



## Tantalum-containing cold spray coated ZK60 Mg alloys: Impact of surface treatments on morphology, wear, and corrosion resistance

Canser Gül<sup>1\*</sup>, Sevda Albayrak<sup>2</sup>, Uğur Gökmen<sup>3</sup>, Bülent Bostan<sup>3</sup>, Cemil Çetinkaya<sup>3</sup>, Süleyman Tekeli<sup>3</sup>, Hanifi Çinici<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Department of Metallurgy and Materials Engineering, Faculty of Engineering, Manisa Celal Bayar University, 45140, Manisa, Türkiye

<sup>2</sup>Department of Metallurgy and Materials Engineering, Faculty of Engineering, Kırıkkale University, 71450, Yahşihan, Kırıkkale, Türkiye

<sup>3</sup>Department of Metallurgy and Materials Engineering, Faculty of Technology, Gazi University, 06560 Ankara, Türkiye

### Highlights:

- The effect of different treated surfaces on the cold spray coating characteristics was investigated
- Crack-free, void-free and homogeneous coating layers were obtained on all surfaces
- The wear and corrosion resistance of the different pre-treated and coated samples were determined

### Keywords:

- Mg alloys
- Biomaterial
- Tantalum
- Cold Spray
- Coating
- Corrosion

### Graphical/Tabular Abstract

Magnesium alloys, despite their lightweight properties, have not garnered the attention they deserve in the biomaterials sector due to their low wear and corrosion resistance. Alloys containing tantalum and coated materials are widely used in the implant industry and are frequently studied in the literature for their high corrosion resistance and antibacterial properties, making them suitable as biomaterials. Cold spray method and cross-sectional scanning electron microscope images are given in Figure A.

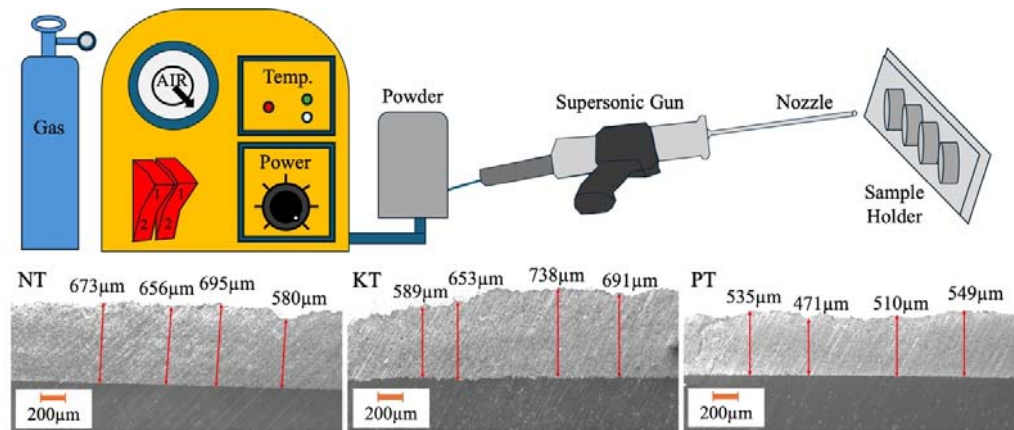


**Figure A.** Cold spray method and cross-sectional scanning electron microscope images

### Article Info:

Research Article

Received: 21.09.2024

Accepted: 14.06.2025

### DOI:

10.17341/gazimmfd.1553940

### Acknowledgement:

The authors would like to thank Gazi University Scientific Research Projects Unit for supporting the project work with the code BAP-FOA-7441

### Correspondence:

Author: Canser Gül  
e-mail: canser.gul@cgu.edu.tr  
phone: +90 553 371 8535

### Purpose:

In this study, tantalum-containing coatings were applied to the surfaces of ZK60 magnesium alloy, which had undergone various surface treatments, using the cold spray coating method—a technique recently gaining traction in the literature due to its suitability for magnesium and its alloys under low-temperature conditions.

### Theory and Methods:

The tantalum containing layer was obtained on substrates by using cold spray method. The effect of the surface morphologies on coated samples were investigated using surface profilometer and scanning electron microscopy with energy dispersion spectroscopy (SEM). The wear behavior of the samples was determined by the ball-on disc wear test performed at room temperature under dry sliding conditions and by SEM examinations, wear track profile measurements, average volume loss calculations and friction coefficient evaluations performed after wear. For electrochemical properties investigation potentiodynamic electrochemical corrosion test performed, and calculations made on Tafel plots.

### Results:

After the coating process, Tantalum-containing coatings was obtained without cracks, voids, and heterogeneity. Coating thicknesses were measured between 516µm and 651µm.

### Conclusion:

The results indicated that the sample subjected to sandblasting before the coating process exhibited higher surface roughness, a thicker coating layer, and greater wear resistance compared to samples that underwent acid treatment and polishing. However, the increased surface roughness led to the accumulation of corrosion currents in localized areas, resulting in decreased corrosion resistance.



## Tantal içerikli soğuk sprej kaplama uygulanan ZK60 Mg alaşımları: yüzey işlemlerinin morfoloji, aşınma ve korozyon dayanımına etkisi

Canser Gül<sup>1\*</sup>, Sevdâ Albayrak<sup>2</sup>, Uğur Gökmen<sup>3</sup>, Bülent Bostan<sup>3</sup>, Cemil Çetinkaya<sup>3</sup>, Süleyman Tekeli<sup>3</sup>, Hanifi Çinici<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 45140, Yunusmre Manisa

<sup>2</sup>Kırıkkale Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 71450, Yahşihan, Kırıkkale

<sup>3</sup>Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 06560 Teknikokullar Ankara

### Ö N E Ç İ K A N L A R

- Farklı yüzey işlemlerinin soğuk sprej kaplama özellikleri üzerindeki etkisi araştırıldı
- Tüm yüzeylerde çatlak içermeyen, boşluksuz ve homojen kaplama tabakaları elde edildi
- Farklı yüzey işlemlerine tabi tutulmuş ve kaplanmış numunelerin aşınma ve korozyon dirençleri belirlendi

#### Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 21.09.2024

Kabul: 14.06.2025

DOI:

10.17341/gazimmfd.1553940

#### Anahtar Kelimeler:

Mg alaşımı, biyomalzeme, tantal, soğuk sprej, kaplama, korozyon

#### ÖZ

Magnezyum alaşımları hafiflikleri ile ön plana çıkan fakat düşük aşınma ve korozyon dayanımları nedeni ile biyomalzeme sektöründe hak ettiği ilgiyi göremeyen bir alaşım grubudur. Tantal elementini içeren alaşımlar ve kaplanmış malzemeler implant sektöründe kullanılmakta ve gösterdikleri yüksek korozyon dayanımı ve antibakteriyel özellikler sebebi ile sıkça araştırılmakta ve biyomalzeme olarak kullanılmaktadır. Gerçekleştirilen çalışmada, altlık üzerinde düşük sıcaklık etkisi nedeni ile magnezyum ve alaşımları için kullanıma uygun bulunan ve literatürde yeni yer bulmaya başlayan soğuk sprej kaplama yöntemi ile, farklı yüzey işlemleri uygulanan ZK60 Mg alaşım yüzeylerine tantal içerikli kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Kaplamaların yüzey morfolojileri, aşınma ve korozyon dayanımları değerlendirilmiş ve yüzey işlemlerinin etkileri tartışılmıştır. Çalışma sonucunda kaplama işlemi öncesi kumlama işlemi uygulanan numunenin, asitte bekletme ve parlatma işlemleri uygulanan numunelere göre daha yüksek yüzey pürüzlülüğüne, daha kalın kaplama tabakasına ve daha yüksek aşınma dayanımına sahip olduğu gözlemlenmiştir. Fakat yüksek yüzey pürüzlülüğü lokal bölgelerde birikerek buralarda korozyon akımının yoğunlaşmasına ve korozyon dayanımının düşmesine neden olmuştur.

