

## Bor İlavesinin Toz Metal D2 Takım Çeliğinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerine Etkisi

Özgür ÖZGÜN<sup>1\*</sup>, Ali ERCETİN<sup>1</sup>, Zülküf BALALAN<sup>1</sup>, H. Özkan GÜLSOY<sup>2</sup>, Mahir UZUN<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Bingöl Üniversitesi Müh. Mim. Fak. Mak. Müh. Böl., 12000 Bingöl/TÜRKİYE

<sup>2</sup>Marmara Üniversitesi Teknoloji Fak. Metalurji ve Malz. Müh. Böl., 34722 İstanbul/TÜRKİYE

\*oozgun@bingol.edu.tr; ozgrozgun@gmail.com

(Geliş/Received: 24.02.2017; Kabul/Accepted: 10.05.2017)

### Özet

Bu çalışmada, toz metalurjisi (T/M) yöntemi ile üretilen D2 takım çeliğinin mikroyapı ve mekanik özelliklerine B ilavesinin etkileri incelenmiştir. D2 takım çeliği tozunun içerisine ağırlıkça %0,5-2 arasında farklı oranlarda amorf B ilavesi yapılarak elde edilen toz karışımları 700 MPa basınç uygulanarak şekillendirilmiştir. Bor ilavesinin sinterleme davranışına etkisini tespit etmek amacıyla şekillendirilen ham numuneler farklı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. En yüksek yoğunlaşmayı sağlayan sinterleme parametrelerini tespit etmek amacıyla yoğunluk ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Optimum şartlarda sinterlenen numunelerin mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Mikroyapı incelemeleri X-ışınları analizi (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımı spektrometresi (EDS) ile gerçekleştirilmiştir. Mekanik özelliklerin belirlenmesinde sertlik ölçümlerinden yararlanılmıştır. Sonuçlar, belirli bir orana kadar B ilavesinin, daha düşük sinterleme sıcaklıklarında daha yüksek bağıl yoğunluk değerleri sağladığını göstermiştir. XRD analizleri ve SEM incelemeleri, B oranındaki artışın  $M_{23}C_6$  tipi karbürlerin  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbürlere dönüşmesine yol açtığını göstermiştir. B oranındaki artışla birlikte üretilen çelik malzemelerin sertlik değerlerinde artış olduğu belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** D2 takım çeliği, Bor ilavesi, Yoğunluk, Mikroyapı, Sertlik.

## The Effect of Boron Addition on the Microstructure and Mechanical Properties of Powder Metal D2 Tool Steel

### Abstract

In this study, the effects of boron addition on the microstructure and mechanical properties of D2 tool steel produced via powder metallurgy (P/M) method was examined. The powder mixtures obtained by adding different rates of B in weight percentage between 0.5-2 into the D2 tool steel powder were shaped with applying 700 MPa pressure. In order to determine effect of B addition on sintering behavior, the green samples were sintered at various temperatures. Density measurements were conducted to determine the sintering parameters provide the highest densification. The microstructure and mechanical properties of samples sintered at optimum conditions were investigated. Microstructural examinations were carried out by scanning electron microscope (SEM), energy dispersive spectrometry (EDS) and X-ray diffraction analysis (XRD). Hardness measurements were used in mechanical characterization. The results have shown that B addition up to a certain rate provides higher relative density values at lower sintering temperatures. XRD analyses and SEM examinations showed that increasing of B rate leads to transformation of  $M_{23}C_6$  type carbides to  $M_{23}(C,B)_6$  boro-carbides. It is determined that the hardness values of produced steels increased with increasing of B rate.

**Keywords:** D2 tool steel, Boron addition, Density, Microstructure, Hardness.

### 1. Giriş

Takım çelikleri metal şekillendirme ve kesme işlemlerinin yapıldığı şartlardaki aşındırıcı etkenlere dayanacak malzemeler olarak geliştirilmişlerdir. Takım çeliklerini soğuk iş, şok dirençli, sıcak iş, yüksek hız, kalıp ve özel

amaçlı takım çelikleri olmak üzere 6 ana gruba ayırmak mümkündür [1]. Bunlar arasında yüksek aşınma direnci ve düşük maliyetin ihtiyaç duyulduğu takım ve kalıpların birçok türü için kullanılan soğuk iş takım çelikleri en önemli grubu oluştururlar [2,3]. D2 soğuk iş takım çelikleri yüksek miktarda karbon ve krom içeren

çelikler olup, çeşitli metal işleme ve üretim işlemlerinde yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Zımbalar, delme ve kesme kalıpları, bükme takımları, çeşitli kesiciler ve ağaç işleme takımları D2 takım çeliklerinin tipik endüstriyel uygulamalarına örnek olarak gösterilebilir [4]. D2 takım çeliklerinin yaygın olarak kullanılmalarında en önemli etken yüksek Cr ve C içerikleri sayesinde mikroyapılarında mükemmel aşınma direnci ve yüksek mukavemet özelliklerini sağlayan krom karbürlerin bulunmasıdır [4-6].

D2 takım çelikleri geleneksel döküm yöntemi ile üretilirken Cr ve C gibi alaşım elementleri katılma sırasında ciddi segregasyona yol açarlar. Bu yüzden döküm yöntemi ile üretilmiş D2 takım çeliğinin mikroyapısında dendrit sınırları boyunca ağ şeklinde ötektik karbürler oluşur ve bu ağ şeklindeki karbürler kırılma tokluğunu önemli ölçüde düşürürler [7,8]. Özellikle katılmanın son aşamasında oluşan ötektik yapıdaki krom karbür ağından dolayı başka bir üretim sürecinden geçmeyecek son ürünlerin döküm yöntemi ile üretilmeleri kabul edilebilir değildir [9]. Dökümle bu tür malzemelerden sıcak şekillendirme işlemleri ile parça üretiminde kullanılacak olan ingotlar üretilmektedir. Ancak ingot içerisinde döküm esnasında oluşan bu karbürlerin takip eden sıcak şekillendirme işlemleri ile parçalanmaları zor olmakla birlikte [10,11], sıcak deformasyon işlemleri esnasında krom karbür ağları derin çatlakların oluşmasına da yol açabilmektedir [7].

