

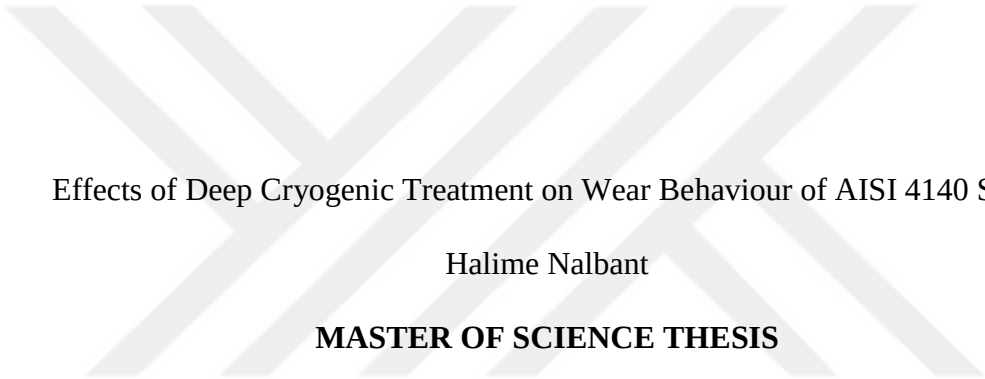
Derin Kriyojenik İşlemin AISI 4140 Çeliğinin Aşınma Davranışına Etkisi

Halime Nalbant

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalı

Mayıs 2018



Effects of Deep Cryogenic Treatment on Wear Behaviour of AISI 4140 Steel

Halime Nalbant

MASTER OF SCIENCE THESIS

Department of Metallurgical Engineering

May 2018

Derin Kriyojenik İşlemin AISI 4140 Çeliğinin Aşınma Davranışına Etkisi

Halime Nalbant

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Lisansüstü Yönetmeliği Uyarınca
Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalında
YÜKSEK LİSANS TEZİ
Olarak Hazırlanmıştır

Danışman: Doç. Dr. Hakan Gaşan

Mayıs 2018

ONAY

Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans öğrencisi Halime Nalbant'ın YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladığı “Derin Kriyojenik İşlemin AISI 4140 Çeliğinin Aşınma Davranışına Etkisi” başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek, oybirliği ile kabul edilmiştir.

Danışman : Doç. Dr. Hakan Gaşan

İkinci Danışman : -

Yüksek Lisans Tez Savunma Jürisi:

Üye : Doç. Dr. Hakan Gaşan

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Nedret Aydınbeyli

Üye : Dr.Öğr. Üyesi Gül İpek Selimoğlu

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun tarih ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Hürriyet ERŞAHAN

Enstitü Müdürü

ETİK BEYAN

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Doç. Dr. Hakan Gaşan danışmanlığında hazırlamış olduğum “Derin Kriyojenik İşlemin AISI 4140 Çeliğinin Aşınma Davranışına Etkisi” başlıklı YÜKSEK LİSANS 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 çalışmamda yararlandığım eserlerin tümüne atıf yaptığımı ve kaynak gösterdiğimi ve bilgi, belge ve sonuçları bilimsel etik ilke ve kurallara göre sunduğumu beyan ederim. 24/05/2018

Halime Nalbant

İmza

ÖZET

Bu çalışmada, tabanca ve tüfek namlu malzemesi olarak kullanılan ıslah edilmiş ve yüksek sıcaklıkta temperlenmiş AISI 4140 çeliğine 12, 24 ve 36 saat sürelerle kriyojenik işlem uygulanmıştır. Kriyojenik işlem sonrasında her bekletme süresinden bir grup numuneye 200 °C’de 1 saat süreyle temperleme işlemi uygulanmıştır. Kriyojenik işlem sonrası malzemelerin mikroyapısal incelemeleri yapılmış, mikro sertlikleri ölçülmüş; çentik darbe, çekme ve aşınma deneyleri gerçekleştirilerek işlem görmemiş malzeme ile karşılaştırılmıştır. Kriyojenik işlem, dakikada 2 °C soğutma hızıyla -196 °C’ye soğutularak belirlenen sürelerde bu sıcaklıkta tutularak gerçekleştirilmiştir. -196 °C’den oda sıcaklığına yine dakikada 2 °C ısıtma hızı ile ulaşılmıştır. Mikroyapıda meydana gelen değişikliklerin ve aşınma yüzeylerinin incelenmesinde optik mikroskop (OM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Mikrosertliklerde meydana gelen değişikliklerin belirlenmesinde Vickers sertlik ölçme yöntemi kullanılmıştır. Aşınma deneyleri ball-on-disc metodu ile kriyojenik işleme tabi tutulan her numune ve işlem görmemiş numuneler için 5 N yük ile; 5 mm yarıçapta, 100 metre aşınma mesafesi, 5 cm/s hızla kuru koşullarda gerçekleştirilmiştir. İşlem görmemiş, sadece kriyojenik işleme tabi tutulmuş ve kriyojenik işlem sonrası temperlenmiş numunelerin özgül aşınma oranları hesaplanmış, tüm mekanik testlerin sonuçları çıkarılmış ve karşılaştırmalar yapılmıştır. Kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin tümünün aşınma oranlarında sertlikteki düşük artış ile birlikte, işlem uygulanmamış numuneye göre iyileşme olduğu görülmüştür. 5 N yük uygulanan aşınma deneyinde, 12 saat kriyojenik işlem uygulanan numunenin aşınma direncinde %66,4 oranında artış olmuştur. Kriyojenik işlem sonrasında temperleme uygulanmış numunelerde ise benzer olarak sadece 24 saat kriyojenik işlem görmüş numunede aşınma dayanımı görülürken 12 ve 36 saatlik numunede görülen düşüş açıklanamamıştır.

Anahtar kelimeler: Kriyojenik işlem, AISI 4140 çelik, aşınma

SUMMARY

In this study, deep cryogenic treatment is applied at 12, 24 and 36 hours to AISI 4140 steel which is used for pistol and rifle barrel. After cryogenic treatment, a batch of samples from each standing period was subjected to a tempering process for 1 hour at 200 °C. After cryogenic treatment, microstructural investigations, micro hardness test, notch impact test, tensile test and wear tests were carried out and the results were compared to untreated material. Cryogenic treatment is applied with the cooling rate of 2 °C per minute to -196 °C and had stood at this temperature at specified times. It was reached at room temperature again with heating rate of 2 °C per minute. Optical microscope and SEM techniques were used to examine the changes in the microstructure and worn surface. Vickers was drawn on in determining the microhardness changes. Wear tests were carried out dry conditions by using ball-on-disc method for each times of cryogenic treated and untreated samples with 5 N normal load, 5 mm radius, 100 meters sliding distance and 5 cm/s sliding velocity. Specific wear rates and all mechanical test results of untreated, only cryogenic treated and tempered after cryogenic treatment samples were calculated and compared each other. Result of the comparisons, wear rates of cryogenic treated samples increased according to untreated samples due to increase of hardness. In the wear test with a load of 5 N, the wear resistance of the sample subjected to the cryogenic treatment for 12 hours increased by 66.4%. In the samples tempered after the cryogenic treatment, similarly, only the cryogenic treated sample for 24 hours showed was increased, but the decrease in the 12 and 36 hour sample was not explained.

Keywords: Cryogenic treatment, AISI 4140 steel, wear

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans öğrenimim, tez çalışmalarım ve çalışma hayatım süresince bana her konuda destek olan, bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan danışman hocam Doç. Dr. Hakan GAŞAN' a, laboratuvar çalışmalarımda yardımcı olan arkadaşım Yüksek Metalurji ve Malzeme Mühendisi Akın ÖZCAN' a teşekkürlerimi sunarım.

Kriyojenik işlem uygulamalarında sağladığı olanaklarla tez çalışmamda büyük yardımları dokunan MMD Makine ve Malzeme Teknolojileri ArGe Danışmanlık ve Mühendislik Hizmetleri San. Ve Tic. Ltd. Şti' ne, AISI 4140 çeliğinin teminini sağlayan SARSILMAZ Silah Sanayi A.Ş' ye teşekkürü bir borç bilirim.

Ayrıca, tez çalışmamda yardımlarını esirgemeyen çalışma arkadaşım Burak FIRAT' a, bölüm müdürüm Öner ÖZYILMAZ' a, genel müdür yardımcımız M.Nuri KIZILTAN' a, çalışmalarım boyunca destekleriyle hayatımın her alanında olan babam Zülker NALBANT' a, annem Neziha NALBANT' a, manevi abim Ömer Faruk ŞAYLAN' a, arkadaşım Mustafa SEVİMLİ ve İsmail Deniz Kağan DEMİR'e çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	vi
SUMMARY	vii
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xv
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. KRIYOJENİK İŞLEM	3
2.1. Kriyojenik İşlemin Tanımı	3
2.2 Kriyojenik İşlemin Uygulaması	3
2.3. Kriyojenik İşlemin Etkileri.....	7
2.3.1. Mikroyapıya etkisi.....	8
2.3.2 Mekanik özelliklere etkisi	10
2.4 Kriyojenik İşlemin Uygulama Alanları.....	14
3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	17
3.1. Kriyojenik İşlem İle İlgili Yapılan Çalışmalar	17
3.2. Literatür Araştırmasının Değerlendirilmesi	25
4. ÇELİKLER	28
4.1. Çeliklerin Sınıflandırılması	28
4.1.1 Sade Karbonlu (Alaşsız) Çelikler	29
4.1.2 Alaşımlı Çelikler	30
4.2. Düşük Alaşımlı ve Orta Karbonlu Çelikler	31
5. MATERYAL VE YÖNTEM	34
5.1. Deneysel Malzemeler.....	34
5.2. Kriyojenik İşlem.....	37
5.3. Mikroyapı Analizleri.....	39
5.4. Sertlik Ölçümleri	41

İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
5.5. Çentik Darbe Testleri	41
5.6. Çekme Deneyleri.....	42
5.7. Aşınma Deneyleri.....	42
6. BULGULAR VE TARTIŞMA	45
6.1. Mikroyapı.....	45
6.2. Sertlik.....	48
6.3. Çentik Darbe Testleri	50
6.4. Çekme Deneyleri.....	51
6.5. Aşınma Testleri	53
7. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	63
KAYNAKLAR DİZİNİ.....	66

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Tipik bir kriyojenik işlem çevrimi (Baldissera ve Delprete, 2008; Linda Gas, 2010).	4
2.2 (a) Vanadis, D2 ve H13 takım çeliklerinde işlem sıcaklığına bağlı sertliklerindeki değişimler ve (b) M1, H13 ve En 19 çeliklerinde işlem sıcaklığına bağlı aşınma oranlarındaki artış.	6
2.3 A2 çeliğinin SEM görüntüsü, a) yağda su verilmiş ve temperlenmiş numune, b) kriyojenik işlem uygulanmış numune (Zurecki, 2006).	9
2.4 AISI 52100 çeliğinin SEM görüntüsü a) yağda su verilmiş ve temperlenmiş numune, b) -145°C’de 36 saat bekletme süresi ile kriyojenik işlem uygulanmış numune	9
2.5 SEM mikroyapı analizi Cu-Cr-Zr mikroyapısı, a) kriyojenik işlem öncesi, b) kriyojenik işlem.	10
2.6 Das vd., (2010) çalışmasında gözlemlenen AISI D2 çeliğinin kırılma yüzeyine ait SEM analizi; (a) 1. Birincil karbürlerin parçalanma yüzeyleri, 2. birincil karbürlerin çatlaması, 3. Birincil karbürler ve matris ara yüzeyindeki çatlama. (b) Beyaz oklar; ikincil karbürlerin ayrışması ile oluşan mikro-tabakalar.	13
5.1 OXFORD Foundry Master Xline spektrometre cihazı.	34
5.2 Struers Discotom-5 kesme cihazı.	35
5.3 Yapılan testler ile ilgili akış diyagramı.	36
5.4 “Cryo Üretim” kriyojenik işlem cihazı.	37
5.5 12 saat kriyojenik işlem sıcaklık eğrisi program ara yüzü.	38
5.6 24 saat kriyojenik işlem sıcaklık eğrisi program ara yüzü.	38
5.7 36 saat kriyojenik işlem sıcaklık eğrisi program ara yüzü.	39
5.8 Nikon Eclipse L150 optik mikroskop	40
5.9 (a) Struers CitoPress-1 kalıplama ve (b) Struers Tegra Pol-21 zımparalama-parlatma cihazları.	40
5.10 Future Tech FM-700 mikrosertlik cihazı.	41
5.11 Çentik darbe testi numunesi.	41
5.12 Çekme testi numunesi.	42
5.13 CSM marka aşınma test cihazı.	43
5.14 Mitutoyo SJ-400 yüzey profili ölçüm cihazı.	44
5.15 Phase View üç boyutlu yüzey profili ölçüm cihazı.	44

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
6.1 Orjinal numuneye ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.	45
6.2 DKİ-12 numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.	45
6.3 DKİ-12T numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.	46
6.4 DKİ-24 numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.	46
6.5 DKİ-24T numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.	46
6.6 DKİ-36 numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.	47
6.7 DKİ-36T numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.	47
6.8 Orijinal ve kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin (a) sertlikleri ve (b) sertlikteki % değişimleri	49
6.9 Orijinal ve kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin darbe dayanımları.	50
6.10 Orijinal ve kriyojenik işlem uygulanmış DKİ-12, DKİ-24 ve DKİ-36 numunelerinin çekme dayanımları.	51
6.11 Orijinal ve kriyojenik işlem sonrası temperleme işlemi uygulanmış DKİ-12T, DKİ-24T ve DKİ-36T numunelerinin çekme dayanımları.	52
6.12 Çekme testi numunelerinin ortalama (a) akma dayanımı ve (b) %uzama değerleri.	52
6.13 5 N yük altında aşınma deneyleri sonucu DKİ-00 işlemsiz numunenin hacim kaybı.....	54
6.14 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-12 ve (b) DKİ-12T numunelerinin hacim kayıbı.....	54
6.15 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-24 ve (b) DKİ-24T numunelerinin hacim kayıbı.....	54
6.16 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-36 ve (b) DKİ-36T numunelerinin hacim kayıbı.....	55
6.17 5 N yük altında aşınma deneyleri sonucu DKİ-00 işlemsiz numunenin aşınma alanı.	55
6.18 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-12 ve (b) DKİ-12T numunenin aşınma alanı.	56
6.19 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-24 ve (b) DKİ-24T numunenin aşınma alanı.	56
6.20 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-36 ve (b) DKİ-36T numunenin aşınma alanı.	56
6.21 Orijinal numune ile 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin ve 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem sonrasında temperleme işlemi uygulanmış numunelerin 5 N yük altında özgül aşınma oranları.	57
6.22 Kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin aşınma deneyleri sonrası aşınma dirençlerindeki % değişimleri.	58

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
6.23 5N yük altında yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen sürtünme katsayıları.	59
6.24 5 N yük altında aşınma testi sonucu orijinal numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.	60
6.25 5 N yük altında aşınma testi sonucu 12 saat kriyojenik işlem uygulanmış ve temperlenmemiş numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.	60
6.26 5 N yük altında aşınma testi sonucu 12 saat kriyojenik işlem ve temperleme işlemi uygulanmış numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.	60
6.27 5 N yük altında aşınma testi sonucu 24 saat kriyojenik işlem uygulanmış ve temperlenmemiş numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.	61
6.28 5 N yük altında aşınma testi sonucu 24 saat kriyojenik işlem ve temperleme işlemi uygulanmış numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.	61
6.29 5 N yük altında aşınma testi sonucu 36 saat kriyojenik işlem uygulanmış ve temperlenmemiş numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.	61
6.30 5 N yük altında aşınma testi sonucu 36 saat kriyojenik işlem ve temperleme işlemi uygulanmış numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.	62

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Cizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Derin kriyojenik işlemde bekletme sürelerinin malzemelerin mekanik özelliklerine etkisi.	6
2.2 Kriyojenik işlemin aşınma direncine etkisi (Patil ve Tated, 2012).	10
2.3 Derin kriyojenik işlem uygulanmış takımların saha denemeleri ve servis ömrü artışı (Reitz ve Pendray, 2001; Das, 2011).	11
2.4 Bazı malzemelerde kriyojenik işlemin sertlik üzerine etkisi (Baldisseara ve Delprete 2008).....	12
2.5 Kriyojenik işleme bağlıdemir esaslı alaşımların sertlik ve aşınma dirençlerindeki farklılıklar.....	13
2.6 Kriyojenik işlem şirketlerinin örnekleri ve reklamı yapılan servis özellikleri.	15
4.1 Çeliklerin alaşımlı sayılabilmesi için içerebilecekleri element miktarlarının alt sınır değerleri (EURO NORM 20-74).....	30
4.2 AISI 4140 Çeliğinin Farklı Standartlardaki Karşılıkları.	31
4.3 AISI 4140 çeliklerinin Kimyasal Bileşimi	32
5.1 AISI 4140 çeliklerinin Kimyasal Bileşimi	34
5.2 AISI 4140 çeliğinden imal edilen numuneler ve adetleri.	35

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler</u>	<u>Açıklama</u>
°C	Santigrat derece
C	Karbon
Cr	Krom
Fn	Yüzeyler arasındaki normal yük
K	Spesifik aşınma oranı,
K	Kelvin
Mn	Mangan
Mo	Molibden
P	Fosfor
S	Aşınma mesafesini
Si	Silisyum
V	Aşınan malzemenin hacmini
W	Weber

<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklama</u>
AISI	American Iron and Steel Institute (Amerika Demir ve Çelik Enstitüsü)
ANFOR	Association Française de Normalisation (Fransız Standartları)
CNC	Computer Numerical Control (Bilgisayarlı sayısal denetim)
DKİ	Derin Kriyojenik İşlem
DIN	Deutch Industrie Normen (Alman Standartları Enstitüsü)
EN	European Norm (Avrupa normu)
MPa	Megapaskal (basınç birimi)
SAE	Society of Automotive Engineers (Otomotiv Mühendisleri Birliği)
HV	Vikers sertlik birimi
HRB	Rockwell B sertlik birimi
HRC	Rockwell C sertlik birimi

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ (devam)**Kısaltmalar Açıklama**

HB	Brinell sertlik birimi
JIS	Japanese Industrial Standards (Japon Standartları)
maks.	Maksimum
ksi	Kip per square inch (basınç birimi)
m	Metre
cm	Santimetre
s	Saniye
dk	Dakika
µm	Mikrometre
mm	Milimetre
g	Gram
N	Newton
OM	Optik Mikros

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Bu çalışmanın konusu kriyojenik işlemin, birçok endüstriyel kullanıma sahip olmakla birlikte tabanca ve tüfek namlu malzemesi olarak da kullanılan ıslah edilmiş ve yüksek sıcaklıkta temperlenmiş 4140 çeliğinin, aşınma dayanımına olan etkisinin incelenmesidir.

Tabanca ve tüfeklerin etkili, uzun süreli ve isabetli atış yapabilmesi için en önemli parça olan namlu, maliyetin de en büyük kalemini oluşturmaktadır. Bu nedenle tabanca ve tüfek üreticileri tarafından namlu malzemesi olarak; tedarik edilebilirliği, işleme kolaylığı ve mekanik özellikleri ile 4140 çeliği tercih edilmektedir. Ancak tetiğin çekilmesiyle birlikte namlu içerisinde meydana gelen patlama ile ilerleyen saçmalar, kurşun ya da mermi çekirdeği ile yüksek basınçlı gazlar namlu boyunca oluşan aşınmanın temel sebebidir. Bu doğrultuda gerek yerli, gerek ise yabancı üreticiler, silah ya da tüfeklerinin ömrünü arttırmak için namludaki aşınma direncini arttırmaya yönelik pek çok faaliyet yürütmek durumundadır.

Malzemenin aşınma direncini artırma çalışmalarında yıllardır geleneksel ısıtma işlemleri, yüzey geliştirme işlemleri, malzeme ve kimyasal kompozisyonun değiştirilmesi gibi metotlar üzerinde durmuştur. Ancak ilk denemeleri 1900'li yıllarında yapılan ve aşınma dayanımı üzerinde yüksek oranlarda iyileştirme sağlayan kriyojenik işlem, son yirmi yılda göze çarpmaya başlamıştır. Kriyojenik işlem, takım çelikleri başta olmak üzere dökme demirler, kompozitler ve demir dışı alaşımların yapısında meydana getirdiği değişimlerle aşınma direncinde %800'lere varan artışlar meydana getirmektedir.

Kriyojenik işlem, özel, yalıtılmış kabinler içerisinde iş parçalarının kontrollü olarak -196 °C'ye kadar soğutulması, bekletilmesi ve oda sıcaklığına ısıtılması ile gerçekleştirilir. Bu sıcaklıklara düşülmesi sisteme kontrollü olarak sıvı azot beslemesi ile sağlanır. İşlem süresi malzeme cinsine göre değişmekle birlikte yaygın olarak 4-36 saat arasında uygulanmaktadır. Avrupa ve Amerika'da çokça uygulanan kriyojenik işlem maddi desteği yüksek büyük şirketlerin yardımı ile yurtdışında oldukça yaygınlaşmıştır. Ülkemizde

kriyojenik işlem sahip olduđu üstün özelliklere rağmen sanayi uygulamalarında yeterli düzeyde ilgi görmemiştir.

Bu çalışmanın 2. bölümünde kriyojenik işlemin mekanizması, uygulama alanları ve etkileri dikkate alınarak ayrıntılı biçimde anlatılmış, 3. bölümünde kriyojenik işlem ile ilgili literatür çalışmaları incelenmiş, 4. bölümünde ise çelik ve sanayide kullanımı yaygın olan çelik türlerine değinilmiştir. Çalışmanın 5. bölümü yapılan deneysel çalışmaları, 6. bölümü bu çalışmalarda elde edilen sonuçları ve son olarak 7.bölüm ise sonuçların ayrıntılı irdelemelerini içermektedir.



2. KRİYOJENİK İŞLEM

2.1. Kriyojenik İşlemin Tanımı

Kriyojenik işlem literatürde, malzemeleri sıfırın altındaki sıcaklıklara belirli hızlarda kontrollü bir şekilde soğutmak, bu sıcaklıkta bekletmek ve yine belirli hızlarla oda sıcaklığına ısıtmak olarak tanımlanmaktadır. Kriyojenik işlemin amacı malzemenin mikroyapısında değişikliklere sebep olarak istenilen mekanik özelliklerin kazandırılmasıdır (Thornton vd., 2011). Kriyojenik işlem metallerin özelliklerini iyileştirmek için geleneksel ısıtma işlemi tamamlayıcı bir işlemdir (Stojko,2001; Yen, 1996). Kaplamaların aksine parçanın tüm bölümünü etkileyen, bir kereye mahsus yapılan ucuz ve kalıcı bir işlemdir (Mohan Lal vd., 2001).

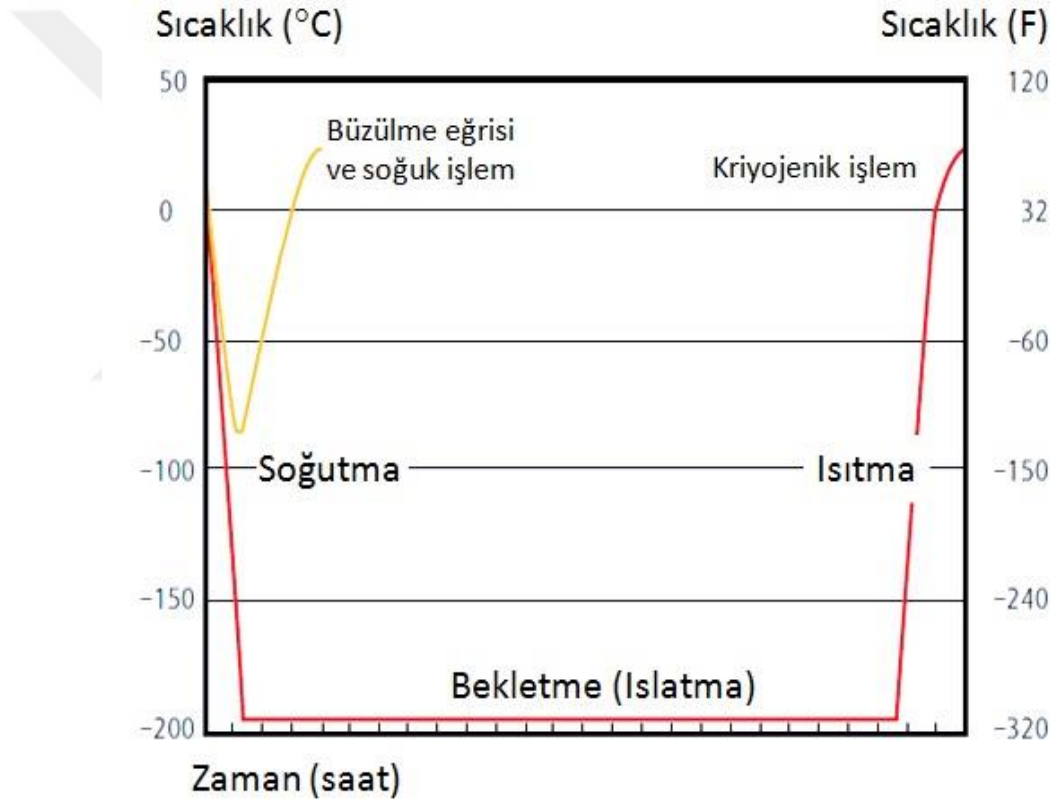
Kriyojenik işlem, sıvı azotun işlem yapılacak malzemelerin içerisinde bulunduğu ısı yalıtımlı kriyojenik kabin içerisine beslenmesi ile gerçekleşir. Sıvı azotun kabin içerisine beslenmesi iki şekilde olmaktadır. Birincisi, sıvı halde fan yardımı ile püskürtülerek azot atmosferi oluşumu sağlanması, ikinci ise ısıtıcılar yardımıyla (Preciado vd., 2006).

Sıfır altı işlemler soğutma işleminin yapıldığı sıcaklığa göre 0° C ile -80° C arası “soğuk işlem”, -80° C ile -160° C arası “sığ kriyojenik işlem”, -160° C ile -196° C arası “derin kriyojenik işlem” olarak isimlendirilmektedir. Soğuk işlemde soğutucu olarak kuru buz kullanılırken sığ ve derin kriyojenik işlemde sıvı azot ve sıvı helyum kullanımı söz konusudur (Das vd., 2009).

2.2 Kriyojenik İşlemin Uygulaması

Kriyojenik işlemin malzemelerin mikroyapı, mekanik ve fiziksel özellikleri ve performansına etkisi işlem parametrelerine ve malzemenin kimyasal kompozisyonuna bağlıdır (Das, 2011). Kriyojenik işlemin ilk uygulanmaya başladığı yıllarda, malzemelerin doğrudan sıvı azot içerisine daldırılması suretiyle yapıldığı ve bu işlem ile meydana gelen

ani ısı değişiminden dolayı parçanın termal şoklara maruz kaldığı ve bu işlemin sonucu olarak mikro çatlakların oluştuğu bildirilmiştir (Kıvak, 2012; BaldisseraveDelprete,2008; Liu vd. 2008). Ancak gelişen teknolojiyle birlikte sıcaklığın kademeli olarak düşürülmesine olanak tanıyan bilgisayar kontrollü sistemlerin geliştirilmesiyle birlikte kriyojenik işlem daha sorunsuz hale gelmiştir. Daha öncede belirtildiği gibi, kriyojenik işlem genellikle soğutma, bekletme (ıslatma) ve ısıtma-temperleme olmak üzere üç aşamada gerçekleştirilir (Boyles, 2002; Carlson, 1991; Chillar ve Agrawal, 2005; Yıldız, 2010). Şekil 2.1’de kriyojenik işlem aşamaları verilmiştir (Baldissera ve Delprete, 2008; Linde Gas, 2010).



Şekil 2.1 Tipik bir kriyojenik işlem çevrimi (Baldissera ve Delprete, 2008; Linda Gas, 2010).

Soğutma aşamasında parçalar ortam sıcaklığından kriyojenik sıcaklıklara belirli bir zaman aralığında (derece/saat veya derece/dakika) soğutulmaktadır. Soğutma aşamasının, işlem gören malzemenin nihai özelliklerine çok az bir etkisinin olduğu belirlenmiştir (Reitz ve Pendray, 2001). Darwin vd. (2007) yaptıkları çalışmada kriyojenik işlem ile mekanik

özelliklerin geliştirilmesinde, soğutma hızının %10 oranında etken olduğu değerlendirilmiştir. 1960'lı yılların ortalarında yapılan çalışmalarda kriyojenik işlem sırasında malzemelerin sıvı azot banyolarına direkt daldırılması ile -196 °C ile direkt temas eden malzemelerde çatlaklara yol açabilecek termal ve yapısal gerilmeler meydana geldiği belirlenmiştir (Parrish, 1994). Dolayısıyla, malzemelerin işlem sıcaklığına, işlem zamanını azaltmak ve böylece maliyeti de azaltmak için termal şoklara sebep olmadan mümkün olduğu kadar hızlı bir şekilde soğutulması tavsiye edilmektedir (Yıldız, 2010). Sonuç olarak yapılan çalışmalarla soğutma ve ısıtma hızının 1-2 °C/dk olabileceği vurgulanmıştır (Baldisseara ve Delprete 2008).