## Tantalum-containing cold spray coated ZK60 Mg alloys: Impact of surface treatments on morphology, wear, and corrosion resistance

### H I G H L I G H T S

- The effect of different treated surfaces on the cold spray coating characteristics was investigated
- Crack-free, void-free and homogeneous coating layers were obtained on all surfaces
- The wear and corrosion resistance of the different pre-treated and coated samples were determined

#### Article Info

Research Article

Received: 21.09.2024

Accepted: 14.06.2025

DOI:

10.17341/gazimmfd.1553940

#### Keywords:

Mg alloys, biomaterial tantalum, cold spray coating, corrosion

#### ABSTRACT

Magnesium alloys, despite their lightweight properties, have not garnered the attention they deserve in the biomaterials sector due to their low wear and corrosion resistance. Alloys containing tantalum and coated materials are widely used in the implant industry and are frequently studied for their high corrosion resistance and antibacterial properties, making them suitable as biomaterials. In this study, tantalum-containing coatings were applied to the surfaces of ZK60 magnesium alloy, which had undergone various surface treatments, using the cold spray coating technique recently gaining traction in the literature due to its suitability for magnesium and its alloys under low-temperature conditions. The surface morphology, wear, and corrosion resistance of the coatings were evaluated, and the effects of surface treatments were discussed. The results indicated that the sample subjected to sandblasting before the coating process exhibited higher surface roughness, a thicker coating layer, and greater wear resistance compared to samples that underwent acid treatment and polishing. However, the increased roughness led to the accumulation of corrosion currents in localized areas, resulting in decreased corrosion resistance.

\*Sorumlu Yazar / Yazarlar / \*Corresponding Author / Authors: \*canser.gul@cbu.edu.tr, salbayrak@kku.edu.tr, ugurgokmen@gazi.edu.tr, bostan@gazi.edu.tr, ccetin@gazi.edu.tr, stekeli@gazi.edu.tr, hcinici@gazi.edu.tr / Tel: +90 553 371 8535

## 1. Giriş (Introduction)

Magnezyum, metalik biyomalzemelerin genelinden daha hafif olup  $1,789 \text{ g/cm}^3$  yoğunluğa sahiptir [1]. Bu hafiflik özelliğinin yanı sıra, yüksek özgül dayanım, yüksek ısı iletkenlik, iyi elektromanyetik koruma, yüksek boyutsal kararlılık, yüksek titreşim söndürme, iyi işlenebilirlik, kolay geri dönüşüm ve iyi dökülebilirlik gibi avantajlara sahiptir [1-3]. Ayrıca, magnezyum insan kemiğine yakın elastik modül ve akma dayanımı sergiler. Bu özellikleri sayesinde, metalik biyomalzemelerin (örneğin titanyum ve alaşımları, paslanmaz çelikler) neden olduğu "Gerilim Bariyer Etkisi" probleminde yol açmayabilir [4, 5]. Kalıcı implant uygulamalarında malzeme seçimi yaparken, hafiflik ve biyouyum gibi faktörlerin yanı sıra, vücut sıvılarının korozif etkilerine karşı direnç de önemlidir [6]. Ancak, magnezyumun reaktif bir element olması nedeniyle korozyon dayanımı düşüktür. İnsan vücut sıvısı, içinde birçok iyonu değişen konsantrasyonlarda barındırdığından dolayı magnezyum ve alaşımları için oldukça koroziftir [7]. Bu nedenle, magnezyumun kullanımı belirli sınırlamalara tabidir [8]. Magnezyum alaşımlarının yüzeyini izole etmek için koruyucu kaplama yöntemleri kullanılarak bu sorunların üstesinden gelmek mümkündür, bu da biyomalzeme olarak Mg alaşımlarının kullanımını artırabilir [9, 10].

Yakın zamanlarda, tantal (Ta), eşsiz korozyon direnci, yüksek kırılma tokluğu ve biyolojik uyumluluğu sayesinde ortopedik ve diş hekimliği uygulamalarında biyomedikal implantlar veya implant kaplamaları için heyecan verici bir seçenek haline gelmiştir [11]. Olağanüstü biyolojik uyumluluğu ve antibakteriyel özellikleri, biyomalzeme ve implant çalışmalarında toksik etki olmadan kullanılmasına olanak tanır [12, 13]. Ta, radyoopak özelliği ile röntgen ve MRI gibi görüntüleme sistemlerinde artan görünürlük sağlar, bu da implantların takibi ve değerlendirmesini kolaylaştırır [14]. Yürütülen bir dizi çalışma, Ta kaplı malzemelerin yüzeyinde oluşan  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  pasif koruyucu tabakanın korozyon dayanımını artırabileceğini göstermiştir [15]. Ta ve  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  yapılarının hem biyolojik uyumluluğu hem de korozyon direncini arttırdığı genel olarak bilinmektedir [16, 17]. Hatta Ta elementinin antibakteriyel özelliklere sahip olabileceği ve hücre tutunmasını artırabileceği yönlü bulgular da literatürde mevcuttur [11, 18].

Sıkça kullanılan pek çok kaplama yöntemi, ZK60 Mg altlık malzemenin ve kaplama tabakalarının yüksek sıcaklıklara maruz kalmasının ZK60 Mg altlığın ve kaplama tabakalarının bu sıcaklıklardan etkilenmesine ve çeşitli faz dönüşümlerine neden olabileceği gerçeğini vurgular. Dolayısıyla, yüksek sıcaklıklara ulaşan bir kaplama yöntemi kullanmak, magnezyum alaşımları gibi hassas yapıdaki malzemeler için risk içerir. Ayrıca, magnezyumun ergime sıcaklığı  $650^\circ\text{C}$ 'dir [19] ve Mg alaşımları için ZK serisi genellikle  $580\text{-}760^\circ\text{C}$  aralığında ergime gösterir [20]. Bu durum, kullanılan altlık malzemesinin düşük ergime sıcaklığı, yüksek sıcaklıklara çıkıldığında oksitlenme potansiyelinin artması [21] nedeniyle kaplamaların yüzeydeki tutunma yeteneğini olumsuz etkileyebileceği [22] ve ayrıca Ta yapısında istenmeyen faz dönüşümlerine neden olabileceği anlamına gelir [23].

