

**GÖZENEKLİ TİTANYUMDA
YAPI-ÖZELLİK İLİŞKİSİ**

Nihan TUNÇER

Doktora Tezi

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Mart-2011

**Bu tez çalışması Anadolu Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu
Başkanlığı tarafından desteklenmiştir. Proje No: 080250**

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Nihan Tunçer'in “**Gözenekli Titanyumda Yapı-Özellik İlişkisi**” başlıklı **Seramik Mühendisliği** Anabilim Dalındaki, Doktora Tezi 03.02.2011 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	Adı-Soyadı	İmza
Üye (Tez Danışmanı)	: Doç. Dr. GÜRSOY ARSLAN	
Üye	: Prof. Dr. MUSTAFA GÜDEN	
Üye	: Prof. Dr. ENDER SUVACI	
Üye	: Prof. Dr. ŞAKİR BOR	
Üye	: Prof. Dr. SAVAŞ KOPARAL	

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
..... tarih ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü

ÖZET

Doktora Tezi

TİTANYUM KÖPÜKLERDE YAPI-ÖZELLİK İLİŞKİSİ

Nihan Tunçer

Anadolu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Gürsoy ARSLAN

2011, 244 sayfa

Yüksek gözeneklilikteki malzemeler sıradışı mekanik özellikleri sebebiyle son 10 yılda artan bir ilgi görmektedir. En popüler metalik köpükler arasında ise titanyum (Ti), yüksek mukavemet/ağırlık oranı, mükemmel korozyon direnci ve biyoyumluluğu sebebiyle ayrı bir yere sahiptir. Bu doktora tezinde, % 25 - % 75 arasında gözeneklilik, 140 µm – 2 mm arasında gözenek boyutu ve farklı gözenek şekillerine sahip titanyum köpükler yer tutucu yöntemiyle üretilmiş, süreç ve malzeme değişkenlerinin köpük yapısı üzerindeki etkileri X-ışını mikrotomografisi ve 3 boyutlu görüntü analizi yöntemleri ile incelenmiştir. Sinterleme sırasında gözenek duvarlarının kalınlaştığı tespit edilmiştir. Artan yer tutucu boyutunun paketleme ve sinterleme verimini düşürmesi sebebiyle duvar içi gözenek miktarını arttırdığı gözlenmiştir. Üretilen köpüklerin mezoyapı – basma davranışı ilişkisi, enerji soğurma kabiliyeti ve gerinim hızı hassasiyeti sistematik şekilde belirlenmiştir. Köpüğün mekanik özellikleri üzerindeki en etken mimari özelliğin gözenek şekli olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Titanyum, metalik köpük, sinterleme, mikrotomografi

ABSTRACT

PhD Dissertation

STRUCTURE- PROPERTY RELATIONSHIP in TITANIUM FOAMS

Nihan Tunçer

**Anadolu University
Graduate School of Sciences
Ceramic Engineering Program**

**Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Gürsoy ARSLAN
2011, 244 pages**

Porous structures have been of interest due to their extraordinary mechanical and functional properties over the past few decades. Titanium and its alloy foams is one of the most popular metallic foams on account of their excellent mechanical properties, chemical stability, and biocompatibility. In this PhD thesis, titanium foams with different pore morphology, pore size and porosity ranging between 140 μm – 2 mm, 35 – 75 %, respectively were produced by space holder method. Changes in architectural features such as pore size and cell wall thickness distributions, cell wall porosity, before and after sintering, were investigated by the use of x-ray microtomography. Sintering was found to increase mean cell wall thickness measured due to closure of cell wall pores. Increasing spacer fraction and decreasing spacer size resulted in denser cell walls due to enhancement in compaction and sintering. Effect of foam architecture on mechanical properties, energy absorption capacity and strain-rate sensitivity was investigated systematically. It has been demonstrated that the most significant effect on mechanical properties belongs to cell morphology.

Keywords: Titanium, metallic foams, sintering, microtomography

TEŞEKKÜR

Bu doktora çalışmasının şekillenerek bugünkü haline gelmesindeki katkıları, anlayışı ve desteğinden dolayı öncelikle danışmanım Doç. Dr. Gürsoy ARSLAN'a,

Doktora tezim süresince uluslararası ortak çalışmalar yapmama, yurtdışında düzenlenen konferans ve eğitim organizasyonlarına katılımı destekleyerek mesleki tecrübemi arttırmama ve bu alanda uzman olan değerli araştırmacılar ve bilim adamlarıyla tanışıp fikir alışverişinde bulunmama olanak sağlayan ANADOLU ÜNİVERSİTESİ'ne,

Yüksek lisans ve doktora tez konumu belirlemede bize yol gösteren Prof. Dr. Şakir BOR'a ve tez izleme jürilerime İzmir'den Eskişehir'e uzun bir yol katedip gelerek bu alandaki tecrübeleri ile büyük katkı sağlayan Prof. Dr. Mustafa GÜDEN'e,

Fransa ile yaptığımız işbirliğinin tohumlarını atan, tez izleme jürilerimde değerli tecrübeleri ile çalışmama büyük katkı sağlayan Prof. Dr. Ender SUVACI'ya,

Tezim boyunca beni Fransa'da defalarca misafir ederek hiçbir karşılık beklemeden doktora çalışmama yardımcı olan, bana X-ışını mikrotomografisi ve görüntü analizi yöntemlerini büyük sabırla öğreten, tezin şekillenmesinde çok büyük katkıları olan Dr. Eric MAIRE ve Dr. Luc SALVO'ya,

Fransa'da çalıştığım süre boyunca her defasında bana evlerini açan, kendi evimdeymişcesine rahatça çalışmamı sağlayan, manevi desteklerini asla esirgemeyen kuzenim Dr. Fikri TÜRKAY ve eşi Dr. Figen TÜRKAY'a,

Tez çalışmalarım süresince destekleri ve anlayışları için başta büyük özveri gösteren oda arkadaşlarım Gülsüm TOPATEŞ ve Boğaç POYRAZ olmak üzere bütün bölümümüz araştırma görevlileri ve çalışanlarına,

Bu meşakkatli ve uzun süreçte bana pozitif enerjileri ve destekleri ile moral kaynağı olan teyzem Şükran KORALTAN, mate'im Orkun TUNÇKAN ve diğer yarım Erkan TAŞ'a,

Tezim boyunca bölümümüz laboratuvarlarında zaman zaman karşılaştığım teknik sorunlara anında ve etkin müdahaleleri için Seyfi YAMAK'a,

Ve tabii ki onlarsız bugünkü noktaya gelemeyeceğim, arkamda desteklerini her zaman hissettiğim, bana her zaman inanan, güvenen annem Av. Feyhan TUNÇER, babam Av. Orhan TUNÇER ve kardeşim Serhan TUNÇER'e çok teşekkür ederim.

Nihan TUNÇER

Mart 2011

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xxii
KISALTMALAR VE SEMBOLLER DİZİNİ.....	xxv

1. GİRİŞ	1
2. MALZEME ÖZELLİKLERİ	1
2.1. Metalik Köpükler	1
2.1.1. Üretim yöntemleri ve sınıflandırılması.....	3
2.1.2. Uygulama alanları.....	6
2.2. Titanyum Metali ve Titanyum Köpükler.....	7
2.2.1. Titanyum köpükler ve üretim yöntemleri	14
2.2.2. Titanyum köpüklerin uygulamaları ve potansiyel kullanım alanları	18
2.2.2.1. Kemik ve diş implantları	19
2.2.2.2. Hava ve uzay taşıtlarında yapısal elemanlar.....	21
3. GÖZENEKLİ MALZEMELERE UYGULANAN KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ	22
3.1. Yapısal Karakterizasyon.....	23
3.1.1. Makroskopik karakterizasyon	23
3.1.1.1. Göreceli yoğunluk ölçümü	23
3.1.1.2. Sıvı geçirgenliği	24
3.1.2. Mezoskopik karakterizasyon.....	24
3.1.2.1. Gözenek boyut dağılımı analizi	24
3.1.2.2. Üç boyutlu X-ışını mikrotomografisi ve görüntü analizi	24
3.1.3. Mikroskopik karakterizasyon	27
3.1.3.1. Metalografik karakterizasyon	27
3.1.3.2. Safsızlık miktarı ölçümü	28
3.2. Mekanik Karakterizasyon.....	28

3.2.1. Gözenekli malzemelerde basma testi.....	29
3.2.2. Sertlik.....	30
3.2.3. Dinamik basma testi	31
4. GÖZENEKLİ MALZEMELERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİ	32
4.1. Tanımlar.....	32
4.2. Gözenekli Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Modellenmesi.....	37
4.2.1. Sabit köpük yapısı	38
4.2.1.1. Açık gözenekli köpükler	38
4.2.1.2. Kapalı gözenekli köpükler.....	43
4.2.2. Değişken köpük yapısı.....	44
4.2.2.1. Mikro mertebede yapı değişimleri	46
4.2.2.2. Mezo mertebede yapı değişimleri.....	49
4.2.3. Modelleme çalışmaları genel sonuçlar	51
4.3. Gözenekli Malzemelerin Mekanik Özellikleri Üzerine Yapılmış Deneysel Çalışmalar.....	52
4.3.1. Doğrusal elastik davranış	52
4.3.1.1. Gözenek boyutunun etkisi	53
4.3.1.2. Gözenek şeklinin etkisi	55
4.3.1.3. Gözenek boyut dağılımı etkisi	56
4.3.2. Plastik davranış.....	56
4.4. Titanyum Köpüklerle Yapılan Deneysel Çalışmalar	63
4.4.1. Doğrusal elastik davranış	63
4.4.2. Plastik davranış.....	64
5. LİTERATÜR SONUÇLAR	68
6. AMAÇLAR	71
7. GEREÇ ve YÖNTEM	72
7.1. Gereç.....	72
7.2. Yöntem	74
7.2.1. Yapısal karakterizasyon.....	76
7.2.1.1. Yoğunluk ve boyut ölçümleri	76
7.2.1.2. Açık/kapalı gözenek oranı ölçümleri	76
7.2.1.3. Mikroyapı görüntüleri	76

7.2.1.4 Oksijen-hidrojen-azot ölçümleri	76
7.2.1.5 Üç boyutlu X-ışını mikrotomografisi.....	77
7.2.2. Mekanik karakterizasyon	85
7.2.2.1. Yarı-statik basma testleri.....	85
7.2.2.2. In-situ basma testleri	86
7.2.2.3. Dinamik basma testleri.....	87
8. TOZ METALÜRJİSİ DEĞİŞKENLERİ – MİMARİ YAPI İLİŞKİSİ	88
8.1. Sinterleme Sırasında Köpük Yapısında Meydana Gelen Değişimler	88
8.2. Süreç Değişkenleri	93
8.2.1. Sinterleme sıcaklığı	93
8.2.2. Sinterleme atmosferi	101
8.3. Malzeme Değişkenleri.....	104
8.3.1. Titanyum toz boyutu.....	104
8.3.2. Yer tutucu miktarı.....	111
8.3.3. Yer tutucu boyutu	124
8.3.4. Yer tutucu şekli.....	145
9. MİMARİ YAPI – MEKANİK ÖZELLİK İLİŞKİSİ	161
9.1. Gözenek Miktarı.....	165
9.2. Duvar İçi Gözenekliliği	177
9.3. Gözenek Boyutu.....	180
9.4. Gözenek Şekli	185
9.5. Gerinim Hızı	194
9.6. Mimari Özellik - Mekanik Özellik İlişkisi Genel Sonuçlar.....	198
10. ENERJİ SOĞURMA KABİLİYETİ	201
10.1. Gözenek Miktarı.....	201
10.2. Gözenek Boyutu.....	211
10.3. Gözenek Şekli	224
10.4. Enerji Soğurma Kabiliyeti Genel Sonuçlar	231
11. GENEL SONUÇLAR VE GELECEK ÇALIŞMALAR	232
11.1. Genel Sonuçlar	232
11.2. Gelecek Çalışmalar.....	234
12. KAYNAKLAR	236

ŞEKİLLER DİZİNİ

2.1. Doğal gözenekli malzemeler; (a) mantar, (b) ağaç, (c) sünger, (d) trabeküler kemik, (e) mercan, (f) mürekkep balığı kemiği, (g) zambak yaprağı ve (h) bir sebze sapı.....	2
2.2. (a) Kapalı gözenekli, (b) açık gözenekli ve (c) bal peteği yapısında köpük yapısı.....	4
2.3. Çeşitli ticari alüminyum köpüklerin optik mikroskop görüntüleri. (a) Alcan, (b) Alporas, (c) ERG, (d) Alulight ve (e) Fraunhofer.....	5
2.4. (a) Ford Mondeo marka otomobilde kaporta olarak kullanılan Al köpük sandviçler. (b) Alman ve Fransız Uzay Ajansları işbirliğiyle üretilen AFS (Aluminium Foam Sandwich) roket hızlandırıcı.....	6
2.5. Metalik köpüklerin gözeneklilik türlerine göre kullanıldıkları uygulama alanları.....	7
2.6. (a) α ve (b) β titanyum fazlarının birim hücre şekilleri ve boyutları	8
2.7. Titanyum kristal yapısındaki oktahedral ve tetrahedral boşlukların şematik gösterimi.....	10
2.8. Titanyum – azot denge faz diyagramı.....	11
2.9. Titanyum –oksijen denge faz diyagramı	11
2.10. Titanyum –hidrojen denge faz diyagramı.....	12
2.11. (a) Oksitleme işlemi, (b) çözeltiye alma ısıl işlemlerinin titanyum köpüklerin sertliğine olan etkileri	13
2.12. Son 10 yılda yayınlanmış ticari saflıkta (cp-Ti) köpük makaleleri.....	14
2.13. Katı hal yöntemleri ile Ti üretiminin şematik gösterimi. (a) Kısmi sinterleme, (b) İçi boş Ti kürelerin sinterlenmesi, (c) Yer tutucu ilave ile sinterleme, (d) Ti tozlarının uçucu malzemeden yapılmış bir iskelete çöktürülmesi, (e) Toz paketine hapsedilmiş inert gazın genleşmesi ile köpüklendirme	16
2.14. Yer tutucu yönteminin şematik gösterimi	17
2.15. Ürenin moleküler yapısı	17
2.16. Dış implantları ve uygulamaları.....	20

2.17. Leader Italia® firmasının satışa sunduğu implantların makro ve mikro görüntüleri	20
3.1. X-ışınları mikrotomografisi (μ -CT) yönteminin şematik gösterimi	25
4.1. Metalik köpüklerin tipik basma gerilme - gerinim grafikleri ve karakteristik değişkenler. (a) bir tepe noktası ve dalgalanma ve (b) yumuşak monotonik artış gösteren eğri	32
4.2. Farklı boyutta gözenek içeren köpüklerin şematik gösterimleri (a) eş boyutlu, (b) SBS ve (c) BSB yapıları	33
4.3. Solda büyük gözeneklerle çevrilmiş küçük gözenek (BSB) ve sağda küçük gözeneklerin çevrelediği büyük gözeneklerin (SBS) deformasyon konfigürasyonları.....	33
4.4. Kayma lokalizasyonu ve tabaka çökmesi modlarının şematik gösterimi	34
4.5. Kayma lokalizasyonu ve tabaka çökmesi modlarının gerilme-gerinim grafikleri	34
4.6. İdeal enerji emici ile bu çalışmada üretilen köpüklerden bir örneğin basma gerilme-gerinim grafikleri.....	36
4.7. Gözenekli malzemelerin mekanik özelliklerinin modellenmesinde varolan yaklaşımlar ve kullandıkları değişkenler	37
4.8. (a) Gibson & Ashby'nin kübik birim hücresi, (b) uygulanan kuvvetler, (c) oluşan deformasyon mekanizması.....	38
4.9. Gibson & Ashby'nin kübik birim hücresinin geometrik değişkenleri.....	39
4.10. Gibson & Ashby'nin kübik birim hücresinde giriş eğilmesinin şematik gösterimi.....	40
4.11. Göreceli mukavemetin plato sınırındaki malzeme oranı ile değişimi.....	44
4.12. Plato sınırlarındaki malzeme oranının (a) hegzagonal bal peteği yapısında, (b) tetrakaidekahedron birimler kullanılarak çizilen köpüklerdeki şematik gösterimi.....	46
4.13. Simone ve Gibson tarafından hesaplanan göreceli mukavemetin plato sınırlarındaki malzeme oranı ile değişimi grafiği.....	47
4.14. a) Tetrakaidekahedron hücresi, (b) bu hücrelerin birleştirilmesi ile oluşturulmuş köpük.....	47

4.15. Warren ve Krynik'in modeline göre farklı duvar kesitlerinde göreceli elastik modülün göreceli yoğunlukla değişimi.....	48
4.16. Pürüzlü gözenek yüzlerine sahip köpüklerde pürüzlülük derecesinin belirlenmesi için seçilen değişkenlerin şematik gösterimi.....	49
4.17. Simone ve Gibson'ın kuramsal çalışmasında elde edilen (a) mukavemet ve (b) elastik modülün pürüzlülük derecesi ile değişimi.....	49
4.18. (a) Voronoi mozaikleri ve silindirik elemanlar, (b) Gauss Gelişigüzel Alanı ile yaratılmış modeller	50
4.19. (a) Kapalı gözenekli, (b) gözenek yüzlerinin % 20'si silinmiş ve (c) gözenek yüzlerinin tümü silinmiş sanal köpükler	50
4.20. Roberts ve Garboczi'nin gözenek duvarlarını silerek oluşturduğu sanal köpüklerde hesaplanan göreceli yoğunluk- göreceli elastik modül ilişkisi	51
4.21. Bir kısmı bu bölümde açıklanan modellerde hesaplanan göreceli elastik modül – göreceli yoğunluk ilişkilerinin toplu gösterimi.....	51
4.22. Hakamada ve arkadaşlarının bakır köpüklerde elde ettikleri göreceli elastik modül – göreceli yoğunluk ve göreceli basma mukavemeti-göreceli yoğunluk grafikleri	53
4.23. Nieh ve arkadaşlarının farklı h'/h oranlarına sahip birim hücreleri.....	55
4.24. Değişken kesit alanına sahip bir köpük elemanı.....	56
4.25. Üç farklı göreceli yoğunluğa sahip numunede basma gerilme-gerinim grafiği ve soğurulan enerji.....	58
4.26. Andrews ve Gibson'ın ticari köpüklerle yaptıkları basma deneylerinde elde ettikleri basma grafikleri	61
4.27. Montanini'nin incelediği Al köpükler ve basma gerilme-gerinim grafikleri. (a) M-PORE, (b) CYMAT, (c) SCHUNK ticari isimli köpükler	62
4.28. Lim ve arkadaşlarının farklı α değerlerinde test ettikleri numunelerin basma grafikleri.....	63
4.29. Wen ve Yamada'nın incelediği Ti köpüklerin (a) basma grafikleri, (b) SEM görüntüleri	65
4.30. Chino ve Dunand'ın ürettikleri Ti köpüklerinin (a) basma grafikleri, (b) optik mikroskop görüntüleri.....	66

4.31. Imwinkelried'in ürettiği farklı yoğunluklardaki Ti köpüklerin basma grafikleri.....	67
4.32. Bram ve arkadaşlarının farklı yoğunluklardaki Ti köpüklerle yaptıkları basma testi grafiği.....	67
5.1. Literatürde sunulan titanyum köpüklerin basma mukavemetlerinin bir arada gösterimi.....	69
7.1. Bu tezde kullanılan (a) ince ve (b) kaba Ti tozlarının SEM görüntüleri.....	73
7.2. Bu doktora tezinde kullanılan üre çeşitlerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri. (a) Küresel, (b) köşeli ve (c) iğnesel üre tozları	74
7.3. Bu doktora tezinde kullanılan üretim yöntemi şeması	75
7.4. Titanyum köpüğün sinterleme öncesi ve sonrasını gösteren taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.....	75
7.5. Aynı Ti köpüğün (a) 10 μm ve (b) 3.5 μm çözünürlükte çekilmiş tomografi kesitleri.....	78
7.6. X-ışınları mikrotomografisi ($\mu\text{-CT}$) ile yapılan çalışmaların akım şeması	78
7.7. Görüntü ön işlemi ve kantitatif görüntü analizi için uygulanan işlemler ve elde edilen yapısal özellikler	79
7.8. Temsili hacim seçimi için yapılan göreceli yoğunluk çalışması grafiği	80
7.9. Medyan filtrenin prensibi: kareler vokselleri temsil etmektedir. Herbirinin grilik derecesi belirtilmiştir. Filtreleme sonrası medyan değeri orijinal değerlerinin yerini alır	81
7.10. Filtreleme öncesi ve sonrası numune kesiti görüntüsü.....	81
7.11. Filtreleme öncesi ve sonrası grilik derecesi histogramı	81
7.12. Bir köpük kesitinin (a) ham görüntüsü, (b) 0-255 arasında renk dağılım histogramı ve (c) segmente edilmiş 8-bit görüntüsü.....	82
7.13. (a) Bölünmemiş ve (b) bölünerek gözenekleri birbirinden ayrılmış köpüğün şekli	83
7.14. Birbirine bağlantılı iki gözenek üzerinde uygulanan “watershed” sürecinin 2 boyutta şematik gösterimi	83
7.15. (a) Birbirinden ayrılmış gözenekler, (b) bu gözeneklerin etiketlenmiş görüntüleri ve (c) görüntünün sınırları ile bağlantısı olmayan gözenekler	84

7.16. Bu çalışmada üretilen köpüklerin üç boyutlu görüntülerinin elde edilmesi için uygulanan üçgenleştirme görüntüsü.....	85
7.17. (a) C-sph, (b) C-ang (300-500 μm) ve (c) C-ndl basma numuneleri	86
7.18. (a) Numunenin X-ışını geçirgen tübün içine yerleştirilmesi, (b) hareketli alt çene, (c) düzeneğin μ -CT cihazı içine yerleştirilmesi, (d) in-situ basma düzeneğindeki Ti köpüğün radyografı	87
8.1. Sinterleme öncesi ve sonrası elde edilmesi beklenen köpük yapısının şematik gösterimi (Büyük daireler birincil gözenekleri, küçük daireler ikincil gözenekleri temsil etmektedir)	89
8.2. Hacimce % 80 yer tutucu ile üretilmiş titanyum köpüklerin (a) sinterleme öncesi ve (b) sinterleme sonrası tomografi kesitleri	89
8.3. Hacimce % 80 kaba küresel yer tutucu ile üretilmiş titanyum köpüklerin (a) sinterleme öncesi ve (b) sinterleme sonrası tomografi kesitleri	90
8.4. Hacimce % 80 yer tutucu ile üretilmiş titanyum köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası 10 μm çözünürlükle taranmış 3 boyutlu görüntülerden elde edilmiş (a) eşdeğer gözenek (b) gözenek duvarı dağılım grafikleri.....	90
8.5. (a) C-ang (300-500 μm) yer tutucular ile paketlenmiş Ti köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası küresellik-göreceli yoğunluk grafikleri	91
8.6. Gözenek duvarlarının (a) sinterleme öncesi ve (b) sinterleme sonrası SEM görüntüleri	91
8.7. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen titanyum köpüklerde yaş bünyedeki titanyum hacimsel oranı ile sinterlenmiş köpük yoğunluğu değişimi	94
8.8. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen titanyum köpüklerde yaş bünyedeki titanyum hacimsel oranı ile sinterlenmiş köpük yoğunluğu değişimi	94
8.9. Hacimce % 70 C-ang (300-500) yer tutucularla hazırlanan ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen köpüklerde duvar içi (izole) gözenek boyut dağılımları	96
8.10. (a) 1200 ve (b) 1400°C’de sinterlenmiş köpüklerin duvar gözeneklilikleri.	97
8.11. 1200 ve 1400°C sıcaklıklarda sinterlenmiş C-sph köpüklerin duvar gözenek boyutu dağılımı.....	97
8.12. Hacimce % 70 yer tutucu ilavesi ile üretilmiş, farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş köpüklerin 3 μm çözünürlükle elde edilmiş üç boyutlu görüntülerinden hesaplanan sinterleme sıcaklığı - özgül yüzey alanı grafiği... ..	98

8.13. Hacimce % 70 oranında yer tutucu ile üretilmiş ve farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş titanyum köpüklerin 3 µm çözünürlükle taranmış üç boyutlu tomografi görüntüleri yardımıyla ölçülmüş eşdeğer gözenek boyutu dağılımı grafikleri.....	99
8.14. Hacimce % 70 oranında yer tutucu ile üretilmiş ve farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş titanyum köpüklerin 3 µm çözünürlükle taranmış üç boyutlu tomografi görüntüleri yardımıyla ölçülmüş duvar kalınlık dağılım grafikleri	99
8.15. (a) 1200 °C ve (b) 1400 °C’de sinterlenmiş titanyum malzemesinin sırasıyla (c) 10 büyütme ve (d) 20 büyütme çekilmiş optik mikroskop görüntüleri .	100
8.16. H ₂ içeren gaz karışımı akışı altında sinterlenen köpüklerin farklı büyütme çekilmiş SEM görüntüleri.(a) ve (b) kırık yüzey, (c) ve (d) duvar çatlakları.....	102
8.17. Kaba ve ince titanyum tozlarının tane boyut dağılım grafikleri	106
8.18. Kaba ve ince titanyum tozlarının ve karışımlarının preslenebilirlik grafikleri	106
8.19. (a) Kaba titanyum ilavesiz ve (b) % 25 kaba titanyum ilaveli köpüklerin 3 boyutlu görüntüleri	107
8.20. (a) ilavesiz, (b) % 25 kaba Ti ilaveli ve (c) % 50 kaba Ti ilaveli köpüklerin tomografi kesitleri.....	108
8.21. Aynı miktar ve şekilde yer tutucu ilavesi ile üretilen köpüklerin (a) sayısal, (b) hacimsel gözenek boyut dağılımları.....	109
8.22. (a) Kaba titanyum ilavesiz ve (b) kaba titanyum ilaveli köpüklerde duvar içi gözenekliliğinin gözenek küreselliğini düşürmesi mekanizmasının şematik gösterimi.....	110
8.23. Farklı boyuttaki iki tozun paketlenmesinde temas sayısının hesaplanmasında kullanılan (a) şematik gösterim, (b) geometrik değişkenler.....	112
8.24. Bu çalışmada geliştirilen küresel toz modeline göre toz temas sayılarının yer tutucu oranı ile değişimi grafiği.....	112
8.25. Titanyum, üre ve bu tozların karışımlarının preslenme grafikleri	113
8.26. Titanyum-üre toz karışımlarında yığılma yoğunluğun üre oranı ile değişimi	114

8.27. Yalnızca titanyum tozlarının preslenip sinterlenmesinden oluşmuş yığınsal titanyumun (a) ham tomografi ve (b) fazlarına ayrılmış görüntüleri.....	115
8.28. Yalnızca titanyum tozlarının preslenip sinterlenmesinden oluşmuş yığınsal titanyumda sinterleme sırasında oluşan gözeneklerin boyut dağılım grafiği.....	115
8.29. C-ang (300-500 μm) köpüklerinin SEM görüntüleri. (a) birincil gözenekler, (b) ikincil gözenekler	116
8.30. Hacimce % 70 yer tutucu (300-500 μm) ilavesi ile hazırlanan titanyum köpüğün 3 μm çözünürlükte çekilmiş üç boyutlu görüntüsünden hesaplanan gözenek sayısı dağılımı.....	117
8.31. Hacimce % 40 ve % 80 yer tutucu ile (300-500 μm) yer tutucu ile üretilmiş köpüklerin (a) sinterleme öncesi ve (b) sinterleme sonrası gözenek sayısı dağılımları	118
8.32. (a) % 80 ve (b) % 40 yer tutucu ilavesi ile üretilen titanyum köpüklerin 3 μm çözünürlükte taranmış üç boyutlu duvar görüntüleri.....	119
8.33. Farklı gözeneklilikteki yaş titanyum iskeletlerin ve sadece titanyumdan oluşan bünyenin 1200 °C sinterleme sonrası üç yöndeki çekme grafikleri	120
8.34. Farklı göreceli yoğunluktaki titanyum köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası özgül yüzey alanları	120
8.35. 3 μm çözünürlükte elde edilen tomografi görüntülerinden elde edilen duvar yoğunluğu – göreceli yoğunluk değişimi.....	121
8.36. Farklı yer tutucu oranı ile hazırlanmış titanyum köpüklerin LECO oksijen analiz cihazı ile ölçülen oksijen miktarları.....	122
8.37. Karışımlar kuralına göre titanyum-üre karışımının 300 MPa basınç altındaki paketlenme yoğunluğunun karışımdaki üre kesri ile değişimi.....	123
8.38. Farklı boyuttaki iki tozun paketlenmesinde yer tutucu toz boyutunun temas sayısına etkisinin hesaplanmasında kullanılan şematik gösterim; (a) küçük yer tutucu tozu, (b) büyük yer tutucu tozu ve (c) eşit boyutta tozlar.....	124
8.39. Bu çalışmada geliştirilen modele göre bir üre tanesini çevreleyen titanyum toz sayısının iki tozun çap oranı ile değişimi	125
8.40. Küresel toz modeline göre yer tutucu toz çapı – titanyum-titanyum temas sayısı ilişkisi	126

8.41. Küresel toz modeline göre yer tutucu toz çapı – üre-titanyum temas sayısı ilişkisi	126
8.42. Farklı boyut ve oranlardaki üre ile hazırlanmış toz karışımlarının preslenme sonrası yığınsal yoğunluk grafikleri	127
8.43. (a) 120 μm ve (b) 600 μm boyutunda yer tutucu ve titanyum tozlarından oluşan toz paketinin kırık yüzey görüntüsü.....	127
8.44. Küresel toz modeline göre hacimce % 70 yer tutucu ilavesi içeren toz paketlerinde temas sayısının yer tutucu boyutu ile değişimi grafiği	128
8.45. Farklı boyutlardaki yer tutucu ilavesiyle paketlenmiş titanyum bünyelerde sinterleme sonrası üç yönde toplam çekme yüzdeleri	129
8.46. 10 μm çözünürlükle taranmış numunelerden elde edilen sinterleme öncesi ve sonrası özgül yüzey alanı grafiği.....	130
8.47. Farklı boyutlarda yer tutucu kullanılarak üretilen köpüklerde sinterleme sonrası toplam gözeneklilik grafiği.....	130
8.48. Ortalama (a) 140, (b) 375 ve (c) 1750 μm boyutlarında makro gözenek içeren köpüklerin duvarlarının optik mikroskop görüntüleri	131
8.49. Yığınsal titanyum ve farklı boyutlarda % 70 oranında yer tutucu ile hazırlanan titanyum köpüklerde izole duvar içi gözenek boyutu dağılımı. (3 μm çözünürlükle elde edilen görüntülerden hesaplanmıştır.)	132
8.50. 63-180 μm arasında elenmiş köşeli yer tutucular ile üretilen titanyum köpüklerde (C-ang (63-180)) (a) eşdeğer gözenek ve (b) duvar kalınlığı dağılımı	133
8.51. 300-500 μm arasında elenmiş köşeli yer tutucular ile üretilen titanyum köpüklerde (C-ang (300-500)) (a) eşdeğer gözenek ve (b) duvar kalınlığı dağılımı	134
8.52. 500 μm 'dan büyük boyuttaki köşeli yer tutucular ile üretilen titanyum köpüklerde (C-ang (> 500)) (a) eşdeğer gözenek ve (b) duvar kalınlığı dağılımı	135
8.53. 700 μm 'dan büyük boyuttaki küresel yer tutucular ile üretilen titanyum köpüklerde (C-sph) (a) eşdeğer gözenek ve (b) duvar kalınlığı dağılımı...136	
8.54. Gözenek boyutu ile ortalama duvar kalınlığı değişimi	137

8.55. (a) Gözenekleri ayrılmamış tomografi kesiti, (b) gözenekleri ayrılmış tomografi kesiti, (c) iki görüntünün birbirinden çıkarılması ile elde edilmiş pencereler	138
8.56. Gözenek boyutu ile gözenekler arasındaki ortalama pencere boyutu değişimi	139
8.57. Üretilen farklı morfolojideki köpüklerin 3 boyutlu mikrotomografi ile ölçülen açık gözenek yüzdesi – göreceli yoğunluk grafiği	139
8.58. Üretilen farklı boyutta gözeneğe sahip köpüklerin helyum piknometre ile ölçülen açık gözenek yüzdesi – göreceli yoğunluk grafiği	140
8.59. Hacimce % 60 yer tutucu ile üretilmiş titanyum köpüklerde ölçülen sertlik değerinin uygulanan yük ile değişimi	141
8.60. Bouvard'ın (a) iki tane modeli ve (b) tane boyut oranının koordinasyon sayısı ile değişim grafiği	142
8.61. Titanyum- hac. % 70 yer tutucu içeren toz karışımında yer tutucu boyutu ile değişen temas olasılıkları	143
8.62. Köşeli (C-ang) ve iğnesel (C-ndl) gözenekli titanyum köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası göreceli yoğunlukları	146
8.63. Köşeli (C-ang) ve iğnesel (C-ndl) gözenekli titanyum köpüklerin farklı göreceli yoğunluklardaki ortalama duvar kalınlıkları.....	146
8.64. Köşeli (C-ang) ve iğnesel (C-ndl) gözenekli titanyum köpüklerin farklı göreceli yoğunluklardaki özgül yüzey alanları.....	147
8.65. (a) İğnesel, (b) köşeli ve (c) küresel yer tutucu tozların SEM görüntüleri, bu yer tutucularla üretilmiş köpüklerin tomografi kesitleri (d, e ve f) ve 3 boyutlu görüntüleri (g, h ve i)	148
8.66. Küresel (C-sph), köşeli (C-ang) ve iğnesel (C-ndl) yer tutucularla üretilen köpüklerde gözeneklerin boy/en oranlarının sayısal dağılımı.....	149
8.67. % 29 göreceli yoğunluğa sahip (a) küresel, (b) köşeli ve (c) iğnesel gözeneklere sahip hayali köpüklerin üç boyutlu görüntüleri	150
8.68. (a) Her üçü de 10 piksel kesit boyutunda olan ve % 29 göreceli yoğunluğa sahip köşeli, küresel ve iğnesel gözenekli üç model köpüğün gözenek duvar kalınlığı dağılım grafiği.(b) Aynı göreceli yoğunlukta üç farklı şekilde gözeneğe sahip olan köpüklerde normalize edilmiş duvar kalınlık dağılımları	150

8.69. (a) Her üçü de 10 piksel kesit boyutunda olan köşeli, küresel ve iğnesel gözenekli üç model köpüğün bağlantılılık göstergesi-göreceli yoğunluk grafiği, (b) üç farklı şekilde gözeneğe sahip köpüklerin μ -CT (10 μ m çözünürlük) ile elde edilmiş bağlantılılık göstergesi ve (c) helyum piknometre ile elde edilmiş açık gözenek oranı grafikleri	152
8.70. (a) Üç farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerin μ -CT (10 μ m çözünürlük) ile elde edilmiş ortalama küresellik değerlerinin yer tutucu ilavesi ile değişimi	153
8.71. (a) İğnesel, (b) köşeli ve (c) küresel gözeneklere sahip köpüklerde her bir gözeneğe eşdeğer elipsoidin yönlenmesi ve boy/en oranı ilişkisi. Bu sonuçların her biri 350 mm ³ hacimde hesaplanmıştır	154
8.72. (a) Köşeli, (b) iğnesel ve (c) küresel gözeneklere sahip köpüklerin duvar yapılarını gösteren tomografi kesitleri	155
8.73. Üç farklı morfolojide gözeneğe sahip olan köpüklerde tespit edilen duvar şekilleri.....	155
8.74. (a) Örnek kübik gözenek dizilimi, (b) Bu gözenek dizilimine sahip 3 boyutlu köpüğün granülometri ile hesaplanan gözenek duvar kalınlık dağılımı	156
8.75. Bu çalışmada üretilen bir titanyum köpükte iki Gaussian dağılıma bölünmüş duvar kalınlığı dağılımı.....	157
8.76. (a) Köşeli, (b) iğnesel ve (c) küresel gözenekli köpüklerin duvar kalınlık dağılımlarının ikiye ayrılması ile ölçülen kalın ve ince duvar kalınlıkları	158
8.77. Köşeli, iğnesel ve küresel gözenekli köpüklerin yer tutucu ilavesi ile tahmini plato sınırı değişimi	159
9.1. Literatürde titanyum köpüklerle elde edilen basma mukavemeti değerleri ile bu çalışmada C-ang (375 μ m) köpüklerle elde edilen basma mukavemeti değerlerinin karşılaştırması	161
9.2. Titanyum köpüklerde mekanik özellikler üzerinde etken olan yapısal değişkenlerin hiyerarşik gösterimi.....	162
9.3. Basma mukavemetinin bağlı olduğu bağımlı ve bağımsız değişkenlerin şematik ifadesi	163

9.4. Mekanik özellik - göreceli yoğunluk ilişkisinin logaritmik gösteriminde (a) C katsayısının ve (b) n üssünün değişimi ile grafikte gözlenen değişimin gösterimi	164
9.5. Hipotez 2'ye göre titanyum köpüklerde elde edilmesi beklenen basma mukavemeti – göreceli yoğunluk grafiğinin G & A'nin öngörüsünden farkı.....	168
9.6. Ortalama 375 µm boyutunda gözeneklere sahip farklı gözenekliliklerdeki titanyum köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri	169
9.7. C-ang (375 µm) yer tutucuları ile üretilmiş köpüklerde göreceli yoğunluk-göreceli basma mukavemeti grafiği.....	170
9.8. C-ang (375 µm) yer tutucuları ile üretilmiş köpüklerde göreceli yoğunluk-göreceli elastik modül grafiği.....	170
9.9. Yük taşımayan gözenek duvarı ve yapı hatalarına örnek.....	172
9.10. . Bu çalışmada elde edilen göreceli yoğunluk - basma mukavemeti ilişkisinin literatürdeki çalışmalarla karşılaştırılması	174
9.11. Bu çalışmada elde edilen göreceli yoğunluk – elastik modül ilişkisinin literatürdeki çalışmalarla karşılaştırılması	174
9.12. % 36.8 göreceli yoğunlukta ortalama 375 µm gözenek boyutuna sahip bir numunede kesikli basma testi gerilme-gerinim grafiği.....	175
9.13. Şekil 9.12'de basma gerilme-gerinim grafiği görülen numuneden elde edilmiş göreceli yoğunluk-göreceli basma mukavemeti ilişkisi	176
9.14. Şekil 9.12'da basma gerilme-gerinim grafiği görülen numuneden elde edilmiş göreceli yoğunluk-göreceli elastik modül ilişkisi	176
9.15. Her ikisi de % 40 göreceli yoğunluğa sahip farklı Ti tane boyut dağılımı ile üretilen iki Ti köpüğün basma gerilme gerinim grafiğ	179
9.16. (a) 140 µm, (b) 375 µm, (c) 575 µm ve (d) 1750 µm ortalama gözenek boyutuna sahip titanyum köpüklerin 10 µm çözünürlükle elde edilmiş tomografi kesitleri ve 3 µm çözünürlükle elde edilmiş üç boyutlu görüntüleri	181
9.17. Her biri % 36 göreceli yoğunluğa farklı gözenek boyutuna sahip köpüklerde gözenek boyutu– elastik modül/basma mukavemeti değişimi	182
9.18. Ortalama 250 µm boyutundaki yer tutucularla üretilen köpüklerde basma mukavemetinin göreceli yoğunlukla ilişkisinin hesaplanana ve ölçülen değerleri	184

9.19. Ortalama 250 μm boyutundaki yer tutucularla üretilen köpüklerde elastik modülün göreceli yoğunlukla ilişkisinin hesaplanana ve ölçülen değerleri.....	184
9.20. (a) Yük yönüne dik duvarların deformasyonu, (b) yük yönüne paralel duvarın deformasyonu.....	186
9.21. Her biri % 36 göreceli yoğunluğa sahip iğnesel, köşeli ve küresel gözenekli titanyum köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri	187
9.22. Üç farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerin elastik modül – göreceli mukavemet ilişkileri.....	187
9.23. Üç farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerin basma mukavemeti – göreceli mukavemet ilişkileri	188
9.24. (a) C-ang (b) C-ndl ve (c) C-sph köpüklerinde göreceli basma mukavemeti-göreceli yoğunluk ilişkisinde tespit edilen kırılma noktaları ve değişen eğimler	191
9.25. Farklı boy/en oranında gözeneklere sahip titanyum köpüklerin boy/en oranı – (a) basma mukavemeti ve (b) elastik modül ilişkisi	192
9.26. (a) C-ndl ve (b) C-ang köpüklerinde presleme yönüne paralel ve dik yönde ölçülen basma mukavemetleri	193
9.27. Yığınsal Ti malzemesinin yarı-statik ve 480 s^{-1} hızda yapılmış dinamik testinin basma gerilme-gerinim grafiği.....	195
9.28. Hac. % 70 C-ang (300-500 μm) yer tutucu ile üretilmiş köpüğün yarı-statik ve 560 s^{-1} hızda yapılmış dinamik testinin basma gerilme-gerinim grafiği.....	195
9.29. Hac. % 70 C-sph yer tutucu ile üretilmiş köpüğün yarı-statik ve 450 s^{-1} hızda yapılmış dinamik testinin basma gerilme-gerinim grafiği.....	196
9.30. Eşitlik (9.5)'in deneysel mukavemet ölçümleriyle karşılaştırması grafiği.	199
9.31. Eşitlik (9.6)'nın deneysel elastik modül ölçümleriyle karşılaştırması grafiği	200
10.1. (a) C-sph ve (b) C-ang (575 μm) köpüklerinin basma testi öncesi ve sonrası görüntüleri	201
10.2. (a) Sabit gerinimde plato bölgesi gösteren, (b) gerinim sertleşmesi gösteren köpüğün belirli bir gerilme değerinde soğurduğu enerji.....	202
10.3. Literatürde rapor edilen plastik deformasyon sabitleri	205
10.4. Gerinim sertleşmesi ve yumuşak bir eğri gösteren köpüğün grafiği.....	205

10.5. C-ang (375 μm) köpüklerde plato bölgesi gerinim sertleşmesi üssünün göreceli yoğunlukla değişimi	205
10.6. C-ang (375 μm) köpüklerin farklı gerinim değerlerinde emdikleri enerji grafiği	207
10.7. Ortalama 375 μm çapında köşeli gözeneklere sahip numunelerde enerji verimi – basma gerilmesi ilişkisi	208
10.8. Ortalama 375 μm çapında köşeli gözeneklere sahip numunelerde Eşitlik (3.33)'e göre hesaplanan yoğunlaşma gerinimleri.....	209
10.9. Ortalama 375 μm çapında köşeli gözeneklere sahip numunelerde numune ağırlığı ile normalize edilmiş enerji verimi – göreceli yoğunluk ilişkisi	209
10.10. (a) Küçük bir gözenek ve (b) büyük bir gözenegin basma kuvvetleri altında kapanması ile meydana gelen yer değiştirmenin şematik gösterimi	211
10.11. (a) Küçük gözenekli ve (b) büyük gözenekli köpüklerde görülmesi beklenen basma gerilme-gerinim grafiği	212
10.12. Ortalama 140, 375, 575 ve 1750 μm gözenek boyutlarına sahip köpüklerde basma gerilme-gerinim grafiği	213
10.13. Üç farklı boyutta gözeneğe ve her biri % 47 göreceli yoğunluğa sahip titanyum köpüklerin enerji verimi grafikleri.....	214
10.14. C-ang (140 μm) köpüklerin farklı gerinim değerlerinde emdikleri enerji grafiği	214
10.15. C-ang (575 μm) köpüklerin farklı gerinim değerlerinde emdikleri enerji grafiği	215
10.16. % 30 gerinimde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunlukla ve gözenek boyutu ile değişimi.....	216
10.17. % 50 gerinimde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunlukla ve gözenek boyutu ile değişimi.....	216
10.18. Ortalama 375 μm boyutunda köşeli gözeneklere sahip farklı göreceli yoğunluktaki köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri	218
10.19. Ortalama 1750 μm boyutunda küresel gözeneklere sahip farklı göreceli yoğunluktaki köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri	218
10.20. (a) Akma noktasına kadar yüklenen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada köpüğün 3,8 μm çözünürlükle çekilmiş μ -CT kesiti.....	219

10.21. (a) Akma noktasından sonra yüklenmeye devam edilen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada köpüğün 3,8 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti.....	219
10.22. (a) Akma noktasından sonra yüklenmeye devam edilen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada köpüğün 3,8 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti.....	220
10.23. C-ang (375 μm) köpüklerin in-situ basma testinde (a) akmanın hemen sonrasında ve (b) ağır deformasyon sonrası $\mu\text{-CT}$ ile elde edilen üç boyutlu görüntüleri	220
10.24. (a) Akma noktasına kadar yüklenen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada 10 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti	221
10.25. (a) Akma noktasından sonra yüklenmeye devam edilen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada 10 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti....	221
10.26. (a) Yüklenmeye devam edilen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada 10 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti	222
10.27. (a) Yüklenmeye devam edilen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada 10 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti	222
10.28. C-sph köpüğünde in-situ basma testinde akmanın hemen sonrasında ve son aşamasından sonra $\mu\text{-CT}$ ile elde edilen üç boyutlu görüntüleri.....	223
10.29. İki farklı numune boyutunda hazırlanan % 25 göreceli yoğunluğa sahip C-sph köpüklerinin basma gerilme-gerinim grafikleri	223
10.30. (a) İğnesel, (b) köşeli ve (c) köşesiz (küresel) bir hücrenin deformasyonunun şematik gösterimi. Bu doktora tezinde üretilen (d) iğnesel, (e) köşeli ve (f) küresel gözenekli köpüklerin 3D $\mu\text{-CT}$ görüntüsü.....	225
10.31. Farklı morfolojide gözeneklere ve her biri % 36 göreceli yoğunluğa sahip köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri.....	226
10.32. İğnesel gözenekli köpüğün basma (a) öncesi ve (b) sonrası çekilen tomografi kesitleri. (c) daha yüksek büyütmede görülen bükülen gözenek duvarları	227
10.33. C-sph köpüklerin farklı gerinim değerlerinde emdikleri enerji grafiği....	228
10.34. C-ndl köpüklerin farklı gerinim değerlerinde emdikleri enerji grafiği	228

10.35. % 30 gerinimde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunlukla ve gözenek şekli ile değişimi	229
10.36. % 30 gerinimde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunlukla ve gözenek şekli ile değişimi	230
10.37. % 50 gerinimde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunlukla ve gözenek şekli ile değişimi	230
11.1. Bu çalışmada üretilen titanyum köpüklerin talaşlı imalat yöntemi ile vidaya dönüştürülmüş halinin SEM görüntüsü. (a) ve (b) Yüzey gözenekleri kapanmış vidalar, (c) ve (d) başarısız tornalama sonucu kırılan yivler.....	234
11.2. Bu çalışmada üretilen köpüklerin Imperial College'da biyocam ile kaplanması ile elde edilen SEM görüntüleri (a) öncesi ve (b) sonrası	235

ÇİZELGELER DİZİNİ

2.1. Kapalı gözenekli köpüklerin üretim yöntemleri ve özelliklerinin özeti.....	4
2.2. Açık gözenekli köpüklerin üretim yöntemleri ve özelliklerinin özeti	5
2.3. Ticari saflıkta Ti derecelerinin kimyasal kompozisyonları ve en düşük akma mukavemeti değerleri.....	9
2.4. α -Ti'da bulunan arayer atomları ve özellikleri.....	12
2.5. Ürenin farklı sıcaklıklarda suda çözünürlüğü.....	18
2.6. Cerrahi implant uygulamalarında kullanılacak titanyum malzemelerinin ASTM standartları	21
4.1. Literatürde deneysel ve kuramsal olarak belirlenmiş elastik modül ve basma mukavemeti katsayıları	45
4.2. Warren ve Kryn timerin gözenek duvar kesitine göre hesapladığı göreceli elastik modül eşitlikleri.....	48
4.3. Literatürde gözenek boyutu – basma mukavemeti ilişkisi	54
4.4. Literatürde yer tutucu yöntemi ile üretilen titanyum köpüklerde elde edilen mekanik özellik-göreceli yoğunluk ilişkisi eşitlikleri.....	64
5.1. Metalik köpüklerin mekanik özellikleri üzerinde etken olduğu saptanan mimari değişkenler	69
7.1. Bu doktora tezinde kullanılan titanyum tozlarının içeriğinde bulunan elementler ve miktarları	72
7.2. Bu doktora tezinde kullanılan üre çeşitlerinin boyutları, şekilleri ve tedarik edildikleri firmalar	73
7.3. Üç boyutlu mikrotomografi tomografi şartları	77
7.4. Basma testine tabi tutulan numunelerin boyutları	86
8.1. Aynı miktarda yer tutucu ile üretilmiş, farklı sıcaklıklarda sinterlenen titanyum köpüklerin oksijen içerikleri ve küresellik katsayıları	95
8.2. Sadece Argon ve H ₂ içeren Argon gaz karışımı akışı altında 1200 °C'de sinterlenen yoğun titanyum ve titanyum köpüklerde tespit edilen oksijen, hidrojen ve azot miktarları	103
8.3. Bu çalışmada kullanılan titanyum tozlarının tane boyut ve dağılım bilgileri ve özgül yüzey alanları.....	105
8.4. Kaba Ti ilavesi ile yapıdaki yoğunluk ve sinterleme çekmesi değişimi	107

8.5. Kaba Ti ilavesiyle meydana gelen yapısal değişken değişimleri	109
8.6. Farklı aralıklarda elenmiş yer tutucularla üretilmiş köpüklerde yer tutucu oranı ile ortalama gözenek boyutu ve duvar kalınlığı değişimi	138
9.1. C-ang (375 μ m) köpüklerinde μ -CT ile elde edilen veriler kullanılarak Eşitlik 3.8'e göre hesaplanan ve ölçülen göreceli yoğunluk değerleri	166
9.2. Gözeneklilik artışıyla köpük yapısında ve özelliklerinde meydana gelen değişimler	171
9.3. Literatürde ve bu çalışmada tespit edilen n üssü değerleri.....	171
9.4. Literatürden seçilen üç titanyum köpük çalışmasındaki üretim şartları.....	173
9.5. Aynı oranda yer tutucu ilavesi ile üretilmiş 3 farklı Ti köpükte kaba Ti ilavesi ile yapıdaki yoğunluk ve sinterleme çekmesi değişimi	178
9.6. Kaba titanyum ilavesi ile köpük yapısında ve mekanik özelliklerde meydana gelen değişim.....	179
9.7. Artan gözenek boyutuyla köpük yapısında ve mekanik özelliklerdeki değişim	182
9.8. Göreceli yoğunluk ve gözenek boyutu olmak üzere iki bağımsız değişkenli regresyon modelinde bağımsız değişken katsayıları ve güvenilirlik dereceleri..	183
9.9. Farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerin logaritmik-doğrusal elastik özellik üsleri	189
9.10. Farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerde C değerleri sabit tutularak hesaplanan logaritmik-doğrusal elastik özellik üsleri.....	190
9.11. Göreceli yoğunluk ve gözeneklerin boy/en oranları olmak üzere iki bağımsız değişkenli regresyon modelinde bağımsız değişken katsayıları ve güvenilirlik dereceleri	196
9.12. Farklı morfolojideki köpüklerin gerinim hızı hassasiyetleri	196
9.13. Göreceli yoğunluk, gözenek boyutu ve gözeneklerin boy/en oranları olmak üzere üç bağımsız değişkenli regresyon modelinde bağımsız değişken katsayıları ve güvenilirlik dereceleri.....	199
10.1. Bu çalışmada üretilen titanyum ve literatürden alınan alüminyum köpük örneklerinin aynı gerinimde soğurdıkları enerji ve verimleri.....	210
10.2. Ortalama 140, 375, 575 ve 1750 μ m gözenek boyutlarına sahip köpüklerde plato bölgesi gerinim sertleşmesi üssü değerleri	212

10.3. Farklı boyuttaki gözeneklere sahip köpüklerde enerji eşitliği sabitleri.....	217
10.4. Farklı morfolojideki köpüklerde enerji eşitliği sabitleri.....	227

KISALTMALAR VE SEMBOLLER DİZİNİ

C-ang	:Köşeli yer tutucularla üretilmiş titanyum köpükler
C-sph	:Küresel yer tutucularla üretilmiş titanyum köpükler
C-ndl	:İğnesel yer tutucularla üretilmiş titanyum köpükler
ρ^*	:Köpük yoğunluğu
ρ_s	:Köpük malzemesinin yoğunluğu
σ_y^*	:Köpüğün akma mukavemeti
σ_s	:Köpük malzemesinin basma mukavemeti
σ_{pl}	:Plato gerilmesi
σ_p^*	:Köpüğün tepe gerilmesi
E^*	:Köpüğün elastik modülü
E_s	:Köpük malzemesinin elastik modülü
ϕ	:Plato sınırındaki malzeme miktarı
W_ε	:Belirli gerinimde soğurulan enerji
ε_D	:Yoğunlaşma gerilmesi
μ -CT	:X-ışını mikrotomografisi
SHBP	: Split Hopkinson Pressure Bar
SEM	:Taramalı elektron mikroskobu
μ -CT	:Bilgisayar destekli X-ışınları mikrotomografisi
G & A	:Gibson ve Ashby
C_σ	:Göreceli yoğunluk-basma mukavemeti ilişkisinde göreceli yoğunluk katsayısı
n_σ	:Göreceli yoğunluk-basma mukavemeti ilişkisinde göreceli yoğunluk üssü
C_E	:Göreceli yoğunluk-elastik modül ilişkisinde göreceli yoğunluk katsayısı

n_E	:Göreceli yoğunluk-elastik modül ilişkisinde göreceli yoğunluk üssü
n	: Gerinim sertleşmesi üssü
$\eta(\epsilon)$	:Belirli bir gerinimde gösterilen enerji verimliliği
$V_{cwgözenek}$	:50 μm 'den küçük çapa sahip gözeneklerin toplam hacmi
V_{cw}	:Hücre duvarlarının toplam hacmi
γ_{sv}	: Katı-gaz ara yüzey enerjisi
γ_{gb}	: Tane sınırı enerjisi
ΔA_{gb}	: Toplam tane sınırı alanındaki değişim
ΔA_{sv}	: Toplam katı-gaz ara yüzey alanındaki değişim
S_c	: Kaba yer tutucu tozları
S_f	: İnce yer tutucu tozları

1. GİRİŞ

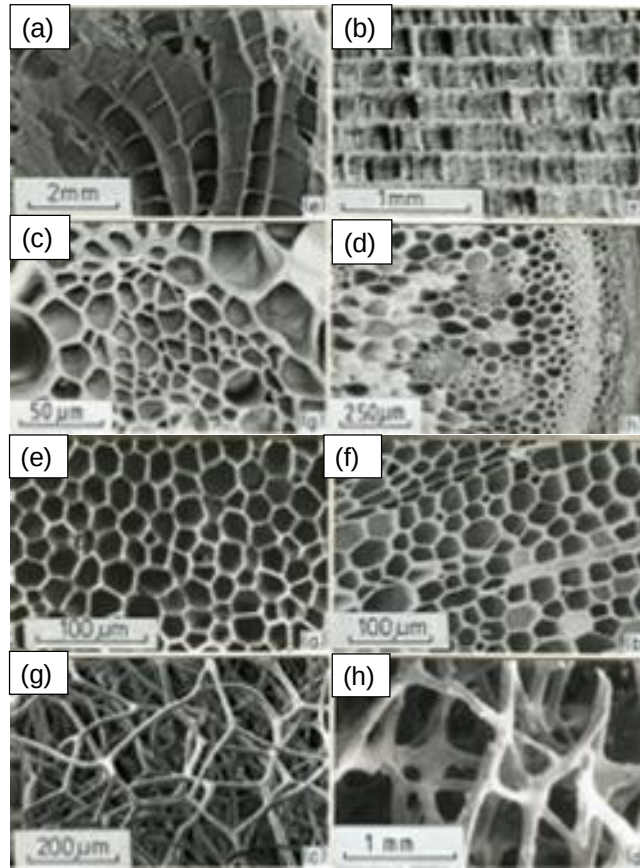
Doğadan ilham alan yapılar, özellikle metalik köpükler, alışılmadık mekanik özellikleri sebebiyle son 10 yılda artan bir ilgi görmektedir. Metalik köpüklerde yapı - mekanik özellik ilişkisi üzerinde halen çalışılan ve tartışılan bir konudur. Alüminyum ve çelik gibi yaygın olarak çalışılan metalik köpükler arasında titanyum yüksek mukavemet/özellik ağırlık oranı, mükemmel korozyon direnci ve biyo-uyumluluk özelliği sebebiyle özel bir yere sahiptir. Yaygın olarak araştırılan ve ticari olarak üretilen metalik köpüklerin aksine titanyum köpüklerle ilgili araştırma ve veri sayısı oldukça azdır. Titanyum köpüklerin üretimi atmosfer gazlarına karşı yüksek tepkinliği sebebi ile diğer köpüklerin üretimine kıyasla hassasiyet gerektiren bir süreçtir.

Bu doktora tezinden önce tamamlanan “Metalik Köpük Malzemelerin Üretimi ve Karakterizasyonu” başlıklı yüksek lisans tezi titanyum köpüklerin üretimi ve mekanik karakterizasyonu çalışmalarına bir ön hazırlık teşkil etmiş, titanyum malzemesi, köpük yapıları ve basma davranışları üzerine geniş bir bilgi birikimi oluşmasını sağlamıştır. “Gözenekli Titanyumda Yapı-Özellik İlişkisi” başlıklı bu doktora tezi ise titanyum köpüklerin mimari yapılarının kontrolü ve yapı-özellik ilişkileri üzerine yoğunlaşan daha detaylı bir çalışmadır.

2. MALZEME ÖZELLİKLERİ

2.1. Metalik Köpükler

Doğadaki sistemleri model alarak, bugün kullandığımızdan çok daha uzun süreli teknolojiler oluşturma potansiyelinin farkına varıldığı 20. yüzyıldan itibaren, doğadaki malzemelerin yapıları incelenmeye başlanmış, bu yapılar birçok bilimsel çalışmaya kaynak oluşturmuş ve oluşturmaya devam etmektedir. Örneğin; köpükler ve diğer yüksek gözenekliliğe sahip hücreli malzemeler yüksek mekanik enerji sönümleme kapasitesi, yüksek bükülmezlik ve çok düşük özgül ağırlık gibi fiziksel ve mekanik özelliklerin birleşimine sahip olduklarından doğa tarafından da yapısal ve işlevsel amaçlarla sıkça kullanılmaktadır (ör. kemik, mercan ve ağaç yapıları) (Şekil 2.1). Yapısal işlevler için yapay gözenekli malzemelerin geliştirilmesi bu bakış açısının bir ürünüdür [1].



Şekil 2.1. Doğal gözenekli malzemeler; (a) mantar, (b) ağaç, (c) sünger, (d) trabeküler kemik, (e) mercan, (f) mürekkep balığı kemiği, (g) zambak yaprağı ve (h) bir sebze sapı [1].

Yük taşıma amacı ile üretilen köpüğün malzemesi dikkatli seçilmelidir. Yapısal işlev için polimerler yeterli mukavemete sahip değildir; seramik malzemeler ise fazla kırılgandır. Dolayısıyla metalik malzemeler yük taşıyıcı köpükler için en uygun özelliklere sahiptirler [1].

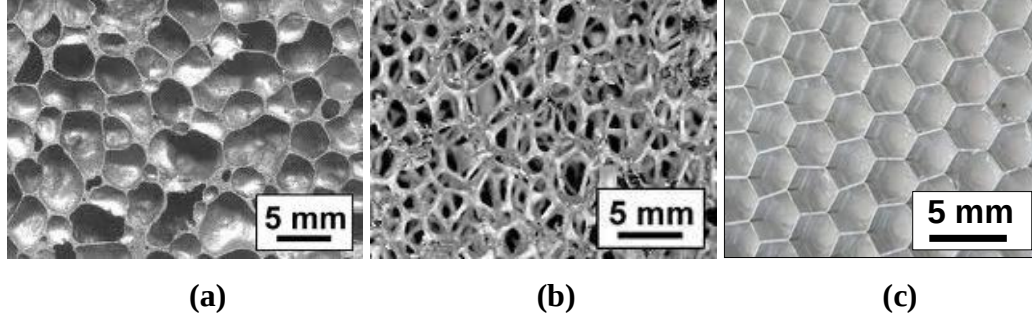
Metalik köpükler; hacimce % 60'dan fazla hava boşluğu içeren gözenekli ya da hücreli şekilli bir yapıya sahip malzemelere verilen genel bir isimdir. İçerdikleri çok miktardaki hava boşluğu nedeniyle çok düşük yoğunluklara sahip hafif malzemelerdir. Ayrıca, yine boşluklu yapıları nedeniyle ısı ve elektrik iletkenlikleri çok düşüktür. Diğer önemli özellikleri ise çok iyi bir titreşim ve darbe sönümleme özelliğine sahip olmalarıdır. Bu özelliklerinin yanı sıra bükülme ve basma dayanımları da çok yüksektir. Bu özellikleri nedeniyle köpük metaller 21. yüzyılın en önemli malzemelerinden biri olup, uzay teknolojisinden otomotiv teknolojisine kadar çok geniş bir alanda kullanım potansiyelleri bulunmaktadır. İleri toz metalurjisi teknikleri ile metalik köpük malzemelerin geliştirilmesi günümüzün en güncel çalışma konularından biridir [2,3].

2.1.1. Üretim yöntemleri ve sınıflandırılması

Metalik köpükler birden fazla kıstasa göre sınıflandırılabilir. Bu kıstasların en yaygın olanı gözeneklerin açıklığı, bir başka deyişle birbiri ile bağlantılılık dereceleridir. Açık gözenekli ve kapalı gözenekli köpükler. Gözenekler birbirlerinden yalıtılmış halde, bir başka deyişle, her bir gözenek hücre duvarı ile birbirinden ayrılmış ise bu tip köpükler *kapalı hücreli köpükler* olarak adlandırılır (Şekil 2.2 (a)). *Açık hücreli köpük* ise gözenekler arasında bağlantı olan köpüklere denir (Şekil 2.2 (b)). Gibson ve Ashby ise gözenekli katıları ikiye ayırmaktadır: Bal peteği yapısı (iki boyutta tanımlı çokgen geometri) [Şekil 2.2. (c)] ve köpük (3 boyutta tanımlı, çok yüzlü). İkinci kategoriye de kendi içinde açık ve kapalı gözenekli olarak alt gruplara ayırmıştır [1].

Gözeneklerin birbirine bağlantılılığı üretim yöntemine bağlıdır. Örneğin, metal eriyiğin köpüklendirilmesi temeline dayanan üretim süreçlerinde kapalı gözenek elde edilirken (Alporas, Alcan) (Çizelge 2.1), açık gözenekli bir polimer köpüğün model olarak kullanılması ile elde edilen köpükler açık gözenekli

köpüklerdir (Duocel) (Çizelge 2.2). Bu ticari köpüklerden bazılarının köpük yapısı Şekil 2.3'te görülmektedir. Elbette ki her köpük tamamen açık ya da tamamen kapalı gözenek yapısına sahip değildir. Birçok gözenekli malzeme her iki türden de gözeneği barındırır (Örn; Alulight) [4]. Ayrıca gözeneklilik miktarı arttıkça kapalı/açık gözenek oranı da azalır [4].



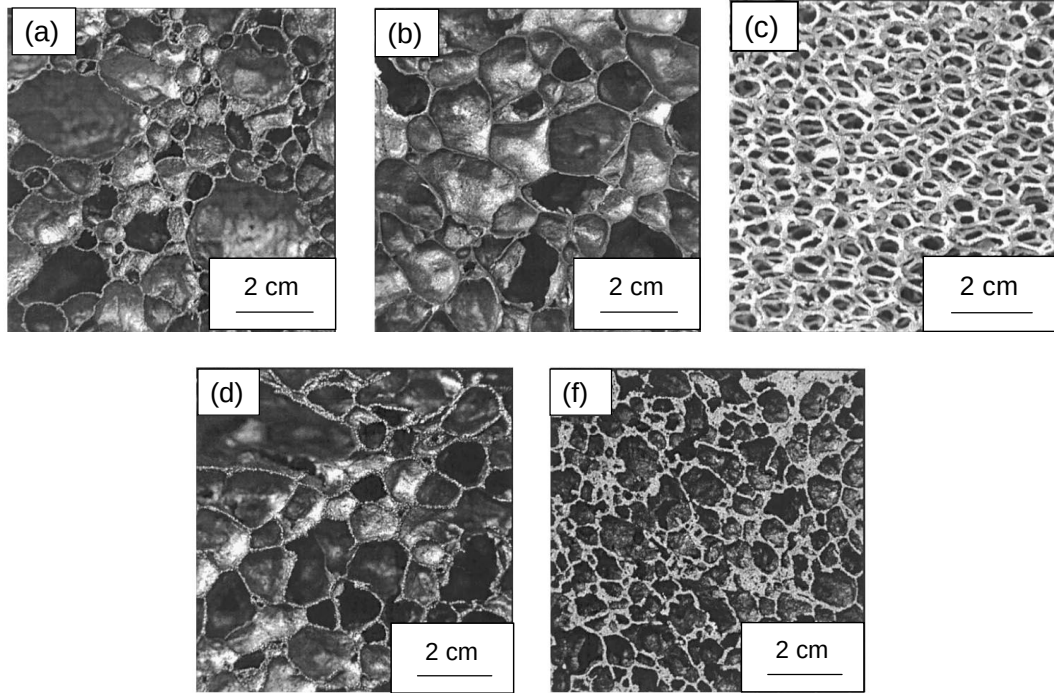
Şekil 2.2. (a) Kapalı gözenekli, (b) açık gözenekli ve (c) bal peteği yapısında köpük yapısı [5].

Çizelge 2.1. Kapalı gözenekli köpüklerin üretim yöntemleri ve özellikleri [4].

Yöntem	Ticari ismi/enstitü	Göreceli Yoğunluk	Gözenek Boyutu	Metal	Üretim
Sıvı metal köpüklendirmesi (gaz enjeksiyonu)	CYMAT	0.02-0.2	2.5 – 3 mm	Al alaşımları (+SiC, Al ₂ O ₃)	Endüstriyel, geniş çaplı
Sıvı metal köpüklendirmesi (köpüren ilave)	ALPORAS	0.07-0.2	0.5 – 5 mm	Al alaşımları	Endüstriyel, geniş çaplı
Sıvı metal köpüklendirmesi (ötektik katılaşması)	GASAR	0.35-0.9	10 µm-1 mm	Al, Ni, Cu, Fe, Mg, Ti, Co ve alaşımları	Laboratuvar
Toz paketlerinin köpüklendirilmesi	ALULIGHT	0.3-0.7	2-10 mm	Al, Zn, Fe, Pb, Au	Endüstriyel, geniş çaplı
Thixocast	FOAMINAL	>0.08	1-5 mm	Al alaşımları	Endüstriyel, geniş çaplı
Toz paketlerinin köpüklendirilmesi (köpüren ilave ile)	FORMGRIP	>0.1	1-5 mm	Al (+SiC, Al ₂ O ₃)	Laboratuvar

Çizelge 2.2. Açık gözenekli köpüklerin üretim yöntemleri ve özellikleri [4].

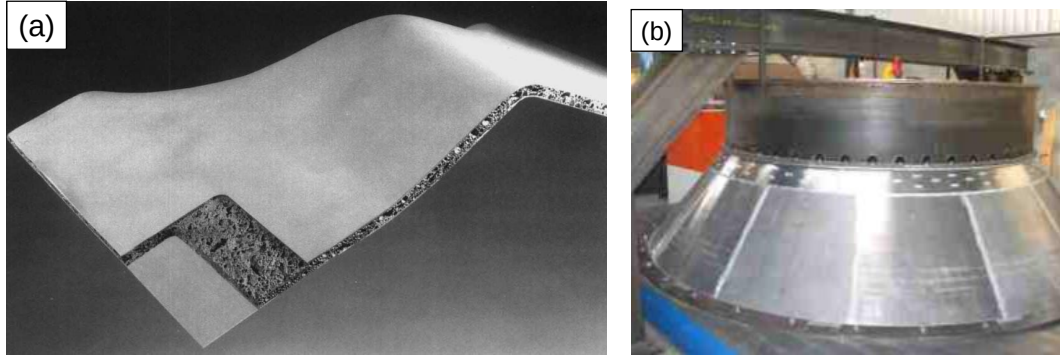
Yöntem	Ticari ismi/enstitü	Göreceli Yoğunluk	Gözenek Boyutu	Metal	Üretim
Sıvı yöntem: Pozitif replikasyon	DUOCEL	0.03 – 0.12	0.2 – 4 mm	Al (Cu, Ni)	Endüstriyel, geniş çaplı
Sıvı yöntem: Negatif replikasyon	EPFL, İsviçre	0.1 – 0.4	20 µm – 2 mm	Al ve alaşımları	Laboratuar
Toz metalürjisi	Imi, Kanada	0.1 – 0.2	0.5 – 1 mm	Ni	Laboratuar
	Synthes, Gmbh	0.2 – 0.5	250-500 µm	Ti	Ticari
Elektrodepozisyon	CELMET METAPORE	< 0.1	400 µm – birkaç mm	Ni, N,Cr, Ag, Cu, Sn	Endüstriyel, geniş çaplı
Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD)	INCO	0.02 – 0.05	100-300 µm	Ni, Ti	Endüstriyel, geniş çaplı



Şekil 2.3. Çeşitli ticari alüminyum köpüklerin optik mikroskop görüntüleri. (a) Alcan, (b) Alporas, (c) Duocel (ERG), (d) Alulight ve (e) Fraunhofer [6].

2.1.2. Uygulama alanları

Son yıllarda paslanmaz çelik, titanyum, çinko, bronz, bakır, magnezyum, nikel gibi metallerin köpük yapısında üretilmesi ve karakterizasyonu üzerine birçok çalışma yapılsa da günümüzde ticari olarak üretilen ve kullanılan metalik köpüklerin başında alüminyum gelir. Alporas, AFS, RECEMAT, ALCAN, Duocell gibi ticari adlarla üretilen alüminyum köpükler uzay araçları, otomotiv ve demiryolu sektörlerinde, makine konstrüksiyonlarında yapısal, filtrasyon, ısı dönüştürme ve gürültü kontrolü alanlarında ise işlevsel görevlerde kullanılmaktadır. Bu uygulamalara iki örnek Şekil 2.4'te görülmektedir.

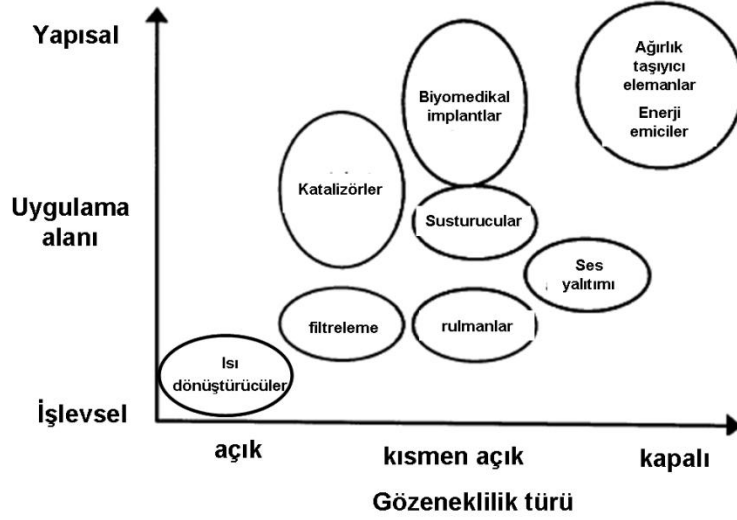


Şekil 2.4. (a) Ford Mondeo marka otomobilde kaporta olarak kullanılan Al köpük sandviçler [7] ve (b) Alman ve Fransız Uzay Ajansları işbirliğiyle üretilen AFS (Aluminium Foam Sandwich) roket hızlandırıcı [8]

Ayrıca Avrupa Birliği tarafından yürütölüp geçtiğimiz yıllarda sona eren METEOR (Light-weight Metal Foam Components for the Transport Industry) Projesi ve yayalarla motorsuz araç kullanıcılarını koruyacak malzemelerin araştırılması amaçlı Eamlife Projesi enerji soğurabilen gözenekli malzemeler olarak alüminyum ve titanyumun bu alanda gelecek vaat ettiğini ortaya çıkarmıştır [9].

Metalik köpüklerin gözenek yapısına göre değişen uygulama alanları Şekil 2.5'te görülmektedir. Birçok uygulama ortamdaki sıvı ya da gazın köpüğün gözeneklerinden geçmesini gerektirir. Uygulama alanı, hızlı akışkan akımı için gerekli olan “tamamen açık”tan, yük taşıma için gerekli olan “tamamen kapalı”ya

kadar çeşitli derecelerde “açıklık” gerektirebilir. Dolayısıyla uygulama alanına uygun köpük yapısının sağlanması gerekir. [10].



Şekil 2.5. Metalik köpüklerin gözeneklilik türlerine göre kullanıldıkları uygulama alanları [10].

2.2. Titanyum Metali ve Titanyum Köpükler

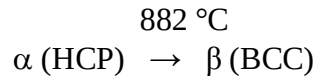
Titanyum 1791’de keşfedilmiş olmasına karşın ilk yüksek saflıkta titanyum üretimi 1910 yılında gerçekleştirilmiştir. Yeryüzünde en çok bulunan 9. element, alüminyum, demir ve magnezyumdan sonra 4. metaldir. Buna rağmen oksijen, hidrojen, azot ve silisyuma karşı çok tepkin olduğundan saf titanyumun elde edilmesi oldukça maliyetli bir süreçtir [11].

1950’lerin başlarında titanyum ve alaşımlarının endüstriye girmesini izleyen kısa bir süre içinde bu malzemeler uzay araçları, kimya ve enerji endüstrisinde popüler hale gelmişlerdir. Yüksek korozyon direnci, mukavemet/ağırlık oranı ve mükemmel mekanik özellikleri sebebiyle titanyum ve alaşımları askeri ve sivil hava araçları, statik ve döner gaz türbün motorları gibi birçok kritik uygulamada kullanım alanı bulmaktadır. Son yıllarda kullanım alanları genişleyerek nükleer güç üniteleri, gıda üretim süreçleri, ısı dönüştürücüler, deniz araçlarının parçaları ve biyolojik protezler gibi uygulamalarda da kullanılmaya başlanmıştır [11].

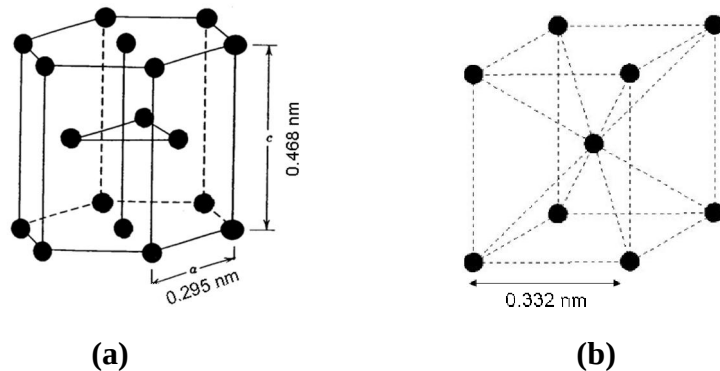
Titanyumun yüzeyindeki ince titanyum oksit (TiO_2) tabakası doğal sular, oksitleyici asidik deniz suyu gibi birçok korozyon ortamlara karşı mükemmel koruma sağlar. Titanyum ve alaşımları genellikle asetik, formik, sitrik, tartarik, stearik ve tannik asitin de içinde bulunduğu organik kimyasallara karşı karardır. Ayrıca deniz suyu korozyonuna uğraması kolay değildir ve organik, inorganik asitler, tuzlar ve organik çözeltilerin muhafazasında kullanılan ekipmanlara yarar sağlar. Birçok durumda pH'si 12'ye kadar olan alkali ortamlarda problem çıkarmaz [11].

Üstün korozyon direncinin yanında titanyum düşük ısıl iletkenlik, düşük ısıl genleşme, düşük yoğunluk ve yüksek mukavemete sahip olup insan vücudu ile tepkimeye girmez ve saf azotta yanan tek elementtir [11].

Titanyum nispeten yüksek ergime noktasına ($1668\text{ }^\circ\text{C}$) sahip olup $882\text{ }^\circ\text{C}$ 'de allotropik bir faz dönüşümü meydana gelmektedir. Oda sıcaklığından $882\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar hegzagonal sıkı paket (HCP) birim hücre yapısına sahip olan α -titanyum, bu sıcaklıkta yüzey merkezli kübik (BCC) yapıdaki β -titanyum fazına dönüşür [11, 12].



Şekil 2.6'da verilen birim hücre boyutları göz önüne alındığında β titanyumun birim hücre hacmi $0,0366\text{ nm}^3$ iken α titanyumun birim hücre hacmi $0,10581\text{ nm}^3$ olduğu hesaplanır. Dolayısıyla β fazından α fazına soğutma sırasında hacim artışı meydana gelir.



Şekil 2.6. (a) α ve (b) β titanyum fazlarının birim hücre şekilleri ve boyutları [11].

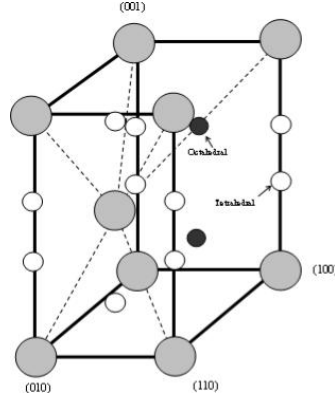
“Ticari saflıkta” (cp) olarak adlandırılan titanyumun saflığına göre değişen dereceleri vardır. Bu tip titanium malzemeler Cp-Ti olarak kodlanır ve α -Ti alaşımı olarak da adlandırılır. α -Ti alaşımları hegzaonal yapıda çözünebilir alan atomlar (Al veya Sn) veya arayer atomları (O, C, N) içerebilirler. α -Ti alaşımlarının mekanik özellikleri kompozisyonlarına ve geçirdiği süreç aşamalarına oldukça bağlıdır [11]. Safsızlıklar faz dönüşüm sıcaklığını ve yayılım davranışını, dolayısıyla sinterleme davranışını ve mekanik özellikleri etkiler [11,12]. Çizelge 2.3 ticari saflıkta titanium derecelerinin kimyasal kompozisyonları ve en düşük akma mukavemeti değerlerini özetlemektedir.

Çizelge 2.3. Ticari saflıkta titanium derecelerinin kimyasal kompozisyonları ve en düşük akma mukavemeti değerleri [11].

Ticari saflıkta Ti türü	O (azami)	Fe (azami)	Diğer ilaveler	$\sigma_{0.2}$ (MPa)
Cp-Ti 1. derece	0.18	0.20	-	170
Cp-Ti 2. derece	0.25	0.30	-	275
Cp-Ti 3. derece	0.35	0.20	-	380
Cp-Ti 4. derece	0.40	0.50	-	480
Ti-0.2Pd (7.derece)	0.25	0.30	0.12-0.25Pd	275
Ti-0.2Pd (11.derece)	0.18	0.20	0.12-0.25Pd	170
Ti-0.05Pd (16. derece)	0.25	0.30	0.04-0.08Pd	275
Ti-0.05Pd (17. derece)	0.18	0.20	0.04-0.08Pd	170
Ti-0.1Ru (26.derece)	0.25	0.30	0.08-0.14Ru	275
Ti-0.1Ru (27.derece)	0.18	0.20	0.08-0.14Ru	170

Titanyum içinde çözülmüş Al, Ga, Ge, C, O ve N elementleri α fazını kararlı kılarken, Mo, V, Ta, Nb, Mn, Fe, Cr, Co, Ni, Cu ve Si elementleri ise β fazını kararlı kılmaktadır.

Hegzaonal sıkı paket yapısına sahip olan α -Ti’da oktahedral boşlukların çapı 0,122 nm iken tetrahedral boşluklar 0,066 nm çapına sahiptir (Şekil 2.7). Hacim merkezli kübik yapıdaki β -Ti’da ise tetrahedral boşlukların çapı 0.044 nm’dir [11].

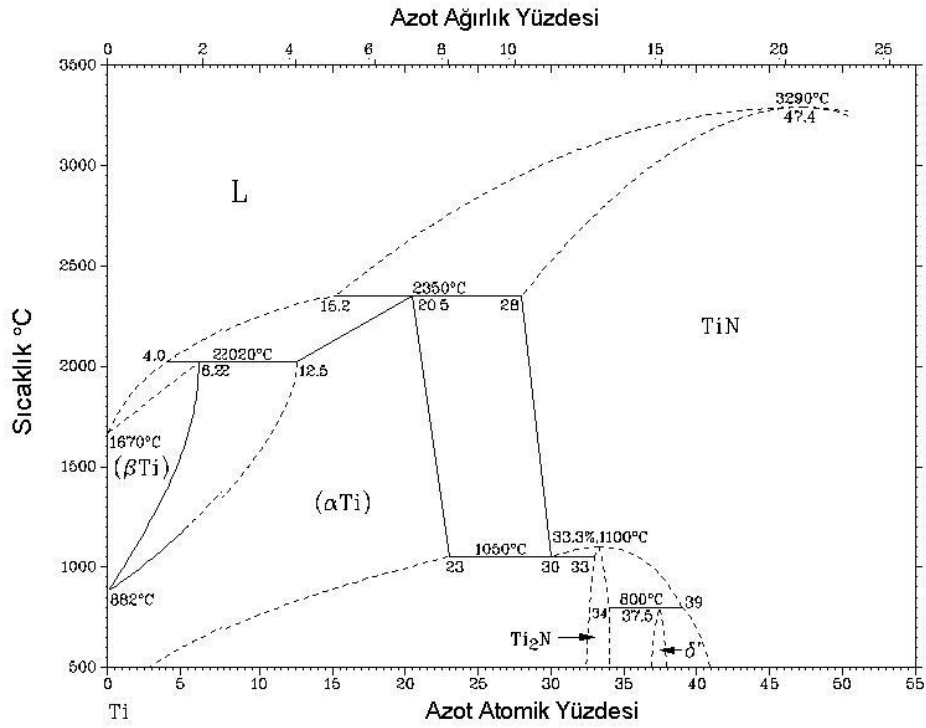


Şekil 2.7. α -Titanyum kristal yapısındaki oktahedral ve tetrahedral boşlukların şematik gösterimi.

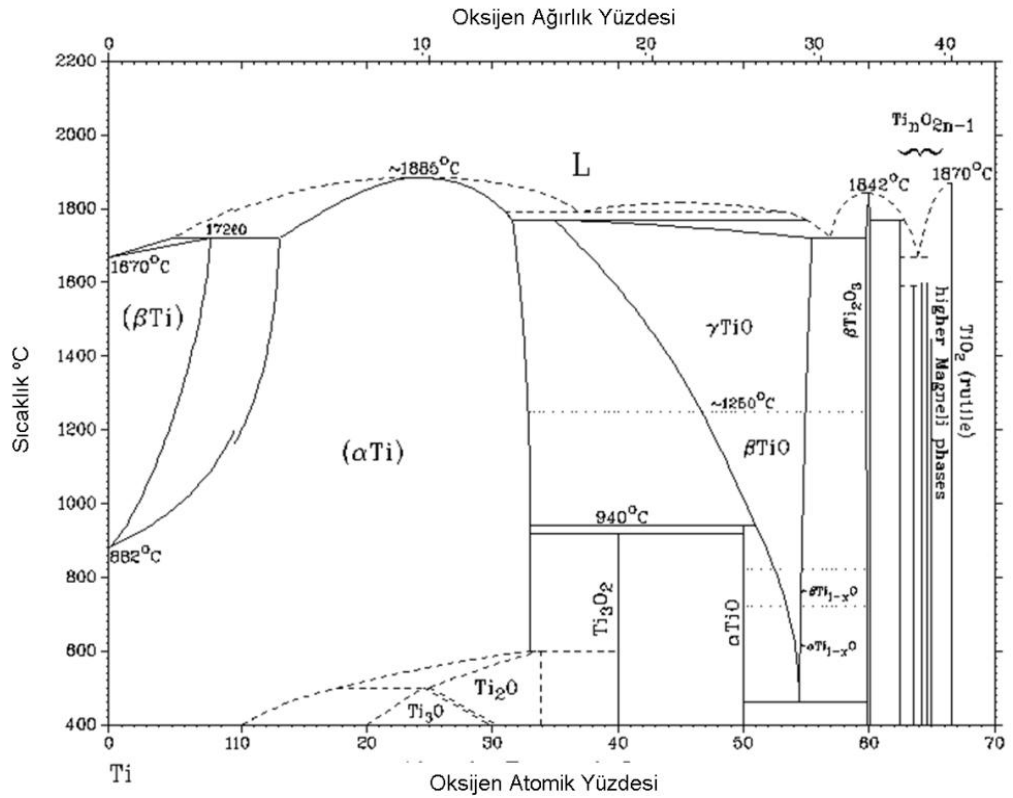
Titanyum atmosferde bulunan temel elementlerle reaksiyona girmeye oldukça yatkın bir metaldir. Titanyumun yapısına giren ara yer atomları akma mukavemetini arttırırken sünekliğini düşürür. Azot genel olarak mekanik özellikler üzerinde en etkin ara yer atomudur. Titanyum-azot denge faz diyagramı Şekil 2.8’de verilmiştir. Onu karbon ve oksijen takip eder [13].

Genellikle, azot ve karbon titanyum içinde yüksek derişimde gözlenmezken oksijen titanyum içerisindeki yüksek çözünürlüğü sebebi ile temel kirlilik atomudur. Titanyum-oksijen denge faz diyagramı Şekil 2.9’da verilmiştir [14,15]. Titanyum içindeki oksijen safsızlığı kaynağı başlangıç tozunun kendisi olduğu gibi toz metalürjisi üretim basamakları olan karıştırma, şekillendirme, bağlayıcı giderme ve sinterleme aşamalarının her biri de son ürün içindeki oksijen miktarını arttırabilir [13]. Özellikle 400 °C’nin üzerindeki sıcaklıklarda oksijen miktarında dikkate değer bir artış gözlenir.

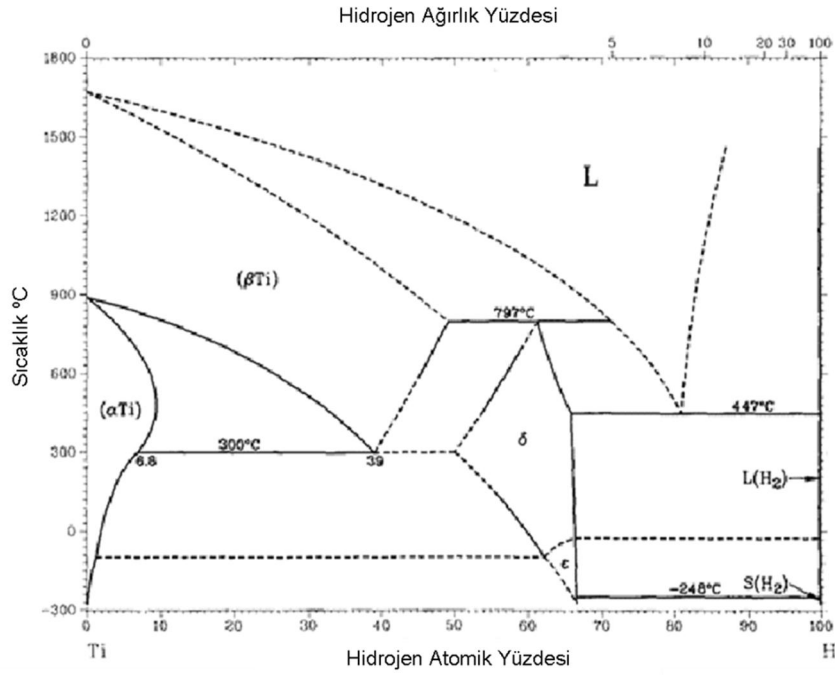
Hidrojenin α ve β fazlarındaki çözünürlüğü oldukça farklıdır. α -Ti birkaç ppm hidrojen çözebilirken β -Ti içerisinde birkaç bin ppm kadar hidrojen oldukça yüksek bir difüzyon hızıyla çözünebilir (Şekil 2.10). Bu durum hidrojen kırılabilirliği ihtimalini de beraberinde getirir [11].



Şekil 2.8. Titanyum – azot denge faz diyagramı [15].



Şekil 2.9. Titanyum –oksijen denge faz diyagramı [15].



Şekil 2.10. Titanyum –hidrojen denge faz diyagramı [15].

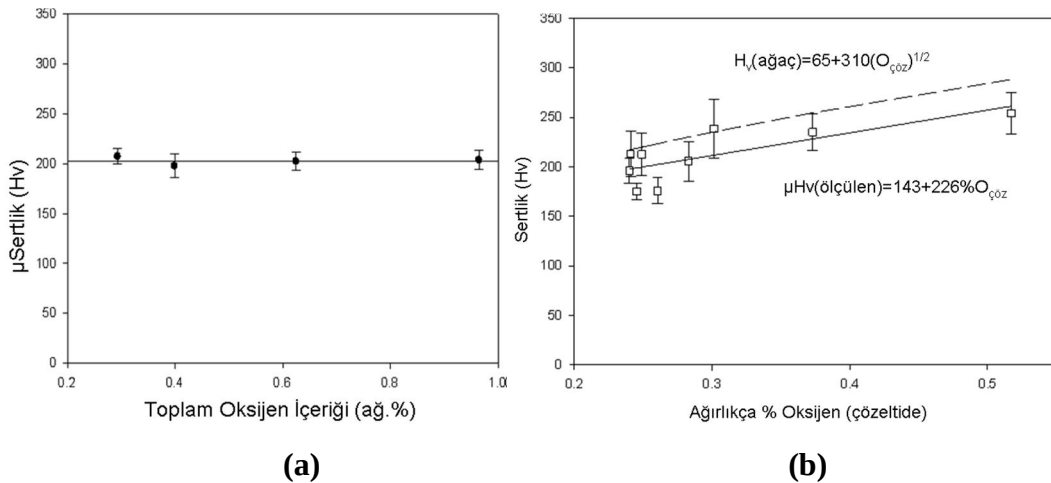
Düşük derişimlerde oksijen atomları α -Ti içindeki oktahedral boşluklara yerleşir. Böylelikle latis parametresini ve kristaldeki c/a oranını artırır. Her yüzde 1 (atomik) oksijen kristalde $0,0013 \text{ nm}^3$ 'lük bir hacim artışına sebep olur (Çizelge 2.4). Oksijen arayer atomları dislokasyonların hidrostatik gerilme alanları ile etkileşime girerek kenar ve vida dislokasyonlarının hareketlerini etkiler. Sonuç olarak oksijen miktarındaki artış titanyum atomik yapısındaki ikizlenme ve prizmatik kaymayı engelleyerek akma mukavemeti, sertlik ve yorulma direncini artırırken sünekliği ve darbe dayanımını düşürür [12].

Çizelge 2.4. α -Ti'da bulunan arayer atomları ve özellikleri [13].

Element	Atomik Çap (nm)	Her bir atomik yüzdenin sebep olduğu hacim genişmesi (nm^3)	Azami çözünürlük	
			Atomik (%)	Ağırlıkça (%)
O	0.120	0.00013	30	12.5
N	0.142	0.00018	19	6.4
C	0.154	0.00049	2	0.25

Titanyum ve alaşımlarının ısı etkileriyle oksitlenmesi iki temel şekilde gerçekleşir: oksit tabakasının oluşumu ve oksijenin oksit tabakasının hemen altından iç bölgelere doğru difüzyonu [13]. Titanyum malzemesinin yüzeyindeki oksit tabakası genellikle 2–7 nm kalınlığındadır. Oksit tabakası temel olarak TiO_2 içerir ve difüzyon için bir bariyer oluşturur. Bu davranış titanyuma iyi bir korozyon direnci ve biyo-uyumluluk kazandırır [13,14].

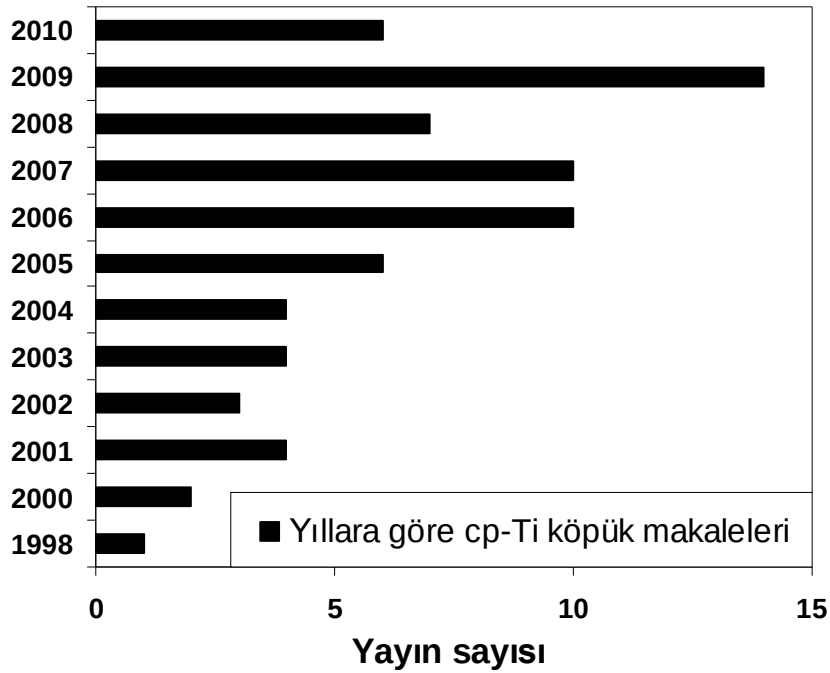
Lefebvre ve arkadaşları [14] titanyum köpüklerde yüzeydeki oksit tabakasında bulunan oksijen miktarı ile titanyum yapısında çözünen oksijen atomu miktarının köpüğün mekanik özelliklerine olan etkilerini incelemiştir. Bu amaçla 1400 °C sıcaklıkta 1 saat süresince 10^{-5} – 10^{-6} Torr vakum altında sinterlenen titanyum köpükler Ar - % 20 O_2 gaz ortamında 350 – 400 °C sıcaklıkta oksitlenme ısı işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem yüzeydeki oksit tabakasının kalınlaşmasını sağlamıştır. Çözeltiye alma işlemi ise aynı vakum altında 1000 °C sıcaklıkta 1 saat ısı işlemi ile yapılmıştır. Bu çalışma sonucunda yüzeydeki oksit tabakasında bulunan oksijenin sertlik üzerinde etkisi olmadığı, sertlik değerini arttıran oksijenin titanyumun içinde çözünerek katı çözelti oluşturan oksijen miktarı olduğu ortaya çıkmıştır (Şekil 2.11). Oksijen ara yer atomlarının mukavemeti arttırıcı yönde etkisi varken, elastik modüle kayda değer bir etkisi bulunmamaktadır [13].



