



# Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi

*Araştırma Makalesi*

## Kriyojenik İşlem Uygulanmış Dökme Demir Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

İsmail Deniz Kağan DEMİR<sup>a\*</sup>, İlyas UYGUR<sup>b</sup>

a Karaman Döküm Sanayii Limited Şirketi, 1. Organize Sanayi Bölgesi, Beyköy, Düzce, TÜRKİYE  
b Düzce Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 81000, Düzce, TÜRKİYE

\* Sorumlu yazarın e-posta adresi: [i.d.kagandemir@gmail.com](mailto:i.d.kagandemir@gmail.com)

### ÖZET

Bu çalışmada, gri dökme demir (GG20) ve sfero dökme demir (GGG40) numuneler üzerine uygulanmış olup bir grup 36 saat -80oC kriyojenik işleme tabi tutulmuş, diğer bir grup ise 12 saat -80oC de bekletilip, 12 saat oda sıcaklığında bekletilmiş ve ardından 36 saatlik çevirimli kriyojenik işleme tabi tutulmuştur. Kriyojenik işlem uygulanmış ve uygulanmamış numunelerin çekme test sonuçları, sertlik ölçüm değerleri ve mikroyapısal değişimleri incelenmiş ve karşılaştırılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** *Sfero ve gri dökme demir, kriyojenik işlem, mekanik özellikler, mikroyapı.*

## Investigation Of Mechanical Properties Of Cryogenically-Treated Cast Iron Materials

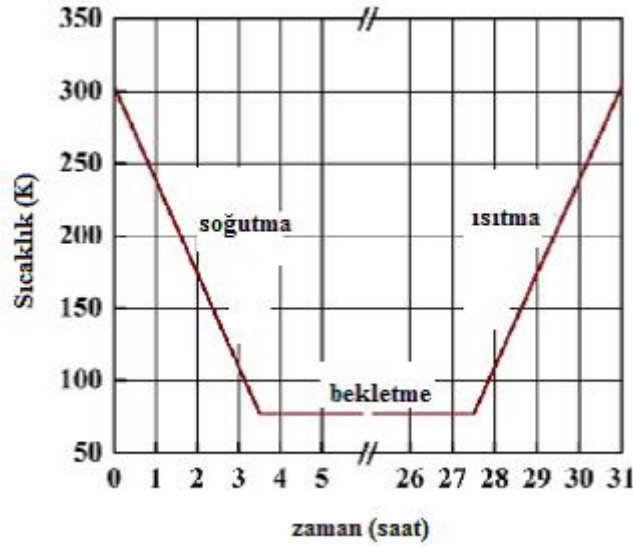
### ABSTRACT

In this study, grey cast iron (GG 20) and nodular cast iron (GGG 40) samples were subjected to cryogenic treatment and after the treatment hardness and tensile values of the samples were examined. For this purpose, grey and nodular cast iron samples in 12 and 36 hours were treated in cryogenic at -80oC. Hardness and tensile values were measured and micro structural images were obtained and evaluated before and after cryogenic treatment.

**Keywords:** *Nodular and grey cast iron, cryogenic treatment, mechanical properties, microstructure*

## I. GİRİŞ

**K**RİYOJENİK 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 [1]. 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 ısıl değiştiriciler yardımıyla [2]. 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 [3]. Şekil 1’de tipik bir kriyojenik işlem çevrimi gösterilmektedir.



Şekil 1. Tipik bir kriyojenik işlem çevrimi (Barron and Thompson, 1990)

Kriyojenik işlemin malzemelerin üzerinde mikroyapı, mekanik ve fiziksel özellikleri ve performansına etkisi işlem parametrelerine ve malzemenin kimyasal kompozisyonuna bağlıdır [4]. Soğutma ve ısıtma hızının kontrolü kriyojenik işlemin başarılı olabilmesi için çok kritik bir konudur. Kriyojenik işlem cihazları, malzemelerin oda sıcaklığından istenilen sıcaklığa düşüşünü belirli hızlarla sağlayabildiği gibi sıcaklığı tekrar oda sıcaklığına çıkarabilmektedir [5]. 1960’lı yılların ortalarında kriyojenik işlem sıvı azot banyolarında malzemelerin banyoya direkt daldırılması ile gerçekleşmekteydi. Daldırma sonucunda -196 °C ile direkt temas eden malzemelerde çatlaklara yol açabilecek termal ve yapısal gerilmeler meydana gelmektedir [6] Sonuç olarak yapılan çalışmalarla soğutma ve ısıtma hızının 1-2 °C/dk. olabileceği vurgulanmıştır [7].

Malzemeye uygulanan kriyojenik işlemde proses şartları uygun bir şekilde sağlandığında malzemenin mikro yapısı ve mekanik özelliklerinde önemli değişimler görülmektedir.

