ARAKRİTİK SICAKLIKLARDAN ÖSTEMPERLENMİŞ FERRİTİK KÜRESEL GRAFİTLİ DÖKME DEMİRDE YENİ FERRİT OLUŞUMU

Volkan KILIÇLI ve Mehmet ERDOĞAN

Metal Eğitimi Bölümü, Teknik Eğitim Fakültesi, Gazi Üniversitesi, 06500, Beşevler, Ankara vkilicli@gazi.edu.tr, mehmeter@gazi.edu.tr

(Geliş/Received: 28.12.2006; Kabul/Accepted: 23.07.2007)

ÖZET

Bu çalışmada, ferritik küresel grafitli dökme demirlerde, arakritik sıcaklıklardan östemperleme sırasında oluşan mikroyapılar incelenmiştir. Bu amaçla ferritik küresel grafitli dökme demir, farklı arakritik sıcaklıklarda tavlanmış (kismi östenitlenmiş) ve ardından 365 °C'deki tuz banyosunda farklı sürelerde östemperlenmiştir. Farklı arakritik sıcaklıklardan östemperlemenin ardından, östemperleme süresine bağlı olarak östenitten dönüşüm ürünlerinin miktarlarındaki farklılık, mikroyapı değişim grafikleri ile kantitatif olarak gösterilmiştir. Metalografik ölçümler, özellikle belirli bir arakritik tavlama sıcaklığında oluşan orijinal östenitten östemperleme sırasında dönüşen fazların toplam hacim oranının yaklaşık olarak bütün östemperleme süreleri için orijinal östenitin hacim oranına eşit olduğunu göstermiştir. Arakritik tavlama sıcaklıklarından östemperlenmiş numunelerin her birinde ötektoid öncesi ferrit ve beynitik ferrite ilaveten yeni ferrit (epitaksiyel ferrit) açığa çıkmıştır. Artan arakritik sıcaklığı ile yeni ferrit hacim oranıda artmıştır. Ancak, yeni ferritin arakritik östenitleme sıcaklığındaki orijinal östenitten dönüşüm yüzdesi, azalan arakritik östenitleme sıcaklığı ile artmıştır. Östemperleme süresindeki artış yeni ferrit, beynitik ferrit ve yüksek karbonlu östenitin martensitle yer değişimine neden olmuştur. Numunelerin bazıları karşılaştırma amacıyla 900°C' den geleneksel olarak östemperlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Çift fazlı matris yapı (ÇFMY), kısmi östenitleme, ösferrit hacim oranı, östemperlenmiş küresel grafitli dökme demir (ÖKGDD), yeni ferrit hacim oranı.

THE NEW FERRITE FORMATION IN FERRITIC DUCTILE IRON AUSTEMPERED FROM INTERCRITICAL TEMPERATURE RANGES

ABSTRACT

In the present study, during austempering, microstructure formations in the ferritic ductile irons austempered from intercritical temperature ranges have been investigated. For this purpose a ferritic ductile iron was intercritically austenitised (partially austenitised) at intercritical temperature ranges and then austempered in a salt bath held at austempering temperature of 365°C for various times. Following austempering from various intercritical annealing temperatures, microstructure variation graphics were created to illustrate the transformation of products quantitatively as a function of austempering time. Metallographic measurements showed that during austempering, the total volume fraction of the transformed phases from the original austenite formed at intercritical austenitization temperature is approximately equal to the volume fraction of original austenite for all austempering times. Within each of the austempered specimen from intercritical temperature ranges, in addition to proeutectoid and bainitic ferrite, the new ferrite (epitaxial ferrite) introduced into the structure. The new ferrite volume fraction increased with increasing intercritical austenitizing temperature but transforming percentage of new ferrite from the original austenite present at intercritical austenitizing temperature forms the original austenitizing temperature but transforming percentage of new ferrite from the original austenite present at intercritical austenitizing temperature but transforming temperature increased with decreasing intercritical austenitizing temperature. Succeeding the original austenitizing temperature but transforming temperature forms the original austenitizing temperature but transforming percentage of new ferrite from the original austenite. Some specimens were also

conventionally austempered from 900°C for comparison. The new ferrite was absent in the conventionally austempered samples.

Keywords: Dual Matrix Structure (DMS), Partial Austenitizing, Ausferrite Volume Fraction, Austempered Ductile Iron (ADI), New Ferrite Volume Fraction.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Yeni geliştirilen çift fazlı matris yapıya sahip küresel grafitli dökme demirlerin yapısı ötektoid öncesi ferrit+ösferrit (beynitik ferrit ve yüksek karbonlu östenit) yada ötektoid öncesi ferrit + martensitten oluştuğu için bu yeni mühendislik malzemesi çift matrisli küresel grafitli dökme demir olarak adlandırılmıştır [1–4].

Çift fazlı matrisli yapıya sahip küresel grafitli dökme demirler, geleneksel östemperlenmiş küresel grafitli dökme demirlere göre daha fazla sünekliğe sahip oldukları için son yıllarda otomotivlerde süspansiyon parçası olarak kullanılmaya başlanmıştır. Bu malzemenin sertliği, akma ve çekme dayanımı perlitik küresel grafitli dökme demir ile benzer olmakla birlikte, sünekliği perlitik küresel grafitli dökme demirlerden oldukça yüksek olup, ferritik küresel grafitli dökme demir ile aynıdır [4].

Şimdiye kadar yapılan sınırlı sayıda çalışmada ferrit+martensit veya ferrit+ösferritten olusan cift fazlı küresel grafitli dökme demirlerin mekanik özellikleri incelenmistir [1, 2, 4-8]. Bu calısmalarda küresel grafitli dökme demir hızla v bölgesine ısıtılmıs ve bu sıcaklıkta çok kısa bir süre bekletilmiş (genelde 1 dk'dan az) ve malzemenin tamamen östenite dönüşümü gerçekleşmeden ferrit+östenitten oluşan verilerek, ferrit+martensit vapiya su veva östemperlenerek ferrit+ösferritten oluşan çift matrisli küresel grafitli dökme demir elde edilmiştir. Bu çalışmalardaki ikincil yapının (martensit ve ösferrit) hacim oranları kontrol edilememiştir.

