

Effect of Nitriding Process on Wear Behavior of Dual Phase (Ferrite+Martensite) Ductile Cast Iron

Elif ERDOĞAN¹ , Şeval Meliha TOY¹ , Sevilay KESKİN¹ , Ömer ŞAHİN¹ , Ahmet UYAR² , Volkan KILIÇLI^{1,*} 

¹ Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 06560, Yenimahalle/ANKARA

² Hacettepe Üniversitesi, Başkent OSB Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, 06909, Malıköy, Sincan ANKARA

Graphical/Tabular Abstract

Article Info

Research article
Received: 15/02/2022
Revision: 01/04/2022
Accepted: 05/04/2022

Keywords

Dual-phase ductile cast iron
Ferrite+martensitic structure
Nitriding
Wear behavior

Anahtar Kelimeler

Çift fazlı küresel grafitli dökme demir
Ferrit+martensitik yapı
Nitrüleme
Aşınma davranışı

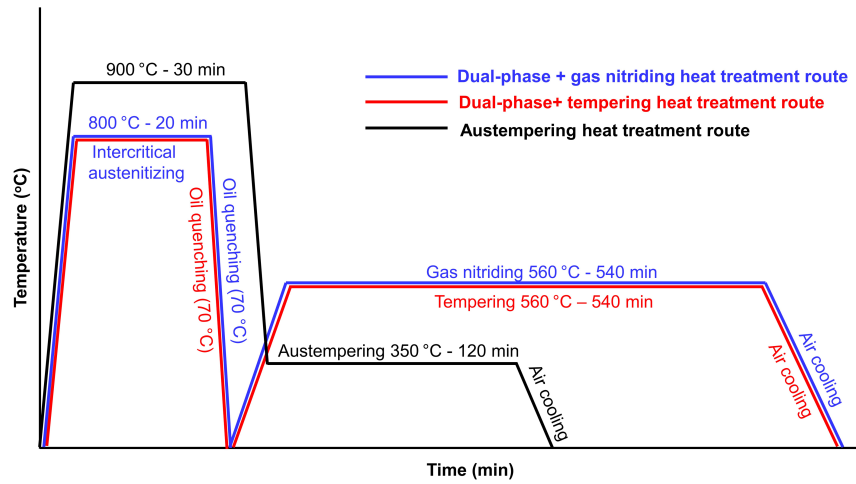


Figure. Schematic representation of the heat treatment routes to produce surface nitrided dual phase ductile cast iron (blue line)

Purpose: In this study, it was aimed to improve the surface hardness by applying gas nitriding treatment to dual-phase ductile cast iron and to produce ductile cast irons with a good strength-ductility combination. Thus, it has been tried to develop a ductile cast iron with high wear resistance, strength, and ductility.

Theory and Methods: Ductile cast iron specimens with a dual-phase microstructure consisting of ferrite + martensite were produced by oil quenching at 70 °C after intercritical austenitizing at 800 °C in the ferrite + austenite zone. Instead of the tempering process, nitriding treatment was applied to the dual-phase ductile cast iron specimens at 560 °C for 540 minutes. Optical microscope and XRD analysis were performed for microstructural characterization of nitrided dual-phase ductile cast iron specimens. The wear properties were tested with a tribometer.

Results: In ductile cast iron, microstructures consist of a hard nitride layer (10 µm white layer) on the surface and a ferrite + tempered martensite (43% martensite volume fraction) structure in the center can be produced by oil quenching from intercritical austenitizing and nitriding treatment. Surface hardness of 510 HV in nitrided dual-phase ductile cast iron, 193 HV in dual-phase ductile cast iron, and 353 HV in austempered KGDD were obtained. The lowest weight loss and coefficient of friction were obtained in nitrided dual-phase ductile cast iron. The highest weight loss and friction coefficient values with wear were obtained in dual-phase ductile cast iron.

Conclusion: It can be concluded that the wear resistance of nitrided dual-phase ductile cast iron is 2 times higher than that of dual-phase ductile cast iron and austempered ductile cast iron.



Effect of Nitriding Process on Wear Behavior of Dual Phase (Ferrite+Martensite) Ductile Cast Iron

Elif ERDOĞAN¹, Şeval Meliha TOY¹, Sevilay KESKİN¹, Ömer ŞAHİN¹, Ahmet UYAR², Volkan KILIÇLI^{1,*}

¹ Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 06560, Yenimahalle/ANKARA

² Hacettepe Üniversitesi, Başkent OSB Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, 06909, Malıköy, Sincan ANKARA

Article Info

Research article

Received: 22/02/2021

Revision: 14/04/2021

Accepted: 20/04/2021

Keywords

Dual-phase ductile cast iron
Ferrite+martensitic structure
Nitriding
Wear behavior

Anahtar Kelimeler

Çift fazlı küresel grafitli dökme demir
Ferrit+martensitik yapı
Nitrüleme
Aşınma davranışı

Abstract

In this study, it was aimed to improve the surface hardness by applying gas nitriding treatment to dual-phase ductile cast iron and to produce ductile cast irons with a good strength-ductility combination. Thus, it has been tried to develop a ductile cast iron with high wear resistance, strength, and ductility. Ductile cast iron specimens with a dual-phase microstructure consisting of ferrite + martensite were produced by oil quenching at 70 °C after intercritical austenitizing at 800 °C in the ferrite + austenite zone. Instead of the tempering process, nitriding treatment was applied to the dual-phase ductile cast iron specimens at 560 °C for 540 minutes. The tempering process required to be applied to the martensitic structure was also performed by the nitriding process and a hard 10 µm thick nitride layer was obtained on the surface. Optical microscope and XRD analysis were performed for microstructural characterization of nitrided dual-phase ductile cast iron specimens. The wear properties were tested with a tribometer. For comparison reasons, microstructural characterization and wear tests were also performed on non-nitrided dual-phase ductile cast iron. In ductile cast iron, microstructures consist of a hard nitride layer (10 µm white layer) on the surface and a ferrite + tempered martensite (43% martensite volume fraction) structure in the center can be produced by oil quenching from intercritical austenitizing and nitriding treatment. Surface hardness of 510 HV in nitrided dual-phase ductile cast iron, 193 HV in dual-phase ductile cast iron, and 353 HV in austempered KGDD were obtained. The lowest weight loss and coefficient of friction were obtained in nitrided dual-phase ductile cast iron. The highest weight loss and friction coefficient values with wear were obtained in dual-phase ductile cast iron. The wear resistance of nitrided dual-phase ductile cast iron is 2 times higher than that of dual-phase ductile cast iron and austempered ductile cast iron.

