



# BHTS 2024

## BOSPHORUS

# PROCEEDINGS e-BOOK

---

# BİLDİRİLER e-KİTABI

25-26 April / Nisan  
2024, ISTANBUL



2<sup>nd</sup> Bosphorus International  
Heat Treatment Symposium

2. Boğaziçi Uluslararası  
Isıl İşlem Sempozyumu



[www.bhtsheat.com](http://www.bhtsheat.com) • [info@bhtsheat.com](mailto:info@bhtsheat.com)

Supported By



[Twitter](#) [Instagram](#) [LinkedIn](#) [Facebook](#) [bhts2024](#)

# BHTS 2024 BOSPHORUS

2<sup>nd</sup> Bosphorus International  
Heat Treatment Symposium  
2. Boğaziçi Uluslararası  
Isıl İşlem Sempozyumu

25-26 April / Nisan  
2024, ISTANBUL



## PROCEEDINGS e-BOOK BİLDİRİLER e-KİTABI



[www.bhtsheat.com](http://www.bhtsheat.com) • [info@bhtsheat.com](mailto:info@bhtsheat.com)

[Twitter](#) [Instagram](#) [LinkedIn](#) [Facebook](#) bhts2024

# BHTS 2024 BOSPHORUS



### HEAT TREATMENT INDUSTRIALISTS ASSOCIATION (MISAD)

Heat Treatment Industrialists Association (MISAD), which was established in 2008, today includes the important companies of the heat treatment sector. Gathering heat treatment industrialists and companies receiving heat treatment services under one roof, MISAD sheds light on the future of the industry and the profession with its activities and collaborations.

MISAD, which represents all industrialists in the heat treatment sector and serving this sector, provides cooperation, solidarity and information exchange among its members on professional, technical, commercial, legal, cultural and administrative issues. MISAD; cooperation and solidarity between companies, the problems of the heat treatment sector, the heat treatment sector; It fulfills the duties of providing communication with chambers of industry, government institutions, non-governmental organizations and universities.

The association continues its activities with 66 member companies. MISAD supports sectoral cohesion and development by organizing sectoral factory tours, international travels, breakfast and meal organizations, various ministry visits, training programs and conferences for its member companies. MISAD, which has close relations with the Istanbul and Ankara Chambers of Industry, continues to contribute to the solution of sectoral problems with the events it organizes jointly with these institutions.

Another area in which the Metal Heat Treatment Industrialists Association operates intensively; is the field of education. Thanks to the collaborations developed with vocational high schools and universities in different provinces of our country, studies have been carried out to open heat treatment departments in these schools, to direct students to these departments and to employ them after graduation.

Continuing its activities during the pandemic, MISAD continued to stand by its members with the sectoral meetings and training programs it organized in the digital environment.



### METAL ISIL İŞLEM SANAYİCİLERİ DERNEĞİ (MISAD)

2008 yılında kurulan Metal Isıl İşlem Sanayicileri Derneği (MISAD), bugün ısıtım sektörünün önemli firmalarını bünyesinde bulundurmaktadır. Isıl işlem sanayicisi ve ısıtım hizmeti alan firmaları tek çatıda toplayan MISAD, bünyesinde hayata geçirdiği faaliyetler ve iş birlikleri ile sektörün ve mesleğin geleceğine ışık tutmaktadır.

Isıl işlem sektöründe olan ve bu sektöre hizmet eden bütün sanayicileri temsil eden MISAD mesleki, teknik, ticari, hukuki, kültürel ve idari konularda üyeleri arasında iş birliği, dayanışma ve bilgi alışverişi sağlamaktadır. MISAD; firmalar arası iş birliği ve dayanışma, ısıtım sektörünün sorunları, ısıtım sektörünün; sanayi odaları, devlet kurumları, sivil toplum kuruluşları ve üniversiteler ile iletişimini sağlama görevlerini yerine getirmektedir.

Dernek 66 üye firması ile faaliyetlerine devam etmektedir. MISAD, üye firmaları için sektörel fabrika gezileri, yurt dışı seyahatleri, kahvaltı ve yemek organizasyonları, çeşitli bakanlık ziyaretleri, eğitim programları ve konferanslar düzenleyerek sektörel kaynaşma ve gelişimi desteklemektedir. İstanbul ve Ankara Sanayi Odaları ile yakın ilişkileri bulunan MISAD, bu kurumlarla ortaklaşa düzenlediği etkinlikler ile sektör sorunlarının çözümüne yönelik katkılarını sürdürmektedir.

Metal Isıl İşlem Sanayicileri Derneği'nin yoğun bir şekilde faaliyet gösterdiği bir diğer alan ise; eğitim alanıdır. Ülkemizin farklı illerindeki meslek liseleri ve üniversiteler ile geliştirilen işbirlikleri sayesinde, bu okullarda ısıtım bölümlerinin açılması, öğrencilerin bu bölümlere yönlendirilmesi ve mezuniyet sonrası istihdamları konusunda çalışmalar yapılmıştır.

Pandemi süresince faaliyetlerine devam eden MISAD, dijital ortamda düzenlediği sektörel buluşmalar ve eğitim programları ile üyelerinin yanında olmaya devam etmiştir.

**UCTEA CHAMBER OF METALLURGICAL AND  
MATERIALS ENGINEERS' TRAINING CENTER**

METEM (UCTEA Chamber of Metallurgical and Materials Engineers' Training Center) gathers whole sector and cooperate for sustainable development and transformation of the sector. Also, it combines the qualified knowledge of industry, university and colleagues;

- Aims to be integrated to the world, with national and international symposiums, congresses, conferences, seminars,
- Provides highly qualified trainings and consultancy with scientific, technical and practical approach,
- Support sectoral and social developments with own projects,
- Acts as an powerful and active center by providing information, new aspects, relationships, and cooperation to create new opportunities.

METEM organizes many activities in order to reach the increasing knowledge accumulation, to share the experiences and to evaluate them in production processes.

Many such as the EFRS International Iron and Steel Symposium, IMMC International Metallurgy and Materials Congress, ISRS International Steel Rolling Symposium, ALUS International Aluminum Symposium, BHTS Bosphorus Heat Treatment Symposium, ESWS Employee Safety and Wellbeing Symposium in Metallurgy Sector congresses and symposium organization carries out.

In addition, it provides in-house training and consultancy services open to general participation. Engineers, scientists, researchers and production managers; in order to review and discuss new challenges, recent developments and issues.

For that purpose, by bringing together highly qualified and experienced experts from the university and industry, we are able to; technical, managerial and engineering knowledge to refresh, making business development related to the sector's problems, occupational health and safety in problem solving, quality and to increase awareness and thus aim to provide value-added training and events planning, engages.

METEM also demonstrates "researches of Turkish metallurgy industry and universities" to the world, by organizing "international congresses, conferences and symposiums".

METEM is at the service of our sector with its trust, diligence, beliefs and values for improvement.

**TMMOB METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLERİ ODASI EĞİTİM  
MERKEZİ**

METEM (TMMOB Metalurji ve Malzeme Mühendisleri Odası Eğitim Merkezi) tüm sektörü bir araya getirerek sektörün gelişimi ve dönüşümü için çalışmaktadır. Sanayi, üniversite ve meslektaşlarının nitelikli birikimlerini birleştiren METEM;

- Geliştirdiği ve planladığı tüm ulusal ve uluslararası sempozyum, kongre, konferans, seminer gibi organizasyonlarıyla dünyaya entegre olabilmek üzere çalışan,
- Bilimsel, teknik ve uygulamaya yönelik nitelikli eğitim ve danışmanlık hizmetleri veren,
- Sektörel ve toplumsal gelişimi planladığı projelerle destekleyen,
- Bilgi, yeni açılımlar, ilişkiler, fırsatlar yaratma konusunda işbirlikleri sağlama üzerinden hareket eden güçlü bir etkinlik merkezidir.

Artan bilgi birikimine hızla ulaşmak, edinilen deneyimleri paylaşmak ve bunları üretim süreçlerinde değerlendirmek üzere, METEM bünyesinde birçok etkinlik düzenlenmektedir.

EFRS Uluslararası Demir Çelik Sempozyumu, IMMC Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, ISRS Uluslararası Hadde Sempozyumu, ALUS Uluslararası Alüminyum Sempozyumu, BHTS Boğaziçi Isıl İşlem Sempozyumu, ESWS Metalurji Sektöründe Çalışan Güvenliği ve Esenliği Sempozyumu gibi birçok kongre, sempozyum organizasyonları gerçekleştirmektedir.

Bunun yanı sıra genel katılıma açık, şirketçi eğitimler ve danışmanlık hizmetleri vermektedir. Mühendislere, bilim adamlarına, araştırmacılara ve üretim yöneticilerine; alanlarında yeni zorlukları, son gelişmeleri ve ortaya çıkan konuları gözden geçirip tartışabilecekleri ortamlar hazırlamaktadır.

Yine bu amaçla, üniversite ve sanayide yer alan, yüksek bilgi ve deneyime sahip uzmanları bir araya getirerek, sektöre ve sektör çalışanlarına yönelik; teknik, yönetsel ve mühendislik bilgilerini tazelemeyi, sektörün sorunlarına ilişkin iş geliştirmeler yapmayı, çalışan sağlığı ve güvenliğinde sorun çözmeyi, nitelik ve farkındalık kazandırmayı ve böylece katma değer sağlamayı hedefleyen, eğitimler ve etkinlikler planlayıp yürütmektedir.

METEM gerçekleştirdiği uluslararası etkinlikler ile Türkiye metalurji sektörünün ve akademik araştırmalarının dünyaya tanıtılmasına katkı sağlamaktadır.

METEM, güven, çalışkanlık, iyiye ve değişime olan inanç ve değerleriyle sektörümüzün hizmetindedir.

# ORGANIZATION COMMITTEE

## YÜRÜTME KURULU

CHAIRMAN  
BAŞKAN



**Koray YAVUZ**  
MISAD



**Murat ÇELİK**  
EKSAS



**Utku İNAN**  
BDİ METAL



**Nuri KIZILTAN**  
SARSILMAZ SİLAH SANAYİ



**A. Fırat SAPÇI**  
AKALIN ISIL İŞLEM



**Hüseyin SAVAŞ**  
METEM



**Tuğbanur SEZER**  
METEM



**Melih YÜKSEL**  
MARMARA ISIL İŞLEM

**BHTS 2024**  
**BOSPHORUS**

**BHTS 2024**  
**BOSPHORUS**

**SPONSORS**

**SPONSORLAR**

**MAIN SPONSOR / ANA SPONSOR**



**GALA DINNER SPONSORU / GALA YEMEĐİ SPONSORU**



**COFFE BREAK SPONSOR / COFFEE BREAK SPONSORU**



PLATINIUM SPONSORS / PLATİN SPONSORLAR



SYMPOSIUM BAG SPONSOR  
ÇANTA SPONSORU



SILVER SPONSORS / GÜMÜŞ SPONSORLAR



PRESS SPONSOR  
BASIN SPONSORU



# EXHIBITORS

---

## SERGI KATILIMCILARI

**BHTS 2024**  
**BOSPHORUS**

**BHTS 2024**  
**BOSPHORUS**

**EXHIBITORS**  
**SERGI KATILIMCILARI**

AKALIN ISIL İŞLEM

AKM METALURJİ

ALPHA METALURJİ

ANKA ANALİTİK A.Ş.

B.M.I.

BİLGİNOĞLU ENDÜSTRİ

CODERE

DÖKSAN ISIL İŞLEM

ECOSTAR

FORNAX

GH ELECTROTERMIA

INDUCTOTHERM

IPSEN

İNDEMAK

İSTANBUL ISIL İŞLEM

LİNDE GAZ

PETROFER

SİSTEM TEKNİK

SOLO SWITZERLAND

TERMOSAN ISIL İŞLEM

WUXI JUNTENG



# INVITED SPEAKERS

# DAVETLİ KONUŞMACILAR

**BHTS2024**  
**BOSPHORUS**

**BHTS2024**  
**BOSPHORUS**

**INVITED SPEAKERS**  
**DAVETLİ KONUŞMACILAR**



## **Andy Chen**

Marstate Industrial Corporation  
TAIWAN

Born in 1955, Andy Chen Graduated from the University of Taiwan Ocean Technology in 1977 with Bachelor Degrees in Marine Engineering. In 1980 he became a certified marine professional engineer.

In 1988, Andy found Marstate in Taiwan and started his career of heat treatment and furnace equipment. He was the sales representative of Vacuum Furnace System Corporation (VFS) in Taiwan, then the following year, he became the representative of Atmosphere Furnace Corporation (AFC) and Marathon Monitor Inc. (MMI)

In 2003, Andy established Shanghai PowerMax Furnace Corporation, and acted as general manager. The company is an exclusive licensee of AFC-Holcroft in China. PowerMax is building full serials of AFC furnace products. Since then, PowerMax had the chance to build the several hundreds of seal quench batch furnaces of AFC UBQ and PowerMax XRE with great satisfaction of customers worldwide. In addition to popular equipment, Andy also built the very large seal quench furnace range from 1.5 tons to 5 tons and other niche equipment such as roller hearth furnace, large continuous annealing furnace.

In 2005, Andy became partner of Applied Process new project in Suzhou China. In 2011, in order to more focus on business in USA, owner of Applied Process sold his share to Chinese partners and the company changed name to Austemper Components Manufacturing Corporation (Suzhou). In 2014, Andy became the president of Austemper Components Manufacturing Corporation (Suzhou).

In 2018, Andy stepped down his jobs at PowerMax and Austemper, and returned home in Taiwan. Andy considers furnace business as lifetime career and continue to develop atmosphere equipment for the next generation. His first successful project of a new generation of Ring type furnace encourage him to develop more with unique features in this filed.

Andy has authored numerous papers and articles in China and gave heat treat related topics in the conference in China, Turkey, Thailand and USA.

## **The Next Generation of Atmosphere Equipment, Goals of Reduce Energy, Less Atmosphere Consumption, Less NOx emission, Less Manpower Requirement and High Performance.**

Heat treatment equipment has always been a very important production equipment in the metal processing industry. Heat treatment equipment is a process with high energy consumption, high pollution and high manpower. How to save energy, reduce emissions and achieve automation is an important goal that everyone strives to pursue.

In this article we will describe in detail of a new generation of ring furnace, a new generation of cast link furnace, a new generation of nitriding furnace and a new generation of gas burner, which we have achieved our intended goals. We hope that this result will lead to more development and research in this area.

**Yasemin ÖZKAN**TEI-TUSAŞ  
TÜRKİYE

Yasemin ÖZKAN is an Electrical & Electronics Engineer with MS.degree. She completed her double major at Business Administration during her engineering education. She has been working in TEI – Tusas Engine Industries Inc. since 2004 and acting as a Senior Team Leader in NDT & Special Process Quality Department. She has been a voting member of the Nadcap Heat Treatment Supplier Committee for approximately 6 years, and has been a Member of the Advisory Board of TÜbitak National Metrology Institute for 6 years. She has two articles published in 6th and 8th National Metrology Congress organized by TMMOB MMO. She has taken "Introduction to Pyrometry" and "Advanced Pyrometry" training from PRI, a training center affiliated with Nadcap, in 2017 and 2022.

**Pyrometric Requirements in Aviation Industry**

The aviation industry has more structural and technical requirements compared to other industries. In parallel, the heat treatment process includes many criteria regarding the sensors, indicators, recorders and test applications. The aim of this study is to define the general requirements for the relevant technical criteria and explain the applied test methods. Although the requirements of the Prime Engine Manufacturers in aviation industry differ somehow, they mainly give reference to SAE AMS2750 for Pyrometry requirements. In this study, the general requirements in AMS2750 will be explained.

**Marcel A. J. SOMERS**Technical University of Denmark  
DENMARK

Marcel A.J. Somers received his M.Sc. (1985) and his Doctor's degree (1989) from Delft University of Technology in The Netherlands. After employments in industry (Philips) and an additional 7 years as assistant professor at Delft University of Technology, he was appointed full professor of at the Technical University of Denmark in 1997, where he has headed a university group in Materials and Surface Engineering for more than 20 years. He has co-authored more than 350 contributions to journals, books and conference proceedings and is co-inventor of about 20 patents. He was awarded several prizes for his research and innovation, among which the ASM European Lecturer Award (1999), the Alex Foss gold medal (2014) and the IFHTSE medal (2019). He is Fellow of ASM International (2016) and was knighted in 2022 by the Queen of Denmark.

**Nitriding and Nitrocarburizing; an Interwoven Braid of Science and Innovation**

Nitriding and nitrocarburizing constitute a class of surface engineering methods whereby a steel workpiece is intentionally alloyed with nitrogen/carbon at elevated temperature, in order to prolong the lifetime under conditions of corrosion, fatigue and wear, or combinations thereof. The lecture covers some highlights of the part of the author's career that involves research and innovation in gaseous nitriding and nitrocarburizing of iron and steel, ranging from fundamental to applied and from experimental to numerical.

The following topics are touched upon:

- Compound-layer formation during ferritic nitrocarburizing
- Expanded austenite on nitrided and nitrocarburized stainless steels
- High-temperature solution nitriding for materials innovation
- Nitriding of additively manufactured (stainless) steel components.

**Peter SOMMER**

Werkstofftechnik GmbH  
GERMANY

- Vocational training as a materials tester at Edelstahlwerk Witten
- Studied materials science at the TU Berlin, graduating as a Dipl.-Ing.
- Five years as a research assistant in the Department of Mechanical Engineering/Materials Engineering at the Mercator University Duisburg with doctorate (Dr.-Ing.)
- Seven years Technical Managing Director at Schwing Verfahrenstechnik GmbH (Fluidized bed technology)
- October 1988: Foundation of Dr. Sommer Werkstofftechnik GmbH
- 2013: Buyout of the former metallography and strength testing laboratory of Böhler Edelstahl, Düsseldorf

- 2018: Buyout of the former materials testing laboratory of Schmolz & Bickenbach, Neuss Auditor for the heat treatment process with 130 audits in the USA, Brazil, China, India, England, Spain, Italy, Finland, France, Austria and Germany
- 2012 – 2022: Lectureship at Rhine-Waal University of Applied Sciences, Kleve for the elective subject "Materials Testing and Failure Analysis"
- 2018: Appointment as honorary professor
- 2018 – 2021: Lectureship at the University of Duisburg for the obligatory subject Materials Science of steels
- 2012 Burgdorf award winner
- 2015 University Award winner from Rhine-Waal University of Applied Sciences in Kleve
- 2012 – 2019: Chairman of the DIN Standards Committee "Requirements for heat treatment plants"
- 2017 – 2021: Chairman of the VDI working group "Materials Technology" of the VDI Lower Rhine district
- 2016 – 2022: Member of the Board of Directors of the Heat Treatment and Materials Technology Working Group

**Faults Before, During and After Heat Treatment of Steels**

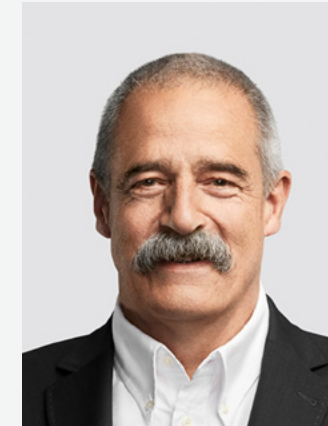
Numerous components and the majority of tools obtain their performance properties through specific heat treatment. This requires material-dependent temperature-time-atmosphere cycles, which can lead to very high stresses in the workpieces. Deviations from the best possible selection of heat treatment parameters can prevent further use of these workpieces. Excessive distortion, cracking and undesirable changes in edge composition are just some of the possible heat treatment errors.

However, it is often not realized that even with proper heat treatment, defects can occur that are latent in the workpiece and come to the surface due to the specific heat treatment conditions. For example

Residual stresses from mechanical processing are released by exceeding the recrystallization temperature. If these residual stresses are unevenly found in the workpiece, the results of the release of these residual stresses will also vary.

- The steels themselves can show a wide variety of imperfections or defects, which also have an effect on the heat treatment.
- Machining in the hard condition following heat treatment requires high precision to avoid cracking or changes in properties. Finally, improper operating conditions can lead to damage when the workpieces are used.

This short list makes it clear that faults can occur before, during and after heat treatment. The possible causes are almost unlimited, especially as several influencing factors can overlap. The presentation makes it clear that defects in heat-treated components are not always due to a heat treatment fault.

**Karl-Michael WINTER**

Nitrex  
GERMANY

Karl-Michael Winter, serving as Nitrex's Vice President of Global R&D and Engineering, oversees the company's global research and development initiatives. Since assuming the role in 2019, he has played a pivotal role in advancing Nitrex's existing product portfolio, processes, and technologies, while concurrently driving innovation in new product development.

Leading the charge in integrating Industrial Internet of Things (IIoT) solutions into Nitrex's smart product platform, Michael aims to enhance remote monitoring, operational analysis, and machine-to-machine interaction. This strategic initiative aims to optimize operational efficiency, increase uptime, improve performance, and achieve cost-effectiveness.

With an extensive background spanning over three decades, including his tenure as Vice President R&D at United Process Controls, and leadership roles at Process-Electronic, AEG, and Siemens, Michael brings a wealth of experience to the heat treatment field. His active participation in the AWT establishes him as a respected authority in furnace process controls and automation.

**New Generation of Post-Oxidized Brake Rotors**

Brake emissions are a substantial source of particles in urban areas, increasing the total number of particles in the air and contributing to PM 2.5 pollution. In 2025, the EU Commission plans to present the new Euro 7 exhaust emissions standard, which will introduce strict regulations on particulate emissions for passenger cars and commercial vehicles. With engine particulate emissions steadily decreasing over the last few decades, the current major source for particulate matter (PM) and particulate number (PN) is tires and braking systems.

Brake corrosion has increased due to the introduction of energy recovery systems, as well as the use of engine braking by intelligent automatic transmissions. This will only continue to increase due to new requirements for electromobility, which reduces mechanical braking to a minimum. Common brake discs are made of cast iron, which rusts. When brakes are not in use, the rust coating is no longer abraded by brake pads and corrosion extends deeper, resulting in significantly higher brake disc wear, especially on rear brakes. This adds to PM and PN pollution.

Applying the ferritic nitrocarburizing process (FNC) to grey cast-iron (GCI) brake rotors has been proven to provide a suitable technical and economical solution when paired with a stress relieving process (SR) prior to final machining. This is especially important as the projected worldwide automotive disc brake market is set to reach a volume of USD\$18 billion by 2025.

Nitrex, a solution provider for heat-treating equipment and services and an expert in nitriding processes, has invested in research into wear-resistant nitrocarburized, nitrocarburized, and postoxidized surfaces on cast and steel parts. A new generation of post-oxidized layers is a conversion coated in-situ controlled post-oxidation that we name Smart-ONC because of its "self-healing" properties. We are adding an additional protection barrier whereby we add another metal that provides high corrosion resistance and protects the surface from any damage or failures.

Nitrex is providing a solution that enables the high-volume production of ferritic nitrocarburized (FNC) brake rotors able to meet the requirements of automotive and other transport companies.

# BHTS 2024

## BOSPHORUS

### Scientific Committee Members

Bilim Kurulu Üyeleri

#### Mehmet ASAY

Metalurji ve Malzeme Mühendisi

#### Bilgi ÇENGELLİ

Bodycote İstaş

#### Hasan ÇEP

Alpha Metalurji

#### Hüseyin ÇİMENOĞLU

İstanbul Teknik Üniversitesi

#### C. Hakan GÜR

Orta Doğu Teknik Üniversitesi

#### Bora ÖZKAN

IPSEN

#### Havva KAZDAL ZEYTİN

Tübitak MAM

1. Microstructure conversion
2. Mechanical, physical and tribological properties
3. Advanced heat treating manufacturing processes
4. Vacuum heat treatment
5. Cryogenic treatment and tempering process
6. Bainitizing
7. Induction and low energy magnetic heating
8. Quenchants and quenching technology
9. Heat treating equipment
10. Application of nanotechnology
11. Mathematical modelling and process simulation
12. Green energy and carbon footprint
13. Surface preparation techniques
1. Mikroyapı dönüşümleri
2. Mekanik, fiziksel ve tribolojik özellikler
3. Gelişmiş ısıtım üretim süreçleri
4. Vakum ısıtım işlemi
5. Kriyojenik işlem ve temperleme işlemi
6. Beynitlenme
7. İndüksiyon ve düşük enerji manyetik ısıtım
8. Takım ve kalıpların ısıtım işlem ve yüzey mühendisliği
9. Isıtım ekipmanları
10. Nanoteknoloji uygulamaları
11. Matematiksel modelleme ve süreç simülasyonu
12. Yeşil enerji ve karbon ayak izi
13. Yüzey hazırlama teknikleri

# BHTS 2024

## BOSPHORUS

### PROGRAM AT A GLANCE

#### BİR BAKIŞTA PROGRAM

#### 25 April / Nisan, Thursday / Perşembe

09.00	Registration / Kayıt
09.55-10.40	Opening Statements / Açılış Konuşmaları
10.40-11.00	Plaque Ceremony / Plaket Töreni
11.20-12.30	Planery Panel / Açılış Paneli
12.30-13.30	Lunch / Öğle Yemeği
13.30-14.50	Session 1 / 1. Oturum
14.50-15.10	Coffee Break / Çay-Kahve Arası
15.10-16.30	Session 2 / 2. Oturum
16.30-16.50	Coffee Break / Çay-Kahve Arası
16.50-17.50	Session 3 / 3. Oturum
18.00	Stand Closing / Stand Kapanışı
19.30	Gala Dinner with Sistem Teknik Gala Yemeği Sistem Teknik Sponsorluğunda

#### 26 April / Nisan, Friday / Cuma

09.30-10.50	Session 4 / 4. Oturum
10.50-11.10	Coffee Break / Çay-Kahve Arası
11.10-12.30	Session 5 / 5. Oturum
12.30-13.30	Lunch / Öğle Yemeği
13.30-14.30	Session 6 / 6. Oturum
14.30-14.50	Coffee Break / Çay-Kahve Arası
14.50-15.50	Session 7 / 7. Oturum
15.50-16.10	Coffee Break / Çay-Kahve Arası
16.10-17.10	Session 8 / 8. Oturum
18.00	Symposium Closing / Sempozyum Kapanışı

**SYMPOSIUM PROGRAMME**  
**1<sup>st</sup> DAY (25<sup>th</sup> April 2024, Thursday)**

**SEMPOZYUM PROGRAMI**  
**1. GÜN (25 Nisan 2024, Perşembe)**

**Opening Ceremony / Açılış Töreni**

**25 April / Nisan, Thursday / Perşembe, 09.55-11.00**

**09.55-10.40**

**Opening Statements / Açılış Konuşmaları**

**Utku İNAN**

METEM Executive Board Member  
METEM Yürütme Kurulu Üyesi

**Koray YAVUZ**

MISAD Executive Board, Chair  
MISAD Yönetim Kurulu Başkanı  
BHTS2024 Organization Committee, Chair  
BHTS2024 Yürütme Kurulu Başkanı

**Prof. Massimo PELLIZZARI**

IFHTSE President  
IFHTSE Başkanı

**Ender YILMAZ**

İSO President of Assembly  
İSO Meclis Başkanı

**10.40-11.00**

**Plaque Ceremony / Plaket Töreni**

**Plenary Panel / Açılış Paneli**

25 April / Nisan, Thursday / Perşembe, 11.20-12.30

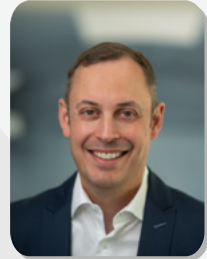
**The Future of Heat Treatment and Sustainability**  
Isıl İşlemin Geleceği ve Sürdürülebilirlik

**Moderator / Moderatör:**

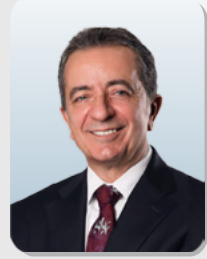


**Koray YAVUZ**  
MISAD  
Türkiye

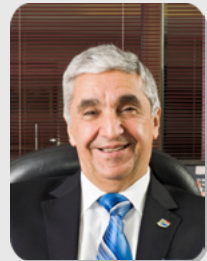
**Panelists / Panelistler:**



**Bora ÖZKAN**  
Ipsen  
Germany



**Fatih TAMAY**  
Yönetim Kurulu Üyeleri Derneği (YÜD)  
Türkiye



**Tamer TAŞKIN**  
Petrofer  
Türkiye

**SESSION / OTURUM - 1**

**Session Chairman / Oturum Başkanı:**

**C. Hakan GÜR**

Middle East Technical University

**13.30 - 14.10**

**Invited Speaker / Davetli Konuşmacı**

**Nitriding and Nitrocarburizing; An Interwoven Braid of Science and Innovation**

**Marcel A. J. SOMERS**

Technical University of Denmark  
Denmark

**14.10 - 14.50**

**Invited Speaker / Davetli Konuşmacı**

**New Generation of Post-Oxidized Brake Rotors**

**Karl Michael WINTER**

Nitrex  
Germany

**SESSION / OTURUM - 2**

**Session Chairman / Oturum Başkanı:**

**Massimo PELLIZZARI**

*IFHTSE*

**15.10 - 15.50**

**Invited Speaker / Davetli Konuşmacı**

**The Next Generation of Atmosphere Equipment, Goals of Reduce Energy, Less Atmosphere Consumption, Less NOx Emission, Less Manpower Requirement and High Performance**

**Andy CHEN**

*Marstate Industrial Corporation  
Taiwan*

**15.50 - 16.30**

**Invited Speaker / Davetli Konuşmacı**

**Faults Before, During and After Heat Treatment of Steels**

**Peter SOMMER**

*Werkstofftechnik GmbH  
Germany*

**SESSION / OTURUM - 3**

**Session Chairman / Oturum Başkanı:**

**Hüseyin ÇİMENOĞLU**

*Istanbul Technical University*

**16.50 - 17.10**

**Diligent Tool Steel Selection and Proper Heat Treatment of HPDC Dies with Respect to NADCA-Standards**

**Ingolf SCHRUFF, Petra BECKER**

*Kind & Co Edelstahlwerk  
Germany*

**17.10 - 17.30**

**Development of High Toughness Steel for Gigantic Dies and Molds of Die-Casting**

**Makoto HOB0, Masamichi KAWANO**

*Daido Steel  
Japan*

# SYMPOSIUM PROGRAMME

## 2<sup>nd</sup> DAY (26<sup>th</sup> April 2024, Friday)

# SEMPOZYUM PROGRAMI

## 2. GÜN (26 Nisan 2024, Cuma)

**BHTS2024**  
**BOSPHORUS**

28

**BHTS2024**  
**BOSPHORUS**

**26<sup>TH</sup> APRIL 2024, FRIDAY**  
**26 NİSAN 2024, CUMA**

### SESSION / OTURUM - 4

**Session Chairman / Oturum Başkanı:**

**Selçuk KILIÇARSLAN**

TEI-TUSAŞ

**09.30 - 09.50**

**Energy Consumption and CO2 Footprint - Comparison of LPC and GAS Carburizing**

**Matthias RINK**

Ipsen  
Germany

**09.50 - 10.10**

**Deep Case Low Pressure Carburizing**

**Sylvain BISSEL**

Fours Industriels BMI  
France

**10.10 - 10.30**

**The Potential of Medium Manganese Steels for Nitriding Applications**

**Sitki Can AKKUS<sup>1</sup>, Silvia RICHTER<sup>2</sup>, Nelli GORIN<sup>2</sup>, Ulrich KRUPP<sup>1</sup>, Alexander GRAMLICH<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Steel Institute of RWTH Aachen University, <sup>2</sup>Central Facility for Electron Microscopy  
Germany

**10.30 - 10.50**

**Nitrokarbürleme ve Son Oksidasyon Proseslerinin AISI 4140 Çeliğinin Mikroyapı ve Yüzey Özellikleri Üzerine Etkisi**

**Effect of Nitrocarburizing and Post Oxidation Processes on the Microstructure and Surface Properties of AISI 4140 Steel**

**Ümmihan T. YILMAZ<sup>1</sup>, Ayşe ERKAN<sup>2</sup>, Çelebi ERSOY<sup>2</sup>, Volkan KILIÇLI<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Kırıkkale Üniversitesi, <sup>2</sup>Döksen Isıl İşlem Arge Merkezi, <sup>3</sup>Gazi Üniversitesi  
Türkiye

29



**SESSION / OTURUM - 5**

**Session Chairman / Oturum Başkanı:**

**Utku İNAN**

*BDİ Metal*

**11.10 - 11.50**

**Invited Speaker / Davetli Konuşmacı**

**Pyrometric Requirements In Aviation Industry**

Havacılık Sektöründeki Pirometrik Gereklilikler

**Yasemin ÖZKAN**

*TEI-TUSAŞ  
Türkiye*

**11.50 - 12.10**

**Smart 0-Carbon Energy Grids of the Future and Carbon Footprint Reporting Demands and Their Impact on Heat Treating**

**Bora ÖZKAN**

*Ipsen  
Germany*

**12.10 - 12.30**

**Strategies for the Decarbonisation of Reheating and Heat Treatment Processes in the Steel Industry**

Çelik Endüstrisinde Yeniden Isıtma ve Isıl İşlem Süreçlerinin Karbonsuzlaştırılmasına Yönelik Stratejiler

**Gökhan GULA, Malte FLIESS**

*Tenova LOI Thermprocess  
Germany*

**SESSION / OTURUM - 6**

**Session Chairman / Oturum Başkanı:**

**Havva KAZDAL ZEYTİN**

*Baykar Teknoloji*

**13.30 - 13.50**

**Elektrocüruf Yeniden Ergitme (ESR) ve Açık Kalıpta Dövme ile Takım Çeliklerinin Üretiminde Isıl İşlem Uygulaması: Yerli Üretim ve Metalurjik Özelliklerin İleri Düzeyde Geliştirilmesi**

Heat Treatment Application in the Production of Tool Steels with Electroslag Remelting and Open-Die Forging: Advanced Development of Indigenous Production and Metallurgical Properties

**Emre BARUTCU<sup>1,2</sup>, Ersel ÇELİK<sup>1</sup>, Funda ÖZMEL<sup>1</sup>, Bertan PARMAKSIZOĞLU<sup>1,2</sup>, Arcan F. DERİCİOĞLU<sup>1,3</sup>**

*<sup>1</sup>Asil Çelik, <sup>2</sup>Bursa Teknik Üniversitesi, <sup>3</sup>Orta Doğu Teknik Üniversitesi  
Türkiye*

**13.50 - 14.10**

**Experiences with the Application of the NADCA Standard in the Hardening Shop**

**Klara TESARKOVA**

*Bodycote HT  
Czech Republic*

**14.10 - 14.30**

**Sıcak Haddelenmiş Q&P Çelikleri Isıl İşlem Parametrelerinin Mekanik ve Mikroyapısal Özelliklere Etkisinin İncelenmesi**

The Investigation of Heat Treatment Parameters on Hot-Rolled Q&P Steels on Mechanical and Microstructural Properties

**Ali Can AŞKIN, Gözde ALDIKAÇTI, Yusuf YAMANTÜRK, Ferhat İMAL, Emrullah ÇELİKKOL, Abdullah SEZER**

*Erdemir Demir Çelik Fabrikaları  
Türkiye*

**SESSION / OTURUM - 7**

**Session Chairman / Oturum Başkanı:**

**Bilgi ÇENGELLİ**

Bodycote

**14.50 - 15.10**

**Retained Austenite: Non-Destructive Analysis By Using X-Ray in Compliance with Standard Practice ASTM E 975-13**

**Alessandro TORBOLI**

GNR Analytical Instrument Group  
Italy

**15.10 - 15.30**

**Induction Heating for Advance Manufacturing-Induction 4.0**

**Sergio FORNER**

GH Induction  
Spain

**15.30 - 15.50**

**Laser Polishing of Wear Resistant Cold Work Steel 1.2379**

Çelik Endüstrisinde Yeniden Isıtma ve Isıl İşlem Süreçlerinin Karbonsuzlaştırılmasına Yönelik Stratejiler

**Jens Jonas WILZER<sup>1</sup>, Marcel BESTENLEHRER<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Dörrenberg Edelstahl GmbH, <sup>2</sup>Bestenlehrer GmbH  
Germany

**SESSION / OTURUM - 8**

**Session Chairman / Oturum Başkanı:**

**Nuri KIZILTAN**

Sarsılmaz Silah

**16.10 - 16.30**

**The Effect of Plasma Nitriding Temperature on the Wear Behaviour of Pre-Hardened Low Alloy Steel**

Ön Sertleştirilmiş Düşük Karbonlu Çeliğin Aşınma Davranışına Plazma Nitrasyon Sıcaklığının Etkisi

**Erdem BALCI<sup>1</sup>, Mertcan KABA<sup>1</sup>, Soydan KENEŞ<sup>2</sup>, Hüseyin ÇİMENOĞLU<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Istanbul Technical University, <sup>2</sup>Istanbul Isıl İşlem  
Türkiye

**16.30 - 16.50**

**Numerical and Experimental Investigation of Natural Aging Behaviour of AA 6061 Alloy**

AA 6061 Alaşımının Doğal Yaşlanma Davranışının Sayısal ve Deneysel Yöntemlerle İncelemesi

**Öncü AKYILDIZ<sup>1</sup>, Cem SAYAR<sup>1</sup>, Barış ÇETİN<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Hitit University, <sup>2</sup>FNSS Savunma Sistemleri  
Türkiye

**16.50 - 17.10**

**Influence of Niobium Content on the Structure and Wear Performance of Borided Ti-Nb Alloys**

Niyobyum İçeriğinin Borlanmış Ti-Nb Alaşımlarının Yapısı ve Aşınma Performansı Üzerindeki Etkisi

**Batuhan SORUŞBAY<sup>1</sup>, Mertcan KABA<sup>2</sup>, Faiz MUHAFFEL<sup>2</sup>, Ferit SİYAHCAN<sup>2</sup>, M. Suat SOMER<sup>3</sup>, H. Özkan GÜLSOY<sup>1</sup>, Hüseyin ÇİMENOĞLU<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Marmara University, <sup>2</sup>Istanbul Technical University, <sup>3</sup>Koc University  
Türkiye

# POSTER PRESENTATIONS

## POSTER SUNUMLARI

**BHTS2024**  
BOSPHORUS

**BHTS2024**  
BOSPHORUS

POSTER PRESENTATIONS  
POSTER SUNUMLARI

### BHTS-P1

#### Hidrolik Kırıcı Ataşmanı Uçları için Uygun Malzeme Seçimi ve Analizi

Suitable Material Selection and Analysis for Hydraulic Breaker Attachment Chisels

**Anıl ERİŞEN<sup>1</sup>, Serdar Osman YILMAZ<sup>2</sup>, Bilgin KARA<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Inan Makina, <sup>2</sup>Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi  
Türkiye

### BHTS-P2

#### Sementasyon Prosesi Uygulanmış Tuz Ortamında Su Verme İşlemine Tabi Tutulmuş 14NiCr14 Çelikte Kriyojenik Sıcaklığının Kalıntı Östenit Miktarı Üzerine Etkisinin XRD Metodu ile İncelenmesi

Investigation of the Effect of Cryogenic Temperature on the Residual Eustenite amount in 14NiCr14 Steel Subjected to Quenching Process in Salt Medium by XRD Method

**Zeynep Ece DOĞRU, Nisanur KISA, İlknur PEHLİVAN**

Kale Kalıp Makine  
Türkiye

### BHTS-P3

#### Mikro Alaşımli Çeliklerde Isıl İşlem

Heat Treatment of Micro Alloy Steels

**Caner TUNA<sup>1</sup>, Gürkan GÜMÜŞ<sup>1</sup>, Hakan ERÇAY<sup>1</sup>,  
Tuncay DİKİCİ<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Özkan Demir Çelik, <sup>2</sup>Dokuz Eylül Üniversitesi  
Türkiye

**BHTS-P4**

**VF-1D-A-696 Tipi Vakum Fırınının NADCA Testi Soğutma Performansı ve Enerji Tüketimi Analizi**

Cooling Performance and Energy Consumption Analysis of NADCA Test on VF-1D-A-696 Type Vacuum Furnace

**Alper KELEŞOĞLU**

Sistem Teknik Sanayi Fırınları  
Türkiye

**BHTS-P5**

**Factors Affecting Hardness and Microstructure in Heat Treatment of Steel Materials in Production of Steering and Suspension System Parts**

Direksiyon ve Süspansiyon Sistemi Parçalarının Üretiminde Çelik Malzemelerin Isıl İşleminde Sertlik ve Mikro Yapıyı Etkileyen Faktörler

**Sefer KOÇAK, Güray ÇAKIR**

Ditaş Doğan Yedek Parça İmalat ve Teknik  
Türkiye

CONTENTS

İÇİNDEKİLER

**43****Diligent Tool Steel Selection and Proper Heat Treatment of HPDC Dies with Respect to NADCA- Standards****Ingolf SCHRUFF, Petra BECKER**Kind & Co Edelstahlwerk  
Germany**49****Development of High Toughness Steel for Gigantic Dies and Molds of Die-Casting****Makoto HOB0, Masamichi KAWANO**

Daido Steel

Japan

**52****Deep Case Low Pressure Carburizing****Sylvain BISSEL**

Fours Industriels BMI

France

**57****The Potential of Medium Manganese Steels for Nitriding Applications****Sitki Can AKKUS<sup>1</sup>, Silvia RICHTER<sup>2</sup>, Nelli GORIN<sup>2</sup>,****Ulrich KRUPP<sup>1</sup>, Alexander GRAMLICH<sup>1</sup>**<sup>1</sup>Steel Institute of RWTH Aachen University, <sup>2</sup>Central Facility for Electron Microscopy Germany**62****Nitrokarbürleme ve Son Oksidasyon Proseslerinin AISI 4140 Çeliğinin Mikroyapı ve Yüzey Özellikleri Üzerine Etkisi**

Effect of Nitrocarburizing and Post Oxidation Processes on the Microstructure and Surface Properties of AISI 4140 Steel

**Ümmihan T. YILMAZ<sup>1</sup>, Ayşe ERKAN<sup>2</sup>, Çelebi ERSOY<sup>2</sup>, Volkan KILIÇLI<sup>3</sup>**<sup>1</sup>Kırıkkale Üniversitesi, <sup>2</sup>Döksen Isıl İşlem Arge Merkezi, <sup>3</sup>Gazi Üniversitesi  
Türkiye**69****Strategies for the Decarbonisation of Reheating and Heat Treatment Processes in the Steel Industry**

Çelik Endüstrisinde Yeniden Isıtma ve Isıl İşlem Süreçlerinin Karbonsuzlaştırılmasına Yönelik Stratejiler

**Gökhan GULA, Malte FLIESS**Tenova LOI Thermprocess  
Germany**74****Elektrocüruf Yeniden Ergitme (ESR) ve Açık Kalıpta Dövme ile Takım Çeliklerinin Üretiminde Isıl İşlem Uygulaması: Yerli Üretim ve Metalurjik Özelliklerin İleri Düzeyde Geliştirilmesi**

Heat Treatment Application in the Production of Tool Steels with Electroslag Remelting and Open-Die Forging: Advanced Development of Indigenous Production and Metallurgical Properties

**Emre BARUTCU<sup>1,2</sup>, Ersel ÇELİK<sup>1</sup>, Funda ÖZMEL<sup>1</sup>, Bertan PARMAKSIZOĞLU<sup>1,2</sup>, Arcan F. DERİCİOĞLU<sup>1,3</sup>**<sup>1</sup>Asil Çelik, <sup>2</sup>Bursa Teknik Üniversitesi, <sup>3</sup>Orta Doğu Teknik Üniversitesi  
Türkiye**81****Experiences with the Application of the NADCA Standard in the Hardening Shop****Klara TESARKOVA**Bodycote HT  
Czech Republic**85****Sıcak Haddelenmiş Q&P Çelikleri Isıl İşlem Parametrelerinin Mekanik ve Mikroyapısal Özelliklere Etkisinin İncelenmesi**

The Investigation of Heat Treatment Parameters on Hot-Rolled Q&amp;P Steels on Mechanical and Microstructural Properties

**Ali Can AŞKIN, Gözde ALDIKAÇTI, Yusuf YAMANTÜRK, Ferhat İMAL,****Emrullah ÇELİKKOL, Abdullah SEZER**Erdemir Demir Çelik Fabrikaları  
Türkiye**92****Induction Heating for Advance Manufacturing-Induction 4.0****Sergio FORNER**GH Induction  
Spain**97****Laser Polishing of Wear Resistant Cold Work Steel 1.2379**

Çelik Endüstrisinde Yeniden Isıtma ve Isıl İşlem Süreçlerinin Karbonsuzlaştırılmasına Yönelik Stratejiler

**Jens Jonas WILZER<sup>1</sup>, Marcel BESTENLEHRER<sup>2</sup>**<sup>1</sup>Dörrenberg Edelstahl GmbH, <sup>2</sup>Bestenlehrer GmbH  
Germany**100****The Effect of Plasma Nitriding Temperature on the Wear Behaviour of Pre-Hardened Low Alloy Steel**

Ön Sertleştirilmiş Düşük Karbonlu Çeliğin Aşınma Davranışına Plazma Nitrasyon Sıcaklığının Etkisi

**Erdem BALCI<sup>1</sup>, Mertcan KABA<sup>1</sup>, Soydan KENEŞ<sup>2</sup>, Hüseyin ÇİMEN0ĞLU<sup>1</sup>**<sup>1</sup>Istanbul Technical University, <sup>2</sup>Istanbul Isıl İşlem  
Türkiye

**101****Numerical and Experimental Investigation of Natural Aging Behaviour of AA 6061 Alloy**  
AA 6061 Alaşımının Doğal Yaşlanma Davranışının Sayısal ve Deneysel Yöntemlerle İncelemesi  
**Öncü AKYILDIZ<sup>1</sup>, Cem SAYAR<sup>1</sup>, Barış ÇETİN<sup>2</sup>**<sup>1</sup>Hitit University, <sup>2</sup>FNSS Savunma Sistemleri  
Türkiye**104****Influence of Niobium Content on the Structure and Wear Performance of Borided Ti-Nb Alloys**  
Niyobyum İçeriğinin Borlanmış Ti-Nb Alaşımlarının Yapısı ve Aşınma Performansı Üzerindeki Etkisi  
**Batuhan SORUŞBAY<sup>1</sup>, Mertcan KABA<sup>2</sup>, Faiz MUHAFFEL<sup>2</sup>, Ferit SİYAHCAN<sup>2</sup>,  
M. Suat SOMER<sup>3</sup>, H. Özkan GÜLSOY<sup>1</sup>, Hüseyin ÇİMENOĞLU<sup>2</sup>**<sup>1</sup>Marmara University, <sup>2</sup>Istanbul Technical University, <sup>3</sup>Koc University  
Türkiye**105****Hidrolik Kırıcı Ataşmanı Uçları için Uygun Malzeme Seçimi ve Analizi**  
Suitable Material Selection and Analysis for Hydraulic Breaker Attachment Chisels  
**Anıl ERİŞEN<sup>1</sup>, Serdar Osman YILMAZ<sup>2</sup>, Bilgin KARA<sup>1</sup>**<sup>1</sup>İnan Makina, <sup>2</sup>Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi  
Türkiye**112****Sementasyon Prosesi Uygulanmış Tuz Ortamında Su Verme İşlemine Tabi Tutulmuş 14NiCr14 Çelikte Kriyojenik Sıcaklığının Kalıntı Östenit Miktarı Üzerine Etkisinin XRD Metodu ile İncelenmesi**

Investigation of the Effect of Cryogenic Temperature on the Residual Eustenite amount in 14NICR14 Steel Subjected to Quenching Process in Salt Medium by XRD Method

**Zeynep Ece DOĞRU, Nisanur KISA, İlknur PEHLİVAN**Kale Kalıp Makine  
Türkiye**119****Mikro Alaşımli Çeliklerde Isıl İşlem**  
Heat Treatment of Micro Alloy Steels**Caner TUNA<sup>1</sup>, Gürkan GÜMÜŞ<sup>1</sup>, Hakan ERÇAY<sup>1</sup>, Tuncay DİKİCİ<sup>2</sup>**<sup>1</sup>Özkan Demir Çelik, <sup>2</sup>Dokuz Eylül Üniversitesi  
Türkiye**123****VF-1D-A-696 Tipi Vakum Fırınının NADCA Testi Soğutma Performansı ve Enerji Tüketimi Analizi**

Cooling Performance and Energy Consumption Analysis of NADCA Test on VF-1D-A-696 Type Vacuum Furnace

**Alper KELEŞOĞLU**Sistem Teknik Sanayi Fırınları  
Türkiye**127****Factors Affecting Hardness and Microstructure in Heat Treatment of Steel Materials in Production of Steering and Suspension System Parts**  
Direksiyon ve Süspansiyon Sistemi Parçalarının Üretiminde Çelik Malzemelerin Isıl İşleminde Sertlik ve Mikro Yapıyı Etkileyen Faktörler  
**Sefer KOÇAK, Güray ÇAKIR**Ditaş Doğan Yedek Parça İmalat ve Teknik  
Türkiye

PROCEEDINGS

BİLDİRİLER

BHTS 2024  
BOSPHORUS

## Diligent Tool Steel Selection and Proper Heat Treatment of HPDC Dies with Respect to NADCA-Standards

### Ingolf SCHRUFF, Petra BECKER

Kind & Co Edelmetallwerk  
Germany

#### Abstract

The modern HPDC process imposes difficult loads to the die insert: thermal, cyclic, mechanical, and corrosive. We introduce the typical standard range of hot-work tool steels, but especially premium solutions that are tailored to this challenging environment. When selecting a suitable tool steel, the part and application is essential. A general guideline for the selection is presented.

The typical defect patterns, such as thermal shock or tension cracks, are shown and what steel properties are required to minimize those defects. The technical advantages of Kind&Co premium steel solutions for this purpose, in particular TQ1 and CS1 (listed in the NADCA classification), are discussed.

The best steel, however, can only play on its advantages if carefully and properly heat treated. The recommended parameters for the vacuum heat treatment of the individual steel solutions is therefore discussed.

In order to allow proper heat treatment, particularly rapid quenching, the die maker must follow some design and manufacturing practices. We present some examples of typical do's and don'ts.

#### 1. Introduction

High pressure die casting dies are expensive but efficient tools which are designed to produce castings both in large quantities and in highly reproducible quality. Size and weight of castings can vary between some 10 g and > 100 kg, size and weight of the die inserts accordingly. The expectations regarding performance and lifetime are high. In case of aluminum die casting the average die performance can scatter between 70.000 and > 200.000 shots. The calculated lifetime depends to a high degree on the type of casting. To be most cost efficient, the target therefore is to select the optimum tool steel material with the perfect properties to achieve exactly the desired operating times.

#### 2. Tool steel selection for die casting dies

Tool steels for die casting dies need to be selected with respect to their application, dimension, particular geometry, and specific loads. For simple geometries, standard solutions can be selected. In case parts get more complicated,

premium tool steel solutions may end up cheaper, if total costs are considered. The hardness level can be adapted to prevent or delay the defect pattern.

#### 2.1. Requirements and typical defects for tool steels

In Figure 1 the distribution of error causes for the failure of die casting dies is shown. These error causes derive from the various attacks on the die casting die, as there are:

- Thermal load,
- Cyclical load,
- Mechanical load, and
- Chemical load.

Obviously, thermal shock cracks are with 80% the most common failure occurring in this application, followed by tension cracks, corrosion, and washout. An example for thermal shock cracks is shown in Figure 2.

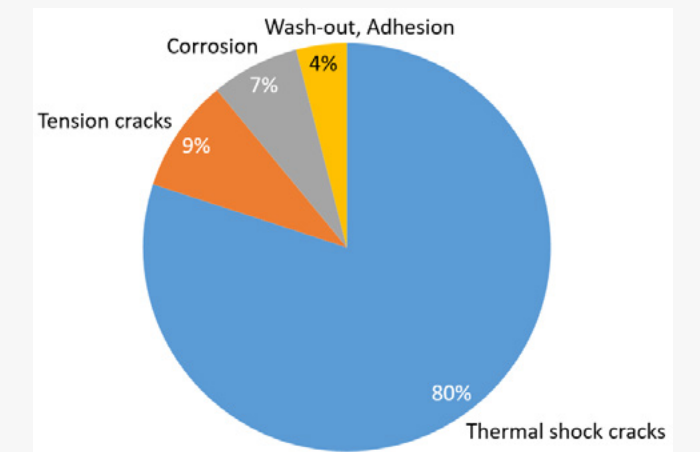
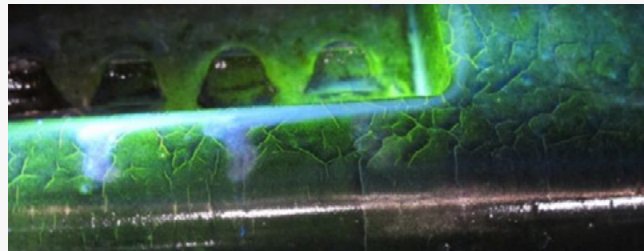


Figure 1. Reasons for failure of die inserts

To prevent or delay thermal shock cracks, you need a hot-work tool steel with high high-temperature strength, high-temperature toughness, tempering resistance, thermal shock resistance, and hot wear resistance. In this context, it needs to be considered that crack formation can be prevented or delayed by higher hardness or strength, while crack propagation is delayed by a higher toughness. Unfortunately, these properties cannot be chosen independently.

If you look at wear, it is mostly hardness that decreases this symptom. On the other hand, increasing hardness, mostly also decreases the toughness of the material and you end up in a conflict of goals (trade-off).



**Figure 2.** Thermal shock/ fatigue cracks on the surface of a die casting die

To choose the best combination of tool steel solution and hardness, it is good to consider the stress applying to the die in advance. Assuming you have a complex die with many narrow ribs that are in contact with the melt for a long time and are therefore exposed to high temperatures, it is useful to reduce hardness. As a consequence, the ductility of the insert will be increased and the risk of gross cracking will be reduced. At the same time, the propagation of thermal shock cracks is delayed.

In case, you have a die suffering from abrasive wear, it is better to increase the hardness as harder materials are generally more wear resistant. To meet all these requirements, Kind&Co has a number of different grades on stock which can be heat treated to different hardness levels.

### 3. Hot-work tool steels and their properties

Together with its partner Alpha Metalurji A.Ş./Kind Celik A.Ş., Kind&Co is able to supply a number of good standard and premium steels for die casting dies in Turkey. With respect to the high demands concerning homogeneity and toughness Kind&Co produces hot-work tool steels for HPDC dies exclusively via the Electro-Slag-Remelting (ESR) technology. ESR hot-work tool steels with internationally standardized analysis, provide a well balanced profile of properties, a stable tooling behaviour, and have been established in the markets for long time. However, the analysis does not define the properties alone – they also need to be executed well, particularly forging and heat treatment can make a significant difference. Kind&Co produces standardized analyses with great care and diligence, that is why we refer to them as “Good standard” in this paper.

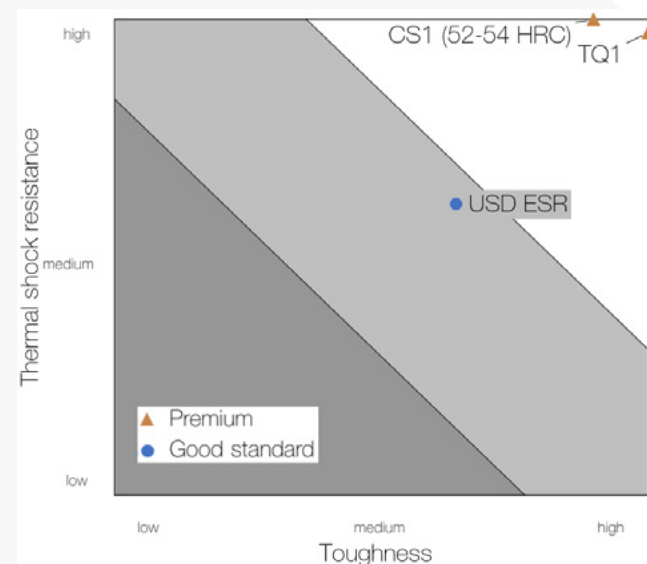
“Premium” has been defined here for special hot-work tool steels specifically developed by Kind&Co for certain applications, with a combination of properties excellently matching with the HPDC process and offering improved die

life. In contrast, NADCA uses the term “premium” for hot-work tool steels that have not necessarily been remelted [1].

Grade USD-ESR corresponds to the standardized grade 1.2344 (AISI H13) [2]. It can be regarded as good standard grade (Figure 3) for many applications. Due to the individual production processes at Kind&Co it, however, provides an excellent performance.

TQ1 and CS1 have been developed particularly to suit demands in HPDC. As Kind&Co premium grades they are based on the principle of highest purity not only their concentrations of P and S, but also of detrimental trace elements like Al, Cu, Zn have been drastically reduced. Additionally, these grades have also been forged and heat treated in a way that they can develop their best properties during the final heat treatment process.

The most important material properties in HPDC applications – thermal shock resistance and toughness – allow qualitative comparison of the different grades, Figure 3.



