

POLİTEKNİK DERGİSİ JOURNAL of POLYTECHNIC





Çift Fazlı (a + M) Küresel Grafitli Dökme Demirlerde Martenzit Hacim Oranı-Mekanik Özellikler-Dislokasyon Yoğunluğu Arasındaki İlişkilerin Araştırılması

Investigation the correlations among Martensite Volume Fraction-Mechanical Properties-Dislocation Density in Dual Phase (a + M) Ductile Cast Irons

Yazar(lar) (Author(s)): Burak NALÇACI¹, Volkan KILIÇLI², Mehmet ERDOĞAN³

ORCID1: 0000-0002-3919-7061

ORCID2: 0000-0002-0456-5987

ORCID3: 0000-0003-4430-9360

<u>Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz(To cite to this article)</u>: Nalçacı B., Kılıçlı V. ve Erdoğan M., "Çift fazlı $(\alpha + M)$ küresel grafitli dökme demirlerde martenzit hacim oranı-mekanik özellikler-dislokasyon yoğunluğu arasındaki ilişkilerin araştırılması", *Politeknik Dergisi*, 25(3): 1225-1234, (2022).

Erişim linki (To link to this article): <u>http://dergipark.org.tr/politeknik/archive</u>

DOI: 10.2339/politeknik.870605

Çift Fazlı (α + M) Küresel Grafitli Dökme Demirlerde Martenzit Hacim Oranı-Mekanik Özellikler-Dislokasyon Yoğunluğu Arasındaki İlişkilerin Araştırılması

Investigation the Correlations Among Martensite Volume Fraction-Mechanical Properties-Dislocation Density in Dual Phase $(\alpha + M)$ Ductile Cast Irons

Önemli noktalar (Highlights)

- Cift Fazlı Küresel Grafitli Dökme Demirler(Dual-Phase Ductile Cast Irons)
- Faz Hacim Oranı-Dislokasyon Yoğınluğu Mekanik Özellikler (Phase Volume Fraction, Dislocation Density, Mechanical Properties)

Grafik Özet (Graphical Abstract)

Çift fazlı küresel grafitli dökme demirlerde ara kritik tavlama sıcaklığının etkileri araştırılmıştır./ Effects of intercritical austenitizing temperature in dual phase ductile cast iron were investigated.



Şekil 1. Dislokasyon yoğunluğu ve faz hacim oranları arasındaki ilişkiler / **Figure 1.** Correlations between dislocation density and phase volume fractions

Amaç (Aim)

Çift fazlı KGDD'de arakritik östenitleme sıcaklığının mikroyapı, mekanik özellikler ve dislokasyon yoğunluğu üzerinde etklerini incelemek amaçlanmıştır. It is aimed to investigate effects of intercritical austenitizing temperatures on microstructure, mechanical properties, and dislocation density in dual phase ductile cast iron. (DP-DCI)

Tasarım ve Yöntem (Design & Methodology)

Isıl işlem, görüntü analiz programı, mekanik testler, W-H eşitliği, SEM, XRD/ Heat Treatment, Image analysis software, mechanical tests, W-H equation, SEM, XRD.

Özgünlük (Originality)

Yapı özellik ilişkisinin incelenmesi/ Investigation of structure-property relation.

Bulgular (Findings)

Ara kritik sıcaklığa bağlı olarak faz hacim oranında, kırılma modunda, mekanik özelliklerde ve dislokasyon yoğunluğunda değişim. / Changes in the phase volume fraction, fracture mode, mechanical properties and dislocation density depending on the intercritical austenizing temperatures.

Sonuç (Conclusion)

Ara kritik östenitleme sıcaklığı malzeme özelliklerinde doğrudan etkilidir. / Intercritical partial austenitizing temperature directly affects properties of material.

Etik Standartların Beyanı (Declaration of Ethical Standards)

Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler. / The author(s) of this article declare that the materials and methods used in this study do not require ethical committee permission and/or legal-special permission.

Çift Fazlı (α + M) Küresel Grafitli Dökme Demirlerde Martenzit Hacim Oranı-Mekanik Özellikler-Dislokasyon Yoğunluğu Arasındaki İlişkilerin İncelenmesi

Araştırma Makalesi/Research Article Burak NALÇACI*, Volkan KILIÇLI, Mehmet ERDOĞAN

Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 06560, Teknikokullar, Ankara, Türkiye (Geliş/Received : 29.01.2021 ; Kabul/Accepted : 20.05.2021 ; Erken Görünüm/Early View : 01.06.2021)

ÖΖ

Bu çalışmada, çift fazlı (α+M) küresel grafitli dökme demirlerde (ÇF-KGDD) martenzit hacim oranı-mekanik özelliklerdislokasyon yoğunluğu arasındaki ilişkiler incelenmiştir. Farklı faz hacim oranlarında martenzit ve ötektoid öncesi ferritten oluşan çift fazlı mikroyapılar 770°C, 775°C ve 780°C ara kritik kısmi östenitleme sıcaklıklarından oda sıcaklığındaki suda soğutularak üretilmiştir. Mikroyapı karakterizasyon çalışmaları optik mikroskop, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve X-Işını kırınım (XRD) analizi teknikleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Mekanik özelliklerin belirlenmesi için çekme ve sertlik testleri yapılmıştır. Dislokasyon yoğunluğu XRD desenlerinden faydalanılarak Williamson-Hall (W-H) eşitliği ile hesaplanmıştır. Artan arakritik östenitleme sıcaklığıyla martenzit hacim oranı ve dislokasyon yoğunluğunun arttığı belirlenmiştir. Martenzit hacim oranı arttıkça sertlik, akma ve çekme dayanımı arttığı, toplam % uzama azaldığı ve kırılma modunun sünekten-gevreğe geçtiği gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Çift fazlı küresel grafitli dökme demir (ÇF-KGDD), arakritik östenitleme sıcaklığı, martenzit hacim oranı, mekanik özellikler, dislokasyon yoğunluğu.