Şekil 2.11. (a) Oksitleme işlemi ve (b) çözeltiye alma ısı işlemlerinin titanyum köpüklerin sertliğine olan etkileri [14]

2.2.1. Titanyum köpükler ve üretim yöntemleri

Uzun yıllardır kullanılmakta olan alüminyumun yanında son yıllarda geliştirilmekte olan gözenekli metaller ve alaşımlar arasında titanyum, çelik, bakır, nikel esaslı üstün alaşımlar, kurşun, magnezyum, çinko ve kalay sayılabilir [7]. Bu metaller arasında düşük maliyeti sebebi ile alüminyum ve alaşımları birçok bilimsel çalışmaya konu olmuş ve geniş bir kullanım alanı bulmuştur. Metalik köpükleri konu alan araştırma projelerinin büyük çoğunluğu alüminyum ve alaşımlarının eriyik halde köpüklendirilmesine odaklanmıştır [7]. Titanyum ve alaşımları ise yüksek korozyon ve yorulma dirençleri, mukavemet/ağırlık oranları ve biyouyumlulukları sebebi ile özellikle 2000 yılından sonra gözenekli metal ve metalik köpük üretim çalışmalarında önde gelen malzeme olmuştur (Şekil 2.12). Bu özellikleri Ti ve alaşımlarına ağırlık faktörünün önemli olduğu uzay, hava ve deniz taşıtları endüstrisi ile biyomedikal endüstrisinde kullanım alanı yaratmıştır.



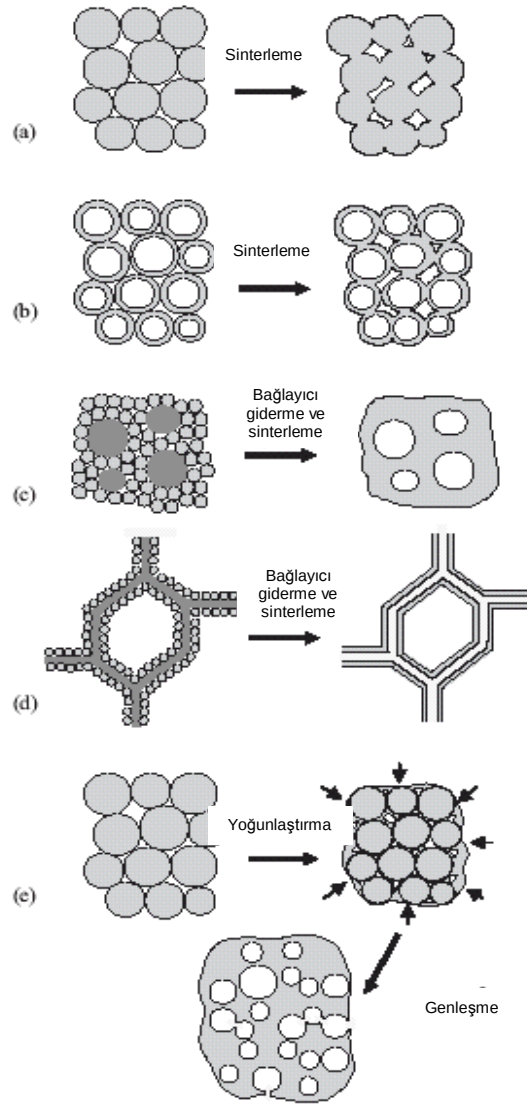
Şekil 2.12. Son 10 yılda yayınlanmış ticari saflıkta (cp-Ti) köpük makaleleri.

Metalik köpüklerin birçok farklı üretim yöntemi bulunmasına karşın (Çizelge 2.3) gözenekli Ti ve alaşımları yüksek ergime sıcaklıkları ve atmosfer gazlarıyla yüksek tepkinlikleri sebebiyle katı hal köpüklendirme yöntemleri ile

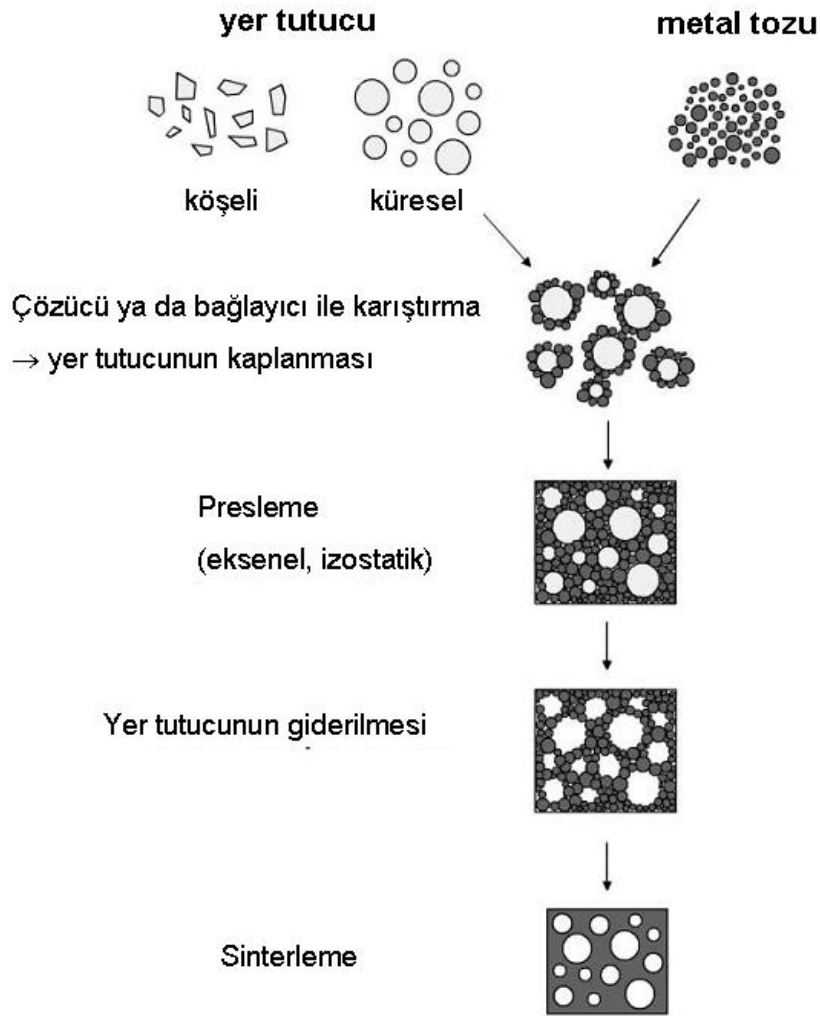
üretilmektedir [16]. Ti esaslı köpüklerin katı hal üretim yöntemleri metal tozların sinterlenmesine ve basınçlı gaz genleşmesine dayalı yöntemler olarak ikiye ayrılabilir. Bu çalışmaların büyük bir bölümü Dunand [16] tarafından derlenmiştir (Şekil 2.13).

İlk Ti köpük çalışmaları, Murray ve arkadaşları [17] tarafından 1981 yılında Ti tellerin sinterlenmesi ve 1987 yılında Kearns ve arkadaşları [18] tarafından Ti6Al4V alaşım toz paketinin içine hapsedilmiş basınçlı argon gazının genleşmesi olarak özetlenebilecek *sürünme genleşmesi* yöntemleri ile literatüre geçmiştir. Bundan sonraki Ti köpük çalışmaları 1998 ve sonrası tarihlerde artan bir sıklıkta görülmektedir (Şekil 2.12). Dunand ve arkadaşları [19] ticari saflıkta Ti ve alaşımlarına titanyumun allotropik değişim sıcaklığı yakınlarında ısı çevrim uygulayarak dönüşüm süperplastisitesi yaratarak köpüklendirme hızını arttırmışlardır.

Son 10 yılda yayınlanan çalışmalara bakıldığında, Ti köpük üretiminde iki temel üretim yönteminin kullanıldığı görülür: yer tutucu ile sinterleme (Şekil 2.14) ve argon hapsedilmiş toz paketinin sürünme genleşmesi ile köpüklendirilmesi. Sayısal olarak bakıldığında büyük çoğunluk yer tutucu ile sinterleme yöntemini tercih etmekle birlikte [20-26], farklı yöntemler de göze çarpmaktadır. Son yıllarda yüksek aspekt oranına sahip, düzgün sıralı gözenekli köpük üretimi için “directional freeze casting” [27], titanyum oksitten indirgenmeye dayanan FFC Cambridge yöntemi [28] ve metal enjeksiyon kalıplama yöntemi [29] de Ti köpük üretiminde çalışılan yeni yöntemlerdir.



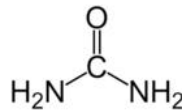
Şekil 2.13. Katı hal yöntemleri ile Ti üretiminin şematik gösterimi. (a) Kısmi sinterleme, (b) İçi boş Ti kürelerin sinterlenmesi, (c) Yer tutucu ilave ile sinterleme, (d) Ti tozlarının uçucu malzemedan yapılmış bir iskelete çöktürülmesi, (e) Toz paketine hapsedilmiş inert gazın genleşmesi ile köpüklendirme [16].



Şekil 2.14. Yer tutucu yönteminin şematik gösterimi [10].

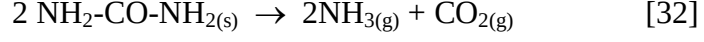
Titanyum köpüklerin üretiminde en yaygın kullanılan yer tutucular üre ve amonyum hidrojen karbonattır. Bunların dışında magnezyum, titanyum hidrür ve polimerik yer tutucular kullanıldığı çalışmalar da bulunmaktadır [29].

Üre (Karbamid): Üre karbon, azot, oksijen ve hidrojenlerden oluşan organik bir bileşiktir. Kimyasal formülü CON_2H_4 ya da $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ şeklindedir (Şekil 2.15) [30]



Şekil 2.15. Ürenin moleküler yapısı [30]

Üreye ısı uygulandığında oldukça karmaşık bir bozunma davranışı gösterir. Bozunma süreci basit bozunma ve farklı polimerik tepkimelerden oluşur. Bu tepkimelerin son basamağı aşağıdaki gibidir. Ayrıca üre suda çok yüksek çözünürlüğe sahiptir [31,32].



Ürenin bozunum sıcaklığı ortam basıncına göre değişiklik gösterir. Birçok titanyum köpük çalışmasında vakum ortamında 200 °C’de giderildiği bildirilirken hava ortamında tamamen ayrışması 600 °C’yi bulur [33]

Çizelge 2.5. Ürenin farklı sıcaklıklarda suda çözünürlüğü. [31].

Sıcaklık (°C)	Çözünürlük (gr / 100 ml)
20	108
40	167
60	251
80	400
100	733

Amonyum hidrojen karbonat (AHC): Amonyum hidrojen karbonat titanyum köpük üretiminde yaygın olarak kullanılan bir başka malzemedir [19-21]. AHC 60 °C’nin üzerindeki sıcaklıklarda hava ortamında aşağıdaki reaksiyona göre bozunuma uğrar [21,33].



2.2.2. Titanyum köpüklerin uygulamaları ve potansiyel kullanım alanları

Titanyum köpüklerin günümüzde uygulaması bulunan ya da kullanım aşamasına yakın olan iki farklı uygulama alanı bulunmaktadır: Biyomedikal uygulamalar ve hava/uzay taşıtlarında yapısal eleman uygulamaları. Bu iki uygulama için gereken yapısal ve mekanik özellikler birbirlerinin tam tersi yöndedir [34].

2.2.2.1. Kemik ve diş implant uygulamaları

Ti ve alaşımları biyouyumlulukları ve osteoindüktif, bir başka deyişle kemik gelişimine uygun olma, özelliği sebebi ile yapay kalça eklemi, diş implantı gibi biyolojik uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır [34-35]. Fakat Titanyumun kemiğe ($E_{\text{süngerimsi kemik}} = 10-40 \text{ GPa}$) nispetle yüksek rijitliği gerilme dağılımında sorunlara ve buna bağlı implant gevşemelerine sebep olmaktadır [34-35]. Ayrıca Ti yüzeyindeki oksit tabakasının implantı çevreleyen doku ile güçlü bir arayüz oluşturmaması çözülmesi gereken bir başka sorundur. Arayüz sorunu implant Ti'ü hidroksiapatit (HA) gibi kemik ve dişin başlıca minerali olan bir malzeme ile kaplayarak giderilebileceği gibi titanyumu gözenekli olarak üreterek de giderilebilmektedir. Titanyum köpükler implantın rijitliğini doğal kemik seviyesine kadar düşürebilmekle birlikte kemik hücrelerinin implant malzemeye daha yüksek derecede sızmasına izin vererek daha güçlü bir arayüz oluşmasını sağlar [34]. Belirli kimyasal ve ısı işlemler sonucunda gözenekli titanyumun ilave osteojenik (kemik oluşturucu) hücreler veya osteoindüktif etmenler kullanılmaksızın kemik oluşumunu meydana getirdiği tespit edilmiştir [34].

Ti köpüklerin biyomedikal uygulamalarda kullanımı halen üzerinde çalışılan bir konudur [35-38]. İmplanttan beklenen mekanik özellikler tedavi edilecek kemiğin cinsi, hastanın yaşı ve aktivite durumuna göre çeşitlilik gösterir. Bu açıdan implant malzemesinin mekanik özelliklerinin hassas biçimde kontrolü, gözenek yapısı ve gözenekliliğinin ihtiyaca göre ayarlanması büyük önem arz etmektedir.

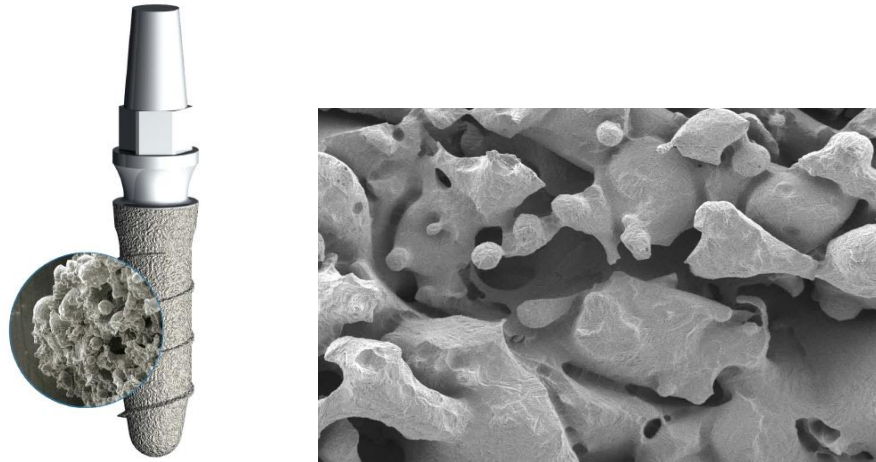
Günümüzde bu uygulamalarda yoğun titanyum malzemesi yaygın olarak kullanılmaktadır. Yüzey pürüzlülüğü ve geniş yüzey alanı implant çivinin yüzeyinin kumlanması veya çivilere yiv açılması ile sağlanmaktadır (Şekil 2.16). Bu da üretim sonrası ilave bir işlem demektir. Kemik hücrelerinin gözenekleri doldurması ve onları besleyecek kan damarlarının gözeneklerin içinden geçişinin hızlandırması sonucu implantın vücutla hızlı uyumu için hidroksiapatit ve biyocam kaplamaları da yaygın uygulamalardandır. Diş implantı uygulamaları gelişimi halen süren nispeten yeni uygulamalar olduğundan istenen malzeme özellikleri de hastalardan gelen geri bildirim ve tecrübeler ışığında her geçen gün

değişmektedir. İmplant kaplamaları birkaç yıl öncesine kadar yaygın olarak uygulanan başarılı yöntemler olarak değerlendirilirken bu tip implantların 2-3 sene kullanımdan sonra kaplamaların bakteri oluşturması veya implanttan ayrılması sebebi ile çeneden ayrılması implant geliştirmede yeni yöntemlere yönelme gerekliliğini ortaya çıkarmıştır. Bu noktada gözenekli titanyum implant yukarıda sayılan gerekleri yerine getirebilecek potansiyele sahip olduğu görülmüş ve ticari olarak üretilip kullanılmaya başlanmıştır (Şekil 2.17).



Şekil 2.16. Diş implantları ve uygulamaları.

Dünyada büyük firmalar gözenekli titanyum diş implantı araştırma ve geliştirmesine hız vermiştir. Şekil 2.17’de görülen titanyum implantlar İtalyan bir firmanın 2009 yılında satışa sunduğu ürünleri göstermektedir. Çizelge 2.6’da ise cerrahi implant uygulamalarında kullanılacak titanyum malzemelerinin ASTM standartları görülmektedir.



Şekil 2.17. Leader Italia® firmasının satışa sunduğu implantların makro ve mikro görüntüleri.

Bu tip implantların üretimi için vida tasarımı yapan bilgisayar programları, lazer sinterleme, üretim sonrası ilave yüzey işlemleri gerekmektedir.

Çizelge 2.6. Cerrahi implant uygulamalarında kullanılacak titanyum malzemelerinin ASTM standartları.

Standart	Başlık	O (ağ.%)	N (ağ.%)	C (ağ.%)
ASTM F67 ISO-5832-2	Cerrahi implant uygulamaları için alaşımsız Titanyum	0.18	0.03	0.08
	1. derece	0.18	0.03	0.08
	2. derece	0.25	0.03	0.08
	3. derece	0.35	0.05	0.08
	4. derece	0.40	0.05	0.08
ASTM-F-1472	Cerrahi implant uygulamaları için işlenmiş Ti-6Al-4V alaşımı	0.20	0.05	0.08
ASTM-F-136	Cerrahi implant uygulamaları için işlenmiş Ti-6Al-4V ELI (çok düşük arayer atomlu) alaşımı	0.13	0.05	0.08
ASTM-F-1580	Cerrahi implant kaplamalar için titanyum tozu	0.40	0.06	0.10

2.2.2.2. Hava ve uzay taşıtlarında yapısal elemanlar

Özellikle otomotiv sektöründe yük taşıyıcı ve enerji emici elemanlarda alüminyum köpük kullanımı bilinen ve yaygınlaşmakta olan bir uygulamadır [1-3]. Bu tip yapısal uygulamalarda titanyum köpükler yüksek maliyet sebebiyle tercih edilmemektedir. Ayrıca bükülmezlik özellikleri açısından alüminyum köpüklere kıyasla avantaj sağlamamaktadır. Ancak titanyum köpüklerin yüksek çalışma sıcaklıkları özellikle yüksek maliyetin tolere edilebildiği havacılık ve uzay uygulamalarında avantaj sağlar. Titanyumun yüksek kırılma tokluğunun da yapı güvenliğini arttırdığı gerçeği de belirtilmesi gereken bir başka özelliğidir. Enerji emme özelliği açısından bakıldığında; ağırlıksal enerji emme kapasitesi (W_w) plato gerilmesi (σ_{pl}) ve yoğunlaşma gerinimi (ε_d) ile doğru orantılı olduğu bilinmektedir (Eşitlik (2.1)) [2]. Salimon ve arkadaşları [39] bu göstergeden

yararlanarak yaptıkları hesaplamalarda malzeme tasarımında enerji emilimi göstergelerini karşılaştırmış ve titanyum köpüklerin enerji emebilme kapasitesinin Al köpüklerden daha yüksek olduğu saptanmıştır. Ayrıca, titanyumun daha düşük ısı iletkenliği de roket inşasında avantaj sağlayabilir [39].

$$W_w = \frac{\sigma_{pl} \times \varepsilon_D}{\rho} \quad (2.1)$$

Amerikan Ulusal Havacılık ve Uzay Dairesinin (NASA) 2002 yılında 126 yenilikçi proje önerisinden ödüllendirdiği projelerden biri de “Titanyum köpük malzemesinden uzay gemisi yakıt tankı üretimi” başlıklı projedir [40]. Salimon ve arkadaşlarının [39] performans göstergelerini kullanarak yaptığı özellik profili çalışmasında çıkardıkları titanyum köpüklerin özellik profilinin daha çok metal matrisli kompozitler, yüksek karbonlu çelikler gibi bir “yüksek performans” malzemesi profiline benzediğini tespit etmişlerdir. Bu açıdan bakıldığında titanyum ve alaşımlarının halihazırda kullanıldığı uzay, kimyasal ve spor malzemeleri uygulamalarında titanyum köpüklerin de kullanılabileceği sonucunu çıkarmışlardır. Bu uygulama alanlarına ek olarak lüks deniz taşıtlarında ve otomotiv endüstrisinde çarpışma önleyici eleman olarak kullanım potansiyelleri olduğunu vurgulamışlardır. Fakat bunun uygulanabilmesi için dikkatli ve hassas bir köpük tasarımına gereksinim vardır [39].

3. GÖZENEKLİ MALZEMELERE UYGULANAN KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ

Metalik köpüklerin karakterizasyonu yapısal ve mekanik karakterizasyon olarak iki bölümde açıklanacaktır. Bu çalışmada yoğunlukla kullanılan özel karakterizasyon yöntemleri olan üç boyutlu X-ışını mikrotomografisi ve gözeneklei malzemelerde basma testi ise ayrı bölümlerde detaylı olarak açıklanacaktır.

3.1. Yapısal Karakterizasyon

Metalik köpük malzemelerin yapısal, işlevsel ve mekanik özelliklerini belirleyen en önemli değişken gözenek özellikleridir. Bu nedenle gözenek dağılımı, miktarı ve yapısının belirlenmesi metalik köpük malzemelerin karakterizasyonunun ilk adımını oluşturur [1-3].

Bir metalik köpük 3 farklı kademede sınıflandırılabilir: (i) makroskopik kademe, (ii) mezoskopik kademe ve (iii) mikroskopik kademe. Bu kademelerdeki sınıflandırmalarda temel alınan köpük özellikleri aşağıda verilmiştir [2].

- ⇒ Makroskopik kademe: Bu kademedeki sınıflandırmada gözenekliliğin türü (açık, kapalı ya da karışık) ve gözenek miktarı (ya da göreceli yoğunluk) esas alınır. Köpüklerin bu özellikleri genellikle üretim yöntemlerine bağlıdır.
- ⇒ Mezoskopik kademe: Gözenek boyutu, gözeneklerin dizilim şekli, gözenek duvarı kalınlığı gibi köpük özellikleri mezoskopik özellikler sınıfına girer. Mimari yapı genellikle bu kademe için kullanılan bir başka terimdir.
- ⇒ Mikroskopik kademe: Köpüklerin bu kademedeki özellikleri gözenek duvarlarının metalografik mikroyapıları esas alınır.

3.1.1. Makroskopik karakterizasyon

3.1.1.1. Göreceli yoğunluk ölçümü

Göreceli yoğunluk ağırlık ve hacim belirlenerek hesaplama [41-45], kantitatif görüntü analizi [4,47,48] ile ölçülebileceği gibi Archimedes'in suya daldırma prensibi ile ölçülebilmektedir. Gözenekler analiz sırasında suyun giremeyeceği şekilde kapatıldığı takdirde Archimedes suya daldırma yöntemi gözenekli malzemelerde toplam gözenek miktarının hesaplanması için uygun bir yöntemdir.

3.1.1.2. Sıvı geçirgenliği

Titanyum köpüklerin sıvı geçirgenliği Darcy Kanunundan yararlanarak ölçülür. Silindirik numuneleri kauçuk bir tübün içine yerleştirmiş, bu tübü de çelik bir sargı ile çevrelemiştir. Bu düzeneğin bir tarafına demineralize su kaynağı, diğer ucuna bir basınç sensörü yerleştirmiş ve su akışındaki basınç düşüşünden yararlanarak geçirgenliği hesaplamıştır.

$$Q = \frac{-\kappa A (P_a - P_b)}{\mu L}$$

Burada Q toplam su girdisi hızı (m³/s), κ sıvı geçirgenliği, A ve L sırasıyla numunenin kesit alanı ve uzunluğu, (P_a-P_b) iki uç arasındaki basınç farkı ve μ ise sıvının dinamik viskozitesi olarak verilmektedir.

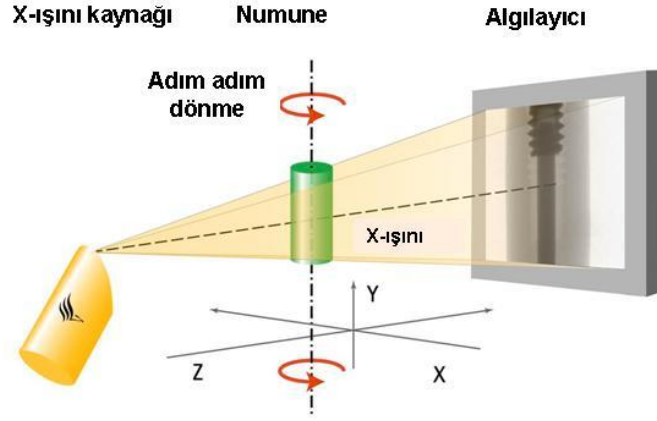
3.1.2. Mezoskopik karakterizasyon

3.1.2.1. Gözenek boyut dağılımı analizi

Gözenek boyut dağılımı makro boyuttaki (10-100 μ m) gözenekler için cıvalı porozimetre, daha küçük boyutlardaki gözenekler için helyum piknometre kullanılarak ölçülebilmektedir [2]. Ancak bu yöntemler yalnızca yüzeye açık gözenekleri ölçebilen yöntemlerdir. En kapsamlı gözenek boyut dağılımı analizi X-ışını mikrotomografisi yöntemi ile yapılır.

3.1.2.2. Üç boyutlu X-ışını mikrotomografisi ve görüntü analizi

X-ışını mikrotomografisi mikro-heterojen malzemelerin içyapısını 3 boyutta incelemeye olanak sağlayan tahribatsız bir muayene çeşididir. Farklı fazların farklı X-ışını geçirgenliklerinden yararlanan “radyografi” prensibine dayanır. Gözenekli malzemeler hava ve yoğun malzemeden oluşan karma yapılar olduğundan mikrotomografi tekniği bu malzemelerin görüntülenmesi için çok uygun bir yöntemdir. Sistem basitçe bir X-ışını kaynağı ve bir algılayıcıdan oluşur, numune bu iki aygıtın arasına yerleştirilir (Şekil 3.1) [47].



Şekil 3.1. X-ışınları mikrotomografisi (μ-CT) yönteminin şematik gösterimi [50].

μ-CT yönteminin prensibi radyografi ile aynıdır: incelenecek numune X-ışınları demetine maruz bırakılır; gelen fotonlar karşılaştıkları malzemenin cinsine bağlı olarak belirli miktarlarda soğurulur. Buna ilişkin zayıflama çarpanı (attenuation coefficient), μ , Beer-Lambert Yasası ile Eşitlik (3.1)'deki gibi belirlenir [2,47-50].

$$N_1 = N_0 \cdot \exp\left[-\int \mu(S)ds\right] \quad (3.1)$$

Burada N_0 aynı enerjiye sahip gelen foton sayısı, N_1 aynı enerjiye sahip geçen elektron sayısı, S numunenin x-ışınlarına maruz kalan kesit alanıdır. Zayıflama katsayısı ışın demeti boyunca farklılık göstermekle birlikte malzemenin yerel kompozisyonuna ve foton enerjisine bağlıdır [47-50].

$$\mu(x, y, z) = K\rho \frac{Z^4}{E^3} \quad (3.2)$$

Burada K bir sabit, E gelen fotonların enerjisi, μ ve Z ise sırasıyla incelenen malzemenin yoğunluğu ve atomik numarasıdır. X-ışınlarının numuneden geçmesiyle elde edilen ışın demeti bir floresan ekranı tarafından gözle görülür ışığa çevrilerek optik merceklerle CCD kamerasına gönderilir [47-50].

3.1.2.2.(a) Terminoloji

μ-CT yönteminde kullanılan önemli terimlerin tanımları aşağıda verilmiştir:

Radyograf: X-ışınından numune kesiti boyunca 3 boyutta elde edilen bilgilerin 2 boyutlu tek bir düzlemde toplanmasından oluşan izdüşümdür. Bu sebeple radyograf ile malzemeden 3 boyutta ayrıntılı bilgi edinilmesi çok zordur [4].

Tomografi: Numunenin kendi eksenini etrafında 360° dönmesi ile elde edilen birkaç yüz radyograf görüntüsündeki bilgiyi birleştirerek veri işlenmesini kolaylaştıran bir yöntemdir [4].

Yeniden yapılandırma (reconstruction): Eğer numunenin dönüşü sırasında yeterli sayıda radyograf çekilirse zayıflama çarpanı (μ) numunenin her bir noktası için ayrı ayrı hesaplanabilir. Bu aşama bir algoritma yardımı ile bilgisayar programı tarafından yapılır. Pratikte 900 radyograf iyi bir 3-boyutlu görüntü elde edilmesi için yeterlidir [4].

Uzamsal çözünürlük (spatial resolution): Çekilen tomografinin çözünürlüğünü numune-kamera yerleşimi belirler. Numune X-ışını kaynağından uzaklaşık kameraya yaklaştıkça analiz ettiği alan artar, çözünürlük azalır [4].

Voxel: Pixel kavramının 3 boyuttaki karşılığı olarak tanımlanır [4].

Hücre koordinasyon sayısı: Her bir hücreye komşu olan hücre sayısı [4].

Pencere konsantrasyonu: Birbiri ile bağlantılı olan iki hücre arasındaki bağlantı bölgesi [4].

Yüzlerce radyografin yeniden yapılandırılmasıyla elde edilen 3 boyutlu tomograf görüntülerinin görüntü analiz yazılımlarında işlenmesiyle malzemede elde edilmek istenen sayısal sonuçlara ulaşılır. Tomografa yapılan görüntü işleme teknikleri numunenin özelliğine göre değişiklik gösterir. Bu sebeple görüntü analiz programlarındaki temel işlevler, değişkenleri numune özelliğine göre belirlenmiş şekilde arka arkaya uygulanarak bir “görüntü analiz süreci” oluşturulur. Görüntü analiz sürecinin oluşturulmasında kullanılan her bir yazılımın sırasıyla tanımlandığı ve uygulandığı “makro” adı verilen programlar yazılması gerekir [47]. Süreçte yer alan önemli işlevler ve tanımları aşağıda verilmiştir.

3.1.2.2.(b) μ -CT yönteminin köpük analizinde etkin olan değişkenleri

Köpük numunelerin μ -CT ile incelenmesinde en önemli değişken seçilecek uzamsal çözünürlüktür. Çözünürlük seçiminde iki belirleyici nokta vardır:

- ♣ İncelenecek en küçük köpük elemanı,
- ♣ Numune köpük yapısını temsil edecek büyüklük

Çözünürlük numunenin kamera - X-ışını kaynağı arasındaki konumu değiştirilerek ayarlanabilir. Numune X-ışını kaynağından uzaklaşıp kameraya yaklaştıkça analiz ettiği alan artar, çözünürlük azalır. μ -CT cihazlarında 1,5 μ m çözünürlüğe kadar inmek mümkündür ancak çözünürlük iyileştikçe analiz edilen alan küçüldüğünden, elde edilen verinin temsili olma özelliği de azalır.

μ -CT yönteminde genel olarak yeterli foton yoğunluğunun yakalanması amacıyla çok dalgaboylu x-ışın kaynakları kullanılır. Fakat bu kaynaklar doğrusal olmamaları (Beer Kanununa uymamaları) sebebiyle yapılandırılmış görüntüde bazı hatalara yol açarlar. Bu hatalar bazı algoritmalarla belli ölçülerde düzeltilebileceği gibi yeterli miktarda foton oluşturulursa filtre malzeme ile tek dalgaboylu ışın kullanılarak da giderilebilir [2,47].

Yapılandırma sonrası elde edilen ham verinin işlenmesinde kullanılan analiz değişkenleri de sonucu önemli ölçüde etkiler. Segmentasyon yapılacak 0-255 arasındaki eşik değerinin hassas şekilde belirlenmesi, kullanılan algoritmalarındaki bazı bağımsız değişkenlerin numune özelliklerine göre iyileştirmesi doğru bir sonuç için dikkat edilmesi gereken unsurlardır.

3.1.3. Mikroskopik karakterizasyon

3.1.3.1. Metalografik karakterizasyon

Gözenek duvarı içyapısı geleneksel parlatma, dağlama, optik ve elektron mikroskobu gibi metalografik yöntemlerle incelenebilir. Bu kademedeki karakterizasyon alaşım ve seramik parçacık takviyeli köpüklerde daha yaygın olarak uygulanır.

3.1.3.2. Safsızlık miktarı ölçümü

Titanyumun mekanik davranışının kristal yapısında çözünen atmosferik gaz atomlarının miktarına olan hassasiyetine Bölüm 2.2.'de değinilmişti. Atmosferik gaz atomlarının üretim sırasında yapı içerisine yayılım potansiyeli numunenin özgül yüzey alanına bağlı olduğundan yüksek yüzey alanına sahip köpük bir bünyede bu miktarın oldukça yüksek olması ve mukavemeti büyük ölçüde etkilemesi beklenir. Bu sebeple titanyum köpüklerde oksijen, azot, hidrojen ve karbon miktarı ölçümü literatürde nadir de olsa rastlanan bir karakterizasyon tekniğidir [12]. Ancak Baril ve arkadaşları [12] özellikle titanyum köpüklerde yapılacak bir ölçümün örnekleme ve ölçümden kaynaklanan hatalara karşı son derece hassas olduğunu, bu sebeple yüksek hassasiyet gösterilmedikçe güvenilir olmadığını bildirmişlerdir. Yaptıkları araştırmada sertifikalı ölçüm laboratuvarlarının aynı malzemede farklı oksijen, hidrojen ve azot içeriği ölçtüğünü bu sebeple özellikle titanyum malzemesinde safsızlık ölçümüne karşı özel eğitim alması gereğini vurgulamaktadırlar.

3.2. Mekanik Karakterizasyon

Yapısal malzemelerin en önemli özelliklerinden biri doğrusal elastik davranışlarıdır. Metalik köpükler birçok yapısal işlev gerektiren uygulamalarda kullanıldığından performanslarını belirleyen en önemli parametreleri elastik modülü ve basma mukavemetidir [1-3].

Basma yükleri birçok uygulama alanında malzemelerin maruz kaldığı yük türüdür. Dolayısıyla yük taşıyıcı uygulamalarda kullanılan malzemelerin basma yükü altındaki davranışlarını belirleyecek testler uygulamak gerekir. Belirli durumlarda basma testleri diğer mekanik test yöntemleri ile karşılaştırıldığında avantaj sağlar. Malzemelerin deformasyon (elastik, akma, plastik), kırılma mukavemeti gibi birçok mekanik özelliğinin belirlenmesinde en yaygın kullanılan yöntem çekme testidir. Ancak deformasyon miktarı çekme sırasında malzemelerin boyun vermesi ile sınırlıdır [23]. Malzemelerin geniş plastik gerinimler altındaki davranışının belirlenmesi için ölçüm boyun verme noktasından sonra yapılmalıdır.

Bu tür ölçümlere imkan sağladığından basma testi çekme testine alternatif bir test yöntemidir. Ayrıca basma testi numuneleri çekme numunelerine kıyasla oldukça basit şekilli, kolay hazırlanabilen ve az miktarda malzeme gerektiren numunelerdir [22].

Bunun yanında anizotropik (farklı yönlerde farklı özellik gösteren) malzemelerin mekanik karakterizasyonu genellikle basma testi ile belirlenir. Çok kristalli izotropik malzemelerin basma ve çekme davranışları oldukça benzer özellikler gösterir. Ancak dislokasyon kaymasına zıt şekilde ikizlenme ile deforme olan yüksek derecede yönlendirilmiş yapılarda (örn. tek yönlü desteklenmiş kompozit malzemeler) basma ve çekme davranışları birbirinden çok farklıdır [26].

3.2.1. Gözenekli malzemelerde basma testi

Gözenekli ve köpük malzemelerin basma testi için Japonya (JIS H 7902) ve Almanya (DIN 50134) standartları bulunmakla birlikte henüz uluslararası bir standart oluşturulmamıştır ancak çalışmalar devam etmektedir. Japon ve Alman ortak çalışmasının ürünü olan standart taslağında [51] metalik köpüklerde basma testi standardında test numunesi geometrisi ve test prosedürü aşağıdaki şekilde belirlenmiştir:

1. **Test numunesinin geometrisi:** Test numunesinin boy/kesit oranı 1 ile 2 arasında değişen silindirik ya da dikdörtgenler prizması şeklinde olmalıdır. Basma yönüne dik olan yüzeyde en az 10 adet gözenek bulunmalıdır.
2. **Basma testi prosedürü:** Aynı numuneden en az 3 adet test edilmelidir. 5 adet numune tavsiye edilmektedir. Numunelerin dış yüzeyleri zımpara ile temizlenmelidir. Yarı-statik basma testinde gerilme hızı 10^{-2} veya 10^{-3} s^{-1} olmalıdır. Basma çenelerinin yüzeylerine yağlayıcı sürülebilir fakat şart değildir.

Köpük malzemelerde basma testi için numune boyutu seçimi numunelerin temsili olabilmesi için büyük önem taşımaktadır. Literatürde bu konuyla ilgili birkaç çalışma yer almaktadır. Andrews ve Gibson [43] numune çapının gözenek çapının en az 7 katı olması gerektiğini bildirirken, Lim ve arkadaşları [52]

numunelerin istatistiki olarak temsili olması için numune çapı – gözenek çapı oranının 10'dan büyük olması gerektiğini rapor etmiştir.

Onck ve Gibson'ın [53] köpüklerde ideal mekanik test numune boyutunu belirlemek için yaptığı teorik ve deneysel çalışmalarda numune boyutu- ortalama gözenek çapı oranının (α) kapalı gözenekli köpükler için 5'ten, açık gözenekli köpükler için 8'den büyük olmasının kenar etkisini minimize ettiği belirlenmiştir. Kapalı gözenekli köpüklerde gerekli minimum α oranının açık gözenekli köpüklerdekinden düşük olmasının sebebi kapalı gözenekli köpüklerde gözenek yüzlerinin gözenek kenarlarını desteklemesi, böylece kesik yüzeylerde gözenek kenarlarının tamamıyla gerilmesiz (serbest) olmamasıdır. Farklı α oranlarıyla yapılan çalışmalarda ortaya çıkan α - göreceli plastik mukavemet grafiğinde görülen eğilim yardımıyla göreceli basma mukavemeti ile α değeri arasında Eşitlik (3.3)'teki bağıntıyı önermişlerdir:

$$\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{bulk}} = \frac{(\alpha - 1/2)^2}{\alpha^2} \quad (3.3)$$

Burada σ_{bulk} hücre duvarı malzemesinin mukavemeti, σ_{pl}^* köpüğün plastik mukavemetidir. Bu eşitlik numune boyutuna bağlı olarak elde edilen köpük mukavemetinin aynı gözeneklilikte ve sonsuz büyüklükteki bir köpükten elde edilecek basma mukavemetine oranını vermektedir.

Köpük yapısındaki hataların üzerinde gerinim birikmesi sebebiyle düşük yüklerde bile deformasyon görülebilir. Bu nedenle ilk yüklemedeki gerinim-gerinme grafiği eğimi elastik modülü doğru olarak yansıtmaz [2-3]. Bu nedenle elastik modül ölçümleri köpüklerin akma mukavemetlerinin % 75'ine kadar yüklenip boşaltılması ile gerçekleştirilmesi daha sağlıklıdır.

3.2.2. Sertlik

Yoğun malzemelerde akma mukavemetinin yaklaşık olarak sertlik değerinin üçte biri olduğu bilinmektedir [1]. Gözenekli malzemelerde sertlik ölçümü yaygın bir karakterizasyon yöntemi olmamakla birlikte iki farklı şekilde yapıldığına rastlanmaktadır. Yüksek yük uygulanması ile indentin birkaç gözenek içeren geniş bir yüzeye basınç uygulaması ve düşük yük uygulanması ile sadece

duvar sertliğinin belirlenmesi. Gibson ve Ashby yüksek yük ile genel sertlik ölçümünün basma mukavemeti hakkında fikir vereceğini bildirmiştir. Yoğun malzemelerde yüksek yüklerle ölçülen sertlik basma mukavemetinin üçte birine denk gelirken 0,3'ten küçük göreceli yoğunluklarda sertlik ile basma mukavemeti birbirine eşit çıkacağı belirtilmektedir.

Ancak ince gözenek duvarlarından sertlik alabilmek için çok düşük yükler uygulanması ve gerinim sertleşmesinin yanıltıcı etkisi sebebi ile sertlik ölçümü ile akma mukavemeti hakkında sadece kabaca bir fikir elde edilebilir.

Simone ve Gibson [54] alüminyum köpüklerin sertliğini Vickers indent ile 15 sn boyunca 0,1 gr kuvvet uygulayarak ölçmüşlerdir. Bu çalışma sonucunda değişen gözeneklilik oranı ile sertlik değeri değişiminin, akma mukavemetinden farklı olarak, belirli bir eğilim göstermediğini tespit etmişlerdir. Bunun sebebini düşük yük ve ince gözenek duvarlarının sağlıklı bir ölçüme olanak vermemesi olarak göstermişlerdir.

Li ve arkadaşları [56] titanyum köpüklerin gözenek duvarlarının sertliğini belirlemek için 100 gr'lık yükü 15 sn uygulamışlardır.

3.2.3. Dinamik basma testi

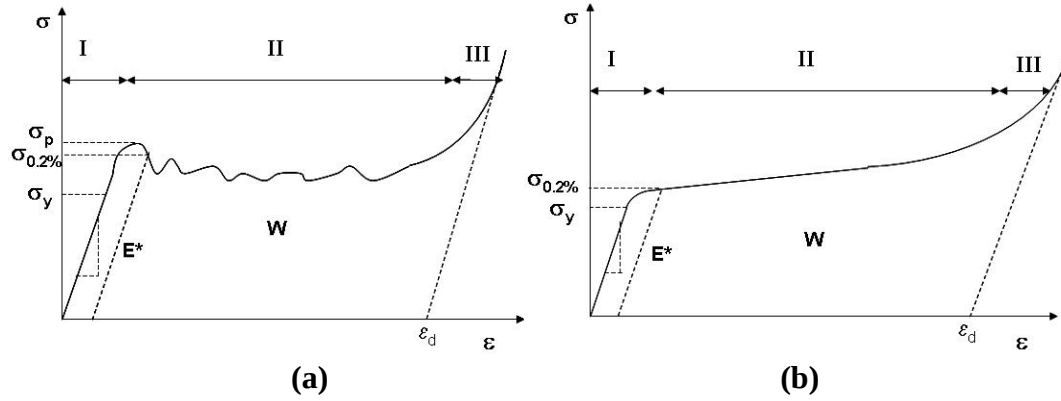
Gibson ve Ashby metalik ve polimerik köpüklerde gerinim hızı arttığında mukavemetin arttığını, ancak elastik modülün değişmediğini bildirmişlerdir. Literatürde alüminyum köpükler ile yapılmış birçok çalışmada [57-58] ise göreceli yoğunluk arttıkça gerinim hızı hassasiyetinin arttığı bildirilmiştir. Gerinim hızına hassasiyetinin belirlenebilmesi için Split-Hopkinson Basınç Barı (SHBP) yöntemi kullanılır. Bu yöntemin prensibi testi yapılacak numunenin iki barın (genellikle çelik veya alüminyum) arasına yerleştirilmesi ve barlardan birine yüksek basınç uygulanması ile itme kuvveti yaratılması olarak özetlenebilir. SHBP yöntemi ile malzemelerin yüksek gerinim hızlarındaki deformasyon davranışı incelenir.

4. GÖZENEKLİ MALZEMELERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİ

4.1. Tanımlar

Gözenekli malzemelerin özelliklerini belirleyen en önemli değişken *göreceli yoğunluktur*. Göreceli yoğunluk (ρ^*/ρ_s) köpük malzemenin yoğunluğunun (ρ^*) hücre duvarını oluşturan malzemenin yoğunluğuna (ρ_s) oranı ile ifade edilir.

Şekil 4.1 metalik köpüklerde görülen iki tip basma gerilme-gerinim grafiğini göstermektedir.



Şekil 4.1. Metalik köpüklerin tipik basma gerilme – gerinim grafikleri ve karakteristik değişkenler. (a) bir tepe noktası ve dalgalanma ve (b) yumuşak monotonik artış gösteren eğri [4].

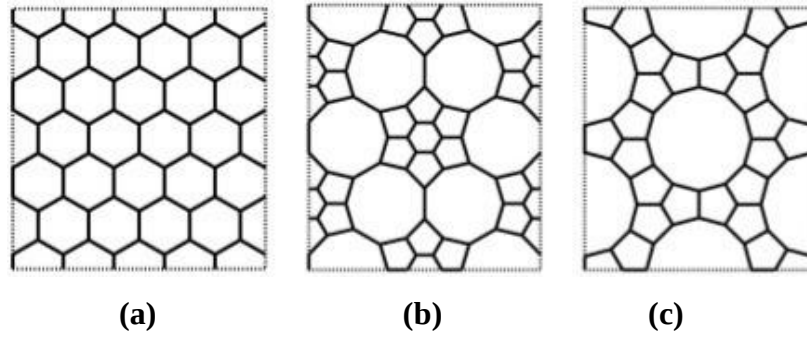
Her iki eğri de 3 karakteristik bölgeden oluşur [1-3]:

(I) *Elastik bölge*: Bu bölge gözenek duvarlarının eğilmesi ve/veya gerilmesinin gerçekleştiği bölgedir. Pratikte köpükler doğrusal davranış göstermezler çünkü deformasyon oldukça yereldir ve elastik bölgede dahi gözenek duvarları ve yüzlerinde yerel plastik deformasyon gösterirler. Bu sebeple elastik modülün (E^*) bu bölgedeki eğrinin eğiminden belirlenmesi genellikle sağlıklı değildir. Bu bölgede yükleme-boşaltma yapılması gerekliliği doğar.

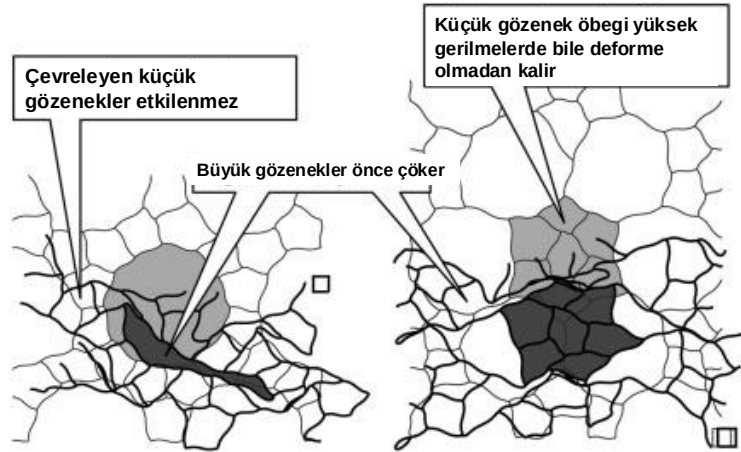
(II) *Plato bölgesi*: Bu bölge gözeneklerin artan şekilde yıkılmasının gerçekleştiği bölgedir. Köpüğün yapısına ve malzemenin cinsine göre gözenek duvarlarında eğilme, bükülme ya da kırılma gibi farklı mekanizmalar

gözlemlenebilir. Metalik köpüklerde 2 tip deformasyon ve çökme mekanizması bulunduğu ve grafik şeklinin buna bağlı olarak değişir [2]. Buna göre;

Modelleme çalışmalarının büyük çoğunluğu eş boyutlu gözenek içeren sistemler üzerinde gerçekleştirilmektedir. Ancak gerçek metalik köpükler eş boyutlu gözenek yapısından oldukça uzaktadır. Birçok köpük yapısında küçük gözenek öbekleri büyük gözeneklerle çevrili (BSB) veya büyük gözenekler küçük gözeneklerle çevrili (SBS) şekilde bir arada bulunur (Şekil 4.2). Bu durum basma yükleri altındaki köpük davranışını belirleyen unsurlardan biridir (Şekil 4.3) [2].



Şekil 4.2. Farklı boyutta gözenek içeren köpüklerin şematik gösterimleri (a) eş boyutlu, (b) SBS ve (c) BSB yapıları [2].

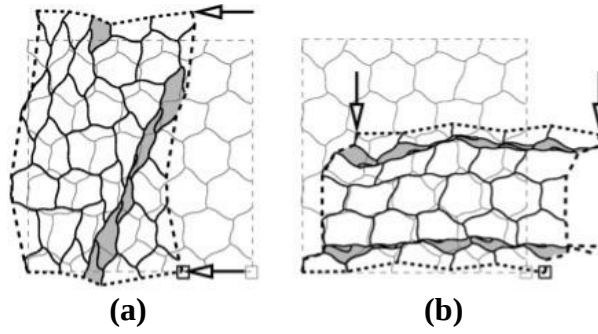


Şekil 4.3. Solde büyük gözeneklerle çevrilmiş küçük gözenek (BSB) ve sağda küçük gözeneklerin çevrelediği büyük gözeneklerin (SBS) deformasyon konfigürasyonları.

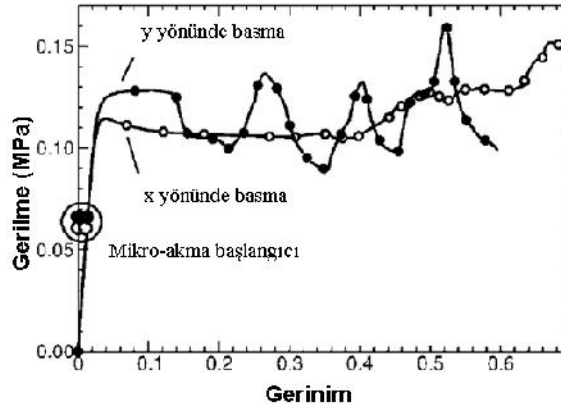
(a) Eğer kayma lokalizasyonu oluşursa mikrojeometri neredeyse sabit bir gerilmeye deforme olur ve ana çökme mekanizması gözenek duvarı eğilmesidir (Şekil 4.4 (a)). Bu mekanizmada kayma bantlarının çökmesinden sonra çöken tabaka üzerinde kayan diğer tabakalar yumuşak bir gerilme-gerinim grafiği oluşturur.

(b) Eğer gözenek duvarı bükülmesi (buckling) ve yükleme yönünde dik yönde tabaka tabaka çökmeler daha baskınsa gerilme-gerinim grafiği her bir gözenek sırasının sırayla çökmesi ve daha fazla yükü kaldıramaması sebebiyle salınımlar gösterir (Şekil 4.4 (b)).

Yukarıda sözü geçen gerilme-gerinim grafiği tipleri Şekil 4.5'te gösterilmektedir.



Şekil 4.4. Kayma lokalizasyonu ve tabaka çökmesi modlarının şematik gösterimi [2].



Şekil 4.5. Kayma lokalizasyonu ve tabaka çökmesi modlarının gerilme-gerinim grafikleri [2].

BSB yapılarında küçük gözenekler deformasyona fazla katılmaz ve yoğunlaşma bölgesinde yoğunlaşmaya engel teşkil ederken, küçük gözenekler

ağının büyük bir gözeneği çevrelediği SBS yapılarında bu ağ daha üniform bir deformasyon ve bükülmezlik sergiler. Genellikle, küçük gözenek öbekleri büyük komşularından daha az deforme oldukları için deformasyon ve enerji emilim kapasitesi açısından tehlikelidirler.

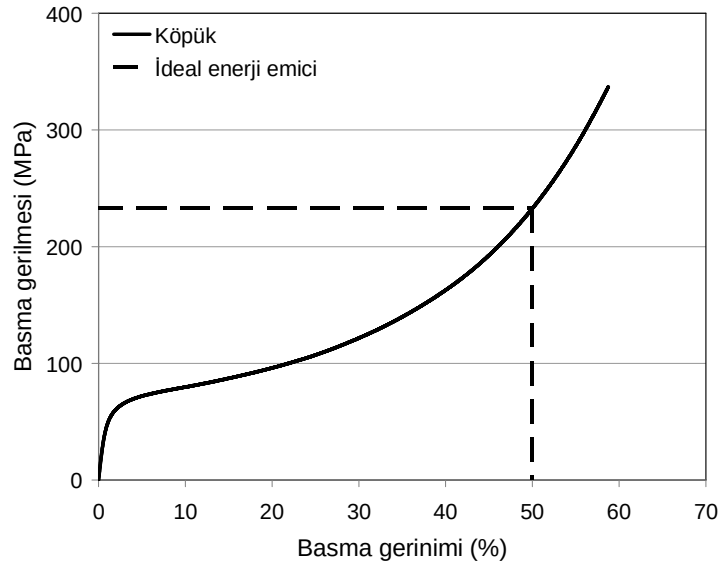
Teoride akma mukavemeti (σ_y^*) gözenek duvarlarında görülen ilk plastik deformasyona denk gelir fakat bunun ölçülmesi pratikte mümkün değildir. Onun yerine ilk dalgalanmanın tepe noktası (σ_p) ya da % 0,2 ofset gerilmesi ($\sigma_{0.2\%}$) malzemenin akma mukavemeti olarak kabul edilir. Her iki bölgede de gerilme-gerinim grafiğinin altındaki alan gözeneklerin çökmesi sırasında soğurulan enerjiyi (W) vermektedir.

(III) *Yoğunlaşma bölgesi*: Bu bölge gözenek çökmelerinin bittiği andan itibaren başlar. Yoğunlaşma geriniminin (ϵ_D) belirlenme yöntemi çeşitli kaynaklarda farklı şekillerde anlatılmaktadır.

Köpük malzemelerin en önemli özelliklerinden biri olan enerji emiliminin ölçümü Al ve çelik köpükler için rapor edilmiştir fakat titanyum köpüklerin enerji emilimi ile ilgili bir kaynağa rastlanmamıştır. Enerji emilimi (W), yoğunlaşma gerinimine (ϵ_D) basma gerilme-gerinim grafiğinin altındaki alan olarak tanımlanır (Eşitlik 4.1) [1,59].

$$W_{ab} = \int_0^{\epsilon_D} \sigma(\epsilon) d\epsilon \quad (4.1)$$

Köpüğün enerji verimliliğinin hesaplanmasında yoğunlaşma geriniminin (ϵ_d) belirlenmesi büyük önem taşır. Enerji verimliliği belirli bir gerinim değerinde köpüğün emdiği enerji miktarı ile ideal enerji emicinin emdiği enerji miktarı arasındaki oran olarak tanımlanır (Şekil 4.6) [60].



Şekil 4.6. İdeal enerji emici ile bu çalışmada üretilen köpüklerden bir örneğin basma gerilme-gerinim grafikleri.

Literatürde bu kritik değerin belirlenmesi için kullanılacak yöntem halen belirsizlik arz etmekle birlikte bazı yaklaşımlar önerilmekte ve kullanılmaktadır. Andrews ve arkadaşlarının [6] alüminyum köpüklerin basma davranışını incelediği çalışmada yoğunlaşma gerinimi % 50 gerinimde elde edilen gerilmenin 1,5 katına denk gelen gerinim değeri olarak alınmıştır. Paul ve Ramamurty [61] yoğunlaşma geriniminin plato bölgesinin eğim çizgisiyle yoğunlaşma bölgesinin eğim çizgisinin kesiştiği nokta olarak tanımlarken, Chan ve arkadaşları [62] yoğunlaşma bölgesinin eğiminin elastik bölgenin eğimine (elastik modüle) eşit olduğu noktayı ε_D olarak almıştır. Daha güncel bir makalede [59] ise ε_D en yüksek enerji verimliliğinin sağlandığı nokta olarak tanımlanmıştır. Bu nokta Eşitlik (4.2) ve (4.3) yardımıyla hesaplanabilir.

$$\eta(\varepsilon) = \frac{1}{\sigma(\varepsilon)} \cdot \int_0^{\varepsilon} \sigma(\varepsilon) \cdot d\varepsilon \quad (4.2)$$

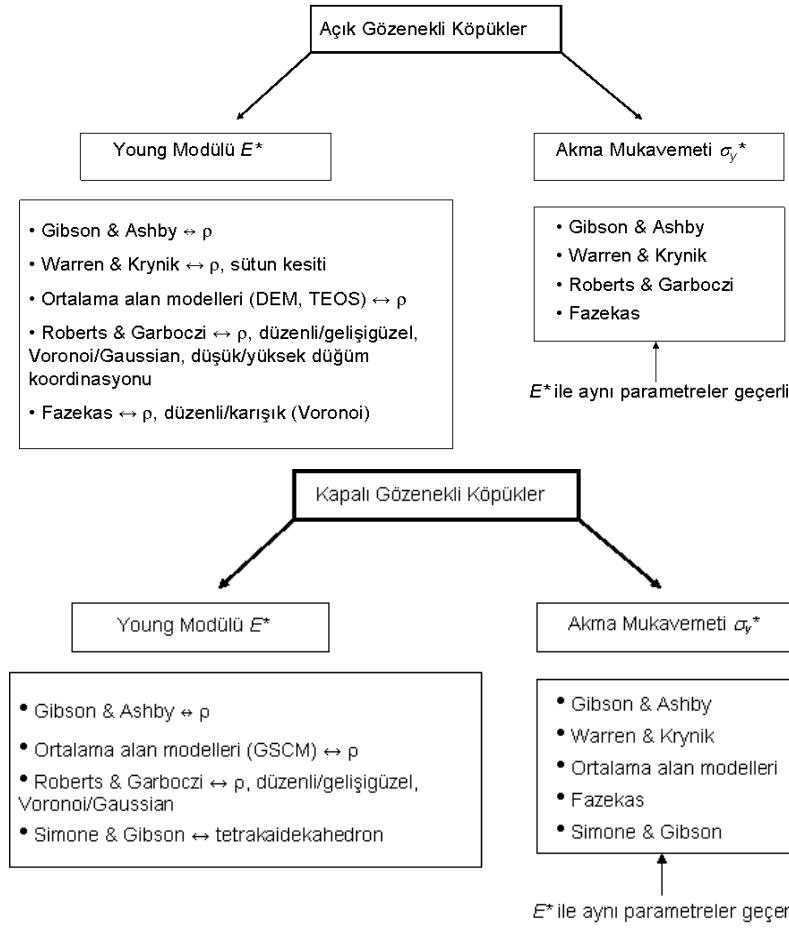
$$\left. \frac{d\eta(\varepsilon)}{d\varepsilon} \right|_{\varepsilon=\varepsilon_{cd}} = 0 \quad (4.3)$$

Al köpüklerde belirgin bir plato bölgesi bulunduğundan, o bölgenin bittiği noktayı saptamak nispeten kolaydır. Fakat titanyum köpüklerde, gözenekliliğe bağlı olarak, yatay değil pozitif eğimli bir plato bölgesi gözlemlendiğinden ε_d 'nin

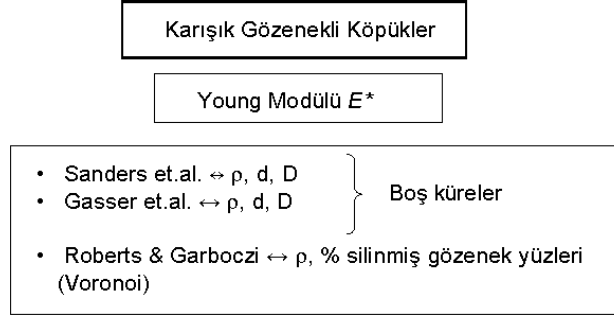
belirlenmesi için en doğru yaklaşımın benimsenmesi gerekir. Alanyazınında bu yönde bir çalışma henüz rapor edilmemiştir.

4.2. Gözenekli Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Modellenmesi

Günümüze kadar gözenekli malzemelerin mekanik özelliklerinin modellenmesinde benimsenmiş olan yaklaşımlar bir şema ile gösterilmiştir (Şekil 4.7). Bunlar incelendiğinde değişken olarak gözeneklilik, sütun (gözenek duvarı) kesiti, gözenek boyutu, gözenek şekli ve gözeneklerin dizilimi özelliklerinin kullanıldığı görülmektedir.



Şekil 4.7. Gözenekli malzemelerin mekanik özelliklerinin modellenmesinde varolan yaklaşımlar ve kullandıkları değişkenler [4].



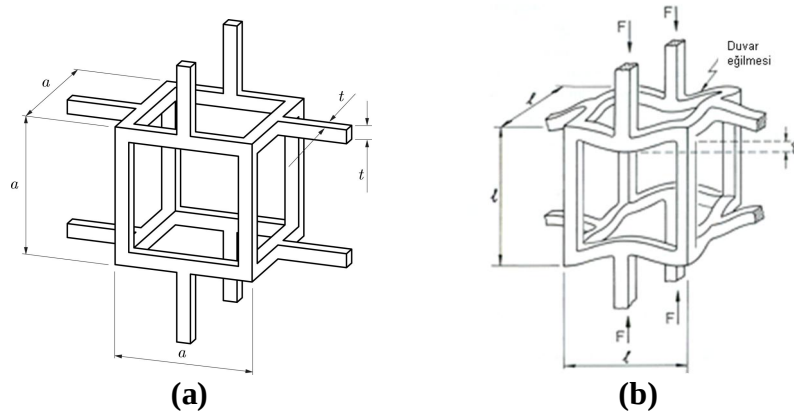
Şekil 4.7. devam

4.2.1. Sabit köpük yapısı

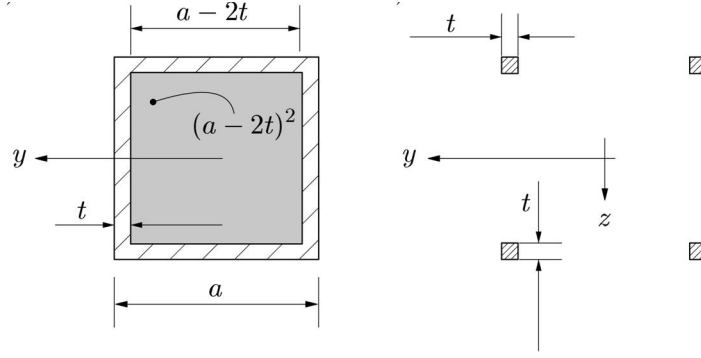
4.2.1.1. Açık gözenekli köpükler

Bu yaklaşım köpüklerin mekanik özelliklerini sadece göreceli yoğunluklarının bir fonksiyonu olarak ifade eder.

Gibson ve Ashby [1] gözenekli malzemelerde elastik sabitlerin belirlenmesinde Şekil 4.8 (a)'da görülen kübik birim hücreyi kullanmıştır. Yaptıkları hesaplarda ana deformasyon mekanizmasının yük yönüne dik kirişlerdeki eğilme olduğunu varsayarken, yük yönüne paralel yöndeki kirişlerde herhangi bir deformasyon olmadığını kabul etmişlerdir (Şekil 4.8 (b)). G & A'nin bu birim hücreyi kullanarak yaptığı göreceli yoğunluk hesaplamasındaki değişkenler ise Şekil 4.9'da gösterilmektedir.



Şekil 4.8. (a) G & A'nin kübik birim hücresi, (b) uygulanan kuvvetler ve oluşan deformasyon mekanizması [1].



Şekil 4.9. G & A'nin kübik birim hücrenin geometrik değişkenleri [1].

$$\frac{\rho^*}{\rho_s} = \frac{V_{tot} - V_{pore}}{V_{tot}} = 1 - \frac{V_{pore}}{V_{tot}} \quad (4.4)$$

Burada ρ_s , ρ^* , V_{tot} ve V_{pore} sırasıyla gözenek duvarı malzemesinin yoğunluğu, köpüğün yoğunluğu, toplam hacim ve gözenek hacmini temsil etmektedir.

Eleştiri: Bu eşitlikteki ρ_s kiriş yoğunluğu olmalıdır. Oysa ki eşitliklerde hep % 100 yoğun gözenek duvarı malzemesinin mekanik özellikleri baz alınmaktadır.

$$V_{tot} = a^3 \quad (4.5)$$

$$V_{pore} = (a - 2t)^3 + 6(a - 2t)^2 t \quad (4.6)$$

$$V_{pore} = a^3 - 12at^2 + 16t^3 \quad (4.7)$$

$$\frac{\rho^*}{\rho_s} = \frac{a^3 - (a^3 - 12at^2 + 16t^3)}{a^3} = 12\left(\frac{t}{a}\right)^2 - 16\left(\frac{t}{a}\right)^3 \quad (4.8)$$

ihmal edilmiştir

$$\Rightarrow \frac{\rho^*}{\rho_s} \approx \left(\frac{t}{a}\right)^2 \quad (4.9)$$

Gibson ve Ashby göreceli elastik modülün hesaplanması için kirişlerin eylemsizlik momentinden yararlanmışlardır. Buna göre kare kesitli bir kiriş için eylemsizlik momenti:

$$I_y = \frac{1}{12}t^4 \quad (4.10)$$

Dikdörtgen kesitli bir kiriş için eylemsizlik momenti:

$$I_y = \frac{1}{12} ab^3 \quad (4.11)$$

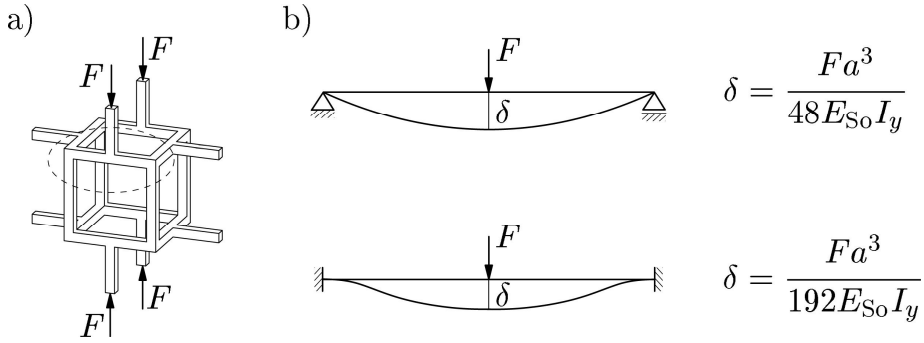
Paralel eksen teoremi ağırlık merkezi boyunca eylemsizlik momenti (I_{yy}) bilinen A kesitindeki bükülmez bir bünyenin bir eksen etrafındaki eylemsizlik momentinin hesaplanması için aşağıdaki eşitliği önerir:

$$I'_{yy} = I_{yy} + Ad^2 \quad (4.12)$$

Burada d paralel eksenler arasındaki dik mesafe, y ise dA elementinin x ekseninden uzaklığıdır.

$$\Rightarrow I'_{yy} = 4 \cdot \left(\frac{1}{12} t^4 + \left(\frac{a}{2} - \frac{t}{2} \right)^2 t^2 \right) \quad (4.13)$$

Birim hücredeki temel deformasyon şekli eğilme olarak kabul edilir. Dolayısıyla;



Şekil 4.10. G & A'nin kübik birim hücresinde kiriş eğilmesinin şematik gösterimi.

$$\sigma = \frac{F}{a^2} \text{ ve } \varepsilon = \frac{\delta}{a} \quad (4.14)$$

Burada F kuvveti sadece kirişlere uygulanmaktadır fakat teoride birim hücrenin orta noktasına uygulandığı varsayılmıştır. Dolayısıyla, F kuvvetinin oluşturduğu gerilme birim hücrenin kesit alanı kullanılarak hesaplanır (Şekil 4.10):

$$E^* = \frac{\frac{F}{a^2}}{\frac{\delta}{a}} = \frac{F}{\delta a} \text{ ve } \delta \approx \frac{Fa^3}{E_S I_y} \quad (4.15)$$

Dolayısıyla,

$$\frac{E^*}{E_S} \approx \frac{I_y}{a^4} \quad (4.16)$$

$I_y \propto t^4$ oranı ve $\frac{\rho^*}{\rho_S} \approx \left(\frac{t}{a} \right)^2$ ilişkisi göz önünde bulundurulursa;

$$\frac{E^*}{E_s} \approx \left(\frac{t}{a}\right)^4 \approx \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2 \quad (4.17)$$

$$\frac{E^*}{E_s} = C_E \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2 \quad (4.18)$$

ilişkisine ulaşılır.

Gibson polimerik köpüklerle yapılan deneysel çalışmalarda C_1 değerinin 0,3 olduğunu rapor etmiştir [1].

NOT 1: Temel deformasyon mekanizmasının kiriş eğilmesi olduğu durumlarda elastik modülün göreceli yoğunluğa ikinci dereceden bağlı olduğu görülür.

$$\frac{E^*}{E_s} \approx C_E \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2; \nu \approx \frac{1}{3} \quad (4.19)$$

NOT 2: Christensen'in geliştirdiği yerleştirilmiş uzun ince kirişler üzerinde yaptığı analitik modelleme çalışmasında kiriş eğilmesinin yokluğu bu ilişkiyi doğrusal yapar.

$$\frac{E^*}{E_s} \approx \frac{1}{6} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2; \nu \approx \frac{1}{4} \quad (4.20)$$

G&A göreceli basma mukavemetinin hesaplanmasında ise köpüğe uygulanan kuvvetin momenti ile hücre kirişlerinin plastik momentleri arasında ilişki kurarak hesaplamıştır [1]. Köpüğün plastik olarak yıkılması, uygulanan F kuvvetinin momentinin hücre kenarlarının plastik momentini aşması sonucu meydana gelir. Kenar uzunluğu t olan kare kesitli bir kiriş için moment;

$$M_p = \frac{1}{4} \sigma_s t^3 \quad (4.21)$$

Eğer F kuvvetinin a uzunluğundaki hücre kenarına normal yönde bir bileşeni varsa maksimum eğilme momenti $F \times a$ ifadesiyle orantılıdır. Köpük üzerinde etkin olan gerilme ise $\sigma = \frac{F}{a^2}$ ifadesiyle orantılıdır. Bu iki sonucun birleştirilmesi sonucunda köpüğün basma mukavemetine ulaşılır:

$$\sigma_{pl}^* \propto \frac{M_p}{a^3} \quad (4.22)$$

$$\frac{\rho}{\rho_s} \approx \left(\frac{t}{a}\right)^2 \text{ eşitliği kullanılarak } \frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_s} = C_\sigma \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^{3/2} \text{ eşitliğine ulaşılır.}$$

Buradaki C_σ deneysel çalışmalarda ulaşılan sonuçların eğilimleri gözeticilerle bulunan bir orantı sabitidir. 0,01 ile 1 arasında değişen göreceli yoğunluğa sahip polimer ve Al köpüklerle yapılan deneyler C_σ değerinin 0,3'e tekamül ettiğini göstermiştir.

Nispeten yüksek yoğunluklarda hücre köşelerinin boyutları kiriş boyundan çıkarılarak göreceli yoğunluk eşitliği düzeltilmelidir;

$$\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_s} = C_\sigma \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^{3/2} \left(1 + \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^{1/2}\right) \quad (4.23)$$

C_σ ' sabiti deneysel olarak 0,23 bulunmuş bu da bu düzeltmenin önemli olmadığını ortaya çıkarmıştır.

G&A göreceli basma mukavemeti (plastik çökme mukavemeti) ve elastik modüle ilişkin bu öngörünün yüksek yoğunluklarda ($\rho/\rho_s > 0,3$) çalışmadığını belirtmişlerdir. Yüksek yoğunluklarda kiriş eğilmesi konseptinin geçerli olmamasından kaynaklanmaktadır. Yüksek yoğunluklu köpüklerde hücre duvarları kısa ve kalın olduklarından eğilmeden önce aksel olarak akmaya uğrarlar. Dolayısıyla bu yoğunluğun üzerindeki malzemeler köpükten ziyade içinde gözenekler bulunan yığınsal bir malzeme olarak düşünülmelidir.

Eleştiri: Birim hücrenin yük yönüne paralel kirişlerinin eğilmesi faktörü gözden kaçırılmaktadır.

Eleştiri: Birim hücre olarak alınan kübik iskelet izotropik kabul edilmiştir. Oysa küp ortotropik bir şekildir.

Eleştiri: Yukarıdaki eşitlikler sınır koşullarını ($t \rightarrow a$ (yığınsal malzemeler)) sağlamamaktadır.

4.2.1.2. Kapalı gözenekli köpükler

G&A kapalı gözenekli köpüklerde göreceli yoğunluk – mekanik özellik ilişkisinin belirlenmesi için açık gözenekli köpüklerde ulaştığı ilişkiyi gözenek yüzlerini de hesaba katarak geliştirmiştir. Bu tip yapılarda köpük malzemesi gözenek kenarları ve yüzleri arasında dağıldığından dolayı gözenek kenarlarındaki malzeme miktarı kesrini (ϕ) yeni bir değişken olarak eklemiştir.

$$\frac{E^*}{E_s} = C_E \left(\phi \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + C'_E (1 - \phi) \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (4.24)$$

$$\frac{\sigma^*}{\sigma_s} = C_\sigma \left(\phi \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2} + C'_\sigma (1 - \phi) \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (4.25)$$

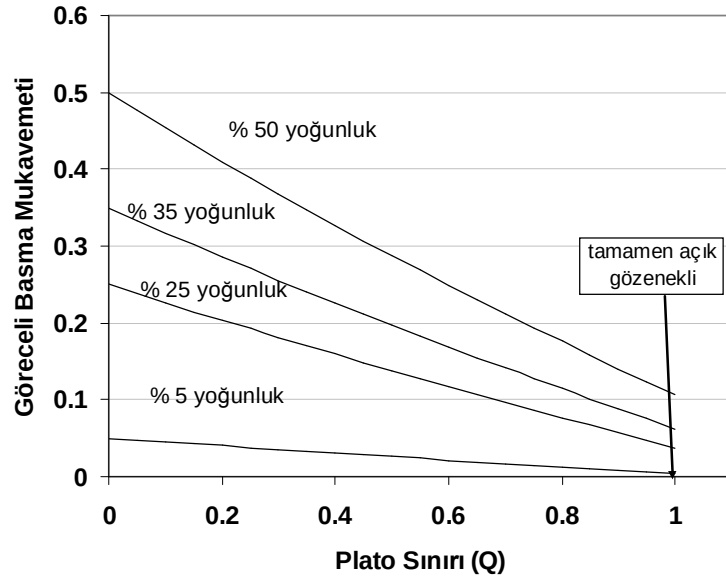
Burada ilk terim gözenek kenarlarının eğilmesi, ikinci terim ise gözenek yüzlerinin genleşmesi ile ilgilidir.

Düz yüzeyli tetrakaidekahedral birim hücrelerden oluşmuş köpüklerle yapılan sonlu elemanlar simülasyonlarında 0,2'den düşük göreceli yoğunluklar için katsayılar aşağıdaki gibi bulunmuştur:

$$\frac{E^*}{E_s} = 0.32 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + 0.32 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (4.26)$$

$$\frac{\sigma^*}{\sigma_s} = 0.33 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2} + 0.44 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (4.27)$$

Şekil 4.11 kapalı gözenekli köpüklerde göreceli mukavemetin plato sınırındaki malzeme oranının Eşitlik (4.27)'ye göre çizimini göstermektedir. Bu çizime göre köpük yoğunluğu düştükçe plato sınırının mukavemet üzerindeki etkisi de düşmektedir.



Şekil 4.11. Göreceli mukavemetin plato sınırındaki malzeme oranı ile değişimi.

5.2.2. Değişken köpük yapısı

Gerçek gelişigüzel köpüklerde tek tip gözenek yapısı ve duvar kalınlığı gözlemlenmez. Bu sebeple Gibson ve Ashby'nin Scaling Kanunu gözenek ve duvar yapısındaki değişkenliklere göre geliştirilmeye çalışılmıştır.

Gözenek boyutu önemli bir değişken olmakla birlikte birçok mekanik özellikleri nispeten az miktarda etkiler. *Gözenek şekli* ise malzeme özellikleri üzerinde oldukça etkilidir. Eşeksizli gözenek yapısına sahip malzeme yönden bağımsız özellik gösterirken az miktarda uzamış veya düzleşmiş gözeneğe sahip malzemede dahi yöne bağlı özellik değişimi gözlemlenebilir [1-3].

Gözeneklerin iki veya üç boyutlu olması da malzeme özelliklerinde olduğu gibi bu özelliklerin modellenmesinde de oldukça etkindir. İki boyutlu gözenek yapısına (bal peteği yapısı) sahip malzemelerin modellenmesi nispeten kolayken düzensiz yapıda gözeneğe sahip malzemeler (köpükler) için modelleme oldukça güçtür [1-3]. Üç boyutlu gözenek yapısına sahip malzemelerin, diğer bir deyişle köpüklerin, mekanik özellikleri açık veya kapalı gözenek yapısına sahip olmalarına bağlıdır.

Kapalı hücreli köpükler açık hücreli olanlara nispetle daha yüksek mukavemet, rijitlik ve darbe dayanımına sahiptir. Açık gözenekli köpüklerden

farklı olarak basma kuvveti karşısında deformasyon mekanizmasında hücre duvarı esnemesi ve büzülmesi de önemli bir rol oynadığından bu tip gözenek yapısına sahip köpüklerde hücre duvarları yapıyı rijitleştirir. Hücre duvarları tarafından duvar içi edilmiş gözeneklerin içini kaplayan gaz basma esnasında hücre duvarlarının hareketi sebebiyle sıkıştığından basıncı artırır. Bu basınç artışı elastik modülü hesaplamalarında oldukça önemli rol oynar [14].

Sadece göreceli yoğunluğa dayanan modeller deneysel sonuçlarla yeterince uyum sağlamadığından var olan model yapısal değişiklikler de hesaba katılarak geliştirilmeye çalışılmıştır. Köpük yapılarında var olabilecek hatalar değişken gözenek duvarı kalınlığı, gözenek duvarı eğimliliği ve birörnek olmayan gözenek şeklidir. Simone ve Gibson [54,55] hayali köpüklerde sonlu elemanlar yöntemi ile yaptıkları hesaplamalarda gözenek duvarlarındaki yerel kalınlaşmalarının (plato sınırlarının) elastik modül ve mukavemeti % 10 civarında düşürürken gözenek duvarı eğimliliği ve pürüzlülüğünün bu özellikler üzerindeki etkisinin % 70'e kadar çıkabildiğini tespit etmişlerdir. Literatürde deneysel ve kuramsal olarak belirlenmiş elastik modül ve basma mukavemeti katsayıları Çizelge 4.1'de verilmiştir.

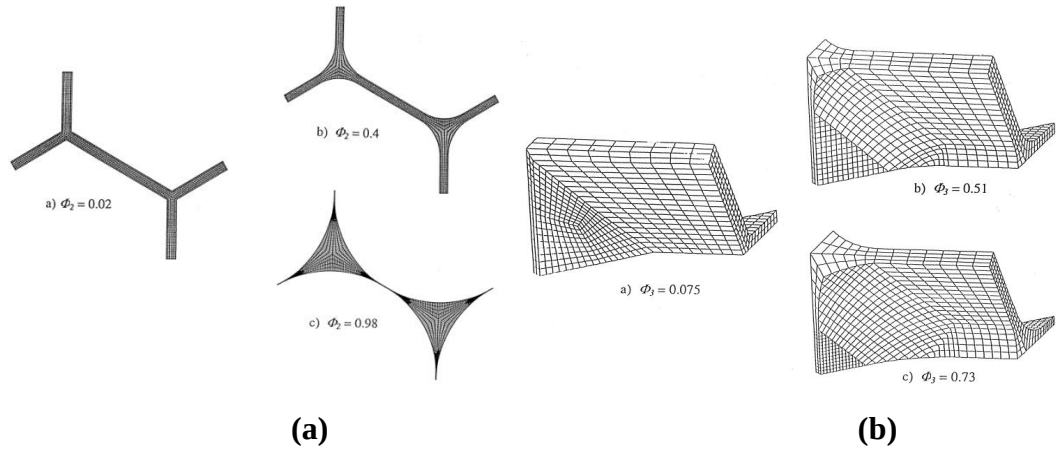
Çizelge 4.1. Literatürde deneysel ve kuramsal olarak belirlenmiş elastik modül ve basma mukavemeti katsayıları.

	Yöntem	C_E	C_σ
G&A	Yarı-empirik	1	0.3
Menges [63]	Modelleme	1	-
Choi [64]	Modelleme	1	-
Zhu [65]	Modelleme	1	-
Warren-Kryn timer [66]	Modelleme (rastgele dizilmiş tetrahedral elementler)	0.67-1.1 (göreceli yoğunluğa bağlı)	-
San Marchi-Mortensen [45]	Deneysel (replika Al köpükleri)	0.48	1.63
San Marchi-Mortensen[45]	Modelleme (tetrakaidekahedral birim hücreler)	1.33	-
Amsterdam [67]	Deneysel	Transverse : 0.45 Longitudinal : 0.87	2.25

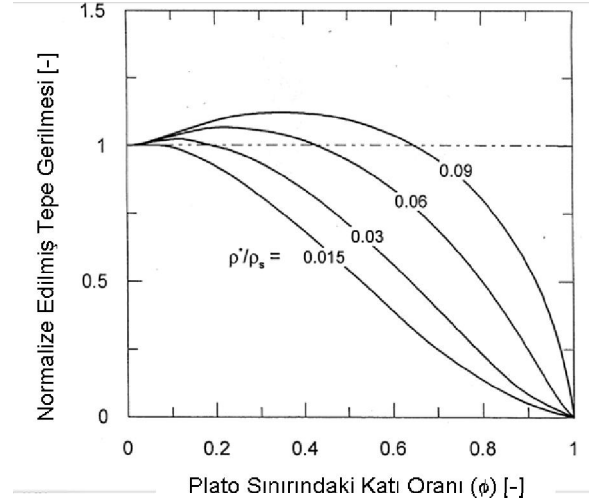
4.2.2.1. Mikro mertebede yapı değişimleri

Bu mertebedeki yapı değişimleri gözenek duvarı şekli, duvarlar boyunca heterojen malzeme dağılımı (plato sınırı), gözenek duvarı pürüzlülüğü ve eğimliliğini kapsar.

(a) Duvarlardaki malzeme dağılımı (plato sınırı): Simone ve Gibson [54] kübik birim hücrelerle elde ettikleri kademe kanununu tetrakaidekahedron hücrelerden oluşan hayali bir köpükte sonlu elemanlar benzetimi ile geliştirmeye çalışmışlardır. Φ ile ifade edilen plato sınırlarındaki malzeme oranı düzenli hegzağonal bal peteği yapısındaki ve tetrakaidekahedron birimler kullanılarak üç boyutta çizimi Şekil 4.12’de gösterilmektedir. Bu çalışmada yapılan hesaplamalara göre Φ arttıkça göreceli mukavemet de düşmektedir.

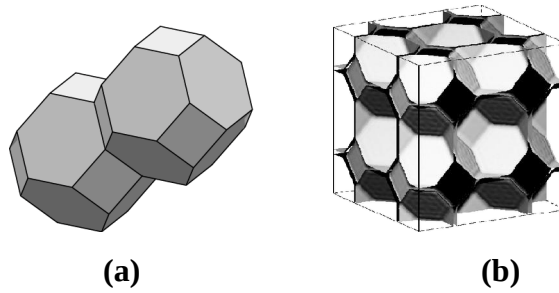


Şekil 4.12. Plato sınırlarındaki malzeme oranının (a) hegzağonal bal peteği yapısında, (b) tetrakaidekahedron birimler kullanılarak çizilen köpüklerdeki şematik gösterimi [54].



Şekil 4.13. Simone ve Gibson tarafından hesaplanan göreceli mukavemetin plato sınırlarındaki malzeme oranı ile değişimi grafiği [54].

(b) Gözenek duvarı kesiti: Bir tetrakaidekahedron ya da bilinen adıyla Kelvin hücresi 8 hegzagonal, 6 kare kare yüzden oluşan 14 yüzlü bir polihedronudur. Kelvin hücresi birbirinin aynı olan hücrelerin birleşerek bir hacmi tamamen doldurduğu ve minimum enerji şartının neredeyse sağlandığı tek polihedronudur. Bu sebeple hücresel malzemelerin modellenmesinde sıkça kullanılır. Warren ve Krynuk [68] boş Kelvin hücrelerini birleştirerek (Şekil 4.14) ve eğilme, gerilme ve burkulmanın oluşabilirliğini hesaba katarak elastik modülün göreceli yoğunlukla ilişkisini aşağıdaki şekilde bulmuştur:



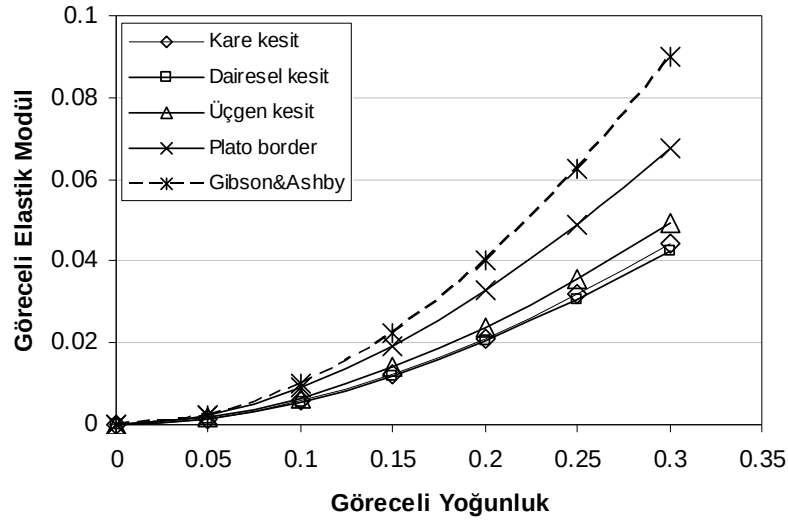
Şekil 4.14. (a) Tetrakaidekahedron hücresi, (b) bu hücrelerin birleştirilmesi ile oluşturulmuş köpük [67].

$$\frac{E^*}{E_s} = \frac{\lambda_1 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2}{1 + \lambda_2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)} \quad (4.28)$$

Burada λ_1 ve λ_2 gözenek duvarlarının kesitlerinin şekline bağlıdır. Çizelge 4.2 farklı kesitlere göre değişen λ değerlerini özetlemekte, Şekil 4.15 ise duvar kesitine bağlı olarak değişen göreceli elastik modül-göreceli yoğunluk ilişkisini göstermektedir.

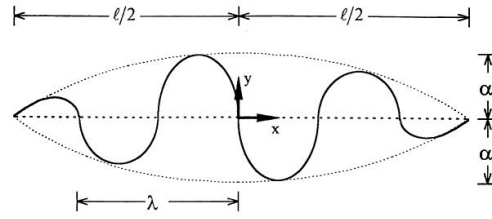
Çizelge 4.2. Warren ve Kryn timer'in gözenek duvar kesitine göre hesapladığı göreceli elastik modül eşitlikleri [68].

Kare Kesitli Duvar 	Dairesel Kesitli Duvar 	Üçgen Kesitli Duvar 	Plateau Sınırı Kesitli Duvar 
$\frac{E^*}{E_s} = \frac{0.628 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2}{\left(1 + 0.94 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \right)}$	$\frac{E^*}{E_s} = \frac{0.60 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2}{\left(1 + 0.9 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \right)}$	$\frac{E^*}{E_s} = \frac{0.726 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2}{\left(1 + 1.09 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \right)}$	$\frac{E^*}{E_s} = \frac{1.009 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2}{\left(1 + 1.514 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \right)}$

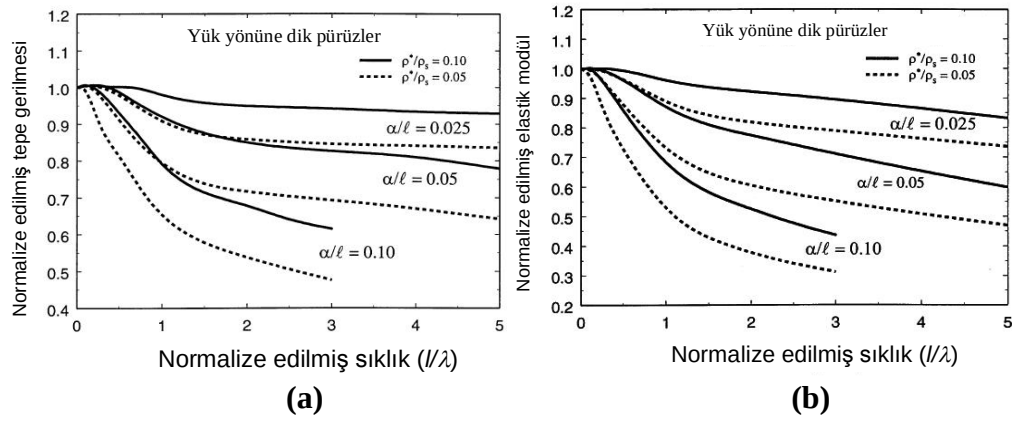


Şekil 4.15. Warren ve Kryn timer'in modeline göre farklı duvar kesitlerinde göreceli elastik modülün göreceli yoğunlukla değişimi.

(c) Gözenek duvarı pürüzlülüğü ve eğimliliği: Simone ve Gibson [55] hegzagonal bal peteği ve tetrakaidekahedral köpüklerle yaptığı sonlu elemanlar modellemesinde elastik modül ve akma mukavemetinin artan yüzey pürüzlülüğü ile eksponansiyel olarak düştüğünü hesaplamıştır.



Şekil 3.16. Pürüzlü gözenek yüzlerine sahip köpüklerde pürüzlülük derecesinin belirlenmesi için seçilen değişkenlerin şematik gösterimi [55].

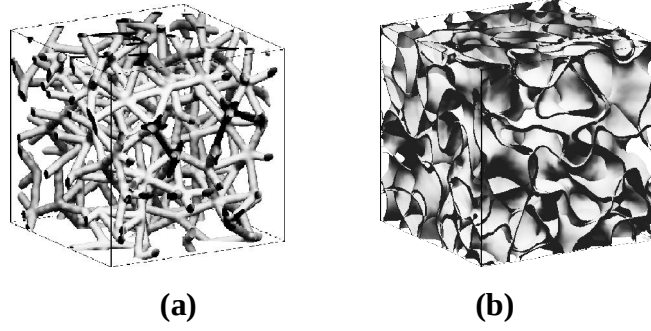


Şekil 4.17. Simone ve Gibson'ın kuramsal çalışmasında elde edilen (a) mukavemet ve (b) elastik modülün pürüzlülük derecesi ile değişimi [55].

4.2.2.2. Mezoskopik mertebede yapı değişimleri

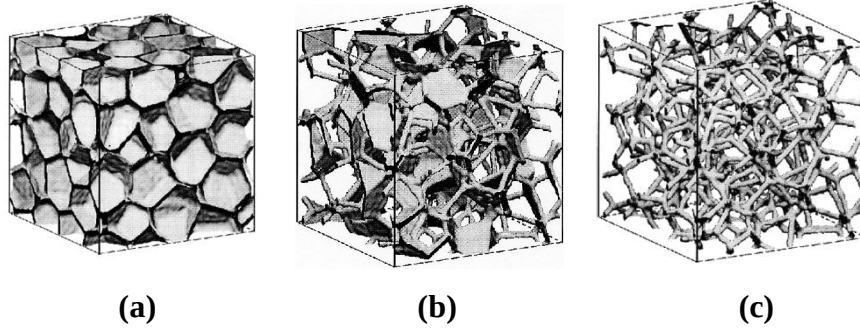
Gözeneklerin birbirine göre dizilimlerinin bir değişken olarak kullanıldığı mezoskopik modellerde 2 tip nümerik yaklaşım vardır: Voronoi mozaikleri ve Gaussian Gelişigüzel Alanları. Voronoi mozaikleri 3 boyutlu uzayda bir çekirdek nokta ile ona en yakın diğer çekirdek noktalar arasında çizilen alanlardan oluşur. Fazekas [4] Voronoi mozaikleri ve silindirik çubuklar kullanarak oluşturduğu model ile bimodal gözenek boyutu dağılımının elastik modülü arttırıp akma mukavemetini düşürdüğünü hesaplamıştır.

Görünürde gelişigüzel dağılıma sahip olsa da Voronoi mozaikleri düzenli gözenekler ve mükemmel düzgünlükte gözenek duvarlarından oluşur. Daha gerçekçi bir yaklaşım Garboczi'nin [69] Gauss Gelişigüzel Alanları kullanarak yaptığı modeller ile sağlanmıştır (Şekil 4.18).

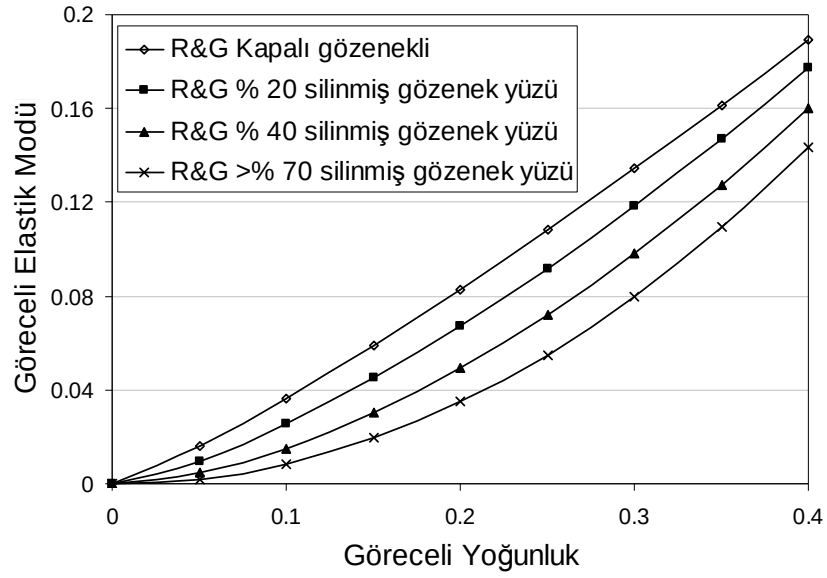


Şekil 4.18. (a) Voronoi mozaikleri ve silindirik elemanlar, (b) Gauss Gelişigüzel Alanı ile yaratılmış modeller [4].