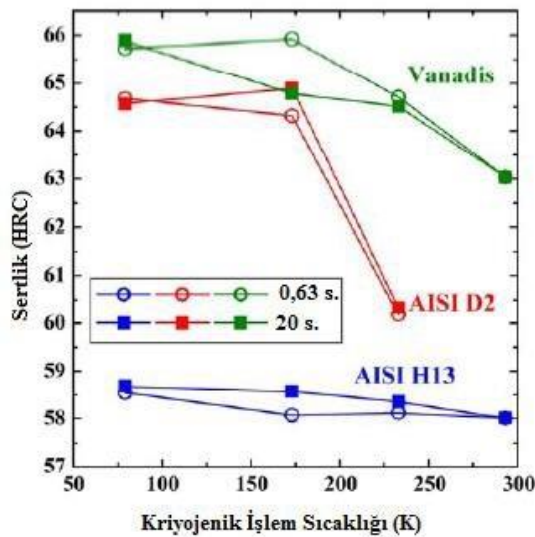
Bekletme aşamasında, parçaların kriyojenik sıcaklıklarda belirlenen sürede (saat) bekletilmesi sağlanmaktadır. Bekletme aşamasının, işlem gören malzemenin nihai özellikleri açısından önemli olduğu belirtilmiştir ve bu aşama, malzeme içerisindeki atomların yeni konumlara yayılması için gerekmektedir (Reitz ve Pendray, 2001). İstenilen sıcaklıkta bekletme süresi malzeme içi faz dönüşümlerinin ve atomsal hareketlerin tamamlanmasını sağlamaktadır (Das, 2011).

Bekletme süresi kriyojenik işlemin malzeme özelliklerine olan etkisini en fazla etkileyen faktörlerden bir tanesidir. Genellikle uzun bekletme süreleri (24 – 36 saat) tavsiye edilmekle beraber malzeme cinsine göre değişen saatlerde bekletme süreleri mevcuttur. Kriyojenik işlemde malzemeleri belirlenen düşük sıcaklıklarda bekletme süresi malzeme mekanik özelliklerinde değişimlere sebep olmaktadır. Tokluk, sertlik, aşınma direnci, çekme mukavemeti vb. istenilen mekanik özelliklerde bekletme süresinin artışı ile genellikle olumlu etkiler görülmektedir. Çizelge 2.1'de literatürde yapılan çalışmalar sonucu ortaya çıkan, derin kriyojenik işlemde bekletme süreleri ile malzemelerin mekanik özellikleri arasındaki ilişkiler verilmiştir. Darwin vd. (2007) yaptıkları çalışmada kriyojenik işlem ile mekanik özelliklerin geliştirilmesinde, bekletme süresinin %24 oranındaki etkisinin yanı sıra bekletme sıcaklığının da %72 oranında etken olduğunu belirlemişlerdir. Kriyojenik işlemde düşük sıcaklıklara ulaşılması özellikle takım çeliklerinde daha yüksek aşınma dayanımı sağlamaktadır. Yüksek aşınma dayanımı ise malzemenin kullanım ömrünü doğrudan artırmaktadır. Kriyojenik işlem sıcaklığı, malzemelerin aşınma dayanımına etkisi olduğu gibi sertliklerinde de değişikliklere sebep olmaktadır (Moore ve Collins 1993). Şekil 2.2'de

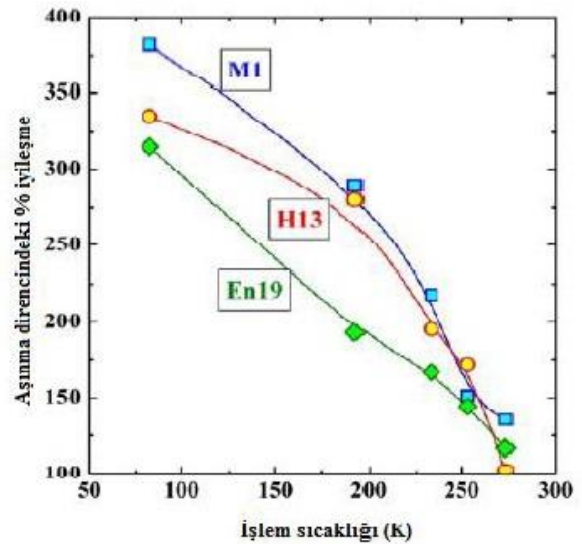
(a) Vanadis, D2 ve H13 takım çeliklerinde işlem sıcaklığına bağlı sertliklerindeki değişimler gösterilmiştir.

Çizelge 2.1 Derin kriyojenik işlemden bekletme sürelerinin malzemelerin mekanik özelliklerine etkisi.

Malzeme	Bekletme Süresi (Saat)	Sıcaklık (°C)	Etkisi	Referans
AISI M2 ve D3 çeliği	6 ve 24	-180	24 saat bekletme süresinde 6 saate göre aşınma direnci ve kullanım ömrü artışı	(Lal vd., 2001)
AISI A2 çeliği	0.5 ve 24	-196	24 saat bekletme süresinde 0,5 saate göre tokluk, sertlik ve aşınma direncinde orantılı artış	(Zurecki, 2006)
AISI M2 ve T1 çeliği	24 ve 48	-196	48 saat bekletme süresinde 24 saate göre sertlik, eğilme mukavemeti ve tokluğunda artışı	(Yun vd, 1998)
AISI D2 çeliği	0.17'den 24 saate	-180	Bekletme süresi uzadıkça aşınma direnci azalarak artmıştır.	(Wang, 2006)
Karbürize En 31 çeliği	1 ve 24	-185	24 saat bekletme süresinde 1 saate göre Young modülü ve çekme mukavemeti artışı	(Baldissera, 2010)
AISI T42 çeliği	8, 16 ve 24	-185	8 saat bekletme süresinde aşınma direnci yükselmiş, diğerinde ise düşmüştür.	(Gogte vd., 2009)



(a)



(b)

Şekil 2.2 (a) Vanadis, D2 ve H13 takım çeliklerinde işlem sıcaklığına bağlı sertliklerindeki değişimler ve (b) M1, H13 ve En 19 çeliklerinde işlem sıcaklığına bağlı aşınma oranlarındaki artış.

Kriyojenik işlemden sonra yapılan temperleme işlemi, genellikle işlem gören malzemelerin darbe dirençlerini geliştirmek için gerçekleştirilmektedir. Temperleme, malzeme karakteristikleri ve istenilen özelliklere bağlı olarak tek, çift veya üçlü döngüler olarak gerçekleştirilebilmektedir (Carlson, 1991). Ancak, nihai etki için herhangi bir temperleme işleminin kriyojenik işlem sürecinden önce gerçekleştirilmesi tavsiye edilmemektedir (Yıldız, 2010). Ayrıca, en önemli faydanın, kriyojenik işlemin sertleştirme (su verme) ve temperleme işlemlerinin arasına yerleştirildiğinde türetildiği belirtilmiştir (Collins, 1998). Araştırmalar göstermektedir ki; kriyojenik işlem yavaş bir soğutma ile başlayıp, yeterli uzunlukta bir bekletme süresi (24-72 saat gibi) ile devam eden ve nihayetinde yine yavaş bir ısıtma ile tamamlanan çevrimler ardından uygulanan temperleme işlemi ile pek çok malzeme grubu için olumlu katkılar sağlamaktadır (Barron, 1974a; Collins ve Dormer, 1997).

2.3. Kriyojenik İşlemin Etkileri

Kriyojenik işlem geniş bir malzeme yelpazesinde iyi sonuçlar verebilmektedir. Uygulandığı malzemelere bağlı olarak değişmekle birlikte genellikle kriyojenik işlemle özellikle yüksek aşınma dayanımları elde etmek mümkündür (Çiçek, vd., 2011). Ancak kriyojenik işlemin etkileri üzerine yapılan araştırmalar, yaygın olarak kullanılan takım çelikleri ve imalat uygulamaları ile sınırlı kalmıştır. Bu durum, işleme takımlarının 1930'lu yıllardan beri kriyojenik işleme tabi tutularak işleme prosesinde yapılan iyileştirmeler ile anlaşılabilir. Daha yeni çalışmalarda, sinterlenmiş tungsten karbürler gibi diğer takım malzemelerine ve yaygın havacılık ve otomotiv malzemelerine uygulanmasının da değerlendirildiği görülmektedir (Lulay vd., 2002).

Araştırmacıların çoğu, zorlu uygulamalarda kullanılan karmaşık alaşımları çalışmayı tercih ettiği için; çoğu zaman literatürde eksik olan, en temel veya en yaygın kullanılan alaşımlar üzerinde yapılan çalışmalardır. Bu durum, malzemenin kompozisyonunun ve ısıtma işleminin kriyojenik işlemini nasıl etkilediği ya da kriyojenik işlem için en uygun alaşımın nasıl tanımlanabileceğine dair sonuçlar çıkarmayı zorlaştırmaktadır (Thornton, 2014).

2.3.1. Mikroyapıya etkisi

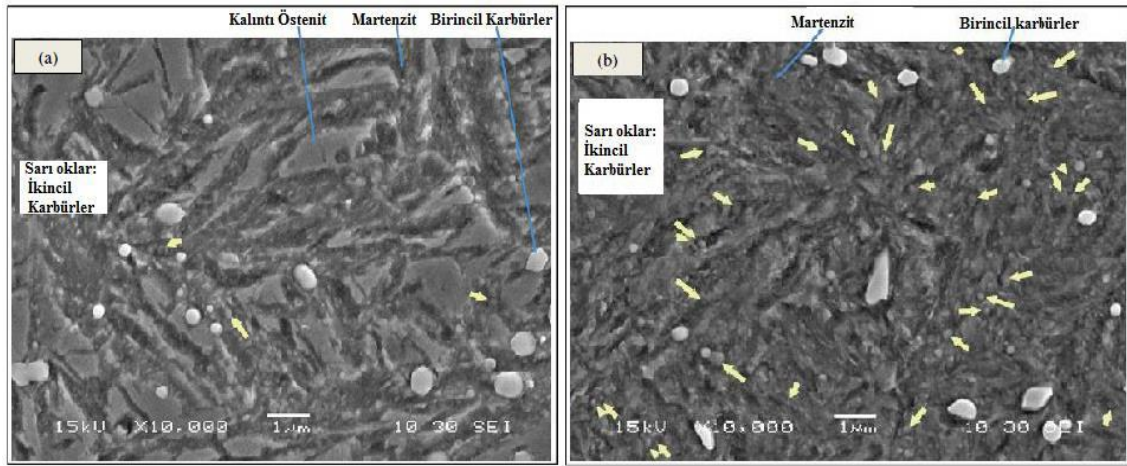
Kriyojenik işlem üzerine yapılan çalışmalarda, işlemin farklı malzemelerin mikroyapıları üzerinde üç adet değişiklik yaptığı görülmüştür:

- Kalıntı östenit fazını martenzite dönüştürmesi (Paulin, 1993)
- Yeni karbürler oluşturma ve karbür dağılımını homojenleştirilmesi, (Baldisseara ve Delprete, 2008)
- Tane yapısını inceltmesidir (Zhisheng, 2003).

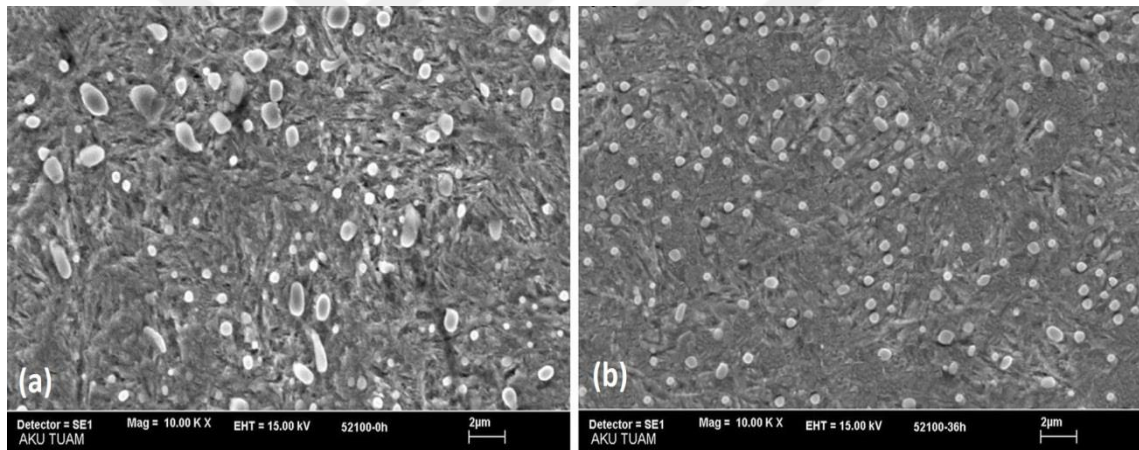
Östenit fazı, yüksek sıcaklıklarda oluşan, yüzey merkezli kübik kristal yapısına sahip demirin bir fazıdır. Çelik, yüksek sıcaklıklardan hızlı soğutulduğu durumlarda yapıda dönüşmeden kalan östenit “kalıntı östenit” olarak tanımlanmaktadır. Östenit fazı martenzite göre daha sünek ve düşük çekme mukavemetine sahiptir (Askeland, 1994). Kriyojenik işlem sonucunda ise kalıntı östenit daha sert ve mukavemetli faz olan martenzite dönüşmektedir. Farklı malzemelerde farklı miktarlarda dönüşümler görülürken, örneğin En 353 çeliğinde %28 olan kalıntı östenit miktarı %14 civarlarına düşmektedir (Bensely vd., 2008).

Kriyojenik işlem süresince düşük sıcaklıklarda malzeme içyapısını etkileyen yüksek miktarlarda çekme kuvvetleri oluşmaktadır. Çekme kuvvetleri sonucu gerilmeler meydana gelerek kalıntı östenit fazından martenzit oluşumu sağlanmaktadır (Mukherjee, 1985).

Kriyojenik işlem, kalıntı östeniti martenzite dönüştürmesi ile birlikte karbürün matris içerisinde homojen dağılımını ve yeni ince karbür oluşumları sağlamaktadır. Düşük sıcaklıklarda, kafes içerisinde bulunan karbür yapıcı alaşım elementleri, çekme gerilmelerinin oluşumu ile kafesten dışarı çıkarak yeni karbürler oluşturmaktadır. Bu karbür taneleri yapıda bulunan birincil karbürlerden çok daha küçüktür. M2 çeliğine uygulanan kriyojenik işlem neticesinde, 1 mm²’deki karbür miktarı %62 yükselmiştir (Paulin, 1993). Şekil 2.3’te A2 çeliğinin mikroyapısında kriyojenik işlem sonrası karbür dağılımı gösterilmiştir. Benzer şekilde AISI 52100 çeliği üzerinde yapılan araştırmada kriyojenik işlem sonrasında karbürlerin mikroyapıya daha homojen dağıldığı görülmüştür (Gunes vd., 2014). Şekil 2.4’de AISI 52100 çeliğinin mikroyapısında 36 saatlik bekletme süresi sonrasındaki karbür dağılımı gösterilmiştir.

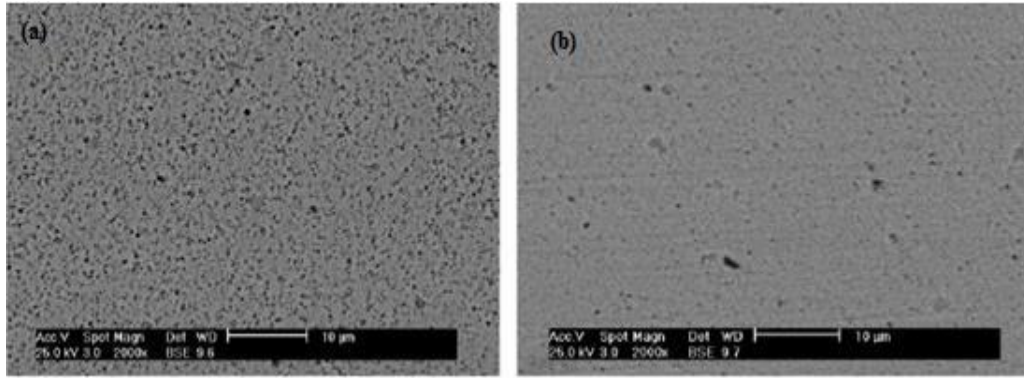


Şekil 2.3 A2 çeliğinin SEM görüntüsü, a) yağda su verilmiş ve temperlenmiş numune, b) kriyojenik işlem uygulanmış numune (Zurecki, 2006).



Şekil 2.4 AISI 52100 çeliğinin SEM görüntüsü a) yağda su verilmiş ve temperlenmiş numune, b) -145°C’de 36 saat bekletme süresi ile kriyojenik işlem uygulanmış numune (Güneş vd., 2014).

Kriyojenik işlem takım çeliklerinde kalıntı östeniti martenzite dönüştürmekte, yeni karbür tanelerinin oluşumunu sağlamaktadır. Takım çeliklerinden farklı olarak kriyojenik işlem demir ve demir dışı alaşımlarda mikroyapıda tane boyutunun küçülmesine sebep olmaktadır. Cu-Cr-Zr alaşımında tane boyutu birim alanda 159,7 nm’den 82,9 nm’ye düşmüştür. Ayrıca mikro boşluklar büyük oranda ortadan kaldırılarak daha yoğun bir hacim elde edilmiştir (Zhisheng vd., 2003). Şekil 2.5’te Cu-Cr-Zr alaşımının kriyojenik işlem öncesi ve sonrası SEM analizi sonucu mikroyapıları gösterilmiştir.



Şekil 2.5 SEM mikroyapı analizi Cu-Cr-Zr mikroyapısı, a) kriyojenik işlem öncesi, b) kriyojenik işlem sonrası (Zhisheng vd., 2003).

3.3.2 Mekanik özelliklere etkisi

Kriyojenik işlemin malzemenin mekanik özelliklerine en önemli etkisi aşınma direncinde meydana gelmektedir. Özellikle takım çeliklerinde meydana getirdiği %800'lere varan aşınma direncindeki iyileşme göze çarpmaktadır. Çalışmalar göstermektedir ki; kriyojenik işlem sonucu yapıdaki kalıntı östenitin martenzite dönüşmesi ve yeni karbürlerin oluşumu ile birlikte homojen dağılması aşınma direncindeki iyileşmelere yol açmaktadır (Patil ve Tated, 2012). Çizelge 2.2'de kriyojenik işlemin bazı malzemelerde meydana getirdiği aşınma dirençlerindeki artışlar gösterilmiştir.

Çizelge 2.2 Kriyojenik işlemin aşınma direncine etkisi (Patil ve Tated, 2012).

AISI #	Tanımı	(-80 °C)	(-196 °C)
D-2	Yüksek Karbon/Krom Alaşımlı Takım Çeliği	%316	%817
A-7	Krom Alaşımlı Takım Çeliği	%204	%560
S-7	Silisyum Alaşımlı Takım Çeliği	%241	%503
52100	Rulman Çeliği	%195	%420
0-1	Yağda Su Verilmiş Takım Çeliği	%221	%418
A-10	Grafitli Takım Çeliği	%230	%264
M-1	Molibden Alaşımlı Yüksek Hız Takım Çeliği	%145	%225
H-13	Krom/Molibden Alaşımlı Sıcak İş Takım Çeliği	%164	%209
M-2	Tungsten/Molibden Alaşımlı Yüksek Hız Takım Çeliği	%117	%203
T-1	Tungsten Alaşımlı Yüksek Hız Takım Çeliği	%141	%176
CPM-10V	Yüksek Vanadyum Alaşımlı Takım Çeliği	%94	%131

Kriyojenik işlemin aşınma direnci üzerindeki olumlu etkileri her ne kadar pek çok çalışmada doğrulansa da, aşınma direncinin test parametrelerinin doğrudan sonucu etkilediği laboratuvar testleri ile ölçülmesi basit bir işlem değildir. Gerçek sonuçların kullanımda olan bir takım veya makine elemanları üzerinde çok daha farklı olabileceğini savunan Barron (1974a); yaptığı çalışmada kriyojenik işlem görmüş takım ve makine ekipmanlarının performansını değerlendirmiş, kağıt kesmede kullanılan kesme bıçakları gibi makine elemanlarının kriyojenik işlemten sonra altı kat daha uzun süre çalıştığını bildirmiştir. Özellikle aşınma ortamlarında çalışan parçalarda yüksek malzeme performansları üzerinde elde edilen servis ömrü artışı daha sonraki dönemlerde başka çalışmalarda da gözlemlenmiştir (Das, 2011). Sahadan alınan ve bazı malzemelerin çalıştıkları ortamlarda kriyojenik işlemle gelişen servis ömürleri Çizelge 2.3'te verilmiştir.

Çizelge 2.3 Derin kriyojenik işlem uygulanmış takımların saha denemeleri ve servis ömrü artışı (Reitz ve Pendray, 2001; Das, 2011).

Takım Türü	Takım Malzemesi (AISI no.)	Aşınma Oranındaki iyileşme (%)
Baskı Kalıbı	D-2	1.000
Zımba	M-7	600
Delme (zımba)	M42, M7	300
Parmak Freze	M-42	450
Matkap Uçları	C-2	300
Delme (Matkap Uçları)	M-2, M-7	600
Matkap	M-42	200
Freze Bıçakları	M-7	250
Ahşap Kesme Testeresi	Yüksek Hız Takım Çelikleri	500
Pres Kalıbı	A-9	350
Pres Kalıbı	D-2	1000
Zımba	M-2	100
Kesici uç	Karbür	500

Kriyojenik işlemin bir başka etkisi malzemenin sertliği üzerindedir. Yapılan çalışmalarda Vickers, Rockwell ve Brinell cinsinden sertlikler ölçülmüştür. Kriyojenik işlem sonrası sertlik değerlerinde önemli artışlar gözlemlenmemiştir. Öyle ki; Barron (1973) kriyojenik işlemin etkileri ile ilgili yaptığı ilk çalışmalarında yaptığı Rockwell-C sertlik ölçümleri sonucunda, kriyojenik işlemin malzemelerin sertliği üzerine bir etkisinin

olmadığını değerlendirmiştir. Temperleme işlemi ile tamamlanan derin kriyojenik işlemin yüksek hız çeliği ve AISI H13 takım çeliği numunelerinin sertliğini ortalama 2 HRC artırdığını; Yan vd. (2013), Molinari vd. (2001) ile Koneshlou vd. (2011) çalışmalarında belirlemişlerdir. Önemsiz derecede sayılabilecek bu sertlik artışları kalıntı östenit miktarının azalmasına ve yeni karbürlerin çökmesine bağlanmıştır (Baldisseara ve Delprete 2008). Çizelge 2.4’te bazı malzemelerde kriyojenik işlem sonrası sertlik artışları gösterilmiştir.

Çizelge 2.4 Bazı malzemelerde kriyojenik işlemin sertlik üzerine etkisi (Baldisseara ve Delprete 2008).

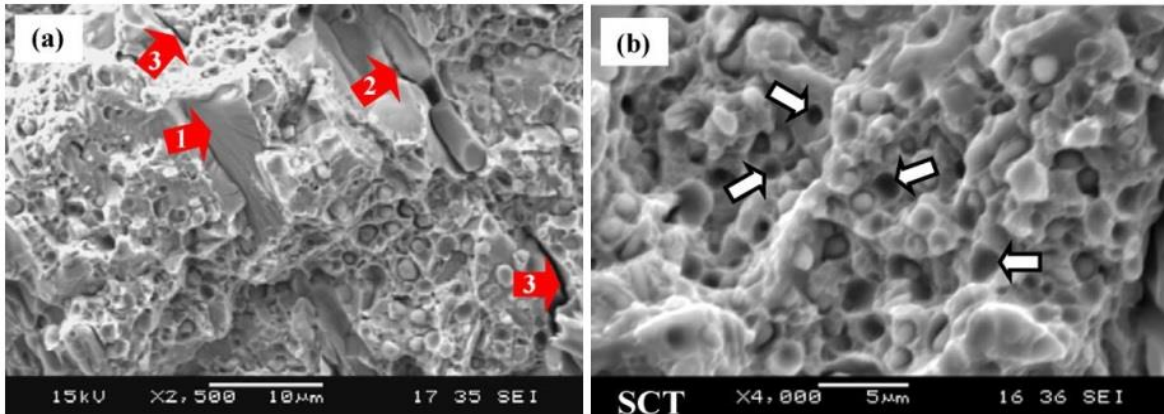
Malzeme	Sertlikteki maksimum artış %
AISI M2	5.26 HRC
AISI H13	6.9 HRC
AISI T1	2.8 HRC
En 353	3.48 HV
En 36A	17 HV
Karbürize Çelik	17 HV
AISI 4140	Herhangi bir değişiklik olmamıştır
AISI 4340	2.5 HRC
13Cr2Mn2V	3.2 HRC
3Cr13Mo1V1.5	5.5 HRC
AISI 304L	18.8 HRC
Cr-Zr-Cu Alaşımı	3.13 HB

Kriyojenik işlemin aşınma dayanımı ve sertlik üzerine olan etkileri bir dizi malzeme üzerinde benzer ancak daha az kapsamlı laboratuvar tabanlı testler ile değerlendirilmiştir. Tüm çalışmalar, kriyojenik işleme bağlı olarak aşınma direncindeki geniş gelişmeleri rapor etse de gelişmelerin büyüklerinde (benzer malzemeler arasında bile) ve değişikliklerde veya sertlik değerlerinde önemli farklılıklar görülmüştür. Kriyojenik işlem sonrası farklı çalışmalarda ölçülen sertlik ve aşınma dayanımları özetine Çizelge 2.5’te yer verilmiştir.

Çizelge 2.5 Kriyojenik işleme bağlı demir esaslı alaşımların sertlik ve aşınma dirençlerindeki farklılıklar.

Araştırmacı	Malzeme	Sertlik		Aşınma Direnci	
		(%) En Düşük	(%) En Yüksek	(%) En Düşük	(%) En Yüksek
Dhokey vd., 2009	AISI D3 takım çeliği	-8	0	+118	+1257
Akhbarizadeh vd., 2009	AISI D6 takım çeliği	0	+5	+5	+68
Koneshlou vd., 2011	AISI H13 takım çeliği	0	+20	+25	+67
Yan vd., 2013	W9Mo3Cr4V	0	+2	+20	+240
Bensley vd., 2005	En 353	+3	+3	+85	+372
Jaswin vd., 2011 2010	En 52	+5	+86	+15	+42
	21-4N valve steels	+4	+12	+9	+24
Liu vd., 2007	Yüksek Kromlu dökme demir	<+57		<+25	
Wang vd., 2009	Yüksek Kromlu dökme demir	+7	+15	0	+19

Kriyojenik işlemin kırılma tokluğu üzerindeki etkileri de pek çok çalışmada incelenmiş, derin kriyojenik işlemin sünekliği arttırdığı yönünde olumlu sonuçlar ile karşılaşılmıştır. Çoğunlukla AISI D2 takım çelikleri üzerine çalışan Das vd., (2010) yaptıkları sıg ve derin kriyojenik işlem çalışmalarında süneklik üzerinde gözlemledikleri iyileşmeyi, Şekil 2.6'daki SEM görüntülerinde detaylandırıldığı gibi, büyük ve uzun birincil karbürlerin çatlaması ve ikincil karbürlerin ayrışması ile oluşan mikro-tabakalar ile ilişkilendirmişlerdir.



Şekil 2.6 Das vd., (2010) çalışmasında gözlemlenen AISI D2 çeliğinin kırılma yüzeyine ait SEM analizi; (a) 1. Birincil karbürlerin parçalanma yüzeyleri, 2. birincil karbürlerin çatlaması, 3. Birincil karbürler ve matris ara yüzeyindeki çatlama. (b) Beyaz oklar; ikincil karbürlerin ayrışması ile oluşan mikro-tabakalar.

Isıl işlem koşullarını ve alaşım elementlerini kontrol altında tutarak, tane yapısının incilmesi ve matris karakteristiğinin düzenlenmesi ile AISI M2 çeliğinin kırılma dayanımındaki artışı konu olan çalışma Kim vd. (2007) tarafından yakın dönemde raporlandırılmıştır. Benzer çalışmalarda daha yüksek miktarlarda ikincil karbür oluşumunun, çözünmüş karbon ve alaşım elementi miktarını azaltarak matris yapısının sünekliğini arttırdığı raporlanmıştır.

Kriyojenik işlemin bir diğer olumlu etkisi çekme mukavemeti üzerindedir. Yapılan birkaç araştırmada sertlik ve aşınma dayanımının yanında çekme mukavemetinin de değişimi gözlemlenmiştir. AISI 4140 çelikte %16 oranında bir iyileşme gözlenirken, M2 çeliğinde %30'lara varan iyileşme oranları yakalanmıştır (Das, 2011). Sementasyon çelikleri üzerinde çalışan Bensley vd. (2007) ve Baldissera vd. (2009) derin kriyojenik işlemin kimyasal alaşımları çok yakın olan sement rulman çeliklerinin çekme dayanımı üzerinde sırasıyla % 9 ve %11 artış raporlamışlardır.

2.4 Kriyojenik İşlemin Uygulama Alanları

Kriyojenik işlem 80 yılı aşkın bir süredir biliniyor ve araştırılıyor olsa da, kriyojenik işleme yönelik farkındalığın ve sanayi anlayışının artışı ile kriyojenik işlem endüstrisinin sadece yaklaşık 40 yıldır var olduğu söylenebilir. Yerleşik şirketlerin çoğunluğu ABD'de ve Avrupa Birliği'nde (özellikle İngiltere'de) bulunurken, Hindistan ve Çin gibi hızla gelişen, ağır sanayi ekonomilerinde de kriyojenik işleme ilgi artmaktadır.