Bugüne kadar farklı yöntem ve teknikler ile farklı malzemelere uygulanan bu işlem; dayanım, aşınma ömrü ve sertlik gibi birçok özelliği iyileştirmektedir. Literatürde değişik malzemelere uygulanan

kriyojenik işlem henüz gri (GG20) ve sfero (GGG40) döküm parçalara uygulanmamıştır. Gri ve sfero dökme demir malzemeler döküm usulü ile karmaşık şekilli olarak üretilebilmektedir. Bu yüzden bu malzemelerin otomotiv sektöründe, vana sektöründe ve inşaat vb. sektörlerde büyük bir kullanım yeri vardır. Bu sektörlerde malzemelerin mekanik özellikleri ve içyapıları çok büyük önem arz etmektedir. Bu yüzden bu çalışmada, gri ve sfero dökme demir numuneler 36 saat -80oC kriyojenik işleme tabi tutulmuş, yine diğer bir grup ise 12 saat -80oC de bekletilip, 12 saat oda sıcaklığında bekletilmiş ve 36 saatlik çevrimli kriyojenik işleme tabi tutulmuştur. Kriyojenik işlem uygulanmış ve uygulanmamış numunelerin çekme test sonuçları, sertlik ölçüm değerleri ve mikro yapısal değişimleri incelenmiş ve karşılaştırılmıştır.

## II. YÖNTEM

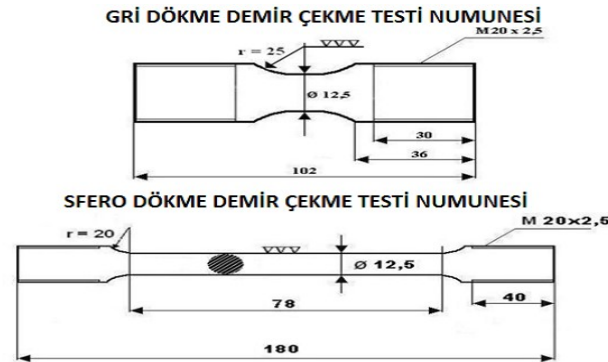
Kriyojenik ısıtım işlem deneylerinde Gri dökme (EN-GJL-200) demir ve sfero dökme demir (EN-GJS-400) malzemeler kullanılmıştır. Bu malzemelere ait kimyasal ve mekanik özellikler sırasıyla Çizelge 1 ve Çizelge 2’de verilmiştir. Malzeme mekanik özelliklerinin doğru sonuçlarla karşılaştırılabilmesi için dökülmüş parçalardan çıkarılan (Şekil 2) çekme çubukları üzerinde ısıtım işlem uygulaması yapılmıştır.

**Çizelge 1.** Gri dökme demir ve sfero dökme demir kimyasal bileşenleri (Chemical composition of grey cast iron and ductile iron)

GRİ DÖKME DEMİR (GG20)											
%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Ni	%Cu	%Al	%Ti	%V	%Mg
3.53	1.96	0.766	0.061	0.038	0.021	0.012	0.473	0.008	0.021	0.013	-
SFERO DÖKME DEMİR (GGG40)											
%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Ni	%Cu	%Al	%Ti	%V	%Mg
3.80	2.14	0.143	0.029	0.020	0.023	0.006	0.015	0.011	0.021	0.008	0.050

**Çizelge 2.** Gri dökme demir ve sfero dökme demir mekanik özellikleri (The mechanical properties of grey cast iron and ductile iron)

Gri Dökme Demir (GG20)				Sfero Dökme Demir (GGG40)			
Çekme Dayanımı		Sertlik Değeri HB		Çekme Dayanımı		Sertlik Değeri HB	
1.Ölçüm	2. Ölçüm	1.Ölçüm	2.Ölçüm	1.Ölçüm	3. Ölçüm	1.Ölçüm	2.Ölçüm
232 MPa	228 MPa	171 HB	174 HB	406 MPa	408 MPa	152 HB	156 HB



**Şekil 2.** Gri dökme demir ve sfero dökme demir çekme testi çubuğu ölçüleri.[8,9]

Gri dökme demir ve sfero dökme demire iki farklı prosesle ön ısıtma yapılmadan sıfır altı ısıtma işlemi uygulanmıştır (Çizelge 4)

Çizelge 4. Malzemelere uygulanan ısıtma işlemleri

Malzeme Adı	İşlem Prosesi
Gri Dökme Demir	Isıl İşlem, 12 Saat -80 <sup>0</sup> C
Gri Dökme Demir	Isıl İşlem, 36 Saat -80 <sup>0</sup> C
Sfero Dökme Demir	Isıl İşlem, 12 Saat -80 <sup>0</sup> C
Sfero Dökme Demir	Isıl İşlem, 36 Saat -80 <sup>0</sup> C

Malzemelerde ısıtma işlemi öncesi ve sonrası mekanik testler yapılmıştır. Sertlik değerleri ölçülürken 3000 Kg yük altında 10 mm bilya kullanılarak 12 Sn yükte bekletilerek brinell sertlik değerleri ölçülmüştür, çekme değerleri ölçülürken 20 Ton yük altında dakikada 15 mm'ye karşılık gelecek bir hız altında çekme testi uygulanarak çekme mukavemeti değerleri bulunmuştur. Malzemelerde ısıtma işlemi öncesi ve sonrası mikroyapı incelemeleri yapılmıştır. Parlatılarak numunelerin grafit dağılımları ve türleri incelenmiştir, dağılım yapıları malzemelerdeki faz değişimleri incelenmiştir.