Yüksek alaşımli çeliklerin üretiminde karşılaşılan bu tür sorunları aşmak için geleneksel döküm yöntemlerinin yerine günümüzde T/M gibi modern üretim teknikleri kullanılmaktadır. T/M tekniklerinin kullanılması ile geleneksel döküm yöntemlerine nazaran ince ve homojen dağılmış karbürler elde edilebilmektedir [12,13]. T/M, metal veya seramik tozlarının üretimini ve bu tozlardan bir dizi işlem ile çeşitli parçaların elde edilmesini sağlayan bir üretim yöntemidir. Geleneksel T/M, metal tozlarının karıştırılmasını, karışım tozların bir kalıp içerisinde basınç ile sıkıştırılarak şekillendirilmesini ve şekillendirilmiş ham parçaların farklı atmosferler altında sinterlenmesini içermektedir. Ancak geleneksel

yöntemlerle sinterlenmiş T/M parçalar genellikle hacimsel olarak %5'in üzerinde gözenek içerirler [14]. Soğuk iş takım çeliklerinin T/M ile üretiminde gözenek sorununun üstesinden gelenebilmesi için sıcak izostatik presleme (HIP) yöntemi kullanılmaktadır. Ancak bu yöntem oldukça pahalıdır [15]. Toz metalürjisinde, demir esaslı malzemelerden sadece geleneksel yöntemle (presleme ve sinterleme) yüksek yoğunluklu parçalar elde etmeyi amaçlayan çok sayıda çalışma yapılmıştır [14,16-21]. Bu çalışmalarda geliştirilmiş sinterleme olarak anılan [14,19] ve sinterleme davranışlarının modifikasyonunu kapsayan bir yol izlenmiştir. Bor, sahip olduğu özellikler sayesinde demir esaslı malzemeler için ideal bir sinterleme geliştirici elementtir [22,23].

Bor ve demirin oluşturduğu denge sisteminde, borun demir içerisindeki çözünürlüğü yok denecek kadar az iken demirin bor içerisindeki çözünürlüğü yüksektir [19]. Demir tozu içerisinde bor bulunması durumunda 1165-1175 °C'nin üzerinde gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinde yoğunlaşmayı, mekanik özellikleri ve aşınma direncini arttıran bir sıvı faz oluşur [14]. Artan B ilavesi ile birlikte daha yüksek miktarda ötektik sıvı oluşması ve buna bağlı olarak daha yüksek sinterleme yoğunlukları, küresel morfolojili gözenekler ve daha üstün mekanik özellikler elde edilmesi beklenir [19]. Sağladığı bu avantajlardan dolayı B, paslanmaz çelikler de dahil olmak üzere farklı demir esaslı alaşım sistemlerine sinterleme geliştirici olarak element tozu veya ferrobör olarak %0,01-1,2 aralığında ilave edilmektedir [24].

Bu çalışmada, T/M yöntemi ile üretilen D2 takım çeliğinin mikroyapı ve mekanik özelliklerine bor ilavesinin etkileri incelenmiştir. Bor ilavesinin amacı, sinterleme esnasında sıvı faz oluşumunu ve bu sayede daha düşük sinterleme sıcaklıkları ile daha yüksek yoğunluğa sahip parçalar elde edilmesini sağlamaktır. Çalışmada D2 takım çeliği tozu içerisine farklı oranlarda amorf bor tozu ilave edilip farklı sinterleme parametreleri kullanılarak malzeme üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen numunelere uygulanan yoğunluk ölçümleri ile optimum sinterleme parametreleri tespit edilmiştir. Optimum şartlarda üretilen

numunelerin XRD, SEM ve SEM/EDS analizleri ile mikroyapı özellikleri karakterize edilmiştir. Mekanik özelliklerin belirlenmesinde mikrosertlik ölçümlerinden yararlanılmıştır.

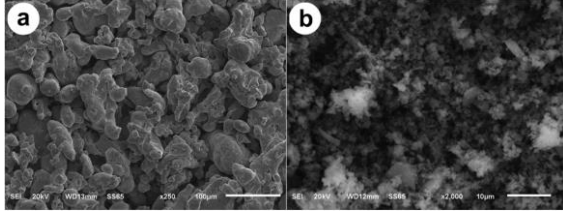
## 2. Malzeme ve Metot

### 2.1. Malzeme

Deneysel çalışmalarda Powdrex firmasından temin edilmiş ve partikül boyutu 45–100 µm aralığında olan su atomizasyonu ile üretilmiş D2 takım çeliği tozu kullanılmıştır. D2 takım çeliği tozunun kimyasal bileşimi Tablo 1’de verilmiştir. D2 takım çeliği içerisine Sigma Aldrich firmasından temin edilen amorf B tozu ilave edilmiştir. Bu tozun saflığı %95’in üzerinde olup, partikül boyutu 1 µm’den küçüktür. Şekil 1’de D2 takım çeliği tozunun ve B tozunun SEM görüntüleri verilmiştir.

**Tablo 1.** Çalışmada kullanılan D2 takım çeliği tozunun kimyasal bileşimi

C	Cr	Mo	V	W	Mn	Ni
1,5	11,71	1,09	0,83	0,34	0,28	0,08
Cu	Co	P	S	Si	Fe	
0,03	0,02	0,037	0,007	0,27	Kalan	



**Şekil 1.** Çalışmalarda kullanılan; a) D2 takım çeliği tozunun, b) Bor tozunun SEM görüntüleri

### 2.2. Metot

D2 takım çeliği içerisine ağırlıkça %0,5, %1, %1,5 ve %2 olmak üzere 4 farklı oranda amorf bor tozu ilavesi yapılmıştır. Tozlar turbula karıştırıcıda çelik bilya ilave edilerek fiziksel olarak 24 saat süre ile karıştırılmıştır. Karışım tozlardan 700 MPa basınç uygulanarak 13 mm çapında silindirik numuneler şekillendirilmiştir. Preslenen numuneler Ar gazı atmosferinde 1150–1200 °C sıcaklık aralığında 1 saat bekletme süresi ile sinterlenmiştir. Sinterleme işlemleri MTI marka tüp fırında alümina altlık kullanılarak 10 °C/min ısıtma ve soğutma hızı ile

