

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TİTANYUM HASSAS DÖKÜMÜNDE KİMYASAL AŞINDIRMA
PROSESİ SONRASINDA YÜZEY VE İÇYAPI ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

BÜŞRA KAVAKLIOĞLU
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE
2019

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TİTANYUM HASSAS DÖKÜMÜNDE
KİMYASAL AŞINDIRMA PROSESİ
SONRASINDA YÜZEY VE İÇYAPI
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

BÜŞRA KAVAKLIOĞLU
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
PROF. DR. METİN USTA

GEBZE
2019

T.R.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

**STUDY OF SURFACE AND
MICROSTRUCTURE PROPERTIES AFTER
CHEMICAL MILLING PROCESS IN
TITANIUM INVESTMENT CASTING**

BÜŞRA KAVAKLIOĞLU

**A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE**

DEPARTMENT OF MATERIAL SCIENCE AND ENGINEERING

**THESIS SUPERVISOR
PROF. DR. METİN USTA**

GEBZE

2019

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 03/07/2019 tarih ve 2019/30 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 21/10/2019 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Büşra Kavaklıoğlu'nun tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Prof. Dr. Metin USTA



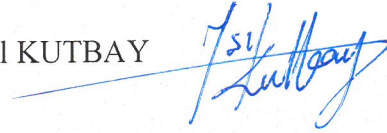
ÜYE

: Doç. Dr. Kemal KORKMAZ



ÜYE

: Dr. Öğretim Üyesi Işıl KUTBAY



ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
.../.../2019 tarih ve sayılı kararı.

ÖZET

Titanyum düşük yoğunluk değeri ve yüksek mukavemete sahip olması sebebi ile özellikle havacılık sektöründe oldukça fazla tercih edilen bir metaldir. Korozyon dayanımı ve yorulma davranışı sebebi ile yine tercih edilme sebebidir. Oldukça reaktif olan titanyumun dökümü geleneksel yöntemler dışında vakum altında dökülebilmektedir. Döküm sırasında seramik ile etkileşime giren titanyumun yüzeyinde alfa katmanı adı verilen oksijence zengin bir tabaka oluşmaktadır. Bu tabaka mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilediği için kabul edilmemektedir. Döküm sırasında oluşan bu tabaka ise kimyasal aşındırma prosesi ile giderilebilmektedir.

Bu çalışmada titanyum hassas dökümünde kimyasal aşındırma prosesinin yüzey ve içyapı özelliklerine etkisi incelendi. Başlangıç koşulu olarak çelik bilye ve farklı basınçlarla alümina ile kumlanmış 3 farklı yüzey oluşturuldu ve 2 farklı kimyasal aşındırma banyosunda deneyler gerçekleştirildi. Farklı yüzey koşullarının ve farklı oranlardaki kimyasal aşındırma banyolarının numuneler üzerine etkisi incelendi. Numuneler üzerinde yüzey pürüzlülüğü ölçümü, mikroyapı analizleri, SEM/EDS analizleri ve mikrosertlik testleri gerçekleştirildi.

Kimyasal aşındırma prosesinin yüzey özelliklerini iyileştirdiği tespit edildi. En iyi yüzey kalitesinin B1 banyosunda elde edildiği görüldü. Mikroyapı analizi sonucunda alfa katmanı tabakasının her iki banyo içerisinde de tamamen giderildiği görüldü. EDS analizleri sonucunda yüzeydeki oksijence zengin alfa tabakasının kaldırılması ile birlikte oksijen seviyesindeki düşüş gözlemlendi.

Anahtar Kelimeler: Hassas Döküm, Titanyum, Kimyasal Aşındırma.

SUMMARY

Titanium is often preferred especially by aviation industry due to its low density and high strength properties along with its corrosion resistance and fatigue strength. Being a highly reactive metal, casting process of titanium needs to be performed under vacuum atmosphere. Nevertheless, molten titanium interacts with ceramic shell during the casting process causing the formation of oxygen enriched layer named as alpha-case on the surface of the casting. Mechanical properties such as fatigue strength of titanium is decreased due to this hard and brittle layer which, therefore, needs to be removed from the casting surface. For this purpose, chemical milling operation is utilized.

During this study, effect of the chemical milling process to titanium castings' surface and structure. 3 different initial surface conditions and 2 different chemical milling baths/solutions were experimented. The processed samples have been inspected and characterized before and after the process. Surface roughness, metallographic inspection, SEM/EDS inspection and microhardness tests were performed on the processed samples for this study.

This study showed that chemical milling decreased the surface roughness and thereby improved the surface properties. It is determined with the help of metallographic inspections that both of the chemical milling solutions removed the alpha-case completely off the surface. Decrease in the oxygen level on the surface and the subsurface structure has been identified by the SEM/EDS analyses when the alpha-case is removed.

Key Words: Investment Casting, Titanium, Chemical Milling.

TEŞEKKÜR

Eğitimim boyunca yaptığımız çalışmalarda hoşgörüsü ve anlayışı ile bizden bilgisini ve desteğini esirgemeyen, her konuda yardımcı olan bitirme tez danışmanı hocam Sayın Prof. Dr. Metin USTA' ya teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Çalışmakta olduğum Gür Metal Hassas Döküm firmasında Sayın Genel Müdür'üm Dr. İsmail Gürsel YARDIMCI 'ya tez çalışmamda vermiş olduğu imkânlardan ve destekten dolayı teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Bitirme tez çalışmamda gerekli olan deneysel çalışmamda bana yardımcı olan Arş. Gör. Salim Levent AKTUĞ' a, Uzman Ahmet Nazım'a teşekkür ederim.

Benden desteklerini esirgemeyen tüm çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Hayatım boyunca beni her şartta destekleyen, her zaman yanımda olan ve bu günlere gelmemi sağlayan başta rahmetli babam olmak üzere, canım anneme, abime ve tüm aileme en içten dileklerle teşekkür ederim.

Beni her zaman her şekilde destekleyen, yanımda olan sevgili eşime en içten dileklerle çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	xii
ŞEKİLLER DİZİNİ	xiii
TABLolar DİZİNİ	xvii
1. GİRİŞ	1
1.1. Tezin Amacı, Katkısı ve İçeriği	2
2. TEORİK BİLGİ	3
2.1. Hassas Döküm	3
2.1.2. Hassas Döküm Prosesi	3
2.1.2. Hassas Döküm Yönteminin Avantajları	4
2.1.3. Hassas Döküm Yönteminin Dezavantajları	5
2.2. Titanyum ve Titanyum Alaşımlarının Genel Özellikleri	5
2.2.1. Ti-6Al-4V Alaşımının Yapısal Özellikleri	6
2.2.2. Titanyum ve Titanyum Alaşımlarının Hassas Döküm Yöntemi ile Üretimi	11
2.2.3. Vakum Ark Ergitme Yöntemi	12
2.2.4. Kimyasal Aşındırma Prosesi	15
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	18
3.1. Hassas Döküm Numunelerin Üretimi	18
3.2. Numunelerin Hazırlanması	19
3.2.1. Numunelerin Boyutlandırılması	20
3.2.2. Çelik Bilya Kumlama	20
3.2.3. Alkali Temizleme	20
3.2.4. Alümina Kumlama	21

3.2.5. Maskeleme	21
3.3. Kimyasal Aşındırma Banyolarının Hazırlanması	22
3.4. Banyoların Kimyasal Analizi	22
3.5. Numunelerin Kalınlık Ölçümü	23
3.6. Metalografik İnceleme	23
3.7. Yüzey Pürüzlülüğü	26
3.8. Taramaları Elektron Mikroskobu (SEM)	27
3.9. Mikrosertlik	27
3.10. X-Işınları Kırınımı Analizi	27
4. DENEYSEL SONUÇLAR	28
4.1. D4 Deney Sonuçları	28
4.1.1. Numunenin Hazırlanması	28
4.1.2. D4 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları	29
4.1.3. D4 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları	29
4.1.4. D4 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları	29
4.1.5. D4 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları	30
4.1.6. D4 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları	31
4.1.7. D4 Deneydeki Taramalı Elektron Mikroskop Sonuçları	32
4.1.8. D4 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları	33
4.1.9. D4 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları	34
4.2. D5 Deney Sonuçları	35
4.2.1. Numunenin Hazırlanması	35
4.2.2. D5 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları	36
4.2.3. D5 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları	36
4.2.4. D5 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları	37
4.2.5. D5 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları	37
4.2.6. D5 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları	38
4.2.7. D5 Deneydeki Taramalı Elektron Mikroskop Sonuçları	39
4.2.8. D5 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları	40
4.2.9. D5 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları	41
4.3. D6 Deney Sonuçları	42
4.3.1. Numunenin Hazırlanması	42
4.3.2. D6 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları	43

4.3.3. D6 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları	43
4.3.4. D6 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları	44
4.3.5. D6 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları	44
4.3.6. D6 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları	45
4.3.7. D6 Deneydeki Taramalı Elektron Mikroskop Sonuçları	46
4.3.8. D6 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları	47
4.3.9. D6 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları	48
4.3.10. D6 Deneyinin XRD Sonuçları	49
4.4. D7 Deney Sonuçları	50
4.4.1. Numunenin Hazırlanması	50
4.4.2. D7 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları	51
4.4.3. D7 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları	51
4.4.4. D7 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları	51
4.4.5. D7 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları	52
4.4.6. D7 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları	52
4.4.7. D7 Deneydeki Taramalı Elektron Mikroskop Sonuçları	54
4.4.8. D7 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları	55
4.4.9. D7 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları	56
4.5. D8 Deney Sonuçları	57
4.5.1. Numunenin Hazırlanması	57
4.5.2. D8 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları	58
4.5.3. D8 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları	58
4.5.4. D8 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları	58
4.5.5. D8 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları	59
4.5.6. D8 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları	59
4.5.7. D8 Deneydeki Taramalı Elektron Mikroskop Sonuçları	60
4.5.8. D8 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları	62
4.5.9. D8 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları	62
4.6. D9 Deney Sonuçları	64
4.6.1. Numunenin Hazırlanması	64
4.6.2. D7 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları	65
4.6.3. D7 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları	65
4.6.4. D7 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları	65

4.6.5. D7 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları	66
4.6.6. D7 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları	66
4.6.7. D7 Deneydeki Taramalı Elektron Mikroskop Sonuçları	67
4.6.8. D7 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları	69
4.6.9. D7 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları	69
4.6.10. D9 Deneyinin XRD Sonuçları	70
5. TARTIŞMALAR	72
5.1. Aşındırma Prosesi Öncesi Yüzey ve İçyapı Özelliklerinin Değerlendirilmesi	72
5.2. Aşındırma Prosesi Verilerinin Değerlendirilmesi	79
5.3. Aşındırma Prosesi Sonrası Yüzey ve İçyapı Özelliklerinin Değerlendirilmesi	81
6. GENEL SONUÇLAR	86
KAYNAKLAR	88
ÖZGEÇMİŞ	90

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler ve</u> <u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklamalar</u>
TiO_2	: Titanyum Dioksit
HF	: Hidrojen Florür
H_2TiF_6	: Hidrofluotitanik Asit
H_2O	: Su
Ti	: Titanyum
H_2	: Hidrojen
mm	: Milimetre
mm^2	: Milimetre Kare
μm	: Mikrometre
g	: Gram
L	: Litre
mL	: Mililitre
sn	: Saniye
dk	: Dakika
$^{\circ}C$	: Santigrat Derece

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: Hassas döküm proses akışı.	4
2.2: Saf titanyumun faz dönüşümü.	7
2.3: Ti alaşımlarının faz diyagramlarında alaşım elementlerinin etkisi. nötr a) α kararlaştırıcı b) izomorf β kararlaştırıcı c) ötektoid β kararlaştırıcı d).	8
2.4: Ti-6Al-4V şematik üçlü faz diyagramı (MS: martensit başlangıç sıcaklığı); Fırında soğuma hızı 50°C/saat.	9
2.5: Yeniden kristalleşme yoluyla Ti-6Al-4V alaşımının eş eksenli mikroyapısı a) ince eş eksenli b) kaba eş eksenli c,d) bimodal.	10
2.6: Hassas dökümde kullanılan örnek bir VAR şeması. 1) Hızlı çekiş sistemi, 2) Güç kabloları, 3) Güç ünitesi, 4) Elektrot besleyicisi, 5) Harcanabilir elektrot (Hammadde), 6) Bakır pota, 7) Pota arabası, 8) Tandiş koruması, 9) Kalıp haznesi, 10) Vakum pompa sistemi, 11) Santrifüj sistemi.	12
2.7: 1200°C’de sinterlenmiş sodyum silikat bağlayıcılı %7,5 ZrO ₂ içeren kalıpla üretilmiş titanyum dökümünün yüzeyinden alınan mikrosertlik ölçümleri.	14
2.8: Saf titanyumun yüzeyindeki mikroyapı ve sertlik profili.	15
3.1: Numunelerin üretim iş akışı.	18
3.2: Numunelerin hazırlanma iş akışı.	20
3.3: Örnek numune görüntüsü.	21
3.4: Kimyasal analiz cihazı.	23
3.5: Kalınlık ölçüm noktaları.	23
3.6: Kesme cihazı.	24
3.7: Otomatik zımparalama/parlatma cihazı.	25
3.8: Parlatılan numune görüntüsü.	25
3.9: Yüzey pürüzlülük ölçme cihazı.	26
4.1: D4 deneyinin düzeneği.	28
4.2: D4 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası.	28

görüntüleri.	
4.3: Yüzey pürüzlülük ölçüm noktası.	30
4.4: D4 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.	31
4.5: D4 numunesinde aşındırılmış yüzey.	32
4.6: D4 geçiş bölgesi.	32
4.7: D4-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b) 2000x büyütme SEM görüntüleri.	33
4.8: D4-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b) 2000x büyütme SEM görüntüleri.	33
4.9: D4 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.	34
4.10: D5 deneyinin düzeneği.	35
4.11: D5 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası görüntüleri.	36
4.12: D5 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.	38
4.13: D5 numunesinde aşındırılmış yüzey.	39
4.14: D5 geçiş bölgesi.	39
4.15: D5-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.	40
4.16: D5-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.	40
4.17: D5 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.	41
4.18: D6 deneyinin düzeneği.	42
4.19: D6 numunelerin a) aşındırma öncesi b, c) aşındırma sonrası görüntüleri.	43
4.20: D6 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.	45
4.21: D6 numunesinde aşındırılmış yüzey.	46
4.22: D6 geçiş bölgesi.	46
4.23: D6-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.	47
4.24: D6-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.	47
4.25: D6 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.	48

4.26: D6 numunesinin XRD sonuçları.	49
4.27: D7 deneyinin düzeneği.	50
4.28: D7 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası görüntüleri.	50
4.29: D7 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.	53
4.30: D7 numunesinde aşındırılmış yüzey.	53
4.31: D7 geçiş bölgesi.	54
4.32: D7-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.	54
4.33: D7-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.	55
4.34: D7 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.	56
4.35: D8 deneyinin düzeneği.	57
4.36: D8 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası görüntüleri.	57
4.37: D8 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.	60
4.38: D8 numunesinde aşındırılmış yüzey.	60
4.39: D8 geçiş bölgesi.	61
4.40: D8-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.	61
4.41: D8-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.	62
4.42: D8 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.	63
4.43: D9 deneyinin düzeneği.	64
4.44: D9 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası görüntüleri.	64
4.45: D9 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.	67
4.46: D9 numunesinde aşındırılmış yüzey.	67
4.47: D9 geçiş bölgesi.	68
4.48: D9-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.	68
4.49: D9-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.	68

4.50:	D9 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.	70
4.51:	D9 numunesinin XRD sonuçları.	71
5.1:	Aşındırma öncesi a) D4, b) D5, c) D6, d) D7, e) D8 ve f) D9 deney numunelerinin yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri.	73
5.2:	Aşındırma öncesi a) D4, b) D5, c) D6, d) D7, e) D8 ve f) D9 deneylerinin mikroyapı görüntüleri.	75
5.3:	Aşındırma öncesi mikrosertlik değerleri grafiği.	77
5.4:	D6 ve D9 numunelerinden elde edilen XRD analizi.	78
5.5:	Aşındırma prosesinde çözeltilerin zamana bağlı sıcaklık değişimi grafiği.	80
5.6:	Aşındırma sonrası a) D4, b) D5, c) D6, d) D7, e) D8 ve f) D9 deney numunelerinin yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri.	82
5.7:	Aşındırma sonrası a) D4, b) D5, c) D6, d) D7, e) D8 ve f) D9 deneylerinin mikroyapı görüntüleri.	84

TABLÖLAR DİZİNİ

<u>Tablo No:</u>	<u>Sayfa</u>
3.1: Dökümde kullanılan Ti6Al4V alaşımının kimyasal analizi.	19
3.2: Alkali temizleme parametreleri.	21
3.3: Çalışmada kullanılan banyoların bileşimleri.	22
4.1: D4 deneyinin analiz sonuçları.	29
4.2: D4 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.	29
4.3: D4 deneyindeki sıcaklık değişimi.	30
4.4: D4 numunesinin yüzey pürüzlülük sonuçları.	31
4.5: D4 aşındırma öncesi EDS analizi.	34
4.6: D4 aşındırma sonrası EDS analizi.	34
4.7: D4 numunesinin mikrosertlik değerleri.	35
4.8: D5 deneyinin analiz sonuçları.	36
4.9: D5 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.	37
4.10: D5 deneyindeki sıcaklık değişimi.	37
4.11: D5 numunesindeki yüzey pürüzlülük sonuçları.	38
4.12: D5 aşındırma öncesi EDS analiz sonucu.	41
4.13: D5 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.	41
4.14: D5 numunesinin mikrosertlik değerleri.	42
4.15: D6 deneyinin analiz sonuçları.	43
4.16: D6 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.	44
4.17: D6 deneyindeki sıcaklık değişimi.	44
4.18: D6 numunesindeki yüzey pürüzlülük sonuçları.	45
4.19: D6 aşındırma öncesi EDS analiz sonucu.	47
4.20: D6 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.	48
4.21: D6 numunesinin mikrosertlik değerleri.	49
4.22: D7 deneyinin analiz sonuçları.	51
4.23: D7 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.	51
4.24: D7 deneyindeki sıcaklık değişimi.	52
4.25: D7 numunesindeki yüzey pürüzlülük sonuçları.	52
4.26: D7 aşındırma öncesi EDS analiz sonucu.	55

4.27:	D7 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.	55
4.28:	D7 numunesinin mikrosertlik değerleri.	56
4.29:	D8 deneyinin analiz sonuçları.	58
4.30:	D8 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.	58
4.31:	D8 deneyindeki sıcaklık değişimi.	59
4.32:	D8 numunesindeki yüzey pürüzlülük sonuçları.	59
4.33:	D8 aşındırma öncesi EDS analiz sonucu.	62
4.34:	D8 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.	62
4.35:	D8 numunesinin mikrosertlik değerleri.	63
4.36:	D9 deneyinin analiz sonuçları.	65
4.37:	D9 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.	65
4.38:	D9 deneyindeki sıcaklık değişimi.	66
4.39:	D9 numunesindeki yüzey pürüzlülük sonuçları.	66
4.40:	D9 aşındırma öncesi EDS analiz sonucu.	69
4.41:	D9 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.	69
4.42:	D9 numunesinin mikrosertlik değerleri.	70
5.1:	Deney matrisi.	72
5.2:	Aşındırma öncesi numune yüzeylerinden alınan EDS sonuçları.	74
5.3:	Aşındırma öncesi alfa katmanı kalınlık değerleri.	76
5.4:	Aşındırma öncesi derinliğe bağlı mikrosertlik değerleri.	76
5.5:	Aşındırma öncesi yüzey pürüzlük değerleri.	78
5.6:	Aşındırma öncesi ve sonrası asit miktarları.	79
5.7:	Aşındırma prosesinde çözeltilerin zamanı sıcaklık değerleri.	80
5.8:	Aşındırma sonrası numune yüzeylerinden alınan EDS sonuçları.	83
5.9:	Aşındırma sonrası yüzey pürüzlük değerleri.	85

1. GİRİŞ

Titanyum ve alaşımları; kimyasal, endüstriyel, denizcilik, havacılık ve uzay sanayii ile ilgili uygulamalarda tercih edilmektedir. Titanyum alaşımlarının yüksek spesifik mukavemeti, yorulma dayanımı ve korozyona karşı direnci, kullanımın bu sektörlerde yaygınlaşmasının başlıca sebebidir. Son otuz yılda metalin yeni işleme yöntemlerinin gelişimine de paralel olarak implant uygulamalarında da kullanımı artmaktadır.

Titanyum alaşımları genellikle uçakların ve motorların hareketsiz ve çevrimsel yük altında çalışan kısımlarında tercih edilmektedir. Ancak uçak motorlarının 500°C'nin altındaki sıcaklıklarda çalışan kısımlarında tercih edilebilen titanyum alaşımları mevcuttur ve daha yüksek sıcaklıklarda çalışabilecek titanyum alaşımları üzerine araştırma ve geliştirme faaliyetleri bulunmaktadır. Bu alanda en yaygın kullanıma sahip başlıca titanyum alaşımı Ti-6Al-4V alaşımıdır.

Titanyum ve alaşımlarına dair literatürde tarif edilen avantajlı mekanik özellikleriyle birlikte bu alaşımlardan üretilen parçaların üretiminde en kritik role sahip özelliği ise bu alaşımların oksijene olan afinitesidir. Bu özelliği ile titanyum ve alaşımları 500°C'nin üstündeki sıcaklıklarda titanyumun oksijen ile reaksiyonu sonucu literatürde alfa katmanı endüstride ise yüzey kontaminasyonu olarak da adlandırılabilen, oksijence zengin bir tabaka oluşumu söz konusu olmaktadır. Sert ve kırılgan olan alfa katmanı tabakası malzemenin mekanik özelliklerini ve özellikle de yorulma davranışını olumsuz yönde etkiler. Dolayısıyla bu tabakanın malzeme yüzeyinden kaldırılmadan yorulma dayanımı gerektiren uygulamalarda kullanımı söz konusu olmamaktadır. Kimyasal aşındırma adı verilen bir yöntem ile bu tabaka titanyum ve alaşımlarından üretilmiş ürünlerden uzaklaştırılabilmektedir. Çok da yeni olmayan bu metot günümüzde titanyum ve alaşımlarının dökümünü gerçekleştiren tüm döküm firmalarında ve benzeri ağır sanayi kollarında kullanılmakta ancak her firma kendi aşındırma formülasyonları ve parametrelerini geliştirmekte ve uygulamaktadır.

1.1. Tezin Amacı, Katkısı ve İçeriği

Titanyum ve alaşımlarından hassas döküm yöntemiyle ürün üretimi ülkemizde Gür Metal Hassas Döküm A.Ş. tarafından gerçekleştirilebilmektedir. Titanyumun çok reaktif olması ve atmosferik gazlarla hızlı bir şekilde tepkimeye girmesi sebebiyle titanyumun hassas dökümü geleneksel yöntemlerden farklı olarak vakum altında gerçekleştirilmektedir. Hassas döküm yöntemine özgü olan ve döküm kalıbını oluşturan seramik malzeme ile ergimiş titanyumun reaksiyonu sonucu ve tavlama ısı işlemleri sürecinde parça yüzeyinde alfa katmanı oluşumu söz konusudur. Bu sebeple Gür Metal titanyum hassas döküm metodunun geliştirilmesi için yürüttüğü çalışmalarda kimyasal aşındırma prosesini de bünyesinde gerçekleştirme amacıyla bir tesis kurulumu gerçekleştirmiştir. Bu proseste döküm yüzeyinde oluşan ve kalınlığı bilinen alfa katmanı asit çözeltisi içerisinde kimyasal olarak aşındırılarak tamamıyla yok edilebilmektedir. Havacılıkta kullanılan türbin motorlarında yer alan titanyum parçalarda aerodinamik özelliklere sahip ürünler olmaktadır. Aerodinamik özellikler taşıyan ürünlerde en çok dikkat edilen konulardan bir tanesi de yüzey pürüzlülüğü olmaktadır. Yüksek pürüzlülüğe sahip yüzeyler tasarlanan akış dinamiğini bozarak performans düşüşüne sebep olabilmektedir.

Endüstride bu prosesin gerçekleştirilmesi için farklı asit oranları, karıştırma hızı ve sıcaklık değerlerinde çalışan sistemlerin bulunduğu bilinmektedir. Ancak bu sistemlere yönelik yürütülmüş bilimsel çalışma çok az sayıdadır ve her firmanın kendi üretim şartları içerisinde kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası süreçlerindeki değişkenliklere bağlı olarak bu prosesin parametrelerini optimize etmesi gerekmektedir. Bu çalışmada düşük miktarda ve yüksek miktarda asit ihtiva eden iki ayrı aşındırma sisteminin (çözeltisinin) proses öncesi ve sonrası iç yapı ve yüzey özelliklerinin incelenerek malzemelere etkisinin tespiti amaçlanmıştır.

İncelemeler Ti-6Al-4V alaşımından silindirik geometriye sahip çubuklar üzerinde gerçekleştirilmiştir. Numunelerde aşındırma öncesi alfa katmanının varlığının doğrulanması ve kalınlığının tespiti için mikroyapı, mikrosertlik ve SEM/EDS analizleri gerçekleştirilmiş ve mikroyapı ve SEM/EDS analizleri ile alfa katmanının kaldırıldığı doğrulanmıştır. Aşındırma öncesi ve sonrasında yüzey pürüzlülüğü ölçümleri numuneler üzerinde gerçekleştirilmiştir. Aşındırma prosesi için iki farklı çözelti test edilmiş ve aşındırma sırasında sıcaklık değişimi gözlemlenmiştir.

