

**SEÇMELİ LAZER ERGİTME YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN
METAL ALAŞIM İMPLANTLARIN X-IŞINI SAÇILMA
YÖNTEMLERİYLE İNCELENMESİ VE ÜRETİM
PARAMETRELERİNİN GELİŞTİRİLMESİ**

**EXAMINATION OF METALLIC ALLOY IMPLANTS
PRODUCED BY SELECTIVE LASER MELTING METHOD
VIA X-RAY SCATTERING METHODS AND IMPROVEMENT
OF PRODUCTION PARAMETERS**

AHMET BAYIRLI

PROF. DR. SEMRA İDE

Tez Danışmanı

Hacettepe Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin

Nanoteknoloji ve Nanotıp Anabilim Dalı için Öngördüğü

DOKTORA TEZİ olarak hazırlanmıştır.

2016

AHMET BAYIRLI'nın hazırladığı “**Seçmeli Lazer Ergitme Yöntemiyle Üretilen Metal Alaşım İmplantların X-Işını Saçılma Yöntemleriyle İncelenmesi ve Üretim Parametrelerinin Geliştirilmesi**” adlı bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından **NANOTEKNOLOJİ VE NANOTIP ANABİLİM DALI'nda DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Semra İDE

Üye (Danışman)

Prof. Dr. Şadan ÖZCAN

Üye (Başkan)

Doç. Dr. Simel AYYILDIZ

Üye

Doç. Dr. Hakan ATEŞ

Üye

Doç. Dr. Abdullah CEYLAN

Üye

Bu tez Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından **DOKTORA TEZİ** olarak onaylanmıştır.

Prof. Dr. Salih Bülent ALTEN
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü



BİLİNÇLİ GÖZLEMÇİYE İTHAFEN.

ETİK

Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada,

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

beyan ederim.

22/06/2016

AHMET BAYIRLI

ÖZET

SEÇMELİ LAZER ERGİTME YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN METAL ALAŞIM İMPLANTLARIN X-IŞINI SAÇILMA YÖNTEMLERİYLE İNCELENMESİ VE ÜRETİM PARAMETRELERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

Ahmet BAYIRLI

Doktora, Nanoteknoloji ve Nanotıp Bölümü

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Semra İDE

Haziran 2016, 123 sayfa

Bu çalışmada seçmeli lazer ergitme (Selective Laser Melting - SLM) yöntemiyle üretilmiş Ti-6Al-4V alaşım implantlar SAXS yöntemiyle incelenerek üretim parametrelerinden, üretim açısı, tavlama sıcaklığı ve soğutma tekniğinin nano yapıya etkileri tespit edilmiştir. Ayrıca üretim öncesi ham maddeler, üretim ortamından alınan kalıntılar ve ürünlerle beraber incelenerek son üründe oluşması muhtemel safsızlıkların varlığı araştırılmıştır. X-ışını saçılma yöntemlerine ilave olarak SEM, EDX, XRD gibi ölçüm teknikleri de kullanılmıştır. Elde edilen nano yapıya ilişkin bulgular literatürde Ti-6Al-4V alaşım implantların mekanik özelliklerine dair bulgularla karşılaştırılmıştır.

Araştırma sonuçlarına göre, üretim açısının etkileri incelendiğinde, SLM yönteminde katman katman üretim yapılması sebebiyle ürünlerin tablada duruş açılarının nano yapıları doğrudan etkilediği anlaşılmıştır. Üretim yönüne paralel olarak duran örnekler içerisindeki nano oluşumların diğer yönelimlerdeki örneklere göre sayıca fazla, boyut olarak küçük ve daha homojen olarak dağılmış oldukları belirlenmiştir. Metal alaşımlar söz konusu olduğunda nano oluşumlar, kristal örgü içerisindeki kusurlar (çapaklar) veya gözenekler olarak ifade edilebilir. Tavlama sıcaklığının etkisi incelendiğinde, 843 °C'de tavlama yapıldığında, örnek

içerisindeki nano yapıların daha homojen olarak dağıldığı görülmüştür. Hiç tavlammamış kontrol grubundaki ve 1040 °C'de tavlammış gruptaki örneklerde ise nano oluşumların daha düzensiz ve daha topaklaşmış durumda olduğu belirlenmiştir. Soğutma tekniğinin etkisi incelendiğinde fırın içinde argon gazı altında soğutulan örneklerdeki nano oluşumların fırın içinde serbest şekilde soğutulan ve 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakılıp ardından dışarıda soğutulan örneklere göre daha homojen oldukları görülmüştür.

Son olarak, üretim sürecinde tavlama fırınında Ti-6Al-4V implantlar gibi CoCr implantlar da tavlendiği için, Ti-6Al-4V implantlar üzerinde CoCr kalıntıları oluşup oluşmadığına EDX analizleri ile bakılmıştır. Ayrıca, tavlama fırını içinden alınmış toz artıkların, Ti-6Al-4V veya CoCr kalıntısı içerip içermediği de XRD analizleri ile incelenmeye çalışılmıştır. Bu çalışmaların sonucunda, hem katı hem de toz fazda kalıntısız etkilerin, genel yapıyı bozacak şekilde mevcut olmadığı sonucuna varılmıştır. Yine de her koşulda fırın temizliğine dikkat edilmesinin gerekliliği belirtilmiştir.

Anahtar Kelimeler: SLM, Selective Laser Melting, Ti-6Al-4V, titanyum, SAXS, Small Angle X-ray Diffraction.

ABSTRACT

EXAMINATION OF METALLIC ALLOY IMPLANTS PRODUCED BY SELECTIVE LASER MELTING METHOD VIA X-RAY SCATTERING METHODS AND IMPROVEMENT OF PRODUCTION PARAMETERS

Ahmet BAYIRLI

**Doctor of Philosophy, Department of Nanotechnology and
Nanomedicine**

Supervisor: Prof. Dr. Semra İDE

June 2016, 123 pages

In this work, Ti-6Al-4V alloy implants produced via selective laser melting (SLM) technique were examined by using SAXS method and effects of the production parameters such as production angle, annealing temperature and cool down method to the nano structure were determined. Also pre-production raw materials, production media dirt and the products were examined together in order to determine the existence of possible impurities in final product. In addition to the SAXS method, measurement techniques such as SEM, EDX and XRD were used. Findings about the nano structure of the samples were merged with the findings of the technical literature about the mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy implants.

According to the research results, effect of production angle examinations showed that, as SLM technique has a layer by layer approach, orientation of products on production table has direct effect on nano structure. It has been seen that samples which are parallel to the production direction have much more number of nano formations that are smaller and homogeneously distributed when compared to the

samples produced in other directions. Talking about metallic alloys, nano formations can be considered as either rheum or pores inside crystal lattice. Examinations about the effect of annealing temperature showed that, annealing the samples at 843 °C, the nano formations are distributed more homogeneously. It has been seen that nano formations in none-annealed control group and in group annealed at 1040 °C are more disordered and aggregated. Examinations about the effects of cool down technique showed that cooling down in furnace filled with argon gas causes more homogeneous nano formations when compared to the other techniques such as cooling down in furnace filled with air, cooling down in furnace till 500 °C and then outside.

Finally, during whole production process, since CoCr implants too were annealed in the same furnace that Ti-6Al-4V implants were annealed, it has been searched that the CoCr remnants on Ti-6Al-4V implants via EDX analysis. Also, it has been examined that the powder taken from annealing furnace whether contains Ti-6Al-4V or CoCr remnants of not via XRD analysis. As a result of these studies, it has been determined that there is no such contamination as much as spoil the general structure. Nevertheless it has been expressed that the necessity of being careful about the cleanliness of annealing furnace in every circumstances.

Keywords: SLM, Selective Laser Melting, Ti-6Al-4V, titanium, SAXS, Small Angle X-ray Diffraction.

TEŞEKKÜR

Doktora tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Semra İde'ye NNT 729 dersini aldığım günden, bu tezin huzurlarınıza geldiği güne kadarki tüm süreçte, bizleri eğitmek ve yetiştirmek için fedakarca sarf ettiği emeklerinden dolayı can-ı yürekten teşekkür ederim. Bu süreç boyunca, tez konusunun belirlenmesinden, gerekli bilimsel işbirliklerinin sağlanmasına, ölçümlerin yapılmasından analizlerine kadar her konuda destek olması yanında, bilimsel çalışma disiplini ve tecrübesi kazanmamızı sağlamak, yurt içi ve yurt dışında düzenlenen kongre ve etkinliklere aktif olarak katılıp tecrübemizi artırmamız adına maddi manevi desteğini hiçbir zaman esirgememiştir.

Tez izleme komitesi faaliyetlerinde bulunan hocalarım, Sayın Prof. Dr. Şadan Özcan ve Sayın Doç. Dr. Hakan Ateş'e bilgi birikimleri, sundukları laboratuvar teknik imkanları ve yoğun iş temposu içinde komite toplantılarına vakit ayırdıkları için teşekkür ederim. Tez çalışmamız süresince her zaman güler yüzlü ve samimi davranmış, ayrıca gördükleri eksikleri "beraberce nasıl giderebiliriz?" yaklaşımını sergilemişlerdir.

Tez savunması için inceleme ve jüri faaliyetlerinde bulunma görevini kabul eden hocalarım Sayın Doç. Dr. Abdullah Ceylan ve Sayın Doç. Dr. Simel Ayyıldız'a bilimsel çalışmamıza katkı amacıyla çok değerli vakitlerini ayırdıkları için teşekkür ederim. Kendileri tez savunma jürisi olma davetimize doğrudan icabet etmişlerdir.

Tez kapsamında ortaklaşa çalıştığımız Gülhane Askeri Tıp Akademisi - Medikal Tasarım ve Üretim Merkezi'ne, Merkez Başkanı Sayın Prof. Tbp. Erbil Oğuz ve tüm çalışanlara bize sundukları imkanlardan dolayı teşekkür ederim. Merkez çalışanlarından Sayın Yük. Müh. Osman Demir'e ve Sayın Müh. Ahmet M. Dursun'a her türlü toplantı taleplerimizi kabul ettikleri gibi bizleri güler yüzle ağırlayıp, tekrar tekrar örnek üretimi için mesailerini ve enerjilerini sarf ettiklerinden dolayı da ayrıca teşekkür ederim.

Hacettepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne FBB-2015-8814 no.lu projemiz için sağlanan destekten dolayı teşekkür ederim.

Pamukkale Üniversitesi'nden Sayın Doç. Dr. Yusuf ÖZCAN'a XRD ölçümleri için teşekkür ederim. Güler yüzlü ve içten kişiliğiyle gönlümüzü fethettiği gibi Denizli'deki çalıştay sırasında tüm ekibimizi ağırlamıştır da.

Nanoteknoloji ve Nanotıp Ana Bilim Dalı'nda eğitime başladığımız ilk günden beri beraber çalıştığım kıymetli dostum Sayın İlghar Orujalipoor'a omuz omuza geçirdiğimiz süreç boyunca çok kıymetli arkadaşlığı için teşekkür ederim. Arkadaşlığımız süresince, gerek laboratuvar çalışmalarında, gerekse okul dışında ihtiyacım olduğunda her zaman yanımda olmuştur.

Sayın Prof. Semra İde gibi eğitim hayatım boyunca karşılaştığım ve kendime rol model olarak belirlediğim idealist insanlar; ilkokul öğretmenim Sayın Gönül Aktaş, ortaokul tarih öğretmenim Sayın Celal Özkaykı ve lisans tez danışmanım Sayın Dr. Sungur Aytaç'a ben ve benim gibi öğrencilere rehberlik ettikleri için çok teşekkür ederim.

Sevgili ailem, annem, babam, kayın validem ve kayın babama dualarını esirgemedikleri, her zaman desteklerini hissettirdikleri için teşekkür ederim. Evlendiğimiz 2007 yılından beri yüksek lisans, askerlik ve doktora maceralarım boyunca evimizin idaresini tek başına üstlenen ve bu arada oğlumuz Sezai Mithat'ı da yetiştirmekten geri kalmayan eşim Sibel Bayırlı'ya sonsuz sevgisi için teşekkür ederim. Kendisine ve oğluma doktoradan sonraki hayatımızda ev işlerini devralacağıma, bir kenarda ders çalışan baba imajını kırıp beraber vakit geçirilen baba olacağıma dair söz veriyorum.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELER	x
ŞEKİLLER	xi
SİMGELER VE KISALTMALAR	xvii
1 GİRİŞ	1
2 SEÇMELİ LAZER ERGİTME YÖNTEMİ	5
2.1 Giriş	5
2.2 İşlenebilen Malzemeler	5
2.3 İşlem Basamakları	5
2.4 Üretim Parametreleri	6
3 TİTANYUM VE Tİ-6AL-4V ALAŞIM	10
3.1 Giriş	10
3.2 Titanyumun Yapısı ve Özellikleri	10
3.3 Ti-6Al-4V	11
4 KÜÇÜK AÇI X-IŞINI SAÇILMASI	13
4.1 Giriş	13
4.2 Bragg Kırınım Yasası	15
4.3 Saçılma Denklemi	16
4.4 Guinier Analizi	17
4.5 Porod Analizi	18
4.6 Uzaklık Dağılım Fonksiyonu ve Birim Hücre Şekli	20
4.7 Elektron Yoğunluk Dağılımı ve Birim Hücre	20
4.8 Şekli Bilinen Birim Hücreye Ait Uzaklık Dağılım Fonksiyonu	21
5 DENEYSEL ÇALIŞMALAR	23
5.1 Ti-6Al-4V Metal Alaşım Örnekler	23

5.1.1	İncelenen Parametreler	25
5.1.2	Tanımlanan Örnek Kümeleri	25
5.2	SWAXS deney düzeneği	26
5.3	Mikroskobik (SEM) Analizler	27
5.4	Yüzey Fotoğraflama İşlemleri	27
5.5	XRD Yöntemi Uygulamaları	27
6	ANALİZLER: VERİ İŞLEME VE DEĞERLENDİRME SÜREÇLERİ	28
6.1	Giriş	28
6.2	Nanoskalada İncelenebilen Farklı Bölgeler ve Kullanılan Yazılımlar	28
6.2.1	Igor Pro (Etkileşimsiz - Etkileşimli nano oluşum modellemeleri için fit işlemleri)	28
6.2.2	GIFT ve DECON (Deneysel verilerden PDDF ve EDF hesaplamaları)	30
6.2.3	PDDFCalculator (Model üzerinden PDDF hesaplanması)	31
6.2.4	Octave (Matematiksel işlemler)	32
6.3	Karşılaştırılabilir Bulgular	32
7	DENEYSEL BULGULAR	35
7.1	SEM Görüntüleri	35
7.1.1	Küme 1 (Üretim Açılarına Göre)	35
7.1.2	Küme 2 (Tavlama Sıcaklıklarına Göre)	36
7.1.3	Küme 3 (Soğutma Yöntemine Göre)	41
7.1.4	EDX Sonuçları	46
7.2	Makroskobik Yapı İle İlgili Görünümler	47
7.3	XRD Sonuçları	48
7.4	SAXS Verileri	49
7.4.1	Toz Ham Madde	49
7.4.2	Küme 1 (Açılarına Göre)	50
7.4.3	Küme 2 (Tavlama Sıcaklıklarına Göre)	51
7.4.4	Küme 3 (Soğutma Yöntemine Göre)	53
7.5	SAXS Ara Bulguları	55
7.5.1	Uzaklık Dağılım Fonksiyonu	55
7.5.2	Elektron Yoğunluk Dağılımı	67
7.5.3	Model	80
8	SONUÇ VE TARTIŞMA	82
8.1	Toz ham maddeler	82
8.2	Üretim Açısının Yapıya Etkisi	82
8.3	Tavlama Sıcaklığının Yapıya Etkisi	84

8.4 Soğutma Tekniğinin Yapıya Etkisi	85
8.5 Genel Sonuç	87
8.6 Araştırmayı Bir Sonraki Aşamaya Geçirebilmek İçin Öneriler	88
Kaynakça	90
EKLER	97
ÖZGEÇMİŞ	99



ÇİZELGELER

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 5.1 Toz örnekler	23
Çizelge 5.2 Ti-6Al-4V örnekler	24
Çizelge 5.3 Üretim açısı daha detaylı incelenen grup.	24
Çizelge 5.4 Küme tanımları	25



ŞEKİLLER

	<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1	Concept Laser M2 Cusing Machine SLM cihaz [1]. 5
Şekil 2.2	SLM aşamalarının şematik gösterimi. 6
Şekil 2.3	SLM üretim parametrelerinin etkisi 7
Şekil 2.4	SLM sonrası tavlama fırını. 9
Şekil 3.1	Titanyum hegzagonal sıkı paket α fazı ve cisim merkezli kübik β fazı [2]. 10
Şekil 3.2	Üç farklı sıcaklık için Ti-6Al-4V faz diyagramları [3]. 11
Şekil 4.1	Elektron yoğunluğu farkının etkisi. 14
Şekil 4.2	Gümüş behenat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{20}\text{COOAg}]$ SAXS deseni. 15
Şekil 4.3	Bragg Yasası 16
Şekil 4.4	Saçılma vektörü 16
Şekil 4.5	Form faktörü ve yapı faktörü ile beklenen yapı modeli. 17
Şekil 4.6	Küresel oluşum içeren örnekle ilgili Guinier analizi 18
Şekil 4.7	Porod fraktal analizi 19
Şekil 4.8	Teorik saçılma deseni ile fraktal analizi 19
Şekil 4.9	Basit şekilli nano oluşumlar için uzaklık dağılım fonksiyonları 20
Şekil 4.10	Uzaklık dağılım fonksiyonunun hesaplanması: Konumları, (x,y) koordinatları ile belirtilen, aralarında d_i uzaklıkları olan nano oluşumlar için tanımlanmıştır. 22
Şekil 5.1	Küme tanımları görsel anlatım. 26
Şekil 5.2	Hecus SWAXS deney düzeneği 26
Şekil 5.3	Hecus SWAXS örnek tutucu ve Ti-6Al-4V örnek. 27
Şekil 6.1	Igor Pro ve Irena SAS ön yüz görünüşleri 29
Şekil 6.2	Igor Pro ve Irena SAS ile uzaklık dağılım fonksiyonu eldesi 29
Şekil 6.3	DAMMIN (ab-initio yöntemle) oluşum formunun belirlenmesi 29
Şekil 6.4	GIFT, uzaklık dağılım fonksiyonu belirleme penceresi 30
Şekil 6.5	DECON, elektron yoğunluk dağılımı eldesi 31
Şekil 6.6	PDDFCalculator ekran görüntüsü 31
Şekil 6.7	Octave ekran görüntüsü 32
Şekil 7.1	Küme 1-1: 843 °C'de tavlama. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. 35
Şekil 7.2	Küme 2-1: Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 0°. 36

Şekil 7.3	Küme 2-2: Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 45°.	37
Şekil 7.4	Küme 2-3: Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 90°.	37
Şekil 7.5	Küme 2-4: 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 0°.	38
Şekil 7.6	Küme 2-5: 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 45°.	38
Şekil 7.7	Küme 2-6: 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 90°.	39
Şekil 7.8	Küme 2-7: Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 0°.	39
Şekil 7.9	Küme 2-8: Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 45°.	40
Şekil 7.10	Küme 2-9: Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 90°.	40
Şekil 7.11	Küme 3-1: Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 0°.	41
Şekil 7.12	Küme 3-2: Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 45°.	42
Şekil 7.13	Küme 3-3: Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 90°.	42
Şekil 7.14	Küme 3-4: Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 0°.	43
Şekil 7.15	Küme 3-5: Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 45°.	43
Şekil 7.16	Küme 3-6: Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 90°.	44
Şekil 7.17	Küme 3-7: Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 0°.	44
Şekil 7.18	Küme 3-8: Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 45°.	45
Şekil 7.19	Küme 3-9: Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 90°.	45
Şekil 7.20	EDX analizi [Al, Ti, V Co ve Cr için iz bileşenleri olarak yapıdan elde edilen K_{α} karakteristik X-ışınlarına ait şiddet verileri ile elde edilen konsantrasyon değerleri.]	46
Şekil 7.21	Farklı üretim açılarının gözle görülebilir etkisi	47
Şekil 7.22	Tavlama sıcaklıklarının gözle görülebilir etkisi	47
Şekil 7.23	Farklı soğutma tekniklerinin gözle görülebilir etkisi.	47
Şekil 7.24	Toz ham madde örnekleri ve tavlama fırını içinden alınan toz kalıntılarına ait XRD profilleri. Profillerin elde edilmesinde CuK_{α} karakteristik ışını kullanılmıştır.	48
Şekil 7.25	Üretim öncesi toz ham madde örnekleri için ve üretim sonrası katı örnek için SAXS profilleri	49
Şekil 7.26	Küme 1-1: 843 °C'de tavlama. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma.	50
Şekil 7.27	Küme 2-1 SAXS profilleri.	51

Şekil 7.28	Küme 2-2 SAXS profilleri.	51
Şekil 7.29	Küme 2-3 SAXS profilleri.	51
Şekil 7.30	Küme 2-4 SAXS profilleri.	52
Şekil 7.31	Küme 2-5 SAXS profilleri.	52
Şekil 7.32	Küme 2-6 SAXS profilleri.	52
Şekil 7.33	Küme 2-7 SAXS profilleri.	52
Şekil 7.34	Küme 2-8 SAXS profilleri.	52
Şekil 7.35	Küme 2-9 SAXS profilleri.	52
Şekil 7.36	Küme 3-1 SAXS profilleri.	53
Şekil 7.37	Küme 3-2 SAXS profilleri.	53
Şekil 7.38	Küme 3-3 SAXS profilleri.	53
Şekil 7.39	Küme 3-4 SAXS profilleri.	54
Şekil 7.40	Küme 3-5 SAXS profilleri.	54
Şekil 7.41	Küme 3-6 SAXS profilleri.	54
Şekil 7.42	Küme 3-7 SAXS profilleri.	54
Şekil 7.43	Küme 3-8 SAXS profilleri.	54
Şekil 7.44	Küme 3-9 SAXS profilleri.	54
Şekil 7.45	Üretim öncesi toz ham madde örnekleri için ve üretim sonrası katı örnek için uzaklık dağılım fonksiyonlarının karşılaştırılması. (Etkin yarıçap ve maksimum boyut değerleri anlaşılabilirlik adına şeklin sağında verilmiştir.)	55
Şekil 7.46	Küme 1-1 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması.	56
Şekil 7.47	Küme 2-1 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 0°.	57
Şekil 7.48	Küme 2-2 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 45°.	58
Şekil 7.49	Küme 2-3 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 90°.	58
Şekil 7.50	Küme 2-4 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 0°.	59
Şekil 7.51	Küme 2-5 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 45°.	59
Şekil 7.52	Küme 2-6 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 90°.	60
Şekil 7.53	Küme 2-7 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 0°.	60

Şekil 7.54	Küme 2-8 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 45°.	61
Şekil 7.55	Küme 2-9 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 90°.	61
Şekil 7.56	Küme 3-1 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 0°.	62
Şekil 7.57	Küme 3-2 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 45°.	63
Şekil 7.58	Küme 3-3 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 90°.	63
Şekil 7.59	Küme 3-4 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 0°.	64
Şekil 7.60	Küme 3-5 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 45°.	64
Şekil 7.61	Küme 3-6 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 90°.	65
Şekil 7.62	Küme 3-7 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 0°.	65
Şekil 7.63	Küme 3-8 uzaklık dağılım fonksiyonlar . Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 45°.	66
Şekil 7.64	Küme 3-9 uzaklık dağılım fonksiyonlar . Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 90°.	66
Şekil 7.65	Üretim öncesi toz ham madde örnekleri için ve üretim sonrası katı örnek için elektron yoğunluk dağılımı.	68
Şekil 7.66	Toz ham madde DAMMIN çıktıları.	68
Şekil 7.67	Küme 1-1 elektron yoğunluk dağılımı. 843 °C'de tavlama. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma.	69
Şekil 7.68	Küme 1-1 DAMMIN çıktıları. 843 °C'de tavlama. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma.	69
Şekil 7.69	Küme 2-1 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 0°.	70
Şekil 7.70	Küme 2-1 DAMMIN çıktıları.	70
Şekil 7.71	Küme 2-2 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 45°.	71
Şekil 7.72	Küme 2-2 DAMMIN çıktıları.	71
Şekil 7.73	Küme 2-3 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 90°.	71
Şekil 7.74	Küme 2-3 DAMMIN çıktıları.	71

Şekil 7.75	Küme 2-4 elektron yoğunluk dağılımı. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 0°.	72
Şekil 7.76	Küme 2-4 DAMMIN çıktıları.	72
Şekil 7.77	Küme 2-5 elektron yoğunluk dağılımı. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 45°.	72
Şekil 7.78	Küme 2-5 DAMMIN çıktıları.	72
Şekil 7.79	Küme 2-6 elektron yoğunluk dağılımı. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 90°.	73
Şekil 7.80	Küme 2-6 DAMMIN çıktıları.	73
Şekil 7.81	Küme 2-7 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 0°.	73
Şekil 7.82	Küme 2-7 DAMMIN çıktıları.	73
Şekil 7.83	Küme 2-8 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 45°.	74
Şekil 7.84	Küme 2-8 DAMMIN çıktıları.	74
Şekil 7.85	Küme 2-9 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 90°.	74
Şekil 7.86	Küme 2-9 DAMMIN çıktıları.	74
Şekil 7.87	Küme 3-1 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 0°.	75
Şekil 7.88	Küme 3-1 DAMMIN çıktıları.	75
Şekil 7.89	Küme 3-2 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 45°.	76
Şekil 7.90	Küme 3-2 DAMMIN çıktıları.	76
Şekil 7.91	Küme 3-3 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 90°.	76
Şekil 7.92	Küme 3-3 DAMMIN çıktıları.	76
Şekil 7.93	Küme 3-4 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 0°.	77
Şekil 7.94	Küme 3-4 DAMMIN çıktıları.	77
Şekil 7.95	Küme 3-5 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 45°.	77
Şekil 7.96	Küme 3-5 DAMMIN çıktıları.	77
Şekil 7.97	Küme 3-6 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 90°.	78
Şekil 7.98	Küme 3-6 DAMMIN çıktıları.	78

Şekil 7.99	Küme 3-7 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 0°.	78
Şekil 7.100	Küme 3-7 DAMMIN çıktıları.	78
Şekil 7.101	Küme 3-8 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 45°.	79
Şekil 7.102	Küme 3-8 DAMMIN çıktıları.	79
Şekil 7.103	Küme 3-9 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 90°.	79
Şekil 7.104	Küme 3-9 DAMMIN çıktıları.	79
Şekil 7.105	Tabakalı model ve küresel model için uzaklık dağılım fonksiyonu.	80
Şekil 7.106	Nano oluşum sayısının uzaklık dağılım fonksiyonuna etkisi.	80
Şekil 7.107	Üretim açısının uzaklık dağılım fonksiyonuna etkisi.	81
Şekil 7.108	Maksimum uzunluğun uzaklık dağılım fonksiyonuna etkisi.	81
Şekil 7.109	Nano oluşum boyutunun uzaklık dağılım fonksiyonuna etkisi.	81
Şekil 8.1	Argon gazı altında soğutulmuş örnekler için elektron yoğunluk dağılımları ve en iyi dağılımlara sahip olanlar için SEM görüntüleri.	83
Şekil 8.2	Üretim açısına göre tavlama sıcaklığı seçimi	88

SİMGELER VE KISALTMALAR

GATA-METÜM Gülhane Askeri Tıp Akademisi - Medikal Tasarım ve Üretim Merkezi

SAES	Küçük Açı Elektron Saçılması
SANS	Küçük Açı Nötron Saçılması
SAS	Küçük Açı Saçılması
SAXS	Küçük Açı X-ışını Saçılması
SEM	Taramalı Elektron Mikroskopi
SLE	Seçmeli Lazer Ergitme
SLM	Selective Laser Melting
SWAXS	Küçük ve Geniş Açı X-ışını Saçılması

1. GİRİŞ

Gülhane Askeri Tıp Akademisi bünyesinde 2011 yılında hizmete açılan Medikal Tasarım ve Üretim Merkezi (GATA-METÜM) SLM yöntemi ile gazilere öncelikli olmak şartıyla, tüm vatandaşlar için kişiye özel implant üretmektedir. Kişiyeye özel implant üretimi söz konusu olduğunda, üç boyutlu (3D) yazıcı (baskı) olarak tanımlanan eklemeli yöntemler yaygın olarak kullanılmaktadır. Talaşlı üretim teknikleri, seri üretim için eklemeli yöntemlere göre daha uygundur. Çünkü eklemeli yöntemlerde küçük boyutlu ürünler ve nispeten daha uzun üretim süreleri söz konusudur. Ancak kişiyeye özel implantların üretilmesi ve pahalı ham maddeler kullanılması gerektiğinde, çok daha az talaş çıkarımı, kalıp gerektirmemesi ve üretim sonrası işlemlerin daha az maliyetli olması bakımından eklemeli yöntemler tercih edilir.

Eklemeli yöntemler ilk kullanılmaya başlandığı yıllarda, ince detayı olan parçalar için uygun değillerdi. Ergime için yüksek sıcaklık gerektiren malzemeleri işlemek de mümkün olamıyordu. Bu bakımdan ilk yıllarında bu yöntemler polimer malzemelerle taslak üretimler yapılmak üzere yoğun olarak kullanıldı. Son yıllarda ise, ergitme işlemi için gerekli yüksek enerjili lazerler, elektron demeti kullanımı gibi teknolojiler ve kullanılan mekanik aksamın daha hassas hale getirilebilmesi, eklemeli yöntemleri, sağlık, havacılık, uzay, askeri uygulamalar gibi pek çok sektörde kullanılır hale getirmiştir [4, 5].

GATA-METÜM tarafından kullanılan SLM yöntemi de son otuz yılda geliştirilmiş eklemeli üretim yöntemlerinden biridir. Gelişmekte olan her teknolojik uygulamada olduğu gibi SLM yöntemi ile üretilen implantların da kalitesi her geçen gün artmaktadır. Üretim basamaklarının daha iyi anlaşılacak süreç kontrollerinin artırılması ve dolayısıyla ürün kalitesinin mükemmelere yaklaştırılması amacıyla 2013 yılında, Seçmeli lazer ergitme yöntemiyle üretilmiş metal alaşım implantların X-ışını saçılma yöntemleriyle incelenmesi ve üretim parametrelerinin geliştirilmesine, bu tez çalışması ile başlanmıştır.

SLM yönteminde, toz ham madde tarafından lazer ışınının Emilimi, faz dönüşümüne uğraması, yüzey gerilimi sonucu oluşan havuzda akışması, bir miktar buharlaşması ve kimyasal reaksiyonların oluşumu gibi durumlar dikkat çekicidir. Lazerin gücü, tarama hızı, tarama çizgileri arasındaki mesafe, tarama deseni, yayılan toz katmanının kalınlığı, çalışma ortamı, toz haznesinin sıcaklığı vb. pek çok parametre, önemli SLM üretim parametreleri olarak tanımlanabilir [6].

SLM üretim parametrelerinin optimum değerlerinin araştırıldığı başka güncel çalışmalara da rastlamak mümkündür. Örneğin optimum lazer tarama hızının lazerin gücüne ve işlenen malzemenin ısı iletkenliğine bağlı olduğu, optimum hız aralığının, lazer gücü arttıkça genişlediği, malzemenin ısı iletkenliği arttıkça daraldığı ispatlanmıştır [7].

Tarama çizgileri arasındaki mesafe çok artırıldığında ürün gözenekli bir hal almaktadır. Eğer kemik dokusuna benzer gözenekli bir yapı isteniyorsa tarama çizgileri arasındaki mesafenin toz ham maddenin maksimum tanecik boyutunun 3 katı kadar artırılması gerektiği belirlenmiştir [8].

Tarama deseni çok uzun çizgilerden oluştuğunda çizginin başlangıç noktasıyla bitiş noktası arasındaki ısı farklılıklar söz konusudur. Soğuyan kısımlar küçüleceği için oluşan gerilmeler hatta bozulmalar, tüm ürün içerisinde gözenekler vb. istenmeyen etkilere yol açacaktır. Bunu engellemek için işlenen katman küçük alanlara bölünüp daha sonra her bir alan içinde ayrı ayrı tarama yapmak yaygın olarak uygulanan bir stratejidir [9].

Bu tez kapsamında ürünlerin üretim tablasındaki farklı duruş açılarının, üretim sonrası farklı tavlama sıcaklıklarının ve tavlama sonrası farklı soğutma tekniklerinin yapı üzerine etkisi araştırılmıştır. Ayrıca üretim ortamından farklı aşamalarda alınan toz numunelerde kirlilik olup olmadığı da araştırılmıştır.

Üretim açısının incelendiği Kruth ve arkadaşları tarafından yürütülmüş bir çalışmaya göre üretim yönüne dik olarak üretilmeyen veya herhangi bir yüzeyi üretim yönüne dik olmayan ürünler için yüzeyde merdiven etkisi oluşmaktadır [10]. Üretim açısı mekanik özellikleri de doğrudan etkilemektedir. Üretim sırasında oluşan ergimiş malzeme havuzlarının birbirlerine göre konumu ve bu havuzlar soğuduktan sonra oluşan sınırlar arası etkileşimlerden dolayı SLM yöntemiyle üretimin anizotropik olduğu, üretim yönüne dik yönelimli ürünlerin daha sünek olduğu belirtilmiştir [11].

SLM yöntemiyle üretilmiş ürünlerin mekanik özelliklerinin araştırıldığı bir diğer çalışmada üretim açısından kaynaklanan anizotropinin giderilmesi için tavlama (Hot Isostatic Pressing - HIP) işleminin faydalı olduğu, tavlama sonrası gözenekli yapıdan uzaklaşarak daha sünek yapı elde edildiği anlatılmıştır [12]. Tavlama sonrası soğutma tekniklerinin yani dolayısıyla soğutma hızının mekanik özelliklere etkisinin araştırıldığı bir çalışmada soğutma hızı arttıkça çekme mukavemetinin

arttığı, esnekliğin azaldığı belirtilmiştir [13].

Bu tez kapsamında SLM yöntemiyle ilgili parametrelerden üretim açısı olarak 0°, 45°, 90° seçilmiş daha sonra detaylı inceleme için 0°, 10°, 30°, 70°, 90° açılarında yeni bir deney seti üretilerek inceleme tamamlanmıştır. Tavlama sıcaklığı olarak hiç tavlamanmamış bir grupta beraber 780 °C, 843 °C ve 1040 °C sıcaklıkları incelenmiştir. Soğutma tekniği olarak da fırın içinde serbest soğutma, 500 °C'ye kadar fırın içinde daha sonra fırın dışında serbest soğutma ve fırın içinde argon gazı altında soğutma teknikleri incelenmiştir. Metal alaşım olarak Ti-6Al-4V seçilmiştir.

Ti-6Al-4V alaşımlar mekanik özellikleri ve biyo-uyumluluğu bakımından sağlık sektöründe yaygın olarak tercih edilmektedir. Ti-6Al-4V implantların mekanik özellikleri kemik dokusuna çok benzerlik göstermektedir. Kimyasal yapısı kararlı olup en dışında TiO₂ tabaka oluştuğu için korozyona karşı dayanıklıdır. Korozyon dayanıklılığı aynı zamanda vanadyumun çözünüp doku içerisine nüfuz etmesini güçleştirir [14]. Toz ham madde ve eklemeli yöntemler kullanılarak üretilen Ti-6Al-4V alaşımların dökme veya dövme yöntemlerle üretilmiş alaşımların mekanik özelliklerini üretim sonrası tavlama/soğutma işlemleri de kullanılarak yakalayabildiği belirtilmiştir [15]. Ti-6Al-4V alaşımların yüzeyine lazer darbeleri uygulayarak oluşturulan pürüzlülüğün kimyasal aşındırma yöntemiyle elde edilen pürüzlülüğe kıyasla daha fazla nano yapılar içerdiği ve bu nano yapıları TiO₂ tabakanın tutunma özelliklerinin daha üstün olduğu belirtilmiştir [16]. Bu çalışma kapsamında SLM yöntemiyle üretilmiş Ti-6Al-4V alaşım implantların mekanik özelliklerinin ve biyo-uyumluluğunun incelendiği çalışmalara ilave olarak malzemenin nano yapısını da inceleyerek üretim süreçlerinin iyileştirilmesine katkı sağlanabileceği düşünülmüştür. Ti-6Al-4V alaşımların farklı üretim parametreleri sonucunda nano yapısındaki değişimler gözlenmiş ve bu değişimlerin literatürde verilmiş mikro yapıdaki değişimler sonucu ortaya çıkan davranışlarla ilişkisi araştırılmıştır.

Nano yapıları malzeme, yapısal taneciklerinin 3 boyutundan en az bir tanesi 1-100 nm aralığında olan malzeme olarak tanımlanır. Nano yapıları malzemelerde normal yapıda görülmeyen üstün elektriksel, optik ve manyetik özellikler görülebilir [17]. Bunun sebebi artan yüzey/hacim oranı sonucu yüzeye yakın atomların miktarının artmasıdır [18]. Nano yapıları malzemeler atomdan başlayarak kitleye giderek üretilebildiği gibi, kitlesel yapı parçalanarak da nano yapıları malzeme elde edilebilir. Nano yapıları bir malzeme normal bir malzeme ile karıştırıldığında elde edilen yapı her ikisinin de özelliğini gösterir [19, 20, 21]. Nanoteknolojinin tanımlanması ve ilgi odağı haline gelmesi 1982'den daha eskilere dayansa da malzemelerin nano

özelliklerinin belirlenip anlaşılabilmesi için öncelikle gerekli deneysel donanımın gelişmesi gerekmiştir. Taramalı tünelleme mikroskobunun icat edildiği 1982 yılından [22] günümüze kadar nanoteknoloji hızla gelişmiştir. Optik mikroskobun icadıyla mikro dünyaya gözlerini açan insanoğlu optik mikroskobun fiziksel sınırı (Abbe diffraction limit) olan 200 nm'nin altına inmeyi başarinca da malzemelerin nano yapısı incelenebilir hale gelmiştir.

Küçük açı X-ışını saçılması (Small Angle X-ray Scattering - SAXS) yöntemi de, malzemelerin nano boyutta incelenmesini mümkün kılan bir yöntemdir. SAXS yöntemiyle 0,05 nm hassasiyette ölçümler yapılabilir. Yoğun haldeki madde katı veya sıvı fazda incelenebilir. Biyolojik örnekler, çözeltiler, tozlar, metal alaşımlar da bu gruba dahildir. Malzemenin kristal yapısı hakkında nano skalada bilgi edinilebilir [23]. SAXS yönteminde örnekten saçılan X-ışınlarının tamamı toplanarak yorumlandığı için örneğin geneline ait bilgiler edinilir. Örneğin tez kapsamında kullanılan sistemde çizgi kolimasyonlu ışının gördüğü alan 3x3x5 mm³ hacmi taradığından elde edilen bilgi çok daha geneldir. Bu hassasiyetteki diğer pek çok ölçüm tekniğinde örneğin ancak küçük bir bölümü incelenebilmektedir. Ayrıca SAXS yönteminde örnekten saçılma deseni elde edebilmek için örnek içerisinde elektron yoğunluğu farklı olan bölgelerin nano skalada olması gerekmektedir. Bu sebeple metal alaşımlardaki düzenli yapılardan çok yapıdaki düzensizliklerden ve farklı elektron yoğunluğu olan oluşumlardan saçılma deseni elde edilir. Bu da metal alaşımların yapısındaki düzensizlikleri ve farklı nano oluşum bölgelerini doğrudan algılayıp belirleyebilmemiz anlamına gelmektedir. Bu nedenlerden dolayı metal alaşımların elektron yoğunlukları mertebesinde ve nano skalada 3 boyutlu yapı incelemeleri için SAXS yöntemi çok elverişli ve modern bir yöntemdir.

Çalışma kapsamında yapılan SAXS analizleri, taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope - SEM) görüntüleri ve SEM - EDX analizleri ile desteklenmiştir. Ayrıca, implant üretiminde kullanılan Ti-6Al-4V ve CoCr toz ham maddeleri ile tavlama sonrası fırın zemininden toplanmış toz kalıntıları üzerinde XRD analizleri yapılarak üretim ortamında oluşması muhtemel kirlilik de tespit edilmeye çalışılmıştır.

Bu tezde öncelikli olarak SLM yöntemi, Ti-6Al-4V alaşımlar ve SAXS yöntemi konuları detaylandırılmış, daha sonra tez kapsamında yapılan deney sonuçları ve veri analizleri doğrultusunda elde edilen bulgular verilerek yorum/tartışma aşamasına geçilmiştir. Elde edilen bulgu ve sonuçlarla, daha kontrollü ve bilinçli implant üretimi yapılabileceği öngörülmektedir.

2. SEÇMELİ LAZER ERGİTME YÖNTEMİ

2.1. Giriş

Seçmeli lazer ergitme yöntemi (Selective Laser Melting - SLM) bir eklemeli üretim tekniğidir. Bilgisayar ortamında 3 boyutlu olarak tasarlanan ürün, katmanlar halinde haritalandırılır ve bu katmanlar sırasıyla üretilerek son halini alır. Lazer olarak kullanılan malzemeyi eritebilecek ancak buharlaştırmayacak kadar yüksek enerjili dalga boyları seçilmelidir. Üretimi yapacak olan makine toz formunda malzemeyi istenilen kalınlıkta katmanlar halinde yayabilecek bir mekanizmaya ve istenilen noktalara lazer uygulayabilecek optik düzeneğe sahip olmalıdır [24]. Şekil 2.1'de Concept Laser marka M2 Cusing Machine model SLM cihaz görülmektedir.



Şekil 2.1: Concept Laser M2 Cusing Machine SLM cihaz [1].

2.2. İşlenebilen Malzemeler

SLM tekniğinde krom, kobalt, nikel, titanyum, alüminyum, demir gibi malzemeler ve bunların alaşımları işlenebilir. Paslanmaz çelik, titanyum-alüminyum, kobalt-krom alaşımlar en sık kullanılanlarıdır.

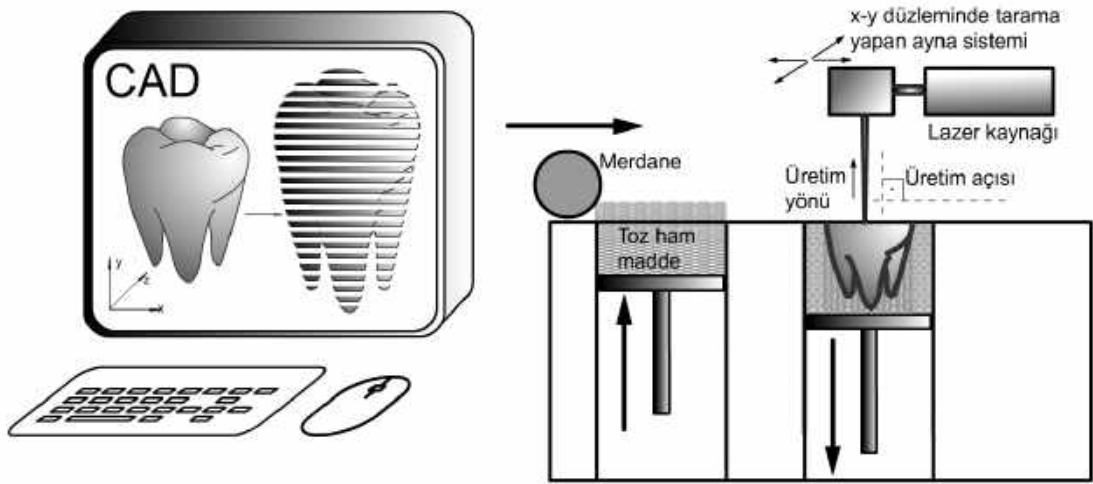
İşlenecek malzemeler toz formda olmalıdır. Metal alaşımlar için ilgili elementlerden oluşan bir karışım da kullanılabilir, alaşım haline getirildikten sonra öğütülerek de kullanılabilir. Ayrıca metalik camlar da toz halinde işlenebilir [25].

2.3. İşlem Basamakları

SLM tekniğinde üretimden sonra talaş olmaz. Tesviye, taşlama işlemleri gerekebilir. Ürünün her noktasına aynı anda lazer uygulanmadığından oluşan ısı gerilimleri gidermek için üretimden sonra tavlama yapılabilir. Bunlar haricinde ürün doğrudan

son şeklini aldığı için dökümlle, tornayla üretim tekniklerine göre daha üstündür. Lazer uygulanmayan kısımlardaki toz malzeme tekrardan kullanılabilir.