Roberts ve Garboczi [69] Voronoi mozaikleri ve sonlu elemanlar benzetimi ile oluşturdukları kısmi açık gözenekli köpüklerde açık gözenek oranının elastik modüle etkisini araştırmışlardır. Kapalı gözeneklere sahip bir köpükte gözenek yüzlerinin aşamalı olarak silinmesi ile elde ettikleri sanal köpüklerde (Şekil 4.19) açık gözenek oranı arttıkça elastik modülün düştüğünü kanıtlamışlardır. Silinen gözenek yüzlerinin oranı arttıkça kademe modelindeki üs değeri (n_E) artmakta, bir başka deyişle bükülmezlik azalmaktadır (Şekil 4.20).



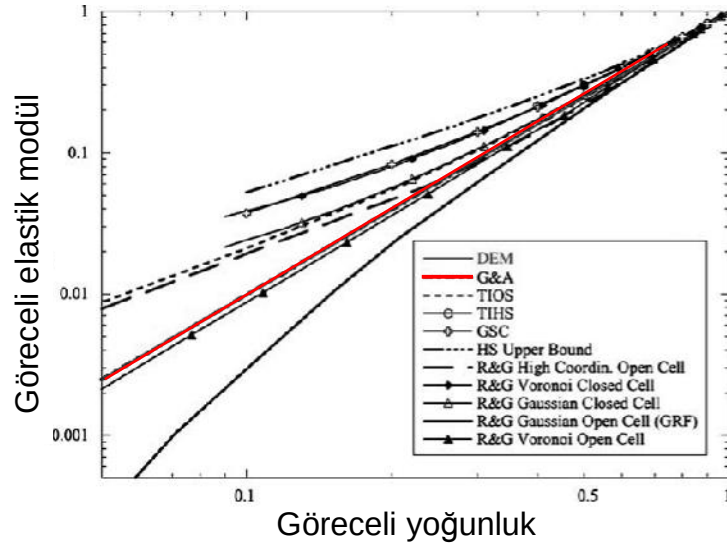
Şekil 4.19. (a) Kapalı gözenekli, (b) gözenek yüzlerinin % 20'si silinmiş ve (c) gözenek yüzlerinin tümü silinmiş sanal köpükler [68].



Şekil 4.20. Roberts ve Garboczi'nin gözenek duvarlarını silerek oluşturduğu sanal köpüklerde hesaplanan göreceli yoğunluk- göreceli elastik modül ilişkisi

4.2.3. Modelleme çalışmaları genel sonuçlar

Bölüm 4.2'de açıklanan modelleme çalışmalarının bir özeti Şekil 4.21'teki göreceli elastik modül – göreceli yoğunluk grafiğinde verilmiştir. Görüldüğü gibi öngörüler arasında geniş bir fark vardır. Gibson ve Ashby'nin yarı-empirik modeli ise tüm bu çalışmaların ortasına denk gelmektedir.



Şekil 4.21. Bir kısmı bu bölümde açıklanan modellerde hesaplanan göreceli elastik modül – göreceli yoğunluk ilişkilerinin toplu gösterimi [69].

4.3. Gözenekli Malzemelerin Mekanik Özellikleri Üzerine Yapılmış Deneysel Çalışmalar

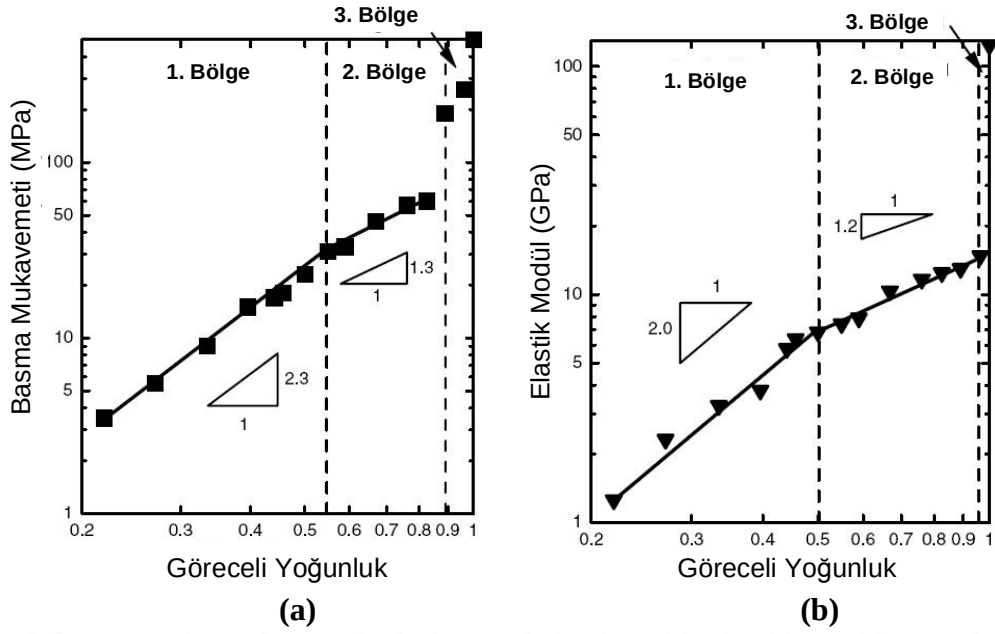
4.3.1. Doğrusal elastik davranış

Gerçek gelişigüzel metalik köpüklerde elastik sabitlerle göreceli yoğunluğun ilişkisi birçok deneysel çalışma ile ortaya çıkarılmaya çalışılmıştır.

$$\frac{\sigma^*}{\sigma_s} = C_\sigma \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{n_\sigma} \text{ ve } \frac{E^*}{E_s} = C_E \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{n_E} \text{ ilişkilerde göreceli yoğunluğun}$$

üssü (n) gözenek yapısına bağlı bir değişkendir.

Hakamada ve arkadaşları [70] yer tutucu yöntemi ile üretilmiş ve göreceli yoğunlukları 0.22 ile 0.96 arasında değişen bakır köpüklerin basma davranışlarını incelemiş basma mukavemeti ile göreceli yoğunluk arasındaki ilişkiden yola çıkarak köpüklerin çökme mekanizmalarını belirlemişlerdir. Buna göre göreceli yoğunluk – basma mukavemeti grafiğini 3 bölgeye ayırmışlardır. göreceli yoğunluğun 0.55'ten düşük olduğu 1. bölgede çökme mekanizması duvar eğilmesi ve bükülmesi iken göreceli yoğunluğun 0.55 – 0.9 arası olduğu 2. bölgede duvar akması olarak belirlenmiştir. 0.9'dan yüksek göreceli yoğunluklarda ise malzeme artık gerilmenin yoğunlaştığı gözenek bölgeleri barındıran yığınsal bir malzeme haline gelmiştir. Çökme mekanizması Gibson ve Ashby'nin önerdiği eşitlikteki n eksponentinde kendini göstermektedir. Duvar akmasının baskın olduğu durumlarda n değeri 1'e eşit iken bu değer duvar eğilmesinde 2, duvar bükülmesinin baskın olduğu çökme mekanizmasında ise 3 olarak bulunmuştur (Şekil 4.22).



Şekil 4.22. Hakamada ve arkadaşlarının bakır köpüklerde elde ettikleri (a) basma mukavemeti-göreceli yoğunluk ve (b) elastik modül – göreceli yoğunluk grafikleri [70].

4.3.1.1. Gözenek boyutunun etkisi

Literatürde gözenek boyutu – basma mukavemeti ilişkisi konulu çalışmalar incelendiğinde bazı kaynakların gözenek boyutunun mekanik özellikler üzerinde etkisinin olmadığını bildirirken [71-73] bunun tersini rapor eden çalışmaların da bulunduğu görülmüştür (Çizelge 4.3). Raj ve Daniel [74] kapalı gözenekli alüminyum köpüklerle yaptıkları çalışmada gözenek boyutu arttıkça akma mukavemetinin arttığını gözlemlemişler, bunu da artan gözenek boyutu ile kalınlaşan gözenek duvarlarına bağlamışlardır. Miyoshi [75] ise gözenek boyutu azaldıkça akma gerilmesinin arttığını bildirmişlerdir. Bin ve arkadaşları [76] farklı boyutta gözenek içeren açık gözenekli alüminyum köpüklerle yaptıkları çalışmada gözenek boyutu arttıkça basma mukavemetinin arttığını bildirmişlerdir. Bunu yoğunlukla değişen duvar kalınlığı-uzunluğu oranına bağlamışlardır.

Çizelge 4.3. Literatürde gözenek boyutu – basma mukavemeti ilişkisi.

Köpük türü	Kaynak	Gözenek boyutu- akma mukavemeti ilişkisi	Gözenek Yapısı	Üretim Yöntemi	İncelenen gözenek boyutları	Gözeneklilik aralığı
Al	Nieh	Yok	Açık	Eriyik	2.5 mm	0.05-0.10
	Zhihua	Yok	Açık	İnfiltrasyon	0.9-1.6 mm	0.25-0.30
	Raj	Doğru orantılı	Kapalı	Eriyik	1 – 7 mm	0.14 – 0.34
	Miyoshi	Ters orantılı	Kapalı	Eriyik	4.5 mm	0.07-0.12
	Bin	Doğru orantılı	Açık	Yer tutucu	0.2 – 2 mm	0.146-0.485
	Yu	Doğru orantılı	Kapalı	Eriyik	2.6-3.8 mm	0.16
PVC	Saha [77]	Ters orantılı	Açık	Köpürtücü ile polimerizasyon	300-500 µm	0.06-0.24
Ti	Bram [21]	Doğru orantılı	Açık	Yer tutucu	125-500 µm	0.6

Marmottant [4] “Replika Al köpüklerin yapı ve özellikleri” konulu doktora tezinde doğrusal elastisite bakımında ince (75 µm) ve kaba (400 µm) gözenekli köpüklerde kayda değer bir fark gözlemlenmediğini ancak ince gözenekli köpüklerin plastik deformasyona diğer köpüklere kıyasla biraz daha yüksek dayanım gösterdiğini kaydetmiştir. Düzensiz gözenek morfolojisine sahip köpüklerin ise küresel gözeneklilerden daha bükülmez olduğunu deneysel olarak kanıtlamıştır. Ayrıca Marmottant replika köpüklerde elastisite modülünü doğrudan etkileyen bir açılım fonksiyonu (opening function, f) tanımlamışlardır.

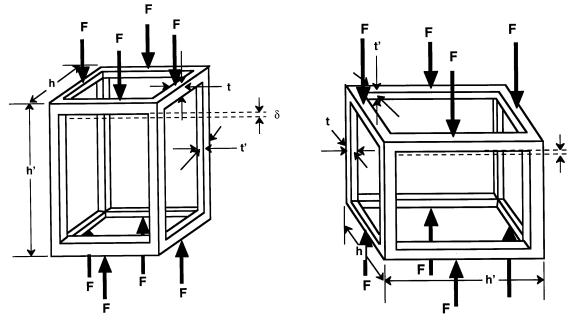
$$f = \frac{Z \cdot A}{S_T} \quad (3.29)$$

Burada A ortalama gözenek temas alanı, S_T ortalama L uzunluğunda gözenek duvarlarından oluşmuş bir gözeneği çevreleyen polihedranın yüzey alanını (burada $S_T=27L^2$ olan bir tetrakaidekahedron seçilmiştir) temsil etmektedir. Göreceli yoğunlukla azalmakta olan f değeri göreceli elastik modülle ters orantılıdır.

4.3.1.2. Gözenek şeklinin etkisi

Literatürde bugüne kadar yapılan çalışmalarda aynı göreceli yoğunluk için farklı elastik modül ve basma mukavemetleri elde edilmesi köpük yapıların mekanik özelliklerinin yoğunluktan başka yapısal özelliklere de bağlı olduğunu göstermiştir. Alüminyum başta olmak üzere metalik köpüklerde gözenek yapısının basma özelliklerine etkisinin incelendiği birçok çalışma bulunmaktadır.

Nieh ve arkadaşları [71] % 5 - % 10 arasında göreceli yoğunluğa sahip Al köpüklerle yaptıkları çalışmada gözenek boyutunun elastik modül ve mukavemet üzerinde ihmal edilebilir ölçüde etkisinin bulunduğunu rapor etmişlerdir. Gözenek şeklinin ise daha etkili bir değişken olduğu ifade edilmektedir (Eşitlik (4.30)). Yüksek aspekt oranında gözeneklere sahip olan köpüklerde elastik modül ve mukavemetin boylam yönünde enlem yönünden daha yüksek olduğunu hem analitik hem de deneysel olarak kanıtlamışlardır (Şekil 4.23).

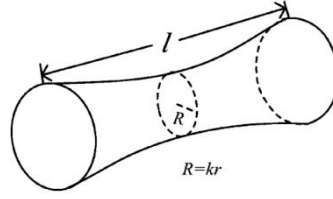


Şekil 4.23. Nieh ve arkadaşlarının farklı h'/h oranlarına sahip birim hücreleri

$$\frac{E_l}{E_0} = C_l \cdot \left(\frac{h'}{h} \right) \cdot \left(\frac{t}{l} \right)^4 \quad (4.30)$$

Huang ve arkadaşları [78] ise % 2,5 ile % 5 arasında yoğunluklara sahip açık gözenekli Fe-Ni köpüklerde gözenek sütunlarının aspekt oranının akma mukavemeti ile ilişkisinin belirlenebilmesi için bir yapı faktörü (k) önermişlerdir (Eşitlik 4.31)). Yapıdaki en ince sütunun yarıçapının eşdeğer sütun yarıçapına oranı olarak tanımlanan k basma mukavemetinde etkin rol oynamaktadır (Şekil 4.24).

$$\frac{\sigma^*}{\sigma_s} \approx 3,1 \left(\frac{kr}{l} \right)^3 \quad (4.31)$$



Şekil 4.24. Değişken kesit alanına sahip bir köpük elemanı.

4.3.1.3. Gözenek boyutu dağılımı etkisi

Gerçek köpüklerin bir örnek gözenek boyutuna sahip olmadıkları gözleminde yola çıkan Kenesei ve arkadaşları [44] yoğunlukları % 0,06 ve % 0,17 arasında değişen Alporas köpüklerle yaptıkları çalışmada plastik deformasyon bölgesinde değişen plato gerilmesini ve soğurulan enerjiyi gözenek boyut dağılımı (CSD) fonksiyonuna bağlı olarak tanımlamışlardır. Yoğunlaşma faktörü (D) ve en büyük gözenek-en küçük gözenek yarıçapları oranının (k) etkinliğinin ise aşağıdaki Eşitlik (4.32) ile belirlenebileceğini rapor etmişlerdir. ALPORAS köpüklerle yaptıkları karşılaştırmada deneysel ve hesaplanan değerlerin birbirine yakın olduğunu tespit etmişlerdir.

$$\sigma_y^*(\varepsilon) = \frac{A\sigma_y}{3\sqrt{3}} \cdot \frac{1}{\left(D + \sqrt{D^2 + \frac{k^2}{\rho^2} - \frac{2Dk}{\rho} + \frac{(1-k^4)\varepsilon}{k^2\rho^2}} \right)^{3/2}} \quad (4.32)$$

Kenesei'nin çalışmasında büyük gözeneklerin varlığının köpüğün mukavemetini azalttığı, bunun da plastik bölgede daha yüksek eğime sebep olduğu bildirilmiştir.

4.3.2. Plastik davranış

Bir köpüğe yük uygulandığında uygulanan kuvvetler tarafından bir iş yapılmış olur. Belirli bir gerinime kadar birim hacim başına yapılan iş gerilme-gerinim grafiğinin altındaki alana eşittir. Köpük malzemelerde basma kuvvetleri ile yapılan iş gözenek duvarlarında elastik bükülme, plastik akma ya da kırılma mekanizmalarına harcanır. Grafiğin doğrusal elastik bölgesinde çok az miktarda

enerji soğurur. Köpük malzemelerin soğurduğu yüksek enerji miktarı plato gerilmesinin sabit olduğu ikinci bölgede meydana gelir. Gözenek duvarlarının bükülmesi, akması ve kırılmasının meydana geldiği bu bölgede neredeyse sabit yükte büyük miktarda enerji soğurur [1].

Bu plato bölgesinin yüksekliği köpüğün yapıldığı malzemeye, köpüğün yoğunluğuna ve basma gerinim hızına bağlı olarak değişir. Şekil 4.25'te görülen grafikte farklı göreceli yoğunluğa sahip köpüklerde aynı miktarda enerjinin (W) soğurulduğu gerilme değeri farklılık gösterir. Birinci (en yoğun) köpükte W miktarındaki enerji oldukça yüksek bir gerinim değerinde soğurulmuşken, en düşük yoğunluğa sahip köpükte soğurulan bu enerji miktarına köpük tamamen çöktükten sonra, dolayısıyla yine yüksek bir gerinim değerinde ulaşılmıştır. Bu iki uç örnek arasında aynı miktarda enerjiyi optimum gerinim ve gerilme değerinde soğurabilen köpük enerji soğurma uygulamaları için optimum göreceli yoğunluğa sahip olan köpüktür [1].

Gözenek duvarlarının birleşip, birbirine baskı yapmaya, dolayısıyla yoğunlaşmanın başladığı, plato bölgesinin bitiş noktası yoğunlaşma gerilmesi (ε_D) noktasıdır. Gibson ve Ashby ε_D noktası ile göreceli yoğunluğu deneysel sonuçları göstererek aşağıdaki gibi ilişkilendirmişlerdir:

$$\varepsilon_D = 1 - 1,4 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (4.33)$$

Plastik köpüklerde soğurulan enerji miktarı ile gerilme-gerinim arasında aşağıdaki gibi bir ilişki vardır:

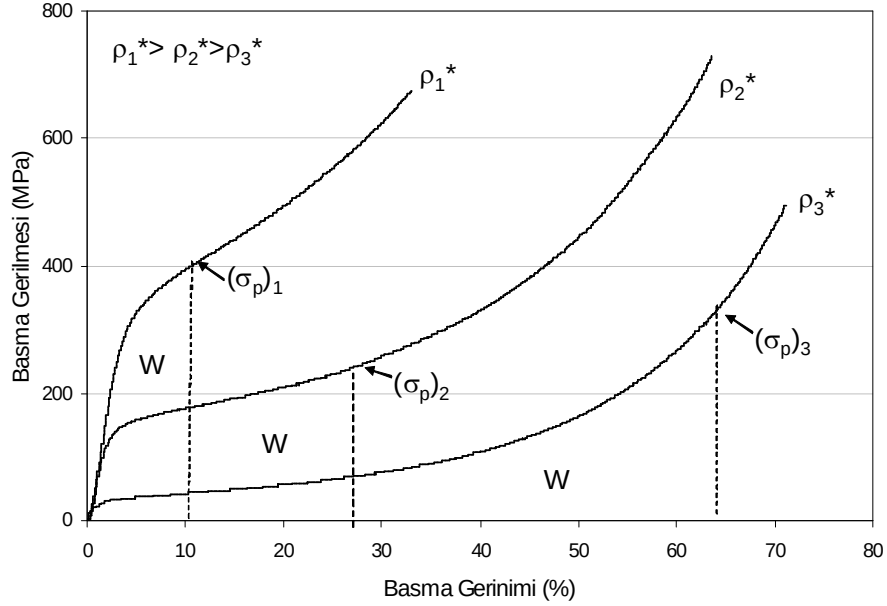
$$dW = \sigma_{pl}^* d\varepsilon \quad (4.34)$$

Doğrusal elastik bölge ihmal edildiğinde bu alan dikdörtgenini alanı ile $\sigma_{pl}^* \cdot \varepsilon$ ifade edilebilir.

$$\frac{W}{E_s} = 0,3 \frac{\sigma_{ys}}{E_s} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2} (\varepsilon - \varepsilon_0) \quad (4.35)$$

Burada ε_0 doğrusal elastik bölgenin sonundaki gerinim değeridir. Bu değer ihmal edilirse maksimum faydalı enerji yoğunlaşma gerinimini ifadeye ekleyerek bulunabilir:

$$\frac{W_{\max}}{E_s} \approx 0.3 \frac{\sigma_s}{E_s} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2} \left(1 - 1.4 \frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (4.35)$$



Şekil 4.25. Üç farklı göreceli yoğunluğa sahip numunede basma gerilme-gerinim grafiği ve soğurulan enerji.

Basma kuvvetleri sırasında deformasyon için maksimum enerji gerektiren malzemenin seçimi için köpük malzemesinin basma gerilme – gerinim grafiğindeki sertleşme eğrisinin şeklinin ve köpük özelliklerinin bu şekle olan etkisinin bilinmesi gerekir [79].

San Marchi ve Mortensen [45] özellikle sünek metalden üretilmiş köpük malzemelerin basma gerilme-gerinim grafiklerinde belirgin bir plato bölgesi bulunmadığını, malzemenin plastik bölgede sürekli bir gerinim sertleşmesi gösterdiğini rapor etmişlerdir. Sünek malzemelerin gerinim sertleşmesi özelliği göreceli akma mukavemeti – göreceli yoğunluk ilişkisindeki n eksponentini 1,5'ten daha yüksek bir değer haline getirmektedir. Göreceli yoğunluğu 0,20 ile 0,27 arasında değişen Al köpüklerle yaptıkları deneysel ve buna bağlı teorik çalışmada basma grafiğinin % 10 gerinimde bir dönme noktası gösterdiğini, bu gerinime kadar elde edilen basma gerilme-gerinim grafiğinin aşağıdaki eşitlikle ifade edilebileceğini bildirmişlerdir. Bu ifadedeki n değeri köpüğün yapıldığı metalin sertleştirme eksponentini sembolize etmektedir.

$$\sigma = C \cdot \varepsilon^n \quad (4.36)$$

San Marchi ve Mortensen buradaki n değerini % 0.5 ve % 10 gerinim değerleri arasında 0,26 olarak belirlemişlerdir.

San Marchi ve Mortensen bu çalışmada elde ettikleri veriler ışığında Gibson ve Ashby'nin açık gözenekli köpükler için önerdikleri eşitliği gerinim sertleşmesine göre geliştirmişler ve aşağıdaki eşitliği önermişlerdir:

$$\sigma^* = \sigma_s \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{(3+n)/2} \quad (4.37)$$

Burada n yerine 0,26 konduğunda göreceli yoğunluğun eksponenti 1.63 olarak bulunur.

Bu çalışmaya göre düşük gerinimlerde bükülmezlik göreceli yoğunluğun karesi, $(\rho^*/\rho_s)^2$, akma gerilmesi ise göreceli yoğunluğun bir kuvveti, $(\rho^*/\rho_s)^{(3+n)/2}$, ile orantılı olarak değişmektedir.

Raj ve arkadaşları [74] % 5 ile % 40 arasında değişen göreceli yoğunluklardaki kapalı gözenekli Al alaşımları ile yaptıkları testlerden elde ettikleri verilerden doğrusal regresyon yöntemi ile göreceli elastik modül, basma mukavemeti ve soğurulan enerji (MJ/m³) özelliklerini modellemişlerdir. Buna göre;

$$W = 1.98409 + 78.79673 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2} + 7.184231 \left(\frac{d}{D} \right) - 1.8931 K_p \quad (4.38)$$

Burada d/D ve K_p sırasıyla gözenek çapı/numune boyutu oranı ve gözeneklerin anizotropi katsayısıdır.

Lhuissier ve arkadaşları [80] ise paslanmaz çelik boş kürelerden oluşmuş köpüklerle yaptıkları çalışmada “ortalama plato sertleşmesi modülü” (H) adlı bir değişken tanımlamış basma gerilme-gerinim grafiğinde gerilmeyi gerinim ve sertleşme modülü ile ifade etmişlerdir. Yoğunlaşma geriniminden düşük gerinim değerleri için:

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_{\%25}(\rho_0) + H(\rho_0) \cdot (\varepsilon - 0.25) \quad (4.39)$$

Buradaki H değerinin göreceli yoğunlukla üslü bir ilişkisi olduğunu ve bu üs değerinin 1.67 bulunduğunu vurgulamışlardır.

Firstov ve arkadaşları [79] ise basma sırasında köpük numunenin yanal genişleme göstermediği varsayımından yola çıkarak soğurulan enerji ve göreceli yoğunluk arasında bir bağıntı ortaya çıkarmışlardır. Buna göre hem Ni hem Al köpüklerin maksimum verimde enerji soğurması için % 70 göreceli yoğunlukta olması gerektiği sonucuna varmışlardır.

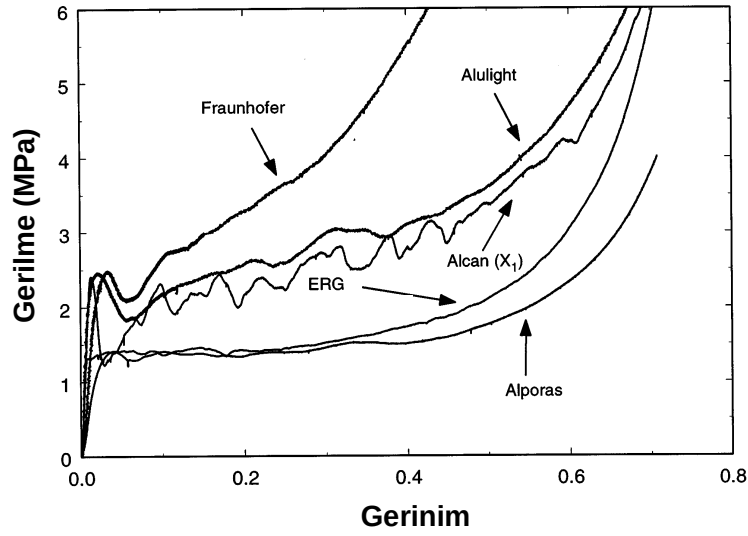
$$\frac{\partial W}{\partial \rho_0} = \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho_c}\right)^\beta \left[\frac{N}{2} \varepsilon' \frac{d\varepsilon'}{d\rho_0} + \left(\sigma_y + \frac{N}{2} \varepsilon' \right) \left(\frac{d\varepsilon'}{d\rho_0} - \frac{\beta \varepsilon'}{\rho_c - \rho_0} \right) \right] \quad (4.40)$$

Burada W soğurulan enerji, ρ_0 başlangıçtaki göreceli yoğunluk, N sertleşme katsayısı, ρ_c elastik modülün sıfır olduğu göreceli yoğunluğu temsil etmektedir. β gözenek şekline bağlı bir üs, ε' ise plato bölgesinden yoğunlaşma bölgesine geçiş gerinimidir.

Metalik köpüklerin basma gerilme-gerinim grafiklerinin şekilleri literatürde yayınlanmış çalışmalarda incelenmiştir. Grafiğin yumuşak ya da salınımlı olmasının sebepleri açık olarak irdelenmemiş olmakla birlikte yayınlanan çalışmalarda her iki türden de eğriye rastlanmıştır.

San Marchi ve Mortensen [6] göreceli yoğunluğu 0,20 ile 0,27 arasında değişen Al köpüklerle yaptıkları deneysel ve buna bağlı teorik çalışmada elastik modül ve akma gerilmesinin birim gözenekle ilişkisini ortaya koyan basit bir eşitlik önermişlerdir. Buna göre düşük gerinimlerde elastik modül göreceli yoğunluğun karesi, $(\rho^*/\rho_s)^2$, akma gerilmesi ise göreceli yoğunluğun bir kuvveti, $(\rho^*/\rho_s)^{(3+n)/2}$, ile orantılı olarak değişmektedir. n değeri o çalışmada üretilmiş bütün Al köpükler için $0.5\% < \varepsilon < 10\%$ arasındaki gerinimde 0,26 olarak tespit edilmiştir.

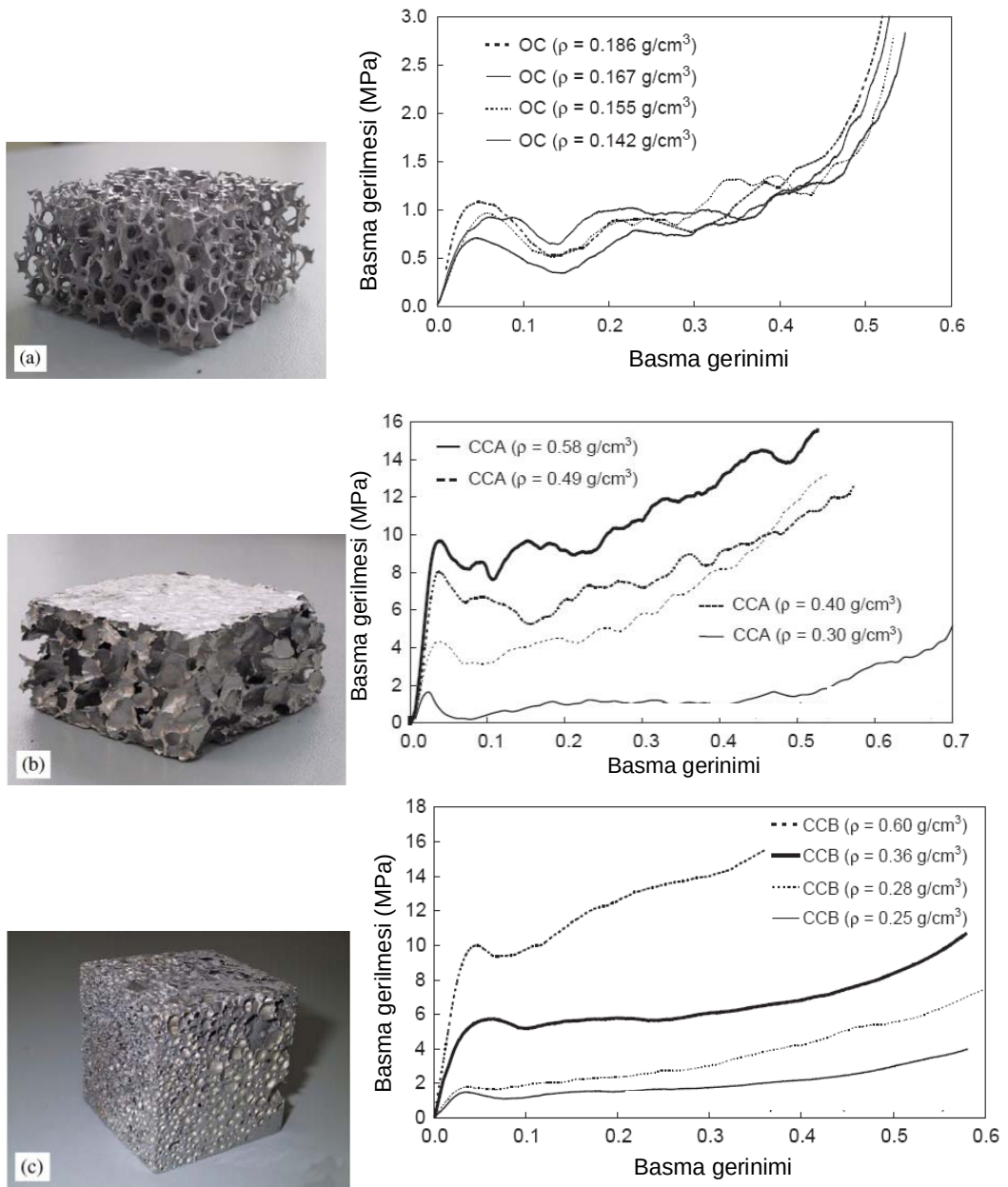
Andrews ve arkadaşları ticari alüminyum köpüklerde (Şekil 4.26) yaptıkları deneysel çalışmada köpük bünyesindeki göreceli yoğunluk dalgalanmaları, gözenek duvarı eğimliliği ve pürüzlülüğünün kümülatif etkisini bir modelle belirlemişler. Bu üç kusurun ideal bir kapalı gözenekli köpükte teorik olarak belirlenen (G&A) elastik modülü % 80, basma mukavemetini % 98 oranında düşürdüğünü tespit etmişlerdir.



Şekil 4.26. Andrews ve Gibson’ın ticari köpüklerle yaptıkları basma deneylerinde elde ettikleri basma grafikleri

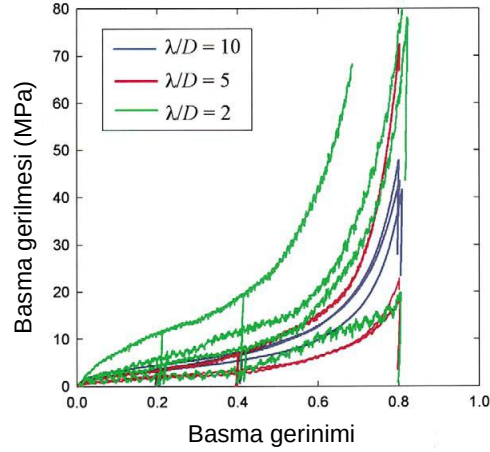
Montanini [81] farklı gözenek yapısındaki ticari Al köpüklerle yaptığı çalışmalarda hassas döküm yöntemi ile üretilmiş açık gözenekli köpüklerde salınımlı bir gerilme-gerinim grafiği elde etmiştir (Şekil 4.27 (a)). Bu köpüklerde gözenek boyutu 1-4 mm arasında değişirken numune boyutları 50 mm x 50 mm x 25 mm olarak seçilmiştir. Yani α değeri 17,5 ile 50 arasında değişmektedir. Salınımlı basma davranışını farklı paralel düzlemlerde bulunan gözeneklerin kademeli plastik çöküşüne bağlamışlardır.

Montanini incelediği kapalı gözenekli köpüklerde de salınımlı grafikler elde etmiştir (Şekil 4.27 (b)). Bu kapalı gözenekli köpükler arasında bu doktora tezinde üretilen ve test edilen C-sph köpüklerin yapısına çok benzeyen SCHUNK köpüklerinin (Şekil 4.27 (c)) basma gerilme-gerinim grafikleri de C-sph köpüklerinin yarı-statik basma testi grafikleriyle benzerlik göstermektedir. Ancak C-sph köpükleri akma noktasından sonra gerilme düşüşü göstermemektedir.



Şekil 4.27. Montanini'nin incelediği Al köpükler ve basma gerilme-gerinim grafikleri. (a) M-PORE, (b) CYMAT ve (c) SCHUNK ticari isimli köpükler [16].

Lim ve arkadaşlarının [52] çelik boş kürelerin sinterlenmesiyle üretilen köpüklerin basma davranışları incelendiğinde α değeri arttıkça basma eğrisi de yumuşamaktadır (Şekil 4.28).



Şekil 4.28. Lim ve arkadaşlarının farklı α değerlerinde test ettikleri numunelerin basma grafikleri [52].

Zhihua ve arkadaşları [72] sızdırma tekniği ile ürettikleri açık gözenekli Al alaşım köpükleri ile yaptıkları çalışmalarda değeri 39 olan numunelerde yumuşak birer eğri elde etmişlerdir. Fakat α değeri 22 olan numunelerin gerilme-gerinim grafiklerinde az miktarda kırılmalar görülmektedir.

Bu gözlemler yumuşak bir gerilme gerinim davranışı istenilen durumlarda gerilme lokalizasyonunun engellenmesi açısından mümkün olduğunca tek tip bir gözenek yapısı gerekliliğini gözler önüne sermektedir.

4.4. Titanyum Köpüklerle Yapılan Deneysel Çalışmalar

Araştırmalara en çok konu olan ve ticarileştirilen Al köpüklerin tersine titanyum köpüklerin mekanik davranışlarını inceleyen yayın sayısı oldukça azdır. Bu az sayıda çalışmanın birçoğunda yapı-özellik ilişkileri dar bir yoğunluk aralığında veya tek bir yoğunluk değerinde incelenmiştir.

4.4.1. Doğrusal elastik davranış

G&A'ye göre % 30 göreceli yoğunluktan yüksek yoğunluklarda malzeme köpükten içinde duvar içi gözenekler olan yığılmal bir malzemeye dönüşmektedir. Bu yüzden G&A Ölçeklendirme Kanunu % 30'dan yüksek yoğunluklarda geçerli değildir. Ancak literatürde ürettikleri daha yüksek yoğunluk aralıklarında

titanyum köpüklerin basma mukavemeti ve elastik modüllerini G&A Ölçeklendirme Kanunu ile karşılaştıran çalışmalar mevcuttur. Ticari saflıkta titanyum köpüklerin göreceli yoğunluk- göreceli basma özellikleri ilişkisi belirlenirken titanyum malzemesinin elastik modülü ve basma mukavemeti farklı alınmıştır. Esen [24], Imwinkelried [23] ve Niu [25]’nun titanyum köpüklerle yaptıkları çalışmalarda rapor ettikleri mekanik özellik-göreceli yoğunluk ilişkisi eşitlikleri Çizelge 4.4’te verilmiştir.

Çizelge 4.4. Literatürde yer tutucu yöntemi ile üretilen titanyum köpüklerde elde edilen mekanik özellik-göreceli yoğunluk ilişkisi eşitlikleri

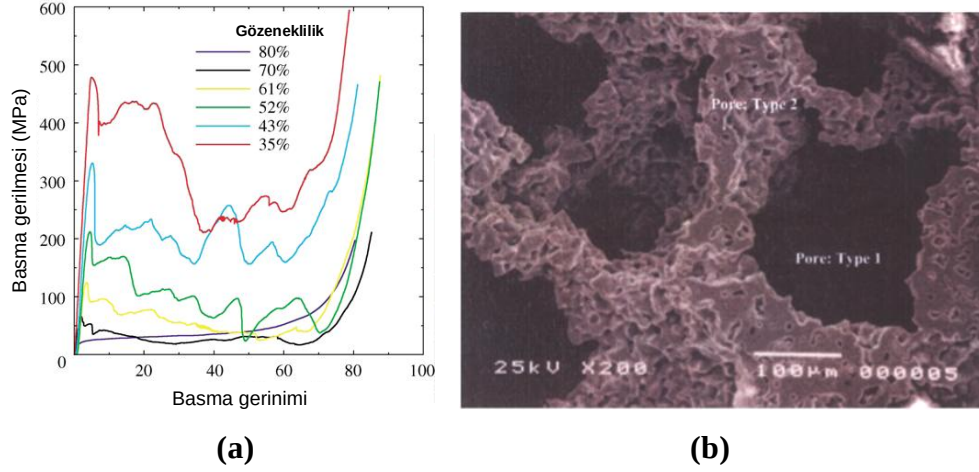
	Elastik modül	Basma mukavemeti	Gözeneklilik aralığı	Referans $\sigma - E$
Esen, Bor	$\frac{E^*}{E} = 0.598 \left(\frac{\rho^*}{\rho} \right)^{4.72}$	$\frac{\sigma^*}{\sigma_y} = 2.13 \left(\frac{\rho^*}{\rho} \right)^{3.57}$	45-70	480 MPa 110 GPa
Imwinkelried	$\frac{E^*}{E} = 11.154 \left(\frac{\rho^*}{\rho} \right)^2 - 0.022$	$\frac{\sigma^*}{\sigma_y} = 5.77 \left(\frac{\rho^*}{\rho} \right)^{1.5} - 0.056$	50-80	650 MPa 110 GPa
Niu	$\frac{E^*}{E} = 0.193 \left(\frac{\rho^*}{\rho} \right)^{1.43}$	$\frac{\sigma^*}{\sigma_y} = 0.375 \left(\frac{\rho^*}{\rho} \right)^{2.06}$	55-75	650 MPa 110 GPa

4.4.2. Plastik davranış

Literatürdeki basma grafiklerinin incelenmesinde söz konusu titanyum köpükler olduğunda üretim yöntemine, süreç parametreleri ve buna bağlı olarak değişen oksijen içeriğine de dikkat etmek gerekir. Gözenek duvarlarındaki çözünmüş oksijen miktarının artması ya da yüzeydeki oksit tabakasının kalınlaşması kırılma dayanımı yaratacağından salınımlı basma grafiğine sebep olabilir.

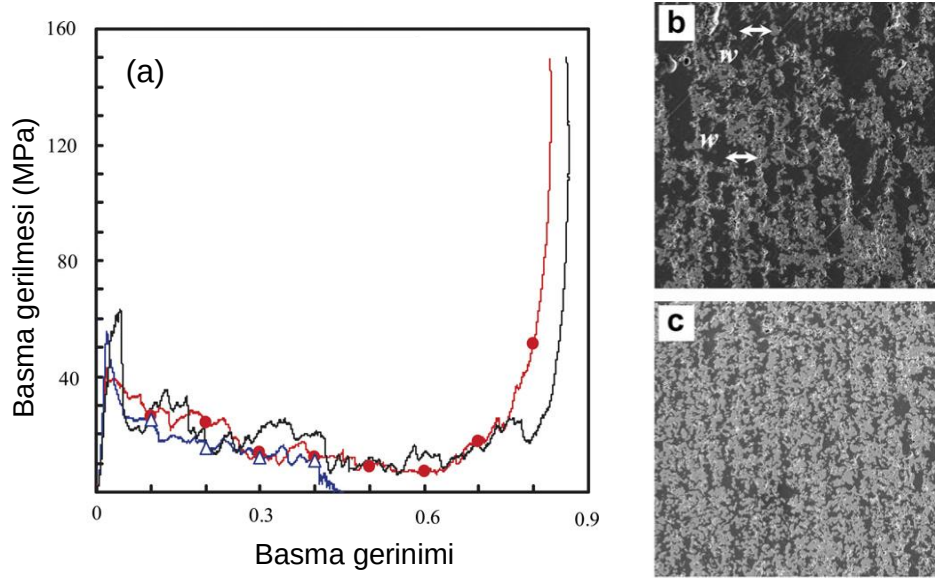
Wen ve Yamada [22] yer tutucu yöntemi ile ürettikleri titanyum köpüklerde % 35 ile % 80 arasında gözeneklilik elde etmişlerdir (Şekil 4.29). Köpükler 200-500 μm arasında ortalama gözenek boyutuna sahip olup yarı-statik basma testi numunelerinin boyutları 12 mm $\varnothing$ x 15 mm olarak seçilmiştir. Test numunelerinin α değeri 32 civarında olmasına karşın Şekil 4.30’da görüldüğü gibi bu numunelerin basma gerilim-gerilme grafikleri oldukça salınımlıdır. Köpükleri

1200 °C’de sinterleyerek üretmişlerdir fakat sinterleme atmosferi hakkında bir bilgi vermemişlerdir.



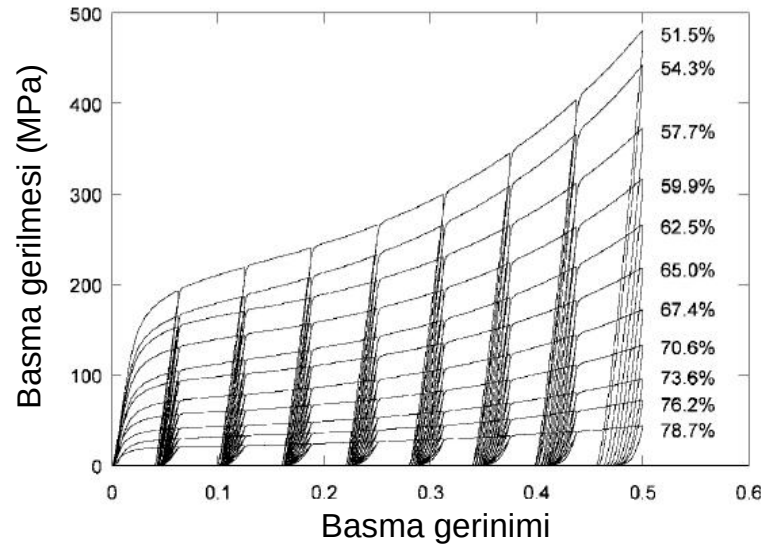
Şekil 4.29. Wen ve Yamada’nın incelediği titanyum köpüklerin (a) basma grafikleri, (b) SEM görüntüleri [19].

Chino ve Dunand [26] freeze-casting yöntemi ile ürettikleri yüksek aspekt oranına sahip gözenekli titanyum köpüklerle yaptıkları çalışmada oldukça salınımlı grafikler elde etmişlerdir (Şekil 4.30). Test numuneleri 4 mm çapında olup elde edilen gözenek enleri 170 μm gözenek boyları ise birkaç milimetre olarak bildirilmiştir. Bu durumda gözenek yönüne dik yönde yapılan testlerde α değeri 23,5 iken gözenek yönünde yapılan testlerde bu değer 4’ten küçüktür. Ancak her iki yönde de yapılan testler salınımlı grafik vermektedir. Ayrıca elde ettikleri yüksek basma mukavemeti değerlerini yüksek oksijen içeriğinin (ağ. % 3.4) kısmi sinterlenmiş gözenek duvarları ve küresel olmayan duvar içi gözeneklerinin zayıflatıcı etkisinden baskın çıkmasına bağlamışlardır.



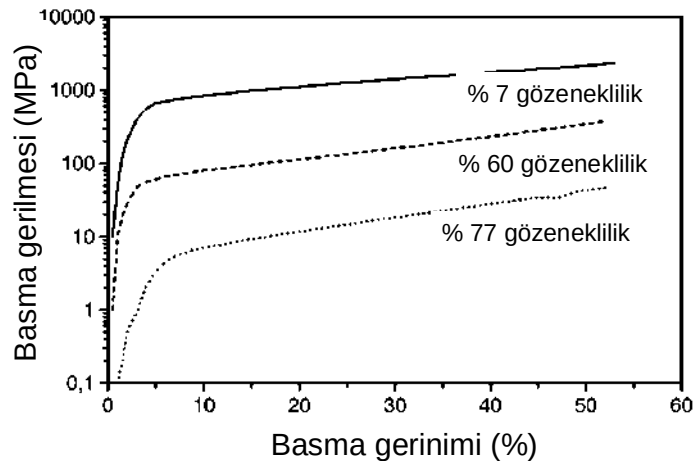
Şekil 4.30. Chino ve Dunand'ın ürettikleri titanyum köpüklerinin (a) basma grafikleri, (b) optik mikroskop görüntüleri [26].

Imwinkelried [23] 1300 °C'de Ar atmosferi altında sinterlediği titanyum köpüklerle yaptığı yarı-statik basma testlerinde oldukça yumuşak bir gerilme-gerinim eğrisi elde etmiştir (Şekil 4.31). Köpüklerinde gözenek boyutu 100-500 μm arasında olup basma testi numune kesitinin çapı 16 mm olarak bildirilmiştir. Bu durumda test numunelerinin α değeri 32 ile 160 arasında değişmektedir.



Şekil 4.31. Imwinkelried'in ürettiği farklı yoğunluklardaki titanyum köpüklerin basma grafikleri [23].

Bram ve arkadaşları [21], çeşitli yoğunluklarda 10 mm çapında ve yüksekliğindeki silindirik titanyum köpüklere uyguladıkları basma testinde bu çalışmadaki C-ang ve C-ndl köpüklerinkine benzer, yumuşak bir eğri elde etmişlerdir (Şekil 4.32). Söz konusu köpükler amonyum bikarbonat yer tutucuların ısı olarak giderilmesi sonrasında sinterleme yöntemi ile üretilmiştir. Ancak bu yayında gözenek boyutu belirtilmediğinden α değeri hesaplanamamıştır.



Şekil 4.32. Bram ve arkadaşlarının farklı yoğunluklardaki titanyum köpüklerle yaptıkları basma testi grafiği [22].

5. LİTERATÜR SONUÇLAR

Literatürde metalik köpüklerin mekanik özellikleri üzerine kuramsal ve deneysel olmak üzere çok sayıda yayın incelenmiştir.

Deneysel çalışmalarda üretilen ve test edilen alüminyum köpüklerin göreceli yoğunlukları oldukça düşük iken (0,05-0,2) titanyum köpüklerde 0,4 ile 0,8 arasında gözenekliliğe sahip titanyum köpükler üretildiği ve incelendiği gözlemlenmiştir. Bu fark iki tip köpük için uygulanan üretim yönteminin farklı olmasından ileri gelmektedir.

Titanyum köpük üretiminde yer tutucu yöntemi en çok tercih edilen üretim yöntemidir. Üretim sürecinin yer tutucu giderme basamağı yayımlanan bütün çalışmalarda 200 °C'nin altında yapılan ısıtma işlemi sağlanmıştır. Sinterleme atmosferi için vakum (10^{-6} - 10^{-8} atm) ortamının [13] olduğu kadar Ar atmosferinin [15,18,36,39] de tercih edildiği görülmektedir. Sinterleme sıcaklıkları genel olarak 1100-1400 °C arasında, sinterleme süreleri ise 1-3 saat olarak belirtilmiştir. Son bir yıl içerisinde ise titanyum köpük üretiminde metal enjeksiyon kalıplama (MIM) [28] ve FFC Cambridge [27] süreci gibi yeni yöntemler rapor edilmiştir.

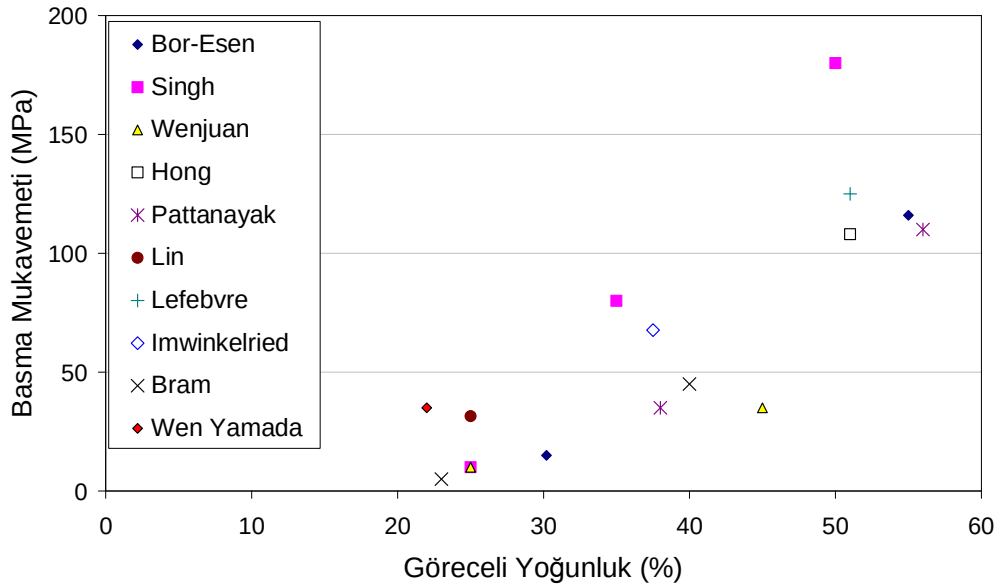
Literatürde titanyum köpüklerin karakterizasyonu konulu yayınlar özellikle göreceli yoğunluk-basma mukavemeti ilişkisi üzerine odaklanmıştır. Titanyum köpüklerin mimari özelliklerinin X-ışını mikrotomografisi yöntemi ile incelenmesi ise oldukça yeni bir yaklaşım olup bu konudaki ilk yayın 2009 yılında yapılmıştır. Titanyum köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası mimari yapılarının görüntülendiği ve incelendiği herhangi bir yayına ise rastlanmamıştır.

Köpük malzemeler, özellikle alüminyum köpükler üzerine yapılan deneysel çalışmalarda E^* ve σ_y^* değerlerinde görülen değişken değerler göreceli yoğunluğun köpük malzemesinin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde kullanılacak tek değişken olmadığını göstermektedir. Köpük yapısının değiştirildiği kuramsal ve deneysel çalışmalar Çizelge 5.1'de gösterilen özelliklerin mekanik davranışa etkisini özetlemektedir. Okların sayısı etki derecesini, yönü ise etki yönünü ifade etmektedir.

Çizelge 5.1. Metalik köpüklerin mekanik özellikleri üzerinde etken olduğu saptanan mimari değişkenler.

Köpük Özellikleri	E^*	σ_y^*
Göreceli Yoğunluk	↑↑↑	↑↑↑
Duvar pürüzlülüğü ve eğimliliği	↓↓	↓↓
Gözenek boyutu	↓↑	↓↑
Plato sınırındaki malzeme oranı	↓	↓
Kapalı gözenek oranı	↑	↑

Özellikle toz metalürji yöntemi ile üretilen titanyum köpüklerde elde edilen basma mukavemetleri Şekil 4.1’de karşılaştırmalı olarak gösterilmektedir. Bu yayınlarda aynı göreceli yoğunluğa sahip titanyum köpüklerin basma mukavemeti değerlerinin farklı çalışmalarda farklı rapor edildiği dikkati çekmektedir. Bu durum toz metalürjisi yöntemi ile üretilen titanyum köpüklerde mekanik özellikleri etkileyen tek değişkenin göreceli yoğunluk olmadığını göstermektedir.



Şekil 5.1. Literatürde sunulan titanyum köpüklerin basma mukavemetlerinin bir arada gösterimi.

Yapı-mekanik özellik ilişkileri açısından bakıldığında modelleme çalışmaları G&A Ölçeklendirme Kanununu (G&A Scaling Law) geliştirme yönünde yapılmıştır. Bu bölümde özetlenen modelleme çalışmalarına göre azalan göreceli yoğunluğun yanında artan plato sınırı miktarı, açık gözenek oranı, duvar pürüzlülüğü de köpük malzemelerin mukavemetini azaltmaktadır.

Deneyisel çalışmalarda basma gerilme-gerinim grafiğinin yumuşak veya salınımlı olmasını sağlayan gözenek değişkeni ile ilgili açık bir ayırım bulunmamaktadır.

Kuramsal ve alüminyum köpüklerde deneyisel olarak incelendiyse de titanyum köpüklerde gözenek şeklinin elastik sabitlere ve basma davranışına etkisi deneyisel olarak bildirilmemiştir.

6. AMAÇLAR

Titanyum köpükler özellikle biyo-uyumlulukları sebebiyle gittikçe artan bir ilgiyle karşılanmaktadır. Artık ticari bir boyut kazanmış Al köpüklerle kıyaslandığında literatürde titanyum köpüklerin üretimi ve karakterizasyonu ile ilgili bilgi birikimi oldukça azdır. Bu doktora tezinin özgün değerinin, titanyum köpüklerin literatürde henüz yer almayan sinterleme davranışı, gözenek yapısı-mekanik özellik ilişkileri, gerinim hızı hassasiyeti ve enerji soğurma özelliklerinin belirlenmesi konularında yapılan sistematik çalışmalar ile literatüre sağlanacak katkı olduğu düşünülmektedir.

Bu doktora çalışmasında titanyum köpüklerde gözenek yapısı/içyapı – mekanik özellik ilişkisinin deneysel ve istatistiki modelleme yöntemleri ile belirlenmesi, gözenek yapısı/içyapı – mekanik özellik ilişkisinin denetimi ile titanyum köpüklerin uygulama alanlarına göre tasarımı amaçlanmıştır. Bunun için farklı boyut ve şekle sahip yer tutucular kullanılarak farklı göreceli yoğunluk ve gözenek yapısında titanyum köpükler üretilmiş, bu köpüklerin gözenek ve mimari yapıları X-ışını mikrotomografisi ve üç boyutlu görüntü yöntemi ile, mekanik özellikleri ise basma testleri yardımı ile belirlenmiştir.

7. GEREÇ VE YÖNTEM

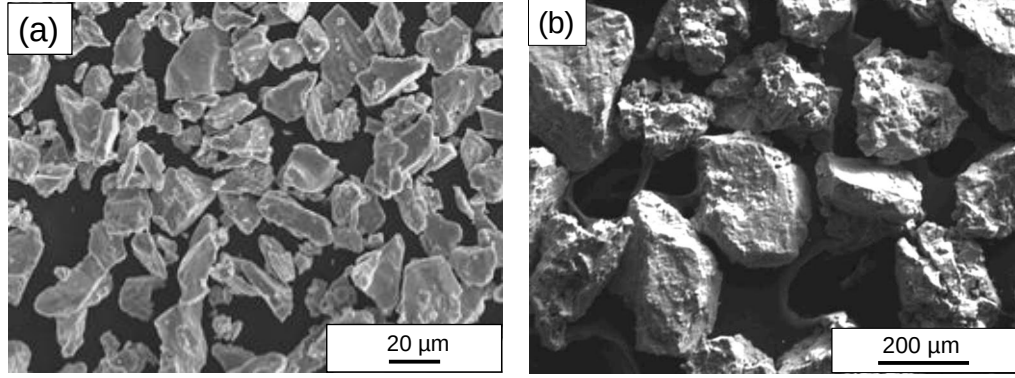
6.1. Gereç

Titanyum köpük üretiminde Alfa Aesar firmasından temin edilen 45 µm altı ($d_{50}=27.5$ µm), ikinci derece (Grade 2) titanyum tozu kullanılmıştır. Firmadan sağlanan analiz sertifikasındaki bilgilere göre kullanılan titanyum tozunun içeriği Çizelge 7.1’de verilmiştir. Kaba titanyum tozu ilavesinin köpük yapısına etkilerinin de araştırılması amacı ile aynı firmadan temin edilmiş 90 – 225 µm ($d_{50}=145$ µm) boyutunda titanyum tozu kullanılmıştır. Titanyum tozlarının SEM görüntüleri Şekil 6.1’de sunulmuştur.

Çizelge 7.1. Bu doktora tezinde kullanılan titanyum tozlarının içeriğinde bulunan elementler ve miktarları.

Element	Miktar (ppm)
Al	< 100
Cl	100
C	90
Fe	< 300
H	237
Mg	100
Mn	100
N	180
Na	< 100
O	2350
P	< 20
S	< 10
Si	100
Ti	% 99,61

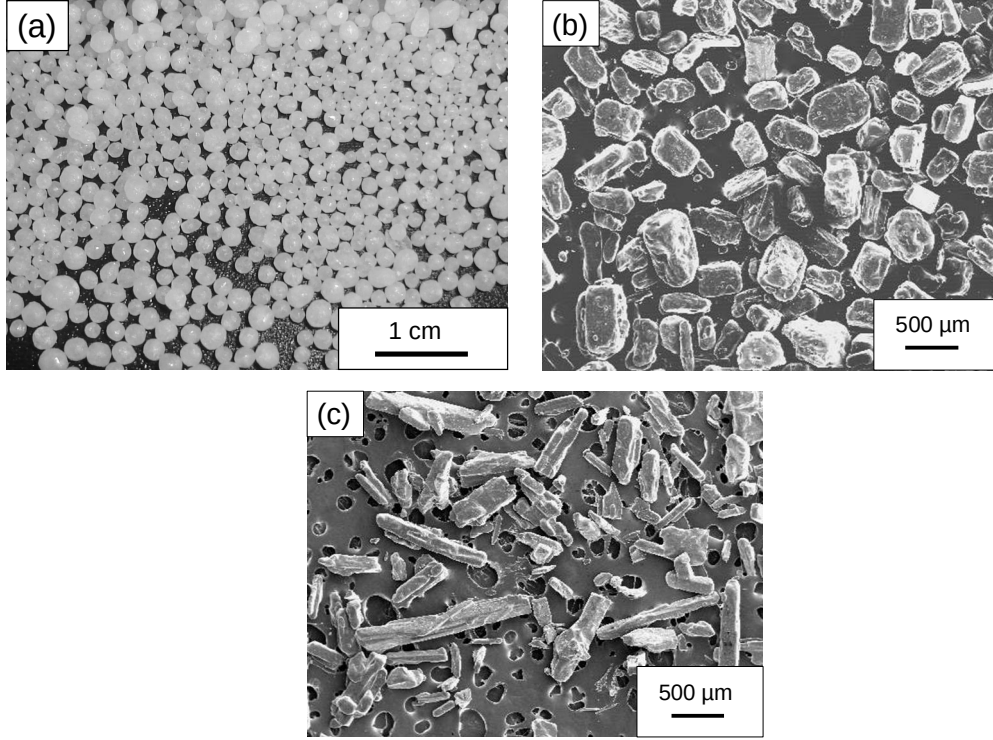
Yer tutucu malzeme olarak ise farklı şekil ve boyutlarda üre (karbamid) tozu kullanılmıştır. Kullanılan üre çeşitlerinin boyutları, şekilleri ve tedarik edildikleri firmalar Çizelge 7.2’de, SEM görüntüleri Şekil 7.2’de sunulmuştur.



Şekil 7.1. Bu tezde kullanılan (a) ince ve (b) kaba titanyum tozlarının SEM görüntüleri.

Çizelge 7.2. Bu doktora tezinde kullanılan üre çeşitlerinin boyutları, şekilleri ve tedarik edildikleri firmalar.

Yer tutucu cinsi	Toz boyutu (µm)	Oluşturduğu Gözenek Boyutu (µm)
C-ang (köşeli) Merck	63-180	150
	< 300	250
	300-500	375
	500-1000	525
C-ndl (iğnesel) Alfa Aesar	Boy: 500-1500 En: 150-200	C-ang (300-500) ile eşdeğer hacimde fakat gözenekler küresel kabul edilerek hesaplama yapılması sağlıklı olmadığından bu tip köpükler bir gözenek boyutu ile ifade edilmemiştir.
C-sph (küresel) Sigma	1500-2000	1750

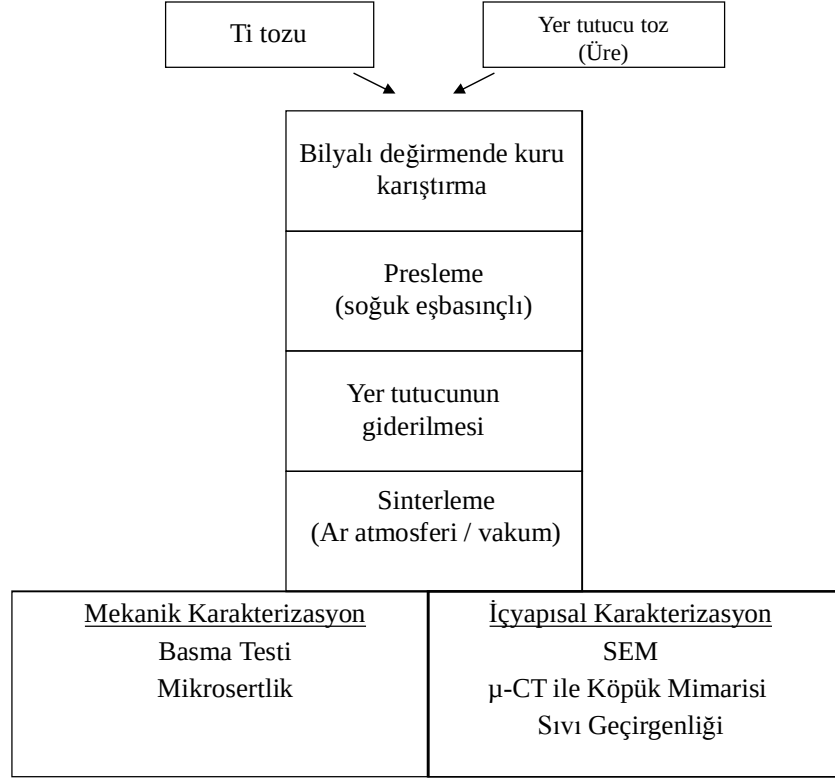


Şekil 7.2. Bu doktora tezinde kullanılan üre çeşitlerinin SEM görüntüleri. (a) Küresel, (b) köşeli ve (c) iğnesel üre tozları.

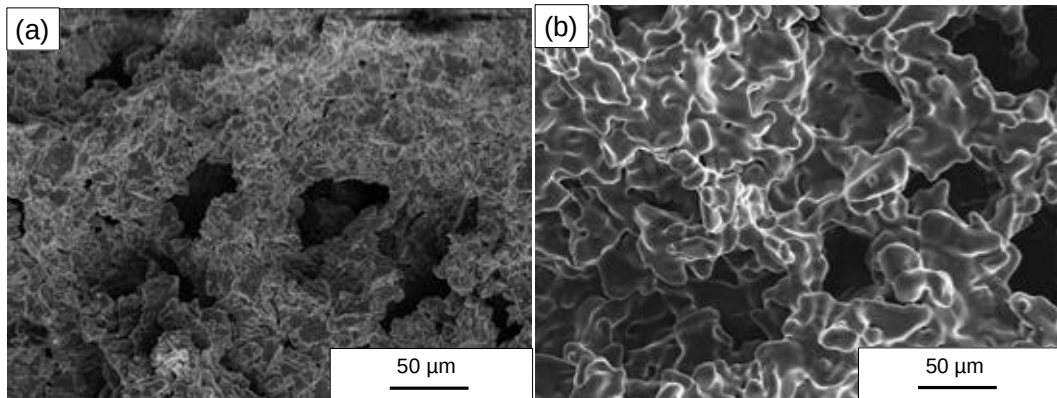
7.2. Yöntem

Farklı gözeneklilik, gözenek boyutu ve şekline sahip titanyum köpükler yer tutucu yöntemi ile üretilmişlerdir. Şekil 7.3’de akım şeması verilen yöntemde öncelikle yer tutucu ve titanyum tozları istenen gözeneklilik miktarına göre farklı oranlarda bilyeli değirmende yarım saat süresince kuru olarak karıştırılmıştır. Karıştırma veriminin artırılması amacıyla karışım içine 5 adet 5 mm çapında zirkonya bilye eklenmiştir. Toz karışımı ilk şekillendirme için $3 \times 3 \times 3 \text{ cm}^3$ boyutlarındaki çelik kalıplara doldurularak hidrolik tek eksenli el presinde 100 MPa basınçla, daha sonra daha homojen bir paketlenmenin sağlanması amacıyla soğuk izostatik presle 300 MPa basınçla preslenmiştir. Sıkıca preslenmiş toz karışımındaki üre daha sonra sıcak saf su içerisinde çözündürülmüştür. Bütün ürenin çözündüğü, yer tutucu giderme öncesi ve sonrası yapılan hassas tartımla tespit edilmiştir. Yaş titanyum iskeleti daha sonra argon gazı akışı altında sızdırmaz tüp fırında 1100-1400 °C arasında değişen sıcaklıklarda 2 saat

bekletilerek sinterlenmiştir. Titanyum köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası SEM görüntüleri Şekil 6.4’te sunulmuştur. Sinterleme öncesi tüp fırının içi 3 defa vakumlanıp argon gazı gönderilerek temizlenmiştir. Sinterleme için ısıtma ve soğutma hızları 5 °C/dk olarak belirlenmiştir.



Şekil 7.3. Bu doktora tezinde kullanılan üretim yöntemi şeması.



Şekil 7.4. Titanyum köpüğün sinterleme öncesi ve sonrasını gösteren SEM görüntüleri.

7.2.1 Yapısal karakterizasyon

7.2.1.1. Yoğunluk ve boyut ölçümleri

Üretilen titanyum köpük numunelerinin yoğunlukları ağırlık ve hacimleri ölçülerek belirlenmiştir. Boyut ölçümleri dijital kumpas ile sinterleme öncesi ve sonrası yapılmış, sinterlenmiş numuneler daha sonra 9 eşit parçaya bölünüp zımpara ile düzeltilerek yoğunlukları tekrar ölçülmüştür. Verilen yoğunluklar 9 parçanın ortalamasıdır. Yoğunluk ve hassas boyut ölçümleri ile değişen yer tutucu oranı, boyutu ve şekline göre değişen paketlenme, göreceli yoğunluk ve sinterleme çekmesi incelenmiştir.

7.2.1.2. Açık/kapalı gözenek oranı ölçümleri

Üretilen titanyum köpüklerin açık/kapalı gözenek oranı ölçümleri helyum piknometre ile gerçekleştirilmiştir. Her bir numunenin açık gözeneklilik oranının belirlenmesi için en az 5 adet ölçümün ortalaması alınmıştır.

7.2.1.3. Mikroyapı görüntüleri

Üretilen titanyum köpüklerin içyapıları Zeiss marka Supra VP 50 model SEM ile incelenmiştir.

7.2.1.4 Oksijen-azot-hidrojen ölçümleri

Seçilen numunelerin içerdikleri oksijen, azot, hidrojen miktarları LECO TCH 600 eş zamanlı (simultaneous) ölçüm cihazı ile ölçülmüştür.

7.2.1.5. Bilgisayar destekli üç boyutlu X-ışını mikrotomografisi

7.2.1.5.(a) Çekim Şartları

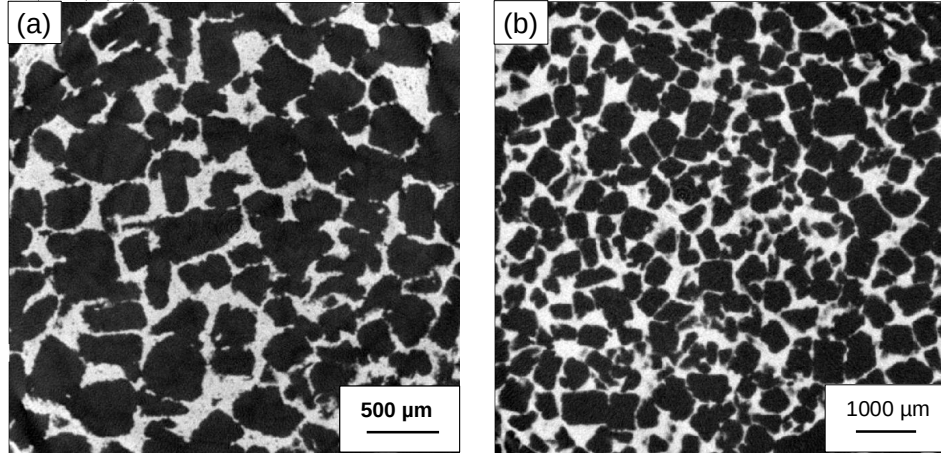
Üç boyutlu X-ışını mikrotomografi şartları incelenmek istenen köpük elemanına göre 2 farklı şekilde ayarlanmıştır. Gözenek duvarlarının incelendiği mikroskopik kademedeki yapı analizi için daha küçük numuneler hazırlanırken köpük yapısının bütününün (gözenek boyutu, dağılımı, şekli) incelendiği mezoskopik kademe için daha büyük numuneler kullanılmıştır. Gönderilen X-ışınına paralel yöndeki numune kalınlığı arttıkça numunenin arkasındaki ekrana ulaşan ışın sayısı azaldığından büyük numunelerde daha yüksek voltaj kullanılmıştır. Ayrıca görüntü hatalarından kaçınılması amacıyla 0.1 mm kalınlığında bakır filtre kullanılmıştır. Üç boyutlu mikrotomografi şartları Çizelge 7.3'te özetlenmiştir.

Çizelge 7.3. Üç boyutlu mikrotomografi şartları.

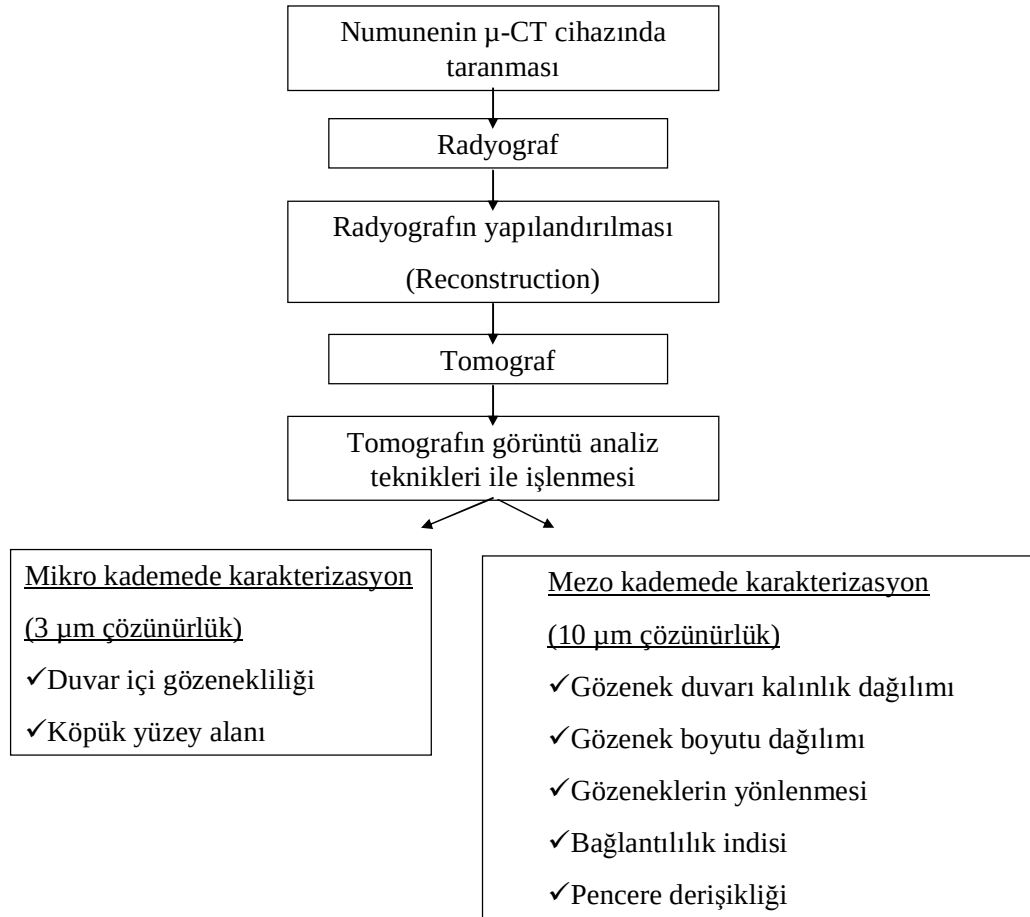
	Numune boyutu (mm³)	Çözünürlük (µm)	Voltaj (keV)	Akım (µA)	Bekleme Süresi (ms)
Mikroskopik kademe	3 x 3 x 3	3	90	170	1000
Mezoskopik kademe	10 x 10 x 10	10	120	175	500

Çözünürlük farkından kaynaklanabilecek her türlü yanlış yönlendirmeden kaçınmak amacıyla sonuçlar bölümünde verilecek olan bütün karşılaştırmalı grafiklerde aynı çözünürlükte taranan numunelerin sonuçları kullanılmıştır. Aynı numunenin iki farklı çözünürlükle taranması ile elde edilmiş üç boyutlu görüntünün kesiti Şekil 7.5'te görülmektedir.

Doktora tezinde yürütülen µ-CT incelemelerinin akım şeması Şekil 7.6'da gösterilmektedir. Mikrotomografi yöntemi ile bir köpüğün yoğunluğu, hücre duvarı kalınlık dağılımı, hücre boyut dağılımı, izotropisi, hücre koordinasyon sayıları, pencere derişikliği gibi birçok bilgi edinilmesi mümkündür [3]. Ancak tek bir numunenin bu özelliklerinin belirlenmesi için yapılan işlemler günler sürebilir.

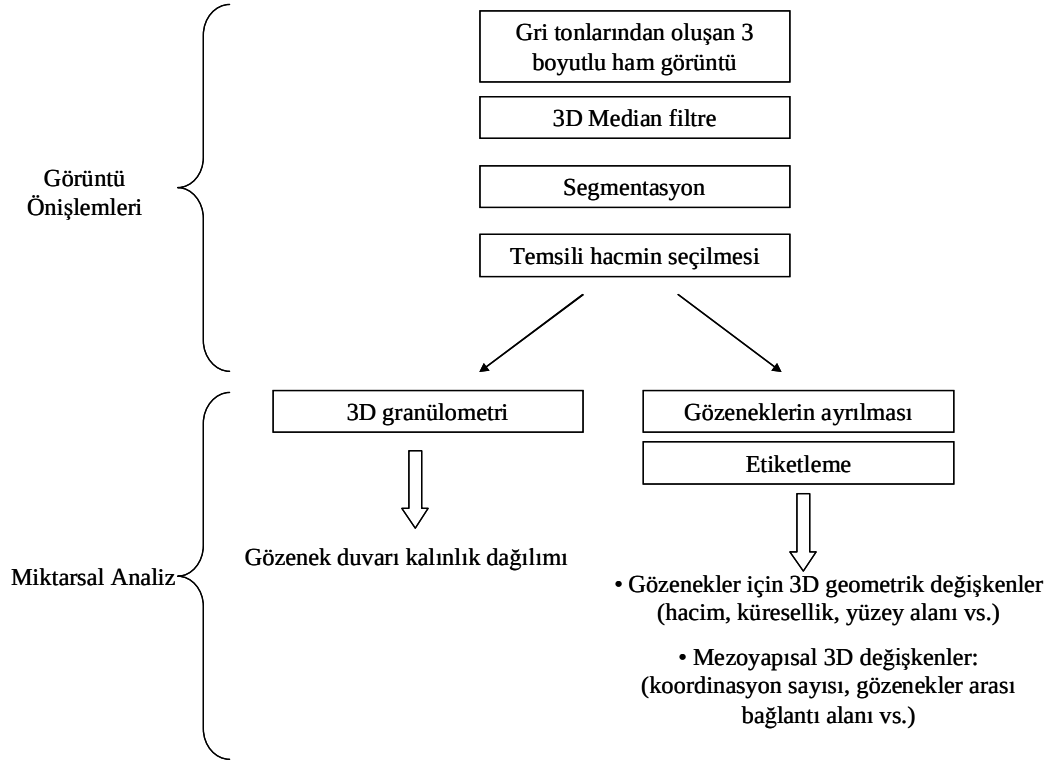


Şekil 7.5. Aynı titanyum köpüğün (a) 3 µm ve (b) 10 µm çözünürlükte çekilmiş tomografi kesitleri.



Şekil 7.6. X-ışınları mikrotomografisi (µ-CT) ile yapılan çalışmaların akım şeması.

Görüntü ön işleme ve kantitatif görüntü analizi için uygulanan tüm işlemler ve bu işlemler sonucu elde edilen yapısal özellikler Şekil 7.7’de özetlenmektedir.

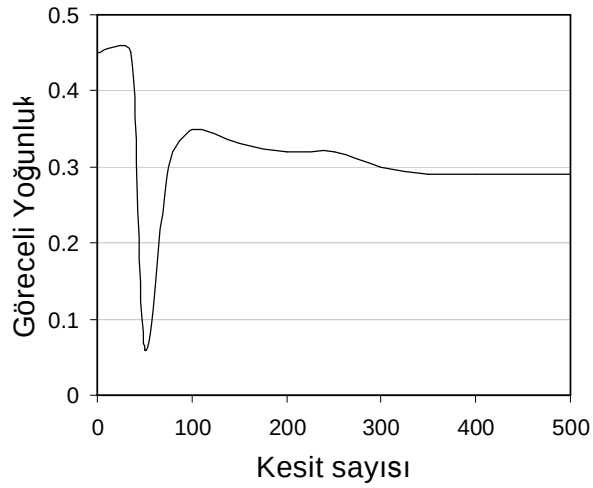


Şekil 7.7. Görüntü ön işleme ve miktarsal görüntü analizi için uygulanan işlemler ve elde edilen yapısal özellikler

7.2.1.5. (b) Görüntü Ön işlemleri

μ -CT taranmasından sonra elde edilen radyograflar 1000 x 1000 x 1000 voksel hacimler halinde yeniden yapılandırılarak 3D tomograf haline dönüştürülmüştür. Tomografisi çekilmiş ve yeniden yapılandırılmış ham hacimler görüntü analizi öncesi bazı ön işlemlerden geçirilir.

Taranan hacmin tümünün incelenmesi bilgisayar kapasitesini aştığından görüntü analizinin uygulanacağı temsili hacmin belirlenmesi için kesit sayısı kademeli olarak arttırılarak göreceli yoğunluk değişimi gözlenmiştir. Göreceli yoğunluğun sabit kaldığı kesit sayısı temsili hacim olarak belirlenmiştir. Şekil 7.8’de görülen örnekte temsili hacim kesit sayısı 400 olarak belirlenmiştir. Bu işlem tüm titanyum köpük türleri için yapılmıştır ve temsili hacim belirlenmiştir.

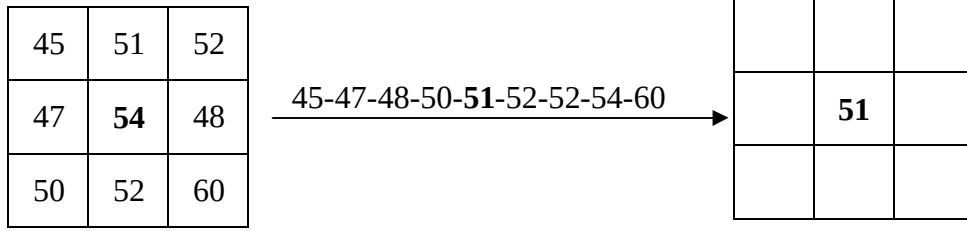


Şekil 7.8. Temsili hacim seçimi için yapılan göreceli yoğunluk çalışması grafiği.

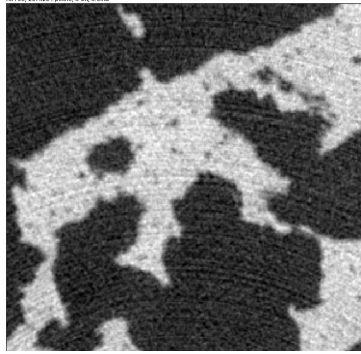
7.2.1.5. (c) Uzamsal Filtreleme

Uzamsal filtreleme piksellerin grilik derecesini komşu piksellerin grilik derecelerinin ortalamasını alarak geliştirmek amacıyla kullanılan bir filtredir.

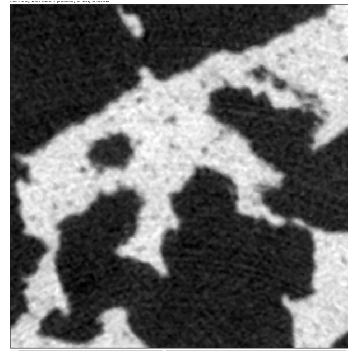
Bu çalışmada 1. derece medyan filtresi $3 \times 3 \times 3$ boyutunda maske şeklinde uygulanmıştır. Bu filtrenin prensibi Şekil 7.9’da görülmektedir. Şekil 7.10’da ise nispeten yüksek yoğunluklu bir titanyum köpük numunesinin filtreleme öncesi ve sonrası kesitleri görülmektedir. Yüksek yoğunluk ve yüksek numune kalınlığından ileri gelen görüntü hataları filtreleme sayesinde kaybolmuştur. Filtreleme ayrıca görüntüdeki iki tepciği daha ayırt edilebilir hale getirmektedir. Böylelikle eşik belirleme uygulanması aşamasında gözenek ve malzemeyi temsil eden tepcikler birbirinden daha kolaylıkla ayrılabilir (Şekil 7.11).



Şekil 7.9. Medyan filtrenin prensibi: kareler vokselleri temsil etmektedir. Herbirinin grilik derecesi belirtilmiştir. Filtreleme sonrası medyan değeri orijinal değerlerin yerini alır.

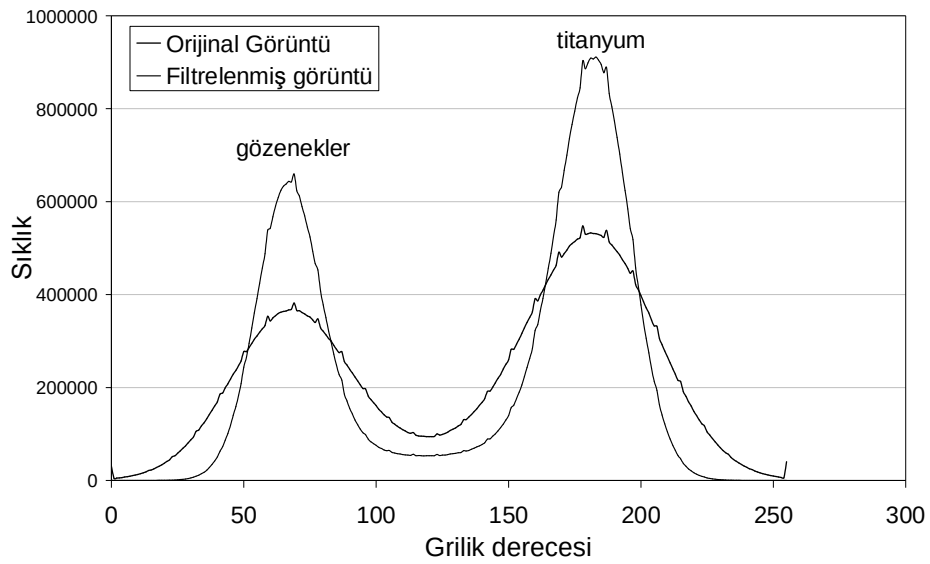


Orijinal görüntü



Filtrelenmiş görüntü

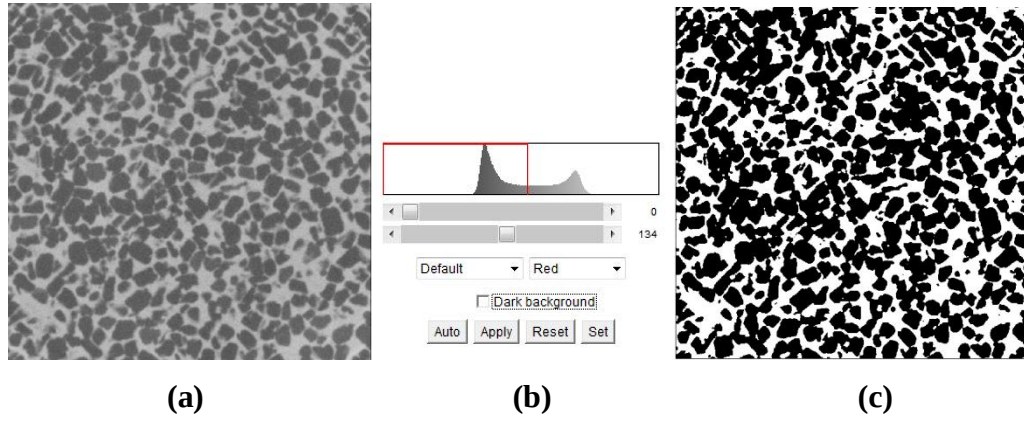
Şekil 7.10. Filtreleme öncesi ve sonrası numune kesiti görüntüsü.



Şekil 7.11. Filtreleme öncesi ve sonrası grilik derecesi histogramı.

7.2.1.5. (d) Segmentasyon (fazların birbirinden ayrılması)

Görüntüden veri elde edebilmek için öncelikle görüntünün gözenek ve malzeme olan kısımlarının ayrılması yani “segmente” edilmesi gerekir. Ham halde gri tonlarda olan 8-bitlik görüntüdeki vokseller gri seviyesi histogramında 0 (siyah) - 255 (beyaz) arasında bir eşik değeri seçilerek siyah-beyaz görüntü haline dönüştürülür [3]. Şekil 7.12’deki histogramda görüldüğü gibi titanyum köpük numunelerinde gözenek ve metal arasındaki karışıklık oldukça yüksektir, bu da görüntü işlenmesini daha kolay hale getirmektedir.



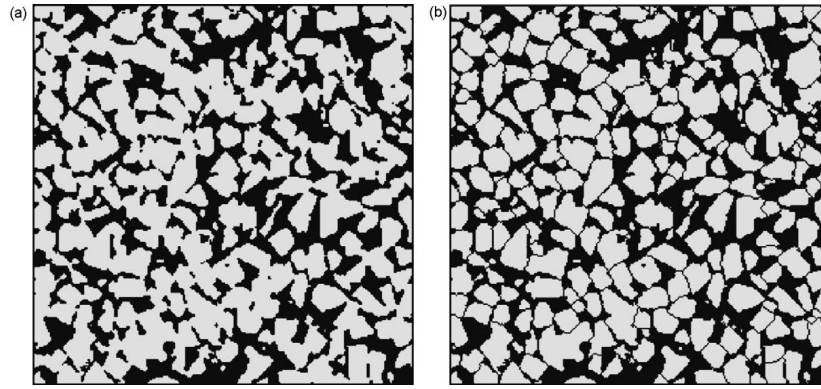
Şekil 7.12. Bir köpük kesitinin (a) ham görüntüsü, (b) 0-255 arasında renk dağılım histogramı ve (c) fazları birbirinden ayrılmış (segmente edilmiş) 8-bit görüntüsü

7.2.1.5. (e) Üç Boyutlu Miktersal Görüntü Analizi ile Yapısal Değişkenlerin Hesaplanması

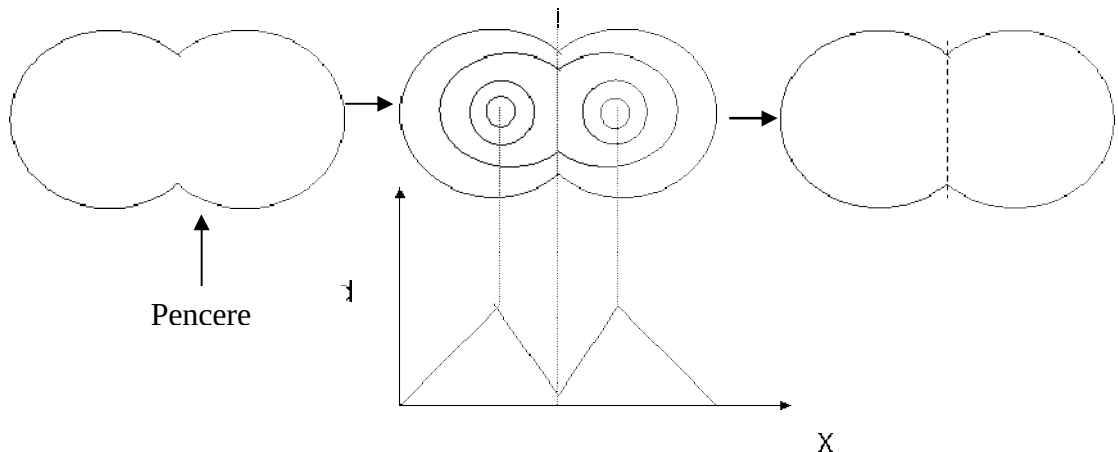
Görüntü ön işlemlerinden geçerek düzeltilen ve fazları (titanyum-gözenek) birbirinden ayrılan her bir 3 boyutlu numune görüntüsü yapısal özelliklerinin ölçümü için aşağıdaki analiz işlemlerinden geçirilmiştir.

Granülometri: Bu işlem görüntüdeki siyah piksellerin artan açıklık boyutunda eleklerle elenmesine benzetilebilir. Her bir eleme işleminden sonra elenmiş piksellerin oranı sayılarak kaydedilir. Bu çalışmada uygulanan granülometri oktahedron şeklinde yapısal elemanlar kullanılarak 3 boyutta gerçekleştirilmiştir. Bu işlem sonucunda köpüklerin duvar kalınlık dağılımları hesaplanmıştır.

Gözeneklerin birbirinden ayrılması: Bu işlem, her bir gözenekğin özelliklerinin ayrı ayrı ölçülmesine olanak sağlamak amacı ile birbiri ile çakışan gözeneklerin birbirinden ayrılması için kullanılmıştır. Temel prensibi çakışan gözeneklerden her birinin bir “watershed” algoritması kullanılarak kapatılması olarak açıklanabilir (Şekil 7.13). Gözenek içindeki her bir nokta için herhangi bir siyah noktaya (yani gözenek sınırına) olan en yakın mesafe hesaplanır. Böylelikle sınıra aynı uzaklıkta olan noktalar için birer eşçizgi çizilir. Bu şekilde çizilen uzaklık fonksiyonu (d) – piksel konumu (x) grafiğinde iki adet tepe noktası ortaya çıkar (Şekil 7.14) [3].



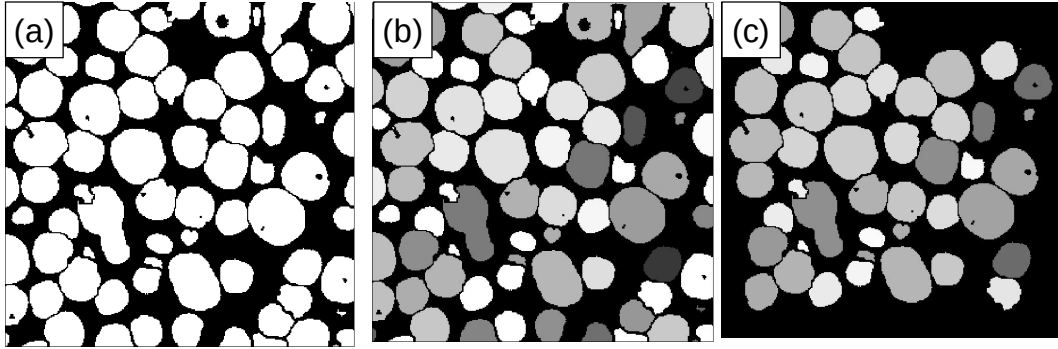
Şekil 7.13. (a) Bölünmemiş ve (b) bölünerek gözenekleri birbirinden ayrılmış köpüğün şekli [4].



Şekil 7.14. Birbirine bağlantılı iki gözenek üzerinde uygulanan “watershed” sürecinin 2 boyutta şematik gösterimi [3].

Etiketleme: Bu işlem gözeneklerin birbirinden ayrılmasından sonra her bir gözeneğe birer numara atanması işlemidir. Etiketlemenin temel prensibi,

bilgisayara görüntüde birbiri ile bağlantılı her bir voksel grubunu bir nesne (Örn. bir gözenek) olarak algılatmaktır. Her bir vokselin birbiri ile bağlanacağı iki farklı bağlantı değeri vardır. İlk bağlantı değerinde (26) iki voksel birbirine çapraz yönde sadece bir noktadan bağlantılıdır. Diğer bağlantı türünde (6) ise iki voksel yan yana veya üst üste gelmektedir [3]. Şekil 7.15 bu yöntemle etiketlenen bir köpük numunesini göstermektedir.



Şekil 7.15. (a) Birbirinden ayrılmış gözenekler, (b) bu gözeneklerin etiketlenmiş görüntüleri ve (c) görüntünün sınırları ile bağlantısı olmayan gözenekler.

Gözeneklerin birbirinden ayrılması ve etiketleme işlemlerinin arka arkaya uygulanması sonucunda gözenek hacmi, köpüğün toplam yüzey alanı, küresellik katsayısı, eylemsizlik matrisi (inertia matrix), aynı eylemsizlik matrisine sahip gerçek nesneye eşdeğer elipsoid boyutları ve bu elipsoidlerin yönlenmeleri (izotropi) hesaplanabilmektedir [3,4].

7.2.1.5. (f) Gözenek boyutu hesaplamaları

Birbirinden ayrılan ve birer birer etiketlenen gözenek özellikleri *Image J* programı ile saptanmıştır. Gözenek ile aynı hacmindeki kürenin çapları gözenek boyutu olarak kabul edilmiştir. 3 boyutlu görüntünün sınırları tarafından bölünmüş olan gözenekler gözenek boyutunun yanlış hesaplanmasına sebep olacağından hesaplama dışı bırakılmıştır.

