

Sinterleme Sıcaklığının NbC İlave Edilmiş TM Çeliklerinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerine Etkisi

Doğan Özdemirler¹, Süleyman Gündüz², Mehmet Akif Erden³, Hasan Karabulut⁴, Mustafa Türkmen⁵

¹ Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük.

² Karabük Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, İmalat Mühendisliği Bölümü, Karabük.

^{3,4} Karabük Üniversitesi, TOBB TB M.Y.O, Karabük.

⁵ Kocaeli Üniversitesi, Hereke Meslek Yüksekokulu Metalurji Bölümü, Kocaeli.

e-posta:dozdemirler@hotmail.com, sgunduz@karabuk.edu.tr, makiferden@karabuk.edu.tr, hasankarabulut@karabuk.edu.tr, mustafa.turkmen@kocaeli.edu.tr

Özet

Anahtar kelimeler

Toz Metalürjisi; Toz Metalürjisi Çelikleri; Mikroyapı; Mekanik Özellikler

Bu çalışmada sinterleme sıcaklığının NbC ilave edilmiş toz metalurjisi (TM) çeliklerinin mikroyapısı ve çekme davranışları üzerine etkisi araştırılmıştır. TM çeliklerinin mikroyapısı optik mikroskop ile karakterize edilmiştir. Sonuçlar optimum sinterleme sıcaklığının 1400°C olduğunu ve % ağırlık olarak 0,2 NbC ilave edilmiş TM çeliğin en yüksek akma dayanımına (YS) ve çekme dayanımına (UTS) sahip olduğunu göstermiştir. Fakat NbC miktarının % ağırlık olarak 0,2'den 2'ye çıkması ile akma dayanımı (YS) ve çekme dayanımı (UTS) düşmüştür. Ayrıca, uzama miktarında artan NbC miktarına bağlı olarak düşme görülmüştür.

The Effect of Sintering Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of NbC Added PM Steels

Abstract

Keywords

Powder Metallurgy; Powder Metallurgy Steels; Microstructure, Mechanical Properties.

In this work, the effect of sintering temperature on the microstructures and tensile behaviours of NbC added powder metallurgy (PM) steels were investigated. The microstructure of the PM steels was characterised by optic microscope. Results indicated that optimal sintering temperature is 1400°C and 0.2 wt. % NbC added PM steel showed the highest values in yield strength (YS) and ultimate tensile strength (UTS). However, when the amount of NbC content increased from 0.2 to 2 wt.%, yield strength and ultimate tensile strength decreased. Elongation also tends to decrease with increasing Nb content.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

1. Giriş

Çelikler değişik sertleştirme mekanizmalarının ve uygun termomekanik işlemlerin uygulanması ile yüksek dayanım, düşük sünek gevrek geçiş sıcaklığı, yüksek tokluk gibi üstün özelliklere sahip olabilen malzeme gurubudur (Erden,2015).

Mikroalaşım elementlerinin ana rolü tane boyutunu küçültmek, yeniden kristalleşmeyi engellemek ve çökelti sertleşmesine katkıda bulunmaktır. (Korchynsky,1988; Sage,1992; Erden et al. 2014). NbC pratikte, 1000°C sıcaklığın altında oluşmakta ve östenitin yeniden kristalleşmesini

engellerek küçük ferrit tanelerinin meydana gelmesine neden olmaktadır. NbC'ün etkili olabilmesi için yeniden ısıtma sıcaklığında tamamen çözelti içinde olması gerekir. Böylece ince parçacıklar şeklinde çökelerak akma sınırında artışa neden olurlar. NbC'ün çözeltiye girebilmesi için yeniden ısıtma sıcaklığının yüksek (1300°C) ve yeterince uzun süreli olması gerekir. Ortalama 200 nm boyutlu NbC çökeltileri tane büyümesini engeller. Östenit içi oluşan 20 nm'lik çökelti ise yeniden kristalleşmeyi geciktirir. Çökelti sertleşmesi, 2 µm boyutlu çok küçük çökeltiyle gerçekleşmektedir. NbC çökeltileri, normalizasyon

süresince östenitin tane büyümesini engeller (Koltuk,1996; Karabulut and Gündüz 2004).