Şekil 2.2’de SLM aşamaları şematik olarak verilmiştir. SLM üretimi sırasında her defasında bir katman toz malzeme yayılır. Şemada ham malzemenin depolandığı haznenin altındaki piston her seferinden katman kalınlığı kadar yükselirken, ürün haznesindeki piston da katman kalınlığı kadar alçalmaktadır. Bir merdane yardımıyla yeni katman üretim haznesine serilmektedir. Lazer kaynağından alınan ışın ise üretim haznesindeki tüm koordinatları tarayabilen aynalar yardımıyla oluşan yeni katman üzerine düşürülmektedir.



Şekil 2.2: SLM aşamalarının şematik gösterimi.

2.4. Üretim Parametreleri

SLM yönteminde kullanılan toz malzemenin ortalama tanecik boyutundan, kullanılan lazerin dalga boyuna kadar pek çok farklı parametre ürün özelliklerini doğrudan etkilemektedir. Kısaca implant üretim parametreleri aşağıdaki gibi listelenebilir.

- Toz boyut dağılımı ve şekli
- Toz akışkanlığı
- Lazer gücü
- Lazer odak genişliği
- Lazer modu
- Tarama sıklığı
- Tarama hızı
- Tarama stratejisi
- Katman kalınlığı

- Tabla duruş açısı
- Üretim ortamı şartları (vakum, gaz altı vb.)
- Tavlama sıcaklığı
- Soğutma yöntemi [9]

Ortalama tanecik boyutu hedeflenen implant katman kalınlığından daha büyük olamaz. Tanecik boyutu çok küçültülürse tanecikler arasındaki boşluklar da artmış olur. Bu da son ürün yoğunluğunu olumsuz etkileyerek implantta gözeneklerin oluşumuna yol açar. Bu sorunu azaltmak için en iyi yöntem iki veya üç farklı boyutta taneciklerin karıştırılmasıdır [24].

Şekil olarak küresel taneciklerin kullanılması tozun akışkanlığını artırarak merdane tarafından daha homojen ve daha yoğun katmanların yayılabilmesine olanak sağlar. Şekil 2.3a'da farklı boyutlarda küresel tanecikler ve aralarında kalan boşluklar görülmektedir. Ürün kalitesini artırmak için bu boşlukların olmaması istenir.



(a) Tanecik şekli ve boyut dağılımı (b) Lazer tarama stratejisi (c) Üretim ortamı

Şekil 2.3: SLM üretim parametrelerinin etkisi

Kullanılan lazerin gücü ergitilmek istenen malzemeye göre seçilmelidir. Malzemeye aktarılan güç sadece lazerin dalga boyu değil, odak genişliği de etkiler. Daha küçük bir alana odaklanan lazerle daha fazla güç aktarımı mümkündür. Ayrıca lazer sürekli modda değil de puls modunda uygulandığında istenen daha yüksek sıcaklıklara erişilebilmektedir.

Lazerle ilgili bir diğer önemli parametre ise tarama stratejisidir. Ürün boydan boya uzun çizgiler şeklinde tarandığında ısıl gerilimler oluşmaktadır. Bunu engellemek için adacıklar şeklinde veya merkezden başlayarak spiral şeklinde taramak daha uygundur. Şekil 2.3b'de adacıklar şeklinde yapılan tarama görülmektedir. Lazer önce belirlenen adanın sınırlarına uygulanmış daha sonrada ada içerisi düz çizgilerle taranmıştır. Komşu iki çizgiden ilkinin tarama yönü ile ikincisinin tarama yönü birbirine zıttır. Çizgiler arasındaki mesafe ise tarama sıklığı olarak yine önemli

bir parametredir. Eğer gözenekli bir malzeme isteniyorsa tarama sıklığı azaltılabilir. Tarama sıklığını azaltmak üretim süresini de düşürür. Ancak çok hassas ve homojen desenler içeren bir üretim için tarama sıklığını artırmak gerekir. Tarama sıklığı ve lazer odak genişliği, komşu iki tarama çizgisi birbiriyle örtüşen alanlar oluşturacak şekilde ayarlanırsa, daha pürüzsüz yüzeyler elde edilir. Üretim süresini etkileyen bir diğer parametre ise lazer tarama hızıdır. Çok hızlı tarama yapıldığında toz yatağına aktarılan enerji düşer, lazerin enerjisi artırılarak bu sorun çözülmeye çalışılırsa ergimiş haldeki havuzcukların boyutu büyüdüğü için bunlar daha küçük topçuklar halini alırlar ve son üründe çatlaklar oluşur. Sonuç olarak elde edilmek istenen ürüne ve kullanılan malzemeye göre bu parametreler optimize edilmelidir. Örneğin ürün üzerinde tek bir hat oluşturulurken lazer tarama hızı çok yavaş tutulursa hatta kaymalar, sapmalar oluşmaktadır. Çok hızlı tarama yapılırsa da toz taneciklerinin belirli aralıklarla toplanması sonucu hatta kopmalar oluşmaktadır. Optimum tarama hızı lazerin gücüne ve işlenen malzemenin ısı iletkenliğine bağlıdır. Optimum tarama hızı aralığı, lazer gücü arttıkça genişler, malzemenin ısı iletkenliği arttıkça daralır [7].

Bilgisayar destekli tasarım (CAD) yazılımları ile tasarlanan ürünler katmanlara ayrılırken katman kalınlığı ve bu katmanların yönelimi belirlenir. Daha detaylı hatlara sahip ürünler elde etmek isteniyorsa daha ince katman kalınlığı seçilir. İnce katmanlar işlemek için gerekli lazer enerjisi de düşük olacaktır. Ancak ince katmanlar oluşturabilmek için daha küçük tanecikli malzeme kullanılması gerekir. Ayrıca daha ince katman kalınlığı üretim süresini de artırır. Büyük katman kalınlığı seçmek üretim süresini düşürür. Ancak daha yüksek enerjili lazer kullanımı gerektirir. Yüksek enerjili bir lazer elde etmek zor olduğu gibi çok yüksek enerji uygulamak, yüzeyde bozukluklara da yol açabilir. Daha düşük enerjili lazerle aynı hattı iki kez taramak daha optimum bir çözümdür [26].

Katmanların yönelimi lazerin geliş açısına göre hep 90° olmakla beraber, ürünün dış hatlarına göre farklılık göstermektedir. Eğri hatlarda veya katmanlara göre açılı duran hatlarda merdiven yapısı oluşur [10]. Katman kalınlığını artırmak bu istenmeyen etkiyi ve yüzey pürüzlülüğünü artırır.

Son olarak, üretim sırasındaki ortamı vakum altında tutmak, nitrojen, argon, hidrojen gibi gazlarla doldurmak oksitlenmeyi ve kirlenmeyi önlemesi açısından önemlidir. Polimerlerle çalışırken nitrojen kullanılırken, metal alaşımlar için yüksek sıcaklıklara çıkıldığı için argon gazı kullanılmaktadır. Şekil 2.3c'de ortamda argon gazı bulundurulmadığı için oksitlenmiş Ti-6Al-4V alaşımın mikroskopik görüntüsü

örnek olarak verilmiştir. Ti-6Al-4V gibi metal alaşım malzemeler için üretim sonrası ısı gerilmeleri serbest bırakmak için ürünü tavlama gerekebilir. Bu durumda tavlama sıcaklığı ve soğutma yöntemi de ürün kalitesini doğrudan etkileyecektir [27].

Şekil 2.4'de GATA-METÜM Komutanlığı'nda kullanılan tavlama fırını görülmektedir. Bu fırınla 1100 °C'ye kadar çalışabilmektedir. Belirlenmiş tavlama sıcaklığında ve süresinde tavlanan örnekler daha sonra fırın içerisinde soğumaya bırakılabilir veya dışarıya çıkartılarak oda şartlarında veya suyla soğutulabilir. Tavlama sırasında fırının içi (oksitlenmeyi önlemek amacı ile) argon gazı ile doludur. Aynı şekilde fırın içinde soğutma sırasında da ortamda argon gazı bulunabilir.



(a) İç görünüş.



(b) Boydan görünüş

Şekil 2.4: SLM sonrası tavlama fırını.

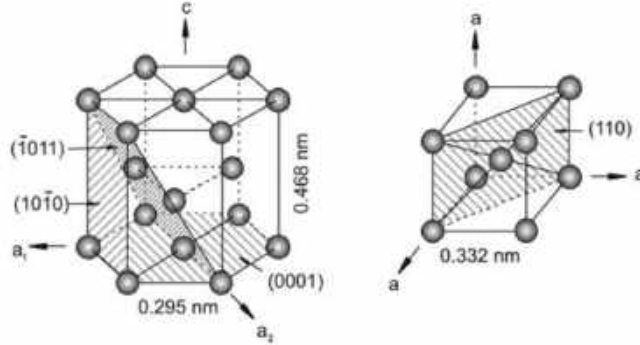
3. TİTANYUM VE Tİ-6AL-4V ALAŞIM

3.1. Giriş

Titanyumun özkütlesi $4,51 \text{ g/cm}^3$ 'tür [28]. Özkütlesi $7,87 \text{ g/cm}^3$ olan demire nazaran çok daha hafiftir. Titanyum üstün mekanik özellikleri ve korozyon direnci bakımından çelikle yarışabilecek bir malzemedir. [29]. Bu mekanik özellikleri, işlenebilirliği ve yer elementi olarak bol bulunması bakımından sanayide kullanımı yaygın olarak tercih edilmektedir. Uzay, havacılık, otomotiv, sağlık vb. önemli sektörlerde Ar-Ge amaçlı kullanımı da çok yaygındır.

3.2. Titanyumun Yapısı ve Özellikleri

Titanyum iki farklı kristal sistemde bulunabilir. $883 \text{ }^\circ\text{C}$ bu sistemlerden birine karşılık gelen β faz geçişi için kritik sıcaklıktır. Bu sıcaklığın altında α fazı hegzagonal sıkı paket yapıdadır. Bu sıcaklığın üstünde β fazı yani cisim merkezli kübik sistem geçerlidir. Şekil 3.1'de α ve β fazları için birim hücreler görülmektedir. Titanyum, β geçiş sıcaklığını düşürmek için β kararlı hale getiren vanadyum, niobyum ve molibden gibi metaller ile, yükseltmek için ise α kararlılığını sağlayan alüminyum ve kalay gibi metallerle alaşım halinde kullanılır [30]. β fazdan α faza geçiş, yavaşça soğutarak yapılırsa β faz içerisinde α faz tabakaları büyür. Eğer hızlı soğutma yapılırsa α fazı tabakaları ince iğneler şeklinde büyümeye neden olur ve kristal yapı martensitik olarak tanımlanır [31].

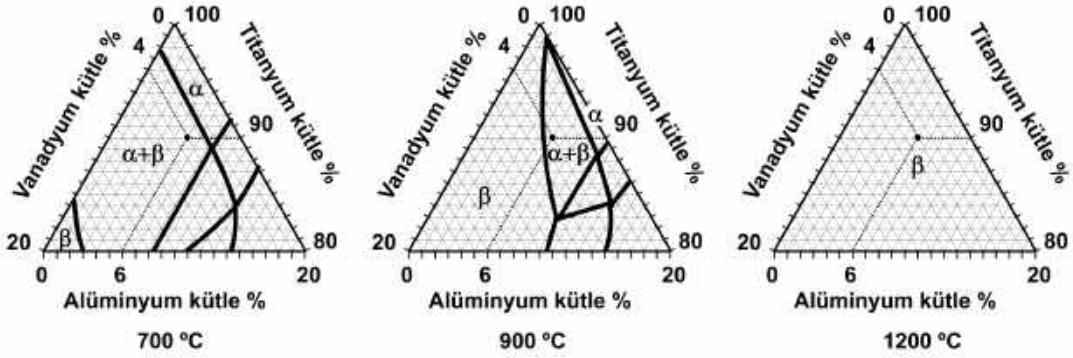


Şekil 3.1: Titanyum hegzagonal sıkı paket α fazı ve cisim merkezli kübik β fazı [2].

α fazı, β fazına göre daha fazla sürünme direncine sahiptir. Daha güçlü, daha esnek ve bükülebilirdir, ancak β fazı kadar dövülebilir değildir. Isıl işlemle gücü artırılamaz. $\alpha + \beta$ fazı her iki fazın da özelliğini gösterebilir. Oda sıcaklığında %10-50 arasında β fazı içeren kompozit alaşımlar üretilebilmektedir. En bilinen $\alpha + \beta$ faz alaşım Ti-6Al-4V'dir. Bu alaşımı üretmek zor olsa da biçimlendirilebilirliği iyi olup, ısıl işlemlerle özellikleri kontrol altına alınabilir [30].

3.3. Ti-6Al-4V

Ti-6Al-4V alaşımı kısaca "ELI (Extra Low Interstitial)" olarak da isimlendirilmektedir. Ağırlık olarak %6 alüminyum, %4 vanadyum içeren Ti-6Al-4V alaşımının β geçiş sıcaklığı 995 °C'dir [32]. Saf titanyumun korozyon direncini kaybetmeden mekanik özelliklerini artırmak üzere üretilmiştir. Saf titanyuma göre çekme ve akma mukavemeti 3-4 kat kadar daha fazladır [30]. İşlenebilirliği yüksektir ve mekanik özellikleri ısıtılımlarla kontrol edilebilir. Ti-6Al-4V'nin faz dönüşüm diyagramları 700 °C, 900 °C ve 1200 °C sıcaklıkları için Şekil 3.2'de verilmiştir.



Şekil 3.2: Üç farklı sıcaklık için Ti-6Al-4V faz diyagramları [3].

Ti-6Al-4V alaşımı en dışındaki oksit tabakası sayesinde korozyona karşı dayanıklı olma özelliğine sahiptir. Bu oksit tabakası vanadyumun doku içerisine nüfuz etmesini de engellediği için sağlık sektöründe geniş kullanıma sahiptir. Başlangıçta diş implant malzemesi olarak kullanılan ticari saflıkta titanyum, Ti-6Al-4V alaşımının geliştirilmesi ile birlikte ortopedik implant olarak da sıkça kullanılmaya başlanmıştır. Ti-6Al-4V alaşımının paslanmaz çelik veya CoCr gibi implant olarak kullanılabilen diğer alaşımlara göre avantajı esneklik modülünün, kemiğe diğerlerinden daha yakın olması, yani kemiğinki kadar düşük olmasıdır [14].

Ti-6Al-4V alaşımların yüzeyindeki pasif oksit tabaka biyo-uyumluluk sağlasa da uzun vadeli kullanımlarda alaşım içerisindeki vanadyumun toksik etkilerinin ortaya çıkabildiği de bilinmektedir. Bu toksik etkilerden kurtulmak için Ti-6Al-7Nb ve Ti-5Al-2,5Fe gibi vanadyumsuz alaşımlar da geliştirilmektedir [14]. Ayrıca alaşımların yüzey morfolojilerini geliştirmek için plazma elektrolit oksidasyonu yöntemi gibi yöntemlerle yüzeyi kaplamak, gümüş gibi anti-bakteriyel ajanlarla güçlendirmek de yapılan güncel çalışmalar arasındadır [33].

Sonuç olarak, günümüz itibarıyla Ti-6Al-4V alaşımların ortopedi sektöründe yoğun olarak kullanılmasına devam edilmektedir. Hem kemik dokusuyla, hem de kemik çevresindeki dokularla uyum sağlayacak, aynı zamanda kemikle benzer mekanik

özelliğe sahip olacak, oda şartlarında işlenmesi kolay, üretimi yaygın bir malzeme bulmak zor olduğu için Ti-6Al-4V alaşımları toptan rafa kaldırmak yerine uzun vadeli istenmeyen etkilerini azaltmaya çalışmak veya ortalama yaşam ömrü bakımından çok uzun vadeli kullanmayacağı öngörülen hastalara uygulamak kabul edilebilir bir tercihtir.



4. KÜÇÜK AÇI X-IŞINI SAÇILMASI

4.1. Giriş

Nötron, elektron, X-ışını veya ışık gibi, incelenen malzemenin kristal örgüsünden daha küçük de Broglie dalga boyuna sahip bir demetin malzeme üzerine düşürülmesi ve 0,1-5,0° arası küçük açılarda saçılan ışınların incelenerek malzeme hakkında bilgi edinilmesi yöntemlerine genel olarak “Küçük Açı Saçılması” yöntemleri denir. Bu yöntemin İngilizce ismi olan Small Angle Scattering (SAS) kullanım açısından daha yaygın olduğu için bu isimle ilgili İngilizce kısaltmaların doğrudan kullanılması anlaşılabilirliği artıracaktır. Kullanılan demetin cinsine göre yöntem küçük açı nötron saçılması (SANS) , küçük açı elektron saçılması (SAES) vb. küçük değişikliklerle tam olarak hangi SAS yönteminin kullanıldığını ifade eden adlar almaktadır. Bu bağlamda, Küçük Açı X-ışını Saçılma Yöntemi, kısaca SAXS yöntemi olarak isimlendirilmektedir. Eğer 5°’den daha büyük açılarda saçılan ışınlar da inceleniyorsa bu durumda, geniş açı X-ışını saçılması ile birlikte yöntem, Small and Wide Angle X-ray Scattering (SWAXS) şeklinde isimlendirilir.

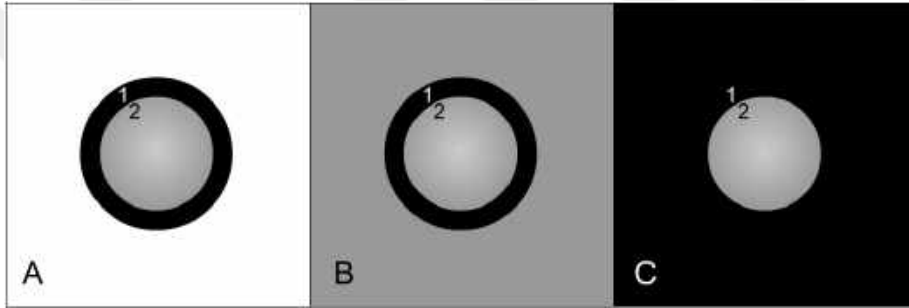
SAXS yönteminde,

- Söz konusu X-ışını tek dalga boylu (monokromatik) olmalıdır.
- İncelenecek örnek içerisinde nano boyutta, birbirine göre elektron yoğunluğu farkı olan bölgeler bulunmalıdır.
- Örneğin X-ışını soğurganlığı düşük olmalıdır.
- Örnek vakum içerisinde bulunmalıdır.
- X-ışını ile aynı dalga boylu saçılan ışınları (fotonları) algılamak ve saymak için kullanılan detektör sistemi kaç tane fotonun hangi açıyla geldiğini belirleyebilecek özellikte olmalıdır.

Örnek üzerine gönderilen X-ışınları örnek içerisindeki elektronlarla etkileşirler. Elektronlar bu etki ile dipol kaynak özelliği göstermeye başlarlar. Yani ikincil X-ışınları oluştururlar. Bu oluşan dalgalar gelen dalga ile aynı dalga boyuna sahip olduğunda bu olaya koherent saçılma denir. SAXS analizlerinde saçılma olayı koherent ışınlar için tanımlandığından detektör tek dalga boyunu seçecek şekilde tasarlanır. Örneğin, iyonlaşan gaz karışımı özel bir asal gaz karışımıdır. Belirli enerjiye sahip fotonlara duyarlıdır.

Örnek içerisinde elektron yoğunluğu farklılıkları olmasının gerekliliğini anlamak için Şekil4.1’deki A, B ve C kareleri içindeki dairesel şeklin 1. ve 2. kısımları ele

alınabilir. Dairesel şekil B karesi içine konduğunda, B karesi ile 2. kısmı aynı renkte olduğu için malzeme sadece 1. kısımdan oluşuyormuş gibi algılanır. Aynı biçimde, C karesi içerisine konursa, C karesi ile 1. kısmı aynı renkte olduğu için sadece 2. kısımdan oluşuyormuş gibi algılanır. Dairesel şekle ait tüm kısımların algılanabilmesi için A karesi gibi kontrast oluşturacak bir kare seçmek yani uygun yoğunlukta bir ortam (matrix) seçmek gerekir. Ayrıca 2. kısım içerisinde 3. kısım varsa bile 2. kısım ile aynı renkte olduğu için algılanmadığı düşünülebilir. Şekil 4.1'de görünür dalga boyunda ışınlarla anlatılan olgu, X-ışınları söz konusu olduğunda elektron yoğunluğu farkı olarak karşımıza çıkar. Makromoleküler yapılar incelenirken kullanılan sıvı çözücünün elektron yoğunluğu makromolekülün bazı kısımları ile aynı ise bu kısımların SAXS desenine bir katkısı olmayacaktır. Birden fazla katmandan oluşan ince filmler incelenirken elektron yoğunlukları aynı olan ardışık katmanlar tek katman gibi algılanacaktır.



Şekil 4.1: Elektron yoğunluğu farkının etkisi.

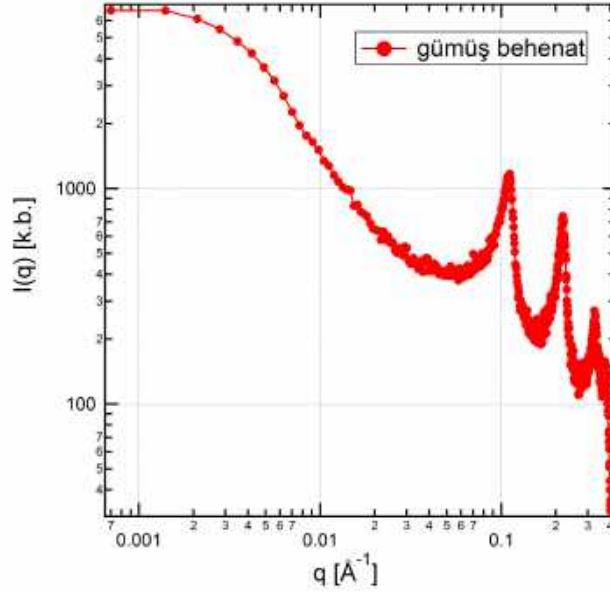
X-ışını saçıcılığı elektronlar tarafından saçılma ile gerçekleştiğinden artan atom numarası ile birlikte artar. X-ışınlarını soğuran malzemeleri SAXS yöntemi ile incelemek mümkün olmaz. Bu yüzden incelenecek örneğin X-ışını soğurganlığı düşük olmalıdır.

X-ışınları havadaki moleküllerden de saçılabileceği için incelenecek malzemenin vakum içerisinde olması istenir. Havadaki moleküllerden saçılan ışınlar SAXS deseninde düzenli bir yapı gibi değil de arka fon (gürültü) olarak kaydedilmiş olurlar. Ancak örnekten gelen nispeten küçük genlikli pikler bu gürültü içinde kaybolabileceğinden vakum gerekli görülür.

Saçılan ışınlar, ışına duyarlı görüntü plakaları (Image Plate) üzerine düşürme, CCD detektör, asal gazlı detektör vb. algıç sistemleri kullanılarak kaydedilir. Bu işlemler sonucunda saçılma açısına bağlı olarak foton sayısı, yani dolaylı olarak saçılan ışının şiddeti kaydedilir. Şiddet - açı değişiminin belirlenmesinden önce saçılma açısının belirlenmesinde kalibrasyon yapılmalıdır. SAXS analizi için bu işlem bilinen malzemelerin saçılma desenleri kullanılarak yapılır. Bu sebeple detektör hangi

ışının hangi açıyla geldiğini anlayabilecek kanal yapısına sahip olmalıdır.

Karakteristik bir SAXS saçılma deseni Şekil4.2'de verilmiştir. Saçılma deseninde her saçılma açısına karşılık gelen saçılma vektörünün büyüklüğü yatay ekseninde gösterilmektedir. q'nun küçük değerlerinde örneğe geniş bir pencere ile bakıldığı, q büyüdükçe bu pencerenin küçüldüğü yorumu yapılabilir [34]. Büyük bir pencereden örneğe baktığımızda büyük nano oluşumlar hakkında bilgi edinirken bu pencereyi küçülttüğçe büyük yapıların ara yüzeyleri daha ayrıntılı incelenebilir hale gelir.



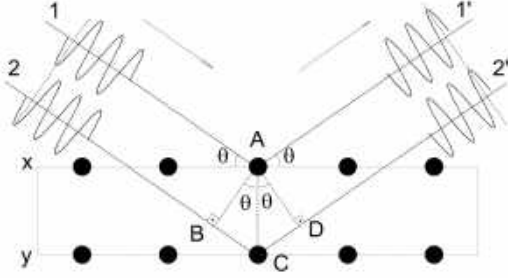
Şekil 4.2: Gümüş behenat [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{20}\text{COOAg}$] SAXS deseni.

SAXS deseninde küçük, orta ve büyük q bölgelerinin ayrı ayrı analizi sonucunda ortalama tanecik boyutu, şekli, yüzey alanı, taneciklerin birbirine göre dağılımı, kristal örgüsü gibi bilgiler elde edilir. Bunun için Guinier analizi, Porod analizi ve uzaklık dağılım fonksiyonu ile elektron yoğunluk dağılımı üzerinde incelemeler yapılır. SAXS deseninin nasıl elde edildiğinden başlanarak yapılan analizler ayrıntılı biçimde, sırası ile açıklanabilir.

4.2. Bragg Kırınım Yasası

Öncelikli olarak Şekil4.3'te kristalografik yapısı görülen malzemeye ait x ve y düzlemlerinden saçılan 1 ve 2 numaralı ışınlar ele alınabilir. 2. ışın, 1. ışından $[\text{BC}]+[\text{CD}]$ uzunluğu kadar daha fazla yol kat eder yani farklı faza sahip olur. Saçılma deseni örnekten saçılan tüm ışınların toplamı şeklinde elde edildiği için birbirine göre faz farkı oluşan bu ışınlar toplandığı zaman şiddet açısından birbirlerini sıfırlamamaları gerekir. Yani aralarındaki faz farkı dalga boyunun tam katı olduğu sürece yapıcı girişim oluşacaktır. Bu durumda saçılma açısı ve şiddet bilgisi, kristalografik düzlemler arası mesafe olan $[\text{AC}]$ uzunluğunu belirlemede

doğrudan kullanılabilir. Yol farkını, faz farkı kaynaklı ifade eden, dalga boyunun tam katları şeklinde olmasını açıklayan bu yasa Bragg Yasası olarak bilinir. Bu yasayı ifade etmede, Eşitlik 4.1-Eşitlik 4.3'de görülen nicelikler kullanılır.



$$n\lambda = [BC] + [CD] \quad (4.1)$$

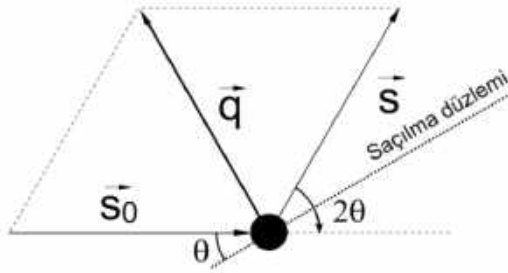
$$[BC] = [CD] = [AC] \cdot \sin(\theta) \quad (4.2)$$

$$n\lambda = 2[AC] \cdot \sin(\theta) \quad (4.3)$$

Şekil 4.3: Bragg Yasası

4.3. Saçılma Denklemi

Şekil4.2'deki saçılma deseninde bağımsız değişken olarak, yatay ekseninde q değerleri verilmiştir. Eksendeki her bir q değeri bir saçılma açısına denk gelmektedir. Şekil4.4'deki gelen (\vec{s}_0) ve saçılan (\vec{s}) dalga vektörleri arasındaki fark saçılma vektörü \vec{q} olarak tanımlanır. Eşitlik 4.4-Eşitlik 4.7 saçılma vektörünün, saçılma açısı cinsinden tanımlanmasını açıklamaktadır.



$$\vec{q} = \vec{s} - \vec{s}_0 \quad (4.4)$$

$$|\vec{q}| = 2|\vec{s}|\sin\theta \quad (4.5)$$

$$|\vec{s}| = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (4.6)$$

$$|\vec{q}| = \frac{4\pi}{\lambda} \sin\theta \quad (4.7)$$

Şekil 4.4: Saçılma vektörü

Şekil4.2'deki düşey eksen ise tüm elektronlardan saçılan dalgaların süperpozisyonu ile elde edilen şiddet değerleri ile belirlenir. Malzemenin içerisinde farklı elektron yoğunluğuna sahip bölgeler/parçacıklar olduğu düşünölsün. Bu parçacıklar rastgele dağılmış ve sayıca az olsunlar. Elde edilecek saçılma deseni elektron yoğunluğu farkı $\Delta\rho$ cinsinden Eşitlik 4.8'deki gibi hesaplanır [35].

$$A(q) = \Delta\rho \int \exp(2\pi i\mathbf{q}\cdot\mathbf{r}) A_r dr \quad (4.8)$$

$$I(q) = V \cdot \int_0^{d_{max}} \rho(r) \cdot \frac{\sin(q \cdot r)}{q \cdot r} dr \quad (4.9)$$

$$I(q) = P(q) \cdot S(q) \quad (4.10)$$

Eşitlik 4.8'deki $A(q)$ saçılma genliğini ifade eder. $I(q) = |A(q)|^2$ eşitliğiyle, $I(q)$ (saçılma şiddeti) elde edilir. Saçılma denklemi Eşitlik 4.10'da görülen genel formda verilebilir. Burada 1. bileşen form faktörü, 2. bileşen yapı faktörü olarak isimlendirilir. Form faktörü tek bir nano parçacığın şekli, boyutu, elektron yoğunluğu gibi bilgilerini tanımlarken, yapı faktörü bu parçacıkların birbirine göre oluşturdukları düzen hakkında bilgi verir. Şekil4.5'de görsel olarak anlatılmıştır. [36]. Eşitlik 4.10'da ifade edilen $P(q)$, Şekil4.5'deki "Form"a, $S(q)$ ise yine aynı şekildeki "Yapı düzeni"ne karşılık gelir.



Şekil 4.5: Form faktörü ve yapı faktörü ile beklenen yapı modeli.

4.4. Guinier Analizi

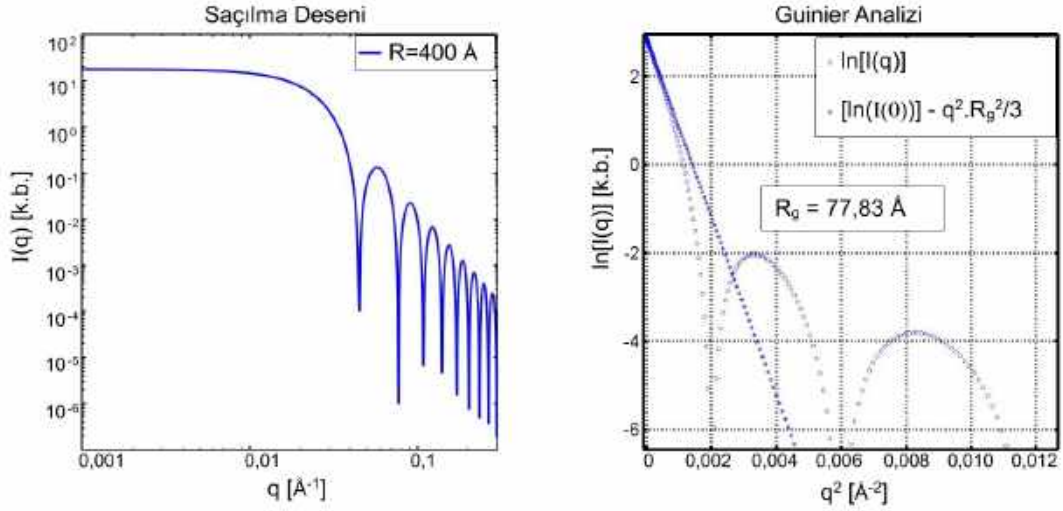
Eşitlik 4.8'i kuvvet serisine açarak ve 2. dereceye kadar olan bileşenleri dikkate alınırsa Eşitlik 4.11 elde edilir. Buradaki 2. terim sıfıra gider ve 3. terimde Eşitlik 4.12'deki R_g , "etkin yarıçap" ifadesi kullanılırsa nispeten basitleştirilmiş Eşitlik 4.13 elde edilir.

$$\mathbf{A}(\mathbf{q}) = \Delta\rho \left[\int \mathbf{A}_{rs} d\mathbf{r}_s + \int 2\pi i q r \mathbf{A}_r d\mathbf{r} - \int 2\pi^2 q^2 r_s^2 \mathbf{A}_r d\mathbf{r} \right] \quad (4.11)$$

$$\mathbf{R}_g^2 = \int r_s^2 A_{rs} d\mathbf{r}_s / V \quad (4.12)$$

$$\mathbf{A}(\mathbf{q}) = \Delta\rho V (1 - 2\pi^2 q^2 \mathbf{R}_g^2) \quad (4.13)$$

Eşitlik 4.13'in küçük q değerleri için çözümü R_g etkin yarıçap bilgisini verir [35]. Analizler sırasında pratik olarak bu değeri hesaplamak için $\ln(I(\mathbf{q})) - q^2$ grafiği çizdirilir. Bu grafiğin $0 < q \cdot R_g < 1,3$ koşulunu sağlayan q bölgesine uyum gösteren doğru denkleminin eğimi $m = R_g^2/3$ oranına yani R_g bilgisine ulaşılmasını sağlar. Şekil4.6'da yarıçapı 100 Å olan küresel bir nano oluşumun teorik saçılma deseni ve bu desen üzerinden yapılan Guinier analizi ifade edilmiştir. Küre için bilinen etkin yarıçap $R_g = \sqrt{3/5 R_{küre}^2} = 77,46 \text{ Å}$, Guinier analizi sonucunda 77,83 Å olarak bulunmuştur.



Şekil 4.6: Küresel oluşum içeren örnekle ilgili Guinier analizi

Küresel oluşumlar içeren yapı için form faktörü denkleminin kodlandığı ve bu denklemleri kullanarak elde edilen saçılma deseni için Guinier analizi yapılabilmesini sağlayan programın komut satırları Ek-1.1’de verilmiştir. Program içerisinde, kürenin boyutu değiştirilip farklı boyutlar için analiz tekrarlanabilir. Silindirik, tabakalı vb. form faktörleri için ilgili denklemler farklı ifadelerle dönüştürülür. Silindirik biçimli parçacıklar içeren örneklerin Guinier analizinde $\ln(I(\mathbf{q}) \cdot \mathbf{q}) - \mathbf{q}^2$ grafiği çizdirilir. Plaka formunda nano oluşumlar içeren tabakalı örnekler için ise, $\ln(I(\mathbf{q}) \cdot \mathbf{q}^2) - \mathbf{q}^2$ grafiği oluşturulur. Böylece oluşumların 1D, 2D, 3D (kaç boyutlu) olup olmadıkları belirlenebilir.

4.5. Porod Analizi

Saçılma şiddeti verisi kullanılarak elde edilen $\ln(I(\mathbf{q})) - \ln(\mathbf{q})$ grafiğinin eğimi incelenen örneğin yüzey alanı/hacim oranı hakkında bilgi verir. Saçılma denklemini Eşitlik 4.14 formunda yazılırsa;

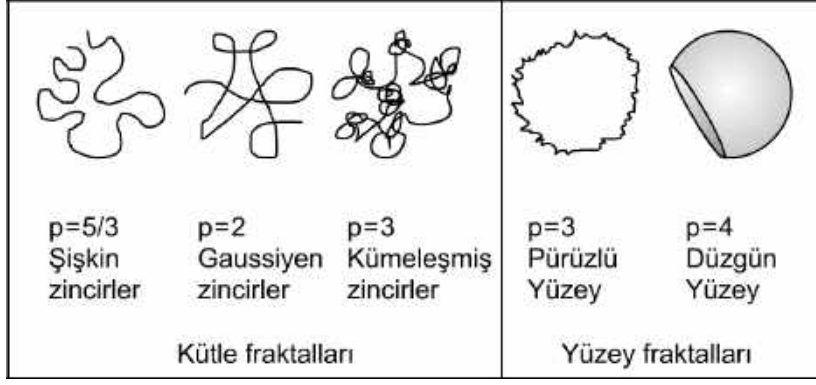
$$I(\mathbf{q}) = \frac{1}{\mathbf{q}^p} \cdot \mathbf{S}' \quad (4.14)$$

elde edilir. Eşitliğin iki tarafının logaritması alınarak,

$$\ln(I(\mathbf{q})) = -\mathbf{p} \cdot \ln(\mathbf{q}) + \ln(\mathbf{S}') \quad (4.15)$$

elde edilir.

Eşitlik 4.15 ile $\ln(I(\mathbf{q})) - \ln(\mathbf{q})$ grafiğinin eğiminin \mathbf{p} olduğu görülür. Bu niceliğe Porod sabiti denir. \mathbf{p} 'nin farklı değerleri için incelenen örnek hakkında Şekil 4.7’deki gibi kütle fraktallı, yüzey fraktallı veya tamam ile düzgün yüzeyli olduğu bilgisi verilebilir [37].



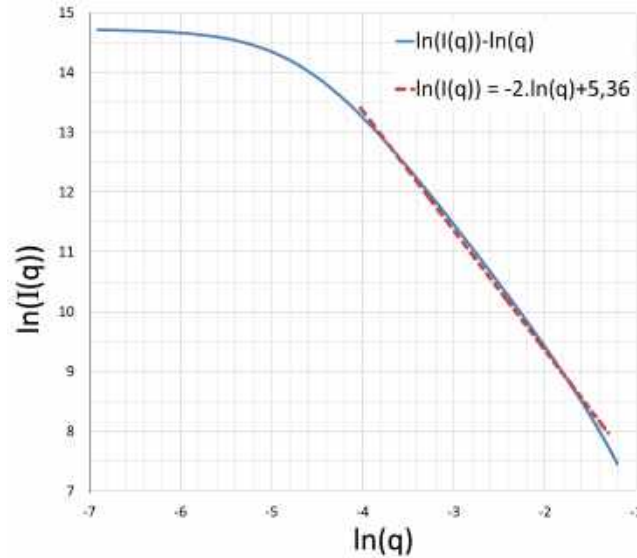
Şekil 4.7: Porod fraktal analizi .

Fraktal oluşumlar içeren yapılar için teorik bir saçılma şiddeti Eşitlik 4.16-Eşitlik 4.18 'da görülen denklem takımı kullanılarak elde edilebilir [38]. Eşitlik 4.16 için $\Phi = 0,05$, $R_g = 5 \text{ \AA}$, $\Delta\rho = -4,35 \times 10^{-6} \text{ el/\AA}^3$ ve $\xi = 100 \text{ \AA}$ alarak 5 \AA yarıçaplı kürelerden oluşan zincir yapıya ait bir saçılma denklemi elde edilir [38]. Burada Φ hacimsel ölçeklendirme katsayısı, ξ korelasyon uzunluğu, Γ gama fonksiyonudur. $p = 2$ aldığımızda elde edeceğimiz saçılma desenini Eşitlik 4.15 formunda çizdirirsek $q \geq 0,2$ değerleri için eğiminin 2 olduğunu Şekil4.8'den görebiliriz. p'nin farklı değerleri için teorik saçılma deseni elde edilebilecek bir programın komut satırları Ek-1.2'de verilmiştir.

$$I(q) = P(q) \cdot S(q) + \text{gürültü} \quad (4.16)$$

$$P(q) = \Phi \cdot \frac{4\pi R_g^3}{3} \cdot \Delta\rho^2 \cdot \frac{3 [\sin(qR_g) - \cos(qR_g)]}{(qR_g)^3} \quad (4.17)$$

$$S(q) = 1 + \frac{\sin[(P-1) \arctan(q\xi)]}{(qR_g)^P} \cdot \frac{P \cdot \Gamma(P-1)}{[1 + 1/(q^2\xi^2)]^{(P-1)/2}} \quad (4.18)$$



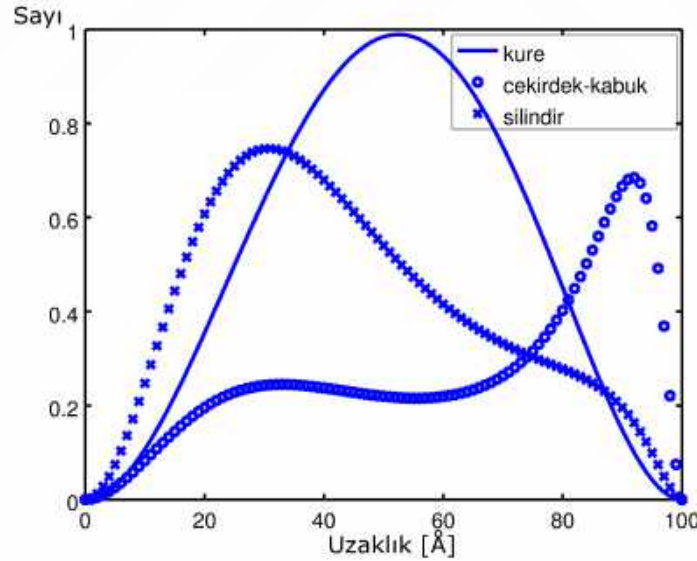
Şekil 4.8: Teorik saçılma deseni ile fraktal analizi

4.6. Uzaklık Dağılım Fonksiyonu ve Birim Hücre Şekli

Uzaklık dağılım fonksiyonu birbirinden “r” kadar uzakta 2 saçıcı elektron yoğunluğu olma olasılığını gösterir. SAXS için bu dağılım tanecik içerisindeki saçıcı noktalar arasındaki mesafelerin belirlenebilmesine olanak tanır. Başka bir deyişle taneciğin biçimi hakkında bilgi edinmiş oluruz. Saçılma denklemi ters uzayda tanımlı olduğu için Fourier dönüşümü ile gerçek uzaydaki elektron yoğunluğu bilgisi elde edilmiş olur. Eşitlik 4.19’de konuma bağlı elektron yoğunluğuna ulaşmak için kullanılan uzaklık dağılım fonksiyonu görülmektedir [39].

$$PDD(r) = \frac{r}{2\pi^2} \int_0^{\infty} qI(q)\sin(qr)dq \quad (4.19)$$

Basit şekiller için uzaklık dağılım fonksiyonu karakteristik olmakla beraber daha karmaşık biçimler için aynı uzaklık dağılım fonksiyonuna sahip farklı biçimler olması da mümkündür. Basit biçimler için uzaklık dağılım fonksiyonları Şekil4.9’da verilmiştir.



Şekil 4.9: Basit şekilli nano oluşumlar için uzaklık dağılım fonksiyonları

4.7. Elektron Yoğunluk Dağılımı ve Birim Hücre

Elektron yoğunluğu, kristal içerisindeki konumun periyodik bir fonksiyonudur. Bir atoma denk geldiğinde tepe değerler, atomlar arasındayken düşük değerler gösterir [35]. Elektron yoğunluk dağılımı aynı zamanda belirli bir hacim içerisinde elektron bulunma olasılığının da bir göstergesidir [40]. Elektron yoğunluk dağılımı

asında $P(q)$ form faktörünün Eşitlik 4.20 ve Eşitlik 4.21 ile tanımlanan ters Fourier dönüşümü ile belirlenebilir.

$$F(q) = \int \int \int \rho(\mathbf{r}) \mathbf{e}^{-i\mathbf{q}\mathbf{r}} \cdot dV \quad (4.20)$$

$$P(q) = FF^* = \int \int \int \int \int \int \rho(\mathbf{r}_1) \cdot \rho(\mathbf{r}_2) \mathbf{e}^{-i\mathbf{q}(\mathbf{r}_1 - \mathbf{r}_2)} \cdot dV_1 \cdot dV_2 \quad (4.21)$$

Eşitlik 4.20 ve Eşitlik 4.21 ile V kadar hacim içerisinde bulunan elektron yoğunluğu $\rho(r)$, form faktörüne bağlı ifade edilmiştir. Birbirinden r kadar uzaklıktaki iki küme için de Eşitlik 4.21'deki gibi elektron yoğunluğu farkının şiddeti hesaplanabilir. Bunun tüm malzeme genelinde hesaplanabilmesi için uzaklık dağılım fonksiyonunun hesaplanması gerekir. Uzaklık dağılım fonksiyonu ile Eşitlik 4.21'nin konvolüsyonu sonucu en genel elektron yoğunluk dağılımı elde edilmiş olur.