2. TEORİK BİLGİ

2.1. Hassas Döküm

2.1.1. Hassas Döküm Prosesi

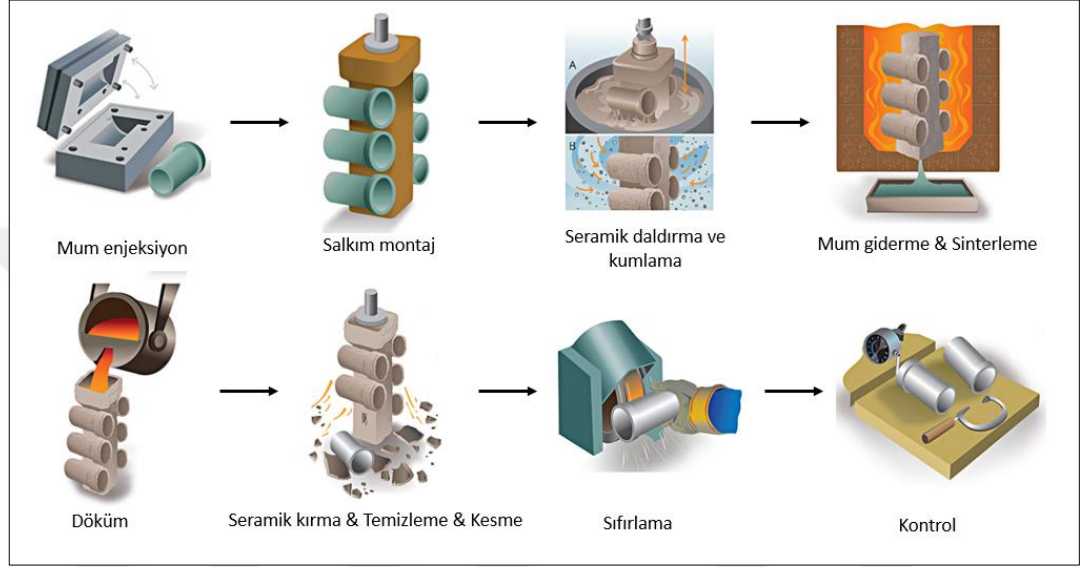
Hassas döküm yöntemi, diğer döküm yöntemlerine nazaran daha yüksek boyutsal hassasiyet, daha düzgün yüzey ve ince detay kısımların daha hassas elde edilmesine imkan verir. Çeşitli döküm yöntemleri ve makine işleme yoluyla üretimi zor veya bazen imkansız olan kompleks şekilli parçaların üretimi hassas döküm yöntemiyle mümkün olmaktadır.

Şekil 2.1’de gösterilen hassas döküm prosesinde öncelikle mum enjeksiyon makinelerinde mumdan parçanın modeli oluşturulur. Model oluşturmak üzere kullanılan mum bileşenlerinin sahip olması gereken özellikler şunlardır [1]:

- Oda sıcaklığında yüksek sertlik ve mukavemete sahip olmalıdır.
- Geniş bir katılma aralığına sahip olmalıdır.
- Minimum faz değişimi veya katılaşmada çekme olmalıdır.
- Isıtmadan akışın yumuşama noktasına kadar minimum genleşme katsayısına sahip olmalıdır.
- Soğutma sırasında katılaşmada gerilimlerin oluşmasında minimum eğilim olmalıdır.
- Mum modelin kalıbından çıkartılmasında maksimum boyutsal kararlılığa sahip olmalıdır.
- Mekanik, kimyasal ve fiziksel özelliklerin yeniden geri kazanılmasında maksimum kararlılık özelliğine sahip olmalıdır.
- İnorganik veya kül şeklinde impüriteler oluşması minimum olmalıdır [1].

Mum modeller parçaya uygun şekillerde yerleştirilerek mum montaj işlemi gerçekleştirilir. Mum montajı yapılan modeller uygun yolluk dizaynı yapılarak salkım oluşturulur. Salkımlar, silika ya da alümina gibi refrakterler içeren ince taneli seramik banyolara daldırılır. Seramik çamura daldırılan modeller daha kaba parçacıklarla kumlama (stuccoed) yapılarak kaplanır. Seramikleme ve kumlama prosesi istenilen

kalınlık elde edilene kadar tekrarlanır. Kalıp tamamen kuruduktan sonra, salkım mum giderme işleminin yapılması için otoklava ters bir şekilde yerleştirilir. Seramik kalıp yaklaşık 1000°C'nin üzerinde yakılarak sinterlenmesi sağlanır [2]. Mum giderme ve sinterleme işlemlerinden sonra içi boşalan seramik kalıbın içerisine sıvı metal dökülür [3]. Döküm yapıldıktan sonra ise seramik kabuk kırılarak uzaklaştırılır. Mekanik işlemlerle parçadan yolluklar çıkarılarak, parçanın sıfırlaması yapılır [2].



Şekil 2.1: Hassas döküm proses akışı.

2.2.2. Hassas Döküm Yönteminin Avantajları

- Karmaşık şekilli parçaların dökümüne olanak sağlar.
- Yüksek boyutsal hassasiyet ve düzgün yüzey oluşturulmasına izin verir.
- Ergitilebilen ve dökülebilen bütün metallere uygulanabilen bir yöntemdir.
- Döküm parçalar çok az bitirme işlemi ya da hiç bitirme işlemi istemeden üretilebilirler.
- Yöntem, vakum altında veya soygaz altında döküm yapılmasına olanak sağlar [4].

2.2.3. Hassas Döküm Yönteminin Dezavantajları

- Parça maliyeti yüksektir.
- Üretim hızı ve kapasitesi düşüktür.
- Ancak 5 kg'dan daha küçük parçaların dökümü için elverişlidir. Temel donanım maliyetleri (5-25) kg arası dökümler için oldukça yüksek olmaktadır. Dolayısıyla belli bir parça sayısından sonra yöntem ekonomikleşir [4].

2.2 Titanyum ve Titanyum Alaşımlarının Özellikleri

Yer kabuğunun %0,6'sını oluşturan titanyum yapısal malzemeler olarak tercih edilen metaller arasında sırasıyla alüminyum, demir ve magnezyumdan sonra dünya üzerinde en çok bulunan dördüncü metaldir. Titanyum elementi 1790 yılında keşfedilmiş ancak ilk ticari ürünlerinin üretimi 1950 yılında "Titanium Metals Company of America" tarafından gerçekleştirilmiştir. Titanyuma karşı 20.yüzyılın ortalarında artan ilginin sebebi ise titanyumun özellikle havacılık sanayiinde ihtiyaç duyulan çeşitli ve çok avantajlı özelliklere sahip olduğunun anlaşılmasıdır [5]. Son 20 yılda titanyum ve alaşımları havacılık sanayiine ek olarak enerji, kimya, otomotiv ve medikal sanayi gibi insan hayatını ve sağlığını etkileyen pek çok uygulamada kullanım alanı bulmuş olması, titanyum ve alaşımlarına yönelik üretim teknolojilerinin hızla gelişmesini sağlamıştır [6].

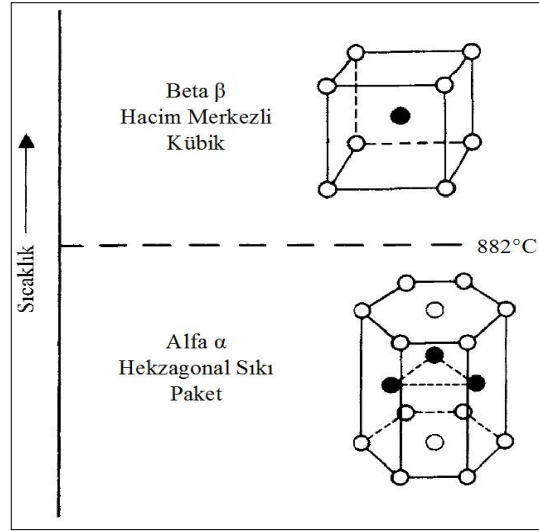
Titanyumu bu kadar öne çıkaran başlıca özelliği $4,5 \text{ g/cm}^3$ gibi düşük bir yoğunluk değerine sahip olmasıdır [7]. Bu değer titanyumu ve alaşımlarını çeliklere veya süperalaşımlara göre yaklaşık olarak %60 daha hafif kılmaktadır [8]. Titanyum, bu yoğunluk değerine karşılık martensitik çeliklere benzer bir çekme mukavemeti değeri göstermekte olup, bazı titanyum alaşımlarının kopma dayanımı demir esaslı veya kobalt esaslı süperalaşımlara yakın değerlerdedir. Bileşime bağlı olarak 595°C 'ye kadar kullanım alanı bulan titanyum alaşımları piyasada mevcuttur. Titanyumun ve alaşımlarının öne çıkan en önemli özelliklerinden bir tanesi ise yüksek korozyon dayanımıdır. Titanyum özellikle insan vücudunun oluşturduğu korozif ortama karşı mükemmel dayanım göstermektedir. Bunun yanı sıra titanyum kaynaklanabilir ve işlenebilir bir metaldir [9].

Düşük yoğunluğu nedeniyle özellikle uçak parçalarında en çok arzu edilen özelliklerden olan hafiflik ve yüksek spesifik mukavemet titanyum ve alaşımlarının havacılık sektöründe yaygın şekilde kullanımını sağlayabilmektedir. Bunlara ek olarak korozyon dayanımı ve yorulma davranışları açısından tercih sebebi haline gelmekte olan titanyum alaşımları, günümüzde uçakların gövde iskeletlerinde, hidrolik sistemlerinde, zeminlerde, iniş takımlarında, kokpit pencerelerinde, kompozit yapılarda ve gaz türbinli motorlarında kullanılmaktadır [8,10]. Maliyetler göz önüne alındığında her ne kadar pahalı bir malzeme olsa da yukarıda özellikler sayesinde havacılık sektöründe örneğin otomotiv sanayine göre titanyum ve alaşımlarının kullanımı yaklaşık 100 kat daha avantajlı olmaktadır [8].

Modern türbin motorlarının 1/3'ü titanyum ve alaşımlarından yapılır [8]. Titanyumun kullanıldığı ilk motor parçaları ise kompresör bıçaklarıdır. Daha sonra kompresör disklerinde de kullanılmaya başlanmıştır. Günümüzde ise, modern jet motorlarının ön fan bıçakları titanyum alaşımlarından üretilmektedir. Fan bıçakları ve diskleri düşük sıcaklıkta kullanıldığından genellikle Ti-6Al-4V alaşımından üretilirler. Benzer şekilde düşük basınç kompresörlerinin ilk 4-5 seviyesinin disklerinde ve bıçaklarında Ti-6Al-4V alaşımı kullanılabilmektedir. Daha yüksek sıcaklıklarda çalışan bölümler için farklı titanyum alaşımları üzerine (γ -TiAl) araştırma ve geliştirme faaliyetleri sürdürülmektedir [8].

2.2.1.Ti-6Al-4V Alaşımının Yapısal Özellikleri

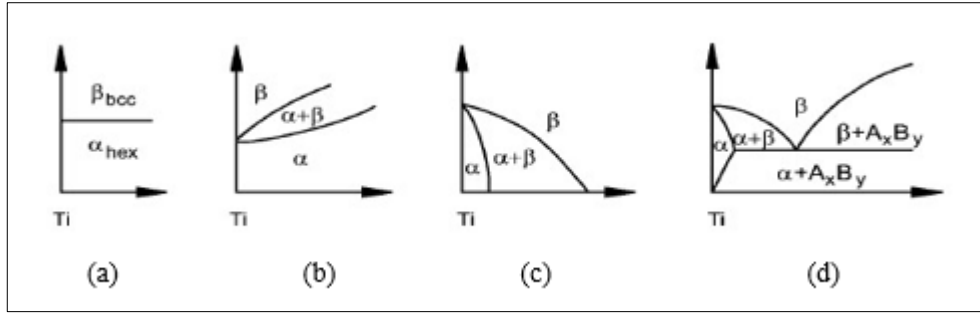
Titanyuma sahip olduğu özellikleri kazandıran en önemli etken saf titanyumun kristal yapısı ve gösterdiği allotropik dönüşümdür. Oda sıcaklığında titanyum, alfa (α) fazı olarak adlandırılan hekzagonal sıkı paket yapıda olup, 882°C'nin üzerine çıktığında faz dönüşümü göstererek beta (β) fazı olarak adlandırılan hacim merkezli kübik yapıya dönüşür (Şekil 2.2) [10], [11], [12].



Şekil 2.2: Saf titanyumun faz dönüşümü.

Kristal yapılarındaki farklılıklar malzemenin farklı özellikler göstermesine ve doğal olarak kullanım alanlarının değişimine neden olmaktadır. Öte yandan, gösterdiği allotropik dönüşüm sayesinde titanyum ve alaşımlarının özelliklerinin isteğe bağlı olarak değiştirilmesine ve çok çeşitli alaşımların oluşturulmasına imkân vermektedir. Titanyum alaşımları, içerdikleri α ve β fazlarının miktarına göre α , yakın- α (Near- α), $\alpha+\beta$, yarıkararlı- β (Metastable- β) ve β olarak sınıflandırılmaktadır [5], [9]-[11], [13].

Titanyum ile katı çözelti oluşturan elementler alaşım yapısına katıldığında katılma sırasında α veya β fazlarının kararlılıklarına etki etmektedir. Al, Ga, O, N ve C α fazını daha kararlı hale getirerek α - β dönüşüm sıcaklığını da arttırmaktadır. β fazını kararlı hale getirmek için de bu iki dönüşüm sıcaklığını düşüren iki grup vardır. Bunlardan biri izomorf grup olarak adlandırılır. İzomorf grup; Mo, V, Ta ve Nb elementlerinden oluşur ve bu grup β fazı içinde tamamen çözünebilir. β fazını kararlı hale getiren diğer bir grup ise ötektoid grup olup; Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Cu, Si ve H elementlerini içerir. Bu elementlerin ötektoid sıcaklıkları saf Ti'un dönüşüm sıcaklığının yaklaşık 333°C altındadır. Bu elementlerin yapıda bulunmaları, β fazını kararlı hale getirir. Ayrıca ötektoid grup elementleri, yüksek sıcaklıklarda kullanımda görülen intermetaliklerin oluşumunu önlemek ya da azaltmak için alaşım içine katılmalıdır. Bunun yanı sıra, örneğin; Sn ve Zr gibi elementlerin bu fazların kararlılığı üzerine etkisi yoktur. Bu durum, Şekil 2.3'te gösterilmektedir [13], [14].

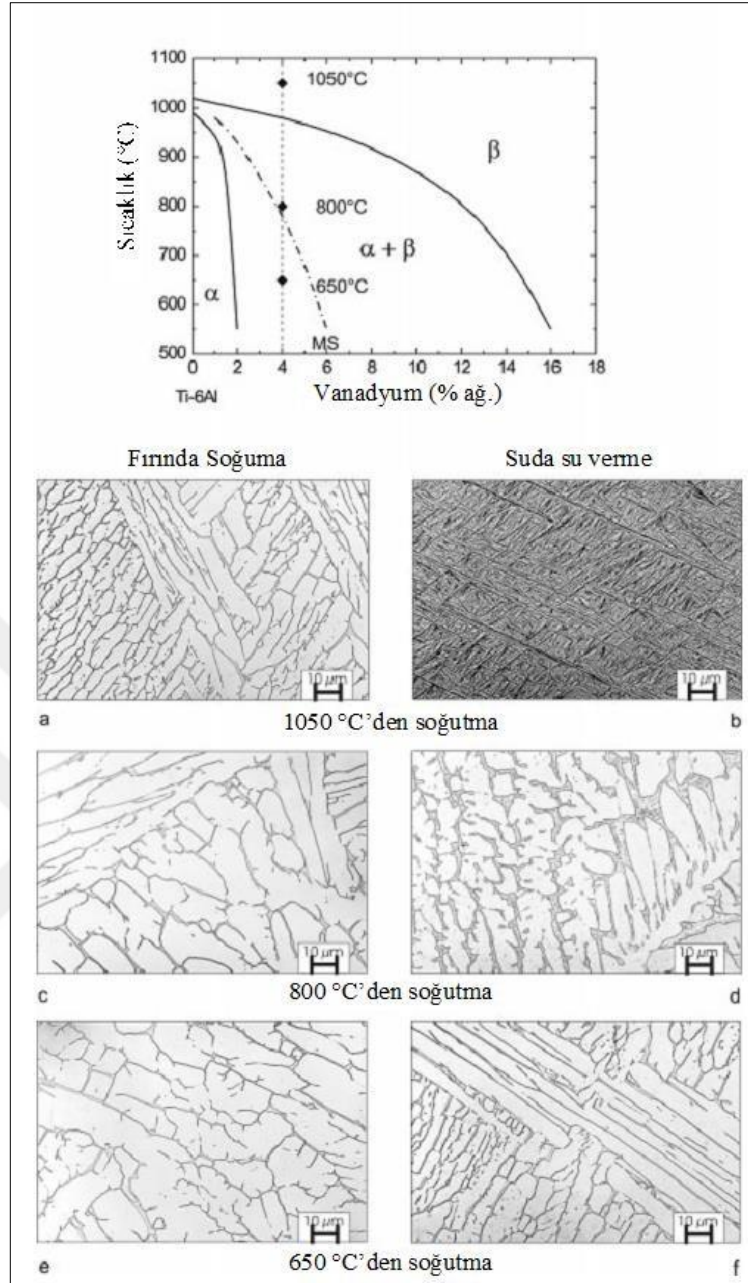


Şekil 2.3: Ti alaşımlarının faz diyagramlarında alaşım elementlerinin etkisi. nötr a) α kararlaştırıcı b) izomorf β kararlaştırıcı c) ötektoid β kararlaştırıcı d).

Titanyum alaşımları arasında $\alpha+\beta$ alaşımları en dengeli mekanik özellikleri sergilemesinden ötürü en yaygın kullanıma sahip alaşım grubudur [12]. α ve yakın α alaşımlarından farklı olarak $\alpha+\beta$ alaşımları ısıtılma işlemi ile farklı seviyelerde mukavemetlendirmeye olanak sağlar. Bu alaşım grubu yakın- α alaşımları kadar yüksek sıcaklık performansı ve kaynaklanabilirlik sağlamaz ancak şekillendirilebilirliğinin daha iyi olduğu bilinmektedir [12], [13], [15]. $\alpha+\beta$ alaşımları arasında özellikle Ti-6Al-4V en çok tercih edilen ve kullanım alanına sahip alaşımdır ve piyasadaki titanyum ürünlerin %50'den fazlasını ve döküm yöntemi ile üretilenlerin %90'ını bu alaşım oluşturmaktadır [5], [12], [16]. Ti-6Al-4V alaşımının bu kadar öneme sahip olmasının başlıca sebebi sahip olduğu mikroyapısal özellikler ve buna bağlı olarak gözlemlenen mekanik özelliklerdir.

Ti-6Al-4V dökümü düşük hızlarda gerçekleştirildiğinde mikroyapısı lamelar yapıda bulunun α ve β fazlarından oluşmaktadır. Soğuma sırasında $\alpha-\beta$ dönüşüm sıcaklığı geçildiğinde birincil β tanelerinin sınırlarında plaka morfolojisinde ve belirli kristalografik yönlerde büyüyen α tanelerinin oluşumu gözlenir [10]. Soğuma hızı artırılarak ve/veya ısıtılma sıcaklığı yükseltilerek α tane yapısı Widmanstätten veya martensitik yapıda elde edilebilir. Soğuma şartlarına bağlı olarak Ti-6Al-4V alaşımının mikroyapısındaki farklılıklar şematik olarak Şekil 2.4'te verilmiştir.

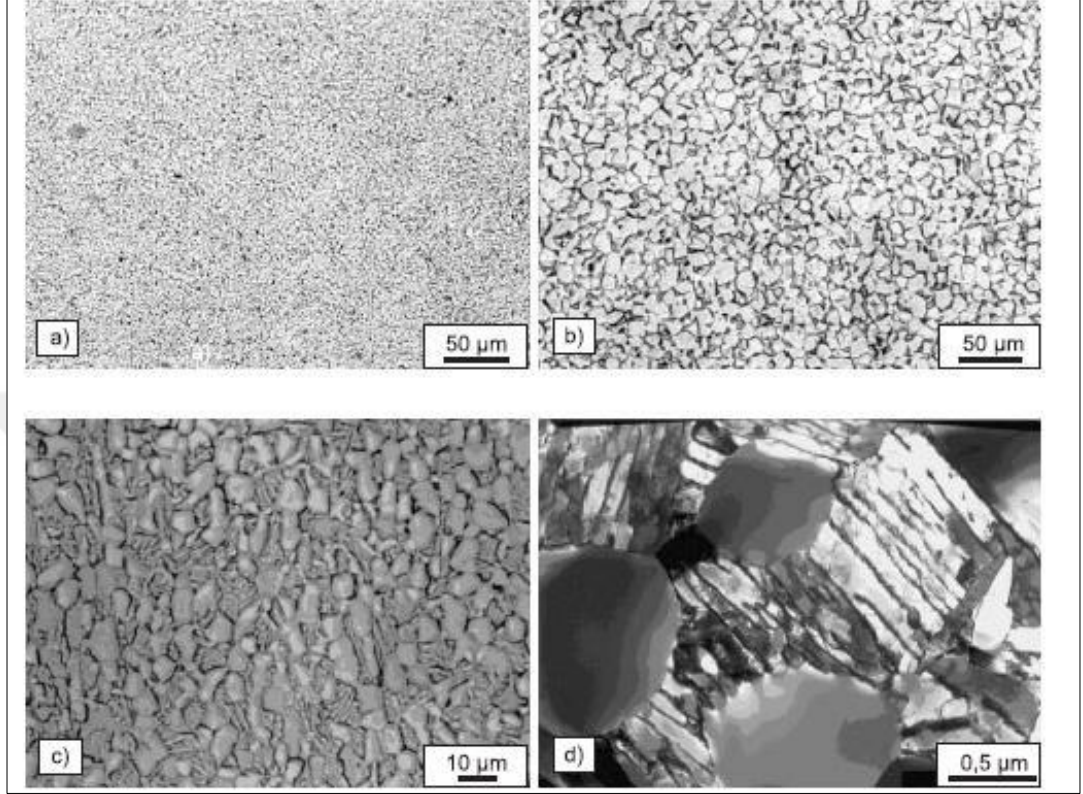
Şekil 2.4'te MS çizgisi martensitik dönüşüm sıcaklığıdır. Malzeme bu sıcaklığın üstünde bir sıcaklıktan hızlı soğutulduğunda martensitik yapı oluşumu gözlenmektedir. Su verme sıcaklığı düşürüldüğünde veya soğuma hızı düşürüldüğünde ise daha iri taneli lamelar yapılar gözlenmektedir.



Şekil 2.4: Ti-6Al-V şematik üçlü faz diyagramı (MS: martensit başlangıç sıcaklığı); Fırında soğuma hızı 50°C/saat.

Farklı lamelar mikroyapılar, eş eksenli mikroyapılar yeniden kristalleştirme prosesinin sonucudur. Bu yüzden alaşım öncelikle, malzemenin içinde yeterli soğuk deformasyon göstermesi için $\alpha+\beta$ alanında oldukça deforme edilir. İkili faz alanındaki sıcaklıklarda çözündürme ısı işlemi sonrasında, yeniden kristalleşmiş ve eş eksenli mikroyapılar üretilmiştir (Şekil 2.5a). Aşırı tavlama eş eksenli yapıyı kabalaştırır (Şekil 2.5b). Çözündürme ısı işlem sıcaklığı birincil α 'nın hacimsel oranını belirler. Çözündürme ısı işlemi, β geçiş sıcaklığının aşağısında olduğu zaman, bimodal

mikroyapı oluşur ki bu yapı lamelar $\alpha+\beta$ matrisin kısmen eş eksenli birincil α fazından oluşur (Şekil 2.5c,d). Bimodal mikroyapılar lamelar ve eş eksenli mikroyapıların kombinasyonu için düşünülmüş olabilir [13].



Şekil 2.5: Yeniden kristalleştirme yoluyla Ti-6Al-4V alaşımlarının eş eksenli mikroyapısı a) ince eş eksenli b) kaba eş eksenli c,d) bimodal.

Farklı mikroyapılar, Ti alaşımlarının mekanik davranışında güçlü etkiye sahiptir. İnce taneli mikroyapılar, süneklik kadar dayanım artışını da sağlar. Buna ilaveten, çatlak çekirdeklenmesini geciktirdiği gibi süperplastik deformasyon için ön koşul oluşturmaktadır. Diğer bir yandan, kaba taneli mikroyapılar, sürünme ve yorulma çatlak büyümesi için daha fazla direnç gösterir. Lamelar yapılar yüksek kırılma tokluğuna sahip olup, sürünme ve yorulma çatlak büyümesi için olağanüstü direnç gösterirken, eş eksenli mikroyapılar, yüksek yorulma dayanım değerine sahip olduğu kadar yüksek süneklik değerine de sahiptir. Ayrıca eş eksenli mikroyapılar, süperplastik deformasyon için tercih edilir. Bimodal mikroyapılar da lameler ve eş eksenli yapıların avantajlarını birleştirerek, iyi dengelenmiş malzeme özellik profili sergiler [13].

2.2.2. Titanyum ve Titanyum Alaşımlarının Hassas Döküm Yöntemi ile Üretimi

Titanyum ve titanyum alaşımlarının üretimi rutil (TiO_2) veya ilmenit (FeTiO_3) cevherlerinden Kroll prosesi ile sünger titanyumun üretimi ile başlar. Kroll prosesinden çıkan sünger titanyum parçaları sıkıştırılıp birbirlerine kaynaklanarak ark ocağında ergitilmek üzere elektrotlar haline getirilir. Elektrotun oluşturulması sırasında sünger titanyuma ek olarak istenen alaşım elementlerine göre yapıya eklemeler yapılır. Ergitme işlemi titanyumun yüksek sıcaklıklarda oksijene olan yüksek afinitesi sebebiyle vakum altında gerçekleştirilir. Ergitme prosesi literatürde “Vacuum Arc Remelting” (VAR) olarak adlandırılır ve ergitme ve döküm işlemleri birkaç defa tekrarlanabilir. Bu sayede hem klor gibi Kroll prosesinden kalma uçucu safsızlıklardan metalin arıtılması hem de yapıda kimyasal homojenlik sağlanır [9], [10], [12].

