

Microstructural changes of Fe-Cr-C/M(Nb,Ti)C composite coating produced by TIG method

 Soner BUYTOZ 

Firat University Faculty of Technology, Department of Metallurgy and Materials Engineering, 06500, ELAZIG

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article

Received: 24/10/2019

Revision : 05/12/2019

Accepted: 21/12/2019

Highlights

- TIG method.
- Hexagonal-shaped M_7C_3 carbides.

Keywords

 Fe Based Composite
 Microstructure
 M_7C_3 Carbide
 M(Nb,Ti)C Carbide

In this study, Fe-Cr-C, Fe-Cr-C/FeNb and Fe-Cr-C/TiC powders were coated on the surface of AISI4140 steel with TIG method. Phase structures and morphological properties of the coating layers were investigated by optical microscope, scanning electron microscopy and X-Ray diffractometer. The test results show that the coating layer is solidified hexagonal-shaped M_7C_3 , TiC and NbC carbides in γ -(Fe,Cr) eutectic matrix.

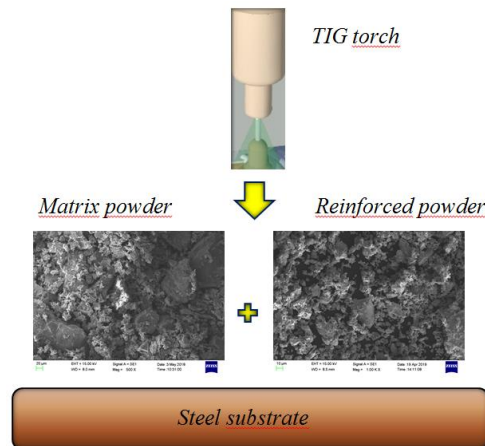


Figure A. Schema of the TIG coating

Purpose: In this study, Fe-Cr-C, Fe-Cr-C/FeNb and Fe-Cr-C/TiC powders were coated on the surface of medium-carbon steel substrate with TIG process and characterized. After that the microstructural properties of the coated layers were investigated by optical microscope, scanning electron microscopy and X-Ray diffractometer, respectively.

Theory and Methods: In present study, TIG weld torch was used for coating. At first stage, Fe-Cr-C, Fe-Cr-C/FeNb and Fe-Cr-C/TiC powders were mixed with powder mixing apparatus and pre-placed on AISI4140 steel substrate. At second stage, substrate surfaces were scanned with TIG torch in the suitable scanning speed and heat input. After coating processes, the coated layers were investigated by optic microscopy, scanning electron microscopy and X-Ray diffractometer, respectively.

Results: The surface appearance of all coating layers is uniform due to the suitable scanning speed and heat input and do not shows a superficial crack formation. According to the XRD results, primary phase is γ -(Fe,Cr) and secondary phase M_7C_3 carbide in FeCrC coating. At the same time, NbC phases were detected in FeNb coating and TiC phases were found in TiC coating.

Conclusion: In this study, Fe-Cr-C, Fe-Cr-C/FeNb and Fe-Cr-C/TiC powders were coated by TIG method on the surface of AISI4140 steel substrate and microstructural change of the coating was investigated. It was seen that the coating is metallurgically bonded to the substrate when it is produced with sufficient energy input. While Fe-Cr-C/FeNb and Fe-Cr-C/TiC coatings consists of quadrangular-shaped NbC carbides and triangle-shaped TiC carbides, hexagonal-shaped M_7C_3 carbides solidified in γ -(Fe,Cr) eutectic matrix for the FeCrC coatings.



