

KRİYOJENİK ISIL İŞLEMİN Ti6Al4V ALAŞIMINLARINDA DİNAMİK TOKLUK ÜZERİNDEKİ ETKİSİNİN DENEYSEL ARAŞTIRILMASI

Cansu ÇİMEN¹, Koray KILIÇAY^{2*}, Esad KAYA³

¹ ROKETSAN, Elmadağ, Ankara, ORCID No : <http://orcid.org/0000-0001-8240-6888>

^{2*} ESOGÜ, Makine Mühendisliği Bölümü, ORCID No : <http://orcid.org/0000-0003-2025-4991>

³ ESOGÜ, Makine Mühendisliği Bölümü, ORCID No : <http://orcid.org/0000-0002-7332-6154>

Anahtar Kelimeler	Öz
Ti6Al4V, Kriyojenik Isıl işlem, Tokluk, Mekanik Özellikler	Ti6Al4V alaşımlarının mekanik ve mikroyapı özelliklerinin iyileştirilmesi konusunda çeşitli ısıl işlemler vardır. Bu ısıl işlemlerden biri de kriyojenik ısıl işlemdir. Kriyojenik işlem, malzemenin -196°C'ye kademeli soğutulup, bekletilerek ve sonrasında kademeli ısıtılarak uygulanan bir ısıl işlemdir. Son yıllarda gelişen teknoloji ile metallerin mikro yapısını ve mekanik özelliklerini iyileştirmek için tamamlayıcı bir proses olarak kullanılmaktadır. Bu çalışmada Ti6Al4V alaşımlarına farklı bekletme sürelerinde uygulanan kriyojenik ısıl işlemin dinamik tokluk ve mikroyapısal özellikler üzerindeki etkisi incelenmiştir. Kriyojenik ısıl işlemler 12, 24 ve 36 saat olacak şekilde yapılmıştır. Numunelerin oda sıcaklığında dinamik tokluk değerini gözlemleyebilmek için Charpy centikli darbe testi yapılmıştır. Deneysel çalışmaların neticesinde Ti6Al4V alaşımına uygulanan kriyojenik ısıl işlemin tokluk değeri üzerinde olumlu etkisi olduğu gözlemlenmiş, 36 saat kriyojenik işlem uygulanan numunenin dinamik tokluğunun işlemsiz numuneye göre %28 arttığı ve en efektif bekletme süresi olduğu görülmüştür. Ayrıca kriyojenik işlemin etkilerini belirlemek için mikro yapı incelemeleri ve mikrosertlik testi yapılmıştır. Mikroyapı üzerinde ise süre koşuluna bağlı olarak β fazının α fazına dönüşmesiyle yapıdaki iç gerilmelerin azaldığı ve daha kararlı bir yapıya dönüştüğü gözlemlenmiştir. Kriyojenik ısıl işlemin sıcaklık ve süre kontrollü uygulanmasının malzemenin mekanik ve mikroyapısal özelliklerini olumlu yönde etkilediği gözlemlenmiştir.

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF CRYOGENIC HEAT TREATMENT ON EXPERIMENTAL DYNAMIC TOUGHNESS IN Ti6Al4V ALLOYS

Keywords	Abstract
Ti6Al4V, Cryogenic Heat Treatment, Toughness, Mechanical Properties	There are various heat treatments regarding the improvement of mechanical and microstructural properties of Ti6Al4V alloys. One of these heat treatments is cryogenic heat treatment. The process is a heat treatment applied by gradually cooling the material to -196°C, soaking and then gradually heating it. Developing technology in nowadays, this process is used as an additive process to enhance the microstructure and mechanical properties of materials. In this study, the effect of cryogenic heat treatment applications on Ti6Al4V alloys at different soaking times on dynamic impact toughness and microstructural properties was examined. Cryogenic heat treatment was applied for 12, 24 and 36 hours Charpy impact test was performed on the samples to observe the dynamic toughness performance at room temperature. It is observed in experimental studies the application of cryogenic heat treatment on the Ti6Al4V alloy had a beneficial effect on the dynamic toughness. The most contribution to the toughness was observed in subjected to 36 hours of cryogenic treatment increased by 28% compared to the untreated sample. Additionally, microstructure examinations and microhardness tests were evaluated to conclude the effects of the heat treatment process. On the microstructure, phase transformation of β to α phase is particularly depending on the soaking time. Cryogenic heat treatment reduces the residual stress in the lattice and it turned into a more stable structure. The temperature and time controlled application of cryogenic heat treatment positively affects the primarily microstructural and mechanical properties of the material.