Son zamanlarda Cerah [3] ve arkadaşları arakritik östenitleme sıcaklıklarından östenitleme ve su verme ile yumuşak ferrit matris içerisinde değişik hacim oranlarında martensit üretmişlerdir. Bu araştırmacılar, ara kritik östenitleme sıcaklığını kontrol ederek östenitin miktarı ve östenitin karbon içeriğinin hassas bir şekilde kontrol edilebileceğini göstermişlerdir [9– 11].

Şimdiye kadar literatürde arakritik östenitleme sıcaklıklarından (α + γ ; çift faz bölgesi) östemperleme ile ösferrit ve ötektoid öncesi ferrit hacim oranları kontrol edilerek çift matrisli yapıların üretildiği çalışmalar mevcut araştırmacılar tarafından yapılmış ve yine ilk defa östemperlenmiş küresel grafitli dökme demirlerde yeni ferritin (epitaksiyel ferrit) oluştuğunu göstermişlerdir [12, 13]. Bu çalışmada ferritik küresel grafitli dökme demirde, arakritik östenitleme sıcaklığı ve östemperleme süresinin mikroyapı üzerine etkileri ve yeni ferritin oluşumunu etkileyen faktörler incelenmiştir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL STUDIES)

2.1. Döküm İşlemi (Casting Process)

Bu çalışmada kimyasal kompozisyonu Tablo 1'de verilen alaşımsız küresel grafitli dökme demir kullanılmıştır. Ferritik küresel grafitli dökme demir üretimi. 1000 kg kapasiteli orta frekanslı Inductotherm marka indüksivon ocağında gerçekleştirilmiştir. Ergimiş metal döküm sıcaklığına ulaştığında 250 kg kapasiteli Tundish tipi işlem potasına alınmış % 6-7 Mg içeren ferrosilikon alaşımlar ilave edilerek 1450 °C'de küreselleştirme işlemi uygulanmıştır. Daha sonra döküm potasına alınan ergimiş metale aşılama işlemi uygulanmıştır. 1400–1450 °C sıcaklık aralığındaki ergimis metal ISO 1083 standardına göre hazırlanmış Y II tipi kum kalıplara dökülmüştür.

Tablo	1.	Çalı	şmalarda	kullanıla	n ferritik	küresel
grafitli	dö	kme	demirin	kimyasal	bileşimi-a	ığırlıkça
0/(01)		1	·.· c	c ·/· 1 /·1	· 1	(0/)

76 (Chemical composition of ferrific ductile from used- wt 78)							
С	Si	Mn	Р	S	Cr		
3.5	2.63	0.318	0.019	0.001	0.03		
Mo	Ni	Cu	Mg	Fe			
0.042	0.042	0.055	0.047	Kalan			

2.2. Isıl İşlemler (Heat Treatment)

2.2.1. Su verme (Quenching)

Arakritik östenitleme sıcaklıklarında östenit (oda sıcaklığında martensit) hacim oranlarını belirlemek amacıyla Y bloğun alt kısmından kesilmiş olan 10x10x5 mm boyutlarındaki numuneler 780-845 °C aralığındaki $(\alpha + \gamma + G)$ farklı sıcaklıklarda östenitlendikten (b ve c noktaları gibi (Şekil 1) sonra oda sıcaklığındaki suda su verilmiştir. Arakritik tavlama sıcaklık aralığı burada (α + γ +grafit) bölgesine karşılık gelmektedir. Bu makalede, bu bölge grafit faz dönüsümüne uğramadığı icin ($\alpha + \gamma$) sıcaklık aralığı olarak gösterilmistir. Bu calısma sonucuna göre daha detaylı çalışmalar için, farklı ösferrit hacim oranları sağlayacak 795, 805, 815 ve 830 °C arakritik östenitleme sıcaklıkları seçilmiş ve numunelere östemperleme ısıl işlemleri bu seçilen arakritik sıcaklıklarından yapılmıştır.



Şekil 1. Fe-C-Si faz diyagramı dikey kesitinin şematik gösterimi (% 2 Si içeren) [14] (Schematic illustration of vertical section of Fe-C-Si phase diagram containing 2 % Si [14])

2.2.2. Östemperleme (Austempering)

Küresel grafitli dökme demirlerde ötektoid öncesi ferrit+ösferritten oluşan mikroyapıya sahip çift matrisli yapı elde etmek için Şekil 3'de gösterilen farklı arakritik tavlama sıcaklıklarından (795, 805, 815 ve 830 °C) numuneler perlitik yapının oluşumunu engelleyecek hızda 365 °C' deki % 50 KNO3+%50 NaNO3 karışımından oluşan tuz banyosuna hızla soğutularak bu sıcaklıkta değişik sürelerde (30, 60, 120 ve 180 dk) bekleme suretiyle östemperlenmiştir. Geleneksel östemperleme sonucu oluşan mikroyapılar arakritik östenitleme sıcaklıklarından ile östemperleme oluşan mikroyapıların sonucu karşılaştırılması amacıyla bazı numunelere 900 °C'den geleneksel östemperleme ısıl işlemleri uygulanmıştır (Şekil 1-a noktası). Uygulanan östemperleme ısıl işlemlerinin özeti Şekil 2'de verilmiştir.