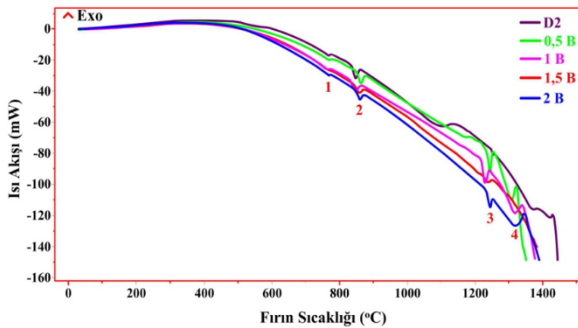
yapılmıştır. Sinterlenen numunelerin yoğunluğu Arşimet prensibine göre yoğunluk ölçüm kitine sahip Redwag marka hassas teraziyle gerçekleştirilmiştir. XRD analizi Rigaku Ultima IV X-Ray Difractometer cihazında Cu X-ışını tüpü ( $\lambda=1,5405$ ) kullanılarak 0,02/0,4 derece/saniye tarama hızı ile gerçekleştirilmiştir. Mikroyapı incelemeleri için metalografik numune hazırlama aşamalarından geçirilen numuneler %3 nital çözeltisi ile dağlanmış. SEM ve SEM/EDS incelemeleri JEOL JSM 6510 taramalı elektron mikroskobu ve bu cihaza bağlı IXRF 550 marka EDS sistemi ile gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri Vickers yöntemi ile Emco-test marka Durascan 20 model sertlik ölçüm cihazında 500 g yük uygulanarak yapılmıştır.

## 3. Bulgular ve Tartışma

Şekil 2’de faz dönüşümlerine B ilavesinin etkisini belirlemek amacıyla D2 takım çeliği tozuna ve B ilavesi yapılmış karışım tozlarına yapılan DSC analizlerine ait eğriler verilmiştir. DSC analizleri Setaram Labsyseo marka cihazda sıkıştırılmamış tozların 10 °C/dk ısıtma hızı ile 1400 °C’ye kadar ısıtılması şeklinde Ar atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Bombac ve arkadaşları [25] tarafından D2 takım çeliğinde termomekanik işlemlerin fazlara etkisini belirlemek için yapılan bir çalışmada DTA analizi yapılarak faz dönüşümleri tespit edilmiştir. Söz konusu çalışmaya göre 800 °C’nin hemen altında  $M_{23}C_6$  tipi karbürlerin  $M_7C_3$  tipi karbürlere dönüştüğünü gösteren endotermik bir pik belirtilmiştir. Şimdiki çalışmada, 760 °C civarında 1 numara ile gösterilen endotermik pikin su atomizasyonu ile üretilmiş olan D2 takım çeliği tozunda bulunan karbürlerin dönüşümü ile ilgili olduğu söylenebilir. B ilavesinin bu faz dönüşümünün sıcaklığı üzerine önemli bir etkisinin bulunmadığı görülmektedir. Muro ve arkadaşları [11] ve Valloton ve arkadaşları [26] tarafından yapılan çalışmalarda verilmiş olan D2 takım çeliğine ait faz diyagramları göz önünde bulundurulduğunda DSC eğrilerinde 2 numara ile gösterilen endotermik pikin martenzit/ferrit fazlarının ostenite dönüşümünü gösterdiği anlaşılmaktadır. Bombac ve arkadaşları [25]

tarafından yapılan çalışmada DTA analizine göre martenzit/ferrit fazlarının ostenite dönüşümünün 838 °C'de gerçekleştiği bildirilmektedir. Şimdiki çalışmada D2 takım çeliğine ait tozda bu dönüşüm 839 °C'de gerçekleşmiştir. B ilavesi yapılmış tozlarda bu dönüşüm gecikmekte ve yaklaşık 850 °C civarlarında gerçekleşmektedir.

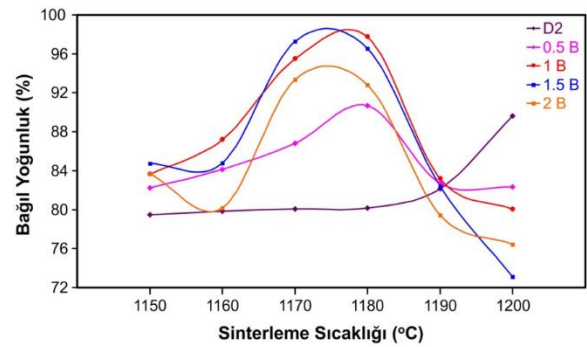
Eğriler incelendiğinde bor ilavesinin sıvı faz oluşum sıcaklığını düşürdüğü anlaşılmaktadır. Bombac ve arkadaşları [25], Termo Calc programı ile belirledikleri dengeye göre D2 takım çeliğinin katılaştırılması sırasında 1392 °C'de ostenit tanelerinin sıvıdan oluşmaya başladığını ve 1242 °C'de ostenit tane sınırlarında  $M_7C_3$  tipi karbürlerin oluştuğunu belirtmişlerdir. Şimdiki çalışmada DSC analizine ait eğrilerde 3 numara ile gösterilen endotermik piklerin de  $M_7C_3$  tipi karbürlerin çözünme sıcaklığına işaret ettiği düşünülmektedir. 3 numaralı pikler incelendiğinde B ilavesi yapılmamış D2 takım çeliğinde  $M_7C_3$  tipi karbürlerin 1250 °C'de çözündüğü görülmektedir. B ilavesi yapılan toz karışımlarında  $M_7C_3$  tipi karbürlerin çözünme sıcaklığında belirgin düşüş olduğu görülmektedir. %1 B içeriğine sahip tozda dönüşüm 1232 °C'de olmuştur. Şekil 2'deki DSC eğrilerinde 4 numara ile gösterilen pik ergimenin tamamlanma sıcaklığını göstermektedir. Bu piklere göre başlangıç tozunda ergime 1365 °C'de tamamlanırken B ilave edilen numunelerde bu sıcaklığın 1301 °C'ye kadar düştüğü görülmektedir. D2 tozunda likidüs sıcaklığının Bombac ve arkadaşları [25] tarafından verilen ve 1392 °C olan likidüs sıcaklığından daha düşük olması malzemelerin fiziksel özelliklerine bağlanmaktadır.



Şekil 2. Farklı oranlarda bor ilavesi yapılmış D2 takım çeliği tozlarının DSC analizlerinden elde edilen eğrileri

Özgün ve arkadaşları tarafından yapılan önceki çalışmalarda da toz formundaki malzemelerin sahip oldukları yüksek yüzey enerjisi sayesinde bulk malzemelere göre daha düşük sıcaklıklarda ergidikleri belirtilmiştir [27,28]. Ergime sıcaklıkları arasındaki farklılık malzemelerin kimyasal bileşimindeki farklılıkların da etkili olduğu düşünülmektedir.