7.2.1.5.(g) Üç boyutlu görüntünün elde edilmesi

Köpüklerin μ -CT ile taranmasından elde edilen görüntülerin 3 boyutlu gösterimi Aviso ticari yazılımında “yüzey üçgenleştirme” olarak adlandırılan bir yöntemle sağlanmıştır (Şekil 7.16).



Şekil 7.16. Bu çalışmada üretilen köpüklerin üç boyutlu görüntülerinin elde edilmesi için uygulanan üçgenleştirme görüntüsü

7.2.2. Mekanik Karakterizasyon

7.2.2.1. Yarı-statik basma testleri

Üretilen titanyum köpüklerin basma davranışları Instron marka 5581 model mekanik test cihazında yarı-statik (10^{-3} s^{-1} gerinim hızı) basma testi ile belirlenmiştir. Numuneler dikdörtgenler prizması şeklinde, boy/en oranları 1 – 1,5 arasında olacak şekilde 0,4 mm kalınlığındaki elmas kesme diski ile kesilmiştir. Tüm numunelerin yüzeyleri 320-500-800-1000 ve 1200 gridlik SiC zımpara kağıtları yardımıyla düzeltilmiş ve parlatılmıştır. Basma testine tabi tutulan numunelerin fotoğrafları Şekil 7.17’de görülmektedir. Basma çeneleri ile numune arasındaki sürtünmenin azaltılması amacıyla çene yüzleri her bir testten önce yağlanmıştır. Her bir numune cinsinden 4-6 adet numune test edilerek standart sapmaları belirlenmiştir. Özellikle kaba gözenekli numunelerde Bölüm 5’de verilen standartlara uygunluk sağlamak amacı ile numunelerin bir yüzlerinde en az 50 gözenek bulunmasına dikkat edilmiştir. Gözenek cinsine göre değişen test numune boyutları Çizelge 7.4’te verilmiştir.

Çizelge 7.4. Basma testine tabi tutulan numunelerin boyutları.

Numune Kodu	Kesit kenar uzunluğu (mm)
T1	7
C_{ang} (300-500 μm)	8.5
C_{ang} (< 300 μm)	8.5
C_{ang} (63-180 μm)	8.5
C_{ang} (> 500 μm)	8.5
C_{sph}	13
C_{ndl}	8.5



(a)

(b)

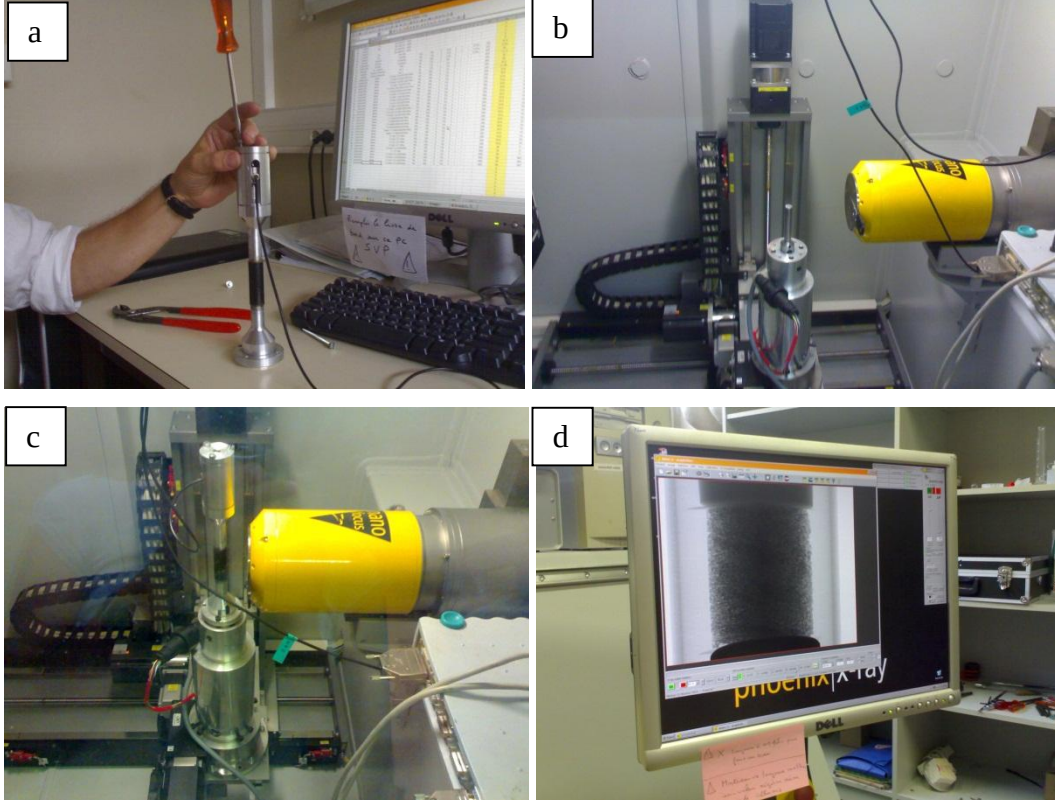
(c)

Şekil 7.17. (a) C-sph, (b) C-ang (300-500 μm) ve (c) C-ndl basma numuneleri.

Köpüklerin basma mukavemeti % 0.2 ofset yöntemi ile belirlenmiştir. Elastik modül ölçümü ise numuneler basma mukavemetinin % 75'ine kadar yüklenip boşaltıldıktan sonra tekrar yüklendiğinde basma gerilme-gerinim grafiğinin doğrusal elastik bölgesinin eğimi olarak alınmıştır.

7.2.2.2. In-situ basma testleri

Tomografi cihazının içine yerleştirilen bir mekanik test düzeneği ile *in-situ* mekanik test uygulanabilmektedir [5]. Numune X-ışını geçirgen bir silindirin içine yerleştirildikten sonra 5 kN kapasitesindeki yük hücreleri mikrotomografi cihazının içine yerleştirilerek basma testinin belirli noktalarında test durdurulmuş ve μ -CT taraması yapılmıştır. In-situ basma testinin aşamaları Şekil 7.18'de görülmektedir.



Şekil 7.18. (a) Numunenin X-ışını geçirgen tübün içine yerleştirilmesi, (b) hareketli alt çene, (c) düzeneğin μ -CT cihazı içine yerleştirilmesi, (d) in-situ basma düzeneğindeki titanyum köpüğün radyografı.

7.2.2.3. Dinamik basma testleri

Seçilen numunelerin Split Hopkinson Pressure Bar (SHBP) testleri İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Makine Mühendisliği Bölümü laboratuvarlarında yapılmıştır. Numunelere $500\text{-}600\text{ s}^{-1}$ arasında gerinim hızı uygulanmıştır.

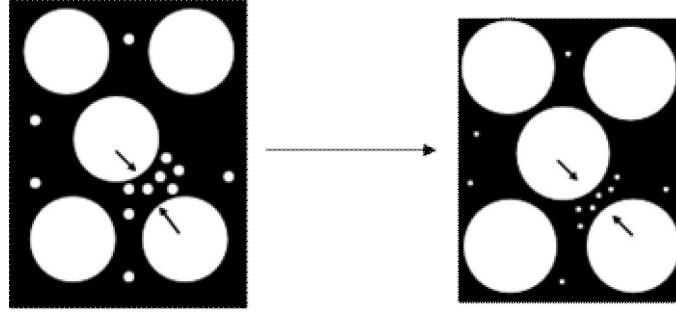
8. TOZ METALÜRJİSİ DEĞİŞKENLERİ – MİMARİ YAPI İLİŞKİSİ

Bu bölümde öncelikle sinterleme sırasında köpük yapısında meydana gelen değişimler μ -CT ve 3 boyutlu görüntü analizi yardımıyla irdelenmiştir. Sonrasında süreç değişkenleri (sinterleme sıcaklığı, sinterleme atmosferi) ve malzeme değişkenlerinin (titanyum toz boyutu, yer tutucu boyutu ve şekli) köpük mimarisine etkileri helyum piknometre, yoğunluk ölçümleri, taramalı elektron mikroskobu görüntüleri, oksijen, azot ve hidrojen içerikleri ölçümü, μ -CT ve görüntü analizi yöntemleri kullanılarak test edilmiş ve sonuçlar irdelenmiştir.

Süreç değişkenleri ve titanyum toz boyutunun etkilerinin araştırılması için yer tutucu şekli ve boyutu sabit tutulmuştur, 300-500 μ m arasında elenen köşeli yer tutucular kullanılmıştır.

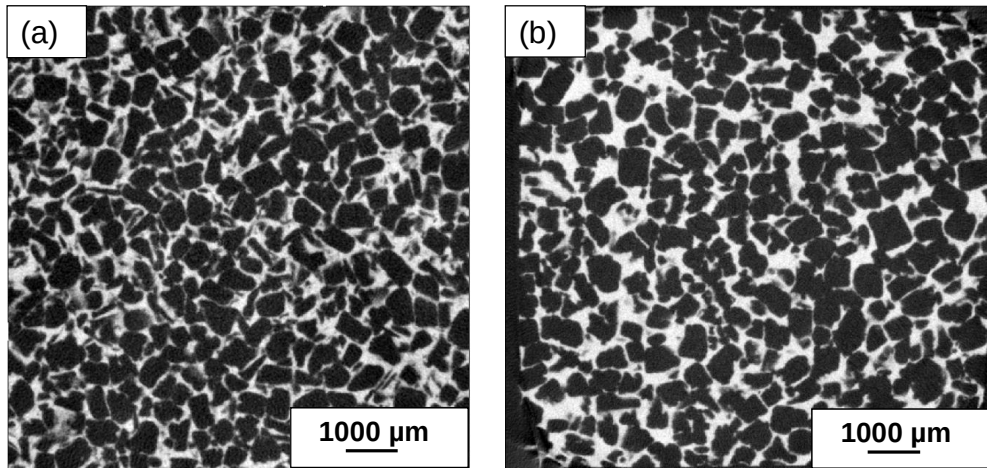
8.1. Sinterleme Sırasında Köpük Yapısında Meydana Gelen Değişimler

HİPOTEZ: Makro boyutta gözenek içeren bünyelerin sinterlenme davranışı iyi paketlenmiş yoğun malzemelerin sinterlenmesinden farklı olması beklenir. Bu bölümde, sonraki bölümlerde bahsedilecek olan (tüm numunelerde yer tutucu miktarı ve boyutuna göre) % 8 ile 12 arasında değişen sinterleme çekmesi göz önüne alındığında, birbirine fiziksel olarak kenetlenmiş metalik tozlardan oluşan iskelette bu sinterleme çekmesinin ağırlıklı olarak gözenek duvarlarının çekmesinden mi makro gözeneklerin çekmesinden mi kaynaklandığı tartışılmıştır. Şekil 8.1'deki şematik gösterimde olduğu gibi sinterleme sırasında gözenek duvarlarındaki paketlenmeden kaynaklanan ikincil gözeneklerin küçülmesi veya kapanması, bu sayede duvar kalınlığının azalması ve gözenek boyutunun artması beklenir.

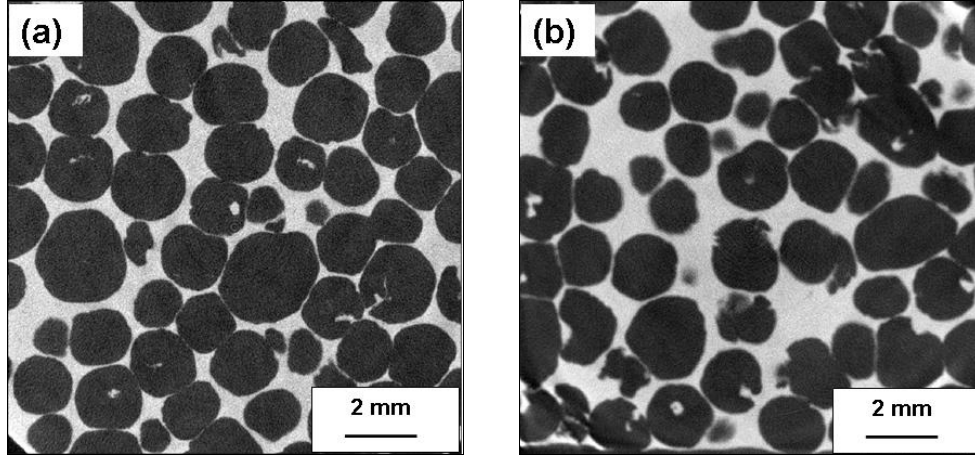


Şekil 8.1. Sinterleme öncesi ve sonrası elde edilmesi beklenen köpük yapısının şematik gösterimi (Büyük daireler birincil gözenekleri, küçük daireler ikincil gözenekleri temsil etmektedir)

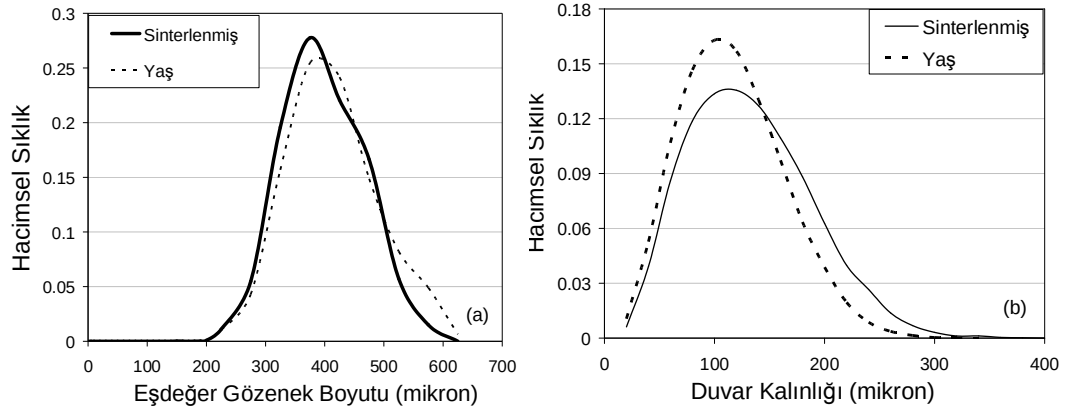
SONUÇLAR: Titanyum toz iskeletlerinde sinterleme sebebi ile meydana gelen değişikliklerin incelenmesi amacıyla numuneler sinterleme öncesi ve sonrası μ -CT ile taranmış ve yapısal özellikleri karşılaştırılmıştır. Hacimce % 80 yer tutucu ilavesi ile üretilmiş köpüklerin tomografi kesitleri incelendiğinde sinterlenme sonrasında gözenek duvarlarının kalınlaştığı gözlemlenmiştir (Şekil 8.2). Benzer sonuçlar diğer yer tutucularla üretilen köpüklerde de elde edilmiştir (Şekil 8.3). Eşdeğer gözenek boyutu ve gözenek duvar kalınlık dağılımları hesaplandığında sinterleme ile duvar kalınlığının tüm numunelerde arttığı, gözenek boyutunun ise bir miktar azaldığı tespit edilmiştir (Şekil 8.4).



Şekil 8.2. Hacimce % 80 yer tutucu ile üretilmiş titanyum köpüklerin (a) sinterleme öncesi ve (b) sinterleme sonrası tomografi kesitleri.



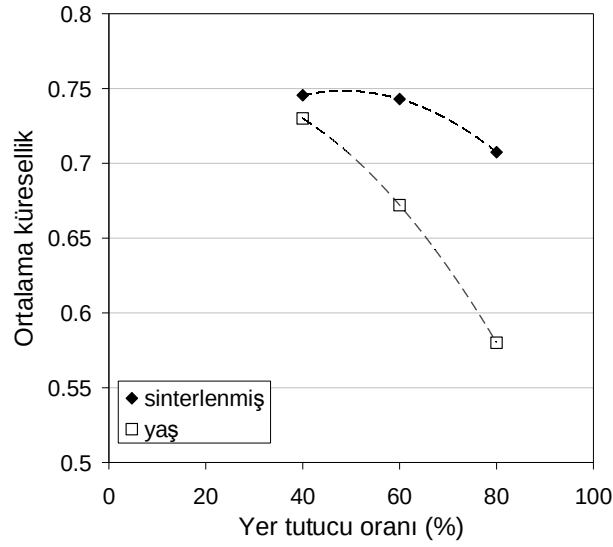
Şekil 8.3. Hacimce % 80 kaba küresel yer tutucu ile üretilmiş titanyum köpüklerin (a) sinterleme öncesi ve (b) sinterleme sonrası tomografi kesitleri.



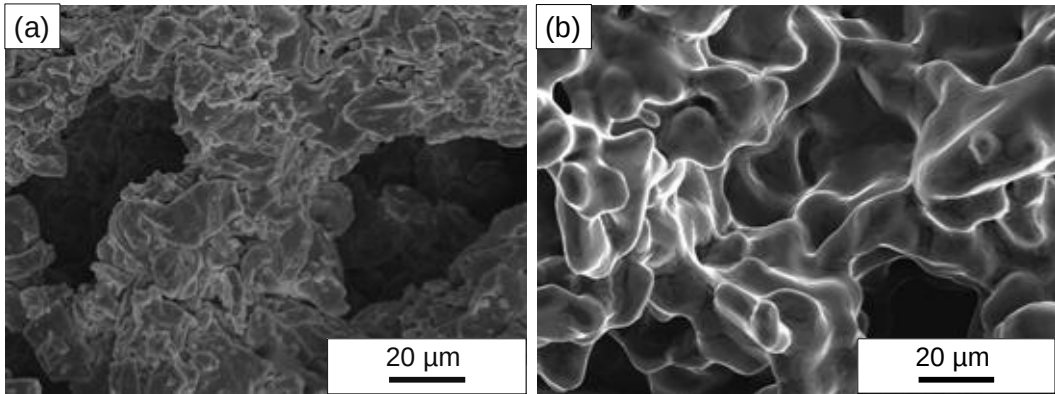
Şekil 8.4. Hacimce % 80 yer tutucu ile üretilmiş titanyum köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası 10 μm çözünürlükle taranmış 3 boyutlu görüntülerden elde edilmiş (a) eşdeğer gözenek (b) gözenek duvarı dağılım grafikleri

Toz taneciklarının arasındaki kavislilik farkından kaynaklanan kimyasal potansiyel farkının sinterleme için bir itici güç teşkil ettiği bilinmektedir [84, 85]. Bu sebeple toz taneciklarının paketlenmesinden kaynaklanan gözenek yüzeylerinin pürüzlülüğünün sinterleme sırasında azalması beklenir. Gözenek yüzeylerinin yumuşaması küresellik katsayısındaki artış ile ölçülmüştür. Gözenek yüzeyindeki pürüzlülük arttıkça toplam yüzey alanı artacağından küresellik katsayısı düşer. Küresellik katsayısı $6V / \sqrt{\pi / S^3}$ ifadesi ile tanımlanmış olup V ve S sırasıyla her bir gözenegın hacmi ve yüzey alanını temsil etmektedir.

Sinterleme öncesi ve sonrası 10 μm çözünürlükle çekilmiş 3 boyutlu tomografi görüntülerinden hesaplanan ortalama gözenek küresellik değerleri Şekil 8.5'te verilmiştir. Köpüklerin ortalama küresellik değerlerinin sinterleme ile arttığı görülmektedir. Bu durum Şekil 8.6'daki SEM görüntüleri ile de teyit edilmiştir. Sinterleme öncesi ve sonrası duvar yüzeylerinde de görüldüğü gibi ortalama küresellik katsayısı sinterleme ile artmaktadır. Özellikle yer tutucu ilavesi arttıkça sinterleme öncesi ve sonrası ölçülen küresellik katsayısı farkının arttığı görülmektedir. Bu duruma Bölüm 8.3.2'de ayrıntılı olarak değinilecektir.



Şekil 8.5. C-ang (300-500 μm) yer tutucular ile paketlenmiş titanyum köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası küresellik-yer tutucu oranı grafikleri.



Şekil 8.6. Gözenek duvarlarının (a) sinterleme öncesi ve (b) sinterleme sonrası SEM görüntüleri.

Özet olarak bu bölümde elde edilen sonuçlar sinterleme sırasında gözenek duvarlarının kalınlaştığını, gözeneklerin ise bir miktar çektiğini ve gözeneklerin ortalama küresellik katsayılarının arttığını göstermiştir.

TARTIŞMA: Yüksek miktarda makro gözenek içeren metalik malzemelerin sinterleme davranışı üzerine yapılmış ayrıntılı bir çalışmaya literatürde rastlanmamıştır. Titanyum köpüklerin sinterlenme davranışına ilişkin iki adet çalışma bulunmaktadır. Bunlardan Laptev ve arkadaşları [19] titanyum ve yer tutucu tozlarla yaptıkları çalışmada sinterleme çekmesinin temelde titanyum iskeletindeki mikro gözeneklerin kapanması ile gerçekleştiğini, yer tutucunun oluşturduğu makro gözeneklerin ise boyutlarını koruduğu veya bir miktar büyüdüğünü bildirmişlerdir. Ancak sinterleme öncesi ve sonrası köpük numuneyi görüntülememiş, köpük mimarisi ölçümleri yapmamışlardır. Li ve arkadaşları [56] ise titanyum köpüklerin sinterleme davranışını sinterleme öncesi ve sonrası ölçülen yoğunluk farkından oluşan bir *sinterleme göstergesi* ile değerlendirmişlerdir

μ -CT ve görüntü analizi sinterleme süresince gözenek duvarlarının ve gözeneklerin çekmesinin incelenmesi için son derece etkin bir yöntemdir. Bu tez çalışmasında bütün numunelerde, beklenenin aksine, sinterleme sırasında gözenek duvarlarının kalınlaştığı tespit edilmiştir. Ortalama makro gözenek boyutu ise bir miktar düşmüş, özellikle 500 μm 'dan büyük gözenekler kayda değer miktarda çekmiştir. Sinterleme sırasında numunenin ağırlığının değişmediği ve hacminin azaldığı düşünülürse gözenek duvarlarındaki kalınlaşma beklenmesi gereken bir sonuçtur.

Çalışmanın bu bölümünde elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde sinterleme sırasında numunede malzeme akışının numunenin dış bölgelerinden merkezine, duvarların içindeki mikro gözeneklere doğru gerçekleştiği sonucuna varılmıştır.

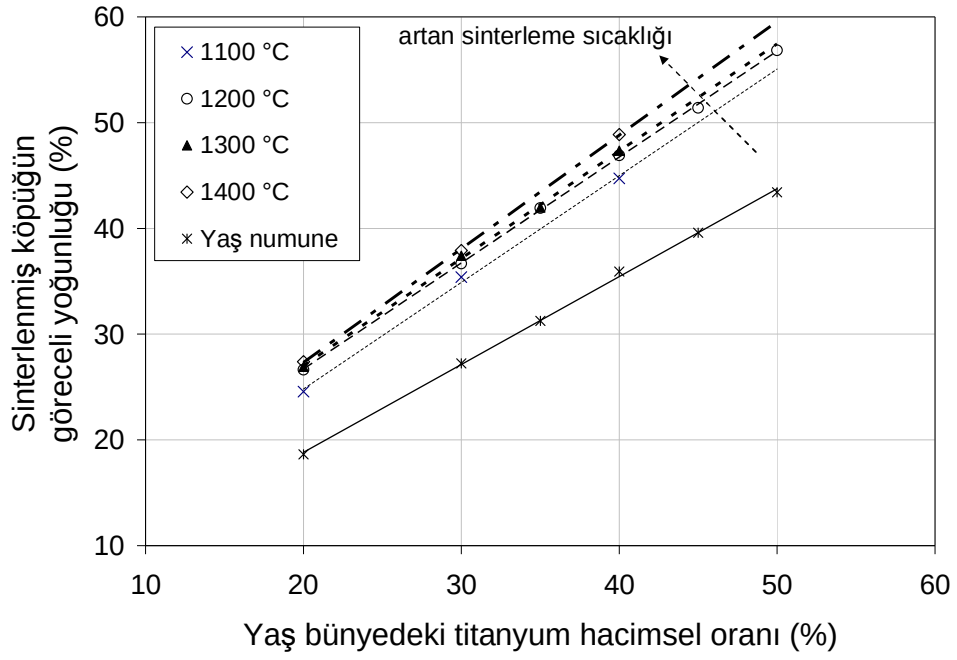
8.2. Süreç Değişkenleri

8.2.1. Sinterleme sıcaklığı

HİPOTEZ: Sinterleme sıcaklığı hem duvar yoğunlaşmasını hem titanyum yapısına giren oksijen miktarını etkiler. Sinterleme sıcaklığının değişimi ile mekanik özelliklerin kontrol edilebileceği öngörülmüştür. Artan sinterleme sıcaklığıyla duvar içi gözenekliliğinin azalması, oksijen miktarının artması sonucunda ise köpük mukavemetinin artması beklenmiştir.

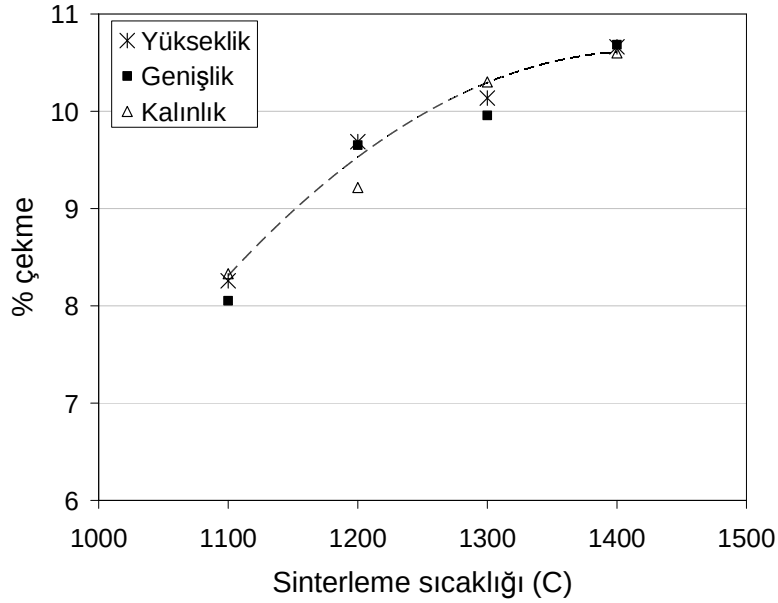
SONUÇLAR: Bu bölümde titanyum tozlarına hacimce % 60 ile % 80 arasında değişen oranlarda 300-500 µm arasında elenmiş köşeli yer tutucuların ilavesi ile üretilen C-ang köpükleri 1100 ile 1400 °C arasında sinterlenmiş ve sinterleme sıcaklığının köpük mimarisine etkisi incelenmiştir. Sinterlenme derecesi çekme miktarı, göreceli yoğunluk artışı, özgül yüzey alanı azalması ve duvar içi gözenekliliğin düşmesi gibi özellik değişimleri ile değerlendirilmiştir.

Şekil 8.7 Farklı sıcaklıklarda sinterlenen titanyum köpüklerde yaş bünyedeki titanyum hacimsel oranı ile sinterlenmiş köpük yoğunluğu değişimini göstermektedir. Göreceli yoğunluk sinterleme sıcaklığı ile artmaktadır. Yüksek göreceli yoğunluklarda bu artışın biraz daha yüksek olduğu gözlenmektedir. Bunun sebebinin yüksek göreceli yoğunlukta bünyede sinterlenecek daha çok malzeme bulunması olduğu düşünülmektedir. Düşük yoğunluklarda göreceli yoğunluğun sinterleme sıcaklığı ile daha düşük oranda değişim gösterdiği gözlenmektedir.



Şekil 8.7. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen titanyum köpüklerde yaş bünyedeki titanyum hacimsel oranı ile sinterlenmiş köpük yoğunluğu değişimi.

3 temel yöndeki çekme de sinterleme sıcaklığı yükseldikçe azalan bir hızda yükselmiştir (Şekil 8.8).



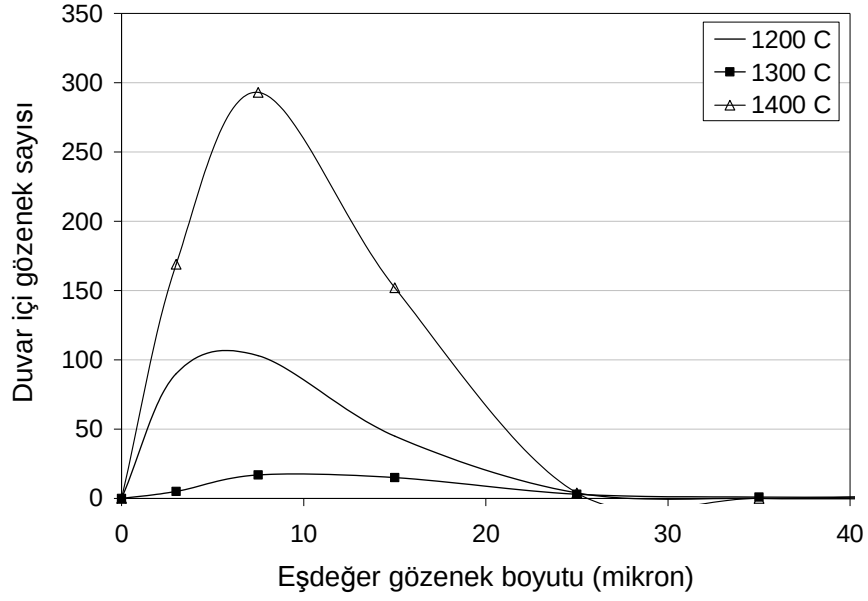
Şekil 8.8. Hacimce % 70 C-ang (300-500 µm) yer tutucularla hazırlanan titanyum köpüklerin farklı sıcaklıklarda 3 yönde meydana gelen çekme oranları.

Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş, % 70 gözeneklilik içeren köpüklerde 3 μm çözünürlükle taranmış üç boyutlu görüntülerden elde edilen ortalama gözenek küreselliği, ortalama duvar yoğunluğu değerleri ve LECO cihazı ile ölçülen oksijen içeriği Çizelge 8.1’de gösterilmektedir. Burada, yoğunluk değerleri görüntü önışlemleri ve çözünürlüğün getirdiği sınırlama (3 μm ’dan küçük gözenekler ayırt edilememektedir) sebebiyle gerçek yoğunluk değerleri olmayıp karşılaştırma amacıyla aynı önışlem ve çözünürlük şartları altında hesaplanmıştır. Sinterleme sıcaklığı arttıkça göreceli duvar yoğunluğunda hafif bir azalma gözlenmiştir. Oksijen miktarı hem çözünmüş hem de yüzeydeki oksit tabakasından gelen oksijeni içermektedir. Sinterleme için birincil itici güç yüzey alanının ve yüzey eğimliliğinin azalması olduğundan sinterleme sırasında gözenek yüzeylerinin pürüzlülüğünün azalması beklenir. Gözenek yüzeylerinin yumuşaması bir önceki bölümde belirtildiği gibi küresellik katsayısındaki artış ile ölçülmüştür (Çizelge 8.1).

Çizelge 8.1. Aynı miktarda yer tutucu ile üretilmiş, farklı sıcaklıklarda sinterlenen titanyum köpüklerin oksijen içerikleri ve küresellik katsayıları

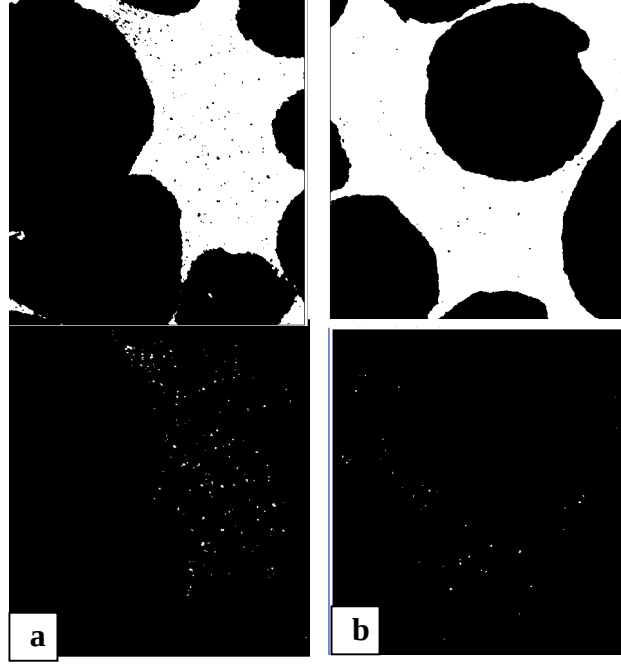
Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Oksijen Miktarı (ppm)	Göreceli Duvar Yoğunluğu (%)	Ortalama Küresellik Katsayısı
1100	524	-	-
1200	395	99.89	0.650
1300	397	99.87	0.663
1400	555	99.81	0.665

Farklı sıcaklıklarda sinterlenen titanyum köpüklerin aynı hacimde 3 μm çözünürlükle $\mu\text{-CT}$ taramasında tespit edilen duvar içi (duvar içi) gözenek boyut dağılımları Şekil 8.9’da görülmektedir. Buna göre en yüksek miktarda duvar içi gözenek içeren titanyum köpük 1400°C’de sinterlenen köpük iken en az duvar içi gözeneklilik 1300 °C’de sinterlenen köpükte gözlenmiştir.

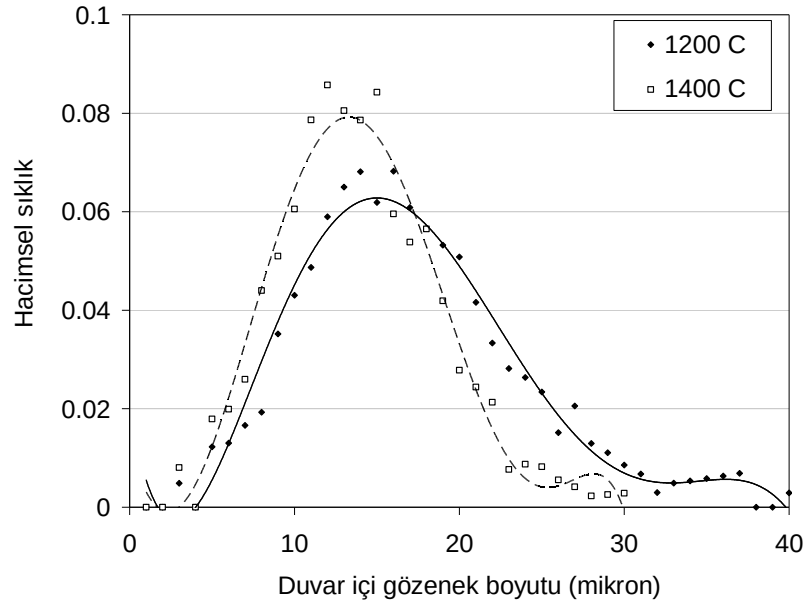


Şekil 8.9. Hacimce % 70 C-ang (300-500 μm) yer tutucularla hazırlanan ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen köpüklerde duvar içi gözenek boyut dağılımları.

Duvar içi gözenekliliğin sinterleme sıcaklığı ile değişimi C-sph köpüklerinde daha belirgin gözlenmiştir. Şekil 8.10’da 1200 ve 1400 °C’lerde sinterlenmiş hacimce % 80 C-sph ile hazırlanmış köpüklerin 3 μm çözünürlükteki görüntüleri ve gözenek duvarı gözenekleri görülmektedir. Burada yüksek sıcaklıkta sinterlenen köpükte duvar içi gözenekliliğin daha az olduğu gözlenmektedir. Sinterleme sıcaklığı arttığında duvar gözeneklerinde 3-4 mikronluk bir daralma da dikkati çekmektedir (Şekil 8.11).



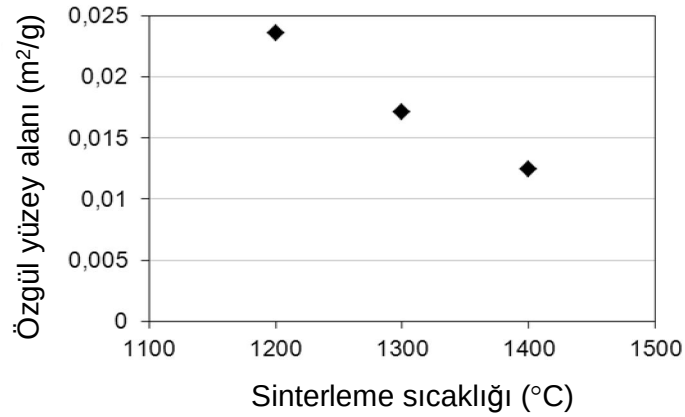
Şekil 8.10. (a) 1200 ve (b) 1400 °C’de sinterlenmiş köpüklerin duvar gözeneklilikleri.



Şekil 8.11. 1200 ve 1400°C sıcaklıklarda sinterlenmiş C-sph köpüklerin duvar gözenek boyutu dağılımı.

Mikro ve makro gözeneklerin çekmesi köpüğün özgül yüzey alanının azalması anlamına gelir. Bu sebeple sinterleme sıcaklığı arttıkça tane büyümesi meydana gelmediği takdirde özgül yüzey alanının düşmesi beklenir. Şekil 8.12

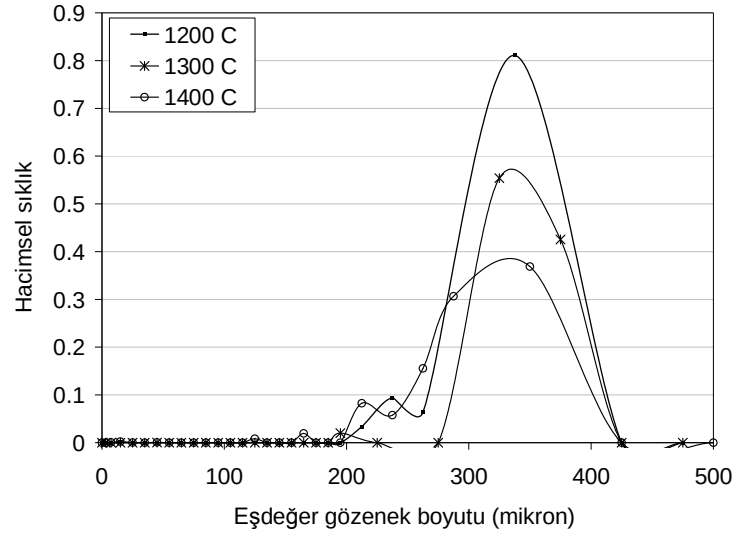
her biri % 70 göreceli yoğunluğa sahip köpüklerin 3 μm çözünürlükle taranmış 3 boyutlu $\mu\text{-CT}$ ile ölçülmüş özgül yüzey alanı değerlerini göstermektedir. Sinterleme sıcaklığı artışıyla özgül yüzey alanının azaldığı gözlenmektedir. Hesaplanan bu yüzey alanı değerleri hem duvar içi gözenekleri hem de birincil gözeneklerin yüzeylerini içermektedir. Ancak duvar içi gözenekler birincil gözeneklere kıyasla oldukça küçük olduklarından özgül yüzey alanını ihmal edilebilir miktarda etkileyebilirler. Bu durumda sinterleme sıcaklığı ile birincil gözeneklerin çektiği sonucuna varılabilir. Bir başka deyişle Şekil 8.12'den sinterleme sıcaklığı arttıkça birincil gözenek boyutunun azaldığı sonucuna varılabilir. Burada hesaplanan özgül yüzey alan değerlerinin $\mu\text{-CT}$ çözünürlüğü (3 μm) ve uygulanan görüntü analiz ön işlemleri sebebiyle gerçekçi olmadığının altının çizilmesi gerekmektedir. Ancak kıyas amacıyla aynı görüntü analiz şartları altında hesaplanmıştır.



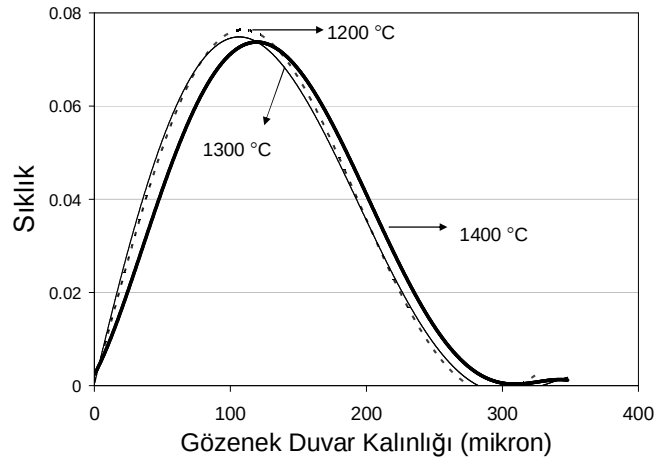
Şekil 8.12. Hacimce % 70 yer tutucu ilavesi ile üretilmiş, farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş köpüklerin 3 μm çözünürlükle elde edilmiş üç boyutlu görüntülerinden hesaplanan özgül yüzey alanı - sinterleme sıcaklığı grafiği.

Hacimce % 70 yer tutucu ilavesi ile farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş titanyum köpüklerin 3 boyutlu mikrotomografi ve granülometri ile ölçülmüş eşdeğer gözenek boyutu ve duvar kalınlık dağılımları sırasıyla Şekil 8.13 ve Şekil 8.14'te verilmiştir. Gauss eğrilerinin altındaki alanın sinterleme sıcaklığı ile azalması (Şekil 8.14) toplam gözenek miktarının sinterleme sıcaklığı ile azaldığına işaret etmektedir. Gözenek çaplarında ise belirgin bir eğilim

görülmemektedir. 1200 ve 1400 °C’de sinterlenen köpüklerde daha geniş bir dağılım göze çarpmaktadır. 1200 ve 1300 °C’de sinterlenmiş köpüklerde gözenek duvar kalınlığı dağılımında kayda değer bir fark görülmezken 1400 °C ‘de sinterlenmiş köpüğün duvarlarının biraz daha kalınlaştığı gözlenmektedir (Şekil 8.14).

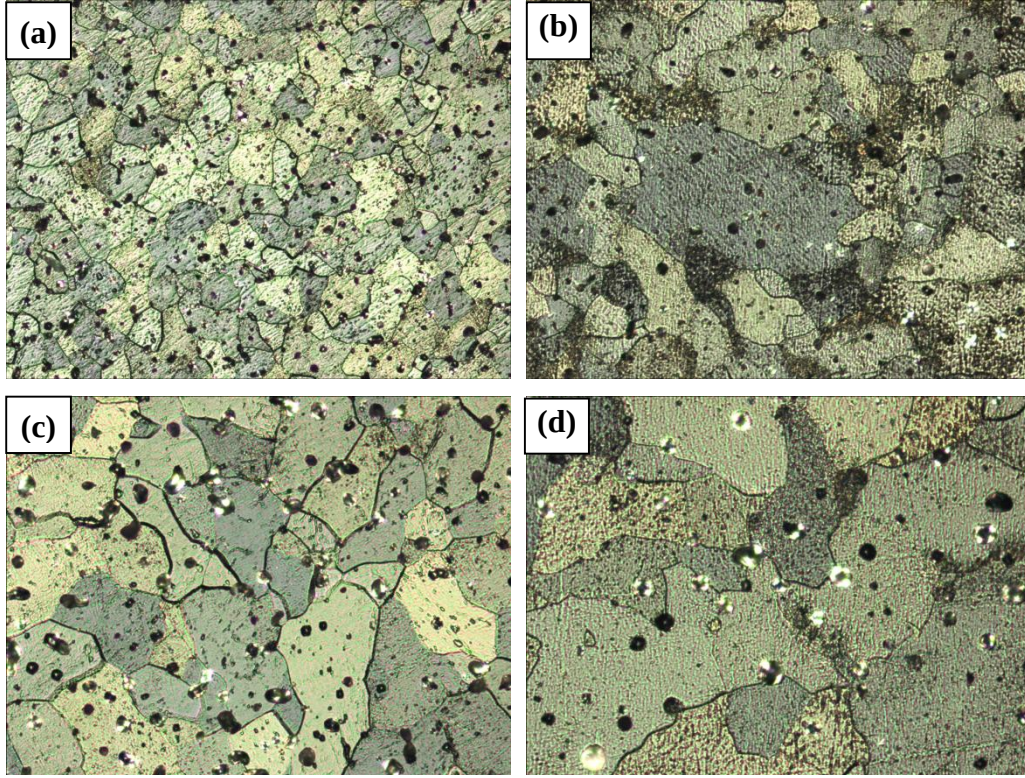


Şekil 8.13. Hacimce % 70 oranında yer tutucu ile üretilmiş ve farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş titanyum köpüklerin 3 μm çözünürlükle taranmış üç boyutlu tomografi görüntüleri yardımıyla ölçülmüş eşdeğer gözenek boyutu dağılımı grafikleri.



Şekil 8.14. Hacimce % 70 oranında yer tutucu ile üretilmiş ve farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş titanyum köpüklerin 3 μm çözünürlükle taranmış üç boyutlu tomografi görüntüleri yardımıyla ölçülmüş duvar kalınlık dağılımı grafikleri.

Sinterleme sıcaklığı artışı ile titanyumun tane yapısında ve gözenek miktarında meydana gelen değişimlerin gözlenebilmesi amacıyla 1200 ve 1400 °C’de sinterlenmiş titanyum malzemesi dağlanmış ve optik mikroskopta incelenmiştir. Şekil 8.15’te görüldüğü gibi 1400 °C’de titanyum yapısında gözle görülür tane büyümesi gözlenmiştir.



Şekil 8.15. (a) 1200 °C ve (b) 1400 °C’de sinterlenmiş titanyum malzemesinin sırasıyla (c) 10 büyütme ve (d) 20 büyütmelerde çekilmiş optik mikroskop görüntüleri.

Özet olarak, bu bölümde elde edilen sonuçlar artan sinterleme sıcaklığı ile

1. Çekmenin (sinterleme veriminin) arttığını,
2. Duvar kalınlığının az miktarda arttığını,
3. Köpüğün özgül yüzey alanının azaldığını göstermiştir.
4. Duvar içi gözeneklilik değişiminde ise farklı numunelerde çelişkili sonuçlar çıkmıştır.

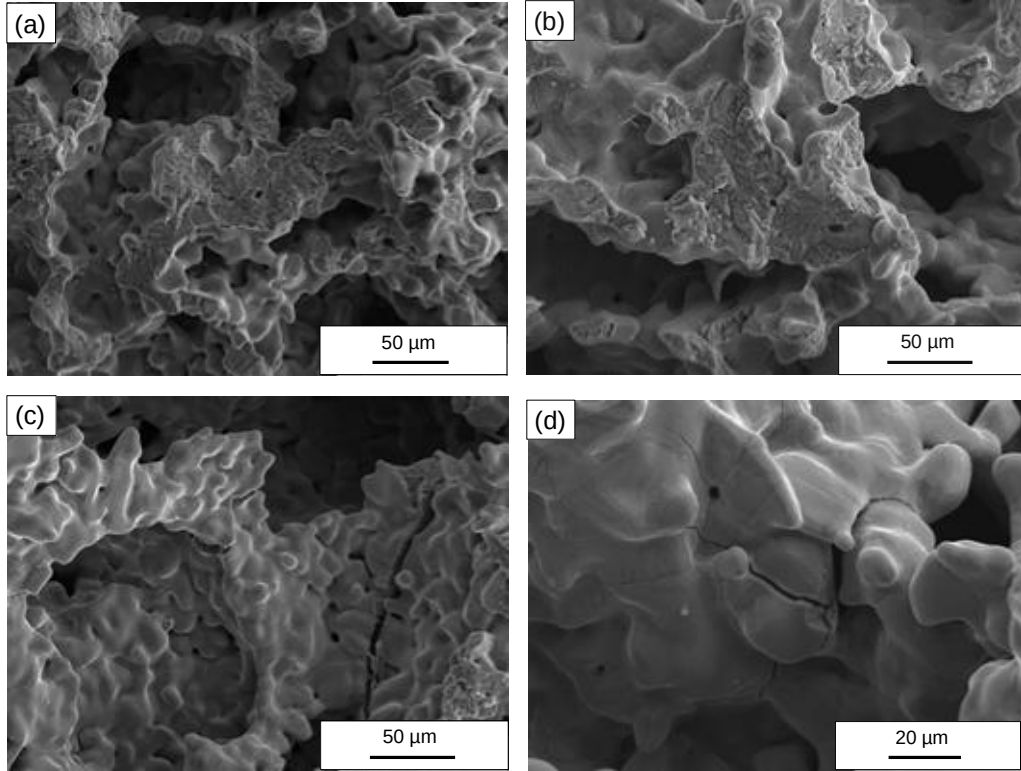
TARTIŞMA: Sinterleme sıcaklığı ile gözenek duvar kalınlığındaki az miktarda artış sıcaklık arttıkça artan malzeme taşınımı (difüzyon) sonucunda gözenek duvarlarının daha da kalınlaşması şeklinde açıklanabilir. En yüksek duvar içi gözenekliliğinin de 1400 °C’de sinterlenen köpükler olduğu düşünülürse 1400 °C’de titanyum malzemesinde yoğunlaşmadan çok tane büyümesinin gerçekleştiği söylenebilir.

Sıcaklık arttıkça oksitlenme eğilimi azalırken oksitlenme kinetiğinin hızlandığı bilinmektedir [86]. 1100 ve 1400 °C’lerde sinterlenen numunelerdeki oksijen miktarının yüksek olması 1100 °C’de oksitlenme eğiliminin nispeten yüksekliği, 1400 °C’de ise oksitlenme kinetiğinin nispeten hızlı olması ile açıklanabilir.

8.2.2. Sinterleme atmosferi

HİPOTEZ: Titanyum köpüğün yapısında sinterlenme sırasında çözünen oksijen miktarını en aza indirmek amacı ile yoğun titanyum ve bazı seçilen titanyum köpükler indirgeyici gaz (Ar + % 5 H₂ gaz karışımı) akışı altında sinterlenmiştir.

SONUÇLAR: H₂ ilaveli atmosfer altında sinterlenen % 70 gözenekliliğe sahip titanyum köpüklerin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Şekil 8.16’da görülmektedir. Kırılma yüzeyleri numunelerin kırılgan olduğunu göstermektedir [Şekil 8.16 (a) ve (b)]. Gözenek duvarları yakından incelendiğinde büyük çatlakların oluştuğu görülmektedir [Şekil 8.16 (c) ve (d)]. İndirgeyici atmosferde sinterlenen yoğun titanyum malzemesinde ise çatlğa rastlanamamıştır.



Şekil 8.16. H₂ içeren gaz karışımı akışı altında sinterlenen köpüklerin farklı büyütme ölçeklerinde çekilmiş SEM görüntüleri. (a) ve (b) kırık yüzey, (c) ve (d) duvar çatlakları.

İki farklı atmosferde 10 °C/dk ısıtma ve soğutma hızıyla sinterlenmiş yoğun titanyum ve titanyum köpüklerin LECO cihazıyla ölçülen oksijen ve hidrojen içerikleri Çizelge 8.2’de verilmiştir. Oksijen ve hidrojen içeren atmosferde numunelerin hidrojen içeriklerindeki artış özellikle köpük malzemedeki dikkat çekici boyuttadır. Ayrıca hidrojen ilaveli atmosfer altında sinterlenen numunelerde 0,05 ile 0,1 gr arasında değişen miktarlarda ağırlık artışı tespit edilmiştir.

Çizelge 8.2. Sadece Argon ve H₂ içeren Argon gaz karışımı akışı altında 1200 °C’de sinterlenen yoğun titanyum ve titanyum köpüklerde tespit edilen oksijen, hidrojen ve azot miktarları.

Numune	Atmosfer	Son yoğunluk (%)	Çözünen hidrojen Miktarı (ppm)	Çözünen Oksijen Miktarı (ppm)
Yoğun titanyum	Argon	95.73 ± 0.27	42 ± 0.3	417 ± 16
	Argon+H ₂	91.98 ± 0.48	3060 ± 452	1509 ± 46
Köpük Hac. % 70 C-ang (63-180)	Argon	41.5 ± 0.51	1048 ± 77	1920 ± 296
	Argon+H ₂	Dağıldığı için ölçülemedi	13565 ± 49	8086 ± 367

Köpük duvarlarındaki çatlamanın önlenmesi amacıyla köpüklerin ısıtma ve soğutma hızları 10 °C/dk’dan 5 °C/dk’ya düşürülmüş ancak sonuç değişmemiştir.

TARTIŞMA: Hidrojenin titanyumun içindeki çözünürlüğü sıcaklık arttıkça artar. 1200 °C’de β-Ti içerisindeki hidrojen çözünürlüğü yaklaşık 20.000 ppm iken, α-Ti içerisindeki maksimum hidrojen çözünürlüğü 12.500 ppm civarındadır (Şekil 2.10). Hidrojen gazı içeren bir ortamda yapılan sinterlemede yüksek sıcaklıkta titanyum içinde çözünen hidrojen soğutma sırasında yapıdan çıkmaya çalışır. Yeterince yavaş olmayan soğutma durumunda yapıda kırıklar ve çatlaklar gözlenebilir. Köpük yapısında gözlemlenen çatlakların soğutmanın yeterince yavaş olmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Hidrojene yapıdan çıkacak zaman verilmesi amacıyla ısıtma ve soğutma hızının yarıya düşürülmesine karşın aynı sonucun gözlenmesi bu ortamda sinterlemenin çok daha yavaş yapılması gereğini doğurmaktadır. Ayrıca bu numunelerde görülen yüksek hidrojen içeriği de hidrojenin soğutma sırasında yapıdan tamamıyla çıkamadığı düşüncesini desteklemektedir. Sinterleme atmosferinde hidrojen kullanımının oksijen içeriğini azaltması beklenirken oldukça yüksek miktarlara çıkardığı gözlenmiştir. Bu sonucun, hidrojenin yapıdan çıkması sırasında yarattığı çatlakların yüzeylerdeki koruyucu oksit tabakasını kırması sonucu titanyumun oksitlenme dayanımını düşürmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Hidrojen ve oksijen içeriği malzemenin yüzey alanı arttıkça (gözeneklilik yükseldikçe) yükselmektedir.

Sinterleme atmosferinde bulunan hidrojenin titanyum köpüğün oksijen miktarını da arttırması beklenmeyen bir sonuçtur.

Hakamada ve arkadaşları [70] amonyum hidrojen karbonat yer tutucuların ısı olarak giderilmesi yöntemi ile ürettikleri bakır köpükleri Ar + % 5 H₂ atmosferinde sinterlemişlerdir. Isıtma ve soğutma işlemlerini hangi hızda yaptıklarını bildirmemişler ancak ısıtmayı yer tutucu giderildikten sonra köpüğün çökmemesi için “çok yavaş” yaptıklarını kaydetmiş, soğutmayı ise “fırın soğutması” olarak adlandırmışlardır. Bu numunelerde herhangi bir çatlak kaydedilmemiştir.

Bu doktora çalışmasında elde edilen sonuçlar H₂ içeren atmosferde titanyumun sinterlenme sıcaklığından soğutulmasının 5 °C/dk’dan yavaş yapılması gerektiğini göstermiştir.

SÜREÇ DEĞİŞKENLERİ SONUÇ: Sinterleme atmosferi üzerine yapılan çalışmalar hidrojen içeren atmosferde sinterlemenin çok daha yavaş yapılması gerektiği gerçeğini ortaya çıkardığından dolayı üretim ve deney hızı azalacağından çalışmaya Argon atmosferi ile devam edilmiştir.

Süreç değişkenlerinin araştırmaya eklenmesi titanyum köpüklerde yapı-özellik ilişkisi çalışmalarına sonuçların yorumlanmasını karmaşık hale getirecek sayıda değişken eklediğinden çalışmanın bu bölümünden sonra süreç şartları 1200 °C ve Argon atmosferi olarak sabitlenmiş ve bu şartlar altında ham madde değişkenlerin titanyum köpük sürecine ve mimari yapısına etkisi incelenmiştir.

8.3. Malzeme Değişkenleri

8.3.1. Titanyum toz boyutu

HİPOTEZ: Çalışmanın bu bölümünde gözenek miktarı yanında gözenek konumunun mekanik özelliklere etkisinin incelenmesi amacıyla duvar içi gözenekliliği oluşturulmuş ve köpük yapısında meydana gelen değişimler gözlenmiştir. Özellikle toz metalürji yöntemi ile üretilen köpük metallerde toplam gözenekliliğe dahil olan duvar içi gözeneklerinin yük taşıyıcı gözenek

duvarlarının mukavemetini azaltması, böylelikle aynı toplam gözenekliliğe sahip duvarları yoğun bir köpüğe kıyasla daha düşük mukavemet değeri vereceği öngörülmüştür.

SONUÇLAR: Duvar içi gözenekliliği toz metalürji değişkenleri ile kontrol edilebilir. 45 µm altı toz boyutuna sahip titanyum tozlara daha kaba ($d_{50}=145\text{ }\mu\text{m}$) toz ilavesi ile sinterleme veriminin azaltılması yoluyla duvar içi gözenekliliği oluşturulmuştur. Duvarların içinde bulunan gözeneklerin mekanik özelliklere olan etkisi Bölüm 9’da tartışılacaktır.

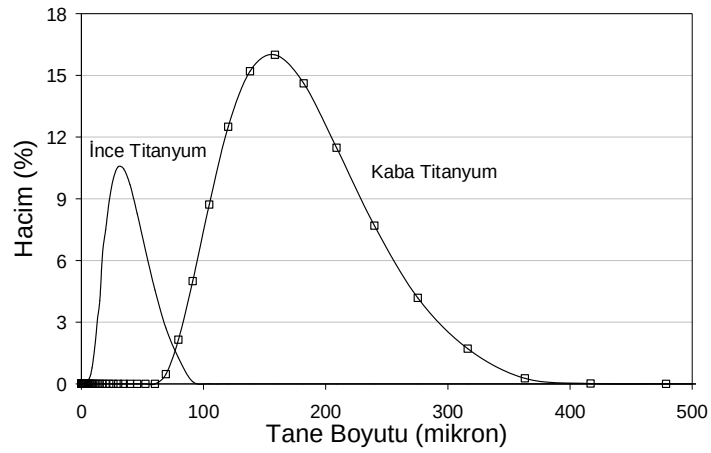
(a) Presleme

Çalışmada kullanılan ince ve kaba titanyum tozların tane boyut bilgileri ve özgül yüzey alanları Çizelge 8.3 ve Şekil 8.17’de sunulmuştur. İnce titanyum tozları daha dar tane boyut dağılımına sahip olduğundan paketlenme verimleri nispeten geniş tane boyut dağılımına sahip olan kaba tozlardan daha düşüktür.

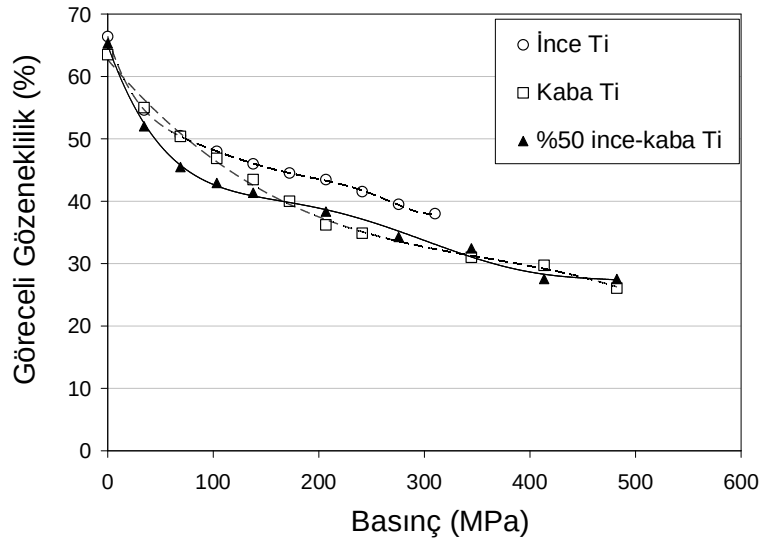
Kaba ve ince Titanyum tozlarının preslenebilirliği silindirik metal kalıpla tek eksenli preste yapılan deneylerle belirlenmiştir (Şekil 8.18). Buna göre sadece kaba titanyum ve % 50 kaba-ince titanyum toz karışımı ince titanyumdan daha iyi preslenmektedir. Bu durum kaba titanyumun tane boyut dağılımının ince titanyum tozlarına kıyasla daha geniş olmasına bağlanmıştır.

Çizelge 8.3. Bu çalışmada kullanılan titanyum tozlarının tane boyutu ve özgül yüzey alanları

Tane Boyutu	İnce titanyum	Kaba titanyum
$d_{10}\text{ (}\mu\text{m)}$	13,5	95,2
$d_{50}\text{ (}\mu\text{m)}$	27,5	145,1
$d_{90}\text{ (}\mu\text{m)}$	50,4	221,7
Özgül yüzey alanı (m^2/g)	0,28	0,12



Şekil 8.17. Kaba ve ince titanyum tozlarının tane boyut dağılım grafikleri



Şekil 8.18. Kaba ve ince titanyum tozlarının ve karışımlarının preslenebilirlik grafikleri

(b) Sinterleme

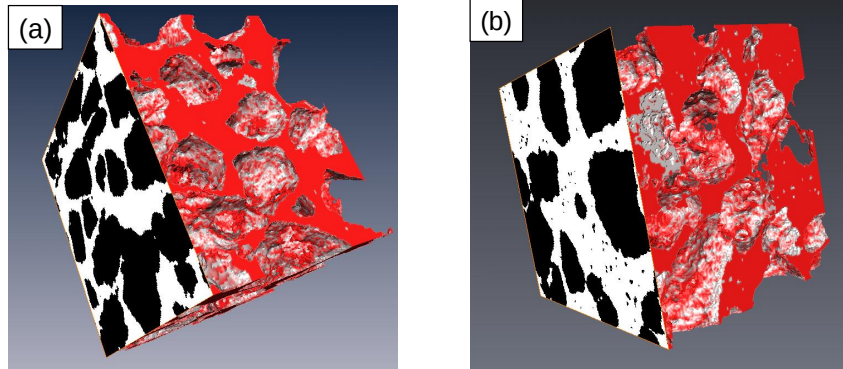
Gözenek duvarı gözenekliliğinin artırılması ince titanyum tozunun bir kısmı kaba titanyum tozu ile değiştirilerek sinterlenme etkinliğinin azaltılması yoluyla duvarlarda gözenek oluşturulması ile sağlanmıştır. Çizelge 8.4'te görüldüğü gibi son yoğunluk ve sinterleme çekmesi değerlerindeki düşüş kaba titanyum tozu ilavesinin sinterlenme etkinliğinin beklendiği üzere azaldığına işaret etmektedir. Son yoğunluk değerleri için 4 ölçümün ortalaması ve standart sapması alınmıştır.

Çizelge 8.4. Kaba titanyum ilavesi ile yapıdaki yoğunluk ve sinterleme çekmesi değişimi

Kaba titanyum ilavesi (%)	Yer tutucu giderilmesinden sonraki göreceli yoğunluk (%)	Son göreceli yoğunluk (%)	Sinterleme çekmesi (%)		
			Yükseklik	Genişlik	Kalınlık
0	27.15	38.45 ± 0.45	10.14	9.96	10.30
25	27.37	36.11 ± 1.40	8.48	8.62	9.00
50	28.08	35.55 ± 1.25	7.39	7.59	6.70

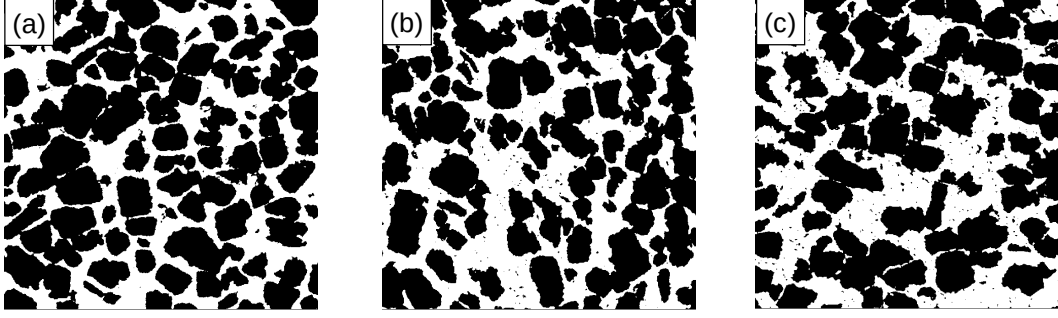
(c) Mimari Yapı

Şekil 8.19 kaba titanyum ilaveli ve ilavesiz üretilen köpüklerin 3 µm çözünürlükle elde edilmiş üç boyutlu görüntülerini göstermektedir. Kaba titanyum ilavesi ile üretilen köpükte duvar içi gözenekliliği dikkati çekmektedir.



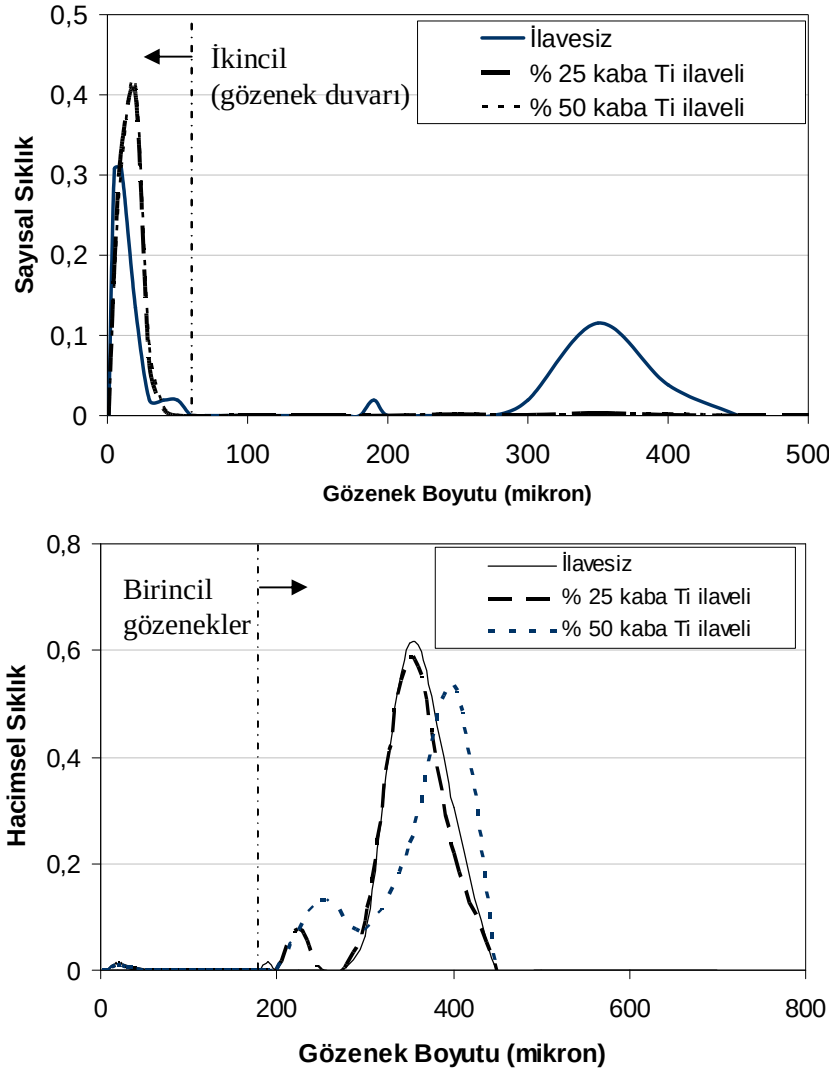
Şekil 8.19. (a) Kaba titanyum ilavesiz ve (b) % 25 kaba titanyum ilaveli köpüklerin 3 boyutlu görüntüleri

Şekil 8.20’de görüldüğü gibi kaba titanyum ilavesi içyapının homojenliğini bozmuş, gözenek yüzeylerini pürüzlendirmiştir. Pürüzlü gözenek yüzeyleri basma kuvveti altında gerilme merkezleri haline gelerek mukavemeti düşürme tehlikesini ortaya çıkarır [9]. Gözenek yüzlerinin pürüzlülüğü gözenek küreselliği temel alınarak birbiri ile karşılaştırılmıştır (Çizelge 8.5).



Şekil 8.20. (a) ilavesiz, (b) % 25 kaba titanyum ilaveli ve (c) % 50 kaba titanyum ilaveli köpüklerin tomografi kesitleri.

Aynı miktar ve şekilde yer tutucu ilavesi ile üretilen köpüklerin sayısal ve hacimsel gözenek boyut dağılımları Şekil 8.21’de verilmiştir. Duvar gözenekliliğinin belirlenmesi amacıyla çizilen sayısal sıklık grafiğinde (Şekil 8.21 (a)) kaba titanyum ilavesinin üretilen köpüklerde gözenek duvarı gözenekliliğini artmasına sebep olduğu görülmektedir. Kaba titanyum ilavesiyle yoğunlaşma yetersizliği sonucu oluşmuş gözenekler gözenek duvarlarında birincil gözeneklere eklenerek gözenek hacmini arttırmış ve ortalama gözenek boyutunda bir yükselmeye sebep olmuşlardır (Şekil 8.21 (b)).



Şekil 8.21. Aynı miktar ve şekilde yer tutucu ilavesi ile üretilen köpüklerin (a) sayısal ve (b) hacimsel gözenek boyut dağılımları

3 boyutlu görüntü analizlerinde de gözenek duvarı içinde tespit edilmiş gözenek sayısı ve hacmi beklenildiği üzere kaba titanyum ilavesiyle artış göstermiş ve birincil gözenek pürüzlülüğünü de arttırmıştır (Çizelge 8.5).

Çizelge 8.5. Kaba titanyum ilavesiyle meydana gelen yapısal değişken değişimleri

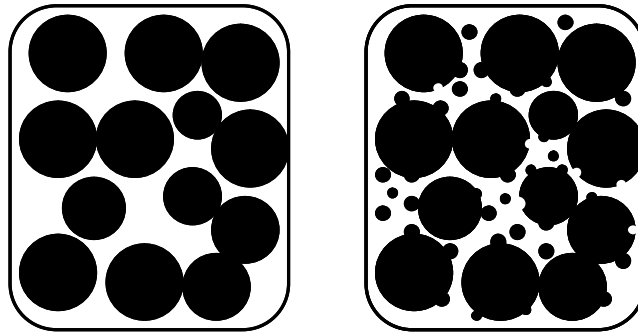
Kaba titanyum ilavesi (%)	Gözenek duvarı gözenek sayısı	Duvar gözenekliliği (%)	200 μm 'dan büyük gözeneklerde küresellik ortalaması	Sinterleme sonrası yoğunluk artışı (%)
Yok	386	0,015	0.68	27
25	2921	0,148	0.67	24
50	3148	0,364	0.60	20

Özet olarak bu bölümde elde edilen sonuçlar artan kaba titanyum ilavesinin

1. Paketlenmeyi iyileştirdiğini,
2. Çekmeyi (sinterlemeyi) azalttığını,
3. Duvar gözenekliliğini arttırdığını,
4. Gözeneklerin küreselliğini azalttığını
5. Ortalama gözenek boyutunu arttırdığını göstermiştir.

TARTIŞMA: Sonuçlar bölümünde verilen presleme verilerine göre kaba titanyum ilavesi presleme verimini düşürmek yerine arttırmaktadır. Bu da karışım titanyum tozlarından üretilen köpüklerde duvar yoğunluğu düşüşünün (duvar içi gözenek sayısındaki artışın) presleme verimsizliğinden değil sinterleme etkinliğinin düşmesinden kaynaklandığını gözler önüne sermektedir. Bu durum, aynı toplam gözenekliliğe ve yoğun duvarlara sahip köpüklere kıyasla daha düşük mukavemet değeri elde edileceğine işaret etmektedir.

Mukavemeti düşürmesi beklenen bir diğer etken de gözenek küreselliğindeki düşüşün yükün oluşturduğu gerilmenin belirli bölgelerde yoğunlaşmasına sebep olmasıdır. Kaba titanyum ilaveli köpüklerde küreselliğin düşüşü şu şekilde açıklanabilir: Sinterleme bitiminde duvar içlerinde gözenekler kalıyorsa bu gözeneklerin bir kısmı da gözenek yüzeyine açık olacaktır. Bu da gözenek yüzlerini daha pürüzlü hale getirecek ve küreselliği düşürecektir (Şekil 7. 22). Bu durumun mukavemeti düşürücü bir başka etken olduğu düşünülmektedir.



Şekil 8.22. (a) Kaba titanyum ilavesiz ve (b) kaba titanyum ilaveli köpüklerde duvar içi gözenekliliğinin gözenek küreselliğini düşürmesi mekanizmasının şematik gösterimi.

8.3.2. Yer tutucu miktarı

Yer tutucu miktarının köpük mimarisi üzerindeki etkileri az sayıda yayında incelenmiştir. Özellikle titanyum köpüklerde birincil amaç kemikle uyumlu implant malzeme üretimi olduğundan var olan yayınlarda kemiğin mekanik özelliklerine yakın sonuç veren birkaç gözeneklilik değeri üzerinde çalışma yapılmıştır. Bu bölümde yer tutucu miktarının paketlenme, sinterleme ve köpük mimarisi üzerindeki etkileri irdelenmiştir.

HİPOTEZ: Titanyum köpükler bu çalışmada nispeten sert metalik ve yumuşak organik toz olmak üzere iki farklı tip tozun preslenmesi ile üretildiğinden dolayı yer tutucu miktarının titanyum köpüklerin üretim sürecinde ve buna bağlı olarak mimari yapısında etkili olduğu düşünülmüştür.

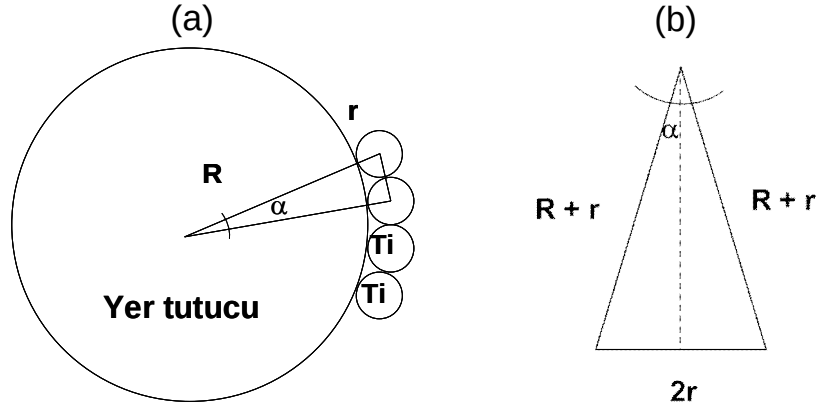
SONUÇLAR:

(a) Paketlenme

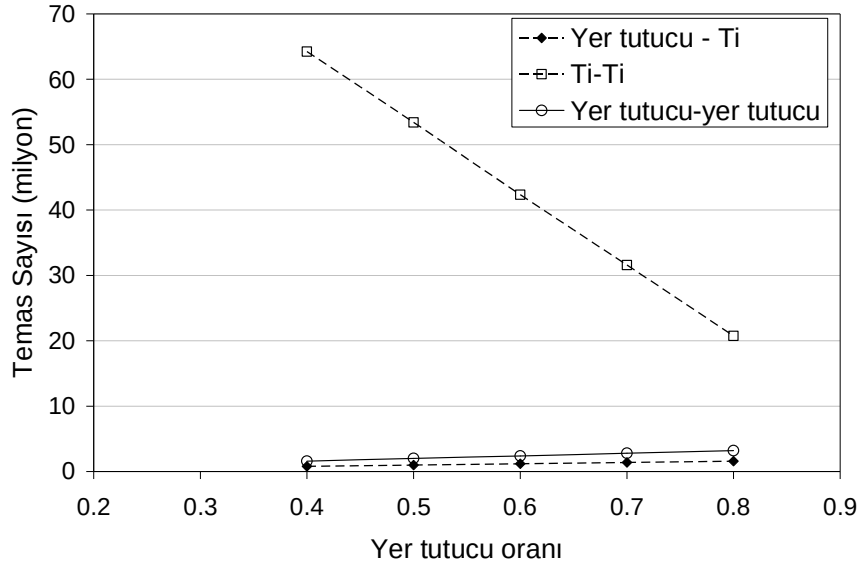
Yer tutucu miktarının preslemeye etkisinin incelenmesi için toz paketindeki her bir tozun koordinasyon sayısının kabaca hesaplanabileceği basit bir model geliştirilmiştir. Küresel toz şekli ve homojen karışma kabulleri yapılarak düzenlenen bu model için Şekil 8.23'te görülen değişkenler kullanılmıştır. Buna göre bir yer tutucu toz parçacığını çevreleyen titanyum tozu sayısı aşağıdaki Eşitlik (8.1) ile hesaplanabilir:

$$C_{sT} = \frac{360}{\cos^{-1}\left(\frac{1}{2}\left(\frac{2r_{Ti}}{r_{Ti} + r_c}\right)^2 - 1\right)} \quad (8.1)$$

Burada r_{Ti} ve r_c sırasıyla titanyum tozlarının ve üre tozlarının yarıçapları, C_{sT} ise bir üre tozunu çevreleyen titanyum tozu sayısıdır. Aynı hacimde değişen oranlarda yer tutucu ve titanyum tozu içeren toz paketlerinde tozların koordinasyon sayıları bu eşitliğe göre hesaplandığında yer tutucu oranı arttıkça titanyum-titanyum temas sayısının hızla azaldığı, yer tutucu-titanyum temas sayısının ise çok az arttığı görülür (Şekil 8.24).



Şekil 8.23. Farklı boyuttaki iki tozun paketlenmesinde temas sayısının hesaplanmasında kullanılan (a) şematik gösterim ve (b) geometrik değişkenler

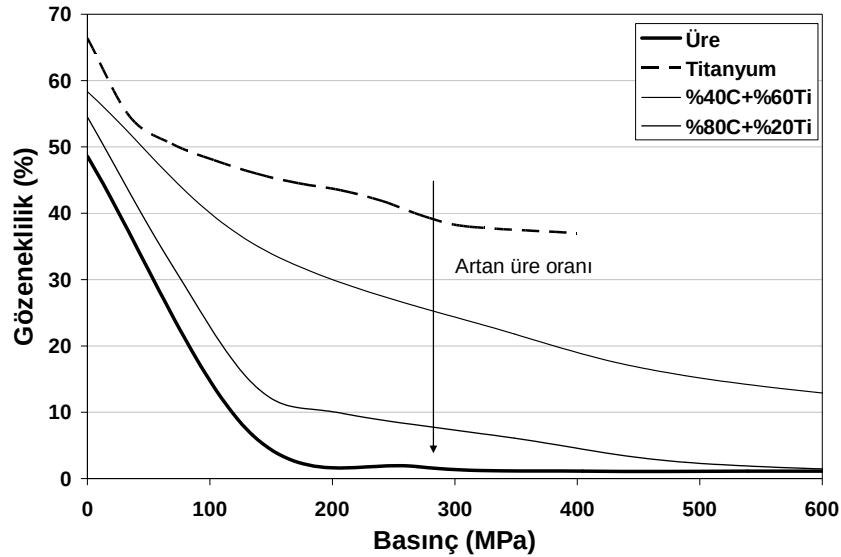


Şekil 8.24. Bu çalışmada geliştirilen küresel toz modeline göre toz temas sayılarının yer tutucu oranı ile değişimi grafiği

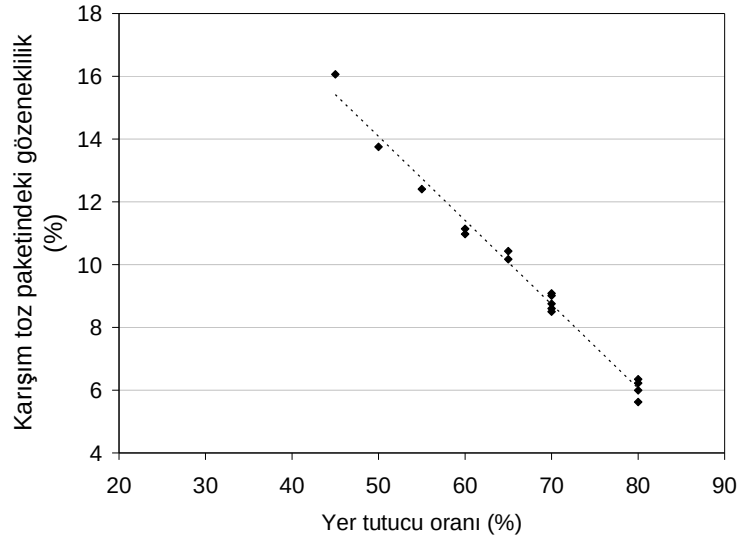
Titanyum, yer tutucu ve bu iki tozun farklı oranlarda karıştırılması ile hazırlanmış toz karışımının preslenme grafiği Şekil 8.25'te verilmiştir. Burada yer tutucunun preslenebilirliğinin titanyuma kıyasla çok daha yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 8.25 ayrıca karışımdaki üre oranı arttıkça sıkışma kabiliyetinin de arttığını göstermektedir. Bu durumun üre tozlarının presleme sırasında titanyum taneciklerinin birbiri üzerinden kaymasını kolaylaştıran bir yağlayıcı görevi görmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 8.24'teki grafiğe bakıldığında üre-titanyum toz karışımındaki temaslardan en sertinin

(deformasyonu en zor olanın) titanyum-titanyum, en yumuşağının ise üre-üre temasları olduğunu görmek mümkündür. Toz paketine uygulanan basınç bu temas türlerinin deformasyonuna sebep olur. Baskın olan temas türünün deformasyonu ne kadar kolay ise aynı basınçta sıkışma oranı da o kadar yüksek olacaktır. Bu durumda karışımdaki üre oranı arttıkça deformasyonu zor olan titanyum-titanyum temas sayısı da azalacağından sıkışmanın daha iyi gerçekleşeceği sonucuna varılabilir.

Titanyum-üre toz karışımlarında yığinsel yoğunluğun üre oranı ile değişimi grafiğine bakıldığında bu öngörünün sağlandığı görülmektedir (Şekil 8. 26). Karışımdaki üre oranı arttıkça yığinsel yoğunluk artmakta, bir başka deyişle preslenmiş toz paketindeki gözenek yüzdesi azalmaktadır. Elde edilen sonuç Bouvard'ın [87] sert ve yumuşak tozlardan oluşan bir toz karışımının preslenmesinde karışımdaki artan sert toz oranı ile paketlenme veriminin düşürdüğünü tespit ettiği çalışmayla uyum teşkil etmektedir. Bouvard preslenme sırasındaki yoğunlaşmanın ağırlıklı olarak yumuşak taneciklerin plastik deformasyonundan ileri geldiğini, sert taneciklerin paketlenmesi için daha yüksek basınçların gerekliliğini belirtmiştir. Bu çalışmada deformasyonu kolay olan yumuşak tanecik üre, sert tanecikler ise titanyum tozlarıdır.



Şekil 8.25. Titanyum, üre ve bu tozların karışımlarının preslenme grafikleri.

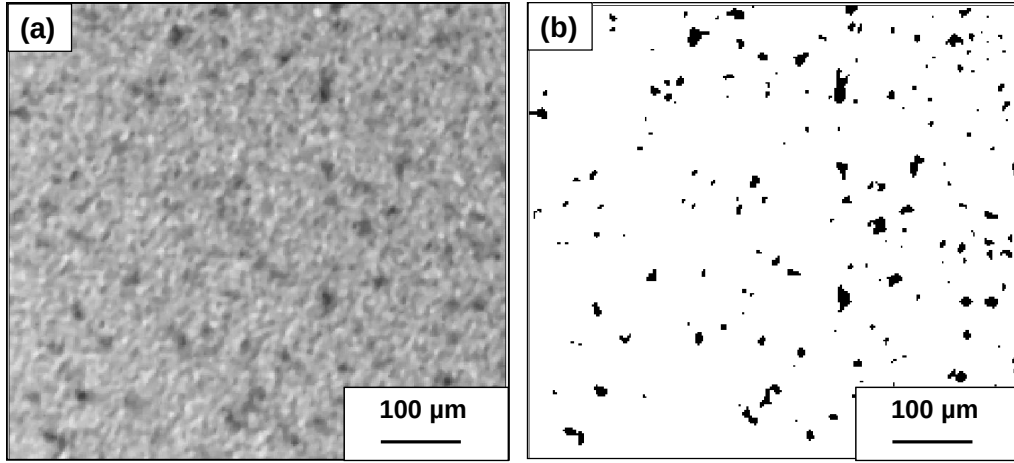


Şekil 8.26. Titanyum-üre toz karışımlarında yığinsal yoğunluğun üre oranı ile değişimi

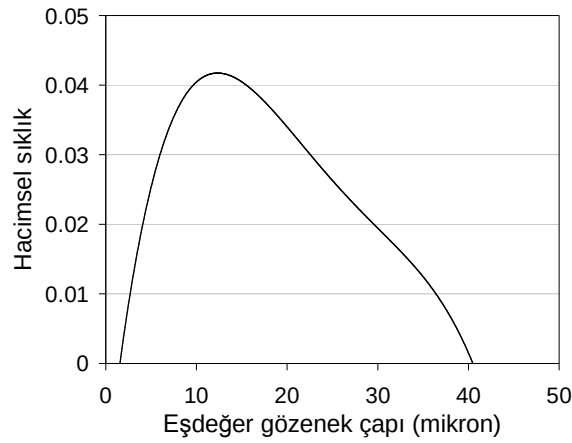
Laptev ve arkadaşları [20] ise yer tutucu toz taneciklerinin titanyum tanecikler arasındaki basınç iletimini zayıflattığını, bunun sonucunda da yer tutucu oranı arttıkça titanyum iskeletin yoğunluğunun azalacağını öngörmüşlerdir. Ancak bu doktora çalışmasında elde edilen veriler yer tutucu-yer tutucu ve titanyum-yer tutucu temaslarının deforme edilmesi titanyum-titanyum temaslarına kıyasla kolay olduğundan Şekil 8.17'deki gözeneğin büyük çoğunluğunun köpüğün gözenek duvarlarının içinde bulunduğu işaret etmektedir. Bunun teyidi için öncelikle üretilen köpüklerdeki gözenek türleri tanımlanmış ve miktarları üç boyutlu μ -CT görüntülerinde tespit edilerek karşılaştırılmıştır. Sonuçlar “Sinterleme” bölümünde açıklanacaktır.

(b) Sinterleme

Gözenek duvarı malzemesinin 1200 °C'deki sinterlenme veriminin incelenmesi amacıyla 45 μ m altı titanyum tozlarının soğuk izostatik presle pakatlandıktan sonra 1200 °C'de sinterlenen yığinsal titanyum malzemesi 2 μ m çözünürlükte taranmıştır. μ -CT taraması ve görüntü analizi çalışmaları % 97 yoğunluğa sahip yığinsal titanyum malzemesinde paketlenme ve sinterleme sırasında ortalama çapları 15 μ m olup 40 μ m'ye kadar çıkan gözeneklerin oluştuğunu göstermektedir (Şekil 8.27 ve 28).

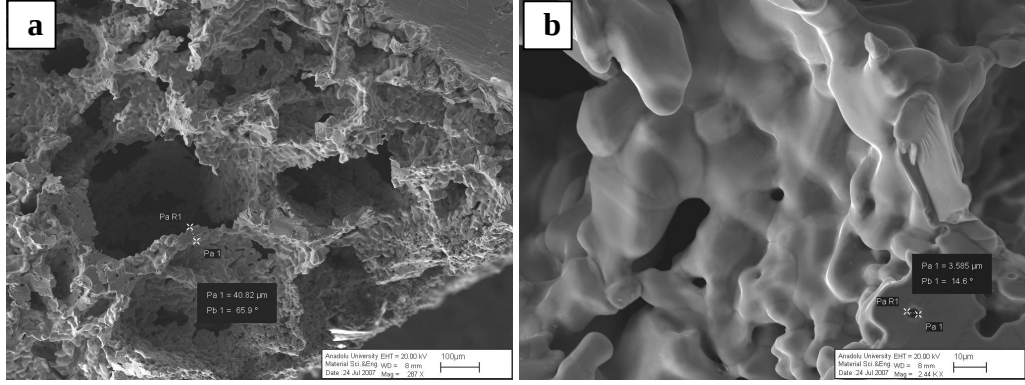


Şekil 8.27. Yalnızca titanyum tozlarının preslenip sinterlenmesinden oluşmuş yığınsal titanyumun (a) ham tomografi ve (b) fazlarına ayrılmış görüntüleri



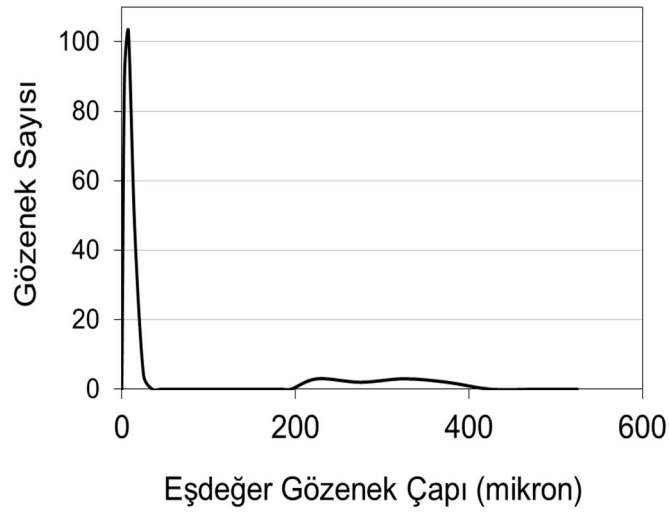
Şekil 8.28. Yalnızca titanyum tozlarının preslenip sinterlenmesinden oluşmuş yığınsal titanyumda sinterleme sırasında oluşan gözeneklerin boyut dağılım grafiği

Bu çalışmada üretilen köpük yapısındaki gözenekler iki grupta toplanabilir: Birincil gözenekler yer tutucunun oluşturduğu daha büyük çaptaki gözeneklerdir (Şekil 8.29 (a)). İkincil gözenekler ise presleme ve sinterleme sırasında titanyum tanelerinin arasında kalmış duvar içi boşluklardır ve gözenek duvarlarının içinde bulunurlar (Şekil 8.29 (b)).



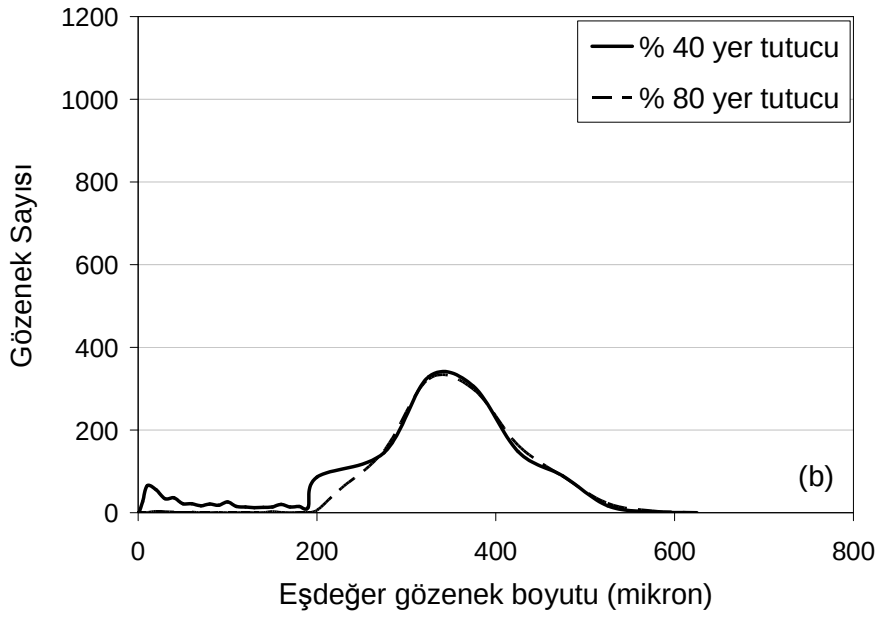
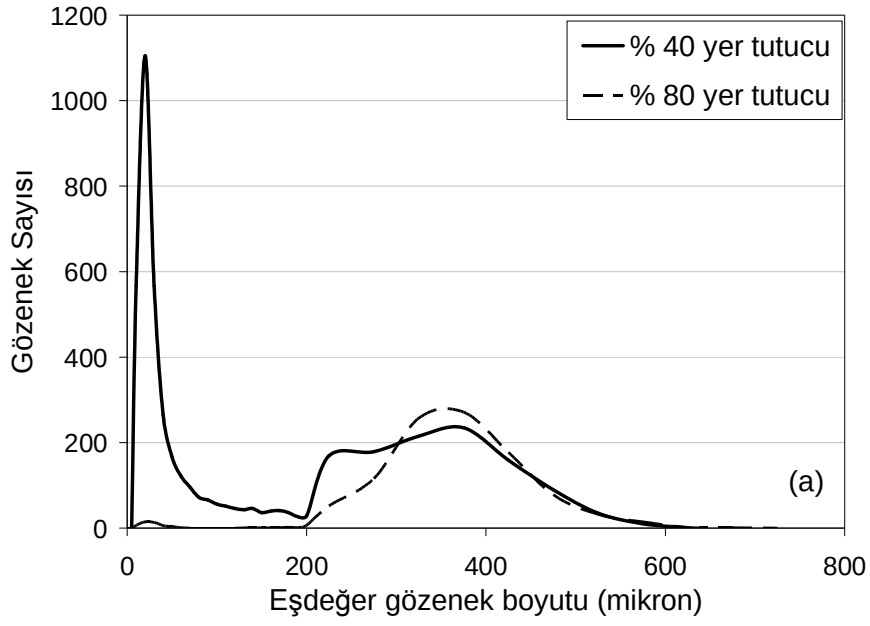
Şekil 8.29. C-ang (300-500 μm) köpüklerinin SEM görüntüleri. (a) birincil gözenekler ve (b) ikincil gözenekler

Yer tutucu oranının titanyum iskeletin yoğunluğuna olan etkileri 3 boyutlu mikrotomografi görüntüleri yardımı ile incelenmiştir. Duvar içi gözenekliliğinin tespiti için 3 μm çözünürlükle taranan hacimlerde gözenek sayısı dağılımı oluşturulmuştur. Yüksek çözünürlük kullanılmasının sebebi duvar içi gözeneklerinin çapının küçük olması, sayısal dağılımın kullanılmasının sebebi ise duvar içi gözenek sayısının makro gözeneklerden her zaman daha yüksek olması sebebiyle daha kolay tespit edilebilir olmasıdır. Şekil 8.30’da sayısal dağılımı gösterilen titanyum köpüğün 300-500 μm arasında elenmiş yer tutucular ile üretildiği düşünülürse 200 μm ’un üzerinde çapa sahip olan gözeneklerin yer tutucu tozların oluşturduğu birincil, gözenek boyutu sayısal dağılımında 50 μm ’un altında görülen tepeliğin ise paketlenme ve sinterleme sırasında oluşan ikincil gözenekler olduğu varsayılmıştır. Bu gözenekler gözenek duvarı gözenekliliği olarak tanımlanmıştır.