Nitrüleme İşleminin Çift Fazlı (Ferrit+Martensit) Küresel Grafitli Dökme Demirin Aşınma Davranışı Üzerine Etkisi

Öz

Bu çalışmada, çift fazlı KGDD'lere gaz nitrüleme işlemi uygulanarak yüzey sertliği geliştirilip iyi dayanım ve süneklik kombinasyonuna sahip bir KGDD üretilmesi hedeflenmiştir. Böylece aşınma direnci, dayanım ve sünekliği yüksek bir KGDD geliştirilmeye çalışılmıştır. KGDD'den işlenmiş disk şeklindeki numuneler, ferrit+östenit bölgesinde 800 °C'de arakritik östenitleme sonrası 70 °C'deki yağda hızlı soğutulmuş ferrit+martensitten oluşan çift fazlı mikroyapıya sahip KGDD numuneler üretilmiştir. Temperleme işlemi yerine çift fazlı KGDD numunelere 560 °C'de 540 dk nitrüleme işlemi uygulanmıştır. Nitrüleme işlemiyle martensitik yapıya uygulanması gereken temperleme işlemi de yapılmış ve yüzeyde sert 10 µm kalınlığında nitrür tabakası elde edilmiştir. Nitrürlenmiş çift fazlı KGDD numunelere mikroyapı karakterizasyonu için optik mikroskop ve XRD analizi yapılmıştır. Aşınma özellikleri tribometre ile test edilmiştir. Karşılaştırma amacıyla nitrülenmemiş çift fazlı KGDD'lere mikroyapı karakterizasyon işlemleri ve aşınma deneyi yapılmıştır. KGDD'de arakritik östenitleme sonrası su verme ve nitrüleme işlemiyle yüzeyde sert nitrür tabakası (10 µm beyaz tabaka) ve merkezde ferrit + temperlenmiş martensitik (%43 martensit hacim oranı) yapıdan oluşan mikroyapılar üretilmektedir. Nitrülenmiş çift fazlı KGDD'de 510 HV, çift fazlı KGDD'de 193 HV ve östemperlenmiş KGDD'de 353 HV yüzey sertlik değerleri elde edilmiştir. En düşük kütle kaybı ve sürtünme katsayısı değeri nitrülenmiş çift fazlı KGDD'de elde edilmiştir. En yüksek aşınmayla ağırlık kaybı ve sürtünme katsayısı değeri çift fazlı KGDD'de elde edilmiştir. Nitrülenmiş çift fazlı KGDD'in aşınma direnci çift fazlı KGDD ve östemperlenmiş KGDD'in aşınma direncinden 2 kat fazladır.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Küresel grafitli dökme demirlere (KGDD) arakritik östenitleme ve yağda soğutma ısıl işlemi yapılarak çift fazlı (ferrit+martensit) KGDD üretilebilmektedir [1-9]. Ötektoid öncesi ferrit + martensit mikroyapısına sahip çift fazlı KGDD, Fe-C-Si faz diyagramında Ac_1 ve üst kritik sıcaklık arasında kalan $\gamma+\alpha+G$ bölgesinde kısmi östenitleme ardından hızlı soğutulularak, bu bölgede oluşan östenitin martensite dönüşümünün sağlanması ile elde edilmektedirler. Çift fazlı KGDD'ler geleneksel östemperlenmiş KGDD'lere göre daha fazla toplam % uzama ve kırılma tokluğu sergilemektedir [8, 9].

Nitrürleme, dökme demirler ve çeliklerin aşınma direncini ve yorulma dayanımını arttırmak için yapılan bir yüzey sertleştirme ısıl işlemidir [10]. Günümüzde dişli ve valf gibi bazı dökme demir parçalar aşınma ve korozyon direncini arttırmak için nitrürlenmektedir [11]. Ancak nitrürleme işlemleri 480-550 °C'lerde 3 ila 12 saat arasında azot gazı kullanılarak yapılmaktadır. Bu işlem sıcaklık ve süreleri östemperlenmiş KGDD'nin matris mikroyapısı olan ösferritik yapının bozunmasına neden olmakta ve mekanik özelliklerde düşüşe neden olmaktadır. Bu yüzden östemperlenmiş KGDD'lerin nitrülenmesiyle ilgili sınırlı sayıda araştırma bulunmaktadır [10-12].

Priestner ve Korichi [10] KGDD'lere uygulanan değişen östemperleme parametrelerinin plazma nitrürleme ısıl işlemine etkilerini araştırmışlardır. Yüksek sıcaklıkta östemperlemeyle ösferritik mikroyapı elde etmişlerdir. Araştırmacılar farklı östemperlenmiş mikroyapıların nitrürleme sıcaklığına ısıtıldığında temperleme etkisi nedeniyle ösferritik yapının bozunduğunu ve matris mikroyapısını ferrit+sementite dönüştüğünü bildirmektedir [10]. Priestner [11], 900 °C'de 1 saat östemperlenmiş KGDD'lere plazma nitrürleme işlemi uygulamıştır. Plazma nitrürlenmiş ve plazma nitrülenmeyen östemperlenmiş KGDD'lerin çekme dayanımı, süneklik ve sertlik değişimlerini kıyaslamıştır. Priestner çalışmasında iyi süneklik sağlayan östemperlenmiş KGDD'in nitrülemeye iyi yanıt vermediği sonucuna varmıştır [11]. Korichi'nin [12] çalışmasında elde ettiği verilere göre mekanik özellikleri geliştirmek için Östemperlenmiş KGDD'e yapılan nitrürleme işleminin mekanik özellikleri kötüleştirdiği sonucuna varılmıştır. Araştırmacılar mekanik özelliklerdeki düşüşü 500 °C'de 12 saat yapılan nitrürleme sırasında matris mikroyapısının bozunmasına bağlamaktadırlar. Nitrürleme işlemi esnasında ösferritik yapı bozularak ferrit+karbür (Fe₃C) dönüşmektedir. Bunun sonucunda çekme dayanımı ve toplam uzama önemli ölçüde azalmaktadır [12].

Yukarıda anlatılan önceki araştırmalardan anlaşılacağı üzere, östemperlenmiş KGDD'lere üstün mekanik özellikler kazandıran ösferritik matris mikroyapısı nitrürleme işlemi esnasında bozunduğu için östemperlenmiş KGDD'lere nitrürleme işlemi uygulanması mekanik özellik değerlerinin azalmasına neden olmaktadır. Bunun yerine ferrit+martensit matris mikroyapısına sahip çift fazlı KGDD'lere nitrürleme işlemiyle yüzeyde sert bir tabaka oluşturularak aşınma özellikleri geliştirilebileceği düşünülmüştür.

Çift fazlı KGDD'ler mekanik özellikleriyle östemperlenmiş KGDD'lere alternatif bir dökme demir grubudur [1-9]. Çift fazlı KGDD'ler elde edilen en yüksek yüzey sertliği 241 HB olup östemperlenmiş KGDD'lere göre oldukça düşüktür [8, 9]. Bu çalışmada tasarlanan ısıl işlem prosesiyle çift fazlı KGDD'lere uygulanacak nitrürleme ısıl işlemiyle yüzeyde sert bir tabaka elde edilirken aynı zamanda temperleme işlemi gerçekleştirilmiş olacaktır. Böylelikle yeni uygulanacak bu ısıl işlemle aynı süre içerisinde hem yüzey sertleştirme hem de temperleme ısıl işlemi gerçekleştirilmiş olacaktır. Yüzeyde sert ve aşınmaya dirençli bir tabaka elde etmek için nitrürleme ısıl işlemi ile çift fazlı (ferrit+martensit) yapının üstün mekanik özellikleri bir araya getirilecektir. Şimdiye kadar çift fazlı KGDD'lerde nitrürlenmeyle yüzey sertleştirmenin mikroyapı ve aşınma direnci üzerine etkisiyle ilgili herhangi bir araştırmaya rastlanmamıştır.

