

GAZİ
JOURNAL OF ENGINEERING SCIENCES

Effect of Hot Forming Process on 34CrNiMo6 Material on Dislocation Density

Gözde Altuntaş^{a*}, Bülent Bostan^a

Submitted: 31.10.2022 Revised: 29.11.2022 Accepted: 29.12.2022 doi:10.30855/gmbd.0705044

ABSTRACT

In this study, commercially purchased 34CrNiMo6 material, also known as 4340 steel, was shaped by hot forging. The microstructure differences of the samples cut for metallographic processes before and after forging were observed by scanning electron microscope (SEM). Element ratios in the different regions formed were analyzed by energy dispersive X-ray spectrometry (EDS). X-Ray Diffraction (XRD) analysis was performed to find the materials dislocation density and crystallinity size. With XRD analysis, the lattice strain created by the forging process in the material was also calculated and compared with the raw material. The mechanical effects of the forging process on the material were examined and the changes in the material with the formation of dynamic recrystallization were investigated. At the same time, the microhardness values were measured according to HV0.5 and the relationship with the dislocation density was examined. As a result of the analysis, the dislocation density of the raw material decreased by 50% on average after forging, and the crystallite size increased by 20% on average. It was observed that the lattice strain value of the material decreased by about 30% after forging. The relationship between the change of these values and the hardness values was investigated.

Keywords: 34CrNiMo6, Forging, Dislocation density

^{a*}Gazi University,
 Technology Faculty,
 Dept. of Metallurgy and Materials
 Engineering
 06560 - Ankara, Türkiye
 Orcid: 0000-0003-4504-0850
 e mail: gozdealtuntas@gazi.edu.tr

^aGazi University,
 Technology Faculty,
 Dept. of Metallurgy and Materials
 Engineering
 06560 - Ankara, Türkiye
 Orcid: 0000-0002-6114-875X

*Corresponding author:
 gozdealtuntas@gazi.edu.tr

34CrNiMo6 Malzemesine Uygulanan Sıcak Şekillendirme İşleminin Dislokasyon Yoğunluğuna Etkisi

ÖZ

Bu çalışmada ticari olarak satın alınan 34CrNiMo6 malzemesi diğer adıyla 4340 çeliği sıcak dövme ile şekillendirilmiştir. Dövme işleminden önce ve sonra metalografik işlemler için kesilen numunelerin mikro yapıda oluşan farklılıkları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Oluşan farklı bölgelerdeki element oranları, enerji dağıtıcı X-ışını spektrometrisi (EDS) ile analiz edilmiştir. Numunelerde ki dislokasyon yoğunluğunu ve kristalite boyutunu bulabilmek için X-ışını kırınım (XRD) analizi yapılmıştır. XRD analiziyle dövme işleminin malzemede oluşturduğu kafes gerinimi de hesaplanarak ana malzemeyle karşılaştırılmıştır. Dövme işleminin malzemede oluşturduğu mekanik etkiler incelenip dinamik yeniden kristalleşmenin oluşmasıyla malzemede ki değişimler araştırılmıştır. Dinamik yeniden kristalleşme ile dislokasyon yoğunluğu arasındaki ilişki gösterilmiştir. Aynı zamanda mikro sertlik değerleri HV0.5 göre ölçülüp dislokasyon yoğunluğu ile ilişkisi incelenmiştir. Yapılan analizler sonucu ana malzemenin dislokasyon yoğunluğu dövme işlemi sonrası ortalama %50 azalmış, kristalite boyutu ise ortalama %20 artmıştır. Dövme işlemi sonrası malzemede kafes gerinim değerinin yaklaşık %30 azaldığı gözlemlenmiştir. Bu değerlerin değişimi ile sertlik değerleri arasındaki ilişki araştırılmıştır.