Şekil 3'te farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin bağıl yoğunluk değerleri verilmiştir. Şimdiki çalışmada D2 takım çeliğinin teorik yoğunluğu  $7,459 \text{ g.cm}^{-3}$  olarak hesaplanmıştır.



Şekil 3. Sinterleme sıcaklığına ve B oranına bağlı olarak bağıl yoğunluk değerlerinin değişimi

Bor ilavesi yapılmamış D2 tozundan üretilen numunede bağıl yoğunluğun sinterleme sıcaklığındaki artışla birlikte arttığı görülmektedir. Bor içermeyen D2 tozundan şekillendirilen numuneler için 1150-1200 °C aralığında gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinden en yüksek bağıl yoğunluk değerini sağlayan sıcaklık 1200 °C olmuştur. Bu sıcaklıkta ulaşılan bağıl yoğunluk değeri ortalama %89,63 olmuştur. Muro ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada [11] aynı toz kullanılarak  $N_2$  atmosferinde D2 takım çeliği içerisine B ilavesi ile daha düşük sıcaklıklarda daha yüksek bağıl yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Bor sinterleme esnasında sıvı faz oluşmasını sağlayıcı ve toz metal çeliklerin yoğunluğunu artırıcı element olarak bilinmektedir [19]. Borun demir içerisindeki çözünürlüğü oldukça düşük (ağırlıkça %0,002) olmasına rağmen 1174-1177 °C'de sıvı faz oluşturmakta [19,29,30] ve Fe-Fe<sub>2</sub>B ötektiği sayesinde kütle transferi gerçekleştirmektedir [30]. Borun sağladığı bu avantajdan yararlanılan

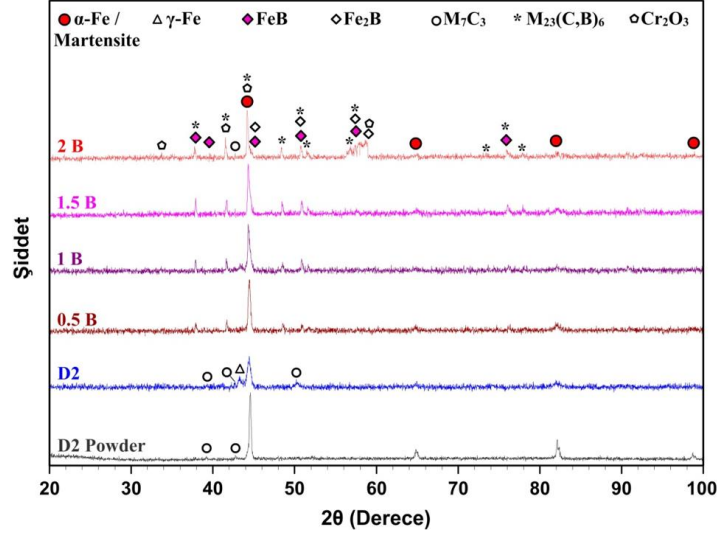
farklı çeliklerin sinterlenerek üretilmesi üzerine gerçekleştirilen birçok çalışmada artan B ilavesinin sinter yoğunluğunu arttırdığı bildirilmektedir [14,16-19]. Şimdiki çalışmada B ilave edilmiş numunelerde sinterleme sıcaklığının yoğunlaşmaya etkisi ötektik reaksiyon sıcaklığının altında farklı, üstünde farklı olmuştur. Ötektik reaksiyon sıcaklığına kadar sinterleme sıcaklığındaki artış yoğunlaşmayı olumlu etkilerken ötektik reaksiyon sıcaklığı aşıldıktan sonra sinterleme sıcaklığındaki artışın yoğunlaşmayı olumsuz etkilediği görülmüştür. En yüksek bağıl yoğunluk değerleri ötektik reaksiyon sıcaklığına yakın sinterleme sıcaklıklarında elde edilmiştir. Bor ilave edilmiş malzemelerin çıkabilecekleri maksimum yoğunluklar, ilave edilen B miktarına bağlı olarak değişim göstermiştir. B miktarı arttıkça, numunelerin ulaşabilecekleri maksimum bağıl yoğunluk değerine daha düşük sıcaklıkta ulaştıkları görülmektedir. Ancak en yüksek bağıl yoğunluk değerine en yüksek bor oranına sahip numunede değil, ağırlıkça %1 B içeren numunede ulaşılmıştır. %1 B içeren numunede 1180 °C'de gerçekleştirilen sinterleme işlemi ile ulaşılan en yüksek bağıl yoğunluk değeri %97,76 olmuştur. Burada dikkat çeken bir detay, ağırlıkça %0,5 ve %1 B içeren numuneler, ulaşabilecekleri maksimum yoğunluk değerine 1180 °C'de ulaşırlarken %1,5 ve %2 B içeren numunelerin en yüksek bağıl yoğunluğa 1170 °C'de ulaşmalarıdır. Buradan B miktarındaki artışın, kimyasal kompozisyona bağlı olarak ulaşılacak maksimum yoğunluk değerine daha düşük sıcaklıkta ulaşılmasını sağladığı söylenebilir. B miktarının %1,5'i aşması ulaşılabilen bağıl yoğunluk değerini düşürmüştür. Özellikle %2 B içeren numuneye ait eğri incelendiğinde bu durum daha iyi anlaşılabilir. B oranının %1,5 ve üzerine çıkmasına rağmen bağıl yoğunluk değerinde düşüş meydana gelmesinin aşırı sıvı faz oluşumundan kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

Şekil 4'te kullanılan D2 takım çeliği tozunun ve üretilen numunelerin XRD paternleri verilmiştir. Başlangıç tozunun su atomizasyonu ile üretilmiş olmasına bağlı olarak XRD paterninde sadece martenzit fazına ve  $M_7C_3$  tipi karbürler için pikler bulunmaktadır. D2 takım