2.3. Metalografik Çalışmalar (Metallographic Studies)

Uygulanan ısıl işlemler sonucunda mikroyapı değişiminin incelenmesi amacıyla numuneler standart metalografik yöntemler kullanılarak hazırlanmıştır. Isıl işlemler esnasında oluşabilecek dekarbürizasyon bölgesinin metalografik ölçümleri etkilememesi için numune yüzeyleri 0.5 mm taşlanmıştır. Numuneler % 2 nital ile dağlamayı müteakip kaynar durumdaki alkalin kromat çözeltisinde dağlanmıştır. Mikroyapıların görüntülenmesinde LEICA DFC 320 dijital kamera bağlantılı LEICA DM 4000M marka optik mikroskop kullanılmıştır. Ferrit+martensitten olusan mikrovapıya sahip numunelerde martensit kahverengi, ferrit kovu bevaz renkte ve ferrit-ferrit tane sınırları ise belirgin bir şekilde gözlenmiştir. Ferrit+ösferrit mikroyapıya sahip numunelerde ise yine, ötektoid öncesi ferrit beyaz renkte, ösferrit ise açık kahverengi renkte ve yeni ferrit (epitaksiyel ferrit) ise açık beyaz renkte gözlenmiştir. Faz hacim oranı hesaplamalarında, nokta sayım metodu kullanılmıştır [15, 16]. 1000-2000 arasında nokta sayımı yapılmış olup hacim oranı hesaplamalarındaki standart hata % 6'nın altında tutulmuştur.

2.4. Sertlik Ölçümleri (Hardness Measurements)

Arakritik östenitleme sıcaklığına bağlı olarak martensitin sertliğindeki değişim mikrosertlik ölçümü ile belirlenmiştir. Ölçümler SHIMADZU HMV–2 tipi mikrosertlik cihazında 50 gf yük kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Aynı numune için 10 değişik noktadan ölçülen sertlik değerlerinin aritmetik ortalaması alınmıştır.



Şekil 2. Numunelere uygulanan östemperleme ısıl işlemlerinin şematik gösterimi [13] (Shematic representation of the austempering heat treatments [13])

2.5. X-RD Çalışması (X-RD Study)

Östemperlenmiş numunelerdeki kararlı östenitin (yüksek karbonlu östenitin) hacim oranı ve içerdiği karbon miktarı X-ışınları difraktometresi kullanılarak ölçülmüştür. X-RD pikleri BRUCER D8 X-ışınları difraktometresinde 40 kV ve 20 mA monokromatik Cu K α ışını kullanılarak elde edilmiştir (Şekil 3). Parlatılmış numune yüzeylerinden iki teta (20) 40-100° aralığında 0.05°/dk hızla tarama yapılmıştır. Östenit ve ferritin hacim oranları doğrudan karşılaştırma metodu kullanılarak belirlenmiştir [17]. Östenit miktarının hesaplanmasında (220) ve (311) pikleri ferrit miktarının hesaplanmasında (211) piki kullanılmıştır. Östenitin karbon içeriği kafes parametresi kullanılarak Eşitlik 1.'de gösterilen Roberts [18] eşitliği ile bulunmuştur;

$$C_{\gamma} = \frac{a_{\gamma} - 0.3548}{0.0044} \tag{1}$$

Burada, a_{γ} östenitin kafes parametresi ve C_{γ} östeniti içerdiği karbon miktarıdır. Eşitlikten de görülebileceği üzere östenitin kafes parametresi arttıkça içerdiği karbon miktarı artmaktadır.



Şekil 3. 815 °C'den 120 dk östemperlenmiş numunenin X-RD pikleri (X-RD peaks of specimen austempered from 815°C for 120 min).

3. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

3.1.Arakritik Östenitleme Sıcaklıklarında Östenitleme Sırasında Östenitin Çekirdeklenmesi ve Büyümesi (The Nucleation and Growth of the Austenite During İntercritical Austenitizing)

Dökülmüş koşullardaki ferritik küresel grafitli dökme demir malzemenin mikroyapısı ferrit+grafitten meydana gelmektedir (Şekil 4). Dökülmüş koşullardaki numunede; ferrit tane boyutu 53.14 μ m, grafit hacim oranı % 10.2 ve 100 büyütmede küresel grafit sayısı 195/mm² adet olarak ölçülmüştür.



Şekil 4. Dökülmüş koşullardaki küresel grafitli dökme demirin mikroyapısı, Dağlayıcı: %2 Nital (As cast microstructure of ductile iron, Etchant: 2% Nital)



Şekil 5. 795 °C'de a) 1 dk ve b) 20 dk arakritik östenitlenmiş ve suda su verilmiş numunelerin mikroyapıları, Dağlayıcı: %2 Nital (Microstructures of specimens intercritically austenitized at the temperature of 795°C for a) 1 min and b) 20 min and then water quenched, Etchant: 2% Nital)

Arakritik tavlama sıcaklığındaki küresel grafitli dökme demirde tane sınırlarındaki yüksek difüzyon hızından dolayı östenit (oda sıcaklığında martensit) ilk olarak α/α tane ve ötektik hücre sınırlarında tercihli olarak çekirdeklenmiştir (Şekil 5.a ve Şekil 6.a). Daha sonra östenit kısmi östenitleme süresi arttıkça büyümeye devam etmiştir. Ara kritik tavlama sıcaklığı yüksek olduğunda ise östenitin tercihli büyümesi ferrit tane sınırlarına paralel olarak gerçekleşmiş ve yüksek östenitleme sıcaklıklarında martensit α/α tane sınırlarında sürekli bir ağ şeklinde oluşmuştur (Şekil 6.b).



Şekil 6. 815 °C'de a) 1 dk ve b) 20 dk östenitlenmiş ve suda su verilmiş numunelerin mikroyapısı, Dağlama: 2% Nital (Microstructures of specimens intercritically austenitized at the temperature of 815°C for a) 1 min and b) 20 min and then water quenched, Etchant: 2% Nital)

Şekil 7.'de görüldüğü gibi arakritik östenitleme sıcaklığı arttıkça martensit (östenit) hacim oranı artmıştır. Artan martensit hacim oranı ile ötektoid öncesi ferrit miktarı azalmıştır. Arakritik tavlama sıcaklığında östenitleme esnasında oluşan östenitin tamamının martensite dönüştüğü kabul edilmiştir. 900 °C'de östenitlenmiş ve su verilmiş numunede ise mikroyapı tamamen martensit+grafitten oluşmuştur (Şekil 8).