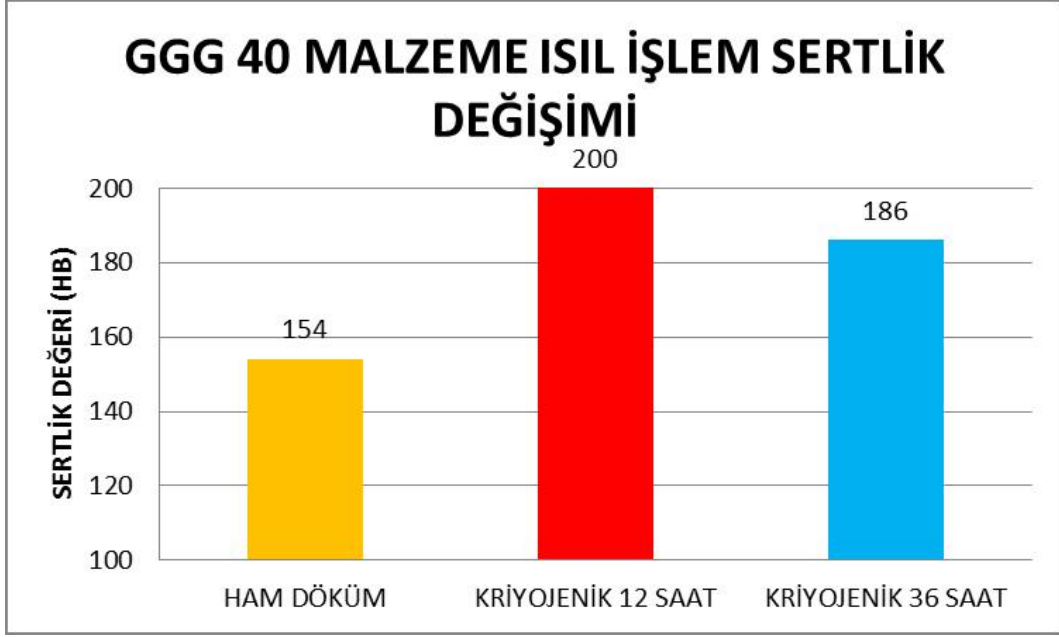
### III. BULGULAR ve TARTIŞMA

#### A. KRİYOJENİK ISIL İŞLEM SONRASINDA MALZEMELERİN SERTLİK DEĞERLERİ

Dökme demir malzemelere ait standart uygulanan ısıtma işlemlerinde artan sıcaklık, içyapı dönüşümlerine (perlitin grafit ve ferrite dönüşmesi) neden olacağı için sertlikte azalma görülür. Bu azalmalarda genellikle 20 HB ile 30 HB aralığında gerçekleşir. Gri dökme demir malzemelere uygulanan kriyojenik işlem sonrası sertlikler 12 Saatte 9 HB artış, 36 Saat Saatte 65 HB düşüş göstermiştir (Şekil 3). Kriyojenik ısıtma işlemleri sonrasında gri dökme demir malzemenin sertliğinde ısıtma işlem süresine bağlı olarak düzensiz bir dağılım gözlenmiştir. Sfero dökme demir malzemelere uygulanan kriyojenik ısıtma işlemi sonrası sertlikler 12 saatte 46 HB ve 36 saatte 32 HB artış göstermiştir (Şekil 4). Her iki malzeme içinde en yüksek sertlik değerleri 12 saat sonrası kriyojenik ısıtma işlemi neticesinde elde edilmiştir.



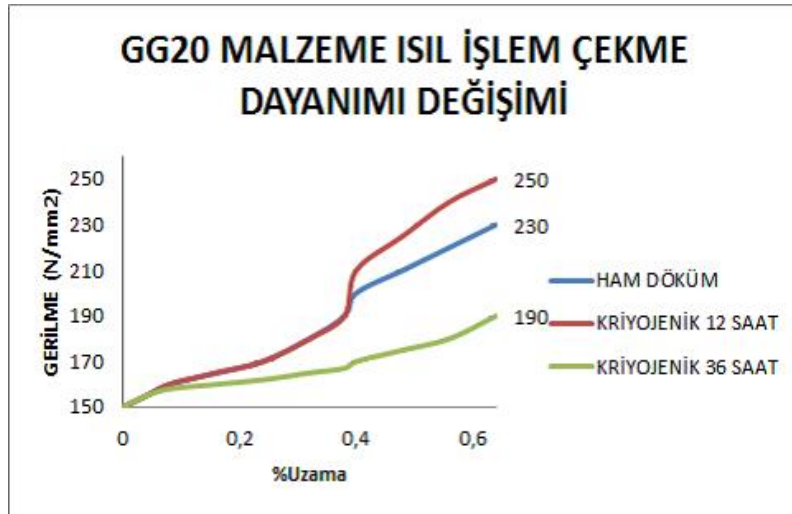
Şekil 3. Kriyojenik işlem sonrası gri dökme demir malzeme sertlikleri (After Cryogenic Processing grey cast iron Hardness Value)



