

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Ti-6Al-4V ALAŞIMI İLE AÇIK HÜCRELİ KÖPÜK ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Emel DANACI**

Anabilim Dalı : Metalurji ve Malzeme Müh.

Programı : Malzeme Mühendisliği

HAZİRAN 2011

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Ti-6Al-4V ALAŞIMI İLE AÇIK HÜCRELİ KÖPÜK ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Emel DANACI
(506081404)**

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 06 Mayıs 2011

Tezin Savunulduğu Tarih : 08 Haziran 2011

**Tez Danışmanı : Doç. Dr. Özgül KELEŞ (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Yılmaz TAPTIK (İTÜ)
Prof. Dr. Fatih ÜSTEL (SAÜ)**

HAZİRAN 2011

Aileme ve tüm sevdiklerime,

ÖNSÖZ

Tez çalışmalarım boyunca kendisinden çok şey öğrendiğim, destek ve önerileri ile bana her zaman yol gösteren değerli hocam Doç. Dr. Özgül KELEŞ' e en içten teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım boyunca destek ve önerilerini bizlerden esirgemeyen Prof. Dr. Yılmaz TAPTIK' a şükranlarımı sunarım.

Taramalı elektron mikroskopunda köpük numunelerimizi incelememizde destek olan ve çözüm bulan sayın hocam Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN' e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

XRD analizinde bilgilerini bizden esirgmeden anlayışla yardımcı ve öğretici olan sayın hocam Yrd. Doç. Dr. Nuri SOLAK' a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tecrübelerini ve bilgilerini bizden esirgmeden paylaşan, yardım eden ve farklı bakış açılarını sunarak bizi aydınlatan sayın Turgay GÖNÜL' e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Polimer model malzeme olarak kullandığımız poliüretan (PU) süngerini bize temin eden ve yakından ilgilenen Ürosan Kimya Sanayi A.Ş.' ne, bağlayıcı olarak kullandığımız polivinil alkol (PVA) kimyasalını bizim için temin eden sayın hocam Prof. Dr. Ayşen Önen' e, çamur viskozitesinin ölçümünde yardımlarını esirgemeyen sayın hocam Prof. Dr. Oya Atıcı ve Ar. Gör. Cüneyt H. Ünlü' ye sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalar sırasında gerçekleşen aksi durumlarda yardımını ve desteğini gördüğüm Yük. Müh. Sedat İHVAN' a, hem mesleki hem de manevi desteğini gördüğüm Ar. Gör. Billur Deniz POLAT' a ve Elvan ZAMAN' a, mesleki ve manevi fikirlerine her zaman ihtiyacım olan ve her daim yanımda olan sevgili ev arkadaşım Feyza DENİZLİ' ye sonsuz teşekkürlerimi en içten dileklerle sunarım.

Her daim yardımlarını asla esirgemeyen ve yanımda olarak bana güç veren sevgili Deniz YAZGAÇ' a sonsuz teşekkürlerimi en içten dileklerle sunarım.

Son olarak da bana doğduğum günden itibaren koşulsuz ve sevgi dolu her zaman yardım eden, maddi ve manevi destekleriyle beni saran fedakar aileme en yürekten teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Mayıs 2011

Emel Danacı

Metalurji ve Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	v
İÇİNDEKİLER	vii
KISALTMALAR	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
ŞEKİL LİSTESİ.....	xiii
ÖZET.....	xv
SUMMARY	xvii
1. GİRİŞ	1
2. TEORİK BİLGİ	3
2.1 Hücresel Malzemeler ve Metalik Köpükler	3
2.1.1 Metalik köpüklerin tarihsel gelişimi	4
2.1.2 Metalik köpüklerin özellikleri.....	5
2.1.3 Metalik köpüklerin kullanım alanları.....	6
2.2 Metalik köpük üretim yöntemleri.....	9
2.3 Titanyum ve Titanyum Alaşımları	11
2.3.1 Titanyum ve titanyum alaşımları özellikleri	11
2.3.2 Titanyum ve Ti-6Al-4V alaşımının oksijen, azot ve karbon ile etkileşimleri	12
2.3.3 Titanyum köpük üretim yöntemleri	16
2.3.3.1 Tozların sinterlenmesi ile köpük üretim yöntemleri	16
2.3.3.2 İçi boş tozların sinterlenmesi ile köpük üretim yöntemleri.....	17
2.3.3.3 Yer tutucu içeren toz paketlerinin sinterlenmesi ile köpük üretim yöntemleri	18
2.3.3.4 Çamur köpüklendirme	18
3. DENEYSEL ÇALIŞMA	27
3.1 Kullanılan Malzemeler	28
3.1.1 Titanyum hidrür ve titanyum alaşım tozu	28
3.1.2 Bağlayıcı ve dağıtıcılar	29
3.1.3 Polimer model malzeme.....	30
3.2 Çamur Hazırlama	31
3.3 Çamur Analiz Yöntemleri	33
3.3.1 Sedimentasyon testi.....	33
3.3.2 Viskozite ölçümü	33
3.4 Emdirme	33
3.5 Isıl İşlem	33
3.6 Köpüklerin Karakterizasyonu.....	35
4. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	39
4.1 Çamur Analiz Sonuçları	39
4.1.1 Sedimentasyon testi.....	39
4.1.2 Viskozite ölçümü	41
4.2 Porozite Ölçümü.....	43

4.3 Mikroyapı İncelemeleri	45
4.3.1 Işık mikroskobu.....	45
4.3.2 Taramalı elektron mikroskobu	47
4.4 Kimyasal Analiz	50
4.5 Sertlik Ölçümü.....	57
5. GENEL SONUÇLAR	61
KAYNAKLAR.....	63
EKLER.....	69
ÖZGEÇMİŞ.....	77

KISALTMALAR

PVA	: Polivinil alkol
PEG	: Polietil glikol
MC	: Metil selüloz
PU	: Poli üretan
CVD	: Kimyasal Buhar Biriktirme
TiH₂	: Titanyum hidrür
Zr H₂	: Zirkonyum hidrür
Hf H₂	: Hafniyum hidrür
EB-PVD	: Elektron Demeti ile Fiziksel Buhar Biriktirme
HSP	: Hegzagonal Sıkı Paket
KHM	: Kübik Hacim Merkezli
HA	: Hidroksi apetit
CMC	: Karboksil metil selüloz
TEP	: Trietil fosfat
PVB	: Polivinil butil
TGA	: Termo Gravimetrik Analiz
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
XRD	: X Işını Difraksiyonu
C	: Karbon
N	: Azot
O	: Oksijen
H	: Hidrojen

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Metalik köpüklerin yapısal ve fonksiyonel uygulamaları [9, 11].	7
Çizelge 2.2 : Kitle titanyum, titanyum köpük, kortikal ve trabeküler kemiklerinin basma dayanımı ve elastisite modülü [24].	8
Çizelge 2.3 : Açık hücreli metalik köpük üretim yöntemleri [18].	10
Çizelge 2.4 : Saf titanyum ve Ti-6Al-4V alaşımının β dönüşüm sıcaklığı, sertliği, elastik modülü, akma ve çekme sayanımı [21, 32, 33].	13
Çizelge 2.5 : α Ti içerisinde ara yer eriyiklerinin atom çapları ve maksimum çözünürlükleri [34].	14
Çizelge 2.6 : Ti tozunda implantların kaplamaları için istenen kimyasal konsantrasyon değerleri (ASTM F 1580 - 01) [34].	14
Çizelge 2.7 : Titanyum ve alaşımlarının üzerinde oluşan oksitlerinin cinsi [41].	15
Çizelge 2.8 : Polimer sünger daldırma yönteminde hazırlanabilen sulu ve susuz çamur konsantrasyon örnekleri [50].	21
Çizelge 2.9 : Çamur Köpüklendirme yöntemi ile Ti ve alaşım köpük elde etmek için yapılan çalışmalar [24,27, 28, 52, 57-60].	25
Çizelge 3.1 : Titanyum köpük üretiminde hazırlanan çamur karışımlarının saf su, metalik toz ve bağlayıcı oranlar.	32
Çizelge 3.2 : Ti-6Al-4V köpük üretiminde hazırlanan çamur karışımlarının saf su, metalik toz ve bağlayıcı oranları.	32
Çizelge 3.3 : Titanyum köpük üretiminde kullanılan PU sünger giderme ve sinterleme parametreleri.	35
Çizelge 3.4 : Ti-6Al-4V köpük üretiminde kullanılan PU sünger giderme ve sinterleme parametreleri.	36
Çizelge 4.1 : Ti köpük üretimi için hazırlanan çamurların sedimentasyon deney sonuçları.	40
Çizelge 4.2 : Ti-6Al-4V köpük üretimi için hazırlanan çamurların sedimentasyon deney sonuçları.	41
Çizelge 4.3 : Ti köpük üretimi için hazırlanan çamurların viskozite değerleri.	42
Çizelge 4.4 : Ti-6Al-4V köpük üretimi için hazırlanan çamurların viskozite değerleri.	43
Çizelge 4.5 : 40 ppi PU sünger kullanılarak elde edilen titanyum köpüklerin porozite değerleri.	44
Çizelge 4.6 : 40 ppi PU sünger kullanılarak elde edilen Ti-6Al-4V köpüklerin porozite değerleri.	44
Çizelge 4.7 : A deney grubunda hazırlanan çamur konsantrasyonu ve ısıtma işlem parametreleri	45
Çizelge 4.8 : B deney grubunda hazırlanan çamur konsantrasyonu ve ısıtma işlem parametreleri	47
Çizelge 4.9 : Ti köpüklerin köpüklerin Vickers sertlik değerleri	58
Çizelge 4.10 : Ti-6Al-4V köpüklerin Vickers sertlik değerleri.	58

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : a) Açık hücreli Al köpük b) Kapalı hücreli Al köpük [5].	4
Şekil 2.2 : Kortikal ve traabeküler kemik [23]	8
Şekil 2.3 : Titanyum-Oksijen ikili faz diyagramı [42].	16
Şekil 2.4 : Ti köpük üretiminde kullanılan katı hal köpüklendirme yöntemleri (a).... Toz sinterleme (b) İçi boş toz sinterleme (c) katı yer tutucu ilavesi ile köpüklendirme (d) Uçucu özelliğe sahip bir iskelet üzerinde biriktirilen tozların sinterlenmesi-çamur köpüklendirme (e) Toz sıkıştırma ve hapsedilmiş gazın genleşmesi ile köpüklendirme [8].....	17
Şekil 2.5 : Çamur köpüklendirme yöntemi.....	19
Şekil 2.6 : Çamur köpüklendirme yöntemini etkileyen parametrelerin balık kılçığı modeli ile gösterimi.	20
Şekil 2.7 : Çamur viskozitesine dağıtıcı miktarının etkisi [52].	22
Şekil 2.8 : Aynı şekle ve boyuta sahip iki küresel tanenin sinterlenmesi [56].	23
Şekil 2.9 : Çamur köpüklendirme yöntemi ile üretilen köpükte PU süngerin ayrıldığı yerde oluşan üçgen boşluk [48].	24
Şekil 3.1 : Proses akış şeması.	27
Şekil 3.2 : Metalik tozların SEM görüntüleri (a) Ti-6Al-4V (b) TiH ₂	28
Şekil 3.3 : Metalik tozların partikül boyut dağılımı (a) Ti-6Al-4V (b) TiH ₂	29
Şekil 3.4 : Metalik tozların XRD analizleri (a) Ti-6Al-4V (Kart No: 44-1294) (b) TiH ₂ (Kart No: 65-0934; ■: Ti, □: TiH ₂).	30
Şekil 3.5 : PU süngerin Ar atmosferi altında 800 °C sıcaklığa kadar TGA ve DTA sonuçları.	31
Şekil 3.6 : Çamur hazırlama ve emdirme proses akışı.....	32
Şekil 3.7 : Deneylerde kullanılan retortun (a) önden (b) yandan çekilmiş fotoğrafı ve (c) teknik resmi.	34
Şekil 4.1 : Sedimentasyon deneyinde kullanılan mezür içerisinde Ti-6Al-4V metalik çamuru ve 1440 dk sonra çamura ait çökme durumu.....	39
Şekil 4.2 : Ti köpük üretimi için hazırlanan çamur konsantrasyonlarının miktar- zaman grafiği.	40
Şekil 4.3 : Ti-6Al-4V köpük üretimi için hazırlanan çamur konsantrasyonlarının miktar-zaman grafiği.	42
Şekil 4.4 : Üretilen titanyum köpüklerin: (a), (b) A1 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) A2 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) A3 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.	46
Şekil 4.5 : Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin: (a), (b) B4 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) B6 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüler.....	48
Şekil 4.6 : Üretilen titanyum köpüklerin: (a), (b) A1 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) A3 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) A4 deneyinde üretilen köpüğün SEM görüntüleri	49

- Şekil 4.7 :** Dağıtıcı kullanılarak üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin: (a), (b) B4 deneyinde 3 sa .sinterleme ile üretilen köpüğün (c), (d) B5 deneyinde 5 sa sinterleme ile üretilen köpüğün (e), (f) B6 deneyinde 7 sa sinterleme ile üretilen köpüğün taramalı elektron mikroskobundan (SEM) alınan görüntüleri.... 51
- Şekil 4.8 :** Ar atmosferinde (A1) ve Ar atmosferi + vakum ortamında (A3) üretilen titanyum köpüklerinin XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294 ,TiO₂ Kart No:21-1276; ■: Ti,◆: Ti(O,C,N), ▲: TiO₂)...... 52
- Şekil 4.9 :** Ar atmosferinde (A2) ve Ar atmosferi + vakum ortamında (A4) üretilen titanyum köpüklerinin XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294 ,TiO₂ Kart No:21-1276; ■: Ti,◆: Ti(O,C,N), ▲: TiO₂)...... 53
- Şekil 4.10 :** Tek adımda sünger giderme işlemi ile üretilen titanyum köpüğün (A7) ve Tek adımda sünger giderme işlemi ile üretilen titanyum köpüğün (A3) XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N))...... 54
- Şekil 4.11 :** 1200 °C sıcaklıkta sinterleme işlemi ile üretilen titanyum köpüğün (A5) ve 1300 °C sıcaklıkta sinterleme işlemi ile üretilen titanyum köpüğün (A6) XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N))...... 54
- Şekil 4.12 :** 34 g metalik toz kullanılarak üretilen (B1) ve 100 g metalik toz kullanılarak üretilen Ti-6Al-4V köpüğün (B2) XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N))...... 55
- Şekil 4.13 :** PU sünger giderme işlemi 2 adımda yapılarak üretilen (B2) ve 1 adımda yapılarak üretilen Ti-6Al-4V köpüğün (B3) XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N)). 55
- Şekil 4.14 :** Çamur hazırlama prosesimde dağıtıcı kullanılmadan üretilen (B3) ve dağıtıcı kullanılarak üretilen Ti-6Al-4V köpüğün (B4) XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294 ; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N))...... 56
- Şekil 4.15 :** Sinterleme süresi 3sa (B4), 5sa (B5) ve 7sa (B6) olan Ti-6Al-4V köpüklerin XRD sonuçları (Ti Kart No: 44-1294; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N)) ... 56
- Şekil A.1 :** Üretilen titanyum köpüklerin: (a), (b) A4 deneyinde üretilen köpüğün (c), d) A5 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) A6 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.....70
- Şekil A.2 :** Üretilen titanyum köpüklerin: (a), (b) A7 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.....71
- Şekil A.3 :** Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin: (a), (b) B1 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) B2 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) B3 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.....72
- Şekil A.4 :** Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin: (a), (b) B5 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.....73
- Şekil A.5 :** Üretilen titanyum köpüklerin: (a), (b) A5 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) A6 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) A7 deneyinde üretilen köpüğün SEM görüntüleri..... 74
- Şekil A.6 :** Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin: (a), (b) B1 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) B2 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) B3 deneyinde üretilen köpüğün taramalı elektron mikroskobundan (SEM) alınan görüntüleri....75

Ti-6Al-4V ALAŞIMI İLE AÇIK HÜCRELİ KÖPÜK ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Metalik köpüklerin hafif olması, düşük yoğunluğa, yüksek sıvı ve gaz geçirgenliğine, düşük özgül ağırlığına, yüksek enerji sönümleyebilme kabiliyetine ve yalıtkanlığa sahip olması bu malzeme grubunun ilerleyen teknolojide önemli bir yerde olmasını sağlamaktadır. Çoğu metale kıyasla düşük yoğunluğa sahip titanyum ve alaşımları yüksek korozyon direncine, yüksek ergime sıcaklığına, iyi mekanik özelliklere ve biyo uyumluluk özelliğine sahiptir. Köpükleştirilebilen metallerin içinde titanyum ve alaşımlarının da yer almasına rağmen titanyum metalinin yüksek ergime sıcaklığına sahip olması ve atmosfer gazlarına afinitesinin yüksek olması nedeniyle sadece katı hal köpüklendirme yöntemleri ile üretilmektedirler.

Bu çalışmada açık hücreli titanyum ve Ti-6Al-4V köpük elde etmek için çamur köpüklendirme (polimer sünger daldırma) yöntemi kullanılmıştır. Çamur köpüklendirme yöntemi çamur hazırlama, polimer sünger (PU sünger) daldırma, kurutma, PU sünger giderme ve sinterleme adımlarından oluşmaktadır. Çamur hazırlama işlemi; çamur viskozitesini ayarlamak için bağlayıcı olarak PVA, metalik toz olarak -325 mesh tane boyutuna sahip TiH_2 ve Ti-6Al-4V toz, çökmeyi engelleyip çamurun homojen karışması için seyreltici olarak polikarboksilik asit (Dolapix PC67) kullanılmıştır. Bu işlemde çamurun viskozitesini ayarlamak çok önemlidir. Hazırlanan çamur içine PU sünger daldırılarak süngerin homojen şekilde çamur ile kaplanması sağlanmıştır. Kaplanan PU süngerler oda sıcaklığı ve etüvde kurutulmuş, argon atmosferli fırında ve argon atmosferli vakumlu fırında PU sünger giderme ve sinterleme işlemleri yapılmıştır.

Üretilen köpük numunelerin porozite miktarları % 81-88 aralığında hesaplanmış, ışık mikroskopu ve SEM kullanılarak mikroyapıları incelenmiş ve köpüklerin makro gözenekleri 746-830 μm aralığında hesaplanmıştır. XRD ile köpüklerin faz analizleri incelenmiş olup Ar atmosferinde üretilen köpüklerde TiO_2 oluştuğu, Ar atmosferi ve vakum ortamında üretilen köpüklerde Ti yapının korunduğu fakat yüzeyde Ti(O, C, N) bileşiği oluştuğu görülmüştür. Vickers sertlik değerleri 436-1045 HV aralığında ölçülmüştür.

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF OPEN CELLULAR METAL FOAM BY Ti-6Al-4V POWDERS

SUMMARY

Metallic foams are lightweight and have properties of low density, high liquid and air permeability, low specific weight, high ability to absorb energy and insulation, so these properties make this new material group attractive. Titanium and alloys have good corrosion resistance, high melting temperature, good mechanical properties, biocompatibility and low density. Despite the fact that titanium and alloys are among foamable metallic materials. They can be produced by solid state foaming method due to their high melting temperature and high reactivity of atmosphere gases.

In this study, slurry foaming (polymeric foam impregnation) method was used in order to obtain open cellular titanium and Ti-6Al-4V foam. Slurry foaming method consists of slurry preparation, polymer (PU) sponge immersing, drying, removal of PU sponge and sintering processes. In slurry preparation process, PVA as binder to adjust viscosity of slurry, TiH_2 ve Ti-6Al-4V powders with powder size of -325 mesh as metallic powder, dispersant (Dolapix PC 67) to prevent sedimentation were used. It is crucial to adjust slurry viscosity. PU sponge was immersed into prepared slurry and sufficient coating must be provided. Coated PU sponge was dried at room temperature and oven, then this sample was heat treated in order to remove PU sponge and sinter at horizontal tube furnace with argon atmosphere or vacuum furnace.

The morphological analyses of Ti and Ti-6Al-4V foams produced were analyzed using optical light microscope and scanning electron microscopy (SEM) and pore sizes were calculated as 746-830 μm . Porosity was measured as % 81-88. XRD analysis were carried out to determine their phase and so under Ar atmosphere sintered foams were formed TiO_2 and under Ar atmosphere and vacuum were protected Ti structure but on the surface Ti(C,O,N) compound formed. In order to see their mechanical strength hardness measurement were made and measures were 436-1045 HV.

1. GİRİŞ

Hücre “cell” kelimesi Latince “cella” kelimesinden türetilmiş olup cella küçük bölme, kapalı alan, küçük oda, hücre anlamına gelmektedir. Doğada pek çok malzeme hücreli yapıya sahip olup bunlardan en önde gelenler ağaç, mantar, sünger ve mercanlardır [1].

Hücre malzemeler düşük özgül ağırlık, düşük yoğunluk ve buna bağlı hafiflik özellikleri ile günümüz fonksiyonel malzemeleri arasında yerini almaya başlamıştır.

Çevremizde en çok gördüğümüz köpük malzemeler polimerik köpük olan tek kullanımlık sıcak içecek bardaklarıdır. Köpük malzemeler polimerden elde edildiği gibi metalik, seramik ve kompozit malzemelerden de elde edilmektedir. Seramik köpükler katalitik reaktörler, güneş enerjisi jeneratörleri, dizel egzoz ve döküm filtrelerinde; metalik köpükler otomotiv, uçak ve uzay sanayi, demir yolu taşımacılığı ve asansörlerde kullanılmaktadır. İmplant malzemelerin üretiminde de hem polimerik, hem seramik, hem de metalik köpük malzemeler kullanılmaktadır [2].

Köpük kullanım alanının artması ile köpükleştirilebilen metalik malzemeler ve köpükleştirme yöntemleri üzerindeki çalışmalar artmakta ve yeni araştırmalara gerek duyulmaktadır.

Köpükleştirilebilen metalik malzemeler başta alüminyum ve alaşımları olmak üzere, titanyum ve alaşımları, çelik, nikel bazlı süper alaşımlar, kurşun, çinko ve kalaydır [3].

Titanyum yer kabuğunda en yaygın bulunan 9. element olup alüminyum, demir ve magnezyumdan sonra gelen 4. metaldir. Yoğunluğu $4,51 \text{ g/cm}^3$ olan titanyum metali yüksek ergime sıcaklığına ($1670 \text{ }^\circ\text{C}$), yüksek korozyon direncine, iyi biyo uyumluluğa ve mekanik özelliklere sahiptir.

Titanyum köpük hava, uzay ve deniz araçlarında ve mükemmel biyo uyumluluk özelliği nedeniyle biyo medikal uygulamalarda kullanılabilir.

Titanyumun yüksek ergime sıcaklığına sahip olması ve atmosfer gazlarına afinitesininin yüksek olması nedeniyle titanyum köpük üretiminde sıvı hal köpük

retim yntemleri kullanılamayıp katı hal kpk retim yntemleri (toz metalurjisi) kullanılmaktadır.

Titanyum kpk retiminde kullanılan yntemler; toz sinterleme ile kpklendirme, yer tutucu ieren toz paketlerinin sinterlenmesi ile kpklendirme ve uucu iskelet (polimer snger) zerinde biriktirilen tozların sinterlenmesi ile kpklendirme (bir diğeri adı ile amur kpklendirme) yntemidir.

Bu alıřmada amur kpklendirme (polimer snger daldırma) yntemi ile aık hcreli titanyum ve Ti-6Al-4V kpk retmek amalanmıřtır. Bu yntemde baėlayıcı (PVA) zelti, TiH₂ ve Ti-6Al-4V tozları ile manyetik karıřtırıcıda karıřtırılmıřtır. Hazırlanan amur ierisinde kmeyi engellemek iin amur kontrasyonuna daėıtıcı ilave edilmiřtir. Hazırlanan amur ierisine polimerik uucu model malzeme olarak oėunlukla kullanılan poliretan (PU) snger daldırılmıř, sngerlerin iyi kaplanması ve fazla amurun giderilmesi iin snger zerinde bir sıkıřtırma iřlemi yapılmıřtır. Daha sonra kurutma iřlemi iin numuneler gece boyunca oda sıcaklıėında tutulmuř ve etvde 100 °C sıcaklıkta 3 saat bekletilmiřtir. PU sngerin kpk yapısına zarar vermeden uzaklařtırılması iin nce snger giderme ve daha sonra sinterleme iřlemi yapılmıřtır.

retilen kpk numunelerin fiziksel (baėıl yoėunluk ve porozite lm), mikroyapısal, faz analizleri (XRD) ve mekanik (Vickers sertlik deneyi) karakterizasyonları yapılmıřtır.

2. TEORİK BİLGİ

2.1 Hücresel Malzemeler ve Metalik Köpükler

İki veya üç boyutlu boşluklu yapıya sahip metal, seramik ve polimer malzemelerden oluşan ürünler hücresel malzemeler olarak adlandırılmaktadır.

Bir hücresel katıda, hücrelerin yüzeyleri ve kenarlarını oluşturan katı plakalar veya desteklerin birbirine bağlanma şekline göre 3 tip yapı vardır:

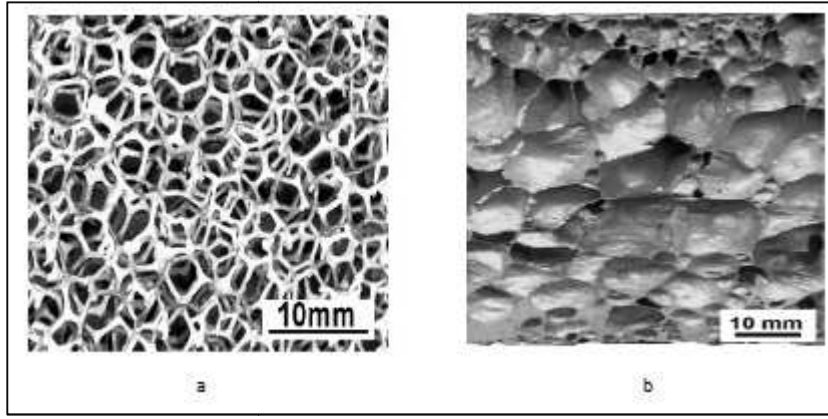
- 2 boyutlu bal peteği
- 3 boyutlu açık hücreli köpük
- 3 boyutlu kapalı hücreli köpük

Hekzagonal hücrelerin bir düzlem alanını doldurması ile oluşan 2 boyutlu hücresel malzemelere bal peteği denilmektedir [1].

Çok yönlü olan hücrelerin, boşlukları doldurmak için 3 boyutlu paketlenmesi ile oluşan hücresel malzemelere ise köpük adı verilmektedir. Köpük malzemelerde boşluğun oluşturduğu hacim “hücre” olarak isimlendirilmektedir. Hücre, hücre duvarları ve hücre köşelerinden meydana gelmektedir. Hücre duvarı iki boşluğun oluşturduğu sınırdır ve hücre köşesi de üç adet boşluğun birleştiği yerdir [1, 4].

Hücre sadece hücre kenarlarından sınırlanırsa, açık yüzeyler boyunca hücreler birbiri ile bağlantılı hale geleceğinden bu köpüğe açık hücreli köpük denir. Şekil 2.1.a’ da açık hücreli bir alüminyum köpük yapısı görülebilir. Eğer yüzeyler katı ise ve her bir hücre birbirinden soyutlanırsa (yani hücreler birbirinden izole haldeyse) bu tür köpüklere de kapalı hücreli köpük denilmektedir ve Şekil 2.1.b’ de kapalı hücreli alüminyum köpük yapısı görülebilir. Bazı köpükler hem açık hem de kapalı hücrelere sahip olabilirler [1].

Seramik köpüklerin kırılgan olması, polimerik köpüklerin ergime noktasının, alev dayanıklılığının ve sertliğinin düşük olması son yıllarda metalik köpüklere olan ilgiyi arttırmaktadır [2, 6].



Şekil 2.1 : a) Açık hücreli Al köpük b) Kapalı hücreli Al köpük [5].

Metalik köpük terimi ile beraber hücreli metal, gözenekli metal ve metal sünger terimlerini de tanımlamak gerekmektedir.

Hücreli Metaller: En genel kullanılan terim olup birçok gaz boşluğu içeren metalik malzemelerdir.

Poroz (Gözenekli) Metaller: Gözenekler genellikle küresel ve birbirinden izole halde olup yüksek oranda boşluk içeren yapılardır.

Metal Köpükler: Gözenekli metallerin özel bir sınıfı olup genellikle köpük malzeme dağılmış gaz kabarcıklarını içeren sıvı köpükten oluşmaktadırlar..

