinin bozulmasına da neden olduğundan (Takacs et al. 2003, Chae 2006, Aramcharoen et al. 2008, Li 2008b), Sa değerleri yaklaşık üç kat artmıştır. Şekil 4.21'e göre, çok yüksek olan ilerleme değerlerinde de (fz >10 µm/ağız) yüzey kalitesi değişmemektedir. Bu bir anlamda kesici takımda abrasiv aşınmanın veya built-up edge nin olmadığının da göstergesidir. Mikro frezeleme işleminde, minimum talaş kalınlığının üzerindeki ilerleme değerlerinde, kesme işlemi kayma (shear) mekanizmasının bir sonucu olarak meydana gelir (Aslantaş et al. 2016). Dolayısıyla kesme isleminde, geleneksel frezelemede olduğu gibi, artan ilerleme değeri ile birlikte yüzey pürüzlülüğü de artmaktadır. Özellikle mikro frezelemede, yüzey pürüzlülüğünün artmasına neden olan unsurların başında kenar radyüsünün büyümesi ve talaş yapışması gelmektedir (Ucun 2013b). Demir dışı malzemelerin işlenmesinde karşılaşılan en önemli problem talaş sıvanmasıdır (Aslantaş et al. 2016). Talaş sıvanması hem kesme kuvvetlerinin artmasına hem de yüzey kalitesinin bozulmasına neden olur (Aslantas et al. 2016). TZ54 alaşımında Sa değerinin sabit kaldığı göz önüne alınacak olursa, talaş yapışmasının minimum düzeyde meydana geldiğini söylemek yanlış olmayacaktır.



Şekil 4.21 İlerleme değerlerine bağlı olarak işlenen mikro kanallardan alınan Sa ve Sz değerleri (sabit Vc= 47,1 m/dk ve sabit ap=250 μm).

Şekil 4.22'de, ilerleme hızına bağlı olarak işlenen yüzeylere ait üç boyutlu yüzey profilometre görüntüleri verilmiştir. İlerleme hızı  $f_z < 0,1 \mu$ m/ağız için yüzeylerdeki derinlik farkı çok net olarak gözlemlenmektedir. Bu durum, kazınma ağırlık bir kesme işleminin gerçekleştiğinin bir göstergedir.  $f_z > 0,1 \mu$ m/ağız için yüzeyler arasındaki derinlik farkı azalmaktadır. Üç boyutlu yüzey profili görüntülerine ait skaladan da bunu görmek mümkündür.  $f_z \ge 0,5 \mu$ m/ağız için kesici takım ile iş parçası arasında kayma mekanizmasının hakim olduğu ve işlenen yüzey yapılarının daha kararlı bir form aldığı da görülmektedir. Şekil 4.19, Şekil 4.21 ve Şekil 4.22 beraber değerlendirildiğinde, minimum talaş kalınlığının 0,1-0,5  $\mu$ m aralığında olduğu net olarak ifade etmek mümkündür.



Şekil 4.22 İlerleme değerlerine bağlı olarak işlenen mikro kanallardan alınan 3B yüzey profili görüntüleri.

TZ54 alaşımı için Sa ve Sz değerlerinin kesme hızı ile değişimi Şekil 4.23'te verilmektedir. Artan kesme hızı, yüzey pürüzlülüğü değerlerinin de lineer olarak azalmasına katkı sağlamaktadır. Max Sa değeri 0,405 µm değeriyle, en düşük kesme hızında (7,85 m/dk) elde edilmiştir. Min Sa değeri ise en yüksek kesme hızında (94,2 m/dk) elde edilmektedir. Kesme hızının yaklaşık 12 kat artmasıyla birlikte Sa değeri de yaklaşık %28 azalmıştır. Kesme hızını arttırarak Sa ve Sz pürüzlülük değerlerinin azaltılması, kesme kenarı üzerinde daha az talaş yapışması nedeniyle olabilir.



Şekil 4.23 Farklı kesme hızlarına bağlı olarak Sa ve Sz yüzey pürüzlülüğü değerlerinin değişimi.

Farklı kesme derinliklerinde işlenen yüzeylere ait Sa ve Sz değerlerindeki değişim Şekil 4.24'te verilmektedir. Kanalların farklı kesme derinliklerinde mikro frezelenmesi neticesinde, işlenen yüzeylerin pürüzlülük değerlerinin kayda değer oranda değiştiği görülmektedir. Sa değerleri, artan kesme derinliklerine bağlı olarak lineer sayılabilecek bir artış göstermektedir. En düşük kesme derinliğinde (50 μm), en düşük Sa değeri 0,25 μm olarak elde edilmiştir. En yüksek kesme derinliğinde (500 μm) ise, Sa değeri %62,8 oranında bir artışla 0,407 μm değerine kadar artış gösterdiği görülmektedir. ap=150 μm için Sz değeri minimum değerdedir. Sz değeri çoğunlukla işlenmiş yüzeye yapışan talaştan etkilenir. Takıma yapışan talaş oluşumu da işlenmiş yüzeye talaş yapışmasına neden olur. Düşük veya orta kesme hızları ve artan talaş yükü, işlenen yüzeye talaş yapışması olasılığını arttırır. Bunun sonucunda Sz değerinin arttığını söylemek de yanlış olmayacaktır.



Şekil 4.24 Farklı kesme derinliklerine bağlı olarak Sa ve Sz yüzey pürüzlülüğü değerlerinin değişimi.

#### 4.6.3 Çapak Oluşumları

Farklı ilerleme hızlarına bağlı olarak mikro frezeleme sonrası kanallarda oluşan çapakların SEM görüntüleri Şekil 4.25'te verilmektedir. Aynı yönlü frezelemenin gerçekleştiği kenarlarda çapak genişliklerinin daha fazla olduğu görülmektedir. İlk dikkat çeken unsur, düşük ilerleme hızlarında, daha büyük bir çapak genişliğinin oluşmasıdır. Bununla birlikte, ilerleme hızının arttığı durumlarda, çapak genişliklerinin azaldığını söylemek de mümkün. Minimum talaş kalınlığının altındaki ilerleme değerlerinde, hem işlenen yüzeyde sıvanmalar meydana gelmiş, hem de çapak genişlikleri artmıştır. Minimum talaş kalınlığının altındaki ilerleme değerlerinde, zıt yönlü frezeleme bölgesindeki çapağın oluşumu da farklılık göstermektedir. Çapak, daha çok kanal içerisine yönlenmiş ve işlenen kanal yüzeyine de sıvanmaya zorlanmıştır. Artan ilerleme değeriyle birlikte, zıt yönlü frezeleme bölgesindeki çapak önemli oranda azalmaktadır ve aynı yönlü frezeleme ye göre daha düşük bir çapak genişliği meydana gelmektedir. fz  $>5 \mu m/ağız$  için hem işlenen yüzeydeki talaş sıvanması, hem de kanal kenarlarındaki çapak genişliği neredeyse sıfıra yakındır. Kesme sırasında, her bir kesici ağız A noktasında iş parçasından talaş kaldırmaya başlamakta, B noktasından geçerek C noktasında talaş kaldırma işlemini tamamlamaktadır. B noktasındaki talaş kalınlığı

minimum talaş kalınlığından büyüktür ve kesme işlemi kayma mekanizmasının sonucu olarak gerçekleşir. A ve C noktalarındaki talaş kalınlığı, mimum talaş kalınlığından çok küçük olduğundan kazınma ve elastik deformasyon meydana gelir. A ve C noktalarındaki kazınma ve kesici takımın helis açısı kanal kenarlarında çapak oluşumunda etkili olmaktadır. Zıt yönlü frezeleme bölgesinde, kesici takım, talaşı kanaldan çıkarmak yerine kanal duvarına istiflemiştir.



Şekil 4.25 İlerleme hızlarına bağlı olarak kanal kenarlarında oluşan çapakların SEM görüntüleri.

Şekil 4.26'da kesme hızına bağlı olarak, kanal kenarlarında oluşan mikro çapaklara ait SEM görüntüleri verilmektedir. Artan kesme hızının, çapak genişliğinin azalmasına neden olduğunu söylemek mümkün. Vc  $\geq$  47,1 m/dk için çapak oluşumunun neredeyse sıfıra yakındır. Kesme hızındaki artışla birlikte, kesme kuvvetleri de azalır. Yüksek kesme hızı, takımın talaş ile temas süresini azalttığı için, talaşa daha az ısı aktarılırken, kesici takıma transfer olan ısı artar (Silva 2013). Kesme bölgesindeki sıcaklığın, artan kesme hızıyla artması beklenir. Ancak takım-talaş ara yüzeyindeki sürtünmenin azalması, talaş yapışmasını ve takım-talaş ara yüzeyinde ısı üretimini azaltır (Akyuz 2011). Bunun sonucunda çapak oluşumunda azalma meydana gelmiştir. Tönsoff ve arkadaşlarının Mg alaşımları üzerine benzer çalışmasında (Tönsoff 1997), çapak oluşumunu azaltmak için talaş sıcaklığının düşürülmesi gerektiğini belirtmişlerdir. Bu nedenle daha düşük kesme kuvvetlerinin eldesi için polycrystalline elmas kesici takım kullanmışlardır.



Şekil 4.26 Artan kesme hızlarına bağlı olarak kanallarda oluşan çapakların SEM görüntüleri.

Kesme derinliklerine bağlı olarak kanallarda oluşan çapakların SEM görüntüleri Şekil 4.27'de verilmektedir. Kesme derinliğinin 50  $\mu$ m ve 100  $\mu$ m seçildiği mikro frezeleme işlemleri sonucu kanallarda çapak oluşumunun gerçekleşmediğini söylemek mümkün. Ancak ap değerlerinin 150  $\mu$ m ve 250  $\mu$ m seçildiği kanallarda çok az bir miktarda çapak oluşumu gözlenmektedir. ap  $\geq$  350  $\mu$ m için kanal kenarlarında oluşan çapak genişliklerinin de minimum düzeyde olduğu görülmektedir. Fakat artan talaş kesiti, işlenen kanal yüzeyindeki talaş sıvanmasının artmasına neden olmuştur. Özellikle 250  $\mu$ m 'nin üzerindeki talaş derinliklerinde talaş sıvanması belirgin bir şekilde artmıştır.



Şekil 4.27 Kesme derinliklerine bağlı olarak kanallarda oluşan çapakların SEM görüntüleri.

Şekil 4.28'de, farklı ilerleme hızı, kesme hızı ve kesme derinliğine bağlı olarak kanal kenarlarında oluşan çapak genişliklerinin değişimi verilmiştir. Minimum talaş kalınlığından daha küçük olan ilerleme değerlerinde çapak genişliklerinin önemli oranda artış gösterdiği dikkati çekmektedir. Bu da fz<0,5  $\mu$ m/ağız için kazınmanın meydana geldiği olgusunu güçlendirmektedir. fz>0,5  $\mu$ m/ağız için artan ilerlemeyle çapak genişliğinin önemli değişim sergilemediği de elde edilen diğer bir sonuçtur. Düşük kesme hızları çapak genişliğinin artmasına neden olurken talaş derinliğinde belirli bir eğilimden söz etmek zordur. En yüksek çapak genişliği değeri (92  $\mu$ m), en düşük ilerleme hızının uygulandığı kanaldan ölçülmüştür. En düşük çapak genişliği (3  $\mu$ m) ise, 100  $\mu$ m kesme derinliğinin uygulandığı kanaldan elde edilmiştir.



Şekil 4.28 Kanallarda oluşan maksimum çapak genişlikleri (a) ilerleme hızına, (b) kesme hızına, (c) kesme derinliğine bağlı olarak.

#### 4.6.4 Takım Aşınması

Mikro işlemede kesici takımda meydana gelen aşınma, kesme kuvvetlerini ve yüzey kalitesini doğrudan etkilemektedir. İş parçası kesilmesi zor bir malzeme ise, takım aşınması kısa sürede gerçekleşir. Bu, yüzey kalitesinin bozulmasına, boyutsal hatalara ve çapak oluşumuna yol açar. Bu çalışmada, TZ54 alaşımının işlenmesinde kullanılan bazı mikro takımlar için SEM analizi yapılmıştır (Şekil 4.29). Makro ölçekte, kesici takım geometrisinde önemli bir hasar yoktur. Kesme kenarlarına yakından bakıldığında, baskın aşınma mekanizmasının abrasif aşınma olduğu görülmektedir. Bununla birlikte, bazı kesme kenarlarında çentik oluşumu da meydana gelmiştir. Çentik hasarı daha yüksek ilerleme hızlarında gözlenmiştir (Şekil 4.29a). Abrasif aşınma yüksek kesme hızlarında daha baskındır (Şekil 4.29b). Uygun kesme parametrelerinin kullanıldığı kesme işleminde, kesici takımda meydana gelen aşınmanın minimum olduğunu söylemek mümkündür (Şekil 4.29c).