Araştırma Makalesi

Research Article

Başvuru Tarihi : 04.12.2023

Submission Date : 04.12.2023

Kabul Tarihi : 08.02.2024

Accepted Date : 08.02.2024

* Sorumlu yazar: kkilicay@ogu.edu.tr

<https://doi.org/10.31796/ogummf.1399851>



Bu eser, Creative Commons Attribution License (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>) hükümlerine göre açık erişimli bir makaledir.

This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution License (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Giriş

Teknolojinin hızla gelişmesiyle birlikte, son yıllarda dayanıklı, hafif malzemelerden üretilen ürünler ve bunların üretim yöntemlerinde iyileştirmeye yönelik beklentilerde artış bulunmaktadır (Gu ve diğ., 2013). Özellikle elektronik, bilgisayar, otomotiv ve havacılık endüstrilerinde bu tür malzemelere olan ihtiyaç artmaktadır (Voort, 2004). Ti alaşımları düşük yoğunlukları, yüksek dirençleri, ısı ve korozyon dirençleri sebebiyle bu beklentilerin çoğunu karşılamaktadır (Vilaro ve diğ., 2011). Kategorilerde çok yönlü özelliklere sahip olan bu alaşımlar arasında, Ti6Al4V en yaygın kullanılanıdır (Du ve diğ., 2019). Bu alaşım, yüksek mukavemet ve biyo uyumluluğun yanı sıra yorulma ve korozyona karşı yüksek direnç özelliklerine sahiptir (Çakır, 2019). Ti6Al4V bahsedilen bu özellikleri sayesinde havacılık uygulamalarında en çok tercih edilen Ti alaşımlarından biri olmuştur (Tanrıöver ve Taşçı, 1997). Ti6Al4V alaşımları bileşim ve amaçlarına göre tavlanabilir, sertleştirilebilir, yaşlandırılabilirler veya farklı özel kimyasal ısıl işlemlere tabi tutulabilirler (Das ve diğ., 2009). Ti6Al4V alaşımlarına imalat sırasında oluşan artık gerilmeleri gidermek, yapısal ve boyutsal kararlılık, süneklik, işlenebilirlik gibi parametrelerin iyileştirilmesi ve mukavemeti artırmak gibi amaçlarla farklı tipte ısıl işlemler uygulanabilir (Gill ve diğ., 2009). Yaşlandırma, çözeltiye alma ve tavlama işlemleri malzemenin mekanik özelliklerini değiştirmeye yönelik standart işlemlerdir (Voort, 2004). Aynı zamanda korozyon dayanımını artırma, çarpılmaları önleme ve şekillendirme öncesi malzemeyi hazırlamak için de tercih edilen uygulamalardandır (Voort, 2004). Ti6Al4V alaşımlarının, dinamik tokluk ve kırılma tokluğu değerlerinin optimizasyonu özel ısıl işlemler ile mümkündür (Semiatin ve diğ., 1997). Bu işlemler Dupleks tavlama, çözeltiye alma, beta fazı tavlama, normalizasyon, yeniden kristalleşme tavlama olarak sayılabilir (Tanrıöver ve Taşçı, 1997). Bu özel işlemlerden biri de kriyojenik ısıl işlemdir (Gu ve diğ., 2013). Kriyojenik ısıl işlem ile malzemeler sıfırın altındaki sıcaklıklara kontrollü olarak soğutulur. Arzu edilen sıcaklıklarda sıcaklıkta bekletilir. Takiben kontrollü olarak oda sıcaklığına ısıtılır (Peters ve diğ., 2003). Kriyojenik ısıl işlem ile malzemenin mikroyapısındaki değişikliklere uğraması hedeflenmektedir. Havacılık ve uzay araştırmalarından akışkan gıda taşımaya kadar birçok interdisipliner alanda kullanılan malzemeler üzerinde etkileri vardır (Das ve diğ., 2010).

