

AISI 440B martenzitik paslanmaz çeliğinin aşınma ve korozyon dayanımına östenitleme sıcaklığının etkisinin incelenmesi

Gökhan EYİCİ^{1,*}, Nurşen SAKLAKOĞLU¹, Onur Çimen²

¹Manisa Celal Bayar Üniversitesi Müh. Fak. Mak Müh. Böl., Manisa

²KANSAN AR-GE Makine Kâğıt San Tic. A.Ş., Torbalı, İzmir

Geliş Tarihi (Received Date): 07.02.2023

Kabul Tarihi (Accepted Date): 31.05.2023

Öz

Martenzitik paslanmaz çelikler iyi mekanik özellikleri ve orta derecede korozyon dayanımları ile diğer paslanmaz çeliklerden ayrılmaktadırlar. Belirli uygulamalarda üstün özelliklere duyulan ihtiyaç, bu çeliklerin performansının iyileştirilmesi konusunda geniş araştırmalara yol açmıştır. Bunun için ısı işlem parametrelerinin doğru belirlenmesi önerilmektedir. Bu çalışmada AISI 440B martenzitik paslanmaz çeliğin östenitleme sıcaklığının aşınma ve korozyon dayanımına önemli ölçüde etkilediğini ortaya konmuştur. Östenitleme sıcaklığı arttıkça Cr₂₃C₆ karbürleri çözünmekte ve östenit matriste C ve Cr zenginleşmesi meydana gelmektedir. Cr zenginleşmesi korozyon dayanımını iyileştirirken, C zenginleşmesi malzeme sertliğini artırmaktadır. Ancak yüksek östenitleme sıcaklıklarında, M_f 'in düşmesi sebebiyle kalıntı östenit miktarı artmaktadır. Aynı zamanda östenit tane irileşmesi de meydana geldiğinden, sertlikte önemli derecede azalma meydana gelmektedir. Öte yandan yüksek karbon içeriği sebebiyle martenzit fazın kristal kafesinde çarpılmalar meydana gelmekte olup, bu da koruyucu oksit filmin kararlılığını olumsuz etkileyerek korozyon dayanımını düşürmektedir. Bu çalışmada, en iyi aşınma ve korozyon dayanımı elde etmek için en uygun östenitleme sıcaklığı 1080°C olarak tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Martenzitik paslanmaz çelik, aşınma testi, korozyon testi.

*Gökhan EYİCİ, gokhan.eyici@cbu.edu.tr, <https://orcid.org/0000-0002-2503-2565>

Nurşen SAKLAKOĞLU, nursen.saklakoglu@cbu.edu.tr, <https://orcid.org/0000-0002-6651-7542>

Onur Çimen, onurcimen@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-5653-7825>

Investigation of the effect of austenitizing temperature on wear and corrosion resistance of AISI 440B martensitic stainless steel

Abstract

Martensitic stainless steels are distinguished from other stainless steels by their good mechanical properties and moderate corrosion resistance. The need for superior properties in certain applications has led to extensive research into improving the performance of these steels. For this, it is recommended that the heat treatment parameters be determined correctly. In this study, it has been revealed that the austenitization temperature of AISI 440B martensitic stainless steel has a significant effect on wear and corrosion resistance. As the austenitization temperature increases, Cr₂₃C₆ carbides dissolve and C and Cr enrichment occur in the austenite matrix. While Cr enrichment improves corrosion resistance, C enrichment increases material hardness. However, at high austenitizing temperatures, the amount of residual austenite increases due to the decrease of M_f. Since austenite grain coarsening also occurs, a significant decrease in hardness occurs. On the other hand, due to the high carbon content, distortions occur in the crystal lattice of the martensite phase, which negatively affects the stability of the protective oxide film and reduces the corrosion resistance. In this study, the optimum austenitization temperature was determined as 1080°C to obtain the best wear and corrosion resistance.

Keywords: *Martensitic stainless steel, wear test, corrosion test.*

1. Giriş

Isıl işlem, belirli amaçlar için malzemenin ısıtılmasını ve soğutulmasını içeren mikroyapı ve mekanik özellikleri değiştirme işlemidir. Sertleştirme işleminden elde edilen sertliğin, su verme sırasında çelikteki karbon içeriğinden büyük ölçüde etkilendiği bilinmektedir[1]. Çelik matrisi içindeki karbonun varlığı, çelik malzemeyi günlük yaşamda oldukça kullanışlı bir malzeme haline getiren elde edilebilir mekanik özelliklerden büyük ölçüde sorumludur. Ayrıca hem minimum sertleşme sıcaklığını hem de maksimum ulaşılabilir sertliği etkiler [2].

Martenzitik paslanmaz çelikler, endüstride ısıl işlemle sertleşmeye yanıt veren ve korozyona dayanıklı alaşımlara olan ihtiyacı karşılamak için geliştirilmiştir. Bu çelikler %11,5 ile %18,0 arasında krom ve %1,5'a kadar karbon ile alaşımlıdır ve yüksek sıcaklıklarda tamamen östenitik olacak şekilde tasarlanmıştır. Yüksek alaşım elementi içeriği nedeniyle martenzitik paslanmaz çelikler mükemmel sertleşebilirlik gösterir[3]. AISI 440B (X90CrMoV18), martenzitik paslanmaz çelik ailesinin yüksek kromlu ve yüksek karbonlu bir üyesidir. 440B kalite paslanmaz çelik, yaklaşık yüzde %0,9 oranında karbon elementi içermektedir. Bu kadar yüksek karbon elementi içermesi sayesinde bu kalite malzeme ısıl işlemle beraber yaklaşık 57-60 HRC arası sertlik alabilmektedir. Yüksek sertlik alabilmenin yanı sıra korozyon dayanımı gerektiren uygulamalarda tercih edilen bir paslanmaz kalitesidir. Genellikle bıçak üretiminde, matkap uç üretiminde, vanalarda, rulmanlarda sıklıkla bu kalite malzemeler kullanılmaktadır. 440B kalitenin en yaygın kullanıldığı bir başka alan ise cerrahi ekipmanlardır. AISI 440B'nin nihai mikro yapısı, çeliğe uygulanan ısıl işleme çok bağlıdır ve tipik olarak martenzit, çözünmemiş

ve/veya yeniden çöktürülmüş karbürler ve kalıntı östenitten oluşur. Çelikte bulunan karbür parçacıklarının hacim oranı ve boyutu ile kalıntı östenit miktarı, çeliğin sertliğini, mukavemetini, tokluğunu, korozyon direncini ve aşınma direncini belirlemede önemli bir rol oynar[4].

