

Alařımlı Yay eliklerinin Mikroyapı ve Mekanik zelliklerine Kriyojenik İřlemin Etkisi

Reřat Can zden

DOKTORA TEZİ

Metalürji ve Malzeme Mühendislięi Anabilim Dalı

Kasım 2020

Effect of Cryogenic Treatment on Microstructural and Mechanical Properties of Alloyed
Spring Steels



Reşat Can Özden

DOCTORAL DISSERTATION



Department of Metallurgical and Materials Engineering

November 2020

Alařımlı Yay eliklerinin Mikroyapı ve Mekanik zelliklerine Kriyojenik İřlemin Etkisi

Reřat Can ZDEN

Eskiřehir Osmangazi niversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Lisansüstü Yönetmelięi Uyarınca

Metalürji ve Malzeme Mühendislięi Anabilim Dalı

Malzeme Bilim Dalında

DOKTORA TEZİ

Olarak Hazırlanmıřtır.

Danıřman: Prof. Dr. Mustafa ANIK

[Bu tez ESOGÜ BAP tarafından ” 201615A230” no’lu proje çerçevesinde desteklenmiřtir]

Kasım 2020

ETİK BEYAN

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Prof. Dr. Mustafa Anık danışmanlığında hazırlamış olduğum “Alaşımli Yay Çeliklerinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerine Kriyojenik İşlemin Etkisi” başlıklı DOKTORA tezimin özgün bir çalışma olduğunu; tez çalışmamın tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; tezimde verdiğim bilgileri, verileri akademik ve bilimsel etik ilke ve kurallara uygun olarak elde ettiğimi; tez çalışmamada yararlandığım eserlerin tümüne atıf yaptığımı ve kaynak gösterdiğimi ve bilgi, belge ve sonuçları bilimsel etik ve kurallara göre sunduğumu beyan ederim. 25/11/2020

/



ÖZET

Bu çalışmada otomotiv sanayinde yaygın olarak kullanılan orta karbonlu 55Cr3, 51CrV4, 52CrMoV4 yay çeliklerinin mikroyapı ve mekanik özelliklerine, derin kriyojenik işlemin (-196 °C) ve bu işlemi takiben uygulanan temperleme işleminin (500 °C) etkileri incelenmiştir.

Bu amaçla çelik numunelerin mikroyapılarının şekilsel ve yapısal analizleri için taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirimli elektron mikroskobu (TEM), elektron geri saçılım kırınımı (EBSD) ve X ışını kırınımı (XRD) yöntemleri kullanılmıştır. Numunelerin kalıntı gerilmeleri de yine XRD yöntemi temel alınarak ölçülmüştür. Martenzit fazı kafes yapısındaki değişimler Rietveld analizi kullanılarak belirlenmiştir. Mekanik özelliklerdeki değişim için numunelerin mikrosertlikleri ölçülmüştür. Aşınma oranlarının tespiti için ball-on disk geometrisi, dinamik tokluk değerlerinin belirlenmesi içinse Charpy testi kullanılmıştır. Numunelere çekme ve dönel eğmeli yorulma testleri de uygulanmıştır.

Numunelere uygulanan kriyojenik işlem sonucunda geleneksel ısıtma işlemi prosesine göre tane irileşmesi etkin şekilde engellenmiş ve %34'lük bir tane inceliği gözlemlenmiştir. Oluşan yeni martenzit (α') ve karbür yapıların malzeme matrisi boyunca homojen dağılımı sayesinde kriyojenik işlem görmüş numuneler tokluk kaybına uğramaksızın mukavemet kazanmıştır. İncelenen numuneler içerisinde en fazla alaşım içeren 52CrMoV4 çeliklerinin kriyojenik etkiye daha duyarlı olduğu ve dinamik tokluğun %43,75, statik tokluğun %19,43, yorulma dayanımının ise %51'e varan düzeyde arttığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Kriyojenik işlem, mekanik özellikler, yay çelikleri, tokluk

SUMMARY

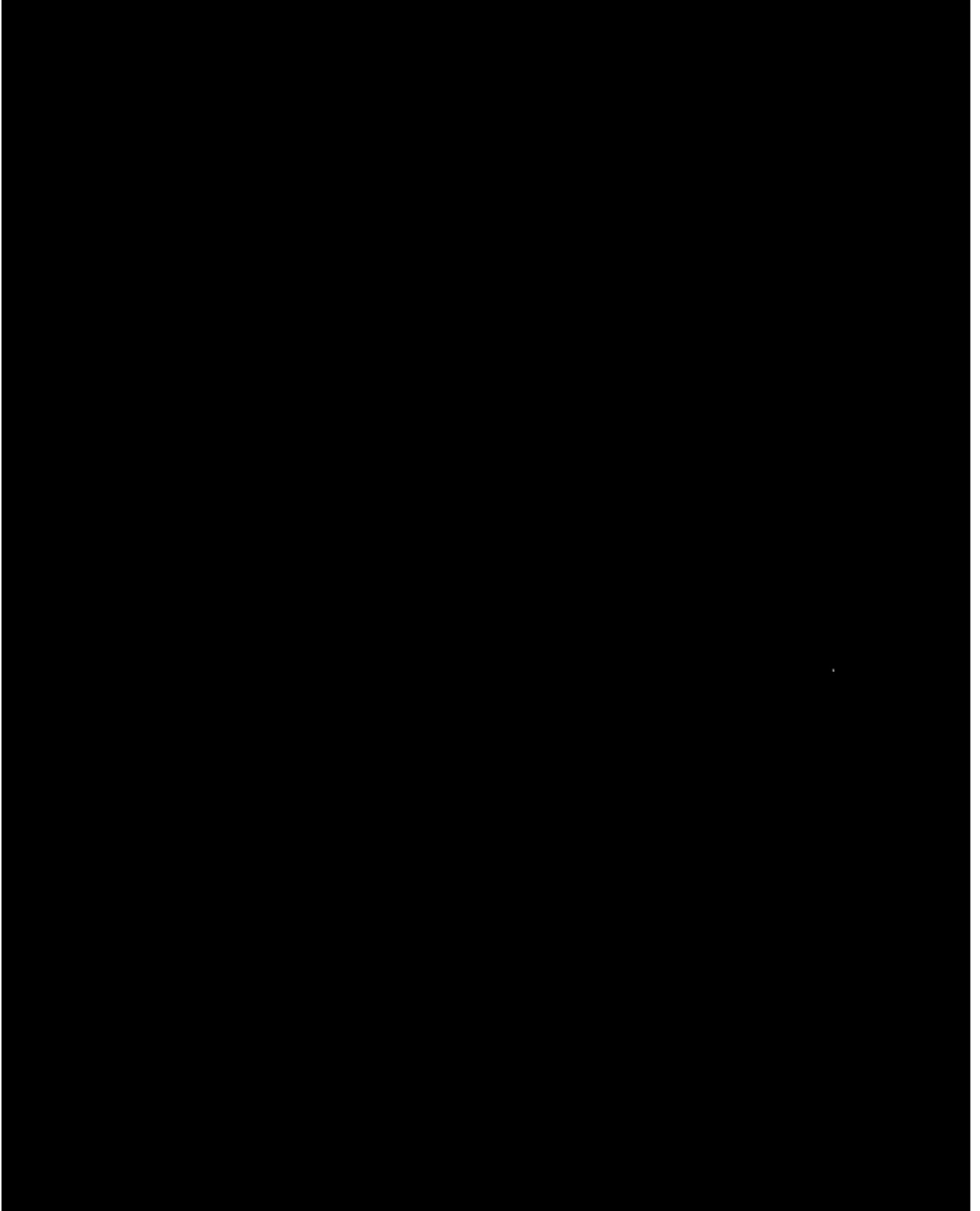
In this study, the effects of deep cryogenic process (-196°C) and following tempering (500°C) process on microstructure and mechanical properties of medium carbon 55Cr3, 51CrV4, 52CrMoV4 spring steels, which are widely used in automotive industry, were investigated.

For this purpose, scanning electron microscope (SEM), transmission electron microscope (TEM), Electron Back Scatter Diffraction (EBSD) and X-ray diffraction (XRD) methods were used for the formal and structural analysis of the microstructure of steel samples. The residual stresses of the samples were also measured based on the XRD method. Changes in martensite lattice structure were determined using Rietveld analysis. In order to determine the changes in mechanical properties, the hardness of the samples was measured using the Vickers microhardness method. Ball-on disc method was used for determination of wear rates and Charpy method for impact toughness. Tensile and rotational bending fatigue tests of the samples were carried out.

As a result of the applied cryogenic treatment, grain coarsening was effectively prevented compared to the traditional heat treatment process and a grain refinement of 34% was observed. Thanks to the homogeneous distribution of the newly formed martensite (α') and carbide structures throughout the material matrix, cryogenic treated samples gained strength without losing toughness. It has been reported that 52CrMoV4 steels, which are the most alloyed steel group, are more sensitive to cryogenic effect and have shown improvements up to 43.75% in impact toughness, 19.43% in static toughness and 51% in fatigue strength.

Keywords: Cryogenic treatment, mechanical properties, spring steels, toughness

TEŞEKKÜR



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	vi
SUMMARY	vii
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ VE AMAÇ.....	1
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI.....	3
2.1. Yay Çelikleri.....	3
2.2. Martenzit ve Mikroyapısı	6
2.3. Kriyojenik İşlem	14
3. MATERYAL VE YÖNTEM	25
3.1. Materyal.....	25
3.2. Yöntem	26
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	33
4.1. Mikroyapısal Özelliklerin İncelenmesi	36
4.1.1. SEM İncelemeleri ve Sonuçları	36
4.1.2. EBSD Analizi ve Sonuçları	39
4.1.3. Elektriksel Direnç Ölçümü ve Sonuçları	42
4.1.4. TEM İncelemeleri ve Sonuçları.....	43
4.1.5. XRD İncelemeleri ve Sonuçları.....	46
4.1.6. Kalıntı Gerilme Analizleri	49
4.1.7. Rietveld Analizleri ve Sonuçları.....	51
4.2. Mekanik Özelliklerin İncelenmesi.....	55
4.2.1. Sertlik Ölçümleri ve Sonuçları	55
4.2.2. Aşınma Deneyleri ve Sonuçları.....	55
4.2.3. Çentik Darbe (Charpy) Deneyleri ve Sonuçları	58
4.2.4. Çekme Deneyleri ve Sonuçları	59
4.2.5. Yorulma Dayanımı	61
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	64

İÇİNDEKİLER (devam)**Sayfa**

KAYNAKLAR DİZİNİ.....	67
ÖZGEÇMİŞ	74



ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. 52CrMoV4 çeliğine ait hesaplamalı termodinamik sonucu	6
2.2. Karbon miktarına göre değişen sertlik ve kalıntı östenit miktarına ilişkin grafik	7
2.3. Martenzitin karbon oranına göre değişen morfolojisi	8
2.4. Martenzit dönüşümü sırasında ortaya atılan tetragonal-benzeri kafes yapısı teorisi	9
2.5. Karbon oranına bağlı olarak değişen tetragonalite	11
2.6. Dönüşümde sıcaklık, zaman, mikroyapı bağıntısı	12
2.7. Kriyojenik işlem prosesine ait bir akış şeması	15
2.8. Çökelti miktarına göre değişen elektriksel direnç	16
2.9. Kriyojenik işlem uygulanmış 52100 çeliğine ait XRD paterni	16
2.10. Kriyojenik işlem ile artan basma gerilmeleri	17
2.11. Kriyojenik işlem uygulanmış H13 çeliğine ait XRD paterni	18
2.12. Kriyojenik işlemin mikroyapı üzerine etkisi	19
2.13. Çeliklerin karbon oranına göre değişen Vickers sertlikleri	20
2.14. D2 çeliğine uygulanan kriyojenik işlemin kalıntı östenit yapısı üzerine etkisi	21
2.15. 4340 çeliği çentik darbe deneyi (a) Kırık yüzey (b) değişen temperleme sıcaklığına bağlı grafik	22
2.16. Temperleme sıcaklıklarına göre yorulma dayanımının değişimi	23
2.17. Değişen kriyojenik işlem ve temperleme sürelerine göre (a) akma (b) çekme dayanımındaki değişim	24
3.1. Deney numune boyutlarını gösteren teknik resimler (a) Çekme (b) Çentik Darbe (c) Yorulma	25
3.2. Kriyojenik İşlem Cihazı (MMD Tekno)	26
3.3. Çalışmada kullanılan ısıtma işlem akış şeması	26
3.4. Çalışmada kullanılan ısıtma işlem fırınları	27
3.5. FEI Nova NanoSEM 650 Taramalı Elektron Mikroskobu (İLTEM, Kütahya)	28
3.6. JEOL JEM2100F Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) (ESTÜ – BİBAM)	29
3.7. XStress 3000 Kalıntı Gerilme Ölçüm Cihazı (ÇEMTAŞ, Bursa)	30

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
3.8. Mekanik deneylerde kullanılan (a) MFL Systeme çentik darbe (b) Futuretech FM-800 mikro-sertlik cihazları	30
3.9. Aşınma deneylerinde kullanılan (a) CSM Instruments Tribometer (b) Mitutoyo SJ-400 profilometre	31
3.10. Hi-Tech HKM 19 dönel eğmeli yorulma cihazı	31
3.11. Yorulma cihazının ve deneyinin şematik görüntüsü	32
4.1. Farklı sürelerde kriyojenik işlem uygulanmış 55Cr3 çeliklerine ait gerilme/gerinim diyagramı	33
4.2. Farklı sıcaklıklarda kriyojenik işlem uygulanmış 51CrV4 çeliklerine ait gerilme/gerinim diyagramı	34
4.3. Farklı kombinasyonlarda kriyojenik işlem uygulanmış 52CrMoV4 çeliklerine ait gerilme/gerinim diyagramı	35
4.4. 55Cr3 çeliğine ait SEM görüntüleri (a)S (b)K (c)GS (d)DK	37
4.5. 51CrV4 çeliğine ait SEM görüntüleri (a)S (b)K (c)GS (d)DK	38
4.6. 52CrMoV4 çeliğine ait SEM görüntüleri (a)S (b)K (c)GS (d)DK	39
4.7. 52GS ve 52DK numunelere ait ters kutup figür haritaları	40
4.8. 52GS ve 52DK numuneye ait EBSD tane boyutu dağılımı	41
4.9. 52DK numune martenzit matris yapısına ait Kikuchi paterni	42
4.10. Kriyojenik işlem sonrasında değişen elektriksel direnç	43
4.11. 52GS numuneye ait TEM and Seçili Alan Elektron Kırınım Paterni (Hekzagonal M_7C_3 (P_{mcn}) ($a= 6.85 \text{ Å}$, $b= 11.73 \text{ Å}$, $c= 4.52 \text{ Å}$) $[101]$ zon eksenine hizalı)	44
4.12 52DK numuneye ait TEM and Seçili Alan Elektron Kırınım Paterni (Ortorombik $Fe_2C(P_{63/mmc})$ ($a= 2.99 \text{ Å}$, $b= 2.99 \text{ Å}$, $c= 4.624 \text{ Å}$) $[101]$ zon eksenine hizalı	44
4.13. 52DK numuneye ait aydınlık alan TEM görüntüleri	45
4.14. 52DK numuneye ait HRTEM görüntüleri	46
4.15. Numunelere ait XRD paternleri	47
4.16. Tespit edilen XRD piklerine ait detay grafikler	48

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.17. 52DK numuneye ait örnek kalıntı gerilme ölçümü cihaz raporu XStress 3000 Kalıntı Gerilme Ölçüm Cihazı (ÇEMTAŞ, Bursa)	50
4.18. FWHM ile kalıntı gerilme arasındaki ilişki	51
4.19. Numunelerin tetragonalliklerinin karşılaştırılması	52
4.20. 55Cr3 numunede gerçekleştirilen Rietveld analizi sonuçları	53
4.21. 51CrV4 numunede gerçekleştirilen Rietveld analizi sonuçları	54
4.22. 52CrMoV4 numunede gerçekleştirilen Rietveld analizi sonuçları.....	54
4.23. Numunelere ait ball-on disk aşınma grafikleri	56
4.24. 52GS numune için örnek aşınma alanı hesaplama	57
4.25. Numunelere uygulanan çekme testlerine ait gerinim – gerilme grafikleri	59
4.26. Numunelerin statik tokluk değişimi	60
4.27. 52CrMoV4 Çeliğine ait gerilme / döngü sayısı grafiği	62
4.28. Yorulma numunelerinin kırık yüzey stereo mikroskop görüntüsü	63

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Yay çeliklerine ait sınıflandırma tablosu.....	4
2.2. Yaygın şekilde kullanılan yay çeliklerine ait ortalama kimyasal kompozisyon değerleri.....	5
2.3. Yaygın şekilde kullanılan yay çeliklerine ait minimum mekanik özellikler	5
3.1. Çelikler ait optik emisyon spektrometre analizi sonuçları	25
3.2. Deney numune kodları.....	27
4.1. 55Cr3 çeliğine farklı sürelerde uygulanan kriyojenik işlemin çekme dayanımı ve gerinim karşılaştırması	34
4.2. 51CrV4 çeliğine farklı sıcaklıklarda uygulanan kriyojenik işlemin çekme dayanımı ve gerinim karşılaştırması.....	34
4.3. 52CrMoV4 çeliğine farklı kombinasyonlarda uygulanan kriyojenik işlemin çekme dayanımı ve gerinim karşılaştırması.....	34
4.4. Numunelere ait elektriksel özdirenç ve elektriksel iletkenlik.....	42
4.5. Numunelere ait XRD paternleri.....	42
4.6. Çeliklerin kalıntı gerilme ve FWHM değerleri	49
4.7. Rietveld analizi sonucu numunelerin kafes parametreleri ve c/a oranları (Uzay grubu:P4 ₂ n:1, a _a : 2.8665 Å)(Martenzit PDF Kart No 04-003-1451).....	53
4.8. Numunelere ait ortalama Sertlik değerleri (HVickers, 300 grf – 10 saniye)	55
4.9. Numunelere ait aşınma değerleri (3 mm WC Bilya, 5N – 100 m)	57
4.10. Numunelere ait ortalama darbe tokluğu değerleri (Charpy, J(Joule)/cm ²).....	58
4.11. Numunelere uygulanan çekme testlerine ait sayısal veriler.....	60
4.12. Numunelere uygulanan yorulma testlerine ait sayısal veriler	61

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Yay çelikleri, karayolu ve demiryolu taşıtlarının taşıyıcı elemanlarında yoğun bir şekilde kullanılan çelik grubudur. Sürekli değişken yük altında çalışan ve kendisinden yüksek mekanik dayanım beklenen bu parçalar genellikle temperlenmiş martenzit yapıdadır. Parça, geleneksel su verme işleminden geçirildikten sonra temperlenmekte ve bu sayede sertlik ve tokluklarında uygun değerler elde edilmektedir.

Ancak son yıllarda, yakıt ekonomisinin iyileştirilmesi için taşımacılık endüstrisinin birincil önceliği haline gelen ağırlık azaltılması, bazı parçaların veya proses adımlarının ortadan kaldırılması ile maliyet önceliği, daha da yüksek mukavemetli çeliklere olan ihtiyacı ortaya çıkarmıştır.

Geleneksel şekillendirme ve ısıtım işlem prosesi sonucu üretilen bu çeliklerin mekanik değerlerinin iyileştirilmesi ancak malzeme iç yapısının modifikasyonu ile sağlanabilir. Malzeme içerisindeki kalıntı gerilme ve kalıntı östenit yapının azaltılması, tane yapısının homojenizasyonu ve son olarak ikincil karbür yapıların oluşumu gibi mekanizmaları tetikleyen kriyojenik işlem prosesi, endüstriyel kalıplar, kesici uçlar, otomotiv fren – motor bileşenleri, özelleşmiş uzay uygulamaları ve spor ekipmanları gibi çok geniş yelpazede birçok ürün grubu için yıllardır başarı ile uygulanan tamamlayıcı bir ısıtım işlem prosesidir (Baldissera ve Delprete, 2008). Üstelik yüksek enerji ve hammadde ihtiyacı bulunan diğer alternatif yüzey modifikasyon, ısıtım işlem veya termo-mekanik işlem proseslerine göre çok daha çevreci bir yaklaşıma sahip olan kriyojenik işlem prosesi ile çevreye salınan hiçbir zararlı emisyon ya da atık yan ürün bulunmamaktadır (Katoch vd., 2016).

Yay çelikleri, gerekli mekanik yetkinlik doğrultusunda temperlenmiş martenzit yapıda kullanılmaktadır. Farklı çaplarda üretilen ve geleneksel olarak sertleştirilen yay çeliklerinin yapısında kalıntı östenit ve kalıntı gerilmelerin mevcudiyeti kaçınılmazdır. Kriyojenik işlemin ilk aşaması olan sıfır altı sıcaklıklara inilmesi sırasında martenzit bitiş (M_f) sıcaklığı aşılar ve yapı içerisindeki kalıntı östenit fazın bir kısmı martenzit faza dönüşür. Yumuşak yapıdaki kalıntı östenit formunun yarattığı kompozit yapının martenzit dönüşümüne bağlı azalmasıyla sertlik ve mukavemet artışı literatürde istisnasız olarak raporlanmıştır (D. Das vd., 2009; Özbek

vd., 2014; Thornton vd., 2013). Aşınma direnci değerleri için raporlanan artış ortalama %236 gibi olağanüstü değerlerdedir (Senthilkumar ve Rajendran, 2012). Buna karşılık literatürde kriyojenik işlemin, yorulma başta olmak üzere, darbe tokluğu ve dayanım değerlerini nasıl etkilediğine dair bir fikir birliği olduğundan söz etmek zordur.

Kriyojenik işleme bağlı ortaya çıkan yapısal değişimleri takip etmekteki en etkin yöntemlerden birisi yapıdaki kalıntı gerilmelerin ölçülmesidir (Özden ve Anık, 2020). Kriyojenik sıcaklıklara inilmesiyle malzemede büzülmelere bağlı olarak basma gerilmeleri oluşur ve tutma süresine bağlı olarak bu gerilmeler artar. Malzeme sıcaklığı derin kriyojenik işlem (DK) sıcaklığı olan 77 K (-196 °C) seviyesine düştüğünde ise kafes kusurları kısmen yok olur, ancak bazı kafes kusurları hala korunmaktadır. Buna bağlı olarak düzensizlik derecesinde bir düşüş görülür. Kriyojenik sıcaklıkta materyal oldukça yüksek bir gerilme altındadır. İhmal edilebilir atomik hareketlilikten dolayı herhangi bir çekirdeklenme veya çökelti oluşumu söz konusu değildir (Dhokey vd., 2014). Kriyojenik sıcaklıktan ortam sıcaklığına çıkılırken malzemedeki basma gerilmeleri bir miktar azalır ve malzeme gevşer. Bu basma kalıntı gerilmelerin yapıda korunması oldukça istenen bir durumdur. Malzemenin özellikle yorulma ve çekme dayanımını arttıran bir husustur.

Bu tez çalışmasında orta karbonlu 55Cr3, 51CrV4, 52CrMoV4 yay çeliklerine derin kriyojenik (-196 °C) işlem uygulanmıştır. Kriyojenik işlem sonucu çeliklerin tokluk, mukavemet, aşınma, sertlik ve yorulma ömrü değerlerinde elde edilmesi beklenen artış ile aynı kesitte daha iyi mekanik özellikler hedeflenmiştir. Mekanik özelliklerdeki değişimin malzemenin mikroyapısında yarattığı etkinin incelenmesi ile yapı – özellik ilişkisinin ortaya çıkarılması amaçlanmıştır. Çalışma beş bölümden oluşmaktadır. Giriş bölümünde tez çalışmasının amacı tanımlanmıştır. İkinci bölümde kriyojenik işlem tanıtılmış ve uygulanabilirliği üzerine yapılmış literatür çalışmaları sunulmuştur. Üçüncü bölümde çalışmada kullanılan materyal, yöntem ve parametreler listelenmiştir. Dördüncü bölümde deneysel çalışmalardan elde edilen bulgular ortaya konmuş ve yay çeliklerine kriyojenik işlem uygulanması sonrasında ortaya çıkan değişimlerin yapı - özellik ilişkileri ayrıntılı şekilde irdelenmiştir. Son bölüm olan beşinci bölümde ise tez çalışmasının sonuçlarına ait değerlendirmeler özetlenmiştir.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1. Yay Çelikleri

Yaylar, yük altında ve ayrıca döngüsel veya salınım kuvvetleri altında tersine çevrilebilir şekilde deforme edilebilen makine elemanlarıdır. Yaylar kinetik enerjiyi potansiyel enerjiye dönüştürür, enerjiyi depolar ve yük ortadan kalktığında en az kayıp ile sisteme geri besler (Kobelev, 2017). Bir yay üzerinde basma ve çekme gerilmeleri doğrusal veya radyal şekilde oluşabilir. Kuvvet etkisi ortadan kalktığında yayın ilk başlangıç şekline dönmesi beklenmektedir. Yaylar genellikle bu uygulanan kuvvetin yayda yarattığı deformasyonun yönüne ve etkisine göre sınıflandırılırlar (Childs, 2003). Yayların temel kullanım amacını beş ana başlıkta listelemek mümkündür (Wahl, 1944).

- Enerjiyi emmek ve şoku azaltmak. Bu tip yaylar, sisteme akan enerjinin çoğunu tutmalıdır.
- Belirli bir kuvvet veya tork uygulamak. Bu yaylar, ortamdaki sıcaklık ve titreşim gibi çalışma koşulları değişikliklerinden bağımsız olarak belirli bir güç derecesini korumak için kullanılabilir.
- Hareketli kütleleri desteklemek veya titreşimi izole etmek. Bu yaylar, esas olarak bir darbe veya titreşimden üretilen bir sisteme giden enerjiyi azaltmak içindir kullanılabilir.
- Yükü veya torku yönlendirmek veya kontrol etmek. En çok bilinen kullanımlardan biri, bir kuvvet veya torka maruz kaldığında yön değiştiren esnek bir eleman olarak kullanımıdır.
- Elastik bir kılavuzlama sağlamak.

Yay üretiminde hemen hemen her tür malzeme kullanılabilir. Ancak maksimum enerji depolama sağlamak için yüksek çekme mukavemetine ve akma noktasına sahip bir malzeme ideal olarak nitelendirilebilir. Bu özelliği gösteren cam takviyeli polimer kompozitler, titanyum alaşımları da mevcuttur ancak ekonomik şartlar göz önüne alınarak genellikle çelik grubu malzemeler kullanılmaktadır. Özellikle korozyon direncinin istendiği durumlarda bakır bazlı alaşımlar da yay malzemesi olarak kullanılmaktadır.

Yay çelikleri çoğunlukla ASTM (Amerikan Society for Testing Materials) veya DIN (Deutsches Institut für Normung) standartları gözetilerek üretilir. Bu çelikler için gerilme miktarının elastik limitin altında kalması koşuluyla, yük / şekil değiştirme diyagramları düz bir çizgi olarak ortaya çıkar. Yükün (F) sehim miktarına (δ) oranı malzemenin yay sabiti (k) olarak isimlendirilir. İlgili bağıntı Denklem 2.1.'de sunulmuştur.

$$k (N/m) = \frac{F (N)}{\delta (m)} \quad (2.1)$$

En çok kullanılan yay malzemeleri karbon çelikleridir. Ağırılıkça %1 C içeren bir karbon çeliğinin çekme dayanımı en yüksek mertebelerdedir. Bu değerler krom, vanadyum gibi alaşım elementlerinin katılması ile daha düşük karbon içeren çeliklerde de elde edilebilir. Buna göre yay çelikleri kimyasal bileşimlerine göre, alaşım elementlerine göre, mikroyapılarına göre, üretilme ve kullanım amacına göre sınıflandırılırlar. Yay çeliklerine ait sınıflandırma Çizelge 2.1'de sunulmuştur.

Çizelge 2.1. Yay çeliklerine ait sınıflandırma tablosu (Aydın, 2017)

Kimyasal Bileşimlerine Göre	Temel Kalite Çeliklerden Yapılan Yay Çelikleri	Si (38Si7,46Si7)
		Si-Cr (60SiCr7)
		Si-Mn (60SiMn5)
	Asal (Soy) Çeliklerden Yapılan Yay Çelikleri	Si (66Si7)
		Cr (55Cr3)
		Cr-V (51CrV4)
		Cr-Mo-V (52CrMoV4)
Mikroyapılarına Göre	Martenzitik	
	Östenitik	
Üretim Şekline Göre	İslah edilebilen, Sıcak Haddelenmiş Yay Çelikleri	
	Soğuk Haddelenmiş Şerit Halindeki Yay Çelikleri	
	Yuvarlak Tel Halinde Çekilmiş Alaşımsız Yay Çelikleri	
Kullanım Amacına Göre	Normal Koşullara Uygun (-35 °C ile 80 °C)	
	Yüksek Sıcaklıklara Uygun (250 °C ve üzeri)	
	Korozif Çalışma Şartlarına Uygun	

Yay çeliklerinde gerekli mukavemet ve tokluk özellikleri gerekliliği ile temperlenmiş martenzit yapı en çok tercih edilen yapıdır. Başlıca üretim yöntemi ıslah işlemidir. Buna göre çelik malzemelere sertleştirme ve temperleme işlemleri uygulanır. Islah işlemi dışında soğuk şekillendirme yöntemleri ile de üretilebilir. Yüksek akma dayanımını sağlamak adına malzemeye deformasyon sertleştirme işlemi uygulanmalıdır. Tez çalışmasında kullanılan çelikler asal (soy) çelik sınıfından, ıslah işlemine uygun, sıcak haddeleme ile üretilmiş 55Cr3, 51CrV4 ve 52CrMoV4 çelikleridir. Yaygın şekilde kullanılan yay çeliklerine ait ortalama kimyasal kompozisyon değerleri Çizelge 2.2’de, ortalama mekanik özelliklerine ilişkin bilgiler ise Çizelge 2.3’te sunulmuştur.