Anahtar Kelimeler: 34CrNiMo6, Dövme, Dislokasyon yoğunluğu

1. Giriş (Introduction)

Çelik, düşük maliyeti, alaşım elementi ilavesi, mekanik işleme yoluyla çok çeşitli mekanik özellikler elde etme olasılığı sayesinde genellikle yapısal uygulamalarda kullanılır [1-2]. 34CrNiMo6, bir tür yüksek kaliteli orta karbonlu düşük alaşımlı çeliktir. Deutsches Institut für Normung (DIN) standartlarına aittir ve Amerikan Demir ve Çelik Enstitüsüne göre (AISI) 4340 olarak adlandırılır. Belirli miktarda Cr, Ni ve Mo elementlerinin eklenmesi sayesinde çeliğin sertleşebilirliğini ve tavlama stabilitesini iyileştirir. Yüksek mukavemet, tokluk, yorulma ve aşınma özelliklerine sahiptir [3]. Krank milleri, yüksek hızlı demiryolu aksları, uçaklarda iniş takımı, uçak şasisi, somunlar ve çelik silindir gibi büyük enine kesitlere ve karmaşık şekillere sahip yük taşıyan bileşenlerde yaygın olarak kullanılmaktadır [4-6]. Bu çelik özellikle farklı yapısal uygulamalar için ısıtılmış koşullarda kullanılır, çünkü ısıtılmış işlem görmemiş koşullarda toklukları azdır [7-8]. Bu nedenle literatürde su verme, temperleme ve östemperleme gibi ısıtılmış işlemler uygulanarak kullanılır. İçerisindeki alaşım elementleri sadece sertleşebilirliğin artmasına katkıda bulunmazlar, aynı zamanda beynit stabilizatörleri olarak da işlev görürler [9-11]. Örneğin krom, beynitik başlangıç sıcaklığında azalmaya ve beynitik dönüşüm için kuluçka süresinin uzamasına neden olur. Benzer şekilde silikon (Si) beynitik dönüşüm için itici gücü artırır ve molibden beynitik dönüşümü engelleyen beynitik öncesi reaksiyonları bastırır [12-14]. Gelişmiş modern ultra yüksek mukavemetli çelikler, özellikle dövme için kullanıldıklarında çok sıkı kontrol edilen mikro yapı ve mekanik özellikler gerektirir. 34CrNiMo6 malzemesi genellikle geleneksel yöntemlerden dövme yöntemiyle üretilmektedir [15].

Farklı ısıtılmış işlem rotaları ve üretim yöntemleri ile bu malzemede oluşan değişimler sıklıkla çalışılmıştır. Fakat dislokasyon ilişkisi ve kristalografik değişimleri ile ilgili çalışmalar yeterli değildir. Bu çalışma da 34CrNiMo6 malzemesi sıcak dövme ile şekillendirilip dislokasyon yoğunluğunun mekanik özellikler ile ilişkisi araştırılmıştır.

2. Malzeme ve Yöntem (Material and Method)

Deneyisel çalışmada ticari olarak satın alınan 34CrNiMo6 malzemesi kullanılmıştır. Malzemenin kimyasal bileşimi % ağırlık olarak Tablo 1 de verilmiştir.

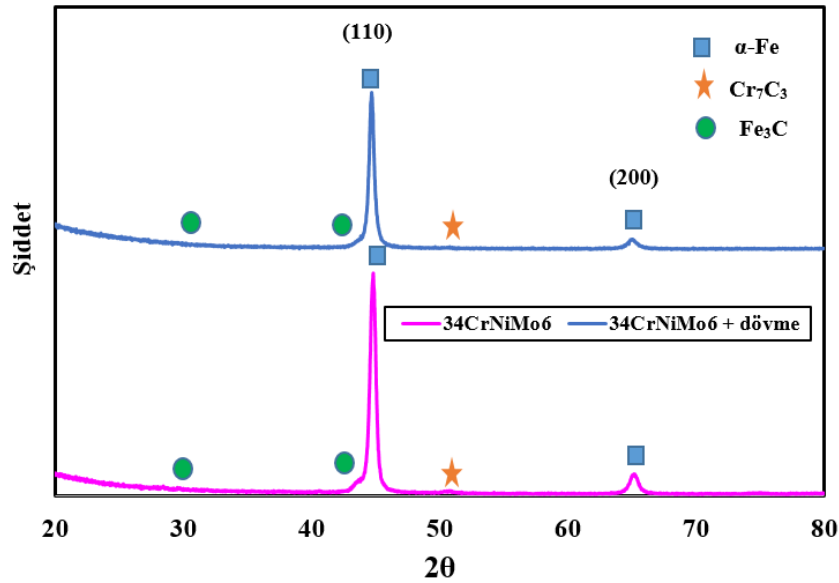
Tablo 1. 34CrNiMo6 malzemesinin kimyasal analizi (Chemical analysis of 34CrNiMo6 material)