Bu çalışmada, gaz nitrürlenmeyle yüzey sertleştirme işleminin çift fazlı KGDD'lerin mikroyapısal özellikleri ve aşınma direnci üzerine etkisi araştırılmıştır. Çift fazlı KGDD'e gaz nitrürleme ısıl işlemi uygulanarak mikroyapı, sertlik ve aşınma özellikleri incelenmiştir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL STUDIES)

2.1. Malzeme (Material)

Deneyisel çalışmalarda Çizelge 2.1’de kimyasal kompozisyonu verilen EN GJS-450-10 sınıf ferritik+perlitik KGDD kullanılmıştır. KGDD malzeme sürekli dökümle üretilmiş olup, 63 mm çapında ve 1 metre boyunda silindirik halde Arya Metal Ltd. Şti. firmasından temin edilmiştir. EN GJS-450-10 sınıf ferritik+perlitik KGDD’in mikroyapısal ve mekanik özellikleri sırasıyla Çizelge 2.2 ve Çizelge 2.3’te verilmiştir.

Çizelge 2.1. Deneyisel çalışmalarda kullanılan KGDD’in kimyasal bileşimi (% ağırlıkça)

C	Si	Mn	P	S	Mg	Cr
3,685	2,493	0,305	0,025	0,012	0,045	0,021
Ni	Cu	Al	Ti	V	Co	Fe
0,015	0,524	0,005	0,012	0,005	0,018	Kalan

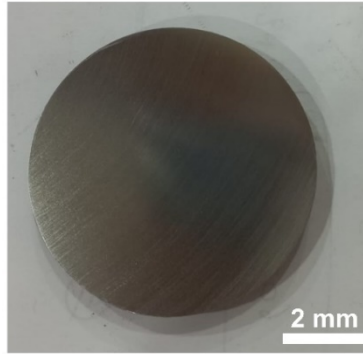
Çizelge 2.2. EN GJS-450-10 sınıf KGDD’in mikroyapısal özellikleri

Ferrit Miktarı (%)	Perlit Miktarı (%)	Nodularite (%)
61	39	95

Çizelge 2.3. EN GJS-450-10 sınıf KGDD’in mekanik özellikleri

Akma Dayanımı (MPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	Toplam Uzama (%)	Sertlik (HB)
363	565	16,3	174-197 Kenar 179-197 Merkez

Aşınma diski üretmek amacıyla talaşlı imalat ile 10 mm kalınlığında diskler kesilmiştir (Şekil 2.1).



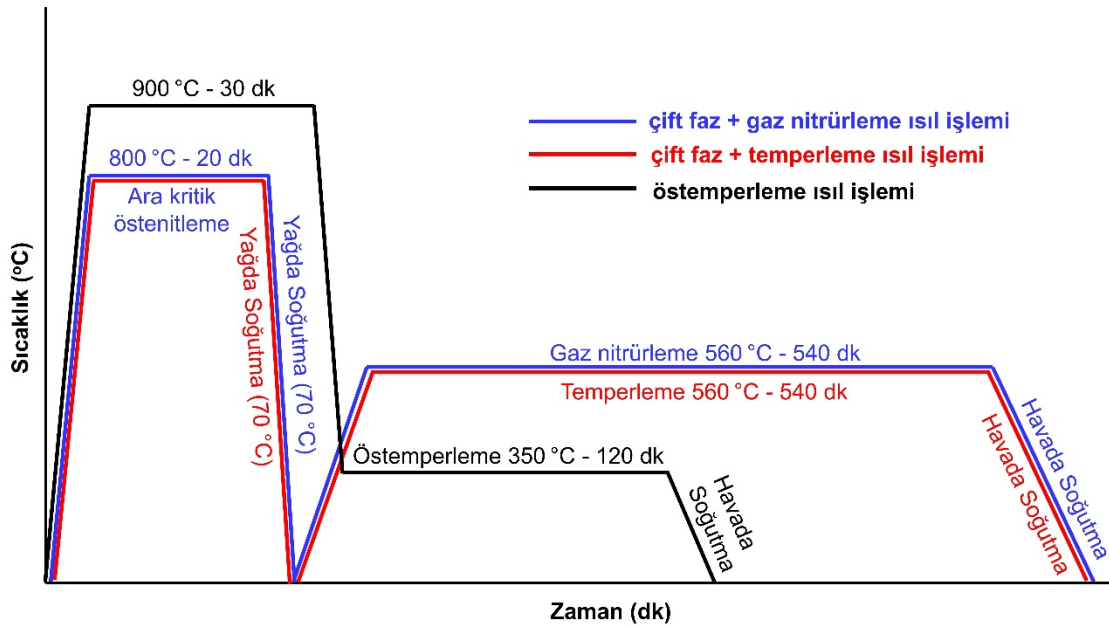
Şekil 2.1. Isıl işlem öncesi tornayla kesilmiş 10 mm kalınlığında aşınma deneyi için hazırlanan disk numune

2.2. Isıl İşlemler (Heat Treatments)

Numunelere uygulanan ısıl işlemler iki aşamada ele alınmıştır. Bunlar; çift faz ısıl işlemi ve gaz nitrüleme ısıl işlemidir. Arakritik östenitleme işlemlerinde kullanılan fırın Nevola marka olup elektrik direnci ile çalışan, maksimum 1250 °C’ye kadar tavlamanın yapılabildiği atmosfer kontrollü bir fırındır. Arakritik östenitleme işlemleri 800 °C’de 20 dakika östenitleme sonrası 70°C’deki yağ banyosunda hızla soğutulmuştur. KGDD’lerde 780-830 °C östenitleme sıcaklığı kısmi östenitleme sıcaklığı olarak bilinmektedir [2-7]. Bu çalışmada ferrit+martensit yapı üretmek için 800°C arakritik östenitleme sıcaklığı seçilmiştir. Daha sonra gaz nitrüleme işlemleri için Döksan Isıl İşlem A.Ş’de bulunan KGO marka nitrüleme fırınında 560°C’de 540 dk saat gaz nitrüleme işlemi yapılmıştır. Nitrüleme işlemleri N₂ gazından ve amonyaktan oluşan bir atmosferde 560°C’de 540 dk dakika süreyle gerçekleştirilmiştir.

Aşınma özelliklerini karşılaştırma amacıyla çift fazlı numuneler, gaz nitrürleme yapılmaksızın 560°C’de 540 dk saat temperleme ısıl işlemi yapılmıştır. Ayrıca östemperleme ısıl işlemi uygulanarak aşınma özellikleri karşılaştırılmıştır. Östemperleme ısıl işlemi, 900 °C’de 30 dk östenitleme sonrası 350 °C’deki KNO₃ +NaNO₃ karışımından oluşan tuz banyosunda 120 dk izotermal bekleme yapılmak suretiyle gerçekleştirilmiştir. Östemperleme sıcaklığı ve süresi olarak en iyi mekanik özelliklerin elde edildiği 350 °C’de 120 dk olarak seçilmiştir [13]. Atmosfer kontrolsüz ısıl işlem nedeniyle numunelerin yüzeyinde oluşan 100 µm dekarbürizasyon tabakası aşınma disklerinin yüzeyi taşlanarak uzaklaştırılmıştır.

KGDD aşınma diski numunelerine uygulanan çift faz ısıl işlemi + gaz nitrürleme ısıl işlemi mavi çizgiyle, çift faz ısıl işlemi + temperleme ısıl işlemi kırmızı çizgiyle ve östemperleme ısıl işlemi siyah çizgiyle şematik olarak zaman sıcaklık diyagramında Şekil 2.2’de gösterilmiştir.