4.8. Şekli Bilinen Birim Hücreye Ait Uzaklık Dağılım Fonksiyonu

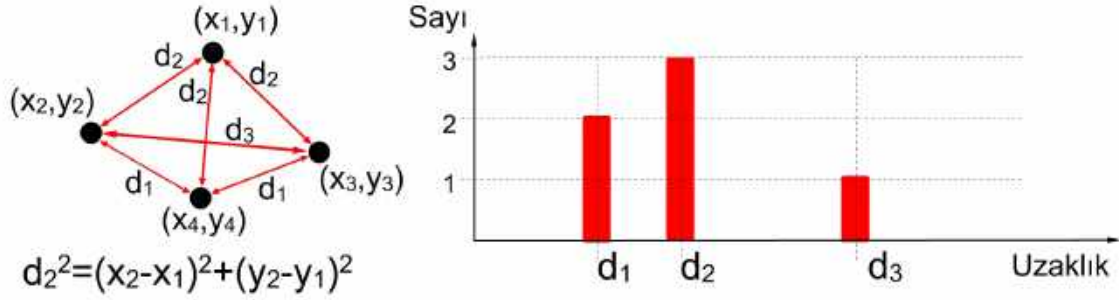
SAXS deney sonuçlarından elde edilen uzaklık dağılım fonksiyonu basit şekiller için doğrudan bilgi verse de daha karmaşık şekiller için arıtım yapılması gerekir. Çeşitli yazılımlar aracılığıyla ölçülen uzaklık dağılım fonksiyonuna en yakın sonucu veren ve ters Fourier analizleri ile bulunan şekil tespit edilebilir. Yapı için önerilen bir model varsa buna ait uzaklık dağılım fonksiyonu hesaplanarak da deneysel sonuçlarla karşılaştırma yapılabilir.

Arıtım işlemi gerçekleştirilen yazılımda öncelikli olarak küçük taneciklerden oluşan büyük bir şekle ait uzaklık dağılım fonksiyonunu hesaplanır. Daha sonra kullanılan tarama algoritmasında belirlenen yönlerde ufak değişiklikler yapılarak hesaplama tekrarlanır. Her hesaplama sonucunda deneysel bulgularla aradaki fark en küçük kareler yöntemi ile belirlenir. Program bir yerel minimum tespit ettiğinde bu noktadaki denemelerin sayısı artırılır. Tek bir yerel minimuma takılıp kalmayan veya birden fazla tarama yönünde ilerleyen yazılımlar geliştirmek mümkündür.

Karmaşık uzaklık dağılım fonksiyonları için tek bir çözüm yoktur. Bilgisayar programı ile arıtım yapılırken incelediğimiz malzemenin tanecik şekli en doğru şekilde bulunmamış olabilir. Bu sonuçlar örnek hakkında yazılmış diğer kaynaklardan elde edilen bilgilerle ve daha farklı ölçüm teknikleriyle teyit edilmelidir. Son olarak da belirlenen şekle ait uzaklık dağılım fonksiyonu hesaplanarak

malzemenin örnek tutucuyu kaplayan tüm bölümü için yapı hakkında bilgi edinilir.

Belirlenmiş şekle ait uzaklık dağılım fonksiyonu hesaplanırken şekil içerisinde homojen olarak dağılmış saçıcı noktalar belirlenir. Daha sonra bu noktalar arasındaki uzaklıklar hesaplanıp , her bir uzaklık için elde edilen tekrar sayısı düşey ekseninde belirtilir..



Şekil 4.10: Uzaklık dağılım fonksiyonunun hesaplanması: Konumları, (x,y) koordinatları ile belirtilen, aralarında d_i uzaklıkları olan nano oluşumlar için tanımlanmıştır.

Şekil 4.10'da 2 boyutlu uzayda belirlenmiş 4 konum arasındaki doğru parçalarının sayısı $C_2^4 = 6$ olarak bulunur. Bunların uzunlukları hesaplanarak uzaklık dağılım grafiğinde gösterilir. Bu işlemleri on binlerce nokta için hesaplayabilen PDDFCalculator isimli yazılım bu tez kapsamında üretilerek kullanılmaya başlanmıştır.

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. Ti-6Al-4V Metal Alaşım Örnekler

Örnekler GATA-METUM tarafından üretilmiştir. Concept Lazer marka M2 Cusing Machine model SLM cihaz kullanılmıştır.

Örnekler, incelenecek parametrelerin belirlenmesi için hazırlanan ilk grup ve ilk grubun ölçümleri sonucunda üretilen ikinci bir grup olmak üzere iki ana gruba ayrılabilirler. İlk grup örneklerde dikdörtgen prizma şeklinde olanlar 5 mm X 2 mm X 3 mm boyutlarında, silindirik olanlar ise L:20 mm, r:1 mm boyutlarında üretilmiştir. Silindirik örneklerin SWAXS ölçümleri sırasında daha verimli şekilde ölçülebildiği düşünüldüğünden 2. grup örneklerin hepsi silindirik biçimde üretilmiştir. 1. grup örnekler içerisinde üretim öncesi ve sonrası karşılaştırma yapmak üzere hazırlanmış toz örnekler bulunmaktadır.

Toz örnekler Çizelge 5.1'de ve üretim parametrelerinin incelendiği 2. grup örnekler Çizelge 5.2'de verilmiştir. 2. grubun ölçümleri sırasında üretim açısını daha detaylı inceleyebilmek için 3. bir grup üretilmiştir. Bunlar da Çizelge 5.3'de verilmiştir.

Örneklerin üretiminde ConceptLaser firmasından edinilmiş CL 41TI ELI model Ti-6Al-4V toz alaşım kullanılmıştır. Üretim sırasında yayılan toz katmanları kalınlığı 20 - 50 µm arasında değişkendir. Kullanılan lazer; fiber tip, 1075 nm dalga boyu ve 200 W gücündedir. Devamlı dalga şeklinde uygulanmıştır. Uygulama alanı çapı 70 - 200 µm arasında değişkendir.

Tavlama işlemi tüm örnekler için 180 dk. süreyle uygulanmıştır. Tavlama için istenilen sıcaklığa ortalama 9 ± 1 °C/dk. hızında çıkmıştır. Soğutma işlemi ise 3 farklı hızda yapılmıştır; fırın içinde serbest soğutma, fırın içinde argon gazı altında soğutma ve 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest daha sonra fırın dışında soğutma. Fırın içinde soğutulan örnekler 200 °C'ye indikten sonra dışarı çıkartılmış ve oda sıcaklığına kadar soğutulmuşlardır. 3. yöntemde örnekler daha erken çıkartıldığı için daha hızlı soğutulmuştur.

Tablo 5.1: Toz örnekler

Seri No	İçerik	Özellik
46	Ti6-Al-4V	SLM cihaz içinden oda şartlarında alındı
48	CoCr	Hiç işlem görmemiş ham madde
49	-	Tavlama fırını içerisinden kazanmış karma toz

Tablo 5.2: Ti-6Al-4V örnekler

#	Tavlama Sıcaklığı °C	Soğutma Şekli	Üretim Açısı (°)
51	-	-	0
52			45
53			90
54	780	Fırın içinde serbest soğuma	0
55			45
56			90
57		500 °C'ye kadar fırın içinde sonra dışarıda serbest soğuma	0
58			45
59			90
60		Fırın içinde argon gazı altında soğuma	0
61			45
62			90
63	843	Fırın içinde serbest soğuma	0
64			45
65			90
66		500 °C'ye kadar fırın içinde sonra dışarıda serbest soğuma	0
67			45
68			90
69		Fırın içinde argon gazı altında soğuma	0
70			45
71			90
72	1040	Fırın içinde serbest soğuma	0
73			45
74			90
75		500 °C'ye kadar fırın içinde sonra dışarıda serbest soğuma	0
76			45
77			90
78		Fırın içinde argon gazı altında soğuma	0
79			45
80			90

Tablo 5.3: Üretim açısı daha detaylı incelenen grup.

#	Tavlama Sıcaklığı °C	Soğutma Şekli	Üretim Açısı (°)
81	843	Fırın içinde serbest soğuma	0
82			10
83			30
84			70
85			90

5.1.1. İncelenen Parametreler

İlk grup örneklerde kare prizma şeklinde olanlar ve silindirik şekilde olanlar arasında bir farklılık görülmediğinden ikinci grupta tüm örnekler silindirik şekilde üretilmiştir. Örneklerde farklı üretim açılarının, üretim sonrası farklı tavlama sıcaklıklarının ve tavlama sonrası farklı soğutma tekniklerinin etkisi incelenmiştir. SLM tekniğinden önemli parametreler olan toz büyüklüğü, lazer gücü, tarama stratejisi vb. diğer parametreler sabit tutulmuştur.

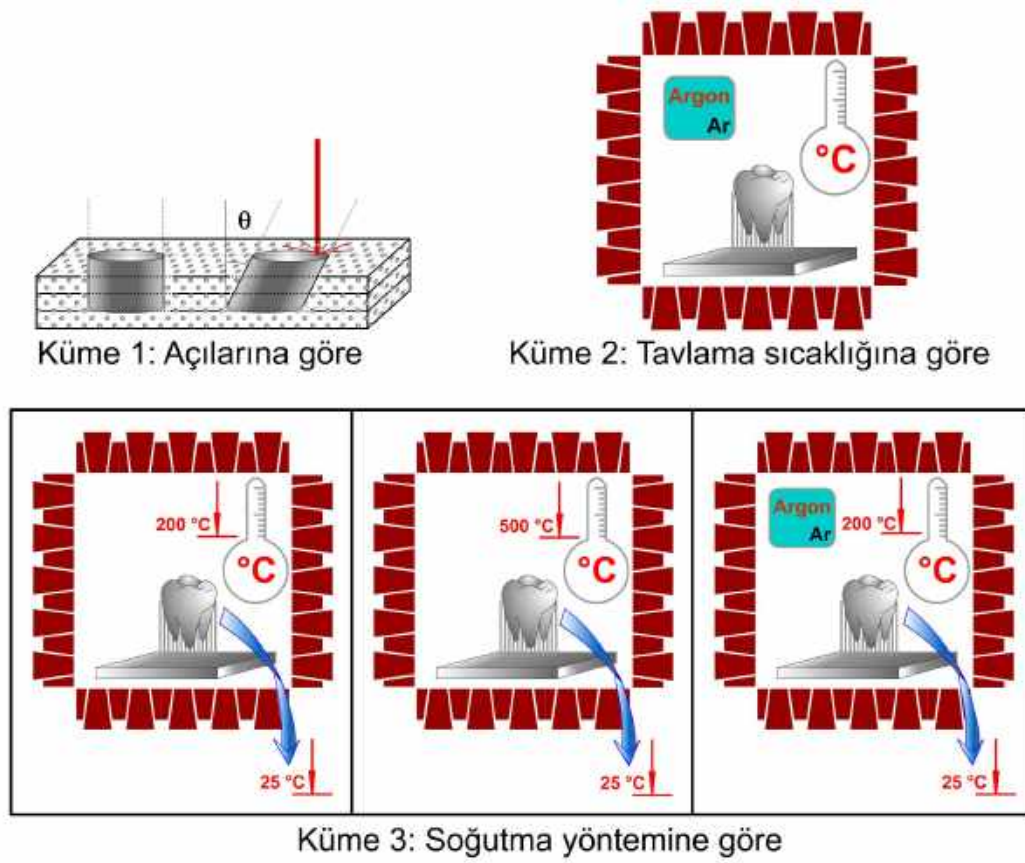
5.1.2. Tanımlanan Örnek Kümeleri

İkinci grup örnekler içerisinde sonuçların karşılaştırılmasını kolaylaştırmak amacıyla alt kümeler tanımlanmıştır. Örneğin tavlama sıcaklığı 843 °C, soğutma tekniği fırın içinde serbest soğuma, üretim açısı birbirine göre farklı olan küme Küme 1-3 şeklinde tanımlanmıştır. Örneğin tavlama sıcaklıkları birbirine göre farklı, soğutma tekniği fırın içinde serbest soğuma ve üretim açısı 0° olan küme, "Küme 2-1" şeklinde tanımlanmıştır. Tüm küme tanımları Çizelge 5.4'de verilmiştir.

Tablo 5.4: Küme tanımları

Küme	Tavlama Sıcaklığı (°C)	Soğutma Şekli	Üretim Açısı (°)
1-3	843	Fırın içinde serbest	Değişken (0,45,90)
2-1	Değişken (0, 780, 843, 1040)	Fırın içinde serbest soğuma	0
2-2			45
2-3			90
2-4		500 °C'ye kadar fırın içinde sonra dışarıda serbest soğuma	0
2-5			45
2-6			90
2-7		Fırın içinde argon gazı altında soğuma	0
2-8			45
2-9			90
3-1	780	Değişken (Fırın içinde serbest, 500 °C'ye kadar fırın içinde sonra dışarıda serbest soğuma, Fırın içinde argon gazı altında soğuma)	0
3-2			45
3-3			90
3-4	843		0
3-5			45
3-6			90
3-7	1040		0
3-8			45
3-9			90

Tanımlanan örnek kümelerinin görsel bir özeti Şekil 5.1'de verilmiştir. Üretim açısının incelendiği küme 1, tavlama sıcaklığının etkisinin incelendiği küme 2, soğutma yönteminin etkisinin incelendiği küme 3 olarak numaralandırılmıştır.



Şekil 5.1: Küme tanımları görsel anlatım.

5.2. SWAXS deney düzeneği

SWAXS ölçümleri için Hecus marka deney düzeneği kullanılmıştır. Deney düzeneğinde Cu-K_α ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) X-ışınları çizgi şeklinde hizalıdır. Detektör olarak 1024 kanallı iki adet gazlı detektör bulunmaktadır. Detektörlerin her bir kanalı 54 μm genişlikte ve örnek detektör arası mesafe 31,05 cm uzunluğundadır. X-ışını tüpü 50 V, 40 mA akım altında çalıştırılmıştır.



Şekil 5.2: Hecus SWAXS deney düzeneği

Toz örnekler 2mm çapında kuartz kapilerlere doldurularak ölçülmüştür. Katı örnekler ise Şekil 5.3'de görüldüğü üzere saçıcılığı artırabilmek adına örnek tutucu içerisine çapraz şekilde yerleştirilerek ölçülmüştür. Bu sayede çizgi şeklinde hizalanmış X-ışını demetinin mutlaka yüzeye denk gelip buradan saçılması sağlanmıştır. Ana demeti filtrelemek için nikel filtre kullanılmıştır. Örneklerden saçılan ışınlar 600 sn boyunca toplanmıştır. Örneği, örnek tutucuya sabitlemek için saçılma desenine etkisi olmayan bir macun kullanılmıştır.



Şekil 5.3: Hecus SWAXS örnek tutucu ve Ti-6Al-4V örnek.

5.3. Mikroskopik (SEM) Analizler

Gazi Üniversitesi Biyoloji Bölümü bünyesindeki JEOL marka JSM-6060 LW model taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Cihaz 0,5 kV - 30 kV hızlandırıcı gerilim aralığında çalışabilmekte ve 8x-300.000x arası büyütme yapabilmektedir [41].

Taramalı elektron mikroskobuyla örneklerin yüzey morfolojileri incelenerek, EDX analizleri ile kimyasal içerikleri de belirlenebilmiştir.

5.4. Yüzey Fotoğraflama İşlemleri

Canon 650D DSLR fotoğraf makinesi ve 18-55 mm lens kullanılarak yüzey fotoğrafları elde edilmiştir. 18-55 mm lensin düzgün görüntü alabildiği minimum uzaklık yüzey hakkında detaylı bilgi vermediği için odak uzaklığını kısaltan ekstra mercekler takılmıştır.

5.5. XRD Yöntemi Uygulamaları

Cu-K α ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) X-ışınları kullanılarak 5° - 75° arası XRD deseni elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Kristalografi Açık Veritabanı'nda (Crystallography Open Database [42, 43, 44]) bulunan sonuçlarla karşılaştırılarak incelenmiştir.

6. ANALİZLER: VERİ İŞLEME VE DEĞERLENDİRME SÜREÇLERİ

6.1. Giriş

Örnekler üzerinde yapılan SEM ölçümleri doğrudan yüzey hakkında bilgi verir ancak SAXS ölçümleri sonucunda elde edilen ham verinin anlamlı bilgilere dönüştürülmesi gerekir. Bunun için Guinier analizi, Porod Analizi, uzaklık dağılım fonksiyonunun elde edilmesi, elektron yoğunluk dağılımının elde edilmesi ve bilgiler ışığında tanecik şekli ile ilgili bir model oluşturulup bunun sağlanmasının yapılması gerekmektedir. Guinier analiziyle tanecik boyutuyla ilgili bilgi edinirken, Porod analiziyle yüzey alanı/hacim oranı hakkında bilgi ediniriz. Uzaklık dağılım fonksiyonu ve elektron yoğunluk dağılım fonksiyonu ise tanecik şekli için bir model oluşturmamızı sağlar.

Tek bir deney sonucu için Guinier analizi yapmak kolaydır ancak örnek sayısı arttıkça bunu sistematik şekilde yapmak için bilgisayar yazılımı kullanmak daha mantıklıdır. Ayrıca uzaklık dağılım fonksiyonunu elde etmek ve buna karşılık gelen modeli arıtmak kesinlikle bir bilgisayar yardımıyla mümkündür. Tüm dünyadaki sinkrotron merkezlerinde ve SAXS analizi yapılan laboratuvarlarda yaygın olarak kullanılan, literatürde kabul görmüş yazılımlar bu tez kapsamında da kullanılmıştır.

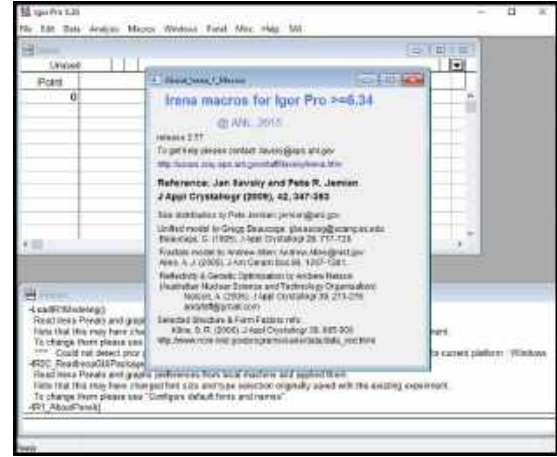
6.2. Nanoskalada İncelenebilen Farklı Bölgeler ve Kullanılan Yazılımlar

6.2.1. Igor Pro (Etkileşimsiz - Etkileşimli nano oluşum modellemeleri için fit işlemleri)

Igor Pro, bilimsel verileri işleyebilen, yayınlarda kullanılacak kalitede grafikler çizdirilebilen, çok miktarda deney sonucunu sistematik şekilde yönetebilen, etkileşimli bir yazılımdır. Pek çok farklı ölçüm cihazı tarafından üretilen dosyaları girdi olarak kabul edebilir. Kullanıcıların programcılık bilmesine gerek kalmadan menüler yardımıyla yönlendirerek kullanım sağladığı gibi istendiği takdirde kullanıcıların prosedürler tanımlayarak sık yaptıkları işlemleri otomatize etmelerine olanak verir [45]. Argonne Laboratuvarı X-ışınları Departmanında üretilen küçük açı saçılması prosedürleri paket halinde Igor Pro yazılımına eklenip kullanılabilir [46]. Bu eklentilerden bir tanesi olan IrenaSAS isimli paket Şekil6.1b'de görülmektedir. IrenaSAS paketiyle küçük açı saçılması deney sonuçlarına eğri uydurulabilir, Guinier, Porod, uzaklık dağılım fonksiyonunun elde edilmesi gibi analizler yapılabilir.

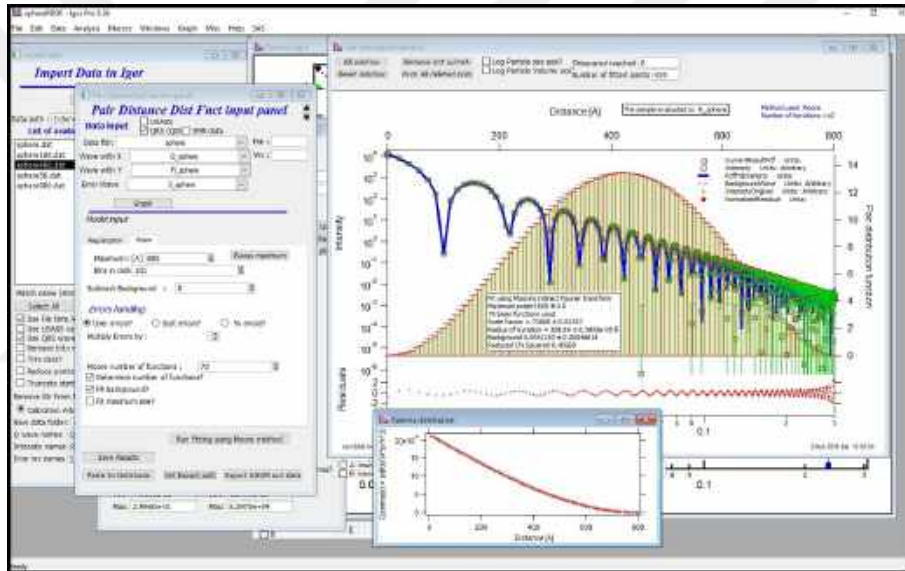


(a) Igor Pro

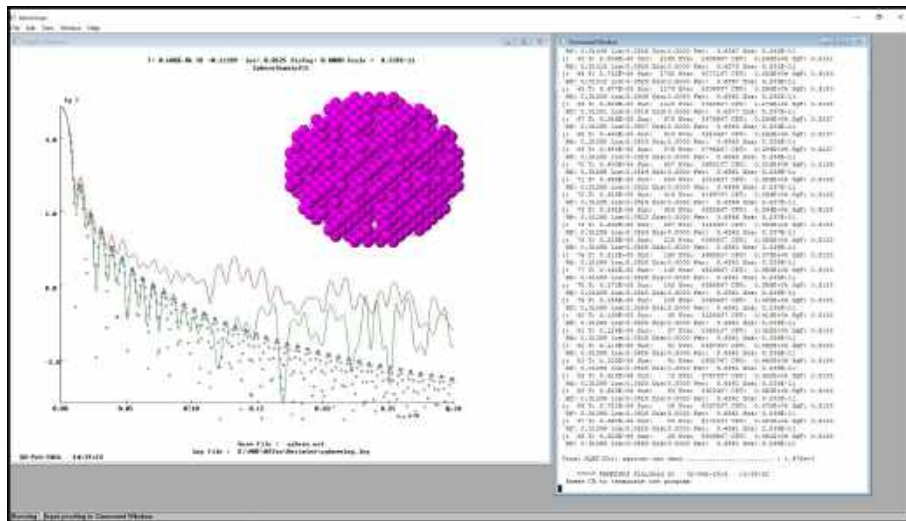


(b) Irena SAS eklentisi

Şekil 6.1: Igor Pro ve Irena SAS ön yüz görünüşleri



Şekil 6.2: Igor Pro ve Irena SAS ile uzaklık dağılım fonksiyonu eldesi



Şekil 6.3: DAMMIN (ab-initio yöntemle) oluşum formunun belirlenmesi

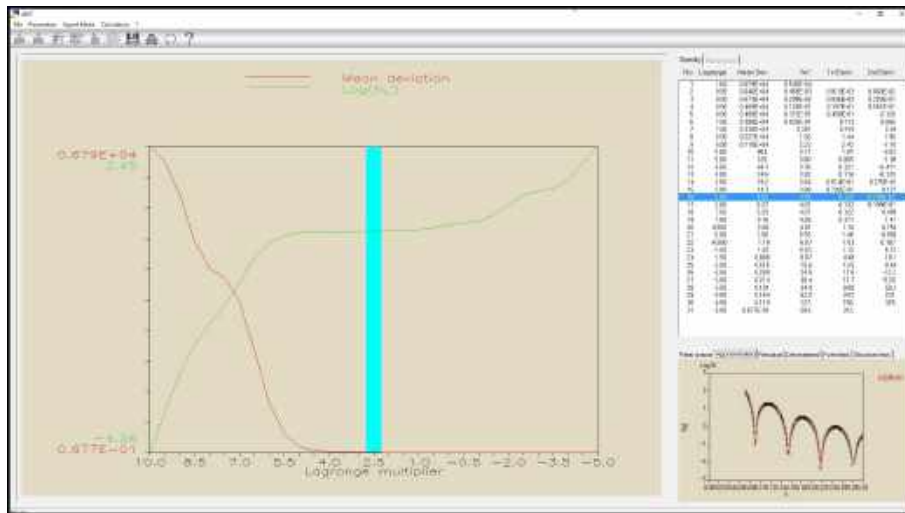
Şekil 6.2'de Igor Pro ve Irena SAS prosedürleri kullanılarak uzaklık dağılım fonksiyon elde edilmesi gösterilmiştir. Bu işlemde elde edilen veriler DAMMIN isimli diğer bir yazılıma aktarılarak uzaklık dağılım fonksiyonunu verebilecek muhtemel bir model arıtım yöntemiyle elde edilmektedir.

DAMMIN Avrupa Moleküler Biyoloji Laboratuvarı (EMBL) Küçük Açık Saçılması Departmanı'nda üretilmiş ATSAS isimli yazılımın bir parçasıdır. DAMMIN başlangıçta küçük taneciklerden oluşan büyük bir şekil önerir. Daha sonra şekil içerisindeki küçük taneciklerin konumu ve sayısını değiştirerek verilen SAXS desenine en yakın deseni veren şekli tespit etmeye çalışır. Şekil 6.2'de uzaklık dağılım fonksiyonu elde edilen deneysel veriden DAMMIN'e aktarılarak elde edilmiş model Şekil 6.3'de verilmiştir.

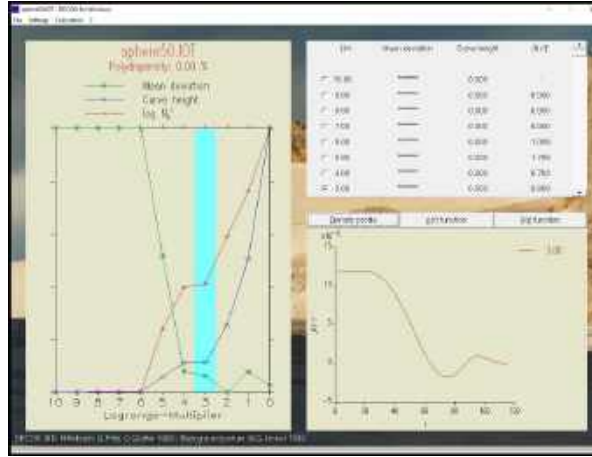
6.2.2. GIFT ve DECON (Deneysel verilerden PDDF ve EDF hesaplamaları)

Deneysel verilerden uzaklık dağılım fonksiyonu elde etmek GIFT yazılımı ile de mümkündür. GIFT (Generalized Indirect Fourier Transform) yazılımı Graz Teknoloji Üniversitesi'nde Prof. Otto Glatter tarafından geliştirilmiştir [47].

Igor Pro gibi uzaklık dağılım fonksiyonu hesaplayabilmesi haricinde elektron yoğunluk dağılımı da hesaplayabilir. GIFT ile uzaklık dağılım fonksiyonu elde edildikten sonra DECON programına bu uzaklık dağılım fonksiyonu girdi olarak verilir. Şekil 6.4'de ve Şekil 6.5'de 50 Å yarıçapında küresel bir örnek için GIFT ile analiz ekran görüntüsü ve DECON yazılımından elde edilmiş elektron yoğunluk dağılımı ekran görüntüsü verilmiştir.



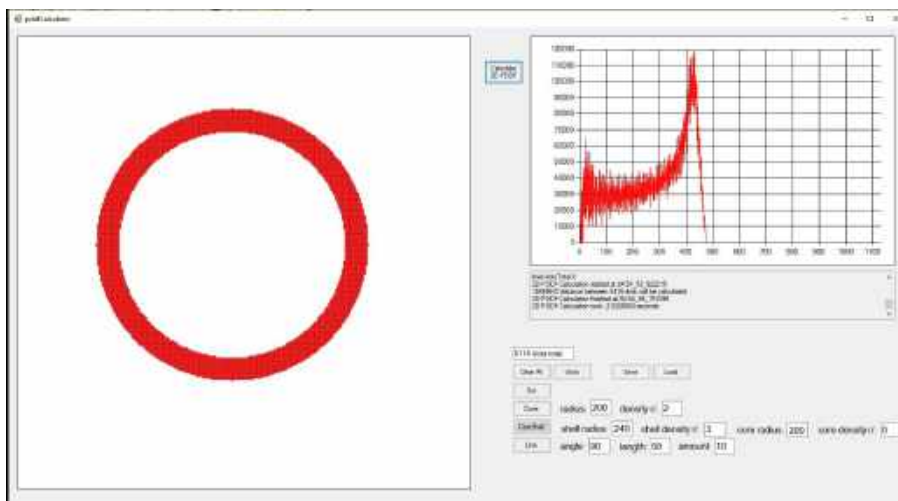
Şekil 6.4: GIFT, uzaklık dağılım fonksiyonu belirleme penceresi



Şekil 6.5: DECON, elektron yoğunluk dağılımı eldesi

6.2.3. PDDFCalculator (Model üzerinden PDDF hesaplanması)

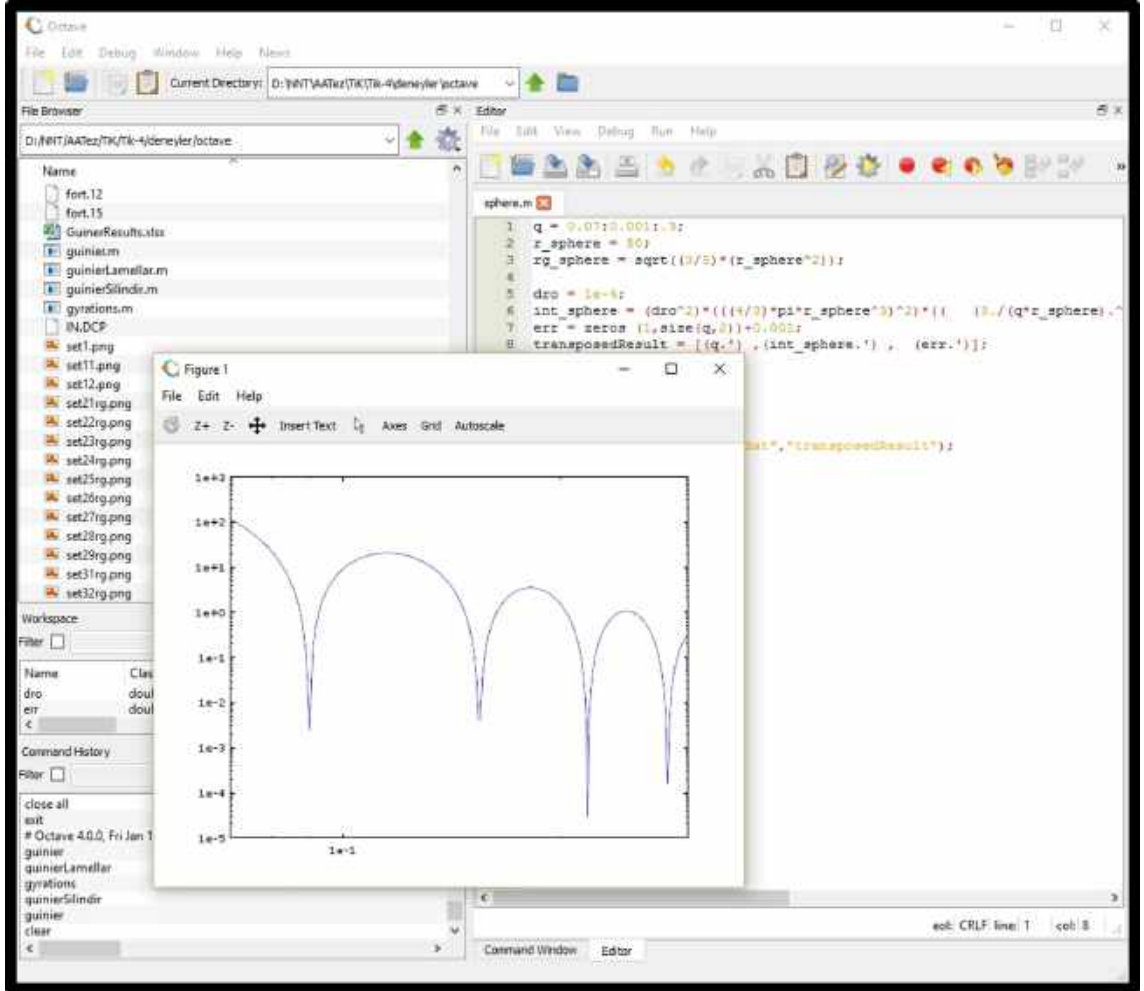
Analiz için kullanılan programlardan elde edilen uzaklık dağılım fonksiyonları ve bunlara karşılık gelen yapı modelinin doğruluğunu sınamak için, modele karşılık gelen uzaklık dağılım fonksiyonunu da hesaplamak gerekir. Bu işlemi on binlerce noktadan oluşan şekiller için hesaplayabilecek "PDDFCalculator" isimli yeni bir yazılım laboratuvarımızda bu tez çalışması kapsamında geliştirilmiştir. PDDFCalculator programı kullanılarak nokta, çubuk, daire, çekirdek-kabuk gibi basit şekiller yazılım içerisindeki çizim alanına doğrudan çizilebilmektedir. Kullanıcı tarafından çizilen şekiller yazılım tarafından homojen dağılmış noktalar halinde haritalandırılmaktadır. Kullanıcı gerçek uzaya ait yapı modeli ile ilgili çizdirmek istediği şeklin kaç noktadan oluşacağına, yönelimine ve konumuna karar verebilmektedir. Yazılım sayesinde çizim alanındaki tüm noktalar arasındaki uzaklıklar otomatik olarak hesaplanıp tasniflenerek uzaklık dağılım fonksiyonu elde edilir. Şekil 6.6'da yazılım arayüzü görülmektedir.



Şekil 6.6: PDDFCalculator ekran görüntüsü

6.2.4. Octave (Matematiksel işlemler)

Octave, sayısal hesaplamalar, doğrusal ya da doğrusal olmayan denklem çözümleri ve elde edilen sonuçların grafiğe dökülmesi için kullanılabilen bir yazılımdır. Girdisi yüksek seviyeli bir programlama dili ile yazılmış kod satırlarıdır [48]. MATLAB benzeri bir yazılımdır ancak açık kaynak olduğu için ücretsiz olarak kullanılabilir. Şekil 6.7’de yarı çapı verilen küresel bir tanecik için teorik saçılma deseni üreten kod satırları ve bunun sonucunda elde edilen saçılma deseni grafiği görülmektedir. SAXS analizleri sırasında kullanılan kod satırları örnek olarak ekte verilmiştir.



Şekil 6.7: Octave ekran görüntüsü

6.3. Karşılaştırılabilir Bulgular

Yapılan analizler sonucunda elde edilen sonuçların doğruluğundan emin olmak için tekrar tekrar yapmak her zaman doğru değildir. Tekrar tekrar yapmak işlem hatalarını ortadan kaldırır ancak yöntemin kendisinde yanlışlık varsa sonucun doğruluğundan emin olmak için aynı analizi farklı yöntemlerle de yapmak gerekir.

Bilgisayar yazılımlarının iyi tarafı yığın işlemleri çok hızlı şekilde yapmalarıdır. Kötü tarafı ise hata yaptıklarında fark edip düzeltmek oldukça zordur. Bu açıdan bilgisayar yazılımları kullanarak yaptığımız analizlerde sistematik bir hata olup olmadığını anlamak için aynı analizleri farklı farklı bilgisayar yazılımları ile yapmak sonuçlarımızın güvenilirliğini sağlar.

Analizler sırasında birbiriyle karşılaştırılan bulguları şöyle listeleyebiliriz;

- Guinier ve Porod analizini Igor Pro aracılığıyla yaptığımızda bulduğumuz sonuç, Octave'da kendi yazdığımız kodlarla bulduğumuz sonuçlarla örtüşüyor mu?
- Uzaklık dağılım fonksiyonunu Igor Pro aracılığıyla elde ettiğimizde ve GIFT aracılığıyla elde ettiğimizde sonuçlar örtüşüyor mu?
- Uzaklık dağılım fonksiyondan DAMMIN kullanarak elde ettiğimiz modeli PDDFCalculator'a çizdiğimizde başlangıçtaki uzaklık dağılım fonksiyonu elde ediyor muyuz?

Analiz için kullandığımız yazılımların doğru çalıştığından emin olmak için yapılabilecek bir diğer işlem de zaten cevabını bildiğimiz soruları sormaktır. Örneğin yarı çapı r olan küre şeklindeki bir örnekten elde edilecek saçılma deseni, Eşitlik 6.1'deki yapı çarpanı 1 ve ortam gürültüsü 0 kabul edildiği zaman Eşitlik 6.2'deki gibidir.

$$I(q) = P(q) \cdot S(q) + \text{gürültü} \quad (6.1)$$

$$P(q) = \Delta\rho^2 \cdot \frac{4\pi r^3}{3} \cdot \frac{3[\sin(\mathbf{qr}) - \cos(\mathbf{qr})]}{(\mathbf{qr})^3} \quad (6.2)$$

Eşitlik 6.2'nin Octave kodlarıyla gerçekleştirildiği Şekil 6.7'de görülmektedir. Burada $r = 400 \text{ \AA}$ seçerek ürettiğimiz saçılma desenini Igor Pro'ya girdi olarak verdiğimizde Guinier analizi sonucunda $r_g = 309,84 \text{ \AA}$ olarak bulunduğunu Şekil 6.2'de görüyoruz. Gerçekten de küre için etkin yarıçap $r_g = \sqrt{3/5}r$ denkleminde $309,84$ olarak bulunur. Igor Pro sonuçlarını DAMMIN yazılımına girdi olarak verdiğimizde ise önerilen modelin küre olduğu Şekil 6.3'de görülmektedir.

Diğer bir örnekte, $r = 50 \text{ \AA}$ seçerek elde ettiğimiz teorik saçılma desenini GIFT programına girdi olarak verdiğimizde etkin yarıçap olarak $38,7$ bulmuştur. Şekil 6.4'de GIFT tarafından bulunan etkin yarıçap ve uzaklık dağılım fonksiyonu görülmese de saçılma desenine uydurduğu eğrinin tam olarak denkleştirdiği

görülmektedir. GIFT sonuçlarını DECON yazılımına girdi olarak verdiğimizde elde ettiğimiz elektron yoğunluk dağılım grafiğinde, kürenin merkezinden dışarıya doğru giderken 50 Å 'dan sonra elektron yoğunluğunun sıfıra indiği görülmektedir.

Son olarak PDDFCalculator yazılımı 2,3 ve 4 gibi gözle kontrol edilebilecek sayıda noktalar için doğru çalıştığı görüldükten sonra 10.000-20.000 gibi pek çok noktadan oluşmuş daire, çubuk, çekirdek-kabuk gibi şekillerle denenip doğru sonuçlar verdiği görülmüştür. Şekil 6.6'da çekirdek-kabuk örnek için kabuk çapının 480 birim olduğu ve çekirdeğin kabuktan daha az elektron yoğunluğuna sahip ve dış çözelti ile aynı yoğunlukta olduğu ve çapının da 400 birim olduğu görülmektedir. Yazılıma girdi olarak verilen parametrelerle elde edilen uzaklık dağılım fonksiyonu örtüşmektedir.



7. DENEYSEL BULGULAR

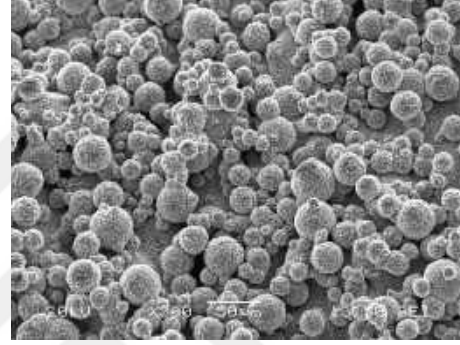
7.1. SEM Görüntüleri

7.1.1. Küme 1 (Üretim Açılarına Göre)

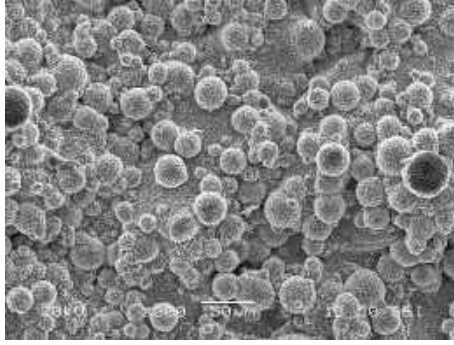
Tablada duruş açıları değiştirilerek üretilmiş 6 farklı örneğin SEM görüntüleri Şekil 7.1'de verilmiştir. Örnekler 843 °C'de tavlandıktan sonra fırın sıcaklığı 500 °C'ye düşene kadar fırın içinde soğutulmuş daha sonra dışarıda serbest soğumaya bırakılmıştır. Duruş açısı büyüdükçe, yani üretim yönüne dik hale geldikçe yüzeyde az işlenmiş vaziyette duran küre şeklindeki taneciklerin arasının açıldığı, sayısının azaldığı görülmektedir.



(a) Üretim açısı 0°



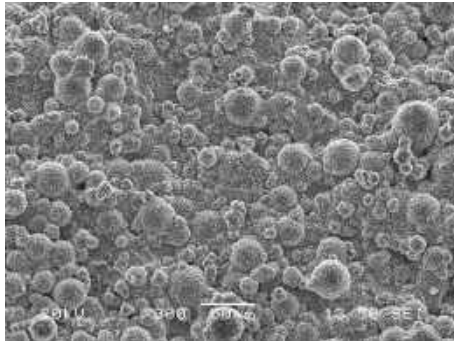
(b) Üretim açısı 10°



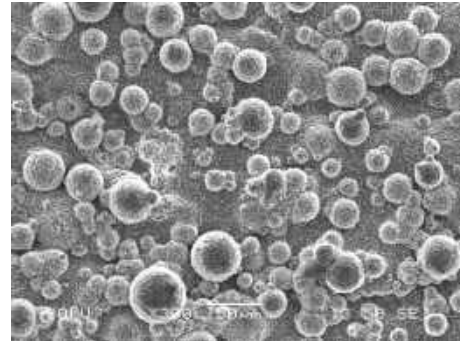
(c) Üretim açısı 30°



(d) Üretim açısı 50°



(e) Üretim açısı 70°

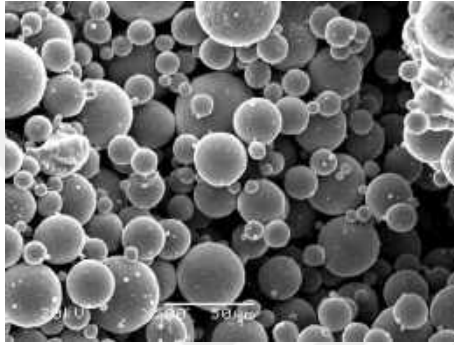


(f) Üretim açısı 90°

Şekil 7.1: Küme 1-1: 843 °C'de tavlama. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma.

7.1.2. Küme 2 (Tavlama Sıcaklıklarına Göre)

Küme 2’de tavlama sıcaklığının etkisi incelenmiştir. Diğer parametreler; üretim açısı ve soğutma tekniği sabit tutulmuştur. Şekil 7.2’de hiç tavlama yapılmamış örneğe ait SEM görüntüsü ile birlikte sırasıyla 780 °C, 843 °C ve 1040 °C’de tavlama yapılmış örnekler görülmektedir. Sıcaklık arttıkça yüzeyde az işlenmiş vaziyette duran küre şeklindeki taneciklerin önce birbirlerine kaydığı, 1040 °C’de neredeyse tamamen kaybolduğu görülmektedir. Şekil 7.2’dekine benzer şekilde her seferinde bir parametre değiştirerek yapılmış gruplara ait SEM görüntüleri müteakip şekillerde verilmiştir. Bu şekillerde de sıcaklığın yüzeydeki etkisi görülmektedir.



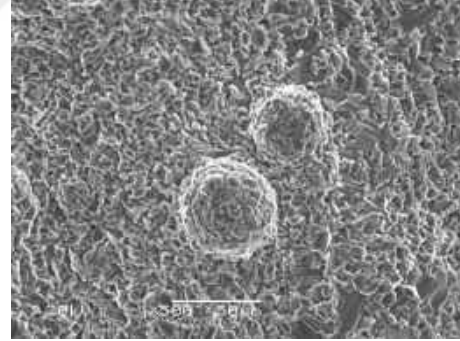
(a) Tavlama sıcaklığı 0 °C (Kontrol örneği).