Birçok kaynakta genel olarak toz metalurjisi (TM), imali zor parçaların (küçük, fonksiyonel, birbiri ile uyumsuz, kompozit yapılar vb) yüksek mukavemet ve minimum toleransla (düşük fireli olarak), ekonomik ve diğer üretim yöntemlerine kıyasla daha avantajlı bir şekilde üretilmesi yöntemi olarak tanımlanmaktadır (Schade et al. 2012b, Robert,1984, Sarıtaş et al. 2007). Günümüzde üretilen mikroalaşımli çeliklerin büyük bölümü yassı ve boru mamul olarak üretilmekle birlikte son yıllarda dövme amaçlı mikroalaşımli çeliklerin üretimi de hız kazanmıştır. Ayrıca günümüzde yeterli düzeyde olmamakla birlikte toz metalürjisi yöntemiyle de mikroalaşımli çelik üretimi yapılmaktadır (Schade et al. 2012a,b; Erden et al. 2014).

Bu çalışmanın amacı, TM yöntemi ile üretilen çeliklerde NbC miktarının ve sinterleme sıcaklığının mikroyapı ve mekanik özelliklere etkisini araştırmaktır. Bu çalışma kapsamında % ağırlık olarak 0,2 ve 2 NbC ilave edilen ve farklı sinterleme sıcaklıklarında sinterlenen mikroalaşımli TM çeliklerinin mikroyapı ve mekanik özelliklerdeki değişim karşılaştırılmıştır.

2. Deneysel Metot

Bu çalışmada, çelik numuneler TM yöntemiyle istenilen bileşimlerde üretilmişlerdir. Farklı oranlarda katılan mikroalaşım element miktarının ve sinterleme sıcaklığının mikroyapı ve mekanik özelliklere etkisi araştırılmıştır. Çizelge 1'de verilen kimyasal bileşimlerde karıştırılarak alaşımsız çelik ve mikroalaşımli çelik üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen numunelere mikroyapı karakterizasyonu yapıldıktan sonra çekme testi uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlar birbiriyle karşılaştırılmıştır. Karıştırma işlemi öncesinde tozlar Çizelge 1'de verilen oranlarda 0,0001 hassasiyetine sahip dijital hassas terazide tartılarak hazır hale getirilmiştir. Tozların karıştırma işlemi Turbula T2F karıştırıcı ile 1 saat süre için bilyesiz olarak gerçekleştirilmiştir.

Homojen olarak karıştırılan tozların preslenmesi 96 ton basma kapasiteli Hidrolik san marka cihazda 700 MPa presleme basıncında tek yönlü olarak yapılmıştır. Çekme deney numuneleri ASTM (E 8M) toz metal malzeme çekme numune standartlarına uygun olarak hazırlanan kalıp ile sıkıştırılarak blok haline getirilmiştir.

Çizelge 1. TM çelik numunelerin kimyasal kompozisyonları.

Bileşim	C (% ağı.)	NbC (% ağı.)	Fe (% ağı.)
Fe +0,3 C (Alaşım 1)	0,3	-	Geri kalan
Fe +0,3 C+ 0,2NbC (Alaşım 2)	0,3	0,2	Geri kalan
Fe +0,3 C+ 2NbC (Alaşım 3)	0,3	2	Geri kalan

Preslenen numuneler argon ortamında 1 saat süre ile 4 farklı sıcaklıkta (1150, 1250, 1350°C ve 1400°C) sinterlenmiştir. Sinterleme sonrası yoğunluk ölçümleri yapılmış ve gözenek değerleri belirlenmiştir. Sinterlenen numuneler geleneksel yöntemler kullanılarak (zımparalama, parlatma ve dağlama) metalografik incelemelere hazır hale getirilmiştir.

Farklı sıcaklıklarda sinterlenen TM çelik çekme numunelerinin mikroyapıları, X50-X1000 büyütme kapasiteli Nikon Epiphot 200 marka optik mikroskop ile incelenmiştir. Çekme testi 50 KN kapasiteli Shimadzu marka çekme cihazında 0,5 mm/dk çekme hızında gerçekleştirilmiştir. Çekme sonucu kopan numunelerin akma dayanımı (% 0,2), çekme dayanımı ve % uzama değerleri hesaplanmıştır. Numunelerin yoğunlukları yoğunluk ölçüm kiti ile Archimets prensibine göre belirlenmiştir. Ayrıca, toz metal çeliklerin perlit oranları Gladman ve Woodhead'ın tanımladığı metalografik nokta sayım metodu kullanılarak hesaplanmıştır (Gladman and Woodhead 1960).