Metal Süngerler: Genellikle birbirine bağlı gözenekler içeren açık hücreli metalik yapılardır. [6]

Köpükleştirilebilen metal ve alaşımlarından (Al, Ti, çelik, Ni bazlı süper alaşımlar, Pb, Zn, Sn) olan alüminyum ve alaşımları düşük yoğunluğa, yüksek korozyon direncine, düşük ergime sıcaklığına ve düşük üretim maliyetine sahip oldukları için köpük üretim çalışmasına konu olmuşlar ve geniş bir kullanım alanı bulmuşlardır. Metalik köpükler hakkındaki bu çalışmaların çoğu ergiyik halde köpükendirilebilen alüminyum ve alaşımları üzerinde kullanılarak gerçekleştirilmiştir [3, 7, 8].

2.1.1 Metalik köpüklerin tarihsel gelişimi

1943 yılında B. Sosnik' in ergiyik alüminyum içine civa eklemesi sonucu gözenek elde etmesi ile metalik köpük malzeme üretimi başlamıştır [9, 11].

1950' lerde ergiyik alüminyumun sıkıştırılmış kaya tuzu partikülleri içerisine dökülmesi ve daha sonra bu tuz partiküllerinin çözünerek yapıdan ayrılması ile ilk açık hücreli metalik köpük üretilmiştir [10,11].

1959’ da farklı bir yöntem keşfedilmiş ve bu yöntem United Aircraft Corporation tarafından patentlenmiştir. Bu yöntemde metalik toz, gaz yapıcı (toz haldeki) bir madde ile karıştırılmış, karışım metalin ergime sıcaklığına ısıtılarak gaz salıcı maddenin bozunması ve bu bozunma sonunda gaz çıkışı sağlanarak katılaştıran metal içerisinde boşluk oluşturulması esas alınmıştır. Metal hidrürler (özellikle titanyum / zirkonyum hidrür – TiH_2 / ZrH_2) bu yöntemde gaz yapıcı madde olarak kullanılmıştır.

1960’ ların ortalarında Hardy ve Peisker köpürtücü ajanları doğrudan yarı ergiyik haldeki metale ilave ederek köpük üretmişlerdir. Ayrıca viskoziteyi arttırmak ve yapıdaki dağılan gazı yakalamak için ergiyik alüminyum içine silika esaslı bir malzeme olan alümina silikat eklenerek de alüminyum köpük üretilmiştir. [7,13].

1968 yılında Kaliforniya’ da Enerji Üretim ve Araştırma (ERG) şirketi polimerik kalıp içerisinde metal süzdürme ile açık hücreli metalik köpük üretmişlerdir (Duocell) [9, 13].

1986 yılında Japonya’ da Shinko Wire Company Şirketi, kalsiyum ilavesi ile viskozitesini arttırdıkları ergimiş metale titanyum hidrürü doğrudan enjekte ederek metalik köpük üretmişler ve patentini almışlardır (Alporas). Aynı dönemde Norveç’ teki Hydro ve Toronto’ daki Cymat firmaları da ergimiş metale gazı doğrudan enjekte ederek sıvı fazdan köpüklendirme yöntemini geliştirmişlerdir [6, 7, 9, 12-14].

1990 yılında Toronto’ da INCO adında patentlenmiş proseste kimyasal buhar biriktirme yöntemi kullanılarak açık hücreli polimer köpük üzerine nikel biriktirilmiş ve açık hücreli metalik köpük üretilmiş [9, 15, 16]. Böylece yüksek ısı iletkenliği ve sıvı – gaz geçirgenliği özelliklerine sahip olan açık hücreli metalik köpüklere olan ilgi artmıştır.

2.1.2 Metalik köpüklerin özellikleri

Köpükleştirme ile metallerin karakteristik özellikleri (kristal yapıları, ısı genleşme katsayıları ve ergime sıcaklıkları) değişmemektedir. Metalik köpüklerin yapısal özelliklerini etkileyen parametreler; hücre duvar malzemesinin özellikleri, bağlı yoğunluk, hücre yapısının türü (açık veya kapalı), kapalı hücreli köpükte hücre birleşme yerlerinde içerilen katı oranı, kenarlar ve hücre yüzeyleri, hücre boyutu ve dağılımı, hücrelerin şekli ve anizotropisi, hücre kenarlarının bağlantısıdır [11].

Düşük yoğunluklu ve hafif metalik köpükler kapalı hücreli ise düşük özgül ağırlık, yüksek rijitlik, yüksek darbe sönümleyebilme, enerji, titreşim ve ses absorblama özelliğine sahip olmaktadır. Açık hücreli metalik köpükler ise yüksek ısı iletimi ve yüksek sıvı ve gaz geçirgenliği özelliğine sahiptirler. [2]

2.1.3 Metalik köpüklerin kullanım alanları

Çizelge 2.1’ de metalik köpüklerin yapısal ve fonksiyonel kullanım alanları verilmektedir. Fonksiyonel uygulamalar için açık hücreli köpük ve yük taşıyıcı yapısal uygulamalar için kapalı hücreli köpük kullanılmaktadır [11].

Yapısal Uygulamalar: Darbe, ses, enerji ve titreşim sönümleme, düşük özgül ağırlık ve hafiflik özelliklerine sahip olması ile kapalı hücreli metalik köpükler otomotiv, uçak ve uzay sanayi, gemi imalatı, demiryolu taşımacılığı, inşaat endüstrisi, spor ekipmanları ve biyomedikal uygulamalarda kullanılmaktadır.

Fonksiyonel Uygulamalar: Sıvı içerisinde dağılmış partikülleri veya fiberleri ve gaz içerisinde dağılmış katı veya sıvı partikülleri ayırmak ve tutmak için filtreler kullanılmaktadır. Filtre olarak, korozyon direnci yüksek ve maliyeti düşük olan açık hücreli alüminyum köpükler kullanılmaktadır. Sıvı ve gaz geçirgenliği özelliği nedeniyle açık hücreli metalik köpükler püskürtme aletlerinde ve iyonların konsantrasyonunu azaltmak için su arıtıcılarında kullanılmaktadır.

Açık hücreli metalik köpüklerin yüzey alanları geniş olup ısı iletkenlikleri yüksektir. Bu özellikler sahip olması nedeniyle ısı değiştiriciler ve soğutma makinalarında açık hücreli bakır ve alüminyum köpükler kullanılmaktadır. Ayrıca açık hücreli metalik köpükler bu özellikleri ile alev tutucu olarak da kullanılmaktadır.

Yüzey alan / hacim oranına bağlı, yüksek reaksiyon yüzey alanı gerektiren katalizör desteklerinde ve elektrotlarda açık hücreli köpükler kullanılmaktadır [11, 17, 18].

Titanyum Köpüğün Uygulama Alanları: Yüksek korozyon direnci, yüksek ergime sıcaklığı ve biyo uyumluluk özelliğine sahip olan titanyum metali köpükleştirilerek metalik köpüklerin sahip olduğu özellikleri de bünyesine katmaktadır. Titanyum köpükler egzoz emisyonunu azaltmak için gemilerde, ısı dağıtımını sağlamak için uzay araçlarında ve hava araçlarının sandviç panellerinde (Boeing firması) kullanılmaktadır. En yaygın olarak titanyum köpükler biyomalzeme üretiminde kullanılmaktadır [19-21].

Çizelge 2.1 : Metalik köpüklerin yapısal ve fonksiyonel uygulamaları [9, 11].

METALİK KÖPÜKLERİN UYGULAMALARI

Yapısal Uygulamalar

- Otomotiv Sanayi
- Uçak ve Uzay Sanayi
- Gemi İmalatı
- Demiryolu Taşımacılığı
- Makine Montaj
- İnşaat Endüstrisi
- Spor Ekipmanları
- Biyo Medikal Uygulamalar

Fonksiyonel Uygulamalar

- Biyo Medikal İmplantlar
- Filtre
- Isı Değiştiriciler ve Soğutma Makinaları
- Katalizör Destekleri
- Susturucular
- Alev Tutucular
- Püskürtme Aleti
- Elektrotlar

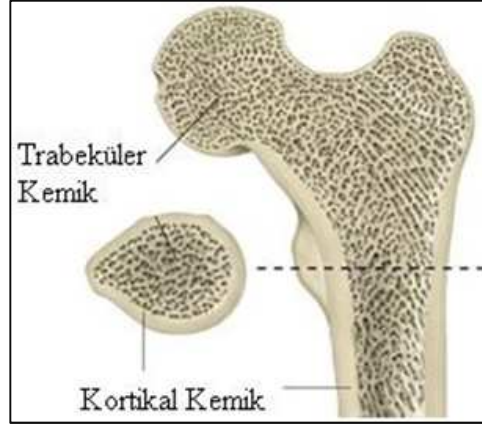
Biyo Medikal Uygulamalar: İmplant edilebilir metalik biyo malzemeler paslanmaz çelik, kobalt bazlı alaşımlar ve titanyum ve alaşımlarından üretilmektedir. İnsan vücudunda kullanılan malzemelerde ana koşul malzemenin biyo uyumluluğudur. Biyo uyumluluk implant malzemelerin insanlarda veya hayvanlarda kullanıldığı durumda vücutla kullanılan implant malzeme arasında istenmeyen reaksiyonların oluşmaması olarak tanımlanabilir.

Biyouyumluluğun yanısıra bir implant malzemede olması gereken diğer özellikler: korozyon direnci, biyo adhezyon (kemik içe büyümesi), biyo işlevsellik (mekanik özellikler – yorulma dayanımı ve Young modülü), işlenebilirlik ve kolay bulunabilirlik olarak sıralanabilir [21].

Titanyum ve alaşımları diğer metallere göre daha inert, korozyona dayanımlı ve biyo uyumlu olduğu için, malzeme bilimcilerin ve tıbbi alet tasarım mühendislerinin beğenisini kazanmıştır.

Kitle titanyum ve alaşımları implant malzeme olarak kullanıldığında yüksek özgül ağırlığı ve elastisite modülü nedeniyle tercih edilmemekte ve alternatif malzeme arayışları yapılmaktadır.

Titanyum ve alaşımlarının elastisite modülü kemiğin elastisite modülünden yüksek olduğu için implant malzemelerin gevşemesine neden olmaktadır. Titanyum implant malzemenin gözenekli üretilmesi durumunda, hem kemik hücrelerinin implant içerisine rahat sızması sağlanabilmekte ve böylece güçlü bir ara yüz sağlanmış olmakta hem de gözenekli implant malzemenin düşük elastisite modülü nedeniyle kemiğin elastisite modülüne yaklaşılmaması sağlanmakta ve implant malzemenin ömrü artmaktadır [22]. Şekil 2.2’ de kortikal ve trabeküler kemik gösterilmiştir.



Şekil 2.2 : Kortikal ve trabeküler kemik [23]

Çizelge 2.2’ de kitle titanyumun, titanyum köpüğün, kortikal ve trabeküler kemiklerin basma dayanımları ve elastisite modülleri verilmektedir. Kitle titanyumun elastisite modülü 100-110 GPa olup kortikal kemiğin ve trabeküler kemiğin elastisite modülleri sırasıyla 3-30 GPa ve 0,05-0,5 GPa değerindedir [24]. Köpük üretimi ile titanyum köpüğün elastisite modülünün kemiğin elastisite modülüne ne kadar yaklaştığı görülebilmektedir.

Çizelge 2.2 : Kitle titanyum, titanyum köpük, kortikal ve trabeküler kemiklerinin basma dayanımı ve elastisite modülü [24].

Malzeme	Basma Dayanımı (σ_{basma}), MPa	Elastisite Modülü (E), GPa
Titanyum	450 - 965	100-110
Titanyum Köpük	$23,72 \pm 1,12$	$0,30 \pm 0,003$
Kortikal Kemik	80 - 120	3 – 30
Trabeküler Kemik	2 - 12	0,05 – 0,5

Vücuda yerleştirilen titanyum köpüklerdeki gözeneklerin varlığı vücut sıvılarının geçişine ve yeni kemik hücrelerinin büyümesine imkan tanımakta olup köpüğün gözenek miktarı, büyüklüğü ve dağılımı ayarlanarak mekanik özelliklerini (elastik modülü, akma ve kopma dayanımı) değiştirmek mümkün olmaktadır [21].

Titanyum köpüklerin diş protezlerinde vida olarak kullanılması ile sürtünme artırılıp protezin çene kemiğinde durması ve zamanla çene kemiğindeki boşluğu doldurması sağlanmaktadır. Çene cerrahinin yanında titanyum köpükler omurgalarda, eklemlerde, kırık kemik onarımlarında, kafatasında ve yapay bağ dokusunda implant malzeme olarak ve kullanılmaktadır. Ayrıca çamur köpüklendirme yöntemi ile üretilen titanyum köpüğün yüksek sıvı geçirgenlik ve biyouyumluluk özelliğine sahip olması nedeniyle doğrudan kemik dokusu yerine kullanılması düşünülmüş ve bu yönde çalışmalar devam etmektedir [24-28].

2.2 Metalik köpük üretim yöntemleri

Metalik köpük malzemelerin mühendislik uygulamaları arttıkça kullanılan üretim yöntemleri de gelişmekte olup hücrelerin büyüklüğüne, gözenek tipine ve üretilen hücresel malzemenin yapısına göre üretim yöntemleri sınıflandırılabilir [17].

Çizelge 2.3, açık hücreli metalik köpük üretiminde kullanılan yöntemlerin genel taslağını göstermektedir. Yöntemler köpük metalin gözenek tipine göre açık hücreli ve kapalı hücreli köpük üretimi olmak üzere sınıflandırılmaktadır [18].

Açık hücreli metalik köpükler metalik tozların sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilbildiği gibi metalik tozların yer tutucu bir malzeme ile karıştırılması, sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile de üretilmektedir. Ayrıca açık hücreli metalik köpükler içi boş metalik tozların sinterlenmesi ile de üretilmektedir.

Açık hücreli bir polimer köpük üzerine elektrokimyasal veya buhar biriktirme yapılarak polimerin metal ile kaplanması ve ısı ile uzaklaştırılması yoluyla da açık hücreli metalik köpük elde edilebilmektedir.

Harcanabilir polimer kalıbın ısı dirençli çamurumsu bir malzeme ile kaplanması, ısı ile polimer kalıbın giderilmesi, ergimiş metalin polimerin şeklini alan yapının içerisine dökülmesi, sonra basınçlı su ile kalıp malzemesinin çözülmesi ile açık hücreli metalik köpük üretilmektedir. Ayrıca çamur köpüklendirme yöntemiyle açık hücreli polimer köpüğün, metalik toz ve bağlayıcının karışması ile elde edilen

Çizelge 2.3 : Açık hücreli metalik köpük üretim yöntemleri [18].

Açık Hücreli Köpük Üretim Yöntemleri								
Başlatıcının fiziksel formu	Katı/Toz	Ergiyik Döküm	Katı (Toz)	Metal İyonları	Buhar (Plazma)	Ergiyik Metal	Ergiyik Metal	Katı (Toz)
Yöntem	Yer tutucu. (Space Holder) Tuz önkalıpla metal tozu karıştırılıp önpreslenir, sinterlenir.	Harcanabilir Polimer önkalıpla ile Hassas Döküm 'Duocel'	İçeride boş tozlar sinterlenerek sağlamlaştırılır (Hollow Spheres)	Elektrolitik Kaplama	Gaz fazından harcanabilir polimer köpük kaplanır. CVD yöntemi 'Incofoam'	Polimer önkalıpla (harcanabilir kalıpla) 'Lattice Blok Material'	Metal eriyik sürekli atomize olur ve spreyle yüzeye püskürtme 'Spray forming'	Polimerik süngerin metalik çamura daldırıldıktan sonra ısıtma işlemi ile süngerin kaldırılması ve sinterleme
Köpük Yapısının Özellikleri	Birbirine bağlı yapılar	Birbirine bağlı, yüksek kalitede, homojen gözenek yapısı	Birbirine bağlı sentetik kompozit yapılar elde edilebilir.	Birbirine bağlı yapılar, 400-500 µm hücre boyutu	Birbirine bağlı, rastgele bulunan yapılar, 20-400µm hücre boyutu	Birbirine bağlı, düzenli, poroz yapılar	Birbirine bağlı, düzenli dağılıma sahip olmayan poroz yapılar	-
Prosesin Özellikleri	Ucuz Boyutlar kontrol edilemez	Köpükleşme oranı fazla Pahalı ve uzun zaman alır	Kolay bir prosestir.	Verimli bir prosestir	Mekanik olarak daha kuvvetli ve pürüzsüz yüzeye sahip yapı elde edilebilir	Yaygın kullanımı yoktur.	Oksit/Karbür/saf metal ekleyerek farklı alaşımlara ait köpük elde edilebilir	-
Köpürme Oranı	<%65	%80-97	<%80	%92-95	%92-97	<%60	<%60	>%75
Endüstride Kullanımı	Al/Zn/Pb/Cu	Al/Zn	Çelik	Ni/Cu	Ni/Ni-Cr/Cu	Al/Zn	Çelik/Cu	Ti ve alaşımları

çamur içerisine daldırılması, polimerin giderilmesi ve metalin polimer köpüğün şeklini alması yoluyla da açık hücreli metalik köpükler üretilebilmektedir [6, 9].

2.3 Titanyum ve Titanyum Alaşımları

Yer kabuğunda en yaygın bulunan 9. element ve 4. metal olan titanyum 1791’ de İngiliz papaz William Gergor tarafından keşfedilmiş ve ilk yüksek saflıkta titanyum üretimi ancak 1910 yılında gerçekleştirilmiştir.

Titanyum anataz, brukit, ilmenit, perovskit, rutil, titanit (sfene) minerallerinde ve birçok demir cevherinde bulunmaktadır. Titanyum mineral olarak Avustralya, Kanada, Hindistan, Norveç, Güney Afrika, Ukrayna ve Amerika’ da bulunmaktadır.

Titanyumun oksijen, hidrojen, azot ve karbona afinitesi yüksek olması nedeniyle saf titanyumun üretimi oldukça yüksek maliyetli bir prosestir [21, 30].

2.3.1 Titanyum ve titanyum alaşımları özellikleri

Titanyum ve alaşımları, diğer metallere göre daha karmaşık üretim işlemlerine ve daha yüksek maliyete sahip olmalarına rağmen çelikten % 45 daha hafif, mükemmel korozyon ve yorulma direncine sahip ve sünek olup kolay şekillendirilebilir olması nedeniyle çok ilgi görmektedir. Titanyum ve alaşımlarının yüzeyinde kendiliğinden oluşan oksit tabakası korozyon direncinin yüksek olmasını ve çoğu asitlere ve tuz çözeltilerine karşı dayanımlı olmasını sağlamaktadır. Titanyum ve alaşımları genellikle asetik, formik, sitrik, tartarik, stearik ve tannik asitin de içinde bulunduğu organik kimyasallara karşı kararlıdır. Ayrıca deniz suyuna karşı korozyon direnci yüksektir ve organik, inorganik asitler, tuzlar ve organik çözeltilerin muhafazasında kullanılan ekipmanları korumaktadır. Titanyum ve alaşımların bir diğer avantajı ise çok iyi biyo uyumluluk ve yorulma özelliklerine sahip olmasıdır [21, 29].

Titanyum metali düşük sıcaklıklarda α fazında hekzagonal sıkı paket (HSP) yapısına sahip olup 882 °C üzerinde β fazında kübik hacim merkezi (KHM) yapısına dönüşmektedir. Bu dönüşüm alaşımlandırma ile önemli ölçüde değiştirilebilmekte ve α , α / β ve β fazlarında alaşımların eldesini mümkün kılabilir. Titanyum alaşımları 3 sınıftan oluşmaktadır: α alaşımları, β alaşımları ve $\alpha + \beta$ alaşımlarıdır.

α Titanyum Alaşımları: Bu alaşım grubu yapısında yüksek oranda α fazı bulundurmakta ve α dengeleyici elementi olarak bilinen alüminyum gibi elementler

ile kalay gibi nötr elementler içermektedir. α Ti alaşımlarına Ti-5Al-2,5Sn örnek verilebilir.

β Titanyum Alaşımları: Yüksek miktarda β dengeleyicilerini içermekte olup β dengeleyici elementleri vanadyum, krom, mangan, demir, kobalt, nikel ve molibdendir. Bu alaşım grubuna örnek olarak Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr, Ti-13Nb-13Zr, Ti-12Mo-6Zr-2Fe verilebilir.

$\alpha + \beta$ Titanyum Alaşımları: α ve β dengeleyici alaşımları beraber bulundurmaktadırlar. En sık kullanılan ve en eski titanyum alaşımı olan Ti-6Al-4V bu grup içerisinde [21, 31].

Ti-6Al-4V: Titanyuma alüminyum ve vanadyum ilave edilerek alaşımın direnci artırmakta olup alüminyum α – stabilizatörü ve vanadyum β – stabilizatörü olarak görev yapmaktadır. Bu nedenle mikroyapıda α ve β fazları vardır. Ti-6Al-4V alaşımı en yaygın kullanılan titanyum alaşımlarından biri olup mükemmel korozyon direncine, yüksek mekanik dayanıma ve düşük yoğunluğa sahiptir [7, 21, 31].

Çizelge 2.4’ te saf Ti ve Ti-6Al-4V alaşımının mekanik, fiziksel ve elektriksel özellikleri verilmektedir. Saf titanyumun ve Ti-6Al-4V alaşımının yoğunlukları sırasıyla 4,51 g/cm³ ve 4,43 g/cm³, tür. Ti-6Al-4V alaşımının sertlik değerleri 300-400 HV aralığında olup saf titanyumun sertlik değerleri 120-280 HV aralığındadır. Saf titanyumun β dönüşüm sıcaklığı 882 °C olup alaşım elementlerinin etkisi ile Ti-6Al-4V alaşımının $\alpha \rightarrow \beta$ dönüşümü 985±14 °C sıcaklığında gerçekleşmektedir.

Ti-6Al-4V alaşımının kullanım alanları: türbin kanatları, segmanları ve diskleri; uçak yapı elemanları; silahlar; bağlantı elemanları; medikal ve dental implantlar; torna takımı; spor ekipmanları; kimyasal işlem ekipmanlarıdır.

Titanyum ve alaşımlarının biyo uyumlu olması ve açık hücreli metalik köpüklerde kemiğin içe büyümesini destekleyen yapıya sahip olması nedeniyle, yüksek poroziteli titanyum ve alaşımları ortopedik ve dental implantlar için gelecek vaat eden bir malzeme olmuştur [21, 29].

2.3.2 Titanyum ve Ti-6Al-4V alaşımının oksijen, azot ve karbon ile etkileşimleri

Oksijen, azot, hidrojen ve karbon ara yer katı eriyikleri titanyum ve alaşımlarının içerisinde yüksek miktarda çözünürlüğe sahiplerdir. Bu yüzden titanyum ve alaşımlarının ısıtılma ve sinterleme işlemleri çok zor olup özel koşullar altında

Çizelge 2.4 : Saf titanyum ve Ti-6Al-4V alaşımasının β dönüşüm sıcaklığı, sertliği, elastik modülü, akma ve çekme dayanımı [21, 32, 33].

Saf Ti ve Alaşımı	Saf Ti	Ti-6Al-4V
Yoğunluk, g/cm ³	4,51	4,43
Ergime Sıcaklığı, °C	1675	1630-1650
β Dönüşüm Sıcaklığı, °C	882	985 $\pm$ 14
Elastik Modül, GPa	100-145	110-140
Akma Dayanımı, MPa	140	800-1100
Çekme Dayanımı, MPa	235	900-1200
Basma Akma Dayanımı, MPa	110	970
Kesit Alan Daralması, %	30	36
Yorulma Dayanımı, MPa	250	240
Kırılma Tokluğu, MPa-m ^{1/2}	99-140	75
Kayma Modülü, GPa	40	44
Sertlik, Vickers	120-280	300-400
Sertlik, Brinell	265	334
Isıl İletkenlik, W/m.K	17,2	6,7

yapılmalıdır. Bu ara yer katı eriyikleri titanyum ve alaşımlarının sünekliğini önemli ölçüde azalmakta olup akma dayanımı, sertlik ve elastisite modülünü arttırmaktadırlar. Örneğin yapılan çalışmalarda saf titanyumun Vickers sertlik değerinin üzerinde 2 oksijen atomu etkisinin 1 azot atomu ve 4 karbon atomu etkisine denk geldiği saptanmış olup termal oksidasyon ve nitrasyon işlemleri sonucunda yüzeylerden alınan sertlik değerleri 1000 – 3000 HV değerinde hesaplanmıştır [34, 35]. Diğer çalışmalara bakıldığında; saf titanyumun sertliği 252-378 HV aralığında ve Ti-6Al-4V alaşımasının sertliği 350-430 HV aralığında hesaplanmış olup bu malzemelerin azot ve oksijene maruz kalması ile yüzeyde oluşan tabakadan alınan sertlik değerleri en düşük 550 HV ve en yüksek de 1400 HV olarak bulunmuştur [36- 40].

Eğer eriyik (O, C, N) atom çapı katı çözücünün (Ti) atom çapından % 59 daha az ise eriyik atomları katı çözücü içerisinde ara yer olarak bulunmaktadır. Titanyum 0,147 nm atomik çapa sahiptir ve eğer eriyik atom yarıçapı 0,088 nm (atom çapı 0,176 n)' den küçük ise atomlar arayer oluştururlar ve büyük çözünürlüğe sahip olurlar.

Çizelge 2.5’ te α Ti içerisinde yüksek çözünürlükleri olan oksijen, azot ve karbon ara yer eriyiklerinin atom çapı ve maksimum çözünürlükleri verilmekte olup en yüksek çözünebilirliğe sahip olan ara yer eriyiğinin oksijen olduğu görülebilmektedir.

Çizelge 2.5 : α Ti içerisinde ara yer eriyiklerinin atom çapları ve maksimum çözünürlükleri [34].

Element	Atomik Çap, nm	Maksimum Çözünürlük	
		% Atomik	% Ağırlık
Oksijen	0,12	30	12,5
Azot	0,142	19	6,4
Karbon	0,154	2	0,25

Ara yer elementlerinin titanyumun mekanik özelliklerine güçlü etkisinden dolayı, farklı uygulamalar için gerekli standart kimyasal konsantrasyonları saptanmış ve yoğun Ti ve alaşımları için bir takım standartlar geliştirilmiştir. Poroz Ti kaplamalar ortopedik uygulamalarda yaygın olarak kullanıldığından kimyasal bileşimi kontrol etmek için standartlar bu alanda da geliştirilmiştir. Çizelge 2.6’ da implant uygulamalarda kullanılan titanyum tozunun standart kimyasal konsantrasyonları (maksimum O, C, N, H) verilmektedir.

Çizelge 2.6 : Ti tozunda implantların kaplamaları için istenen kimyasal konsantrasyon değerleri (ASTM F 1580 - 01) [34].

Element	Maksimum Konsantrasyon, % ağırlık
O	0,4
C	0,1
N	0,05
H	0,05

Çizelge 2.5’ te görüldüğü üzere titanyum içerisinde en çok oksijen, ardından azot ve en az karbon çözünmektedir. Bundan dolayı araştırmalar genellikle Ti içerisinde oksijen ara yer eriyiğinin çözünmesi ve yüzeyde oksit filmin oluşması yönünde olmaktadır [34]. Titanyumun oksijene olan yüksek afinitesi ve ısıl proseslerde Ti içinde kaçınılmaz oksijen varlığı nedeniyle oksijen mutlaka izlenilmelidir.

Titanyum ve alaşımlarının yüzeyinde amorf yapıda, inert, ve yapışkan özellikte olan oksit bir tabaka oluşmaktadır. Oda sıcaklığında kendiliğinden oluşan bu oksit tabaka kalınlığı genellikle 2-7 nm arasında olup yüksek sıcaklıklara çıkıldığında yüzeyde bulunan oksit tabakanın kalınlığı artmakta ve amorf yapı kristalin yapıya dönüşmektedir [34, 38]. Titanyum oksit tabaka titanyum ve alaşımlarına iyi korozyon direnci ve biyo uyumluluk sağlamakta olup en çok TiO_2 içermektedir. Yüzeydeki oksit tabakadan gelen oksijen, toplam oksijen içeriğine önemli ölçüde katkıda bulunmaktadır.