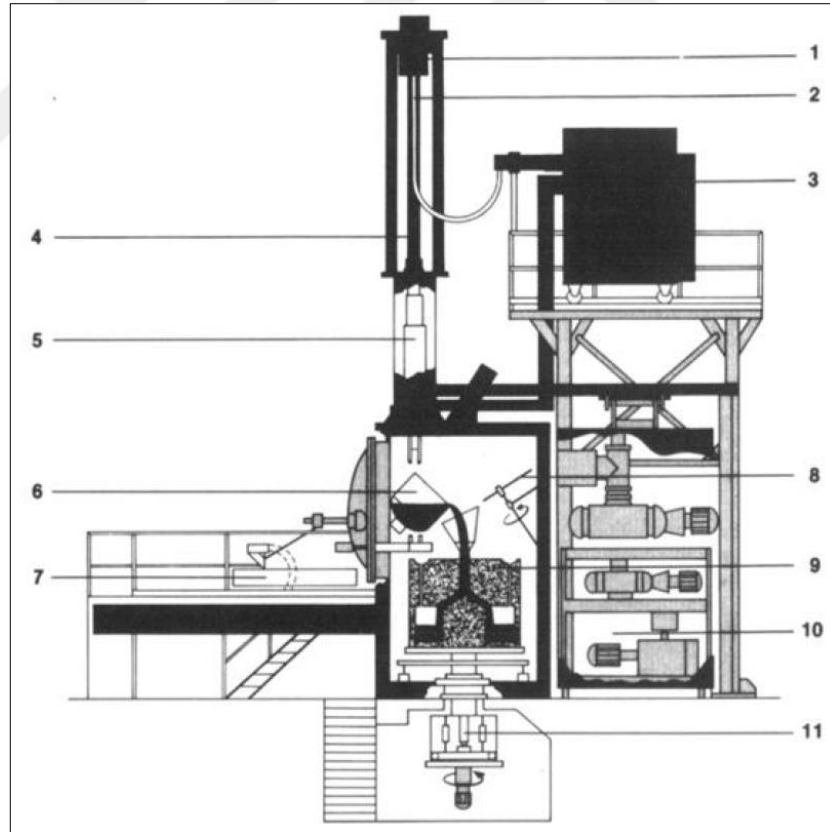
VAR prosesi sonucunda ingot veya levha ara ürünler isteğe bağlı olarak elde edilebilir. Bu aşamadan sonra titanyum son ürünlerine ulaşmak için farklı yöntemler kullanılmaktadır. Plastik şekil verme ve talaşlı imalat bu amaçla kullanılan en eski yöntemlerdir. Dövme tekniği ile ürün üretimi titanyum alaşımları için en geleneksel yöntemdir ancak karmaşık şekilli titanyum parçalarına duyulan ihtiyacı karşılayabilecek boyut hassasiyeti sağlanamamaktadır. Günümüzde ise titanyum alaşımlarının yüksek sıcaklıklarda süperplastik davranış göstermesi sayesinde süperplastik şekil verme yöntemiyle son ürün elde edilmektedir. Ancak şekillendirme aşamasında kullanılan sıcaklığın düşürülmesi üzerine çalışılmaktadır [17]. Son ürün eldesinde kullanılan diğer bir teknik ise hassas döküm tekniğidir. Hassas döküm tekniği ile yüksek boyut hassasiyeti ve yüzey kalitesi sağlanabilmektedir. Üretim maliyetleri açısından plastik şekil verme teknikleri ve hassas döküm tekniği karşılaştırıldığında parça işleme maliyetleri ve üretim hacimleri açısından hassas döküm çok daha düşük maliyetli bir tekniktir [12]. Bunun yanı sıra mekanik veya termomekanik işlemler ile elde edilen ve hassas döküm ile elde edilen titanyum ürünler arasında mekanik özellikler açısından önemli farklar bulunmamaktadır. Benzer mekanik özellikler göz önüne alındığında, düşük maliyet avantajı sayesinde özellikle havacılık sanayiinde kullanılan titanyum parçaların hassas döküm tekniği ile üretimi büyük oranda tercih edilmektedir [16]. Günümüzde ise daha büyük, yekpare ve yüksek

boyut hassasiyetine sahip parçaların hassas döküm tekniği ile üretimi üzerine çalışmalar yapılmaktadır [16].

2.2.3. Vakum Ark Ergitme Yöntemi

Titanyum ve alaşımlarının hassas döküm tekniği ile üretiminde çelik ve alüminyum alaşımlarından farklı olarak dikkat edilmesi gereken zorluklar bulunmaktadır. Bunlardan birincisi ergiyik titanyumun düşük akışkanlığa sahip olmasıdır. Titanyumun yüksek ergime sıcaklığı (1668°C) sebebiyle döküm öncesi ergiyik metalde yeterli aşırı ısının sağlanamamasına bağlı olarak oluşan bu durum ergiyik metalin kalıbı dolduramamasına neden olmaktadır.

Titanyum ve alaşımlarından hassas döküm tekniği ile ürün üretilmesi amacıyla en yaygın kullanılan ergitme tekniği VAR olmaktadır. Hassas dökümde kullanılan örnek bir VAR sistemi Şekil 2.6'da verilmiştir [18].



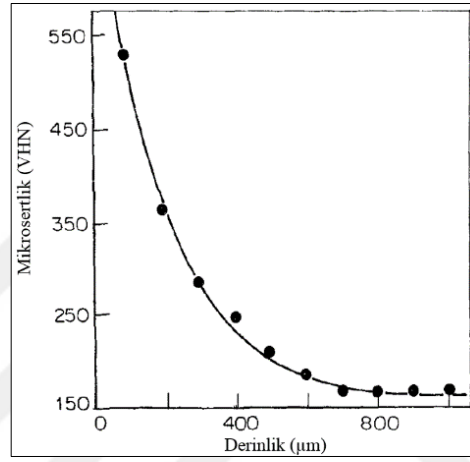
Şekil 2.6: Hassas dökümde kullanılan örnek bir VAR şeması. 1) Hızlı çekiş sistemi, 2) Güç kabloları, 3) Güç ünitesi, 4) Elektrot besleyicisi, 5) Harcanabilir elektrot (Hammadde), 6) Bakır pota, 7) Pota arabası, 8) Tandış koruması, 9) Kalıp haznesi, 10) Vakum pompa sistemi, 11) Santrifüj sistemi.

VAR tekniğinde ergitilecek hammadde doğrudan üründe elde edilmek istenen alaşımdan meydana gelmektedir. İngot formunda olan hammadde Şekil 2.6’da da görüldüğü gibi vakum atmosferinde tutulan ocak haznesinin üst kısmında elektrot besleyicisine asılı ve bakır potanın merkeziyle aynı hizada bulunmaktadır. İngotu (Elektrotu) oluşturan alaşımdan ergitilmesi ise elektrik enerjisi yardımıyla olmaktadır. Bunun amaçla bakır pota anot, ingot ise katot olarak kullanılır. Sisteme enerjinin verilmesiyle bakır pota ile elektrot arasında ark oluşması sağlanmakta ve sonucunda ergiyen alaşım pota içerisine akmaktadır. Bu işlem sırasında bakır potanın zarar görmemesi amacıyla su ile soğutulması sağlanmaktadır. Ergiyerek pota içerisine düşen alaşım işlem sırasında bakır potanın sürekli soğutulması sonucu pota yüzeyine sıvanarak katılır ve “skull” adı verilen yapıyı oluşur. Bu yapı ilerleyen süreçte ergiyik alaşımdan bakır potayla doğrudan temasını engellemektedir. İstenen miktarda eriyik pota içerisinde elde edildiğinde hızlı çekiş sistemi elektrotu yukarı çeker ve pota devrilerek eriyik alaşımdan hassas döküm kalıbına akması ve kalıbı doldurması sağlanır. Bu ergitme/döküm tekniğinde kullanılan tipik parametreler 1 Pa (10^{-2} mbar) basınç, 0,2–1 kA/kg ark akımı olmaktadır [18], [19].

Ti-6Al-4V alaşımdan üretilmesi amaçlanan uçak motoru parçalarının hassas döküm yöntemiyle üretiminde yapılan deneylerde, döküm öncesi kalıp 538°C ’ye ısıtılarak ergiyik metalin kalıbı doldurması sağlanabilmektedir. Bununla birlikte döküm sonrası çekintilerin önlenmesi için kalıp vakum altında veya argon atmosferinde soğutulmuştur. Yapılan ısıtma işlemlerinin ardından gerçekleştirilen deneylerde, orta ölçekli çekme ve gaz boşluklarının, malzemenin çekme dayanımını etkileyecek seviyede olmadığı gözlemlenmiştir [20].

Titanyum ve alaşımlarının dökümünde en büyük sorun ise ergiyiğin oldukça reaktif olmasıdır. Yüksek ergime sıcaklığına sahip titanyumun ergiyik haldeki oksijen ve azota olan afinitesi çok yüksektir [10]. Atmosferik gazların döküm sırasında sıvı metal içerisinde çözünmesi sebebiyle döküm yüzeyine yakın bölgelerde alfa-katman olarak adlandırılan, alaşımdan kendisinden daha sert ve kırılgan bir katmanın oluşumu gözlenmektedir. Katmanın sert oluşu sebebiyle parça yüzeyinde çatlak oluşma riski artmakta ve buna bağlı olarak malzemenin yorulma dayanımı düşmektedir. Titanyum ve alaşımlarının hassas döküm yöntemiyle üretilmesinde ise atmosferik gazların yanı sıra seramik kalıp malzemelerinin de ergiyik metal ile reaksiyona girdiği ve metal içerisinde nüfuz ederek alfa-katmanının oluşumuna etki ettiği tespit edilmiştir [20].

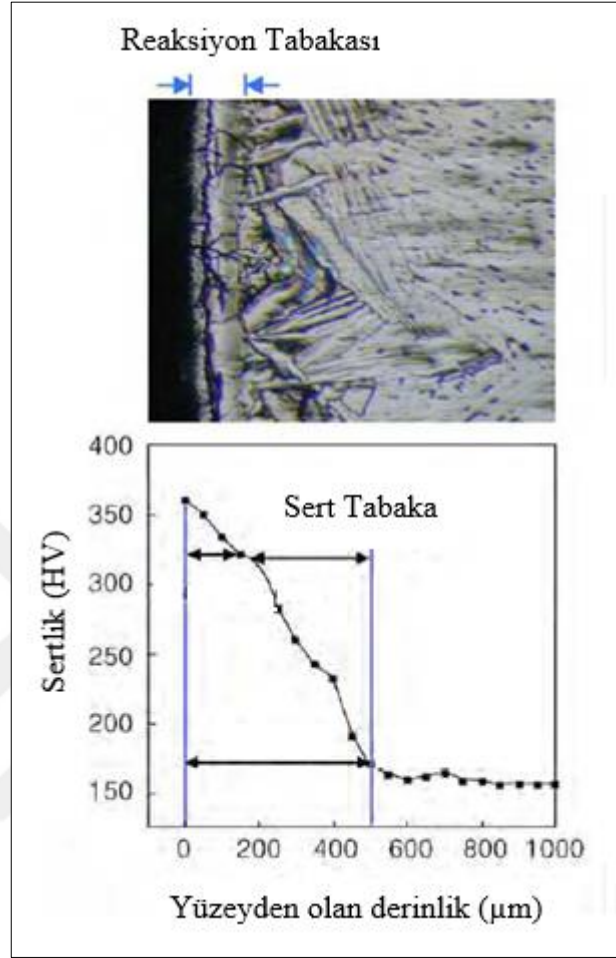
Önceleri sadece atmosferik gazlara bağlı olarak α -Ti ve TiO_2 'ten oluştuğu düşünülen bu katman üzerine Saha vd.'nin yaptığı çalışmada, ZrSiO_4 , Na_2SiO_3 , %7,5 ZrO_2 ve kalıp suyundan oluşan seramik kalıplar ile yapılan dökümler üzerinde mikrosertlik, oksijen miktarı ölçümleri ve X-ışınları analizleri yapılmıştır. Çalışma sonucunda döküm parçası yüzeyinde TiO_2 , TiO , Ti_4O_7 , Ti_5Si_3 ve $\text{Na}_{0.23}\text{TiO}_2$ fazlarının varlığı tespit edilmiş ve kalıp içerisindeki silika veya silikatların da titanyum tarafından redüklendiği tespit edilmiştir. Yapılan mikrosertlik ölçümleri Şekil 2.7'de verilmiştir [20].



Şekil 2.7: 1200°C'de sinterlenmiş sodyum silikat bağlayıcılı %7,5 ZrO_2 içeren kalıpla üretilmiş titanyum dökümünün yüzeyinden alınan mikrosertlik ölçümleri.

700µm'den daha kalın bir alfa-katmanının oluştuğu gözlenen çalışmada, Şekil 2.7'den de görüldüğü gibi döküm yüzeyinde sertliğin yaklaşık 4,5 kat arttığı gözlenmiştir. Si ve Zr'un yüzeye yakın bölgelerde (100 µm) yoğunlaştığı, daha küçük çapa sahip oksijenin difüzyonun mesafesinin ise katılma sırasında ısı transfer hızına bağlı olduğu belirtilmektedir [20]. Termodinamik açıdan bakıldığında çelik ve alüminyum dökümünde kullanılan kalıplardaki SiO_2 'in oluşum Gibbs serbest enerjisi, TiO_2 'in oluşum Gibbs serbest enerjisinden daha yüksektir. Dolayısıyla, döküm esnasında metalik titanyum, SiO_2 ile reaksiyona girerek titanyumun oksit formlarını oluşturmaktadır. Kalıptan metale geçen oksijen sebebiyle serbest kalan silisyum ise intermetalikler meydana getirmektedir. Bu sebeple daha sonraki çalışmalarda oluşum Gibbs serbest enerjisi TiO_2 'ten daha düşük oksitler kalıp malzemesi olarak denenmiştir. Sung ve diğ. yaptıkları çalışmada Al_2O_3 esaslı bir kalıp kullanmış ve döküm sonrası oluşan alfa-katmanı üzerinde mikrosertlik, EPMA ve TEM

teknikleriyle incelemeler gerçekleştirmiştir [21]. Şekil 2.8’de Al_2O_3 kalıp içine dökülen saf titanyumun yüzeyindeki mikroyapı ve sertlik profili gösterilmiştir.



Şekil 2.8: Saf titanyumun yüzeyindeki mikroyapı ve sertlik profili.

2.2.4. Kimyasal Aşındırma Prosesi

Kimyasal aşındırma prosesi işlemesi zor olan titanyum ve alaşımlarının işlenmesini efektif kılan bir yöntem olarak bilinmektedir. Kimyasal süreçler 15. yüzyılda genellikle zırh işlemleri ve sanatsal amaçlarla kullanılmaya başlanmıştır. 17. yüzyıldan 19. yüzyıla kadar pek çok asit ve alkalinin keşfi bu tür kimyasal işleme teknolojilerinin gelişimini sağlamıştır. Bunlardan florik asidin keşfi ise titanyum, tungsten ve diğer yüksek sıcaklık korozyon dayanımı gösteren malzemelerin kimyasal olarak işlenmesinde büyük öneme sahiptir. ABD, Avrupa ve Rusya’da titanyum alaşımlarının kimyasal işlenmesi üzerine çalışmalar 60’lı yıllarda başlamıştır. Günümüzde ise parçaların ağırlıkların azaltılmasında, ince cidarlı parçaların

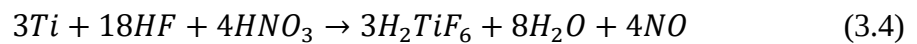
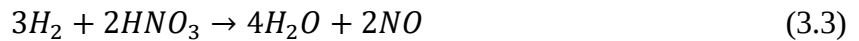
üretiminde ve karmaşık şekilli ve ince iç yapıları parçaların üretiminde önemli rol oynamaktadır [22].

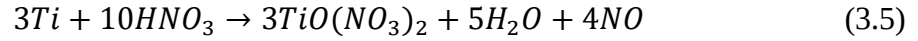
Titanyum alaşımlarının dökümü sonrası gözlemlenen sert alfa katmanının giderilmesi için kimyasal proseslerin kullanımı geleneksel bir yöntem haline gelmiştir. Bu prosese kimyasal aşındırma adı verilmektedir. Florik asit ve nitrik asit karışımlarının kullanıldığı bu proseste parçalar yakından kontrol edilen koşullar altında çözeltiye daldırılmakta ve belirli bir süre bekletilerek alfa katmanının parça yüzeyinden kaldırılması sağlanmaktadır. Bu süreçte çözelti içerisinde bulunan parça ile çözelti arayüzünde bir takım kimyasal ve elektrokimyasal reaksiyonlar gerçekleşmektedir [23]. Bu reaksiyonlar literatürde şu şekilde belirtilmektedir [23], [24], [25]:



1 numaralı reaksiyon oksit tabakayı (alfa katmanını) çözer ve çözünabilir titanyum hekzafloro komplekslerinin oluşması ile neticelenir. Oksit tabakanın çözünmesiyle birlikte titanyum metali florik aside karşı ile doğrudan etkileşim halindedir. Bu durumda 3.2 numaralı reaksiyon gereğince florik asit ile etkileşir. 3.1 numaralı reaksiyona benzer şekilde 3.2 numaralı reaksiyon da titanyum hekzafloro komplekslerinin ve hidrojen gazının oluşumuna sebep olur [23], [24], [25]. Hidrojen gazı hidrür oluşumlarıyla birlikte hidrojen gevrekliği adı verilen ve titanyum ve alaşımlarının kırılma dayanımıyla sonuçlanabilmektedir [26], [27].

Kimyasal aşındırma sürecinin titanyum ve alaşımları üzerine en kritik etkisi hidrojen gevrekliğidir. Literatürde bu yönde çalışmalar gerçekleştirilmiş ve aşındırma prosesi parametrelerinin bu anlamda optimizasyonu üzerine çalışmalar yürütülmüştür. Elde edilen sonuçlarda aynı çözelti içerisinde nitrik asit kullanımının metal tarafından hidrojen absorpsiyonunu azalttığı tespit edilmiştir [22], [23], [25].





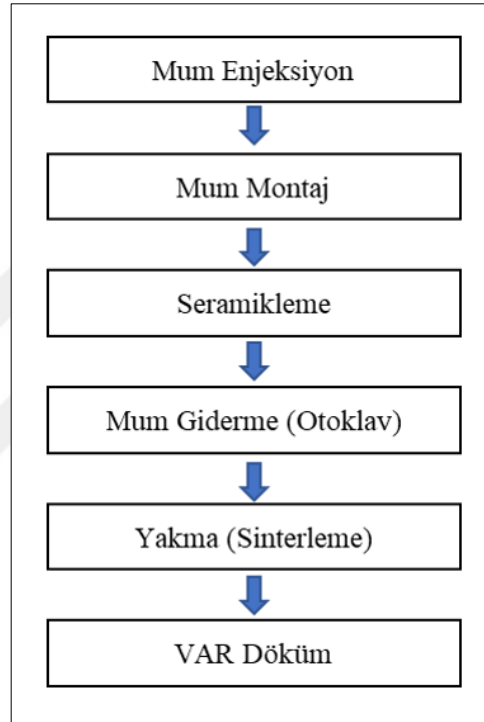
Nitrik asit reaksiyonları sayesinde hidrojen gazı oluşumu engellenmekte (3.4 numaralı reaksiyon) ve NO_x oluşumuna sebep olarak metal yüzeyinin oksitlenmesini sağlamaktadır (3.5 numaralı reaksiyon) [23]. Bu sayede dengeli ve kontrol edilebilir bir çözünme reaksiyonu sağlanabilmektedir.

Hidrojen absorpsiyonunun yanısıra nitrik asit florik asit karışımlarının endüstriyel açıdan önem arz eden diğer bir özelliği ise metalin çözünme hızı ile nitrik asit ve florik asit oranlarının çözünme hızı ile ilişkili olmasıdır. Sefer ve diğ. gerçekleştirdiği çalışmada Ti-6Al-4V alaşımının HF:HNO₃ oranının 1:3 olduğu banyolardaki aşınma (Çözünme) hızının 1:11 oranına sahip banyolara göre daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir [23]. Aynı çalışmada alaşım elementlerinin α ve β taneleri arasında oluşan mikrogalvanik hücreler sebebiyle aşındırma hızları üzerinde etkili olduğu tespit edilmiştir [23]. Deshmukh ve diğ. Amrutha ve diğ.'nin yürüttüğü çalışmada ise Titanyum metalinin çözünmesi sırasında 4 aşamalı kimyasal ve elektrokimyasal reaksiyonların gerçekleştiği gözlemlenmiş ve HF₂⁻ moleküllerinin elektrokimyasal reaksiyon aşamasını kontrol eden bileşen iken HF moleküllerinin kimyasal reaksiyon aşamasında etkili olduğu belirlenmiştir. [28]. Mizuhata ve diğ.'nin alaşımlandırılmamış titanyum alaşımında yürüttüğü deneysel çalışmalar neticesinde titanyum çözünmesinin pasif tabakanın florür iyonlarıyla yıkımı ve aktif yüzeyin oksidasyonunun tekrarlı olarak gerçekleşmesi neticesinde aşınmanın gerçekleştiği belirlenmiş ve reaksiyonun HNO₃ yardımıyla yavaşlatılabildiği tespit edilmiştir. Yine aynı çalışmada anodik ve katodik reaksiyonların F⁻ ve H⁺ iyonları tarafından kontrol edildiği ve HNO₃ eklentisinin anodik parametreler üzerine etkisinin olmadığı belirlenmiştir [29].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Hassas Döküm Numunelerin Üretimi

Deneyisel çalışmalarda kullanılan numuneler Gür Metal Hassas Döküm firmasının imkanlarından faydalanarak yerli olarak üretildi. Numunelerin üretiminde Şekil 3.1’deki akış izlendi.



Şekil 3.1: Numunelerin üretim iş akışı.

Çekme çubuğu formundaki numunelerin düşük kül değerine sahip mum kullanılarak mum modelleri oluşturuldu. 400 psi basınç ile 65°C sıcaklıkta parçanın mum enjeksiyonu yapıldı. Ardından 70 adet çekme çubuğu ile numunelerin salkım modeli oluşturuldu. Hazırlanan salkım koloidal silika esaslı itriya, zirkonya ve alümina katkılı seramik banyo ve kumları kullanılarak toplamda 9 kat seramik ile kaplandı. Oluşturulan seramik kalıbın kuruması tamamlandıktan sonra içerisinde mum otoklav yardımı ile giderildi. 7 bar basınçta 15 dakika bekletilen salkımın içerisinde mum giderilerek seramik kalıbın elde edilmesi sağlandı. Mumu boşaltılan seramik kalıp ardından yakma fırınında 1100°C sıcaklıkta 6 saat boyunca yakılarak seramik kalıbın

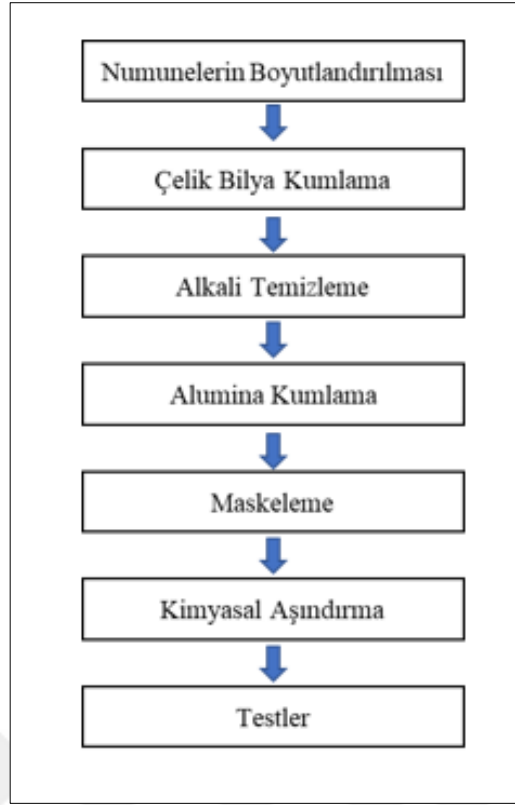
sinterlenmesi sađlandı. Döküme hazır hale getirilen salkım döküm öncesinde 600°C ön ısıtma sıcaklığına tabi tutuldu ve ardından döküm işlemi gerçekleştirildi. Döküm vakum ark ergitme ocağı kullanılarak 5×10^{-2} mbar vakum seviyelerinde gerçekleştirildi. Dökümde kullanılan alaşımanın kimyasal analizi Tablo 3.1’de verilmiştir.

Tablo 3.1: Dökümde kullanılan Ti6Al4V alaşımasının kimyasal analizi.

Element	% Değer
Alüminyum (Al)	6.52
Karbon (C)	0.012
Demir (Fe)	0.14
Azot (N)	0.0026
Oksijen (O)	0.1758
Vanadyum (V)	4.12
İtriyum (Y)	<0.0010

3.2. Numunelerin Hazırlanması

Titanyum hassas döküm yöntemi ile üretilmiş sıcak izostatik presleme sonrasındaki durumda olan numuneler ile deneysel çalışmalar yürütüldü. Numunelerin hazırlanmasında Şekil 3.2’deki akış izlendi.



Şekil 3.2: Numunelerin hazırlanma iş akışı.

3.2.1. Numunelerin Boyutlandırılması

Çekme çubuğu geometrisindeki 120 mm boyundaki numuneler 80 mm boyuna Mikrotest hassas kesme cihazında silisyum karbür kesme diski ile kesildi.

3.2.2. Çelik Bilya Kumlama

Kesilen numuneler S170 mesh çelik bilya ile Endümak marka kumlama makinasında 15 dakika süre ile 4 bar basınç altında kumlandı.

3.2.3. Alkali Temizleme

Numuneler çelik bilya kumlama sonrasında alkali temizleme prosesine tabii tutuldu. Turco 4215 NC-LT marka alkali temizleyici kullanılarak Tablo 3.2’de belirtilen parametreler ile proses gerçekleştirildi.

Tablo 3.2: Alkali temizleme parametreleri.

Proses Akışı		Gereklilikler
Alkali Temizliği Turco 4215 NC-LT	Daldırma Süresi	5-10 dakika
	Sıcaklık	50±5°C
	Konsantrasyon	%5,5± 0,5 (%W/V)
Yıkama	Daldırma Süresi	15 dakika
	Su Kırılım Testi	En az 1 dakika
Kurutma	Sıcaklık	120 °C
	Süre	60 dakika

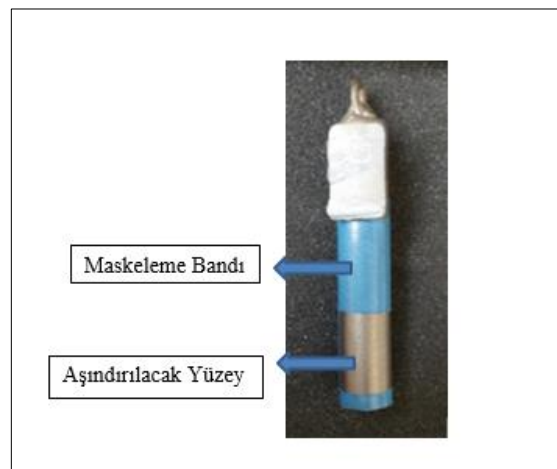
3.2.4. Alümina Kumlama

İki farklı kimyasal aşındırma banyosunda proses etmek amacıyla numunelerden 2 tanesi 4 bar basınçta 80 mesh beyaz alümina kum ile 2 tanesi 7 bar basınçta 80 mesh beyaz alümina kum ile 10 dakika süre ile kumlandı. 2 tanesi de çelik bilya kumlanmış hali ile bırakıldı. Böylelikle proses öncesinde 3 farklı yüzey elde edildi.

3.2.5. Maskeleme

Numunelerin 550 mm²'lik yüzey alanı açık kalacak şekilde numunenin geri kalanı asite dayanıklı maskeleme bandı ile bantlandı.

Şekil 3.3'te örnek numune görüntüsü gösterildi.



Şekil 3.3: Örnek numune görüntüsü.