TIG yöntemiyle üretilen Fe-Cr-C/M(Nb,Ti)C kompozit kaplamalarında mikroyapısal değişimler

Soner BUYTOZ 

Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 23119, ELAZIĞ

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
 Başvuru: 24/10/2019
 Düzeltme: 05/12/2019
 Kabul: 21/12/2019

Anahtar Kelimeler

Fe esaslı Kompozit
 Mikroyapı
 M_7C_3 Karbürü
 $M(Nb,Ti)C$ Karbürü

Keywords

Fe Based Composite
 Microstructure
 M_7C_3 Carbide
 $M(Nb,Ti)C$ Carbide

Öz

Fe-Cr-C, Fe-Cr-C/FeNb ve Fe-Cr-C/TiC kaplamalarına M_7C_3 ve $M(Nb,Ti)C$ karbürlerinin etkisini incelemek için gaz tungsten ark tekniği kullanılarak orta karbonlu çelik altlık yüzeyinde hazırlandı ve elde edilen kompozit kaplamaların mikroyapı ve özellikleri optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelendi. Fe-Cr-C kaplamalarında mikroyapıda hegzagonal ve sivri uçlu M_7C_3 karbürleri oluşurken, FeNb ve TiC ilaveli kaplama tabakalarında γ -(Fe,Cr) ötektik matriste birincil M_7C_3 karbürleriyle birlikte üçgen görünümülü NbC ve dörtgen görünümülü TiC taneleriyle katılaşma meydana geldiği belirlendi.

Microstructural changes of Fe-Cr-C/M(Nb,Ti)C composite coating produced by TIG method

Abstract

Fe-Cr-C, Fe-Cr-C / FeNb and Fe-Cr-C / TiC coatings to investigate the effect of M_7C_3 and $M(Nb, Ti)C$ carbides, Fe-based composite coating was prepared on the surface of medium carbon steel by gas tungsten arc technique. The microstructure and properties of the obtained composite coatings were examined using optical microscope and scanning electron microscope. While hexagonal-shaped and pointed-tipped M_7C_3 carbides were formed in the microstructure of Fe-Cr-C coatings. In FeNb and TiC added coating layers, γ -(Fe, Cr) eutectic matrix solidified occurred with both primary M_7C_3 carbides and triangular NbC, and quadrangular TiC grains.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Aşınma, korozyon ve yorulma birçok malzemede büyük bir sorundur. Metalik malzemelerin yüzey özellikleri, mevcut sorunu en aza indirmek için metal-matris kompozit kaplamalarla güçlendirilmiştir. Metal matrisli kompozit (MMK) kaplamalar, hem karbür sertliğinin hem de metallerin tokluğunun avantajlarından yararlanmak için geliştirilmiştir. Son yıllarda, MMK kaplamaları üretmek için lazer kaplama (LA), termal sprey kaplamalar, tungsten asal gaz (TIG) kaplama ve plazma transfer ark (PTA) kaplama gibi yüzey mühendisliği yöntemleri uygulanmıştır. Lazer, plazma ve elektron ışınıyla yapılan sert, aşınmaya dayanıklı metal matrisli kompozit (MMK) kaplamalarının üretim maliyetlerinin TIG yöntemine göre yüksek olması, endüstride uygulama alanlarını sınırlamaktadır. TIG kaplama/alaşım, alt tabaka yüzeyinde önceden yerleştirilmiş toz veya toz karışımlarını ergiterek geliştirilen yüzey tabakasıyla, metalik alt tabakalar yüzeyinde çok yüksek ergime sıcaklığına sahip seramiklerin kaplanması için alternatif bir yoldur. Kaplanacak metalin yüzeyine önceden yerleştirilmiş metalik tozların eritilmesi, TIG kaynak torcundaki tungsten elektrod ile malzeme arasında oluşan ark sayesinde ve ergiyip hızla katılaşan kaplama tabakası ile alt tabaka arasında metalürjik bir bağlanmaya imkân sağlar. Hızlı katılaşmayla ince taneli mikroyapılar oluşturarak mekanik özellikleri iyileştirilmiş yüksek kaliteli sert kaplama tabakası üretilebilir [1].

