## MATECA

İmalat Teknolojileri ve Uygulamaları Cilt: 1, No: 1, 2020 (42-54) Araştırma Makalesi/Research Article

## MATECA

Manufacturing Technologies and Applications Vol: 1, No: 1, 2020 (42-54)

### Nb-V Mikroalaşım Çeliğinde Mekanik Alaşımlama Süresinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisi

Mehmet Akif ERDEN<sup>1,\*</sup>, Alperen YILMAZ<sup>2</sup>, Nuri ŞEN<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Karabük Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Karabük, Türkiye
<sup>2</sup>Karabük Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, İmalat Mühendisliği A.B.D., Karabük, Türkiye
<sup>3</sup>Düzce Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Düzce, Türkiye

#### MAKALE BİLGİSİ

ÖZET

*Alınma:* 21.04.2020 *Kabul:* 30.04.2020

Anahtar Kelimeler: Toz metalürjisi Nb-V mikroalaşımlı çelik Mikroyapı Mekanik özellikler Mekanik alaşımlama süresi Çelikler demir karbon alaşımı olarak ifade edilebilir. Çeliğin dayanımını etkileyen faktörler olarak karbon miktarı, alaşım elementi, ısıl işlem ve haddeleme gibi deformasyon işlemleri şeklinde sıralanabilir. Karbon miktarı çelikte belli orana kadar dayanımı arttırır. Alaşım elemetleri ise çeliğin dayanımını genellikle çökelti oluşturarak veya mikroyapıdaki oluşan fazları değiştirerek etkiler. Mikroalaşımlı çelikler ise % 0.05 ve % 0.20 aralığında alüminyum, niyobyum, vanadyum ve titanyum gibi mikroalaşım elementileri ilave edilerek çökelti sertleşmesi, tane boyutu küçültme gibi dayanımı arttıran mekanizmalar ile düşük alaşımlı yüksek dayanımlı çelikler olarak tanımlanabilir.

Bu çalışmada Fe matris içerisine niyobyum ve vanadyum elementlerinin ilavesiyle istenilen bileşimde farklı sürelerde mekanik alaşımlama yöntemi uygulanarak toz metalürjisi yöntemiyle mikroalaşımlı çelikler üretilmiştir. Mikroyapı analizinden sonra çekme numunesi boyutlarında hazırlanan farklı kimyasal bileşimdeki mikroalaşımlı çelik numunelere çekme testi uygulanmıştır. Numunelerin % uzama, akma-çekme dayanımları, mikroyapısal değişimlere bağlı olarak açıklanmıştır. Akma ve çekme dayanımları artan alaşım miktarına bağlı olarak artış sergilerken % uzama değerleri düşüş gözlenmiştir. Maximum akma ve çekme dayanımı 15 dakika yapılan mekanik alaşımlama ile sağlanmıştır.

# Effect of Mechanical Alloying Time on Microstructure and Mechanical Properties in Nb-V Microalloyed Steel

ARTICLE INFO	ABSTRACT
Received: 21.04.2020 Accepted: 30.04.2020 Keywords: Powder metallurgy Nb-V microalloyed steel Microstructure Mechanical properties	Steels can be expressed as iron-carbon alloy. The alloy element can be sorted by deformation, such as heat treatment and rolling. The amount of carbon increases the strength up to a certain rate in steel. Regulating the strength of the steel for alloy elements affects by precipitate or changing the phases in the microstructure. Microalloyed steels can be defined as low alloyed multi-strength steels with resistance-enhancing mechanisms such as precipitate hardening, grain size reduction, such as aluminum nichium vanadium and titanium in the range of $0.05\%$ and $0.20\%$
Mechanical alloying time	This arrangement is designed with the addition of niobium and vanadium elements into the Fe matrix, by applying mechanical alloying method for different times, microalloyed steels are produced by powder metallurgy method. After microstructure analysis, tensile testing of micro alloy steel samples of different chemical composition prepared in tensile sample sizes was performed. Elongation, yield-tensile strength of the samples are explained depending on microstructural changes. While the yield and tensile strength increased due to the increasing amount of alloys, an increase in% elongation was observed. Maximum flow and tensile strength is provided by mechanical alloying for 15 minutes.