Biyomalzeme uygulamalarında yaygın olarak kullanılan bir dizi yöntem incelendiğinde, örneğin plazma sprej yöntemi, bilinen tüm malzemeleri katı halden sıvı hale getirebilecek kadar yüksek sıcaklık elde edebilir ve bu yöntemle yüksek ergime noktasına sahip metallerle çalışmak mümkündür [24]. Literatürde, magnezyum ve alaşımlarının oksitlenmesinin engellenebildiği ve düşük sıcaklıkta çalışmanın sağlandığı PVD ve CVD gibi farklı kaplama yöntemlerine yönelik magnezyum alaşımlarına uygulanan çalışmalar mevcuttur [25]. Ancak, bu kaplama yöntemlerinin uzun süresi, kaplama haznelerinin küçük olması, kaplama tabakalarının ince olması gibi, kaplanmış malzemelerin ticarileşmesini zorlaştıran dezavantajları vardır [26].

Tang vd. [27], farklı boyutlardaki Ta tozlarını seramik hidroksiapatit tozlar ile farklı oranlarda karıştırarak soğuk sprej yöntemi kullanılarak kaplamış ve karakterize etmiştir. Elde edilen sonuçlar, karışım tozların kaplamada homojen olarak dağıldığını ve yapay vücut sıvısı (SBF) testi ve kemik benzeri apatit tabakasının kompozit kaplama yüzeyinde 1-3 gün içinde mineralize olduğunu göstermiştir. Bu çalışma, Ta/hidroksiapatit kompozit kaplamanın yüksek biyoaktiviteye sahip olduğunu ortaya koymuştur. Tang vd. [28], diğer bir çalışmalarında Ti6Al4V altlık üzerine soğuk sprej ile gözenekli Ta kaplamanın mikro yapısını ve biyoaktivitesini incelemiş ve SBF içerisindeki apatit büyümesini gözlemleyerek soğuk sprejlenmiş Ta kaplamanın biyoaktif olduğunu vurgulamışlardır. AZ31B Mg alaşımlarının yüksek basınçlı soğuk sprej ile tek katmanlı Ti ve simüle edilmiş vücut sıvısındaki iki katmanlı Ta/Ti kaplamalarıyla geliştirilmiş korozyon direnci ve yüzey biyoaktivitesi Daroonparvar vd. [29] tarafından incelenmiştir. Yüksek basınçla uygulanan soğuk sprej yöntemi sonucunda bu kaplamaların (özellikle Ta/Ti'nin) AZ31B Mg alaşımına yüksek sertlik ve düşük aşınma sağladığı gözlenmiştir. Diğer yandan yapılan in-vitro biyoaktivite testlerinde de kaplamaların malzemenin biyoaktivitesini arttırdığını belirlemişlerdir. Elektrokimyasal korozyon testlerine göre en iyi korozyon dayanımı önce Ta/Ti, daha sonra Ti kaplamada gözlenmiştir. Ayrıca bu çalışmada, soğuk sprej yönteminin Ca-P büyümesini artırıcı etkide pürüzlülük sağladığı ifade edilmiştir.

Gerçekleştirilen çalışma kapsamında, biyomalzeme alanında kalıcı implant uygulamalarında kullanılmak üzere magnezyum alaşımlarının geliştirilmesi ve koruyucu Tantal içerikli kaplama ile kaplanması amaçlanmıştır. Bu amaçla, altlık malzeme olarak seçilen ZK60 magnezyum alaşım yüzeylerine kumlama, asitle bekletme ve parlatma yüzey işlemleri uygulandıktan sonra tantal içerikli toz karışımı kullanılarak soğuk sprej kaplama yöntemi ile kaplamalar uygulanmıştır. Kaplanmış numunelerin morfolojik, mekanik ve korozyon özelliklerinin altlık malzeme yüzeyindeki farklılıklardan nasıl etkilendiği tartışılmıştır.

## 2. Malzeme ve Metot (Materials and Methods)

ZK60 Mg alaşımı olarak belirlenen altlık materyali, tedarikçi firmadan temin edilerek  $0,5 \text{ m}$  uzunluğunda ve  $20 \text{ mm}$  çapında silindirik ekstrüze çubuklar şeklinde alınmıştır. Ekstrüze çubuk numuneler, Struers marka hassas kesme cihazı kullanılarak  $20 \text{ mm}$  çapında ve  $2 \text{ mm}$  kalınlığında pul formuna getirilmiştir. Kaplama öncesi işlemlerde numuneler,  $1200$  grit SiC zımpara ile yüzey pürüzleri giderilmiş ve ardından aseton ve etanol kullanılarak ultrasonik temizlik yapılmıştır. Bir numune grubu, laboratuvar tipi kumlama cihazında aşındırıcı bilyeler içeren kumlama işlemine tabi tutulmuştur. Diğer bir grup numune ise oda sıcaklığında  $10^\circ\text{N}$ 'luk nitrik asit/saf su çözeltisi içinde  $60$  saniye süre ile asitle aşındırma işlemine alınmıştır. Yüzey pürüzlülüğünün daha net bir şekilde gözlemlenebilmesi amacıyla parlatılmış numuneler de hazırlanmıştır. Yüzey işlemleri uygulandıktan sonra, kaplama öncesi Mitutoyo Surftest SJ-310 cihazı kullanılarak yüzey pürüzlülük ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

Numune yüzeylerine uygulanan ön işlemler numune isimlendirilmesinde ilk harf olacak şekilde kodlanmıştır. Asitle aşındırma işlemi uygulanan numune grubunu temsil etmesi amacı ile "N", parlatılan numune yüzeylerini temsil etmesi amacı ile "P" ve kumlanmış numune gruplarını temsil etmesi amacı ile "K" olacak şekilde kodlanmıştır. İkinci harf ise numunelerin yüzeyindeki tantal içerikli kaplamalarını simgelemesi amacı ile "T" olarak eklenmiştir.

Kaplama tabakalarının eldesi soğuk sprej yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ta tozu, ortalama  $150 \mu\text{m}$  boyutunda, Nanografi firmasından temin edilmiş  $99,9\%$  saflıkta tozlardır. Hazırlanan toz

karışımına Alfa-Aesar firmasından alınan, 44  $\mu\text{m}$  boyutunda %99 saflıkta Al tozdan ağırlık % 8 oranında eklenmiştir. Toz karışımına eklenen Al, iyi birleşme sağlamak için ve soğuk sprey yöntemine kullanılan sert Ta tozlarının kaplama tabakasına gömülmesini kolaylaştırmak amacı ile eklenmiştir. Hazırlanan toz karışımı tek hazneli RUSONIC markalı K-201 model soğuk sprey kaplama cihazı haznesine aktarılmış ve  $\text{N}_2$  gazı yardımıyla süpersonik hızlara ulaştırılmak sureti ile numune yüzeylerine püskürtülmüştür. Kullanılan nozul genişleme oranı 2:3'tür. Kaplama işlemlerinde minimum saçılma sağlanabilmesi amacı ile tabanca ve numune yüzeyleri dik olacak şekilde konumlandırılmıştır. Gaz sıcaklığı işlem süresince 500  $^{\circ}\text{C}$  altında olacak şekilde ayarlanmış ve gaz basıncı 600kPa olacak şekilde ayarlanmıştır. Toz püskürtme hızı 1 mm/s olacak şekilde ayarlanmıştır ve püskürtme mesafesi 10 mm'dir.