Isıl işlem sırasında uygulanan östenitleme işleminin sıcaklığı, karbon ve alaşım elementlerinin östenit ve karbür fazlarından çözünmesini belirler. Sıcaklıktaki artış, artan karbür çözünmesine, daha yüksek çözünmüş alaşım elementi içeriğine ve istenmeyen tane büyümesine neden olur. Karbon ve karbür oluşturan elementler karbür çözünme sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda γ -Fe katı çözültisi içindeyken, martenzit başlangıç (Ms) ve martenzit bitiş (Mf) sıcaklıklarını düşürür ve dönüşüm aralığını azaltır. Mf sıcaklığı oda sıcaklığının altında veya hatta 0°C'nin altına geciktirilmiş ise, kalıntı östenit oluşur[3]. Östenitleme işlemi, korozyon davranışını etkileyebilecek çeşitli değişikliklere de yol açabilir. Krom karbürlerin çözünmesi, çözünmüş krom ve karbon miktarını artırır. Bir yandan, daha yüksek bir krom içeriği, krom açısından daha zengin bir pasif katmana ve dolayısıyla daha iyi bir korozyon direncine yol açar. Öte yandan, daha yüksek karbon içeriği, kafes distorsiyonuna neden olarak daha kusurlu bir pasif katmana yol açabilir[5]. Östenitleme sıcaklığının martenzitik paslanmaz çeliklerin mikroyapısı ve özellikleri üzerindeki etkisi çeşitli araştırmalara konu olmuştur. AISI 420 martenzitik paslanmaz çelikte maksimum sertliğin 1050°C sıcaklıkta östenitlemeden sonra geliştiğini, çünkü bu sıcaklıkta tam karbür çözünmesinin gerçekleştiğini bildirilmiştir[6]. Orta karbonlu AISI 420 martenzitik çelik için östenitleme sıcaklığını 980-1100°C aralığında önerilmiştir [7]. Aynı paslanmaz çelikte 980, 1015 ve 1050°C de östenitleme yapılmış ve östenitleme sıcaklığındaki artışın karbürleri %9,9'dan %6,6'ya düşürdüğünü göstermiştir[8]. Su verme sonrası elde edilen mukavemet artışı, $M_{23}C_6$ karbürün matris içinde çözünmesine atfedilmiştir. Çünkü karbür çözünmesi martenzitin karbon aşırı doymunluğuna ve kafes distorsiyonuna yol açmaktadır, aynı zamanda mikro yapıdaki ikiz sınırların ve dislokasyonların oluşumu da mukavemetin artışına katkı sağlamaktadır[9][10]. Farklı ısıl işlemlerden sonra karbürler, mikro yapı ve özellikler ile ilgili başka çalışmalar da yapılmıştır[11] [12] [13] [14].

Sonuç olarak, karbürler ve kalıntı östenit, martenzitik paslanmaz çeliklerin performansı ve ömrü üzerinde hayati bir etkiye sahip olup, ısıl işlemle kontrol edilebilir. Bu çalışmada, literatürde çok sınırlı çalışma bulunan 440B martenzitik paslanmaz çeliğine östenitleme sıcaklıklarının etkileri detaylı mikro yapı analizleri ile açıklanmış ve aşınmaya olan etkisi ortaya konmuştur.

2. Deneysel çalışmalar

2.1. Malzeme

Bu çalışmada 36 mm çapında 1 m boyunda yumuşak tavlı olarak temin edilen 440B (X90CrMoV18) martenzitik paslanmaz çelik bar kullanılmıştır. Deneylerde kullanılan çeliklerin metal spektrometresi ile belirlenen analiz değerleri Tablo 1'de verilmiştir. Bu çelik paslanmaz olması istenen bıçaklar, kesme takımları, zımba diskleri vb. uygulamalarda kullanılmaktadır. Kesme takımında kullanılabilirliği araştırılmak istendiğinden, kesme takımı kalınlığında (4mm) dilimler çıkartılarak sertleştirme işlemi uygulanmıştır.

Tablo 1. 440B paslanmaz çeliğin yüzde kimyasal kompozisyonu

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu
0,832	0,429	0,695	0,018	0,020	19,24	1,219	0,206	0,074
Al	As	B	Co	Nb	Sn	V	W	Fe
0,0078	0,0047	<0,0010	0,025	0,0064	<0,0050	0,098	<0,010	77,10

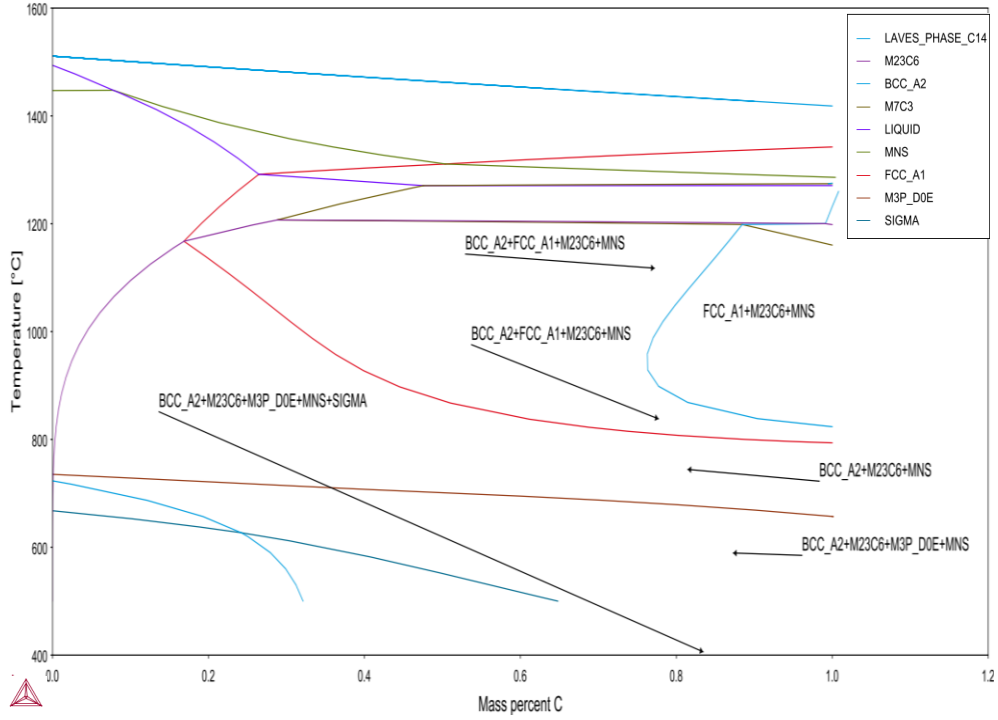
2.2. Yöntem

Sertleştirme işlemi öncesi tüm numuneler 950°C sıcaklıkta 30 dk tutulmuş ve havada soğutularak normalize edilmiştir. Malzeme yumuşak tavlı halde ortalama 28 HRC ve normalize halde ortalama 26 HRC sertliktedir. CALPHAD hesaplamaları ThermoCalc yazılımında gerçekleştirilerek faz diyagramı ve fazların sıcaklıkla değişimi ve bu fazlardaki elementel dağılım grafikleri elde edilmiştir. XRD analizi Cu katot kullanılarak 2θ/dk. tarama hızı ile Rigaku DMAX-2200/PC marka cihazda gerçekleştirilmiştir. Sertleştirmek amacıyla numuneler 1050°C, 1080°C, 1200°C sıcaklıklarda östenitlenmiştir. Dekarbürizasyondan kaçınabilmek üzere bekletme süresi kısa tutulmuş ve 15 dk olarak belirlenmiştir. Akabinde su verme işlemi gerçekleştirilmiştir. Mikro yapı incelemeleri zımparalanmış ve nihai 1mikron elmas solüsyon kullanılarak parlatılmış numune yüzeylerine Kalling no:1 ayraç (1,5 gr CuCl₂, 33 ml Etanol, 33 ml su, 33 ml HCl) ile dağlanarak gerçekleştirilmiştir. Aşınma testleri için ayrıca hazırlanmış numuneler aynı şekilde parlatılarak yüzeylerinden pin-on-disk aşınma testleri yapılmıştır. Aşınma testleri CSM marka pin-on-disk cihazında 30 cm/sn dönme hızında ve 5 N ve 10 N olmak üzere iki farklı yükte gerçekleştirilmiştir. Aşınma testi sonrasında yüzeyde oluşan aşınma oyuğu profilometre yardımıyla ölçülmüş, buradan aşınma hacmi hesaplanmıştır. Mikrosertlik testleri Future Tech marka 300 gf yük 10 s uygulama süresi uygulanarak gerçekleştirilmiş ve kesit boyunca sertlik ölçümü alınarak yüzeyden çekirdeğine olan sertleşme kabiliyeti değerlendirilmiştir. Korozyon testleri AutoLab korozyon test cihazı ile %3'lük NaCl çözeltisi içerisinde Tafel ekstrapolasyon yöntemi kullanılarak belirlenmiştir.