3. Sonuçlar ve Tartışma

3.1. Mikroyapı

Numunelerin mikroyapı resimleri Şekil 1'de görülmektedir. Şekilden anlaşıldığı gibi bütün sinterleme sıcaklıklarında yapı ferrit ve perlit fazlarından meydana gelmektedir. Şekil 1'de görülen mikroyapı resimleri incelendiğinde tane sınırlarında kısmen kapanmamış gözeneklerin olduğu tespit edilmiştir. Bir çok kaynakta gözenekliliğin dayanımı olumsuz etkilediği belirtilmekle birlikte gözeneklerin çok küçük ve küresel şekilli olmasının dayanımı düşürmediği bildirilmiştir (Saritaş et al. 2007).

Çizelge 2'de sinterleme sonrası yoğunluk, % gözenek miktarı, % perlit oranı ve ortalama tane boyutu verilmiştir. Numunelerin sinterleme sonrası yoğunluklarının genel olarak %94 civarında olduğu görülmektedir. Bu beklenen bir durumdur, sinterleme sonrası doğal olarak yoğunlaşma bir miktar artmıştır. Ayrıca sinterleme sıcaklığının 1150°C'den 1400°C'ye çıkması ile genel olarak % perlit oranı artmıştır. Bu beklenen bir sonuçtur. Çünkü sinterleme sıcaklıklarının artması ile tane büyümesi gerçekleştiği için ferritin çekirdeklenmesinde önemli olan tane sınırı sayısı düşmüştür (Askeland,1996). Çizelge 2'de NbC oranının ağırlık olarak %0,2'ye kadar artmasıyla ortalama tane boyutunun düştüğü görülmektedir. Bu durumun sinterleme sırasında oluşan NbC, NbN ve NbC(N) çökeltilerinin östenit tanelerinin büyümesini engellemesiyle ortaya çıkmaktadır (Ollilainen et al. 2003).

Çizelge 2'de NbC oranının ağırlık olarak %0,2'ye kadar artmasıyla ortalama tane boyutunun düştüğü görülmektedir. Bu durumun sinterleme sırasında oluşan NbC, NbN ve NbC(N) çökeltilerinin östenit tanelerinin büyümesini engellemesiyle ortaya çıkmaktadır (Ollilainen et al. 2003).

Mikroalaşım elementlerinin özelliklerinden bir tanesi oluşturmuş oldukları karbür ve nitrürler ile östenitleme veya sinterleme sırasında tane büyümesini engellemeleridir. Östenitleme sırasında küçük çökeltilerin oluşması östenit tanelerinin büyümesini engeller ve soğuma sırasında küçük ferrit tanelerinin oluşmasına neden olur; (Xiangdone et al. 2013; Bakkali et al. 2008;

Gladman,1997).

Çizelge 2. TM çelik numunelerin Yoğunluk, % Gözeneklilik, % Perlit Miktarları ve Ort. tane boyutu.