#### 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Çelikler demir karbon alaşımı olarak ifade edilebilir. Çeliğin dayanımını etkileyen faktörler olarak karbon miktarı, alaşım elementi, ısıl işlem ve haddeleme gibi deformasyon işlemleri şeklinde sıralanabilir. Karbon miktarı çelikte belli orana kadar dayanımı arttırır. Alaşım elemetleri ise çeliğin dayanımını genellikle çökelti oluşturarak veya mikroyapıdaki oluşan fazları değiştirerek etkiler. Mikroalaşımlı çelikler, mekanik özelliklerin güçlendirilmesi amacıyla çok az miktarda kuvvetli karbür yada nitrür yapıcı element ilavesiyle yüksek dayanım özelliği kazanmasından dolayı Yüksek Dayanımlı Düşük Alaşımlı Çelikler (YDDA) ya da High Strenght-Low Alloyed (HSLA) olarak adlandırılmaktadır. Düşük karbon içeriği, farklı sertleştirme mekanizmaları ve termomekanik işlem kolaylığıyla birlikte kaynak edilebilirlik, tokluk, düşük sıcaklıklarda gevrek kırılma emniyeti veya mukavemet özelliklerinin bileşimine sahip bir malzeme grubudur [1-11]. Mikroalaşım elementlerinin ana rolü tane boyutunu küçültmek, yeniden kristalleşmeyi engellemek ve çökelti sertleşmesine katkıda bulunmak şeklinde sıralanabilir. Mikroalaşım elementlerinin tane sınırı hareketine ve yeniden kristalleşmeye etkisi karbür, nitrür ve karbonitrür çökeltilerinin bir sonucudur [10-17].

Mikroalaşım çeliklerinin tarihsel gelişimi incelenecek olursa, 1900'lü yıllarda alaşımlamayla birlikte mikroalaşımlı çeliklerin gelişimi başlamıştır. 1930 ve 1940'lı yıllarda yüksek dayanımlı yapı celiklerinin geliştirilmesi sonrası ferrit tane boyutunun küçültülmesiyle 1950'lerde ince taneli çelikler üretilmiş ve normalleştirmenin yerine kontrollü haddelemenin uygulanmasıyla da Avrupa'da yüksek dayanımlı düşük alaşımlı çelikler üretilmiştir. Bu süreçte; 20. yüzyılın başlarında Ford Model T'nin üretiminde vanadyum çeliklerinin kullanımı, 1921'de Almanya'da az miktarda titanyum ilavesiyle çeliğin dayanımının iyileştirilmesi, 1950 sonrasında Çin'de mikrotitanyum ve mikrovanadyum kullanımı, 1962'de İngiliz BS 968 mikroalaşım ilaveli ulusal çelik standardının meydana getirilmesi sonrasında devrim niteliğinde sayılan Amerikan Great Lakes Steel şirketince 1988'de Niyobyumlu (Nb) C-Mn çeliği üretimiyle bu alanda önemli gelişme sağlanmıştır. Mikroalaşımlama 1960'lı yıllarda çelik ürünlerinde yaygınlaşmıştır. Yapı çeliklerinde kaynak kullanılmadığı 1940'lı yıllarda yüksek karbon ve mangan içeriği problem oluşturmasa da Melbourne King Street köprüsü yapılırken kaynaklamada yaşanan problem köprü yapımında başarısızlığa yol açmıştır. Bu sorun çeliğe mikroalaşım ilavesiyle çözülmüştür. Günümüzde çelik üretiminin %10-15'lik bölümünü mikroalaşımlı çelik üretimiminin oluşturduğu düşünülmektedir. Normal karbon çeliklerine göre ağırlık olarak yaklaşık % 34 hafif olmasına rağmen dayanımı iki kat fazladır. Bu açıdan bakıldığında mikroalaşımlı çelik üretimi ve kullanımı satış fiyatı / maliyet oranı normal karbon çeliğinden yüksek olduğundan üretici açısından ağırlık / dayanım oranı ise karbon çeliğinden yüksek olduğundan kullanıcı açısından daha avantajlıdır. Çeliklere Niyobyum (Nb) ve Vanadyum (V) eklenmesi ilk kez 2. Dünya Savaşı yıllarında ABD'de yapılmakla birlikte yüksek dayanımlı düşük alaşımlı çeliklerinin gelişimi 1960'lı yıllarda başladı. Nb ve V elementlerinin (<%0.10) oranında katımlarıyla C-Mn celiklerinin dayanımının arttığı bulundu [17-21].

Devam eden araştırmalarla, içyapıları ferritli + çok az perlitli olan çelikler geliştirildi. Bunlar içinde sadece Nb, sadece V, sadece Ti içerikli olanlar gibi V+Nb, V+Ti, Nb+Ti, Nb+Mo ve V+N içerikli olanların yanında üçlü ve dörtlü alaşımlılar da katılmıştır [21]. Mikroalaşımlama elementlerinin eklenmesi ve termomekanik haddeleme pratiklerinin uygulanmasıyla geliştirilen YDDA çeliklerde istenen özellikler elde edilmiş ve çeşitli ihtiyaçları karşılayabilecek, kullanım alanı geniş bir ürün elde edilmiştir [22].