Çizelge 2.2. Yaygın şekilde kullanılan yay çeliklerine ait ortalama kimyasal kompozisyon değerleri (Çemtaş Teknik,2017)

Ağırlıkça %	C	Si	Mn	P (en çok)	S (en çok)	Cr	Mo	Ni	V	Al	Cu
6150	0,50	0,25	0,80	0,030	0,040	0,95	0,06	0,25	0,15	-	0,35
9260	0,60	2,00	0,85	0,025	0,025	-	-	-	-	0,025	0,35
55Cr3	0,55	0,40	0,85	0,025	0,025	0,85	-	-	-	-	-
51CrV4	0,51	0,40	0,90	0,025	0,025	1,05	-	-	0,20	-	-
52CrMoV4	0,52	0,40	0,90	0,025	0,025	1,05	0,20	-	0,15	-	-
60Si7	0,60	1,65	0,85	0,045	0,025	-	-	-	-	-	-
60SiMn5	0,60	1,15	1,00	0,030	0,030	-	-	-	-	-	-
60SiCr7	0,60	2,00	0,85	0,030	0,030	0,30	-	-	-	-	-

Çizelge 2.3. Yaygın şekilde kullanılan yay çeliklerine ait minimum mekanik özellikler

Kalite	Akma Day. (R _e) (En az) (MPa)	Çekme Day. (R _m) (En az) (MPa)	Kopma Uzaması (A) (En az) (%)	Kesit Daralması (Z) (En az) (%)	Çentik Darbe Tokluğu (J)
6150	1300	1450	6	35	10
9260	1030	1320	6	25	14
55Cr3	1250	1400	3	20	5
51CrV4	1300	1450	6	30	8
52CrMoV4	1300	1450	6	35	10
60Si7	1030	1320	6	25	14
60SiMn5	1030	1320	6	25	14
60SiCr7	1400	1550	5,5	20	8

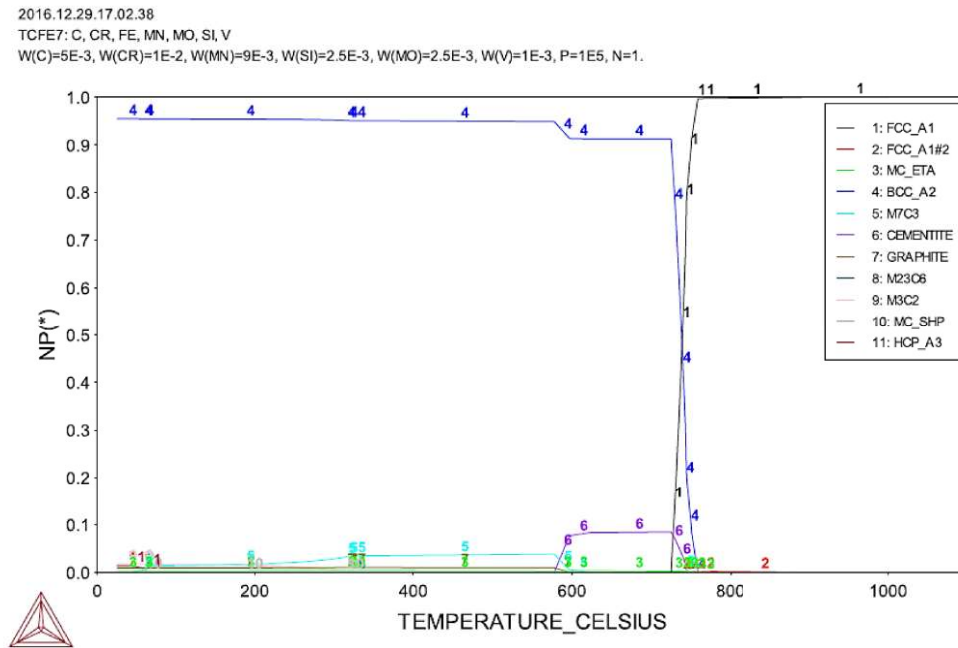
2.2. Martenzit ve Mikroyapısı

Tez çalışmasında kullanılan çeliklerin martenzit başlangıç (M_s) ve martenzit bitiş (M_f) sıcaklıkları %0,5 karbon oranı için uygun olan Steven- Haynes denklemlerinden (Denklem 2.2 ve Denklem 2.3) hesaplanabilir (Vahdat vd., 2013). Bu denkleme göre numunelere ait martenzit başlangıç ve bitiş sıcaklıkları; en fazla alaşım içeren numune olan 52CrMoV4 için 270,35 °C ile 55,35 °C olarak hesaplanabilir. Bu sıcaklıklar diğer çelik kaliteleri olan 51CrV4 ve 55Cr3 için sırasıyla 275,6°C – 60,6°C ile 280.7°C - 65°C'dir.

$$M_s(^{\circ}C) = 561 - 474\%C - 33\%Mn - 17\%Cr - 17\%Ni - 21\%Mo \quad (2.2)$$

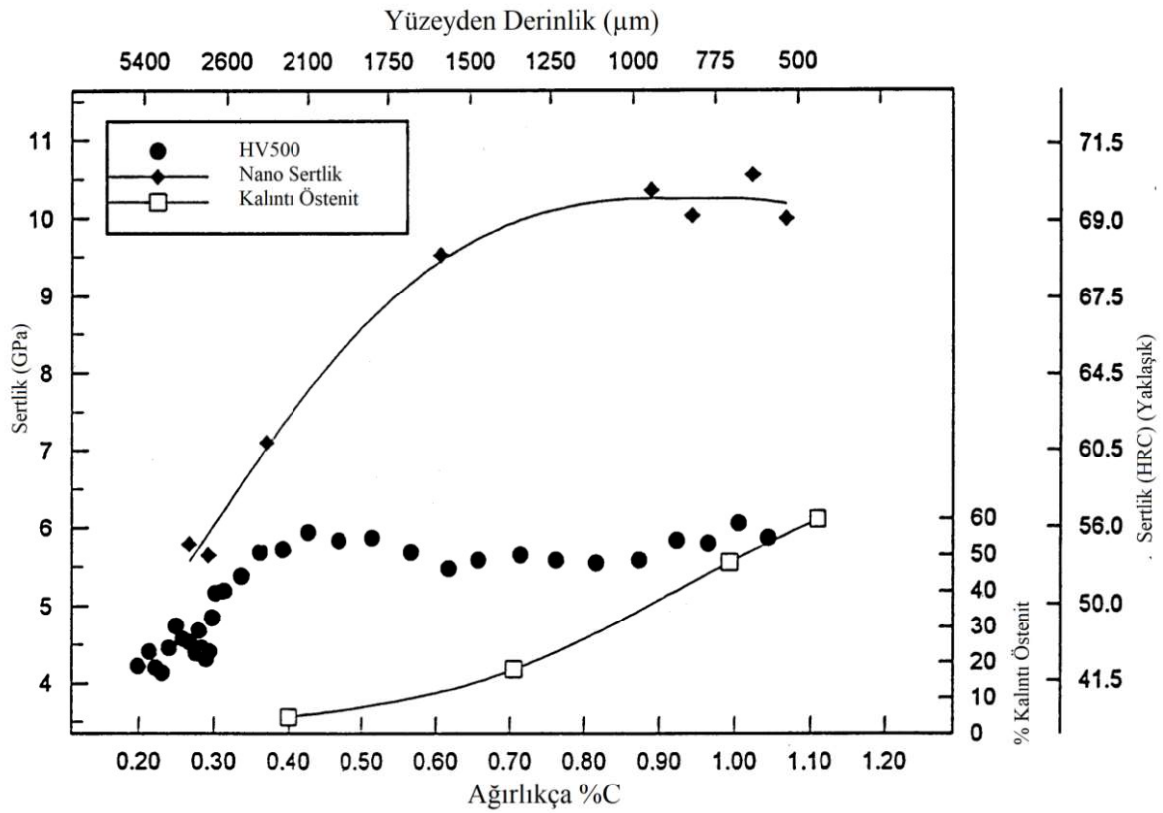
$$M_f(^{\circ}C) = M_s(^{\circ}C) - 215 \quad (2.3)$$

Martenzit bitiş sıcaklığı en düşük 52CrMoV4 kalite çelikler için Thermocalc hesaplamalı termodinamik programı ile elde edilen sonuçlar da bu tezi doğrular niteliktedir. Yüzey merkezli kübik (YMK) östenit yapının (1 kodu ile numaralandırılmıştır) oda sıcaklığında mevcudiyeti termodinamik hesaplamalara göre yoktur. Grafik Şekil 2.1'de sunulmuştur.



Şekil 2.1. 52CrMoV4 çeliğine ait hesaplamalı termodinamik sonucu

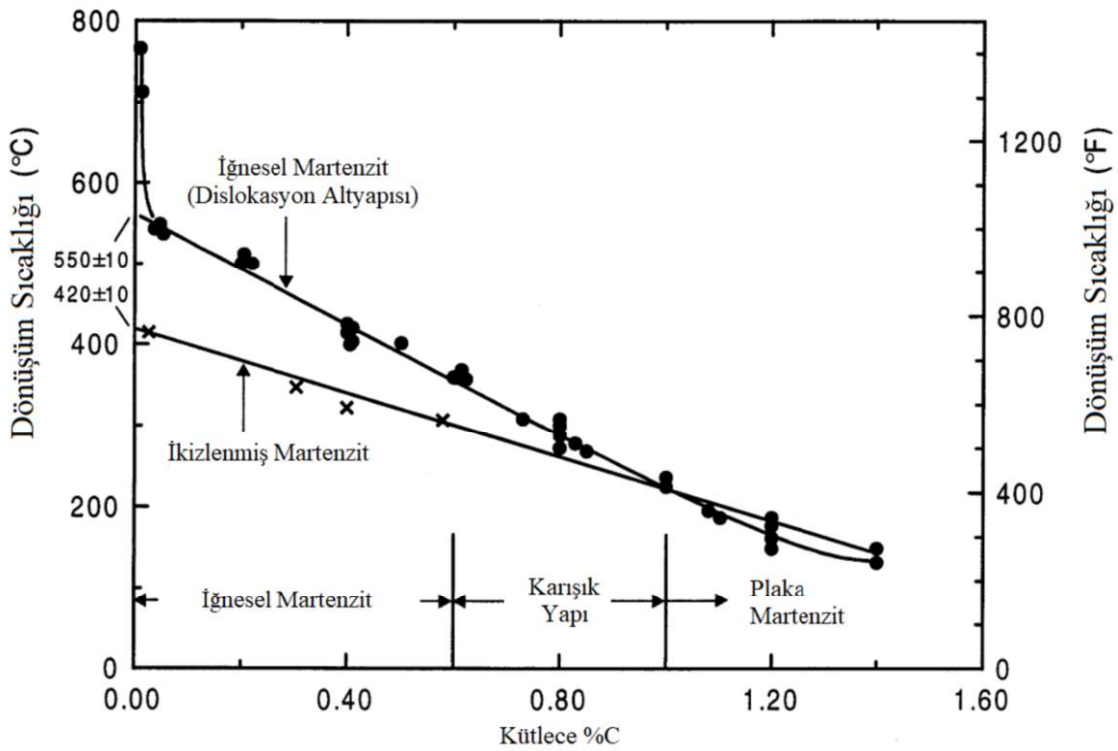
Buna karşılık yapıda düşük miktarda da olsa kalıntı östenitin mevcudiyeti bilinmektedir (Krauss, 1999). Bilindiği üzere östenit oldukça yumuşak ve yarı kararlı bir fazdır. Martenzit formunun içerisinde tokluğu arttırıcı bir etki ile zaman zaman varlığı tercih edilse de; servis koşulları sırasında ortaya çıkan deformasyon veya yüksek sıcaklık etkisi ile martenzite dönüşebildiğinden, yapıda temperlenmemiş çok gevrek bir martenzit formunu oluşturması da mümkündür (Li vd., 2018). Yoğun yük altında çalışan yay çelikleri için kalıntı östenit formunun giderilmesi oldukça önemlidir. Karbon miktarına göre değişen sertlik ve kalıntı östenit miktarına ilişkin grafik Şekil 2.2’de sunulmuştur.



Şekil 2.2. Karbon miktarına göre değişen sertlik ve kalıntı östenit miktarına ilişkin grafik (Krauss, 1999)

Bu çelikler için bir diğer önemli nokta ise mikro temizlik yani mikro yapıda ortaya çıkan metalik olmayan kalıntıların giderilmesidir. Bu sebeple kalıntı oluşturan fosfor, kükürt gibi elementlerin miktarları belirlenen sınırların altında tutulmaya çalışılır. Giderilemeyen kalıntıların boyutlarının küçük ve yuvarlak, dağılımlarının ise homojen olması istenir (ÇEMTAŞ Teknik Yayınlar, 2017). Bu kalıntı miktarları sürekli değişken yük altında, yüksek çevrim sayılarında çalışan yay çelikleri için kritik önem arz etmektedir.

Çeliklerin martenzit yapısı da karbon oranına göre değişiklik göstermektedir. Yay çeliklerinin büyük bir kısmının üretildiği orta karbonlu çelik grubu (0,30 – 0,60 %C) söz konusu olduğunda martenzitin matris içerisindeki formu iğneseldir. 1 %C'un üzerinde ise plaka martenzit formu baskın durumdadır (Stormvinter vd., 2012). İğnesel martenzit yapısı aşırı ince taneli ve çok yoğun dislokasyon içeren bir yapıdır. Yüksek sıcaklık temperlemesi sonrasında dislokasyon yoğunluğunun azalması ve ikincil karbürlerin Ostwald olgunlaşması etkisi ile kabalaşması sonrası yapıdaki temel mukavemet unsuru olarak yer alır (Krauss, 2017). Karbon oranına göre değişen Martenzitik yapıya ilişkin grafik Şekil 2.3'te sunulmuştur.

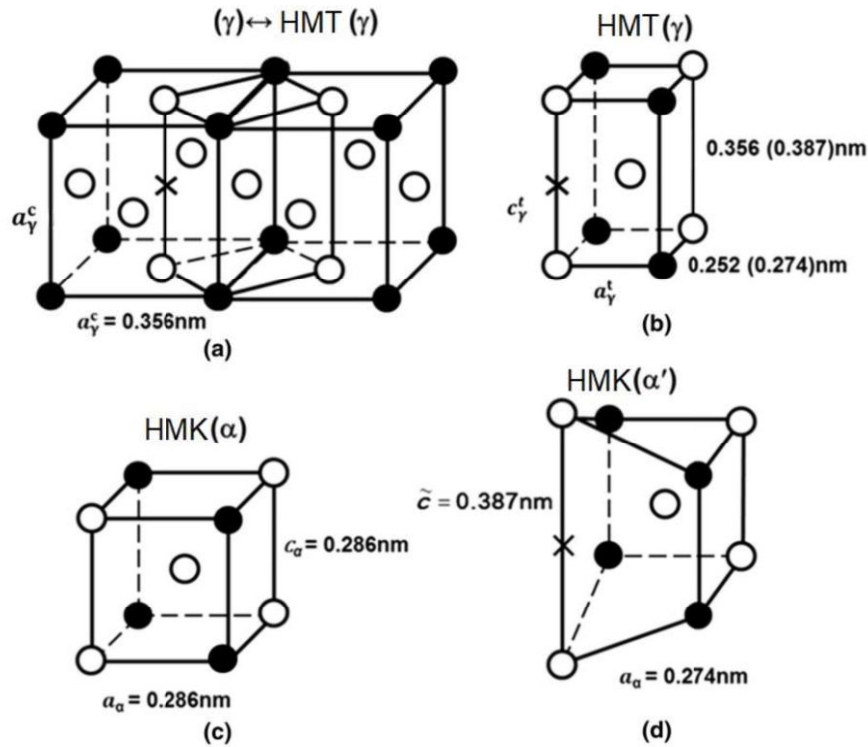


Şekil 2.3. Martenzitin karbon oranına göre değişen morfolojisi (Krauss, 1999)

Çelikte martenzitik dönüşüm, deneysel ve teorik araştırmaların en önemli konularından biridir. Ancak konstrüktif amaçlar doğrultusunda yaygın olarak kullanılan orta karbonlu düşük alaşımlı çeliklerle ilgili birçok konu belirsizliğini korumaktadır.

Son dönemde yapılan çalışmalarda, karbür oranına bağlı olarak değişen bu kabule aksi bazı çalışmalar raporlanmıştır. Bu çalışmalarda %1,4 C içeren sertleştirilmiş bir karbon çeliğinde iğnesel martenzite formu raporlanmıştır. Diğer yandan 0,1 karbon içeren bir karbon çeliğinde ikizlenme yapısı ile karşılaşılmıştır (Zhang vd., 2016).

Öte yandan martenzit dönüşümünün kendisi, henüz tam olarak açıklanamayan bir fenomen olarak yoğun bir akademik ilgi çekmektedir.(Celada-Casero vd., 2019; Galindo-Nava ve Castillo, 2016; Malheiros vd., 2017; Nanasa vd., 2015; Wang vd., 2020; Zhang vd., 2016). Karbonlu çeliklerde martenzit kafes yapısının HMT olduğu genel olarak kabul edilmekle birlikte (Lobodyuk vd., 2019) tarafından yapılan çalışmada martensit kafesinin %0,2 ila 1,5 karbon oranına sahip çeliklerde düzgün bir HMT yapısı oluşturamadığını belirtmiştir. Çalışmada c kafes parametresini değiştiren kristal yapıdaki yerel distorsiyonların mekanizması, tetragonal-benzeri (sözde-tetragonalite) bir yapı kullanılarak açıklanmıştır. Araştırmacılar, martenzit kafesinin kristal yapısının, arayer C atomları içerdiği için sözde tetragonal olarak adlandırılması gerektiğini bildirmiştir. Araştırmacılar tarafından ortaya konan Fe kafes yapıları Şekil 2.4'te verilmiştir.



Şekil 2.4. Martenzit dönüşümü sırasında ortaya atılan tetragonal-benzeri kafes yapısı teorisi (Lobodyuk vd., 2019)

Maruyama vd. (2020) tarafından gerçekleştirilen çalışmada ise 0,07 ile 0,8 arasında % karbon oranlarına sahip 10 farklı su verilmiş çeliğin kristal yapısı ve karbon dispersiyon davranışı Rietveld analizi ve Atom Prob Tomografisi (APT) kullanılarak incelenmiştir. Çalışmada martenzitik dönüşüm sonrası martenzitin olası morfolojisini, karbon oranına bağlı olarak tespit edebilmek için Rietveld analizinde iki farklı (Kübik ve Tetragonal) model

kullanılmıştır. Ağırlıkça% 0,1 ila % 0,7 C bileşimli çeliklerde tetragonal yapının daha iyi uyumluluk gösterdiği gözlemlenmiştir. Tüm çelikler incelendiğinde, martenzit çeliklerinin katı çözeltisindeki karbon miktarının HMK-Fe yapısında çözülebilecek olandan çok daha fazla olduğu görülmüştür. Ayrıca, soğutma sırasında karbon atomlarının, yoğun dislokasyona sahip iğnesel martensit bölgelerinde kalma eğiliminde oldukları da raporlamıştır. Oto-temperlenme (Kendiliğinden tavlama) nedeniyle karbon atomlarının karbür veya küme oluşturarak homojen olmayan bir şekilde çöktüğü belirtilmiştir. Martensit yapısı, soğutma sırasında azalan tetragonalitenin yavaş kinetiğinin neden olduğu tetragonal bozulmalar nedeniyle otomatik temperlenmiş düşük ve orta karbonlu çeliklerde aşırı katı çözünürlük sağlamıştır. Bu nedenle soğutma hızını değiştirerek tetragonaliteyi kontrol etmenin mümkün olduğunu belirtmişlerdir.

Martenzit dönüşüm davranışını doğrudan gözlemek zordur. Çünkü dönüşüm, oda sıcaklığından daha yüksek sıcaklıklarda hızla gerçekleşir. Wang vd.'ne (2020) göre bu dönüşüm açığa kavuşturulmayı bekleyen üç ana sorun içermektedir. Bunlar:

- (1) Hacim Merkezli Tetragonal (HMT) martenzitin eksenel oranındaki (c / a) değişiklik,
- (2) Kalıntı östenitte iç gerilme oluşumu
- (3) Dislokasyon yoğunluğunun, dönüşüm davranışı üzerindeki etkisi olarak tanımlanabilir.

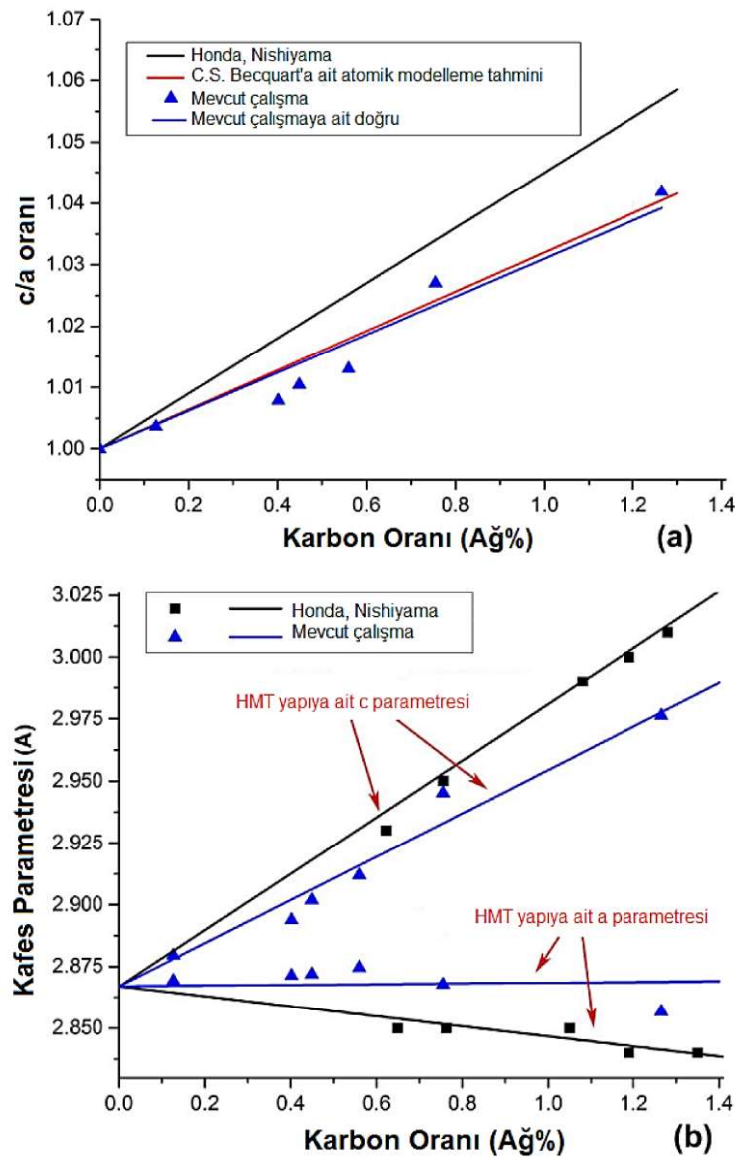
Yakın zamana dek, tetragonal martenzit ile karbon içeriği arasındaki doğrusal ilişki tüm çelik grupları için Denklem 2.4'te sunulan Honda – Nishiyama eşitliği ile ifade edilmekteydi (Bhadeshia ve Honeycombe, 2017).

$$c/a = 1 + 0,045 \text{ Ağ. \%C} \quad (2.4)$$

Bununla birlikte, Nishiyama (1978), denklemi ortaya koyarken ağırlıkça % 0.6'dan fazla karbon oranına sahip çelikler kullanmıştır. O dönemde XRD teknolojisinin yetersizliği sebebi ile C oranı % 0,6'nın altında olan çeliklerde c/a oranı doğru bir şekilde belirlenemediğinden, daha düşük karbon içeriğine sahip çeliklerin de yüksek karbonlu çelikler ile aynı eğilime sahip olacağını varsaymışlardır. Lu vd. (2017) tarafından yapılan

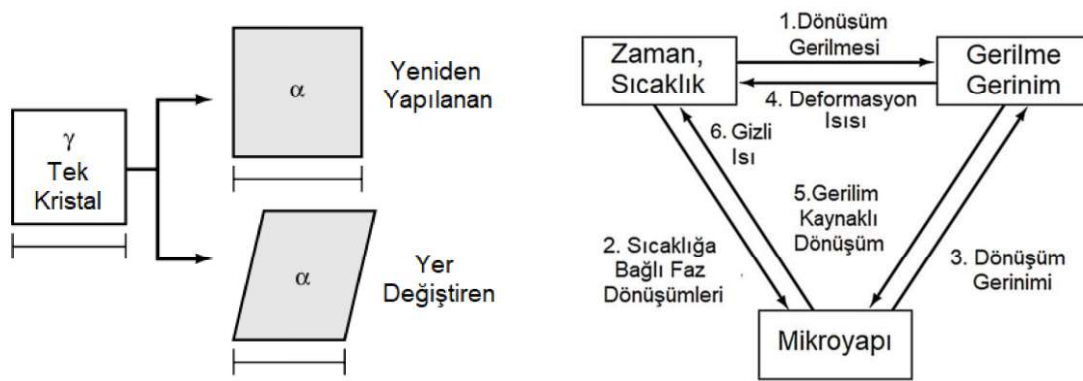
çalışmada ise normalizasyon, östenitleme ve su verme işlemlerinden geçirilmiş düşük ve orta karbonlu çelikler kullanılmıştır. Gerçekleştirilen Rietveld analizi sonucunda Honda – Nishiyama denkleminin (Denklem 2.4) sadece ağırlıkça %0,6'dan daha fazla C içeren çelikler için geçerli olduğu iddiasında bulunmuşlardır. Martenzitin (002) ve (200) piklerinin Rietveld yöntemi ile ayrıştırılması ile martensitin HMT bir yapıya sahip olduğu ve c / a oranının Denklem 2.5'te sunulduğu gibi olduğu belirtilmiştir. Önerilen yeni oranın, geleneksel oran olan Honda – Nishiyama oranı ile karşılaştırılması Şekil 2.5'te sunulmuştur.

$$c/a = 1 + 0,031 \%C \quad (2.5)$$



Şekil 2.5. Karbon oranına bağlı olarak değişen tetragonalite (Lu vd., 2017)

Östenitin martenzite dönüşümü sırasında üzerinde önemle durulması gereken bir diğer husus yapıda oluşan gerilmelerdir. Bu dönüşüm yer değiştirmeli bir dönüşümdür ve yer değiştirmeli dönüşümler, plastik deformasyon olarak kabul edilebilir (Bhadeshia, 1986). Bir düzlem ve yön kombinasyonunun kayma veya ikizleme için bir deformasyon sistemi oluşturması gibi, yer değiştirmeli dönüşüme eşlik eden değişmez düzlem geriliminin yerleşik düzlemi ve yer değiştirme vektörü, dönüşüm plastisitesinden sorumlu deformasyon sistemini tamamen tanımlamaktadır. Dönüşüm sırasında sıcaklık, zaman ve mikroyapı bağıntısına dair bir grafik Şekil 2.6’da sunulmuştur.



Şekil 2.6. Dönüşümde sıcaklık, zaman, mikroyapı bağıntısı (Inoue ve Wang, 1985)

Östenitin martenzite dönüşümü sırasında yarattığı deformasyonlar, tıpkı bir plastik deformasyon gibi yeni ikizlenmeler ve dislokasyon yoğun bölgeler yaratır. Bu sırada oluşan gerilmelerin bir kısmı yapıda kalmaya devam eder. Bu tip gerilmelere “kalıntı gerilmeler” adı verilir (Senthilkumar vd., 2011). Pratikte keskin çizgileri ile ayırmak mümkün olmasa da teoride kalıntı gerilmeler seviyelerine göre üç tipte incelenmektedir (M. Villa vd., 2018):

- **Tip – I :** Bir çok taneye aynı anda etki eden ve sonuçları makro seviyede incelenebilen kalıntı gerilmelerdir. Mühendislik bileşenlerinde makro kalıntı gerilmeleri, montaj sırasında birbiri ile uyumsuz parçalar arasındaki etkileşim yoluyla veya bir parça içindeki farklı bölgeler arasında kimyasal, termal ve plastik olarak indüklenen uyumsuzlukların oluşturulması yoluyla olmak üzere en az dört şekilde ortaya çıkabilir (Withers ve Bhadeshia, 2001).
- **Tip – II :** Farklı tanelerde aynı anda gelişse de, her bir tane için ayrı olarak gerçekleşen etkilerin yarattığı gerilmelerdir. Martenzit dönüşümü yarattığı gerilim bu başlık altında incelenmektedir ancak martenzit dönüşümünün hemen her aşamasında olduğu gibi burada da bir görüş birliğinden söz etmek mümkün değildir.

Sayıda çoğunlukta olan bazı araştırmacılar, dönüşüm sırasında yapıda basma gerilmesi oluştuğunu iddia ederken (Nakada vd., 2016; Matteo Villa vd., 2014); diğer araştırmacılar çekme gerilmesi oluştuğunu (Ershov, V M; Oslon, 1972) veya hiçbir gerilme oluşmadığını (San Martin vd., 2012) raporlamışlardır.

- **Tip – III :** Tane içi kafes kusurlarından kaynaklanan ve birkaç atom uzaklıklara etki eden kalıntı gerilmelerdir. Martenzit dönüşümü sırasında östenitte oluşan kafes kusurları bu tip gerilmelere örnek olarak verilebilir (Nishiyama, 1978).

Martenzit dönüşümü sırasındaki kalıntı gerilme oluşumunu anlamak için dönüşüm kinetiği incelenmelidir. Bir martenzit tanesi büyüdüğünde, çevresine çarparak, elastik olarak tolere edilemeyecek bir deformasyon yaratır. Dönüşümün erken aşamalarında, izole edilmiş martenzit taneleri bunu tampon etkisi gösteren östeniti deforme ederek başarabilir, ancak dönüşüm ilerledikçe martenzit taneleri ile birbirleri ile karşılaşacağından tanelerde plastik deformasyon oluşturabilecek seviyede gerilmeler oluşur. Bu deformasyon martenzitin morfolojisine göre yoğun dislokasyon noktaları veya ikizlenmeler şeklinde ortaya çıkar. Yapının gevşemelerini sağlayacak bir mekanizma bulunmadığından, bu gerilme seviyeleri yapı içinde tutulacaktır (Hutchinson vd., 2018).

Bu gerilmelerin basma gerilmesi formunda ortaya çıkması mühendislik uygulamalarında istenilen bir durumdur. Sistemde mevcut basma gerilmelerinin, özellikle numunelerin yorulma mukavemetlerine etkisi oldukça pozitifdir (Fragoudakis vd., 2013). Ancak martenziti temperlemeden kullanmak mümkün değildir ve temperleme sonrası malzeme sahip olduğu basma gerilmesini kaybetmektedir. Bu gerilmelerin yapıda tutulmasında kullanılan en etkin yöntemlerden biri kriyojenik işlemdir (Senthilkumar vd., 2011). Kalıntı östenitte basma gerilimi oluşumu kriyojenik işlem sırasında martenzit oluşumunun en belirgin etkisidir. Östenitte oluşan bu gerilme, tavlamanın ilk ısıtma aşamasından sonra korunur. Buna göre kriyojenik işlem, çelik bileşen yapısındaki kalıntı östeniti, gerilim kaynaklı martenzit dönüşümüne karşı mekanik olarak stabilize etmek için etkili bir yöntem olarak kullanılabilir (Matteo Villa vd., 2014).