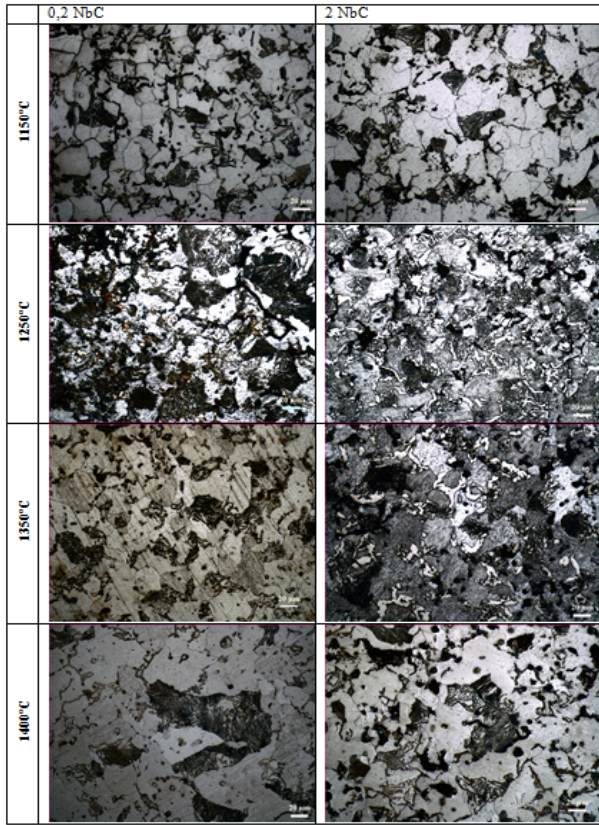
Bileşim	S. sonrası Yoğunluk (%)	Gözenek Miktarı (%)	Perlit Miktarı (%)	Ort. Tane Boyutu (µm)
Alaşım 1 1150°C	92,1	7,8	21,9	29,7
Alaşım 1 1250°C	92,7	7,3	22,2	30,3
Alaşım 1 1350°C	93,4	6,6	22,5	31,7
Alaşım 1 1400°C	94,4	5,6	22,7	33,6
Alaşım 2 1150°C	94,2	5,8	27,3	16,5
Alaşım 2 1250°C	92,7	7,3	28,1	17,7
Alaşım 2 1350°C	94	6	30,2	23,3
Alaşım 2 1400°C	94,6	5,4	31,3	31,4
Alaşım 3 1150°C	95,3	4,7	29,7	17,4
Alaşım 3 1250°C	93,9	6,1	31,4	18,3
Alaşım 3 1350°C	93,3	6,7	33,5	23,7
Alaşım 3 1400°C	95,4	4,6	37	33,3

NbC oranının ağırlık olarak % 0.2'den % 2'ye çıkması ile ortalama tane boyutunun bir miktar arttığı gözlenmiştir. Bunun nedeni olarakta büyük NbC çökeltilerinin tane sınırlarında oluşması olarak düşünülebilir (Scade et al. 2012a,b). Çökeltilerin tane sınırında yığılması gözenek miktarında bir artışa neden olmuştur. Böylece oluşan büyük çökeltiler yeterince tane büyümesini engelleyemediği için ortalama tane boyutunda büyümeye neden olmuştur.

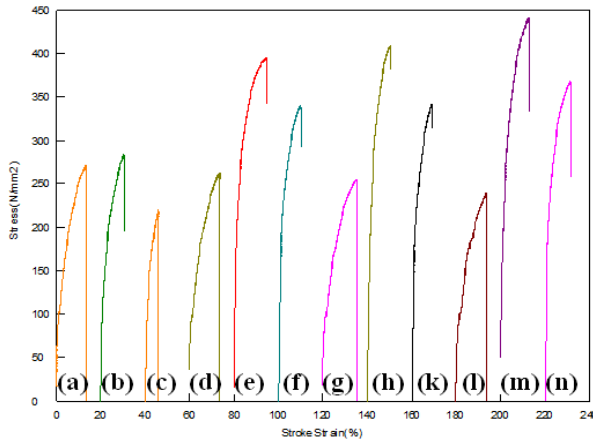
3.2.Mekanik Özellikler

Şekil 2, sinterlenen numunelerin gerilme-uzama diyagramlarını gösterirken Çizelge 3 ise akma,çekme ve % uzama değerlerini göstermektedir. Şekil 2 ve Çizelge 3'ten görüldüğü gibi sinterleme sıcaklığının artması ile Nb ilave edilmemiş alaşımsız çelik numunelerin akma ve çekme dayanımında düşüş % uzama değerlerinde ise artma gözlenmiştir. Bu beklenen bir durumdur. Çünkü, yüksek sıcaklıklarda atomların difüzyonu arttığı için küçük taneler birleşerek büyüme eğiliminde olacaktır ve tane boyutunun büyümesi akma ve çekme dayanımında azalmaya ve % uzama

değerinde artmasına yol açmıştır (Askeland,1996).



