GU J Sci, Part C, 10(4): 978-986 (2022)

Gazi University



Journal of Science

PART C: DESIGN AND TECHNOLOGY



http://dergipark.gov.tr/gujsc

Investigation of Effect of Green Density on Quenching and Tempering Behaviors of High Carbon Powder Metallurgy Steels

Tolga YILMAZ^{1,*} Dilan Zehra SEVINDIROĞLU¹ Atakan SUVAY¹

¹Gazi University, Faculty of Technology, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article Received: 2.12.2022 Revision: 7.12.2022 Accepted: 8.12.2022

Highlights

• Effect of Heat Treatment and Different Pressing Pressure on High Carbon Powder Metallurgy Steels

Keywords

Powder Metallurgy High Carbon Steel Heat Treatment Pressing Pressure Microstructure In this study, the effects of different unidirectional pressing pressures of 400 MPa and 800 MPa on the microstructure and hardness of 1.2% carbon steel were investigated. Changes in microstructure and hardness with heat treatments were reported.



Figure A. Schematic representation of the production and characterization processes

Purpose: The aim of this study is to investigate the effect of pressing presure and heat treatment on microstructure and hardness of high carbon steels produced via powder metallurgy.

Theory and Methods: The samples were produced via powder metallurgy method under two different pressing pressures of 400 MPa and 800 MPa and, afterward sintered at 1200°C for 20 min in a vacuum atmosphere. The samples were austenitizated at 850°C for 5 min and then waterquenched followed by tempering at 200°C, 400°C and 600°C for 30 min. Characterization studies were conducted by optical microscope, scanning electron microscope, X-ray diffraction and Vickers hardness method.

Results: The densities of the sintered samples increased by about 15% compared to the samples as pressed condition. The porosity was reduced by about 13% at the higher pressing pressure of 800 MPa. While the samples as quenched condition had the highest hardness values, the hardness values decreased with increased tempering temperatures.

Conclusion: The samples underwent the same heat treatment process in different pressing pressures showed the hardness values of the samples pressed at 800 MPa are approximately 2 times higher than the samples pressed at 400 MPa.



Investigation of Effect of Green Density on Quenching and Tempering Behaviors of High Carbon Powder Metallurgy Steels

Tolga YILMAZ^{1,*} Dilan Zehra SEVINDIROĞLU¹ Atakan SUVAY¹

¹Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Abstract

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi Başvuru: 2.12.2022 Düzeltme: 7.12.2022 Kabul: 8.12.2022

Keywords

Powder Metallurgy High Carbon Steel Heat Treatment Pressing Pressure Microstructure

Anahtar Kelimeler

Toz Metalurjisi Yüksek Karbonlu Çelik Isıl İşlem Presleme Basıncı Mikroyapı In this study, steel samples containing 1.2% carbon were produced at different unidirectional pressing pressures of 400 MPa and 800 MPa by Powder Metallurgy method. The produced samples were sintered at 1200°C for 20 minutes in a vacuum atmosphere. After measuring the green density and hardness values of the sintered samples, the phase volume ratios and pore amounts were calculated. After these processes, the samples were austenitized at 850°C for 5 minutes, then immediately subjected to quenching, accordingly a martensitic structure was obtained. Tempering heat treatment was applied at 200°C, 400°C and 600°C to improve the hard and brittle properties of the martensitic structure. The effect of heat treatment and pressure differences on the microstructure and hardness value of the material was investigated. As a result of these examinations, as the pressing pressure increased, the density of the sintered samples increased and accordingly, the pearlite volume fraction was higher at 800 MPa pressure, while the porosity amount decreased. Due to the effect of the porosity amount on the mechanical properties of the samples produced by powder metallurgy, the hardness values of the samples with a pressing pressure of 800 MPa were higher than the samples exposed a pressing pressure of 400 MPa, which underwent the same heat treatment.

