



# The Effect of Deep Cryogenic Processing and Tempering Heat Treatment of AISI H13 Tool Steel on Microstructure, Hardness and Impact Energy

Melika ÖZER<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> Gazi University Faculty of Technology, Department of Metallurgy and Materials Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

## Graphical/Tabular Abstract

In this study, the effects of conventional quenching, deep cryogenic process and tempering treatment on microstructure, hardness and toughness impact energy of AISI H13 steel were investigated. For this purpose, the samples were subjected to conventional quenching heat treatment and deep cryogenic process at  $-196^{\circ}\text{C}$ . In order to determine the effects of tempering process, single tempering and double tempering heat treatments were applied to the samples at  $560^{\circ}\text{C}$  for 3 hours.

### Article Info:

Received:  
07/08/2019

Revision  
23/08/2019

Accepted:  
29/08/2019

### Highlights

- No significant difference in hardness was observed.
- Very close impact energy results were obtained.
- Reduction of impact energy was determined by tempering process.

### Keywords

AISI H13  
Tool Steel  
Cryogenic  
Treatment  
Heat  
Treatment  
Tempering

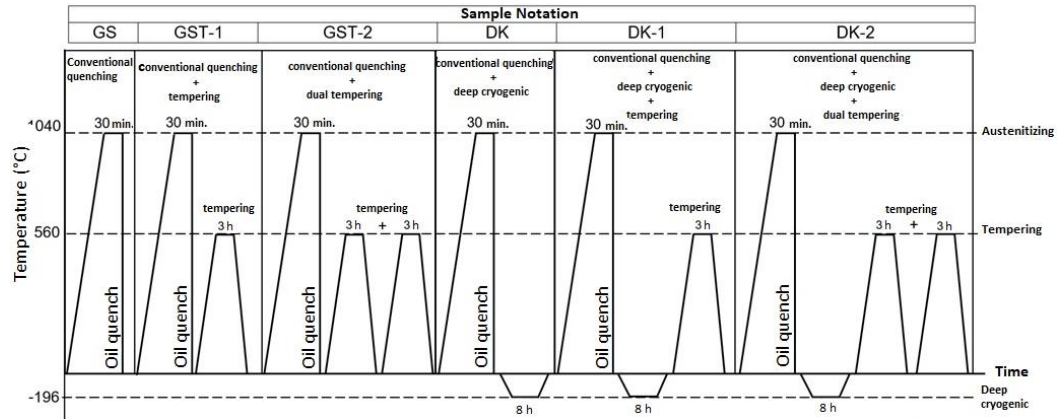


Figure A. Schema of heat treatment processes

**Purpose:** The modification of the microstructure caused by the deep cryogenic process was aimed to improve the mechanical properties of the AISI H13 material. The effect of heat treatment on microstructure, hardness and impact energy of AISI H13 steel was investigated.

**Theory and Methods:** Conventional quenching + tempering and deep cryogenic treatment + tempering heat treatments were applied to H13 steel. The deep cryogenic treatment was carried out at a cooling and heating rate of  $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . The heat treatment scheme applied to the samples is shown in Figure A. The effects of heat treatment on microstructure of AISI H13 steel were determined by standard metallographic investigations. Sample microstructures were examined using optical microscope and SEM. Hardness of samples was determined as macro hardness of HRC type. Charpy V notch impact tests were performed according to ASTM E23 standard and impact energies of samples were determined.

**Results:** The microstructure of GS and DK samples consisted of martensite laths, residual austenite and carbide particles. The volume ratio of residual austenite present in the microstructure of DK samples was found to be less than that of GS sample. With single tempering process, residual austenite volume ratio of GS and DK samples decreased and more homogeneous and fine particle distribution was achieved. As a result of the second tempering process, the carbide particles became coarse and the volume ratio decreased as a result.

**Conclusion:** No significant difference was observed in the hardness of GS and DK samples. The hardness of the GS sample was 53.1 HRC, while the hardness of the DK sample was 53.31 HRC. Single and double tempering processes applied to GS and DK samples caused a slight decrease in the hardness values of the samples. GS and DK samples gave very close impact energy results. The impact energy of DK samples is about 0.5 J more. As a result of tempering process, impact energy of GS and DK samples decreased. After the second tempering process, there is some improvement in impact energy of GS and DK samples.

GU J Sci, Part C, 7(3): 688-699 (2019)

Gazi Üniversitesi

**Fen Bilimleri Dergisi**

PART C: TASARIM VE TEKNOLOJİ

<http://dergipark.gov.tr/gujsc>

## AISI H13 Takım Çeliğine Uygulanan Derin Kriyojenik İşlem ve Temperleme Isıl İşleminin Mikroyapı, Sertlik ve Darbe Enerjisine Etkisi

Melika ÖZER<sup>1,\*</sup><sup>1</sup>Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 06500, Yenimahalle/ANKARA

### Öz

Bu çalışmada geleneksel su verme ve derin kriyojenik işlemlerin ve temperleme işleminin AISI H13 çeliğinin mikroyapısına, sertliğine ve tokluk darbe enerjisine etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla numunelere geleneksel su verme ısıl işlemi ve -196 °C sıcaklıkta derin kriyojenik işlem uygulanmıştır. Temperleme işleminin etkilerini belirleyebilmek için numunelere 560 °C sıcaklıkta 3 saat süreyle tek temperleme ve çift temperleme ısıl işlemleri uygulanmıştır. Numunelerin mikroyapıları incelenmiş, sertlik ve darbe enerjilerindeki değişim belirlenmiştir. Numunelerin mikroyapılarının martenzit, kalıntı östenit ve karbür partiküllerinden oluştuğu gözlenmiştir. Derin kriyojenik işlem ile kalıntı östenit hacim oranının azaldığı ve ince ikincil karbür partiküllerinin oluştuğu belirlenmiştir. Geleneksel su verme ve derin kriyojenik işlem uygulanan numunelerde benzer sertlik ve darbe enerjisi değerleri elde edilmiştir. Temperleme ısıl işlemine bağlı olarak sertlik değerlerinde ve darbe enerjisi değerlerinde azalma gözlenmiştir.

### Makale Bilgisi

Başvuru: 07/08/2019  
Düzeltilme: 23/08/2019  
Kabul: 29/08/2019

### Anahtar Kelimeler

AISI H13  
Takım Çeliği  
Kriyojenik İşlem  
Isıl İşlem  
Temperleme

### Keywords

AISI H13  
Tool Steel  
Cryogenic Treatment  
Heat Treatment  
Tempering

### The Effect of Deep Cryogenic Processing and Tempering Heat Treatment of AISI H13 Tool Steel on Microstructure, Hardness and Impact Energy

### Abstract

In this study, the effects of conventional quenching, deep cryogenic process and tempering treatment on microstructure, hardness and toughness impact energy of AISI H13 steel were investigated. For this purpose, the samples were subjected to conventional quenching heat treatment and deep cryogenic process at -196 °C. In order to determine the effects of tempering process, single tempering and double tempering heat treatments were applied to the samples at 560 °C for 3 hours. The microstructures of the samples were examined and the changes in hardness and impact energies were determined. The microstructures of the samples consisted of martensite, residual austenite and carbide particles. It was determined that the volume fraction of residual austenite decreased and secondary carbide particles were formed by deep cryogenic treatment. Similar hardness and impact energy values were obtained in the samples where conventional quenching and deep cryogenic treatment were applied. Hardness values and impact energy values were decreased due to tempering heat treatment.