(b) Tavlama sıcaklığı 780 °C.



(c) Tavlama sıcaklığı 843 °C.



(d) Tavlama sıcaklığı 1040 °C.

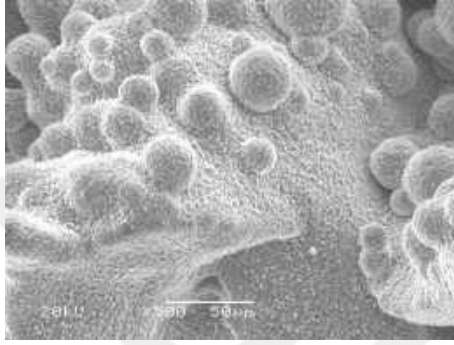
Şekil 7.2: Küme 2-1: Fırın içinde serbest soğutma.
Üretim açısı 0°.



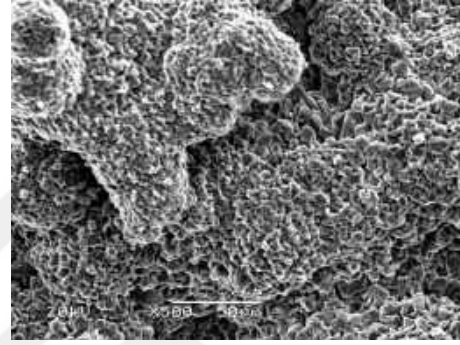
(a) Tavlama sıcaklığı 0 °C.



(b) Tavlama sıcaklığı 780 °C.

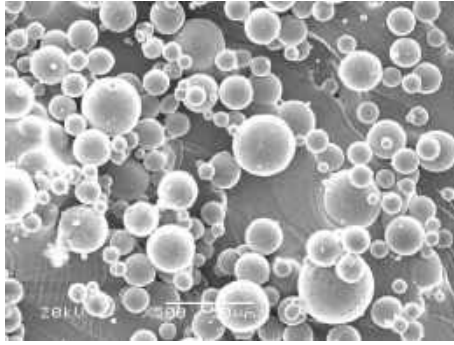


(c) Tavlama sıcaklığı 843 °C.

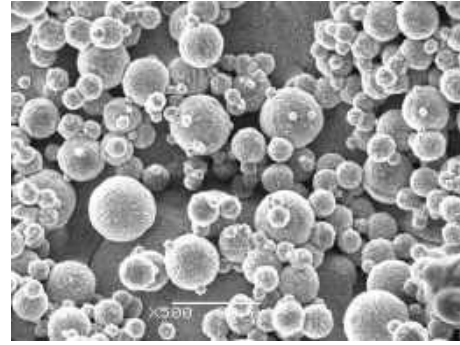


(d) Tavlama sıcaklığı 1040 °C.

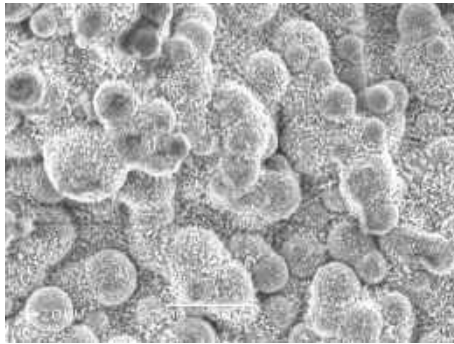
Şekil 7.3: Küme 2-2: Fırın içinde serbest soğutma.
Üretim açısı 45°.



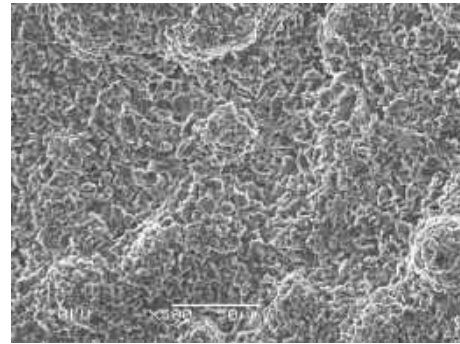
(a) Tavlama sıcaklığı 0 °C.



(b) Tavlama sıcaklığı 780 °C.

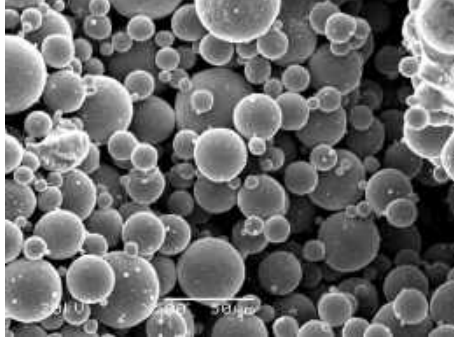


(c) Tavlama sıcaklığı 843 °C.

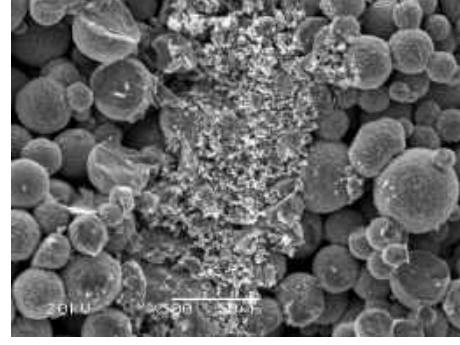


(d) Tavlama sıcaklığı 1040 °C.

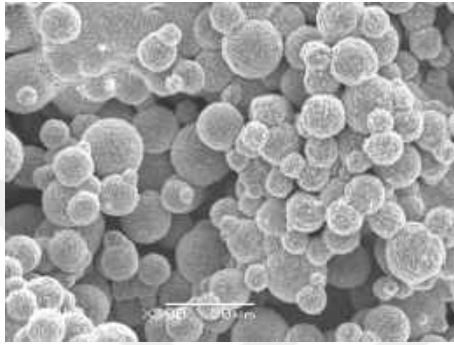
Şekil 7.4: Küme 2-3: Fırın içinde serbest soğutma.
Üretim açısı 90°.



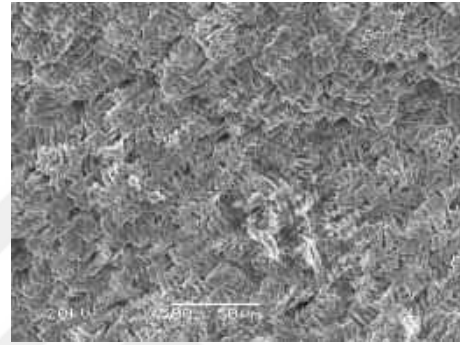
(a) Tavlama sıcaklığı 0 °C.



(b) Tavlama sıcaklığı 780 °C.



(c) Tavlama sıcaklığı 843 °C.

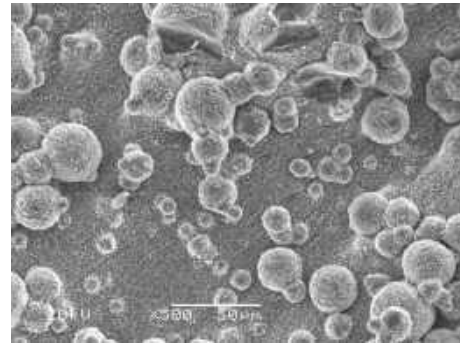


(d) Tavlama sıcaklığı 1040 °C.

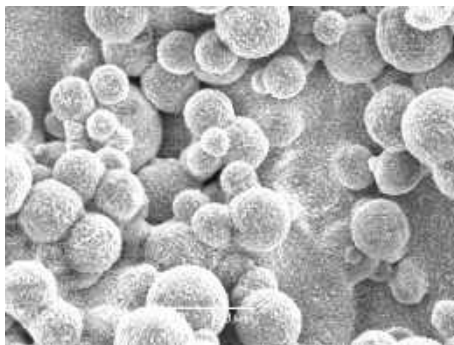
Şekil 7.5: Küme 2-4: 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 0°.



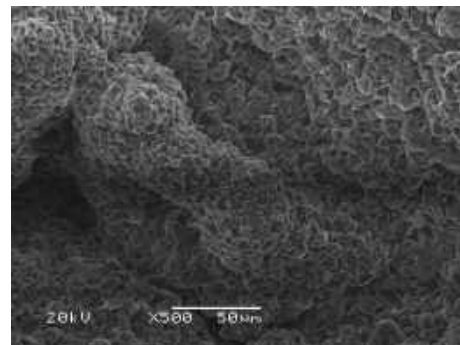
(a) Tavlama sıcaklığı 0 °C.



(b) Tavlama sıcaklığı 780 °C.

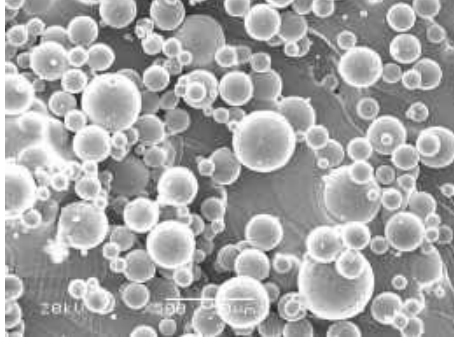


(c) Tavlama sıcaklığı 843 °C.

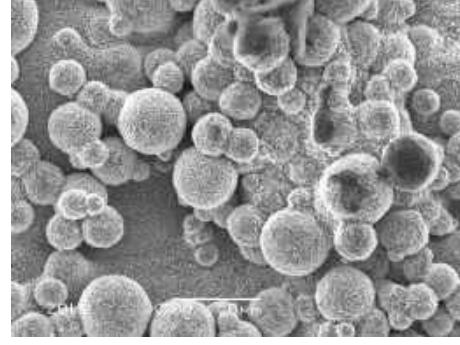


(d) Tavlama sıcaklığı 1040 °C.

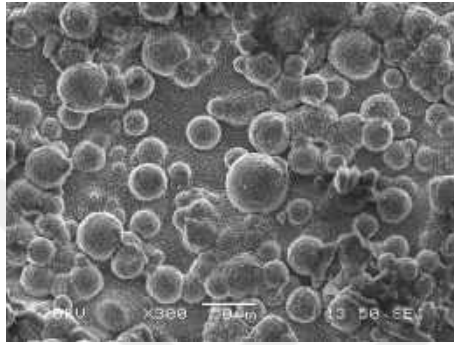
Şekil 7.6: Küme 2-5: 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 45°.



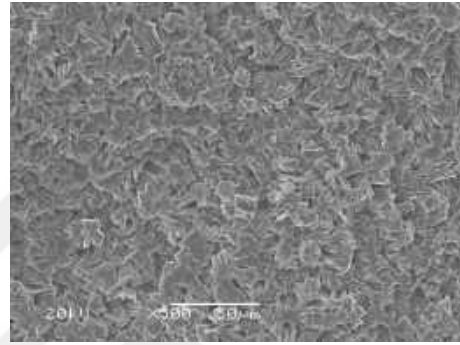
(a) Tavlama sıcaklığı 0 °C.



(b) Tavlama sıcaklığı 780 °C.

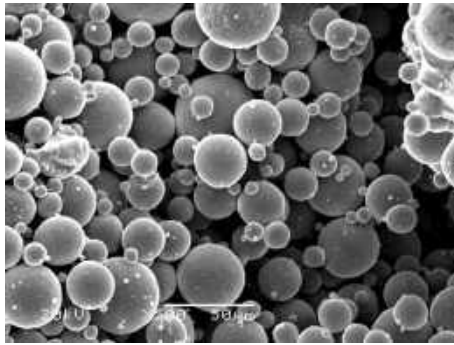


(c) Tavlama sıcaklığı 843 °C.

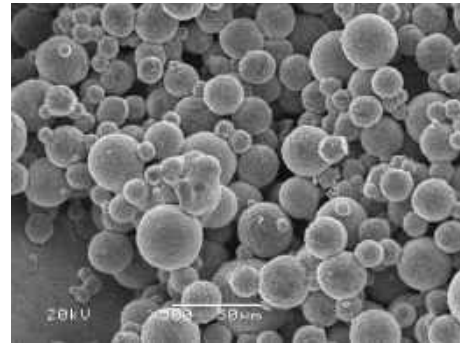


(d) Tavlama sıcaklığı 1040 °C.

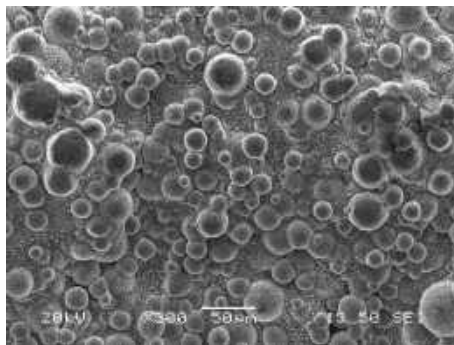
Şekil 7.7: Küme 2-6: 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 90°.



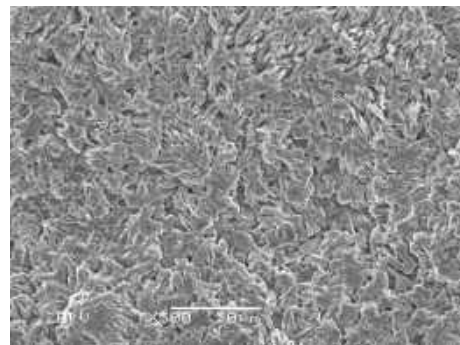
(a) Tavlama sıcaklığı 0 °C.



(b) Tavlama sıcaklığı 780 °C.

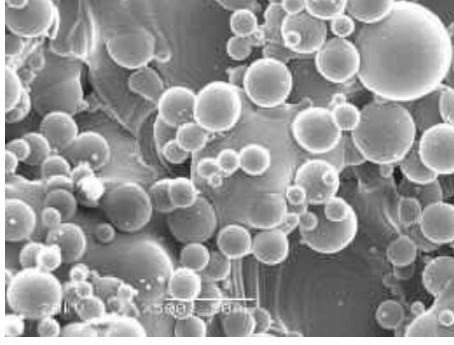


(c) Tavlama sıcaklığı 843 °C.

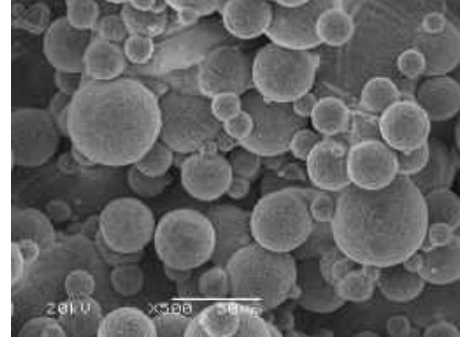


(d) Tavlama sıcaklığı 1040 °C.

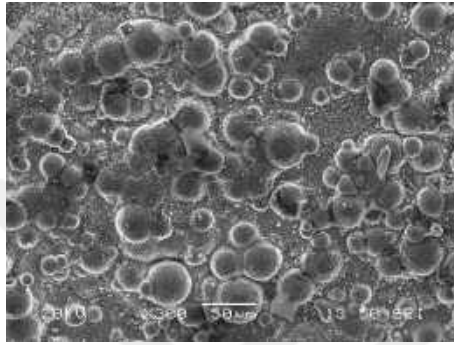
Şekil 7.8: Küme 2-7: Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 0°.



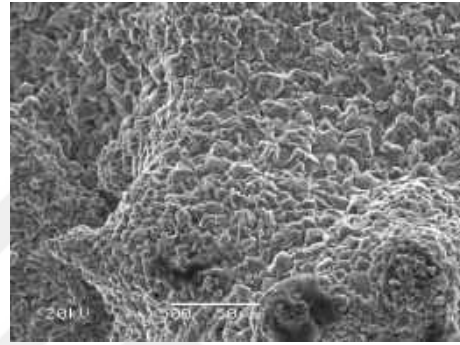
(a) Tavlama sıcaklığı 0 °C.



(b) Tavlama sıcaklığı 780 °C.

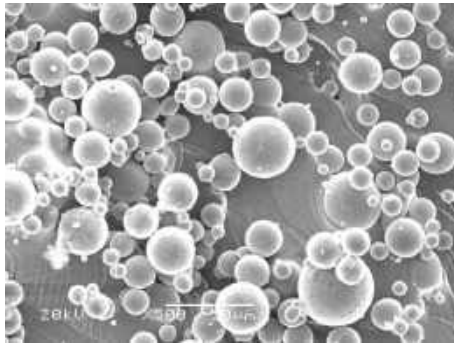


(c) Tavlama sıcaklığı 843 °C.

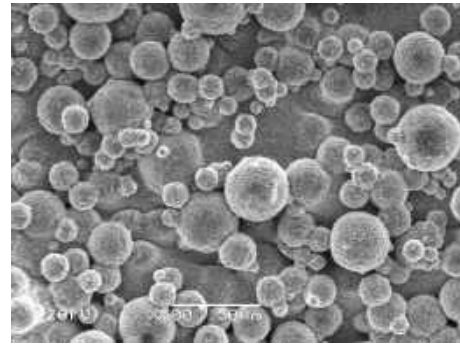


(d) Tavlama sıcaklığı 1040 °C.

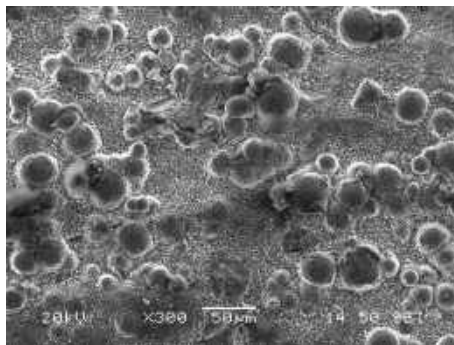
Şekil 7.9: Küme 2-8: Fırın içinde argon gazı altında soğutma.
Üretim açısı 45°.



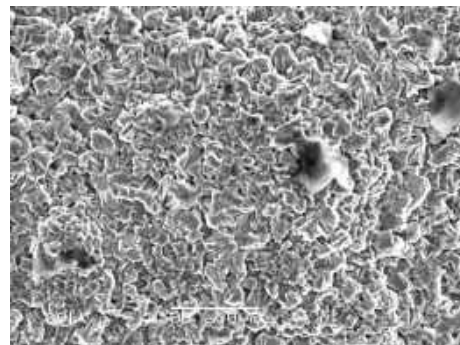
(a) Tavlama sıcaklığı 0 °C.



(b) Tavlama sıcaklığı 780 °C.



(c) Tavlama sıcaklığı 843 °C.

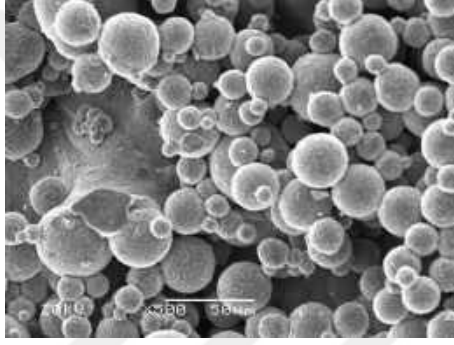


(d) Tavlama sıcaklığı 1040 °C.

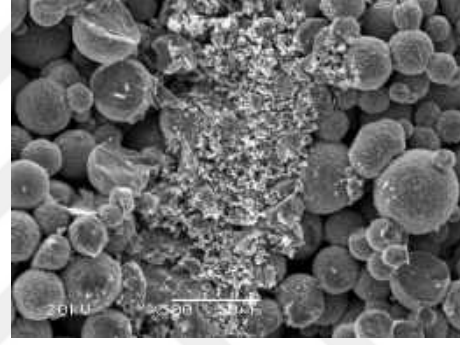
Şekil 7.10: Küme 2-9: Fırın içinde argon gazı altında soğutma.
Üretim açısı 90°.

7.1.3. Küme 3 (Soğutma Yöntemine Göre)

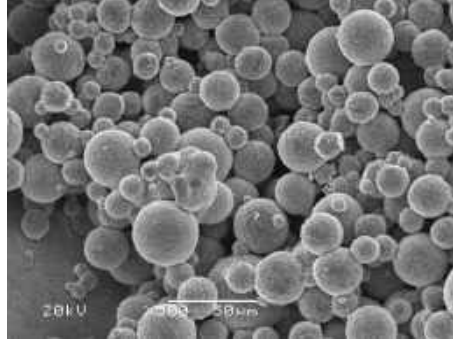
Küme 3'te soğutma tekniğinin etkisi incelenmiştir. Diğer parametreler; üretim açısı ve tavlama sıcaklığı sabit tutulmuştur. Şekil 7.11 ve müteakip şekillerde sırasıyla fırın içinde bekletilerek soğutulmuş, fırın sıcaklığı 500 °C'ye düşene kadar fırın içinde sonra dışarıda soğutulmuş ve fırın içinde argon gazı altında soğutulmuş örnekler için SEM görüntüleri görülmektedir. Tavlama sıcaklığının 780 °C'de olduğu Şekil 7.11, Şekil 7.12 ve Şekil 7.13'de fırın içinde soğutulmuş ve fırın içinde argon gazı altında soğutulmuş örneklerin dışarıda soğutulmuş örnekler göre yüzeyinde daha fazla işlenmemiş vaziyette duran küre şeklindeki taneciklerden olduğu görülmektedir. Tavlama sıcaklığı 843 °C'ye çıkartıldığında ise Şekil 7.14, Şekil 7.15 ve Şekil 7.16'da görüleceği üzere dışarıda soğutma yönteminde yüzeydeki tanecikler daha belirgindir. 1040 °C'de artık ayırt edilemeyecek haldedir.



(a) Fırın içinde serbest soğutma.

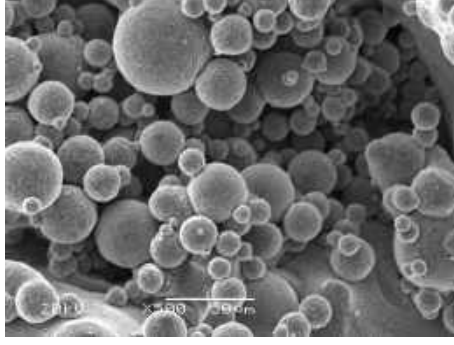


(b) 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında s.



(c) Fırın içinde argon gazı altında s.

Şekil 7.11: Küme 3-1: Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 0°.



(a) Fırın içinde serbest soğutma.

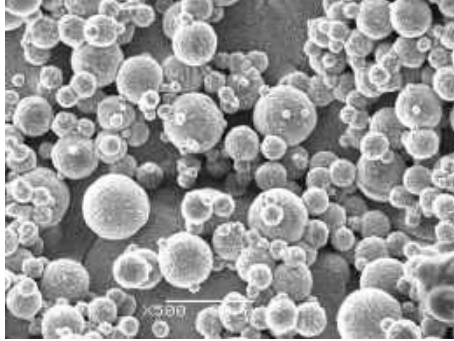


(b) 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında s.

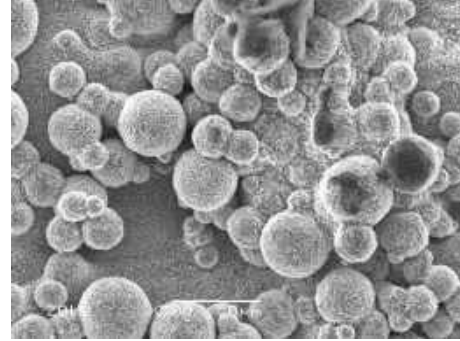


(c) Fırın içinde argon gazı altında s.

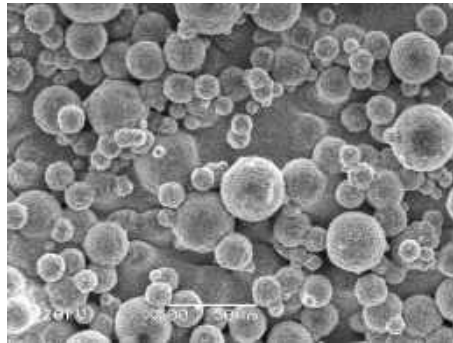
Şekil 7.12: Küme 3-2: Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 45°.



(a) Fırın içinde serbest soğutma.



(b) 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında s.



(c) Fırın içinde argon gazı altında s.

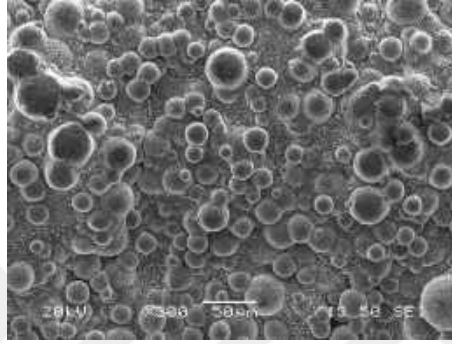
Şekil 7.13: Küme 3-3: Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 90°.



(a) Fırın içinde serbest soğutma.

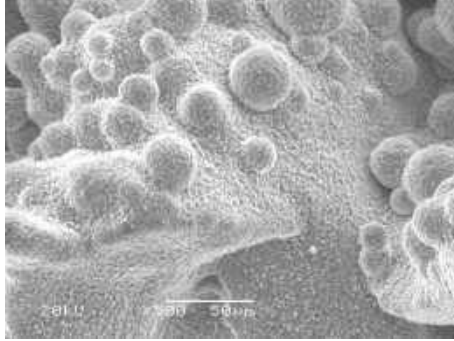


(b) 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında s.



(c) Fırın içinde argon gazı altında s.

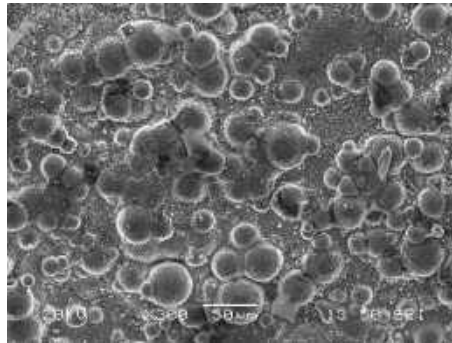
Şekil 7.14: Küme 3-4: Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 0°.



(a) Fırın içinde serbest soğutma.

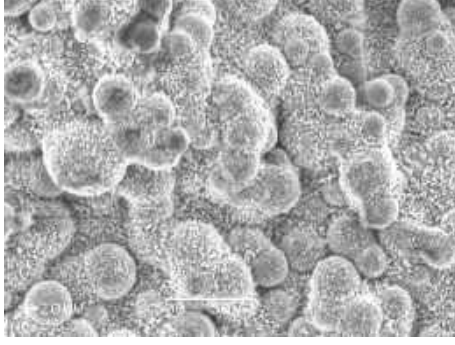


(b) 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında s.



(c) Fırın içinde argon gazı altında s.

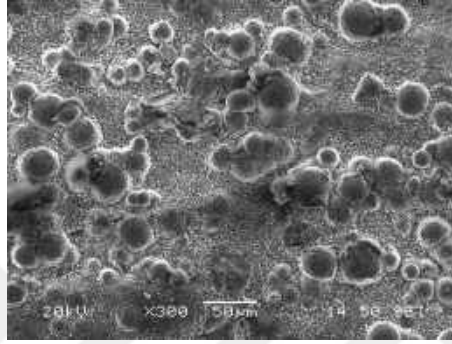
Şekil 7.15: Küme 3-5: Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 45°.



(a) Fırın içinde serbest soğutma.

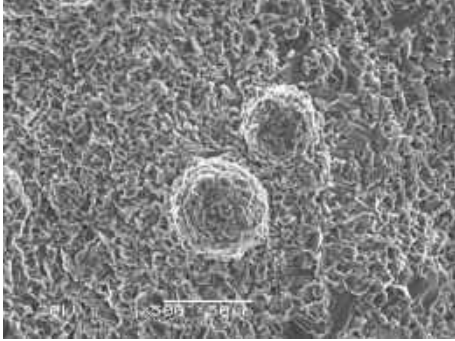


(b) 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında s.

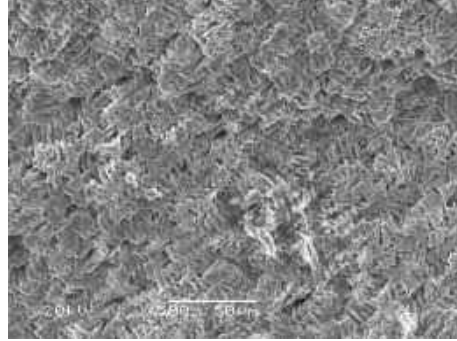


(c) Fırın içinde argon gazı altında s.

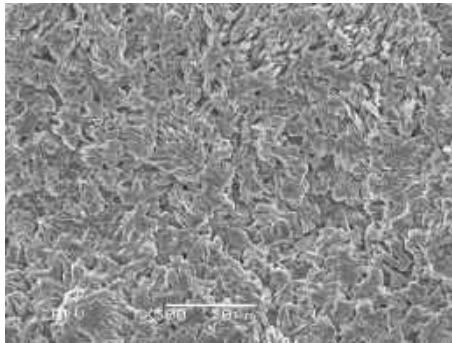
Şekil 7.16: Küme 3-6: Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 90°.



(a) Fırın içinde serbest soğutma.

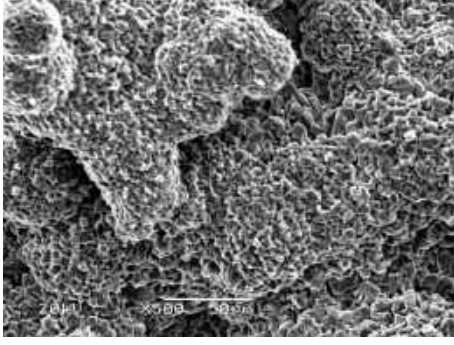


(b) 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında s.

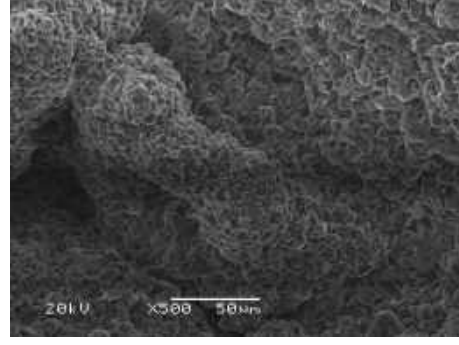


(c) Fırın içinde argon gazı altında s.

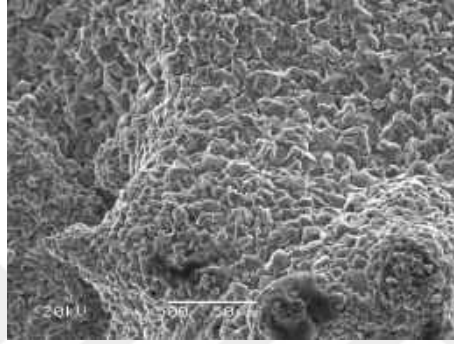
Şekil 7.17: Küme 3-7: Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 0°.



(a) Fırın içinde serbest soğutma.

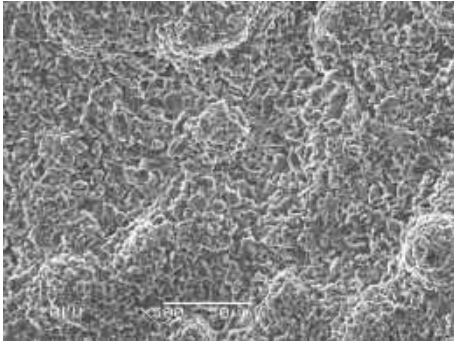


(b) 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında s.

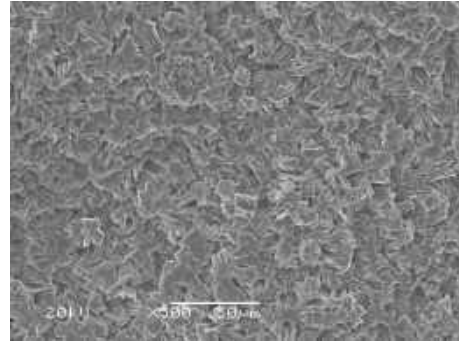


(c) Fırın içinde argon gazı altında s.

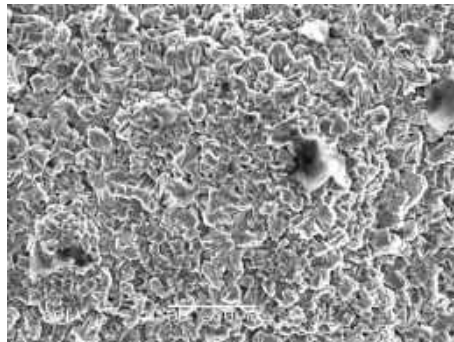
Şekil 7.18: Küme 3-8: Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 45°.



(a) Fırın içinde serbest soğutma.



(b) 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında s.

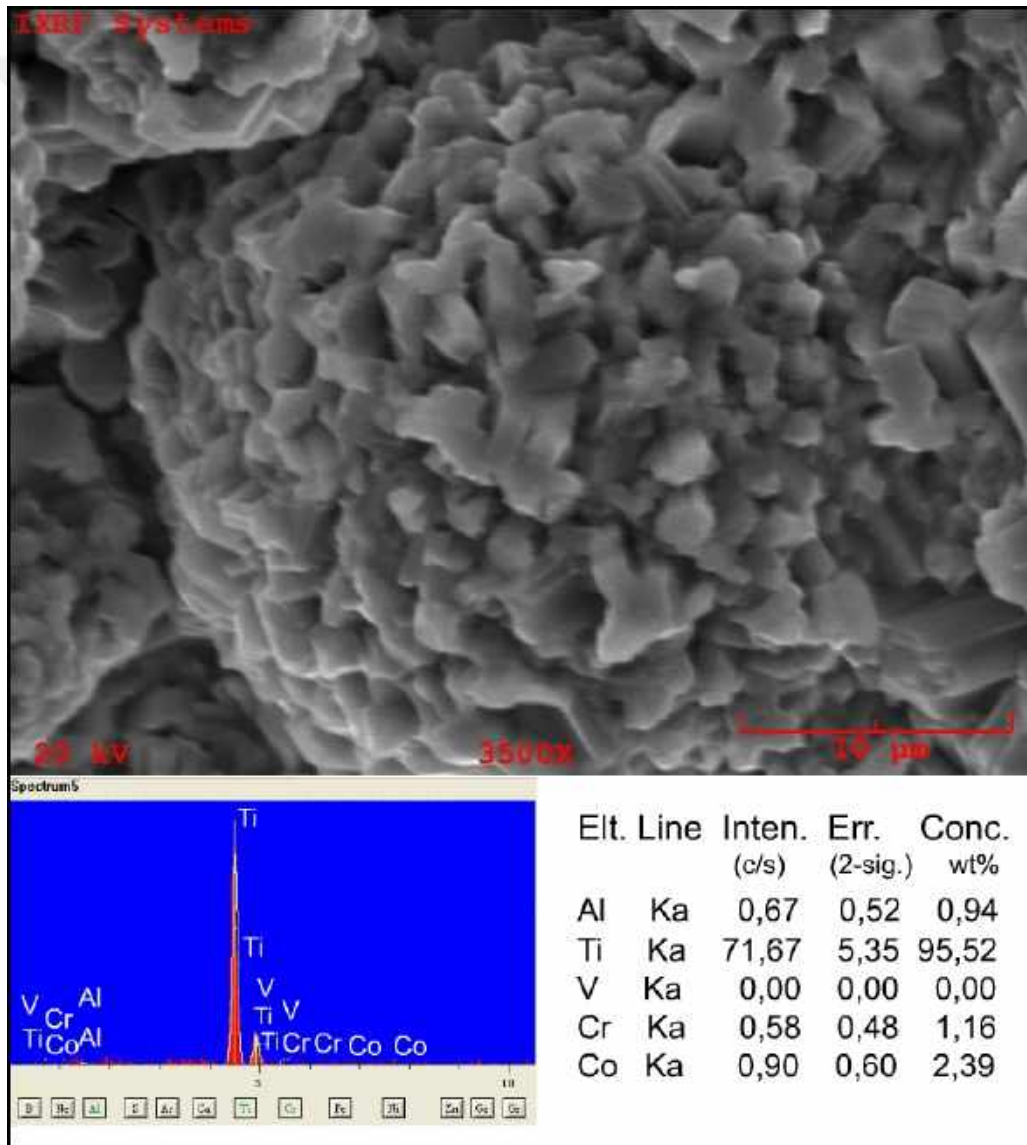


(c) Fırın içinde argon gazı altında s.

Şekil 7.19: Küme 3-9: Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 90°.

7.1.4. EDX Sonuçları

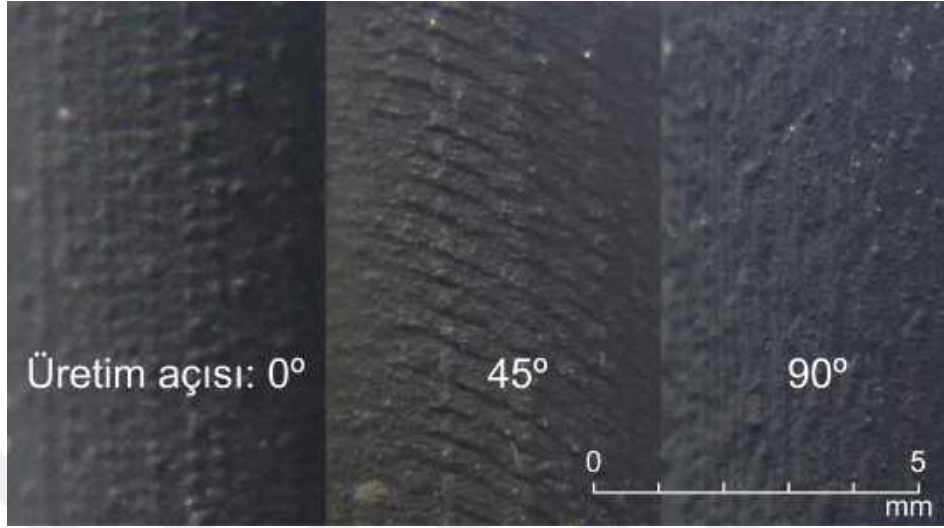
Şekil 7.20'de üretim açısı 30°, 843 °C'de tavllanmış, 500 °C'ye kadar fırın içinde daha sonra fırın dışında serbest şekilde soğutulmuş örneğe ait SEM görüntüsü ve 3 noktadan yapılmış EDX analizi verilmiştir. Bu sonuçlara göre implantın dış yüzeyin kütle olarak vanadyum bulunmadığı belirlenmiştir. Bu bulgu, Ti-6Al-4V alaşımların yüzeyleri oksit tabakasıyla kaplı olduğu için vanadyumun iç kısımda hapsoldüğü ve bu sayede biyo-uyumlu ve korozyona karşı dirençli olduğu bilgisi ile örtüşmektedir. Ayrıca EDX analizi ile implant yapıda istenmeyen kalıntı izi olarak kobalt ve krom varlığı da araştırılmıştır. Sonuçlardan da görüleceği üzere, kobalt ve krom şiddet değerlerine ait 2σ sapma değerleri büyük olmakla birlikte, kalıntı izinin implant yüzeyine bulaşabilme olasılığının varlığı da söylenebilir.



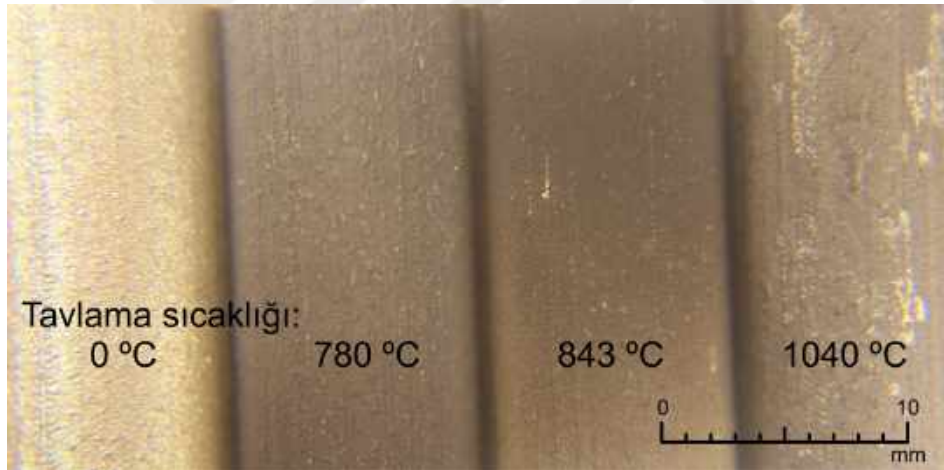
Şekil 7.20: EDX analizi [Al, Ti, V Co ve Cr için iz bileşenleri olarak yapıdan elde edilen K_{α} karakteristik X-ışınlarına ait şiddet verileri ile elde edilen konsantrasyon değerleri.]

7.2. Makroskobik Yapı İle İlgili Görünümler

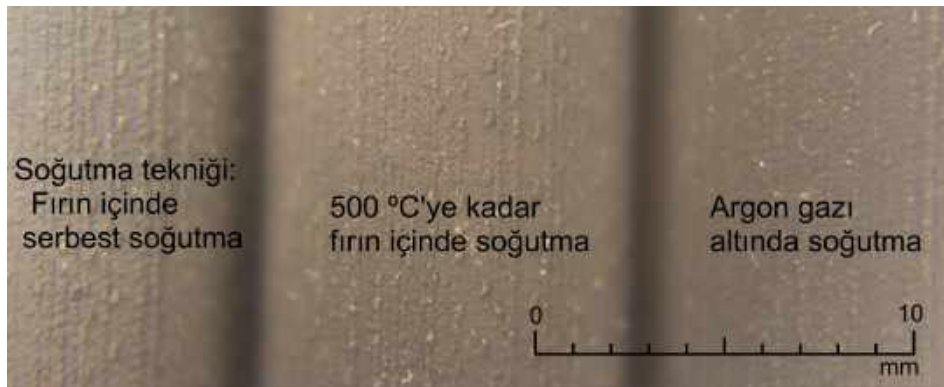
Farklı üretim parametrelerinin yüzey üzerinde doğrudan gözle görülebilir etkilere yol açtığı tespit edilmiştir. Bu etkiler aşağıdaki makro fotoğraflarda görülebilir.



Şekil 7.21: Farklı üretim açılarının gözle görülebilir etkisi



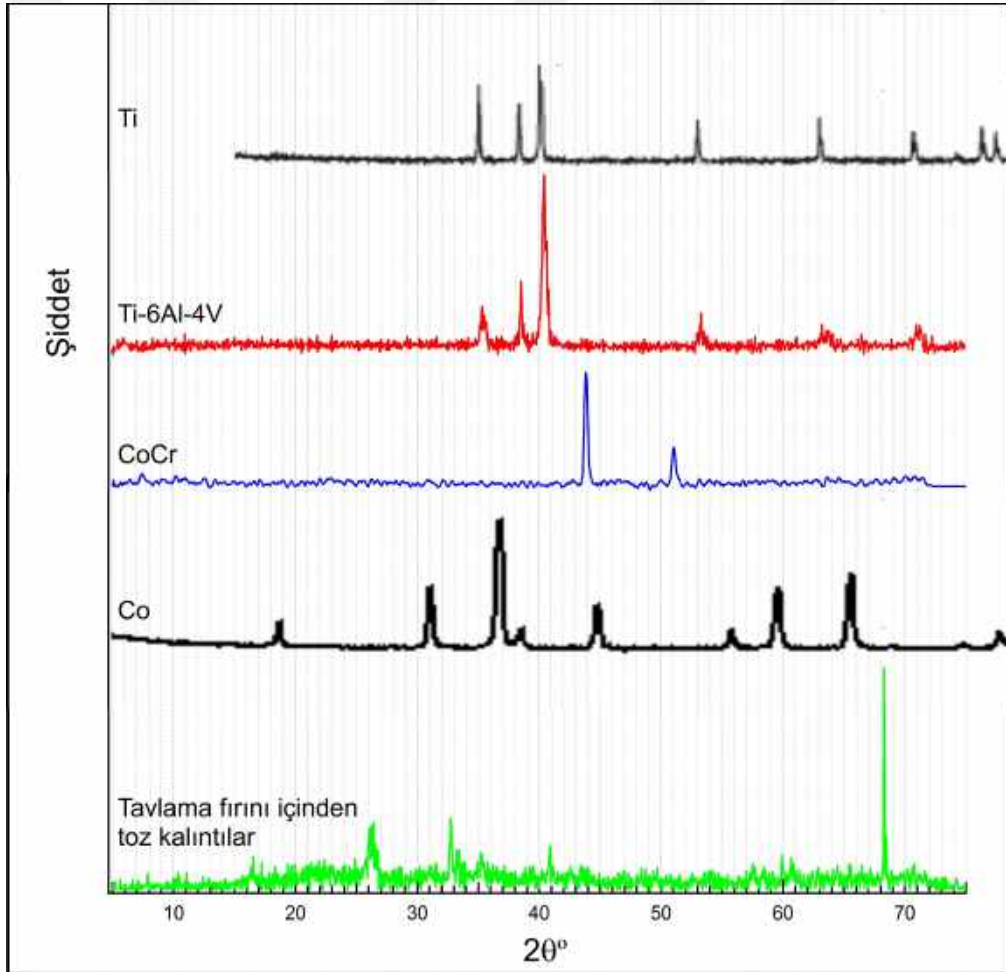
Şekil 7.22: Tavlama sıcaklıklarının gözle görülebilir etkisi .



