



Influence of cryogenic treatment applied prior to aging treatment on fatigue crack propagation behavior of Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr metastable β titanium alloy

Nihal Yumak*^{ID}, Kubilay Aslantaş^{ID}, Ahmet Çetkin^{ID}

Afyon Kocatepe University Faculty of Technology, Department of Mechanical Engineering, 03000, Afyonkarahisar, Turkey

Highlights:

- α phases precipitate higher size with the increase of aging temperature
- Aging temperature determines the fatigue crack propagation rate of single-step and duplex-aged samples
- The pre-aging temperature determined the fatigue behavior of the alloy

Keywords:

- Metastable β titanium alloy
- Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr alloy
- Cryogenic treatment
- Aging treatment
- Fatigue crack propagation resistance

Article Info:

Research Article
Received: 10.06.2021
Accepted: 26.11.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.950502

Acknowledgement:

This research was conducted by financial assistance of the Scientific and Technical Research Council (TUBITAK) of Turkey Project: 118M727.

Correspondence:

Author: Nihal Yumak
e-mail: nyumak@aku.edu.tr
phone: +90 272 228 1417

Graphical Abstract

Metastable β titanium alloys have been widely used in the aerospace industry since the 1960s due to their high strength and low weight. Metastable β titanium alloys differentiate from all other titanium alloy groups thanks to their high heat treatment efficiency. In the literature, significant improvements have been achieved in the mechanical properties of the metastable β alloys with cryogenic and aging treatments. Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr metastable β titanium alloy is preferred, especially in the aerospace industry in airframe and fasteners due to its strip producibility and good formability. Considering the loading conditions and application areas to which the alloy is exposed, it becomes essential to investigate the fatigue crack propagation behaviors of the alloy.

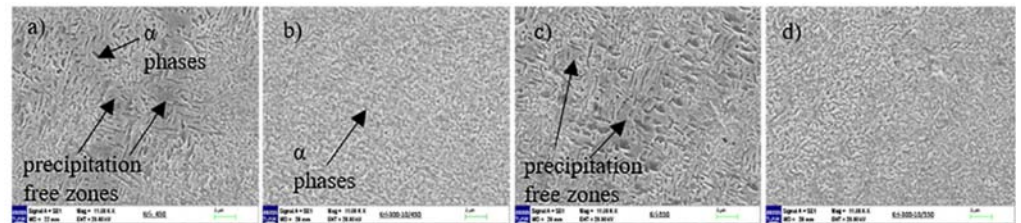


Figure A. Microstructure analysis of the heat-treated samples, a) Kry+450/8, b) Kry+300/10-450/8, c) Kry+550/8, d) Kry+300/10-550/8.

Purpose: There have been a few studies about the effect of the cryogenic treatment on titanium alloys' microstructural and mechanical properties in the literature. However, studies in which cryogenic treatment is applied to metastable β titanium alloys are quite limited. Therefore, in this study, cryogenic treatment with or without single-step and duplex aging treatment was applied to the alloy. In addition, tensile, microhardness, and fatigue crack propagation tests were applied to heat-treated sample groups. Thus, fatigue crack propagation behavior of the samples that were aged after the cryogenic treatment for the first time in the literature was examined.

Theory and Methods:

Cryogenic treatment was applied at -196°C for 24 hours. Single-step and duplex aging treatments were applied after the cryogenic treatment. Aging treatments were applied at both high ($85\text{-}195^{\circ}\text{C}$ below β transition temperature) and low ($200\text{-}450^{\circ}\text{C}$) aging temperatures. The tensile, microhardness and fatigue crack propagation tests were applied to heat-treated sample groups.

Results:

α phases were precipitated at a finer size in the duplex aged samples, and precipitation-free zones were not observed in the microstructure. In addition, significant increases in strength values were obtained without a decrease in the elongation of the alloy in the aged samples after the cryogenic treatment. Compared to single-step aged samples, crack propagation rate was obtained lower due to uniform precipitation of finer α phases in the duplex aged samples.

Conclusion:

Maximum strength versus maximum elongation was obtained in Kry+300/10-450/8 specimens subjected to duplex aging after cryogenic treatment. Also, fatigue crack propagation resistance of the duplex aged samples was found higher than the single-step aged samples.



Yaşlandırma işlemi öncesi uygulanan kriyojenik işlemin Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr metastabil β titanyum alaşımının yorulma çatlak ilerlemesi davranışlarına etkisi

Nihal Yumak*^{ID}, Kubilay Aslantaş^{ID}, Ahmet Çetkin^{ID}

Afyon Kocatepe Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 03000, Afyonkarahisar, Türkiye

Ö N E Ç İ K A N L A R

- α fazları, yaşlanma sıcaklığının artmasıyla daha büyük boyutta çökelmektedir
- Yaşlandırma sıcaklığı, tek aşamalı ve çift yaşlandırılmış numunelerin yorulma çatlak yayılma hızını belirlemektedir
- Ön yaşlandırma sıcaklığı alaşımın yorulma davranışlarını belirlemiştir

Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 10.06.2021

Kabul: 26.11.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.950502

Anahtar Kelimeler:

Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr

alaşımı,

metastabil β titanyum

alaşımı,

kriyojenik işlem,

yaşlandırma işlemi,

yorulma çatlak ilerlemesi

ÖZ

Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr alaşımına kriyojenik işlem ve kriyojenik işlem ardından tek basamaklı ve dubleks yaşlandırma işlemi uygulanarak, alaşımının mikro yapısal özellikleri, çekme özellikleri ve yorulma çatlak ilerlemesi davranışları incelenmiştir. Alaşım -196°C'de 24 saat kriyojenik işlem uygulanmıştır. Dubleks ve tek basamaklı yaşlandırma işlemleri ise düşük ve yüksek sıcaklıkta uygulanmıştır. Dubleks yaşlandırma işlemlerinde 250°C'de 24 saat ve 300°C'de 10 saat olmak üzere iki farklı ön yaşlandırma işlemi uygulanarak, ön yaşlandırma işleminin de alaşımın yorulma çatlak ilerlemesi davranışlarına etkisi incelenmiştir. Kriyojenik işlem ardından dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde α fazları daha küçük boyutta oluşmuş ve mikro yapıda çökeltilen bölgeler gözlemlenmemiştir. Ayrıca kriyojenik işlem ardından yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde, alaşımın yüzde uzamasında bir azalma olmaksızın, mukavemet değerlerinde belirgin artışlar elde edilmiştir. Tek basamaklı yaşlandırılmış numunelere kıyasla, dubleks yaşlandırılmış numunelerde α fazlarının küçük boyutlarda ve mikro yapıda düzenli şekilde çökelmesi sonucu yorulma çatlak oluşumu gecikmiş ve çatlak ilerlemesi direnci artmıştır.