Şekil 4.29 Farklı parametrelerde kullanılan kesici takımların SEM görüntüleri; (a) yüksek fz etkisi, (b) yüksek Vc etkisi, (c) uygun fz ve Vc seçimleriyle ap etkisi.

## 4.6.5 Talaş Yapıları

Mikro frezeleme işleminde kazınma ağırlıklı kesmenin meydana geldiğinin bir diğer göstergesi de talaş şekilleridir. Bu nedenle, kesme deneyleri sırasında oluşan talaş şekilleri için SEM analizi yapılmıştır. Şekil 4.30'dan da görüldüğü üzere, her bir talaş grubu kendi içerisinde benzer bir forma sahiptir. fz < 0,1  $\mu$ m/ağız için talaşların oldukça küçük ve ince boyutlarda olduğu, ilerleme hızındaki artış ile birlikte, talaş şekillerinin helisel bir boru formunda gerçekleştiği görülmektedir. fz < 0,1  $\mu$ m/ağız için oluşan talaş şekillerinin belirli bir formunun olmadığını söylemek mümkün. Bu da, hem kesme kuvvetleri hem de yüzey pürüzlülüğü sonuçlarına göre, elde edilen minimum talaş kalınlığının 0,1  $\mu$ m olduğunu doğrulamaktadır.



Şekil 4.30 Farklı ilerleme hızlarına bağlı olarak değişen talaş oluşumlarına ait SEM görüntüleri.

Farklı kesme hızlarına bağlı olarak değişen talaş oluşumlarına ait SEM görüntüleri Şekil 4.31'de verilmektedir. Ağız başına ilerleme hızı (5 μm) ve kesme derinliği (150 μm) değerleri sabit tutularak, farklı kesme hızları uygulanmıştır. Talaş oluşumlarının sürekli değil, kesik kesik olduğu görülmektedir. Minimum kesme hızında işlenen talaşların kısa, düzgün ve hafif kıvrımlı yapıları görülmektedir. Artan kesme hızı ile birlikte talaşların kısa, düzgün ve hafif kıvrımlı yapıları görülmektedir. Artan kesme hızı ile birlikte talaşların kesme derinliği proses içerisinde farklı şekillerde talaş oluşumlarını görmek mümkün. Farklı kesme derinliğine bağlı olarak oluşan talaşların SEM görüntüleri Şekil 4.32'de verilmektedir. Bu proseste kesme hızı (47,1 m/dk) ve ağız başına ilerleme hızları (5 μm) sabit tutularak farklı kesme derinliğinin etkileri araştırılmıştır. SEM görüntüleri incelendiğinde, kesme derinliklerinin değişimine bağlı olarak talaş formlarının genel itibariyle rulo şekline benzer yapılarda oluştuğu görülmektedir. Düşük kesme derinliklerinde kısa talaş formları, yüksek kesme derinliklerinde oldukça uzun talaş formları da göze çarpmaktadır. En kısa talaş oluşumları kesme derinliğinin 50 μm seçildiği proseste gerçekleşirken, en uzun talaş formları ise kesme derinliğinin 500 μm olarak uygulandığı

kesme deneylerinde ortaya çıkmıştır.



Şekil 4.31 Farklı kesme hızlarına bağlı olarak değişen talaş oluşumlarına ait SEM görüntüleri.



Şekil 4.32 Farklı kesme derinliklerine bağlı olarak değişen talaş oluşumlarına ait SEM görüntüleri.

## **5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER**

## 5.1 Sonuçlar

Bu çalışmada, Mg'nin yüksek reaktivitesinin yol açacağı olumsuzlukların önüne geçmek amacıyla yeni bir karıştırma tekniği kullanılarak T/M sıcak presleme yöntemiyle farklı Zn içeriğine sahip (x=ağırlıkça % 0, % 1, % 2, % 3, % 4 ve % 5), Mg5Sn-xZn alaşımları üretilmiştir. Üretilen alaşımların; XRD, SEM ve EDS incelemeleriyle mikroyapı karakterizasyonu, ağırlık kaybı ve hidrojen gaz çıkışı ölçümleriyle korozyon dayanımları, SH-SY5Y nöron hücrelerine karşı toksik etkileri, sertlik ve çekme testleriyle mekanik özellikleri deneysel olarak incelenmiştir. Elde edilen korozyon ve biyouyumluluk sonuçlarına göre, biyomalzeme olabilme özelliğine sahip TZ54 alaşım numunesi mikro işleme testlerine tabi tutularak parça için en uygun işlenebilirlik parametreleri belirlenmiştir. Yapılan analizler neticesinde aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- Mg tozlarının parafin ile kaplama tekniği sayesinde oksit oluşumu önlenerek yeni Mg alaşımlarının T/M metoduyla başarılı bir şekilde üretimi gerçekleştirilmiştir.
- Zn oranındaki artışa bağlı olarak üretilen numunelerin yoğunluk değerleri de artış göstermiştir. Bağıl yoğunluk değerleri ise %99'un üzerinde elde edilerek üretilen parçaların tam yoğunlaşmış bir mikroyapıya sahip oldukları tespit edilmiştir. Numunelere ait SEM görüntülerinin de gözenek içermemesi bu bulguyu desteklemiştir.
- XRD analizi; tüm numunelerin mikroyapısının tipik α-Mg ve Mg<sub>2</sub>Sn fazlarından oluştuğunu, sadece TZ55 numunesinde MgZn fazının oluştuğunu, artan Zn oranıyla α-Mg piklerinin şiddetinin azaldığını göstermiştir.
- SEM incelemeleri mikroyapının döküm yöntemlerine kıyasla eşeksenli ve daha ince tanelerden oluştuğunu göstermiştir. Artan Zn oranına bağlı olarak daha ince

taneli mikroyapıların elde edilmesi sağlanmıştır.

- Zn oranındaki artışa bağlı olarak, korozyon esnasındaki % ağırlık kaybı oranları % 4 Zn içeren numuneye kadar düşüş göstermiş, % 5 Zn içeren numunede tekrar artış göstermiştir.
- Alaşım numunelerinin içerdiği Zn oranı ile açığa çıkan hidrojen gazı miktarı arasında ters bir bağıntı olduğu tespit edilmiştir. Korozyon testleri esnasında en az miktarda H<sub>2</sub> gazı birikimi, TZ54 numunesinden elde edilmiştir.
- Genel olarak Zn artışıyla korozyon direncinde artma, açığa çıkan hidrojen gazı miktarında azalma belirlenmiştir.
- Zn oranındaki artış ile birlikte korozyon hızında genel itibariyle düşüş gerçekleşmiştir. % 4 Zn içeren numunede korozyon hızı minimum seviyede düşüş yaşarken, sadece % 5 Zn içeren numunenin mikroyapısında bulunan MgZn intermetalik fazı nedeniyle korozyon hızı tekrar artış göstermiştir.
- Korozyon testleri sonrasında XRD ve EDS analizleriyle tespit edilen, numune yüzeylerinde koruyucu tabakalar olarak hidroksiapatit ve magnezyum katkılı apatit yapıları meydana gelmiştir. Bu yapılar korozyon hızının en düşük oluştuğu TZ54 alaşımında en yoğun bir şekilde gözlemlenmiştir. Apatit tabakasının korozyon esnasında koruyucu bir tabaka olarak davrandığı tespit edilmiştir.
- Mg5Sn-xZn alaşım numunelerinin SH-SY5Y nöron hücrelerine toksik bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Aksine hücrelerin büyümesinde etkili olmuşlardır.
- Mikroyapıda ikincil Mg<sub>2</sub>Sn ve MgZn intermetalik fazlarının varlığı mekanik özellikleri olumlu etkilemiştir. Bununla birlikte artan Zn oranındaki artışa paralel olarak sertlik değerleri de artmıştır.

- Zn miktarındaki artışa bağlı olarak, çekme mukavemeti değerleri de artmıştır. Uzama değerleri % 2 Zn içeren numuneye kadar artış gösterirken bu değerden sonra düşüş göstermiştir.
- İlave edilen Sn ve Zn alaşım elementleri, daha ince taneli bir mikroyapı oluşumunu sağlamıştır. Dolayısıyla bu durum alaşımın hem korozyon özelliklerini hem de mekanik özelliklerini iyileştirmiştir.
- T/M, döküm tekniklerine nazaran alaşım sisteminin esnekliğini artırmanın yanında ince ve eş eksenli tanelerden oluşan mikroyapı ve dolayısıyla daha üstün mekanik özellikler gibi birçok avantaj sunmasına rağmen Mg tozlarının yüksek reaktiviteleri nedeniyle Mg ve Mg alaşımlarının üretimi için şimdiye kadar zor bir yöntem olarak kabul görmüştür. Bu çalışmada uygulanan karıştırma tekniği, Mg tozlarının yüksek reaktivitelerinin yol açabileceği zorluk ve problemlerin önlenmesini sağlamıştır. Mikroyapı ve mekanik özelliklerin karakterizasyonundan elde edilen sonuçlar karıştırma tekniğinin başarılı olduğunu göstermektedir.
- En düşük kesme kuvveti, ağız başına ilerleme hızının 0,1 µm/ağız olarak seçildiği kesme deneylerinden elde edilmiştir. İlerleme hızının bu değerden daha az veya daha fazla seçilmesiyle, kesme kuvveti ve yüzey pürüzlülüğü değerleri artmıştır.
- Kesme hızının artması, özellikle Fx ve Fy kesme kuvveti değerlerini azaltmıştır.
   Bununla birlikte yüzey kalitesini de iyileştirmiştir.
- Artan kesme derinliğine bağlı olarak; kesme kuvveti ve yüzey pürüzlülüğü değerleri de artış göstermiştir.
- Çapak oluşumları genellikle aynı yönlü frezeleme kenarında daha yoğun ve daha geniş bir biçimde meydana gelmiştir.

- Düşük ilerleme hızlarında oldukça yoğun ve geniş bir biçimde çapak oluşumları meydana gelmiştir. İlerleme hızının fz = 10 µm/ağız olarak seçildiğinde çapak oluşumlarına rastlanmamıştır.
- Düşük kesme hızlarında az miktarda da olsa çapak oluşumu gerçekleşmiştir. Kesme hızının artmasıyla çapak oluşumları önemli ölçüde azalmıştır.
- Artan kesme derinliğinin çapak genişliklerini çok fazla etkilemediği belirlenmiştir. Ancak kesme derinliğinin artışına bağlı olarak, açılan slot içlerinde aynı yönlü frezeleme kenarında talaş birikimleri meydana gelmiştir.
- Artan ilerleme hızına bağlı olarak, daha kalın talaş yapıları oluşmuştur. Düşük ilerleme hızlarında ise, talaşlar daha ince formdadırlar.
- Kesme derinliği düşük seçildiğinde oluşan talaşlar daha kısadır. Yüksek kesme derinlikleri seçildiğinde daha uzun talaş oluşumları gerçekleşmiştir.

# 5.2 Öneriler

Mevcut çalışmada korozyon, biyouyumluk ve mekanik testlerini başarıyla geçen alaşımlara farklı alaşım elementleri ilave edilerek bu özelliklerin daha fazla geliştirilmesi sağlanabilir. Bununla birlikte en iyi mekanik özelliklerin elde edildiği TZ55 alaşımının korozyon özelliklerinin iyileştirilmesi için farklı alaşım elementlerinin ilavesi gerçekleştirilebilir.

Alaşımlara yaşlandırma işlemi uygulanabilmesi için faz diyagramlarında solvüs eğrisine sahip olmaları gerekmektedir. Mg-Sn ve Mg-Zn alaşımlarına ait faz diyagramlarının solvüs eğrilerini içerdiği bilinmektedir. Dolayısıyla, bu tez çalışmasında belirlenen alaşımlara daha sonraki çalışmalarda yaşlandırma işlemi uygulanıp, mevcut sonuçlarla kıyaslama yapılabilir.

Korozyon ve biyouyumluluk testlerini başarıyla geçen TZ54 alaşımının farklı hücrelere

uygulanmasıyla toksik etkisinin araştırması genişletilebilir ve farklı hücreler üzerinde de olumlu sonuçlar alınması halinde hayvan testlerine geçilebilir.