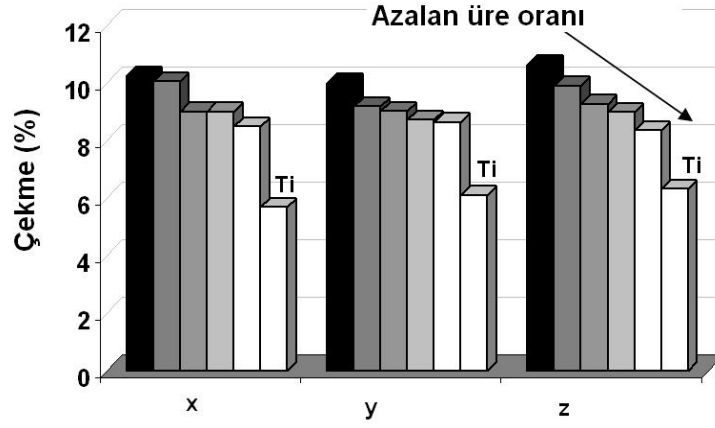
Şekil 8.30. Hacimce % 70 yer tutucu (300-500 μm) ilavesi ile hazırlanan titanyum köpüğün 3 μm çözünürlükte çekilmiş üç boyutlu görüntüsünden hesaplanan gözenek sayısı dağılımı

Hacimce % 40 ve % 80 yer tutucu (300-500 μm) ilavesi ile üretilmiş köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası gözenek sayısı dağılımına bakıldığında % 40 yer tutucu ile üretilmiş köpüğün duvar içi gözenekliliğinin hem yaş hem sinterlenmiş halde % 80 ile üretilmiş köpüğünkenden daha yüksek olduğu görülmektedir (Şekil 8.31 (a) ve (b)). Karşılaştırmanın daha sağlıklı yapılabilmesi için aynı hacimde gözenek duvarı içeren görüntü örnekleri üzerinde işlem yapılmıştır. Bu sebeple % 40 yer tutucu ile üretilen köpükle % 80 yer tutucu ile üretilmiş köpükteki makro gözenek sayıları aynı görünmektedir. Bu köpüklerin aynı hacimde gözenek duvarı içeren 3 μm çözünürlükle taranmış üç boyutlu görüntüleri incelendiğinde % 40 yer tutucu ile üretilen köpüğün içerdiği duvar içi gözenek sayısı ve hacminin % 80 yer tutucu ile üretilmiş köpüktekinin 10 katı olduğu saptanmıştır. Bu durum artan yer tutucu oranının titanyum iskelet yoğunluğunu arttırdığını göstermektedir.



Şekil 8.31. Hacimce % 40 ve % 80 yer tutucu ile (300-500 μm) yer tutucu ile üretilmiş köpüklerin (a) sinterleme öncesi ve (b) sinterleme sonrası gözenek sayısı dağılımları

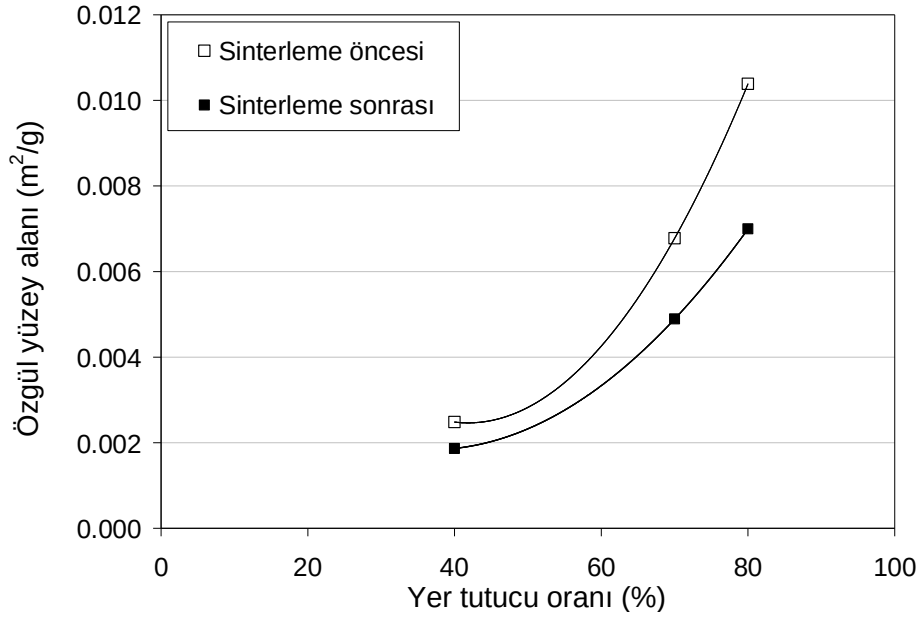
Üç temel yönde ölçülen sinterleme çekmesi, yaş titanyum iskeletindeki makro gözenek (bir başka deyişle yer tutucu) oranı azaldıkça sinterleme sonrası toplam çekmenin de azaldığını göstermektedir. Şekil 8.32 karışımındaki yer tutucu oranı ile üç yönde ölçülen sinterleme çekmesinin değişimini göstermektedir.



Şekil 8.32. Farklı gözeneklilikteki yaş titanyum iskeletlerin ve sadece titanyumdan oluşan bünyenin 1200 °C sinterleme sonrası üç yöndeki çekme grafikleri

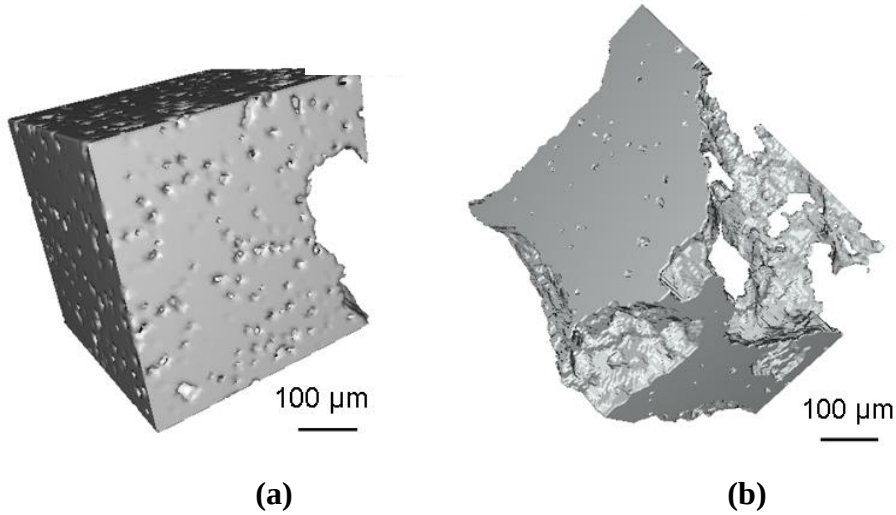
Hipotez bölümünde açıklanan küresel toz modeline göre çizilmiş titanyum-titanyum temas sayısı grafiğine bakılacak olursa (Şekil 8.24) karışımdaki yer tutucu oranı arttıkça titanyum-titanyum temas sayısının da azaldığı görülmektedir. Sinterleme sırasında çekmeyi sağlayan mekanizmanın titanyum-titanyum temaslarında gerçekleşen difüzyon olduğu düşünülürse yer tutucu miktarı arttıkça azalan titanyum-titanyum temasları sonucunda sinterleme çekmesinin de azalması beklenen bir sonuçtur.

Sinterlemenin bir göstergesi de toplam yüzey alanındaki azalmadır. Bu amaçla farklı yaş yoğunluklardaki (farklı oranda yer tutucu ilave edilerek yapılmış) titanyum iskeletlerinin sinterleme öncesi ve sonrası özgül yüzey alanı farkı μ -CT görüntülerinden yararlanılarak hesaplanmıştır (Şekil 8.33). Beklenildiği üzere sinterleme ile özgül yüzey alanında düşüş gözlemlenmiştir. Bu düşüş düşük göreceli yoğunluklarda (karışımdaki yer tutucu yüzdesi arttıkça) daha belirgin hale gelmiştir. Bu da yer tutucu miktarı arttıkça paketlenmenin iyileşmesi ve/veya artan serbest yüzey alanı sonucu sinterleme verimindeki artışı göstermektedir.



Şekil 8.33. Farklı göreceli yoğunluktaki titanyum köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası özgül yüzey alanları

Sinterleme çekmesi sonuçlarına dayanarak (Şekil 8.32) yüksek yoğunluklu köpüklerin düşük yoğunluklu köpüklere oranla daha çok duvar içi gözenekliliği içermesi, bir başka deyişle, daha az yoğunlukta hücre duvarlarına sahip olması beklenir. Yer tutucu oranı ile artan duvar içi gözenekliliği tomografi görüntülerinde görülmektedir (Şekil 8.34).



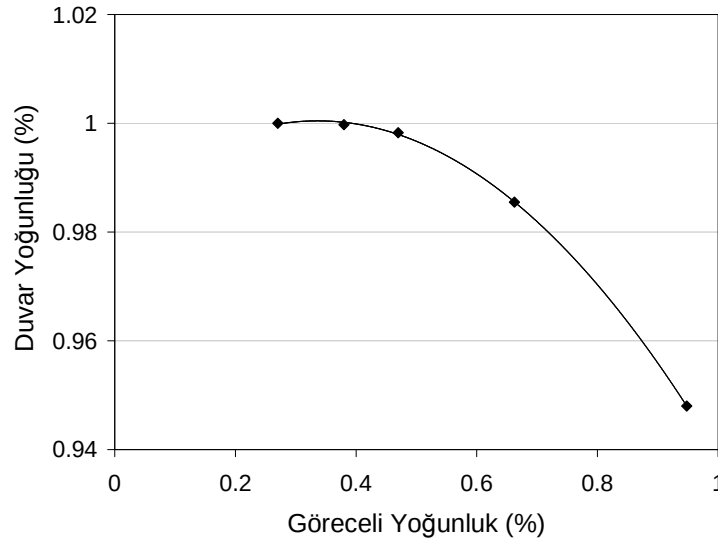
Şekil 8.34. (a) % 40 ve (b) % 80 yer tutucu ilavesi ile üretilen titanyum köpüklerin 3 µm çözünürlükle taranmış üç boyutlu duvar görüntüleri

Görüntü analizinde gözeneklerin etiketlenme safhasında 50 µm altındaki gözenekler etiketlenmeyip hesaba katılmaz ise (Şekil 8.35) buradan hesaplanacak toplam gözenek hacmi ile bütün köpüğün gözenek hacmi arasındaki fark hücre duvarında bulunan gözenek hacmini verir. 3 µm çözünürlükte çekilen 3 boyutlu tomografi verilerinde 50 µm çapındaki gözenek hacminin 2430 voksele karşılık geldiği hesaplanmıştır. Buna göre kullanılan çözünürlük değeri ile 2430 voksel arasında hacme sahip etiketlenmiş gözenekler duvar gözenekleri olarak kabul edilmiştir.

$$\text{Göreceli hücre duvarı yoğunluğu} = \frac{V_{cw} - V_{cw\text{gözenek}}}{V_{cw}} \quad (8.2)$$

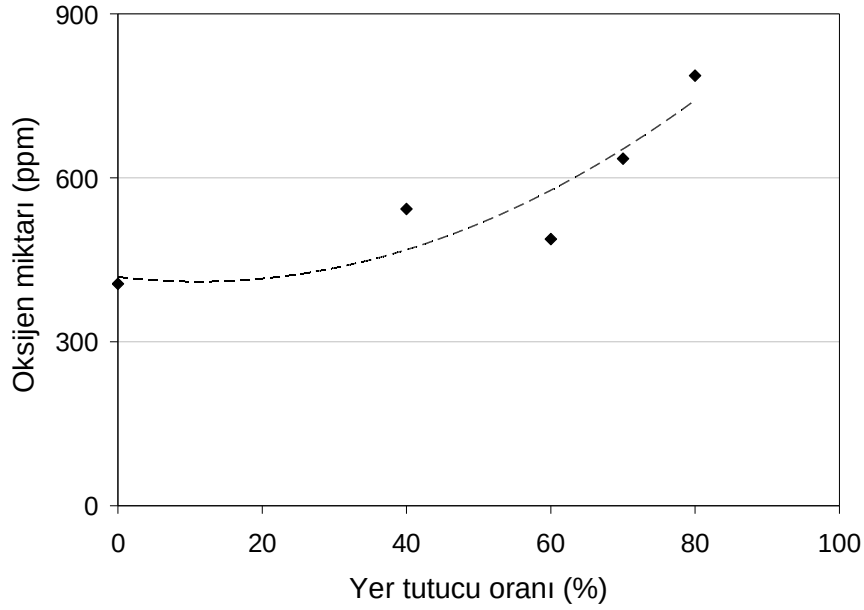
$V_{cw\text{gözenek}}$ = 50 µm'den küçük çapa sahip gözeneklerin toplam hacmi

V_{cw} = Hücre duvarlarının toplam hacmi



Şekil 8.35. 3 µm çözünürlükle elde edilen tomografi görüntülerinden elde edilen duvar yoğunluğu – göreceli yoğunluk değişimi

Farklı yer tutucu oranı ile hazırlanmış, bir başka deyişle farklı gözeneklilik miktarına sahip titanyum köpüklerin LECO oksijen analiz cihazı ile ölçülen oksijen miktarları ise Şekil 8.36'da görülmektedir. Genel eğilim artan gözeneklilik ile titanyum köpüklerin oksijen miktarlarından arttığını göstermektedir.



Şekil 8.36. Farklı yer tutucu oranı ile hazırlanmış titanyum köpüklerin LECO oksijen analiz cihazı ile ölçülen oksijen miktarları.

Özet olarak bu bölümde elde edilen sonuçlar artan yer tutucu miktarı ile

1. Paketlenmenin iyileştiğini,
2. Çekmenin (sinterleme) arttığını,
3. Duvar yoğunluğunun arttığını,
4. Malzemenin sinterleme sırasında kaptığı oksijen miktarının arttığını göstermektedir.

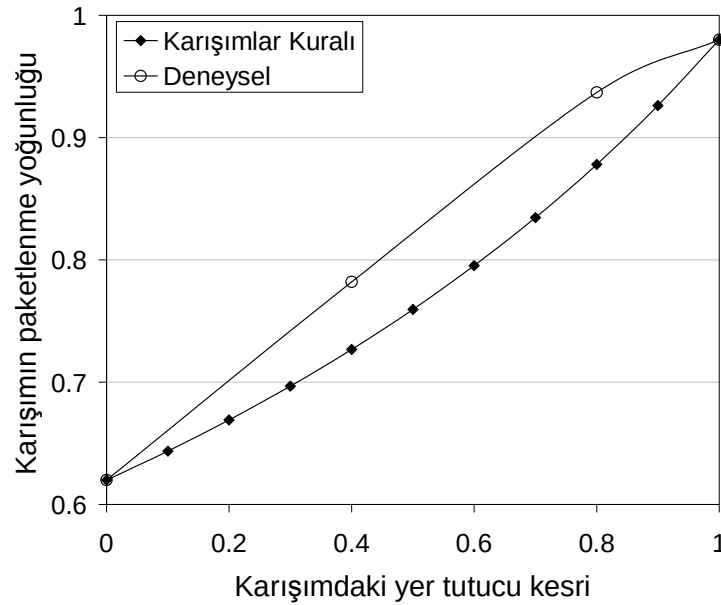
TARTIŞMA: Farklı tozların kalıp presleme ile bir arada paketlenmesi üzerine yapılmış en basit model mükemmel karışım varsayımına dayanır. A ve B tozlarından oluşan karışımın preslenmesinde toz karışımının paketlenme yoğunluğu (C_m) aşağıdaki şekilde ifade edilir:

$$\frac{1}{C_m} = \frac{v_A}{C_A} + \frac{(1-v_A)}{C_B} \quad (8.3)$$

Burada v_A ve v_B sırasıyla A ve B tozunun hacimsel kesri, C_A ve C_B ise bu tozların ayrı ayrı paketlenme yoğunluklarını temsil etmektedir. Bouvard ve arkadaşları [88] $C_A(P)$ ve $C_B(P)$ değerlerini hem deneysel hem yarı-kimyasal model kullanarak bulmuşlardır. Bu kanundan sapmalar özellikle iki toz tipinin

boyutlarının birbirinden oldukça farklı olduğu durumlarda gözlemlenebilir. Farklı toz boyutlarının bir arada paketlenmesinde deneysel olarak ölçülen gözeneklilik her basınç değerinde bu modelde öngörüldüğünden daha düşük çıkmaktadır. Bunun birincil sebebi basıncın uygulanması sırasında küçük tozların büyük toz taneciklerinin aralarındaki boşluklara girmesidir.

Yapılan presleme çalışmasında üre tozlarının sıkışma kabiliyetinin titanyum tozlarından çok daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. 300 MPa basınç altında üre toz paketi % 98 yoğunluğa ulaşırken titanyum tozları kuramsal yoğunluğun ancak % 62'sine kadar paketlenabilmektedir (Şekil 8.24). Bu değerler mükemmel karışım kuralına göre C_A ve C_B olarak kullanıldığında ortaya çıkan eğilim deneysel sonuçlarla karşılaştırıldığında deneysel ölçülen yoğunlukların mükemmel karışım kuralı ile hesaplanandan düşük çıktığı görülür (Şekil 8.37). Bu durum iki toz boyutu arasındaki büyük farktan dolayı ince tozların kaba tozların arasındaki boşluklara girmesinden kaynaklanmaktadır.



Şekil 8.37. Karışım kuralına göre titanyum-üre karışımının 300 MPa basınç altındaki paketlenme yoğunluğunun karışımındaki üre kesri ile değişimi.

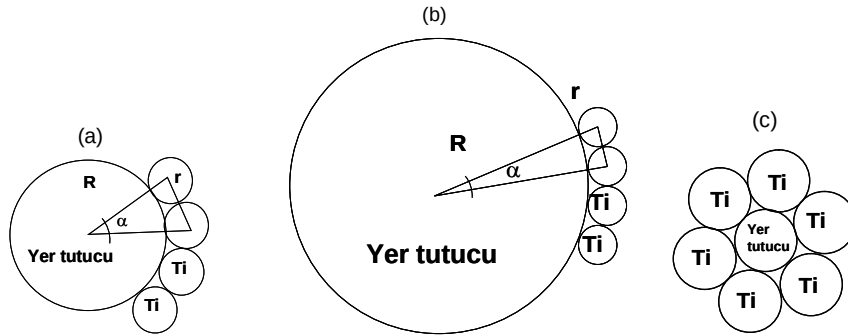
Yer tutucu miktarının, bir başka deyişle gözenekliliğin, titanyum köpüklerin sinterlenme verimi üzerine yapılmış iki çalışma bulunmaktadır. Li ve arkadaşları [57] titanyum köpüklerin sinterlenmesi üzerine yaptıkları çalışma

sonucunda yüksek gözenekliliğe sahip köpüklerin sinterleme sırasında daha az çektiğini rapor etmişlerdir. Ancak Laptev [20] gözenek miktarı ile sinterleme çekmesinin ters orantılı olduğunu bildirmiştir. Fakat her iki çalışmanın sonucu da sadece sinterleme öncesi ve sonrası ölçülen göreceli yoğunluk farkına dayanmaktadır. Bu çalışmada ise, sinterleme verimi μ -CT ölçümleri ve görüntü analizleri ile irdelenmiştir. Bu sonuçlar ışığında sinterleme çekmesinin ve duvar yoğunluğunun yer tutucu miktarı ile doğru orantılı olduğu tespit edilmiştir.

7.3.3. Yer tutucu boyutu

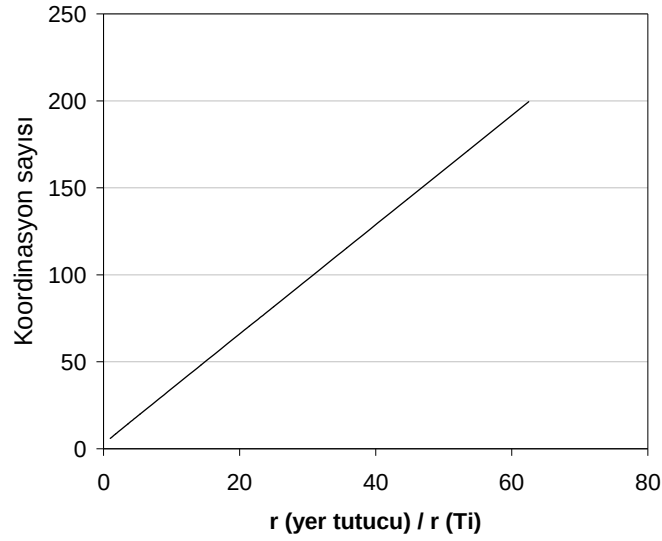
HİPOTEZ: Yer tutucu boyutu, bir başka deyişle gözenek boyutu paketlenme verimi, sinterleme davranışı, üretilen köpüğün özgül yüzey alanı ve köpük mimarisini etkiler.

Bu çalışmada kullanılan titanyum tozundan daha kaba olan yer tutucu tozlardan her birinin koordinasyon sayısını belirlemek için basit bir geometrik hesaplamadan yola çıkılmıştır. Buna göre her iki toz tipi de küresel kabul edilmiş, artan yer tutucu toz boyutu ile değişen koordinasyon sayısı Bölüm 8.3.2’de verilen eşitlikle (8.1) hesaplanmıştır. Şekil 8.38, artan yer tutucu boyutuyla α açısının arttırdığını göstermektedir. Bu hesaplama göre iki toz cinsinin boyutunun aynı olduğu durumda 6 sonucunu vermektedir (Şekil 8.38 (c)). Şekil 8.39’da görüldüğü gibi üre toz boyutu arttıkça onu çevreleyen titanyum toz sayısı da artmaktadır.



Şekil 8.38. Farklı boyuttaki iki tozun paketlenmesinde yer tutucu toz boyutunun temas sayısına etkisinin hesaplanmasında kullanılan şematik gösterim; (a) küçük yer tutucu tozu, (b) büyük yer tutucu tozu ve (c) eşit boyutta tozlar

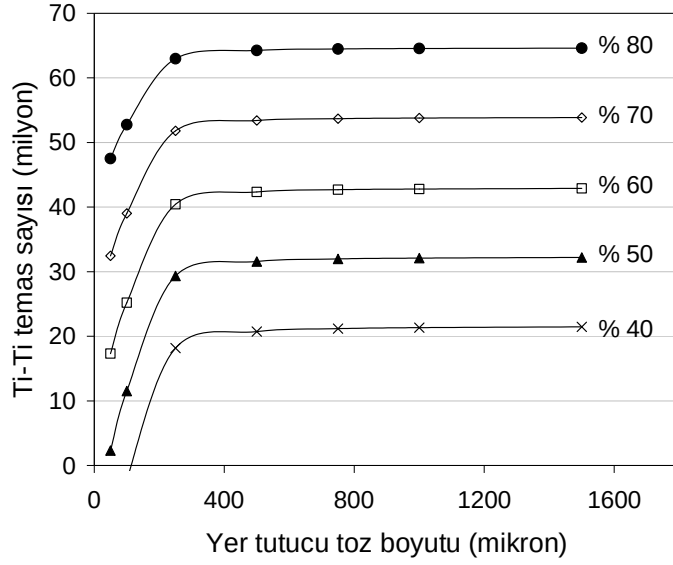
Toz koordinasyon sayısına yönelik benzer bir model Bouvard ve arkadaşları [89] tarafından sunulmuştur.



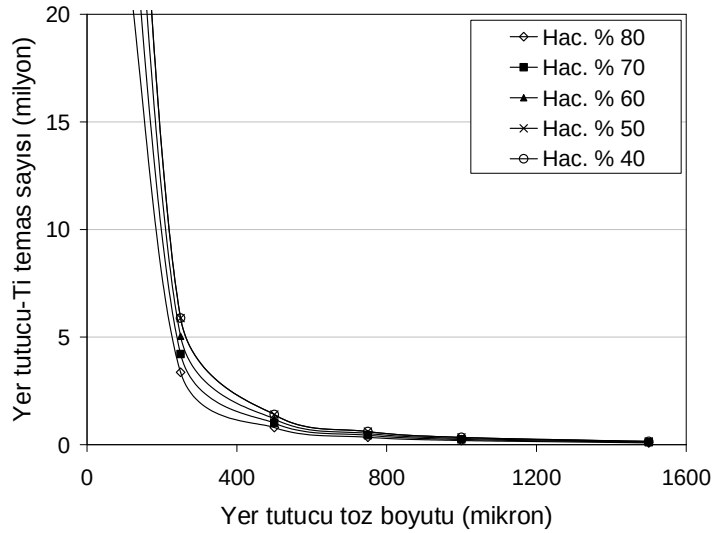
Şekil 8.39. Bu çalışmada geliştirilen modele göre bir üre tanesini çevreleyen titanyum toz sayısının iki tozun çap oranı ile değişimi

Aynı hacim oranında üre tozu ile hazırlanmış titanyum-üre toz paketlerinde üre toz boyutu değiştikçe toz paketinin içereceği üre tanesi sayısı da değişeceğinden temas sayılarını hesaplamak paketlenme ve sinterlenme davranışını yorumlamak için daha sağlıklı olacaktır. Buna göre her bir toz küresel kabul edilerek karışımdaki oranlarına göre birim hacimdeki temas sayıları hesaplanmıştır. Hesaplamalarda titanyum toz boyutu ölçüm sonucu elde edilen d_{50} değeri olarak alınmıştır.

300 μm 'a kadar üre boyutu arttıkça titanyum-titanyum temas sayısı artarken titanyum-üre temas sayısı hızla azalmaktadır (Şekil 8.40 ve 8.41). 300 μm 'dan büyük boyuttaki üre tanelerinde ise temas sayılarının daha azalan bir hızda arttığı görülmektedir. Ancak y-ekseninin milyon cinsinden olduğu düşünülürse bu artış da göz ardı edilemeyecek bir artıştır.



Şekil 8.40. Küresel toz modeline göre yer tutucu toz boyutu – Ti-Ti temas sayısı ilişkisi. (Yüzde değerleri hacimce yer tutucu oranını göstermektedir.)



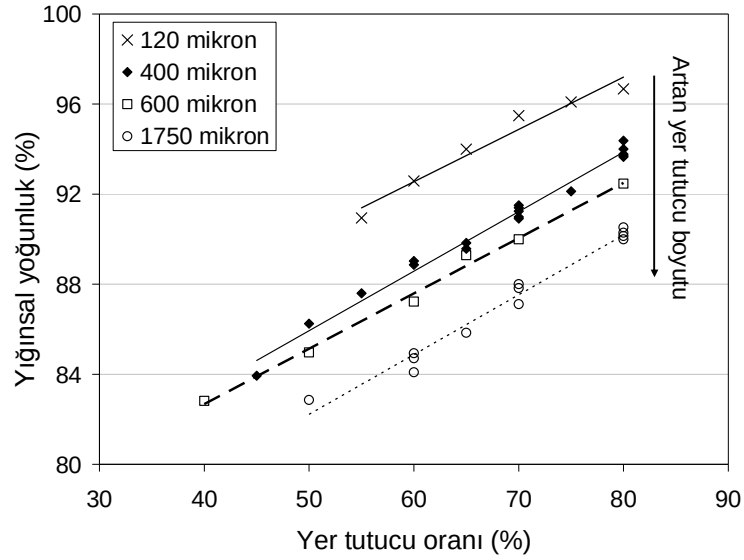
Şekil 8.41. Küresel toz modeline göre yer tutucu toz çapı – üre-titanyum temas sayısı ilişkisi

SONUÇLAR

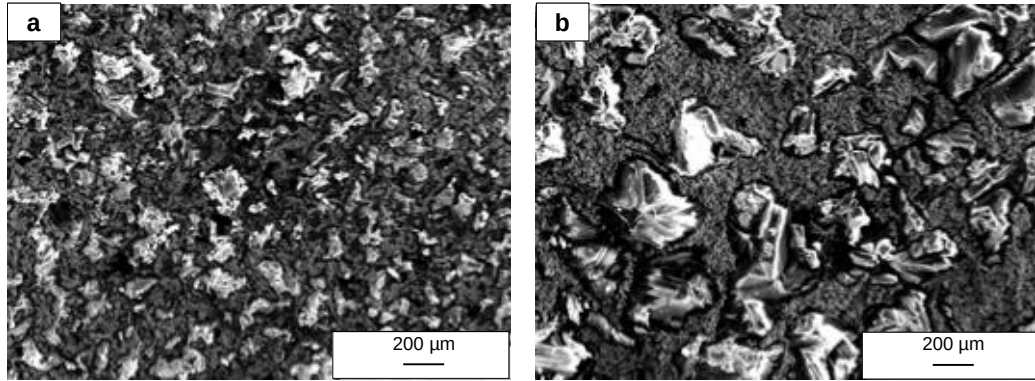
(a) Paketleme

Titanyum-titanyum temaslarının deforme edilmesi en zor temaslar olduğu düşünülürse artan üre toz boyutu ile aynı basınçta preslenen aynı hacim oranında üre içeren toz karışımlarının paketlenme verimlerinin düşmesi beklenir. Farklı oranlardaki toz karışımlarının presleme sonrası ölçülen yığılmal yoğunluklarına

bakıldığında yer tutucu boyutu arttıkça toz paketinin içerdiği gözenekliliğin de arttığı gözlemlenmiştir (Şekil 8.42). Preslenmiş toz paketlerinin kırık yüzey SEM analizleri de nispeten kaba olan yer tutucu ile preslenmiş paketlerde titanyum tozları ile yer tutucu tozlar arasında boşluklar bulunduğunu göstermektedir (Şekil 8.43 (a)). Bu durum toz paketi boyunca pres basıncı iletiminin zayıf olduğunu bir göstergesidir. Nispeten ince yer tutucu ile karıştırılıp preslenmiş paketlerde yer tutucu ile titanyum tozlar arasında daha iyi bir temas sağlandığı gözlenmektedir (Şekil 8.43 (b)). Kırık yüzey görüntülerinde görülen siyah boşluklar kırılma sırasında yapıdan çıkmış yer tutucuların bıraktığı boşluklardır. Şekil 8.43 ayrıca yer tutucu boyutu azaldıkça karışımın homojenliğinin de arttığını göstermektedir.



Şekil 8.42. Farklı boyut ve oranlardaki üre ile hazırlanmış toz karışımlarının preslenme sonrası yığinsal yoğunluk grafikleri



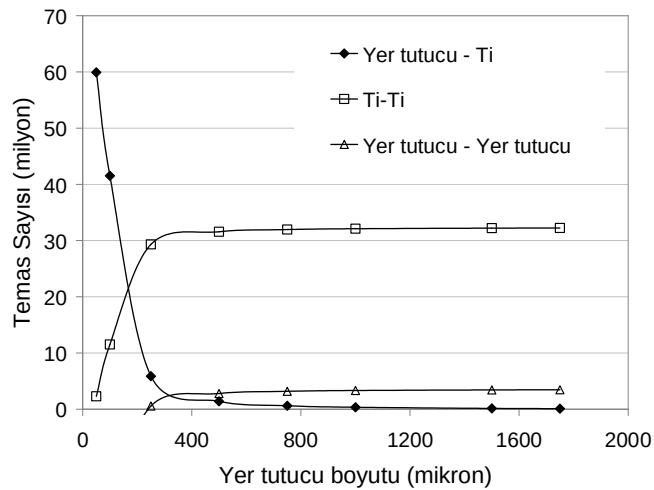
Şekil 8.43. (a) 120 µm ve (b) 600 µm boyutunda yer tutucu ve titanyum tozlarından oluşan toz paketinin kırık yüzey görüntüsü

(b) Sinterleme

Sinterlenmenin taneciklerin temas noktalarında meydana gelen difüzyon ile gerçekleştiği düşünülürse yer tutucu boyutu ile sinterlenme arasındaki ilişkinin bir önceki bölümde anlatılan temas sayısı hesaplamalarından yararlanılarak belirlenebileceği düşünülmüştür. Şekil 8.44'te hacimce % 70 yer tutucu ilavesi ile hazırlanan köpüklerdeki temas sayısı – yer tutucu boyutu ilişkisi görülmektedir. Buna göre yer tutucu boyutu arttıkça titanyum-titanyum temas sayısı da artmaktadır. Bu durum yer tutucu boyutu arttıkça çekmenin de artmasını gerektirir. Ancak tozların temas sayısının ortaya çıkardığı bu eğilime ters yönde oluşabilecek iki eğilim daha vardır:

İlki paketlenme veriminden gelen etkidir. Artan yer tutucu boyutu ile karışımdaki en sert (deformasyonu en zor) temas olan titanyum-titanyum temaslarının arttığı ve buna bağlı olarak paketlenme veriminin de düştüğü gözlemlenmiştir (Şekil 8.40). Bu durumda sıkı bir paketlenmenin iyi bir sinterlenmeyle sonuçlanacağı, dolayısıyla düşük boyuttaki yer tutucu kullanımında paketlenmeden kaynaklanan iyi bir sinterleme görülmesi beklenir.

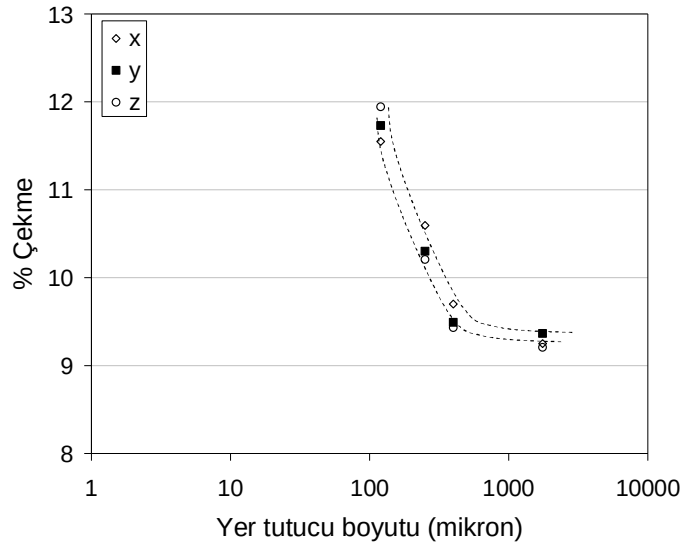
İkincisi ise küçük boyutta yer tutucu toz kullanılmasının yarattığı yüksek yüzey alanı ile ilgilidir. Sinterlemenin en önemli itici gücünün yüzey alanının azaltılması yoluyla toplam enerjinin düşürülmesi olduğu düşünülürse küçük boyutta yer tutucu ile paketlenen titanyum köpüklerde sinterlemenin daha verimli olması beklenir.



Şekil 8.44. Küresel toz modeline göre hacimce % 70 yer tutucu ilavesi içeren toz paketlerinde temas sayısının yer tutucu boyutu ile değişimi grafiği

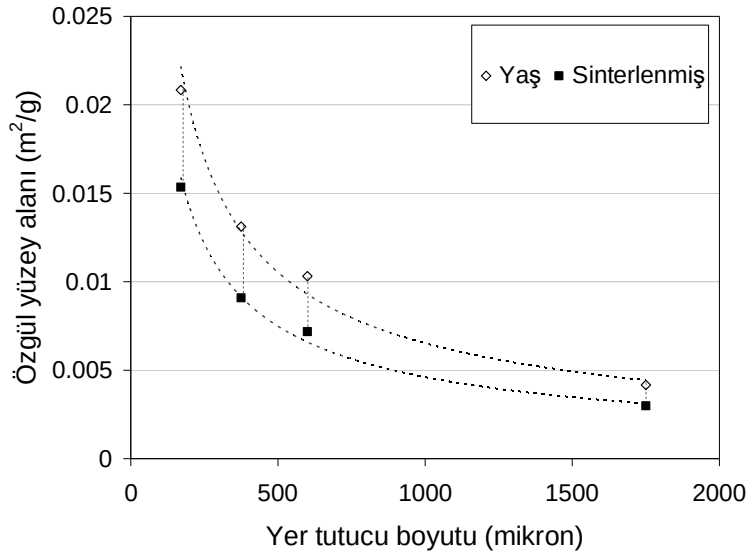
Yukarıda bahsedilen iki farklı yöndeki eğilimden hangisinin baskın geldiği yapılan deneyler sonucu ortaya çıkmıştır.

Farklı boyutta yer tutucu tozlarla paketlenen titanyum tozları yer tutucu tozlarının giderilmesinden sonra sinterlenme sırasında da farklı davranış göstermiştir. Sinterleme öncesi ve sonrası yapılan hassas boyut ölçümleri yer tutucu boyutu, bir başka deyişle yaş bünyede bulunan makro gözenek boyutu azaldıkça sinterleme çekmesinin arttığını göstermiştir (Şekil 8.45).



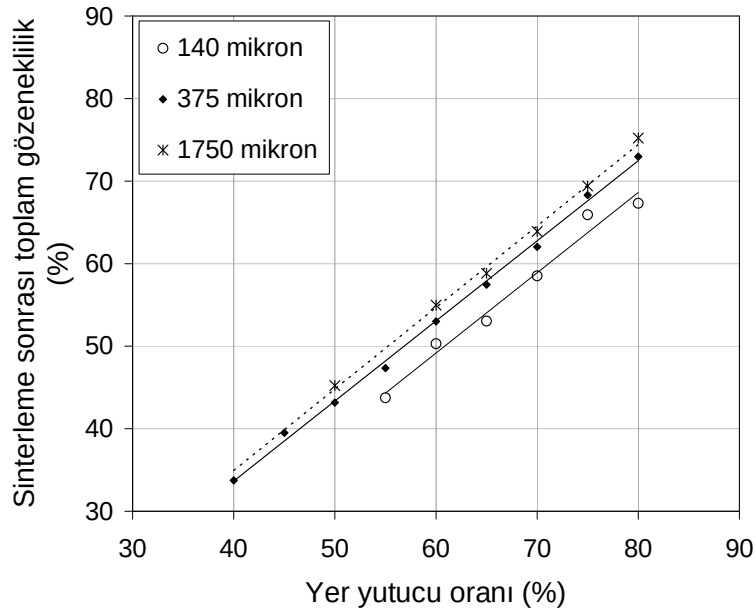
Şekil 8.45. Farklı boyutlardaki yer tutucu ilavesiyle paketlenmiş titanyum bünyelerde sinterleme sonrası üç yönde toplam çekme yüzdeleri

Sinterlenme öncesi ve sonrası özgül yüzey alanları 10 μm çözünürlükle taranmış hacimlerde hesaplanmıştır. Şekil 8.46’da görüldüğü gibi özgül yüzey alanındaki azalma yer tutucu boyutu düştükçe artmaktadır. Bu artış 400 ile 600 μm boyutundaki yer tutucular arasında ihmal edilebilir görünürken daha düşük ve daha yüksek yer tutucu boyutları ile üretilmiş köpüklerde dikkat çekici düzeydedir. Bu da yer tutucu boyutu küçüldükçe sinterlenme derecesinin arttığını işaret etmektedir.

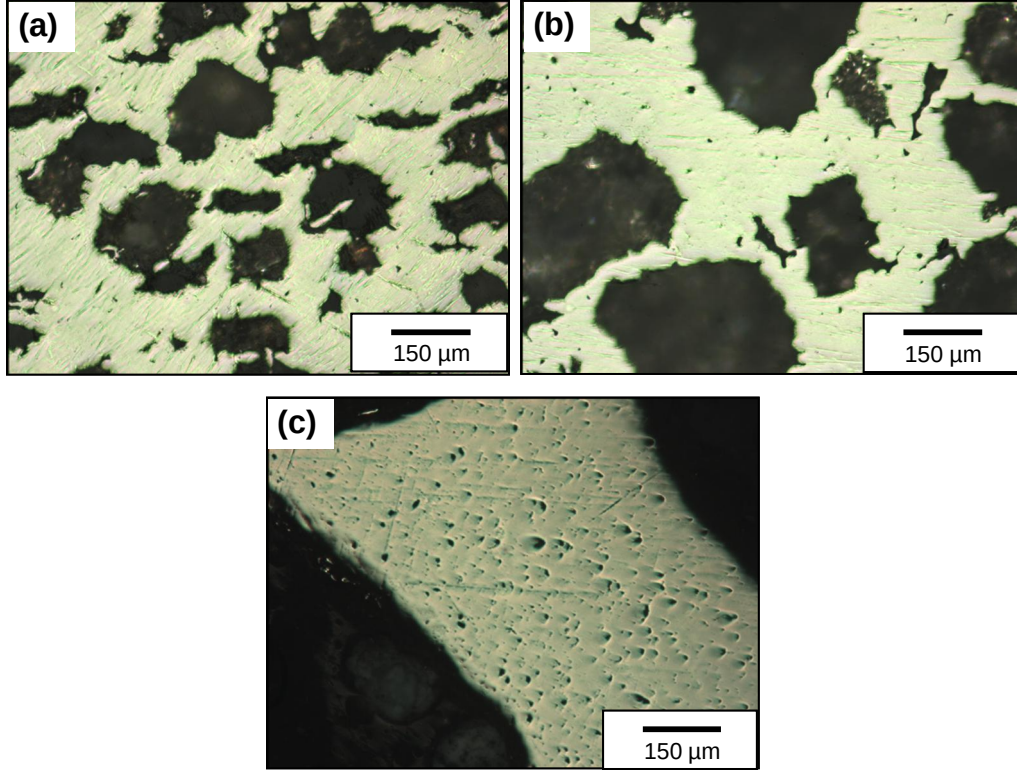


Şekil 8.46. 10 µm çözünürlükle taranmış numunelerden elde edilen sinterleme öncesi ve sonrası özgül yüzey alanı grafiği

Yer tutucu boyutunun son ürünün içerdiği gözeneklilik üzerindeki etkisi Şekil 8.47’de gösterilmektedir. Burada da yer tutucu boyutu arttıkça aynı oranda yer tutucu ile üretilmiş köpüklerde toplam gözenekliliğin arttığı gözlemlenmektedir. Yer tutucu boyutu arttıkça duvar içi gözeneklilikte görülen artış ise Şekil 8.48’de açıkça görülmektedir.



Şekil 8.47. Farklı boyutlarda yer tutucu kullanılarak üretilen köpüklerde sinterleme sonrası toplam gözeneklilik grafiği

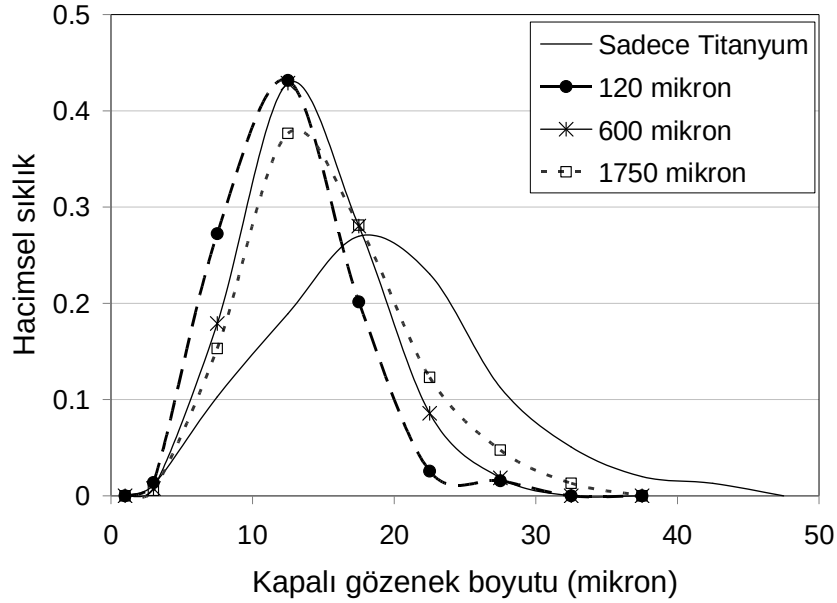


Şekil 8.48. Ortalama (a) 140, (b) 375 ve (c) 1750 μm boyutlarında makro gözenek içeren köpüklerin duvarlarının optik mikroskop görüntüleri

Yer tutucu ilavesi ve ilave edilen yer tutucu toz boyutunun gözenek duvarlarının yoğunluğuna etkisinin incelenmesi için yoğun titanyum ve farklı boyutlarda yer tutucu ile üretilmiş titanyum köpüklerin 3 μm çözünürlükle taranmış, görüntüleri incelenmiştir. Duvar gözeneklerinin eşdeğer boyut dağılımı incelendiğinde yer tutucu ilavesinin duvar içi gözenekçiklerin, bir başka deyişle duvar içi gözeneklerinin boyutunu arttırdığı gözlemlenmiştir.

Nispeten büyük makro gözeneklere sahip olan köpükler, düşük paketlenme ve sinterlenme veriminden dolayı daha yüksek miktarda duvar içi gözenek miktarına sahip olmaları beklenmiştir. Şekil 8.49’da azalan yer tutucu boyutunun ortalama duvar içi gözenek boyutunu azalttığı görülmektedir. Her biri hacimce % 70 yer tutucu ilavesi ile üretilmiş olan titanyum köpüklerin duvar içi gözeneklilik miktarları hesaplandığında, 1750 μm makro gözenek boyutuna sahip köpüklerin hacimce % 0,15 duvar içi gözenek içerdiği hesaplanırken, 300-500 μm arası yer tutucularla üretilmiş köpüklerde bu oran yaklaşık % 0,03 bulunmuştur. Yer tutucu

ilave edilmeksizin üretilen yığınsal titanyum malzemesinde ise gözeneklilik aynı şartlar altında % 2,63 olarak hesaplanmıştır.

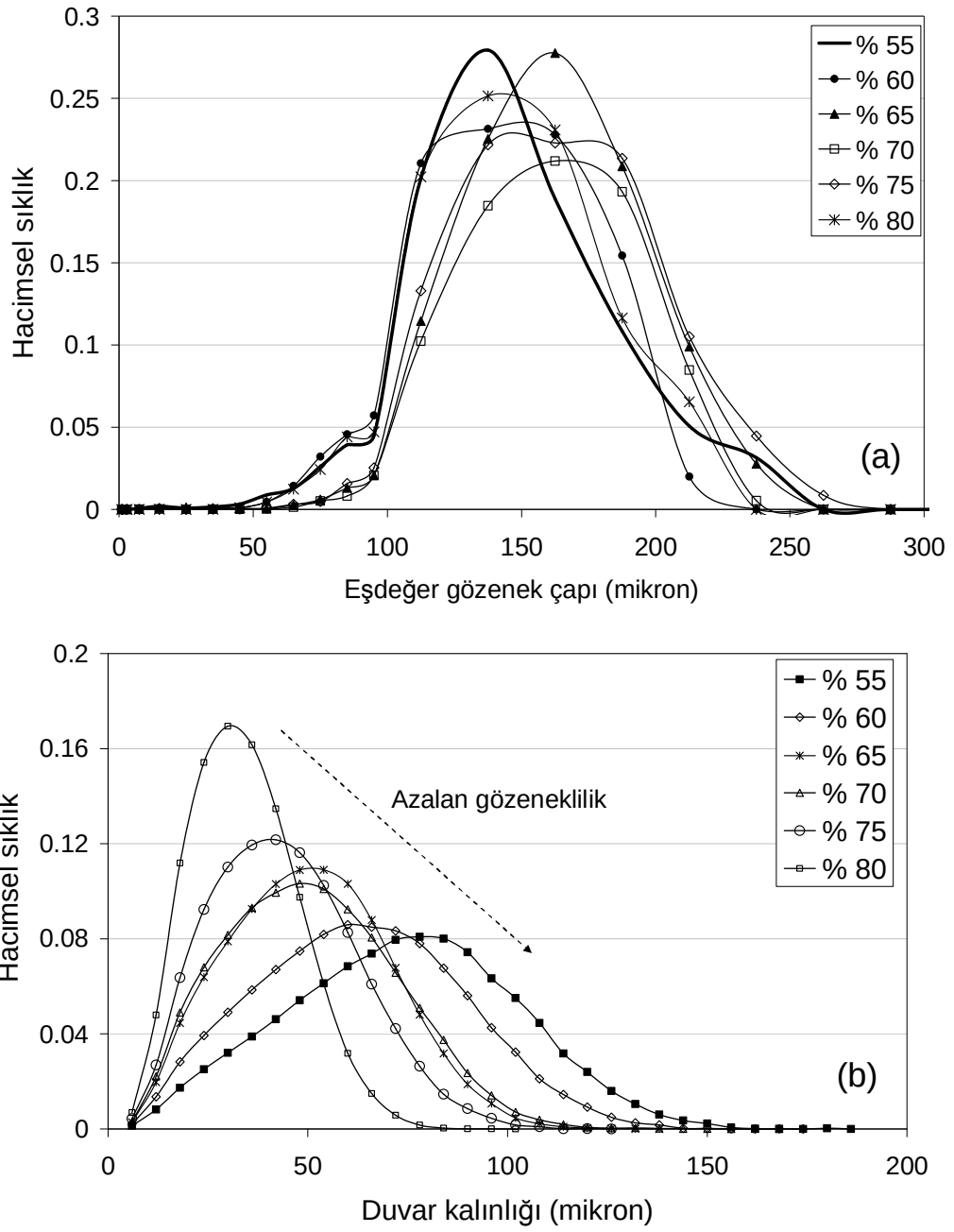


Şekil 8.49. Yığınsal titanyum ve farklı boyutlarda % 70 oranında yer tutucu ile hazırlanan titanyum köpüklerde duvar içi gözenek boyutu dağılımı. (3 μm çözünürlükle elde edilen görüntülerden hesaplanmıştır.)

(c) Mimari Yapı

Gözenek boyut dağılımı deneysel çalışmalar bölümünde açıklandığı gibi birbiri ile bağlantılı olan gözeneklerin kapanmasından sonra etiketleme ve her bir gözeneğin hacmi ölçülerek oluşturulmuştur. Etiketlenerek numaralandırılmış gözeneklerin her birinin hacmine eşit olan kürelerin çapları gözenek boyutu olarak kabul edilmiştir.

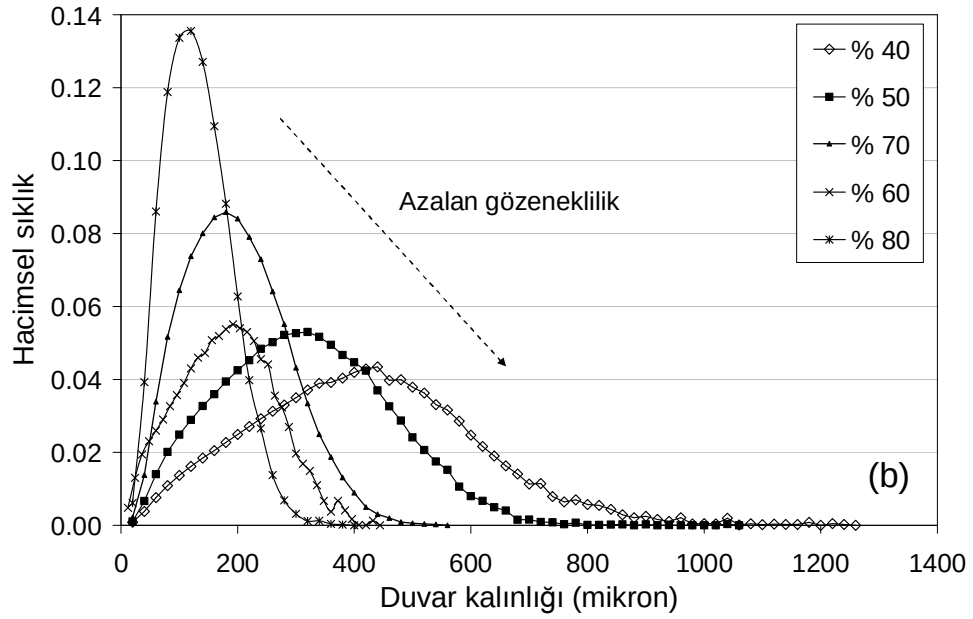
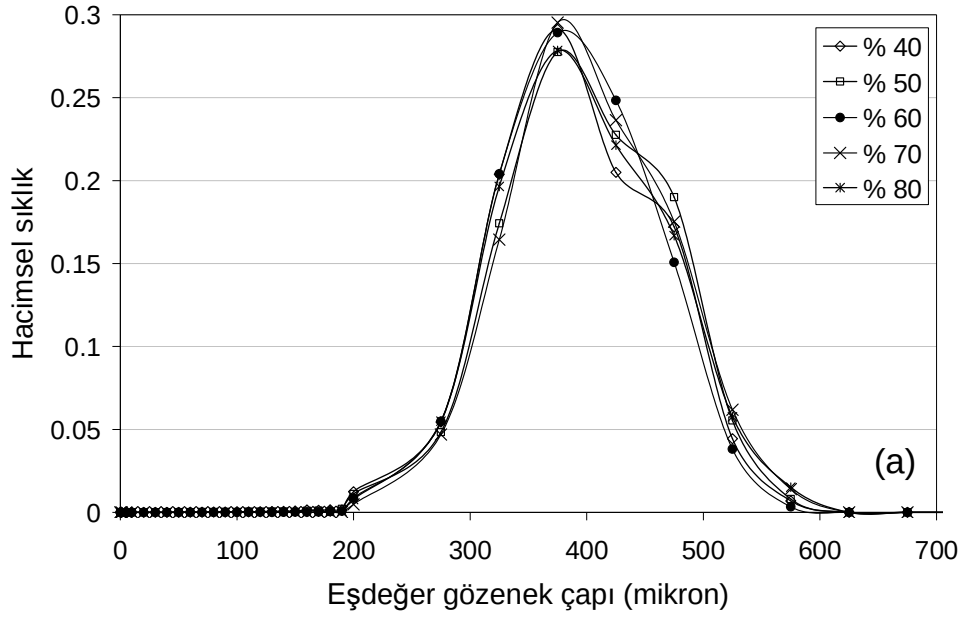
(I) 63-180 μm arasında elenmiş yer tutucular ile üretilmiş titanyum köpüklerde eşdeğer gözenek boyutu ve duvar kalınlığı dağılımı Şekil 8.50’de görülmektedir. Ortalama gözenek boyutunun 140 ile 160 μm arasında değiştiği tespit edilmiştir. Gözenek boyutu dağılımının diğer köpük türlerindeki gibi gözeneklilikten bağımsız olmaması, çok ince yer tutucu parçacıklarının topaklanmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 8.50. 63-180 μm arasında elenmiş köşeli yer tutucular ile üretilen titanyum köpüklerde (C-ang (63-180)) (a) eşdeğer gözenek ve (b) duvar kalınlığı dağılımı

(II) 300-500 μm arasında elenmiş yer tutucular ile üretilmiş titanyum köpüklerde eşdeğer gözenek boyutu ve duvar kalınlığı dağılımı Şekil 8.51’de görülmektedir. Eşdeğer gözenek boyutu 200 ile 600 μm arasında değişmekte olup ortalama gözenek boyutunun 375 μm olduğu ve yer tutucu oranı ile değişmediği

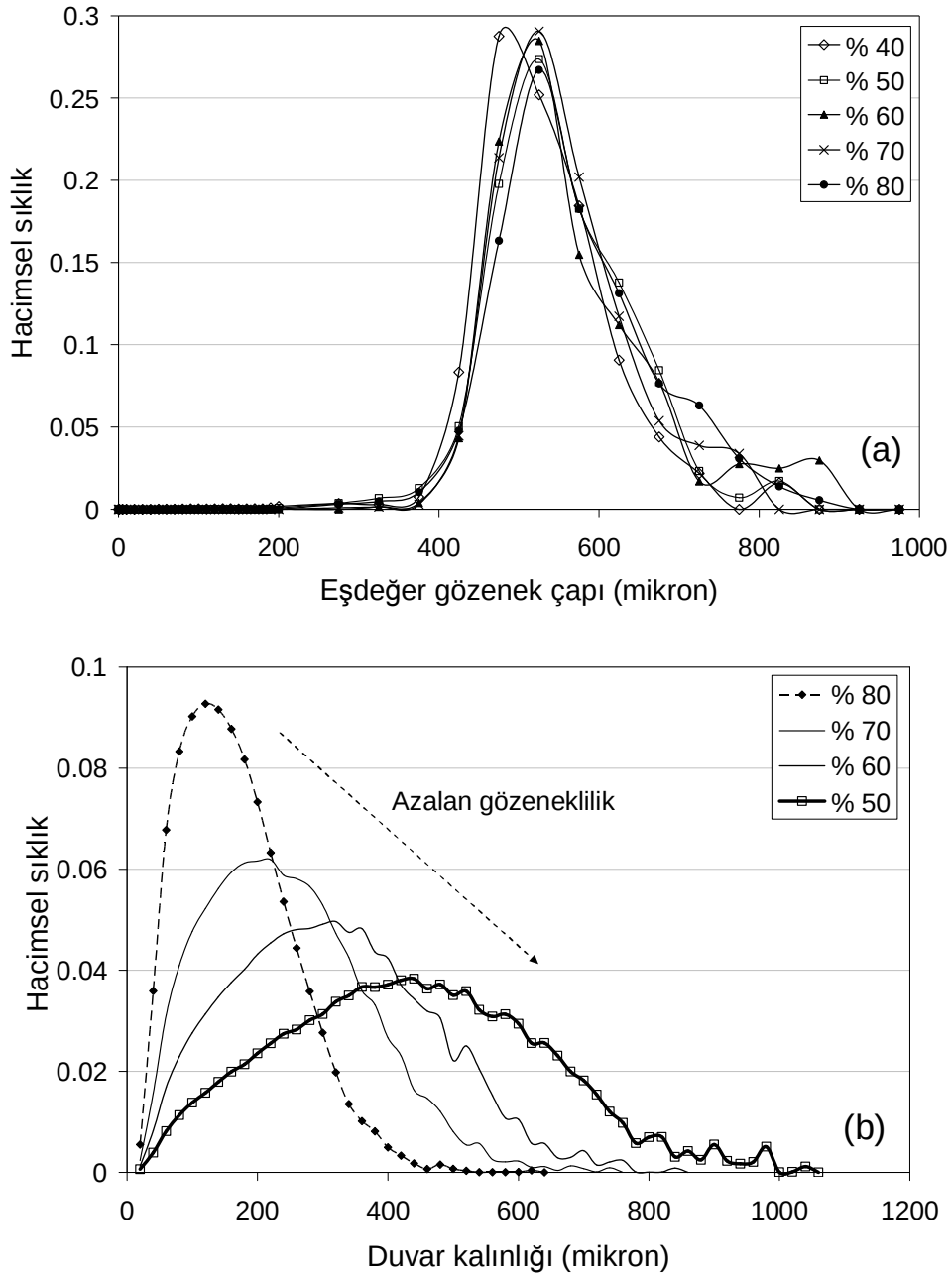
tespit edilmiştir. Kullanılan üre tozlarının elenme aralıkları ile karşılaştırıldığında bu sonucun sağlıklı olduğu söylenebilir.



Şekil 8.51. 300-500 μm arasında elenmiş köşeli yer tutucular ile üretilen titanyum köpüklerde (C-ang (300-500)) (a) eşdeğer gözenek ve (b) duvar kalınlığı dağılımı

(III) 500 μm 'dan büyük köşeli yer tutucular ile üretilmiş titanyum köpüklerde eşdeğer gözenek boyutu ve duvar kalınlığı dağılımı Şekil 8.52'de

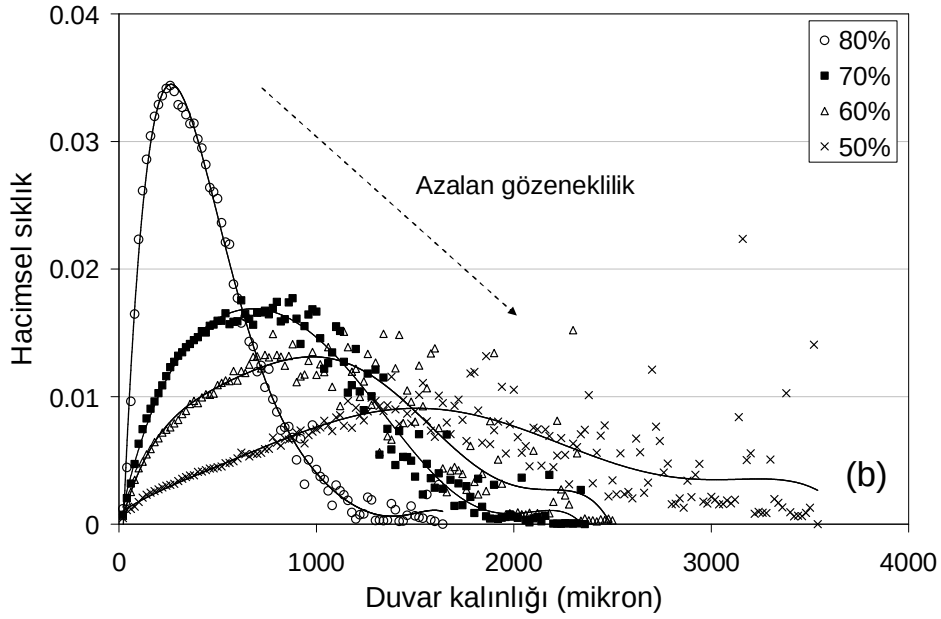
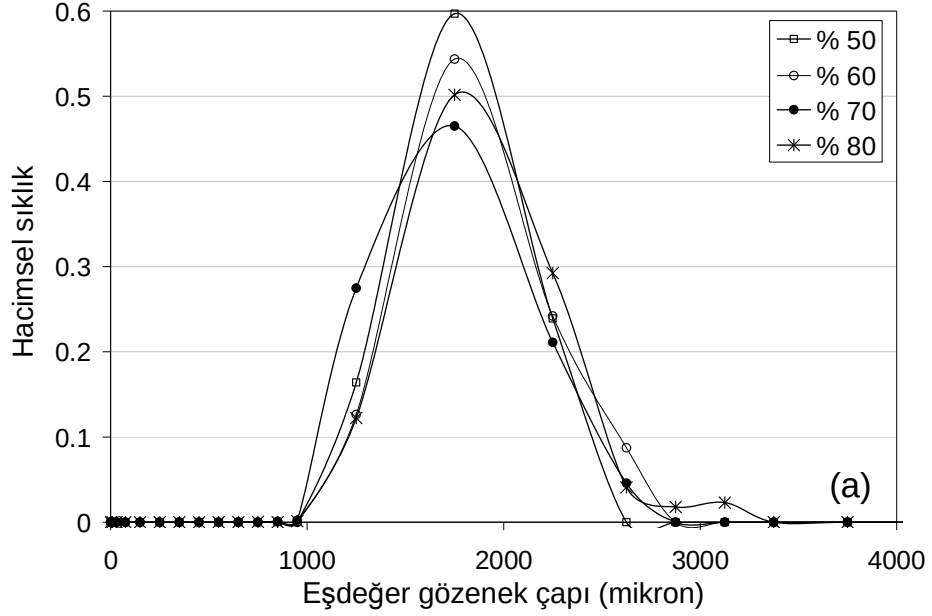
görülmektedir. Ortalama gözenek boyutunun 575 μm olduğu ve yer tutucu oranı ile değişmediği tespit edilmiştir.



Şekil 8.52. 500 μm 'dan büyük boyuttaki köşeli yer tutucular ile üretilen titanyum köpüklerde (C-ang (> 500)) (a) eşdeğer gözenek ve (b) duvar kalınlığı dağılımı

(IV) 700-2000 μm arasında elenmiş yer tutucular ile üretilmiş titanyum köpüklerde eşdeğer gözenek boyutu ve duvar kalınlığı Şekil 8.53'te

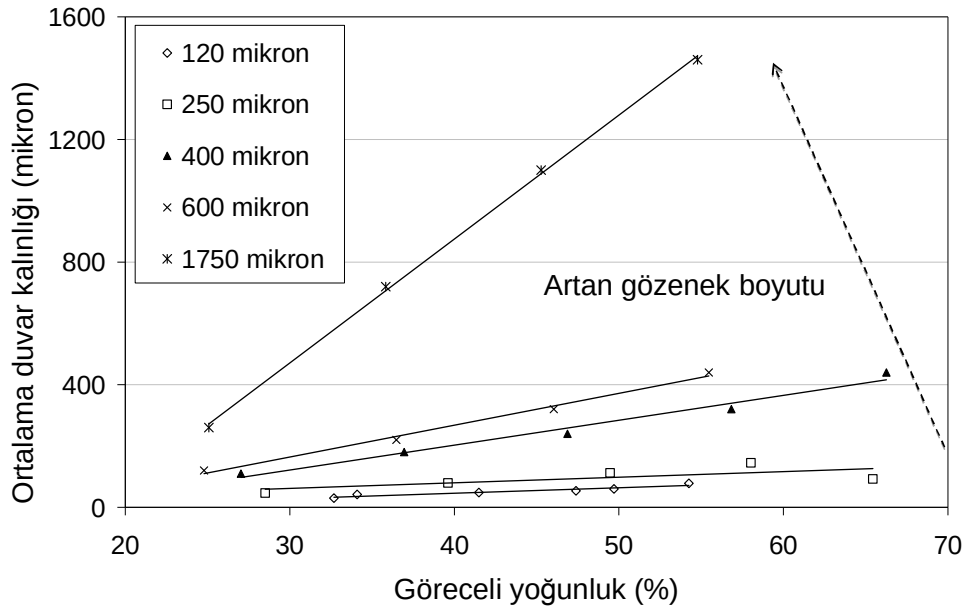
görülmektedir. Eşdeğer gözenek boyutu 1000 ile 3000 μm arasında değişmekte olup ortalama gözenek boyutunun 1750 μm olduğu ve yer tutucu oranı ile değişmediği tespit edilmiştir.



Şekil 8.53. 700 μm 'dan büyük boyuttaki küresel yer tutucular ile üretilen titanyum köpüklerde (C-sph) (a) eşdeğer gözenek ve (b) duvar kalınlığı dağılımı

Şekil 8.50’den Şekil 8.53’e kadar verilen grafikler incelendiğinde bütün köpüklerde göreceli yoğunluk arttıkça gözenek duvar kalınlığı dağılımının genişlediği gözlemlenmektedir. Özellikle kaba küresel gözenekli köpüklerde göreceli yoğunluk (ilave edilen yer tutucu oranı) azaldıkça duvar kalınlık değerlerinin oldukça dağınık olduğu görülmektedir (Şekil 8.53). Bu çalışmada üretilen köpüklerin ortalama gözenek boyutları ve duvar kalınlıkları Çizelge 8.6’da toplu şekilde verilmiştir.

Şekil 8.54’te ise yer tutucu boyutunun duvar kalınlığı ile doğru orantılı olduğu görülmektedir.



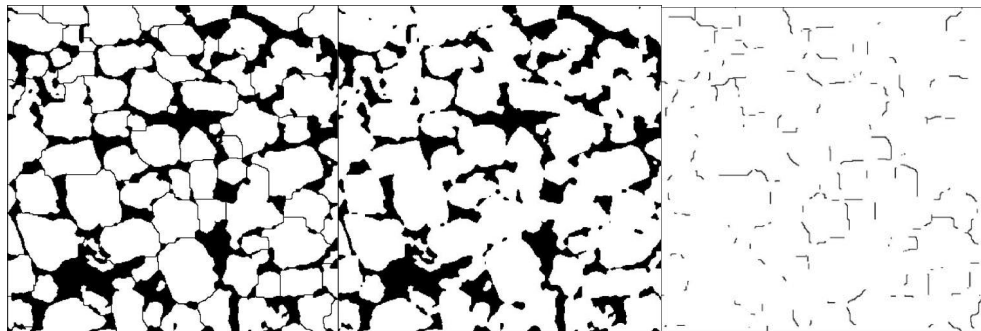
Şekil 8.54. Gözenek boyutu ile ortalama duvar kalınlığı değişimi.

Gözenekler arasındaki pencere derişikliği ile toplam pencere alanı köpük geçirgenliği ve mekanik özellikleri açısından önemli bir yapısal özelliktir [1-3]. Toplam pencere alanı ve pencere derişikliği 3 boyutlu μ -CT görüntüleri işlenerek elde edilebilir. Bunun için ikinci görüntü (Şekil 8.55 (a)) gözenekleri birbirinden ayrılmış olan birincisinden (Şekil 8.55 (a)) çıkarıldığında sadece pencerelerin bulunduğu bir hacim elde edilir (Şekil 8.55 (c)). Pencerelerin bulunduğu hacimde hesaplanan toplam pencere alanı aynı hacimde bulunan (sınırlara temas eden dahil) gözenek sayısına bölündüğünde gözenek başına düşen ortalama pencere alanı elde edilir. Şekil 8.56 birim hacimde bulunan toplam pencere alanını, Şekil

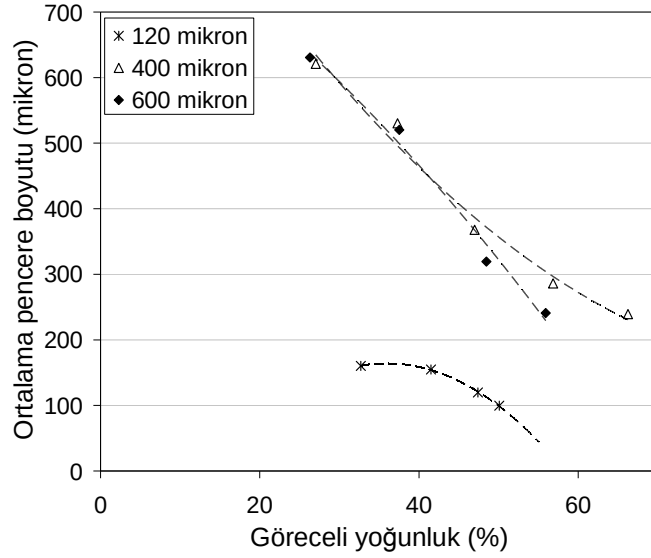
8.57 ise bağlantılılık göstergesinin yer tutucu oranı ve boyutu ile değişimini göstermektedir.

Çizelge 8.6. Farklı aralıklarda elenmiş yer tutucularla üretilmiş köpüklerde yer tutucu oranı ile ortalama gözenek boyutu ve duvar kalınlığı değişimi

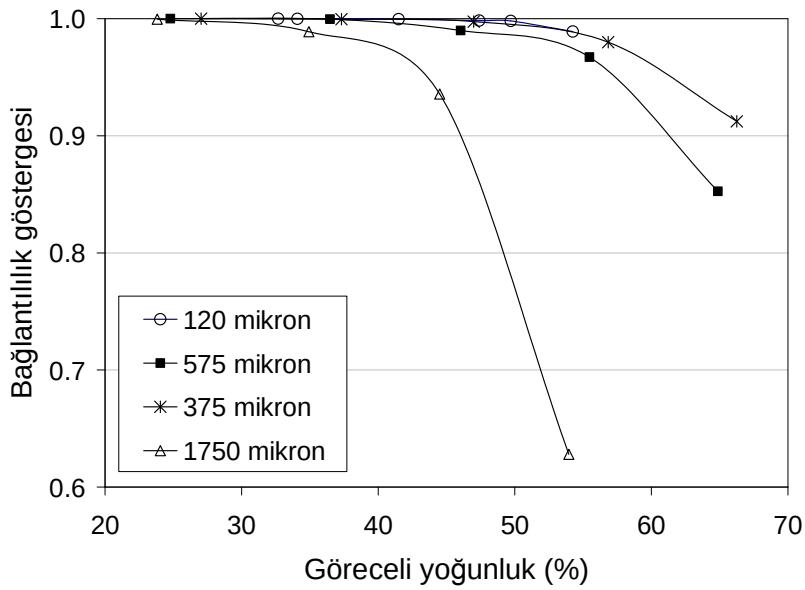
Yer Tutucu Boyutu (μm)	Yer tutucu oranı	Ortalama gözenek boyutu (μm)	Ortalama duvar kalınlığı (μm)
63-180	80	140	30
	75	160	42
	70	160	48
	65	160	54
	60	140	60
	55	140	78
300-500	80	375	110
	70	375	180
	60	375	240
	50	375	320
	40	375	440
> 500	80	575	120
	70	575	220
	60	575	320
	50	575	440
700-2000	80	1750	260
	70	1750	720
	60	1750	1100
	50	1750	1460



Şekil 8.55. (a) Gözenekleri ayrılmamış tomografi kesiti, (b) gözenekleri ayrılmış tomografi kesiti, (c) iki görüntünün birbirinden çıkarılması ile elde edilmiş pencereler



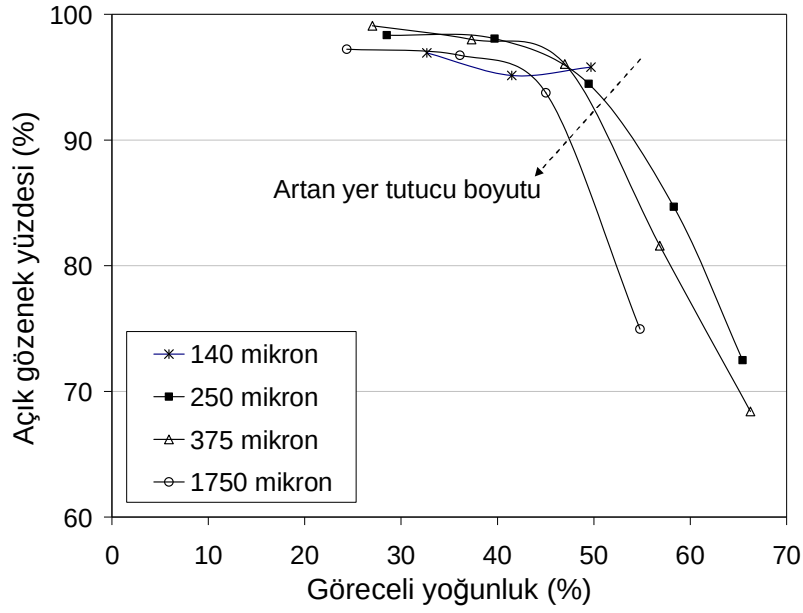
Şekil 8.56. Gözenek boyutu ile gözenekler arasındaki ortalama pencere boyutu değişimi



Şekil 8.57. Üretilen farklı boyuttaki köpüklerin 3 boyutlu mikrotomografi ile ölçülen bağlantılılık göstergesi – göreceli yoğunluk grafiği

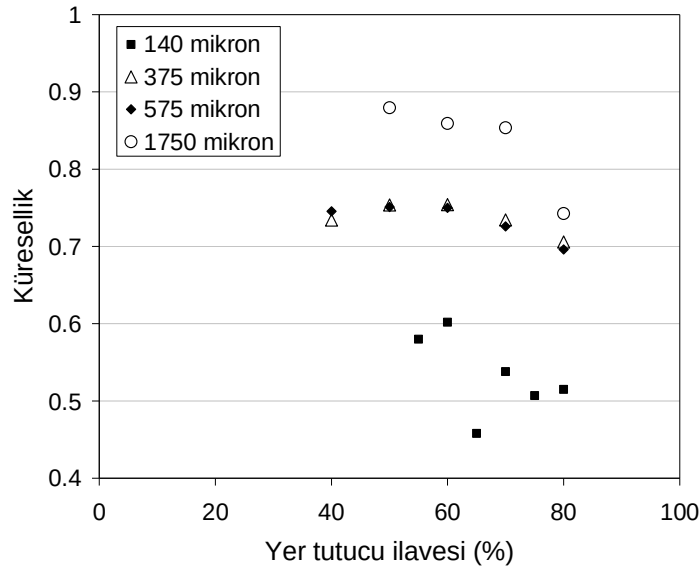
Elde edilen veriler helyum piknometresi sonuçları ile tutarlılık arz etmektedir (Şekil 8.58). Sonuçlardaki bazı farklılıklar iki ölçüm tekniğindeki açık gözeneklilik tanımı farkından ileri gelmektedir. Piknometre, helyum moleküllerinin girebildiği her boşluğu açık gözeneklilik olarak algılarken 3 boyutlu mikrotomografi sonuçları 20 μm çözünürlükte olan görüntüler ile

hesaplanarak elde edilmiştir. Bu bakımdan, daha çok yer tutucunun oluşturduğu makro gözenekleri temel alan bir ölçüm yöntemi olarak kullanılmıştır.



Şekil 8.58. Üretilen farklı boyutta gözeneğe sahip köpüklerin helyum piknometre ile ölçülen açık gözenek yüzdesi – göreceli yoğunluk grafiği

Bu doktora çalışmasında kullanılan yer tutucularla üretilen köpüklerde gözenek boyutu arttıkça elde edilen köpüğün gözenek yüzlerinin pürüzlülüğünün arttığı tespit edilmiştir. Yüzey pürüzlülüğünün görüntü analiz yöntemleri ile ölçülmesi mevcut yazılımlarla mümkün olmadığından gözeneklerin ortalama küreselliği pürüzlülük için bir gösterge olarak kullanılmıştır (Şekil 8.59).

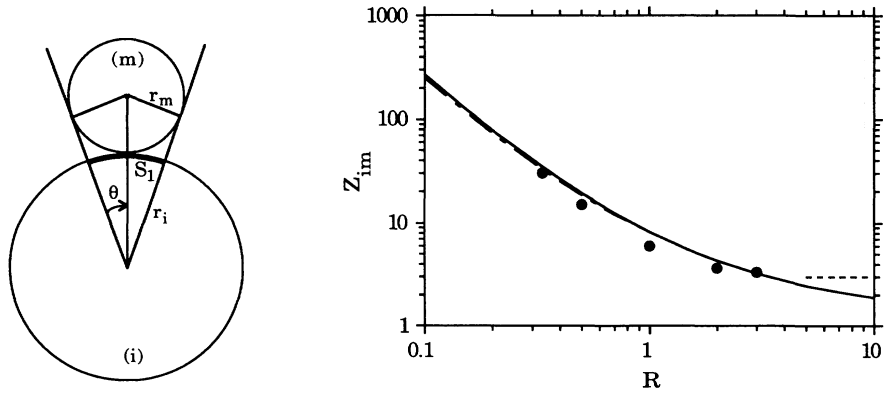


Şekil 8.59. Üretilen farklı boyutta gözeneğe sahip köpüklerde gözeneklerin ortalama küresellik değerlerinin yer tutucu ile miktarı ile değişimi

Özet olarak bu bölümde elde edilen sonuçlar artan yer tutucu boyutu ile;

1. Paketlenmenin veriminin,
2. Çekmenin (sinterlemenin),
3. Duvar yoğunluğunun,
4. Malzemenin sinterleme sırasında kaptığı oksijen miktarının azaldığını,
5. Gözeneklerin birbiri ile bağlantılılığının düştüğü göreceli yoğunluk değerini azalttığını,
6. Duvar sertliğinin azaldığını göstermektedir.

TARTIŞMA: Bouvard ve arkadaşları [88] ikili sistemlerde gelişigüzel paketlenme üzerine yaptıkları çalışmada küresel iki tip toz karışımının yarıçapları oranı ile koordinasyon sayıları arasında bir bağıntı öne sürmüşlerdir. Şekil 8.60'daki şematik gösterime göre geliştirilmiş bu eşitlikler Eşitlik (8.4), (8.5) ve (8.6)'da görülmektedir.



Şekil 8.60. Bouvard'ın (a) iki tane modeli ve (b) tane boyut oranının koordinasyon sayısı ile değişim grafiği [88]

$$Z_{im} = \frac{1.1}{1 - \frac{\sqrt{1+2R}}{1+R}} \quad (8.4)$$

$$R = r_m/r_i \quad (8.5)$$

$$R \ll 1 \Rightarrow Z_{im} = \frac{2.2}{R^2} \quad (8.6)$$

Burada Z_{im} iki toz cinsi arasındaki koordinasyon sayısı, r_m matris toz boyutu ve r_i ikinci tip toz boyutu, R ise matris ile ikinci tip toz boyut oranlarını temsil etmektedir. Matris tozunun ikinci tip toz boyutundan çok daha küçük olduğu durumlarda yüksek bir koordinasyon sayısı elde edilirken, tersi durumda bir matris tozu çevreleyen ikinci tip toz sayısı oldukça düşmektedir.

Laptev ve arkadaşları [20] titanyum tozu-yer tutucu toz arasındaki boyut oranından iki toz arasındaki temas sayısının hesaplanabildiği bir model geliştirmişlerdir.

$$\frac{N_{Ti}}{N_{yt}} = \frac{1-f}{f} \cdot \frac{d_{yt}^3}{d_{Ti}^3} \quad (8.7)$$

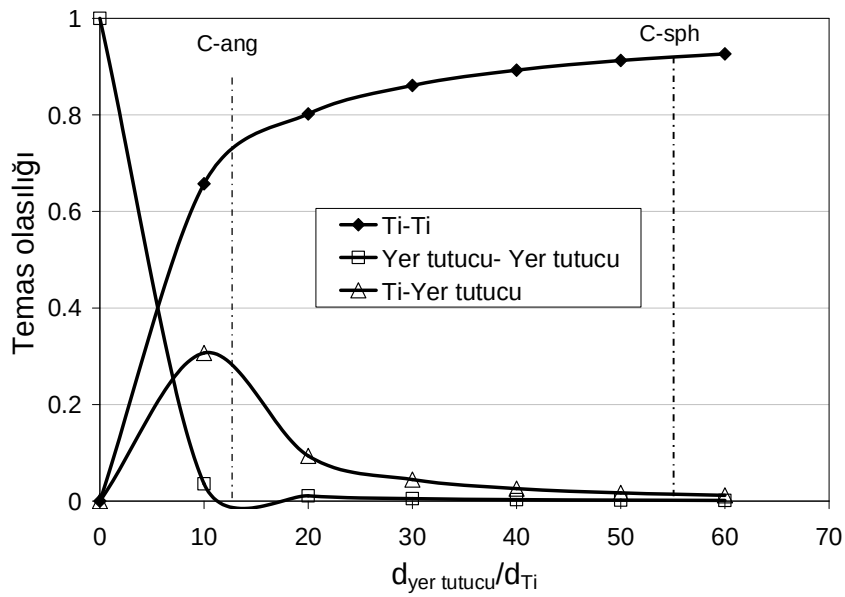
Burada N_{Ti} ve N_{yt} titanyum ve yer tutucu tanecik sayısı, d_{Ti} ve d_{yt} bu tozların karakteristik çapları ve f yer tutucunun yapıda kapladığı hacim kesrini temsil etmektedir.

$$p_{Ti/Ti} = \frac{[(1-f) \cdot d_{sp}]^2}{[(1-f) \cdot d_{sp} + f \cdot d_{Ti}]^2} \quad (8.8)$$

$$p_{sp/sp} = \frac{(f \cdot d_{Ti})^2}{[(1-f) \cdot d_{sp} + f \cdot d_{Ti}]^2} \quad (8.9)$$

$$p_{Ti/sp} = \frac{2(1-f) \cdot f \cdot d_{sp} \cdot d_{Ti}}{[(1-f) \cdot d_{sp} + f \cdot d_{Ti}]^2} \quad (8.10)$$

Burada $p_{Ti/Ti}$, $p_{sp/sp}$, $p_{Ti/sp}$, f , d_{sp} , d_{Ti} sırasıyla titanyum-titanyum tanecik teması olasılığı, yer tutucu-yer tutucu tanecik teması olasılığı, titanyum-yer tutucu tanecik teması olasılığı, yer tutucu kesri, yer tutucu toz boyutu ve titanyum toz boyutudur. Bu eşitliklere göre çizilen grafik yer tutucu boyutu arttıkça titanyum-titanyum teması olasılığının artacağını göstermektedir. Şekil 8.61, bu çalışmada kullanılan titanyum ve hacimce % 70 yer tutucu içeren toz karışımında Laptev'in olasılık kuramına göre çizilmiş temas olasılığı grafiğini göstermektedir.



Şekil 8.61. Titanyum - hac. % 70 yer tutucu içeren toz karışımında yer tutucu boyutu ile değişen temas olasılıkları [20].

Laptev ve arkadaşları bu kuramsal çalışmalarını amonyum hidrojen karbonat (AHC) ve titanyum tozlarının paketlenme çalışması ile tamamlamış, kullanılan AHC boyutu arttıkça aynı paketlenme yoğunluğuna ulaşmak için gerekli presleme basıncının da arttığını bildirmişlerdir.

Slamovich ve Lange [89] 1 μm 'luk topaklanmış zirkonya toz paketine 0.5, 1 ve 2 μm boyutunda polistiren küreler yerleştirip daha sonra bunları yüksek

sıcaklıkta uzaklaştırarak gözenekler oluşturmuş ve bu gözeneklerin varlığının sinterlemeye olan etkisini incelemişlerdir. Bu çalışma sonucunda yoğunlaşmanın artan gözenek boyutu ile azaldığını gözlemlemişlerdir. Ayrıca daha yüksek gözenekliliğe sahip olan malzemenin daha hızlı yoğunlaştığını bildirmiş, bunu da kütle taşınımı için daha kısa mesafelerin bulunmasına bağlamışlardır. Bouvard, Laptev ve Salmovich'in çalışmalarında varılan sonuçlar doktora tezinin bu bölümünde elde edilen sonuçlarla örtüşmektedir.

Sinterlenme sırasında özgül yüzey alanının azalmasından kaynaklanan enerji düşüşünün (ΔE) bir kısmının yeni tane sınırı oluşumuna harcanan enerjiden ileri geldiği bilinmektedir (γ_{gb}). Bu durum sinterleme itici gücünün sadece özgül yüzey alanındaki değişim göz önüne alınarak hesaplanan değerinden daha düşük bir değer olacağı anlamına gelir (γ_{sv}) [85].

$$\Delta E = \gamma_{sv} \Delta A_{sv} + \gamma_{gb} \Delta A_{gb} \quad (8.11)$$

Burada ΔA_{sv} sinterleme sırasında serbest yüzey alanı azaldığından eksidir. Titanyum toz paketinde sinterleme öncesi giderilecek yer tutucu ilavesi ile makro gözenekler oluşturulduğunda titanyum-titanyum temas sayısı azalır. Bu da toplam tane sınırı sayısının (ΔA_{gb}) azalması, ve katı-gaz arayüz alanının artması anlamına gelir (ΔA_{sv}). Bu durum Eşitlik (8.11)'e göre toplam enerji değişiminin daha eksi olmasını, yani sinterleme için itici gücün daha yüksek olmasını sağlar. Artan yer tutucu boyutu ile birlikte artan titanyum-titanyum temas sayısı ise toplam tane sınırı alanında bir azalmaya sebep olur. Bu da Eşitlik (8.11)'deki artı ifadenin daha baskın olması ve böylelikle sinterleme için itici gücün azalması demektir.

Titanyum toz paketi (Ti), titanyum tozları ile kaba yer tutucu toz karışımı (S_c) ve titanyum tozları ile ince yer tutucu toz karışımı (S_f) arasında katı-gaz arayüz alanı (Eşitlik (8.12)) ve toplam tane sınırı alanı (Eşitlik (8.13)) ilişkisi kurulduğunda yer tutucu ilavesi ve azalan yer tutucu boyutunun ΔE ifadesini daha eksi yapmak sureti ile sinterlemeyi iyileştirdiğini görmek kolaylaşır.

$$A_{gb}(Ti) > A_{gb}(Ti + S_c) > A_{gb}(Ti + S_f) \quad (8.12)$$

$$A_{sv}(Ti) < A_{sv}(Ti + S_c) < A_{sv}(Ti + S_f) \quad (8.13)$$

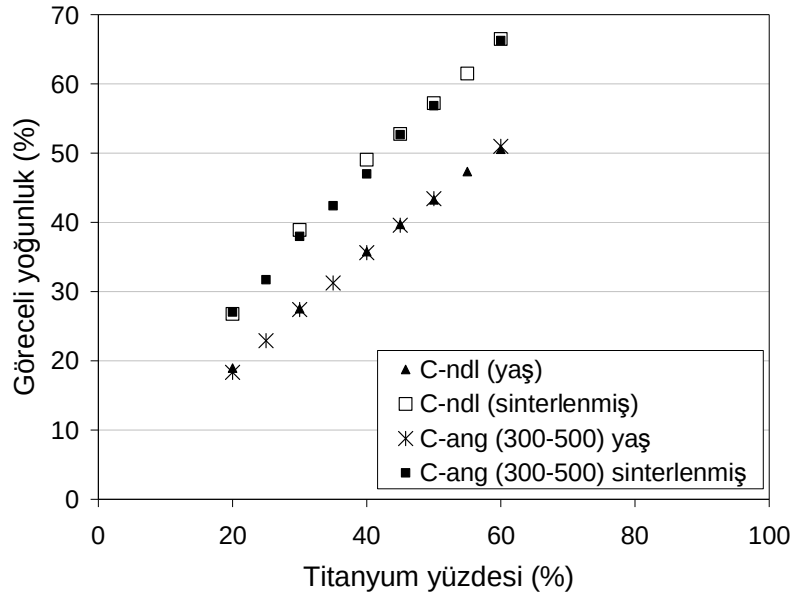
8.3.4. Yer tutucu şekli

HİPOTEZ: Gözeneklerin değişen boy/en oranının üretilen köpüğün duvar şekli ve kalınlığını, plato sınırındaki malzeme miktarını (ϕ) ve gözeneklerin bağlantılılık göstergesini dolayısıyla basma kuvvetlerinin uygulanması sırasında çökme mekanizmasını etkileyebileceği düşünülmüştür. Gözeneklerin boy/en oranı arttığında basma kuvvetlerinin yoğunlaştığı bölgelerin artması ve mukavemetin düşmesi öngörülmüştür.

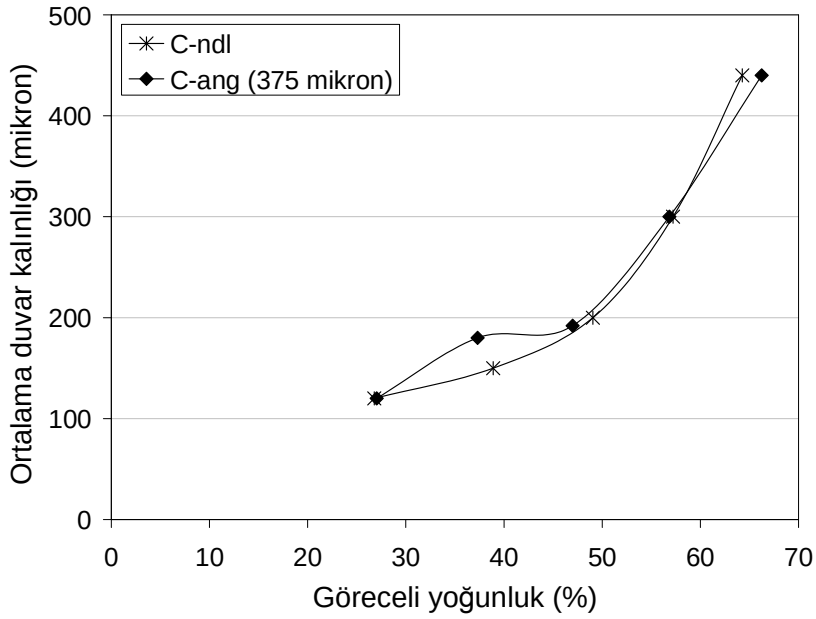
SONUÇLAR VE TARTIŞMA: Bu bölümde iğnesel, küresel ve köşeli yer tutucularla üretilen titanyum köpüklerin süreç ve yapısal özellikleri karşılaştırılacaktır. Bu doktora çalışmasında farklı boyut aralıklarında elenen birden çok köşeli yer tutucu kullanıldığından gözenek hacimleri, paketlenme, çekme ve özgül yüzey alanı açısından iğnesel gözenek hacimlerine eşlenik olan 300-500 μm arasında elenmiş köşeli yer tutucular kıyaslamaya dahil edilmiştir.

(a) Paketleme ve Sinterleme

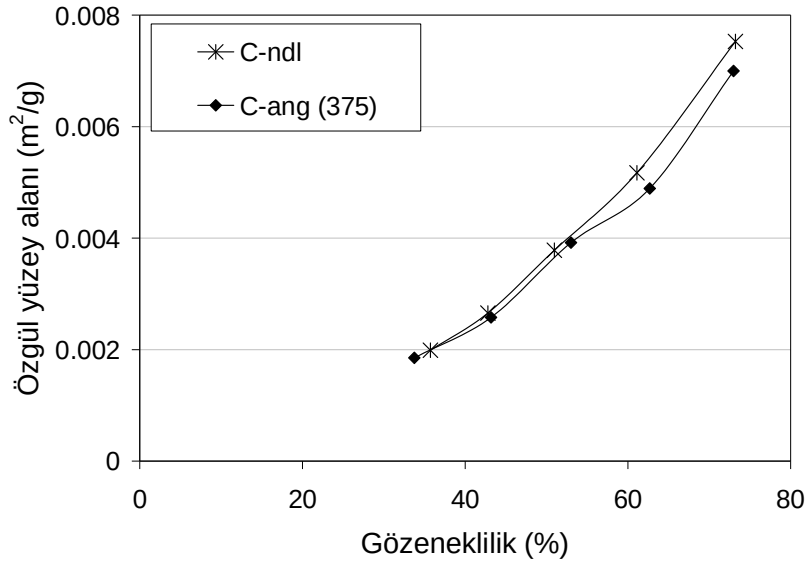
İğnesel ve köşeli (300-500 μm) köpüklerin yapısal özelliklerine bakıldığında paketlenme ve sinterlenme özelliklerinin incelenen göreceli yoğunluk aralığında (% 25 - % 70) aynı olduğu görülmektedir (Şekil 8.62). Ayrıca bu aralıkta gözenek duvar kalınlık dağılımları ve özgül yüzey alanları da birbirleri ile aynıdır (Şekil 8.63 ve 64).