SEM-EDS analizleri Zeiss marka EVO 15 modelli SEM cihazı ve cihaza bağlı EDS modülü ve HITACHI SU5000 alan emisyonlu taramalı elektron mikroskopu (FE-SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kaplama yüzey ve kesitlerindeki elementel dağılım EDS analizleri ile belirlenmiş ve yüzey morfolojileri farklı büyütme oranlarında büyütülerek incelenmiştir. Numunelerin dikey kesitlerinden yapılan analizlerde ise hem altlık ile kaplama tabakasındaki ara yüzeyin durumu, hem kaplama içindeki gözenek ve porozite miktarları, kaplama kalınlıkları ve kesitlerden alınan EDS analizleri gerçekleştirilmiştir.

Yüzey pürüzlülük ölçümleri Mitutoyo SurfTest SJ-310 modelli yüzey profilometre cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Numunelerin aşınma performansları Manisa Celal Bayar Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünde CSM Instruments kullanılarak ball-on disk aşınma düzeneğinde gerçekleştirilmiştir. Aşındırıcı bilye olarak 6 mm çapında  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bilye kullanılmıştır. 2N yük kullanılarak 10cm/s kayma hızında olacak şekilde 50 m yol olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Aşınma sonrası yüzeylerin makro incelemeleri Nikon marka stereo mikroskop kullanılarak 10X büyütmede incelenmiş ve aşınma iz genişlikleri ölçülmüştür. Detaylı görüntülemeler Zeiss EVO 15 marka ve modelli SEM cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ayrıca hacim kayıpları hesaplamasında SurfTest SJ 410 profilometre ile aşınma profilleri 3 ölçüm olacak şekilde aşınma izinin farklı bölgelerinden alınmış ve bunun ortalaması alınarak aşınma sonrası hacim kayıpları hesaplanmıştır. Aşınma profil görsellerinde ise bu ölçümlerden sadece biri esas alınarak karşılaştırma yapılmıştır.

Potansiyodinamik elektrokimyasal korozyon testleri üç elektrotlu korozyon hücresi kullanılarak CorrTest Instrument CSM310M cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Test ortamı olarak yapay vücut sıvısı (SBF) kullanılmış ve kullanılan çözelti Pasinli vd. [30]'nin hazırladığı olduğu insan kan plazmasına en yakın içerikteki yapay vücut sıvısı

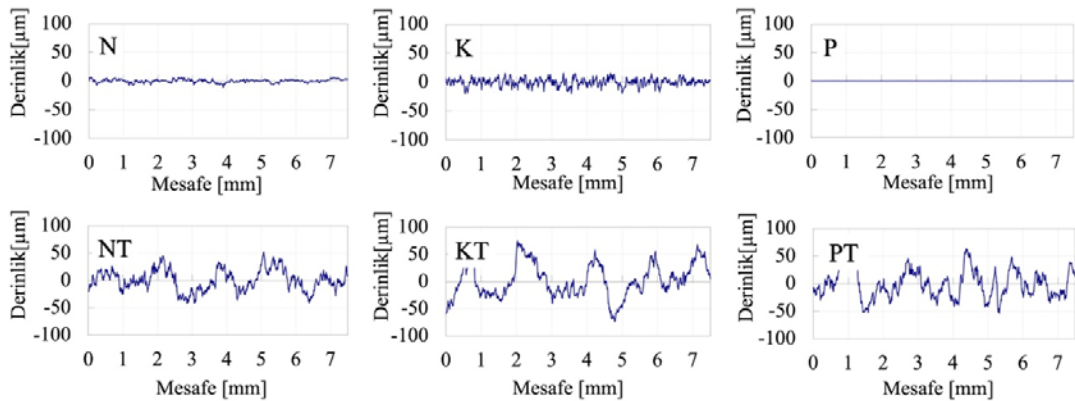
kullanılmıştır. Ayrıca korozyon hücresi içine Ag/AgCl doldurulabilir referans elektrot, platin çalışma elektrodu ve karşıt elektrot olarak da 1  $\text{cm}^2$  parlak numune yüzeyi korozyon akımına ve potansiyeline maruz kalacak şekilde diğer yüzeyleri yalıtılmış numuneler kullanılmıştır. Önce açık devre potansiyelleri ölçülmüş ve numune yüzey pasivasyonları değerlendirilmiştir. Sonrasında aynı numuneler, -500 mV ve +1500 mV aralığında 0.5 mV/s hızda tarama yapılmıştır. Her bir ölçüm, test süresi 66 dk olacak şekilde ayarlanmıştır. Testler sonrası açık devre potansiyeli-zaman ve korozyon akımı-potansiyeli grafikleri çizilmiştir. Tafel polarizasyon eğrileri ile hesaplamaları yapılmış ve elde edilen Ekor, Ikor ve korozyon hızları kıyaslanmıştır.

### 3. Sonuçlar ve Tartışmalar (Results and Discussions)

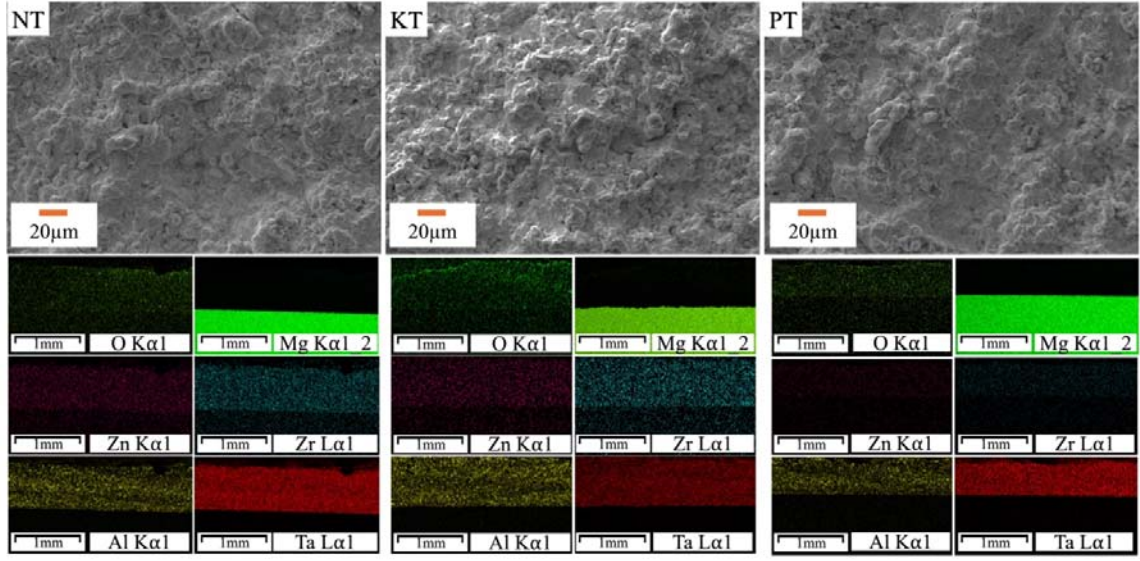
Tüm numunelerin 2D yüzey profillerini gösteren grafikler Şekil 1'de verilmiştir. Parlatılmış olan numunelerin kumlanmış olan numunelere göre hem kaplama öncesi hem de kaplama sonrasında daha düşük pürüzlülük değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Yüzey pürüzlülük ölçümlerinde tepe ve vadi bölgeleri arasında oluşan en büyük fark kumlanmış numunelerde gözlemlenmiştir.