### 6. KAYNAKLAR

- Agnew, S.R. (2004). Wrought magnesium: A 21st century outlook, *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, **56:** 20-21.
- Akyuz, B. (2011). Machinability of magnesium and its alloys, *The online Journal of Science and Technology*, 1: 31-38.
- Ambat, R., Aung, N.N. and Zhou, W. (2000). Evaluation of microstructural effects on corrosion behavior of AZ91D magnesium alloy, *Corrosion Science*, 42: 1433-1455.
- American Society for Testing and Materials. (2004). ASTM-G31-72: standard practice for laboratory immersion corrosion testing of metals. In: Annual Book of ASTM Standards. Philadelphia, PA.
- Annur, D., Amal, M.I., Sutowo, C., Sukaryo, S.G. and Kartika, I. (2015). Sintering of Mg-Ca-Zn alloy metallic foam based on Mg-Zn-CaH<sub>2</sub> system, *Advanced Materials Research*, **1112**: 474–477.
- Aramcharoen, A., Mativenga, P.T., Yang, S., Cooke, K.E. and Teer, D.G. (2008). Evaluation and selection of hard coatings for micro milling of hardened tool steel, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, **48:** 1578–1584.
- Avedesian, M.M. and Baker, H. (1999). ASM Speciality Handbook, Magnesium and Magnesium Alloys, ASM International Materials Park, USA.
- Aslantaş, K., Hopa, H.E., Perçin, M., Ucun, İ. and Çiçek, A. (2016). Cutting performance of nano-crystalline diamond (NCD) coating in micro-milling of Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, *Precision Engineering*, **45**: 55-66.
- Aslantaş, K., Çiçek, A. and Çelik, S.G. (2018a). An experimental study on relationship between tool wear – slot geometry in micromachining, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, **33:** 1285-1298.
- Aslantaş, K. and Çiçek, A. (2018b). The effects of cooling/lubrication techniques on cutting performance in micro-milling of Inconel 718 superalloy, *Procedia CIRP*, 77: 70-73.
- Aslantaş, K. ve Kaynak, Y. (2019). Şekil hafızalı NiTi alaşımının mikro frezelenmesi ve kritik talaş kalınlığının belirlenmesi, *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, **34:** 1201-1211.

ASM Handbook, (1961). 1081.

- Bao, W.Y. and Tansel, I.N. (2000). Modeling Micro-End-Milling Operations. Part I: Analytical Cutting Force Model, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 40: 2155–2173.
- Banhart, J. (2000). Manufacturing routes for metallic foams, *Journal of the Minerals*, *Metals and Materials Society*, **52**: 22-27.
- Bauer, S., Schmuki, P., von der Mark, K. and Park, J. (2013). Engineering biocompatible implant surfaces: Part I: Materials and surfaces, *Progress in Materials Science*, 58: 261-326.
- Beetles, C.J. and Gibson, M.A. (2005). Current wrought magnesium alloys: Strengths and weaknesses, *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, **57**: 46-49.
- Biermann, D. and Steiner, M. (2012). Analysis of micro burr formation in austenitic stainless steel X5CrNi18-10, *Procedia CIRP*, 3: 97-102.
- Biesiekierski, A., Wang, J., Gepreel, M.A.H. and Wen, C. (2012). A new look at biomedical Ti-based shape memory alloys, *Acta Biomaterialia*, **8:** 1661-1669.
- Bilgen, Ö.F., Bilgen, S. ve Ermutlu, C. (2011). Kalça protezlerinde malzeme ve tasarım özellikleri, *Türk Ortopedi ve Travmatoloji Birliği Derneği*, **10:** 147-157.
- Birol, Y. (2009). Otomotivde Alüminyumun Cazibesi, Bilim ve Teknik, 497: 50-53.
- Bissacco, G., Hansen, H.N. and De Chiffre, L. (2006). Size effects on surface generation in micro milling of hardened tool steel, *Annals of the CIRP*, 55: 593-596.
- Bolen, J., Letzig, D. and Kainer, K.U. (2007). New perspectives for wrought magnesium alloys, *Materials Science Forum*, **546-549:** 1-10.
- Bornapour, M., Celikin, M. and Pekguleryuz, M. (2015). Thermal exposure effects on the in vitro degradation and mechanical properties of Mg–Sr and Mg–Ca–Sr biodegradable implant alloys and the role of the microstructure, *Materials Science and Engineering C*, **46**: 16-24.
- Bostman, O.M. (1991). Osteolytic changes accompanying degradation of absorbable fracture fixation implants, *Journal of Bone and Joint Surgery*, **73B:** 682.
- Bowen, P.K., Drelich, J. and Goldman, J. (2013). Zinc exhibits ideal physiological corrosion behavior for bioabsorbable stents, *Advanced Materials*, **25**: 2577–2582.

- Brar, H.S., Platt, M.O., Sarntinoranont, M., Martin, P.I. and Manuel, M.V. (2009).
   Magnesium as a biodegradable and bioabsorbable material for medical implants, *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, 61: 31-34.
- Burke, P. and Kipouros, G.J. (2007). Development of magnesium powder metallurgy alloys, Process Engineering and Applied Science, Dalhousie University, Barrington.
- Cáceres, C.H. and Blake, A.H. (2002). The strength of concentrated Mg-Zn solid solutions, *Physica Status Solidi* (*a*), **194:** 147-158.
- Cai, S., Lei, T., Li, N. and Feng, F. (2012). Effects of Zn on microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of Mg–Zn alloys, *Materials Science and Engineering C*, 32: 2570-2577.
- Cha, P.R., Han, H.S., Yang, G.F. et al. (2013). Biodegradability engineering of biodegradable Mg alloys: tailoring the electrochemical properties and microstructure of constituent phases, *Scientific Reports*, **3**: 2367.
- Chae, J., Park, S.S. and Freiheit, T. (2006). Investigation of micro-cutting operations, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, **46:** 313-332.
- Chai, S., Zhang, D., Pan, F., Dong, J., Guo, F., Dong, Y. (2013). Influence of post-weld hot rolling on the microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy sheet, *Materials Science and Engineering: A*, **588**: 208–213.
- Changizian, P., Zarei-Hanzaki, A. and Roostaei, A.A. (2012) The high temperature flow behaviour modelling of AZ81 magnesium alloy considering strain effects, *Materials & Design*, **39:** 384–389.
- Chen, D., He, Y., Tao, H., Zhang, Y., Jiang, Y., Zhang, X. and Zhang, S. (2011). Biocompatibility of magnesium-zinc alloy in biodegradable orthopedic implants, *International Journal of Molecular Medicine*, 28: 343-348.
- Chen, Y., Xu, Z., Smith, C. and Sankar, J. (2014). Recent advances on the development of magnesium alloys for biodegradable implants, *Acta Biomaterialia*, **10**: 4561-4573.
- Chen, Y., Jin, L., Song, Y., Liu, H. and Ye, R. (2014). Effect of Zn on microstructure and mechanical property of Mg-3Sn-1Al alloys, *Materials Science & Engineering A*, 612: 96-101.
- Cheng, W.L., Park, S.S., You, B.S. and Koo, B.H. (2010). Microstructure and

mechanical properties of binary Mg-Sn alloys subjected to indirect extrusion, *Materials Science and Engineering: A*, **527:** 4650-4653.

- Cheng, W., Park, S.S., Tang, W., You, B.S. and Koo, B.H. (2010b). Influence of rare earth on the microstructure and a ge hardening response of indirect-extruded Mg-5Sn-4Zn alloy, *Journal of Rare Earths*, 28: 785-789.
- Cheng, W-L., Wang, M., Que, Z-P. Xu, C-X., Zhang, J-S., Liang, W., You, B-S. and Park, S-S. (2013). Microstructure and mechanical properties of high speed indirect-extruded Mg-5Sn-(1,2,4) Zn alloys, *Journal of Central South University*, 20: 2643-2649.
- Chern, G.L., Wu, Y.J.E., Cheng, J.C. and Yao, J.C. (2007). Study on burr formation in micro-machining using micro-tools fabricated by micro-EDM, *Precision Engineering*, **31**: 122-129.
- Chng, C.B., Lau, D.P., Choo, J.Q. and Chui, C.K. (2012). A bioabsorbable microclip for laryngeal microsurgery: Design and evaluation, *Acta Biomaterialia*, 8: 2835-2844.
- Cox, D., Newby, G., Park, H.W. and Liang, S.Y. (2004). Performance Evaluation of a Miniaturized Machining Center for Precision Manufacturing. Proceedings ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, 13-19 November, Anaheim, California, 503-510.
- Cuba Ramos, A., Autenrieth, H., Strauß, T., Deuchert, M., Hoffmeister, J., Schulze, V. (2012). Characterization of the transition from ploughing to cutting inmicro machining and evaluation of theminimum thickness of cut, *Journal of Materials Processing Technology*, **212:** 594–600.
- Cura, M.E. (2002). Sıcak Preslenmiş WC-Co/B<sub>4</sub>C Kompozitlerinin Mekanik, Manyetik ve Mikroyapısal İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Czerwinski, F. (2008). Magnesium Injection Molding, Springer, USA.
- Çakır, M.C. (2018). Modern Talaşlı İmalatın Esasları, Dora Basım Yayın, Türkiye.
- Çapan, L. (2010). Metallere Plastik Şekil Verme, Çağlayan Kitabevi, İstanbul.
- Çelik, E., Çelik, Ö. ve Güven, Ş.Y. (2010). Sıcak Pres Tasarımı ve Elmaslı Kesici Takım Üretimi. 2. Ulusal Tasarım İmalat ve Analiz Kongresi, Balıkesir, 11-22 Kasım, 281-289.

- Dahle, A.K., StJohn, D.H. and Dunlop, G.L. 2000. Developments and challenges in the utilisation of magnesium alloys, *Materials Forum*, **24**: 167-182.
- Dahle, A.K., Lee, Y.C., Nave, M.D., Schaffer, P.L. and StJohn, D.H. (2001). Development of the as-cast microstructure in magnesium-aluminium alloys, *Journal of Light Metals*, 1: 61-72.
- Demirci, M., Vanlı, A.S. ve Akdoğan, A. (2015). Savunma sanayinde kullanılan magnezyum alaşımları ve uygulama alanları, *International Journal of Engineering Research and Development*, 7: 13-20.
- Dhanorker, A. and Özel, T. (2008). Meso/micro scale milling for micro-manufacturing, International Journal of Mechatronics and Manufacturing Systems, 1: 23-42.
- Diler, E., Rioual, S., Lescop, B., Thierry, D. and Roubellou, B. (2012). Chemistry of corrosion products of Zn and MgZn pure phases under atmospheric conditions, *Corrosion Science*, 65: 178-186.
- Dobrzański, L.A., Tański, T. and Čížek, L. (2007). Heat treatment impact on the structure of die-cast magnesium alloys, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 20: 431-434.
- Dobrzański, L.A., Tański, T., Čížek, L. and Domagała, J. (2008). Mechanical properties and wear resistance of magnesium casting alloys, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, **31**: 83-90.
- Doege, E. and Dröder, K. (2001). Sheet metal forming of magnesium wrought alloys formability and process technology, *Journal of Materials Processing Technology*, 115: 14-19.
- Dorozhkin, S.V. (2014). Calcium orthophosphate coatings on magnesium and its biodegradable alloys, *Acta Biomaterialia*, **10**: 2919-2934.
- Dornfeld, D., Min, S. and Takeuchi, Y. (2006). Recent advances in mechanical micromachining, *Annals of the CIRP*, **55**: 745-768.
- Ducobu, F., Rivière-Lorphèvre, E., Filippi, E. (2017). Experimental and numerical investigation of the uncut chip thickness reduction in Ti6Al4Vorthogonal cutting, *Meccanica*, 52: 1577–1592.
- El-Rahman, S.S. (2003). Neuropathology of aluminum toxicity in rats (glutamate and GABA impairment). *Pharmacological Research*, **47:** 189-194.
- Emley, E.F. Principles of Magnesium Technology. Pergamon Press Ltd, 1966.