Elementler (%)								
C	Ni	Cr	Mn	Mo	Si	S	P	Fe
0.35	1.51	1.57	0.61	0.28	0.27	0.002	0.004	Kalan

55mm çapındaki malzeme 600 kw indüksiyon bobinde ısınmıştır. 1150 °C'de indüksiyondan alınıp 1100 °C'de 6300 tonluk HUTA marka havalı çekiçte, açık kalıpta dövme işlemi uygulanmıştır. 12 mm kalınlığa inen malzemenin çapak kesme işlemi yaklaşık 900 °C de yapılmıştır. Çapak kesme işleminden sonra soğumaya bırakılan malzeme, Endumak marka kumlama tezgahında S390 granürlü kumlanmıştır. Dövme prosesi biten malzemeler analizler için kesilip zımparalama, parlatma ve dağlama işleminden geçip JEOL JSM-6060LV marka Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ile mikro yapılarına bakılmıştır. JEOL JSM 6060LV enerji-dağıtıcı X-ışını spektrometresi (EDS) ile element dağılımları analiz edildi. XRD analizleri Bruker D8 Advance cihazı kullanılarak elde edilmiştir. X-ışını kaynağı olarak monokromatik Cu K α ışını ($\lambda= 1.54056 \text{ \AA}$) kullanılmış 40 kV ve 40mA'da desenler elde edilmiştir. Numuneler 2 θ 20-80° aralığında 0,04°/dk tarama hızında taranmıştır.

3. Bulgular ve Tartışma (Results and Discussion)

Ana malzemenin ve dövme işlemi yapılan numunenin XRD desenleri Şekil 1 de görülmektedir. Numunelerde 20-80° aralığında 2 düzlemde kırınım deseni görülmüştür. Ana pik olarak iki grup numunede de α -Fe ferrit piki en yüksek şiddet ile (110) düzleminde görülmektedir. Bu düzlem çelik alaşımlarında önerilen en yoğun pik düzlemdir [25]. (110) ve (200) düzleminde ki şiddetleri dövme işlemiyle bir miktar azaldığı tespit edilmiştir. Numunelerde az bir şiddet ile MC tipi karbürlerin varlığına rastlanmıştır. Şekil 2 de yer alan mikro yapı görüntüleri bu karbürleri desteklemektedir.



Şekil 1. Numunelerin XRD grafikleri (XRD plots of samples)

XRD analizi yoluyla malzemelerin mikro gerinim, kristalite boyutu ve dislokasyon yoğunluğu değerleri denklem 1 ve 2 de görüldüğü üzere Debye Scherrer formülünden hesaplanmıştır. Değerler Tablo 2 de görülmektedir.

Debye Scherrer formülü [16]

$$Dp = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (1)$$

Burada; Dp: kristalite boyutu, k: 0.94, λ : 1.54 Å, β : (FWHM) değerini göstermektedir.

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \cdot \tan \theta} \quad (2)$$

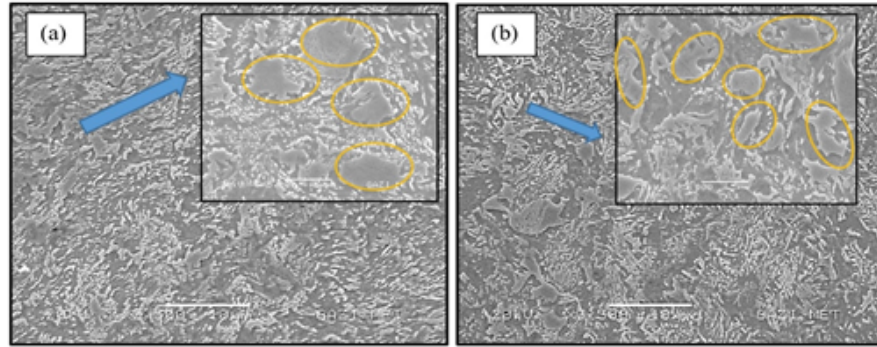
Burada; ε : mikro gerinimi, β : (FWHM) değerini göstermektedir.