Dünya çapında bir dizi kriyojenik işlem şirketi bulunmaktadır. Bunların çoğunluğu Amerika Birleşik Devletleri'nde bulunsa da, Avrupa ve Avustralya'da da kayda değer şirketler bulunmaktadır. Bu şirketlerin çoğunluğu geçtiğimiz otuz yıl içerisinde kurulmuştur ve en büyükleri, 300° Below Kriyojenik Temperleme Hizmetleri (CryoTech) 1966 yılında kurulmuştur. Bu nedenle endüstri, küçük ve orta ölçekli işletmeler (KOBİ'ler) tarafından yönetilmektedir.

Kriyojenik işlem şirketleri; azot ve helyumlu kriyojenik işlemler, termal çevrimler ve ayrıca kriyojenik işlem sonrası bitmiş parçaların ve hammaddelerin temperleme işlemleri gibi bir dizi hizmet sunmaktadır. Çizelge 2.6'da kriyojenik işlem bekletme sıcaklığı (T_s),

bekletme süresi (t_s), işlem tipi, sıvı helyum (LHe_2) proses kapasiteleri ve ekipmanları ile bu firmaların sunduğu hizmetlerin özeti verilmiştir.

Çizelge 2.6 Kriyojenik işlem şirketlerinin örnekleri ve reklamı yapılan servis özellikleri.

Firma (Lokasyon)	T_s (°C)	t_s (saat)	İşlem Tipi	LHe_2	Ekipman
300° Below Cryogenic Tempering Services, Inc. 1966 (Illinois, USA)	-185	72	N2 atmosferi	Yok	Model 921 işlemci: Elektrik ve azot soğutması, 682kg kapasite 2.5 kW
Controlled Thermal Processing, Inc. 1980 (Illinois, USA)	-185	-	LN2 ısı değişimli hava soğutmalı	Var	Applied Cryogenics, Inc İşlemci; 0.2 – 1.2m ³ kapasite, Kriyojenik sonrası temperleme, 4.4-11 kW
CryoPlus, Inc. 1994 (Ohio, USA)	-185	10	LN2 sprey	Yok	Kriyojenik öncesi temperleme;
Cryogenic Institute of New England, Inc. 2002 (Massachusetts, USA)	-185	24	LN2 daldırma	Var	Parti ve sürekli tip kriyojenik işlem ekipmanı.
Cryogenic Treatment Services 2004 (Nottinghamshire, UK)	-195	24	N2 atmosferi;	Yok	Kriyojenik sonrası temperleme
Cryogenics International 1986 (Arizona, USA)	-195	24-62	N2 atmosferi	Yok	0.8 m ³ kapasiteye kadar işlem ekipmanı
Frozen Solid 1998 (Cambridgeshire, UK)	-195		N2 atmosferi;	Var	Kriyojenik sonrası temperleme

Bu şirketlerin sunduğu hizmet yelpazesinin, Bölüm 3 'deki yayınlanmış literatürde vurgulanan çeşitli sonuçları yansıttığı görülmektedir. Aslında bu şirketler tarafından sunulan işlem parametreleri arasındaki farklılıkların çoğu, sıcaklık ve zaman faktörlerine bağlı olarak, martenzitik demir alaşımlarının mikroyapısal değişiklikleriyle ilişkilendirilmesi mümkündür. Bu faktörlerin bir sonucu olarak, hiçbir kriyojenik işlem firması, tüm malzemeler için geçerli tek bir kriyojenik işlem hizmeti sunmamalıdır. Kriyojenik işlem parametreleri, malzemeye ve gerekli mikroyapısal değişiklik veya performans derecesine uyacak şekilde değiştirilmelidir.

Kriyojenik işlem şirketleri, ticari işlem ve üretim sonrası işlemlerin bir kombinasyonunda giderek artan bir payla yer almaktadırlar. Önceleri kriyojenik işlem hizmetleri neredeyse tamamlanmış formlardaki ürünlere uygulanmış olsa da, giderek üretim zincirlerinin bir parçası haline gelmektedir. Bunun bir örneği, kriyojenik işlemin TiN gibi kaplamalar üzerindeki olumsuz etkilerinden dolayı; kaplama uygulamalarından önce kesici takımlara uygulanmasıdır. Bununla birlikte, fren diskleri, spor ekipmanları ve ses kabloları gibi ürünler genellikle nihai veya kısmi parçalara ayrılmış formlarında kriyojenik işleme tabi tutulmaktadır.

Kriyojenik işlemin kompozit malzemelerden takım çeliklerine, dökme demirlere, demir dışı alaşımlara kadar pek çok kullanım alanı mevcuttur.

Kriyojenik işlemin ağırlıklı kullanımı takım çelikleri üzerinde olmasına karşın yüksek kromlu beyaz dökme demirlerde, fren diski, motor blokları gibi aşınmaya maruz kalan dökme demir parçalarında, kaynak elektrotlarında, özellikle WC-Co gibi karbürlü kompozit malzemelerde de kullanımı mevcuttur (Patil ve Tated, 2012).

3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Bu bölümde, literatürde kriyojenik işlem ile ilgili yapılan çalışmaların özetleri kronolojik olarak sunulmuştur. Son olarak yapılan literatür araştırmasının değerlendirilmesine yer verilmiştir.

3.1. Kriyojenik İşlem İle İlgili Yapılan Çalışmalar

Genellikle sıfır altı işlem olarak tanımlanan kriyojenik işlem, malzemelerin çalışma ömrünü artırmak amacıyla oda sıcaklığının çok altındaki sıcaklıklarda ($-196\text{ }^{\circ}\text{C}$) tamamlayıcı bir işlemi olarak değerlendirilebilir. Bu işlem, ilk olarak 1920 ve 1930'lu yıllarda yüksek hız çeliklerine uygulanmış ve malzeme içerisinde geleneksel ısıtılardan sonra kalan ve malzeme ömrünü olumsuz etkileyen yumuşak faz olan kalıntı östenitin, sert faz olan martenzite dönüşümünden dolayı bu çeliklerin performansının iyileştiği görülmüştür (Dowdell ve Harder, 1927; Gulyaev, 1937, 1939). 1950 ve 1960'lı yıllarda yapılan çalışmalar daha çok farklı türdeki metallerin elektriksel özelliklerinde düşük sıcaklıkların etkisini belirlemek amacıyla yapılmıştır (Rosenberg, 1958; Hake vd. 1961; Maimoni, 1962; Miller, 1965; Pawlek ve Rogalla, 1966; Clark vd. 1970). Daha sonraki dönemlerde kriyojenik işlem ile ilgili yapılan diğer bilimsel çalışmalar; takım çeliklerinin aşınma ve yorulma performansı, faz dönüşümlerinin tayini, kalıntı gerilmelerin değişimi ve malzemelerin mekanik özelliklerindeki iyileşmeler üzerine olmuştur.

Gordon ve Cohen (1942) yaptıkları çalışmada, sertleştirilmiş 18-4-1 çeliğini $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta sıvı azotta bekleterek bu çeliğin yapısındaki kalıntı östenit dönüşümlerini incelemişlerdir. Temperleme işleminin $93\text{ }^{\circ}\text{C}$ ile $468\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkları arasında yapıldığında, kalıntı östenit dönüşümünün gerçekleşmediği; ancak $468\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklığın üstüne çıkıldığında, yeterli karbür çökmesinin olduğu ve kalıntı östenit dönüşümünün gerçekleştiği belirlenmiştir. Böylelikle sıfırlı soğutma işlemi ile adı geçen çeliğin; sertlik, dayanım ve süneklik özellikleri bakımından, geleneksel sertleştirme ve temperleme işlemi ile elde edilemeyecek kadar üstün özellikler kazandığı görülmüştür.

Kuzmenko ve Grishakov (1974), -196°C ve oda sıcaklığında yapı çeliklerinin dayanıklılığını incelemişlerdir. Çekme deneyleri sonucunda -196°C sıcaklıkta, çeliklerin çekme gerilmelerinin arttığı; yüzde uzama değerlerinin de azaldığı görülmüştür. Ayrıca kriyojenik işlem ile birlikte çeliklerin yorulma direncinin arttığı gözlenmiştir.

Tavadze vd. (1975), farklı kriyojenik sıcaklıklarda ($+20^{\circ}\text{C}$, -78°C , -196°C ve -253°C) sıvı azot içerisinde bekletilen östenitik krom-mangan çeliğinin mekanik özelliklerindeki değişimleri incelemişlerdir. Belirtilen sıcaklıklarda gerçekleştirilen çekme ve darbe testleri sonuçlarında, test sıcaklığı azaldığında çeliğin mukavemet karakteristiklerinin iyileştiği, süneklik özelliklerinin de azaldığı görülmüştür.

Stepanov ve Lokhankina (1979), krom-mangan çeliğinin mekanik özelliklerine kriyojenik işlemin (-196°C) etkisini araştırmışlardır. Kriyojenik işlemin yorulma direnci ve çekme mukavemetini arttırdığı görülmüştür. Smolnikov ve Kossovitch (1980) yaptıkları çalışmada, kriyojenik işlem gören takımların ömründe % 10 ile % 40 arasında iyileşmeler olduğunu tespit etmişlerdir.

Strife ve Passoja (1980) 5Ni ve 9Ni çeliklerinin mikroyapı ve kırılma özellikleri üzerinde kriyojenik işlemin etkilerini araştırmışlardır. Kriyojenik işlem (-196°C) sonra her iki malzemenin de kırılma tokluğunda iyileşme olduğu gözlemlenmiş, bu iyileşmenin kalıntı östenitin martenzite dönüşümü ile gerçekleştiği tespit edilmiştir.

Barron ve Mulhern (1981), kriyojenik işlemin AISI-T8 takım çeliği ve C1045 karbon çeliklerinin aşınma direnci ve sertliğine etkisi üzerine bir çalışma yapmışlardır. Bu çalışmada her iki grup çeliği farklı bekletme süreleri (1 dakika, 1 saat, 4 saat ve 24 saat) ve farklı bekletme sıcaklıklarında (-73°C , -117°C , -151°C ve -196°C) kriyojenik işleme tabi tutmuşlardır. Kriyojenik işlemden sonra her iki numunenin de aşınma direnci arttığı; fakat bu artış takım çeliğinde daha yüksek oranlarda gerçekleştiği görülmüştür. AISI-T8 takım çeliği için, en yüksek aşınma direnci değeri 24 saat bekletme süresi ve -196°C bekletme sıcaklığında elde edildiği tespit edilmiştir.

Barron (1982) yaptığı çalışmada, -84°C ve -196°C sıcaklıkta bekletmenin aşınma direncini arttırmadaki etkilerini belirlemek için; 12 takım çeliği, 3 paslanmaz çelik ve 4 farklı

tür çelikten oluşan 19 malzemeye kriyojenik işlem uygulamıştır. Takım çeliklerinde, -196 °C sıcaklıktaki işlemden sonra aşınma direncinde önemli bir artış ve -84 °C sıcaklıkta bekletildikten sonra ise daha az bir artış görülmüştür. Paslanmaz çelikler için her iki sıcaklıktaki kriyojenik işlemden sonra aşınma direncinde aralarında % 10'dan daha az bir farkla bir miktar artış gözlenmiştir. Sade karbonlu çelik ve dökme demirde ise her iki sıcaklıktaki işlemden sonra bir iyileşme görülmemiştir.

Frey (1983) kriyojenik işlemin P/M çelikleri ve matkapların özelliklerinde sağladığı iyileşmeleri incelemek amacıyla -196 °C sıvı azot ortamında numuneleri 20 saat bekleterek bir çalışma yapmıştır. Yüksek hız çeliği ve kobalt içerikli matkaplarla yapılan deneyler sonucunda; kriyojenik işlemden sonra matkapların ömründe sırasıyla % 282 ve % 341'lik bir artış olduğunu görülmüştür. Çalışmanın devamında iki farklı P/M çeliğinin (sertleştirilmiş ve karbonitrülenmiş) kalıntı östenit miktarı, sertliği ve aşınma direnci yapılan test ve ölçümlerle belirlenmiştir. Kriyojenik işlemden sonra; kalıntı östenit miktarı her iki çelik grubunda da benzer oranda düşmüş; sertlik değerleri ve aşınma dirençleri farklı oranlarda artmıştır.

Pillai (1986), bazı takım çelikleri ve kaplamasız sinterlenmiş karbür kesici takımların aşınma davranışlarını incelemek amacı ile bahsi geçen malzeme ve takımlara, -196 °C sıcaklıkta kuru soğutma işlemi uygulamış ve daha sonra aşınma testi gerçekleştirilmiştir. AISI 52100, AISI A2, AISI D2, AISI M2 ve AISI O1 çelikleri için aşınma direncindeki artış sırasıyla %500, %620, %380, %200 ve %400 civarında olduğu, kaplamasız karbür kesici takımlarda ise bu artışın %37 civarında olduğu görülmüştür.

Moore ve Collins (1993), AISI H13, AISI D2 ve Vanadis 4 takım çeliklerine farklı bekletme süreleri, farklı bekletme sıcaklıklarında yapılan kriyojenik işlemin ve temperleme sıcaklığının sertliğe etkisini incelemişlerdir. Sertlik değerleri; bekletme sıcaklığının artışı ile artmış, temperleme sıcaklığının artışı ile azalmıştır. İki hafta gibi uzun süreli bekletilen numunelerin sertliği hiç bekletilmeyen numunelerin sertliğinden daha düşük bulunmuştur.

Meng vd. (1994), Fe-12-Cr-Mo-V-1.4C takım çeliğinin aşınma direncini ve mikroyapısını, kriyojenik işlemli (-80 °C ve -180 °C) ve işlemsiz halleri üzerinden incelemişlerdir. Yapılan çalışmada, kriyojenik işlemden sonra aşınma oranında %

110 ile %600 arasında şaşırtıcı bir iyileşme elde edilmiştir. Bu durum, kriyojenik işlem sayesinde kalıntı östenitin martenzite dönüşümü ile ilişkilendirilmiştir.

Jung vd. (1996), karbürlenmiş SAE-4320 ve SAE-9310 çeliklerinin eğilme yorulması üzerinde kriyojenik işlemin etkisi incelemişlerdir. Karbürleme işlemine tabi tutulan numuneler -73 °C ve -196 °C’de kriyojenik işleme tabi tutulmuştur. Eğilme dayanımının yanı sıra aynı numuneler için kalıntı gerilme, mikroyapı, kalıntı östenit ve mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Sıfırlama işlem sonrasında; martenzite dönüşümden dolayı kalıntı östenit hacim oranında düşüş, basma kalıntı gerilmelerinde ve yüzey sertliğinde artış ve eğilme dayanımında yaklaşık %10’luk bir düşüş elde edilmiştir.

Collins ve Dormer (1997) yaptıkları çalışmada, AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin aşınma direnci üzerinde derin kriyojenik işlemin etkisini incelemişlerdir. Yapılan çalışmada, takım çeliği -140 °C ile -196 °C sıcaklıkları arasında bekletilmiş; DCT’den sonra sertlik, tokluk ve aşınma direnci artmıştır. Sertliğin artışı, kriyojenik işlem ile birlikte yumuşak bir faz olan kalıntı östenitin daha sert bir faz olan martenzite dönüşümü ile; tokluk ve aşınma direncindeki artış ise, temperlenmiş mikroyapıda karbür tanelerinin daha ince dağılımlı çökmesi ve homojen bir hale dönüşmesi ile ilişkilendirilmiştir.

Yun vd. (1998) T1 ve M2 yüksek hız çeliklerinin mekanik özelliklerine farklı bekletme sıcaklıklarında (24 saat ve 48 saat) uygulanan derin kriyojenik işlemin (- 196 °C) etkisini incelemişler, kriyojenik işlemin mekanik özellikleri iyileştirdiğini, ayrıca 48 saat bekletme süresine sahip numunenin 24 saate göre mekanik özelliklerinde daha fazla artış olduğu görülmüştür.

Mohan Lal vd. (2001), farklı malzemelerde kriyojenik işlem parametrelerinin farklılığı ve takım aşınması üzerindeki iyileşmeleri üzerine çalışmışlardır. Çalışmalarında yapılan deneyler sonucunda, kriyojenik işlemin takım ömründe %110 bir iyileşme ile TiN kaplamalara üstünlük sağladığı gözlenmiştir.

Literatür çalışmalarında kriyojenik işlemin kriyojenik işlemin takım ömrünü iyileştirdiği teyit edilmesine rağmen, bunun altında yatan mekanizmalar açık değildir. Huang vd. (2003), kriyojenik işlemde sonra M2 takım çeliğinin mikroyapısındaki değişiklikleri araştırmışlardır. Araştırma sonucu kriyojenik işlemin karbon kümelenme oluşumunu

kolaylaştırabileceği ve sonraki ısıtma işlemde karbür yoğunluğunu artırabileceği bulunmuştur. Bundan dolayı çeliklerin aşınma direnci iyileştiği, kriyojenik işlemin martenzit matristeki karbür oluşumunu kolaylaştırdığı ve karbür miktarının ve hacim oranını artırmanın yanı sıra daha homojen karbür dağılımı sağladığı görülmüştür.

Prabhakaran vd. (2004); geleneksel ısıtma işlem, sıg kriyojenik işlem (-80°C) ve derin kriyojenik işlemin (-196°C) EN 353 çeliğinin darbe dayanımı üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Geleneksel ısıtma işlem ile karşılaştırıldığında kriyojenik işlemde malzemenin darbe dayanımının arttığı; fakat sıg kriyojenik işlem ile derin kriyojenik işlem karşılaştırıldığında darbe dayanımında bir değişim meydana gelmediği tespit edilmiştir.

Babu vd. (2005) kriyojenik işlemin M1, EN19 ve H13 takım çeliklerinin aşınma direncine etkisi üzerine farklı sıcaklıklar (-20 °C, -40 °C, -80 °C ve -190 °C) ile bir çalışma yapmışlardır. Aşınma testleri sonucunda; kriyojenik işlem bekletme sıcaklığının düşmesi ile aşınma direnci önemli derecede arttığı görülmüştür. M1, H13 ve En19 takım çelikleri için sırasıyla en yüksek aşınma direnci artışı %382, %335 ve %315 olarak elde edilmiştir.

Zhirafar vd. (2007), kriyojenik işlemin AISI 4340 çeliğinin mekanik özellikleri ve mikroyapısı üzerine etkilerini araştırmışlardır. Yorulma, darbe ve sertlik deneylerini içeren mekanik deneyler ile numunelerin kırılma özellikleri; farklı kriyojenik işlem ve temperleme sıcaklıkları uygulanmış numuneler üzerinden yapılmış ve sonuçlar karşılaştırılmıştır. Genellikle konvansiyonel ısıtma işlem uygulanan çeliklerle karşılaştırıldığında kriyojenik işlem uygulanan numunelerin sertliği ve yorulma dayanımı küçük bir miktar yüksekken; tokluğun daha düşük olduğu görülmüştür. Bu çalışmada kriyojenik işlem ve temperleme ile sertlik ve yorulma direncindeki iyileşmenin anahtar faktörünün kalıntı östenitin martenzite dönüşmesi olduğu nötron kırılımı ile gösterilmiştir.

Bensely vd. (2008), EN 353 sementasyon çeliğinde geleneksel ısıtma işlem ile sıg ve derin kriyojenik işlemin ve sonrasında yapılan temperleme işleminin etkilerini incelemişlerdir. Temperleme işleminden önce ve sonra yüzeyde oluşan basma kalıntı gerilmeleri ölçülerek karşılaştırma yapılmıştır. Ayrıca üç farklı işlem için kalıntı östenit hacim oranları sırasıyla geleneksel ısıtma işlem, sıg ve derin kriyojenik işlem için %28, %22 ve %14 olarak belirlemişlerdir. Kalıntı gerilmeleri de ölçüldükten sonra bu üç işlemin

karşılaştırmasında, derin kriyojenik işlemde sonra basma kalıntı gerilmeleri artmıştır; fakat derin kriyojenik işlemde sonra yapılan temperleme işlemi ile tam tersi bir durum yaşanmış kalıntı gerilme değerleri düşmüştür. Bu gerilim giderme davranışının, ağırlıklı olarak temperleme işleminden sonra derin kriyojenik işlem görmüş numunelerde ince karbürlerin çökmesindeki artış ile bağlantılı olduğu değerlendirilmiştir. Bensley vd. (2009) bu çalışmanın devam niteliğinde olan ikinci çalışmalarında sıg ve derin kriyojenik proses uygulanmış numunelerin, konvansiyonel ısıt işlem uygulanmış numunelere göre yorulma ömründe sırasıyla %71 iyileşme ve %26 azalma gözlenmiştir. Kalıntı östenitin ve karbürlerin birleşik bulunması, sıg kriyojenik proses uygulanmış numunelerin, konvansiyonel ısıt işlem ve derin kriyojenik proses uygulanmış numunelere göre daha iyi bir yorulma mukavemetine sahip olmasına neden olduğu şeklinde yorumlanmıştır.

Baldissera ve Delprete (2009) dişli çeliği olan 18NiCrMo5'in statik ve mekanik özellikleri üzerinde derin kriyojenik işlemin etkisini, optik kırılma fotoğrafı gözlemleri ile sertlik ve çekme deneyleri yaparak değerlendirmişlerdir. Çalışmada geleneksel olarak yapılan sementasyon işleminden sonra gerçekleştirilen derin kriyojenik işlem ve temperlemenin sertlik ve çekme dayanımı üzerindeki etkileri karşılaştırılmış; bekletme zamanı etkisi, ön temperleme ve derin kriyojenik işlem durumları istatistiki olarak analiz edilmiştir. Sonuçlar, tüm kriyojenik işlem uygulanmış numuneler için önemli sertlik artışları (+0,6 HRC'den +2,4 HRC'ye kadar) ve dikkate değer çekme dayanımı artışı (+%11) göstermiştir. Mikroyapısal iyileşmeler açısından deneysel sonuçlar, literatürdeki benzer çelikler üzerine uygulanan derin kriyojenik işlem sonuçları ile benzerlik göstermiştir.

Dhokey ve Nirbhavne (2009), AISI D3 soğuk iş takım çeliğini kriyojenik işleme tabi tuttukdan sonra çoklu temperlemenin etkisini belirlemek için pin-on-disk test cihazı kullanarak aşınma deneyi yapmışlardır. AISI D3 takım çeliğinin iyileşen aşınma direncini; aşınan yüzeyin sertlik verileri, mikroyapıları, aşınma hasarı ve SEM analizi ile açıklamışlardır. Aşınma hızının tek temperlemeli AISI D3 çeliğinde en düşük olduğu ve geleneksel ısıt işlemin aşınma hızından %93 oranında az olduğu tespit edilmiştir. Kriyojenik işlemde sonra yapılan iki ve üç temperleme işlemi, AISI D3 çeliğinin aşınma direncini olumsuz şekilde etkilediği görülmüş, bu durum çift ve üç temperleme şartlarında karbür boyutunun büyümesi ile ilişkilendirilmiştir.

Amini vd. (2010), 80CrMo12-5 soğuk iş takım çeliğinin aşınma davranışı üzerinde sıg (-80 °C) ve derin (-196 °C) kriyojenik işlemin etkisini altı farklı bekletme süresi (0, 6, 24, 48, 72 ve 168 saat) kullanarak incelemişlerdir. Yapılan mekanik testler sonucunda, kriyojenik işlem gören numunelerin aşınma direncinde kayda değer bir artış görülmüş, sertlik ve aşınma direncini maksimize eden optimum bekletme süresi 48 saat olarak kaydedilmiştir. Amini vd. (2012) AISI D3 soğuk iş takım çeliği üzerinde farklı bekletme süreleri (24, 36, 48, 72, 96 ve 120 saat) ile yaptıkları derin kriyojenik işlem denemelerinde ise kriyojenik işlem bekletme süresinin mikroyapı değişimleri, karbür dağılımı, makro ve mikro sertlik üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Yapılan çalışmanın sonucunda, 36 saat bekletme süresinde mikroyapı homojenliği, karbür yüzdesi, makro ve mikro sertliğin optimum değerlere ulaştığı belirlenmiştir.

Kerscher ve Lang (2010) farklı bekletme sürelerinde (24, 65, 100 ve 1000 saat) yapılan derin kriyojenik işlemin AISI 52100 rulman çeliğinin kalıntı östenit ve yorulma sınırına etkisini incelemişlerdir. Kalıntı östenit hacim oranları ve mikro sertlik değerleri geleneksel ısıtılma işlem ve ardından yapılan temperleme ile %11,3 artış gösterirken derin kriyojenik işlem sonrasında %4 düşmüş bekletme süresindeki artış ile değişim göstermemiştir. Ancak yorulma dayanımı derin kriyojenik işlem ile birlikte geleneksel ısıtılma işleme göre %20 ile %30 arasında artış göstermiştir. Yorulma dayanımını maksimize eden optimum bekletme süresi 100 saat olarak kaydedilmiştir.

Koneshlou vd. (2011) AISI H13 sıcak iş takım çeliğinin mekanik özellikleri ve mikroyapısı üzerinde düşük sıcaklık (sıfır altı) işlemlerinin etkisini incelemişlerdir. AISI H13 takım çeliğine -72 °C’de sıg kriyojenik işlem ve -196 °C’de derin kriyojenik işlem uygulanmış bunun sonucunda malzeme içerisindeki kalıntı östenitin martenzite dönüştüğü görülmüştür. Uygulama sıcaklığı azaldıkça daha fazla kalıntı östenitin martenzite dönüştüğü ve aynı zamanda mikroyapıda daha küçük ve daha homojen karbür dağılımı sağlandığı tespit edilmiştir. Derin kriyojenik işlem daha homojen ve çok ince karbür parçacıkların çökmesini sağladığı ve mikroyapıda meydana gelen bu değişiklikler ile AISI H13 takım çeliğinin mekanik özelliklerinin önemli ölçüde iyileştiği görülmüştür.

Senthilkumar vd. (2011), AISI 4140 çeliğinde kriyojenik işlemin kalıntı gerilmeleri üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Su verme ve temperleme işlemi arasında sıg kriyojenik

işlem (-80 °C’de 5 saat) ve derin kriyojenik işlem (-196 °C’de 24 saat) olmak üzere iki farklı işlem gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada kriyojenik işlem sıcaklığındaki azalmanın daha fazla östenitin martenzite dönüşümüne yol açtığı görülmüştür. Bundan dolayı, geleneksel ısıtıl işlem ve sıg kriyojenik işlem numunelerinde gözlenen çekme kalıntı gerilmeleri ile karşılaştırıldığında; derin kriyojenik işlemde sonra basma kalıntı gerilmelerinin oluştuğu görülmüştür. Ayrıca numunelerin sertlik değerlerinde derin kriyojenik işlemde sonra % 10’luk bir artış gözlenmiştir.

Sri Siva vd. (2012), AISI 52100 rulman çeliğinin aşınma direnci üzerinde derin kriyojenik işlemin etkisi incelemiştir. Çalışmalarında derin kriyojenik işlem görmüş rulman çeliklerinin aşınma direncinin geleneksel ısıtıl işlem görmüş numunelere göre % 37 civarında arttığını belirlemiştir. Bu iyileşme, kriyojenik işlem ile kalıntı östenitin martenzite dönüşümü, ince karbür çökmesi ve karbürlerin homojen dağılımı ile ilişkilendirilmiştir.

Podgornik vd. (2013), P/M yüksek hız çeliğine farklı bekletme saatlerinde (25 ve 40 saat) uygulanan derin kriyojenik işlemin ve sonrasında yapılan plazma nitrüleme işleminin mekanik ve tribolojik özellikler üzerindeki etkisini incelemiştir. Kriyojenik işlem ile birlikte daha yüksek sertlik ve daha düşük kırılma tokluğu elde edilmiştir. Plazma nitrüleme işlemi ile yüzey sertliğinde ciddi artışlar görülmüştür. Mekanik özellikler bakımından 40 saat bekletilen kriyojenik işlem numuneleri 25 saat bekletilen kriyojenik işlem numunelerine göre daha iyi sonuçlar vermiştir. Geleneksel ısıtıl işlem görmüş numuneler en yüksek sertliği vermemesine rağmen en yüksek yük taşıma kapasitesine bu numuneler ile ulaşılmıştır. Kriyojenik işlem ve plazma nitrüleme işlemi sertliği arttırmasına rağmen yük taşıma kapasitesini düşürmüştür.

Vahdat vd. (2013), kriyojenik işlemde sonra 45WCrV7 takım çeliğinin çekme özelliklerini ve mikroyapısını incelemek için numuneleri -196 °C’de farklı bekletme sürelerinde (24, 36 ve 48 saat) derin kriyojenik işleme tabi tutmuştur. Bekletme süresindeki artış ikincil karbürlerin hacimsel oranının sabit bir şekilde artmasına yol açmıştır ki böylece daha fazla ikincil karbürlerin oluşumunu kolaylaştıran bölgeler geliştirilmiştir. Ancak ikincil karbürlerin yoğunluğu 36 saat bekletme süresine kadar artarken bu bekletme saatinden sonra azalmıştır. Sertlik, tokluk ve çekme dayanımındaki en fazla iyileşme 36 ve 48 saat kriyojenik

işlem gören numunelerde elde edilmiş ve bu numunelerin değerleri birbirine çok yakın çıkmıştır.

Yan ve Li (2013) sıfır altı işlem şartlarının W9Mo3Cr4V yüksek hız çeliğinin mikroyapısı, mekanik davranışları ve aşınma direnci üzerindeki etkisini araştırmışlardır. -80 °C, -120 °C, -160 °C ve -196 °C gibi düşük sıcaklıklarda ve numunelere 4 saat süreyle kriyojenik işlem uygulanmıştır. Tüm numunelerde kriyojenik işlemde sonra sertlik ve aşınma direncinde artış görülmüştür. Aşınma direnci ve sertlikteki artışın sebebi, kriyojenik işlem ile kalıntı östenitin martenzite dönüşümü ve ikinci karbür çökmesi ile ilişkilendirilmiştir.