Influence of cryogenic treatment applied prior to aging treatment on fatigue crack propagation behavior of Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr metastable β titanium alloy

H I G H L I G H T S

- α phases precipitate higher size with the increase of aging temperature
- Aging temperature determines the fatigue crack propagation rate of single-step and duplex-aged samples
- The pre-aging temperature determined the fatigue behavior of the alloy

Article Info

Research Article

Received: 10.06.2021

Accepted: 26.11.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.950502

Keywords:

Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr alloy,

metastable β titanium alloy,

cryogenic treatment,

aging treatment,

fatigue crack propagation

resistance

ABSTRACT

Microstructural properties, tensile properties, and fatigue crack propagation behaviors of Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr alloy were investigated by applying cryogenic treatment and cryogenic treatment followed by single-step and duplex aging treatment. The alloy was cryogenically treated at -196°C for 24 hours. Duplex and single-step aging treatments were applied at low and high temperatures. In duplex aging treatments, two different pre-aging treatments, 24 hours at 250°C and 10 hours at 300°C were applied, and the effect of pre-aging on the fatigue crack propagation behavior of the alloy was investigated. The α phases were formed finer in the samples that were duplex aged after the cryogenic treatment, and precipitate-free zones were not observed in the microstructure. In addition, significant increases in strength were obtained without a decrease in the elongation of aged samples. Compared to single-step aged samples, fatigue crack growth and crack propagation resistance increased due to uniform precipitation of α phases in finer sizes.

*Sorumlu Yazar/Yazarlar / Corresponding Author/Authors : *nyumak@aku.edu.tr, aslantas@aku.edu.tr, acetkin@aku.edu.tr /

Tel: +90 272 228 1417

2068

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Metastabil β titanyum alaşımları yüksek dayanımlarına karşılık düşük ağırlıkları sayesinde havacılık alanında 1960'lı yıllardan bu yana yaygın olarak kullanılmaktadır [1]. Metastabil β titanyum alaşımları yüksek ısı işlem verimlilikleri sayesinde diğer tüm titanyum alaşımlarından ayrılmaktadırlar [2]. Yapılan literatür araştırmasında, metastabil β titanyum alaşımlarına uygulanan kriyojenik işlem veya yaşlandırma işlemi gibi ısı işlemler sonrasında alaşımın mekanik özelliklerinde önemli iyileştirmeler elde edildiği görülmüştür [3]. Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr metastabil β titanyum alaşımı düşük MoE (11) değeriyle verimli şekilde ısı işlem uygulanabilen metastabil β fazı titanyum alaşımlarındandır [4]. Alaşım özellikle havacılık alanında uçak gövdesinde ve bağlantı elemanlarında şerit şeklinde üretilebilirliği ve iyi şekillendirilme kabiliyeti sayesinde tercih edilmektedir [5].

Kriyojenik işlem ilk olarak 19. yüzyılda İsviçreli saat üreticilerinin soğuk dağ mağaralarına gömülen saat parçalarının daha uzun ömürlü olduklarını fark etmeleriyle ortaya çıkmıştır [6]. Daha sonraki yıllarda ise malzemelerin aşınma dayanımını, çekme dayanımını, darbe dayanımını, işlenebilirliğini, kırılma tokluğunu, sertliğini ve termal iletkenliğini arttırmak için uygulanmıştır [7, 8]. Kriyojenik işlem, malzemenin sıfırlı kriyojenik işlem sıcaklığına kademeli olarak soğutulması, bu sıcaklıkta belirli bir süre tutulması ve ardından oda sıcaklığına kademeli olarak ısıtılmasıyla gerçekleştirilir [9]. Kriyojenik işlem kalıcı, çevre dostu ve toksik olmayan bir işlem olarak kabul edilmektedir [6]. Literatürde kriyojenik işlemin titanyum alaşımlarına uygulandığı çalışmalara sıkça rastlanmaktadır [2]. Bunlardan Ti-6246 alaşımına kriyojenik işlem uygulanan çalışmada, alaşımın işlenebilirliğine etkisi incelenmiş ve çalışmada kriyojenik işlem uygulanmasıyla takım aşınmasının azaldığı görülmüştür [10]. Zhou vd. ise yaptıkları çalışmalarında TC6 alaşımına kriyojenik işlem ve ardından laser bombardımanı uygulanmıştır. Laser bombardımanı öncesi kriyojenik işlem uygulanan numunede daha küçük tane boyutu ve yüksek dislokasyon yoğunluğu elde edilmiştir [11]. Bir diğer çalışmada ise TB8 metastabil β titanyum alaşımına kriyojenik işlem ve kriyojenik işlem ardından yaşlandırma işlemi uygulanmıştır. Kriyojenik işlem ardından yaşlandırma işlemi uygulanan numunede α fazlarının hacimsel oranı artmış, buna bağlı olarak alaşımın çekme mukavemeti %5 ve mikro sertliği ise %15 oranında artmıştır [12]. Metastabil β titanyum alaşımlarına sıkça uygulanan bir diğer ısı işlem tipi ise yaşlandırma işlemidir [4]. Yaşlandırma işlemleri, tek basamaklı uygulanabildiği gibi, dubleks olarak da uygulanabilmektedir [2, 13]. Dubleks yaşlandırma işlemleri,

ön yaşlandırma işlemi ve ardından uygulanan ikinci basamak yaşlandırma işlemi olmak üzere iki adımda uygulanmaktadır [4]. Dubleks yaşlandırma işlemleri tek basamaklı yaşlandırma işlemlerine kıyasla, daha yüksek hacimsel oranda ve daha küçük boyutlarda α fazlarının oluşmasını sağlamaktadır [14].