çeliği tozundan B ilavesi yapılmadan üretilen numunenin XRD paterninde, sinterleme işleminden sonra numunelerin fırında 10 °C/dk gibi yavaş bir hızla soğutulmasına bağlı olarak martenzit fazı yerine  $\alpha$ -Fe'e ait pikler görülmektedir.  $\alpha$ -Fe'e ek olarak bu numunenin XRD paterninde ostenit ve  $M_7C_3$  tipi karbürler için pikler de bulunmaktadır. Tavlanmış çeliklerde karbürlerin çökmesi kromun karbona oranına bağlıdır. Bu oranın 3'ten az olması durumunda sadece sementit oluşur. Oranın 3'ten büyük olması durumunda ise  $Cr_7C_3$  ve  $Cr_{23}C_6$  tipi karbürler oluşur [31]. Ancak D2 takım çeliğinin sahip olduğu yüksek alaşım elementi içeriğinin sonucu olarak  $M_7C_3$  tipi karbürlerin katılma esnasında birincil karbürler olarak oluştukları bildirilmektedir [2]. Mohammed ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada [32] yumuşatma tavlama işlemi yapılmış AISI D2 takım çeliğinin difraksiyon paterninde şimdiki çalışmayla uyumlu olarak sadece  $\alpha$ -Fe ve  $M_7C_3$  karbür fazlarına ait pikler bulunduğu rapor edilmiştir. Hamidzadeh ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilmiş olan başka bir çalışmada [6] dökümle üretilen AISI D2 takım çeliğinin XRD paterninde  $\alpha$ -Fe ve  $M_7C_3$  karbür ve kalıntı ostenit fazlarına ait piklerin tespit edildiği rapor edilmiştir. B ilave edilen numunelerin XRD paternleri, başlangıç tozunun ve D2 numunesinin XRD paternlerinden oldukça farklıdır. B'un sinterleme işlemi esnasında, FeB ve  $Fe_2B$  bileşiklerini oluşturması beklenen bir durum olup [19] bu bileşiklere ait pikler ağırlıkça %0,5 B oranından itibaren XRD paternlerinde görülmektedir. B ilavesi ile meydana gelen en büyük farklılık başlangıç tozunda ve D2 numunesinde bulunan  $M_7C_3$  tipi karbürler için piklerin artan B oranıyla birlikte yok olması ve bunun yerine B ilave edilen tüm numunelerde yeni bir fazın oluşmasıdır. Bu faz  $M_{23}(C,B)_6$  fazıdır. Kafes parametreleri  $M_{23}C_6$  karbürleri ile aynı olan  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbürlerinin yüksek B ve C içeren demir alaşımlarında X-ray difraksiyonu ile belirlendiği bildirilmektedir [33]. XRD paternlerinde  $M_{23}(C,B)_6$  fazına ait piklerin şiddetinin artan B oranı ile birlikte arttığı görülmektedir. Buna karşılık  $\alpha$ -Fe'e ait piklerin şiddeti B oranıyla ters orantılı bir şekilde azalma göstermektedir. Bombac ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada [25] dökümle

üretmiş numunede  $M_7C_3$  tipi karbürlerin ağırlıkta olduğu, ancak termomekanik işlem görmüş numunelerde yararlı olan  $M_7C_3$  tipi karbürlerin  $M_{23}C_6$  tipi karbürlere dönüştüğü

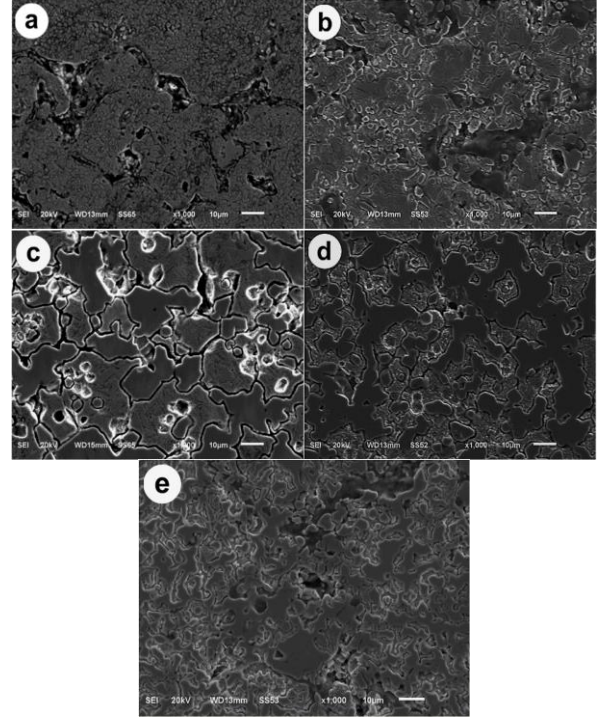
rapor edilmiştir.  $M_{23}C_6$  karbürünün B bakımından zenginleşmesi sonucunda  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbürünün oluştuğu bildirilmektedir [34].



Şekil 4. Üretilen toz metal parçaların XRD paternleri

Benzer şekilde Keown ve Pickering [33], B'un fcc karbürlere segregasyon olarak  $M_{23}(C,B)_6$  ve  $V_4(C,B)_3$  gibi boro-karbürleri oluşturduğunu bildirmişlerdir. Yukarıdaki açıklamalar göz önünde bulundurulduğunda şimdiki çalışmada yararlı  $M_7C_3$  tipi karbürlerin, B varlığından dolayı  $M_{23}C_6$  tipi kararlı karbürler yerine  $M_{23}(C,B)_6$  tipi boro-karbürlere dönüştüğü düşünülmektedir. Bunlara ek olarak XRD paternlerinden sinterleme işlemi esnasında Cr'un oksit bileşiklerini oluşturduğu da anlaşılmaktadır.

Şekil 5'te D2 ve 1 B numunelerinden alınan SEM görüntüleri verilmiştir. 1200 °C'de sinterlenen D2 numunesine ait SEM görüntüsünde malzeme içerisinde bol miktarda gözenek bulunduğu görülmektedir. Kullanılan başlangıç tozunun partikül boyutunun iri olmasına bağlı olarak tane boyutu da iridir. Malzemede hem tane sınırlarında hem de tane içlerinde bol miktarda çökelti bulunduğu görülmektedir. XRD analizinden elde edilen patern göz önünde bulundurulduğunda bu çökeltilerin  $M_7C_3$  tipi karbürler olduğu söylenebilir. Bu karbürlerin birbiriyle bağlantılı olmayan blok morfolojiye sahip çökeltiler halinde olduğu görülmektedir.