Toz metalürjisi ise imalatı zor olan küçük parçaların minimum malzeme kaybı ile son şekle yakın, lambalarda kullunılan tugsten flament ve kesici takımların imalatında kullanılan karbür uçlar gibi diğer üretim yöntemleri ile üretilemeyen parçaları seri olarak üretilebilen döküm, talaşlı imalat gibi müstakil imalat yömtemlerinden biridir. Son yıllarda özellikle otomotiv endüstrisinde kullanılan parçaların bir bölümünün üretim tekniği tamamen toz metalurjisine dayanmaktadır. Kalite dağılımının homojen olması, içeriğinin kontrol edilebilir olması ve birim maliyetin düşük kalması gibi faktörler nedeniyle toz metalurjisi üretim yöntemi imalat sektöründe müstakil üretim seçeneği olarak kullanılmaktadır [23-26].

Mekanik alaşımlama, toz partiküllerinin tekrar tekrar soğuk kaynak, kırma ve yeniden işleme tabi tutulduğu yüksek enerjili bir öğütme işlemi olarak tanımlanmaktadır. Mekanik enerjinin toz

parçacıklarına aktarılmasıyla partikül ve tane büyüklüklerinde incelme meydana gelir, difüzyon mesafeleri azalır, öğütme sırasında sıcaklığın da hafif artışıyla harmanlanmış tozların alaşımlanmasına yol açar [27-29].

Bu çalışmada Nb-V mikroalaşım çeliği değişik kompozisyonlarda üretilmiştir. Üretilen bu parçalara farklı sürelerde mekanik alaşımlandırma işlemi uygulanmıştır. Üretilen parçalara çekme deneyi uygulanarak mekanik özellikleri belirlenmiştir. Mekanik özellikleri belirlenen numunelerin mikroyapı incelemeleri (Optik mikroskop, SEM mikroyapı, SEM kırık yüzey ve EDS) yapılarak mikroyapı mekanik özellikleri ilişkilendirilerek toz metalurjisi ile üretilen Nb-V mikroalaşım çelikleri için ideal mekanik alaşımlandırma işlemi süresi tayin edilmiştir.

#### 2. MATERYAL VE YÖNTEM (MATERIAL AND METHOD)

Yapılan çalışma tozların temin edilmesi ile başlayarak, toz karışım oranlarının hesabı ve karıştırılması, farklı sürelerde mekanik alaşımlama işleminin uygulanması, preslenmesi, sinterlenmesi daha sonra ise mekanik testlerin yapılması ve mikroyapı incelemelerinin gerçekleştirilmesini kapsamaktadır. Tablo 1'de deneysel çalışmada kullanılan tozlar ve saflık değerleri verilmiştir.

Tablo 1 Tozlar ve Özellikleri (Powder and Properties)

	Elementel Tozlar	Toz Boyutu (µm)	% Saflık Değeri					
1	Demir	<150	99.9					
2	Karbon	10-20	96.5					
3	Niyobyum	<45	99.8					
4	Vanadyum	44	99.5					

RADWAG AS-60-220 C/2 marka hassas terazi ile 0.0001 hassasiyetinde tartılan toz metaller Tablo 2'de kimyasal kompozisyonu verilen oranlarda bir araya getirilip karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Tartım ve bir araya getirilme işlemi yapılan tozlar Turbula marka üç eksenli karıştırıcı ile 1 saat süreyle bilyesiz olarak karıştırılmıştır.

Tablo 2. Mikroalaşımlı TM çeliklerin kimyasal kompozisyonları (Chemical composition of microalloyed powder metal steels)

Bileşen	Grafite (%Ağ.)	Niyobyum (%Ağ.)	Vanadyum (%Ağ.)	Demir (%Ağ.)
Alaşım 1	0.25	-	-	Geri Kalanı
Alaşım 2	0.25	0.050	0.050	Geri Kalanı
Alaşım 3	0.25	0.100	0.100	Geri Kalanı

Üç eksenli karıştırma sonrası hazırlanan toz metal karışımlarına 1/10 toz/bilye oranında 5 mm çapındaki çelik bilyeler kullanılarak mekanik alaşımlandırma gerçekleştirilmiştir. Değirmen hızı 300 dev/dk olarak belirlenmiştir. Mekanik alaşımlandırma islemi gerçekleştirilirken mekanik alaşımlandırma süresi 15 dk, 30 dk ve 60 dk olarak uygulanmıştır. Mekanik alaşımlama gerçekleştirilmemiş ve gerçekleştirilen tozlarının preslenmesi 100 Ton basma kapasiteli Hidroliksan marka preste 700 MPa presleme basıncında çekme numunesi şeklinde ve tek yönlü olarak yapılmıştır. Çekme deneyi için hazırlanan numune boyutları ASTM (E8M) toz metal malzeme standartlarına uygun olarak hazırlanmıştır.