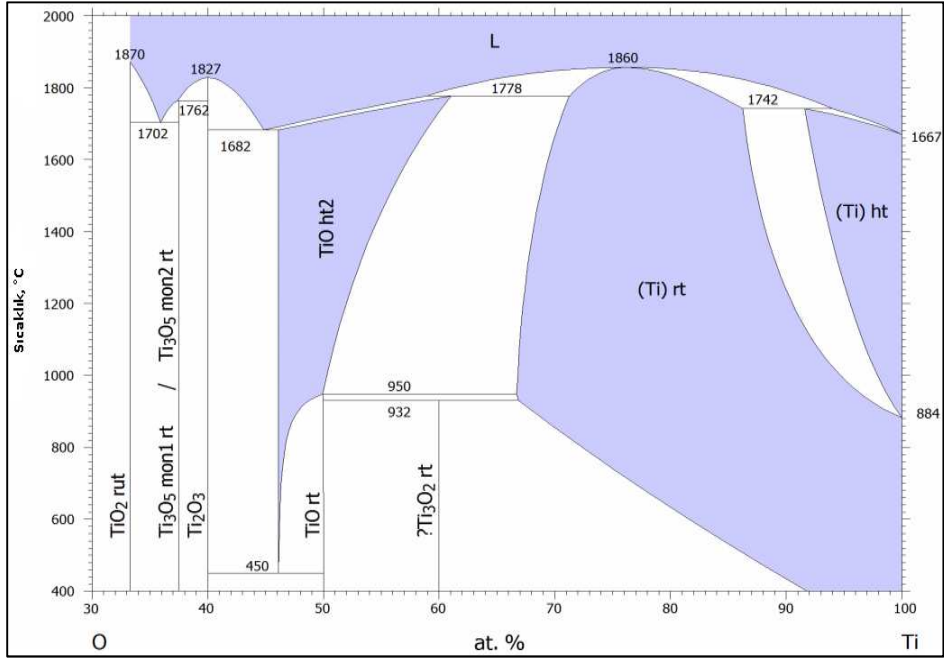
Çizelge 2.7’ de titanyum ve alaşımlarında meydana gelen oksit oluşumları verilmekte olup saf titanyumda oluşan oksitlenmenin TiO_2 (rutil ve anataz formunda) şeklinde ve Ti-6Al-4V alaşımında oluşan oksitlenmenin de TiO_2 (rutil ve anataz formunda) ve Al_2O_3 şeklinde olduğu görülmektedir.

Çizelge 2.7 : Titanyum ve alaşımlarının üzerinde oluşan oksitlerinin cinsi [41].

Malzeme	Oksit				
	TiO_2	Al_2O_3	Nb_2O_5	MoO_3/MoO_2	ZrO_2
Saf Ti	X				
Ti-6Al-4V	X	X			
Ti-5Al-2.5 Fe	X	X			
Ti-6Al-7Nb	X	X	X		
Ti-15Mo-5Zr-3Al	X	X		X	X

Şekil 2.3’ te verilen Titanyum-Oksijen ikili faz diyagramında titanyum içerisinde oksijen çözünürlüğünün yüksek olduğu görülmektedir. Yüzeyde oluşan oksit tabaka yüksek sıcaklıklarda çözünmekte ve oksijen titanyum içerisine girmektedir. Oksit tabakasının çözünmesinden sonra daha düşük sıcaklıklara inildiğinde titanyum ve alaşımlarının oksijene maruz kalması ile yüzeyde tekrar bir oksit tabaka oluşmaktadır. Oksit tabakanın yüksek sıcaklıkta çözünmesi ve düşük sıcaklıkta tekrar oluşması, malzemedeki toplam oksijen miktarında bir artışa neden olmaktadır.

Toplam oksijen miktarının yanında oksijen dağılımı da malzeme özelliklerini etkilemektedir. Titanyumun içinde oksijen çözünmesi malzemenin mekanik özelliklerini (akma dayanımı, süneklik, yorulma dayanım, sertlik vs), yüzeyinde oluşan oksit tabakası da malzemenin yüzey özelliklerini (korozyon dayanımı, biyo uyumluluk, yüzey enerjisi, ıslanma vs) etkilemektedir.



Şekil 2.3 : Titanyum-Oksijen ikili faz diyagramı [42].

Poroz titanyum ve alaşımlarının üretimi, genellikle titanyumun reaktivitesinin ve oksijen yayımlanabilirliğinin yüksek olduğu yüksek sıcaklıklarda gerçekleştiğinden dolayı üretilen poroz titanyum ve alaşımlarının içerdiği oksijen miktarı başlangıç tozunun içerdiği oksijen miktarından yüksek çıkmaktadır [34].

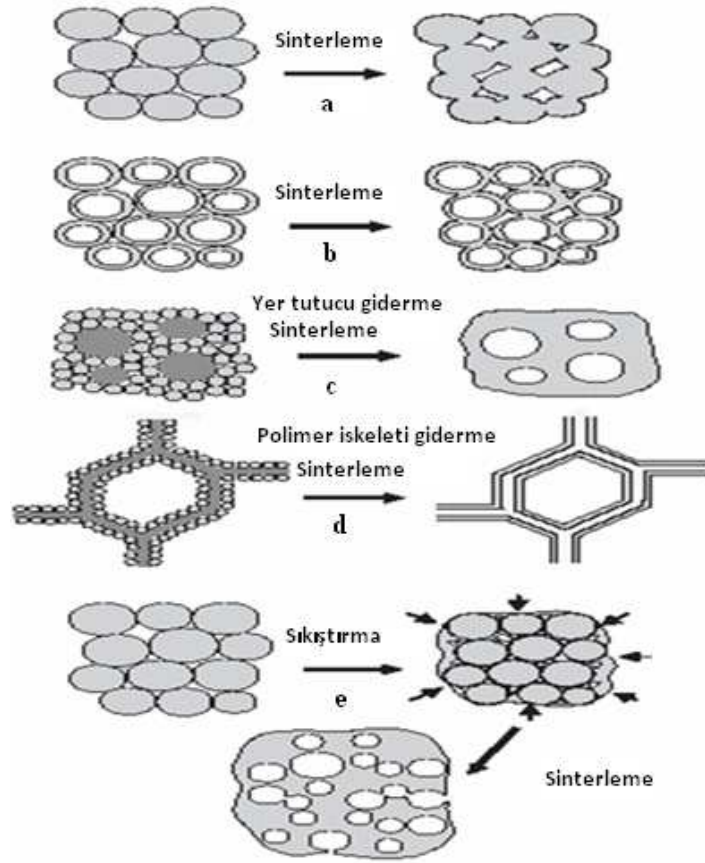
2.3.3 Titanyum köpük üretim yöntemleri

Alüminyum, magnezyum gibi orta sıcaklıkta veya çinko gibi düşük sıcaklıkta ergiyen metallerin aksine titanyumun yüksek ergime sıcaklığı ve aşırı kimyasal tepkinirliği nedeniyle titanyum köpüklerin sıvı hal köpüklendirme yöntemi ile üretimi uygun değildir. Bu yüzden yüksek poroziteli titanyum ve alaşımlı köpük üretimi için katı hal köpüklendirme yöntemleri kullanılmaktadır [21, 43].

Şekil 2.4' te titanyum ve alaşımlı köpük üretimi için kullanılan katı hal köpüklendirme yöntemleri gösterilmektedir.

2.3.3.1 Tozların sinterlenmesi ile köpük üretim yöntemleri

Titanyum ve alaşımlı köpük üretimi için kullanılan en basit yöntem olup üretim prosesi toz oranlama, hazırlama, kalıp içine yerleştirme, basınç uygulama (veya basıncsız) ve sinterleme işlemlerinden oluşmaktadır. Şekil 2.4.a' da sıkıştırma işlemi uygulamadan sadece tozların sinterlenmesi ile köpük üretimi verilmektedir. Basınç uygulamadan sinterleme yapıldığında tozların iyi sinterlenmedikleri gözlemlenmiş ve



Şekil 2.4 : Ti köpük üretiminde kullanılan katı hal köpüklendirme yöntemleri (a) Toz sinterleme (b) İçi boş toz sinterleme (c) katı yer tutucu ilavesi ile köpüklendirme (d) Uçucu özelliğe sahip bir iskelet üzerinde biriktirilen tozların sinterlenmesi-çamur köpüklendirme (e) Toz sıkıştırma ve hapsedilmiş gazın genişmesi ile köpüklendirme [8].

bunun üzerine basınç uygulayarak tozların sinterlenmesi üzerine çalışılmıştır. Bu yöntem ile elde edilen köpüklerde gözenek miktarı %5 – 55 arası değişmektedir [8, 44, 45].

Titanyum ve alaşım tozlarının sinterlenmesi sonucunda yüksek gözenek miktarlarına ulaşamadığı için 130 μm çapında titanyum teller toz yerine kullanılmış ve sinterleme yapılarak Ti köpük üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada gözeneklilik miktarı % 45 – 50 aralığında hesaplanmış ve sinterleme sıcaklığını azaltarak daha yüksek gözeneklilik değerlerine çıkılabileceği açıklanmıştır [8].

2.3.3.2 İçi boş tozların sinterlenmesi ile köpük üretim yöntemleri

Şekil 2.4.b’ de gösterilen içi boş tozların sinterlenmesi yönteminde proses akışı, tozların sinterlenmesi ile köpük üretim yöntemlerinde kullanılan ile aynıdır. Bu yöntemde hem tozlar arasında hem de tozların içerisinde boşluk oluşarak gözeneklilik miktarı % 73 değerine kadar arttırılmıştır [8].

2.3.3.3 Yer tutucu içeren toz paketlerinin sinterlenmesi ile köpük üretim yöntemleri

Titanyum ve alaşımlı köpük üretiminde yaygın olarak kullanılan diğer bir yöntem ise gözenek oluşumu için yer tutucu içeren titanyum toz paketlerinin sinterlenmesi ile köpük üretimidir. Şekil 2.4.c' de katı yer tutucu kullanılarak köpük üretimi yöntemi verilmektedir. Kullanılan yer tutucular düşük sıcaklıklarda sistemden uzaklaştırılabilen ve fazla kirliliğe neden olmayan katı malzemelerdir. Bu yöntemde yer tutucu ve titanyum toz karıştırılmakta, preslenmekte, ısıtma işlemi ile öncelikle yer tutucu sistemden uzaklaştırılmakta ve sonra sinterleme işlemi yapılarak titanyum köpük üretilmektedir.

Bu yöntemin genel zorluğu parçalardan organik veya inorganik yer tutucu malzemenin uzaklaştırılması olup bu yöntemde köpükte istenilen gözenek büyüklüğü yer tutucu olarak kullanılan taneciklerin boyutu ile ayarlanabilmektedir. Genellikle yer tutucu olarak 200 °C sıcaklıkta uzaklaştırılabilen karbamit (üre) veya amonyum hidrojen karbonat (AHK) ya da 1000 °C sıcaklıkta uzaklaştırılabilen magnezyum kullanılmaktadır [8].

Yer tutucu kullanılarak titanyum ve alaşımlı köpük üretiminde yapılmış birçok çalışma bulunmaktadır. Magnezyum toz yer tutucu olarak titanyum toza ilave edilmiş, 1000 °C sıcaklığa çıkılarak Mg buharlaştırılmış ve ardından sinterleme işlemi yapılarak % 25-82 aralığında gözeneklilik miktarı hesaplanmıştır. Daha sonraki çalışmalarda Mg yerine üre veya AHK kullanılarak titanyum köpük üretilmiş ve % 60-78 aralığında gözeneklilik miktarı hesaplanmıştır [8, 46]. Bir başka çalışmada da AHK ve üreden daha düşük sıcaklıkta (130 °C) uzaklaştırılabilen polimer granüller de yer tutucu olarak kullanılmış ve % 55-80 aralığında gözeneklilik elde edilmiştir [8].

2.3.3.4 Çamur köpüklendirme

Şekil 2.4.d ' de gösterilen çamur köpüklendirme yönteminin literatürde çok çeşitli isimleri verilmiştir. Bunlar: polimer sünger daldırma yöntemi, polimer sünger replikasyon yöntemi, uzaklaştırılabilen model malzeme kullanarak köpüklendirme yöntemidir.

Genellikle poröz seramik malzeme hazırlamada yaygınca kullanılan polimer sünger daldırma tekniği 1963 yılında Schwartzwalder tarafından patentlenmiştir [47]. Şekil

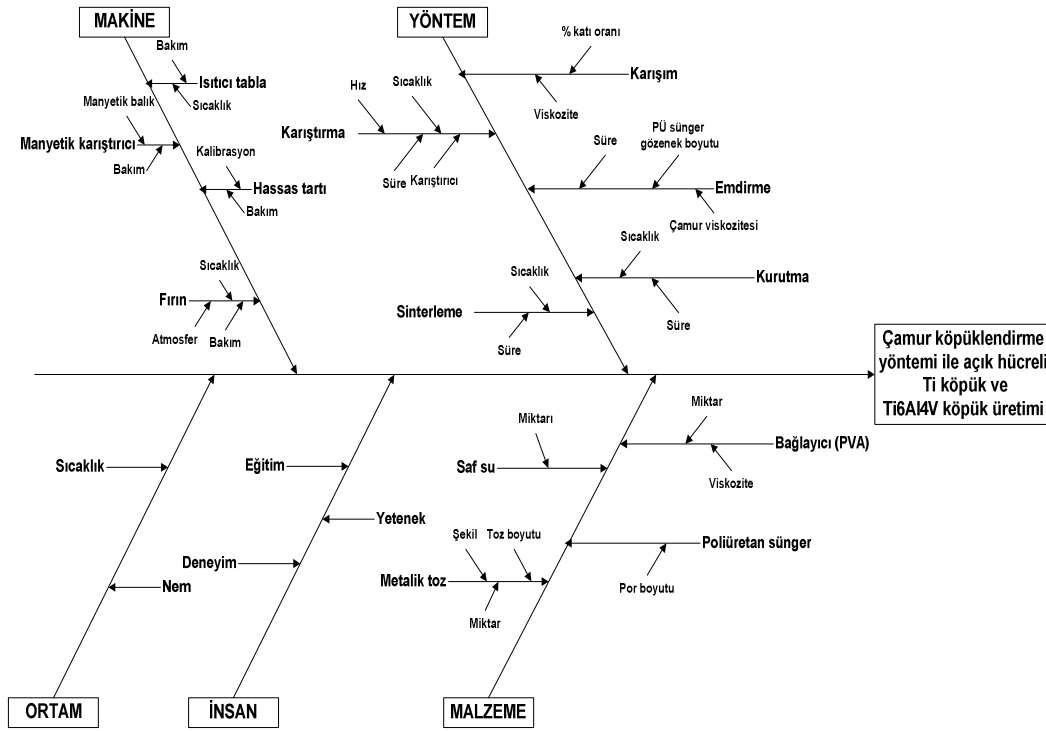
2.5' te verildiği üzere bu prosese göre model malzeme olan açık hücreli genellikle poliüretan bir sünger çamura daldırılmakta ve süngerlerin hücre duvarları homojen şekilde çamur ile kaplanmaktadır. Çamur kaplı PU süngerler oda sıcaklığında ve etüvde kurutulmakta, kurutmadan sonra PU sünger köpük yapıyı çöktürmeyecek şekilde süngerin parçalandığı sıcaklığa getirilerek köpükten uzaklaştırılmaktadır. Daha sonra da metalik/seramik toz partiküllerin yoğunlaşması için sinterleme işlemi yapılmakta ve üretilen köpük malzeme PU süngerin şeklini almaktadır.



Şekil 2.5 : Çamur köpüklendirme yöntemi.

Köpük üretimini iyileştirmek için polimer sünger seçeneği, çamur hazırlama, daldırma, kurutma, uçucuları giderme, sinterleme gibi bazı aşamalar optimize edilebilmektedir [48]. Şekil 2.6' da çamur köpüklendirme yöntemi ile açık hücreli Ti ve Ti-6Al-4V köpük üretimini etkileyen parametreler gösterilmiştir.

Polimer sünger daldırma yöntemi ekonomik ve hızlı olup basit deney düzeneği kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem ile metalik veya seramik köpük polimerik süngerin negatif şeklini aldığı için üretmek istenilen köpüğün gözenek boyutu ve porozite değeri ile aynı boyuttaki polimerik sünger kullanılarak istenilen köpük malzeme elde edilebilmektedir.



Şekil 2.6 : Çamur köpüklendirme yöntemini etkileyen parametrelerin balık kılçığı modeli ile gösterimi.

Uçucu Model Malzeme: Çamur köpüklendirme yönteminde model malzeme olarak kullanılan ve çamura daldırılan sünger düşük sıcaklıkta tehlikeli yan ürün vermeden buharlaşmalıdır.

Polimerik sünger malzeme olarak; poliüretan, selüloz, polivinil klorür (PVC), polisitren, lateks kullanılabilir [48]. Poliüretan süngerin model malzeme olarak kullanılma nedeni; dayanıklılık (esneklik), hidrofobik davranış, homojen bir biçimde kaplanabilirlik ve düşük sıcaklıkta uçabilirlik gibi özelliklere sahip olmasıdır. Yapılan çalışmalarda PU süngerlerin 600 °C sıcaklıkta tamamen sistemden uzaklaştığı saptanmıştır [49].

Çamur Hazırlama: Çamur köpüklendirme yönteminin en önemli adımları polimerik süngerin homojen bir şekilde kaplanabileceği uygun bir çamur konsantrasyonu hazırlamak ve yapıya zarar vermeden süngeri sistemden uzaklaştırmaktır.

Çamur seramik/metallik bir toz, bir dağılma ortamı (genellikle su) ve bazı ilave maddeler ile hazırlanır. Sulu ve susuz ortam olmak üzere 2 çeşit kullanılan çamur formülasyonu vardır. Çizelge 2.8’ de yapılmış bir çalışmada kullanılan sulu ve susuz

çamur konsantrasyonlarına örnek verilmektedir [50]. Yapılan çalışmalarda genellikle sulu çamur konsantrasyonu kullanılmaktadır.

Çizelge 2.8 : Polimer sünger daldırma yönteminde hazırlanabilen sulu ve susuz çamur konsantrasyon örnekleri [50].

Sulu Çamur Konsantrasyon Örneği		Susuz Çamur Konsantrasyon Örneği	
Kullanılan Malzemeler	Miktar,%	Kullanılan Malzemeler	Miktar,%
Al ₂ O ₃	47	Al ₂ O ₃	47,5
Cr ₂ O ₃	13	90 Trikloretan-10 Etanol	47,5
Kaolin	3,5	Bağlayıcı (Butvar B-76)	1,9
Bentonit	1	Akışkanlaştırıcı (Carbowax PEG 300)	1
Kolloidal Al	14,5	Akışkanlaştırıcı (Ucon 50-HB 2000)	1,9
Su	18	Seyreltici	0,1
		MgO	0,2

Çamurun reolojik özellikleri kaplama kalitesini, dayanımını, yoğunluk ve mikroyapı gibi özelliklerini etkilemektedir. Hazırlanan çamur, süngerin tamamen kaplanabilmesi için yeterli akışkanlıkta olup çok viskoz olmamalı ve statik şartlar altında sünger üzerinde kalması için de yeterli derecede viskoz olmalıdır [51].

Çamurun reolojik özelliklerini etkileyen unsurlar:

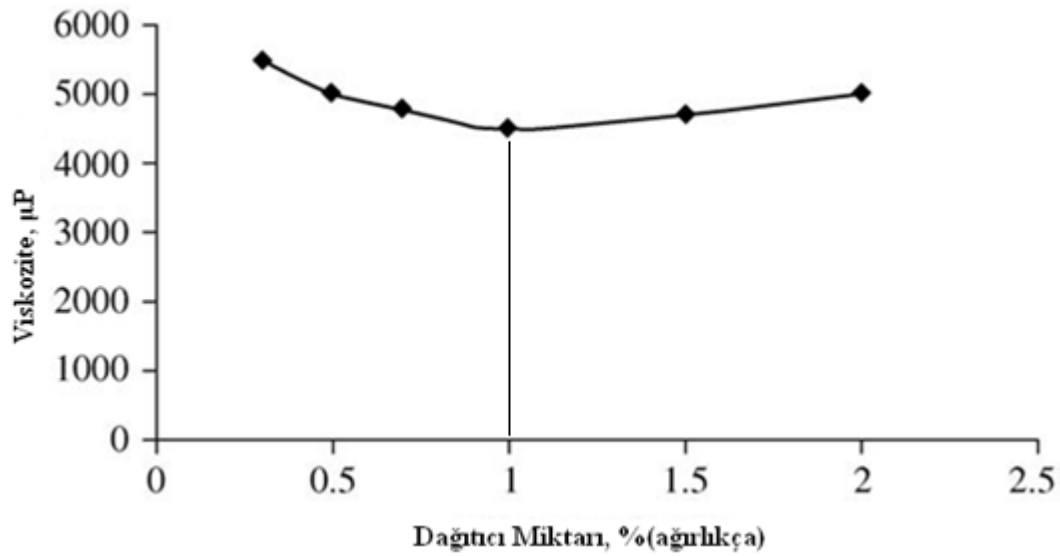
Metalik / Seramik Toz: Son ürün olan köpük malzemede istenen özelliklere ve uygulama alanına göre seçilmekte olup polimerik süngerin duvarlarının daha homojen kaplanması için genellikle tozların şeklinin eş eksenli ve partikül boyutunun da 45µm' den daha küçük (ortalama partikül boyutu birkaç mikron) olması istenilmektedir. Toz miktarının artması ile % katı oranı arttığı için viskozite değeri artmaktadır [48].

Bazı ilave maddeler, kaplama performansını veya son sinterlenmiş köpüğün özelliklerini iyileştirmede kullanılabilmektedir.

Bağlayıcı: Bağlayıcı madde kullanılması ile yapıda kurutma sonrası dayanıklılık sağlanabilmekte, organik kısmın buharlaşması esnasında çökme engellenebilmekte, çamur viskozitesi ayarlanabilmekte ve uygun bir çamur hazırlanabilmektedir. [48, 52] Bu yüzden uygun bir bağlayıcı seçilerek miktarı ayarlanmakta ve istenilen

viskozitede çamur hazırlanmaktadır. Bağlayıcı miktarı arttıkça viskozitede artışlar meydana gelmektedir.

Dağıtıcı Madde: Dağıtıcı madde ilavesi ile çamurda toz parçacıklarının toplanarak çökmesi önlenmektedir. Şekil 2.7’ de verildiği gibi dağıtıcı madde miktarı arttıkça önce viskozite azalmakta ve belirli bir değere geldikten sonra viskozite artışlar meydana gelmektedir [52]. Uygun çamur konsantrasyonu için en düşük viskozite değerinin elde edildiği dağıtıcı miktarı kullanılmaktadır.



Şekil 2.7 : Çamur viskozitesine dağıtıcı miktarının etkisi [52].

Karıştırma İşlemi: Karıştırma hızı ve sıcaklığı arttıkça çamurun viskozite değeri azalmaktadır [53].

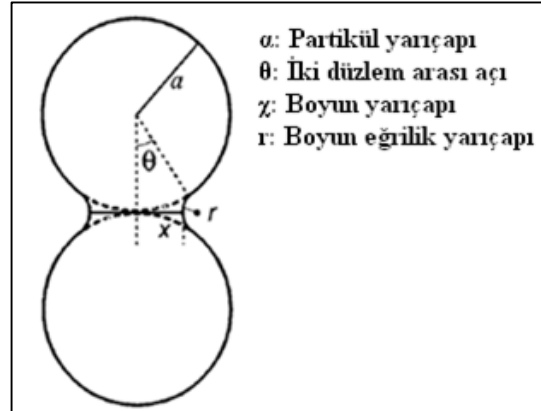
Sünger Daldırma: Bu aşamada uygun akıcılıkta hazırlanan metalik / seramik çamur içerisine polimerik sünger daldırılarak süngerin hücre duvarlarının tamamen çamur ile kaplanması sağlanmalıdır. Bu emdirme işleminden sonra çamur içerisinden çıkarılan sünger sıkıştırılarak üzerindeki fazla çamur ve içerisindeki hava giderilmekte olup bu çamur içerisine daldırma, çamur içerisinden çıkarma ve sıkıştırma işlemleri birkaç defa tekrarlanarak polimerik süngerin homojen bir şekilde kaplanması sağlanmaktadır [48, 54]. Bazı çalışmalarda sıkıştırma işleminde haddeleme yöntemi kullanılmakta olup metalik / seramik çamur ile kaplanan süngerler merdaneler arasından geçirilerek fazla çamur giderilmektedir [55].

Polimerik Sünger Giderme ve Sinterleme: Metalik / seramik çamur ile homojen bir şekilde kaplanan polimerik süngerler yapıyı sağlamlaştırmak ve çamur içerisindeki

suyu gidermek için oda sıcaklığında ve 100 °C civarında etüvde kurutma işlemine tabi tutulduktan sonra çamur köpüklendirme yönteminin ikinci en önemli adımı olan sünger giderme işlemi yapıya zarar vermeden gerçekleştirilmektedir. [54] PU sünger, çamur köpüklendirme yönteminde iskelet görevi gördüğü için süngerin çok hızlı ve yavaş olarak sistemden uzaklaştırılması sonucu yapıda çökmeler gerçekleşmektedir. Bunu önlemek için PU sünger gidermede kullanılan ısıtma hızı optimize edilerek uygulanmalıdır. [27].

Sünger giderme işleminden sonra, tozları yoğunlaştırmak için uygun fırın şartlarında ve yüksek sıcaklıklarda atomik difüzyon sonucunda gerçekleştirilen toz / parçacık madde arasında bağlanma prosesi olan sinterleme işlemi yapılmaktadır. Sinterleme prosesi ile porozite azalmakta ve böylece yapının yoğunlaşması gerçekleşmektedir [31].

Aynı şekle ve boyuta sahip iki partikülün toz kompaktlarının sinterlenmesi Şekil 2.8’ de verilmekte olup partiküller arası mesafe değişmemekle birlikte oluşan boyunun boyutu sinterleme süresi arttıkça artmaktadır.



Şekil 2.8 : Aynı şekle ve boyuta sahip iki küresel tanenin sinterlenmesi [56].

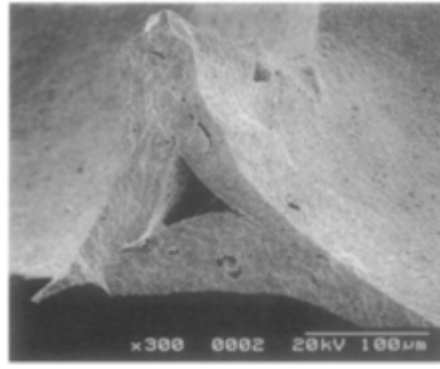
Genellikle sinterleme hızı (yoğunlaşma hızı) azalan partikül boyutu ve artan sinterleme sıcaklığı ve süresi ile artmaktadır [56].

Yöntemin avantajları:

- ✓ Kolay,
- ✓ Yatırım maliyeti düşük,
- ✓ Son üründe gözenekleri kontrol edebilme imkanı sunar.

Yöntemin dezavantajları:

- o Çamur viskozitesinin kontrolü zordur,
- o Süngerin gözenek boyutu 200 μm altında olduğu zaman çamurun süngere homojen emdirilememesi nedeniyle köpüğün gözenek boyutunun en az 200 μm ile sınırlı olması,
- o Yöntemin doğası gereği PU süngerin giderilmesi ile köpüklerin mikro yapılarında, hücre duvarları içerisinde üçgen biçimli boşluklar ve duvarlar arasında çatlaklar gibi bazı tipik kusurlar olması (Şekil 2.9) ve bu yüzden üretilen köpük malzemelerin yetersiz mukavemet değerine sahip olmalarıdır.



Şekil 2.9 : Çamur köpüklendirme yöntemi ile üretilen köpükte PU süngerin ayrıldığı yerde oluşan üçgen boşluk [48].

Çamur köpüklendirme yöntemi genellikle seramik köpük üretiminde yaygınca kullanılmasına rağmen titanyum ve alaşımı köpük üretiminde kullanımı ile ilgili son yıllarda yeni çalışmalar yapılmaktadır. Çizelge 2.9’ da çamur köpüklendirme yöntemi ile titanyum ve alaşımı köpüklerini üretmek için yapılan çalışmalar ve elde edilen sonuçlar verilmektedir.

Çamur köpüklendirme yöntemi ile titanyum ve alaşımı köpük üretimi için 2004 yılında yapılan çalışmada Li ve çalışma grubu metalik toz olarak Ti-6Al-4V tozu, bağlayıcı olarak PEG4000 ve MC, topaklanmayı önlemek için Dolapix, pH değerini ayarlamak için amonyak çözeltisi ve karıştırma esnasında meydana gelen hava kabarcıklarını önlemek için 1- oktanol kullanmıştır. Bu çalışmada çamur hazırlama prosesleri üzerinde durularak çamurun reolojik özelliklerini etkileyen faktörler (metalik toz miktarı ve türü, bağlayıcı miktarı ve türü, seyreltici miktarı) ve üretilen Ti-6Al-4V köpüğün karakterizasyon testleri incelenmiştir. Üretilen köpüğün kullanılan süngerin şeklini aynen aldığı, açık hücreli, yüksek poroziteli (%90) ağısı

Çizelge 2.9 : Çamur Köpüklendirme yöntemi ile Ti ve alaşım köpük elde etmek için yapılan çalışmalar [24,27, 28, 52, 57-60].