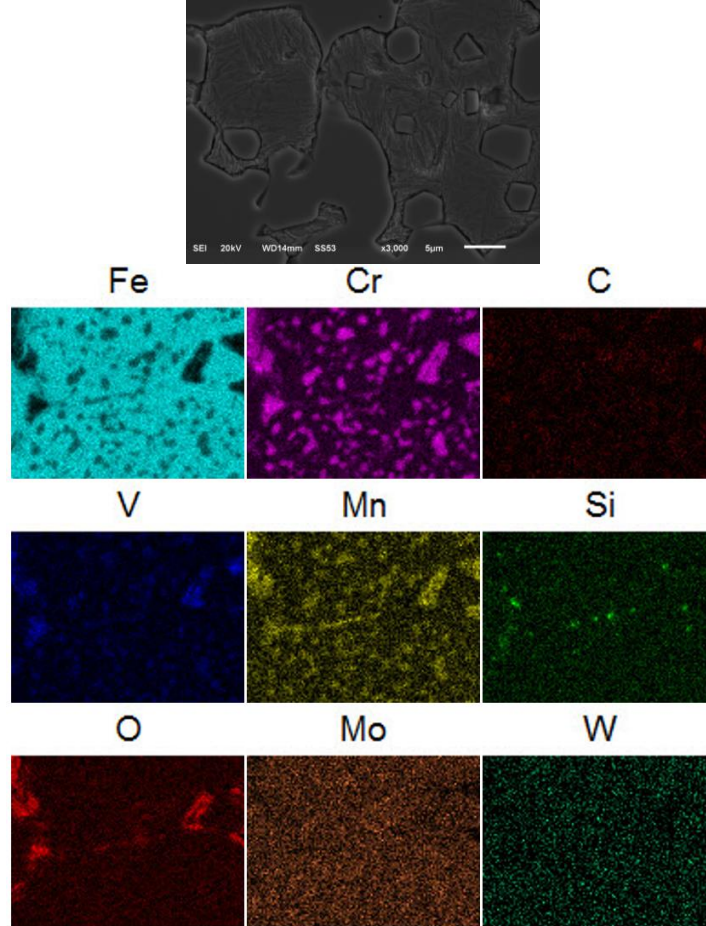


Şekil 5. a) D2, b) 0,5 B, c) 1 B, d) 1,5 B, e) 2 B numunelerinin SEM görüntüleri

%0,5 B numunesinden alınan SEM görüntüsünde gözenek miktarının D2 numunesine nazaran daha az olduğu

görülmektedir. D2 numunesiyle kıyaslandığında bu numunede de karbüre benzer çökeltiler görülmektedir. Ancak bu çökeltilerin boyutlarının D2 numunesindeki çökeltilere nazaran daha iri oldukları görülmektedir. Bu durum başlangıç tozunda varlığı XRD analizi ile ispat edilen  $M_7C_3$  tipi karbürlerin B ilavesi ile farklı bir faza dönüştüğünü düşündürmektedir. XRD analizi ve mikroyapı görüntüleri birlikte ele alındığında, B ilave edilen numunelerde  $M_7C_3$  tipi karbürlerin yeni oluşan  $M_{23}(C,B)_6$  fazı için çekirdek gibi davrandığı düşünülmektedir. Artan B ilavesi ile birlikte XRD analizinden elde edilen paternlerdeki pik şiddetleri ile uyumlu olarak  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbür fazı taneleri irileşmektedir.  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbür fazının büyük taneler halinde bulunmasında  $M_7C_3$  karbür

partiküllerinin  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbürlerine dönüşürken irileşmesinin ve bu irileşme sonucu birbirleriyle birleşmelerinin rol oynadığı düşünülmektedir. Ağırlıkça %1 B içeren numunenin SEM görüntüsünde, mikroyapının iri ferrit ve  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbür fazı tanelerinden oluştuğu görülmektedir.  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbür tanelerinin birbirleriyle bağlantılı olmayıp keskin köşeler içerdikleri dikkat çekmektedir. Ağırlıkça %1,5 ve %2 B içeren numunelerde  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbür taneleri birbirleriyle birleşerek sürekli bir ağ şekline dönüşmüşlerdir. Yoğunluk ölçümleri ile uyumlu olarak en az gözeneklilik %1 B içeren numunede görülürken B miktarının daha da artmasıyla mikroyapıda gözenekler de artmıştır.



Şekil 6. D2 numunesinden alınan SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler

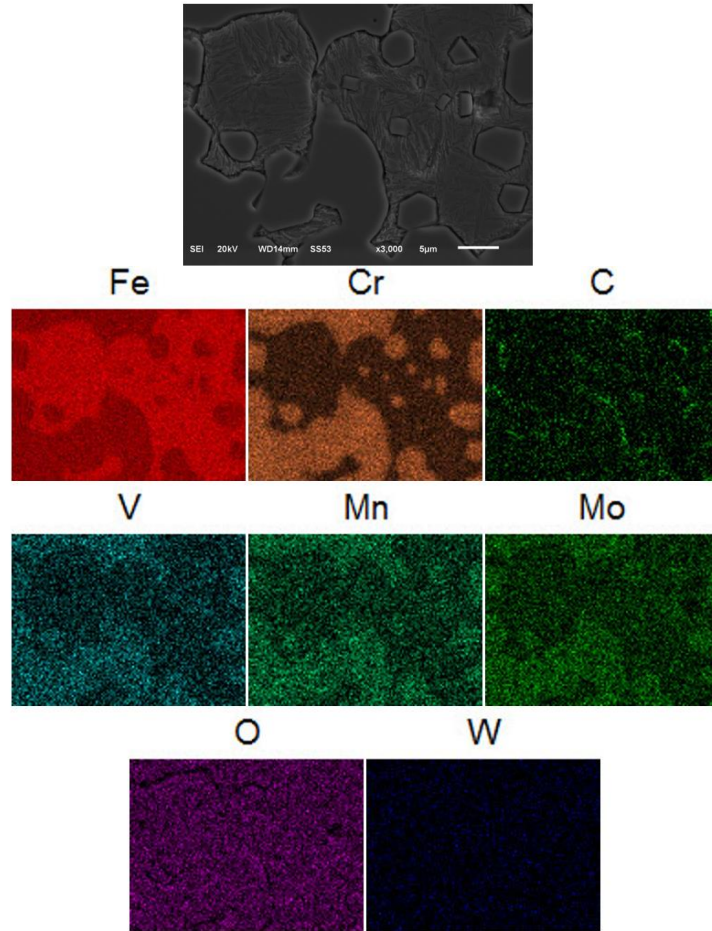
Şekil 6'da B ilavesi yapılmamış D2 numunesinden alınan SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler verilmiştir. Bu

görüntülerde çökeltilerin olduğu bölgelerde Cr elementi miktarında artış olduğu ve buna C'un da eşlik ettiği görülmektedir. Bu durum bu

çökeltilerin Cr tarafından oluşturulmuş karbürler olduğunu kesinleştirmektedir. Bu karbürlerde Cr'a Fe, V, Mn gibi elementler de eşlik etmektedir. Oksijen elementinin dağılımı incelendiğinde genellikle tane sınırlarında miktarının artış sergilediği görülmektedir. Sinterleme işlemi yüksek saflıktaki Ar gazı atmosferinde gerçekleştirilmiş olmasına rağmen özellikle partikül yüzeylerinde oksitlenme meydana gelmiştir. XRD analizi verilerine göre bu oksitler Cr tarafından oluşturulmaktadır.