3.2. Literatür Araştırmasının Değerlendirilmesi

Yapılan kapsamlı literatür taraması ile kriyojenik işlemin çeliğin mekanik özelliklerini iyileştirme potansiyeline sahip olduğu görülmüştür. Aşınma dayanımındaki artış, sığ ve özellikle derin kriyojenik işlem ile kalıntı östenitin martenzite dönüşmesi ve homojen karbür çökelmeleri ile ilişkilendirilmiştir.

Genel olarak bakıldığında literatürde daha çok kriyojenik işlemin takım çelikleri ve yüksek hız çelikleri üzerindeki etkilerini araştıran çalışmalar yapıldığı görülmektedir. Bu çalışmalarda genellikle derin kriyojenik işlemin, sığ kriyojenik işlem ve geleneksel ısıtma işleme göre daha iyi sonuçlar verdiği söylenmesine rağmen; bazı literatür çalışmalarında sığ kriyojenik işlemin derin kriyojenik işlemde daha olumlu sonuçlar sergilediği de görülmüştür. Bensely vd. (2009) tarafından yapılan çalışmada, sığ ve derin kriyojenik proses uygulanmış numunelerin, konvansiyonel ısıtma işlem uygulanmış numunelere göre yorulma ömründe sırasıyla %71 iyileşme ve %26 azalma gözlenmiştir. Bu durum kalıntı östenitin ve ince karbürlerin birleşik bulunması, sığ kriyojenik proses uygulanmış numunelerin, geleneksel ısıtma işlem ve derin kriyojenik proses uygulanmış numunelere göre daha iyi bir yorulma mukavemetine sahip olmasına atfedilmiştir (Bensely vd. 2009).

Literatür çalışmalarının neredeyse tamamında kriyojenik işlemde sonra sertliğin arttığı söylenirken Kerscher ve Lang, (2010) tarafından yapılan çalışmada kriyojenik işlemde sonra sertliğin yaklaşık %19 düştüğü görülmüştür (Kerscher ve Lang, 2010).

Kriyojenik işlemdeki etkin parametrelerden biri olan bekletme süresi ile ilgili olarak; çalışmalarda 2, 4, 5, 6, 8, 15, 24, 25, 36, 40, 48, 65, 72, 84, 96, 100, 120, 168 ve 1000 saat gibi farklı bekletme sürelerinin uygulandığı görülmüştür. Farklı bekletme saati uygulanan çalışmalarda genellikle 36 saat bekletilen numunelerde en iyi sonuçların elde edildiği (Akhbarizadeh ve Javadpour, 2013; Amini vd. 2012; Amini vd. 2013; Das vd. 2009; Vahdat vd. 2013); fakat bazı çalışmalarda 40 saat (Podgornik vd. 2013) ve 48 saat (Amini vd. 2010; Akhbarizadeh vd. 2012) bekletilen numunelerin daha iyi performans sergilediği de görülmüştür.

Gerçekleştirilen birçok çalışmada; malzeme yorulma ömrünün ve aşınma direncinin kriyojenik işlem ile geliştirilebileceği ortaya konmuştur. Geleneksel ısıtma işlemi prosesinin kriyojenik işlem ile desteklenmesi, üreticiler için, çelik bileşenlerinin daha iyi aşınma direncine ulaşmalarına yardımcı olacağı görülmektedir. Temperleme işlemi ile tamamlanan kriyojenik işlemin, çelik yüzeyindeki veya genel yapısındaki basma kalıntı gerilmenin artırılması için en iyi yöntem olduğu ortaya koyulmuş; özellikle derin kriyojenik işlem için tutma süresi ve ısıtma süresinin kritik faktörler olduğu belirlenmiştir.

Son yıllarda, gerçekleştirilen çalışmalarda, çeliklerin özelliklerini geliştirmek için kriyojenik işlem parametrelerinin en iyi kombinasyonunun belirlenmeye çalışıldığı görülmektedir. Bu alanda mevcut olan bilimsel literatür de sınırlıdır. Literatürdeki çalışmalarda kriyojenik işlemin metalik malzemelerde sağladığı iyileşmelerin arkasındaki mekanizma tam olarak açıklanmamasına rağmen mikroyapı değişimleri ile bağlantılı olarak aşağıdaki hipotezler ileri sürülmüştür.

Bu hipotezler;

- Yumuşak bir faz olan kalıntı östenitin sert bir faz olan martenzite dönüşümü,
 - Eta karbürlerin çökmesi,
 - İnce karbürlerin çökmesi ve homojen mikroyapı oluşumu,
 - Kalıntı gerilmelerin giderilmesi,
 - Termal iletkenliğin artması,
- şeklinde sıralanmıştır.

Sonuç olarak yukarıda da bahsedildiği gibi kriyojenik işlemin malzemelere uygulanması suretiyle yapılan çalışmalarda; sertlik, çekme dayanımı, kırılma tokluğu, aşınma dayanımı, yorulma direnci, mikroyapı, kalıntı östenit ve kalıntı gerilme değerlerinde ciddi iyileşmeler kaydedilmiştir. Yapılan literatür araştırması incelendiğinde; farklı türdeki malzemelere uygulanan sıg ve derin kriyojenik işlem ile ilgili çok sayıda çalışma olmasına rağmen, orta karbonlu alaşımlı çeliklere uygulanan kriyojenik işlem ile ilgili yeterli çalışma olmadığı görülmektedir (Zhirafar vd. 2001). Bu alanla ilgili literatürdeki eksikliklerin giderilmesi ve 4140 çeliği malzemesinin mekanik özellikleri mikroyapısı, kalıntı östenit ve kalıntı gerilme değerleri üzerinde iyileşmeler sağlanarak, imalat sektöründeki işletmelere teknolojik veri sağlaması açısından yapılan çalışmanın önemli bir yer tutacağına inanılmaktadır. Senthilkumar ve Rajendran (2012) yaptıkları çalışmalarda düşük sıcaklıkta temperleme ile derin kriyojenik işlemin 4140 çeliğinin aşınma dayanımı üzerinde daha olumlu sonuç verdiğini ortaya koymuşlardır (Senthilkumar vd. 2012).

4. ÇELİKLER

Çelik, demir elementi ile genellikle %0,2 ile %2,1 oranında değişen karbon miktarının bileşiminden meydana gelen bir alaşımdır. Çelik alaşımındaki karbon miktarları çeliğin sınıflandırılmasında etkin rol oynar. Karbon genel olarak demirin alaşımlayıcı maddesi olsa da demir elementini alaşımlamada magnezyum, krom, vanadyum ve volfram gibi farklı elementlerde kullanılabilir. Karbon ve diğer elementler demir atomundaki kristal kafeslerin kayarak birbirini geçmesini engelleyerek sertleşme aracı rolü üstlenirler.

Alaşımlayıcı elementlerin, çelik içerisindeki, değişen miktarları ve mevcut bulundukları formlar (çözünen elementler, çökelti evresi) oluşan çelikte sertlik, süneklik ve gerilme dayanımı gibi özellikleri kontrol eder. Alaşım elementleri çeliğe değişik oranlarda katılarak farklı özellikte çelikler elde edilebilir veya çeşitli işlemler (ıslah etme, normalizasyon tavı uygulama vs.) ile içyapı kontrol edilerek kullanım amacına göre değişik özelliklerde çelikler üretilebilir. Mangan(Mn), Fosfor(P), Kükürt(S) ve Silisyum(Si) üretim sırasında hammaddeden kaynaklanan elementler olup, çelik bünyesinde belirli oranlarda bulunur. Diğer elementler ise (Cr, Ni vb.) istenilen miktarlarda çelik bünyesine ilave edilir.

4.1. Çeliklerin Sınıflandırılması

Çelikler, incelenmesini kolaylaştırmak ve onları daha detaylı tanımak için ortak özelliklerinden faydalanılarak sınıflandırılırlar. Çelikleri sınıflandırırken bir çelik türüne birden fazla grupta rastlamak mümkündür. Bu nedenle sınıflandırmada kesin bir sınır koymak ve bir çelik türünü diğerinden tamamen ayırmak mümkün değildir.

Vasıflı çelikler; sade karbonlu (alaşımsız) ve alaşımlı çelikler olup, kitlesel olarak üretilen çeliklerden bazı noktalarda ayrılmaktadır. Bu noktalar; üretim yöntemi, üretim araçları, alt limitlerde bulunan S, P ve diğer empüriteler ile çözünmüş gaz miktarlarıdır.

Çelikler genel olarak aşağıdaki şekilde sınıflandırılmaktadır;

- Sade karbonlu (alaşımsız) ve alaşımlı çelikler olarak bileşimlerine göre,
- Üretim yöntemlerine göre,
- Temel çelikler, kalite çelikler ve soy çelikler olarak kalitelerine göre,
- Yassı çelikler, uzun çelikler ve kısa çelikler olarak ürün şekline göre,
- Yapı çelikleri, takım çelikleri, yay çelikleri, hız çelikleri ve paslanmaz çelikler olarak kullanım yerlerine göre,
- Dokusal durum ve metalografik yapılarına göre,
- Fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre,
- Sertleştirme ortamlarına göre.

4.1.1 Sade Karbonlu (Alaşımsız) Çelikler

Yapılarında çelik üretim yöntemlerinden meydana gelen çok az miktarda Mn, Si, P, S gibi elementler içeren ve kimyasal bileşiminde başka herhangi bir alaşım elementinin bulunmadığı Fe-C alaşımları, sade karbonlu (alaşımsız) çelikler sınıfına girer. Mekanik özellikleri C miktarına ve üretim sırasında gösterilen öneme göre değişir ve sınırlıdır. Ucuz ve kolay şekillendirilebilir olan sade karbonlu çeliklerin sertleşme yetenekleri azdır. Sertleştirme işleminden sonra parçalarda çatlama, çarpılma ve iç gerilmelere rastlanabilir.

Sade karbonlu çelikler içerdikleri karbon oranlarına göre; düşük, orta ve yüksek karbonlu çelikler olmak üzere üç gruba ayrılırlar.

- Düşük karbonlu çelikler : %0,25'den az karbon içeren çeliklerdir. Genel olarak sertleştirilemezler, ancak uygun yöntemlerle yüzeyleri sertleştirilir.
- Orta karbonlu çelikler : %0,25 - 0,55 karbon içeren çeliklerdir. Isıl işleme oldukça yatkın olan bu çeliklerin süneklikleri düşük karbonlu çeliklere yakın olsa da, dayanımları daha iyidir.
- Yüksek karbonlu çelikler : %0,55 - 0,90 karbon içeren çeliklerdir. Normal soğutmada yapılarında oluşan perlit nedeniyle düşük karbonlu çeliklere göre serttirler ve süneklikleri oldukça düşüktür. Talaş kaldırma işlemine ancak yumuşatma (küreselleştirme) tavı sonrasında yatkınlık kazanırlar.

4.1.2 Alaşımli Çelikler

Karbonlu çeliklerden normal olarak sağlanamayan özellikleri elde etmek için bir veya birden fazla alaşım elementi katılarak yapılan çelikler alaşımli çeliklerdir. Mn, Si gibi alaşım elementlerinden bir veya ikisinin çeliğin içindeki değerleri Mn %1.60, Si %0.50'den fazla olan ve bunlara eklenen diğer elementlerden (Al, B, Cr, Co, Mo, N, Ti, W, V, Zr, vb.) birinin veya birkaçının bulunması istenen çelikler, alaşımli çelikler sınıfına girer. Bir alaşımli çelikte, arıtılamayan elementlerle birlikte demir ve karbon(ana alaşım elementidir) elementlerini de hesaba katmadan, bileşenlerden en az birinin % ağırlık olarak Çizelge 4.1'de verilen sınıra ulaşması ya da bunu aşması gerekir. Bu koşulu sağlayan bileşenler çeliğin alaşım elementleri olarak nitelendirilir.

Çizelge 4.1 Çeliklerin alaşımli sayılabilmesi için içerebilecekleri element miktarlarının alt sınır değerleri (EURO NORM 20-74) .

Element	Alt Sınır (% Ağırlık)	Element	Alt Sınır (% Ağırlık)
Alüminyum	0.10	Nikel	0.30
Bakır	0.40	Niyobyum	0.05
Bor	0.0008	Selenyum	0.10
Bizmut	0.10	Silisyum	0.50
Kobalt	0.10	Tellür	0.10
Krom	0.30	Titanyum	0.05
Kurşun	0.40	Vanadyum	0.10
Lantanitler	0.05	Volfram	0.10
Mangan	1.60	Zirkonyum	0.05
Molibden	0.08	Diğer *	0.05

* Karbon, Fosfor, Kükürt, Azot ve Oksijen dışında

Alaşımli çelikler içerdikleri alaşım elementi miktarına göre; düşük ve yüksek alaşımli çelikler olarak iki gruba ayrılırlar.

- Düşük alaşımli çelikler: Alaşım elementlerinin toplam miktarı %5'den az olan çeliklerdir. Yüksek dayanım gösteren yaygın olarak kullanılan bu çelikler, yapı ve imalat çelikleri olarak değerlendirilirler.
- Yüksek alaşımli çelikler: Alaşım elementlerinin toplamı %5'den fazla olan çeliklerdir. Paslanmaz çelikler, özel amaçlı takım çelikleri ve manyetik çelikler bu sınıf içerisinde değerlendirilirler.

4.2. Düşük Alaşımli ve Orta Karbonlu Çelikler

Düşük alaşımli orta karbonlu çelikler son yıllarda özellikle otomotiv endüstrisi ve savunma sanayinde önemli ölçüde kullanım alanı bulmuştur. Bu çelikler endüstride hadde mamulü ve döküm mamulü olarak çok geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Bunun nedeni de, bu çeliklerin yüksek mukavemete sahip olmalarının yanında iyi tokluk özellikleri de göstermeleridir (Asil Çelik, Teknik Yayınlar 6). Düşük alaşımli çelikler, düşük maliyetli olması sebebiyle döküm yöntemiyle karmaşık şekilli parçaların üretilmesinde tercih edilir (Thelning K.E., 1987).

Bu çalışmada kullanılan ve endüstride yaygın kullanım alanı olan 4140 çeliğinin en önemli özelliği, içerdiği Cr ve Mo alaşım elementleri nedeniyle, su verme sonrasında sert martenzitik bir yapı oluşturabilmesi, mukavemet, süneklik ve tokluk gibi mekanik özelliklerin bir arada sağlanmasına imkan vermesidir (Luiten C.H., 1987). Kimyasal bileşimleri karbon miktarı bakımından sertleştirilmeye elverişli olan ve ıslah işlemi sonunda belirli yükler altında yüksek tokluk özelliği gösteren alaşımli yapıya sahiptir (Savaşkan T., 2004).

41XX alaşım serisini oluşturmak için küçük miktarlarda (% 0,15 – 0,20) Mo yanı sıra %0,5 – 0,95 civarında Cr ilave edilir. Krom ilavesi aynı karbon miktarına sahip sade karbonlu çeliklerin sertleşebilirlik, dayanım ve aşınma direncini de artırır. Buna karşın düşük alaşımli yapı çeliklerine kromun ilave edilmesi bu çeliklerin aynı şartlar altında temper kırılganlığını artırır (Savaşkan T., 2012).

Çizelge 4.2 AISI 4140 Çeliğinin Farklı Standartlardaki Karşılıkları.

Malzemenin Farklı Standartlardaki Karşılıkları				
AISI / SAE	DIN	EN	AFNOR	JIS
4140	1.7225	42CrMo4	42 CD 4	SCM 440 (H)

Çizelge 4.3 AISI 4140 çeliklerinin Kimyasal Bileşimi

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
%	0,38-0,43	0,15-0,30	0,75-1,00	0,035 max.	0,040 max.	0,80-1,10	0,15-0,25

AISI 4140 çeliği, otomobil ve uçak yapımı, soğuk çekme mil ve çubukları, makine parçaları, türbin motorları, gemi zincir ve demirleri yapımı, demir yolu tekerlekleri ve milleri, krank mili, aks mili ve kovanı, yivli mil ve benzeri sünekliği yüksek parçalar, küresel pim, tabanca ve tüfek parçaları, namlu yapımı, dişli ve çark yapımı gibi birçok yerde kullanılmaktadır (Thelning K.E., 1987).

Son yıllarda metalik malzemelerin içyapısı, temel mekanik özellikleri ve kırılma karakteristiği arasındaki ilişkiler üzerine yapılan çalışmaların sayısı artmaktadır (Toptaş M.A., 1998). Bir makineden beklenen en önemli özellik öngörülen ömrü boyunca sorunsuz çalışmasıdır. Bu da, gereç olarak yapımında kullanılan çeliğin uygun seçilmiş olmasıyla doğrudan ilişkilidir (Savaşkan T., 2004). Ayrıca çeliklere, doğru bir ısıl işlemle çok çeşitli özellikler kazandırmak mümkündür (Asil Çelik, Teknik Yayınlar 6). Düşük sıcaklıklarda gerçekleşen bir ısıl işlem türü olan kriyojenik işlem ile yapının tamamının martenzite dönüştürülmesi sağlanır. Bu sayede sertlikten feragat etmeden tokluğu arttırmakta mümkün olur (Thelning K.E., 1987).

Makine imalat endüstrisinde yaygın bir kullanım alanı olan SAE 4140 ıslah çeliği, talaşlı imalat endüstrisinde yaklaşık %10 oranında kullanım alanına sahiptir. Ayrıca içerdiği alaşım elementleri sayesinde yüksek sertleşebilirlik özelliğine sahip bir çelik türüdür (William W.S.). SAE 4140 (42CrMo4) çeliğin kimyasal bileşimi karbon miktarı bakımından sertleştirilmeye elverişli ve ıslah işlemi sonunda belirli yükler altında yüksek tokluk özelliği gösterir (Luiten C.H., 1987).

Zhirafar ve arkadaşları, düşük alaşımlı ve orta karbonlu çeliklerin mekanik özellikleri ve mikro yapıları üzerine kriyojenik işlemin etkilerini araştırmışlardır. Çalışmada, geleneksel ısıl işlem uygulanan çeliklerle karşılaştırıldığında kriyojenik işlemlenmiş numunelerin tokluğu daha düşükken yine bu numunelerin sertliği ve yorulma dayanımının küçük bir miktar yüksek çıktığı kaydedilmiştir. Menevişleme sırasında muhtemel karbür oluşumundan

kaynaklanan kriyojenik işlemli numunelerin sertliğinin ve yorulma direncinin iyileşmesi, kalıntı östenitin martenzite dönüşmesine bağlanmıştır.

Literatürde çelik ve değişik malzemelerin mekanik özelliklerini güçlendirmek amacıyla yapılmış pek çok çalışma varken, kriyojenik işlemin AISI 4140 çeliğinin mekanik özellikleri üzerine olan etkisini konu edinen detaylı çalışmalar bulunmamaktadır. Krank milleri, ray ve dişliler, tabanca ve tüfek parçaları ile namlu yapımı gibi endüstride önemli parçaların imalinde yaygın bir kullanıma sahip olan AISI 4140 çeliğinde sağlanabilecek bir iyileştirme, endüstri için büyük bir katma değer oluşturacağı düşünülerek bu çalışmada, kriyojenik işlemin AISI 4140 çeliğin mekanik özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır.



5. MATERYAL VE YÖNTEM

5.1. Deneysel Malzemeler

Deneylerde, SARSILMAZ SİLAH SANAYİ A.Ş. firmasının namlu üretiminde kullanılmak üzere tedarik ettiği ve kimyasal analizi Çizelge 5.1’de verilen, ıslah edilmiş ve daha sonrasında dövme yöntemi ile yivsetlerinin açılabilceği sertliğe düşürmek için yüksek sıcaklıkta temperlenmiş, düşük alaşımlı ve orta karbonlu AISI 4140 çelik malzeme kullanılmıştır. Kullanılan numunelerin kimyasal analiz kontrolü SARSILMAZ SİLAH SANAYİ A.Ş.’nin Şekil 5.1’de gösterilen ‘OXFORD Foundry Master Xline’ marka spektrometre cihazında yapılmıştır.

Çizelge 5.1 AISI 4140 çeliklerinin Kimyasal Bileşimi

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
%	0,433	0,258	0,834	0,012	0,029	1,049	0,221



Şekil 5.1 OXFORD Foundry Master Xline spektrometre cihazı.

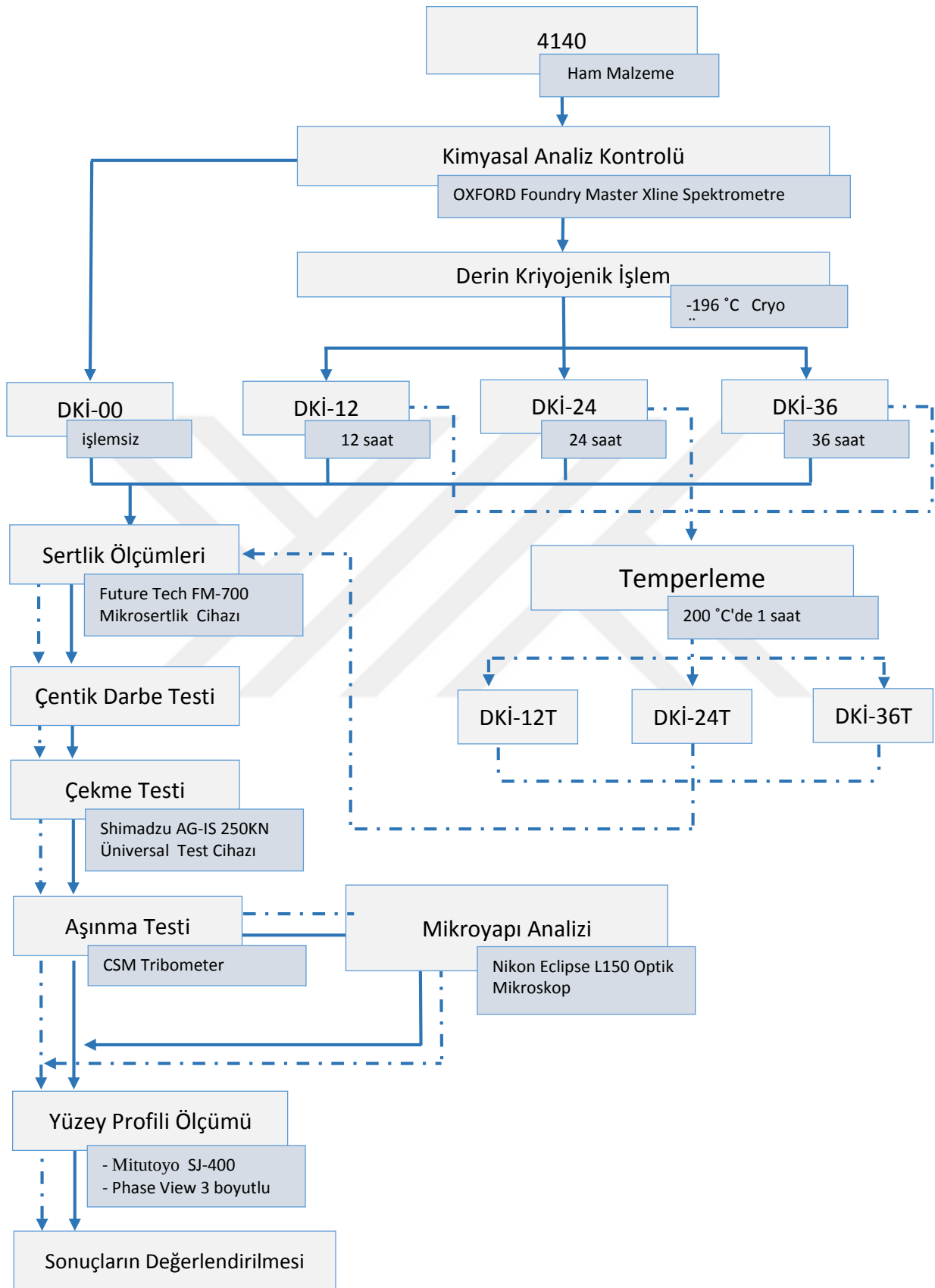
Deneylerde kullanılacak numuneler, AISI 4140 yuvarlak kesitli malzemedan Şekil 5.2’ de gösterilen Struers Discotom-5 kesme cihazında, saniyede 0,4 mm hızla kesildikten sonra hassas CNC tornalarda aşınma, çentik darbe ve çekme testlerinde kullanılacak standart numuneler ile sertlik ölçümleri ve mikroyapı incelemeleri için kullanılacak disk numuneler imal edilmiştir. Bu çalışmada kullanılan numune adetleri Çizelge 5.2’ de, yapılan testler ile ilgili akış diyagramı ise Şekil 5.3’de verilmiştir.



Şekil 5.2 Struers Discotom-5 kesme cihazı.

Çizelge 5.2 AISI 4140 çeliğinden imal edilen numuneler ve adetleri.

Test	Numune Tipi	Numune Adedi						
		DKİ-00	DKİ-12	DKİ-24	DKİ-36	DKİ-12T	DKİ-24T	DKİ-36T
Sertlik ve Kimyasal Analiz	Disk Numune	1	1	1	1	1	1	1
Çentik Darbe Testi	Çentikli Standart Numune	3	3	3	3	3	3	3
Çekme Testi	Daire Kesitli Silindirik Çekme Çubuğu	3	3	3	3	3	3	3
Aşınma Testi, Mikroyapı ve Yüzey Profili incelemeleri	Disk Numune	1	1	1	1	1	1	1



Şekil 5.3 Yapılan testler ile ilgili akış diyagramı.

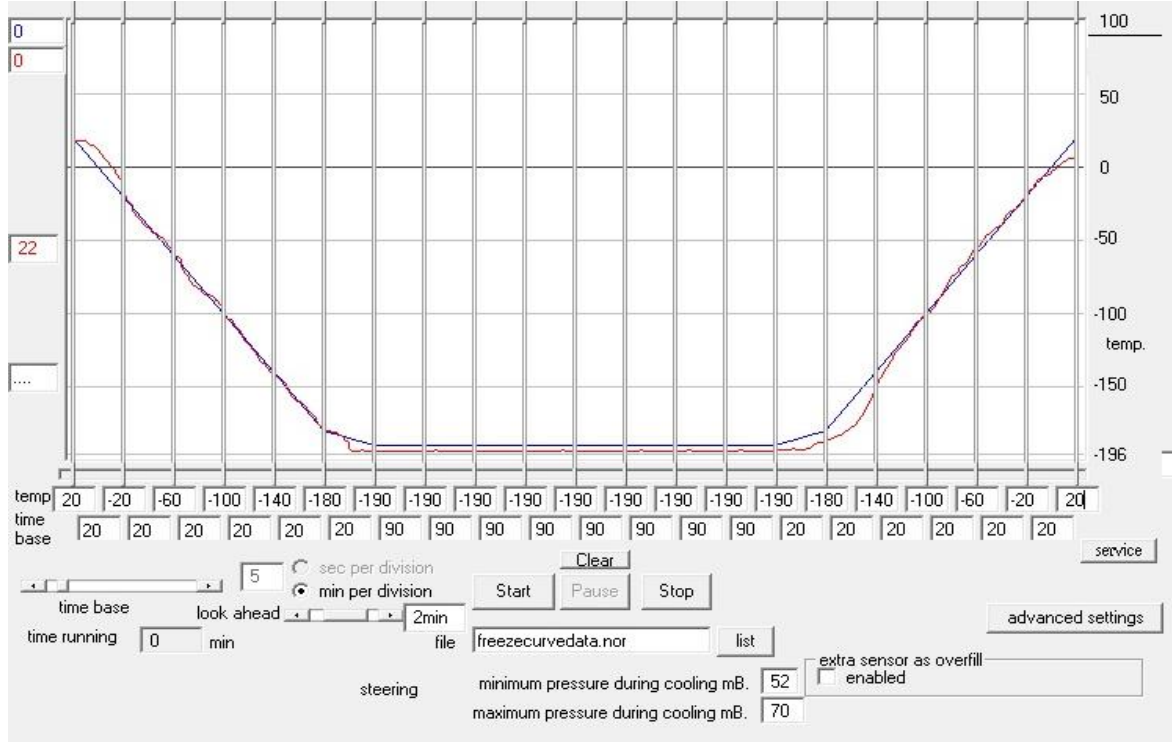
5.2. Kriyojenik İşlem

Kesilerek alınan numuneler ile çentik ve çekme deneyleri için işlenen numuneler kriyojenik işlem yapılmak üzere 7 gruba ayrılmıştır. Ayrılan numunelerin 3'er adetli grupları 12, 24 ve 36 saat olmak üzere farklı sürelerde kriyojenik işleme tabi tutulmuştur. Kriyojenik işlemler MMD Makine ve Malzeme Teknolojileri ArGe Danışmanlık Mühendislik Hizmetleri San. Ve Tic. Ltd. Şti.'nin Şekil 5.4' de gösterilen "Cryo Üretim" marka cihazında gerçekleştirilmiştir. Cihaz iç hacmi 80 lt olup -196 °C sıcaklığa ulaşabilmektedir.