Üretilen numuneler argon gazı atmosferinde sinterleme islemine tabi tutulmustur. Sinterleme işlemi Protherm PTF 16/75/610 marka atmosfer kontrollü boru fırında yapılmıştır. Çizelge 2'de belirtilen bileşimdeki numuneler 1350 °C'de sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi numunelerin sinterleme sıcaklığına 5 °C/dk hızla ısıtılması ile başlanmıştır. Sıcaklık sinterleme sıcaklığına ulaştıktan sonra numuneler bu sıcaklıkta 2 saat bekletilip ardından oda sıcaklığına yine 5 °C/dk hızla soğutulmuştur. Sinterlenen çekme numuneleri çekme deneyi uygulanarak 1 mm/dk çekme hızında kopana kadar deneye tabi tutulmuştur. Her deney sonrasında gerilme-%gerinim diyagramları elde edilmiştir. Bu diyagramlardan numunelerin akma dayanımı (%0.2) çekme dayanımı ve % uzama değerleri hesaplanarak alaşım miktarındaki değişimden dolayı mekanik özelliklerdeki farklılık tespit edilmiştir. Mikroyapı incelemeleri, Nikon marka (X50-X2000 büyütme kapasiteli) optik mikroskop ile gerçekleştirilmiştir. Her numunenin birbirinden farklı bölgelerinden farklı oranlardaki büyütmeler ile görüntüler alınarak bu görüntülerin bütün mikroyapının temsili nitelikte olmasına dikkat edilmiştir. SEM incelemeleri ise Carl Zeıss Ultra Plus Gemını FESEM marka cihazda gerçekleştirilmiştir. Metalografik incelemelerin yapılması için, parlatılan ve dağlamaya hazır hale getirilen numunelere uygulamak üzere %2 nital çözeltisi ile dağlama işlemi gerçekleştirilmiştir. Dağlama işlemi numunelere uygulandıktan sonra dağlanan yüzeyler alkol ile temizlenerek kurutulduktan sonra optik mikroskopta incelemeye hazır hale getirilmiştir. Numunelerin yoğunluk ölçümleri, RADWAG AS-60-220 C/2 marka hassas terazide RADWAG AS yoğunluk ölçüm kiti ile Archimets prensibine göre yapılmıştır.

#### 3. DENEY VE SONUÇLAR (EXPERIMENT AND RESULTS)

#### 3.1. Mikroyapı Sonuçları (Microstructure Results)

Bu çalışma kapsamında çeşitli karışım oranları ve mekanik alaşımlama sürelerinde üretilen toz metal (TM) çelik numunelerin yoğunluk, gözeneklilik ve tane boyutu değerleri Tablo 3'te verilmiştir. Farklı sürelerde (0, 15, 30 ve 60 dakika) mekanik alaşımlama yapılan numunelerin mikroyapı resimleri Şekil 1-2-3 ve Şekil 4'te gösterilmiştir.

	Yoğunluk	Gözeneklilik	Tane Boyutu
Bileşen	(Gr/cm <sup>3</sup> )	(%)	(µm)
0.25C+Fe	7.5021	6.09	36.68
0.25C+0.05NbV+Fe	7.4002	5.68	26.33
0.25C+0.1NbV+Fe	7.3673	4.38	24.45
0.25C+Fe 15 dk MA	7.9022	0.71	25.63
0.25C+0.05NbV+Fe 15 dk MA	7.3574	6.22	18.96
0.25C+0.1NbV+Fe 15 dk MA	7.3030	6.91	16.56
0.25C+Fe 30 dk MA	7.3575	6.23	38.66
0.25C+0.05NbV+Fe 30 dk MA	7.2624	7.43	28.53
0.25C+0.1NbV+Fe 30 dk MA	7.3627	6.15	19.75
0.25C+Fe 60 dk MA	7.3189	6.72	38.96
0.25C+0.05NbV+Fe 60 dk MA	7.3946	5.74	30.11
0.25C+0.1NbV+Fe 60 dk MA	7.3851	5.86	21.31

 Tablo 3.
 TM çelik numunelerin % yoğunluk, % gözeneklilik, ortalama tane boyutu değerleri ( Relative density, Porosity and mean linear intercept grain sizes in PM specimens)