Numunelerin 1000X büyütmede yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri Şekil 2'de verilmiştir. Kumlama ve asit yüzey işlemi uygulanan numunelerde homojen bir yüzey yapısı gözlenmektedir. Bu durum uygulanan işlemlerin numune yüzeylerini aynı oranda farklılaştırdığının bir göstergesidir. Kaplanmış numune yüzeyleri incelendiğinde genel yüzey görünümünün, görüntü alınan bölgeye göre değişmediği ve tüm yüzeyin benzer şekilde görüldüğü gözlemlenmiştir. Soğuk sprey yönteminde süpersonik hızlarda yüzeye püskürtülen toz partiküllerde tamamen veya kısmi bir ergime gerçekleşmez. Çok hızlı bir şekilde yüzeye çarpan toz tanecikleri plastik şekil değiştirerek yüzeye kaplanmış olur. Uygulanan kaplamalarda plastik şekil değişimi daha kolay gerçekleşen alüminyum ve metal gibi saf metallerin soğuk sprey yöntemi kullanılarak kaplanması avantajlıdır. Kolay şekil değiştirme yeteneği daha homojen bir yüzey oluşumuna katkı sağlar [31]. Tam tersi seramik partikül kullanılması, tozların plastik şekil değişim kabiliyeti düşük olduğu için yüzeyde kaplama birikme veriminin düşmesine, kaplama arayüzünde porozite oluşmasına, daha heterojen yüzey eldesine ve daha fazla saçılmaya neden olacağı için birikme verimliliğinin düşmesine neden olarak daha ince kaplamaların eldesine neden olmaktadır [32, 33].

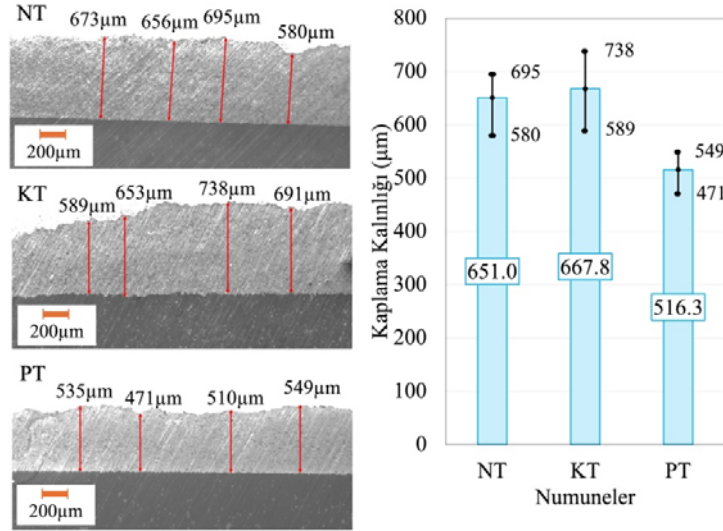
Şekil 2'de aynı zamanda dikey kesitlerinden alınan EDS analizleri verilmiştir. Tantal içerikli kaplanan numunelerde altlık alaşıma ait bölgede, beklenen şekilde ZK60 Mg alaışımının büyük oranda içerdiği elementler olan Mg, Zr, Zn elementleri gözlemlenirken, kaplama tabakasında başta Ta ve O elementleri olacak şekilde gözlemlenmiştir.



Şekil 1. Kaplama öncesi ve sonrası numunelerin yüzey pürüzlülük profilleri  
(Surface roughness profiles of the samples before and after coating)



**Şekil 2.** Kaplanmış numunelerin 1000X büyütmede alınan SEM görüntüleri ve EDS haritaları  
(SEM micrographs of the coated samples at 1000X magnification and EDS mapping results)



**Şekil 3.** Kaplanmış numunelerin dikey kesit SEM görüntüleri ve kaplama kalınlık ölçümleri  
(Cross-sectional SEM images of the coated samples and coating thickness measurements)

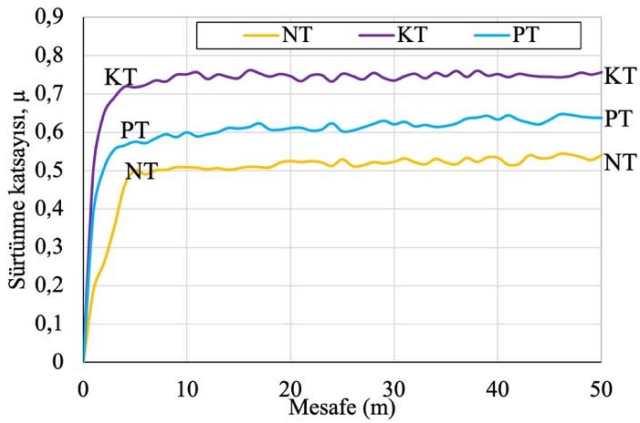
Bunun yanı sıra toz karışımına soğuk spray tozların yüzeye gömülmesini kolaylaştırmak için eklenen Al elementi ve kaplama cihazının toz haznesindeki kirlilik sebebi ile gözlemlendiği düşünülen Zr ve Zn elementleri de gözlemlenmiştir.

Numunelerin dikey kesitlerinden alınan SEM görüntüleri ve kesitlerden ölçülen kaplama kalınlıkları Şekil 3'te verilmiştir. Kaplama kalınlıkları incelendiğinde, Tantal içerikli numunelerin kaplama kalınlıkları ortalaması NT numunesi için 651 µm, KT numunesi için 668µm ve PT numunesi için 516µm olarak ölçülmüştür. Uygulanan yüzey işlemleri kaplama kalınlığında değişikliğe neden olmuştur. Minimum kaplama kalınlığı parlak numunede gözlemlenmiştir. Bu durum çarpıcıdır çünkü her ne kadar toz parçacıkların deformasyonu kolay olsa da karşı tarafta tutunabilecekleri ve birikmeyi kolaylaştıracak bir yüzeyin var olmasının kaplama kalınlığını destekleyici bir etkisi olduğunu gösterir [31].

N ve K numunelerinin yüzey pürüzlülükleri arasında K numunesi daha pürüzlü olarak ölçülmüştür (Şekil 1). Bu durum kaplama tabaka kalınlığını doğrudan etkilemiş ve toz parçacıkların yüzeye tutunmasını kolaylaştırarak KT numunelerinde daha kalın bir kaplama oluşumunu sağlamıştır.