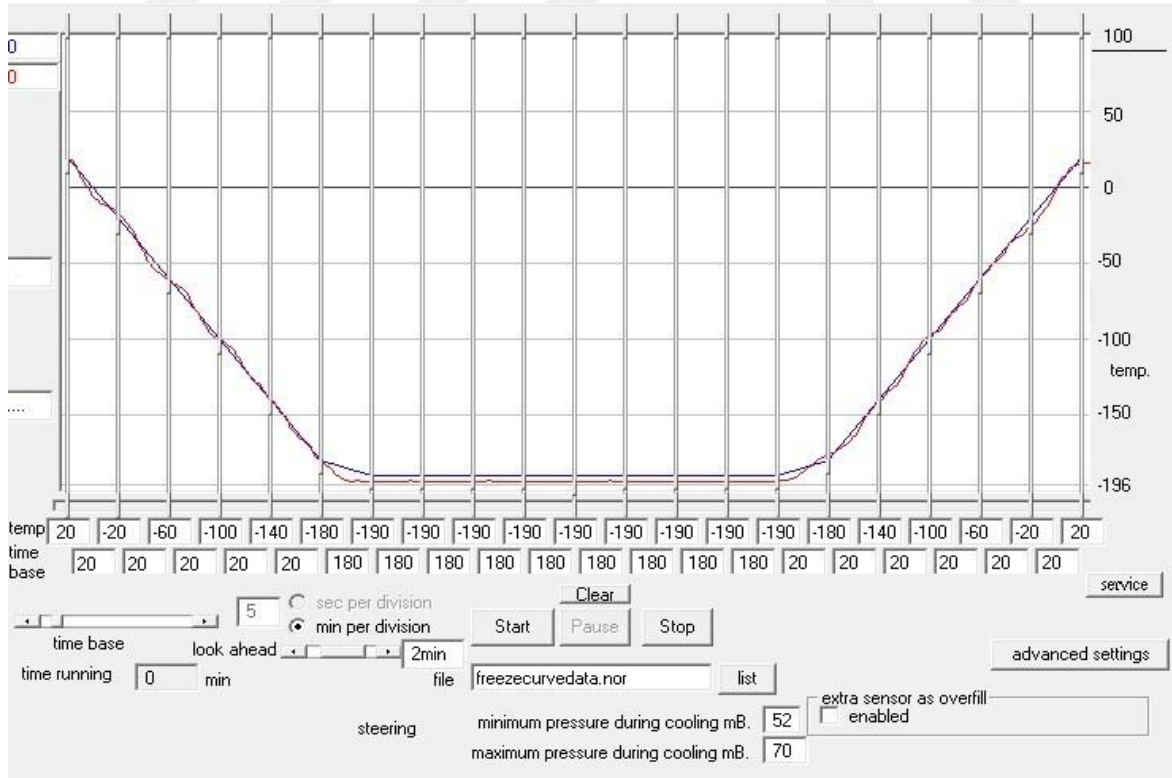


Şekil 5.4 "Cryo Üretim" kriyojenik işlem cihazı.

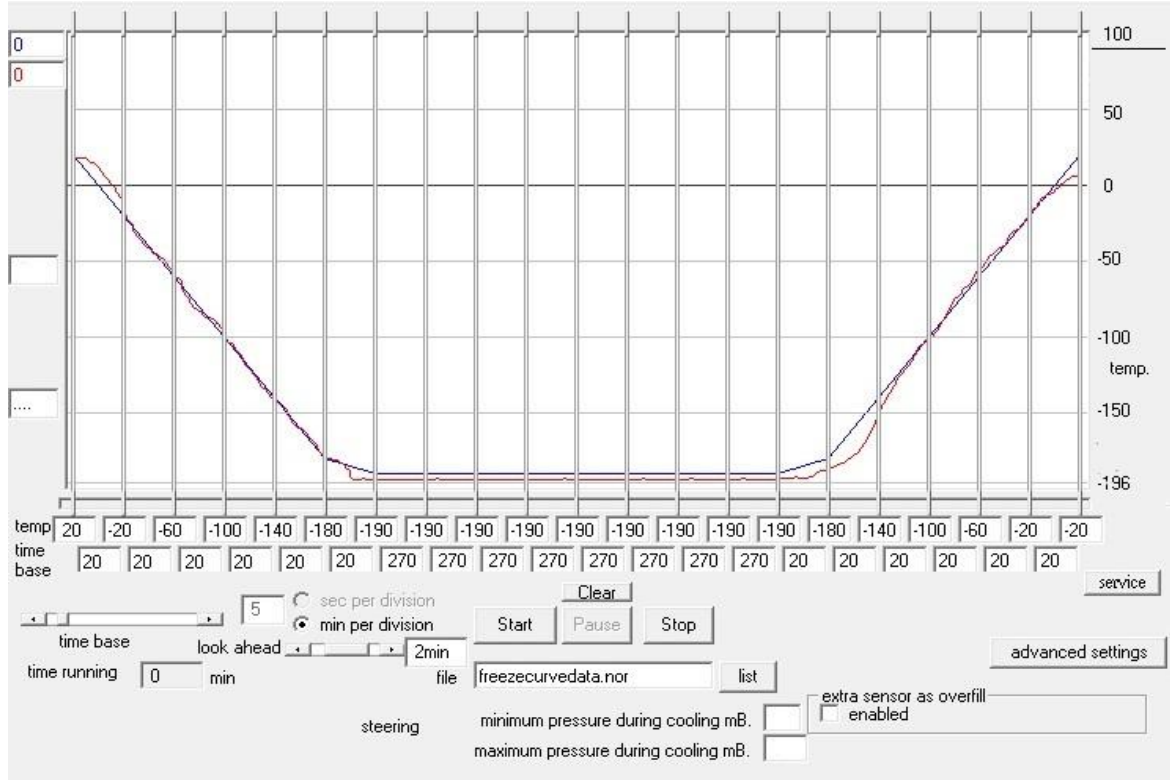
Kriyojenik işlemler, dakikada 2 °C soğutma hızıyla inilen -196 °C sıcaklıkta yukarıda da belirtilen farklı sürelerde bekletilerek uygulanmıştır. Bu sıcaklıklara soğutmada kullanılan sıvı azotun sisteme gönderilmesi ise, sıvı azot dozajlama sistemi ile gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.5 – 7'de kriyojenik işlem sıcaklık eğrilerinin program ara yüzleri gösterilmektedir.



Şekil 5.5 12 saat kriyojenik işlem sıcaklık eğrisi program ara yüzü.



Şekil 5.6 24 saat kriyojenik işlem sıcaklık eğrisi program ara yüzü.



Şekil 5.7 36 saat kriyojenik işlem sıcaklık eğrisi program ara yüzü.

Kriyojenik işlem sonrasında her bekletme süresinden bir grup numuneye 200 °C’de 1 saat süreyle temperleme işlemi uygulanmış ve bu gruplar DKİ-12T, DKİ-24T, DKİ-36T temperli numuneler; sadece kriyojenik işlem uygulanmış olanlar ise DKİ-12, DKİ-24 ve DKİ-36 olarak ayrı takip edilmiştir.

5.3. Mikroyapı Analizleri

AISI 4140 çelik numunelerinin kriyojenik işlem sonrası ve orijinal numunenin mikroyapısının metalografik incelemeleri, optik mikroskop (OM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Deneylerde kullanılan malzemelerin kriyojenik işlem sonrası mikroyapı incelemeleri Şekil 5.8.(a)’da gösterilen Nikon Eclipse 150 marka optik mikroskop kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.8 Nikon Eclipse L150 optik mikroskop

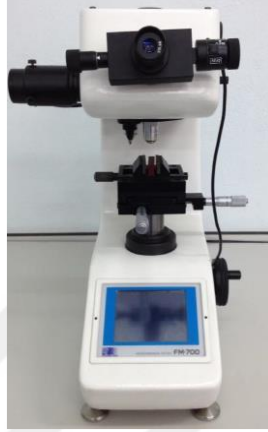
Numuneler, mikroyapı incelemeleri öncesi Şekil 5.9.(a)'da gösterilen Struers CitoPress-1 cihazında kalıplanarak ve Şekil 5.9.(b)'de gösterilen Struers Tegra Pol-21 marka cihazda MD Piano 200 zımpara, MD Allegro ve MD/NP Dap parlatma diskleri kullanılarak metalografik olarak hazırlanmıştır. Parlatma işleminden sonra numuneler optik mikroskop ve SEM mikroyapı incelemeleri için %2'lik nital çözeltisi ile dağlanarak hazırlanmıştır.



Şekil 5.9 (a) Struers CitoPress-1 kalıplama ve **(b)** Struers Tegra Pol-21 zımparalama-parlatma cihazları.

5.4. Sertlik Ölçümleri

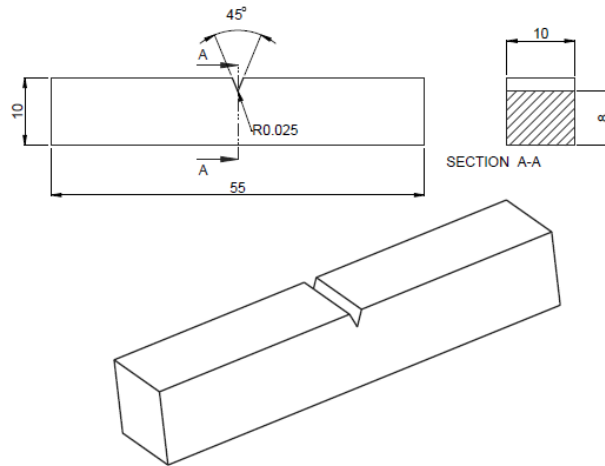
Numunelerin mikrosertlik ölçümleri, Şekil 5.10’da gösterilen Future Tech FM-700 mikrosertlik test cihazı ile 200 g yükün 10 saniye uygulanması suretiyle gerçekleştirilmiştir. Sertlik değerleri 3 farklı ölçümün ortalaması alınarak belirlenmiştir.



Şekil 5.10 Future Tech FM-700 mikrosertlik cihazı.

5.5. Çentik Darbe Testleri

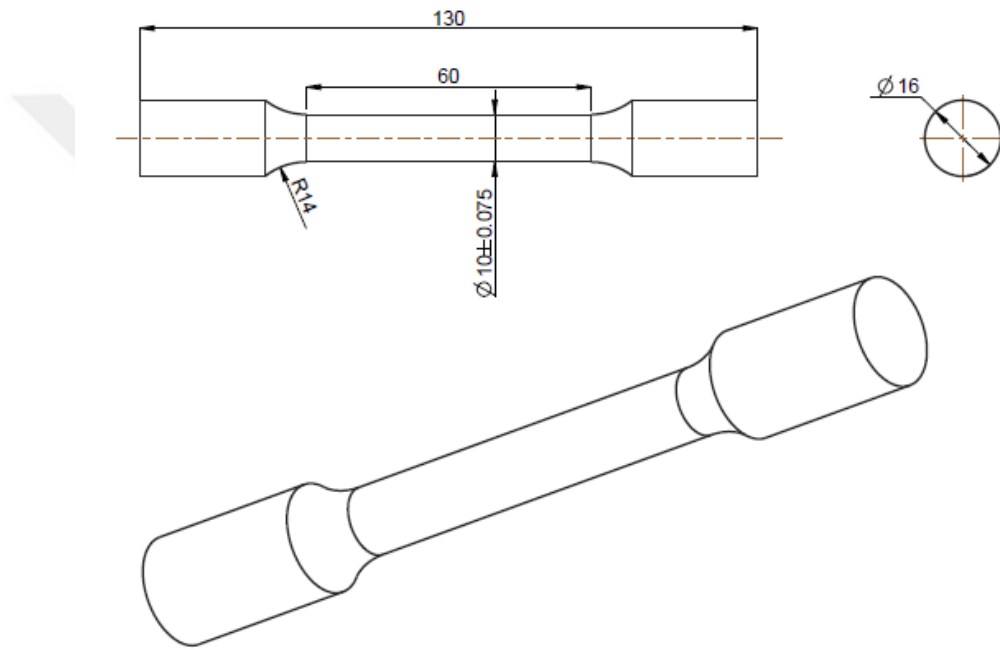
Darbe testleri, ESOGÜ Metalurji enstitüsü bünyesinde bulunan, çentik darbe test cihazında her grup için Şekil 5.11’de resmi verilen ve TS EN 10045-1/1999 normuna göre hazırlanan 3’er adet çentikli numune üzerinden yapılmış, her grup için ortalama değer alınmıştır.



Şekil 5.11 Çentik darbe testi numunesi.

5.6. Çekme Deneyleri

Çekme testleri; ESOGÜ Metalurji Enstitüsü bünyesinde bulunan Shimadzu AG-IS 250KN üniversal test cihazında, 5mm/dk çekme hızı ile yapılmıştır. Her kriyojenik işlem grubundan 3'er adet olmak üzere, Şekil 5.12'de teknik resmi verilen ve TS 138-A normuna göre hazırlanmış daire kesitli (yuvarlak) silindirik başlı toplam 21 adet numune için çekme testi yapılmış, her grup için ortalama değer alınmıştır.

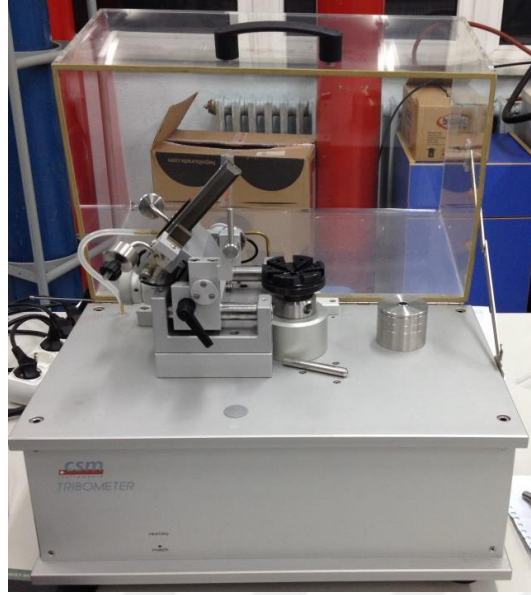


Şekil 5.12 Çekme testi numunesi.

5.7. Aşınma Deneyleri

Aşınma deneyleri Şekil 5.13'de verilen CSM marka test cihazında ball-on-disc metoduyla yapılmıştır. Yüzeyi parlatılmış numuneler, numune tutucu aparatın içerisine sabitlenmiş, aşındırıcı cisim olarak çapı 3 mm çapında WC-Co bilya kullanılmıştır.

Aşınma deneyleri, kuru koşullarda 5 N yük altında, 5 mm yarıçapta, 100 m mesafe ve 5 cm/s kayma hızı parametreleri ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.13 CSM marka aşınma test cihazı.

Aşınma deneylerinin ardından numunelerin yüzey profilleri Şekil 5.14’de verilen Mitutoyo SJ- 400 cihazında ölçülerek OriginPro programında aşınma kesit alanları hesaplanmıştır. Hesaplanan aşınma kesit alanlarından da özgül aşınma oranı değerleri belirlenmiştir.

Şekil 5.15’de verilen Phase View cihazında da doğrulama yapmak ve aşınma yüzeyini daha detaylı incelemek için aşınma testi numunelerinin yüzey profilleri tekrar ölçülerek; numunelerin üç boyutlu yüzey profilleri çıkarılmıştır. Her bir numune için ölçülen kesit alanlarının ortalamaları alınarak özgül aşınma oranları eşitlik 5.1’de verilen Archard’ın spesifik aşınma oranı formülü ile hesaplanmıştır.

$$k = \frac{V}{F_n \times S} \text{ [mm}^3\text{/Nm]} \quad (5.1)$$

Bu eşitlikte;

k : Spesifik aşınma oranı,

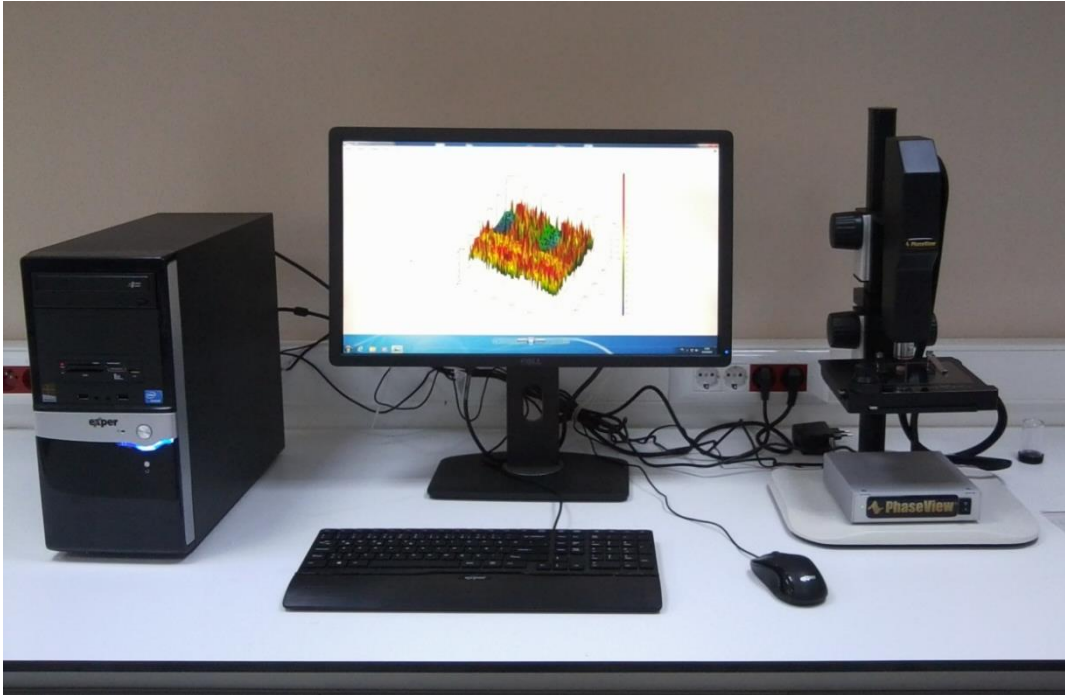
V : Aşınan malzemenin hacmi,

F_n : Yüzeyler arasındaki normal yük,

S : Aşınma mesafesini ifade eder (Kato,K.,2001).



Şekil 5.14 Mitutoyo SJ-400 yüzey profili ölçüm cihazı.

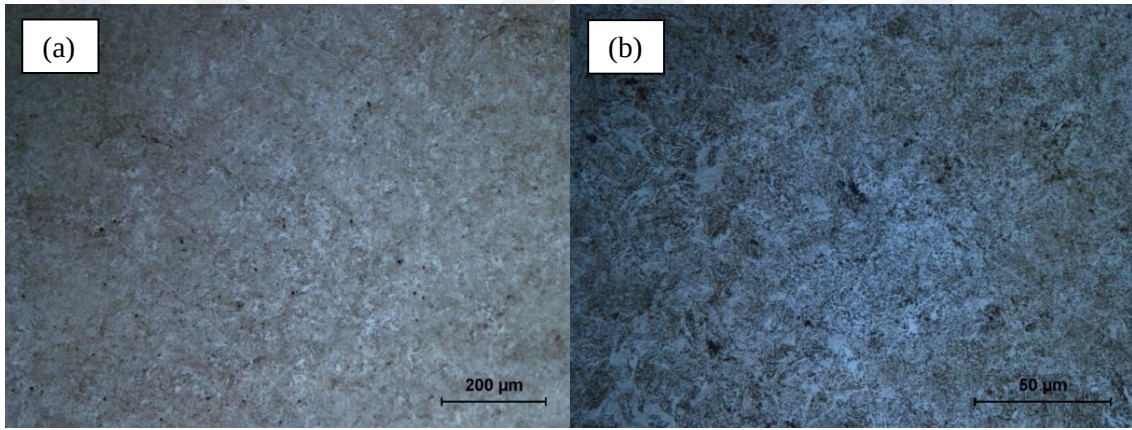


Şekil 5.15 Phase View üç boyutlu yüzey profili ölçüm cihazı.

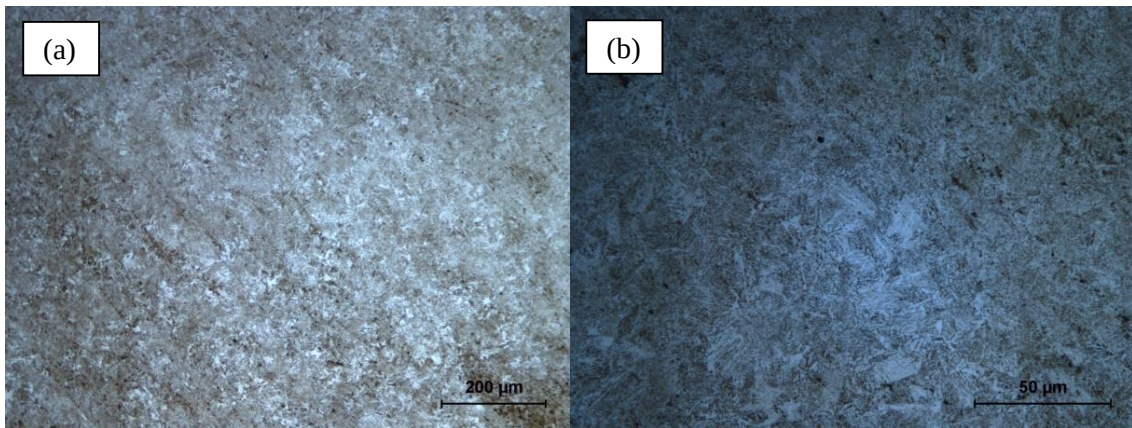
6. BULGULAR VE TARTIŞMA

6.1. Mikroyapı

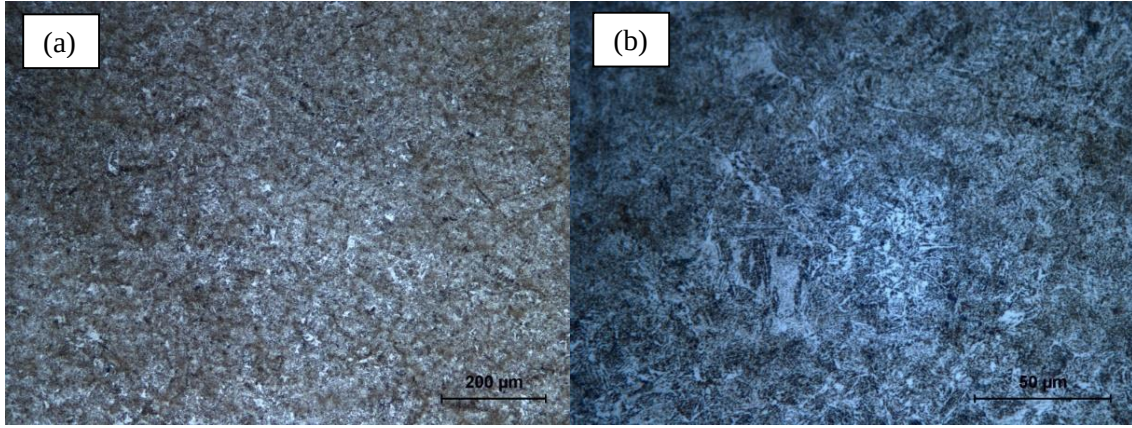
AISI 4140 çeliğinin işlemsiz, kriyojenik işlemli ve kriyojenik işlem sonrası temperli durumlarının optik mikroskopta incelenen martenzitik mikroyapıları Şekil 6.1-6.7’de gösterilmektedir. 100x ve 500x büyütme ile incelenen numuneler arasında belirgin mikroyapısal bir değişiklik olmadığı görülmüştür.



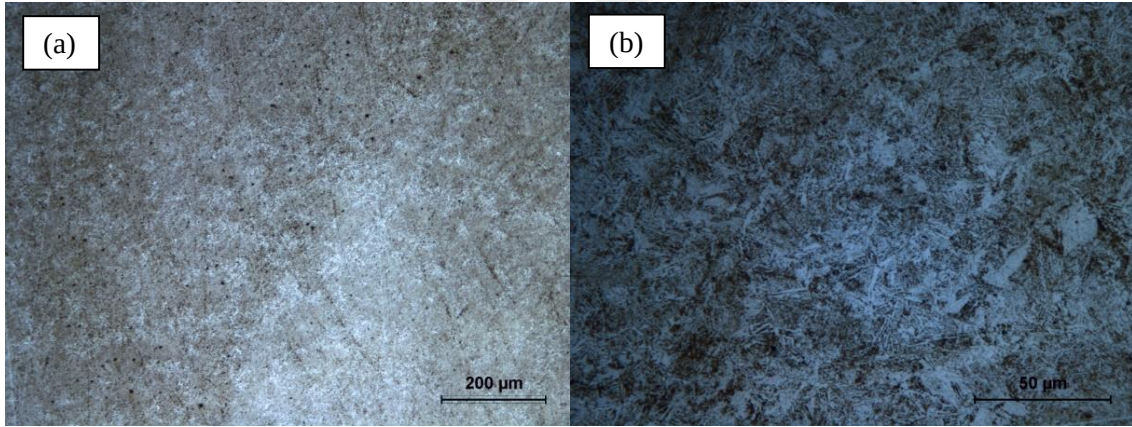
Şekil 6.1 Orjinal numuneye ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.



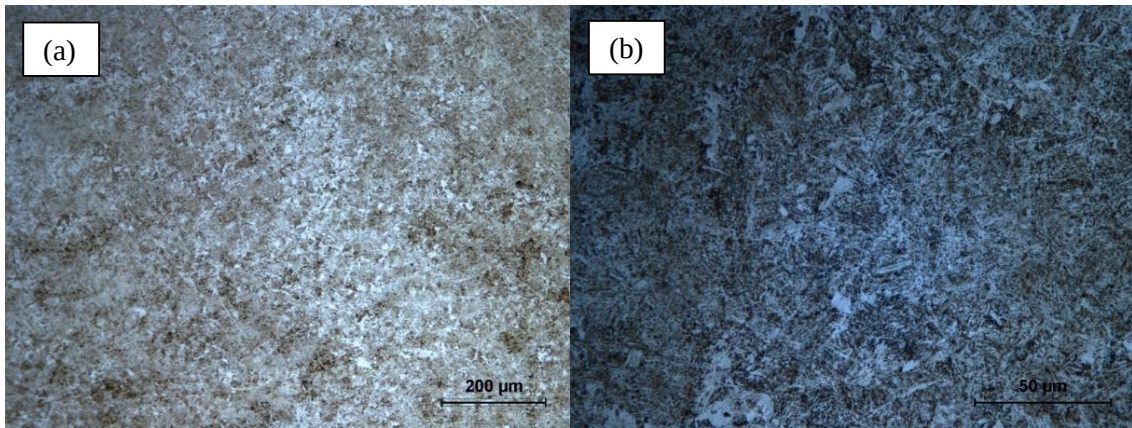
Şekil 6.2 DKİ-12 numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.



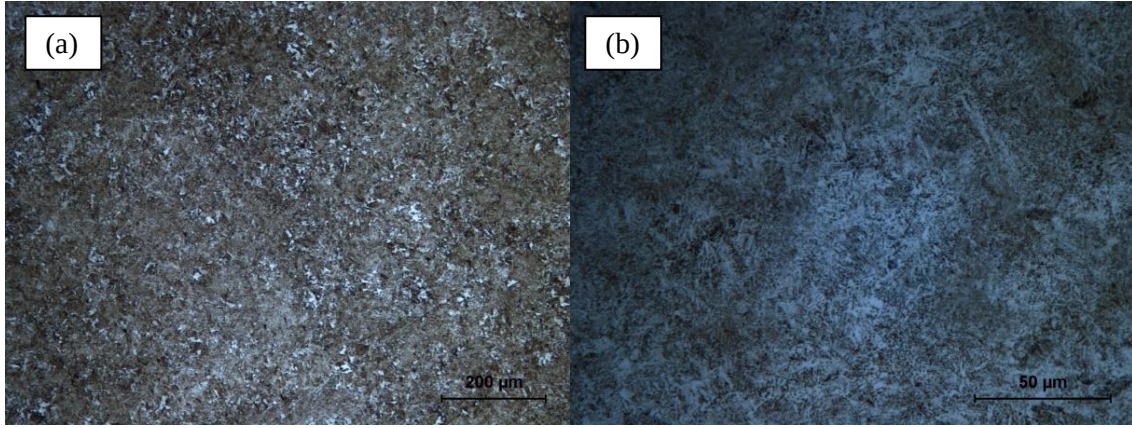
Şekil 6.3 DKİ-12T numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.



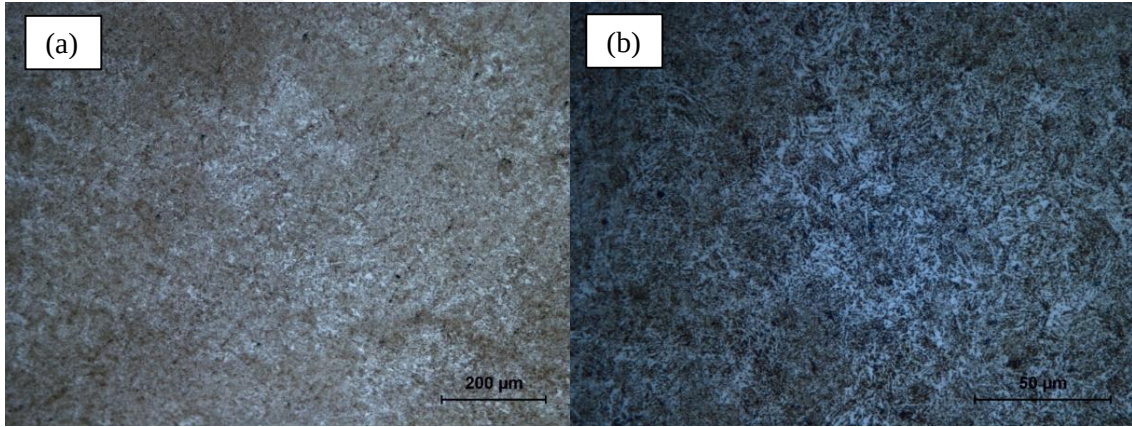
Şekil 6.4 DKİ-24 numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.