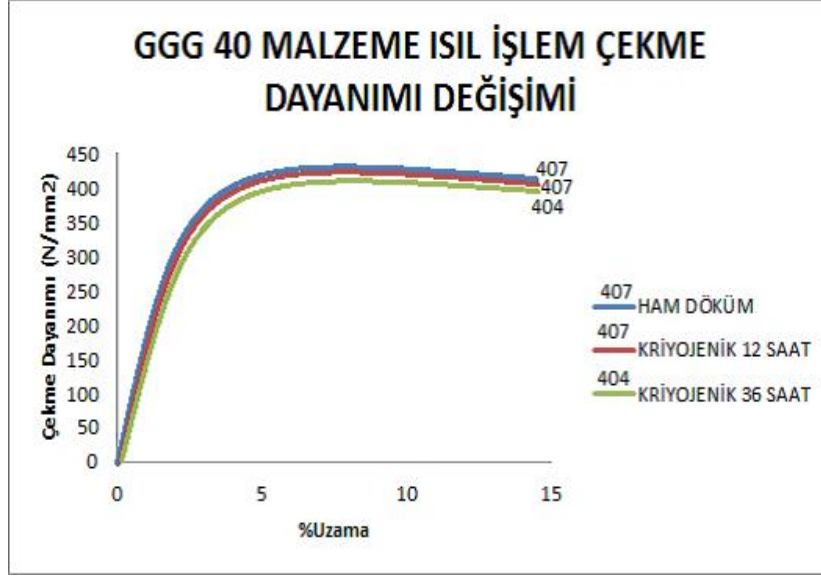
**Şekil 4.** Kriyojenik işlem sonrası sfero dökme demir malzeme sertlikleri (After Cryogenic Processing ductile cast iron Hardness Value)

#### B. KRİYOJENİK ISIL İŞLEM SONRASINDA MALZEMELERİN ÇEKME DAYANIMI DEĞERLERİ

Dökme demir malzemelere standart uygulanan ısıtma işlem sonrasında artan sıcaklık, içyapı dönüşümlerine (perlitin grafit ve ferrite dönüşmesi) neden olacağı için genellikle değerler %10-20 arasında düşüş göstermektedir. Kriyojenik işlem sonrasında gri dökme demir malzemede çekme dayanımı 12 saatte 20 N/mm<sup>2</sup> artış gösterirken, 36 saatte 40 N/mm<sup>2</sup> düşüş göstermiştir (Şekil 5). Sfero dökme demir malzemelerde 12 saatte değişim gözlenmezken 36 saatte 3 N/mm<sup>2</sup> düşüş gösterdiği görülmüştür (Şekil 6). Gri dökme demirde önemli değişimler gözlemlenirken, sfero dökme demir malzemelerde çekme dayanımlarının neredeyse değişmediği görülmüştür.



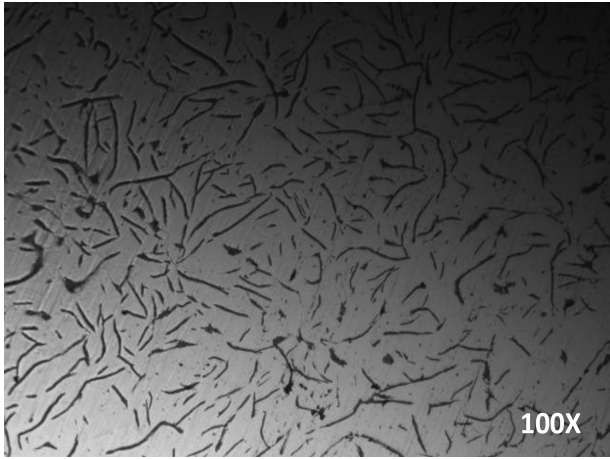
**Şekil 5.** Kriyojenik işlem sonrası gri dökme demir malzeme çekme dayanımları (After Cryogenic Processing grey cast iron tensile strength)



*Şekil 6. Kriyojenik işlem sonrası sfero dökme demir malzeme çekme dayanımları (After Cryogenic Processing ductile cast iron tensile strength)*

### C. KRİYOJENİK ISIL İŞLEM ÖNCESİDE MALZEMELERİN MİKROYAPI DEĞİŞİMLERİ

Kriyojenik işlem uygulanmamış gri malzemelerin mikroyapıları incelendiğinde lamellerin düzgün bir şekilde oluşmadığı ve yapıda lamellerin dağınık olduğu gözlemlenmiştir. Yapı dağlanarak incelendiğinde fazların %75 perlit %25 ferrit olarak dağıldığı görülmüştür (Şekil 7).