## 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Kalıpların çalışma ömürleri kalıp maliyetlerini belirleyen önemli bir faktördür. Kalıp çalışma ömrünü ise sertlik, tokluk ve aşınma dayanımı gibi malzemenin mekanik özellikleri belirler. Bu özellikler ise uygulanan ısıl işlemler ile iyileştirilebilir. Dolayısıyla malzeme seçimi ve ısıl işlem kalıp çalışma ömrünü belirleyen önemli iki parametredir [1-4].

Popüler ve kolay temin edilebilen H13 çeliği de dahil olmak üzere, H-serisi sıcak iş takım çelikleri sıcak dövme ve döküm uygulamaları için tercih edilen kalıp malzemeleridir. Yüksek sıcaklıklarda yüksek sertlik, tokluk, aşınma direnci, deformasyona karşı direnç, mekanik ve termal direnç özelliklerinden dolayı su verilmiş ve temperlenmiş H13 takım çeliği sıcak dövme kalıplarında yaygın bir kullanıma sahiptir [1,5-7].

H13 çeliğine su verme-temperleme ısıl işlemi geleneksel olarak uygulanmaktadır. Geleneksel su verme-temperleme ısıl işlemi sonrasında H13 çeliğinin mikroyapısı temperlenmiş martenzit (M'), kalıntı östenit ( $\gamma'$ ) ve karbür partiküllerinden oluşmaktadır [7]. Kalıntı östenit kararsız bir fazdır. Servis şartlarında

martensite dönüşebilmektedir [6,8]. Kalıntı östenitin martensite dönüşmesi mikro çatlaklara ve boyutsal kararsızlığa sebep olabilmektedir [7,9-11]. Mikroyapıdaki kalıntı östenitin miktarı, karbürlerin boyut ve dağılımı uygulamanın gerekliliklerine göre farklı ve/veya tamamlayıcı ısı işlemler ile optimize edilebilir. Geleneksel ısı işlemler sonrasında mikroyapıda oluşan kalıntı östenitin neden olduğu bu olumsuzlukları en aza indirmek için son yıllarda, kriyojenik işlemde faydalanılmaktadır. [12-14]. Kriyojenik işlemdeki amaç, sıfır altı sıcaklıklara inilerek martenzitik dönüşümün devamını sağlamak ve kalıntı östenit miktarını mümkün olduğunca azaltmaktır. Ayrıca çok ince karbür partiküllerinin martenzit matris üzerinde homojen olarak çökmesini sağlamaktır [7,15,16].

Kriyojenik işlem bir kez yapılan kalıcı bir işlemdir. Genellikle geleneksel su verme ısı işleminin ardından fakat temperleme işleminden önce yapılır. Kriyojenik işlem soğuk veya sıfır altı işlem olarak tanımlanır. Yaklaşık  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  ile  $-273\text{ }^{\circ}\text{C}$  aralığındaki sıcaklığa parçanın soğutulması, belirli süre beklenilmesi ve oda sıcaklığına ısıtılması işlemidir. Kriyojenik işlem iki katogoriye ayrılmıştır:  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  ile  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  aralığında yapılan işlem soğuk işlem (veya sıfır altı işlem),  $-125\text{ }^{\circ}\text{C}$  ile  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  aralığında yapılan işlem derin kriyojenik işlem olarak adlandırılır [17]. Derin kriyojenik işlem genellikle yaklaşık  $-196^{\circ}\text{C}$  sıcaklıkta uygulanır [18,19]. Östenitleme sonrası oda sıcaklığına soğutma ile malzeme mikroyapısında oluşan kalıntı östenit, sıfır altı işlemler ile martenzite dönüşür [20-24]. Temperleme ısı işlemiyle de çok ince ve homojen karbür çökmesi sağlanır. Sonuçta kriyojenik işlemin neden olduğu mikroyapının modifikasyonu ile malzemenin mekanik özellikleri geliştirilir [21-24]. Bu çalışmada H13 çeliğine geleneksel su verme+temperleme ve derin kriyojenik işlem+temperleme ısı işlemleri uygulanmıştır. Uygulanan ısı işlemlerin AISI H13 çeliğinin mikroyapısı, sertlik ve darbe enerjisi üzerindeki etkisi incelenmiştir.

## 2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL STUDIES)

Bu çalışmada deney malzemesi olarak ticari AISI H13 sıcak iş takım çeliği kullanılmıştır. AISI H13 çeliğinin kimyasal kompozisyonu Tablo 1’de verilmiştir.

**Tablo 1.** AISI H13 çeliğinin kimyasal kompozisyonu

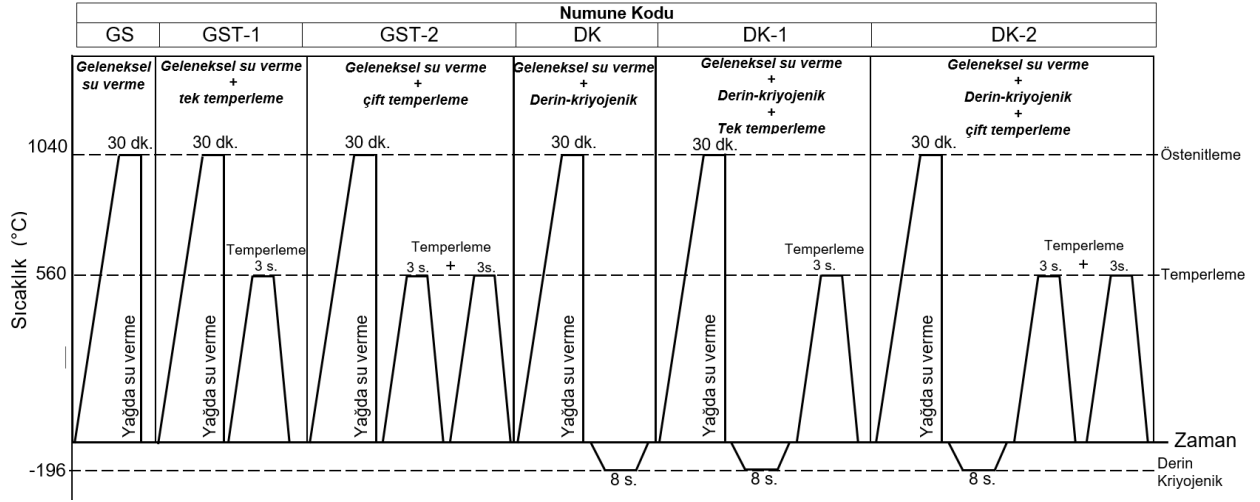
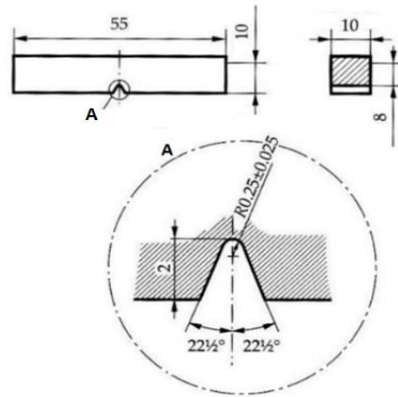
		Kimyasal Kompozisyon (% ağırlık).								
		C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Fe
AISI H13	Nominal	0,37- 0,43	0,90- 1,20	0,30- 0,50	0,025 max.	0,005 max.	4,80- 5,50	1,20- 1,50	0,90- 1,10	
	Ölçülen	0,39	0,97	0,37	0,020	0,001	4,90	1,25	0,94	Kala n