Şekil 7.23: Farklı soğutma tekniklerinin gözle görülebilir etkisi.

7.3. XRD Sonuçları

XRD profillerindeki pik noktaların karşılıkları literatürden elde edilen kristalografik düzlem piklerine ait indisleme bilgilerine göre incelenmiştir [49, 50]. Tavlama fırını içindeki kalıntılara, Ti-6Al-4V veya CoCr tozlarının doğrudan karışmadığı, bu analiz sonuçları, EDX bulguları ile birlikte yorumlanarak anlaşılmıştır. Ayrıca, fırın içindeki toz kalıntılarının XRD deseninde saf titanyum veya kobalta ait kristalografik kırınım piklerine de doğrudan rastlanmamıştır. Bununla birlikte, fırın içinde oluşan mikro toz kalıntılarının XRD deseninde ortaya çıkan pikler, yüksek sıcaklıklarda çalışma koşullarında ortaya çıkan, oksitlenme ve bağımsız atomların da yapıya dahil olmaları ile oluşabilen, açıklanması kolay olmayan karmaşık kristalin yapılardan da kaynaklanabilir. Literatürden alınan saf titanyum ve kobalta ait XRD desenleri karşılaştırma amaçlı olarak, yapılan ölçüm sonuçları ile birlikte Şekil 7.24'de görülmektedir[51, 52].



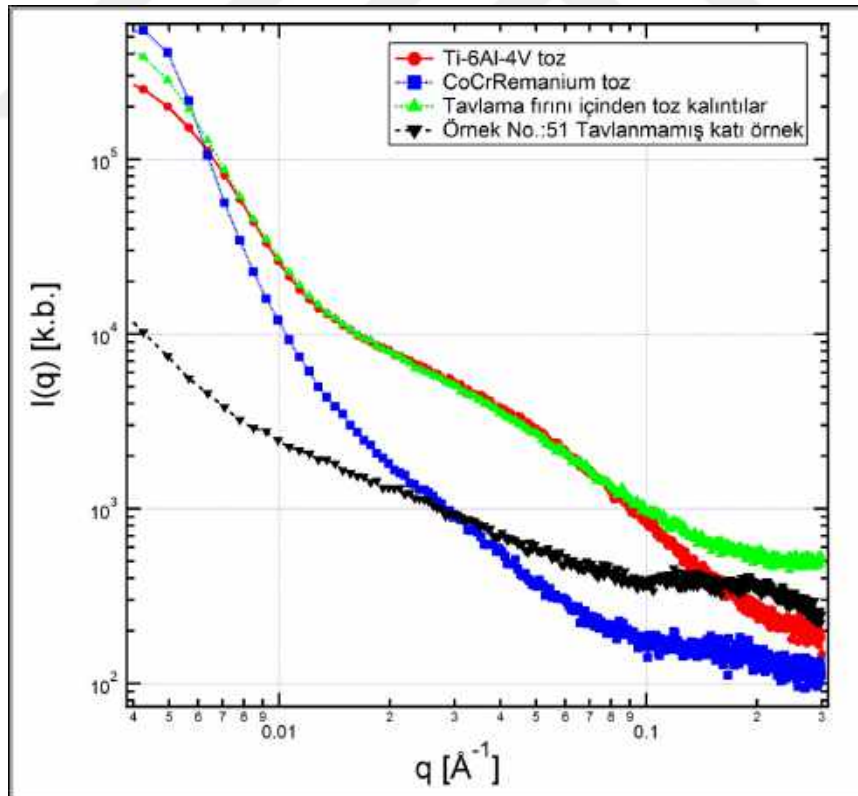
Şekil 7.24: Toz ham madde örnekleri ve tavlama fırını içinden alınan toz kalıntılarına ait XRD profilleri. Profillerin elde edilmesinde CuK_α karakteristik ışını kullanılmıştır.

7.4. SAXS Verileri

Tüm örneklerin SAXS verileri $I(q) - q$ grafikleri halinde, Şekil 7.25 - Şekil 7.44 arası şekillerde, Çizelge 5.4'de tanımlanan kümeler için sırasıyla verilmiştir. SAXS verileri Guinier analizi, Porod analizi, uzaklık dağılım fonksiyonunun hesaplanması gibi analizler sonucunda yorumlanacaktır. Bu bölümde kayıt altına alınmış olması açısından verilmiştir.

7.4.1. Toz Ham Madde

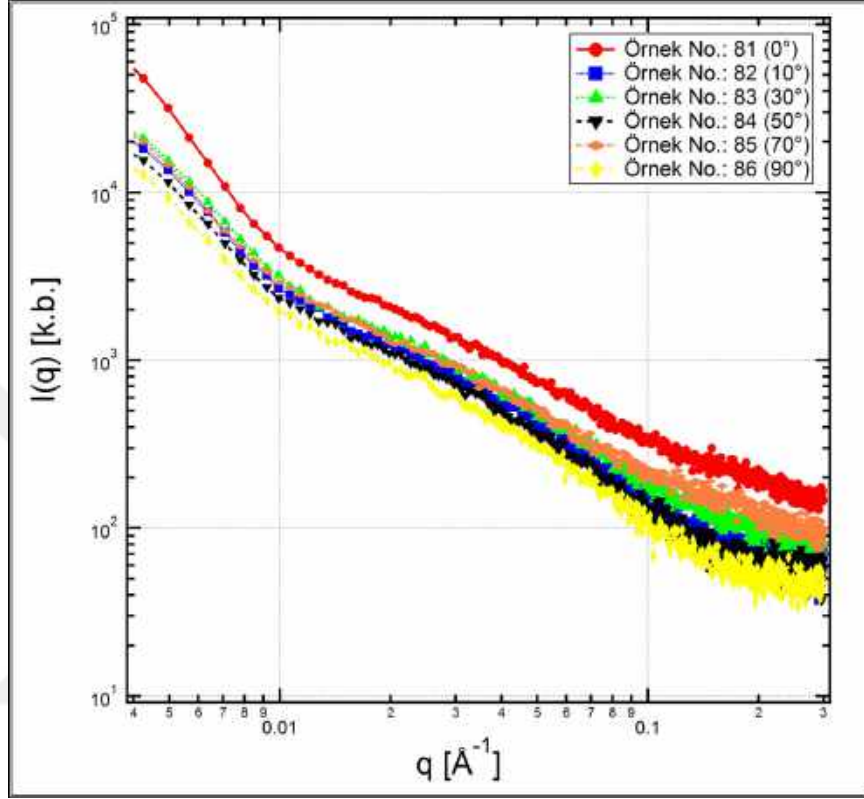
Toz örneklerin ve bir adet katı örneğin SAXS profilleri Şekil 7.25'de verilmiştir. Şekil 7.25'de, üretim öncesi Ti-6Al-4V toz ham madde ile katı örnek arasındaki fark, Ti-6Al-4V ile CoCr toz ham madde arasındaki fark ve Ti-6Al-4V ile tavlama fırınındaki kalıntılardan alınmış tozlar arasındaki fark doğrudan SAXS profilleri kıyaslanarak görülebilmektedir. SAXS profillerinin orta q bölgesinde görülen (Ti-6Al-4V toz ile tavlama fırını içinden toz kalıntılara ait) geniş hörgücün eğriliği optimize edildiğinde hörgücün tepe değerine karşılık gelen $2\pi/0,044 = 142,7 \text{ \AA}$ değeri küresel nano parçacıkların birbirlerine göre 14,3 nm mesafede bulduklarının bir göstergesidir.



Şekil 7.25: Üretim öncesi toz ham madde örnekleri için ve üretim sonrası katı örnek için SAXS profilleri

7.4.2. Küme 1 (Açılarına Göre)

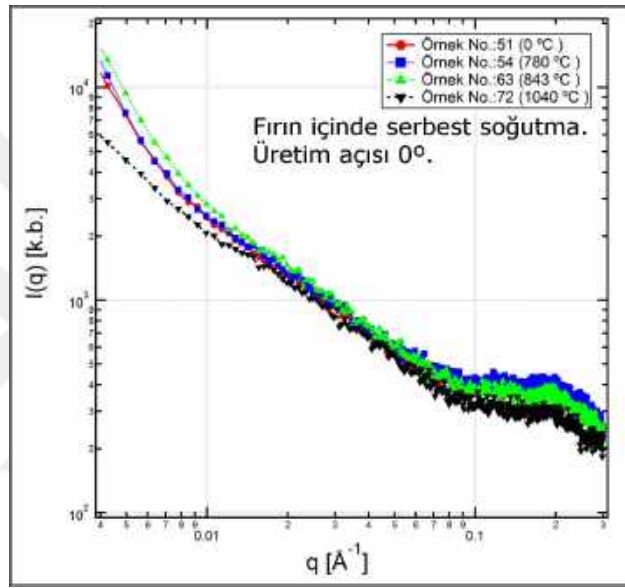
Tablada duruş açıları değiştirilerek üretilmiş 6 farklı örneğin SAXS verileri Şekil 7.26'da verilmiştir. Örnekler 843 °C'de tavlandıktan sonra fırın sıcaklığı 500 °C'ye düşene kadar fırın içinde soğutulmuş daha sonra dışarıda serbest soğumaya bırakılmıştır.



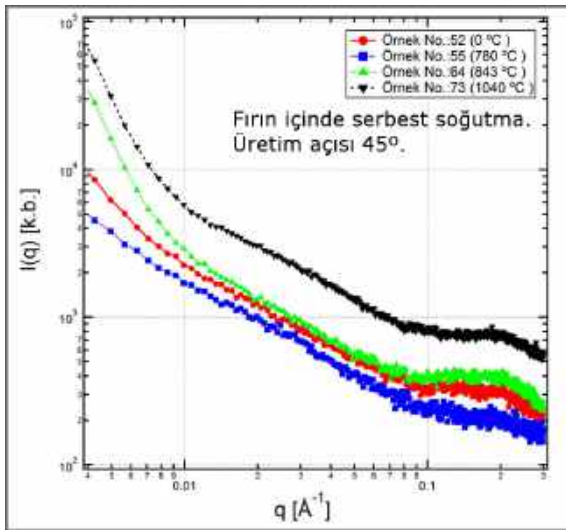
Şekil 7.26: Küme 1-1: 843 °C'de tavlama. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma.

7.4.3. Küme 2 (Tavlama Sıcaklıklarına Göre)

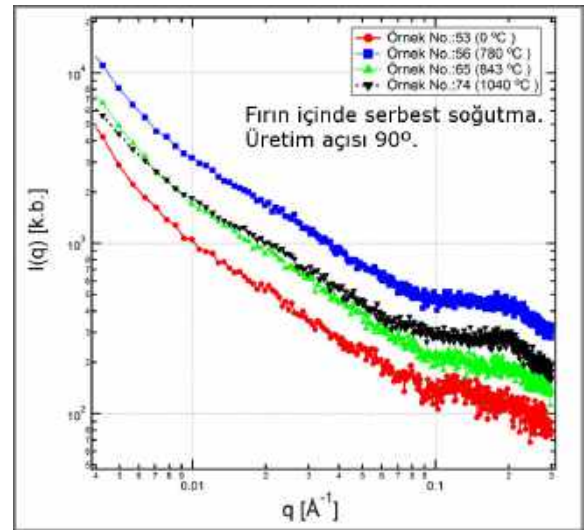
Farklı tavlama sıcaklıklarının incelendiği küme 2'ye ait SAXS verileri Şekil 7.27 - Şekil 7.35 arası şekillerde verilmiştir. Küme 2'de örnekler soğutma tekniği ve üretim açısına göre gruplanmışlardır. Şekil 7.34'deki SAXS profilleri nitel olarak incelendiğinde en iyi implantın 70 kodlu 843 °C'de tavllanmış, fırın içinde argon gazı altında soğutulmuş, üretim açısı 45° olan implant olduğu öngörülmektedir. Burada dikkat edilecek noktalar, küçük q bölgesindeki saçılma şiddetinin yüksek olması, orta q bölgesinde monodisperse küresel nano oluşumun bir göstergesi olan geniş bir hörgücün bulunması ve büyük q bölgesinde ise fraktal yapıya bağlı olarak gelişen, saçılma verisindeki dalgalanmaların ortaya çıkmasıdır.



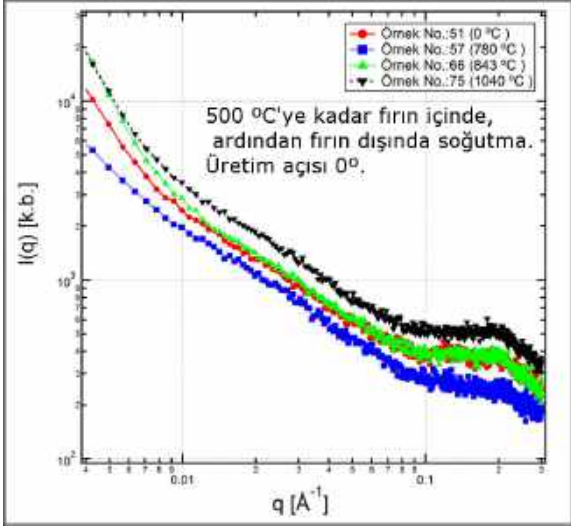
Şekil 7.27: Küme 2-1 SAXS profilleri.



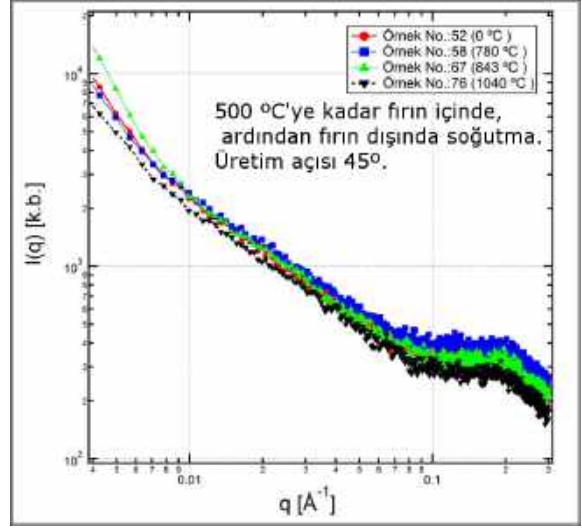
Şekil 7.28: Küme 2-2 SAXS profilleri.



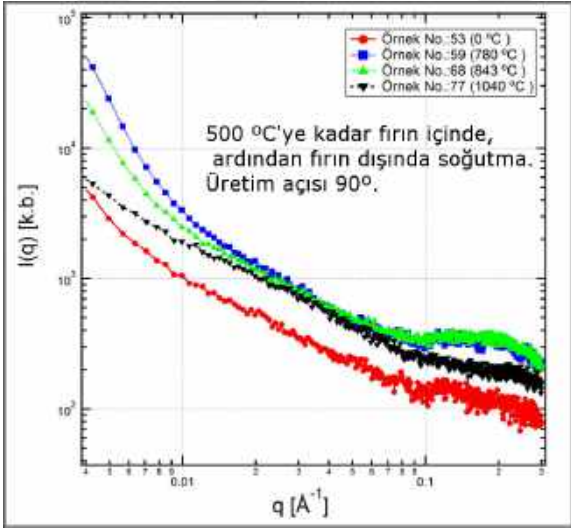
Şekil 7.29: Küme 2-3 SAXS profilleri.



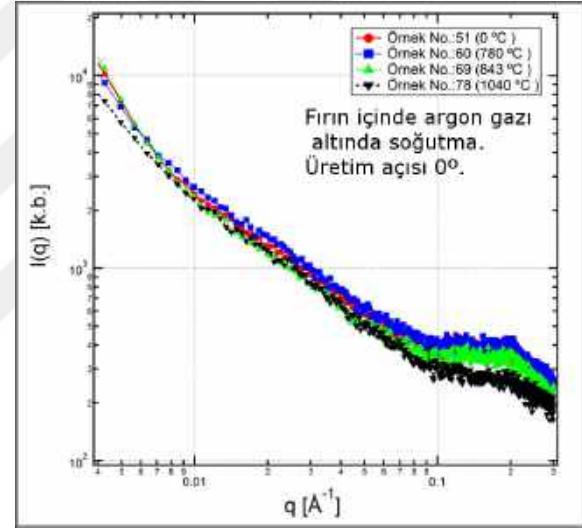
Şekil 7.30: Küme 2-4 SAXS profilleri.



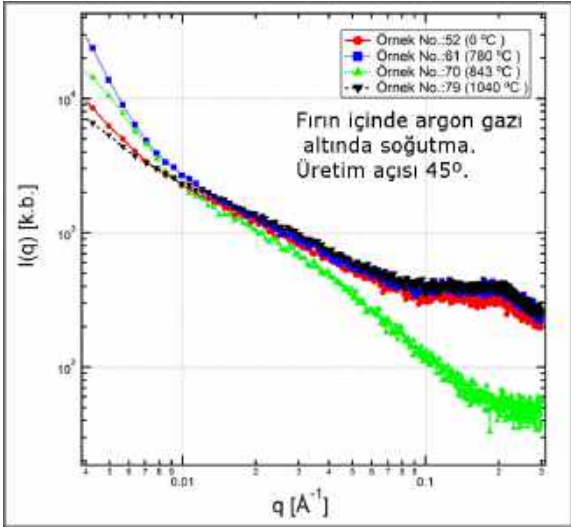
Şekil 7.31: Küme 2-5 SAXS profilleri.



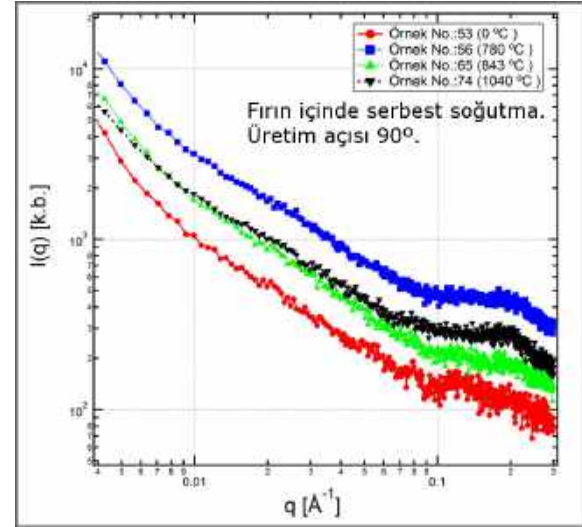
Şekil 7.32: Küme 2-6 SAXS profilleri.



Şekil 7.33: Küme 2-7 SAXS profilleri.



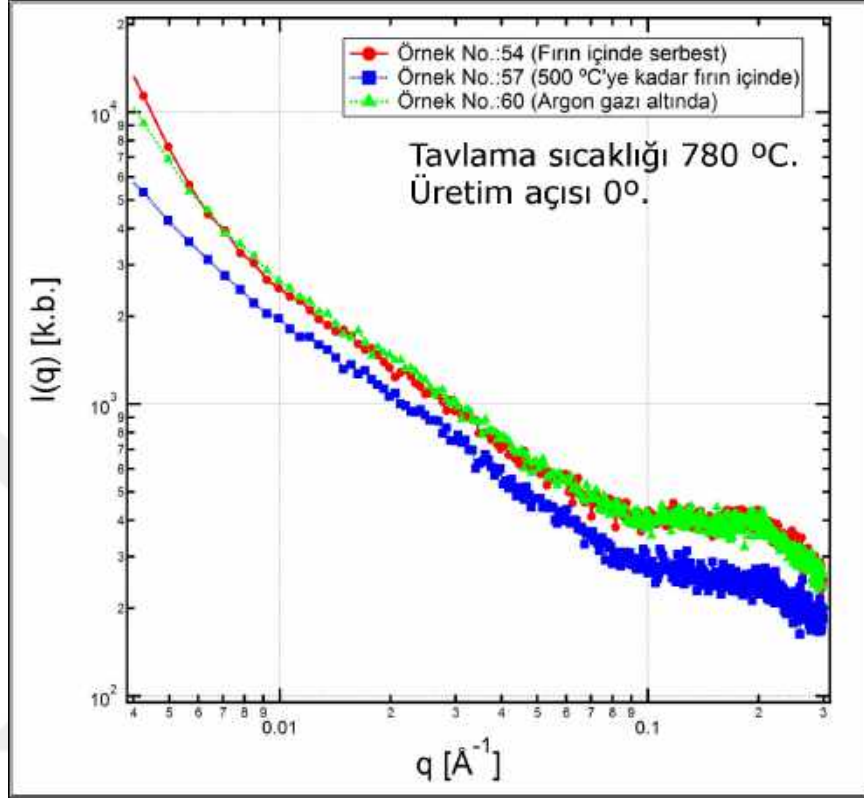
Şekil 7.34: Küme 2-8 SAXS profilleri.



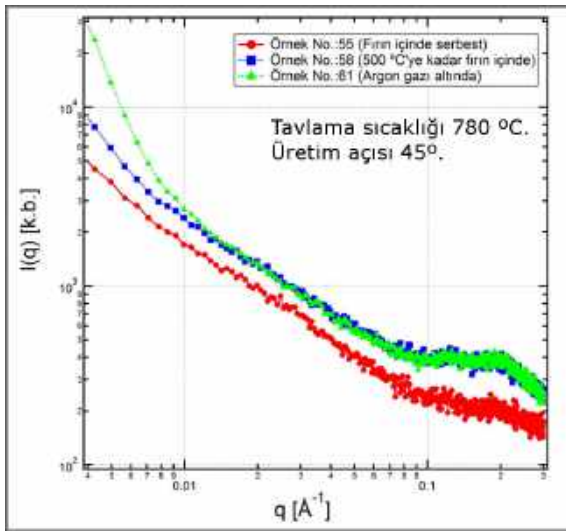
Şekil 7.35: Küme 2-9 SAXS profilleri.

7.4.4. Küme 3 (Soğutma Yöntemine Göre)

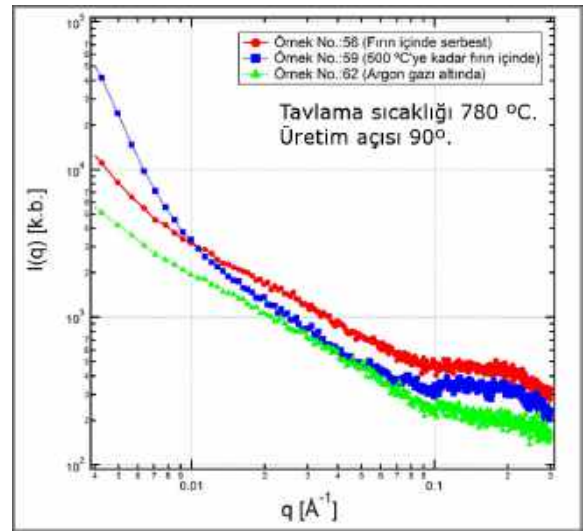
Farklı soğutma tekniklerinin incelendiği küme 3'e ait SAXS verileri Şekil 7.36 - Şekil 7.44 arası şekillerde verilmiştir. Küme 3'de örnekler tavlama sıcaklığı ve üretim açısına göre gruplanmıştır.



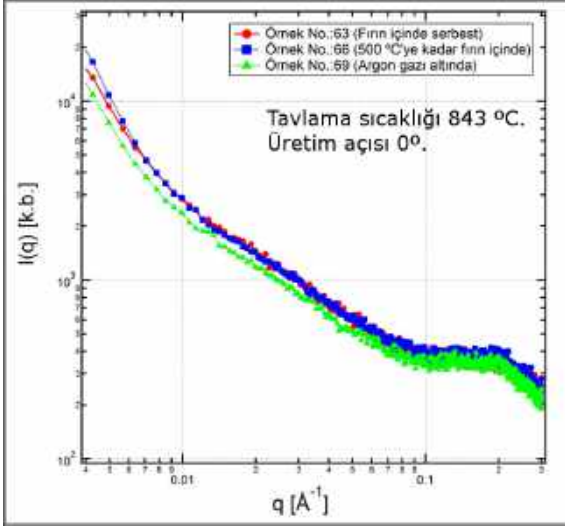
Şekil 7.36: Küme 3-1 SAXS profilleri.



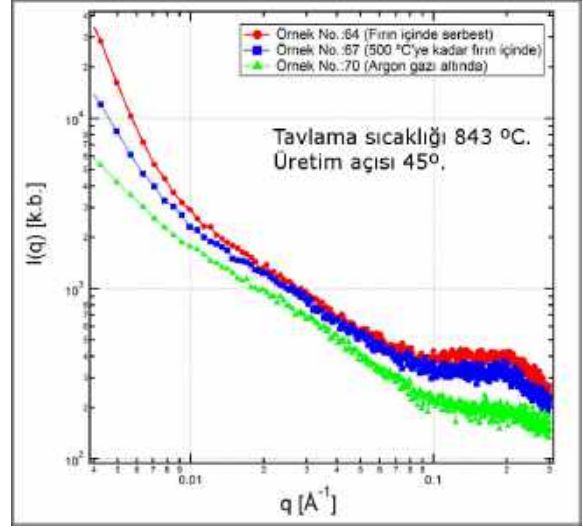
Şekil 7.37: Küme 3-2 SAXS profilleri.



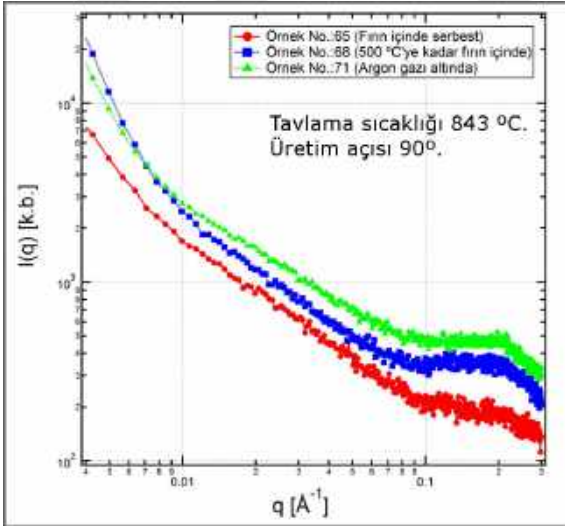
Şekil 7.38: Küme 3-3 SAXS profilleri.



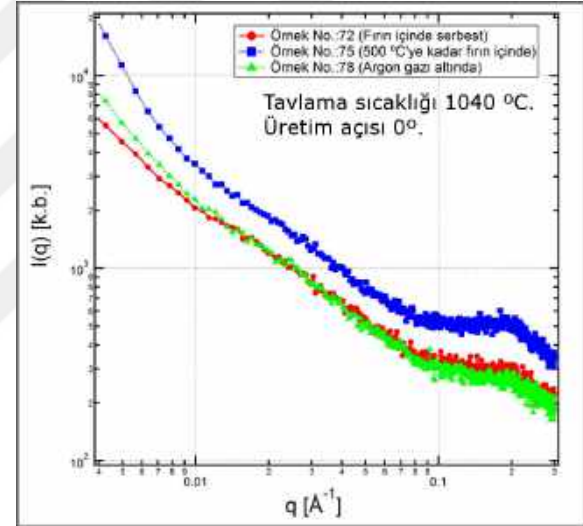
Şekil 7.39: Küme 3-4 SAXS profilleri.



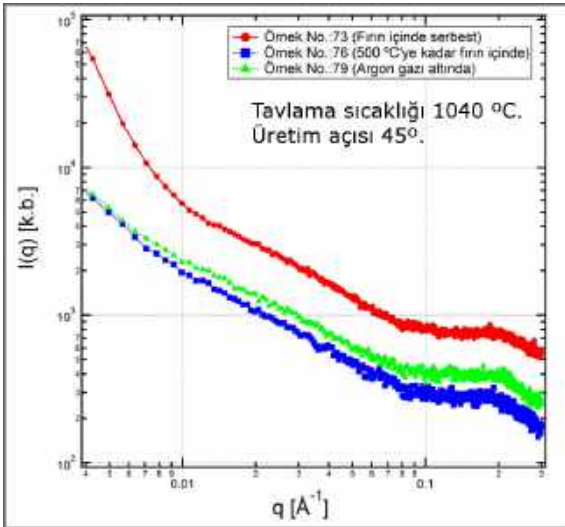
Şekil 7.40: Küme 3-5 SAXS profilleri.



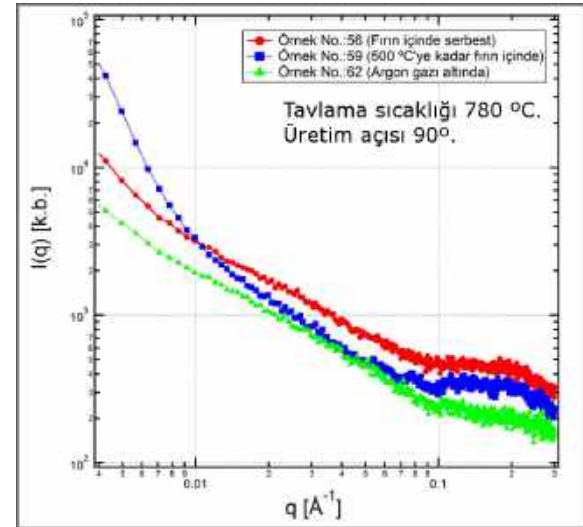
Şekil 7.41: Küme 3-6 SAXS profilleri.



Şekil 7.42: Küme 3-7 SAXS profilleri.



Şekil 7.43: Küme 3-8 SAXS profilleri.



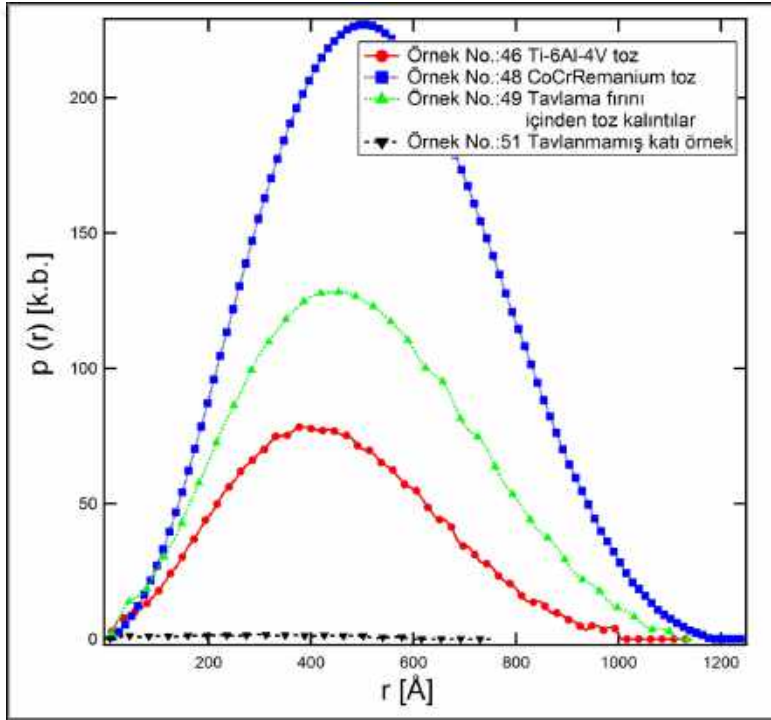
Şekil 7.44: Küme 3-9 SAXS profilleri.

7.5. SAXS Ara Bulguları

7.5.1. Uzaklık Dağılım Fonksiyonu

Toz Ham Madde

Şekil 7.45'de toz ham maddeler, tavlama fırını içinden toz kalıntılar ve bir adet tavlammamış katı örneğe ait uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırılmıştır. 51 ve 46 no.'lu örnekler karşılaştırıldığında üretim öncesi toz örnekteki nano oluşum miktarının çokluğu görülmektedir. Toz örneklerin genel olarak homojen olarak dağılmış nano oluşumlar içerdiği uzaklık dağılımının Gaussiyene yakın şekilden anlaşılmaktadır. 46 ve 49 no.'lu örneklerin 48 no.lu örneğe göre daha düşük genlikli ve daha dalgalı bir dağılıma sahip olması, daha büyük taneciklerden oluşmuş bir yapı modeli ile açıklanabilir. (Bkz. Alt Bölüm 7.5.3)



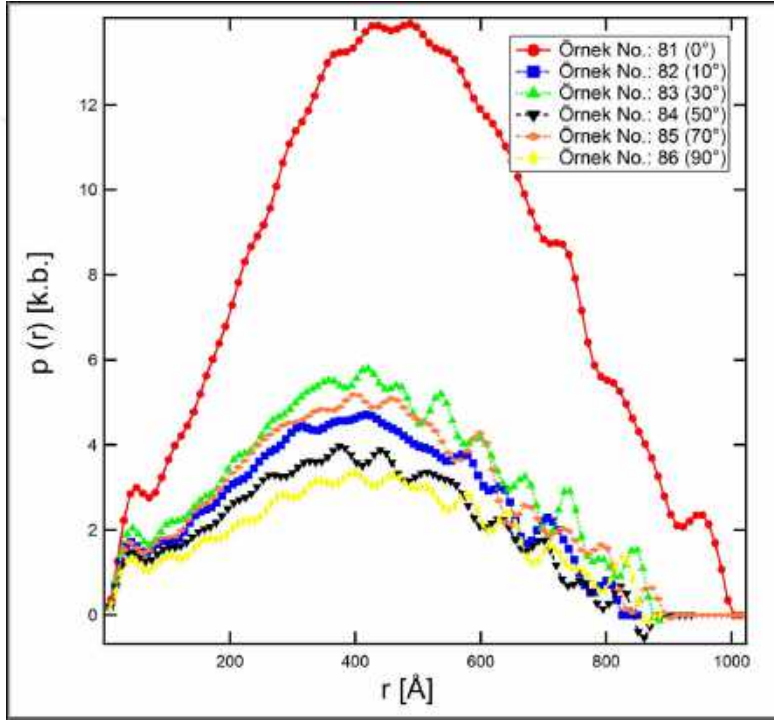
#	Rg [Å]
46	267±3
48	428±3
49	387±4
51	300±1

#	Maks. [Å]
46	726±10
48	1238±1
49	1132±3
51	759±3

Şekil 7.45: Üretim öncesi toz ham madde örnekleri için ve üretim sonrası katı örnek için uzaklık dağılım fonksiyonlarının karşılaştırılması. (Etkin yarıçap ve maksimum boyut değerleri anlaşılabilirlik adına şeklin sağında verilmiştir.)

Küme 1 (Üretim Açılarına Göre)

Küme 1'de tablada duruş açısının etkisi incelenmiştir. Diğer parametreler; tavlama sıcaklığı: 843 °C, soğutma tekniği: fırın içinde serbest soğutma olarak sabit tutulmuştur. Şekil 7.46 incelendiğinde 81 no.'lu örneğin daha fazla nano oluşum içerdiği, bu nano oluşumların diğerlerine göre daha homojen olarak yapıya dağıldığı sonucuna nitel olarak ulaşılabilir. 81 no.'lu örnek tablaya dik, yani üretim yönüne paralel olarak üretilmiştir. Bu örneğe ait üretim açısı "0°" dir. Bu açı değeri üretim tablasının yüzey normali ile örneğin üretim yönünün paralel olduğunu göstermektedir.



#	Rg [Å]
81	378±2
82	324±1
83	330±2
84	327±2
85	361±2
86	332±2

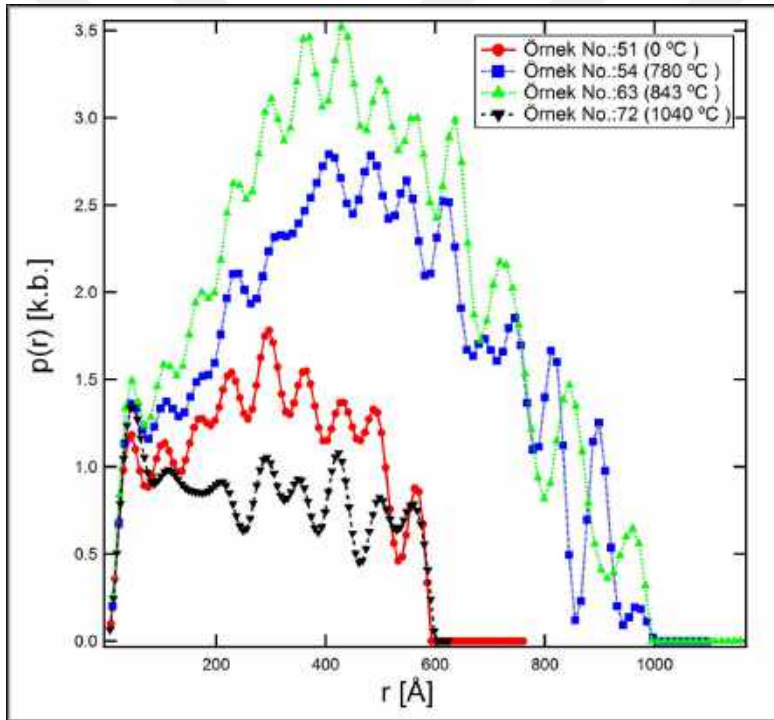
#	Maks. [Å]
81	1013±6
82	850±1
83	893±3
84	934±1
85	1013±4
86	885±1

Şekil 7.46: Küme 1-1 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması.

Küme 2 (Tavlama Sıcaklıklarına Göre)

Soğutma tekniklerine ve tabloda duruş açılarına göre gruplanarak oluşturulmuş küme 2'deki gruplarda tavlama sıcaklığının etkisi karşılaştırılmıştır. Şekil 7.47 - Şekil 7.35 arası şekiller incelendiğinde 843 °C'de tavllanmış örneklerin daha fazla nano oluşum içerdiği, bu nano oluşumların diğerlerine göre daha homojen olarak dağıldığı uzaklık dağılım fonksiyonlarında gözlenebilir.

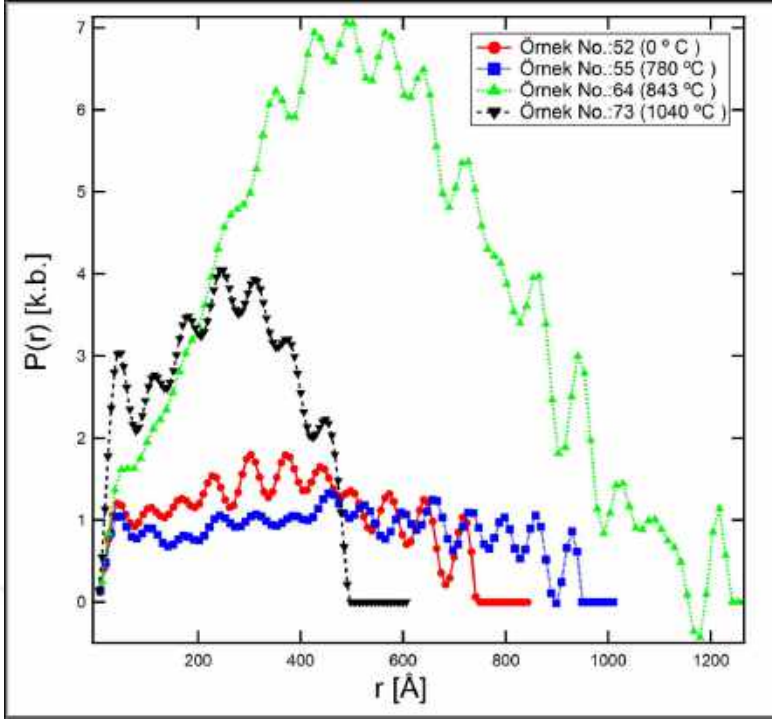
Ayrıca, hiç tavlamanmamış örneklere kıyasla 780 °C'de ve 843 °C'de tavllanmış örneklerde nano oluşumların maksimum boyutlarının arttığı görülmektedir. Bu bulgu örneklerin tavlama ile birlikte daha düzenli hale geldiklerinin bir göstergesidir. Bu etkinin, β geçiş sıcaklığının üstünde, yani 1040 °C tavlama sıcaklığında tersine döndüğü ve yapıda bozulmaların meydana geldiği rahatlıkla söylenebilir.



#	Rg [Å]
51	300±1
54	396±5
63	416±3
72	239±3

#	Maks. [Å]
51	759±3
54	1095±5
63	1156±10
72	622±11

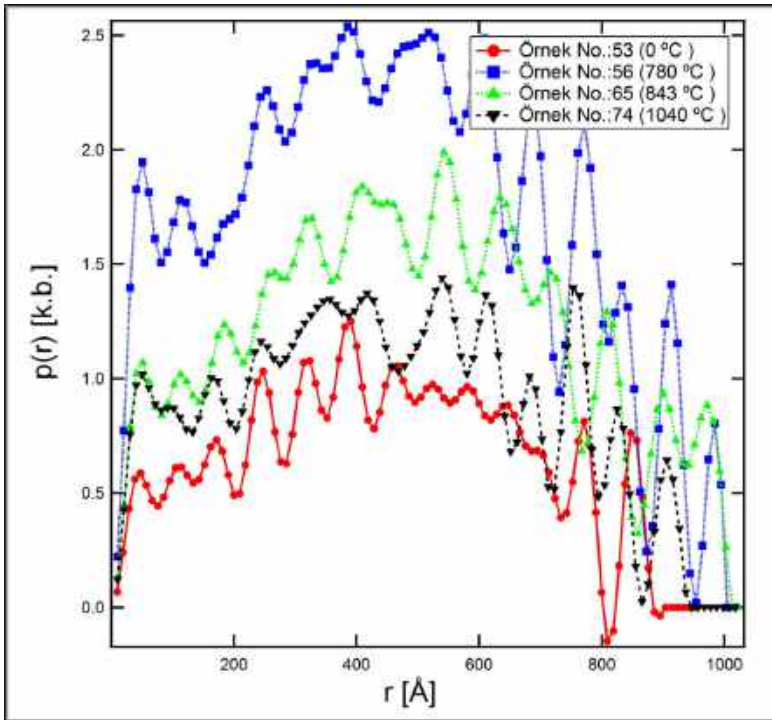
Şekil 7.47: Küme 2-1 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 0°.



#	Rg [Å]
52	325±1
55	397±1
64	424±27
73	239±1

#	Maks. [Å]
52	841±2
55	1009±1
64	1156±10
73	605±5

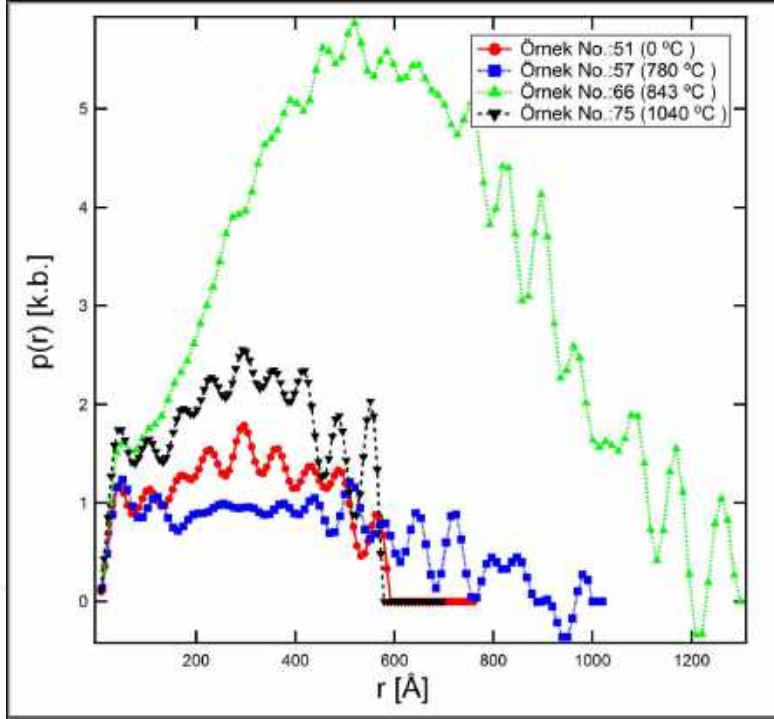
Şekil 7.48: Küme 2-2 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 45°.



