

AN INVESTIGATION OF RETAINED AUSTENITE CONTENTS IN CARBURIZED SAE 8620 STEEL

Osman ASİ

A.K.Ü. Uşak Müh. Fak. Makine Müh. Böl., 64300, Uşak, TÜRKİYE

ABSTRACT

In this study, retained austenite contents in carburized SAE 8620 (21NiCrMo2) steel were investigated. Carburizing programs were carried out in gas atmosphere at 940°C. X-ray diffraction was used to determine retained austenite contents in the case-hardened microstructures of the carburized specimens. Test results indicated that maximum retained austenite contents at the microstructures of the carburized specimens that carburized 45 minute, 3 h and 5 h carburizing times at 940°C were 35.8%, 19.4% and 15%, respectively.

Key Words : Carburizing, Retained austenite, X-ray diffraction

SEMENTASYON YAPILAN SAE 8620 ÇELİĞİNDE MEYDANA GELEN KALINTI ÖSTENİT MİKTARLARININ İNCELENMESİ

ÖZET

Bu çalışmada, SAE 8620 (21NiCrMo2) sementasyon çeliğinde, sementasyon işlemleri sonucunda meydana gelen kalıntı östenit miktarları incelenmiştir. Sementasyon işlemleri gaz atmosferinde 940°C 'de yapılmıştır. Numunelerin kalıntı östenit miktarları X-ışını kırınımı metoduyla tespit edilmiştir. Çalışma sonucunda, 940°C 'de 45 dakika, 3 saat ve 5 saat sementasyon işlemi yapılan numunelerin mikroyapısında meydana gelen maksimum kalıntı östenit miktarları, sırasıyla %35.8, %19.4 ve %15 olarak bulunmuştur.

Anahtar Kelimeler : Sementasyon, Kalıntı östenit, X-ışını kırınımı

1.GİRİŞ

Sementasyon; mil ve dişli çark gibi yüksek zorlamalara maruz kalan makine parçalarının yüzey özellikleri iyileştirilerek, yüksek yüzey sertliği, yorulma dayanımı ve aşınma dayanımı elde etmek için kullanılan yaygın bir yöntemdir. Düşük karbonlu çeliklerden ($\leq 0.25\text{C}$) üretilen makine parçaları, karbonlama ile yüksek karbonlu bir kabuk ($\sim 0.8-0.9\text{C}$) ve düşük karbonlu bir çekirdeğe sahip olur. Böyle bir parça sertleştirilir ise yüzeyi sert, çekirdeği tok olur. Aynı zamanda, farklı zamanda soğuma ve farklı mikroyapıdan dolayı iç gerilmeler oluşur. Genellikle yüzeyde ve kabuk bölgesinde basma, çekirdek bölgesinde ise çekme kalıntı gerilmeleri meydana gelir. Yüzeyde oluşan basma kalıntı gerilmeleri eğme ve burma zorlamalarında faydalı olmaktadır. Sementasyon işlemi, aşınma, eğilme ve burulma yorulma dayanımı ile temas yorulma dayanımlarının yüksek olmasını sağlar (1). Isıl işlem doğru uygulanmış bir çeliğin mikroyapısı ağırlıklı olarak temperlenmiş martenzittir. Ancak yüzeyden çekirdeğe doğru martenzitin yapısı, miktarı ve özellikleri değişir. Sementasyon işlemi yapılmış çeliklerin yüzey kısmında özelliklerini ciddi olarak etkileyen diğer mikroyapılar da meydana gelebilir. Bunlar; kalıntı östenit, kaba karbürler, tane sınırı karbürleri, fosfor segregasyonu ve yüzey oksitleri olabilir (2, 3). Çekirdek mikroyapıları, sertleşebilirliğe bağlı olarak, temperlenmiş martenzit,

1.INTRODUCTION

Carburizing is a remarkable method of enhancing the surface properties of shafts and gears high stressed machine parts to obtain very high surface hardness, fatigue resistance and wear resistance. Machine parts fabricated from low-carbon steel ($\leq 0.25\text{C}$) consist of a high-carbon steel case ($\sim 0.8-0.9\text{C}$) and low-carbon steel core. If this steel composite is hardened, its surface have high hardness and its core have high toughness. Residual stresses are developed by interactions between the case and core during quenching. Generally, while residual compressive stresses are developed in the case, residual tensile stresses are developed in the core. Residual compressive stresses in the surface layers are helpful at bending and torsional stresses. Carburizing produces very high resistance to wear, bending, torsional fatigue and rolling-contact fatigue (1). Tempered martensite is the dominant microstructure constituent of properly carburized steel. However, the martensite changes in morphology, amount, and properties as a function distance from the surface. Other microstructural constituents may also be present and significantly affect the performance of carburized parts. These other microstructural components include retained austenite, massive carbides, prior austenite grain boundaries carbides, phosphorus segregation, and surface oxides.(2, 3). Core microstructures depending on

beynit veya ferrit ve perlitten meydana gelebilir. Oluşan bu kabuk ve çekirdek mikroyapıları, çeliğin mikroyapısında meydana gelen kalıntı gerilmelerin büyüklüğünü, malzemenin yorulma dayanımını, temas yorulma dayanımını, sertlik ve aşınma dayanımını etkiler (4).

Sementasyon işleminden sonra, karbon miktarı genellikle yüzeyde en yüksek olacak şekilde çekirdeğe doğru azalır. Meydana gelen sertlik değerleri de karbon miktarına bağlı olarak değişmektedir. Etkili sementasyon derinliği, sementasyon işleminden sonra, belirli bir sertlik değeri için tarif edilir. TS 1719'a göre "etkili sementasyon derinliği; Vickers sertliği 550 VSD olan karbonlanmış ve sertleştirilmiş tabaka ile yüzey arasındaki dikey uzaklık" olarak tarif edilmektedir (5). Etkili sementasyon derinliğine etki eden faktörler; sementasyon sıcaklığı, sementasyon süresi, karbonlama ortamının karbon potansiyeli, çeliğin kimyasal bileşimi, parçanın şekli ve büyüklüğü ve suverme esnasındaki soğutma hızıdır (4, 6).