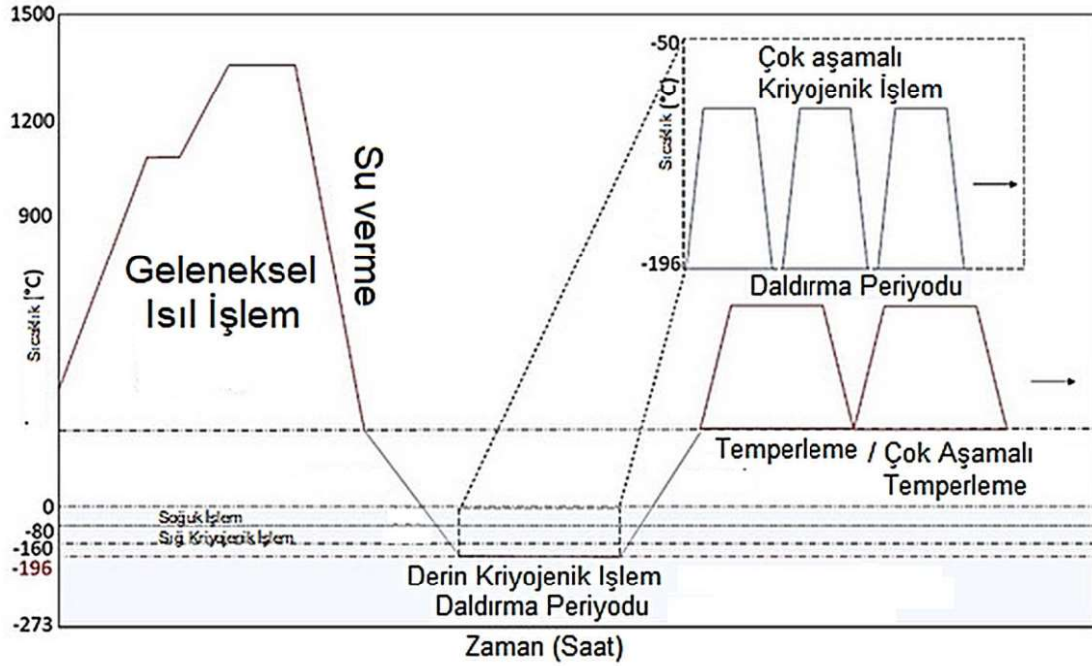
2.3. Kriyojenik İşlem

1920'lerin ikinci yarısında ortaya atılan sıfırın altına soğutma fikri 1940'larda yoğun bir şekilde çalışılmış ve bu çalışmalar sayesinde kriyojenik işlem olarak bilinen tamamlayıcı ısıtma işlem sürecinin temeli atılmıştır (M. Villa vd., 2017).

Kriyojenik işlem geleneksel ısıtma işlemlere benzer şekilde sertliğin, tokluğun, aşınma ve yorulma direncinin artırılmasında kullanılan etkin bir yöntemdir ve birçok metal malzemenin servis ömrünün artırılması amacıyla ticari olarak yıllardır kullanılmaktadır. Yöntemin uygulanması genellikle iki sıcaklık bölgesindedir. Bu sıcaklıklar sıg kriyojenik işlem (SK) için $-145\text{ }^{\circ}\text{C}$; derin kriyojenik işlem (DK) için ise $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'dir. Ticari uygulamalarda $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ civarı soğuk işlem (Sİ) uygulamaları da mevcuttur.

Malzeme, belirlenen sıcaklıkta ve sürede kriyojenik işleme tabi tutulur ve sonrasında oda sıcaklığına belirli bir hızda çıkarılır. Bunu genellikle sıcaklığı $150 - 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ arası değişen bir temperleme işlemi takip eder. Tutma süresi ve ortam sıcaklığına ısıtma hızının özellikle aşınma direncinin iyileşmesinde kritik önem arz ettiği raporlanmıştır. Son yıllarda ise derin kriyojenik işlem sınırlarını aşarak başlangıç kullanım amacı olan çeliklerin dışına çıkabilmiştir. İşlem muhtelif başarı dereceleri ile birçok demir dışı metal ve alaşımlarında, seramik malzemelerde, polimerik malzemelerde, kompozit malzemelerde, metalik camlar ve diğer ileri teknoloji malzemelerinde (karbon nanotüp, altın nano parçacık gibi) kullanılmıştır (Debdulal Das, 2011). Kriyojenik işleme ait bir akış şeması örneği Şekil 2.7'de sunulmuştur.

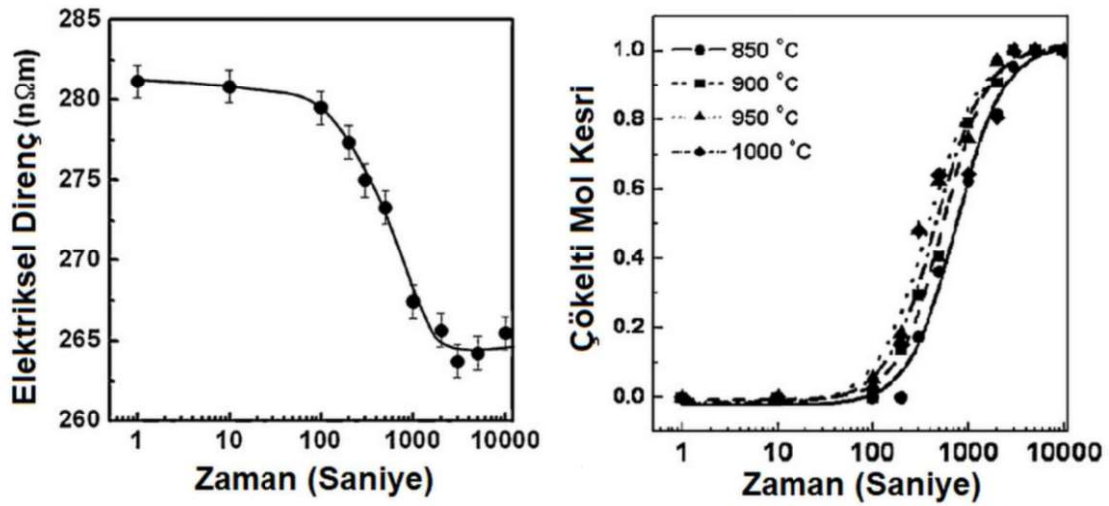
Bunun yanında özellikle orta karbonlu çelikler için kriyojenik işlemin sebep olduğu performans artışının mekanizmaları net şekilde ortaya konmamıştır (H. Li vd., 2016). İşlem sonucunda görülen mikroyapısal değişimler, işlem koşulları ve yapı-özellik ilişkisine dair bilimsel açıklamalar henüz geliştirme aşamasındadır. Şu ana kadar mikroyapısal iyileştirmeler genellikle yapı içerisinde bulunan kalıntı östenit miktarının azalması ile ilişkilendirilirken (Ghasemi-Nanesa ve Jahazi, 2014); zaman zaman ise karbür parçacıklarının incilmesi veya çökmesi ile yapı-özellik ilişkisi kurulmuştur (Koneshlou vd., 2011).



Şekil 2.7. Kriyojenik işleme ait genel bir akış şeması (Jovičević-Klug ve Podgornik,2020)

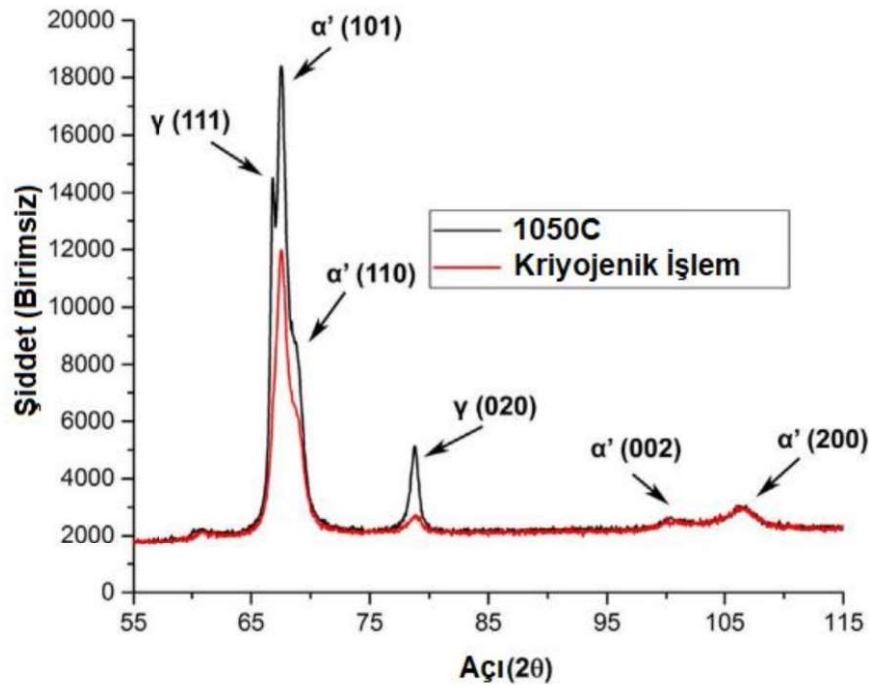
İnce karbür parçacıkları veya östenitik matris içerisinde nano-boyutta martenzit, özellikle dislokasyon tırmanmasının nadiren görüldüğü düşük gerinim genliğinde dislokasyon hareketinin önlenmesi veya geciktirilmesi için etkin mekanizmalar gibi görülebilir. Diğer yandan derin kriyojenik işlem sonucunda oluşan ince karbür çökeltiler ertelenmiş bir çatlak oluşumunu tetikleyebilirler. Bir diğer yandan ise kalıntı östenit çatlak büyümesini ilerleme safhasında durdurabilmektedir.

Sertleştirme ve kriyojenik işlem sırasında oluşan alaşım ve ikincil karbür çökeltiler dislokasyon hareketlerini engelleyerek malzemenin mukavemetini arttırmaktadır. Zira malzemenin sahip olduğu nihai martenzit yapının tane inceliğinin başlangıçtaki östenit tanelerinin boyutuna bağlı olduğu tespit edilmiştir. Sınırlanan yeniden kristalleşme mekanizması beraberinde tane büyümesini de engellediğinden malzeme mukavemetini de arttırmaktadır. Bu karbürlerin çökelti mekanizması TEM tekniği kullanılarak görsel olarak tespit edilebildiği gibi elektriksel direnç ölçümü ile de izlenebilir (Jung vd., 2011). Karbür yapıların artışı ile birlikte alaşım elementlerinin ve matris içerisinde serbest karbon atomlarının yarattığı direnç azalacağından; elektriksel iletkenlikte artış gözlenmektedir (Şekil 2.8).



Şekil 2.8. Çökelti miktarına göre değişen elektriksel direnç (Jung vd., 2011)

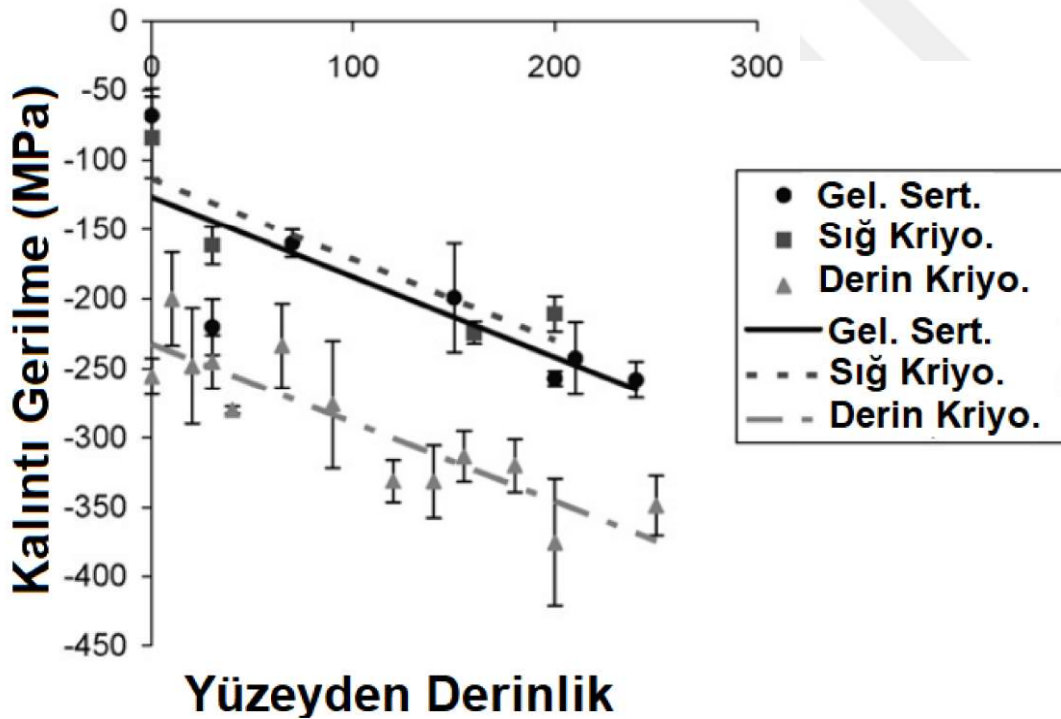
Kriyojenik işlemin martenzitin tetragonalitesi üzerine etkisi konusunda yapılan çalışmalarda, kalıntı östenit yapının giderildiği ve yeni oluşan martenzitin, tetragonalitede düşük miktarda bir artışa neden olduğu raporlanmıştır (Matteo Villa vd., 2014). Lu vd. (2017) tarafından 52100 çeliği üzerine yapılan çalışmada ise östenitin tamamı martenzite dönüşmesine rağmen (Şekil 2.9) martenzitin tetragonalitesi üzerine bir etkisi olmadığı raporlanmıştır ancak sayısal olarak paylaşılmamıştır.



Şekil 2.9. Kriyojenik işlem uygulanmış 52100 çeliğine ait XRD paterni (Lu vd., 2017)

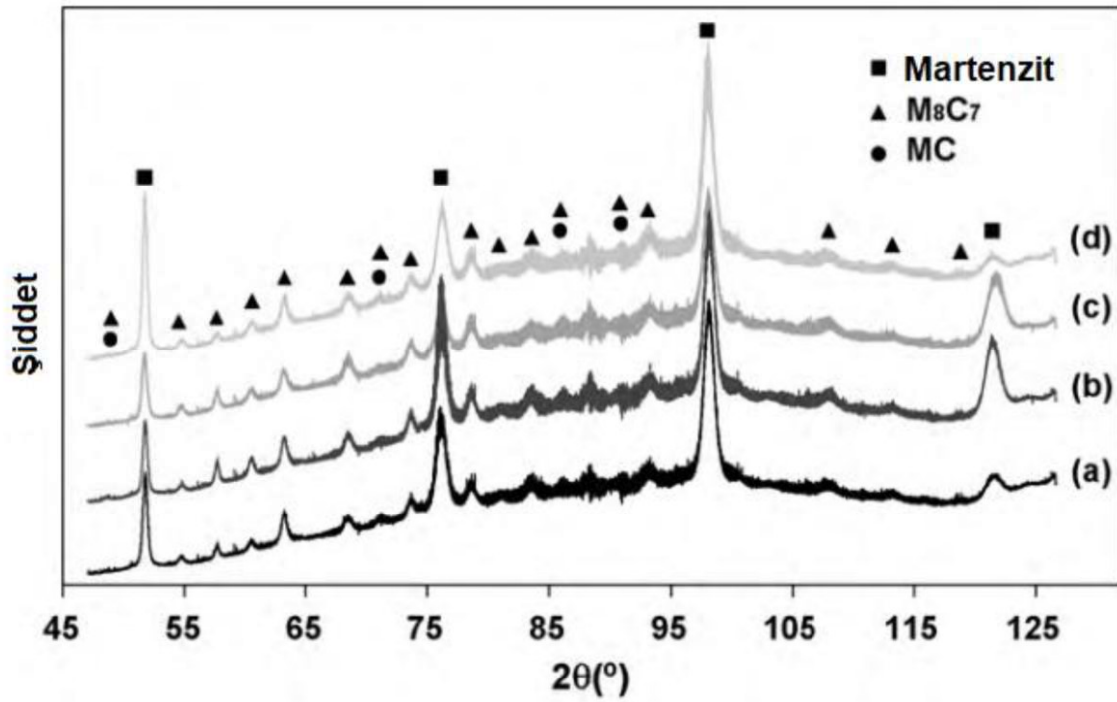
Kriyojenik işlem, yapıdaki kalıntı östenit miktarını azaltması ve karbür yapıları artırması ile numune sertliğini artırarak mukavemetini artırır. Bunun numuneyi gevrek hale getirerek tokluk üzerinde negatif bir etki göstermesi beklenebilir. Burada düşünülmesi gereken unsurlardan ilki kalıntı gerilmelerdir. Zira bu gerilmeler malzemelerin mekanik dayanımlarının değişimlerinde en önemli rollerden birini oynarlar.

Kutu karbürizasyon yapılmış düşük karbonlu En 353 çeliği üzerine gerçekleştirilen çalışmada araştırmacılar, hem temperlenmiş hem de temperlenmemiş durumda geleneksel olarak ısıtıl işlem görmüş, sıg ve derin kriyojenik işlem uygulanmış numunelerinde XRD tekniğine başvurarak kalıntı gerilme dağılımını ölçmüşlerdir. Kalıntı gerilme dağılımının hem kalıntı östenitin martenzite dönüşümü hem de ince karbür çökeltme mekanizmaları ile sıkı bir şekilde ilişkili olduğunu gözlemlemişlerdir. Derin kriyojenik işlem uygulanmış numunelerde ortaya çıkan basma gerilmesi artışı %92 olarak hesaplanmıştır (Şekil 2.10) (Bensely vd., 2008).



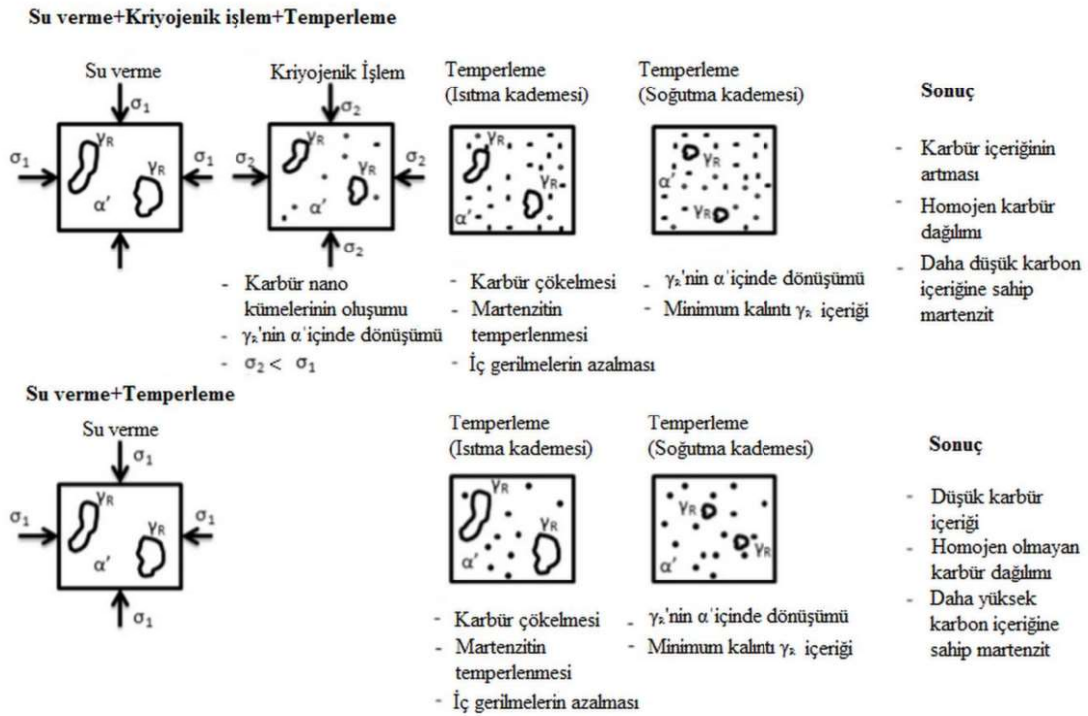
Şekil 2.10. Kriyojenik işlem ile artan basma gerilmeleri (Bensely vd., 2008)

İkinci unsur ise kriyojenik işlem ile malzeme matrisinde gerçekleşen homojenizasyondur. Karbür tanelerinin daha homojen ve ince taneli yapısı malzemenin izotropisini artırarak malzemenin mekanik özelliklerinin iyileşmesini mümkün kılar. Azalmış birim hücre parametresi, piklere ait FWHM değerleri ve bunun standart sapmalarının gözlemlerinden, kriyojenik olarak işlenmiş numunelerin tavlama sonrasında daha homojen hale geldiği raporlanmıştır. Çalışmada FWHM değerleri tetragonalite ile direkt olarak ilişkilendirilmiş. Hızlı bir şekilde soğutulmuş 24 saat kriyojenik işleme tabii tutulan H13 çeliğinin XRD paterni verilmiştir (Şekil 2.11). “b” kodlu numunenin en yüksek tetragonaliteye sahip olduğu ayrıca sunulmuştur (Xu vd., 2010).



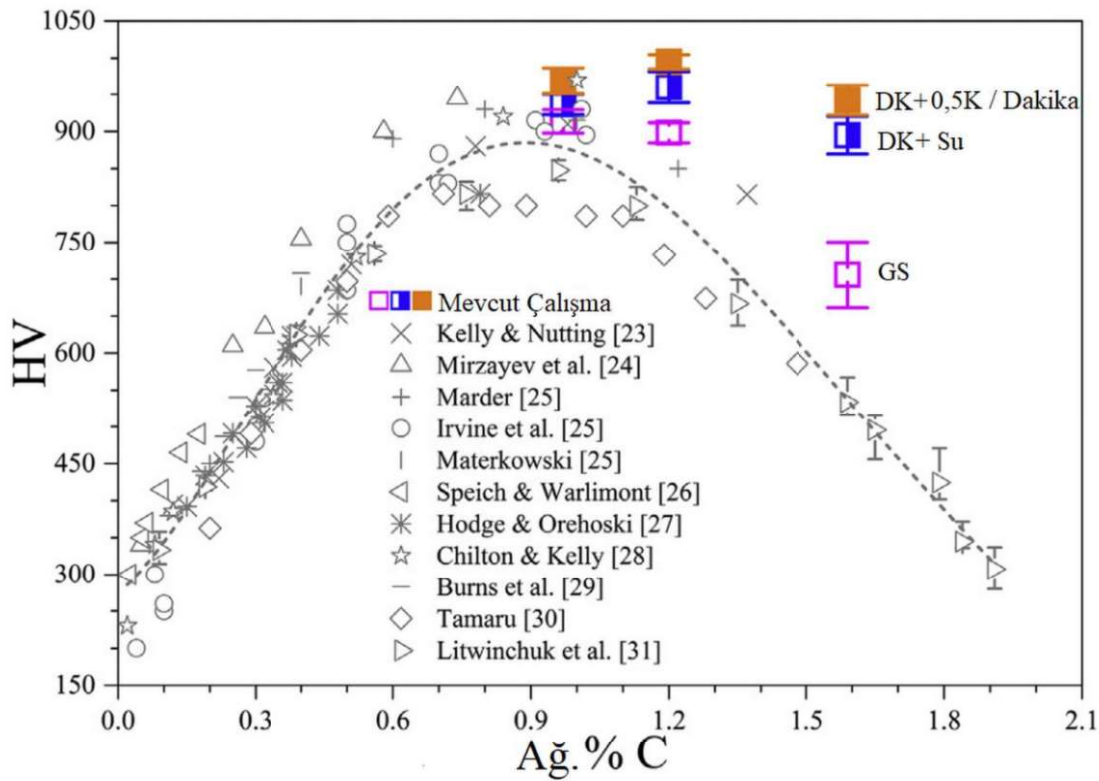
Şekil 2.11 Kriyojenik işlem uygulanmış H13 çeliğine ait XRD paterni (Xu vd., 2010)

Üçüncü ve son unsur ise kriyojenik işlem sırasında aşırı doymun hale geçen martenzitin karbonunun bir kısmının tane sınırlarına kümelenmesi ile azalmasıdır. Nano seviyede gerçekleşen bir taşınım nihai martenzit formunun eser miktarda da olsa daha az karbonlu olmasına yol açar. Bu da martenzitin sertliğini; dolaylı yoldan da gevrekliğini azaltacak bir etmen olarak sunulabilir. Bu bağlamda kriyojenik işlemin mekanik özellikler üzerine etkisini araştırırken üretim aşamasından başlayan çok yönlü bir değerlendirmeye ihtiyaç vardır. Kriyojenik işlemin mikroyapı üzerine etkisi şematik olarak Şekil 2.12’de sunulmuştur.



Şekil 2.12. Kriyojenik işlemin mikroyapı üzerine etkisi (Pérez ve Belzunce, 2015)

Kriyojenik işlemin çeliklerin mekanik özelliklerine en bilinen etkisi malzeme sertliğinin artışıdır. Çeliğin ulaşabileceği en yüksek sertliği belirleyen yegâne faktör ise sahip olduğu karbon oranıdır. M. Villa vd. (2017) tarafından gerçekleştirilen çalışmada, geleneksel ısıtma işlem sonucunda karbon oranına göre değişen sertlikler literatür incelemesine tabi tutulmuş ve sırasıyla ağırlıkça % 0,97, %1,20 ve %1,59 C içeren üç çeliğe geleneksel ısıtma işlem ve derin kriyojenik işlem uygulanmıştır. Ayrıca derin kriyojenik işlem uygulanan çeliklere farklı ısıtma hızları uygulanmış ve ısıtma hızının malzeme sertliğine etkisi araştırılmıştır. Çalışma sonucunda derin kriyojenik işlem uygulanan çelikler beklendiği üzere geleneksel ısıtma işlem uygulanan çeliklerden daha yüksek sertlik değerine ulaşmıştır. Sertlik miktarındaki artış karbon oranı arttıkça daha da belirginleşmiştir. Kriyojenik işlem sonrasında en yüksek karbonlu çelikte dahi malzeme sertliği korunmuş olup bu durum kriyojenik işlemin neden özellikle yüksek hız takım çeliklerinde yoğun olarak kullanıldığının bir özeti olarak sunulabilir. Diğer yandan ısıtması daha hızlı şekilde gerçekleştirilen numunenin sertliği kontrollü bir şekilde yavaş şekilde ısıtılan numuneye kıyasla düşük kalmıştır. Kriyojenik işlemin sertliğe olan etkisinin maruziyet süresine bağlı olarak değiştiği raporlanmıştır. Çeliklerin karbon oranına göre değişen Vickers sertliklerine ait grafik Şekil 2.13'te sunulmuştur.

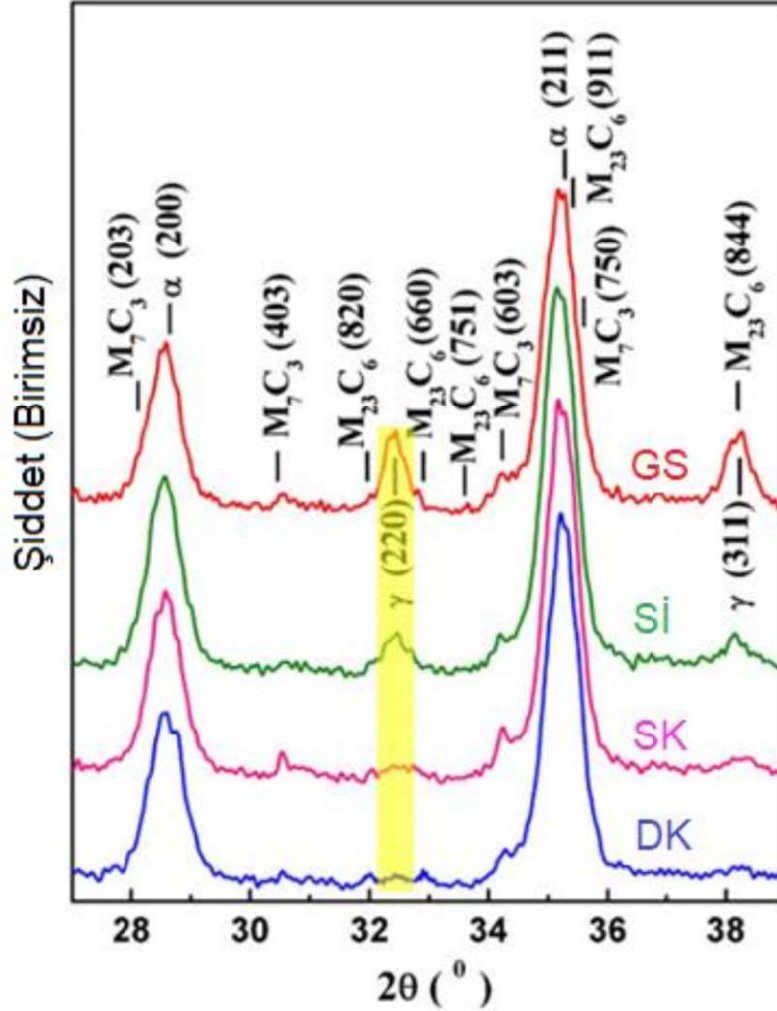


Şekil 2.13. Çeliklerin karbon oranına göre değişen Vickers sertlikleri (M. Villa vd., 2017)

Kriyojenik işlem ile çelik malzemelerin aşınma direncinin artırılması kriyojenik işlemin en yaygın kullanım alanı olarak tanımlanabilir. Debdullah Das başta olmak üzere birçok bilim insanı özellikle yüksek karbon içeren takım çeliklerinin aşınma direncine kriyojenik işlemin etkisi üzerine çalışmalar yürütmüşlerdir (Das vd., 2009; Das, 2011; Das, vd.,2010; Das ve Ray, 2012). Yüksek karbonlu çelik grubu için aşınma direncindeki artış çoğunlukla yapıdaki kalıntı östenitin azalması argümanı ile açıklanmaktadır (Şekil 2.14).