Şekil 8.62. Köşeli (C-ang) ve iğnesel (C-ndl) gözenekli titanyum köpüklerin sinterleme öncesi ve sonrası göreceli yoğunlukları



Şekil 8.63. Köşeli (C-ang) ve iğnesel (C-ndl) gözenekli titanyum köpüklerin farklı göreceli yoğunluklardaki ortalama duvar kalınlıkları

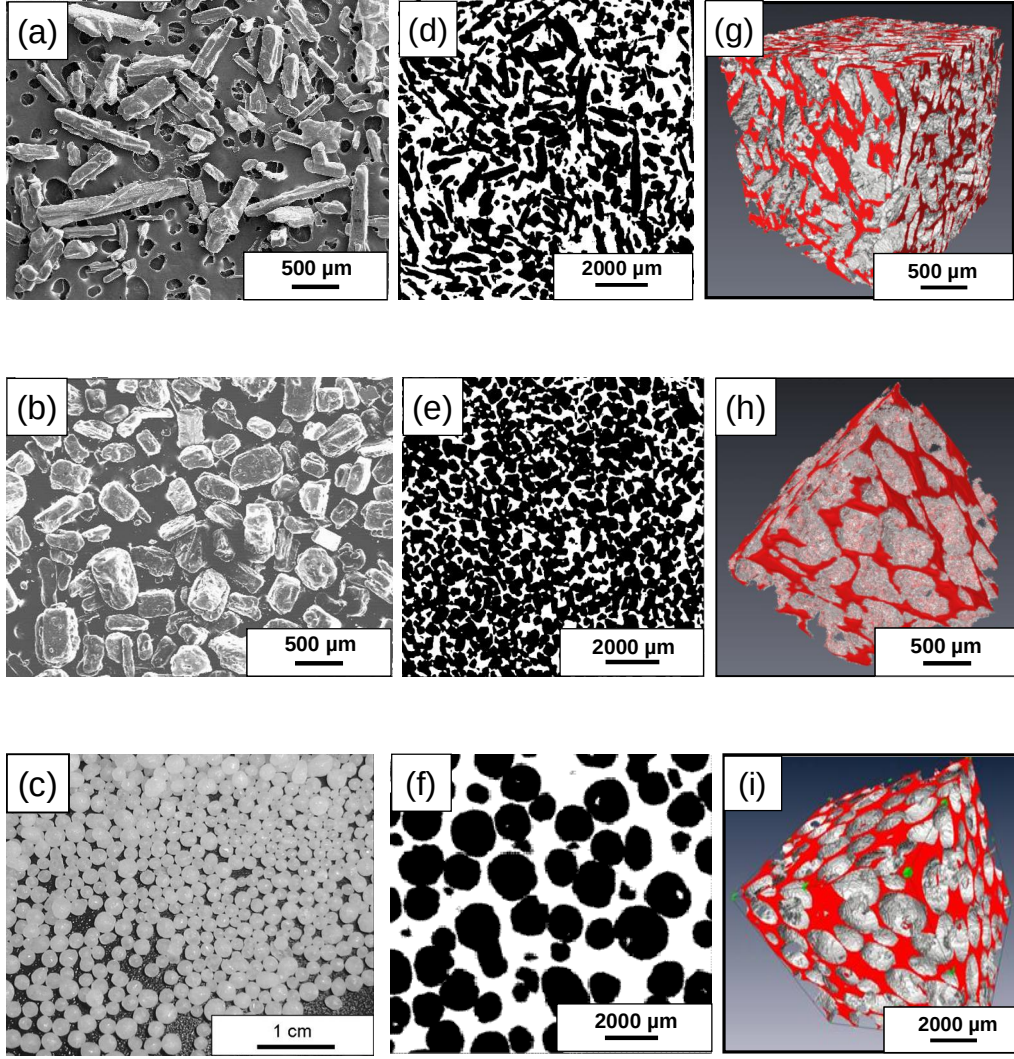


Şekil 8.64. Köşeli (C-ang) ve iğnesel (C-ndl) gözenekli titanyum köpüklerin farklı göreceli yoğunluklardaki özgül yüzey alanları

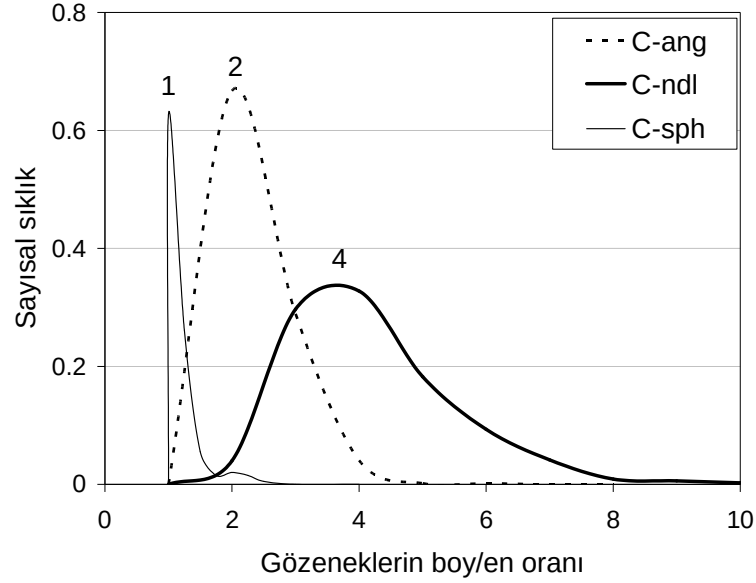
(c) Mimari Yapı

Şekil 8.65'te farklı şekillerdeki yer tutucuların optik ve taramalı elektron mikroskobu görüntüleri (a, b, c), bu yer tutucularla elde edilen titanyum köpüklerin tomografi kesitleri (d, e, f) ve görüntüleri (g, h, i) görülmektedir.

Şekil 8.66'da ise gözeneklerin boy/en oranlarının dağılımı görülmektedir. Geniş bir boy/en oranı dağılımına sahip iğnesel gözenekli köpüklerin ortalama boy/en oranları 4'tür. Köşeli gözeneklerin ortalama boy/en oranları 2 iken küresel gözeneklerin boy/en oran dağılımları oldukça dar ve ortalaması 1'dir.



Şekil 8.65. (a) İğnesel, (b) köşeli ve (c) küresel yer tutucu tozların SEM görüntüleri, bu yer tutucularla üretilmiş köpüklerin tomografi kesitleri (d, e ve f) ve 3 boyutlu görüntüleri (g, h ve i)

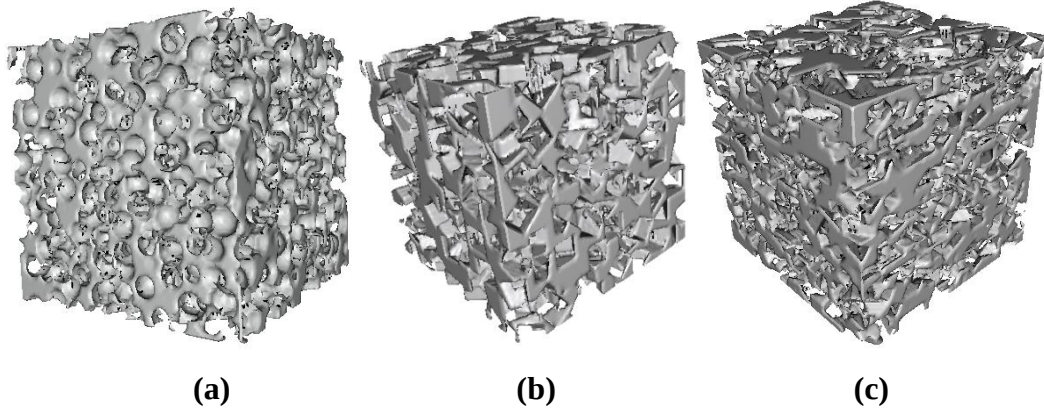


Şekil 8.66. Küresel (C-sph), köşeli (C-ang) ve iğnesel (C-ndl) yer tutucularla üretilen köpüklerde gözeneklerin boy/en oranlarının sayısal dağılımı

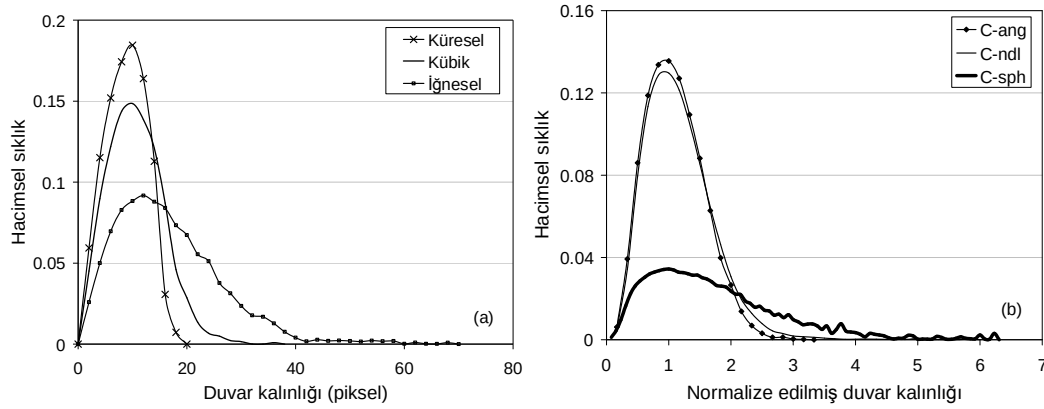
Gözenek şeklinin köpük mimarisine etkisinin araştırılması kapsamında yapılan çalışmalarda küresel yer tutucuların köşeli ve iğnesel yer tutuculara kıyasla oldukça kaba olması duvar kalınlığı dağılımı, gözenek bağlantılılığı gibi mimari özellikleri etkileyeceği düşünülmüştür. Gözenek şekillerinin köpük mimarisi üzerindeki etkisinin daha sağlıklı (gözenek boyutu etkisi olmaksızın) incelenmesi amacıyla Image J programı ve INP Grenoble laboratuvarlarında geliştirilen algoritmalar yardımıyla aynı boyutlarda fakat farklı şekillerde gözenekler içeren hayali köpükler oluşturulmuş ve mimari özellikleri incelenmiştir. Hayali köpükler yarıçapı 10 piksel olan küresel gözenekli köpükler, kenar uzunluğu 10 piksel olan kübik gözenekli köpükler ve 10 x 10 x 40 piksel boyutlarında gözeneklere sahip iğnesel gözenekli köpükler olmak üzere üç farklı tipte oluşturulmuştur (Şekil 8.67).

Şekil 8.68 (a)'da elde edilen veriler, en geniş duvar kalınlık dağılımlarının küresel gözenekli köpüklerde elde edildiğini göstermektedir. Ancak Şekil 8.67'de görülen farklı şekillere sahip üç hayali köpüğün duvar kalınlık dağılımları incelendiğinde (Şekil 8.68 (b)) en simetrik ve dar duvar kalınlığı dağılımının küresel gözenekli köpüklerde ölçüldüğü görülmektedir. Üretilen hayali köpüklerle elde edilen veriler deneysel sonuçlarla karşılaştırıldığında C-sph (küresel)

köpüklerinde gözlenen geniş duvar kalınlık dağılımının kullanılan yer tutucu boyutu dağılımından ileri geldiğini ortaya koymaktadır.



Şekil 8.67. % 29 göreceli yoğunluğa sahip (a) küresel, (b) köşeli ve (c) iğnesel gözeneklere sahip hayali köpüklerin üç boyutlu görüntüleri

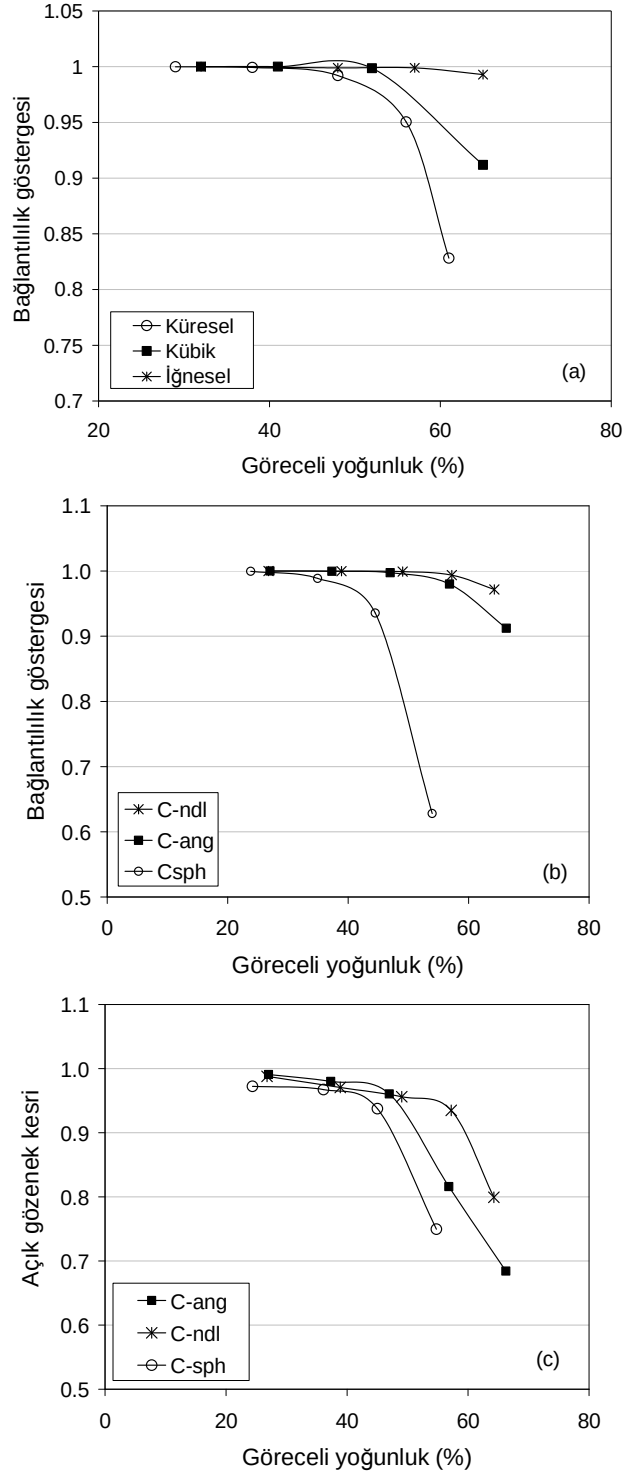


Şekil 8.68. (a) Her üçü de 10 piksel kesit boyutunda olan ve % 29 göreceli yoğunluğa sahip köşeli, küresel ve iğnesel gözenekli üç model köpüğün gözenek duvar kalınlığı dağılım grafiği ve (b) Aynı göreceli yoğunlukta üç farklı şekilde gözeneğe sahip olan köpüklerde normalize edilmiş duvar kalınlık dağılımları

Üretilen farklı gözenek yapısındaki titanyum köpüklerin açık-kapalı gözenek oranı 3 boyutlu mikrotomografi ölçümleri ile model köpüklerde (Şekil 8.69 (a)), gerçek numunelerde (Şekil 8.69 (b)) ve helyum piknometresi ile yine gerçek numunelerde belirlenmiştir (Şekil 8.69 (c)). Mikrotomografi görüntülerinde bağlantılılık göstergesi birbirleri ile bağlantılı olan gözeneklerin

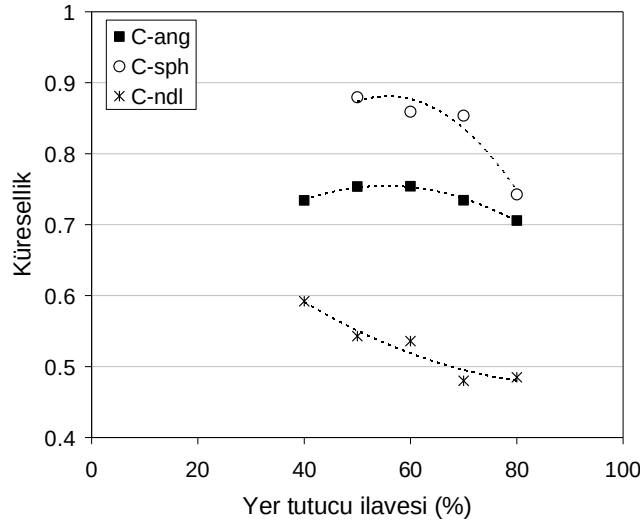
hacminin toplam gözenek hacmine oranı olarak tanımlanmıştır. Üç boyutlu mikrotomografi sonuçlarında C-sph dışındaki köpüklerde % 50 göreceli yoğunluktan düşük yoğunluklarda gözeneklerin neredeyse tümü birbirleri ile bağlantılı görülmektedir. % 50'den yüksek yoğunluklarda ise bağlantılılık göstergesinde hızlı bir düşüş görülmektedir. Bağlantılılık indisindeki düşüş C-sph köpüklerinde daha etken görülmektedir. Bunun sebebi bu numunelerde gözeneklerin büyük ve küresel olmalıdır. Aspekt oranı 1'e yaklaştıkça perkolasyon eşiğinin yükseldiği bilinmektedir. Göreceli yoğunluk artışı ile bağlantılılık indisindeki düşüşün en az olduğu köpük çeşidinin iğnesel gözenekli köpükler (C-ndl) olması bu bakımdan şaşırtıcı olmamıştır (Şekil 8.69 (b)).

Elde edilen veriler helyum piknometresi sonuçları ile tutarlılık arz etmektedir (Şekil 8.69 (b)). Sonuçlardaki bazı farklılıklar bir önceki bölümde bahsedildiği gibi iki ölçüm tekniğinin farklı olmasından ileri gelmektedir.



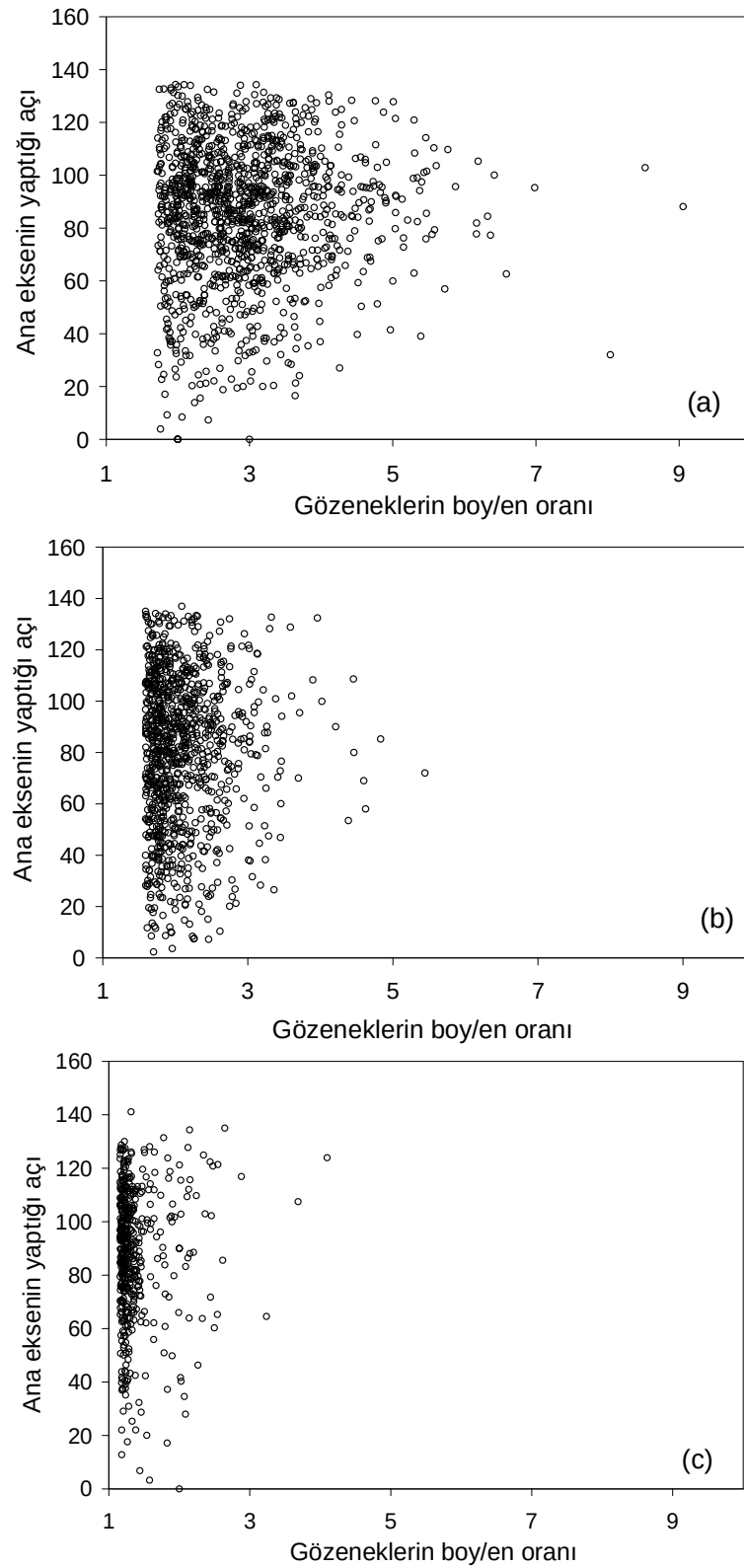
Şekil 8.69. (a) Her üçü de 10 piksel kesit boyutunda olan köşeli, küresel ve iğnesel gözenekli üç model köpüğün bağlantılilik göstergesi-göreceli yoğunluk grafiği, (b) üç farklı şekilde gözeneğe sahip köpüklerin μ -CT (10 μ m çözünürlük) ile elde edilmiş bağlantılilik göstergesi ve (c) helyum piknometre ile elde edilmiş açık gözenek oranı grafikleri

Farklı şekilde gözeneklere sahip köpüklerde gözeneklerin ortalama küresellik katsayıları Şekil 8.70’de verilmiştir. Bütün köpüklerde artan yer tutucu ilavesi (gözeneklilik) ile ortalama küreselliğin düştüğü gözlenmektedir. Bu durum artan gözeneklilikle birlikte birleşerek bozulan gözenek şekline bağlanabilir.



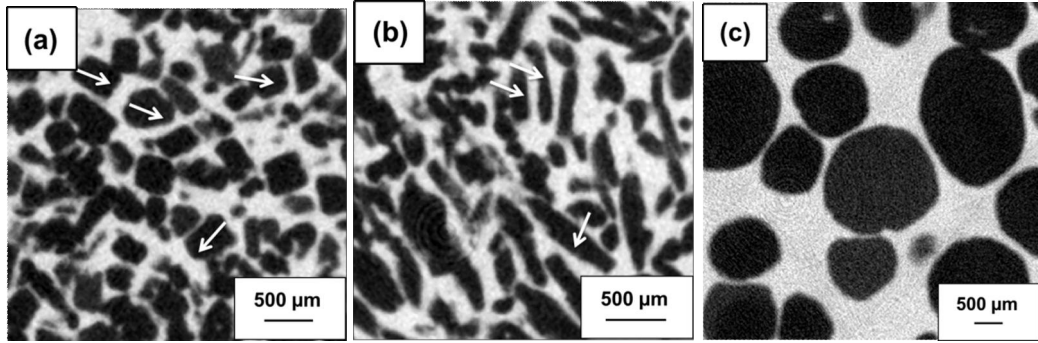
Şekil 8.70. (a) Üç farklı şekilde gözeneğe sahip köpüklerin μ -CT (10 μ m çözünürlük) ile elde edilmiş ortalama küresellik değerlerinin yer tutucu ilavesi ile değişimi

Gözenek yönlenmesi: Özellikle iğnesel yer tutucuların kullanımı köpükte gözenek yönlenmesi olma ihtimalini akla getirmektedir. Gözenek yönlenmesinin hesaplanması için izlenen yol şöyledir: Her bir gözenek kendisiyle aynı eylemsizlik tensörüne sahip bir elipsoid ile temsil edilmiştir. Ana eksenin yönü ve büyüklüğü bu tensörün Eigen değerli dağılımı hesaplanarak ortaya çıkarılmıştır. Eigen değerli dağılım sonuçları daha sonra arccos değerleri alınarak basma eksenine ile gözenek en uzun eksen arasındaki açıya dönüştürülmüştür. Örneğin, 90 derece hizasındaki noktalar presleme ve basma yönüne dik şekilde yönlenmiş gözenekleri temsil etmektedir. Şekil 8.71 incelendiğinde üç farklı gözenek şekline köpüğün hiçbirinde belirgin yönlenme gözlenmemiştir. Ancak iğnesel gözenekli köpüklerde presleme ve basma eksenine dik yönlenmiş yüksek boy/en oranına sahip gözeneklerin basma davranışını etkileyebileceği düşünülmektedir (Şekil 8.71 (a)).

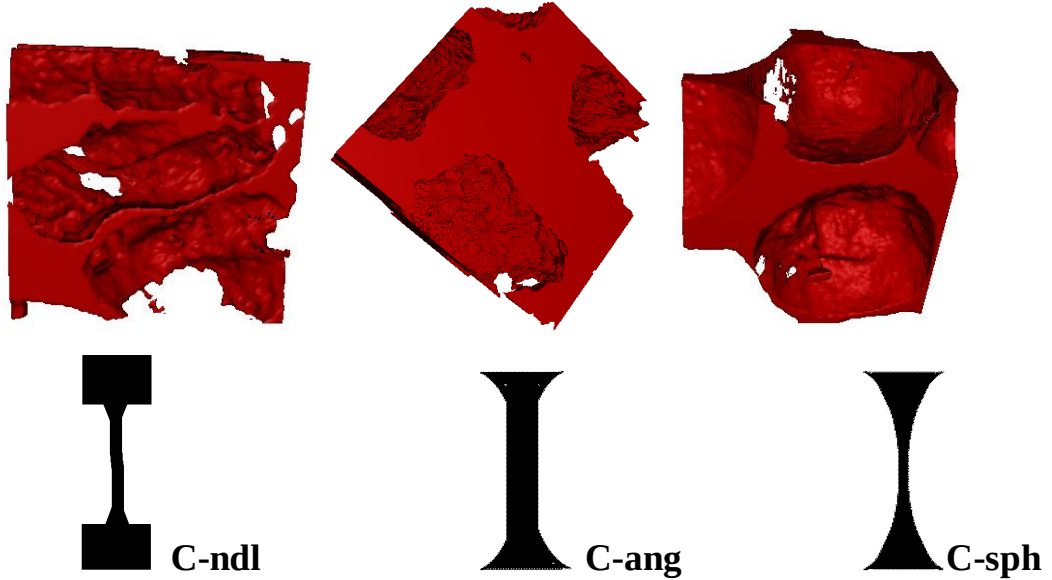


Şekil 8.71. (a) İğnesel, (b) köşeli ve (c) küresel gözeneklere sahip köpüklerde her bir gözeneğe eşdeğer elipsoidin yönlenmesi ve boy/en oranı ilişkisi. Bu sonuçların her biri 350 mm³ hacimde hesaplanmıştır.

Üretilen köpüklerde duvar kalınlıklarının Gibson ve Ashby'nin birim hücresinde gösterildiği gibi sabit olmadığı, yer tutucu şekline bağlı olarak üç farklı duvar yapısı bulunduğu gözlenmiştir (Şekil 8.72). Köşeli yer tutucularla üretilen köpüklerde gözenek duvarları daha kısa ve diğerlerine kıyasla duvar boyunca sabit kalınlığa sahiptir. İğnesel yer tutucularda ise gözenek duvarları daha uzundur. Küresel yer tutucularla üretilmiş köpüklerde gözenek duvar kalınlığının duvar boyunca sabit olmadığı gözlenmektedir. Şekil 8.73'te bu çalışmada üretilen köpüklerde rastlanan üç farklı duvar tipi 3 μm çözünürlükle elde edilmiş 3 boyutlu görüntüler ve şematik çizimlerle gösterilmektedir.

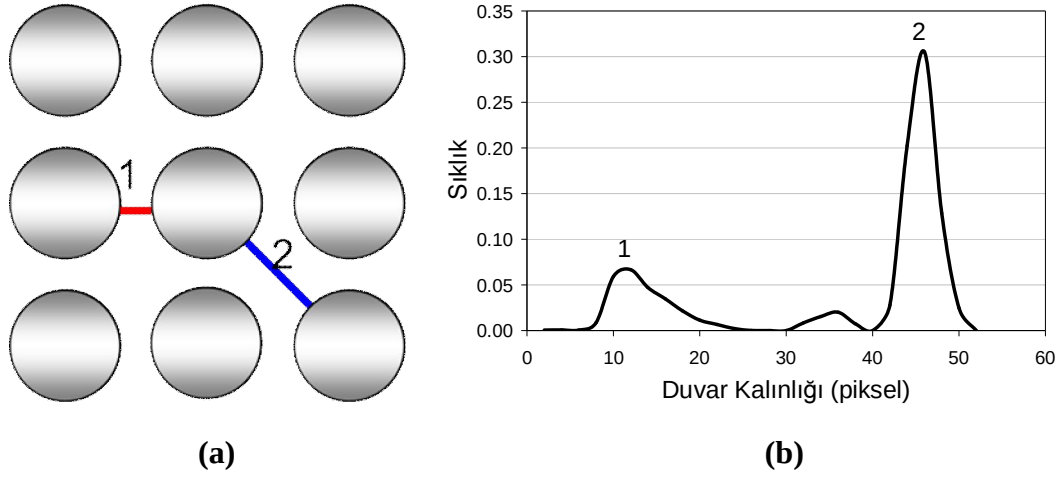


Şekil 8.72. (a) Köşeli, (b) iğnesel ve (c) küresel gözeneklere sahip köpüklerin duvar yapılarını gösteren tomografi kesitleri



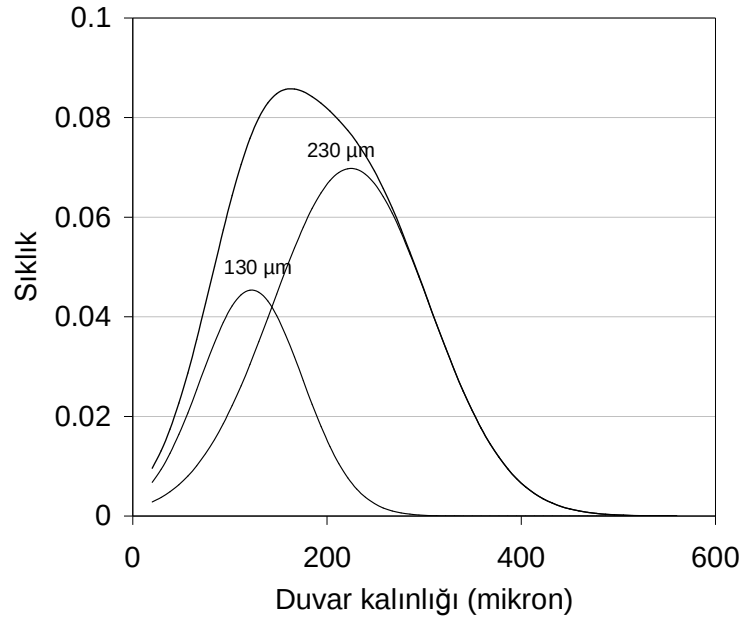
Şekil 8.73. Üç farklı şekilde gözeneğe sahip olan köpüklerde tespit edilen duvar şekilleri

Plato sınırındaki malzeme oranı: Şekil 8.74'teki şematik kübik dizilimin 3 boyutlu hale getirilmesinden sonra yapılan ölçümde 2 adet duvar kalınlığı ailesi görülmektedir: İlk aile Şekil 7.74(a)'da 1 numara ile gösterilen ve ortalama 10 piksel kalınlığa sahip olan duvar ailesi, diğeri ise 2 numaralı eğimli çizgi ile gösterilen ortalama 50 piksel kalınlığa sahip olan duvar ailesidir.



Şekil 8.74. (a) Örnek kübik gözenek dizilimi, (b) Bu gözenek dizilimine sahip 3 boyutlu köpüğün granülometri ile hesaplanan gözenek duvar kalınlık dağılımı

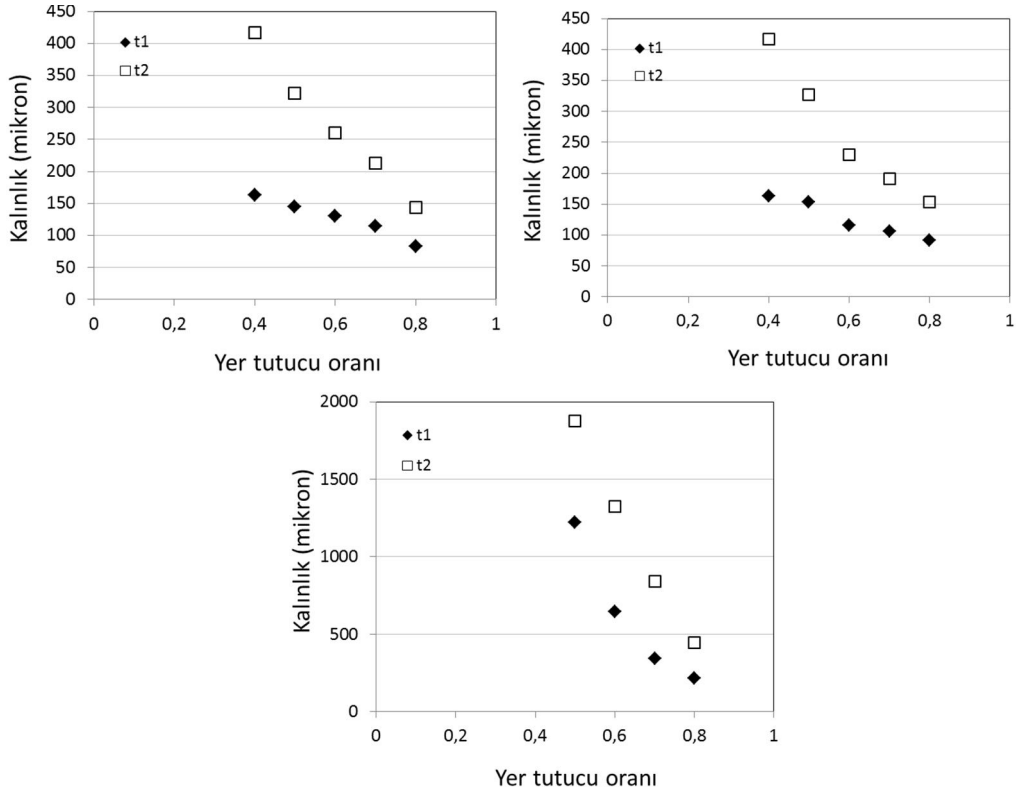
Gerçek köpük numunelerinin simetrik olmayan duvar kalınlık dağılımları da bu şekilde iki gruba bölünebilir (Şekil 8.75). Örneğin, aşağıdaki grafikte görüntü analizi sonucu elde edilmiş kalın çizgi ile gösterilen dağılım ikiye bölündüğünde ince duvar ailesinin ortalama kalınlığının 130 μm kalın duvar ailesinin ortalama duvar kalınlığının ise 230 μm olduğu görülmektedir.



Şekil 8.75. Bu çalışmada üretilen bir titanyum köpükte iki Gauss dağılımına bölünmüş duvar kalınlığı dağılımı

Dolayısıyla gözenek boyut dağılımı iki Gauss dağılımına bölündüğünde ortaya çıkan çan eğrilerinin altlarındaki alanların oranı Gibson ve Ashby'nin kapalı gözenekli köpükler için türettiği mukavemet-gözeneklilik ilişkisi eşitliğindeki ϕ değeri olarak alınabileceği düşünülmüştür.

Üç farklı şekilde gözenek içeren köpüklerin yukarıda tarif edilen yöntemle belirlenmiş kalın ve ince duvar kalınlıkları Şekil 8.76'da görülmektedir. İğnesel ve köşeli yer tutucularda göreceli yoğunluk arttıkça kalın ve ince duvarlar arasındaki fark artarken küresel gözenekli köpüklerde neredeyse sabit kalmaktadır.



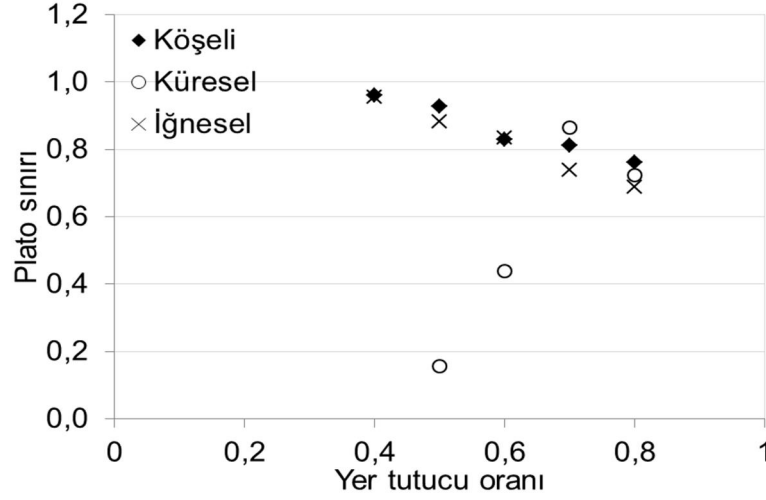
Şekil 8.76. (a) Köşeli, (b) iğnesel ve (c) küresel gözenekli köpüklerin duvar kalınlık dağılımlarının ikiye ayrılması ile ölçülen kalın ve ince duvar kalınlıkları

Matmottant [4] göreceli yoğunluk azaldıkça gözenek duvar kalınlığının tektipleşeceği ve gözenek yüzleri kaybolacağından plato sınırındaki malzeme oranının 1'e yaklaşması gerektiğini bildirmiştir. G & A ise 1'e yaklaşan ϕ değerinin üçlü köşelerde toplanmış malzeme miktarı ile oluştuğunu, tek tip olan duvarların sıfıra yakın ϕ değeri verdiğini sonlu elemanlar yöntemi ile belirlemişlerdir. Kalın duvar ailesinin hacminin toplam duvar hacmine oranı olarak tanımlanan plato sınırı değerleri üç farklı şekilde yer tutucu ile üretilmiş köpük için hesaplanmıştır (Şekil 8.77).

Yer tutucu oranı, bir başka deyişle gözeneklilik arttıkça küresel gözenekli köpüklerde plato sınırı değeri 1'e yaklaşırken, diğer iki köpükte 1'den uzaklaşmaktadır. 1'e yakın ϕ değerleri bu köpüklerde malzemenin gözenek duvarlarına eşit yayılmadığını, malzeme miktarının büyük bölümünün üçlü veya dörtlü birleşim noktalarında toplandığını göstermektedir. Bu durumda, C-ndi

köpüklerinin de ϕ değeri 1'e yakın çıkmalıydı. C-ang köpüklerinde ise duvar kalınlıklarının neredeyse sabit olduğu görülmüştü.

ϕ değerinin yüksek yoğunluklu C-sph köpüklerinde sıfıra yakın olması ise malzemenin gözenek duvarlarına eşit olarak dağıldığını, bir başka deyişle yer tutucu tozların bünyeye homojen şekilde yayıldığının bir göstergesidir.



Şekil 8.77. Köşeli, iğnesel ve küresel gözenekli köpüklerin yer tutucu ilavesi ile tahmini plato sınırı değişimi

Bu bölümde elde edilen sonuçlar özetlenecek olursa;

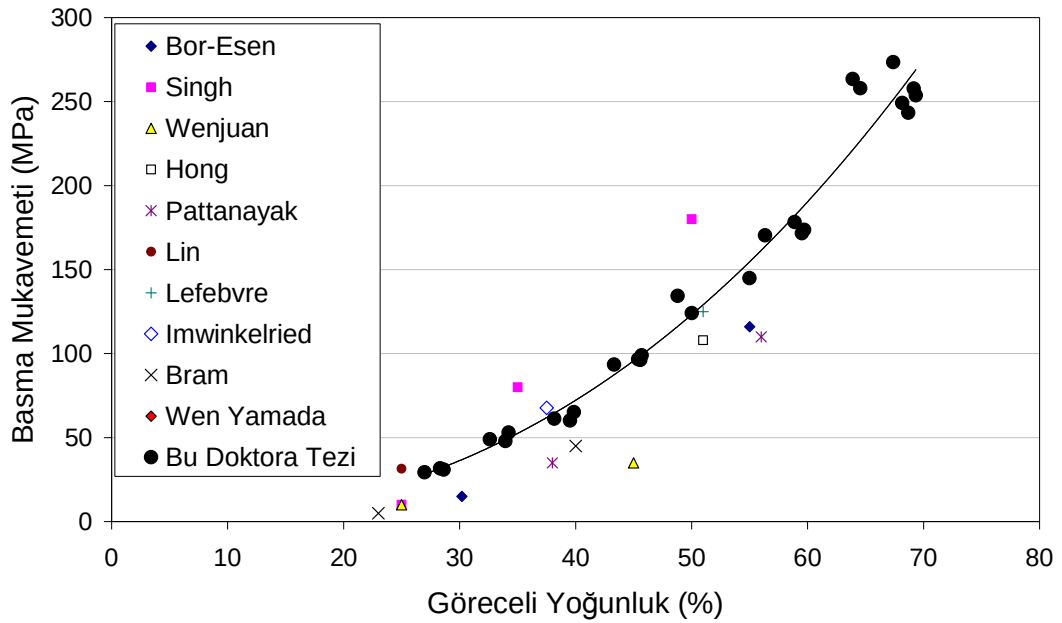
- ✓ Ortalama boy/en oranları 1, 2 ve 4 olan gözeneklere sahip köpükler üretilmiştir.
- ✓ Köpüklerin bağlantılılık indisi artan boy/en oranı ile artmıştır.
- ✓ Bağlantılılık indisinin göreceli yoğunluk ve gözeneklerin boy/en oranı ile ilişkisi gerçek köpüklere ve bunlara benzer özelliklerde *ImageJ* programı ve Grenoble'da geliştirilen algoritma ile yapılan model köpüklerde uyumlu çıkmıştır.
- ✓ Köşeli ve iğnesel gözenekli köpüklerde artan göreceli yoğunlukla bağlantılılık indisinde kayda değer bir değişim gözlenmez iken küresel gözenekli köpüklerde % 50'den yüksek yoğunluklarda gözenekler arası bağlantılılık hızlı bir düşüş göstermiştir.
- ✓ Model köpüklerde elde edilen sonuçlara göre duvar kalınlık dağılımı iğnesel gözenekli köpüklerde daha geniş olması gerekirken gerçek köpüklerde küresel

gözenekli köpüklerde daha geniş bulunmuştur. Bu durum küresel gözeneklerin kaba olması sonucu homojen şekilde dağılmamasından ileri gelmektedir.

Plato sınırı değerin bu bölümde tarif edilen yöntemle belirlenmesinin özellikle küresel gözenekli köpüklerde sağlıklı olmadığı düşünülmektedir. Bunun sebebi, kalın duvarlarla ince duvarlar arasında büyük fark olması sebebiyle ince duvarların kalınlık dağılımında kendini gösterememesi, dolayısıyla tespit edilememesidir.

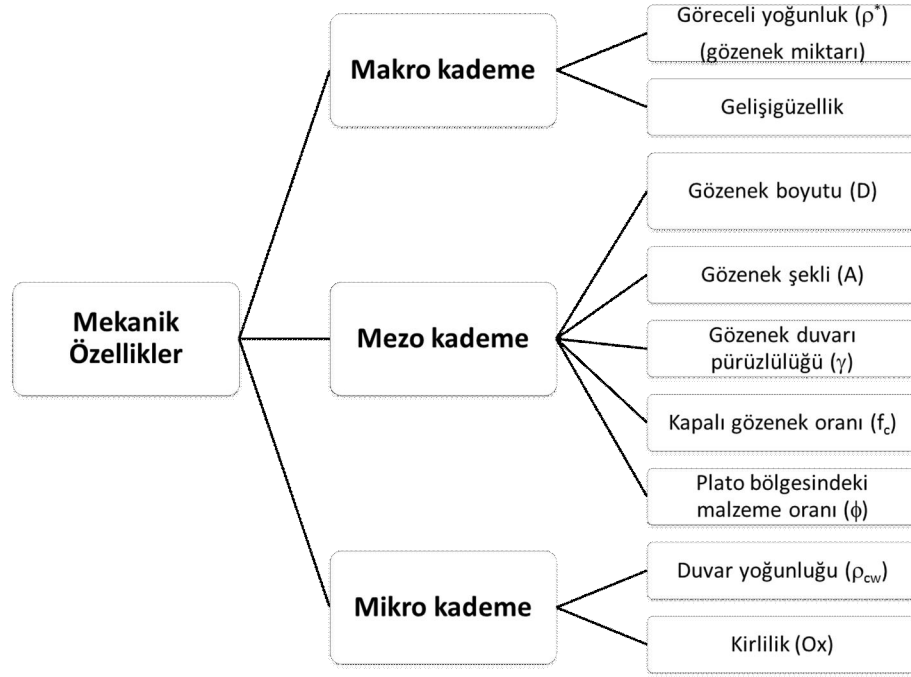
9. MİMARİ ÖZELLİK - MEKANİK ÖZELLİK İLİŞKİSİ

Üretilen titanyum köpüklerde yapı – özellik ilişkisinin kurulması için bugüne kadar yapılan yapısal ve mekanik özellik ölçümleri toplu şekilde birbiri ile ilişkilendirilmiştir. Yer tutucu yöntemi ile üretilmiş titanyum köpüklerde gözeneklilik – basma davranışı ilişkisi üzerine yapılan çalışmalar Şekil 9.1’deki grafikte özetlenmiştir. Bu çalışmada C-ang (375 μm) yer tutucular ile üretilmiş titanyum köpüklerde elde edilen basma mukavemeti değerleri literatürde bildirilen değerlerin oluşturduğu veri bulutunun tam ortasında bulunmaktadır. Bu doktora çalışmasında % 20 – % 70 arasında göreceli yoğunluğa sahip numuneler üretilip karakterize edilirken, literatürde yer alan çalışmaların tümü % 20 ile % 60 arasında göreceli yoğunluğa sahip numuneler ile yapılmıştır.



Şekil 9.1. Literatürde titanyum köpüklerle elde edilen basma mukavemeti değerleri ile bu çalışmada C-ang (375 μm) köpüklerle elde edilen basma mukavemeti değerlerinin karşılaştırması

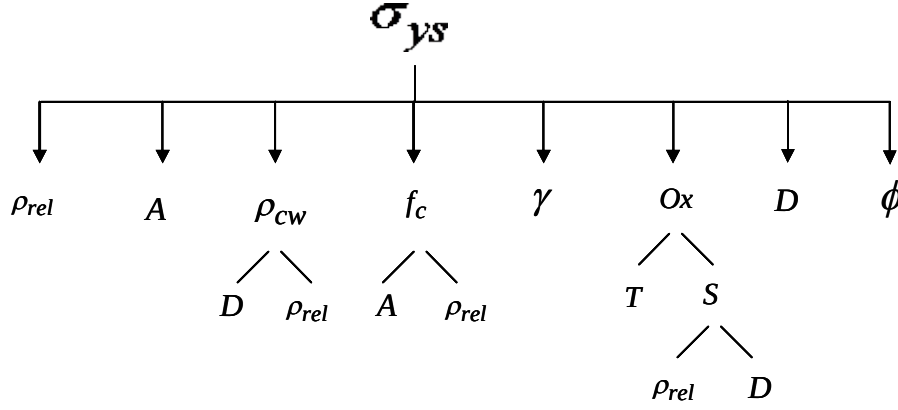
Bu doktora tezi kapsamında yapılan çalışmalar ve literatür araştırmaları neticesinde titanyum köpüklerin basma mukavemetine etki eden unsurların makro, mezo ve mikro olmak üzere üç grupta incelenebileceği söylenebilir (Şekil 9.2).



Şekil 9.2. Titanyum köpüklerde mekanik özellikler üzerinde etken olan yapısal değişkenlerin hiyerarşik gösterimi

Burada ρ_{rel} göreceli yoğunluk, A gözeneklerin boy/en oranı, ρ_{cw} gözenek duvarlarının göreceli yoğunluğu, D gözenek boyutu, f_c kapalı gözenek oranı, ϕ plato bölgesindeki malzeme miktarı ve γ gözenek duvar yüzeyi girinti-çıkıntılılığıdır. Elastik modülün bağlı olduğu değişkenler arasında ise oksijen miktarı bulunmamaktadır. Literatürde basma mukavemetinin bu yapısal özelliklerden kapalı gözenek oranı (f_c), oksijen ile azot kirliliği (Ox) ve göreceli yoğunluğuyla (ρ_{rel}) ile doğru orantılı, gözenek duvar yüzeyi girinti-çıkıntılılığı (γ) ile ise ters orantılı olduğu yönünde çalışmalar bulunmaktadır. Gözenek çapının (D) farklı çalışmalarda mukavemeti düşürücü, yükseltici veya mukavemete etkisiz olduğuna dair araştırmalar da rapor edilmiştir. Ancak Bölüm 4.2’de özetlenen modelleme çalışmalarında ve literatürdeki diğer deneysel çalışmalarda yukarıda bahsedilen bütün etmenlerin mukavemet üzerine etkisi toplu şekilde irdelenmemiştir. Bu etmenlerden bazılarının birbirinin de fonksiyonu olduğu ve tek bir etmenin sabit tutulmasının mümkün olmadığı düşünülürse bu oldukça zor bir çalışmadır ve bazı kabuller gerektirir. Şekil 9.3’teki gibi bir şemada bu fonksiyonun bağımlı ve bağımsız değişkenleri özetlenebilir. Burada gözenek

duvarlarının gözenekliliği, kapalı gözenek oranı, toplam yüzey alanı ve kirlilik de diğer değişkenlerin birer fonksiyonudur. Bu sebeple de incelenen değişkenlerin Şekil 9.2’de belirtildiği gibi ayrı kademelerde, bir başka deyişle birbirinden bağımsız olarak incelenmesi olanaksızdır.



Şekil 9.3. Basma mukavemetinin bağlı olduğu bağımlı ve bağımsız değişkenlerin şematik ifadesi

Üretilen titanyum köpüklerin basma kuvveti altındaki akma mukavemeti bu etmenlerin bir fonksiyonu olarak düşünüldüğünde;

$$\sigma_y^* = f(\rho_{rel}, A, \rho_{cw}, D, f_c, \gamma, Ox, \phi) \quad (9.1)$$

$$\rho_{cw} = f(D, \rho_{rel}) \quad (9.2)$$

$$f_c = f(\rho_{rel}, A) \quad (9.3)$$

$$Ox = f(S, T) \quad (9.4)$$

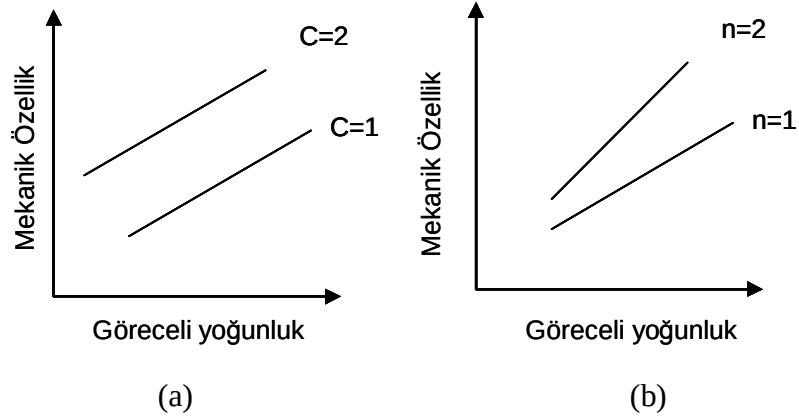
$$S = f(\rho_{cw}, D) \quad (9.5)$$

Bu doktora tezinde yukarıda tanımlanan değişkenler Bölüm 8’de yapısal karakterizasyon yöntemleri ile belirlenmiştir. Bu bölümde bir önceki bölümde sayısal olarak ölçülen mimari özelliklerin mekanik özellikler üzerindeki ilişkisi incelenecektir.

Metalik köpük malzemelerde göreceli yoğunluk ile mekanik özellikler arasında üstel bir ilişki olduğu bilinmektedir. Üretilen köpüklerde göreceli yoğunluk – mekanik özellik ilişkisinde yapısal farklılıklar sebebiyle meydana gelen değişimlerin sağlıklı yorumlanabilmesi için bu üstel ilişkideki katsayı (C) ve

üssün (n) temsil ettiği özelliklerin tanımlanması gerekir. Bu sayıların logaritmik çizilen mekanik özellik – göreceli yoğunluk doğrusu grafiği üzerindeki etkisi Şekil 9.4'te gösterilmektedir. Buna göre C_E ve C_σ mukavemet veya elastik modül grafiğindeki doğrunun konumunu bir başka deyişle bu değerlerin yüksekliğini (y -ekseninde kestiği noktayı) belirlemektedir (Şekil 9.4. (a)). Literatürde açıkça belirtilmemesine karşın C değerinin üretim yöntemi, sinterleme verimi veya metalik toz özellikleri gibi süreç ve malzeme değişkenlerine bağlı olduğu, bir başka deyişle daha çok mikro mertebedeki etkenlerden kaynaklandığı düşünülebilir. Örneğin, Amsterdam ve ark. [67] ısıtılmış ve tavlanmış Al köpüklerde n değerini sabit, C değerini değişken bulmuşlardır.

n_σ ve n_E katsayıları ise, sırasıyla, mukavemet ve elastik modülün göreceli yoğunluğa bağlılık derecesini, yani bu doğrunun eğimini ortaya koymaktadır (Şekil 9.4. (b)). Bu üs değerleri literatürde açıkça belirtildiği gibi köpük mimarisi, bir başka deyişle makro ve mezo mertebedeki özellikleri ile ilgili olup köpüğün çökme modu hakkında fikir vermektedir.



Şekil 9.4. Mekanik özellik - göreceli yoğunluk ilişkisinin logaritmik gösteriminde (a) C katsayısının ve (b) n üssünün değişimi ile grafikte gözlenen değişimin gösterimi

Literatür bölümünde özetlenen deneysel ve kuramsal çalışmalarda önerilen göreceli yoğunluk – elastik özellik ilişkisinin yer tutucu yöntemi ile üretilen titanyum köpüklerde farklılık arz edeceği öngörülmüştür. Bunun muhtemel sebepleri aşağıda sıralanmıştır:

- ♣ Üretim Yöntemi: Göreceli yoğunluk – elastik özellik ilişkisinin köpüğün üretim yöntemi ile yakından ilişkili olduğu düşünülmektedir. Köpüğün döküm yöntemi ile üretilmesi paketlenme ve sinterleme basamaklarını içermediğinden gözenek duvarlarının daha yoğun, gözenek yüzlerinin daha pürüzsüz, gözenek küreselliğinin daha yüksek olması beklenir. Bu durum toz metalürji ile üretilmiş köpüklerde aynı yoğunlukta daha düşük mukavemetin elde edileceğine, böylelikle göreceli yoğunluk – mekanik özellik ilişkisini veren eşitliklerin değişeceğine işaret etmektedir.
- ♣ Arayer atomları: Literatürde yapılan deneysel çalışmaların büyük çoğunluğu alüminyum köpükler üzerinde gerçekleştirilmiştir. Ancak literatür bölümünde de bildirildiği gibi, titanyumun mukavemeti kristal yapısında çözünen atmosferik gaz atomu içeriğine karşı hassastır. Göreceli yoğunluk artışının özgül yüzey alanının, dolayısıyla sinterleme esnasında yapıda çözünen oksijen atomu miktarının artmasına sebep olduğu bir önceki bölümde bildirilmişti. Bu sebeple üretilen titanyum köpüklerde değişen yer tutucu özellikleri ile göreceli yoğunluk-göreceli elastik özellik ilişkisinin değişeceği beklenmektedir.

NOT: Bu bölümde köşeli yer tutucuların farklı aralıklarda elenmesi ile üretilen köpükler ortalama gözenek boyutları ile adlandırılacaktır.

C-ang (63-180 μm) = C-ang (140 μm)

C-ang (375 μm) = C-ang (375 μm)

C-ang (> 500 μm) = C-ang (575 μm)

Ayrıca bu bölümde sunulan bazı sonuçlar ve denklemler < 300 μm köşeli yer tutucularla üretilen köpükler üzerinde test edilmiş, sonuçları burada sunulmuştur.

9.1. Gözenek Miktarı

Literatür bölümünde açıklanan gözenekli malzemelerin mekanik özelliklerinin modellenmesinde sütun (gözenek duvarı) kesiti, gözenek boyutu, gözenek şekli ve gözeneklerin dizilimi gibi yapısal değişkenlerin önemi üzerinde

durulsa da gözenekli malzemelerde mekanik özellikler üzerindeki en büyük etki göreceli yoğunluğa aittir. Bu çalışmada C-ang (375 µm) köpükleri ile elde edilen göreceli yoğunluk – mekanik özellikler ilişkisinin köpük yapısındaki değişkenlere bağlılığı, G & A kuramı ile karşılaştırılması ve bu kuramdan sapmanın nedenleri irdelenecektir.

HİPOTEZ 1: Bölüm 3.2.1’de belirtildiği gibi G & A Ölçeklendirme Yasası (Scaling Law) birim hücrede gözenek duvar kalınlığı-gözenek çapı oranı (t/a) ile göreceli yoğunluğun ilişkilendirilmesi üzerine kurulmuştur. Çizelge 9.1’de C-ang (375 µm) köpüklerinde µ-CT ile elde edilen veriler kullanılarak Eşitlik (4.8)’e göre hesaplanan ve ölçülen göreceli yoğunluk değerleri görülmektedir. Buna göre $16(t/a)^3$ terimi ihmal edildiğinde kalan $12(t/a)^2$ terimi düşük yer tutucu oranlarında göreceli yoğunluk 1’den yüksek çıktığından gerçekçi olmayan sonuçlar vermiştir. Hiçbir terim ihmal edilmediğinde ise hesaplanan göreceli yoğunluklar ölçülenden yüksek çıkmaktadır. Bu durumdan bu çalışmada üretilen köpüklerde (t/a) terimi ile göreceli yoğunluk arasında G & A’nin hesaplarından farklı bir ilişki olduğu sonucu çıkmaktadır. Eşitlik (9.6) G & A’nin hesapladığı ilişki, Eşitlik (9.7) ise bu çalışmada elde edilen ilişkiyi göstermektedir.

Çizelge 9.1. C-ang (375 µm) köpüklerinde µ-CT ile elde edilen veriler kullanılarak Eşitlik (3.8)’e göre hesaplanan ve ölçülen göreceli yoğunluk değerleri

Yer tutucu oranı	Ortalama duvar kalınlığı (t) (µm)	Ortalama gözenek çapı (a-2t) (µm)	Birim hücre kenarı (a) (µm)	Ölçülen göreceli yoğunluk	$12(t/a)^2$ (I)	$16(t/a)^3$ (II)	Hesaplanan göreceli yoğunluk (I-II)
0.8	120	375	615	0.27	0.457	0.119	0.34
0.7	180	375	735	0.373	0.720	0.235	0.48
0.6	240	375	855	0.47	0.946	0.354	0.59
0.5	320	375	1015	0.568	1.193	0.501	0.69
0.4	440	375	1255	0.6625	1.475	0.690	0.79

$$\frac{\rho}{\rho_s} \approx \left(\frac{t}{a}\right)^2 \quad (9.6)$$

$$\frac{\rho}{\rho_s} \approx \left(\frac{t}{a}\right)^{1.55} \quad (9.7)$$

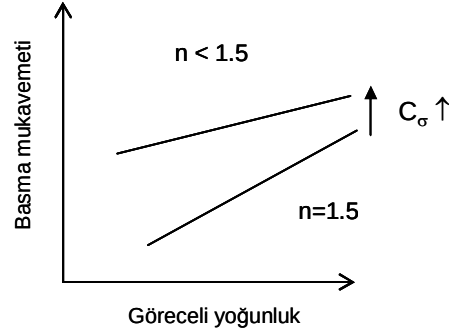
Literatür bölümünde verilen Eşitlik (4.17) ve (4.22) kullanılarak bu çalışmada elde edilen köpüklerde göreceli yoğunluk ve mekanik özellikler arasındaki ilişkinin aşağıdaki gibi olması beklenir.

$$\frac{E}{E_s} = C_E \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{2.58} \quad (9.8)$$

$$\frac{\sigma_s^*}{\sigma_y} = C_\sigma \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{1.935} \quad (9.9)$$

HİPOTEZ 2: Şekil 8.3'te özetlenen köpük mukavemeti üzerinde etken olan değişkenlerden gözenek miktarına, bir başka deyişle göreceli yoğunluğa (ρ_{rel}) bağlı değişkenler duvar yoğunluğu (ρ_{cw}), oksijen içeriği (Ox) ve kapalı gözenek oranıdır (f_c). Bu değişkenlerden kapalı gözenek oranı bu bölümde incelenecek olan C-ang (375 μm) köpüklerde çalışılan yoğunluk aralığında % 90'ın üzerinde olduğundan etken bir değişken olarak alınmamalıdır.

Bölüm 8.3.1'de üretilen köpüklerde gözeneklilik artışı ile özgül yüzey alanının, buna bağlı olarak da üretim sırasında yapıya giren oksijen miktarının arttığı ölçülmüştü (Şekil 8.32 ve Şekil 8.34). Bu durumda gözenekliliğin artmasıyla basma mukavemetinde beklenen düşüşün daha az olacağı beklenir. Bu durum mikro bir özellikten kaynaklandığından C_σ değerini arttırırken, gözeneklilik derecesine bağlılığı sebebi ile makro ve mezo değişkenleri temsil eden n_σ üssünü düşürür (Şekil 9.5). Literatür bölümünde belirtildiği gibi titanyum yapısındaki safsızlık atomları elastik modülü kayda değer şekilde etkilemez.

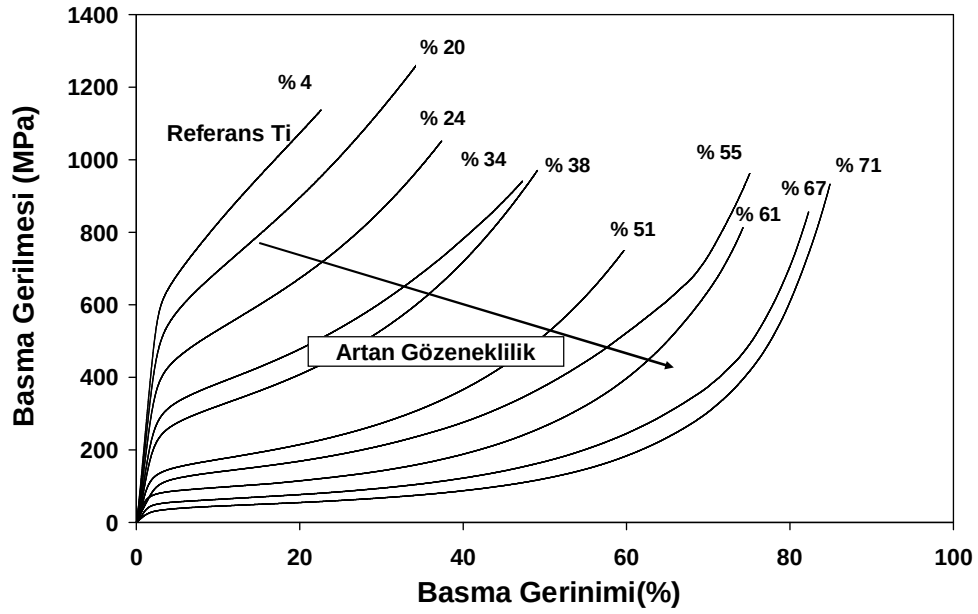


Şekil 9.5. Hipotez 2'ye göre titanyum köpüklerde elde edilmesi beklenen basma mukavemeti – göreceli yoğunluk grafiğinin G & A'nin öngörüsünden farkı

HİPOTEZ 3: Mekanik özelliklere etkisi olduğu düşünülen duvar yoğunluğunun gözenekliliğe bağımlılığı Bölüm 8.3.2'de irdelenmişti. Buna göre köpüğün göreceli yoğunluğu ile azalan duvar yoğunluğunun n ve C değerlerini hem mukavemet hem elastik modül eşitliğinde düşüreceği öngörülmüştür.

SONUÇLAR: Ortalama 375 μm boyutunda köşeli gözeneklere sahip köpüklerde göreceli basma mukavemeti ve elastik modülün göreceli yoğunlukla değişimine bakıldığında azalan yoğunluğun mukavemeti ve bükülmezliği büyük ölçüde düşürdüğü gözlemlenmektedir. Şekil 9.6'da bu doktora tezinde ortalama 375 boyutunda köşeli gözeneklere sahip köpüklerin farklı gözenekliliklerdeki titanyum köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri görülmektedir. Görüldüğü gibi göreceli yoğunluk köpüğün basma davranışını geniş aralıkta değiştirebilmektedir.

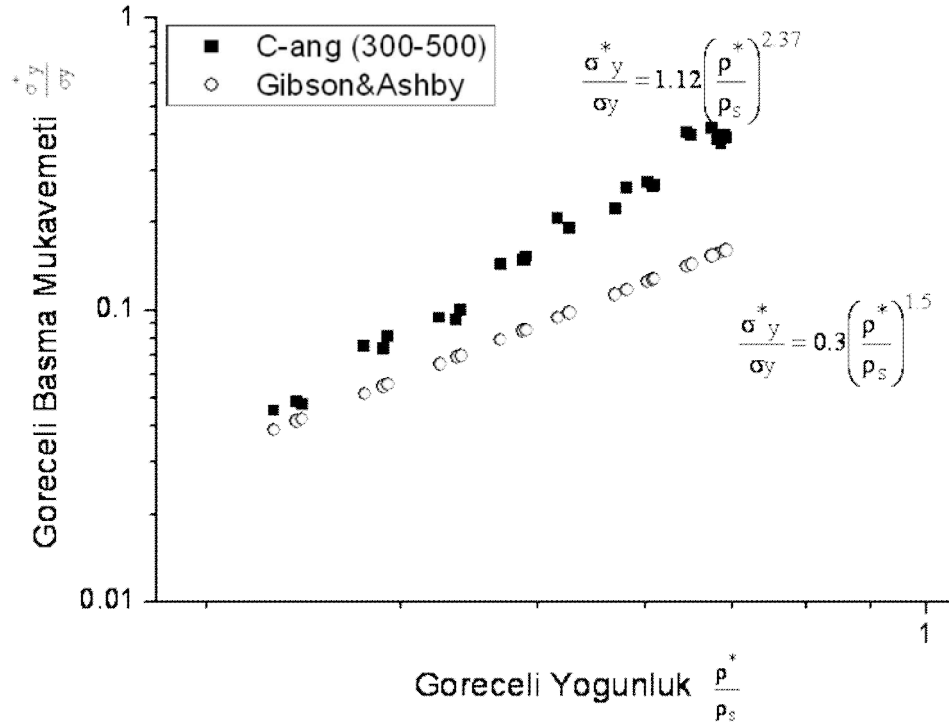
Üretilen köpüklerin gelişigüzel yapıda olması sebebiyle teorik köpük yapısından beklenen mekanik özelliklerden farklı özellik göstermesi beklenir. Yapıdaki düzensiz dizilmiş, yük taşımayan, hatalı gözenek duvarları beklenen mukavemet ve elastik modülü düşürür.



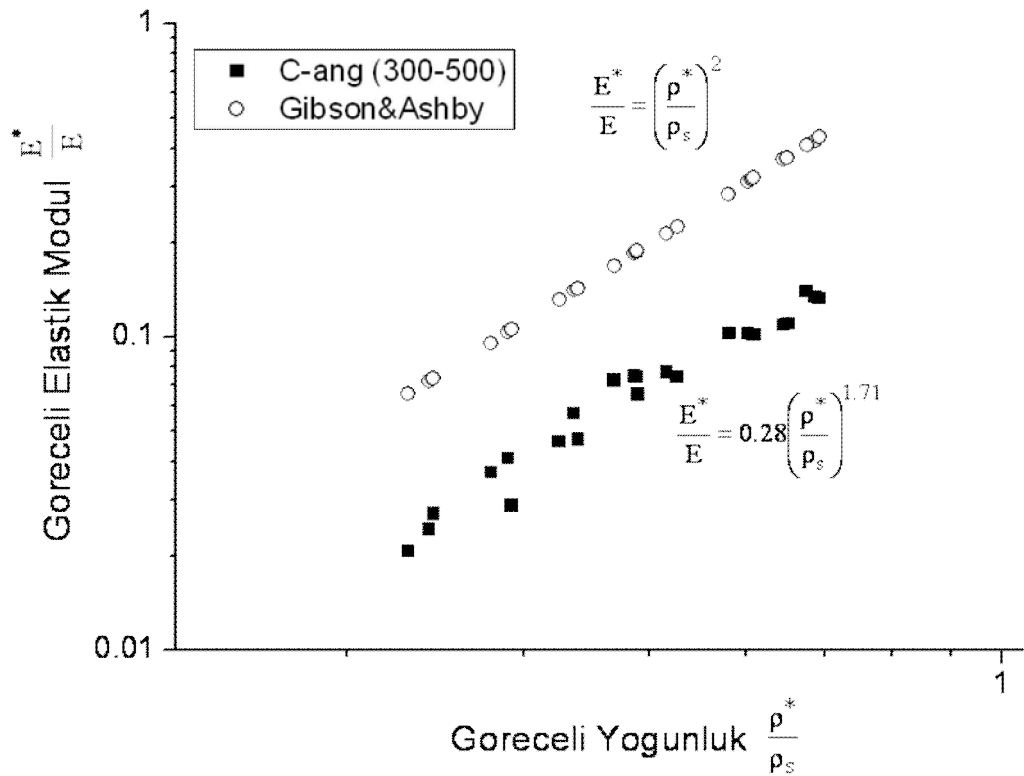
Şekil 9.6. Ortalama 375 μm boyutunda gözeneklere sahip farklı gözenekliliklerdeki titanyum köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri [92]

Ortalama 375 μm çapında köşeli gözeneklere sahip titanyum köpüklerin basma davranışı – göreceli yoğunluk ilişkisi G&A’nın açık gözenekli köpükler için önerdiği modelle karşılaştırıldığında basma mukavemetinin incelenen gözeneklilik aralığında G&A değerlerinden yüksek, elastik modül değerlerinin ise G&A değerlerinden düşük çıktığı gözlenmiştir (Şekil 9.4).

Basma mukavemetinin göreceli yoğunlukla değişimini veren eşitlikte göreceli yoğunluğun üssü (n_σ) ve katsayısı (C_σ) G&A’nın öngördüğü değerlerden yüksek çıkmıştır (Şekil 9.7). Bir başka deyişle bu çalışmada üretilen köpüklerin basma mukavemetleri göreceli yoğunluk değişimine G&A’nın öngördüğünden daha hassastır. Elastik modülün üssü ise (n_E) ise kuramın öngördüğü değere daha yakın olmakla birlikte C_E değeri kuramsal değerinden oldukça düşük olduğu görülmektedir (Şekil 9.8).



Şekil 9.7. C-ang (375 µm) yer tutucuları ile üretilmiş köpüklerde göreceli yoğunluk-göreceli basma mukavemeti grafiği



Şekil 9.8. C-ang (375 µm) yer tutucuları ile üretilmiş köpüklerde göreceli yoğunluk-göreceli elastik modül grafiği

TARTIŞMA: *Hipotez ve Sonuçlar* bölümlerinde sunulan veriler Çizelge 9.2’de özetlenmiştir. Yapı-özellik ilişkilerinde baskın özelliklerin belirlenebilmesi için sistematik bir karşılaştırma yöntemi benimsenmiştir. Buna göre deneysel sonuçlarla uyumlu etkiye sahip değişkenler diğerlerinden baskın kabul edilmiştir.

Çizelge 9.2. Gözeneklilik artışıyla köpük yapısında ve özelliklerinde meydana gelen değişimler

	C_{σ}	C_E	n_{σ}	n_E
Yoğunluk kuramı (Hipotez 1)	-	-	↑	↑
Oksijen içeriği (Hipotez 2)	↑	-	↓	-
Duvar yoğunluğu (Hipotez 3)	↓	↓	↓	↓
Gelişigüzellik	-	-	↓	↓
DENEYSEL SONUÇLAR	↑	↓	↑	~↓

Göreceli mukavemette göreceli yoğunluk katsayısının (C_{σ}) ve göreceli yoğunluk üssünün (n_{σ}) öngörülenden yüksek olması aşağıdaki nedenlere bağlanmıştır:

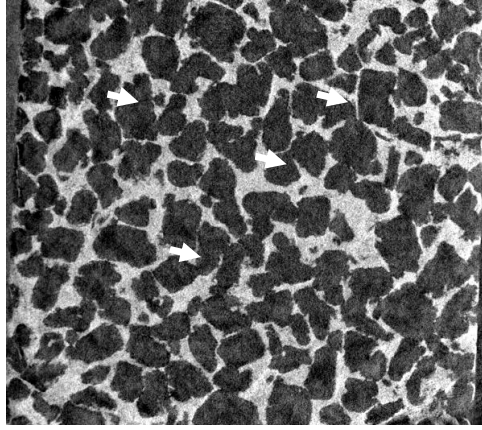
- ♣ C_{σ} katsayısının düşük çıkmasında baskın olan etken oksijen içeriği olduğu görülmektedir. Bu durum Hipotez 2’yi desteklemektedir.
- ♣ n_{σ} üssü üzerinde baskın olan etkenin yoğunluk kuramının diğer değişkenlerden baskın olduğunu göstermektedir. Literatürde n_{σ} değerini deneysel olarak 2-3 arasında bulan bir çok çalışma bulunmaktadır [41,91-96] (Çizelge 9.3). Bu çalışmalar, ulaşılan yüksek n_{σ} değerinin deformasyonun gözenek duvarlarının eğilmesi ve bükülmesi ile başlamasına bağlamaktadırlar.

Çizelge 9.3. Literatürde ve bu çalışmada tespit edilen n üssü değerleri

	Malzeme	n_E	n_{σ}
Mortensen (2006)	Al (replika-eriyik)	2.7	2.3
Amsterdam (2008)	Al (Duocell)	2	1.58-1.63
Esen-Bor (2007)	Ti (yer tutucu)	4.72	3.57
Niu (2009)	Ti (yer tutucu)	2.06	1.43
Bu çalışma	Ti (yer tutucu)	2 - 3.3	1.6 -2.2

Göreceli elastik modül katsayısının (C_E) ve göreceli yoğunluk üssünün (n_E) öngörülenden düşük olması aşağıdaki nedenlere bağlanmıştır:

- ♣ C_E katsayısının düşük çıkmasında düşük duvar yoğunluğunun etkin olduğu görülmektedir. Bu durumun toz metalürji üretiminden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu yöntemle üretilen köpüklerde gözenek duvarlarının yük yönüne göre gelişigüzel yönlenmesi ve duvarların birbiri ile bağlantılılığında meydana gelen hatalar bazı gözenek duvarlarının yükü taşıyamamasına sebep olur (Şekil 9.9). Bu durum bükülmezliğin daha düşük yükler altında yitirilmesine sebep olur.



Şekil 9.9. Yük taşımayan gözenek duvarı ve yapı hatalarına örnek

- ♣ n_E üssü G&A kuramında öngörülen üsse oldukça yakın çıkmıştır. Bu durumda gelişigüzel ve düşük duvar yoğunluğu baskın değişkenler olarak görülmektedir. Yoğunluk kuramında öngörülen yüksek üs değerinin diğer değişkenlerin ters yöndeki etkisini azalttığı söylenebilir.

Elde edilen eğilim literatürde titanyum köpüklerle yapılmış çalışmalarla karşılaştırılmıştır (Şekil 9.10 ve Şekil 9.11). Çalışılan göreceli yoğunluk aralığı, hammadde özellikleri ve üretim şartları elde edilen eşitlikteki üs ve katsayıları etkilemektedir. Bu sebeple göreceli yoğunluk – mekanik özellik ilişkileri diğer çalışmalarla karşılaştırılırken bu noktalar dikkate alınmalıdır. Literatürden seçilen 3 çalışmada çalışılan göreceli yoğunluk aralığı, hammadde özellikleri ve üretim şartları Çizelge 9.4’te verilmiştir.

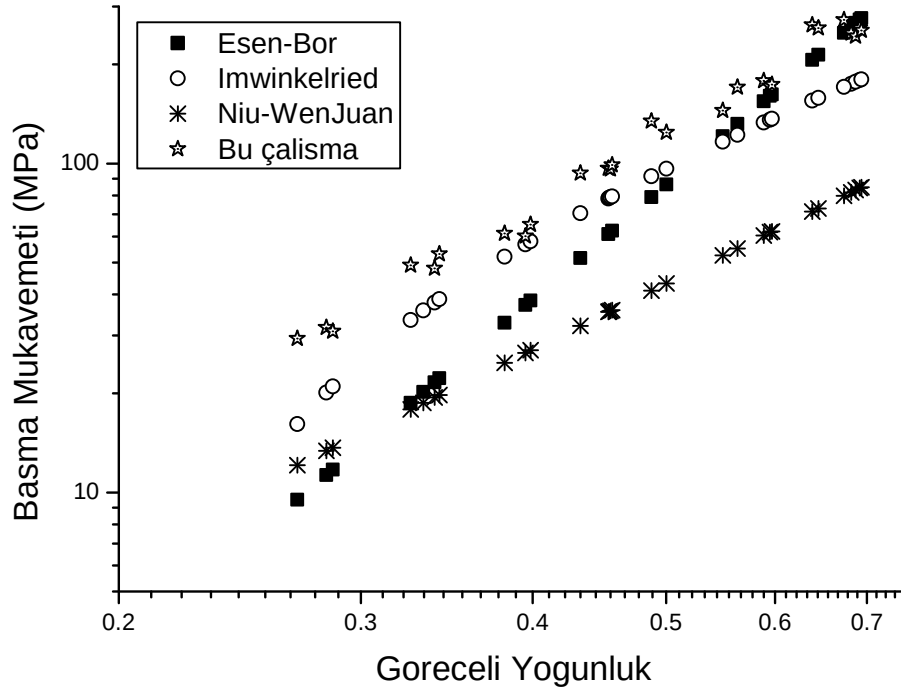
Imwinkelried'in çalışmasında [24] görülen yüksek sinterleme sıcaklığı ve süresi, duvar yoğunluğu en yüksek köpüklerin bu çalışmada üretildiğine işaret etmektedir. En yüksek elastik modül değerlerinin Imwinkelried'de görülmesi bu sebeple şaşırtıcı olmamıştır. Imwinkelried'in elde ettiği basma mukavemeti değerlerinin bu doktora çalışmasında elde edilen değerlere oldukça yakın olduğu görülmektedir. Yine bu bölümde elde edilen sonuçlar duvar içi gözenekliliğin mukavemet üzerinde elastik modül üzerinde olduğundan daha düşük bir etkiye sahip olduğu sonucunu desteklemektedir.

Aynı göreceli yoğunluklarda daha düşük basma mukavemeti ve elastik modül rapor eden Bor ve Esen'in [25] ise bu sonucu küresel titanyum tozu kullanımına bağlanmıştır. Küresel titanyum tozu kullanımı titanyum taneciklerinin paketlenme ve sinterlenme verimini azaltacağından çıkan ürünün mukavemet ve elastik modülünün düşük olması beklenir. Duvar içi gözenekliliğin özellikle elastik modül üzerinde etkinliği yüksek bir değişken olduğu bu bölümde sunulan sonuçlarca tespit edilmişti.

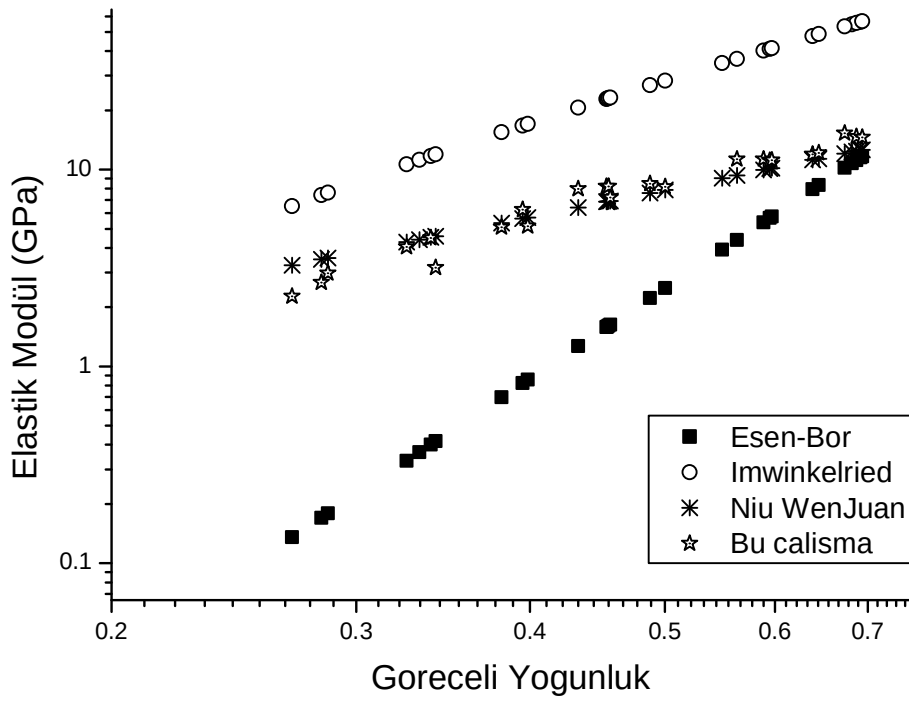
Niu ve arkadaşları [26] titanyum köpükleri vakum ortamında 1250 °C'de 3 saat boyunca sinterlemişlerdir. Elde ettikleri düşük mukavemetin vakum ortamında sinterlemeden kaynaklanan nispeten düşük oksijen içeriği olduğu düşünülmektedir.

Çizelge 9.4. Literatürden seçilen üç titanyum köpük çalışmasındaki üretim şartları

	Gözeneklilik Aralığı (%)	Referans σ_s - E_s	Sinterleme sıcaklığı ve süresi	Atmosfer	Toz özellikleri
Esen-Bor (2007) [25]	45-70	480 MPa 110 GPa	1200 °C 1 saat	Argon	Küresel (45 – 150 μ m)
Imwinkelried (2007) [24]	50-80	650 MPa 110 GPa	1300 °C 3 saat	Argon	Belirtilmemiş (25 – 45 μ m)
Niu WenJuan (2009) [26]	55-75	650 MPa 110 GPa	1250 °C 3 saat	Vakum	Köşeli (44-74 μ m)



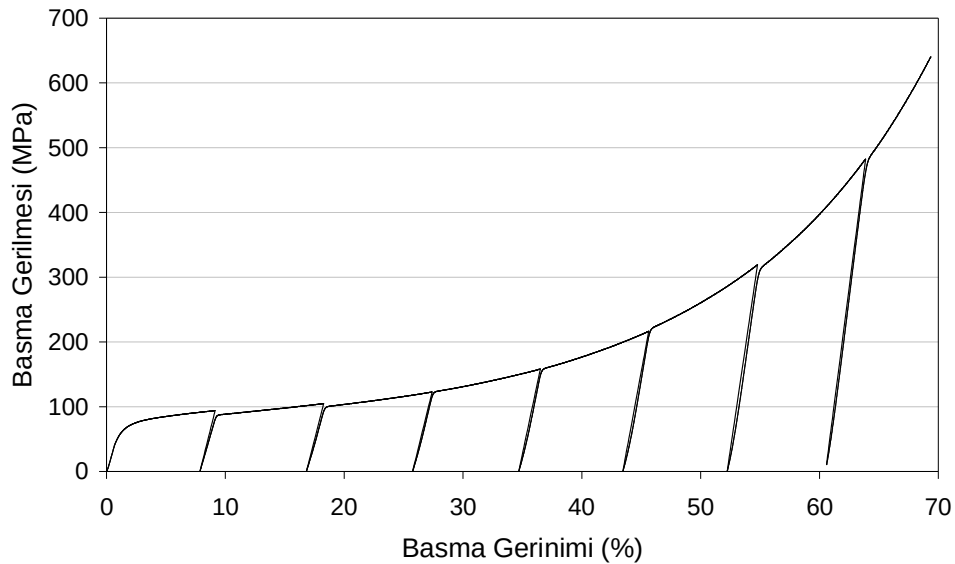
Şekil 9.10. Bu çalışmada elde edilen göreceli yoğunluk - basma mukavemeti ilişkisinin literatürdeki çalışmalarla karşılaştırılması



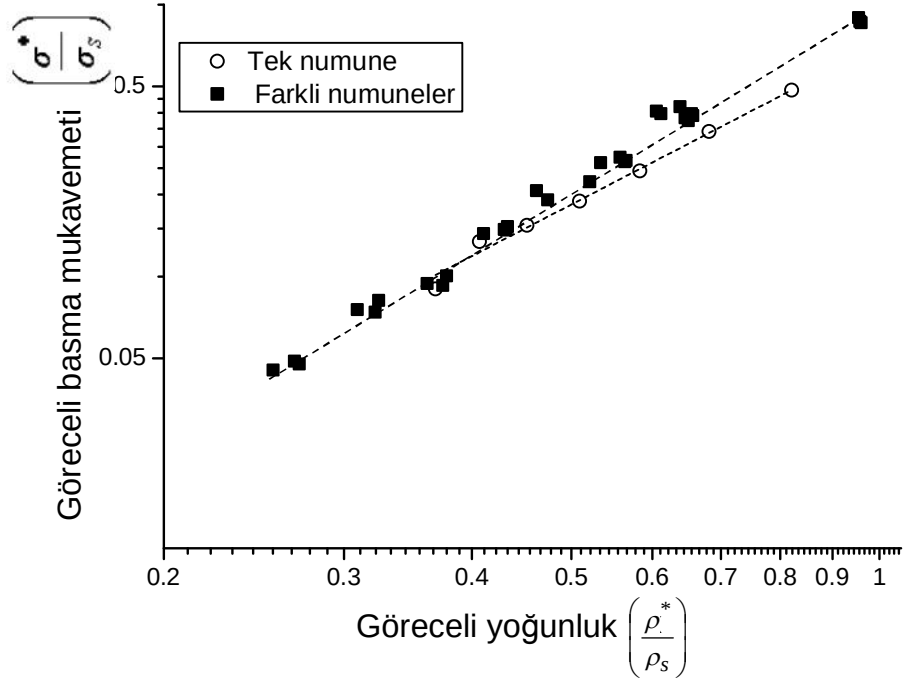
Şekil 9.11. Bu çalışmada elde edilen göreceli yoğunluk – elastik modül ilişkisinin literatürdeki çalışmalarla karşılaştırılması

Katı malzemelerde görülenin tersine gözenekli malzemeler basınca uğradıklarında hacim azalması gösterirler. Bu sebeple basınç sırasında yapının eninde çok az bir şişme, (0.04 oranında yanal / aksenal genişleme oranı [55]) görülür [1]. Basma testi sırasında yük arttıkça yük uygulanan alan sabit kabul edilirse, tek bir numuneye belirli aralıklarda durdurma boşaltma-yeniden yükleme işlemlerinin yapılmasıyla uygulanan test ile göreceli basma mukavemeti – göreceli yoğunluk ilişkisinin belirlenebileceği düşünülmüştür. Böyle bir test farklı yoğunluklarda üretilmiş farklı numunelerin test edilmesinin aksine, tek bir numunenin test edilmesi yoluyla sabit içyapı ve sabit yüzey alanı sağlayacağından titanyum köpük numunelerde oksijen içeriği ve üretimden kaynaklanan hata farkları unsurlarını ortadan kaldırır.

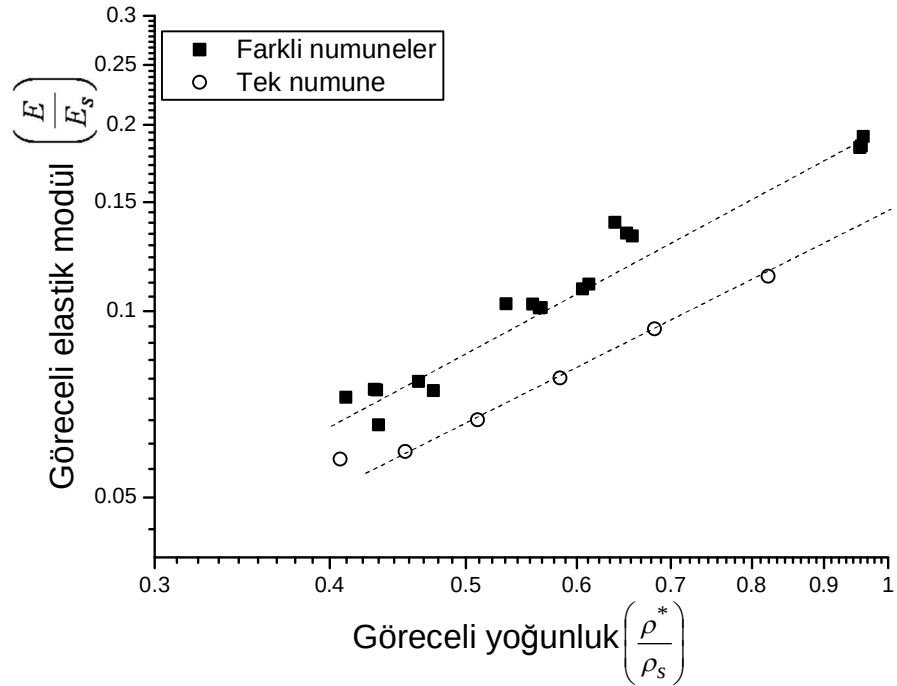
Böyle bir test % 36.8 göreceli yoğunlukta ortalama 375 μm gözenek boyutuna sahip bir numunede yapılmıştır. Şekil 9.12 bu testin basma gerilme-gerinim grafiğini göstermektedir. Kesit alanı sabit kabul edilerek hesaplanan göreceli yoğunluk ile sırasıyla göreceli basma mukavemeti ve göreceli elastik modül ilişkisi ise Şekil 9.13 ve 14’te görülmektedir. Tek numune % 85 yoğunluğa ulaşıncaya kadar basma testi devam ettiğinden bu karşılaştırmaya yığinsal titanyumun basma testi ile elde edilen elastik modülü ve basma mukavemeti de eklenmiştir.



Şekil 9.12. % 36.8 göreceli yoğunlukta ortalama 375 μm gözenek boyutuna sahip bir numunede kesikli basma testi gerilme-gerinim grafiği



Şekil 9.13. Şekil 9.12’de basma gerilme-gerinim grafiği görülen numuneden elde edilmiş göreceli yoğunluk-göreceli basma mukavemeti ilişkisi



Şekil 9.14. Şekil 9.12’de basma gerilme-gerinim grafiği görülen numuneden elde edilmiş göreceli yoğunluk-göreceli elastik modül ilişkisi

Tek numunede elde edilen göreceli yoğunluk-göreceli mukavemet ilişkisinin çoklu numunelerde yapılan testlerde elde edilen sonuçlara benzer olması önceki bölümlerde değinilen göreceli yoğunluk-yüzey alanı – oksijen miktarı ilişkisine tezat teşkil etmektedir. Farklı göreceli yoğunlukta üretilmiş numunelerle çıkarılan basma mukavemeti-göreceli yoğunluk ilişkisinde numunelerin oksijen içeriği farkından kaynaklanan bir etki olabileceği öngörülmüştü. Oysa basma mukavemeti-göreceli yoğunluk ilişkisi aynı numune üzerinde aşamalı olarak yapılan basma testi ile çıkarıldığında tek bir numune kullanıldığından dolayı farklı yüzey alanı sebebiyle üretim sırasında kapılan farklı oksijen miktarlarından bahsedilemez. Bu durum basma mukavemeti-göreceli yoğunluk ilişkisinde oksijen içeriğinin etkisi olabileceği ihtimalini ortadan kaldırmıştır.

Tek numuneden elde edilen elastik modül değişimi ise çoklu numuneden elde edilen sonuçlara göre oldukça düşük kalmıştır. Bunun sebebinin numune plastik deformasyona uğradıktan sonra boşaltılıp tekrar yüklendiğinde eğilmeye ve bükülmeye başlamış olan duvarların bir sonraki yüklemede daha düşük basınçta plastik deformasyona uğraması olduğu düşünülmektedir.

9.2. Duvar içi Gözenekliliği

Çalışmaların bu bölümünde, köpük yapısındaki gözeneklerin konumunun mekanik özelliklere etkisinin belirlenebilmesi amaçlanmıştır. Fakat Bölüm 9.3.1’de verilen sonuçlara göre daha kaba titanyum tozu ilavesi ile yapıda meydana gelen değişiklikler duvar içi gözenekliliği ile sınırlı kalmamış, gözenek pürüzlülüğünü de arttırmıştır.

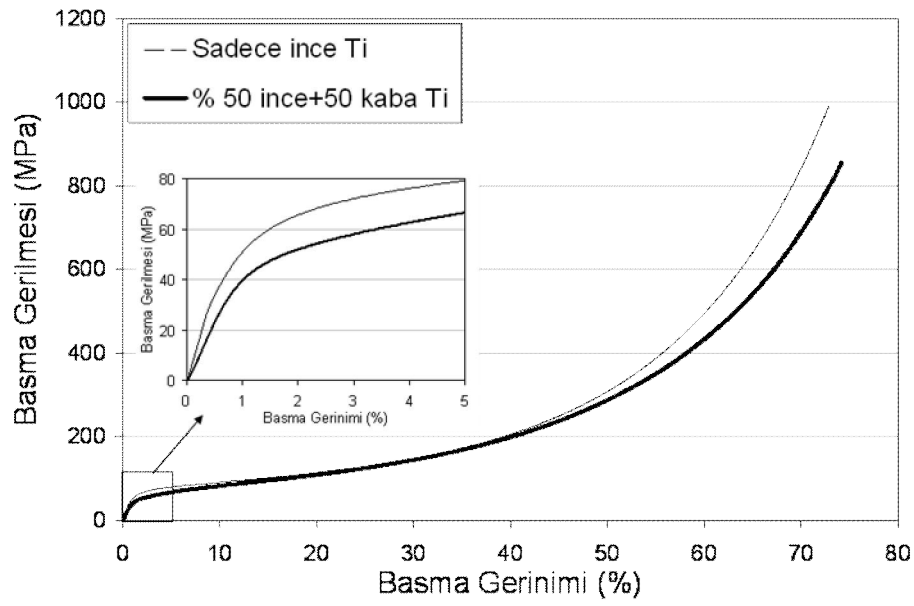
HİPOTEZ 1: Gözenek duvarı yoğunluğundaki azalmanın, bir başka deyişle presleme ve sinterleme sırasında oluşan ikincil gözeneklerin, mukavemeti aynı toplam gözeneklilikte daha yoğun gözenek duvarlarına sahip köpüğe kıyasla düşürmesi beklenir.

HİPOTEZ 2: Kaba titanyum ilavesi ile gözenek yüzlerinin pürüzlendiği, gözenek küreselliğinin düştüğü tespit edilmiştir. Yapıda meydana gelen bu değişimin köpüğün mukavemetini düşürmesi beklenir.