Şekil 8. 900 °C'den östenitlenmiş ve suda su verilmiş numunenin mikroyapısı, Dağlama: %2 Nital (Microstructure of specimen austenitized at the 900°C and then water quenched, Etchant: 2% Nital)



Şekil 7. Östenit (anal östenit) ve ötektoid öncesi ferrit hacim oranlarının arakritik östenitleme sıcaklıkları ile değişimi (The variation of austenite (parent austenite) volume fraction and proeutectoid ferrite content with intercritical austenitizing temperature).

3.2. Östemperleme Esnasında Östenitin Bozunumu (The Austenite Decomposition During Austempering)

Östemperleme esnasında orijinal östenitin bozunumu iki aşamada gerçekleşmektedir [18–21]. Bu aşamalar:

I. Aşama: γ_o (orijinal östenit) $\rightarrow \alpha_b$ (beynitik ferrit)+ γ_{hc} (yüksek karbonlu östenit) [Ösferrit]

II. Aşama: γ_{hc} (yüksek karbonlu östenit) $\rightarrow \alpha_b$ (beynitik ferrit) + karbür

Dökme demirlerde yüksek Si içeriğinden dolayı izotermal bekleme esnasında orijinal östenit çeliklerin tersine doğrudan beynitik ferrit + karbüre dönüşmez, bunun yerine beynitik ferrit + yüksek karbonlu östenite (kararlı östenite) dönüşür (22-24). Ferritteki karbon atomları östenite difüze olarak östenitin karbon içeriğini arttırırlar. Sonuçta mikroyapı beynitik ferrit + yüksek karbonlu östenit diye adlandırılan "ösferrit"ten meydana gelir. Eğer orijinal östenitin (östenitleme sıcaklığındaki östenitin) tamamen ösferrite dönüsümü beklemeden (kısa östemperleme sürelerinde) malzeme oda sıcaklığına soğutulursa orijinal östenit yetersiz karbon içermesi nedeniyle ösferrit yerine martensite dönüşecektir [19-29].

I. aşama sonunda mikroyapıda dönüşmemiş östenit (martensit) kalmadığı kabul edilmektedir (27). I. asamada ilerleyen östemperleme süresi ile dönüşmemiş östenit (martensit) miktarı hızla azalmakta iken yüksek karbonlu östenit (kararlı östenit) ve beynitik ferrit miktarı artmaktadır. Yapıda hiç dönüşmemiş östenit (martensit) kalmadığı ve beynitik ferrit+yüksek karbonlu östenitin (ösferritin) en yüksek olduğu östemperleme süre aralığına "işlem aralığı veya kullanışlı aralık" denilmektedir. Bu aralıkta optimum mekanik özellikler sağlanmaktadır (19-31).Dönüşmemiş östenitin (martensitin) miktarını östenitleme sıcaklık ve süresi, östemperleme sıcaklık ve süresi ve alaşım elementleri gibi faktörler etkilemektedir.

İkinci aşamada ise, yüksek karbonlu östenit (kararlı östenit) ferrit ve karbüre dönüşmektedir. Uzun östemperleme süreleriyle difüzyona zaman verilmesi sonucu yüksek karbonlu östenitteki karbon atomları ferritle bileşik oluşturarak karbüre dönüşmekte ve karbon içeriği azalan östenit, ferrite bozunmaktadır. Böylece östemperleme süresi ilerledikçe yüksek karbonlu östenit miktarı azalırken ferrit ve karbür miktarı artmaktadır. Bu aşamada karbür oluşumu nedeni ile süneklik ve tokluk oldukça düşmektedir [22-24, 32–40].

Şekil 9.a-d'de 815 °C'de östenitlenmiş ve östemperlenmiş numunede östemperleme süresine bağlı olarak östenitin dönüşümü gözlenmektedir. Östenit ilk önce ötektik hücre sınırlarındaki α/α tane sınırlarında çekirdeklenip ferrite doğru büyümüştür. Kritik sıcaklıklarda tavlanmış numunelerde östemperleme esnasında geleneksel östemperleme ısıl işleminde olduğu gibi östenit ilk önce beynitik ferrite dönüşmüş, daha sonra karbon ferritten östenite doğru difüz olarak yüksek karbonlu östeniti meydana getirmiştir. Ancak kritik sıcaklıklarda tavlanmış numunelerde östemperleme esnasında beynitik ferrit α/γ veya γ tane sınırlarından tercihli olarak çekirdeklenmiştir.

Kısa östemperleme sürelerinde (30 dk'da) mikroyapıda martensitin varlığına rastlanmaktadır (Şekil 9.a). Bunun nedeni östemperleme esnasında I. aşamada östenitin karbonca yeterince zenginleşememesi nedeni ile oda sıcaklığına soğutulduğunda martensite dönüşmesidir [22, 23, 32–39].

Artan östemperleme süresi ile ösferritik yapı iyice belirginleşmiştir. Yine ilerleyen östemperleme süreleri ile (60 dk'dan sonra) martensit tamamen yok olmakta ve mikroyapı tamamen ösferritten meydana gelmektedir. Şekil 10'da ise durumun böyle olmadığı yapıda ösferritin yanı sıra yeni ferritin (epitaksiyel ferritin) varlığı da görülmektedir. Beynitik ferritin oluşumunun ardından yeni ferrit (epitaksiyel ferrit) östenit tane sınırlarından çekirdeklenmeden büyümüştür. Artan östemperleme süresi ile yeni ferritin miktarı da artmıştır (Şekil 10.d).