Orta karbonlu ve düşük alaşımlı çelikler genellikle yapısal elemanlar olarak kullanıldıklarından genellikle yüksek derecelerde (400 °C ve üstü) temperlenmektedirler. Bu da numunelerin sertliklerini ve aşınma dayanımlarını ciddi seviyede düşürmektedir. Buna karşılık Senthilkumar ve Rajendran (2012) tarafından 4140 çeliği üzerine yapılan çalışmada çeliğin aşınma davranışına östenitleme sıcaklığı, kriyojenik işlem süresi, temperleme sıcaklığı ve temperleme süresinin etkisi Taguchi metodu kullanılarak araştırılmıştır. Çalışma sonucunda derin kriyojenik işlem görmüş numunelerin aşınma dayanımı geleneksel ısıl işlem görmüş numunelere göre %236 oranında artmıştır. Aşınma dayanımında en yüksek katkıyı östenitleme (%17,34) ve temperleme (%11,6) sıcaklığının verdiği ortaya konulmuştur. 4140 gibi orta karbonlu düşük alaşımlı çeliklerde, krom gibi

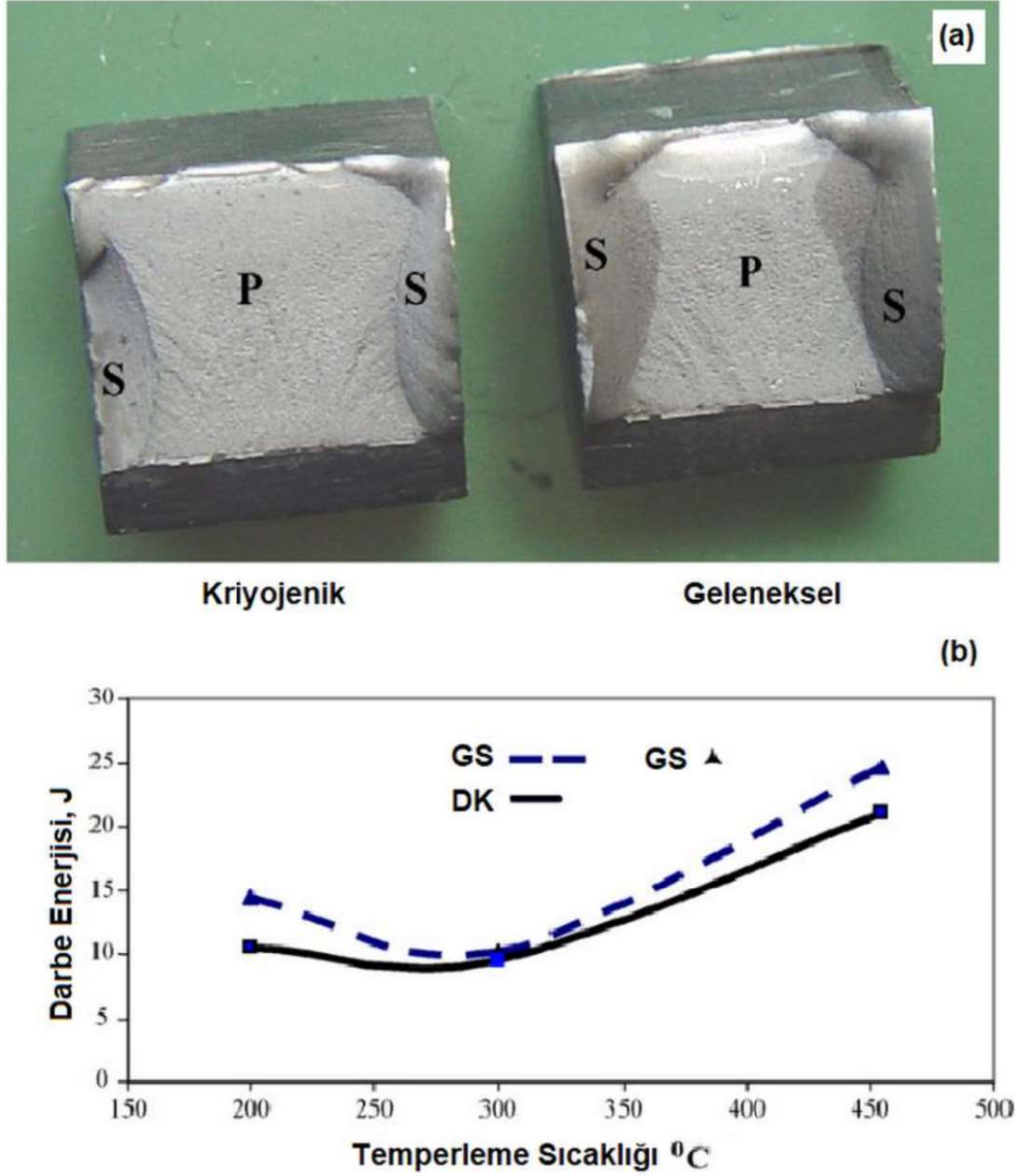
karbür oluşturuvcu elementlerin sınırlı oranda kalması sebebi ile kriyojenik işlem süresinin 24 saat sonrasında önemli bir etkisinin olmadığı ayrıca raporlanmıştır.



Şekil 2.14. D2 çeliğine uygulanan kriyojenik işlemin kalıntı östenit yapı üzerine etkisi

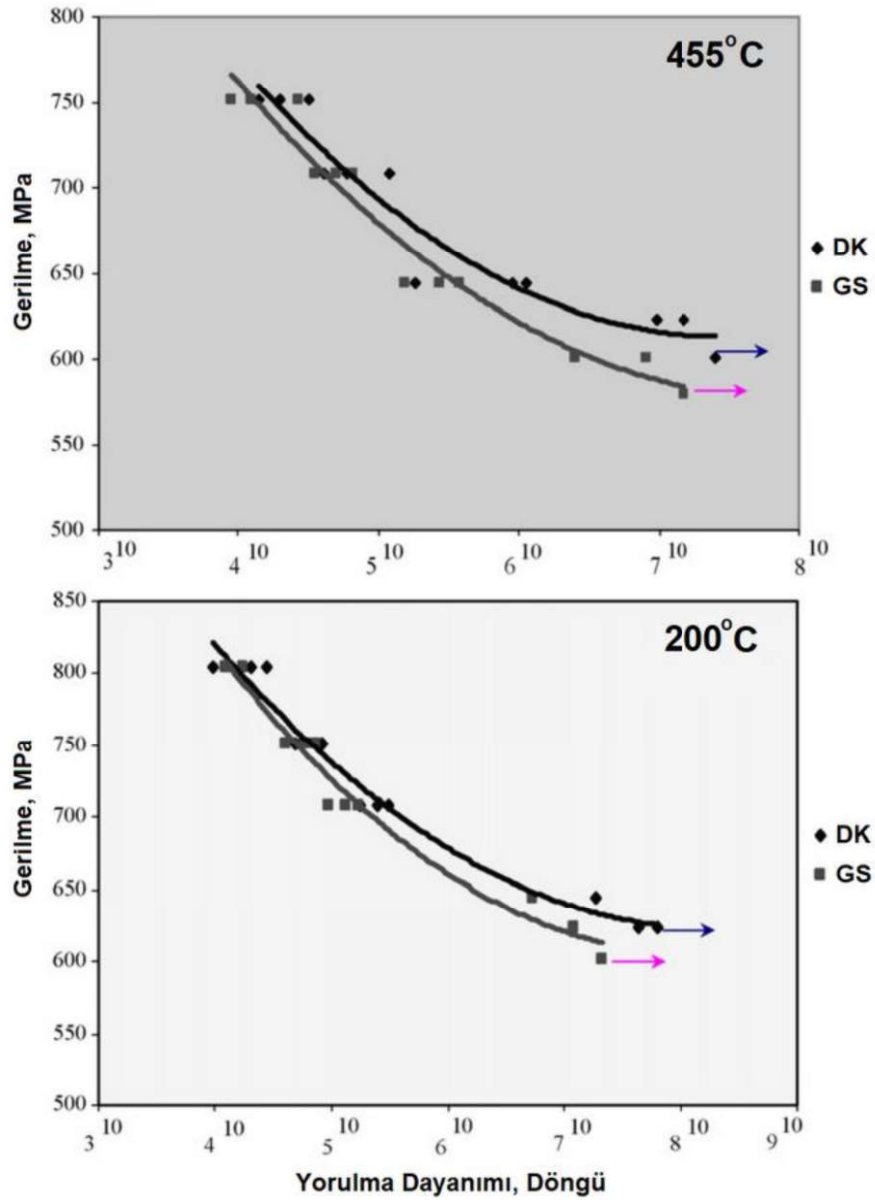
Çalışmanın giriş bölümünde bahsedildiği gibi kriyojenik işlemin orta karbonlu çeliklerin çekme dayanımı, çentik darbe tokluğu ve yorulma dayanımı gibi mekanik özelliklerine etkisinde literatürde bir mutabakata varılamamıştır. 4340 çeliği üzerine yapılan bir çalışmada numuneler 24 saatlik derin kriyojenik işleme tabi tutulmuşlardır. Daha sonrasında farklı temperleme sıcaklığına (200 - 300 – 455 °C) bağlı olarak sertlik, çentik darbe tokluğu ve yorulma dayanımları geleneksel olarak sertleştirilmiş numuneler ile karşılaştırılmıştır. Kriyojenik işlem sonrasında numune sertlikleri ortalama 1 HRC seviyesinde artarken, çentik darbe numunelerine ait kırık yüzey incelemesinde kriyojenik

işlem sonrasında gevrek alanların arttığı (Şekil 2.15a) bunun sonucunda darbe tokluğunun düştüğü (Şekil 2.15b) raporlanmıştır (Zhiraifar vd., 2007).



Şekil 2.15. 4340 çeliği çentik darbe deneyi (a) Kırık yüzey (b) değişen temperleme sıcaklığına bağlı grafik (Zhiraifar vd., 2007)

Buna karşılık aynı çalışmada kriyojenik işlem uygulanmış numuneler her iki temperleme sıcaklığı (200 °C ve 455 °C) için de daha yüksek bir yorulma dayanımı göstermişlerdir (Şekil 2.16). Araştırmacı bu dayanım artışını kriyojenik işlem sonrasında kazanılan mukavemet ile ilişkilendirmiştir (Zhiraifar vd., 2007).

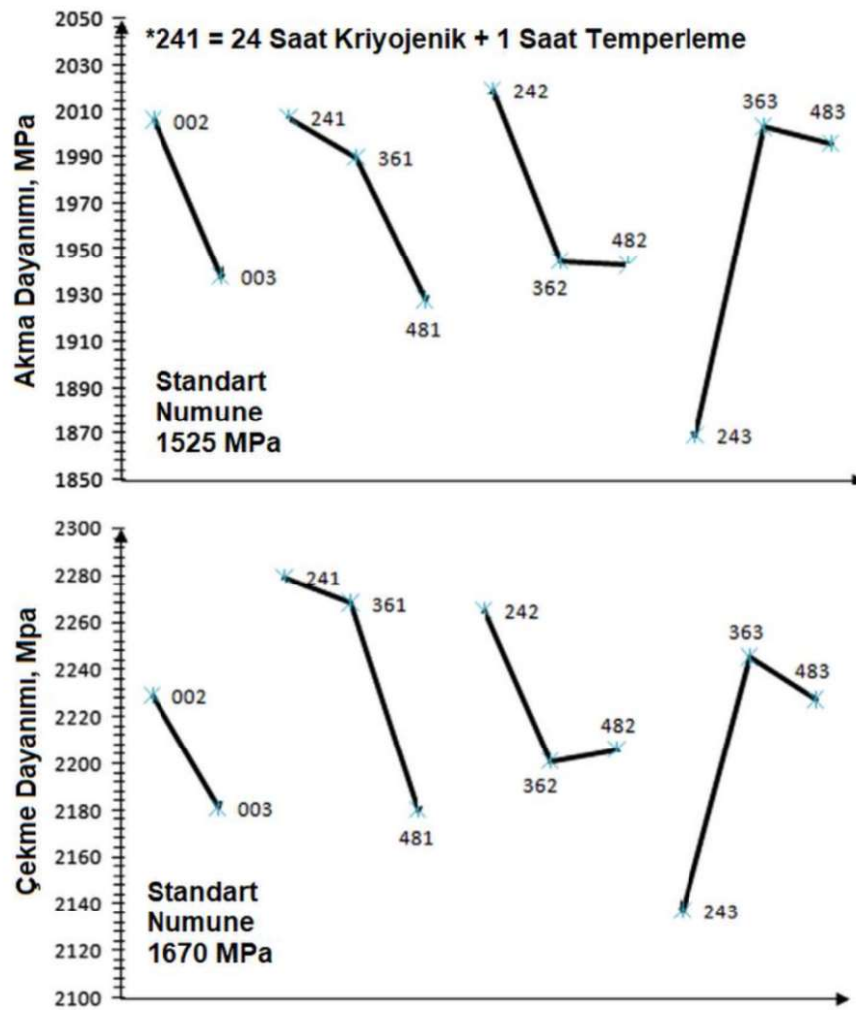


Şekil 2.16 Temperleme sıcaklıklarına göre yorulma dayanımının değişimi (Zhirafar vd., 2007)

Gonçalves vd. (2019) farklı tipte yay çelikleri (SAE 5160, SAE 6140, 51CrV4-ACF) üzerinde gerçekleştirdikleri çalışmada kriyojenik işlemin numune tokluğu ve yorulma mukavemetinde herhangi bir etkisi olmadığını raporlamışlardır. Bu seviyelerde alaşım elementi ve karbon içeren çeliklerin, kriyojenik işlem sırasında karbür oluşumunu anlamlı seviyelerde karbür yapı oluşturmayaacağını savunmuşlardır. Diğer yandan alaşım element miktarı arttıkça çeliğin tüm mekanik özelliklerinde (kırılma tokluğu ve yorulma) artış gözlemlendiğini; henüz çeliğin üretim aşamasında yapıda kalan metalik olmayan safsızlıkların dayanım değerlerini dramatik seviyelerde etkileyeceğini raporlamışlardır.

Pérez ve Belzunce (2015) yaptıkları çalışmada H13 çeliğine kriyojenik işlem uygulamışlardır. İşlem sonrasında numunelerin kırılma tokluk değerlerinde %22'lik bir artışa rağmen diğer mekanik özelliklerde bir kazanım raporlanmamıştır. Numunelerin kırılma tokluk değerleri (K_{Ic}) $54.8 \text{ MPa.m}^{1/2}$ değerinden $67.1 \text{ MPa.m}^{1/2}$ değerine artarken, sertlik değişimi gözlenmemiştir.

45WCrV7 çeliğinin Mikroyapı ve çekme dayanımına kriyojenik işlemin etkisinin araştırıldığı bir diğer çalışmada ise Vahdat vd. (2013), numunelere 24 ve 36 saat olmak üzere iki farklı sürede derin kriyojenik işlem uygulamıştır. İşlemi takiben ise numunelere değişen sürelerde (1,2,3 saat) temperleme işlemi uygulamışlardır. Uzun kriyojenik işlem ve temperleme sürelerinin çekme dayanımına pozitif etkisi gözlenmemiştir (Şekil 2.17).



Şekil 2.17. Değişen kriyojenik işlem ve temperleme sürelerine göre (a) akma (b)çekme dayanımındaki değişim (Vahdat vd., 2013)

3. MATERYAL VE YÖNTEM

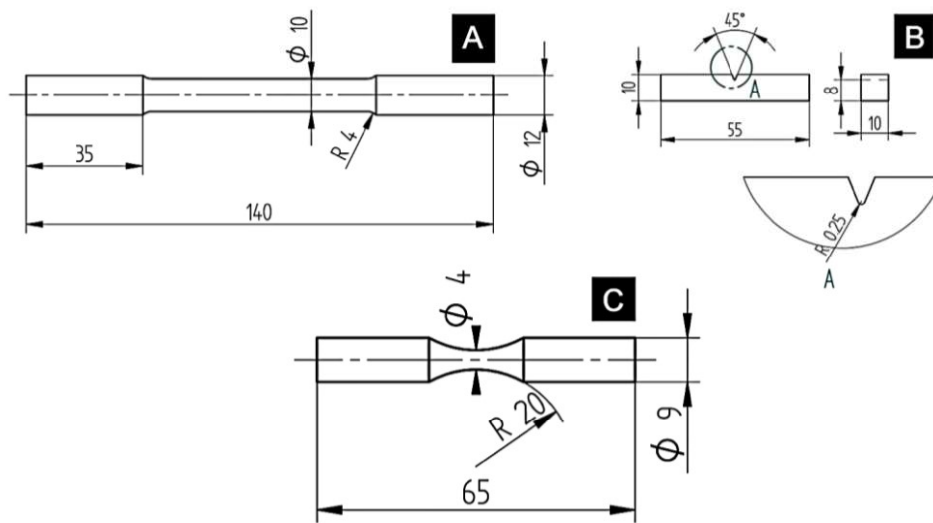
3.1. Materyal

Tez çalışmasında farklı alaşım elementleri ile alaşımlandırılmış olan 55Cr3, 51CrV4, 52CrMoV4 orta karbonlu yay çelikleri kullanılmıştır. Çelikler ÇEMTAŞ (Bursa) firması tarafından sürekli döküm yöntemi ile 55 mm çapta üretilmiştir. Üretilen döküm parçalar sonrasında sıcak haddeleme ile 19 mm çapa indirilmiş ve 20 cm boyunda kesilmiştir. Çeliklere ait optik emisyon spektrometre analizi sonuçları Çizelge 3.1’de sunulmuştur.

Çizelge 3.1. Çelikler ait optik emisyon spektrometre analizi sonuçları

Ağırlıkça %	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	P	S
55Cr3	0,57	0,30	0,85	0,91	-	-	0,010	0,005
51CrV4	0,52	0,28	0,84	0,93	-	0,13	0,008	0,004
52CrMoV4	0,54	0,26	0,87	1,12	0,19	0,11	0,009	0,003

Mikroyapısal incelemeler için çelikler kesme diskisi ile abrasif olarak 30 mm kalınlığında kesilmiştir. Çekme, çentik darbe ve yorulma testleri için numuneler talaşlı imalat kullanılarak ve merkez ile yüzey arasında bölge gözetilerek hazırlanmıştır. Numunelerin boyutlarını gösteren teknik çizim Şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3.1. Deney numune boyutlarını gösteren teknik resimler (a) Çekme (b) Çentik Darbe (c) Yorulma

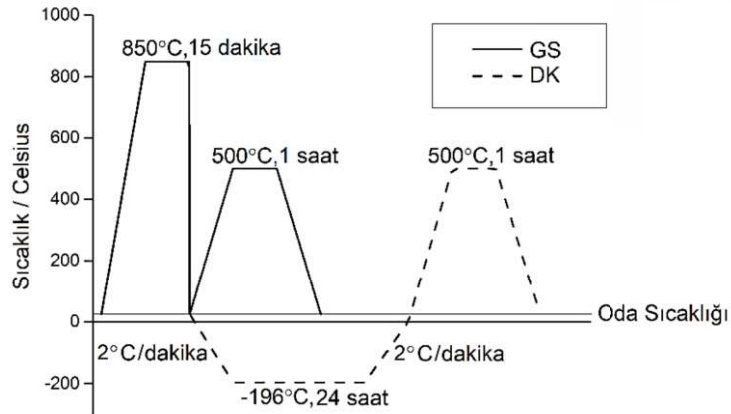
3.2. Yöntem

Kriyojenik işlemler, MMD Makine ve Malzeme Teknolojileri Ar-Ge Danışmanlık Mühendislik Hizmetleri San. Tic. Ltd. Şti. bünyesinde bulunan ısıtma yapabilen kriyojenik işlem cihazı (Şekil 3.2) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.2. Kriyojenik İşlem Cihazı (MMD Tekno)

İşlem, derin (-196°C) kriyojenik işlem olarak, 24 saat süresince 2°C/dakika soğutma ve ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.3). Kriyojenik işlem öncesinde veya sonrasında yapılan temperleme işlemi ve işlem öncesinde yapılan sertleştirme işlemi için ise ESOGÜ Metalürji Enstitüsü Laboratuvarı bünyesinde mevcut bulunan ısıtma fırını ile Korozyon Laboratuvarı bünyesinde bulunan Neytech QEX ısıtma fırını kullanılmıştır (Şekil 3.4).



Şekil 3.3. Çalışmada kullanılan ısıtma işlem akış şeması



Şekil 3.4. Çalışmada kullanılan ısıtım fırınları

Sertleştirme ısıtım işleminde östenitleme işlemi 850 °C’de 1 saat/inç çap orantısı ile gerçekleştirilmiş ve numunelere yağda su verilmiştir. Su verme sonrası temperleme 500°C sıcaklıkta 1 saat olarak gerçekleştirilmiştir. Sonrasında numuneler havada soğutulmuştur. Belirlenen değişkenler sonucu oluşan deney numune kodları Çizelge 3.2’de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Deney numune kodları

İşlem	Deney Kodu	55Cr3	51CrV4	52CrMoV4
Östenitleme (850 °C) Su Verme (Yağda)	Sertleştirilmiş (S)	55S	51S	52S
Östenitleme (850 °C) Su Verme (Yağda) Kriyojenik İşlem (-196 °C; 24 Saat)	Kriyojenik İşlem uygulanmış ancak temperlenmemiş (K)	55K	51K	52K
Östenitleme (850 °C) Su Verme (Yağda) Temperleme İşlemi (500 °C; 1 Saat)	Geleneksel olarak sertleştirilmiş (GS)	55GS	51GS	52GS
Östenitleme (850 °C) Su Verme (Yağda) Kriyojenik İşlem (-196 °C; 24 Saat) Temperleme İşlemi (500 °C; 1 Saat)	Derin Kriyojenik İşlem uygulanmış (DK)	55DK	51DK	52DK

Numunelere ait mikroyapının şekilsel ve boyutsal incelemeleri FEI Nova NanoSEM 650 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) (Şekil 3.5) ve ikincil elektron dedektörü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Numuneler SiC zımparalar ile 2400 grit seviyesine kadar zımparalanmış sonrasında 3 μm 'lik elmas pasta kullanılarak parlatılmıştır. Elektron Geri Saçılım Difraksiyonu (EBSD) deneyleri için parlatma işlemine 1 μm elmas pasta ve 0,25 μm koloidal silika ile devam edilmiştir. Numunelerin dağlanması Vilella ayracı kullanılmıştır.



Şekil 3.5. FEI Nova NanoSEM 650 Taramalı Elektron Mikroskobu (İLTEM, Kütahya)

Karbür yapıların tür, boy ve dağılımlarına dair inceleme için JEOL JEM2100F Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) (Şekil 3.6) kullanılmıştır. Numuneler yaklaşık 100 mikron seviyesine kademeli elmas parlatma ile mekanik olarak indirgenmiş; sonrasında Struers Tenupol-5 cihazı ile elektrolitik olarak hazırlanmıştır. Elektrolitik çözeltisi olarak hacimce %5 perklorik asit, %20 gliserin, %75 metil alkol kullanılmıştır. Çalışma voltajı 50 V olarak belirlenmiştir (Yamasaki, 2004).

Numunelerin derin kriyojenik işlem sonrasında ortaya çıkan elektriksel dirençlerindeki değişim, Agilent 4294A empedans analizörü kullanılarak ölçülmüştür. Numuneler hassas kesme cihazı ile 1mm kalınlığında kesilmiş ve sonrasında 300 μm kalınlığa SiC zımpara ile indirilmiştir. Numuneler nihai olarak 2400 grit SiC zımpara, 1 μm

elmas pasta ve 0,25 μm partiküle sahip koloidal silika ile parlatılmıştır. Ölçümler sıcaklık etkisi gözetilerek sabit oda sıcaklığında ($25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$) gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.6. JEOL JEM2100F Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) (ESTÜ – BİBAM)

XRD, kalıntı gerilme ve Rietveld analizi için numuneler ASTM E1558 – 99 standartına uygun şekilde, Gamry Reference 3000 potansiyostat ile, elektrolitik olarak parlatılmıştır. Numunelerin XRD analizleri Panalytical Empyrean cihaz kullanılarak, 20° - 120° 2θ açıları arasında, 0,25 derece/dakika hızla gerçekleştirilmiştir. Numunelere ait patern eşleştirmeleri ve Rietveld analizi için gerekli Kristallografik Bilgi Dosyaları (CIF) için PDF 4+ programı kullanılmıştır. Rietveld analizi için MAUD 2.92v programı kullanılmıştır. Mikroyapı ve malzeme yapısının eş zamanlı olarak ayrıştırılmasında Marquardt en küçük kareler metodu kullanılmıştır. Ayrıştırma işlemi, uyum iyiliği katsayısının (S) 1 hedef katsayısına yakınsaması durana dek sürdürülmüştür (Gasan ve Erturk, 2013).

Numunelerin kalıntı gerilme değerlerinin tespitinde ÇEMTAŞ bünyesinde bulunan XStress 3000 cihazı (Şekil 3.7) kullanılmıştır. Deneyler Cr-K α X-Işını kaynağı kullanılarak, $156,4^{\circ}$ difraksiyon açısı, 0,3 Poisson oranı, and 211 GPa Young modülü değerlerinde gerçekleştirilmiştir. Ortalama kırınım verileri, 20 saniyelik maruz kalma süresiyle -40° ve $+40^{\circ}$ arasındaki yedi farklı eğim açısında ölçülmüştür. Bu yedi eğim açısının ortalaması, numunenin kalıntı gerilmesi ve Yarı Yükseklikteki Tam Genişlik (FWHM) değerlerini belirlemek için kullanılmıştır.



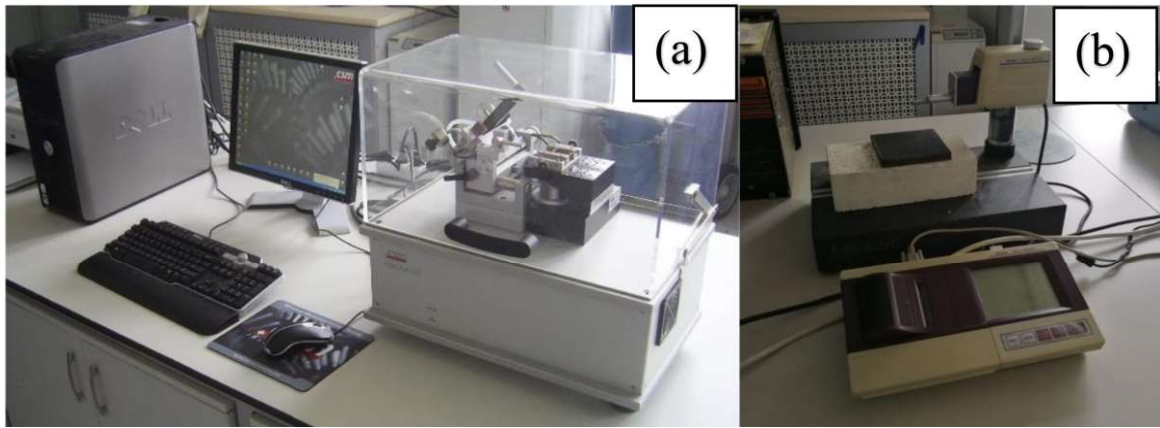
Şekil 3.7. XStress 3000 Kalıntı Gerilme Ölçüm Cihazı (ÇEMTAŞ, Bursa)

Kriyojenik işleme bağlı olarak değişen mekanik özelliklerin tespiti için çelik numunelerin çekme dayanımları 250 kN kapasiteli Shimadzu çekme cihazı ile ASTM E8/E8M-13 standardına uygun olarak ölçülmüştür. Çentik darbe tokluğu ölçümleri, Charpy yöntemini temel alan ASTM A370 standardı kullanılarak ölçülmüştür. Ölçümlerde MFL Systeme (Şekil 3.8a) cihaz kullanılmıştır. Sertlik ölçümleri mikro olarak FM-800 Futuretech Mikro sertlik cihazı (Şekil 3.8b) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sertlik değerleri 300 gr yükün 10 saniye uygulanması ile elde edilmiştir.



Şekil 3.8. Mekanik deneylerde kullanılan (a) MFL Systeme çentik darbe (b) Futuretech FM-800 mikro-sertlik cihazları

Numunelerin aşınma dayanımları CSM Instruments Tribometer (Şekil 3.9a) cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Deney 3 mm çapında tungsten karbür (WC) bilye kullanılarak 5 cm/sn çevresel hız, 5N yük altında ve disk üzeri bilye (ball-on disk) aşınma geometrisi kullanılarak ve numune üzerinde 100 metre yol alınarak gerçekleştirilmiştir. Aşınma çiftinin Hertz temas teorisine göre irdelenmiş ve maksimum temas gerilmesi 2,37 GPa olarak hesaplanmıştır. Aşınma deneyi sonrası numunelerin yüzeyinde oluşan hacim kaybı miktarları Mitutoyo SJ-400 profilometre cihazı (Şekil 3.9b) ile ölçülmüştür. Profillere ait aşınma oranları ise InstrumX Versiyon 4.0 B yazılım kullanılarak hesaplanmıştır.



Şekil 3.9 Aşınma deneylerinde kullanılan (a) CSM Instruments Tribometer (b) Mitutoyo SJ-400 profilometre

Yorulma dayanımlarının tespitinde ise Hi-Tech HKM19 dönel eğmeli yorulma cihazı (Şekil 3.10) kullanılmıştır. Cihazın motor devri 5800 devir/dakika'dır. Deneyler sırasında olası elektriksel sıkıntıları engellemek adına kesintisiz güç kaynağı kullanılmıştır.

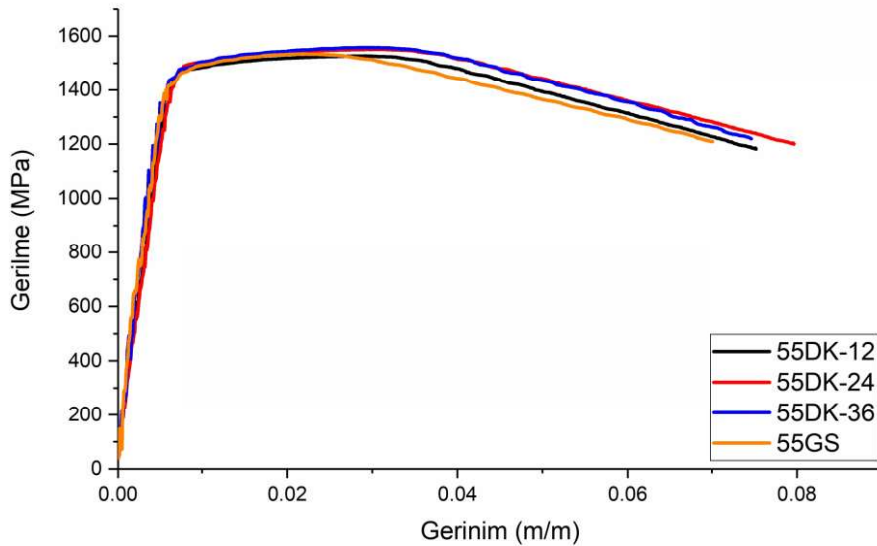


Şekil 3.10. Hi-Tech HKM 19 dönel eğmeli yorulma cihazı

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Çalışmadaki parametrelerin doğru belirlenmesi ve deney setinin verimli bir şekilde oluşturulması adına ilk olarak ön deneme çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Ön denemelerde kriyojenik işlemin mukavemet ve tokluğa etkisinin en net şekilde incelenebileceği çekme testlerine başvurulmuştur.

İlk olarak 55Cr3 numunelere üç farklı sürede (12 – 24 – 36 Saat) kriyojenik işlem uygulanmıştır. Kriyojenik işlem sonrasında numunelerin çekme dayanımları Şekil 4.1’de verilmiştir.



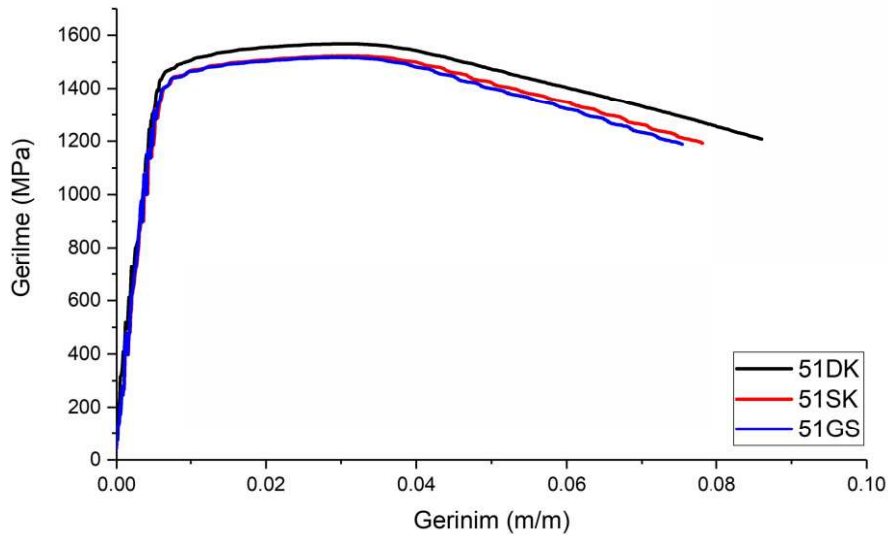
Şekil 4.1. Farklı sürelerde kriyojenik işlem uygulanmış 55Cr3 çeliklerine ait gerilme/gerinim diyagramı

Literatür incelemesinde değinildiği üzere kriyojenik işlemin orta karbonlu düşük alaşımlı çelik grubu için mukavemete (özellikle çekme dayanıma) etkisi tutma süresi ile artmak ile birlikte (Das, 2011), sürenin uzatılmasının gözle görünür bir kazanç sağlamadığı (Vahdat vd., 2013) deneysel olarak doğrulanmıştır. Numuneler 36 saat sonunda en yüksek çekme dayanımına sahip olmasına rağmen, gerinim değerlerinde kayda değer iyileşmeler görülmemiştir. 12 saatlik kriyojenik işlem ise malzemenin gerinimini arttırmış ancak mukavemetinde iyileşmeye neden olmamıştır. Bu çelik grubu için 24 saatlik daldırma süresi ideal gözükmektedir. Çekme testlerine dair sayısal veriler Çizelge 4.1’de verilmiştir.

