

MİNYATÜR ZIMBA TESTİ İLE ISI TESİRİ ALTINDA KALAN BÖLGENİN SÜRÜNME ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

*Betül GÜLÇİMEN ÇAKAN**
*Ali DURMUŞ**

Alınma: 08.06.2015; düzeltme: 08.09.2015; kabul: 21.11.2015

Öz: Bu çalışmada bir minyatür mekanik test tekniği olan Minyatür Zimba Testinin (Small Punch Test) kullanım alanı, prensipleri tanımlanmış ve bu test tekniği kullanılarak standart tek eksenli sürünme testiyle numune çıkarılamayacak kadar dar olan P91 çeliğinin ısı tesiri altında kalan bölgesinin ince ve kaba taneli kısımlarının sürünme davranışları belirlenmiştir. Buna göre aynı yükleme şartları altında ince taneli yapının kaba taneli yapı ve esas metale göre daha düşük sürünme özelliklerine sahip olduğu görülmektedir.

Anahtar Kelimeler: Minyatür Zimba Testi, Sürünme, P91 Çeliği, Isı Tesiri Altında Kalan Bölge

Determination of the Creep Properties of the Heat Affected Zone by the Small Punch Miniaturized Testing Technique

Abstract: In this study the application areas and principles of the Small punch test which is a miniaturized testing technique is described and the creep behaviour of the individual zones of the Heat Affected Zone of a P91 steel is determined which is not possible by standard uniaxial creep tests due to the insufficient material for sampling. The distinct creep properties were distinguished viz. fine grained part of the Heat Affected Zone showing inferior creep strength compared to the coarse grained Heat Affected Zone and base metal.

Keywords: Small Punch Test, Creep, P91 Steel, Heat Affected Zone

1. GİRİŞ

İşler durumdaki güç santrallerindeki elemanların kalan ömür analizi ve olası kırılma potansiyelleri santrallerin güvenlik ve güvenilirliği için çok önemli bir husustur. Günümüzde işler durumda bulunan (III.Nesil) güç santrallerinin birçoğu tasarım ömürlerinin sonuna yaklaşmaktadırlar. Otuz yıldan fazla süredir işler durumda bulunan bu santrallerde çeşitli bozunma (degradasyon) süreçleri dolayısıyla mekanik özelliklerde düşüş yaşanmaktadır. Güç santralleri için çevre ve güvenlikle alakalı yeni yönetmelikler işler durumdaki santrallerin ömrünün uzatılmasını, yeni santraller kurulmasından daha pratik ve ekonomik hale getirmektedir. Fakat bu durum ancak yapısal elemanların yeterli kalan ömrü olması durumunda mümkün olabilir. Bu nedenle kalan ömür tahmini bu sektör için büyük önem arz etmektedir.

Malzemelerin yapısal bütünlüğünün geleneksel ve standartlaştırılmış test teknikleriyle tahribatsız bir şekilde değerlendirilmesi çoğu zaman mümkün olmamaktadır. Bunun yanında Tahribatsız Muayene Yöntemlerinden elde edilen sonuçları kullanarak mekanik özellikleri elde etmek amacıyla standart test sonuçlarıyla doğrudan bir korelasyon yapmak mümkün olmamakta

* Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü, 16059, Görükle, Bursa.
İletişim Yazarı: Betül GÜLÇİMEN ÇAKAN (bgulcimen@uludag.edu.tr)

ve hasar tayini yapılamamaktadır. Bu sebepler yapısal elemanların bu özelliklerini belirleyebilmek için yeni doğrudan yöntemler geliştirilmesine yol açmıştır.

Geliştirilen yöntemlerin çoğunluğu minyatür test numuneleri kullanılan yöntemlerdir ve bunlardan biri olan Minyatür Zımba (Small Punch - SP) Test tekniği numunelerin hazırlanması, tekniğin uygulanmasındaki avantajları sebebiyle diğer minyatür test tekniklerine göre daha fazla ilgi çekmiştir.