(A)

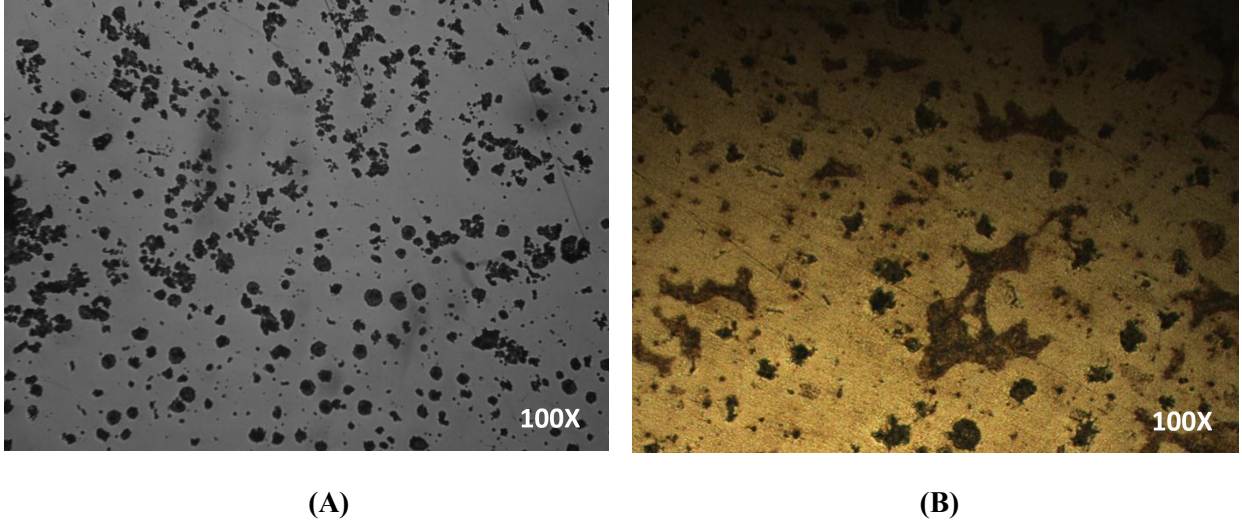


(B)

*Şekil 7. İşlemsiz gri dökme demir (GG20) malzemenin parlatılmış(A) ve dağlanmış(B) görüntüleri*



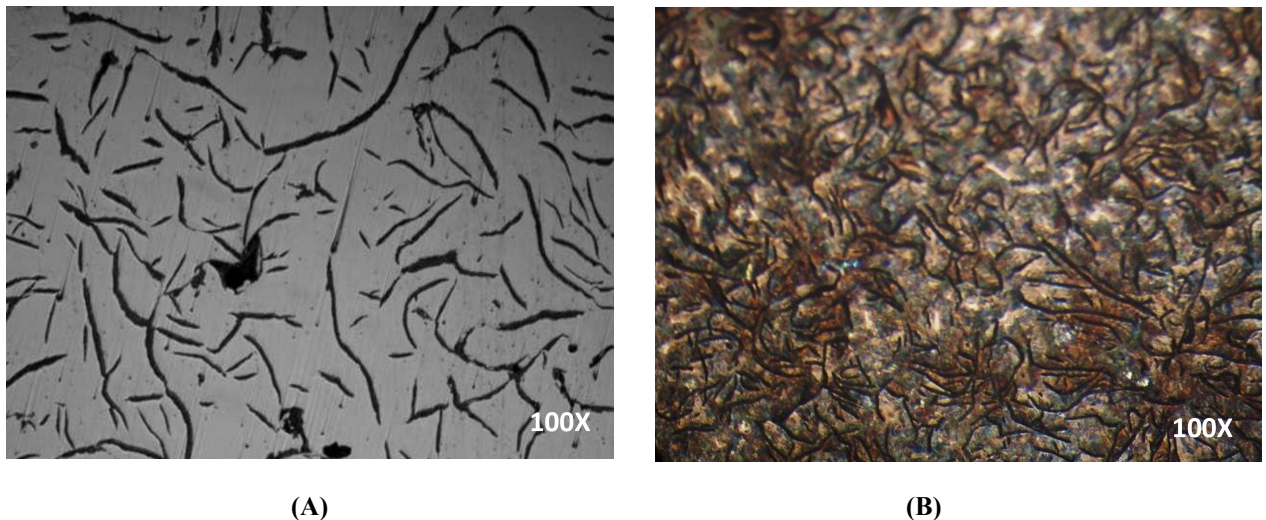
Sfero dökme demir mikroyapıları ısıtılma işlem yapılmadan incelendiğinde Küreselleşmenin düzgün bir biçimde gerçekleşmediği ve aşılamanın yetersiz olup vermiküler grafit yapılarının oluştuğu ve oluşan küre boyutlarının çok küçük olduğu görülmüştür. Yüksek karbon eşdeğeri nedeni ile mikroyapının bazı yerlerine Chunky (Patlamış) grafit yapıları oluşmuştur. Malzemele dağlama yapılarak incelendiğinde faz dağılımının %70 Ferritik %30 Perlit olarak dağıldığı gözlemlenmiştir (Şekil 8).