Kalıntı östenit; dönüşüm sertleştirilmesi esnasında martenzite dönüşmeyip, oda sıcaklığına kadar kalabilen östenittir. Yüzey sertleştirilmesi yapılmış parçalarda kalıntı östenitin meydana gelmesindeki en önemli faktör östenitin martenzite dönüşüm sıcaklıkları olan martenzit başlama sıcaklığı (M_s) ve martenzit bitiş sıcaklığıdır (M_f) (6).

Çeliklerde, östenit Ac_3 ve Ac_m sıcaklıklarının üzerinde kararlı haldedir. Bu sıcaklıklardan soğutmakla, östenit çeliğin kimyasal bileşimine ve soğutma hızına bağlı olarak kararlı ve yeni mikroyapılara dönüşür. Dönüşüm difüzyona müsaade edecek hızda olursa, ferrit, perlit ve beynit gibi yapılar meydana gelir. Bunlar yüksek sıcaklık dönüşüm ürünleridir. Düşük karbonlu çeliklerde bu dönüşümler Ac_3 ile $400\text{ }^\circ\text{C}$ arasındaki sıcaklıklarda meydana gelmektedir. Çeliklerin sertleştirilmesinde ise, östenitin kritik soğuma hızının üzerindeki bir hızda soğutulmasıyla (difüzyon için gerekli zaman verilmeden) martenzitik bir yapının oluşması hedeflenir. Martenzit dönüşüm bitiş sıcaklığı (M_f), suverme ortam sıcaklığının altına düşerse, östenitin martenzite dönüşümü tamamlanamaz. Karbon oranı %0,5-0,6'dan fazla olan çeliklerde, yapının tamamıyla martenzit olması için çeliğin sıfırın altındaki sıcaklıklara kadar soğutulması gerekir. Düşük karbonlu az alaşımlı çeliklerin martenzit dönüşüm aralığı (M_s - M_f) 450 ile $200\text{ }^\circ\text{C}$ iken yüksek karbonlu çeliklerin martenzit dönüşüm aralığı ise $200\text{ }^\circ\text{C}$ ile $-100\text{ }^\circ\text{C}$ arasındadır. M_f bazı çeliklerde $-200\text{ }^\circ\text{C}$ 'nin altına kadar düşmektedir (4,6). M_f sıcaklığının karbon oranına bağlı olarak oda sıcaklığının altına düşmesi yapıda kalıntı östenit miktarının artmasına ve sertliğin düşmesine neden olmaktadır.

Sementasyon işleminde, yüzey tabakasının karbon konsantrasyonunun %0,7 C'ni aşması M_f sıcaklığını oldukça aşağıya çeker. % 0,7 karbonlu çelik için M_f sıcaklığı $20\text{ }^\circ\text{C}$ 'nin altında olduğundan, oda sıcaklığına soğutmakla östenitin martenzite dönüşümünün tamamlanmasına izin verilmiş olmaz. Sonuçta mikroyapıda östenit kalır. Şekil 1'de mikroyapıda bulunan karbon miktarına bağlı olarak kalıntı östenit miktarının değişimi görülmektedir. Böylece sementasyon yapılmış

hardenability may consist of tempered martensite bainite, or ferrite and pearlite. These case and core microstructures affect residual stresses levels occurred in the microstructures, fatigue resistance, rolling-contact fatigue, hardness and wear resistance of steels (4).

After carburizing processes, carbon content that is normally maximum level at the surface decrease with distance into the specimen. Hardness level in the microstructure also changes with carbon contents of the specimens. The effective case depth is defined as the distance below the surface where the hardness was equal to 550 HV, as TS 1719 (5). The effective case depth is influenced carburizing time, temperature, carbon content of furnace atmospheres, chemical composition of steel, product shape and size, and the rate of cooling (4, 6).

Retained austenite is defined as thermally stabilized austenite that wasn't transformed isothermally to martensite during a part is quenched to about room temperature. The amount of the retained austenite in the surface hardening parts is mainly influenced martensite start temperature (M_s) and martensite finish temperature (M_f) (6).

In steels, austenite is stable at temperatures above the Ac_3 and Ac_m phase boundaries. On cooling from such temperatures, it becomes unstable and decomposes to some new constituent such as ferrite, pearlite, or bainite depending on the chemical composition of the steel and the rate of cooling. These resulting products are referred to as high-temperature transformation products. In low-carbon steels, these transformation take place at temperatures between the Ac_3 and about $400\text{ }^\circ\text{C}$. Martensite is formed by quenching at a rate above cooling rate. If M_f temperature is lowered below the quenching temperature, austenite does not transform to martensite. Steel which contain above 0.5-0.6%C must be quenched to subzero temperatures to form all martensite microstructure. While M_s - M_f range of low-carbon and alloy steels is $450\pm 200\text{ }^\circ\text{C}$ temperatures, M_s - M_f range of high carbon contained steel is $200\pm 100\text{ }^\circ\text{C}$ temperatures. In some steels, M_f temperature lies below $-200\text{ }^\circ\text{C}$ (4,6). M_f temperature is below room temperature depending on carbon content of case causes high retained austenite and low hardness in the microstructure.

If a part have a high-carbon surface layer more than 0.7 %C, M_f temperature decreases below room temperature. Therefore, austenite doesn't transform to martensite. Finally, some of the austenite may survive. Influence of carbon content on retained austenite content is shown in Figure 1. Thus, carburized steels actually have composite microstructures of tempered martensite and austenite. Other microstructural components also may be present, but after tempered martensite it is the retained austenite that most affect properties. (4, 6).

çeliklerin mikroyapıları; temperlenmiş martenzit ve kalıntı östenitten meydana gelmektedir. Diğer mikroyapısal bileşenler de bulunabilir; fakat mekanik özelliklere, temperlenmiş martenzitten sonra en çok kalıntı östenit etkiler (4, 6).