Kriyojenik işlemin çelikler gibi demir esaslı malzemeler üzerinde uygulanması ve etkilerinin belirlenmesi amacıyla çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Höke ve diğ., (2014) çalışmalarında kriyojenik işlemin AISI 4140 ıslah çeliğine etkisini incelemiştir. Bu işlem neticesinde sertlik değerleri düşmeden tokluk değerinin yaklaşık %33 arttığı tespit edilmiştir. Kriyojenik Isıl işlem

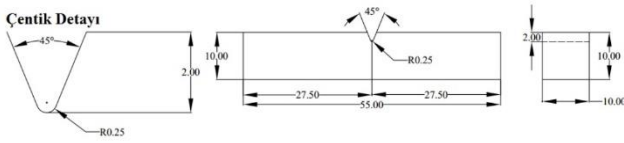
uygulanan çeliklerde martenzit morfolojisinde düzen ve artış görülmüştür. Senthilkumar ve diğ., (2011) kriyojenik işlemin AISI 4140 çeliği için kalıntı gerilmeleri üzerine etkisini analiz etmişlerdir. Kriyojenik işlemin östenitin martenzite dönüşümü arttırdığını gözlemlemişlerdir. Yun ve diğ., (1998); Xiaoping ve diğ., (2013) 24 saat ve 48 saat bekletme sıcaklıklarında uygulanan -196 °C' de yapılan kriyojenik işlemin çeliklerde mekanik özelliklere olan değişimini araştırmışlardır ve kriyojenik işlem uygulanan malzemelerin mekanik özelliklerinin daha iyi olduğunu görmüşlerdir. Zhirafar ve diğ., (2007) 4340 çeliği için kriyojenik işlemin mikroyapısal, mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Kriyojenik işlem ve temperlemeden sonra malzemenin diğer ısıl işlem yöntemlerine göre mekanik özelliklerinin daha iyi olduğunu gözlemlemişlerdir. Kim ve diğ., (1999) oda sıcaklığında ve -196°C' de uygulanan kriyojenik işlemin Al alaşımlarının çekme özelliklerini karşılaştırmışlardır. Numunelere sonrasında çekme deneyi yapılmıştır. Gerçekleştirilen çekme deneyi sonucunda; akma ve çekme gerilmeleri değerlerinin iyileştiği aynı zamanda uzama miktarlarının azaldığını görmüşlerdir. Chen ve diğ., (2002), havacılık için üretilen bir Al alaşımına kriyojenik işlem uygulamışlardır. İşlemin mekanik özelliklere olan etkisi sertlik ve kalıntı gerilim ölçümü, çekme testi, ve yorulma ömrü tayin göz önüne alınarak araştırılmıştır. Kriyojenik işlem yapılan malzemenin; çekme mukavemeti ve sertlik değerlerinde bir miktar yükselme, kalıntı gerilmelerde azalma, yorulma ömründe ise kayda değer bir değişiklik olmadığını tespit etmişlerdir. Kawabata ve diğ., (1984) Al-Zn-Mg içerikli bir alaşım için yaşlandırmanın süneklik özelliği üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Sünekliğin soğuk, sıg ve derin kriyojenik sıcaklıklarda uygulanan işlemlerle ile iyileştiğini gözlemlemişlerdir.

Kriyojenik işlemin Ti alaşımlarının özelliklerinin geliştirilmesi için uygulanması konusunda çalışmalar görüleceği üzere kısıtlıdır. Bu çalışmada Ti6Al4V alaşımlarına uygulanacak olan kriyojenik ısıl işlemin tokluk ve mikroyapıdaki etkilerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Farklı bekletme sürelerinde uygulanan kriyojenik ısıl işlemin mikroyapısal, mekanik özelliklere olan etkisi incelenmiştir. Kriyojenik ısıl işlemin sıcaklık ve süre kontrollü uygulanmasının malzemenin mekanik özelliklerini ve mikroyapısını olumlu yönde etkilediği gözlemlenmiştir.

2. Yöntem

Kriyojenik ısıl işlemin Ti6Al4V alaşımına etkilerin analiz edilmesi için AMS 6931 standardının gerekliliklerini karşılayacak şekilde bar formunda (3.00"x1.50"x4.00") malzeme tedarik edilmiştir. Bu standarttaki alaşımlar temin edildiğinde yumuşatma tavlama (700 °C) yapılmış durumdadır. Ti6Al4V alaşımı için kriyojenik ısıl işlemin etkilerinin

incelenmesi amacıyla toplam 4 adet çentik darbe numunesi talaşlı imalat yöntemleriyle hazırlanmıştır. Numuneler işlendikten sonra çapak alma işlemi yapılmış, ölçülerek değerleri kaydedilmiştir. Numuneler N1, N2, N3 ve N4 olarak adlandırılmıştır. N1 numunesine 12 saat, N2 numunesine 24 saat ve N3 numunesine 36 saat süreyle -196°C ' de kriyojenik işlem uygulanmıştır. Kriyojenik ısı işlem uygulanan tüm numuneler oda sıcaklığında dengeye geldikten takiben 170°C sıcaklığında 3 saat temperlenmiştir. N4 numunesine herhangi bir işlem uygulanmamış ve hazır tedarik formundadır. Hazırlanan standart deney numunelerinin ölçüleri Şekil 1' de ve deneysel çalışmada kullanılan iş akış şeması Çizelge 1' de verilmiştir.