SP tekniği ilk olarak ABD ve Japonya’da nötron radyasyonuna maruz kalmış reaktör elemanlarının başta DBTT (Ductile-Brittle Transition Temperature – Sünek Gevrek Geçiş sıcaklığı) ve kırılma tokluğu gibi mekanik özelliklerindeki değişimlerin periyodik olarak belirleyebilmek amacıyla geliştirilmiştir (Kameda ve Buck, 1986, Baik ve diğ., 1986, Misawa ve diğ., 1987). Bunun sebebi radyasyona maruz kalmış bölgenin çok küçük olması nedeniyle standart test teknikleri (çekme, basma, eğme, darbe vb.) numunelerinin çıkarılamamasıdır. Alternatif olarak standart test teknikleri numuneleri için yeterli olan bölgenin radyasyona tabi tutularak hazırlanması da maliyetleri arttırmaktadır. SP tekniği daha sonra Avrupa’da uygulanmaya başlamış, Avrupalı araştırmacılar daha çok sürünme etkisini incelemiştir (Maile ve diğ., 1998, Dobes ve Milicka, 2002, Bicego ve diğ., 2005). SP test tekniği numune boyutlarının geleneksel yöntemlere göre çok küçük olması sebebiyle (genel olarak 0,3-1 mm kalınlıkta ve 5-10 mm çapta disk şeklinde numuneler) tahribatsız bir yöntem olarak değerlendirilebilir. Bu nedenle servis halindeki herhangi bir elemanın mekanik özelliklerindeki değişimi SP yöntemi ile saptamak için elemandan malzeme çıkarımı sonrasında onarıma gerek kalmamakta bu da hem ekonomik açıdan hem de güvenlik açısından büyük avantaj sağlamaktadır.

SP test yöntemi numune boyutlarının küçük olması sebebiyle kaynaklı malzemelerde kaynak metali ve kaynak ısısından etkilenmiş çok dar bölgelerin (Storm ve Li, 2006, Kato ve diğ., 2009), kaplamaların mekanik özelliklerinin belirlenmesinde (Kander ve Mikulas, 2010) tercih edilen bir yöntem olmuştur. Ayrıca biyomedikal uygulamalarda da yer bulmuş; cerrahi implantlarda kullanılan ultra yüksek moleküler ağırlıklı polietilen malzemeler için ASTM standardı bulunmaktadır (Standard Test Method for Small Punch Testing of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Used in Surgical Implants, 2008). Metalik malzemelerin testi için henüz bir standart bulunmamakta fakat JRC-IE’nin önderliğinde Avrupa’da SP test tekniğini uygulayan 4 kurum işbirliğiyle hazırlanmış test ilkeleri, Code-of-Practice (CoP) for SP creep and fracture testing, uluslararası düzeyde benimsenmiştir (Small Punch Test Method for Metallic Materials, 2007).

Bu çalışmada SP test tekniği kullanılarak standart tek eksenli sürünme testiyle numune çıkarılamayacak kadar dar olan P91 çeliğinin ısı tesiri altında kalan bölgesinin ince ve kaba taneli kısımlarının sürünme davranışları belirlenmiştir.

2. MATERYAL VE METOT

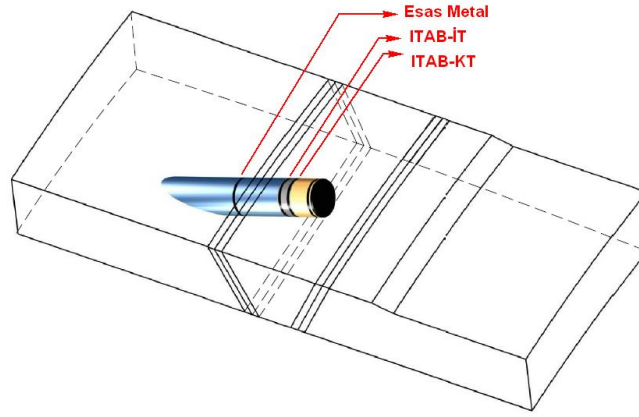
2.1. SP Numunelerinin Hazırlanması

SP sürünme testi için kullanılan malzeme 9Cr-1Mo içeren yüksek sıcaklıklara dayanıklı düşük karbonlu ferritik-martenzitik yapılu P91 çeliğidir. P91 çeliği işler durumdaki güç santrallerinde yüksek sıcaklık ve basınç altında çalışan elemanlarda yaygınca kullanılan bir malzeme olmakla beraber yüksek sıcaklıktaki üstün özellikleri sebebiyle tasarım aşamasındaki yeni nesil nükleer reaktörler içinde gözde aday malzemelerden biridir. Yapısındaki krom oksidasyon direnci ve yüksek sıcaklıklardaki dayanımını arttırırken, molibden ise sürünme dayanımını arttırmaktadır. P91’in kimyasal kompozisyonu Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo 1. P91 Kimyasal Kompozisyonu