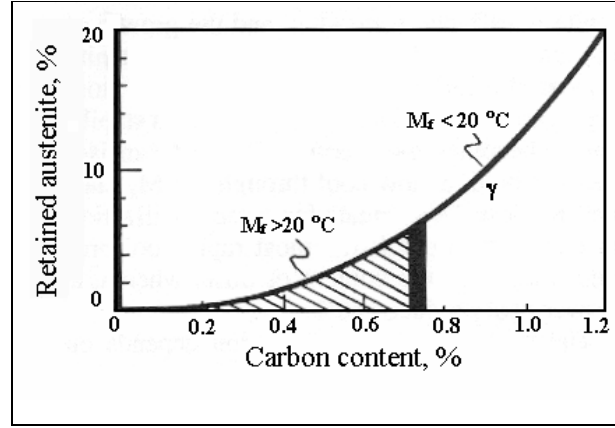


Figure 1. Influence of carbon content on retained austenite content (4)

Şekil 1. Kalıntı östenit miktarına karbon oranının etkisi (4)

Su verme esnasında östenitten martenzit oluşmaya başlama sıcaklığı (M_s) çeliğin kimyasal kompozisyonunun bir fonksiyonudur. M_s sıcaklığı çeşitli ampirik bağıntılardan elde edilmektedir. Bunlardan birisi de aşağıda [1] eşitliğinde verilen Steven ve Haynes formülüdür (4).

$$M_s (\text{°C}) = 561 - 474C - 33Mn - 17Ni - 17Cr - 21Mo \quad [1]$$

Burada element miktarları % ağırlık olarak miktarlarıdır. Bu eşitlik, maksimum % 0,6 C içeren orta karbonlu çelikler için çok iyi sonuçlar vermektedir. Yüzeyle sertleştirilmesi yapılmış bir çeliğin verilen bir su verme sıcaklığına soğutmakla martenzitik yapıya dönüşmeden kalan kalıntı östenitin hacim olarak miktarı; martenzit dönüşüm başlama sıcaklığı (M_s) ile su verme sıcaklığına (T_q) bağlıdır. Koistinen ve Marburger tarafından tespit edilen bu ilişki, aşağıdaki [2] eşitliğinde verilmektedir (4).

$$V_\gamma = e^{-1.10 \times 10^{-2}(M_s - T_q)} \quad [2]$$

Oluşan martenzit miktarı ise; $V_m = 1 - V_\gamma$ olur. Yukarıdaki [2] eşitliğine göre oluşan martenzit miktarı zamana bağlı değildir.

Kalıntı östenit miktarının ölçülmesinde X-ışını kırınımı, kantitatif optik metalografi, elektrik direnç, magnetik geçirgenlik, dilatometre ve termal analiz gibi birçok metot kullanılmaktadır. Ancak bunlardan X-ışını kırınımı ve metalografi tekniği dışındakiler daha çok dönüşüm esnasında var olan kalıntı östenitin ölçülmesinde kullanılır. Metalografi tekniği bu iş için uygun olmasına rağmen bazı durumlarda fazların iyi ayrılmasından (özellikle optik mikroskopta) ve çok zaman almasından dolayı pratik değildir (7).

Bu çalışmada, sementasyon yapılmış SAE 8620 (21NiCrMo2) çeliğinde meydana gelen kalıntı östenit

The temperature at which austenite starts to transform martensite on quenching (M_s) is a function of chemical composition of the steel. M_s can be obtained from several sources. One of them is the Steven and Haynes formula, which is given equation [1] as follows (4),

where the element amounts are in weight percent. This equation reasonably accurate for steels containing up to maximum 0.6% C. The volume of untransformed austenite to martensite is related to both martensite start temperature (M_s) and the quenchant temperature (T_q). This relation defined by Koistinen and Marburger is given equation [2] below (4),

Thus; the amount of martensite is : $V_m = 1 - V_\gamma$. According to equation [2], note that the amount of martensite that forms is not a function of time.

Retained austenite can be measured by X-ray diffraction, quantitative optical metallography, electric resistance, magnetic permeability, dilatometer and thermal analysis. However, they can be used to measure austenite which is stable during transformation, except X-ray diffraction and metallography methods. Metallography methods are not practical due to difficulty of observing phases and to necessitate more researching time (7).

In this study, the amount of retained austenite in carburized SAE 8620 steel was determined using X-ray diffraction.

miktarları, X-ışını kırınımı metodu kullanılarak incelenmiştir.

2. MATERYAL VE METOT

Dişli çark ve mil gibi makine parçalarının yapımında yaygın olarak kullanılan SAE 8620 (21NiCrMo2, Malzeme No: 1.6523) sementasyon çeliğinin kütle spektroskopisi cihazı ile elde edilen kimyasal bileşimi Çizelge 1.'de verilmiştir.

Table 1. The chemical composition of SAE 8620 steel (%)
Çizelge 1. SAE 8620 çeliğinin kimyasal bileşimi (%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
0,197	0,207	0,714	0,015	0,0081	0,205	0,449	0,413	0,154

Şekil 2.'de ölçüleri verilen deney numuneleri, $\varnothing 16$ mm'lik çubuklar halinde kesilip, ısıtma fırınında 920°C ' de 1 saat normalizasyon tavlamasından sonra, verilen boyutlara tornalanmıştır. Numuneler tornalama işleminden sonra, yüzey pürüzlülüklerini gidermek için 200 ve 400 numara zımpara kağıdı ile zımparalanmıştır.

2. MATERIAL and METHOD

A standard carburizing steel SAE 8620 (21NiCrMo2, Material Number: 1.6523) has been used in this study, which is widely used as a carburized steel (shafts, gears etc.) The chemical composition of the steel is given in Table 1.

After normalizing at 920°C , 1 hour, the 16 mm diameter steel bar was machined with lathe to get the shape of the specimen described in Figure 2, and finished by grinding using #200 and # 400 emery paper. Therefore, the specimen does not have the structure anomalies near the surface before carburizing treatment.

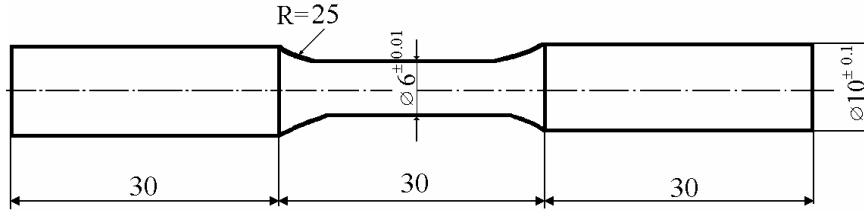


Figure 2. Test specimen, dimensions in mm
Şekil 2. Deney numunesi

Numunelerin ısıtma işlemi, İSTAŞ A.Ş. (İzmir) ısıtma tesislerinde, gaz atmosferinde, Şekil 3'de verilen programa göre yapılmıştır. Sementasyon işlemi yapılan numunelerin ısıtma ortamı, sıcaklığı ve süreleri Çizelge 2'de verilmektedir.