Yapılan literatür araştırmasında çeşitli titanyum alaşımlarına kriyojenik işlemin uygulandığı çalışmalara rastlanmıştır [9]. Fakat metastabil β titanyum alaşımlarına kriyojenik işlemin uygulandığı çalışmalar oldukça sınırlıdır. Bu nedenle yapılan bu çalışmada, Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr metastabil β titanyum alaşımına kriyojenik işlem ve kriyojenik işlem ardından tek basamaklı ve dubleks yaşlandırma işlemleri uygulanmıştır. Isıl işlem uygulanmış numunelere mikro yapısal incelemeler, çekme ve sertlik testleri uygulanmış ve sonrasında yorulma çatlak ilerleme deneyleri yapılmıştır. Böylelikle literatürde ilk defa kriyojenik işlem ardından yaşlandırma işlemi uygulanmış numunelerin yorulma çatlak ilerleme davranışları incelenmiştir.

2. DENEYSEL METOT (EXPERIMENTAL METHOD)

Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr metastabil β titanyum alaşımı 860°C'de 1,5 saat solüsyona alınmış olarak temin edilmiş ve alaşımın kimyasal kompozisyonu Tablo 1'de verilmiştir.

2.1. Kriyojenik ve yaşlandırma işlemlerinin uygulanması (Application of cryogenic and aging treatments)

Kriyojenik işlem Alper Isıl İşlem firmasında, Şekil 1a'da gösterilen kriyojenik işlem tankında gerçekleştirilmiştir. Kriyojenik işlem, sıvı haldeki azotun tanka valf yardımıyla iletilmesiyle başlar. Sıvı halde tanka geçen azot fandan geçerek buharlaşır ve gaz haline gelir. Bundan sonra tankın sıcaklığı bilgisayar kontrollü olarak sabit hızla kriyojenik işlem sıcaklığına düşürülür. Belirlenen kriyojenik işlem süresi kadar bu sıcaklıkta tutulan malzeme daha sonrasında aynı hızla oda sıcaklığına ısıtılır. Yapılan bu çalışmada, uygulanan kriyojenik işlem -196°C ve 24 saat süreyle uygulanmıştır. Literatürde yapılan çalışmalar incelendiğinde, bu sıcaklık (-196°C), derin kriyojenik işlem sıcaklığı olarak ifade edilmektedir [15]. Bu sıcaklıkta kriyojenik işlem sırasında, faz dönüşüm kinetiğinin yavaşlaması nedeniyle işlem süresi 24 saat olarak seçilmiştir [16]. Kriyojenik işlem sıcaklığına numune 2°C/dakk. hızla soğutulmuş, bu sıcaklıkta 24 saat bekletilmiş ve yine aynı hızla kriyojenik işlem sıcaklığından oda sıcaklığına ısıtılmıştır. Şekil 1b'de kriyojenik işlem ve kriyojenik işlem ardından dubleks yaşlandırma işlemi uygulanmış numunenin işlem basamakları verilmiştir (Şekil 1b).

Tablo 1. Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr alaşımının kimyasal kompozisyonu (% ağı.)
(Chemical composition of Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr alloy (wt%))

Ti	V	Al	Sn	Cr	Fe	C	N	O	H
Geri kalan	15,79	2,74	3,03	3,12	0,008	0,01	0,008	0,096	0,001

Kriyojenik işlem sonrasında alaşıma tek basamaklı ve dubleks yaşlandırma işlemleri hem yüksek (β geçiş sıcaklığının 85-195°C altındaki sıcaklıklarda 550-650°C arasında) hemde düşük (200-450°C) sıcaklıklarında uygulanmıştır [1]. Dubleks yaşlandırma işlemlerinde ise ön yaşlandırma işlemleri 250°C'de 24 saat ve 300°C'de 10 saat uygulanmıştır. İkinci basamak yaşlandırma işlemi ve tek basamaklı yaşlandırma işlemi sıcaklığı ve süresi aynı olacak şekilde belirlenmiştir (Tablo 2).

2.2. Çekme testi, sertlik testi ve yorulma çatlak ilerlemesi testlerinin uygulanması

(Application of tensile tests, micro hardness tests and fatigue crack propagation tests)

Çekme ve yorulma çatlak ilerlemesi testleri, Instron marka universal 100kN kapasiteli test cihazında yapılmıştır. Çekme testleri ASTM E8M standardına uygun olarak hazırlanmış numunelere, 1 mm/dak. yükleme hızında uygulanmıştır. Her numune grubunda, testler üç defa tekrarlanmıştır. Vickers sertlik ölçümleri 50 g yük altında, 10 saniye yük uygulayarak, 10 farklı noktadan ölçülmüş ve ortalamaları alınmıştır. Yorulma çatlak ilerlemesi test numuneleri ASTM E-647 standardına uygun olarak hazırlanmıştır. Yorulma çatlak testi başlangıcından itibaren USB bir mikroskopla ölçülmüştür. Gerilme şiddeti faktörü Eş. 1 kullanılarak standarda uygun olarak hesaplanmıştır. ΔP yükteki değişim, B numunenin kalınlığı, W numunenin genişliği, $\alpha = a/W$ ise çatlak boyunun numune genişliğine oranıdır. Hazırlanan

numunede standarda uygun olacak şekilde B numunenin kalınlığı 4 mm, W numunenin genişliği 70 mm olarak belirlenmiştir. Elde edilen çatlak ilerleme hızına (da/dN) karşılık ΔK gerilme şiddeti faktörünün değişim grafiği çizdirilmiş, Eşitlik 2 kullanılarak, C ve m malzeme sabitleri elde edilmiştir [17]. Testler oda sıcaklığında, $P_{max}=1500N$ ve 2 Hz frekansta uygulanmıştır. Gerilme oranı R (P_{min}/P_{max}) = 0,1 olarak belirlenmiştir.