3. Sonuçlar

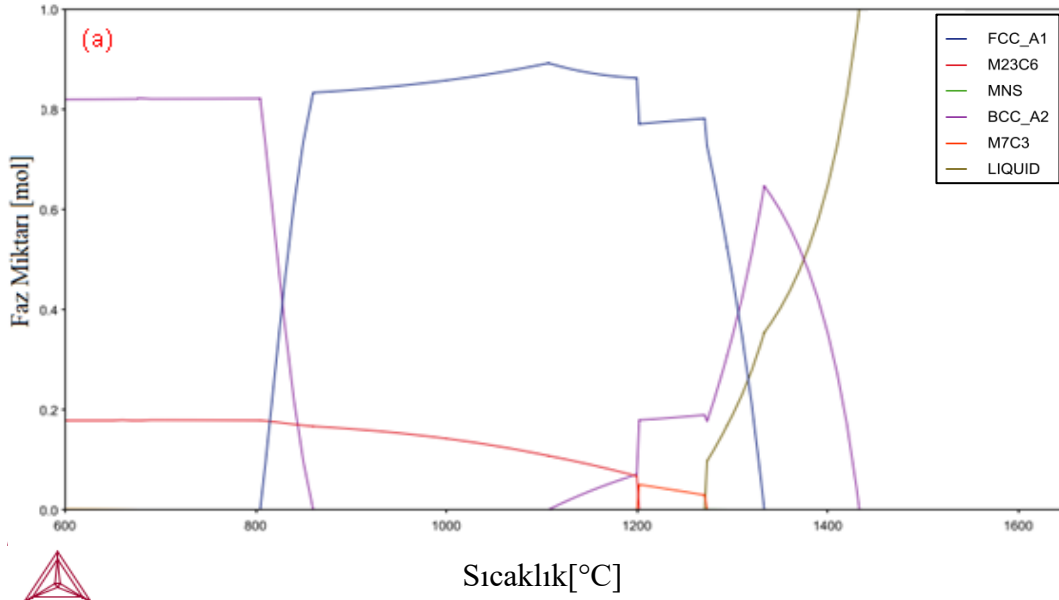
3.1. Thermo-Calc Analizleri

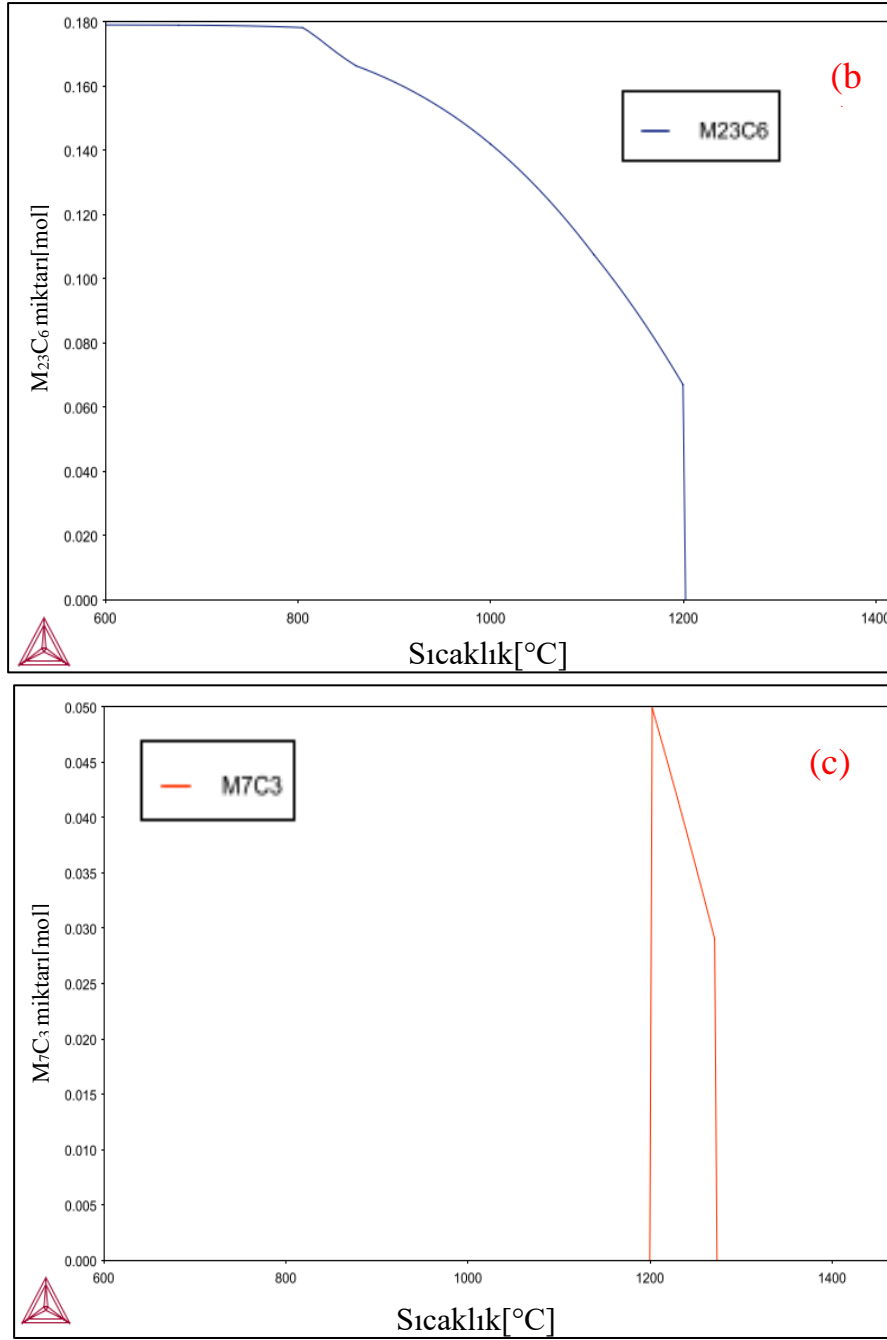
Thermo-Calc analizi elde edilen 440B paslanmaz çeliğine ait faz diyagramına göre (Şekil 1'de), bu çalışmada uygulanan östenitleme sıcaklıklarında γ (YMK)+M₂₃C₆+MnS fazları bulunmaktadır. Thermo-Calc analizi ile belirlenen fazların miktarca değişimleri Şekil 2'de görülmektedir.



Şekil 1. 440B paslanmaz çeliğin faz diyagramı

Buna göre, γ (YMK) fazı 800°C’de oluşmaya başlar, 890°C ile 1100°C arasında en yüksek miktarda bulunur ve 1100°C sıcaklıktan itibaren azalmaya başlar. $M_{23}C_6$ ve M_7C_3 ’ün sıcaklığa bağlı değişimi incelendiğinde, $M_{23}C_6$ ’nın 800°C civarında azalmaya başladığı ve 1202°C sıcaklıkta tamamen kaybolduğu, 1200°C sıcaklıkta M_7C_3 ’ün oluştuğu ve takribi 1273°C ‘de kaybolduğu görülmektedir.