Şekil 9. 815 °C'den a) 30 dk, b) 60 dk, c)120 dk ve d) 180 dk östemperlenmiş numunede östemperleme sürelerine bağlı olarak mikroyapı değişimleri, Dağlama: % 2 Nital, (Microstructural variations with austempering time in the specimen austempered from 815 °C for a) 30 min, b) 60 min, c) 120 min and d) 180 min at 365 °C, Etchtant: 2% Nital)



Şekil 10. 815 °C'den a) 30 dk, b) 60 dk, c)120 dk ve d) 180 dk östemperlenmiş numunede östemperleme sürelerine bağlı olarak mikroyapı değişimleri, Dağlama: % 2 Nital + Kaynar Alkalin Kromat (Microstructural variations with austempering time in the specimen austempered from 815 °C for a) 30 min, b) 60 min, c) 120 min and d) 180 min at 365 °C, Etchtant: 2% Nital+ Boiling Alcaline Chromate)

Arakritik sıcaklıklarda tavlama sonrası östemperleme sırasında orijinal östenitin dönüşümü, geleneksel östenitleme (900 °C' de östenitleme) sonrası orijinal östenitin dönüşümünden farklılık göstermektedir. Bu farklılıklar;

- 1. Östenitin karbon içeriğini kritik tavlama sıcaklığının belirlemesi,
- 2. Yeni ferritin oluşumunun çekirdeklenmeyi gerektirmemesi, ötektoid ferrit üzerinden östenite doğru büyümesidir (epitaksiyel büyüme).

Geleneksel östemperlemede; beynitik ferrit tamamen östenitlenmiş yapıda, ilk olarak genellikle ötektik hücre sınırlarında çekirdeklenmektedir [37-41]. Daha sonra beynitik ferritten östenite doğru C difüzyonu sonucu yüksek karbonlu östenit (kararlı östenit) oluşmakta ve yapı tamamen beynitik ferrit+yüksek karbonlu östenitten meydana gelmektedir. Östemperlemenin ilk aşamalarında ise Şekil 11.a ve b'de görüldüğü gibi martensitin varlığına rastlanmaktadır. Difüzyona yeterli süre tanınmaması sonucu (kısa östemperleme sürelerinde) östenit yeterince karbonca zenginleşemediği için oda sıcaklığına soğutulduğunda martensite dönüşmektedir. İlerleyen östemperleme sürelerinde ise yapıda hiç martensit kalmamakta ve ösferritin morfolojisi kabalaşmaktadır (Şekil 11.d). Geleneksel olarak östemperlenmiş numunelerde Şekil 11'de görüldüğü gibi bütün östemperleme sürelerinde

yeni ferritin (epitaksiyel ferritin) varlığı gözlenmemiştir. Bunun nedeni yüksek östenitleme sıcaklığında (900 °C' de) orijinal östenitin karbonca yeterince zenginleşmesine bağlanabilir. Östenitin karbon içeriği arttıkça yeni ferritin oluşumu azalmaktadır [12–13].

3.3. Östemperleme Süresine Bağlı Olarak Fazların Hacim Oranlarındaki Değişim (The Variation of Phase Volume Fractions Depedence of Austempering Time)

Arakritik sıcaklıklardan (795 °C ve 815 °C) östenitlenmiş ve değişik sürelerde östemperlenmiş numunelerdeki östemperleme süresine bağlı olarak faz hacim oranlarındaki değişim grafik olarak Şekil 12.a ve Şekil 12.b' de sunulmuştur. Dönüşmüş östenit (yüksek C'lu östenit γ_{hc}), martensit, yeni ferrit ve beynitik ferrit bağımsız olmayan değişkenler olup hacim oranların toplamı toplam orijinal östenitin (östenitleme sıcaklığındaki östenitin γ_0) hacim oranına eşittir. Çift matrisli yapılarda artan östemperleme süresi ile martensitin (dönüşmemiş östenitin) yerini yeni ferrit, beynitik ferrit ve dönüşmüş östenit (yüksek C'lu östenit) almıştır.

Yeni ferritin ötektoid öncesi ferrite göre daha az impurite içerdiği bilinmektedir. Ötektoid öncesi ferrit ile yeni ferrit arasındaki mikroyapısal fark ilk olarak Geib ve arkadaşları [42] tarafından TEM'de arakritik sıcaklıklardan östenitlemiş olan Nb mikroalaşımlı HT 12 çeliğinde gözlenmiştir. Yeni ferrit, daha alt soğumalarda östenit havuzcuğunun çevresinden ötektoid öncesi ferrite doğru epitaksiyel olarak büyümektedir. Yeni ferrit, dönüşümünün bir özelliği olarak çökelti içermemektedir [43]. Bu nedenle yeni ferritin ötektoid öncesi ferrite göre daha yüksek sünekliğe ve daha düşük dayanıma sahip olması beklenmektedir. Çift fazlı çeliklerde artan yeni ferrit miktarı ile sünekliğin arttığı literatürde bazı çalışmalarda rapor edilmiştir [43-46].

Şekil 12.a ve b'den görülebileceği üzere, artan ara kritik östenitleme sıcaklığı ve östemperleme süresi ile yeni ferritin miktarı artmaktadır.

Öte yandan 900 °C'de tamamen östenitlenmiş numunelerde yeni ferritin varlığına rastlanmamıştır (Şekil 13). Bunun nedeni artan kritik östenitleme sıcaklığı ile artan orijinal östenit miktarı ve karbon içeriğidir. Orijinal östenitin karbon içeriği östemperleme esnasında dönüşmüş östenitin kararlılığını ve dönüşüm kinetiklerini etkilemektedir.

Şekil 14'de görülebileceği üzere değişik sıcaklıklardan su verilmiş numunelerde, artan östenitleme sıcaklığı ile martensitin mikrosertliği artmıştır. Martensitin mikrosertliğindeki bu değişim, östenitten martensite dönüşümün difüzyonsuz gerçekleşmesi nedeniyle, östenitin karbon içeriğinin iyi bir göstergesidir. 120 dk östemperlenmiş numunelerde, X-RD ile yapılan östenitin karbon içeriği ölçümleri, artan östenitleme sıcaklığı ile östenitin karbon içeriğinin arttığını göstermiştir (Şekil 15). Bu sonuç, literatür ile paralellik göstermektedir [18, 47].