Çalışma Grubu	Kullanılan Malzemeler	Çamur Konsantrasyonları, Ağırlıkça	Köpükleştirme ve Sinterleme Prosesleri	Sonuç
Li ve grubu, 2004	Ti6Al4V tozu, Saf Su, PEG4000, MC, Dolapix, Amonyum çözeltisi, 1-Oktanöl	Ti6Al4V tozu:%75 Saf Su:%18,5 PEG4000:%3 MC:%0,5 Dolapix:%1 Amonyum çözeltisi:%1 1-oktanöl:%1	Argon atmosferinde 500 °C sünger giderme 1250 °C' de vakum ortamda 2 saat sinterleme	P: %90 Por Boyutu: 400-700 µm E: 0.8±0.3 GPa σ_{basma} : 10.3 ±3.3 MPa
Cacinho ve grubu, 2008	TiH ₂ toz, Saf Su, Dispex, Karragenan	TiH ₂ toz:%45 Saf Su:%54,63 Dispex:%0,3 Karragenan:%0,07	Vakum fırında 500 °C sünger giderme 2 saat 1000 °C sinterleme 4 saat	P: %75 E: 0.3±0.003 GPa σ_{basma} : 23.72 ±1.12 MPa
Zhao ve grubu, 2008	Ti toz, Saf Su, PVA	-	Vakum fırında 600 °C sünger giderme 1300 °C sinterleme 2 saat	P: %78 Por Boyutu: 500-800 µm σ_{basma} : 8.6 MPa
Ahmad ve grubu, 2008	Ti toz, Saf Su, PEG, CMC	-	Vakum fırında 600 °C sünger giderme 1 saat 1250 °C sinterleme 2 saat	P: %72 Por Boyutu: 300-500 µm σ_{basma} : 14.85 MPa
Lee ve grubu, 2009	TiH ₂ toz, Etil alkol, TEP, PVB	TiH ₂ toz: 60g Etil alkol:200 ml PVB:3g TEP: 3g	Vakum fırında 800 °C sünger giderme 3 saat 1300 °C sinterleme 2 saat	P: % 70 σ_{basma} : 18 ±0.3 MPa

poroz yapının elde edildiği saptanmıştır [52, 27]. Fakat çamur konsantrasyonunda iki farklı bağlayıcı kullanılması nedeniyle sistemden hem süngerin hem de bağlayıcıların uzaklaştırılması için çok kademededen oluşan ve uzun süren fırın işlemine ihtiyaç duyulmuştur. Bu çalışma, çamur köpüklendirme yöntemi ile titanyum ve alaşımı köpük üretimine ilgiyi arttırmış olup farklı çamur konsantrasyonlar, daha kısa ve basit fırın işlemleri kullanılarak yeni çalışmalar yapılmıştır.

Cachinho ve çalışma grubu sünger giderme işlemini ve çamur konsantrasyonunu değiştirerek metalik toz olarak TiH_2 , topaklanmayı önlemek için Dispex (poliakrilat) veya Dolapix (polikarboksilik asit), çamur viskozitesi ve kararlılığını sağlamak için oda sıcaklığında jel formlar oluşturabilen karregen (galaktan ile galaktosun birbirlerini takip eden bağlar yapması ile oluşan lineer bir polisakkarit) kıvamlaştırıcısı kullanmıştır. Bu çalışmada seyreltici türü ve miktarı, kıvamlaştırıcı miktarı ayarlanarak en iyi çamur konsantrasyonu elde etmek amaçlanmıştır. Sinterleme işlemi öncesi tek adımda sünger giderme işlemi yaparak %75 poroziteli, 23,72 MPa basma dayanımlı ve birbirine bağlantılı gözeneklerden oluşan titanyum köpükler üretmişlerdir. Üretilen köpüklerin XRD sonuçlarında yüksek vakumda sinterlenen köpüklerde titanyum oksite rastlanılmadığı saptanmıştır [24, 58].

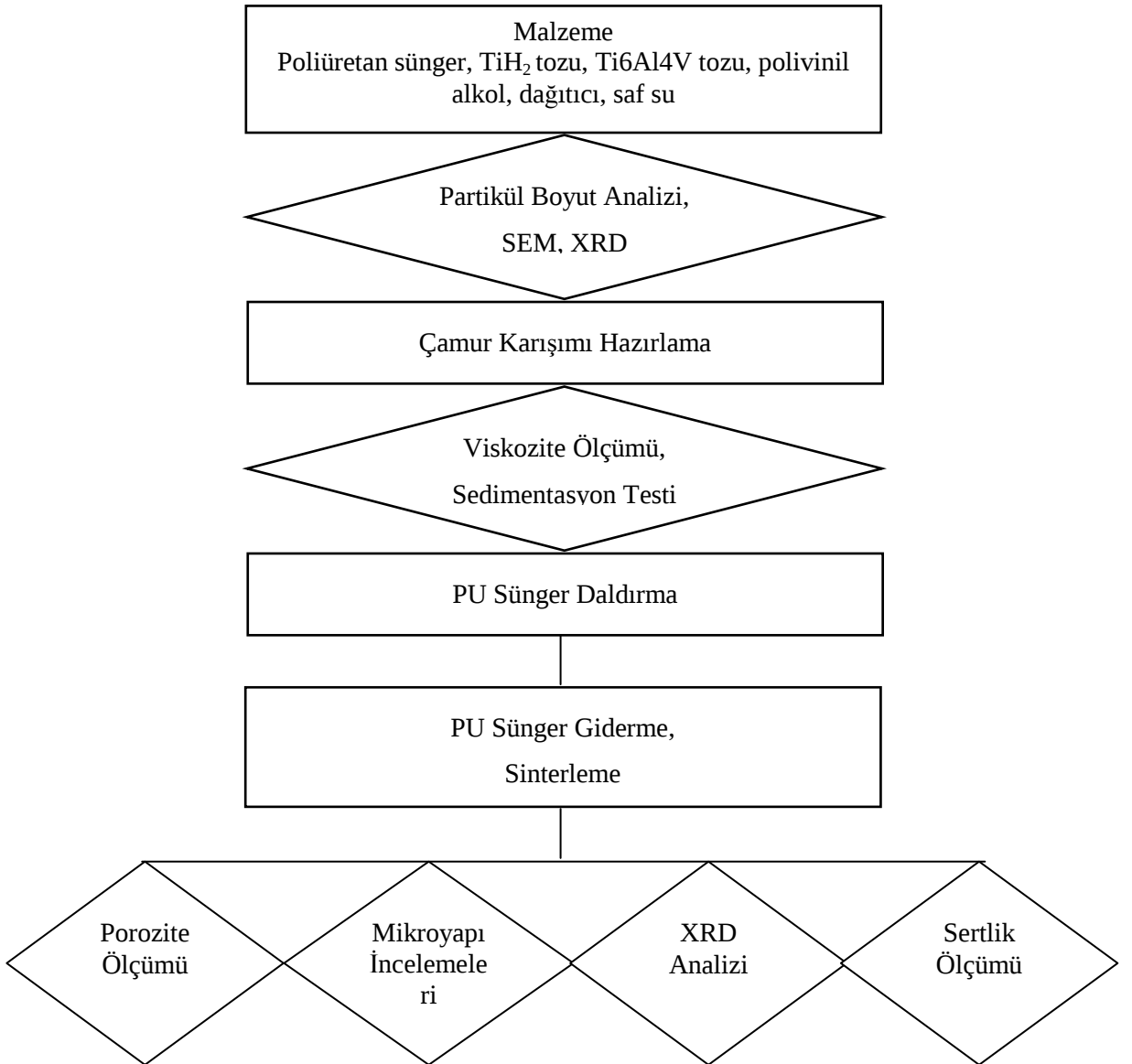
Zhao ve Ahmad çalışma grupları çamur reolojisi üzerinde durmamışlardır. Zhao ve çalışma arkadaşları metalik toz olarak Ti ve bağlayıcı olarak polivinil alkol (PVA) kullanmış olup Ahmad ve çalışma grubu metalik toz olarak titanyum, bağlayıcı olarak polietilen glikol (PEG) ve karboksil metil selüloz (CMC) kullanmıştır. Ahmad ve çalışma grubu vakumlu ve vakumsuz ortamlarda sinterleme yapmışlar ve üretilen köpüklerin XRD analizleri inceleyerek vakum ortamı kullanılmadığında köpüklerde titanyum oksit oluştuğu ve vakumlu ortam kullanıldığında da kontaminasyonlar oluştuğu ve daha yüksek vakumlu ortama gerek duyulduğu gözlemlemişlerdir [57, 59, 60].

En son olarak Lee ve çalışma arkadaşları ise çamur reolojisi üzerinde durmayarak metalik toz olarak TiH_2 , bağlayıcı olarak polivinil butiral (PVB), seyreltici olarak trietil fosfat (TEP) ve diğer çalışmalarda olduğu gibi çözücü olarak saf su değil etil alkol kullanmışlardır. XRD sonuçlarında kontaminasyonlara rastlanmamış olup % 70 poroziteli ve 18 MPa basma dayanımına sahip titanyum köpük üretmişlerdir [28].

3. DENEYSEL ÇALIŞMA

Bu çalışmada polimer sünger daldırma ile köpüklendirme yöntemi kullanılarak titanyum ve Ti-6Al-4V köpük üretmek amaçlanmıştır.

Deneysel çalışmalar Şekil 3.1’ de verilen proses akış şemasına göre gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.1 : Proses akış şeması.

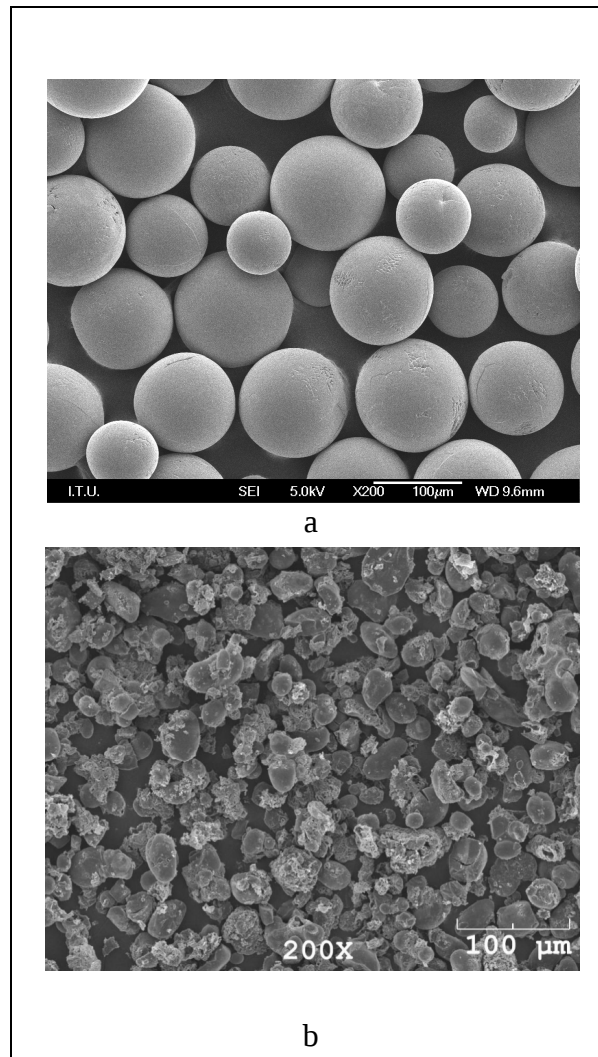
3.1 Kullanılan Malzemeler

Açık hücreli titanyum ve Ti-6Al-4V köpüklerinin üretiminde metalik toz olarak titanyum hidrür (TiH_2) ve Ti-6Al-4V alaşım tozu, bağlayıcı olarak polivinil alkol (PVA), dağıtıcı olarak da polikarboksilik asit (DOLAPİX PC 67) ve polimer model malzeme olarak da açık gözenekli poliüretan sünger kullanılmıştır.

3.1.1 Titanyum hidrür ve titanyum alaşım tozu

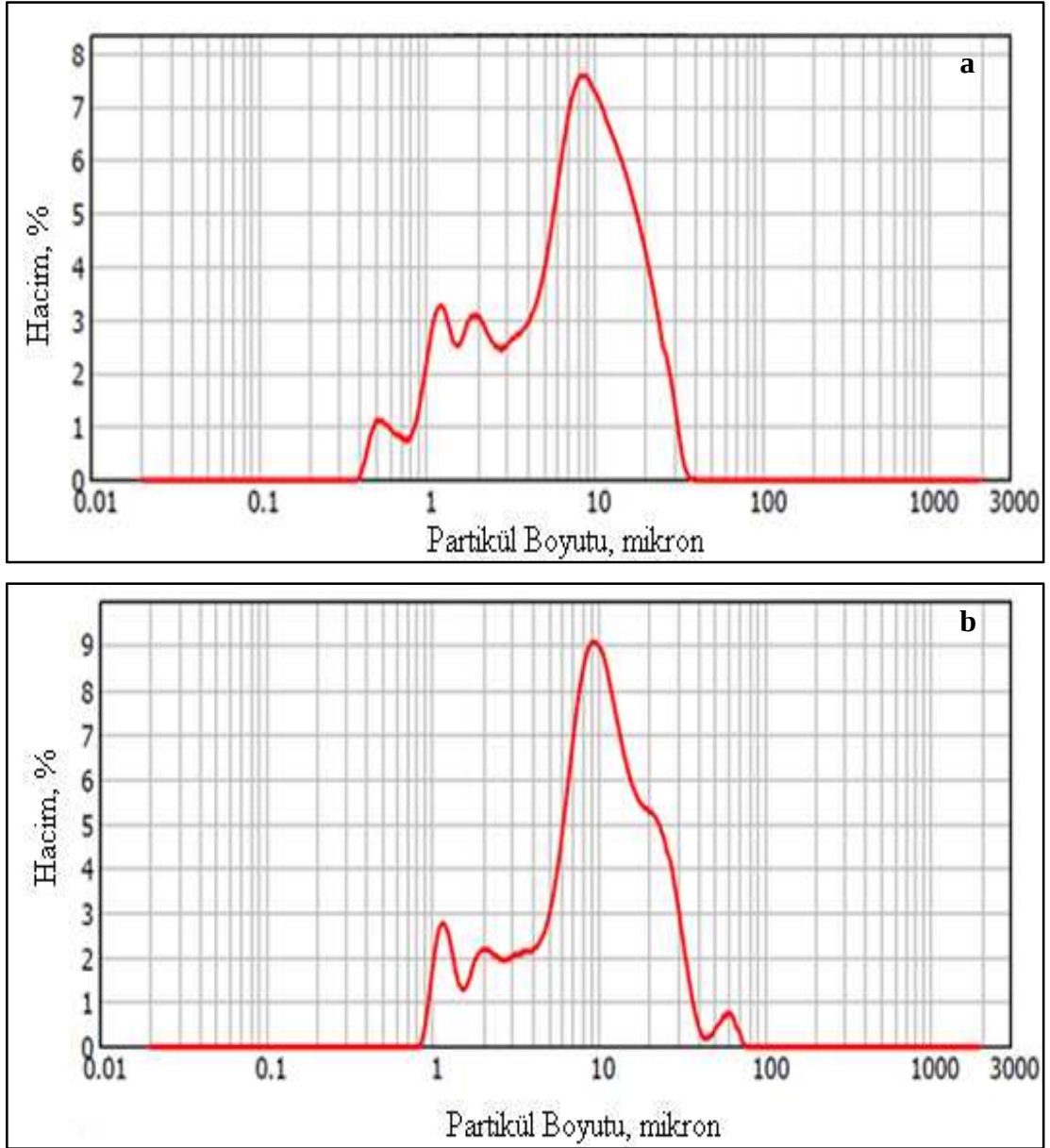
Titanyum hidrür (Alfa Aesar) tozu % 99 saflıkta olup boyutu 325 mesh altındadır ve 450 °C sıcaklıkta parçalanarak hidrojen gazı salmaktadır.

Ti-6Al-4V alaşım tozunun boyutu 325 mesh altında olup Şekil 3.2.a ve 3.2.b’ de sırasıyla küresel Ti-6Al-4V ve düzensiz şekilli TiH_2 tozlarının JEOL JSM 7000F markalı taramalı elektron mikroskobundan alınan SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 3.2 : Metalik tozların SEM görüntüleri (a) Ti-6Al-4V (b) TiH_2 .

Şekil 3.3.a ve 3.3.b’ de sırasıyla Ti-6Al-4V ve TiH₂ tozlarının Mastersizer 2000 marka cihaz ile ölçülmüş partikül boyut dağılımı verilmiştir. Ti-6Al-4V tozu d₍₅₀₎ değerinin 7,46 µm ve TiH₂ tozu d₍₅₀₎ değerinin 9,61 µm olduğu saptanmıştır.

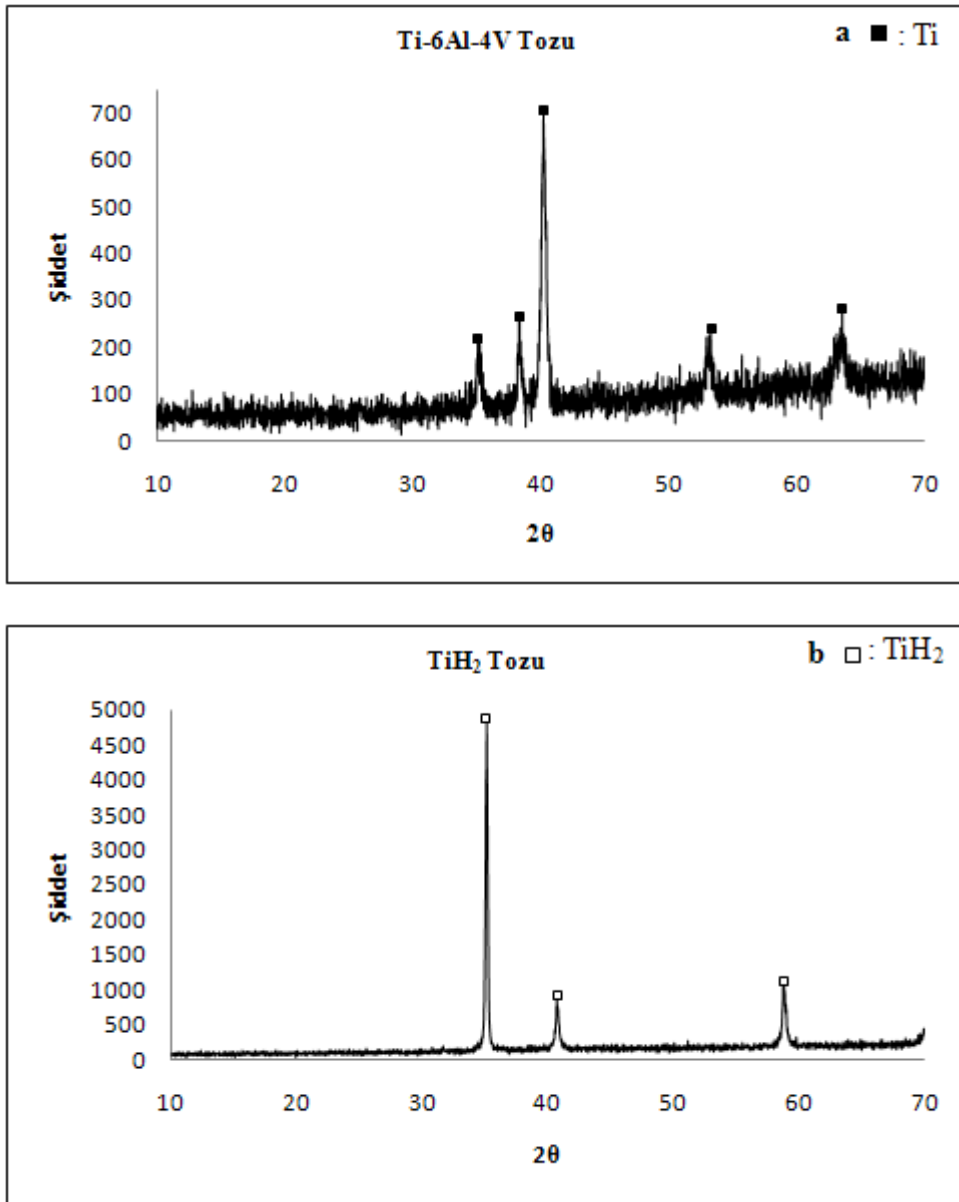


Şekil 3.3 : Metalik tozların partikül boyut dağılımı (a) Ti-6Al-4V (b) TiH₂.

Şekil 3.4.a ve 3.4.b’ de sırasıyla Ti-6Al-4V ve TiH₂ tozlarının Rigaku MiniFlex marka cihaz ile XRD analizleri verilmiş olup XRD analiz sonuçlarında Ti-6Al-4V tozunda α-titanyum pikleri ve TiH₂ tozunda da TiH₂ pikleri görülmüştür.

3.1.2 Bağlayıcı ve dağıtıcılar

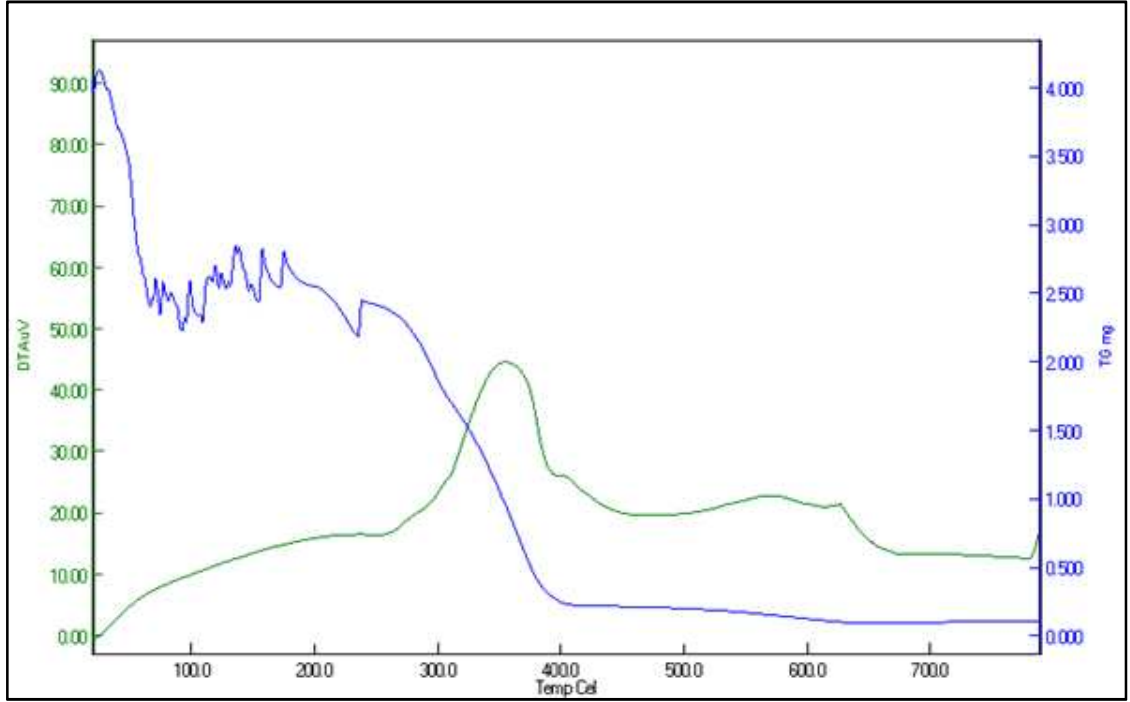
Deneyde bağlayıcı olarak polivinil alkol (Mowiol 5-88) ve dağıtıcı olarak da ticari ismi Dolapix PC 67 olan poli karboksilik asit kullanılmıştır.



Şekil 3.4 : Metalik tozların XRD analizleri (a) Ti-6Al-4V (Kart No: 44-1294) (b) TiH₂ (Kart No: 65-0934; ■: Ti, □: TiH₂).

3.1.3 Polimer model malzeme

Polimer model malzeme olarak açık gözenekli, 40 ppi gözenek boyutuna sahip poliüretan süngerler kullanılmıştır. Bu süngerlerin Termo Gravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ile sistemden uzaklaştırılma davranışlarını incelemek için Perkin Elmer TMDiamond TG/DTA cihazı kullanılarak süngerler argon atmosferi altında 800 °C sıcaklığa kadar ısıtılmıştır. Şekil 3.5' te PU süngerlerin TGA ve DTA sonuçları gösterilmiş olup bu süngerlerde yaklaşık 250 °C sıcaklıkta bozunmanın başladığı, 400 °C sıcaklıkta çok yüksek bir ağırlık kaybının olduğu ve bozunmanın 600 °C sıcaklığa kadar devam ettiği saptanmıştır.

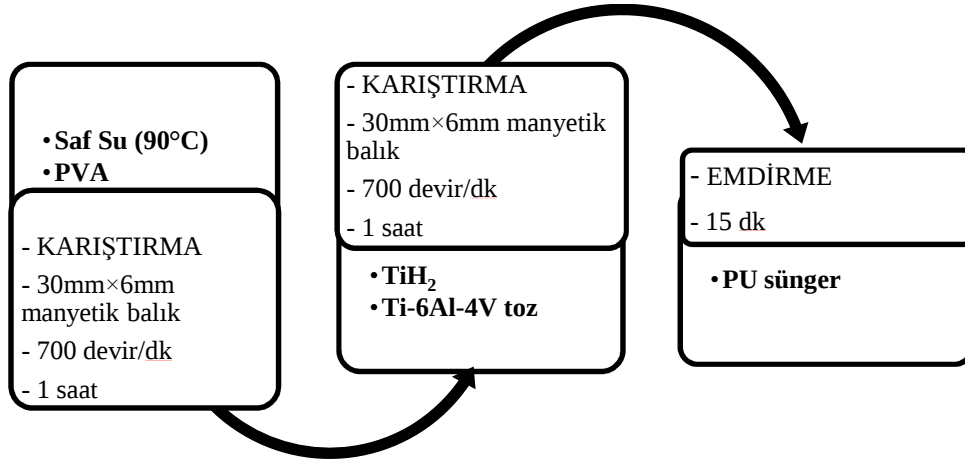


Şekil 3.5 : PU süngerin Ar atmosferi altında 800 °C sıcaklığa kadar TGA ve DTA sonuçları.

3.2 Çamur Hazırlama

Bağlayıcı olarak kullanılan PVA' nın 90 ± 5 °C sıcaklıkta saf su içerisinde homojen olarak çözündüğü [61] göz önüne alınarak çamur hazırlama işleminde öncelikle saf su 90 ± 5 °C sıcaklığına ısıtılmış (IKA RH Basic Isıtıcı Tabla ve Manyetik Karıştırıcı) ve PVA eklenmiştir. Homojen bir çözünme gerçekleşikten sonra PVA çözeltisi içerisine metalik toz ilave edilmiş ve açık hücreli PU sünger daldırılarak emdirme işlemi yapılmıştır. Şekil 3.6' da çamur hazırlama ve emdirme sırasında izlenen proses akışı gösterilmiştir.

Çizelge 3.1' de titanyum köpük üretimi için hazırlanan çamur konsantrasyonları verilmiştir. İlk hazırlanan çamur konsantrasyonunda su / bağlayıcı oranı 6,6 olarak ayarlanmış ve viskoz bir çamur elde edilmiştir. Bunun üzerine daha akıcı bir çamur elde etmek için su / bağlayıcı oranı 10 olarak ayarlanmış ve PU süngerin çamur içerisine daldırılması daha rahat olmuştur. Üçüncü olarak da ikinci çamur konsantrasyonunda elde edilen su / bağlayıcı oranı (10) ideal çamur konsantrasyonu kabul edilmiş ve metalik toz olarak TiH_2 tozuna Ti-6Al olacak şekilde saf alüminyum tozu ilave edilmiştir.



Şekil 3.6 : Çamur hazırlama ve emdirme proses akışı.

Çizelge 3.1 : Titanyum köpük üretiminde hazırlanan çamur karışımlarının saf su, metalik toz ve bağlayıcı oranlar

Metalik Toz Türü	Toz Miktarı, g	Bağlayıcı Miktarı, g	Saf Su Miktarı, g	Su / Bağlayıcı Oranı
TiH ₂	42,5	7,5	50	6,66
TiH ₂	34	6	60	10
TiH ₂ + Al	34 (Ti6Al)			

Çizelge 3.2’ de Ti-6Al-4V köpük üretiminde hazırlanan çamur konsantrasyonları verilmiştir. İlk hazırlanan çamurda, Ti köpük üretiminde ideal konsantrasyon olarak kabul edilen miktarlar (metalik toz: 34, su / bağlayıcı oranı: 10) kullanılmış ve hızlı çökmeler gözlemlenmiştir. Bunun üzerine ikinci olarak hazırlanan çamurda metalik toz miktarı (34 g → 100 g) artırılmış ve daha yavaş çökme gözlemlenmiştir. Çökmeyi engellemek ve süngerin homojen olarak çamura emdirilmesini sağlamak için ikinci çamur konsantrasyonu aynen kullanılarak dağıtıcı ilave edilmiştir.