Toz partiküllerinin sahip olması gereken kritik hız değerini bilmek, kaplama verimliliğini ve dolayısıyla kaplama kalınlığını değerlendirmek için hayati öneme sahiptir. Süreç sıcaklığı ve malzeme özelliklerine bağlı olan kritik hız ( $v_{cr}$ ), substrat yüzeyini mümkün olan en az aşındırma ile etkili bir şekilde kaplamak için kilit bir parametredir. En yüksek depolama verimliliğinin, en düşük kritik sıcaklığa sahip partikül tarafından sağlanması beklenir [33]. Saçılmanın minimum olduğu numune kumlanmış ve daha yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip numunedir ve bu nedenle bu numunede aynı kaplama şartları altında daha kalın kaplama tabakası elde edilebilmiştir.

Sürtünme katsayılarının mesafeye göre değişimini gösteren grafik Şekil 4'te verilmiştir. En düşük sürtünme katsayısı asit işlemi sonrası kaplanan NT numunesinde gözlemlenirken, kumlama sonrası kaplanan KT numunesi en yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip numune olmuştur. Sürtünme katsayısının yüksek olması numunelerin aşınmaya karşı gösterdikleri direncin yüksek olması şeklinde yorumlanabilir. Dolayısıyla en yüksek aşınma dayanımı KT numunesinde gözlemlenmiştir. Sürtünme katsayısı azaldıkça, kararlı ve sabit aşınma evresine ulaşma süresinin daha da uzaması beklenmektedir [34]. Bu nedenle NT numunesi daha uzun bir süre sonunda kararlı aşınma göstermiştir. Aşınmanın başlangıç safhasında gözlemlenen rodaj döneminde, sürtünme katsayısı istikrarsızdır ve daha büyük genlik değerlerine sahiptir. Geçiş süreci, rodaj döneminden kararlı aşınma durumuna erişilene kadar geçen evreyi kapsar [35]. Tüm numunelerin test aşınma mesafesi boyunca kararlı bölgeye geçebildiği ve dolayısıyla tüm numunelerin bir dayanım gösterdiği söylenebilir.



Şekil 4. Numunelerin sürtünme katsayısı eğrileri  
(Friction coefficient curves of the samples)

Numunelerin aşınma sonrası SEM görüntüleri ve aşınma bölgesi profilleri Şekil 5'te verilmiştir. Numunelerde adeziv ve abrazif aşınma türlerinin karışımı şeklinde bir aşınma gözlemlenmiştir. Aşınma izleri incelendiğinde, kayma yönüne paralel şekilde oluşan kazınma ve çizikler mevcuttur ve bunlar abrazif aşınmaya ait belirtilerdir. Ayrıca kullanılan sünek, alüminyum ve tantal etkisiyle kaplama tabakasının yüzeye sıvandığı ve adeziv aşınmanın

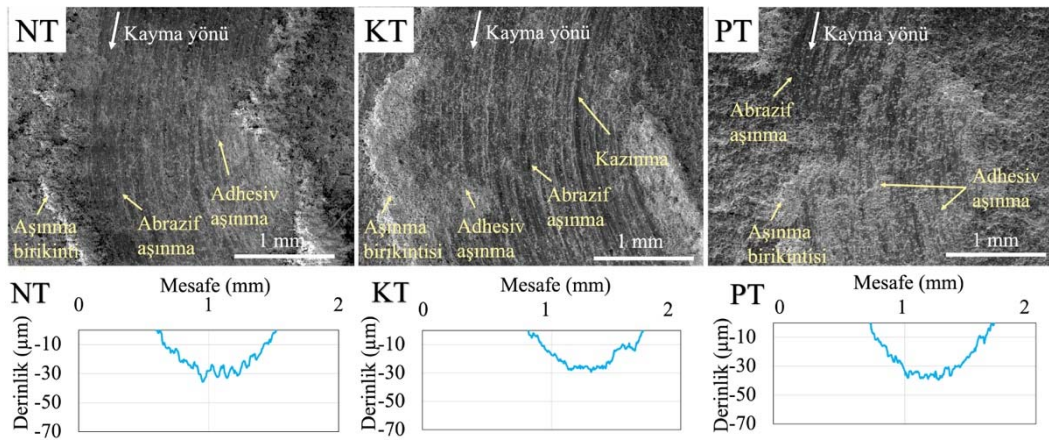
gözlemlendiği bazı bölgelerde mevcuttur. Genel olarak tüm numunelerin aşınma iz bölgelerinin dışında aşınma birikintileri gözlemlenmiştir. Aşınma bölgelerinden alınan 2 boyutlu yüzey profillerini den yola çıkılarak yapılan hesaplamalar sonucunda ortalama hacim kayıpları NT numunesi için  $0,3 \text{ mm}^3$  KT numunesi için  $0,25 \text{ mm}^3$  ve PT numunesi için  $0,37 \text{ mm}^3$  olacak şekilde hesaplanmıştır. En yüksek aşınma dayanımı kaplama kalınlığının da maksimum ölçüldüğü KT numunesinde gözlemlenmiş olup kumlama işleminin yüzey pürüzlülüğünü artırması, kaplamaların tutulumunu da artırarak daha iyi bir birleşme sağlamıştır.

Aşınma bölgelerinden alınan EDS analizleri Tablo 1'de verilmiştir. Analizleri incelendiğinde, aşınma bölgelerinde altlık alaşıma ait magnezyum, çinko ve zirkonyum elementlerinin gözlemlenmediği görülmüştür. Bu durumda kaplamaların başarılı olduğu ve aşındırıcı bilyeye karşı altlık ile teması engelleyecek kadar aşınma dayanımına sahip olduğu gözlemlenmiştir. Kaplama tabakasına ait olduğu bilinen Al ve Ta elementlerinin toz karışımına eklenen oranlarda aşınma bölgelerinde gözlemlenmesi ise kaplama tabakasının sürekliliğine bir işaretir. Aşınma bölgelerinde gözlemlenen diğer elementler ise O ve C elementleri olup soğuk spray prosesi sırasında bünyeye karışan elementlerdir ve tüm numunelerde benzer oranlarda gözlemlendiği için birbirlerine göre herhangi bir üstünlük sağladığı düşünülmemiştir.

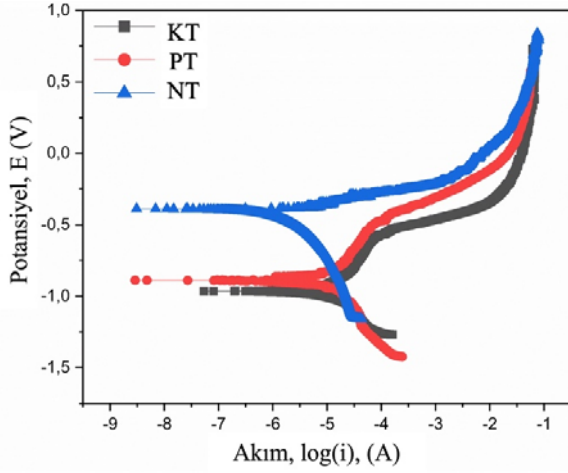
Tablo 1. Aşınma bölgelerinden alınan EDS analizleri  
(EDS analyses from the wear regions)

| EDS bölgeleri     | Element (ağ. %) |     |     |      |      |       |
|-------------------|-----------------|-----|-----|------|------|-------|
|                   | Mg              | Zn  | Zr  | Al   | Ta   | Diğer |
| NT-aşınma bölgesi | 0,0             | 0,0 | 0,0 | 11,3 | 67,7 | 21,0  |
| KT-aşınma bölgesi | 0,1             | 0,0 | 0,0 | 8,4  | 68,6 | 22,9  |
| PT-aşınma bölgesi | 0,0             | 0,1 | 0,0 | 10,6 | 68,3 | 21,0  |

Korozyon analizleri sonucunda elde edilen Tafel eğrileri Şekil 6'da verilmiştir. Eğrilerde özellikle NT numunesinde anodik ve katodik kollar arasındaki açıklık PT ve KT'ye göre daha azdır ve potansiyeli de diğerlerine göre daha pozitif yöndedir. Ayrıca korozyon akımları karşılaştırıldığında birim anot yüzey alanından geçen akım miktarı da yine NT numunesinde daha az olduğundan daha az korozyona uğradığı söylenebilir [36].