3.3. Kimyasal Aşındırma Banyolarının Hazırlanması

Bu çalışmada kullanılan banyolar ve içerikleri Tablo 3.3'te görülmektedir. 500 ml'lik beher içerisine 400 ml çözelti hazırlandı. Öncelikle 500 ml'lik polipropilen beher içerisine 200 ml saf su ilave edildi. 200 ml saf su içerisine her iki banyo için farklı oranlarda HNO_3 (nitrik asit), HF (hidroflorik asit), Harry Miller marka tensioaktif malzeme ilave edildi. Asit ilaveleri yapıldıktan sonra kalan kısım saf su ilave edilerek 400 ml'ye tamamlandı. Hazırlanan karışımlar 5 dakika manyetik karıştırıcı üzerinde karıştırıldı. Ardından banyoların içerisine titanyum ilavesi yapıldı. Ti-6Al-4V hurdası kullanılarak banyoların aktif hale getirilmesi sağlandı.

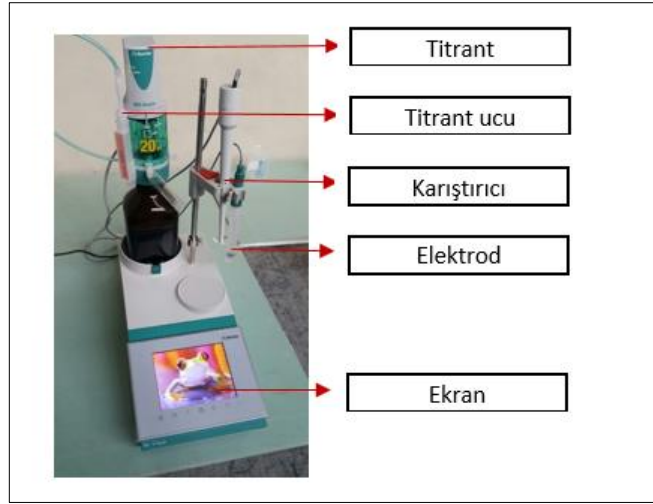
Tablo 3.3: Çalışmada kullanılan banyoların bileşimleri.

Banyo No	Banyoların Bileşimi
1	96 g/L HNO_3 + 32 g/L HF + 0.11 g tensioaktif + 3.5 g/L Ti-6Al-4V hurda
2	105 g/L HNO_3 + 58 g/L HF + 0.2 g tensioaktif + 8 g/L Ti-6Al-4V hurda

3.4. Banyoların Kimyasal Analizi

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrası hazırlanan çözeltilere Metrohm marka 916 Ti Touch model titrasyon cihazı ile kimyasal analiz yapıldı. Kimyasal analiz ile banyo içerisindeki nitrik asit, hidroflorik asit ve titanyum değerleri tespit edildi.

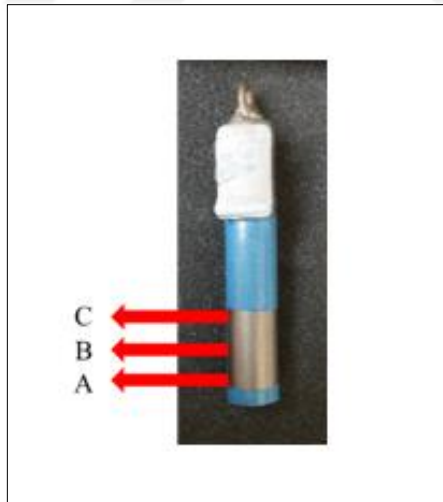
Hazırlanan banyodan mikropipet yardımı ile 0.2 ml numune alınarak beher içerisine koyulur. Üzerine 40 ml metanol ilave edilir ve hazırlanan karışım Şekil 3.4'te gösterilen analiz cihazına yerleştirilir.



Şekil 3.4: Kimyasal analiz cihazı.

3.5. Numunelerin Kalınlık Ölçümü

Kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası numunenin çapı 3 farklı bölgeden Asimeto marka yüzdelik hassasiyette kumpas yardımı ile ölçüldü. Ölçüm noktaları Şekil 3.5’te gösterildi.



Şekil 3.5: Kalınlık ölçüm noktaları.

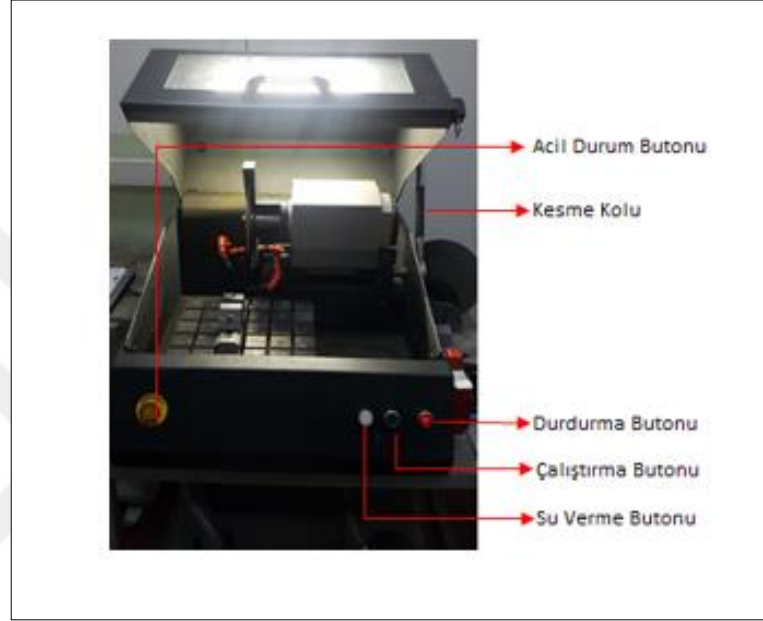
3.6. Metalografik İnceleme

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında numunelerin metalografik incelemesi Nikon marka MA100 model optik mikroskop ile gerçekleştirildi. Numune

yüzeyinde alfa katmanı olan yüzeyden 50X ve/veya 100X büyütme ile alfa katmanı olmayan yüzeyden 500X büyütme ile görüntüler alındı.

Numune hazırlama işlemleri sırasıyla kesme, bakalite alma, zımparalama, parlatma ve dağlamadır.

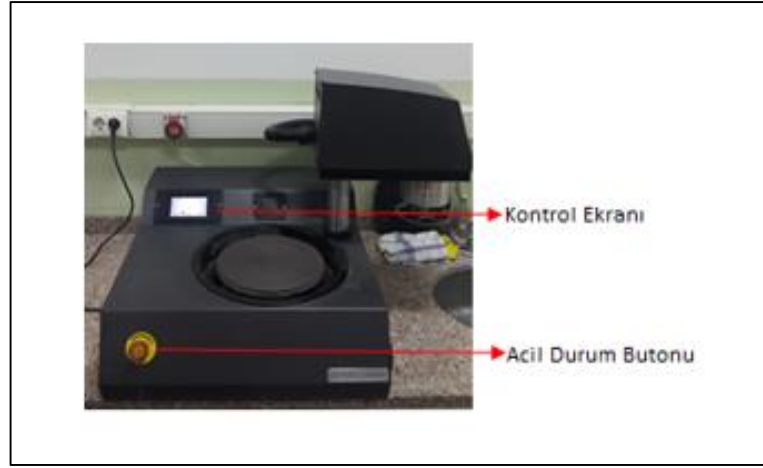
Proses edilen numune Şekil 3.6’da gösterilen Mikrotest marka hassas kesme cihazı ile silisyum karbür kesme diski kullanılarak silindirik olarak kesildi.



Şekil 3.6: Kesme cihazı.

Kesilen numuneler ‘‘Aka-Resin Phenolic Powder’’ tozu kullanılıp, toz seviyesi numune boyutunun üst seviyesini geçecek şekilde eklenip Mikrotest marka sıcak bakalitleme cihazı ile aşağıdaki parametrelere göre bakalite alındı. 200°C’de 250 saniye ısıtıldıktan sonra 250 saniye boyunda bakalit soğutulur.

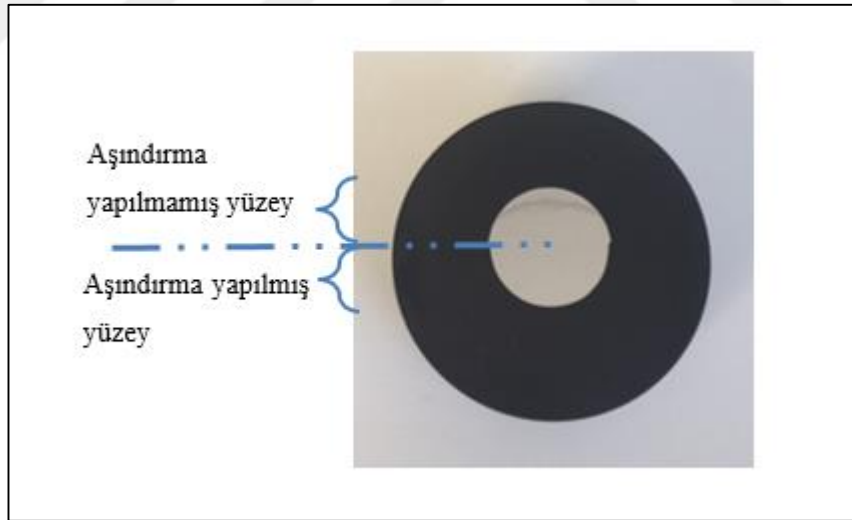
Bakalite alınan numuneler sırasıyla 240 grit, 400 grit, 800 grit, 1200 grit, 2500 grit silisyum karbür zımpara kağıdı kullanılarak 300 rpm tabla hızı, 25 rpm numune hızı ile Şekil 3.7’de gösterilen Mikrotest otomatik zımparalama/parlatma cihazında hazırlandı.



Şekil 3.7: Otomatik zımparalama/parlatma cihazı.

Zımpara işlemi tamamlanan numuneler 6 mikron parlatma keçesi ile 150 rpm tabla hızı, 25 rpm numune hızı ile ardından da 1 mikron parlatma keçesi ile aynı parametrelerle Mikrotest otomatik zımparalama/parlatma cihazında hazırlandı. Parlatma sıvısı olarak koloidal silika kullanıldı.

Şekil 3.8’de kesilip bakalite alınıp parlatılan numune gösterildi.



Şekil 3.8: Parlatılan numune görüntüsü.

Parlatılan numunelere sırasıyla aşağıdaki 2 tip dağlayıcı uygulandı.

- Tip I Kroll Çözeltisi

0.5 ila 2% Hidroflorik asit (HF), 40 ± 5 %, 4 ± 2 Nitrik asit (HNO_3), 65 ± 5 ve deiyonize su ile kroll çözeltisi hazırlandı.

İlk dađlayıcı ile numuneler daldırma yöntemi ile 10 saniye dađlandı.

- Ti II Amonyum biflorür çözeltisi

Ağırlıkça 5 gram amonyum biflorür (NH_4HF_2) ve 100 ml deiyonize su ile amonyum biflorür çözeltisi hazırlandı.

İkinci dađlayıcı ile numuneler kulak çubuđu yardımıyla numune yüzeyine dađlayıcıyı sürerek 15 saniye dađlandı. Hazırlanan numuneler optik mikroskop ile incelendi.

3.7. Yüzey Pürüzlülüđu

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında numunelerin yüzey pürüzlülüđu Mitutoyo marka SJ 201 model yüzey pürüzlülük ölçme cihazı yardımıyla yapıldı. Numune yüzeyinde tek kesit boyunca 2,5 mm’de bir 5 adet ölçüm alınarak ortalama değeri hesaplandı. Şekil 3.9’da yüzey pürüzlülük cihazı gösterildi.



Şekil 3.9: Yüzey pürüzlülük ölçme cihazı.

3.8. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)

Numunelerin alfa katmanı olan yüzey ve olmayan yüzeyinden mikroyapı karakterizasyon tayini Philips XL30-SFEG model taramalı elektron mikroskobu kullanılarak gerçekleştirildi. Çok küçük bir alana odaklanan yüksek enerjili elektronlarla yüzeyin taranması prensibiyle çalışır. Ölçüm yapılacak numuneler altın ile kaplanarak ölçüm sırasında iletken olmaları sağlandı.

3.9. Mikrosertlik

Kesit alanları görünecek şekilde kalıba alınmış numunelerde alfa katmanı olan yüzey ve olmayan yüzeyleri incelemek için “Zeiss Optik Mikroskop” ve onun sertlik ölçme yan birimi kullanıldı. Sertlik ölçerken 10 gf/5 yük uygulandı. Şekil 3.6’daki gibi kalıba alınan numuneler zımpara ve parlatma işlemlerinin ardından mikroskoba yerleştirildi ve odaklama işlemlerinin ardından numune yüzeyinden iç yapıya doğru 50 mikronda bir 12 adet ölçüm alındı. Yüzeyden içyapıya doğru sertlikteki değişim gözlemlendi.

3.10. X-Işınları Kırınımı Analizi

Döküm yüzeyinde yani alfa katmanı üzerinde oluşan fazları belirlemek için Rigaku Dmax 200 marka X-ray cihazı kullanıldı. Dalga boyu 1,541 Å, Cu K α radyasyon kaynağı 2 θ üzerinde 10 dereceden 90 dereceye kadar 2 derece/dk hızla tarama yapıldı. Bu işlemlerin ardından elde edilen X-Ray spektrumları bilgisayar ortamında eşleştirilerek alfa katmanında bulunan fazlar belirlendi.

4. DENEYSEL SONUÇLAR

4.1. D4 Deney Sonuçları

4.1.1. Numunenin Hazırlanması

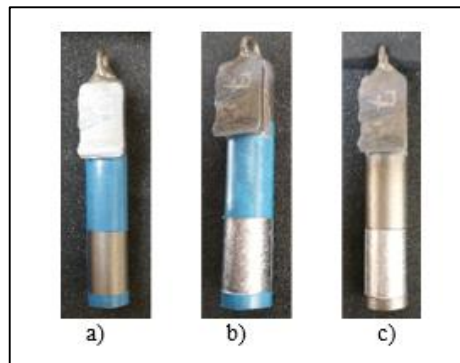


Şekil 4.1: D4 deneyinin düzeneği.

D4 deneyinde numune kimyasal aşındırma prosesi öncesinde çelik bilya ile kumlanarak ardından alkali temizleme prosesine tabii tutuldu.

Yüzey hazırlama işlemi yapılan numune Tablo 3.3'teki 1 numaralı kimyasal aşındırma banyosunda proses edildi. Numune 41 dakika 40 saniye proses edildi. Proses sırasında elde edilen görüntü Şekil 4.1'de verildi.

Şekil 4.2a'da kimyasal aşındırma öncesi, Şekil 4.2b,c'de kimyasal aşındırma sonrası elde edildi.



Şekil 4.2: D4 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası görüntüleri.

4.1.2. D4 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında banyonun kimyasal analiz cihazında titrasyon yöntemi ile kimyasal analizi yapıldı.

Tablo 4.1’de D4 deneyinin kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası analiz sonuçları verildi.

Tablo 4.1: D4 deneyinin analiz sonuçları.

Deney Kodu	Analiz Edilen	Kimyasal Aşındırma Öncesi (g/L)	Kimyasal Aşındırma Sonrası (g/L)
D4	HNO ₃	94.11	93.84
	HF	27.62	20.78
	Titanyum	9.08	15.22

4.1.3. D4 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında numuneler üzerinde Şekil 3.5’te gösterilen 3 farklı bölgeden ölçümler yapıldı. Kalınlık ölçüm sonuçları Tablo 4.2’de gösterildi.

Tablo 4.2: D4 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.

Deney Kodu	Kimyasal Aşındırma Öncesi (mm)			Kimyasal Aşındırma Sonrası (mm)			Aşınan Miktar (Yüzeyde,mm)
	A	B	C	A	B	C	
D4	15.4	15.4	15.3	15	15	15	0.4

4.1.4. D4 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi boyunca sıcaklık takibi veri kaydedici yardımı ile takip edildi. 5 dakikada 1 sıcaklık değerleri ölçüldü.

Tablo 4.3’te proses boyunca meydana gelen sıcaklık değişimi gösterildi.

Tablo 4.3: D4 deneyindeki sıcaklık deęiřimi.

Zaman	Sıcaklık °C
t0	30.2
t5	30.9
t10	31.5
t15	32.1
t20	32.8
t25	33.5
t30	34
t35	34.5
t40	35.1
tson	35.2

4.1.5. D4 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları

Kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası numuneler üzerinde yüzey pürüzlülük ölçümü yapıldı.

Şekil 4.3'te yüzey pürüzlülüęü ölçümü yapılan eksen belirtildi. Numunenin merkezinden ölçüm yapıldı.



Şekil 4.3: Yüzey pürüzlülük ölçüm noktası.

Tablo 4.4'te D4 deneyine ait yüzey pürüzlülük sonuçları verildi.

Tablo 4.4: D4 numunesinin yüzey pürüzlülük sonuçları.

Kimyasal Aşındırma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)	Kimyasal Aşındırma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)
3.46	2.70

4.1.6. D4 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları

Numune üzerinde bütün yüzey taranarak aşındırma öncesi numune üzerindeki alfa katmanı miktarı ölçümü yapıp, aşındırma sonrası da alfa katmanı kalmadığına dair görüntüler alındı.

Şekil 4.4'te kimyasal aşındırma öncesi numune yüzeyinde tespit edilen maksimum alfa katmanı kalınlığının 204.7 μm olduğunu gösteren 100X büyütmede alınmış mikroyapı görüntüsü verildi.



Şekil 4.4: D4 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.

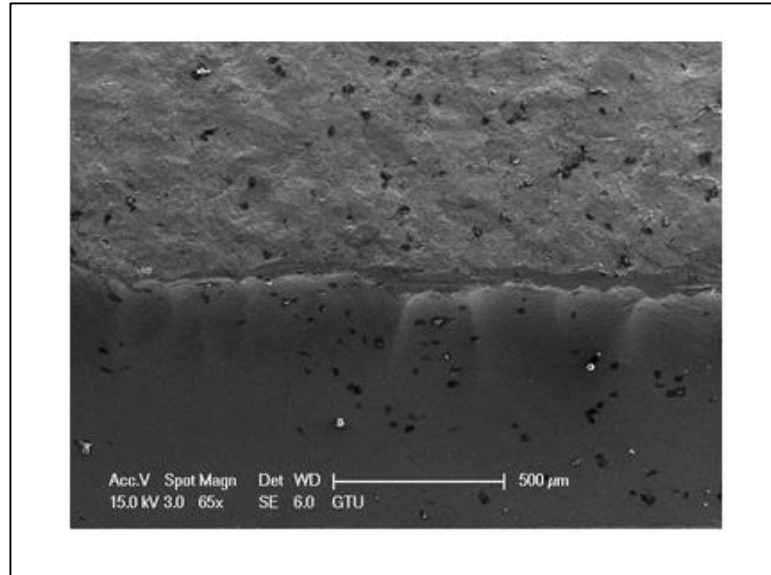
Şekil 4.5'te kimyasal aşındırma sonrası alfa katmanı kalınlığı kalmadığına dair 500X büyütme ile alınan mikroyapı görüntüsü verildi.



Şekil 4.5: D4 numunesinde aşındırılmış yüzey.

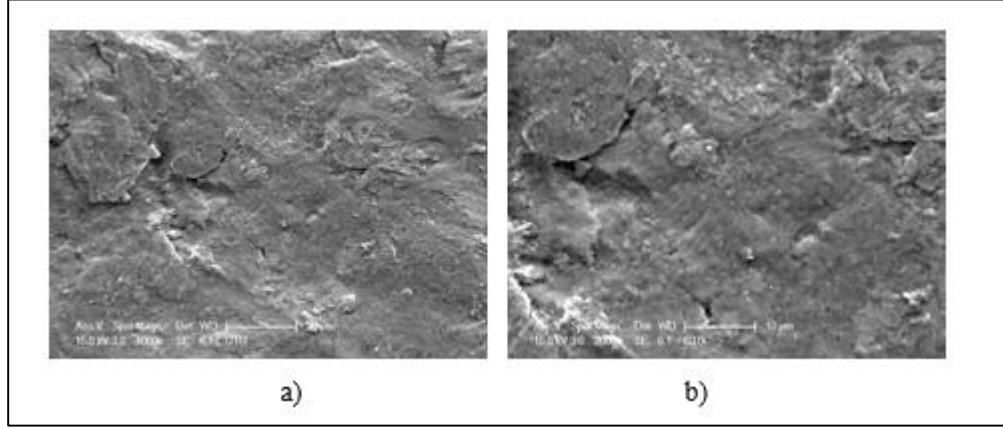
4.1.7. D4 Deneyindeki Taramalı Elektron Mikroskop Sonuçları

Aşındırma öncesi ve sonrası numune yüzeyinden SEM analizi yapıldı. D4 deneyinde aşındırılmamış yüzeyden aşındırılmış yüzeye geçiş noktasından 65X büyütmede görüntü alındı. Şekil 4.6’da geçiş bölgesinde yüzeyden alınan SEM görüntüsü gösterildi.



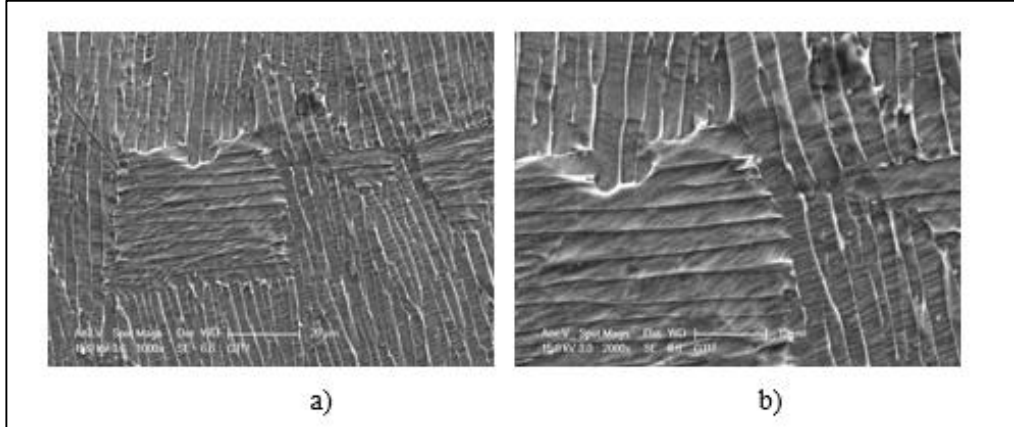
Şekil 4.6: D4 geçiş bölgesi.

Aşındırılmış ve aşındırılmamış yüzeylerden 1000X ve 2000X büyütme ile görüntü alındı. Aşındırılmamış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.7’de gösterildi.



Şekil 4.7: D4-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.

Aşındırılmış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.8’de gösterildi.



Şekil 4.8: D4-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.

4.1.8. D4 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları

Aşındırma öncesi ve sonrası D4 numunesinin yüzeyinden EDS analizi yapıldı. Aşındırma öncesi EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.5’te verildi.

Tablo 4.5: D4 aşındırma öncesi EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	27.89
Aluminyum	4.81
Titanyum	63.44
Vanadyum	3.86

Aşındırma sonrası EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.6’da verildi.

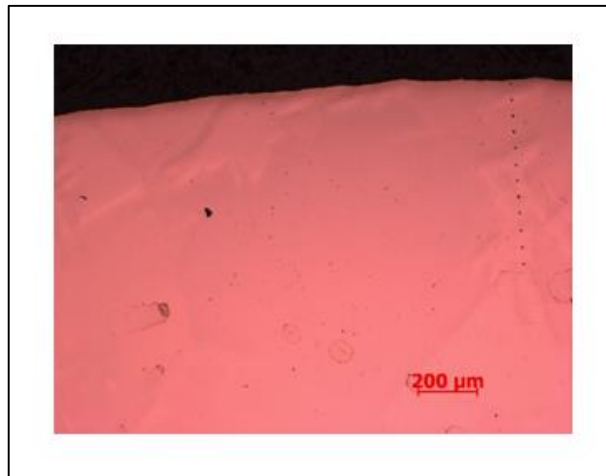
Tablo 4.6: D4 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	5.09
Aluminyum	5.71
Titanyum	85.29
Vanadyum	3.91

4.1.9. D4 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları

Aşındırma öncesi numune yüzeyinden mikrosertlik ölçümleri yapıldı. 50 mikrometre aralıklarla numune yüzeyinden iç yapıya doğru 12 adet sertlik alındı.

Sertlik alındıktan sonra elde edilen mikroyapı görüntüsü Şekil 4.9’da verildi .



Şekil 4.9: D4 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.

Elde edilen sertlik deęerleri Tablo 4.7’de verildi.

Tablo 4.7: D4 numunesinin mikrosertlik deęerleri.

Ölçüm Derinlięi (μm)	Mikrosertlik deęeri (HV)
Yüzey	559
50	461
100	429
150	466
200	448
250	433
300	421
350	322
400	329
450	341
500	350
550	346

4.2. D5 Deney Sonuçları

4.2.1. Numunenin Hazırlanması

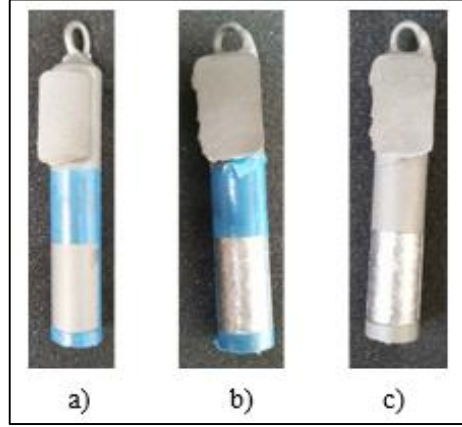
D5 deneyinde numune kimyasal aşındırma prosesi öncesinde çelik bilya ile kumlanarak ardından alkali temizleme prosesine tabii tutuldu. Numune temizleme sonrasında 4 bar basınçta alümina kum ile kumlandı.

Yüzey hazırlama işlemi yapılan numune Tablo 3.3’deki 1 numaralı kimyasal aşındırma banyosunda proses edildi. Numune 41 dakika 40 saniye proses edildi. Proses sırasında elde edilen görüntü Şekil 4.10’da verildi.



Şekil 4.10: D5 deneyinin düzeneęi.

Şekil 4.11a’da kimyasal aşındırma öncesi, Şekil 4.11b,c’de kimyasal aşındırma sonrası elde edildi.



Şekil 4.11: D5 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası görüntüleri.

4.2.2. D5 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında banyonun kimyasal analiz cihazında titrasyon yöntemi ile kimyasal analizi yapıldı. Tablo 4.8’de D5 deneyinin kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası analiz sonuçları verildi.

Tablo 4.8: D5 deneyinin analiz sonuçları.