Çizelge 3.2 : Ti-6Al-4V köpük üretiminde hazırlanan çamur karışımlarının saf su, metalik toz ve bağlayıcı oranları.

Metalik Toz Türü	Toz Miktarı, g	Bağlayıcı Miktarı, g	Saf Su Miktarı, g	Su / Bağlayıcı Oranı	Dağıtıcı Miktarı, g
Ti-6Al-4V	34	6	60	10	-
	100				-
					0,66

3.3 Çamur Analiz Yöntemleri

Hazırlanan çamurlarda gerçekleşen çökmeyi gözlemlemek için sedimentasyon testi ve çamurların viskozite değerini öğrenmek için viskozite deneyi yapılmıştır.

3.3.1 Sedimentasyon testi

25 ml'lik cam mezürler içerisine Çizelge 3.2 ve 3.3' te verilen miktarlarda hazırlanmış çamurlar boşaltılmış ve 0, 1, 5, 10, 15, 30, 45, 60, 120, 150, 180, 210, 1200,1440 dk bekleme sürelerinde çöken miktarlar mezür üzerinden okunmuştur. Metalik toz miktarı ve türü, bağlayıcı miktarı, dağıtıcı kullanılarak veya kullanılmadan hazırlanan çamur türünün çökmeye olan etkileri incelenmiştir.

3.3.2 Viskozite ölçümü

Çizelge 3.2 ve 3.3' te verilen miktarlarda hazırlanmış çamurların viskoziteleri oda sıcaklığında viskozimetre cihazı (Brookfield Model DV-II, Spindle: SC 14) kullanılarak ölçülmüştür. Metalik toz miktarı ve türü, dağıtıcı kullanılarak veya kullanılmayarak hazırlanan çamur türünün çamur viskozitesine olan etkileri incelenmiştir.

3.4 Emdirme

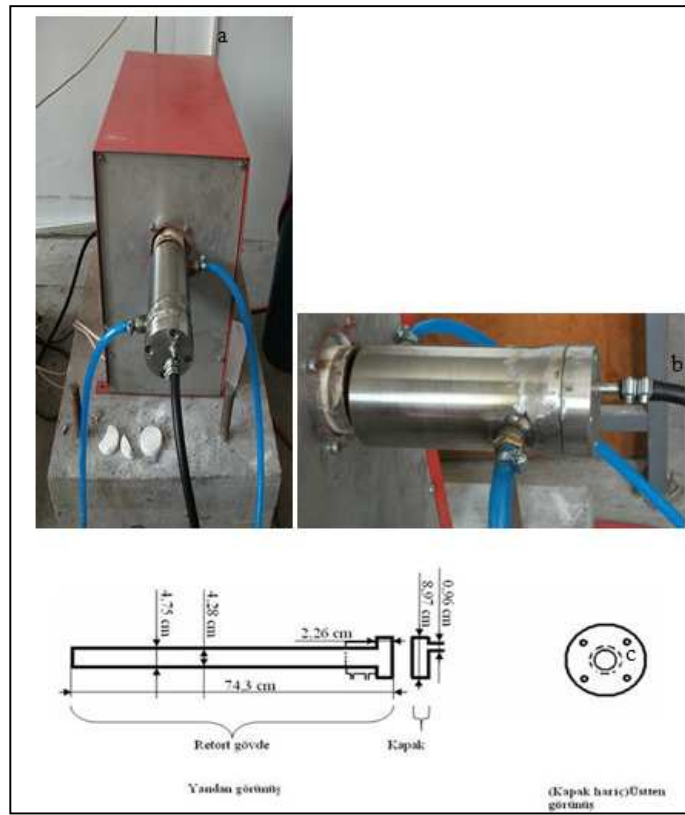
Poliüretan (PU) süngerler hazırlanan çamura daldırılmış, çamurun süngerlere iyi nüfuz etmesi için çamur içerisinde süngerler 15 dakika bekletilip çıkartılmış ve metalik çamur ile kaplanan süngerlerin üzerindeki fazla çamur ve hava spatula yardımıyla sıkıştırma yapılarak uzaklaştırılmıştır.

3.5 Isıl İşlem

Metalik çamur ile kaplanan PU süngerler oda sıcaklığında gece boyunca ve etüv (Heraeus Hava Dolaşımli Isıtma ve Kurutma Fırını) içerisinde 100 °C sıcaklıkta 3 saat tutularak kurutulmuştur.

Kurutma işleminden sonra metalik çamur ile kaplanmış sünger numuneler argon atmosferinde vakumlu ve vakumsuz ortamda tutularak PU sünger giderme ve sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Deneylerde argon atmosferinde vakumlu ortam sağlamak için retort kullanılmış ve Şekil 3.7' de retortun fotoğrafı ve teknik

resmi verilmiştir. Retortun tek tarafı açık olup diğer tarafı kapalıdır. Numuneler kapalı olan uca yakın olacak şekilde yerleştirilmiş ve kapalı kısım yatay tüp fırının ortasına gelecek şekilde konumlandırılmıştır. Fırın içerisine yerleştirilip kapakların sızdırmazlığı sağlandıktan sonra kapatılan retortun içerisine ısıtma işlemine başlamadan önce en az 3 defa argon gazı gönderilerek ortam oksijenden arındırılmaya çalışılmıştır. Retort içerisine argon gazı gönderilirken 3 dakika devamlı vakum ile gönderilen argon gazı çekilmiş, bu işlem üç kez tekrarlanmış ve sistem sonrasında vakuma alınmıştır. Bu süpürme – vakum işlemi birkaç kez tekrarlanarak ayarlanan sıcaklık ve ısıtma hızına göre fırın çalıştırılmıştır.



Şekil 3.7 : Deneylerde kullanılan retortun (a) önden (b) yandan çekilmiş fotoğrafı ve (c) teknik resmi.

Çizelge 3.3’ te titanyum köpük üretiminde kullanılan PU sünger giderme ve sinterlemenin yapıldığı ortam ve parametreler verilmiştir. İlk deneylerde (A1 ve A2) sadece Ar atmosferi kullanılmış olup üretilen köpüklerin oksitlendiği gözlemlenmiştir. Diğer deneylerde (A3, A4, A5, A6, A7) Ar atmosferi ile birlikte sistem vakum altına alınmış ve PU sünger giderme ve sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiştir.

A1-A2 ve A3-A4 deneylerinde uygulanan ısıtma işlem parametreleri aynı olup, oksitlenme durumlarını karşılaştırmak için sadece Ar atmosferli ortamda köpük

numuneler (A1 ve A2) ile Ar atmosferli ve vakumlu ortamda köpük numuneler (A3 ve A4) üretilmiştir.

A1, A2, A3 ve A4 deneylerinde PU sünger giderme işlemi iki kademe yapılmış olup A5 deneyinde sinterleme sıcaklığı ve süresi aynı olacak şekilde tek kademede sünger giderme işlemi gerçekleştirilmiş. A6 ve A7 deneylerinde sinterleme sıcaklığı artırılarak (1200 °C → 1300 °C) sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.3 : Titanyum köpük üretiminde kullanılan PU sünger giderme ve sinterleme parametreleri.

Deney No	Çamur Konsantrasyonu	Ortam	PU Sünger Giderme ve Sinterleme Parametreleri
A1	TiH ₂ (34g), PVA (6g)	Ar Atmosferi	0 $\xrightarrow{1sa}$ 300 $\xrightarrow{100dk}$ 600 $\xrightarrow{1sa}$ 1200 $\xrightarrow{2sa}$ 1200
A2	TiH ₂ +Al (34g), PVA (6g)		
A3	TiH ₂ (34g), PVA (6g)	Ar Atmosferi + Vakum	0 $\xrightarrow{2sa}$ 500 $\xrightarrow{1sa}$ 1200 $\xrightarrow{2sa}$ 1200
A4	TiH ₂ +Al (34g), PVA (6g)		
A5	TiH ₂ (34g), PVA (6g)		
A6	TiH ₂ (34g), PVA (6g)		
A7	TiH ₂ (42,5g), PVA (7,5g)		0 $\xrightarrow{2sa}$ 500 $\xrightarrow{1sa}$ 1300 $\xrightarrow{2sa}$ 1300

Çizelge 3.4' te Ti-6Al-4V köpük üretiminde vakum ve argon atmosferi kullanılmış olup B1 ve B2 deneylerinde A deney grubunda (A1, A2, A3, A4) kullanılan PU sünger giderme sıcaklığı ve ısıtma hızı kullanılmış ve sinterleme sıcaklığı 1300 °C seçilmiştir.

B3 ve B4 deneylerinde B1 ve B2 deneylerinde kullanılan 2 kademeli PU sünger giderme işlemi tek kademeye indirilmiştir.

B5 ve B6 deneylerinde ise B3-B4 deneylerindeki ısıtma işlem süresi 3 saatten 5 ve 7 saate çıkartılmıştır.

3.6 Köpüklerin Karakterizasyonu

Yoğunluk ve Porozite Ölçümü: Elde edilen köpük numunelerin porozite tayini ve bağıl yoğunluk değerlerini ölçmek için Precisa XB 220A marka hassas terazide

Çizelge 3.4 : Ti-6Al-4V köpük üretiminde kullanılan PU sünger giderme ve sinterleme parametreleri.

Deney No	Çamur Konsantrasyonu	Ortam	PU Sünger Giderme ve Sinterleme Parametreleri
B1	Ti6Al4V(34g), PVA (6g)	Ar Atmosferi + Vakum	$0 \xrightarrow{1sa} 300 \xrightarrow{100dk} 600 \xrightarrow{1sa} 1300 \xrightarrow{2sa} 1300$
B2	Ti6Al4V(100g), PVA (6g)		
B3			$0 \xrightarrow{2sa} 500 \xrightarrow{1sa} 1300 \xrightarrow{3sa} 1300$
B4	Ti6Al4V(100g), PVA (6g), Dağıtıcı(0,6g)		$0 \xrightarrow{2sa} 500 \xrightarrow{1sa} 1300 \xrightarrow{5sa} 1300$
B5			
B6			$0 \xrightarrow{2sa} 500 \xrightarrow{1sa} 1300 \xrightarrow{7sa} 1300$

yoğunluk ölçüm aparatları kullanılarak Archimedes' Prensibi uygulanmıştır. Köpük numunelerin içerisine sıvı girmesini engellemek için numunelerin yüzeyleri reçine ile kaplanmıştır. Eşitlik 3.1, 3.2 ve 3.3' e göre porozite miktarları ve yoğunluk değerleri hesaplanmıştır.

$$\rho^* = [M_1 \times \rho_{su}] / [M_2 - M_3] \quad (3.1)$$

$$\rho_{su} = 1,0017 - 0,0002315T \quad (3.2)$$

$$P = [1 - (\rho^* \div \rho_b)] \times 100 \quad (3.3)$$

M_1 : Köpüğün kuru ağırlığı, g

M_2 : Reçine ile kaplı köpüğün havadaki ağırlığı, g

M_3 : Reçine ile kaplı köpüğün sı içerisindeki ağırlığı, g

ρ^* : Bağıl yoğunluk, g/cm³

ρ_{su} : Ölçüm sıcaklığında suyun yoğunluğu, g/cm³

T: Suyun sıcaklığı, °C

ρ_b : Hücre duvar malzemesinin yoğunluğu, g/cm³

P: Porozite, %

Numune Hazırlama: Numune hazırlama işleminde üretilen köpük numuneler soğuk reçineye alınmış ve sonra 240, 320, 600, 1200 ve 2500 mesh' lik zımparalar ile Struers LaboPol5 markalı zımparalama ve parlatma cihazında zımparalama işlemi

yapılıp sırasıyla 3 μ m'lik ve 1 μ m' lik elmas pasta ile parlatma işlemi yapılmıştır. Numuneler Kroll (6 ml HF, 3 ml HNO₃ ve 100 ml saf su) dağlama çözeltisi kullanarak dağlanmış ve su ile yıkanıp kurutulmuştur.

Mikroyapı İncelemeleri: Köpük numunelerin mikro yapısını ve ortalama gözenek boyutlarını analiz etmek için Leica marka ışık mikroskobu ve EDS donanımlı JEOL JSM 5410 marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır.

XRD Analizi: Kristal yapı ve faz analizi için Rigaku MiniFlex marka XRD cihazı kullanılmıştır. Ölçümler 30 kV ve 15 mA' de Cu - K α radyasyonu kullanılarak ve 2 θ değer aralıkları 10° - 70° alınarak dakikada 3° hızda veri toplanmıştır.

Sertlik Ölçümü: Üretilen köpük malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemek için Leica marka mikro sertlik cihazı ile köpük numunelere 12 sn 100 gf yük uygulanarak Vickers sertlik değerleri ölçülmüştür. Her bir köpük numunesinden 10 ölçüm alınmış ve ortalama sertlik değerleri hesaplanmıştır.

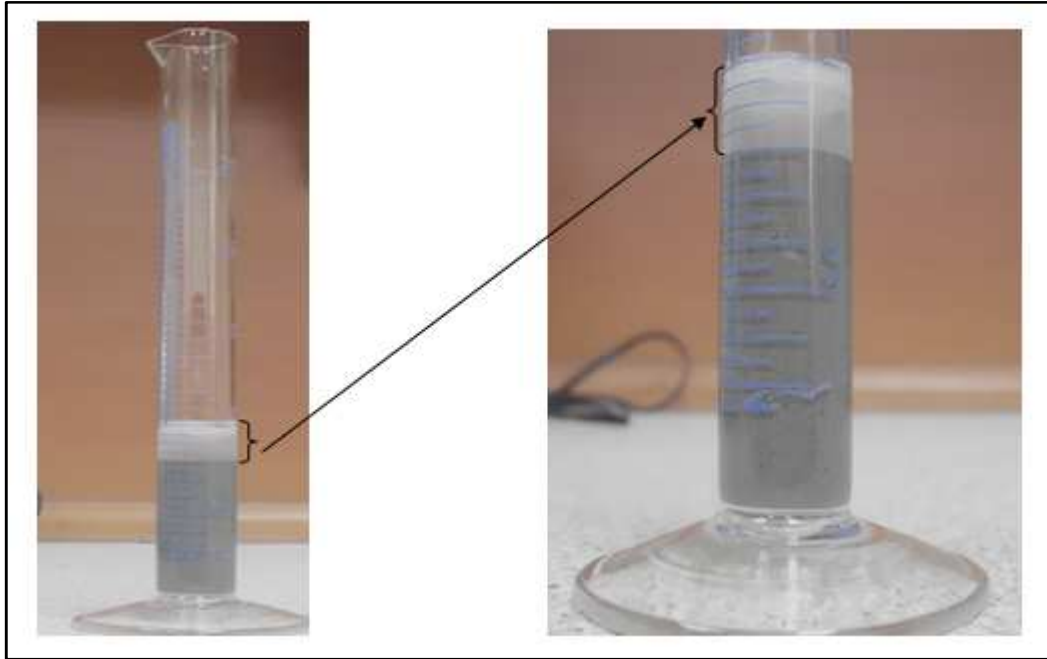
4. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Köpükleri üretmek için hazırlanan çamurların sedimentasyon ve viskozite deneyleri yapılmış, üretilen köpüklerin porozite ve bağıl yoğunluklarının hesabı, mikro yapı ve ortalama gözenek boyutu incelemeleri, X ışınları analizi ve sertlik ölçümleri için karakterizasyon deneyleri yapılmıştır.

4.1 Çamur Analiz Sonuçları

4.1.1 Sedimentasyon testi

Şekil 4.1’ de sedimentasyon deneyinde kullanılan mezür içerisinde metalik çamur gösterilmiş olup çamurda 1440 dakika sonra meydana gelen çökme görülebilmektedir.



Şekil 4.1 : Sedimentasyon deneyinde kullanılan mezür içerisinde Ti-6Al-4V metalik çamuru ve 1440 dk sonra çamura ait çökme durumu.

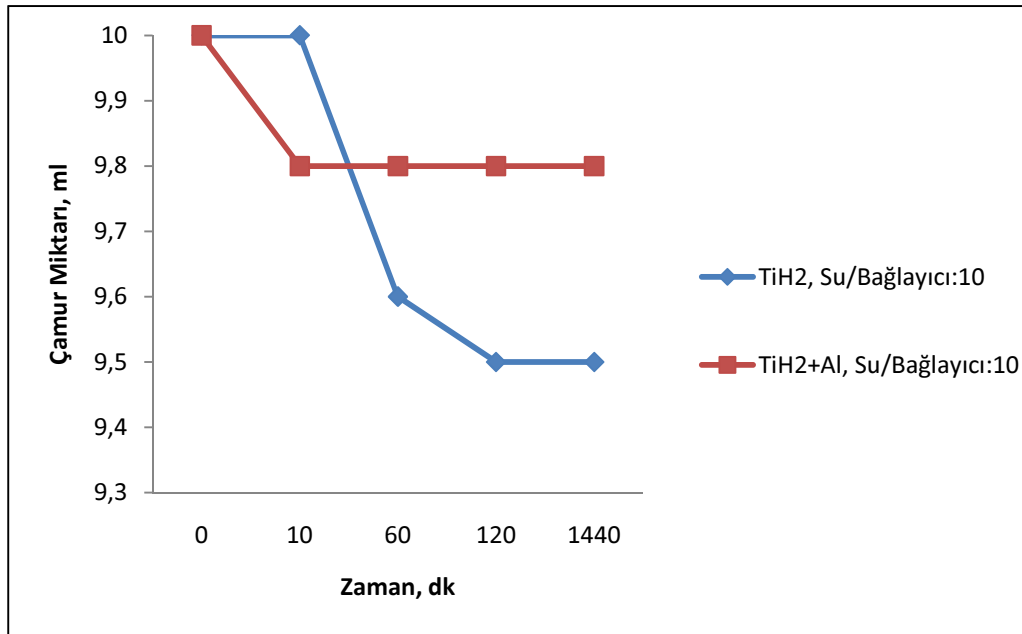
Çizelge 4.1’ de titanyum köpük üretimi için hazırlanan çamurların sedimentasyon deney sonuçları verilmiştir. İlk deneyde hazırlanan çamur konsantrasyonun su/bağlayıcı oranı 6,6 ve diğer iki çamur konsantrasyonun su/bağlayıcı oranı 10

olarak ayarlanmıştır. Su/bağlayıcı oranı 6,6 olan çamurun bağlayıcı ve toz miktarının, su/bağlayıcı oranı 10 olan çamur konsantrasyonundan fazla olması sonucunda çamur konsantrasyonu yoğunluğunun arttığı söylenebilir [48, 52]. Bu yüzden ilk deneyde viskoz bir çamur elde edilmiş ve mezür içerisine boşaltılamamış olup çok az bir çökme gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Bu yüzden zamana göre metalik çamur miktarı ölçülememiştir.

Çizelge 4.1 : Ti köpük üretimi için hazırlanan çamurların sedimentasyon deney sonuçları.

Çamur Konsantrasyonu	Metalik Çamur Miktarı, ml				
	0 dk	10 dk	60 dk	120 dk	1440 dk
TiH ₂ , Su/Bağlayıcı:6,6	-	-	-	-	-
TiH ₂ , Su/Bağlayıcı:10	10	10	9,6	9,5	9,5
TiH ₂ +Al, Su/Bağlayıcı:10	10	9,8	9,8	9,8	9,8

Şekil 4.2’ de en iyi sonucun alındığı su/bağlayıcı oranı 10 olan çamurların zamanla miktarlarındaki azalma verilmiş olup bu çamurlarda çok az çökme gerçekleştiği ve zamanla kararlı duruma geldiği görülmüş olup Al tozunun çökmeye çok bir etkisinin olmadığı görülebilmektedir.



Şekil 4.2 : Ti köpük üretimi için hazırlanan çamur konsantrasyonlarının miktar-zaman grafiği.

Çizelge 4.2’ de Ti-6Al-4V köpük üretimi için hazırlanan çamurların sedimentasyon deney sonuçları verilmiştir.

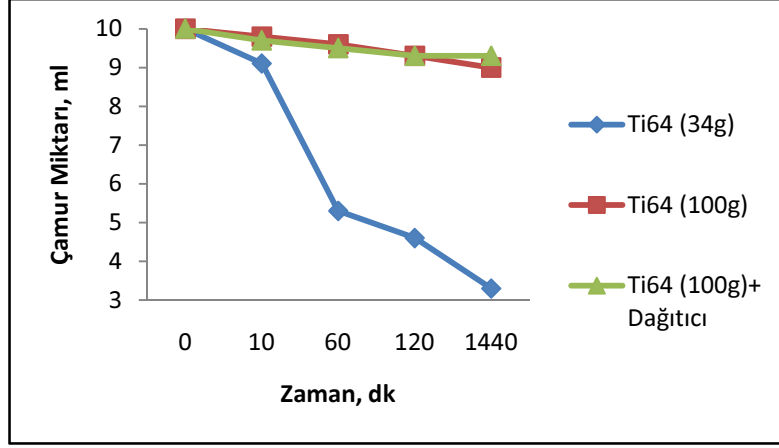
Çizelge 4.2 : Ti-6Al-4V köpük üretimi için hazırlanan çamurların sedimentasyon deney sonuçları.

Çamur Konsantrasyonu	Metalik Çamur Miktarı, ml				
	0 dk	10 dk	60 dk	120 dk	1440 dk
Ti6Al4V:34g,Su/Bağlayıcı:10	10	9,1	5,3	4,6	3,3
Ti6Al4V:100g,Su/Bağlayıcı:10	10	9,8	9,6	9,3	9
Ti6Al4V:100g,Su/Bağlayıcı:10, Dağıtıcı:0,6 g	10	9,7	9,5	9,3	9,3

Şekil 4.3’ te çamur miktarının zamanla azalması (çökme hızı) grafik olarak gösterilmiştir. İlk hazırlanan çamur konsantrasyonunda çok hızlı çökmeler olduğu görülmektedir. Bu çökmeleri önlemek için metalik toz miktarı artırılmış ve ikinci çamur (Ti6Al4V: 100g, PVA: 6g) hazırlanmıştır. Çamur içerisinde katı miktarı az olduğunda partiküller arası mesafenin fazla olması ile tozlar arası kuvvet düşüktür, ancak katı miktarının artırılması ile partiküller arası mesafe azalmakta ve kuvvet artmaktadır. Böylece katı miktarının artması ile çamur yoğunluğu artmakta ve çökme hızı azalmaktadır [48, 52, 58]. Böylece çökmenin yavaşladığı görülmüş, fakat sünger daldırma işleminde homojen bir kaplamanın tam olarak gerçekleşmediği gözlemlenmiştir. Bunun için çamur konsantrasyonuna dağıtıcı ilave edilerek daha karalı bir çamur elde etmek amaçlanmış ve 3. çamur (Ti6Al4V: 100g, PVA: 6g ve dağıtıcı: 0,6g) hazırlanmıştır. Bu çamurda dağıtıcı kullanılarak yavaş çökmelerin gerçekleştiği ve daha kararlı çamur konsantrasyonunun hazırlandığı söylenebilir [52, 58]. Bu çamur konsantrasyonu ile süngerin daha homojen olarak kaplandığı gözlemlenmiştir.

4.1.2 Viskozite ölçümü

Çizelge 4.3’ te titanyum köpük üretimi için hazırlanan çamurların 2,5 rpm dönüş hızında ölçülen viskozite değerleri verilmiştir. İlk deneyde hazırlanan çamur konsantrasyonun su/bağlayıcı oranı 6,6 ve diğer iki çamur konsantrasyonun su/bağlayıcı oranı 10 olacak şekilde çamurlar hazırlanmıştır. Çizelge 4.3’ te



Şekil 4.3 : Ti-6Al-4V köpük üretimi için hazırlanan çamur konsantrasyonlarının miktar-zaman grafiği.

görüldüğü üzere ilk deneyde çok viskoz bir çamur elde edilmiş ve viskozimetre cihazının donanımı viskozite değerini ölçmede yetersiz kalmıştır. Bu viskozite artışının su/bağlayıcı oranı 6,6 olan çamurun % katı (metalik toz ve bağlayıcı) miktarının, su/bağlayıcı oranı 10 olan çamur konsantrasyonundan fazla olmasından kaynaklandığı söylenebilir [48, 52]. Su/bağlayıcı oranı 10 olan çamurların viskozite değerlerinin birbirine yakın çıktığı görülmüş olup Al tozunun viskoziteye çok bir etkisinin olmadığı gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.3 : Ti köpük üretimi için hazırlanan çamurların viskozite değerleri.

Çamur Konsantrasyonu	Viskozite, cP
	2,5 rpm
TiH ₂ , Su/Bağlayıcı:6,6	-
TiH ₂ , Su/Bağlayıcı:10	7125
TiH ₂ +Al, Su/Bağlayıcı:10	7640

Çizelge 4.4' de Ti-6Al-4V köpük üretimi için hazırlanan çamurların 2,5 rpm hızında ölçülen viskozite değerleri verilmiştir. İlk hazırlanan çamur konsantrasyonunda metalik toz miktarı 34g olup ikinci hazırlanan çamur konsantrasyonunda metalik toz miktarı artırılmış ve 100g olarak ayarlanmıştır. Viskozite analizleri sonucunda metalik toz miktarının artması ile viskozite değerlerinde artış [48, 52] görülmüştür.

Dağıtıcı ilave edilen 3. çamurun viskozite ölçümü viskozimetre cihaz donanımının yetersiz olması nedeniyle ölçülememiştir. Dağıtıcı kullanılması ile viskozite değerleri önce azalmakta ve daha sonra doyma noktasına geldiğinde artış olmaktadır. Bu

yüzden hazırlanan çamur konsantrasyonunda kullanılan dağıtıcı miktarının fazla olduğu söylenebilir [52, 58]. Dağıtıcı kullanılması ile çamurların viskozite değerleri ölçülememiş, fakat sedimentasyon deneyleri sonucu kararlı bir konsantrasyon hazırlandığı görülerek süngerler homojen şekilde çamur ile kaplanmışlardır.

Çizelge 4.4 : Ti-6Al-4V köpük üretimi için hazırlanan çamurların viskozite değerleri.

Çamur Konsantrasyonu	Viskozite, cP
	2,5 rpm
Ti6Al4V:34g, Su/Bağlayıcı:10	13710
Ti6Al4V:100g, Su/Bağlayıcı:10	14650
Ti6Al4V:100g, Su/Bağlayıcı:10, Dağıtıcı:0,6 g	-

Çamur analizi sonucunda viskoziteyi en çok etkileyen parametrenin su/bağlayıcı oranı olduğu gözlemlenmiştir.

4.2 Porozite Ölçümü

Titanyum Köpük: Üretilen titanyum köpüklerin porozite değerleri 3.1, 3.2 ve 3.3 eşitlikleri ile hesaplanarak Çizelge 4.5’ te verilmiş ve porozite değerleri % 83-86 aralığında bulunmuştur. Çizelge 4.5’ te görüldüğü üzere köpüklerin porozite değerleri birbirlerine yakın çıkmıştır.

Aynı çamur konsantrasyonuna sahip köpüklere bakıldığında, sinterleme sıcaklığı 1200 °C olan köpüklerin porozite değerlerinin %85 ve 86 olduğu görülmüş ve sinterleme sıcaklığının 1300 °C’ ye çıkarılması ile porozite değerinin (%85) değişmediği gözlemlenmiştir.

Su/bağlayıcı oranı 6,6’ dan 10’ a artırıldığında yani çamur viskozitesi azaldığında, porozite miktarının % 83’ ten % 85’ e çok az miktarda arttığı görülmüştür.

Ti-6Al-4V Köpük: Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin porozite değerleri de hesaplanarak Çizelge 4.6’ da verilmiş ve porozite değerleri % 78-88 aralığında bulunmuştur.

Aynı çamur konsantrasyonları (Ti6Al4V:100g, su/bağlayıcı:10) ve sinterleme sıcaklıklarına (1300 °C) sahip köpükler 2 ve 3 saat sinterleme işlemine tabi tutulduğunda, 2 saat sinterlenmiş köpüğün porozite miktarı %82 ve 3 saat

Çizelge 4.5 : 40 ppi PU sünger kullanılarak elde edilen titanyum köpüklerin porozite değerleri.