Yüksek Karbonlu Toz Metalurjisi Çeliklerinin Su Verme ve Temperleme Davranışlarına Ham Yoğunluk Etkisinin İncelenmesi

Öz

Bu çalışmada Toz Metalurjisi yöntemi ile 400 MPa ve 800 MPa tek yönlü farklı preslenme basınçlarında %1,2 karbon içeren çelik numuneler üretilmiştir. Üretilen numuneler 1200°C'de 20 dakika vakum atmosferinde sinterlenme işlemine bırakılmıştır. Sinterlenen numunelerin ham yoğunluk ve sertlik değerleri ölçüldükten sonra faz hacim oranları ve gözenek miktarları hesaplanmıştır. Bu işlemlerden sonra numuneler 850°C'de 5 dakika östenitlendikten sonra su verme işlemine tabi tutulmuştur ve martenzitik bir yapı elde edilmiştir. Martenzitik yapının sert ve kırılgan özelliğini iyileştirmek için 200°C, 400°C ve 600°C'de temperleme ısıl işlemi uygulanmıştır. Yapılan ısıl işlem ve basınç farklılıklarının malzemenin mikroyapı ve sertlik değerine etkisi incelenmiştir. Bu incelemeler sonucunda presleme basıncı arttıkça sinterlenen numunelerin yoğunluğu artmış buna bağlı olarak 800 MPa basınçta perlit oranı daha yüksek çıkarken gözenek oranı azalmıştır. Toz metalurjisi ile üretilen numuneler aynı ısıl işlemi görmüş olan presleme basıncı 400 MPa olan numuneler göre sertlik değerleri daha yüksek çıkımıştır.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Toz metalürjisi (T/M), metal tozlarının belirli oranlarda karıştırılarak, metal tozlarının oda sıcaklığında özel kalıplarda, istenilen teknik değerlere uygun basınçlarda tozların sıkıştırılması ve kontrollü atmosferlerde sinterlenmesi ile parça üretme yöntemidir [1, 2]. Toz metalurjisi 20. yüzyılın başlarında endüstriyel olarak kullanılmaya başlandıktan sonra çeşitli alanlarda genişleyerek günümüzde önemli bir üretim yöntemi haline gelmiştir [3]. Demir tozu veya demir alaşımlı toz metalurjisinin son yıllarda büyümesi, işleme, döküm, dövme ve diğer benzer metal işleme teknolojilerine düşük maliyetli bir alternatif olarak kendini kanıtlamıştır [4-6]. Toz metalujisi yönteminde; çok az malzeme kayıplarının yaşanması, zor ve karmaşık geometrik parçaların üretilebilmesi, nihai üründen sonra talaşlı imalatın gerek olmaması ya da gerek duyulan kısmın az olması, diğer yöntemlerle üretilen parçalara kıyasla daha iyi bir yüzey kalitesine sahip olması gibi avantajları var olduğundan endüstride yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Bulk malzemelere kıyasla toz metalurisi yöntemiyle üretilen parçalara örnek olarak; süperalaşımları, paslanmaz çelikler, takım çelikleri, alüminyum ve alaşımları, bakır ve alaşımları, titanyum ve alaşımları, nükleer malzemeler verilebilir [3, 7-9].

Toz metalurjisinin büyümesi, alaşım geliştirme, toz üretme, bağlayıcılar, yağlayıcılar ve parça üretim yöntemleri yoluyla desteklenirken, diğer taraftan endüstride var olan diğer yöntemler sonucu üretilen ürünlerden daha yüksek yoğunluğuna sahip ürünler üretebilmesine bağlıdır [4].

Toz metalurjisi ile üretilen parçalar yoğunluk, bileşim ve mikroyapı ile karakterize edilerek optimize edilir. Toz karışımların sinterlenmesi ve ek ısıl işlemler, performansı istenen şekilde karşılayacak mikroyapıyı oluşturur. Bu ek işlemlerin amacı, malzemenin işlenebilirliğini iyileştirmek, iç gerilmeleri azaltmak, mekanik özellikleri, esnekliği, mukavemeti, sertliği ve tokluğu iyileştirmek, tane boyutunu değiştirmek, ısı ve korozyon direncini arttırmak, elektriksel ve manyetik özellikleri değiştirmek olabilmektedir [1, 4, 5, 10, 11]. Sinterleme işlemi geleneksel olarak sinterleme fırınları ve parti fırınları ile yapılırken hızlı sinterleme yöntemleri indüksiyon, mikrodalga, plazma, lazer ve deşarj sinterleme olarak geleneksel yöntemlere alternatiftir [12-14].