Mikroyapı resimlerinden alaşımsız TM çeliğinin Nb ve V ile alaşımlandırılan TM çeliğine göre daha büyük taneli olduğu gözlenmiştir. Örneğin; Nb ve V ile alaşımlandırılan TM çeliğinin ortalama tane boyutu 24.45 µm iken alaşımsız TM çeliğinin ortalama tane boyutu 26.33 µm çıkmıştır. Alaşım elementi ilavesi ile çökeltilerin tane boyutu büyümesini engelleyerek küçük taneli yapı elde edilmiştir. 15-30 ve 60 dakika mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulan TM çelik numunelerin mikroyapı resimleri Şekil 2, 3 ve 4'te verilmiştir. Mikroyapı resimlerinden mekanik alaşımlama yapılan alaşımsız TM çeliğinin daha büyük taneli olduğu ve mekanik alaşımlama yapılmış

mikroalaşımlı TM çeliklerde tane boyutunun giderek küçüldüğü anlaşılmaktadır. Buna nazaran yapıdaki perlit fazlarının birleşerek belli bir oranda büyüdüğü görülmektedir. Ayrıca mikroyapı resimlerinden anlaşılacağı üzere 15 dakika mekanik alaşımlı TM çeliklerdeki tane yapılarının, mekanik alaşımlama süresi 30 dakikaya çıkması ile tane boyutunun büyüdüğü görülmektedir. Bunu yanı sıra mekanik alaşımlama süresinin 60 dakikaya çıkması ile yapılardaki tane boyutunun iyice büyüdüğü görülmektedir.



Şekil 1. Mekanik alaşımlama uygulanmamış alaşımsız ve Nb-V TM çelik numunelerin mikroyapı resimleri (200 x-500 x) (a-Alaşım 1, b-Alaşım 2 ve c-Alaşım 3). (Microstructure drawings of non-mechanical alloying unalloyed and Nb-V TM steel samples (200 x-500 x) (a-Alloy 1, b-Alloy 2 and c-Alloy 3))



Şekil 2. 15 dk mekanik alaşımlama uygulanmış alaşımsız ve Nb-V TM çelik numunelerin mikroyapı resimleri (200 x-500 x) (a-Alaşım 1, b-Alaşım 2 ve c-Alaşım 3). (Microstructure drawings of 15 min applied mechanical alloying unalloyed and Nb-V TM steel samples (200 x-500 x) (a-Alloy 1, b-Alloy 2 and c-Alloy 3))



Şekil 3. 0 dk. mekanik alaşımlama uygulanmış alaşımsız ve Nb-V TM çelik numunelerin mikroyapı resimleri (200 x-500 x) (a-Alaşım 1, b-Alaşım 2 ve c-Alaşım 3). (Microstructure drawings of 30 min applied mechanical alloying unalloyed and Nb-V TM steel samples (200 x-500 x) (a-Alloy 1, b-Alloy 2 and c-Alloy 3))



Şekil 4. 60 dk mekanik alaşımlama uygulanmış alaşımsız ve Nb-V TM çelik numunelerin mikroyapı resimleri (200 x-500 x) (a-Alaşım 1, b-Alaşım 2 ve c-Alaşım 3). (Microstructure drawings of 60 min applied mechanical alloying unalloyed and Nb-V TM steel samples (200 x-500 x) (a-Alloy 1, b-Alloy 2 and c-Alloy 3)

#### 3.2. Mekanik Test Sonuçları (Mechanical Test Results)

TM ile üretilen alaşımsız ve Nb-V mikroalaşım çelik numunelerin çekme deneyi sonuçları Şekil 5'te verilmiştir. Tablo 2'de belirtildiği gibi karbon miktarları aynı olmasına rağmen içerisine Nb ve V eklemesi yapılan TM mikroalaşım çeliklerinin akma ve çekme dayanımının artışı net bir şekilde görülmektedir. TM metallerinin akma ve çekme dayanımlarının maksimum olduğu mekanik alaşımlama süresinin 15 dakika olduğu saptanmıştır. Mekanik alaşımlama süresinin 30 dakika ve üzeri sürelere çıkması ile akma ve çekme dayanımlarının düştüğü gözlemlenmiştir. Mekanik alaşımlama işleminin 30 dakika ve üzeri sürelere çıkması mikroalaşım elementlerinin tane sınırlarına büyümesini engelleyememesi mekanik özelliklerin düşmesinin vayılması, tane baslıca sebeplerindendir. Yapılan çalışmalarda [11] birkaç mikroalaşım elementinin alaşımın içerisinde bulunması farklı bileşimlerde karbür ve nitrürlerin oluşmasına neden olduğu gösterilmektedir. Oluşan bu çökeltiler dayanımı artırma adına çok daha etkin rol üstlenmektedir. Çökeltilerin oluşması ile katı ergiyik içerisinde serbest halde bulunan karbon ve azot miktarı azaldığı için dayanım artışına katı ergiyik sertleşmesinin etkisi düşmektedir. Bu nedenle (Nb-V) mikroalaşımlı TM çeliğinde dayanımın artmasının nedeni çelik içerisinde oluşan NbC, VC ve NbVC(N) çökeltilerin olduğu söylenebilir. Şekil 5 ve Tablo 4'den görüldüğü gibi genel olarak (Nb-V) oranı artıkça akma ve çekme dayanımında bir artış görülmüştür. Dayanım değerlerindeki bu değişme NbC(N) ve VC(N) gibi çökeltilerin oluşarak farklı boyutlarda matris içerisinde dağılmasının bir sonucu olarak ortaya çıkmaktadır [5,10,12].