*Şekil 8. İşlemsiz sfero dökme demir (GGG40) malzemenin parlatılmış(A) ve dağlanmış(B) görüntüleri*

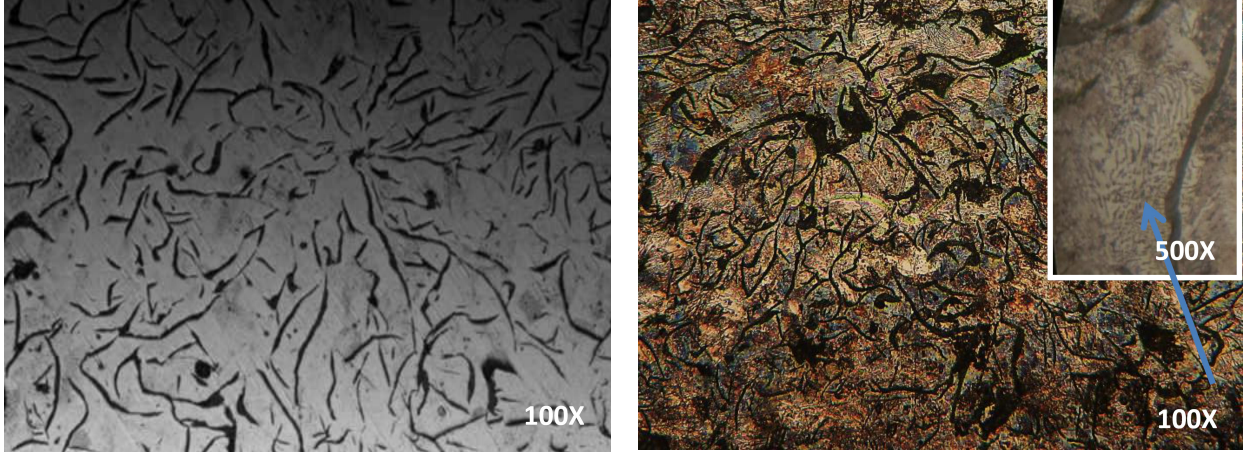
#### D. KRİYOJENİK ISIL İŞLEM SONRASINDA MALZEMELERİN MİKROYAPI DEĞİŞİMLERİ

12 Saat -800C’de kriyojenik işlem uygulanmış gri dökme demir malzemede lamellerin homojen bir şekilde dağılım gösterdiği, lamel şekillerinin düzeldiği ve daha yoğun lamel oluştuğu gözlemlenmiştir. Numune dağlama yapılarak incelendiğinde ferrit ve perlit fazlarının yapıya daha homojen dağılarak %75 perlit %25 ferrit dağılımı gözlemlenmiştir (Şekil 9). Mikroyapıda faz oranlarında değişim gözlemlenmemiştir.



*Şekil 9. 12 Saat ısıtılma işlem uygulanmış gri dökme demir (GG20) malzemenin parlatılmış(A) ve dağlanmış(B) görüntüleri*

Sfero dökme demir mikroyapıları ısıtılma işlem yapılmadan incelendiğinde Küreselleşmenin düzgün bir biçimde gerçekleşmediği ve aşılamanın yetersiz olup vermiküler grafit yapılarının oluştuğu ve oluşan küre boyutlarının çok küçük olduğu görülmüştür. Yüksek karbon eşdeğeri nedeni ile mikroyapının bazı yerlerine Chunky (Patlamış) grafit yapıları oluşmuştur. Malzemele dağlama yapılarak incelendiğinde faz dağılımının %70 Ferritik %30 Perlit olarak dağıldığı gözlemlenmiştir (Şekil 8).