Şekil 7'de 1 B numunesinden alınmış SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler verilmiştir. Görüntülerden iki farklı fazdan oluşan yapıda, Cr'ca zengin fazın olduğu bölgede

C elementinin miktarında güçlükle ayırt edilebilecek bir artış olduğu görülmektedir. Bu durumun Cr tarafından oluşturulan fcc yapılı karbürlerin içeresine sinterleme esnasında B'un difüze olarak  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbür fazını oluşturmasına bağlanmaktadır.  $M_{23}(C,B)_6$  boro-karbür fazının bulunduğu bölgelerde Fe elementini miktarında çok büyük bir azalma olmuştur. B, fcc karbürlere segregasyon olarak  $M_{23}(C,B)_6$  ve  $V_4(C,B)_3$  gibi boro-karbürleri oluşturmaktadır [33]. Bu açıklamaya uygun olarak V, Mn ve Mo gibi karbür yapıcı özelliğe sahip elementlerin  $M_{23}(C,B)_6$  fazı içerisindeki yoğunluğu ferrit fazına kıyasla daha yüksek görünmektedir.

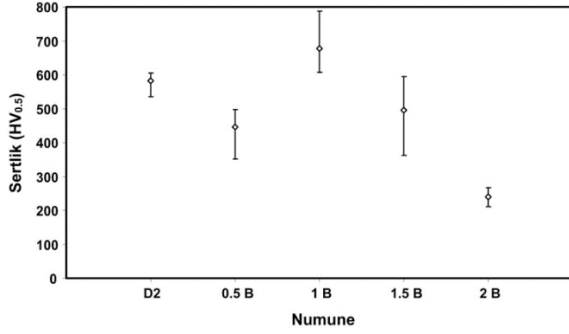


Şekil 7. 1B numunesinden alınan SEM elementel haritalama analizine ait görüntüler

Şekil 8'de numunelerden elde edilen sertlik değerleri verilmiştir. En yüksek sertlik değerine %1 B içeren numunede ulaşılmıştır. Bu değer 700 HV civarındadır. Muro ve arkadaşları [11] tarafından yapılan bir çalışmada, HIP tekniği ile

üretilen ve ısıl işleme tabi tutulan D2 takım çeliğinden ölçülen sertlik değerinin 61 HRC olduğu belirtilmiştir. Bu değer yaklaşık 720 Vickers sertlik değerine tekabül etmektedir. Şimdiki çalışmada HIP işlemi olmaksızın

geleneksel T/M ile üretilen ve ağırlıkça %1 B içeren numunede sertleştirme ısıl işlemi uygulanmadan Muro ve arkadaşlarının bulduğu sonuca yakın sertlik değeri elde edilmiştir. %1'den daha yüksek oranda B ilavesinin sertliğin düşmesine yol açtığı görülmektedir. Bu durumun ağırlıkça %1,5 ve %2 B ilave edilen numunelerin bağıl yoğunluklarının düşük olmasından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 8. Üretilen toz metal çelik parçaların sertlik değerleri

#### 4. Sonuç ve Öneriler

Bu çalışmada D2 takım çeliği tozuna farklı oranlarda amorf bor ilavesi yapılarak T/M yöntemi ile parça üretimi gerçekleştirilmiştir. Bor ilavesinin mikroyapı ve mekanik özelliklere etkileri incelenmiş ve yapılan deneysel çalışmalardan aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

**a.** B ilavesi, D2 takım çeliğinin sinterlenme özelliklerini ve mikroyapısını önemli ölçüde değiştirmiştir. Ağırlıkça %1'e kadar yapılan B ilavesi ile daha düşük sıcaklıklarda daha yüksek bağıl yoğunluk değerlerine ulaşılabilirken B oranının %1'i aşmasıyla bağıl yoğunluk değerlerinde düşüş gözlenmiştir.

**b.** Bor ilavesi mikroyapıda değişime yol açmıştır. Mikroyapıda meydana gelen değişim, katkısız D2 tozundan üretilen numunede görülen karbürlerin, B ilave edilmiş numunelerde M23(C,B)6 tipi boro-karbürlere dönüşmesi şeklindedir. Artan B oranı ile söz konusu durum daha belirgin bir hal almıştır.

**c.** XRD analizi, ilave edilen B elementinin mikroyapıda Fe ve Cr ile bileşikler oluşturduğunu göstermiştir.

**d.** B ilave edilerek üretilen numunelerin sertlikleri ısıl işlem olmaksızın D2 takım çeliğinde ısıl işlem yapılarak ulaşılabilen sertlik

değerine yaklaşmıştır. En yüksek sertlik değerine ağırlıkça %1 B içeren numunede ulaşılmıştır. %1'in üstünde artan B miktarıyla birlikte sertlikte düşüş görülmüştür. Bu durumun bağıl yoğunluk değerlerindeki azalmadan kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

#### 5. Teşekkür

Bu çalışma, BAP-376-205-2014 proje numarası ile Bingöl Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir. Çalışmalar sırasında gösterdikleri ilgi ve harcadıkları emeklerinden dolayı BÜBAP birimi çalışanlarına ve Bingöl Üniversitesi Merkezi Laboratuvarı çalışanlarına teşekkürlerimi sunarım.

