



POLİTEKNİK DERGİSİ

JOURNAL of POLYTECHNIC

ISSN: 1302-0900 (PRINT), ISSN: 2147-9429 (ONLINE)

URL: <http://dergipark.gov.tr/politeknik>



100Cr6 çeliğinde kısmi ve tam östenitlemede karbür çözünmesi kinetiği

Carbide dissolution kinetics in 100Cr6 steel partial and full austenitization

Yazar(lar) (Author(s)): Ersoy ERIŞİR¹, Ahmet Efe GEZMİŞOĞLU²

ORCID¹: 0000-0002-9949-5394

ORCID²: 0000-0003-0524-5181

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz (To cite to this article): Erişir E., Gezmişoğlu A.E., “100Cr6 çeliğinde kısmi ve tam östenitlemede karbür çözünmesi kinetiği”, *Politeknik Dergisi*, 23(3): 597-604, (2020).

Erişim linki (To link to this article): <http://dergipark.gov.tr/politeknik/archive>

DOI: 10.2339/politeknik.556964

100Cr6 Çeliğinde Kısmi ve Tam Östenitlemede Karbür Çözünmesi Kinetiği

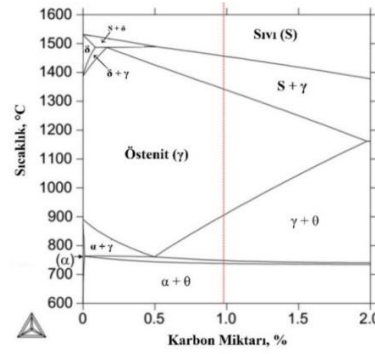
Carbide Dissolution Kinetics in 100Cr6 Steel Partial and Full Austenitization

Önemli noktalar (Highlights)

- ❖ 100Cr6 çeliğinde kısmi ve tam östenitleme koşullarında sementit çözünme kinetiği incelenmiştir./ In 100Cr6 steel, cementite dissolution kinetics were investigated under partial and full austenitization conditions.
- ❖ ImageJ yazılımı ile SEM mikrografları analiz edilmiştir./ SEM micrographs were analyzed with ImageJ software.
- ❖ Elde edilen çözünme eğrileri DICTRA sonuçları ile karşılaştırılmıştır./Dissolution curves obtained were compared with DICTRA results.

Grafik Özet (Graphical Abstract)

Bu çalışmada, 100Cr6 çeliğinde kısmi ve tam östenitleme koşullarında sementit çözünme kinetiği incelenmiştir. 840 °C ve 1050 °C sıcaklıkta farklı sürelerde ısıtılma tabii tutulan numunelerde sementit hacim oranındaki ve boyutundaki değişim belirlenmiştir. / In this study, cementite dissolution kinetics were investigated in partial and full austenitization conditions in 100Cr6 steel. The variations in cementite volume ratio and size were determined in the samples that were heat treated at different temperatures at 840°C and 1050°C.



Şekil. Deneysel bileşime ait faz diyagramı /Figure. Phase diagram for experimental composition

Amaç (Aim)

Düşük alaşımli ötektoidüstü çeliklerde ikincil karbürlerin östenitte çözünmesi ve karbür bandlaşmasının giderilmesinin araştırılmıştır./The dissolution of secondary carbides in austenite and removal of carbide banding in low alloy eutectoid steels were investigated

Tasarım ve Yöntem (Design & Methodology)

Thermo-Calc çalışmaları TCFE6 veri tabanı kullanılarak gerçekleştirilmiştir./Thermo-Calc studies were carried out using the TCFE6 database.

Özgünlük (Originality)

DICTRA çalışmalarında ise MOBFE2 veri tabanı kullanılarak östenitleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak karbür hacim oranındaki değişim ve karbür-östenit arayüzündeki alaşım elementi dağılımı hesaplanmıştır./ In the DICTRA studies, using the MOBFE2 database, the change in the carbide volume ratio and the alloy element distribution at the carbide-austenite interface were calculated depending on the austenitization temperature and duration .

Bulgular (Findings)

Thermo-Calc hesaplamaları sonucunda söz konusu kimyasal kompozisyon için 600 °C'de hesaplanan karbür miktarı hacim %14,30 olarak belirlenmiştir./As a result of Thermo-Calc calculations, the amount of carbide calculated at 600 °C for the chemical composition in question was determined as 14.30%.

Sonuç (Conclusion)

Thermo-Calc ile hesaplanmış faz diyagramı ve hedef bileşim için sıcaklığa bağlı olarak oluşabilen faz miktarları şekillerle gösterilmiştir./The phase diagram calculated with Thermo-Calc and the amount of phases that can occur depending on the temperature for the target composition are shown in the Figures.

Etik Standartların Beyanı(Declaration of EthicalStandards)

Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler. / The author(s) of this article declare that the materials and methods used in this study do not require ethical committee permission and/or legal-special permission.

100Cr6 Çeliğinde Kısmi ve Tam Östenitlemede Karbür Çözünmesi Kinetiği

Araştırma Makalesi / Research Article

Ersoy ERİŞİR*, Ahmet Efe GEZMİŞOĞLU

Kocaeli Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

(Geliş/Received : 22.04.2019 ; Kabul/Accepted : 10.06.2019)

ÖZ

Bu çalışmada, 100Cr6 çeliğinde kısmi ve tam östenitleme koşullarında sementit çözünme kinetiği incelenmiştir. 840 °C ve 1050 °C sıcaklıkta farklı sürelerde ısıtılma tabii tutulan numunelerde sementit hacim oranındaki ve boyutundaki değişim belirlenmiştir. ImageJ yazılımı ile SEM mikrografları analiz edilerek karbürlerin boyutu ve hacim oranları belirlenmiştir. Elde edilen istatistiksel veriler “lineer olmayan eğri uydurma” yöntemi kullanılarak çözünme eğrilerine dönüştürülmüştür. Tam ve kısmi östenitleme işlemlerinin başlangıcında sementit çözünme hızının yüksek olduğu belirlenmiştir. Bir model kurularak DICTRA yazılımında karbür çözünmesi hesaplanmıştır. Elde edilen çözünme eğrileri DICTRA sonuçları ile karşılaştırılmıştır. SEM mikrograflarından elde edilen istatistikler ile DICTRA hesaplamalarının uyumlu olduğu görülmüştür. Elde edilen hesaplama sonuçlarına göre başlangıçtaki hızlı karbür çözünmesinin nedeni, C atomları difüzyonu ile kontrol edilen ve Cr difüzyonunun ihmal edildiği “ihmal edilebilir yerel denge” modunda çözünmenin gerçekleşmesidir.