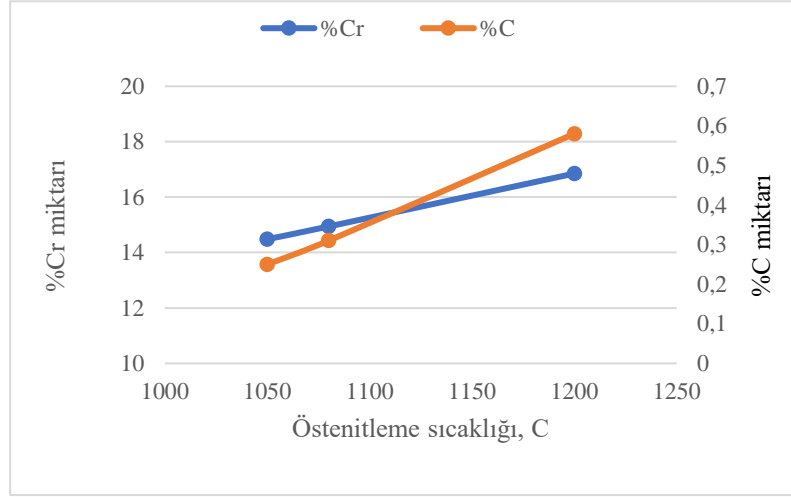


Şekil 2. (a) Sıcaklığa bağlı faz analizi-tüm fazlar, (b) M₂₃C₆'nın sıcaklığa bağlı değişimi, (c) M₇C₃'ün sıcaklığa bağlı değişimi

Bu çalışmada uygulanan östenitleme sıcaklıklarında karbürlerin miktarları ve östenit latiste bulunan C ve Cr miktarları Thermocalc analizleri ile belirlenmiş ve Tablo 2'de gösterildiği gibi, östenitleme sıcaklığı arttıkça M₂₃C₆ miktarı azalmış olup, sıcaklık 1050°C'den 1080°C'ye çıkarıldığında M₂₃C₆ miktarı %11,18'den %10,43'e düşmüştür. 1080°C'den 1200°C'ye artırıldığında ise daha dramatik bir düşüş gerçekleşmiş ve M₂₃C₆ faz oranı %4,84 olmuştur. Bunun yanında %9,15 oranında δ-Fe ve %0,72 oranında M₇C₃ oluşmuştur. Östenit latiste C ve Cr miktarları incelendiğinde (Şekil 3), 1050 °C östenitleme sıcaklığında Cr ve C oranları sırasıyla %14,48 ve %0,25'dir. Östenitleme sıcaklığının artışıyla her iki elementin de östenit latiste çözünürlüğü artmıştır.

Tablo 2. Thermo-Calc analizi ile söz konusu östenitleme sıcaklıklarında faz miktarları

	FAZ MİKTARLARI, %				
	M ₂₃ C ₆	M ₇ C ₃	MnS	δ-Fe	γ-Fe
1050°C	11,18	-	0,05	-	88,76
1080°C	10,43	-	0,05	-	89,46
1200°C	4,84	0,72	0,05	9,15	85,18



Şekil 3.Östenitleme sıcaklıklarında Cr ve C % miktarları (Thermocalc analizi)

Tablo 3'te ThermoCalc analizi ile tespit edilmiş olan M_s (martenzit dönüşümün başlangıç sıcaklığı), M_{90} (martenzit dönüşümün %90'ının tamamlandığı sıcaklık), ve kalıntı östenit miktarları verilmiştir. Buna göre, östenitleme sıcaklığı arttıkça M_s ile M_{90} sıcaklıkları azalmakta ve kalıntı östenit miktarı artmaktadır. 1200°C'de M_{90} oda sıcaklığının altına düşmektedir ki bu durum kalıntı östenit miktarındaki büyük artışın nedenini açıklamaktadır.

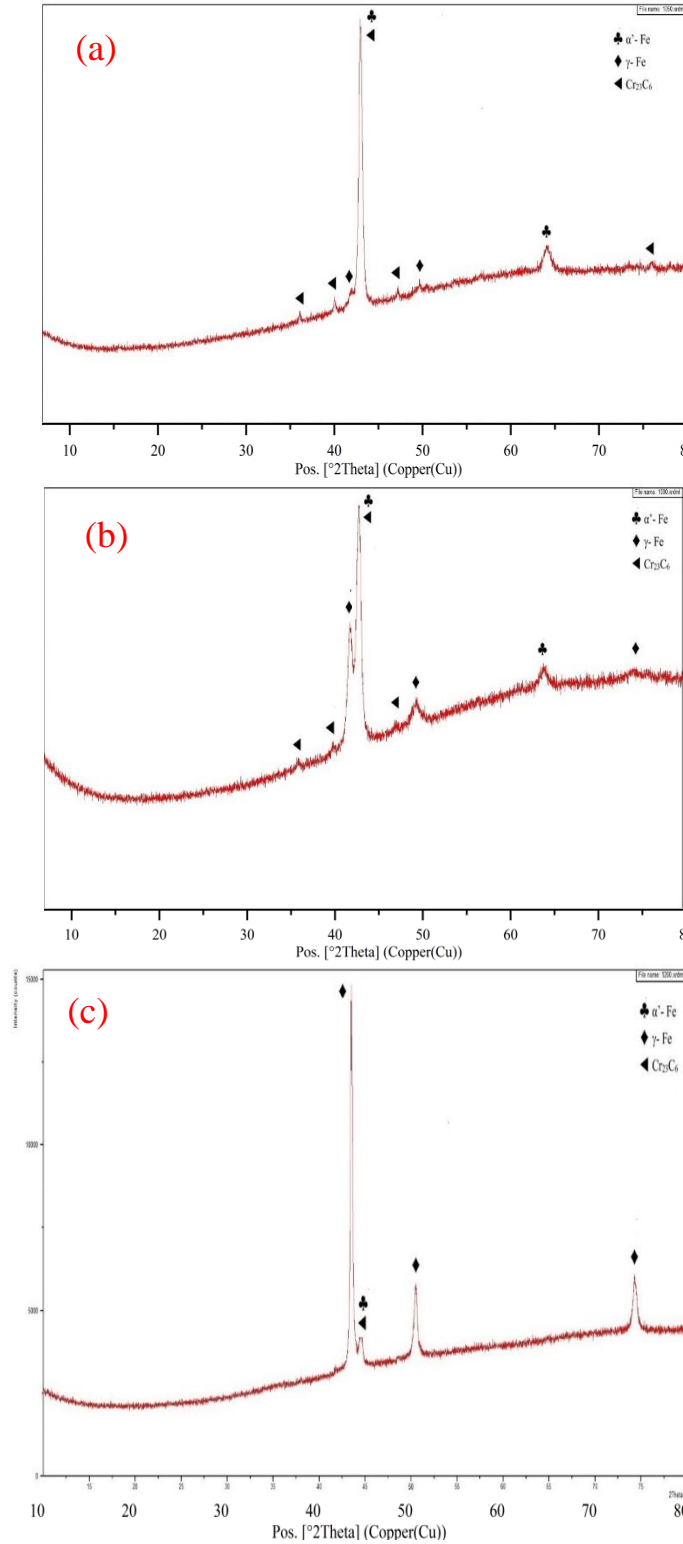
Tablo 3. Östenitleme sıcaklığının M_s , M_{90} ve kalıntı östenite etkisi

Östenitleme Sıcaklığı (°C)	M_s (°C)	M_{90} (°C)	Kalıntı Östenit Miktarı (%)
1050	253,1	127,6	1,47
1080	237,4	110,0	2,08
1200	145,2	4,5	13,64

3.2. XRD analizleri

XRD analizleri incelendiğinde, 1050°C de su verilen numunelerin (Şekil 4-a), martenzit fazı ile Cr₂₃C₆ karbürlerinden oluştuğu ve az miktarda kalıntı östenit içerdiği gözlenmektedir. 1080°C'den su verilen numunelerde (Şekil 4-b), martenzit matris ve

$Cr_{23}C_6$ karbür bileşiği oluştuğu, ancak kalıntı östenit miktarının arttığı görülmektedir. $1200^{\circ}C$ 'de su verilen numunelerde (Şekil 4-c) kalıntı östenit miktarındaki artış belirgin şekilde fazladır. $Cr_{23}C_6$ fazı da oldukça azalmıştır. Cr_7C_3 ve δ -Fe gözlenmemiştir.