#	Rg [Å]
53	364±2
56	370±5
65	391±2
74	236±1

#	Maks. [Å]
53	951±1
56	1014±3
65	1022±7
74	606±1

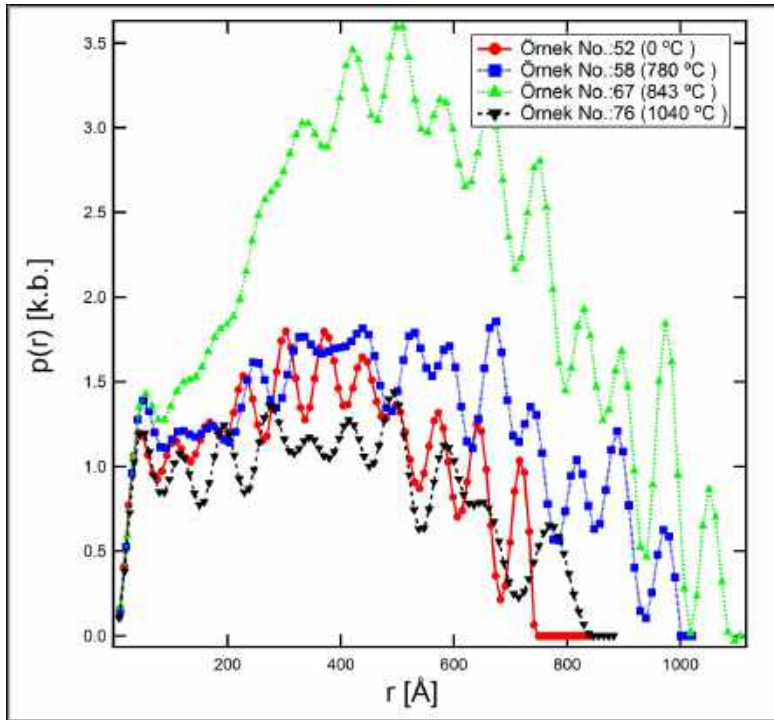
Şekil 7.49: Küme 2-3 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 90°.



#	Rg [Å]
51	300±1
57	314±7
66	456±1
75	282±1

#	Maks. [Å]
51	759±3
57	1020±3
66	1298±12
75	697±1

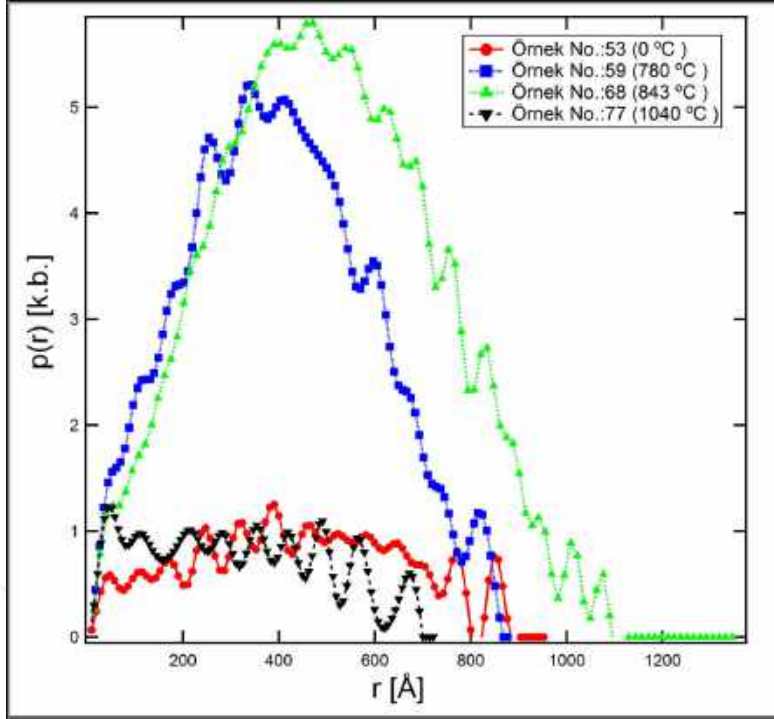
Şekil 7.50: Küme 2-4 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 0°.



#	Rg [Å]
52	325±1
58	378±5
67	402±6
76	319±5

#	Maks. [Å]
52	841±2
58	1020±9
67	1105±4
76	881±10

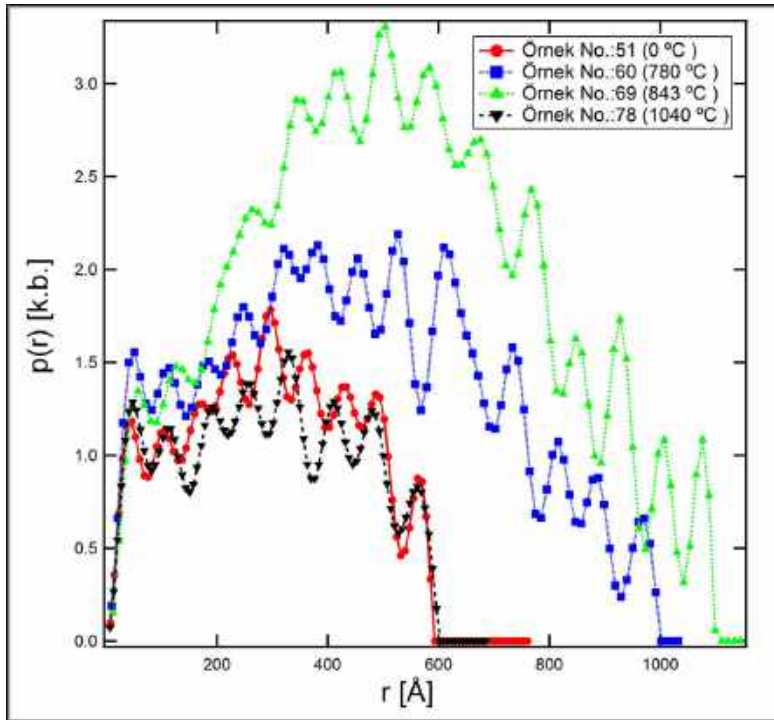
Şekil 7.51: Küme 2-5 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 45°.



#	Rg [Å]
53	364±2
59	318±5
68	460±7
77	263±1

#	Maks. [Å]
53	951±1
59	876±12
68	1344±2
77	721±2

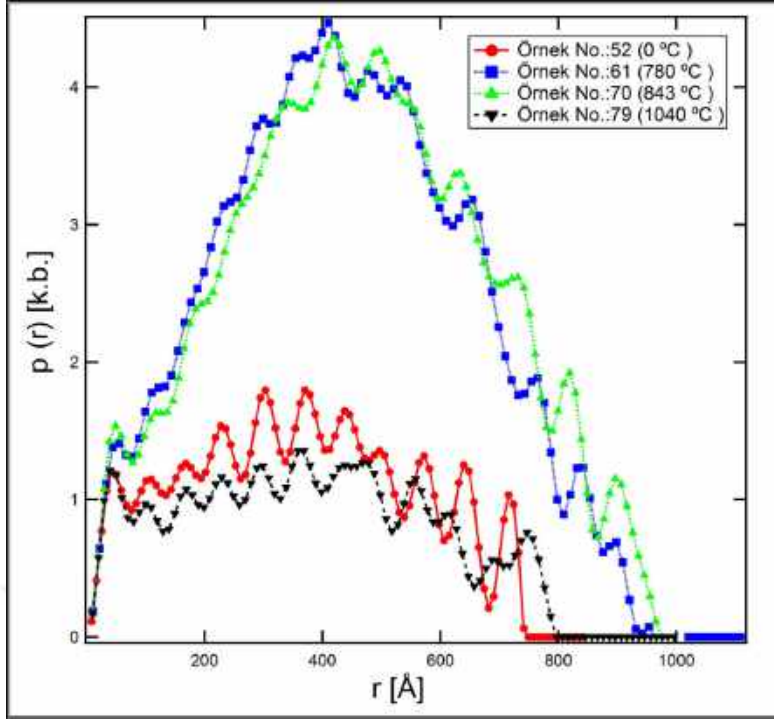
Şekil 7.52: Küme 2-6 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 90°.



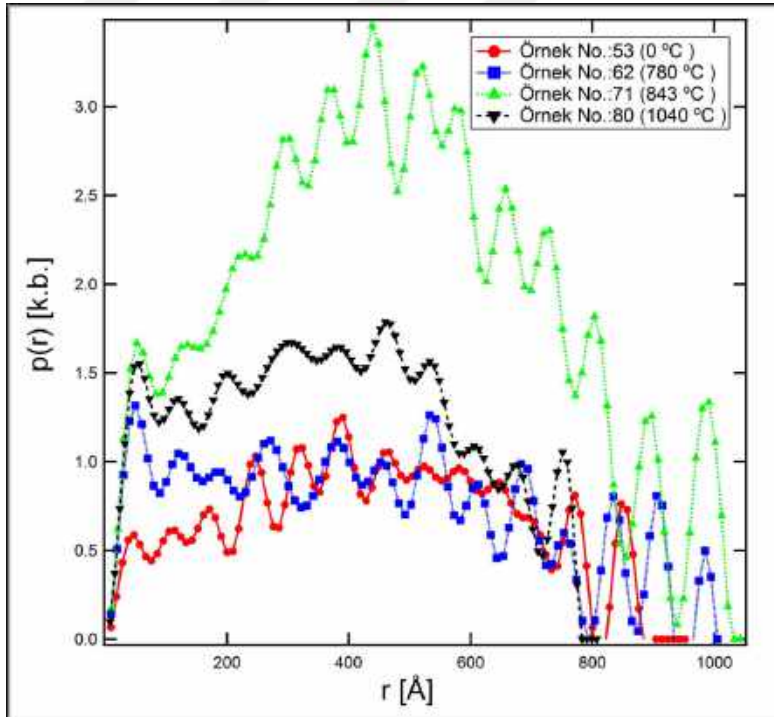
#	Rg [Å]
51	300±1
60	373±8
69	425±5
78	267±1

#	Maks. [Å]
51	759±3
60	1032±20
69	1144±2
78	684±4

Şekil 7.53: Küme 2-7 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 0°.



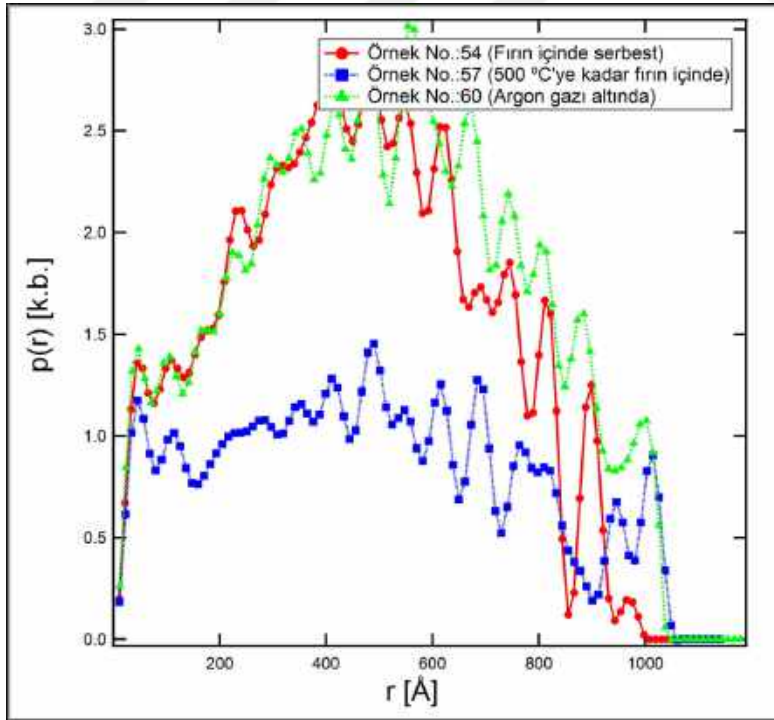
Şekil 7.54: Küme 2-8 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 45°.



Şekil 7.55: Küme 2-9 uzaklık dağılım fonksiyonları karşılaştırması. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 90°.

Küme 3 (Soğutma Yöntemine Göre)

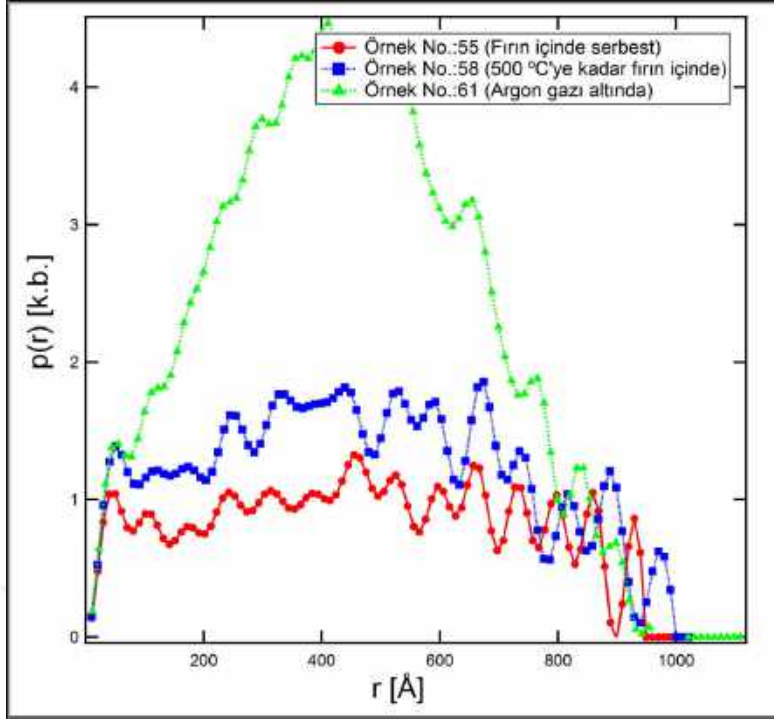
Soğutma tekniklerine göre karşılaştırma yapılmış olan küme 3'e ait uzaklık dağılım fonksiyonları incelendiğinde soğutma tekniğinin etkisinin (59 numaralı örnek gibi istisnalar hariç) genel olarak tavlama sıcaklığına bağlı olarak değiştiği görülmektedir. 780 °C'de tavllanmış örnekler için uzaklık dağılım fonksiyonları incelendiğinde Şekil 7.56'da argon gazı altında soğutulmuş 60 no.'lu örnekteki nano oluşumların miktar olarak fırın içinde soğutma ile aynı olduğu ve ayrıca daha küçük ve homojen dağılmış taneciklerden oluştuğu görülmektedir. Şekil 7.57'de da argon gazı altında soğutulmuş örnek daha düzgün dağılımlı görülmektedir. 843 °C'de tavllanmış örnekler için Şekil 7.59, Şekil 7.60 ve Şekil 7.61'de argon gazı altında soğutulmuş olanların nano oluşum sayısının daha fazla olmadığı ancak dağılımının daha homojen olduğu görülmektedir. 1040 °C'de tavllanmış örnekler için uzaklık dağılım fonksiyonları incelendiğinde soğutma tekniğinin nano oluşumların tanecik boyutunu değil oluşumun maksimum genişliğini etkilediğini görüyoruz. Şekil 7.62'de çok belli olmamakla beraber, Şekil 7.63 ve Şekil 7.64'da argon gazı altında soğutulmuş örneklerde maksimum uzunluğun daha büyük olduğu görülmektedir. İlgili uzunluk değerleri her şeklin yan tarafında çizelge halinde verilmiştir. Uzaklık dağılım fonksiyonundan anlaşılan nano oluşum şekli ve boyutu hakkında ispat için bkz. Alt Bölüm 7.5.3.



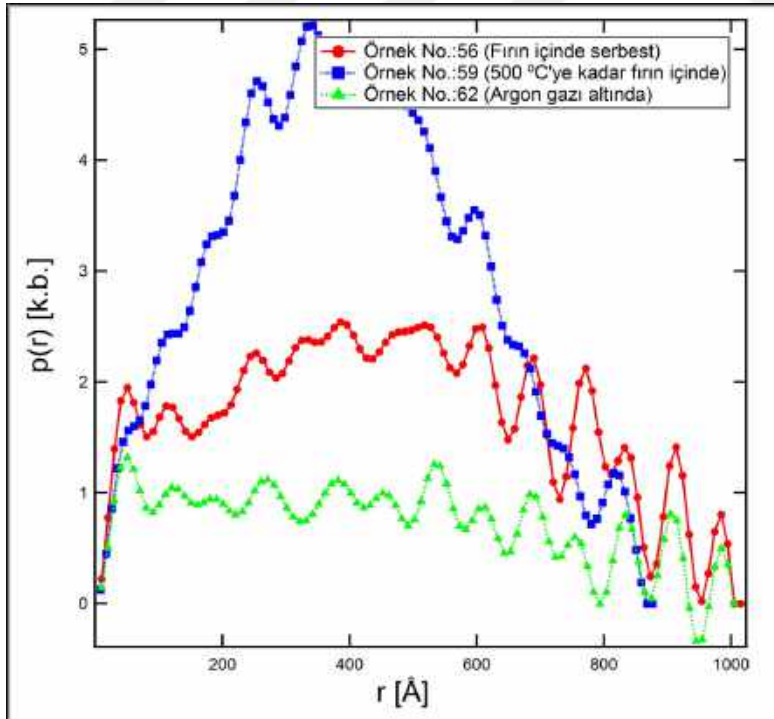
#	Rg [Å]
54	396±5
57	314±7
60	373±8

#	Maks. [Å]
54	1095±5
57	1020±3
60	1032±20

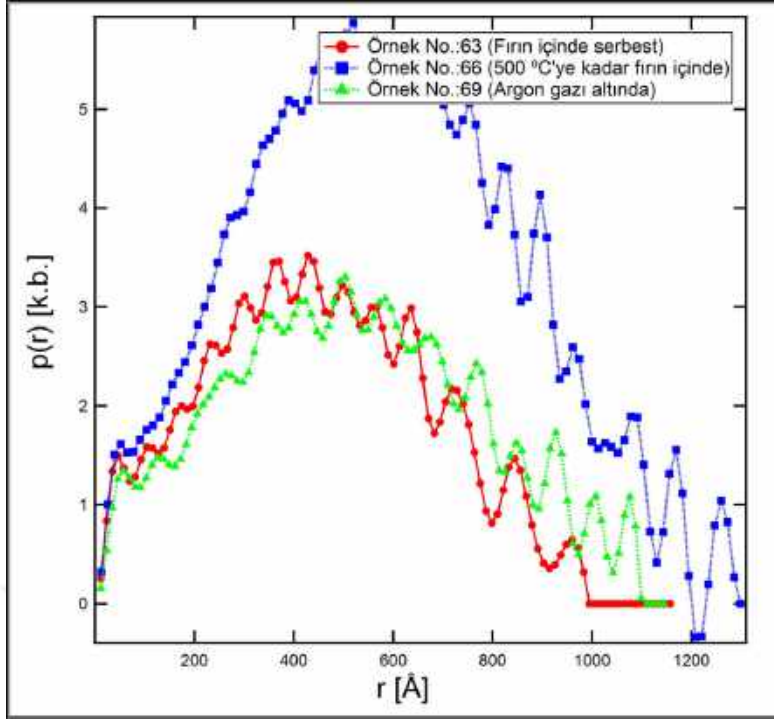
Şekil 7.56: Küme 3-1 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 0°.



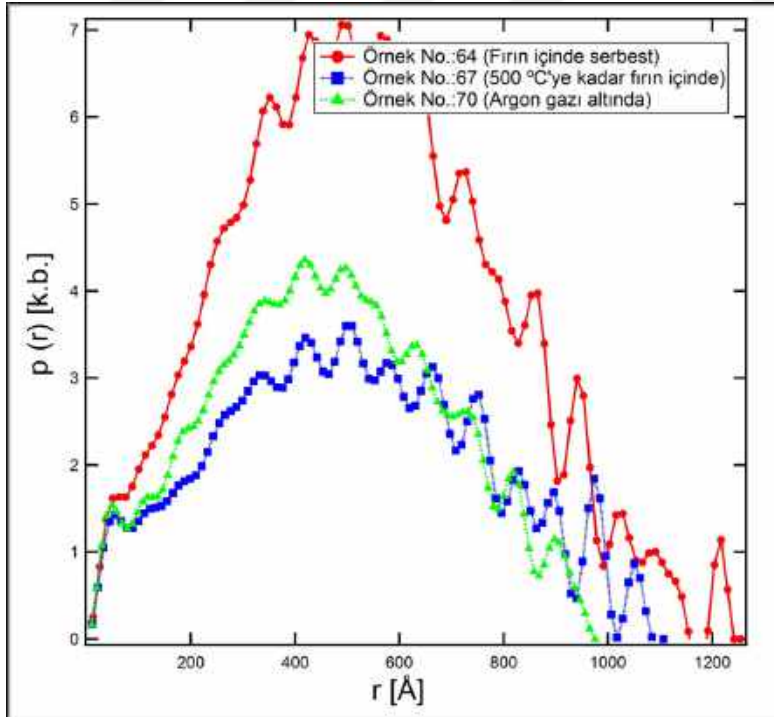
Şekil 7.57: Küme 3-2 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 45°.



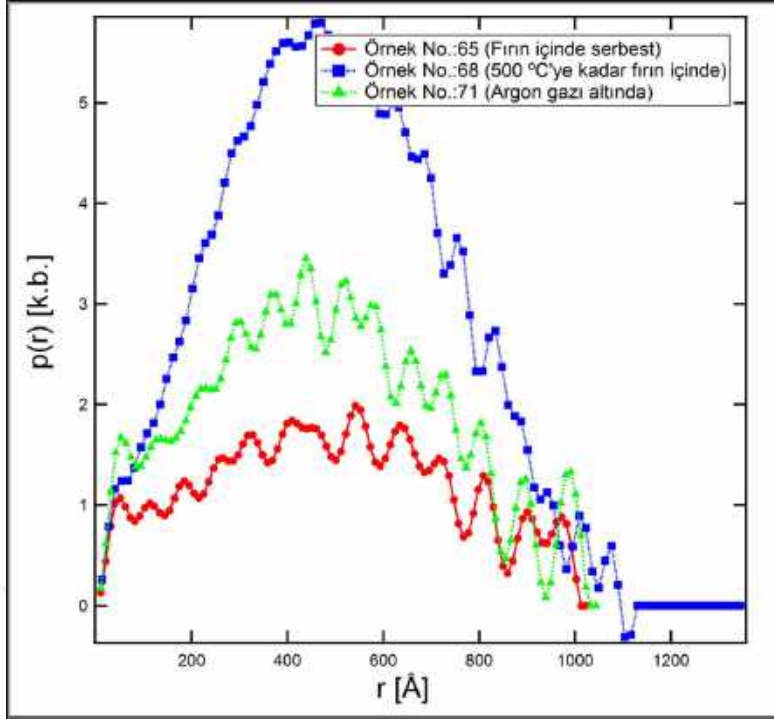
Şekil 7.58: Küme 3-3 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 90°.



Şekil 7.59: Küme 3-4 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 0°.



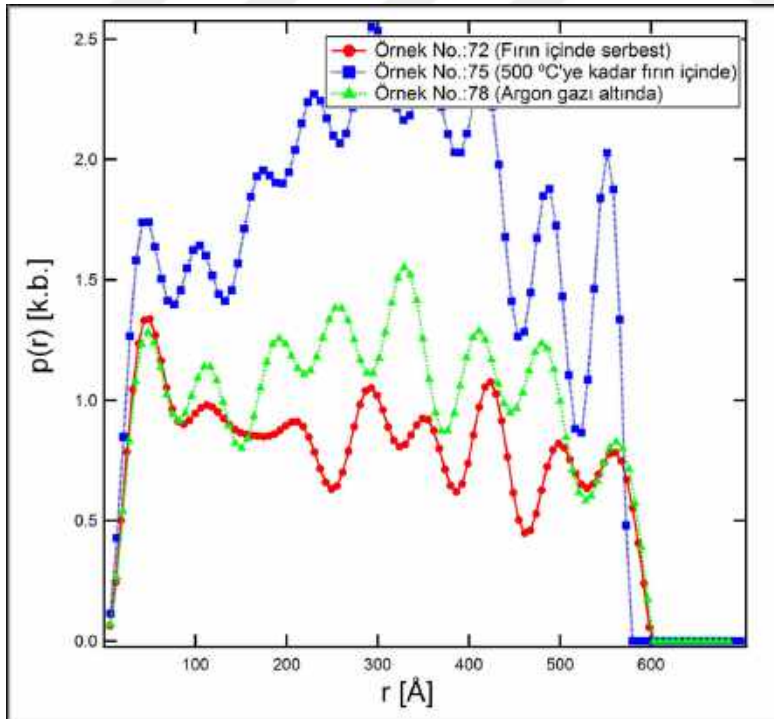
Şekil 7.60: Küme 3-5 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 45°.



#	Rg [Å]
65	391±2
68	460±7
71	381±6

#	Maks. [Å]
65	1022±7
68	1344±2
71	1042±11

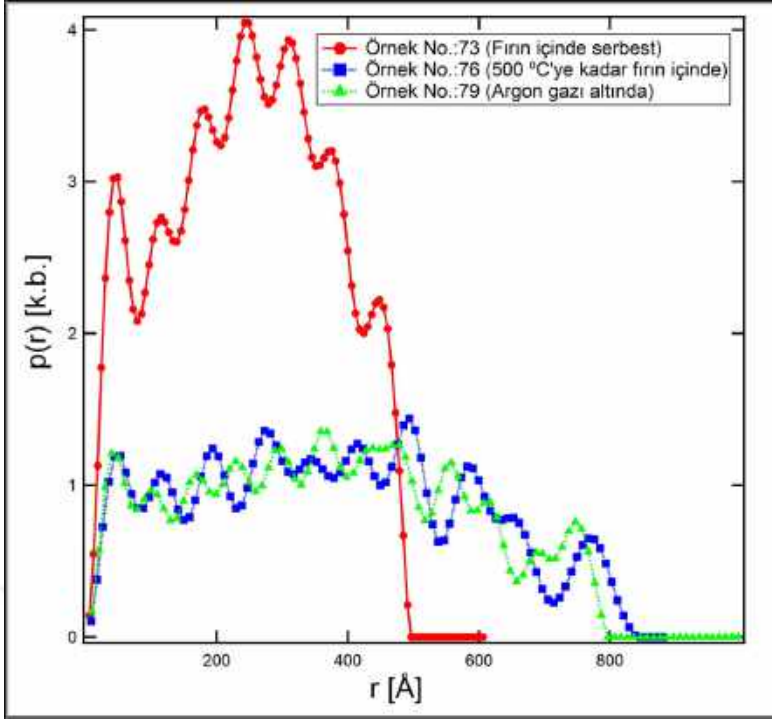
Şekil 7.61: Küme 3-6 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 90°.



#	Rg [Å]
72	239±3
75	282±1
78	267±1

#	Maks. [Å]
72	622±11
75	697±1
78	684±4

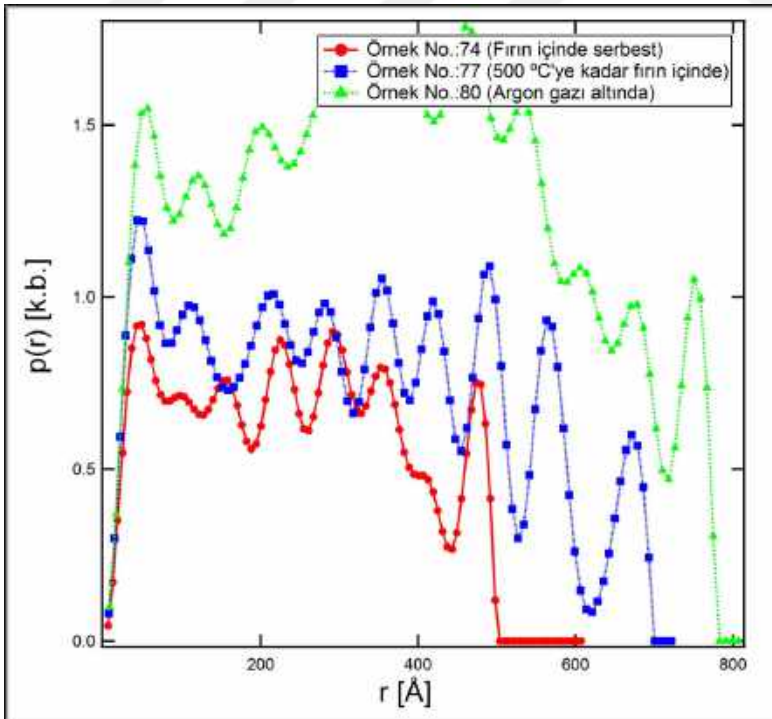
Şekil 7.62: Küme 3-7 uzaklık dağılım fonksiyonları. Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 0°.



#	Rg [Å]
73	239±1
76	319±5
79	374±1

#	Maks. [Å]
73	605±5
76	881±10
79	995±6

Şekil 7.63: Küme 3-8 uzaklık dağılım fonksiyonlar . Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 45°.



#	Rg [Å]
74	236±1
77	263±1
80	307±2

#	Maks. [Å]
74	606±1
77	721±2
80	806±2

Şekil 7.64: Küme 3-9 uzaklık dağılım fonksiyonlar . Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 90°.

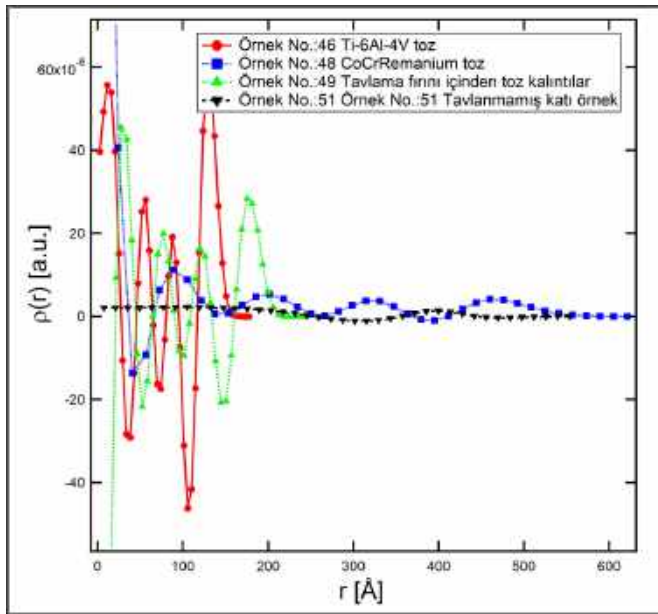
7.5.2. Elektron Yoğunluk Dağılımı

Örneklerin uzaklık dağılım fonksiyonları kullanılarak elde edilmiş elektron yoğunluk dağılımları ve yine uzaklık dağılım fonksiyonlarına karşılık gelen DAMMIN çıktıları (residü kürelerinden oluşmuş en muhtemel 3D yapı model) bu bölümde verilmiştir. Hem elektron yoğunluk dağılımı, hem de yapı model gerçek uzayda olduğundan incelenen örneklerin yapısı hakkında doğrudan bilgi vermektedir.

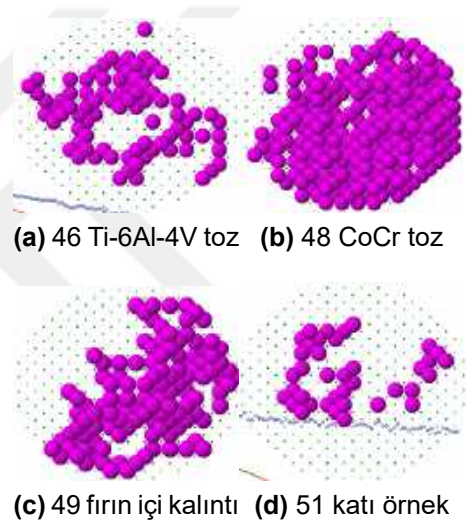
Elektron yoğunluk dağılımı grafiklerinin elde edildiği DECON isimli yazılım [47] belirli bir ilk değerden başlayıp, yakınsama algoritmalarıyla, gerçek değerleri bulmaya yaradığından bu programda SAXS profillerinin (Guinier bölgeleri gibi) ilk incelemelerinden elde edilen öncü bulgular başlangıç değeri olarak kullanılmaktadır. Yine aynı şekilde DAMMIN isimli yazılım da, uzaklık dağılım fonksiyonuna karşılık gelen yapı modelini belirlerken benzer yakınsama algoritmaları kullanılmaktadır. Bu algoritmalar genellikle yerel minimumlardan birisini tespit ettiğinde durmakta, daha fazla yakınsayan başka bir minimum varsa bile onu aramamaktadır. Bu sebeple bu programların çıktıları alınırken uygulanan süreç pek çok kez tekrarlanarak, sonuçların güvenilirliği artırılmıştır. Ayrıca DAMMIN çıktıları her örnek için ayrı ayrı hesaplanmıştır. Dolayısıyla bu bulgular farklı büyütme oranında çekilmiş fotoğraflar gibi, boyut olarak birbirleriyle kıyaslanamazlar. Sadece şekil olarak kıyaslanmak amacıyla üretilmişlerdir.

Toz Ham Madde

Şekil 7.65’de toz ham maddelerle, tavlama fırını içinden alınan toz kalıntılara ve bir adet tavlınmamış katı örneğe ait elektron yoğunluk dağılımları karşılaştırılmıştır. DAMMIN çıktıları Şekil 7.66’da verilmiştir. 49 no.lu örneğin diğer toz örneklerle göre daha küçük şiddette elektron yoğunluğu değişimleri ile daha geniş bir mesafeye yayıldığı görülmektedir. Bu uzaklık dağılım fonksiyonlarını inceleyerek önerdiğimiz 46 ve 48 no.lu tozların daha büyük taneciklerden oluştuğu modelini destekler. Yine katı örneğin tozlarla kıyaslanamayacak kadar az nano oluşum içerdiği görülmektedir. DAMMIN çıktıları incelendiğinde elektron yoğunluk dağılımı grafikleri destekler nitelikte olduğu görülmektedir. 49 no.lu örnek küreye yakın sonuç vermişken diğer toz örneklerde şekil bozulmuştur.



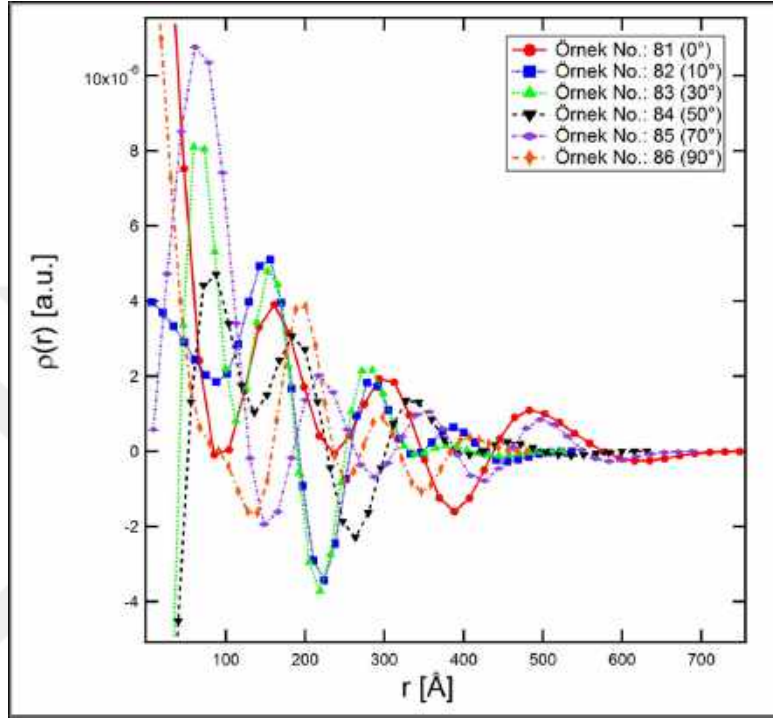
Şekil 7.65: Üretim öncesi toz ham madde örnekleri için ve üretim sonrası katı örnek için elektron yoğunluk dağılımı.



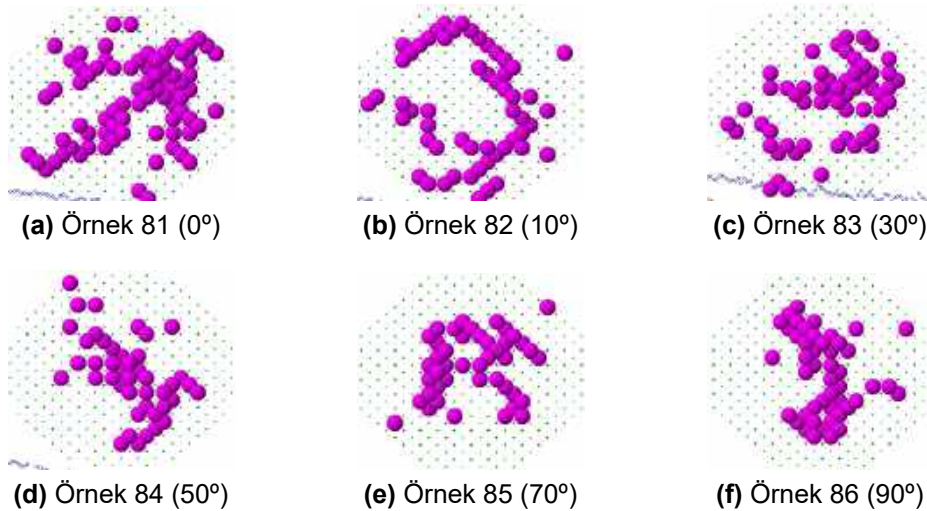
Şekil 7.66: Toz ham madde DAMMIN çıktıları.

Küme 1 (Açılarına Göre)

Üretim açılarının göre karşılaştırma yapılmış olan küme 1'e ait elektron yoğunluk dağılımı grafikleri Şekil 7.67'de ve DAMMIN çıktıları Şekil 7.68'de verilmiştir. Elektron yoğunluk dağılımlarına göre farklı üretim açıları için yapısal değişiklik görülmemekle DAMMIN çıktılarına göre açı büyüdükçe nano oluşum sayısında azalma olduğu söylenebilir.



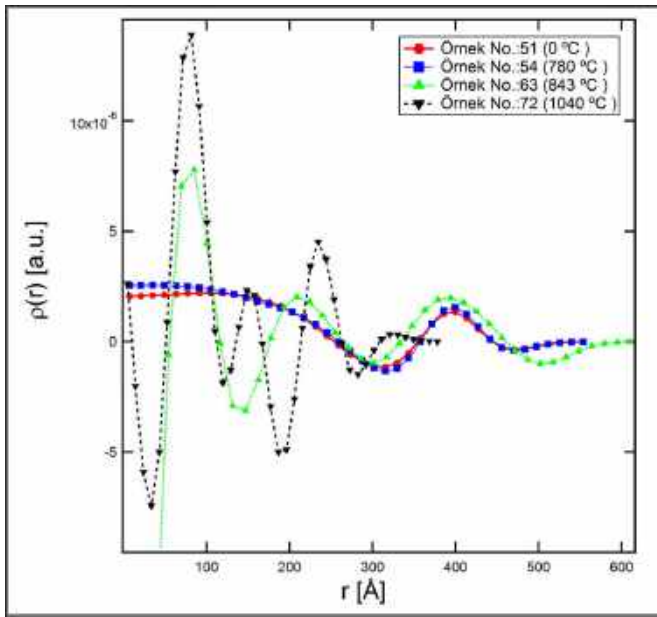
Şekil 7.67: Küme 1-1 elektron yoğunluk dağılımı. 843 °C'de tavlama. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma.



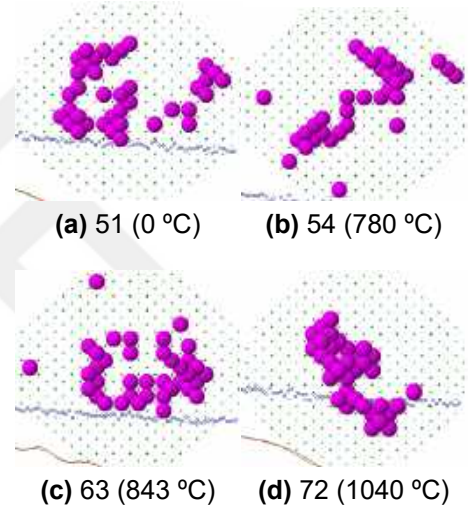
Şekil 7.68: Küme 1-1 DAMMIN çıktıları. 843 °C'de tavlama. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma.

Küme 2 (Tavlama Sıcaklıklarına Göre)

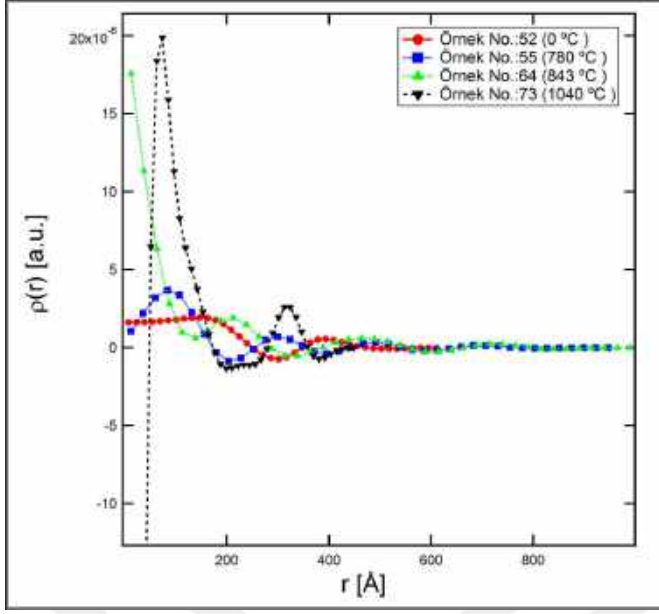
Tavlama sıcaklıklarına göre karşılaştırma yapılmış olan küme 2'ye ait elektron yoğunluk dağılımları ve DAMMIN çıktıları Şekil 7.69 - Şekil 7.86 arası şekillerde verilmiştir. Elektron yoğunluk dağılımı grafikleri incelendiğinde genel olarak 843 °C'de tavllanmış örneklerin nano oluşumlarının daha düzenli olduğu görülmektedir. 780 °C'de tavllanmış örneklerde de düzen mevcuttur. Tavlılmamış ve 1040 °C'de tavllanmış örnekler daha düzensizdir. DAMMIN çıktılarında residü küreciklerin sayısı çok ve dağınık olan örnekler hakkında nano oluşum sayıları çoktur ve homojen olarak dağılmıştır yorumu yapılabilir. Bu durum genellikle 843 °C'de tavllanmış örneklerde görülmektedir.



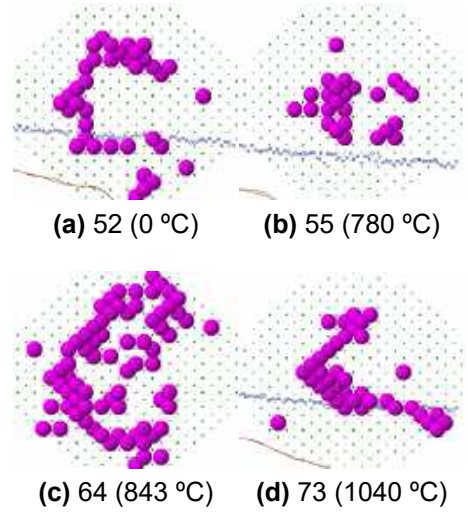
Şekil 7.69: Küme 2-1 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 0°.