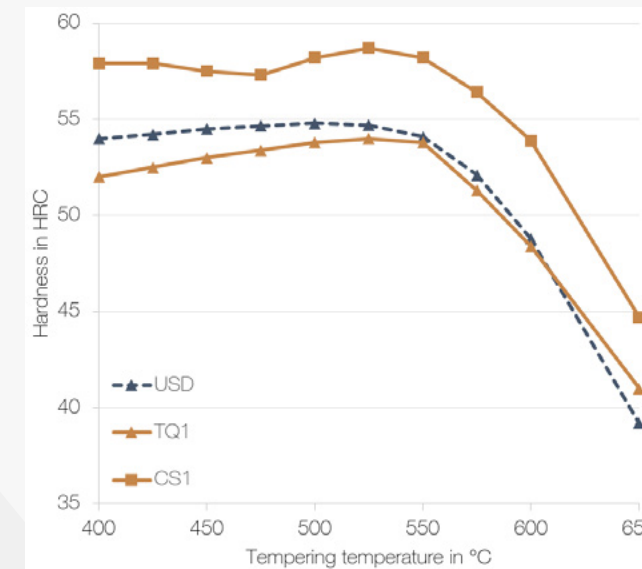
**Figure 3.** Characterization of hot-work tool steels for HPDC produced by Kind&Co, on stock in Turkey

As mentioned before the HPDC process introduces a high thermal load into the die. In order to avoid softening during the casting process, the selected hot-work tool steel needs to have sufficient tempering resistance.

On the one hand tempering curves of the hot-work tool steels (Figure 4) help to select the best suitable tool steel with respect to the thermal household of the dies. On the other hand they are an important tool for the heat treatment of dies. The three steel grades described in this paper are characterized by a definite secondary hardness maximum between 525 and 550 °C tempering temperature. The curves

indicate an improvement of tempering resistance in the sequence USD => TQ1 => CS1.

Grade CS1 displays not only the highest secondary maximum but also offers the highest resistance against tempering and this way against undesired softening during casting operation.



**Figure 4.** Tempering curves of hot-work tool steels for HPDC dies; all materials ESR

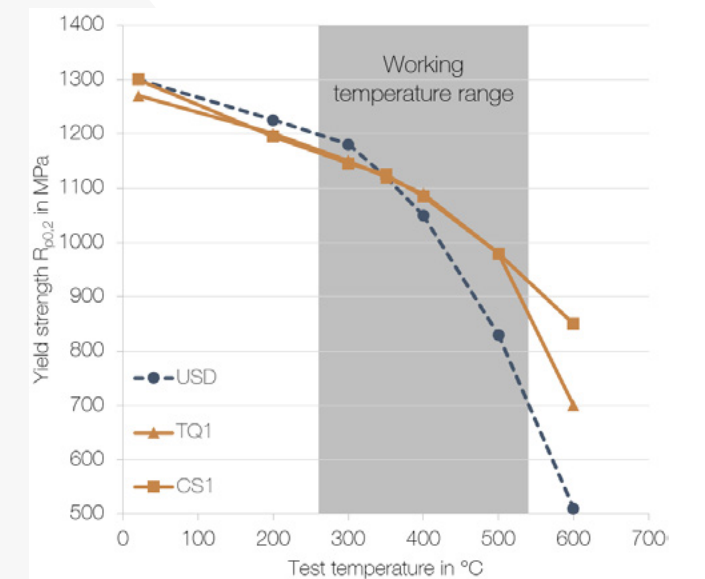
Good high-temperature strength is an important property of die steels in order to withstand the thermal loads of the HPDC process. The contact zone between liquid cast alloy and die is exposed to highest temperatures and therefore it makes sense to consider the range between 260 – 550 °C as working temperature. Therefore, Figure 5 presents the values of the yield strength  $R_{p0.2}$  of these steels for test temperatures up to 600 °C.

Up to a temperature of approximately 350°C the high-temperature strength of the steels is nearly the same. At higher temperatures which reflect the situation at the contact zone melt-die the premium steel grades, TQ1 and CS1 prove their higher high-temperature strength.

The grade CS1 has been developed as a hot-work tool steel to provide further increased high-temperature but simultaneously sufficiently high toughness. As CS1 develops a maximum hardness of 58 HRC, which exceeds the other steel grades significantly, this potential can be used in order to install a working hardness of up to 56 HRC in HPDC application. The benefit regarding high-temperature strength is shown in Figure 6.

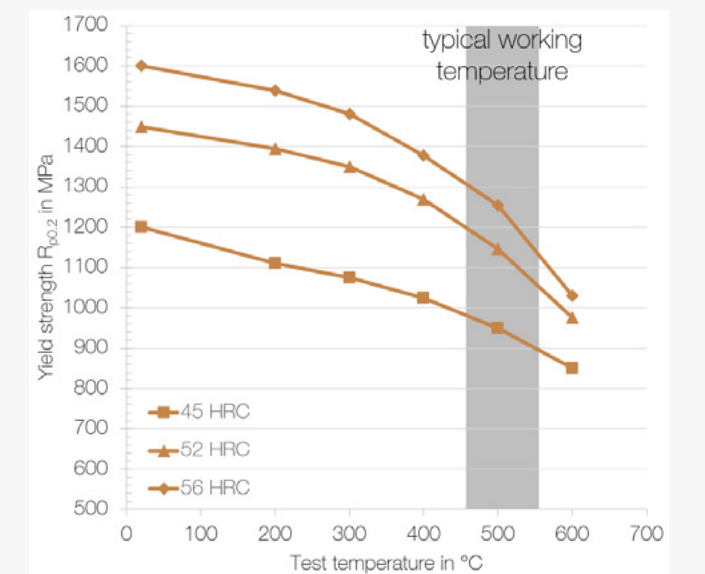
In order to withstand the sudden mechanical and thermal loads from the HPDC process suitable hot-work tool steels need to have sufficient toughness. Figure 7 displays typical

toughness values measured in ISO-V-impact bending tests on samples taken from the center of forged bars in transverse direction (hardness 45 HRC).



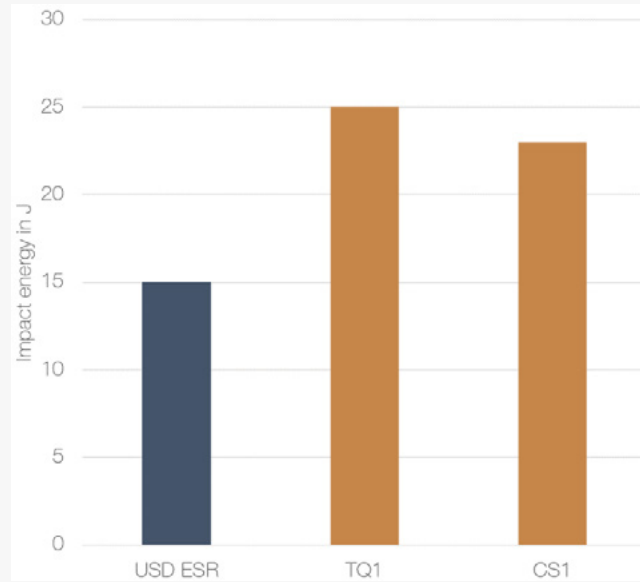
**Figure 5.** High-temperature strength of different steels with respect to working temperature; all samples hardened and tempered to 45 HRC prior to the tests

At high hardness levels of 54 HRC, the crack formation of CS1 is delayed significantly. Still, CS1 provides enough toughness reserve to hinder propagation even after the late appearance of the cracks.



**Figure 6.** High-temperature strength of hot-work tool steel CS1; comparison for three hardness levels



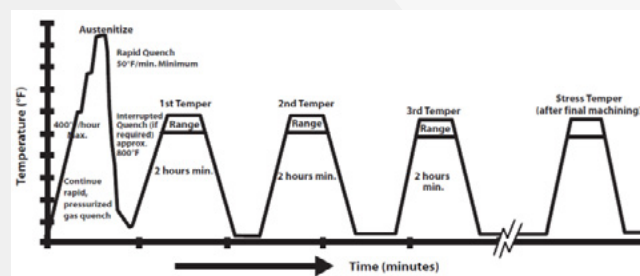


**Figure 7.** Impact toughness of hot-work tool steels for HPDC dies (ISO-V-samples, 45 HRC, transverse orientation, core of  $\varnothing$  320 mm)

### 3.1. Heat treatment meeting NADCA-requirements

The performance of die casting dies depends on the one hand on the quality of the used hot-work tool steel, on the other hand they can develop their potential of performance only after proper heat treatment.

To reach the desired microstructure according to NADCA-requirements, tool steels have to be heated in a vacuum furnace to austenitization temperature, held there for the appropriate soaking time and after that being quenched at a minimum rate of 28 K/min, with the option of temperature equalization during cooling if required. Figure 8 shows the schematic of recommended quench and temper heat treatment cycles showing triple tempering on H13/ 1.2344/ USD ESR [1].



**Figure 8.** Schematic of recommended quench and temper heat treatment cycles showing triple tempering on H13 [1]

Today vacuum hardening is state of the art for die casting dies. Each steel must be hardened and tempered according to its individually recommended parameters. With respect to vacuum hardening the austenitization temperature and

soaking time are the most important parameters. The corresponding data recommended by Kind&Co are listed in Table 1. These parameters can be perfectly fulfilled by Alpha Metalurji A.Ş./Kind Çelik A.Ş..

**Table 1.** Hardening temperatures and soaking times for vacuum hardening of hot-work tool steels for die casting dies

Steel Brand name	Austenitization Temp. in °C	Soaking time in min.
USD	1020	45
TQ1	1010	60
CS1	1030	60

### 3.2 Examples for tool steel selection

The selection of suitable hot-work tool steels for HPDC dies should always respect the specific requirements of the castings but also the scheduled number of castings per die.

Standard HPDC parts are for example automotive gear boxes and other components of the automotive powertrain. Dies for those products require hot-work tool steels with a well-balanced combination of

- High-temperature strength,
- Toughness, and
- Heat checking resistance.

For standard cases Kind&Co recommends grade USD-ESR (1.2344 ESR) which provides good high-temperature strength and tempering resistance. The definition of working hardness is always an important step in die making. The working hardness should always be defined with respect to tool steel grade and size and design of the dies.

HPDC products with visible or aesthetic surfaces can often be regarded as challenges for the caster. For those high surface requirements dies must have a high resistance against thermal shocks. Thermal shock cracks are not only transferred onto the casting but they also propagate into the steel and limit tool life.

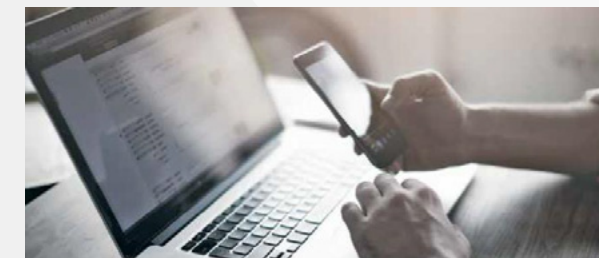
As thermal shock cracks are generated mainly by the external spray cooling process [3] their formation cannot be avoided completely but the selection of suitable tool steels, a carefully defined hardness, and a proper heat treatment can delay formation and propagation of thermal shock cracks. Within certain limits increased hardness can improve the thermal shock resistance of the steels. Increasing hardness goes along with rising fatigue strength with the negative effect of a simultaneously higher risk of gross cracking or cracks in small radii of the die inserts. The selection of premium tool steels with improved profiles of properties, especially improved high-temperature strength in combination with higher toughness, is a safer way to produce premium products than increasing the hardness of standard hot-work tool steels.

As shown in Figure 6 and Figure 7, the special hot-work tool steel CS1 provides a combination of outstanding working hardness and toughness, a combination of properties, which is very beneficial to delay formation and propagation of thermal fatigue cracks. Industrial tests with dies of CS1 resulted in lifetime improvements of up to 300 % compared to other high-class steels. CS1 is therefore recommended for HPDC dies for highest surface requirements.

The production of two-wheelers is a very important branch with high production numbers. Modern motorcycles have numerous die cast components. Many of them need to fulfil highest surface requirements – for aesthetic or technical reasons (Figure 9). CS1 could improve lifetime of die casting dies by up to 300 %.



**Figure 9.** Die cast motorcycle component, brake fluid reservoir [4]

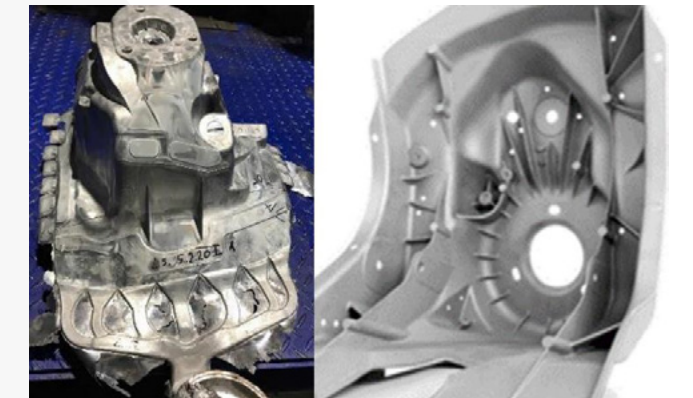


**Figure 10.** Cases for electronic components are products ideally cast in dies of CS1

Cases for laptop computers, mobile phones or other electronic devices (Figure 10) are cast products with highest requirements for accuracy and surface quality.

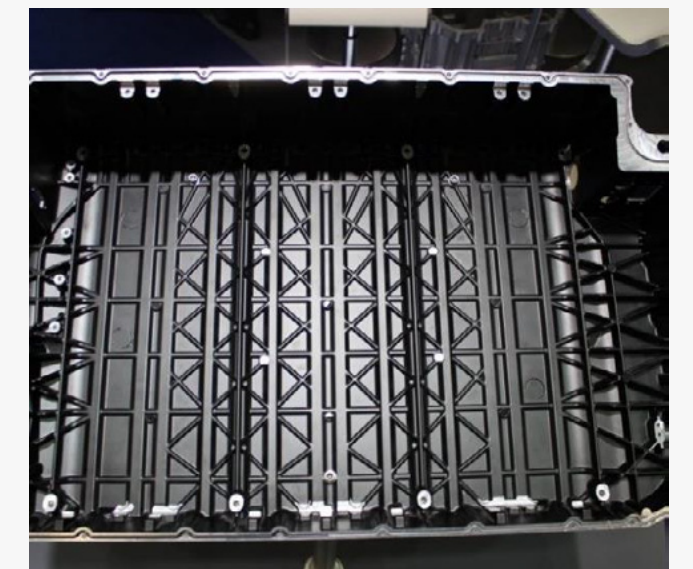
To produce large tools for structural components (Figure 11) or components in electric vehicles like battery housings (Figure 12), grade TQ1 is a promising solution. For various reasons, these castings require best surface conditions. The flow ways of the melt for these large parts are often very long. Products like shock towers receive their stability from

stiffening fins which on the other hand require corresponding groves in the die insert.



**Figure 11.** Shock tower; cast in die of TQ1 increases service life by more than 60% compared to H11 ESR

For the casting process this means that very often die casters help themselves by increasing the casting temperature of the melt and by casting with higher pressure and flow rate. All these steps result in higher thermal and mechanical stresses in die inserts. Grade TQ1 provides, as shown before, the necessarily improved high-temperature strength and toughness properties which are more and more required in order to produce these high-class cast products.



**Figure 12.** Battery housing for an electric vehicle (hybrid)

### 3.3 Design and manufacturing guidelines

Rapid quenching for tool steels is necessary to reach a martensitic microstructure, but it also induces massive stress in the die. This is on the one hand due to the temperature difference in the die, but also due to stresses deriving from the martensitic transformation. Therefore, it may be

necessary to stop the quenching for a while to be able to equalize the temperature profile.

Some other factors may also increase the stress pattern in the die: sharp corners or edges (Figure 13) as well as burrs and ridges (Figure 14).



Figure 13. Narrow radius in a HPDC die

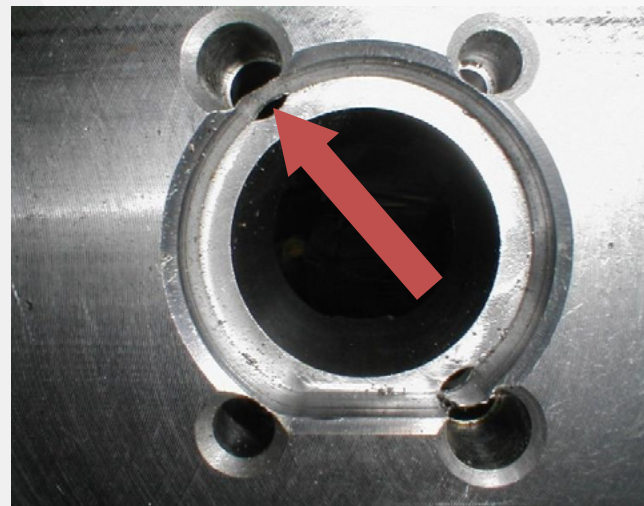


Figure 14. Burr that may induce rapid local cooling and therefore creates additional stress in the die

As the initial hardness of the CS1 is particularly high, these guidelines are especially important for this tool steel.

#### 4. Conclusion

High pressure die casting is a modern and effective production technology for metallic components in large quantities. Ongoing development of new cast products, increasing demands on their quality and growing economic pressure require reliably performing dies.

While standard products can be cast successfully in dies of USD-ESR, products with visual and aesthetic surfaces require hot-work tool steels with properties well adjusted to the increased loads on the dies. Special hot-work tool steels like TQ1 provide excellent high-temperature strength and toughness and offer potential to increase the lifetime significantly.

The fast growing market of two-wheeler production and parts like electronic/sensor housings (sealing surface) offer many challenges for premium cast products with highly aesthetic surfaces. The newly developed steel CS1 offers a unique combination of excellent high-temperature strength and toughness. It has proven its suitability for products with highest surface requirements successfully by increasing the die life by up to 300 %.

#### References

- [1] North American Die Casting Association, Special Quality Die Steel & Heat Treatment Acceptance Criteria for Die Casting Dies, Publication No. 229, 2022
- [2] Tool Steels - International Standard ISO 4957, 2018
- [3] Schruoff, I., Minimal Spray Cooling and Tool Steel Selection, Proceedings Int. Conference High Tech Die Casting 2016, 22 – 23 June 2016, Paper 28, Venice, Italy
- [4] Schruoff, I., The New Premium Grade CS1 – Solution for Die Casting Dies with Highest Surface Requirements, NADCA Transactions 2020, Paper 052

## Development of High Toughness Steel for Gigantic Dies and Molds of Die-Casting

Makoto HOBO, Masamichi KAWANO

Daido Steel  
Japan

#### Abstract

The electrification and light-weighting of automobiles have given birth to large die-cast products such as battery cases and vehicle body parts. The molds have also grown larger to match the castings, supporting the evolution of automobiles. On the other hand, large molds have a high risk of catastrophic cracking due to their low toughness. The causes of this low toughness are coarse crystalized carbides and coarse structures. Therefore, we have developed a steel that can be used confidently in large molds, which has fewer crystalized carbides and a fine structure. The developed steel produces fine martensite or bainite transformed at low temperatures even when cooled slowly, resulting in high toughness. We are currently studying the crystalized carbides in large-scale steel products of 8 tons or more. Simultaneously, final considerations to further increase impact values are being carried out with small-scale steel pieces.

#### 1. Introduction

The electrification and light-weighting of automobiles have given birth to large die-cast products such as battery cases and vehicle body parts. The molds have also grown larger to match the castings, supporting the evolution of automobiles. On the other hand, large molds have a high risk of catastrophic cracking due to their low toughness. The causes of this low toughness are coarse crystalized carbides and coarse structures. Therefore, we have developed a steel that can be used confidently in large molds, which has fewer crystalized carbides and a fine structure.

The number of coarse crystalized carbides will increase in large steel ingots which tend to have slow cooling rates.<sup>[1]</sup> Coarse bainite phases transformed at high temperature will be formed when the quenching speed is slow. Therefore, gross cracking may be induced by low toughness resulting from both coarse carbides and microstructures.

#### 2. Experimental Procedure

##### 2.1. Concept of New Steel Suitable for Large-size Molds

There are two requirements to be met as shown below:

- 1) Less coarse carbides even in large steel ingots.
- 2) Fine microstructures with slow cooling rates

Sizes of large section forged bars are; more than 450 mm in thicknesses and more than 750 mm in widths, and the weights are more than 2 mt.

#### 2.2. Experimental Study by Small-scale Steel Ingots

Two types of steels were developed after consideration of mold machinability and heat treatments. One is HT type and the other is PH type. HT type steel will be heat treated to be 42 – 48 HRC in hardness after rough machining. PH type steel will be heat treated to be 36 – 42 HRC in hardness prior to final machining process.

The position target of development is shown in Table 1. Machinability should be close to 1.2344 steel and heat-checking resistance should be better than 1.2344 steel. The most significant feature is gross-cracking avoidance due to high toughness. Consequently, mold lives can be prolonged by repeating repair welding of heat cracks.<sup>[2]</sup>

Table 1. The position target of development (same hardness)

		Machinability	Gross-cracking	Heat-checking
1.2344 steel		Excellent	NG	NG
1.2344 mod. (supreme)		Fair	Fair	Excellent
Dev. (conv.)	HT	Good	Excellent	Good
	PH	Excellent	Excellent	Fair

Two steels which correspond with above concept 1) and 2) were designed respectively. The concept 2) were investigated to achieve Martensite or low temperature transformed Bainite in spite of having slow cooling. Heat treatment routes which mock quenching of large-size molds were applied using small samples taken from 50kg of steel ingots in order to eliminate the effect of crystalized carbides and to develop efficiently.

### 3. Results and Discussion

#### 3.1. Transforming Temperature in Slow Cooling

Transformation starting temperatures below 500 °C are shown in Fig. 1. The minimum cooling rate for 1.2344 steel to fully transform to Martensite phase is 12 °C/min, and M<sub>s</sub> temperature then is about 300 °C. Developed steel has the same M<sub>s</sub> temperature as 1.2344 steel at the cooling rate of 12 °C/min. Even if the cooling rate becomes 3 °C/min, where B<sub>s</sub> temperature of 1.2344 steel rises to 370 °C, developed steel can maintain the same M<sub>s</sub> temperature. When the cooling rate becomes 0.75 °C/min, both steels tend to have B<sub>s</sub> points. However, B<sub>s</sub> temperature of developed steel is 350 °C which is about 80 °C less than that of 1.2344 steel.

#### 3.2. Microstructure of Tempered Steels

Quenching pattern was as follows: 7 °C/min from hardening temperature to 500 °C, 0.15 – 6 °C/min from 500 °C to 200 °C. The cooling pattern in low temperature range mocks quenching of large-size molds, where 6 °C/min will represent the surface and 1.35 °C and the less will represent the internal.

The microstructure photos tempered around 600 °C are shown in Fig. 2. Although the microstructure for 1.2344 steel's 6 °C/min is Bainite, it is fine because it had transformed at low temperature. On the other hand, Bainite structure for 0.45 °C/min is extremely coarse. Two developed steels become Martensite at a minimum of 6 °C/min. Moreover, their Bainite structures at 0.45 °C/min are as fine as that of 1.2344 steel at 6 °C/min.

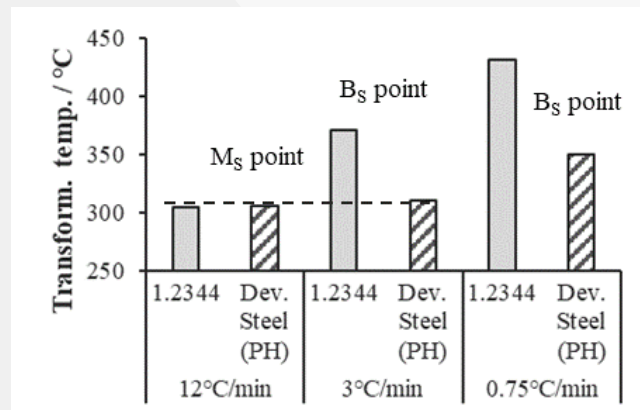


Fig. 1. M<sub>s</sub> and B<sub>s</sub> points (constant-cooling)

#### 3.3. Toughness of Tempered Steels

Slow cooling steels ranged from 0.15 – 1.35 °C/min at lower temperature were evaluated assuming internal parts of large-size molds. Charpy impact tests (per ASTM-A370) were taken place. Figure 3 shows absorbed energy of impact tests for steels cooled at 0.45 °C/min. Absorbed energy values for

developed steels were 1.5 to 2 times higher than those for 1.2344 steels under the same hardness. This tendency was the same for other quenching speeds.

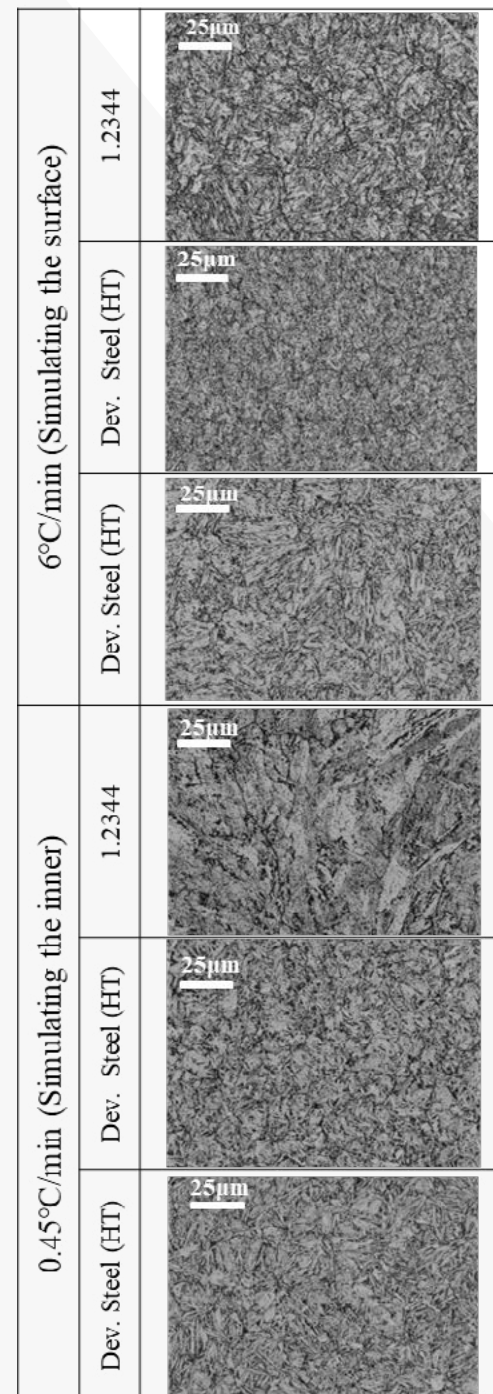


Fig. 2. Relationships between quenching speeds and microstructures. (Tempered steels)

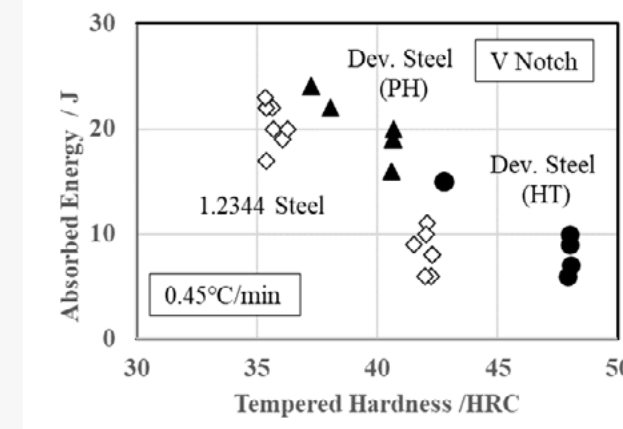


Fig. 3. Toughness of slow-cooled steels

The maximum hardness values in which steels can acquire at least 10 J of absorbed energy are shown in Table 2. The value for 1.2344 steel is as low as 41 HRC at 1.35 °C/min and 35 HRC at 0.15 °C/min. The value for HT type of the developed steel is as high as 45 – 46 HRC no matter what the cooling rates are. Similarly, the maximum hardness values in which steels can acquire at least 15 J are shown in Table 3. The value for 1.2344 steel is as low as 37 HRC at 1.35 °C/min and 32 HRC at 0.15 °C/min. The value for HT type of the developed steel is as high as 40 – 43 HRC no matter what the cooling rates are. Therefore, in case of slowly cooled large-size molds, good internal toughness can be secured for both of our developed steels.

Table 2. Max hardnesses that acquire toughness at least 10J

	1.35°C/min	0.45°C/min	0.15°C/min
1.2344 etc.	41 HRC	39 HRC	35 HRC
Dev. Steel (HT)	46 HRC	45 HRC	45 HRC

Table 3. Max hardnesses that acquire toughness at least 15J

	1.35°C/min	0.45°C/min	0.15°C/min
1.2344 etc.	37 HRC	37 HRC	32 HRC
Dev. Steel (HT)	43 HRC	41 HRC	40 HRC

### 4. Conclusion

The developed steels produce fine Martensite or Bainite transformed at low temperatures even when cooled slowly, resulting in high toughness. We are currently studying the crystallized carbides in large-scale steel products of 8 tons or more. Simultaneously, final considerations to further increase impact values are being carried out with small-scale steel pieces. Moving forward, infrastructures like heat and surface treatments, and die-cast machine sizes will be considered to meet diversified customer needs and to increase the perfection.

### References

- [1] K. Inoue, T. Ofuji, Y. Ichioka and T. Araki, ELECTRIC FURNACE STEEL, 76 (2005) 287.
- [2] N. Umemori, K. Horio and T. Masuda, ELECTRIC FURNACE STEEL, 85 (2014) 63.

## Deep Case Low Pressure Carburizing

Sylvain BISSEL

Fours Industriels BMI  
France

### Abstract

Carburizing is a thermochemical treatment that aims to increase superficial hardness by diffusing carbon into the treated part and quenching it. Their resistance to friction wear, impacts and fatigue is then improved. Depending on the application, the carburizing effective case depth must be adapted. High scale parts with high loads, such as in mining or wind turbine industry, are subjected to high contact pressures. Therefore, they require case depths that are higher than the depth affected by these contact pressures. Deep case carburizing consists in case depths from 2.5mm to above 4mm. The present work shows results of deep case low pressure carburizing performed in our vacuum oil quenching furnaces with the acetylene multi-boost ALLCARB® process, including our vertical vacuum oil quenching furnace V64THC.

### 1. Low Pressure Carburizing

#### 1.1. Gas carburizing types

Carburizing is usually performed on low-carbon and low-to-not-alloyed steels. The carburizing temperature is set so the steel is in austenitic phase. Indeed, carbon is more soluble in austenite than in ferrite. The different carburizing processes can be sorted according to the way the carbon is fed to the parts. For the carburizing by gas enriching, we distinguish:

- Atmosphere carburizing, which is performed in a controlled atmosphere furnace.
- Vacuum carburizing, which is performed in a vacuum furnace with carburizing gas pressure of a few millibars.

Tab. 1 sums up arguments for a comparison between atmosphere and vacuum carburizing [1]. While consuming less gas and energy, vacuum carburizing displays performance advantages. The use of low pressures makes metallic surfaces more reactive. Moreover, the acetylene (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>), which is used in this work as the carburizing gas, does not contain oxygen. Unwanted oxidation and dealloying of the treated parts are therefore avoided.

Criteria	Atmosphere carburizing	Vacuum carburizing
Temperature range (°C)	790-980	790-1100
Case uniformity <sup>(a)</sup> (mm)	± 0.25	± 0.05
Carbon transfer control	Yes	Time and temperature control
Load density <sup>(b)</sup> (kg/m <sup>3</sup> )	45-70	22.5-45 (for gaz quench) <sup>(c)</sup>
Carburizing time (min)	X minutes	X minutes minus 10-20%
Carbonitriding	NH <sub>3</sub> additions	NH <sub>3</sub> additions
Microstructure	Acceptable (in most cases)	Optimal (in most cases)
Internal oxidation (µm)	7-13 (common)	None
Carbides	Suppression difficult	Suppression possible
Dealloying	Yes <sup>(d)</sup>	None
Decarburization	Possible	None
Hydrogen pick-up	Yes (at high temperature)	Slight (internal porosity diffusion)
Furnace conditioning	Required (4h typical)	None
Shell temperature (°C)	> 65	<< 65
Environmental impact	Slight or none	CO/NO <sub>x</sub> emissions
Energy consumption	Low (~ 30%)	Lower (< 30%)
Gas consumption	High (x m <sup>3</sup> /h)	Low (3 to 6 times less)
Integration with cellular manufacturing	Difficult	Easy
Investment cost	Average	High

<sup>(a)</sup> Atmosphere and vacuum carburizing processes are typically different with respect to when gas additions are introduced. This has the greatest impact on case uniformity. In atmosphere carburizing, enriching gas is typically added after the furnace set point is reestablished. Depending on the mass and configuration of the workload, a large temperature differential can exist between different locations within the workload. In the case of vacuum carburizing, a soak or stabilisation period is built into the cycle to allow the workload to reach carburizing temperature prior to gas additions.

<sup>(b)</sup> Load density in vacuum carburizing equipment often is limited due to the use of high gas-pressure quenching chambers.

<sup>(c)</sup> In this paper, BMI furnaces use oil quench and are not concerned by this limitation.

<sup>(d)</sup> Due to oxidation at the part surface.

Tab. 1. Comparison between atmosphere and vacuum carburizing, from [1]

### 1.2. Low pressure carburizing with acetylene

When in contact with high temperature steel, acetylene dissociates in carbon and hydrogen [2]. The resulting carbon reacts with the iron from the steel parts and forms carbides. It is then diffused in the steel matrix (Fig. 1).

Based on this alternation of carbides generation and carbon diffusion, vacuum carburizing consists in 2 steps performed once (mono-boost) or repeatedly multiple times (multi-boost):

- Boost: gas injection to enrich the parts' surfaces in carbon. In this paper, the gas is acetylene (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>).
- Diffusion: carbon diffusion from surface to core of the treated parts (no gas injection during this step).

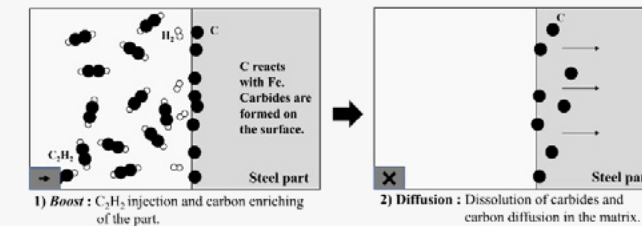


Fig. 1. Schematic representation of carbon enriching and diffusion during low pressure carburizing with acetylene

The advantage of the multi-boost sequencing is the possibility to bring only the required amount of carbon to carburize the part at each sequence. This results in an optimized carburizing gas consumption and avoids carbon saturation and soot deposition on the treated parts.

### 2. Materials and methods

#### 2.1. BMI vertical vacuum oil quenching furnace V6\_THC



Fig. 2. BMI vertical vacuum oil quenching furnace of the V6\_THC family

V6\_TH family are BMI's two-chamber vertical vacuum oil quenching furnaces for the treatment of large loads. The heating chamber can be maintained at a set temperature between the treatments. The airtight door inside guarantees zero interaction with oil vapors and thus helps to reach high vacuum levels. This furnace is equipped with a fully automatic handling system which allows a transfer time around 25 seconds (on V64TH160).

When equipped with ALLCARB®, the low-pressure carburizing option, the family is named V6\_THC (Fig. 2).

#### 2.2. Multi-boost carburizing with ALLCARB®

ALLCARB®, the acetylene multi-boost carburizing process, allows the user of an equipped BMI furnace to automatically define a multi-boost carburizing program. To do so, the user chooses a steel grade in a list, a carburizing temperature, a carburizing effective depth, a desired surface carbon content and the load area to carburize (Fig. 3). From these input data, ALLCARB® defines a number of boost-diffusion sequences and their respective durations. It is also possible to inject H<sub>2</sub> during the first carburizing sequence, whether it is in automatic mode (ALLCARB®) or in manual mode.

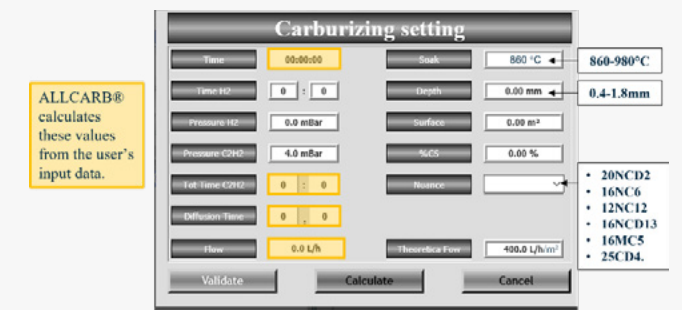


Fig. 3. Current ALLCARB® interface

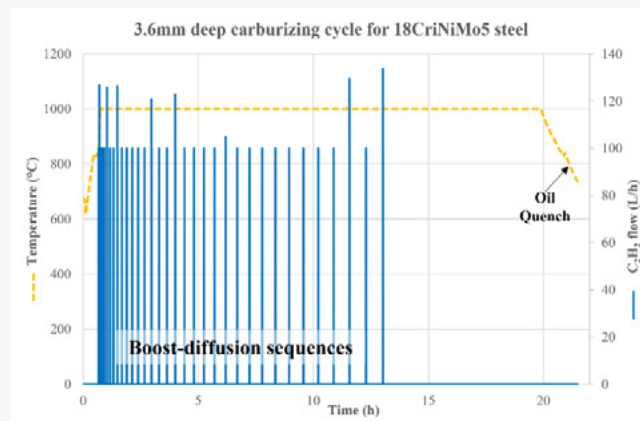
In order to improve the flexibility of the input parameters given by the user, and to simplify its use in general, ALLCARB® is currently being updated. The current version of ALLCARB® reliably covers (Fig. 3):

- o Carburizing temperatures from 860°C to 980°C;
- o Carburizing depths from 0.4mm to 1.8mm;
- o 6 usual carburizing steel grades (AFNOR): 20NCD2, 16NC6, 12NC12, 16NCD13, 16MC5 and 25CD4.

#### 2.3. Steel grade and test conditions

The results presented in this article are focused on samples and parts made of one steel grade newly added to the improved version of ALLCARB®: 18CrNiMo5. Every presented cycle has been defined with this new version and carburizing depth and temperature as input parameters.

The cycle displayed in Fig. 4 has been defined for a carburizing effective depth of 3.6mm and a carburizing temperature of 1000°C.



**Fig. 4.** Test cycle on 18CrNiMo5 parts with the improved ALLCARB® for a 3.6mm depth

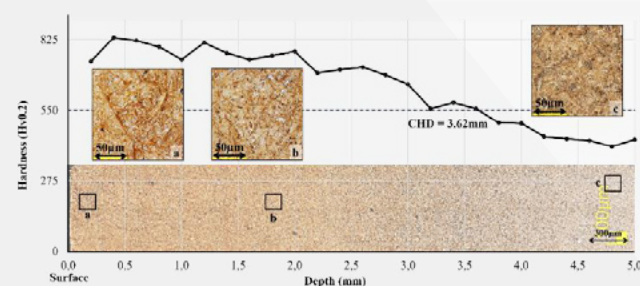
**Remark:** This paper focuses on the low pressure carburizing sequences. However, these sequences are part of a more global heat treatment. The treatment shown in Fig. 4 includes pre-heating steps before reaching the carburizing temperature, as well as a natural cooling and a hold at the austenizing temperature before the oil quench.

### 3. Results

#### 3.1. Deep case carburizing

Fig. 5 shows a hardness profile from a part that has been treated with the cycle from Fig. 4. The beginning of the curve highlights no important hardness drop due to retained austenite.

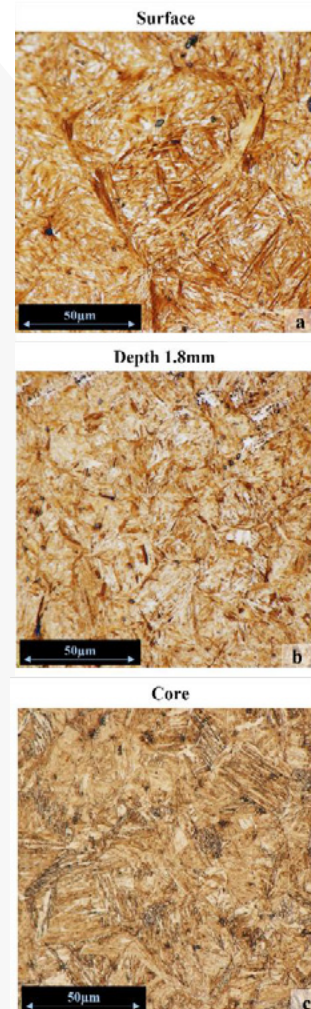
The measured carburized depth (at 550Hv0.2) is 3.62mm, which is close from the targeted 3.6mm depth. This carburized depth results in a superficial macro hardness of 62.5HRC before tempering.



**Fig. 5.** Hardness profile measured on a cut part after 3.6mm deep carburizing

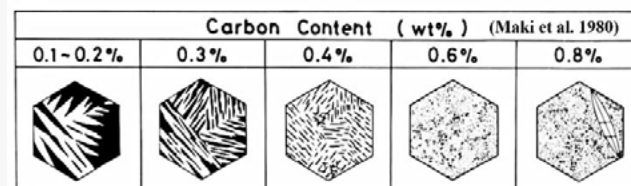
Larger versions of the optical microscopy pictures a, b and c from Fig. 5 are presented in Fig. 6. The microstructure is composed of martensite from the surface to the core and the

pictures are in agreement with the hardness profile. The carbon content decreases with depth.



**Fig. 6.** Microstructure at different depths – 3.6mm deep carburized 18CrNiMo5 part (optical microscopy)

To help the analysis of these pictures, Fig. 7, from the work of Maki et al., schematically represents the martensite lathes in a plain Fe-C steel as a function of its carbon content [3].



**Fig. 7.** Schematic representation of martensite lathes (white) in Fe-C steels with different carbon contents [3]

#### 3.2. Effect of the carburizing temperature

In order to highlight an effect of the carburizing temperature on the resulting hardness and microstructure, 3 treatments

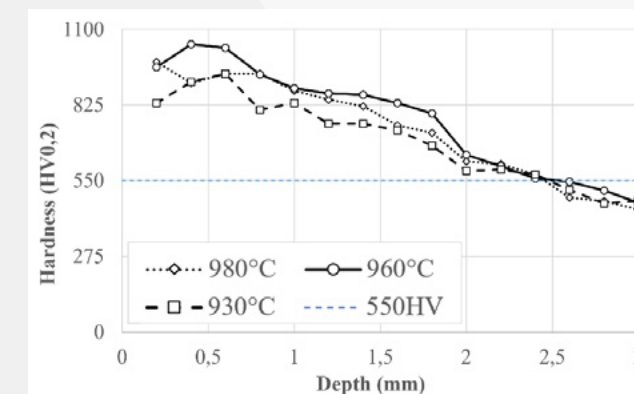
are defined with the new version of ALLCARB®. The targeted carburizing depth is 2.5mm and 3 temperature values are tested (Tab. 2). The 2.5mm depth is chosen to reduce the test duration. Indeed, the carburizing sequences to reach a depth of 3.6mm at 1000°C required more than 19 hours (Fig. 4 and Tab. 2). For a given steel grade and a given carburizing depth, the lower the carburizing temperature, the higher the carbon diffusion time. Indeed, for a targeted depth of 2.5mm, the carburizing duration at 930°C is more than twice the duration at 980°C (Tab. 2).

Steel grade	Carburizing temperature	Targeted depth	Obtained depth	Total carburizing time
18CrNiMo5	1000 °C	3.6 mm	3.62 mm	19h06
	930 °C	2.5 mm	2.48 mm	27h03
	960 °C		2.55 mm	16h53
	980 °C		2.46 mm	12h48

**Tab. 2.** Complementary data on the presented treatments

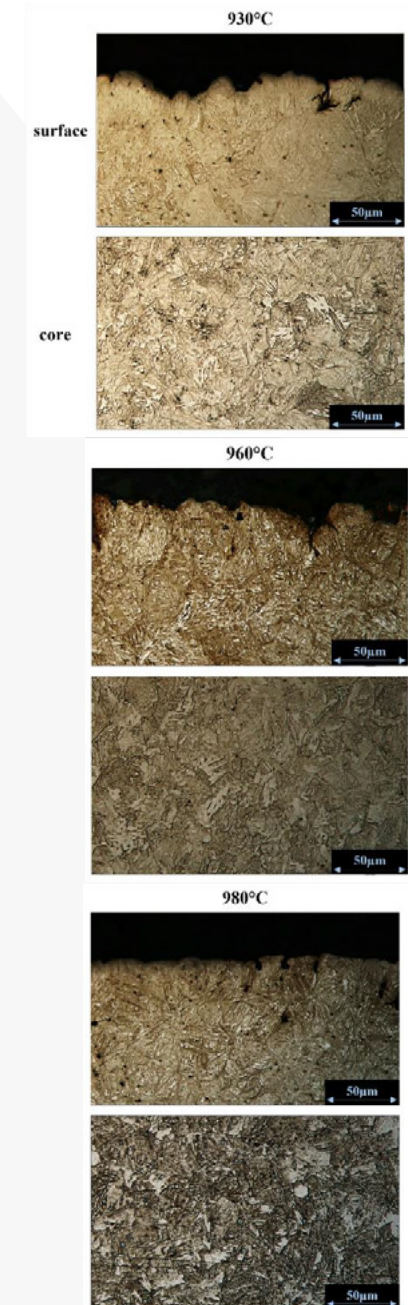
The carburizing temperature did not impact the precision of the carburizing sequences determined by ALLCARB®. For the 3 tested temperatures, the obtained carburizing depth is less than 0.1mm different from the targeted value (Tab. 2 and Fig. 8).

Hardness profiles on Fig. 8 show few differences from one temperature to another. No clear trend is observed. Since the highest hardness values are obtained for 960°C, the possibility of a carburizing temperature optimum has to be more thoroughly studied. The hardness profile after the 930°C carburizing is lower than the 2 other profiles at every point.



**Fig. 8.** Hardness profiles from three 2.5mm deep carburized parts at different temperatures

Finally, no significative difference is observed for the obtained microstructures (Fig. 9). They are also close from the one obtained at 1000°C for a 3.6mm depth (Fig. 6).



**Fig. 9.** Microstructure (near surface and core) from three 2.5mm deep carburized parts at different temperatures (optical microscopy)

### 4. Conclusion

The improved acetylene multi-boost carburizing process ALLCARB® offers the possibility to automatically define carburizing cycles for high depths and for different temperatures in a reliable and stable way.

## References

- [1] HERRING, D.H., Pros and Cons of Atmosphere and Vacuum Carburizing. *Industrial Heating*, pp. 45–48.
- [2] SUGIYAMA, M., ISHIKAWA, K., Vacuum carburizing with acetylene. *Advanced materials & processes*, 1999, 155(4).
- [3] MAKI, T., TSUKAZI, K., TAMURA, I., The morphology of microstructure composed of lath martensites in steels. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 1980, 20(4), pp. 207-214.

## The Potential of Medium Manganese Steels for Nitriding Applications

Sitki Can AKKUS<sup>1</sup>, Silvia RICHTER<sup>2</sup>, Nelli GORIN<sup>2</sup>,  
Ulrich KRUPP<sup>1</sup>, Alexander GRAMLICH<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Steel Institute of RWTH Aachen University, <sup>2</sup>Central Facility for Electron Microscopy  
Germany

### Abstract

The examination of plasma nitriding performance on the hardness and microstructure of newly developed air hardening ductile (AHD) steels in terms of variation of aluminum content are presented. Differing from conventional quench and tempering steels, AHD steels attain their martensitic microstructure through air-cooling directly from the forging heat. This method facilitates a reduction in the carbon footprint associated with the production of forged components. In this study, the focus is set on the influence of different aluminum concentrations, as a reduction of the current content 0.5 wt.% would be desirable for processability. For this matter, nitriding treatments at 600 °C were performed on different AHD samples and compared with the reference material of 1.7225, followed by examinations of hardness, chemical analysis, and microstructure after plasma nitriding. It is achieved that after plasma nitriding at 600 °C the samples with 0.5 wt.% Al shows the highest surface hardness of 870 HV0.1 and deepest diffusion zone of 300 µm according to Electron Probe Microanalysis (EPMA).

### 1. Introduction

Efforts from both industry and science must unite to transition the steel sector into a sustainable, low-carbon, circular economy in the near future. Decarbonizing iron and steel production is the primary focus, but other downstream processes such as multi-step heat treatments for quenched and tempered steels also produce substantial emissions. One emerging new steel class are the air-hardening ductile forging steels which are alloyed with 4% manganese and are therefore consider medium manganese steels (MMnS) [1]. Through the omission of the energy intensive quench and tempering treatment significant amounts of CO<sub>2</sub> emissions can be saved [2,3], leading to great interest from players along the process chain and from different industries. As the material was just recently standardized, not much knowledge exists about downstream the influence of downstream processes like plasma nitriding. In previous investigations, the AHD steels achieved high surface hardness of over 1000 HV [4].

AHD steels are distinguished by their manganese content, approximately 4 wt.%, and possess a uniform martensitic

microstructure achieved through direct air-cooling from the forging heat. The primary advantage of the developed AHD steels lies in their streamlined process control. These steels meet the criteria for nearly 100 vol% martensite through air-cooling, demonstrating favourable material properties. In contrast, QT steels, a competitor to AHD steels, have a three-step heat-treatment process involving austenitization, quenching, and tempering. The implementation of AHD steels facilitates energy, cost, and CO<sub>2</sub> emission savings due to their shorter process steps [1].

Plasma nitriding is one of the surface treatment methods which improves the lifetime of the steel parts which are exposed to cyclic load. This method forms a compound layer on the surface of the component consisting of fcc γ'-nitride (Fe<sub>4</sub>N) and hex ε-nitride (Fe<sub>2</sub>-3N). Subsequent to the compound layer, a diffusion zone exists in which the nitrogen concentration gradually decreases until it aligns with the matrix concentration.

The plasma nitriding application on AHD steel bring several advantages. Commercial nitriding steels are usually quenched and tempered steels. Plasma nitriding is applied to these steel grades after tempering treatment, so the mechanical properties can be differed after the nitriding treatment. However, in the case of AHD steels, plasma nitriding acts as a tempering process, thus eliminating a step in the production process and saving energy and CO<sub>2</sub> emission.

The generated nitriding layers showed an unusual appearance and phase composition. Especially high plasma nitriding temperatures (> 600°C) are promising as high surface hardnesses can be combined with a ductile and tough matrix due to intercritical annealing [5,6]. So far it is hypothesized that the high hardnesses where mostly achieved by the relatively high aluminium concentrations of 0.5 wt.%. Therefore, the goal of this work is to investigate the influenced of different aluminium concentrations on the surface hardness, microstructure and chemical gradients in AHD forging steels.

### 2. Experimental

Three different laboratory melts were produced by ingot casting in a vacuum induction furnace. The ingots had a weight of 80 kg and a cross section of 140 x 140 mm<sup>2</sup>. Subsequently, the ingot was homogenized at 1200 °C for 5

hours and hot forged to a cross section of 60 x 60 mm<sup>2</sup> and consecutively cooled to room-temperature via air-cooling. Besides manganese and aluminium, the steels additionally included nitride-forming elements such as Mo, V and Cr. The chemical compositions of the steels and the reference alloy (1.7225 acc. to DIN EN 10083-3) are displayed in Table 1.

**Table 1.** Chemical composition of plasma nitrided alloys, all concentrations in wt. %

Name	C	Si	Mn	Al	Cr	Mo	B	N
0.5Al	0,18	0,52	3,98	0,54	0,11	0,20	0,003	0,010
0.25Al	0,19	0,52	3,97	0,24	0,11	0,02	0,005 <sub>9</sub>	0,011
0Al	0,19	0,51	3,97	0,00 <sub>5</sub>	0,11	0,02	0,005 <sub>5</sub>	0,011
1.7225	0,38- 0,45	<0,03 5	0,6- 0,9		0,9- 1,2	0,15 -0,3		

The alloys were exposed to plasma nitriding for a duration of 12 hours, utilizing a nitrogen-hydrogen ratio of 1:1, and maintained a pressure of 200 Pa at a temperature of 600°C. Recognizing the impact of surface roughness on the resultant nitride layer, the coupons were grinded using SiC sandpaper up to 1200 grit before the plasma nitriding process. Following nitriding, the samples were halved, and their cross-sections were polished up to 1µm using a diamond suspension. To examine the microstructure, the samples were etched with a 3% Nital solution.

Light optical microscopy was done using Keyence VHX6000 microscope with VH-ZST objective. The SEM images were taken with a GeminiSEM field emission gun (Carl Zeiss AG, Germany).

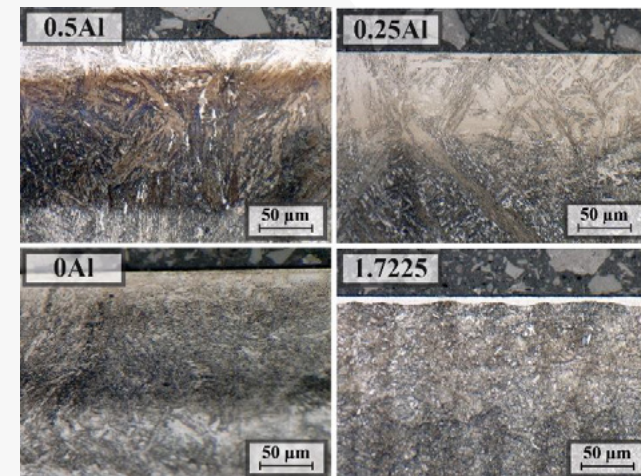
Microhardness measurements were conducted using the Vickers method with a load of 0.98 N [7]. Three distinct test series were carried out for each sample to obtain a hardness profile, and the results were averaged. The used step size between the indentations is 0.8 µm. Chemical characterization was accomplished through electron probe microanalysis (EPMA) using a Jeol JXA 8530F microprobe.

### 3. Results and Discussion

#### 3.1. Light Optical Microscopy (LOM)

LOM images help to quantify and characterize the compound layer and the nitriding depth in order to look at how the various process parameters and chemical composition affect the microstructure. The nitriding layers of all compositions are displayed in Figure 2. In AHD steels, the compound layer is not observable, whereas it appears around 18 µm in the reference material. Whether this layer is formed in AHD steels can be recognised by a closer look

with SEM. Although the compound layer is not detectable, a difference in diffusion zone is distinguishable. The sample of 0.5Al reaches the highest diffusion zone with 166 µm while 0Al has the smallest diffusion area with 112 µm. The depth of diffusion zone increases as aluminum concentration increases in AHD steels. The AHD samples other than 0Al showed a higher diffusion depth in comparison with the reference alloy. –The addition of aluminium to steels can increase the diffusivity of nitrogen, so that a thicker diffusion zone can be obtained from the material surface to the core [8].



**Figure 1.** LOM images of plasma nitrided samples

#### 3.2. Microhardness Measurement

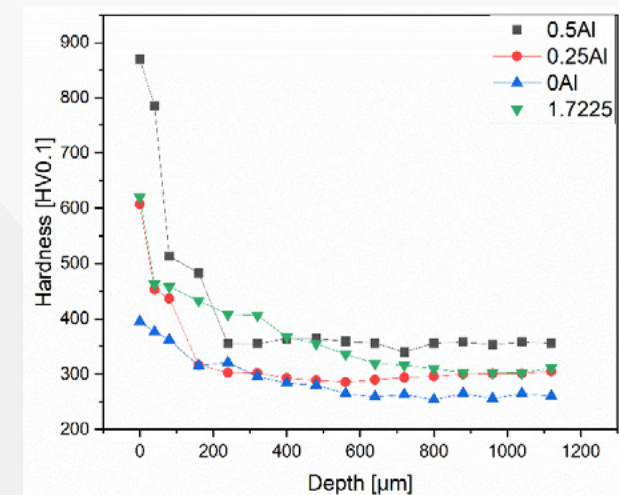
Apart from LOM images, the nitriding depth can also be measured by C-N distribution profiles and microhardness profiles from the material surface to core.

Microhardness is measured for all samples plasma nitrided at 600 °C. Figure 2 shows the microhardness changing with the depth from surface of the samples to material core. The microhardness values exhibited a notable dependence on Al concentration, with the highest surface hardness observed in the sample containing 0.5% Al. As the Al concentration decreased, a corresponding reduction in hardness was observed.

The nitride case depth is specified as the depth at which the hardness, as measured within the diffusion zone, remains 50 HV higher than the hardness at the core [9]. Since the step size in microhardness measurement is not fine, the nitride case depth would not be so precise. The findings from microstructure image analysis reveal a congruence between the measured diffusion zone and nitrogen depth in hardness assessments. Notably, the 0.5% Al sample exhibited the highest nitrogen depth, while the 0% Al sample displayed the lowest. The nitriding depth are determined as 210, 128, 80, 110 µm for the 0.5Al, 0.25Al, 0Al and 1.7225 respectively. Observed trends in nitrogen depth, as determined by hardness tests, align with the patterns observed in the depth of the diffusion zone in the

microstructures. This correlation underscores the consistency between microstructural characteristics and the corresponding material properties across different aluminum concentrations.