Deney Kodu	Analiz Edilen	Kimyasal Aşındırma Öncesi (g/L)	Kimyasal Aşındırma Sonrası (g/L)
D5	HNO ₃	89.83	88,67
	HF	24.91	19.66
	Titanyum	10.21	14.45

4.2.3. D5 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında numuneler üzerinde Şekil 3.5’te gösterilen 3 farklı bölgeden ölçümler yapıldı. Kalınlık ölçüm sonuçları Tablo 4.9’da gösterildi.

Tablo 4.9: D5 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.

Deney Kodu	Kimyasal Aşındırma Öncesi (mm)			Kimyasal Aşındırma Sonrası (mm)			Aşınan Miktar (Yüzeyde, mm)
	A	B	C	A	B	C	
D5	15.40	15.40	15.40	15.10	15.10	15.10	0.30

4.2.4. D5 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi boyunca sıcaklık takibi veri kaydedici yardımı ile takip edildi. 5 dakikada 1 sıcaklık değerleri ölçüldü. Tablo 4.10'da proses boyunca meydana gelen sıcaklık değişimi gösterildi.

Tablo 4.10: D5 deneyindeki sıcaklık değişimi.

Zaman	Sıcaklık °C
t0	30.2
t5	30.9
t10	31.8
t15	32.4
t20	33.1
t25	33.6
t30	34.1
t35	34.4
t40	35.4
tson	35.5

4.2.5. D5 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları

Kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası numuneler üzerinde yüzey pürüzlülük ölçümü yapıldı.

Şekil 4.3'te yüzey pürüzlülüğü ölçümü yapılan eksen belirtildi. Numunenin merkezinden ölçüm yapıldı.

Tablo 4.11'de D5 deneyine ait yüzey pürüzlülük sonuçları verildi.

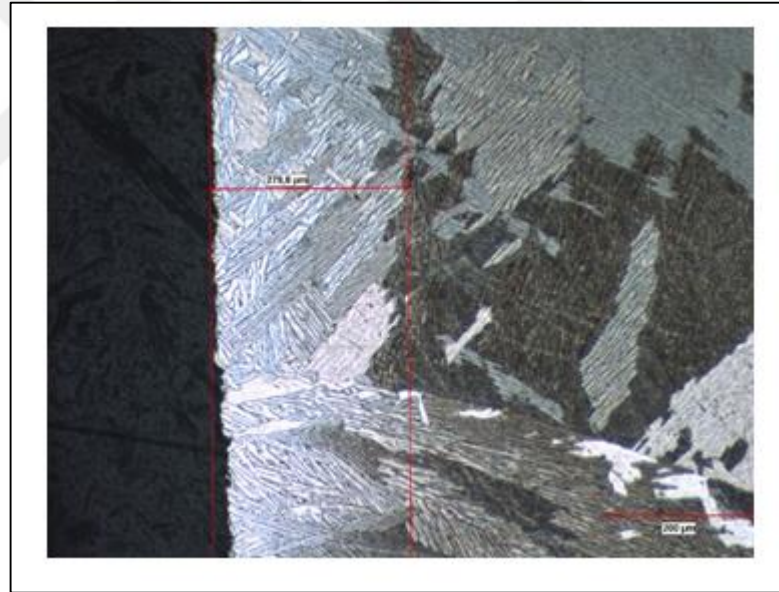
Tablo 4.11: D5 numunesindeki yüzey pürüzlülük sonuçları.

Kimyasal Aşındırma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)	Kimyasal Aşındırma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)
3.60	2.71

4.2.6. D5 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları

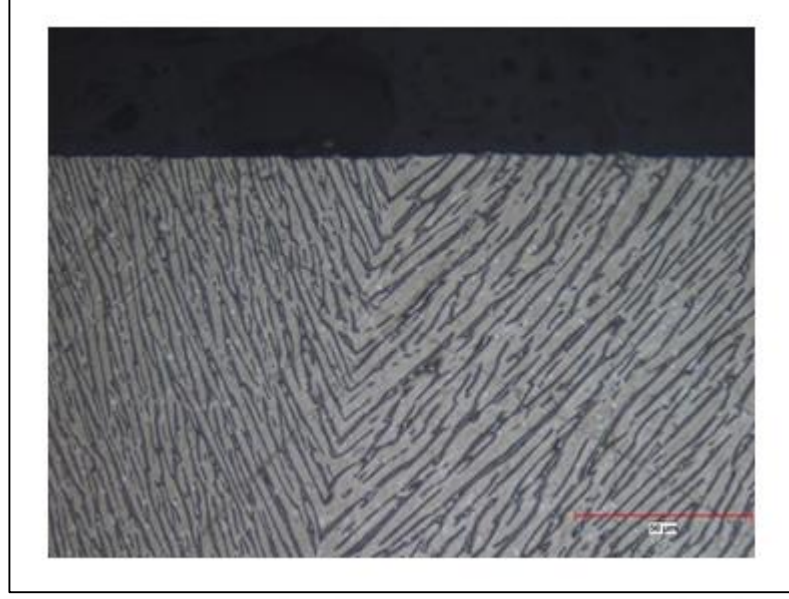
Numune üzerinde bütün yüzey taranarak aşındırma öncesi numune üzerindeki alfa katmanı miktarı ölçümü yapıp, aşındırma sonrası da alfa katmanı kalmadığına dair görüntüler alındı.

Şekil 4.12’de kimyasal aşındırma öncesi numune yüzeyinde tespit edilen maksimum alfa katmanı kalınlığının 279,8 μm olduğunu gösteren 100X büyütmede alınmış mikroyapı görüntüsü verildi.



Şekil 4.12: D5 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.

Şekil 4.13’te kimyasal aşındırma sonrası alfa katmanı kalınlığı kalmadığına dair 500X büyütme ile alınan mikroyapı görüntüsü verildi.

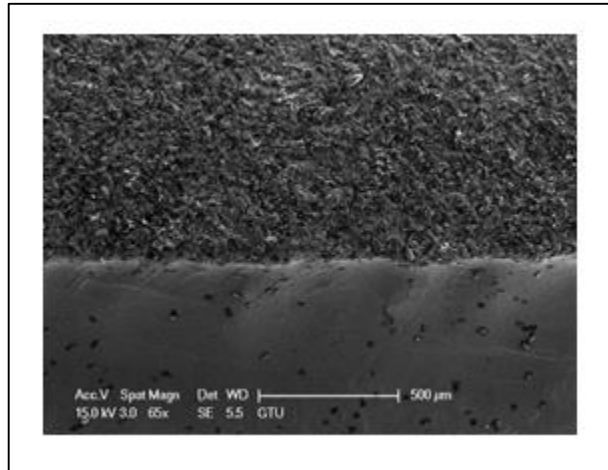


Şekil 4.13: D5 numunesinde aşındırılmış yüzey.

4.2.7. D5 Deneyindeki Taramalı Elektron Mikroskobu Sonuçları

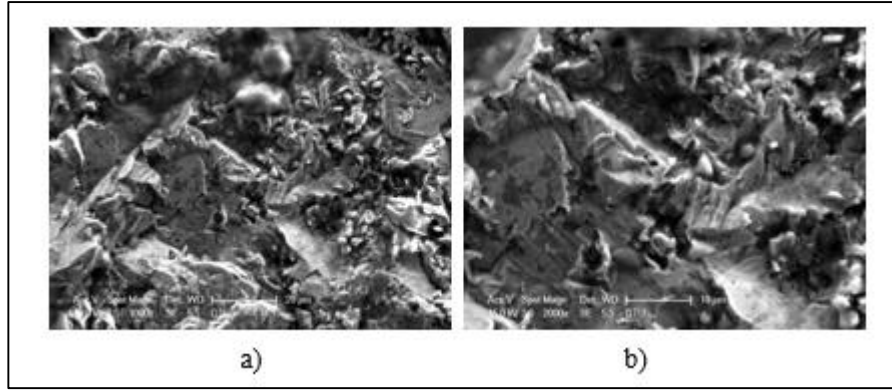
Aşındırma öncesi ve sonrası numune yüzeyinden ve kesitinden numuneler hazırlanarak SEM ve EDS analizi yapıldı.

D5 deneyinde aşındırılmamış yüzeyden aşındırılmış yüzeye geçiş noktasından 65X büyütmede görüntü alındı. Şekil 4.14'te geçiş bölgesinde yüzeyden alınan SEM görüntüsü gösterildi.



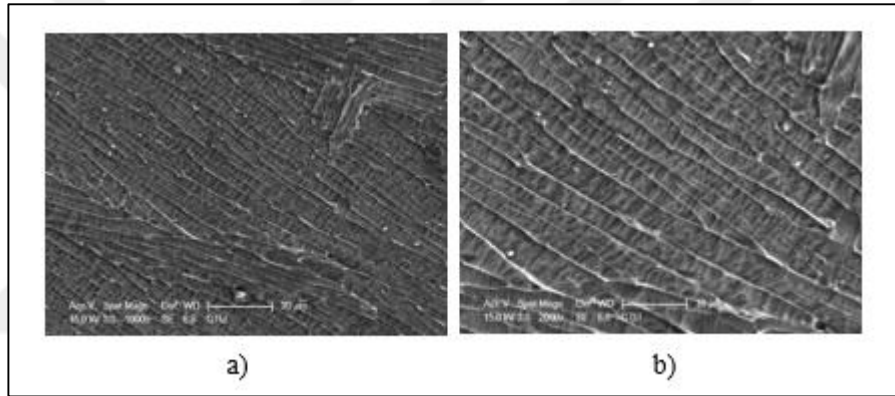
Şekil 4.14: D5 geçiş bölgesi.

Aşındırılmış ve aşındırılmamış yüzeylerden 1000X ve 2000X büyütme ile görüntü alındı. Aşındırılmamış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.15'te gösterildi.



Şekil 4.15: D5-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b) 2000x büyütme SEM görüntüleri.

Aşındırılmış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.16’da gösterildi.



Şekil 4.16: D5-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b) 2000x büyütme SEM görüntüleri.

4.2.8. D5 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları

Aşındırma öncesi ve sonrası D5 numunesinin yüzeyinden EDS analizi yapıldı. Aşındırma öncesi EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.12’de verildi.

Tablo 4.12: D5 aşındırma öncesi EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	31.78
Aluminyum	19.61
Titanyum	46.62
Vanadyum	1.99

Aşındırma sonrası EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.13'te verildi.

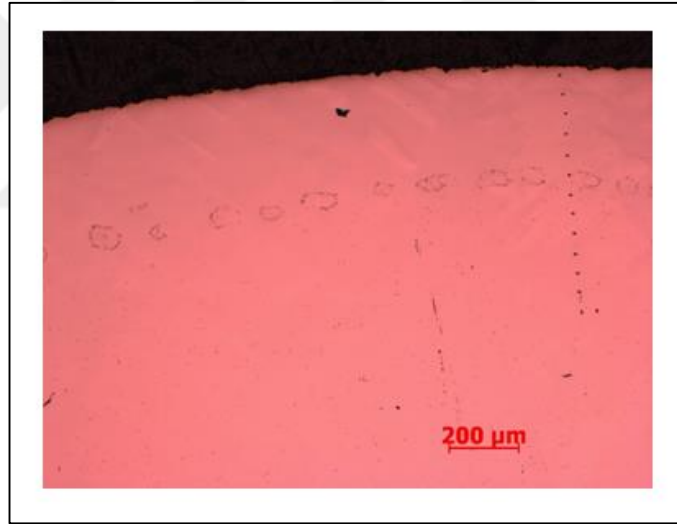
Tablo 4.13: D5 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	7.05
Aluminyum	4.72
Titanyum	84.03
Vanadyum	4.2

4.2.9. D5 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları

Aşındırma öncesi numune yüzeyinden mikrosertlik ölçümleri yapıldı. 50 mikrometre aralıklarla numune yüzeyinden iç yapıya doğru 12 adet sertlik alındı.

Sertlik alındıktan sonra elde edilen mikroyapı görüntüsü Şekil 4.17'de verildi .



Şekil 4.17 : D5 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.

Elde edilen sertlik deęerleri Tablo 4.14'te verildi.

Tablo 4.14: D5 numunesinin mikrosertlik deęerleri.

Ölçüm Derinlięi (μm)	Mikrosertlik deęeri (HV)
Yüzey	663
50	666
100	658
150	640
200	587
250	554
300	437
350	423
400	432
450	435
500	411
550	372

4.3. D6 Deney Sonuçları

4.3.1. Numunenin Hazırlanması

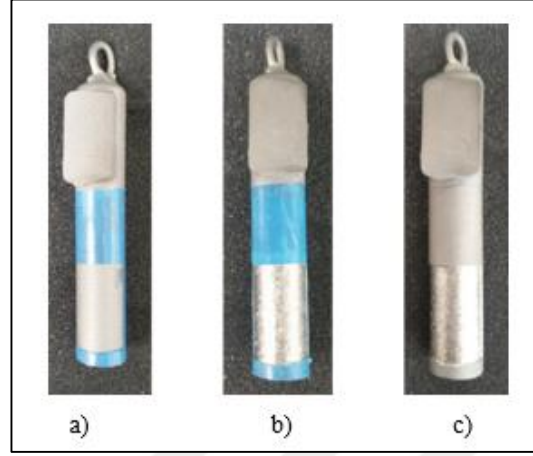
D6 deneyinde numune kimyasal aşındırma prosesi öncesinde çelik bilya ile kumlanarak ardından alkali temizleme prosesine tabii tutuldu. Numune temizleme sonrasında 7 bar basınçta alümina kum ile kumlandı.

Yüzey hazırlama işlemi yapılan numune Tablo 3.3'deki 1 numaralı kimyasal aşındırma banyosunda proses edildi. Numune 41 dakika 40 saniye proses edildi. Proses sırasında elde edilen görüntü Şekil 4.18'de verildi.



Şekil 4.18: D6 deneyinin düzeneęi.

Şekil 4.19a’da kimyasal aşındırma öncesi, Şekil 4.19b,c’de kimyasal aşındırma sonrası elde edildi.



Şekil 4.19: D6 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası görüntüleri.

4.3.2. D6 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında banyonun kimyasal analiz cihazında titrasyon yöntemi ile kimyasal analizi yapıldı.

Tablo 4.15’te D6 deneyinin kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası analiz sonuçları verildi.

Tablo 4.15: D6 deneyinin analiz sonuçları.

Deney Kodu	Analiz Edilen	Kimyasal Aşındırma Öncesi (g/L)	Kimyasal Aşındırma Sonrası (g/L)
D6	HNO ₃	96.60	96.00
	HF	29.50	19.69
	Titanyum	9.18	16.13

4.3.3. D6 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında numuneler üzerinde Şekil 3.5’te gösterilen 3 farklı bölgeden ölçümler yapıldı.

Kalınlık ölçüm sonuçları Tablo 4.16’da gösterildi.

Tablo 4.16: D6 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.

Deney Kodu	Kimyasal Aşındırma Öncesi (mm)			Kimyasal Aşındırma Sonrası (mm)			Aşınan Miktar (Yüzeyde, mm)
	A	B	C	A	B	C	
D6	15.40	15.40	15.30	15.00	15.00	15.00	0.40

4.3.4. D6 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi boyunca sıcaklık takibi veri kaydedici yardımı ile takip edildi. 5 dakikada 1 sıcaklık değerleri ölçüldü.

Tablo 4.17’de proses boyunca meydana gelen sıcaklık değişimi gösterildi.

Tablo 4.17: D6 deneyindeki sıcaklık değişimi.

Zaman	Sıcaklık °C
t0	30.4
t5	31.2
t10	32.1
t15	33
t20	33.9
t25	34.6
t30	35.3
t35	36
t40	36.4
tson	36.6

4.3.5. D6 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları

Kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası numuneler üzerinde yüzey pürüzlülük ölçümü yapıldı.

Şekil 4.3’te yüzey pürüzlülüğü ölçümü yapılan eksen belirtildi. Numunenin merkezinden ölçüm yapıldı.

Tablo 4.18’de D6 deneyine ait yüzey pürüzlülük sonuçları verildi.

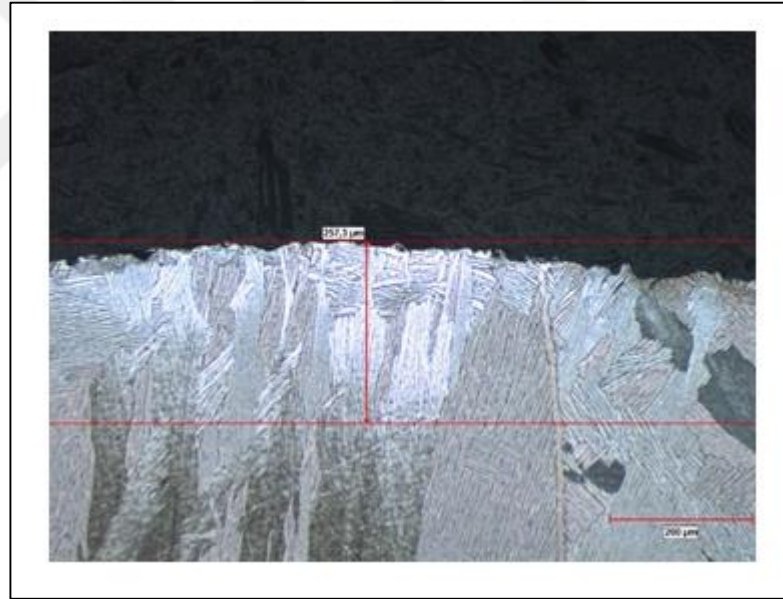
Tablo 4.18: D6 numunesindeki yüzey pürüzlülük sonuçları.

Kimyasal Aşındırma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)	Kimyasal Aşındırma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)
4.71	2.79

4.3.6. D6 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları

Numune üzerinde bütün yüzey taranarak aşındırma öncesi numune üzerindeki alfa katmanı miktarı ölçümü yapıp, aşındırma sonrası da alfa katmanı kalmadığına dair görüntüler alındı.

Şekil 4.20’de kimyasal aşındırma öncesi numune yüzeyinde tespit edilen maksimum alfa katmanı kalınlığının 257,3 μm olduğunu gösteren 100X büyütmede alınmış mikroyapı görüntüsü verildi.



Şekil 4.20: D6 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.

Şekil 4.21’de kimyasal aşındırma sonrası alfa katmanı kalınlığı kalmadığına dair 500X büyütme ile alınan mikroyapı görüntüsü verildi.

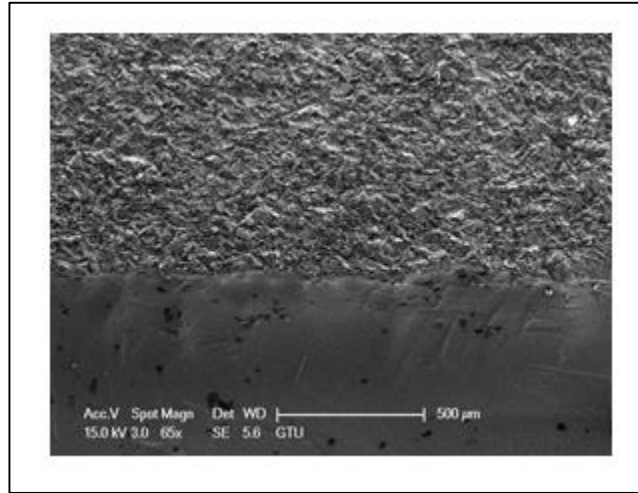


Şekil 4.21: D6 numunesinde aşındırılmış yüzey.

4.3.7. D6 Deneyindeki Taramalı Elektron Mikroskobu Sonuçları

Aşındırma öncesi ve sonrası numune yüzeyinden ve kesitinden numuneler hazırlanarak SEM ve EDS analizi yapıldı.

D6 deneyinde aşındırılmamış yüzeyden aşındırılmış yüzeye geçiş noktasından 65X büyütmede görüntü alındı. Şekil 4.22’de geçiş bölgesinde yüzeyden alınan SEM görüntüsü gösterildi.



Şekil 4.22: D6 geçiş bölgesi.

Aşındırılmış ve aşındırılmamış yüzeylerden 1000X ve 2000X büyütme ile görüntü alındı. Aşındırılmamış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.23’te gösterildi.

Aşındırma sonrası EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.20’de verildi.

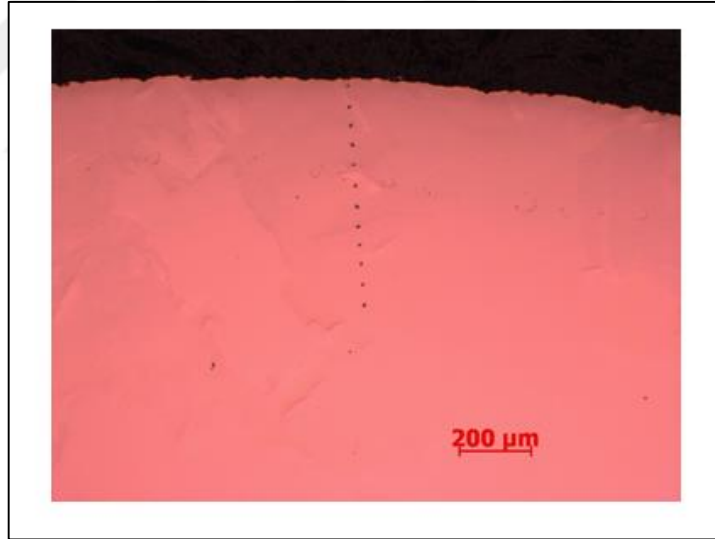
Tablo 4.20: D6 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	5.47
Aluminyum	5.28
Titanyum	84.71
Vanadyum	4.53

4.3.9. D6 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları

Aşındırma öncesi numune yüzeyinden mikrosertlik ölçümleri yapıldı. 50 mikrometre aralıklarla numune yüzeyinden iç yapıya doğru 12 adet sertlik alındı.

Sertlik alındıktan sonra elde edilen mikroyapı görüntüsü Şekil 4.25’te verildi .



Şekil 4.25: D6 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.

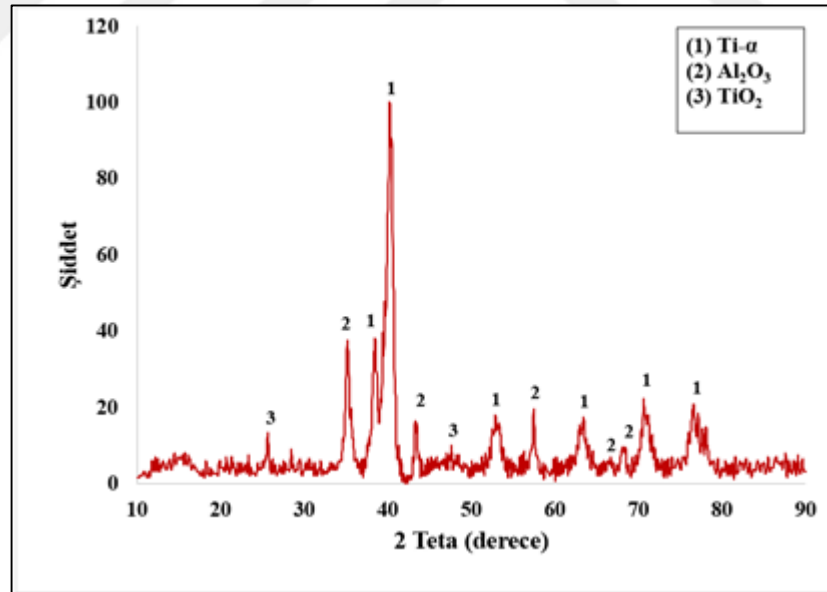
Elde edilen sertlik değerleri Tablo 4.21’de verildi.

Tablo 4.21: D6 numunesinin mikrosertlik deęerleri.

Ölçüm Derinlięi (μm)	Mikrosertlik deęeri (HV)
Yüzey	632
50	560
100	531
150	418
200	423
250	412
300	344
350	390
400	373
450	351
500	346
550	307

4.3.10. D6 Deneyinin XRD Sonuçları

Aşındırma öncesi alfa katmanındaki fazları tespit etmek amacı ile D6 numunesine XRD yapıldı. Şekil 4.26’da D6 numunesinin XRD sonuçları verildi.



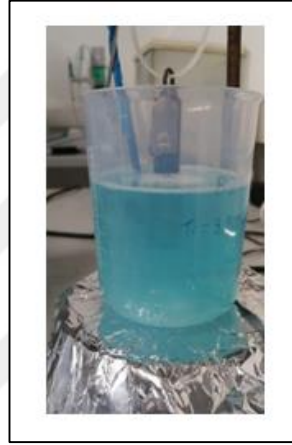
Şekil 4.26: D6 numunesinin XRD sonuçları.

4.4. D7 Deney Sonuçları

4.4.1. Numunenin Hazırlanması

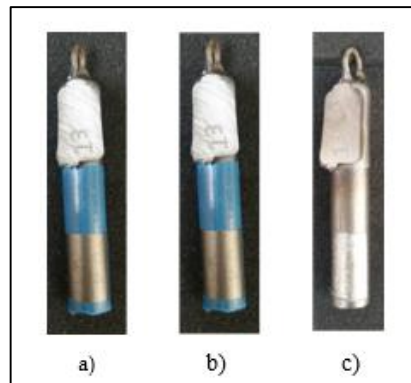
D7 deneyinde numune kimyasal aşındırma prosesi öncesinde çelik bilya ile kumlanarak ardından alkali temizleme prosesine tabii tutuldu.

Yüzey hazırlama işlemi yapılan numune Tablo 3.3'deki 2 numaralı kimyasal aşındırma banyosunda proses edildi. Numune 29 dakika 25 saniye proses edildi. Proses sırasında elde edilen görüntü Şekil 4.27'de verildi.



Şekil 4.27: D7 deneyinin düzeneği.

Şekil 4.28 a'da kimyasal aşındırma öncesi, Şekil 4.28 b,c'de kimyasal aşındırma sonrası elde edildi.



Şekil 4.28: D7 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası görüntüleri.

4.4.2. D7 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında banyonun kimyasal analiz cihazında titrasyon yöntemi ile kimyasal analizi yapıldı.

Tablo 4.22’de D7 deneyinin kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası analiz sonuçları verildi.

Tablo 4.22: D7 deneyinin analiz sonuçları.

Deney Kodu	Analiz Edilen	Kimyasal Aşındırma Öncesi (g/L)	Kimyasal Aşındırma Sonrası (g/L)
D7	HNO ₃	105,76	103,62
	HF	44,09	35,10
	Titanyum	19,36	25,33

4.4.3. D7 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında numuneler üzerinde Şekil 3.5’te gösterilen 3 farklı bölgeden ölçümler yapıldı.

Kalınlık ölçüm sonuçları Tablo 4.23’te gösterildi.

Tablo 4.23: D7 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.