Şekil 1. Çentik Darbe Deney Numunesi Teknik Resmi

Çizelge 1: Numunelere Uygulanan Isıl İşlem ve Çalışmada İzlenen Deneysel Prosedür

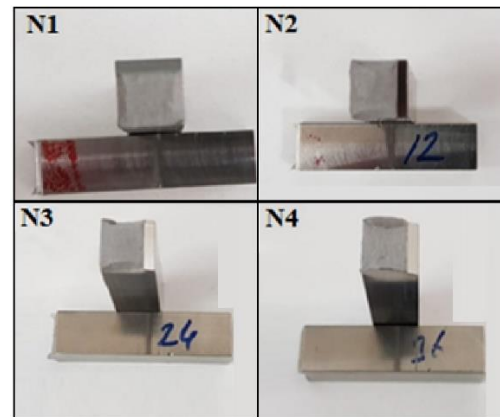
Numune Kodu	Kriyojenik İşlem Prosedürü ve Mekanik Testler	Darbe Deneyi	Sertlik Deneyi	Mikroyapı Analizi
N1	-196°C 12 h 170°C 3 h			
N2	-196°C 24 h 170°C 3 h			
N3	-196°C 36 h 170°C 3 h			
N4	Tedarik Edildiği Hal			

AMS 6931 uygun Ti6Al4V alaşımları hiçbir işlem yapılmadan 700°C ' de yumuşatma tavlama uygulanmış durumdadır. MMD Teknoloji firmasının üretmiş olduğu kriyojenik ısı işlem cihazı ile belirtilen sıcaklık ve sürelerde numunelere kriyojenik işlemler uygulanmıştır. Numunelerin maruz kalacağı ani soğuma ve ısınma çarpımlarına ve çatlaklara sebep olabileceğinden, bunu önlemek için kriyojenik işlem sürecinde bir kontrol düzeneği aracılığıyla ısıtma ve soğutma işlemi yapılmıştır. Numunelerin Soğutulması ve oda sıcaklığına ısıtılması işlemi kontrollü olarak gerçekleştirilmiştir. İki durum içinde $1^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ hızı kullanılmıştır. Kriyojenik işlemler sıvı azot püskürtmeli sistem içinde -196°C sıcaklığında uygulanmıştır. İşlem uygulanan tüm numuneler temperlenmiştir. Uygulanan ısı işlem prosedürü sonrası tüm numunelere oda sıcaklığında çentik darbe testi uygulanmıştır. Kriyojenik işlemin Ti6Al4V alaşımları üzerindeki etkilerini gözlemek için hazırlanan numunelere

TÜRASAŞ Tahribatlı Test Laboratuvarında TS EN ISO 148-:2010 standardına göre Wance PIT452 Çentik Darbe Testi Cihazında çentik darbe testi uygulanmıştır. Numunelerin kırık yüzeyleri makro olarak incelenmiş kırılma karakterleri tespit edilmiştir. Numuneler oda sıcaklığında tekil darbe altında çentik arkasından vurularak dinamik etkiyle kırılmıştır. Çentik darbe testi gerçekleştirildikten sonra numunelerin ucundan yaş kesme metodu ile kesim yapılarak metalografik olarak hazırlanmıştır. Optik incelemeler için Kroll dağlayıcısı kullanılmıştır. Kroll dağlayıcısı kütlece %6 Hidroflorik asit (HF), % 9 Nitrik Asit HNO_3 ve %85 saf su (H_2O) içermektedir. Optik mikroskop ile mikro yapılar incelenmiştir. Ti6Al4V numunelerimizin dağlama işlemi için laboratuvarında hazırlanan Deneysel çalışmada mikro yapı incelemesi NIKON Eclipse MA100 optik mikroskobu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Numunelerde faz dağılım oranları yüzeysel alan ölçüm yöntemiyle hesaplanmıştır. Bu işlemleri takiben mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Her numune üç ölçüm alınmış ve ortalaması raporlanmıştır. Deneyler QNESS Q250MS sertlik ölçüm cihazında 100gf yük altında 10 saniye bekleme süresinde, 136° açılı Vickers tipi batıcı elmas uç kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen verilerin raporlanması, literatürdeki verilerle karşılaştırılması ve değerlendirilmesi ile çalışma tamamlanmıştır. Çalışmada, araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