Uygun geometride hazırlanan H13 çeliğine geleneksel su verme+temperleme ve derin kriyojenik işlem+temperleme ısı işlemleri uygulanmıştır. Derin kriyojenik işlem, soğutma sırasında termal hasar oluşumunu engellemek için,  $0,5\text{ }^{\circ}\text{C/dk}$  soğutma ve ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Numunelere uygulanacak olan deney planı ve numune kodlaması Tablo 2’de, ısı işlem şeması ise Şekil 1’de verilmiştir.

Yapılan ısı işlemlerin AISI H13 çeliğinin mikroyapısı üzerine etkileri standart metalografik incelemeler ile belirlenmiştir. Isıl işlem sonrası numuneler metalografik metotlara uygun olarak zımparalanmış, parlatılmış ve %2 nital ( $\text{HNO}_3$ ) çözeltisinde dağlanmıştır. Numune mikroyapıları optik mikroskop ve SEM kullanılarak incelenmiştir. Numunelerin sertlikleri Rockwell sertlik ölçme metodu (ASTM E 18-07) ile HRC türünden makro sertlik olarak belirlenmiştir. Şekil 2’de gösterildiği gibi hazırlanan numunelerin Charpy V çentik darbe deneyleri ASTM E23 standardına göre yapılmış ve numunelerin darbe enerjileri belirlenmiştir.

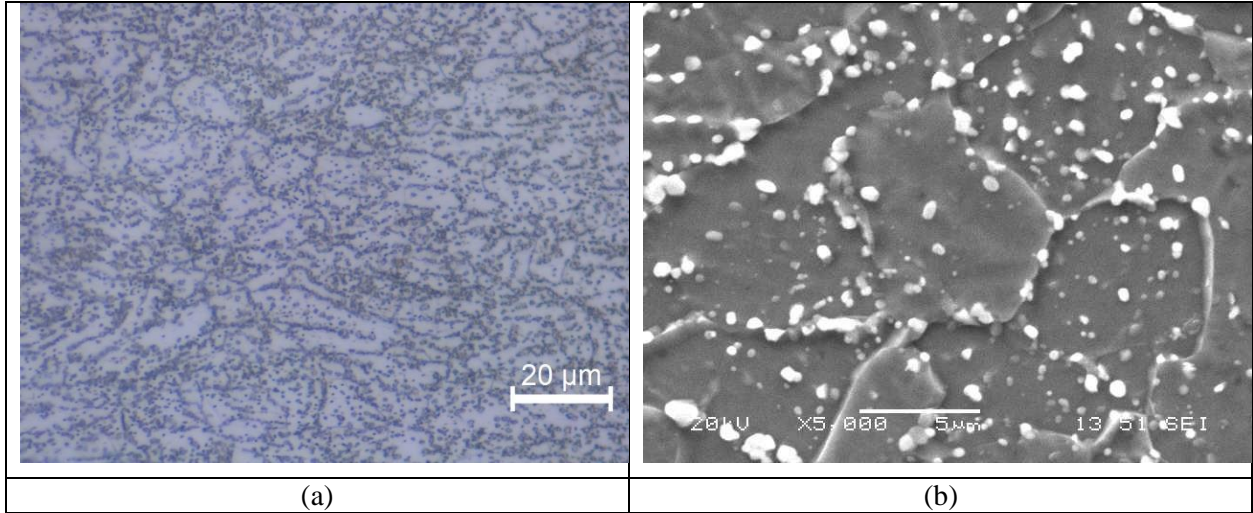
**Tablo 2.** Numune kodlaması ve deney planı

Numune Kodu	Isıl İşlem	Östenitleme ve Yağda su verme	Derin-Kriyojenik İşlem (Soğuma Hızı 0,5 °C/dk)	Temperleme İşlemi	Temperleme İşlemi
İşlemsiz	---	---	---	---	---
GS	Geleneksel su verme	1040 °C 30 dakika Yağda su verme	---	---	---
GST-1	Geleneksel su verme + tek temperleme	1040 °C 30 dakika Yağda su verme	---	560 °C 3 saat	---
GST-2	Geleneksel su verme + çift temperleme	1040 °C 30 dakika Yağda su verme	---	560 °C 3 saat	560 °C 3 saat
DK	Geleneksel su verme + derin-kriyojenik işlem	1040 °C 30 dakika Yağda su verme	-196°C 8 saat	---	---
DKT-1	Geleneksel su verme + derin-kriyojenik işlem + Tek temperleme	1040 °C 30 dakika Yağda su verme	196°C 8 saat	560 °C 3 saat	---
DKT-2	Geleneksel su verme + derin-kriyojenik işlem + Çift temperleme	1040 °C 30 min. oil quench	-196°C 8 saat	560 °C 3 saat	560 °C 3 saat

**Şekil 1.** Isıl işlem şeması**Şekil 2.** Charpy V çentik darbe deneyi (ASTM E23)

### 3. SONUÇ VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

Optik mikroskop ve SEM kullanılarak sırasıyla X1000 ve X5000 büyütmelerde elde edilen AISI H13 çeliğinin mikroyapı fotoğrafları Şekil 3-5’de verilmiştir.