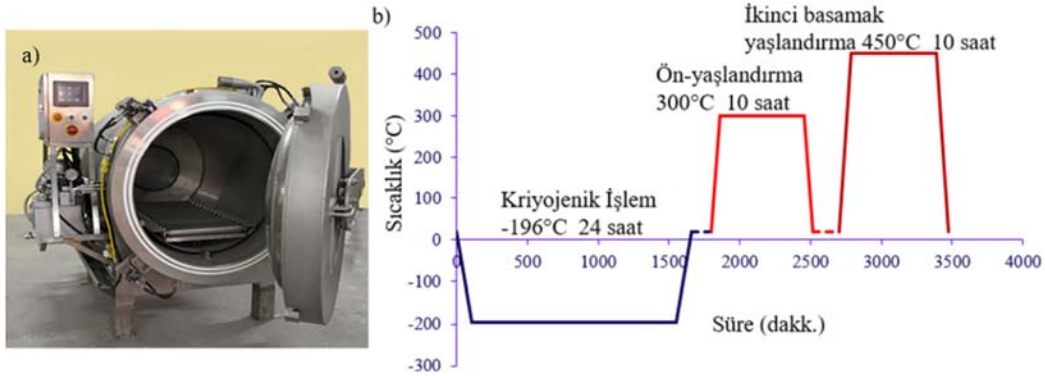
$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} \left(\frac{2+\alpha}{1-\alpha} \right)^{3/2} (0,886+4,64\alpha-13,32\alpha^2+14,72\alpha^3-5,6\alpha^4) \quad (1)$$

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (2)$$

2.3. Mikro yapısal incelemelerin yapılması

(Application of microstructural investigations)

Mikro yapı analizi için numuneler metalografik numune hazırlama tekniklerine uygun olarak hazırlanmış ve dağılayıcı olarak 2 ml HF, 2 ml HNO₃ ve 100 ml H₂O kullanılmıştır. Dağlama süresi uygulanan ısıl işlem tipine göre 5-60 s arasında değişmiştir. Mikro yapı analizi LEO 1430 VP model SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) ile yapılmıştır. Ayrıca SEM analizi ile yorulma testlerinden sonra kopan numunelerin kırılma yüzeyleri de incelemiştir. Faz analizleri ise XRD tekniği kullanılarak 1°/dakika tarama hızında, 30-90° arasına uygulanmıştır.



Şekil 1. Kriyojenik işlem sistemi, a) Kriyojenik işlem tankı, b) Kriyojenik işlem ardından dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan Kry+250/24-450/10 numunesinin ısıl işlem basamakları (Cryogenic treatment system, a) Cryogenic treatment tank, b) Heat treatment steps of Kry+250/24-450/10 sample, which was duplex aged after cryogenic treatment)

Tablo 2. Isıl işlem uygulanmış numune grupları (Heat treated sample groups and coding system)

Numune Grupları	Kodlama Sistemi	Uygulanan ısıl işlem
Kriyojenik işlem	Kry	-196°C'de 24 saat
Kriyojenik işlem ardından tek basamaklı yaşlandırma işlemi	Kry+300/10	300°C'de 10 saat
	Kry+250/24	250°C'de 24 saat
	Kry+450/8	450°C'de 8 saat
	Kry+550/8	550°C'de 8 saat
Kriyojenik işlem ardından dubleks yaşlandırma işlemi	Kry+300/10-450/8	300°C'de 10 saat 450°C'de 8 saat
	Kry+300/10-550/8	300°C'de 10 saat 550°C'de 8 saat
	Kry+250/24-450/8	250°C'de 24 saat 450°C'de 8 saat
	Kry+250/24-550/8	250°C'de 24 saat 550°C'de 8 saat

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR (RESULTS AND DISCUSSIONS)

3.1. Mikro yapı incelemeleri (Investigations of microstructure)

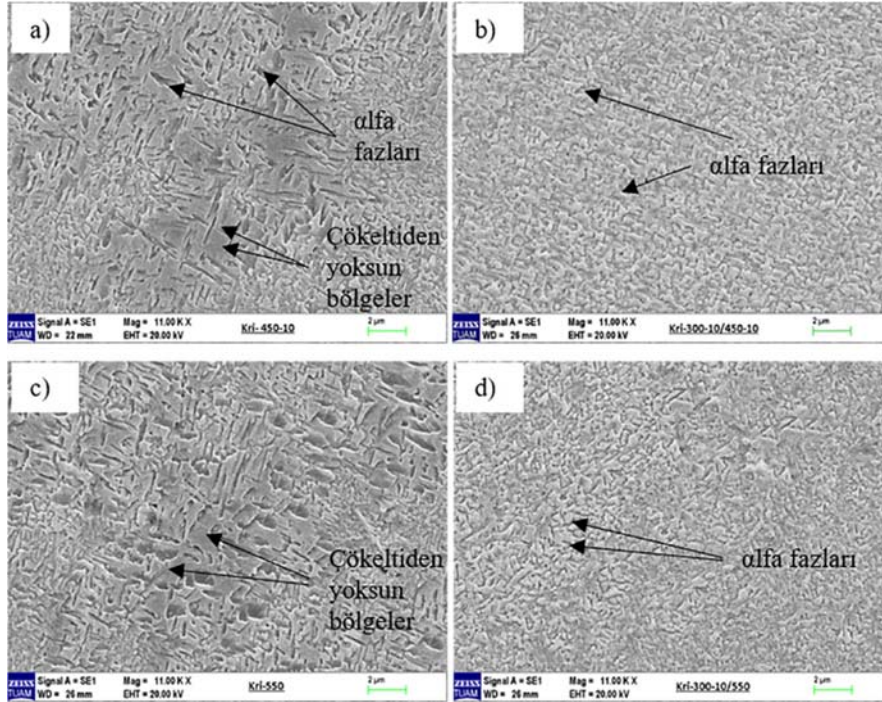
Metastabil β titanyum alaşımlarında yüksek oranda bulunan β fazı sabitleyici elementler nedeniyle martenzitik dönüşüm oda sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda gerçekleşir [2]. Bu nedenle kriyojenik işlemlerle birlikte sıfırlı sıcaklıklara soğutulan metastabil β alaşımlarında martenzitik dönüşüm meydana gelmektedir. Martenzitik dönüşüm sıcaklığının altına soğutulan alaşımda, termal gerilmeye bağlı olarak metastabil β fazları ve dislokasyonlar oluşmaktadır [12]. Bu bölgeler yaşlandırma işlemleri sırasında α fazlarının öncelikli olarak oluştuğu bölgelerdir. Bu nedenle kriyojenik işlem ardından, yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde, α fazlarının hacimsel oranı artmaktadır. Fakat kriyojenik işlem ardından tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde, α fazlarının öncelikli olarak tane sınırlarına çökeldiği ve mikro yapıda geniş çökeltiden yoksun bölgelerin oluştuğu, daha önce yazarlar tarafından yapılan çalışmada gözlemlenmiştir [18]. Kriyojenik işlem ardından dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunede bu durum ortadan kalkmıştır. Kriyojenik işlem ardından düşük sıcaklıklarda uygulanan ön yaşlandırma işlemi esnasında mikro yapıda oluşan ω_{iso} fazları, ikinci basamaklı yaşlandırma işlemlerinde α fazlarının oluştuğu bölgelerdir. ω_{iso}/β faz ara yüzeylerinin artması α fazlarının daha küçük boyutta, yüksek hacimsel oranda ve tüm mikro yapıda düzenli bir şekilde oluşmasını sağlamıştır. Bilindiği gibi, tek basamaklı yaşlandırma işlemine kıyasla dubleks yaşlandırma işlemleri,