Anahtar Kelimeler: Östenitleme, kinetik simülasyon, çözünme kinetiği, görüntü analizi, imageJ.

Carbide Dissolution Kinetics during Partial and Full Austenitization in 100Cr6 Steel

ABSTRACT

In this work, cementite dissolution kinetics was studied in 100Cr6 steel during partial and full austenitization. The change in cementite volume fraction and size was determined from samples heat treated for different durations at 840 °C and 1050 °C. The SEM micrographs were analyzed by using ImageJ software to count size and volume fraction of carbides. The obtained statistical data were used to draw the dissolution curves with a nonlinear curve fitting method. It was found that the cementite dissolution rate is fast at the beginning of partial and full austenitization. A model was established and carbide dissolution was calculated using DICTRA software. The dissolution curves were obtained and compared with the DICTRA simulations. The calculation results are in good agreement with the dissolution curves from statistical results of SEM micrographs. According to the calculation results, the fast carbide dissolution is due to dissolution under non-partitioning local equilibrium (NPLE) mode controlled by diffusion of C atoms and neglecting diffusion of Cr.

Keywords: Austenitization, kinetic simulations, dissolution kinetics, image analysis, imageJ.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Rulman çelikleri arasında en çok kullanılan kalite 100Cr6 çeliğidir. Bu ötektoid üstü çeliğin kimyasal bileşiminde kütlece %1 karbon ve %1,5 krom bulunur. 100Cr6 çeliklerinin martenzitik veya beynitik matriksleri içerisinde dağılmış küresel (Fe,Cr)₃C karbürler aşınma dayanımını artırır. Bu karbürlerin oluşumu çeliğin üretim süreci ile yakında ilişkilidir. Bir rulmanın üretim süreci sürekli döküm, sıcak haddeme, sıcak dövme, küreselleştirme, soğuk şekillendirme ve talaşlı işlemler ile birlikte sertleştirme ve temperleme adımlardan oluşmaktadır. Sertleştirme işlemi genellikle 840 °C’de östenit ve karbürlerin birlikte bulunduğu çift faz alanında kısmi östenitleme yapılarak uygulanır. Sertleştirme sonrası martenzitik matrikste yaklaşık hacim-%6 oranında kalıntı östenit ile birlikte hacim-%3-4 oranında çözünmemiş küresel karbürlerden oluşan bir mikroyapı elde edilir. Bu küresel karbürlerin ortalama çapları 0,4-

0,6 µm aralığındadır, ancak bazı karbür çapları 2 µm üzerinde olabilir [1].

Rulman çeliklerinde karbür boyutu ile ilgili olarak literatürde çok sayıda çalışma bulunmaktadır. Stickels (1974) mikroyapıdaki karbürlerin ince ve homojen dağılmış olması durumunda malzemenin yorulma dayanımının artacağını ortaya koymuş ve küreselleştirmeden gelen kaba karbürlerin ise olumsuz yönde etkileyeceğini belirtmiştir [2]. Benzer şekilde Xi v.d. (2015) karbür morfolojisinin yorulma çatlaklarının ilerlemesine etkili olduğunu ileri sürmüşlerdir. Bu çalışmaya göre tane içi ve taneler arası çökeltilerin yorulma çatlaklarının ilerleme hızına etkisi karşılaştırıldığında tane içi çökeltilerin daha yüksek yorulma dayanımı sağladığı tespit edilmiştir [3]. Diğer yandan, karbür bandlaşması da önemli bir husustur. Verhoeven (2000) çalışmasında AISI 52100 rulman çeliğinde mikrosegregasyon sonucu oluşan bandlaşmayı incelemiştir. Bu çalışmaya göre düşük alaşımli ötektoidüstü çeliklerde ikincil karbürlerin östenitte

*Sorumlu Yazar (Corresponding author)
e-posta : eerisir@kocaeli.edu.tr

çözünmesi ve karbür bandlaşmasının giderilmesi mümkündür. 1100 °C’de 30 dakika östenitleme sonrasında 400 °C/saat hızda fırında soğutma ile bandlaşmanın ortadan kalktığı belirtilmiştir [4]. Adishesha (2002) ise AISI 52100 çeliğinde üretim sürecinin karbür bandlaşması üzerindeki etkisini çalışmıştır. Çalışmada östenitleme sıcaklığı ve süresi arttıkça bandlaşmanın azaldığı belirtilirken, diğer yandan sıcaklık artışının süre artışından daha etkili olduğu öne sürülmektedir. Bununla birlikte, yüksek sıcaklıkların tane büyümesi ve su verme sonrası çatlakların oluşmasına neden olduğu belirtilmiştir [5]. Görüldüğü üzere istenilen karbür boyut dağılımının elde edilebilmesi ve bandlaşmanın ortadan kaldırılabilmesi için yüksek sıcaklık ve sürelerde östenitleme yapılması gerekirken, östenit tanelerinin kabalaşması başka bir sorun olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu sebeple karbür çözünme davranışının anlaşılması rulman çeliklerine uygulanacak ısı işlemlerin optimizasyonu açısından önem arz etmektedir.