Şekil 2.2. KGDD aşınma diski numunelere uygulanan ısıl işlemlerin zaman –sıcaklık diyagramında şematik olarak gösterimi

2.3. Mikroyapı Karakterizasyon Çalışmaları (Microstructural Characterization Studies)

2.3.1 Metalografik hazırlık (Metallographic preparation)

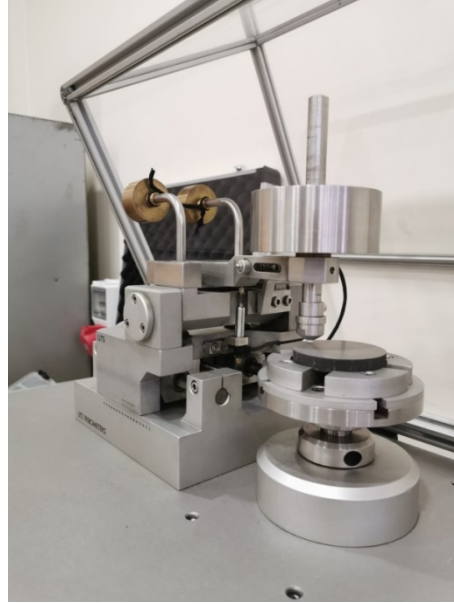
Numuneler standart metalografik yöntemlerle (zımparalama+polisaj) mikroyapı incelemesi için hazırlanmıştır. Zımparalama sırasıyla 240, 400, 800 ve 1200 kum zımparalar kullanılarak yapılmıştır. Parlatmalar sırasıyla 9 µm, 3 µm ve 1 µm elmas süspansiyonlar kullanılarak yapılmıştır. Mikroyapıların açığa çıkarılması için dağlayıcı olarak %2 Nital (2 ml HNO₃ + 98 ml CH₃OH) çözeltisi kullanılmıştır. Metalografik hazırlığı yapılmış numunelerin mikroyapıları Leica DFC 360 dijital kamera bağlantılı Leica DMI5000M optik mikroskop kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

2.3.2. XRD analizi (XRD analysis)

XRD desenleri Bruker D8 Advance XRD cihazı kullanılarak elde edilmiştir. Numuneler 2θ 40-100° aralığında 0,05°/s tarama hızında taranmıştır.

2.4. Aşınma Deneyi (*Wear test*)

Aşınma deneyleri ASTM G99-17 standardına [14] uygun olarak UTS 10/20 model tribometre cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.4.). Aşınma deneylerinde disk numune 318 devir/dak hızla döndürülerek toplam 500 m mesafe boyunca hareket ettirilmiştir (Çizelge 2.4). Aşındırıcı olarak Ø6 mm Al₂O₃ bilya 20 N yük uygulanarak disk numune üzerinde sabit tutulmuştur.



Şekil 3.4. Aşınma deneylerinde kullanılan UTS10/20 model tribometre

Çizelge 2.4. Disk üzeri bilya (pin-on-disk) aşınma deney parametreleri

Aşındırıcı malzeme	Ø 6 mm çapında Al ₂ O ₃ seramik bilya
Numune boyutları	Ø 63 mm çapında 10 mm kalınlığında KGDD disk
Yük	20 N
Kayma koşulları	Kuru
Kayma mesafesi	500 m
Kayma çapı	40 mm
Kayma hızı	0,80 m/s
Dönme hızı	318 dev/dak
Ortam Sıcaklığı	22 °C
Ortam Bağıl Nem	%40

Aşınma deneyleri sonrası numunelerin aşınma hızı Eşitlik 2.1'de verilen eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır [15].

$$W (mg/N.m) = \frac{M (mg)}{F (N). D(m)} \quad (2.1.)$$

Burada; W, aşınma hızı (mg/Nm), M; kütle kaybı (mg), F; yük (N), D; toplam kayma mesafesi (m) olarak verilmiştir.

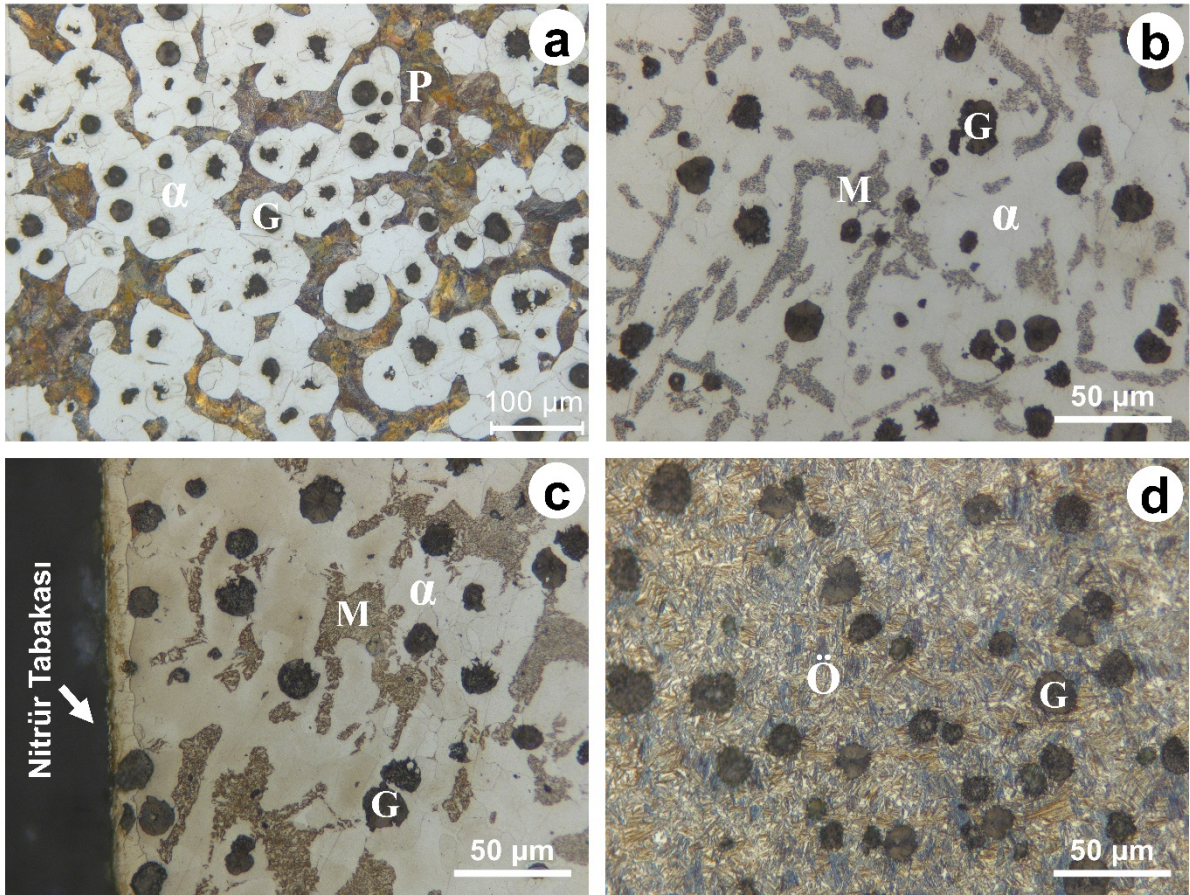
2.5. Sertlik Deneyi (Hardness Test)

Sertlik testleri, Vickers sertlik yöntemi ile Qness 30M model sertlik test cihazı kullanılarak yapılmıştır. Yüzey sertliğinin belirlenmesinde 3 kgf yükte Vickers (HV) sertlik yöntemi kullanılmıştır. Numunelerin yüzey sertliğinin belirlenmesi için 5 farklı bölgeden sertlik ölçümleri yapıldı ve ortalama değerler sunuldu. Nitrürlenmiş çift fazlı KGDD numunenin sertlik profili için 0,3 kgf yükte Vickers (HV) yöntemi kullanılmıştır. Yüzeyden itibaren 100 µm aralıklarla sertlik ölçümleri yapılmıştır. Nitrürlenmiş tabaka derinliği (Nht) matris sertliğine +50 HV ilave edilerek yüzeyden itibaren bu sertlik değerine karşılık gelen mesafe olarak belirlenmiştir [16].

3. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSIONS)

3.1. Mikroyapılar (Microstructures)

Numunelerin optik mikroyapıları Şekil 3.1’de verilmiştir. Dökülmüş koşullardaki KGDD’in ferrit+perlitik yapıdan oluştuğu gözlenmiştir (Şekil 3.1.a). Ara kritik östenitleme sıcaklıklarından su verilmiş küresel grafitli dökme demir mikroyapısında ferrit + martensitten oluşan çift fazlı matris mikroyapısı gözlenmiştir (Şekil 3.1.b). Nitrürlenme sonrası yüzeyde yaklaşık 10 µm kalınlığında beyaz nitrür tabakası gözlenmiştir. Nitrürlenme esnasında 560 °C’de 540 dk bekleme sonucu martensitik yapının bozunduğu tespit edilmiştir (Şekil 3.1.c). Östemperlenmiş KGDD’in mikroyapısında ise tamamen ösferritik ($\alpha_b + \gamma_{yk}$) yapıdan oluştuğu gözlenmiştir (Şekil 3.1.d).

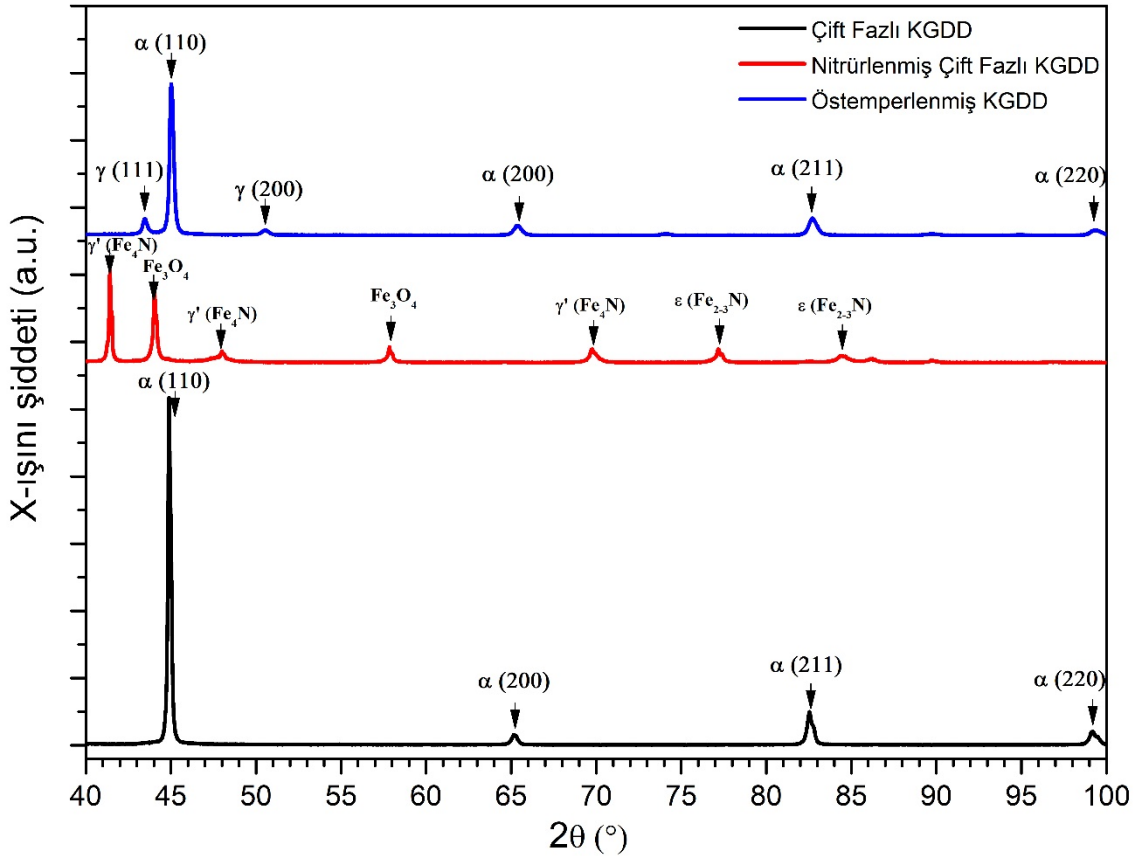


Şekil 3.1. Numunelerin optik mikroyapıları; a) dökülmüş halde, b) Çift fazlı KGDD, c) nitrürlenmiş çift fazlı KGDD ve d) östemperlenmiş KGDD (α : ötektoid öncesi ferrit, G: grafit, Ö: ösferrit ve M: temperlenmiş martensit,)

3.2. XRD Analizi Sonuçları (XRD Analysis Results)

Numunelerin X ışınları kırınım (XRD) desen analizleri Şekil 3.2’de verilmiştir. Çift fazlı KGDD’in XRD deseninin ferrit pikleri varlığı gözlenmiştir. Östemperlenmiş KGDD’in XRD deseninde ise kalıntı östenit (yüksek karbonlu östenit) ve ferrit piklerinin varlığı gözlenmiştir. Bu pikler östemperlenmiş KGDD’lerin mikroyapısını oluşturan ösferritik ($\alpha_b + \gamma_{yk}$) yapı ile uyumludur. Araştırmacılar [13, 17-19] östemperlenmiş KGDD’in mikroyapısında elde edilen kalıntı östenitin karbonca zengin olduğunu ve bu yüksek karbonlu östenitin mekanik özellikler ve aşınma direnci üzerinde çok önemli etkiye sahip olduğu bildirilmektedir. Ayrıca kalıntı östenitin içerdiği karbon miktarı, dayanım ve aşınma direncini de doğrudan etkilemektedir [7, 20]. Araştırmacılar östemperlenmiş KGDD’lerde 90-150 dakikalık östemperleme sürelerinde en yüksek kalıntı östenit hacim oranı ve karbon içeriği elde edildiğini bildirmektedir [13].

Nitrürlenmiş çift fazlı KGDD’in nitrürlenmiş yüzeyinden elde edilen XRD deseninde ise γ (Fe_4N) ve ϵ ($Fe_{2-3}N$) nitrür piklerinin varlığı belirgin bir şekilde gözlenmiştir. Bu çalışmada elde edilen XRD desenlerinin önceki yapılan araştırmalarla uyumlu olduğu tespit edilmiştir [1, 12, 13].