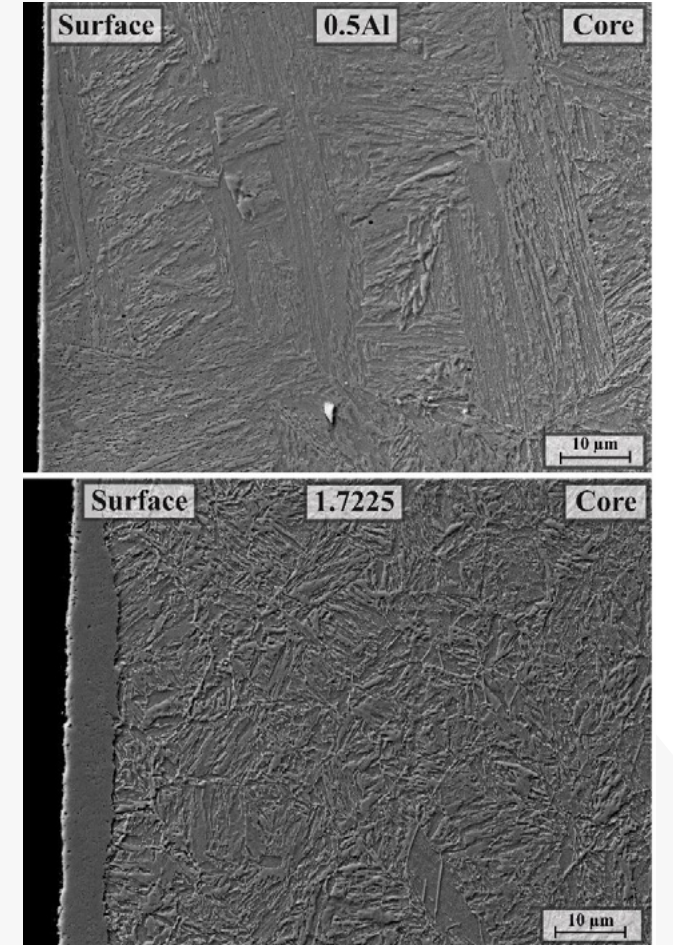
Matrix hardnesses of plasma nitrided samples at 600 °C are measured as 356, 298, 276, and 317 HV<sub>0,1</sub> for the 0.5Al, 0.25Al, 0Al and 1.7225 respectively. The aluminum content in the material has an impact on matrix hardness, showing a consistent decrease as the aluminum content increases. The introduction of aluminum into medium manganese steels induces change in mechanical properties. According to the research conducted by Xu et al., the incorporation of 1.5% aluminum into medium manganese steel resulted in an enhancement of both elongation and yield strength under identical heat treatment conditions (annealing at 650°C) [10]. This provides support for the observed rise in hardness when aluminum is present in nitrided specimens.



**Figure 2.** Microhardness of plasma nitrided samples changing with depth from surface of the samples to material core

#### 3.3. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Electron microscope imaging is employed to investigate the potential formation of intermetallic compound layer in AHD steels. Figure 3 displays SEM images of the 0.5Al and 1.7225 samples. Interestingly, the 0.5Al sample exhibited no discernible compound layer, while the 1.7225 steel exhibits a compound layer with a thickness of 18 microns. No compound layers are observed in other LHD steels with varying aluminum content.



**Figure 3.** SEM images of 0.5Al and 1.7225

#### 3.3. Electron Probe Microanalysis (EPMA)

The chemical analysis conducted along the cross-section of the samples exposes variations in nitrogen diffusion depths and nitrides formed.

In Figure 4, the nitrogen distribution maps of the samples after nitriding are depicted. On the maps, blue areas denote low element concentrations, whereas green and yellow areas show higher element concentrations. Qualitatively, the 0.5Al sample exhibits the highest nitride depth, with a subsequent decrease observed in the 0.25Al and 0Al samples. Notably, an observable trend emerges, showing a reduction in nitride depth corresponding to increased aluminum content.

Additionally, the electron probe microanalysis (EPMA) results indicate the absence of a nitride layer in AHD steels. Figure 4 displays that examination of the nitrogen distribution map in the reference material reveals a concentrated nitrogen presence on the surface. The obvious production of a nitride layer in the reference material is strongly shown by correlating this data with scanning electron microscope (SEM) images.

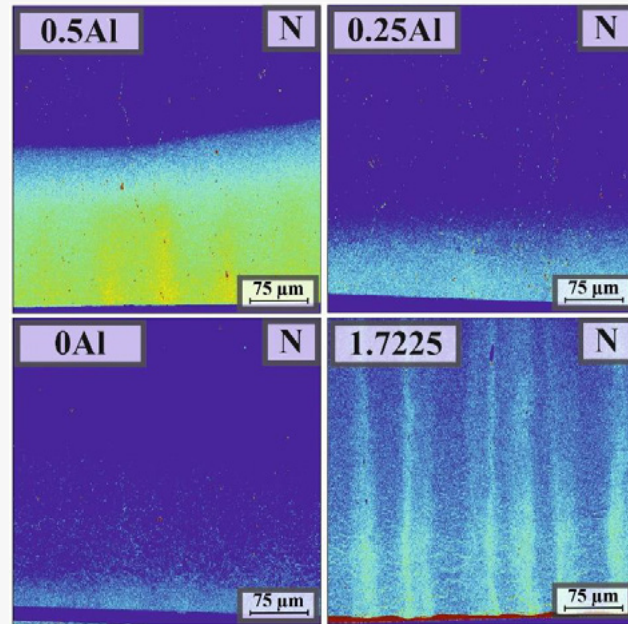


Figure 4. Nitrogen distribution maps of plasma nitrided samples measured by EPMA

A closer look at the carbon distribution map indicates that the region where the diffusion layer is formed has less carbon as shown in Figure 5. As the diffusion zone nears its end, the amount of carbon in the material matrix progressively rises. The carbon depletion found in the diffusion layer is a result of sputtering introduced during the plasma nitriding process. Loss of carbon from the matrix into the furnace environment is caused by the impact of nitrogen ions on the sample surface [11].

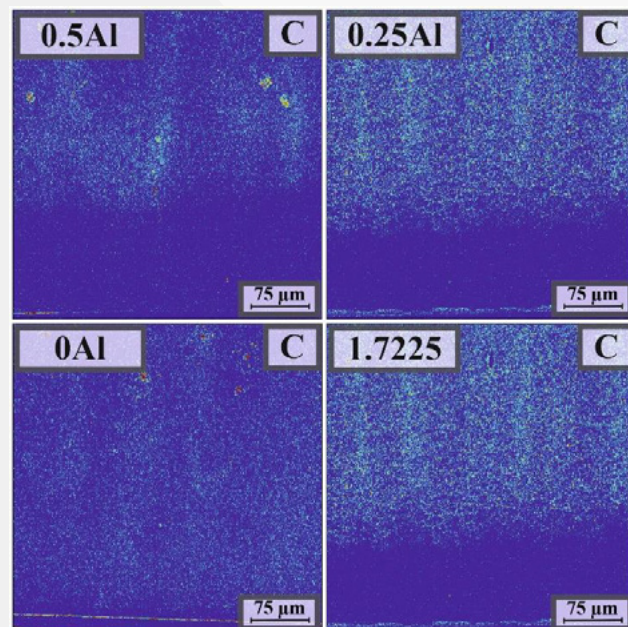


Figure 5. Carbon distribution maps of plasma nitrided samples measured by EPMA

Upon examining the aluminum and nitrogen distribution maps as designated in Figure 6, observable concentrations of both elements become apparent in specific regions. In these localized areas, the conditions appear conducive to the formation of aluminum nitride (AlN) nitrides. However, due to the 0.5Al sample's increased aluminum concentration, the development of AlN is noticeably more prominent. Naturally, no nitride formation is seen in materials that do not contain aluminum, such as 1.7225 and 0Al.

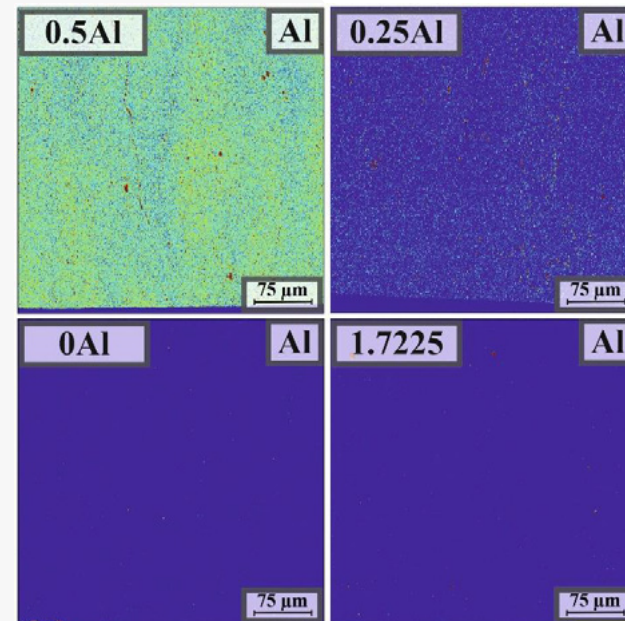


Figure 6. Aluminum distribution maps of plasma nitrided samples measured by EPMA

#### 4. Conclusion

The plasma nitriding of AHD steels demonstrates a competitive performance comparable to reference materials. Aluminum clearly has a noticeable impact in improving plasma nitriding efficiency. The following conclusions can be drawn from the collected results.

- The nitrogen distribution map together with microhardness values point out an expansion in the diffusion zone in AHD steels corresponding to an increase in aluminum content.
- In addition, the formation of AlN is also dependent on the aluminium content and the amount of nitride formed with the amount of aluminium has been observed qualitatively.
- No nitride layer was observed in AHD steels.
- Similarities to conventional nitriding alloys may be seen in the hardness profile of AHD steels, especially 0.5Al. Particularly, the AHD steels can be produced without quenching from the austenite zone, which

allows for a quicker procedure and less component distortion.

#### Acknowledgement

Results presented here are from the research project IGF 22346 N. Funding was provided by the German Federal Ministry of Economic Affairs and Climate Action via the German Federation of Industrial Research Associations "Otto von Guericke" (AiF) in the programme to encourage the industrial Community research by a resolution of the German Bundestag and the Steel Forming Research Society (FSV). The long version of the final report can be ordered after the end of the project from the FSV, Goldene Pforte 1, 58093 Hagen.

We further thankfully acknowledge the support of Eltropuls Anlagenbau GmbH for performing the plasma nitriding treatments.

#### References

- [1] A. Gramlich, T. Schmiedl, S. Schönborn, T. Melz, W. Bleck, *Materials Science and Engineering: A* 784 (2020) 139321.
- [2] A. Gramlich, W. Hagedorn, K. Greiff, U. Krupp, *Adv. Eng. Mater.* 25 (2023) 2201931.
- [3] W. Hagedorn, A. Gramlich, K. Greiff, U. Krupp, *Sustainable Materials and Technologies* 34 (2022) e00509.
- [4] A. Gramlich, M.A. Auger, S. Richter *77* (2022) 298–315.
- [5] A. Gramlich, W. Bleck, *steel research int.* 92 (2021) 2100180.
- [6] A. Gramlich, R. Emmrich, W. Bleck, *Metals* 9 (2019).
- [7] DIN EN ISO 6507-1:2018-07, *Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers - Teil 1: Prüfverfahren (ISO\_6507-1:2018); Deutsche Fassung EN\_ISO\_6507-1:2018*, Beuth Verlag GmbH, Berlin.
- [8] L.N. Bartlett, S. Serino, *International Journal of Metalcasting* 10 (2016) 190–200.
- [9] A01 Committee, *Specification for Steel Bars, Alloys, for Nitriding*, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [10] H. Xu, W. Cao, H. Dong, J. Li, *ISIJ International* 55 (2015) 662–669.
- [11] B. Edenhofer *29* (1974) 105–112.



## Nitrokarbürleme ve Son Oksidasyon Proseslerinin AISI 4140 Çeliğinin Mikroyapı ve Yüzey Özellikleri Üzerine Etkisi

Effect of Nitrocarburizing and Post Oxidation Processes on the Microstructure and Surface Properties of AISI 4140 Steel

Ümmihan T. YILMAZ<sup>1</sup>, Ayşe ERKAN<sup>2</sup>, Çelebi ERSOY<sup>2</sup>, Volkan KILIÇLI<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Kırıkkale Üniversitesi, <sup>2</sup>Döksen Isıl İşlem Arge Merkezi, <sup>3</sup>Gazi Üniversitesi  
Türkiye

### Abstract

AISI 4140 steel is in the class of medium carbon low-alloy steels and is widely used in industry due to its high hardenability and being a relatively economical steel. AISI 4140 steel is also among the steels that can be nitrided. With the nitriding process, thanks to the hard nitride layer obtained on the surface, not only a wear-resistant surface is provided, but also an increase in fatigue strength. In this study, the microstructural and surface properties of AISI 4140 steel, which has been treated with low pressure gas nitrocarburizing and post-oxidation process at different times, has been investigated. For this aim, AISI 4140 steel samples were austenitized at 850 °C for 60 min and quenched into oil at 60 °C. After quenching, the samples were tempered at 630 °C for 60 min. Gas nitrocarburizing process steps; pre-oxidation at 350 °C for 45 minutes, nitriding at 550 °C for 90 minutes and nitrocarburizing at 550 °C for 480 minutes were applied, and then the samples were subjected to post-oxidation using steam for 45 to 180 minutes. Microstructural characterization studies were performed by optical microscope, scanning electron microscope (SEM), energy-dispersive X-ray spectrum analysis (EDX), X-ray diffraction (XRD) analysis, microhardness and surface roughness measurements. The X-ray analysis results revealed that the surface layer of the samples consisting of ironnitride phases of  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>-3N and  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N during nitrocarburizing and iron oxide (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>). It was determined that the iron oxide (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) layer thickness increased with increased post-oxidation time. Among the AISI 4140 steel samples that nitrocarburized and post oxidized, the best combination of hardness depth, surface hardness, and surface roughness was obtained after 150 minutes of post oxidation.

### Özet

AISI 4140 çeliği, orta karbonlu düşük alaşımlı çelikler sınıfında yer almakta olup, yüksek sertleşebilirliğe sahip olması ve nispeten ekonomik bir çelik olması nedeniyle endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. AISI 4140 çeliği

aynı zamanda nitrürlenebilen çelikler arasında yer almaktadır. Nitrürleme işlemiyle, yüzeyde elde edilen sert nitrür tabakası sayesinde sadece aşınmaya dirençli bir yüzey değil aynı zamanda yorulma dayanımında da artış sağlanmaktadır. Bu çalışmada, düşük basınçlı gaz nitrokarbürleme işlemi ve farklı sürelerde son oksidasyon işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliğinin mikroyapısal ve yüzey özellikleri araştırılmıştır. Bu amaçla, AISI 4140 çelik numuneler, 850 °C'de 60 dk östenitlenmiş 60 °C'de yağda soğutulmuştur. Soğutma sonrası numuneler 630 °C'de 60 dk temperlenmiştir. Gaz nitrokarbürleme işlem basamakları; 350 °C'de 45 dk ön oksidasyon, 550 °C'de 90 dk nitrürleme ve 55 °C'de 480 dk nitrokarbürleme uygulanmış ve ardından numuneler 45-180 dakika aralığında su buharı kullanılarak son oksidasyon işlemine tabi tutulmuştur. Mikroyapısal karakterizasyon çalışmaları optik mikroskop, tarama elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı X ışını spektrum analizi (EDX), X ışını kırınımı (XRD) analizi, mikrosertlik ve yüzey pürüzlülüğü ölçümleriyle gerçekleştirildi. X ışını analiz sonuçlarından, numunelerin yüzey katmanının demir nitrür,  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>-3N ve  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N fazlarını ve demir oksit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) içerdiği tespit edilmiştir. Son Oksidasyon süresi arttıkça, demir oksit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) tabaka kalınlığını arttırdığı belirlendi. Nitrokarbürlenmiş ve son oksidasyon işlemi uygulanmış AISI 4140 çelik numuneler içerisinde, en iyi sertlik derinliği, yüzey sertliği ve yüzey pürüzlülüğü birleşimi 150 dakikada son Oksidasyon uygulanmış elde edilmiştir.

### 1. Giriş

Günümüzde gelişmekte olan teknoloji ile birlikte elektrokimyasal veya mekanik gereksinimlerinin zıtlıklarının birleşimi gibi karmaşık beklentiler vardır. Uygun kimyasal bileşime sahip çeliklerin yüzeydeki yüksek aşınma direncine karşı çekirdekte istenen tokluk veya şekil değiştirmesini karşılayabilmek için Nitrürleme veya nitrokarbürleme işlemi sıklıkla yapılır.

Çeliğin elektrokimyasal ve mekanik özellikleri büyük ölçüde uygulanan ısıl işlem ve yüzey işleminin türüne

bağlıdır [1]. Nitrokarbürleme, karbon ve azot atomlarının eş zamanlı olarak 450-590 °C sıcaklık aralığında düşük alaşımlı çelik yüzeye yayıldığı termokimyasal bir yüzey işlemidir [2]. Karbonlu çeliklerin nitrokarbürize edilmiş yüzeyi en dıştaki bir bileşik katmanı ve bir iç difüzyon katmanı içerir. Difüzyon katmanı katı çözültü içinde çökelmiş nitrürler içerir, birleşik yüzeyde  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>-3N ve  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N nitrürlerin oluştuğu ince bölgedir [3]. Bileşik katman gözeneklidir. Nitrokarbürleme veya nitrürleme teknolojileri öncelikle yüzeyin yorulma özelliklerini, sertliğini, aşınmaya karşı gösterdiği direnci artırırken [4, 5], çekirdek özelliklerini değiştirmez. Çelik yüzeyini korozyona karşı dirençli hale getirmek için yüzeye uygulanan işlemlerdir [6]. Nitrokarbürleme daha kısa işlem süresi ve daha düşük işlem sıcaklığı, yüksek derecede boyutsal kararlılık ve işlem güvenliği açısından diğer teknolojilerden farklıdır [7]. Nitrokarbürlenebilen çeliklere nitrokarbürleme sonrası oksitleme prosesinin uygulanması, beyaz tabakanın üstünde Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> oksit filmi oluşturur [8]. Oluşan oksit filmi yüksek kimyasal kararlılık ve düşük sürtünme katsayısı sayesinde çeliğin korozyon ve aşınma direncini artırır [9]. Düşük karbonlu çeliklerin yüzeyinde magnetit birleşik katman geleneksel buhar işleminden kolayca elde edilebilir [10]. Oksidasyon işleminin gaz veya plazma gibi farklı uygulama yöntemleri vardır. Geleneksel bir oksinitrokarbürleme gaz atmosferleri altında birkaç aşamadan ve ardından bir oksidasyon işleminin gerçekleştiği aşamadan oluşur. Bu çalışmada ısıl işlem için vakum kullanımının birincil amacı, havada gerçekleşen ısıl işlem sırasında oluşan yüzey oksidasyonunu önlemektir. Bu nedenle vakum altında nitrürleme, nitrokarbürleme aşamaları gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada işlem basamakları sırası i) ön oksidasyon, ii) nitrürleme, iii) nitrokarbürleme ve iv) son Oksidasyon biçiminde sıralanmaktadır. Ön oksidasyon gaz nitrürleme üzerine katalitik bir etkiye sahip olduğu için nitrür tabakasının gelişiminde hayati önem taşır [11]. Ayrıca ön oksidasyon işlemi çelik yüzey morfolojisini kırılabilirliğini azaltmaya sebep olmakla birlikte, yüzey özelliklerinin geliştirilmesi için yapılabilen işlemdir. Geliştirilen proseste ilk basamak olarak 350°C'de hava varlığında ön oksidasyon işlemi uygulanmış, ardından gaz nitrürleme, gaz nitrokarbürleme ve son olarak oksidasyon ile işlem basamakları tamamlanmıştır. Hidrolik sistemlerde kullanılan silindir rodlarının korozyona karşı korunması ve pürüzsüz bir yüzey elde edip sürtünmenin azaltılması amacıyla dış yüzeyleri çeşitli kaplamalarla kaplanmaktadır. Ülkemizde ve dünyada en yaygın görülen kaplama şekli krom kaplamadır. Ancak nem oranının veya sıcaklığın yüksek olduğu ortamlarda, örneğin maden ocakları, limanlar vb. krom kaplamanın iyi performans göstermediği saptanmıştır [12]. Krom kaplanmış çeliğin yorulma ömrü düşük, oluşan mikro çatlaklara bağlı olarak da korozyon direnci değişkenlik göstermektedir. Krom tabakasının yüzeye tutunması esnasında çelik yüzeyindeki deliklere ve boşluklara nüfuz etmesi nitrürlemeye göre zayıftır. Ek olarak, krom iyonlarının yüzeyde elektrokimyasal olarak

biriktirilmesi sırasında hidrojen gaz çıkışı da olduğu için hem kaplama homojen olmaz, yüzeyde buğulanma var gibi kabarcıklı gözlenir, ayrıca sağlık güvenlik ve çevre açısından pek çok risk oluşturmaktadır.

Bu çalışmada, düşük vakum altında nitrokarbürleme yapılmış AISI 4140 çeliğinde farklı son Oksidasyon sürelerinin mikroyapı ve yüzey özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. Özellikle ön oksidasyon, nitrürleme, nitrokarbürleme sıcaklığı ve süreleri sabit tutulmuş ve son oksidasyon sonrası süresinin etkisi incelenmiştir. Geliştirilen basamaklı oksit-nitrokarbürleme prosesi ile tüm hidrolik sistemlerde kullanılan rod millerine uygulanabilecek, krom kaplamaya alternatif olarak son oksidasyonlu nitrokarbürleme prosesi geliştirilmiş ve hidrolik sistem teknolojilerine yeni, ekonomik, çevre ile daha barışık bir yöntem kazandırılmaya çalışılmıştır.

### 2. Deneysel Çalışmalar

#### 2.1. Malzeme

Çalışmalarda kimyasal bileşimi Çizelge 1'de verilmiş, düşük alaşımlı AISI 4140 çeliği kullanılmıştır. AISI 4140 çelikleri, karbon içeriği açısından sertleşmeye uygun ve işlemin sonunda belirli yükler altında yüksek tokluk ve aşınmaya karşı yüksek direnç özellikleri sergileyen yapısal alaşımlı çeliklerdir [13]. Otomotiv ve uçak yapımı, yivli shaft, aks mili ve kovani, krank mili ve benzeri yüksek süneklik isteyen parçaların yanı sıra dişli çark içeren uygulamalarda da yaygın olarak kullanılmaktadır [1, 14-16]. Literatürde nitrokarbürleme işlemi kullanılarak AISI 4140 ıslah çeliklerinin diğer çelik türlerine göre, özellikle Nitrasyon çeliklerine daha yakın mekanik özellikler kazanabildiği ifade edilmiştir [16-20].

Çizelge 1. Bu çalışmada kullanılan AISI 4140 çeliğinin kimyasal bileşimi (ağırlıkça %)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0,41	0,24	0,84	0,014	0,013	0,99	0,17
Ni	Al	Cu	Sn	V	Nb	N
0,25	0,019	0,018	0,011	0,004	0,003	0,002

Silindir biçiminde 20 mm çapında AISI 4140 numuneler 1 saat 850 °C'de östenitleme işlemi ardından 60 °C'deki Isorapid 277 ısıl işlem yağında soğutma işlemine tabi tutulmuştur. Numuneler daha sonra 650 °C'de 2 saat temperlenmiştir. Numunelerin yüzey geliştirilmesi sırasında basamaklı gaz nitrokarbürleme prosesi uygulanmıştır. Uygulanan ön oksidasyon (ÖO), nitrürleme (N) ve nitrokarbürleme (NK) sıcaklık ve süreleri sabit tutulmuş, son oksidasyon (SO) sıcaklığı sabit, oksidasyon süreleri değiştirilerek yüzeye katkısı incelenmiştir. Uygulanan işlem parametreleri Çizelge 2'de özetlenmiştir. Numuneler 1,5 m3 hacmine sahip olan yatay KGO marka tüp fırın kullanılarak, basınç kontrollü (yaklaşık 8-10 bar) N<sub>2</sub> atmosferi altında işlem sıcaklığına ısıtılmıştır. Her bir işlem özel gaz karışımları (NH<sub>3</sub>, CO<sub>2</sub>) altında Çizelge 2'de gösterildiği

üzere, 350 °C'de 45 dk ön oksidasyon, 550 °C'de 90 dk nitrüleme ve 550 °C'de 480 dk nitrokarbürleme işlemine tabi tutulmuş ve azot gazı atmosferi altında soğutulmuştur. Fırın içi basınç yaklaşık 13 mbar olarak sabit tutularak Çizelge 2'de belirtilen düşük basınçlı nitrokarbürizasyon basamakları uygulanmıştır. Ön oksidasyon, Nitrüleme ve nitrokarbürleme işlemlerinden geçmiş AISI 4140 çelik numuneler 45, 60, 90, 120, 150 ve 180 dk boyunca son oksidasyon işlemine tabi tutulmuştur.

**Çizelge 2.** AISI 4140 çeliği numunelere uygulanan ön oksidasyon (ÖO), nitrüleme (N) nitrokarbürleme (NK) ve son oksidasyon (SO) prosesinin sıcaklık ve süreleri

İşlem	Sıcaklık (°C)	Süre (Dk)	Fırına Verilen Gaz
Ön Oksidasyon	350	45	CO <sub>2</sub>
Nitrüleme	550	90	NH <sub>4</sub>
Nitrokarbürleme	550	480	CO <sub>2</sub> NH <sub>4</sub>
Son Oksidasyon (45 Dk)	500	45	H <sub>2</sub> O
Son Oksidasyon (60 Dk)	500	60	H <sub>2</sub> O
Son Oksidasyon (90 Dk)	500	90	H <sub>2</sub> O
Son Oksidasyon (120 Dk)	500	120	H <sub>2</sub> O
Son Oksidasyon (150 Dk)	500	150	H <sub>2</sub> O
Son Oksidasyon (180 Dk)	500	180	H <sub>2</sub> O

## 2.2. Karakterizasyon Çalışmaları

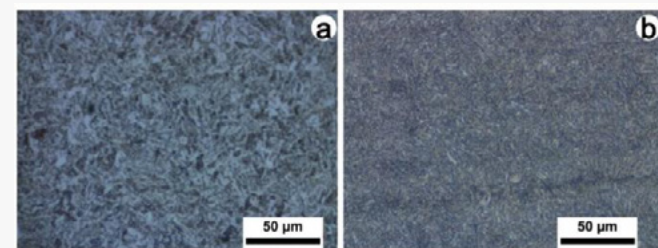
Optik mikroyapı incelemeleri için Leica MC 190 HD dijital kamera bağlantılı Leica DM2700M mikroskop, numunelerin kesilmesi ve bakalite alınması işleminde Metkon ServoCut 302 model otomatik kesme cihazı ve Metkon EcoPress 102 cihazları kullanılmıştır. Zımparalama ve parlatma işleminde Metkon Forcipol 202 cihazı kullanılmıştır. Numuneler bakalite alınıp zımparalanarak ve uygun parlatma keçeleriyle yüzeyinin parlatılması sağlanmıştır. Parlatma işlemleri sırasıyla 9 ve 3 µm elmas süspansiyonlar kullanılarak numuneler %3 Nital (100 ml Etanol + 3 ml Nitrik asit) kullanılarak dağlama işlemi gerçekleştirilmiştir. Sert doku derinliği ölçümü Vickers sertlik yöntemiyle 0,1 kgf yük altında Emcotest Durascan G5 model cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Numunelerin sertlik ölçümleri yüzeyden ve enine kesitinde yüzeyden çekirdeğe doğru 0,1 mm aralıklarla kaydedilmiştir. Sertlik-mesafe grafikleri beş farklı bölgeden yapılan sertlik ölçümlerinin ortalama değerleri alınarak çizdirilmiştir. Numunelerin yüzey sertliği, 5 kgf yük altında SonoDur 3 model taşınabilir Vickers test cihazıyla 5kgf altında ölçüldü. Yüzey pürüzlülük ölçümleri Mitutoyo SurfTest SJ-210 taşınabilir yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü 5 mm ölçüm aralığında üç

kez tekrar ölçüm yapılarak gerçekleştirilmiştir. Nitrür tabakasının karakterizasyonunda Zeiss Merlin model alan emisyonlu tarama elektron mikroskobu (SEM) kullanıldı. Nitrokarbürlenmiş ve son Oksidasyon sonrası oluşan katman, SEM'e bağlı Pegasus marka enerji dağılımlı X-ışını spektrum analizi (EDX) analiz edildi. Beyaz katman kalınlığı, Leica Application Suite Image Analysis yazılımı sürüm 4.6 kullanılarak hesaplandı. Numunelerin yüzeyleri, X-ışını kırınım (XRD) analizi ile karakterize edildi. XRD desenleri bir Bruker D8 Advance X-ışını kırınım cihazında elde edildi. X ışını kaynağı olarak monokromatik Bakır K $\alpha$  radyasyonu ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ) kullanılarak 40 kV ve 40 mA'da çalıştırıldı. Numuneler 2 $\theta$  aralığı 20-95° aralığında 0,05°/dk'luk bir tarama hızında tarandı.

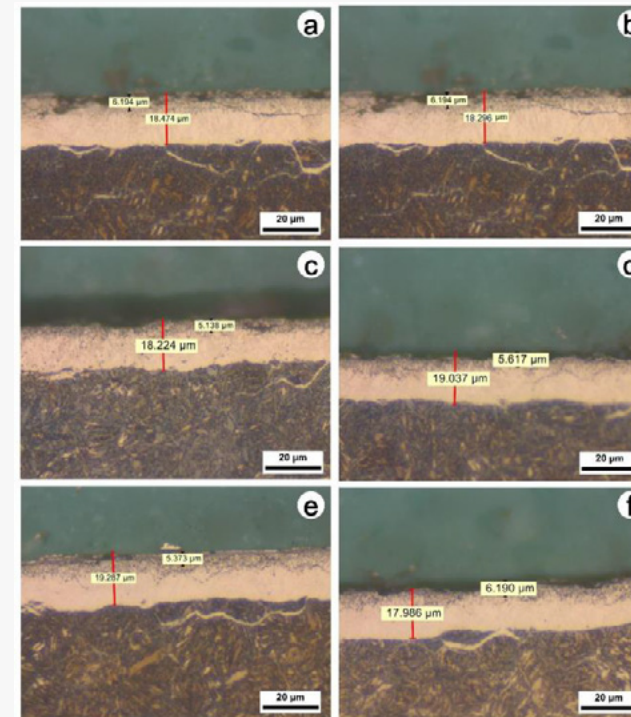
## 3. Sonuçlar ve Tartışma

### 3.1. Optik mikroyapılar

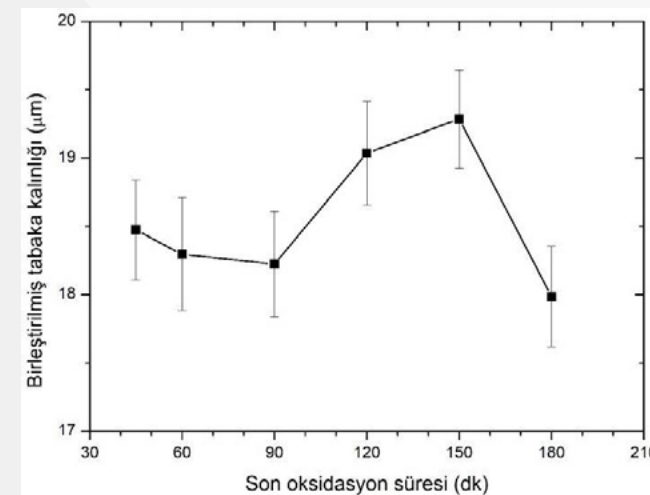
İslah işlemi görmemiş ve görmüş AISI 4140 çeliğinin mikroyapı incelemeleri Şekil 1.a ve 1.b'de verilmiştir. İslah işlemi görmemiş AISI 4140 çeliğin mikroyapı incelemesinde teslim alınan halinde mikroyapı gözlenmektedir (Şekil 1.a). Su verilmiş ve temperlenmiş AISI 4140 çeliğinin mikroyapısında temperlenmiş martensit belirgin bir şekilde gözlenmiştir (Şekil 1.b). ÖO + N + NK ve SO işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliği numunelerin son oksidasyon süresine bağlı olarak birleştirilmiş tabaka kalınlığı (beyaz tabaka + oksit tabakası) ve difüzyon tabakalarının değişimini gösteren optik mikroyapıları Şekil 2.a-f'de verilmiştir. Oksidasyon süresinin artırılması sonucu birleşik tabaka kalınlığında (beyaz tabaka + oksidasyon tabakası) belirgin bir artış gözlenmiştir (Şekil 2.a-e ve Şekil 3). Tabaka kalınlığındaki artışın ana nedeni son Oksidasyon süresine bağlı olarak oksit tabaka kalınlığının artmasıdır. Ancak Şekil 2.f de tabaka kalınlığının azalması söz konusu AISI 4140 çeliği için optimum Oksidasyon süresinin 150 dakika olduğunu göstermiştir. Kaplan ve ark. [16] benzer şekilde artan SO süresiyle birleşik tabaka kalınlığının arttığını bildirmektedirler.



**Şekil 1.** a) Teslim alınan halde (işlemsiz) AISI 4140 çeliğinin mikroyapısı, b) İslahlı AISI 4140 çeliğinin mikroyapısı



**Şekil 2.** Son oksidasyon süresine bağlı olarak nitrokarbürlenmiş tabakanın optik mikroyapıları; a) 45 dk b) 60 dk, c) 90 dk, d) 120 dk, e) 150 dk, ve f) 180 dk

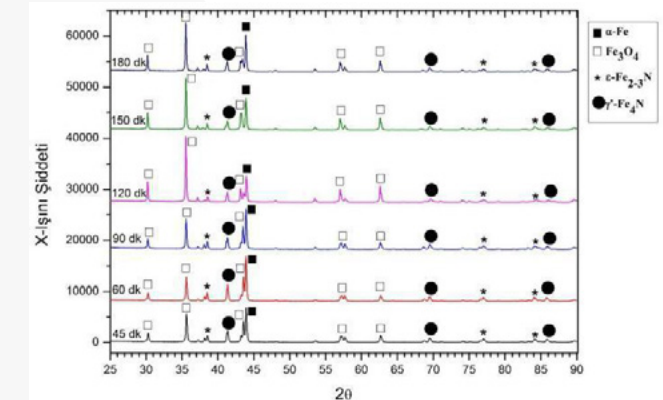


**Şekil 3.** Birleştirilmiş tabaka kalınlığının son Oksidasyon süresine göre değişimi

### 3.2. XRD analizi

Ön Oksidasyon (ÖO) + Nitrüleme (N) + Nitrokarbürleme (NK) + Son Oksidasyon (SO) sonrası farklı sürelerde son oksidasyon işlemine tabi tutulmuş AISI 4140 çelik numunelerin XRD desenleri Şekil 4'te verilmiştir. XRD desenlerinde  $\alpha$ -Fe (demir), Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (demir oksit),  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>-3N (epsilon demir nitür) ve  $\gamma'$ - $\epsilon$ -Fe<sub>4</sub>N (gama demir nitür) piklerinin varlığı tespit edilmiştir [17]. XRD desenlerinden görülebileceği üzere artan oksidasyon süresiyle Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> piklerinin şiddeti daha belirginleşmiştir. Benzer şekilde,

Alsaran ve ark. [18] artan son oksidasyon süresiyle 4140 çeliğinde oksit piklerinin belirginleştiğini rapor etmektedir. Özellikle 90 dakika son oksidasyon süresinden sonra yüzeyde oluşan oksit pikleri daha belirgin olarak gözlenmektedir (Şekil 4).

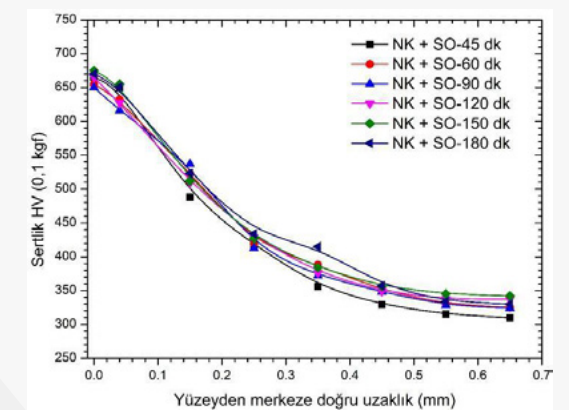


**Şekil 4.** Nitrokarbürleme sonrası son oksidasyon süresine bağlı olarak AISI 4140 çelik numunelerin XRD desenleri

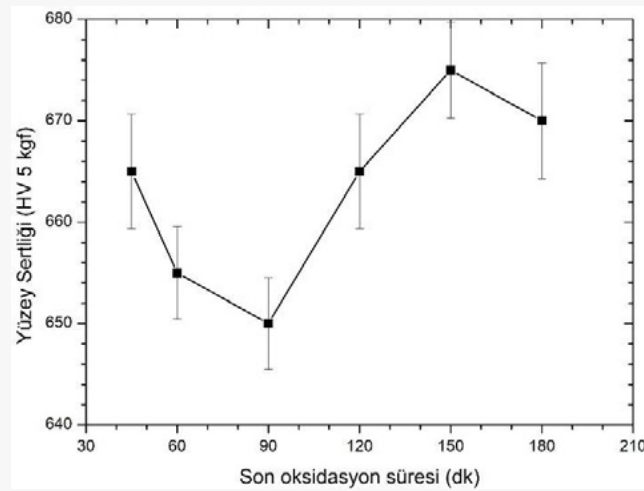
Oksidasyon tabaka kalınlığının ise 5-8 µm aralığında olduğu ve oksidasyon süresinin arttırıldığında özellikle 90 dk üzerine çıktığında oksidasyon piklerinin varlığının XRD analizinde belirginleştiği tespit edilmiştir. Buna ek olarak, XRD deseni incelendiğinde oksidasyon işleminin beyaz tabaka üzerinde  $\epsilon$ -fazının  $\gamma'$  fazına ayrışmasına ve nitrojenin yeniden dağılmasına neden olan bir tavlama etkisi sağladığı tespit edilmiştir [19]. Önceki çalışmalara göre, oksidasyon fazının büyümesi,  $\gamma'$  fazından ziyade  $\epsilon$  beyaz tabakasının üstünde mümkündür. Bu,  $\gamma'$  fazına kıyasla  $\epsilon$  fazının daha fazla oksijen tutulumu yapması ile açıklanabilir. Bu nedenle, oksidasyon işleminden önce işlemin ilk aşaması için CO<sub>2</sub> içeren atmosferde nitrokarbürleme seçilmiştir [20].

### 3.3. Sertlik sonuçları

ÖO+N+NK+SO işlemi uygulanmış AISI 4140 çelik numunelerde mesafeye bağlı olarak sertlik değerleri ve yüzey sertliklerinin değişimi sırasıyla Şekil 5 ve Şekil 6'da gösterilmiştir.



Şekil 5. Nitrokarbürleme sonrası son oksidasyon süresine bağlı olarak AISI 4140 çelik numunelerin mikrosertlik profilleri

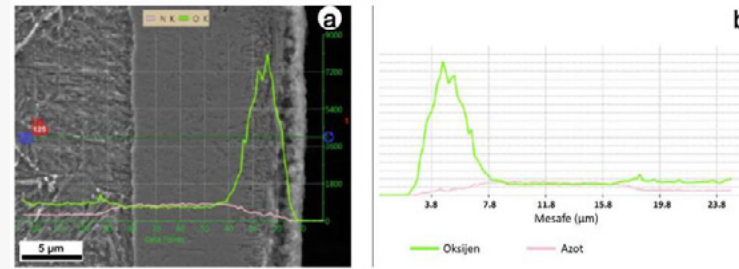


Şekil 6. Son oksidasyon süresine göre yüzey sertliği değişimi

ÖO+N+NK+SO işlemi uygulanmış numunelerde ise son oksidasyon süresine bağlı olarak yüzey sertlik değerleri 640-680 HV arasında sert doku derinliği ise 0,3-0,4 mm arasında değiştiği tespit edilmiştir (Şekil 5). Araştırmacılar [21] nitrokarbürleme sonrası son oksidasyon işleminin yüzey sertliğinde bir miktar azalmaya neden olduğunu bildirmektedir. Yüzey sertliği, sert doku derinliği, birleştirilmiş tabaka kalınlığı ve son oksidasyon tabaka kalınlığı bakımından ÖO+N+NK+SO işlemi uygulanmış AISI 4140 çelik numuneler içerisinde optimum özellikler 150 dk son oksidasyon işlemi uygulanmış numunede elde edilmiştir.

### 3.4. EDX analizi

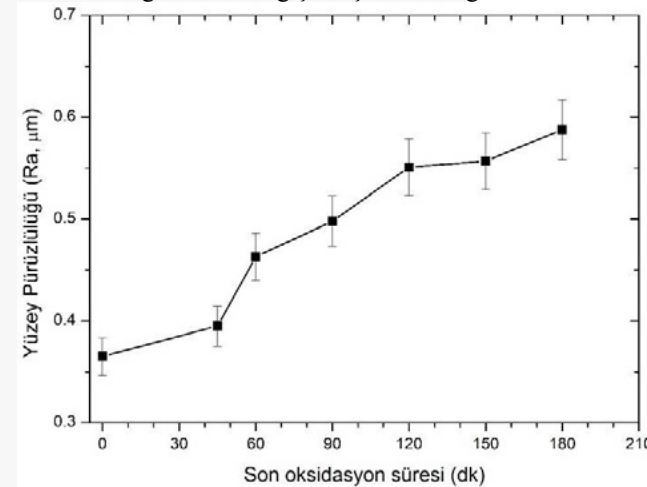
ÖO+N+NK+SO işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliği numunelerin son oksidasyon süresine bağlı olarak birleşik tabaka kalınlığı (beyaz tabaka + Oksidasyon tabakası) değişimlerinin SEM-EDX analizleri Şekil 7'de verilmiştir. SEM mikroyapı görüntülerinde nitrokarbürleşmiş tabaka ve oksidasyon tabakası belirgin olarak gözlenmiş olup (Şekil 7.a), EDX analizlerinde yüzeye yakın bölgelerde oksijen konsantrasyonunun yüksek olması (Şekil 7.b) oksit tabakasının varlığını kanıtlamaktadır [16]. Yüzeyden merkeze doğru ise azot konsantrasyonunun yüksek olması bu bölgelerde nitrokarbürlemenin başarılı olduğunu kanıtlar. Şekil 7'ye göre oksijenin dağılımı, yüzeyde yüksek miktardadır ve merkeze doğru hızlı bir azalma göstermektedir. Oksitleme aşaması sadece işlem sonunda gerçekleştiğinden yüzeyde daha yüksek konsantrasyona sahiptir. Azot için eğim çok daha düşüktür, bu da azotun tüm süreç boyunca yüzeyden çekirdeğe kademeli olarak difüzlendiğini göstermektedir.



Şekil 7. 120 dk son oksidasyon uygulanmış numunede nitrokarbürleşmiş tabakanın; a) SEM mikroyapısı ve b) çizgisel EDX analizi

### 3.5. Yüzey pürüzlülüğü

Nitrokarbürleşmiş ve farklı oksidasyon sürelerinde oksitlenmiş numunelerin yüzey pürüzlülüğü (Ra, µm) ortalama değerlerinin değişimi Şekil 8'de gösterilmektedir.



Şekil 8. Son oksidasyon süresine bağlı olarak yüzey pürüzlülüğünün değişimi

Şekil 8'den de görüldüğü gibi nitrokarbürleşmiş numunenin pürüzlülüğü (son oksidasyon süresi= 0) en düşük iken nitrokarbürleme ve son oksidasyon süresiyle yüzey pürüzlülüğünde belirgin artış gözlenmiştir. Artan son oksidasyon süresiyle yüzey pürüzlülüğünün artışı yüzeyde oluşan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> katman kalınlığının artışı ile ilgilidir. Araştırmacılar artan oksit katman kalınlığının gözenekli katman oluşumuna neden olduğunu rapor etmektedir [17, 22, 23]. Ayrıca araştırmacılar, nitrokarbürleme sonrası artan son oksidasyon süresiyle AISI 4140 çeliğinin yüzey pürüzlülüğünün arttığını bildirmektedirler [17, 21-27].

### 4. Sonuçlar

Bu çalışmada, ön oksidasyon + nitrokarbürleme + nitrokarbürleme ve farklı sürelerde (45 dak, 60 dak, 90 dak, 120 dak, 150 dak ve 180 dak) son Oksidasyon işlemi ıslah edilmiş AISI 4140 çelik numunelere uygulanmış, optik, SEM, EDX analizi, XRD analizi, yüzey sertliği, sertlik derinlikleri ve yüzey pürüzlülüğü incelenerek karakterizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Basamaklı olarak uygulanan nitrokarbürleme prosesi sıcaklık ve süreleri sabit tutulmuş,

son oksidasyon sıcaklığı sabit tutularak oksidasyon süresinin çeliğin mikroyapı ve yüzey özelliklerinin nasıl değiştiği araştırılmıştır. Su buharı ile gerçekleştirilen son Oksidasyon süresi arttıkça demir oksit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) tabakasının kalınlığının arttığı optik mikroyapı ve XRD analiziyle tespit edilmiştir. Özellikle 90 dk son oksidasyondan süresinden sonra oksit tabakasının belirginleştiği ve kalınlığının 5-6 µm arasında değiştiği belirlenmiştir. Son Oksidasyon süresine bağlı olarak yüzey sertlik değerleri 640-680 HV arasında sert doku derinliği ise 0,3-0,4 mm arasında değiştiği tespit edilmiştir. Nitrokarbürleme sonrası artan son oksidasyon süresiyle AISI 4140 çeliğinin yüzey pürüzlülüğünün arttığı belirlenmiştir. Altı farklı son oksidasyon süresi uygulanmış AISI 4140 çelik numuneler içerisinde en iyi yüzey sertliği, yüzey pürüzlülüğü ve sertlik birleşimi 150 dakikada son oksidasyon uygulanmış numunelerde elde edilmiştir. Ayrıca en yüksek birleştirilmiş tabaka kalınlığı, son Oksidasyon süresi 150 dakika olarak uygulandığında elde edilmiştir. İslah edilmiş AISI 4140 çeliğinde nitrokarbürleme sonrası 150 dk son Oksidasyon uygulanarak iyi yüzey özellikleriyle birlikte 680 HV yüzey sertliği elde edilebilmektedir.

### TEŞEKKÜR

Bu çalışma KOSGEB tarafından Ar-Ge ve İnovasyon Destek Programı (Karar No: 2019/10/6;6570) ile desteklenmiştir.

### 5. KAYNAKLAR

- [1] Aycan M. "Farklı Martenzit Hacim Oranlarında Kırılma Tokluğu Değerlerinin İncelenmesi", *Politeknik Dergisi*, 23(2): 277-282, (2020).
- [2] Maj S., "Development of Compound Layer and Diffusion Zone during Nitriding and Nitrocarburizing of Iron and Steels", *Technical University of Denmark*, Kgs. Lyngby, Denmark.
- [3] Bell T., "ASM Handbook", vol. 4, Heat Treating, Ohio: *ASM International*; 425-36 (1994).
- [4] Uma Devi M., Chakraborty T. K., Mohanty O.N., "Wear behaviour of plasma nitrided tool steels", *Surface and Coatings Technology*, 116-119: 212-221 (1999).
- [5] Sola R., Giovanardi R., Veronesi P., Poli G., "Improvement of wear and corrosion resistance of ferrous alloys by post-nitrocarburizing treatments", *Metallurgical Science and Technology* 29(2): 14-24, (2011).
- [6] Steyer P., Millet J. P., Mazille H., Peyre J. P., Jacquot P. and Hertz D., "Influence of Post-Treatments on Corrosion Behaviour of Gas Nitrocarburised Steels", *Surface Engineering* 19(3): 173-178, (2003).
- [7] Qiang Y. H., Ge S. R., Xue Q. J., "Microstructure and tribological properties of complex nitrocarburized steel", *J. Mater. Process. Technol.* 101: 180 (2000).
- [8] Mandkarian N., Mahboubi F. "Effect of gas mixture of plasma postoxidation on corrosion properties of plasma nitrocarburised AISI 4130 steel" *Vacuum*, 83: 1036- 1042 (2009).

- [9] Jones T. Oxidation Pretreatment of Steels for Nitriding, <http://www.industrialheating.com/articles/91660-oxidation-pretreatment-of-steels-for-nitriding>, (2014).
- [10] Mittemeijer E. J., "Fundamentals of Nitriding and Nitrocarburizing" In: Dossett J, Totten G E (Ed) *ASM Handbook, ASM International* 4: 619-646 (2013).
- [11] Li J. C., Yang X. M., Wang S. K., Wei K. X., Hu J., "A rapid D.C. plasma nitriding technology catalyzed by pre-oxidation for AISI4140 steel", *Mater. Lett.* 116: 199- 202 (2014).
- [12] Von der Ohe C. B., Johnsen R., Espallargas N. "Hydraulic cylinders for offshore splash zone operation a review of failure cases and alternative concepts", *Proceedings of the ASME 2009, 28th International Conference on Ocean, Offshore and Arctic Engineering*, 2009-79039, Honolulu, Hawaii USA 1-14 (2009).
- [13] Holzapfel H., Schulze V., Vohringer O., Macherauch E., "Residual stress relaxation in an AISI 4140 steel due to quasistatic and cyclic loading at higher temperatures", *Materials Science and Engineering A*, 248:9-18 (1998).
- [14] Starke P., Walther F., Eifler D., "New fatigue life calculation method for quenched and tempered steel SAE 4140", *Materials Science and Engineering A*, 523:246-52. (2009).
- [15] Yılmaz U., "Gaz Ortamında Nitrokarbürleme ve Nitrokarbürleme Yüzey Sertleştirme İşlemlerinin AISI 4140, 1.7131 ve 1.8550 Çeliklerinin Aşınma, Mekanik ve Mikroyapı Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi", *Yüksek Lisans Tezi*, Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü (2016).
- [16] Kaplan Y., Yıldırım A. ve Aksöz S. "Nitrokarbürizasyon sonrası oksidasyon işlemlerinin AISI 4140 çeliğinin tribolojik özelliklerine etkisi", *Politeknik Dergisi*, 23(4): 1357-1362, (2020).
- [17] Deshpande S.S., Deshpande P. P., and Rathod, M.J., "Effect of gas nitrocarburizing post oxidation on electrochemical behaviour of AISI 4140 steel in neutral medium", *Materials Today: Proceedings*, 50: 1979- 1982, (2022).
- [18] Alsan, A., Yıldız, F., and Çelik, A., "Effects of postaging on wear and corrosion properties of nitrided AISI 4140 steel", *Surface and Coatings Technology*, 201(6): 3147-3154, (2006).
- [19] Jutte, R.H., Kooi, B.J., Somers, M.A.J., Mittemeijer, E.J. "On the oxidation of  $\alpha$ -Fe and  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>N<sub>1-z</sub> : I. Oxidation kinetics and microstructural evolution of the oxide and nitride layers", *Oxidation of Metals*, 48(1-2): 87-109, (1997).
- [20] Esfahani A., Sohi H.M., Rassizadehghani J., Mahboubi F., "Effect of treating atmosphere in plasma postoxidation of nitrocarburized AISI 5115 steel" *Vacuum*, 82 (3): 346-351, (2007).
- [21] Fares, M.L., Chaoui, K., Le coze, J., "Post-oxidizing effects on surface characteristics of salt bath nitrocarburized AISI 02 tool steel type", *Surface and Interface Analysis*, 41 (7): 549-559, (2009).

[22] Boztepe, E., Alves, A. C., Ariza, E., Rocha, L. A., Cansever, N., and Toptan, F., "A comparative investigation of the corrosion and tribocorrosion behaviour of nitrocarburized, gas nitrided, fluidized-bed nitrided, and plasma nitrided plastic mould steel", *Surface and Coatings Technology*, 334: 116-123, (2018).

[23] Rogers P. M., Hutchings I. M., Little J. A., "Coatings and surface treatments for protection against lowvelocity erosion-corrosion in fluidized beds", *Wear*, 186-187: 238-246 (1995).

[24] Muñoz-Castro, A.E., De La Piedad-Beneitez, A., Valencia-Alvarado, R., López-Callejas, R., Mercado-Cabrera, A., Peña-Eguiluz, R., & Rodríguez-Mendez, B.G., "The corrosion enhancement due to plasma postoxidation subsequent to plasma nitriding of a steel AISI 4140", *Acta Physica Polonica A*, 128(5), 824-827, (2015).

[25] Taweejun, N., Praditja, T., Bootchai, S., & Kanchanomai, C. "Effect of Multi-Cycle Nitrocarburizing on the Microstructure and Surface Hardness of Low-Carbon Steel", *Metal Science and Heat Treatment*, 63(7): 380-387, (2021).

[26] Sohi M.H., Ebrahimi M., Raouf A.H., Mahboubi F., "Comparative study of the corrosion behaviour of plasma nitrocarburised AISI 4140 steel before and after post-oxidation", *Materials & Design*, 31(9): 4432-4437, (2010).

[27] Moon, K.I., Kim, S.K., Kim, S.W., "A Study on the Corrosion Resistance of Free Cutting Steels after Oxy-Nitriding", *Journal of Korean Society of Heat Treatment*, 19(2): 90-95, (2006).

## Strategies for the Decarbonisation of Reheating and Heat Treatment Processes in the Steel Industry

Çelik Endüstrisinde Yeniden Isıtma ve Isıl İşlem Süreçlerinin Karbonsuzlaştırılmasına Yönelik Stratejiler

Gökhan GULA, Malte FLIESS

Tenova LOI Thermprocess  
Germany

### Abstract

Reheating and heat treatment processes are among the most energy-intensive processes in the value chain of metallic materials.

In the past, the reduction of specific CO<sub>2</sub> emissions was typically achieved by increasing energy efficiency. The limits of these measures are usually defined by the useful heat that has to be supplied to the material.

Based on the EU climate targets, CO<sub>2</sub> emissions must be reduced by more than 80% by 2050. This target cannot be achieved for process heat through efficiency measures alone. One possible way is the use of renewable energy sources. In addition to the direct use of regenerative generated electricity, hydrogen or other regenerative produced gases can be used, for example. Hybrid processes are also an option. In addition to the evaluation of investment and operating costs, the selection of suitable energy sources is primarily dependent on availability and infrastructural conditions, which vary from region to region. It is therefore to be expected that some solutions will become established in the market, which may vary, for example, according to the location and type of production facilities.

In this presentation, various decarbonisation scenarios for typical reheating and heat treatment processes are evaluated with regard to various criteria such as technical feasibility, investment and operating costs, primary energy consumption and infrastructure requirements. On this basis, suitable and plant-specific strategies for the decarbonisation of the thermal process industry can be determined.

### 1. Potentials for decarbonisation

In terms of a holistic view, measures to minimise the CO<sub>2</sub>-footprint in the downstream sector play a central role despite the lower overall savings potential compared to the upstream sector: While the replacement of plants in the upstream sector, such as the conversion of the blast furnace route to direct reduction technology, is associated with high investment costs, modernisation of existing plants in the downstream sector can generally be implemented more flexible, with significantly lower investment volumes and shorter periods of time [1].

The key to the successful decarbonisation of the steel industry lies in the provision of renewable energy sources. Renewable electricity, renewably produced hydrogen as well as synthetic and CO<sub>2</sub>-free hydrocarbons, such as biogases or synthesis gases, can be utilised here. Thus, it is evident that the expansion of renewable energies is essential for all the media mentioned. Figure 1 summarizes the use of renewable energy sources and so-called non-avoidable carbon sources regarding a CO<sub>2</sub>-free supply of heat treatment plants. A vision for the future is the use of these forms of energy in a plant depending on the availability on the market and the respective costs, without creating disadvantages in the heat treatment process itself.

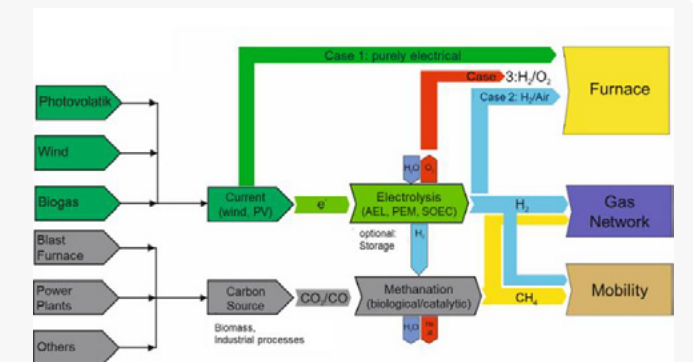


Figure 1. Use of green power and carbon sources in thermoprocesses, energy supply and transport [2].