#### 6. Kaynaklar

1. Budinski, K.G. (1992). Engineering Materials, Properties and Selection. *Prentice Hall*, New Jersey, 373-411.
2. Bourithis, L., Papadimitriou, G.D. and Sideris, J. (2006). Comparison of wear properties of tool steels AISI D2 and O1 with the same hardness. *Tribology International*, **39**: 479-489.
3. Glaeser, W.A. (1992). Materials for Tribology. *Tribology Series*, **20**, Elsevier, 33-37.
4. Roberts, G., Krauss, G. and Kennedy, R. (1998). Tool Steels. **5.**, ASM International, Ohio.
4. Thorpe, W.R. and Chicco, B. (1985). The Fe-rich corner of the metastable C-Cr-Fe liquidus surface. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **16**(9): 1541-1549.
5. Hamidzadeh, M.A., Meratian, M. and Zahrani, M.M. (2012). A study on the microstructure and mechanical properties of AISI D2 tool steel modified by niobium. *Materials Science and Engineering A*, **556**: 758-766.
6. Tumko, A.N. (1996). Production of large forgings from high-chromium ledeburitic steels. *Steel in Translation*, **26**: 73-76.
7. Berns, H. and Broeckmant, C. (1997). Fracture of hot formed ledeburitic chromium steels. *Engineering Fracture Mechanics*, **58**: 311-325.
8. Kheirandish, S., Saghafian, H., Hedjazi, J. and Momeni, M. (2010). Effect of heat treatment on microstructure of modified cast AISI D3 cold work tool steel. *Journal of Iron and Steel Research, International*, **17**(9): 40-45.
9. Novak, P., Vojtech, D. and Serak, J. (2005). Pulsed-plasma nitriding of a niobium-alloyed PM tool steel. *Materials Science and Engineering A*, **393**: 286-293.

10. Muro, P., Gimenez, S. and Iturriza, I. (2002). Sintering behaviour and fracture toughness characterization of D2 matrix tool steel, comparison with wrought and PM D2. *Scripta Materialia*, **46**(5): 369–373.
11. Ernst, I.C. and Duh, D. (2004). Properties of cold-work tool steel X155CrVMo12-1 produced via spray forming and conventional ingot casting. *Journal of Materials Science*, **39**: 6835–6838.
12. Schulz, A., Uhlenwinkel, V., Escher, C., Kohlmann, R., Kulmburg, A., Montero, M.C., Rabitsch, R., Schutzenhfer, W., Stocchi, D. and Viale, D. (2008). Opportunities and challenges of spray forming high-alloyed steels. *Materials Science and Engineering A*, **477**: 69–79.
13. Gülsoy, H.Ö., Bilici, M.K., Bozkurt, Y. and Salman, S. (2007). “Enhancing the wear properties of iron based powder metallurgy alloys by boron additions, *Materials and Design*, **28**: 2255-2259.
14. Weber, S., Theisen, W., Castro, F. and Pyzalla, A. (2009). Influence of gas atmosphere and hard particle addition on the sintering behavior of high alloyed PM cold work tool steels. *Materials Science and Engineering A*, **515**: 175-182.
15. Dudrova, E., Selecka, M., Bures, R. and Kabatova, M. (1997). Effect of boron addition on microstructure and properties of sintered Fe-1.5Mo powder materials. *ISIJ International*, **37**(1): 59-64.
16. Bakan, H.I., Heaney, D. and German, R.M. (2001). Effect of nickel boride and boron additions on sintering characteristics of injection moulded 316L powder using water soluble binder system. *Powder Metallurgy*, **44**(1): 235-242.
17. Sercombe, T.B. (2003). Sintering of freeformed maraging steel with boron additions. *Materials Science and Engineering A*, **363**: 242–252.
18. Selecká, M., Šalák, A. and Danninger, H. (2003). The effect of boron liquid phase sintering on properties of Ni-, Mo- and Cr-alloyed structural steels. *Journal of Materials Processing Technology*, **141**: 379–384.
19. Gülsoy, H.Ö., Salman, S. and Özbek, S. (2004). Effect of FeB additions on sintering characteristics of injection moulded 17-4PH stainless steel powder. *Journal of Materials Science*, **39**: 4835-4840.
20. Cabral Miramontes, J.A.C., Barceinas Sanchez, J.D.O., Almeraya Calderon, F., Martinez Villafane, A. and Chacon Nava, J.G. (2010). Effect of Boron additions on sintering and densification of a ferritic stainless steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, **19**(6): 880-884.
21. German, R.M. and Rabin, B.H. (1985). Enhanced sintering through second phase additions. *Powder Metallurgy*, **28**(1): 7-12.
22. Madan, D.S. (1991). Enhanced sintering and property improvement in ferrous P/M compacts. *International Journal of Powder Metallurgy*, **27**(4): 339-345.
23. Zovas, P.E., German, R.M., Hwang, K.S. and Li, C.J. (1983). Activated and liquid-phase sintering – progress and problems. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, **35**(1): 28-33.
24. Bombac, D., Fazarinc, M., Saha Podder, A. and Kugler, G. (2013). Study of carbide evolution during thermo-mechanical processing of AISI D2 tool steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, **22**(3): 742–747.
25. Valloton, J., Herlach, D.M. and Henein, H. (2016). Effect of convection on the dendrite growth kinetics in undercooled melts of D2 tool steels, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, **117**: 1-5. doi:10.1088/1757-899X/117/1/012058.
26. Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Yılmaz, R. and Fındık, F. (2013). Microstructural and mechanical characterization of injection molded 718 superalloy powders. *Journal of Alloys Compounds*, **576**: 140–153.
27. Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Fındık, F. and Yılmaz, R. (2012). Microstructure and mechanical properties of injection moulded Nimonic-90 superalloy parts. *Powder Metallurgy*, **55**: 405–414.
28. Liao, P.K. and Spear, K.E. (1992). ASM Handbook: Alloy Phase Diagram, ASM International, Materials Park, OH.
29. Narasimhan, K.S. (2001). Sintering of powder mixtures and the growth of ferrous powder metallurgy. *Materials Chemistry and Physics*, **67**: 56–65.
30. Singh, K., Khatirkar, R.K. and Sapate, S.G. (2015). Microstructure evolution and abrasive wear behavior of D2 steel. *Wear*, **328**: 206-216.
31. Mohammed, M.N., Omar, M.Z., Syarif, J., Sajuri, Z., Salleh, M.S. and Alhawari, K.S. (2013). Microstructural evolution during DPRM process of semisolid ledeburitic D2 tool steel. *The Scientific World Journal*, **2013**, 1-7.
32. Keown, S.R. and Pickering, F.B. (1977). Some aspects of the occurrence of boron in alloy steels. *Metal Science*, **11**(7): 225-234.
33. Wang, L. (2010). Development of Predictive Formulae for the A1 Temperature in Creep Strength Enhanced Ferritic Steels. *Master's Thesis*, The Ohio State University.