Şekil 5. Numunelerin aşınma sonrası SEM görüntüleri ve aşınma bölgesi profilleri  
(SEM images of the samples after wear and wear track profiles)



**Şekil 6.** Numunelerin Tafel polarizasyon eğrileri  
(Tafel polarization curves of the samples)

NT'nin aksine kumlama işlemi uygulanan KT numunesinde durum tam tersidir ve test edilen tüm numuneler içerisinde en çok korozyona uğrayan numune olmuştur. Bu numunede potansiyeli gösteren y ekseninde skala daha negatif yöndedir ki bu da diğer numune gruplarına kıyasla en düşük korozyon direnci bu numunelerde elde edilmiştir. Bu durum yüzey pürüzlülüğü ile açıklanabilir. Kumlanmış numunelerde elde edilen daha yüksek yüzey pürüzlülüğü, vadi bölgelerin daha derin olmasına neden olmuş ve bu bölgelerde lokalize korozyon oluşumunu artırarak korozyon ürünlerinin ve korozyon iyonlarının birikmesine ve korozyonun giderek daha şiddetli bir şekilde ilerlemesine neden olmuştur. Pürüzlü ve aralıklı yüzeylerde korozyon akımının daha yüksek elde edildiği ve bu bölgelerde yoğunlaşarak çukurcuklar oluşturduğu bilinmektedir [37, 38].

#### 4. Sonuçlar (Conclusions)

Gerçekleştirilen çalışma kapsamında, ZK60 Mg alaşım yüzeyleri kumlama, parlatma ve asitte bekletme işlemlerine tabi tutulduktan sonra, soğuk sprey kaplama yöntemi ile tantal içerikli kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Çalışma sonucunda elde edilenler şu şekilde özetlenebilir.

- Kaplama öncesinde uygulanan yüzey işlemleri arasında en düşük yüzey pürüzlülüğü parlatılmış numunede ve en yüksek yüzey pürüzlülüğü kumlanmış numunede gözlemlenmiştir. Kaplama sonrası elde edilen yüzey pürüzlülükleri birbirine çok yakın olsa da, kumlanmış numunede tepe ve vadi bölgeleri arasındaki fark hafifçe daha yüksek olarak ölçülmüştür.
- Kumlanmış numune yüzeylerine püskürtülen tozlar daha iyi tutulum sağlamış ve bu durum kaplama kalınlığının kumlanmış numunelerde daha yüksek olmasına sağlamıştır. Parlatılmış numune yüzeylerine kolaylıkla tutunamayan toz partikülleri ise etrafa saçılmış ve kaplama kalınlığı en az parlatılmış numunede gözlemlenmiştir. Asitte bekletme işlemi uygulanan ve sonrasında kaplanan numunede kaplama kalınlığı yaklaşık %26 oranında ve kumlanmış numunede yaklaşık %29 oranında daha yüksek olacak şekilde elde edilmiştir.
- Daha iyi tutulum sağlayan kaplama tabakası daha yüksek aşınma dayanımı sergilemiş ve kumlanmış numunede aşınma sonrası hacim kaybı parlatma işlemi sonrasında kaplanan numuneye göre yaklaşık %32 ve asitte bekletme işlemi sonrası kaplanmış numuneye göre yaklaşık %17 oranında daha az elde edilmiştir.
- Yüksek yüzey pürüzlülüğü lokal bölgelerde birikerek buralarda korozyon akımının yoğunlaşmasına ve korozyon dayanımının düşmesine neden olmuştur. En düşük korozyon dayanımı kumlama

sonrası kaplanmış numunede ve en yüksek korozyon dayanımı ise asitte bekletme sonrası kaplanan numunede elde edilmiştir.

#### Teşekkür (Acknowledgement)

Yazarlar gerçekleştirilen proje çalışmasının BAP-FOA-7441 kodu ile desteklenmesi nedeni ile Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimine teşekkür eder.

#### Kaynaklar (References)

1. Kelen F., Importance and Applications of Magnesium and Its Alloys in Automotive Industry, *Journal of the Institute of Science and Technology*, 11 (1), 548–562, 2021.
2. Öztürk F., Kaçar I., Magnezyum alaşımları ve kullanım alanlarının incelenmesi, *Niğde Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 1, 12–20, 2012.
3. Aydın İ., Bahçepinar A.İ., Gül C., Surface characterization of EPD coating on AZ91 Mg alloy produced by powder metallurgy, *Revista de Metalurgia*, 56 (3), e176, 2020.
4. Singh B., Singh G., Sidhu B.S., Analysis of corrosion behaviour and surface properties of plasma-sprayed composite coating of hydroxyapatite–tantalum on biodegradable Mg alloy ZK60, *Journal of Composite Materials*, 53 (19), 2661–2673, 2019.
5. Zhang L., Song B., Choi S.-K., Shi Y., A topology strategy to reduce stress shielding of additively manufactured porous metallic biomaterials, *International Journal of Mechanical Sciences*, 197, 106331, 2021.
6. Dinçer A.E., Temel S.C., Öztürk S.M., Kompozit malzemelerin ağız, yüz, çene cerrahisinde kullanımı ve malzeme uyumluluklarının belirlenmesi, *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 4, 227–242, 2021.
7. Du J., Lan Z., Zhang H., Lü S., Liu H., Guo J., Catalytic enhanced hydrogen storage properties of Mg-based alloy by the addition of reduced graphene oxide supported V2O3 nanocomposite, *Journal of Alloys and Compounds*, 802, 660–667, 2019.
8. Lyu J., Kim J., Liao H., She J., Song J., Peng J., Jiang B., Effect of substitution of Zn with Ni on microstructure evolution and mechanical properties of LPSO dominant Mg–Y–Zn alloys, *Materials Science and Engineering A*, 773, 138735, 2020.
9. Kang M.H., Lee H., Jang T.S., Seong Y.J., Kim H.E., Koh Y.H., Jung H.D., Biomimetic porous Mg with tunable mechanical properties and biodegradation rates for bone regeneration, *Acta Biomaterialia*, 84, 453–467, 2019.
10. Çelik A., Şüküroğlu E.E., Investigation of biodegradability of doped composite oxide coated AZ91 alloy in blood plasma, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 37 (3), 1673–1688, 2022.
11. Chang Y.Y., Huang H.L., Chen H.J., Lai C.H., Wen C.Y., Antibacterial properties and cytocompatibility of tantalum oxide coatings, *Surface and Coatings Technology*, 259, 193–198, 2014.
12. Liu Y., Ji X., Liu J., Tong W.W.L., Askhatova D., Shi J., Tantalum sulfide nanosheets as a theranostic nanoplatfor for computed tomography imaging-guided combinatorial chemo-photothermal therapy, *Advanced Functional Materials*, 27 (39), 1–12, 2017.
13. Yang C., Li J., Zhu C., Zhang Q., Yu J., Wang J., Shen H., Advanced antibacterial activity of biocompatible tantalum nanofilm via enhanced local innate immunity, *Acta Biomaterialia*, 89, 403–418, 2019.
14. Park C., Kim S., Kim H.E., Jang T.S., Mechanically stable tantalum coating on a nano-roughened NiTi stent for enhanced radiopacity and biocompatibility, *Surface and Coatings Technology*, 305, 139–145, 2016.
15. Gül C., Albayrak S., Çinici H., Algan İ.B., The effects of alkali, alkali-acid and sandblasting surface treatments applied before Tantalum-Oxide coating with magnetron sputtering on the wear behavior of 7075 Aluminum alloys, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 38 (2), 795–806, 2023.
16. Findlay D.M., Weldon K., Atkins G.J., Howie D.W., Zannettino A.C.W., Bobyn D., The proliferation and phenotypic expression of human osteoblasts on tantalum metal, *Biomaterials*, 25 (12), 2215–2227, 2004.
17. Wang N., Li H., Wang J., Chen S., Ma Y., Zhang Z., Study on the anticorrosion, biocompatibility, and osteoinductivity of tantalum