SONUÇLAR: Numunelerin basma testlerinin sonuçları Çizelge 9.5'te verilmiştir. Kaba Ti ilavesinin hem göreceli yoğunlukta hem basma mukavemetinde standart sapma değerlerini arttırması homojen yapıyı bozduğunu ima etmektedir. Bununla birlikte ortalama göreceli yoğunluklarda kaba Ti ilavesiyle büyük bir fark elde edilmemiş iken ortalama basma mukavemetlerinde G&A kuramında öngörülenden daha büyük bir düşüş gözlemlenmektedir. Mukavemetin sağlıklı şekilde karşılaştırılması için kaba Ti ilaveli köpükler ile aynı yoğunluğa sahip köpükler üretilmiş ve test edilmiştir. Ancak yine basma mukavemetlerinin aynı yoğunlukta kaba Ti ilavesi ile üretilen köpüklerden daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Bu noktada basma mukavemetindeki düşüşün sadece yoğunluğun azalmasından kaynaklanmadığı, köpük yapısındaki diğer değişkenlerin de mukavemet düşüşüne katkıda bulunmuş olduğu düşünülmektedir. Şekil 9.15 aynı göreceli yoğunluk ve farklı duvar yoğunluğuna sahip iki titanyum köpüğün basma gerilme-gerinim grafiğini göstermektedir.

Çizelge 9.5. Aynı oranda yer tutucu ilavesi ile üretilmiş 3 farklı Ti köpükte kaba Ti ilavesi ile yapıdaki yoğunluk ve sinterleme çekmesi değişimi

Kaba Ti ilavesi	Son göreceli yoğunluk (%)	Basma Mukavemeti (MPa)
0	38.45 ± 0.45	62.05 ± 2.45
0	36.18	61.15
0	35	60.47
% 25	36.11 ± 1.40	46.80 ± 10.35
% 50	35.55 ± 1.25	32.55 ± 10.26



Şekil 9.15. Her ikisi de % 40 göreceli yoğunluğa sahip farklı Ti tane boyut dağılımı ile üretilen iki Ti köpüğün basma gerilme gerinim grafiği

TARTIŞMA: Kaba titanyum ilavesi ile yapıda meydana gelen değişimler, bu değişimlerin mekanik özellikler etkilerinin öngörüsü ve deneysel sonuçlar Çizelge 9.6’da verilmiştir. Bu bölümde elde edilen sonuçlar kaba titanyum tozu ilavesinin köpük yapısında yarattığı ve azalan duvar yoğunluğu ile düşen gözenek küreselliği etkenlerinin (Bölüm 8.3.1) köpük mukavemetini düşürdüğüne işaret etmektedir. Göreceli mukavemet üzerinde toplam gözeneklilik yanında gözenek konumunun da etkin olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 9.6. Kaba titanyum ilavesi ile köpük yapısında ve mekanik özelliklerde meydana gelen değişim

	Kaba titanyum ilavesi ile	
	σ	E
Yüzey Pürüzlülüğü ↓	↓	↓
Duvar yoğunluğu ↓	↓	↓
DENEYSEL SONUÇLAR	↓	↓

9.3. Gözenek Boyutu

Bölüm 4.3.1.1’de literatürde gözenek boyutunun mekanik özelliklere etkisi ile ilgili çelişkili sonuçlar rapor edildiği belirtilmişti. Çalışmanın bu bölümünde Şekil 9.2’de gösterilen değişkenlerden gözenek boyutu (duvar kalınlığı), duvar yoğunluğu, yüzey pürüzlülüğü ve oksijen içeriği değişkenlerinin mekanik özellikler üzerindeki etkisi irdelenecektir.

HİPOTEZ 1: Bölüm 8.3.3’te verilen Şekil 8.52’de artan yer tutucu, bir başka deyişle gözenek boyutu ile duvar kalınlığının da arttığı gösterilmişti. İnce gözenek duvarları eğilmeye ve bükülmeye daha yatkın olacağından dolayı mukavemeti ve elastik modülü düşürücü yönde etkileyeceği öngörülmektedir.

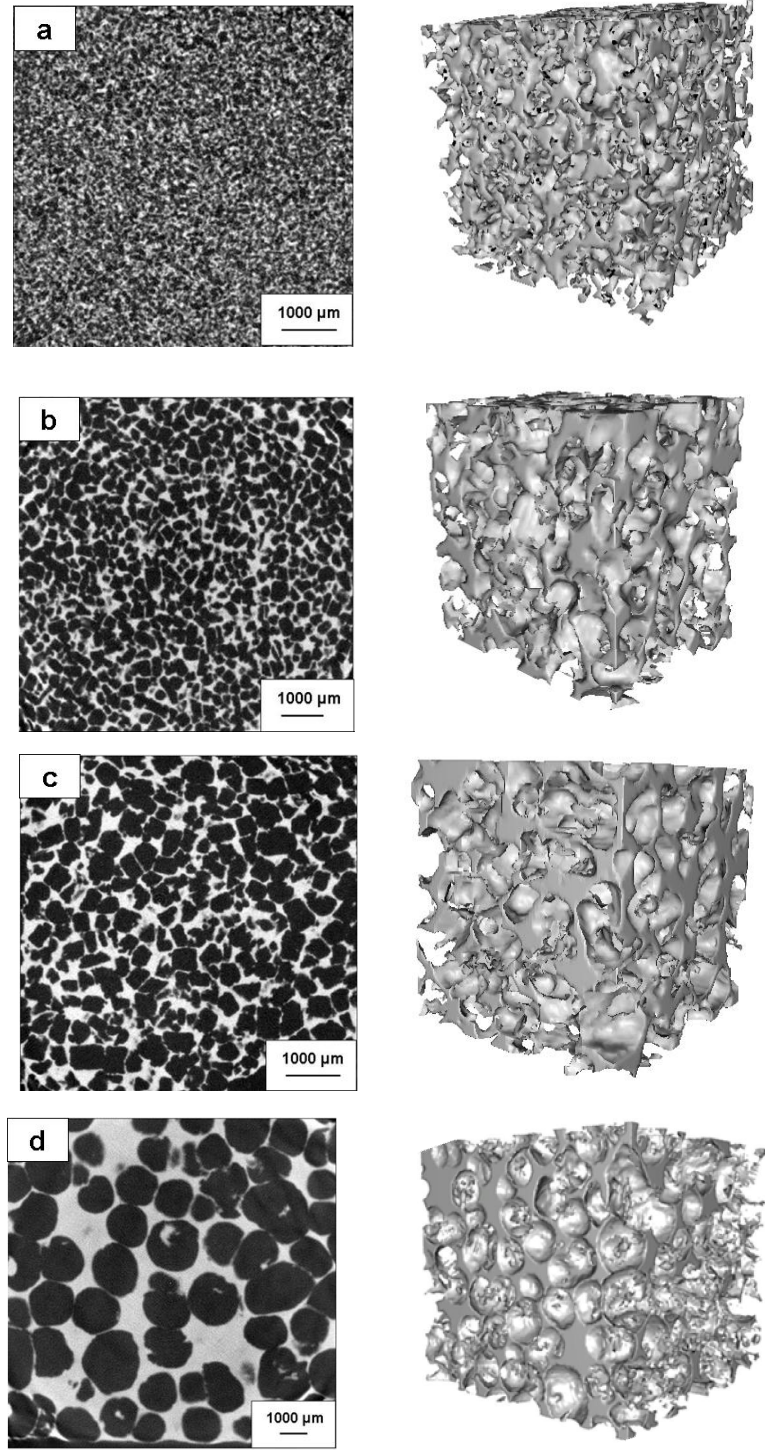
HİPOTEZ 2: Bölüm 8.3.3’te artan yer tutucu boyutunun presleme ve sinterlemeyi kötü yönde etkilediği ve daha gözenekli duvarların oluşmasına sebep olduğu bildirilmişti. Bu sebeple artan yer tutucu boyutunun elastik modülü ve mukavemeti düşüreceği öngörülmüştür.

HİPOTEZ 3: Bu doktora çalışmasında kullanılan yer tutucularla üretilen köpüklerde gözenek boyutu arttıkça elde edilen köpüğün gözenek yüzlerinin pürüzlülüğünün arttığı tespit edilmiştir (Şekil 8.57). Gözenek yüzü pürüzlülüğü basma kuvvetleri altındaki köpükte gerilmenin biriktiği kritik bölgeler oluşturacağından mukavemet ve elastik modülü düşüreceği öngörülmüştür.

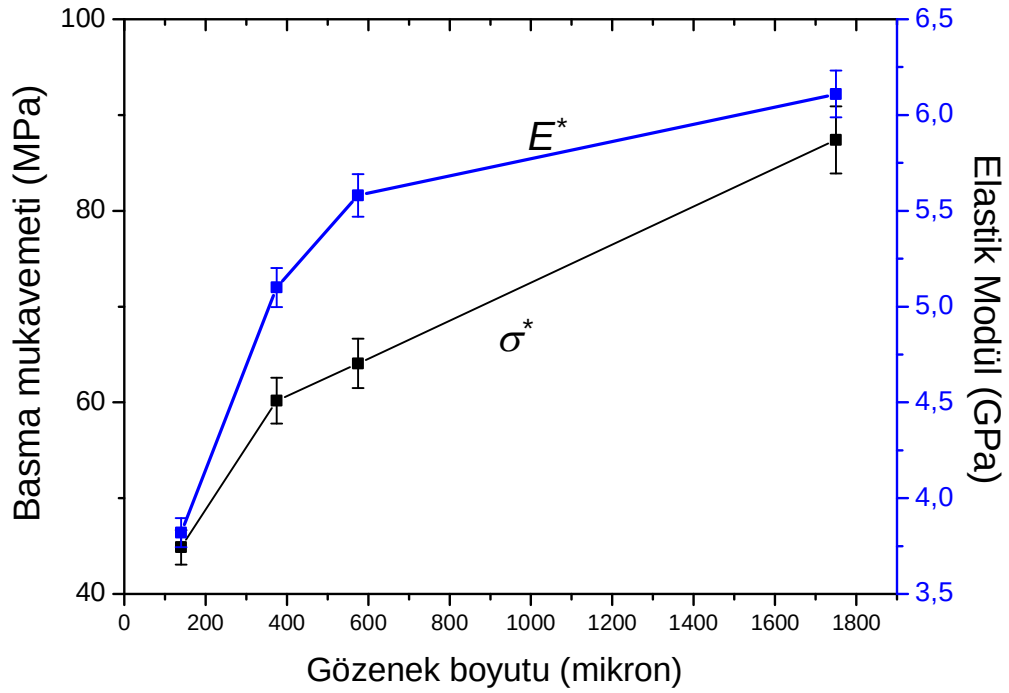
HİPOTEZ 4: Gözenek boyutu aynı göreceli yoğunlukta özgül yüzey alanını değiştirmektedir. Bu durum üretim süreci sırasında titanyumun yapısına giren oksijen miktarını etkilediğinden basma davranışını da etkileyeceği öngörülmüştür.

SONUÇLAR: Şekil 8.14 çalışmanın bu bölümünde birbiri ile kıyaslanan farklı gözenek boyutundaki titanyum köpüklerin, sırasıyla, tomografi kesitlerini, üç boyutlu görüntülerini ve fotoğraflarını göstermektedir.

Basma testlerinde elde edilen verilere bakıldığında elastik modül ve mukavemet değerlerinin artan gözenek boyutu ile arttığı gözlenmiştir (Şekil 9.17).



Şekil 9.16. (a) 140 μm , (b) 375 μm , (c) 575 μm ve (d) 1750 μm ortalama gözenek boyutuna sahip titanyum köpüklerin 10 μm çözünürlükle elde edilmiş tomografi kesitleri ve 3 μm çözünürlükle elde edilmiş üç boyutlu görüntüleri



Şekil 9.17. Her biri % 36 göreceli yoğunluğa farklı gözenek boyutuna sahip köpüklerde gözenek boyutu– elastik modül/basma mukavemeti değişimi

Çizelge 9.7 artan gözenek boyutuyla köpük yapısında meydana gelen değişimleri, bu değişimler sonucu mekanik özelliklerde beklenen değişimin öngörülen yönünü ve deneysel sonuçları göstermektedir. Burada üretilen titanyum köpüklerde gözenek boyutu değişimi ile değişen mimari özelliklerden; basma mukavemeti ve elastik modül üzerinde en etkin olanının duvar kalınlığı ve yüzey pürüzlülüğü olduğu sonucu çıkmaktadır.

Çizelge 9.7. Artan gözenek boyutuyla köpük yapısında ve mekanik özelliklerdeki değişim

	Artan Gözenek Boyutu ile	
	σ	E
Duvar Kalınlığı $\uparrow$	$\uparrow$	$\uparrow$
Yüzey Pürüzlülüğü $\downarrow$	$\uparrow$	$\uparrow$
Oksijen İçeriği $\downarrow$	$\downarrow$	-
Duvar yoğunluğu $\downarrow$	$\downarrow$	$\downarrow$
DENEYSEL SONUÇLAR	$\uparrow$	$\uparrow$

Elde edilen verilere göre gözenek boyutu ve göreceli yoğunluğun göreceli mukavemet ve elastik modül üzerindeki etkisinin belirlenmesi amacıyla iki değişkenli regresyon analizi uygulanmıştır (Eşitlik 9.1 ve 9.2). Gözenek şekli sabit alınmıştır. Bu analizde göreceli yoğunluğun üsleri G&A Kuramında öngörülen değerler olarak sabitlenmiştir. Buna göre mukavemet ve elastik modülün gözenek boyutu ile doğru orantılı olduğu görülmektedir. Bu eşitliklerden gözenek boyutunun mukavemet üzerinde daha etkin olduğu da gözlenmektedir. Bu regresyon analizinde gözenek boyutu milimetre cinsinden kullanılmıştır.

$$\frac{\sigma^*}{\sigma_s} = 0.99 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.5} + 0.1D - 0.159 \quad R^2 = 0.956 \quad (9.1)$$

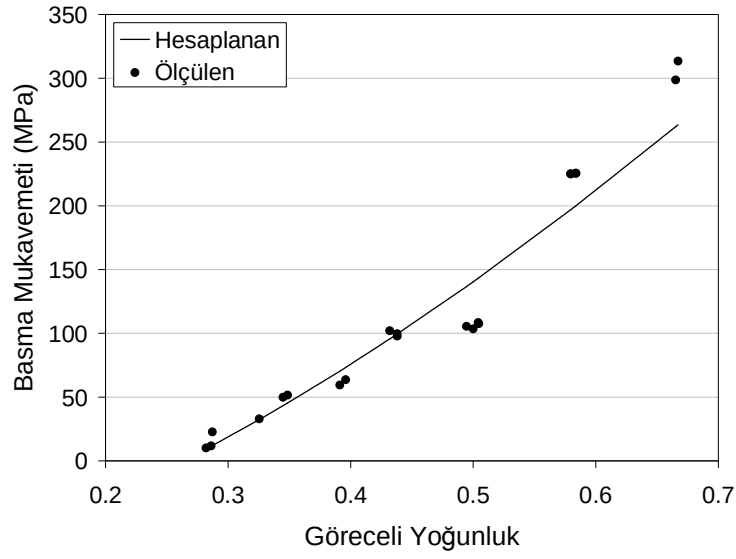
$$\frac{E^*}{E_s} = 0.2845 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + 0.0178D + 0.0017 \quad R^2 = 0.949 \quad (9.2)$$

Bu regresyon modellerinin değişken tutarlılık çizelgesine bakıldığında 0.0001 belirlilik düzeyinde tutarlı olduğunu görülmektedir (Çizelge 9.8).

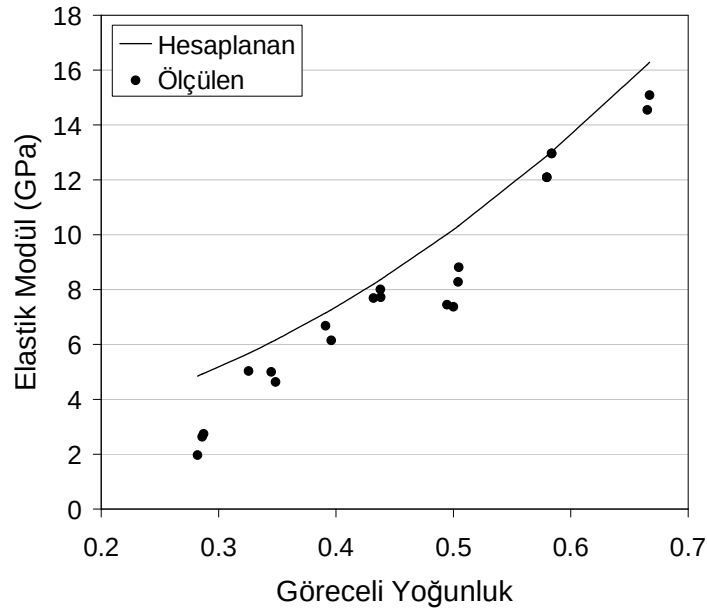
Çizelge 9.8. Göreceli yoğunluk ve gözenek boyutu olmak üzere iki bağımsız değişkenli regresyon modelinde bağımsız değişken katsayıları ve güvenilirlik dereceleri

Bağımlı Değişken	Bağımsız Değişken	Değer	Prob> t
Elastik Modül	Göreceli yoğunluk	0.28153	<0.0001
	Gözenek boyutu	0.01782	0.00961
Mukavemet	Göreceli yoğunluk	0.99052	<0.0001
	Gözenek boyutu	0.10021	<0.0001

Bu regresyon analizinin geçerliliği ortalama gözenek boyutu 250 µm olan titanyum köpükler ile kontrol edilmiştir. Basma mukavemeti değerleri istatistiki modelle özellikle düşük yoğunluklarda iyi bir uyum gösterirken (Şekil 9.18), elastik modül değerleri istatistiki modelin biraz altında çıkmıştır (Şekil 9.19).



Şekil 9.18. Ortalama 250 μm boyutundaki yer tutucularla üretilen köpüklerde basma mukavemetinin göreceli yoğunlukla ilişkisinin hesaplanana ve ölçülen değerleri



Şekil 9.19. Ortalama 250 μm boyutundaki yer tutucularla üretilen köpüklerde elastik modülün göreceli yoğunlukla ilişkisinin hesaplanana ve ölçülen değerleri

TARTIŞMA: Literatür bölümünde belirtildiği gibi gözenek boyutunun mukavemet ve elastik modül üzerine etkisi ihmal edilebilir olmakla birlikte halen tartışılan bir konudur. Bu çalışmada da mukavemet ve elastik modülün gözenek

boyutu ile doğru orantılı olduğu görülmektedir. Gözenek boyutunun elastik modül üzerine etkisi ise mukavemet üzerine etkisinden çok daha düşük seviyelerdedir. Bu durum titanyum yapısındaki oksijen miktarının mukavemet üzerinde elastik modüle kıyasla daha etkin olduğunu doğrulamaktadır.

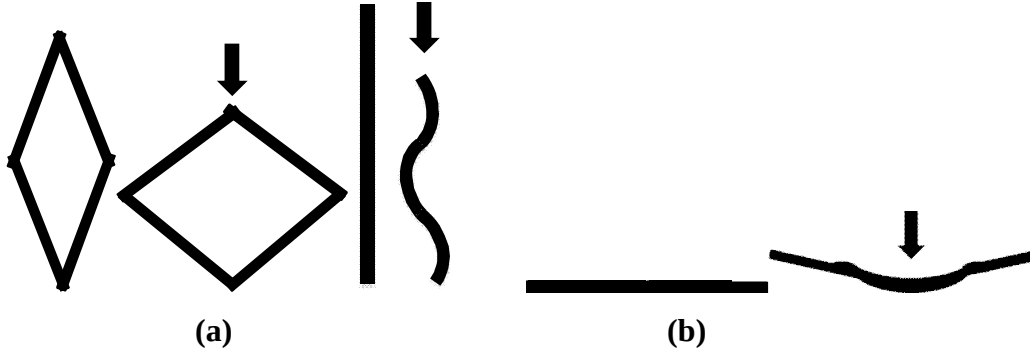
Ancak çoklu regresyon analizi sonucu elde edilen eşitliğe bakıldığında gözenek boyutu farklılığı yüksek olduğu durumlarda bu etki ihmal edilebilir düzeyden çıkabilir.

Sonuç olarak;

- ✓ Gözenek boyutunun azalması ile artan oksijen derişikliği ve duvar yoğunluğunun mukavemet ve elastik modülü arttıracakı öngörölmüştür fakat elde edilen sonuçlar özellikle düşük göreceli yoğunluklarda köpüklerin mukavemetinin ve elastik modölünün gözenek boyutu ile ters orantı olduğunu göstermiştir.
- ✓ Göreceli yoğunluk ve gözenek boyutu olmak üzere iki deęişkenli doğrusal regresyon analizi uygulanmıştır. Bu uygulama sonucu oluşturulan istatistiki model 0.0001 düzeyinde tutarlıdır.
- ✓ İki deęişkenli doğrusal regresyon analizi sonuçlarına göre gözenek boyutu mukavemet üzerinde elastik modül üzerinde olduğundan daha etkin bir deęişkendir.

8.4. Gözenek Şekli

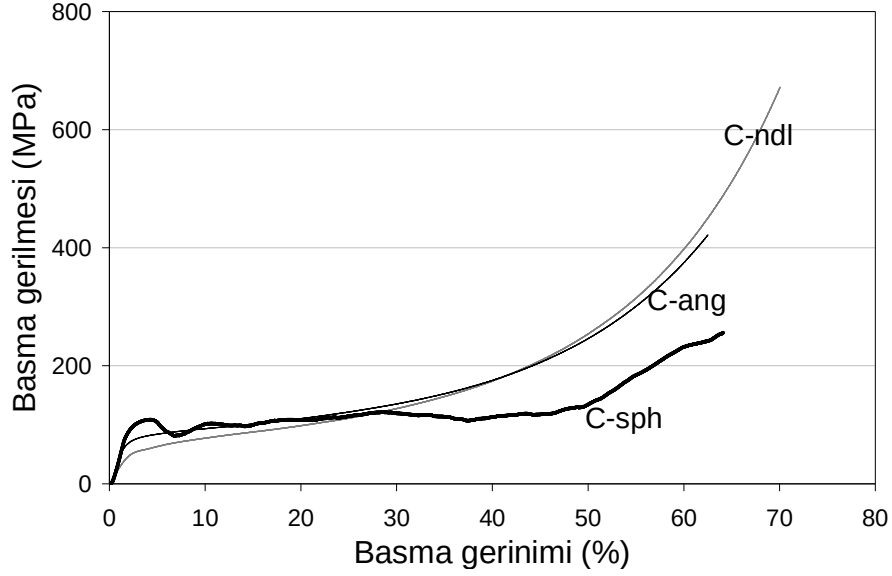
HİPOTEZ: Bölüm 8.3.4'te yer tutucuların boy/en oranı arttıkça bu yer tutucularla üretilen köpüklerin gözenek küreselliğinin düştüğü tespit edilmişti. Tomografi görüntüleri de yüksek boy/en oranına sahip gözeneklerin basma yükleri altında kolayca bükülebilecek uzun gözenek duvarları oluşturduğunu gözler önüne sermişti (Şekil 9.20). İğnesel gözeneklerin köpük mimarisinde yarattığı bu deęişimlerin basma mukavemeti ve elastik modölü düşürecekı öngörölmüştür.



Şekil 9.20. (a) Yük yönüne dik duvarların deformasyonu, (b) yük yönüne paralel duvarın deformasyonu

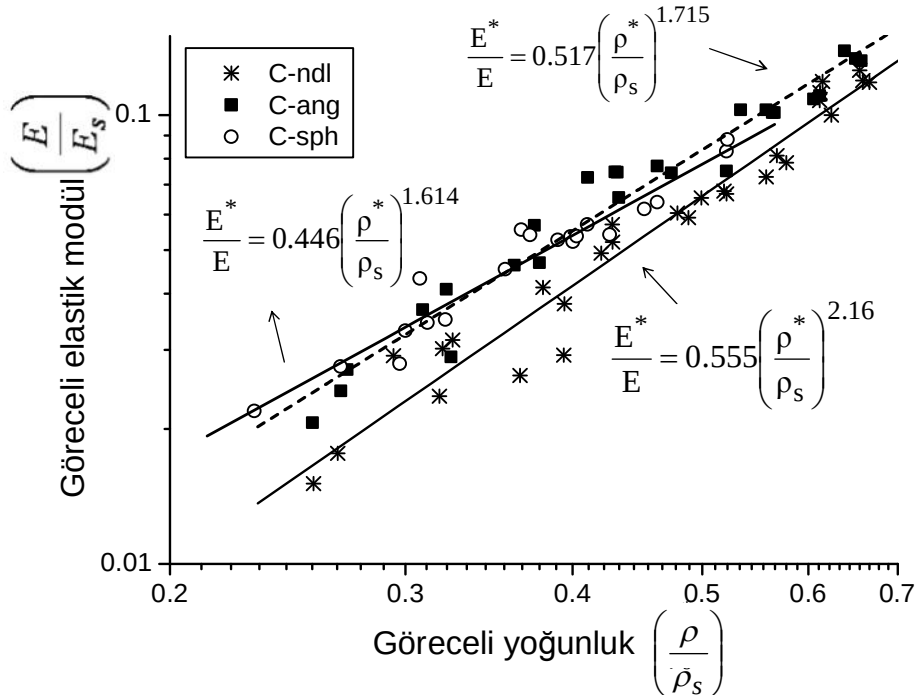
Ayrıca Bölüm 8.3.4'te gözenek bağlantılılığının düşmeye başladığı kritik göreceli yoğunluk değeri C-sph köpükleri için % 45, C-ang ve C-ndl köpükleri için >% 65 olarak belirlenmiş göreceli yoğunluk-göreceli basma mukavemeti grafiğinin bu noktalarda kırılacağı öngörülmüştür.

SONUÇLAR: Üç farklı morfolojide, aynı göreceli yoğunlukta üç farklı titanyum köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri Şekil 9.21'de gösterilmiştir. Gözenek küreselliği azaldıkça, bir başka deyişle gözeneklerin boy/en oranı arttıkça akma noktasının da düştüğü açıkça görülmektedir. Bu ilişkiye incelenen gözeneklilik aralığında bakıldığında iğnesel gözeneklere sahip köpüklerin, gelişigüzel yönlenmiş de olsa (Şekil 8.71) , hem elastik modül (Şekil 9.22) hem de basma mukavemeti (Şekil 9.23) değerlerinin diğer iki köpük türünden düşük olduğu gözlenmektedir.

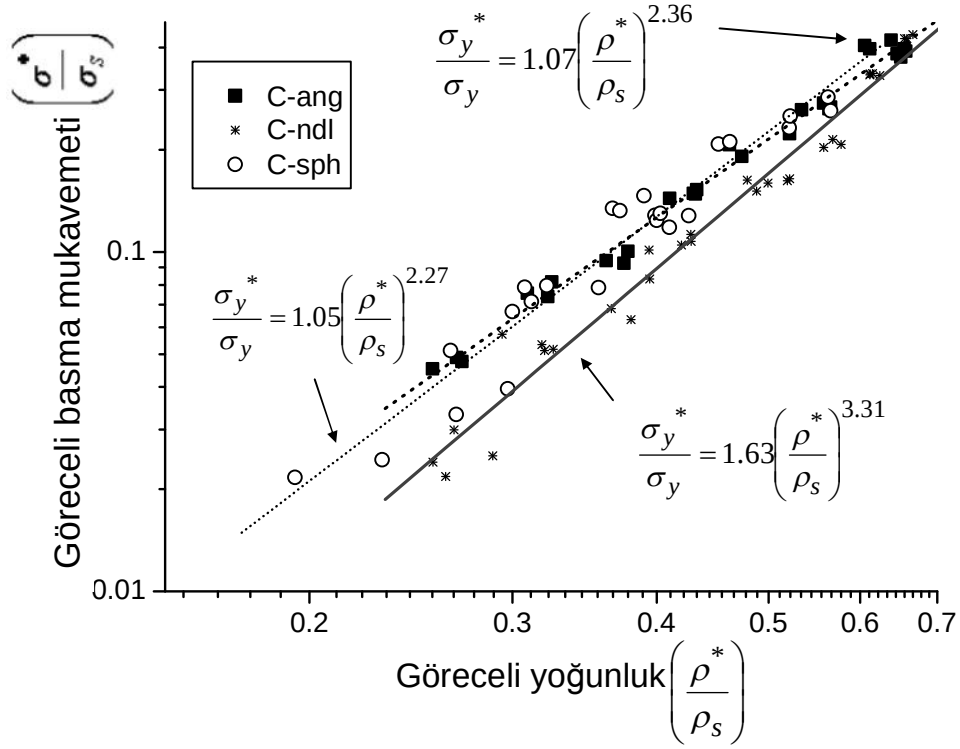


Şekil 9.21. Her biri % 36 göreceli yoğunluğa sahip iğnesel, köşeli ve küresel gözenekli titanyum köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri

Farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerin logaritmik-doğrusal elastik modül (n_E) ve basma mukavemeti (n_σ) grafiklerinin eğimleri Çizelge 9.3'te görülmektedir. Çizelge 9.3'ten gözeneklerin boy/en oranı ile n_E ve n_σ üslerinin de arttığı görülmektedir.



Şekil 9.22. Üç farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerin elastik modül – göreceli yoğunluk ilişkileri



Şekil 9.23. Üç farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerin basma mukavemeti – göreceli yoğunluk ilişkileri

Bu eşitliklerdeki n_σ ve n_E üslerinin çökme modu hakkında bilgi verdiği önceki bölümlerde bildirilmişti. Çizelge 9.9’da elde edilen C ve n değerleri verilmiştir. Ancak göreceli yoğunluk–göreceli mukavemet ve göreceli elastik modül karşılaştırmasında C ve n olmak üzere iki değişkenin bulunması karşılaştırmayı zorlaştırdığından çökme mekanizmasının yorumunu kolaylaştırması açısından C değerlerinin ortalaması alınmış, C_σ 1.25’de, C_E ise 0.506’de sabit tutularak çizilen grafiklerde n_σ ve n_E değerleri Çizelge 9.10’da verilmiştir. Sabit C değeri ile her iki mekanik özellikte de boy/en oranı-n üssü eğilimi değişmemiştir.

Çizelge 9.9. Farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerin logaritmik-doğrusal elastik özellik üsleri

	Gözeneklerin boy/en oranı	n_{σ}	n_E
<i>Küresel</i>	1	2.270	1.614
<i>Köşeli</i>	2	2.355	1.715
<i>İğnesel</i>	4	3.310	2.160

Çizelge 9.10. Farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerde C değerleri sabit tutularak hesaplanan logaritmik-doğrusal elastik özellik üsleri

	Gözeneklerin boy/en oranı	n_{σ}	n_E
<i>Küresel</i>	1	2.490	2.486
<i>Köşeli</i>	2	2.561	2.720
<i>İğnesel</i>	4	2.830	3.130

Numunelerin göreceli yoğunlukları ve gözeneklerin ortalama boy/en oranları olmak üzere 2 değişkenli bir regresyon analizi yapıldığında aşağıdaki sonuca ulaşılmıştır. Üretilen köpüklerin basma davranışının G&A mükemmel köpük davranışından sapmasının gözeneklerin boy/en oranları olup olmadığının araştırılması amacıyla göreceli yoğunluk üsleri G&A kuramında öngörülen değerler olarak alınmıştır. Çizelge 9.11’de görülen değişken tutarlılık çizelgesine göre göreceli mukavemet modeli 0.0001 düzeyinde tutarlı tutarlı iken elastik modül modelindeki boy/en oranı değişkeni (A) anlamsızdır.

$$\frac{\sigma^*}{\sigma_s} = 1.017 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.5} - 0.018A - 0.091 \quad R^2 = 0.977 \quad (9.3)$$

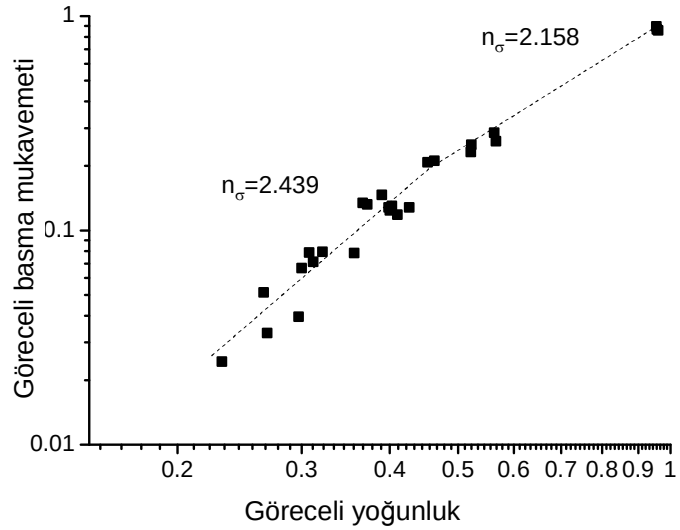
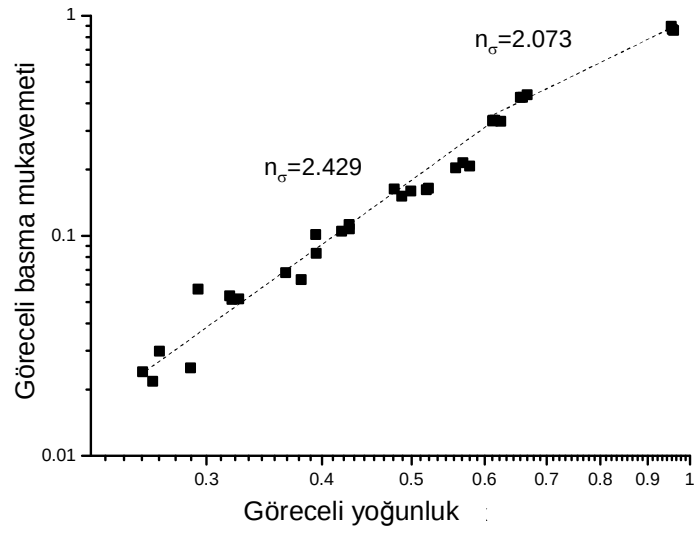
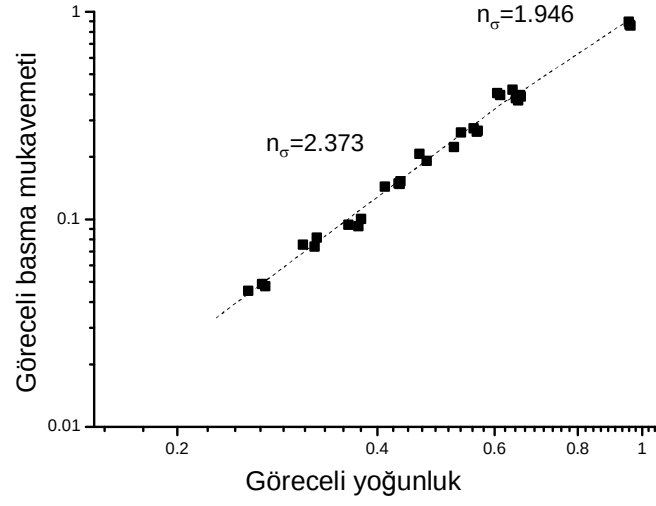
$$\frac{E^*}{E_s} = 0.20 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 - 0.0015A - 0.024 \quad R^2 = 0.915 \quad (9.4)$$

Çizelge 9.11. Göreceli yoğunluk ve gözeneklerin boy/en oranları olmak üzere iki bağımsız değişkenli regresyon modelinde bağımsız değişken katsayıları ve güvenilirlik dereceleri

Bağımlı değişken	Bağımsız Değişken	Değer	Prob> t
Elastik Modül	Göreceli yoğunluk	0.20	<0.0001
	Gözenek boy/en oranı (A)	0.0015	0.21977
Mukavemet	Göreceli yoğunluk	1.017	<0.0001
	Gözenek boy/en oranı (A)	0.018	<0.0001

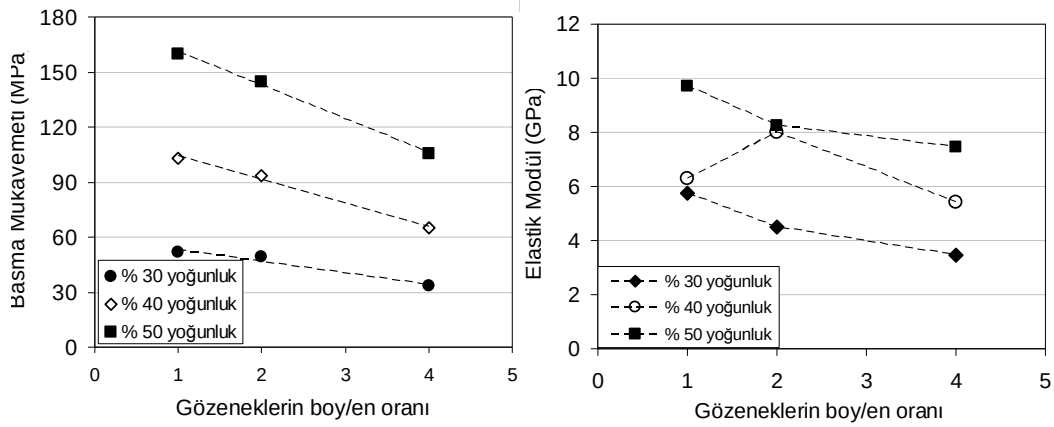
Çoklu regresyon analizleri köpüklerin mukavemet ve elastik modülünün gözeneklerin boy/en oranı ile ters orantılı olduğunu göstermektedir. Boy/en oranı elastik modül üzerinde daha zayıf bir etkiye sahiptir.

Üç farklı morfolojideki titanyum köpüklerin göreceli basma mukavemeti-göreceli yoğunluk ilişkisinde tespit edilen kırılma noktaları ve değişen eğimleri Şekil 9.24'te verilmiştir. Buna göre iğnesel ve köşeli gözenekli köpükler % 65 göreceli yoğunlukta bir kırılma gösterirken küresel gözenekli köpükler bu kırılmayı % 45 göreceli yoğunluklarda göstermektedir.



Şekil 9.24. (a) C-ang (b) C-ndl ve (c) C-sph köpüklerinde göreceli basma mukavemeti- göreceli yoğunluk ilişkisinde tespit edilen kırılma noktaları ve değişen eğimler

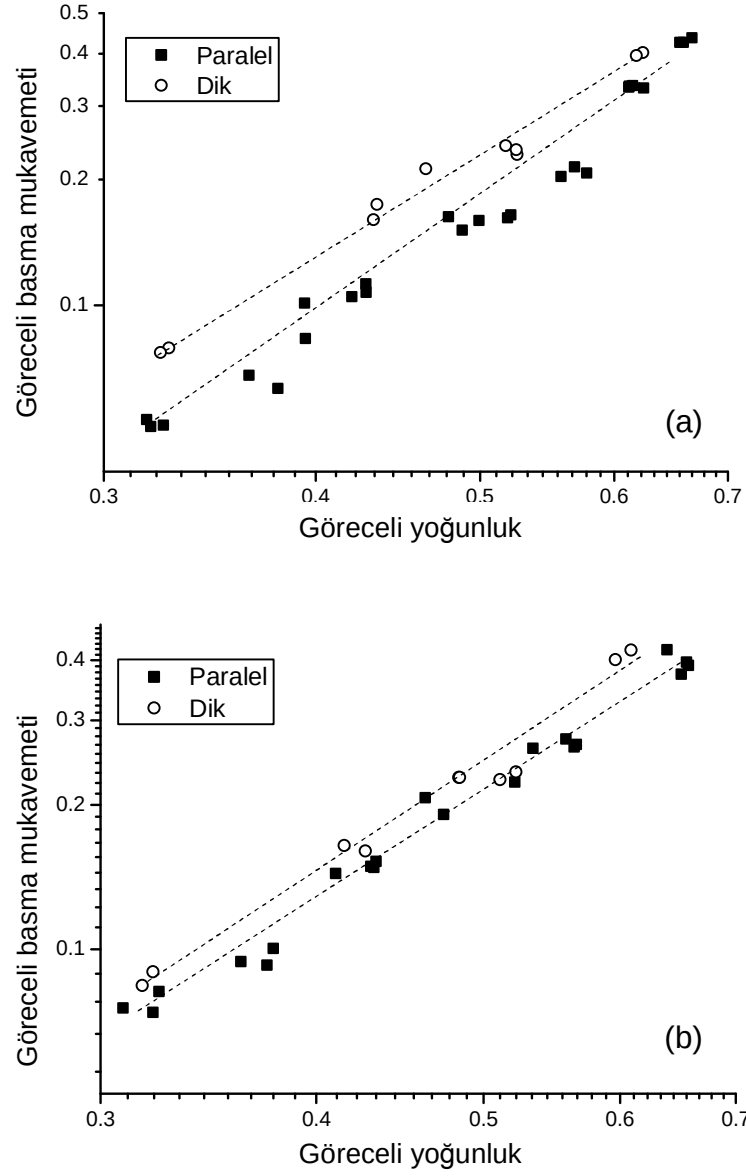
Şekil 9.25 köpüklerin boy/en oranı ile köpüğün basma mukavemeti ve elastik modülü arasındaki ilişkiyi farklı yoğunluk değerlerinde vermektedir. Bu grafiklerden, Şekil 9.22 ve 23'te böyle bir eğilimin net şekilde görülmemesine karşın, gözeneklerin boy/en oranı arttıkça mukavemetin ve elastik modülün düştüğü görülmektedir. Ancak C değerlerinin sabit tutulduğu durumda hesaplanan n üslerine bakıldığında gözeneklerin boy/en oranı ile n değerlerinin düştüğü, bir başka deyişle aynı göreceli yoğunluktaki köpüğün mukavemetinin ve elastik modülünün boy/en oranı arttıkça azaldığı anlaşılmaktadır.



Şekil 9.25. Farklı boy/en oranında gözeneklere sahip titanyum köpüklerin boy/en oranı – (a) basma mukavemeti ve (b) elastik modül ilişkisi

Anizotropi: Bölüm 8.3.4'te her üç gözenek şekline sahip köpükte de kayda değer bir gözenek yönlenmesi olmadığı bildirilmişti. Köpüklerin mekanik özelliklerinin anizotropi gösterip göstermediğinin belirlenmesi amacıyla basma testleri presleme yönüne dik ve paralel yönde uygulanmış, sonuçlar karşılaştırılmıştır.

C-ndl köpüklerde anizotropi C-ang köpüklerden daha belirgin şekilde gözlenmiştir (Şekil 9.26). Imwinkelried titanyum köpüklerle yaptığı çalışmada köpüklerin her zaman presleme yönüne dik yönde daha mukavim olduğunu belirtmiştir. Niu [101] da presleme yönüne paralel yönde yönlenmiş gözeneklerin bu yöndeki mukavemeti düşürdüğünü sonlu elemanlar yöntemi ile kuramsal olarak belirlemiştir.



Şekil 9.26. (a) C-ndI ve (b) C-ang köpüklerinde presleme yönüne paralel ve dik yönde ölçülen basma mukavemetleri

TARTIŞMA: Bu bölümde elde edilen sonuçlar gözeneklerin boy/en oranı arttıkça mukavemet ve elastik modülün düştüğünü göstermektedir. C_σ değeri sabit tutularak belirlenen n üslerinde özellikle iğnesel gözenekli köpüklerde n_σ üssünün 3'e yakın değeri bu köpüklerdeki ince uzun duvarların kolayca büküleceği hipotezini desteklemiştir. Bu tip köpüklerde ana çökme mekanizmasının duvar bükülmesi olduğu söylenebilir.

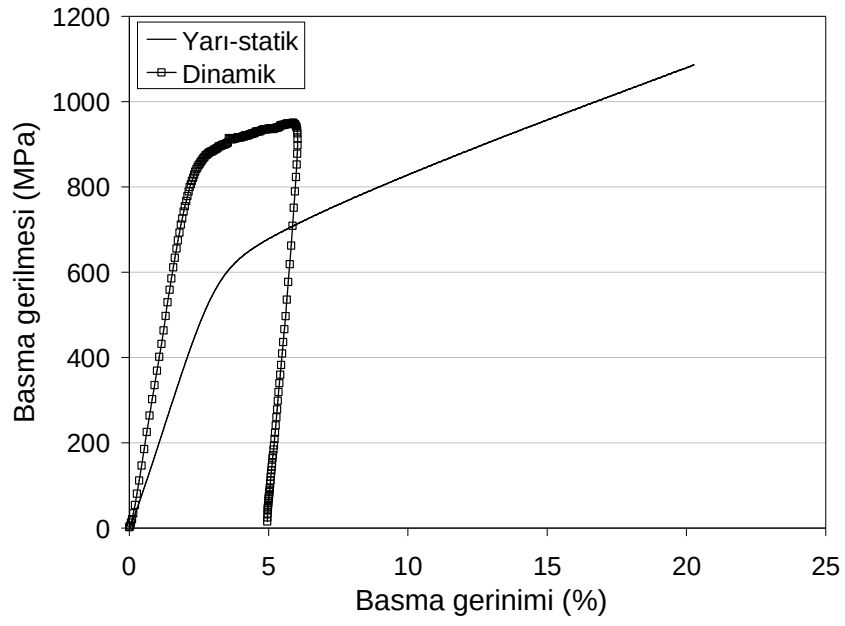
Öte yandan, üç farklı morfolojide gözenek yapısına sahip köpüklerde Bölüm 8.3.4'te tespit edilen açık gözeneklilik oranının düşmeye başladığı yoğunluk değeri ile göreceli yoğunluk-göreceli mukavemet eğrisinde eğimin değiştiği yoğunluk değeri beklenildiği gibi denk düşmemiştir. Bu durum mekanik özelliklerde açık gözenek oranından ziyade gözenek duvar yapısının önem arz ettiğini göstermektedir.

9.5. Gerinim Hızı

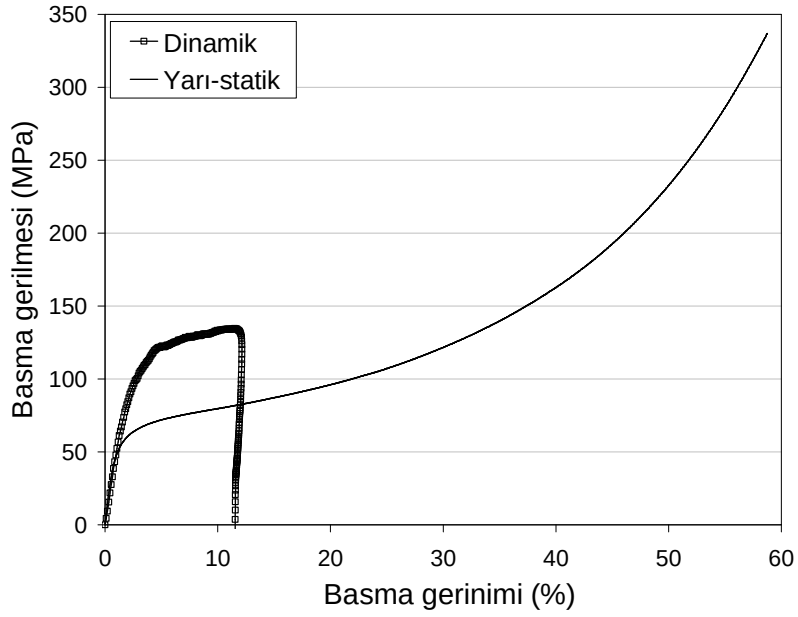
HİPOTEZ: Gerinim hızının malzemelerin basma mukavemetini arttırdığı fakat elastik modülü değiştirmedeği bilinmektedir [1]. Ayrıca literatürde Al köpükler ile yapılmış birçok çalışmada [57,58] göreceli yoğunluk arttıkça gerinim hızı hassasiyetinin arttığı bildirilmiştir. Bu doktora çalışmasında üretilen bazı köpüklerin gerinim hızı hassasiyeti İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü laboratuvarlarında yapılan Split Hopkinson Pressure Bar (SHBP) testleri ile araştırılmıştır.

SONUÇLAR: Yapılan dinamik testlerde elde edilen mukavemet değerleri yarı-statik testlerle karşılaştırılmıştır. Buna göre yığınsal titanyum malzemesi (% 95 yoğunluk) 567 MPa'dan 810 MPa'a % 43'lük bir mukavemet artışı gösterirken, % 38 göreceli yoğunluktaki C-ang (375 μ m) köpüğü 62 MPa'dan 73 MPa'a ortalama % 17'lik, % 47,5 yoğunluğa sahip numune ise ortalama % 12'lik bir artış göstermiştir (Şekil 9.27).

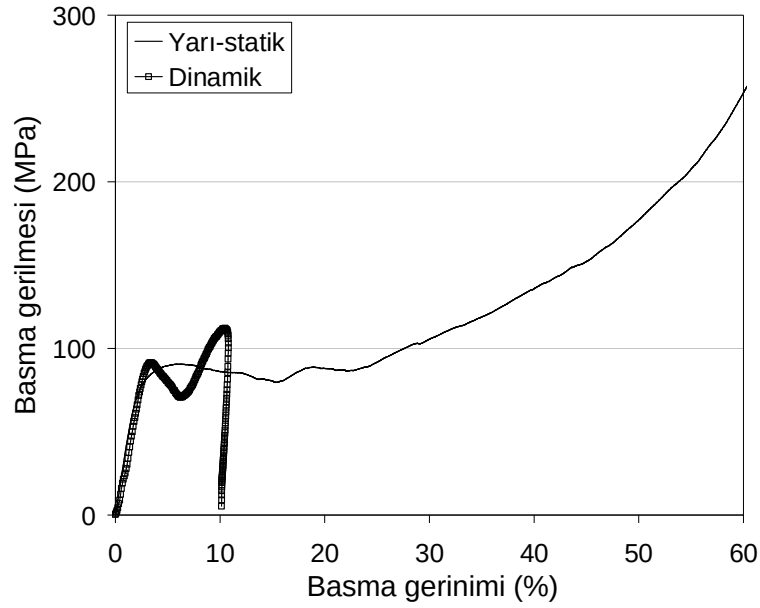
Bu çalışmada C-ang (375 μ m) köpüklerde gözeneklilikle artan oldukça belirgin bir gerinim hızı hassasiyeti bulunurken (Şekil 9.28), C-sph köpüklerde basma mukavemetinde kayda değer bir farklılık gözlenmemiştir (Şekil 9.29).



Şekil 9.27. Yığinsal Ti malzemesinin yarı-statik ve 480 s^{-1} hızda yapılmış dinamik testinin basma gerilme-gerinim grafiği



Şekil 9.28. Hac. % 70 C-ang ($375 \mu\text{m}$) yer tutucu ile üretilmiş köpüğün yarı-statik ve 560 s^{-1} hızda yapılmış dinamik testinin basma gerilme-gerinim grafiği



Şekil 9.29. Hac. % 70 C-sph yer tutucu ile üretilmiş köpüğün yarı-statik ve 450 s^{-1} hızda yapılmış dinamik testinin basma gerilme-gerinim grafiği

Farklı morfolojideki köpüklerin gerinim hızı hassasiyetleri Çizelge 9.12’de verilmiştir. Buna göre artan gerinim hızıyla en belirgin mukavemet artışı iğnesel gözenekli köpüklerde, en düşük artış ise küresel gözenekli köpüklerde görülmektedir.

Çizelge 9.12. Farklı morfolojideki köpüklerin gerinim hızı hassasiyetleri

	Yoğunluk (%)	SHBP Mukavemet (MPa) $\sim 600 \text{ s}^{-1}$	Yarı-statik mukavemet (MPa) 10^{-3} s^{-1}	% artış
C-sph	36.81	91.10	86	5.6
C-ndl	38.07	70.70	54	23.6
C-ang	37.92	72.86	64	12.2

TARTIŞMA: Dannemann ve ark. [57] döküm ve toz metalürjisi yöntemleri ile üretilen alüminyum köpüklerin gerinim hızı hassasiyetlerini karşılaştırdığı çalışmada, toz metalürjisi ile üretilen Alulight köpüklerin gerinim hızı hassasiyeti göstermemesinin duvar içi gözenekliliği olduğunu vurgulamışlardır. Gerinim hızı hassasiyetinin ortaya çıkmasındaki en önemli etkenlerden birinin gazların gözenek duvarlarından geçerek duvar kırılmalarına sebep olmasıdır. Döküm yöntemi ile üretilen köpüklerde duvarlar kapalı mikro-

gözenekler içerirken toz metalürjisinde yüzeyle bağlantılı sinterleme gözenekleri bulunur. Bu durum gazın basınç yaratmadan duvardan geçmesine olanak sağlar. Hall ve arkadaşları [82] köpüğün gerinim hızı hassasiyetinin büyük ölçüde köpük malzemesine bağlı olduğunu söylemiş, alüminyumda bu hassasiyetin ihmal edilecek derecede az bulunduğunu kaydetmişlerdir. Titanyumun ise gerinim hızı hassasiyeti olduğu bilinmektedir [83].

Elde edilen sonuçlar ışığında yığınsal titanyumun gerinim hızına hassas olduğu gözlemlenmiştir. Gözeneklilik artışı ile belirgin hale gelen hassasiyet literatürde Al köpüklerle elde edilen eğilimle uyum göstermektedir. Bu hassasiyet C-sph köpüklerinde görülmemektedir. Dannemann ve ark. [57] Alporas köpüklerinde düşük göreceli yoğunlukta gözeneklerin polihedron şeklinde olduğunu ve gözenek duvarlarının boy/en oranının yüksek olduğunu belirtmiş, bu durumun gerinim hızı hassasiyetini azalttığını bildirmişlerdir. Yüksek yoğunluklarda ise gözeneklerin küresele yakın olmasının duvar boy/en oranını azaltmasından dolayı gerinim hızı hassasiyetini de arttırdığını belirtmişlerdir. Bir başka çalışma ise [102] göreceli yoğunluk azaldıkça gerinim hızı hassasiyetinin arttığını gözlemiş ve rapor etmiştir. Bu doktora çalışmasında ise yoğun titanyumda artan gerinim hızıyla mukavemet artışının % 40 civarında olduğu, C-ang köpüklerde ise gerinim hızı hassasiyetinin daha az olduğu, fakat göreceli yoğunluğun azalması ile daha belirgin hale geldiği tespit edilmiştir.

Gerinim hızına en hassas köpüğün iğnesel gözenekli köpükler olması hızlı gerinimlerde gözenek duvarlarının bükülmesi için yeterince zaman olmamasına bağlanabilir. Montanini [81] farklı gözenek boyutlarına sahip açık ve kapalı gözenekli alüminyum köpüklerle yaptığı çalışmada mikro-eylemsizlikten kaynaklanan gerinim lokalizasyonunun yüksek olduğu kapalı gözeneklerin ve küçük gözenek boyutunun gerinim hızına hassasiyeti arttırdığını bildirmiştir. Bu çalışmada tespit edilen küresel gözenekli köpüklerdeki düşük hassasiyetin diğer köpüklerden yüksek olan ortalama gözenek boyutu ve nispeten yüksek kapalı gözenek oranı olduğu düşünülmektedir.

9.6. Mimari Özellik - Mekanik Özellik İlişkisi Genel Sonuçlar

Doktora tezinin bu bölümünde basma sabitleri üzerine etkisi incelenen göreceli yoğunluk, gözenek boyutu ve gözenek değişkenleri değişkenlerinin tüm verilerini içeren bir regresyon analizi yapıldığında aşağıdaki eşitliklere ulaşılmıştır. Bu eşitlikler ortalama 250 µm boyutunda gözenekler içeren köpüklerin deneysel sonuçları ile karşılaştırıldığında göreceli mukavemet değerlerinin % 55'ten düşük yoğunluğa sahip numunelerde kabul edilebilir uyumda olduğu görülmektedir (Şekil 9.30). Elastik modülünün hesaplanan ve ölçülen tüm değerleri ise iyi bir uyum gözlenmektedir (Şekil 9.31). Bu eşitliklere bakıldığında mukavemet ve elastik modül üzerinde en etken değişkenin göreceli yoğunluk olduğu gözenek boy/en oranının ve gözenek boyutunun onu takip ettiği görülür. Gözenek şekli hem elastik modül hem mukavemet üzerinde gözenek boyutundan daha etken bir değişkendir.

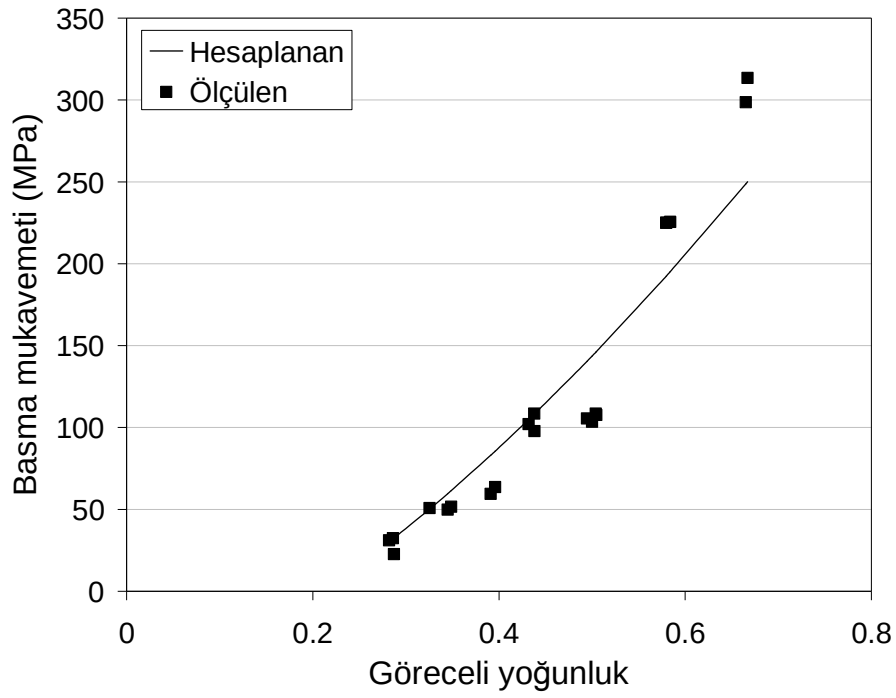
Bu denklemlerde dikkati çeken bir diğer durum ise Bölüm 9.3'te mekanik özellikler ile doğru orantılı olduğu saptanan gözenek boyutunun bu denklemlerde ters orantılı olarak görünmesidir. Her iki özelliğin de değişken tablosunda (Çizelge 9.13) gözenek boyutu için belirlenen katsayının belirlilik düzeyinin 0.05'ten yüksek olması bu değişkenin bu modellerde anlamsız olduğunu göstermektedir. Boy/en oranı değişkeni yokluğunda gözenek boyutu anlamlı bir değişken iken, boy/en oranı değişkeni eklendiğinde anlamsız olması boy/en oranı ile gözenek çapının birbirinden bağımsız olmadığının bir göstergesidir.

$$\frac{\sigma^*}{\sigma_s} = 0.856 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.5} - 0.0143A - 0.0042D - 0.045 \quad (9.5)$$

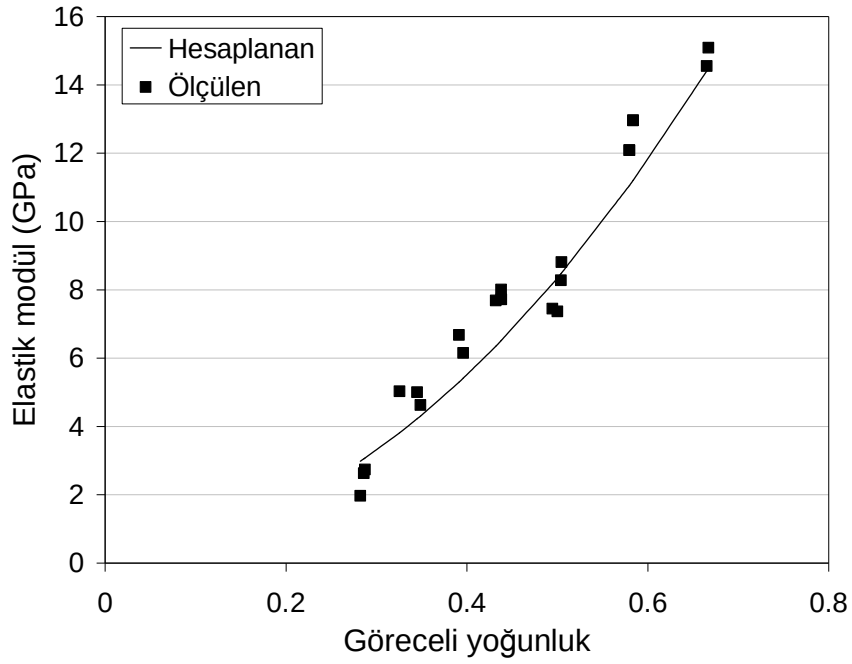
$$\frac{E^*}{E_s} = 0.286 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 - 0.0055A - 0.0029D + 0.0188 \quad (9.6)$$

Çizelge 9.13. Göreceli yoğunluk, gözenek boyutu ve gözeneklerin boy/en oranları olmak üzere üç bağımsız değişkenli regresyon modelinde bağımsız değişken katsayıları ve güvenilirlik dereceleri

Bağımlı değişken	Bağımsız Değişken	Değer	Prob> t
Elastik Modül	Göreceli yoğunluk	0.286	<0.0001
	Gözenek boy/en oranı	-0.0055	<0.0001
	Gözenek boyutu	-0.0029	0.08552
Mukavemet	Göreceli yoğunluk	0.856	<0.0001
	Gözenek boy/en oranı	-0.0143	<0.0001
	Gözenek boyutu	-0.0042	0.01611



Şekil 9.30. Eşitlik (8.5)'in deneysel mukavemet ölçümleriyle karşılaştırması grafiği



Şekil 9.31. Eşitlik (8.6)'nın deneysel elastik modül ölçümleriyle karşılaştırması grafiği

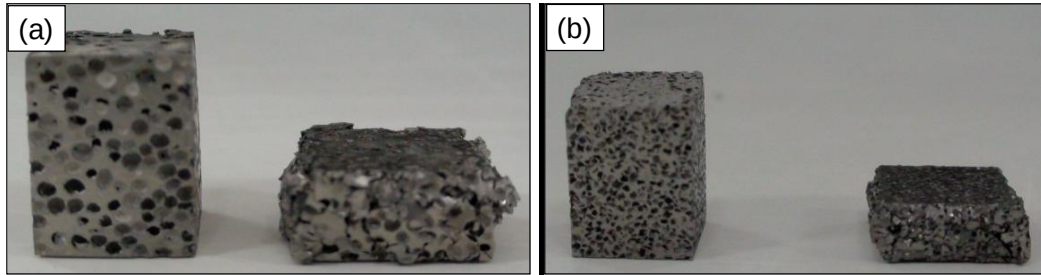
Özetle;

- ✓ Gözeneklerin boy/en oranı ile mukavemet ve elastik modül doğru orantılıdır.
- ✓ Gözeneklerin boy/en oranı elastik modüle kıyasla basma mukavemeti üzerinde daha etkindir.
- ✓ Gözeneklerin boy/en oranı arttıkça köpüklerde görülen anizotropi artmaktadır. En belirgin anizotropi iğnesel gözenekli köpüklerde gözlenirken küresel gözenekli köpüklerde anizotropiye rastlanmamıştır.
- ✓ Göreceli yoğunluk ve boy/en oranı olmak üzere iki değişkenli doğrusal regresyon analizi uygulanmıştır. Olasılık değerlerine göre, göreceli mukavemet modeli 0.0001 düzeyinde tutarlı iken elastik modül modelindeki boy/en oranı değişkeni (A) anlamsızdır. Bu durum boy/en oranının gerçekte tamamen bağımsız bir değişken olmamasından kaynaklanmaktadır.
- ✓ İğnesel gözenekli köpüklerde elde edilen yüksek n üssü bu köpüklerin duvar bükülmesi ile deforme olduğuna işaret etmektedir.
- ✓ Üretilen köpüklerin basma mukavemeti artan gerinim hızı ile artmaktadır. Bu artış gözeneklerin ortalama boy/en oranı arttıkça belirginleşmektedir.

10. ENERJİ SOĞURMA KABİLİYETİ

Salimon ve Brechet [39] çelik, alüminyum ve titanyum köpüklerin malzeme indisleriyle yaptıkları hesaplamalarda malzeme tasarımında enerji emilimi göstergelerini karşılaştırmış ve titanyum köpüklerin enerji emebilme kapasitesinin alüminyum köpüklerden daha yüksek olduğu saptamışlardır. Fakat titanyum köpüklerin enerji emebilme özelliği gerektiren uzay ve savunma uygulamalarında kullanılabilmesi için dikkatli bir tasarım yapılarak bu özelliğinin optimize edilmesi gerektiğini bildirmişlerdir. Örneğin, berilyum yapısal elemanların titanyum köpüklerle veya sandviçlerle değiştirilmesinin ekonomik olarak fayda sağlayabileceğini belirtmişlerdir.

Bu çalışmada üretilen köpükler yüksek gerinim değerlerine kadar bütünlüklerini korumuştur (Şekil 10.1). Bu durum üretilen köpüklerin elastik-plastik özelliğini koruduğu, üretim sırasında kirlilik sebebiyle kırılganlaşmadığının bir göstergesidir.



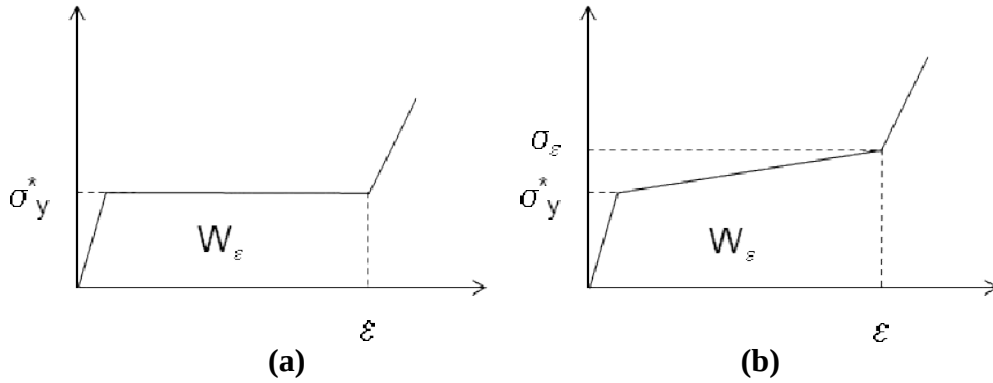
Şekil 10.1. (a) C-sph ve (b) C-ang (575µm) köpüklerinin basma testi öncesi ve sonrası görüntüleri

10.1. Gözenek Miktarı

HİPOTEZ: titanyum köpüklerin yukarıda sözü edilen uygulama alanlarında potansiyel kullanımı enerji soğurma kabiliyetlerinin ve bu kabiliyetin bağlı olduğu özelliklerin bilinmesini gerektirmektedir. Bölüm 9'da üretilen köpüklerde göreceli yoğunluk-göreceli basma mukavemeti ilişkisi bir eşitlikle belirtilmişti. Yumuşak gerilme-gerinim grafiği gösteren köpüklerde akma noktasından sonra yoğunlaşma noktasına kadar devam eden ikinci bölgede ise basma gerilmesinin basma geriniminin bir fonksiyonu olarak ifade edilebileceği

görülmektedir. Bu sonuçlar ışığında üretilen köpüklerin çeşitli gerinim değerlerinde birim hacminin ya da kütlesinin soğurduğu enerji miktarının göreceli yoğunluk ve gerinim yüzdesi cinsinden belirtilebileceği öngörülmüştür.

SONUÇLAR: Bu çalışmada üretilen köpüklerin basma gerilim-gerinme grafikleri ikiye ayrılabilir. Şekil 10.2 (a) gerinim sertleşmesi göstermeyen C-sph köpüklerine ait, Şekil 10.2 (b) ise gerinim sertleşmesi gösteren diğer köpüklere ait grafiklerin şematik gösterimidir.



Şekil 10.2. (a) Sabit gerinimde plato bölgesi gösteren, (b) gerinim sertleşmesi gösteren köpüğün belirli bir gerilme değerinde soğurduğu enerji

Şekil 10.2’de görüldüğü gibi doğrusal elastik bölgede soğurulan enerji miktarı ikinci bölgede soğurulan enerji miktarına kıyasla ihmal edilebilir miktardadır. Sabit gerinimde plato bölgesi gösteren bir köpükte (Şekil 10.3. (a)) soğurulan enerji aşağıdaki gibidir:

$$W_{\epsilon} \approx \sigma_y^* \cdot \epsilon \quad (10.1)$$

Eğer köpük gerinim sertleşmesi gösteriyorsa plato bölgesi biraz eğimli olacağından belirli bir gerilmede soğuracağı enerji aşağıdaki eşitlikle ifade edilebilir:

$$W_{\epsilon} \approx \sigma_y^* \cdot \epsilon + \frac{(\sigma_{\epsilon} - \sigma_y^*) \cdot \epsilon}{2} \quad (10.2)$$

Üretilen köpüklerin belirli gerinimlerde soğurdukları enerji miktarlarının yukarıdaki eşitliklerden faydalanarak göreceli yoğunluğun ve gerinimin bir fonksiyonu şeklinde ifade edilebileceği öngörülmüştür.

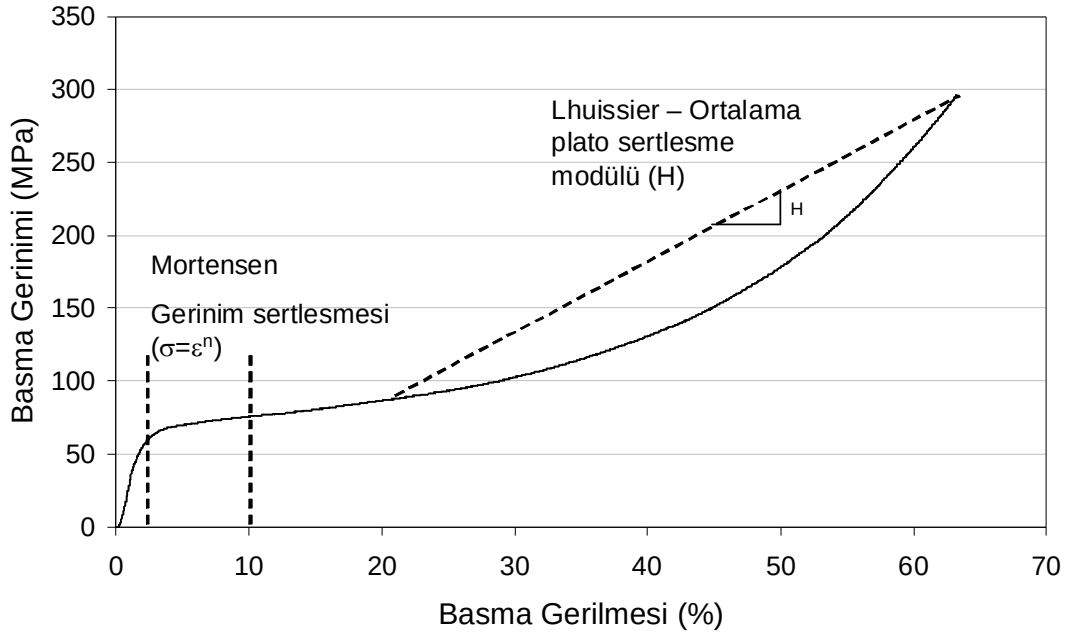
Farklı gözenekliliğe sahip köpüklerin basma grafikleri üzerinde hesaplanan yoğunlaşma gerinimi değerlerinde soğurulan enerji miktarları hesaplandığında bu köpük malzemesinin en yüksek enerji verimini gösterdiği göreceli yoğunluk bulunabilir.

Malzemelerin gerinim sertleşmesi üssü (n) aşağıda verilen Hollomon eşitliği ile bulunabilir. Yoğun malzemeler için Hollomon eşitliği akma noktasının hemen sonrasında yer alan dirsek bölgesi alınarak hesaplanırken, köpük malzemelerde plato bölgesi gerinim sertleşmesi üssü adıyla plato bölgesinde hesaplanır.

$$\sigma = k\varepsilon^n \quad (10.3)$$

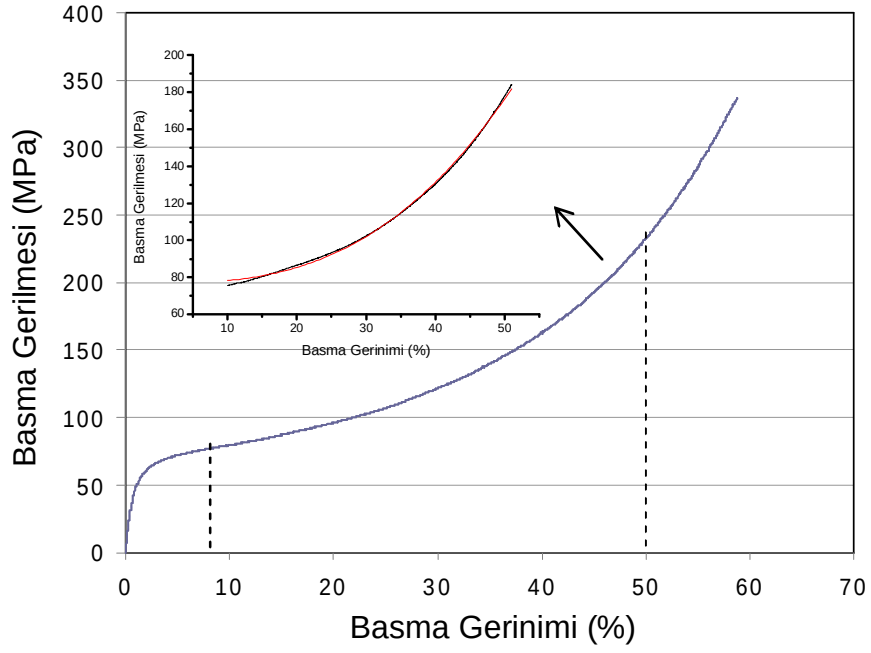
Literatürde metalik köpük malzemelerin plastik deformasyonunun öngörüsü için yapılan çalışmalardan ikisi Şekil 10.3'teki grafikte gösterilmiştir. Mortensen ve arkadaşları [45] köpüklerde görülen gerinim sertleşmesinin köpük malzemesi cinsine bağlı, köpük yapısından bağımsız olduğunu bildirmişlerdir. Lhuissier ve arkadaşlarının çalışması [80] tanımladığı gerinim sertleşmesi sabiti ise plato bölgesi alınarak hesaplanmaktadır. Bu çalışmada veya literatürdeki diğer çalışmaların hiçbirinde farklı gözenek özelliklerinin plato bölgesi gerinim üssü karşılaştırılmamıştır.

Metalik köpüklerin enerji soğurma miktarı gerinim sertleşmesi üssü ile doğru orantılı iken, enerji verimliliği bu değerle ters orantılıdır. Çünkü gerinim-gerilme grafiğinde plato bölgesi ne kadar düz ise verim o kadar yüksek olmaktadır [99].

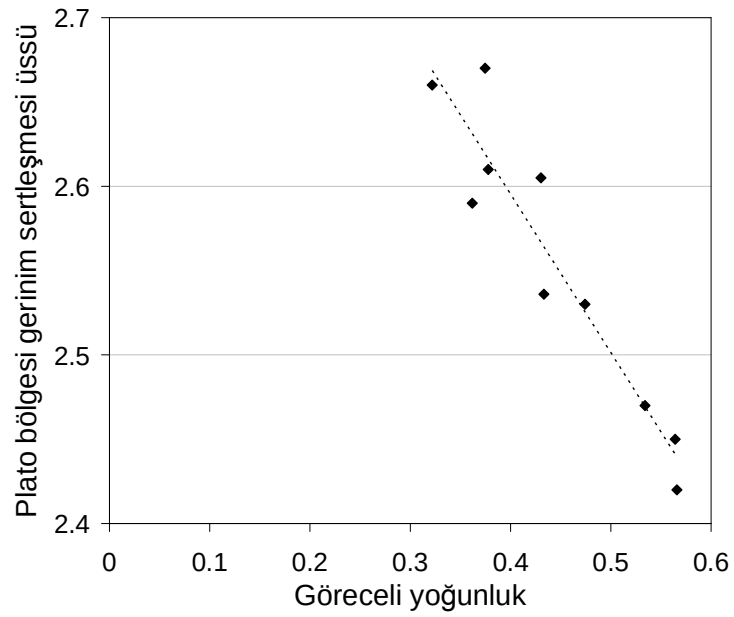


Şekil 10.3. Literatürde rapor edilen plastik deformasyon sabitleri

Yapılan yarı-statik basma testlerinde enerji emebilme eğilimleri de araştırılmıştır ve bütün numunelere yük hücresi kapasitesinin ve numune kesit alanının el verdiği ölçüde yüksek gerinimlere (% 60 - % 70) kadar yük uygulanmıştır. Gerinim sertleşmesi gösteren basma grafiklerinde gerilme ile gerinim arasındaki üstel ilişki Hollomon eşitliği ile ifade edilmiş ve plato bölgesi gerinim üssü (n) hesaplanmıştır (Şekil 10.4). Buna göre C-ang (375 µm) köpüklerinde n üssü 2,4 ile 2,7 arasında değişmekte olup göreceli yoğunlukla ters orantılıdır (Şekil 10.5).



Şekil 10.4. Gerinim sertleşmesi ve yumuşak bir eğri gösteren köpüğün grafiği



Şekil 10.5. C-ang (375 µm) köpüklerde plato bölgesi gerinim sertleşmesi üssünün göreceli yoğunlukla değişimi

Şekil 10.4'te hacimce % 65 C-ang ilavesi ile üretilmiş bir köpüğün basma gerilme-gerinim grafiği görülmektedir. % 10 ile % 50 gerinim arasındaki eğri aşağıdaki denklemle tanımlanabilir. Burada A orantılılık sağlayan ve her yoğunlukta farklı bir değer alan bir sayıdır.

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_y^* + A\varepsilon^{2.52} \quad (10.4)$$

Buradaki üs değeri C-ang (375 µm) köpüklerinde her göreceli yoğunlukta benzer bulunmuştur. Bölüm 8’de C-ang (375 µm) köpükleri için göreceli mukavemet ile göreceli yoğunluk arasında kurulan ilişki ve Eşitlik 9.2 kullanarak Eşitlik 10.6’ya ulaşılabilir.

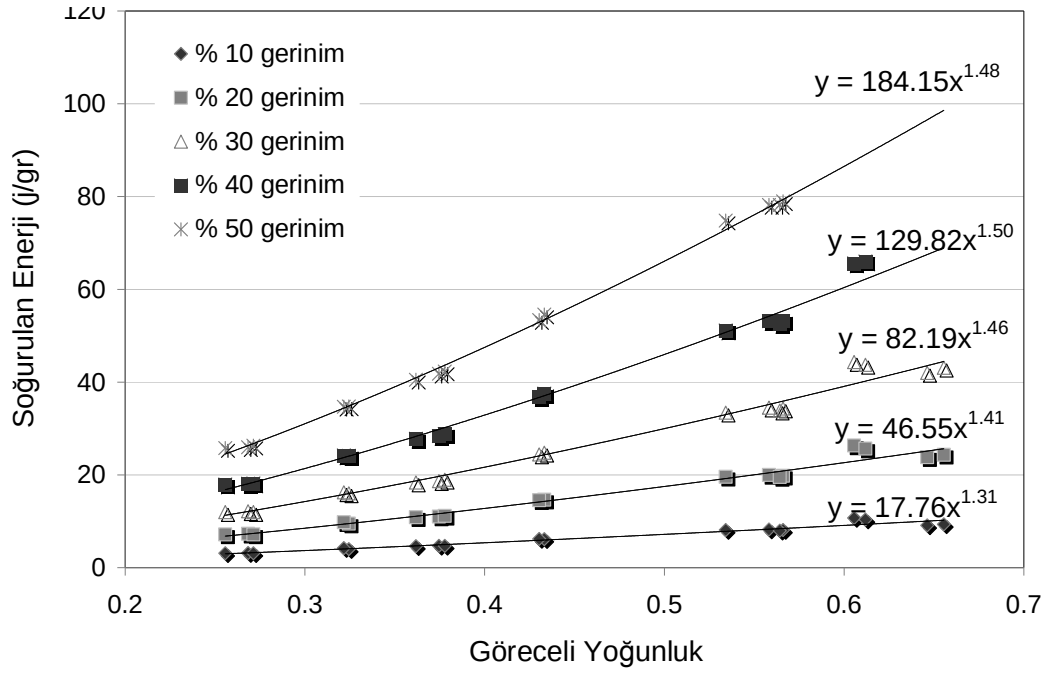
$$\sigma_y^* \approx \sigma_y \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^{2.39} \quad (10.5)$$

$$W_\varepsilon = \left(\frac{\sigma_y^* + A\varepsilon^{2.32} + \sigma_y \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^{2.39}}{2} \right) \cdot \varepsilon \quad (10.6)$$

$$W_\varepsilon = \left[\sigma_y^* + A\varepsilon^{2.32} + \sigma_y \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^{2.39} \right] \cdot (\varepsilon / 2) \quad (10.7)$$

Burada σ_y malzeme sabiti, σ_y^* ise yoğunluğun bir fonksiyonudur.

DeneySEL sonuçlar (Şekil 10.6) Eşitlik (10.7) ile karşılaştırılmak amacıyla incelendiğinde ise belirli gerinimde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunluk ve gerinim cinsinden farklı ifade edilebileceği gözlenmiştir. Bu ifade Eşitlik (10.8)’de verilmiştir.



Şekil 10.6. C-ang (375 µm) köpüklerin farklı gerinim değerlerinde emdikleri enerji grafiği

$$W_{\varepsilon} (J / g) \cong 0.62 \cdot (\% \varepsilon)^{1.45} \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.46} \quad (10.8)$$

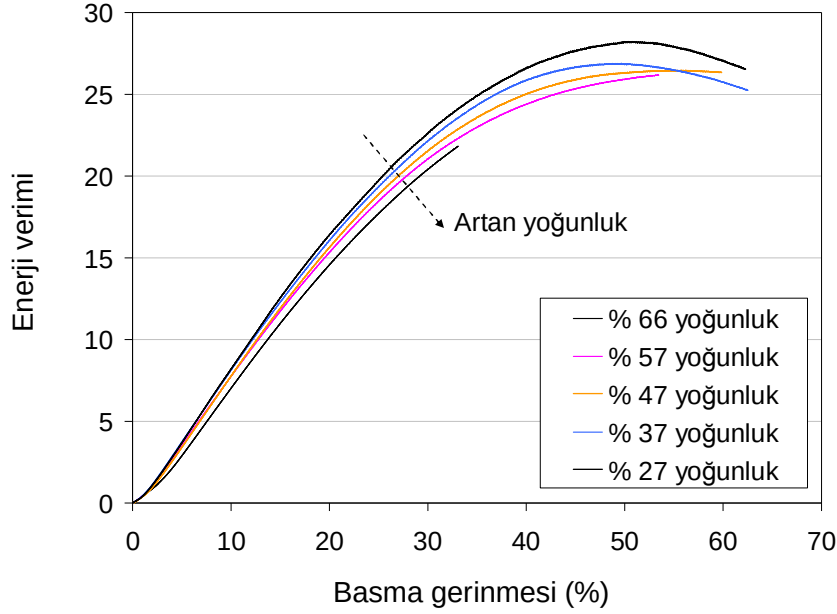
Bu eğilim farklı gözenek yapılarına sahip titanyum köpüklerle yapılan çalışmalarda hem birim hacmin hem de birim ağırlığın soğurduğu enerji miktarlarında da farklı katsayılar ve üslerle Eşitlik (10.9)'da görüldüğü gibi belirlenmiştir.

$$W_{\varepsilon} \cong A \cdot (\% \varepsilon)^B \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^C \quad (10.9)$$

Köpüğün enerji soğurma kapasitesinin belirlenmesinde Bölüm 4.1'de bahsedilen yaklaşımlar içinde en hassas yöntemin enerji verimliliği yaklaşımı olduğu düşünülmüştür.

Ortalama 375 µm çapında köşeli gözeneklere sahip numunelerde enerji verimi – basma gerilmesi ilişkisi Eşitlik (4.2)'ye göre hesaplanmıştır. Yüksek gözenekliliğe sahip köpükler maksimum verime ulaştıktan sonra yoğunlaşma sebebiyle verimlilik düşüşüne uğrarlarken az gözenekli köpükler maksimum verime ulaşamamıştır. Bunun sebebi deneylerde kullanılan Instron cihazının yük

kapasitesi olan 50 kN'lık yükün düşük miktarda gözenek içeren numunelerin maksimum enerji verimine ulaşması için yetersiz gelmiş olmasıdır. Şekil 10.7'de görüldüğü gibi sabit basma gerinmesinde elde edilen verim göreceli yoğunluk arttıkça artmaktadır.

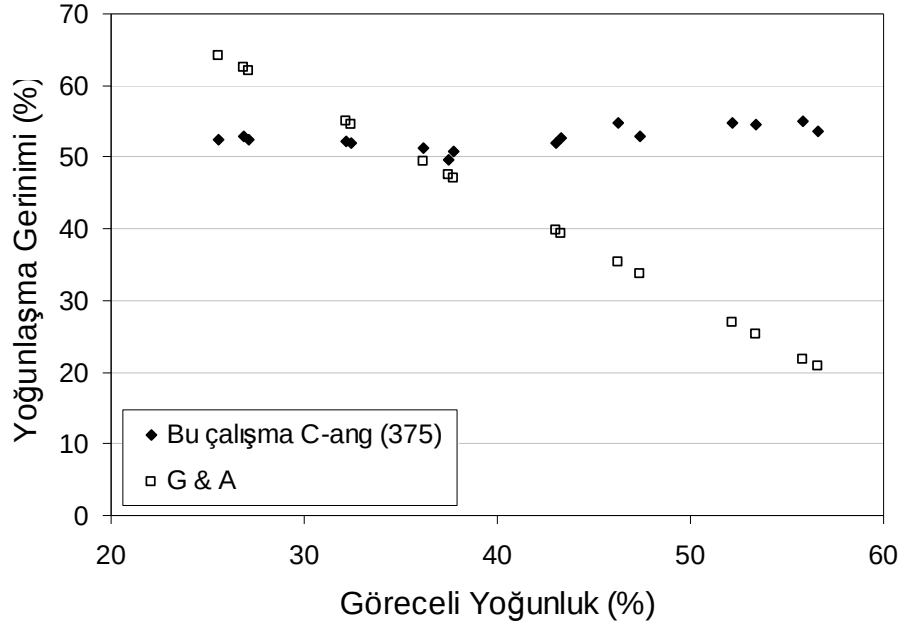


Şekil 10.7. Ortalama 375 µm çapında köşeli gözeneklere sahip numunelerde enerji verimi – basma gerilmesi ilişkisi

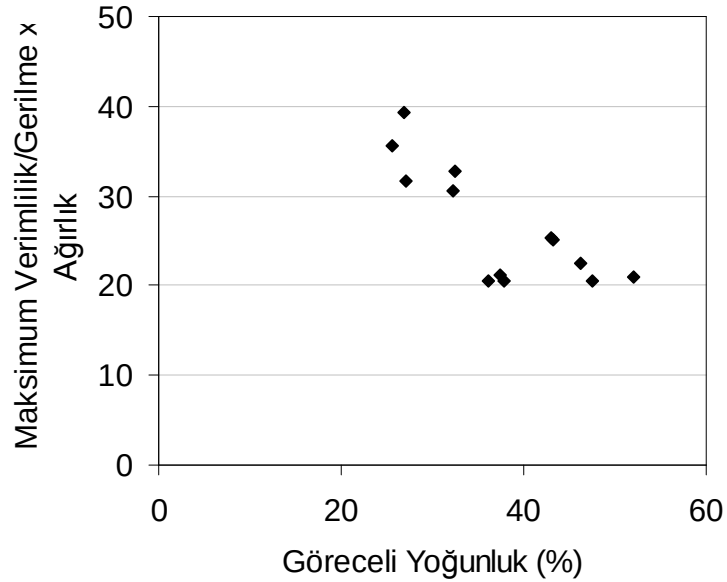
Numunelerin yoğunlaşma gerilmeleri (ϵ_D) Eşitlik (4.3)'e göre hesaplanmıştır. Buna göre 375 µm çapında köşeli gözeneklere sahip numunelerin yoğunlaşma gerinimleri % 50 – 55 arasındadır (ortalama % 52.74) ve belirgin göreceli yoğunlukla yoğunlaşma geriniminde belirgin bir eğilim bulunmamaktadır. Ancak Gibson ve Ashby'nin yoğunlaşma gerinimi eşitliğine göre göreceli yoğunluk arttıkça yoğunlaşma gerinimi de düşer. Şekil 10.7'de bu çalışmada elde edilen verilerde G&A eşitliğini karşılaştırmaktadır.

Literatür kısmında bahsedilen optimum soğurulan enerji / gerilme oranını veren göreceli yoğunluğun bulunması amacıyla her bir numune için enerji verimi (numune ağırlığı ile normalize edilmiş şekilde) hesaplanmıştır (Şekil 10.8). Enerji değerleri yoğunlaşma gerinimine kadar hesaplanmıştır. Buna göre göreceli yoğunluk azaldıkça enerji verimi de artmaktadır.

Bu tip köpüklerde maksimum verimde enerji soğurulan göreceli yoğunluğun belirlenmesi amacıyla bütün köpüklerin birim kütesinin yoğunlaşma gerinimine kadar soğurduğu enerji miktarları hesaplanmıştır (Şekil 10.9). Burada göreceli yoğunluk azaldıkça enerji veriminin de arttığı gözlenmiştir.



Şekil 10.8. Ortalama 375 μm çapında köşeli gözeneklere sahip numunelerde Eşitlik (3.33)'e göre hesaplanan yoğunlaşma gerinimleri



Şekil 10.9. Ortalama 375 μm çapında köşeli gözeneklere sahip numunelerde numune ağırlığı ile normalize edilmiş enerji verimi – göreceli yoğunluk ilişkisi

Elde edilen enerji soğurma verimi bu çeşit uygulamalarda sıklıkla kullanılan alüminyum köpüklerle karşılaştırılması amacıyla Zhihua ve arkadaşlarının [73] yaptığı çalışmadan alınan verilerle karşılaştırılmıştır (Çizelge 10.1). Buna göre yaklaşık aynı göreceli yoğunlukta ve aynı gerinimde soğurulan enerji miktarı titanyum köpükte alüminyuma kıyasla oldukça yüksekken, bu değer % 35 gerinimdeki gerilme değerine bölünmesi ile elde edilen verim alüminyuma kıyasla biraz daha düşüktür.

Çizelge 10.1. Bu çalışmada üretilen titanyum ve literatürden alınan alüminyum köpük örneklerinin aynı gerinimde soğurdukları enerji ve verimleri

	Göreceli Yoğunluk	Gerinim	Soğurulan Enerji miktarı (J/gr)	Verim
Titanyum köpük (açık gözenekli)	0.26	% 35	16.05	~ 0.25
Alüminyum köpük (açık gözenekli) Zhihua et.al. (2006)	0.27	% 35	3.91	~ 0.4

TARTIŞMA: Yapılan deneylerde titanyum köpüklerin birim kütlesinin soğurduğu enerji miktarının göreceli yoğunluk ve gerinim yüzdesi cinsinden aşağıdaki Eşitlikle belirtilebileceği tespit edilmiştir (Eşitlik 10.8). Bu ifade ile soğurulan enerji miktarının teorik hesaplanması sonucu elde edilen Eşitlik 10.6 arasında bir bağlantı bulunamamıştır.

G&A teorisinde göreceli yoğunlukla azalması öngörülen yoğunlaşma gerinimi ise incelenen bütün yoğunluklarda sabit bulunmuştur. Fiziksel olarak yüksek yoğunluklu köpüklerin yoğunlaşma aşamasına ulaşmalarının daha düşük gerinim değerlerinde gerçekleşmesi beklenir. Bu sebeple yoğunlaşma geriniminin enerji verimi yaklaşımı ile belirlenmesi teorik öngörüyle ters düşmektedir. Literatürde yoğunlaşma gerinimini bu yaklaşımla hesaplayan çalışmalar bu doktora tezindeki kadar geniş bir yoğunluk aralığında çalışmadığından göreceli yoğunluktan bağımsız yoğunlaşma gerinimi sonucunu literatürdeki deneysel verilerle karşılaştırmak mümkün olmamıştır.

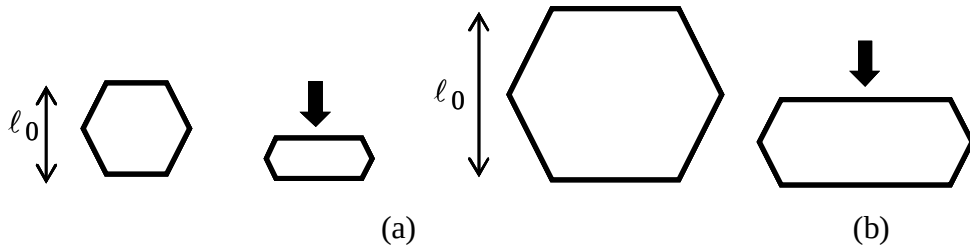
Bu bölümde elde edilen sonuçlardan bir diğeri ise en yüksek enerji veriminin incelenen aralıktaki en düşük yoğunlukta elde edilmiş olmasıdır.

Çalışmanın bu bölümünde, en yüksek verimi verecek optimum bir göreceli yoğunluk değeri bulunması beklenmekte iken böyle bir sonucun çıkması yoğunlaşma geriniminin hesaplanma yönteminden kaynaklandığı düşünülmektedir.