α fazlarının daha küçük boyutlarda ve yüksek hacimsel oranda oluşmalarını sağlamaktadır [4]. Bu durum kriyojenik işlem ardından dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde de değişmemiş ve Kry+300/10-450/8 numunesinde Kry+450/8 numunesine kıyasla daha küçük α fazları elde edilmiştir. Ayrıca Şekil 2a'da görülen çökeltiden yoksun bölgeler, Şekil 2b'de dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunede ortadan kalkmıştır. Hem tek basamaklı hem de dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunede yaşlandırma sıcaklığının artması α fazlarının büyümesine neden olmuştur. Bu nedenle Şekil 2c ve Şekil 2d'de daha büyük α fazları elde edilmiştir.

Şekil 3'de kriyojenik işlem ardından tek basamaklı ve dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerin XRD faz analizi sonuçları verilmiştir. Görüldüğü gibi, Kry-450/8 numunesinde, ω_{iso} fazları gözlemlenirken, Kry+300/10-450/8 numunesinde bu fazlar bulunmamaktadır. Bu durum dubleks yaşlandırma işlemlerinde, ön yaşlandırma işlemi uygulanmasıyla birlikte, faz çökeltme kinetiğinin hızlanmasından kaynaklanmaktadır. 300°C'de 10 saat ön yaşlandırma işlemi uygulanmasıyla birlikte faz oluşumları artmış ve buna bağlı olarak ω_{iso}/β faz ara yüzeylerine α fazları çökelmiş böylece ω_{iso} fazları XRD analizinde elde edilememiştir..

3.2. Çekme testi ve mikro sertlik testi sonuçları (Tensile tests and micro hardness test results)

Kriyojenik işlem ardından tek basamaklı ve dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerin çekme ve mikro sertlik testi sonuçları Şekil 4'te verilmiştir. Çekme testi

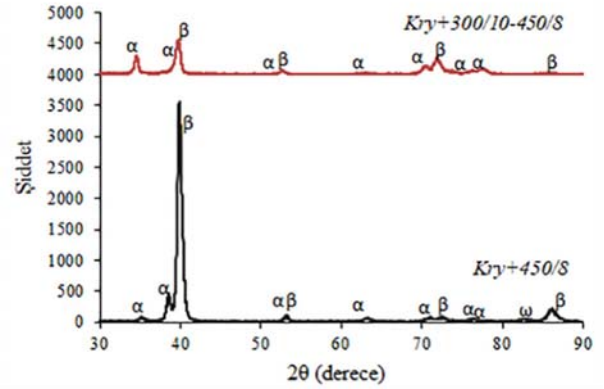


Şekil 2. Kriyojenik işlem ardından yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerin mikro yapı görüntüleri, a) Kry+450/8, b) Kry+300/10-450/8, c) Kry+550/8, d) Kry+300/10-550/8

(Microstructure images of the heat treated samples, a) Kry+450/8, b) Kry+300/10-450/8, c) Kry+550/8, d) Kry+300/10-550/8)

sonuçlarından görüldüğü gibi, kriyojenik işlem ardından dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde yüzde uzama ile birlikte mukavemet değerleri de artmaktadır. Maksimum çekme dayanımına karşılık maksimum yüzde uzama Kry+300/10-450/8 numunesinde elde edilmiştir. İkinci basamak yaşlandırma işlemi sıcaklığının 550°C'ye artması ise çekme özelliklerini olumsuz etkilemiş ve alaşımın çekme mukavemet değeri ve yüzde uzaması azalmıştır. Bilindiği gibi, yaşlandırma işlemi sıcaklığı ve süresinin artmasıyla birlikte α fazları daha büyük boyutlarda oluşmakta bu durum alaşımın mekanik özelliklerini olumsuz etkilemektedir[4]. Bu durum kriyojenik işlem ardından yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde de değişmemiştir. Böylelikle ikinci basamak yaşlandırma işlemi sıcaklığının artması, α fazlarının büyümesine neden olarak mekanik özellikleri olumsuz etkilemiştir. Mikro sertlik test sonuçları incelendiğinde ise kriyojenik işlem ardından dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde mikro sertlik daha yüksek bulunmuştur. Bu durum, bu numunelerde tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanmış numunelere kıyasla α fazlarının daha küçük boyutlarda ve yüksek hacimsel oranda oluşmasıyla ilgilidir. Fakat ikinci basamak yaşlandırma işlem sıcaklığının artması, α fazlarının büyümesine neden olarak, mikro sertliği azaltmıştır. Bu durum da en yüksek mikro sertlik Kry+300/10-450/8 numunesinde elde edilmiştir. Bu