Şekil 5. TM yöntemiyle üretilen numunelerin gerilme-uzama diyagramları, (a-Alaşım 1, b-Alaşım 2 ve c-Alaşım 3) (Stress-elongation diagrams of samples produced by TM method (a-Alloy 1, b-Alloy 2 and c-Alloy 3))

Tablo 4.	TM yöntemiyle	üretilen o	çelik num	unelerin	akma-çekme	dayanımlar	1, %	uzama	değerleri	(Yield-tensile
	strength of steel	samples pr	roduced by	TM met	thod, % elong	ation values)	)			

	Akme	Mak. Çekme	
	Dayanımı	Dayanımı	Uzama
Bileşen	(Mpa)	(Mpa)	(%)
0.25C+Fe	63	140	10
0.25C+0.05NbV+Fe	85	166	12.4
0.25C+0.1NbV+Fe	115	174	10
0.25C+Fe 15 dk. MA	86	150	10
0.25C+0.05NbV+Fe 15 dk. MA	93	180	13
0.25C+0.1NbV+Fe 15 dk. MA	121	205	19
0.25C+Fe 30 dk. MA	66	148	10
0.25C+0.05NbV+Fe 30 dk. MA	88	173	9
0.25C+0.1NbV+Fe 30 dk. MA	100	201	11
0.25C+Fe 60 dk. MA	55	134	9
0.25C+0.05NbV+Fe 60 dk. MA	83	151	7
0.25C+0.1NbV+Fe 60 dk. MA	91	166	6

#### 3.3. SEM ve EDS Analizi Sonuçları (The SEM and EDS Analysis Results)

15 dk mekanik alaşımlama yapılan TM numunelerin çekme deneyi sonrası X500 ve X5000'de kırık yüzey görüntüleri alınmıştır. Alınan kırık yüzey görüntüleri Şekil 6'da gösterilmiştir. TM çeliklerinin kırık yüzeyleri incelendiğinde çukurcukların yani petekli bir yapının olduğu görülmektedir. Mikroboşlukların birleşip büyümesi ile bu çukurcukların oluştuğu düşünülmektedir. Bu nedenle bu TM çeliklerinin sünek bir davranış sergilediği kırık yüzey görüntüsünden anlaşılmaktadır. Ayrıca kırık yüzeylerin kısmen sünek (petekli yapı) ve kısmen gevrek (ayrılma düzlemleri) davranış sergilediği gözlemlenmiştir. Yapılan SEM kırık yüzey analizlerinde gözeneklerin olduğu belirgin bir şekilde görülmektedir. Kırılmanın, bu gözeneklerin birleşip ilerlemesiyle gerçekleştiği saptanmıştır. Gevrek kırılmanın ağırlıklı olarak %1 Nb-V içeren mikroalaşımlı çelik numunelerde olduğu görülmektedir. Literatürde bu sonucu destekleyen çalışmalar mevcuttur. Alaşım miktarının artması ile gevrek kırılmanın gösteren ayrılma düzlemlerinin arttığı gözlenmiştir. Nitekim Erden, vd. [16] ve Gündüz vd. [24] yaptıkları çalışmalarda bu durumu tespit etmişlerdir [11-15, 23-29]. Ayrıca kırık yüzey resimlerinde görünen büyük boşlukların çekme testi sırasında kopma sırasında karbür ve nitrür çökeltilerin parçadan ayrılması sırasında oluşturduğu düşünülmektedir [15, 30].