The use of electricity as an energy source for reheating and heat treatment processes can be assumed to be the most energy-efficient method according to the current state of the art. Various systems are available for this purpose, e.g., inductors, heating elements or plasma torches. The greatest advantage of direct utilisation in heat treatment in general is the high energy efficiency and the low conversion losses. For resistance heating, for example, these are in the order of a few percent. All other energy sources are subject to greater efficiency losses. The provision of additional capacities of renewable energy sources is required here. The disadvantage of the direct use of electricity is the limited storage capacity and the necessary sector coupling of the electricity suppliers with the plant operators. The energy supply of discontinuously operated processes such as electric arc furnaces or other batch furnaces poses a considerable challenge for electricity producers and their distribution

grids. A great importance in the use of renewable energy will therefore be the development of energy storage capacities, since renewable energy will inevitably depend on very volatile factors, such as the time of day or the amount of wind. These volatilities can be partially offset by continuing to drive forward the large-scale and cross-border expansion of the electricity grids. However, storability and security of supply are still limited.

This problem can be solved by generating storable energy sources with the available electricity. In this way, electricity peaks that occur in windy periods, for example, can also be used to generate energy. Nowadays, wind parks are sometimes switched off during these periods to avoid distribution grid overloads. One possibility for utilisation is the production of hydrogen in electrolysis processes. Modern electrolysis plants achieve an efficiency of up to 80% [2]. The produced hydrogen can be stored and transported to consumers. Efficient distribution of hydrogen requires a not yet existing infrastructure and considerable investment. Until this infrastructure is developed, the existing natural gas system can be utilized as a distribution system by adding additional hydrogen to the natural gas. Currently H<sub>2</sub> admixtures in the magnitude up to 20% to natural gas can be achieved without affecting consumers. In this way, the locally produced hydrogen can be efficiently distributed in the gas network, thus minimising the CO<sub>2</sub> footprint of all consumers until a dedicated H<sub>2</sub> infrastructure has been established. Oxygen is produced as an additional product in the electrolysis process. This can then also be used in plants such as the LD converter, EAF or for heating heat treatment plants (direct H<sub>2</sub> and O<sub>2</sub>-combustion).

Biogases are another regenerative energy source to be considered. These are produced, for example, in biogas plants from biomass such as wood, maize or other plants as well as organic waste. Process-inherent CO<sub>2</sub> sources that cannot be avoided using existing technologies can be fed into a methanisation process. Here, H<sub>2</sub> and electricity are used to convert the CO<sub>2</sub> into CH<sub>4</sub>. The efficiency of modern plants is in the range of approx. 75-80%. This synthetic gas can be regarded as climate-neutral, provided the H<sub>2</sub> and electricity are sourced renewably. This synthesis gas can then be fed into the natural gas grid and utilised.

Depending on the availability of the energy sources or the requirements of the heat treatment process, mixed resp. hybrid use of energy sources in one system may be beneficial. In these plants, often either fuel gas or electricity is currently used for heating or both energies are used simultaneously. This approach makes it possible to reduce the need for electrical energy, but still reduces the CO<sub>2</sub>-footprint. Additionally, some hydrogen can be added to the natural gas for further reduction. The success of this approach is seriously dependent on the infrastructure and availability of the respective energy sources. Besides the usability of different energy sources for the corresponding

process must be evaluated. Hybrid heating is a fruitful measure to handle excess capacity in electricity production by dynamically switching the heating from gas to electricity, for example, and can thus be used as flexible alternative to energy storage.

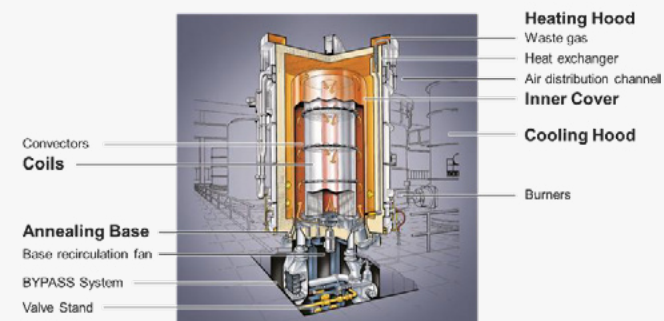
On the other hand, the furnace sections must be equipped with both heating systems, resulting in higher investment costs. Therefore, these must be offset against the operating costs with reduced costs for electricity from surplus production, which is primarily generated from renewable sources.

Based on this overview of decarbonisation strategies a detailed analyses of the boundary conditions and processes is highly recommended prior to new construction projects or modernisations with the aim of minimising CO<sub>2</sub> in an economical, technological, and environmental manner. The following presents a case study of the various heating systems for a Bell-type Annealing Furnace (BAF) to exemplarily assess a procedure for analysing different decarbonisation approaches for a determined process.

## 2. Case study Bell-type Annealing Furnace

In bell-type annealing plants, which have so far been mainly operated with natural gas, recrystallisation, precipitation and spheroidizing annealing of steel and non-ferrous metals are carried out. The aim is to specifically tailor the mechanical properties of the annealed coils, tubes or wire materials for subsequent forming processes or the required product properties at the end customer.

In the considered and in figure 2 illustrated case, i.e., Bell-type annealing lines for steel coils with a representative gas capacity of 1.5 MW, coils are annealed after hot or cold rolling in batch operation for recrystallisation at target temperatures of approx. 620-810°C and typical stack weights of around 80 mt.



**Figure 2.** Scheme of a Bell-type Annealing Furnace for coils.

The aim of this section is to outline a simple and basic overview. The respective statements can be transferred to other thermoprocesses in some cases for new plants as well

as for the modernization of existing plants. For each specific plant, the scenarios presented must be further elaborated technically and economically.

Figure 3 summarises the four evaluated scenarios. The basis is always the first scenario of complete gas heating with fossil natural gas. The second scenario discusses the potential of purely electric heating for the corresponding plant. The third scenario describes possibilities of hybrid heating, and the fourth scenario describes heating with renewably generated fuel gases.



**Figure 3.** Overview of scenarios for decarbonisation of the bell-type annealing process.

### 2.1. Scenario 1 (Pure Gas Heating with fossil natural gas)

In the baseline scenario a gas heating capacity of around 1.5 MW with an average firing efficiency of approx.  $\eta_f = 71\%$  is installed for the conventional variant. Tenova LOI Thermprocess also offers a modern generation of heating hoods with the patented Ultra-low NO<sub>x</sub> HPH<sup>®</sup> (high performance hydrogen)-flameless concept with an average firing efficiency of approximately  $\eta_f = 76\%$  (Fig. 4). By means of significantly increased air preheating temperatures of up to 600°C via enlarged recuperator exchange area and thus reduced flue gas losses, energy savings of up to 12% and a corresponding reduction of the CO<sub>2</sub>-footprint are realised. In combination with the world's first use of flameless combustion in a BAF, the high NO<sub>x</sub> emissions occurring naturally at higher air preheating temperatures are significantly reduced to approx. 70 mg/m<sup>3</sup>@5%O<sub>2</sub> on average over the annealing cycle in the flue gas [3].

For the sake of completeness, it should be mentioned that significant optimisation in terms of energy efficiency, performance and quality can be achieved often by modernising older plants for thermoprocesses. For BAFs these are well known and represent the state of the art [4]. At this point, particular reference should be made to the conversion of older HN<sub>x</sub> systems with nitrogen-based process gas atmospheres to the modern HPH<sup>®</sup> technology with a controlled 100% hydrogen atmosphere in

combination with intensive convection via frequency-controlled base recirculation fan motors with fan speeds up to 2,500 rpm. Besides these measures the use of special software for optimised gas purging in line with stack data, which reduces nitrogen and hydrogen consumption should be considered. Further possible efficiency options are the stack heat recovery during cooling via a BYPASS system with heat exchanger for process gas atmosphere (Fig.2) and the smart use of the recovered heat [5].



**Figure 4.** Tenova LOI Thermprocess Ultra-low NO<sub>x</sub> HPH<sup>®</sup>-flameless heating hood.

Most of these measures aim at reducing the needed energy for the process and especially at reducing flue gas losses. Even small measures can have a beneficial impact over the lifetime of thermoprocess plants and should be compared to the energy costs with raising tendency for the future. Investments assessed as uneconomical in the past may become progressively more rational. Here the entire plant must be in focus instead of just replacing small parts of a furnace.

Another way to avoid flue gas losses and furthermore CO<sub>2</sub> emissions is the direct use of electricity as energy source for reheating and heat treatment processes.

### 2.2. Scenario 2 (Pure Electrical Heating System)

In this scenario, the assumption is made that the burners used in scenario 1 are replaced by electric heating elements or

meander heating wires directly in the furnace chamber. Many Furnaces can principally be realised fully electrically heated. Figure 5 illustrates exemplarily an electrical Heating Hood with resistance heating system.

Thereby one main issue is the lower energy density of electric heating systems compared to ones with burners. Accordingly, the necessity for sufficient area in the furnace chamber and availability of electricity at the plants raises. In the considered conventional case 1.5 MW gas capacity is installed. Assuming a firing efficiency of  $\eta_f = 71\%$  and neglectable conversion losses of the resistance heating system approx. 1,0 MW electrical energy must be provided. In contrast only 800 kW are applicable due to limited area. The reduced heating power impacts the heating up phase of this type of furnace, therefore slightly reducing the throughput of the plant. Since during soaking phases with constant temperature less energy is needed, the reduced power does not affect heat treatment time during these stages. To sum up, pure electrical heating with power from renewable sources is an applicable way to reduce the CO<sub>2</sub>-footprint in an effective way, often with small restrictions concerning the throughput of a bell-type annealing plant and other thermoprocesses in general, if the infrastructure for the power supply is available. Electrical heating solutions are already in operation for more than 70 years, but were widely only considered where access to gas was limited due to often significantly higher costs.



**Figure 5.** View inside an electrical Heating Hood with resistance heating system.

### 2.3. Scenario 3 (Hybrid Heating)

Hybrid types, i.e., the combination of both preceding scenarios of heating, are the exception in bell-type annealing furnaces. Since the space in the furnace is restricted, a fully gas and fully electrical heating system with 1.5 MW individually in one hood is technically not applicable. However electrical heating elements can be integrated into a gas heated furnace with a capacity of around 300 kW and act as auxiliary element exploiting the benefits of an electrical

power or coping with the volatility of the power supply. Another option is to equip several annealing bases in a plant as hybrid, so that these bases can be run with either a fully gas-heated or a fully electrical heated furnace.

In these flexible hybrid systems gas and electric heating can be utilized depending on the electricity availability and price. The use of hybrid heating systems offers the potential to reduce CO<sub>2</sub> emissions or to be used as flexible energy storage. The necessary systems are state of the art and must be individually adapted to the technological requirements of the heat treatment process respectively the infrastructure of the plant owners. In general, for different heat treatment processes hybrid solutions are more complex and sometimes restrictions concerning the productivity must be tolerated due to space reasons. Besides the disadvantages of a higher investment often more space is required.

### 2.4. Scenario 4 (Regenerative Gas Heating)

The same boundary conditions apply to this scenario as to scenario 1. The use of green natural gas (Power2Gas) is unproblematic in terms of both, transformation complexity and process reliability. The use of hydrogen is technologically more demanding, e.g., because of the higher combustion temperature and the associated potential for increased nitrogen oxide emissions compared to natural gas. Several heat treatment processes are assessed for this purpose, e.g., for Roller Hearth Heat Treatment, where in flameless operation, NO<sub>x</sub> emissions below 70 mg/m<sup>3</sup>@5%O<sub>2</sub> were achieved with suitable heating technology [6].

In the case of bell-type annealing plants suitable burners have already been successfully tested at Tenova LOI Thermprocess on a trial basis as well as in industrial environment with 100% H<sub>2</sub> and various mixtures of H<sub>2</sub> and natural gas. Here the burners have special requirements concerning the flame shape and velocity as the area between Heating Hood and inner cover is restricted and unsuitable design may detrimentally influence the refractory material and service life of other furnace parts. Furthermore, Tenova LOI's latest generation heating hoods (Fig. 4) featuring the patented Ultra-low NO<sub>x</sub> HPH<sup>®</sup>-flameless concept for bell-type annealing plants was proven. A special feature of the concept is the spatial distance between the fuel gas injection via designated gas lances and the air supply after reaching release temperature for flameless mode in the heating hood to effectively reduce NO<sub>x</sub> emissions [7].

To facilitate the flexible delivery of natural gas/H<sub>2</sub> mixtures, a specially designed mobile natural gas/hydrogen mixing station was deployed during the trial annealing processes temporarily in the plant for series production (Fig. 6). The Tenova LOI Thermprocess mobile natural gas/hydrogen mixing station ensures the flexible delivery of desired adjustable natural gas/H<sub>2</sub> mixtures for a max. gas capacity of

up to 2 MW. With modern process control all gas flows can be tracked and evaluated. This allows for an assessment of the impact of increased hydrogen admixtures on the overall system of any gas-fired furnace with different operation modes.



**Figure 6.** Tenova LOI Thermprocess mobile Gas Mixing Station [7].

Despite the higher combustion temperature and the associated potential for increased NO<sub>x</sub> emissions compared to natural gas, the HPH<sup>®</sup>-flameless concept demonstrated remarkably low NO<sub>x</sub> emissions and has proven its worth for the transition towards a stable, low-emission H<sub>2</sub> operation in an industrial scale. The concept reduces NO<sub>x</sub> emissions to more than 75% in flameless mode over a wide range of the annealing cycle compared to the flame mode with conventional burners for natural gas as well as for H<sub>2</sub>. For natural gas the concept reduces NO<sub>x</sub> emissions to significantly less than 100 mg/m<sup>3</sup>@5%O<sub>2</sub> and can be operated stably with H<sub>2</sub> as fuel gas.

### 3. Conclusion

The goal of a climate-neutral society is essential to achieve the politically defined climate targets and thus minimise further global warming. A decisive factor is a significant reduction in the use of fossil fuels, which ultimately leads to the decarbonisation of industry.

The underlying case study reveals the importance of the assessment of an entire plant resp. furnace concept for this purpose. Tenova LOI Thermprocess and its customers have access to the new developed mobile natural gas/H<sub>2</sub> mixing section for tests on various furnace types. An isolated burner analysis is not expedient and besides exchanging installed

burners against optimised H<sub>2</sub>-ready ones although the adaptation of existing plants to new concepts should be considered. In case of the use of existing burners their H<sub>2</sub> suitability must be critically examined. Burner technologies that are suitable in principle with pure H<sub>2</sub> combustion in terms of burner service life must be evaluated regarding their emission behaviour and their influence on adjacent parts of a furnace. For completeness general challenges of transition from natural gas to H<sub>2</sub> heating systems are as follows the

- heat transfer and temperature homogeneity inside the furnace,
- quality of the heat-treated material (homogeneity and effect of flue gas),
- higher combustion temperatures,
- higher NO<sub>x</sub> formation rates,
- impact on refractory products and furnace materials,
- condensation of flue gas,
- safety and risk assessment and
- flame detection and monitoring.

These basic considerations demonstrate that a bell-type annealing plant has a corresponding potential for reducing CO<sub>2</sub> both as a new plant and through modernisation. In contrast to measures in new plant design, where the necessary investment is very high, modernization of existing plants is quite efficient in reducing the CO<sub>2</sub>-footprint in short term. Often the additional investment required for more efficient systems amortises within a few years through the energy savings. But suitable technically and economically optimised solutions can only be found after a prior analysis of the processes and infrastructure.

### References

- [1] C. Wuppermann, C. Schrade, Strategien zur Dekarbonisierung von Wiedererwärmungs- und Wärmebehandlungsprozessen in der Stahlindustrie, 3<sup>rd</sup> Aachener Ofenbau- und Thermprocess Kolloquium, 7-8 October 2021, Aachen, Germany.
- [2] H. Pfeifer, Energiewende in der Thermprocesstechnik, 2<sup>nd</sup> Aachener Ofenbau- und Thermprocess Kolloquium, 10-11 October 2019, Aachen, Germany.
- [3] P. Wendt, F. Maschler, G. Velten, J. Wortmann, A. Heßler, J. Zumbrink, Heat Processing, 1 (2013) 2-6.
- [4] P. Wendt, F. Kühn, Heat Processing, 1 (2011) 21-29.
- [5] M. Fliess, P. Wendt, G. Gula, First Bell-type Annealing Plant with fully automatic crane operation, 76<sup>th</sup> Congresso Anual da ABM - Internacional, 1-3 August 2023, São Paulo, Brasil.
- [6] E. König, M. Allan, Roller Hearth Heat Treatment at the Cutting Edge of Technology, AISTech 2023, 8-11 May 2023, Detroit, USA.
- [7] G. Gula, M. Fliess, C. Wuppermann, Potentiale zur Dekarbonisierung von Haubenglühanlagen und aktuelle Entwicklungen, 4<sup>th</sup> Aachener Ofenbau- und Thermprocess Kolloquium, 16-17 October 2023, Aachen, Germany.

## Elektrocüruf Yeniden Ergitme (ESR) ve Açık Kalıpta Dövme ile Takım Çeliklerinin Üretiminde Isıl İşlem Uygulaması: Yerli Üretim ve Metalurjik Özelliklerin İleri Düzeyde Geliştirilmesi

Heat Treatment Application in the Production of Tool Steels with Electroslag Remelting and Open-Die Forging: Advanced Development of Indigenous Production and Metallurgical Properties

Emre BARUTCU<sup>1,2</sup>, Ersel ÇELİK<sup>1</sup>, Funda ÖZMEL<sup>1</sup>, Bertan PARMAKSIZOĞLU<sup>1,2</sup>, Arcan F. DERİCİOĞLU<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup>Asil Çelik, <sup>2</sup>Bursa Teknik Üniversitesi, <sup>3</sup>Orta Doğu Teknik Üniversitesi  
Türkiye

### Abstract

The special types of steel known as tool steels, commonly referred to as tool and die steels, are high-quality and alloyed steels used in the cutting and shaping processes of both metallic and non-metallic materials. Türkiye's annual tool steel consumption is approximately 40,000 tonnes, which was entirely imported until the year of 2023. In 2023 tools steel production has started at Asil Çelik with a capacity of 60,000 tonnes per year. This production plays a significant role in the country's mission to reduce external dependency. The lifespan and performance of the produced molds depend on the selected tool steel's composition, production technology, part design, machining quality, and especially heat treatment. Tool steels, which are produced using electroslag remelting (ESR) method, exhibit higher internal cleanliness compared to conventional methods. They contain fewer and smaller inclusions and offer a superior internal structure with minimized solidification-related segregations. In this paper, the results of the tertiary metallurgy process (ESR), open-die forging operations and heat treatment applications of industrial practices for different hot work tool steel grades carried out at Asil Çelik have been described.

### Özet

Takım çelikleri olarak bilinen, ancak genel anlamda takım ve kalıp çelikleri olarak adlandırılan özel çelik türleri, metal ve metal olmayan malzemelerin kesme ve şekillendirme işlemlerinde kullanılan yüksek kaliteli ve alaşımlı çeliklerdir. Ülkemizde yaklaşık 40.000 ton/yıl civarında tüketilen ve 2023 senesine kadar tamamı ithal edilen takım çelikleri, Asil Çelik bünyesinde 60.000 ton/yıl kapasiteyle üretilmeye başlanmış olup ülkemizin dışa bağımlılığı azaltma misyonu içerisinde önemli bir yer almaktadır.

Üretilen kalıpların ömrü ve performansı; seçilen takım çeliğinin kompozisyonuna, üretim teknolojisine, parça dizaynına, işleme kalitesine ve özellikle ısıl işleme bağlıdır. Elektrocüruf yeniden ergitme (ESR) yöntemi ile üretilen takım çelikleri, konvansiyonel yöntemlere kıyasla daha yüksek iç temizliğe sahip olup, daha az miktarda ve küçük boyutlu inklüzyonlar barındırmakta ve katılaşma kaynaklı segregasyonları en aza indirgenmiş üstün bir iç yapı sunmaktadır. Bu çalışmada; Asil Çelik'te üretimi, gerçekleştirilen farklı sıcak iş takım çelikleri için üçüncül metalürji işlemleri, açık kalıpta yapılan dövme işlemleri ve ısıl işlem uygulamalarının sonuçları aktarılmaktadır.

### 1. Giriş

2022 yılı verilerine göre Türkiye, dünya çelik üretiminde 8., Avrupa'da ise 2. sırada yer almaktadır. Ülkemiz, çelik sektöründeki yatırımlarını her geçen gün arttırmaktadır. Çelik endüstrisi, bu konuyla dış ticaret açığının kapatılmasında önemli bir rol oynamaktadır. Özellikle yüksek katma değerli mühendislik çeliklerinin (Vasıflı Çelikler) üretiminde Asil Çelik öne çıkmaktadır. Şirket, Vasıflı Çelikleri yerli imkânlar ile üretmek, özellikle iç piyasa taleplerini karşılamak ve üretiminin yaklaşık %35'ini ihraç ederek ülke ekonomisine katkı sağlamaktadır. Dünya genelinde yılda yaklaşık 1,9 milyar ton çelik üretilirken, bu miktarın yaklaşık %0,1 gibi küçük bir kısmını takım çelikleri oluşturmaktadır. Takım çelikleri; otomotiv, beyaz eşya, elektrik-elektronik, inşaat, ambalaj, boru-profil, cam ve sağlık sektörleri başta olmak üzere birçok sektörde yaygın olarak kullanım alanı bulmaktadır. Takım çeliklerinden üretilen kalıp malzemeleri, genellikle soğuk ve sıcak dövme kalıplarında, ekstrüzyon makinalarında ve alçak ve yüksek basınçlı döküm kalıplarında kullanılmaktadır.

Takım çelikleri terimi belirli bir kimyasal kompozisyon, özellik ve uygulama alanı bütününe işaret etmemektedir. Bu sebeple, literatürde takım çelikleri hakkında kesin bir tanım bulunmamakla birlikte G. Robert ve çalışma arkadaşlarının kitabındaki tanıma göre takım çelikleri sertleştirilme ve menevişlenme özelliği olan karbon, alaşım ya da yüksek hız çelikleridir [1]. Takım çeliklerinin dört ana grubu, alt kırınımları ve yaygın olarak kullanılan sembolleri Çizelge 1'de gösterilmiştir.

Çizelge 1. Takım çelikleri ana grupları ve alt kırınımları [2].

Grup	Sembol
<b>Soğuk İş Takım Çelikleri</b>	
Suda Sertleştirilmiş Çelikler	W
Yağda Sertleştirilmiş Çelikler	O
Havada Sertleştirilmiş Orta Alaşımlı Soğuk İş Takım Çelikleri	A
Yüksek Karbon ve Kromlu Soğuk İş Takım Çelikleri	D
Şoka Dayanıklı Takım Çelikleri	S
<b>Sıcak İş Takım Çelikleri</b>	
<b>Yüksek Hız Takım Çelikleri</b>	
Tungsten İçeren Yüksek Hız Takım Çelikleri	T
Molibden İçeren Yüksek Hız Takım Çelikleri	M
<b>Plastik Kalıp Çelikleri</b>	

Asil Çelik bünyesinde 2020 yılının 3. çeyreğinde yatırımı gerçekleştirilen 4.000 ton/yıl kapasiteli, vakum sistemi ile güçlendirilmiş yüksek sızdırmazlık özelliğine sahip inert gaz tip ESR ocağı ile daha temiz ve homojen takım/kalıp çelikleri üretilmektedir. Bununla birlikte 2021'in son çeyreğinde devreye giren açık dövme tesisinde yoğun olarak üretilmekte olan takım çeliği kaliteleri aşağıdaki gibidir:

- 1.2714,
- 1.2714 MOD,
- 1.2343,
- 1.2344,
- 1.2367 ve
- 1.2367 MOD.

Kalıp çelikleri, genellikle sıcak dövme, ekstrüzyon, yüksek basınçlı döküm ve merdane uygulama alanları için yuvarlak ve prizmatik dövme mamül olarak üretilmektedir. Ayrıca, Asil Çelik'in üretmekte olduğu takım/kalıp çelikleri, bu tip çeliklerin ve ısıl işlemlerinin kabul kriterlerinin değerlendirildiği NADCA koşullarını da karşılamaktadır. Üçüncül metalürji olarak isimlendirilen ve yeniden ergitme proseslerinden biri olan ESR prosesi, yönlü katılaşma yapısı ile ingotlarda karşılaşılan makro ve mikro segregasyonu büyük oranda ortadan kaldırırken, mevcutta bulunabilen makro boyuttaki metal dışı kalıntıları tamamen ortadan kaldırmaktadır. Sonuç olarak konvansiyonel ingot döküm ve sürekli döküm ürünlerine kıyasla çok daha homojen bir kimyasal kompozisyon, katılaşma yapısı ve çok daha düşük kalıntı seviyeleri içeren malzemeler üretilmiş olmaktadır. ESR prosesinin önemli malzeme özellikleri üzerindeki metalürjik etkisi Şekil 1'de gösterilmektedir. ESR prosesiyle

birlikte sağlanan üstün malzeme özellikleri, özellikle havacılık ve savunma sanayilerine hitap eden malzemeler için büyük önem arz etmektedir. Uygulama alanlarından bazıları ise aşağıdaki gibidir:

- Uzay ve havacılık teknolojisi,
- Sıcak ve soğuk iş takım çelikleri,
- Yüksek alaşımlı paslanmaz çelikler,
- Türbin ve jeneratör şaftları,
- Kimya endüstrisi için kullanılan çelikler,
- Cam ve otomotiv endüstrileri için kalıp çelikleri,
- Nikel bazlı süper alaşımlar,
- Nükleer ve denizcilik uygulamaları için özel alaşım ve çelikler.

Özellikler	Daha Kötü	Aynı	Daha İyi	Çok Daha İyi
<b>İngot Kalitesi</b>				
Porozite			←→	
Yüzey			←→	
Metal Verimi			←→	
<b>Kimyasal Kompozisyon</b>				
Temel Elementler		←→		
Hidrojen		←→		
Oksijen			←→	
Kükürt			←→	
Cu, Zn, Sn vb.		←→		
<b>Saflik Derecesi</b>				
Mikroskopik			←→	
Makroskopik			←→	
<b>İngot Yapısı</b>				
Blok Segregasyon			←→	
Mikro Segregasyon			←→	
<b>Mekanik Özellikler</b>				
Sertlik		←→		
Çekme Dayanımı		←→		
Tokluk			←→	
İzotropi			←→	

Şekil 1. ESR prosesinin önemli malzeme özellikleri üzerindeki metalürjik etkisi [3].

Asil Çelik'te bulunan 16 ton kapasiteye sahip ESR ocağı yüksek teknolojik sistemlere sahiptir. Ergitme işlemi reoksidasyonun önlenmesi amacıyla argon atmosferi altında gerçekleştirilmektedir. 410, 500, 600 ve 800 ve 1000 mm çaplarında olmak üzere 5 farklı kesitte ESR ingotu üretilmektedir.

ESR'de üretilen ingotlar, 2021'in son çeyreğinde devreye alınan 60.000 ton/yıl kapasitesine sahip açık dövme tesisinde sıcak şekillendirme prosesine tabii tutulmaktadır. Dövme presinin gücü 4.000 ton, şişirme operasyonu için ise 5.000 tondur.

ESR ingotu formunda üretilen ve sıcak şekillendirilen dövme mamulü takım çeliklerine uygulanabilen ısıl işlemler aşağıdaki gibidir:

- Gerilim giderme tavı,
- Yumuşatma tavı,
- Sertleştirme,
- Menevişleme, ve
- Özel ısıl işlemler.

Malzemeye kaba şeklini vermek için yapılan dövme operasyonu, yapıda yüksek oranlarda kalıntı stres bırakabilmektedir. Bu kalıntı stresin giderilemediği durumlarda, final işleme sırasında ya da sertleştirme işlemi sırasında malzemede çarpılma problemi ile karşılaşabilmektedir. Gerilim giderme tavı, bu problemlerin önüne geçmek için kullanılmaktadır. Yumuşatma tavı; talaşlı imalat veya plastik şekil vermeyi kolaylaştırmak için uygulanmaktadır.

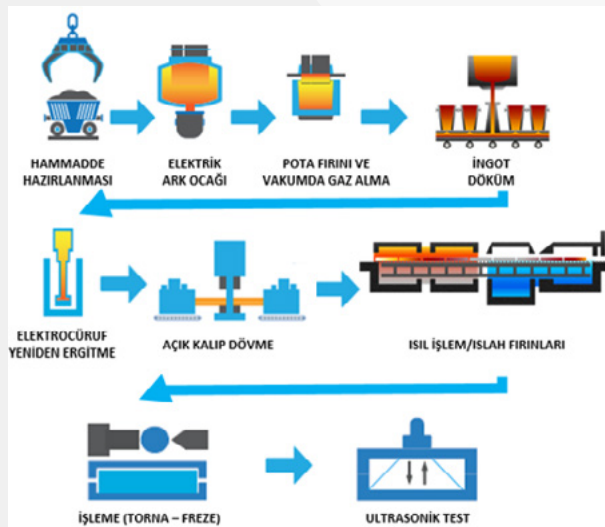
Sertleştirme işlemi; ön ısıtma, östenitleme, bekleme ve su verme olmak üzere 4 aşamada gerçekleşen bir ısıl işlemdir. Çeliğin olabilecek en sert formuna kavuştuğu bu yapı; malzemeyi işlemesi zor, tokluğu düşük ve çatlamaya meyilli bir hale getirmektedir.

Menevişleme, genel olarak sertleştirme sürecinde oluşan gerilimleri azaltmak amacıyla kullanılmaktadır. Fakat takım çelikleri için menevişlemenin bundan daha önemli amaçları da bulunmaktadır. Bunlar; kalıntı östenitin dönüşümünü sağlamak, karbürlerin yapıda tekrar çökelerek meneviş sertleşmesini veya ikincil sertleşmeyi oluşturmalarını sağlamak ve tokluk gibi malzemenin ömrünü direkt etkileyen metalürjik değeri arttırmaktadır. Genel olarak menevişleme ısıl işlemine tabii tutulmuş çelikler, birçok uygulama açısından daha elverişli hale gelmektedir.

Özel işlemler ise genellikle sıfırlatma işlemi ve ara gerilim giderme tavı olarak iki ana grupta incelenmektedir. Sıfırlatma işlemi, ısıl işlem sonrası yapıda kalan kalıntı östeniti tamamen gidererek mekanik özellikleri iyileştirmek için takımlara uygulanmaktadır. Ara gerilim giderme tavı ise, gerilimleri azaltmakta ve takım ömrünü uzatmaktadır.

## 2. Deneysel Çalışmalar

Asil Çelik'te ESR'li ve ESR'siz olarak üretimi gerçekleştirilen sıcak iş takım çeliklerinin üretimi, üçüncül metalürjik işlemleri, açık kalıpta dövme işlemleri ve ısıl işlemleri incelenmiştir. Üretimi ve şekillendirilmesi gerçekleştirilen süreçlerin rotası Şekil 2'de gösterilmektedir.



Şekil 2. Sonuçları paylaşılan takım çeliklerinin izlediği üretim rotası.

Takım çeliği olarak endüstride çok sık kullanım alanı bulan 1.2714 ve 1.2367MOD sıcak iş takım çeliklerinin, mekanik özellikleri, mikroyapı ve temizlik seviyeleri hakkında standartlara atıfta bulunarak segregasyon, mikro-temizlik, çentikli darbe ve sertlik testleri ile mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir.

### 2.1. 1.2367MOD sıcak iş takım çeliğinin üretim ve karakterizasyon süreçleri

1.2367MOD sıcak iş takım çeliği; çelikhanede ingot olarak üretildikten sonra ESR prosesinde, özel karakteristikte bir cüruf kullanılarak yeniden ergitilerek ESR ingotu olarak üretilmiş ve son olarak açık kalıpta dövülmüştür. Dövme işlemi sonrasında yumuşatma ısıl işlemine tabii tutulan kalıp çelikleri, torna veya freze tezgâhlarında işleme operasyonu akabinde iç ve yüzey hata kontrollerinden geçmektedir.

Üretilen kalıp çeliklerinden alınan numuneler, takım çelikleri için dünyada genel olarak kılavuz kabul edilen NADCA kriterlerine göre mikroyapı ve mekanik özellikler bakımından değerlendirilmiştir.

### 2.2. 1.2714 sıcak iş takım çeliğinin üretim ve karakterizasyon süreçleri

1.2714 kalite ön sertleştirilmiş sıcak iş takım çeliği; çelikhanede ingot olarak üretildikten sonra açık kalıpta dövülmüştür. Dövme işlemi sonrasında sertleştirme ve menevişleme ısıl işlemine (Q&T) tabii tutulan 1.2714 kalıp çelikleri, torna veya freze tezgâhlarında işleme operasyonu akabinde iç ve yüzey hata kontrollerinden geçmektedir. Üretilen kalıp çeliklerinden alınan numuneler, mikroyapı ve mekanik özellikler olarak değerlendirilmiştir.

## 3. Sonuçlar ve Tartışma

### 3.1. 1.2367MOD sıcak iş takım çeliği için ESR, açık kalıpta dövme ve ısıl işlemin mikro-temizliğe, mekanik özelliklere ve mikroyapıya etkisi

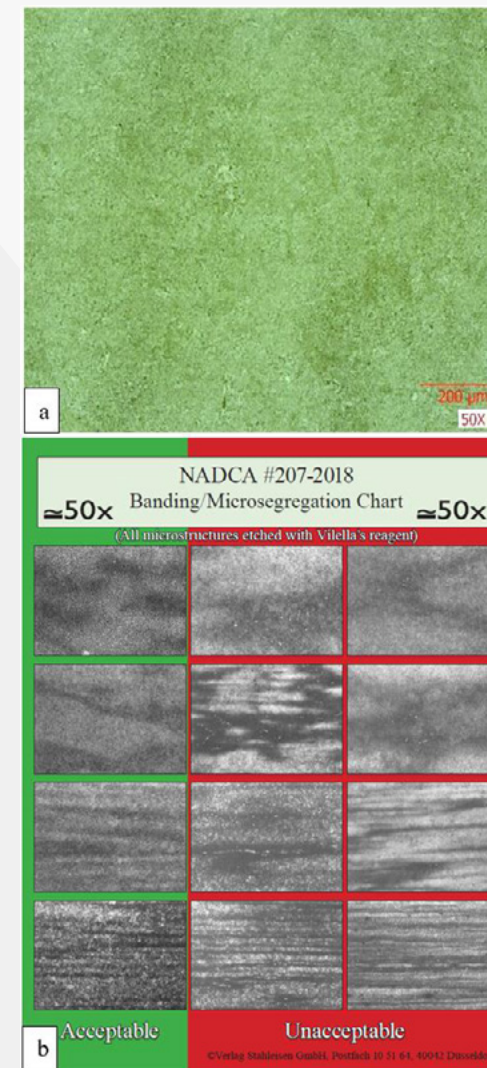
Çelikhanede ESR prosesi için özel olarak imal ettirilen ingot kalıplarıyla (310, 406, 500, 600 ve 800 mm yuvarlak kesitler) üretilen ingotların ağırlığı min. 2,4 ton, max. ise 17,5 tondur. ESR prosesinde elektrot olarak tanımlanan bu silindirik ingotlar, ESR prosesi sonrasında daha büyük kesitli ESR ingotlarına dönüşmektedir. ESR sonrasında özel bir ısıl işleme tabii tutulan ESR ingotları, dövmehanede açık kalıpta dövülmektedir. 1.2367MOD sıcak iş takım çeliğinin en önemli avantajları; yağda ve havada sertleşme için çok iyi sertleşebilirliğe sahip olması, yüksek sertlik ve aşınma dayanımı göstermesi, düşük ve yüksek sıcaklarda çok iyi tokluk ve fiziksel özellikler göstermesi, ısıl yorulma yırtılmalarına ve hızlı sıcaklık değişimlerine karşı yüksek direnç göstermesi ile ESR işlemiyle elde edilen son derece homojen ve temiz mikroyapı sayesinde kullanımda yüksek performans göstermesidir. 1.2367MOD sıcak iş takım çeliği

için standart kimyasal kompozisyon Çizelge 2'de gösterilmektedir.

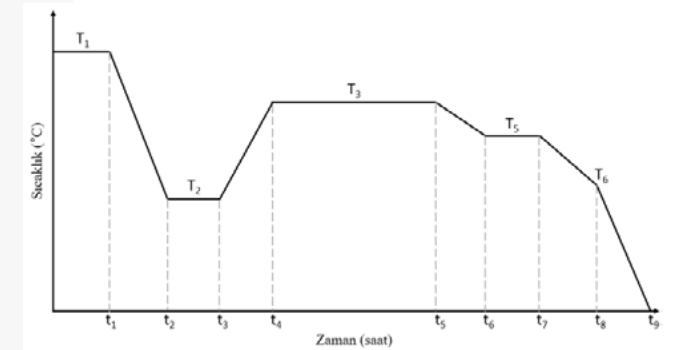
Çizelge 2. 1.2367MOD sıcak iş takım çeliğinin DIN EN ISO 4957 standart referansındaki kimyasal kompozisyonu.

Ağırlıkça (%)					
C	Si	Mn	Cr	Mo	V
0,38	0,40	0,40	5,00	2,95	0,50

Asil Çelik'te kalıp üretimine uygun hale gelen çelikler, NADCA kriterlerine göre değerlendirilmektedir. Şekil 3'te NADCA'nın bantlaşma ve mikrosegregasyon olarak kabul edilebilir/edilemez şartları ve Asil Çelik üretimi malzemenin merkezdeki mikroyapısı gösterilmektedir. Dövmehanede farklı kesitli yuvarlak, kare ve prizmatik şekilli yarı mamüllere dövülen 1.2367MOD sıcak iş takım çeliklerine karbürlerin yapıda homojen dağılması ve tanelerin incelmeleri için özel bir ısıl işlem uygulanmaktadır (Şekil 4).

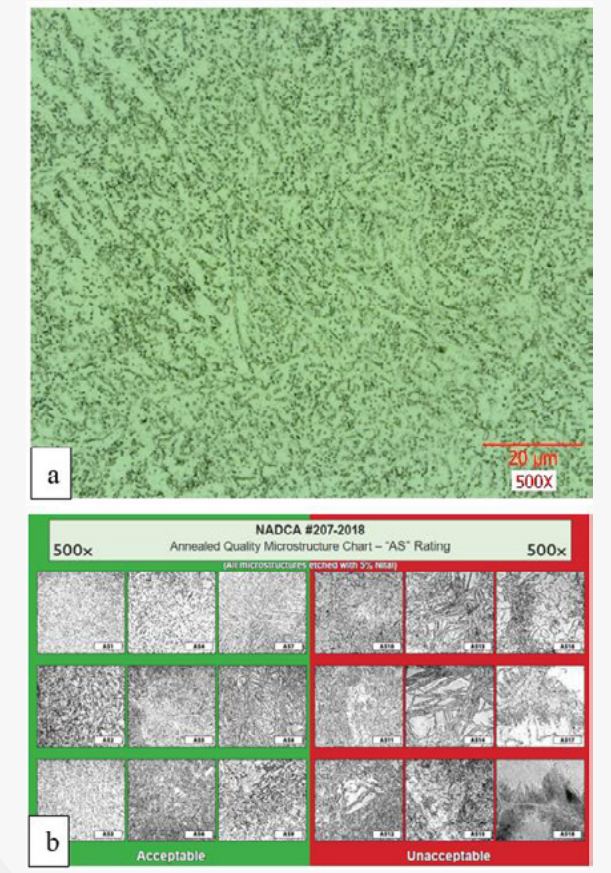


Şekil 3. 1.2367MOD takım çeliğinin özel ısıl işlem sonrasındaki mikrosegregasyonu dikkate alan mikroyapı fotoğrafları: (a) Asil Çelik üretimi ve (b) NADCA şartları.



Şekil 4. 1.2714 ön sertleştirilmiş sıcak iş takım çeliğine dövme ve ısıl işlem proseslerinde uygulanan özel ısıl işlem.

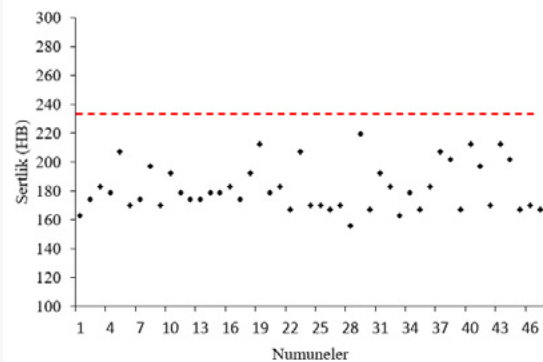
Üretilen yarı mamul malzemenin merkezinden alınan numunenin optik mikroskopta 50X büyütmedeki mikroyapısı, NADCA şartlarına uygun olduğunu göstermektedir (Şekil 5). Şekil 4'te ise Asil Çelik'teki 1.2367MOD takım çeliğinden üretimi sonrasında alınan numunenin dağıldıktan sonra optik mikroskopta 500X büyütmedeki mikroyapısı, NADCA'nın tavlama şartını sağlamakta olduğunu gösterilmektedir.



Şekil 5. 1.2367MOD takım çeliğinin özel ısıl işlem sonrasındaki mikroyapısı: (a) Asil Çelik üretimi ve (b) NADCA şartları.

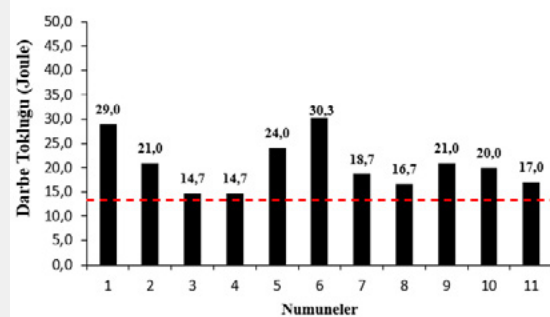


Şekil 6'te, üretilen 1.2367MOD sıcak iş takım çeliği yarı mamullerinden toplamda alınan 47 farklı sertlik değeri gösterilmektedir. Bütün değerler, NADCA kriterlerindeki max. 235 HB sertlik şartını sağlamaktadır.



Şekil 6. Üretilen 1.2367MOD takım çeliklerine uygulanan Brinell sertlik test sonuçları.

ESR'li dövülmüş 1.2367MOD takım çeliklerine TS EN ISO 148-1 standardına göre çentikli darbe testleri uygulanmıştır. NADCA'ya göre laboratuvar ıslahlı 1.2367MOD takım çeliklerinin darbe tokluk değerinin min. 13,60 Joule olması gerekmektedir. Şekil 7'da gösterilen çentikli darbe test sonuçlarının hepsi, NADCA'nın minimum darbe tokluk şartını sağlamaktadır.



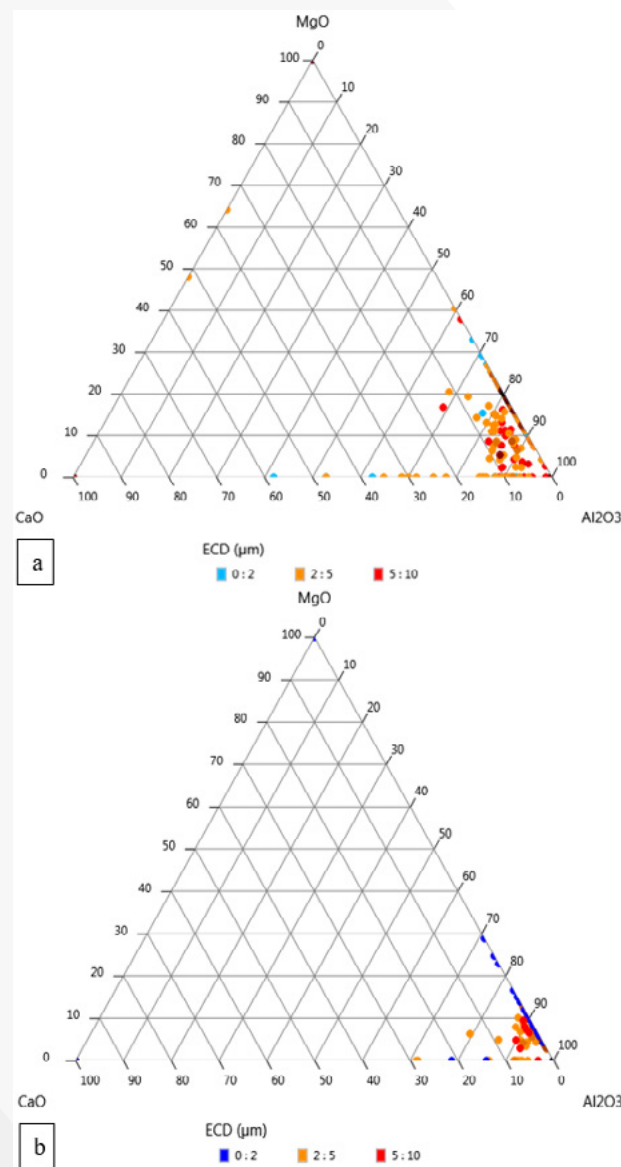
Şekil 7. 1.2367MOD sıcak iş takım çeliklerinin laboratuvar şartlarında uygulanan ıslah sonrasındaki darbe tokluk sonuçları.

Üretilen takım çeliklerinin mikro-temizlik sonuçları ASTM E45 Metot-A standardına göre incelenmiştir. ESR'li dövülmüş 1.2367MOD sıcak iş takım çeliklerinin mikro-temizlik sonuçları ile NADCA kriterlerinin karşılaştırılması Çizelge 3'te verilmiştir. ESR'li malzemenin inklüzyon sayısı ve boyutu olarak çok daha iyi sonuçlar verdiği görülmektedir.

Çizelge 3. 1.2367MOD sıcak iş takım çeliğinin ASTM E45 Metot A standardına göre mikro-temizlik sonuçları.

Standart	A		B		C		D	
	İnce	Kalın	İnce	Kalın	İnce	Kalın	İnce	Kalın
NADCA	0,50	0,50	1,50	1,00	0,50	0,50	1,50	1,00
Asil Çelik	0,30	0,20	0,75	0,20	0,00	0,00	0,75	0,50

SEM-EDX analizlerinde, ESR öncesi çelikhane ingotu (ESR elektrotu) ve ESR'li dövülmüş mamul 1.2367MOD sıcak iş takım çeliklerinin inklüzyon tipleri ve boyutları karşılaştırılmıştır (Şekil 8). Analiz yapılan her iki numunede de tarama 500X büyütmede ve 29,41 mm<sup>2</sup> toplam alanda gerçekleştirilmiştir. ESR öncesi ve sonrası olarak, Şekil 7.a ve 7.b'de tespit edilen mikro inklüzyonların miktarı ve kimyasal kompozisyon dağılımları, CaO-MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> üçlü faz diyagramlarında gösterilmiştir. Çizelge 4'te ise toplam inklüzyon boyut dağılımı ile ESR öncesi ve sonrası değişimleri karşılaştırılmalı olarak verilmiştir. ESR işlemi toplam inklüzyon sayısını %61,86 oranında azaltırken özellikle 5-10 µm arasındaki inklüzyonları %88,57 gidermiştir. Literatürde <5 µm boyutlu inklüzyonların çeliklerin performansını önemli derecede etkileyecek kadar kritik olmadığı belirtilmektedir.



Şekil 8. CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO mikro inklüzyon analizi: (a) ESR öncesi ESR elektrot ve (b) ESR+dövme sonrası mamul.

Çizelge 4. 1.2367MOD sıcak iş takım çeliğinin mikro inklüzyon boyut dağılımları ve ESR işlemi sonrası değişimleri.

İnküzyon Ebatı ECD (µm)	ESR Öncesi (Elektrot)	ESR ve Dövme Sonrası
	İnküzyon Dağılımı (%)	% Değişim
0-2	%49,29	- %64,93
2-5	%40,71	- %51,58
5-10	%10,00	- %88,57

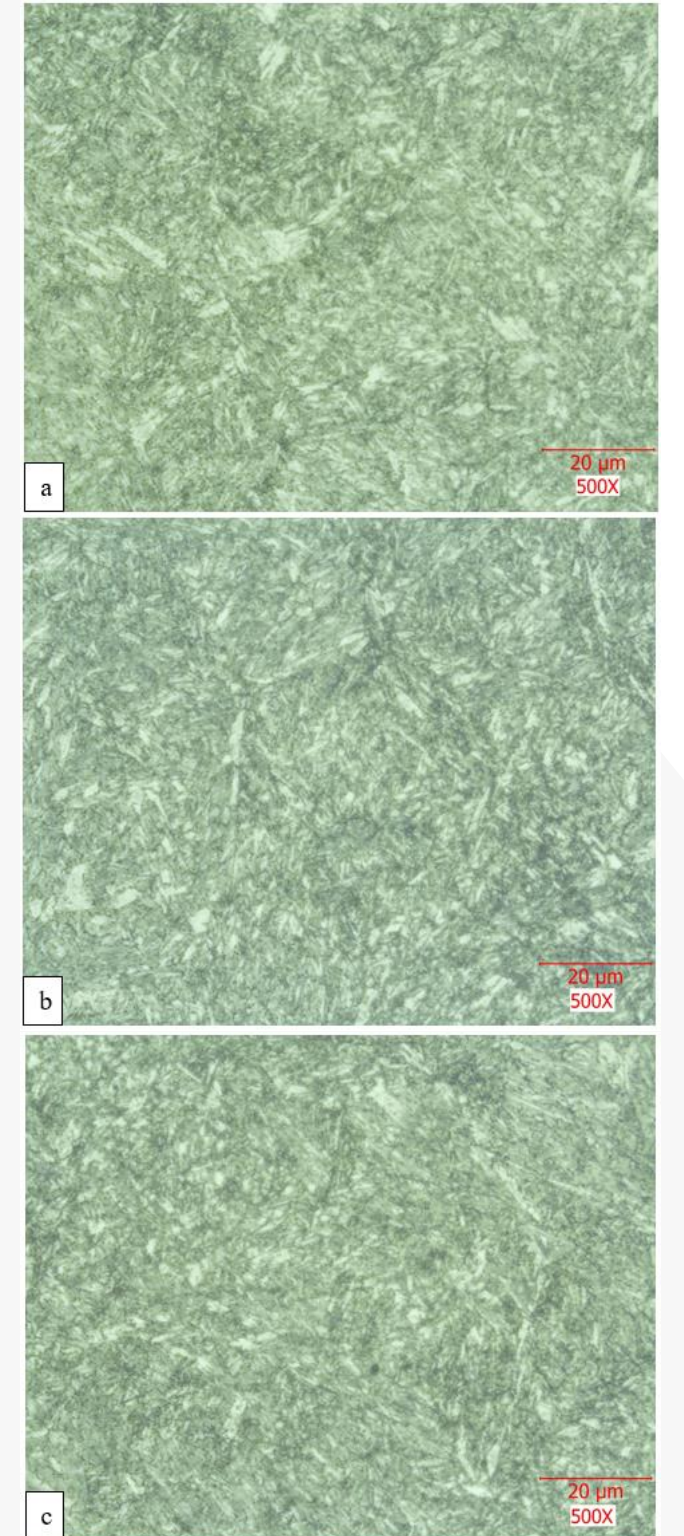
### 3.2. 1.2714 sıcak iş takım çeliği için açık kalıpta dövme ve ıslah işlemin mekanik özelliklere ve mikroyapıya etkisi

1.2714 sıcak iş takım çeliği; 1.2343, 1.2344 ve 1.2367MOD ile karşılaştırıldığında alaşım miktarı olarak çok daha az alaşım bir takım çeliği olmakla birlikte endüstride oldukça yoğun olarak kullanılan bir çelik kalitesidir. Tercih halinde ESR'li olarak da üretilebilen 1.2714 sıcak iş takım çeliği, endüstri tarafından genellikle ESR'siz ve ön sertleştirilmeli olarak talep edilmektedir. 1.2714 sıcak iş takım çeliğinin en belirgin özellikleri; iyi sertleşebilmesi, hem tavlanmış hem de sertleştirilmiş olarak teslim edilebilmesi, büyük boyutlarda dahi kesit boyunca homojen sertlik dağılımı göstermesi, üstün dayanım ve tokluk değerlerini sunması ile ESR işlemiyle birlikte artan homojen ve temiz mikroyapısı sayesinde kullanımda yüksek performans sağlamasıdır. 1.2714 takım çeliği için standart kimyasal kompozisyon Çizelge 5'te gösterilmektedir.

Çizelge 5. 1.2714 sıcak iş takım çeliğinin DIN EN ISO 4957 standart referansındaki kimyasal kompozisyonu.

Ağırlıkça (%)						
C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V
0,55	0,25	0,75	1,00	0,45	1,65	0,10

Büyük kesitlere dövülen 1.2714 sıcak iş takım çelikleri, ıslah işlemi sonrasında kenardan merkeze kadar aynı sertlik değerini göstermektedir. Kalıbın ömrünü direkt olarak etkileyebilecek bu özellik sayesinde, ıslahlı 1.2714 çelikten mamul büyük kalıplar izotropik mekanik özellikleriyle fark yaratmaktadır. Şekil 9'da 1.2714 sıcak iş takım çeliğinin dövüldükten ve ıslah (Q&T) uygulandıktan sonra yüzey altı, mid-radius ve merkez olmak üzere 3 bölgesinin optik mikroskop inceleme sonuçları gösterilmektedir. Malzemenin tüm bölgelerinde temperlenmiş martenzit görülmektedir, mid-radius ve merkezde az miktarda beynt bulunmaktadır.



Şekil 9. ıslahlı 1.2714 takım çeliğinin optik mikroskopta 500X büyütmedeki mikroyapısı: (a) Yüzey altı, (b) Mid-radius ve (c) Merkez.

Numunelerin yüzey altı, mid-radius ve merkez bölgelerinden Rockwell C yöntemi ile sertlik ölçümü

yapılmış olup sonuçlar Çizelge 6'da gösterilmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde, malzemenin yüzeyinden merkezine kadar aynı sertlik değerine sahip olduğu gözükmektedir.

**Çizelge 6.** 1.2714 sıcak iş takım çeliğinin ıslah sonrasındaki 3 bölgedeki sertlik sonuçları.

Bölgeler	Sertlik (HRC)
Yüzey altı	44
Mid-radius	44
Merkez	44

#### 4. Sonuç

Takım çelikleri, Türkiye'nin dışa bağımlı olduğu ve farklı mühendislik uygulamalarında ve üretim süreçlerinde kullanmak için tedarik etmesi mecburi bir malzeme grubudur. Asil Çelik, ESR ve açık dövme yatırımları ile birlikte üretmiş olduğu geniş yelpazeli takım çelikleri sayesinde dışa bağımlılığı önemli ölçüde engellemeyi hedeflemektedir. Bu bağlamda öncelikli olarak üretilen sıcak iş takım çelikleri; dünyada takım çeliklerinin referans noktası olarak görülen NADCA standartlarına uymakta ve yüksek performans göstermektedir.

Türkiye'de ve Avrupa'da takım çelikleri içerisinde önemli uygulama alanları bulunan 1.2714, 1.2714MOD, 1.2343, 1.2344, 1.2367 ve 1.2367MOD sıcak iş takım/kalıp çelikleri, Asil Çelik tarafından mikroyapısal ve mekanik özellik standartlarını sağlayacak şekilde üretilmektedir. Bu çalışma kapsamında örneklendirilen iki sıcak iş takım çeliği kalitesinin üretim sonrası mikroyapı ve mekanik özellik seviyeleri aşağıdaki gibi özetlenebilir:

- İngot olarak üretildikten sonra elektroçüruf yeniden ergitme prosesinden (ESR) geçerek açık kalıpta dövülen ve özel ısıl işlemlere tabii tutulan 1.2367MOD sıcak iş takım çeliği bakımından;
  - ❖ Büyük kesitli malzemeler değerlendirildiğinde, bantlaşma/mikrosegregasyon sonuçları NADCA standardı şartlarını sağlamaktadır.
  - ❖ Özel ısıl işlem uygulanmış malzemeler değerlendirildiğinde, elde edilen mikroyapılar NADCA standardı şartları içerisindedir.
  - ❖ Toplamda üretilen 47 farklı malzeme değerlendirildiğinde, NADCA sertlik standardı olan max. 235 HB bütün malzemeler için sağlanmaktadır.
  - ❖ Malzemelerin NADCA'ya göre laboratuvar ıslah işlemi sonrasındaki çentikli darbe testi sonucundaki darbe tokluk değerleri min. 13,60 Joule olması gerekmekte iken, üretilen 11 farklı malzemenin tümü bu kriteri sağlamaktadır.
  - ❖ Üretilen malzemelerin mikro-temizlik sonuçları ASTM E45 Metot-A standardına göre değerlendirildiğinde, ESR + dövme + ısıl işlem sonrasındaki değerlerin tümü NADCA kabul kriterlerinin içerisindedir.