Carburizing programs, as shown in Figure 3, were carried out in gas atmosphere at heat treatment plant of İSTAŞ A.Ş. The condition of heat treatment, time and temperature of carburizing of the carburized specimens are given in Table 2.

Table 2. Heat treatment process of the specimens
Çizelge 2. Numunelerin ısıtma işlem programı

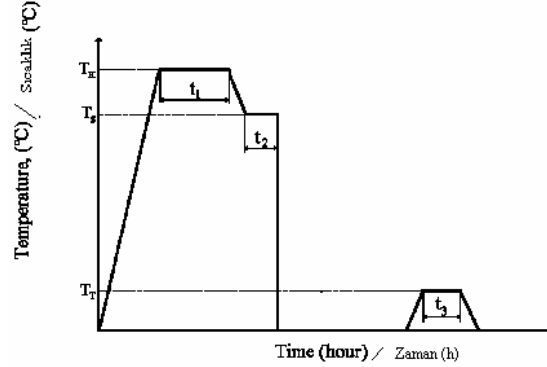
Specimen Number/Numune No	Carburizing Medium/Karbonlama ortamı	Carburizing temperature / Karbonlama sıcaklığı T_k ($^{\circ}\text{C}$)	time (hour)/ Karbonlama süresi (saat)	at 850°C (minute)/ 850°C 'de bekleme süresi (dakika)	(hour) (at 170°C) / Temperlendirme süresi (saat) (170°C)
1	Gas atmospheres	940°C	$\frac{3}{4}$	15	2
2	Gas atmospheres	940°C	3	30	2
3	Gas atmospheres	940°C	5	30	2

Numunelerin sementasyon işlemindeki karbonlama gaz atmosferi endotermik indirgeyici gaz (%33 H_2 , %28 CO , %0,8 CH_4) ile propan (C_3H_8) karışımı karbonlama ortamında yapılmıştır. Gaz atmosferinde sementasyon işlemi yapılan numunelerde, hızlı bir karbon difüzyonu için, ilk önce 940°C 'de %1,2 C'lu bir ortamda, daha sonra yüzey karbon miktarının %0,8 C'ü aşmaması için 850°C 'de %0,7 C'lu bir ortamda karbonlama işlemi

Gas carburizing atmospheres consist of an endothermic carrier gas (33% H_2 , 28 % CO , 0,8% CH_4) that is enriched by propan (C_3H_8). During the carburizing process the carbon potential of batch furnaces was adjusted to 1.2 % C at 940°C for rapid carburizing rate and then reduced to maintain the final surface carbon content of the specimens below 0.8% C. Specimens were processed in the direct quenched condition from 940°C . After carburizing

yapılmıştır. Numuneler 850°C'den direkt sertleştirme işlemine tabi tutulmuşlardır. Numuneler, gaz atmosferinde karbonlama işleminden sonra, 60°C' deki ISORAPID 277HM hızlı soğutma yağında sertleştirildikten sonra 170°C 'de 2 saat temperlenmişlerdir.

process, the specimens were quenched into high cooling oil, named ISORAPID 277HM, at 60°C, and then were tempered at 170°C for 2 hour.



T_K : Carburizing temperature
 T_S : Quenching temperature
 T_T : Tempering temperature
 /
 T_K : Karbonlama sıcaklığı
 T_S : Suverme sıcaklığı
 T_T : Temperleme sıcaklığı

t_1 : Carburizing time
 t_2 : Holding time at quenching temperature
 t_3 : Tempering time
 /
 t_1 : Karbonlama süresi
 t_2 : Suverme sıcaklığında bekleme süresi
 t_3 : Temperleme süresi

Figure 3. Carburizing heat treatment cycle

Şekil 3. Sementasyon işlemindeki ısı işlem programı

Numunelerin mikrosertlik değerlerinin, optik fotoğraflarının ve kalıntı östenit miktarlarının incelenmesi için numunelerin Ø 6 mm çapındaki orta bölgesinden numuneler alınarak incelemeler yapılmıştır.

Numunelerin mikrosertlik değerleri, Officine Galileo Microscan marka mikrosertlik cihazında 9,81 N yük altında elde edilmiştir.

Numunelerin optik fotoğrafları, Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Malzeme Laboratuvarındaki Nikon Eclipse ME 600 marka metal mikroskopunda elde edilmiştir. Numuneler, mikroyapı incelemesi için bakalite alma işleminden sonra zımpara kağıtlarıyla zımparalanmışlar ve keçe ile parlatılmışlardır. Su verme sonucu oluşan sertleşmiş bölgenin optik fotoğrafları, numunelerin %2 Nital çözeltisinde dağlama işleminden sonra çekilmiştir.

X-ışını kırınımı metoduyla kalıntı östenit miktarının belirlenmesi, bir malzeme X ışınlarıyla radyasyona tabi tutulursa malzeme içinde bulunan bütün fazların kristal yapıları tarafından belirlenen karakteristik difraksiyon paternleri elde edilir ve bu paternde oluşan fazların şiddetleri (pik alanları) malzeme içinde bulunan fazların miktarıyla orantılıdır prensibine dayanmaktadır (8,9). Aşağıda X-ışını kırınımı metoduyla kalıntı östenit miktarının tespitinin genel prensipleri kısaca açıklanmıştır. X-ışını kırınımında martenzit fazları ile ferrit fazlarının şiddetleri aynı olduğundan, aşağıda ferrit ve östenit fazları için verilen eşitlikler martenzit ve östenit fazları içinde geçerlidir(9). Ferrit ve östenit fazlarından oluşan bir malzeme için iki fazın pik şiddetleri arasındaki oran, aşağıdaki [3] eşitliğiyle verilmektedir.

Microhardness test, optical microscopy and retained austenite level examination were tested at 6 in mm diameter section of the carburized specimens.

The cross-sectional microhardness of the specimens was measured with Officine Galileo Microscan microhardness tester with a 9,81 N load.