Şekil 6.5 DKİ-24T numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.



Şekil 6.6 DKİ-36 numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.



Şekil 6.7 DKİ-36T numunesine ait (a) 100x ve (b) 500x büyütme ile mikroyapı görüntüleri.

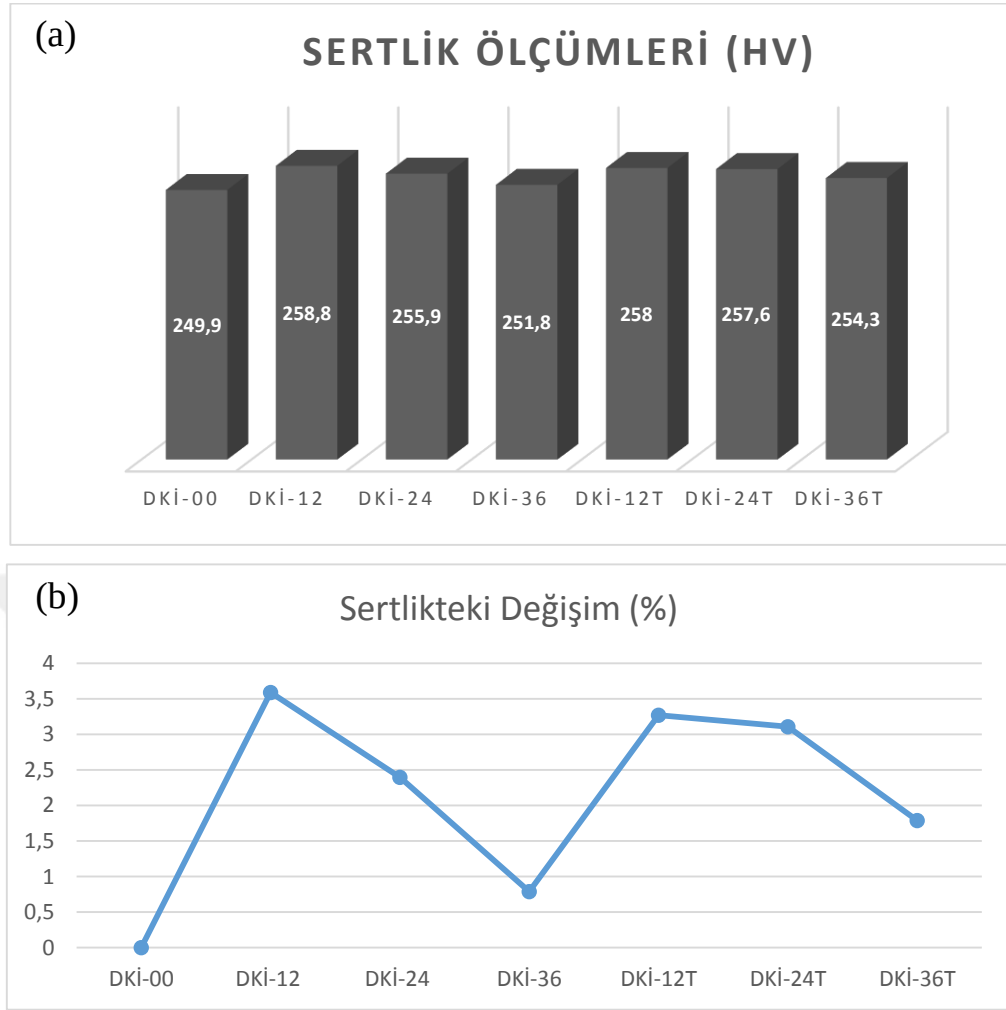
Kriyojenik işlemin mikroyapı üzerindeki etkileri günümüzde hala bir tartışma konusudur. Farklı bilim adamları farklı teorilerle bu konuya açıklık kazandırmaya çalışmışlardır. Özellikle düşük alaşımlı ve orta karbonlu çeliklerinin mikroyapısında meydana getirdiği değişimin mekanizması tam olarak bilinmemektedir. Bu konu üzerine yapılan çok az sayıda çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalarda çoğunlukla kriyojenik işlemle birlikte aşınma direncinin artışı tespit edilmiş fakat mikroyapı ile ilişkilendirilememiş ve mekanizmasının anlaşılamadığı belirtilmiştir (Thornton vd., 2011, Senthilkumar vd., 2011). Kriyojenik işlemin takım çeliklerinin mikroyapısında oluşturduğu etkileri konu alan bir çalışmada atomsal düzeyde inceleme yapılmıştır. Çeliklerde HMK yapısında karbon, arayer atomları olarak kafes içerisinde bulunmaktadır. Kriyojenik işlem esnasında mikroyapıda oluşan gerilmelerin kafes yapılarını da etkileyerek karbon atomunun kafesten çıkarak serbest

hale geldiği belirtilmektedir. Serbest hale gelen karbon atomlarının kriyojenik işlemin ısıtma süresinde, kriyojenik işlem ile oluşan veya var olan dislokasyonlarda karbür yapıcı elementlerle birleşerek karbür fazını oluşturduğu belirtilmektedir. (Das, 2011).

Kriyojenik işlem ile neredeyse yapının tamamının martenzite dönüştürülmesi sağlanırken, özellikle kriyojenik işlem uygulamalarında, buna ilaveten kalıntı östenitin martenzite dönüşümü esnasındaki hacim artışı nedeniyle martenzit kafesinin parametrelerinin kriyojenik işlem parametrelerine bağlı olarak deformasyona uğradığı belirlenmiştir (Senthilkumar vd., 2011). Bu deformasyonla ilişkili olarak yapıda oluşan dislokasyonlar, kriyojenik işlem sonrası uygulanan temperleme ile çökecek nano boyuttaki ince karbürler için çekirdeklenme sahaları oluşturur. Bu sayede kriyojenik işlem sonrasında mikroyapıda 1 μm 'dan daha küçük ölçülerde ultra ince karbürler oluşmaktadır (Yun vd. 1998). Bu ince karbürler, mikro boşlukları doldurmakla birlikte malzemenin yoğunluğunun artmasına katkı sağlar (Bensely vd. 2008). Aynı zamanda kriyojenik işlemin yapıda oluşturduğu bu hacimsel genleşme, karbür-matris arayüzeyinde basma kuvveti oluşturmaktadır. Kriyojenik işlem sonrası uygulanacak temperleme ile de oluşan bu arayüzeydeki basma kuvveti matris-karbür arasındaki delaminasyonu (tabakalanmayı) engellemekte bu da sertlikten feragat etmeden tokluğu artırmakta ve karbürün aşınma esnasında matrise tutunmasını kolaylaştırmaktadır (Gerson vd. 2007; Zurecki, 2005).

6.2. Sertlik

Yapılan deneysel çalışmalar, her numune grubuna ait numune üzerinden üçer farklı sertlik değeri elde edilmiş ve bu verilerin ortalaması alınarak sertlik değeri belirlenmiştir. Kriyojenik işlem 4140 çeliğinin sertliğinde dikkat çekecek bir etki yaratmamış, ancak kriyojenik işlemle birlikte sertlik az miktarda artmıştır. En büyük değişim %3.59 artış ile 12 saat kriyojenik işleme tabi tutulan tempersiz numunede görülmüştür. Şekil 6.8'de orijinal numune ve 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem uygulanmış temperli ve tempersiz numunelerin sertliklerindeki değişim gösterilmiştir.

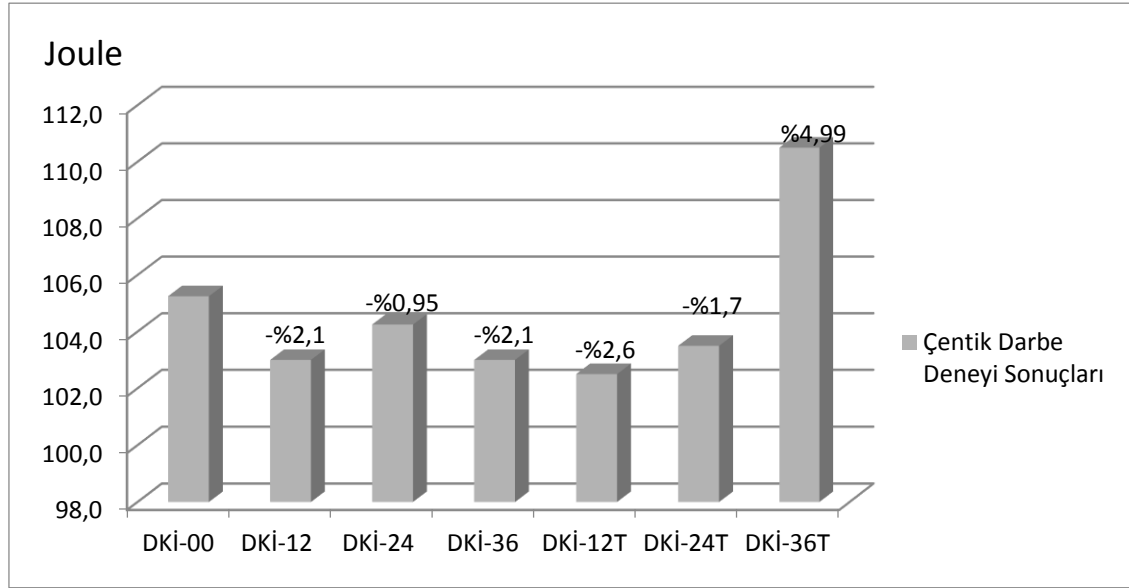


Şekil 6.8 Orijinal ve kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin (a) sertlikleri ve (b) sertlikteki % değişimleri.

Literatürdeki pek çok çalışmada ıslah işlemi sonrasında çeliğin içerisinde bulunan kalıntı östenit miktarını gidermek amacıyla uygulanan kriyojenik işlemin sertlik üzerinde etkisinin olduğu ancak bu etkinin belirgin farklar yaratmadığı görülmüştür. Bu çalışma sonrasında ıslah edilmiş ve yüksek sıcaklıkta temperlenmiş AISI 4140 çeliğinin sertliği üzerinde kriyojenik işlem sonrasında literatürdeki bulgulara paralel olarak belirgin bir fark yaratmadığı görülmüştür. 12 saat süreli kriyojenik işlemli ve tempersiz numunelerde sertlik sapma oranı mertebesinde artış gösterirken, 24 ve 36 saat kriyojenik işlemli ve tempersiz numunelerde, 12 saat bekletme süreli numunelere göre az da olsa düşüş yaşanmıştır. Bu durum mikroyapı görüntülerinde belirgin bir fark olmaması ile de ilişkilendirilebilir.

6.3. Çentik Darbe Testleri

Darbe testlerinde aynı grup numunelerden 3 adet numune teste tabi tutulmuş ve test sonuçlarının ortalaması alınmıştır. Şekil 6.9’ da orjinal numune ve 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem uygulanmış temperli ve tempersiz numunelerin darbe dayanım değerlerindeki değişim gösterilmiştir.

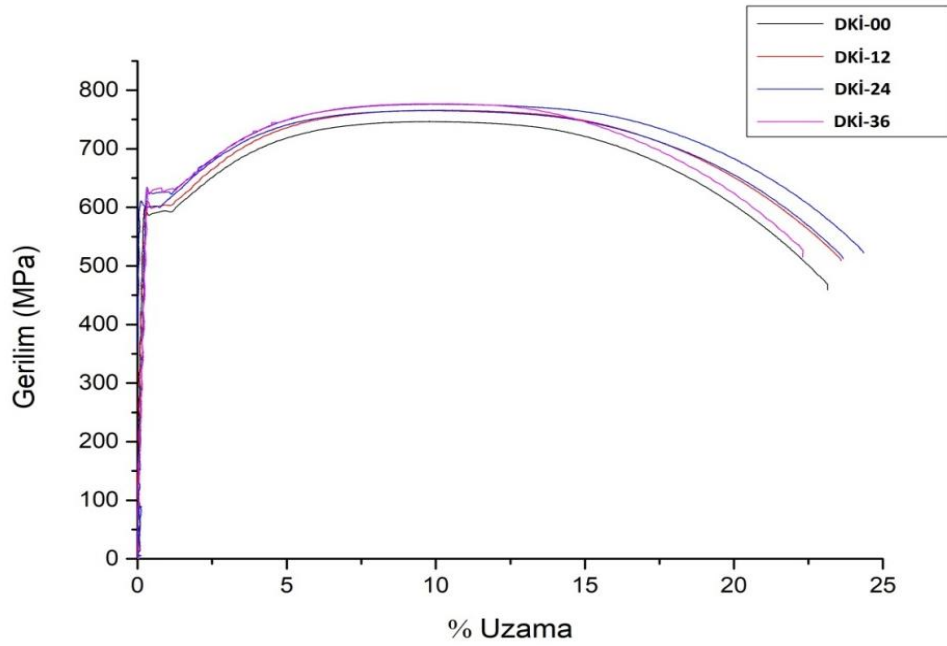


Şekil 6.9 Orijinal ve kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin darbe dayanımları.

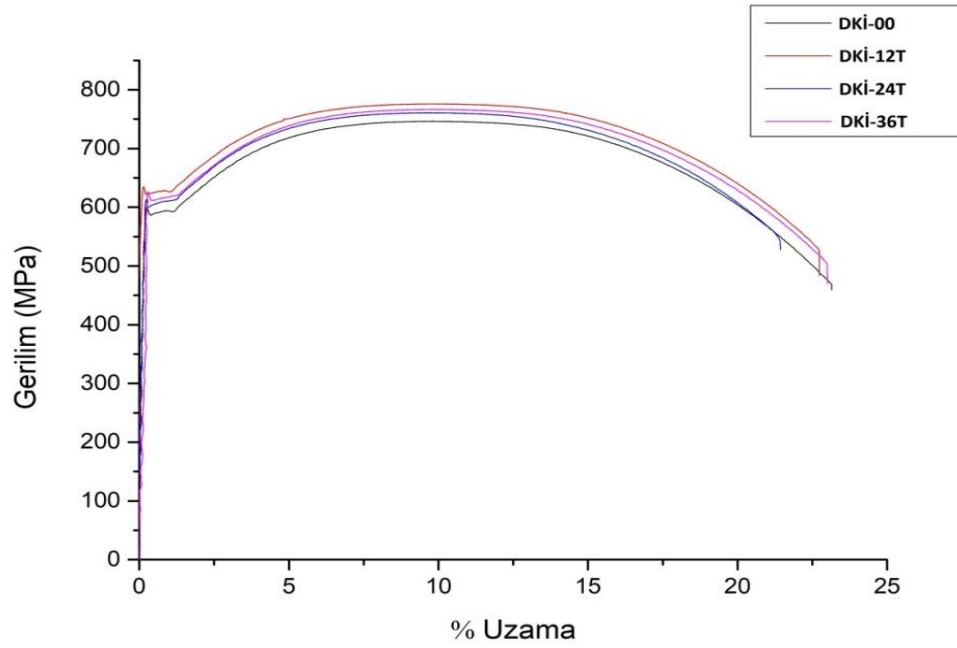
Derin kriyojenik işlem sonrasında malzemenin kırılma enerjisinde, 36 saat bekletme süresine sahip temperli numune grubunun haricinde, tüm gruplarda %2,6’yı geçmeyen farklı oranlarda düşme görülmüştür. Sadece 36 saat bekletme süresine sahip temperli numune grubu DKİ-36T numunelerinde kırılma enerjisinde ortalama %4,99 artış görülmüştür. Bu durum Carlson’nın (1991) kriyojenik işlemden sonra yapılan temperleme işleminin, genellikle işlem gören malzemelerin darbe dirençlerini geliştirmek için, malzeme karakteristikleri ve istenilen özelliklere bağlı olarak gerçekleştirilmesi gerektiği ile ilgili tezini desteklemektedir. Benzer olarak Zhirafar vd. (2007), AISI 4340 çeliğin mekanik özellikleri ve mikroyapısı üzerine yaptığı çalışmada kriyojenik işlemin malzemenin darbe enerjisi ve tokluğu üzerinde olumsuz bir etki (%14,3 azalma) gösterdiğini belirlemiştir. Senthilkumar vd., (2001), sıg ve derin kriyojenik işlemin AISI 4140 çeliğinin mekanik özellikleri üzerine etkilerini incelediği çalışmada her iki grup için de darbe enerjisinin azaldığını gözlemlemiştir.

6.4. Çekme Deneyleri

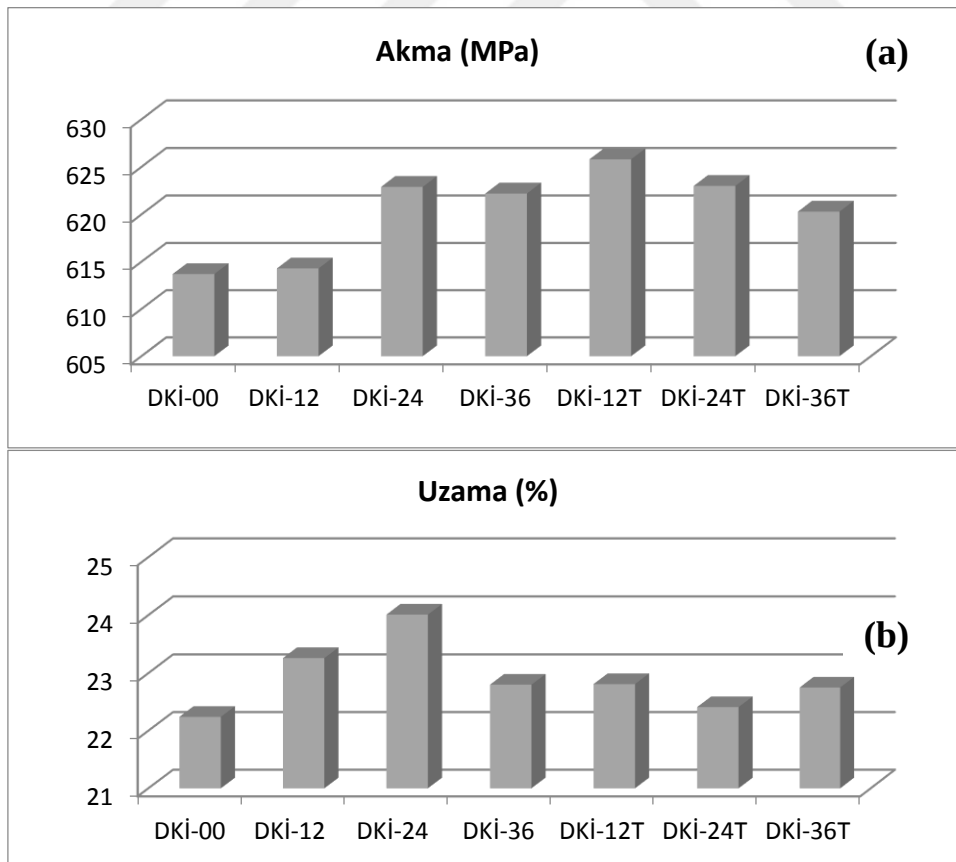
Kriyojenik işlemin, malzemelerin birtakım mekanik özelliklerini iyileştirdiği bilinmektedir (Akhbarizadeh vd. 2013, Das ve Ray, 2012, Ghisi ve Mariani, 2007, Gu vd. 2013, Yi vd. 2013). 4140 çeliğinin mekanik özellikleri üzerinde derin kriyojenik işlemin etkisini belirlemek amacıyla dört farklı grup numuneye çekme testleri uygulanmıştır. Çekme testleri her bir numune için üç kez tekrarlanmış ve sonuçların ortalaması alınmıştır. Sadece kriyojenik işlem uygulanan numunelere ait çekme diyagramları Şekil 6.10'da, kriyojenik işlem sonrası temperleme işlemi uygulanan numunelerin çekme diyagramları Şekil 6.11'de orijinal numune ile birlikte verilmiştir. Numunelerin ortalama akma dayanımı ve % uzama değerleri ise Şekil 6.12'de verilmiştir.



Şekil 6.10 Orijinal ve kriyojenik işlem uygulanmış DKİ-12, DKİ-24 ve DKİ-36 numunelerinin çekme dayanımları.



Şekil 6.11 Orijinal ve kriyojenik işlem sonrası temperleme işlemi uygulanmış DKİ-12T, DKİ-24T ve DKİ-36T numunelerinin çekme dayanımları.



Şekil 6.12 Çekme testi numunelerinin ortalama (a) akma dayanımı ve (b) %uzama değerleri.

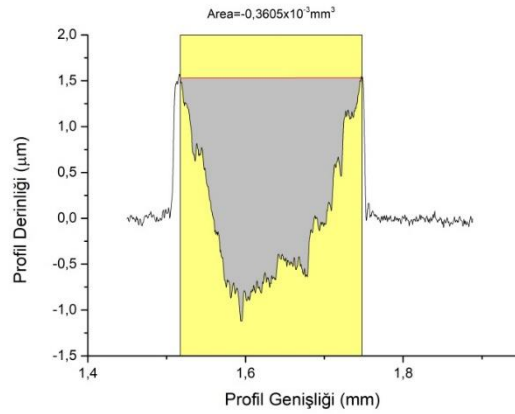
Test sonuçları incelendiğinde, Senthilkumar vd., (2001), sıg ve derin kriyojenik işlemin AISI 4140 çeliğinin mekanik özellikleri üzerine etkilerini incelediği çalışmadaki bulguları ile paralel olarak çekme dayanımında kriyojenik işlem sonrasında numunelerde bariz bir fark görülmemiştir. Benzer olarak Zhirafar vd. (2007) yaptığı çalışmada AISI 4340 çeliğinin çekme dayanımı ve kırılma tokluğunun kriyojenik işlem sonrasında çok düşük bir oranla arttığını belirlenmiş, etkili bir değişim görülmemiştir.

6.5. Aşınma Testleri

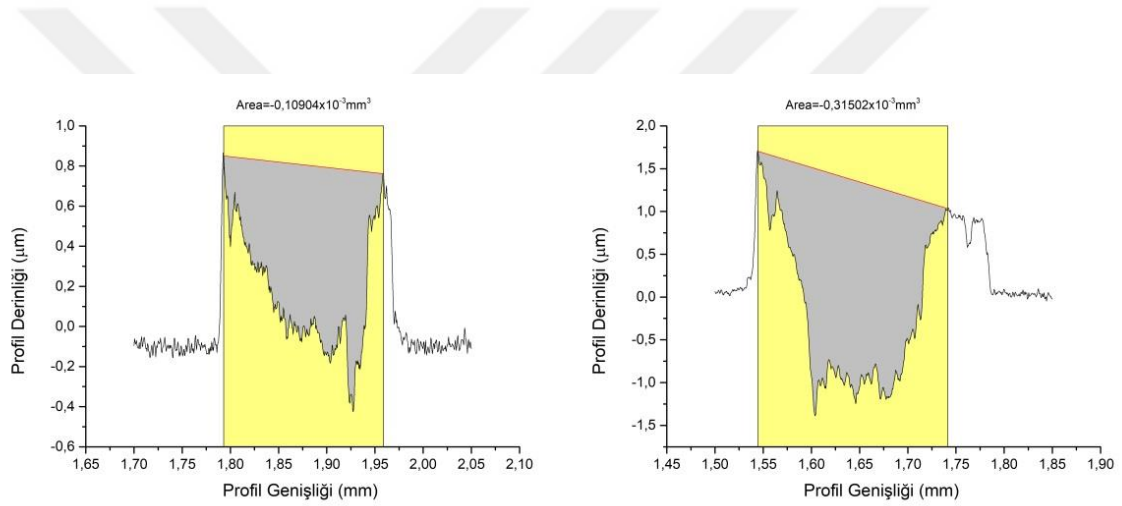
Deneysel çalışmalar sonrasında kriyojenik işlemin AISI 4140 çeliğinin aşınma direnci üzerindeki etkisi incelenmiştir. Aşınma davranışı hacim kaybı, aşınma oranı ve sürtünme katsayısı açısından değerlendirilmiştir. Literatürde yapılan çalışmalar sonucu sertlik ve aşınma dayanımı arasında genellikle doğru orantı olduğu bilinmektedir.

Aşınma deneyleri orijinal numune ile 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem görmüş ve 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem sonrası 200 °C 'de 1 saat temperlenmiş numunelere 5 N yükü gerçekleştirilmiştir. AISI 4140 malzemenin geniş bir kullanım alanı olmasına rağmen, namlu gibi spesifik bir ürünün aşınması üzerine yapılan herhangi bir çalışma mevcut değildir. Bu nedenle 5 N olarak seçilen yükün endüstriyel simülasyona uyup uymadığı anlaşılamamaktadır. Öte yandan perlitik karbon çeliklerinde hiç bir bilimsel çalışma ile gözlemlenmemiş olmasına rağmen, nanakarbürlerin tane sınırlarında çökmesi ile malzemedeki aşınma dayanımını geliştirdiği yönünde bir teori oluşturulmuştur (Thornton vd., 2011).

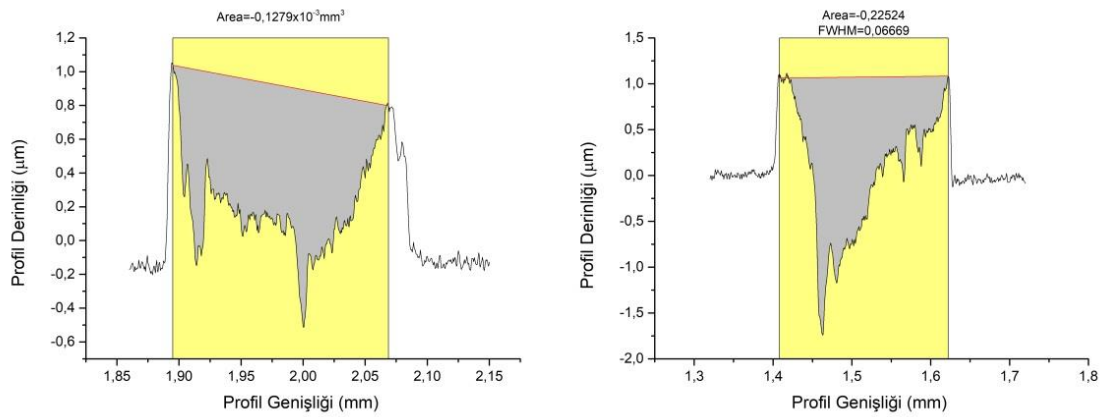
Aşınma deneylerinin sonucunda numunelerin yüzey profilleri 4 farklı doğrultuda ölçülüp ortalama aşınma alanları hesaplanmıştır. Şekil 6.13-6.16'da orijinal numune ve 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem uygulanmış, 200 °C'de temperleme işlemi görmüş ve görmemiş numunelerin 5 N yük altında aşınma testleri sonucunda aşınan yüzey profilleri incelenerek hesaplanan hacim kaybı grafikleri verilmiştir.



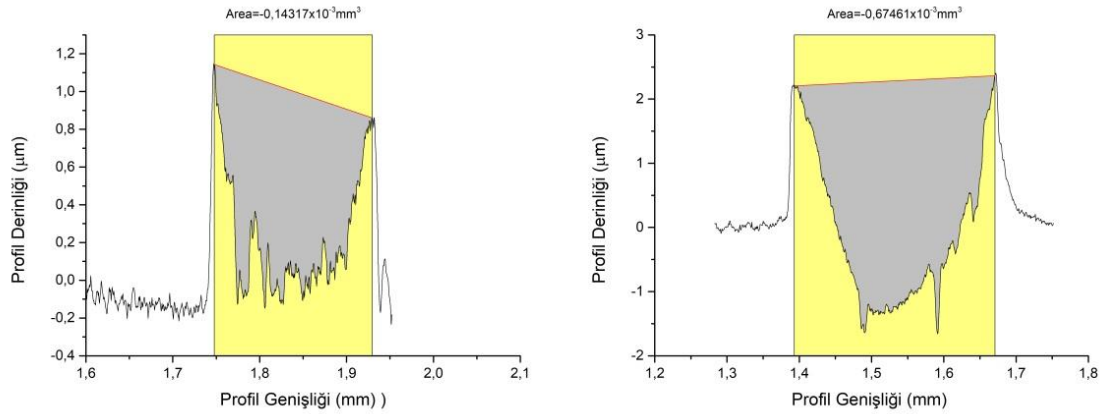
Şekil 6.13 5 N yük altında aşınma deneyleri sonucu DKİ-00 işlemsiz numunenin hacim kaybı.



Şekil 6.14 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-12 ve (b) DKİ-12T numunelerinin hacim kaybı.

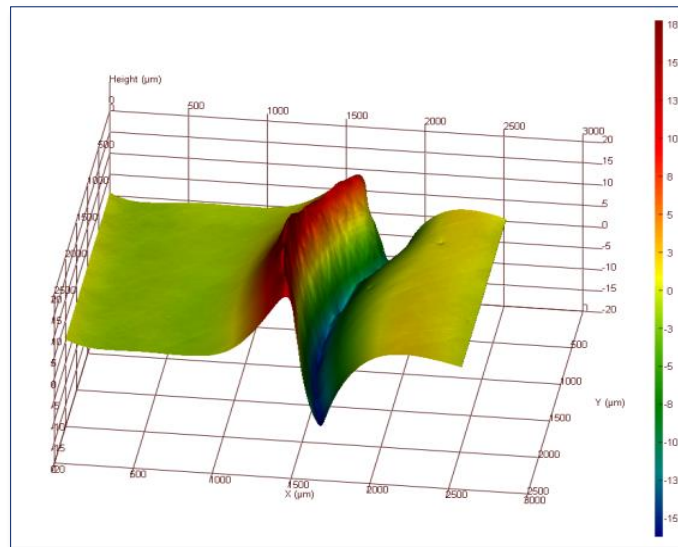


Şekil 6.15 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-24 ve (b) DKİ-24T numunelerinin hacim kaybı.