Tablo 2 de görüldüğü üzere 34CrNiMo6 malzemesi sıcak olarak dövüldüğünde yapıdaki dislokasyon yoğunluğunda azalma olduğu hesaplanmıştır. Ayrıca tane boyutunda da artış olduğu görülmektedir. Bu değerler ile beraber mikro gerinim değeride sıcak olarak dövme sonrası azalmıştır. Bilindiği üzere yeniden kristalleşme yaygın kontrollü bir prosestir. Yayınmanın katkısıyla dislokasyon yoğunluğu azalmakta, dayanım azalırken süneklik artmaktadır. Böylece yapı dislokasyon yoğunluğu azalan ve yeniden kristalleşen bir görünüm almaktadır. Yeniden kristalleşme sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda yapılan şekillendirme ile malzemede pekleşme olmaz [17-18,23]. Sıcaklık ile deformasyon olduğunda bu durum dinamik yeniden kristallenme olarak adlandırılmaktadır. Dinamik yeniden kristalleşme kendi içinde de sürekli ve süreksiz yeniden kristalleşme olarak ayrılır. Sürekli yeniden kristalleşmede, dislokasyonlar önce toparlanma göstererek alt tane sınırlarına (küçük açılı tane sınırları) absorbe edilir ve sonunda büyük açılı tane sınırları oluşturarak yeni tanelerin oluşumu sağlanır. Süreksiz yeniden kristalleşme ise yeni tanelerin büyük açılı tane sınırına göçmesiyle çekirdeklenme ve büyümesi sonucu olur. Bu mekanizmaya süreksiz denmesinin nedeni ise deformasyona uğramış tanelerin dislokasyon yoğunluğunun homojen biçimde olmamasıdır. Dislokasyonların hareket halindeki tane sınırlarında süreksiz biçimde azaltılmasından dolayı bu isimle adlandırılmıştır [19,23]. Sıcaklık, malzemenin akma dayanımını azaltmakta ve şekillendirme sırasında daha düşük kuvvetler gerekmektedir. Sıcak şekil değişimi sırasında oluşan dislokasyonlar anında ve dinamik olarak etkin olan yayınmanın katkısıyla yok olmakta ve dislokasyon sayısı deformasyonla birlikte artmamaktadır. Bu sayede malzemede pekleşme oluşmaz ve şekillendirebilme kabiliyeti artmaktadır [19-20]. Böylece elde ettiğimiz dislokasyon yoğunluğu, kristalite boyutu ve mikro gerinim değerlerinde ki değişimin literatür ile uyduğu görülmüştür.

Tablo 2. Numunelerin 2 farklı düzlemlerdeki dislokasyon yoğunlukları, mikro gerinim ve kristalite boyutu değerleri (Dislocation densities, micro-strain and crystallite size values of the samples in 2 different planes)

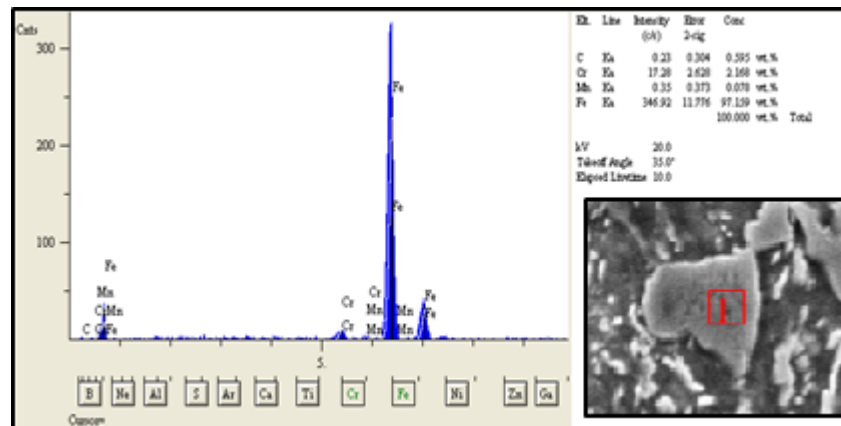
Numuneler	Dislokasyon Yoğunluğu ($1/m^2$)	Kristalite boyutu Å	Mikro Gerinim
34CrNiMo6 (110)	$4,36 \cdot 10^{15}$	151,3817	0,000895552
34CrNiMo6 (200)	$10,32 \cdot 10^{15}$	98,5276	0,002000504
34CrNiMo6+Dövme (110)	$4,01 \cdot 10^{15}$	157,9094	0,000858531
34CrNiMo6+Dövme (200)	$5,11 \cdot 10^{15}$	139,9607	0,001408287