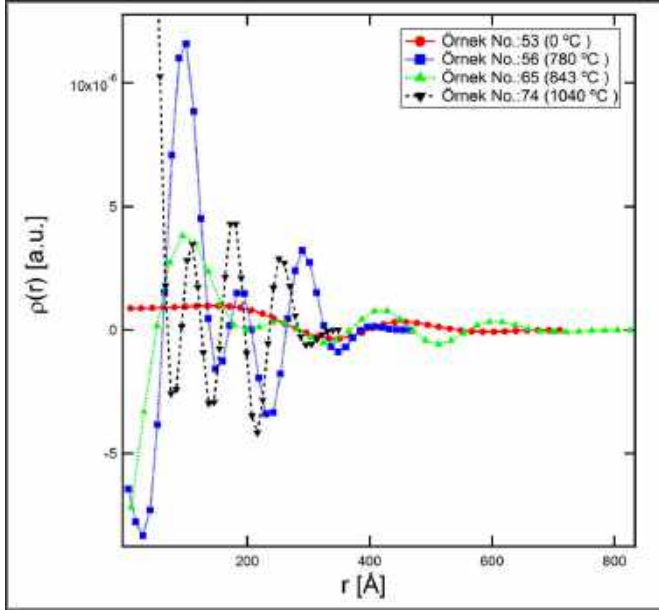
Şekil 7.70: Küme 2-1 DAMMIN çıktıları.



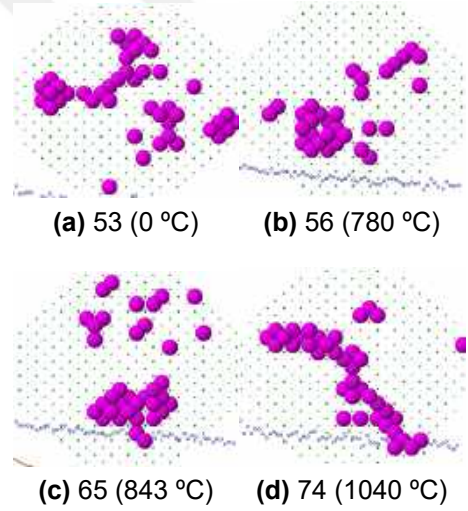
Şekil 7.71: Küme 2-2 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 45°.



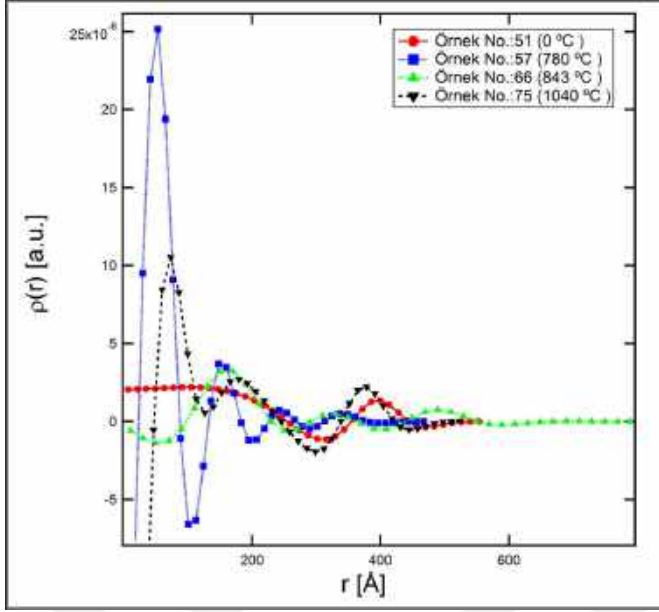
Şekil 7.72: Küme 2-2 DAMMIN çıktıları.



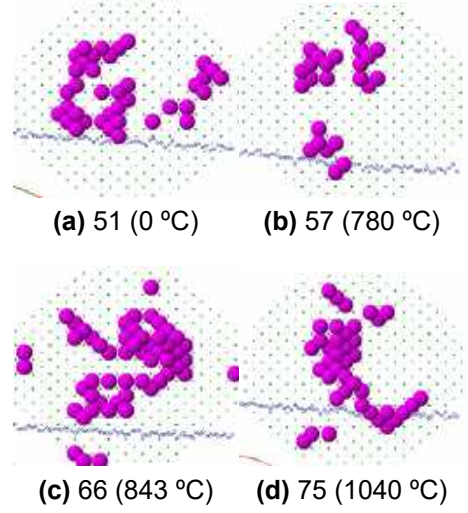
Şekil 7.73: Küme 2-3 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde serbest soğutma. Üretim açısı 90°.



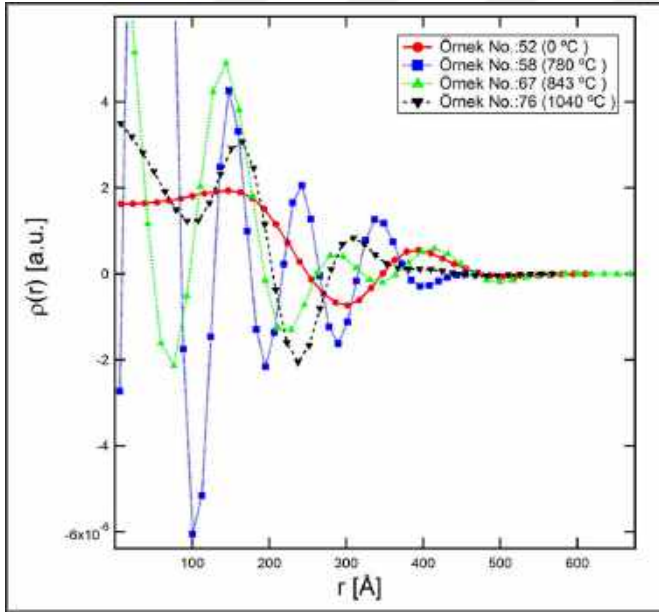
Şekil 7.74: Küme 2-3 DAMMIN çıktıları.



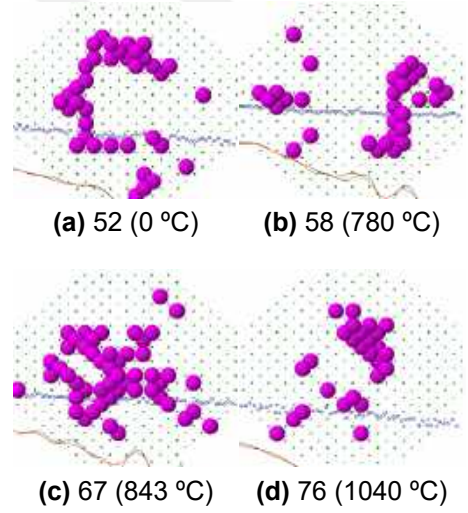
Şekil 7.75: Küme 2-4 elektron yoğunluk dağılımı. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 0°.



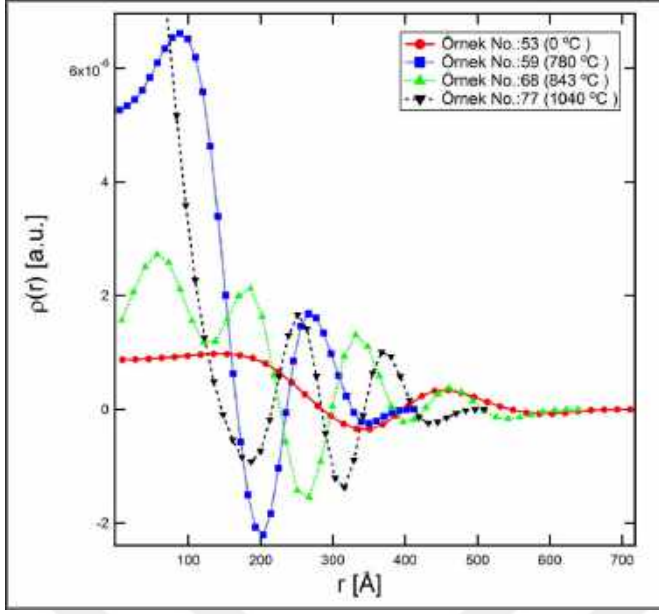
Şekil 7.76: Küme 2-4 DAMMIN çıktıları.



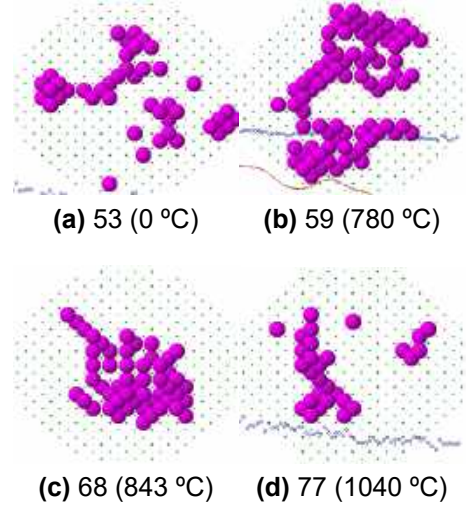
Şekil 7.77: Küme 2-5 elektron yoğunluk dağılımı. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 45°.



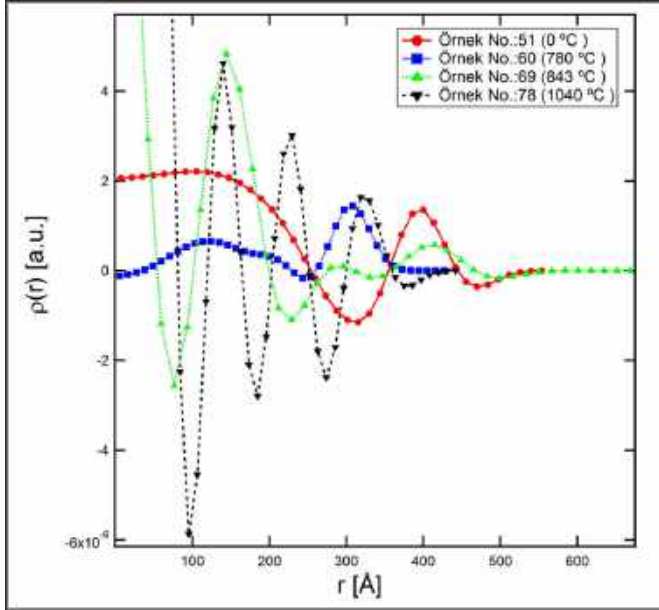
Şekil 7.78: Küme 2-5 DAMMIN çıktıları.



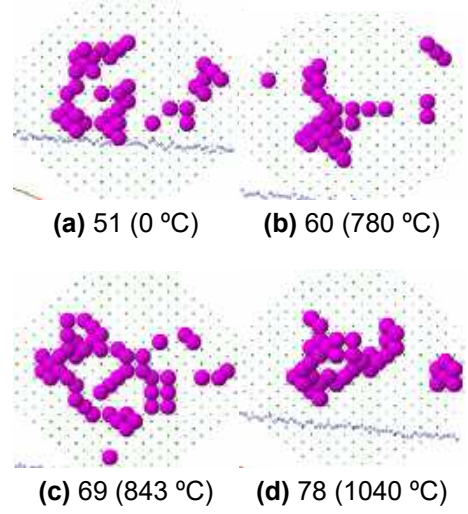
Şekil 7.79: Küme 2-6 elektron yoğunluk dağılımı. 500 °C'ye kadar fırın içinde serbest bırakma ve ardından fırın dışında soğutma. Üretim açısı 90°.



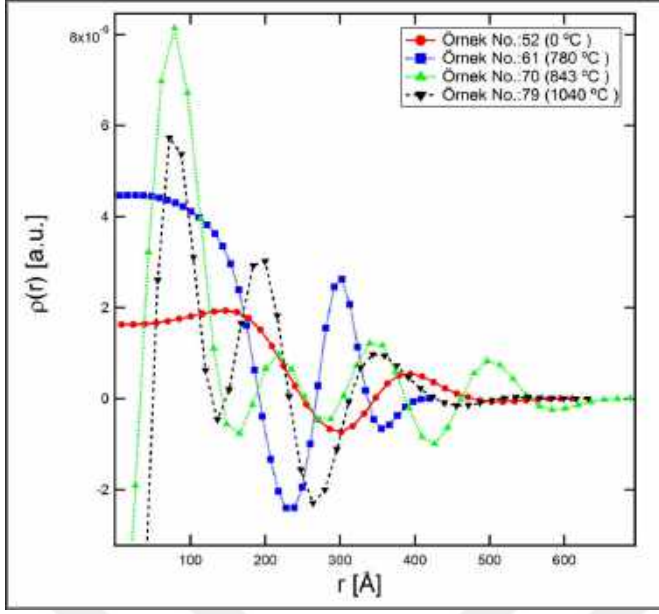
Şekil 7.80: Küme 2-6 DAMMIN çıktıları.



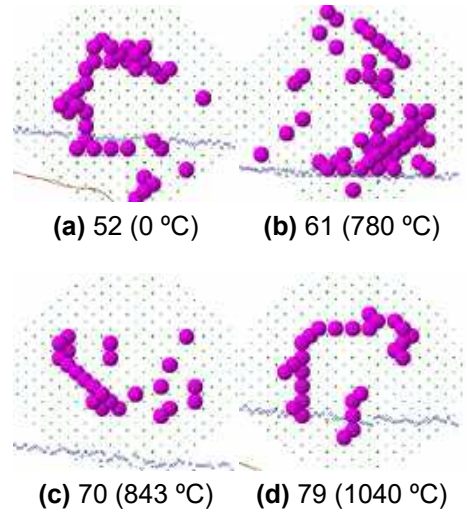
Şekil 7.81: Küme 2-7 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 0°.



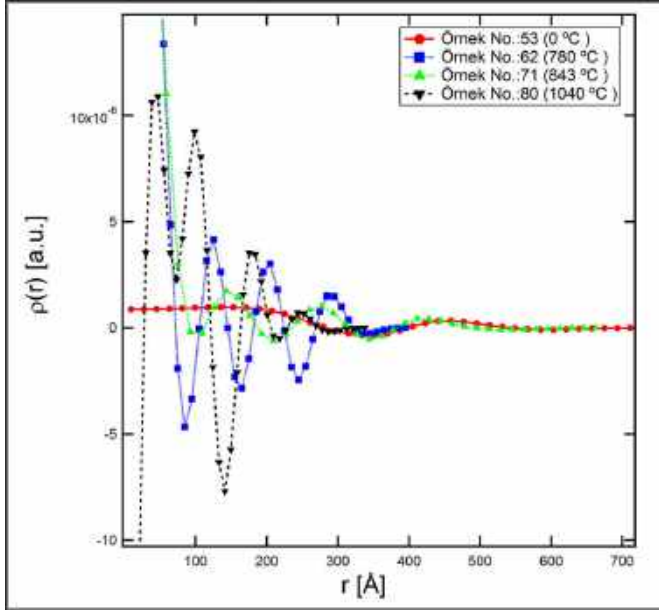
Şekil 7.82: Küme 2-7 DAMMIN çıktıları.



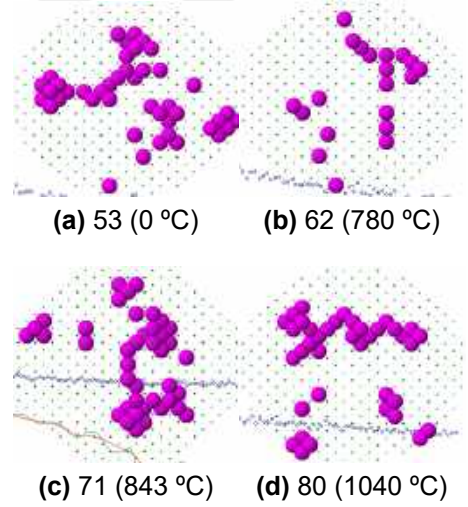
Şekil 7.83: Küme 2-8 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 45°.



Şekil 7.84: Küme 2-8 DAMMIN çıktıları.



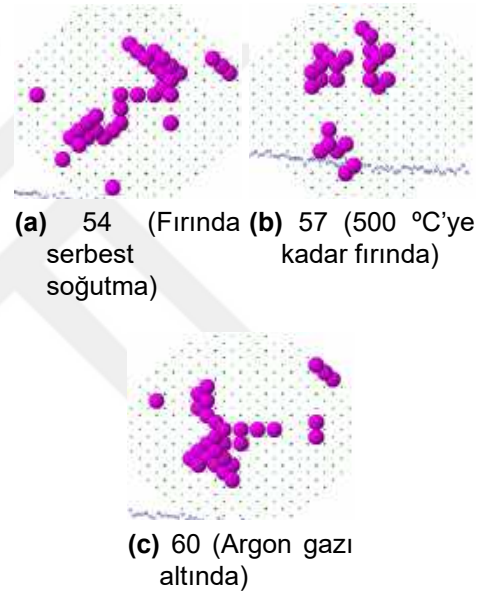
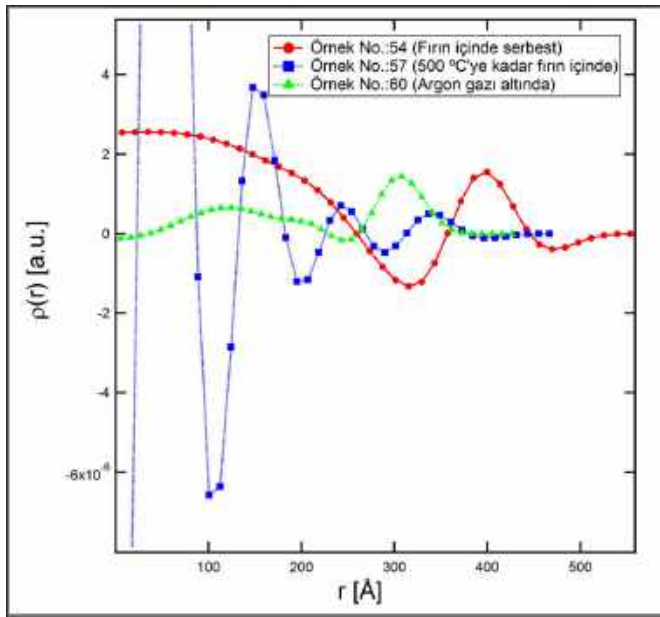
Şekil 7.85: Küme 2-9 elektron yoğunluk dağılımı. Fırın içinde argon gazı altında soğutma. Üretim açısı 90°.



Şekil 7.86: Küme 2-9 DAMMIN çıktıları.

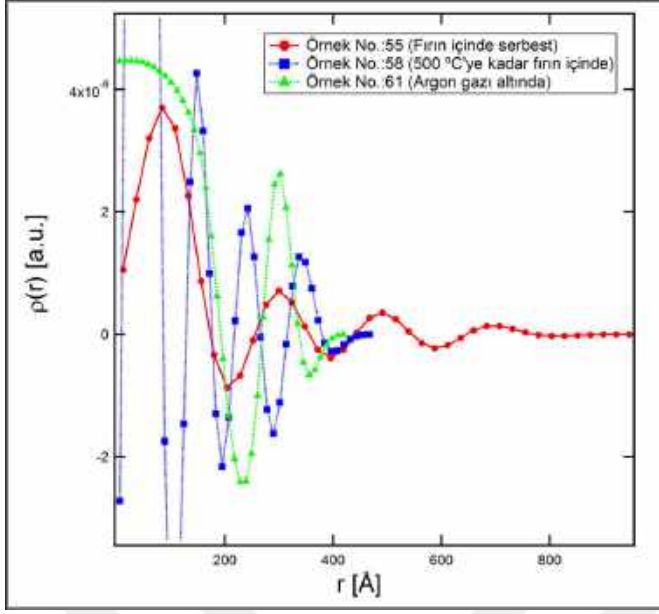
Küme 3 (Soğutma Yöntemine Göre)

Soğutma tekniklerine göre karşılaştırma yapılmış olan küme 3'e ait elektron yoğunluk dağılımları ve DAMMIN çıktıları incelendiğinde argon gazı altında soğutulmuş örneklerdeki nano oluşumların daha homojen olarak dağıldığı görülmektedir. Bunun en bariz şekilde anlaşılabilirdiği şekiller küme 3-3, küme 3-5 ve küme 3-9'a ait şekillerdir. Örneğin Şekil 7.91'de 62 no.'lu örneğe ait grafik periyodik ve birbirine eş genlikte tepelerden oluşmaktadır. Bu örneğe ait DAMMIN çıktısı olan Şekil 7.92c'de ise birbirine uzak yerleşmiş küçük oluşumlar görülmektedir. Aynı olgu Şekil 7.95 ve Şekil 7.103'deki elektron yoğunluk dağılımlarında ve Şekil 7.96c ve Şekil 7.104c'deki DAMMIN çıktıları da görülebilir.

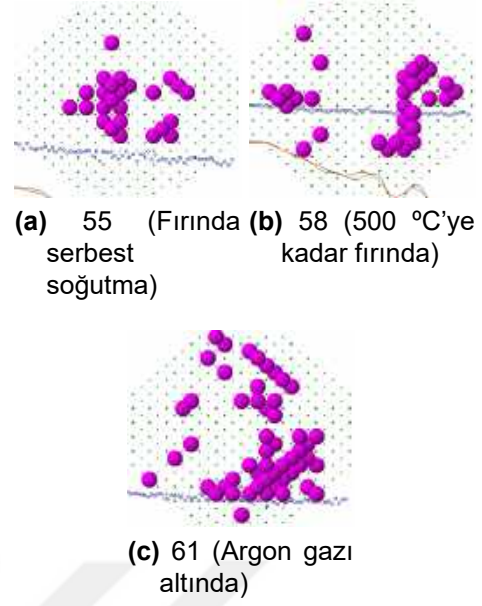


Şekil 7.87: Küme 3-1 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 0°.

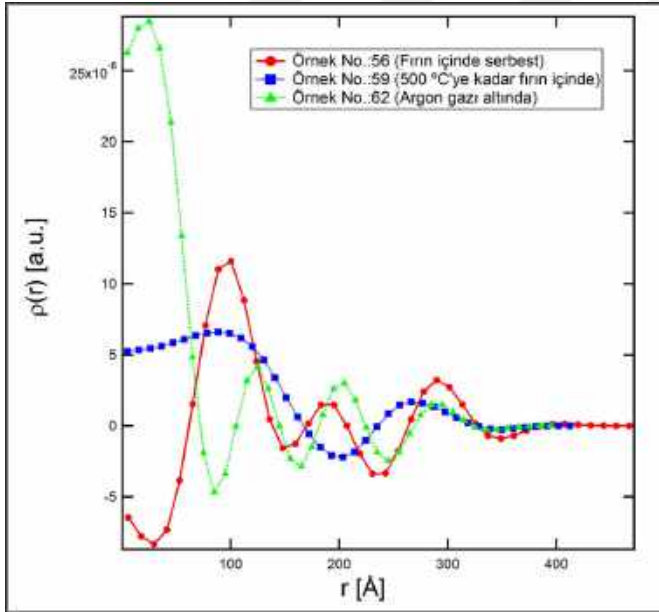
Şekil 7.88: Küme 3-1 DAMMIN çıktıları.



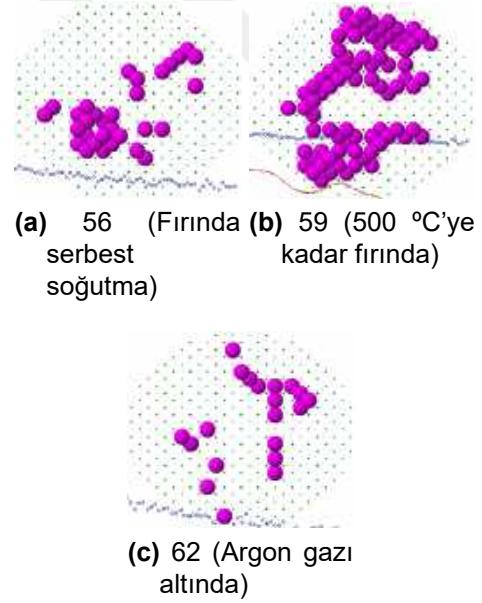
Şekil 7.89: Küme 3-2 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 45°.



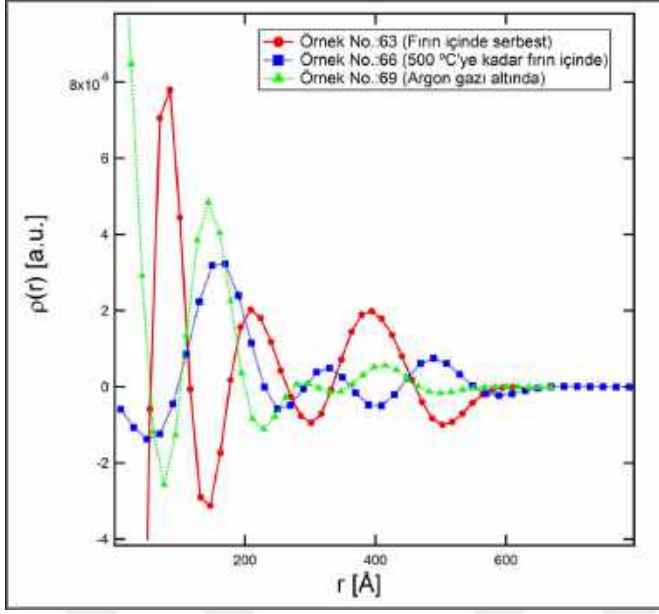
Şekil 7.90: Küme 3-2 DAMMIN çıktıları.



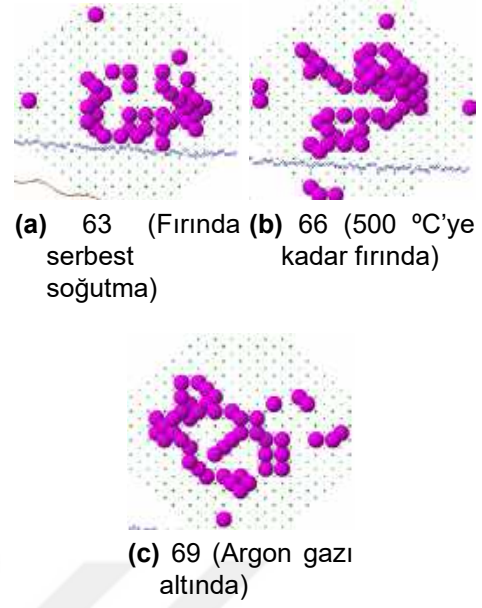
Şekil 7.91: Küme 3-3 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 780 °C. Üretim açısı 90°.



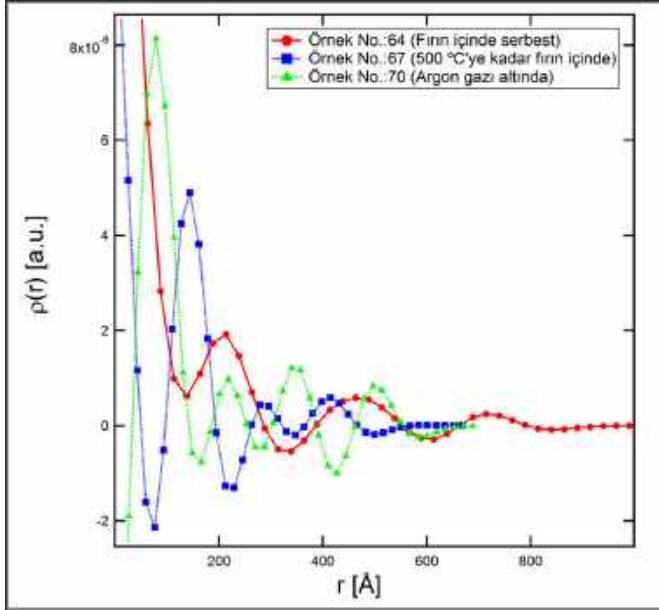
Şekil 7.92: Küme 3-3 DAMMIN çıktıları.



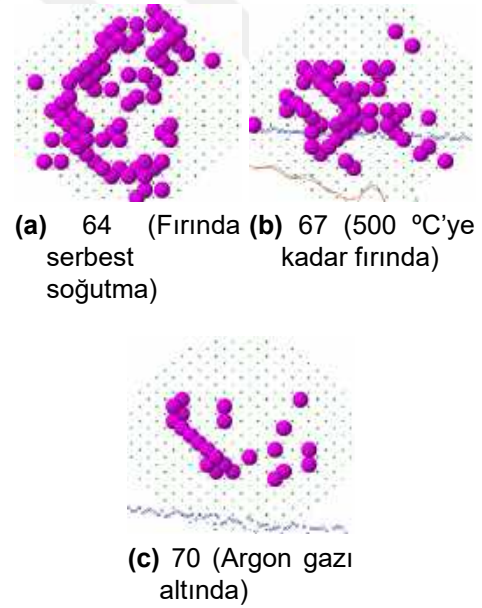
Şekil 7.93: Küme 3-4 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 0°.



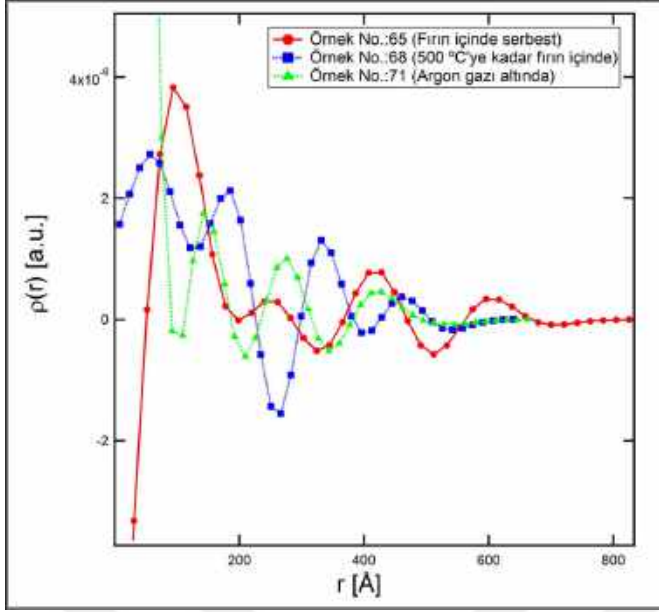
Şekil 7.94: Küme 3-4 DAMMIN çıktıları.



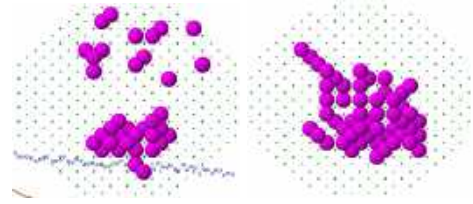
Şekil 7.95: Küme 3-5 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 45°.



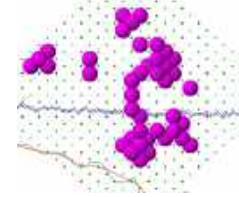
Şekil 7.96: Küme 3-5 DAMMIN çıktıları.



Şekil 7.97: Küme 3-6 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 843 °C. Üretim açısı 90°.

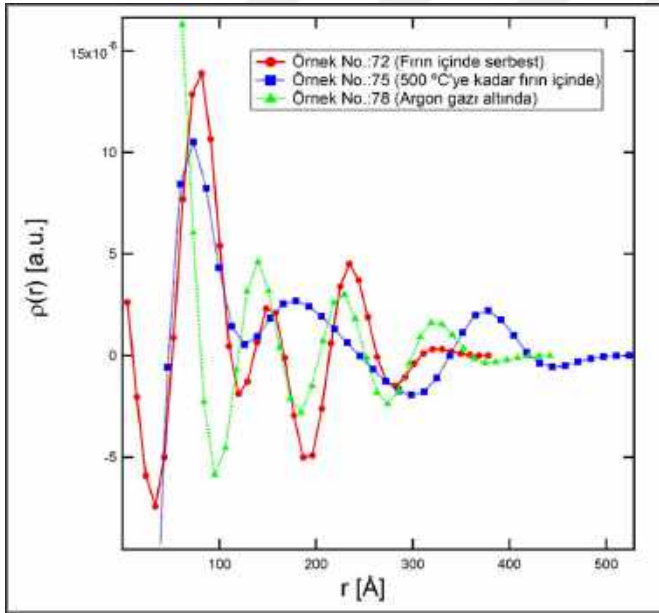


(a) 65 (Fırında serbest soğutma) **(b)** 68 (500 °C'ye kadar fırında)

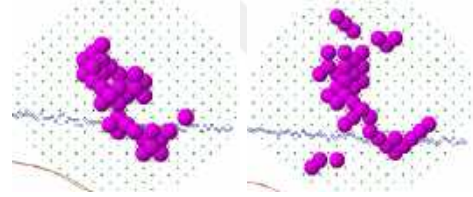


(c) 71 (Argon gazı altında)

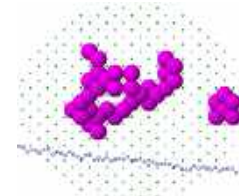
Şekil 7.98: Küme 3-6 DAMMIN çıktıları.



Şekil 7.99: Küme 3-7 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 0°.

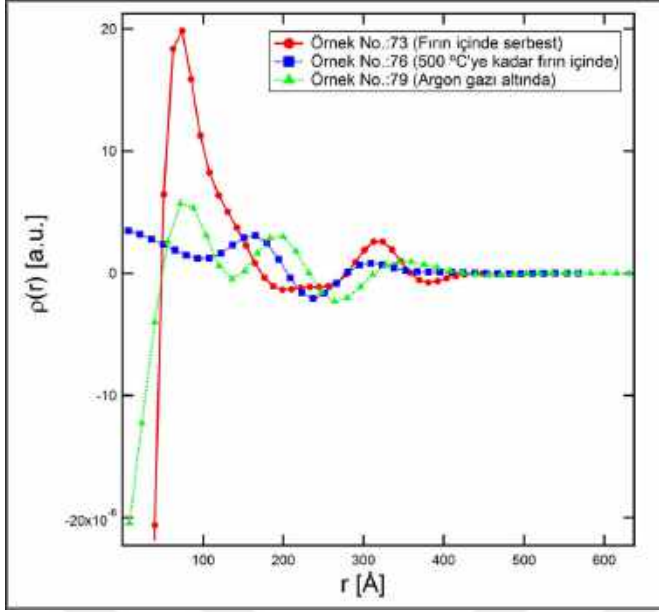


(a) 72 (Fırında serbest soğutma) **(b)** 75 (500 °C'ye kadar fırında)

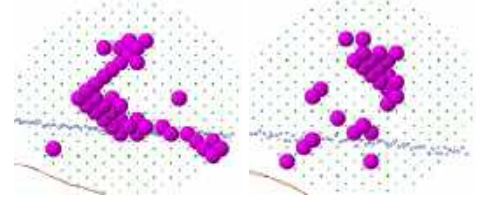


(c) 78 (Argon gazı altında)

Şekil 7.100: Küme 3-7 DAMMIN çıktıları.



Şekil 7.101: Kümü 3-8 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 45°.

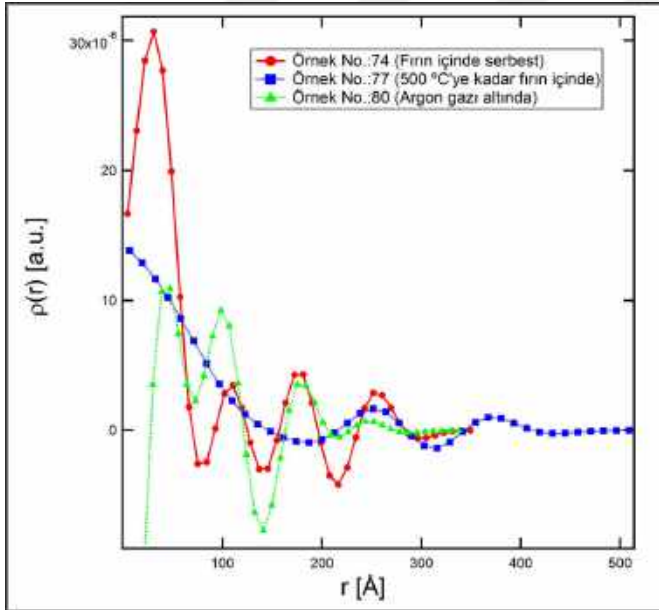


(a) 73 (Fırında serbest soğutma) **(b)** 76 (500 °C'ye kadar fırında)

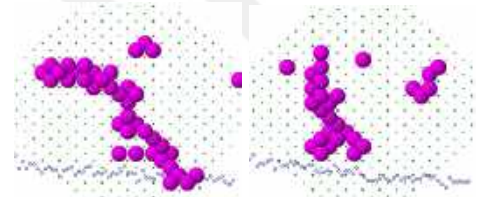


(c) 79 (Argon gazı altında)

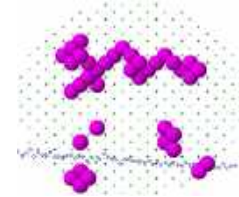
Şekil 7.102: Kümü 3-8 DAMMIN çıktıları.



Şekil 7.103: Kümü 3-9 elektron yoğunluk dağılımı. Tavlama sıcaklığı 1040 °C. Üretim açısı 90°.



(a) 74 (Fırında serbest soğutma) **(b)** 77 (500 °C'ye kadar fırında)

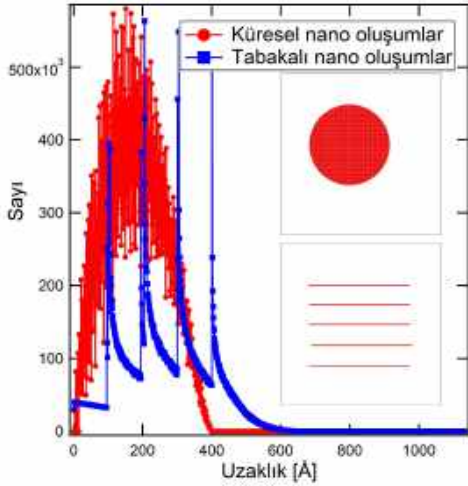


(c) 80 (Argon gazı altında)

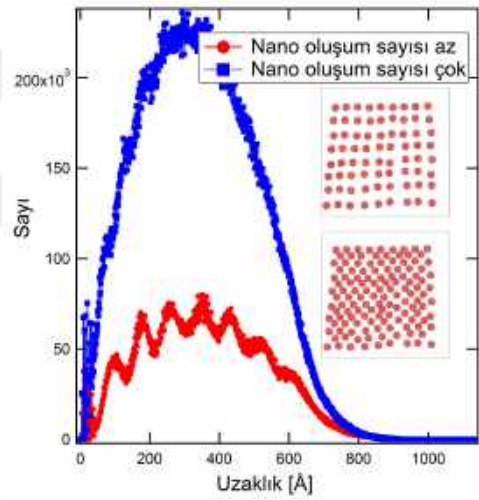
Şekil 7.104: Kümü 3-9 DAMMIN çıktıları.

7.5.3. Model

Örneklerin SAXS analizleri üzerinden elde edilen nitel bulgularda önerilen yapı modelinin doğruluğunu belirlemek için modele ait uzaklık dağılım fonksiyonlarının hesaplanması bu tez kapsamında yazılımı yapılan “PDDFCalculator” programı ile yapılmıştır. Şekil 7.105’de kolay anlaşılabilirlik açısından küresel yapı ve tabakalı yapıda nano oluşum için uzaklık dağılım fonksiyonları verilmiştir. Kürenin çapı 400 Å olarak seçilmiştir. Tabakalar ise birbirine 100 Å uzaklıkta yerleştirilmiştir. PDDFCalculator ile elde edilen uzaklık dağılım fonksiyonlarında küre için elde edilen fonksiyonun maksimum boyutunun 400 Å olduğu, tabakalı yapı için elde edilen fonksiyondaki pikler arası mesafenin 100 Å olduğu ölçülebilmektedir. Şekil 7.106’da ise, uzaklık dağılım fonksiyonlarının tepe değerleri kıyaslanarak iki farklı yapı içerisindeki nano oluşumların miktarı arasındaki farkın görülebileceği anlatılmıştır.

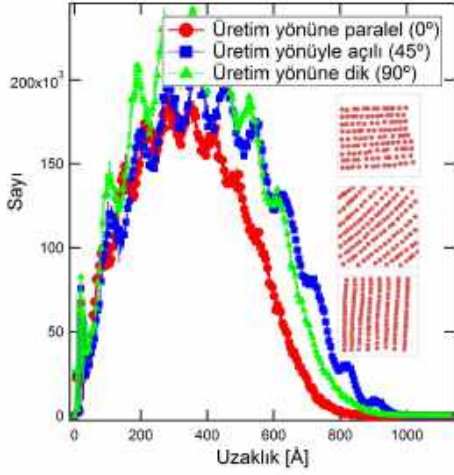


Şekil 7.105: Tabakalı model ve küresel model için uzaklık dağılım fonksiyonu.

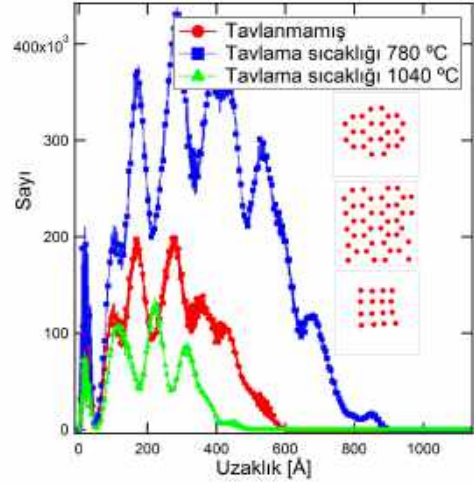


Şekil 7.106: Nano oluşum sayısının uzaklık dağılım fonksiyonuna etkisi.

Şekil 7.107’de küresel nano oluşumlardan oluşmuş tabakaların farklı açılar için uzaklık dağılım fonksiyonunun değişmediği anlatılmıştır. SLM yönteminde üretim, katman katman yapıldığı için tablada duruş açısı 0° olan örneklerin katmanlarının yatay, 90° olan örneklerin dikey olacağı düşünülerek bu örnek verilmiştir. Şekil 7.108’de ise tavlama sonucu Ti-6Al-4V örneklerde gerçekleşen faz dönüşümü modellenmiştir. 1040 °C tavllanmış örneklerde hegzagonal sıkı paket α fazından cisim merkezli kübik β fazına geçiş olacağı düşünülerek bu örnek verilmiştir. Uzaklık dağılım fonksiyonundan faz geçişi gözlenemez ancak maksimum tanecik boyutunun etkisi gösterilmiştir.

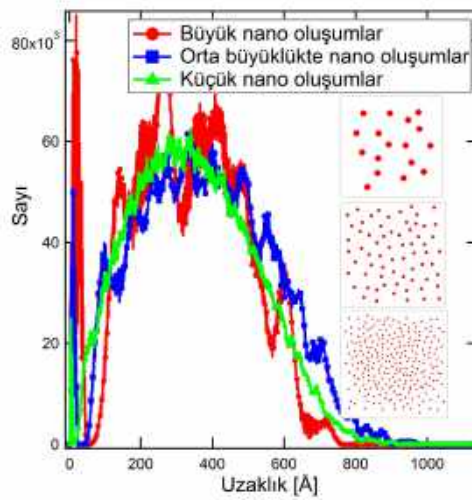


Şekil 7.107: Üretim açısının uzaklık dağılım fonksiyonuna etkisi.



Şekil 7.108: Maksimum uzunluğun uzaklık dağılım fonksiyonuna etkisi.

Şekil 7.109'da farklı soğutma tekniklerinin karşılaştırıldığı küme 3'e ait uzaklık dağılım fonksiyonlarında karşılaşılan bir fark anlatılmıştır. Şekilde sırasıyla 7497, 7571 ve 7366 adet noktadan oluşan 3 farklı yapı modeli verilmiştir. 1. modelde her bir dairesel birim 441 noktadan oluşmuşken, 2. modelde her birim 113 noktadan, 3. modelde ise 29 noktadan oluşmuştur. Her bir birim saçıcılığı yüksek bir bölge olarak düşünüldüğünde bu birimler ne kadar homojen olarak dağılmışlarsa uzaklık dağılım fonksiyonunun o kadar Gaussiyene benzediği görülmektedir. Modeller yaklaşık olarak aynı sayıda noktalardan oluşmasına rağmen öbikleşme arttığında uzaklık dağılım fonksiyonunda dalgalılık artmıştır.



Şekil 7.109: Nano oluşum boyutunun uzaklık dağılım fonksiyonuna etkisi.

8. SONUÇ VE TARTIŞMA

SLM yöntemi ile üretilmiş çok sayıda Ti-6Al-4V implant örneklerinin SAXS, SEM ve XRD yöntemleri kullanılarak karakterizasyonları yapılmıştır. Ölçüm ve analizler sonucunda önemli olduğu öngörülen pek çok bulgu elde edilmiştir. Sonuçların yorumlanması ve benzer çalışmalarda elde edilen bulgularla karşılaştırılması kümelere göre, başlıklar halinde toparlanmıştır.