- İngot olarak üretildikten sonra ESR'siz olarak açık kalıpta dövülen ve akabinde ıslah işlemine tabii tutulan 1.2714 ön sertleştirilmiş sıcak iş takım çeliği bakımından;
  - ❖ Malzemelerin yüzey altı, mid-radius ve merkez bölgelerinin sertlik değerleri aynıdır. Malzemenin mikroyapısal ve sertlik değerleri analiz edildiğinde, yüzeyden merkeze izotropik özellik göstermektedir. Özellikle büyük kesitlerde dahi sağlanabilen bu homojen yapı ve özellik sayesinde, kalıplar kullanımda yüksek performans gösterebilmektedir.

#### Referanslar

- [1] Roberts, G. A., Krauss, G., & Kennedy, R. (1998). Tool steels (5th ed.). Materials Park, OH: American Society for metals. Doi: 10.1361/tools1998p001
- [2] Mesquita, R. A., Kubin, M., & Schneider, R. S. (2017). Tool steels properties and performance. Boca Raton: CRC Press.
- [3] Arh, B., Podgornik, B., & Burja, J. (2016). Electroslag remelting: A process overview. Materiali in Tehnologije, 50(6), 971–979. Doi: 10.17222/mit.2016.108

## Experiences with the Application of the NADCA Standard in the Hardening Shop

**Klara TESARKOVA**

Bodycote HT  
Czech Republic

#### Abstract

The contribution from Bodycote builds on the long-standing experience of the heat treatment plant in processing materials, particularly in the field of die casting. Ongoing monitoring of changes, their application, and testing of the most commonly used materials provide the heat treatment plant with a good understanding of material qualities in the market. The choice of material, requirements for heat treatment, and its control are the first steps in achieving the desired lifespan of parts for die casting. Despite the fact that the inspection mechanisms defined in the NADCA standard (latest revision from 2022) are only marginally utilized by the heat treatment plant's customers, and their significance comes into play at the moment of part failure or inadequate lifespan, material and heat treatment testing is conducted internally as part of the development of heat treatment operations [1]. The obtained data serve as a valuable source for improving procedures, as well as for proposing heat treatment solutions to customers, including suitable additional operations.

#### 1. Introduction

The field of pressure die casting is rightly considered one of the most demanding applications, considering the technological conditions of casting (high temperature, pressure, mechanical wear), and the increasing demands from foundries for the quantity of produced pieces.

To meet these criteria and withstand this challenging environment, materials for insert production must be of the highest possible quality. The ideal procedure is described in the NADCA standard 207-2022. Despite the availability of this standard, its control mechanisms are not widely utilized by customers in our market, and the quality of material and performed heat treatment is often addressed only when a problem is discovered.

This approach is not suitable even for a custom heat-treating facility that lacks the ability to control input material. Still, it is always the first place where customer complaints are directed upon the discovery of defects in inserts.

The long-term experience of Bodycote HT plant in the heat treatment of pressure die casting inserts has led to the independent testing of the most used materials and the

creation of statistics, which currently includes over 100 impact toughness tests for materials such as DIEVAR, TQ1, W400, W403, 1.2343, and 1.2344. The statistics encompass tests from both customers and the foundry itself.

This presentation demonstrates the results of testing from 2018 and 2023. Repeated tests aim to gather new information about materials on the market and reverify the stability of the hardening shop.

#### 2. Experimental Procedure

Testing in the years 2018 and 2023 was always conducted in accordance with NADCA 207 (in the respective revision) and was carried out in a dual-chamber vacuum hardening furnace with oil quenching. This verification method provides very good information about the steel quality through notch toughness values. The acceptance criterion of notch toughness is a crucial parameter due to its correlation with heat checking in the pressure die casting process Fig.1.



**Figure 1.** Heat checking

#### 2.1. Testing in accordance with NADCA 207 – testing methodology

A material designated as a special grade tool steel for NADCA, in accordance with this specification, must be equipped with a 'Certificate of Conformity' from the steel supplier, including the following data and information:

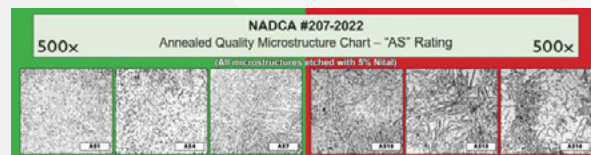
- NADCA Grade (A-H) – Tab.1
- Hardness in annealed condition in HB (max 235 HB)
- Chemical analysis
- Microcleanliness level
- Ultrasonic testing confirmation
- Grain size (min 7 and finer)
- Microstructure in annealed condition
- Segregation level
- Notch toughness results of the original bar
- Steel production method (VAR, ESR)

**Tab.1.** NADCA grades

NADCA GRADE	Material Category	C	Mn	P	S	Si	Cr	Mo	V
A*	Type H13 - Premium	0.37-0.42	0.20-0.30	0.027 max	0.003 max	0.80-1.20	5.00-5.50	1.20-1.75	0.00-1.20
B	Type H13 - Superior	0.37-0.42	0.20-0.30	0.015 max	0.003 max	0.80-1.20	5.00-5.50	1.20-1.75	0.00-1.00
C	Type 2367 & Modified	0.32-0.40	0.10-1.2	0.020 max	0.003 max	0.10-0.50	4.70-5.85	2.00-3.30	0.40-0.70
D	Type H11/2343	0.35-0.42	0.20-0.60	0.027 max	0.003 max	0.80-1.20	5.00-5.50	1.10-1.60	0.30-0.60
E	Type H11 Modified - Superior	0.32-0.43	0.10-0.70	0.020 max	0.003 max	0.10-0.50	4.70-5.70	1.10-2.10	0.30-0.60
F*	Type H11 Modified - Premium	0.32-0.40	0.30-0.90	0.020 max	0.003 max	0.25-0.70	3.30-3.70	1.00-1.60	0.40-0.60
G	Type 2367 Modified - Reduced Cr	0.32-0.40	0.10-0.60	0.020 max	0.003 max	0.10-0.50	3.50-4.00	2.00-3.30	0.40-0.70
H	Type 2367 Modified - Increased V Lower Mn	0.31-0.38	0.20-0.50	0.013 max	0.003 max	0.10-0.40	4.50-5.20	1.60-2.00	0.70-0.90

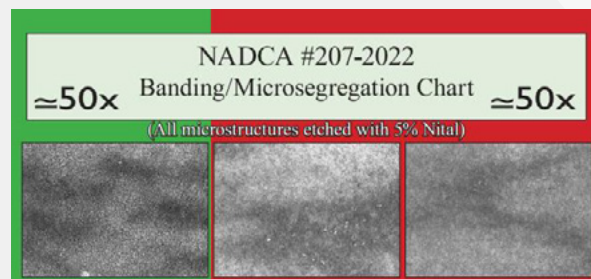
Table 1 - Chemical Composition of Special Quality Die Steels  
\* Premium indicates that the grade may not be remelted.

Except for grade A (H13 steel) and grade F, steel production by ESR (Electroslag Remelting) or VAR (Vacuum Arc Remelting) is required. The input annealed state with a maximum hardness of 235 HBW, evaluated according to NADCA, is shown in Fig 2.



**Fig.2.** Examples of acceptance criteria

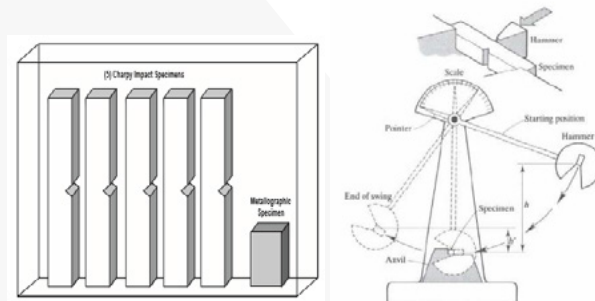
Microcleanliness – limitations for sulfur, aluminum, and silicon inclusions and globular oxides. The material should be tested for the presence of internal defects, fibers, porosities, and strong segregations. Testing is conducted using ultrasonic methods. Example of segregation, Fig. 3.



**Fig.3.** Examples of acceptance criteria

**2.2. Testing in accordance with NADCA 207 – testing methodology Charpy impact test**

The notch toughness test is performed to verify the material through the execution of the optimal hardening process with quenching in oil. Austenitizing temperature is defined for each steel according to NADCA. Subsequently, the notch toughness test is conducted following ASTM A370.



**Fig.4.** Charpy impact specimens and Charpy test

**2.2. Testing in accordance with NADCA 207 – selected steels**

Testing in 2023 was conducted on the following grades:

- W403 VMR
- W400 VMR
- DIEVAR
- Swiss Steel Thermodur E 40 K Superclean
- Swiss Steel Thermodur 2367

The main areas of interest were W403 VMR, W400 VMR, and DIEVAR steels, where over the years, there has been a shift in the acceptance limits of notch toughness.

**2.3. Acceptance criteria for the notch toughness value of test coupon No.1**

Acceptance requirement values are provided in Table 2.

**Tab.2.** Values for coupon Nr.1

NADCA Grade	Steel grade	Type	Coupon Nr. 1 [J]	
			Average	Minimum
A	H13-Premium	A1885	10,8	8,1
C	Uddeholm Dievar	C1850	25	20
D	Böhler W300 ISOBLOC	D1830	19	14,9
C	Böhler W403 VMR	C1885	13,6	10,8
H	Swiss Steel Thermodur E 40 K Superclean	H1885	14	11
E	Böhler W400 VMR	E1810	27	23

In 2023, steels that are most encountered in the custom hardening shop were tested. In addition to the notch toughness test after optimal hardening (i.e., quenching in oil and subsequent three tempering to a hardness of 44-46

HRC), the following structural assessments were also performed:

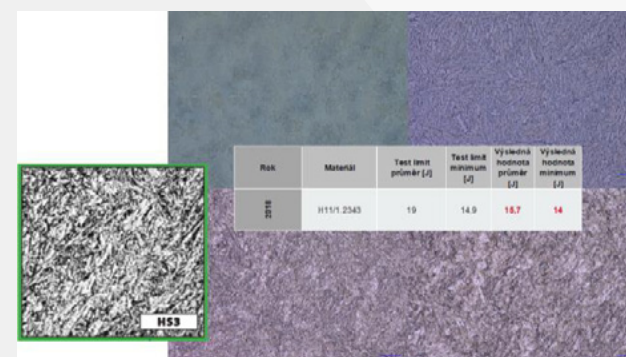
- Steel segregation
- Soft-annealed condition
- Hardened and tempered condition of test coupon No.1

**3. Results of tests in monitored period 2018 and 2023**

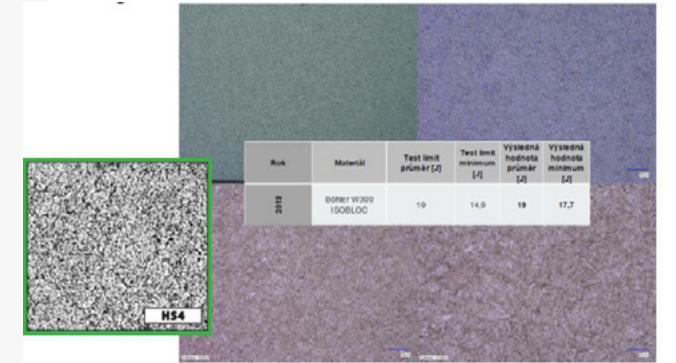
The results of notch toughness tests are included in Table 3. A comparison of metallographies for selected steels is provided in Fig. 5–8.

**Tab.3.** Summary of Charpy toughness results for selected steels

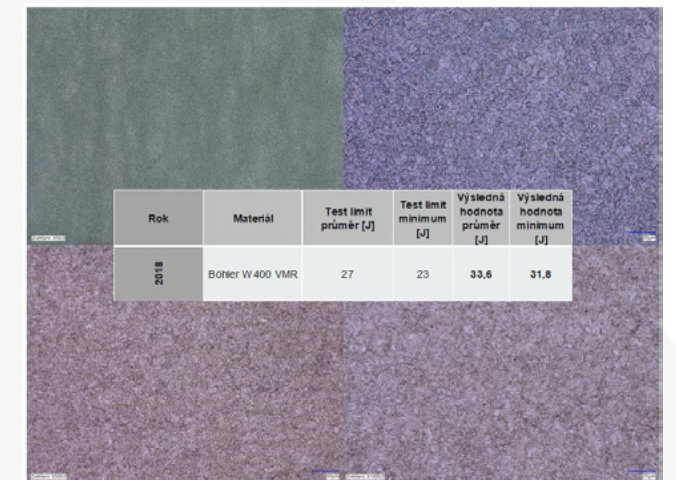
Year	Steel Grade	Test limits average[J]	Test limits minimum [J]	Final value average [J]	Final value minimum [J]
2018	Böhler W300 ISOBLOC	19	14,9	19	17,7
	Böhler W403 VMR	13,6	10,8	19,4	17,7
	Böhler W400 VMR	27	23	33,6	31,8
	H11/1.2343	19	14,9	15,7	14
2023	Uddeholm Dievar	25	20	26,7	25,9
	Böhler W403 VMR	13,6	10,8	20,7	20
	Böhler W400 VMR	27	23	42,6	31,3
	Swiss Steel Thermodur E 40 K Superclean	14	11	15,2	14
	Swiss Steel Thermodur 2367	13,6	10,8	20,5	17



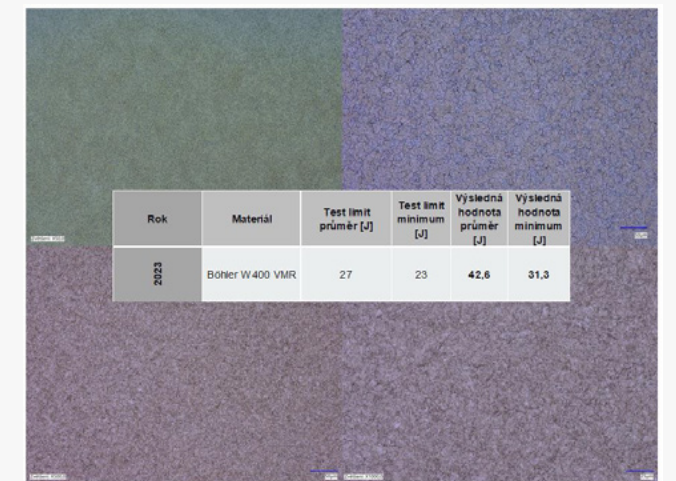
**Fig.5.** Steel 1.2343 – 2018



**Fig.6.** Böhler W300 ISOBLOC – 2018



**Fig.7.** Böhler W400 VMR – 2018



**Fig.8.** Böhler W400 VMR – 2023

**3. Summary of results in the years 2011-2023**

Long-term monitoring and testing of materials, not only through our own hardening shop tests but primarily through customer tests, provide an interesting overview of the quality of steels in the market. The results are depicted in Fig. 6.



Fig.9. Summary of results

#### 4. Conclusion

The long-term experience of the Liberec plant in testing according to acceptance criteria specified in NADCA 207 pub.229, both for supplied steels and the heat treatment process itself, provides a comprehensive overview of materials in the market, but especially the outputs of the custom heat-treating facility.

Established procedures confirm that testing and emphasis on processes defined in NADCA can significantly contribute to achieving optimal lifespans on the foundry side and can also be helpful in the long-term monitoring of process stability in the heat-treating facility. Verification of the quality of supplied steel and the custom heat-treating process can serve as a useful tool in addressing complaints, such as insufficient lifespan.

#### Acknowledgment

The contribution was created in collaboration with the team of Bodycote HT Liberec plant, Czech Republic

#### References

[1] NADCA 207 PUB. 229, REV. 2022

## Sıcak Haddelenmiş Q&P Çelikleri Isıl İşlem Parametrelerinin Mekanik ve Mikroyapısal Özelliklere Etkisinin İncelenmesi

The Investigation of Heat Treatment Parameters on Hot-Rolled Q&P Steels on Mechanical and Microstructural Properties

Ali Can AŞKIN, Gözde ALDIKAÇTI, Yusuf YAMANTÜRK, Ferhat İMAL, Emrullah ÇELİKKOL, Abdullah SEZER

Erdemir Demir Çelik Fabrikaları  
Türkiye

#### Abstract

Quench-partitioning (Q&P), an innovative heat treatment cycle, aims to obtain martensite and residual austenite in the final microstructure of steels. In this way, steel grades that can simultaneously display the high strength values of martensite and the high elongation properties of residual austenite can be produced. The majority of studies in the literature are focused on cold rolled and annealed products. In this study, the experimental steel quality shaped in the Erdemir R&D center hot rolling simulator was subjected to quenching partitioning process in the Gleeble 3500 thermomechanical simulation device. The effects of different heat treatment parameters (quench temperature, partitioning temperature, partitioning time) the final mechanical properties of Gleeble samples were examined. Microstructural and mechanical characterization were carried out by SEM, EBSD, and hardness and tensile tests, respectively. According to the results, the amount of retained austenite increases with the increase in quenching and partitioning temperature and time, but some decrease in hardness and strength values is observed. The maximum retained austenite volume fraction 7.5 % located on martensite-bainite boundaries was observed. Maximum mechanical values reached that elongation 18% and tensile strength about 1200 MPa.

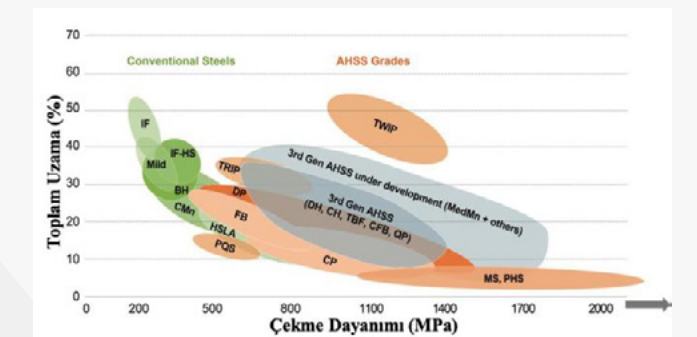
#### Özet

Yenilikçi bir ısıl işlem döngüsü olan su verme-ayırıştırma (quench-partitioning, Q&P) işlemi ile çeliklerin nihai mikroyapısında martenzit ve kalıntı östenit elde etmek amaçlanır. Bu şekilde martenzitin yüksek mukavemet değerleri ile kalıntı östenitin yüksek uzama özelliklerini aynı anda gösterebilen çelik kaliteleri üretilebilir. Literatürdeki çalışmaların çoğunluğu soğuk haddelenmiş ve tavllanmış ürünlere yöneliktir. Bu çalışmada ise Erdemir Ar-Ge merkezi sıcak haddeme simülöründe şekillendirilen deneysel çelik kalitesi Gleeble 3500 termomekanik simülasyon cihazında farklı ısıl işlem parametreleri (su verme sıcaklığı, ayırıştırma sıcaklığı ve süresi) uygulanan numunelerinin nihai mekanik özelliklere etkileri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre su verme sıcaklığının artırılmasının ilk su verme sırasında oluşan

kalıntı östenit miktarını artırdığı, ayırıştırma süresinin artması ile sertlik ve çekme dayanımının düşerken yüzde uzamanın arttığı görülmüştür. Bu şekilde sıcak haddelenmiş Q&P çeliklerinin optimum ısıl işlem çevrimleri belirlenerek optimum uzama-dayanım değerleri elde edilmiştir. Mikroyapısal ve mekanik karakterizasyon işlemleri için optik mikroskop, SEM, EBSD incelemeleri ile sertlik ve çekme deneyleri yapılmıştır. Sonuçlara göre su verme sıcaklığı ile ayırıştırma süresinin artırılmasının sertlik ve çekme dayanımını bir miktar düşürürken kalıntı östenit miktarını artırdığı görülmüştür. Ulaşılan maksimum kalıntı östenit miktarı martenzit beynit sınırlarında olup %7 olarak ölçülmüştür. Ulaşılan maksimum mekanik değerler %18 uzama ve 1200 MPa çekme dayanımıdır.

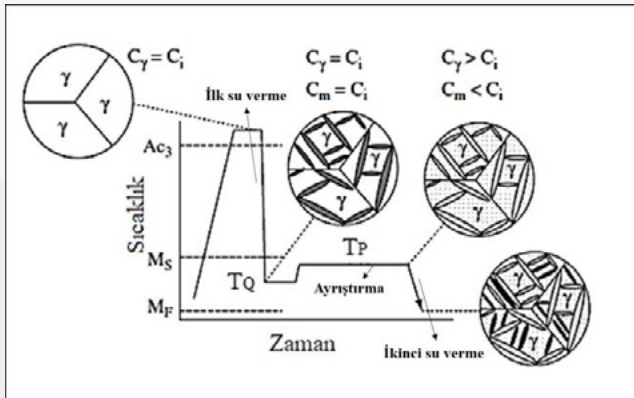
#### 1. Giriş

Günümüzde çevresel ve sosyal etkiler otomotiv üreticilerini çevre dostu, daha hafif araçlar üretmeye zorlamaktadır. Çelik üreticileri için de itici güç oluşturan bu durum güvenlik gereksinimlerini karşılayabilen daha hafif çelik kaliteleri çalışmalarını hızlandırmıştır. 3.Nesil yüksek mukavemetli çelik ailesinin üyesi olan su verme- ayırıştırma (quench-partitioning, QP) işlemi uygulanmış Q&P çelikleri yapısındaki kalıntı östenit-martenzit kombinasyonu sayesinde yüksek mukavemet ve yüksek süneklik özelliklerini aynı anda sağlayabilir. Q&P çeliklerinin küresel şekil verilebilirlik diyagramı veya diğer adıyla muz diyagramındaki konumu Şekil 1'de gösterilmiştir.



Şekil 1. Küresel Şekil Verilebilirlik Diyagramı (2023) [1]

Su verme-ayırıştırma ısıl işlemi 2003 yılında Speer ve arkadaşları tarafından ortaya konulan yenilikçi bir ısıl işlem döngüsüdür[2]. Buna göre  $A_3$  sıcaklığının üzerinde tamamen östenitleme veya  $A_{C3}$ - $A_{C1}$  sıcaklıkları arasında kısmen östenitleme tavlama yapılar. Daha sonra çelik martenzit başlama ( $M_s$ ) ve martenzit bitiş ( $M_f$ ) sıcaklıkları arasındaki bir sıcaklıkta malzemeye ilk su verme işlemi uygulanır. Bu sıcaklıkta çelik mikroyapısı kalıntı östenit ve martenzit fazlarından ibarettir. Ayırıştırma adımında ise çelik ilk su verme sıcaklığında veya bu sıcaklığın üzerinde izotermal olarak tutulur. Bu aşamada aşırı doymuş martenzit dokudan yayılan karbon atomlarının, rekabetçi reaksiyonların olmadığı durumlarda (karbür çökmesi vb.) henüz dönüşmemiş kalıntı östenite yayılarak, östenit dokunun kararlılığını arttırır. Böylece kalıntı östenitler oda sıcaklığında yeni martenzitlere dönüşmeden termal olarak stabil hale gelir [3]. Şekil 1’de su verme-ayırıştırma ısıl işlem adımları ve her aşamadaki mikroyapılar gösterilmektedir[3].



**Şekil 2.** Q&P işleminin Şematik Gösterimi [3].  $C_i, C_y, C_m$  sırasıyla; başlangıç alaşımı, östenit ve martenzit karbon konsantrasyonlarını temsil etmektedir.  $T_Q$  ve  $T_p$  su verme ve ayırıştırma sıcaklıklarıdır.

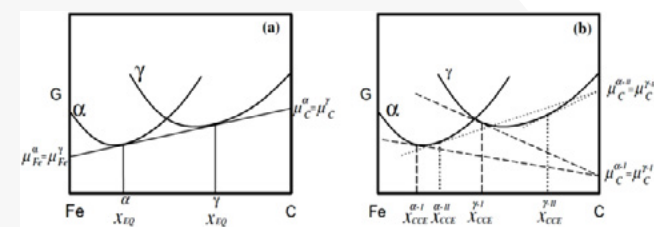
Q&P çeliklerinin yüksek mukavemet ve yüksek süneklik özellikleri esas olarak dönüşüm kaynaklı plastite (TRIP) ilişkilidir[1]. Yüksek miktarda ve kararlılığı yüksek kalıntı östenit fazı deformasyon ile martenzite dönüşerek plastik kararsızlığı yüksek gerilmeleri geciktirerek çeliği hasarlanma mekanizmalarına karşı daha korunaklı hale getirmektedir[1]. Bu sebeple Q&P Çelik kalitelerinin geliştirilmesi kapsamındaki en önemli konu martenzit dokunun miktarı ile kalıntı östenitin miktarı ve kararlılığıdır. Kalıntı östenit mekanizmasının oluşumu ve kararlılığı oldukça karmaşık bir konu olup su verme-ayırıştırma işlemi özelinde çeliğin östenitleme sıcaklığı, alaşım elementleri ve ilk su verme sıcaklığı kalıntı östenit miktarının belirlenmesinde önemli parametrelerken, ayırıştırma sıcaklığı, ayırıştırma süresi ve soğutma hızları ise kalıntı östenitin kararlılığını belirleyen parametrelerdir[3], [4].

İlk su verme sıcaklığına bağlı olarak kurgulanan Koistinen-Marburger ampirik eşitliğine (Eşitlik 1) göre ilk su verme sırasında yapıda istenilen kalıntı östenit miktarı teorik olarak

belirlenebilir. Bu model ile farklı sıcaklıklarda yapıdaki teorik kalıntı östenit ve martenzit faz oranları belirlenir[5].

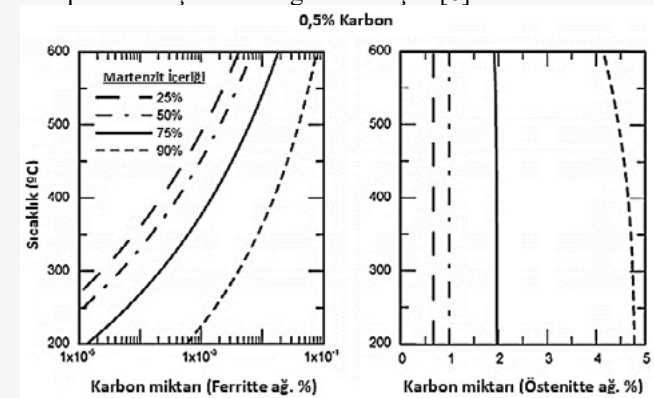
$$fm = 1 - e^{-1.1 \times 10^{-2} x (Ms - Tq)} \quad (1)$$

Burada  $fm$  ilk su verme işleminden sonra elde edilen hacimce martenzit miktarını,  $M_s$  martenzit başlangıç sıcaklığını,  $T_q$  ise ilk su verme sıcaklığını ifade etmektedir. Speer ve arkadaşlarının ‘‘Sınırlı Denge Dışı (CCE)’’ kavramına göre ayırıştırma adımında karbür çökmesi gibi rekabetçi reaksiyonların olmadığı durumlarda östenit ve martenzit arasında bir çeşit suni yarı kararlı denge durumu oluşur. [6] Bu yaklaşıma göre martenzit ve östenit arasındaki karbon difüzyonunun termodinamik açıklamasını yapmak mümkün olmaktadır. Şekil 3’de demir-karbon sisteminin sınırlı denge dışı durumunu karşılayan karbon konsantrasyonları gösterilmiştir.



**Şekil 3.** Fe-C sisteminin CCE Durumunda Martenzit ve Östenitin Karbon Konsantrasyon Olasılıkları [7]

Karbon ayırıştırmasının ölçüsü Koistinen-Marburger eşitliğine göre belirlenen kalıntı östenit-martenzit hacim oranları ile karbon miktarının termodinamik durumudur. Bu hesaplamalarla beraber karbonun östenit-martenzit arasındaki difüzyonu ile alakalı potansiyel bir yorum yapabilmek mümkün olmaktadır. Farklı martenzit içeriklerine göre ayırıştırma sıcaklığının bir fonksiyonu olan karbon konsantrasyonlarını gösteren sınırlı karbon dengesi hesaplamaları Şekil 4’de gösterilmiştir.[8]



**Şekil 4.** Fe-0,50%C (% Ağ.) değerine göre hesaplanan CCE hesaplamaları[8]

Yukarıda tartışılan yaklaşımlar baz alınarak ağırlıkça %0,4 karbon içeren deneysel çelik kalitesi farklı ısıl işlem döngülerinde su verme-ayırıştırma işlemine tabi tutulmuştur.

Isıl işlem parametrelerinin mekanik ve mikroyapısal özelliklere etkileri ortaya konulmuştur. Çalışmaların yapıldığı Gleeble 3500 numunelerinde 1000-1200 MPa aralığında çekme dayanımı ile %8-18 arasında uniform uzama değerleri elde edilmiştir. Kalıntı östenit ölçümleri ise %2,5-7,5 arasında değişmektedir.

## 2. Deneysel Çalışmalar

Erdemir Ar-Ge merkezi simülasyon laboratuvarlarında vakum altında dökümü gerçekleştirilen deneysel çelik kalitesine ait 400x250x80 mm ingotlar Erdemir sıcak haddelenecek numuneler hazırlanmış ardından Gleeble 3500 termomekanik simülasyon cihazında ısıl çevrimlere maruz bırakılmıştır.

Isıl çevrimleri tamamlanan numunelerin sertlik testleri Qness Q10A mikro sertlik cihazında 1kg yükler altında, çekme testleri ise Zwick 250 kN çekme cihazında gerçekleştirilmiştir. İncelenecek numuneler sıcak bakalite alınmış, zımparalanmış ve parlatılmıştır. Ardından %2 nital çözeltisi ile 5 saniye dağlanan numunelerin optik mikroskopta (Nikon Eclipse MA200) mikroyapı görüntüleri çekilmiş, JEOL JSM 7100F taramalı elektron mikroskopunda (SEM) detaylı incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Elektron geri saçılım kırınım difraksiyon (EBSD) cihazı kullanılarak 17 mm çalışma aralığında, 20 kV voltaj ile 0.15  $\mu\text{m}$  adım aralığında x750 büyütmede kalıntı östenit ölçümleri ve faz analizleri yapılmıştır.

### 2.1. Analiz ve Proses Tasarımı Çalışmaları

Sıcak haddelenmiş deneysel Q&P çelik kalitesinin kimyasal kompozisyonu belirlenirken literatürdeki soğuk haddelenmiş ve tavllanmış Q&P çelik kaliteleri ile Jmat Pro programındaki teorik veriler baz alınmıştır. Özellikle ayırıştırma aşamasında kalıntı östeniti kararlı hale getirebilmek amacıyla karbon miktarı %0,4 olarak seçilmiştir. Ayırıştırma aşamasında martenzitten ayrılan karbonun kalıntı östenite yayılması beklendiğinden rekabetçi reaksiyonlar olan karbür çökmesi vs gibi reaksiyonlardan kaçınmak için sementit oluşum mekanizmasını baskılayan Silisyum ve Alüminyum elementleri kompozisyonları sırasıyla %1 ve %1,5 seçilmiştir. İlk Su verme işleminde kalıntı östenit kararlılığını kontrol etmek amacıyla %2,5 Mangan ve %0,2 Mo kullanılmıştır. Erdemir Ar-Ge merkezi simülasyon laboratuvarlarında vakum altında dökümü gerçekleştirilen deneysel çelik kalitesinin kimyasal bileşimi Tablo 1’de gösterilmiştir.

**Tablo 1.** Numunenin kimyasal analizi (%Ağ.)

C	Mn	Si	Al	Cu	Mo
0,4	2,5	1	1,5	0,06	0,2

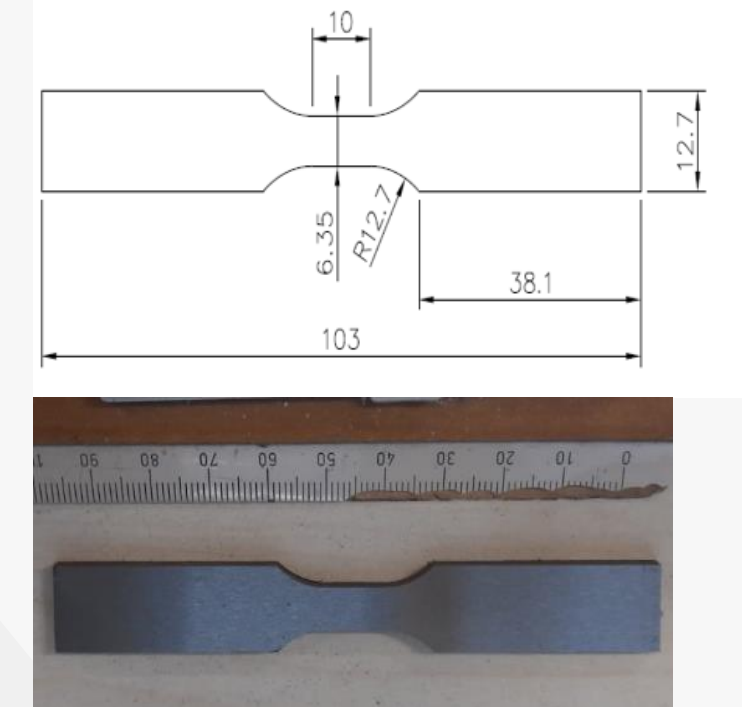
### 2.2 Gleeble 3500 ısıl işlem çalışmaları

400x250x80 mm ebatında dökülen ingotun döküm boşlukları alınmış ve sıcak haddelenecek aşamasında tufal oluşumunu minimize etmek amacıyla üst-alt yüzeylere frezeleme işlemi yapılmıştır. Bu işlemler sonrası ingot ebatı 360x250x78 mm olarak gerçekleşmiştir. İngot, daha sonra Erdemir Ar-Ge Merkezi sıcak haddelenecek simülatörü (HRS) ısıtma fırınında 1200 °C sıcaklığa 360 °C/saat hızla çıkarılmış ve 70 dakika homojenleştirme yapılmıştır. İngot daha sonra Şekil 5’te verilen haddelenecek modeliyle 9 pasda 6 mm kalınlığa haddelenmiştir.

Pass	Nir	Agg	Strip				Exit Speed		Interpass		Temperature	
			Gauge [%]	Width [mm]	Length [m]	Start [m/s]	Time [s]	Entry [°C]	Exit [°C]			
1	R1	10,72	69,64	252	0,400	0,85	20,0	1177,2	1175,8			
2	R1	11,75	61,46	254	0,449	0,87	3,0	1173,1	1171,7			
3	R1	13,53	53,14	257	0,515	0,89	3,0	1168,7	1167,4			
4	R1	25,00	39,86	261	0,676	0,91	3,0	1163,8	1163,6			
5	R1	41,27	23,41	267	1,124	0,93	10,2	1148,4	1150,4			
6	R1	43,45	13,24	270	1,960	0,98	3,1	1139,3	1136,4			
7	R1	32,80	8,90	272	2,904	1,23	3,0	1114,4	1108,6			
8	R1	21,77	6,96	272	3,706	1,56	2,8	1076,6	1070,6			
9	R1	13,79	6,00	272	4,295	1,60	3,2	1028,6	1021,4			
Air Cooling		6,00	272	4,295	1,60	61,6			948,4			

**Şekil 6.** 6 mm Haddelenecek Hedefli HRS Modeli

Haddelenecek sonrası havada soğutularak 4.3x272x6 mm boyutlarında malzemeler elde edilmiştir. Haddelenmiş numunelerden Gleeble Termomekanik Simülasyon cihazında ısıl çevrimlere uygun Gleeble numuneleri hazırlanmıştır. Hazırlanan numunelerin teknik resmi ve makro görüntüleri Şekil 7’de gösterilmiştir.

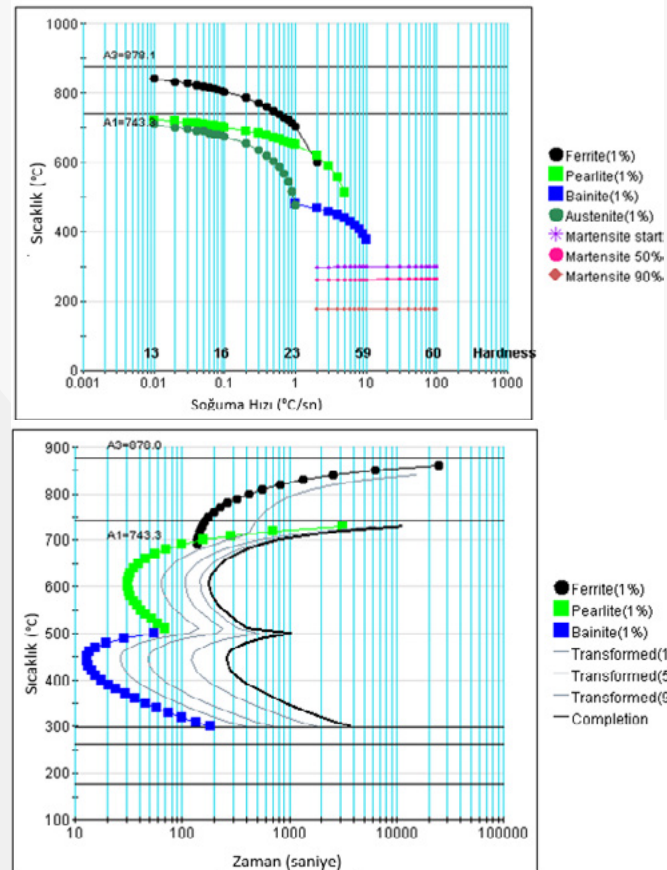


**Şekil 7.** Gleeble Numunelerinin Boyutları ve Makro Görüntüleri

Numunelerin ısıl çevrimleri belirlenirken Martenzit Başlangıç (Ms) sıcaklığı Steven ve Heynes'in ampirik formülüne göre hesaplanmıştır (Eşitlik 2)

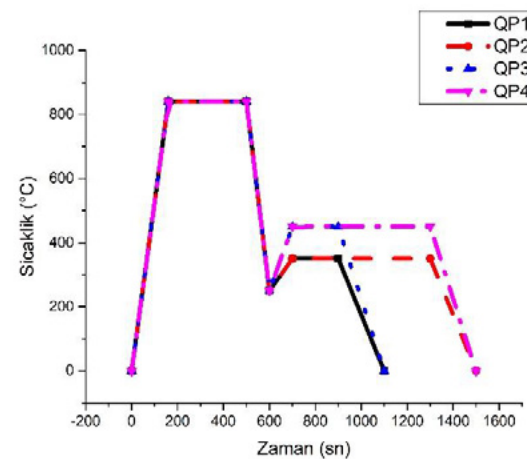
$$Ms(^{\circ}C) = 561 - 574C - 33Mn - 17Ni - 17Cr - 21Mo \quad (2)$$

Burada element miktarları % ağırlık olarak miktarlardır. Deneysel çelik kalitesinin zamana bağlı soğuma grafikleri ile sürekli soğuma dönüşüm grafikleri JMatPro simülasyon programında çıkarılmıştır (Şekil 8).

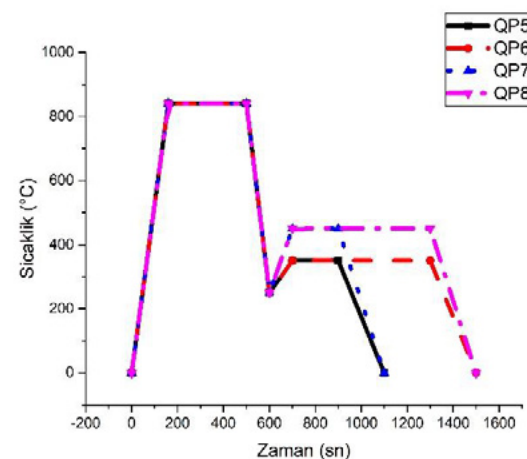


Şekil 8. Deneysel Kalitenin TTT-CCT Diyagramları

Martenzit başlangıç sıcaklığı, zamana bağlı soğuma grafikleri (ZBS) ile sürekli soğuma dönüşüm (SSD) grafikleri belirlendikten sonra deneysel çelik kalitesinin su verme-ayırıştırma ısıl işlem parametreleri belirlenmiştir. Martenzit başlangıç sıcaklığı 300 °C olarak hesaplanmış olup, 800°C'de kritik sıcaklıklar arasına 5°C/sn hızıyla ısıtılıp 5 dakika normalizasyon tavlama uygulanan numuneler 250 °C ve 220 °C su verme sıcaklıklarına 60°C/sn soğutma hızıyla soğuk su vasıtasıyla soğutulmuştur. Su verme işleminden sonra 350 °C ve 450 °C sıcaklıklara ısıtılan numuneler bu sıcaklıklarda izotermal olarak 180 sn ve 600 sn tutulmuş ardından oda sıcaklığına 10°C/sn hızıyla soğutulmuştur. Numunelere uygulanan ısıl çevrim rotaları Şekil 9 ve 10'da gösterilmiştir.



Şekil 9. QP1, QP2, QP3, QP4 numunelerinin 220°C su verme sıcaklığı, 350 ve 450°C ayırıştırma sıcaklığındaki ısıl çevrimleri



Şekil 10. QP5, QP6, QP7, QP8 numunelerinin 220°C su verme sıcaklığı, 350 ve 450°C ayırıştırma sıcaklığındaki ısıl çevrimleri

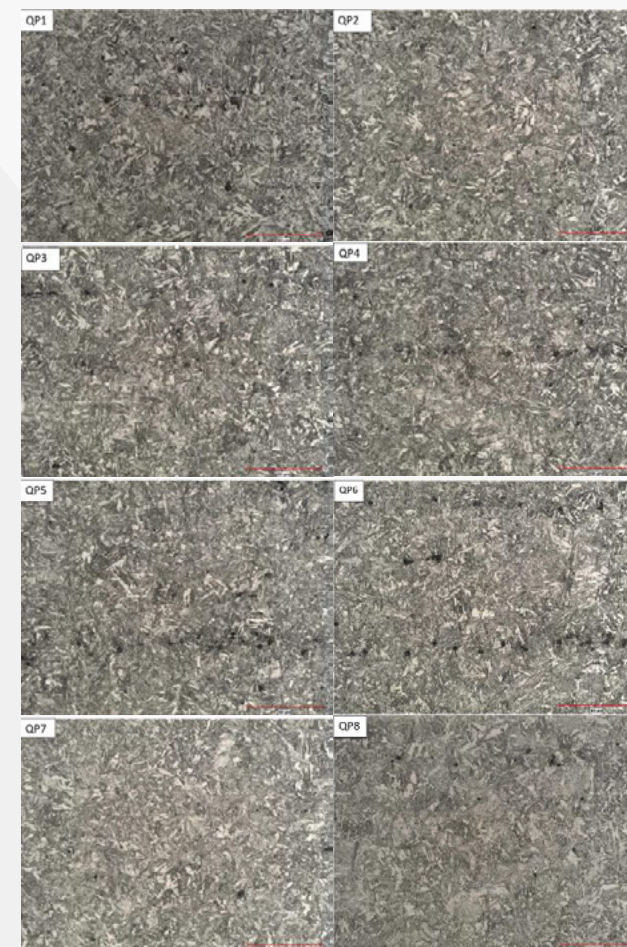
1. Su verme sıcaklığı 220 °C ve 250°C olarak seçilmiş bu şartlar için ayırıştırma sıcaklığı 350°C ve 450°C olarak seçilmiştir. Ayırıştırma süresinin karbon difüzyonu ve kalıntı östenit kararlılığı üzerindeki etkilerini incelemek amacıyla 180 sn ve 600 sn ayırıştırma sıcaklıkları seçilmiştir. Bu şekilde kurgulanan deney düzeneği ile su verme sıcaklığı, ayırıştırma sıcaklığı ve süresi parametrelerinin nihai yapıya etkilerinin ölçülmesi amaçlanmıştır. Tüm ısıl çevrim parametreleri Tablo 2'de gösterilmiştir.

Tablo 2. Numunelere uygulanan ısıl işlem parametreleri

Numune No.	Su verme sıcaklığı (°C)	Ayırıştırma sıcaklığı (°C)	Ayırıştırma süresi (saniye)
QP1	220	350	180
QP2	220	350	600
QP3	220	450	180
QP4	220	450	600
QP5	250	350	180
QP6	250	350	600
QP7	250	450	180
QP8	250	450	600

### 2.3. Mikroyapı karakterizasyon çalışmaları

Optik mikroskopta çekilen mikroyapı görüntüleri Şekil 10'da gösterilmiştir.

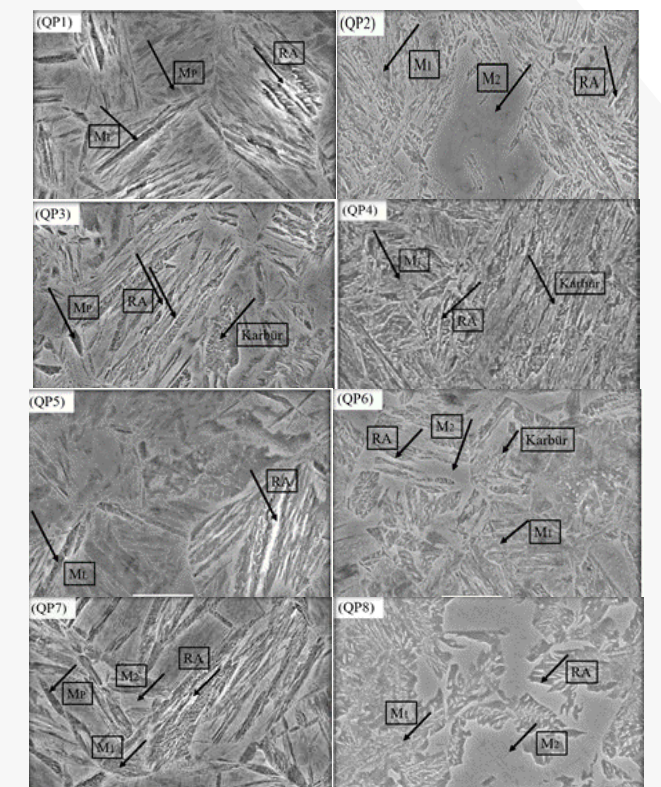


Şekil 10. Numunelerin Optik Mikroskop Görüntüleri

Mikroyapı görüntüleri incelendiğinde QP1-QP3-QP5 ve QP7 numunelerinde ayırıştırma sürelerinin kısa olmasından dolayı 1. su verme sırasında oluşan martenzit dokuların plaka tipte olduğu ayırıştırma sürelerinin uzaması ile sırasıyla QP2-QP4-QP6-QP8 numunelerinde plaka tipten iğnemi martenzit dokulara dönüştüğü görülmektedir. İzotermal

tutma (ayırıştırma) aşamasında aşırı doymuş martenzit dokudan yayınan karbon atomlarının martenzit fazının gerinim enerjisini azaltmakta dolayısıyla morfolojisinin incelenerek iğnemi morfoloji göstermesine neden olmaktadır. Artan ayırıştırma süresinin martenzit dokuyu kademeli olarak temperlenmiş martenzite dönüştürdüğü mikroyapı görüntülerinden net olarak görülmektedir. Mikroyapılarda görülen siyah noktasal bölgelerin yapıların martenzit dokudan yayınan karbon atomlarının oluşturduğu karbürler olduğu görülmüştür. Yüksek derecede ayırıştırma işleminde karbon atomlarının difüzyon enerjisi daha yüksek olduğundan karbür yapıların daha az oluştuğu görülmektedir.

Optik mikroskopta martenzit dokudan ayırt edilemeyen kalıntı östenit dokunun belirlenebilmesi amacıyla numunelere taramalı elektron mikroskopunda bakılmıştır. Görüntüler Şekil 11'de verilmiştir. M1, M2, RA sırasıyla 1.cil martenzit, 2.cil martenzit ve kalıntı östenit dokuları göstermektedir.



Şekil 11. Numunelerin taramalı elektron mikroskopu (SEM) görüntüleri

Elektron mikroskopu görüntüleri incelendiğinde beklenildiği gibi martenzit plaka sınırlarında kalıntı östenit dokulara rastlanılmıştır. Su verme sıcaklığının martenzit başlangıç sıcaklığına yakın olduğu QP5-QP6-QP7-QP8 numunelerinde kalıntı östenit fazı dağılımının daha homojen ve düzenli olduğu görüntülerden anlaşılmaktadır. Ayrıca martenzit dokudan yayınan karbon atomlarının tamamen

östenit dokuya geçemediği ara yüzeyde oluşan karbür yapılarından anlaşılmaktadır. Numunelerdeki kalıntı östenit miktarlarının tespiti için elektron geri saçılım kırınım difraksiyon tekniği ile yapıdaki fazların oranları tespit edilmiştir. Numunelerdeki fazların yüzdesel oranları tablo 4'de verilmiştir.

**Tablo 4.** Kalıntı östenit ve ölçümde çözümlenemeyen alan oranları

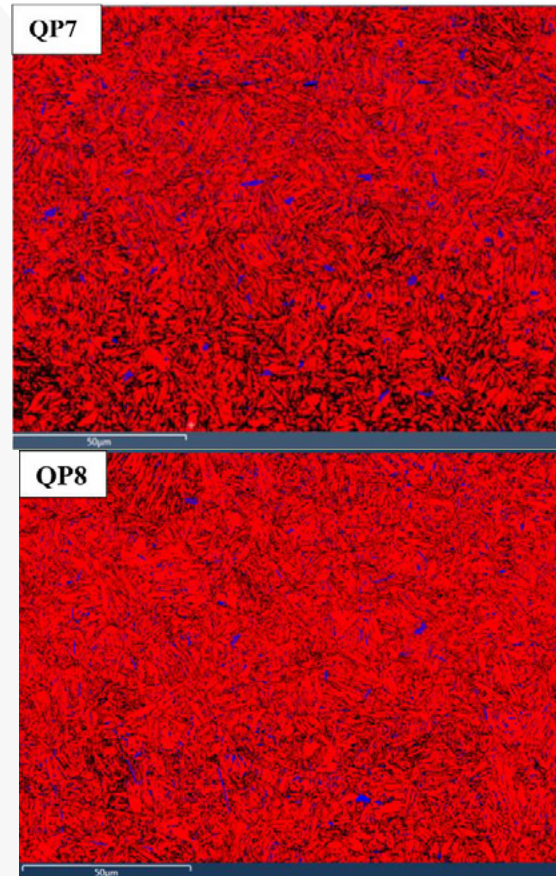
	Kalıntı Östenit (%)	Çözümlenemeyen Alan (%)
QP1	2	26,55
QP2	2.5	12,48
QP3	7	18
QP4	5	24,98
QP5	7	24
QP6	5	20,56
QP7	7	21
QP8	11	35

Koinstinen-Marburger eşitliğine uygun olarak 1.su verme sıcaklığı Martenzit başlangıç sıcaklığına daha yakın olan 250°C de su verilen QP5, QP6, QP7, QP8 numunelerinde kalıntı östenit hacim oranı daha yüksek ve dağılımı daha homojendir.

Diğer yandan aynı su verme sıcaklığında farklı ayrıştırma sıcaklığı ve süresine maruz bırakılan QP1-QP2 ve QP7-QP8 numuneleri incelendiğinde yüksek sıcaklıklarda yapılan ayrıştırma işleminin kalıntı östenit miktarını arttırdığı görülmektedir. Artan sıcaklıkla difüzyon enerjisi artan karbon atomlarının kalıntı östenit doku içerisine yayınmasının daha da kolaylaştığı görülmektedir. Aynı şekilde düşük sıcaklıklarda yapılan ayrıştırma işlemlerinde iste kalıntı östenit miktarının daha az olması ve daha yoğun karbür yapılar görülmesi karbon atomlarının istenilen düzeyde yayınmadığını göstermektedir.

Bu durumun bir diğer sebebi kimyasal bileşimde sementit baskılayıcı olarak alaşıma ilave edilen silisyum ve alüminyum element miktarlarının az olmasıdır [9]. İlk su verme sırasında oluşan martenzit dokunun yeterince karbonla doyurabilen kısımları ikinci su verme sırasında varlığını korurken yeterince karbon alamayan östenit yapıların ikinci su verme sırasında plaka martenzite dönüştüğü EBSD analizleri ile anlaşılmaktadır. QP7 ve QP8 numunelerinde kalıntı östenit varlığı Şekil 12'de gösterilmiştir.

Koinstinen-Marburger eşitliğine göre 220°C ve 250°C su verme sıcaklıklarında hesaplanan kalıntı östenit hacim oranları sırasıyla %12 ve %18'dir. Bu değerlere ulaşamamasının sebebinin kalıntı östenit dokuların karbon yayınımları ile yeterince stabilize edilememesidir [10].



**Şekil 12.** QP7 ve QP8 numunelerinin EBSD faz analizleri, mavi renkli alanlar kalıntı östenit fazı, kırmızı alanlar kalıntı martenzit fazını göstermektedir.

#### 2.4.Mekanik testler

Su verme ayrıştırma işlemi sonucunda oluşan kalıntı östenit ve martenzit dokunun mekanik özelliklerini karakterize etmek amacıyla mikrosertlik testi ve çekme testi yapılmıştır. Sonuçlar tablo 5'de gösterilmiştir.

**Tablo 5.** Numunelerin mekanik özellikleri

	Çekme Dayanımı (MPa)	Akma Dayanımı (MPa)	Uzama (%)	Mikrosertlik (HV)
QP1	1200	840	5	470
QP2	1180	800	7	448
QP3	1140	822	10	496
QP4	1136	850	3	426
QP5	1089	765	10	552
QP6	1240	890	12	500
QP7	1180	900	11	504
QP8	980	786	18	450

Mekanik test sonuçlarına göre ilk su verme sıcaklığında oluşan martenzit miktarı belirlendiğinden 250°C'de su

verilen QP5, QP6, QP7, QP8 numunelerinin sertlik ve dayanım değerleri QP1, QP2, QP3, QP4 numunelerine göre daha yüksektir. Ayrıca aynı su verme ve ayrıştırma sıcaklıkları uygulanan numunelerde ayrıştırma sırasında martenzitten yayınan karbon atomları sebebiyle martenzit dokunun sertliği düşmektedir. Yayınan bu karbonlar kalıntı östenit dokuya geçtiğinden ayrıştırma süresinin uzamasıyla numunelerin mekanik özelliklerinde bir miktar azalma olurken uzama değerlerinin arttığı görülmektedir.

#### 3. Sonuçlar ve Tartışma

Bu çalışmada sıcak haddelenmiş deneysel kalitesine farklı su verme-ayrıştırma ısıl işlem parametreleri uygulanarak sonuçların nihai mikroyapıdaki ve mekanik özelliklerdeki etkilerinin araştırılması amaçlanmıştır. Çalışmanın sonuçları aşağıda özetlenmiştir:

- Su verme sıcaklığı martenzit oluşum sıcaklığına yaklaştıkça kalıntı östenit hacim oranı artmaktadır. Östenitten dönüşen birincil martenzit oranı azaldığından mekanik özellikler ve sertlik değerleri azalırken yüzde uzama artmaktadır.
- Mekanik değerleri etkileyen bir diğer faktör de ilk su verme sırasında oluşan karbonca aşırı doymuş martenzit dokularından ayrıştırma aşamasında yayınan karbon atomlarıdır. İkinci su verme sırasında yapıdaki martenzit dokunun karbon içeriği azaldığından sertlik ve çekme dayanımlarında bir miktar düşüş görülürken, % uzama değerleri artmaktadır.
- Ayrıştırma sıcaklığı zamana bağlı soğuma grafiğinde beynit burnunu kesmemek kaydıyla mümkün olduğu kadar yüksek seçilmelidir. Yüksek ayrıştırma sıcaklıklarında 1.su verme sırasında oluşan martenzitlerden yayınan karbon atomları sayesinde kalıntı östenit tanelerinin daha iri olduğu ve kalıntı östenit hacim oranının daha fazla olduğu görülmektedir.
- SEM incelemelerinde görülen karbür yapılarının östenit kararlılığını sağlayacak karbon atomlarının yayınması sebebiyle oluştuğu görülmektedir. Bu sebeple alaşımdaki alüminyum ve silisyum gibi sementit baskılayıcı etkisi olan elementlerin miktarının artırılmasının karbür oluşumunu azaltarak östenit dokunun kararlılığını arttıracak şekilde ayrıca 2.su verme sırasında östenit martenzit dönüşümünü azaltacağı görülmektedir.
- Ayrıştırma süresi arttıkça östenit tanelerin daha kararlı ve iri olduğu görülmektedir.

## Induction Heating for Advance Manufacturing-Induction 4.0

**Sergio FORNER**

GH Induction  
Spain

### Summary:

The content of this paper is based, more than in one experimental case or specific development, in a combination of the most important technologies that have been developed and applied for GH INDUCTION, one of the biggest induction heating manufacturing and development technologies group, during the last years.

All the technologies explained in this document are being currently applied to our industrial projects in order to benefit our customers and support them towards a more automated, sustainable, and efficient industry. Towards an Induction 4.0.

### 1. Abstract:

Induction 4.0 at GH Induction represents the evolution of induction heating solutions within the framework of “Industry 4.0” or advanced manufacturing.

Induction heating is a technology that offers great advantages in advanced production. It is digitally controllable, highly accurate, safe, and efficient. These advantages, combined with the use of other digital technologies, allow GH systems and machines to be 100% integrated into the most advanced manufacturing lines.

Today’s manufacturers are being forced to become more process and cost efficient in order to respond quickly and cost effectively to changes in demand. Internet of Things, augmented reality, additive manufacturing, digital simulations, and full automation are just some of the digital enabling technologies in demand in manufacturing today.