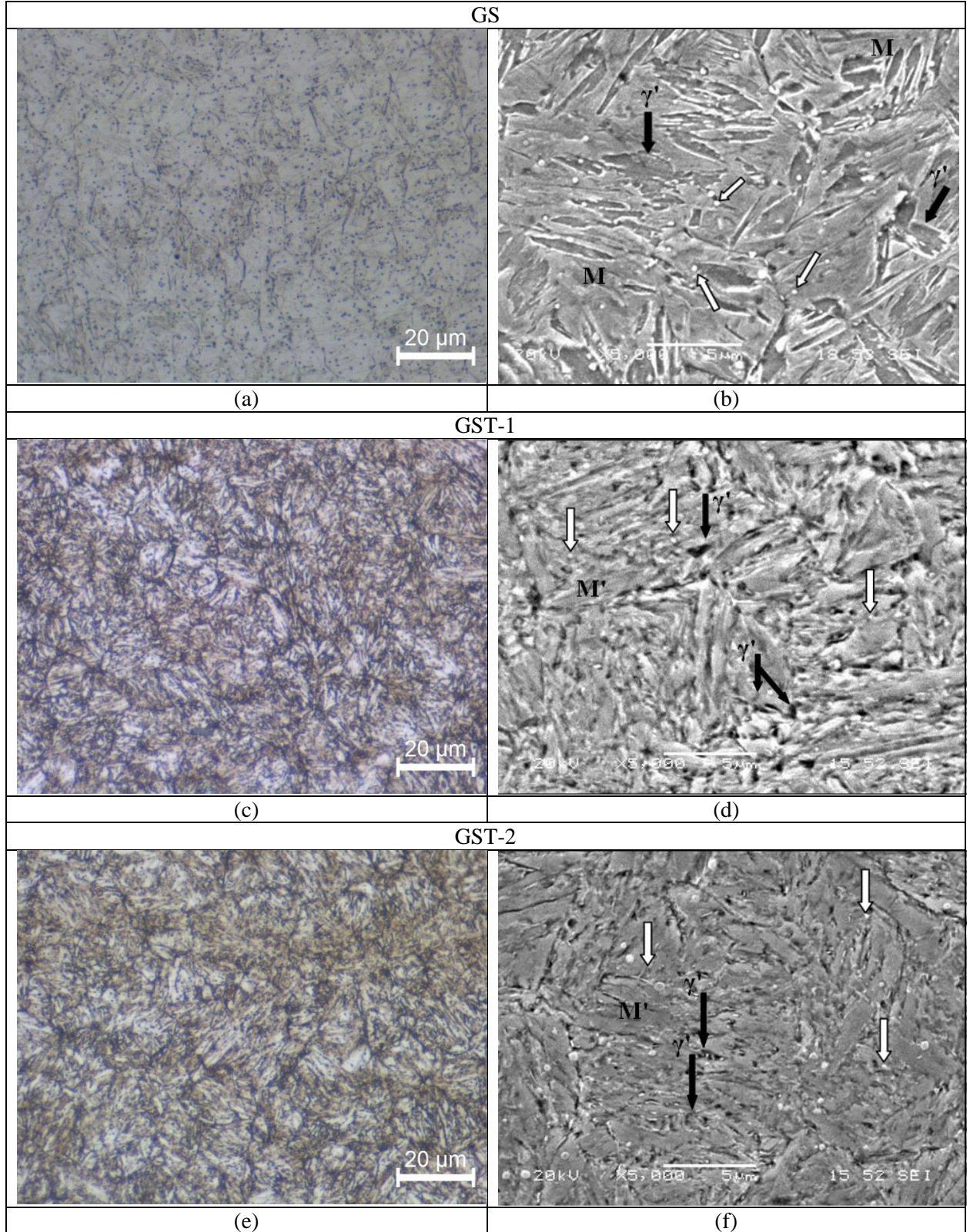
**Şekil 3.** Isıl işlem uygulanmamış AISI H13 çeliği numunelerin (a) optik mikroskop, (b) SEM görüntüleri

Şekil 3 ısıl işlem görmemiş olan ticari AISI H13 çeliğinin mikroyapı fotoğraflarını göstermektedir. Mikroyapı tipik ferrit matris ve tane içi ve/veya tane sınırlarında çökelen karbür partiküllerinden (optik mikroskop görüntülerinde siyah noktalar, SEM görüntülerinde beyaz parçacıklar) oluşmuştur. Diğer numunelerin mikroyapısı ise (Şekil4 ve 5), beklenildiği gibi ince, küresel ve homojen dağılmış karbür partikülleri (beyaz ok ile gösterilmiştir), kalıntı östenit (siyah ok ile gösterilmiştir), martensit veya temperlenmiş martensitten meydana gelmiştir. Mikroyapıdaki karbür partiküllerinin farklı büyüklüklerde olmasının nedeni, takım çeliklerinde tipik olarak görülen birincil ve ikincil karbürlerin varlığındandır [1].