Şekil 1. Farklı sinterleme sıcaklığında sinterlenen TM çelik numunelerin mikroyapı resimleri (500 x)



Şekil 2. Değişik sinterleme sıcaklıklarına çeliklerin gerilme-uzama diyagramları. (a-%0 1150°C; b-%0.2 1150°C; c-%2 1150°C; d-%0.2 1250°C; e-%0.2 1250°C; f-%2 1250°C; g-%0 1350°C h-%0.2 1350°C; k-%2 1350°C; l-%0 1400°C; m-%0.2 1400°C; n-%2 1400°C).

Çizelge 3. Sinterleme ortamlarına göre TM çelik numunelerin akma, çekme ve % uzama değerleri.

Bileşim	Akma D. (MPa)	Çekme D. (MPa)	% Uzama
---------	---------------	----------------	---------

Alaşım 1 1150°C	110	272	13
Alaşım 2 1150°C	125	285	11
Alaşım 3 1150°C	100	222	6
Alaşım 1 1250°C	105	263	14
Alaşım 2 1250°C	205	396	15
Alaşım 3 1250°C	160	342	10
Alaşım 1 1350°C	103	255	15
Alaşım 2 1350°C	215	410	11
Alaşım 3 1350°C	195	343	9
Alaşım 1 1400°C	100	240	14
Alaşım 2 1400°C	235	443	13
Alaşım 3 1400°C	200	369	12

Ayrıca bütün sinterleme sıcaklıklarında NbC oranı ağırlık olarak %0,2'ye çıktığında akma ve çekme dayanımında artma, % uzama değerlerinde ise genel olarak bir değişim olmadığı görülmüştür. Nb elementinin oluşturmuş olduğu karbür, nitrür ve karbonitrür çökeltileri östenit tane boyutunu ve östenitin yeniden kristalleşmesini engelleyerek malzemenin küçük taneli olmasını sağlar. Küçük taneli yapıda daha fazla tane sınırı bulunması ve bu tane sınırlarının dislokasyon hareketini engellemesi ile dayanım artışı olur. Tane boyutunun küçültülmesi malzemenin % uzamasına da katkıda bulunmuştur. Bunun yanı sıra oluşan çökeltiler, çökelti sertleşmesi, dispersiyon sertleşmesi ve kümeleşme sertleşmesi gibi değişik dayanım arttırıcı mekanizmalar ile akma ve çekme dayanımının artmasına katkı sağlamıştır (Cuddy and Raley 1995; Llewellyn and Hudd 1998).

Fakat, TM çeliklerine katılan NbC miktarı ağırlık olarak %0,2'den %2'ye yükseldiğinde akma, çekme ve % uzama değerlerinde düşme meydana gelmiştir. Bu durum %2 NbC alaşım oranında genel olarak yoğunluğun düşmesine bağlanabilir. Dayanım, süneklik ve iletkenlik gibi özellikler yoğunluğa yani gözeneklilik ve gözenek yapısına bağlıdır (Saritaş et al. 2007). Ayrıca yüksek oranda NbC'ün çelik içerisinde bulunması aşırı çökelti

sertleşmesine neden olarak malzemeyi kırılgan yapar ve dayanımın düşmesine neden olur.

Farklı sinterleme sıcaklıklarında sinterlenen numunelerin dayanım değerlerine bakıldığında 1400°C'de sinterlenen numunelerin akma ve çekme değerlerinin daha yüksek olduğu görülmektedir. En yüksek çekme dayanım değeri 443 MPa ile 1400°C'de sinterlenen %0,2 NbC içeren TM çelik numunede elde edilmiştir. 1150°C, 1250°C ve 1350°C'de sinterlenen NbC ilave edilen çelik numunelerin mekanik özelliklerindeki değişim değerlendirildiğinde ilave edilen NbC miktarındaki artışı ile akma, çekme dayanımı ve % uzama değerlerinde 1400°C'de sinterlenen numunelere göre daha az artış görülmüştür. Bunun nedeni sinterleme sıcaklığının yeterince yüksek olmamasıdır. Çünkü NbC'nin etkili olabilmesi için yeniden ısıtma sıcaklığında tamamen çözelti içinde olması gerekir. Böylece ince parçacıklar şeklinde çökerek akma sınırında artışa neden olurlar. NbC'nin çözeltilmeye girebilmesi için yeniden ısıtma sıcaklığının yüksek ve yeterince uzun süreli olması gerekir (Koltuk,1996; Karabulut and Gündüz 2004). Bu nedenle ideal sinterleme sıcaklığı en iyi mekanik özelliklerin elde edildiği 1400°C olarak tespit edilmiştir.