Toz metalurjisinde önemli parametrelerden birisi de preslemedeki basınç miktarıdır. Sıkıştırma ile tozu mukavemeti olan bir kütleye getirir [15]. Bu preslemeyle oluşturulan kütlede basınç miktarına bağlı olarak gözenek miktarı, yoğunluk, sertlik ve mikroyapısında değişiklikler görülebilir. Bu çalışmada toz metalurjisi yöntemi kullanılarak, yüksek karbonlu çelik farklı presleme basınçlarında üretilmiştir. Preslemede basınç farklılıklarının mikroyapı, yoğunluk ve sertlik özellikleri üzerine etkileri incelendikten sonra ısıl işlem parametreleri ile mikroyapısal dönüşümler araştırılmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL STUDIES)

Deneysel çalışma için Nanokar Nanotechnology firma tarafından sağlanan %99,99 saflıkta, 5 µm boyutunda demir (Fe) tozu ve karbon ilavesi olarak Alfa Aesar markalı %99,9995 saflıkta, 74µm boyutunda grafit Tablo 1'de verilen oranlarda ilave edilmiştir. Hazırlanan bu karışım tozları Hidroliksan marka 160 ton kapasiteli tek yönlü presleme cihazında oda sıcaklığında iki farklı presleme basınçlarında 400 MPa ve 800 MPa preslenerek ham numuneler elde edilmiştir.

Tablo 1.	Toz Metal	Çeliğin	Kimyasal	Kompozisyonu
----------	-----------	---------	----------	--------------

	Grafit (% ağırlık)	Fe (% ağırlık)	
% Bileşim Oranları	0,12 gram	9,88 gram	

Preslenmiş numunelerin sinterleme işlemi SFL marka yatay yüksek sıcaklık fırınında vakum (5x10⁻²Pa) altında 7 °C/dk ısıtma hızı kullanılarak 1200 °C'de 30 dakika süre ile sinterlenmiş ve 20 °C/dk soğutma hızı kullanılarak fırın ortamından oda sıcaklığa kadar soğutulmuştur. Sinterlenen numuneler S4 (400 MPa) ve S8 (800 MPa) olarak kodlanmıştır. Numunelerin kodlanması uygulanan presleme basıncı ve ısıl işlem prosesine göre gerçekleştirilmiş ve Tablo 2'de verilmiştir.

Kod	Açıklama
S4	400 MPa basınçta presleme + 1200°C'de 30 dakika süre ile sinterlenmiş numune
S 8	800 MPa basınçta presleme + 1200°C'de 30 dakika süre ile sinterlenmiş numune
SM4	S4 numunesinin 850 °C'de 5 dakika östenitlenip su verilmiş numunesi
SM8	S8 numunesinin 850 °C'de 5 dakika östenitlenip su verilmiş numunesi
SM4-2	SM4 numunesinin 200 °C'de 30 dakika temperlenmiş numunesi
SM4-4	SM4 numunesinin 400 °C'de 30 dakika temperlenmiş numunesi
SM4-6	SM4 numunesinin 600 °C'de 30 dakika temperlenmiş numunesi
SM8-2	SM8 numunesinin 200 °C'de 30 dakika temperlenmiş numunesi
SM8-4	SM8 numunesinin 400 °C'de 30 dakika temperlenmiş numunesi
SM8-6	SM8 numunesinin 600 °C'de 30 dakika temperlenmiş numunesi

Tablo 2. Üretilmiş numunelerin kodları

Sinterlemeden sonra, tüm ısıl işlem döngülerinin şematik özeti Şekil 1'de verilmiştir. S4 ve S8 numuneleri 850 °C'de 5 dakika östenitleme işlemi yapıldıktan sonra martenzitik bir yapı elde etmek için oda sıcaklığında su verme işlemi yapılmıştır ve bu numuneler sırasıyla SM4 ve SM8 olarak kodlanmıştır. SM4 ve SM8 numunelerine 200-400-600 °C'lerde 30 dakika temperleme ısıl işlemi uygulanmıştır. Bu uygulanan ısıl işlem sonrası numunelerin kodları sırasıyla presleme basıncı 400 MPa için SM4-2, SM4-4 ve SM4-6 iken 800 MPa için SM8-2, SM8-4 ve SM8-6 olmuştur.