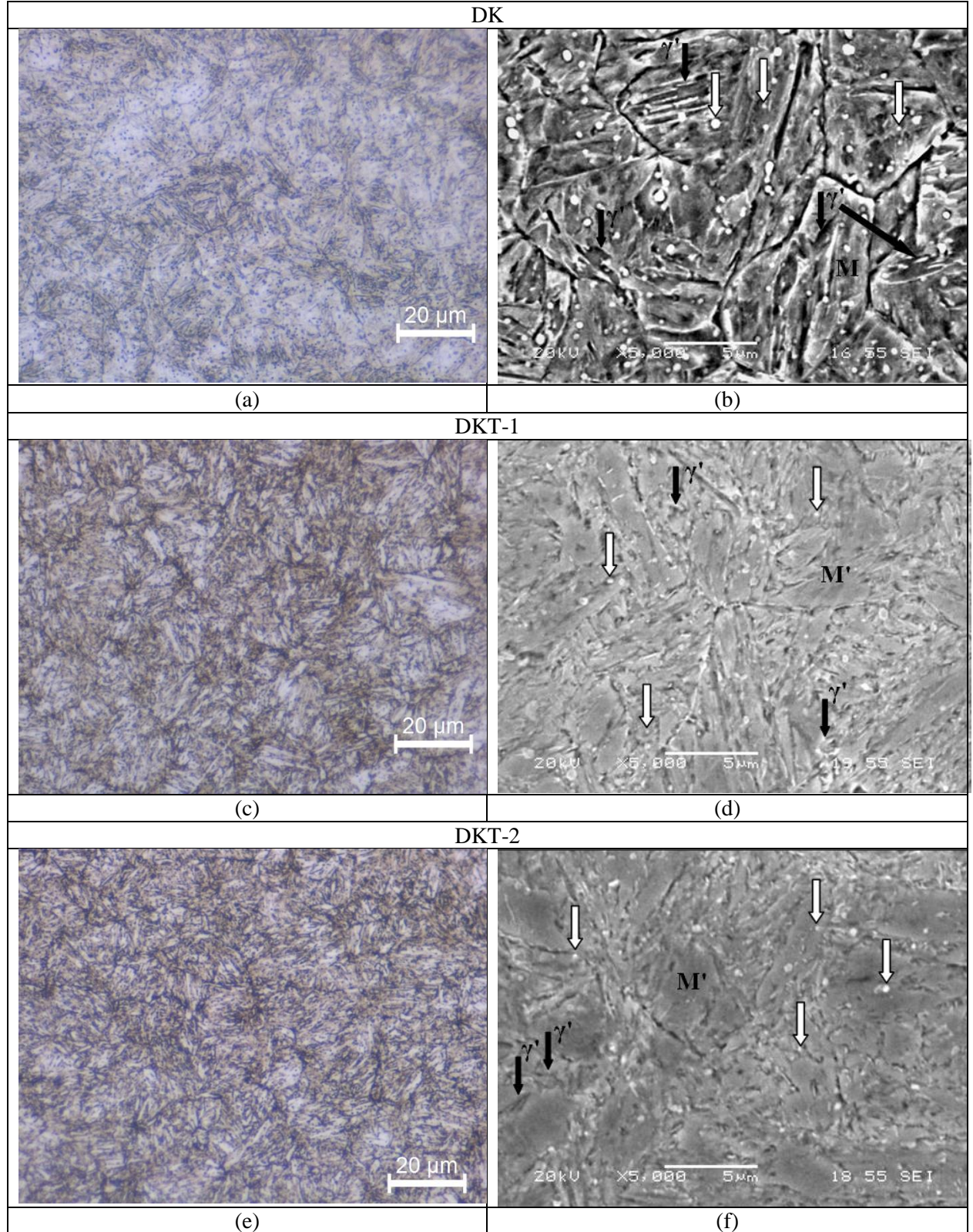
Isıl işlem görmemiş olan ticari AISI H13 numunesinin mikroyapı fotoğraflarında görülen karbür partikülleri (Şekil 3) diğer numunelerdeki partiküllere göre daha kabadır (Şekil 4 ve 5). GS numunelerinin mikroyapısı (Şekil 4) çıta martensit, çıtalar arasında sıkışan kalıntı östenit ve karbür partiküllerinden meydana gelmiştir. Temperleme işlemi ile mikroyapıdaki mevcut martensit fazının temperlenmiş martensite dönüştüğü, aynı zamanda kalıntı östenitin bir hacminin de yine martensite dönüştüğü bilinen bir gerçektir [7,17]. Ayrıca yapılan temperleme işlemi ile daha ince ikincil karbür partikülleri mikroyapıda oluşmuştur [25] (Şekil 4 c-d). Li ve ark. [5] yapmış oldukları çalışmada temperleme işlemi ile ikincil karbür partiküllerinin oluştuğunu ve karbür hacim oranının arttığını belirtmişlerdir. Ancak ikinci temperleme işlemi ile karbür partiküllerinde irileşme gözlemlenmiştir (Şekil 4 e-f).

Derin kriyojenik işlem mikroyapıda var olan kalıntı östenitin bir miktarının daha martenzite dönüşümüne neden olur. Şekil 5’de verilen optik mikroskop ve SEM görüntüleri incelendiğinde DK numunelerinin mikroyapısında var olan kalıntı östenit hacim oranının GS numunesine (Şekil 4) göre daha az olduğu görülebilmektedir. Ayrıca RADICAL Metal 11.1 görüntü analiz programı ile fazların hacim oranları belirlenmiştir (Şekil 6-7). GS numunelerinde kalıntı östenit ve martensit hacim oranları sırasıyla %17,55; %78,96 iken ve DK numunelerinde %7,02; %85,36 olarak tespit edilmiştir. Literatürde yapılan çalışmalarda temperleme işlem sayısı arttıkça kalıntı östenit miktarının azaldığını belirtilmiştir [1,7,26].

DK numunelerindeki karbür partükellerinin dağılımı incelenecek olursa (Şekil 5 a-b), mikroyapıda iri ve ince partüküllerin varlığı görülecektir. İri ve ince partüküller sırasıyla birincil ve ikincil partüküllerdir. Birincil partüküller geleneksel su verme işlemi olan östenitleme+su verme ısıl işlem çevrimi ardından oluşurken, çok daha ince olan ikincil partüküllerin dağılımının nedeni ise derin kriyojenik işlemdir [7].



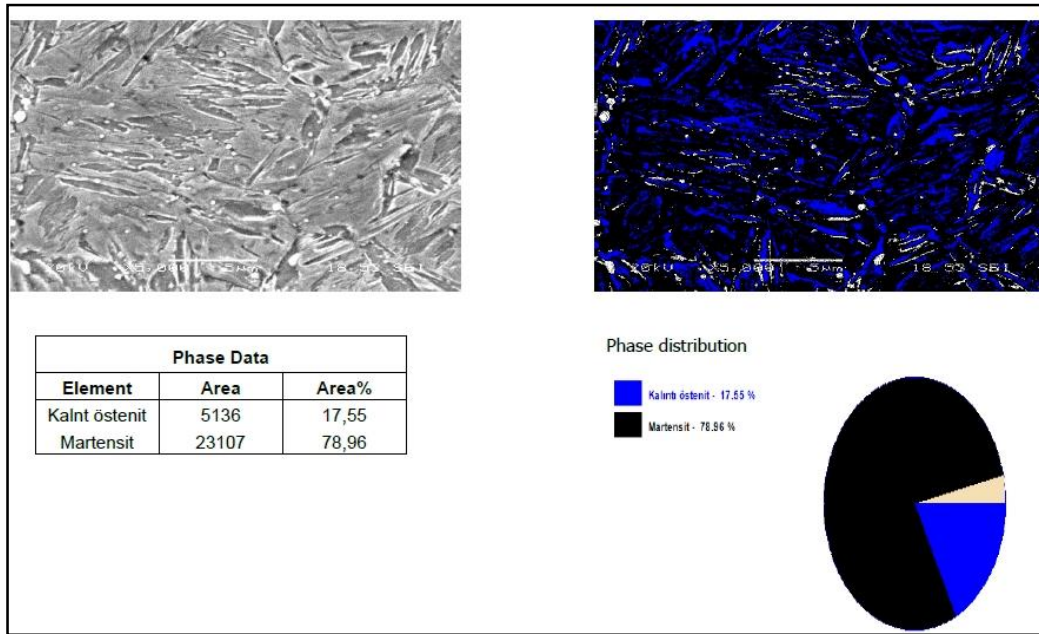
**Şekil 4.** Geleneksel su verme ve temperleme ısıl işlemleri uygulanmış (GS) numunelerin (a,c,e) optik mikroskop, (b,d,f) SEM görüntüleri



**Şekil 5.** Derin kriyojenik işlem ve temperleme ısıl işlemleri uygulanmış numunelerin (a,c,e) optik mikroskop, (b,d,f) SEM görüntüleri