Çizelge 4.1. 55Cr3 çeliğine farklı sürelerde uygulanan kriyojenik işlemin çekme dayanımı ve gerinim karşılaştırması

Numune	Çekme Dayanımı (MPa)	Gerinim (m/m) (%)
55GS	1534	7,02
55DK-12 (-196 °C, 12 Saat)	1527	7,52
55DK-24 (-196 °C, 24 Saat)	1551	7,96
55DK-36 (-196 °C, 36 Saat)	1558	7,46

Sonrasında 51CrV4 çeliğine 24 saat boyunca sığ (-145 °C) ve derin (-196 °C) kriyojenik işlem uygulanmış ve çekme deneyi sonuçları karşılaştırılmıştır. Sığ kriyojenik işlem uygulanmış numunede geleneksel ısıtılma göre kayda değer bir değişim gözlenmemiştir. Buna karşılık derin kriyojenik işlem sonrası gerilme ve gerinim değerlerinde artış gözlenmiş ve yaklaşık %18'lik bir statik tokluk artışı gözlenmiştir. Sonuçlara göre sığ kriyojenik işlemin bu çelik grubu bünyesinde kayda değer seviyede karbür üretmediği sonucuna ulaşılmıştır. Çekme deneylerine ait gerinim – gerilme diyagramları Şekil 4.2’de, deneylere ait sayısal veriler ise Çizelge 4.2’de sunulmuştur.

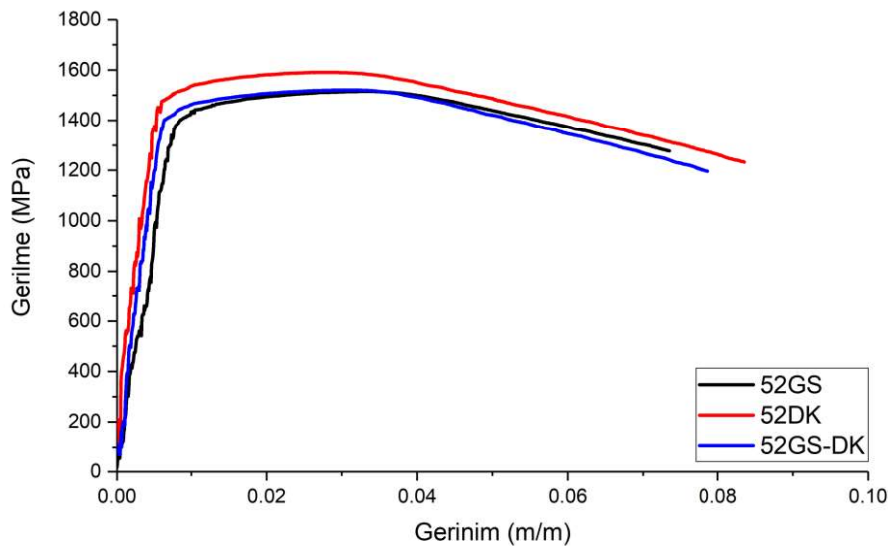


Şekil 4.2. Farklı sıcaklıklarda kriyojenik işlem uygulanmış 51CrV4 çeliklerine ait gerilme/gerinim diyagramı

Çizelge 4.2. 51CrV4 çeliğine farklı sıcaklıklarda uygulanan kriyojenik işlemin çekme dayanımı ve gerinim karşılaştırması

Numune	Çekme Dayanımı (MPa)	Gerinim (m/m) (%)
51GS	1517	7,53
51SK (-145 °C, 24 Saat)	1523	7,80
51DK (-196 °C, 24 Saat)	1568	8,60

Yay çelikleri özellikle otomotiv sektöründe yoğun olarak kullanılan bir çelik grubudur. Bu çeliklerin üretiminde yoğun bir otomasyona bağlı olarak, hat tasarımları mevcuttur. Tamamlayıcı bir işlem olarak kriyojenik işlemin, tipik olarak sertleştirme sonrası, temperleme işlemi öncesinde yapılması üretim hattının yeniden yapılandırılmasını gerektirmektedir. Bu bağlamda tez çıktılarının muhtemel sanayi ortaklıklarında değerlendirilmesi adına kriyojenik işlemin bu çelik grupları için hâlihazırda sertleştirilmiş yapılara uygulanabilirliği de araştırılmıştır. Bu sebeple 52CrMoV4 çeliklerine geleneksel ısıtılma işlemi takiben kriyojenik işlem ve sonrasında temperleme ısıtılma işlemi uygulanmıştır. Numunelere ait gerilim-gerinim grafikleri Şekil 4.3'te sunulmuştur.



Şekil 4.3. Farklı kombinasyonlarda kriyojenik işlem uygulanmış 52CrMoV4 çeliklerine ait gerilme/gerinim diyagramı

52GS-DK numuneler artan temperleme sayısının etkisi ile en düşük dayanım değerine sahiptir. İkinci temperleme sonrasında martenzitin tetragonalitesinin ve

dislokasyon yoğunluğunun göreceli olarak azalması ile gerinim değerinde bir artışa sebep olmuştur. Buna karşılık tipik kriyojenik işlem en yüksek gerilme-gerinim değerine sahip olmayı sürdürmüştür. Deneye ait sayısal veriler Çizelge 4.3'te sunulmuştur.

Çizelge 4.3. 52CrMoV4 çeliğine farklı kombinasyonlarda uygulanan kriyojenik işlemin çekme dayanımı ve gerinim karşılaştırması

Numune	Çekme Dayanımı (MPa)	Gerinim (m/m) (%)
52GS	1515	7,35
52DK	1591	8,35
51GS-DK	1521	7,87

Ön denemeler sonucunda tüm çelik grupları için tipik 24 saatlik derin (-196 °C) kriyojenik işlem prosesinin düşük alaşımlı orta karbonlu çelikler için en uygun parametre olduğuna kanaat getirilmiş ve çalışmanın tümünde bu parametre uygulanmıştır.

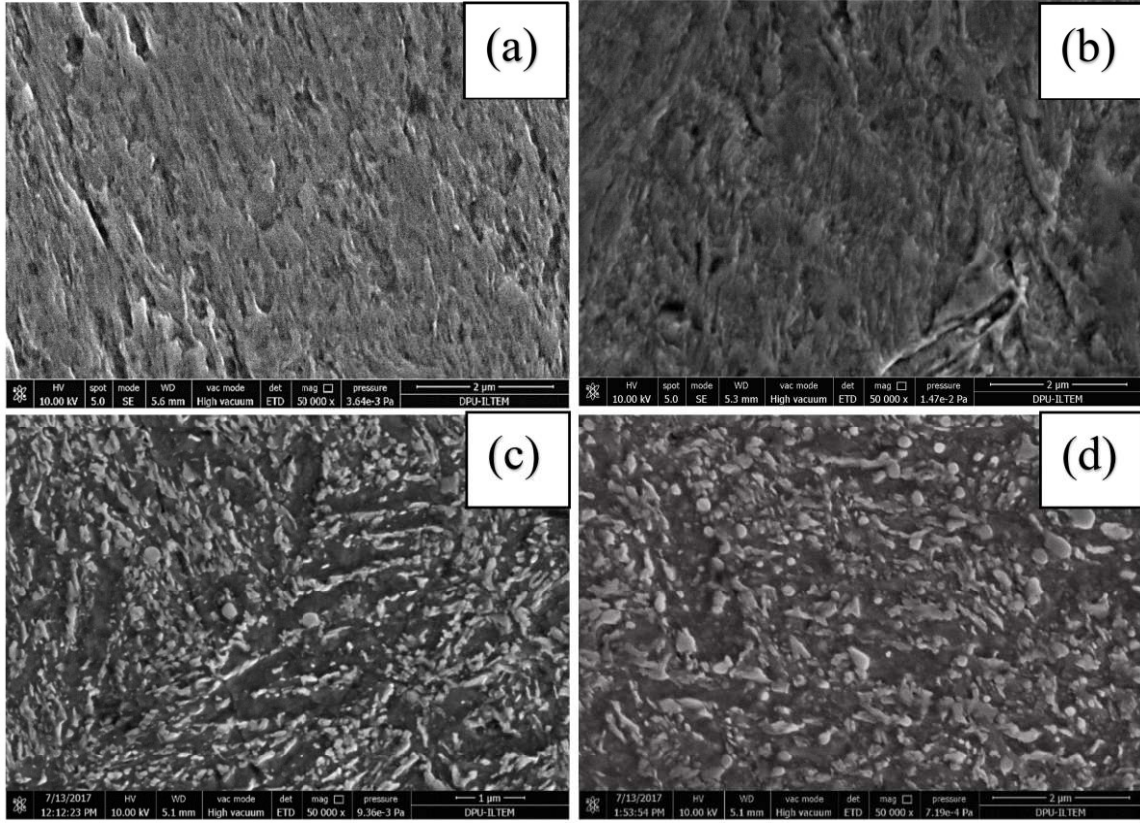
4.1. Mikroyapısal Özelliklerin İncelenmesi

Bu başlıkta geleneksel olarak sertleştirilmiş ve kriyojenik işlem uygulanmış orta karbonlu yay çeliklerinin mikroyapılarında meydana gelen değişim SEM, EBSD, TEM, XRD, Kalıntı Gerilme ve Rietveld analizleri ile incelenmiştir.

4.1.1. SEM İncelemeleri ve Sonuçları

Çalışmada kullanılan çeliklerin şekilsel mikroyapı incelemeleri için SEM yöntemine başvurulmuştur. 55Cr3, 51CrV4 ve 52CrMoV4 çelikleri için elde edilen görüntüler sırasıyla Şekil 4.4a-d, Şekil 4.5a-d ve Şekil 4.6a-d olarak sunulmuştur. (a) ve (b) kodlu numuneler martenzit, (c) ve (d) kodlu numuneler ise temperlenmiş martenzit yapıdadır.

Kriyojenik işlem sıcaklıklarında inildiğinde yapıdaki atomların hareketi neredeyse sıfırlanır. Demir (Fe) dahil olmak üzere yapı tüm karbür yapıcı (Cr, V vb.) alaşım elementleri mobilitelerini yitirmiş durumdadır. Martenzitin kriyojenik işlemin yarattığı gerilme ile aşırı doymun hale geçmesi ile inter-dendritik kalıntı östenit formuna, dislokasyon yoğun kafes kusurlarında ve tane sınırlarında oluşturduğu nano kümeler, işlemi takip eden temperleme aşaması için potansiyel karbür noktaları oluşturur (Das vd., 2010).



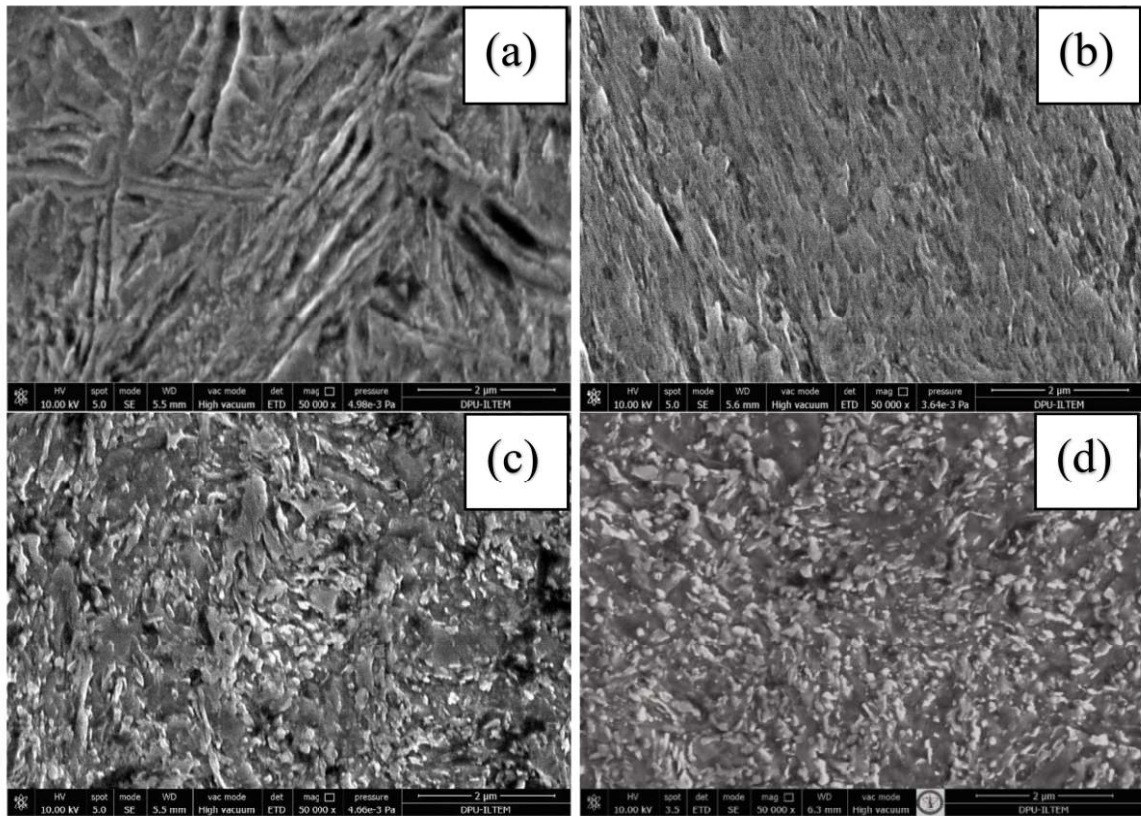
Şekil 4.4. 55Cr3 çeliğine ait SEM görüntüleri (a)S (b)K (c)GS (d)DK

Temperleme sırasında ilk olarak, 0 ° C ile 200 ° C arasında ϵ -karbürleri ($\text{Fe}_{2,4}\text{C}$) çökmeye başlar. 100 ° C ile 200 ° C arasındaki tavlama sıcaklıklarında, kriyojenik işlem sırasında başlayan kusurlara karbon kümelenmesi meydana gelmeye devam eder. Bu durum özellikle düşük karbonlu çeliklerde ϵ -karbür çökmesini önleyen bir mekanizmadır. 200 ° C ile 300 ° C arasındaki sıcaklıklarda ise kalıntı östenitin ayrışması başlar. ϵ -karbürlerinin bozunarak lamel şeklindeki sementitin (Fe_3C) çökmesi 250 ° C'de başlar, 400 ° C'de sementitler küreleşme eğilimindedir. Deforme olmuş martenzitik yapının tetragonallığını yitirmesi, 400 ° C'nin üzerindeki sıcaklıklarda daha belirgin şekilde gerçekleşir. Bu dereceden sonra temperlemenin son aşamasında ise alaşım karbürlerinin çökmesi, yeniden kristalleşme ve tane büyümesi gerçekleşir (Malheiros vd., 2017).

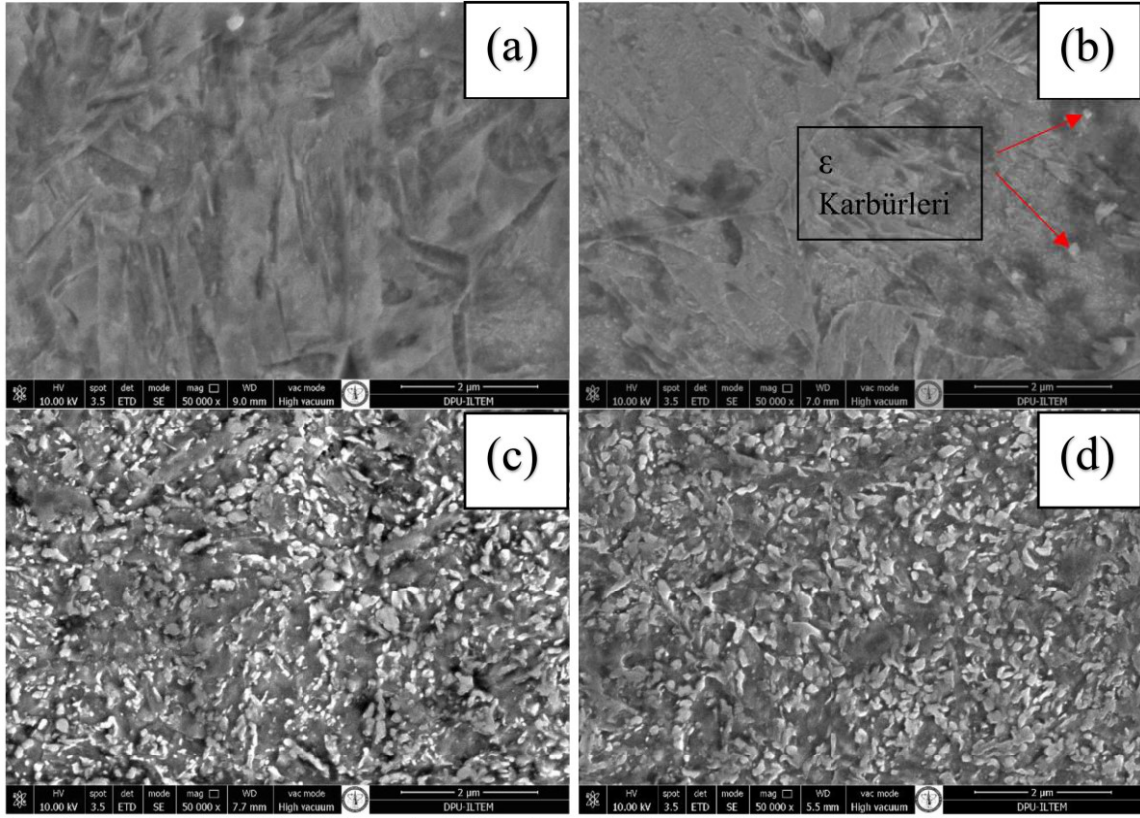
Bu bağlamda tüm çelik grupları için temperleme işlemine tabi tutulmamış numuneler olan S (a) ve K (b) kodlu numunelerin tamamının mikroyapısında beklediği üzere alaşım karbür yapılarına rastlanmamıştır. Buna karşılık, kriyojenik işlem uygulanmış K (b) numunelerinin yapısında sınırlı sayıda olsa da ϵ -karbür yapılar gözlenmiştir. Bu yapıların miktarı en alaşımlı çelik grubu olan 52CrMoV4 çeliğinde çok daha belirgin olarak

gözlenebilmektedir (Şekil 4.6b). Temperleme işlemine tabii tutulmuş olan GS (c) ve DK (d) numunelerin ise tamamında sementit ve alaşım karbür yapıların mevcudiyeti görülmektedir. Derin kriyojenik işlemin tüm çelik gruplarında karbür oluşumunu arttırdığı gözlenmektedir. Bu artışın yanı sıra karbürlerin çok daha homojen bir şekilde matrise dağıldığı ve morfolojilerin yuvarlaklaştığı görülebilir.

Alaşım elementi miktarının artışı ile yine belirginleşen şekilde çökelen karbür çaplarının azaldığı gözlenmiştir. Bu durum kriyojenik sıcaklıklarda kafes kusurlarına ve tane sınırlarına kümelenen karbon atomlarının, temperleme sırasında oluşturduğu karbür yapıların dislokasyon yoğunluğunun artışına sebebiyet vermesi sonucu oluşan kilitlenme ile karbür yapıların büyümesinin engellenmesi olarak yorumlanmıştır. Matrise yayılmış şekilde gerçekleşen bu çökeltme karbür yapının homojenizasyonunu da açıklar niteliktedir (Ghasemi-Nanesa ve Jahazi, 2014).



Şekil 4.5. 51CrV4 çeliğine ait SEM görüntüleri (a)S (b)K (c)GS (d)DK

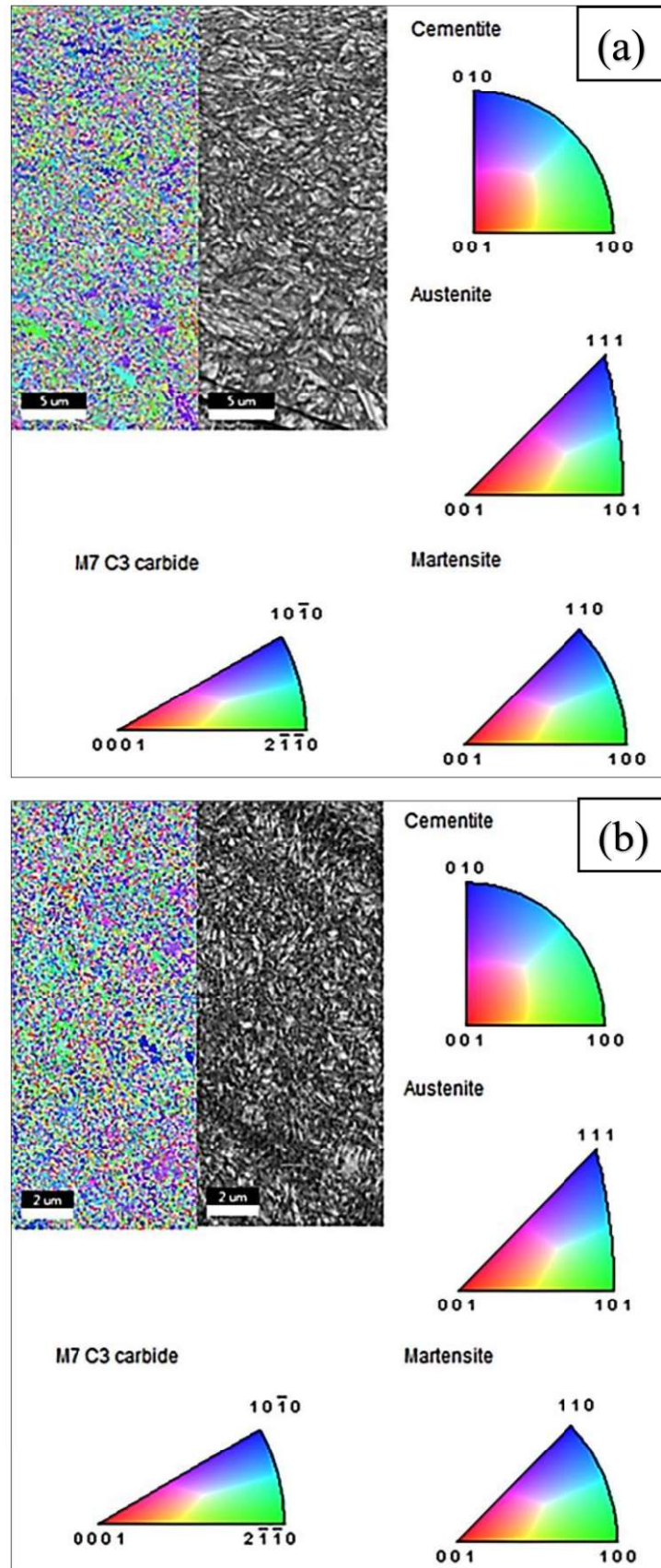


Şekil 4.6. 52CrMoV4 çeliğine ait SEM görüntüleri (a)S (b)K (c)GS (d)DK

4.1.2. EBSD Analizi ve Sonuçları

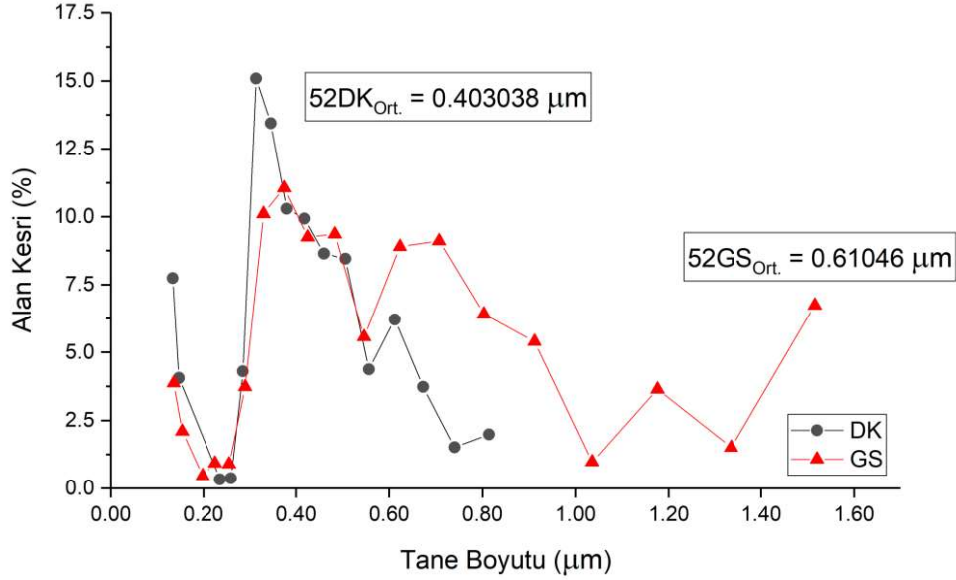
Son yıllarda çelik numunelerde karbür yapıların karakterizasyonu için alternatif bir yöntem olarak sunulan EBSD yöntemi ile tanelerin morfolojisinin ve yönlenmesinin incelenmesi mümkündür (Hetzner ve Van Geertruyden, 2008; Kaufmann vd., 2020). Çalışmada SEM incelemesi sonucunda ortaya atılan dislokasyon yoğunluğunun artışı ile tane büyümesinin engellenmesi olgusunun araştırılması adına EBSD analizine başvurulmuştur.

EBSD yöntemi sadece SEM incelemesinde morfolojik olarak en çok değişim gösteren 52GS ve 52DK numunelere uygulanmıştır. Numunelere ait ters kutup figür haritaları Şekil 4.7a-b’de verilmiştir. Bu haritalarda seçilmiş alan yine seçilen fazlara göre taranmış ve 0,1 güven endeksi kullanarak tanımlanmıştır.



Şekil 4.7. 52GS ve 52DK numunelere ait ters kutup figür haritaları

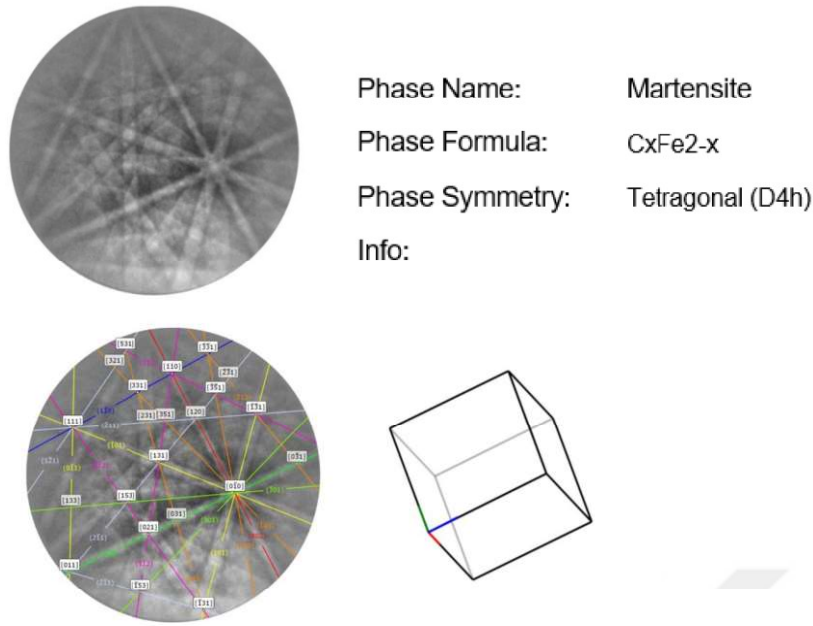
EBSD analizi sonucunda karbürlerin yapısal analizi mümkün olmamıştır ancak haritalama dataları yakından incelenerek matrisin tane boyutuna göre bir dağılımı grafikleştirilmiştir (Şekil 4.8).



Şekil 4.8. 52GS ve 52DK numuneye ait EBSD tane boyutu dağılımı

Ampirik olarak gerçekleştirilen SEM yorumları ile uyumlu olarak 52DK numunenin ortalama tane boyutunun 52GS numuneden yaklaşık %34 daha küçük olduğu sayısal veriler ile doğrulanmıştır. 52DK numunelerinin %80'inden fazlası 52GS numunenin ortalama tane boyutundan küçüktür ve daha homojen bir dağılıma sahiptir. Tane boyutundaki bu azalma dislokasyon noktalarında ve tane sınırlarında çökelen karbür yapıların yarattığı kilitlenme mekanizması ile açıklanmıştır. Benzer sonuçları raporlamış çalışmalar literatürde mevcuttur (Prieto vd., 2014).

Ek olarak matris yapı taramaları sırasında baskın matris yapı olan martenzitin, ve çökmesi olası karbürlerin Kikuchi paternleri elde edilmiştir. Bu paternlerden elde edilen kafes sistemi ve faz simetrisi dataları TEM ve Rietveld analizinde kullanılmıştır. Martenzit matris yapıya ait Kikuchi paterni Şekil 4.9'da sunulmuştur.



Şekil 4.9. 52DK numune martenzit matris yapısına ait Kikuchi paterni

4.1.3. Elektriksel Direnç Ölçümü ve Sonuçları

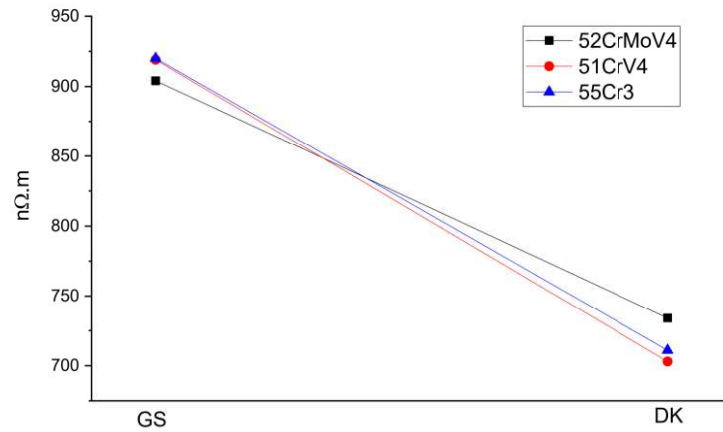
Kriyojenik işlem sonrası artan karbür çökeltilerin tespitinde kullanılabilecek bir diğer yöntem de elektriksel direnç ölçümüdür. Tüm numunelere uygulanan elektriksel direnç ölçümü sonrasında elde edilen sonuçlar Çizelge 4.4'te sunulmuştur.