8.1. Toz ham maddeler

Ti-6Al-4V toz ham madde ve katı örneğe ait SAXS analizleri karşılaştırıldığında aradaki fark SLM yöntemiyle üretilmiş ürünlerdeki nano skalayı kapsayan aralıktaki yapısal değişimlerin varlığını göstermektedir. CoCr ve Ti-6Al-4V toz ham madde karşılaştırıldığında, CoCr ham maddenin daha küçük nano oluşumlar içerdiği ve bu oluşumların daha homojen olarak yapıya dağıldığı (yani örneğin monodispers dağılıma sahip olduğu) söylenebilir.

Ti-6Al-4V toz ham madde, CoCr toz ham madde ve tavlama fırını içinden alınmış toz kalıntılarının XRD sonuçları karşılaştırıldığında, toz kalıntılara ait XRD deseninde CoCr ve Ti-6Al-4V piklerine doğrudan rastlanmamış olması, fırın içerisinde titanyum veya kobalt kirliliği olmadığına kesin olarak kanıt değildir. Katı örneğe ait EDX sonucunda kobalt ve krom izine rastlanmış olması, fırın içinde farklı zamanlarda da olsa, farklı alaşımlar tavlama sonucu kirlilik oluşma ihtimalinin her zaman bulunduğu bir göstergesidir. Bu nedenle fırın temizliğine her zaman dikkat edilmelidir.

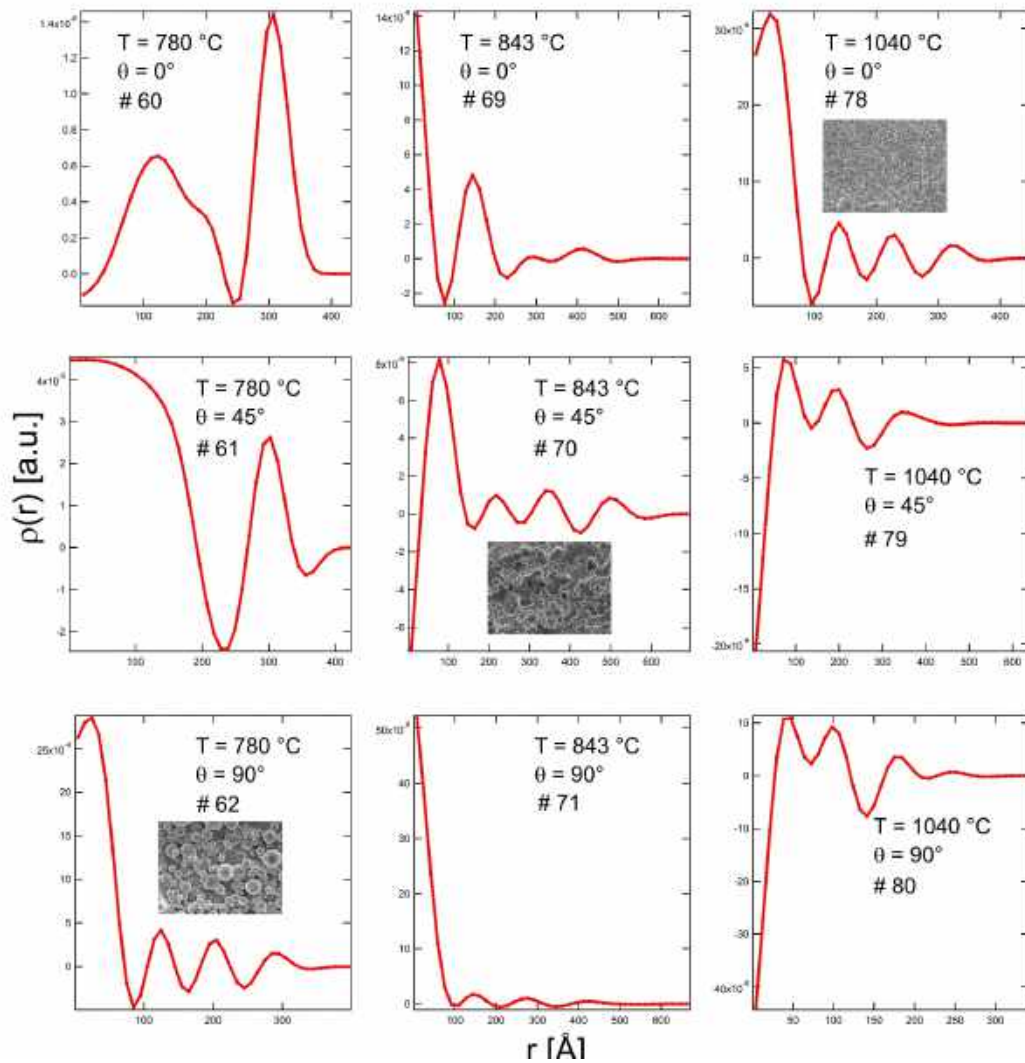
8.2. Üretim Açısının Yapıya Etkisi

Şekil 7.46'da görüldüğü üzere farklı açılarda üretilmiş ürünlerin uzaklık dağılım fonksiyonları da farklı olmuştur. Tabloda dikey olarak üretilen yani duruş açısı 0° olan 81 no.'lu örneğin uzaklık dağılım fonksiyonunun şiddetinin yüksek olması bu örnek içerisindeki nano-oluşumların sayısının fazla olduğunu ve elektron yoğunluğu açısından daha yoğun bir ürün olduğunu göstermektedir. Diğer örneklerde genel olarak açı büyüdükçe şiddetin azaldığı görülmektedir. Bu durumda yapının düzensiz dağılmış, farklı boyutta, daha gözenekli bir yapı olduğu söylenebilir.

Wu ve arkadaşları tarafından yapılmış çalışmada SLM yöntemiyle üretilmiş Ti-6Al-4V örneklerde sıcak dengeli baskılamanın (Hot Isostatic Pressing - HIP) etkisi incelenmiştir [53]. İlgili çalışmada elde edilen bulgulara göre yatay olarak üretilmiş ($\theta = 90^\circ$) örneklerin çapraz kırılma mukavemeti (transverse rupture strength) dikey üretilmiş ($\theta = 0^\circ$) olanlardan daha yüksek olduğudur.

Zhao ve arkadaşları tarafından 2015 yılında SLM yöntemiyle ve Elektron Demeti Ergitme (EBM) yöntemiyle üretilmiş Ti-6Al-4V implant örneklerin yapı özellik karşılaştırılması yapılmıştır [54]. Çalışmada her iki yöntemle de üretim sonucunda elde edilen örneklerden dikey olarak üretilmiş örneklerin çekme direncinin daha fazla olduğu, dikey örneklerin daha sünek olduğu tespit edilmiştir.

Bir diğer güncel çalışma Cain ve arkadaşları tarafından yapılmış ve bu çalışmada SLM yöntemiyle üretilmiş Ti-6Al-4V örneklerin çatlak yayılması ve kırılma dayanımları incelenmiştir [55]. Çalışmada çatlak yayılmalarının üretim yönüne dik gerçekleştiği tespit edilmiştir.



Şekil 8.1: Argon gazı altında soğutulmuş örneklere ait elektron yoğunluk dağılımları ve en iyi dağılımlara sahip olanlar için SEM görüntüleri.

Sonuç olarak gelecek yükün yönelimi biliniyorsa ürünün tablada duruş açısı buna göre ayarlanabilir. Eğer hazırlanan ürün bükülmelere maruz kalacak bir ürün olacak

ise yatay olarak üretmek, çekmeye maruz kalacak ise dikey olarak üretmek daha doğru olacaktır. Sonuçlarımız güncel literatür doğrultusunda yorumlanacak olursa SLM yönteminde üretilen ürünlerin anizotropik olduğu, bu yüzden ürünlerin tablada duruş açısının kristalin yapı ve dolayısıyla mekanik özellikler açısından etkili olduğu anlaşılmıştır.

Şekil 8.1'de argon gazı altın soğutulmuş implantlar, tavlama sıcaklıklarına ve üretim açılarına göre karşılaştırıldığında, SEM görüntüleri verilen grafiklerden anlaşıldığı üzere, tavlama sıcaklığı arttıkça üretim açısının küçülmesiyle daha homojen implant üretiminin yapıldığı söylenebilir. Elektron yoğunluğu değişimleri incelendiğinde periyodik uzaklık dağılımlarıyla yerleşmiş nano globüllerin yapıda var olduğu belirlenmektedir. Bu nano globüllerin ortalama uzaklıkları, artan sıcaklığa göre (62, 70 ve 78 kodlu örnekler için) 8,0 ; 13,9 ve 8,9 nm olarak ölçülmüştür. Ölçülen uzaklıklarda sıcaklığa bağlı lineer bir değişim olmamasına rağmen, 70 kodlu (843 °C, 45°) implantın yapısında elektron yoğunluğu dalgalanmaları daha az olduğu için, bu örnekte gözenek oluşumunun en az olduğu bulgusu rahatlıkla ifade edilebilir.

8.3. Tavlama Sıcaklığının Yapıya Etkisi

Küme-2'ye ait uzaklık dağılım fonksiyonları ve elektron yoğunluk dağılımları incelendiğinde tavlama sıcaklığı ile birlikte gerçekleşen yapısal değişiklik görülmüştür. Faz dönüşümünün gerçekleştiği 1040 °C'de etkinin tersine döndüğü görülmüştür.

Li ve arkadaşları tarafından yürütülmüş çalışmada eklemeli yöntemlerle üretilmiş Ti-6Al-4V örneklerin metal yorgunluğu dayanımlarını artırmak için yapılabilecek işlemler tespit edilmeye çalışılmıştır. Buna göre üretim sonrası yapılan ısıl işlemler iç gerilmeleri serbest bırakarak dayanıklılığı artırmaktadır [56].

Leuders ve arkadaşları tarafından yürütülmüş çalışmada SLM yöntemiyle üretilmiş Ti-6Al-4V örneklerde yorulma davranışı ve çatlak yayılımı incelenmiştir. Çalışmaya göre ısıl işlemlerle iç gerilmelerin ve gözeneklerin kontrolü sağlanabilmektedir [57].

Tablada duruş açısının etkilerinin çalışıldığı Cain ve arkadaşları tarafından yürütülmüş çalışmada üretim sonrası ısıl işlemlerin anizotropi etkisini azalttığı, metal yorgunluğu dayanımını artırdığı tespit edilmiştir [55].

SLM yönteminde lazer tarama hızını artırmanın ürün içerisindeki gözeneklere etkisinin çalışıldığı Kasperovich ve arkadaşları tarafından yürütülmüş çalışmada üretim sonrasında HIP yöntemiyle bu gözeneklerin giderilebildiği gösterilmiştir [15].

Üretim sırasında oluşan gözenekler içerisinde Wu ve arkadaşları tarafından yürütülmüş çalışmada lazer değmemiş toz tanecikleri bulunduğu ve bunların çatlak oluşumu için başlangıç noktası teşkil ettiği gösterilmiştir. Aynı çalışmada HIP yöntemiyle bu gözeneklerin azaltıldığı dolayısıyla darbe dayanımının arttığı, çatlak dayanımının arttığı ve ayrıca anizotropinin azaltıldığı gösterilmiştir [53].

Sonuç olarak, Ti-6Al-4V alaşım implantların mekanik özelliklerini geliştirmek için tavlama gereklidir. Bununla birlikte β geçiş sıcaklığının üstüne çıkmadan tavlamanın yapılması gereklidir. 843 °C'de hazırlanan örneklerin nano skalada iç morfolojilerinin soğutma yöntemleri değiştirilse bile diğer tavlama sıcaklıklarında üretilenlere kıyasla çok daha iyi olduğu sonucuna ulaşılmıştır. 843 °C'de tavlanan örnekler üzerine farklı soğutma işlemlerinin etkisi yorumlanacak olursa, yine 45°'de üretilen ve argon gazı ile soğutulan implantların uzaklık dağılım fonksiyonlarının daha uniform yapıya işaret ettiği Şekil 7.59 - Şekil 7.61'den anlaşılabilir. Bu sonuçlar literatür doğrultusunda yorumlanırsa SLM yöntemiyle üretilmiş ürünleri üretim sonrası tavlamanın iç gerilmeleri serbest bıraktığı, üretim sırasında oluşan boşlukları azalttığı söylenebilir.

8.4. Soğutma Tekniğinin Yapıya Etkisi

Küme-3'e ait uzaklık dağılım fonksiyonları ve elektron yoğunluk dağılımları incelendiğinde argon gazı altında soğutma tekniğinin diğer tekniklere göre nano oluşumlar açısından daha homojen dağılım sağladığı görülmüştür. Fırın içinde serbest soğutma ve 500 °C'ye kadar fırın içinde daha sonra fırın dışında soğutma tekniklerinde ortamda bulunan havanın oksitlenmeyi artırması sebebiyle yüzeyde oluşan oksit tabakasının daha kalın olduğu düşünülebilir. Literatürde soğutma tekniğinin Ti-6Al-4V implantların mekanik özelliklerine etkisinin incelendiği çalışmalar mevcuttur.

Reham ve arkadaşları tarafından yürütülmüş çalışmada soğutma işleminin hızı arttıkça gerilme kuvveti ve sertliğin arttığı ancak darbe dayanımı ve sünekliğin azaldığı belirtilmiştir. Bunun sebebi olarak yüksek hızlarda artan α' martensit oranını gösterilmiştir. [58]

Vrancken ve arkadaşları tarafından yürütülmüş çalışmada soğutma işleminin hızının β geçiş sıcaklığının çok altında tavlama yapıldığında etkisini göstermediği ancak β geçiş sıcaklığına çok yakın veya üstünde tavlama yapıldığında fırın içinde soğutma, havayla soğutma veya suyla soğutma gibi farklı hızlardaki soğutma tekniklerinin β fazını, $\alpha + \beta$, α -Widmanstätten kolonisi veya α' martensit fazlarına dönüştürerek malzemenin mekanik özelliklerini doğrudan etkilediği belirtilmiştir. ASTM standartlarına uygun malzemeler üretilmesine olanak veren en iyi yöntemin 850 °C'de 2 saat tavlama sonrası fırın içinde soğutma veya 940 °C'de 1 saat tavladıktan sonra fırın dışında soğutup tekrar 650 °C'de 2 saat tavlama ve fırın dışında soğutma yöntemleri olduğu belirtilmiştir [32].

Bu çalışmaların ortak özelliği soğutma tekniklerini aralarındaki soğutma hızı farkına göre karşılaştırmalarıdır. Bunun bu tez kapsamındaki karşılığı aynı soğutma tekniği kullanılan ancak farklı sıcaklıklarda tavllanmış örnekler anlamına gelir. Bu da SAXS analizleri sonucunda elde ettiğimiz ara bulgularla örtüşmektedir. Fırın içinde serbest soğutma, 500 °C'ye kadar fırın içinde daha sonra dışarıda soğutma ve fırın içinde argon gazı altında soğutma teknikleri karşılaştırıldığında ikinci yöntem nispeten daha hızlı olsa da genel olarak hızları birbirine yakındır. Dolayısıyla teknik değiştiğinde değil tavlama sıcaklığı değiştiğinde artan tavlama sıcaklığı ile birlikte soğutma oranı da arttığı için daha fazla yapısal değişiklik görülmesinin normal olduğu düşünülmüştür..

Küme-3'e ait SEM görüntüleri ve makro fotoğraflar dikkate alındığında farklı soğutma tekniklerinin yüzey üzerindeki etkisi doğrudan görülebilir. İmplantlar bu yüzeyleri taşlanıp düzeltildikten sonra hastalara tatbik edilmektedir ancak invitro deneysel çalışmalar için yüzey pürüzlülüğü artırılarak hücrelerin daha iyi tutunduğu implantlar üretilmek istenirse fırında soğutma ve dışarıda soğutma teknikleri kullanılabilir. Ti-6Al-4V alaşımların yüzeyindeki oksit tabakasının biyo-uyumluluğu artırdığı ve yüzey pürüzlülüğünün doku tutunabilirliğini (osseointegration) artırdığı Nacula ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada gösterilmiştir [33]. Şekil 7.20'deki EDX analizi yüzeydeki oksit tabakasını ve en dış yüzeyde hiç vanadyum bulunmadığını doğrulamaktadır.

Sonuç olarak soğutma tekniklerinin yüzey özelliklerini ve mekanik özellikleri ne şekilde etkilediği anlaşılmış olup istenilen mekanik özelliklere veya yüzey özelliklerine göre bu soğutma tekniklerinden bir tanesi seçilebilir. Ayrıca argon gazı ile soğutmada, SEM görüntüleri en iyi sonucu vermiştir. Aynı soğutma işlemine sahip 9 farklı implant için belirlenen elektron yoğunluğu haritalarından en iyi

hazırlanan örnek tanımlamasına uygun olanlar Şekil 8.1’de verilmiştir.

8.5. Genel Sonuç

Yukarıda (Bölüm 8.1 - Bölüm 8.4 arası başlıklarda) bahsedilen üretim parametrelerinin yanında tarama stratejilerinin de incelenebileceği bulgusuna ayrıca ulaşılmıştır. İncelenen tüm kümeler için verilen DAMMIN *ab-initio* (en olası yapı modeli) görüntüleri incelendiğinde, lazer tarama stratejisinin belirli doğrultularda ergitmeler yapmasına bağlı olarak çubuksu şekillenimlerin oluştuğu gözlenmiştir. Bu bulgu ile DAMMIN yapı modellerinin tarama stratejilerinin incelenmesinde rahatlıkla kullanılabilmesi sonucuna varılmıştır. Örnek verilecek olursa Şekil 7.84c, Şekil 7.86b ve Şekil 7.92b bu bahsedilen yönelime bağlı lazer tarama stratejisinin etkin oluşunun bir göstergesidir. Yani farklı yönelimlerde çubuksu oluşumlar bu örneklerin *ab-initio* modellerinde daha yaygın bulunmaktadır.

Özetle yapılan analizler sonucunda silindirik morfolojiye sahip implant örnekler için en iyi üretim parametrelerinin,

- üretim yönelimi 45°
- tavlama sıcaklığı 843 °C
- soğutma yöntemi argon gazı altında fırın içinde soğutma

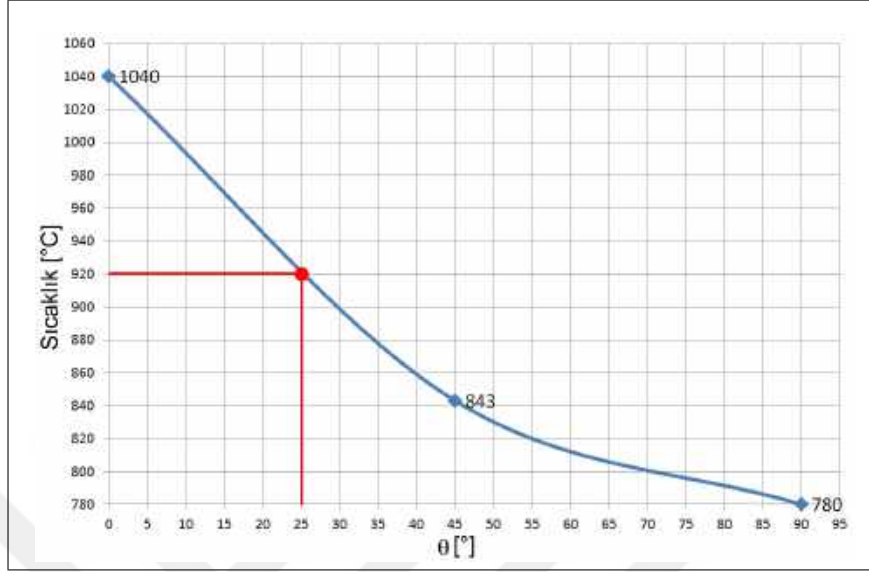
şeklinde olduğu belirlenmiştir.

Bu parametreleri optimize ederken aşağıda sıralanan üç ana bulguya odaklanılmıştır.

1. SEM görüntüsü en iyi olan, gözenek sayısı az, parçacık boyut ve dağılımı daha uniform (aynı boyuta yakın ve daha periyodik uzaklıklarda yerleşmiş) parçacıklara sahip olan implantlar.
2. Uzaklık dağılım fonksiyonlarında geniş ve ana bir pikin bulunduğu (Gaussiyen şekillenime sahip olan) implantlar.
3. Elektron yoğunluğu dağılımlarında, yatay eksenlerde periyodik dalgalanmalar bulunan ve düşey eksenlerdeki genlik farklılıklarının çok yüksek olmadığı implantlar.

Tavlama sıcaklığının açığa bağlı değişimi de dikkat çekici biçimde optimize edilmiştir. Şekil 8.2’de görülen grafikten yararlanılarak tavlama sıcaklığı üretim yapılması gereken açı yönelimine bağlı olarak belirlenebilir. Örnek verilecek olursa

aynı şekilde kırmızı renkle işaretlenen noktaya karşılık gelen üretim açısı 25° olacak bir morfolojiye sahip implant üretilmek istenirse uygun tavlama sıcaklığının $\sim 920^\circ\text{C}$ olduğu görülür.



Şekil 8.2: Üretim açısına göre tavlama sıcaklığı seçimi

8.6. Araştırmayı Bir Sonraki Aşamaya Geçirebilmek İçin Öneriler

Tez kapsamında SLM yöntemiyle üretilmiş Ti-6Al-4V alaşım implantların SAXS, XRD ve SEM teknikleri ile nano yapısı incelenmiş ve SLM üretim parametrelerinden üretim açısı, tavlama sıcaklığı ve soğutma tekniğinin etkileri tespit edilmiştir. Elde edilen bulgular literatürdeki bulgularla karşılaştırmalı olarak yorumlanmıştır.

Bu tez çalışması ile elde edilen en önemli bulgu SAXS analizleri ile hazırlanan implant yapılarıdaki değişikliklerin nano skalada çok rahatlıkla izlenebileceği ve yapılar üzerinde etkin olan parametrelerin optimum değerlerinin belirlenebileceği şeklinde açıklanabilir. İncelenen parametrelerin dışında, özellikle tarama stratejileri de önem taşımaktadır. SLM yöntemi ile lazer tarama hızını artırarak ürün içindeki gözenekli yapıdaki değişimler de yine SAXS yöntemi ile ileride incelenebilir. Özellikle 2015 yılında Kasperovich ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmanın [15] bir benzerinin SAXS, EXAFS, XPS yöntemleri gibi birbirini tamamlayan yöntemlerle yapılması ve farklı tavlama sıcaklıklarına göre ve tarama hızına göre yapısal değişimlerin incelenmesi çok daha iyi olacaktır. Bu tür ileri analizler bir başka doktora ya da bir doktora sonrası çalışma olarak planlanabilir.

Literatürde mekanik özelliklerin incelendiği çalışmaların biyo-uyumluluğun incelendiği çalışmalara göre sayıca daha fazla olması bakımından, tez kapsamında tespit edilen nano yapıdaki değişiklikler mekanik özelliklerle ilişkilendirilmiştir. Bu

bağlamda nano yapıdaki deęişikliklerin biyo-uyumluluęa etkileri araştırılabilir. *In-vitro* deneyler veya uzun vadeli klinik deneylerle üretim parametreleri tercihleri daha optimum hale getirilebilir.

Üretim parametrelerinden soęutma teknikleri, farklı hızlarda soęutmanın etkisini ortaya koyacak şekilde araştırılabilir. Kullanılan toz ham maddeler birden fazla farklı firmalardan temin edilerek aralarındaki farklılıkların yapı üzerine etkileri de incelenebilir.

Özetle kaynak makalelerden de anlaşılacağı üzere bu tür çalışmalar oldukça güncel bir konuya sahip olup, kontrollü biçimde üretilen implantlar ile bir ileri aşamada *in-vivo* çalışmalar başlatılabilir.



KAYNAKÇA

- [1] M2 cusing machine. Concept Laser GmbH. [Online]. Available: <http://www.concept-laser.de/en/maschinen.html>
- [2] C. Leyens and M. Peters, *Titanium an Titanium Alloys*, 2003.
- [3] H. Wang, N. Warnken, and R. C. Reed, "Thermodynamic and kinetic modeling of bcc phase in the Ti-Al-V ternary system," *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, no. 2, pp. 622–630, 2010. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.09.013>
- [4] V. Petrovic, J. V. Haro, J. R. Blasco, and L. Portolés, "Additive Manufacturing Solutions for Improved Medical Implants," 2012. [Online]. Available: <http://www.intechopen.com/books/biomedicine/additive-manufacturing-solutions-for-improved-implantsInTech>
- [5] S. Ayyıldız, E. H. Soylu, S. Ide, S. Kılıç, C. Sipahi, B. Pişkin, and H. S. Gökçe, "Annealing of Co-Cr dental alloy: effects on nanostructure and Rockwell hardness." *The journal of advanced prosthodontics*, vol. 5, no. 4, pp. 471–8, 2013. [Online]. Available: <http://www.pubmedcentral.nih.gov/articlerender.fcgi?artid=3865205&tool=pmcentrez&rendertype=abstract>
- [6] I. Yadroitsev and I. Smurov, "Selective laser melting technology: From the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape," *Physics Procedia*, vol. 5, no. 2, pp. 551–560, Jan. 2010. [Online]. Available: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1875389210005092>
- [7] I. Yadroitsev, a. Gusarov, I. Yadroitsava, and I. Smurov, "Single track formation in selective laser melting of metal powders," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 210, no. 12, pp. 1624–1631, Sep. 2010. [Online]. Available: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013610001469>
- [8] S. Zhang, Q. Wei, L. Cheng, S. Li, and Y. Shi, "Effects of scan line spacing on pore characteristics and mechanical properties of porous Ti6Al4V implants fabricated by selective laser melting," *Materials & Design*, vol. 63, pp. 185–193, Nov. 2014. [Online]. Available: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/>

- [9] S. Hashmi, Ed., *Comprehensive Materials Processing*. Elsevier, 2014. [Online]. Available: http://www.sciencedirect.com/science?_ob=RefWorkIndexURL&_idxType=AU&_cid=308321&md5=8dfedd3e196dbf5e1fa3e88cdd1ca101
- [10] J. Kruth, B. Vandenbroucke, J. Vaerenbergh, and I. Naert, "Rapid manufacturing of dental prostheses by means of selective laser sintering/melting," *International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping*, no. 2, 2005. [Online]. Available: <http://doc.utwente.nl/52914/1/Wa1025.pdf>
- [11] W. Shifeng, L. Shuai, W. Qingsong, C. Yan, Z. Sheng, and S. Yusheng, "Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts," *Journal of Materials Processing Tech.*, vol. 214, no. 11, pp. 2660–2667, 2014. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.06.002>
- [12] C. Qiu, N. J. E. Adkins, and M. M. Attallah, "Microstructure and tensile properties of selectively laser-melted and of HIPed laser-melted Ti – 6Al – 4V," *Materials Science & Engineering A*, vol. 578, pp. 230–239, 2013. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.04.099>
- [13] L. Xu, R. Guo, C. Bai, J. Lei, and R. Yang, "Effect of Hot Isostatic Pressing Conditions and Cooling Rate on Microstructure and Properties of Ti-6Al-4V Alloy from Atomized Powder," *Journal of Materials Science and Technology*, vol. 30, no. 12, pp. 1289–1295, 2014. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmst.2014.04.011>
- [14] M. SUBAŞI and C. KARATAŞ, "Titanyum ve Titanyum Alaşımlarından Yapılan İmplantlar Üzerine İnceleme," pp. 87–103, 2012.
- [15] G. Kasperovich and J. Hausmann, "Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processed by selective laser melting," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 220, pp. 202–214, 2015. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.01.025>
- [16] A. Kurtovic, E. Brandl, T. Mertens, and H. J. Maier, "Laser induced surface nano-structuring of Ti – 6Al – 4V for adhesive bonding," *International Journal*

of Adhesion and Adhesives, vol. 45, pp. 112–117, 2013. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2013.05.004>

- [17] P. Moriarty, “Nanostructured Materials,” Institute of Physics Publishing, Tech. Rep., 2001. [Online]. Available: <ftp://ftp.ill.eu/pub/lss/Ekater/articles/r10301.pdf>
- [18] M. Dikici, *Katıhal Fiziği*. Seçkin, 2012.
- [19] J. Ramsden, *Essentials of Nanotechnology*, 2012. [Online]. Available: <http://bookboon.com/en/textbooks/chemistry-chemical-engineering/nano-technology>
- [20] H. Ateş, “Nano Parçacıklar ve Nano Teller,” *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, vol. 3, no. 1, pp. 437–442, 2015.
- [21] H. Ates and E. Bahceci, “Nano Malzemeler için Üretim Yöntemleri,” *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, vol. 3, no. 2, pp. 483–499, 2015.
- [22] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, “Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy,” pp. 57–61, 1982. [Online]. Available: <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.49.57>
- [23] L. A. Feigin and D. I. Svergun, *Structure Analysis by Small-Angle X-Ray and Neutron Scattering*, 1987, vol. 12. [Online]. Available: <http://link.springer.com/10.1007/978-1-4757-6624-0>
- [24] S. Kumar, *Comprehensive Materials Processing*. Elsevier, 2014, vol. 10. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-096532-1.01003-7>
- [25] P. I. J. P. Kruth, I. P. Mercelis, P. I. L. Froyen, and I. M. Rombouts, “Binding Mechanisms in Selective Laser Sintering and Selective Laser Melting,” pp. 44–59, 2004.
- [26] N. T. Aboulkhair, N. M. Everitt, I. Ashcroft, and C. Tuck, “Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting,” *Additive Manufacturing*, vol. 1, pp. 77–86, 2014. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.addma>

2014.08.001

- [27] M. Thöne and S. Leuders, "Influence of heat-treatment on Selective Laser Melting products – e.g. Ti6Al4V," *SFF, Austin Texas*, pp. 492–498, 2012. [Online]. Available: <http://utwired.engr.utexas.edu/lff/symposium/proceedingsArchive/pubs/Manuscripts/2012/2012-38-Thoene.pdf>
- [28] J. R. Davis, *ASM Metals Handbook Desk Edition*, 2001.
- [29] J. Donachie and J. M., "Titanium – A Technical Guide," *ASM International 2nd edition*, vol. 55, no. 11, pp. 1023–1026, 2000.
- [30] ASM International, "Introduction to Titanium and Titanium Alloys," in *ASM Handbook Volume 2 Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials*, 2001, vol. 2, p. 3470. [Online]. Available: <http://books.google.com.hk/books?id=eC-Zt1J4oCgC>
- [31] S. Axelsson, "Surface Characterization of Titanium Powders with X-ray Photoelectron Spectroscopy," p. 56, 2012. [Online]. Available: <http://publications.lib.chalmers.se/records/fulltext/164534.pdf>
- [32] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck, "Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 541, pp. 177–185, Nov. 2012. [Online]. Available: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838812011826>
- [33] B. Necula, I. Apachitehi, L. Fratila-Apachitehi, E. Van Langelaan, and J. Duszcyk, "Titanium bone implants with superimposed micro/nano-scale porosity and antibacterial capability," pp. 310–314, 2013.
- [34] P. Batat, "Bazı hidrojenlerin ve polimer kaplı nanomanyetik parçacıkların yapılarının saxs yöntemi ile incelenmesi," Master's thesis, Hacettepe Üniversitesi, 2008.
- [35] S. Cullity, B.D. Stock, *Elements of X-ray Diffraction*. Pearson.

- [36] R. Beck. Structure and form factors presentation. [Online]. Available: <http://www.mrl.ucsb.edu/~roy/>
- [37] B. Hammouda. Distance learning. National Institute of Standards and Technology Center for Neutron Research. [Online]. Available: https://www.ncnr.nist.gov/staff/hammouda/distance_learning/index.html
- [38] *NCNR Igo Macro - SANS Model Function Documentation*, National Institute of Standards and Technology - Center for Neutron Research. [Online]. Available: ftp://ftp.ncnr.nist.gov/pub/sans/kline/Download/SANS_Model_Docs_v4.10.pdf
- [39] H. Liu and P. H. Zwart, "Determining pair distance distribution function from SAXS data using parametric functionals." *Journal of structural biology*, vol. 180, no. 1, pp. 226–34, Oct. 2012. [Online]. Available: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22659403>
- [40] M. Saravanan, R. Rani, *Metal and Alloy Bonding - An Experimental Analysis Charge Density in Metals and Alloys*. Springer, 2012. [Online]. Available: <http://www.springer.com/978-1-4471-2203-6>
- [41] Gazi Üniversitesi. [Online]. Available: <http://biyoloji.gazi.edu.tr/posts/view/title/sem-ozellikleri-31125>
- [42] S. Gražulis, D. Chateigner, R. T. Downs, A. F. T. Yokochi, M. Quirós, L. Lutterotti, E. Manakova, J. Butkus, P. Moeck, and A. Le Bail, "Crystallography Open Database – an open-access collection of crystal structures," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 42, no. 4, pp. 726–729, Aug 2009. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1107/S0021889809016690>
- [43] S. Gražulis, A. Daskevich, A. Merkys, D. Chateigner, L. Lutterotti, M. Quiros, N. R. Serebryanaya, P. Moeck, R. T. Downs, and A. Le Bail, "Crystallography open database (cod): an open-access collection of crystal structures and platform for world-wide collaboration," *Nucleic Acids Research*, vol. 40, no. D1, pp. D420–D427, 2012. [Online]. Available: <http://nar.oxfordjournals.org/content/40/D1/D420.abstract>
- [44] R. T. Downs and M. Hall-Wallace, "The american mineralogist crystal structure

database," *American Mineralogist*, vol. 88, pp. 247–250, 2003.

[45] [Online]. Available: <https://www.wavemetrics.com/products/igorpro/igorpro.htm>

[46] [Online]. Available: <http://usaxs.xray.aps.anl.gov/staff/ilavsky/irena.html>

[47] O. Glatter, "Convolution Square Root of Band-Limited Symmetrical Functions and its Application to Small- Angle Scattering Data," *J. Appl. Cryst*, pp. 101–108, 1981.

[48] [Online]. Available: <https://www.gnu.org/software/octave/>

[49] V. K. Balla, J. Soderlind, S. Bose, and A. Bandyopadhyay, "Microstructure, mechanical and wear properties of laser surface melted Ti6Al4V alloy." *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, vol. 32, pp. 335–44, Apr. 2014. [Online]. Available: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/24388220>

[50] K. Yamanaka, M. Mori, and A. Chiba, "Acta Biomaterialia Developing high strength and ductility in biomedical Co – Cr cast alloys by simultaneous doping with nitrogen and carbon," *Acta Biomaterialia*, vol. 31, pp. 435–447, 2016. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actbio.2015.12.011>

[51] M. Th. Makhlof, B. M. Abu-Zied, and T. H. Mansoure, "Direct Fabrication of Cobalt Oxide Nano-particles Employing Glycine as a Combustion Fuel," *Physical Chemistry*, vol. 2, no. 6, pp. 86–93, 2013. [Online]. Available: <http://article.sapub.org/10.5923.j.pc.20120206.01.html>

[52] P. Balbinotti, E. Gemelli, G. Buerger, S. A. de Lima, J. de Jesus, N. H. A. Camargo, V. A. R. Henriques, and G. D. de Almeida Soares, "Microstructure development on sintered Ti/HA biocomposites produced by powder metallurgy," *Materials Research*, vol. 14, no. 3, 2011. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1590/S1516-14392011005000044>

[53] M.-W. Wu and P.-H. Lai, "The positive effect of hot isostatic pressing on improving the anisotropies of bending and impact properties in selective laser melted Ti–6Al–4V alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 658, pp. 429–438, 2016. [Online]. Available: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/>

- [54] X. Zhao, S. Li, M. Zhang, Y. Liu, T. B. Sercombe, S. Wang, Y. Hao, R. Yang, and L. E. Murr, "Comparison of the microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting and electron beam melting," *Materials & Design*, vol. 95, pp. 21-31, 2015. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0264127515309928>
- [55] V. Cain, L. Thijs, J. Van Humbeeck, B. Van Hooreweder, and R. Knutsen, "Crack propagation and fracture toughness of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting," *Additive Manufacturing*, vol. 5, pp. 68-76, Dec. 2014. [Online]. Available: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S221486041400030X>
- [56] P. Li, D. Warner, a. Fatemi, and N. Phan, "Critical assessment of the fatigue performance of additively manufactured Ti-6Al-4V and perspective for future research," *International Journal of Fatigue*, vol. 85, p. In Press, 2015. [Online]. Available: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0142112315004399>
- [57] S. Leuders, M. Thöne, a. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H. Richard, and H. Maier, "On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance," *International Journal of Fatigue*, vol. 48, pp. 300-307, Mar. 2013. [Online]. Available: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S014211231200343X>
- [58] A. H. Reham Reda, Adel Nofal, "Effect of Quenching Temperature on the Mechanical Properties of Cast Ti-6Al -4V Alloy," *Journal of Metallurgical Engineering (ME)*, vol. 2, no. 1, pp. 48-54, 2013.

EKLER

EK 1 Program Kod Satırları

*.m uzantılı olan programlar açık kaynak GNU Octave yazılımı ile çalıştırılır.

EK 1-1 Küresel Örnekler Guinier Analizi

Algoritma .1 SphereGuinierFit.m

```
clear;
q = 0.001:0.0007:.3;
r_sphere = 100;
rg_sphere = sqrt((3/5)*(r_sphere^2));
rg2qMax = 1.3/rg_sphere;
dro = 1e-6;
firstNDot = 11;

function retval = efiks(v)
retval = (3*(sin(v)-v.*cos(v)))/(v.^3);
endfunction

function retval = vol(v)
retval = ((4/3)*pi*v^3);
endfunction

int_sphere = (dro^2)*((vol(r_sphere))^2);
int_sphere *= (efiks(q*r_sphere).^2);

qkare = q.^2;
eleni = log(int_sphere);
egim = (eleni(1)-eleni(firstNDot))/(qkare(firstNDot)-qkare(1));
rgfit = sqrt(egim*3);
fitLin = eleni(1)-egim*qkare;

figure(1);
loglog(q,int_sphere,'linewidth',3);
axis([q(1) q(length(q))]);
figure(2);
plot(qkare,eleni,'o', 'markersize', 5);
axis([qkare(1) qkare(firstNDot+150) eleni(firstNDot+150) eleni(1)]);
hold on;
plot(qkare,fitLin,'*', 'markersize', 6);
hold off;
```

EK 1-2 Fraktal Örnekle Porod Analizi

Algoritma .2 FractalSacilmaDeseni.m

```
q = 0.001:0.0001:.3;
rBlock = 5; #Rg
porodDim = 2; # P
ksi = 100;
rhoBlock = 2e-6;
rhoSolv = 6.35e-6;
fi = 0.05; # volume fraction
dRho = rhoBlock-rhoSolv; # elektron yog. farki.
backgnd = 0;
```

```
function retval = efiks(v)
retval = (3*(sin(v)-v.*cos(v)))/(v.^3);
endfunction
```

```
function retval = vol(v)
retval = ((4/3)*pi*v^3);
endfunction
```

```
formFactor = fi*vol(rBlock)*(dRho^2)*(efiks(q*rBlock).^2);
sNom = porodDim*exp(gamaln(porodDim-1));
sNom *= sin((porodDim-1)*atan(q*ksi));
sDeNom = (q*rhoBlock).^porodDim;
sDeNom .*= (1 + 1./(q*ksi).^2).^((porodDim-1)/2);
structureFactor = 1+sNom./sDeNom;
int = formFactor.*structureFactor + backgnd;
x = log(q); # dogal logaritma ln
y = log(int);
```

```
figure(1);
loglog(q,int);
axis([q(1) q(length(q))]);
figure(2);
plot(x,y);
```

ÖZGEÇMİŞ

Kimlik Bilgileri

Ahmet BAYIRLI
Söğüt, 14.09.1983 ,Evli
e-mail:
ahmet.bayirli@gmail.com



Eğitim Bilgileri

- 1997 Kütahya Fen Lisesi, Haziran 2000
- 2000 İstanbul Üniversitesi Elektronik (İng.) Mühendisliği, Haziran 2006
- 2010 Hacettepe Üniversitesi Nanoteknoloji ve Nanotıp A.B.D. Bütünleşik Doktora

Yabancı Dil Düzeyi

İngilizce, iyi derecede. YDS: 80 puan

İş Deneyimi

- 2006 Sosyal Güvenlik Kurumu - Programcı, 2012
- 2008 Askerlik - Asteğmen, 2009
- 2012 ÖSYM - Bilişim Uzmanı

Deneyim Alanları

Elektronik: Dijital/analog devre tasarımı, PCB layout çizimi, devre simülasyon ve ölçüm teknikleri, embedded programlama (Assembly, C, Microcontroller)

Programlama: JAVA, web teknolojileri (kurumsal web tasarımı), algoritmik matematik problem çözme (tiling algoritmaları, modelleme algoritmaları)

SWAXS: Ölçüm teknikleri; örnek hazırlama, ölçüm, modelleme.

Hobiler

Amatör telsiz (TA2ABA), dağcılık, bisiklet, fotoğraf, müzik, FRPGs.

Tezden Üretilmiş Projeler ve Bütçesi

Tezden Üretilmiş Yayınlar

Tezden Üretilmiş Tebliğ ve/veya Poster Sunumu ile Katıldığı Toplantılar [U1: uluslararası, U2:uluslararası katılımlı ulusal kongreler]

- 2012 Quasiperiodic Rhombus Tiling, A. Bayırlı, S. İde, "3rd Turkish Crystallographic Meeting (TUCr2012)" İzmir/Turkey, (7-9 June 2012), Poster, U2.
- 2014 Investigation of Thin Film Synthesis using thermal Evaporation Method, I. Orujalipoor, A. Bayırlı, S. Khankeshizadeh., "4th International Scientific Conference of Iranian Academics in Turkey", Ankara/Turkey, (01 March 2014), 35, Sözlü, U1.
- 2014 SWAXS Examination of Metallic Alloy Implants Produced by Selective Laser Melting, A. Bayırlı, I. Orujalipoor, S. İde, O. Demir, A. M. Dursun., "4th International Conference on Superconductivity and Magnetism (ICSM 2014)", Antalya/Turkey, (27 April -2 May 2014), Poster, U1.
- 2014 Nanoscale Structural Analysis of a self assembled liquid crystal system and Sulfonated Composite Proton Exchange Films, I. Orujalipoor, S. İde, Ö. Masalçı, N. Kazancı, K. Polat, M. Şen., "4. Turkish Crystallographic Meeting (TUCr 2014)", Diyarbakır/Turkey, (17-19 May 2014), 26, Sözlü, U2.
- 2014 Nanostructural Analysis Of Ti-6Al-4V and CoCrW Implants, A. Bayırlı, I. Orujalipoor, O. Demir, A. M. Dursun, S. İde., "4. Turkish Crystallographic Meeting (TUCr 2014)", Diyarbakır/Turkey, (17-19 May 2014), 105, Poster, U2.
- 2014 Earth – Mars: Recent Crystallographic Investigations and Geochemical

- Results, I. Orujalipoor, A. Bayırlı, S. İde., "4. *Turkish Crystallographic Meeting (TUCr 2014)*", Diyarbakır/Turkey, (17-19 May 2014), 110, Poster U2.
- 2014 SAXS Applications on Some Industrial Nanostructured Samples, S. İde, A. Bayırlı, I. Orujalipoor, U-S. Jeng, S. C. Jen, Yen-C. Huang., "20th *Users Meeting and Workshops in NSRRC*", Hsinchu/Taiwan, (10-12 September 2014), Sözlü, U1.
- 2014 SAXS Analyses on Lyotropic Liquid Crystals, Conductor Polymers, Quasicrystalline Alloys, and Multilayer a-SiO_x:H Films "From Simple Nano Aggregations to the More Complex Systems", S. İde, U-S. Jeng, I. Orujalipoor, S. Chun-Jen, A. Bayırlı, Z. Belirgen, A. Bacioğlu., "20th *Users Meeting and Workshops in NSRRC*", Hsinchu/Taiwan, (10-12 September 2014), 94, Poster, U1.
- 2015 Data Evaluation and Usage of Some Package Programs, I. Orujalipoor, A. Bayırlı., "Workshop on *Nanoscopic Analyses on Industrial Materials*", Ankara and Denizli/Turkey, (23-27 November 2015), Sözlü, U2.
- 2015 Applications on Implant Alloys and quasi crystals, A. Bayırlı, I. Orujalipoor, S. Ayyıldız, O. Demir, H. Ateş., "Workshop on *Nanoscopic Analyses on Industrial Materials*", Ankara and Denizli/Turkey, (23-27 November 2015), Sözlü, U2
- 2015 Calculations of PDDs by an Original Software, A. Bayırlı, I. Orujalipoor., "Workshop on *Nanoscopic Analyses on Industrial Materials*", Ankara and Denizli/Turkey, (23-27 November 2015), Sözlü, U2.