Tek temperleme işlemi ile DK numunelerinde de kalıntı östenit hacim oranı azalmıştır (Şekil 5 c-d) ve daha homojen ve ince partikül dağılımı sağlanmıştır. İnce partikül dağılımının nedeni östenitin martensite çok düşük sıcaklıklarda dönüşümü ve martensit çıtalarının mikroyapıdaki ince dağılımıdır. Mikroyapıda daha ince martensit çıtalarının varlığı ince karbür partiküllerinin çökmesi için çekirdeklenme bölgelerini arttırmaktadır [7]. Koneshlou ve ark. [7] yapmış oldukları çalışmada derin kriyojenik işlem sonrası

uygulanan temperleme işlemi ile karbür partiküllerinin hacim oranının arttığını, boyutunun ise azaldığını belirtmişlerdir. Temperleme işlemi ile, mevcut kalıntı östenitin martenzite dönüşümü neticesinde, ikincil karbürlerin oluşumunun karbür partiküllerinin hacim oranını arttırdığını vurgulamışlardır. Ayrıca, Sonara ve ark. [26] derin kriyojenik işlemdeki sürekli soğuma ile gerçekleşen bu düşük sıcaklık şartlanmasının gerinim enerjisinde artış ve martensitin kararsızlığı olarak ifade etmişlerdir. Derin kriyojenik işlemde yeterli bir bekleme süresinde karbon ve alaşım elementi atomlarının dislokasyon bölgelerine taşınacağı ve kümeleneyeceğini belirtmişlerdir. Bu bölgelerin derin kriyojenik işlem sonrası ısıtmanın ardından mikroyapıda ikincil karbürlerin çökmesi için çekirdeklenme bölgesi olarak çalışacağını vurgulamışlardır. Perez ve ark. [14] da yapmış oldukları çalışmada benzer sonuçları vurgulamışlardır. Sonuç olarak, martensit oluşum sıcaklığının çok altına martensitin sürekli soğuması ve yeterli bir süre bu düşük sıcaklığın sürdürülmesi, temperlemede çok sayıda çok ince karbür partiküllerinin oluşumunu teşvik eder [17,19,27]. İkinci temperleme işlemi sonucunda ise karbür partikülleri irileşmiş ve neticesinde hacim oranı azalmıştır (Şekil 5 e-f).

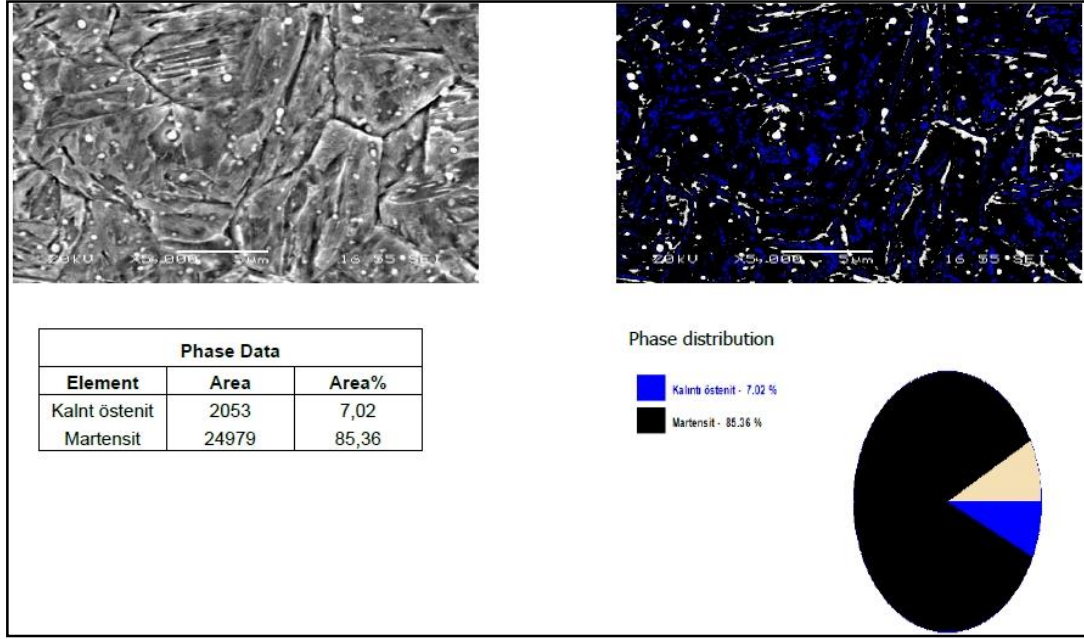


Şekil 6. GS numunesinin faz hacim oranları ve analizi

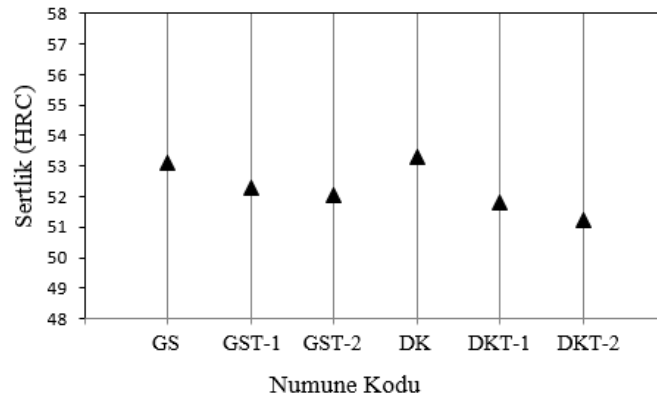
Tüm deney numunelerinin HRC türünden makro sertlik test sonuçları Şekil 8'de verilmiştir. GS ve DK işlemleri arasında sertlikte önemli bir fark gözlenmemiştir. GS numunesinin sertlik değeri 53,1 HRC iken, DK numunesinin sertlik değeri 53,31 HRC ölçülmüştür. Yaklaşık 0,2 HRC değeri ile en yüksek sertlik değeri DK numunesinde elde edilmiştir. Düşük sıcaklıklarda daha fazla kalıntı östenitin martensite dönüşümü DK numunesinde yüksek sertlik değerinin elde edilmesine neden olmuştur [1,7].

GS ve DK numunelerine uygulanan tek ve çift temper işlemleri numunelerin sertlik değerlerinde azda olsa düşüğe neden olmuştur. Bu düşüş yaklaşık 2 HRC ile sınırlı kalmıştır. Temperleme işlemi ile GS ve DK numunelerinin mikroyapısında bulunan martensit fazının temperlenmiş martensite dönüşmesi ile sertlikte belirgin derecede düşüş beklenebilir. Ancak GS ve DK numunelerinde temperleme işlemleri ile sertlikte meydana gelen çok az düşme, temperleme işlemiyle kalıntı östenitin martenzite dönüşmesi ve kompleks karbürlerin oluşumuna atfedilir [28]. GS numunelerinin temperlenmesi ile meydana gelen sertlikteki düşüş DK numunelerine oranla yaklaşık 1 HRC kadar daha azdır. GS numunelerinin mikroyapısında bulunan kalıntı östenit hacim oranının DK numunelerine göre daha fazla olması neticesinde, temperleme ısıl işlemi ile, GS numunelerinde daha fazla hacim oranında kalıntı östenit martensite dönüşür. Dolayısıyla GS numunelerinde temperleme işlemi ile birlikte mikroyapıda temperlenmiş martensit fazının yanında, kalıntı östenitin martensite dönüşmesiyle, temperlenmemiş sert martensit fazında bulur.