Deney Kodu	Kimyasal Aşındırma Öncesi (mm)			Kimyasal Aşındırma Sonrası (mm)			Aşınan Miktar (Yüzeyde, mm)
	A	B	C	A	B	C	
D7	15.30	15.30	15.30	14.80	14.80	14.80	0.50

4.4.4. D7 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi boyunca sıcaklık takibi veri kaydedici yardımı ile takip edildi. 5 dakikada 1 sıcaklık değerleri ölçüldü.

Tablo 4.24’te proses boyunca meydana gelen sıcaklık değişimi gösterildi.

Tablo 4.24: D7 deneyindeki sıcaklık değişimi.

Zaman	Sıcaklık °C
t0	30
t5	32.4
t10	34.3
t15	36
t20	38.5
t25	39
tson	40

4.4.5. D7 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları

Kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası numuneler üzerinde yüzey pürüzlülük ölçümü yapıldı.

Şekil 4.3'te yüzey pürüzlülüğü ölçümü yapılan eksen belirtildi. Numunenin merkezinden ölçüm yapıldı.

Tablo 4.25'te D7 deneyine ait yüzey pürüzlülük sonuçları verildi.

Tablo 4.25: D7 numunesindeki yüzey pürüzlülük sonuçları.

Kimyasal Aşındırma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)	Kimyasal Aşındırma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)
3.73	3.4

4.4.6. D7 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları

Numune üzerinde bütün yüzey taranarak aşındırma öncesi numune üzerindeki alfa katmanı miktarı ölçümü yapıp, aşındırma sonrası da alfa katmanı kalmadığına dair görüntüler alındı.

Şekil 4.29'da kimyasal aşındırma öncesi numune yüzeyinde tespit edilen maksimum alfa katmanı kalınlığının 218,5 µm olduğunu gösteren 100X büyütmede alınmış mikroyapı görüntüsü verildi.



Şekil 4.29: D7 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.

Şekil 4.30’da kimyasal aşındırma sonrası alfa katmanı kalınlığı kalmadığına dair 500X büyütme ile alınan mikroyapı görüntüsü verildi.

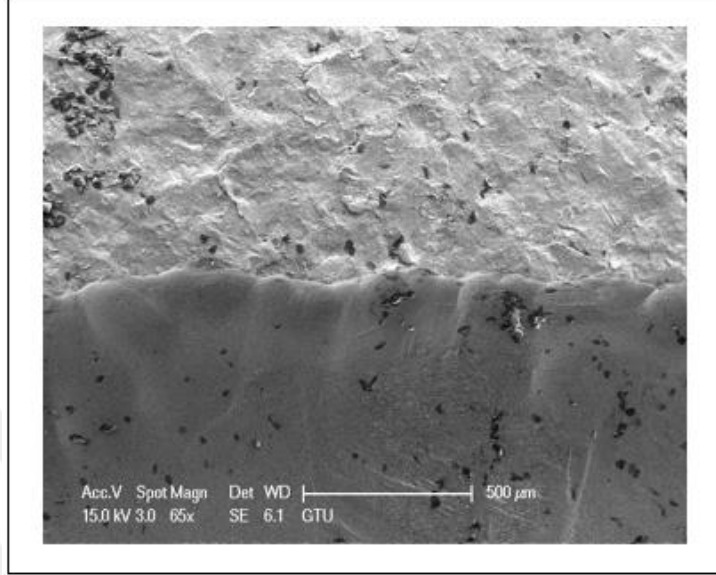


Şekil 4.30: D7 numunesinde aşındırılmış yüzey.

4.4.7. D7 Deneyindeki Taramalı Elektron Mikroskobu Sonuçları

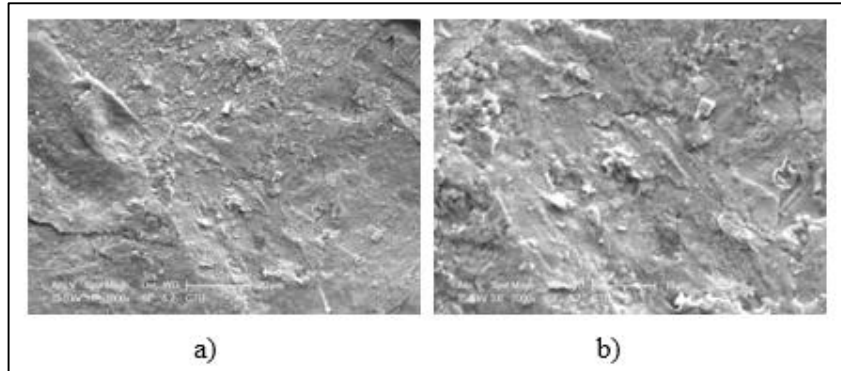
Aşındırma öncesi ve sonrası numune yüzeyinden ve kesitinden numuneler hazırlanarak SEM ve EDS analizi yapıldı.

D7 deneyinde aşındırılmamış yüzeyden aşındırılmış yüzeye geçiş noktasından 65X büyütmede görüntü alındı. Şekil 4.31’de geçiş bölgesinde yüzeyden alınan SEM görüntüsü gösterildi.



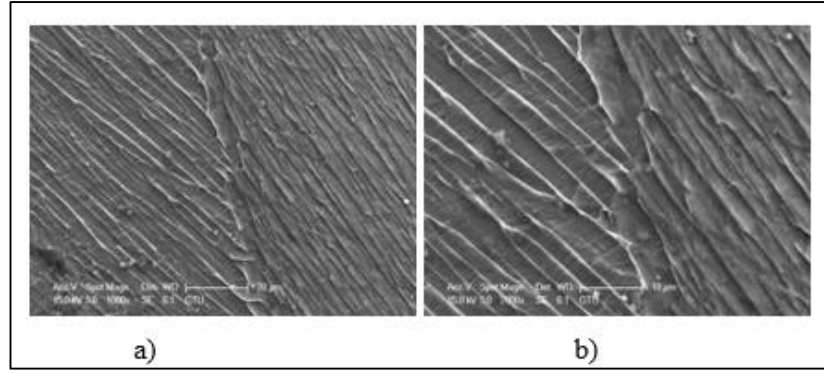
Şekil 4.31: D7 geçiş bölgesi.

Aşındırılmış ve aşındırılmamış yüzeylerden 1000X ve 2000X büyütme ile görüntü alındı. Aşındırılmamış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.32’de gösterildi.



Şekil 4.32: D7-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.

Aşındırılmış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.33’te gösterildi.



Şekil 4.33: D7-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.

4.4.8. D7 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları

Aşındırma öncesi ve sonrası D7 numunesinin yüzeyinden EDS analizi yapıldı. Aşındırma öncesi EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.26’da verildi.

Tablo 4.26: D7 aşındırma öncesi EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	26.83
Aluminyum	4.05
Titanyum	65.19
Vanadyum	3.93

Aşındırma sonrası EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.27’de verildi.

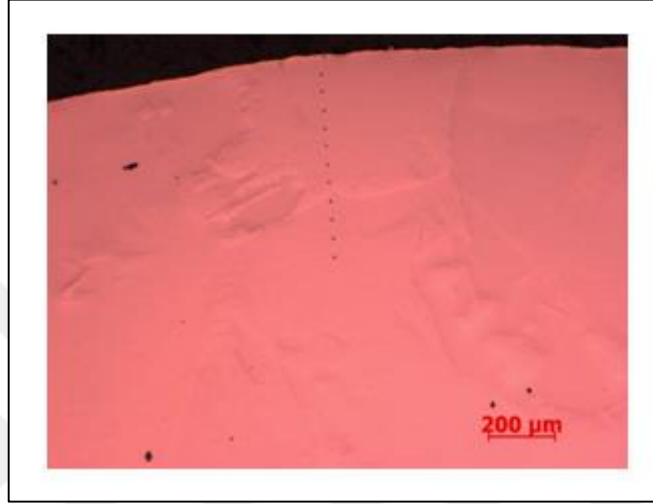
Tablo 4.27: D7 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	3.9
Aluminyum	5.87
Titanyum	86.33
Vanadyum	3.9

4.4.9. D7 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları

Aşındırma öncesi numune yüzeyinden mikrosertlik ölçümleri yapıldı. 50 mikrometre aralıklarla numune yüzeyinden iç yapıya doğru 12 adet sertlik alındı.

Sertlik alındıktan sonra elde edilen mikroyapı görüntüsü Şekil 4.34'te ve elde edilen sertlik değerleri Tablo 4.28'de verildi.



Şekil 4.34 : D7 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.

Tablo 4.28: D7 numunesinin mikrosertlik değerleri

Ölçüm Derinliği (µm)	Mikrosertlik değeri (HV)
Yüzey	607
50	554
100	499
150	464
200	482
250	485
300	469
350	443
400	417
450	391
500	354
550	359

4.5. D8 Deney Sonuçları

4.5.1. Numunenin Hazırlanması

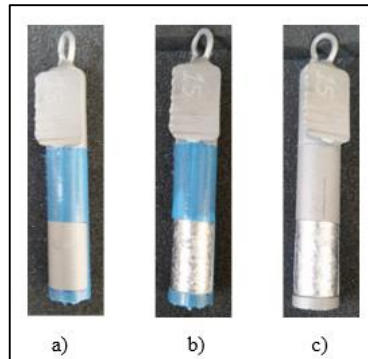
D8 deneyinde numune kimyasal aşındırma prosesi öncesinde çelik bilya ile kumlanarak ardından alkali temizleme prosesine tabii tutuldu. Numune temizleme sonrasında 4 bar basınçta alümina kum ile kumlandı.

Yüzey hazırlama işlemi yapılan numune Tablo 3.3'teki 2 numaralı kimyasal aşındırma banyosunda proses edildi. Numune 29 dakika 25 saniye proses edildi. Proses sırasında elde edilen görüntü Şekil 4.35'te verildi.



Şekil 4.35: D8 deneyinin düzeneği.

Şekil 4.36 a'da kimyasal aşındırma öncesi, Şekil 4.36 b,c'de kimyasal aşındırma sonrası elde edildi.



Şekil 4.36: D8 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası görüntüleri.

4.5.2. D8 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında banyonun kimyasal analiz cihazında titrasyon yöntemi ile kimyasal analizi yapıldı.

Tablo 4.29’da D8 deneyinin kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası analiz sonuçları verildi.

Tablo 4.29: D8 deneyinin analiz sonuçları.

Deney Kodu	Analiz Edilen	Kimyasal Aşındırma Öncesi (g/L)	Kimyasal Aşındırma Sonrası (g/L)
D8	HNO ₃	104,50	102,65
	HF	43,55	34,07
	Titanyum	18,18	26,42

4.5.3. D8 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında numuneler üzerinde Şekil 3.5’te gösterilen 3 farklı bölgeden ölçümler yapıldı.

Kalınlık ölçüm sonuçları Tablo 4.30’da gösterildi.

Tablo 4.30: D8 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.

Deney Kodu	Kimyasal Aşındırma Öncesi (mm)			Kimyasal Aşındırma Sonrası (mm)			Aşınan Miktar (Yüzeyde, mm)
	A	B	C	A	B	C	
D8	15.30	15.30	15.30	14.90	14.90	14.90	0.40

4.5.4. D8 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi boyunca sıcaklık takibi veri kaydedici yardımı ile takip edildi. 5 dakikada 1 sıcaklık değerleri ölçüldü.

Tablo 4.31’de proses boyunca meydana gelen sıcaklık değişimi gösterildi.

Tablo 4.31: D8 deneyindeki sıcaklık değişimi.

Zaman	Sıcaklık °C
t0	30.2
t5	31.7
t10	33.4
t15	35.1
t20	36.9
t25	38.6
tson	40.2

4.5.5. D8 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları

Kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası numuneler üzerinde yüzey pürüzlülük ölçümü yapıldı.

Şekil 4.3'te yüzey pürüzlülüğü ölçümü yapılan eksen belirtildi. Numunenin merkezinden ölçüm yapıldı.

Tablo 4.32'de D8 deneyine ait yüzey pürüzlülük sonuçları verildi.

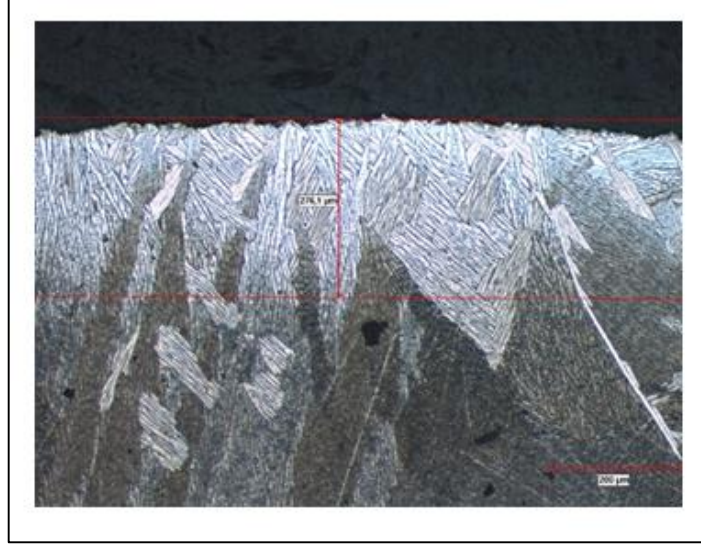
Tablo 4.32: D8 numunesindeki yüzey pürüzlülük sonuçları.

Kimyasal Aşındırma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)	Kimyasal Aşındırma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)
4.1	3.6

4.5.6. D8 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları

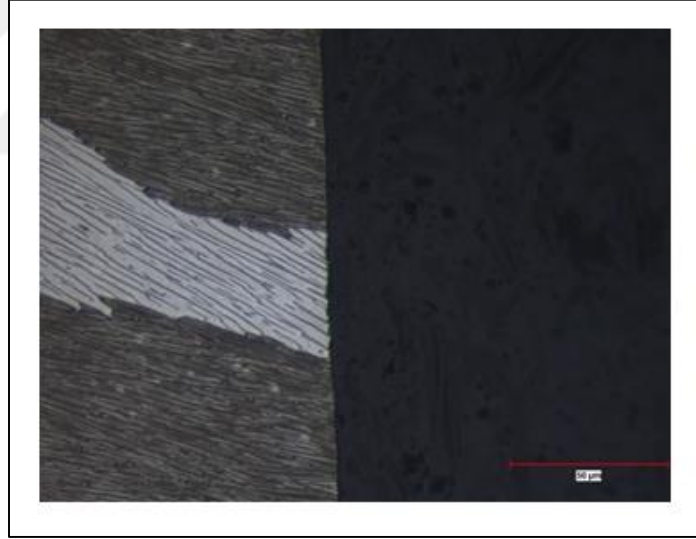
Numune üzerinde bütün yüzey taranarak aşındırma öncesi numune üzerindeki alfa katmanı miktarı ölçümü yapıp, aşındırma sonrası da alfa katmanı kalmadığına dair görüntüler alındı.

Şekil 4.37'de kimyasal aşındırma öncesi numune yüzeyinde tespit edilen maksimum alfa katmanı kalınlığının 276,1 µm olduğunu gösteren 100X büyütmede alınmış mikroyapı görüntüsü verildi.



Şekil 4.37: D8 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.

Şekil 4.38’de kimyasal aşındırma sonrası alfa katmanı kalınlığı kalmadığına dair 500X büyütme ile alınan mikroyapı görüntüsü verildi.

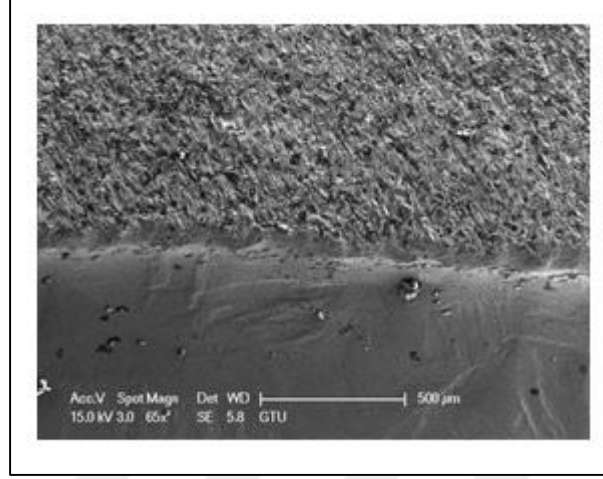


Şekil 4.38: D8 numunesinde aşındırılmış yüzey.

4.5.7. D8 Deneyindeki Taramalı Elektron Mikroskobu Sonuçları

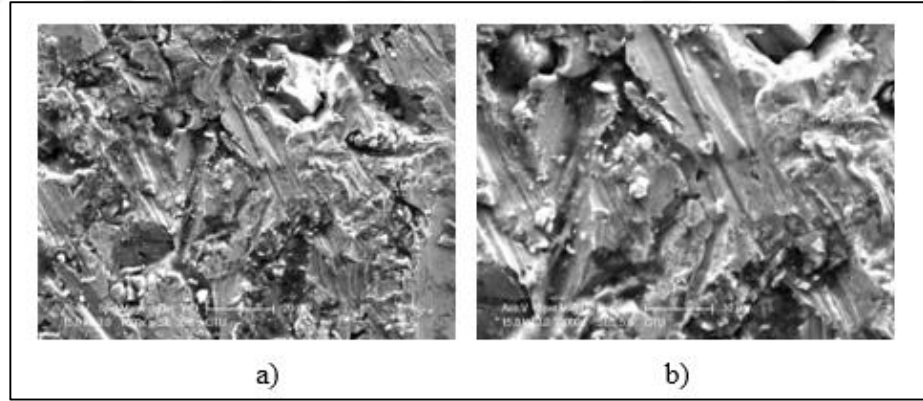
Aşındırma öncesi ve sonrası numune yüzeyinden ve kesitinden numuneler hazırlanarak SEM ve EDS analizi yapıldı.

D8 deneyinde aşındırılmamış yüzeyden aşındırılmış yüzeye geçiş noktasından 65X büyütmede görüntü alındı. Şekil 4.39’da geçiş bölgesinde yüzeyden alınan SEM görüntüsü gösterildi.



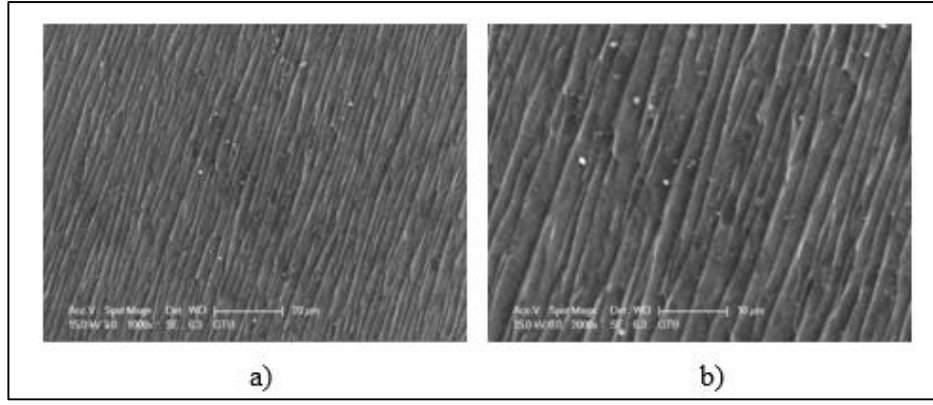
Şekil 4.39: D8 geçiş bölgesi.

Aşındırılmış ve aşındırılmamış yüzeylerden 1000X ve 2000X büyütme ile görüntü alındı. Aşındırılmamış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.40’ta gösterildi.



Şekil 4.40: D8-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.

Aşındırılmış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.41’de gösterildi.



Şekil 4.41: D8-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.

4.5.8. D8 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları

Aşındırma öncesi ve sonrası D8 numunesinin yüzeyinden EDS analizi yapıldı. Aşındırma öncesi EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.33’te verildi.

Tablo 4.33: D8 aşındırma öncesi EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	30.62
Aluminyum	12.39
Titanyum	53.88
Vanadyum	3.12

Aşındırma sonrası EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.34’te verildi.

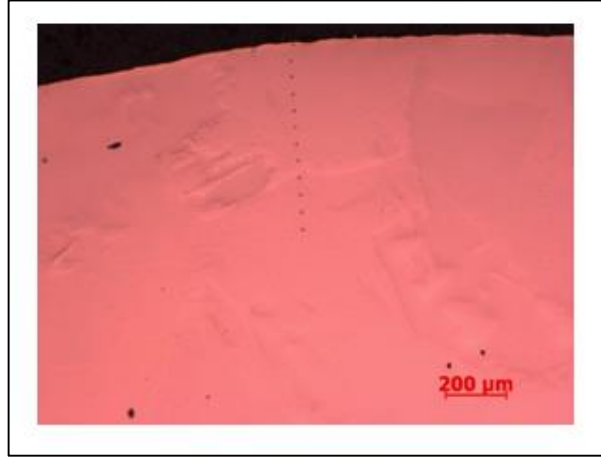
Tablo 4.34: D8 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	5.95
Aluminyum	4.88
Titanyum	85
Vanadyum	4.17

4.5.9. D8 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları

Aşındırma öncesi numune yüzeyinden mikrosertlik ölçümleri yapıldı. 50 mikrometre aralıklarla numune yüzeyinden iç yapıya doğru 12 adet sertlik alındı.

Sertlik alındıktan sonra elde edilen mikroyapı görüntüsü Şekil 4.42’de verildi .



Şekil 4.42: D8 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.

Elde edilen sertlik değerleri Tablo 4.35’te verildi.

Tablo 4.35: D8 numunesinin mikrosertlik değerleri.

Ölçüm Derinliği (μm)	Mikrosertlik değeri (HV)
Yüzey	647
50	635
100	522
150	425
200	401
250	421
300	374
350	382
400	390
450	398
500	362
550	357

4.6. D9 Deney Sonuçları

4.6.1. Numunenin Hazırlanması

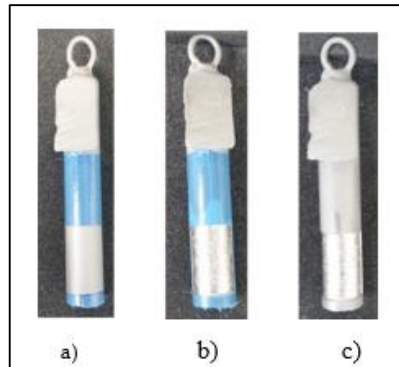
D9 deneyinde numune kimyasal aşındırma prosesi öncesinde çelik bilya ile kumlanarak ardından alkali temizleme prosesine tabii tutuldu. Numune temizleme sonrasında 7 bar basınçta alümina kum ile kumlandı.

Yüzey hazırlama işlemi yapılan numune Tablo 3.3'deki 2 numaralı kimyasal aşındırma banyosunda proses edildi. Numune 29 dakika 25 saniye proses edildi. Proses sırasında elde edilen görüntü Şekil 4.43'te verildi.



Şekil 4.43: D9 deneyinin düzeneği.

Şekil 4.44 a'da kimyasal aşındırma öncesi, Şekil 4.44 b,c'de kimyasal aşındırma sonrası elde edildi.



Şekil 4.44: D9 numunelerin a) aşındırma öncesi b,c) aşındırma sonrası görüntüleri.

4.6.2. D9 Deneyinin Kimyasal Analiz Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında banyonun kimyasal analiz cihazında titrasyon yöntemi ile kimyasal analizi yapıldı.

Tablo 4.36’da D9 deneyinin kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası analiz sonuçları verildi.

Tablo 4.36: D9 deneyinin analiz sonuçları.

Deney Kodu	Analiz Edilen	Kimyasal Aşındırma Öncesi (g/L)	Kimyasal Aşındırma Sonrası (g/L)
D9	HNO ₃	102,92	101,29
	HF	44,62	35,49
	Titanyum	16,94	25,90

4.6.3. D9 Deneyinin Kalınlık Ölçüm Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi öncesi ve sonrasında numuneler üzerinde Şekil 3.5’te gösterilen 3 farklı bölgeden ölçümler yapıldı.

Kalınlık ölçüm sonuçları Tablo 4.37’de gösterildi.

Tablo 4.37: D9 numunesinin kalınlık ölçüm sonuçları.

Deney Kodu	Kimyasal Aşındırma Öncesi (mm)			Kimyasal Aşındırma Sonrası (mm)			Aşınan Miktar (Yüzeyde, mm)
	A	B	C	A	B	C	
D9	15.40	15.40	15.40	14.80	14.80	14.80	0.50

4.6.4. D9 Deneyindeki Sıcaklık Değişim Sonuçları

Kimyasal aşındırma prosesi boyunca sıcaklık takibi veri kaydedici yardımı ile takip edildi. 5 dakikada 1 sıcaklık değerleri ölçüldü.

Tablo 4.38’de proses boyunca meydana gelen sıcaklık değişimi gösterildi.

Tablo 4.38: D9 deneyindeki sıcaklık değişimi.

Zaman	Sıcaklık °C
t0	30.2
t5	31.7
t10	33.5
t15	35.2
t20	36.9
t25	38.5
tson	39.9

4.6.5. D9 Deneyindeki Yüzey Pürüzlülük Sonuçları

Kimyasal aşındırma öncesi ve sonrası numuneler üzerinde yüzey pürüzlülük ölçümü yapıldı.

Şekil 4.3'te yüzey pürüzlülüğü ölçümü yapılan eksen belirtildi. Numunenin merkezinden ölçüm yapıldı.

Tablo 4.39'da D8 deneyine ait yüzey pürüzlülük sonuçları verildi.

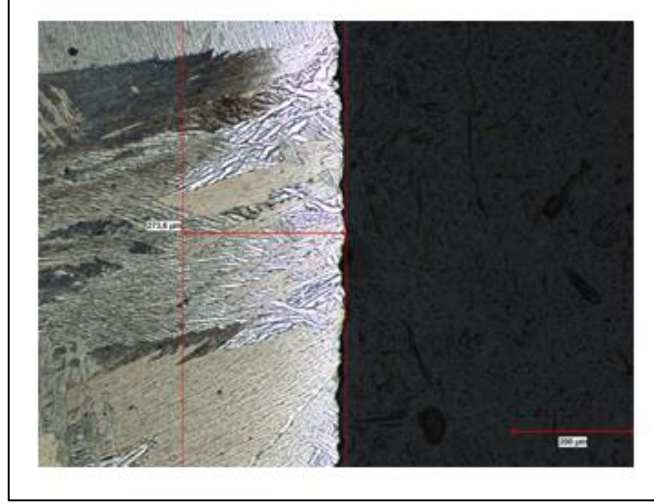
Tablo 4.39: D9 numunesindeki yüzey pürüzlülük sonuçları.

Kimyasal Aşındırma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)	Kimyasal Aşındırma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)
4.61	3.75

4.6.6. D9 Deneyindeki Metalografik İnceleme Sonuçları

Numune üzerinde bütün yüzey taranarak aşındırma öncesi numune üzerindeki alfa katmanı miktarı ölçümü yapıp, aşındırma sonrası da alfa katmanı kalmadığına dair görüntüler alındı.