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Ni	Nb	N
%wt	0.10	0.27	0.53	0.007	0.01	8.76	0.91	0.2	0.35	0.04	0.0038

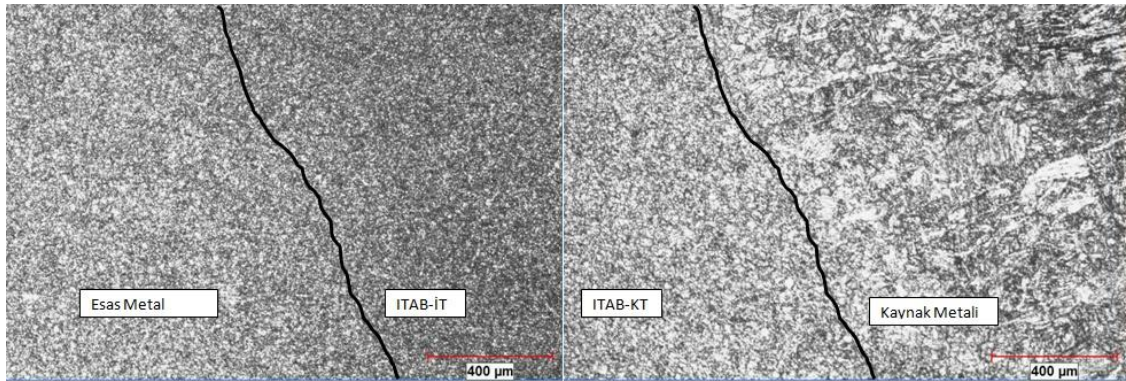
SP numuneleri 8 mm çapında, 0,5 mm kalınlığında disklerden oluşmaktadır. Disklerin elde edilmesi için ilk olarak incelenecek bölgeden 8 mm çapında silindirik çubuklar Şekil 1’de görüldüğü gibi yüksek hassasiyetli tel erozyon yöntemiyle borudan kesilmiş metal parçasından çıkarılmıştır. Daha sonra bu silindirik çubuktan 0,5 mm kalınlığındaki SP diskleri kesilmiştir. Kesilen diskler taşlama ve parlatma işlemleri sonucunda istenen 0,5 mm kalınlığına CoP’da belirtilen toleranslara uygun getirilmiştir.



Şekil 1:

Silindirik numunenin ITAB ve esas metal bölgesini kapsayacak şekilde borudan çıkarılması

ITAB bölgesinden numuneler kaynak açısı göz önüne alınarak çıkarılmıştır (Şekil 1) . ITAB bölgesinin çok dar olması sebebiyle (yaklaşık olarak 3 mm) buradan ayrı ayrı ITAB-İT ve ITAB-KT disklerinin çıkarılması çok özen gerektirmektedir. İlgili disklerin doğru yerlerden kesildiğine emin olmak için silindirlerden biri uzunlamasına eksenini boyunca kesilerek kesit yüzeyi dağlanmış ve optik mikroskopla ITAB-İT ve ITAB-KT bölgelerinin başlangıç ve bitiş yerleri belirlenmiş, disklerin çıkarılacağı silindirde belirlenen bu ölçümler kullanılmıştır. Daha sonra silindirlerden birinin kesiti üzerinden yapılan esas metal, ITAB-İT ve ITAB-KT bölgelerine ait optik mikroskop görüntüleri Şekil 2’de verilmiştir.