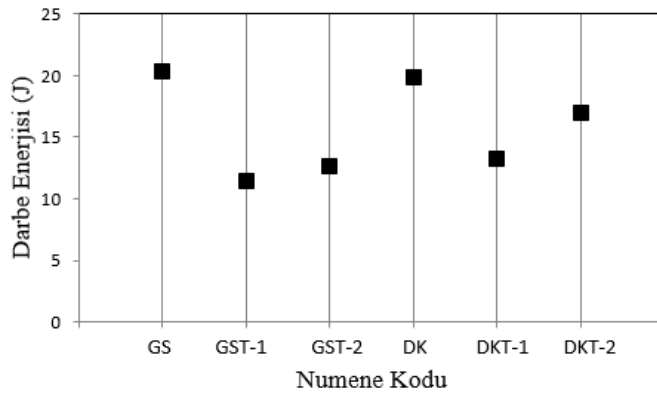




Şekil 7. DK numunesinin faz hacim oranları ve analizi



Şekil 8. Sertlik test sonuçları



Şekil 9. Charpy V çentik darbe deneyi sonuçları

Şekil 9'da numunelere uygulanan Charpy V çentik darbe deneyi sonuçları gösterilmiştir. GS ve DK numuneleri birbirine çok yakın darbe enerjisi sonuçları vermiştir. DK numunelerinin darbe enerjisi yaklaşık 0,5 J daha fazladır. Literatürde kalıp çeliklerinin darbe tokluğunu çeşitli faktörlerin etkileyeceği

belirtmiştir. Martensit tane boyutu en önemli etkenlerdendir. İnce tane boyutuna sahip martensit tanelerini üretmenin tokluğu iyileştirdiği belirtilmiştir [5]. Ancak iyi bilinmektedir ki, martensit tanelerinin büyümesi, su verme işlemi sırasındaki östenit tane boyutuyla sınırlıdır. Darbe tokluğu üzerine önemli etkisi olan ikinci faktör ise mikroyapıda var olan ikincil karbür partikülleridir. Çünkü çatlaklar partiküller etrafında yayılma ve büyüme eğilimindedir. Dolayısıyla partiküllerin boyutu, hacim oranı ve morfolojisi darbe tokluğu üzerine kritik rol oynar [29]. Yapılan bu deneysel çalışmada numuneler aynı sıcaklık ve sürelerde östenitlenerek su verildiği için martensit tanelerinin boyutunda farklılık söz konusu değildir. Bu çalışma için GS numunelerinin ve DK numunelerinin martensit tane boyutlarının darbe tokluğu üzerine etkisi aynıdır. Her iki numune türünde darbe tokluğunun yaklaşık aynı çıkması kalıntı östenit hacim oranı, birincil ve ikincil partiküllerin hacim oranı ve boyutu arasındaki korelasyonla açıklanabilir. Mikroyapıda var olan kalıntı östenit kararsız fakat sünek bir fazdır. Kalıntı östenit hacim oranının GS numunelerinde daha fazla olması GS numunelerinde tokluk darbe enerjisinin daha fazla olacağı şeklinde yorumlanabilir. Diğer taraftan daha fazla kalıntı östenitin martensite dönüşümü sonucunda sert ve kırılğan faz olan martensit fazının hacim oranının DK numunelerinde fazla olması ise bu numunelerde kırılma tokluğunun daha düşük olacağı düşüncesi oluşturabilir. Ancak DK numunelerinde çatlakların yayılmasını yönlendiren ve bloke eden ince ikincil küresel karbür partiküllerinin daha düzgün dağılımı bu numunelerde yüksek martensit hacim oranının olumsuz etkisini elimine etmiştir.

Temperleme ısı işlemi ile mikroyapıda bulunana mevcut martensit fazı temperlenmiş martensite dönüşmektedir. Aynı zamanda kalıntı östenit fazında temperleme işlemi ile martensite dönüşerek martensit hacim oranını arttırmaktadır. Temperlenmiş martensit fazının darbe dayanımını iyileştirdiği bilinen bir gerçektir. Ancak kalıntı östenitin neden olduğu sert ve kırılğan yeni martensit fazı darbe dayanımını olumsuz etkiler [30]. DK numunelerinde kalıntı östenit hacim oranı daha az olduğu için temperleme işlemi sonrası oluşan sert ve kırılğan martensit fazının darbe dayanımına olan bu olumsuz etkisi daha azdır. Ayrıca temperleme işlemi ile mikroyapıda oluşan yeni karbür partikülleri ile partikül hacim oranı artmaktadır. Calliari ve ark. [29] yapmış oldukları çalışmada temperleme işlemi ile ikincil partiküllerin hacim oranının gerekenden daha fazla artmasıyla darbe tokluğu enerjisinin önemli derecede düştüğünü belirtmişlerdir. Bu nedenlerden dolayı temperleme işlemi neticesinde GS ve DK numunelerinde darbe tokluğu enerjisi azalmıştır. Yapılan ikinci temperleme işlemi sonrasında GS ve DK numunelerinin darbe tokluğu enerjisinde bir miktar iyileşme söz konusudur. Bu iyileşmenin muhtemel nedeni karbür partiküllerinin büyümesi ve hacim oranının azalmasıdır.

#### 4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmanın sonuçları aşağıda özetlenmiştir.

Isıl işlem görmemiş olan ticari AISI H13 çeliğinin mikroyapısı tipik ferrit matris ve tane içi ve/veya tane sınırlarında çökelen karbür partiküllerinden oluşmuştur. GS ve DK numunelerinin mikroyapısı martensit çıtalı, çıtalı arasında sıkışan kalıntı östenit ve karbür partiküllerinden meydana gelmiştir. DK numunelerinin mikroyapısında var olan kalıntı östenitin hacim oranının GS numunesine göre daha az olduğu belirlenmiştir.

DK numunelerinde farklı boyutlarda karbür partikülleri tespit edilmiştir. İri ve ince karbür partikülleri sırasıyla birincil ve ikincil partiküllerdir. Birincil partiküller geleneksel su verme işlemi olan östenitleme+su verme ısı işlem çevrimi ardından oluşurken, çok daha ince olan ikincil partiküllerin dağılımına neden olan işlem çok düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilen derin kriyojenik işlemdir.