Şekil 11. 900°C'den a) 30 dk, b) 60 dk, c)120 dk ve d) 180 dk östemperlenmiş numunede östemperleme sürelerine bağlı olarak mikroyapı değişimleri, Dağlama: % 2 Nital (Microstructural variations with austempering time in the specimen austempered from 900°C for a) 30 min, b) 60 min, c) 120 min and d) 180 min at 365 °C, Etchtant: 2% Nital)



(b)

Şekil 12. a) 795 °C ve b) 815 °C 'den östemperlenmiş numunelerde östemperleme süresine bağlı olarak fazların hacim oranlarındaki değişim; a) ve b)'deki ötektoid öncesi ferrit hacim oranları arakritik sıcaklıklarda östenitlemedeki orijinal ferrit hacim oranına karşılık gelmektedir (Microstructural variations with austempering time in the specimen austempered from a) 795 °C and b) 815 °C, In a) and b) the proeutectoid ferrite volume fractions corresponds to the volume fraction of original ferrite at intercritical austenitizing temperatures)



Şekil 13. 900°C 'den geleneksel olarak östemperlenmiş numunede östemperleme süresine bağlı olarak fazların hacim oranlarındaki değişim (Microstructural variations with austempering time in the specimen conventionally austempered from 900°C)



Şekil 14. Farklı arakritik östenitleme sıcaklıklarından su verilmiş numunelerde martensit mikrosertliğinin değişimi. (Variation in martensite microhardness in the specimens water quenched from different intercritical austenitizing temperatures)

Bilindiği üzere östemperlenmiş küresel grafitli dökme demirlerde östenitin kararlı hale gelmesi mekanik özelliklerin belirlenmesinde büyük önem taşımaktadır. Bazı araştırmacılar [25, 36, 39, 48, 49] bu özelliği (östenitin kararlı olması) işlem aralığı (kullanışlı aralık) olarak açıklamışlardır. Ancak bu çalışmalarda, östemperleme süresi ile kantitatif olarak fazların hacim oranlarındaki değişimler ve işlem aralığı (kullanışlı aralık) mevcut çalışmada olduğu gibi gösterilmemiştir.



Östenitleme Sıcaklığı (°C) Şekil 15. Östenitleme sıcaklığı ile orijinal östenitin karbon içeriğinin değişimi. (The variation in original austenite carbon content with austenitizing temperature).





Şekil 16. Farklı östenitleme sıcaklıklarından östemperlenmiş numunelerde östemperleme süresi ile yüksek karbonlu östenit hacim oranındaki değişim (Variations in the high carbon austenite volume fractions with the austempering time in specimens austempered from different austenitizing temperatures)

3.4. Östenit Hacim Oranı ve Karbon İçeriğinin Östemperleme Esnasında Kararlı Östenit ve Yeni Ferrit Oluşumuna Etkisi (Effect of the Austenite Volume Fraction and Its Carbon Content on the Austenite Stabilization and the New Ferrite Formation During Austempering)

Tüm östemperlenmiş numunelerde aynı östemperleme süresinde en yüksek dönüşmüş östenit (yüksek karbonlu östenit) miktarı, en yüksek östenitleme sıcaklığından östemperlemede elde edilmiştir (Şekil 16). Bunun nedeni, manivela kuralından tahmin edilebileceği üzere artan arakritik östenitleme sıcaklığı ile artan östenit miktarına bağlanmaktadır [12–13].

900 °C'den östemperlenmiş numunelerde yeni ferritin oluşmamasının nedeni tek fazlı (γ) bölgedeki östenitin yüksek karbon içeriğine bağlanmaktadır. Östenitin yüksek karbon içeriği yeni ferritin büyüme hızını oldukça düşürmektedir [44, 45, 50].

Yeni ferritin büyüme hızı α/γ ara yüzeyindeki östenitin karbon konsantrasyonunun, karbon difüzyon hızının ve östemperleme süresinin kompleks bir fonksiyonu olarak görülmektedir [12–13]. Karbon içeriği yeni ferritin büyüne hızı üzerine büyük etkiye sahiptir. Yeni ferrit östenitin karbon içeriğine çok duyarlı olup, düşük karbon içeriğine sahip 795 °C'den 120 dakika östemperlenmiş numunede östenitten yeni ferrite dönüşüm oranı 815 °C'den aynı süre östemperlenmiş numuneden daha fazla çıkmıştır (Şekil 17).

Yukarıda değinildiği üzere östenitin karbon içeriği artan kritik östenitleme sıcaklığı ve östemperleme süresi ile artmaktadır. Bir başka devişle östemperlenmiş küresel grafitli dökme demirlerde sadece östemperleme süresi değil ara kritik östenitleme sıcaklığı da östenitin kararlılığını etkilemektedir.



Şekil 17. Farklı östenitleme sıcaklıklarından östemperlenmiş numunelerde orijinal östenitten yeni ferrite ve yüksek karbonlu (dönüşmüş) östenite dönüşüm yüzdesi (Transforming percentage of original austenite to high-carbon austenite and new ferrite for the specimens austempered from different austenitizing temperatures)

4. SONUÇLAR (RESULTS)

- 1. Bütün östemperleme sürelerinde arakritik sıcaklıklarda kısmi östenitleme sırasında oluşan orijinal östenitten dönüşen fazların toplam hacim oranları orijinal östenitin hacim oranına eşittir.
- 2. Arakritik östenitleme sıcaklıklarından östemperlenmiş küresel grafitli dökme demirlerde yeni ferrit (epitaksiyel ferrit) fazı tanımlanabilir ve miktarı kontrol edilebilir bir parametredir.
- 3. Östenitin karbon içeriği yeni ferritin (epitaksiyel ferritin) büyüme hızı üzerine büyük etkiye sahiptir.
- 4. Yeni ferritin (epitaksiyel ferritin) miktarı ara kritik östenitleme sıcaklığına ve östemperleme süresine bağlıdır. Artan ara kritik östenitleme sıcaklığı ve östemperleme süresi ile yeni ferritin (epitaksiyel ferritin) miktarı da artmaktadır.
- 5. Artan östemperleme süresi ile dönüşmemiş östenit (martensit) giderek azalmakta ve sonunda yok olmaktadır. Yine artan östemperleme süresi ile dönüşmüş östenit (kararlı östenit) miktarı azalmakta ve yeni ferrit (epitaksiyel ferrit) ve beynitik ferrit miktarı artmaktadır.
- 6. Arakritik östenitleme sıcaklığı azaldıkça orijinal östenitten yeni ferrite (epitaksiyel ferrite) dönüşüm oranı artmaktadır.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Bu deneysel çalışmanın 07/2003–41 ve 07/2005–25 nolu projeler ile finansal desteğini sağlayan Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projelerine (GÜBAP) teşekkürlerimizi sunarız.