Çamur Konsantrasyonu	Ortam	PU Giderme ve Sinterleme Parametreleri	Porozite, %
TiH ₂ , Su/Bağlayıcı:6,6	Ar Atmosferi + Vakum	$0 \xrightarrow{2sa} 500 \xrightarrow{1sa} 1300 \xrightarrow{2sa} 1300$	83
TiH ₂ , Su/Bağlayıcı:10		$0 \xrightarrow{2sa} 500 \xrightarrow{1sa} 1200 \xrightarrow{2sa} 1200$	85
			85
			86
	Ar Atmosferi	$0 \xrightarrow{1sa} 300 \xrightarrow{100dk} 600 \xrightarrow{1sa} 1200 \xrightarrow{2sa} 1200$	85
TiH ₂ +Al, Su/Bağlayıcı:10	Ar + Vakum		85
TiH ₂ +Al, Su/Bağlayıcı:10	Ar Atmosferi		84

sinterlenmiş köpüğün porozite miktarı da %81 bulunmuş ve sinterleme süresinin artması (2 saatten 3 saate) ile porozite miktarında çok az bir düşüş (%82’ den %81’ e) olduğu görülmüştür. Ayrıca dağıtıcı kullanılarak hazırlanan çamur (Ti6Al4V: 100g, su/bağlayıcı: 10, dağıtıcı: 0,6g) ile kaplanan süngerlerin 3, 5 ve 7 saat sinterlenmesi elde edilen köpüklerin porozite miktarları sırasıyla % 88, 84 ve 82 hesaplanmış ve sinterleme süresinin artması ile beklenildiği üzere porozite mikatrının azaldığı görülmüştür [31].

Çizelge 4.6 : 40 ppi PU sünger kullanılarak elde edilen Ti-6Al-4V köpüklerin porozite değerleri.

Çamur Konsantrasyonu	Ortam	PU Giderme ve Sinterleme Parametreleri	Porozite, %
Ti6Al4V:34g, Su/Bağlayıcı:10	Ar Atmosferi + Vakum	$0 \xrightarrow{1sa} 300 \xrightarrow{100dk} 600 \xrightarrow{1sa} 1300 \xrightarrow{2sa} 1300$	88
Ti6Al4V:100g, Su/Bağlayıcı:10			82
Ti6Al4V:100g, Su/Bağlayıcı:10, Dağıtıcı:0,6 g		$0 \xrightarrow{2sa} 500 \xrightarrow{1sa} 1300 \xrightarrow{3sa} 1300$	81
			88
		$0 \xrightarrow{2sa} 500 \xrightarrow{1sa} 1300 \xrightarrow{5sa} 1300$	84
		$0 \xrightarrow{2sa} 500 \xrightarrow{1sa} 1300 \xrightarrow{7sa} 1300$	82

Çamur konsantrasyonunda 34 g Ti6Al4V toz kullanılan köpüğün porozite miktarı %88 bulunmuş olup çamur konsantrasyonunda 100 g Ti6Al4V toz kullanılan, aynı

ortamda ve aynı PU sünger giderme – sinterleme parametreleri ile üretilen köpüğün porozite miktarı %82 hesaplanmıştır. Toz miktarının artmasıyla köpüğün porozite değerinin azaldığı görülmüştür.

Üretilen titanyum ve Ti-6Al-4V köpüklerinin ortalama porozite miktarı % 84 hesaplanmıştır. Çamur köpüklendirme yöntemi kullanılarak açık hücreli titanyum köpük üreten çalışmalarda porozite değerleri % 70 [28], % 72-76 [57, 60], % 75 [24, 58] % 78 [59], % 91 [52, 27] hesaplanmış olup buna göre bu çalışmada üretilen köpüklerin porozite miktarlarının yeterli olduğu söylenebilir.

4.3 Mikroyapı İncelemeleri

Üretilen titanyum ve Ti-6Al-4V köpüklerin metal ışık mikroskopunda ve taramalı elektron mikroskopunda alınan görüntüler incelenmiştir.

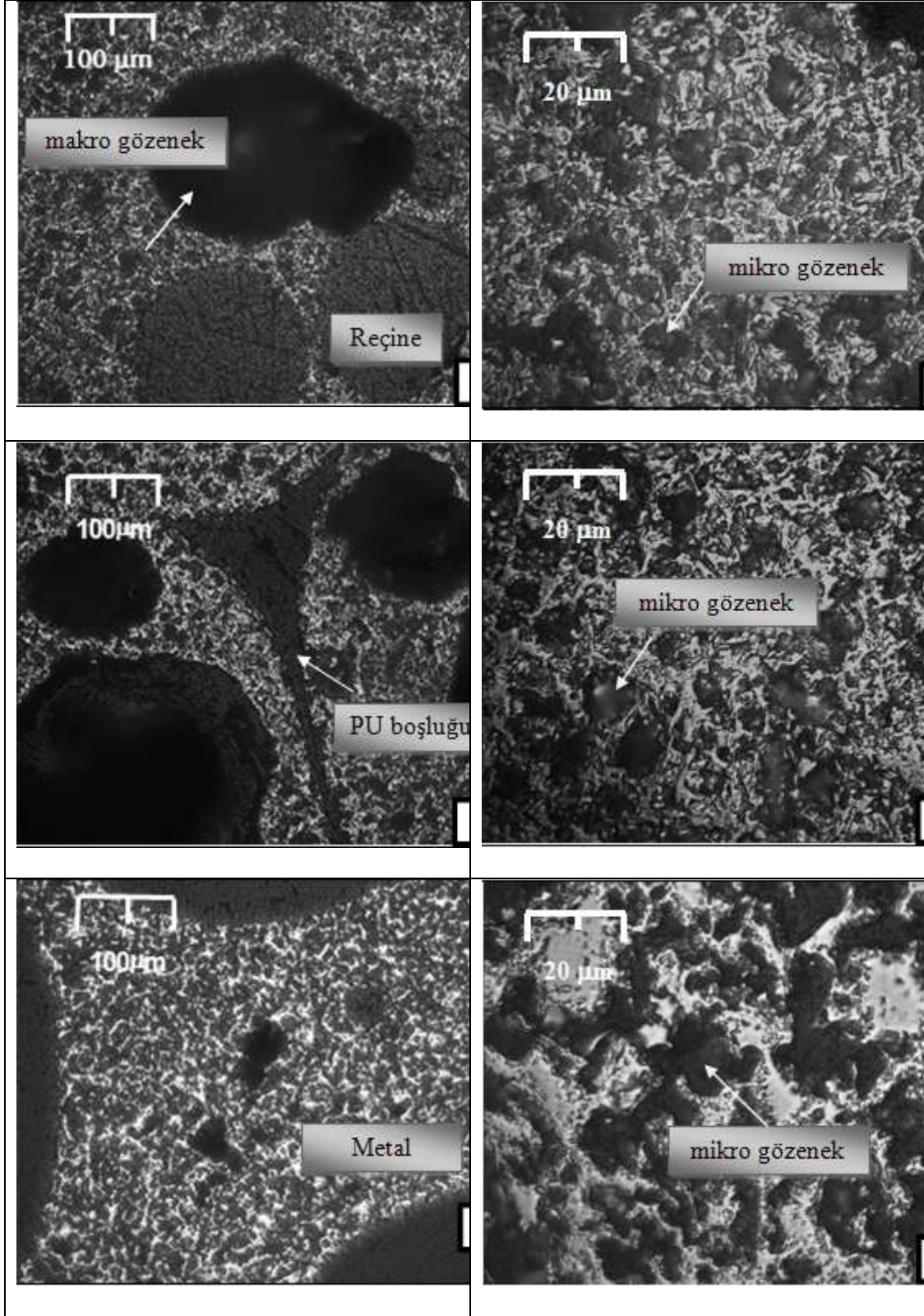
4.3.1 Işık mikroskobu

Titanyum Köpük: Şekil 4.4’ te Çizelge 4.7’ de verilen çamur konsantrasyonları ve ısıtma işlem parametreleri ile üretilen titanyum köpüklerin metal ışık mikroskopunda küçük ve büyük büyütmedeki görüntüleri verilmiştir.

Çizelge 4.7 : A deney grubunda hazırlanan çamur konsantrasyonu ve ısıtma işlem parametreleri.

Deney No	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7
Metalik Toz Türü	TiH ₂	TiH ₂ +Al	TiH ₂	TiH ₂ +Al	TiH ₂		
Metalik Toz Miktarı, g	34	34	34	34	34	34	42,5
Su/Bağlayıcı Oranı	10	10	10	10	10	10	6,6
Sinterleme Sıcaklığı, °C	1200	1200	1200	1200	1200	1300	1300
Sünger Giderme Adımı	2	2	2	2	1	1	1

Şekil 4.4.a’ da titanyum köpükte oluşan makro gözenek, Şekil 4.4.c’ de PU süngerin uzaklaştırılması sonucu oluşumu kaçınılmaz PU sünger boşluğu ve Şekil 4.4.b, d ve f’ de tozlar arasında meydana gelen mikro gözenekler görülebilmektedir. Mikro gözeneklerin ve PU süngerin giderilmesi ile meydana gelen gözeneklerin oluşması



Şekil 4.4 : Üretilen titanyum köpüklerin: (a), (b) A1 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) A2 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) A3 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.

köpüğün dayanımını kötü yönde etkilemektedir [48]. Köpüklerin ışık mikroskobundan alınan görüntülerine göre yapıların birbirine benzediği görülmüştür (EK A.1ve A.2).

Ti-6Al-4V Köpük: Şekil 4.5’ te Çizelge 4.8’ de verilen çamur konsantrasyonları ve ısıtıl işlem parametreleri ile üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin metal ışık mikroskobunda küçük ve büyük büyütmedeki görüntüleri verilmiştir.

Çizelge 4.8 : B deney grubunda hazırlanan çamur konsantrasyonu ve ısıtıl işlem parametreleri.

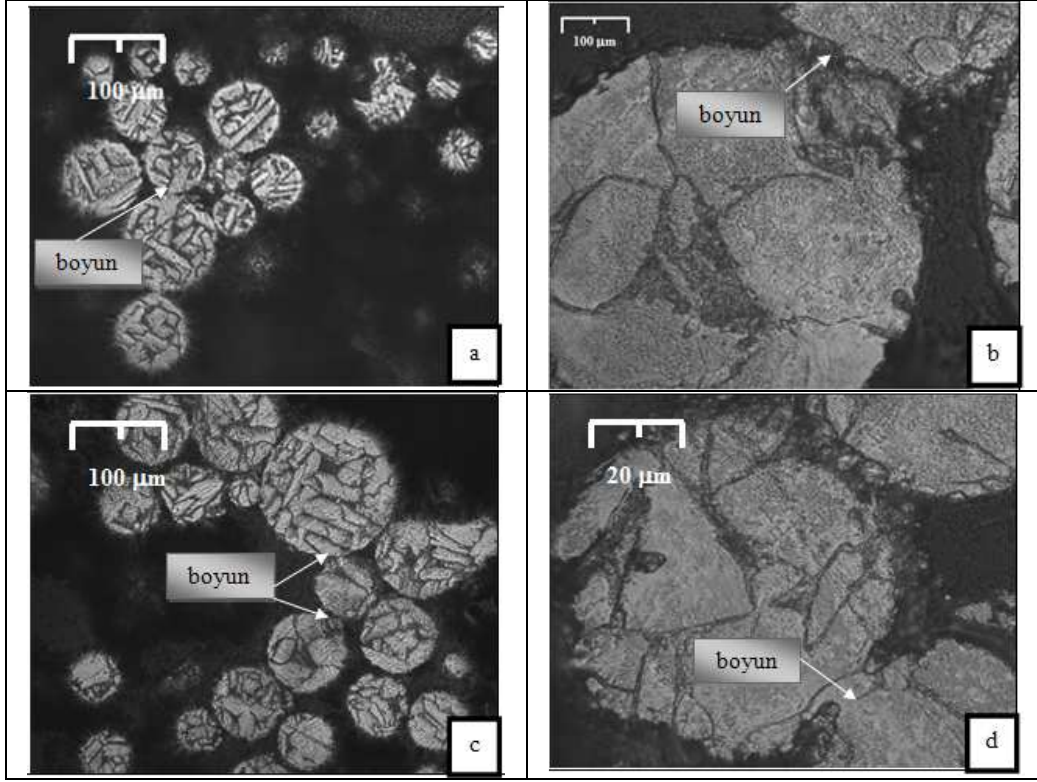
Deney No	B1	B2	B3	B4	B5	B6
Metalik Toz Türü	Ti-6Al-4V					
Metalik Toz Miktarı, g	34	100	100	100	100	100
Dağıtıcı Miktarı, g	-	-	-	0,6	0,6	0,6
Sinterleme Sıcaklığı, °C	1300	1300	1300	1300	1300	1300
Sinterleme Süresi, sa	2	2	3	3	5	7
Sünger Giderme Aađımı	2	2	1	1	1	1

Deneyde kullanılan köpüklendirme yönteminde toz sıkıştırma işlemi olmadığı için üretilen köpüklerin dayanımı sadece sinterleme ile tozların birbiri ile birleşmesine dayanmaktadır. Şekil 4.5. a ve c’ de küresel tozların şeklini koruduđu ve tozların yapıda dađınık halde olduđu görülebilmektedir. Şekil 4.5.a, b, c ve d’ de küresel tozların sinterleme ile birbirine kaynaşması sonucu oluşan boyun bölgesi gösterilmiştir. Köpüklerin ışık mikroskobundan alınan mikroyapı görüntülerine göre yapılar birbirine benzemektedir (EK A.3 ve A.4).

4.3.2 Taramalı elektron mikroskobu

Titanyum Köpükler: Şekil 4.6 ve A.5 (Ek A.5)’ te Çizelge 4.7’ de verilen çamur konsantrasyonları ve ısıtıl işlem parametreleri ile üretilen titanyum köpüklerin taramalı elektron mikroskobunda incelenen görüntüleri verilmiştir.

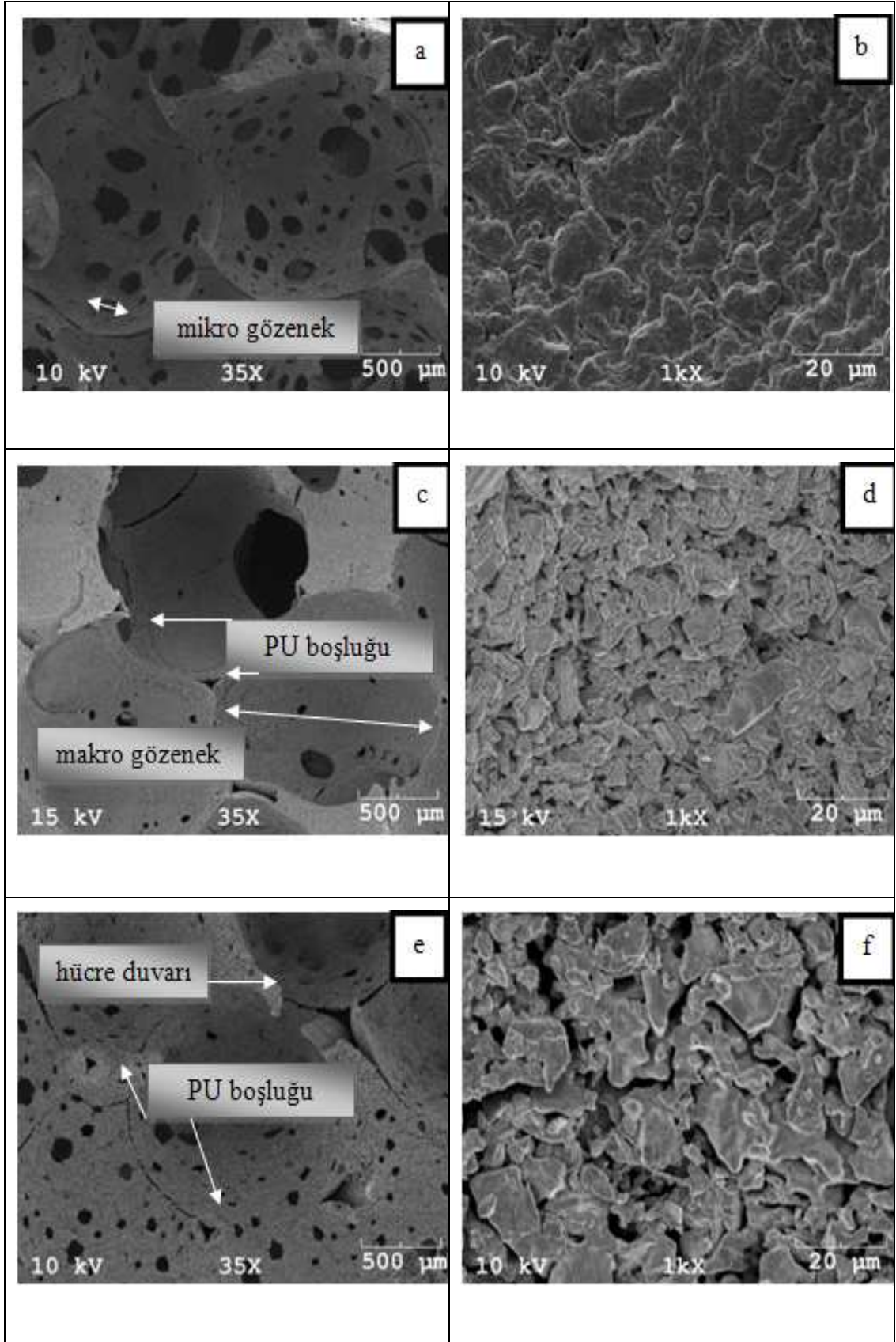
Şekil 4.6.a, c ve e’ de üretilen titanyum köpüklerinin mikro ve makro gözenekleri ile çamur köpüklendirme yönteminde PU süngerin uçurulmasıyla oluşan boşluklar görülmektedir.



Şekil 4.5 : Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin: (a), (b) B4 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) B6 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.

Şekil 4.6.e' de iki kademedeki PU sünger giderme işlemi yapılarak üretilen titanyum köpüğün SEM görüntüsü ve Şekil A.5.a' da tek kademedeki PU sünger giderme işlemi yapılarak üretilen titanyum köpüğün SEM görüntüsü verilmiştir. Sünger giderme işlemi iki kademedeki tek kademeye değiştirildiğinde yapıda farklılık görülmemiş olup çökme meydana gelmemiştir. Şekil A.5.c' de A6 deneyinde (su/bağlayıcı oranı: 10) üretilen köpükler ile Şekil A.5.e' de A7 deneyinde (su/bağlayıcı oranı: 6,6) üretilen köpükler verilmiştir. Su/bağlayıcı oranı 6,6 olarak hazırlanan çamurun viskozitesi su/bağlayıcı oranı 10 olarak hazırlanan çamurun viskozitesinden daha yüksek olduğundan Şekil A.5.e' de çok viskoz olan çamurun tam olarak süngere emdirilemediği ve homojen kaplanamadığı görülebilmektedir [51]. Ayrıca su/bağlayıcı oranı azalması yani viskozitenin artması ile mikro gözenek dağılımının azaldığı görülmüştür.

Üretilen titanyum köpüklerin ortalama hücre duvar kalınlığı 153,6 µm, mikro gözenek büyüklüğü 131,6 µm ve makro gözenek büyüklüğü 830,6 µm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.6 : Üretilen titanyum köpüklerin: (a), (b) A1 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) A3 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) A4 deneyinde üretilen köpüğün SEM görüntüleri.

Ti-6Al-4V Köpük: Şekil A.6 (Ek A.6) ve 4.7' de Çizelge 4.8' te verilen çamur konsatrasyonları ve ısıtım işlem parametreleri ile üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin taramalı elektron mikroskopunda incelenen görüntüleri verilmiştir.

Şekil A.6.a' da 34 g metalik toz kullanılarak üretilen B1 köpüğünde tozların, 100 g metalik toz kullanılarak üretilen B2 köpüğüne (Şekil A.6.c) kıyasla daha az yoğunlaştığı görülmüştür. Şekil A.6.c ve e' de 100 g metalik toz ile dağıtıcı kullanılmadan üretilen B2 ve B3 köpükleri verilmiş ve tozların sünger üzerinde homojen dağılmadığı (bazı bölgelerde çok yoğun olduğu) gözlemlenmiştir.

Tozların sünger üzerinde homojen dağılmasını sağlamak için dağıtıcı ilave edilerek üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin SEM incelemeleri Şekil 4.7' de verilmiştir. Şekil 4.7.a' da verilen B4 köpüğü ve Şekil A.6.e' de verilen B3 köpüğü kıyaslandığında dağıtıcı kullanılması ile tozların sünger üzerinde daha homojen dağıldığı görülmüştür.

Şekil 4.7. c ve d' de verilen köpükler 5sa ve 7sa sinterleme işlemine tabi tutularak üretilmiştir. B4 (3sa), B5 (5sa) ve B6 (7sa) köpüklerine bakıldığında sinterleme süresinin artmasıyla boyun oluşumunun arttığı [56], hücre duvar kalınlığının arttığı ve daha homojen dağılıma sahip köpükler üretildiği gözlemlenmiştir.

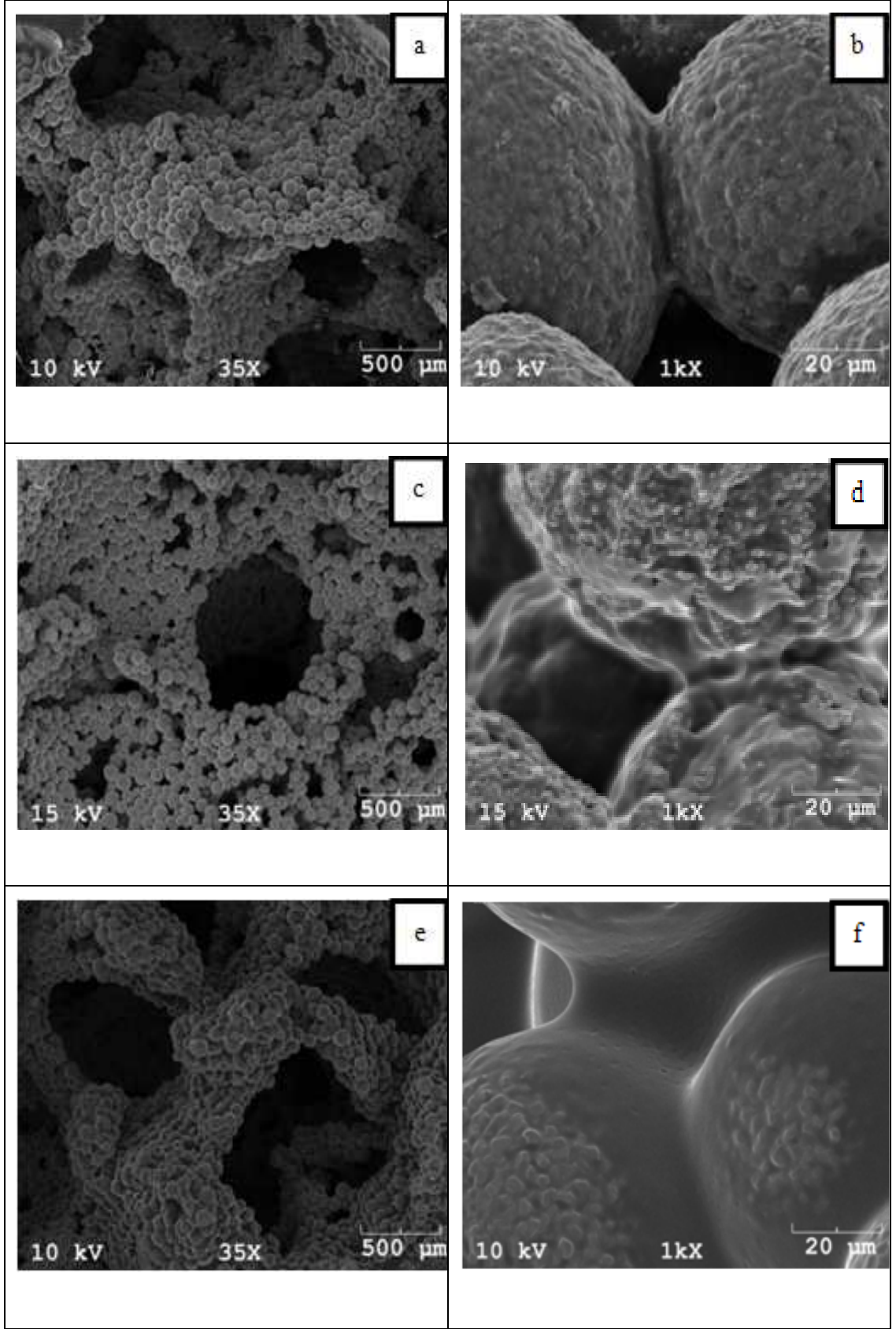
Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin ortalama hücre duvar kalınlığı 280,6 µm, mikro gözenek büyüklüğü 194,5 µm ve makro gözenek büyüklüğü 746,8 µm olarak hesaplanmıştır.

4.4 Kimyasal Analiz

Teorik kısımda anlatıldığı üzere titanyumun oksijen, hidrojen, azot ve karbona karşı afinitesi yüksektir. Bu yüzden üretilen titanyum ve Ti-6Al-4V köpüklerinin XRD analizleri incelenmiştir.

Titanyum Köpüklerin XRD Analizi: Çizelge 4.7' de verilen çamur konsatrasyonları ve ısıtım işlem parametreleri ile üretilen titanyum köpüklerin XRD analizleri incelenmiştir.

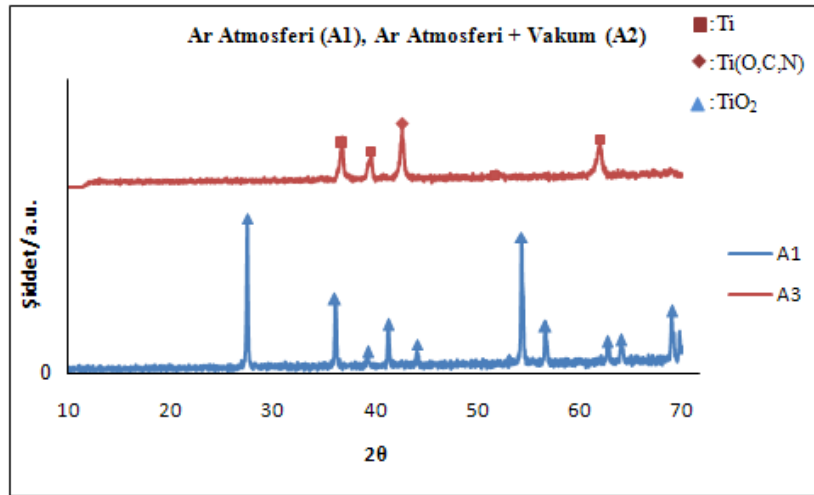
Şekil 4.8' de Ar atmosferinde yapılan A1 ve Ar atmosferi + vakum ortamında yapılan A3 deneylerinin XRD sonuçları verilmiştir. Ar atmosferinde üretilen titanyum köpüğün oksitlenerek TiO₂ (rutil) oluşturduğu görülmektedir. Ar atmosferi



Şekil 4.7 : Dağıtıcı kullanılarak üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin: (a), (b) B4 deneyinde 3 sa sinterleme ile üretilen köpüğün (c), (d) B5 deneyinde 5 sa sinterleme ile üretilen köpüğün (e), (f) B6 deneyinde 7 sa sinterleme ile üretilen köpüğün taramalı elektron mikroskobundan (SEM) alınan görüntüleri.

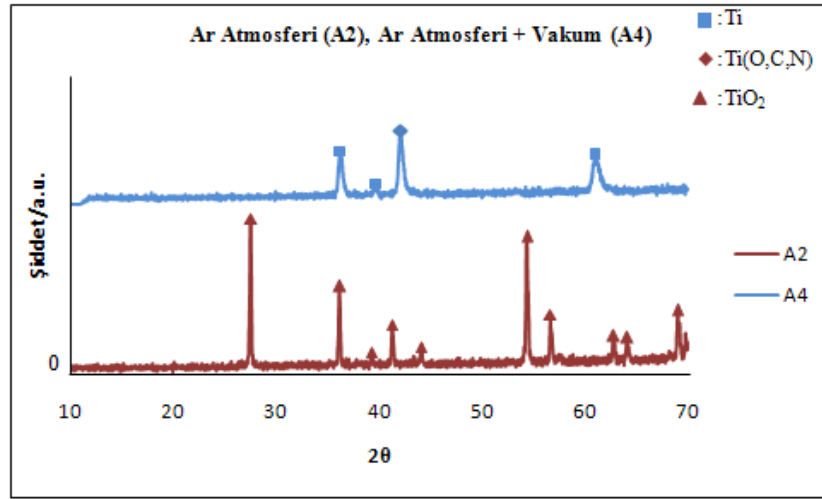
+ vakum ortamında üretilen titanyum köpükte yapı titanyum ve titanyum esaslı fazlara rastlanılmıştır. Retortun deney esnasında kapalı ve ortamda pozitif argon basıncının olması ve PU süngerin sinterlemenin ilk aşamasında yapıdan uzaklaşması sonucunda oluşan karbonun yapıda çözünmesine bağlı olarak titanyum pikleri kısmen kaymış ve yapıda retort içinde kalan oksijen ve poliüretanın dekompozisyonu sonucu oluşan C ve N kübik yapıda $Ti(C,O,N)$ esaslı bir bileşiğin oluştuğu söylenebilir. Oluşan köpük yüzeyinde çekirdek kabuk yapı (core shell) sergilediği titanyum köpüğün yüzeyinin kısmen $Ti(C,O,N)$ esaslı bir bileşikten oluşan kabuk ile çevrelendiği düşünülmektedir.