3. Bulgular

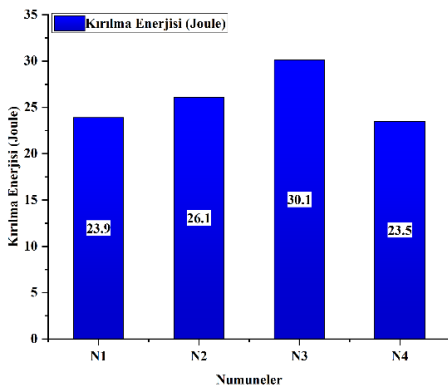
Şekil 2, dinamik darbe deneyi gerçekleştirilmiş numunelerin makro fotoğraflarını göstermektedir. Numunelerde sünek kırılma meydana gelmiştir. Makro açıdan incelendiğinde kırık yüzeylerde süngerimsi yapıların oluştuğu görülmektedir. Bu tip oluşumlar kırılmanın sünek karakterli olduğunun en büyük göstergesidir.



Şekil 2. Kırık Yüzeylerinin Makro Olarak İncelenmesi

Dört farklı kontrol grubu için yapılan çentik darbe testlerinin kırılma enerjisi sonuçları Şekil 3'de verilmiştir. Bu deneyde elde edilen veriler numune tarafından soğurulan darbe enerjisi veya darbe dayanımı olarak tanımlanır. Çentik darbe testi

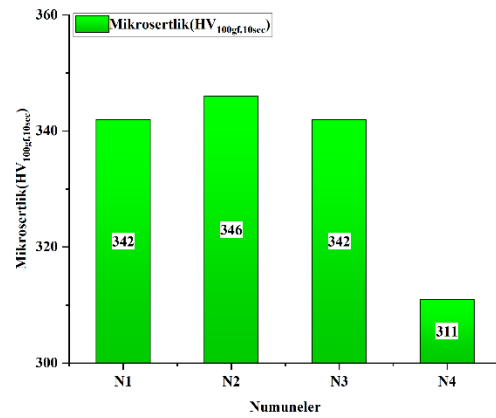
sonuçlarına göre herhangi bir ısıl işlem uygulanmamış numunenin darbe direnci yaklaşık 23.5 Joule olarak ölçülmüştür. Kriyojenik işlem uygulanan numunelerin darbe direncinde artış görülmüştür. Bu artış yaklaşık %2 ile %28 arasında değişim göstermektedir. Dinamik tokluk değerinde 12 saat kriyojenik işlem uygulanan durumda kayda değer bir artış gözlemlenmemiştir. 24 saat süreli işlemde ise tokluğu yaklaşık %10 arttığı görülmektedir. En yüksek dinamik tokluk değeri ise 36 saat ısıl işlem bekletme süresinde gözlemlenmiştir (30.1 Joule). Yapılan deneylerle işlem süresinin dinamik tokluk üzerinde etkili olduğu görülmüştür. Görüleceği üzere 24 saat işlem süresinin dinamik tokluk performans verimi açısından kritik olduğu gözlemlenmiştir. Veriler değerlendirildiğinde, tokluk değerinde % 28'e kadar iyileşme gözlemlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre 36 saat kriyojenik işlem uygulanan numunenin tokluk değerinin % 28'e kadar, 24 saat kriyojenik işlem uygulanan numunenin tokluk değerinin % 11'e kadar, 12 saat kriyojenik işlem uygulanan numunenin tokluk değerinin % 2'ye kadar arttığı ve iyileştiği gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar göz önünde bulundurulduğunda Ti6Al4V alaşımlarına uygulanan kriyojenik ısıl işlemin tokluğu ve plastik şekillendirilme direnç kabiliyetini arttırdığı göstermektedir. Bu durumun ana sebebi β fazının α fazına dönüşmesi ve iç gerilmenin azalması ile açıklanmıştır. İç gerilmeler kriyojenik sıcaklıklarda dislokasyon yoğunluğu yeniden oluşmasıyla azalır. Çentik darbe testinin sonuçları literatürdeki çalışmalar ile uyumludur. Öncül yapılan bir çalışmada farklı olarak, çözeltiye alma uygulanmış Ti6Al4V alaşımına yaşlandırma öncesi kriyojenik işlem uygulanmış, malzeme özelliklerindeki iyileşme çekme testi yapılarak gözlemlenmiştir ve sonuçlar, yaşlandırma işleminden önce kriyojenik işlemin Ti6Al4V alaşımının mekanik özelliklerini iyileştirebileceğini göstermiştir (Gu vd., 2013).