Şekil 1. Isıl işlem döngüsünün şematik sunumu

Numuneler, metalografik inceleme için bakalite alınmış ve standart metalografi teknikleriyle 120-1200 # zımpara işlemi yapıldıktan sonra, 6-3-1 µm solüsyonlar kullanılarak polisaj işlemi gerçekleştirilmiştir. Mikroyapı elde edilmek amacıyla, numunelerin yüzeyine dağlayıcı olarak % 3'lük Nital çözeltisi (3 ml HNO₃ - 97 ml ethanol) kullanılmıştır. Mikroyapı incelenmesinde Leica DM5000M optik mikroskop ve JEOL JSM-6060LV marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. XRD analizleri Bruker D8 Advance cihazında 40 kV ve 40mA'da yapılmıştır. Sertlik ölçümlerinde Qness GmbH Q30 M marka cihaz kullanılarak Vickers (HV-1) sertlik metodu kullanılmıştır. Bu sertlik değerlerinin belirlenmesinde 5 farklı noktadan sertlik değerleri alınmış ve aritmetik ortalamaları verilmiştir.

3. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSIONS)

3.1. Mikroyapılar (Microstructures)

Farklı presleme basıncı ve farklı temperleme sıcaklıklarında üretilen numunelerin optik mikroyapıları Şekil 2'de verilmiştir.



Şekil 2. Numunelerin optik mikroyapıları

400 ve 800 MPa'da preslendikten sonra sinterlenen numunelerin mikroyapılarında perlit gözlenmiştir (Şekil 2. S4,S8). Buradaki perlit oranı basınca göre değişiklik göstermiş olup, 400 MPa basınçta üretilen S4 kodlu numunede perlit oranı yaklaşık olarak %63 iken 800 MPa basınçtaki üretilen S8 kodlu numunede perlit oranı yaklaşık olarak %79 olarak belirlenmiştir.

Tablo 3'te 400 ve 800 MPa presleme basınçlarında üretilen numunelerin presleme sonrası (ham) yoğunluk, sinterleme sonrası yoğunluk ve % gözenek miktarı verilmiştir. Burada ham numunelerin yoğunlukları sırasıyla 5,12 g/cm³ ve 5,98 g/cm³ olarak tespit edilirken, sinterlenen numunelerin yoğunlukları 5,85 g/cm³ ve 6,91 g/cm³ olarak bulunmuştur (Tablo 3). Sinterleme sonrası her iki farklı presleme basıncında(400 MPa, 800 MPa) üretilen ham numunelerin yoğunlukları yaklaşık olarak %15 artmıştır. Numunelerin sinterleme sonrası yoğunluklarının yükselen presleme basıncıyla arttığı ve buna bağlı olarak gözenek miktarının daha yüksek basınçta olan S8 kodlu numunesinde azaldığı görülmüştür.

Numune	Presleme Sonrası Yoğunluk (g/cm ³)	Sinterleme Sonrası Yoğunluk(g/cm ³)	Sinterleme Sonrası Yoğunluk (%)	Gözenek Oranı (%)	
S4 (400 MPa)	5,12	5,85	75,96	24,04	
S8 (800 MPa)	5,98	6,91	88,59	11.41	

Tablo 3. Toz metalurjisi ile üretilmiş numunelerin yoğunluk ve % gözeneklik oranları

3.2. XRD ve SEM Çalışmaları (SEM and XRD Studies)

Şekil 3'te su verme+temperleme işlemi uygulanan numunelerin XRD desenleri verilmektedir. SM8-2 kodlu numunede martenzit fazının pik şiddetinin daha fazla olduğu görülmektedir. SM4-2 numunede de az miktarda martenzit pikinin varlığı belirlenmiştir. Bu durum literatürde yer alan önceki çalışmalarla uyuşmaktadır [16-18]. Tüm numunelerde Fe₃C pikleri tespit edilmiştir.