- Erbel, R., Di Mario, C., Bartunek, J., et al. (2007). Temporary scaffolding of coronary arteries with bioabsorbable magnesium stents: a prospective, non-randomised multicenter trial, *Lancet*, **369**: 1869-1875.
- Erçetin, A. and Aslantaş, K. (2017). Production of WCu electrical contact material via conventional powder metallurgy method: Characterization, mechanical and electrical properties, *Turkish Journal of Nature and Science*, **6**: 37-42.
- Erçetin, A., Aslantaş, K. and Perçin, M. (2018). Micro milling of tungsten-copper composite materials produced through powder metallurgy method: Effect of composition and sintering temperature, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, **33**: 1369-1381.
- Fang, F.Z., Wu, H., Liu, X.D., Liu, Y.C. and Ng, S.T. (2003). Tool geometry study in micromachining, Journal of Micromechanics and Microengineering, 13: 726-731.
- Fıçıcı, F., Dündar, M ve Özen, F. (2016). Mikro frezeleme tezgahının tasarımı ve kısımları, *El-Cezeri Fen ve Mühendislik Dergisi*, **3:** 428-437.
- Filiz, S., Conley, C.M., Wasserman, M.B. and Özdoganlar, O.B. (2007). An experimental investigation of micro machinability of copper 101 using tungsten carbide micro endmill, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 47: 1088-1100.
- Friedrich, C.R. and Coane, P.J. (1997). Micromilling development and applications for microfabrication, *Journal of Microelectronic Engineering*, **35:** 367-372.
- Friedrich, H.E. and Mordike, B.L. (2006). Magnesium Technology, Metallurgy, Design Data, Applications. Springer, Germany.
- Fukuda, H., Szpunar, J.A., Kondoh, K. and Chromik, R. (2010). The influence of carbon nanotubes on the corrosion behaviour of AZ31B magnesium alloy, *Corrosion Science*, **52**: 3917–3923.
- Ghosh, P., Mezbahul-Islam, M., Medraj, M. (2012). Critical assessment and thermodynamic modeling of Mg–Zn, Mg–Sn, Sn–Zn and Mg–Sn–Zn systems, *CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, 36: 28-43.
- Ghali, E. (2010). Corrosion Resistance of Aluminum and Magnesium Alloys: Understanding, Performance and Testing. Jogh Wiley & Sons., USA.

Gökçe, A., Fındık, F. and Kurt, A.O. (2011). Microstructural examination and

properties of premixed Al-Cu-Mg powder metallurgy alloy, *Materials Characterization*, **62**: 730-735.

- Gray-Munro, J.E., Seguin, C. and Strong, M. (2008). Influence of surface modification on the in vitro corrosion rate of magnesium alloy AZ31, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, **91A**: 221-230.
- Grum, J. and Kisin, M. (2003). Influence of microstructure on surface integrity in turning-part 2: The influence of a microstructure of the work piece material on cutting forces, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 43: 1545-1551.
- Gu, X-N., Zheng, Y-F., Cheng, Y., Zhong, S-P. and Xi, T-F. (2009). In vitro corrosion and biocompatibility of binary magnesium alloys, *Biomaterials*, **30**: 484-498.
- Gu, X-N., Zheng, Y-F. (2010). A review on magnesium alloys as biodegradable materials, *Frontiers of Materials Science in China*, **4:** 111–115.
- Gu, X., Li, N., Zheng, Y. and Ruan, L. (2011). In vitro degradation performance and biological response of a Mg–Zn–Zr alloy, *Materials Science and Engineering: B*, 176: 1778-1784.
- Gupta, M. and Sharon, N.M.L. (2011). Magnesium, Magnesium Alloys, and Magnesium Composites. New Jersey: John Wiley & Son publication, USA.
- Gülsoy, H.Ö., Bilici, M.K., Bozkurt, Y. and Salman, S. (2007). Enhancing the wear properties of iron based powder metallurgy alloys by boron additions, *Materials* and Design, 28: 2255-2259.
- Gülsoy, H.Ö., Özgün, Ö. and Bilketay, S. (2016). Powder injection molding of Stellite 6 powder: Sintering, microstructural and mechanical properties, *Materials Science* and Engineering A, 651: 914-924.
- Ha, H.-Y., Kang, J.-Y., Yang, J., Yim, C.D. and You, B.S. (2013). Limitations in the use of the potentiodynamic polarisation curves to investigate the effect of Zn on the corrosion behaviour of as-extruded Mg–Zn binary alloy, *Corrosion Science*, **75**: 426-433.
- Ha, H.Y., Kang, J.Y., Yim, C.D., Yang, J. and You, B.S. (2014). Role of hydrogen evolution rate in determining the corrosion rate of extruded Mg-5Sn-(1-4wt%) Zn alloys, *Corrosion Science*, 89: 275-285.
- Haferkamp, H., Boehm, R., Holzkamp, U., Jaschik, C., Kaese, V. and Niemeyer, M.

(2001). Alloy development, processing and applications in magnesium lithium alloys, *Materials Transactions*, **42:** 1160-1166.

- Hall, E.O. (1970). Yield Point Phenomena in Metals and Alloys, Macmillan and Co, Ltd., London.
- Hamid, H. and Coltart, J. (2007). Miracle stents'-a future without restenosis, *McGill Journal of Medicine*, 10: 105-111.
- Han, B.Q. and Dunand, D.C. (2000). Microstructure and mechanical properties of magnesium containing high volume fractions of yttria dispersoids, *Materials Science and Engineering A*, 277: 297–304.
- Handbook of Magnesium and Magnesium Alloys. (1999). ASM International, 188–191.
- Hanzi, A.C., Metlar, A., Schinhammer, M., et al. (2011). Biodegradable wound-closing devices for gastrointestinal interventions: degradation performance of the magnesium tip, *Materials Science and Engineering: C*, **31**: 1098-1103.
- Haude, M., Erbel, R., Erne, P., et al. (2013). Safety and performance of the drug-eluting absorbable metal scaffold (dreams) in patients with de-novo coronary lesions:
  12 month results of the prospective, multicentre, first-in-man BIOSOLVE-I trial, *The Lancet*, 381: 836-844.
- Heller, J., Sparer, R.V. and Zentner, G.M. (1990). Biodegradable Polymers as Drug Delivery Systems, In: Chasin, M. and Langer, R.S. (Eds.), New York, 121–161.
- Hirano, S. and Suzuki, K.T. (1996). Exposure, metabolism, and toxicity of rare earths and related compounds, *Environmental Health Perspectives*, **104**: 85-95.
- Homayun, B. and Afshar, A. (2014). Microstructure, mechanical properties, corrosion behavior and cytotoxicity of Mg–Zn–Al–Ca alloys as biodegradable materials, *Journal of Alloys and Compounds*, 607: 1-10.
- Hort, N., Huang, Y., Leil, T.A., Maier, P. and Kainer, K.U. (2006). Microstructurel investigations of the Mg-Sn-xCa system, *Advanced Engineering Materials*, 8: 359-364.
- Hort, N., Huang, Y., Fechner, D., et al. (2010). Magnesium alloys as implant materialsprinciples of property design for Mg–RE alloys, *Acta Biomaterialia.*, 6: 1714-1725.
- Hu, R.G., Zhang, S., Bu, J.F., Lin, C.J., Song, G.L. (2012). Recent progress in corrosion protection of magnesium alloys by organic coatings, *Progress in Organic*

*Coatings*, **73:** 129–141.

- Ilgaz, O. (2014). Döküm, ekstrüzyon ve dövme işlemlerinin 6082 Al alaşımlı dövme süspansiyon parçalarında mikroyapı ve mekanik özelliklerine etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Jihua, C., Zhenhua, C., Hongge, Y. and Fuquan, Z. (2009). Microstructural characterization and mechanical properties of a Mg-6Zn-3Sn-2Al alloy, *Journal* of Alloys and Compounds, 467: L1-L7.
- Jones, D.A. (1996). Principles and prevention of corrosion, Prentice Hall, USA.
- Jun, M.B., DeVor, R.E., Kapoor, S,G. (2006). Investigation of the Dynamics of microend milling-part II: model validation and interpretation, *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, **128**: 901–912
- Jung, J.Y., Kwon, S.J., Han, H.S., et al. (2012). In vivo corrosion mechanism by elemental interdiffusion of biodegradable Mg–Ca alloy, Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials, **100**: 2251-2260.
- Kacar, İ., Zile, M. ve Öztürk, F. (2006). Havacılık Sanayinde Magnezyum Alaşımları. I. Ulusal Havacılık ve Uzay Konferansı, Ankara, 21-23 Eylül, 1-7.
- Kalpakjian, S. and Schmid, S.R. (2002). Manufacturing Processes for Engineering Materials, Prentice Hall, 976, New Jersey.
- Kammer, C. (2000). Magnesium Taschenbuch, First ed., Aluminium-Verlag, Düsseldorf, Germany.
- Kang, I.S., Kim, J.S., Kim, J.H., Kang, M.C. and Seo, Y.W. (2007). A mechanistic model of cutting force in the micro end milling process, *Journal of Materials Processing Technology*, **187–188**: 250-255.
- Kang, I.S., Kim, J.S., Seo, Y.W. (2011). Investigation of cutting force behaviour considering the effect of cutting edge radius in themicroscale milling of AISI 1045 steel, *Proceedings of the Institution Mechanical Engineers Part B: Journal* of Engineering Manufacture, 225: 163–171.
- Karpuschewski, B., Pieper, H.J., Krause, M., Döring, J. (2013). CoCr Is Not the Same: CoCr-blanks for dental machining, In: Schuh, G., Neugebauer, R., Uhlmann, E. (eds) Future Trends in Production Engineering, Springer, Berlin, Heidelberg.
- Khalilpour, H., Miresmaeili, S.M. and Baghani, A. (2016). The microstructure and impression creep behavior of cast Mg-4Sn-4Ca alloy, *Materials Science* &

Engineering A, 652: 365-369.

- Kim, C.J., Bono, M. and Ni, J. (2002). Experimental analysis of chip formation in micro milling, *Transactions of the North American Manufacturing Research Institute of SME*, 30: 247-254.
- Kim, C.J., Mayor, J.R. and Ni, J. (2004). A static model of chip formation in microscale milling. ASME Journal of Manufacturing Science and Engineering, 126: 710-718.
- Kline, W.W. and DeVor, R.E. (1983). The effect of runout on cutting geometry and forces in end milling, *International Journal of Machine Tool Design and Research*, 23: 123-140.
- Koç, E. (2013). Biyoçözünür Magnezyum Alaşımlarının Korozyona Bağlı Mekanik Davranışlarının Araştırılması. Doktora Tezi, Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük.
- Kojima, Y. (2000). Platform science and technology for advanced magnesium alloys, *Materials Science Forum*, **350–351:** 3-18.
- Kraus, T., Fischerauer, S.F., Hanzi, A.C., Uggowitzer, P.J., Loffler, J.F. and Weinberg, A.M. (2012). Magnesium alloys for temporary implants in osteo synthesis: in vivo studies of their degradation and interaction with bone, *Acta Biomaterialia*, 8: 1230–1238.
- Kubasek, J., Vojtech, D., Lipov, J. and Ruml, T. (2013). Structure, mechanical properties, corrosion behavior and cytotoxicity of biodegradable Mg-X (X=Sn, Ga, In) alloys, *Materials Science and Engineering C*, 33: 2421-2432.
- Kulekci, M.K. (2008). Magnesium and its alloys applications in automotive industry, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **39:** 851-865.
- Kuram, E. and Ozçelik, B. (2013). Multi-objective optimization using Taguchi based grey relational analysis for micro-milling of Al 7075 material with ball nose end mill, *Measurement*, 46: 1849-1864.
- Kuram, E. and Ozçelik, B. (2016). Effects of tool paths and machining parameters on the performance in micro-milling of Ti6Al4V titanium with high-speeed spindle attachment, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 84: 691-703.
- Kuram, E. (2017). Kesici takım bağlama uzunluğunun mikro frezelemede takım aşınması, kuvvetler ve çapak boyutu üzerindeki etkileri, *Dokuz Eylül Üniversitesi*

Fen ve Mühendislik Dergisi, 19: 229-237.

- Kurihara, Y. (1994). The role of aluminum in automotive weight-reduction-Part 2, *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, **46:** 33-35.
- Kuwahara, H., Al-Abdullat, Y., Ohta, M., et al. (2000). Surface reaction of magnesium in hank's solutions, *Materials Science Forum*, **350–351:** 349-358.
- Kuwahara, H., Al-Abdullat, Y., Mazaki, N., Tsutsumi, S. and Aizawa, T. (2001). Precipitation of magnesium apatite on pure magnesium surface during immersing in Hank's solution, *Materials Transactions*, **42**: 1317-1321.
- Lai, X., Li, H., Li, C., Lin, Z., Ni, J. (2008). Modelling and analysis of micro scale milling considering size effect, micro cutter edge radius and minimum chip thickness, *International Journal of Machine Tools Manufacturing*, **48**: 1–14.
- Laser, T., Nürnberg, M., Janz, A., Hartig, C., Letzig, D., Schmid-Fetzer, R. and Bormann, R. (2006). The influence of manganase on the microstructure and mechanical properties of AZ31 gravity die cast alloys, *Acta Materialia*, **54**: 3033-3041.
- Lee, H.B., Khang, G. and Lee, J.H. (2000). Polymeric Biomaterials, The Biomedical Engineering Handbook: Second Edition, CRC Press LLC.
- Lee, Y.C., Dahle, A.K., StJohn, D.H. (2000). Magnesium Technology, 211.
- Lee, W.B., Cheung, C.F. (2001). A dynamic surface topography model for the precision of nano-surface generation in ultra-precision machining, *International Journal of Mechanical Sciences*, **43**: 961-991.
- Lee, K. and Dornfeld, D.A. (2002). An experimental study on burr formation in micro milling aluminum and copper, *Transactions of the North American Manufacturing Research Institute of SME*, **30**: 255-262.
- Lee, K. and Dornfeld, D.A. (2005). Micro-burr formation and minimization through process control, *Precision Engineering*, **29**: 246-252.
- Lee, E-S., Won, J-K., Shin, T-H., Kim, S-H. (2012). Investigation of machining characteristics for electrochemical micro-deburring of the AZ31 lightweight magnesium alloy, *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, **13**: 339-345.
- Lei, T., Tang, W., Cai, S.H., Feng, F.F. and Li, N.F. (2012). On the corrosion behaviour of newly developed biodegradable Mg-based metal matrix composites produced

by in situ reaction, *Corrosion Science*, **54**: 270–277.