Şekil 3. Numunelerin Dinamik Tokluk Değerleri

Hazır tedarik Ti6Al4V alaşımının yaklaşık darbe enerjisi yaklaşık 20 Joule olarak literatürden bilinmektedir (Voort 2004). Deneysel çalışmada kullanılan hazır tedarik alaşımın tokluk değeri (23.5

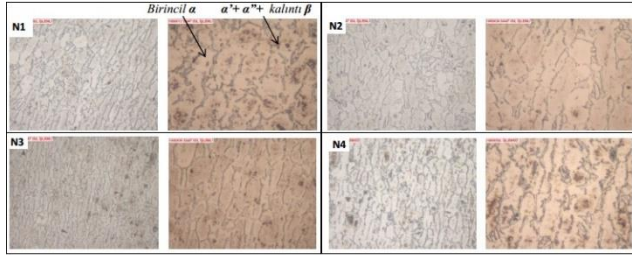
Joule) ile literatür kıyaslandığında sonuçların eşdeğer olduğu görülmektedir. Bu durum referans alınarak, sonuçlara göre kriyojenik işlemin tokluk üzerindeki olumlu etkisi olduğu görülmektedir. 36 saat kriyojenik işlem uygulamasının tokluk üzerinde 12 ve 24 saate oranla daha etkili olduğu gözlemlenmiştir. Bu etkinin sayısal olarak yaklaşık 1.25 ve 1.15 kat daha efektifir. Kriyojenik işlem sonucu elde edilen tokluk ve plastik şekillendirilebilirlik iyileşmesi düzenli yapıya ulaşan dislokasyonlara ve içyapıda oluşan artık gerilmelerinin azalmasına bağlı olduğu düşünülmektedir. Çentik darbe testi sonucu kopan numunelerin uçları yaş kesme metodu kesilmiştir. Metalografik olarak hazırlanan yüzeylerin üç farklı noktasından mikrosertlik ölçümü yapılmış ve ortalama değerler raporlanmıştır. Mikrosertlik metodu tercih edilerek Vickers uç tipi kullanılmıştır. Şekil 4'de ortalama sertlik sonuçları görülmektedir.



Şekil 4. Kriyojenik Isıl İşlemin Numunelerin Mikrosertliği Üzerindeki Etkisi

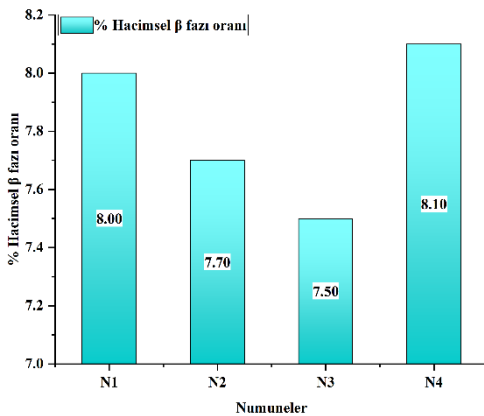
Sertlik testi verilerine göre kriyojenik işlem uygulanan numunelerden 24 saat uygulanmasında sertliği en yüksek olduğu, 36 saat uygulanmasında ise 12 saat kriyojenik işlem uygulanan numuneye göre anlamlı bir fark olmadığı gözlemlenmiştir. Kriyojenik işlem uygulanmayan numuneye kıyasla uygulanan numunelerde yaklaşık %11 sertlik artışı gözlemlenmiştir. Oluşan bu sertlik farklılığının fazlal dönüşümler nedeni olduğu düşünülmektedir. Çentik darbe testi sonucu kırılan numuneler optik mikroskopta inceleme yapmak için kullanılmıştır. Muayene edilecek numuneler uygun şekilde parlatılmıştır (Zımparalama ve parlatma). Numunelerin yüzeyi alkol ve asetonla silinerek yağ ve tozlarından arındırılmıştır. Sonrasında Ti6Al4V malzemesine uygun dağılayıcı olan Kroll's ile yeter süre dağılanıp, dağılama yüzeyi su ve alkolle temizlenmiş ve kurutulup mikroskopa yerleştirilmiştir. Numunelerin mikroyapıları incelendiğinde kriyojenik işlemin mikroyapılar üzerinde açık ve koyu renkteki bölgelerin oranını etkilediği görülmüştür. Mikroyapı analizi 500X

ve 1000X büyütme ile değerlendirilerek gerçekleştirilmiştir. Şekil 5' te numunelerin mikroyapıları gösterilmiştir. Koyu renkli alanlar β fazını, açık renkli alanlar ise α fazını göstermektedir. Bu durum dikkate alınarak fazların yüzey alanları ölçülerek oranlanmıştır. Doğru veri elde edebilmek adına tüm numuneler aynı ışık ve ortamda incelenmiştir. Temin edildiği durumda olan işlemsiz referans numunelerde β faz oranı yaklaşık olarak %8.1 olarak kabul edilir.