Şekil 2 (a) ve (b) de numunelerin SEM mikro yapı görüntüleri x2500 ve x5000 büyütmede görülmektedir. Şekil 2 (a) da ana malzeme 34CrNiMo6 (b) de ise sıcak dövme işlemi yapılmış 34CrNiMo6 malzemesinin mikro yapıları görülmektedir. İki mikro yapıda da ana matris ferrittir ve perlitik dönüşümler yer almaktadır. Şekil 2 de görülen sarı bölgelerin sıcak dövme sonrası arttığı tespit edilmiştir.



Şekil 2. Numunelerin x2500 ve x5000 büyütmede SEM mikro yapı görüntüleri (a) ana malzeme 34CrNiMo6 (b) sıcak dövme yapılmış 34CrNiMo6 malzemesi (SEM microstructure images of samples at x2500 and x5000 magnification (a) base material 34CrNiMo6 (b) hot forged 34CrNiMo6 material)

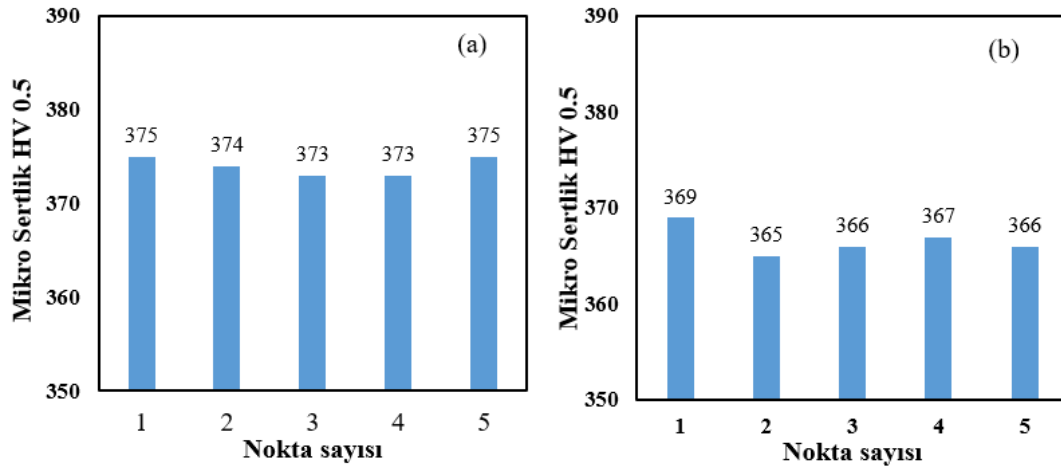
Şekil 2 de yer alan sarı bölgelere yapılan EDS analizi sonucu Fe, C ve Cr elementinin daha fazla olduğu görülmüştür. EDS analizleri Şekil 3 de görülmektedir. Bu bölgelerin MC tipi karbürler olacağı düşünülmektedir [21,22]. Bu durum XRD grafikleriyle desteklenmektedir.



Şekil 3. Sarı bölgelerin EDS analizi (EDS analysis of yellow regions)

Dövme işlemiyle mekanik yönden değişimleri test etmek için mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır. 5 farklı bölgeden analiz edilen ortalama mikro sertlik değerleri Şekil 4 görülmektedir. Şekil 4 (a) görüldüğü üzere ortalama 34CrNiMo6 ana malzemesinin sertliği 374 HV0.5 bulunmuştur. Şekil 4 (b) görüldüğü üzere sıcak dövme işlemi uygulanmış 34CrNiMo6 malzemesinin ortalama sertliği 366.6 HV0.5 olarak bulunmuştur. Dövme işlemi sonrası sertlik değerinde bir miktar azalma gözlemlenmiştir.