Çizelge 4.4. Numunelere ait elektriksel özdirenç ve elektriksel iletkenlik

Numune	Elektriksel Özdirenç ($\Omega.m$)	Elektriksel Özetkenlik (σ)
52GS	$9,04 \times 10^{-7}$	$1,11 \times 10^{-6}$
52DK	$7,34 \times 10^{-7}$	$1,36 \times 10^{-7}$
51GS	$9,19 \times 10^{-7}$	$1,09 \times 10^{-7}$
51DK	$7,03 \times 10^{-7}$	$1,42 \times 10^{-7}$
55GS	$9,20 \times 10^{-7}$	$1,09 \times 10^{-7}$
55DK	$7,11 \times 10^{-7}$	$1,42 \times 10^{-7}$

Kriyojenik işlem sırasında düşen sıcaklık elektriksel direnci de beraberinde düşürmektedir. Elektriksel direncin düşüşü kafes hatalarını azalttığından alaşım elementlerinin matris dışarısına çıkışının engellenmesini sağlar. Kriyojenik işlem süresince alaşım elementlerinin hareketliliği durma noktasına gelir ve içsel basma gerilmeleri artar. Bu mekanizma ısınma sırasında başlayacak olan çökelme mekanizmasına serbest enerji sağlar. Karbür yapıların artışı ile birlikte alaşım elementlerinin ve matris içerisinde serbest

karbon atomlarının yarattığı direnç azalacağından; elektriksel iletkenlikte artış gözlenmektedir. Bunun yanında kalıntı gerilmelerin azalması ve matrisin daha düzenli bir yapıya geçmesi ile de elektriksel direncin azaldığı literatürde raporlanmıştır (Jung vd., 2011). Kriyojenik işlem sonrasında değişen elektriksel direnç grafiği Şekil 4.10'da sunulmuştur.



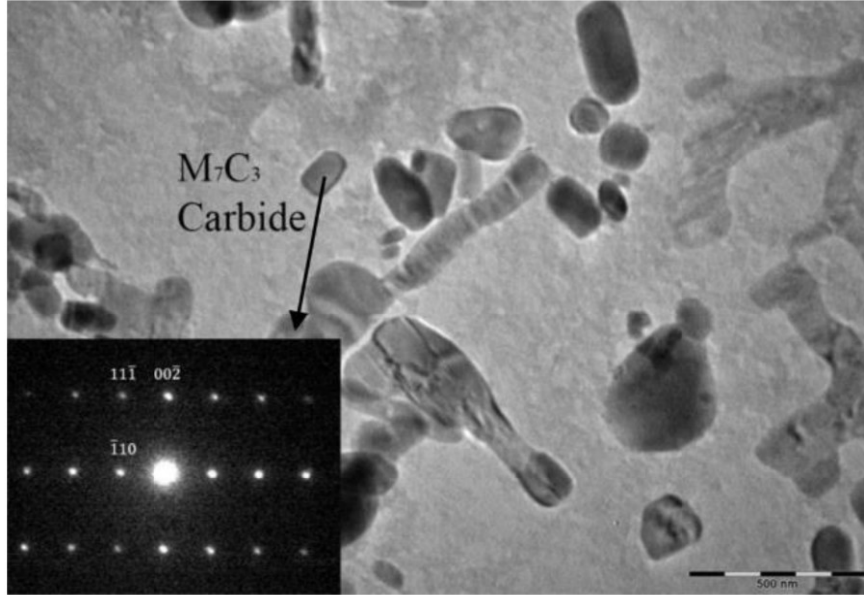
Şekil 4.10. Kriyojenik işlem sonrasında değişen elektriksel direnç

4.1.4. TEM İncelemeleri ve Sonuçları

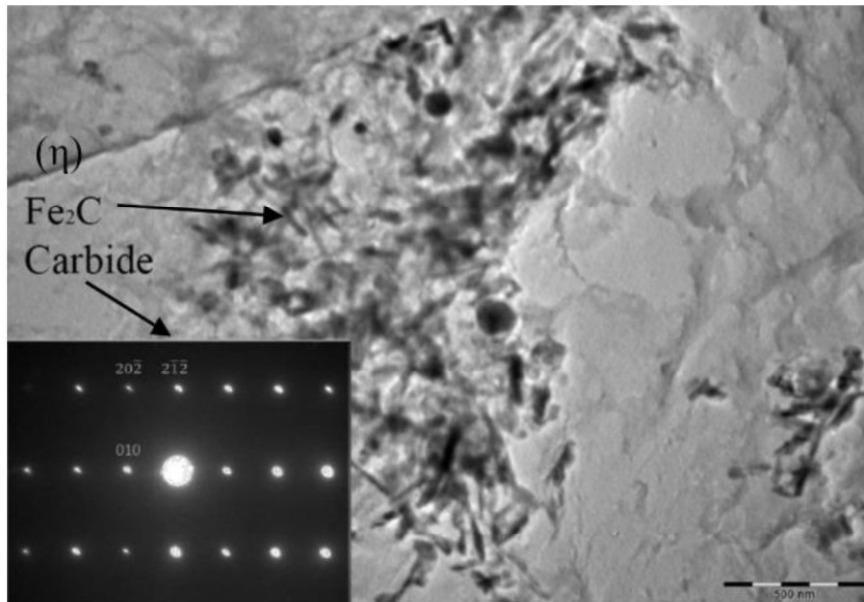
Karbür dağılımının ve karbür türlerinin ayrıntılı olarak incelenmesi için en alışımlı çelik grubu olan 52CrMoV4 numunelere TEM analizleri uygulanmıştır. 52GS numunesi, heterojen boyut ve dağılımlı büyük, küresel sementit (Fe_3C) ve M_7C_3 (Cr_7C_3) tipi karbürlere sahiptir. Bu çalışmada tavlama sıcaklığı ve süresi sabit olduğundan, kriyojenik işlem görmüş numunelerin birincil karbür türlerinde herhangi değişiklik beklenmemektedir. Ancak derin kriyojenik işlemde kaynaklanan bir ikincil karbür oluşumu beklenmektedir. Karbon atomlarının, kriyojenik süreç sırasında dendritler arası tutulan östenit yüzeyleri, tane sınırları ve dislokasyon bölgeleri üzerinde nano düzeyde atomik kümeler oluşturduğundan önceki bölümlerde bahsedilmişti (Dhokey vd., 2014). Bu atomik kümeler, kriyojenik işlemin ardından tavlama işlemi sırasında ikincil karbürlere için potansiyel çökelme bölgeleridir. Karbürlerin türü ve şekli doğrudan temperleme koşulları tarafından belirlenir.

TEM incelemesi ile elde edilen seçili alan elektron kırınım paternleri, standart kalibre edilmiş bir kamera uzunluğu kullanılarak dijital görüntülerden analiz edilmiştir. Desenler, incelenen materyalde çökelebilecek tipik karbürlerin kristalografik bilgilerine göre

indekslenmiştir. Kristalografik bilgi dosyaları İnorganik Kristal Yapı Veritabanı (ICDD) kullanılarak elde edilmiştir. Karbür eşleştirmeleri, EBSD ve seçili alan elektron kırınım analizinden elde edilen bilgiler birleştirilerek gerçekleştirilmiştir. 52GS ile 52DK numuneye ait TEM görüntüleri sırasıyla Şekil 4.11 ve Şekil 4.12’de sunulmuştur.



Şekil 4.11. 52GS numuneye ait TEM and Seçili Alan Elektron Kırınım Paterni (Hekzagonal M_7C_3 (P_{6cn}) ($a= 6.85 \text{ \AA}$, $b= 11.73 \text{ \AA}$, $c= 4.52 \text{ \AA}$) $[101]$ zon eksenine hizalı)

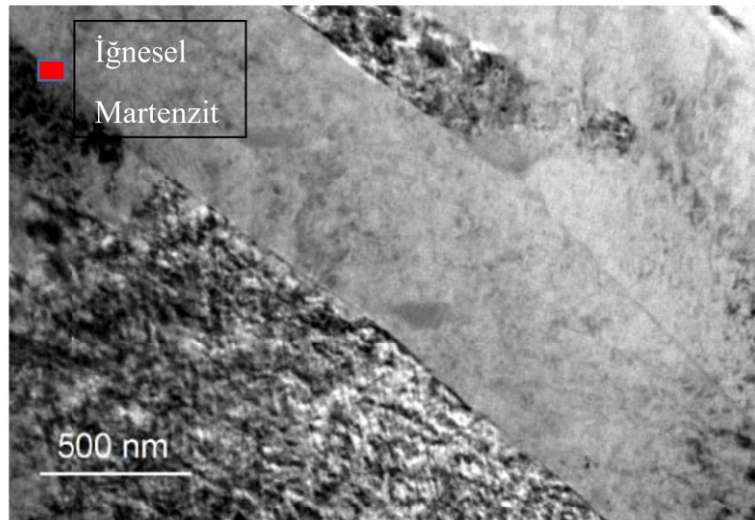


Şekil 4.12. 52DK numuneye ait TEM and Seçili Alan Elektron Kırınım Paterni (Ortorombik $Fe_2C(P_{63/mmc})$ ($a= 2.99 \text{ \AA}$, $b= 2.99 \text{ \AA}$, $c= 4.624 \text{ \AA}$) $[101]$ zon eksenine hizalı)

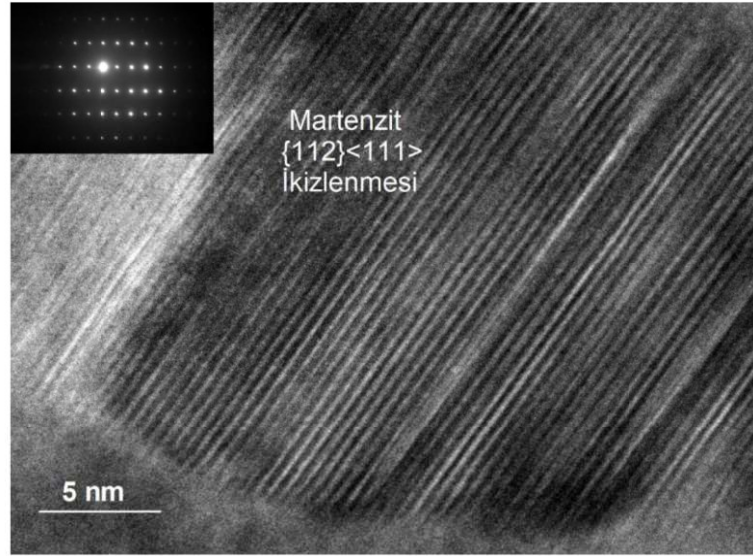
Bu çalışmada seçilen temperleme parametrelerine göre kriyojenik işlem sonrasında çubuk şekilli, ultra ince (nano) ikincil η -karbürlerin (M_2C) oluşumunu beklenmektedir. 52DK numunede (Şekil 4.12) şekilsel olarak seçilebilen η karbürleri, seçili alan elektron kırınım paternleri kullanılarak da tanımlanmıştır.

Numunenin matris yapısı aydınlık alan (BF) ve yüksek çözünürlüklü (HR) modlar ile TEM mikroskobu ile incelenmiştir. 52DK numuneye ait aydınlık alan (Şekil 4.13) ve HR-TEM görüntüleri (Şekil 4.14) sunulmuştur. Şekil 4.13’de martenzitin yoğun dislokasyon içeren matris yapısı içerisinde büyümüş bir iğnesel martenzit yapı gözükmemektedir. Ağırlıkça %0,6’dan daha düşük karbon içeren çelikler için baskın yapı olarak tanımlanmaktadır.

Martenzit tipinin karbon oranına göre belirlenmesi çoğunlukla işleyen bir genel kabul olmak ile beraber, son yıllarda martenzitik dönüşüm kinetiğinin yapılan araştırmalar neticesinde kısmi doğru olarak kabul edildiği görülmektedir. Bu çalışmalarda malzemenin karbon oranından bağımsız olarak martenzit formunun plaka ve iğnesel formlar gösterebileceği raporlanmıştır (Zhang vd., 2016). Özellikle kriyojenik işlem tarafından tetiklenen kalıntı östenit formunun martenzite dönüşmesi sırasında kalıntı östenit formunun üzerinde bir basma gerilmesi oluşur. Bu gerilmeler sonucu oluşan ikincil martenzit fazı malzeme mikroyapısında bir plastik deformasyon etkisine yol açmaktadır. Bu etki martenzitte olması beklenen dislokasyon yoğunlaşmasının yanında $\{112\}<111>$ ikizlenme mekanizmasını oluşturabilir.



Şekil 4.13. 52DK numuneye ait aydınlık alan TEM görüntüleri



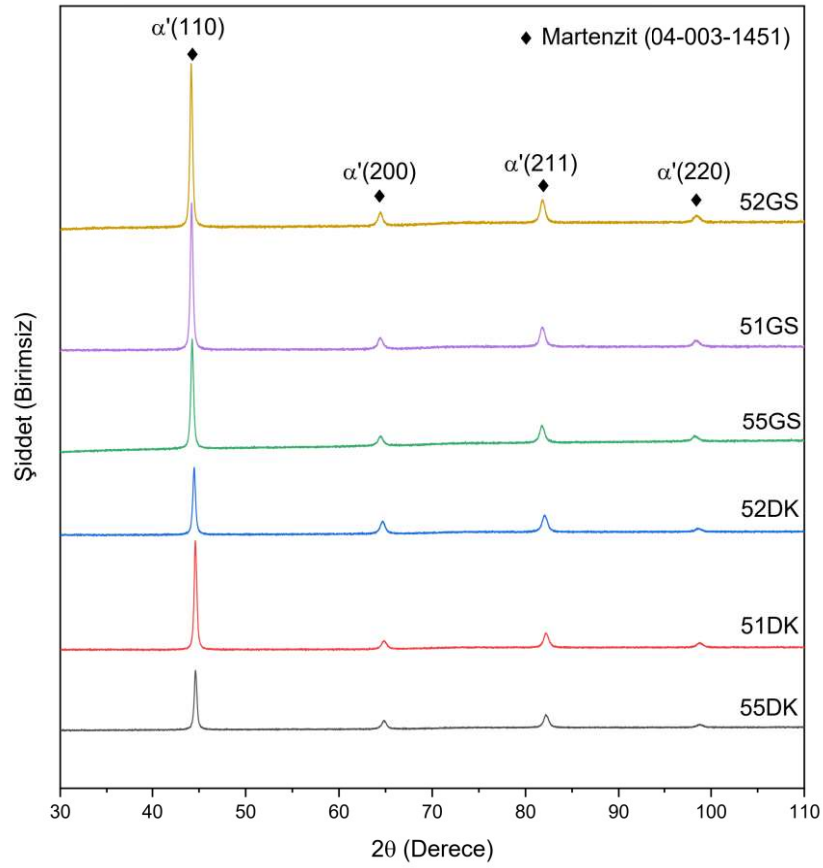
Şekil 4.14. 52DK numuneye ait HRTEM görüntüleri

HRTEM görüntüsünde (Şekil 4.14) görülen bu ikizlenme mekanizması, matris içerisindeki yoğun dislokasyon notları ile birleşerek numunedeki kayma düzlemlerinin kilitlenmesine ve oluşan basma gerilmelerinin yapı içerisinde tutulmasına neden olur. Kriyojenik işlemin yarattığı bu plastik deformasyon etkisi kalıntı gerilme sonuçları ile ilişkilendirilmiş ve XRD analizleri bölümünde detaylı olarak incelenmiştir.

4.1.5. XRD İncelemeleri ve Sonuçları

Çalışmada kullanılan geleneksel olarak sertleştirilmiş ve kriyojenik işlem uygulanmış yay çeliklerinin faz değerlendirmeleri XRD tekniği kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Tüm numunelere ait XRD grafikleri Şekil 4.15'te sunulmuştur.

XRD incelemesinde tüm yapıların SEM incelemelerine uygun olarak temperlenmiş martenzit yapıda olduğu karakterize edilmiştir. Çelikler, sahip oldukları ağırlıkça karbon oranlarının ve alaşım elementlerinin etkisi ile sertleşebilme yetenekleri oldukça yüksek olan malzemelerdir. Bu nedenle numunelerin sahip olduğu düşük miktardaki kalıntı östenit XRD analizinde tespit edilememiştir. Bu durum östenit faz miktarınının, minimum XRD faz tespit yüzdesi olan %3'ün altında olduğuna işaret etmektedir (Prieto vd., 2014). Tespit edilen piklerin 2θ açıları Çizelge 4.5'te sunulmuştur.



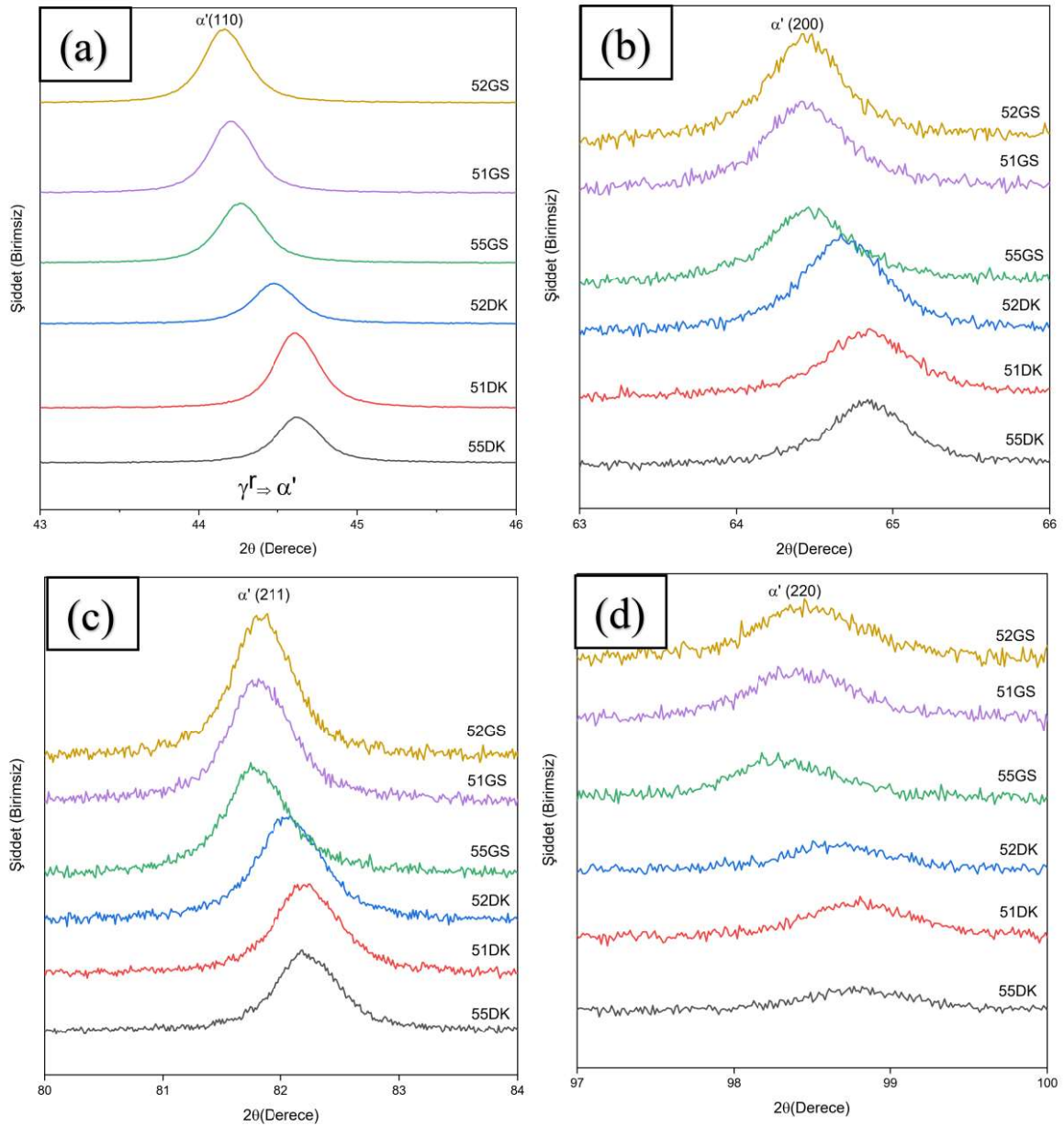
Şekil 4.15. Numunelere ait XRD paternleri

Kriyojenik işlem sonrasında numunelerde geleneksel işlem uygulanmış numunelere göre yaklaşık 0,4 derecelik bir kayma mevcuttur. Bu kayma kafes parametrelerinde bir değişim ile ilişkilendirilebilir. Düşük miktarda olduğundan tespit edilemese de mevcudiyeti bilinen kalıntı östenit yapının martenzit faza dönüşümü ile oluşan yeni martenzit yapının plastik deformasyon etkisi bu kayma etkisinin sebebi olarak gösterilebilir. Tüm piklere ait detay grafikler Şekil 4.16a-d'de sunulmuştur.

Çizelge 4.5 Numunelerin XRD piklerine ait 2θ açıları

Numune	$2\theta^\circ - \alpha'(110)$	$2\theta^\circ - \alpha'(200)$	$2\theta^\circ - \alpha'(211)$	$2\theta^\circ - \alpha'(220)$
52GS	44,159	64,432	81,791	98,453
51GS	44,214	64,422	81,806	98,442
55GS	44.255	64,462	81,741	98,386
52DK	44,574	64,769	82,080	98,715
51DK	44,619	64,839	82,237	98,807
55DK	44.606	64,830	82,184	98,821

İkincil bir etki olarak kriyojenik işlem görmüş numunelerin piklerindeki gözle görülür bir genişleme etkisi mevcuttur. Bu genişleme etkisi genellikle yapıda artan gerininin bir uzantısı olarak literatürde raporlanmıştır (Warren ve Averbach, 1950). Bu gerininin malzeme dislokasyon yoğunluğunun artışına işaret ettiğini de düşünmek mümkündür. Dislokasyon yoğunluğunun yarattığı bu gerilmeler, kriyojenik işlem sırasında karbür oluşumu için bir itici güç olarak hareket edebilen heterojen gerilim dağılımlarıyla, diğer deyişle dislokasyonlar ile doğrudan ilgilidir.



Şekil 4.16. Tespit edilen XRD piklerine ait detay grafikler (a) α' (110) (b) α' (200) (c) α' (211) (d) α' (220)

4.1.6. Kalıntı Gerilme Analizleri ve Sonuçları

Kriyojenik işlemin mikroyapıda yarattığı deformasyonun mekanik özellikler ile direkt olarak ilişkilendirilebilen etkisini ölçebilmek adına tüm GS ve DK numunelere kalıntı gerilme ölçümü uygulanmıştır. Referans numune olarak “S” katsayılı numunelere de testler uygulanarak dönüşümün kendisinin yarattığı basma gerilmeleri ile kriyojenik etkinin karşılaştırılması hedeflenmiştir. Kalıntı gerilme sonuçları Çizelge 4.6’da sunulmuştur.

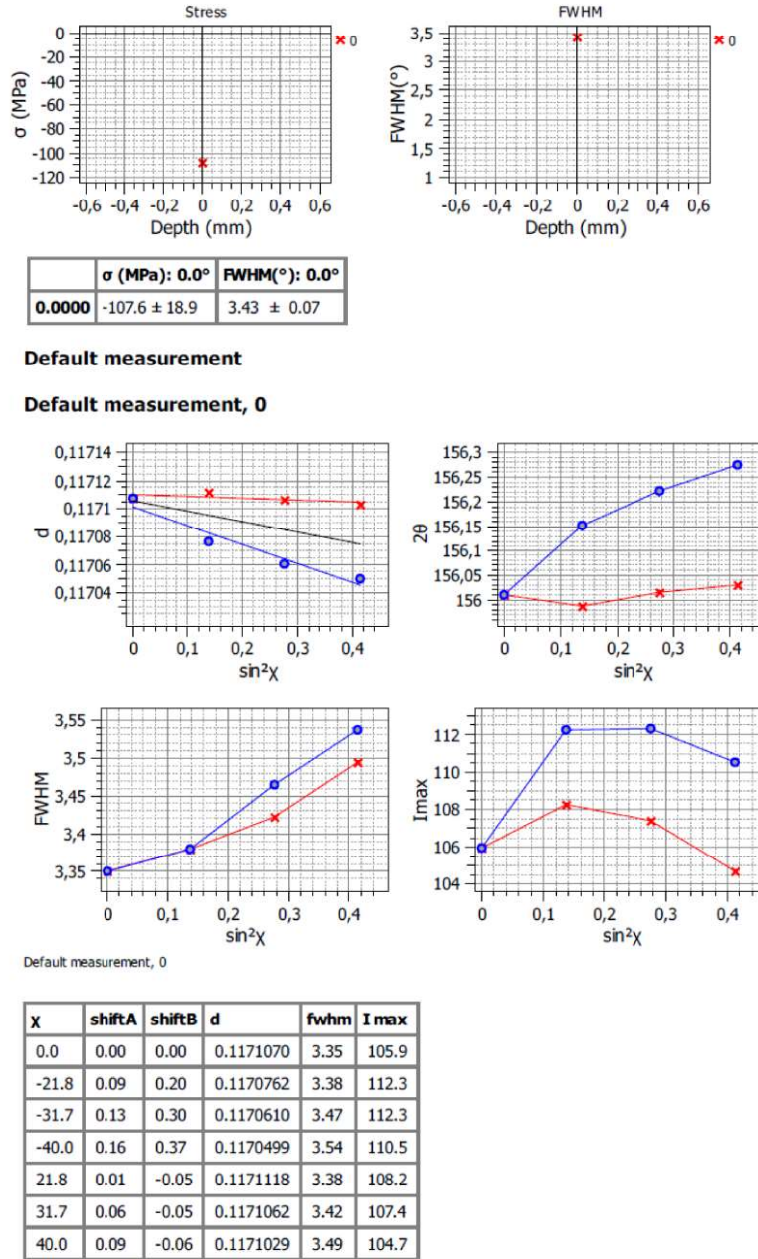
Çizelge 4.6. Çeliklerin kalıntı gerilme ve FWHM değerleri

Numune	55Cr3		51CrV4		52CrMoV4	
	MPa	FWHM	MPa	FWHM	MPa	FWHM
S	-102,9 (± 9,3)	3,23 (± 0,05)	-147,3 (± 5,4)	3,36 (± 0,07)	-154,46 (± 6,80)	3,23 (± 0,08)
GS	42,3 (± 10,9)	2,22 (± 0,06)	43,1 (± 10,6)	2,12 (± 0,06)	32,47 (± 4,75)	2,70 (± 0,05)
DK	-51,7 (± 7,3)	2,47 (± 0,07)	-67,0 (± 10,0)	2,76 (± 0,07)	-108,10 (± 6,56)	3,43 (± 0,07)

Çizelge incelendiğinde, beklendiği gibi yağda su verme (S) işlemi sonucunda önemli miktarda bir basma kalıntı gerilmenin olduğu görülmektedir. Temperleme işleminden sonra ise numunelerin basma gerilmelerini büyük ölçüde kaybettiği görülmektedir. Bu azalma, yapıda nano incelikte karbürlerin çökertilmesine ve tetragonal süper doymuş martensitin giderilmesine bağlanabilir (Bensely vd., 2008; Preciado ve Pellizzari, 2014). Kriyojenik numunelerde ise kalıntı östenitin martensite dönüşmesi içyapıda basma gerilmeleri yaratır ve dislokasyon ve ikizlenme şeklinde kristal kusurların oluşmasına neden olur. Tyshchenko vd.,'ne (2010) göre kriyojenik sıcaklıklarda martenzitik dönüşüme, martenzitik dönüşümün hacim etkisinden kaynaklanan plastik deformasyon eşlik eder. Oluşan bu dislokasyon ve/veya ikizlenmeler düzlemde kayar ve hareketsiz karbon atomlarını içine alarak karbon kümeleri oluşturmaya yol açar. Temperleme sırasında, bu karbon kümeleri ince karbürlerin çökertilmesi için çekirdeklenme yerleri olarak hizmet eder. Hem kristal kusurların hem de nano küme karbürlerinin yoğunluğundaki artış, halihazırda yoğun olan dislokasyonların daha fazla kilitlenmesine neden olmuş ve bu nedenle, kriyojenik olarak işlenmiş numunelerdeki rahatlama seviyesini sınırlandırarak kalıntı gerilmeyi sistemde

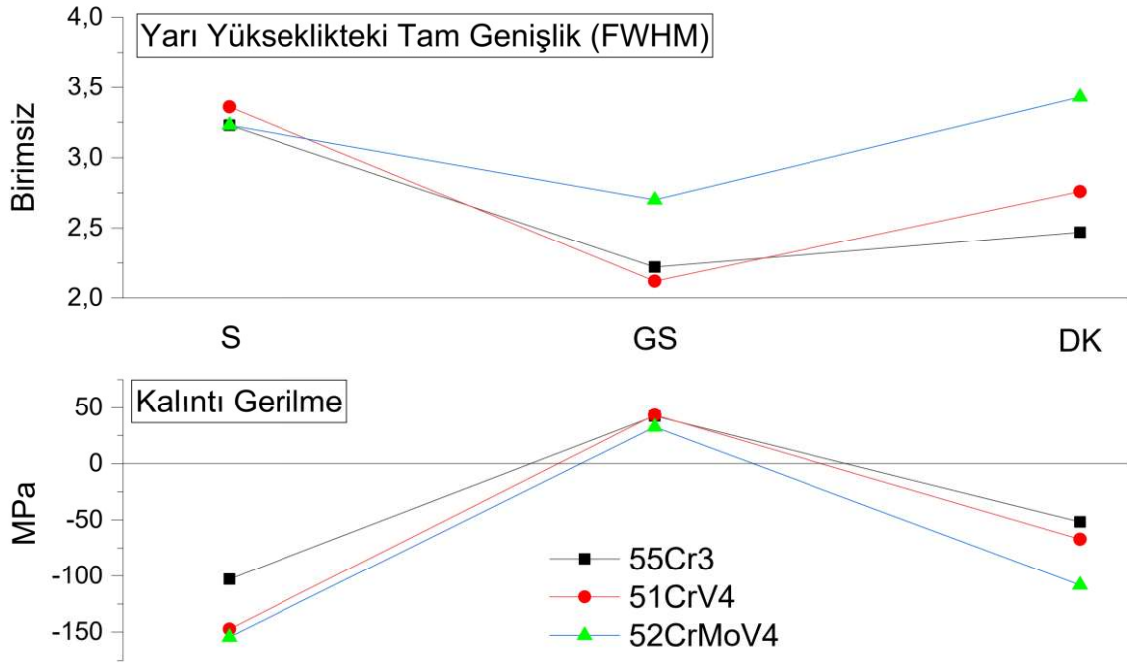
tutmuştur. Özellikle en yoğun karbür oluşturu element içeren 52CrMoV4 çeliği numune (52DK) yapısındaki basma gerilmesini en az kaybeden çelik grubudur.

Kalıntı gerilmenin ölçümünde XRD piklerinden elde edilen FWHM değerlerinden faydalanılır. Kalıntı gerilme hesaplamasının bir örneği olarak 52DK numunenin ölçümüne ait cihaz çıktısı Şekil 4.17’de sunulmuştur.