Şekil 6. 15 dk mekanik alaşımsız ve Nb-V TM çelik numunelerin SEM kırık yüzey resimleri (500 x-5000 x) (a-Alaşım 1, b-Alaşım 2 ve c-Alaşım 3) (Fracture surfaces of nonalloyed and Nb-V microalloyed PM steels applied 15 min mechanical alloying (a-Alloy 1, b-Alloy 2 and c-Alloy 3))



Şekil 7. 15 dk mekanik alaşımlama yapılan Alaşım 3 numunesinin X5000 büyütmelerdeki SEM mikroyapı resimleri ve EDS sonuçları (SEM microstructures and EDS results of X5000 magnifications of Alloy 3 sample, which was mechanically alloyed for 15 min)

Şekil 7'de gösterilen nokta EDS sonuçları incelendiğinde Nb-V mikroalaşımlı çelikler incelendiğinde demir ve karbon içermesinden dolayı Fe<sub>3</sub>C çökeltilerinin, niyobyumun ve vanadyumun çelik içerisinde bulunması ile NbC(N) ve VC(N) çökeltilerinin oluştuğu yine SEM ve EDS incelemeleri ile tespit edilmiştir. Oluşan bu çökeltilerin çökelti serleşmesi ve tane boyutu küçültme gibi mukavemet arttırıcı mekanizmalar ile malzemenin dayanımını artırdığı belirtilmiştir [11-15, 23-29].

#### 4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Alaşımsız çelik ve iki farklı hacim oranına sahip (%0.05 ve %0.1 Nb-V) olan mikroalaşımlı TM çelik numuneler, farklı mekanik alaşımlama süreleri uygulanarak elde edilen tozların soğuk presleme ve ardından 1350 °C'de argon atmosferinde sinterleme işlemi uygulanarak üretilmiştir. Aşağıda sıralanan sonuçlar bu çalışmadan elde edilmiştir.

- 1. Nb-V mikroalaşımlı çelikler, alaşımsız çeliklere göre bütün alaşım oranlarında daha küçük taneli yapı sergilemişlerdir. Bu durum alaşım elementlerinin oluşturmuş olduğu karbür ve nitrürlerin tane büyümesini engellemesinden kaynaklanmaktadır.
- 2. Alaşımsız ve Nb-V mikroalaşımlı TM çeliklerinin sinterleme sonrası yoğunluklarının genel olarak %88 civarında olduğu görülmektedir.
- Maksimum akma ve çekme dayanımı 15 dakika yapılan mekanik alaşımlama ile sağlanmıştır.
   30 dakika ve 60 dakika yapılan mekanik alaşımlamalarda ise dayanımlarda düşüş görülmüştür.
- 4. Nb-V mikroalaşım çelikleri toz metalürjisi yöntemiyle üretilebilmektedir. Sinterleme sırasında veya sinterleme sonrası soğutma sırasında oluşan katı ergiyik sertleşmesi ve çökelti sertleşmesi çeliğin mukavemetini arttırmaktadır.
- 5. Nb-V ile mikroalaşımlandırılmış TM çeliklerinin EDS analizleri V, Nb C ve N elementlerini ve bu elementlerin oluşturmuş olduğu VC(N) ve NbC(N) gibi çökeltilerin demir matris içinde bulunduğunu ortaya çıkarmaktadır.

#### KAYNAKLAR (REFERENCES)

- Z. Çolak, Y. Ayan, N. Kahraman, Gerçek deniz ortamında su altı kaynağı ile birleştirilen Grade AH36 gemi sacının kaynak bölgesinin karakterizasyonu, Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 35(2): 786-775, 2019.
- 2. M. Günay, İ. Korkut, E. Aslan, U. Şeker, Experimental investigation of the effect of cutting tool rake angle on main cutting force, Journal of Materials Processing Technology, 166(1): 44-49, 2005.
- 3. M. A. Erden, S. Gündüz, U. Çalıgülü, M. Boz, Tozaltı kaynak yöntemi ile birleştirilen alaşımsız ve hardoks çeliklerin mikroyapı ve sertlik özelliklerinin araştırılması, Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 33(1): 221-226, 2018.