Investigation of Correlations among Martensite Volume Fraction-Mechanical Properties-Dislocation Density in Dual Phase ($\alpha + M$) Ductile Cast Irons

ABSTRACT

In this study, the correlations among martensite volume fraction-mechanical properties-dislocation density was investigated in dual-phase (α +M) ductile cast irons (DP-DCI). Dual-phase microstructures consisting of martensite and proeutectoid ferrite in different phase volume fractions were produced by cooling in the water at room temperature from 770°C, 775°C, and 780°C intercritical austenitizing temperatures. Microstructure characterization studies were performed using an optical microscope, scanning electron microscope (SEM), and X-ray diffraction (XRD) analysis techniques. Tensile and hardness tests have been conducted to determine the mechanical properties. Dislocation density was calculated via Williamson-Hall (W-H) equation by using XRD patterns. It was determined martensite volume fraction and dislocation density enhanced with increasing intercritical austenitizing temperature. As the martensite volume fraction increased, that the hardness, yield, and tensile strength increased, the total % elongation decreased and the fracture mode changed from ductile to brittle were observed.

Keywords: Dual phase ductile cast iron (DP-DCI), intercritical austenization temperature, martensite volume fraction, mechanical properties, dislocation density.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Küresel grafitli dökme demirler (KGDD) düşük üretim maliyetleri, yüksek dayanım ve süneklik kombinasyonları, işlenebilirlik kabiliyetleri, çeliklere göre düşük yoğunlukları, düşük üretim maliyetleri gibi avantajlarıyla ilgi çekici konumdadırlar [1–3]. Çift fazlı küresel grafitli dökme demirlerin (ÇF-KGDD) kontrol edilebilir farklı dayanım ve süneklik seçenekleri sunmaları, son yıllarda araştırmacıların dikkatini çekmiştir [4–7]. Ötektoid öncesi ferrit+martenzit mikroyapısına sahip ÇF-KGDD'ler Fe-C-Si faz diyagramında Ac₁ ve üst kritik sıcaklık arasında kalan $\gamma+\alpha+G$ bölgesinde [8–10] kısmi östenitleme ardından hızlı soğutularak, bu bölgede oluşan östenitin martenzite dönüşümünün sağlanması ile elde edilmektedirler [11,12]. Levye kuralı gereği, ara kritik sıcaklığa bağlı olarak ötektoid öncesi ferrit, östenit hacim oranları ve östenitin karbon içeriği değişime uğramaktadır [13–15]. Düşük östenitleme sıcaklığında östenitin çözündürdüğü karbon miktarı ve östenitin kararlılığı azalırken dönüşüm için gerekli itici güç (driving force) artar [16,17]. Uygulanacak ısıl işlem prosesine bağlı olarak artan itici gücün, östenitin dönüşüm ürünlerinin türlerine miktarına ve morfolojilerine etki ettiği bilinmektedir [16,17]. Araştırmacılar, ara kritik kısmi östenitleme sıcaklık ve

^{*}Sorumlu Yazar (Corresponding Author)

e-posta : buraknalcaci@gazi.edu.tr

süresi dikkate alınarak faz hacim oranlarının kontrol edilebildiğini ve mekanik özellikler üzerinde oldukça etkili olduğunu belirlemişlerdir [6]. Çift fazlı östemperlenmiş küresel grafitli dökme demirlerde (ÖKGDD) çekme kırılması üzerinde farklı faz hacim oranlarının etkili olduğu önceki çalışmalarda ifade edilmistir [13,18]. Ara kritik sıcaklıkla birlikte östenitin cözündürdüğü karbon miktarındaki artıs östenitin difüzyonsuz dönüşüm ürünü olan martenzitin karbon içeriğini doğrudan etkilemektedir. Birim kafeste daha fazla karbon atomunun ara yer olarak çözünmesi hacim merkezli tetragonal (HMT) yapıda c-kafes parametresini HMT etkilemektedir [19]. yapıda c-kafes parametresindeki artışın kristal kafeste gerinim ve dislokasyon yoğunluğunu artırması beklenmektedir.

Dislokasyon olarak tanımlanan çizgisel boyuttaki atomik diziliş hatalarının birim hacim başına toplam uzunluğu dislokasyon yoğunluğunu ifade etmektedir [20,21]. Önceki çalışmalarda malzemelerdeki faz hacim [22] ve Bu çalışmada çift fazlı KGDD'lerde martenzit hacim oranı, mekanik özellikler ve dislokasyon yoğunluğu arasındaki ilişkileri ortaya çıkarmak farklı ara kritik kısmi östenitleme işlemini takiben suda hızlı soğutma gerçekleştirilmiştir. Üretilen numunelerin detaylı Karakterizasyonu, optik, elektron mikroskobu, XRD analizi ve mekanik test yöntemleriyle gerçekleştirilmiştir.