Bu durumu XRD analizi ile hesapladığımız dislokasyon yoğunluğunda ki azalma ve tane boyutunun bir miktar artması desteklemektedir. Tane boyutunun artması hall patch etkisiyle dayanımı azaltacağından sertliğinde azalmasına sebep olabileceği düşünülmektedir [24].



Şekil 4. Numunelerin 5 farklı noktadan mikro sertlik değerleri (a) 34CrNiMo6 ana malzeme (b) sıcak dövme işlemi uygulanmış 34CrNiMo6 malzemesi (Microhardness values of the samples from 5 different points (a) 34CrNiMo6 base material (b) hot forged 34CrNiMo6 material)

4. Sonuçlar ve Öneriler (Conclusions and Suggestions)

- 1) XRD analizleri sonucu en yoğun pik düzlemi (110) düzleminde görülmüştür. Bu düzlem çelik alaşımlarında önerilen en yoğun düzlemdir.
- 2) Sıcak dövme işlemi sonucunda malzemenin mikro gerinim değerinin ve dislokasyon yoğunluğunun azaldığı tespit edilmiştir. Ayrıca kristalite boyutu sıcak dövme işlemi sonrası artmıştır.
- 3) Dövme yapılan numunenin mikro yapılarında MC tipi karbürlerin arttığı görülmüştür.
- 4) Mikro sertlik değeri en yüksek 34CrNiMo6 ana malzemesinde ortalama 374 HV0.5 ölçülmüştür.
- 5) Sıcak şekillendirme yapılan bu malzemenin farklı mekanik testler yapılarak mekanik özelliklere etkisi araştırılabilir

Teşekkür (Acknowledgment)

Çalışma [FYL-2021-7393] hibe numarası ile Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir. Destekleri için Gazi Üniversitesi kurumuna teşekkür ederiz.

Çıkar Çatışması Beyanı (Conflict of Interest Statement)

Yazarlar tarafından herhangi bir çıkar çatışması bildirilmemiştir.

Kaynaklar (References)

- [1] G. Altuntaş, O. Altuntaş, M. K. Öztürk, and B. Bostan, "Metallurgical and Crystallographic Analysis of Different Amounts of Deformation Applied to Hadfield Steel," *International Journal of Metalcasting*, vol. 16, pp. 1-10, 2022. doi:10.1007/s40962-022-00860-3
- [2] A. Güral and O. Altuntaş, "Improving the impact toughness properties of high carbon powder metallurgy steels with novel spherical cementite in the bainitic matrix (SCBM) microstructures," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 259, pp. 124203, 2021. doi:10.1016/j.matchemphys.2020.124203
- [3] A. K. Belyaev, A. M. Polyanskiy, V. A. Polyanskiy, C. Sommitsch, and Y. A. Yakovlev, "Multichannel diffusion vs TDS model on example of energy spectra of bound hydrogen in 34CrNiMo6 steel after a typical heat treatment," *International journal of hydrogen energy*, vol. 41, pp. 8627-8634, 2016. doi:10.1016/j.ijhydene.2016.03.198
- [4] S. Maropoulos, N. Ridley, and S. Karagiannis, "Structural variations in heat treated low alloy steel forgings," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 380, pp. 79-92, 2004. doi:10.1016/j.msea.2004.03.053
- [5] A. Kuduzović, M. C. Poletti, C. Sommitsch, M. Domankova, S. Mitsche, and R. Kienreich, "Investigations into the delayed fracture susceptibility of 34CrNiMo6 steel, and the opportunities for its application in ultra-high-strength bolts and fasteners," *Materials*

Science and Engineering: A, vol. 590, pp. 66-73, 2014. doi:10.1016/j.msea.2013.10.019