SEMBOLLER VE KISALTMALAR (SYMBOLS AND ABBREVATIONS)

- α_n Yeni ferrit (Epitaksiyel Ferrit)
- α_p Ötektoid öncesi Ferrit

α ₁ .	Bevnitik Ferrit
$\chi_{\rm hc}$	Yüksek Karbonlu Östenit.
γ _o	Östenitleme sıcaklığındaki Östenit
$\alpha + \gamma$	Ferrit+Östenit
	Ösferrit (Beynitik ferrit+yüksek karbonlu
$\alpha_b + \gamma_{hc}$	östenit)
Τγ	Östenitleme Sıcaklığı
t _{öst}	Östemperleme Süresi
G	Grafit

M Martensit

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- 1. Voigt, R.C., Eldoky, L.M. ve Chiou, H.S., "Fracture of ductile cast irons with dual matrix structure", **A.F.S. Transactions**., Cilt 94, 645-656, 1986.
- 2. Rashidi, A.M. ve Moshrefi-Torbati, M., "Effect of tempering conditions on the mechanical properties of ductile cast iron with dual matrix structure (DMS)", **Materials Letters**, Cilt 45, 203-207, 2000.
- 3. Cerah, M., Kocatepe, K., ve 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", **Jounal of Materials Science**, Cilt 40, 3453-3459, 2005.
- Aranzabal, J., Serramoglia, G. ve Rousiere D., "Development of a new mixed (ferriticausferritic) ductile iron for automotive suspension parts", International Journal of Cast Metal Research, Cilt 16, 185-190, 2003.
- Kobayashi, T. ve Yamamoto, H., "Development of high toughness in austempered type ductile cast iron and evaluation of its properties", Metallurgical and Materials Transactions A, Cilt 19A, 319-327, 1988.

- Kobayashi, T. ve Yamada, S., "Effect of holding time in the (α+γ) temperature range on toughness of specially austempered ductile iron", Metallurgical and Materials Transactions A, Cilt 27A, 1961-1971, 1996.
- He, Z.R., Lin, G.X. ve Ji, S., "Deformation and fracture behaviour of cast iron with optimized microstructure", Materials Characterization, Cilt 38, 251-258, 1997.
- Hafiz, M., "Tensile properties and fracture of ferritic SG-iron having different-shell structure", Zeitschrift fur Metallkunde, Cilt 11, 1258-1261, 2001.
- 9. Kocatepe, K., Cerah, M. ve Erdogan, M., "The tensile fracture behaviour of intercritically annealed and quenched + tempered ferritic ductile iron with dual matrix structure", **Materials and Design**, Cilt 28, 172-181, 2007.
- Erdogan, M., Cerah, M., ve Kocatepe, K., "Influence of Intercritical Austenitizing, Tempering Time and Martensite Volume Fraction on The Tensile Properties of Ferritic Ductile Iron with Dual Matrix Structure", International Journal of Cast Metal Research, Cilt 19, 248-253, 2005.
- Kocatepe, K. Cerah, M. ve 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 Techonology, Cilt 178, 44-51, 2006.
- 12. Erdogan, M., Kilicli, V. ve Demir, B., "Transformation characteristics of ductile iron austempered from intercritical austenuitizing temperature ranges", Journal of Materials Science, In Press, 2007.
- Kilicli, V. ve Erdogan, M., "Tensile properties of partially austenitised and austempered ductile irons with dual matrix structures", Materials Science and Technology, Cilt 22, 919-928, 2006.
- 14. Elliot, R., "Cast Iron Technology", Butterworths&Co., London, 1988.
- 15. Vander Voort, G.F., "Metallography:Principle and Practice", McGraw-Hill, New York, 1984.
- 16. Gifkins, R.C., "**Optical Microscopy of Metals**", Pitman, London, 1970.
- 17. Cullity, B.D., "Elements of X-Ray Diffraction", Addison-Wesley, USA, 1974.
- Roberts, C.S., "Effect of carbon on the lattice parameter of austenite", Transactions A.I.M.E., Cilt 197, 203-204, 1953.
- 19. Kovacs, B.V., "On the terminology and structure of ADI", A.F.S. Transactions, Cilt 102, 417-20, 1994.
- Janowak, J.F. ve Gundlach, R.B., "Development of a ductile iron for commercial austempering", A.F.S. Transactions, Cilt 91, 377-388, 1983.
- 21. Moore, D.J., Rouns, T.N. ve Rundman, K.B., "Effect of manganese on scructure and properties of austempered ductile iron: A process window

concept", **A.F.S. Transactions**, Cilt 94, 255-264, 1986.