Çözünme davranışının ortaya konulabilmesi için “ihmal edilebilir paylaşımlı yerel denge” (NPLE) ve “paylaşımlı yerel denge” (PLE) modlarının anlaşılması gerekmektedir. Çözünme sırasında çökelti ve matriks fazlarında yeralan elementlerinin konsantrasyonunun farklı olması durumunda arayüzeyde bir gradyent söz konusu olacaktır. Bu gradyent oluşumuna bağlı elementel birikme, matriks fazının içine doğru bir dağılım meydana getirir. Difüzyon kontrollü paylaşımlı yerel denge (PLE) olarak adlandırılan bu modda yeralan elementlerinin önemli miktarlarda paylaşılması söz konusudur. Diğer yandan, difüzyon kontrollü ihmal edilebilir paylaşımlı dönüşüm (NPLE) modunda durum farklıdır. Çökelti ve matriks fazlarında yeralan alaşım elementlerinin konsantrasyonları aynı ise, konsantrasyon eğrisi arayüze yakın keskin bir pik olarak görülecektir. Bu modda düşük miktarda aşırı doyum söz konusudur ve yeralan elementleri paylaşılmaz. Özetle, dönüşüm hızı PLE modunda yeralan elementlerinin difüzyonuna NPLE modunda ise arayer elementi olan karbonun hızına bağlı olarak gerçekleşir [6]. Buna göre rulman çeliklerinde ısı işlemler sırasında karbür çözünmesine bağlı olarak bir krom ve karbon dağılımı oluşur. Karbür çözünmesi ile ilgili olarak Zhao v.d. SAE 52100 çeliğinde yaptıkları bir çalışmada 860 °C sıcaklıkta östenitleme sırasında karbür çözünmesinin sürecin başında hızlı gerçekleştiğini ancak artan östenitleme süresi ile ara yüzeydeki karbon ve krom gradiyentine bağlı olarak kademeli olarak yavaşladığını belirlemişlerdir. Karbonun yüksek mobilitesi sayesinde her aşamada fazlar içerisinde homojen dağıldığı, ancak kromun östenit karbür arayüzeyinde biriktiği tespit edilmiştir [7]. Epp v.d. yayınladıkları çalışmada “In situ XRD” analizi ile 100Cr6 çeliğinde küresel karbürlerin çözünmesini araştırmışlardır. Bu çalışmada (Fe,Cr)3C karbürlerin çözünmesi sırasında arayüzeyde artan alaşım elementi konsantrasyonu sebebiyle itici gücün azaldığını ve çözünmenin devam edebilmesi için alaşım elementlerinin östenit içerisinde tekrar dağılması gerektiğini ortaya koymuşlardır [8].

Günümüzde karbür çözünmesi bilgisayar hesaplamalı yaklaşımlar ile de ele alınmaktadır. Li v.d. (2017) SAE 52100 çeliğinde çözünme sırasında karbür boyut dağılımı ve karbür hacim oranındaki değişimi deneysel çalışmalar ve kinetik hesaplama yöntemleri ile incelemişlerdir. Artan sıcaklık ve sürenin çözünme karbür miktarını arttırdığını ortaya koymuşlardır. Başlangıç yapısı üzerinde yapılan görüntü analiz sonuçlarına göre %15 oranında karbür hacim oranı 840 °C’de 3600 saniye sonrasında yaklaşık olarak %4’e gerilemiştir. Aynı zamanda artan östenitleme sıcaklığı ve süresiyle karbür boyut dağılımında ince karbürlerin frekansının arttığı görülmüştür. Yapılan DICTRA hesaplamaları ile elde edilen çözünme eğrileri ve deneysel veriler karşılaştırıldığında hesaplama sonuçlarının deneysel verilere göre bir miktar daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu nedeni hesaplamalarda ortalama karbür boyutunun dikkate alınırken, mikroyapıda bir boyut dağılımı olmasına bağlı olarak açıklanmıştır [9]. Daha önceki bir çalışmamızda çift aşamalı ısı işlemin nihai yapıdaki karbür boyut dağılımına etkisi incelenmiştir. Bu çalışmada kısmi östenitleme ve sertleştirme adımı öncesinde bir tam östenitleme adımı eklenmesi ile daha ince ve homojen dağılımlı karbürler elde edilmiştir [10]. Başka bir çalışmamızda ise benzer bileşime sahip bir 100Cr6 çeliğinde Thermo-Calc ve DICTRA çalışmalarına ek olarak “line intercept” yöntemi ile karbür boyutları tespit edilmiştir. Elde edilen karbür boyutları DICTRA modelinin kurulmasına kullanılmıştır. Çalışmada 915 °C’de 10 dakika östenitlemenin tam karbür çözünmesi için yeterli olmadığı, 1050 °’de 10 dakika sonrasında ise tüm karbürlerin çözüldüğü tespit edilmiştir. Elde edilen deneysel sonuçlar DICTRA simülasyonları ile uyum göstermiştir [11].

Bilgisayar hesaplamalı yaklaşımlarda mikroyapısal görüntü analizi ilk aşamadır. Bu aşamada hesaplamalar için başlangıç verisi oluşturulmaktadır. Bu nedenle ölçülen değerler ile mikroyapının doğru bir şekilde temsil edilmesi gereklidir. Karbür çözünmesi ile ilgili yapılan çalışmalarda görüntü analiz metodları ile mikroyapıdaki karbür hacim oranı ile birlikte karbür boyut ve dağılımı tespit edilir. ImageJ bu doğrultuda yaygın olarak kullanılan açık kaynak kodlu bir yazılımdır [12-14]. Coudert v.d. (2017) havacılık sektöründe kullanılan rulmanlar ile ilgili yaptıkları bir çalışmada SEM görüntüleri üzerinde ImageJ kullanarak görüntü analizi gerçekleştirmişlerdir. ImageJ yazılımında piksellerin renklerine göre eşik (threshold) işlemi uygulanarak karbürlerin matriksten ayrılması sağlanmış ve her bir karbürün alanından karbür çapı hesaplanmıştır. Böylece karbür boyut dağılımlarını çıkarmışlardır [15].

2. MALZEME VE YÖNTEM (MATERIAL and METHOD)

Thermo-Calc çalışmaları TCFE6 veri tabanı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmalar ile denge durumundaki faz miktarları belirlenmiştir. DICTRA

çalışmalarında ise MOBFE2 veri tabanı kullanılarak östenitleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak karbür hacim oranındaki değişim ve karbür-östenit arayüzündeki alaşım elementi dağılımı hesaplanmıştır [16]. DICTRA simülasyonları için kurulan model **Şekil 1**'de gösterilmiştir. Bu modelde küreselleştirme tavlama sonrası tüm karbürlerin küresel olduğu varsayılmış ve ortalama karbür çapı esas alınmıştır. Isıtma sırasında karbür çevresindeki ferritik matrisin hızlı şekilde östenite dönüştüğü ve başlangıçtaki ferrit kompozisyonuyla aynı olduğu varsayılmıştır. Karbür hacminden yarıçap dönüşümünde kullanılan formül **Denklem (2.1)**'de sunulmuştur [17].