3. Sonuçlar

Bütün sinterleme sıcaklıkları için % ağırlık olarak 0,2 NbC ilave edilmiş TM çeliğin en yüksek akma dayanımına (YS) ve çekme dayanımına (UTS) sahip olduğu görülmüştür.

NbC miktarının % ağırlık olarak 0,2'den 2'ye çıkması ile akma dayanımı (YS) ve çekme dayanımı (UTS) düşmüştür.

1400°C ortamında sinterlenen numuneler daha iyi mekanik özellikler sergilemiştir. Optimum sinterleme sıcaklığı 1350°C olarak tespit edilmiştir.

Kaynaklar

Askeland D. R., 1996. The science and engineering of materials. Chapman and Hall, Third S. I. Edition 1-55.

- Bakkali E., Chenaouia A, Dkiouaka R and Elbakkalib L., 2008. Characterization of deformation stability of medium carbon microalloyed steel during hot forging using phenomenological and continuum criteria. *Journal of Materials Processing Technology*,1999, 140-149.
- Cuddy L. C. and Raley J. C., 1983. Austenite grain coarsening in microalloyed steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **14**, 1989-1995.
- Erden M. A., 2015. Toz metalürjisi yöntemiyle üretilen mikroalaşım çeliklerinin mikroyapı mekanik özellik ilişkisinin araştırılması. Doktora Tezi, Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük, 175.
- Gladman T., 1997. The physical metallurgy of microalloyed steels. The Institute of Materials, 1, 341.
- Gladman, T. and Woodhead, J. H. 1960. The accuracy of point counting in metallographic investigations. *Journal of Iron and Steel Research*,194, 184-193.
- Karabulut H. and Gündüz S. 2004. Effect of vanadium content on dynamic strain ageing in microalloyed medium carbon steel. *Materials and Design*, **25**, 521-527.
- Koltuk, F., 1996. Mikroalaşımli Çeliklerin İkincil Sıcak Şekillendirilmesinde Özelliklerin Optimizasyonunun İncelenmesi. Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 145.
- Korczynsky, M., 1988. Microalloying and thermo-mechanical treatment. *Proceedings of International Symposium Processing, Microstructure and Properties of HSLA Steels*, Pittsburgh, 169-201.
- Llewellyn D. T. and Hudd R. C., 1998. Steels: metallurgy and applications. 3th edn, Reed Educational and Professional Publishing Ltd, 1-45.
- Ollilainen, V., Kasprzak W. and Hollapa L., 2003. The effect of silicon, vanadium and nitrogen on the microstructure and hardness of air cooled medium carbon low alloy steel. *Journal of Materials Processing Technology*,134, 405-412.
- Robert, M.,1984. Powder Metallurgy Science. Metal Powder Industry Federation, 1-50.
- Sage A. M., 1992. An overview of the use of mikroalloys in HSLA steels with particular reference to vanadium and titanium, processing, properties and applications. *Proceedings of the Second International Conference on HSLA Steels*, 51-60.
- Sarıtaş, S., Türker M. and Durlu, N., 2007. Toz metalürjisi ve parçacıklı malzeme işlemleri, Türk Toz Metalürjisi Yayınları, 05, 2-34, 206-237, 379-410.
- Schade C., Murphy T., Lawley A. and Doherty R., 2012. Microstructure and mechanical properties of microalloyed PM steels. *International Journal of Powder Metallurgy*, **48**, 51-59.
- Schade C., Murphy T., Lawley A. and Doherty R., 2012. Microstructure and mechanical properties of PM steels alloyed with silicon and vanadium. *International Journal of Powder Metallurgy*, **48**, 41-48.

Xiang-dong H., Xin-ping M. and Sheng-xia L., 2013. Effect of annealing temperature on recrystallization behavior of cold rolled Ti-microalloyed steel. *Journal of Iron and Steel Research*, **20 (9)**, 105-110.