Şekil 4.9' da Ar atmosferinde yapılan A2 ve Ar atmosferi + vakum ortamında yapılan A4 deneylerinin XRD sonuçları verilmiştir. A2 ve A4 deneylerinde metalik toz olarak % 6 oranında Al tozu ilave edilerek köpükler üretilmiştir. Ar atmosferinde üretilen titanyum köpüğün (A2) oksitlenerek TiO_2 (rutil) oluşturduğu görülmektedir. Ar atmosferi + vakum ortamında üretilen titanyum köpüğünde, titanyum ile karbon, oksijen ve azotun yüzeyde bir bileşik oluşturması ile yapının Ti esaslı fakat titanyum piklerinin kısmen kaydığı ve ekstra pik oluştuğu görülmüştür.



Şekil 4.8 : Ar atmosferinde (A1) ve Ar atmosferi + vakum ortamında (A3) üretilen titanyum köpüklerinin XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294 , TiO_2 Kart.. No:21-1276; ■: Ti, ◆: $Ti(O,C,N)$, ▲: TiO_2).

Şekil 4.10' da PU sünger giderme işleminin ilk deneylerde 2 adımda (A3) sonraki deneylerde tek adımda (A5) yapılması ile üretilen titanyum köpüklerin XRD sonuçları verilmiştir. Tek adımda ve 2 adımda sünger giderme işleminin yapılmasıyla yapıda değişiklik olmadığı görülmüş ve Ti pikleri saptanmıştır. Yapının Ti esaslı



Şekil 4.9 : Ar atmosferinde (A2) ve Ar atmosferi + vakum ortamında (A4) üretilen titanyum köpüklerinin XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294 ,TiO₂ Kart No:21-1276; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N), ▲: TiO₂).

olduğu fakat yüzeyde Ti(O, C, N) bileşiği oluşması ve böylece Ti piklerinde kaymalar ve ekstra pikler görülmüştür.

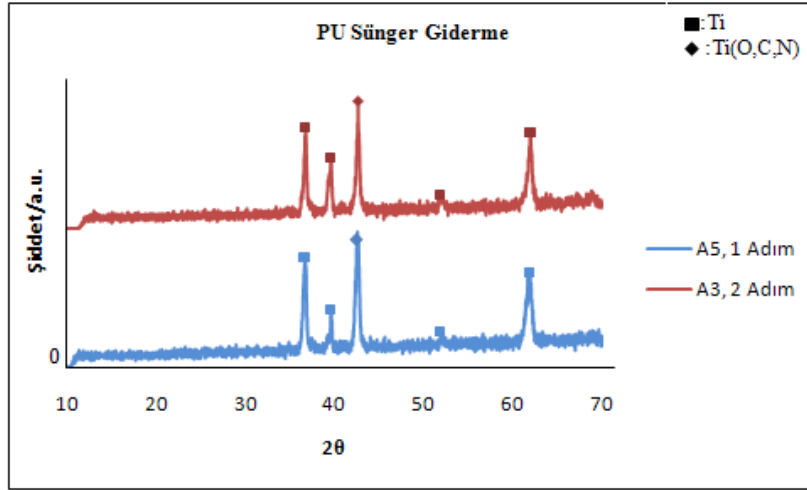
Şekil 4.11' de 1200°C ve 1300°C sıcaklıklarda sinterlenen A5 ve A6 köpüklerinin XRD analiz sonuçları verilmiştir. A5 ve A6 köpüklerinde de aynı durum söz konusudur. Sinterleme sıcaklıkları arasında belirgin bir fark tespit edilememiştir.

Ti-6Al-4V Köpüklerinin XRD Analizi: Çizelge 4.8' de verilen çamur konsantrasyonları ve ısıtma işlem parametreleri ile üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin XRD analizleri incelenmiştir.

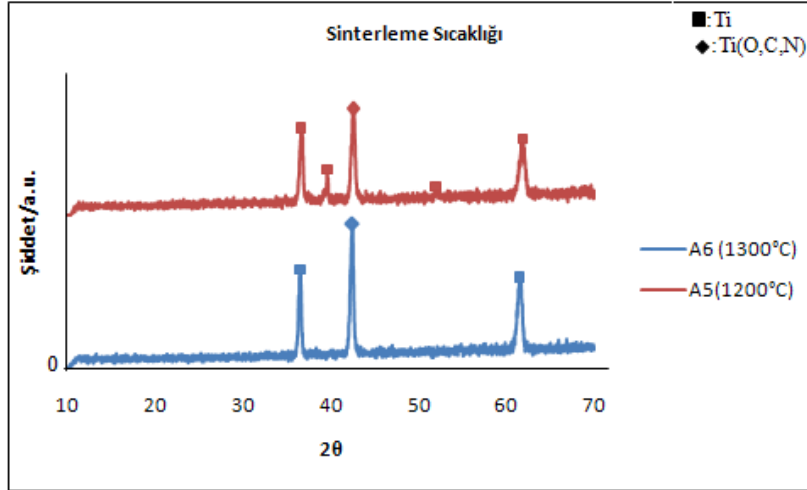
Şekil 4.12' de 34 g metalik toz kullanılarak üretilen B1 köpüğünün ve 100 g metalik toz kullanılarak üretilen B2 köpüğünün XRD sonuçları verilmiştir. Şekil 3.4' te XRD analizi sonucuna göre köpüklendirme ile yapının değişmediği gözlemlenmiştir. Fakat PU sünger giderme ve sinterleme işlemleri yüksek basınç altında retort kullanılarak yapıldığı için ısıtma işlem sırasında PU süngerin pirolizi sonucu ve ortamda oksijen ve azotun bulunması ile yapı Ti esaslı olup yüzeyde Ti(O, C, N) bileşiği oluştuğu ve bunun etkisi ile Ti piklerinde kısmen kaymalar ve ekstra pikler oluştuğu düşünülmektedir.

B2 köpüğünde metalik toz miktarının artması (34 g→100 g) ile oksit kalınlığının arttığı ve ekstra piklerin şiddetinin arttığı görülmüştür.

Şekil 4.13' te sünger giderme prosesi 2 adımda yapılarak üretilen (B2) ve 1 adımda yapılarak üretilen (B3) Ti-6Al-4V köpüklerinin XRD sonuçları verilmiştir. Ana yapı



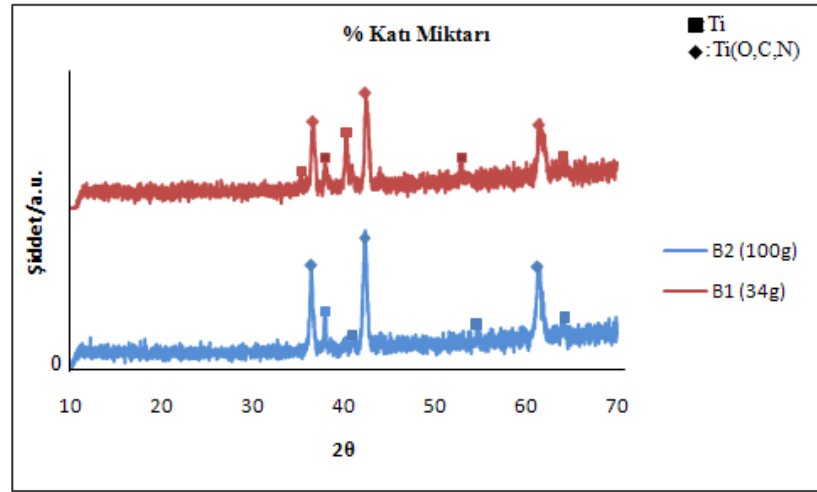
Şekil 4.10 : Tek adımda sünger giderme işlemi ile üretilen titanyum köpüğün (A7) ve Tek adımda sünger giderme işlemi ile üretilen titanyum köpüğün (A3) XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N)).



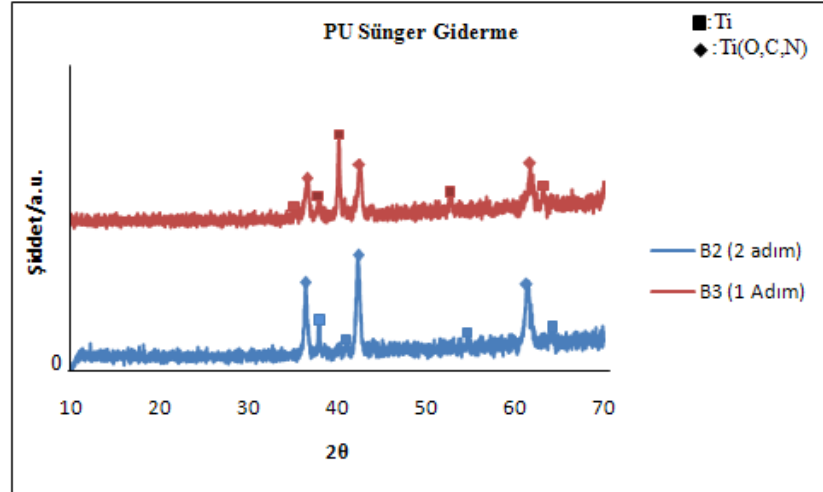
Şekil 4.11 : 1200 °C sıcaklıkta sinterleme işlemi ile üretilen titanyum köpüğün (A5) ve 1300 °C sıcaklıkta sinterleme işlemi ile üretilen titanyum köpüğün (A6) XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N)).

korunmuş olup benzer yapılar görünmektedir, fakat diğer deneylerde olduğu gibi yüzeyde Ti(O, C, N) bileşiği olduğu ve iç kısmın titanyum olduğu ve bunun etkisiyle Ti piklerinde kayma ve ekstra pikler olduğu düşünülmektedir. 2 adımda PU süngerin uçurulduğu B2 deneyinde meydana gelen ekstra piklerin şiddetinin yüzeydeki film kalınlığının artması ile arttığı görülmüştür.

Şekil 4.14' te çamur konsantrasyonunda dağıtıcı kullanılmadan üretilen (B3) ve dağıtıcı kullanılarak üretilen (B4) Ti-6Al-4V köpüklerinin XRD sonuçları verilmiştir.



Şekil 4.12 : 34 g metalik toz kullanılarak üretilen (B1) ve 100 g metalik toz kullanılarak üretilen Ti-6Al-4V köpüğün (B2) XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N)).

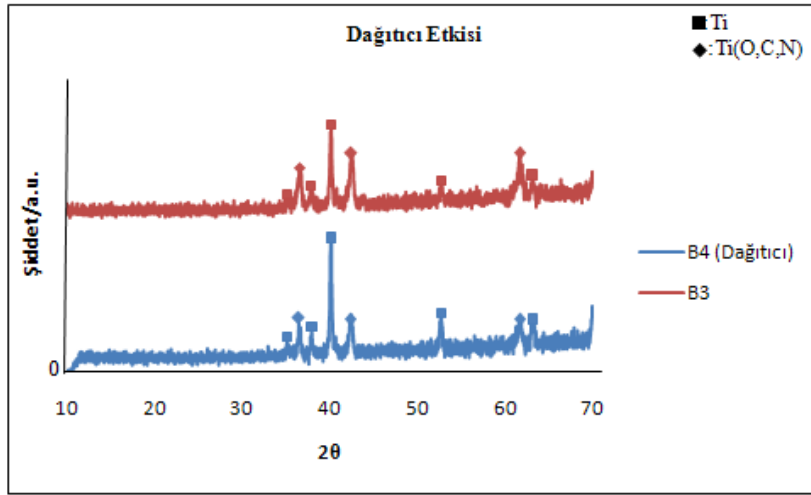


Şekil 4.13 : PU sünger giderme işlemi 2 adımda yapılarak üretilen (B2) ve 1 adımda yapılarak üretilen Ti-6Al-4V köpüğün (B3) XRD sonucu (Ti Kart No: 44-1294; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N)).

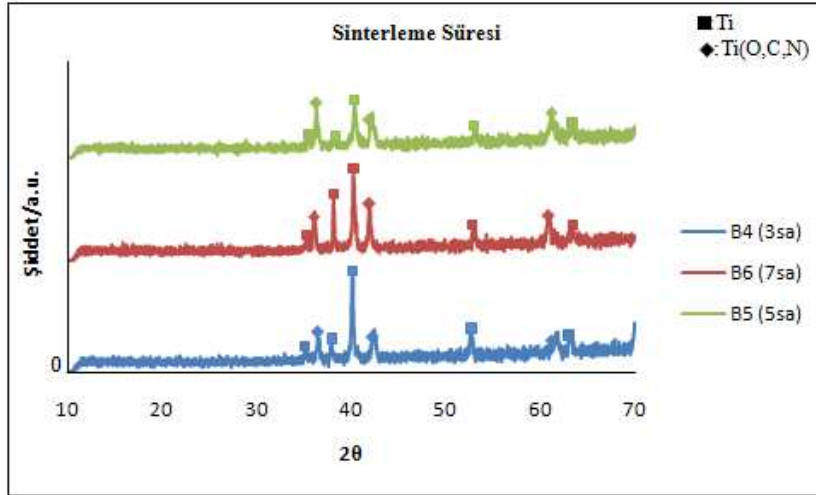
Ana yapı korunmuş olup benzer yapılar görünmektedir. Yüzeyde oluşan Ti(O, C, N) bileşiği ile meydana gelen ekstra piklerde çok fark görülmemekte olup dağıtıcı kullanımının yapıya belirgin bir etkisi gözlemlenmemiştir.

Şekil 4.15' te 3 sa (B4), 5 sa (B5) ve 7 sa (B6) sinterlenen Ti-6Al-4V köpüklerinin XRD sonuçları vermiş ve yapı Ti esaslı olup yüzeyde Ti(O, C, N) bileşiği oluşumu ile ekstra pikler görülmüştür. Sinterleme sürelerinin yapıda belirgin bir etkisi olmadığı görülmüştür.

Dekompozisyon sonucu C ve N açığa çıkaran poliüretan süngerin kullanılmasından ve titanyumun sıcaklık arttıkça atmosferik gazlar ile reaksiyonu gerçekleştiğinden



Şekil 4.14 : Çamur hazırlama prosesimde dağıtıcı kullanılmadan üretilen (B3) ve dağıtıcı kullanılarak üretilen Ti-6Al-4V köpüğün (B4) XRD sonucu (Ti Kart No: 44- 1294 ; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N)).



Şekil 4.15 : Sinterleme süresi 3sa (B4), 5sa (B5) ve 7sa (B6) olan Ti-6Al-4V köpüklerin XRD sonuçları (Ti Kart No: 44-1294; ■: Ti, ◆: Ti(O,C,N)).

köpüklerde meydana gelen kontaminasyonu engellemek oldukça güçtür. Ti köpük üretiminde vakum ortamında sinterleme yapan çalışmalarda 10^{-6} bar gibi yüksek vakum değerlerinde çalışılmıştır [27, 28, 57]. Bu çalışmada yüksek vakum değerlerine inilememiş ve pozitif argon basıncında çalışılmıştır.

XRD sonuçlarında Ar atmosferinde üretilen köpüklerin oksitlendiği ve TiO_2 (rutil) oluşturduğu, Ar atmosferi + vakum ortamında üretilen köpüklerin yüksek basınç ve yüksek sıcaklık altında oksijen, azot ve süngerlerin pirolizi sonucu karbon ile yüzeyde bileşik oluşturduğu (çekirdek kabuk yapı) ve bunun sonucunda Ti(C,O,N) esaslı faz oluştuğu gözlemlenmiştir.

Çamur köpüklendirme yöntemi ile köpük üreten diğer çalışmalara bakıldığında; Li ve grubu vakumlu ortamda üretilen Ti-6Al-4V köpükte karbon, azot, hidrojen ve oksijen miktarlarının arttığını saptamışlar [27]. Ahmad ve grubu hem Ar atmosferinde hem de vakum altında Ti köpük üretmişler ve Ar atmosferinde üretilen köpüklerde titanyum oksit (TiO_2) oluştuğunu ve vakum ortamında da süngerden kaynaklanan kontaminasyonlar olduğunu gözlemlemişlerdir [57]. Lee ve grubu ise TiH_2 toz kullanarak yüksek vakum altında Ti köpük üretmişler ve XRD analizinde sadece Ti piklerinin gözlemlemiş olup hiçbir kontaminasyon ile karşılaşmamışlardır [28].

Yer tutucu kullanılarak titanyum köpük üretilen bir çalışmada atmosfer kontrollü Al_2O_3 tüp fırında Ar atmosferi altında sinterleme yaparak yer tutucu olarak üretilen titanyumun üretilen köpük içindeki azot ve karbon ile reaksiyona girerek $TiN_{0,3}$, $C_{0,3}N_{0,7}Ti$ ve TiN gibi bileşikler oluşturduğunu ve yer tutucu olarak amonyum hidrojen karbonat (AHK) kullanıldığında titanyum içerisinde O, C ve N çözündüğünü saptamışlar [30]. Yer tutucu olarak üretilen bir başka çalışmada da sinterleme işlemi Ar atmosferinde yapılmış fakat titanyum köpüklerin oksitlendiği saptanmıştır [21].

4.5 Sertlik Ölçümü

Çizelge 4.9 ve 4.10' da A ve B deney gruplarında üretilen titanyum ve Ti-6Al-4V köpüklerinin mikro sertlik cihazında 100 gf yük ve 12 sn süre ile 10 farklı yerden ölçülmüş ve ortalaması hesaplanmış değerler verilmiştir.

Çizelge 4.9' da görüldüğü üzere, XRD sonuçlarında incelendiği üzere Ar atmosferinde üretilen A1 ve A2 titanyum köpüklerinin oksitlenmesi ile sertlik değerleri çok yüksek çıkmıştır. XRD sonuçlarına göre Ar atmosferi + vakum ortamında üretilen diğer titanyum köpüklerinin de çekirdek kabuk yapısının oluşarak yüzeyinde $Ti(O, C, N)$ bileşiğinin meydana gelmesi sertlik değerlerinin çok yüksek çıkmasına neden olmaktadır.

Çizelge 4.10' de verilen Ti-6Al-4V köpüklerinin XRD analiz sonuçlarında verildiği üzere yüzeylerinde oksijen, azot ve süngerden kaynaklanan karbon ile bileşik oluşturması ile yüzeyden alınan sertlik değerleri yüksek çıkmıştır.

Çizelge 4.9 : Ti köpüklerin köpüklerin Vickers sertlik değerleri.

Deney No	Metalik Toz Türü	Metalik Toz Miktarı, g	Su/ Bağlayıcı	Ortam	Sinterleme Sıcaklığı, °C	Sertlik, HV
A1	TiH ₂	34	10	Ar	1200	1045
A2	TiH ₂ +Al					1023
A3	TiH ₂			Ar + Vakum		956
A4	TiH ₂ +Al					436
A5	TiH ₂					743
A6		1300	815			
A7			715			

Çizelge 4.10 : Ti-6Al-4V köpüklerin Vickers sertlik değerleri.

Deney No	Metalik Toz Türü	Metalik Toz Miktarı, g	Dağıtıcı Miktarı,g	Ortam	Sinterleme Süresi, sa	Sertlik
B1	Ti-6Al-4V	34	-	Ar + Vakum	2	1030
B2		100	-		2	1025
B3			-		3	794
B4			0,6		3	624
B5			0,6		5	634,5
B6			0,6		7	644

Çizelge 2.4' te verildiği üzere titanyumun sertlik değeri 120-280 Vickers ve Ti-6Al-4V alaşımının sertlik değerleri de 300-400 Vickers olarak bilinmektedir (Çizelge 2.3) [32, 33].

Oksijen, hidrojen, azot ve karbon ara yer katı eriyikleri titanyum ve alaşımları içerisinde yüksek miktarda çözünmektedirler. Bu ara yer katı eriyikleri titanyumun sertlik değerlerini arttırmaktadırlar. Titanyumun oksitlenme, nitrürlenme ve karbürlenme sonucu sertlik üzerindeki etkisini incelemek için yapılan çalışmalarda yüzeylerden alınan sertlik değerlerinin en düşük 550 HV ve en yüksek 3000 HV değerinde olduğu saptanmıştır [30, 34-40]. Buradan yola çıkarak bu çalışmada

retilen kpklerin sertlik deęerlerinin beklenilenden yksek ıkma nedeninin retilen titanyum kpkte oluřan ekirdek kabuk yapısının ve yzeyde Ti(O, C, N) bileřięinin oluřması olarak aıklanabilir.

5. GENEL SONUÇLAR

Çamur köpüklendirme yöntemi ile titanyum ve Ti-6Al-4V köpükler üretilmiş ve genel sonuçları aşağıda verilmektedir.

- Çamur köpüklendirme yöntemi kolay ve ekonomik olmasına rağmen çamur viskozitesini ayarlamak zor bir işlemdir. Çamurun çok viskoz olması süngerin homojen şekilde kaplanmasını engellemekte ve çok akıcı olması da statik şartlar altında süngerde kalmasını engellemektedir. Bunun için su / bağlayıcı oranları üzerinde deneyler yapılmıştır. Su / bağlayıcı oranı 6,66 seçilerek çamur hazırlandığında çamurun çok viskoz olduğu gözlemlenmiş ve oran 10 olduğunda çamur viskozitesinin süngerin homojen olarak kaplanması için yeterli olduğu saptanmıştır.
- En iyi su / bağlayıcı oranının 10 olduğu kabul edilerek Ti-6Al-4V köpük üretimi için hazırlanan çamurların su / bağlayıcı oranı sabit tutulmuştur. Ti-6Al-4V tozu ile hazırlanan ilk çamur konsantrasyonunda çökmeler meydana gelmiştir. Çökmeleri önlemek için öncelikle metalik toz miktarı artırılmıştır. Çok hızlı çökmeler gözlemlenmemiş fakat tozların sünger üzerinde homojen dağılmadığı görülmüştür. Bu yüzden daha homojen çamur konsantrasyonu elde etmek için dağıtıcı ilave edilmiş ve tozların sünger üzerinde yeterince dağıldığı görülmüştür.
- Çamur emdirilen PU süngerler gece boyunca oda sıcaklığında ve 3 saat 100 °C sıcaklığında etüvde tutularak kurutulmuştur. Kurutma işleminden sonra yapıdaki sünger gidermek ve metalik tozu sinterlemek için fırınlama işlemleri yapılmıştır.
- PU süngeri gidermek için öncelikle TGA ve DTA sonuçları incelenmiş ve bu sonuca göre ilk deneylerde iki aşamada PU sünger giderilmiştir (A1, A2, A3, A4, B1 ve B2 deneyleri). Daha sonraki deneylerde (A5, A6, A7, B3, B4, B5 ve B6 deneyleri) tek aşamada PU giderme işlemi yapılmıştır. İki adımda ve tek adımda sünger giderme işlemi ile üretilen köpüklerin yapılarında farklılık görülmemiş ve deneylere tek adımda sünger giderme işlemi kullanılarak devam edilmiştir.

- Sinterleme verimini iyileştirmek için sinterleme süreleri arttırılmış ve Ti-6Al-4V köpük üretimi için en iyi sonuçlar 1300 °C sıcaklıkta 5 ve 7 saat sinterleme ile elde edilmiştir (B5 ve B6 deneyleri).
- İlk deneylerde PU sünger giderme ve sinterleme işlemleri Ar atmosferli yatay tüp fırında yapılmış (A1 ve A2), fakat oksitlenme bir türlü engellenememiştir. Bu yüzden Ar atmosferli vakumlu ortamda sünger giderme ve sinterleme işlemleri yapılarak deneylere devam edilmiştir. Deneylerde de yüksek vakum değerlerine inilemediği için ve ortamda bulunan oksijen, azot ve süngerden gelen karbona titanyumun afinitesi yüksek olduğu için üretilen titanyum ve Ti-6Al-4V köpüklerinde Ti(C,O,N) esaslı faz yapısına rastlanmıştır.
- Üretilen köpüklerin XRD analizleri incelendiğinde Ar atmosferinde üretilen titanyum köpüklerin rutil (TiO₂) faz oluşturduğu görülmüştür. Ar atmosferli vakum altında üretilen köpüklerde de Ti esaslı yapının korunduğu fakat piklerde kısmen kaymalar ve ekstra piklerin olduğu görülmüştür. Bunun nedeni, ortamda bulunması muhtemel oksijen, azot ve süngerden gelen karbonun titanyum ile köpük yüzeyinde bileşik Ti(C,O,N) oluşturması ve çekirdeğin titanyum olarak kalması olabilir (çekirdek kabuk yapı).
- Mikro sertlik ölçümleri sonucunda sertlik değerleri yüzeyde oluşan Ti(C,O,N) bileşiği nedeniyle yüksek çıkmıştır.
- Üretilen Ti ve Ti-6Al-4V köpüklerin kimyasal formunu koruması ve yüzeyde ince bir oksit filmin oluşması (çekirdek kabuk yapı) biyo malzemelerde kullanımını uygun kılmaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] Gibson, L. J. and Ashby, M. F., 1997: Cellular Solids Structure and Properties Second Edition, Cambridge University Press, United Kingdom, p. 1-4.
- [2] Baumeister, J., Banhart, J. and Weber, M., 1997: Aluminium Foams for Transport Industry, *Materials and Design*, **18**, p. 217-220.
- [3] Bram, M., Stiller, C., Buchkremer, H. P., Stöver, D. and Baur, H., 2000: High-Porosity Titanium, Stainless Steel, and Superalloy Parts, *Advanced Engineering Materials*, **2**, No. 4, p. 196-199.
- [4] Elbir, S., Yılmaz, S. ve Güden, M., 1999: Kapalı Hücreli Alüminyum Köpük Metallerin Üretim Metodları ve Mekanik Özellikleri, *TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası Dergisi*, **120**, p. 35-42.
- [5] Amjad, S., 2001: Thermal Conductivity and Noise Attenuation in Aluminium Foams, A dissertation submitted for the degree of Master of Philosophy in Materials Modelling at the University of Cambridge, p. 10.
- [6] Banhart, J., 2000: Metallic foams: challenges and opportunities, *Eurofoam2000*, MIT-Verlag Bremen, p. 13-20.
- [7] Banhart, J. and Weaire, D., 2002: On the Road Again: Metal Foams Find Favor, *American Institute of Physics*, p. 37-42.
- [8] Dunand, D. C., 2004: Processing of Titanium Foams, *Advanced Engineering Materials*, **6**, No. 6, p. 369-376.
- [9] Banhart, J., 2000: Manufacture, Characterisation and Application of Cellular Metals and Metal Foams, *Progress in Materials Science*, **46**, p. 559-632.
- [10] Çinici, H., 2004: Toz Metalurjisi Yöntemi ile Alüminyum Esaslı Metalik Köpük Üretimi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü *Yüksek Lisans Tezi* (Metal Eğitimi), p. 4.
- [11] Degischer, H. P. and Kriszt, B., 2002: Handbook of Cellular Metals: Production, Processing, Applications, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 3-527-60055-8 (Electronic), p. 3-4,179-180,313-319.
- [12] Banhart, J., 2000. Properties and Applications of Cast Aluminium Sponges, *Advanced Engineering Materials*, **2**, No.4, p. 188-191.
- [13] Prakash, G. O., Sang, H. and Embury, J. D., 1995: Structure and properties of Al-Si foam, *Materials Science Engineering*, **A 199**, p. 195-203.
- [14] Miyoshi, T., Itoh, M., Akiyama, S. and Kitahara, A., 2000: Alporas aluminium foam: production process, properties and applications, *Advanced Engineering Materials*, **4**, p. 179-183.