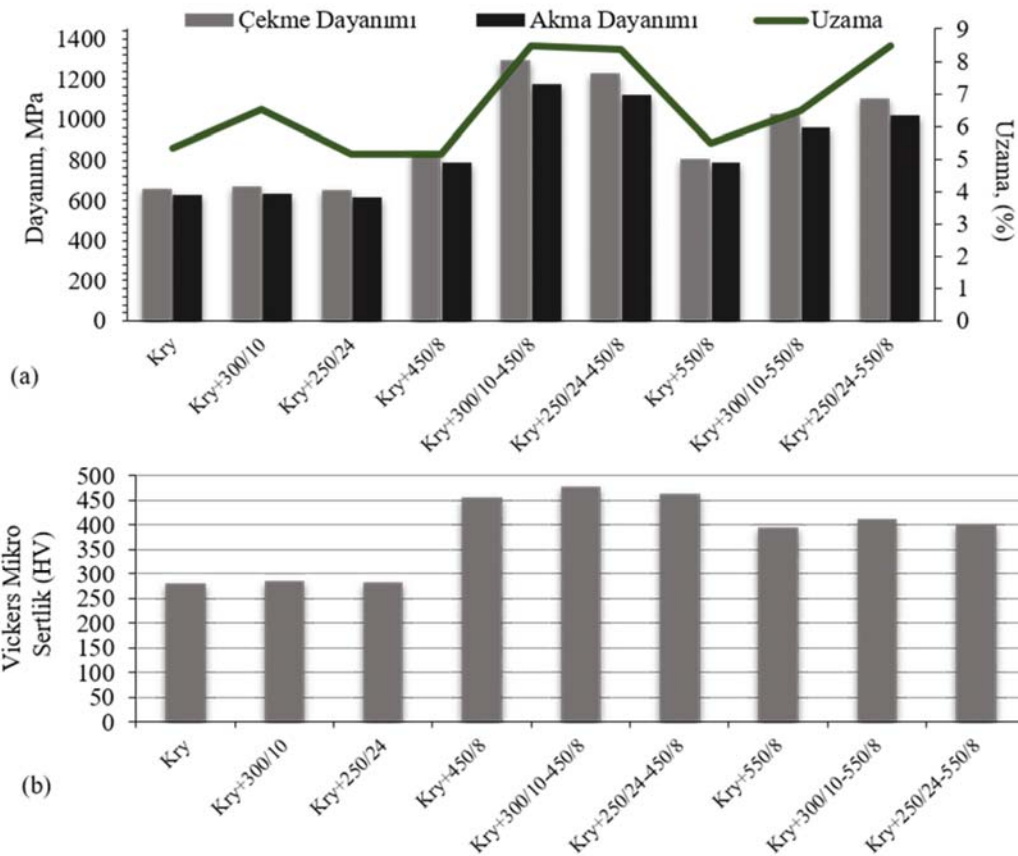
noktadan sonra ikinci basamak yaşlandırma sıcaklığındaki artış alaşımın mikro sertliğini azaltmıştır.



Şekil 3. XRD faz analizi sonuçları (XRD phase analysis results)

3.3. Yorulma çatlak ilerlemesi testi sonuçları (Fatigue crack propagation test results)

Kriyojenik işlem ardından uygulanan tek basamaklı yaşlandırma işlemlerinde α fazlarının büyüdüğü ve çökeltilerden yoksun bölgelerin oluştuğu mikro yapı incelemeleri sırasında gözlemlenmiştir. Çökeltilerden yoksun



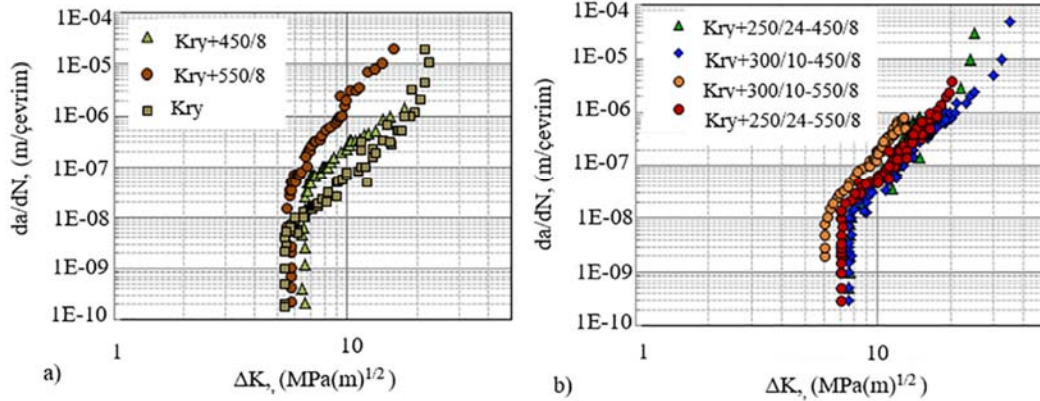
Şekil 4. Isıl işlem uygulanmış numune gruplarının mekanik test sonuçları, a) Çekme testi sonuçları, b) Mikro sertlik testi sonuçları (Mechanical test results of heat treated sample groups, a) Tensile test results, b) Micro hardness test results)

bölgeler, yüksek oranda birikmiş plastik deformasyona neden olarak dislokasyon hareketlerini arttırmaktadır[19]. Bu nedenle tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanmış numunelerde yorulma çatlak hızı hızlı bir şekilde oluşmuş ve yüksek hızla ilerlemiştir (Şekil 5a). Ayrıca tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanmış numunelerde, yaşlandırma sıcaklığının artması, çökeltiden yoksun bölgeleri arttırmış böylece yorulma çatlak oluşumu ve çatlak ilerlemesi hızını artmıştır. Sadece kriyojenik işlem uygulanan numunede ise görüldüğü gibi yorulma çatlak hızı hızlı bir şekilde oluşmuş fakat tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanmış numunelere kıyasla daha yavaş ilerlemiştir(Şekil 5a). Bu durum kriyojenik işlem uygulanan numunede yorulma çatlaklarının tane sınırlarını takip ederek ilerlemesiyle alakalıdır. Yazarlar tarafından yapılan bir diğer çalışmada, β tane sınırları içinde α fazının oluşmadığı durumda yorulma çatlaklarının tane sınırları boyunca ilerlediği, α fazlarının oluşumuyla birlikte tane içinde ilerlediği gözlemlenmiştir[2]. Yorulma çatlaklarının bu şekilde tane sınırlarını takip ederek ilerlemesi çatlak uç noktasında hem kayma modu (K_{II}) hemde açılma modu (K_I) yüklemenin birlikte oluşmasına neden olarak yorulma çatlakları ilerleme hızını yavaşlatmıştır[20].