Şekil 4.17. 52DK numuneye ait örnek kalıntı gerilme ölçümü cihaz raporu XStress 3000 Kalıntı Gerilme Ölçüm Cihazı (ÇEMTAŞ, Bursa)

FWHM kalıntı gerilme hesaplarında kullanılan bir parametre olmakla beraber kalıntı gerilme ile aralarında birebir bağıntı olmadığını da unutmamak gereklidir. FWHM değerleri kalıntı gerilmedeki değişim ile değişmek ile beraber numunedeki sertlik ve/veya tetragonallite artışına da işaret eder (Senthilkumar ve Rajendran, 2012). FWHM ile kalıntı gerilme arasındaki ilişki Şekil 4.18’de sunulmuştur.



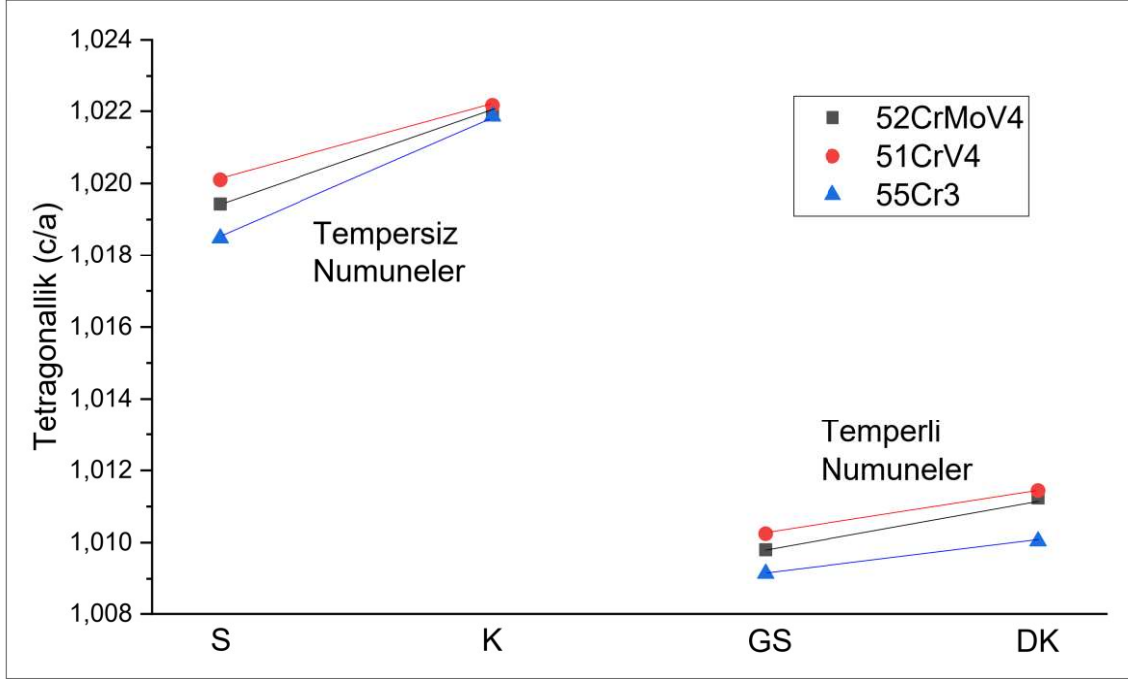
Şekil 4.18. FWHM ile kalıntı gerilme arasındaki ilişki

4.1.7. Rietveld Analizleri ve Sonuçları

Kriyojenik işlemin farklı alaşım seviyelerinde yay çeliklerinin matris fazı olan martenzitin kafes yapısına etkisinin araştırılması adına numuneler üzerinde son olarak Rietveld analizi gerçekleştirilmiştir. Tempersiz (S, K) ve Temperli numunelere (GS, DK) ait tetragonallik değişimi Şekil 4.19’da verilmiştir.

Kriyojenik etki söz konusu olduğunda ise martenzitin tetragonallığının değişimini tanımlayan üç temel parametre söz konusu edilmiştir. Bunlar kriyojenik sıcaklığa ve süreye bağlı olarak gerçekleşen östenit - martenzit dönüşümü (M. Villa vd., 2017), temper sıcaklığına bağlı olarak değişen martenzitin tane sınırlarının belirsizleşmesi ve karbür

oluşumu (Su vd., 2014) olarak özetlenmiştir. Numunelerin Rietveld analizi sonucunda elde edilen kafes parametre değerleri Çizelge 4.7’de sunulmuştur.



Şekil 4.19. Numunelerin tetragonalliklerinin karşılaştırılması

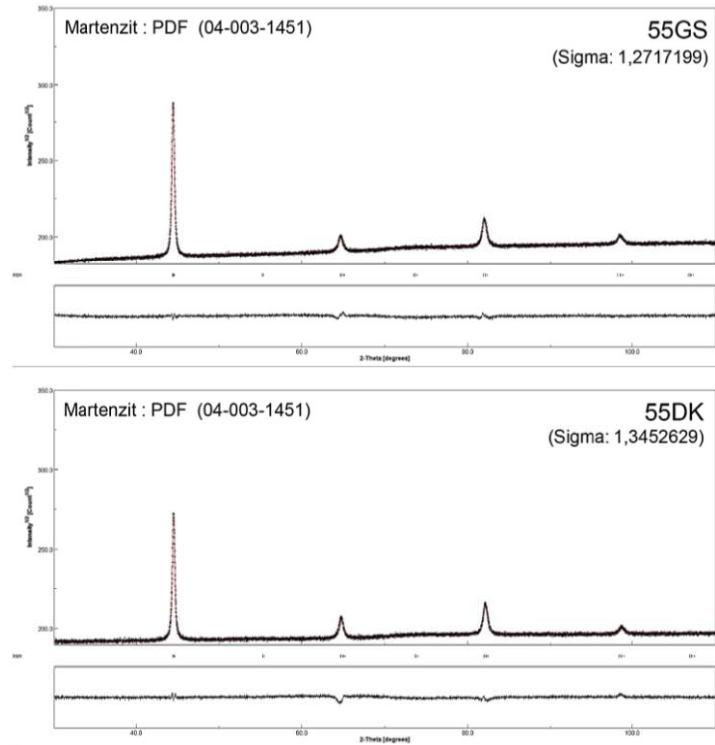
Şekil 4.19 ve Çizelge 4.7 göz önüne alındığında sertleştirme işlemi ile oluşan tetragonal yapının kriyojenik sıcaklık ile iyice arttığı; prosesi takip eden temperleme işleminden sonra ise tetragonalliklerinin yarısından fazlasını kaybettiği görülmüştür. Derin kriyojenik işlemin tıpkı kalıntı gerilme sonuçlarında olduğu gibi martenzitin tetragonallığının korunmasında etkin bir rol üstlendiği söylenebilir. Dönüşüm kaynaklı yeni oluşmuş (ikincil) martenzit ve karbür oluşumunun yarattığı deformasyon ile kayma düzlemlerinin kilitlenmesinin yarattığı etki martenzit yapının tetragonallığını arttırmıştır.

Rietveld analizi sonucunda ortaya çıkan c/a değerleri, geleneksel kabulü içeren Honda – Nishiyama (bkz. Denklem 2.4) eşitliğine uymamaktadır. Sonuçlar Lu vd. (2017) tarafından ortaya atılan eğilim denklemine (bkz. Denklem 2.5) yakınsamaktadır.

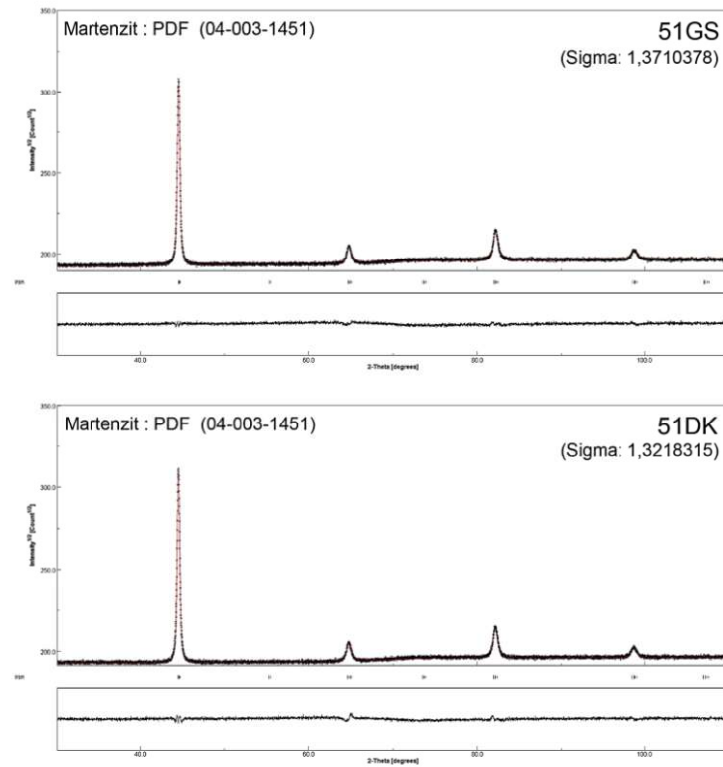
Çizelge 4.7. Rietveld analizi sonucu numunelerin kafes parametreleri ve tetragonalite (c/a) oranları (Uzay grubu : $P4_2/n:1$, a_a : 2.8665 Å) (Martenzit PDF Kart No 04-003-1451)

<u>Numune</u>	<u>a (Å)</u>	<u>c (Å)</u>	<u>c/a</u>
52S	2,865949	2,921633	1,019429
51S	2,865861	2,923466	1,020100
55S	2,865536	2,918508	1,018485
52K	2,866781	2,929709	1,021951
51K	2,866121	2,929634	1,022160
55K	2,866678	2,929334	1,021857
52GS	2,866171	2,894268	1,009803
51GS	2,865433	2,894786	1,010244
55GS	2,866215	2,892435	1,009148
52DK	2,865857	2,898057	1,011236
51DK	2,866244	2,899036	1,011441
55DK	2,866919	2,895714	1,010044

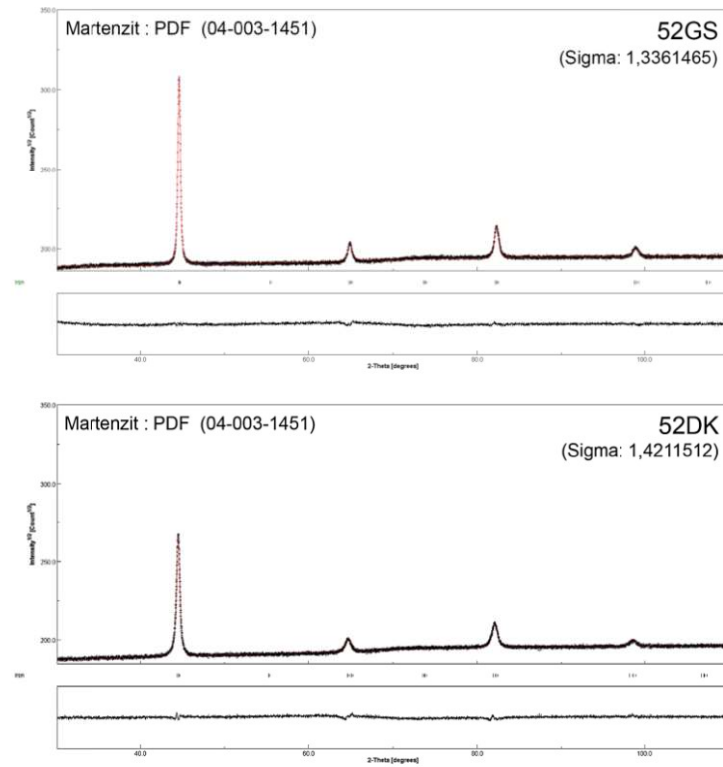
Üç çelik grubu (55Cr3, 51CrV4, 52CrMoV4) için temperlenmiş numunelere (GS,DK) uygulanan Rietveld analizlerine ait MAUD program çıktıları sırasıyla Şekil 4.20, Şekil 4.21 ve Şekil 4.22’de sunulmuştur. Analizin uyum iyiliğini gösteren Sigma değerleri şekil üstünde belirtilmiştir.



Şekil 4.20. 55Cr3 numunede gerçekleştirilen Rietveld analizi sonuçları



Şekil 4.21. 51CrV4 numunede gerçekleştirilen Rietveld analizi sonuçları



Şekil 4.22. 52CrMoV4 numunede gerçekleştirilen Rietveld analizi sonuçları

4.2. Mekanik Özelliklerin İncelenmesi

Bu başlıkta geleneksel olarak sertleştirilmiş ve kriyojenik işlem uygulanmış orta karbonlu yay çeliklerinin mekanik özelliklerinde meydana gelen değişim numunelerin mikro-sertlik değerleri başta olmak üzere, aşınma, çentik darbe, çekme ve yorulma dayanımlarındaki değişimler baz alınarak incelenmiştir.

Kriyojenik işlem sonrası basınç gerilmeleri sadece yüzeyde oluşmasına rağmen, kırılğan yapısı nedeniyle martenzitin temperleme ısıl işlemi yapılmadan kullanılması mümkün değildir. Bu nedenle sertlik ölçümü dışındaki mekanik testler sadece işlem görmemiş veya tavlama ısıl işlemi ile sonuçlanan numunelere (GS, DK) uygulanmıştır.

4.2.1. Sertlik Ölçümleri ve Sonuçları

Kriyojenik işlemin sonrası mikroyapının mekanik özelliklerinin tespitinde kullanılabilecek ilk ve en kolay yol numunenin mikro sertliğinin ölçülmesidir. Vickers yöntemi kullanılarak elde edilen mikro sertlik değerleri Çizelge 4.8’de sunulmuştur.

Çizelge 4.8. Numunelere ait ortalama sertlik değerleri (HV, 300 grf – 10 saniye)

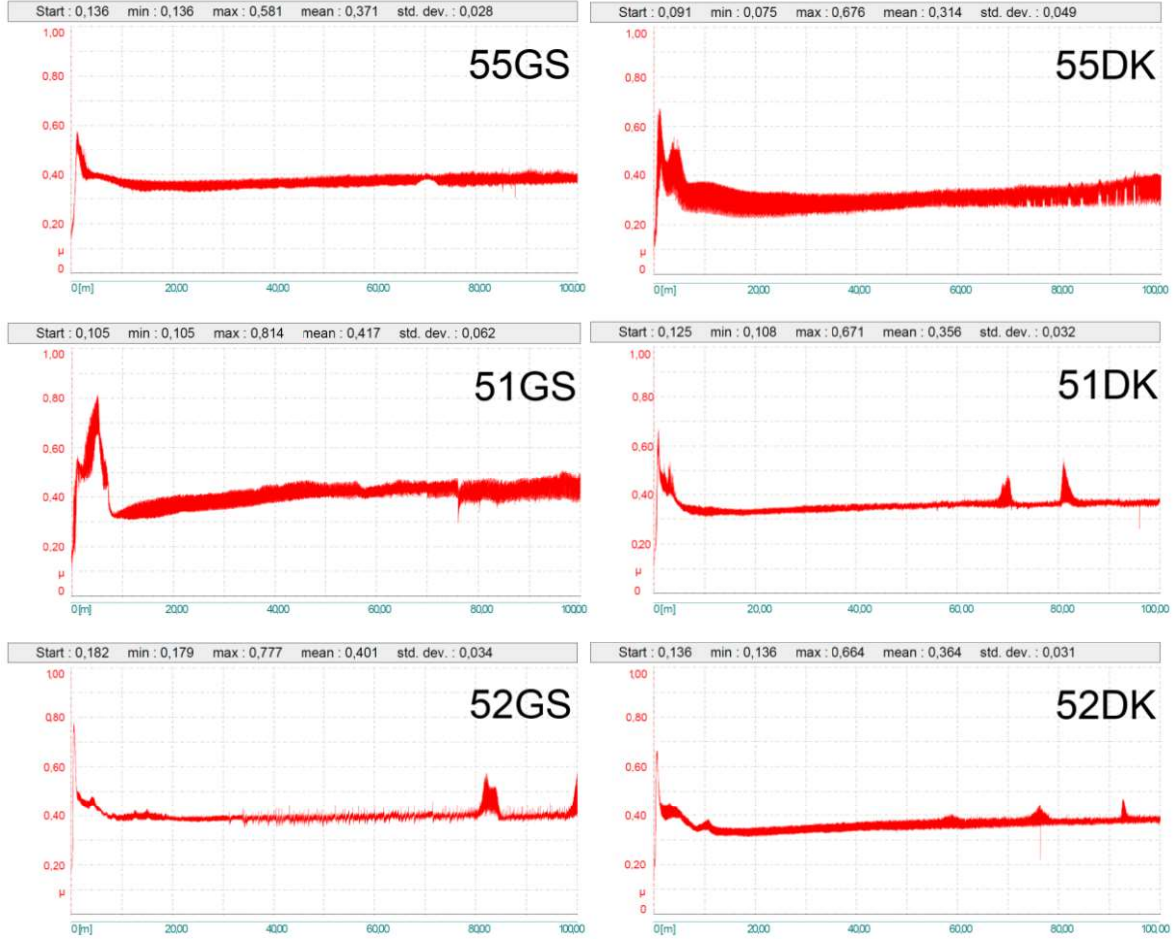
Malzeme	İşlemsiz	S	GS	DK
55Cr3	332,2	636,9	390,8	406,3
51CrV4	328,3	646,3	393,0	410,3
52CrMoV4	351,6	653,0	401,7	432,4

Sonuçlara göre yüksek temperleme sıcaklığının etkisi martenzitin tetragonalliğinin azalması ile malzemeler sertliklerini yaklaşık %40 oranda kaybederken, kriyojenik işlem ile sertliklerde oransal olarak (~%4-8) düşük sayılabilecek 15-30 HV’lık bir artış gözlenmiştir.

4.2.2. Aşınma Deneyleri ve Sonuçları

Düşük alaşımlı orta karbonlu yay çelikleri genellikle yapısal amaçlar ile yük altında çalışan bir çelik grubudur. Bu bağlamda çelikler genellikle görece yüksek sıcaklıklarda temperleme işlemine tabi tutulurlar. Yüksek temperleme sıcaklığı ile numuneler sertliklerini önemli ölçüde yitirirler (bkz. Çizelge 4.8). Aşınma amaçlı kullanımda çeliklerin daha düşük

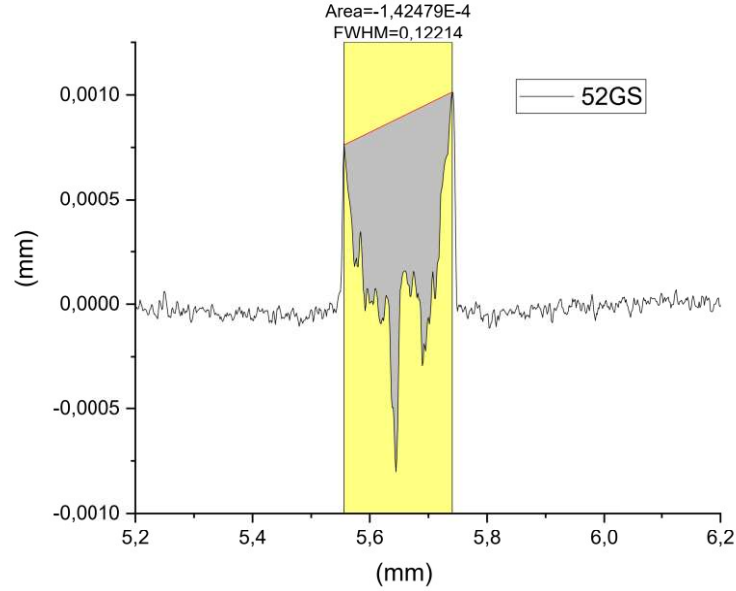
sıcaklıklarda (200 °C) temperlenmesi uygun olacaktır. Ancak çalışmada bütünlük arz etmesi ve sonuçların karşılaştırılabilirliğini artırmak için çalışmamızda numuneler 500 °C’de temperlerlenmiştir. Ball-on disk aşınma deneyleri sonucu elde edilen eğriler Şekil 4.23’te sunulmuştur.



Şekil 4.23. Numunelere ait ball-on disk aşınma grafikleri

Aşınma eğrileri incelendiğinde tüm numunelerin benzer eğilim gösterdiği gözükmemektedir. Abrasif aşınmanın baskın olduğu deney başlangıcı sonrasında muhtemel tribokimyasal oksit filmin oluştuğu ve bu filmin dengeli yapısını deney sonuna dek koruduğu gözlenmiştir. Oluşan bu film sayesinde sürtünme katsayısı düşmektedir. Özellikle kriyojenik işlem görmüş numunelerde sürtünme katsayılarında yaklaşık %15 azalma kaydedilmiştir.

Deney sonucu oluşan aşınma miktarının hesaplanması için aşınma kanallarının yüzey pürüzlülüğü bir profilometre ile ölçülmüştür. Ölçümlerinden elde edilen kesitler grafik çizim programında çizilerek, integrasyon ile alan hesabı gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.24).



Şekil 4.24. 52GS numune için örnek aşınma alanı hesaplama

Elde edilen alan değerleri hacme çevrilerek, yük ve mesafeye bağıntılı aşınma oranı elde edilmiştir. Deneylere ait sonuçlar Çizelge 4.9’da verilmiştir.

Çizelge 4.9. Numunelere Ait Aşınma değerleri (3 mm WC Bilya, 3N – 100 m)

Numune Kodu	Ortalama Sürtünme Katsayısı (μ)	Aşınma Kaybı (mm^3)	Aşınma Oranı ($\text{mm}^3/\text{N.m}$)
55GS	$0,371 \pm 0,028$	0,0046975	$6,26331 \times 10^{-6}$
51GS	$0,417 \pm 0,062$	0,0054758	$7,30102 \times 10^{-6}$
52GS	$0,401 \pm 0,034$	0,0047948	$6,39302 \times 10^{-6}$
55DK	$0,314 \pm 0,049$	0,0034189	$4,55852 \times 10^{-6}$
51DK	$0,356 \pm 0,032$	0,0038497	$5,13295 \times 10^{-6}$
52DK	$0,364 \pm 0,031$	0,0038999	$5,19315 \times 10^{-6}$

Çizelge 4.9’da tüm kriyojenik işlem görmüş çelik grupları incelendiğinde kriyojenik etkinin aşınma katsayısı ve aşınma kaybını düşürdüğü gözlenmektedir. Toplu bir inceleme

yapıldığında DK numunelerin GS numunelere kıyasla yaklaşık %25 aşınma dayanımlarının arttığı söylenebilir.

4.2.3. Çentik Darbe (Charpy) Deneyleri ve Sonuçları

Sertlik değerleri ile darbe tokluğu değerleri genellikle birlikte yorumlanmaktadır ve bir doğrusallık göstermektedir. Darbe tokluğu için temel mekanizma mikroyapıdaki değişimlerdir. Kriyojenik işlem sonrası kırılma tokluğu değişimleri karbür çökelmeleri ile ilişkilendirilmektedir. Çelik malzemelerde darbe tokluğu değerleri genellikle inter-dendritik bölgelerde çökelen birincil karbürler ile yorumlanır. Bu karbür yapıların matris ile arayüz etkileşimleri kırılma tokluğu mekanizmasında belirleyicidir (Debdulal Das, Sarkar, vd., 2010)

Kriyojenik işlemin çökmesini tetiklediği ikinci karbürlerin matris ve dislokasyonlar ile etkileşimi yine önemli bir faktör olarak sunulmuştur. Numunelere ait Charpy V çentik darbe deneyi sonuçları, Çizelge 4.10'da verilmiştir.

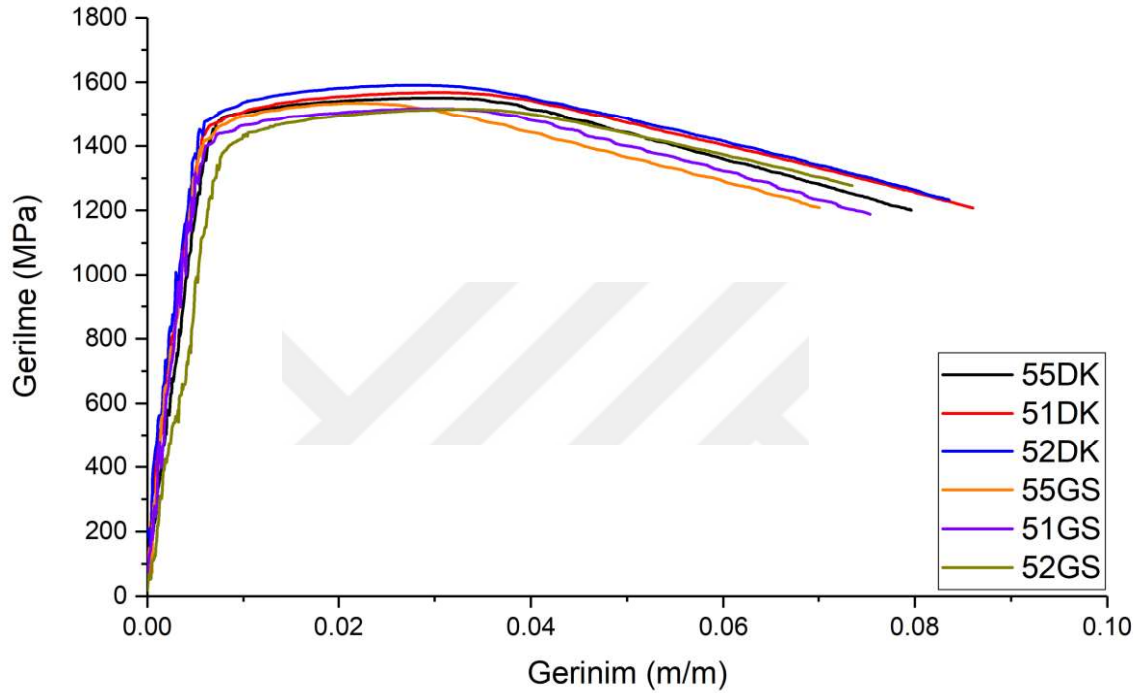
Çizelge 4.10. Numunelere Ait Ortalama Darbe Tokluğu Değerleri (Charpy, J(Joule)/cm²)

Uygulanan İşlemler	52CrMoV4	51CrV4	55Cr3
İşlemsiz	12.5	10	11.25
GS	40	37.5	32.5
DK	57.5	46.25	42.5

Sonuçlar incelendiğinde kriyojenik işlem görmüş numunelerin darbe tokluğu değerlerinin geleneksel ısıtılma işleme kıyasla ciddi seviyede arttığı gözlenmiştir. Özellikle sertleşebilme yeteneği en yüksek olan 52CrMoV4 numunenin çentik darbe dayanımındaki artış seviyesi %43,75 olarak tespit edilmiştir. Numunenin arayüz – matris etkileşiminin bir sonucu olarak kırılmanın gerçekleştiği düşünülürse kriyojenik işlemin malzemenin mikroyapısını homojenleştirerek mukavemet kaybetmeksizin bir tokluk artışına sebebiyet verdiği sonucuna ulaşılabilir.

4.2.4. Çekme Deneyleri ve Sonuçları

Kriyojenik işlem değişkenlerinin tespiti için gerçekleştirilen ön denemelerde çekme dayanımı testlerine başvurulmuştur. Bu değişkenlere göre belirlenen numunelere uygulanan çekme testlerine ait gerinim – gerilme diyagramları Şekil 4.25’te sunulmuştur.



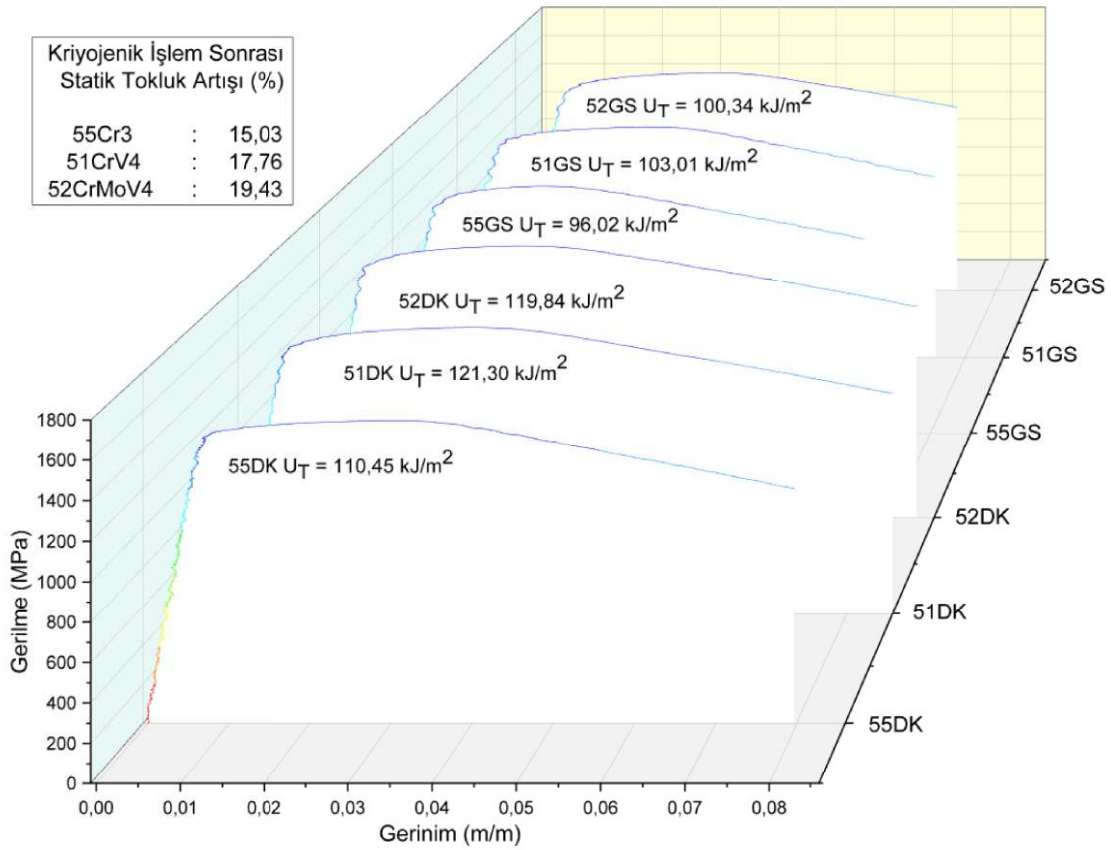
Şekil 4.25. Numunelere uygulanan çekme testlerine ait gerinim / gerilme grafikleri

Çekme testi sonuçlarına göre tüm çelik grupları için GS ve DK numunelerin kendi içlerinde benzer mukavemet değerleri gösterdikleri görülebilir. 55DK, 51DK ve 55DK numunelerinin maksimum çekme mukavemeti sırasıyla %1.10, %3,36 ve %5.01 artmıştır. Çekme dayanımlarına ek olarak, numunelerin gerinim değerlerinde de benzer bir artış gözlenmiştir. Gerinim değeri %8,35 olan 52DK numunesi, % 7,34 gerinim değerine sahip olan 52GS numunesine göre % 13,8'lik bir gelişme göstermiştir. Şekil 4.25'e ait sayısal veriler Çizelge 4.11'de verilmiştir. Derin kriyojenik işlem ile yay çeliklerinin çekme mukavemeti ve sünekliklerinde eşzamanlı iyileştirme sağlanmıştır. EBSD ve TEM analizlerinin sonuçlarında belirtildiği gibi, homojen olarak dağılmış mikron altı boyuttaki taneler ve yüksek hacim oranına sahip ultra ince nano karbürlerin bu artışta ana faktörlerden biri olduğu söylenebilir.