2. MALZEME VE YÖNTEM (MATERIAL and METHOD)

2.1 Malzeme (Material)

Deneysel çalışmalarda Çizelge 1'de kimyasal kompozisyonu verilen alaşımlı küresel grafitli dökme demir kullanılmıştır. Dökümler ASTM A536'ya uygun olarak hazırlanan Y blok yaş kum kalıplara dökülerek elde edilmiştir. Deneysel çalışmalarda Y bloğun alt bölgesinden 25 mm kalınlığında kesilen parçalar

Çizelge 1. Deneysel çalışmalarda kullanılan alaşımlı küresel grafitli dökme demirin kimyasal kompozisyonu (ağırlıkça-%) (Table 1. The chemical composition of the alloyed ductile iron used in the experimental studies (weight-%)

С	Si	Mn	Р	S	Mg	Cr	Ni	Мо	Cu	Al	Ti	Fe
3,52	3,195	0,403	0,02	0,014	0,042	0,032	1,341	0,222	0,6065	0,19	0,011	Kalan

deformasyon oranlarına [23,24] göre dislokasyon yoğunluğunun değiştiği ve bu durumun malzemenin mekanik [25] ve fiziksel özellikleri[26] üzerinde etkili olduğu belirtilmiştir. Machi ve arkadaşları ve Vershinina ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmalarda martenzit dönüşümünün dislokasyon yoğunluğunda birkaç kat artış oluşturduğunu bildirilmişlerdir [22,27].

Dislokasyon yoğunluğunun belirlenmesinde geçirimli elektron mikroskobu (TEM), X-ışını ve nötron difraksiyonu başlıca kullanılan yöntemlerdir [23,27]. TEM ile dislokasyon yoğunluğu belirlenmesinde numune hazırlama işleminin zorluğu, folyo elde edilme sürecindeki hazırlık işlemlerinin yüzeydeki dislokasyon yoğunluklarına etki edebilirliği, çalışma alanın çok küçük gibi unsurlar dezavantajları olması oluşturmaktadır. X-ışını difraksiyonu (XRD) ile yapılan çalışmalarda daha geniş yüzey alanında hesaplamaların yapılabilir olması, daha kolay numune hazırlama islemleri bu yöntemi öne cıkarmaktadır [23,27,28]. XRD yöntemiyle dislokasyon yoğunluğunun hesaplanması çizgilerinin difraksiyon değismesine vani pik genişliğindeki farklılığın hesaplanmasına dayanmaktadır. Pik genişliğinde ve şiddetindeki farklılıkları, başlıca dislokasyon yoğunluğu olmak üzere, istif hatası enerjisi, kristal boyutu ve kafes gerinimi etkilemektedir [20,23]. Bu çalışmada yukarıda belirtilen dislokasyon avantajlarından dolayı yoğunluğu hesaplanmasında XRD analizinden yararlanılmış ve Williamson-Hall (W-H) eşitliği kullanılmıştır. W-H eşitliği ile dislokasyon yoğunluğu hesaplamaları birçok araştırmacı tarafından uzun zamandır kullanılmaktadır [29–32].

kullanılmıştır (Şekil 1)



Şekil 1. Ölçüleriyle birlikte Y blok ve çekme numunesinin şematik görünümü(ölçüler mm) (Fig. 1 The schematic representation of Y block and tensile test sample with dimensions.)

2.2 Isıl İşlem (Heat Treatment)

Isıl işlem süresince arakritik kısmi östenitleme sıcaklığını takip edebilmek amacıyla K tipi ısıl çift, numunelerin ortasına nokta direnç kaynağı ile kaynaklanmıştır. Isıl çift tellerinin birbirine teması, Al₂O₃ seramik kılıflarla engellenmiştir. Heraeus marka elektrik direnci ile çalışan atmosfer kontrolü olmayan bir firinda numuneler 770 °C, 775°C ve 780°C'lerde 20 dk östenitlemenin ardından oda sıcaklığındaki suda soğutularak üretilmiştir. Ac1 sıcaklığı 765 °C ise üst kritik sıcaklık (785 °C) (suda soğutma sonrası ötektoid ferritin görülmediği sicaklik) öncesi olarak belirlenmiştir. Uygulanan ısıl işlemlerin özeti Şekil 2'de verilmektedir.



Şekil 2. Uygulanan ısıl işlemlerin özeti. (Fig. 2. Summary of heat treatments carried out.)

2.3Metalografik Çalışmalar (Metallographic Studies)

Isıl işlem uygulanan numunelerde dekarbürüzasyon etkisini kaldırmak için az 1 mm kalınlıktaki tabaka yüzeyden taşlanarak uzaklaştırılmıştır. Numuneler standart metalografik yöntemlerle (Zımpara $120\#\rightarrow320\#\rightarrow600\#\rightarrow800\#\rightarrow1200\#$ +Polisaj 6 μ m \rightarrow 3 μ m \rightarrow 1 μ m) hazırlandıktan sonra % 2 Nital (%2 HNO₃ + %98 CH₃OH) çözeltisiyle dağlanmıştır.