- Levesque, J., Dube, D., Fiset, M. and Mantovani, D. (2004). Materials and properties for coronary stents, *Advanced Materials & Processes*, **162**: 45–48.
- Li, L.C., Gao, J.C. and Wang, Y. (2004). Evaluation of cyto-toxicity and corrosion behaviour of alkali-heat treated magnesium in simulated body fluid, *Surface and Coatings Technology*, **185**: 92-98.
- Li, Z., Gu, X., Lou, S. and Zheng, Y. (2008a). The development of binary Mg-Ca alloys for use as biodegradable materials within bone, *Biomaterials*, **29**: 1329-1344.
- Li, H., Lai, X., Li, C., Feng, J. and Ni, J., (2008b). Modelling and experimental analysis of the effects of tool wear, minimum chip thickness and micro tool geometry on the surface roughness in micro-end-milling, *Journal of Micromechanical and Microengineering*, **18**: 1-12.
- Li, P. (2009). Micromilling of Hardened Tool Steels. PhD Thesis. Technical University of Delft, Delft.
- Li, Y.C., Wen, C.E., Mushahary, D., et al. (2012). Mg–Zr–Sr alloys as biodegradable implant materials, *Acta Biomaterialia*, **8:** 3177-3188.
- Li, N. and Zheng, Y. (2013). Novel magnesium alloys developed for biomedical application: A Review, *Journal of Materials Science and Technology*, 29: 489-502.
- Li, H.F., Zheng, Y.F. and Qin, L. (2014). Progress of biodegradable metals, *Progress in Natural Science: Materials International*, **24:** 414–422.
- Li, F., Li, J., Xu, G., Liu, G., Kou, H. and Zhou, L. (2015). Fabrication, pore structure and compressive behavior of anisotropic porous titanium for human trabecular bone implant applications, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, **46**: 104-114.
- Li, X., Liu, X., Wu, S., Yeung, K.W.K., Zheng, Y., Chu, P.K. (2016). Design of magnesium alloys with controllable degradation for biomedical implants: From bulk to surface, *Acta Biomaterialia*, 45: 2-30.
- Li, W., Huang, X. and Huang, W. (2017). Effects of Ca, Ag addition on the microstructure and age-hardening behavior of a Mg-7Sn (wt%) alloy, *Materials Science & Engineering A*, 692: 75-80.

Lindroos, V.K. and Talvitie, M.J. (1995). Recent advances in metal matrix composites,

Journal of Materials Processing Technology, 53: 273–284.

- Litwinski, K.M., Min, S., Lee, D.E., Dornfeld, D.A. and Lee, N. 2006. Scalability of Tool Path Planning to Micro Machining. 1st. International Conference on Micromanufacturing, Urbana-Champaign, Illinois, USA, 13-15 September, 174-179.
- Liu, P. and Liang, K. (2001). Review Functional materials of porous metals made by P/M, electroplating and some other techniques, *Journal of Materials Science*, 36: 5059-5072.
- Liu, X., DeVor, R.E., Kapoor, S.G. and Ehman, K.F. (2004). The mechanics of machining at the micro scale: assessment of the current state of the science, *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, **126**: 666-678.
- Liu, X., Jun, M.B., DeVor, R.E., Kappor, S.G. (2004). Cutting Mechanisms and their Influence on Dynamic Forces, Vibrations and Stability in Micro-end Milling Proceedings ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, Anaheim California, 13-19 November, 13-20.
- Liu, L. and Dong, C. (2006a). Gas tungsten-arc filler welding of AZ31magnesium alloy, *Materials Letters*, **60:** 2194–2197.
- Liu, X., DeVor, R.E. and Kapoor, S.G. (2006b). An analytical model for the prediction of minimum chip thickness in micromachining, *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, **128**: 474-481.
- Liu, H., Chen, Y., Tang, Y., Wei, S. and Niu, G. (2007). The microstructure, tensile properties, and creep behavior of as-cast Mg–(1–10)%Sn alloys, *Journal of Alloys Compounds*, 440: 122-126.
- Liu, L. and Schlesinger, M. (2009). Corrosion of magnesium and its alloys, *Corrosion Science*, **51**: 1733-1737.
- Lloyd, D.J. (1994). Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites, *International Materials Reviews*, **39:** 1–23.
- Lopez de Lacalle, L.N., Lamikiz, A., Sanchez, J.A. and Salgado, M.A. (2004). effects of tool deflection in the high-speed milling of inclined surfaces, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 24: 621-631.
- Luo, A.A. (2013). Magnesium casting technology for structural applications, *Journal of Magnesium and Alloys*, 1: 2-22.

- Mahallawy, N., Diaa, A.A., Akdesir, M. and Palkowski, H. (2016). Microstructure and mechanical properties of Mg-6Sn and Mg-6Zn alloys prepared by different processing techniques: a comparative study, *Materials Science & Engineering Technology*, 47: 1-63.
- Makki, H., Heinemann, R., Hinduja, S. and Owodunni, O. (2009). Online Determination of Tool Run-Out and Wear Using Machine Vision and Image Processing Techniques. 5th Virtual Conference Innovative Production Machines and Systems, 6-17 July.
- Malekian, M., Mostofa, M.G., Park, S.S., Jun, M.B.G. (2012). Modeling of minimum uncut chip thickness in micro machining of aluminum. *Journal of Materials Processing Technology*, 212: 553–559.
- Mann, G., Griffiths, J.R. and Caceres, C.H. (2004). Hall-Petch parameters in tension and compression in cast Mg-2Zn alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, **378**: 188-191.
- Mendis, C.L., Bettles, C.J., Gibson, M.A. and Hutchinson, C.R. (2006). An enhanced age hardening response in Mg-Sn based alloys containing Zn, *Materials Science* and Engineering: A, 435: 163-171.
- Mian, A.J., Driver, N., Mativenga, P.T. (2011). Estimation of minimum chip thickness in micro-milling using acoustic emission, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 225: 1535-1551.
- Min, S., Dornfeld, D., Inasaki, I., et al. (2006). Variation in machinability of single crystal materials in micromachining, *Annals of the CIRP*, **55**: 103-106.
- MPIF Standard 10 (2002): Method for Determination of Tensile Properties of Powder Metallurgy Materials, in Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products. Princeton, New Jersey, USA.
- Moravej, M. and Mantovani, M.D. (2011). Biodegradable metals for cardiovascular stent application: interests and new opportunities, *International Journal of Molecular Sciences*, **12:** 4250–4270.
- Mordike, B.L. and Ebert, T. (2001). Magnesium: Properties-applications-potential, *Materials Science and Engineering: A*, **302:** 37–45.

Muhaffel, M.R. (2012). Mikro ark oksidasyon işlemi uygulanmış silisyum karbür

takviyeli AZ91D magnezyum alaşımının korozyon ve aşınma özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

- Nagels, J., Stokdijk, M. and Rozing, P.M. (2003). Stress shielding and bone resorption in shoulder arthroplasty, *Journal of Shoulder and Elbow Surgery*, **12:** 35–39.
- Nayeb-Hashemi, A.A. and Clark, J.B. Phase Diagrams of Binary Magnesium Alloys, ASM International, Materials Park, OH, 1988.
- Nayyeri, G. and Mahmudi, R. (2010). Enhanced creep properties of a cast Mg-5Sn alloy subjected to aging-treatment, *Materials Science and Engineering A*, **527:** 4613-4618.
- Niinomi, M., Nakai, M. and Hieda, J. (2012). Development of new metallic alloys for biomedical applications, *Acta Biomaterialia*, **8:** 3888–3903.
- Oğuz, B. (1990). Demir dışı metallerin kaynağı, Oerlikon Yayını, İstanbul.
- Ohara, H. 1998. Magnesium alloys and their application, *Journal of Japan Institute of Light Metals*, **48**: 422–424.
- Oliveira, F.B., Roger Rodrigues, A., Teixeira Coelho, R., Fagalide Souza, A. (2015). Size effect and minimum chip thickness in micromilling, *International Journal of Machine Tools Manufacture*, 89: 39–54.
- Oliaei, S.N.B., Karpat, Y. (2016). Investigating the influence of built-up edge on forces and surface roughness in micro scale orthogonal machining of titanium alloy Ti6Al4V, Journal of Materials Processing Technology, 235: 28–40.
- Özdemir, U. ve Erten, M. (2003). Talaşlı imalat sırasında kesici takımda meydana gelen hasar mekanizmaları ve takım hasarını azaltma yöntemleri, *Havacılık ve Uzay Teknolojileri Dergisi*, **1:** 37-50.
- Özel, T., Liu, X. and Dhanorker, A. (2007). Modelling and Simulation of Micro-Milling Process. 4th International Conference and Exhibition on Design and Production of Machines and Dies/Molds, Cesme, Turkey, 21-23 June.
- Özgün, Ö., Aslantaş, K. and Erçetin, A. Powder metallurgy Mg-Sn alloys: Production and characterization, *Scientia Iranica*, (Accepted), DOI: 10.24200/sci.2019.50212.1578.
- Özgün, Ö. (2012). Nikel Esaslı Süperalaşım Malzemelerin Toz Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi ile Üretilmesi ve Karakterizasyonu. Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi,

Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.

- Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Yılmaz, R. and Findik, F. (2013). Microstructural and mechanical characterization of injection molded 718 superalloy powders, *Journal of Alloys and Compounds*, **576**: 140–153.
- Park, J.B. and Kim, Y.K. (2003). Biomaterials: Principles and Applications, Ed. Park, J.B. and Bronzino, J.D. BocaRaton: CRC Press, 1–20.
- Park, G.E. and Webster, T.J. (2005). A review of nanotechnology for the development of beter orthopedic implants, *Journal of Biomedical Nanotechnology*, **1**: 18–29.
- Peeters, P. Bosiers, M., Verbist, J., Deloose, K. and Heublein, B. (2005). Preliminary results after application of absorbable metal stents in patients with critical limb ischemia, *Journal of Endovascular Specialists*, **12:** 1-5.
- Peng, J., Zhong, L., Wang, Y., Lu, Y. and Pan, F. (2015). Effect of extrusion temperature on the microstructure and thermal conductivity of Mg-2.0Zn-1.0Mn-0.2Ce alloys, *Materials and Design*, 87: 914-919.
- Perez, P., Garces, G. and Adeva, P. (2007). Influence of texture on the mechanical properties of commercially pure magnesium prepared by powder metallurgy, *Journal of Materials Science*, **42:** 3969-3976.
- Philippe, D. and Jean-Yves, H. (2006). Active integration of tool deflection effects in end milling part 1: Prediction of milled surfaces, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, **46:** 937–944.
- Pollock, T.M. and Tin, S. (2006). Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties, *Journal of Propulsion and Power*, 22: 361–374.
- Polmear, I.J. (1994). Overview Magnesium alloys and applications, *Materials Science and Technology*, **10:** 1-16.
- Polmear, I.J. (2006). Light alloys, from traditional alloys to nanocrystals, *Butterworth Heinemann*, UK.
- Prasad, A.S. (2008). Zinc in human health effect of zinc on immune cells, *Molecular Medicine*, **14**: 353-357.
- Purnama, A., Hermawan, H., Couet, J. and Mantovani, D. (2010). Assessing the biocompatibility of degradable metallic materials: state-of-the-art and focus on the potential of genetic regulation, *Acta Biomaterialia*, 6: 1800-1807.
- Qi, F., Zhang, D., Zhang, X. and Xu, X. (2014). Effect of Sn addition on the microstructure and mechanical properties of Mg-6Zn-1Mn (wt.%) alloy, *Journal* of Alloys and Compounds, 585: 656-666.
- Raimund, E., Carlo, D.M., Jozef, B, et al. (2007). Temporary scaffolding of coronary arteries with bioabsorbable magnesium stents: a prospective, non-randomised multicentre trial, *Lancet*, **369**: 1869-1875.
- Ramsden, J.J., Allen, D.M., Stephenson, D.J., et al. (2007). The design and manufacture of biomedical surfaces, *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, **56:** 687-711.
- Rashad, M., Pan, F. and Asif, M. (2015). Room temperature mechanical properties of Mg–Cu–Al alloys synthesized using powder metallurgy method, *Materials Science & Engineering: A*, 644: 129–136.
- Ratner, B.D., Hoffman, A.S., Schoen, F.J. and Lemons, J.E. (2004). Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine, Academic Press.
- Rezaei, H., Sadeghi, M.H., Budak, E. (2018) Determination of minimum uncut chip thickness under various machining conditions during micro-milling of Ti-6Al-4V. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **95**: 1617-1634.
- Ruedi, T.P. and Murphy, W.M. (2001). Principle of Fracture Management, Thieme Medical Publishers.
- Sabetghadam-Isfahani, A., Zalaghi, H., Hashempour, S., et al. (2016). Fabrication and properties of ZrO2/AZ31 nanocomposite fillers of gas tungsten arc welding by accumulative roll bonding, *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 16: 397–402.
- Sanchez, A.H.M., Luthringer, B.J., Feyerabend, F. and Willumeit, R. (2015). Mg and Mg alloys: How comparable are in vitro and in vivo corrosion rates? A review, *Acta Biomaterialia*, **13**: 16-31.
- Sannes, S. and Westengen, H. (1998). Magnesium alloys and their applications, in: B.L. Mordike, K.U. Kainer (Eds.), Magnesium alloys and their applications, Werkstoff-Informationsgesellschaft, Frankfurt, Germany, 223-228.
- Saris, N.E.L. (2000). Magnesium: an update on physiological, clinical and analytical aspects, *Clinica Chimica Acta*, **294**: 1–26.
- Sasaki, T.T., Oh-ishi, K., Ohkubo, T. and Hono, K. (2006). Enhanced age hardening response by the addition of Zn in Mg-Sn alloys, *Scripta Materialia*, **55**: 251-254.