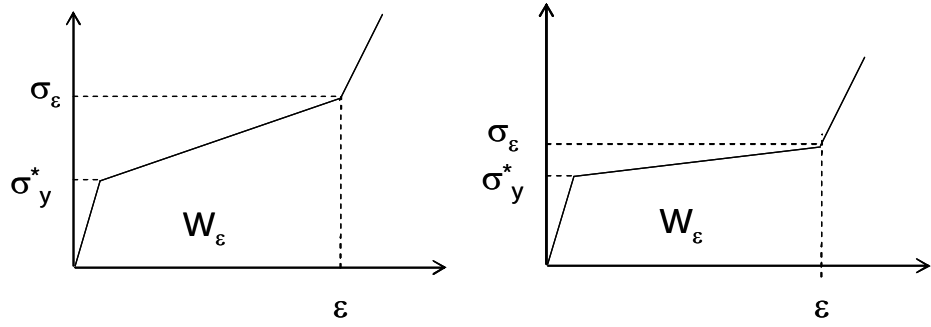
Bu çalışmada C-ang (375 μm) köpüklerde % 2 - % 10 gerinim arasında Mortensen'in önerdiği gerinim sertleşmesi sabiti 0,14 bulunmuştur. Bu değer Mortensen'in replika alüminyum köpükler üzerinde yaptığı çalışmada rapor ettiği 0.26 değerinden düşüktür. Bu, titanyum köpüklerin alüminyum köpüklere kıyasla daha düşük gerinim sertleşmesi gösterdiğini ima etmektedir. Kristal yapılar düşünüldüğünde alüminyuma kıyasla daha az sayıda kayma sistemine sahip titanyum malzemesinin düşük gerinim sertleşmesine sahip olması olası bir sonuçtur.

10.2. Gözenek Boyutu

HİPOTEZ: Yoğunlaşma gözenek duvarlarının bir araya gelmesi ve birbirine baskı uygulaması ile başlar. Gözenek boyutu arttıkça bu durumun meydana gelmesi gecikeceğinden yoğunlaşma safhasının da gecikmesi beklenir (Şekil 10.10). Bu sebeple gözenek boyutu ile yoğunlaşma gerilmesinin, bir başka deyişle yoğunlaşma gerinimine (ϵ_D) kadar soğurulan enerji miktarı ile doğru orantılı olması, enerji veriminin ise ters orantılı olması gerekir (Şekil 10.11). Öte yandan Bölüm 9.3'te gözenek boyutu ile basma gerilmesi (σ_ϵ) de doğru orantılı olduğu saptandığından $W_\epsilon / \sigma_\epsilon$ ifadesi ile doğru orantılı olan enerji veriminin gözenek boyutuna bağımlı olmayabilir.



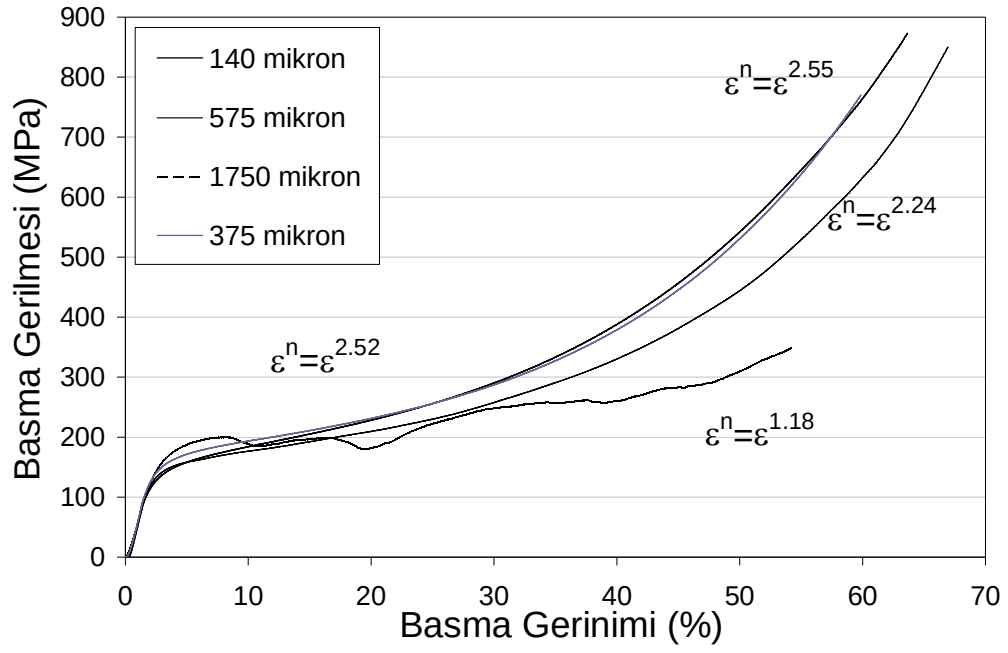
Şekil 10.10. (a) Küçük bir gözenek ve (b) büyük bir gözenneğin basma kuvvetleri altında kapanması ile meydana gelen yer değiştirmenin şematik gösterimi



Şekil 10.11. (a) Küçük gözenekli ve (b) büyük gözenekli köpüklerde görülmesi beklenen basma gerilme-gerinim grafiği

SONUÇLAR: Şekil 10.13 ve Şekil 10.14’te farklı gözenek boyutuna sahip köpüklerin birim kütlesinin soğurdukları enerjinin göreceli yoğunluk ve gerinim değeri ile değişimi görülmektedir. 375 µm gözeneklere sahip gözeneğin enerji grafikleri bir önceki bölümde verilmiştir (Şekil 10.6).

Gözenek boyutu plastik bölgede etkisini göstermektedir. 140 µm ortalama gözenek boyutuna sahip köpüklerde basma yükleri altında kapanacak gözenekler daha küçük olduğundan duvarların bir araya gelmesi daha erken meydana gelmekte, aynı gerinime denk gelen gerilme değeri artmaktadır (Şekil 10.12). Bu fark görsel olduğu kadar gözenek boyutu arttıkça ϵ değerinin üssünün azalmasından da anlaşılmaktadır (Çizelge 10.2).

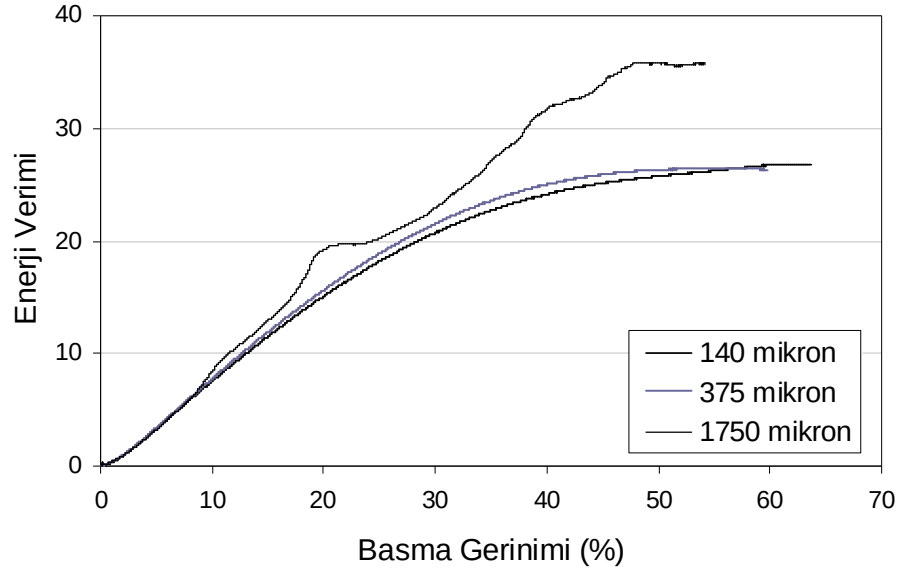


Şekil 10.12. Ortalama 140, 375, 575 ve 1750 µm gözenek boyutlarına sahip köpüklerde basma gerilme-gerinim grafiği

Çizelge 10.2. Ortalama 140, 375, 575 ve 1750 µm gözenek boyutlarına sahip köpüklerde plato bölgesi gerinim sertleşmesi üssü değerleri

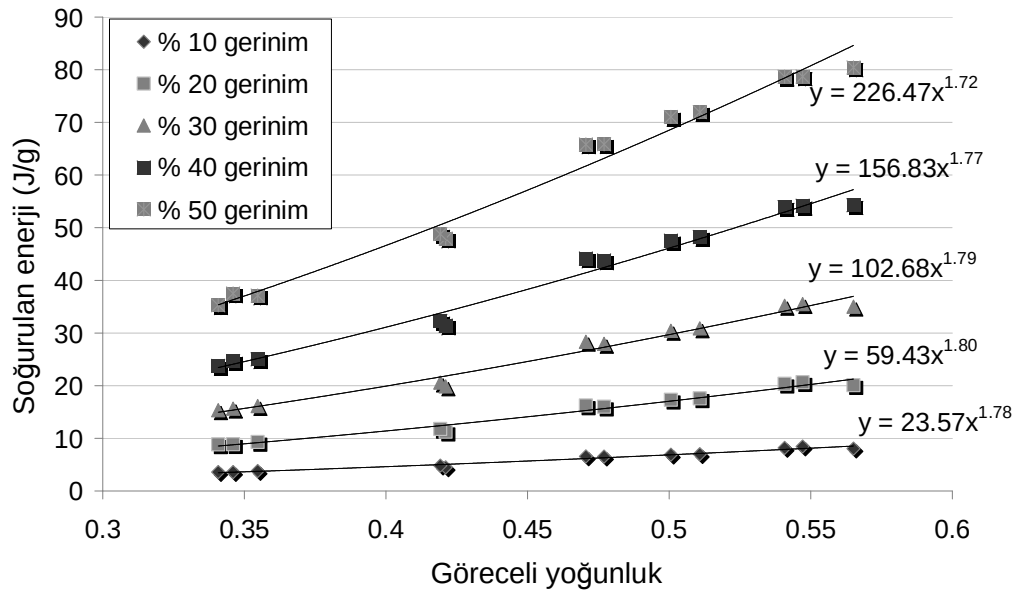
Gözenek Boyutu (µm)	Plato sertleşmesi (n)
140	2.55
375	2.52
575	2.24
1750	1.18

Şekil 10.13 gözenek boyutu arttıkça mukavemetin artması ile birlikte enerji veriminin de arttığını göstermektedir. Ancak C-sph numunelerindeki ani kırılmalar enerji soğurma uygulamaları için tercih edilmeyen davranışlardır.

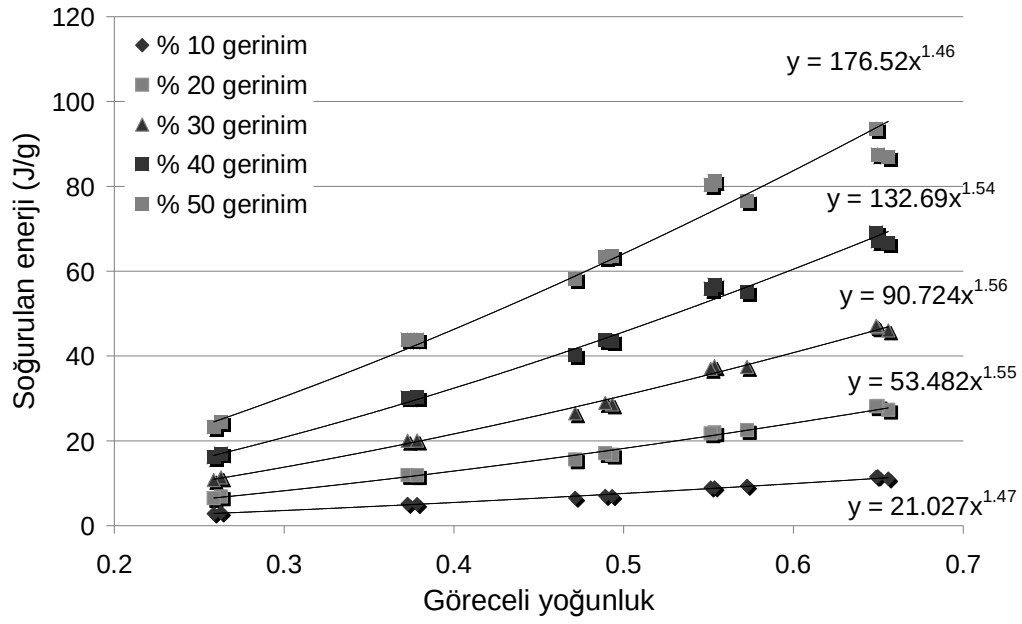


Şekil 10.13. Üç farklı boyutta gözeneğe ve her biri % 47 göreceli yoğunluğa sahip titanyum köpüklerin enerji verimi grafikleri

Farklı gözenek boyutlarına sahip köpüklerin farklı gerinim değerlerinde soğurdıkları birim enerji miktarının göreceli yoğunlukla değişimi Şekil 10.14 ve 10.15'te verilmiştir. Bir önceki bölümde bahsedilen üstel eğilim bu köpüklerde gözlenmektedir.

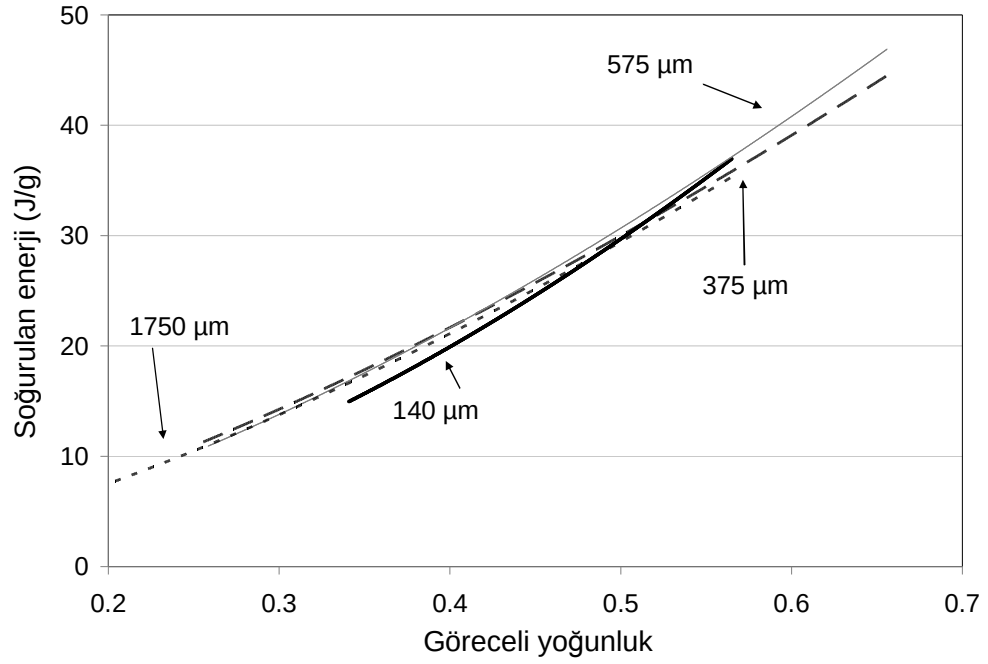


Şekil 10.14. C-ang (140 µm) köpüklerin farklı gerinim değerlerinde emdikleri enerji grafiği

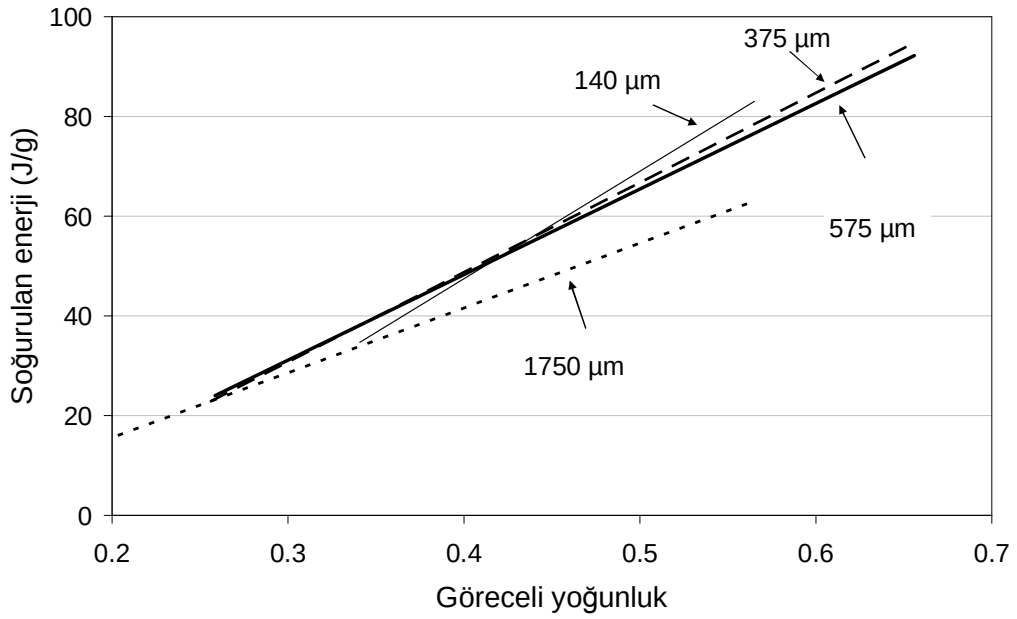


Şekil 10.15. C-ang (575 µm) köpüklerin farklı gerinim değerlerinde emdikleri enerji grafiği

Farklı boyutta gözeneklere sahip köpüklerin belirli gerinim değerlerindeki enerji grafikleri Şekil 10.16 ve 17’de verilmiştir. Buna göre gözenek boyutu % 30 gerinimde soğurulan enerji miktarını kayda değer miktarda etkilememektedir. Ancak gerinim değeri arttığında 1750 µm çapında gözeneklere sahip köpüklerin diğerlerinden daha düşük miktarda enerji soğurduğu görülmektedir. Bunun sebebi bu köpüklerin gerinim sertleşmesi göstermemesi, yani basma gerilme-gerinim grafiklerinde sabit bir plato bölgesi göstermesidir.



Şekil 10.16. % 30 gerinimde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunlukla ve gözenek boyutu ile değişimi



Şekil 10.17. % 50 gerinimde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunlukla ve gözenek boyutu ile değişimi

Farklı boyutlarda gözeneklere sahip köpüklerde soğurulan enerjinin göreceli yoğunluk ve gerinime bağlı eşitlikleri aşağıda verilmiştir. Özellikle 1750 µm köpüklerde soğurulan enerji ile gerinim değerinin doğrusal ilişkide olması

dikkat çekicidir. Bu durum bu köpüklerde gerinim sertleşmesinin görülmemesinden kaynaklanmaktadır. Karşılaştırmanın sağlıklı yapılabilmesi için A ve C değerleri sabitlendiğinde elde edilen B değerleri ise Çizelge 10.3'te görülmektedir. B değeri artan gözenek boyutu ile azalmaktadır. Eğer bu değer köpüğün gerinim sertleşmesinin bir ölçüsü olarak alınırsa gözenek boyutu ile ters orantılı olduğu söylenebilir. Bu da bu bölümün hipotezini doğrulamaktadır.

$$W(J / g) \cong 0.93 \cdot (\% \varepsilon)^{1.39} \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.77} \quad (140 \mu\text{m}) \quad (10.10)$$

$$W(J / g) \cong 0.62 \cdot (\% \varepsilon)^{1.45} \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.46} \quad (375 \mu\text{m}) \quad (10.11)$$

$$W(J / g) \cong 1.01 \cdot (\% \varepsilon)^{1.32} \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.48} \quad (575 \mu\text{m}) \quad (10.12)$$

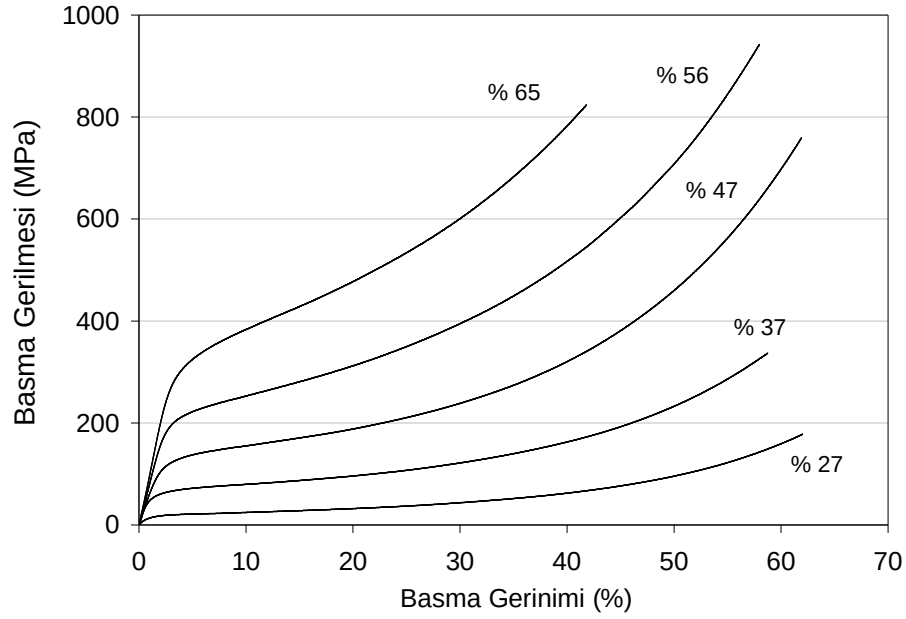
$$W(J / g) \cong 1.69 \cdot (\% \varepsilon)^{1.12} \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.44} \quad (1750 \mu\text{m}) \quad (10.13)$$

Çizelge 10.3. Farklı boyuttaki gözeneklere sahip köpüklerde enerji eşitliği sabitleri

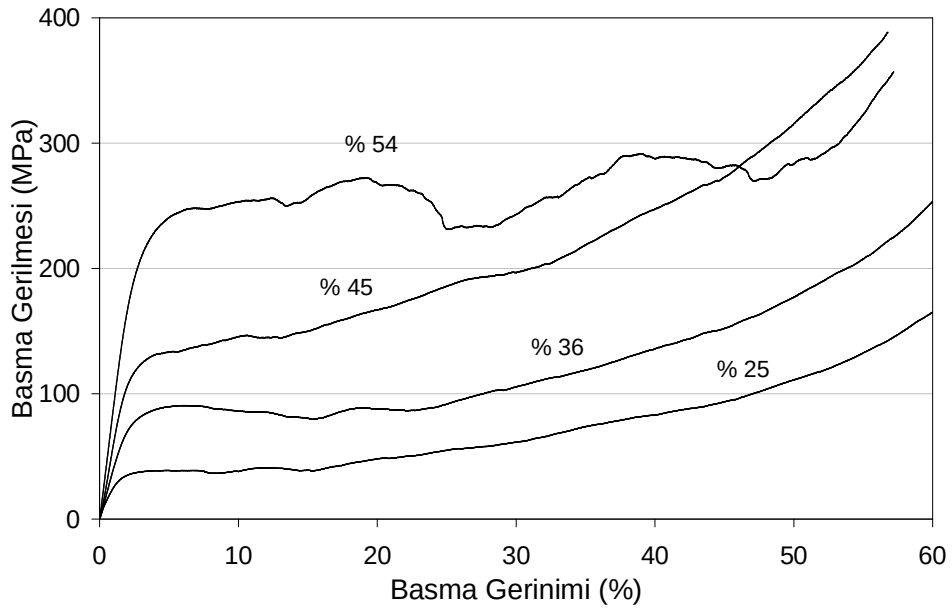
Gözenek boyutu (μm)	A	B	C
140	1	1.323	1.45
375	1	1.321	1.45
575	1	1.317	1.45
1750	1	1.293	1.45

Yarı-durağan basma testleri sonucunda gözlemlenen en belirgin durumlardan biri C-sph köpüklerin basma gerilme-gerinim grafiklerinde plastik deformasyon bölgesi salınımlı bir eğri verirken (Şekil 10.18) diğer köpüklerin grafiklerinde yumuşak bir eğri gözlemlenmesidir (Şekil 10.19). Basma kuvvetleri altında gözenek çöküşü mekanizmalarının gözlemlenmesi amacıyla INSA Lyon, Mateis Laboratuvarlarında bulunan μ-CT cihazının içine yerleştirilmiş 2 kN

kapasiteli basma düzeneği ile in-situ testler yapılmıştır. Testler basma düzeneğinin kapasitesinin düşük olması sebebiyle sadece % 25 göreceli yoğunluktaki köpükler üzerinde gerçekleştirilmiştir. Köşeli ve iğnesel gözeneklere sahip köpükler in situ basma testinin her bir aşamadan sonra 3,8 μm çözünürlükle, kaba küresel köpükler ise 10 μm çözünürlükle taranmıştır

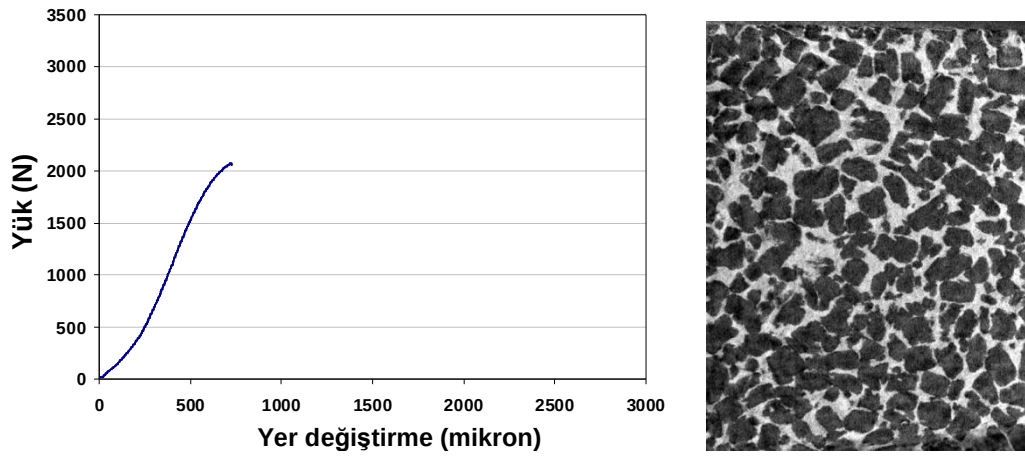


Şekil 10.18. Ortalama 375 μm boyutunda köşeli gözeneklere sahip farklı göreceli yoğunluktaki köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri

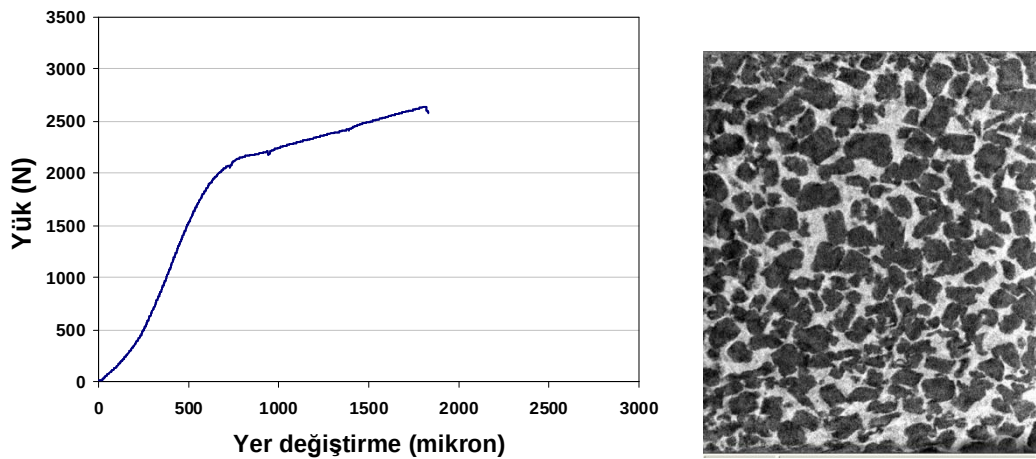


Şekil 10.19. Ortalama 1750 μm boyutunda küresel gözeneklere sahip farklı göreceli yoğunluktaki köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri

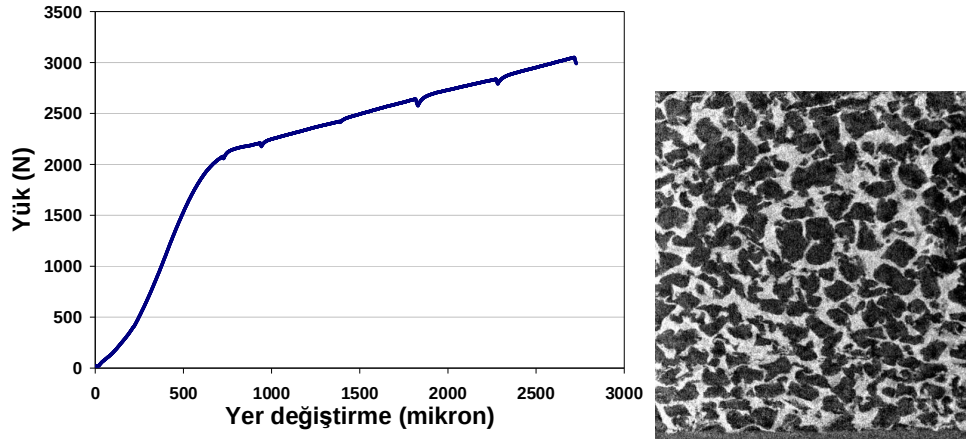
C-ang (375 μm) köpüklerin farklı basma aşamalarında elde edilen yük-yer değiştirme grafikleri ve $\mu\text{-CT}$ görüntüleri Şekil 10.20 ile Şekil 10.22 arasında verilmiştir. Köpüğün nispeten zayıf bölgesinden başlayan deformasyon köpük boyunca homojen şekilde dağılıp ilerlediğinden yumuşak bir gerilme-gerinim grafiği vermektedir. Şekil 10.23 (a)'da akmanın hemen ardından çekilen 3 boyutlu görüntüde deformasyonun nereden başladığı açıkça görülmemekle birlikte ağır deformasyon sonrası (Şekil 10.23 (b)) homojen bir deformasyon bölgesi gözlenmiştir.



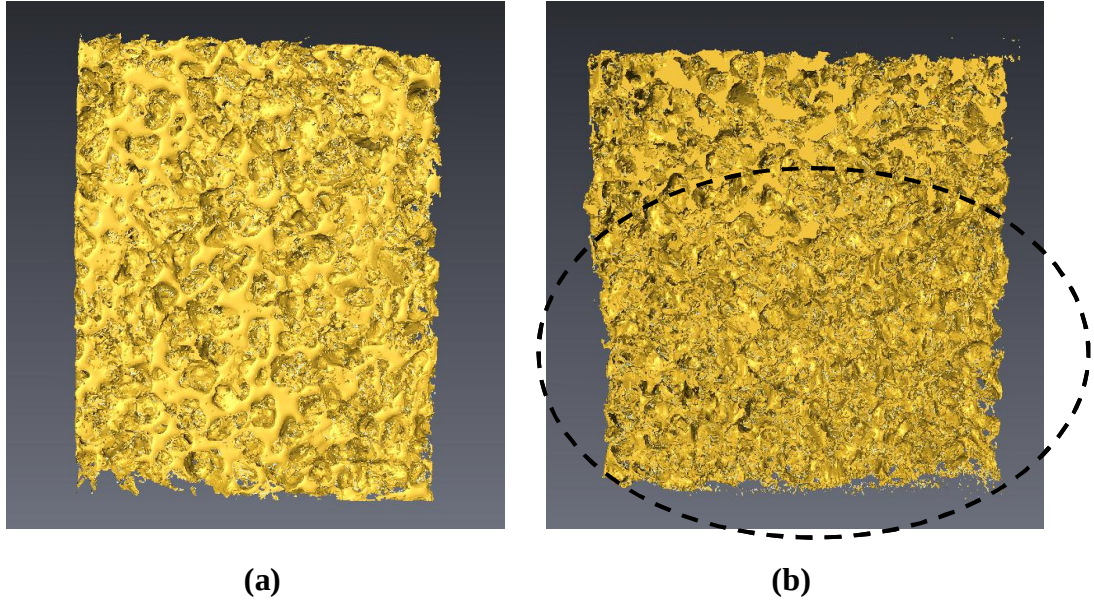
Şekil 10.20. (a) Akma noktasına kadar yüklenen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada köpüğün 3,8 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti



Şekil 10.21. (a) Akma noktasından sonra yüklenmeye devam edilen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada köpüğün 3,8 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti



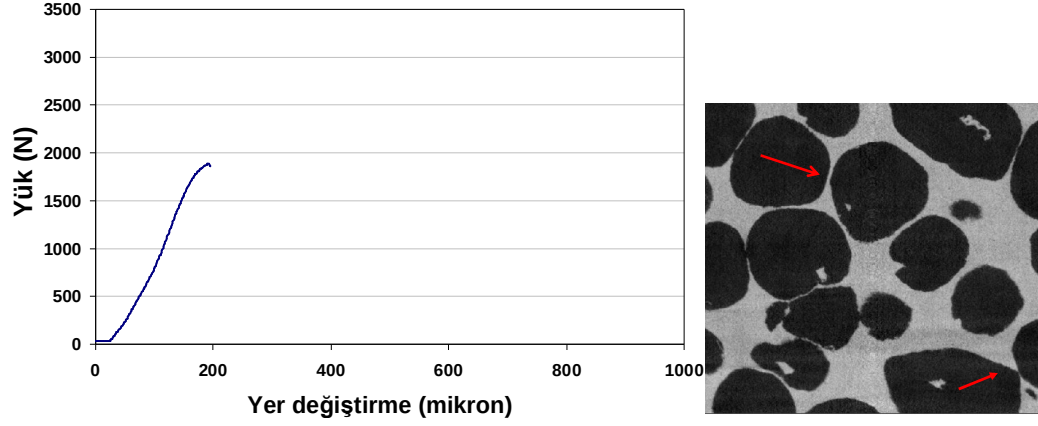
Şekil 10.22. (a) Akma noktasından sonra yüklenmeye devam edilen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada köpüğün 3,8 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti



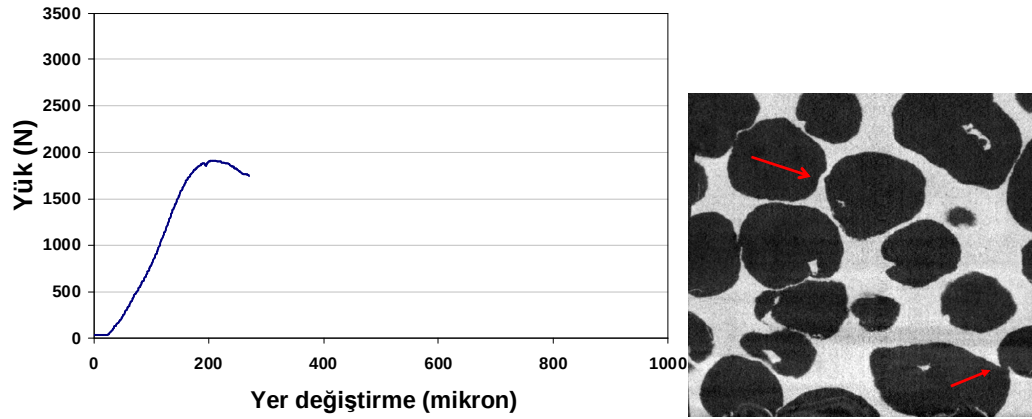
Şekil 10.23. C-ang (375 μm) köpüklerin in-situ basma testinde (a) akmanın hemen sonrasında ve (b) ağır deformasyon sonrası $\mu\text{-CT}$ ile elde edilen üç boyutlu görüntüleri

Kaba küresel gözeneklere sahip köpükte akma noktasına kadar gözenek duvarlarında gözle görülür bir değişim gözlenmezken (Şekil 10.24), akma sonrası artan yük ile ince duvarların bükülmeye ve kopmaya başladığı gözlemlenmektedir (Şekil 10.25-27). Çökme mekanizması duvar bükülmesi olmasına karşın kalın gözenek duvarların deformasyona uğramaması mukavemetin ve elastik modülün

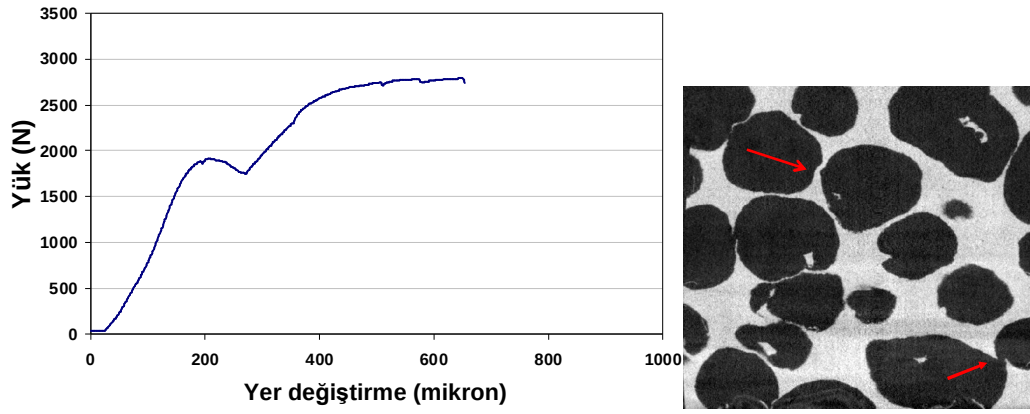
iğnesel gözenekli köpükler seviyesine düşmemesini sağlamıştır. Bu köpüklerde gözlenen bir başka durum ise gerilme-gerinim grafiğinin dalgalı olmasına sebep olan tabaka çökmesidir (Şekil 10.28).



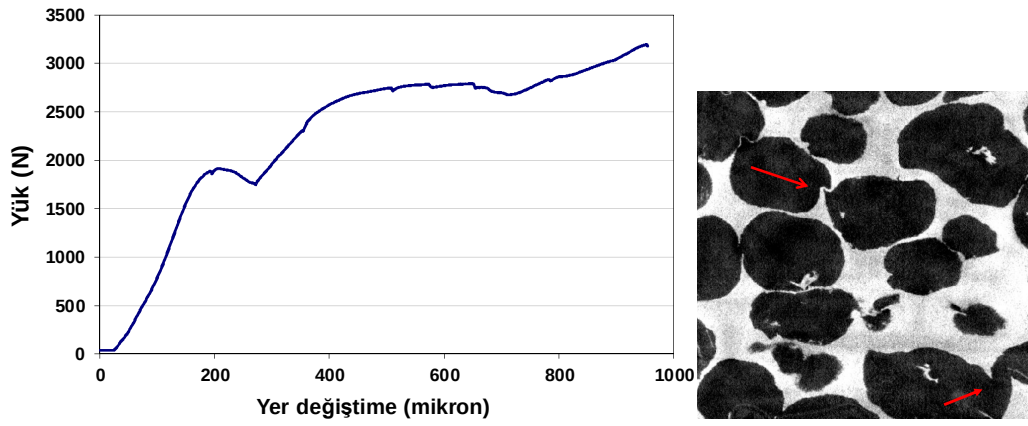
Şekil 10.24. (a) Akma noktasına kadar yüklenen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada 10 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti



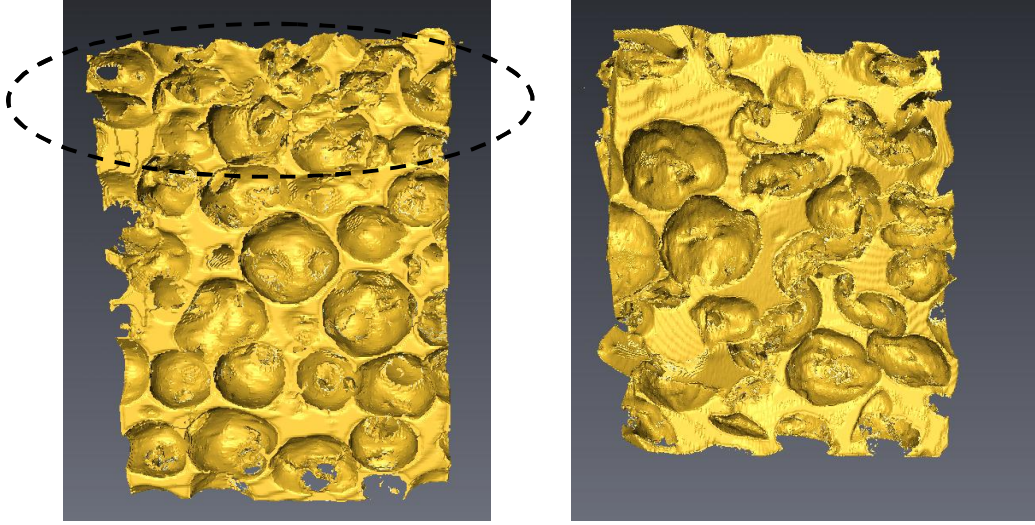
Şekil 10.25. (a) Akma noktasından sonra yüklenmeye devam edilen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada 10 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti



Şekil 10.26. (a) Yüklenmeye devam edilen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada 10 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti

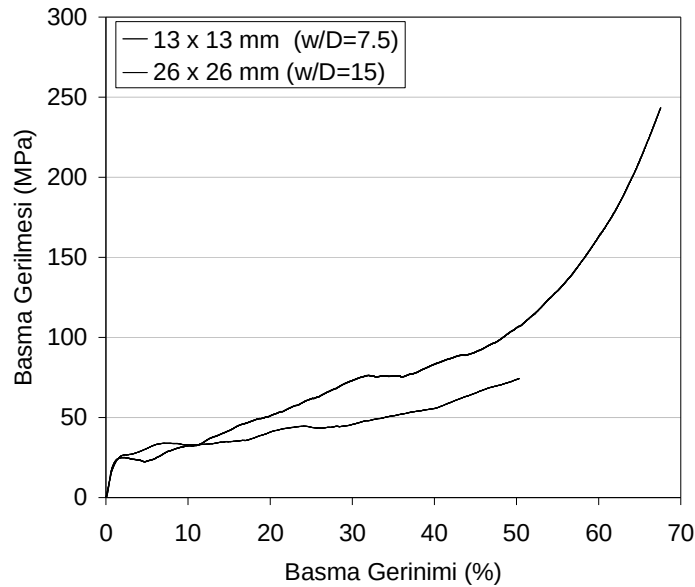


Şekil 10.27. (a) Yüklenmeye devam edilen köpüğün yük-yer değiştirme grafiği, (b) bu noktada 10 μm çözünürlükle çekilmiş $\mu\text{-CT}$ kesiti



Şekil 10.28. C-sph köpüğünde in-situ basma testinde akmanın hemen sonrasında ve son aşamasından sonra μ -CT ile elde edilen üç boyutlu görüntüleri

Basma gerilme-gerinim grafiklerindeki salınımın gözenek boyutu/numune boyutu oranının düşük olmasından ileri gelip gelmediğinin anlaşılması için % 25 göreceli yoğunluğa sahip $26 \times 26 \times 26 \text{ mm}^3$ boyutlarında numuneler hazırlanmış ve test edilmiştir. Şekil 10.29’da görüldüğü gibi numune α değeri 15 olan köpüklerde dahi salınımlı grafik gözlenmektedir.



Şekil 10.29. İki farklı numune boyutunda hazırlanan % 25 göreceli yoğunluğa sahip C-sph köpüklerinin basma gerilme-gerinim grafikleri

TARTIŞMA: Bu bölümde elde edilen sonuçlar köpüklerin plastik deformasyonu sırasında gözenek boyutu azaldıkça gerilmenin gerinime olan bağımlılığının artacağı öngörüsünü desteklemiştir. Nispeten yüksek göreceli yoğunluklarda gözenek boyutu arttıkça soğurulan enerjinin de düştüğü gözlenmiştir (Şekil 10.17).

Belirli gerinimlerde birim kütesinin soğurduğu enerji miktarları karşılaştırılan farklı gözenek boyutuna sahip köpüklerde nispeten düşük gerinimlerde fark gözlenmezken daha yüksek gerinimlerde 1750 µm köpüklerin soğurduğu enerjinin diğerlerinden düşük olduğu gözlenmektedir. Bunun sebebi bu köpüklerin gerinim sertleşmesi göstermemesi, yani basma gerilme-gerinim grafiklerinde sabit bir plato bölgesi göstermesidir.

Bu çalışmadaki mekanik testlerde elde edilen grafiklerdeki farklılığın, gözenek boyutu ve şekli farklılıkları göz önüne alınarak, iki sebebi olabileceği düşünülmüştür:

- (a) Salınlı grafik veren C-sph köpüklerinin gözenek yapılarının küresel olması sebebi ile en yüksek duvar kalınlığı-en ince duvar kalınlığı oranının çok yüksek olması ince duvarların nispeten erken ve ani çökmesi.
- (b) C-sph köpüklerde numune boyutu - ortalama gözenek çapı oranının diğer köpüklere kıyasla düşük olması sebebiyle birkaç gözenegin çökmesinin numunede ani tabaka çökmesine sebep olması.

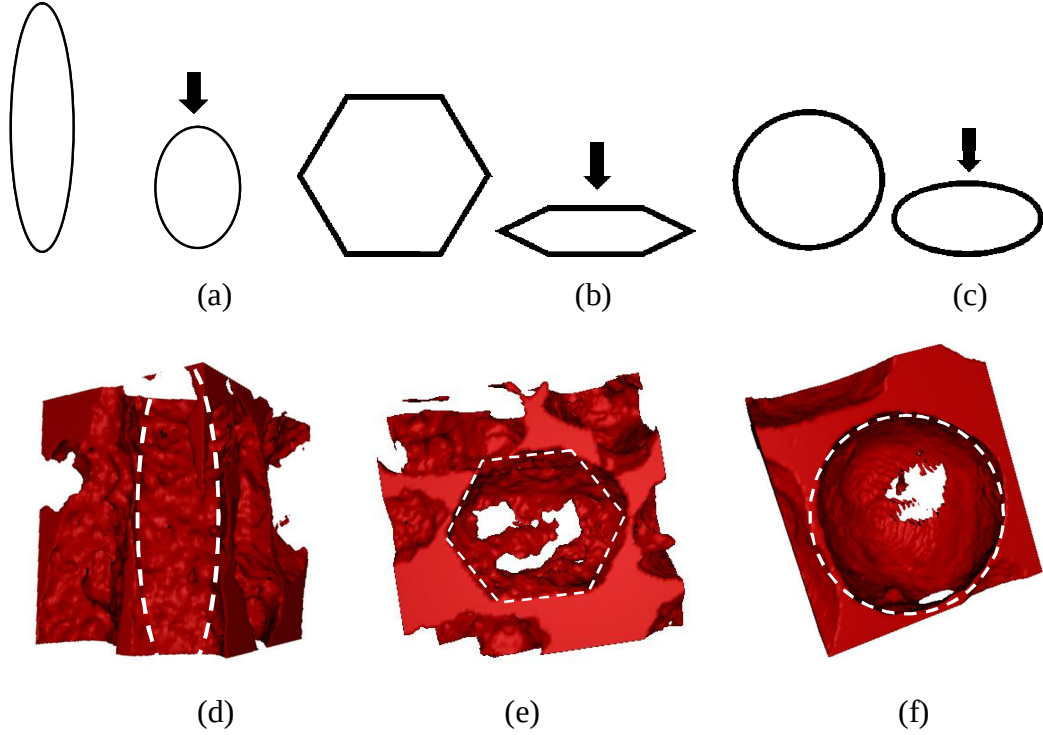
$$\text{C-sph (1750 } \mu\text{m) köpükler için} \quad \alpha = \frac{W}{d} = \frac{13\text{mm}}{1.75\text{mm}} = 7.4$$

$$\text{C-ang (375 } \mu\text{m) köpükler için} \quad \alpha = \frac{W}{d} = \frac{8\text{mm}}{0.375\text{mm}} = 21$$

10.3. Gözenek Şekli

HİPOTEZ: Gözeneklerin boy/en oranı mukavemeti ve basma gerilme-gerinim grafiğini etkilediğinden köpüğün soğurduğu enerji miktarını da etkilemesi beklenmektedir. Boy/en oranı azaldıkça deformasyonun zorlaşacağı, bir başka deyişle küresel gözenekli köpüklerin yoğunlaşma geriniminin diğerlerinden

yüksek olması beklenmektedir. Bunun sebebi hiçbir köşesi olmayan bir hacmi sıkıştırmanın, köşeli bir hacmi sıkıştırmaktan daha zor olmasıdır (Şekil 10.30).

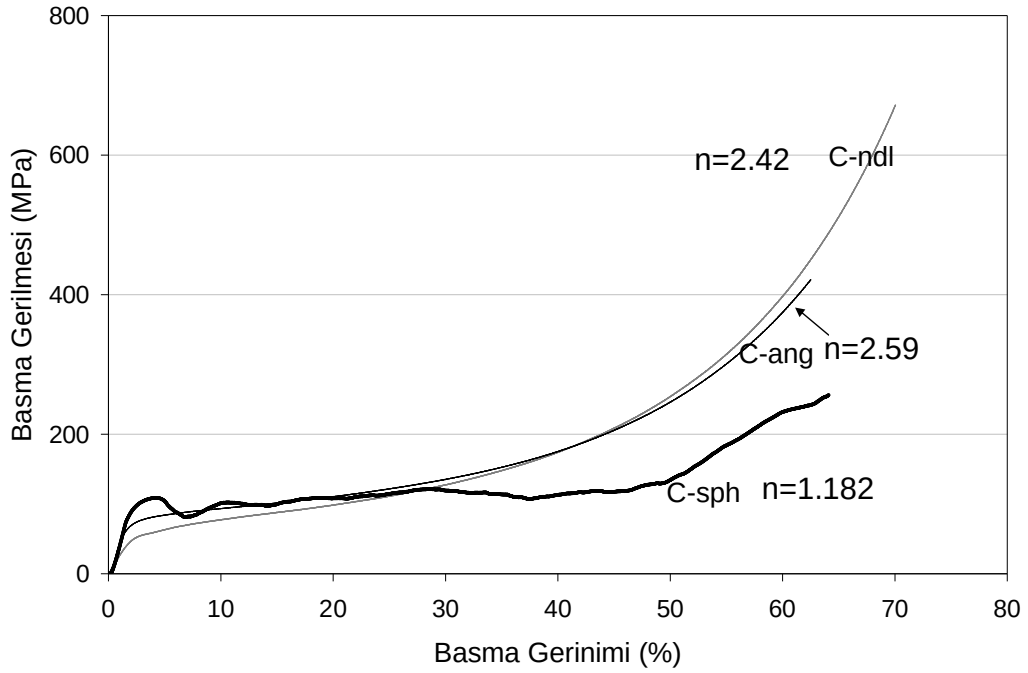


Şekil 10.30. (a) İğnesel, (b) köşeli ve (c) köşesiz (küresel) bir hücrenin deformasyonunun şematik gösterimi. Bu doktora tezinde üretilen (d) iğnesel, (e) köşeli ve (f) küresel gözenekli köpüklerin 3D μ -CT görüntüsü

SONUÇLAR: Üç farklı morfolojide gözeneğe sahip köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri Şekil 10.31’de görülmektedir. C-ang köpüklerinden düşük mukavemet gösteren C-ndl köpüklerinin gerinim sertleşmesi değerleri de C-ang köpüklerinden düşüktür. C-ang köpüklerinde görülen nispeten kısa duvarların deformasyonu C-ndl köpüklerinde görülen ince uzun duvarların bükülmesinden daha zor olduğundan C-ang köpüklerinin daha yüksek gerinim sertleşmesi göstermeleri şaşırtıcı olmamıştır. C-ndl köpüklerindeki deformasyon in-situ basma testleri ile de kanıtlanmıştır. İğnesel gözenekli köpüğün in-situ basma testinden elde edilen deformasyon öncesi ve sonrası μ -CT kesitleri Şekil 10.32’de görülmektedir. Bölüm 9.4’te öngörüldüğü gibi ince uzun gözenek duvarlarının basma kuvvetleri altında büküldüğü görülmektedir. Küresel köpüklerde ise plato bölgesi sabit gerilmede ilerlemektedir. Bunun sebebi C-sph

köpüklerinin yüksek gözenek boyutu ya da gözeneklerinin küreselliği (duvar tipleri) olabilir.

Bölüm 10'un başında ifade edilen enerji-yoğunluk ilişkisi bu köpüklerde de görülmektedir. Farklı gözenek tipleri için hesaplanan enerji eşitlikleri Eşitlik (10.12), (10.13) ve (10.14)'te verilmiştir. Bu Eşitliklerde birden fazla sabit sayı olması karşılaştırmayı zorlaştırdığından A ve C değerleri sabit tutulmuş B değerinin değişimi gözlenmiştir (Çizelge 10.4). Burada gözeneklerin boy/en oranı arttıkça gerininin üssünün (B) arttığı görülmektedir.



Şekil 10.31. Farklı morfolojide gözeneklere ve her biri % 36 göreceli yoğunluğa sahip köpüklerin basma gerilme-gerinim grafikleri

$$\text{C-ndl} \quad W(J/g) \cong 1.09 \cdot (\% \varepsilon)^{1.34} \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.97} \quad (10.12)$$

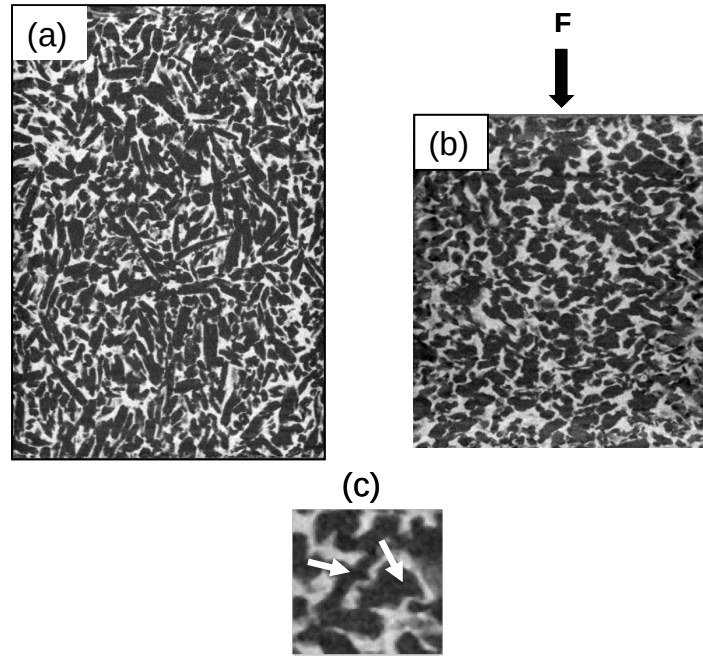
$$\text{C-sph} \quad W(J/g) \cong 1.69 \cdot (\% \varepsilon)^{1.12} \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.44} \quad (10.13)$$

$$\text{C-ang} \quad W(J/g) \cong 0.62 \cdot (\% \varepsilon)^{1.45} \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1.46} \quad (10.14)$$

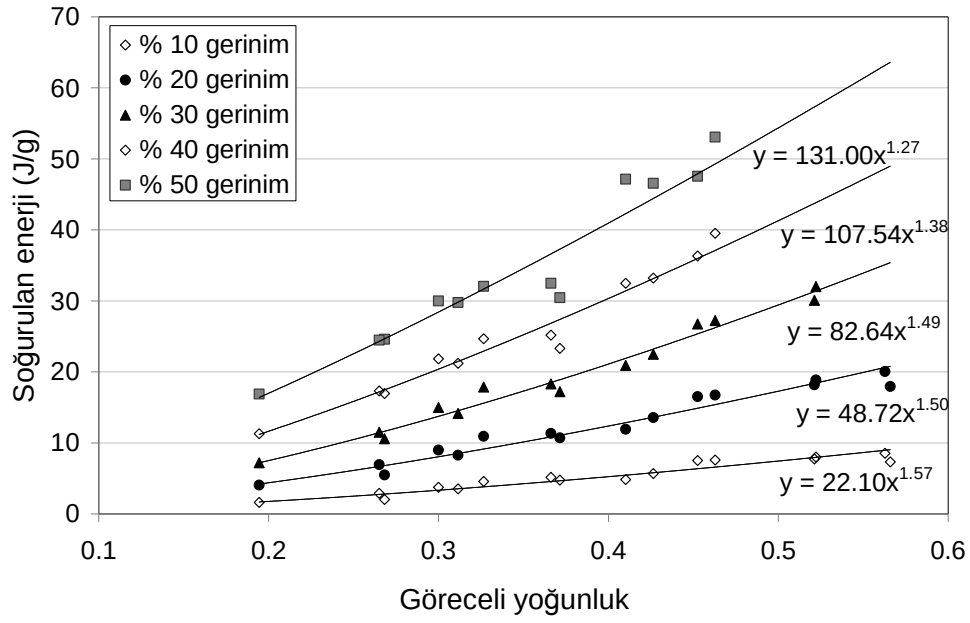
Çizelge 10.4. Farklı morfolojideki köpüklerde enerji eşitliği sabitleri.

Gözenek tipi	A	B	C
C-ndl	1	1.285	1.45
C-ang	1	1.293	1.45
C-sph	1	1.321	1.45

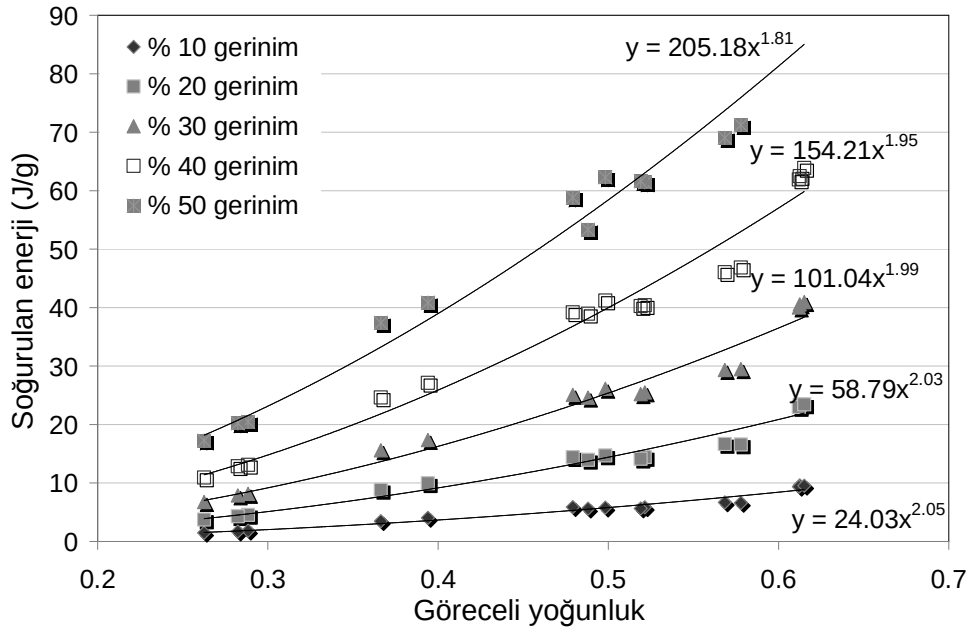
Küresel ve iğnesel gözenekli köpüklerin soğurduğu enerjinin gerinim ve göreceli yoğunlukla değişen değerleri ise sırasıyla Şekil 10.33 ve 10.34’te görülmektedir.



Şekil 10.32. İğnesel gözenekli köpüğün basma (a) öncesi ve (b) sonrası çekilen tomografi kesitleri. (c) daha yüksek büyütmede görülen bükülen gözenek duvarları



Şekil 10.33. C-sph köpüklerin farklı gerinim değerlerinde emdikleri enerji grafiği

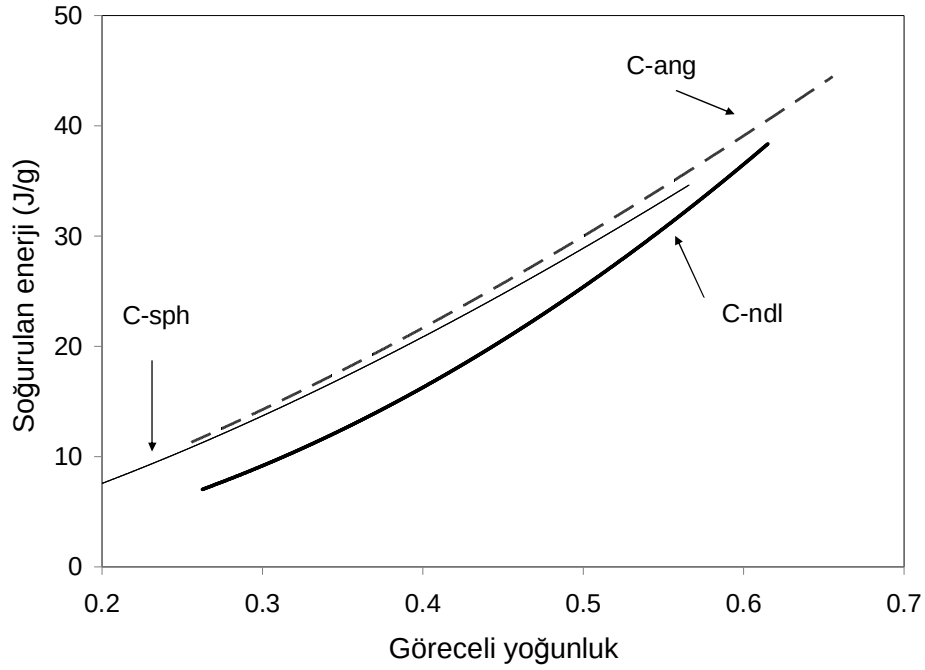


Şekil 10.34. C-ndl köpüklerin farklı gerinim değerlerinde emdikleri enerji grafiği

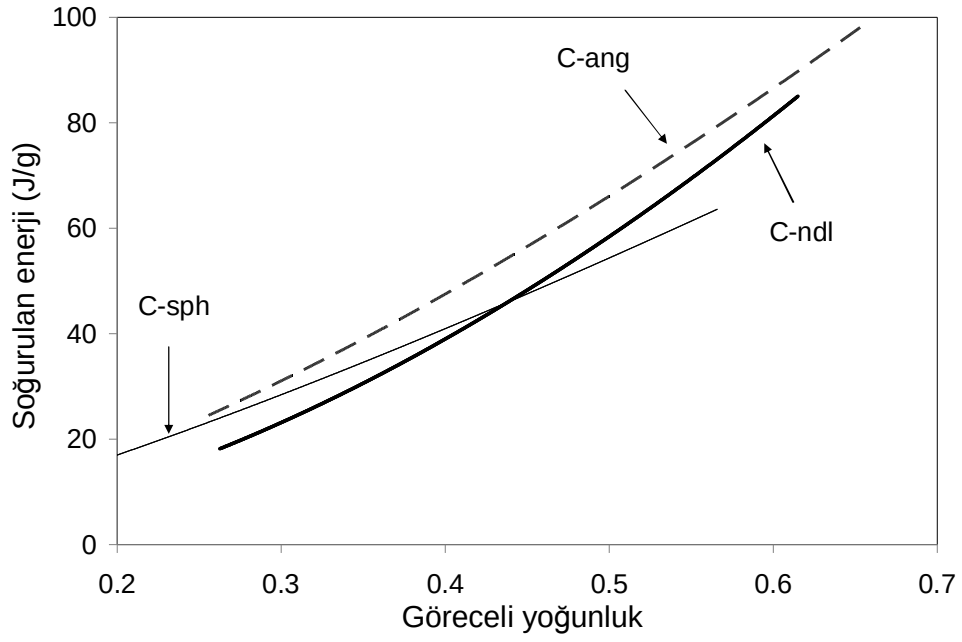
Farklı morfolojilerde gözeneğe sahip köpüklerin birim ağırlığının soğurduğu enerji miktarının göreceli yoğunlukla değişimi kıyaslanmıştır. % 30 gerinimde iğnesel gözeneklere sahip köpüklerin incelen yoğunluk aralığında diğer iki gözenek şekline sahip köpüklerden daha az miktarda enerji soğurduğu

görülmektedir (Şekil 10.35). Küresel gözeneklere sahip köpüklerin grafiklerinde ani gözenek çökmelerinin sebep olduğu kırılmalar ilerleyen gerilmelerde toplam soğurulan enerjiyi iğnesel gözenekli köpüklerin altına düşürmektedir (Şekil 10.36).

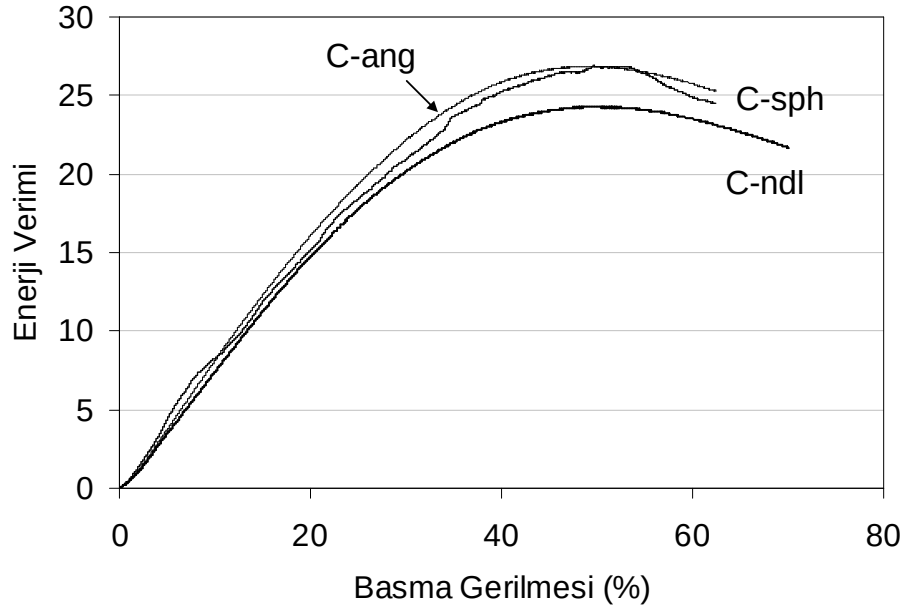
Farklı morfolojideki gözeneklere sahip köpüklerin enerji verimleri Şekil 10.37’de karşılaştırılmıştır. Küresel ve köşeli gözenekli köpüklerin enerji verimlerinin iğnesel gözenekli köpüklerden daha yüksek olduğu gözlenmektedir. Enerji verimi grafiklerinin türevleri yardımıyla bulunan maksimum enerji noktası, bir başka deyişle yoğunlaşma gerinimi ise köşeli ve iğnesel gözenekli köpüklerde benzer (% 51-52), küresel gözenekli köpüklerde ise daha yüksek (% 57) bulunmuştur.



Şekil 10.35. % 30 gerinimde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunlukla ve gözenek şekli ile değişimi



Şekil 10.36. % 50 gerinimde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunlukla ve gözenek şekli ile değişimi



Şekil 10.37. % 36 göreceli yoğunlukta iğnesel, küresel ve köşeli gözeneklere sahip titanyum numunelerin enerji verimi grafikleri

TARTIŞMA: İncelenen köpüklerde gerinim sertleşmesi gösteren ve göstermeyen olmak üzere iki tip basma gerilme-gerinim grafiğine rastlanmıştır. Küresel ve nispeten kaba gözeneklere sahip köpükler gerinim sertleşmesi göstermezken diğer köpük türleri gerinim sertleşmesi göstermiştir. Bu durum

gerinim sertleşmesinin köpük mimarisinden bağımsız olduğu iddiası ile ters düşmektedir.

Bu bölümde elde edilen sonuçlar aynı gerinimde birim kütle başına soğurulan en yüksek enerji değerinin köşeli gözenekli köpüklerde görüldüğünü göstermiştir. İğnesel gözeneklere sahip köpükler ise ince uzun gözenek duvarlarının kolaylıkla bükülmesiyle deformasyona uğraması sebebiyle düşük gerilmelerde nispeten yüksek gerinime uğramaktadır. Bu da soğurulan enerji miktarını azaltmaktadır. Küresel gözenekli köpüklerde sabit gerilmede artan gerinim enerji verimini de arttırmaktadır. Bununla birlikte bu köpüklerin dezavantajı gözenek şekli ve boyutundan ileri gelen ani tabaka çökmeleri sonucu düşük enerji soğurması göstermesidir.

Hipotez bölümünde öngörüldüğü gibi en yüksek yoğunlaşma gerinimi küresel gözenekli köpüklerde elde edilmiştir.

10.4. Enerji Soğurma Kabiliyeti Genel Sonuçlar

Yüksek bir enerji verimi için yüksek gözeneklilik, kaba gözenekler ve düşük gözenek boy/en oranı olmalıdır. Aynı göreceli yoğunlukta ve aynı gerinimde titanyum köpüklerin soğurdukları enerji miktarı alüminyum köpüklerden çok daha yüksekken, enerji soğurma verimleri biraz daha düşüktür. Bu sonuçlar yüksek mukavemet ve enerji soğurma kabiliyeti gerektiren uygulamalarda titanyum köpükler alüminyum köpüklere iyi bir alternatif olduğunu göstermektedir. Titanyum köpüklerde soğurulan enerji miktarının göreceli yoğunluk ve gerinime bağlı bir eşitlikle ifade edilebilmektedir.

11. Genel Sonuçlar ve Gelecek Çalışmalar

11.1. Genel Sonuçlar

Gözenekli Titanyum Köpüklerde Yapı-Özellik İlişkileri konulu doktora tezinde elde edilen genel sonuçlar aşağıda sıralanmıştır.

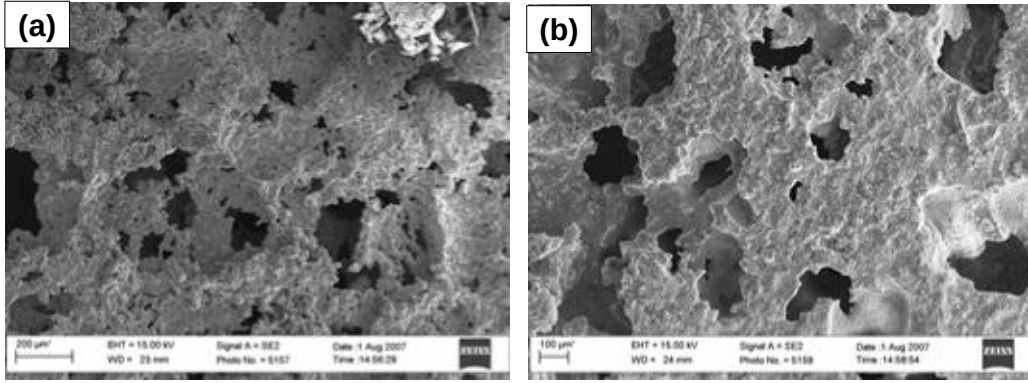
1. Titanyum köpüklerin sinterleme davranışlarının ve yapı-mekanik özellik ilişkilerinin incelenmesi amacıyla farklı gözeneklilik, gözenek boyutu ve gözenek şekline sahip titanyum köpükler yer tutucu yöntemi ile üretilmiştir.
2. Makro gözenek içeren metalik bünyelerin sinterlemesinde sinterleme çekmesi artan yer tutucu miktarı ve azalan yer tutucu boyutu ile artar. % 25 - % 75 arasında değişen göreceli yoğunluklara sahip numuneler sinterleme sıcaklığı, titanyum toz boyutu, yer tutucu miktarı ve boyutuna bağlı olarak % 8 - % 12 oranında çekme gösterdikleri tespit edilmiştir.
3. Köpüklerdeki sinterleme çekmesi artan yer tutucu miktarı, azalan yer tutucu boyutu ve artan sinterleme sıcaklığı ile artmaktadır.
4. Makro boyutta gözeneklere sahip bünyelerde sinterleme sırasında numune yüzeyinden iç bölgelere doğru gerçekleşen malzeme taşınımı sebebiyle gözenek duvarları kalınlaşmakta, birincil gözenekler ise az miktarda (ortalama % 5) çekmektedir.
5. Köpüklerin basma mukavemeti gözenek miktarı yanında gözeneklerin konumuna da bağlıdır. Yüksek miktarda mikro-gözenek içeren gözenek duvarları aynı köpük yoğunluğunda elde edilen mukavemetin düşmesine sebep olmuştur.
6. Metalik köpüklerde basma davranışı üzerinde en etken değişken göreceli yoğunluktur. Gözenek şekli ise bu çalışmada araştırılan değişkenler arasında en etken mimari özelliktir.
7. Köpüklerin basma mukavemetinin ve elastik modülün gözenek boyutuyla doğru, gözeneklerin boy/en oranı ile ters orantılı olduğuna işaret eden sonuçlar elde edilmiştir.

8. Köpüğün basma kuvveti altında deformasyonunda gözenek duvar şekli ve uzunluğu önem arz etmektedir. Yüksek boy/en oranında gözenekler ince uzun duvar oluşumuna sebep olur. Bu tip duvarlar basma kuvveti altında daha kolay bükülmeye uğradığından baskın deformasyon mekanizması duvar bükülmesidir. Bu durum n_{σ} ve n_E değerlerinin diğer titanyum köpük cinslerinkinden yüksek olmasına sebep olur.
9. Metalik köpüklerin basma yükleri altında belirli gerinimlerde soğurdukları enerji göreceli yoğunluk ve gerinim değerinin bir fonksiyonu olarak ifade edilebilir. A , B ve C sabitleri köpük mimarisine göre değişim göstermektedir.

$$W_{\varepsilon} \cong A \cdot (\% \varepsilon)^B \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^C$$

10. Titanyum köpüklerde birim kütlenin soğurduğu enerji miktarı gözenek boyutuna kayda değer bir bağlılık göstermemiştir. Ancak gözeneklerin yüksek boy/en oranı soğurulan enerji miktarını azaltmıştır.
11. Aynı göreceli yoğunlukta ve aynı gerinimde titanyum köpüklerin soğurdukları enerji miktarı alüminyum köpüklerden çok daha yüksekken, enerji soğurma verimleri biraz daha düşüktür. Bu sonuçlar yüksek mukavemet ve enerji soğurma kabiliyeti gerektiren uygulamalarda titanyum köpükler alüminyum köpüklere iyi bir alternatif olduğunu göstermektedir.
12. İncelen köpüklerde gerinim sertleşmesi gösteren ve göstermeyen olmak üzere iki tip basma gerilme-gerinim grafiğine rastlanmıştır. Küresel ve nispeten kaba gözeneklere sahip köpükler gerinim sertleşmesi göstermezken, diğer köpük türleri gerinim sertleşmesi göstermiştir.
13. Küçük gözenekli köpükler, duvarların daha düşük gerinimlerde birleşmesi sebebi ile daha yüksek gerinim sertleşmesi göstermiştir.
14. Titanyum köpüklerin gerinim hızına hassasiyeti vardır. Gerinim hızı hassasiyeti azalan yoğunluk ve artan gözenek boyutu ile düşmektedir. Gerinim hızına en hassas köpük türü iğnesel gözenekli köpüklerdir.

İmplant uygulamalarında kemik hücrelerinin implant yüzeye daha hızlı şekilde yapışması sonucu hızlı iyileşmenin gerçekleşebilmesi için yüzeyler İngiltere'deki Imperial College'da biyocam ile kaplanmıştır. Elde edilen görüntüler Şekil 11.2'de görülmektedir. Kaplama kalitesi ve homojenliği gözenek boyut ve dağılımı ile kontrol edilebilir. Bu çalışmaya devam edilerek in-vivo çalışmaları yapılması bu doktora tezinin sonrasında yapılabilecek bir çalışma konusudur.



Şekil 11.2. Bu çalışmada üretilen köpüklerin Imperial College'da biyocam ile kaplanması ile elde edilen SEM görüntüleri (a) öncesi ve (b) sonrası

Ayrıca;

- ✓ İçyapı kontrolü ile köpük mukavemetinin kontrol edilmesi
 - ✓ Değişik sinterleme yöntemlerinin kullanımı (Örn. mikrodalga sinterlemesi)
 - ✓ Fonksiyonel aşamalı (gözeneklilik ve gözenek boyutu malzeme boyunca değişen) köpüklerin üretimi ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi.
 - ✓ Üç boyutlu köpük görüntülerinin FEM ile modellenmesi
- konuları da bu doktora tezi sonrasında çalışılabilecek konular arasında yer almaktadır.

12. KAYNAKLAR

- [1] Gibson, L. J. Ve Ashby, M.F., *Cellular Solids*, Second Edition, Cambridge Solid State Science Series, ISBN 0-521-49560-1, 1997.
- [2] Degischer, H.-P. ve Kriszt, B., *Handbook of Cellular Metals, Production, Processing and Applications*, Wiley-VCH, ISBN 3-527-29320-5, 2002.
- [3] Ashby, M.F., Evans, A.G., Fleck, N.A., Gibson, L.J., Hutchinson, J.W., Wadley, H.N.G., *Metal Foams: A design guide*, Butterworth-Heinemann, ISBN 0-7506-7219-6, 2000.
- [4] Ariane Marmottant, “*Structure and properties of aluminium foams produced by salt preform replication*”, Doktora Tezi, Institut Polytechnique de Grenoble, Fransa, 8 Aralık 2006.
- [5] Stephani G, Quadbeck P, Andersen O, “*New multifunctional lightweight materials based on cellular metals – manufacturing, properties and applications*”, J Phys: Conference Series **165**, 012061, 2009.
- [6] Andrews, E., Sanders, W., Gibson, L.J., “*Compressive and tensile behaviour of aluminum foams*”, Materials Science and Engineering A, **270**, 113–124, 1999.
- [7] Banhart, J., “*Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams*”, Progress in Materials Science, **46**, 559–632, 2001.
- [8] Banhart, J., Hans-Wolfgang Seeliger, “*Aluminium Foam Sandwich Panels: Manufacture, Metallurgy and Applications*”, Advanced Engineering Materials **10**, 9, 2008.
- [9] Meteor Project, European Union, 2006.
- [10] Banhart, J., ‘*Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams*’, Progress in Materials Science, **46**, 559-632, 2001.
- [11] Lütjering, G., Williams, J.C., *Titanium*, Springer, ISBN 9783540713975, 2007.
- [12] Panigrahi, B.B., Godkhindi, M. M., Das, K., Mukunda P. G. ve Ramakrishnan, P., “*Sintering kinetics of micrometric titanium powder*”, Materials Science and Engineering, A, **396**, 255-262, 2005.

- [13] Baril, E., L.P.Lefebvre, Y.Thomas, “*Interstitials Sources And Control in Titanium P/M Processes*”, Proceedings of EPMA 2010 European Powder Metallurgy Association Powder metallurgy Congress, 2010.
- [14] Louis-Philippe Lefebvre ve Eric Baril, “*Effect of Oxygen Concentration and Distribution on the Compression Properties on Titanium Foams*”, Advanced Engineering Materials, **10**, 9, 2008.
- [15] MT Data 4.74 Yazılımı
- [16] Dunand, D. C., *Processing of titanium foams*, Advanced Engineering Materials **6**, 6, 369, 2004.
- [17] Murray, N.G.D., Schuh, C.A., Dunand, D.C., *Solid state foaming of Ti by hydrogen-induced internal-stress superplasticity*, Scripta Materialia, **49**, 879, 2003.
- [18] M.W. Kearns, P.A. Blenkinsop, A.C. Barber and T.W. Farthing. Met. Mater. **32**, 85, 1987.
- [19] Murray, N.G.D., Dunand, D.C., *Microstructural evolution during solid state foaming of Ti*, Composite Sci. and Tech., **62**, 2311, 2003.
- [20] Laptev, A., Bram, M., Buchkremer, H.P., Stöver, D., *Study of production route for Ti parts combining very high porosity and complex shape*, Powder Metallurgy, **47**, 1, 85, 2004.
- [21] Laptev, A., Vyal, O, Bram, M., Buchkremer, H.P., Stöver, D., *Green strength of powder compacts provided for production of highly porous Ti parts*, Powder Metallurgy, **48**, 4, 358, 2005.
- [22] Bram, M., Stiller, C., *High porosity Ti, Stainless steel and superalloy parts*, Advanced Engineering Materials, **2**, 196, 2000.
- [23] Wen, C. E., Mabuchi, M., Yamada, Y., Shimojima, K., Chino, Y. ve Asahina, T., *Processing of biocompatible porous Ti and Mg*, Scripta Materialia, **45**, 1147, 2001.
- [24] Imwinkelried, T., *Mechanical properties of open-pore Ti foam*, J. Biomedical Mater. Research Part A, 964, 2007.
- [25] Esen, Z., Bor, S., *Processing of Ti foams using magnesium spacer particles*, Scripta Materialia, **56**, 241, 2007.

- [26] Wenjuan, N., Chenguang, B., Qiu GuiBao, Wang Qiang, “*Processing and properties of porous titanium using space holder technique*”, Materials Science and Engineering A **506**, 148–151, 2009.
- [27] Chino, Y., Dunand, D.C., “*Directionally freeze cast Ti foam with aligned, elongated pores*”, Acta Materialia (1359-6454), **56**, 1,105, 2008.
- [28] Singh, R., Lee, P.D., Jones, J.R., G. Poologasundarampillai, T. Post, T.C. Lindley, R.J. Dashwood, “*Hierarchically structured titanium foams for tissue scaffold applications*”, Acta Biomaterialia **6**, 4596–4604, 2010.
- [29] Louis-Philippe Lefebvre, Yannig Thomas, Maxime Gauthier, “*Method of Making Open Cell Material*”, US Patent 7.108.828, 2006.
- [30] Biasotto, M., Ricceri, R., Scuor, N., Schmid, C., Sandrucci, M.A., DiLenarda, R., Matteazzi, P., *Porous Ti obtained by a new powder metallurgy technique: Preliminary results of human osteoblast adhesion on surface polished substrates*, J. of Applied Biomaterials and Biomechanics, 172, 2003.
- [31] Wikipedia, <http://en.wikipedia.org/wiki/Urea>.
- [32] The European Fertilizer Manufacturers Association (EFMA), *Production of Urea and Urea Ammonium Nitrate, 2. Description of Urea Production Processes*, Booklet No 5, 1997.
- [33] Chen, J.P. ve Isa, K., *Thermal decomposition of urea and urea derivatives by simultaneous TG/(DTA)/MS*, J. Mass. Spectrom. Soc. Jp., **46 (4)**, 229-303, 1998.
- [34] Nihan Tuncer, *Metalik köpük malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, 2006.
- [35] Ammonium bicarbonate material safety data sheet, MSDS no: A5616.
- [36] Brunette, D.M., *Titanium in Medicine*, Springer, ISBN 3540669361, 2001.
- [37] Chang, Y-S., Gu, Hai-Ou, Kobayashi, M., Oka, M., *Influence of various structure treatments on histological fixation of Ti implants*, J. of Arthroplasty, **13**, 7, 816, 1998.

- [38] Thelen, S., Barthelat, F. Ve Brinson, L.C., *Mechanics considerations for microporous titanium as an orthopedic implant material*, Wiley InterScience, 601, 2004.
- [39] Spoerke, E.D., Murray, N.G., Li, H., Brinson, L.C., Dunand, D.C. Stupp, S.I., *A bioactive titanium scaffold for bone repair*, Acta Biomaterialia, **1**, 523, 2005.
- [40] Spoerke, E.D., Murray, NGD, Li, H., L.C., Brinson, Dunand, D.C., Stupp, S.I., “*Ti with aligned elongated pores for orthopedic tissue engineering applications*”, J. of Biomedical Materials Research Part A, **84**, 2, 402, 2008.
- [41] Salimon, A., Bréchet, Y., Ashby, M. F., Greer, A. L., *Potential applications for steel and titanium metal foams*, J. of Mater. Sci., **40**, 5793-5799, 2005.
- [42] *Industry Insider*, Advanced Materials & Processes, 2002.
- [43] Kennedy, A.R., Asavavisitchai, S., *Effects of TiB₂ particle addition on the expansion, structure and mechanical properties of PM Al foams*, Scripta Materialia, **50**, 115, 2004.
- [44] Oh, I-H., Nomura, N., Masahashi, N., Hanada, S., *Mechanical properties of porous titanium compacts prepared by powder sintering*, Scripta Materialia, **49**, 1197, 2003.
- [45] Andrews, E., Sanders, W., Gibson, L.J., “*Compressive and tensile behaviour of aluminum foams*”, Materials Science and Engineering A270, 113–124, 1999.
- [46] Kenesei, P., Kadar, Cs., Rajkovits, Zs., J. Lendvai, “*The influence of cell-size distribution on the plastic deformation in metal foams*”, Scripta Materialia, **50**, 295–300, 2004.
- [47] San Marchi, C., Mortensen, A., “*Deformation of Open-Cell Aluminum Foam*”, Acta Mater. **49**, 3959–3969, 2001.
- [48] Geetha M, Singh AK, Asokamani R, Gogia AK, “*Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review*”, Prog Mater Sci, **54**, 397, 2009.
- [49] Salvo L, Cloetens P, Maire E, Zabler S, Blandin JJ, Buffiere JY, Ludwig W, Boller E, Bellet D, Josserond C, “*X-ray micro-tomography an attractive*

- characterisation technique in materials science*", Nucl Instrum Methods Phys Res, Sect B, **200**, 273, 2003.
- [50] Dillard T, N'guyen F, Maire E, Salvo L, Forest S; Bienvenu Y, Bartout J-D, Croset M, Dendievel R, Cloetens P, "3D quantitative image analysis of open-cell nickel foams under tension and compression loading using X-ray microtomography", Philos Mag, **85** (19), 2147, 2005.
- [51] Adrien, J., Maire, E., Gimenez, N., Sauvart-Moynot, V., "Experimental study of the compression behaviour of syntactic foams by in situ X-ray tomography" Acta Materialia **55**, 1667–1679, 2007.
- [52] Phoenix|x-ray Operation Manual, Version 1.2 2007.
- [53] Kanetake, N., Miyoshi, T., Nakajima, H., Ono, F., Hipke, T., Krupp, U., Aegerter, J., "International standard for compression test of porous and cellular metal", 2009.
- [54] Lim, T.-J., Smith, B., D.L. McDowell, "Behavior of a random hollow sphere metal foam", Acta Materialia **50**, 2867–2879, 2002.
- [55] Onck, P.R., Andrews, E.W., Gibson, L.J., "Size effects in ductile cellular solids. Part I: modeling", International Journal of Mechanical Sciences **43**, 681- 699, 2001.
- [56] E. Simone, L. J. Gibson, "Aluminum foams produced by liquid-state processes", Acta mater., **46**, 3109-2150, 1998.
- [57] E. Simone, L. J. Gibson, "Effects Of Solid Distribution On The Stiffness And Strength Of Metallic Foams", Acta mater., **46**, 6, 2139-2150, 1998.
- [58] C. F. Li, Z. G. Zhu, T. Liu, "Microhardness of pore walls in porous titanium prepared with novel powder metallurgy", Powder Metallurgy, **48**, 3, 2005.
- [59] Dannemann, K.A., Lankford Jr., J., "High strain rate compression of closed-cell aluminium foams", Materials Science and Engineering A, **293**, 157-164, 2000.
- [60] Yi, F., Zhu, Z., Zu, F., Hu, S., Yi, P., "Strain rate effects on the compressive property and the energy-absorbing capacity of aluminum alloy foams", Materials Characterisation, **47**, 417-422, 2001.
- [61] Li, Q. M., Magkiriadis, I. and Harrigan, J. J., *Compressive Strain at the Onset of Densification of Cellular Solids*, J. Cellular Plastics **42**, 371, 2006.

- [62] Park, C., Nutt, S.R., “*PM synthesis and properties of steel foams*”, Materials Science and Engineering A, **288**, 111–118, 2000.
- [63] Paul, A. and Ramamurthy, U. “*Strain rate Sensitivity of a Closed-cell Aluminum Foam*”, Materials Science and Engineering, A, **281** (1), 2000.
- [64] Chan K. C., Xie, L. S., “*Dependency of densification properties on cell topology of metal foams*”, Scripta Mater. **48**, 1147-1152, 2003.
- [65] Menges, G., Knipschild, F., “*Estimation of mechanical properties for rigid polyurethane foams*”, Polymer Sci. Eng. **15**, (8) 623-627, 1975.
- [66] Choi, J. B., Lakes, R. S., “*Analysis of elastic modulus of conventional foams and of re-entrant foam materials with a negative Poisson's ratio*”, International Journal of Mechanical Sciences, **37**, 1, 51-59, 1995.
- [67] Zhu, H.X., Knott, J.F., Mills, N.J, J. Mech. Phys. Solids **45**, 319, 1996.
- [68] Amsterdam, E., De Hosson, J.Th.M, Onck, P.R., “*On the plastic collapse stress of open-cell aluminum foam*”, Scripta Materialia, **59**, 653-656, 2008.
- [69] W.E. Warren, A.M. Kraynik, J. Appl. Mech. **55**, 41, 1988.
- [70] Roberts, A.P, Garboczi, E.J., “*Elastic moduli model random three-dimensional closed-cell cellular solids*”, Acta Materialia, **49**, 189, 2001.
- [71] Despois, J.-F., Mueller, R., Mortensen, A., “*Uniaxial deformation of microcellular metals*”, Acta Materialia, **54**, 4129, 2006.
- [72] Masataka Hakamada, Yuuki Asao, Tetsumune Kuromura, Youqing Chen, Hiromu Kusuda, Mamoru Mabuchi, “*Density dependence of the compressive properties of porous copper over a wide density range*”, Acta Materialia **55**, 2291–2299, 2007.
- [73] Nieh, T.G., Higashi, K., Wadsworth, J., “*Effect of cell morphology on the compressive properties of open-cell aluminum foams*”, Materials Science and Engineering A, **283**, 105–110, 2000.
- [74] Zhihua, W., Hongwei, M., Longmao, Z., Guitong, Y., “*Studies on the dynamic compressive properties of open-cell aluminum alloy foams*”, Scripta Materialia, **54**, 83–87, 2006.
- [75] Gang Ling Hao, Fu Sheng Han, Wei Dong Li, “*Processing and mechanical properties of magnesium foams*”, J Porous Mater **16**, 251–256, 2009.

- [76] Edwin Raj, R., Daniel, B.S.S., “*Structural and compressive property correlation of closed-cell aluminum foam*”, Journal of Alloys and Compounds **467**, 550–556, 2009.
- [77] Miyoshi, T., Itoh, M., Akiyama, S., “*ALPORAS Aluminum Foam: Production Process, Properties, and Applications*”, Advanced Engineering Materials, **2**, 4, 2000.
- [78] Bin, J., Zejuna, W., Naiqin, Z., “*Effect of pore size and relative density on the mechanical properties of open cell aluminum foams*”, Scripta Materialia **56**, 169–172, 2007.
- [79] Saha, M.C., Mahfuz, H., Chakravarty, U.K., Uddin, M., Kabir, Md. E., Jeelani, “*Effect of density microstructure and strain rate on compression behavior of polymeric foams*”, Materials Science and Engineering A, **406**, 328–336, 2005.
- [80] Huang, X.L., Wu, G.H., Zhang, Q., Dou, Z.Y., Chen, S., “*Compressive properties of open-cell Fe–Ni foams*”, Materials Science and Engineering A, **497**, 231–234, 2008.
- [81] Firstov, S. A., Yu. N. Podrezov, N. I. Lugovoi, Slyunyaev, V. N., Verbilo, D. G., “*Effect of the pore space structure on deformation energy absorption during compression of high-porosity composites. I. Low hardening stage*”, Powder Metallurgy and Metal Ceramics, **39**, 7–8, 2000.
- [82] Lhuissier, P., Fallet, A., Salvo, L., Brechet, Y., “*Quasistatic mechanical behaviour of stainless steel hollow sphere foam: Macroscopic properties and damage mechanisms followed by X-ray tomography*”, Materials Letters **63**, 1113–1116, 2009.
- [83] Montanini, R., “*Measurement of strain-rate sensitivity of aluminium foams for energy dissipation*”, International Journal of Mechanical Sciences, **47**, 26–42, 2005.
- [84] Hall, I.W, Guden, M, Yu, C.J., “*Crushing of aluminium closed cell foams and strain rate effects*”, Scripta Materialia, **43**, 515–521, 2000.
- [85] Reed-Hill, R. E., Iswaran C. V., Kaufman, M. J., “*A power law model for the flow stress and strain-rate sensitivity in CP titanium*”, Scripta Metallurgica et Materialia, **33**, 1, 157–162, 1995.

- [86] German, R.M., "*Powder Metallurgy Science*", Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, ISBN # 0-918404-60-6, 1984.
- [87] Rahaman, M.N., "*Ceramic Processing and Sintering*", Marcel Dekker, ISBN 0-8247-9573-3, 1995.
- [88] David R. Gaskell, "*Introduction To The Thermodynamics of Materials*", 3rd Edition, Taylor & Francis, ISBN-10 / ASIN: 1560329920, New York, 1995.
- [89] Bouvard D, "*Densification behavior of mixtures of soft and hard powders under pressure*", Powder Technol., **111**, 231-239, 2000.
- [90] Bouvard D, Lange F, "*Correlation between random dense packing and random dense packing for determining particle coordination number in binary systems*", Phys. Rev. A: At., Mol., Opt. Phys., **45**, 8, 5690, 1992.
- [91] E. B. Slamovich and E E Lange, "*Densification of single-crystal and polycrystalline spherical particles of zirconia*," J. Am. Cera. Soc., **73**, 11, 3368- 3375, 1990.
- [92] Tuncer, N., Arslan, G., "*Designing compressive properties of titanium foams*", J. of Mater. Sci. **44**, 6, 1477, 2009.
- [93] Banhart, Baumeister, J Mater Sci, **33**, 1431, 1998.
- [94] Sagimura Y, Meyer J, He HY, Bart-Smith H, Grenstedt J, Evans AG, Acta Mater, **45**, 5245, 1997.
- [95] Kunze HD, Baumeister J, Banhart J, Weber M, Powder Metall Int **25**, 182, 1993.
- [96] Wen, C.E., Yamada, Y., Asahina, T., Kato K, Sonoda T, Watazu A, Mater Trans, **45**, 327, 2004.
- [97] Choe H, Dunand DC, "*Mechanical properties of oxidation-resistant Ni-Cr foams*", Mater Sci Eng A **384**, 184, 2004.
- [98] Goodall, R., Marmottant, A., Salvo, L., Mortensen, A., "*Spherical pore replicated microcellular aluminium: Processing and influence on properties*", Materials Science and Engineering A **465**, 124–135, 2007.
- [99] Yu, H., Guo, B., Li, B., Yao, G., Luo, H., Liu, Y., "*Research into the effect of cell diameter of aluminum foam on its compressive and energy absorption properties*", Materials Science and Engineering A, **454**, 542-546, 2007.

- [100] Q.Z. Wang, D.M. Lu, C.X. Cui, L.M. Liang, “*Compressive behaviors and energy-absorption properties of an open-celled porous Cu fabricated by replication of NaCl space-holders*”, *Journal of Materials Processing Technology* **211**, 363–367, 1997.
- [101] Wenjuan Niu, Simon Gill, Hongbiao Dong, Chenguang Bai, “*A two-scale model for predicting elastic properties of porous titanium formed with space-holders*”, *Computational Materials Science* **50**, 172–178, 2010.
- [102] Siegkas, P. Tagarielli, V. L., Petrinic, N., “*The compressive response of a titanium foam at low and high strain rates*”, *Journal of Material Science*, **46**, 2741–2747, 2011.