Optical microscopy of the specimens was obtained using Nikon Eclipse ME 600 optical microscope at Department of Metallurgical and Materials Engineering, D.E.U. Optical view of case and core microstructures for each steel were revealed by a 2 ptc nital etch on mounted and polished specimen cross sections

In principles for retained austenite measurement by X-ray diffraction, a unique X-ray diffraction pattern for each crystalline phases is produced when the steel sample is irradiated with x-irradiation due to steel contains crystalline phases such as ferrite or martensite and austenite. Austenite, due to its structural difference from other phases in steel, produces a diffraction peak at different locations than ferrite and martensite. The amount of a phase in steel is proportional to the integrated intensity of its diffraction peak (8,9). Measurement of retained austenite using X-ray diffraction techniques is briefly explained below. No distinction has been made between ferrite and martensite phases due to the theoretical X-ray diffraction intensities are nearly the same. Here after, the term ferrite can also apply to martensite (9). For steel contained ferrite and austenite, the ratio of integrated intensity is given equation [3] below,

$$\frac{I_{\alpha}^{hkl}}{I_{\gamma}^{hkl}} = \left[\left(\frac{R_{\alpha}^{hkl}}{R_{\gamma}^{hkl}} \right) \left(\frac{V_{\alpha}}{V_{\gamma}} \right) \right] \quad [3]$$

Burada; I_{α}^{hkl} : Ferrit piklerinin alanı,
Östenit piklerinin alanı
 V_{α} : Ferrit piklerinin hacim oranı, V_{γ} :
Östenit piklerinin hacim oranı
 R_{α}^{hkl} ve R_{γ}^{hkl} faktörleri aşağıdaki eşitlikle
verilmektedir.

$$R^{hkl} = \frac{1(|F|^2 pLP e^{-2M})}{v^2}$$

Burada; $|F|^2$: Yapı faktörü. Kristal yapıya bağlıdır.

p : Multiplicity faktörü

LP : Lorentz - polarizasyon faktörü

$$\left(LP = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right)$$

e^{-2M} : Debye Waller veya sıcaklık faktörü. Bu faktör,
ölçülen şiddet üzerine atomların termal titreşimlerinin
etkisini hesaba katar. Bu eşitlikte
($M = B(\sin^2 \theta) / \lambda^2$) dir.

B : Malzeme sabitidir, 0.0037 alınabilir.

Ferrit veya martenzit ile östenit faza sahip bir çelik için;

$V_{\alpha} + V_{\gamma} = 1$ olduğundan, yapıdaki östenit miktarı (V_{γ}),
aşağıdaki [4] eşitliğinden elde edilir (9).

$$V_{\gamma} = \left[\frac{(I_{\gamma} / R_{\gamma})}{(I_{\alpha} / R_{\alpha})} + \frac{I_{\gamma}}{R_{\gamma}} \right] \quad [4]$$

X-ışını kırınımı metodunda, X-ışınlarının sadece 5-10
µm derinliğe kadar etkili olması nedeniyle, sementasyon
işlemi yapılan numunelerin yüzeyindeki ve yüzeyden
istenilen derinlikteki kalıntı östenit miktarının ölçülmesi
için elektrolitik parlatma (electropolishing) ile istenilen
yüzey elde edilerek ölçümler yapılmaktadır.

Bu çalışmadaki numunelerin kalıntı östenit miktarları
Proto Manufacturing Limited (Kanada) laboratuvarlarında
X-ışını kırınımı metoduyla elde edilmiştir. Numunelerin
kalıntı östenit miktarlarının ölçülmesinde kullanılan
kırınım koşulları ve parametreleri;

Radyasyon : Cr, ψ salınım açısı : 3°,
 $K\alpha$: 2.291 Å, Filtre : Vanadyum
Latis düzlemleri ve Bragg açıları : Östenit (220), 128°,
Martenzit (200), 106°

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Sementasyon yapılan numunelerin yüzeyinde, yüzeye

Where; I_{α}^{hkl} : integrated intensity of diffraction peak
in the ferrite phase,

I_{γ}^{hkl} : integrated intensity of diffraction peak in
the austenite phase

V_{α} : Volume fraction of the ferrite plane,

V_{γ} : Volume fraction of the austenite plane

R_{α}^{hkl} ve R_{γ}^{hkl} are given by,

$$R^{hkl} = \frac{1(|F|^2 pLP e^{-2M})}{v^2}$$

Where; $|F|^2$: Structure factor, depend on crystalline
structure.

p : Multiplicity factor

LP : Lorentz - polarizasyon factor

$$\left(LP = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right)$$

e^{-2M} : Debye - Waller or temperature factor, which is
function of ($M = B(\sin^2 \theta) / \lambda^2$)

B is a material constant (~0.0037).

For a steel which have only ferrite and martensite phases;

$$V_{\alpha} + V_{\gamma} = 1$$

Then, the volume fraction of austenite (V_{γ}) is obtained
equation [4] as follows (9),

Since the x-ray beam penetrates only a shallow (5-10
µm) depths beneath the exposed surface, retained austenite
distributions at surface and subsurface layers of
carburized specimens are measured after removing layers
with electrolytic polishing.

In this study, X-ray diffraction was used to determine
retained austenite contents in the case hardened
microstructures of the carburized specimens at Proto
Manufacturing Limited (Canada) laboratories. Retained
austenite diffraction conditions and parameters of
specimens are;

Radiation : Cr, ψ oscillation : 3°,
 $K\alpha$: 2.291 Å, Filters : Vanadium
Lattice plane & Bragg angles : Austenite (220), 128°,
Martensite (200), 106°

3. RESULTS and DISCUSSION

The hardness distribution through the carburized case

yakın bölgelerinde ve çekirdek bölgelerindeki sertlik değerleri, etkili sementasyon derinliği, yüzeyde, yüzeye yakın bölgelerdeki kalıntı östenit miktarları ile maksimum kalıntı östenit miktarları Çizelge 3.'de, numunelerin yüzeyinden çekirdeğine doğru sertlik değişimleri ise Şekil 4'de verilmektedir.