Karbür 289,43 nm	Östenit 273,24 nm
---------------------	----------------------

Şekil 1. Mikroyapıyı temsil eden DICTRA modeli. (DICTRA model representing the microstructure)

$$V_f^\theta = \frac{V_\theta}{V_{\text{toplam}}} = \frac{r_\theta^3}{r_{\text{toplam}}^3}$$

Denklem 2.1

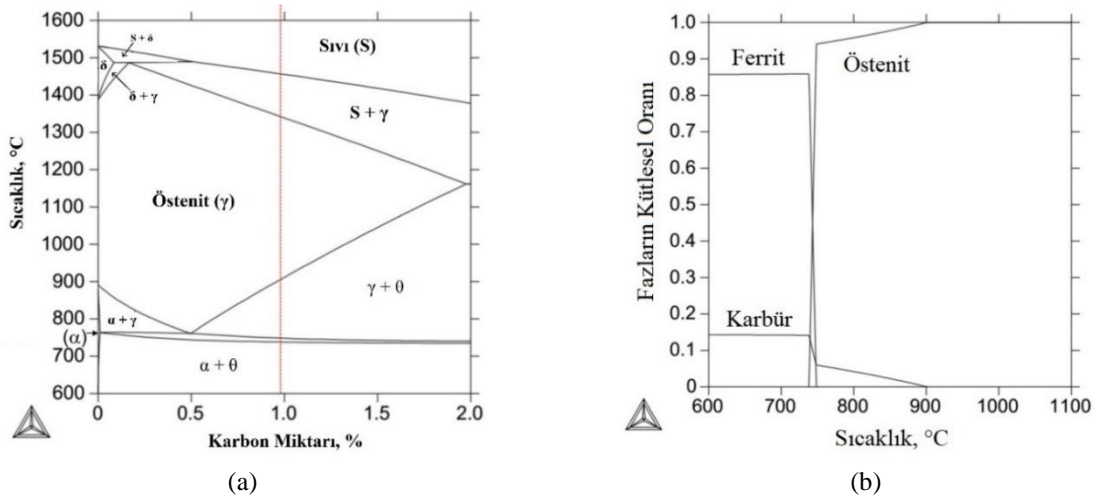
Isıl işlem deneylerinde 70 mm çapta sıcak haddelenmiş 100Cr6 çeliği kullanılmıştır. Küresel tavllanmış ticari çeliğin kimyasal kompozisyonu **Çizelge 1**'de verilmiştir. 10×10×5 mm³'lük numuneler kesilmiş ve metalografik incelemeler hadde doğrultusuna dik yapılmıştır. Isıl işlemler sırasında sıcaklık kontrolü sağlanabilmesi adına "K" tipi termoeleman kullanılmıştır. Uygulanan ısıl işlemlerin sıcaklık ve süreleri **Çizelge 2**'de sunulmuştur. SEM incelemeleri öncesinde numuneler metalografik olarak hazırlanmıştır ve %4 Pikral ile 1 dakika dağlama uygulanmıştır. SEM incelemelerinde Jeol 6060 taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. SEM görüntüleri ImageJ yazılımı yardımı ile SEM görüntülerinden karbür hacim oranı ve karbür boyutları ölçülmüştür.

Çizelge 1. 100Cr6 çeliği kimyasal kompozisyonu. (Chemical composition of the 100Cr6 steel)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Al	Cu	Ti
0,938	0,194	0,275	0,0222	0,0069	1,42	0,1	0,0293	0,136	0,0020

Çizelge 2 Uygulanan ısıl işlem parametreleri. (Heat treatment parameters)

Sıcaklık, °C	Süre, sn						
	30	60	300	600	900	1800	3600
840 °C			X	X	X	X	X
1050 °C	X	X	X	X	X		



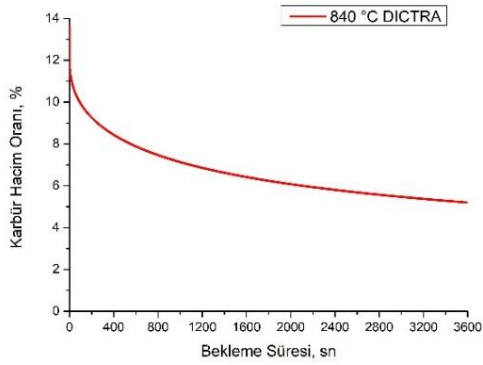
Şekil 2. Thermo-Calc ile elde edilen termodinamik hesaplama sonuçları (a) Deneysel bileşime ait faz diyagramı ve (b) sıcaklığa bağlı olarak faz miktarlarındaki değişim. (Thermodynamic calculation results obtained using Thermo-Calc (a) phase diagram for experimental composition and (b) change in phase quantities depending on temperature.)

3. SONUÇLAR (RESULTS)

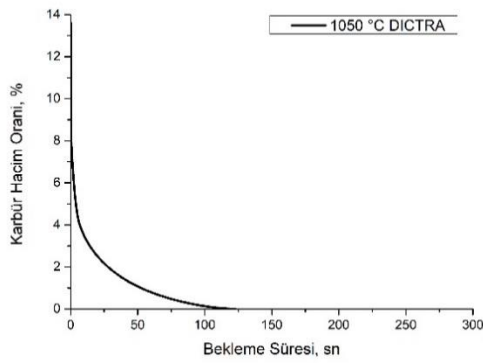
Thermo-Calc hesaplamaları sonucunda söz konusu kimyasal kompozisyon için 600 °C'de hesaplanan karbür miktarı hacim %14,30 olarak belirlenmiştir. Hesaplamalara göre tipik sertleştirme sıcaklığı 840 °C'de denge durumundaki karbür hacim oranının %2,78 olması

ve 901,72 °C üzerindeki sıcaklıklarda karbürlerin çözünmesi beklenmektedir. Thermo-Calc ile hesaplanmış faz diyagramı ve hedef bileşim için sıcaklığa bağlı olarak oluşabilen faz miktarları **Şekil 2**'de gösterilmiştir.

Süreye bağlı olarak faz dönüşümleri kinetik hesaplamalar yardımıyla öngörülebilir. Karbür çözünme davranışının anlaşılabilmesi amacı ile DICTRA çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmalarda kısmi ve tam östenitleme koşullarına karşılık gelen iki farklı sıcaklık olan 840 °C ve 1050 °C'de östenitleme süresine bağlı olarak karbür hacim oranındaki değişim hesaplanmıştır. Şekil 3'te her iki sıcaklıkta da karbür hacim oranının zamana bağlı olarak azalmakta olduğu görülmektedir. Kısmi östenitleme sıcaklığı 840 °C'de karbür miktarı başlangıçta hacim %14,30'dan 3600 sn süre sonunda hacim %5,20'ye kadar azalmakta olduğu hesaplanmıştır. Diğer yandan aynı başlangıç durumu için sıcaklık 1050 °C olduğunda karbür çözünmesi 120 sn'de tamamlanmakta ve yapının tamamı östenite dönüşmektedir. Her iki durumda da başlangıçtaki çözünme hızı daha yüksek olup, NPLE modundan PLE moduna geçilmesi ile karbür çözünmesi yavaşlamaktadır.