- Moore, D.J., Rouns, T.N. ve Rundman, K.B., "The relationship between microstructure and tensile properties in austempered ductile irons", A.F.S. Transactions, Cilt 95, 765-774, 1987.
- 23. Elliot, R., "Cast Irons", Materials Science and Technology, Cilt 7, Editör: Pickering F. B., Constitution and Properties of Steels, Weinheim, 692, 1992.
- 24. Darwish, N. ve Elliot, R., "Austempering of low manganese ductile irons Part 1 Processing window", Materials Science and Technology, Cilt 9, 572-585, 1993.
- 25. Darwish, N. ve Elliot, R., "Austempering of low manganese ductile irons Part 3 Variation of mechanical properties with heat treatment conditions", **Materials Science and Technology**, Cilt 9, 882-889, 1993.
- 26. Ali, A.S.H., Uzlov, K.I., Darwish, N. ve Elliot, R., "Austempering of low manganese ductile irons Part 4 Relationship between mechanical properties and microstructure", Materials Science and Technology, Cilt 10, 34-40, 1994.
- Yescas, M.A., Bhadeshia, H.K.D.H. ve MacKay, D.J., "Estimation of the amount of retained austenite in austempered ductile irons using neural networks", Materials Science and Engineering A, Cilt A311, 162-173, 2001.
- Yescas, M.A., Bhadeshia, H.K.D.H., "Model for the maximum fraction of retained austenite in austempered ductile cast iron", Materials Science and Engineering A, Cilt A333, 60-66, 2002.
- 29. Bahmani, M., Elliot, R. ve Varahram, N., "The relationship between fatigue strength and microstructure in austempered Cu-Ni-Mn-Mo alloyed ductile iron", Journal of Materials Science, Cilt 32, 4783-4791, 1997.
- 30. Yazdani, S. ve Elliot, R., "Influence of molybdenum on austempering behavior of ductile iron, Part 3 Austempering kinetics, mechanical properties and hardenability of ductile iron containing 0.25 % Mo", Materials Science and Technology, Cilt 15, 885-895, 1999.
- 31. Yazdani, S. ve Elliot, R., "Influence of molybdenum on austempering behavior of ductile iron, Part 4 Austempering behaviour of ductile iron containing 0.45 % Mo", Materials Science and Technology, Cilt 15, 896-902, 1999.
- Grech, M. ve Young, J.M., "Effect of austenitizing temperature on tensile properties of Cu-Ni austempered ductile iron", Materials Science and Technology, Cilt 6, 415-421 (1990).
- 33. Bayati, H., Elliot, R. and Lorimer, G.W., "Influence of austenitizing temperature on austempering kinetics of high manganese alloyed ductile cast iron.", Materials Science and Technology, Cilt 11, 776-786, 1995.

- 34. Bayati, H., Elliot, R. ve Lorimer G.W., "Stepped heat treatment for austempering of high manganese alloyed ductile iron", Materials Science and Technology, Cilt 11, 1007-1013, 1995.
- 35. Bayati, H. ve Elliot, R., "Influence of austenitizing temperature on mechanicalproperties of high manganese alloyed ductile iron", Materials Science and Technology, Cilt 11, 908-913, 1995.
- 36. Bayati, H. ve Elliot, R., "Austempering of low manganese ductile irons Part 3 Variation of mechanical properties with heat treatment conditions", Materials Science and Technology, Cilt 11, 284-293, 1995.
- Nazarboland, A. ve Elliot, R., "Influence of heat treatment parameters on stepped asutempering of 0.37 % Mn-Mo-Cu ductile iron", Materials Science and Technology, Cilt 13, 223-232, 1997.
- Bayati, H. ve Elliot, R., "Stepped austempering heat treatment of a 0-67%Mn-Mo-Cu ductile iron", Materials Science and Technology, Cilt 13, 117-124, 1997.
- Ali, A.S.H., ve Elliot, R., "Influence of austenitizing temperature on austempering of an Mn-Mo-Cu alloyed ductile iron, Part 2 Mechanical properties", Materials Science and Technology, Cilt 13, 24-30, 1997.
- Yazdani, S. ve Elliot, R., "Influence of molybdenum on austempering behaviour of ductile iron Part 1- Austempering kinetics and mechanical properties of ductile iron containing 0.13 % Mo", Materials Science and Technology, Cilt 15, 531-540, 1999.
- Yazdani, S. ve Elliot, R., "Influence of molybdenum on austempering behaviour of ductile iron Part 2- Influence of austenitizing temperature on austempering kinetics, mechanical properties and hardenability of ductile iron 0.13

% Mo", Materials Science and Technology, Cilt 15, 541-546, 1999.

- 42. Geib, M.D., Matlock, D.K. Ve Krauss, G., "Effect of Intercritical Annealing Temperature on the Structure of Niobium Microalloyed Dual-Phase Steel", **Metallurgical Transactions A**, Cilt 11A, 1683-1689, 1980.
- 43. Erdogan, M., "The effect of new ferrite content on the tensile fracture behaviour of dual phase steels", **Journal of Materials Science**, Cilt 37, 3623-3630, 2002.
- Erdogan, M. ve Priestner, R., "Effect of epitaxial ferrite on yielding and plastic flow in dual phase steel in tension and compression", Materials Science and Technology, Cilt 15, 1273-1284, 1999.
- 45. Erdogan, M. ve Priestner, R., "Effect of martensite content, its dispersion, and epitaxial ferrite content on Bauschinger behaviour of dual phase steel", Materials Science and Technology, Cilt 18, 369-376, 2002.
- Erdogan, M., "Effect of austenite dispersion on phase transformation in dual phase steel", Scripta Materialia, Cilt 48, 501-506, 2003.
- 47. Rundman, K.B. ve Klug, R.C., "An X-ray and Metallographic Study of an Austempered Ductile Cast Iron", **A.F.S. Transactions**, Cilt 90, 499-508, 1982.
- Moore, D.J., Rouns, T.N. ve Rundman, K.B., "On the structure and properties of austempered ductile iron", A.F.S. Transactions, Cilt 103, 705-716, 1985.
- Hayrynen, K.L., Moore, D.J. ve Rundman, K.B., "Tensile properties and microstructure of a clean austempered ductile iron", A.F.S. Transactions, Cilt 127, 471-486, 1990.
- Sarwar, M. ve Priestner, R., "Influence of ferritemartensite microstructural morphology on tensile properties of dual-phase steel", Journal of Materials Science, Cilt 31, 2091-2095, 1996.