Şekil 3. Numunelerin XRD desenleri

Şekil 4'te verilen SM8-2, SM8-4 ve SM8-6 numunelerinin SEM görüntüleri sunulmaktadır. 800 MPa basınç altında üretilen bu numunelerin SEM mikrografileri incelendiğinde su verme sonrası elde edilen çıta tipi martenzitlerin, artan temperleme sıcaklığı ile bozunmaya başladığı, ve bu bölgelerde sementit parçacıkları çökeldiği gözlemlenmiştir.



Şekil 4. 800 MPa presleme basıncında üretilen numunelerin SEM görüntüleri

3.3. Sertlik Sonuçları (Hardness Results)

Numunelerin sertlik değerleri Şekil 5'te verilmiştir. Şekil 5'te görülebileceği üzere farklı basınçta üretilen numuneler gruplandırılarak verilmiş ve aynı ısıl işlem görmüş numuneler farklı basınçtaki numunelerle karşılaştırıldığında 800 MPa basınç ile üretilmiş numunelerin 400 MPa basınç ile üretilmiş numunelere göre sertliğin daha yüksek olduğu elde edilmiştir.



Şekil 5. Numunelerin sertlik değerleri

800MPa basınç altında üretilen numunelerin sertlik değerinin, 400MPa basınç altında üretilen numunelere göre yüksek oluşunun nedeni olarak mikroyapılarında daha düşük gözenek oranına ve buna bağlı olarak daha homojen mikroyapıların oluşması görülmektedir. Temperleme sıcaklığı (200-400-600 °C) arttıkça sertlik değerlerindeki düşme martenzitin bozunmasına dayandırılmaktadır.

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmada, %1,2 karbon içeren çeliğin 400 MPa ve 800 MPa tek yönlü farklı presleme basınçlarının mikroyapı ve sertliğe etkisi araştırılmıştır. Yapılan ısıl işlemlerle mikroyapı ve sertliğin değişimleri incelenmiştir. Bu çalışmada aşağıdaki sonuçlara varılmıştır;

- 1. Presleme basıncı fark etmeksizin sinterleme işlemi numunenin yoğunluğunu yaklaşık olarak %15 artmıştır.
- Sinterleme sonucu oluşan gözenek miktarı S4 numunesinde %24,04 iken S8 numunesinde %11,41 olarak tespit edilmiştir. S8 numunesinin gözenek oranının daha yüksek presleme basıncı sayesinde yaklaşık %13 azaldığı belirlenmiştir. Azalan gözenek miktarına bağlı olarak S4 numunesindeki %63 perlit oranının, S8 numunesinde %79 perlit oranına artmasında etkili olduğu görülmüştür.
- 3. Su verme işlemi sonrası mikroyapının martenzitik yapıya dönüşmesiyle SM4 numunesinin sertlik değeri 336 HV, SM8 numunesinin sertlik değeri 669 HV olarak bulunmuştur.
- Presleme basıncı 800 MPa olan temperleme sıcaklıkları 200-400-600°C'lerdeki numunelerin (SM8-2, SM8-4, SM8-6) sertlik değerleri sırasıyla 617-316-164 HV elde edilmiştir. Presleme basıncı 400 MPa olan temperleme sıcaklıkları 200-400-600°C'lerdeki numunelerin (SM4-2, SM4-4, SM4-6) sertlik değerleri sırasıyla 336-291-88 HV elde edilmiştir. Presleme basıncı yüksek(800MPa) olan numunelerin sertlik değeri 2 katına çıkmıştır.
- 5. Temperleme sıcaklığı arttıkça martenzitik yapının bozunması matrisin sertliğinde azalmasına sebep olmuştur.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesinde kullanmış olduğumuz alt yapı ve laboratuvar imkânlarının kurulmasını sağlayan Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri birimine teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

[1] Güney K. C., Şahin B., Altuntaş O., Güral A., Hardness and microstructural characterization of powder metallurgy steel subjected to martempering heat treatment. International Conference on Advanced Materials Science & Engineering and High Tech Devices Applications; Exhibition (ICMATSE), (2020) 120-124.