- [6] M. G. Hebsur, "Recent attempts of improving the mechanical properties of AISI 4340 steel by control of microstructure—A brief review," *Journal of materials for energy systems*, vol. 4, pp. 28-37, 1982. doi:10.1007/BF02833379
- [7] S. M. Safi and M. K. B Givi, "A new step heat treatment for steel AISI 4340," *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 56, pp. 78-80, 2014. doi:10.1007/s11041-014-9707-z
- [8] R. Araujo Barros, A. J. Abdalla, H. L. Rodrigues, and M. dos Santos Pereira, "Characterization of a AISI/SAE 4340 steel in different microstructural conditions," *In Materials Science Forum*, vol. 775, pp. 136-140, 2014. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.775-776.136
- [9] Q. Meng, P. La, L. Yao, P. Zhang, Y. Wei, and X. Guo, "Effect of Al on microstructure and properties of hot-rolled 2205 dual stainless steel," *Advances in Materials Science and Engineering*, vol.1, pp. 1-10, 2016. doi:10.1155/2016/7518067
- [10] C. Capdevila, C. FG, and C. G. De Andrés, "Determination of Ms temperature in steels: A Bayesian neural network model," *ISIJ international*, vol. 42, pp. 894-902, 2002. doi:10.2355/isijinternational.42.894
- [11] K. C. Hwang, S. Lee, and H. C. Lee, "Effects of alloying elements on microstructure and fracture properties of cast high speed steel rolls: Part I: Microstructural analysis," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 254, pp. 282-295, 1998. doi:10.1016/S0921-5093(98)00626-1
- [12] Y. Toji, H. Matsuda, and D. Raabe, "Effect of Si on the acceleration of bainite transformation by pre-existing martensite," *Acta Materialia*, vol. 116, pp. 250-262, 2016. doi:10.1016/j.actamat.2016.06.044
- [13] J. G. Speer, D. V. Edmonds, F. C. Rizzo, and D. K. Matlock, "Partitioning of carbon from supersaturated plates of ferrite, with application to steel processing and fundamentals of the bainite transformation," *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 8, pp. 219-237, 2004. doi:10.1016/j.cossms.2004.09.003
- [14] O. Matsumura, Y. Sakuma, and H. Takechi, "Enhancement of elongation by retained austenite in intercritical annealed 0.4 C-1.5 Si-O. 8Mn Steel," *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 27, pp. 570-579, 1987. doi:10.2355/isijinternational1966.27.570
- [15] A. Łukaszek-Sołek, J. Krawczyk, T. Śleboda, and J. Grelowski, "Optimization of the hot forging parameters for 4340 steel by processing maps," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 8, pp. 3281-3290, 2019. doi:10.1016/j.jmrt.2019.05.018
- [16] P. Scherrer, "Bestimmung der inneren Struktur und der Größe von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen," *In Kolloidchemie Ein Lehrbuch* vol. 1, pp. 387-409, 1912. doi:10.1007/978-3-662-33915-2_7
- [17] G. E. Totten, *Steel Heat Treatment Handbook-2*, vol. 2, pp. 27-120, 2006. doi:10.1201/9781482293029
- [18] D. R Askeland, P. P hulé, W. J. Wright and D. K. Bhattacharya, *The science and engineering of materials*, vol.12 pp. 81-91, (2003). doi.org/10.1007/978-94-009-1842-9
- [19] S. Kayalı and H. Çimenoğlu, *Plastik şekil verme ilke ve uygulamaları*. Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul, vol.10, pp. 60-100, 1995
- [20] W. D. Callister and D. G. Rethwisch, *Fundamentals of materials science and engineering*, Fifth Edition, Utah, vol. 471660817, pp. 30-122, 2000.
- [21] K. Miyata, T. Kushida, T. Omura, and Y. Komizo, "Coarsening kinetics of multicomponent MC-type carbides in high-strength low-alloy steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 34, pp. 1565-1573, 2003. doi:10.1007/s11661-003-0303-x
- [22] B. J. Lee, "On the stability of Cr carbides," *Calphad*, vol. 16, pp. 121-149, 1992. doi:10.1016/0364-5916(92)90002-F
- [23] S. E. Ion, F. J. Humphreys, and S. H. White, "Dynamic recrystallisation and the development of microstructure during the high temperature deformation of magnesium," *Acta Metallurgica*, vol. 3, pp. 1909-1919, 1982. doi:10.1016/0001-6160(82)90031-1
- [24] Y. Bergström and H. Hallén, "Hall-Petch relationships of iron and steel," *Metal science*, vol. 17, pp. 341-347, 1983. doi:10.1179/030634583790420808
- [25] P. E. Roger Brockenbrough and F. S. Merritt, *Structural Steel Designer's Handbook*, vol. 2, pp. 60-92, 2011.

This is an open access article under the CC-BY license