All the technologies included in this paper are conceptual or theoretical technologies. They are all technologies currently applied and industrialized in GH INDUCTION heating machines with the aim of helping our customer to the needs described in the las paragraph.

Some of the main technologies contained in our induction 4.0 concept are summarized next and will be exposed in more detail in the paper.



### 2. Introduction

From all the technologies that could be considered, the next ones have been included in the scope of this paper:

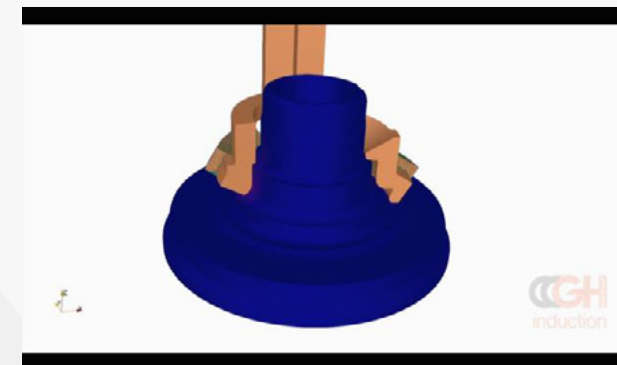
- 3D Heating Simulation
- Additive manufacturing of inductors, quenches, and auxiliary elements
- Full machine automation – Automated inductor changeover (AIC)
- Full machine automation – Artificial vision
- Real time induction process monitoring

- Traceability – Process and system data

### 3. 3D Heating Simulation (Optima Service)

Every year there are new thermic processes that start to be done by induction due to the benefits of this technology in the new industrial era. Developing new applications and Processes has always been one of the main reasons to be of GH INDUCTION.

Nowadays, simulating the induction processes to check their viability and know the requirements of the induction system that would be required to do a particular treatment in a particular part is a reality.



In the past, this process was much more complexed and especially costly. The customer needed to provide to a big number of parts. First step was designing and manufacturing a first model of the inductor and preparing an appropriate equipment in the laboratory for the specific required treatment. After that, a frequently long development process started, that included a different number of iterations. Iterations included a testing process, followed by a destructive test process for checking the results obtained, and a subsequent process of redesigning and modification of the inductor in other to start a new iteration. The final amount of money the customer needed for developing a new process was significant.



Currently, by means of using the last improvement in 3D Induction Heating Simulation Process, this has become easier, faster and cheaper, what provides a lot of advantages to our customers to reduce the cost and time of

developing a new process or simply optimizing an existing one.

First, we do not need to receive a big set of parts in our laboratory. We just need to receive a CAD field of the part and the required specifications for the treatment that needs to be done.

After receiving the CAD and the specifications, our engineers start the design of the inductor and the simulations process. Once the first design of the inductor is finished, it is also loaded to the software and the simulations process starts. It will probably require some iterations, but the cost and time associated to this process are notably lower. Real test in the laboratory can be done only as a last verification in case the process has successfully arrived until this point.



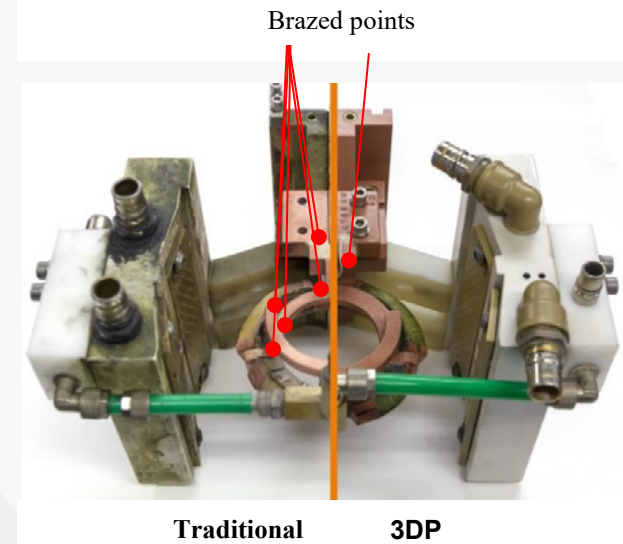
### 4. Additive manufacturing of inductors and quenches



Additive manufacturing of inductor in pure cooper is probably the biggest step forward given by GH INDUCTION group in the last decade. It provides a wide



range of advantages that open an equally big range of possibilities. GH has made a transition from the first developments of 3D inductor made in 2007 with micro fusion with silver alloys, to the current and patented process technology of EBM to be the first, and unique induction machine manufacturer, to be able of printing 3D inductor with pure cooper.



Printed coils have multiple advantages over the traditional machined inductors. All the advantage from 3D over traditional machined inductors are listed below:

- Only one brazing point for 3D inductor to connect the coil to the inductor against multiple brazing points of machined inductors to be able of forming the coil. This point is important, since it must be noticed that brazing points are frequently the weakest part of a coil or inductor. Therefore, 3D printed coils are much less prone to failure.
- Design flexibility. Since traditional machined inductor are limited to the possibilities and costs of a machined process, 3D printed inductors are not under these boundaries, making possible new designs to get new possibilities in the control of the magnetic field created. This factor is also important in the reliability of the inductor, since it allows to create a much more efficient refrigeration circuit in the coil to extract the heat produced.
- Repeatability, parameterisation, and continuous improvement. It is also one of the main advantages that provide this manufacturing process. Since traditional machined inductors are manufactured by means of a manual process, it was always difficult to get an exact copy of some

inductors with complex geometries. This problem totally disappears with 3D printed inductors. It is possible to create as many copies as necessary, avoiding time costs in readjusting processes. Besides, since all the geometry and properties of the inductors are totally parametrised, it provides the possibility of implementing a continuous improvement dynamic in order to analyse the inductor cycle of life and improve their breakage zones. Improving of that way the total production life of the inductors.

Apart from all the advantages previously mentioned, 3D Inductors printing is a technology that is perfectly complemented with the 3D heating simulation process, since the parameters of an inductor designed for a simulation process, which has successfully shown its convenience in the software, can be directly sent to the printers, getting an exact real copy of the design used in the simulation.

#### 4.1. Electron Beam Melting

As it has been previously mentioned, the 3D printing inductor process, implemented and patented by GH, is based in an **Electron Beam Melting (EBM)** process.



The technology used for printing our inductors is one of the main differences with our competitors, and it provides an important advantage to our inductors compared to other manufacturers.

While the most widespread methods for printing inductors are based in Laser Beam Melting technology (LBM), EBM process provides many and easily measurable technical advantages.

While LBM makes not possible to use pure cooper, making necessary the use of alloys, due to the reflection effect of the laser, that can also cause important damages to the printer. EBM GH INDUCTION developed technology can print the inductors in pure cooper. This is very important once we are able to understand that the higher the purity of the copper, the higher its technical properties for induction heating, due to parameters like the higher electrical conductivity.

The printing process is done not only for one individual inductor but for what we call an 'inductors tray'. Since it is a printing process done layer by layer inside the dimensions allow for the printer, it is the most appropriated and cost saving production way.

In the next page can be seen an example of how looks like an inductor tray freshly removed from the printer.



After a separation and cleaning process, the inductors are ready for use.

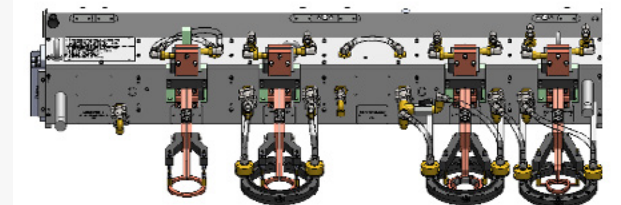


#### 5. Full machine automation - Automated Inductor Changeover (AIC)

As it is known, some type of parts that need to be surface hardened or treated by induction have not only one treatment zone. They have different zones to be hardened, with different geometries and, therefore, different needs for the design of the coil.

In the past the process had to be irretrievably interrupted. The treatment of the part had to be divided in different phases, and operators had to change the coils manually for each treatment phase. That was a cause of a low productivity in this type of processes. All of that is fortunately in the past thanks to the automatic inductor switching technology.

With AIC, the inductors are changed without operator intervention. This is possible thanks to the automated change of all inductor-machine interconnections: electrical, pneumatic, and cooling.



This technology did possible a complete automation also in this type of parts, bringing them to a new era of a higher productivity.

#### 6. Full machine automation - Artificial vision

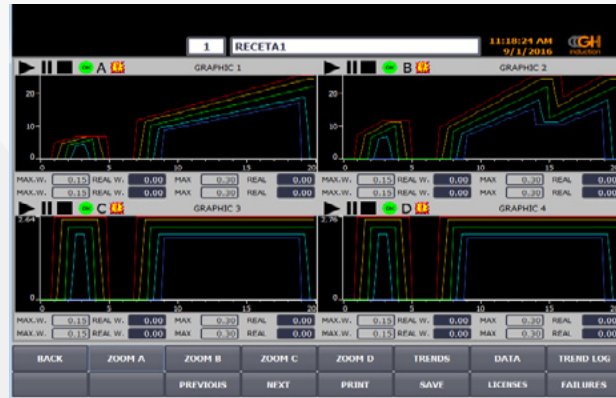
Industry 4.0 is highly demanding for new ways of automating processes. It affects to our products and services, as we have seen in the last sections of this document, but also to the solutions we offer our customers

in their processes through our machines for induction heating.

AV has been included in the portfolio of technologies added to the induction heating machines possibilities in the last years. Its advantages are especially distinctive in projects where a same type of part has variations from one to the next, and therefore, it is not possible to secure the heating position only with numeric controls or servo-controlled movements. These parts normally have complex patterns that must be recognized and locate.

### 7. Real-time Induction Process Monitoring (IPM 4.0)

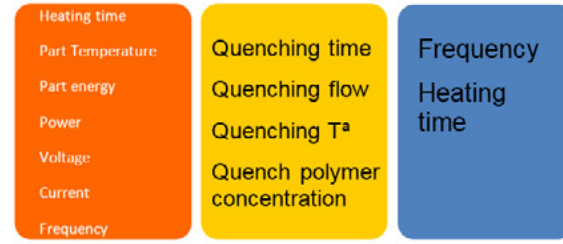
IPM system guarantees a correct quality control for our customers. It is based on 100% control over the treated parts and real-time measurements of the parameters involved in the treatment.



IPM system is based on a pattern created once the treatment to be done in the parts is considered as correct. The pattern is created for any of the critical values of the process. Electrical, mechanical or refrigeration parameters. Any parameter with influence in the process can be monitored by the system.

After creating a pattern, it needs to be defined a tolerance. Every treatment done with the machine will be checked by the system to assure that every parameter is inside the tolerance range. In case one or more parameters are out of the range, an alarm will appear, and the machine will discard the bad part.

Parameters normally monitored:



### 8. Traceability - Process and system data

The OPC UA interface allows easy access to information through a standardized and easily programmable interface, and enables the integration of traceability information into existing systems and applications.

The digitalization and communication protocols of GH INDUCTION equipment and machines allow access to a large amount of data.



Traceability system of GH INDUCTION does not only allow to register and save all the data of the production of our machines, but also to have access to this data from any device located in the office or mobile devices like mobile phones and tablets, always that an internet connection is available.

## Laser Polishing of Wear Resistant Cold Work Steel 1.2379 Çelik Endüstrisinde Yeniden Isıtma ve Isıl İşlem Süreçlerinin Karbonsuzlaştırılmasına Yönelik Stratejiler

Jens Jonas WILZER<sup>1</sup>, Marcel BESTENLEHRER<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Dörrenberg Edelstahl GmbH, <sup>2</sup>Bestenlehrer GmbH  
Germany

### Abstract

The process of laser polishing of steel components was developed in the 1990s and a patent was applied for in 1996 by the company Bestenlehrer. Laser polishing has been used successfully in mold making to refine the surface of inserts made of hot work tool steels (e.g. 1.2343 and 1.2344) or stainless mold steels (e.g. 1.2316 and 1.2083). However, wear resistant ledeburitic cold work steels (e.g. 1.2379) have so far not been able to be processed using laser polishing. Therefore, the companies Bestenlehrer and Dörrenberg Edelstahl have joined forces to examine the influence of the microstructure and the heat treatment condition on polishability of cold work steel 1.2379 using a laser.

### 1. Introduction

Bestenlehrer GmbH was founded in 1979 as a polishing workshop for plastic molds. The first attempts at laser polishing took place in the early 1990s [1]. The patent application for laser polishing was filed in 1997 [2, 3].

Figure 1 shows a schematic representation of the laser polishing process. Using a 100 W fiber laser, the steel surface is locally melted with a spot diameter of 0.06 mm. The surface is smoothed in two stages. During the first stage, called macropolishing, a 30-80 µm deep zone is remelted to smooth macroroughness. In the second stage, micropolishing, a 5 µm deep zone is remelted to increase the gloss level of the surface.

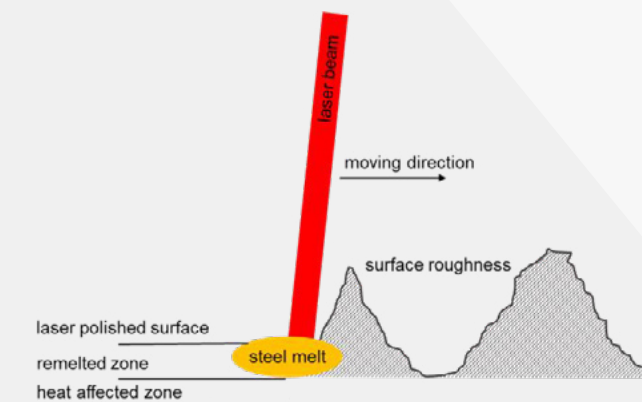


Figure 1. Schematic representation of laser polishing.

Laser polishing has so far been mainly used for hot-work steels such as 1.2343 and 1.2344 or plastic mold steels such as 1.2083 and 1.2316, which are used to build molds and mold inserts. The big advantage of laser polishing over traditional manual polishing is that precise local polishing is possible. This opens up new possibilities in surface design. A positive side effect of laser polishing is that the wear and corrosion resistance of many tool steels can also be improved. However, for carbide-rich cold work steels such as 1.2379, it has not previously been possible to refine surfaces without cracks using laser polishing. The companies Bestenlehrer and Dörrenberg Edelstahl have therefore joined forces to investigate the causes of this and to develop proposed solutions for better laser polishing of carbide-rich cold work steels.

### 2. Material, Heat Treatment and Experimental Procedure

The ledeburitic cold work steel 1.2379 (X153CrMoV12 / D2 / SKD11) is one of the best-known tool steels worldwide. It is used for sheet metal processing (knives, punches, deep-drawing tools) and in plastics processing (screw segments, screw housings, mold inserts, slides).

The raw material can be produced via different manufacturing routes. Normally, it is ingot cast or continuous cast and then forged or rolled. As a special version, the 1.2379 can also be atomized as a powder and then hot isostatically pressed. This special version is also referred to as powder metallurgical (PLUS).

For the investigations, samples were taken from a forged block (1.2379) and samples from a PM block (1.2379<sup>PLUS</sup>). Table 1 compares the two melt analyzes with the target analysis of cold work steel 1.2379 according to DIN EN ISO 4957 [4]. The samples were milled to a size of 70,0<sup>-0/+0.2</sup> x 60,0<sup>-0/+0.2</sup> x 15,0<sup>-0/+0.2</sup> mm<sup>3</sup> and then heat treated. After austenitizing for 30 minutes at 1070°C, quenching was carried out in oil. One part of the samples was tempered 3x for 2 h at 200°C, the other part 3x at 550°C for 2h. Table 2 provides an overview of the heat treatment parameters and the set hardness values. After the heat treatment, the thickness of the samples was ground to a surface roughness

Ra of 0.5-1.0 µm. This was followed by two-stage laser polishing. After laser polishing, the samples were examined macroscopically and microscopically at Dörrenberg Edelmetall. Microhardness measurements were also carried out.

**Table 1.** Heat analyzes of the sample materials.

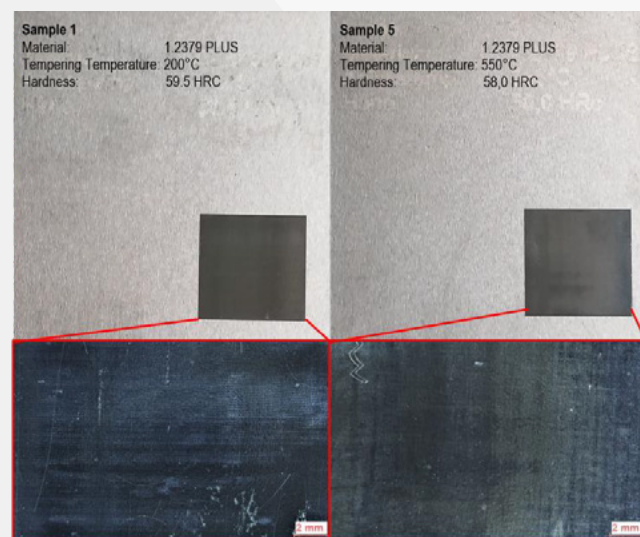
Element	1.2379	1.2379 <sup>PLUS</sup>	DIN EN ISO 4957
C	1.51	1.50	1.45-1.60
Si	0.36	0.44	0.10-0.60
Mn	0.34	0.28	0.20-0.60
P	0.017	0.021	≤ 0.030
S	0.003	0.010	≤ 0.030
Cr	11.37	11.54	11.00-13.00
Mo	0.72	0.84	0.70-1.00
V	0.71	0.92	0.70-1.00

**Table 2.** Heat treatment parameters and hardness.

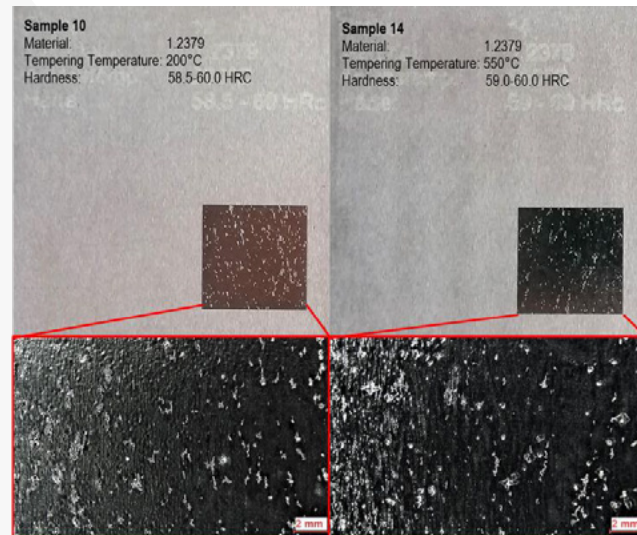
Material	Hardening	Tempering	Hardness in HRC
1.2379	1070°C / 30' / oil	3x 200°C / 2h	58.5-60.0
1.2379 <sup>PLUS</sup>		3x 550°C / 2h	59.0-60.0
1.2379			58.0
1.2379 <sup>PLUS</sup>			

### 3. Results and Discussion

The appearance of the samples after laser polishing is shown as an example in Figure 2 and 3. All samples have a light, approx. 60 µm thick remelted surface zone. There are clear differences between the conventional 1.2379 and the powder metallurgical 1.2379<sup>PLUS</sup>. While the samples made from 1.2379<sup>PLUS</sup> have a largely flawless surface, the samples made from conventional 1.2379 show flaking.

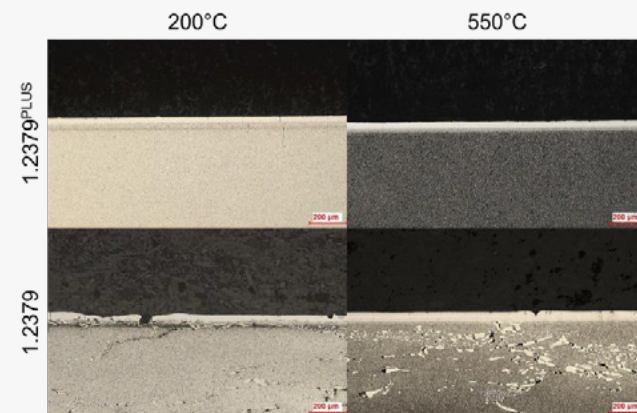


**Figure 1.** Macroscopical appearance of laser polished samples made of 1.2379<sup>PLUS</sup>.



**Figure 3.** Macroscopical appearance of laser polished samples made of 1.2379.

The microstructural influence can be seen in the micrographs shown in Figure 4. Due to the powder metallurgical production route, the samples made from 1.2379<sup>PLUS</sup> have a homogeneous microstructure with fine and disperse eutectic M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> carbides. In the conventional version, these carbides are coars and arranged in rows. Due to notch effect, cracks can form during laser polishing.

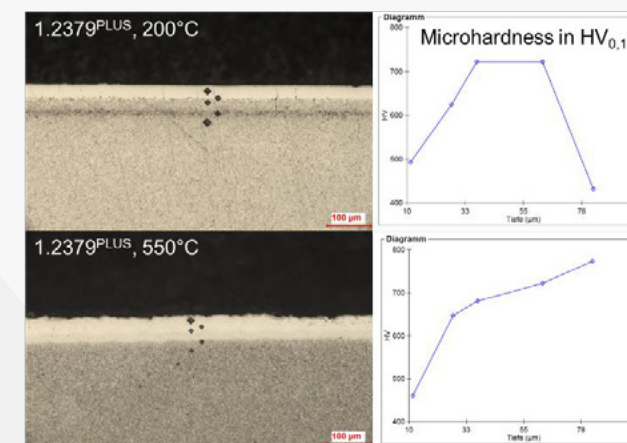


**Figure 4.** Microscopical appearance of laser polished samples made of 1.2379<sup>PLUS</sup> and 1.2379.

Differences can also be detected with regard to the heat treatment condition, especially in the powder metallurgical version. Figure 5 compares the microstructure of the 1.2379<sup>PLUS</sup> tempered at 200°C and 550°C. The sample tempered at 200°C shows fine cracks in the remelted zone. In addition, a dark stripe can be seen below this zone. The microhardness values suggest that this zone was tempered during laser polishing and thus underwent a structural transformation. Precipitate hardening occurred as a result of reheating. Below this tempering zone, the hardness drops again. Such structural transformations cannot be seen in the sample tempered at 550°C. Here the hardness increases continuously starting from the remelted zone. A thermally stable structure was achieved by tempering three times at 550°C during the previous

heat treatment. A large part of the residual austenite formed after hardening has already been converted and the precipitation hardening through the formation of special carbides has also been completed. The short process times during laser polishing are obviously not enough to provoke structural transformations.

What is identical in both samples, is the low hardness of the remelted layer. During the remelting process, a large proportion of the tempering carbides, secondary carbides and eutectic carbides are dissolved [5]. The resolidified steel matrix is supersaturated with alloying elements, especially carbon and chromium. As a result, after cooling to room temperature, the material will have a high residual austenite content and therefore also a low hardness [5]. Similar connections are also made in other short-term manufacturing processes, such as short-term sintering, or in the additive processing of tool steel powder [6, 7].



**Figure 5.** Results of the microhardness tests on the samples made of 1.2379<sup>PLUS</sup> tempered at 200°C and 550°C.

### 4. Conclusions for Applications in Tool and Mold Making

Laser polishing of conventional 1.2379 is not recommended. Due to the coarse eutectic carbide network in the microstructure, the material tends to crack during the remelting process. The powder metallurgical version 1.2379<sup>PLUS</sup> is fundamentally suitable for laser polishing. However, important boundary conditions must be taken into account. On the one hand, the material should be tempered above the secondary hardness maximum in order to achieve a thermally stable structure that does not undergo any transformation in the heat-affected zone during the remelting process. On the other hand, it must be clarified how the remelted layer is treated after laser polishing in order to increase the hardness to the level of the base material. It makes sense to do this immediately after laser polishing by heating the surface with the laser to approx. 550°C in order to reduce the residual austenite content and cause precipitation hardening. The companies Bestenlehrer and Dörrenberg Edelmetall are currently working on this.

### Acknowledgements

The authors would like to thank the employees of Bestenlehrer and Dörrenberg Edelmetall for their active support in the polishing tests and subsequent investigations.

### References

- [1] M. Bestenlehrer, A. Bestenlehrer, Der Stahlformenbauer, 1 (2003) p. 145.
- [2] A. Bestenlehrer, Laser Magazin, 3 (2015) pp.11-12.
- [3] M. Bestenlehrer, A. Bestenlehrer, Der Stahlformenbauer, 5 (2019) pp.2-3.
- [4] DIN EN ISO 4957:2018-11, Beuth, Berlin (2018).
- [5] J. Quesada, G. Monthavon, A. Cornet, O. Freneaux, O. Jacura, M. Blanc, Oberflächenbehandlung von Werkzeugstählen mit dem Laser, 2nd International Conference on Tooling, 06.-08. September 1989, Bochum, Germany.
- [6] P. Schütte, Aufbau einer Kurzzeitsinteranlage zur Herstellung verschleißbeständiger Verbundwerkstoffe, Eigenverlag des Lehrstuhls Werkstofftechnik der Ruhr-Universität Bochum, 2012, Bochum, Germany.
- [7] C. Escher, C. Mutke, HTM J. Heat Treatm. Mat., 77 (2022) 2, pp. 143-155.

## The Effect of Plasma Nitriding Temperature on the Wear Behaviour of Pre-Hardened Low Alloy Steel

Ön Sertleştirilmiş Düşük Karbonlu Çeliğin Aşınma Davranışına Plazma Nitratyon Sıcaklığının Etkisi

**Erdem BALCI<sup>1</sup>, Mertcan KABA<sup>1</sup>, Soydan KENEŞ<sup>2</sup>, Hüseyin ÇİMENOĞLU<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Istanbul Technical University, <sup>2</sup>Istanbul Isıl İşlem  
Türkiye

### Abstract

In this study, the effect of plasma nitriding temperature on the wear resistance of AISI 4140 steel was investigated. In the plasma nitriding process employed at 460°C, a compound layer with a thickness of ~3 µm was obtained, while this value was found to be ~9 µm after nitriding at 530°C. Under dry sliding contact at room temperature, the thin compound layer exhibited better wear resistance compared to the thick compound layer.

### 1. Introduction

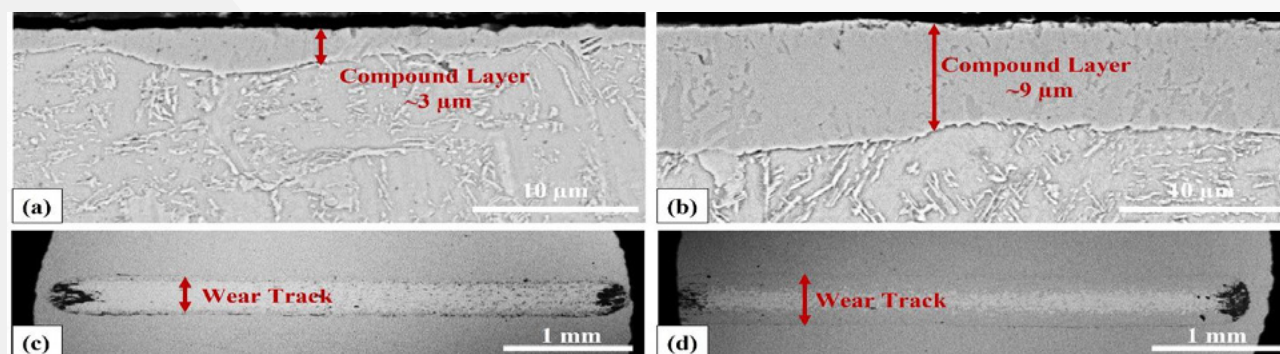
AISI 4140 steels exhibiting good strength and toughness are widely used in wear related industrial applications [1]. In order to increase the wear resistance of these materials, various surface treatments can be applied to their surfaces. Plasma nitriding, one of these methods, is based on the principle of obtaining an Fe-N based hard and highly wear resistant compound layer on the surface by sending nitrogen atoms accelerated by plasma obtained with the help of high voltage electrical energy on the base material along with a nitrogen diffusion zone beneath the compound layer. Parameters of the nitriding process (temperature and time etc.) determine the phase structure and thickness of the compound layer [2, 3]. This study examined the effects of different plasma nitriding temperatures, imposing different thickness for the compound layers formed, on the wear behavior of 4140 steel.

### 2. Materials and Methods

Pre-hardened AISI 4140 grade steels were subjected to plasma nitriding process at 460°C and 530°C for 6 hours. Wear tests were carried out using a reciprocating wear tester under dry sliding contact conditions under 3N load against an alumina ball (6 mm in diameter). Cross sections and worn surfaces of the nitrided samples were examined by scanning electron microscope (SEM). Wear loss of the examined samples were determined by 2-D profilometry.

### 3. Results and Discussion

After plasma nitriding, compound layers composed of Fe<sub>2.3</sub>N and Fe<sub>4</sub>N types iron nitrides with thicknesses of ~3 µm and ~9 µm were formed on the samples nitrided at 460°C and at 530°C, respectively (Figure 1a and b). Application of plasma nitriding caused a remarkable increment in the surface hardness of the examined steel from ~280 HV<sub>0.5</sub> to ~1100 HV<sub>0.01</sub> for the sample nitrided at 460°C and to ~1000 HV<sub>0.01</sub> for the sample nitrided at 530°C. As a result of profilometer measurements and SEM examinations after wear tests, it was determined that the sample nitrided at 460°C, which has a lower compound layer thickness, provided lower wear loss and higher wear resistance compared to the sample nitrided at 530°C, which has a thicker compound layer. It should be noted that unlike the thinner compound layer, thicker one exposed to cracking during wear test.



**Figure 1.** Cross-sectional micrographs and general appearance of worn surfaces taken by SEM from the samples nitrided at 460°C (a and c) and nitrided at 530°C (b and d).

### 4. Conclusion

This study showed that plasma nitrided steel having a thinner compound layer exhibited better dry sliding wear resistance than that having a thicker compound layer against alumina ball. This is due to the brittleness of the thicker compound layers leading intense cracking and spalling during sliding contact.

### References

- [1] R. C. Morón, G. A. Arellano-Ortiz, G. A. Rodríguez-Castro, A. Meneses-Amador, A. Cruz-Ramírez, J. V. Méndez-Méndez, I. Campos-Silva, Journal of Tribology, 143 (2021).
- [2] H. Aghajani, S. Behrangi, Plasma Nitriding of Steels, Springer, 2017.
- [3] M. Kaba, M. Altay, E. Akyildiz, F. Muhaffel, S. Ozkurt, E. Atar, M. Baydogan, H. Cimenoglu, Wear, 498-499 (2022).

## Numerical and Experimental Investigation of Natural Aging Behaviour of AA 6061 Alloy

AA 6061 Alaşımının Doğal Yaşlanma Davranışının Sayısal ve Deneysel Yöntemlerle İncelemesi

**Öncü AKYILDIZ<sup>1</sup>, Cem SAYAR<sup>1</sup>, Barış ÇETİN<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Hitit University, <sup>2</sup>FNSS Savunma Sistemleri  
Türkiye

### Abstract

In the present work, we performed thermokinetic simulations for a commercially available AA 6061 alloy having a Mg/Si ratio of 1.53 to investigate the microstructure evolution during the natural aging of the alloy. The simulations enabled tracking of the volumetric fraction, mean size, and the number density of the Mg-Si co-clusters which constitute the major strengthening mechanism during the natural aging of AA 6061. The simulation results were then used to interpret the alloy's mechanical response which is obtained by performing micro-hardness tests at different steps of the 96-hour natural aging process. Good agreement with the experimental observations showed that the presented model is useful for predicting the microstructural evolution during aging of AA 6061 alloy.

### 1. Introduction

AA 6061 has a wide range of applications in the defense industry since it provides a high strength-to-weight ratio, good formability, and resistance to corrosion [1]. The formability and strength of the alloy can be tuned through aging treatments. AA 6061 exhibits good formability in T4 temper, which involves solutionizing, water quenching and room temperature aging (referred to as natural aging). During the natural aging process, the microstructure of the alloy undergoes changes that is of practical importance for industrial applications.

Several investigations have revealed that formation of Mg-Si co-clusters in supersaturated Al matrix after quenching constitute the major strengthening mechanism during the natural aging of AA 6061 [2]. Therefore, controlling the mechanical behaviour of the alloy is only possible with the control of the volumetric fraction, mean size, and the number density of the Mg-Si co-clusters. MatCalc [3], the Materials Calculator software program provides a golden opportunity to achieve this difficult task by coupling the extended classical nucleation theory, the thermodynamic extremal principle [4–6] and CALPHAD (CALculation of PHase Diagrams) methodology with the Kampmann-Wagner numerical (KWN) model [7].

In the present work, we performed MatCalc natural aging

simulations for a commercially available AA 6061 alloy based on the model presented by Weisz et al. [2] that accounts quenched-in vacancies and their interaction with solutes in order to understand the alloy's mechanical response during the process.

### 2. Experimental

#### 2.1. Numerical methods

All thermodynamic and kinetic calculations were performed using MatCalc 6.00, the Materials Calculator software program [3], with the equilibrium, mobility, and physical database versions mc\_al\_2.029.tdb, mc\_al\_2.005.ddb, and physical\_data\_1.03.pdb, respectively. MatCalc considers a kinetic model based on an extended classical nucleation theory for multi-component and multi-phase systems, and the thermodynamic extremal principle for further precipitate evolution [4–6]. Accordingly, the transient nucleation rate is given by:

$$\frac{dN}{dt} = N_0 Z \beta^* \exp\left(-\frac{G^*}{kT}\right) \exp\left(-\frac{\tau}{t}\right) \quad (1)$$

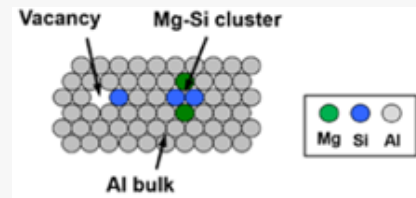
Here,  $N$  is the number of nuclei created per unit volume,  $N_0$  is the total number of available nucleation sites per unit volume,  $k$  is the Boltzmann constant,  $T$  is the temperature,  $Z$  is the Zeldovich factor,  $\beta^*$  is the atomic attachment rate,  $\tau$  is the incubation time and  $G^*$  is the critical nucleation energy given by:

$$G^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\gamma^3}{\Delta G_{vol}^2} \quad (2)$$

where  $\gamma$  is the specific interfacial energy and  $\Delta G_{vol}$  is the volumetric Gibbs energy change on nuclei formation. The interfacial energies are evaluated using CALPHAD-type Gibbs energies stored in the thermodynamic database in connection with a generalized broken bond model [8]. When Eq. 1 is numerically integrated into systems of equations that describe the diffusional growth of new phases, the evolution of the full particle size distribution can be monitored [9]. This is performed within the KWN model [7], in which discrete size classes for precipitates of identical radius and chemical composition are considered. In this work, 50 size classes are used to get an accurate precipitate size

distribution. At each time step, nucleation, growth, and dissolution are accounted and the precipitate size distribution is updated.

For the simulation of the process, a system with a single precipitation domain (FCC\_A1) and a single precipitate phase (CL\_MGSI) were defined. The dislocation density and the grain size for the precipitation domain were taken as  $10^{11} \text{ m}^{-2}$  and  $100 \mu\text{m}$ , respectively.



**Figure 1.** Schematics of Mg-Si co-clusters in Al [10].

Based on the model presented by Weisz et al. [2], quenched-in vacancies and their interaction with solutes are considered in simulations. Accordingly, vacancy evolution model by Fischer et al. [11], vacancy-trapping model by Fischer et al. [12] and clusters coalescence model by Warczok et al. [13] are employed. Also, a diffuse interface between clusters and matrix is assumed and the approach by Sonderegger et al. is used [14].

MatCalc built-in modules are used to consider the strengthening behaviour of the alloy depending on the computed size, distribution and number density of the co-clusters. Linear superposition of the intrinsic lattice strength of the matrix, solid solution strengthening and precipitation strengthening is considered in calculating the overall yield strength of the alloy. In precipitation strengthening of Mg-Si co-clusters, coherency strengthening with a volumetric misfit of 0.05 and modulus strengthening with a 10Gpa difference in elastic moduli are employed [2].

## 2.2. Materials and experimental procedures

Commercial AA6061 alloy rods of 10 mm diameter in the T6 condition were used in this study. The chemical composition was determined by spectral analysis and is given in Table 1. Samples were heated to the solution temperature (530 °C) at 100 °C/h, kept in the oven for 1 hour, and then water quenched at 65 °C. Hardness and bending strength of the materials were measured at 8-hour intervals during the 96-hour natural aging process. The microhardness was measured using a Metkon DUROLINE-M Vickers Hardness Testing Machine with a 200 gr load and a dwell time of 15 s where total of three indents per sample were taken.

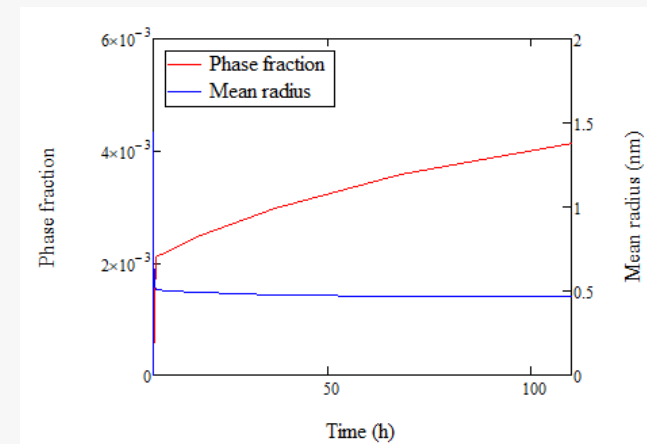
## 3. Results and Discussion

The evolution of phase fraction and mean radius of Mg-Si co-clusters obtained from MatCalc natural aging simulation are presented in Figure 2. As seen in Figure 2, with the clustering reactions that occur in the first hour, the quenched-in vacancies rapidly trap solute atoms and form quenched-in co-clusters where the volumetric phase fraction of the co-clusters quickly reaches  $10^3$ . After one hour, the solute and vacancy concentrations gradually decrease, and the cluster formation rate decreases [1,15].

**Table 1.** Chemical composition of the specimens in wt. %.

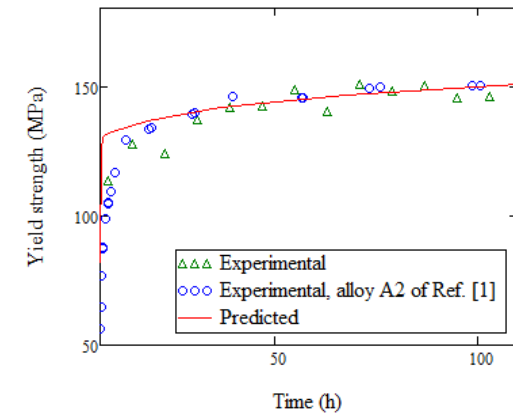
Mg	Si	Cu	Mn	Fe	Cr
0.968	0.633	0.154	0.148	0.70	0.166

The initial mean radius of the precipitates is recorded as 0.5 nm and remains almost unchanged until the end of the simulation. Nanoscale co-clusters with similar sizes were previously reported as the major strengthening mechanism during the natural aging of Al-Mg-Si alloys [16]. Further examination of co-cluster size distribution reveals that co-clusters with a mean radius of about 0.5 nm coexists with a population of larger co-clusters of about 1.3 nm.



**Figure 2.** MatCalc natural aging simulation results. Time evolution of phase fraction, and mean radius of Mg-Si co-clusters.

MatCalc contains many models that allow property prediction using the calculated microstructure-related features as given in Figure 2. The predicted yield strength (YS) curve given in Figure 3 is a linear superposition of the intrinsic lattice strength of the Al matrix, solid solution strengthening and precipitation strengthening of the alloy during natural aging. On the other hand, the experimental points in Figure 3 were obtained from the Vickers Hardness (HV) measurements using the following empirical relation  $YS = aHV - b$  [17], with  $a = 0.34$  and  $b = 101$ . Here, the intercept  $b$  accounts for the increase in strain during the Vickers indentation.



**Figure 3.** Predicted yield strength evolution vs. experimental results.

Figure 3 shows that the simulation results show a good agreement with the experimental observations, and the presented model is useful for predicting the microstructural evolution and property prediction during aging of AA 6061 alloy.

## 4. Conclusion

In this study solution and quenching heat treatments were applied to the 6061 Al alloy and the microhardness changes of the samples were observed during the natural aging process. The process is subjected to precipitation kinetics simulations in which evolution of quenched-in vacancies, vacancy-trapping and Mg-Si co-cluster coalescence are considered. The microstructure evolution of the alloy during the aging treatment is simulated and based on the volume fraction, mean size, and the number density of the Mg-Si co-clusters a strengthening model is proposed. The proposed model is used to interpret the alloy's measured mechanical response and a good agreement was found. It is concluded that the presented model is useful for predicting the microstructural and mechanical property evolution during the natural aging of AA 6061 alloy.

## Acknowledgements

This research is supported by The Scientific and Technological Research Council of Turkey (TUBITAK) under 2209/B program.

## References

- [1] L. Ding, Z. Jia, Z. Zhang, R.E. Sanders, Q. Liu, G. Yang, Mater. Sci. Eng. A. 627 (2015) 119–126.
- [2] T. Weisz, P. Warczok, T. Ebner, A. Falahati, E. Kozeschnik, Mater. Sci. Forum. 828–829 (2015) 468–473.
- [3] E. Kozeschnik, Modeling Solid-State Precipitation, Momentum Press, 2013, New York, USA.

- [4] J. Svoboda, F.D. Fischer, P. Fratzl, E. Kozeschnik, Mater. Sci. Eng. A. 385 (2004) 166–174.
- [5] L. Onsager, Phys. Rev. 37 (1931) 405–426.
- [6] F.D. Fischer, J. Svoboda, H. Petryk, Acta Mater. 67 (2014) 1–20.
- [7] R. Kampmann, R. Wagner, in: Decompos. Alloy. Early Stages, Elsevier, 1984: pp. 91–103.
- [8] B. Sonderegger, E. Kozeschnik, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 40 (2009) 499–510.
- [9] A. Deschamps, C.R. Hutchinson, Acta Mater. 220 (2021).
- [10] J. Banhart, Z. Yang, M. Liu, M. Madanat, X. Zhang, Q. Guo, Y. Yan, A. Röhsler, K. Fricke, Z. Liang, D. Leyvraz, A. Hoell, E. Gericke, R. Wendt, C. Liu, MATEC Web of Conferences 326, (2020) 01001.
- [11] F.D. Fischer, J. Svoboda, F. Appel, E. Kozeschnik, Acta Mater. 59 (2011) 3463–3472.
- [12] F.D. Fischer, J. Svoboda, E. Kozeschnik, Model. Simul. Mater. Sci. Eng. 21 (2013) 025008.
- [13] P. Warczok, J. Ženíšek, E. Kozeschnik, Comput. Mater. Sci. 60 (2012) 59–65.
- [14] B. Sonderegger, E. Kozeschnik, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 41 (2010) 3262–3269.
- [15] O.R. Myhr, Øystein Grong, K.O. Pedersen, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 41 (2010) 2276–2289.
- [16] Y. Chen, X. Yuan, J. Dong, S. Jin, G. Sha, Y. Yang, H. Zhang, C. Wang, N. Gao, M.J. Starink, Mater. Charact. 203 (2023) 113145.
- [17] A.P. Sekhar, S. Nandy, K. Kumar Ray, D. Das, IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. 338 (2018).

## Influence of Niobium Content on the Structure and Wear Performance of Borided Ti-Nb Alloys

Niyobyum İçeriğinin Borlanmış Ti-Nb Alaşımlarının Yapısı ve Aşınma Performansı Üzerindeki Etkisi

**Batuhan SORUŞBAY<sup>1</sup>, Mertcan KABA<sup>2</sup>, Faiz MUHAFFEL<sup>2</sup>, Ferit SİYAHCAN<sup>2</sup>,  
M. Suat SOMER<sup>3</sup>, H. Özkan GÜLSOY<sup>1</sup>, Hüseyin ÇİMENOĞLU<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Marmara University, <sup>2</sup>Istanbul Technical University, <sup>3</sup>Koc University  
Türkiye

### Abstract

This study investigates the structure and wear performance of the borided Ti-Nb alloys exposed to paste boriding at 1000 °C by using the nano boron powder as the boriding agent. The formation of the boride layer increased the surface hardness and provided better wear resistance.

### 1. Introduction

Titanium and its alloys are found to have high specific strengths, low elastic modulus, high corrosion resistance, good high-temperature resistance, and exceptional biocompatibility. As a result, they have a wide range of applications in the biomedical, chemical, and aerospace industries [1, 2]. Ti6Al4V alloy is the most favorable one among these alloys, but due to potential health issues associated with its in-vivo release of Al and V, it lost its popularity as an implant material. For this reason, Ti-Nb-based alloys have attracted attention for biomedical applications because of their biocompatibility and low elastic modulus. However, they suffer from low wear resistance and high friction coefficient, limiting their extensive usage. Considering the success of boriding to overcome these disadvantages for commercially available titanium alloys [3], the present study investigates the effects of Nb on the features of the boride layers formed on Ti-Nb alloys manufactured by powder metallurgy.

### 2. Materials and Methods

Commercially available spherical Ti and Nb powders (purity 99.5%, size ~ 45 µm) were used to prepare samples via powder metallurgy. The powder mixtures of Ti-xNb (x:10 and 30 wt.%) were milled by using a planetary ball mill in an argon atmosphere. The powders were uniaxially compacted into cylindrical bars under a pressure of 370 MPa and then sintered in a tube furnace under an argon atmosphere at 1400 °C for 1 h. Upon sintering, the samples were ground, polished, and ultrasonically cleaned in preparation for boriding. In the boriding process carried out under vacuum at 1000 °C for 8 h, nano boron powder (Pavezyum Technical Ceramics) was used as a source of boron. Sintered and borided samples were characterized using an optical microscope, a scanning electron microscope, an X-ray diffractometer, a Vickers microhardness tester, and a reciprocating sliding wear tester in a ball-on-flat configuration.

### 3. Results and Discussion

The results of the XRD analysis and SEM examinations confirmed the presence of boride layers composed of TiB<sub>2</sub> and NbB<sub>2</sub> on the surfaces of the examined Ti-Nb alloys consisting of α + β matrix structure (Fig.1). The increment in Nb content increased the fraction of β phase in the matrix and favoured a reduction in boride layer thickness from ~9 µm to ~4 µm. The average hardnesses of the boride layers formed on Ti-10Nb and Ti-30Nb alloys were measured as ~2650 HV<sub>0.025</sub> and ~2560 HV<sub>0.025</sub>, respectively. In as-sintered state, the hardness was ~376 HV<sub>0.5</sub> for Ti-10Nb alloy and ~269 HV<sub>0.5</sub> for Ti-30Nb alloy. Covering the examined alloys with hard boride layers caused drastic enhancement in the sliding wear resistance at room temperature as compared to as-sintered state, as expected. While sliding contact imposed plastic deformation induced adhesive wear on as-sintered alloys, on the boride layers wear progressed by smoothening of the asperities with the rubbing action of the counterface.

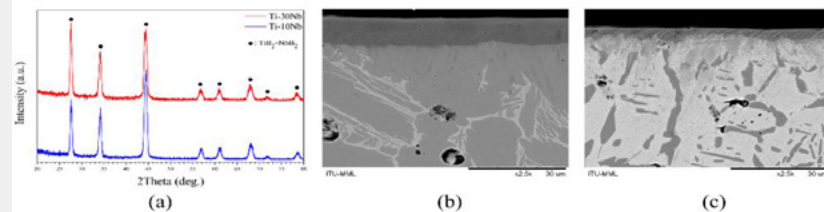


Figure 1. XRD patterns (a), cross-sectional SEM images of Ti-10Nb (b), and Ti-30Nb (c).

### 4. Conclusion

Application of paste boriding prepared from nano boron powder to sintered Ti-Nb alloys increased the wear resistance via restricting plastic deformation induced adhesive wear on the contact surface. Nb content of the alloys played critical role on thickness and hardness of the boride layers.

### Acknowledgement

The authors would like to thank the ITU Scientific Research Coordination Department under Grant No. MYL-2021-43150.

### References

- [1] P. Li, D. Liu, W. Bao, et al., *Ceramics International*, 44 (2018) 18429–18437.
- [2] J. Lin, Y. Zhang, M. Ma, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 20 (2010) 390–394.
- [3] E. Atar, E.S. Kayali, H. Cimenoglu, *Surface and Coatings Technology*, 202 (2008) 4583-4590.

## Hidrolik Kırıcı Ataşmanı Uçları için Uygun Malzeme Seçimi ve Analizi

Suitable Material Selection and Analysis for Hydraulic Breaker Attachment Chisels

**Anıl ERİŞEN<sup>1</sup>, Serdar Osman YILMAZ<sup>2</sup>, Bilgin KARA<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>İnan Makina, <sup>2</sup>Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi  
Türkiye

### Abstract

In various sectors; chisel durability is an important issue for hydraulic breaker attachments used in primary and secondary rock breaking and similar hard structures. Since the chisel used is exposed to high impact forces and vibration, the mechanical properties of the part must give the expected results. Therefore, the selection of materials for the parts to be manufactured and the heat treatments to be applied to these materials are very critical.

The purpose of this paper; is to determine the most suitable material for chisel manufacturing and the appropriate heat treatment for this material. In the study, a new material created with three different analyzes and heat treatments suitable for these materials, which can be an alternative to the two currently used materials for chisels with different mechanical properties, were determined. Tensile test samples, impact test samples and metallographic samples were manufactured from a total of five different materials. Various heat treatments were applied.

A specific type of crusher was selected for simulation. The impact energy and vibration of the breaker were calculated. All these data were collected and analyzed. The five materials we chose for manufacturing were compared with each other with the results of this analysis and the test results taken from the samples.

In conclusion; Although the suitability of the selected materials is theoretically verified, they should also be tested with long-term use in the field.

### Özet

Çeşitli sektörlerde; birincil ve ikincil kaya kırımında ve benzeri sert yapıların kırımında kullanılan hidrolik kırıcı ataşmanları için uç dayanımı önemli bir konudur. Kullanılan ucun yüksek darbe kuvvetlerine ve titreşime maruz kalması nedeniyle parçanın mekanik özelliklerinin (tokluk, sertlik, akma dayanımı, aşınma dayanımı vb.) beklenen sonuçları vermesi gerekmektedir. Dolayısıyla imal edilecek

parçalarda malzeme seçimi ve bu malzemelere uygulanacak ısı işlemler oldukça kritiktir.

Bu yazının amacı; uç imalatı için en uygun malzemeyi ve bu malzemeye uygun ısı işlemleri tespit etmektir. Yapılan çalışmada, farklı mekanik özelliklere sahip uçlar için halihazırda kullanılan iki malzemeye alternatif olabilecek, üç farklı analizle oluşturulmuş yeni bir malzeme ve bu malzemelere uygun ısı işlemleri belirlendi. Toplam beş farklı malzemeden çekme testi numunesi, darbe testi numunesi ve metalografik numune imal edildi. Çeşitli ısı işlemleri uygulandı.

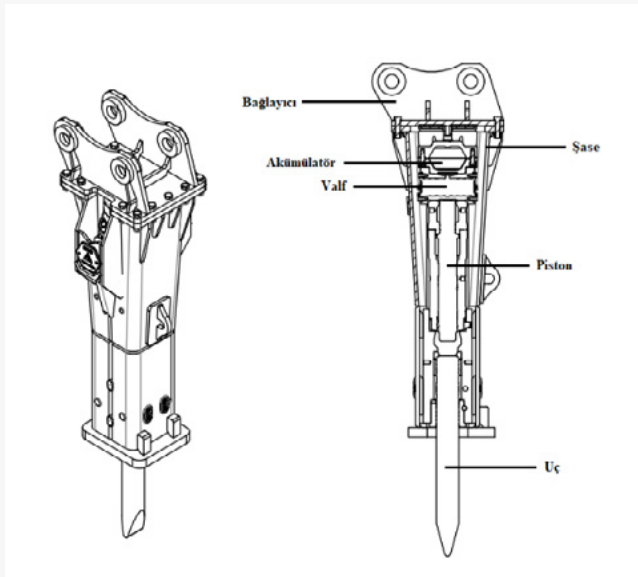
Simülasyon için belirli bir kırıcı tipi seçildi. Kırıcının darbe enerjisi ve titreşimi hesaplandı. Tüm bu veriler toplanarak analizler yapıldı. İmalat için seçtiğimiz beş malzeme, bu analizin sonuçlarıyla ve numunelerden alınan test sonuçları, kendi aralarında karşılaştırıldı.

Sonuç olarak; seçilen malzemelerin uygunluğu teorik olarak doğrulansa da sahada uzun süreli kullanım ile de test edilmelidir.

### 1. Giriş

Hidrolik kırıcı; yıkım, inşaat, inşaat mühendisliği ve hatta geri dönüşüm alanlarında vazgeçilmez bir ataşmandır [1]. Kırma, taşı kırarak sökme, tünelde duvar tarama, kaya kırma ve inşaat işleri gibi uygulamalarda kullanılan hidrolik kırıcı ataşmanları yüksek kuvvetlere ve titreşime maruz kalmaktadır.

Bir hidrolik kırıcı, akışkan akışının yönünü kontrol etmek için bir yön valfinden, hidrolik enerjiyi depolamak ve çalışma sırasında gerekli akışı sağlamak için bir akümülatörden, nitrojen gazı ile doldurulmuş bir gaz haznesinden (Tam hidrolik tip kırıcılarda bulunmaz), darbe enerjisini keskiye ileten pistondan ve hedef malzemeyi kıran bir uçtan oluşmaktadır (Şekil 1) [2]. Kırıcı ucunda oluşan darbe kuvveti ve kırıcının titreşimi nedeniyle hidrolik kırıcı için seçilen uç ve bu ucun malzemesi oldukça önemlidir.



Şekil 1. Hidrolik Kırıcı Şeması.

Deneylerde kullanılacak olan MTB markalı tam hidrolik tip kırıcılarda gaz haznesi bulunmaz. Bu kırıcı çeşidinde gazlı tip hidrolik kırıcılara göre darbe enerjisi daha yüksektir. Aynı zamanda tam hidrolik kırıcı tipi daha kararlı ve daha verimli çalışma performansı göstermektedir.

Hidrolik kırıcı ucun üretildiği malzeme, uca uygulanan ısıl işlem ve ucun geometrik şekli gibi etkenler ucun dayanımını belirlemektedir. Bu çalışmada malzeme ve ısıl işlem seçimi üzerine bir çalışma yapılacaktır.

Sıfır altı işlemin kırıcı uçlarına olan etkisini gözleyen Bolobov (2018)'un çalışmasında da belirtildiği üzere; kırıcı ucu önemli ölçüde baskıya, darbe yüklerine ve yoğun aşınma aşınmasına maruz kalır ve bu nedenle keski, darbe yüklerine karşı yeterli direnci olan, mukavemeti, sertliği ve aşınma direnci artırılmış bir malzemeden yapılmalıdır [3]. Bu çalışmada; iki standart malzeme ve bu iki malzemeye alternatif olabilecek, üç farklı analizle oluşturulmuş yeni bir malzemenin hangisinin uçlar için en uygun olduğu ve bu malzemeler için en uygun ısıl işlemin ne olduğu tespit edilmelidir.

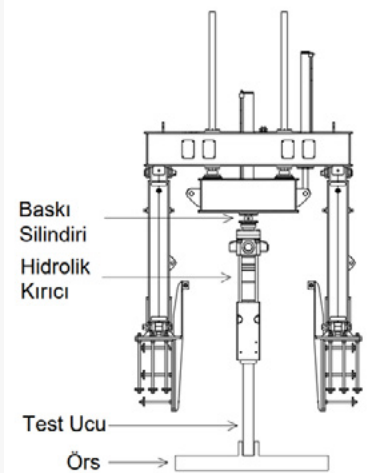
Standart olarak kullandığımız, AISI 4140 ve AISI 4340 ıslah çeliklerine uygulanan çeşitli ısıl işlemlerin, bu çeliklere olan etkileri üzerine yapılmış birçok çalışma mevcuttur. Bu çalışmalardan bazıları şunlardır: E. Saraç (2019), farklı temperleme sıcaklıklarının 4140 çeliği üzerine etkilerini araştırmıştır [4]. W. Lee (1997) ise 4340 çeliği için temperleme sıcaklığı yanı sıra temperleme süresinin de etkilerini çalışmasına katmıştır [5]. G. İrsel (2022) ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada 4140 çeliği için farklı östenitleme sıcaklıklarının malzemeye olan etkileri incelenebilir [6]. AISI 4140 çeliği üzerine yapılan bir başka çalışma ise haddeme işleminden sonra direkt hızlı soğutmaya tabi tutulmasının sonuçları gözlemlenmiştir [7].