[2] Yıldırım S. (1999). Fe-Ferrokrom Tozundan Elde Edilen Kompozitin Mekanik Özelliklerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.

[3] Erden M., Presleme basincinin toz metalürjisi ile üretilen alaşımsız çeliklerin mikroyapi ve mekanik özelliklerine etkisi. Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 6(1):257-264, (2017).

[4] Narasimhan K., Sintering of powder mixtures and the growth of ferrous powder metallurgy. Materials Chemistry and Physics, 67:56-65, (2001).

[5] Narasimhan K.S., Recent advances in ferrous powder metallurgy. Advanced Performance Materials, 3(1):7-27, (1996).

[6] Chawla N., Deng X., Microstructure and mechanical behavior of porous sintered steels. Materials Science and Engineering: A, 390(1):98-112, (2005).

[7] Erden M.A., Toz metalürjisi ile üretilen alaşımsız çeliklerde nikel ilavesinin mikroyapi ve mekanik özellikler üzerine etkisinin araştırılması. Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part:C Tasarım ve Teknoloji, 4(4):241-245, (2016).

[8] Altuntaş, G., Altuntaş, O., Bostan, B. Characterization of Al-7075/T651 Alloy by RRA Heat Treatment and Different Pre-deformation Effects. Transactions of the Indian Institute of Metals, 74(12), 3025-3033, (2021).

[9] Altuntaş, G., Bostan, B. Metallurgical characterization of natural aging effects on pre-deformed Al 7075/T651 alloy during retrogression and re-aging heat treatment. Kovove Materialy, 60(4), (2022).

[10] Şimşek İ., Özyürek D., Şimşek D., Farklı presleme basınçları ile üretilen toz metal çeliklerin aşınma davranışlarının belirlenmesi. Nevşehir Bilim ve Teknoloji Dergisi, 8(ÖS):54-62, (2019).

[11] Simchi A., Danninger H., Effects of porosity on delamination wear behaviour of sintered plain iron. Powder Metallurgy, 47(1):73-80, (2004).

[12] Atik E., Çivi C., Kökey C., Eyici G., Toz metal parçalar ile çelik parçaların indüksiyon ile sinterleme yöntemiyle birleştirilmesi. 31(ÖS):117-122, (2016).

[13] Akpınar G., Çivi C., Atik E., Farklı sürelerde indüksiyonla sinterlenen demir esaslı toz metal burçların mekanik özelliklerinin incelenmesi. Mühendis ve Makina, 55(649):31-37, (2014).

[14] Çavdar U., Atik E., Geleneksel ve hızlı sinterleme yöntemleri. Celal Bayar Üniversitesi Soma Meslek Yüksekokulu Teknik Bilimler Dergisi, 1(15):31-37, (2014).

[15] Sarıtaş S., Türker M., Durlu N. (2007). Toz metalurjisi ve parçacıklı malzeme işlemleri. Toz Metalurjisi Derneği Yayınları, Ankara, 228.

[16] Altuntaş, G., Altuntaş, O., Öztürk, M. K., Bostan, B. Metallurgical and Crystallographic Analysis of Different Amounts of Deformation Applied to Hadfield Steel. International Journal of Metalcasting, 1-10.17, (2022).

[17] Altuntaş, O., Güral, A., Tekeli, S. Microstructure engineering for superior wear and impact toughness strength of hypereutectoid powder metallurgy steel. Powder Metallurgy, 65(2), 101-111, (2022).

[18] Altuntaş, O., Güral, A. Effect of spheroidizing heat treatment on the microstructure, hardness and toughness of high carbon powder metallurgy steel. Kovove Materialy, 55(5), 303-310, (2017).