Gaz atmosferinde sementasyon yapılan numunelerin yüzey sertlik değerleri genelde birbirine yakın olmasına rağmen, kalıntı östenit miktarının fazla olduğu 1 nolu numunedeki yüzey sertlik değeri diğerlerine göre düşüktür. Çünkü kalıntı östenitin sertliği martenzitin sertliğinden daha düşüktür (4, 6). Ancak, Çizelge 3 ve Şekil 4'de görüldüğü gibi, kalıntı östenit miktarının en yüksek olduğu noktalarda numunelerin mikrosertlik değerleri birbirine çok yakın meydana gelmiştir. Bunun nedeni; mikroyapıdaki metalurjisel değişikliklerden (karbür vb.) kaynaklanabilir. Makalenin giriş bölümünde açıklandığı gibi, sementasyon işlemi sonucunda mikroyapıda martenzit, kalıntı östenit, kaba karbürler, tane sınırı karbürleri, fosfor segregasyonu ve yüzey oksitleri meydana gelebilir. Kalıntı östenit miktarının en yüksek olduğu 1 nolu numunenin mikroyapısında C miktarının yüksek olmasından dolayı karbürler meydana gelmiş olabilir. Bu nedenle, 1 nolu numunenin bahsedilen noktadaki mikrosertlik değerleri diğer numunelerin mikrosertlik değerlerine çok yakın çıkmış olabilir (1, 2, 4). Numunelerin çekirdek bölgesindeki sertlik değerleri, numunelerin etkili sementasyon derinliği ile doğru orantılı olarak artmıştır.

and into the core, the effective case depth, retained austenite contents at the surface and subsurface of carburized specimens are given in Table 3, and the hardness profile through the carburized case is shown in Figure 4.

Although the hardness levels at the surface of gas carburized specimens were similar to each other in general, Specimen 1 contained high retained austenite amounts have lower hardness level than other specimens. Because, hardness of retained austenite is softer than hardness of martensite (4, 6). But, as shown in Table 3 and Figure 4, place where the retained austenite contents are the maximum level, hardness level of specimens are very similar to each other. This is probably due to metallurgical transformation in the structures (as carbides). As explained introduction of this article, martensite, retained austenite, massive carbides, phosphorus segregation and surface oxides may be present in the microstructures of carburized steel. Carbides might be take place in the microstructures of the Specimen 1 which have high retained austenite due to high carbon content. For this reason, hardness level of the Specimen 1 are probably similar to other specimens (1, 2, 4). There is a direct relationship between core hardness level and the effective case depth of the carburized specimens.

Table 3. Mechanical and metallurgical results in the microstructures of carburized specimens

Çizelge 3. Numunelerin sementasyon işlemi sonrası mikroyapıda meydana gelen mekanik ve metalurjik değişiklikler

Specimen Number/ Numune No	Surface hardness, HV1/ Yüzey sertliği HV1	Core hardness, HV1/ Çekirdek sertliği HV1	Hardness at 0.05 mm, HV1/0,05 mm' deki sertlik HV1	Hardness at 0.08 mm, HV1/ 0,08 mm' deki sertlik HV1	Hardness at 0.1 mm, HV1 / 0,1 mm' deki sertlik HV1	The effective case depth, (mm) / Etkili sementasyon derinliği,(mm)	Retained austenite content at surface, (%) / Yüzeydeki kalıntı östenit miktarı, (%)	Retained austenite content at 0.025 mm, (%) / 0,025 mm' deki kalıntı östenit miktarı, (%)	Retained austenite content at 0.05 mm, (%) / 0,05 mm' deki kalıntı östenit miktarı, (%)	Retained austenite content at 0.08 mm, (%) / 0,08 mm' deki kalıntı östenit miktarı, (%)	Maximum retained austenite content, (%) / Maksimum kalıntı östenit miktarı, (%)
1	740	402	740	700	660	0,39	30,5	35,8	30,8	25,6	35,8
2	760	428	760	750	740	0,86	15,6	15,7	19,4	16	19,4
3	762	447	742	740	742	1,2	15	11,6	11,8	14	15

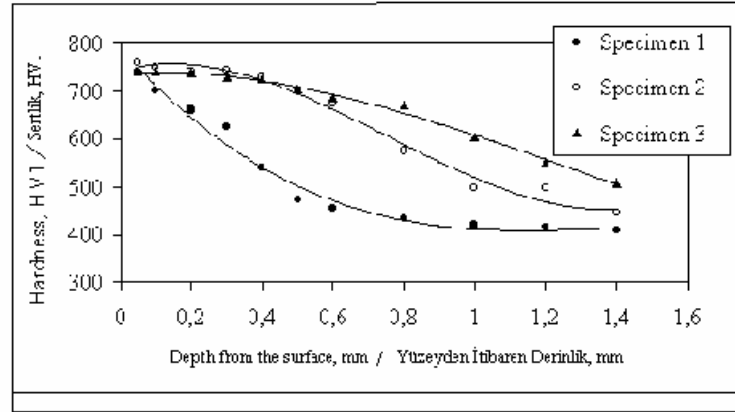


Figure 4. Hardness profile through the carburized case of the specimens
Şekil 4. Numunelerin mikrosertlik eğrileri

Sementasyon yapılan numunelerin mikroyapısında meydana gelen kalıntı östenit miktarları Şekil 5.'de verilmiştir. 940°C 'de 45 dakika, 3 saat ve 5 saat karbonlama ve ardından su verilen numunelerin mikroyapısında meydana gelen maksimum kalıntı östenit miktarları, sırasıyla %35,8, %19,4 ve %15 olarak bulunmuştur.

Gaz atmosferindeki sementasyon işleminde, karbonlamadan sonraki 850°C 'de bekleme ortamında karbon miktarının %0,8 C' dan daha düşük düzeyde olması ve dolayısıyla numunelerin yüzeyindeki karbon miktarının düşük olması nedeniyle, meydana gelen kalıntı östenit miktarları düşük düzeydedir. Sadece 1 nolu numunenin mikroyapısındaki kalıntı östenit miktarı fazladır. Bunun nedeni ise; 1 nolu numunede 850°C 'de bekleme süresinin kısa olmasından dolayı yüzeyin ve yüzeye yakın bölgede karbon miktarının %0,8 C miktarının altında kalması için yeterli süre verilmemiş olmasıdır. Materyal ve metotta ayrıntılı olarak verildiği gibi, 1 nolu numune ilk önce 940°C'de % 1,2 C' lu ortamda 45 dakika karbonlama, daha sonra 850°C'de %0,7 C' lu ortamda 15 dakika bekletilerek ve ardından su vermek suretiyle sementasyon işlemi yapılmıştı. Bu nedenle, numunenin kabuk bölgesindeki karbon miktarının %0,8 C' dan düşük olması için yeterli süre verilmediğinden, yüzey ve yüzey altı karbon miktarı %0,8 C' dan yüksek olmuştur. Kabuk bölgesindeki karbon miktarının %0,8 C' dan yüksek olması nedeniyle, $M_s - M_f$ sıcaklık aralığı düşük sıcaklıklara düşmüş ve oda sıcaklığına soğutmakla östenitin martenzite dönüşüm oranı azaldığı için mikroyapıda meydana gelen kalıntı östenit miktarı fazla olmuştur.