Şekil 3.2. Çift fazlı KGDD, nitrürlenmiş çift fazlı KGDD ve östemperlenmiş KGDD numunelerin XRD analiz desenleri

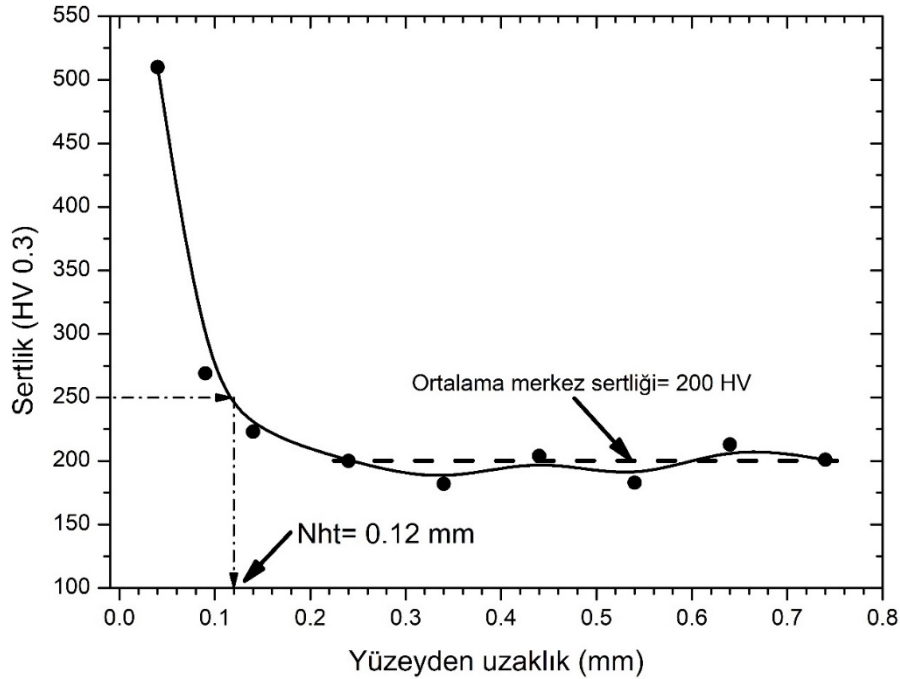
3.3. Sertlik Sonuçları (Hardness Results)

Numunelerin yüzey sertlik değerleri Çizelge 3.1’de verilmiştir. Çizelgeden görülebileceği üzere en yüksek sertlik değeri nitrürlenmiş çift fazlı KGDD’de (510 HV) ve en düşük sertlik değeri çift fazlı KGDD’de (193 HV) elde edilmiştir. Çift fazlı KGDD’in düşük yüzey sertliği nitrürlenme işleminde 560 °C’deki uzun süreli ısıl işlemin neden olduğu temperleme etkisinden dolayı meydana gelmiştir. Östemperlenmiş KGDD’de elde edilen 353 HV sertlik önceki araştırmalarla uyumludur [17-19].

Çizelge 3.1. Numunelerin yüzey sertlik değerleri

Numune adı	Sertlik (HV3)
Çift fazlı KGDD	193 ± 2,9
Nitrürlenmiş çift fazlı KGDD	510 ± 23,9
Östemperlenmiş KGDD	353 ± 12,3

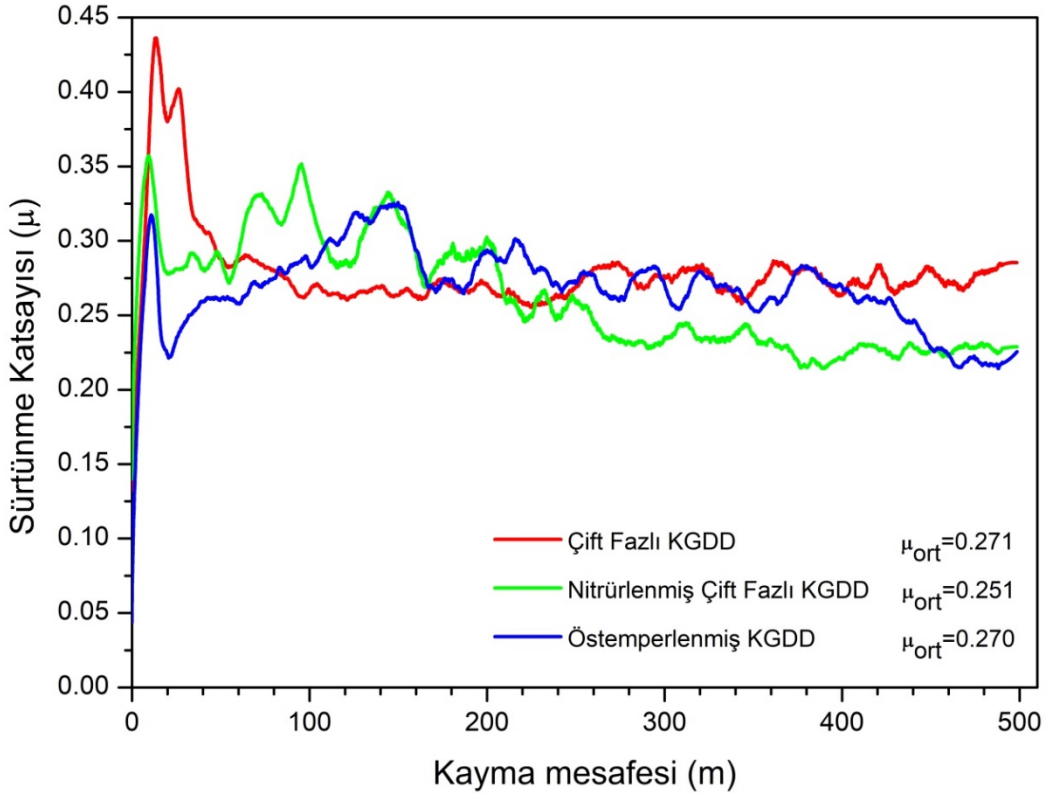
Nitrürlenmiş çift fazlı KGDD'in yüzeyden merkeze doğru sertlik profili Şekil 3.3'de verilmiştir. Şekilden görülebileceği üzere nitrürlenmiş tabaka derinliği (Nht) 0,12 mm olarak belirlenmiştir. Merkez bölgesinin ortalama sertliği 200 HV olarak tespit edilmiştir. Priestner [11] östemperlenmiş KGDD'in nitrürlenmesi sonucu matris sertliğinin 350 HV'ye kadar azaldığını bildirmektedir. Bu çalışmada daha düşük matris sertliği elde edilmesi çift fazlı KGDD'in mikroyapısında sünek ve yumuşak ötektoid öncesi ferritin varlığına atfedilmiştir [17-21].