(a)

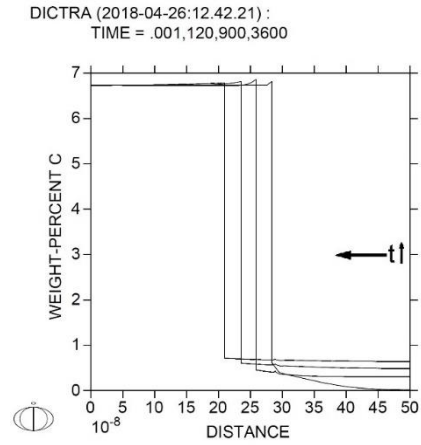


(b)

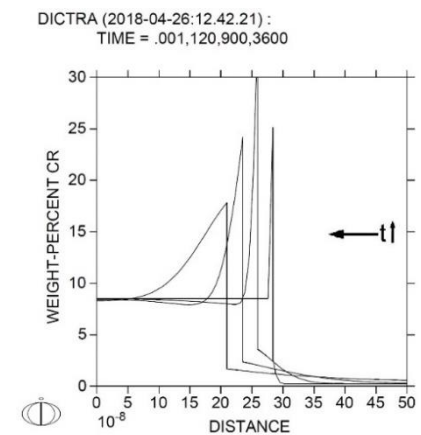
Şekil 3. Östenitleme süresine bağlı olarak karbür hacim oranındaki değişim (a) 840 °C ve (b) 1050 °C (Change in the volume amount of carbides depending on austenitization time at (a) 840 °C and (b) 1050 °C)

DICTRA ile bu sıcaklıklarda farklı süreler için her bir elemente ait konsantrasyon profilleri de hesaplanabilmektedir. 840 °C'de 3600 saniyeye kadar östenitleme sonucunda östenit/karbür arayüzeyinde oluşan karbon ve krom elementlerinin konsantrasyon

profilleri Şekil 4'te verilmiştir. Karbon demir kafesinde yer alan elementi olduğu için hızlı bir şekilde yerel dengeye (NPLE) ulaşmaktadır. Şekil 4a'da görüldüğü gibi çözünme boyunca karbon konsantrasyon profillerinde ihmal edilebilir ölçekte bir gradyent görülmüştür. Şekil 4b'de ise kromun arayüzeydeki dağılımı verilmiştir. Krom östenit kafesinde çözünmediği ve bir yer alan elementi olduğu için arayüzeyde karbür tarafında örneğin 3600 sn sonrasında yaklaşık 150 nm genişlikte bir gradyent oluşumu göstermektedir. Bu durumda arayüzeyde karbür tarafında kromun %17,8'e kadar zenginleştiği öngörülmüştür. Diğer yandan, tam karbür çözünmesi beklendiği 1050 °C'de östenit/karbür arayüzeyinde oluşan alaşım elementi dağılımı Şekil 5'te sunulmuştur. Bu sıcaklıkta 600 saniye gibi kısa bir sürede östenitleme sonrasında karbon ve krom elementlerinin homojen şekilde dağıldığı ve denge durumuna ulaşıldığı öngörülmektedir. Hesaplamalara göre çözünme tamamlanmadan önce, örneğin 120 sn sürede, karbür yarıçapının yaklaşık 20 nm'ye kadar azaldığı görülmüştür.



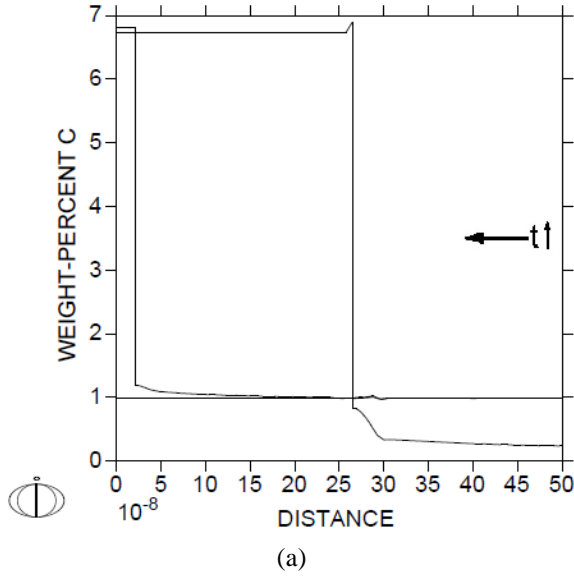
(a)



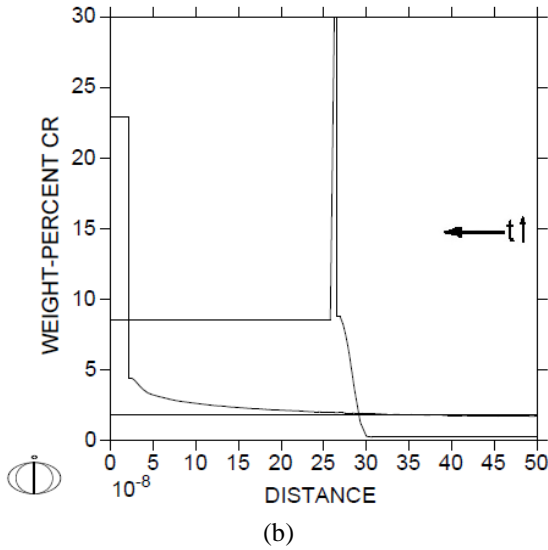
(b)

Şekil 4. 840 °C'de farklı ısıl işlem süreleri sonrasında arayüzeydeki alaşım elementi dağılımı (a) karbon ve (b) krom. (Partitioning of the alloying elements (a) carbon and (b) chromium at the interface at 840 °C for different austenitization durations)