Metalografik incelemelerde Leica DFC 320 dijital kamera bağlantılı Leica DM 4000M optik mikroskop kullanılmıştır.

Faz hacim oranlarının hesaplanmasında Eşitlik 1' de verilen nokta sayım metodu kullanılmıştır. 100 büyütmede 10 ayrı bölgeden çekilen mikroyapı resimleri üzerinden martenzit hacim oranı ölçümü gerçekleştirilmiştir.

$$V_{faz} = \frac{P_{faz}}{P_T} \tag{1}$$

Burada; V_{faz} : faz hacim oranı, P_{faz} : faza isabet eden nokta sayısı ve P_T : toplam nokta sayısını ifade etmektedir.

2.4 XRD Analizi (XRD Analysis)

Yüzey pürüzlülüğünün XRD desenlerine etkisi sebebiyle [33] analiz öncesi tüm numuneler yukarıda bahsedildiği gibi standart metalografik yöntemlerle hazırlanmıştır.

XRD desenleri Bruker D8 Advance XRD cihazı kullanılarak elde edilmiştir. X-ışını kaynağı olarak monokromatik CuK α ışını (λ = 1.54056 A°) kullanılmış 40 kV ve 40mA'da desenler elde edilmiştir. Numuneler 20 40-100° aralığında 0,02 tarama hızında taranmıştır. Dislokasyon yoğunluğu (110), (200), (200) ve (211) pikleri kullanılarak, Eşitlik 2'de verilen W-H denklemiyle hesaplanmıştır [34].

$$\frac{\Delta 2\theta x \cos\theta}{\lambda} = \frac{0.9}{D} + 2\mathcal{E}\frac{\sin\theta}{\lambda}$$
(2)

Burada; λ : X-Işını dalga boyu (λ = 1.54056 A°), D: kristal boyutu, ε : kafes gerinimi, θ : kırınım açısı, $\Delta 2\theta$: pik yarı

yükseliğindeki tam genişlik (FWHM) olarak ifade edilmiştir.

Eşitlik 3'teki hesaplamalarda [35] kafes gerinimi ve kristal boyutu W-H eğrisinden elde edilmektedir.

$$\rho = \frac{2\sqrt{3}\mathcal{E}}{Db} \tag{3}$$

Burada ρ dislokasyon yoğunluğunu, b burgers vektör değerini (ferrit için 0,258 nm [27], martenzit için 0,252 nm [28]) ifade etmektedir. XRD analiziyle ferrit ve martenzit ayrımı gerçekleştirilmesi olağan olmadığı için burgers vektör değeri ortalama değer olan 0,255 nm olarak alınmıştır.

2.5 Mekanik Testler (Mechanical Tests)

2.5.1 Çekme testi (Tensile test)

Isıl işlem sonrası dekarbürize tabaka tornalama ile uzaklaştırıldıktan sonra çekme test numuneleri ASTM E 8M standardına göre işlenmiştir (Şekil 1). Çekme testi MARES marka 5 ton çekme ve basma kapasitesine sahip universal test cihazında, oda sıcaklığında, 1 mm/dk hızda gerçekleştirilmiştir. Her ısıl işlem grubundan 3 numune çekme deneyine tabi tutulmuş ve deney sonuçlarının ortalaması alınmıştır.

2.5.2 Sertlik testi (Hardness Test)

Makro sertlik ölçümleri Instron-Wolpert DIATESTOR 7551 model sertlik ölçüm cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerde Vickers (5 kgf yük) yöntemi kullanılmıştır. Aynı numune için 5 farklı noktadan ölçülen sertlik değerlerinin ortalaması alınmıştır.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

3.1 Mikroyapılar (Microstructures)

Dökülmüş koşullardaki alaşımlı KGDD, ferrit + perlit yapıdan oluşmaktadır (Şekil 3). Matris yapıyı perlitin oluşturduğu, grafitlerin çevresinin ferrit tarafından kuşatılan dana gözü olarak adlandırılan tipik yapıyı yansıttığı gözlemlenmektedir



Şekil 3. Dökülmüş koşullardaki KGDD'in mikroyapısı (Figure 1. Microstructure of ductile iron in as-cast condition.)

Farklı ara kritik sıcaklıklarda kısmi östenitlemeyi takiben su verme ısıl işlemi sonrası oluşan ÇF-KGDD numunelerin mikroyapıları Şekil 4'te verilmiştir. Mikroyapılarda açık renkli bölgeler ötektoid öncesi ferriti, kahverengi kısımlar martenziti, siyah küresel kısımlar grafiti göstermektedir. Levye kuralı gereği olarak artan ara kritik kısmi östenitleme sıcaklıkları ile birlikte östenit (su verme sonrası oda sıcaklığında martenzit) faz hacim oranı ve karbon içeriği artarken, ötektoid öncesi ferrit hacim oranı azalmıştır (Şekil 4.a-c ve Çizelge 2). Bilindiği üzere martenzitin sertliği ve tetragonalite düzeyi içerdiği karbon miktarı arttıkça artmaktadır. Bu sonuçlar mevcut literatür ile uyumluluk göstermektedir. [36,37].