Şekil 2:

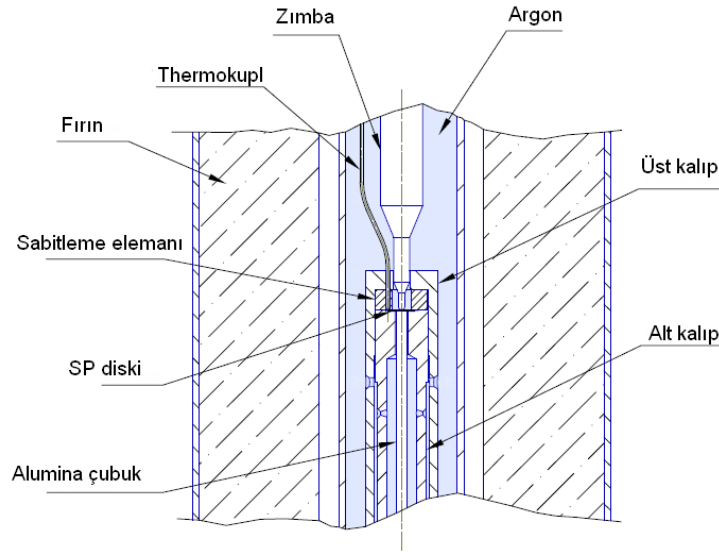
Esas metal, ITAB-İT ve ITAB-KT bölgelerine ait optik mikroskop görüntüleri

2.2. SP Sürünme Testi Uygulanışı

SP sürünme testi, sabit kuvvet etkisi altında yüksek sıcaklıkta malzemenin deformasyonun belirlendiği uzun süreli testlerdir. Bu testler 600-800°C gibi yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirildiği için bu sıcaklık şartlarını sağlayabilen yüksek sıcaklık fırınları kullanılmaktadır. Numunenin oksidasyonunun önlenmesi inert gaz (genellikle argon) sirkülasyonu ile sağlanmaktadır. Geleneksel tek eksenli sürünme testlerinde numunenin sabit bir sıcaklıkta belirli bir gerilme değeri için malzemenin birim şekil değiştirme miktarı saptanırken, SP sürünme testlerinde küresel başlı bir zımbayla sabit kuvvetin üst yüzey merkezine uygulandığı disk şeklindeki numunelerin alt yüzey merkezlerindeki çökme değerleri (Δ) zaman bağı olarak kaydedilmektedir. Çökme değerleri çok hassas toleranslara sahip LVDT (Linear Variable Differential Transformer) ile test sıcaklığı (diskin sıcaklığı) termokuplar ile ölçülmektedir. Bu çalışma için kullanılan SP test düzeneğinin şematik gösterimi Şekil 3’de verilmiştir.

Bu düzenek;

- 8 mm çapında, 0,5 mm kalınlığında SP numunesi (CoP’de belirtildiği gibi).
- Numunenin test sırasında kaymasını önleyecek üst kalıp, alt kalıp, sabitleme elemanından oluşan kenetleme sistemi.
- Test yükünü numuneye uygulamak için yarı küresel başa sahip zımba.
- Yüksek sıcaklıklarda testi uygulayabilmek için fırın (650°C kadar).
- Gaz sızdırmazlık sistemi (İnert gaz ortamı için).
- Ölçüm cihazları – LVDT (Linear Variable Differential Transformer - Doğrusal Değişken Fark Transformatoru), termokuplar ve veri toplama sisteminden oluşmaktadır.



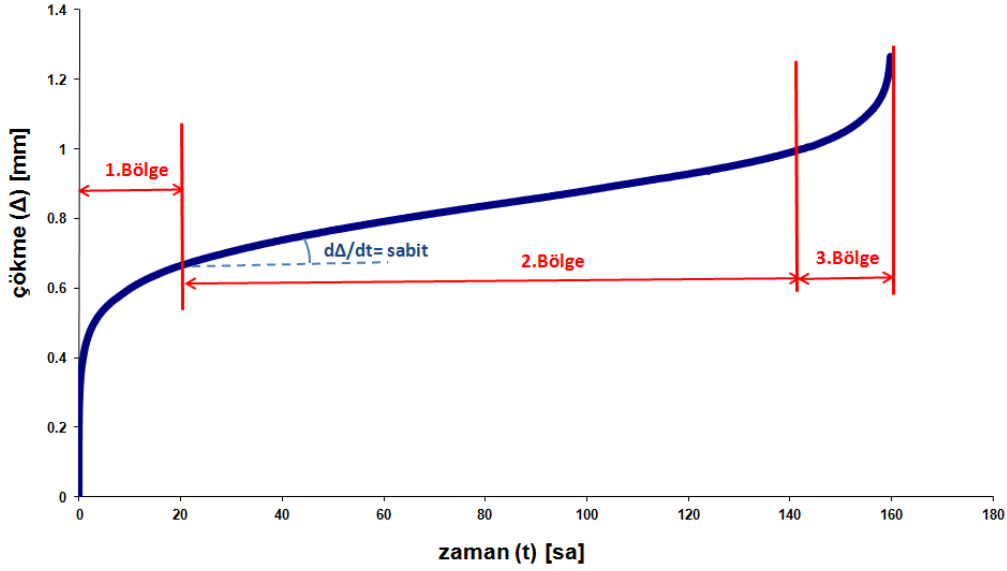
Şekil 3:

SP sürünme ve kırılma test sistemi şematik gösterimi

Zımba sürünmeye dayanıklı Nimonik (nikel esaslı) alaşımdan üretilmiştir. Zımbanın 2 mm çapında kusursuz yarı küresel bir başa sahip olması için CNC teknolojisi kullanılmıştır ve test süresince bu zımbayla numuneye sabit bir bası kuvveti uygulamaktadır.

Standart bir SP sürünme testine ait çökme–zaman (Δ -t) grafiği Şekil 4’te verilmiştir. Bu şekilde görüldüğü gibi standart tek eksenli sürünme testlerindeki birim şekil değiştirme– zaman (ϵ -t) grafiklerine benzer olarak Δ -t grafikleri de 3 ayrı bölgeden oluşmaktadır. 1.Bölgede

elastik-plastik eğilmeye bağlı olarak diskin merkezinde hızlı bir çökme meydana gelmekte ve bu çökme hızı azalarak 2.Bölge de minimum değerine ulaşarak neredeyse sabit kalmaktadır, bu çökme hızı değerine minimum çökme hızı denmektedir. Bu bölgeye geçince disk üzerinde eğilme gerilmeleri yerine membran olarak eğilme devam ettiği için iki eksenli membran gerilmeleri oluşmaktadır. 1. Bölgede eğilme olarak gerçekleşen deformasyon modu ise burada ayrıca kalınlıkta azalmaya olarak gerçekleşmektedir. 3.Bölgede çökme hızı artarak diskin kırılmasıyla test sonlanmaktadır.



Şekil 4:

Standart bir SP Sürünme Testine ait çökme– zaman (Δ -t) grafiği

SP sürünme testinde test boyunca farklı gerilmelerin oluşması ve bu gerilmelerin zımba-disk kontak bölgesinin zamana bağlı değişmesi sebebiyle zamana bağlı olarak değişmesi SP sürünme testlerini standart tek eksenli sürünme testlerinin nazaran daha karmaşık hale getirmektedir.

Standart tek eksenli sürünme testlerinde test parametresi, kuvvet/kesit alanı olarak numuneye etki eden gerilme iken SP sürünme testinde zımbayla uygulanan bası kuvvetidir. SP testindeki kuvvetle standart testteki gerilme arasında bir korelasyon yapılabilmesi için bu 2 niceliğin aynı kırılma sürelerine sahip olmaları gerekir. Bu durumda standart testteki kırılma süresini veren SP testi kuvvetini belirlemek gerekmektedir. Şekil 4'ten de görüleceği gibi membran gerilmelerin hakim olduğu 2.Bölge test boyunca daha dominanttır, bu sebeple literatürde birçok çalışmada ve CoP'de Chakrabarty'nin (1970) "stretch forming over hemispherical punch heads" "membrane stretching" teorisinden yararlanarak ve çok parametrelili fitting yöntemini kullanarak kuvvet ve gerilme arasındaki ilişkiyi test konfigürasyonunun boyutlarına bağlı veren 1 numaralı eşitliğin kullanılması tavsiye edilmiştir.