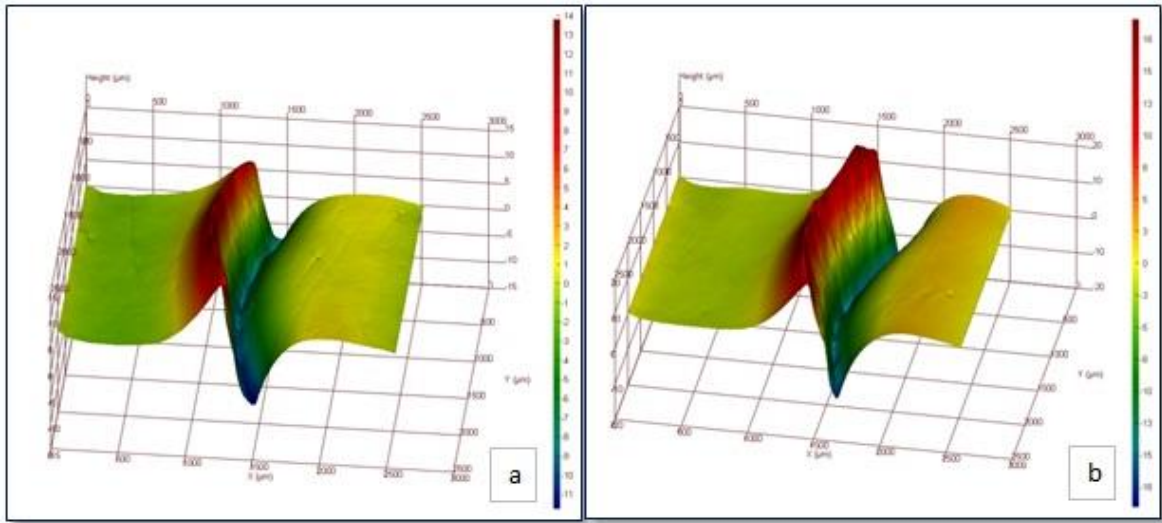


Şekil 6.16 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-36 ve (b) DKİ-36T numunelerinin hacim kaybı.

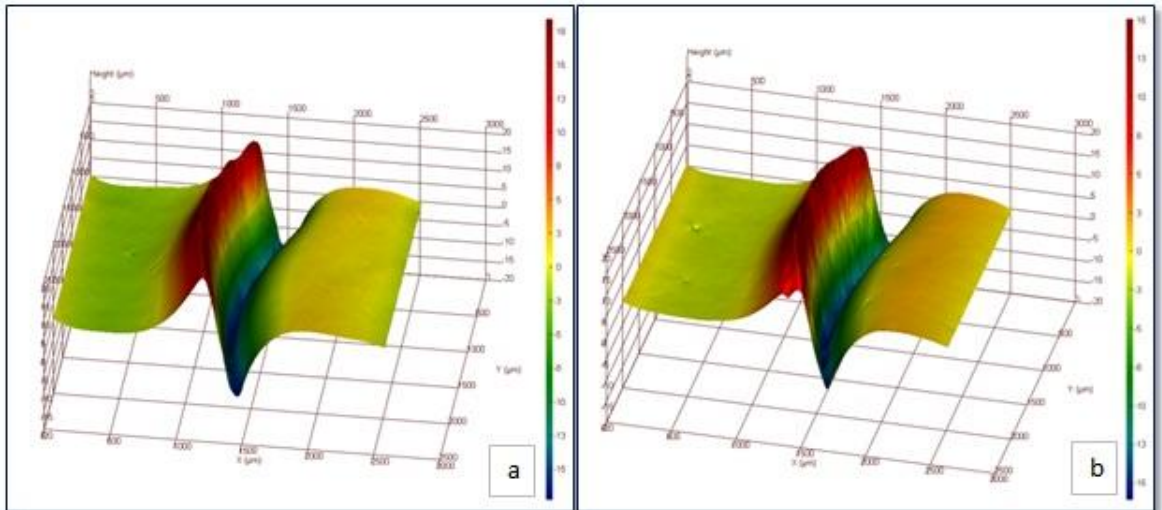
Orjinal numune ve 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem uygulanmış, 200 °C’de temperleme işlemi görmüş ve görmemiş numunelerin 5 N yük altında aşınma testleri sonucunda aşınan yüzeylerinin üç boyutlu yüzey analizi ile oluşturulan kesit alanlarından örnekler ise Şekil 6.17-6.20’de gösterilmiştir.



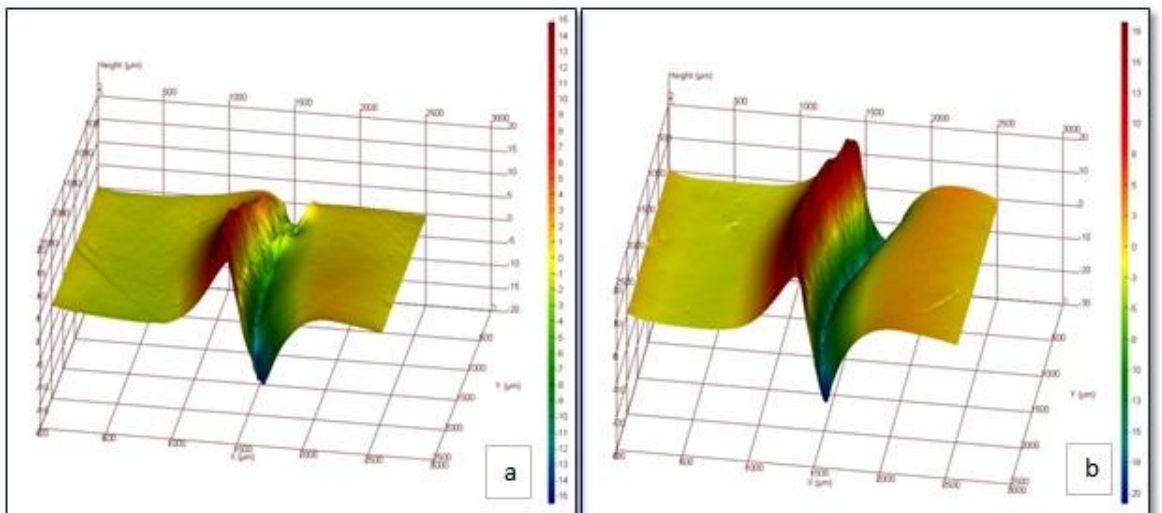
Şekil 6.17 5 N yük altında aşınma deneyleri sonucu DKİ-00 işlemsiz numunenin aşınma alanı.



Şekil 6.18 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-12 ve (b) DKİ-12T numunenin aşınma alanı.

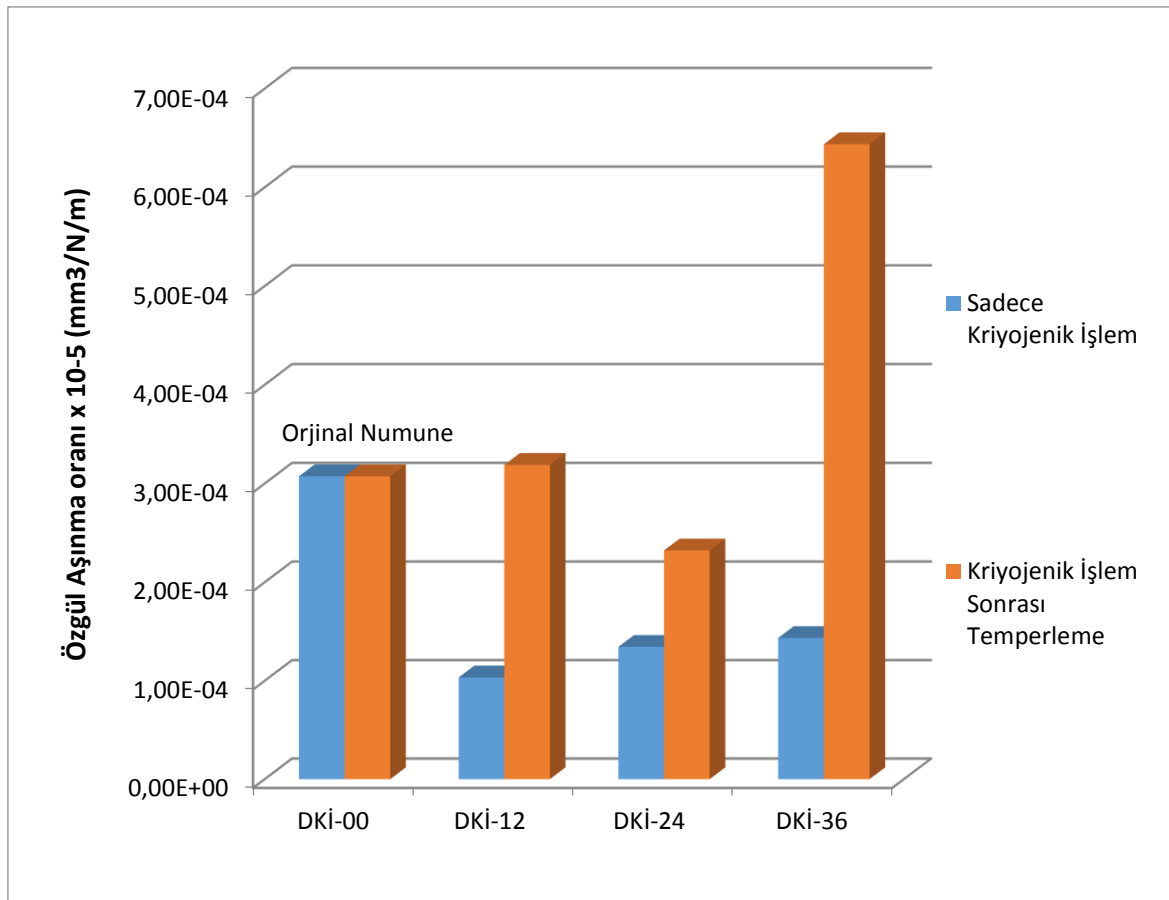


Şekil 6.19 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-24 ve (b) DKİ-24T numunenin aşınma alanı.



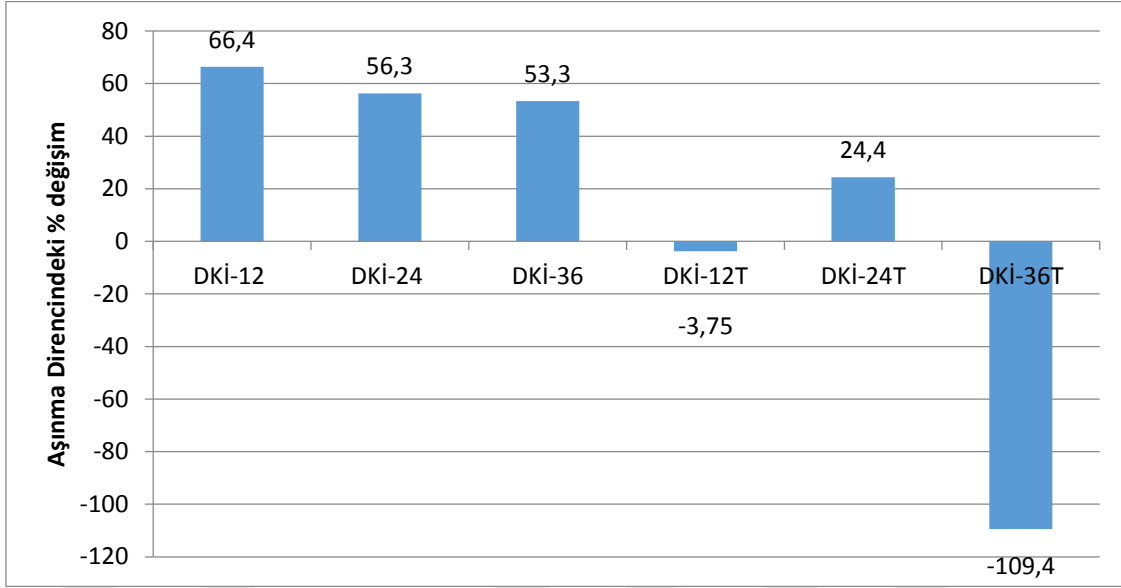
Şekil 6.20 5 N yük altında aşınma testi sonucu (a) DKİ-36 ve (b) DKİ-36T numunenin aşınma alanı.

Yapılan ölçümlerden Şekil 6.21’de gösterilen orijinal numune ile 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin ve 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem sonrasında temperleme işlemi uygulanmış numunelerin 5 N yük altında özgül aşınma oranları hesaplanmıştır. Buna göre; orijinal numunenin özgül aşınma oranı $3,07320 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}/\text{m}$ iken, en az aşınma oranı 12 saat kriyojenik işlem uygulanmış numunede $1,03378 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}/\text{m}$ olarak hesaplanmıştır.



Şekil 6.21 Orijinal numune ile 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin ve 12, 24, 36 saat kriyojenik işlem sonrasında temperleme işlemi uygulanmış numunelerin 5 N yük altında özgül aşınma oranları.

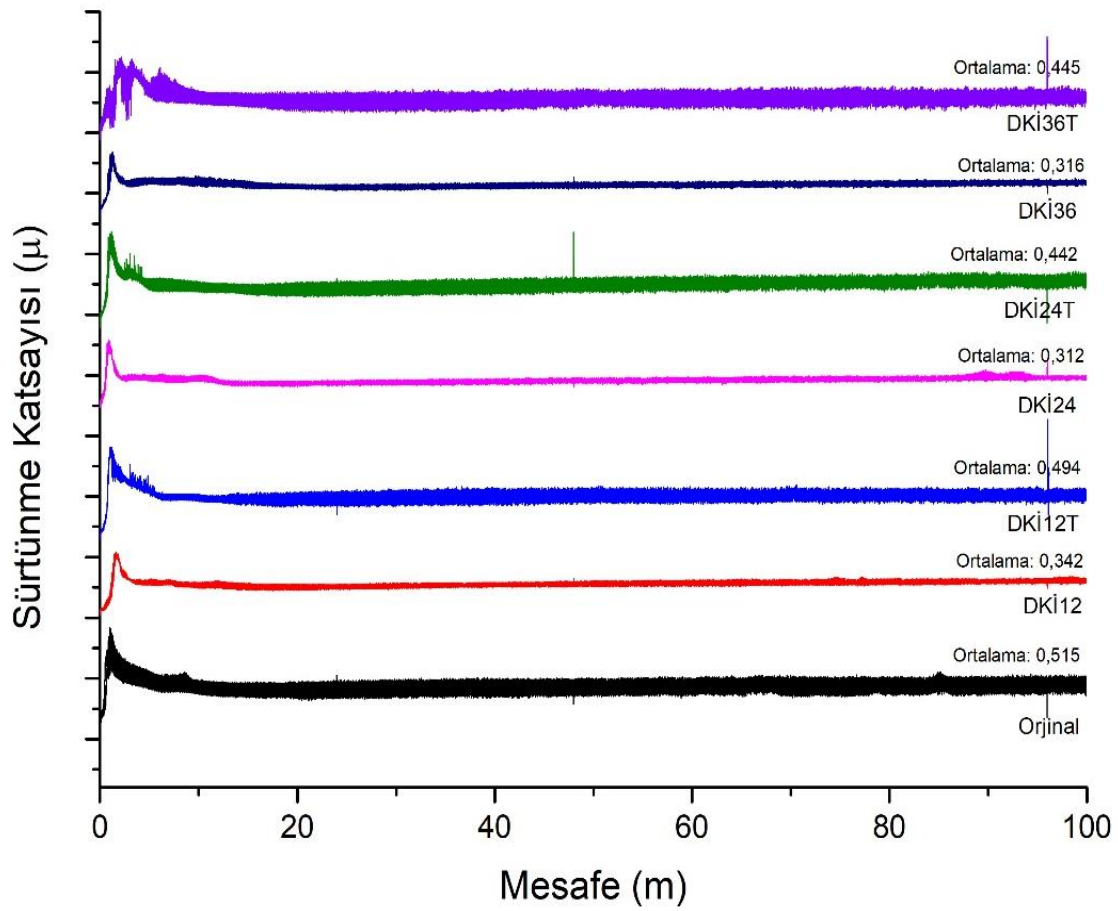
Şekil 6.22’de kriyojenik işlem uygulanmış temperli ve tempersiz numunelerin 5 N yük altında yapılan aşınma deneyleri sonrası aşınma dirençlerindeki % değişimleri gösterilmiştir.



Şekil 6.22 Kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin aşınma deneyleri sonrası aşınma dirençlerindeki % değişimleri.

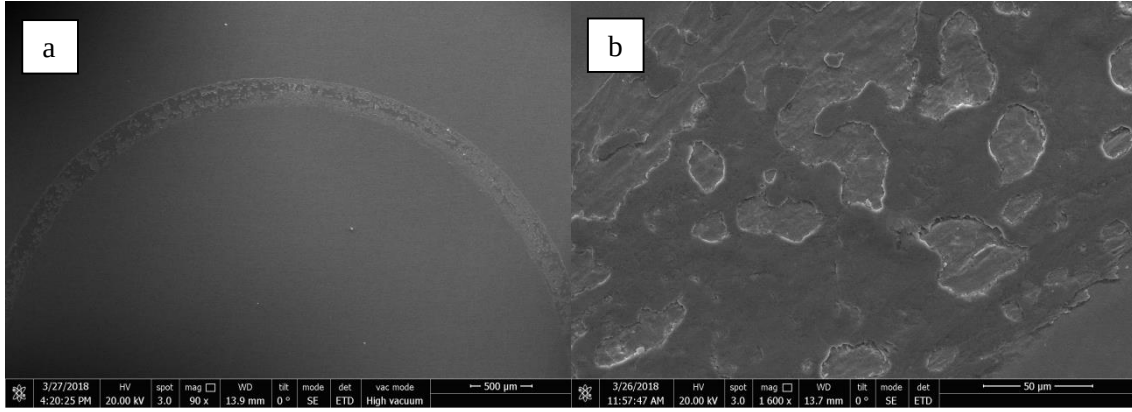
Kriyojenik işlem uygulanan numunelerin özgül aşınma oranları göze alındığında 5 N yük altındaki aşınma deneylerinde 12 saat kriyojenik işlem uygulanan temperatsız numunenin aşınma direncinde %66,4 oranında iyileşme görülmektedir. Bu iyileşme değerinin temperleme işlemi uygulanmamış numunelerde, kriyojenik işlem süresi arttıkça azaldığı görülmektedir. Ancak, kriyojenik işlemden sonra temperleme işlemi uygulanan numunelerde aşınma dayanımındaki değişim kriyojenik işlem süresi ile ilişkilendirilememiştir. Kriyojenik işlemden sonra temperleme işlemi uygulanmamış DKİ-12, DKİ-24 ve DKİ-36 numunelerindeki aşınma direncindeki artış oranları düşük orandaki sertlik artışları ile paralel olarak; bekletme süresi arttıkça düşen oranlarda artış göstermiştir. Bu durum Senthilkumar vd., (2011), Thorton vd. (2011) ve Das vd.(2011) çalışmalarında; kriyojenik işlem sonrasında mikroyapıda nano ölçülerde ultra ince karbürlerin çökmesi ve martenzit yapının kafes parametrelerinde kriyojenik işlem parametrelerine bağlı olarak deformasyona uğraması ile ilişkilendirdikleri sertlik değerlerinde belirgin bir artış olmaksızın aşınma dayanımındaki artışla paralellik göstermektedir.

Şekil 6.23’de 5 N yük altında yapılan aşınma deneyleri sonucu oluşan sürtünme katsayısı – mesafe grafikleri verilmiştir.

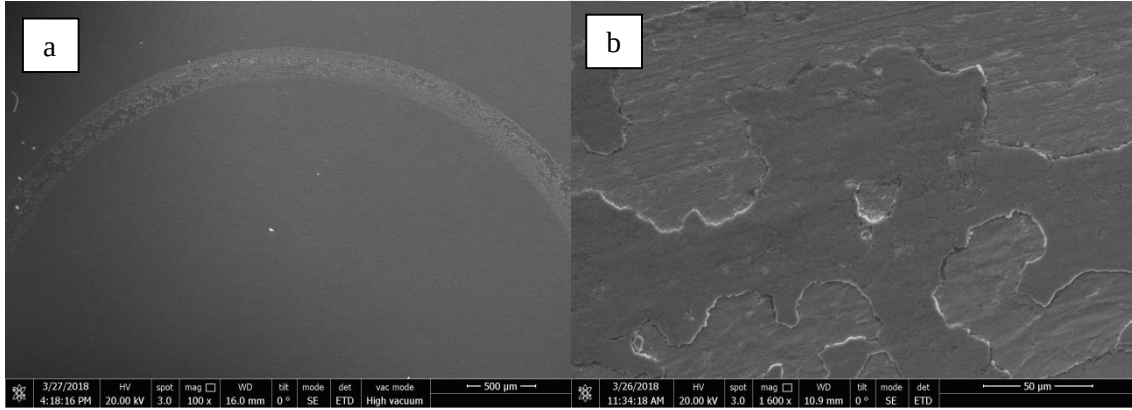


Şekil 6.23 5N yük altında yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen sürtünme katsayıları.

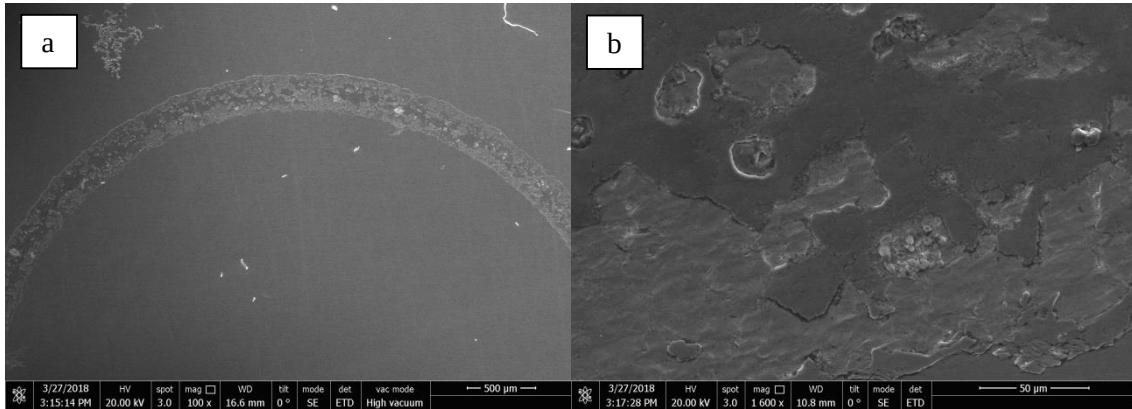
Orijinal ve kriyojenik işlem uygulanmış numunelerin aşınma yüzeylerinin SEM görüntüleri Şekil 6.24 – 6.30’da gösterilmiştir. Kriyojenik işlem uygulanmış numunelerde 5 N yük altında daha küçük boyutlarda tabaka ayrışması gözlemlenirken orijinal numunede daha büyük boyutlu tabaka ayrışması görülmektedir. Ayrıca kriyojenik işlem uygulanmış numuneler ile kriyojenik işlemden sonra temperleme işlemi görmüş numuneler karşılaştırıldığında, temperleme işlemi görmüş numunelerin daha sünek malzemelerde görülen aşınma yüzeyine benzer yüzeye sahip olduğu ve yüzeyden parça kopararak tabakaların ayrıldığı görülmektedir. Kriyojenik işlem uygulanmış numunelerde ise, düşük orandaki sertlik artışıyla birlikte kopan ve kazınan parçalar görülmektedir.



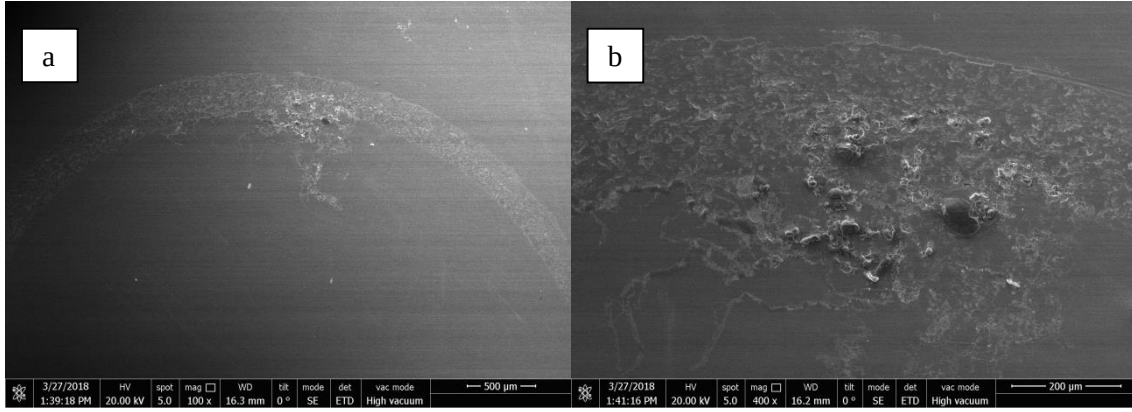
Şekil 6.24 5 N yük altında aşınma testi sonucu orijinal numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.



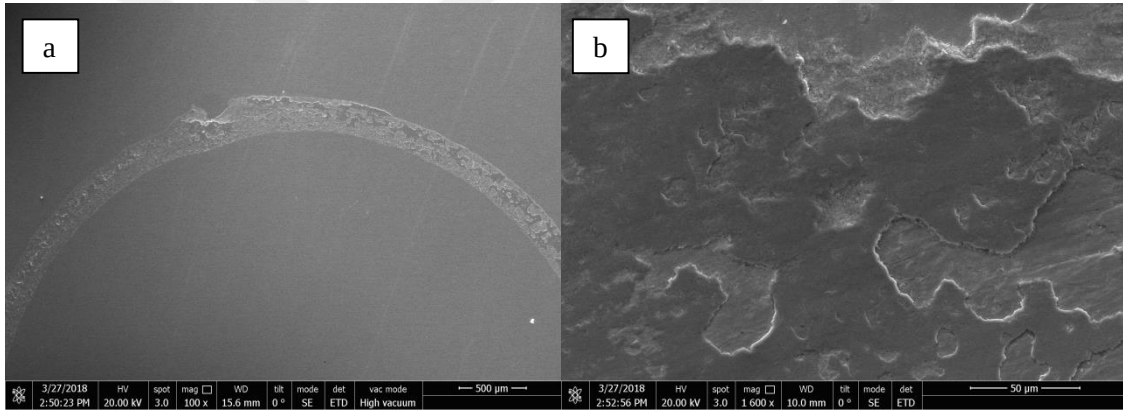
Şekil 6.25 5 N yük altında aşınma testi sonucu 12 saat kriyojenik işlem uygulanmış ve temperlenmemiş numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.



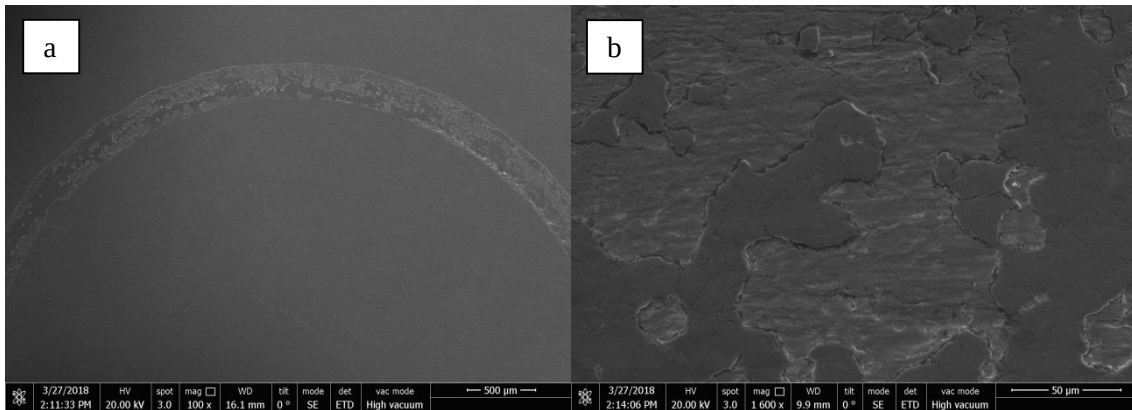
Şekil 6.26 5 N yük altında aşınma testi sonucu 12 saat kriyojenik işlem ve temperleme işlemi uygulanmış numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.



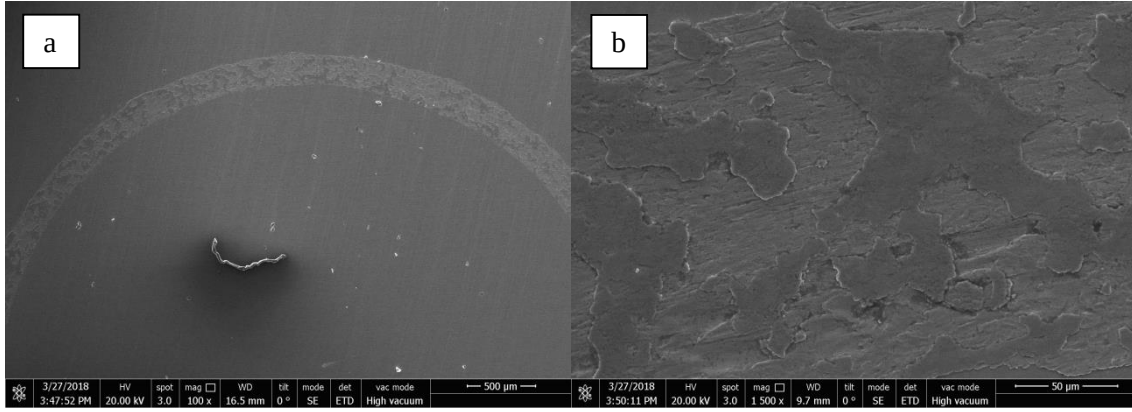
Şekil 6.27 5 N yük altında aşınma testi sonucu 24 saat kriyojenik işlem uygulanmış ve temperlenmemiş numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.