Şekil 3.3. Nitrürlenmiş çift fazlı KGDD numunenin sertlik profili

3.4. Aşınma Deneyi Sonuçları (Wear Test Results)

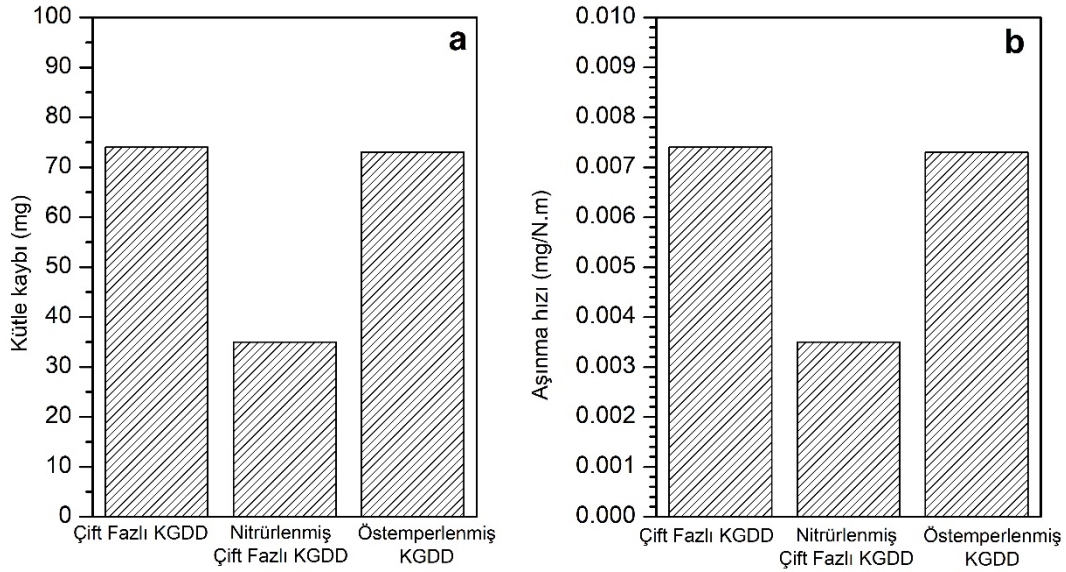
Numunelerin kuru kaymalı aşınma deneyinde kayma mesafesine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerleri Şekil 3.4'te verilmiştir. Şekil 3.4'ten görülebileceği üzere 80 metre kayma mesafesinden sonra sürtünme katsayısında önemli düşüş gözlemlenmiştir. Sürtünme katsayısındaki bu düşüş Hertzian temas kuvvetinin azalması sonucunda meydana gelmektedir. 80 metre kayma mesafesinden sonra tribofilm oluşumu sonucu sürtünme katsayılarını kararlı hale gelmiştir. Ortalama sürtünme katsayıları Şekil 3.4'te verilmiştir. Şekil 3.4'ten gözlenebileceği üzere en yüksek aşınma katsayısı ($\mu=0.271$) çift fazlı KGDD numunede yapılmıştır. Daha sonra en yüksek sürtünme katsayısı ($\mu=0.27$) östemperlenmiş KGDD'de görülmüştür. En düşük sürtünme katsayısı ($\mu=0.251$) ise nitrürlenmiş çift fazlı KGDD'de elde edilmiştir. Nitrür tabakasının yüksek sertliğinden dolayı en düşük sürtünme katsayısı nitrürlenmiş çift fazlı KGDD'de elde edilmiştir.



Şekil 3.4. Numunelerin kayma mesafesiyle ortalama sürtünme katsayısının değişimi

Numunelerin sabit aşınma koşullarında aşınmayla kütle kayıplarının ve aşınma hızlarının karşılaştırılması Şekil 3.5'te verilmiştir. Bilindiği üzere ortalama sürtünme katsayısı aşınmayla kütle kaybını doğrudan etkilemektedir. Isıl işlemin aşınma özellikleri üzerine etkisini araştırmak amacıyla aşınma deney parametreleri (aşındırıcı disk, yük ve mesafe) sabit tutulmuştur. Bu yüzden aşınma hızları değerleri, aşınmayla kütle kaybı değeriyle benzerlik göstermektedir. Şekil 3.5.b'den görülebileceği üzere en düşük aşınma hızı nitrürlenmiş çift fazlı KGDD numunede elde edilmiştir. Buna karşın en yüksek aşınma hızı ise çift fazlı KGDD numunede elde edilmiştir.

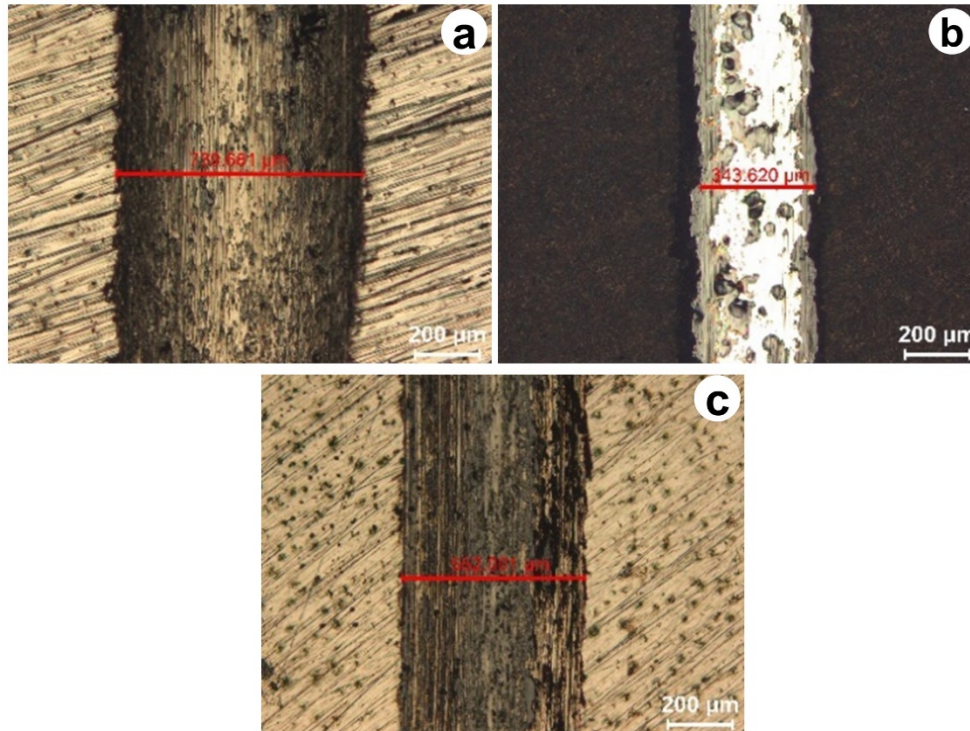
Sertlikleri farklı olan çift fazlı KGDD ve östemperlenmiş KGDD numunelerde birbirine yakın aşınmayla kütle kaybı ve aşınma hızı değerleri elde edilmiştir (Şekil 3.5.) Bu durum, bu numunelerin benzer sürtünme katsayısına ($\mu=0.270-0.271$) sahip olmasıyla açıklanabilir. Çift fazlı KGDD'deki ferrit+temperlenmiş martensit yapı ve östemperlenmiş KGDD'deki ösferritik matris yapılar birbirine yakın sürtünme katsayısı değerleri üretmiştir. Benzer duruma önceki araştırmalarda da rastlanılmıştır [7, 20]. Ayrıca, arakritik östenitleme sıcaklıklarından yağda hızlı soğutma ile üretilen çift fazlı (ferrit + martensitik) mikroyapının ösferritik yapıya sahip östemperlenmiş KGDD'den daha iyi aşınma direnci sergilediği bildirilmektedir [7].



Şekil 3.5. Numunelerin aşınmayla, a) kütle kayıplarının karşılaştırılması ve b) aşınma hızlarının karşılaştırılması

3.5. Aşınmış Yüzeylerin Değerlendirilmesi (Evaluation of Worn Surfaces)

Aşınma deney sonrası numunelerin aşınma iz genişlikleri değişimi Resim 3.7’de verilmiştir. Şekilden görülebileceği üzere en yüksek aşınma direnci sergileyen nitrürlenmiş çift fazlı KGDD’in aşınma iz genişliği en küçük (343,62 μm) elde edilmiştir. Buna karşın en yüksek aşınma iz genişliği (739,681 μm) çift fazlı KGDD’de elde edilmiştir. Numunelerin aşınma iz genişliklerinin numunelerin aşınma kütle kayıpları ile orantılı değiştiği tespit edilmiştir.