Şekil 4.45'te kimyasal aşındırma öncesi numune yüzeyinde tespit edilen maksimum alfa katmanı kalınlığının 273,6 µm olduğunu gösteren 100X büyütmede alınmış mikroyapı görüntüsü verildi.



Şekil 4.45: D9 numunesinde alfa katmanı kalınlığı.

Şekil 4.46’da kimyasal aşındırma sonrası alfa katmanı kalınlığı kalmadığına dair 500X büyütme ile alınan mikroyapı görüntüsü verildi.

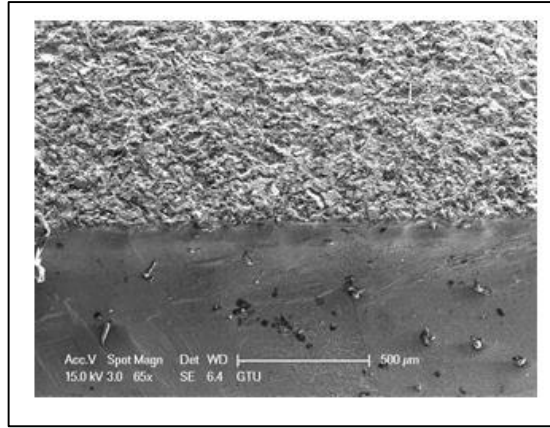


Şekil 4.46: D9 numunesinde aşındırılmış yüzey.

4.6.7. D9 Deneyindeki Taramalı Elektron Mikroskobu Sonuçları

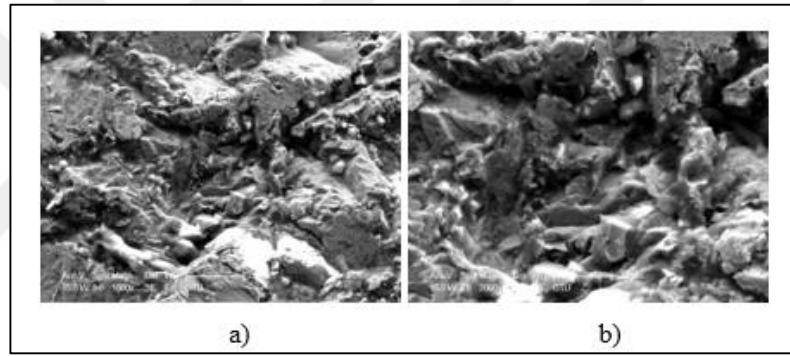
Aşındırma öncesi ve sonrası numune yüzeyinden ve kesitinden numuneler hazırlanarak SEM ve EDS analizi yapıldı.

D9 deneyinde aşındırılmamış yüzeyden aşındırılmış yüzeye geçiş noktasından 65X büyütmede görüntü alındı. Şekil 4.47’de geçiş bölgesinde yüzeyden alınan SEM görüntüsü gösterildi.



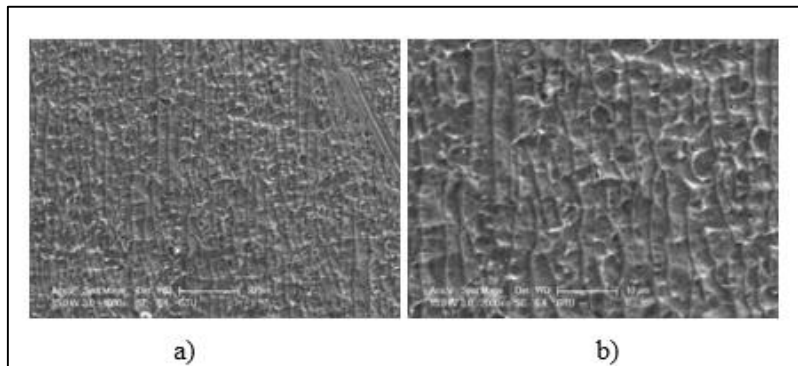
Şekil 4.47: D9 geçiş bölgesi.

Aşındırılmış ve aşındırılmamış yüzeylerden 1000X ve 2000X büyütme ile görüntü alındı. Aşındırılmamış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.48’de gösterildi.



Şekil 4.48: D9-aşındırılmamış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.

Aşındırılmış yüzeyden alınan görüntüler Şekil 4.49’da gösterildi.



Şekil 4.49: D9-aşındırılmış yüzeyden alınan a)1000x b)2000x büyütme SEM görüntüleri.

4.6.8. D9 Deneyinin Enerji Dağılım Spektrometre Sonuçları

Aşındırma öncesi ve sonrası D9 numunesinin yüzeyinden EDS analizi yapıldı. Aşındırma öncesi EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.40'ta verildi.

Tablo 4.40: D9 aşındırma öncesi EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	38.42
Aluminyum	17.58
Titanyum	41.9
Vanadyum	2.11

Aşındırma sonrası EDS analizi sonucu elde edilen değerler Tablo 4.41'de verildi.

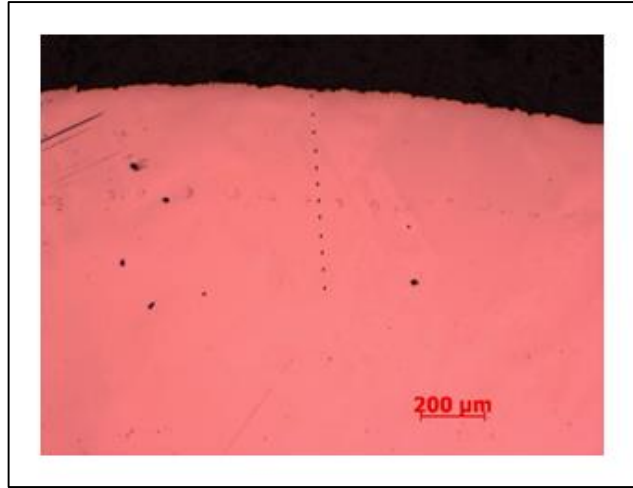
Tablo 4.41: D9 aşındırma sonrası EDS analiz sonucu.

Element	Ağırlıkça (%)
Oksijen	9.97
Aluminyum	5.5
Titanyum	80.25
Vanadyum	4.28

4.6.9. D9 Deneyinin Mikrosertlik Sonuçları

Aşındırma öncesi numune yüzeyinden mikrosertlik ölçümleri yapıldı. 50 mikrometre aralıklarla numune yüzeyinden iç yapıya doğru 12 adet sertlik alındı.

Sertlik alındıktan sonra elde edilen mikroyapı görüntüsü Şekil 4.50'de verildi .



Şekil 4.50: D9 numunesinin mikrosertlik sonrası mikroyapı görüntüsü.

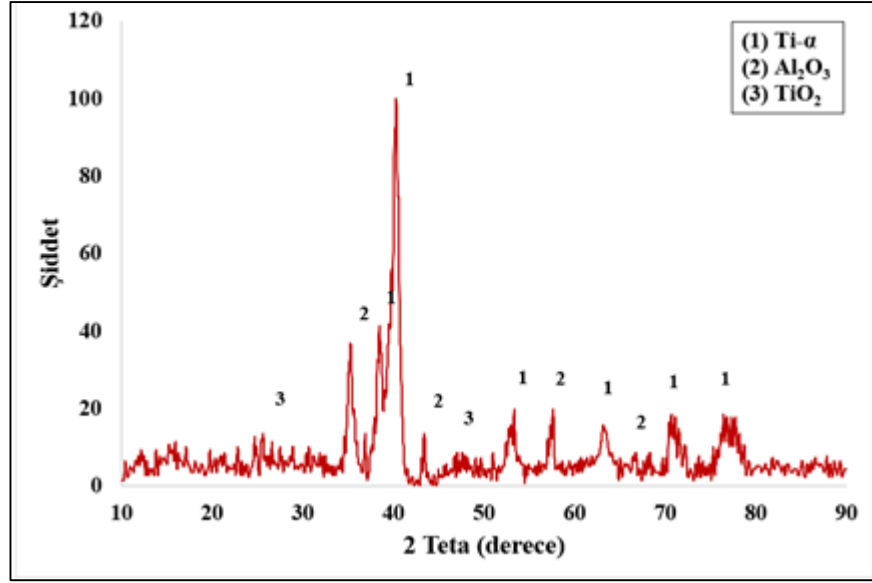
Elde edilen sertlik değerleri Tablo 4.42’de verildi.

Tablo 4.42: D9 numunesinin mikrosertlik değerleri.

Ölçüm Derinliği (μm)	Mikrosertlik değeri (HV)
Yüzey	589
50	520
100	440
150	327
200	360
250	321
300	337
350	300
400	304
450	316
500	298
550	314

4.6.10. D9 Deneyinin XRD Sonuçları

Aşındırma öncesi alfa katmanındaki fazları tespit etmek amacı ile D9 numunesine XRD yapıldı. Şekil 4.51’de D9 numunesinin XRD sonuçları verildi.



Şekil 4.51: D9 numunesinin XRD sonuçları.

5. TARTIŞMALAR

Kimyasal aşındırma prosesinin yüzey ve içyapı özelliklerine etkisinin tespiti amacı ile 3 farklı başlangıç yüzey koşulu ile 2 farklı kimyasal aşındırma çözeltisi içerisinde deneysel çalışmalar gerçekleştirildi. Deney matrisi Tablo 5.1’de verildi.

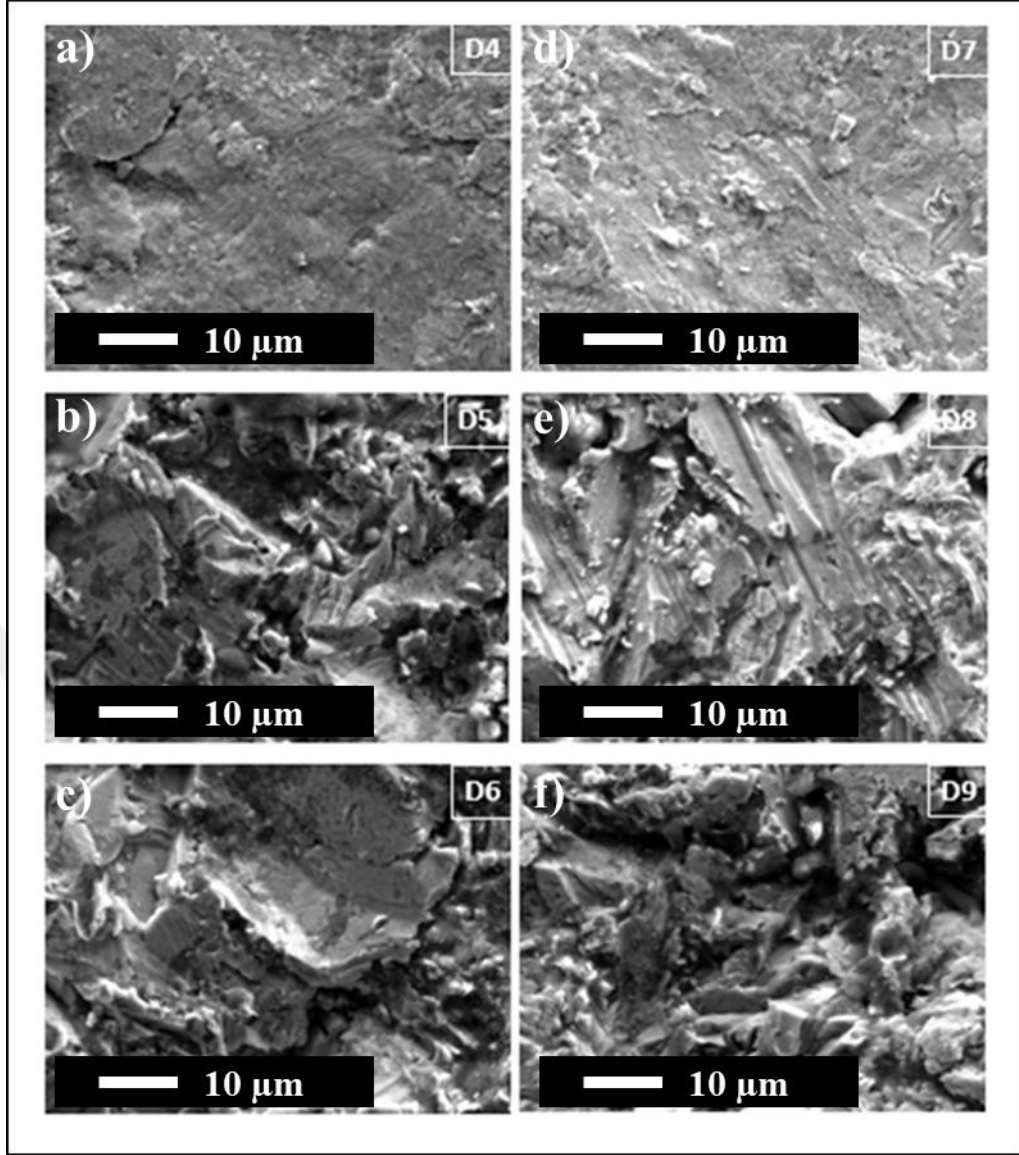
Tablo 5.1: Deney matrisi.

Çözelti ve Başlangıç Koşulları	170 Mesh Çelik Bilya Kumalama	80 Mesh 4 Bar Alümina Kumlama	80 Mesh 7 Bar Alümina Kumlama
B 1	D4	D5	D6
B 2	D7	D8	D9

Tablo 5.1’de verilen deney matrisine göre sonuçlar aşındırma öncesinde, aşındırma prosesinde ve aşındırma sonrasında elde edilen değerler olmak üzere üç ana başlıkta değerlendirilmiştir.

5.1. Aşındırma Prosesi Öncesi Yüzey ve İçyapı Özelliklerinin Değerlendirilmesi

Numunelerin aşındırma öncesi SEM görüntüleri ve EDS sonuçları sırasıyla Şekil 5.1 ve Tablo 5.2’de verildi.



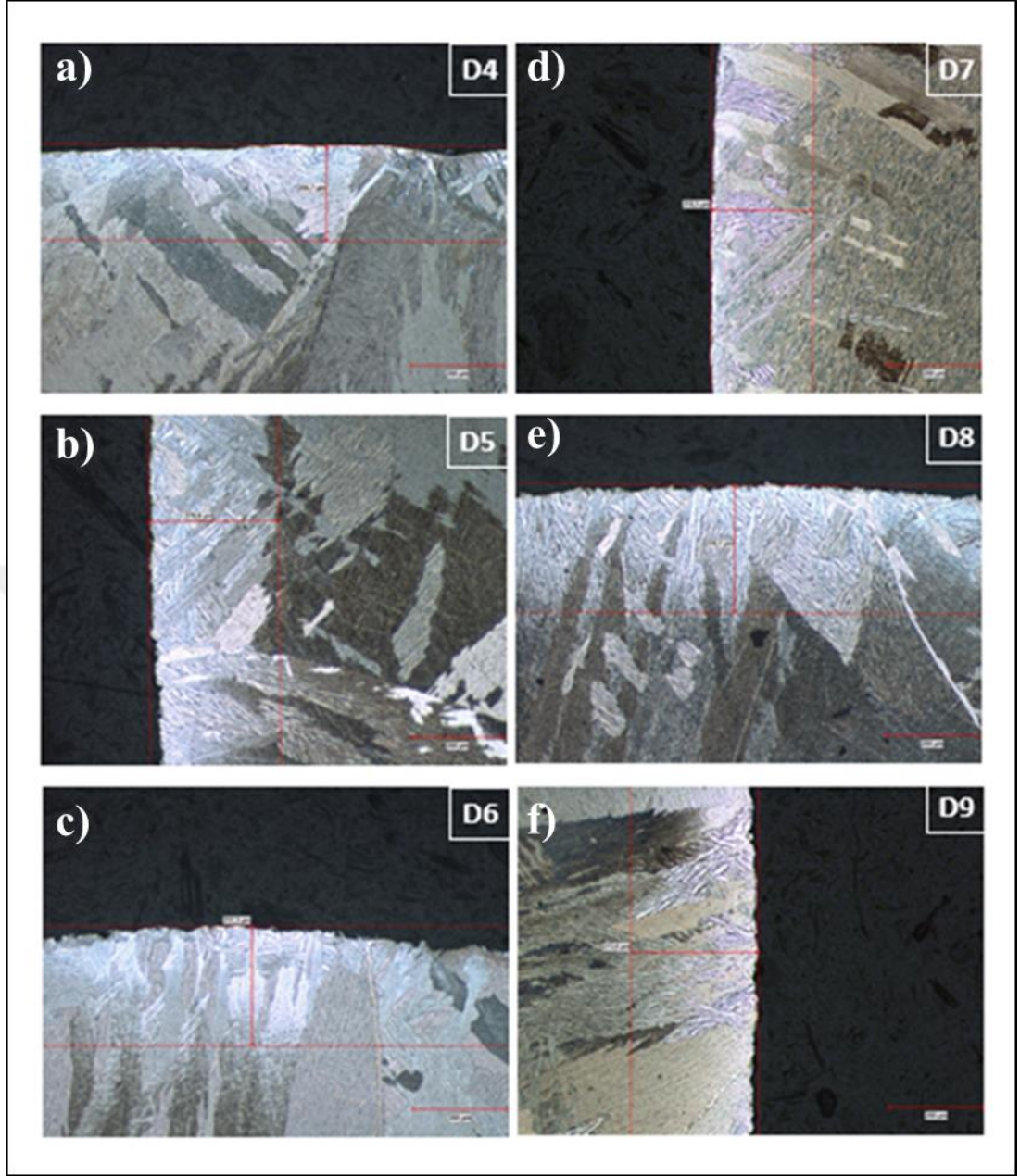
Şekil 5.1: Aşındırma öncesi a) D4, b) D5, c) D6, d) D7, e) D8 ve f) D9 deney numunelerinin yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri.

Tablo 5.2: Aşındırma öncesi numune yüzeylerinden alınan EDS sonuçları.

Deney No	Element	Kumlanmış Yüzey Ağırlıkça (%)
D4	Oksijen	27.89
	Aluminyum	4.81
	Titanyum	63.44
	Vanadyum	3.86
D5	Oksijen	31.78
	Aluminyum	19.61
	Titanyum	46.62
	Vanadyum	1.99
D6	Oksijen	30.85
	Aluminyum	16.94
	Titanyum	49.74
	Vanadyum	2.47
D7	Oksijen	26.83
	Aluminyum	4.05
	Titanyum	65.19
	Vanadyum	3.93
D8	Oksijen	30.62
	Aluminyum	12.39
	Titanyum	53.88
	Vanadyum	3.12
D9	Oksijen	38.42
	Aluminyum	17.58
	Titanyum	41.9
	Vanadyum	2.11

Şekil 5.1’de görüldüğü üzere numunelerin tamamının yüzeyinin bozuk ve pürüzlü olduğu gözlemlendi. Pürüzlü yüzey oluşumunun kumlama operasyonu sebebiyle olduğu düşünülmekle birlikte alfa ve beta yapıları yüzeylerin bozuk olması sebebiyle tespit edilemedi. Bununla birlikte Tablo 5.2’de verilen EDS sonuçlarına göre Ti-6Al-4V alaşımının kimyasal kompozisyonunda bulunması gerekenden daha fazla oksijen bulunduğu belirlendi. Bu durum yüzeyde alfa katmanının bulunduğunu göstermektedir.

Oksijence zengin tabakanın derinliğinin tespiti için metalografi ve mikrosertli k çalışmaları yürütüldü. Metalografi çalışmaları sonucu elde edilen mikroyapı görüntüleri Şekil 5.2’de verildi.



Şekil 5.2: Aşındırma öncesi a) D4, b) D5, c) D6, d) D7, e) D8 ve f) D9 deneylerinin mikroyapı görüntüleri.

Şekil 5.2'deki tüm mikroyapı görünütlerinde kabalaşmış alfa tanelerinin varlığı tespit edildi. Mikroyapı görüntüleri alfa katmanının varlığını doğrulamaktadır. Bu yapıların yüzeyden içyapıya doğru büyüdüğü ve yüzeyden belirli bir mesafede içyapı ile benzer morfolojide tanelerin bulunduğu gözlemlendi. Oksijence zengin bu tabakanın kalınlığının tespiti amacıyla yapılan ölçümlerin sonuçları Tablo 5.3'te verildi.

Tablo 5.3: Aşındırma öncesi alfa katmanı kalınlık değerleri.

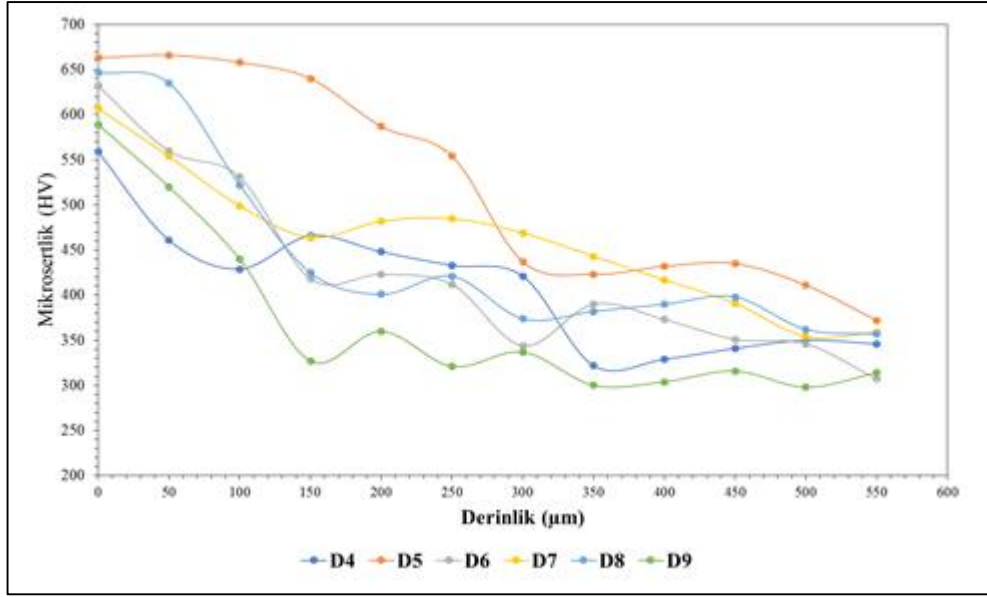
	D4	D5	D6	D7	D8	D9
Alfa Katmanı Kalınlığı (μm)	204.7	279.8	257.3	218.5	276.1	273.6

Tablo 5.3'te verilen değerlerden yola çıkılarak alfa katmanı kalınlığının 204.7μm ile 279.8 μm arasında değiştiği gözlemlendi.

Alfa katmanı kalınlığının doğrulanması amacıyla gerçekleştirilen mikrosertlik sonuçları Tablo 5.4'te verildi ve bu değerlerden oluşturulan grafik Şekil 5.3'te verildi.

Tablo 5.4: Aşındırma öncesi derinliğe bağlı mikrosertlik değerleri.

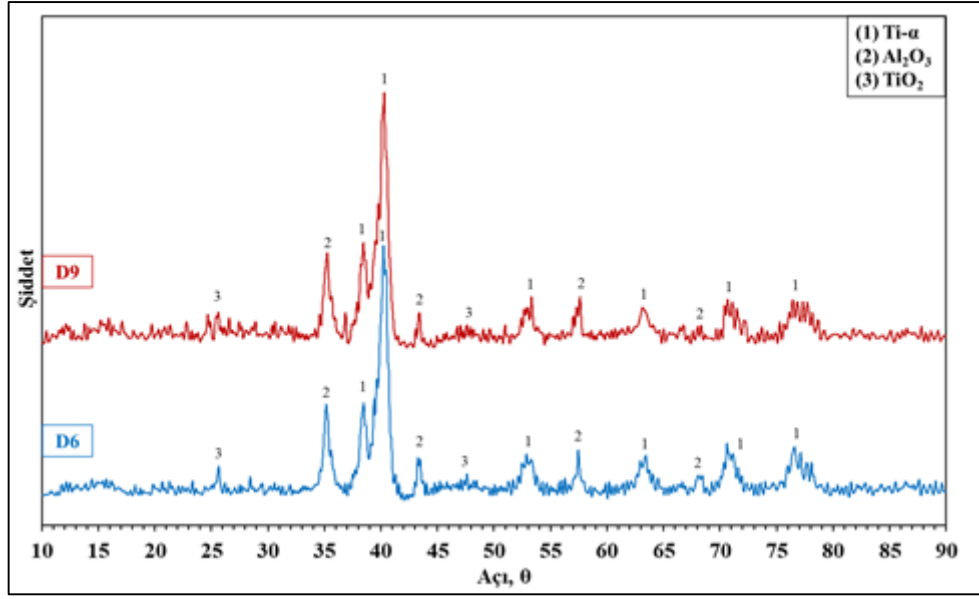
Ölçüm Derinliği (μm)	D4	D5	D6	D7	D8	D9
	Mikrosertlik değeri (HV)	Mikrosertlik değeri (HV)	Mikrosertlik değeri (HV)	Mikrosertlik değeri (HV)	Mikrosertlik değeri (HV)	Mikrosertlik değeri (HV)
0	559	663	632	607	647	589
50	461	666	560	554	635	520
100	429	658	531	499	522	440
150	466	640	418	464	425	327
200	448	587	423	482	401	360
250	433	554	412	485	421	321
300	421	437	344	469	374	337
350	322	423	390	443	382	300
400	329	432	373	417	390	304
450	341	435	351	391	398	316
500	350	411	346	354	362	298
550	346	372	307	359	357	314



Şekil 5.3: Aşındırma öncesi mikrosertlik değerleri grafiği.

Tablo 5.4 ve Şekil 5.3'te verilen değerlere göre mikroyapı analizi sonuçlarında tespit edilen alfa katmanı kalınlık değerleri ile örtüşen bir mikrosertlik değişimi tespit edildi. Elde edilen sonuçlara göre numune yüzeyinde içeri doğru sertlik değerlerinin tüm numunelerde azaldığı ve yaklaşık olarak 300 µm sonrasında sertlik değerlerinin stabil bir şekilde 450-300HV arasında kaldığı gözlemlendi. Elde edilen bu sonuçlar ışığında alfa katmanı kalınlığının 300 µm ve altı değerlere sahip olduğu tespit edildi.

Döküm yüzeyler üzerinden yapılan XRD analizi ile alfa katmanında Ti- α , Al₂O₃ ve TiO₂ fazlarının olduğu tespit edildi. Şekil 5.4'te D6 ve D9 numunelerinin karşılaştırmalı XRD sonucu verilmiştir.



Şekil 5.4: D6 ve D9 numunelerinden elde edilen XRD analizi.