Retained austenite amounts in the microstructures of carburized specimens are shown in Figure 5. Test results indicated that maximum retained austenite contents at the microstructures of the carburized specimens that carburized 45 minute, 3 h and 5 h carburizing times at 940°C were 35.8%, 19.4% and 15%, respectively.

Carburizing processes result in low amounts of retained austenite in the surface microstructures all of the carburized specimens due to low carbon content (< 0.8% C) on quenching medium at 850°C. But, Specimen 1 has a significantly higher retained austenite content than do the other specimens. This can be accounted for in terms of the carbon content over 0.8% C because of low holding time at 850°C. As described material and method, during carburizing processes of Specimen 1, the carbon potential was adjusted to 1.2% C for 45 minimum at 940°C and then reduced to 0.7 % C for the remaining time before quenching. With this carburizing cycle, the final surface carbon content of Specimen 1 may be over 0.8 % C. Increasing carbon content of carburized case significantly lower the martensite start temperature (M_s) and martensite finish temperature (M_f) below room temperature. For this reason, there were significant amounts of retained austenite in the case of carburized Specimen 1 after they had been quenched to room temperature.

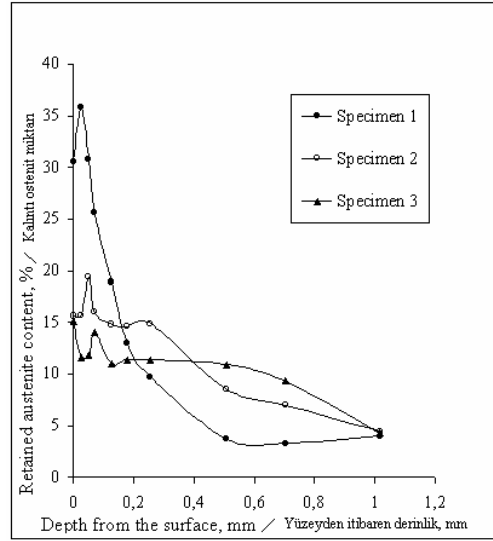


Figure 5. The distribution of retained austenite through the carburized case of the specimens
Şekil 5. Numunelerin mikroyapısında meydana gelen kalıntı östenit miktarları

Şekil 5'de gösterildiği gibi, numunelerin mikroyapısında meydana gelen kalıntı östenit miktarları genel olarak yüzeyden içeriye doğru azalmaktadır. Bunun nedeni; sementasyon işlemi sonucunda numunelerin mikroyapısındaki C miktarının yüzeyden içeriye doğru azalmasıdır. Giriş bölümünde de anlatıldığı gibi, mikroyapıdaki C miktarının azalmasıyla martenzit başlama ve bitiş sıcaklıkları (M_s - M_f) yükselmekte ve buna bağlı olarak da su verme sonucunda oda sıcaklığına soğutmakla mikroyapıdaki kalıntı östenit miktarı düşmektedir. Ancak, 1 ve 2 no'lu numunelerde meydana gelen kalıntı östenit miktarının maksimum olduğu yer, yüzeyden içerdedir. Bunun nedeni; yüzeyde meydana gelen iç oksitlenme (Sementasyon işlemi yapılmış parçalarda, Cr, Si ve Mn gibi alaşım elementlerinin oksitlenmesi sonucu, yüzeyden ~5 - 30µm derinliğe kadar olan mesafelerde, tane içlerinde veya tane sınırlarında, $FeOCr_2O_3$, $(Cr_2Mn)_3O_4$, Mn_2SiO_4 ve $Mn_2Cr_3O_8$ gibi oksit tabakalarının meydana gelmesine iç oksitlenme denir.), dekarburizasyon ve karbürlerden dolayı yüzeyde karbon miktarının bir miktar azalması olabilir (10, 11).

As shown in Figure 5, retained austenite contents of the specimens decrease from the surface to core. This is due to the decreasing of carbon content through carburized case. As described introduction section, martensite start temperature (M_s) and martensite finish temperature (M_f) increase with decreasing carbon content of the specimens, and then retained austenite content decreases by quenching to room temperature. But, the maximum retained austenite levels of Specimen 1 and Specimen 2 are just under the surface. This is probably due to decreasing of carbon content because of internal oxidation, decarburization and/or precipitation of carbides at surface of specimens. (The oxygen diffuses into carburized steel and combines with Cr, Si, Mn alloying elements to form $FeOCr_2O_3$, $(Cr_2Mn)_3O_4$, Mn_2SiO_4 and $Mn_2Cr_3O_8$ which are named internal oxidation. The oxides may form on austenite grain boundaries or within austenite grains in ~5 - 30µm depth) (10, 11).

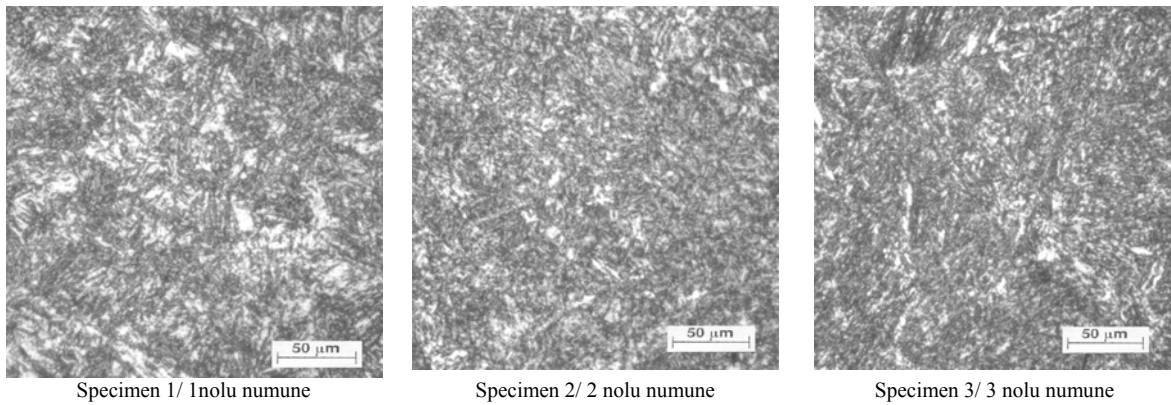


Figure 6. Optical microscopy view at just under surface of the carburized specimens.