- [15] Haydn, N. and Wadley, G., 2002: Cellular metals manufacturing, *Advanced Engineering Materials*, **10**, p. 726-733.
- [16] M. F. Ashby, Evans, A., Fleck, N. A., Gibson, L.J., Hutchinson, J.W. and Wadley H.N.G., 2000: Metal Foams A Design Guide, *Elsevier Science*, USA, (Electronic), p. 14.
- [17] Wadley, H. N. G., 2002: Cellular Metals Manufacturing, *Advanced Engineering Materials*, **4**, No. 10, p. 726-733.
- [18] Polat, B.D., Keleş, Ö., ve Taptık, Y., 2010: Metalik Köpükler, Alüminyum Metalik Köpük ve Üretim Yöntemleri, *Metal Dünyası*, **205**, p. 2-7.
- [19] Url-1 <http://www.wired.co.uk/news/archive/2011-01/24/aluminium-foam>, erişim tarihi 25.06.2011.
- [20] Url-2 <http://sbir.nasa.gov/SBIR/abstracts/00/sbir/phase2/SBIR-00-2-03.05-8009.html>, erişim tarihi 27.04.2011.
- [21] Kotan, G., 2006: Production and Characterization of Porous Titanium and Ti-6Al-4V, Middle East Technical University *Master Thesis*, p. 16-20.
- [22] Spoerke, E. D., Murray, N. G., Li, H., Brinson, C., Dunand, D. C. and Stupp, S. I., 2005. A bioactive titanium foam scaffold for bone repair, *Acta Biomaterialia*, **1**, p. 523-533.
- [23] Url-3 <http://sevgifiziktedavi.com/osteoporoz.php>, erişim tarihi 25.06.2011.
- [24] Cachinho, S. C. P. and Correia, R. N., 2008: Titanium scaffolds for osteointegration: mechanical, in vitro and corrosion behavior, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, **19**, p. 451-457.
- [25] Hızal, A., 2007: Designing and processing of porous Ti6Al4V cages for spinal surgery, Mechanical Engineering Izmir Institute of Technology *Master Thesis*, p. 1,36.
- [26] Ryan, G., Pandit, A. and Apatsidis P. D., 2005: Fabrication methods of porous metals for use in orthopaedic applicaitons, *Biomaterials* **27**, p. 2651-2670.
- [27] Li, J.P., Li, S. H., Blitterswijk, C. A. V. and Groot, K., 2004: A novel porous Ti6Al4V: Characterization and cell attachment, *Wiley Interscience*, DOI: 10.1002, p. 223-233.
- [28] Lee, J. H., Kim, H. and Koh, Y. H., 2009: Highly porous titanium (Ti) scaffolds with bioactive microporous hydroxyapatite/TiO₂ hybrid coating layer, *Materials Letters*, **63**, p. 1995-1998.
- [29] Akar, E., 2005: Processing and Mechanical Testing of Ti6Al4V Foams for Hard Tissue Implant Applications, Mechanical Engineering Izmir Institute of Technology *Master Thesis*, p. 2.
- [30] Tunçer, N., 2006: Metalik Köpük Malzemelerin Üretimi ve Karakterizasyonu, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü *Yüksek Lisans Tezi*, p. 17,18,49,56.
- [31] Archbold, A., 1999: Sintering Temperature Effects On The Mechanical Properties of Porous-Coated Ti-6Al-4V ELI Alloy, University of Toronto *Master Thesis*, p. 4,13-14.

- [32] Url-4 <http://www.aerospacemetals.com/contact-aerospace-metals.html>, erişim tarihi 25.01.2011.
- [33] Totten, G. E., Xie, L. and Funatani, K., 2004: Handbook of Mechanical Alloy Design, Marcel Dekker, New York, p. 539-547.
- [34] Lefebvre, L. P. and Baril, E., 2008: Effect of oxygen concentration and distribution on the compression properties on titanium foams, *Advanced Engineering Materials*, **10**, p. 868-876.
- [35] Borgioli, F., Galvanetto, E., Iozzelli, F. and Pradelli, G., 2005. Improvement of wear resistance of Ti-6Al-4V alloy by means of thermal oxidation, *Materials Letters*, **59**, p. 2159-2162.
- [36] Coşkun, E., 2006: Akışkan Yataklı Isıl İşlem Sistemlerinde Saf Titanyumun Nitrasyonu, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü *Yüksek Lisans Tezi*, p. 35-40.
- [37] Yalçın, B., 2007: Toz Metalurjisi Yöntemiyle İmal Edilen Titanyum Alaşımı İmplantların Temel Özelliklerinin Araştırılması, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü *Doktora Tezi*, p. 76,89-93
- [38] Pişken, B., 2007. Titanyum ve Alaşımlarının Termal Oksidasyon Özelliklerine TiN Kaplamanın Etkilerinin İncelenmesi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü *Yüksek Lisans Tezi*, p. 5,39,56-60.
- [39] Üçüncüoğlu, S., 2008: Titanyum Sert-Alfa Fazının Değişik Yöntemlerle Üretilmesi ve Karakterizasyonu, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü *Yüksek Lisans Tezi*, p. 42.
- [40] Göbel, M., Haanappel, V. A. C. and Stroosnijder, M. F., 2001: On the determination of diffusion coefficients of oxygen in one-phase Ti (α -Ti) and two-phase Ti-4Nb (α - and β -Ti) by micro-hardness measurements, *Oxidation of Metals*, **55**, p. 137- 151.
- [41] Long, M. and Rack, H. J., 1997: Titanium alloys in totaljoint replacement-a materials science perspective, *Biomaterials*, **19**, p. 1621-1639.
- [42] Pajunen, M. and Kivilahti, J., 1992: Thermodynamic Analysis of Titanium-Oxygen System, *Zeitschrift für Metallkunde*, **83**, p. 17-20.
- [43] Murray, N. G. D. and Dunand, D. C., 2004: Effect of thermal history on the superplastic expansion of argon-filled pores in titanium: Part 1 kinetics and microstructure, *ActaMaterialia*, **52**, p. 2269-2278.
- [44] Oh, I.H., Nomura, N., Masahashi, N. and Hanada, S., 2003: Mechanical properties of porous titanium compacts prepared by powder sintering, *Scripta Materialia*, **49**, p. 1197-1202.
- [45] Thieme, M., Wieters, K.P., Bergner, F., Scharnweber, D., Worch, H., Hdop, J., Kim, T.J. and Grill, W., 2001: Titanium powder sintering for preparation of a porous functional material destined for orthopaedic implants, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, **12**, p. 225-231.
- [46] Wen, C.E., Mabuchi, Y., Yamada, Y., Shimojima, K., Chino, Y. and Asahina, T., 2001: Processing of biocompatible porous Ti and Mg, *Scripta Materialia*, **45**, p. 1147-1153.

- [47] Schwartzwalder, K. and Somers, A. V., 1963: Method of Making Porous Ceramic Articles, *US Patent No.* 3,090,094.
- [48] Montanaro, L., Jorand, Y., Fantozzi, G. and Negro, A., 1998: Ceramic Foams by Powder Processing, *Journal of the European Ceramic Society*, **18**, p. 1339-1350.
- [49] Oliveira, C. F. A., Dias, S., Vaz, M. F. and Fernandes, J. C., 2006: Behaviour of open-cell cordierite foams under compression, *Journal of the European Ceramic Society*, **26**, p. 179-186.
- [50] Saggio-Woyansky, J., Scott, C. E. and Minnear, W. P., 1992: Processing of porous ceramics, *American Ceramic Society Bulletin*, **71**, p. 1674-1682.
- [51] Zhu, X., Jiang, D. and Tan, S., 2002: The control of slurry rheology in processing of reticulated porous ceramics, *Materials Research Bulletin*, **37**, p. 541-553.
- [52] Li, J. P., Blitterswijk, C. A. V. and Groot, K., 2004: Factors having influence on the rheological properties of Ti6Al4V slurry, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, **15**, p. 951-958.
- [53] Urtekin, L., 2008: Toz Enjeksiyon Kalıplanmış Steatit Seramiklerin Özelliklerine Kalıplama ve Sinterleme Parametrelerinin Etkisinin İncelenmesi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü *Doktora Tezi*, p. 19.
- [54] Lucacci, G., 2010: Adsorption Performances and Application Study of Ceramic Foams, Technical University of Lisbon Instituto Superior Técnico *Master Thesis*, p. 11-12.
- [55] Zhu, X., Jiang, D. and Tan, S., 2001: Reaction bonding of open cell SiC-Al₂O₃ composites, *Materials Research Bulletin*, **36**, p. 2003-2015.
- [56] Kang, S. L., 2005: SINTERING: Densification, Grain Growth & Microstructure, *Elsevier Butterworth Heinemann*, p. 39-40.
- [57] Ahmad, S., Muhamad, N., Muchtar, A., Sahari, J. and Jamaludin, K. R., 2008: Sintering Effect for Titanium Foam Prepared by Slurry Method, *Proceedings of the 18th International Conference on Flexible Automation and Intelligent Manufacturing 2008*, University of Skovde, Sweden, June 30-July 2.
- [58] Cachinho, S. C. P. and Correia, R. N., 2007: Titanium porous scaffolds from precursor powders: rheological optimization of TiH₂ slurries, *Powder Technology*, **178**, p. 109-113.
- [59] Zhao, J., Lu, X. and Weng, J., 2008: Macroporous Ti-based composite scaffold prepared by polymer impregnating method with calcium phosphate coatings, *Materials Letters*, **62**, p. 2921-2924.
- [60] Ahmad, S., Muhamad, N., Muchtar, A., Sahari, J. and Jamaludin, K. R., 2008: Producing of titanium foam using titanium alloy (Al₃Ti) by surry method, *Brunei International Conference of Engineering and Technology (BICET) 2008*, Brunei Darulssalam, 3-4 November.

- [61] **Hassan, C. M., Trakampan, P. and Peppas, N.** 2002: Water solubility characteristics of poly(vinyl alcohol) and gels prepared by freezing/thawing processes, *Chemistry and Materials Science*, DOI: 10.1007, p. 31-40.

EKLER

EK A 1: Üretilen titanyum köpüklerin metal ışık mikroskopundan alınan görüntüleri.

EK A.2: Üretilen titanyum köpüklerin metal ışık mikroskopundan alınan görüntüleri.

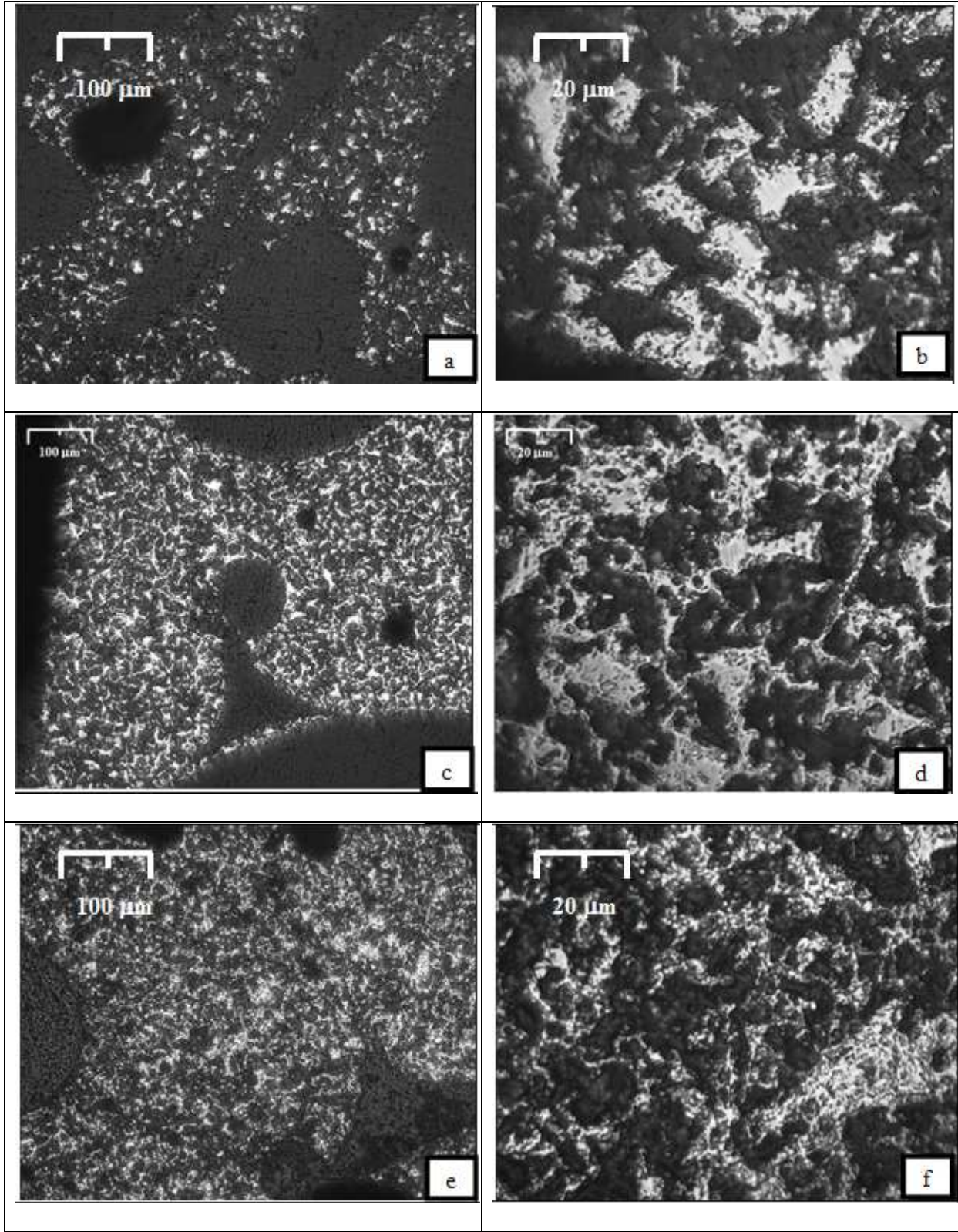
EK A.3: Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin metal ışık mikroskopundan alınan görüntüleri.

EK A.4: Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin metal ışık mikroskopundan alınan görüntüleri.

EK A.5: Üretilen titanyum köpüklerin SEM görüntüleri.

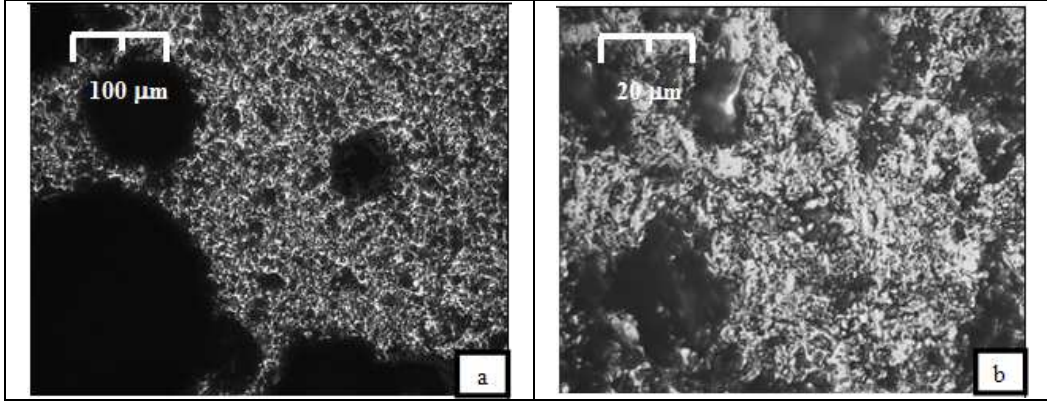
EK A.6: Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin SEM görüntüleri.

EK A.1: Üretilen titanyum köpüklerin metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri



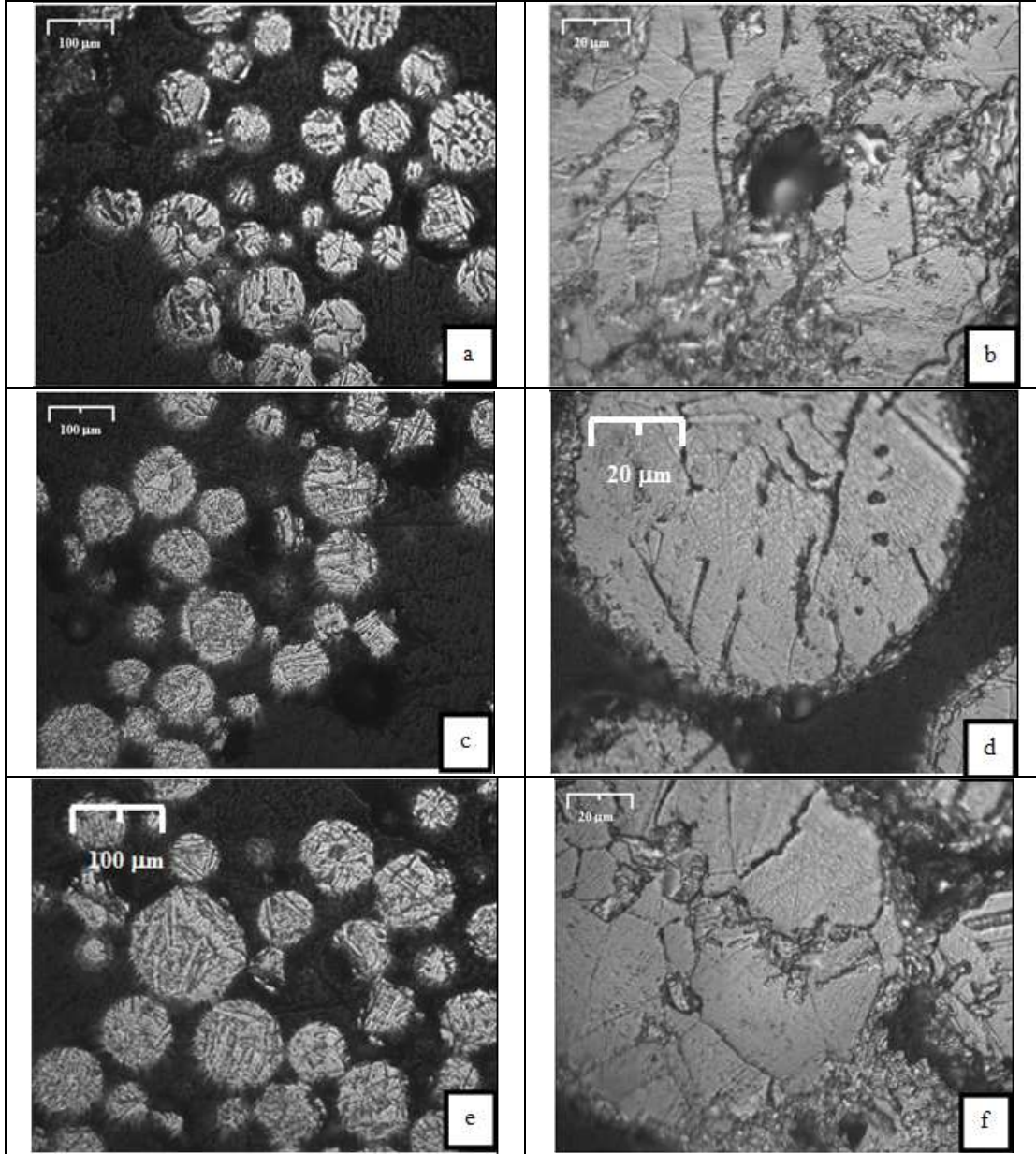
Şekil A.1 : Üretilen titanyum köpüklerin: (a), (b) A4 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) A5 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) A6 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.

EK A.2: Üretilen titanyum köpüklerin metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri



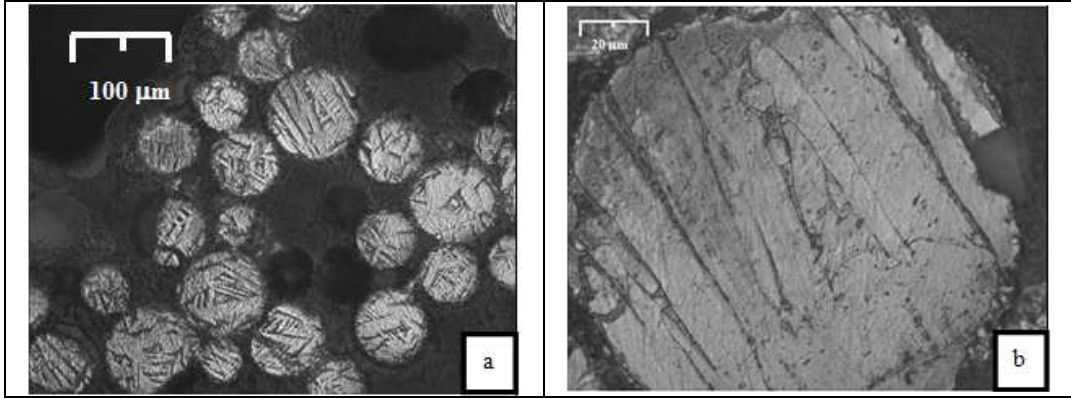
Şekil A.2 : Üretilen titanyum köpüklerin: (a), (b) A7 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.

EK A.3: Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri



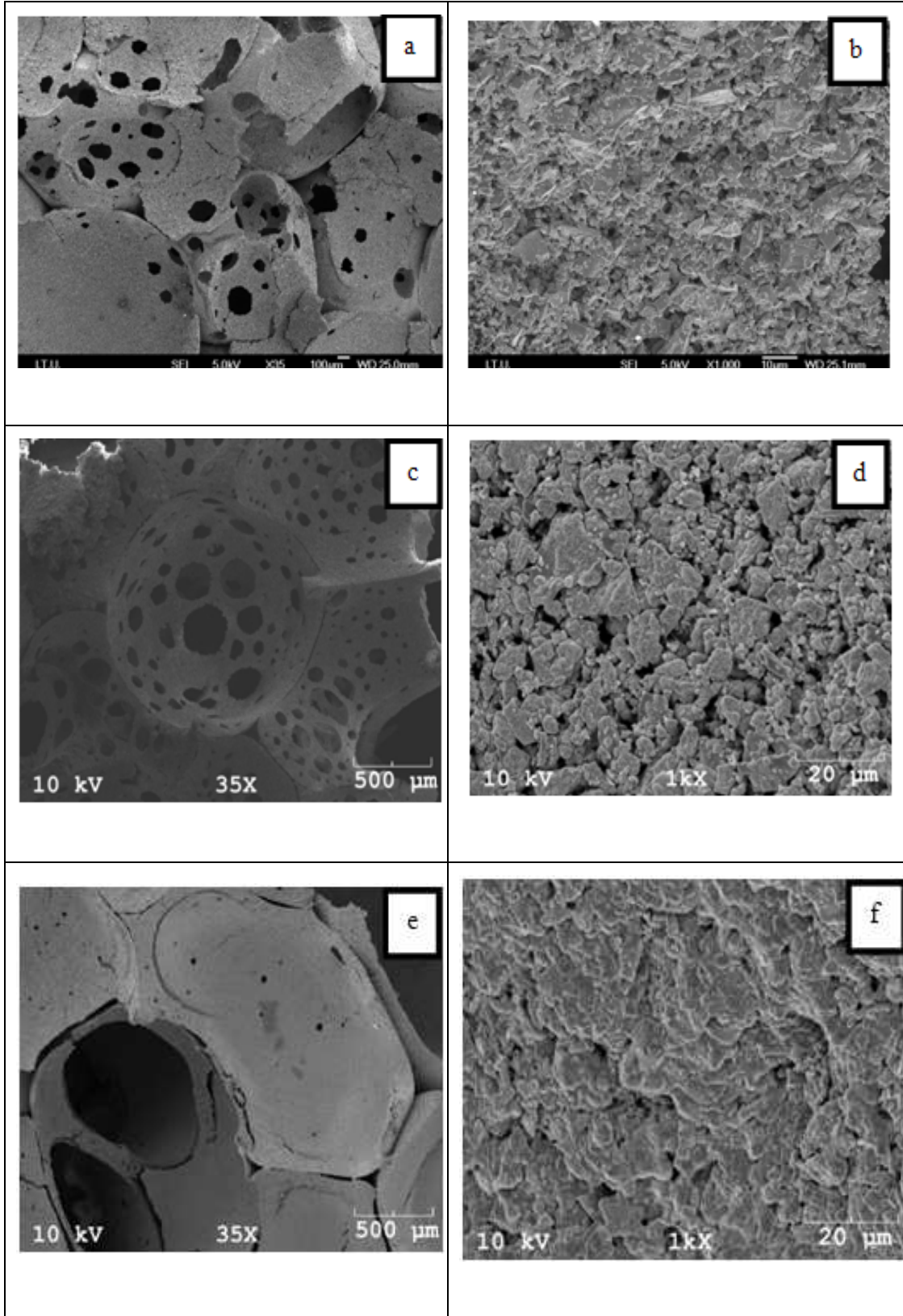
Şekil A.3 : Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin: (a), (b) B1 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) B2 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) B3 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.

EK A.4: Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri



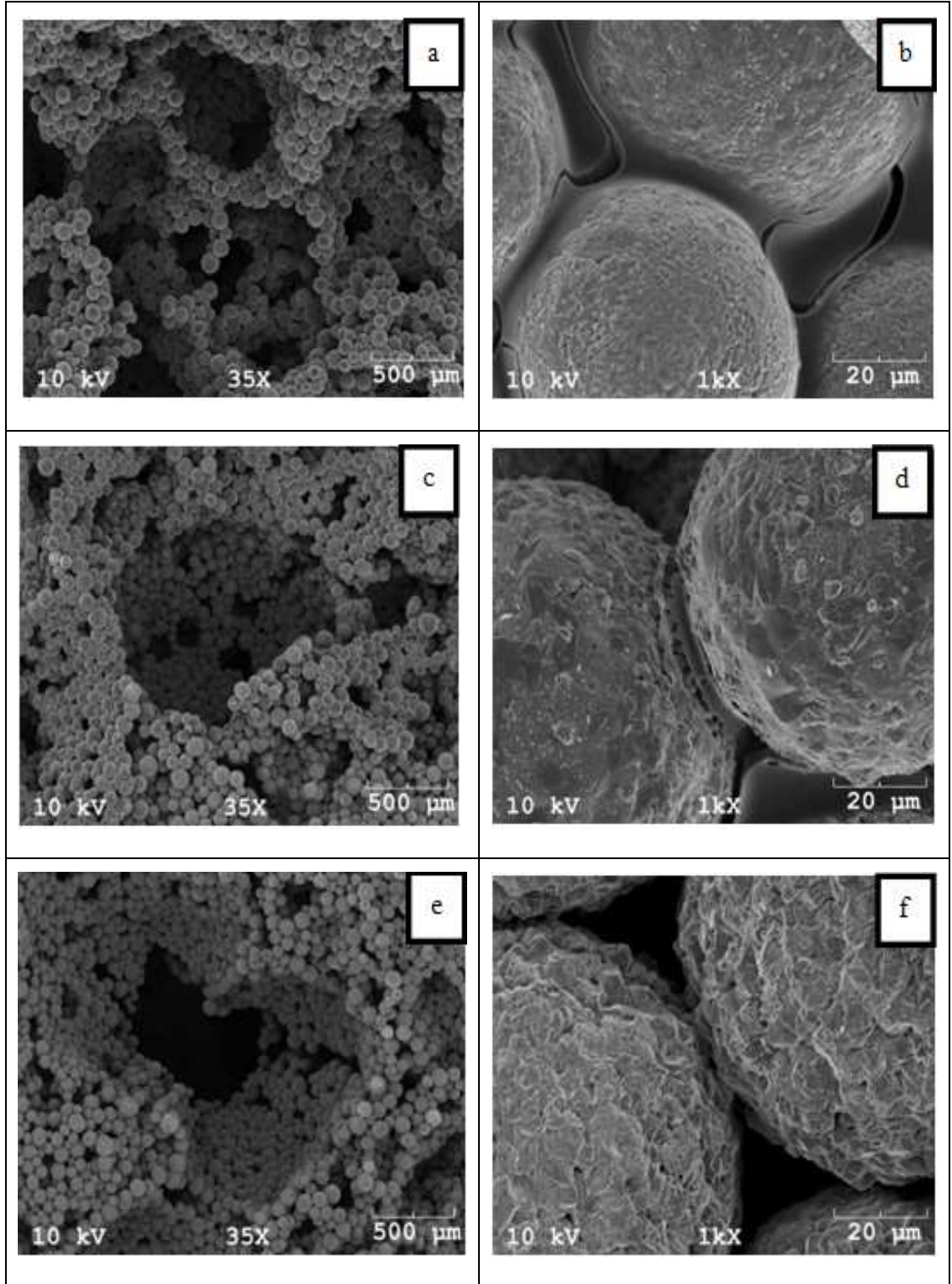
Şekil A.4 : Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin: (a), (b) B5 deneyinde üretilen köpüğün metal ışık mikroskobundan alınan görüntüleri.

EK A.5: Üretilen titanyum köpüklerin SEM görüntüleri



Şekil A.5 : Üretilen titanyum köpüklerin: (a), (b) A5 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) A6 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) A7 deneyinde üretilen köpüğün SEM görüntüleri.

EK A.6: Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin SEM görüntüleri



Şekil A.6 : Üretilen Ti-6Al-4V köpüklerin: (a), (b) B1 deneyinde üretilen köpüğün (c), (d) B2 deneyinde üretilen köpüğün (e), (f) B3 deneyinde üretilen köpüğün taramalı elektron mikroskopundan (SEM) alınan görüntüleri.

ÖZGEÇMİŞ

Ad Soyad : Emel DANACI

Doğum Yeri ve Tarihi : Sinop, 05.02.1985

Lise : 2000-2003 Samsun Milli Piyango Anadolu Lisesi

Lisans : 2003-2008 Yıldız Teknik Üniversitesi
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

Yüksek Lisans : 2008- İstanbul Teknik Üniversitesi
Malzeme Mühendisliği

Adres : Üsküdar / İstanbul