Martenzit faz dönüşümü iç kimyasal kuvvetlere karşı kristal bir katının anlık plastik deformasyonu olarak

ifade edilmektedir. Kafese etki eden bu kuvvet dislokasyon oluşumuna neden olmaktadır [38]. Martenzitik dönüşüm doğası gereği hacimce büyümeyi gerektirir. Hacimce büyüme düzeyi karbon içeriği ile paralellik göstermektedir. Bu durumda deformasyon



Şekil 4. a) 770°C, b) 775 °C ve c) 780 °C ara kritik kısmi östenitleme sıcaklıklarından suda soğutulmuş numunelerin mikroyapıları. (Fig. 4. The microstructures of the samples that were intercritically austenitized and then water quenched from; a) 770°C, b) 775 °C, and c) 780 °C).

770, 775, 780 °C ara kritik kısmi östenitleme sıcaklıklarından suda soğutulmuş numunelerin XRD desenleri Şekil 5'de verilmiştir. Artan ara kritik kısmi östenitleme sıcaklıkları ile birlikte pik genişliklerinde artış pik şiddetlerinde ise azalma gözlemlenmiştir. Artan pik genişliğiyle birlikte yarı pik yüksekliği genişliği de (FWHM) artmaktadır. W-H eşitliği (Eş.2) dikkate alındığında bu durum doğrudan ortalama tane boyutuna ve kristal kafes gerinime etki etmektedir. düzeyinde artışın dislokasyon yoğunluğunda artış oluşturması olağandır. Mevcut çalışmada artan kısmi östenitleme sıcaklıkları ile birlikte martenzit hacim oranında, sertlikte ve dislokasyon yoğunluğunda artış gerçekleştiği belirlenmiştir[27,22] (Şekil 6 ve Çizelge 2). Ayrıca martenzit karbon içeriğindeki artışın yukarıda bahsedilen kristal kafes gerinimi dolayısıyla XRD desenlerini (pik genişliği, şiddeti) etkilemesi beklenir.



Şekil 5. a) 770°C, b) 775 °C ve c) 780 °C ara kritik kısmi östenitleme sıcaklıklarından suda soğutulmuş numunelerin XRD desenleri. (Fig. 5. The XRD patterns of the samples that intercritically austenitized and then water quenched from; a) 770°C, b) 775 °C, and c) 780 °C.)

Çizelge 2. Numunelerin faz hacim oranları ve dislokasyon yoğunlukları. (Table 2. The phase volume fractions and dislocation densities of the samples.)

Numune Kodu*	Grafit Hacim Oranı (%)	Martenzit Hacim Oranı (%)	Ötektoid Öncesi Ferrit Hacim Oranı (%)	Dislokasyon Yoğunluğu (m/m ³)
Dökülmüş halde	13,4	80,1#	6,5	-
770	13,3	22,9	63,8	5,86x10 ¹⁴
775	12,7	35,4	51,9	8,09 x10 ¹⁴
780	13,8	69,2	17	1,09 x10 ¹⁵

*Numuneler kısmi östenitleme sıcaklıklarına göre kodlanmıştır. [#]Perlit hacim oranı



Şekil 6. Ara kritik kısmi östenitleme sıcaklığı ile ötektoid öncesi ferrit hacim oranı, martenzit hacim oranı ve dislokasyon yoğunluğu ilişkisi. (Fig. 6. The relationships among intercritical partial austenitizing temperatures and the volume fraction of martensite, proeutectoid-ferrite and dislocation density)

3.2. Mekanik Özellikler (Mechanical Properties)

ÇF-KGDD numunelerin çekme dayanımı, toplam uzama ve makro sertlik ölçüm değerleri Şekil 7 ve Çizelge 3'te verilmiştir.

ÇF-KGDD numulerde, hem akma dayanımın hem de çekme dayanımının artan martenzit hacim oranı ile arttığı görülmektedir (Şekil 7 ve Çizelge 3). Bu sonuç, martenzit hacim oranı ile çekme ve akma dayanımı arasında doğrusal bir ilişkiye işaret eden mevcut literatür ile uyumluk göstermektedir [39–41]. Ötektoid öncesi ferrit hacim oranının artmasıyla hem üniform hem de toplam uzama artmıştır. (Çizelge 3). ÇF-KGDD'lerde sünekliğin ötektoid öncesi ferrit hacim oranına karşı çok hassas olduğu görülmektedir.

Artan arakritik kısmi östenitleme sıcaklığı ile birlikte martenzit hacim oranı ve dislokasyon yoğunluğundaki artışa paralel olarak çekme ve akma dayanımıyla birlikte sertlik artarken süneklik ise azalmıştır (Şekil 7 ve Şekil 8). Sonuçlar mevcut literatürle aynı doğrultudadır [39– 41].



Şekil 7. Martenzit hacim oranı ve mekanik özellikler arasındaki ilişki. (Fig. 7. The correlation between martensite volume fraction and mechanical properties)



Şekil 8. Dislokasyon yoğunluğu ve mekanik özellikleri arasındaki ilişki. (Fig. 8. The relationship between dislocation density and mechanical properties)

Numune Kodu	%0,2 Akma Dayanımı (MPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	Uniform Uzama (%)	Toplam Uzama (%)	Sertlik (HV 5)
Dökülmüş halde	252	393,4	15,8	20,2	170
770	459,7	670,8	4,3	5,6	198
775	573	771,9	2,3	4,2	253
780	688	864,5	0,8	2,5	350

Çizelge 3. Numunelerin mekanik özellikleri. (Table 3. Mechanical properties of the samples).