## 2. Yöntem

Bu makalede, AISI 4140 ve AISI 4340 malzemelerinin optimum ısıl işlemi, Hanguang Fu'nun çalışmasındaki benzer bir yöntemle belirlenmiştir [8]. Belirlenen bu optimum ısıl işlem, analiz olarak elimizdeki bu iki malzemenin türevi olan özel analizli döküm malzemelere uygulandı. Bu şekilde özel analizli malzemelerin de karşılaştırması yapılabilmektedir. Malzemelerin optimum ısıl işleminin belirlenmesinin ve özel analizli malzemelerin özelliklerinin birbirleri arasında karşılaştırılmasının yanı sıra malzemelerin kırıcı ucunun çalışma şartlarına olan yeterlilikleri de incelenmiştir. Çekme dayanımı için küçük çaplı Ø12.5 mm olan çekme testi numuneleri üretildi ve çekme testleri 60 tonluk standart bir çekme testi cihazında gerçekleştirildi. Tokluk ölçümü için, 10x10x55 mm boyutların çentikli darbe testi numuneleri hazırlandı. Testler; Charpy test cihazında gerçekleştirildi. Sertlik taraması ve mikro yapı görüntülerinin alınabilmesi için Ø20x60 mm boyutlarında metalografik numuneler imal edilmiştir.

### 2.1. Kırıcı Testleri

Kör bir ucla belirli bir prosedürle test edilen kırıcılardan, karakteristik bir sonuç alınsa da bu sonuçlar gerçek çalışma ortamındaki sonuçlardan farklı olacaktır. Song (2017) çalışmasında, aşamalı kırma işleminin, ucun ağırlığı ve kırıcının şasesine sabitlemek için gerekli olan pim nedeniyle kırıcı gövdesinin aşağı doğru delme hareketinde, ucu takip etmesinin neden olacağını ve bunun ölçüm sonuçlarını etkileyeceğinden bahsetmiştir. Ficarella (2007)'nin çalışmasında ise darbe testlerinin gerçek kayalar üzerinde yapılması gerektiğinden, çelik üzerinde yapılan darbe testlerinin sonuçlarında bir miktar tutarsızlık beklenildiğinden bahsedilmiştir [1-2]. Bunlardan da yola çıkarak darbe testlerinin Şekil 2'de gösterilen test ortamında yapıldıktan sonra gerçek çalışma ortamından da sonuçlar olarak karşılaştırılma yapılması gerektiğine karar verilmiştir.



Şekil 2. Hidrolik Kırıcı Test Düzenegi.

### 2.2. Isıl İşlemlerin Belirlenmesi

Isıl işlemin 4140 ve 4340 malzemelerinde hangi sıcaklıklarda optimize olduğunun tespiti için üç farklı östenitleme sıcaklığı ve beş farklı meneviş sıcaklığı belirlendi. Çizelge 1'de numunelere ısıl işlemlerine göre verilen kodlar gösterilmiştir. 820 °C, 840 °C, 850 °C östenitleme sıcaklıkları, 250 °C, 300 °C, 350 °C, 400 °C, 500 °C meneviş sıcaklıkları olmak üzere toplam 15 farklı ısıl işlem yapılmıştır.

Numuneler koruma gazlı fırınlarda belirlenen östenitleme sıcaklıklarında 3 saat bekletilmiştir. Literatür taramasından sonra verilen karar neticesinde numuneler yağ ortamında soğutulmuşlardır. Suda soğutmanın çatlak oluşturma riski, polimerde soğutmanın ise istenen sertliği yakalayamama (daha yavaş soğuma olmasından dolayı) riski nedenleri sonucunda bu karara varılmıştır [8,9].

Çizelge 1. Numunenin ısıl işlem sıcaklıkları.

	Östenitleme Sıcaklığı (°C)	Temperleme Sıcaklığı (°C)
1	820	250
2	820	300
3	820	350
4	820	400
5	820	500
6	840	250
7	840	300
8	840	350
9	840	400
10	840	500
11	850	250
12	850	300
13	850	350
14	850	400
15	850	500

Malzeme ayırımının gözetilebilmesi için 4140 ve 4340 için ayrı numaralandırma yapılmıştır. Isıl işlem numarasından sonra nokta ile ayrılarak, parçalar Çizelge 2'de gösterildiği gibi numaralandırılmıştır.

Çizelge 2. Malzeme Kodları.

Malzeme	Parça Kodu
4140	.1
4340	.2

### 2.3. Özel Analizli Malzeme Karşılaştırması

Özel analizli malzemeler için üç farklı analiz belirlenmiştir. Bu malzemelere 4140 ve 4340'tan alınan optimum ısıl işlem sıcaklıkları uygulanacaktır. Bu malzemeler 4140 ve 4340'ın kimyasal analizi değiştirilerek oluşturulmuştur. Bu

çalışmada değiştirilen elementlerin parçaya olan etkisi incelenmeye çalışılmıştır.

4140 ve 4340 malzemelerinin haddelenmiş, özel analizli malzemelerin ise döküm olması sebebiyle aynı düzeyde sonuçlar beklenmeye de elementlerin etkisi konusunda bir fikir yaratacaktır. Ayrıca üç farklı analizli döküm malzemelerin kendi aralarındaki farklılıkların da malzeme özelliklerine olan etkileri görülebilecektir. Özel analizli numunelerin kimyasal analizleri Çizelge 3'te gösterilmiştir.

Çizelge 3. Numunelerin kimyasal analizi.

	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Ti	B
Ö A 1	0,42	0,58	0,97	1,44	0,43	1,01	0,00 2	0,001
Ö A 2	0,42	0,58	0,97	1,44	0,43	1,01	0,02	0,05
Ö A 3	0,42	0,58	0,97	1,44	0,43	1,01	0,15	0,05

Çizelge 3'teki bileşenlerin değerleri yüzdeliktir. Bu bileşenlere ek olarak malzemedeki fosfor, kükürt ve alüminyum elementleri minimum oranda tutulmaya çalışılmıştır.

## 3. Sonuçlar ve Tartışma

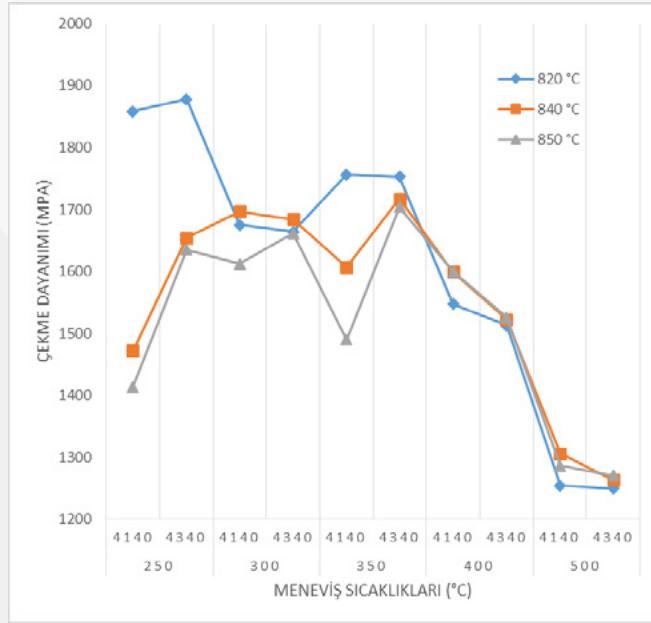
Çekme ve darbe testi sonuçlarının yorumlanmasından sonra sertlik ve mikro yapı incelemeleri yapılmıştır. Çekme ve darbe testlerinden çıkan numunelerinden birer adet Şekil 3'te görülmektedir.

Çekme testi sonuçlarına göre oluşturulan, ısıl işlem sıcaklıkları ve malzemeye göre çekme dayanımlarının gösterildiği grafik Şekil 4'te verilmiştir. Her iki malzemede de 500 °C meneviş sıcaklıklarında alınan sonuçlar dışında, dayanımın 1400 MPa'ın üzerinde kaldığı görülmüştür. Düşük meneviş sıcaklıklarında 820 °C östenitleme sıcaklığı sonuçları daha iyi iken, meneviş sıcaklığının yükselmesiyle orantılı olarak 840 °C ve 850 °C östenitleme sıcaklıklarında alınan sonuçların daha iyi olduğu görülmüştür. Meneviş sıcaklığının artmasıyla orantılı olarak, yüksek östenitleme sıcaklıklarının daha iyi sonuçlar vermesi ve meneviş sıcaklığının 400 °C üzerine yükselmesine bağlı olarak gözlenen dayanım kaybı; G. İrsel (2022) ve arkadaşlarının çalışmasıyla da paralellik göstermektedir [6].



Şekil 3. Çekme ve darbe testi numune örnekleri.

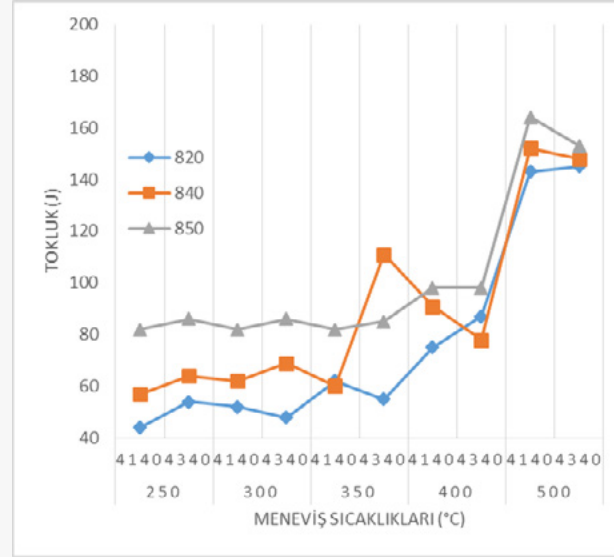
Dayanım sonuçları gözlemlenerek 500 °C meneviş sıcaklığı optimum ısıl işlem belirlenmesinde her iki malzeme için de seçenekler arasında çıkarılmıştır.



Şekil 4. 4140 ve 4340 çekme dayanımları.

Optimum ısıl işlemin belirlenebilmesi için dayanım ve tokluk değerlerine ortak olarak bakılmalıdır. Şekil 5'te gösterilen darbe testi sonuçlarına göre 850 °C östenitleme sıcaklığının diğer sıcaklıkları geride bıraktığı görülmektedir. Ayrıca meneviş sıcaklığı arttıkça malzemelerin tokluğunun arttığı gözlemlenmiştir.

Yalnızca; 4340 malzemesi 840 °C östenitleme sıcaklığı ve 350 °C meneviş sıcaklığında normalin üzerinde bir değer yakalamıştır.



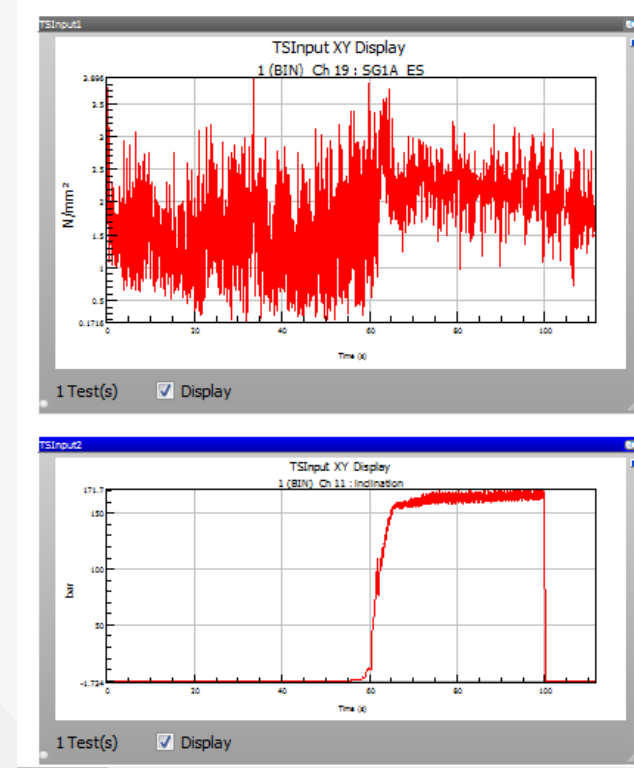
Şekil 5. 4140 ve 4340 darbe testi sonuçları.

Meneviş sıcaklıkları 350 °C üzerine çıktığında, tokluk değerlerinde 4140 daha iyi sonuçlar vermiştir. 350 °C derece ve altı meneviş sıcaklıklarında ise 4340'ın tokluk değerleri, 4140 sonuçlarının üzerindedir.

Literatür incelemesinden sonra gözlenen ek bir sonuç olarak temperleme işleminin östemperlemeye göre oldukça yüksek tokluk sonuçları verdiği ve 4140 ve 4340 için bu işlemin daha uygun olduğu söylenebilir [10].

### 3.1. Kırıcı Uç Analizi

Kırıcı ucu için istenen dayanımın belirlenmesi için MTB 125 model kırıcı üzerinde Şekil 2'de gösterilen test düzeneğinde strain-gauge kullanılarak test yapılmıştır. Kırıcı ucundan alınan test sonuçları Şekil 6'da gösterilmiştir.



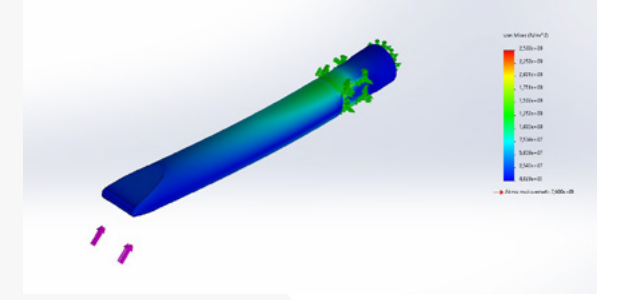
Şekil 6. Strain-gauge test sonuçları.

Uçtan alınan ortalama gerilim 3 MPa olarak ölçülmüştür. Test düzeneğinde sadece dik pozisyonda vuruşun etkilerini ölçmek mümkündür. Fakat saha çalışmalarında kayaların düzensiz şekillerden ve operatörün kullanımından ötürü farklı açılarda darbe gerçekleştirilmektedir. Bunları analiz edebilmek için Solidworks ortamında analiz yapılmıştır. Uca gelen kuvveti bulabilmek için gerilim ve uç çapı kullanılarak;

$$P \cdot A = F \quad (1)$$

$$3.57,5^2 \cdot \pi = 31,16 \text{ kN}$$

Olarak bulunmaktadır. Bu kuvvetle yapılan analizde yüksek darbeleri ve ağır çalışma şartları düşünülerek 6 emniyetli olarak 250 MPa için (malzeme dayanımı isteri 1500 MPa olarak belirlenmiştir) analiz yapıldı ve 1500 MPa ve üzeri dayanım sonucu olan malzemelerin uygun olduğuna karar verildi. Kırıcı ucuna yapılan analiz sonucu Şekil 7'de gösterilmiştir.

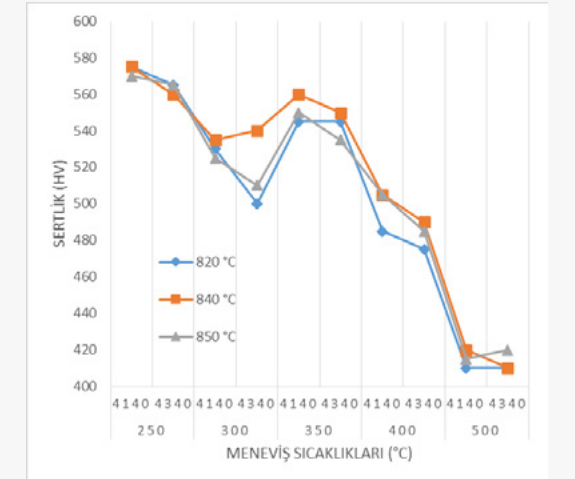


Şekil 7. Kırıcı ucu analiz sonucu.

### 3.2. Optimum Isıl İşlemin Belirlenmesi

Alınan çekme ve darbe testleri sonuçlarından yola çıkılarak 500 °C meneviş sıcaklığı dayanım nedeniyle elenmiştir. 820 °C hızlı östenitleme sıcaklığı sonuçları ve diğer hızlı östenitleme sıcaklık sonuçlarından 250 °C ve 300 °C meneviş sıcaklığına sahip olan örnekler ise düşük tokluk değerleri sebebiyle elenmişlerdir.

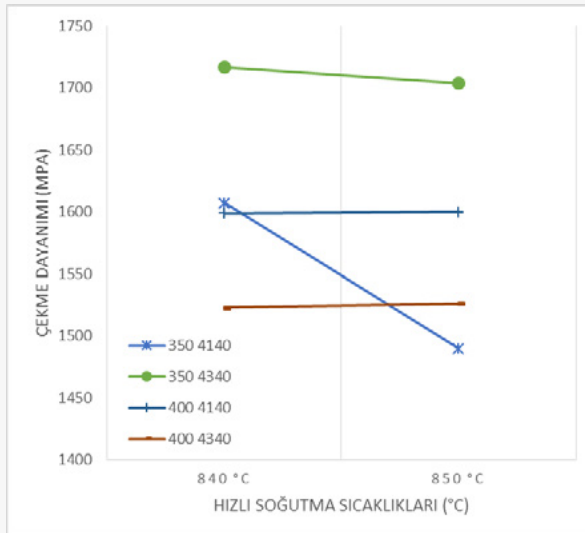
Meneviş sıcaklığına bağlı olarak sertlik değişim sonuçları Şekil 8'de gösterilmiştir. Meneviş sıcaklıkları yükseldikçe (350 °C hariç) sertlik değerlerinin düşüş eğiliminde olduğu gösterilmiştir. Yüksek aşınmaya maruz kalan kırıcı uçları için istenen 450 HV üzeri sertlik isterini 500 °C meneviş sonuçları hariç tümü karşılamaktadır.



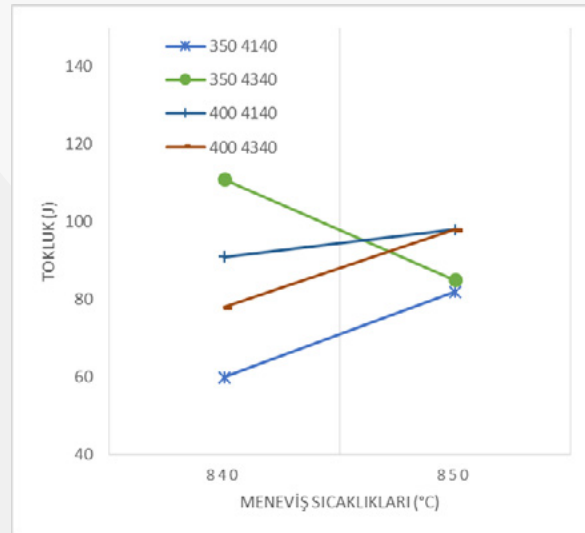
Şekil 8. Maksimum sertlik değerleri.

Maksimum sertlik değerlerinin de optimum sonuçları değiştirmediği görülmüştür. Tüm elenen sonuçlar çıkarılarak oluşturulan yeni çekme ve darbe testi sonuç grafikleri Şekil 9 ve Şekil 10'da gösterilmiştir.





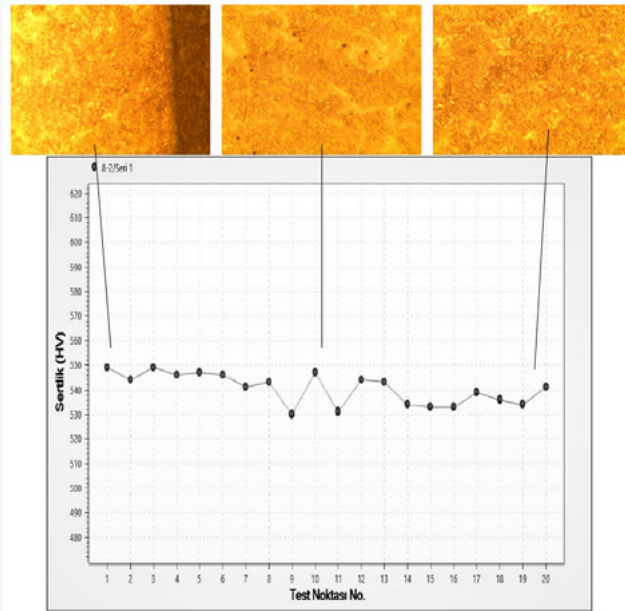
Şekil 9. Kabul edilebilir alan çekme testi karşılaştırması.



Şekil 10. Kabul edilebilir alan darbe testi karşılaştırması.

Tüm sonuçlar arasında en iyi sonuç 8.2 kodlu, 4340 malzeme 840 °C östenitleme sıcaklığı ve 350 °C meneviş sıcaklığı numunesinden alınmıştır. 4140 malzemesi için ise en iyi sonuç 14.1 kodlu, 850 °C östenitleme sıcaklığında ve 400 °C meneviş sıcaklığında ısıl işlem yapılan numunedendir.

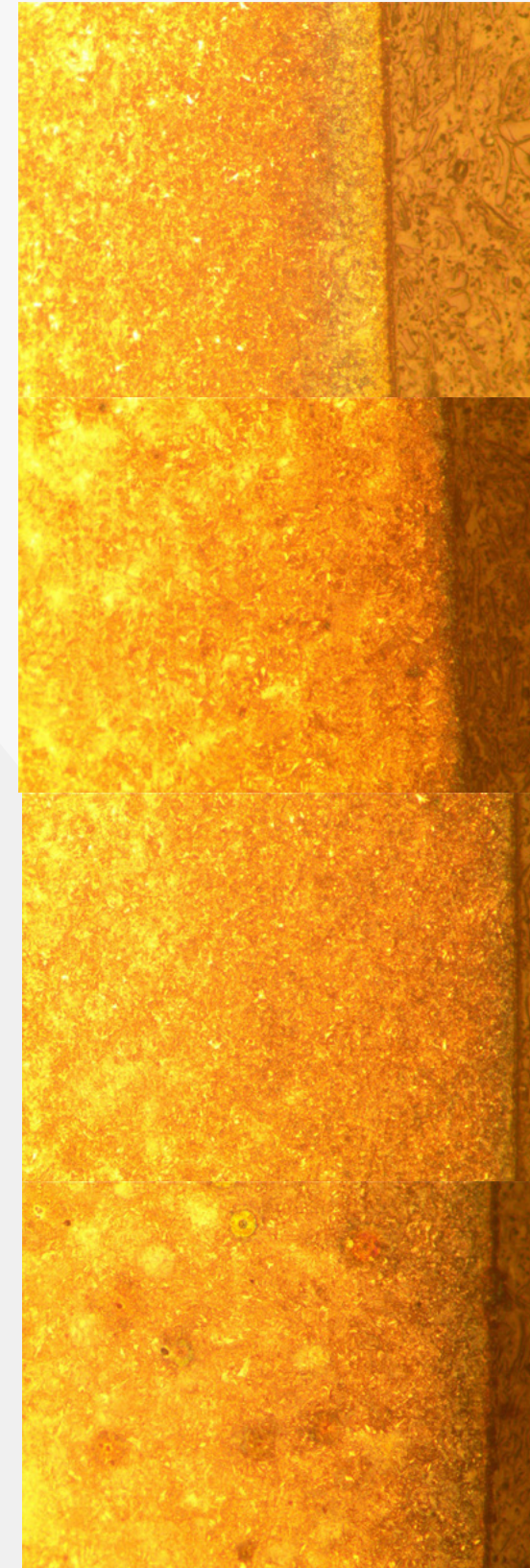
İki malzemenin ortak olarak optimumda çalıştığı ısıl işlem sıcaklıkları ise 4340'm da iyi sonuç verdiği; 850 °C östenitleme sıcaklığı, 400 °C meneviş sıcaklığı olarak belirlendi. 4140 ve 4340 numunelerinin en iyi sonuçlarının sertlik taramaları ve mikro yapı görüntüleri karşılaştırılarak grafik oluşturuldu (Şekil 11).



Şekil 11. 8.2 kodlu numune sertlik taraması ve mikro yapıları. (0 noktası malzeme yüzeyi, 20 noktası ise malzemenin çekirdeğidir)

Önemli bir diğer konu 4140 ve 4340 maksimum sertlik değerleri birbirlerine yakın olsa da 4140 çeliğinin sertliği çekirdeğe doğru azalırken, 4340 çeliğinin sertliği çekirdeğe kadar sabit kalarak bu konu fark yaratmaktadır. Yüzeiden çekirdeğe doğru mikroyapı görüntüleri incelendiğinde yapıda martensit fazı oranında dikkate değer bir değişim görülememiştir.

Şekil 9 ve 10'da karşılaştırılan 4 farklı numunenin mikro yapı görselleri Şekil 12'de verilmiştir. Mikro yapıda perlit, ferrit, kalıntı östenit ve martensit fazları görülmektedir. Yapıdaki martensit fazı oranı meneviş sonrası azalmıştır. Azalma oranı 4140 malzemede %20 oranında iken 4340 malzemede bu değişim oranı %10 değerinin altında kalmıştır.

Şekil 12. a) 8.1 kodlu numune mikro yapısı (x200).  
b) 8.2 kodlu numune mikro yapısı (x200).  
c) 14.1 kodlu numune mikro yapısı (x200).  
d) 14.2 kodlu numune mikro yapısı (x200).

### 3.3. Özel Analizli Döküm Malzemenin İncelenmesi

Belirlenen optimum ısıl işlem özel analizli (3 farklı analiz) olarak dökülen numunelere uygulandı. Krom ve titanyumun birlikte çalışma etkileri ve titanyum oranının malzeme özelliklerini nasıl etkileyeceği araştırıldı. Fakat Çizelge 4'te gösterilen sonuçlardan da anlaşılacağı üzere malzeme çok gevrek özellik göstermiştir. Neredeyse uzamadan tüm analizler çekme testini tamamlamıştır.

Haddelenmiş malzemeler olan AISI 4140 ve 4340 çelikleriyle döküm malzemenin kıyaslandı. Kullanılan krom ve titanyum ekleme fikrini çürütmüştür. Malzemedeki titanyum oranı arttıkça malzemenin gevrekliği önce artıp daha sonra azalmıştır.

4140, 4340 ve özel analizli malzemelerin uzama yüzdeleri grafiği Çizelge 4'te görülmektedir.

Çizelge 4. Malzeme Kodları.

Malzeme	Çekme Dayanımı (MPa)
ÖA1	825,3
ÖA2	275
ÖA3	530,1

Çizelge 5. 4140, 4340 ve özel analizli numunelerin uzama yüzdeleri.

Parça Kodu	Uzama Yüzdeleri
8.1	8,862
8.2	10,911
14.1	16,475
14.2	15,711
ÖA1	3,857
ÖA2	2,468
ÖA3	3,459

### 4. Sonuç

Kırıcı uçları için en iyi sonucu 8.2 kodlu numune olan 4340 malzemeli, 840 °C östenitleme sıcaklığı ve 350 °C meneviş sıcaklığı bulunan numune vermiştir.

4140 malzemesi optimum davranışını 850 °C östenitleme sıcaklığı ve 400 °C meneviş sıcaklığı ısıl işlemleriyle göstermiştir. Bu ısıl işlem, 4340 malzemesi de oldukça yüksek performans gösterdiğinden dolayı, ortak optimum değer olarak seçilmiştir.

Özel analizle dökülen malzemelerden alınan sonuçlar beklendiği gibi çıkmamıştır. Döküm olmaları, 4140 ve 4340 gibi haddelenmiş malzemelerin altında sonuçlar beklenenin de altında kalmıştır. Malzemedeki krom elementine karşılık titanyum elementi beklendiği gibi çalışmamış olabilir. Krom elementinin gevrek davranışı

arttırıcı etkisinin karşısında, malzeme içeriğinde yeterince mangan, molibden veya nikel gibi elementler kullanılmamış olabilir. Analiz yeniden oluşturularak ve malzeme haddelenerek yeni deneyler yapılmalıdır.

#### Teşekkür

Yazarlar İnan Makina Sanayi ve Ticaret A.Ş.'ye minnettardır. Deneylerin gerçekleştirilmesindeki yardımları için şirkete teşekkür ederiz.

#### Referanslar

- [1] A. Ficarella, A. Giuffrida ve D. Laforgia, Investigation on the Impact Energy of a Hydraulic Breaker, SAE 2007 Commercial Vehicle Engineering Congress & Exhibition, 30 Ekim-1 Kasım 2007, Rosemont Illinois, United States.
- [2] C. Song, D. J. Kim, J. Chung, K. W. Lee, S. S. Kweon ve Y. K. Kang, Estimation of Impact Loads in a Hydraulic Breaker by Transfer Path Analysis, Shock and Vibration, vol. 2017 (2017), 15 sayfa.
- [3] V. I. Bolobov ve T. BinhLe, Influence of Deep Cryogenic Treatment on Structure and Wear Resistance of Materials of Hydraulic Breaker Chisels, 2018 IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering Pergamon, vol. 327 (2018), 5 sayfa.
- [4] E. Saraç ve N. A. Özbek, Temperleme Isıl İşlem Sıcaklıklarının AISI 4140 Çeliğinin Mekanik Özellikleri Üzerine Etkilerinin Araştırılması, Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi, 7 (2019), 1574-1586.
- [5] W. Lee ve T. Su, Mechanical Properties and Microstructural Features of AISI 4340 High-Strength Alloy Steel Under Quenched and Tempered Conditions, Journal of Materials Processing Technology, 87 (1999), 198-206.
- [6] G. İrsel, B. N. Güzey ve B. Kara, Effect of Heat-Treatment Temperature on The Mechanical and Microstructural Properties of AISI 4140 Steel, UNITECH: International Scientific Conference, 18-19 Kasım 2022, Gabrovo, Bulgaristan.
- [7] A. H. Meysami, R. Ghasemzadeh, S. H. Seyedein ve M. R. Aboutalebi, An Investigation on The Microstructure and Mechanical Properties of Direct-Quenched and Tempered AISI 4140 Steel, Materials and Design, 31 (2010), 1570-1575.
- [8] H. Fu, Q. Xiao ve H. Fu, Heat Treatment of Multi-Element Low Alloy Wear-Resistant Steel, Materials Science and Engineering A, 396 (2005), 206-212.
- [9] E. Kesti, Ç - 4140 Çeliğinin, Mikro Yapı Ve Mekanik Özelliklerine Su Verme Ortamının Etkilerinin Araştırılması, Y. Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, 2009, Konya, Türkiye.
- [10] M. M. Bilal, K. Yaqoob, M. H. Zahid, E. U. Haq, W. H. Tanveer, A. Wadood ve B. Ahmed, Effect of Austempering Conditions on The Microstructure and Mechanical Properties of AISI 4340 and AISI 4140 Steels, Journals of Materials Research and Teechnology, 8(6) (2019), 5194-5200.

## Sementasyon Prosesi Uygulanmış Tuz Ortamında Su Verme İşlemine Tabi Tutulmuş 14NiCr14 Çelikte Kriyojenik Sıcaklığının Kalıntı Östenit Miktarı Üzerine Etkisinin XRD Metodu ile İncelenmesi

Investigation of the Effect of Cryogenic Temperature on the Residual Eustenite amount in 14NICR14 Steel Subjected to Quenching Process in Salt Medium by XRD Method

Zeynep Ece DOĞRU, Nisanur KISA, İlkur PEHLİVAN

Kale Kalıp Makine  
Türkiye

#### Abstract

In this study, it is aimed to remove the residual austenite with the variation of different salt and cryogenic process temperature parameters applied after the carburising process of 14NiCr14 samples. After the samples were austenitised at temperatures between 900-930°C, the residual austenite phase formed after cooling in salt medium at temperatures of 200°C, 250 °C and 300°C was analysed by microstructure and XRD method. After the examination, it was observed that the amount of residual austenite remaining in the structure increased with the increase in salt ambient temperature. The samples with the lowest residual austenite after quenching were subjected to cryogenic treatment at – 80°C, -120°C and -150°C and the amount of residual austenite was analysed. After cryogenic treatment, temper was applied at 250°C. The surface hardness of the samples after quenching, cryogenic treatment and tempering were measured with Rockwell C and the relationship between the amount of residual austenite and hardness was analysed. As a result of the study, it was determined that the lowest amount of residual austenite was obtained after quenching at 200 °C salt temperature and cryogenic treatment at -150°C.

#### Özet

Bu çalışmada, 14NiCr14 numunelerinin sementasyon prosesi sonrası uygulanan farklı tuz ve kriyojenik işlem sıcaklık parametrelerinin değişimi ile kalıntı östenitin giderilmesi amaçlanmaktadır. Numuneler 900-930°C aralığındaki sıcaklıklarda östenitlendikten sonra 200°C, 250°C ve 300°C'deki sıcaklıklarda tuz ortamında soğutulduktan sonra oluşan kalıntı östenit fazı, mikroyapı ve XRD metodu ile incelenmiştir. İnceleme sonrasında tuz ortam sıcaklığındaki artış ile yapıda kalan kalıntı östenit miktarının arttığı görülmüştür. Su verme sonrasında en düşük kalıntı östenit tespit edilen numunelere -80°C, -120°C ve -150°C 'de kriyojenik işlem uygulanmış ve kalıntı östenit miktarı incelenmiştir. Kriyojenik işlem sonrası 250°C'de temper uygulanmıştır. Su verme, kriyojenik işlem ve temper sonrası numunelerin yüzey sertlikleri Rockwell C ile ölçülerek kalıntı östenit miktarı ile sertlik arasındaki ilişki

incelenmiştir. Yapılan çalışma sonucunda; 200°C'de tuz sıcaklığında su verilen ve -150°C'de uygulanan kriyojenik işlem sonrasında, en düşük kalıntı östenit miktarı elde edildiği tespit edilmiştir.

#### 1. Giriş

Endüstride çelik malzemeler yaygın olarak kullanılmaktadır. Savunma sanayisinde sementasyon çelikleri önemli bir yere sahiptir.

Sementasyon çelikleri, yüzeylerinin sert ve aşınma dirençlerinin yüksek, merkezlerinin yumuşak ve tokluk özellikleri içeren bir yapıya sahip olması istenen, değişken ve darbeli yüklere karşı dayanıklı parçaların imalatında kullanılan, çok az miktarda karbon içeren alaşımsız veya alaşımlı yapıya sahip çeliklerdir [1].

Sementasyon, yeterince sertleşmeyen ve karbon miktarı en fazla %0,22 olan çeliklere, malzemenin yüzeyinden itibaren difüzyon yoluyla belirli bir derinliğe kadar karbon nüfuz ettirilmesi işlemidir. Malzeme içerisinde karbon difüzyon hızı oda sıcaklığında çok küçük, hatta sıfır olduğundan, karbonun kolayca nüfuz edebileceği östenitik sahaya kadar çelik ısıtılmalıdır. Oda sıcaklığından itibaren sıcaklığın artmasıyla karbonun demir içerisindeki difüzyon hızının iyileşmesine ve ferrit içerisinde difüzyon hızının östenite nazaran yaklaşık 40-50 kat yüksek olmasına karşın ferrit içerisinde karbonun çözülebilirliğinin çok düşük olması sebebiyle, östenitik bölgeye çıkılması zorunludur. Krom ve benzeri alaşım maddeleri karbonun difüzyon hızını azaltırken, azot ortamı çeliğe karbon geçişini kolaylaştırır ve karbonun difüzyon hızını yükseltir [2].

Sementasyon prosesinin arkasından çeliklerde sertlik elde etmek için su verme prosesi uygulanır. Soğutma amacı için yaygın olarak kullanılan tuz banyoları, genellikle yarı yarıya sodyum nitrat ve potasyum nitrat içerirler. Bunlar 160-500°C arasında kullanılırlar. 500-600°C arasında kullanılan tuz banyoları da mevcuttur. Tuz banyoları makul ölçüde iyi bir sertleşebilirliğe sahip bir çelik için, ideal bir su verme ortamıdır.

Geleneksel ısıl işlemden sonra metallerin mekanik ve fiziksel özelliklerini iyileştirmek için ihtiyaç görüldüğü takdirde kriyojenik işlem uygulanır.

Sıfırlanmış işlem olarak da bilinen kriyojenik işlem, diğer ısıl işlemler gibi sertlik, yorulma direnci, tokluk ve aşınma direnci gibi konularda iyileştirme yapmak için kullanılmaktadır. İyileştirmeler kalıntı östenitin giderilmesi ve martenzite dönüştürülmesiyle elde edilir [3].

Kriyojenik işlem, uygulanan sıfır altı sıcaklığa bağlı olarak sığ (-80°C ile -140°C arasında) ve derin (-140°C ve -196°C arasında) kriyojenik işlem olarak iki farklı şekilde sınıflandırılmaktadır [4].

Kriyojenik işlemin devamında genellikle temperleme işlemi gerekmektedir. Bunun sebebi ise malzemenin mekanik özelliklere katkısının olmasıyla alakalıdır [3].

## 2. Deneysel Çalışmalar

Çalışmada; Tablo 1'de bileşimi verilen 14NiCr14 kalitesindeki çelik malzeme kullanılmıştır. Malzeme kimyasal bileşimine HITACHI marka Foundry-Master Smart model spektral analiz cihazı ile bakılmıştır.

**Tablo 1.** Deneide kullanılan malzemenin kimyasal bileşimi

14NiCr14	Kimyasal Bileşim %wt						
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
	0,15	0,21	0,60	0,009	0,025	0,75	3,39

10x20x100 mm boyutlarında 6 adet deney numunesi hazırlanmıştır. Numunelere uygulanan ısıl işlemlerin sıcaklık ve süreleri Tablo 2'de verilmiştir.

**Tablo 2.** Deney numunelerinin ısıl işlem bilgileri

Numune No	Östenitleme Sıcaklığı ve Süresi	Su verme Ortamı ve Sıcaklığı	Kriyojenik İşlem Sıcaklığı	Temper Sıcaklığı
S1	910°C 30 dk.	Tuz Banyosu 300°C	-	-
S2	910°C 30 dk.	Tuz Banyosu 250°C	-	-
S3	910°C 30 dk.	Tuz Banyosu 200°C	-	-
S4	910°C 30 dk.	Tuz Banyosu 300°C	- 80°C	-
S5	910°C 30 dk.	Tuz Banyosu 300°C	- 120°C	-
S6	910°C 30 dk.	Tuz Banyosu 300°C	- 150°C	-
S7	910°C 30 dk.	Tuz Banyosu 300°C	- 150°C	250°C

Deney numunelerine sementasyon prosesi uygulanmıştır. Östenitleştirme ısıl işlemi, 910°C sıcaklıkta 30 dk. beklemek üzere yapılmıştır. Östenitleştirme işlemi sırasında ortama %0,9 – %1,2 aralığında karbon verilmiştir.

Östenitleştirme işleminin ardından; S1, S2 ve S3 numaralı numuneler sırasıyla; 300°C, 250°C ve 200°C'de tuz banyosunda soğutulmuştur.

S4, S5, S6 ve S7 numaralı numuneler 910°C sıcaklıkta %0,9 – 1,2 karbon atmosferinde 30 dk. östenitleştirme işlemine takiben 300°C tuz banyosunda soğutulmuştur.

S4, S5 ve S6 – S7 numaralı numuneler sırasıyla -80°C, -120°C ve -150°C sıcaklıklarda kriyojenik işleme tabi tutulmuştur.

S7 numaralı numune sementasyon ve kriyojenik işlemlerinden sonra 250°C'de 2 saat temperlenmiştir.

Deney numuneleri XRD analizi için 10mm x 20mm x 10mm (en, boy ve et kalınlığı) boyutlarında Struers Labotom-5 kesme cihazı ile kesilmiştir. XRD Analizi Panalytical Empyrean marka model XRD cihazında yapılmıştır.

Mikroyapı analizi için numuneler sırasıyla 80–1200 mesh'lik zımparalarla zımparalama işlemine tabi tutulmuştur. 3 µm elmas süspansiyon ile çuhada parlatılmıştır. Parlatılan numunelere %2'lik nital dağlama çözeltisinde dağlama işlemi uygulanmıştır. Dağlama işlemini takiben, Nikon MA200 marka Ters Tip Endüstriyel Mikroskopta 500X büyütme ile numunelerin görselleri alınmıştır.

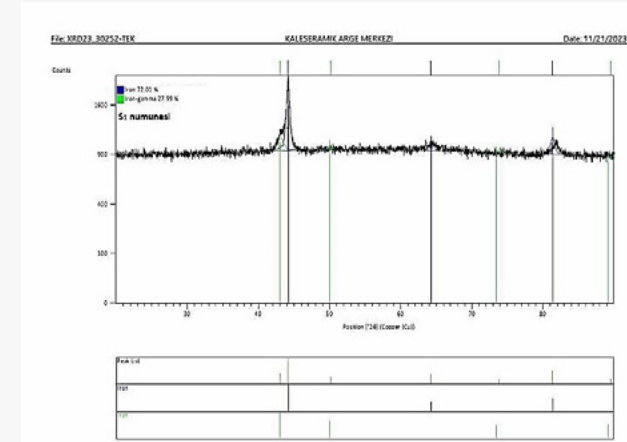
Numunelerin sertlikleri; Emcotest DuraScan G5 Mikro Sertlik Ölçüm Cihazında, HV1.0 cinsinden ölçülmüştür. Her numuneye 1,0 mm derinliğe kadar sertlik taraması yapılmıştır.

## 3. Sonuçlar ve Tartışma

### 3.1. XRD Sonuçları

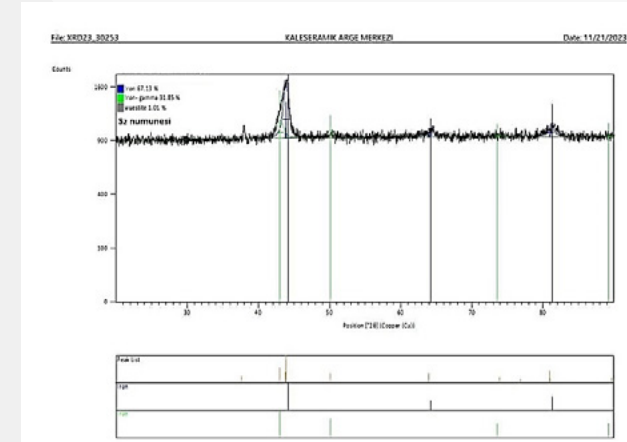
S1 – S7 numunelerinin XRD patern çekimleri Şekil 1-7'de verilmiştir. XRD analizleri ile numunelere uygulanan farklı ısıl işlemler sonrasında numune yapısında oluşan kalıntı östenit miktarları incelenmiştir.

Şekil 1'de 300°C sıcaklıkta tuz banyosunda su verilen S1 numunesinin XRD analizi verilmiştir. Yapıda martenzite dönüşemeyen kalıntı östenit yapısına ait pikler görülmektedir. XRD cihazı ile yapılan Rietveld analizi sonucunda kalıntı östenit miktarı %27,99 olarak hesaplanmıştır.



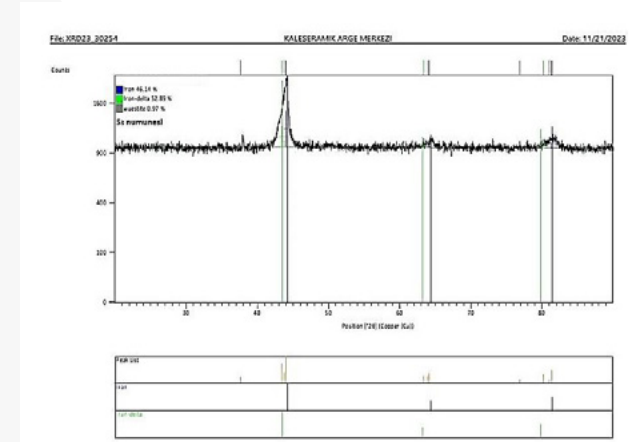
**Şekil 1.** 300°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş S1 Numunesinin XRD Sonucu.

Şekil 2'de 250°C sıcaklıkta tuz banyosunda su verilen S2 numunesinin XRD analizi görülmektedir. XRD cihazı ile yapılan Rietveld analizi sonucunda kalıntı östenit miktarı %31,85 olarak hesaplanmıştır. 300°C'de tuz banyosunda soğutulan S1 numunesi, 250°C tuz banyosunda soğutulan S2 numunesine kıyasla kalıntı östenit miktarının %12 oranında azaldığı tespit edilmiştir.



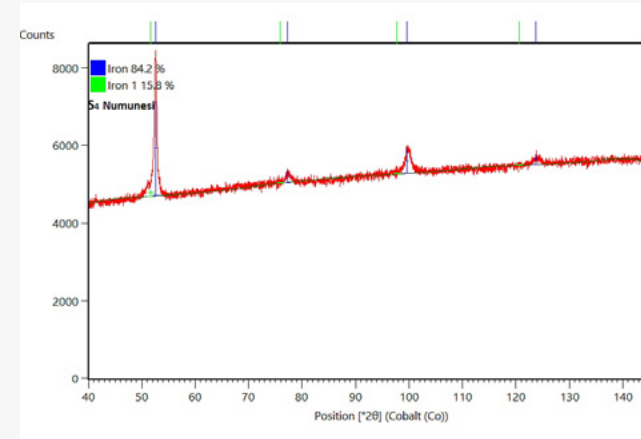
**Şekil 2.** 250°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş S2 Numunesinin XRD Sonucu.

Şekil 3'de 200°C sıcaklıkta tuz banyosunda su verilen S3 numunesinin XRD analizi görülmektedir. XRD cihazı ile yapılan Rietveld analizi sonucunda kalıntı östenit miktarı %52,89 olarak hesaplanmıştır. 250°C'de tuz banyosunda soğutulan S2 numunesi, 200°C tuz banyosunda soğutulan S3 numunesine kıyasla kalıntı östenit miktarının %40 oranında azaldığı tespit edilmiştir.

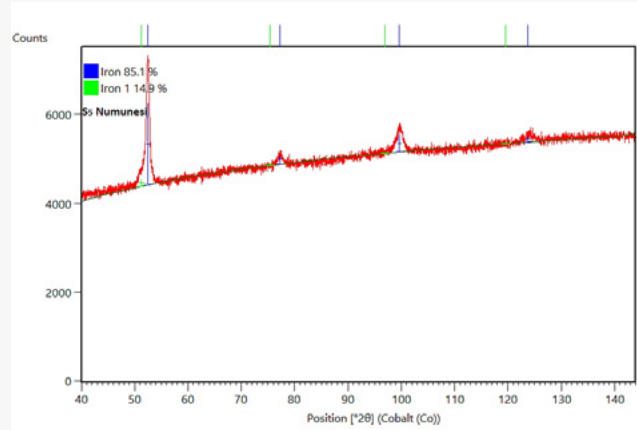


**Şekil 3.** 200°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş S3 Numunesinin XRD Sonucu.

Şekil 4'de 300°C sıcaklıkta tuz banyosunda su verilen ve -80°C'de sığ kriyojenik işlem görmüş S4 numunesinin XRD analizi görülmektedir. XRD cihazı ile yapılan Rietveld analizi sonucunda kalıntı östenit miktarı %15,8 olarak hesaplanmıştır. -80°C'de kriyojenik işlem görmüş S4 numunesinin 300°C su verme sonrası kriyojenik işlem görmemiş S1 numunesine kıyasla kalıntı östenit miktarının %44 oranında azaldığı tespit edilmiştir.

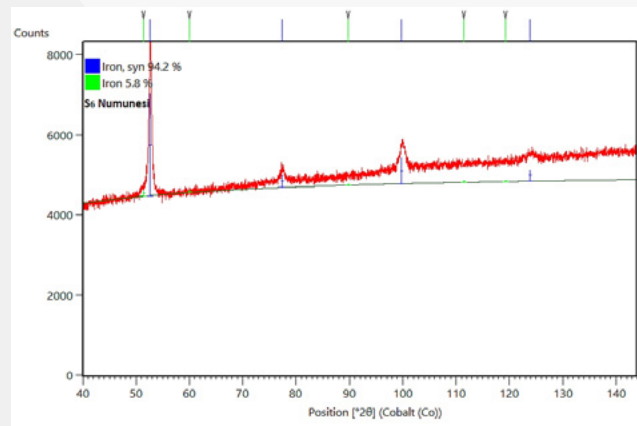


**Şekil 4.** 300°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş -80°C Kriyojenik İşlem Görmüş S4 Numunesinin XRD Sonucu.



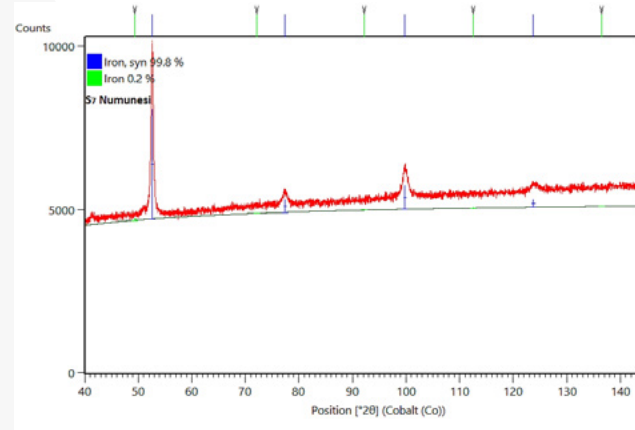
**Şekil 5.** 300°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş -120°C Kriyojenik İşlem Görmüş S5 Numunesinin XRD Sonucu.

Şekil 5’de 300°C sıcaklıkta tuz banyosunda su verilen ve -120°C’de kriyojenik işlem görmüş S5 numunesinin XRD analizi görülmektedir. XRD cihazı ile yapılan Rietveld analizi sonucunda kalıntı östenit miktarı %14,9 olarak hesaplanmıştır. -80°C kriyojenik işlem görmüş S4 numunesi -120°C’de kriyojenik işlem görmüş S5 numunesine kıyasla kalıntı östenit miktarının %6 oranında azaldığı tespit edilmiştir.



**Şekil 6.** 300°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş -150°C Kriyojenik İşlem Görmüş S6 Numunesinin XRD Sonucu.

Şekil 6’de 300°C sıcaklıkta tuz banyosunda su verilen ve -150°C’de derin kriyojenik işlem görmüş S6 numunesinin XRD analizi görülmektedir. XRD cihazı ile yapılan Rietveld analizi sonucunda kalıntı östenit miktarı %5,8 olarak hesaplanmıştır. -120°C kriyojenik işlem görmüş S5 numunesi -150°C’de kriyojenik işlem görmüş S6 numunesine kıyasla kalıntı östenit miktarının %61 oranında azaldığı tespit edilmiştir.



**Şekil 7.** 300°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş -150°C Kriyojenik İşlem Görmüş ve 250°C’de Temperlenmiş S7 Numunesinin XRD Sonucu.

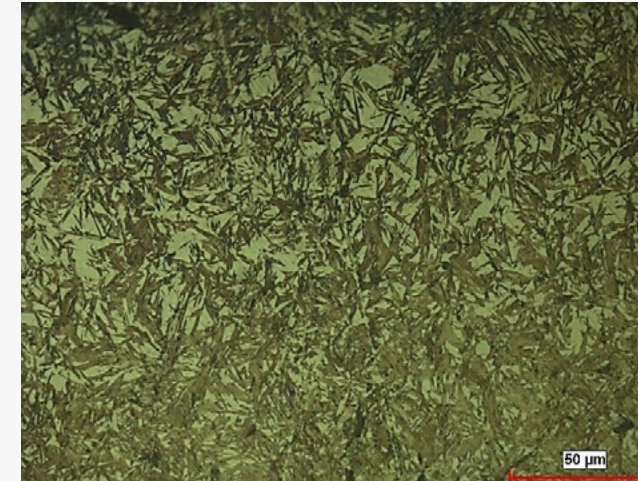
Şekil 7’de 300 °C sıcaklıkta tuz banyosunda su verilen, -150°C’de kriyojenik işlem görmüş ve 250°C’de temperlenmiş S7 numunesinin XRD analizi görülmektedir. XRD cihazı ile yapılan Rietveld analizi sonucunda kalıntı östenit miktarı %0,2 olarak hesaplanmıştır. -150°C kriyojenik işlem görmüş numunenin 250°C temper sonrasında, kalıntı östenit miktarının %97 oranında azaldığı tespit edilmiştir.

### 3.2 Mikroyapı sonuçları

Östenit içerisinde çözülmüş olan karbon atomları hızlı soğutma yapıldığında difüzyon için zaman bulamazlar ve yapıdan ayrılamazlar. Bunun sonucunda östenit yüzey merkezli kübik yapıdan karbonla aşırı doymuş hacim merkezli tetragonal yapıya dönüşür. Bu yapıya martenzit denir. İğne biçimindeki taneler martenzit fazını, beyaz bölgeler ise martenzite dönüşemeyen kalıntı östenitleri göstermektedir [5].

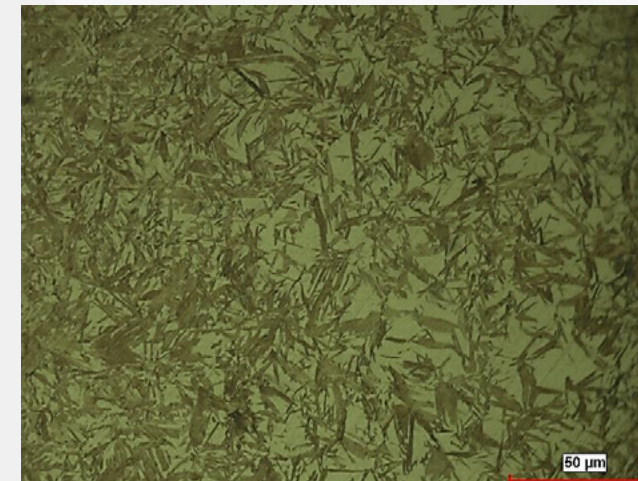
S1 – S7 numunelerinin mikroyapı görüntüleri Şekil 8-14 ‘de verilmiştir.

S1 numunesinin mikroyapı fotoğrafı incelendiğinde gözleme dayalı olarak 300°C tuz banyosunda soğutulduktan sonra mikroyapıda iğnensi formun martenzit, beyaz bölgelerin ise kalıntı östenit olduğu tespit edilmiştir (Şekil 8).



**Şekil 8.** 300°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş S1 Numunesinin Mikroyapı Görüntüsü, 500X Büyütme, %2 Nital.

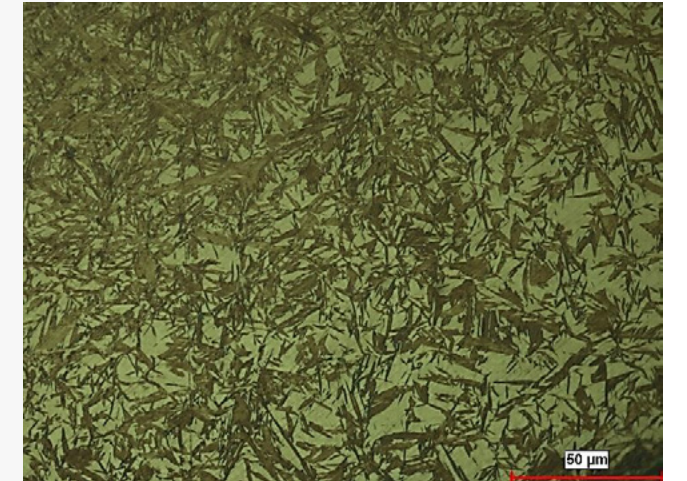
S2 numunesinin mikroyapı fotoğrafı incelendiğinde gözleme dayalı olarak 250°C tuz banyosunda soğutulduktan sonra mikroyapıda martenzit ve kalıntı östenit tespit edilmiştir (Şekil 9). S2 numunesinde tespit edilen kalıntı östenitin S1’e kıyasla daha fazla olduğu görülmüştür.



**Şekil 9.** 250°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş S2 Numunesinin Mikroyapı Görüntüsü, 500X Büyütme, %2 Nital.

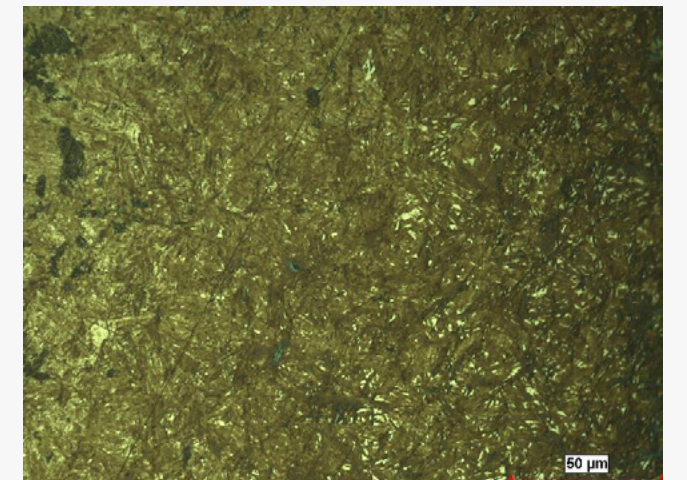
S3 numunesinin mikroyapı fotoğrafı incelendiğinde gözleme dayalı olarak 200°C tuz banyosunda soğutulduktan sonra mikroyapıda martenzit ve kalıntı östenit tespit edilmiştir (Şekil 10). S3 numunesinde tespit edilen kalıntı östenitin 250°C ve 300°C tuzda soğutulan numunelere kıyasla daha fazla olduğu görülmüştür.