- Schaller, T., Bohn, L., Mayer, J. and Schubert, K., (1999). Microstructure grooves with a width of less than 50 micrometer cut with ground hard metal micro end mills, *Precision Engineering*, 23: 229–235.
- Schmidt, J., Spath, D., Elsner, J., Huentrup, V. and Tritschler, H. (2002). Requirements of an industrially applicable microcutting process for steel micro-structures, *Microsystem Technologies*, 8: 402-408.
- Schmidt, J. and Tritschler, H. (2004). Micro Cutting of Steel, *Microsystem Technologies*, **10**: 167-174.
- Schmitz, T., Couey, J., Marsh, E., Mauntler, N. and Hughes, D. (2007). Runout effects in milling: surface finish, surface location error, and stability, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 47: 841–851.
- Seçgin, G.O. (2012). İkiz merdaneli sürekli döküm yöntemi ile üretilmiş AZ31 magnezyum alaşımının korozyon davranışının incelenmesi. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Shabouk, S. and Nakamoto, T. (2003). Micro machining of single crystal diamond by utilization of tool wear during cutting process of ferrous material. *Journal of Micromechatronics*, 2: 13–26.
- Shadanbaz, S. and Dias, G.J. (2012). Calciumphosphatecoatings on magnesium alloys for biomedical applications: a review, *Acta Biomaterialia*, **8:** 20–30.
- Shi, Z.M. and Atrens, A. (2011). An innovative specimen configuration for the study of Mg corrosion, *Corrosion Science*, 53: 226-246.
- Shi, Z., Li, Y., Liu, Z., Qiao, Y. (2018). Determination of minimum uncut chip thickness during micro-end milling Inconel 718 with acoustic emission signals and FEM simulation, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 98: 37-45.
- Shimada, S., Ikawa, N., Tanaka, H., Ohmuri, G., Uchikoshi, J. and Yoshinaga, H. (1993). Feasibility study on ultimate accuracy in microcutting using molecular dynamics simulation, *Annals of the CIRP*, **42**: 91–94.
- Shuai, C., Zhou, Y., Lin, X., Yang, Y., Gao, C., Shuai, X., Wu, H., Liu, X., Wu, P. and Feng, P. (2017). Preparation and characterization of laser-melted Mg–Sn–Zn alloys for biomedical application, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 28: 13.

- Shreyes, K.L. and Melkote, N. (2006). Effect of Plastic Side flow on Surface Roughness in Micro-Turning Process, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46: 1778–1785.
- Silva, V.V., Domingues, R.Z. and Lameiras, F.S. (2001). Microstructural and mechanical study of zirconia-hydroxyapatite (ZH) composite ceramics for biomedical applications, *Composites Science and Technology*, **61**: 301-310.
- Silva, R.B., Machado, Á. R., Ezugwu, E. O., Bonney, J., and Sales, W. F. (2013). Tool life and wear mechanisms in high speed machining of Ti – 6A1 – 4V alloy with PCD tools under various coolant pressures, *Journal of Materials Processing Technology*, 213: 1459–1464.
- Sim, C.G. and Yang, M.Y. (1993). The prediction of the cutting force in ball-end milling with a flexible cutter, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 33: 267-284.
- Simchi, A. (2006). Densification and microstructural evolution during Co-sintering of Ni-base superalloy powders, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **37A**: 2549-2557.
- Simoneau, A., Ng, E. and Elbestawi, M.A. (2006). Surface defects during microcutting, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, **46:** 1378-1387.
- Sims, C.T., Stolof, N.S. and Hagel, W.C. (1987). Superalloys II. A Wiley-Interscience Publication, John Wiley & Sons.
- Skar, J.I. (1999). Corrosion and corrosion prevention of magnesium alloys, *Materials and Corrosion*, **50**: 2-6.
- Son, S.M., Lim, H.S. and Ahn, J.H. (2005). Effects of the friction coefficient on the minimum cutting thickness in micro cutting, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 45: 529–535.
- Song, G., Atrens, A., Stjohn, D., Naim, J. and Li, Y. (1997). The electrochemical corrosion of pure magnesium in 1 N NaCI, *Corrosion Science*, **39:** 855-875.
- Song, G., Atrens, A., Wu, X. and Zhang, B. (1998). Corrosion behavior of AZ21, AZ501 and AZ91 in sodium chloride, *Corrosion Science*, **40**: 1769-1791.
- Song, G.L. ve Atrens, A. (1999). Corrosion mechanisms of magnesium alloys, Advanced Engineering Materials, 1: 11-33.
- Song, G.L. and Atrens, A. (2003). Understanding magnesium corrosion, a framework

for improved alloy performance, Advanced Engineering Materials, 5: 837-858.

- Song, G. (2005). Recent progress in corrosion and protection of magnesium alloys, *Advanced Engineering Materials*, **7:** 563-586.
- Song, G.L. and Song, S.Z. (2007). A possible biodegradable magnesium implant material, *Advanced Engineering Materials*, **9:** 298-302.
- Song G.L. (2007). Control of biodegradation of biocompatible magnesium alloys, *Corrosion Science*, **49:** 1696-1701.
- Song, Y.W., Shan, D.Y., Chen, R.S., Zhang, F. and Han, E.H. (2009). Biodegradable behaviors of AZ31 magnesium alloy in simulated body fluid, *Materials Science* and Engineering: C, 29: 1039–1045.
- Song, Y., Shan, D., Chen, R. and Han, E-H. (2010). Effect of second phases on the corrosion behavior of wrought Mg-Zn-Y-Zr alloy, *Corrosion Science*, 52: 1830-1837.
- Song, Y., Han, E.-H., Shan, D., Yim, C.D., You, B.S. (2012). The effect of Zn concentration on the corrosion behavior of Mg–xZn alloys, *Corrosion Science*, 65: 322-330.
- Song, Y., Han, E.-H., Dong, K., Shan, D., Yim, C.D., You, B.S. (2013). Microstructure and protection characteristics of the naturally formed oxide films on Mg–xZn alloys, *Corrosion Science*, **72**: 133-143.
- Song, Y., Han, E.-H., Dong, K., Shan, D., Yim, C.D., You, B.S. (2014). Study of the corrosion product films formed on the surface of Mg–xZn alloys in NaCl solution, *Corrosion Science*, 88: 215–225.
- Spath, D. and Huntrup, V. (1999). Micro-milling of Steel for Mold Manufacturing Influences of Material, Tools and Process Parameters. Precision Engineering Nanotechnology, Proceedings of the First International Euspen Conference, Bremen, Germany, 31 May-4 June, 203–206.
- Sreejith, P.S., Ngoi, B.K.A. (2000). Dry machining: machining of the future, *Journal of Materials Processing Technology*, **101**: 287–291.
- Sriharitha, R., Murty, B.S. and Kottada, R.S. (2014). Alloying thermal stability and strengthening in spark plasma sintered Al<sub>x</sub>CoCrCuFeNi high entropy alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 583: 419-426.

SrinivasRao, U., Vijayaraghavan, L. (2013). Determination of minimum uncut chip

thickness in mechanical micro-machining using Johnson-Cook fracture model, *International Journal of Mechatronics and Manufacturing System*, **6:** 367–380.

- Staiger, M.P., Pietak, A.M., Huadmai, J., et al. (2006). Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: a review, *Biomaterials*, 27: 1728–1734.
- Stoloff, N.S. (2005). Wrought and Powder Metallurgy (P/M) Superalloys. In ASM Handbook: Properties and Selection: Irons, Steels and High Performance Alloys, 1: 1478-1527.
- Sun, X. and Cheng, K. (2010). Micro/Nano-Machining through Mechanical Cutting. Ed: Qin, Y. Manufacturing Engineering and Technology, Elsevier, Oxford, 24-38.
- Sunil, B.R., Ganesh, K.V., Pavan, P., et al. (2015). Effect of aluminum content on machining characteristics of AZ31 and AZ91 magnesium alloys during drilling, *Journal of Magnesium and Alloys*, 4: 15-21.
- Tahmasebifar, A. (2015). Surface morphology investigation of a biodegradable magnesium alloy. Doktora Tezi, Orta Doğu Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Tahmasebifar, A., Güngör, S. and Evis, Z. (2015). Flor iyonları ilave edilmiş nanokalsiyum fosfatların mikroyapısının araştırmaları, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, **30:** 1-7.
- Takacs, M., Verö, B. and Meszaros, I. (2003). Micromilling of metallic materials, Journal of Materials Processing Technology, 138: 152–155.
- Talbot, D. ve Talbot, J. (1998). Corrosion Science and Technology. Materials Science and Technology, CRC Pres LLC, USA.
- Thepsonthi, T. and Özel, T. (2012). Multi-objective process optimization for micro-end milling of Ti-6Al-4V titanium alloy, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 63: 903-914.
- Thomaz, T.R., Weber, C.R., Pelegrini, T., Dick, L.F.P. and Knörnschild, G. (2010). The negative difference effect of magnesium and of the AZ91 alloy in chloride and stannate-containing solutions, *Corrosion Science*, **52**: 2235-2243.
- Tie, D., Feyerabend, F., Müller, W.D., et al. (2013). Antibacterial biodegradable M-Ag alloys, *European Cells & Materials*, **25:** 284-298.
- Tönsoff, H.K., Winkler, J. (1997). The influence of tool cutting in machining of magnesium, Surface and Coating Technology, 94-95: 610-616

- Turan, M.E., Sun, Y., Akgul, Y., Turen, Y. and Ahlatci, H. (2017). The effect of GNPs on wear and corrosion behaviors of püre magnesium, *Journal of Alloys and Compounds*, **724**: 14-23.
- Ucun, İ., Aslantaş, K. ve Bedir, F. (2011). Kesici takım kaplama malzemesinin mikro frezeleme işleminde takım elastik deformasyonu üzerindeki etkisi, 6th International Advanced Technologies Symposium, Elazığ, 16-18 May, 106-110.
- Ucun, İ. (2013). Inconel 718 Malzemesinin Mikro İşlenebilirliği ve Kaplama Malzemesinin Etkisinin Araştırılması, Doktora Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta.
- Ucun, İ., Aslantaş, K. and Bedir, F. (2013b). An experimental investigation of the effect of coating material on tool wear in micro milling of Inconel 718 super alloy, *Wear*, **300**: 8-19.
- Ucun, İ., Aslantaş, K., Gökçe, B. and Bedir, F. (2014). Effect of tool coating materials on surface roughness in micromachining of Inconel 718 super alloy, *Proceedings* of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture, 228: 1550–1562.
- Ucun, İ., Aslantaş, K. and Bedir, F. (2015a) The effect of minimum quantity lubrication and cryogenic pre-cooling on cutting performance in the micro milling of Inconel 718, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture, 229: 2134-2143.
- Ucun, İ., Aslantaş, K. and Bedir, F. (2015b). The performance of DLC-coated and uncoated ultra-fine carbide tools in micromilling of Inconel 718, *Precision Engineering*, **41**: 135-144.
- Ucun, İ., Aslantas, K., Özkaya, E., Cicek, A. (2017). 3D numerical modelling of micromilling process of Ti6Al4V alloy and experimental validation, Advances in Materials and Processing Technologies, 3: 250-260
- Ueda, K. and Iwata, K. (1980). Chip formation mechanism in single crystal cutting of βbrass, *Annals of the CIRP*, **29:** 65-68.
- Uhlmann, E., Sascha, P. and Schauer, K. (2005). Micro milling of sintered tungsten copper composite materials. *Journal of Materials Processing Technology*, 167: 402–407.
- Vervoort, P.J., Vetter, R., Duszczyk, J. (1996). Overview of powder injection molding,

Advanced Performance Materials, 3: 121-151.