Kriyojenik işlem ardından dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde, α fazları tüm mikro yapıda uniform bir şekilde dağılmış ve bu durum çökeltiden yoksun bölgelerin oluşumunu engellemiştir. Böylelikle kriyojenik

işlem ardından dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde, çatlak ilerleme hızı tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanan numunelere kıyasla daha düşük bulunmuştur(Şekil 5b). Ön yaşlandırma işleminin çatlak ilerleme hızına etkisi incelendiğinde ise, 450°C gibi düşük yaşlandırma sıcaklığında her iki ön yaşlandırma işleminde de yakın ΔK_{th} değerleri ve yorulma çatlak ilerlemesi hızı elde edilmiştir. Fakat sıcaklığın 550°C'ye artmasıyla birlikte ΔK_{th} değeri, 300°C'de 10 saat ön yaşlandırma işlemi uygulanan numunede daha düşük elde edilmiştir. Aynı şekilde bu numunede çatlak ilerleme hızı da daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu durum ön yaşlandırma sıcaklığının artmasıyla birlikte, faz oluşumunun hızlanması ve daha büyük α fazlarının elde edilmesinden kaynaklanmaktadır.

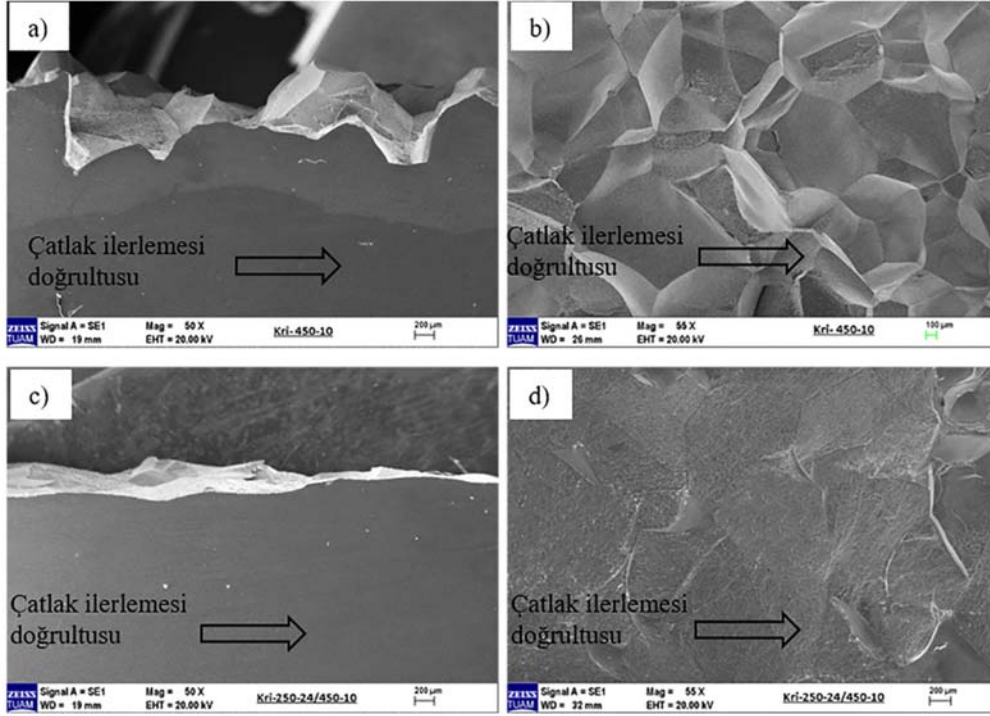
Yorulma testlerinden elde edilen C ve m sabitleri ile ΔK_{th} değerleri Tablo 3'de verilmiştir. Yorulma testlerinde, çatlak ilerleme hızının azalmasıyla birlikte m ve C malzeme sabitleri azalmıştır. Böylelikle en düşük C ve m katsayısı, yaşlandırma işlemi uygulanmış numuneler arasından, Kry+300/10-450/8 için elde edilmiştir. Yorulma çatlak ilerlemesi testlerinde elde edilen bir diğer sonuçta, kriyojenik işlem ardından tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde çatlak oluşumunun daha hızlı gerçekleşmesidir. Bu nedenle, kriyojenik işlem ardından tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde ΔK_{th} daha düşük bulunmuştur. Ayrıca hem tek basamaklı hem de dubleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde



Şekil 5. Isıl işlem uygulanmış numunelerin yorulma çatlak ilerlemesi test sonuçları, a) Tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanmış numuneler, b) Dubleks yaşlandırma işlemi uygulanmış numuneler
(Fatigue crack propagation tests results of the heat treated sample, a) Single-step aging treated samples, b) Duplex aging treated samples)

Tablo 3. Yorulma çatlak ilerlemesi testlerinden elde edilen C ve m katsayısı ve ΔK_{th} değerleri
(C and m coefficients and ΔK_{th} values obtained from fatigue crack propagation tests)

Numune	m	C, m/(çevrim(MPa√(m)))	ΔK_{th} , (MPa(m) ^{1/2})
Kry	3,5	1E-13	5,4
Kry+450/8	5,6	3E-13	6,5
Kry+550/8	6	6E-13	5,8
Kry+300/10-450/8	4,65	1E-12	7,6
Kry+250/24-450/8	4,71	3E-12	7,3
Kry+300/10-550/8	5,13	7E-12	6
Kry+250/24-550/8	4,98	2E-12	7



Şekil 6. Isıl işlem uygulanmış numunelerin çatlak ilerleme doğrultuları ve kırılma yüzeyleri, a-b) Kry+450/8, c-d) Kry+300/10-450/8 (Fatigue crack propagation directions and fracture surfaces of heat treated samples, a-b) Kry+450/8, c-d) Kry+300/10-450/8)

yaşlandırma sıcaklığının artmasıyla birlikte yorulma çatlak ilerlemesi hızı artmış ve m ve C katsayısı artmıştır. Aynı şekilde yaşlandırma işlemi sıcaklığının artması yorulma çatlak oluşumunu hızlandırmış böylece ΔK_{th} değeri azalmıştır.

Kriyojenik işlem ardından tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde çatlakın matriste çökeltiden yoksun bölgeleri takip ederek ilerlemesi yorulma çatlak ilerlemesi doğrultusunun sürekli değişmesine neden olmuştur. Görüldüğü gibi Kry+450/8 numunesinde çatlak doğrultusu bu bölgeleri takip ederek zig-zak şeklinde tane sınırları boyunca ilerlemiştir (Şekil 6a). Dupleks yaşlandırma işlemi uygulanmış Kry+300/10-450/8 numunesinde ise bu durum tamamen değişmiştir (Şekil 6c). Dupleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunede, çatlak matris boyunca ve daha düz bir doğrultuda ilerlemiştir. Bu durum mikro yapıda α fazlarının daha düzenli bir dağılım göstermesi ve çökeltiden yoksun alanların ortadan kalkmasıyla açıklanabilir. Kırılma yüzeylerine bakıldığından Kry+450/8 numunesinde taneler boyunca ilerleyen bir çatlak oluşumu görülmektedir (Şekil 6b). Kry+300/10-450/8 numunesinde ise çatlak tane içerisinde ilerlemiş ve tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanan numuneye kıyasla daha düz bir kırılma yüzeyi elde edilmiştir (Şekil 6d).