ÇF-KGDD numunelerin çekme testi sonrası kırık yüzey SEM mikrografları Şekil 9'da verilmiştir. Literatürde bahsedildiği gibi küresel grafit dökme demirlerin oda sıcaklığında statik yük altında tek eksenli deformasyonu sonucu meydana gelen sünek kırılma, mikro boşlukların çekirdeklenmesini, büyümesini ve bir araya gelmesini kapsamaktadır [8]. Benzer durum test edilen numuneler içerisinde en fazla süneklik sergileyen, en yüksek ötektoid öncesi ferrit(%63.8) ve en düşük martenzit hacim oranına (%22.9) sahip olan 770 °C'den su da soğutulmuş numunede kısmi olarak gözlemlenmiştir (Şekil 9.a). Bu numunede diğer numunelere göre daha fazla sünek kırılma izleri (mikro çukurlar) görülmektedir.

775 °C'den su verilmiş % 51,9 martenzit hacim oranına sahip numunede ise hem gevrek hem sünek kırılma izleri (klivaj+mikro çukurlar) tespit edilmiştir (Şekil 9.b).

Martenzit hacim oranının en yüksek olduğu (% 69,2) 780 °C'den su verilmiş numunede baskın kırılma modu olarak gevrek kırılma izleri (klivaj kırılma) belirlenmiştir (Şekil 9.c) .Martenzitin düşük deformasyon kabiliyeti, gevrek kırılmaya yatkınlığı iyi bilinmektedir. Numunelerin kırılma mikrografları ile mekanik test sonuçları uyumluluk göstermiştir.



Şekil 9. a) 770°C, b) 775°C ve c) 780°C ara kritik kısmi östenitleme sıcaklıklarından suda soğutulmuş numunelerin çekme testi sonrası kırık yüzeylerinin SEM mikrografileri. (Fig. 9. The SEM micrographs of the tensile fracture samples that intercritically austenitized at a) 770°C, b) 775°C, and c) 780°C. and then water quenched.

Bu çalışmada elde edilen çekme dayanımı ve toplam % uzama değerlerinin ASTM A536 ve A897 standartlarında belirtilen KGDD'ler ile karşılaştırılması Şekil 10'da verilmiştir. Ötektoid öncesi ferrit +martenzitik mikroyapıya sahip ÇF-KGDD'lerin çekme dayanımı ASTM A536'da verilen ferritik+perlitik sınıf

KGDD'lerden daha yüksek iken süneklik değerleri daha sınırlıdır. ÇF-KGDD'ler ASTM A897'de verilen ÖKGDD'ler ile karşılaştırıldığında ÇF-KGDD'ler benzer süneklik değerleri sağlarken, daha düşük çekme çekme dayanımı sergilemişlerdir. Arzu edilen dayanımı+süneklik kombinasyonu martenzit ve ötektoid öncesi ferrit hacim oranlarının kontrolüyle sağlanabileceği düşünülmektedir.

- 3- Artan martenzit hacim oranına bağlı olarak akma, çekme dayanımı ve dislokasyon yoğunluğu artarken toplam % uzama ise azalmaktadır.
- 4- Artan martenzit hacim oranı ve azalan ötektoid öncesi ferrit hacim oranı nedeniyle sünek kırılma modundan gevrek kırılma olan klivaj kırılma moduna geçiş gerçekleşmektedir.
- 5- Malzemedeki dislokasyon yoğunluğunun, yapısal değişikliklerin çok küçük ısıl işlem değişikliklerine(maks. 10 °C) karşı oldukça hassas olduğu ve mekanik özellikleri doğrudan etkilediği tespit edilmiştir.



Şekil 10. Bu çalışmada elde edilen mekanik özelliklerin ASTM A897 ve ASTM A536 standartları ile karşılaştırılması. (Figure 10. The comparison of the mechanical properties acquired in the present study with ASTM A879 and ASTM A536 standards.)

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada alaşımlı bir küresel grafitli dökme demirde farklı ara kritik kısmi östenitleme sıcaklıklarından (770°C, 775 °C ve 780 °C) suda soğutma ısıl işleminin mikroyapı-mekanik özellikler-dislokasyon yoğunluğu ilişkileri incelenmiş, aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

- 1- Farklı ara kritik kısmi östenitleme sıcaklıklarından suda soğutma ile farklı hacim oranlarında martenzit ve ötektoid öncesi ferritten oluşan çift fazlı küresel grafitli dökme demir yapıları elde edilebilmektedir.
- 2- Ara kritik kısmi östenitleme sıcaklığı arttıkça martenzit hacim oranı artarken ötektoid öncesi ferrit hacim oranı azalmaktadır.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Çalışmamızın gerçekleştirilmesinde kullanmış olduğumuz alt yapı ve laboratuvar imkânlarının kurulmasını sağlayan Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri birimine (GÜBAP 07/2013-01 ve 07/2019-19) teşekkür ederiz.