Mikroyapılara bakıldığında, tuz banyosu sıcaklığı arttıkça martenzit oluşumuna geçişin daha net olduğu görülmektedir. Buna bağlı olarak da kalıntı östenit miktarı azalmaktadır.



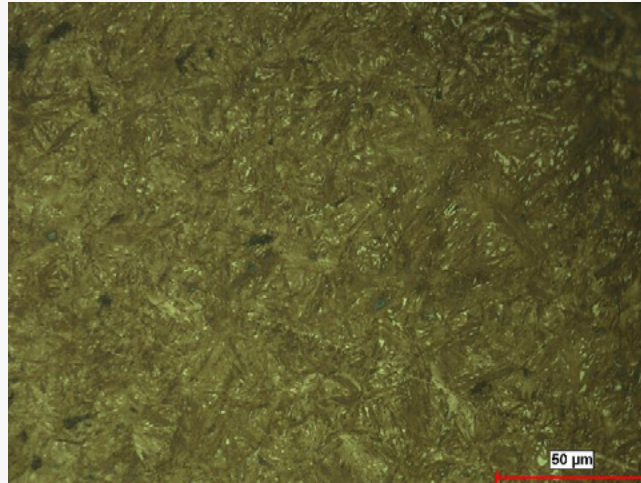
**Şekil 10.** 200°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş S3 Numunesinin Mikroyapı Görüntüsü, 500X Büyütme, %2 Nital.

S4 numunesinin mikroyapı fotoğrafı incelendiğinde gözleme dayalı olarak 300°C tuz banyosunda soğutulduktan sonra -80°C’de kriyojenik işlem sonrası mikroyapıda martenzit ve kalıntı östenit tespit edilmiştir (Şekil 11). 200°C, 250°C ve 300°C sıcaklıklardaki tuz banyolarında su verilmiş numunelere kıyasla sığ kriyojenik işlem uygulanmış numunelerde tespit edilen kalıntı östenit miktarının önemli ölçüde azaldığı görülmüştür.



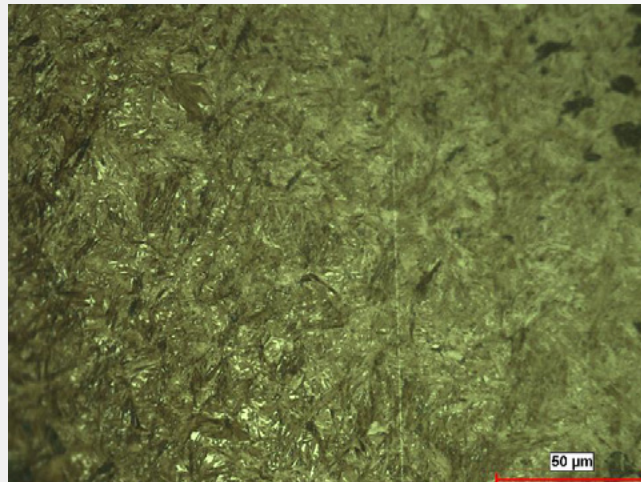
**Şekil 11.** 300°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş, -80°C Kriyojenik İşlem Görmüş S4 Numunesinin Mikroyapı Görüntüsü, 500X Büyütme, %2 Nital.

S5 numunesinin mikroyapı fotoğrafı incelendiğinde gözleme dayalı olarak 300°C tuz banyosunda soğutulduktan sonra -120°C’de kriyojenik işlem sonrası mikroyapıda martenzit ve kalıntı östenit tespit edilmiştir (Şekil 12). S5 numunesinde tespit edilen kalıntı östenitin -80°C kriyojenik işlem görmüş S4 numunesine kıyasla daha az olduğu görülmüştür.



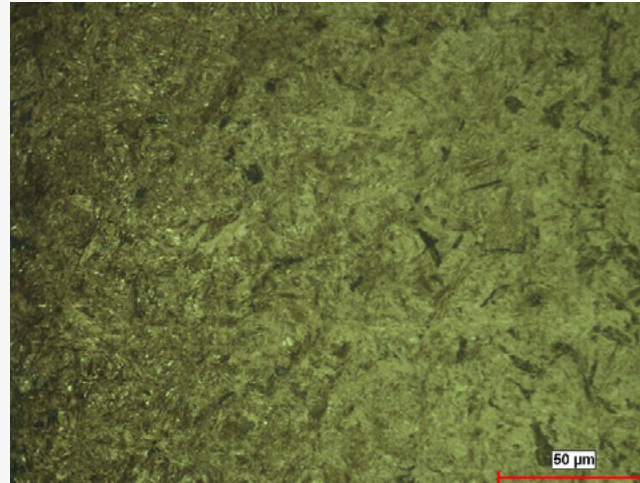
**Şekil 12.** 300°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş, -120°C Kriyojenik İşlem Görmüş S5 Numunesinin Mikroyapı Görüntüsü, 500X Büyütme, %2 Nital.

S6 numunesinin mikroyapı fotoğrafı incelendiğinde gözleme dayalı olarak 300°C tuz banyosunda soğutulduktan sonra -150°C'de derin kriyojenik işlem sonrası mikroyapıda martenzit ve kalıntı östenit tespit edilmiştir (Şekil 13). S6 numunesinde tespit edilen kalıntı östenitin -120°C kriyojenik işlem görmüş S5 numunesine kıyasla daha az olduğu görülmüştür.



**Şekil 13.** 300°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş, -150 °C Kriyojenik İşlem Görmüş S6 Numunesinin Mikroyapı Görüntüsü, 500X Büyütme, %2 Nital.

S7 numunesi, 300°C tuz banyosunda soğutulduktan sonra -150°C'de kriyojenik işlem uygulanmış ve 250°C temperlenmiştir. S7 numunesinin mikroyapı görüntüsü incelendiğinde temperlenmiş martenzit ve kalıntı östenit fazları tespit edilmiştir (Şekil 14). Temper prosesi sonrası, S7 numunesi kriyojenik işlem uygulanmış S4, S5 ve S6 numuneleri ile kıyaslandığında martenzit fazının temperlenmiş martenzite dönüştüğü ve yapıda var olan kalıntı östenit miktarının da azaldığı görülmektedir.



**Şekil 14.** 300°C Tuz Banyosunda Soğutulmuş, -150°C Kriyojenik İşlem Yapılmış, 250°C Temper Sonrası S7 Numunesinin Mikroyapı Görüntüsü, 500X Büyütme, %2 Nital.

### 3.3 Sertlik Sonuçları

S1- S7 numaralı numunelerin sertlik derinliği sonuçları Tablo 3 ve Tablo 4'de HV1 cinsinden verilmiştir.

**Tablo 3.** 300°C, 250°C ve 200°C sıcaklıklarda tuz banyosunda soğutulmuş S1, S2 ve S3 numunelerinin sertlik sonuçları.

Numune Adı	S1	S2	S3
Mesafe mm	Sertlik HV1	Sertlik HV1	Sertlik HV1
0,1	735	660	659
0,2	740	680	677
0,3	520	517	480
0,4	506	497	443
0,5	457	455	428
0,6	424	444	407
0,7	430	431	384
0,8	416	423	387
0,9	422	436	398
1,0	424	418	396

Tablo 3 'de görüldüğü gibi; en yüksek sertlik değerini S1 numunesi, en düşük sertlik değerini S3 numunesi göstermiştir. Bunun sebebi; artan tuz sıcaklığının kalıntı östenit miktarını düşürmesinden kaynaklıdır.

**Tablo 4.** 300°C sıcaklıklarda tuz banyosunda soğutulmuş ve -80°C, -120°C ve -150°C'de kriyojenik işlem görmüş S4, S5 ve S6 numunelerin ve 250°C'de temperlenmiş numunelerin sertlik sonuçları.

Numune Adı	S4	S5	S6	S7
Mesafe mm	Sertlik HV1	Sertlik HV1	Sertlik HV1	Sertlik HV1
0,1	835	860	870	686
0,2	703	751	754	646
0,3	540	600	619	463
0,4	439	452	444	433
0,5	407	412	422	411
0,6	390	386	405	395
0,7	395	391	398	379
0,8	395	384	400	379
0,9	392	381	391	387
1,0	380	378	397	385

Tablo 4 'de, -150°C'de kriyojenik işlem görmüş S6 numunesinin en yüksek sertlik değerine sahip olduğu görülmüştür.

### 4. Sonuç

Çalışmada; martenzit fazının artırılıp kalıntı östenit miktarının düşürülmesi için 200°C, 250°C ve 300°C sıcaklıklarda tuz ortamında soğutma yapılmış olup -80°C, -120°C ve -150°C kriyojenik sıcaklıklarında ısıl işlem prosesi uygulanmıştır. Kalıntı östenit miktarı en düşük ölçülen numune 250°C'de temperlenmiştir.

Yapılan deneylerden aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

1. Farklı parametreler kullanılarak uygulanan ısıl işlemlere göre mikroyapıda değişimler gözlemlenmiştir. XRD ve Mikroyapı analizleri sonucunda malzeme yapısında kalıntı östenit ve martenzit fazları tespit edilmiştir. XRD ve Mikroyapı analizlerinde kalıntı östenit ve martenzit fazlarının miktarları benzerlik göstermektedir.
2. Değişen tuz banyosu sıcaklık değerleri numunelerin mikroyapılarını etkilemiştir. Su verme ortam sıcaklığı arttıkça martenzit dönüşüm miktarının artmış olduğu ve buna bağlı olarak kalıntı östenit miktarının azaldığı görülmüştür.
3. 300°C'de tuz banyosunda soğutulmuş parçalardaki kalıntı östenit miktarı, 200°C'de tuz banyosunda soğutulmuş numuneye göre %47 azalmıştır. 14NiCr14 çelik malzeme için ideal soğutma ortam sıcaklığının 300°C olduğu tespit edilmiştir. Deneyde karar kılınan ideal ortam sıcaklığının, malzemenin martenzit başlangıç sıcaklığına (Ms) en yakın olan sıcaklık olduğu görülmüştür.

4. XRD ve Mikroyapı sonuçlarında; 14NiCr14 çeliğin değişen sıcaklıklarda yapılan kriyojenik işlem sonrasında kalıntı östenit miktarının azalan kriyojenik işlem sıcaklığına bağlı olarak azaldığı görülmüştür. Buna bağlı olarak martenzit miktarının arttığı tespit edilmiştir. -80°C'de sığ kriyojenik işlem görmüş numunenin -150°C derin kriyojenik işlem görmüş numuneye kıyasla kalıntı östenit miktarının %63 oranında azaldığı tespit edilmiştir. 14NiCr14 malzeme için ideal kriyojenik işlem sıcaklığı -150°C'dir.
5. Sertlik incelemeleri sonucunda artan tuz banyosu sıcaklığına bağlı olarak kalıntı östenit miktarının azalmasıyla birlikte sertlik değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. Kriyojenik işlem sıcaklıklarının düşmesi ile birlikte, yapıda oluşan martenzit miktarı artış göstermiştir ve buna bağlı olarak sertlik değerlerinin arttığı görülmüştür.
6. Yapılan çalışma sonucunda; sulama ve kriyojenik işlem sıcaklığı optimize edilen numune temperlenmiştir. XRD ve Mikroyapı sonucunda numunenin incelenen bölgesi için kalıntı östenit miktarı %0,2 olarak ölçülmüştür.

### Teşekkür

Bu çalışmanın gerçekleşmesi için destek veren Kale Kalıp Genel Müdürü Sayın Selim Erol'a en içten duygularımızla teşekkürlerimizi sunarız.

Deneyisel çalışmalarda katkılarından dolayı Kale Seramik AR-GE Müdürü Sayın Yıldız Yıldırım'a en içten duygularımızla teşekkür ederiz.

### Referanslar

- [1] Ö. Pamuk, Yüzeyi Karbürleşmiş AISI 8620 Sementasyon Çeliğinin Merkezinde Çift Fazlı Çelik Yapısının Üretimi ve Bu Yapının Çekme Özellikleri Üzerine Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2001, Ankara
- [2] M. A. Topbaş, Isıl İşlemler, 1993
- [3] Liu, S., Wu, X., Shi, L., Wu, Y. and Qu, W. (2015). Influence of Varied Cryotreatment On The Wear Behavior of AISI D2 Steel, Journal of Materials Science and Chemical Engineering. 3(9), 297-309.
- [4] SreeramaReddy, T., Sornakumar, T., VenkataramaReddy, M., & Venkatram, R. (2009). Machinability of C45 Steel With Deep Cryogenic Treated Tungsten Carbide Cutting Tool Inserts. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 27(1), 181-185.
- [5] Öztürk, S. (2019). Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ders Notları, (Karadeniz Teknik Üniversitesi).

## Mikro Alaşımli Çeliklerde Isıl İşlem

### Heat Treatment of Micro Alloy Steels

Caner TUNA<sup>1</sup>, Gürkan GÜMÜŞ<sup>1</sup>, Hakan ERÇAY<sup>1</sup>, Tuncay DİKİCİ<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Özkan Demir Çelik, <sup>2</sup>Dokuz Eylül Üniversitesi  
Türkiye

#### Özet

21. yüzyılın ikinci yarısında geliştirilen yeni çeliklerden en önemlisi mikro alaşımli çeliklerdir. Genellikle yüksek mukavemetli düşük alaşımli çelikler (HSLA) olarak adlandırılan mikro alaşımli çelikler otomobil, petrol ve gaz iletim boru hatları, köprüler ve elektrik güç iletim hatları gibi çok farklı alanlarda yüksek mukavemet, tokluk ve kaynaklanabilirlik özelliklerinden dolayı kullanılmaktadır. Mikro alaşımli çeliklerin kullanımındaki itici güç gerilim giderme, doğrultma ve dövme sonrası ısıl işlem gerektirmemesi, daha iyi işlenebilirlik ve buna ek olarak düşük maliyette üretilebilme özelliğidir. Mikro alaşımli çelikler, mamul çekirdeğinden yüzeyine kadar homojen mikro yapıya sahiptir ve çelik parçalarda mekanik özellikler kesit boyunca değişkenlik göstermez. Mikro alaşımli çelikler vanadyum (V), niyobyum (Nb) ve/veya titanyum (Ti) gibi elementler içerir. Mikro alaşım elementleri bor, molibden, krom, nikel ve bakır gibi dayanım artırıcı bileşenler ile kullanılır ve bunların kullanımına kükürt, oksijen, nitrojen ve fosfor gibi diğer yabancı elementler eşlik eder. Isıl işlem, metal ve alaşımların iç yapılarını ve mekanik, fiziksel ve kimyasal özelliklerini ısıtma ve soğutma altında değiştirmek amacıyla yapılan bir prosestir. Mikro alaşımli çeliklerin ısıl işlem veya termomekanik işlem; ferrit-perlit yapıyı, poligonal ferrit, yarı-poligonal ferrit, granüler-beynitik ferrit, beynitik ferrit ve iğnemsî ferrit dahil olmak üzere çeşitli fazlara dönüştürür. Kontrollü haddeleme ve kontrollü soğutma işlemleri, tane incilmesi, dispersiyon ve faz dönüşümleri üzerindeki birleşik etkileri nedeniyle yüksek mukavemetli alaşımlar elde edilir.

#### Abstract

The most important of the new steels developed in the second half of the 21st century are micro-alloyed steels. Micro-alloyed steels, often called high-strength low-alloy steels (HSLA), are used in many different areas such as automobiles, oil and gas transmission pipelines, bridges and electrical power transmission lines due to their high strength, toughness and weldability properties. The driving force in the use of micro-alloyed steels is that they do not require heat treatment after stress relieving, straightening and forging, have better machinability, and in addition, they can be produced at low cost. Micro-alloyed steels have a homogeneous microstructure from the product core to the surface, and mechanical properties do not vary across the cross-section. Microalloyed steels contain elements such as vanadium (V), niobium (Nb) and/or titanium (Ti). Microalloy elements are used with strength-increasing components such as boron, molybdenum, chromium, nickel and copper, and their use is accompanied by other elements such as sulfur, oxygen, nitrogen and phosphorus. Heat treatment is a process performed to change the internal structure, mechanical, physical and chemical properties of metals and alloys under heating and cooling. Heat treatment or thermomechanical treatment of micro-alloyed steels; It transforms the ferrite-pearlite structure into various phases, including polygonal ferrite, semi-polygonal ferrite, granular-bainitic ferrite, bainitic ferrite and acicular ferrite. High-strength alloys are obtained due to the combined effects of controlled rolling and controlled cooling processes on grain refinement, dispersion and phase transformations.

#### 1. Giriş

Son yarım yüzyılda, daha hafif ve mukavemetli çeliklere yönelik pazar taleplerini karşılamak için metalürji ve malzeme üretim tekniklerinde önemli gelişmeler olmuştur [1]. Dünya çelik üretiminin önemli bir kısmını oluşturan mikroalaşımli çelikler; düşük oranlarda vanadyum (V), niyobyum (Nb), ve titanyum (Ti) elementleri içeren, uygun ısıl ve termomekanik işlemlerin uygulanması ile yüksek mukavemet ve tokluk, düşük sünek-gevrek geçiş sıcaklığı, iyi düzeyde kaynaklanabilirlik ve uygun maliyet gibi özelliklere sahiptir [2, 3]. Kullanılan alaşım elementlerinin az olması, yüksek dayanıma sahip olması, hafif, yüzey özelliklerinin ve işlenebilirliklerinin iyi olması mikroalaşımli çeliklerin diğer avantajlı özellikleridir [4, 5]. Mikro alaşım elementleri, yeniden kristalleşmeyi engellemek, tane boyutunu küçültmek ve çökeltme sertleşmesini sağlama gibi rolleri vardır.

Çizelge 1. Mikroalaşımlamanın tarihsel gelişimi [6].

Element	Miktarı (% Ağırlık)	Ülke	Tarih	Akma Dayanımı (N/mm <sup>2</sup> )
Vanadyum	0,01-0,02	USA	1916	275-345
Vanadyum	0,1	Almanya	1945	> 390
Niyobyum	0,02-0,03	USA	1959'dan önce (1940 patent)	325-345
Niyobyum	0,005-0,05	İngiltere	1959	350-425
Titanyum	0,1-0,2	Almanya	1921	260-550

#### 2. Mikroalaşım Elementleri

##### Niyobyum

Yapı içinde karbür ve nitrür oluşturan en önemli mikroalaşım elementidir. Östenitin yeniden kristalleşmesini geciktirerek ferrit tanelerinin oluşumunu sağlar ve böylelikle çeliğin mukavemet ve tokluğunu artırır. Yüksek karbon içerikli çelikte % 0.15 oranındaki Nb miktarı çeliğin dönüşüm sıcaklığını düşürmeye yönelir [7, 8].

##### Titanyum

Yüksek sıcaklıklarda nitrür oluşturan titanyum elementi, haddeleme ve dövme işlemlerinde östenitin tane büyümesini engeller. Kaynak işlemi sırasında kaynaktan etkilenen bölgede titanyum nitrür çökeltisi çözünmeden kalabilir ve böylece iri taneli yapının oluşumunu önler, tokluğu da artırır [8, 9].

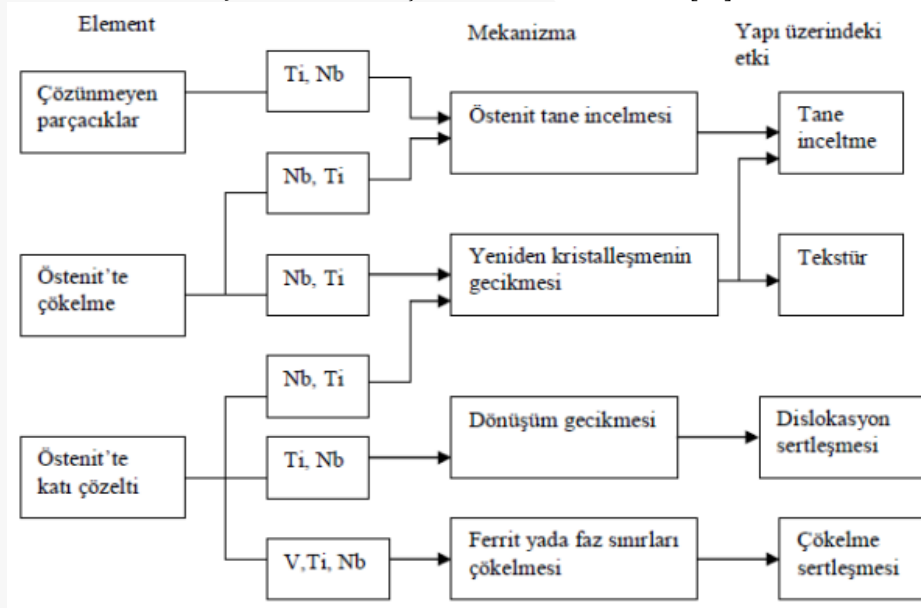
##### Vanadyum

Vanadyum, diğer elementlere (Nb ve Ti) nazaran daha düşük sıcaklıklarda karbür ve nitrür oluşturabilir ancak bu elementler kadar yaygın kullanımı söz konusu değildir. Azot ve karbon oranı yüksek çeliklerde oluşan VN çökeltisi dövme işleminde tane boyutunu küçültme imkanı sağlar [8, 10].

##### Karbon

Yüksek karbon oranı, kaynaklanabilme kabiliyetini ve tokluğu düşürmektedir. Mikroalaşımli çeliklerde sıcak haddeleme uygulamalarında maksimum kullanım oranı %0.2 civarındadır. Bu oran, otomotiv parçaları için kontrollü soğutmanın olduğu dövme işleminde kullanılan çelikte %0.25 'in üzerinde olabilmektedir [3].

Şekil 1. Mikro alaşım elementlerinin etkileri. [10]



### 3. Isıl İşlem Uygulamaları

Daha çok yassı ve dövme mamul şeklinde üretilen mikro alaşımlı çelikler otomotiv parçaları, basınçlı kap, nükleer enerji tesislerinde konstrüksiyon elemanı olarak farklı kullanım uygulamalarında karşımıza çıkmaktadır. Mikroalaşımlı çeliklere uygulanan termal ve mekanik işlemlerin birleşimi olan termomekanik haddeleme 1100-1200°C de yapılan sıcak haddeleme ve 700-800°C de gerçekleştirilen tamamlama (finishing) işlemi olarak iki aşamada yapılır.

Yeterli oranda V, Nb, Ti gibi mikroalaşım elementleri bulunmadığı zaman, C ve N'nin tümü karbürler ve nitürler halinde oluşmaz. Serbest C ve/veya N'nin dislokasyonlarla etkileşimi nedeniyle mikroalaşımlı çelikte gerinim yaşlanması görülecektir. Arayer atomları ile dislokasyonların etkileşimi, artan çekme dayanımı, azalan süneklik, artan gerinim sertleşmesi oranını sonucunu içerir. Çeliğin yapısındaki bu değişiklikler zararlı ve olumsuz neticeler doğurabilir [12].

Bilindiği üzere mikroalaşımlı çelikler mukavemet ve tokluğun iyi bir kombinasyonudur ve genellikle mikroalaşım elemanına bağlı olarak hedeflenen mekanik özellikleri elde etmek için östenit tane boyutunun incelmeye ve çökeltme sertleşmesi olarak iki farklı yol mevcuttur [13]. Bu nedenle, herhangi bir deformasyon olmaksızın Ti-V mikroalaşımlı çelik için su verme ve menevişleme işlemi çökeltilerin türü, yoğunluğu ve boyutu üzerindeki etkileri mutlaka göz önünde bulundurulmalıdır. Uygun döngüsel sıcaklık ve süre parametreleri alaşım elementlerinin katı çözelti içeriğini garanti eder. Genel olarak mikroalaşımlı çelikler üzerine yapılan çalışmalar karbonitürlerin çökeltmesi, dinamik yeniden kristalleşme davranışına ve deformasyon süreçleri sırasındaki mikroyapısal değişime odaklıdır [14].

### 4. Sonuç

Son yıllarda kullanımı hızla artan ve düşük oranlarda V, Ti, Nb elementlerini içeren mikroalaşımlı çelikler, otomobil, petrol ve gaz iletim boru hatları, köprüler ve elektrik güç iletim hatları gibi endüstrinin birçok farklı alanlarında yüksek mukavemet, tokluk ve kaynaklanabilirlik özelliklerinden dolayı kullanılmaktadır. Mikroalaşımlı çelikler, gerilim giderme, doğrultma ve dövme sonrası sertleştirme işlemi gerektirmemesi, daha iyi işlenebilirlik ve buna ek olarak düşük maliyette üretilebilme özelliklerinden dolayı gelecekte çoğunlukla tercih edilecek çelik tiplerinden biri olacağı öngörülmektedir.

### Referanslar

- [1] Villalobos J. C., Del-Pozo A, Campillo B., Mayen J., Serna S. (2018). Microalloyed steels through history until 2018: Review of chemical composition, processing and hydrogen service. *Metals*, 8(5), 351.  
 [2] Erden M. A., Gündüz, S., Türkmen, M., & Karabulut, H. (2014). Microstructural characterization and mechanical properties of microalloyed powder metallurgy steels. *Materials Science and Engineering: A*, 616, 201-206.  
 [3] Erden M. A. (2015). Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen mikroalaşım çeliklerinin mikroyapı mekanik özellik ilişkisinin araştırılması.

- [4] Villalobos, J. C., Del-Pozo, A., Campillo, B., Mayen, J., & Serna, S. (2018). Microalloyed steels through history until 2018: Review of chemical composition, processing and hydrogen service. *Metals*, 8(5), 351.  
 [5] Bhattacharya, D. (2014). Microalloyed steels for the automotive industry. *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*, 11(4), 371.  
 [6] Morrison, W. B. (2000, November). Overview of microalloying in steel. In *The proceedings of the vanitec symposium*, Guilin, China (pp. 25-35).  
 [7] Lafrance, M. L., FA, C., GR, L., & Leclerc, J. (1975). Use of microalloyed steels in the manufacture of controlled-rolled plates for pipe.  
 [8] Karabulut, H., & Gündüz, S. (2004). Effect of vanadium content on dynamic strain ageing in microalloyed medium carbon steel. *Materials & design*, 25(6), 521-527.  
 [9] Mohammadjoo, M. (2017). Development of a welding process to improve welded microalloyed steel characteristics.  
 [10] Sage, A. M. (1989). Microalloyed steels for structural applications. *Metals and materials (London)*, 5(10), 584-588.  
 [11] Koltuk F., Mikroalaşımlı Çeliklerin İkincil Sıcak Şekillendirilmesinde Özelliklerin Optimizasyonunun İncelenmesi, Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalürji Ana Bilim Dalı, İstanbul, 1996.  
 [12] Gündüz, S., & Acarer, M. (2006). The effect of heat treatment on high temperature mechanical properties of microalloyed medium carbon steel. *Materials & design*, 27(10), 1076-1085.  
 [13] Fernández J, Illescas S and Guilemany JM. Effect of microalloying elements on the austenitic grain growth in a low carbon HSLA steel. *Materials Letters*. 2007; 61(11-12):2389-2392.  
 [14] Lv, Z., Ren, X. P., Li, Z. H., Lu, Z. M., & Gao, M. M. (2015). Effects of two different cyclic heat treatments on microstructure and mechanical properties of Ti-V microalloyed steel. *Materials Research*, 18, 304-312.

## VF-1D-A-696 Tipi Vakum Fırınının NADCA Testi Soğutma Performansı ve Enerji Tüketimi Analizi

Cooling Performance and Energy Consumption Analysis of NADCA Test on VF-1D-A-696 Type Vacuum Furnace

**Alper KELEŞOĞLU**

Sistem Teknik Sanayi Fırınları  
Türkiye

### Abstract

The NADCA#207-2018 standard contains the acceptance criteria established as a result of joint decisions taken by NADCA member organizations within the scope of material, heat treatment and special quality requirements of tool steels. In this study, the performance of 1.2344 (H13) hot work tool steel, in the VF-1D-A-696 type vacuum quenching furnace manufactured by Sistem Teknik Sanayi Fırınları A.Ş. within the scope of the NADCA#207-2018 standard published within the scope of the North American Die Casting Association (NADCA) was examined. The cooling rate of the test block was observed as 33,5 °C/min. and the energy consumption of the furnace was calculated as 1.77 kWh/kg.

### Özet

NADCA#207-2018 standardı, takım çeliklerinin malzeme, ısıl işlem ve özel kalite gereklilikleri kapsamında NADCA üyesi kuruluşlar tarafından alınan ortak kararlar neticesinde oluşturulan kabul kriterlerini içermektedir. Bu çalışmada, 1.2344 (H13) sıcak iş takım çeliğinin, North American Die Casting Association (NADCA) kapsamında yayınlanan NADCA#207-2018 standardı kapsamında Sistem Teknik Sanayi Fırınları A.Ş. tarafından üretilen VF-1D-A-696 tipi vakum su verme fırınında performansı incelenmiştir. Test bloğunun soğuma hızı 33,5 °C/dak. olarak gözlemlenmiş ve fırının enerji tüketimi 1,77 kWh/kg olarak hesaplanmıştır.

### 1. Introduction

Tool steels are characterized as the basic material group involved in the forming and manufacturing of all material groups. In the heat treatment of tool steels, the physical and metallographic properties of the workpiece such as strength, hardness, toughness and microstructure are the only qualities underlying its suitability for service. Obtaining the desired physical and metallographic properties on a properly designed mold is possible with a heat treatment furnace where control of heating and cooling can be achieved.

Nowadays, vacuum furnaces are frequently preferred for heat treatment of tool steels in order to prevent intergranular corrosion and deformation.

Within the scope of this article, the performance of 1.2344 (H13) hot work tool steel, one of the most widely used steel type, in the VF-1D-A-696 type vacuum quenching furnace manufactured by Sistem Teknik Sanayi Fırınları A.Ş. within the scope of the NADCA#207-2018 standard published within the scope NADCA was examined. It was observed that the furnace met the desired performance criteria and reached the desired hardness values on the material.

### 2. Material and Method

The NADCA#207-2018 standard contains the acceptance criteria established as a result of joint decisions taken by NADCA member organizations within the scope of material, heat treatment and special quality requirements of tool steels. It is stated that the test procedure specified in the standard applies to the vacuum furnace with high pressure gas cooling capability. In this context, it is emphasized that the cooling rate in the vacuum furnace should be fast enough to provide the desired metallurgical properties in the material, but controlled at a level that does not risk distortion and cracking. In particular the characteristics of vacuum austenitizing and high pressure gas quenching are emphasized to be critical for A series Premium H13 hot work tool steel. In this context, it is important that the cooling rate should be enough to cool the workpiece from the specified austenitizing temperature with a minimum of 28°C/min [1]. Within the scope of the standard, the mold dimensions to be considered as a test sample are not clearly expressed according to the furnace useful volume. However, it is stated that the quality requirements expected as a result of the test may not be valid for parts larger than 400 mm. In this context, within the scope of the NADCA test, H13 grade hot work tool steel with dimensions of 400 mm x 400 mm x 400 mm with a mass of 500 kg based on the maximum length within the scope of the standard was used, which can be located within the useful volume of the VF-1D-A-696 type vacuum furnace. The layout of the test material in the

furnace is given in Figure 1 and the NADCA test recipe applied is given in Table 1.



Figure 1. Placement of the NADCA test specimen in the furnace.

Table 1. NADCA test recipe.

Parameter	Step							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Temperature (°C)	20	630	630	830	830	1030	1030	70
Ramp (°C/min)	6.67	3.66	0	3.66	0	8	0	0
Time (min)	3	169.4	5	54.59	5	28.75	30	30

On the top surface of the block shown in Figure 1, 4 pieces Ø3 mm N type surface thermocouples were placed at a depth of 16 mm. 1 piece Ø3 mm N type core thermocouple was placed at a depth of 200 mm on the front surface in accordance with the NADCA standard. As can be seen from Table 1, 630°C was determined as the first preheating temperature, 830°C as the second preheating temperature and 1030°C as the austenitizing temperature, which are the values specified in the NADCA standard for A1885. In addition, in accordance with the NADCA standard, the heating ramp kept below 220°C/h at preheating temperatures, much faster at austenitizing temperature, and the maximum difference between the surface and core thermocouple (GSoak value) is defined as 110°C up to the first preheating temperature and 14°C at the second preheating and austenitizing temperature. According to the standard, the transition to the cooling stage can be realized under one of two different conditions. The first one is 90 minutes after the surface thermocouples reach the GSoak value specified at the austenitizing temperature and the second one is 30 minutes after the core thermocouple reaches the GSoak value specified at the austenitizing temperature. The 7th step given in Table 1 was added for this purpose. Finally, in the cooling stage, the furnace was cooled with a fan speed of 2700 rpm under 8 bar nitrogen pressure.

### 3. Results and Discussion

The SCADA screenshot of the furnace control, load thermocouples and the furnace internal pressure during the NADCA test is given in Figure 2.

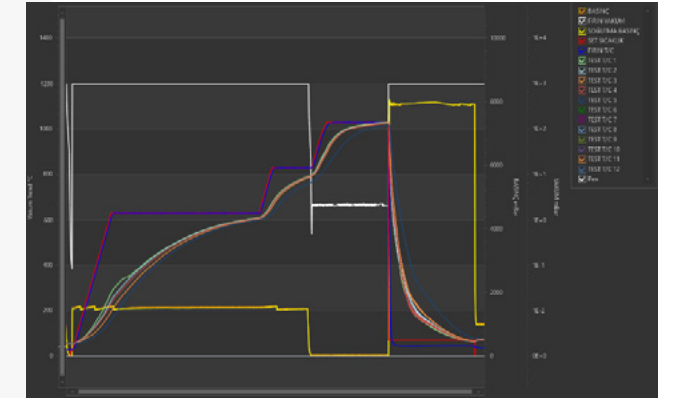


Figure 2. SCADA trend screen of NADCA test.

In the figure, test thermocouples 1, 2, 3 and 4 show the values of the surface thermocouples and thermocouple 5 shows the values of the core thermocouple. As can be seen from the figure, after loading the NADCA test block into the furnace, the furnace was first vacuumed and when the vacuum level reached below 0.5 mbara, the resistances were powered and the heating process was started. It was observed that the furnace reached  $9 \times 10^{-2}$  mbara value as a result of the time value of 3 minutes entered in the recipe during vacuuming. It was determined that the furnace set and control thermocouples in harmony with each other at the heating process at the specified ramp and the furnace internal temperature was kept stable according to the GSoak values. At the end of the waiting step at 830°C, the furnace was placed under rough vacuum and the austenitizing temperature was reached under a partial pressure of 2 mbara. After reaching the GSoak value specified for the austenitizing temperature of the core thermocouple in accordance with the NADCA test in austenitizing, it was waited for 30 minutes and the cooling phase started. The trend screen of the cooling phase is given in Figure 3.

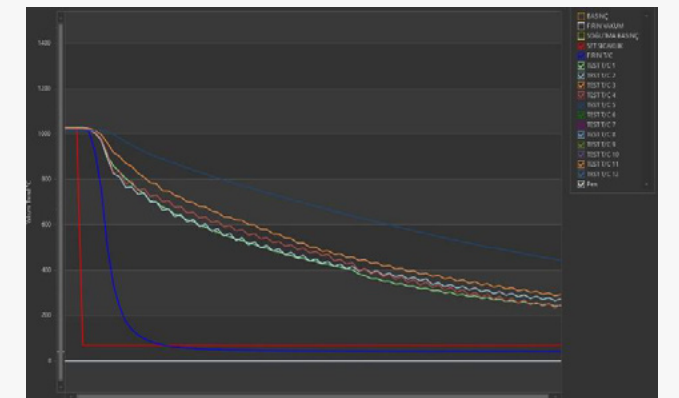


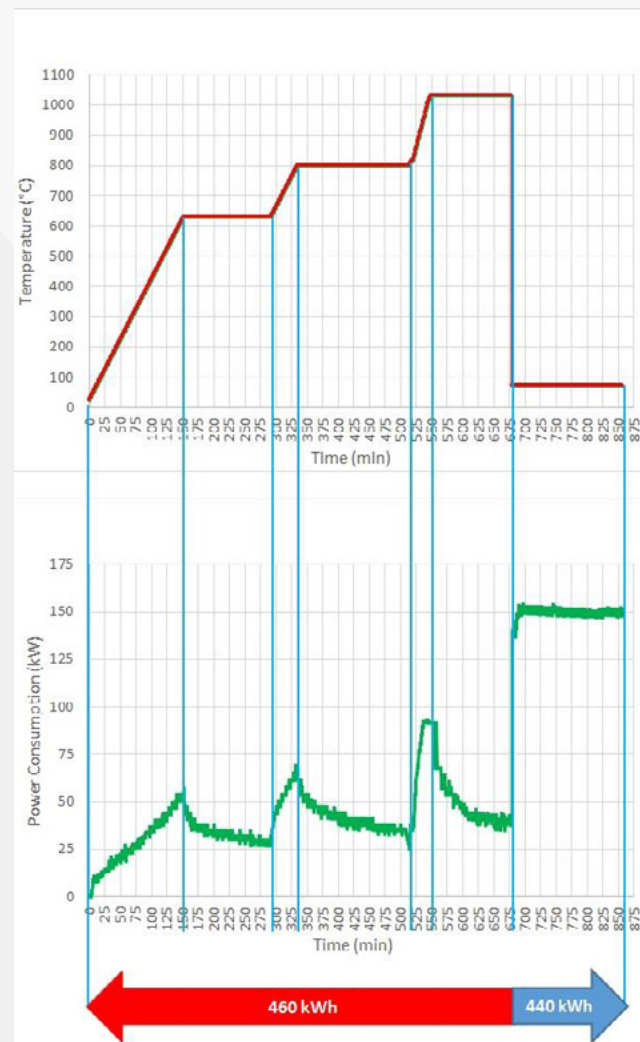
Figure 3. SCADA temperature trend screen of cooling phase of NADCA Test.

In Figure 3, it is observed that the surface thermocouple curves have a increasing and decreasing fluctuated character due to the core temperature being higher than the surface temperature depending on the changing time of the diversion



valves that allow the nitrogen to be directed from top to bottom or from bottom to top during the cooling phase. It is known that the fluctuated character is minimized by reducing the change of direction time to less than 30 seconds. During cooling, the value shown by the furnace control thermocouple dropped below 70°C in about 8 minutes. Surface thermocouples reached from 1030°C to 540°C at different times. In the calculation of the cooling rate value in the NADCA test result, the surface thermocouple number 3, which reached 540°C the slowest, was considered. Accordingly, the cooling rate was calculated as 33.5 °C/min.

Comparative graphs of the electrical power drawn from the grid during heating and cooling of the NADCA test specimen are given in Figure 4.



**Figure 4.** Energy consumption during NADCA Test.

As can be seen from the figure, it is observed that the power requirement from the grid increases when the furnace is on the heating ramp, but decreases in the holding step as the temperature inside the furnace starts to saturate and the

material temperature approaches the predetermined GSoak values. During the heating of the furnace, it was observed that the current drawn at peak load increased with the increase in the set temperature value. During cooling, the cooling fan was found to draw current in a balanced manner. It was calculated that a total of 460 kWh and 440 kWh energy was consumed in heating and cooling respectively during the NADCA test. In total, it was determined that 900 kWh energy was consumed. When the electrical energy drawn by the vacuum pumps and other electrical equipment is added to this value, it was determined that 1007 kWh energy consumption was determined by the energy meter built into the oven. Considering that the NADCA test block was 500 kg and the loading grid was 67.5 kg, the energy consumption during the NADCA test was calculated to be 1.77 kWh per unit mass. At the end of the test, the visual of the test block after opening the oven door is given in Figure 5.



**Figure 5.** Test block after NADCA test.

As can be seen from the figure, the NADCA test block was brighter and cleaner compared to the image when it was first loaded into the furnace. In addition, no cracks and deformations were found on the block and a homogeneous distribution of 51-53 HRC was observed in the hardness measurements taken from the each four corners and center on the block surfaces.

#### 4. Conclusion

It was observed that the performance of the VF-1D-A-696 type vacuum quenching furnace was satisfactory within the scope of NADCA#207-2018 standard. The energy consumption of the furnace was calculated as 1.77 kWh/kg. It is obvious that the 28.5°C/min cooling rate obtained in the NADCA test performed under 8 bara pressure and 2700 rpm fan speed would be higher if the furnace was operated under maximum operating conditions of 10 bara pressure and 3000 rpm. However, since the required minimum cooling rate was achieved under 8 bars pressure, nitrogen and energy consumption was saved.

#### Acknowledgment

The author would like to thank Mrs. Gamze Başkan, Mr. Mustafa Çınar and Mr. Hakan Dinçer from BGH Kocaeli Özel Çelik A.Ş. for their valuable support.

#### Referanslar

[1] NADCA#207-2018 Standard, North American Die Casting Association.

## Factors Affecting Hardness and Microstructure in Heat Treatment of Steel Materials in Production of Steering and Suspension System Parts

Direksiyon ve Süspansiyon Sistemi Parçalarının Üretiminde Çelik Malzemelerin Isıl İşleminde Sertlik ve Mikro Yapıyı Etkileyen Faktörler

**Sefer KOÇAK, Güray ÇAKIR**

Ditaş Doğan Yedek Parça İmalat ve Teknik  
Türkiye

### Abstract

Heat treatment cause - effect analysis, Investigation of factors affecting hardness and microstructure. Investigating the changes that will occur in the part caused by these factors and the procedures to be followed in the event of an error were investigated.

### Introduction

The factors affecting hardness and microstructure are; annealing furnace temperature, annealing furnace time, oil temperature, oil conveyor speed, tempering temperature, tempering time, oil analysis, atmospheric value, washing bath temperatures. As a result of these, the changes that may occur in the part structure were examined.

### 2. Factors affecting hardness and microstructure

#### 2.1 Annealing furnace temperature

if it is high; Grains get bigger, Toughness decreases. The tool causes breakage in the working area. if low; The part cannot be annealed sufficiently, the phase transformation is not fully realized. It cannot harden in oil. As a result of low hardness, it cannot provide the desired strength in the vehicle.

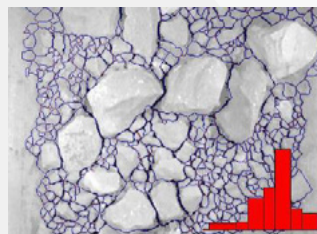


Figure 2.1 Coarse Grain Microstructure Part

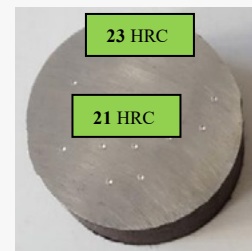


Figure 2.2

Surface and Core Hardness Measures

#### 2.2. Temperature furnace duration

if it is high; decarburization occurs on the surface. The surface of the part remains very soft. It makes easy wear inside the vehicle. if it is low; Phase transformation does not occur completely. While the surface of the part hardens, it becomes soft towards the center.

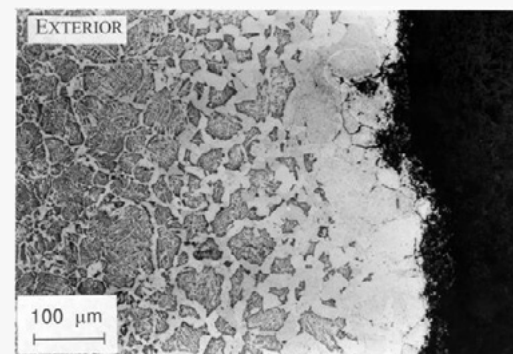


Figure 2.3 Decarburization part

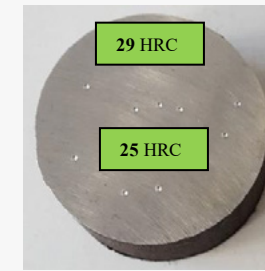


Figure 2.4

Surface and Core Hardness Measures

#### 2.3 Oil temperature

if it is high; It reduces the cooling rate of the part, the hardness after oil is low, there is also the risk of ignition of the oil (196°C). if it is low; By cooling the part much faster than desired, it shows the effect of water and there is a risk of cracking due to warping.

#### 2.4 Oil conveyor speed

if it is high; The parts do not cool enough, the microstructure is also undesirable. Since the part coming out of the oil is not hard enough, it remains soft after tempering and causes creep in the vehicle. if it is low;

As a result of waiting for too long in the oil even though the parts have cooled down, accumulation in the oil pool and mass coming out of the oil; When the pieces enter the tempering collectively, overlapping occurs.

#### 2.5 Temperature of temper

if it is high; Pieces show softer than desired. It causes breakage by creeping during operation. if it is low; Pieces come out harder and more brittle than desired. It causes brittle fracture in the vehicle.



Figure 2.5 Core Hardness Measures

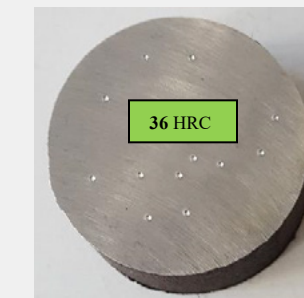


Figure 2.6 Core Hardness Measures

#### 2.6 Temper time

if it is high; Pieces show softer than desired. It creeps inside the vehicle and causes breakage. if it is low; Pieces come out harder and more brittle than desired. It causes brittle fracture in the vehicle.

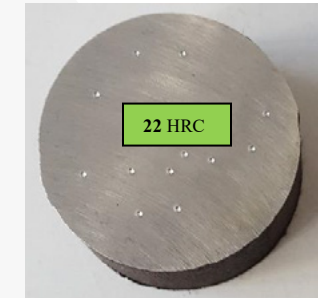


Figure 2.7 Core Hardness Measures

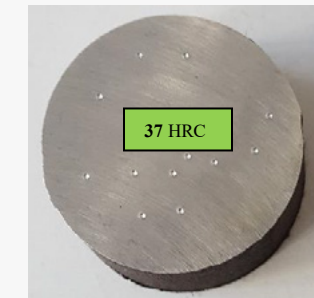


Figure 2.8 Core Hardness Measures

#### 2.7 Oil analysis

if there is water in the oil; Although the hardness is correct when the material falls into the oil, cracks will occur in the internal structure. The vehicle will have a short life, as a result, it will cause breakage.

### 3. Results and Discussion

What should be done when the temperature drops to the desired temperature and rises; Stop the temper band and add the time you wait for the temperature to rise or fall and the set time. If the time exceeds the upper tolerance in the operator instruction, wait for the parts to come out and pull them to the suspect material area. Then repeat the operation from the beginning. Double the number of checks.

What to do; Adjust the set value according to the instructions of the parts, check whether it is correct after each set value is entered.

What to do; If the oil residence time is short, the operation is repeated, if the oil residence time is long and continuous furnace, it should not be taken into the tempering furnace.

In case the oil temperature rises or falls, the annealing furnace band is stopped. Wait for it to heat up or cool down. If the upper tolerance in the instruction is exceeded, the materials are withdrawn to the suspect area.

What should be done as soon as the temperature drops to the desired temperature or rises; Stop the tempering tape.

Add the time you wait for the temperature to rise and the set time. If the time exceeded the upper tolerance in the operator's instruction and/or the tempering temperature fell below the lower tolerance, wait for the parts to come out, pull them to the suspect material area and then repeat the operation from the beginning.

What to do; Adjust the set value according to the instructions of the parts, check whether it is correct after each set value is entered.

What to do; Follow the duration of the oil analysis. Prepare a sample for oil analysis every 6 months, notify the workshop supervisors in case of delay.

What to do; Check the air and natural gas valves if the atmosphere is low. Work with a ratio of 5/8. If it is high, stop the washing band and purge the oven with nitrogen for 1 hour.

What to do; Set the washing temperatures according to the temperatures required by the chemical you use, and check it at each batch loading. If the temperature is in the wrong range, inform the workshop manager.

#### **Conclusion**

Heat treatment has an important place in the automotive industry. Errors that may occur in the heat treatment process significantly change the properties of the produced part. In this case, if the part is salvageable, it will be revised, otherwise it will be wasted, and this will create a separate cost for the manufacturer. For this reason, minimum error should be targeted.

As a result of this research, it has been revealed how important the heat treatment process is.

#### **References**

<http://www.phasetrans.msm.cam.ac.uk/abstracts/M0.html>

[PetroWiki: Estimating permeability based on grain size](#)

SPONSORS  
ADVERTISING PAGES

SPONSOR  
REKLAM SAYFALARI

**BHTS2024**  
BOSPHORUS

Sıfır Karbon Isıl İşlemi Bugün Hazır!



Daha iyi bir dünya için,  
inovasyonu güçlendirmek



[IpsenGlobal.com](https://IpsenGlobal.com)





2,5MW elektrik gücü, 4MW doğalgaz bağlantısı, soğutma suyu olanağı ve koruyucu atmosfer için Sıvı Azot imkanları ile imal edilen tüm fırınlar tam kapasite ile fabrikamızda test edilebilmektedir.

## Isıl İşlem İhtiyaçlarınıza Çözüm Üretiyoruz



- ▶ Koruyucu Gaz Atmosferli Fırınlar
- ▶ Sertleştirme ve Meneviş Fırınları
- ▶ Kontinü Tip Brazing ve Sinter Fırınları
- ▶ Yangın Dayanım Test Fırınları
- ▶ Vakum Meneviş Fırınları
- ▶ Vakum Tav Fırınları
- ▶ Gaz Karbürleme ve Nitrasyon Fırınları

- ▶ Parlak Tav Fırınları
- ▶ Cıvata, Vida Isıl İşlem Hatları
- ▶ Kuyu Tipi ve Çan Tipi Fırınlar
- ▶ Koruyucu Atmosferli Boru Tav Fırınları
- ▶ Dövme Parçalar için Kontinü Islah ve İzotermik Tav Tesisleri
- ▶ Endogaz ve Exogaz Jeneratörleri

**ST SİSTEM TEKNİK**  
SANAYİ FIRINLARI A.Ş.

TOSB - Otomotiv Yan Sanayi İhtisas OSB 1. Cad. 15. Yol No: 1 - 41420 Çayırova / Kocaeli / TÜRKİYE  
Tel: +90 262 658 29 14 ■ Faks: +90 262 658 18 19 ■ Web: www.sistemteknik.com ■ e-mail: info@sistemteknik.com



## EN İYİ ÇELİK EN İYİ ISIL İŞLEMLE BULUŞTU

Alpha Metalurji 2024 yılında Kind&Co Edelstahlwerk Takım Çelikleri distribütörlüğü ile büyüyor.



Ofis

AHT 34  
Akasya Rezidans  
İstanbul

Tesisler

AHT 41  
TAYSAD OSB  
Kocaeli

AHT 34  
Esenyurt  
İstanbul

AHT 42  
Karatay  
Konya

AHT 59  
Yalıboyu OSB  
Çerkezköy



# THE SPECIALISTS FOR INDUSTRIAL FURNACES



HORIZONTAL VACUUM FURNACES

VERTICAL VACUUM FURNACES

RETORT TYPE FURNACES

SEALED QUENCH FURNACES

PIT TYPE FURNACES

VISIT US  
BOOTH A04

IVA SCHMETZ GMBH  
www.iva-schmetz.de

FOURS INDUSTRIELS B.M.I.  
www.bmi-fours.com

MAHLER GMBH  
www.mahlerofen.de

The **vital link** in the manufacturing supply chain  
your **heat treatment partner in Turkey...**

- Vakum altında sert lehimleme / **Vacuum brazing**
- Vakum altında sertleştirme / **Vacuum hardening**
- Vakum altında yaşlandırma / **Vacuum Aging**
- **Corr-I-Dur®**
- Karbonitrasyon / **Carbonitriding**
- Sementasyon / **Carburising**
- Normalizasyon / **Normalising**
- İndüksiyon / **Induction hardening**
- Islah / **Hardening & tempering**
- Nitrokarbürizasyon / **Nitrocarburising**

Isıl işlemler ve özel termal prosesler için dünyanın lider tedarikçisi

Havacılık Komponentlerinde

**Performans, Güvenilirlik**

ve **Dayanıklılığı**

Optimize Etmek

İçin Endüstri

İhtiyaçlarına

Yönelik

Isıl İşlem Çözümleri

Kumanda ve kontrol

Motor komponentleri

Yapısal komponentler

İniş takımı

**Nadcap** ACCREDITED  
Administered by PRI Heat Treatment

GLOBAL ŞİRKET. LOKAL DESTEK

İZMİR	BURSA	GEBZE
IATF 16949	IATF 16949	NADCAP / AS 9100D
ISO 14001	ISO 14001	ISO 14001
ISO 50001	ISO 50001	ISO 50001

" NADCAP ve AS/EN9100D Havacılık Kalite Yönetim akreditasyonlarımız ile sektöre hizmet veriyoruz "

" AMS2750, AMS2759, AMS2770, AMS2774, AWPS007T, AMS-H-6875, STA-100-81-40, TPS382 havacılık satandartlarına uygun ısıtım hizmeti veriyoruz "

" IATF16949 akreditasyonlarımız ile Otomotiv sektörüne CQI-9 normlarında ısıtım hizmeti veriyoruz. "

Bodycote İstaş Isıl İşlem Sanayi ve Ticaret A.Ş.

Merkez: Kemalpaşa OSB, İzmir Kemalpaşa Asfaltı No:17/1 Kemalpaşa / İZMİR

Tel: +90 232 877 03 00 Faks: +90 232 877 03 01  
e-mail: info-tr@bodycote.com

www.bodycote.com

**Bodycote**  
**İSTAŞ**

# Malzemeye Değer, Gücümüze Güç Kattık!

Sürekli Büyüme, hizmet çeşitliliği ve  
**3 şubemiz ile aylık 6.000 ton**  
ısıtım kapasitesine ulaştık.



Isıl İşlem Sektöründe Türkiye'nin  
İlk Ve Tek AR-GE Merkezi

VAKUM GERİLİM ÖZEL PROSESLER KÜRESELLEŞTİRME VAKUM ALÜMİNYUM  
NORMALİZASYON GİDERME YUMUŞATMA D-NOX TAVLAMASI BRAZING YAŞLANDIRMA  
YAŞLANDIRMA ISLAH ALÜMİNYUM SERTLEŞTİRME KARBON EMİRME BÖLGESEL YUMUŞATMA VAKUM YUMUŞATMA  
TEMPERLEME DÜŞÜK BASINÇ Nİ-HARD SERTLEŞTİRME OKSİDASYON DÜŞÜK BASINÇ KARBONLAMA VAKUM  
İZOTERMİK SEMENTASYON (LPC) ÖSTEMPERLEME ALÜMİNYUM ÇÖZELTİYE ALMA HOMOJENİZASYON  
TAVLAMA SEMENTASYON İNDÜKSİYONLA YÜZEY SERTLEŞTİRME KARBONİTRÜRLEME GERİLİM GİDERME  
VAKUM SEMENTASYON NİTRÜRLEME VAKUM SERTLEŞTİRME

ISO50001 • AS9100 • TPG • EYDEP

www.doksanisilistem.com  
bilgi@doksanisilistem.com  
+90 312 267 01 11 +90 532 436 96 06  
doksanisilistem doksanisilistem  
Döksan Isıl İşlem ve Arge Merkezi A.Ş.

**DÖKSAN**  
Isıl İşlem ve Arge Merkezi  
**MALZEMEYE DEĞER KATAR**



## Daha Yüksek Verimlilik.

## Daha Düşük Emisyon.

# NITREX

NEW  
SURFACE  
TREATMENT



Eco-friendly technology

## SMART ONC®

UNPARALLELED CORROSION & WEAR PROTECTION  
FOR BRAKE ROTORS WHILE MEETING THE  
LATEST EMISSION STANDARDS

### SMART ONC® ADVANTAGES:

- Corrosion resistance improved
- Inherent wear resistance enhanced
- Consistent and repeatable results
- Reduced brake dust and particle emissions
- Low operating costs
- No cleaning or post finishing requirements
- Green technology, no waste pollution
- Adaptable to big or small production



E nitrex@nitrex.com  
nitrex.com



*Karbonitrasyon*

*Islah*

*Normalizasyon*

*Gerilim Giderme*

*Bakır Alaşımları Yumuşatma*

*İzotermik Tavlama*

*Gaz Semetasyon*

# termosan

ısıtım işlem sanayi ve tic.aş

Merkez: Halkalı Cad. No: 219 Sefaköy Küçükçekmece - 34295 İstanbul / Türkiye 0 212 598 40 40

Şube: Dilovası OSB Mah. Kızılırmak Cad. No:64 Dilovası - Kocaeli / Türkiye 444 1 876

www.termosan.net



# BHTS 2024

## BOSPHORUS

2<sup>nd</sup> Bosphorus International  
Heat Treatment Symposium  
2. Boğaziçi Uluslararası  
Isıl İşlem Sempozyumu

25-26 April / Nisan  
2024, ISTANBUL



## PROCEEDINGS e-BOOK

---

## BİLDİRİLER e-KİTABI



**METEM**  
TMMOB METALURJİ VE MALZEME  
MÜHENDİSLERİ ODASI EĞİTİM MERKEZİ

[www.bhtsheat.com](http://www.bhtsheat.com) • [info@bhtsheat.com](mailto:info@bhtsheat.com)

    [bhts2024](https://www.bhts2024.com)