- Vogler, M.P., DeVor, R.E. and Kapoor, S.G. (2004). On the modeling and analysis of machining performance in micro endmilling part i: surface generation. ASME Journal of Manufacturing Science and Engineering, 126: 685- 694.
- Vogler, M.P., DeVor, R.E. and Kapoor, S.G. (2004). On the modeling and analysis of machining performance in micro endmilling part ii: cutting force prediction, *ASME Journal of Manufacturing Science and Engineering*, **126**: 695-705.
- Vormann, J. (2003). Magnesium: Nutrition and metabolism, Molecular Aspects of Medicine, 24: 27-37.
- Wahba, M. and Katayama, S. (2012). Laser welding of AZ31B magnesium alloy to Zncoated steel, *Materials and Design*, 35: 701-706.
- Waizy, H., Weizbauer, A., Modrejewski, C., Witte, F., Windhagen, H., Lucas, A., Kieke, M., Denkena, B., Behrens, P., Meyer-Lindenberg, A., Bach, F-W. and Thorey, F. (2012). In vitro corrosion of ZEK100 plates in Hank's Balanced Salt Solution, *Biomedical Engineering Online*, 1: 1-12.
- Waizy, H., Seitz, J.M., Reifenrath, J., Weizbauer, A., Bach, F.W., Meyer-Lindenberg, A. et. al. (2013). Biodegradable magnesium implants for orthopedic applications, *Journal of Materials Science*, **48**: 39-50.
- Wan, Z.P., Zhu, Y.E., Liu, H.W., Tang, Y. (2012). Microstructure evolution of adiabatic shear bands and mechaanisms of saw-tooth chip formation in machining Ti6Al4V, *Materials Science and Engineering A*, **531**: 155-163
- Wang, Y., Wei, M., Gao, J., Hu, J. and Zhang, Y. (2008). Corrosion process of pure magnesium in simulated body fluid, *Materials Letters*, 62: 2181-2184.
- Wang, J., Gong, Y., Abba, G., Antoine, J.F., Shi, J. (2009). Chip formation analysis in micromilling operation, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 45: 430–447.
- Wang, H.X., Guan, S.K., Wang, X., Ren, C.X. and Wang, L.G. (2010). In vitro degradation and mechanical integrity of Mg-Zn-Ca alloy coated with Ca-deficient hydroxyapatite by the pulse electrodeposition process, *Acta Biomaterialia*, 6: 1743-1748.
- Wang, Q., Li, C., Zou, Y., Wang, H., Yi, T. and Huang, C. (2012). A highly selective fluorescence sensor for Tin (Sn 4+) and its application in imaging live cells,

Organic & Biomolecular Chemistry, 10: 6740-6746.

- Weck, M., Fischer, S. and Vos, M., (1997). Fabrication of micro components using ultra precision machine tools, *Nanotechnology*, 8: 145-148.
- Weule, H., Huntrup, V. and Tritschle, H. (2001). Micro-cutting of steel to meet new requirements in miniaturization, *Annals of the CIRP*, **50:** 61-64.
- Willbold, E., Kaya, A., Kaya, R., Beckmann, F. and Witte, F. (2011). Corrosion of magnesium alloy AZ31 screws is dependent on the implantation site, *Materials Science and Engineering: B*, **176:** 1835-1840.
- Willbold, E., Gu, X., Albert, D., et al. (2015). Effect of the addition of low rare earth elements (lanthanum, neodymium, cerium) on the biodegradation and biocompatibility of magnesium, *Acta Biomaterialia*, **11**: 554-562.
- Willumeit, R. Fischer, J. Feyerabend, F. et al. (2011). Chemical surface alteration of biodegradable magnesium exposed to corrosion media, *Acta Biomaterialia*, 7: 2704-2715.
- Windhagen, H., Radtke, K., Weizbauer, A., et al. (2013). Biodegradable magnesiumbased screw clinically equivalent to titanium screw in hallux valgus surgery: short term results of the first prospective, randomized, controlled clinical pilot study, *BioMedical Engineering OnLine*, **12**: 62-72.
- Witte, F., Hort, N., Vogt, C., et al. (2008). Degradable biomaterials based on magnesium corrosion, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 12: 63-72.
- Woon, K.S., Rahman, M., Fang, F.Z., Neo, K.S., Liu, K. (2008). Investigations of tool edge radius effect in micromachining: a FEM simulation approach, *Journal of Materials Processing Technology*, **195**: 204–211.
- Wu, S.L., Chung, C.Y., Liu, X.M. et al. (2007). Pore formation mechanism and characterization of porous NiTi shape memory alloys synthesized by capsule freehot isostatic pressing, *Acta Materialia*, 55: 3437–3451.
- Wu, R.Z., Qu, Z.K. and Zhang, M.L. (2010). Reviews on the influences of alloying elements on the microstructure and mechanical properties of Mg-Li base alloys, *Reviews on Advanced Materials Science*, 24: 35-43.
- Wu, S., Liu, X., Yeung, K.W. et al. (2013). Surface nano-architectures and their effects on the mechanical properties and corrosion behavior of Ti-based orthopedic

implants, Surface and Coatings Technology, 233: 13-26.

- Wu, X., Li, L., Zhao, M., He, N. (2016). Experimental investigation of specific cutting energy and surface quality based on negative effective rake angle in micro turning, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 82: 1941– 1947.
- Wyen, C-F. and Wegener, K. (2010). Influence of cutting edge radius on cutting forces in machining titanium, *CIRP Annals*, **59**: 93-96.
- Xin, R.L., Li, B. and Liu, Q. (2011). Influence of texture on corrosion rate of AZ31 Mg alloy in 3.5 wt% NaCl, *Materials Design*, **32**: 4548-4552.
- Xu, L., Yu, G., Zhang, E., Pan, F. and Yang, K. (2007). In vivo corrosion behavior of Mg-Mn-Zn alloy for bone implant application, *Journal of Biomedical Material Research*, 83A: 703-711.
- Yamamoto, A. and Hiromoto, S. (2009). Effect of inorganic salts, amino acids and proteins on the degradation of pure magnesium in vitro, *Materials Science and Engineering: C*, 29: 1559-1568.
- Yang, L., Zhang, E.L. (2009). Biocorrosion behavior of magnesium alloy in different simulated fluids for biomedical application, *Materials Science and Engineering: C*, 29: 1691-1696.
- Yang, M.Y., Choi, J.G. (1998). A tool deflection compensation system for end milling accuracy improvement, *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, **120**: 222-229.
- Yang, X., Chen, S.Y., Cotton, J.D. and Zhang, Y. (2014). Phase stability of low-density, multiprincipal component alloys containing aluminum, magnesium, and lithium, *The Minerals, Metals & Materials Society (JOM)*, 66: 2009-2020.
- Yazar, Z., Koch, K.F., Merrick, T. and Altan, T. (1994). Feed rate optimization based on cutting force calculations in 3-axis milling of dies and molds with sculptured surfaces, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, **34**: 365-377.
- Yim, C.D., Woo, S.K. and You, B.S. (2015). Effect of Sn:Zn ratio on corrosion behaviour of Mg-aSn-bZn extrusions, In: Manuel, M.V., Singh, A., Alderman, M., Neelameggham, N.R. (Eds.), Magnesium Technology, Springer, 315-318.
- Yong, M. and Clegg, A. (2004). Process optimisation for a squeeze cast magnesium alloy, *Journal of Materials Processing Technology*, **145**: 134-141.

- Yu, H.J., Wang, J.Q., Shi, X.T. (2013). Ductile biodegradable mg-based metallic glasses with excellent biocompatibility, *Advanced Functional Materials*, 23: 4793-4800.
- Yuan, Z.J., Zhou, M. and Dong, S. (1996). Effect of diamond tool sharpness on minimum cutting thickness and cutting surface integrity in ultra precision machining, *Journal of Materials Processing Technology*, 62: 327–330.
- Zeng, R.C., Zhang, J., Huang, W.J., Dietzel, W., Kainer, K.U., Blawert, C. and Ke, W. (2006). Review of studies on corrosion of magnesium alloys, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **16**: 763-771.
- Zeng, R.C., Qi, W.C., Cui, H.Z., Zhang, F., Li, S.Q. and Han, E.H. (2015). In vitro corrosion of as-extruded Mg-Ca alloys-the influence of Ca concentration, *Corrosion Science*, 96: 23-31.
- Zhang, E. and Yang, L. (2008). Microstructure, mechanical properties and bio-corrosion properties of Mg-Zn-Mn-Ca alloy for biomedical application, *Materials Science* and Engineering A, **497**: 111-118.
- Zhang, S., Li, J., Song, Y., Zhao, C., Zhang, X., Xie, C., Zhang, Y., Tao, H., He, Y., Jiang, Y. and Bian, Y. (2009). In vitro degradation, hemolysis and MC3T3-E1 cell adhesion of biodegradable Mg-Zn alloy, *Materials Science and Engineering C*, 29: 1907-1912.
- Zhang, E.L., Yang, L., Xu, J.W. and Chen, H.Y. (2010). Mechanical properties and biocorrosion properties of Mg–Si(–Ca, Zn) alloy for biomedical application, *Acta Biomaterialia*, 6: 1756-1762.
- Zhang, S.X., Zhang, X.N., Zhao, C.L., Li, J., Song, Y., Xie, C., Tao, H., Zhang, Y., He, Y., Jiang, Y. and Bian, Y. (2010). Research on an Mg–Zn alloy as a degradable biomaterial, *Acta Biomaterialia*, 6: 626-640.
- Zhang, B., Hou, Y., Wang, X., Wang, Y. and Geng, L. (2011). Mechanical properties, degradation performance and cytotoxicity of Mg–Zn–Ca biomedical alloys with different compositions, *Materials Science and Engineering: C*, **31:** 1667-1673.
- Zhang, W., Li, M.H., Chen, Q., Hu, W., Zhang, W. and Xin, W. (2012). Effects of Sr and Sn on microstructure and corrosion resistance of Mg–Zr–Ca magnesium alloy for biomedical applications, *Materials & Design*, **39**: 379-383.
- Zhao, J., Guo, L., Fu, Y.P., Zhao, Y.G., Tan, L.L. and Yang, K. (2013). In vivo

degradation and biocompatibility of magnesium alloy coated with tricalcium phosphate, *Rare Metal Mater. Eng.*, **42:** 1013–1016.

- Zhao, C., Pan, F., Zhao, S., Pan, H., Song, K. and Tang, A. (2015). Microstructure, corrosion behavior and cytotoxicity of biodegradable Mg–Sn implant alloys prepared by sub-rapid solidification, *Materials Science and Engineering C*, 54: 245-251.
- Zheng, Y., Gu, X. and Witte, F. (2014). Biodegradable metals, Materials Science and Engineering: R: Reports, 77: 1-34.
- Zhou, Y-Z., Wu, P., Yang, Y., et al. (2016). The microstructure, mechanical properties and degradation behavior of laser-melted MgeSn alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 687: 109-114.
- Zong, Y., Yuan, G., Zhang, X., Mao, L., Niu, J. and Ding, W. (2012). Comparison of biodegradable behaviors of AZ31 and Mg-Nd-Zn-Zr alloys in Hank's physiological solution, *Materials Science and Engineering B*, **177**: 395-401.

## İnternet Kaynakları

- 1) https://www.verywellhealth.com/the-problem-with-stents-1745935, 05.02.2019.
- 2) https://www.nusblattdental.com/dental-implants/, 05.02.2019.
- 3) http://maltepehastanesi.com.tr/makale/tr/diz-protezi, 05.02.2019.
- 4) https://www.scribd.com / doc / 25023282 / Biyoseramik-Malzemeler-Ara % C5 %
  9Ft % C4 % B1rma, 24.08.2019.
- 5) http://www.turkchem.net/tip-alaninda-kullanilan-poliuretan-ve-kompozit-biyomal zemeler.html, 25.08.2019.
- 6) https://www.myradental.com/zirkonyum-dis-kaplama 25.08.2019.
- 7) http://maltepehastanesi.com.tr/makale/tr/kireclenme-ve-kalca-protezi 25.08.2019.
- http://w3.bilecik.edu.tr/metalurjivemalzeme/wp-content/uploads/sites/30/2019/05.
  /B%C4%BIYOMALZEMELER-DERS-NOTU-2019-biyoseramikler.pdf, 25.08.2019.
- http://blog.aku.edu.tr/umitdundar/files/2012/01/METABOLIKKEMIKHASTALI KLARI -2010.pdf, 05.02.2019.