Şekil 5. Numunelerdeki Isıl İşlem Sonrası Mikroyapı (500x ve 1000X) Görüntüleri

Yapılan inceleme neticesinde % β fazı oranı şekil 6.'da verilmiştir. Bu sonuçlara göre kriyojenik işlemin β - α faz dönüşümünde etkili ve yapıdaki miktarı ve dağılımını değiştirdiği söylenebilir. Kriyojenik ısıl işlemin, β fazının oranının dönüşüme uğrayarak azalmasına ve dağılımının değişikliğe uğramasına sebep olduğu ifade edilebilir. Düşük sıcaklıklarda difüzyon hızının az olması ve dislokasyon hareketlerini yavaşlatmaktadır. Bu durum kriyojenik işlem bekletme süresinin faz dönüşümü üzerinde efektif olduğunun bir göstergesidir. Elde edilen sonuçlar literatürdeki öncül çalışmalar kıyaslandığında uyumlu olduğu görülmektedir (Gu vd., 2013). Kriyojenik işlem sürecinde sıcaklığın düşmesiyle, vanadyumun β fazının konsantrasyonu azalır, bunun sonucunda yarı kararlı β fazları stabilizatörlü β fazlarına dönüşecektir. Daha sonra, β fazı iken, tekrar kararlı α fazına dönüşür. Bu dönüşüm sadece kriyojenik işlem süreci için değil, zaman içinde doğal yaşlanmanın α'' ve β fazlarının α fazına dönüşmesine neden olmasında da aynıdır.



Şekil 6. Numunelerdeki Isıl İşlem Sonrası β Faz Oranları Değişim Grafiği

4. Sonuçlar

Deneyisel incelemeler neticesinde kriyojenik işlem uygulanmasının Ti6Al4V alaşımının mekanik özellikleri üzerinde olumlu etkileri olduğu gözlemlenmiştir. Bu çalışmada kriyojenik işlemin dinamik tokluk, mikro yapısal değişim ve sertlik davranışı üzerindeki etkileri incelenmiştir. Çalışmada yapılan deneysel çalışmalar ile elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibidir:

- Ti6Al4V alaşımlarına uygulanan kriyojenik işlemin dinamik tokluğu arttırdığı gözlemlenmiştir. 36 saat kriyojenik işlem uygulamasının tokluk üzerinde 12 ve 24 saate oranla daha etkili olduğu gözlemlenmiştir.
- 24 saat altında uygulanan kriyojenik işlemlerin dinamik tokluk açısından kayda değer etkilerinin olmadığı görülmüştür.
- 36 saat kriyojenik işlem uygulanan numunenin tokluk değerinin % 28'e kadar arttığı ve maksimum iyileşme sağlandığı belirlenmiştir.
- Çözeltiyeye alma işlemi ve yaşlandırma işlemi arasında uygulanan kriyojenik işlemin tokluk değeri üzerinde artış sağladığı fakat tek başına uygulanan derin kriyojenik işlemin (24 ve 36 saat) tokluk üzerindeki etkisinin daha yüksek olduğu öncül çalışmalarla karşılaştırılarak tespit edilmiştir.
- Yapılan sertlik ölçümü sonuçlarına göre 24 saat uygulanmasında sertliği en yüksek olduğu, 36 saat uygulanmasında ise 12 saat kriyojenik işlem uygulanan numuneye göre anlamlı bir fark olmadığı gözlemlenmiştir. Kriyojenik işlem uygulanmayan numuneye kıyasla uygulanan numunelerde %10-%20 sertlik artışı gözlemlenmiştir.
- Optik mikroskop incelemeleri neticesinde kriyojenik işlemin β - α faz dönüşümünde etkili olmuştur ve yapıdaki miktarı ve dağılımının değiştirdiği gözlemlenmiştir. Yeni intermetaliklerin oluştuğu düşünülmektedir.

Araştırmacıların Katkısı

Bu çalışmada; Cansu ÇİMEN, numune üretimi, deneylerin uygulanmasını, veri dijitalizasyonunu; Koray KILIÇAY, literatür araştırması, deneylerin tasarımı, makale taslağı oluşturulması; Esad KAYA, deneysel sonuçların derlenmesi konularında katkı sağlamışlardır.