Resim 3.7. Numunelerin aşınma iz genişlikleri (a) Çift fazlı KGDD, (b) nitrürlenmiş çift fazlı KGDD ve (c) östemperlenmiş KGDD

4. SONUÇLAR (CONCLUSION)

Bu çalışmada, gaz nitrürleme işleminin çift fazlı (ferrit+martensit) küresel grafitli dökme demirin aşınma davranışı üzerine etkisi araştırılmıştır. Bu çalışmadan aşağıdaki sonuçlar çıkarılabilir;

1. KGDD'e uygulanan 800°C arakritik östenitleme sıcaklıklarından yağda hızlı soğutma ısıl işlemiyle çift fazlı (ferrit + %43 martensit) yapı elde edilmiştir.
2. XRD analizine göre nitrürlenmiş çift fazlı KGDD'in yapısında γ' (Fe_4N) ve ϵ (Fe_{2-3}N) nitrür piklerinin varlığı belirgin bir şekilde gözlenirken, östemperlenmiş KGDD'de ise ösferritik ($\alpha_b + \gamma_{yk}$) yapının delili olan ferrit (α_b) ve kalıntı östenit (γ_{yk}) pikleri gözlenmiştir.
3. Nitrürleme işlemi sonucunda çift fazlı KGDD'in yüzeyinde 10 μm kalınlığında nitrür tabakası elde edilmiş olup nitrürlenmiş tabaka derinliği (Nht) 0,12 mm olarak belirlenmiştir.
4. Uzun süreli (540 dk) nitrürleme işlemi çift fazlı KGDD'in mikroyapısında martensitik yapının bozunmasına ve matris sertliğinin azalmasına (193-200HV) neden olmuştur.
5. Nitrürlenmiş çift fazlı KGDD'de 510 HV, çift fazlı KGDD'de 193 HV ve östemperlenmiş KGDD'de 353 HV yüzey sertlik değerleri elde edilmiştir.
6. Sabit aşınma koşullarında, en düşük aşınmayla kütle kaybı, en düşük sürtünme katsayısı ve en düşük aşınma hızı nitrürlenmiş çift fazlı KGDD'de elde edilmiştir. En yüksek aşınmayla kütle kaybı ve en yüksek sürtünme katsayısı çift fazlı KGDD'de elde edilmiştir. Nitrürlenmiş çift fazlı KGDD'in aşınma direnci, çift fazlı KGDD ve östemperlenmiş KGDD'in aşınma direncinden 2 kat daha fazladır.
7. En yüksek aşınma direnci sergileyen nitrürlenmiş çift fazlı KGDD'in aşınma iz genişliği en küçük (343,62 μm) elde edilmiştir. Buna karşın en yüksek aşınma iz genişliği (739,681 μm) çift fazlı KGDD'de elde edilmiştir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENTS)

Nitrürleme işleminde yardımlarından dolayı DÖKSAN Isıl İşlem ve AR-GE merkezi A.Ş. yönetimine ve AR-GE müdürü Sayın Ayşe ERKAN'a teşekkür ederiz. TÜBİTAK 2209-B Üniversite Öğrencileri Sanayiye Yönelik Araştırma Projeleri Desteği Programı kapsamında vermiş oldukları destekten dolayı TÜBİTAK'a teşekkürü bir borç biliriz.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Nalçacı, B., Kılıçlı, V., and Erdoğan, M., Çift fazlı ($\alpha + M$) küresel grafitli dökme demirlerde martenzit hacim oranı-mekanik özellikler-dislokasyon yoğunluğu arasındaki ilişkilerin incelenmesi, Politeknik Dergisi, (2022) Baskıda.
- [2] Cerah, M., Kocatepe, K. and Erdogan, M., Influence of martensite volume fraction and tempering time on tensile properties of partially austenitized in the ($\alpha + \gamma$) temperature range and quenched + tempered ferritic ductile iron, Journal of Materials Science, 40 (2005) 3453-3459.
- [3] Kocatepe, K., Cerah, M., and Erdogan, M., Effect of martensite volume fraction and its morphology on the tensile properties of ferritic ductile iron with dual matrix structures, Journal of Materials Processing Technology, 178 (2006) 44-51.
- [4] Erdogan, M., Cerah, M., and Kocatepe, K. Influence of intercritical austenitising, tempering time and martensite volume fraction on the tensile properties of ferritic ductile iron with dual matrix structure, International Journal Of Cast Metals Research, 19 (2006) 248-253.
- [5] Kocatepe, K., Cerah, M., and Erdogan, M., The tensile fracture behaviour of intercritically annealed and quenched + tempered ferritic ductile iron with dual matrix structure, Materials & Design, 28 (2007), 172-181.

- [6] Şahin, Y., Erdogan, M. and Cerah, M., Effect of martensite volume fraction and tempering time on abrasive wear of ferritic ductile iron with dual matrix, *Wear*, 265 (2008) 196-202.
- [7] Şahin, Y., Kilicli V., Ozer, M., and Erdogan, M., Comparison of abrasive wear behavior of ductile iron with different dual matrix structures, *Wear*, 268 (2010) 153-165.
- [8] Aristizabal, R., Foley, R. and Druschitz, A., Intercritically austenitized quenched and tempered ductile iron, *International Journal of Metalcasting*, 6 (2012) 7-14.
- [9] Basso, A. and Sikora, J., Review on production processes and mechanical properties of dual phase austempered ductile iron, *International Journal of Metalcasting*, 6 (2012) 7-14.
- [10] Priestner R., Korichi S. Plasma Nitriding and nitrocarburizing of austempered S.G. cast iron, Meguid S.A. (ed.) (1990) 208-217, *Surface Engineering*, Springer, Dordrecht, Holland.
- [11] Priestner, R., and Priestner, D.M., Importance of substrate in surface engineering, *Surface Engineering*, 7 (1991) 53-60.
- [12] Korichi, S. and Priestner, R., High temperature decomposition of austempered microstructures in spheroidal graphite cast iron, *Materials Science and Technology*, 11 (1995) 901-907.
- [13] Uyar, A., Sahin, O., Nalcaci, B., and Kilicli, V. Effect of austempering times on the microstructures and mechanical properties of dual-matrix structure austempered ductile iron (DMS-ADI). *International Journal of Metalcasting*, 16 (2022) 407-418.
- [14] ASTM G99-17, Standard test method for wear testing with a pin-on-disk apparatus, (2017) ASTM International.
- [15] Kızılkaya E. ve Ovalı İ., AISI 4140 çeliğine uygulanan sığ kriyojenik işleminin mekanik özellikler üzerindeki etkisi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 6 (2018), 137-148.
- [16] DIN 50190-3, Hardness depth of heat-treated parts; determination of the effective depth of hardening after nitriding, (1979).
- [17] Kilicli V., and Erdogan M., The strain-hardening behavior of partially austenitized and austempered ductile iron with dual matrix structures, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 17 (2008) 240-249.
- [18] Kilicli V., and Erdogan M., Effect of ausferrite volume fraction and morphology on tensile properties of partially austenitized and austempered ductile irons with dual matrix structures, *International Journal of Cast Metal Research*, 20 (2007) 202-214.
- [19] Kilicli V., and Erdogan M., Tensile properties of partially austenitized and austempered ductile irons with dual matrix structures, *Materials Science and Technology*, 22 (2006) 919-928.
- [20] Sahin Y., Erdogan M., and Kilicli V., Wear behaviour of austempered ductile irons with dual matrix structures, *Materials Science and Engineering A*, 444 (2007), 31-38.
- [21] Oktay E., Kılıçlı V., ve Erdoğan M., Östemperlenmiş küresel grafitli dökme demirlerde indüksiyonla yüzey sertleştirmenin yorulma sınırı üzerine etkisi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 6 (2018) 668-679.