- 10) http://www.fztozdemir.com/kemik-dokusu/, 05.02.2019.
- http://www.yildiz.edu.tr/~akdogan/lessons/malzeme2/Magnezyum\_ve\_Magnezyu
  m\_ Alasimlari.pdf, 05.02.2019.
- 12) http://www.yildiz.edu.tr/~akdogan/lessons/malzeme2/Magnezyum\_ve\_Magnezyu m\_Alasimlari.pdf, 24.08.2019.
- 13) https://www.open.edu/openlearn/science-maths-technology/engineeringtechnology / manupedia/high-pressure-die-casting, 24.08.2019.
- 14) https://www.researchgate.net/figure/Optical-image-of-the-center-line-segregation-the-microstructure-of-the-segregate-is\_fig4\_272640074, 17.11.2019.
- 15) https://slideplayer.biz.tr/slide/10496987/, 24.08.2019.
- 16) https://docplayer.biz.tr/108633655-Bolum-5-kesici-takimlarda-asinma-mekanizm alari.html, 25.08.2019.

## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı	: Ali ERÇETİN
Doğum Yeri ve Tarihi	: Afyonkarahisar, 1987
Yabancı Dili	: İngilizce
İletişim (Telefon/e-posta)	: 0426 216 00 12/1904

## Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise	:	Afyon Cumhuriyet Lisesi, (2001-2005)
İngilizce Hazırlık	:	Dokuz Eylül Üniversitesi Yabancı Diller
		Yüksekokulu, (2005-2006)
Lisans	:	Uşak Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü,
		(2008-2012)
Yüksek Lisans	:	Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri
		Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı,
		(2013-2015)
Doktora	:	Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri
		Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı,
		(2015-2019)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl :

Yapıray Demiryolu AŞ, Bakım Atölyesi, (2012-2013)

Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, (2013-2013)

Bingöl Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, (2013-Devam ediyor)

:

Yayınları (SCI ve diğer)

- Özgün, Ö., Aslantaş, K and **Erçetin, A.** Powder metallurgy Mg-Sn alloys: Production and characterization. *Scientia Iranica*, DOI:10.24200/sci.2019.50212.1578 (Kabul Edildi).
- Erçetin, A., Aslantaş, K. and Özgün, Ö. Micro-end milling of biomedical TZ54 magnesium alloy produced through powder metallurgy, *Machining Science and Technology*, (Under review).

- Erçetin, A., Özgün, Ö., Aslantaş, K. and Aykutoğlu, G. The microstructure, degradation behavior and cytotoxicity effect of Mg-Sn-Zn alloys in vitro tests, *SN Applied Sciences*, (Under review).
- Erçetin, A., Özgün, Ö. and Aslantaş, K. Microstructure and mechanical properties of Mg5Sn-xZn alloys produced through new method in powder metallurgy, *Journal of Mining and Metallurgy Section B: Metallurgy*, (Under review).
- Erçetin, A., Aslantaş, K and Perçin, M. (2018) Micro milling of tungsten-copper composite materials produced through powder metallurgy method: Effect of composition and sintering temperature. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 33: 1369-1381.
- Özgün, Ö., Erçetin, A., vd. (2017). Bor İlavesinin Toz Metal D2 Takım Çeliğinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerine Etkisi, *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, **29:** 87-96.
- Özgün, Ö., Erçetin, A. (2017). Toz metalurjisi metoduyla üretilen Cr-C takviyeli Cu matrisli kompozitlerin mikroyapı ve mekanik özellikleri, *Turkish Journal of Nature and Science*, **6:** 1-6.
- **Erçetin, A** and Aslantaş K. (2017). Production of WCu electrical contact material via conventional powder metallurgy method: Characterization, mechanical and electrical properties, *Turkish Journal of Nature and Science*, **6**: 37-42.
- Erçetin, A and Usca, Ü.A. (2016). An experimental investigation of effect of turning AISI 1040 steel at low cutting speed on tool wear and surface roughness, *Turkish Journal of Nature and Science*, 5: 29-36.
- Erçetin, A and Aslantaş, K. (2016). The effect of different cutting parameters on cutting force, tool wear and burr formation in micro milling WCu composite material fabricated via powder metallurgy, *Turkish Journal of Nature and Science*, 5: 1-5.

Bildirileri (Uluslararası ve Ulusal) :

Özgün, Ö. ve **Erçetin, A**. (2017). Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilen Co-B Takviyeli Bakır Matrisli Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu, International Conference on Advanced Engineering Technologies (ICADET17), Bayburt Üniversitesi, Bayburt, Türkiye, 21-23 Eylül, 78-86.

- Aslantaş, K., Erçetin, A., Çelik, S.G. (2017). Inconel 718 Alaşımının Mikro Frezelenmesinde Takım Geometrisinin Kesme Kuvveti ve Takım Aşınma Davranışı Üzerindeki Etkisinin Araştırılması, International Conference on Advanced Engineering Technologies (ICADET17), Bayburt Üniversitesi, Bayburt, Türkiye, 21-23 Eylül, 64-77.
- Özgün, Ö. ve **Erçetin, A.** (2017). Toz metalurjisi tekniği ile Cr-C takviyeli Cu matrisli kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu, 2. Uluslararası Malzeme Bilimi ve Teknolojisi Konferansı-Kapadokya (IMSTEC'17), Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Nevşehir, Türkiye, 11-13 Ekim, 364-370.
- Aslantaş, K., Özgün, Ö. and Erçetin, A. (2017). Effect of tin amount on cutting forces and surface roughness during micromilling three different MgSn alloys, 2nd International Conference on Material Science and Technology-Cappadocia(IMSTEC'17), Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, Turkey, 11-13 October, 608.
- Aslantaş, K., Erçetin, A. and Çelik, S.G. (2017). Effect of tool geometry on surface roughness and burr formation in micro milling process, 8th International Advanced Technologies Symposium (IATS'17), Fırat University, Elazığ, Turkey, 19-22 October, 3541-3549.
- Aslantaş, K., Özgün, Ö. and Erçetin, A. (2017). Effect of cutting speed on cutting forces, surface roughness and burr formation in micro milling Mg-5Sn alloy fabricated through powder metallurgy method, 8th International Advanced Technologies Symposium (IATS'17), Fırat University, Elazığ, Turkey, 19-22 October, 216.
- Erçetin, A., Erdoğan, M., Aslantaş, K. ve Ekinci, Ö. (2016). WCu Kompozit Malzemesinin Mikro Frezelenmesinde İlerleme ve Kesme Hızının Takım Aşınmasına Etkisi, Uluslararası Malzeme Bilimi ve Teknolojisi Konferansı-Kapadokya (IMSTEC'16), Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Nevşehir, Türkiye, 6-8 Nisan, 183-187.
- Özgün, Ö., Uzun, M., Balalan, Z., Gülsoy, H.Ö. ve **Erçetin, A.** (2016). Bor İlavesinin D2 Takım Çeliğinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerine Etkisi, Uluslararası Malzeme Bilimi ve Teknolojisi Konferansı-Kapadokya (IMSTEC'16), Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Nevşehir, Türkiye, 6-8 Nisan, 313-318.

- Erçetin, A. ve Usca, Ü.A. (2016). AISI 1040 Çeliğinden İmal Edilmiş Millerin Tornalanmasında CVD Kaplamalı Kesici Takım Aşınmasının İncelenmesi, Uluslararası Malzeme Bilimi ve Teknolojisi Konferansı-Kapadokya (IMSTEC'16), Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Nevşehir, Türkiye, 6-8 Nisan, 323-327.
- Erçetin, A., Erdoğan, M. ve Aslantaş, K. (2016). Toz Metalurji Metoduyla Üretilen WCu Kompozit Malzemesinin Mikro Frezelenmesinde Takım Aşınmasının Deneysel İncelenmesi, Uluslararası Malzeme Bilimi ve Teknolojisi Konferansı-Kapadokya (IMSTEC'16), Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Nevşehir, Türkiye, 6-8 Nisan, 486-490.
- Erçetin, A. (2016). 1000 <sup>0</sup>C sıcaklığında sinterlenerek üretilen WCuAg esaslı kompozit malzemesinin mikroyapı ve mekanik özelliklerine bakır miktarının etkisi, 16. Uluslararası Malzeme Sempozyumu (IMSP'16), Pamukkale Üniversitesi, Denizli, Türkiye, 12-14 Ekim, 57-64.
- Erçetin, A. (2016). 1100 <sup>0</sup>C sıcaklığında sinterlenerek üretilen WCu esaslı kompozit malzemesinin mikroyapı ve mekanik özelliklerine bakır artışının etkisi, 16. Uluslararası Malzeme Sempozyumu (IMSP'16), Pamukkale Üniversitesi, Denizli, Türkiye, 12-14 Ekim, 65-72.
- Erçetin, A. (2016). Aslantaş, K. Toz metalurji metoduyla üretilen WCuCo ve WCuNi esaslı kompozit malzemelerinin mikro frezelenmesinde takım aşınmasının incelenmesi, 16. Uluslararası Malzeme Sempozyumu (IMSP'16), Pamukkale Üniversitesi, Denizli, Türkiye, 12-14 Ekim, 1704-1711.
- **Erçetin, A.** (2016). Toz metalurjisi metoduyla 1000 <sup>0</sup>C sıcaklığında üretilen WCu esaslı kompozit malzemesinin mikroyapı ve mekanik özelliklerine bakır artışının etkisi, 16. Uluslararası Malzeme Sempozyumu (IMSP'16), Pamukkale Üniversitesi, Denizli, Türkiye, 12-14 Ekim, 1753-1760.
- Erdoğan, M., Yavuz, İ. and Erçetin, A. (2015). Failure Analysis of Differential Gear, The Second International Iron and Steel Symposium (IISS'15), Karabuk University, Karabuk, Turkey, 1-3 April, 468-471.
- Erdoğan, M., Güneş, İ. ve Erçetin, A. (2015). Investigation of Mechanical Properties of Artifical Aged AA 7075 Aluminum Alloys at Microwave Furnace, The Second

International Iron and Steel Symposium (IISS'15), Karabuk University, Karabuk, Turkey, 1-3 April, 577-581.

- Erdoğan, M., Erçetin, A. ve Güneş, İ. (2015). Investigation of the Corrosion Resistance of Natural Aged AA 6013 Aluminum Alloy, The Second International Iron and Steel Symposium (IISS'15), Karabuk University, Karabuk, Turkey, 1-3 April, 582-585.
- Erdoğan, M., Güneş, İ. ve Erçetin, A. (2014). AA 2024 Alüminyum Alaşımının Doğal Yaşlandırma Yöntemi İle Mekaniksel Özelliklerin İncelenmesi, 15th International Materials Symposium (IMSP'2014), Pamukkale University, Denizli, Turkey, 15-17 October, 451-459.
- Erdoğan, M., Erçetin, A. and Güneş, İ. (2014). Investigation Of Mechanical Properties Of Natural Aged AA 7075 Aluminum Alloy, 15th International Materials Symposium (IMSP'2014), Pamukkale University, Denizli, Turkey, 15-17 October, 460-466.

## Projeleri

1- Direnç Kaynağında Kullanılan W+Cu+(X) Elektrodunun Toz Metalurjisi Yöntemi İle Üretimi, Karakterizasyonu Ve Mikro İşlenebilirliği, Afyon Kocatepe Üniversitesi, BAPK Projesi, Proje No:14.FEN.BİL.39, Veriliş Tarihi: 2014, Bitiş Tarihi: 2015, (Yardımcı Araştırmacı, Tamamlandı).

2-Bor İlavesinin Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilen D2 Takım Çeliklerinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerine Etkisi, Bingöl Üniversitesi, BAPK Projesi, Proje No: BAP-376-205-2014, Veriliş Tarihi: 2014, Bitiş Tarihi: 2016, (Yardımcı Araştırmacı, Tamamlandı).

3- Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilen Magnezyum Alaşımlarının Karakterizasyonu ve Mikro-işlenebilirliği, Afyon Kocatepe Üniversitesi, AKÜBAPK Projesi, Proje No: 18.FEN.BİL.61, Veriliş Tarihi: 2018, (Yardımcı Araştırmacı, Devam ediyor).