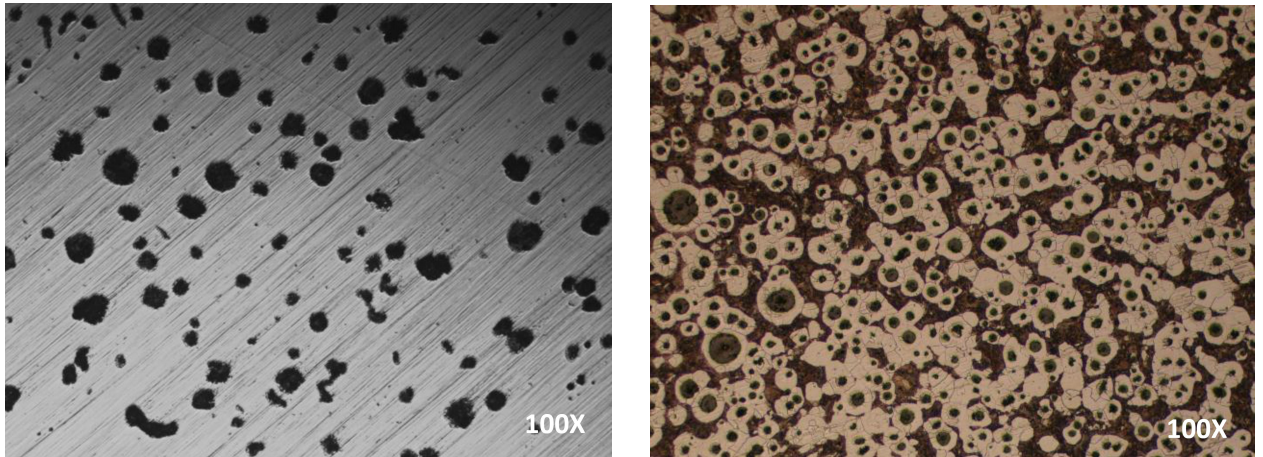


(A)

(B)

**Şekil 10.** 36 saat ısıtılma işlem uygulanmış gri dökme demir (GG20) malzemenin parlatılmış(A) ve dağlanmış(B) görüntüleri

12 Saat -800C’de kriyojenik işlem uygulanmış sfero dökme demir malzemede, küre şekillerinin düzeldiği, kürelerin dağılımının daha düzenli hale geldiği ve kürelerin mikroyapıda yoğun olarak dağıldığı gözlemlenmiştir. Küre boylarında önemli derecede büyüme gözlemlenmiştir. Numune dağlanarak incelendiğinde yapının ferritik fazdan perlitik faza dönüştüğü gözlemlenmiştir. Faz dağılımları %50 ferrit %50 perlit olarak oluşmuştur (Şekil 11).



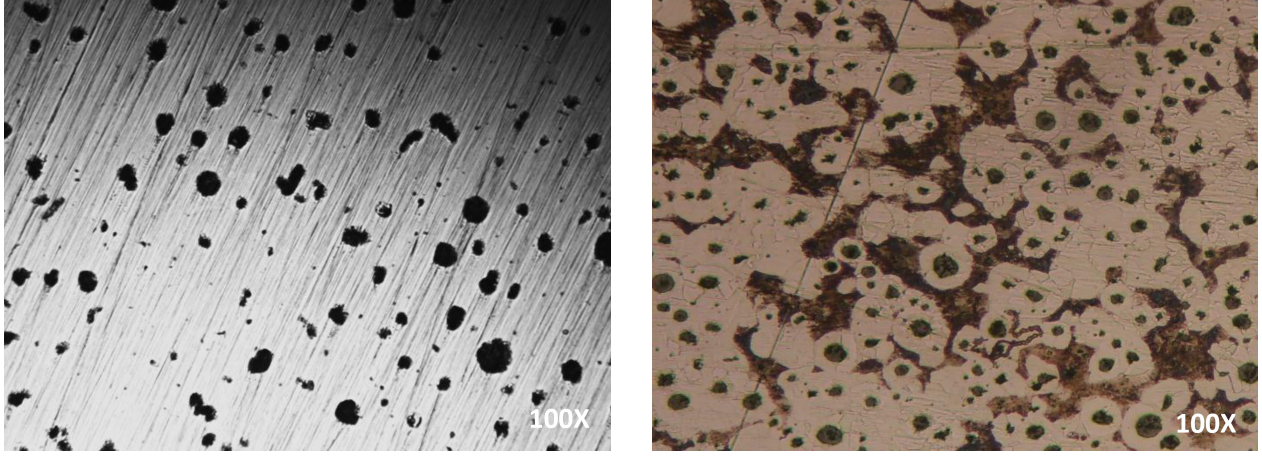
(A)

(B)

**Şekil 11.** 12 Saat ısıtılma işlem uygulanmış sfero dökme demir (GGG40) malzemenin parlatılmış(A) ve dağlanmış(B) görüntüleri



36 Saat -800C’de kriyojenik işlem uygulanmış sfero dökme demir malzemede, küre şekillerinin malzemenin ısılsı işlemsiz haline göre daha iyi olduđu fakat 12 saate göre bozulduđu görölmüştür, Malzemenin ısılsı işlemsiz haline göre kürelerin dağılımının daha düzenli hale geldiđi ve kürelerin mikroyapıda yoğun olarak dağıldıđı gözlemlenmiştir. 12 saate göre küre boyutları biraz daha küçölmüştür. Numune dađlanarak incelendiđinde yapıda perlit fazı miktarında artış gözlemlenirken yapı ferritik kalmıştır. Faz dağılımları %60 ferrit %40 perlit olarak oluşmuştur (Şekil 12).