- decorated with tantalum oxide nanotube array films, *ACS Applied Materials and Interfaces*, 4, 4516–4523, 2012.
18. Moreira H., Costa-Barbosa A., Marques S.M., Sampaio P., Carvalho S., Evaluation of cell activation promoted by tantalum and tantalum oxide coatings deposited by reactive DC magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology*, 330, 260–269, 2017.
19. Cai X., Ding S., Li Z., Zhang X., Wen K., Xu L., Shen T., Simultaneous sintering of low-melting-point Mg with high-melting-point Ti via a novel one-step high-pressure solid-phase sintering strategy, *Journal of Alloys and Compounds*, 858, 158344, 2021.
20. Yu Z.H., Yan H.G., Chen J.H., Wu Y.Z., Effect of Zn content on the microstructures and mechanical properties of laser beam-welded ZK series magnesium, *Journal of Materials Science*, 45, 3797–3803, 2010.
21. Czerwinski F., Oxidation characteristics of magnesium alloys, *JOM*, 64 (12), 1477–1483, 2012.
22. Çelik İ., Yüzey işlemleri uygulanmış AZ31 Mg alaşımının yapısal özelliklerinin ve aşınma davranışının incelenmesi, *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 9 (1), 136–142, 2019.
23. Bansal N.P., Low temperature synthesis of monolithic transparent Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> gels from hydrolysis of metal alkoxide, *National Aeronautics and Space Administration Technical Memorandum*, 1993.
24. Zümrüt Z., Tam faktöriyel deney tasarımı tekniği ile hidroksiapatit kaplı titanyum implant malzemelerin mekanik özellikleri üzerine parametrelerin etkisi, 2009.
25. Yin Z.Z., Qi W.C., Zeng R.C., Chen X.B., Gu C.D., Guan S.K., Zheng Y.F., Advances in coatings on biodegradable magnesium alloys, *Journal of Magnesium and Alloys*, 8, 42–65, 2020.
26. Aytaç A., Malayoğlu U., Fiziksel buhar biriktirme yöntemlerinden PVD ve JVD/DVD ince film kaplamaların karşılaştırılması ve DVD kaplama teknolojisinin endüstriyel uygulamaları üzerine kavramsal, akademik ve teorik bir analiz, *Savunma Bilimleri Dergisi*, 17 (1), 131–164, 2018.
27. Tang J., Zhao Z., Liu H., Cui X., Wang J., Xiong T., A novel bioactive Ta/hydroxyapatite composite coating fabricated by cold spraying, *Materials Letters*, 250, 197–201, 2019.
28. Tang J.R., Zhao Z.P., Cui X.Y., Wang J.Q., Xiong T.Y., Microstructure and bioactivity of a cold sprayed rough/porous Ta coating on Ti6Al4V substrate, *Science China Technological Sciences*, 63 (5), 731–739, 2020.
29. Daroonparvar M., Farooq Khan M.U., Saadeh Y., Kay C.M., Gupta R.K., Kasar A.K., Bakhsheshi-Rad H.R., Enhanced corrosion resistance and surface bioactivity of AZ31B Mg alloy by high pressure cold sprayed monolayer Ti and bilayer Ta/Ti coatings in simulated body fluid, *Materials Chemistry and Physics*, 256, 123627, 2020.
30. Pasinli A., Yuksel M., Çelik E., Sener S., Tas A.C., A new approach in biomimetic synthesis of calcium phosphate coatings using lactic acid–Na lactate buffered body fluid solution, *Acta Biomaterialia*, 6 (6), 2282–2288, 2010.
31. Tokarev A. O., Structure of aluminum powder coatings prepared by cold gasdynamic spraying, *Metal Science and Heat Treatment*, 38 (3), 136–139, 1996.
32. Gül C., Albayrak S., Çömez N., Durmuş H., WE43 magnezyum alaşımının soğuk spreyle kaplama yöntemi ile Al/Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kaplanması ve aşınma davranışlarının incelenmesi, *Journal of Polytechnic*, 25 (4), 1791–1798, 2022.
33. Gül S., Durmuş H., Gül C., Çömez N., Improving the wear resistance of the magnesium alloy WE43 by cold sprayed Ni–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Ni–Zn–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings, *Materials Testing*, 65 (7), 1105–1118, 2023.
34. Liang G., Schmauder S., Lyu M., Schneider Y., Zhang C., Han Y., An investigation of the influence of initial roughness on the friction and wear behavior of ground surfaces, *Materials*, 11 (2), 237, 2018.
35. Azad K., Rasul M.G., Khan M.M.K., Sharma S.C., Ecofuel and its compatibility with different automotive metals to assess diesel engine durability, in *Advances in Eco-Fuels for a Sustainable Environment*, Woodhead Publishing, 337–351, 2019.
36. Perez N., *Electrochemistry and Corrosion Science*, Springer, Boston, USA, 2014.
37. Luo K., Xing Y., Sun M., Xu L., Xu S., Wang C., Lu J., Effect of laser shock peening on the dissolution of precipitates and pitting corrosion of AA6061-T6 with different original surface roughness, *Corrosion Science*, 228, 111794, 2024.
38. Gül C., Durmuş H., Albayrak S., Çömez N., Wear and corrosion resistance of zinc-oxide and zirconium-oxide coated WE43 magnesium alloy, *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 41, 063107, 2023.