Numuneler üzerinde gerçekleştirilen yüzey pürüzlüğü değerleri ise Tablo 5.5’te verildi.

Tablo 5.5: Aşındırma öncesi yüzey pürüzlük değerleri.

Deney No	Kimyasal Aşındırma Öncesi (Ra, μm)
D4	3.46
D5	3.60
D6	4.71
D7	3.73
D8	4.10
D9	4.61

Tablo 5.5’te belirtilen yüzey pürüzlük değerlerine göre en düşük yüzey pürüzlük değerinin 170 mesh çelik bilya kumlanmış numunelerde elde edildiği ve en yüksek pürüzlük değerinin ise 7bar basınç ve 80 mesh tane boyutuna sahip kumla gerçekleştirilmiş operasyonla elde edildiği gözlemlendi.

5.2. Aşındırma Prosesi Verilerinin Değerlendirilmesi

İki farklı çözeltide yapılan aşındırma işlemi öncesi ve sonrası çözeltilerdeki asit miktarlarına ait değer Tablo 5.6’da verildi.

Tablo 5.6: Aşındırma öncesi ve sonrası asit miktarları.

Deney Kodu	Analiz Edilen	Kimyasal Aşındırma Öncesi (g/L)	Kimyasal Aşındırma Sonrası (g/L)
D4	HNO ₃	94.11	93.84
	HF	27.62	20.78
	Titanyum	9.08	15.22
D5	HNO ₃	89.83	88.67
	HF	24.91	19.66
	Titanyum	10.21	14.45
D6	HNO ₃	96.60	96.00
	HF	29.50	19.69
	Titanyum	9.18	16.13
D7	HNO ₃	105,76	103.62
	HF	44,09	35,10
	Titanyum	19,36	25,33
D8	HNO ₃	104,50	102,65
	HF	43,55	34,07
	Titanyum	18,18	26,42
D9	HNO ₃	102,92	101,29
	HF	44,62	35,49
	Titanyum	16,94	25,90

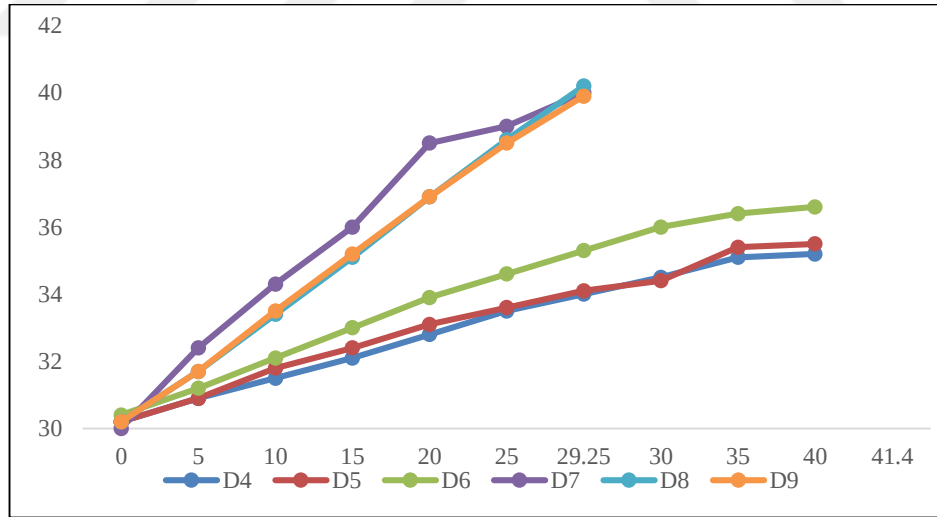
Aşındırma çözeltilerine ait asit miktarlarına ait Tablo 5.6’da verilen değerlere göre HNO₃ değerlerinde göz ardı edilebilecek mertebede bir değişimin olduğu tespit edildi. Diğer taraftan HF miktarının banyolarda azalma yönünde hareket ettiği ve Titanyum miktarının ise tam tersi şekilde yükseldiği tespit edildi. Elde edilen veriler ışığında çözeltilerin literatürde belirtilen reaksiyonlar çerçevesinde titanyum çözdüğü ve bu sebeple HF miktarının azalma yönünde hareket ettiği doğrulandı. Her iki çözelti için de geçerli olan bu durum iki çözeltinin de aynı mekanizma ile çalıştığını ve asit miktarlarındaki değişimin atitanyum çözme mekanizmasında herhangi bir değişikliğe sebep olmadığı belirlendi.

Bunun yanısıra değişen asit oranlarının numunelerin başlangıç yüzey koşullarına bağlı bir değişim göstermediği tespit edildi.

Aşındırma sırasında çözeltilerden alınan sıcaklık değerleri ise toplu olarak Tablo 5.7’de verildi.

Tablo 5.7: Aşındırma prosesinde çözeltilerin zamanı sıcaklık değerleri.

Zaman	Sıcaklık °C					
	D4	D5	D6	D7	D8	D9
t0	30.2	30.2	30.4	30	30.2	30.2
t5	30.9	30.9	31.2	32.4	31.7	31.7
t10	31.5	31.8	32.1	34.3	33.4	33.5
t15	32.1	32.4	33	36	35.1	35.2
t20	32.8	33.1	33.9	38.5	36.9	36.9
t25	33.5	33.6	34.6	39	38.6	38.5
t29,25	-	-	-	40	40.2	39.9
t30	34	34.1	35.3	-	-	-
t35	34.5	34.4	36	-	-	-
t40	35.1	35.4	36.4	-	-	-
t41,4	35.2	35.5	36.6	-	-	-



Şekil 5.5: Aşındırma prosesinde çözeltilerin zamana bağlı sıcaklık değişimi grafiği.

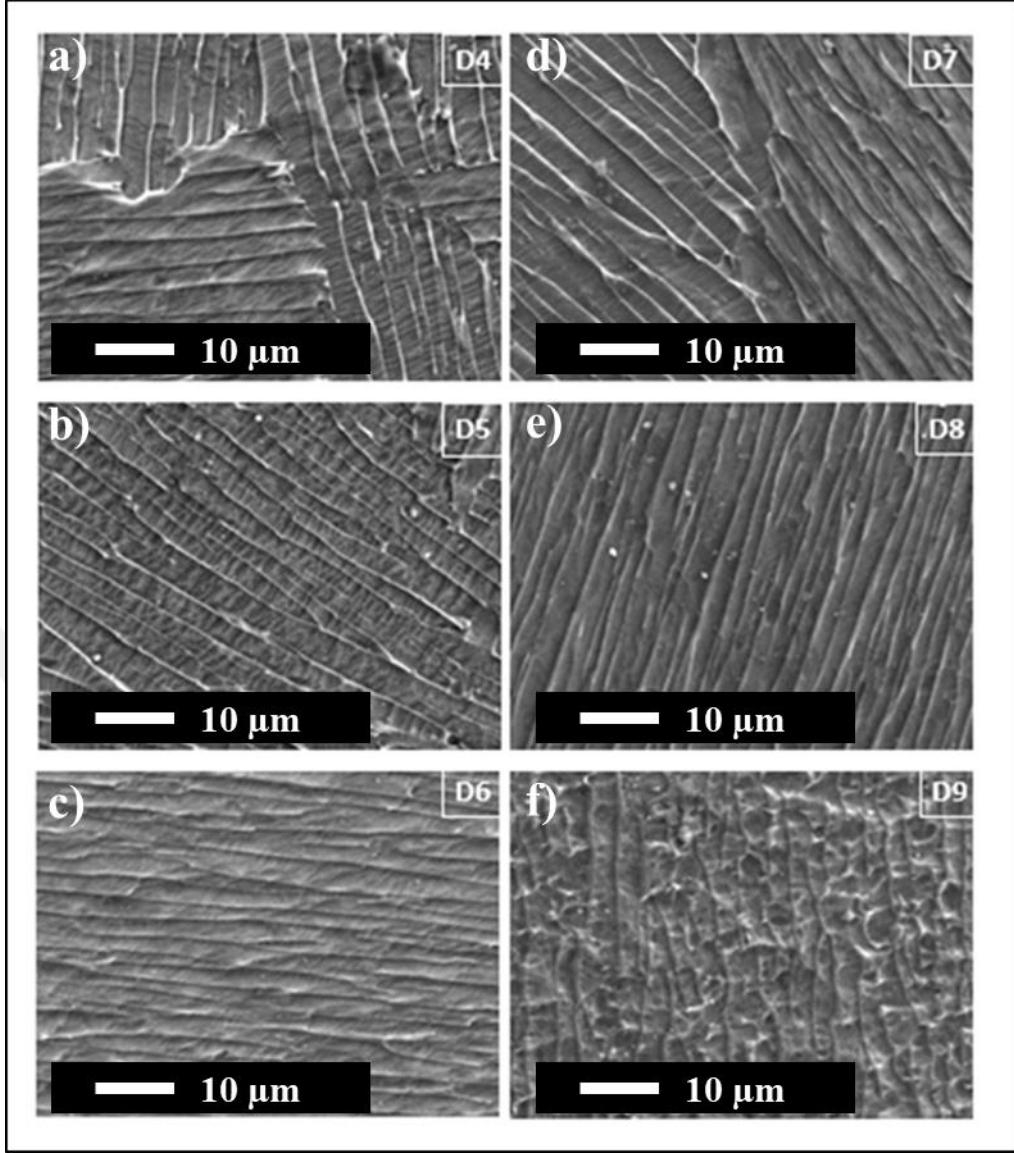
Tablo 5.7 ve Şekil 5.5’te gösterilen verilere göre iki çözeltideki sıcaklık artışının lineer olduğu gözlemlendi. Buna ek olarak yüzey koşullarına bağlı olarak her iki çözeltinin sıcaklık artışında bir değişimin gerçekleşmediği tespit edildi.

B1 çözeltisinde gerçekleştirilen deneylerde ortalama sıcaklık artışı $0.13^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ iken B2 çözeltisinde gözlemlenen ortalama sıcaklık artışı $0.38^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ oldu. Literatür

alıřmalarına gre kullanılan zeltelerde gerekleřen reaksiyonların ekzotermik reaksiyonlar olduėu ve HF'in znme reaksiyonunu kontrol eden etken olduėu bilinmektedir. B2 ve B1 banyoları arasındaki bu farkın B2 zeltisinin B1 zelitisine gre ok daha yksek asit miktarlarına sahip olmasına baėlı olarak gerekleřtiėi dřnlmektedir.

5.3. Ařındırma Prosesi Sonrası Yzey ve İyapı zelliklerinin Deėerlendirilmesi

Ařındırma sonrası numuneler zerinde alfa katmanının giderildiėi SEM/EDS incelemeleri ile incelendi. řekil 5.6'da ařındırma sonrası numunelerde yapılan SEM grntleri karřılařtırma olarak verildi. Ařındırılmıř yzeylerden alınan EDS sonuları ise Tablo 5.8'de verildi.



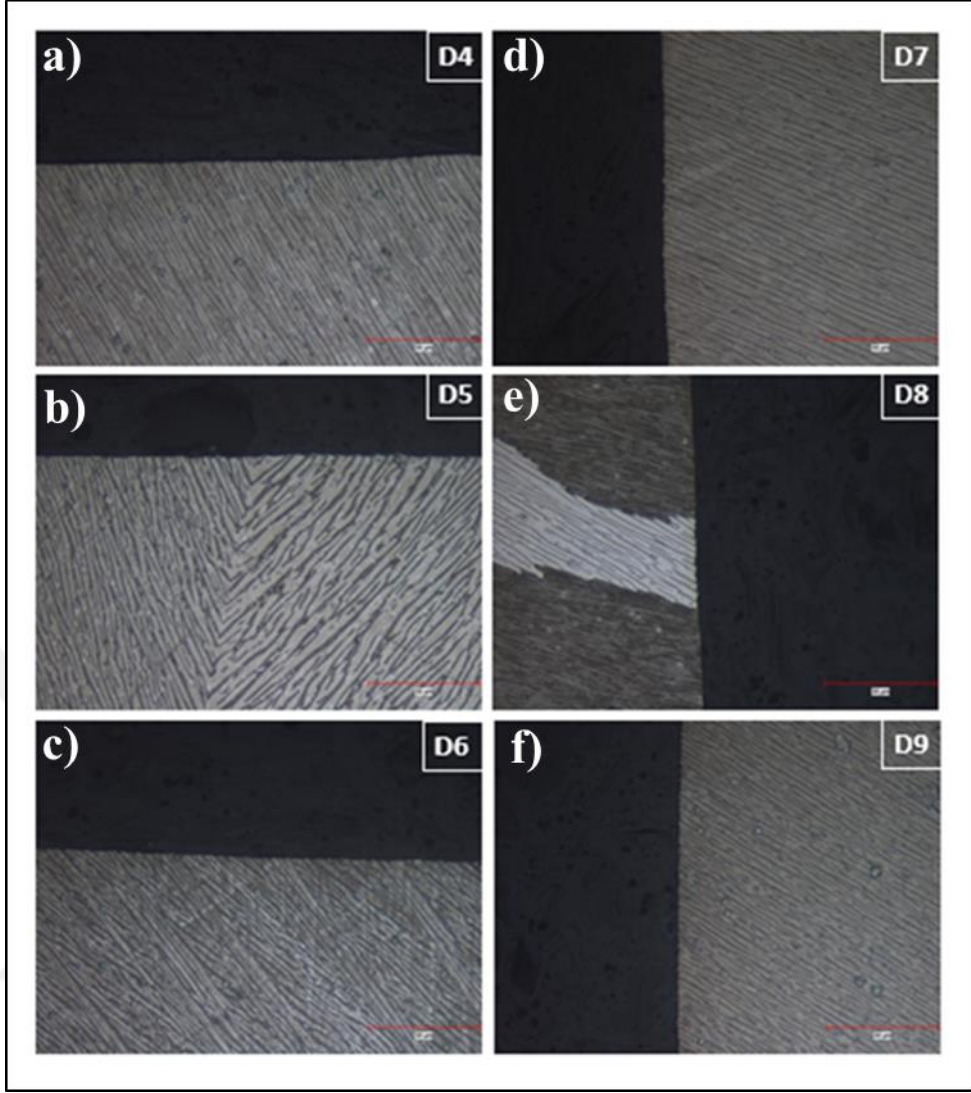
Şekil 5.6: Aşındırma sonrası a) D4, b) D5, c) D6, d) D7, e) D8 ve f) D9 deney numunelerinin yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri.

Tablo 5.8: Aşındırma sonrası numune yüzeylerinden alınan EDS sonuçları.

Deney No	Element	Aşındırılmış Yüzey Ağırlıkça (%)
D4	Oksijen	5.09
	Aluminyum	5.71
	Titanyum	85.29
	Vanadyum	3.91
D5	Oksijen	7.05
	Aluminyum	4.72
	Titanyum	84.03
	Vanadyum	4.2
D6	Oksijen	5.47
	Aluminyum	5.28
	Titanyum	84.71
	Vanadyum	4.53
D7	Oksijen	3.9
	Aluminyum	5.87
	Titanyum	86.33
	Vanadyum	3.9
D8	Oksijen	5.95
	Aluminyum	4.88
	Titanyum	85
	Vanadyum	4.17
D9	Oksijen	9.97
	Aluminyum	5.5
	Titanyum	80.25
	Vanadyum	4.28

Şekil 5.6’da verilen görüntülerde birincil beta tane sınırlarından birincil beta taneleri içerisine uzamış alfa taneleri gözlemlendi. Kimyasal aşındırma öncesinde tespit edilemeyen mikroyapı özellikleri aşındırma sonrası incelenebilmiştir. Dolayısıyla yüzey pürüzlüğünde de düşüş beklenmiştir. Tablo 5.8’de verilen EDS sonuçlarına göre ise oksijen miktarında yüksek oranda düşüş tespit edilmiştir. Bu değerler aşındırma sonrası hiçbir numunede alfa katmanının bulunmadığına işaret etmiştir.

SEM analizleri donrasında yapılan metalografi incelemelerine dair görüntüler Şekil 5.7’de verilmiştir.



Şekil 5.7: Aşındırma sonrası a) D4, b) D5, c) D6, d) D7, e) D8 ve f) D9 deneylerinin mikroyapı görüntüleri.

Şekil 5.7’de verilen görüntülerde alfa katmanına özgü kabalaşmış alfa tanelerine rastlanmamış olup, hiçbir numunede alfa katmanı varlığı ve derinliği tespit edilememiştir.

SEM/EDS ve mikroyapı analizleri sonucunda gerçekleştirilen aşındırma proseslerinin numuneler üzerindeki alfa katmanının kaldırılmasında başarılı olduğu tespit edildi.

Kimyasal aşındırma sonrası numunelerin yüzeylerinde yüzey pürüzlük ölçümleri tekrarlanmış ve sonuçları Tablo 5.9’da verilmiştir.

Tablo 5.9: Aşındırma sonrası yüzey pürüzlük değerleri.

Deney No	Kimyasal Aşındırma Öncesi (Ra, μm)
D4	2.70
D5	2.71
D6	2.79
D7	3.40
D8	3.60
D9	3.75

Tablo 5.9’da verilen yüzey pürüzlük değerlerine göre B1 ve B2 çözeltilerinde yapılan aşındırma neticesinde yüzey pürüzlük düştüğü gözlemlenmiştir. Yüzey pürüzlük değeri başlangıç yüzey özelliklerinden bağımsız olarak düştüğü düşünülmektedir. Ancak B1 çözeltisinde yapılan aşındırma sonrası elde edilen yüzey pürüzlük değerinin B2 çözeltisinde yapılan aşındırma sonrası elde edilen pürüzlük değerine göre daha düşük olduğu tespit edildi. Bu farklılaşmanın asit miktarına bağlı bir değişim olduğu düşünülmektedir. Elde edilen veriler ışığında artan asit miktarına bağlı olarak nihai yüzeyde pürüzlük değerlerinin arttığı öngörülmektedir.

6. GENEL SONUÇLAR

Kimyasal aşındırma yöntemi ile B1 ve B2 banyoları içerisinde farklı başlangıç yüzey koşulları ile proses edilen numunelerden elde edilen genel sonuçlar aşağıdaki gibidir.

- Kullanılan her iki banyo kompozisyonunun da alfa katmanını tamamen giderebildiği ve başlangıç yüzey koşulunun alfa katmanının giderilmesinde olumsuz bir etkisinin olmadığı tespit edildi.
- Alfa katmanı bulunan yüzeydeki oksijen değerlerinin yüksek mertebelerde olduğu ancak aşındırma sonrasında bu değerlerin düştüğü tespit edildi.
- Numune yüzeyinden içeri doğru sertlik değerlerinin tüm numunelerde azaldığı ve yaklaşık olarak 300 μm sonrasında sertlik değerlerinin stabil bir şekilde 450-300 HV arasında kaldığı gözlemlendi.
- Kullanılan kimyasal aşındırma banyosundaki asit değerlerinin proses sonrasında literatür ile uyumlu olarak değişimi gözlemlendi. HNO_3 değerlerinde göz ardı edilebilecek mertebede bir azalmanın olduğu, diğer taraftan HF miktarının banyolarda azalma yönünde hareket ettiği ve titanyum miktarının ise tam tersi şekilde yükseldiği tespit edildi.
- Kimyasal aşındırma esnasında her iki banyoda da sıcaklık artışı olduğu gözlemlendi. B1 banyosundaki sıcaklık artışı $0.13^\circ\text{C}/\text{dk}$ iken B2 banyosundaki sıcaklık artışı $0.38^\circ\text{C}/\text{dk}$ olarak tespit edildi. Bu davranış, B2 banyosundaki asit değerlerinin B1 banyosuna göre daha fazla olması ile ilişkilendirildi.
- Kimyasal aşındırma öncesi yüksek pürüzlülük değerlerine sahip numune yüzeylerinde alfa beta lamelar yapısı ortaya çıkmazken, kimyasal aşındırma sonrasında çekilen SEM görüntüleri incelendiğinde alfa beta lamelar yapının ortaya çıktığı gözlemlendi.
- Numunelerde tespit edilen maksimum 300 mikrona kadar olan alfa katmanı kalınlığı mikroyapı, mikrosertlik ve EDS analizleri ile doğrulandı.
- Aşındırma sonrası numuneler üzerinden yapılan mikroyapı ve EDS analizlerinde alfa katmanının tamamen giderildiği doğrulandı.

- Döküm yüzeyinde yapılan XRD incelemelerinde Ti- α , Al₂O₃ ve TiO₂ fazlarının varlığı XRD spektrumunda kanıtlandı.
- B1 ve B2 çözeltilerinde yapılan aşındırma neticesinde yüzey pürüzlük değerlerinin düştüğü gözlemlendi. Yüzey pürüzlük değerlerinin başlangıç yüzey özelliklerinden bağımsız olarak düştüğü tespit edildi. Ancak B1 çözeltisinde yapılan aşındırma sonrası elde edilen yüzey pürüzlük değerinin B2 çözeltisinde yapılan aşındırma sonrası elde edilen pürüzlük değerine göre daha düşük olduğu tespit edildi. Bu farklılaşmanın asit miktarına bağlı bir değişim olduğu düşünülmektedir. Elde edilen veriler ışığında artan asit miktarına bağlı olarak nihai yüzeyde pürüzlük değerlerinin arttığı öngörülmektedir.



KAYNAKLAR

- [1] Wood L. R., (1952), “ Investment Casting for Engineers”, 1st Edition, Reinhold Publishing Corporation.
- [2] Brown John R., (1999), “Foseco Non-Ferrous Foundryman's Handbook: Chapter 11 - Sand Casting Processes ” 1st Edition, Butterworth-Heinemann.
- [3] Akar N., (2000), “Hassas Döküm Model Mumlarının Özellikleri İyileştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi.
- [4] Anlar T. T., (2009), “Hassas dökümde kullanılan Mum Kalıbında Besleme Yolluklarının Yerinin Optimizasyonu” Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü.
- [5] Welsch G., Boyer R., Collings E.W., (2007), “Materials Properties Handbook: Titanium Alloys”, 4th Edition, ASM International.
- [6] Banerjee D., Williams J.C., (2013), “Perspectives on Titanium Science and Technology”, Acta Materialia, 61 (3), 844-879.
- [7] Seyferth D., “Gmelin Handbook of Inorganic and Organometallic Chemistry”, 8th Edition Ti, ACS.
- [8] Peters M., Kumpfert J., Ward C.H., Leyens C., (2003), “Titanium Alloys for Aerospace Applications”, Advanced Engineering Materials, 5 (6), 419-427.
- [9] Donachie M.J., (2000), “Titanium: A Technical Guide”, 2nd Edition, ASM International.
- [10] Lehmulus D., Busse M., Herrman A.S., Kayvantash K., (2013), “Structural Materials and Processes in Transportation”, 1st Edition, Wiley-VCH.
- [11] Rampin I., Brunelli K., Dabala M., Magrini M., (2009), “Effect of diffusion of Ni and B on the microstructure and hardness of Ti Cp, Journal of Alloys and Compounds”, 481 (1), 246-253.
- [12] Campbell F.C., (2006), “Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials”, 1st Edition, Elsevier Science.
- [13] Joshi V.A., (2006), “Titanium Alloys: An Atlas of Structures and Fracture Features”, 1st Edition, Taylor&Francis.
- [14] Leyens C., Peters M., (2003), “Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications”, 1st Edition, Wiley VCH.

- [15] Boyer R.R., (1996), "An Overview on the Use of Titanium in the Aerospace Industry", *Materials Science and Engineering*, 213 (1-2), 103-114.
- [16] Nastac L., Gungor M.N., Uçok I., Klug K.L., Tack W.T., (2006), "Advances in Investment Casting of Ti-6Al-4V Alloy: A Review", *International Journal of Cast Metals Research*, 19 (2), 73-93.
- [17] Hefti L.D., (2010), "Fine-Grain Titanium 6Al-4V for Superplastic Forming and Diffusion Bonding of Aerospace Products", *The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, 62, 42-45.
- [18] Müller F., Weingartner, (2008), "Vacuum Melting and Remelting Processes", *ASM Handbook*, 15, 409-410.
- [19] Brückmann G., Scholz H., (1996), "Handbook of Vacuum Arc Science and Technology" 1st Edition, William Andrew.
- [20] Saha R.L., Nandy T.K., Misra R.D.K., Jacob K.T., (1989), "Evaluation of the Reactivity of Titanium with Mould Materials During Casting", *Bulletin of Materials Science*, 12, 481-493.
- [21] Sung S., Kim Y., (2005), "Alpha-case Formation Mechanism on Titanium Investment Castings", *Materials Science and Engineering*, 405 (1-2), 173-177.
- [22] Lin C., Hong X.P., (2011), "Investigation of Corrosion Processing for Ti-6Al-4V in Hydrofluoric-Nitric Acid System" *International Manufacturing Science and Engineering Conference*, 349-355, Corvallis, Oregon, USA, 13–17 June.
- [23] Birhan S., Illia D, Nils A., Robert P., Antti M.L., (2017), "Chemical Milling of Cast Ti-6Al-4V and Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo Alloys in Hydrofluoric-Nitric Acid Solutions." *Corrosion*, 73 (4), 394-407.
- [24] Brigitte D., Laure L., Fabien C., Jean-Micheal B., Theodore T., (2017), "Analytical Method to Monitor Industrial Pickling Baths Initially Constituted by HF, HNO₃" *Journal of Analytical Sciences*, 7, 116-135.
- [25] Sutter E.M.M., Goetz-Grandmont G.J., (1990), "The Behaviour of Titanium in Nitric-Hydrofluoric Acid Solutions" 30 (4-5), 461-476.
- [26] Tal-G E., Eliezer D., (2004), "Hydrogen Assisted Degradation of Titanium Based Alloys", 45 (5), 1594-1600.
- [27] Vinod D., Raju K., Suhas S. J., (2017), "Removal of Alpha Case on Titanium Alloy Surfaces Using Chemical Milling", 21 (2), 257-278.
- [28] Amrutha M.S., Fathima F., Ramanathan S., (2017), "Effect of HF Concentration on Anodic Dissolution of Titanium" 164 (4), 1-10.
- [29] Minoru M., Shintaro Y., Hideski M., (2017), "Removal of Surface Scale from Titanium Metal by Etching with HF-HNO₃ Mixed Acid" 58 (9), 1280-1289.

ÖZGEÇMİŞ

1989 yılında İstanbul’da doğdu. 2007 yılında Kartal Anadolu Lisesi’ni bitirdikten sonra Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü’nde Fizik bölümünde lisans eğitimine başladı. Bir dönem Fizik bölümünde eğitime devam etti ve ardından yatay geçiş yaparak Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünden 2012 yılında mezun oldu. 2012 yılında, Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında yüksek lisans eğitime başladı. 2014 yılında Arge Mühendisi olarak girdiği Gür Metal Hassas Döküm fabrikasında şu an Kalite Süreç Sorumlusu olarak görevine devam etmektedir.