ETİK STANDARTLARIN BEYANI (DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)

Yazalar bu çalışmada herhangi bir etik kurul izni gerekmediğini beyan ederler.

YAZAR KATKILARI (AUTHORS' CONTRIBUTIONS)

Burak NALÇACI: SEM çalışmaları, XRD çalışmaları, matematiksel hesaplamaların gerçekleştirilmesi, makalenin yazımı, düzenlenmesi, grafiklerin oluşturulması.

Volkan KILIÇLI: Isıl işlemlerin gerçekleştirilmesi, mekanik testlerin yapılması, mikroyapı çalışmaların gerçekleştirilmesi, makale düzenlenmesinde katkı sağlanması.

Mehmet ERDOGAN: Makalenin düzeltilmesi, yazım metnine katkıda bulunulması, 07/2019-19 proje desteği.

ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Bu çalışmada herhangi bir çıkar çatışması yoktur.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Podgornik B, Vizintin J, Thorbjornsson I, Johannesson B, Thorgrimsson JT, Martinez Celis M, et al, "Improvement of ductile iron wear resistance through local surface reinforcement," *Wear*, 274–275: 267–273, (2012).
- [2] Khameneh MJ, Azadi M, "Evaluation of high-cycle bending fatigue and fracture behaviors in EN-GJS700-2 ductile cast iron of crankshafts," *Eng. Fail. Analysis*, 85: 189–200, (2018).
- [3] Melado AC, Nishikawa AS, Goldenstein H, Giles MA, Reed PAS, "Effect of microstructure on fatigue behaviour of advanced high strength ductile cast iron produced by quenching and partitioning process," *Int. J. Fatigue*, 104: 397–407, (2017).
- [4] Erdogan M, Kilicli V, Demir B, "The Influence of Austenite Dispersion on Phase Transformation during Austempering in Ductile Cast Iron with Dual Matrix Structure", International Journal of Materials Research, 99(7): 751-760, (2008).
- [5] Uyar A., Sahin O., Nalcaci B., Kilicli V., "Effect of Austempering Times on Microstructures and Mechanical Properties of Dual-Matrix Structure Austempered Ductile Iron (DMS-ADI)", *International Journal of Metalcasting*, In Press, 2021.
- [6] Ovali I, Kilicli V, Erdogan M, "Effect of microstructure on fatigue strength of intercritically austenitized and austempered ductile irons with dual matrix structures," *ISIJ Int.*, 53(2): 375–381, (2013).
- [7] Kilicli V, Erdogan M, "Tensile properties of partially austenitised and austempered ductile irons with dual matrix structures," *Mater. Sci. Technol.*,22(8): 919–928, (2006).
- [8] Basso A, Sikora J, Martínez R, "Analysis of mechanical properties and its associated fracture surfaces in dualphase austempered ductile iron," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 36(7): 650–659, (2013).
- [9] Basso A, Caldera M, Massone J, "Development of high silicon dual phase austempered ductile iron," *ISIJ Int.*, 55(5): 1106–1113, (2015).
- [10] Murcia SC, Paniagua MA, Ossa EA, "Development of as-cast dual matrix structure (DMS) ductile iron," *Mater. Sci. Eng. A*, 566: 8–15, (2013).
- [11] Sahin Y, Erdogan M, Cerah M, "Effect of martensite volume fraction and tempering time on abrasive wear of ferritic ductile iron with dual matrix," *Wear*, vol. 265(1– 2): 196–202, (2008).