Şekil 4. XRD sonuçları; (a) $1050^{\circ}C$ sıcaklıkta östenitlenmiş ve su verilmiş, (b) $1080^{\circ}C$ sıcaklıkta östenitlenmiş ve su verilmiş, (c) $1200^{\circ}C$ sıcaklıkta östenitlenmiş ve su verilmiş

Tablo 4'te XRD analizlerindeki ana pikin yarı yükseklikteki tam genişlik (FWHM) değerleri ile 2θ pik açıları verilmiştir. Görüldüğü gibi, östenitleme sıcaklığı arttıkça pikler sola doğru kaymakta ve FWHM değerleri artmaktadır, bu da piklerin genişlediğine işaret etmektedir. Östenitleme sıcaklığı 1050°C 'den 1080°C 'ye artırıldığında FWHM değeri %35 artmıştır. Bu durum östenit latiste çözünen C ve Cr konsantrasyonunun artması sonucu martenzitin tetragonallığının artışıyla ilişkilidir[15]. Pik genişlemesinin nedenlerinden biri de faz dönüşümünün neden olduğu dislokasyonların mikro deformasyonlara yol açmasıdır[16].

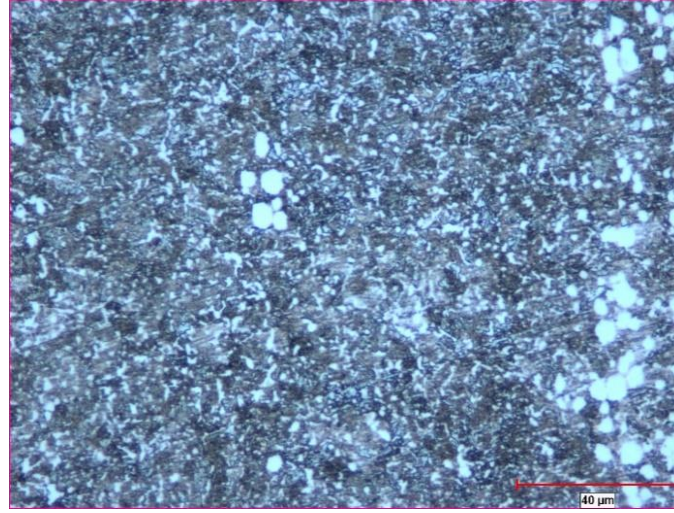
Tablo 4. Östenitleme sıcaklığına bağlı olarak martenzit ana pikinde FWHM değerleri

	POS. [2θ .] (Orişinal Peak=44,480)	FWHM [2θ .]
1050 $^{\circ}\text{C}$	44,476 (011)	0,41
1080 $^{\circ}\text{C}$	44,452 (011)	0,554
1200 $^{\circ}\text{C}$	44,480 (011)	0,45

Öte yandan, 1200°C östenitlenen malzemede FWHM değerlerinde düşüş gözlenmiştir. Williamson–Hall methoduna göre, FWHM'nin değeri dislokasyon yoğunluğu ve tane boyutuyla da ilişkilidir. 1200°C 'de östenitlemede tane boyutunun çok artması ve dislokasyon yoğunluğunun azalması FWHM değerinin düşmesine neden olmaktadır[17][15][18].

3.3. Mikroyapı İncelemeleri

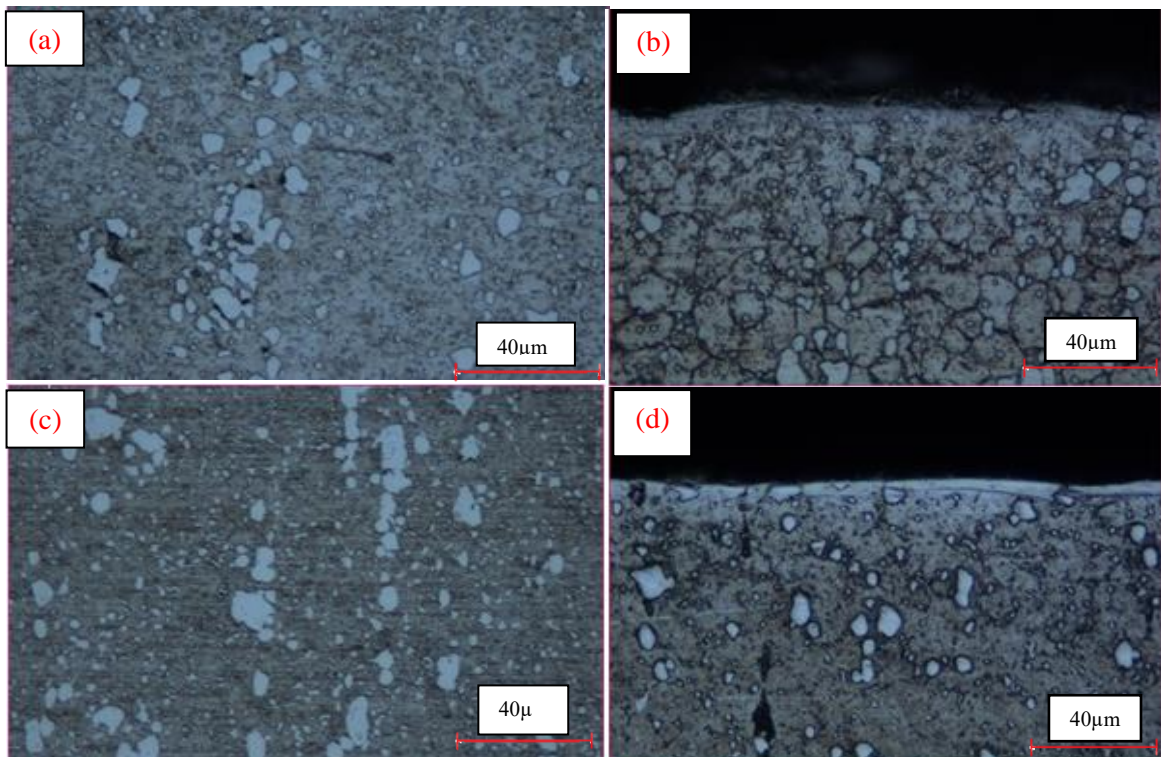
Normalize edilmiş mikroyapı incelendiğinde (Şekil 5), ferritik matrikste primer (büyük çökelti) ve sekonder karbürlerden (küçük çökelti) oluştuğu görülmektedir. Gerek Thermocalc analizi, gerekse XRD ve EDS analizleri bu karbürlerin Cr_{23}C_6 olduğuna işaret etmektedir (Tablo 5). Genellikle primer karbürler katılaşma esnasında oluşurken, sekonder karbürler ısıl işlem esnasında (normalizasyon) oluşurlar. Östenitlenip su verilen malzemelerde martenzitik matriste karbürlerin bulunduğu, östenitleme sıcaklığı arttıkça sekonder karbürlerin çözünmeye başladığı (Şekil 6) ve 1200°C sıcaklıkta büyük bir oranda çözüldüğü gözlenmektedir (Şekil 6-e-f). Östenitleme sıcaklığının artışıyla primer karbürlerin de boyutunun küçüldüğü görülmektedir (Şekil 6 a'dan f'ye). 1200°C sıcaklıkta yüzeyde dekarbürizasyon ve östenit tane kabalaşması da belirgin bir şekilde görülürken, martenzit plakalarının östenit taneleri boyunca uzandığı ve martenzit plakaları arasında kalıntı östenitlerin bulunduğu gözlenmektedir (Şekil 6-e-f). Bunun yanında, 1050°C ve 1080°C sıcaklıkta primer ve sekonder karbürlerin yanında iğnemi martenzit yapının hâkim olduğu görülmektedir (Şekil 6-a-c).