DICTRA (2019-04-02:14.21.51) :
TIME = .001,120,600



DICTRA (2019-04-02:14.21.51) :
TIME = .001,120,600

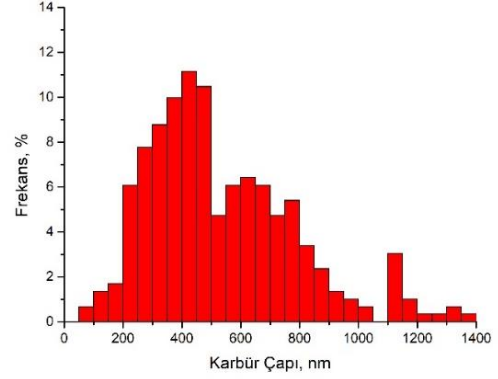


Şekil 5. 1050 °C'de farklı ısıl işlem süreleri sonrasında arayüzeydeki alaşım elementi dağılımı (a) karbon ve (b) krom. (Partitioning of the alloying elements (a) carbon and (b) chromium at the interface at 1050 °C for different austenitization durations)

3.1 Isıl İşlem

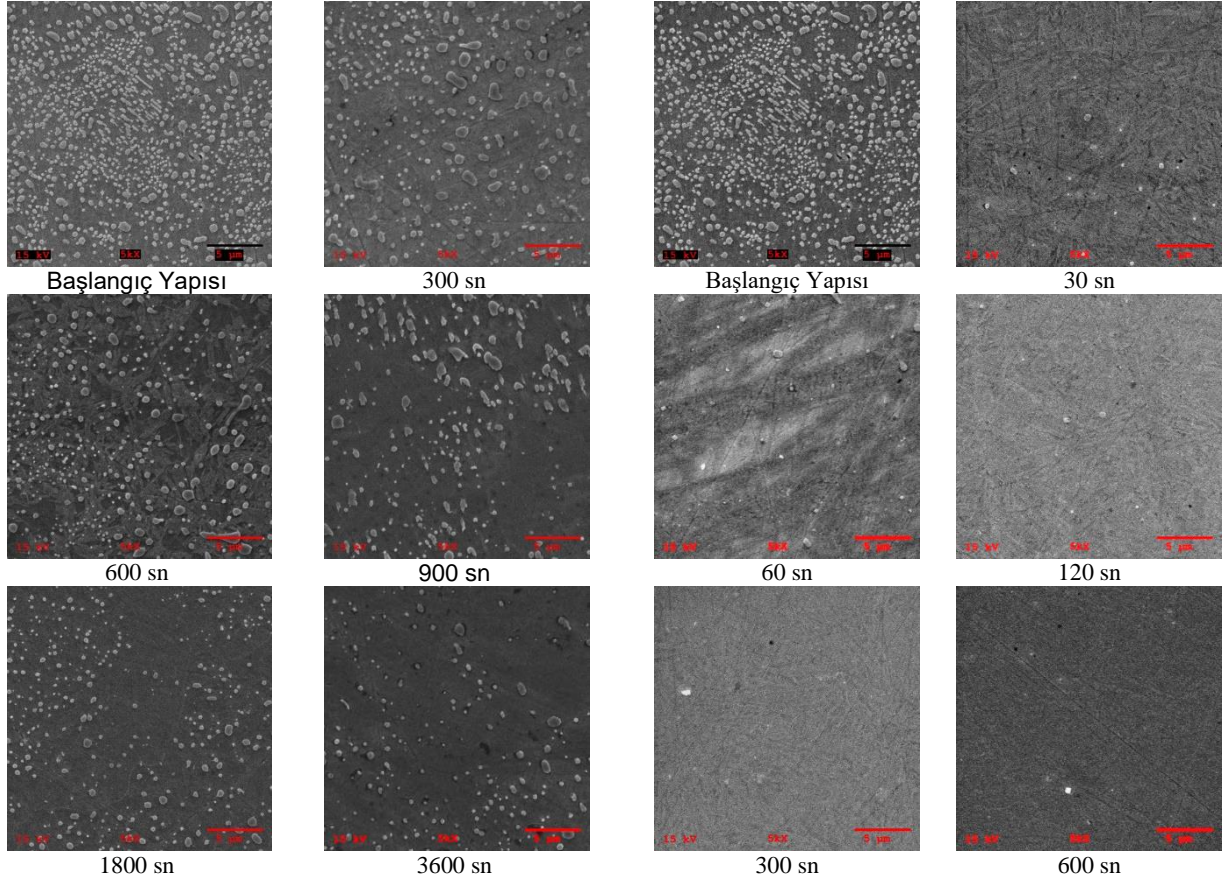
Termodinamik ve kinetik hesaplamalara paralel olarak deneysel çalışmalarda ısıl işlemler sonrası metalografik olarak karbür boyutları belirlenmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan küreselleştirilmiş başlangıç yapısında ferritik matriksi içerisinde küresel karbürlerden oluşan bir yapı bulunmaktadır. Mikroyapı üzerinden görüntü analiz çalışmaları sonucunda karbür hacim oranı %13,61 ve ortalama karbür çapı 578,68 nm olarak belirlenmiştir. Karbür boyut dağılımını gösteren bir

grafik **Hata! Başvuru kaynağı bulunamadı.**'da verilmiştir. Bu değerler DICTRA modelinin kurulması amacı ile kullanılmıştır. Küresel başlangıç yapısına ait SEM görüntüsü **Hata! Başvuru kaynağı bulunamadı.**'da görülebilir.



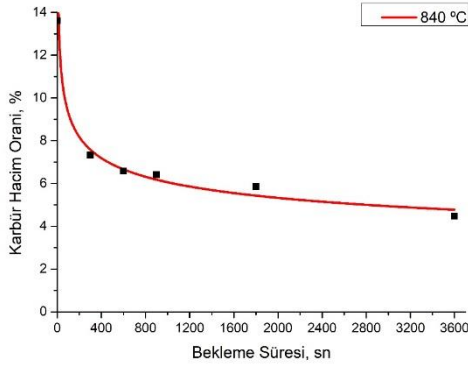
Şekil 6. Başlangıç yapısına ait karbür boyut dağılımı. (Carbide size and distribution in the initial microstructure)