$$\frac{F}{\sigma} = 3.33 k_{sp} R^{-0.2} r^{1.2} h_0 \quad (1)$$

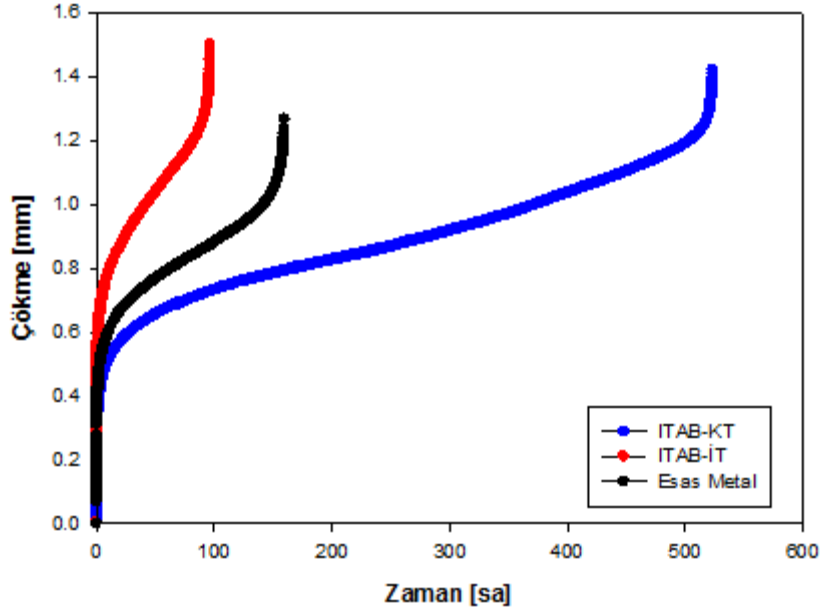
Yukarıdaki denklemde R alt kalıp deliği, r zımba başının yarıçapı ve h_0 diskin ilk kalınlığı ve k_{sp} malzemeye özgü süneklik faktörüdür ve standart sürünme testleriyle SP sürünme testlerinin karşılaştırılmasıyla elde edilmektedir. Denklem (1)'deki parametrelerin değerleri kullanılan test düzenine göre Tablo 2'deki gibi verilmiştir.

Tablo 2. Denklem (1)'e ait parametreler

F [N]	R [mm]	r [mm]	h_0 [mm]
264	2	1	0.5

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışma kapsamında P91 çeliğinin farklı bölgelerinin yüksek sıcaklıktaki sürünme davranışının SP sürünme testiyle incelenmiştir. P91 çeliğinin esas metal, ITAB-İT ve ITAB-KT SP numunelerine ait 600°C'de ve 264 N'luk sabit zımba kuvveti etkisi altındaki çökme ve zaman dataları kaydedilmiş, çökme-zaman grafikleri Şekil 5'te verilmiştir. SP sürünme karakteristiklerini karşılaştırabilmek için tüm bölgeler için test parametreleri aynı tutulmuş; aynı sıcaklık ve SP kuvvet değeri kullanılmıştır. Tablo 3'de minimum çökme hızı, toplam kırılma süresi ve çökme miktarları verilmiştir. Bu sonuçlara göre sürünme için en kritik olan bölge ITAB-İT en yüksek minimum çökme hızına buna bağlı olarak en düşük kırılma süresine sahiptir. Bunu esas metal takip etmektedir ve ITAB-KT en düşük minimum sürünme hızına ve yüksek kırılma süresiyle sürünmeye en dayanıklı bölgeyi oluşturmaktadır.

**Şekil 5:**

Esas metal, ITAB-İT ve ITAB-KT SP numunelerinin SP testinden elde edilen çökme-zaman eğrileri

Tablo 3. SP Sürünme Testi Sonuçları

	Zımba Kuvveti [N]	Eş değer Gerilme [MPa] ((1)'e göre)	Minimum Çökme Hızı [mm/sa]	Kırılma Süresi [sa]	Toplam Çökme [mm]
Esas Metal	264	182	0.00250929	160	1.27
ITAB-İT	264	182	0.00529844	98	1.50
ITAB-KT	264	182	0.00100439	523	1.42

Yüksek sıcaklıklarda çok kristalli malzemelerde meydana gelen sürünme mekanizmalarından biri taneler arası kaymadır. Daha çok düşük gerilme ve deformasyon hızlarında meydana gelen bu mekanizma, çekme eksenine 45° açı yapan tane sınırlarında oluşan kayma gerilmeleri neticesinde tanelerin birbirlerine göre hareket etmesinden ibarettir. Bu sebeple düşük sıcaklık özelliklerinin aksine yüksek sıcaklıkta tane yapısı büyüdükçe sürünmeye dayanımın artmaktadır. Bu çalışma sonucunda elde edilen sonuçlar da bunu desteklemektedir.