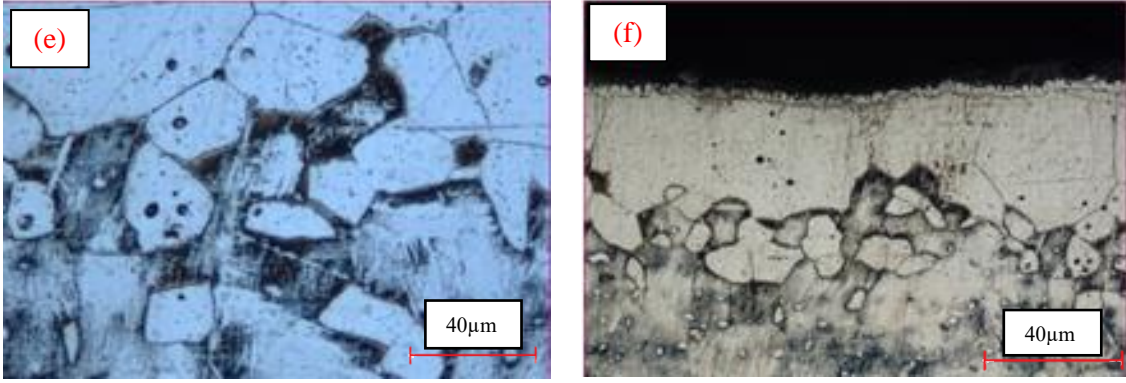


Şekil 5. Normalize yapı

Tablo 5. Thermocal ve EDS Analizleri ile tespit edilmiş element miktarları

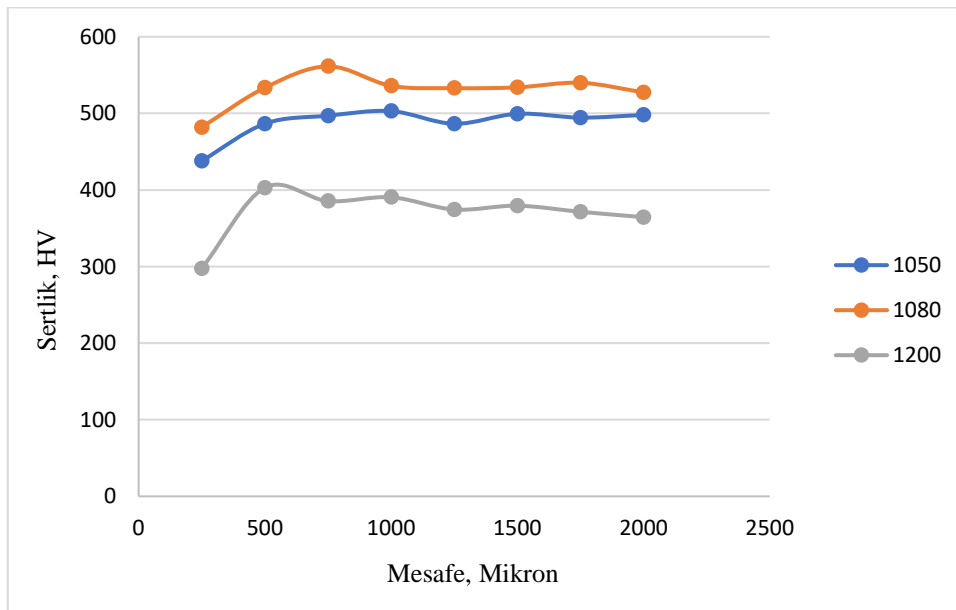
Element Miktarları, Ağırlıkça, %	Fe	Cr	Mo	C	Diğerleri	Muhtemel Fazlar
THERMOCALC	31,41	57,74	4,24	5,44	Kalan	Cr ₂₃ C ₆
EDS	34,02	49,08	2,57	11,48	Kalan	
THERMOCALC	82,36	14,94	0,88	0,31	Kalan	Östenit
EDS	80,33	12,52	-	6,14	Kalan	





Şekil 6. Östenitleme sıcaklığının mikro yapıya etkisi; (a-b) 1050°C sıcaklıkta östenitlenmiş ve su verilmiş, (c-d) 1080°C sıcaklıkta östenitlenmiş ve su verilmiş, (e-f) 1200°C sıcaklıkta östenitlenmiş ve su verilmiş,

Şekil 7’de verilen sertlik grafiğine göre 1050°C ve 1080°C östenitleme sıcaklıklarında malzemenin yüzeyden çekirdeğine kadar homojen bir şekilde sertleştirilebildiği söylenebilir. 1080°C’de yapılan östenitlemede en yüksek sertlik seviyesine ulaşılmıştır. Bunun nedeni östenit matriste daha fazla C çözünmesiyle birlikte martenzit tetragonallığının artışıyla ilişkilidir. 1200°C’de östenitlenen numune sertliğin oldukça düşük olduğu görülmektedir. Östenitleme sıcaklığının artması östenit tane irileşmesine neden olmakta, martenzit dönüşümü baskılayarak M_s (martenzit başlangıç) ve M_f (martenzit bitiş) sıcaklıklarını düşürmekte ve bazı durumlarda sıfırın altındaki sıcaklıklara geciktirerek kalıntı östenit oluşmasına neden olmaktadır[3]. Tablo 3’te verilen Thermocalc analizleri 1200°C’de kalıntı östenitin önemli oranda arttığını ortaya koymaktadır. XRD sonuçları da 1200°C sıcaklıkta belirgin bir şekilde kalıntı östenitin arttığını kanıtlamaktadır (Şekil 4). Öte yandan, mikroyapı görüntüleri 1200°C’de östenitlemede tane irileşmesini ortaya koymaktadır (Şekil 6). Tüm bu sonuçlar sertlikteki düşüşü açıklamaktadır.