Şekil 6.28 5 N yük altında aşınma testi sonucu 24 saat kriyojenik işlem ve temperleme işlemi uygulanmış numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.



Şekil 6.29 5 N yük altında aşınma testi sonucu 36 saat kriyojenik işlem uygulanmış ve temperlenmemiş numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.



Şekil 6.30 5 N yük altında aşınma testi sonucu 36 saat kriyojenik işlem ve temperleme işlemi uygulanmış numunenin aşınma yüzeyine ait, a)50x ve b)500x SEM görüntüleri.

7. SONUÇ VE ÖNERİLER

Kriyojenik işlemin aşınma direncini artıran kaplama ve yüzey sertleştirme gibi diğer işlemlere göre ucuz ve çevreci olması ile uygulanan malzemenin bütününe etki etmesi önemli avantajlarındandır (Thornton vd., 2011). Literatürdeki bilimsel çalışmalar incelendiğinde orta karbonlu alaşımlı çeliklere uygulanan kriyojenik işlemin malzemenin aşınma direnci üzerindeki etkilerinin tam olarak açıklanamaması üzerine (Zhirafar vd. 2001); bu tez çalışmasında, kriyojenik işlemin birçok endüstriyel kullanıma sahip AISI 4140 çeliğinin aşınma direncine olan etkisinin açığa çıkarılmasına katkı sağlanması amaçlanmıştır. İmalat sektöründeki işletmelere teknolojik veri sağlaması açısından yapılan çalışmanın temelini oluşturan malzeme seçimi, tabanca ve tüfek namlusu üretiminde kullanılan ıslah edilmiş ve dövme ile yivseti açılması işleminden önce yüksek sıcaklıkta temperlenmiş AISI 4140 çeliğidir. Ayrıca, AISI 4140 çeliğinin mikroyapısı, darbe dayanımı, çekme ve sertlik değerleri üzerinde farklı bekletme sürelerinde (0, 12, 24, 36, saat) uygulanan derin kriyojenik işlemin (-196°C) ve düşük sıcaklıktaki temperleme işleminin (200°C) etkileri araştırılmıştır. Bu çalışma sonunda aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- Kriyojenik işlem sonrasında temperli ve tempersiz numunelerin içerdiği martenzitik yapıda herhangi bir değişiklik olmadığı görülmüştür. Ancak literatürdeki çalışmalarda kriyojenik işlemin malzeme üzerindeki genel etkisi olan; kriyojenik işlemin kalıntı östenitin martenzite dönüştürdüğünü destekler veriler elde edilememiş, kalıntı östenit oranı ölçülememiştir.
- Kriyojenik işlem sonucu sıcak hadde ürünü AISI 4140 çeliğinin mikrosertliğinde 12 saat kriyojenik işlem uygulanmış numunede yaklaşık %3,59 artış gözlemlenmiştir. Meydana gelen bu sertlik artışı Senthilkumar vd., (2011), Thornton vd. (2011) ve Das vd.(2011) çalışmalarında; kriyojenik işlem sonrasında mikroyapıda nano ölçülerde ultra ince karbürlerin çökmesi ve martenzit yapının kafes parametrelerinde kriyojenik işlem parametrelerine bağlı olarak deformasyona uğraması ile ilişkilendirilmiştir.

- Kriyojenik işlem sonrasında AISI 4140 çeliğinin çekme ve darbe dayanımında Senthilkumar vd., (2011) ve Zhirafar vd. (2007)'nin çalışmalarına paralel olarak bariz bir fark görülmemiştir. Testler sonrasında kriyojenik işleme tabi tutulan numunelerin sertlik değerleri ve darbe enerjileri arasında bir bağ kurulmak istenirse; beklenen üzere, darbe enerjisinin sertlik artışı ile düştüğü görülmüştür. Sadece 36 saat kriyojenik işlem sonrasında temperleme işlemi yapılan numunedeki darbe enerjisindeki artış açıklanamamıştır.
- 5 N yük uygulanan aşınma deneyleri sonucu, orijinal numune $3,07320 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N/m}$ özgül aşınma oranına sahipken, 12 saat kriyojenik işleme tabi tutulmuş numune $1,03378 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N/m}$ özgül aşınma oranı ile %66,4 iyileşme oranına sahip numune olmuştur. Bu yüklerde 12 saat kriyojenik işlem uygun süre olarak belirlenmiştir. Malzemedeki sertlik artışını sağlayan mekanizmanın aşınma direncindeki artışın oluşumunu sağladığı düşünülmektedir. Testler sonrasında kriyojenik işleme tabi tutulan numunelerin sertlik değerleri ve aşınma dirençleri arasında bir bağ kurulmak istenirse, beklenen üzere, aşınma direncinin sertlik artışı ile arttığı görülmüştür. 12 ve 36 saat kriyojenik işlem sonrasında temperleme işlemi yapılan numunelerdeki aşınma direncindeki azalma açıklanamamıştır.

Aşınma mekanizması incelendiğinde; orijinal numunede daha büyük tabaka ayrışması gözlemlenmiştir. Kriyojenik işlem uygulanmış numuneler ile kriyojenik işlemden sonra temperleme işlemi görmüş numuneler karşılaştırıldığında, temperleme işlemi görmüş numunelerin daha sünek malzemelerde görülen aşınma yüzeyine benzer yüzeye sahip olduğu ve yüzeyden tabakaların yırtılarak koptuğu görülmektedir. Kriyojenik işlem uygulanmış numunelerde ise, sertlik artışıyla birlikte kopan ve kazınan parçalar görülmektedir.

Sonuç olarak bu tez çalışmasında derin kriyojenik işlem ve sonrasında yapılan temperleme işlemi, AISI 4140 çeliği aşınma dayanımı üzerinde pozitif etkiler bırakmıştır. Bu alanda çalışma yapacak araştırmacılara yapılan öneriler aşağıda sıralanmıştır.

- Bu çalışmada namlu imalatında kullanılan ıslahlı ve yüksek sıcaklıkta gerilim giderme işlemine tabi tutulan AISI 4140 çeliği numuneleri, imalat süreci

düşünüldüğünde ilk aşamadır. Numuneler daha sonrasında derin delik delme ve dövme işlemi ile namlu içi yiv-set oluşturma işlemlerine tabi tutulmaktadır. Bu süreçler gözetilerek, namlunun nihai halini refere edebilecek numuneler üzerinden çalışma tekrarlanarak; malzemenin mikroyapısı ve kafes parametreleri, kalıntı östenit hacim oranı, kalıntı gerilme değerleri, yüzey pürüzlülüğü, yüzey dokusu ve mekanik özellikleri belirlenebilir.

- Yapılan tez çalışmasında değerlendirme yapılmayan kalıntı östenit hacim oranı, kalıntı gerilme ve yorulma dayanımı incelenebilir.



KAYNAKLAR DİZİNİ

Asil Çelik, “İslah Çelikleri”, Teknik Yayınlar 6.

Askeland, D.,R., 1994, The Science and Engineering of Materials, 3rd Ed., PWS Publishing.

ASM Handbook Volume 1, Properties and Selection Iron, 182.

ASM Handbooks Volume 9, Metallurgy and Microstructure, 147-148.

ASM Hanbook Volume 13, Corrosion, 1383-1384.

ASM Handbook Volume 15, Casting, 1459.

Akhbarizadeh, A., Shafyei, A. , Golozar, M. A., 2009, “Effects of cryogenic treatment on wear behavior of D6 tool steel”, Mater. Des., 30: 3259–3264.

Akhbarizadeh, A., Amini, K. , Javadpour, S., 2012, “Effects of applying an external magnetic field during the deep cryogenic heat treatment on the corrosion resistance and wear behavior of 1.2080 tool steel”, Mater. Des., 41: 114–123.

Akhbarizadeh, A. , Javadpour, S., 2013, “Investigating the effect of as-quenched vacancies in the final microstructure of 1.2080 tool steel during the deep cryogenic heat treatment”, Mater. Lett., 93: 247–250 .

Akhbarizadeh, A., Javadpour, S. , Amini, K., 2013, “Investigating the effect of electric current flow on the wear behavior of 1.2080 tool steel during the deep cryogenic heat treatment”, Mater. Des., 45: 103–109 .

Akhbarizadeh, A., Javadpour, S., Amini, K. ,Yaghtin, A. H., 2013, “Investigating the effect of ball milling during the deep cryogenic heat treatment of the 1.2080 tool steel”, Vac., 90: 70–74 .

Amini, K., Nategh, S. , Shafyei, A., 2010, “Influence of different cryotreatments on tribological behavior of 80CrMo12 5 cold work tool steel”, Mater. Des., 31: 4666-4675 .

Amini, K., Akhbarizadeh, A. , Javadpour, S., 2012, “Investigating the effect of holding duration on the microstructure of 1.2080 tool steel during the deep cryogenic heat treatment”, Vac., 86: 1534–1540 .

Amini, K., Akhbarizadeh, A. , Javadpour, S., 2013, “Investigating the effect of the quench environment on the final microstructure , wear behavior of 1.2080 tool steel after deep cryogenic heat treatment”, Mater. Des., 45: 316–322 .

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Amini, K., Akhbarizadeh, A. , Javadpour, S., 2014, “Investigating the effect of quench environment and deep cryogenic treatment on the wear behavior of AZ91”, *Mater.Des.*, 54: 154–160 .
- Babu, P., S., Rajendran, P., Rao K., N., 2005, Cryogenic treatment of M1, En19 and H13 tool teels to improve wear resistance, *IE(I) Journal-MM*, 86, 64-67.
- Baldissera, P., 2009, Fatigue scatter reduction through deep cryogenic treatment on the 18NiCrMo carburized steel, *Materials and Design*, 30, 3636-3642.
- Baldissera, P., Delprete, C., 2008, Deep cryogenic treatment: a bibliographic review, *The Open Mechanical Engineering Journal*, 2, 1-11.
- Baldissera, P. , Delprete, C., “Effects of deep cryogenic treatment on static mechanical properties of 18NiCrMo5 carburized steel”, *Mater. Des.*, 30: 1435–1440 (2009).
- Baldissera, P. , Delprete, C., 2010, “Deep cryogenic treatment of AISI 302 stainless steel: Part II – Fatigue and corrosion”, *Mater. Des.*, 31: 4731–4737 .
- Barron, R., F., Mulhern, C., 1980, Cryogenic treatment of AISI-T8 and C1045 steels, *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, 26, 171-179.
- Barron, R.F., Thompson, R., H., 1990, Effect of Cryogenic Treatment on Corrosion Resistance, in *Advances in Cryogenic Engineering*, 36, 1375-1379
- Bensely, A., Prabhakaran, A., Mohan Lal, D. , Nagarajan, G., 2006, “Enhancing the wear resistance of case carburized steel (En 353) by cryogenic treatment”, *Cryog.*, 45: 747–754 .
- Bensely, A., Senthilkumar, D., Mohan Lal, D., Nagarajan, G. , Rajadurai, A., 2007, “Effect of cryogenic treatment on tensile behavior of case carburized steel-815M17”, *Mater. Charact.*, 58: 485–491 .
- Bensely, A., Venkatesh, S., Mohan Lal, D., Nagarajan, G., Rajadurai, A., Junik, K., 2008, Effect of cryogenic treatment next term on distribution of residual stress in case carburized En 353 steel, *Materials Science and Engineering A*, 479 (5), 229–235.
- Bensely, A., Shyamala, L., Harish, S., Mohan Lal, D., Nagarajan, G., Junik, K. , Rajadurai, A., 2009, “Fatigue behaviour , fracture mechanism of cryogenically treated En 353 steel”, *Mater. Des.*, 30: 2955–2962 .
- Boyles, C. M., 2002, “Bee cool”, *Cut. Tool Eng.*, 54 (4): 50–54 .
- Carlson, E. A., 1991, “Cold treating , cryogenic treatment of steel”, *ASM Handbook*, Volume 4, ASM International, Pennsylvania, U.S.A. 203–206 .

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Chillar, R. , Agrawal S. C., 2005, “Cryogenic treatment of metal parts”, Transactions of the International Cryogenic Materials Conference (ICMC), Colorado, 77–82.
- Clark, A. F., Childs, G. E. , Wallace, G. H. 1970, “Electrical resistivity of some engineering alloys at low temperatures”, Cryog., 10(4): 295–305 .
- Collins, D. N., 1996, “Deep cryogenic treatment of tool steels: a review”, Heat Treat. Metal., 2: 40–42.
- Collins, D. N. , Dormer, J., 1997, “Deep cryogenic treatment of a D2 cold-work tool steel”, Heat Treat. Metals, 71–74 .
- Collins, D. N., 1998, “Cryogenic treatment of tool steels”, Adv. Mater. Process., 154 (6): 23–29 .
- Çiçek, A., Kıvak, T., Turgut, Y., Uygur, İ., Ekici, E., 2011, Derin kriyojenik işlemin kesme kuvvetleri, delik çapları ve takım ömrü üzerine etkileri. 6 th International Advanced Technologies Symposium, Elazığ, 33-36
- Çiçek, A., Kıvak, T., Samtaş, G. , Çay, Y., 2012, “Modelling of thrust forces in drilling of AISI 316 stainless steel using artificial neural network and multiple regression analysis”, Strojniški vestnik – J. Mech. Eng., 58 (7-8): 492–498.
- Çiçek, A., Kıvak, T., Uygur, I., Ekici, E. , Turgut, Y., 2012, “Performance of cryogenically treated M35 HSS drills in drilling of austenitic stainless steels”, Int. J. Adv. Manuf. Technol., 60: 65–73 .
- Çiçek, A., Kara, F., Kıvak, T. , Ekici, E., 2013, “Evaluation of machinability of hardened and cryo-treated AISI H13 hot work tool steel with ceramic inserts”, Int. J. Refract. Metal. Hard Mater., 41: 461–469 .
- Darwin, J.D., Mohan Lal, D. , Nagarajan, G. (2007) ‘Optimization of cryogenic treatment to maximize the wear resistance of chrome silicon spring steel by Taguchi method’, Int. J. Mat. Sci., Vol. 2, No. 1, pp.17–28.
- Das, D., Dutta, A. K. , Ray, K. K. 2009, “Influence of varied cryotreatment on the wear behavior of AISI D2 steel”, Wear, 266: 297–309 .
- Das, D., Ray, K., K., Dutta, A., K., 2009, Influence of temperature of sub-zero treatments on the wear behaviour of die steel, Wear, 267, 1361–1370.
- Das, D., Dutta, A. K. , Ray, K. K., 2010, “Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part I. Microstructure and hardness”, Mater. Sci. Eng. A, 527: 2182–2193 .
- Das, D., Dutta, A. K. , Ray, K. K., 2010, “Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part II. Wear behavior”, Mater. Sci. Eng. A, 527: 2194–2206 .

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Das, D., Sarkar, R., Dutta, A. K. , Ray, K. K., 2010, “Influence of sub-zero treatments on fracture toughness of AISI D2 steel, Mater. Sci. Eng. A, 528: 589–603 .
- Das, D., 2011, Structure-Property Correlation Of Cryotreated AISI D2 Steel, Doctoral Dissertation, Department of Metallurgy and Materials Engineering Bengal Engineering and Science University.
- Dhokey, N. B. , Nirbhavne, S., 2009, “Dry sliding wear of cryotreated multiple tempered D-3 tool steel”, J. Mater. Process. Technol., 209: 1484–1490 .
- Dhokey, N. B., Dandawate, J., Gangurde, H. , Harle, A., 2012, “Metallurgical investigation of cryogenically cracked M35 tool steel, Eng. Fail. Anal., 21: 52–58.
- Dowdell, R. L. , Harder, O. E., 1927, “The decomposition of the austenitic structure in steel. Part II, The decomposition of austenite in liquid oxygen”, Trans. Am. Soc. Steel Treat., 11: 391–392 .
- Frey, R., 1983, “Cryogenic treatment improves properties of drills , P/M parts”, Indust. Heat., 21–23 .
- Gogte, C., L., Iyer, K., M., Paretkar, R., K.,. Peshwe D., R., 2009, Deep subzero processing of metals , alloys: evolution of microstructure of AISI T42 tool steel, Materials and Manufacturing Processes, 24, 718 – 722.
- Ghisi, A. , Mariani, S., 2007, “Mechanical characterization of Ti–5Al–2.5Sn ELI alloy at cryogenic and room temperatures”, Int. J. Fract., 146: 61–77 .
- Gordon, P. , Cohen M., 1942, “The transformation of retained austenite in high speed steel at subatmospheric temperatures”, Trans. ASM, 30: 569–588 .
- Gu, K., Zhang, H., Zhao, B., Wang, J., Zhou, Y. , Li, Z., 2013, “Effect of cryogenic treatment and aging treatment on the tensile properties and microstructure of Ti– 6Al–4V alloy”, Mater. Sci. Eng. A, 584: 170–176 .
- Gür., C., H., Tuncer B., O., 2005, Characterization of microstructural phases of steels by sound velocity measurement, Materials Characterization, 55, 160–166.
- Gulyaev, A., 1937, “Improved heat treatment high speed steel to improve cutting quality”, Metal., 12: 65–77 .
- Gunes, I., Cicek, A., Aslantas, K., Kara, F., 2014, “Effect of Deep Cryogenic Treatment on Wear Resistance of AISI 52100 Bearing Steel”, The Indian Institute of Metals, DOI 10.1007/s12666-014-0417-4, TP 2816.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Hake, R. R., Leslie, D. H. , Berlincourt, T. G., 1961, “Electrical resistivity, Hall effect and superconductivity of some b.c.c. titanium-molybdenum alloys”, J. Phys. Chem. Solids, 20 (3-4): 177–186 .
- Huang, J. Y., Zhu, Y. T., Liao, X. Z., Beyerlein, I. J., Bourke, M. A. , Mitchell, T. E., 2003, “Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel”, Mater. Sci. Eng. A, 339: 241–244.
- Jaswin, M.A., D.M. Lal, A. Rajadurai, 2011, Effect of Cryogenic Treatment on the Microstructure and Wear Resistance of X45Cr9Si3 and X53Cr22Mn9Ni4N Valve Steels. Tribology Transactions, 54(3): p. 341-350.
- Jaswin, M.A., G.S. Shankar, D.M. Lal, 2010, Wear Resistance Enhancement in Cryotreated En 52 and 21-4N Valve Steels. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, 11(1): p. 97-105.
- Jung, S. C., Medlin, D. J. , Krauss, G., 1996, “Effects of subzero treatments on the bending fatigue performance of carburized SAE 4320 and SAE-9310 steels”, SAE Tech. Pap., 960313: 147–158.
- Kato, K., Adachi, K., 2001, “Wear Mechanisms”, in Modern Tribology Handbook 1, Press LLC.
- Kerscher, E., Lang K., H., 2010, Increasing the fatigue limit of a high-strength bearing steel by a deep cryogenic treatment; Journal of Physics: Conference Series, 240.
- Khrushchov, M., M., 1974, The Principles of Abrasive Wear, Wear, 28, 97-99.
- Kıvık, T., 2012, “Kesici takımlara uygulanan kriyojenik işlemin ti-6al-4v alaşımının delinebilirliği üzerindeki etkilerinin araştırılması”, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 1-70.
- Kim, S. S., Shin, K.S. ,Kim, N.J., 1999, “Tensile behavior of rapidly solidified Al-Li-Zr and Al-Li-Cu-Mg-Zr Alloys at 293 and 77K”, **Metal. Trans. A**, 30 (8): 2254–2258.
- 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”, Cryog., 51: 55–61.
- Kuzmenko, V. A. , Grishakov, S. V., 1974, “Influence of high loading frequency on the endurance of several structural alloys at low (-196°C) and room temperatures”, Strength Mater., 6 (10): 1195–1200.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Lal, D.,M., Renganarayanan, S., Kalanidhi A., 2001,Cryogenic treatment to argument wear resistance of tool and die steels; Cryogenics, 41, 149-155.
- Linda Gas, 2010, “Sub-zero Treatment of Steels”, Special Edition .
- Liu, H., Wang, J., Yang, H. , Shen, B., 2008, “Effects of cryogenic treatment on microstructure and abrasion resistance of CrMnB high-chromium cast iron subjected to subcritical treatment”, Mater. Sci. Eng. A, 478: 324–328.
- Lulay, K.E., K. Khan, D. Chaaya, 2002, “The effect of cryogenic treatments on 7075 aluminum alloy”, Journal of Materials Engineering and Performance, 11(5): p. 479-480.
- Luiten C.H., Lingue F., Bless F., 1987, “Carburizing in Vakum Furnace”, Heat Treatment, ASM International, Metals Park, Ohio.
- Maimoni, A., 1962, “Electrical resistance of aluminium at low temperatures”, Cryog., 2 (4): 217–222.
- Makarov, A., V., Savrai, R., A., Schastlivtsev, V., M., Tabatchikova, T., I., Egorova, L., 2007, Mechanical Properties and Fracture upon Static Tension of the High- Carbon Steel with Different Types of Pearlite Structure, The Physics of Metals and Metallography, 104, 522–534.
- Meng, F., Tagashira, K., Azuma, R. , Sohma, H., 1994, “Role of Eta-carbide precipitation's in the wear resistance improvements of Fe-12-Cr-Mo-V-1.4C tool steel by cryogenic treatment”, ISIJ Int., 34 (2): 205–210.
- Miller, A. B., 1965, “An austenitic cast steel for low temperature applications”, Cryog., 5 (6): 320–324.
- Mohan Lal, D., Renganarayanan, S. , Kalanidhi, A., 2001, “Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steels”, Cryog., 41: 149–155.
- Molinari, A., Pellizzari, M., Gialanella, S., Straffelini, G. , Stiasny, K. H., 2001, “Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels”, J. Mater. Process. Technol., 118: 350–355.
- Moore, K., E., Collins D., N., 1993, Cryogenic treatment of three heat treated tool steels, Key Engineering Materials, 86-87, 47-54.
- Mukherjee, S., 1985, Deformation-Induced Martensite Transformations in AISI 304L Stainless Steel at Cryogenic and Room Temperatures, MS Thesis, University of Oklahoma.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Preciado, M., Bravo, P., M., Alegre J., M., 2006, Effect of low temperature tempering prior cryogenic treatment on carburized steels, *Journal of Materials Processing Technology* 176, 41–44.
- Parrish J., 1994, Retained austenite: new look at an old debate, *Advanced Materials and Processes*, 145, 25-28.
- Patil P., I., Tated, R., G., 2012, Comparison of Effects of Cryogenic Treatment on Different Types of Steels : A Review, *IJCA Proceedings on International Conference in Computational Intelligence*, No: 9.
- Paulin P., 1993, Frozen gears; *Gear Technology*, 10, 26-29.
- Pawlek, F. , Rogalla, D., 1966, “The electrical resistivity of silver, copper, aluminium, and zinc as a function of purity in the range 4–298° K”, *Cryog.*, 6(1): 14–20.
- Pellizzari, M., Molinari, A., Gialanella, S. , Straffelini, G., 2001, “Effetto del trattamento criogenico sulle proprietà microstrutturali dell'acciaio AISI H13”, *La Metal. Italiana*, 1: 21–27.
- Pillai, R. M., 1986, “New dry refrigerant treatments improve characteristics and wear resistance of metal parts”, *Ind. Heat.*, March 1: 36–38.
- Podgornik, B., Leskovsek, V. , Arh, B., 2013, “The effect of heat treatment on the mechanical, tribological and load-carrying properties of PACVD-coated tool steel”, *Surf. Coat. Technol.*, 232: 528–534.
- Prabhakaran, A., Bensely, A., Nagarajan, G. , Mohan Lal, D., 2004, “Effect of cryogenic treatment on impact strength of case carburized steel–EN 353”, *Proceedings of IMEC2004 International Mechanical Engineering Conference*, Kuwait.
- Preciado, M., Bravo, P. M. , Alegre, J. M., 2006, “Effect of low temperature tempering prior cryogenic treatment on carburized steels”, *J. Mater. Process. Technol.*, 176: 41–44.
- Reitz W., Pendray J., 2001, Cryoprocessing of materials: a review of current status, *Mater Manuf Process*, 16, 829–840.
- Rosenberg, H. M., 1958, “The properties of metals at low temperatures”, *Prog. Met. Phys.*, 7 339–354.
- Savaşkan, T., 2004, “Malzeme Bilgisi ve Muayenesi”, *Akademi Yayınları*, Trabzon.
- Savaşkan, T., 2012 “Malzeme Bilgisi ve Muayenesi”, *Seçkin Yayınları*, Trabzon.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Senthilkumar, D., Rajendran, I., Pellizzari, M. , Siiriainen, J., 2011, “Influence of shallow and deep cryogenic treatment on the residual state of stress of 4140 steel”, J. Mater. Process. Technol., 211: 396–401.
- Smolnikov, E. A. , Kossovitch, G. A., 1980, “Cold treatment of cutting tools”, Metal Sci. Heat Treat., 22(10): 704–705 .
- Sri Siva, R., Arockia Jaswin, M. , Mohan Lal, D., 2012, “Enhancing the wear resistance of 100Cr6 bearing steel using cryogenic treatment”, Tribol. Trans., 55: 387–393.
- Stepanov, G. A. , Lokhankina, L. K., 1979, “Low–cycle fatigue of chrome–manganese steel at +20 and –196°C”, Strength Mater., 11 (8): 847–849.
- Stojko, A., 2001, “Sub–zero treatment of tool steels” Master’s Thesis, Technical University of Denmark, Lyngby, Denmark.
- Strife, J. R. , Passoja, D. E., 1980, “The effect of heat treatment on microstructure and cryogenic fracture properties in 5Ni and 9Ni steel”, Metal. Trans. A, 11 (8): 1341–1350.
- Tavadze, F. N., Stepanov, G. A., Lokhankina, L. K. , Grikurov, G. N., 1975, “Effect of heat treatment on properties of steel 03Kh13AG19 at cryogenic temperatures”, Met. Sci. Heat Treat., 17 (2): 153–156.
- Thelning K.E., 1987, “Çelik ve Isıl İşlemi”, Çeviren Doç.Dr.Adnan Tekin.
- Thornton, R., Slatter, T., Jones, A., H., Lewis, R., 2011, The effects of cryogenic processing on the wear resistance of grey cast iron brake discs, Wear, 271, 2386– 2395.
- Toptaş M.A., 1998, “Çelik ve Isıl İşlem El Kitabı”, Ekim Ofset, İstanbul.
- Vahdat, S. E., Nategh, S. , Mirdamadi, S., 2013, “Microstructure and tensile properties of 45WCrV7 tool steel after deep cryogenic treatment”, Mater. Sci. Eng. A, 585: 444–454.
- Wang, C.,C., 2006, Wear resistance study on cryogenic treated AISI D2 steel; MS Thesis, Tatung University.
- Wang, Q., Zhu, M., Liu, X., 2014, Coupling Heat Structure Analysis of the Clutch Pressure Plate in Vehicle Overloaded Start Proccession, Sensors & Transducers, 182, 156–161.
- Weissbach W., 1993, “Malzeme Bilgisi ve Muayenesi”, Çeviri: Prof.Dr.Selahattin Anık, E.Sabri Anık.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- William F.S., “Mühendislik Alaşımlarının Yapı ve Özellikleri”, Çeviri: Dr.Mehmet Erdoğan.
- Yan, X. G. , Li, D. Y., 2013, “Effects of the sub–zero treatment condition on microstructure, mechanical behavior and wear resistance of W9Mo3Cr4V high speed steel”, *Wear*, 302 (1–2): 854–862.
- Yıldız, Y., 2010, “Soğuk ve kriyojenik işlemleri bakır elektrot ve berilyum–bakır alaşımı iş parçalarının elektro erozyon işleme performansına etkileri”, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Yıldız, Y., Sundaram, M. M., Rajurkar, K. P. , Nalbant, M., 2011, “The effects of cold and cryogenic treatments on the machinability of beryllium–copper alloy in electro discharge machining”, In 44th CIRP Conference on Manufacturing Systems, Madison, May 31–June 3.
- Yen, P. L., 1996, “Effect of cryogenic treatment on the wear resistance of tool steel”, PhD. Thesis, The Pennsylvania State University, Pennsylvania, U.S.A.
- Yun, D., Xiaoping L., Hongshen X., 1998, Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism, *Heat Treatment of Metals*, 3, 55-59.
- Zhirafar, S., 2005, “Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of steel and aluminum alloys”, Degree of Master of Applied Science (Mechanical Engineering), Concordia University Montreal, Quebec, Canada.
- Zhirafar, S., Rezaeian, A. , Pugh, M., 2007, “Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel”, *J. Mater. Process. Technol.*, 186: 298–303.
- Zhisheng W., Ping, S., Jinrui, L., Shengsun H., 2003, Effect of deep cryogenic treatment on electrode life and microstructure for spot welding hot dip galvanized steel, *Materials and Design* 24, 687–692.
- Zurecki Z. 2006, Cryogenic quenching of steel revisited, *Proceedings of the 23rd ASM Heat Treating Society Conference*, edited by Herring D., and Hill R., ASM Proceedings, Heat Treating, 106-113.