- [12] Kilicli V, Erdogan M, "The strain-hardening behavior of partially austenitized and the austempered ductile irons with dual matrix structures," *J. Mater. Eng. Perform.*, 17(2): 240–249, (2008).
- [13] Soliman M, Nofal A, Palkowski H, "Effect of Thermomechanical Processing on Structure and Properties of Dual-Phase Matrix ADI with Different Si-Contents," *Int. J. Met.*, 14(3): 853–860, (2020).
- [14] Basso A, Caldera M, Chapetti M, Sikora J, "Mechanical characterization of dual phase austempered ductile iron," *ISIJ Int.*, 50(2): 302–306, (2010).
- [15] Vázquez-Gómez O, Barrera-Godínez JA, Vergara-Hernández HJ, "Kinetic study of austenite formation during continuous heating of unalloyed ductile iron," *Int. J. Miner. Metall. Mater.*, 22(1): 27–31, (2015).
- [16] Elliot R, Cast Iron Technology, Butterwort. London, (1988).
- [17] Bahmani M, Elliott R, Varahram N. The austempering kinetics and mechanical properties of an austempered Cu-Ni-Mo-Mn alloyed ductile iron. *J. Mater. Sci.*, 32(47): 83–91, (1997).
- [18] Kilicli V, Erdogan M, "The nature of the tensile fracture in austempered ductile iron with dual matrix microstructure," *J. Mater. Eng. Perform.*, 19(1): 142– 149, (2010).
- [19] Xiao L, Zhong F,Zhang J,Zhang M,Zhang, M,Kang M, Guo Z."Lattice parameter variation with carbon content of martensite" *Phys. Rev. B*., 52(14): 9970-9978, (1995).
- [20] Akl AA, Hassanien AS, "Microstructure characterization of Al-Mg alloys by X-ray diffraction line profile analysis," *Int. J. Adv. Res.*, 2(11): 1–9, (2014).
- [21] Bilgin V, Kose S, Atay F, Akyuz I, "The effect of substrate temperature on the structural and some physical properties of ultrasonically sprayed CdS films," *Mater. Chem. Phys.*, 94(1): 103–108, (2005).
- [22] Macchi J, Gaudez S, Geandier G, Teixeira J, Denis S, Bonnet F, et al., "Dislocation densities in a low-carbon steel during martensite transformation determined by in situ high energy X-Ray diffraction," *Mater. Sci. Eng. A*, 800:140249-57, (2021).
- [23] Sousa TG, Diniz SB, Pinto AL, Brandao LP, "Dislocation density by X-ray diffraction in α brass deformed by rolling and ECAE," *Mater. Res.*, 18: 246–249, (2015).
- [24] Varel G, Güral A, "Eş Kanallı Açısal Presleme ve Toz Metalurjisi Yöntemiyle İşlenmiş Elementel Tozlardan Yaşlandırılabilir Al - % 4Cu Alaşımların Üretimi Üzerine Bir Çalışma," *Journal of Polytehnic*, 19(3): 333–341, (2016).
- [25] Niu G, Tang Q, Zurob HS, Wu H, Xu L, Gong N, "Strong and ductile steel via high dislocation density and heterogeneous nano/ultrafine grains," *Mater. Sci. Eng. A*, 759: 1–10, (2019).
- [26] Hassanien AS, A. Akl A, "Crystal imperfections and Mott parameters of sprayed nanostructure IrO2 thin films," *Phys. B Condens. Matter*, 473: 11–19, (2015).
- [27] Vershinina T, Leont'eva-Smirnova M, "Dislocation density evolution in the process of high-temperature treatment and creep of EK-181 steel," *Mater. Charact.*, 125: 23–28, (2017).
- [28] Kishor R, Sahu L, Dutta K, Mondal AK I, "Assessment of dislocation density in asymmetrically cyclic loaded non-conventional stainless steel using X-ray diffraction profile analysis," *Mater. Sci. Eng. A*, 598: 299–303, (2014).
- [29] Cai M, Chen L, Fang K, Huang H, Hodgson P. The effects of a ferritic or martensitic matrix on the tensile behavior

of a nano-precipitation strengthened ultra-low carbon Ti-Mo-Nb steel. *Mater. Sci. Eng. A*, 801: 140410-17,(2021).

- [30] Cho CH, Cho H. Effect of dislocation characteristics on electrical conductivity and mechanical properties of AA 6201 wires. *Mater. Sci. Eng. A*, 809: 140811-24, (2021).
- [31] Zhang XX, Lutz A, Andrä H, Lahres M, Gan WM, Maawad E, et al. Evolution of microscopic strains, stresses, and dislocation density during in-situ tensile loading of additively manufactured AlSi10Mg alloy. *Int. J. Plast.*, 139: 1–22, (2021).
- [32] Garcia-Mateo C, Caballero FG. Ultra-high-strength bainitic steels. *ISIJ Int.*, vol.45, pp.1736-1740, (2005).
- [33] Nalçacı B, Kılıçlı V, Erdoğan M, "Östemperlenmiş Küresel Grafitli Dökme Demirlerde XRD Yöntemiyle Yüksek Karbonlu Östenit Faz Hacim Oranını Belirlemede Yüzey Koşullarının Etkisi," *Nevşehir Bilim ve Teknol. Derg.*, 9: 52–62, (2020).
- [34] Williamson GK, Hall WH, "X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram," *Acta Metall.*, 1(1): 22–31, (1953).
- [35] Williamson GK, Smallman RE, "The use of Fourier analysis in the interpretation of X-ray line broadening from cold-worked iron and molybdenum," *Acta Crystallogr.*, 7(8): 574–581, (1954)

- [36] Erdogan M, Cerah M, Kocatepe K. Influence of intercritical austenitising, tempering time and martensite volume fraction on the tensile properties of ferritic ductile iron with dual matrix structure. *Int J Cast Met Res*, 19: 248–53, (2006).
- [37] Kocatepe K, Cerah M, Erdogan M. The tensile fracture behaviour of intercritically annealed and quenched + tempered ferritic ductile iron with dual matrix structure. *Mater Des*, 28 :172–181, (2007).
- [38] Manfredi PF, "Dislocations in Solids," *Il Nuovo Cimento D*, 12(2): 279–280, (1990).
- [39] Nagaraj M, Ravisankar B, "Enhancing the strength of structural steel through severe plastic deformation based thermomechanical treatment," *Mater. Sci. Eng. A*, 738(May): 420–429, (2018).
- [40] Kim JG, Seol JB, Bae JW, Kim HS, "On the mechanistic understanding of annealing-induced strength enhancement of ultrafine-grained high-Mn steel," *Materialia*, vol. 13 (July): 100837-42, (2020).
- [41] Zhou T, Lu J, Hedström P, "Mechanical Behavior of Fresh and Tempered Martensite in a CrMoV-Alloyed Steel Explained by Microstructural Evolution and Strength Modeling," *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*, 51: 5077–87 ,(2020).