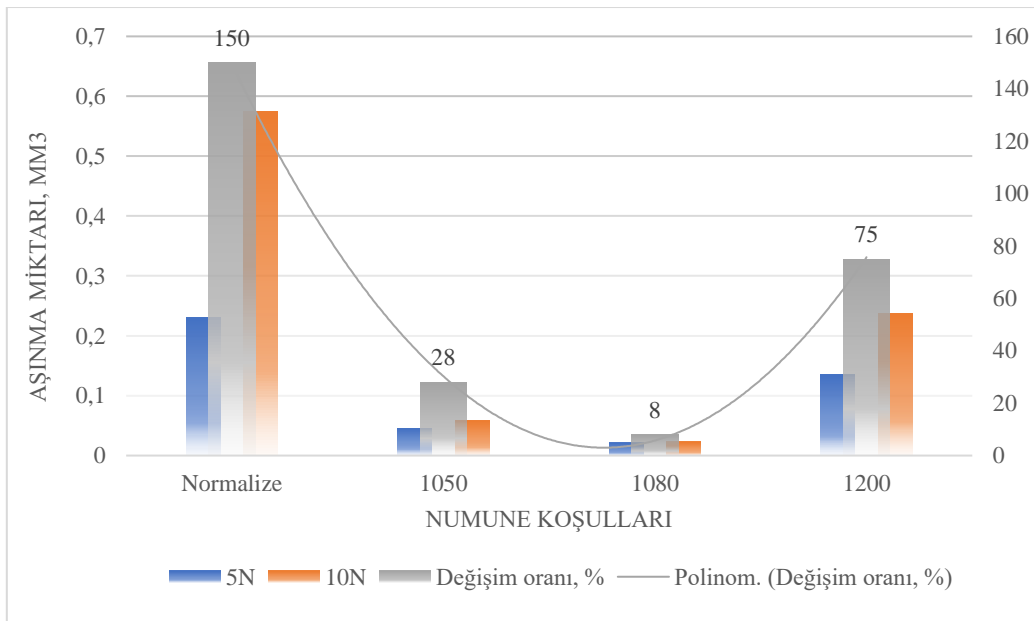


Şekil 7. Östenitleme sıcaklığının yüzeyden merkeze sertliğe olan etkisi

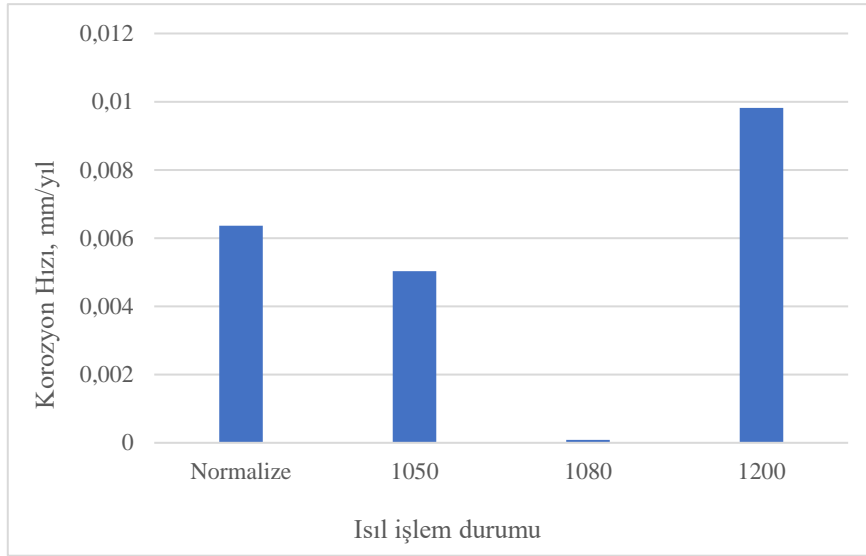
Öte yandan, Thermocalc analizlerine göre (Tablo 2) 1200°C östenitleme sıcaklığında delta ferritin oluşması muhtemeldir. Dengesiz soğuma sonrası kalıntı delta ferritin oluşumu mümkündür[19]. Bazı ferrit oluşturan elementler (Cr, W, V, Nb ve Ta) delta ferritin (δ) oluşum sıcaklığını düşürür. Bu nedenle delta ferrit, katılaşma esnasında oluşabileceği gibi, sıcak işlem sırasında yüksek sıcaklıklara maruz kaldığında da oluşabilir. Çeliklerde delta ferrit bulunması, mukavemet, yorulma dayanımı, sertlik ve darbe direncini azaltır [20][21]. Örneğin Gao vd Fe-9Cr-1W alaşımında 102 °C/s soğuma hızında %30 civarında δ ferrite oluşumunu raporlamışlardır[22]. Bu çalışmada, her ne kadar XRD analizleri veya mikro yapı incelemelerinde tespit edilememiş olsa da kalıntı delta ferrit oluşumunun da mümkün olabileceği ve sertlik düşüşünün sebeplerinden biri olarak değerlendirilebileceği düşünülmektedir.

Şekil 7’de görüldüğü gibi, tüm östenitleme sıcaklıklarında yüzeyde dekarbürizasyon sebebiyle sertlik düşüşü görülmektedir. 1050°C ve 1080°C östenitleme sıcaklıklarında dekarbürizasyon nedeniyle yüzeydeki sertlik düşüşü yaklaşık %10 iken, 1200°C’de %26 civarındadır. Daha yüksek sıcaklıklarda dekarbürizasyonun etkisi artmaktadır.

Östenitleme sıcaklığının aşınma direncine olan etkisi Şekil 8’de verilmiştir. Malzemelerde meydana gelen aşınma miktarları sertlik değerleriyle orantılı olarak değişmektedir. En yüksek sertliğe sahip olan 1080°C’de en az aşınma meydana gelmiştir. Burada daha ilginç olan, aşınma test yükü artırıldığında (5 N’dan 10 N’a) normalize numunede aşınma miktarı %150 oranında artarken, sertliğin en yüksek olduğu 1080°C’de %8 civarındadır. 1200°C’de östenitlenerek su verilen numunede bu oran tekrar artarak %75 seviyesine ulaşmaktadır. Martenzitik matrisin karbürler içeren ferritik matrise (normalize) göre yüksek yüklerdeki aşınmaya bile direncinin daha yüksek olduğunu göstermektedir.



Şekil 8. Östenitleme sıcaklığının aşınmaya olan etkisi



Şekil 9. Isıl işlem durumuna göre korozyon hızı değerleri

Şekil 9’da numunelerin korozyon hızı grafiği verilmiştir. Bu çalışmada en iyi korozyon dayanımı 1080°C’de östenitlenen malzemede ulaşıldığı, 1200°C’de östenitlenen numunenin normalize numuneden bile daha düşük korozyon direncine sahip olduğu belirlenmiştir. Tablo 2 ve Şekil 3’ten görüleceği gibi, östenitleme sıcaklığı arttıkça karbür miktarı azalmakta ve östenit matriste çözünen Cr ve C miktarı artmaktadır. Östenit matriste Cr zenginleşmesinin çeliğin korozyon dayanımı üzerine olumlu etkisi olduğu bilinmektedir. 1200°C’de en fazla çözünmüş Cr bulunmasına rağmen korozyon direncinin daha düşük çıkması fazla C içeriği ile ilişkilendirilmektedir. C içeriğinin çok fazla artması kafes distorsiyonunu artırmakta, bu da daha kusurlu pasif tabakaya yola açmakta ve düşük korozyon direncine neden olmaktadır[5][9].

3. Sonuçlar ve tartışma

Bu çalışmada 440B martenzitik paslanmaz çeliğin östenitleme sıcaklığının mikroyapı, sertlik ve aşınma direncine olan etkileri araştırılmıştır. Buna göre;

- Thermocalc analiz sonuçlarına göre, östenitleme sıcaklığı arttıkça $Cr_{23}C_6$ bileşiği çözünmeye başlamaktadır ve östenitleme sıcaklığı arttıkça karbür bileşikleri azalmaktadır. Bununla paralel olarak, östenit fazı içindeki Cr ve C oranları da östenitleme sıcaklığı ile artış göstermektedir.
- Mikroyapı incelemeleri, östenitlenerek su verilen 440B paslanmaz çeliğin karbür bileşikleri içeren martenzitik matristen oluştuğunu ortaya koymaktadır. Östenitleme sıcaklığı arttıkça martenzit dönüşüm sıcaklığı düşmekte olup, östenitin tamamı martenzite dönüşmemektedir. Bu da kalıntı östenite sebebiyet vermektedir. Ayrıca östenitleme sıcaklığı artışıyla tane irileşmesi de meydana gelmektedir.
- 1050°C ve 1080°C’de östenitlenen malzemelerde numuneler kesiti boyunca homojen olarak sertleştirilebilmektedir ve 1080°C’de en yüksek sertlik elde edilmektedir. Bununla birlikte, 1200°C’de östenit tane irileşmesi ve kalıntı östenitin yüksek oranda oluşması sebebiyle oldukça düşük sertlik elde edilmiştir.
- Bu çalışmada uygulanan östenitleme sıcaklıklarında tüm numunelerde dekarbürizasyon meydana gelmiştir, dekarbürizasyonun etkisinin en fazla 1200°C sıcaklıkta olduğu belirlenmiştir.

- Östenitleme sıcaklığı malzemenin korozyon dayanımını da etkilemektedir. Östenitleme sıcaklıklarında karbürlerin çözünmesiyle östenit matriste serbest kalan Cr korozyon dayanımını artırmaktadır. 1080°C’de östenitlenen numunede en iyi korozyon dayanımı elde edilmiştir. Çözünmüş Cr miktarı en fazla 1200°C elde edilmesine rağmen, bu numune en düşük korozyon dayanımı sergilemiştir. Bu durum çözünen karbürler dolayısıyla serbest kalan C ile ilişkilidir. C içeriğinin fazla artması nedeniyle kafes distorsiyonu artmaktadır, bu da daha kusurlu pasif tabakaya yola açmaktadır.
- Bu çalışmada hem aşınma direnci hem de korozyon direnci sağlanması için en iyi östenitleme sıcaklığı 1080°C olarak belirlenmiştir.