Şekil 7'de başlangıç mikroyapısı ile karşılaştırılmalı olarak 840 °C'de farklı sürelerde bekleme sonrasında su verme yapılan numunelere ait SEM mikrografları verilmiştir. Pikral ile dağlama sonrasında matriksi oluşturan martenzit ve kalıntı östenit derin dağlanırken, karbürlerin dağlamadan daha az etkilenecek görüntü analizi için uygun bir kontrast oluşturduğu gözlenmektedir. Mikroyapılar incelendiğinde 300 sn sonrasında karbür çözünmesinin başlamış olduğu ve özellikle başlangıçta görece ince boyutlu olan çökeltilerin çözünmesi tamamlandığı anlaşılmaktadır. Çözünme sonucu boyutu sürekli azalan bazı karbürler 900 sn sonrasında ince boyut gösterirken, diğer karbürlerin aglomerasyon ve koelesans (yumrulaşma ve birleşme) sürecine girdikleri görülmektedir. En uzun süreli deney olan 3600 sn sonrasında karbür hacim miktarı %4,46'ya düştüğü görülmektedir. Thermo-Calc hesaplamaları sonucunda **Şekil 2'**ye göre bu sıcaklıkta denge karbür hacim miktarı %2,78'dir. Buna göre hesaplanan denge miktarına yaklaşıldığı, ancak karbür çözünmesinin sürdürdüğü söylenebilir. SEM mikrograflarından ölçülen karbür hacim oranları **Şekil 8'**de verilmiştir. Burada ölçülen değerlere "lineer olmayan eğri uydurma" işlemi uygulanarak çözünme eğrisi oluşturulmuştur. Çözünme reaksiyonun başlangıçta hızlı gerçekleştiği, artan süreyle dengedeki hacim oranına yaklaştıkça eğrinin asimptotik olarak ilerlediği gözlenmiştir.



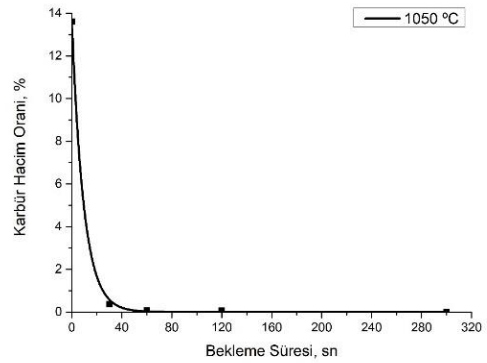
Şekil 7. 840 °C'de farklı sürelerde östenitleme sonrası su verilen numunelerin SEM görüntüleri. (SEM micrographs from quenched samples after austenitizing at 840 °C for different durations)

Şekil 9. 1050 °C'de farklı sürelerde östenitleme sonrası su verilen numunelerin SEM görüntüleri. (SEM micrographs from quenched samples after austenitizing at 1050 °C for different durations)



Şekil 1. 840 °C'de artan süreyle değişen karbür hacim oranı. (Volume amount of carbides at 840 °C for different austenitization durations)

Tam çözünmenin beklendiği 1050 °C'de farklı sürelerde yapılan östenitleme sonrası su verilen numunelerin SEM görüntüsü **Şekil 9'**da verilmiştir. Mikroyapılar incelendiğinde 30 sn süreden itibaren tüm karbürlerin hızla çözüldüğü görülmektedir. 300 sn ve üzeri sürelerde neredeyse tam bir çözünme olduğu gözlenmiştir. Artan süreyle değişen karbür hacim miktarı grafiği **Şekil 10'**da verilmiştir. İlk 60 saniye içerisinde karbürlerin yüksek oranda çözüldüğü, tam karbür çözünmesi için 300 saniye östenitleme gerektiği tespit edilmiştir.



Şekil 10. 1050 °C'de artan süreyle değişen karbür hacim oranı. (Volume amount of carbides at 1050 °C for different austenitization durations)

5. TARTIŞMA (DISCUSSION)

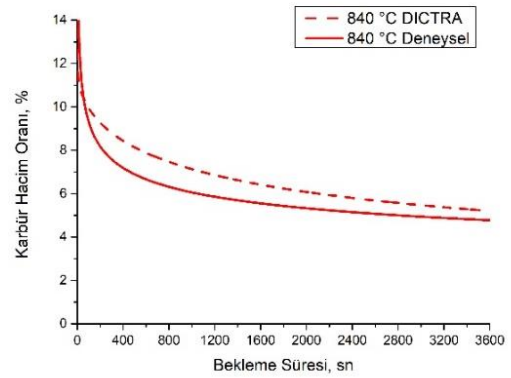
Bu çalışma kapsamında 100Cr6 çeliğinde iki farklı sıcaklıkta ve farklı sürelerde östenitleme sırasında karbür çözünme kinetiği incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıda tartışılmıştır.

Küresel tavllanmış durum sonrasında östenitleme ile karbür çözünmesi davranışının ortaya konulabilmesi için

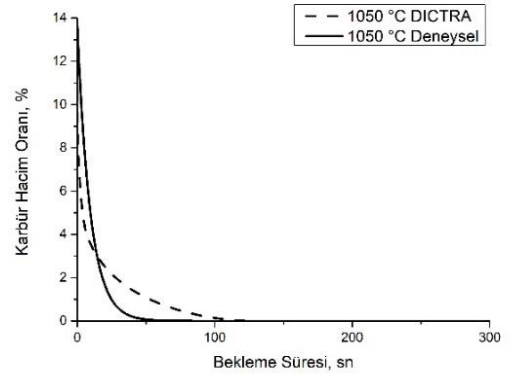
başlangıç mikroyapısı incelenmiştir. Thermo-Calc hesaplamalarına göre küreselleştirilmiş başlangıç yapısında hacimce %14,30 oranında karbür öngörülmüştür. Küresel başlangıç yapısında gerçekleştirilen mikroyapısal incelemelerde bu oran %13,61 olarak ölçülmüştür. Hesaplanan ve ölçülen miktarların birine yakın olduğu söylenebilir.

DICTRA yazılımı ile 840 °C ve 1050 °C'de zamana bağlı olarak karbür hacim oranlarındaki değişim hesaplanmıştır. Yine bu sıcaklıklarda yapılan deneysel çalışmalar sonucunda ölçülen karbür hacim oranı ve DICTRA sonuçlarının karşılaştırılması Şekil 11'de verilmiştir. Deneysel veriler ve simülasyon sonuçlarının uyumlu olduğu ancak deneysel değerlerin genel olarak hesaplanmış hacim miktarından düşük olduğu görülmüştür. Benzer bir sonuç Li v.d. 2017 yılında yayınladıkları bir çalışmada da görülmektedir. İlgili çalışmada 1,02C-0,23Si-0,37Mn-1,49Cr bileşimindeki bir çelik alaşımında 840, 860 ve 880 °C sıcaklıklarda farklı sürelerde östenitleme uygulamış ve elde ettikleri deneysel sonuçları DICTRA hesaplamaları ile karşılaştırmışlardır. Elde ettikleri sonuçlara göre deneysel olarak ölçülen karbür hacim oranlarının DICTRA ile hesaplanan değerlerin altında olduğu gözlenmiştir. Bu durum modelleme sırasında karbür boyutlarının ortalamasının alınmasına bağlanmıştır [9]. Bu çalışmada Şekil 6'da da verildiği gibi geniş karbür boyut dağılım aralığı söz konusudur. DICTRA çalışmalarında ise ortalama karbür boyutu kullanılarak bir model kurulmuştur. Pratikte farklı çaptaki karbürler östenitleme boyunca farklı hızlarda çözünmektedir. Diğer taraftan, kısa sürelerde (20 sn ve altında) ise hesaplama sonuçlarının daha düşük olduğu görülmektedir.