Tek temperleme işlemi ile GS ve DK numunelerinde kalıntı östenit hacim oranı azalmıştır ve daha homojen ve ince partikül dağılımı sağlanmıştır. İkinci temperleme işlemi sonucunda ise karbür partikülleri irileşmiş ve neticesinde hacim oranı azalmıştır.

GS ve DK numunelerinin sertliklerinde önemli bir fark gözlenmemiştir. GS numunesinin sertlik değeri 53,1 HRC iken, DK numunesinin sertlik değeri 53,31 HRC ölçülmüştür. GS ve DK numunelerine uygulanan tek ve çift temperleme işlemleri numunelerin sertlik değerlerinde azda olsa düşüşe neden olmuştur. Bu düşüş yaklaşık 2 HRC ile sınırlı kalmıştır.

GS ve DK numuneleri birbirine çok yakın darbe enerjisi sonuçları vermiştir. DK numunelerinin darbe enerjisi yaklaşık 0,5 J daha fazladır. Temperleme işlemi neticesinde GS ve DK numunelerinde darbe

enerjisi azalmıştır. Yapılan ikinci temperleme işlemi sonrasında GS ve DK numunelerinin darbe enerjisinde bir miktar iyileşme söz konusudur.

#### KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Perez M, Belzunce F. J. The effect of deep cryogenic treatments on the mechanical properties of an AISI H13 steel. *Materials Science and Engineering A*, 624 (32-40), (2015).
- [2] Davis J.R. (1995). *Classification and Properties of Tool and Die Steels*, ASM Specialty Handbook - Tool Material., Metals Park Ohio: ASM International, 119-153.
- [3] Shivpuri, R. (2005). *Dies and die materials for hot forging*, ASM Metals Handbook, Vol.14. Metals Park Ohio: ASM International, 47-61.
- [4] Gökmeşe H, Özdemir M. Hardox-500 sac malzemenin şekillendirilebilirlik davranışı üzerine ısıtma işlemine etkisi. *GU J Sci Part: C 4(4)* (343-349), (2016).
- [5] Li J-Y, Chen Y-L, Huo J-H. Mechanism of improvement on strength and toughness of H13 die steel by nitrogen. *Materials Science and Engineering A*, 640 (16-23), (2015).
- [6] Çiçek A, Kara F, Kivak T, Ekici E. Evaluation of machinability of hardened and cryo-treated AISI H13 hot work tool steel with ceramic inserts. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 41 (461-469), (2013).
- [7] Koneshlou M, Asl K.M, Khomamizadeh F. Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical and wear behaviors of AISI H13 hot work tool steel. *Cryogenics*, 51 (55-61) (2011).
- [8] Baron R.F. Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance. *Cryogenics*, 22 (409-413) (1982).
- [9] Akhbarizadeh A, Shafyei A, Golozar M.A. Effects of cryogenic treatment on wear behavior of D6 tool steel. *Materials and Design*, 30 (3259-3264) (2009.)
- [10] Molinari A, Pellizzari M, Gialanella S, Straffelini G, Stiasny K.H. Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 118 (350-355) (2001).
- [11] Das D, Dutta A.K, Ray K.K. Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part I. Microstructure and hardness. *Materials Science and Engineering A*, 527 (2182-2193) (2010).
- [12] Prieto G, Ipina J.E.P, Tuckart W.R. Cryogenic treatments on AISI 420 stainless steel: Microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering A*, 605 (236-243) (2014).
- [13] Idayan A, Gnanavelbabu A, Rajkumar K. Influence of Deep Cryogenic Treatment on the Mechanical Properties of AISI 440C Bearing Steel. *Procedia Engineering*, 97 (1683-1691) (2014).
- [14] Perez M, Rodriguez C, Belzunce F.J. The use of cryogenic thermal treatments to increase the fracture toughness of a hot work tool steel used to make forging dies. *Procedia Materials Science*, 3 (604-609) (2014).
- [15] Stratton P.F. Optimising nano-carbide precipitation in tool steels. *Materials Science and Engineering A*, 449-451 (809-812) (2007).
- [16] Vahdat S.E, Nategh S, Mirdamadi S. Microstructure and tensile properties of 45WCrV7 tool steel after deep cryogenic treatment. *Materials Science and Engineering A*, 585 (444-454) (2013).
- [17] Xu N, Cavallaro G.P, Gerson A.R. Synchrotron micro-diffraction analysis of the microstructure of cryogenically treated high performance tool steels prior to and after tempering. *Materials Science and Engineering A*, 527 (6822-6830) (2010).
- [18] Huang J.Y, Zhu Y.T, Liao X.Z, Beyerlein I.J, Bourke M.A, Mitchell T.E. Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel. *Materials Science Engineering A*, 339 (241-244) (2003).

- [19] Zhirafar S, Rezaeian A, Pugh M. Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 186 (298-303) (2007).
- [20] Kızılkaya E, Ovalı İ. AISI 4140 Çeliğine Uygulanan Sığ Kriyojenik İşleminin Mekanik Özellikler Üzerindeki Etkisi. *GU J Sci Part: C* 6(1) (137-148), (2018).
- [21] Collins D.N. (1996). Deep cryogenic treatment of tool steels: A review, *Heat Treatment of Metals*, 2 (40-42) (1996).
- [22] Firouzdor V, Nejati E, Khomamizadeh F. Effect of deep cryogenic treatment on wear resistance and tool life of M2 HSS drill. *Journal of Materials Processing Technology*, 206 (467-472) (2008).
- [23] Molinari A, Pellizzari M, Gialanella S, Straffelini G, Stiasny K.H. Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 118 (350-355) (2001).
- [24] Yun D, Xiaoping L, Hongshen X. Deep cryogenic treatment of high-speed steels and its mechanism. *Heat Treatment Metals*, 3 (55-59) (1998).
- [25] Özer M, Davut K, Özer A. Influence of Cryogenic Treatment and Tempering on AISI H13 Hot Work Tool Steel. 19th International Metallurgy & Materials Congress, (856-859) (2018).
- [26] Sonara T, Lomte S, Gogte C. Cryogenic Treatment of Metal - A Review. *Materials Today: Proceedings*, 5 (25219–25228) (2018).
- [27] Bensely A, Venkatesh S, Lal D. M, Nagarajan G, Rajadurai A, Junik K. Effect of cryogenic treatment on distribution of residual stress in case carburized En 353 steel. *Materials Science and Engineering A*, 479 (229–235) (2008).
- [28] Benedyk J.C. (2013). *High Performance Alloys Database*, Indiana: CINDAS LLC, 5-6.
- [29] Calliari I, Zanesco M, Ramous E. Influence of isothermal aging on secondary phases precipitation and toughness of a duplex stainless steel SAF 2205. *J Mater Sci*, 41 (7643–7649) (2006).
- [30] Senthilkumar D, Rajendran I, Pellizzari M, Siirainen J. Influence of shallow and deep cryogenic treatment on the residual state of stress of 4140 steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 211 (396–401) (2011).