Teşekkür

Bu çalışma Manisa Celal Bayar Üniversitesi BAP Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir (Proje kodu: 2021-043). Yazarlar **KANSAN MAKİNA KAĞIT SAN VE TİC A.Ş.** (İzmir) ‘ye numunelerin hazırlanmasına katkılarında dolayı teşekkür eder.

Kaynaklar

- [1] C. Zhang, R. Chen, F. Luo, C. Du, and W. Shi, “Effect of heat treatment process on microstructure and properties of H13 steel,” **Metal Science and Heat Treatment**, vol. 37, no. 10, pp. 119–121, 2012.
- [2] M. Ramezani, T. Pasang, Z. Chen, T. Neitzert, and D. Au, “Evaluation of carbon diffusion in heat treatment of H13 tool steel under different atmospheric conditions,” **Journal of Materials Science and Chemical Engineering**, vol. 4, no. 2, pp. 114–125, 2015, doi: 10.1016/j.jmrt.2014.10.014.
- [3] L. D. Barlow and M. Du Toit, “Effect of austenitizing heat treatment on the microstructure and hardness of martensitic stainless steel AISI 420,” **Journal of Materials Engineering and Performance**, vol. 21, no. 7, pp. 1327–1336, 2012.
- [4] A. Rajasekhar, G. Madhusudhan Reddy, T. Mohandas, and V. S. R. Murti, “Influence of austenitizing temperature on microstructure and mechanical properties of AISI 431 martensitic stainless steel electron beam welds,” **Material and Design**, vol. 30, no. 5, pp. 1612–1624, 2009, doi: 10.1016/j.matdes.2008.07.042.
- [5] I. Bösing, L. Cramer, M. Steinbacher, H. W. Zoch, J. Thöming, and M. Baune, “Influence of heat treatment on the microstructure and corrosion resistance of martensitic stainless steel,” **AIP Advances**, vol. 9, no. 6, 2019, doi: 10.1063/1.5094615.
- [6] I. Calliari, M. Zanescio, M. Dabalà, K. Brunelli, and E. Ramous, “Investigation of microstructure and properties of a Ni-Mo martensitic stainless steel,” **Material and Design**, vol. 29, no. 1, pp. 246–250, 2008, doi: 10.1016/j.matdes.2006.11.020.
- [7] S. S. M. Tavares, D. Fruchart, S. Miraglia, and D. Laborie, “Magnetic properties of an AISI 420 martensitic stainless steel,” **Journal of Alloys and Compound**, vol. 312, no. 1–2, pp. 307–314, 2000, doi: 10.1016/S0925-8388(00)01149-X.
- [8] C. G. De Andrés, G. Caruana, and L. F. Alvarez, “Control of M₂₃C₆ carbides in 0.45C-13Cr martensitic stainless steel by means of three representative heat treatment parameters,” **Materials Science and Engineering**, vol. 241, no. 1–2,

- pp. 211–215, 1998, doi: 10.1016/s0921-5093(97)00491-7.
- [9] A. F. Candelária and C. E. Pinedo, “Influence of the heat treatment on the corrosion resistance of the martenzitic stainless steel type AISI 420,” **Journal of Materials Science Letters**, vol. 22, no. 16, pp. 1151–1153, 2003, doi: 10.1023/A:102517912
- [10] J. G. Gonzalez-Rodriguez, G. Bahena-Martinez, and V. M. Salinas-Bravo, “Effect of heat treatment on the stress corrosion cracking behaviour of 403 stainless steel in NaCl at 95 °C,” **Materials Letters**, vol. 43, no. 4, pp. 208–214, 2000, doi: 10.1016/S0167-577X(99)00261-X.
- [11] S. C. Krishna, N. K. Gangwar, A. K. Jha, B. Pant, and K. M. George, “Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Hardness of 17Cr-0.17N-0.43C-1.7 Mo Martenzitic Stainless Steel,” **Journal of Materials Engineering and Performance**, vol. 24, no. 4, pp. 1656–1662, 2015, doi: 10.1007/s11665-015-1431-3.
- [12] M. Kianezhad and S. A. Sajjadi, “Improvement of quench factor analysis in phase and hardness prediction of a quenched steel,” **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.**, vol. 44, no. 5, pp. 2053–2059, 2013, doi: 10.1007/s11661-012-1574-x.
- [13] S. Ghosh and S. Mondal, “Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Duplex Stainless Steel,” **Transactions of the Indian Institute of Metals**, vol. 61, no. 1, pp. 33–37, 2008.
- [14] J. Y. Li, P. Zhao, J. Yanagimoto, S. Sugiyama, and Y. L. Chen, “Effects of heat treatment on the microstructures and mechanical properties of a new type of nitrogen-containing die steel,” **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, vol. 19, no. 6, pp. 511–517, 2012, doi: 10.1007/s12613-012-0588
- [15] C. García De Andrés, L. F. Álvarez, V. López, and J. A. Jiménez, “Effects of carbide-forming elements on the response to thermal treatment of the X45Cr13 martenzitic stainless steel,” **Journal of Materials Science**, vol. 33, no. 16, pp. 4095–4100, 1998, doi: 10.1023/A:1004424329556.
- [16] W. Mao, S. Gao, Y. Bai, M. heom Park, A. Shibata, and N. Tsuji, “Effective grain size refinement of an Fe-24Ni-0.3C metastable austenitic steel by a modified two-step cold rolling and annealing process utilizing the deformation-induced martenzitic transformation and its reverse transformation,” **Journal of Materials Research and Technology**, vol. 17, pp. 2690–2700, 2022, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.02.031.
- [17] D. Zhao *et al.*, “Effects of tempering temperature on the microstructure and mechanical properties of T92 heat-resistant steel,” **Metals (Basel)**, vol. 9, no. 2, pp. 1–13, 2019, doi: 10.3390/met9020194.
- [18] B. Denand *et al.*, “Carbon content evolution in austenite during austenitization studied by in situ synchrotron X-ray diffraction of a hypoeutectoid steel,” **Materialia**, vol. 10, pp. 1–30, 2020, doi: 10.1016/j.mtla.2020.100664.
- [19] A. Rosenauer *et al.*, “Influence of delta ferrite on the impact toughness of a PH 13-8 Mo maraging steel,” **Materials Science and Engineering A.**, vol. 856, no. September, p. 144024, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.144024.
- [20] K. S. Chandravathi, K. Laha, K. Bhanu Sankara Rao, and S. L. Mannan, “Microstructure and tensile properties of modified 9Cr-1Mo steel (grade 91),” **Materials Science and Technology**, vol. 17, no. 5, pp. 559–565, 2001
- [21] H. U. Hong, B. S. Rho, and S. W. Nam, “A study on the crack initiation and growth from δ -ferrite/ γ phase interface under continuous fatigue and creep-fatigue

- conditions in type 304L stainless steels,” **International Journal of Fatigue**, vol. 24, no. 10, pp. 1063–1070, 2002, doi: 10.1016/S0142-1123(02)00019-1.
- [22] Q. Gao, Y. Liu, X. Di, Z. Dong, and Z. Yan, “The isochronal $\delta \rightarrow \gamma$ transformation of high Cr ferritic heat-resistant steel during cooling,” **Journal of Materials Science**, vol. 46, no. 21, pp. 6910–6915, 2011, doi: 10.1007/s10853-011-5656-8.