Arayüzeydeki alaşım elementlerinin dağılımını öngörmek için yapılan DICTRA çalışmalarında 840 °C'de NPLE modunda başlayan çözünmenin 120 saniye sonrasında PLE modunda devam ettiği görülmüştür. İlk aşamada çözünme karbonun difüzyonuna bağlı olarak ilerlemektedir. Karbonun mobilitesinin yüksek olması sebebiyle bu aşamada çözünme hızı yüksektir. Artan süreyle arayüzeyde krom gradiyenti oluşur ve çözünme bu elementlerin difüzyon hızına bağlı olarak devam eder. Yeralan elementi kromun düşük mobilitesi sebebiyle çözünme hızı düşmektedir. 1050 °C için yapılan hesaplamalarda ise 600 saniye sonunda tüm alaşım elementlerinin östenit içerisinde homojen olarak dağılım gösterdiği hesaplanmıştır. Deneysel olarak çözünme hızının östenitlemenin başlangıcında hızlı olduğu ve bekleme süresine arttıkça hızın yavaşladığı belirlenmiştir.



(a)



(b)

Şekil 11. DICTRA hesaplamaları ve deneysel çalışmalar ile elde edilen zamana bağlı karbür hacim oranı eğrileri (a) 840 °C (b) 1050 °C. (Curves obtained by DICTRA calculations and experimental studies for carbide volume amount depending on durations at (a) 840 °C and (b) 1050 °C)

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Yazarlar, TÜBİTAK'a bu çalışmaya 115M445 nolu projesi kapsamındaki verdiği destekten ötürü teşekkürlerini sunar.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Bhadeshia, H. K. D. H. (2012). Steels for bearings. *Progress in Materials Science*, 57(2): 268-435.
- [2] Stickels, C. A. (1974). Carbide refining heat treatments for 52100 bearing steel. *Metallurgical Transactions*, 5(4): 865-874.
- [3] Xi, Z. J., Koyama, M., Yoshida, Y., Yoshimura, N., Ushioda, K., & Noguchi, H. (2015). Effects of cementite morphology on short-fatigue-crack propagation in binary Fe-C steel. *Philosophical Magazine Letters*, 95(7): 384-391.

- [4] Verhoeven, J. D. (2000). A review of microsegregation induced banding phenomena in steels. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 9(3): 286-296.
- [5] Adishesha, P. K. (2002). Effect of steel making and processing parameters on carbide banding in commercially produced ASTM A-295 52100 bearing steel. *In Bearing Steel Technology*. ASTM International.
- [6] Van der Ven, A., & Delaey, L. (1996). Models for precipitate growth during the $\gamma \rightarrow \alpha + \gamma$ transformation in Fe-C and Fe-C-M alloys. *Progress in Materials Science*, 40(3): 181-264.
- [7] Zhao, L., Vermolen, F. J., Sietsma, J., & Wauthier, A. (2006). Cementite dissolution at 860 C in an Fe-Cr-C steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(6): 1841-1850.
- [8] Epp, J., Surm, H., Kessler, O., & Hirsch, T. (2007). In situ X-ray phase analysis and computer simulation of carbide dissolution of ball bearing steel at different austenitizing temperatures. *Acta Materialia*, 55(17): 5959-5967.
- [9] Li, H., Zhang, H., Lv, Z. F., & Zhu, Z. F. (2017). Cementite Dissolution Kinetics of High Carbon Chromium Steel During Intercritical Austenitization. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 38(4): 543-551.
- [10] Erişir, E., Bilir, O. G., & Gezmişoğlu, A. E. (2017, March). Carbide banding formation and prevention in 52100 bearing steels. In TMS 2017 *146th Annual Meeting & Exhibition*
- [11] Erişir, E., Bilir, O. G., & Gezmişoğlu, A. E. (2017, February). A study of carbide dissolution in bearing steels using computational thermodynamics and kinetics. *In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 179(1): 012021. IOP
- [12] Schneider, C. A., Rasband, W. S., & Eliceiri, K. W. (2012). NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. *Nature Methods*, 9(7): 671.
- [13] Barrow, A. T. W., Kang, J. H., & Rivera-Díaz-del-Castillo, P. E. J. (2012). The $\epsilon \rightarrow \eta \rightarrow \theta$ transition in 100Cr6 and its effect on mechanical properties. *Acta Materialia*, 60(6-7), 2805-2815.
- [14] Krishna, S. C., Tharian, K. T., Chakravarthi, K. V. A., Jha, A. K., & Pant, B. (2016). Heat treatment and thermo-mechanical treatment to modify carbide banding in AISI 440C steel: a case study. Metallography, *Microstructure, and Analysis*, 5(2): 108-115.
- [15] Coudert, J. B., Mondelin, A., Alglave, J. L., Carrerot, H., & Maheo, Y. (2017). Assessment of Advanced Aerospace Bearing Steel RCF Performances Using a Discriminating Multicontact Test. In Bearing Steel Technologies: 11th Volume, *Advances in Steel Technologies for Rolling Bearings*. ASTM International.
- [16] Andersson, J. O., Helander, T., Höglund, L., Shi, P., & Sundman, B. (2002). Thermo-Calc & DICTRA, computational tools for materials science. *Calphad*, 26(2): 273-312.
- [17] Zhang, G. H., Chae, J. Y., Kim, K. H., & Suh, D. W. (2013). Effects of Mn, Si and Cr addition on the dissolution and coarsening of pearlitic cementite during intercritical austenitization in Fe-1mass% C alloy. *Materials Characterization*, 81: 56-67