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Havacılık alanında yaygın olarak kullanılan Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr metastabil β titanyum alaşımına kriyojenik işlem ve kriyojenik işlem ardından tek basamaklı ve dupleks yaşlandırma işlemleri uygulanmıştır. Isıl işlem uygulanan

numune gruplarına mikro yapı incelemeleri, çekme testleri, mikro sertlik testleri ve yorulma çatlak ilerlemesi testleri uygulanmıştır. Çalışma sonucunda elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- Kriyojenik işlem ardından dupleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde α fazları tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanan numunelere kıyasla daha küçük boyutlarda oluşmuştur.
- Yaşlandırma işlemi sıcaklığının artması hem tek basamaklı hem de dupleks yaşlandırma işlemi uygulanmış numunelerde α fazlarının boyutlarının büyümesine neden olmuştur.
- Kriyojenik işlem ardından yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde maksimum mukavemete karşılık maksimum kopma uzaması Kry+300/10-450/8 numunesinde elde edilmiştir.
- Kriyojenik işlem ardından dupleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde, tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanan numunelere kıyasla yorulma çatlak oluşumu gecikmiş ve çatlak ilerlemesi direnci artmıştır.
- Dupleks yaşlandırma işlemi uygulanan numunelerde yorulma çatlak tane içerisinde daha düz bir doğrultuda ilerleme gösterirken, tek basamaklı yaşlandırma işlemi uygulanmış numunelerde zig-zag şeklinde ilerlemiştir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENT)

Yazarlar, 118M727 Projesine maddi destek sağlayan Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'na (TÜBİTAK) teşekkür eder.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Kolli R., Devaraj A., A Review of Metastable Beta Titanium Alloys, *Metals*, 8, 1-41, 2018.
2. Yumak N., Aslantas K., A Review on Heat Treatment Efficiency in Metastable β Titanium Alloys: The Role of Treatment Process and Parameters, *Journal of Materials Research and Technology*, 9 (6), 15360-6280, 2020.
3. Yumak N., Aslantas K., Waleed A., Effect of Aging Treatment on the Initiation and Propagation of Fatigue Cracks in the Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr Metastable β Titanium Alloy, Dubai, United Arab Emirates, 1-5, 4 Feb.-9 April 2020, 2020.
4. Yumak N., Aslantas K., Effect of Heat Treatment Procedure on Mechanical Properties of Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr Metastable β Titanium Alloy, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 30, 1066-1074, 2020.
5. Boyer R.R., Briggs R.D., The Use of Titanium Alloys in the Aerospace Industry, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 14, 681-685, 2005.
6. Sonar T., Lomte S., Gogte C., Cryogenic Treatment of Metal - A Review, *Materials Today: Proceedings*, 5, 25219-25228, 2018.
7. Aksöz S., Özdemir A.T., Çalin R., Altinok Z., Bostan B., Effects of Sintering, Ageing and Cryogenic Treatments on Structural and Mechanical Properties of AA2014-B4C Composite, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 28 (4), 831-829, 2014.
8. Uçak N., Çiçek A., Investigation of the Effects of Cryogenic Cooling on Drilling Performance in Drilling of Inconel 718 Superalloy, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 34 (3), 1241-1252, 2019.
9. Yumak N., Aslantas K., Pekbey Y., Effect of Cryogenic and Aging Treatments on Low-Energy Impact Behaviour of Ti-6Al-4V Alloy, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, 27 (3), 514-526, 2017.
10. Gill S., Singh J., *Materials and Manufacturing Processes* Effect of Deep Cryogenic Treatment on Machinability of Titanium Alloy (Ti-6246) in Electric Discharge Drilling, *Materials and Manufacturing Processes*, 25 (6), 378-385, 2010.
11. Zhou J., Li J., Huang S., Sheng J., Meng X., Sun Q., Influence of Cryogenic Treatment Prior to Laser Peening on Mechanical Properties and Microstructural Characteristics of TC6 Titanium Alloy, *Materials Science and Engineering A*, 718, 207-215, 2018.
12. Gu K., Zhao B., Weng Z., Wang K., Cai H., Wang J., Microstructure Evolution in Metastable β Titanium Alloy Subjected to Deep Cryogenic Treatment, *Materials Science and Engineering A*, 723, 157-164, 2018.
13. Tastemür D., Gündüz S., The Effect of Tempering and Strain Aging Processes on the Mechanical Properties of AISI H10 Hot Work Tool Steel, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 36 (3), 1387-1398, 2021.
14. Santhosh R., Geetha M., Saxena V.K., Nageswararao M., Studies on Single and Duplex Aging of Metastable Beta Titanium Alloy Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn, *Journal of Alloys and Compounds*, 605, 222-229, 2014.
15. Gu K., Zhang H., Zhao B., Wang J., Zhou Y., Li Z., 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, 2013.
16. Gu K., Wang J., Zhou Y., Effect of Cryogenic Treatment on Wear Resistance of Ti-6Al-4V Alloy for Biomedical Applications, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 30, 131-139, 2014.
17. Paris P., Erdogan F., A Critical Analysis of Crack Propagation Laws, *Journal of Basic Engineering*, 85 (4), 528-533, 1963.
18. Yumak N., Aslantaş K., Çetkin A., Cryogenic and Aging Treatment Effects on the Mechanical Properties of Ti-15V-3Al-3Cr-3Sn Titanium Alloy, *Journal of Testing and Evaluation*, 49 (5), 3221-3233, 2021.
19. Reck A., Pilz S., Kuczyk M., Gebert A., Zimmermann M., Cyclic Deformation Characteristics of the Metastable β Type Ti-40Nb Alloy, *Materials Science and Engineering A*, 761, 137966, 2019.
20. Yumak N., Aslantas K., Effect of Notch Orientation and Single Overload on Crack Interaction in Ti-6Al-4V Alloy, *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 41 (8), 1-12, 2018.