(A)

(B)

*Şekil 12. 36 Saat ısılsı işlem uygulanmış sfero dökme demir (GGG40) malzemenin parlatılmış(A) ve dađlanmış(B) görüntüleri*

#### IV. SONUÇ

Bu çalışmada, farklı sürelerde kriyojenik işlem uygulanmış ve uygulanmamış Gri Dökme Demir (GG20) ve Sfero Dökme Demir (GGG40) malzemelerin mekanik özellikleri ve mikroyapıları incelenerek aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

1. Gri dökme demir malzemede 12 saatlik kriyojenik işlem sonrasında lamellerin birbirine yaklaştıđı, sertlik deđerinin 9 HB artış gösterdiđi ve çekme dayanımının 20 N/mm<sup>2</sup> arttıđı görölmüştür. Robert William Thorton’un hazırladıđı tezinde detaylı olarak ele aldıđı üzere; sertlikteki artışın temel sebebi kafes sisteminin kriyojenik işlem etkisi ile daralması olarak öngörülmektedir[10]. Bunun neticesinde lamellerin birbirlerine daha yakın olduđu yoğun bir yapı elde edilerek sertliđin arttıđı ve buna bađlı olarak da çekme dayanımın arttıđı düşünölmektedir.
2. Gri dökme demir malzemede 36 saatlik kriyojenik işlem sonrasında Sertlikte 56 HB düşüş olduđu ve çekme dayanımında 40 N/mm<sup>2</sup> azalma olduđu görölmüştür. Mikroyapıdan da gözlemlendiđi üzere lamel dağılımlarının düzensizleşmeye başladıđı gözlemlenmiştir. Ayrıca 36 saat kriyojenik işlem, 12 saatlik kriyojenik işlemdeki rafine ve homojen matris yapısının bozulmasına neden olmuştur. Sertlik ve çekme deđerlerindeki düşüşün sebebinin de bu olduđu düşünölmektedir.
3. Sfero dökme demir malzemede 12 saatlik kriyojenik işlem sonrasında kürelerin daha düzgün bir şekil aldıđı gözlemlenmiştir. Sertlik deđerinin ise 46 HB artış gösterdiđi ve çekme dayanımının deđişmediđi gözlemlenmiştir. Gri dökme demir ile yapılan 12 saatlik kriyojenik

işlem sonuçları ile karşılaştırıldığında sfero malzemede grafit küreleri de homojen şekilde dağıldığı gözlemlenmiştir. Gri dökme demirde ise yapıdaki perlit miktarında %20 artış gözlemlenmiştir.

4. 12 Saat uygulanan kriyojenik işlemlerde sfero dökme demir'deki sertlik artışın gri dökme demire göre daha fazla olmasının sebebi olarak; grafitten matrise karbon difüzyonun gerçekleşmesi, perlit taneciklerinin oluşması ve yapıdaki perlit miktarının artması olarak öngörülmektedir.
5. Sfero dökme demir malzemede 36 saat kriyojenik işlem, 12 saatlik kriyojenik işlemdeki rafine ve homojen matris yapısının bozulmasına neden olmuştur. Ancak malzemenin işlemsiz haline göre daha düzgün bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. 36 Saatlik kriyojenik işlem sonrasında sertlikte 32 HRB artış görülürken çekme dayanımında önemli bir değişiklik olmamıştır.
6. Sfero dökme demire uygulanan 36 saat kriyojenik işlemde, sertlikteki artışın 12 saatlik kriyojenik işleme göre daha düşük olmasının sebebi olarak; gri dökme demirde de olduğu gibi mikroyapıdaki bozulmadan kaynaklı olduğu öngörülebilir. 36 Saat kriyojenik işlem sonrasında gri dökme demirdekenden farklı olarak sertlik artışına etki eden faktörün perlit miktarındaki %10 luk artış olduğu düşünülmektedir.

**TEŞEKKÜR:** Bu çalışma Düzce Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından desteklenmiştir (Proje no: 2012.05.01.001).

## V. KAYNAKLAR

- [1] R. Thornton, T. Slatter, A.H. Jones, R. Lewis *Wear* **271(9)** (2011) 2386-2395.
- [2] M. Preciado, P. Bravo, M., J.M. Alegre, *Journal of Materials Processing Technology* **176(1)** (2006) 41-44.
- [3] Das, D., K.K. Ray, A.K. Dutta *Wear* **267** (2009) 1361–1370.
- [4] Das, D., 2011, Structure-Property Correlation Of Cryotreated AISI D2 Steel, Doctoral Dissertation, Department of Metallurgy and Materials Engineering Bengal Engineering and Science University.
- [5] J. Lenive *Cryoprocessing equipment; Heat Treating Process* (2002) 42-44.
- [6] J. Parrish *Advanced Materials and Processes* **145** (1994) 25-28.
- [7] P. Baldisseara, C. Delprete *The Open Mechanical Engineering Journal* **2** (2008) 1-11.
- [8] <http://www.kosgeb.gov.tr/istanbulanadolu/files/pik.jpg>
- [9] <http://www.kosgeb.gov.tr/istanbulanadolu/files/sfero%20dokme%20demir.jpg>
- [10] R.W. Thornton, *Investigating the effects of cryogenic processing on the wear performance and microstructure of engineering materials*, Doktora Tezi, The University Of Sheffield, (2014).