P91 çeliği için sürünme esnasında mikro yapıdaki değişim oldukça karmaşıktır. Sürünme boyunca alt tane, $M_{23}C_6$ ve MX çökelti partiküllerinin boyutunun büyümesi, yeni fazların oluşması (Laves fazı ve Z fazı) ve dislokasyon yoğunluğunun azalması gibi birçok mikroyapı değişimi gerçekleşmektedir. Tane boyutunun yanında bu mekanizmalarında sürünme dayanımına etkisi olduğu göz önüne alınmalıdır.

Bu çalışma Minyatür Zımba testi sayesinde standart tek eksenli sürünme testiyle numune çıkarılmayacak kadar dar olan ısı tesiri altındaki bölgesinin sürünme davranışının ITAB-KT ve ITAB-İT bölgeleri için ayrı ayrı belirlenebileceği gösterilmiştir. Özellikle yüksek sıcaklığa maruz yapısal elemanların sürünme dayanımı ve yüklem altında malzemedeki bozunmanın belirlenmesi kalan ömür tayini için önem teşkil etmektedir. Bu açıdan Minyatür Zımba testi her ne kadar standartlaşması henüz sağlanmamış olsa da ileriye dönük uygulaması yaygınlaşacak bir test yöntemi olarak karşımıza çıkmaktadır.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Joint Research Center'a (JRC) bağlı Institute for Energy araştırma merkezinde IE-09-2-8-F04-52304-2 çağrı referans numaralı "Creep and fracture properties of candidate GEN IV materials through Small Punch Testing" bursiyerlik programı kapsamında gerçekleştirilmiştir. B.G. çalışma süresince bilimsel danışmanlığı için Dr.Peter Hähner'e teşekkür eder.

KAYNAKLAR

1. Baik J.M., Kameda J., Buck O. (1986) Development of small punch tests for ductile-brittle transition temperature measurements of temper embrittled NiCr steels, *The use of Small Scale Specimens for Testing Irradiated Materials*, ASTM STP 888, W.R.Corwin and G.E.Lucas, Eds., 92-111. doi: 10.1520/STP32997S
2. Bicego V., Hurst R., Di Persio F., Stratford G.C. (2005) Comparability of Results via the Miniaturised Small Punch Creep Test Method and Traditional Uniaxial Creep Testing, *11th International Conference on Fracture*, Turin-Italy.
3. Chakrabarty J. (1970) A theory of stretch forming over hemispherical punch heads, *International Journal of Mechanical Sciences*, 12, 315-325. doi:10.1016/0020-7403(70)90085-8
4. Dobes F., Milicka K. (2002) On the Monkman-Grant relation for small punch test data, *Materials Science and Engineering A*, 336, 245-248. doi:10.1016/S0921-5093(01)01975-X
5. Kameda J., Buck O. (1986) Evaluation of the ductile to brittle transition temperature shift due to Temper Embrittlement and neutron irradiation by means of small punch test, *Materials Science and Engineering*, 83, 29-38. doi:10.1016/0025-5416(86)90171-0
6. Kander, L., Mikulas, D. (2010) Evaluation of Mechanical properties of composite coatings using small punch test method, *Metallurgical Journal*, LXIII 110-114.
7. Kato,T., Komazaki, S.,Kohno, Y., Tanigawa, H., Kohyama, A. (2009) High-temperature strength analysis of welded joint of RAFs by small punch test, *Journal of Nuclear Materials*, 386–388, 520–524. doi:10.1016/j.jnucmat.2008.12.153

8. Maile K. ve diğ. (1998) COPERNICUS – SP Test Method Assessment for the Determination of the Residual Creep Life of Service Exposed Components, *Final report, EU Project ERB CIPA CT94 0103*.
9. Misawa T., Adachi T., Saito M., Hamaguchi Y. (1987) Small punch test for evaluating ductile-brittle transition behaviour of irradiated ferritic steels, *Journal of Nuclear Materials*, 150, 194-202. doi:10.1016/0022-3115(87)90075-4
10. Small Punch Test Method for Metallic Materials. (2006), *Cen Workhop Agreement, CWA 15627*.
11. Standard Test Method for Small Punch Testing of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Used in Surgical Implants. (2008), *ASTM F2183 – 02*. doi: 10.1520/F2977
12. Sturm, R., Li, Y. (2006) Small-punch testing of a weld's heat affected zone., *MTAEC9*, 40(2)49.