- 4. B. Özlü, M. Akgün, H. Demir, AA 6061 Alaşımının tornalanmasında kesme parametrelerinin yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisinin analizi ve optimizasyonu, Gazi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 5(2): 151-158, 2019.
- 5. T. Topateş, Mikroalaşımlı çeliklerin termomekanik işlemi sırasında değişen proses parametrelerinin mikroyapı ve mekanik özellikler üzerine etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye, 1995.
- 6. M. Türkmen, N. Katı, H. Kejanlı, and U. Çalıgülü (2020). Properties of P460-S355 submerged arc welds. Materials Testing: Vol. 62(1): 104-108, 2020.
- H. Demir, S. Gündüz, M. A. Erden, Influence of the heat treatment on the microstructure and machinability of AISI H13 hot work tool steel, The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 95 (5-8): 2951-2958, 2018.
- 8. Y. Kaya, S235JR ile S355JR yapı çeliklerinin özlü tel elektrotla mag kaynak yöntemiyle birleştirilebilirliğinin araştırılması, Politeknik Dergisi, 21(3): 602-597,2018.
- 9. A. Alzahougi M. Elitaş B. DEMİR, RSW junctions of advanced automotive sheet steel by using different electrode pressures, Engineering, Engineering, Technology & Applied Science Research, 8 (5): 3492-3495, 2018.
- 10.İ. Tekaüt, Plazma arkı ile kesim işlemlerinde kesme parametrelerinin malzemenin kesim yüzeyi kalitesine ve ısı tesiri altındaki bölge (ITAB) genişliğine etkisinin deneysel olarak araştırılması, Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 35(3): 1518-1509, 2020.
- 11.S. Gündüz, M. A. Erden, H. Karabulut, M. Türkmen, The effect of vanadium and titanium on mechanical properties of microalloyed PM steel, Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 55 (5-6): 277-287, 2016.
- 12.M.A. Erden, M. T. Taşçı, Toz metalürjisi ile üretilen Nb-V mikroalaşım çeliğine Ni ilavesinin mikroyapı ve mekanik özellikler üzerine etkisi, Politeknik Dergisi, 19(4): 611-616, 2016.
- 13.M. Türkmen, M.A. Erden, H. Karabulut, S. Gündüz, Effect of TiN addition on the microstructure and mechanical properties of PM steels, Technological Applied Sciences, 12(4): 178-184, 2017.
- 14.M.A. Erden, Effect of C content on microstructure and mechanical properties of Nb-V added microalloyed steel produced by powder metallurgy method, Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi, 5(9): 44-47, 2016.
- 15.D. Özdemirler, S. Gündüz, M. A. Erden, Influence of NbC addition on the sintering behaviour of medium carbon PM steels, Metals, 7 (4):121-132, 2017.
- 16.M.A. Erden, The effect of the sintering temperature and addition of niobium and vanadium on the microstructure and mechanical properties of microalloyed PM steels, Metals, 7: 329-345, 2017.
- 17.H. Karabulut, M. Türkmen, M.A. Erden, S. Gündüz, Effect of different current values on microstructure and mechanical properties of microalloyed steels joined by the submerged arc welding method. Metals, 6: 281-288, 2016.
- 18. Morrison, W.B., Overview of Microalloying in Steel. The Proceedings of the Vanitec Symposium, 25-35, Nov. 2000, Guilin.
- 19. M.A. Erden, Toz metalürjisi yöntemiyle üretilen mikroalaşım çeliklerinin mikroyapı mekanik özellik ilişkisinin araştırılması, Doktora Tezi, Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük, Türkiye, 2015.
- 20. S. Gündüz, H. Karabulut, M.A. Erden, M. Türkmen, Microstructural effects on fatigue behaviour of a forged medium carbon microalloyed steel, Materials Testing, 55(11-12): 865-870,2013.
- E. Tekin, API standardı petrol ve doğalgaz boruları çeliklerine genel bir bakış, Metalurji Dergisi, 162: 23-41, 2012.
- 22. M.Z. Mahmutoğlu, Niyobyum ve vanadyumlu bir boru hattı çeliğinde mikroyapı-mekanik özellik karakterizasyonu, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye, 2003.
- M. Türkmen, M.A. Erden, H. Karabulut, S. Gündüz, The effects of heat trearment on the microstructure and mechanical properties of Nb-V microalloyed powder metallugy steels, Acta Polonica A, 135(4): 834-836, 2019.
- 24. S. Gündüz, H. Karabulut, M. Türkmen, Effect of the addition niobium and aluminium on the microstructure and mechanical properties of the micro-alloyed PM steels, Materials and Technology, 50(5): 641–648, 2016.
- S., Barlak, B. Adalı, Ö. Çelikkıran, Toz metalurjisi ile üretilen Nb-V mikroalaşım çeliğine vanadyum ilavesinin mikroyapı mekaniksel özellikleri üzerine etkisi. Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi, 6(3): 636-629, 2018.

- 26. M.A. Erden, Toz metalürjisi ile üretilen çeliklerde nikel ilavesinin mikroyapı ve mekanik özellikler üzerine etkisinin araştırılması. Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji, 4(4): 245-241, 2016.
- 27. S. Erman, Toz metal çeliklerde mekanik alaşımlamanın mikroyapı ve mekanik özelliklere etkisinin araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük, Türkiye, 2019.
- 28. F. Demir, Mekanik alaşımlama yöntemi ile FeCrC takviyeli ni esaslı kompozit üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elâzığ, Türkiye, 2014.
- 29.C. Suryanarayana, E. Ivanov, V.V. Boldyrev, The science and thechology of mechanical alloying, Mater. Sci. Eng., A, 304-306:151-158, 2001.
- 30.D. Shanmugasundaram, R. Chandramouli, Tensile and impact behaviour of sinter-forged Cr, Ni and Mo alloyed PM steels, Mater. Des., 30: 3444–3449, 2009.