Çıkar Çatışması

Yazarlar tarafından herhangi bir çıkar çatışması beyan edilmemiştir.

Kaynaklar

Chen, P., Malone T., Bond R., Torres P., (2001). Effects of Cryogenic Treatment on the Residual Stress and Mechanical Properties of an Aerospace Aluminum

- Alloy. Proceedings of The 4th Conference on Aerospace Materials, Processes, and Environmental Technology.
- Çakır, F. H. (2019). Ti6Al4V Alaşımına Kriyojenik İşlemin Etkilerinin Araştırılması (Doktora Tezi). Eskişehir, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Das, D., Dutta, A. K., Ray, K. K., (2010). Structure-Property Correlation of Cryotreated AISI D2 Steel. *Advanced Materials Research* 117: 49-54. DOI: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.117.49>
- Das, D., Dutta, A. K., Ray, K. K., (2009). Influence of temperature of sub-zero treatments on the wear behaviour of die steel. *Wear* 267(9-10): 1361-1370. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.wear.2008.11.029>
- Du, Z., Yan M., Liu F., Xueping Z., Chen Y., Guowei L., Guolong L., Yuyong C., (2019). Improving mechanical properties of near beta titanium alloy by high-low duplex aging. *Materials Science and Engineering: A* 754: 702-707. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.127>
- Gill, S. S., Rupinder S., Harpreed S., Jagdev s., (2009). Wear behaviour of cryogenically treated tungsten carbide inserts under dry and wet turning conditions. *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 49(3-4): 256-260. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2008.11.001>
- Gu, K., Zhang H., Zhao B., Wang J., Zhou Y., Zhiqiang L., (2013). Effect of cryogenic treatment and aging treatment on the tensile properties and microstructure of Ti-6Al-4V alloy. *Materials Science and Engineering: A* 584: 170-176. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.07.021>
- Höke G., Şahin İ., Henifi Ç., Fındıklı T., (2014). Kriyojenik İşlemin SAE 4140 Çeliğin Mekanik Özellikleri Üzerine Etkisi. *Journal of Selcuk-Technic* 13(2).
- K. Tanrıöver, A. Taşçı. (1997). Titanyum Alaşımının Isıl İşlemi. *Makine Magazin* 58.
- Kawabata, T., Suenaga H., Izumi O., (1984). "Effect of cold working and ageing treatment on ductility of an Al-6.0% Zn-2.6% Mg alloy at 4.2 to 293 K." *Journal of Materials Science* 19(3): 1007-1021. DOI : <https://doi.org/10.1007/BF00540471>
- Kim, S. S., Nack J. K., (1999). Tensile behavior of rapidly solidified Al-Li-Zr and Al-Li-Cu-Mg-Zr alloys at 293 and 77 K. *Metallurgical and Materials Transactions* A 30(8): 2254-2258. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11661-999-0039-3>
- Peters, M., Hemptenmacher J., Kumpfert J., Leyens C., (2003). Structure and Properties of Titanium and Titanium Alloys. *Titanium and Titanium Alloys: 1-36*. DOI : <https://doi.org/10.1002/3527602119.ch1>
- Semiatin, S. L., Seetharaman V., Weiss I., (1997). The thermomechanical processing of alpha/beta titanium alloys. *Jom* 49(6): 33-39. DOI : <https://doi.org/10.1007/BF02914711>
- Senthilkumar, D., Rajendran I., Pellizzari M., Siirainen J., (2011). Influence of shallow and deep cryogenic treatment on the residual state of stress of 4140 steel. *Journal of Materials Processing Technology* 211(3): 396-401. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.10.018>
- Vilaro, T., Colin C., Bartout J. D., (2011). As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. *Metallurgical and Materials Transactions A* 42(10): 3190-3199. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11661-011-0731-y>
- Voort, G. F. V. (2004). *ASM handbook. Vol. 9, Metallography and microstructures*. Materials Park, Ohio, ASM Materials Park, Ohio.
- Yun, D., Xiaoping L., Xiao H., (2013). Classic contributions: cryogenic treatment Deep cryogenic treatment of high speed steel: microstructure and mechanism. *International Heat Treatment and Surface Engineering* 2(2): 80-84. DOI : <https://doi.org/10.1179/174951508X358482>
- Zhirafar, S., Rezaeian A., Pugh M., (2007). Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel. *Journal of Materials Processing Technology* 186(1-3): 298-303. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.12.046>