Şekil 6. Sementasyon yapılan numunelerin yüzeyin hemen altındaki bölgedeki optik mikroskop görüntüleri

Şekil 6'da sementasyon yapılmış numunelerin optik mikroyapıları görülmektedir. Martenzit plakaları koyu, kalıntı östenit ise martenzit plakaları arasında açık renkli olarak görülmektedir. Şekil 6'daki optik mikroskop görüntülerinde, 1 nolu numunenin mikroyapısında meydana gelen kalıntı östenit miktarının diğer 2 nolu ve 3 nolu numunelerin mikroyapısındaki kalıntı östenit miktarlarından yüksek olduğu açıkça görülmektedir. Bu, X-ışını kırınımı metoduyla tespit edilen kalıntı östenit miktarlarının sonuçlarıyla uyum sağlamaktadır.

4. SONUÇLAR

Gaz atmosferinde, 940°C 'de 45 dakika, 3 saat ve 5 saat süreyle karbonlama yapılan ve ardından su verilen numunelerin mikroyapısında meydana gelen maksimum kalıntı östenit miktarları, sırasıyla %35.8, %19.4 ve %15 olarak bulunmuştur. Bu sonuçlar, optik mikroskop görüntüleriyle de uyum sağlamaktadır. 45 dakika ve 3 saat karbonlama yapılan ve ardından su verilen numunelerde, iç oksitlenme dekarburizasyon ve karbürlerden dolayı maksimum kalıntı östenit miktarları yüzeyden içerde meydana gelmiştir. Kalıntı östenit miktarının yüksek olması parçanın sertliğini, aşınma dayanımını ve yorulma dayanımını azaltacağı için, mikroyapıdaki kalıntı östenit miktarının mümkün olduğu kadar azaltılması gerekir. Bunun için ise; karbürleme işlemi sonucunda mikroyapıdaki karbon miktarının %0.7 C'dan düşük olmasına ve su verme sıcaklığının (T_q), martenzit bitiş sıcaklığının (M_f) altındaki sıcaklıklarda olmasına dikkat edilmelidir.

TEŞEKKÜR

Sementasyon işlemlerini ısıtma tesislerinde yaptığım İSTAŞ A.Ş. (İzmir) yetkililerine, numunelerin kalıntı östenit miktarlarının ölçümlerini yapan Proto Manufacturing Limited (Kanada) laboratuvar görevlileri James PINEAULT ve Dr. Mohammed BELASSEL'e teşekkür ederim.

KAYNAKLAR/ REFERENCES

1. Krauss, G., "Steels: Heat Treatment and Processing Principles", *ASM International, Metals Park*, OH, 291-305 (1989).
2. Krauss, G., "Microstructures and Properties of Carburized Steels", *Metals Handbook*, Volume 4: Heat Treating, ASM International, *Metals Park*, OH, 363- 375 (1991).
3. Hyde, R.S., Krauss, G. and Matlock, D.K., "Phosphorus and Carbon Segregation: Effects on Fatigue and Fracture of Gas-Carburized Modified 4320 Steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 25 A, June 1994, 1229- 1239 (1994).
4. Parrish, G., "Carburizing: Microstructures and Properties", *ASM International*, Metals Park, OH (1999).
5. TSE 1719, *Çeliklerin Sementasyon (Karbürleme) ve Sertleştirilmesinde Elde Edilen Etkili Derinliğin Tayini ve Kontrolü*, *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara (1974).
6. Krauss, G., "Microstructure and Performance of Carburized Steel, Part II: Austenite, Part III: Austenite & Fatigue", *Specials Papers*, 5-15, *ASM International*, Metals Park, OH, (1995).

Optical microscopy view of case microstructure of carburized specimen are shown in Figure 6. As shown, the microstructures consist plate martensite (which appears dark) and retained austenite (which appears white). Differences in retained austenite are apparent: Specimen 1 has a significantly high retained austenite content than do the Specimens 2 and Specimen 3. This results are confirmed by the X-ray diffraction results.

4. CONCLUSIONS

Test results indicated that maximum retained austenite contents in the microstructures of the carburized specimens that carburized 45 minute, 3 h and 5 h carburizing times at 940°C were 35.8%, 19.4% and 15% respectively. This results are confirmed by the optical microscopy view of the specimens. The maximum retained austenite level of specimens, which were carburized 45 minute and 3 h carburizing time and quenched, are just under the surface due to internal oxidation, decarburization and/or precipitation of carbides. Since high amounts of retained austenite in the carburized case decrease the wear resistance and fatigue limit of machine parts, it should be kept to a minimum. Consequently, the carbon contents of the machine parts must be lower than 0.7 % C level, and quenching temperature (T_q) must be under the martensite finish temperature (M_f).

ACKNOWLEDGEMENT

The autor is indebted to İSTAŞ A.Ş. (İzmir) for carburizing of the specimens, James PINEAULT and Dr. Mohammed BELASSEL, who are personnel of Proto Manufacturing Limited (Canada), for their assistance with the measuring of the retained austenite contents.

7. Yalçın, Y., “Ostemperlenmiş Küresel Grafitli Dökme Demirde Kalıntı Östenit Miktarının X-ışını Difraksiyonu İle Belirlenmesi”, *Metal Dünyası*, Sayı 68, 31- 34 (1999).
8. Retained Austenite Measurements Using X-Ray Diffraction Techniques, TEC Materials Testing Laboratory katalogları, <http://www.tecstress.com/publications.htm>, (2001).
9. ASTM E 975 – 84, *Standart Practice for X-ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation*, ASTM (1989).
10. Kim, H.J. and Kweon, Y.G., “High Cycle Fatigue Behavior of Gas-Carburized Medium Carbon Cr-Mo Steel”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.27A, 2557-2564 (1996).
11. Wise, J. P., Matlock, D. K., Krauss, G., “Bending Fatigue of Carburized Steels”, *Heat Treating Progress*, 1(4) August/September 2001, 33- 41, ASM International, Metals Park, OH, (2001).

Received/ Geliş Tarihi: 06.11.2003 Accepted/Kabul Tarihi: 01.07.2004