Çizelge 4.11. Numunelere uygulanan çekme testlerine ait sayısal veriler

Numune Kodu	Çekme Dayanımı (MPa)	Gerinim (m/m) (%)
55GS	1534	7,01
55DK	1551	7,96
51GS	1517	7,53
51DK	1568	8,60
52GS	1515	7,35
52DK	1591	8,35

Gerilme - gerinim eğrisinin altındaki alana statik tokluk (U_T) adı verilir. Hem gerilme hem de gerinimdeki eş zamanlı geliştirme ile DK numuneleri en yüksek statik tokluk değerini göstermiştir. Numunelerin statik tokluk karşılaştırması Şekil 4.26'da sunulmuştur.



Şekil 4.26. Numunelerin statik tokluk değişimi

4.2.5. Yorulma Deneyleri ve Sonuçları

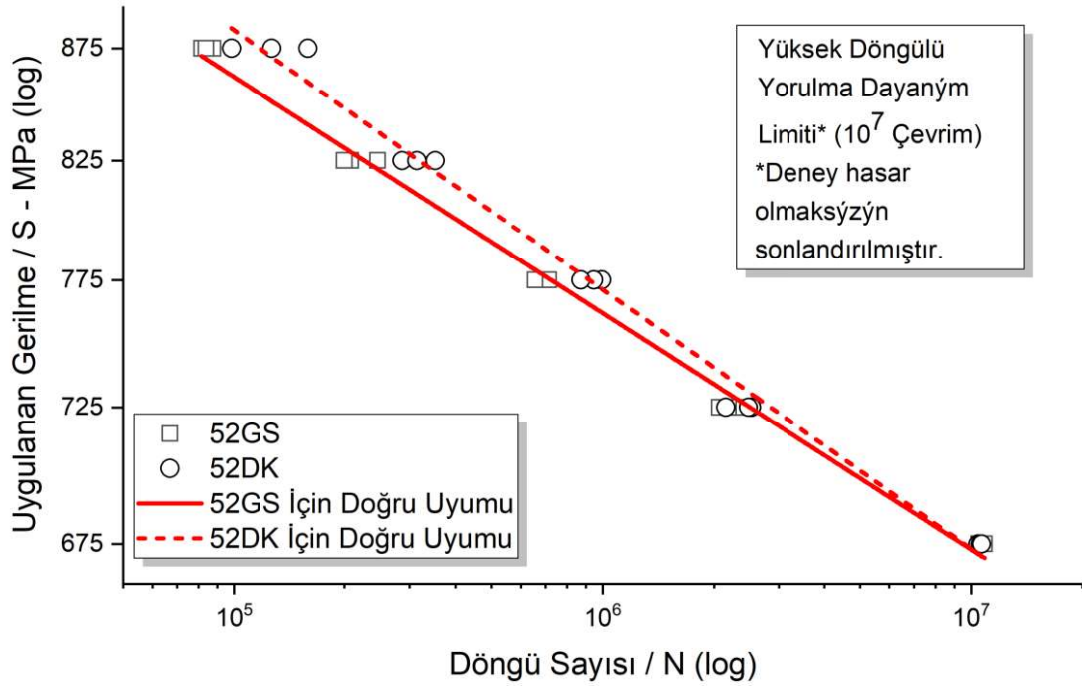
Numunelerin yorulma dayanımlarının tespitinde yüksek döngülü ($>10^4$) dönel eğmeli yorulma testleri, kriyojenik işlemin etkisinin en belirgin şekilde izlenebildiği, en alaşımlı çelik grubu olan 52CrMoV4 çeliğine uygulanmıştır. Farklı yükler altında gerçekleştirilen yorulma testlerinin döngü sayısı Çizelge 4.12'de toplanmıştır.

Çizelge 4.12. 52CrMoV4 çeliğine uygulanan yorulma testlerine ait sayısal veriler

Uygulanan Genlik Gerilmesi (MPa)	Döngü Sayısı	Ort. Döngü (52GS)	Döngü Sayısı	Ort. Döngü (52DK)
± 675 $\sigma_m = 0$	1.09×10^7	10^7 (Sonlandırıldı)	1.04×10^7	10^7 (Sonlandırıldı)
	1.05×10^7		1.07×10^7	
	1.06×10^7		1.06×10^7	
± 725 $\sigma_m = 0$	2.32×10^6	2.19×10^6	2.53×10^6	2.39×10^6
	2.07×10^6		2.15×10^6	
	2.19×10^6		2.48×10^6	
± 775 $\sigma_m = 0$	7.05×10^5	6.92×10^5	9.93×10^5	9.38×10^5
	7.13×10^5		9.47×10^5	
	6.56×10^5		8.73×10^5	
± 825 $\sigma_m = 0$	2.08×10^5	2.05×10^5	3.52×10^5	3.18×10^5
	1.99×10^5		2.86×10^5	
	2.46×10^5		3.14×10^5	
± 875 $\sigma_m = 0$	8.16×10^4	8.43×10^4	$1,59 \times 10^5$	$1,28 \times 10^5$
	8.75×10^4		$9,84 \times 10^4$	
	8.39×10^4		$1,27 \times 10^5$	

Oluşarince taneli karbür grupların ise yüksek döngü yorulma rejiminde dislokasyon hareketini sınırlamada da etkili olduğu söylenebilir (Baldissera, 2009). Derin kriyojenik işlem ile ilişkili ince karbürlerin, çatlak çekirdeklenmesini etkili bir şekilde geciktirebileceği yaygın bir şekilde raporlanmıştır (Bensely vd., 2005; Zhirafar vd., 2007). Elbette bir malzemenin yorulma direncini belirlemede ince taneli karbürlerin çökmesi ve dispersiyonu tek faktör değildir. Kalıntı östenitin martensite oranı ve kalıntı gerilme gibi faktörler de dikkate alınmalıdır. Tüm faktörleri bir arada inceleyerek kriyojenik işlem ile

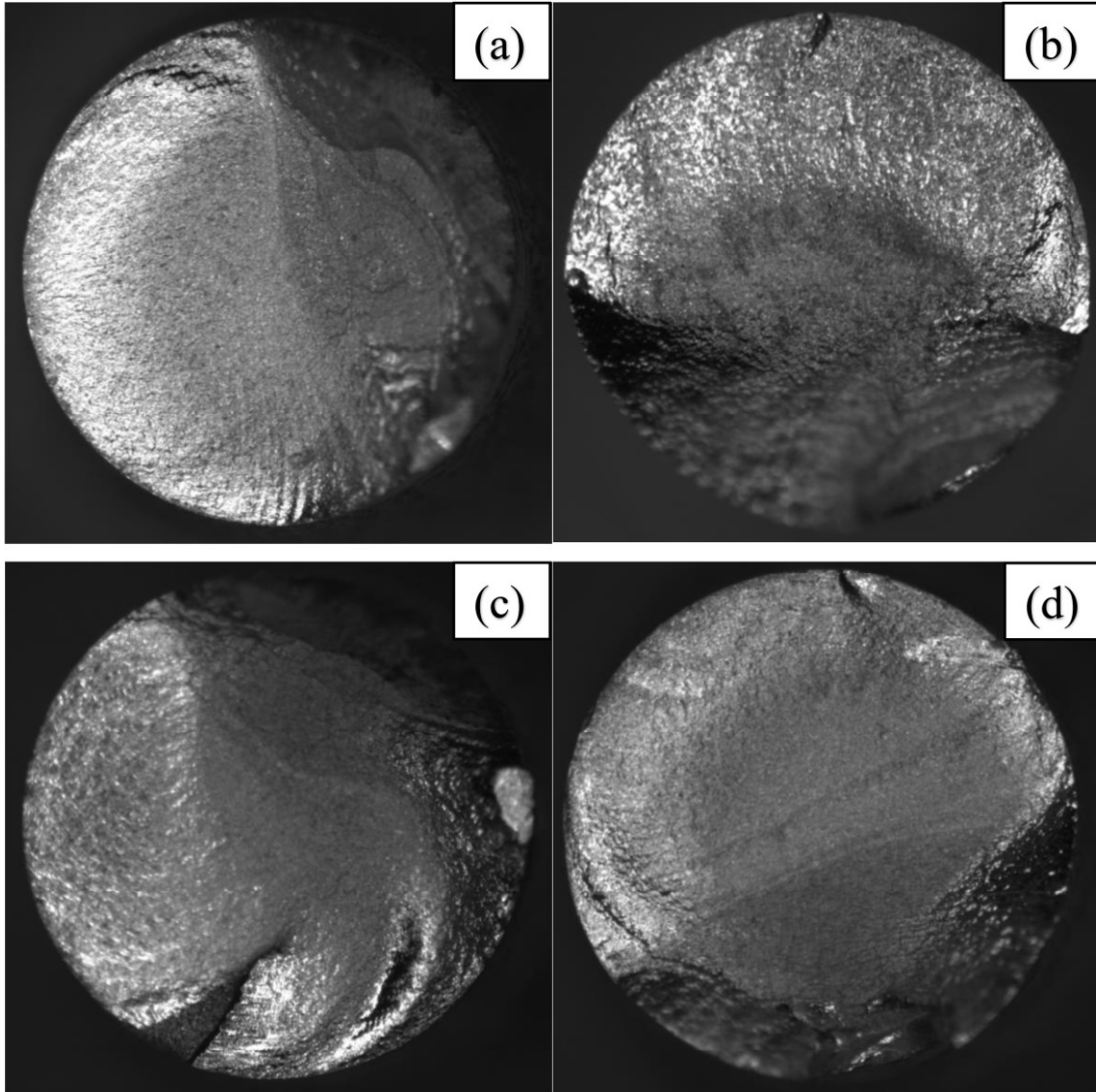
yorulma arasındaki fark açıkça gösterilebilir. Tüm bu bilgilere istinaden numunelere ait gerilme – döngü sayısı grafiği Çizelge 4.12’de gösterilen veriler kullanılarak logaritmik olarak çizilmiştir (Şekil 4.27). Yüksek döngülü yorulma çevrim sayısı 10^7 olarak belirlenmiştir. En düşük gerilme seviyesi olan 675 MPa’da tüm numuneler 10^7 çevrime ulaştığından deney mekanik hasar olmaksızın sonlandırılmıştır.



Şekil 4.27. 52CrMoV4 Çeliğine ait gerilme / döngü sayısı grafiği

Nispeten düşük gerilme seviyelerinde, iki numune grubu da oldukça yakın bir yorulma mukavemeti sergilemiştir. Gerilmenin artmasıyla, kriyojenik işlem görmüş numuneler (DK) geleneksel olarak sertleştirilmiş numunelere (GS) göre önemli ölçüde daha yüksek yorulma mukavemetine sahiptir. Kriyojenik işlem görmüş DK numuneleri için yorulma direncindeki artış oranı, maksimum gerilme seviyesi için %51 olarak ölçülmüştür. Bu artış, sırasıyla SEM, TEM ve EBSD analizleri ile elde edilen homojen boyut, tane dağılımı ve ultra ince η -karbürlerin (M_2C) çökmesiyle uyumludur.

Yorulma testlerini takiben kırılma mekaniğinin incelenmesi adına, en düşük gerilme (725 MPa) ile mekanik hasarın olduğu numuneler ile en yüksek gerilme (875 MPa) ile hasar gören numunelerin kırık yüzeyleri stereo mikroskop ile fotoğraflanmıştır. Görüntüler Şekil 4.28a-d’de sunulmuştur.



Şekil 4.28. Yorulma numunelerinin kırık yüzey stereo mikroskop görüntüsü
(a) 52GS – 725MPa (b) 52DK – 725MPa (c) 52GS – 875MPa (d) 52DK – 875MPa

Şekildeki görüntüler incelendiğinde kırılma mekanizmasının yüzeyden çekirdeklendiği görülmektedir. Kalıntı gerilmedeki değişim, yorulma sonuçlarının değerlendirilmesinde de önemli bir rol oynar. 52DK ile 52GS numune arasında basma gerilmesi olarak 110 MPa'ya kadar olan kalıntı gerilme farkının, numune yüzeyinde çatlak oluşumuna yol açma eğilimini önemli ölçüde değiştirdiği düşünülebilir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada denge çubuğu üretiminde yaygın olarak kullanılan orta karbonlu 55Cr3, 51CrV4, 52CrMoV4 yay çeliklerinin mikroyapı ve mekanik özelliklerine, derin kriyojenik işlemin (-196 °C) ve bu işlemi takiben uygulanacak temperleme işleminin etkilerine ait sonuçlar aşağıda sunulmuştur:

Çalışmada orta karbonlu yay çeliklerine uygun kriyojenik işlem parametrelerinin belirlenmesi adına numunelere ön denemeler yapılmıştır. Çekme testleri ile etkilerin gözlemlendiği ön denemelere göre bu çelik grubu için derin kriyojenik işlemin (-196 °C), 24 saat boyunca, temperleme öncesi uygulanması en ideal parametre olarak belirlenmiştir.

Kriyojenik işlem uygulanmış numune ile geleneksel olarak sertleştirilmiş numunenin mikroyapısal olarak karşılaştırılmasında ilk olarak SEM tekniğine başvurulmuştur. İncelemede derin kriyojenik işlem uygulanmış tüm çelik gruplarında karbür yapılarının oluşumunun tetiklendiği ve matrise homojen bir şekilde dağıldığı gözlenmiştir. Yay çeliğinin alaşımlama seviyesi arttıkça çökelen karbür çaplarının azaldığı belirlenmiştir.

Karbür yapıların karakterizasyonu amacıyla gerçekleştirilen EBSD çalışmalarında, SEM yorumları ile uyumlu olarak derin kriyojenik işlem görmüş numunenin (52DK) ortalama tane boyutunun (0,403038 μm), geleneksel ısıtıl işlem görmüş (52GS) numunenin ortalama tane boyutuna göre (0,61046 μm) %34 daha küçük olduğu raporlanmıştır.

Karbür dağılımının ve karbür türlerinin ayrıntılı olarak incelenmesi için 52CrMoV4 numunelere TEM analizleri uygulanmıştır. İnceleme sonunda kriyojenik işlem uygulanmış numunelerde oluşması beklenen ikincil η -karbürleri (M_2C) indekslenmiştir. Martenzitin yapısındaki iğnesellik ve ikizlenmeler sunulmuştur.

XRD incelemesinde numunelerin tamamının temperlenmiş martenzit yapısında olduğu; kalıntı östenit seviyesinin XRD eşik değeri olan %3'ün altında olmasından dolayı tespit edilemediği raporlanmıştır. Kriyojenik işlemin plastik deformasyon etkisinin kanıtı olarak XRD piklerinde bir genleşme ve yaklaşık 0,4 derecelik bir kayma gözlenmiştir.

Kriyojenik işlem sonucu oluşan plastik etki ile malzeme mikroyapısında gerçekleşen gerilmenin hesaplanması için numunelere kalıntı gerilme testleri uygulanmıştır. En yoğun karbür oluşturunca element içeren 52CrMoV4 çeliği numune (52DK) yapısındaki bası gerilmesini en az kaybeden çelik grubu olarak öne çıkmıştır.

Kriyojenik işlemin numunenin kafes yapısına olan etkisini incelemek adına numunelere Rietveld analizi uygulanmıştır. Analiz sonucunda numunenin tetragonalitesinin (c/a) temperleme ile ciddi seviyede azaldığı, kriyojenik işlem ile göreceli olarak korunduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Kriyojenik işlemin mekanik özelliklere etkisi ilk olarak mikro-sertlik ölçümleri ile incelenmiştir. Numunelerin sertliklerinde düşük oranda (~%4-8) bir artış gözlenmiştir. Numunelerin aşınma dayanımları da kriyojenik işlem sonrası iyileşmiştir. Aşınma oranlarında ortalama %25'e varan bir iyileşme kaydedilmiştir.

Numunelerin çentik darbe dayanımları Charpy yöntemi ile ölçülmüştür. Kriyojenik işlem görmüş numuneler, içerdikleri alaşım elementi artışına doğru orantılı olarak iyileşme göstermişlerdir. 52CrMoV4 numune %43,75 artış tespit edilmiştir.

Numunelere uygulanan çekme testleri sonucunda numunelerin tamamında gerilme ve gerinim değerlerinde iyileşme görülmüştür. Buna istinaden statik tokluk (U_T) değerlerindeki artış 55Cr3 numune için %15,03, 51CrV4 numune için %17,76 ve 52CrMoV4 numune için %19,43 olarak hesaplanmıştır.

52CrMoV4 numunelere uygulanan dönel eğmeli yorulma testlerinde, kriyojenik işlem uygulanmış numuneler, özellikle yüksek gerilmelerde, daha yüksek dayanım göstermiştir. Kalıntı gerilme ve mikroyapısal homojenizasyon ile ilişkilendirilen sonuçta, iyileşme oranı %51 olarak hesaplanmıştır.

Tez çalışmasında kriyojenik işlem orta karbonlu düşük alaşımlı çeliklere başarı ile uygulanmıştır. Kısıtlı karbür oluşturunca element konsantrasyonunda dahi kriyojenik işlemin malzeme mekanik özelliklerine pozitif etkisi gözlenmiş, mikroyapısal farklılıklar ile yapı özellik ilişkisi kurulmuştur.

Bu sonuçlar ışığında derin kriyojenik işlem, orta karbonlu düşük alaşımlı yay çeliklerinin mikroyapısal modifikasyonu ve mekanik özelliklerinin geliştirilmesinde etkin olarak kullanılabilir. Herhangi bir atık oluşturmeyen yeşil bir teknoloji olması, numuneyi tahrip etmemesi ve ek işlem gerektirmemesi ile öne çıkan bir teknolojidir.

Gelecek çalışmalarda, sertleştirme işlemi sırasında farklı östenizasyon sıcaklığı ve süresinin martenzit mikroyapıya ve kriyojenik işleme etkisinin yanı sıra artırılmış sayı ve sürede gerçekleştirilecek kriyojenik işlemin malzeme grubu üzerinde yarattığı etki detaylı olarak incelenebilir.



KAYNAKLAR DİZİNİ

Anonim, 2016, Teknik yayınlar – I, ÇEMTAŞ, s.25.

Aydın, M., 2017, Çelik Malzemeler, Aybitak Yayınevi, s.205.

Baldissera, P., Delprete, C., 2008. Deep Cryogenic Treatment: A Bibliographic Review. The Open Mechanical Engineering Journal, 2(1), 1–11.

Bensely, A., Prabhakaran, A., Mohan Lal, D., Nagarajan, G., 2005, Enhancing the wear resistance of case carburized steel (En 353) by cryogenic treatment. Cryogenics, 45(12), 747–754.

Bensely, A., Venkatesh, S., Mohan Lal, D., Nagarajan, G., Rajadurai, A., Junik, K., 2008. Effect of cryogenic treatment on distribution of residual stress in case carburized En 353 steel. Materials Science and Engineering A, 479(1–2), 229–235.

Bhadeshia, H., 1986, Material factors - residual stress., Cambridge University Press, p.3–11.

Bhadeshia, H. K. D. H., Honeycombe, R. W. K., 2017, Steels: Microstructure and Properties., Butterworth-Heinemann, p.135-237

Celada-Casero, C., Sietsma, J., Santofimia, M. J., 2019, The role of the austenite grain size in the martensitic transformation in low carbon steels. Materials and Design, 167.234–241

Childs, P. R. N. (2003). Mechanical Design: Second Edition. Mechanical Design: Second Edition, p.1–358.

Das, D., Dutta, A. K., Ray, K. K. (2009). Influence of varied cryotreatment on the wear behavior of AISI D2 steel. Wear, 266(1–2), 297–309.

Das, D., (2011). Structure-property correlation of cryotreated AISI D2 steel (Issue March). Bengal Engineering and Science University. 23-30

Das, D., Dutta, A. K., Ray, K. K., 2010, Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part I. Microstructure and Hardness. Materials Science and Engineering A, 527(9), 2182–2193.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Das, D., Ray, K. K., 2012, Structure-property correlation of sub-zero treated AISI D2 steel. *Materials Science and Engineering A*, 541, 45–60.
- Das, D., Sarkar, R., Dutta, A. K., Ray, K. K., 2010, Influence of sub-zero treatments on fracture toughness of AISI D2 steel. *Materials Science and Engineering A*, 528(2), 589–603.
- Dhokey, N. B., Hake, A., Kadu, S., Bhoskar, I., Dey, G. K., 2014, Influence of cryoprocessing on mechanism of carbide development in cobalt-bearing high-speed steel (M35). *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 45(3), 1508–1516.
- Ershov, V M; Osoln, N. L., 1972, Anisotropy of lattice parameters of gamma-phase in the martensite interval of transformation. *Fiz. Metal. Metalloved.*, 33(1), 215–217.
- Fragoudakis, R., Saigal, A., Savaidis, G., Malikoutsakis, M., Bazios, vd., 2013, Fatigue assessment and failure analysis of shot-peened leaf springs. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 36(2), 92–101.
- Galindo-Nava, E. I., Rivera-Díaz-Del-Castillo, P. E. J., 2016, Understanding the factors controlling the hardness in martensitic steels. *Scripta Materialia*, 110, 96–100.
- Gasan, H., Erturk, F., 2013, Effects of a destabilization heat treatment on the microstructure and abrasive wear behavior of high-chromium white cast iron investigated using different characterization techniques. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 44(11), 4993–5005.
- Ghasemi-Nanesa, H., Jahazi, M., 2014, Simultaneous enhancement of strength and ductility in cryogenically treated AISI D2 tool steel. *Materials Science and Engineering A*, 598, 413–419.
- Gonçalves, V. R. M., Podgornik, B., Leskovšek, V., Totten, G. E., Canale, L. de C. F., 2019, Influence of Deep Cryogenic Treatment on the Mechanical Properties of Spring Steels. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28(2), 769–775.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Hetzner, D. W., Van Geertruyden, W., 2008, Crystallography and metallography of carbides in high alloy steels. *Materials Characterization*, 59(7), 825–841.
- Hutchinson, B., Bate, P., Lindell, D., Malik, A., Barnett, M., Lynch, P., 2018, Plastic yielding in lath martensites – An alternative viewpoint. *Acta Materialia*, 152, 239–247.
- Inoue, T., Wang, Z., 1985, Coupling between stress, temperature, and metallic structures during processes involving phase transformations. *Materials Science and Technology*, 1(October), 845–850.
- Jovičević-Klug, P., Podgornik, B., 2020, Review on the Effect of Deep Cryogenic. *Metals*, 10(4), 434–444.
- Jung, J. G., Park, J. S., Kim, J., Lee, Y. K., 2011, Carbide precipitation kinetics in austenite of a Nb-Ti-V microalloyed steel. *Materials Science and Engineering A*, 528(16–17), 5529–5535.
- Katoch, S., Sehgal, R., Singh, V., 2016, Effect of cryogenic treatment on the tribological behaviour of H11 hot die steel dry sliding against D3 steel. *Tribology - Materials, Surfaces Interfaces*, 10(4), 185–195.
- Kaufmann, K., Zhu, C., Rosengarten, A. S., Maryanovsky, D., Harrington, T. J., Marin, E., Vecchio, K. S., 2020, Crystal symmetry determination in electron diffraction using machine learning. *Science*, 367(6477), 564–568.
- Kobelev, V., 2017, In *Durability of Springs*, Springer International Publishing, p.27-43.
- Koneshlou, M., Meshinchi Asl, K., Khomamizadeh, F., 2011, Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical and wear behaviors of AISI H13 hot work tool steel. *Cryogenics*, 51(1), 55–61.
- Krauss, G., 1999, Martensite in steel: strength and structure. *Materials Science and Engineering: A*, 273–275, 40–57.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Krauss, G., 2017, Tempering of Lath Martensite in Low and Medium Carbon Steels: Assessment and Challenges. *Steel Research International*, 88(10), 1–18.
- Li, H., Tong, W., Cui, J., Zhang, H., Chen, L., Zuo, L., 2016, The influence of deep cryogenic treatment on the properties of high-vanadium alloy steel. *Materials Science and Engineering A*, 662, 356–362.
- Li, S., Xiao, M., Ye, G., Zhao, K., Yang, M., 2018, Effects of deep cryogenic treatment on microstructural evolution and alloy phases precipitation of a new low carbon martensitic stainless bearing steel during aging. *Materials Science and Engineering A*, 732(April), 167–177.
- Lobodyuk, V. A., Meshkov, Y. Y., Pereloma, E. V., 2019, On Tetragonality of the Martensite Crystal Lattice in Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 50(1), 97–103.
- Lu, Y., Yu, H., Sisson, R. D., 2017, The effect of carbon content on the c/a ratio of as-quenched martensite in Fe-C alloys. *Materials Science and Engineering A*, 700(April), 592–597.
- Malheiros, L. R. C., Rodriguez, E. A. P., Arlazarov, A., 2017, Mechanical behavior of tempered martensite: Characterization and modeling. *Materials Science and Engineering A*, 706(May), 38–47.
- Maruyama, N., Tabata, S., Kawata, H., 2020, Excess Solute Carbon and Tetragonality in As-Quenched Fe-1Mn-C (C:0.07 to 0.8 Mass Pct) Martensite. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 51(3), 1085–1097.
- Nakada, N., Ishibashi, Y., Tsuchiyama, T., Takaki, S., 2016, Self-stabilization of untransformed austenite by hydrostatic pressure via martensitic transformation. *Acta Materialia*, 110, 95–102.
- Nanasa, H. G., Jahazi, M., Naraghi, R., 2015, Martensitic transformation in AISI D2 tool steel during continuous cooling to 173 K. *Journal of Materials Science*, 50(17), 57–58.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Nishiyama, Z. (1978). Martensitic Transformation (M. E. Fine, M. Meshii, C. M. Wayman (eds.)). Academic Press Inc., p.1-13.
- Özbek, N. A., Çiçek, A., Gülesin, M., Özbek, O., 2014, Investigation of the effects of cryogenic treatment applied at different holding times to cemented carbide inserts on tool wear. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 86, 34–43.
- Özden, R., Anik, M., 2020, Enhancement of the mechanical properties of EN52CrMoV4 spring steel by deep cryogenic treatment Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von EN52CrMoV4 Federstahl durch Tieftemperaturbehandlung. *Materialwissenschaft Und Werkstofftechnik*, 51, 422–431.
- Pang, J. C., Li, S. X., Wang, Z. G., Zhang, Z. F., 2013, General relation between tensile strength and fatigue strength of metallic materials. *Materials Science and Engineering A*, 564, 331–341.
- Pérez, M., Belzunce, F. J., 2015, The effect of deep cryogenic treatments on the mechanical properties of an AISI H13 steel. *Materials Science and Engineering A*, 624, 32–40.
- Preciado, M., Pellizzari, M., 2014, Influence of deep cryogenic treatment on the thermal decomposition of Fe-C martensite. *Journal of Materials Science*, 49(23), 8183–8191.
- Prieto, G., Ipiña, J. E. P., Tuckart, W. R., 2014, Cryogenic treatments on AISI 420 stainless steel: Microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering A*, 605, 236–243.
- San Martin, D., Jiménez-Melero, E., Duffy, J. A., Honkimäki, V., van der Zwaag, S., van Dijk, N. H., 2012, Real-time synchrotron X-ray diffraction study on the isothermal martensite transformation of maraging steel in high magnetic fields. *Journal of Applied Crystallography*, 45(4), 748–757.
- Senthilkumar, D., Rajendran, I., 2012, Optimization of Deep Cryogenic Treatment to Reduce Wear Loss of 4140 Steel, *Materials Manufacturing Process*, Vol. 27, No. 5, 567–572.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Senthilkumar, D., Rajendran, I., Pellizzari, M., Siirainen, J., 2011, Influence of shallow and deep cryogenic treatment on the residual state of stress of 4140 steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 211(3), 396–401.
- Stormvinter, A., Miyamoto, G., Furuhashi, T., Hedström, P., Borgenstam, A., 2012, Effect of carbon content on variant pairing of martensite in Fe-C alloys. *Acta Materialia*, 60(20), 7265–7274.
- Su, Y. Y., Chiu, L. H., Chen, F. S., Lin, S. C., Pan, Y. T., 2014, Residual stresses and dimensional changes related to the lattice parameter changes of heat-treated JIS SKD 11 tool steels. *Materials Transactions*, 55(5), 831–837.
- Thornton, R., Slatter, T., Ghadbeigi, H., 2013, Effects of deep cryogenic treatment on the dry sliding wear performance of ferrous alloys. *Wear*, 305(1–2), 177–191.
- Tyshchenko, A. I., Theisen, W., Oppenkowski, A., Siebert, S., Razumov, O., vd., 2010, Low-temperature martensitic transformation and deep cryogenic treatment of a tool steel. *Materials Science and Engineering A*, 527(26), 7027–7039.
- Vahdat, S. E., Nategh, S., Mirdamadi, S., 2013, Microstructure and tensile properties of 45WCrV7 tool steel after deep cryogenic treatment. *Materials Science Engineering A*, 585, 444–454.
- Villa, M., Hansen, M. F., Somers, M. A. J., 2017, Martensite formation in Fe-C alloys at cryogenic temperatures. *Scripta Materialia*, 141, 129–132.
- Villa, M., Niessen, F., Somers, M. A. J., 2018, In Situ Investigation of the Evolution of Lattice Strain and Stresses in Austenite and Martensite During Quenching and Tempering of Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 49(1), 28–40.
- Villa, Matteo, Pantleon, K., Somers, M. A. J., 2014, Evolution of compressive strains in retained austenite during sub-zero Celsius martensite formation and tempering. *Acta Materialia*, 65, 383–392.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Wahl, A. M., 1944, Mechanical Springs - Machine design series., Penton Pub.Co, p.435.
- Wang, Y., Tomota, Y., Ohmura, T., Morooka, S., Gong, W., Harjo, S., 2020, Real time observation of martensite transformation for a 0.4C low alloyed steel by neutron diffraction. *Acta Materialia*, 184, 30–40.
- Warren, B. E., Averbach, B. L., 1950, The effect of cold-work distortion on x-ray patterns. *Journal of Applied Physics*, 21(6), 595–599.
- Withers, P. J., Bhadeshia, H., 2001, Residual stress part 2 - Nature and origins. *Materials Science and Technology*, 17(4), 366–375.
- Xu, N., Cavallaro, G. P., Gerson, A. R., 2010, Synchrotron micro-diffraction analysis of the microstructure of cryogenically treated high performance tool steels prior to and after tempering. *Materials Science and Engineering A*, 527(26), 6822–6830.
- Yamasaki, S., Bhadeshia, H., 2003, Modelling and characterisation of V₄C₃ precipitation and cementite dissolution during tempering of Fe-C-V martensitic steel. *Materials Science and Technology*, 19(10), 1335–1343.
- Zhang, P., Chen, Y., Xiao, W., Ping, D., Zhao, X., 2016, Twin structure of the lath martensite in low carbon steel. *Progress in Natural Science: Materials International*, 26(2), 169–172.
- Zhirafar, S., Rezaeian, A., Pugh, M., 2007, Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 186(1–3), 298–303.

ÖZGEÇMİŞ