Fe-Cr-C alaşımları, yapılarında yüksek Cr' lu ($M=Fe,Cr$) $_7C_3$ ve $M_{23}C_6$ karbürleri gibi birincil sert karbürler bulundurmaları ve matris tokluğunun yüksek olmasından dolayı, aşınmaya karşı mukavimdirler [2]. M_7C_3 ve $M_{23}C_6$ karbürleri ihtiva eden Fe-Cr-C alaşımları, alaşım elementlerinin cins ve miktarına ve de katılma prosesine bağlı olarak; ötektik altı, ötektik veya ötektik üstü yapılar oluşturabilir. Karbon miktarı arttıkça, ötektik yapı içerisinde gömülü olan birincil M_7C_3 karbürlerinin miktarı da artar. % ağı.2-5 C ve % ağı.18-30 Cr miktarlarında M_7C_3 karbürlerinin oluştuğu araştırmacılar tarafından bildirilmiştir [3-5]. Bununla birlikte, matrisin tokluğu da aşınma direncine katkıda bulunur [6]. Bu nedenle, yalnızca karbürlerin morfolojisi, miktarı, dağılımı ve karbür tipi değil, aynı zamanda matris yapısının tipi de önemlidir [7].

MMK kaplamalarında TiC tanesinin matrise kazandırdığı dayanım ve sertlik değerleri bakımından oldukça dikkat çekmiştir [8]. Yüksek sertlik, mükemmel aşınma direnci, yüksek ergime derecesi ve termal kararlılık gösteren TiC, birçok mühendislik uygulamalarında kaplama malzemesi olarak tercih nedeni olmuştur [9]. TIG kaplamasında TiC tabanlı kaplama malzemeleri alt tabaka malzemelerine kıyasla sertlik ve aşınma dirençlerinde oldukça iyileşme göstermiştir [10]. Wang ve arkadaşları [11] in-situ TiC-TiB₂ taneli Fe esaslı kompozit kaplamalarını TIG yöntemiyle elde ederek, çelik alt tabakasına göre çok yüksek bir sertlik ve üstün bir aşınma direnci sergilediğini bildirmişlerdir. Monfared ve arkadaşları Ti/TiC kompozit kaplamalarını tungsten inert gaz yöntemiyle üretirken 1100 HV gibi yüksek sertlikle aşınmaya dirençli malzeme elde etmişlerdir [12]. Tungsten inert gaz yöntemiyle 2000 HV gibi daha yüksek sertlik elde etmenin mümkün olduğu literatürde mevcuttur [13].

Bu çalışmada, daha önce AISI4140 çelik yüzeyine yerleştirilmiş yüksek kromlu FeCrC, TiC ve FeNb tozlarının TIG kaplama işlemi ile eritilmesiyle FeCrC/M(Ti,Nb)C MMK kaplama tabakası üretildi. MMK kaplama tabakasının mikroyapı ve element analizi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve elementel analiz (EDS) ile değerlendirildi. Kaplama katmanlarının faz bileşenleri, X-ışını difraksiyonu (XRD) yöntemiyle belirlenerek mikro yapıyla ilişkilendirildi.

2. DENEYSEL ÇALIŞMA (EXPERIMENTAL STUDY)

Bu çalışmada, 80 x 20 x 10 mm³ ölçülerindeki AISI4140 çelik yüzeyi TIG yöntemiyle kaplanmıştır. Kaplama için kullanılan tozlar, Fe-Cr-C (yaklaşık 45 µm partikül büyüklüğü), FeNb (yaklaşık 50 µm partikül büyüklüğü) ve TiC (yaklaşık 30 µm partikül büyüklüğü) kullanıldı. Çalışmada kullanılan tozların SEM morfolojileri ve EDS verileri Şekil 1' de verilmiştir. Önce çelik plakaların yüzeyi 220 grit SiC zımpara kağıdı ile parlatıldı ve sonrasında kir ve tortu oluşmasını önlemek için etil alkol ile temizlendi. Kaplama tozlarını yerleştirmek için, Şekil 2' de görüleceği gibi, alt tabakalar üzerinde 8 mm genişliğe ve 1.5 mm derinliğinde kanallar açıldı.

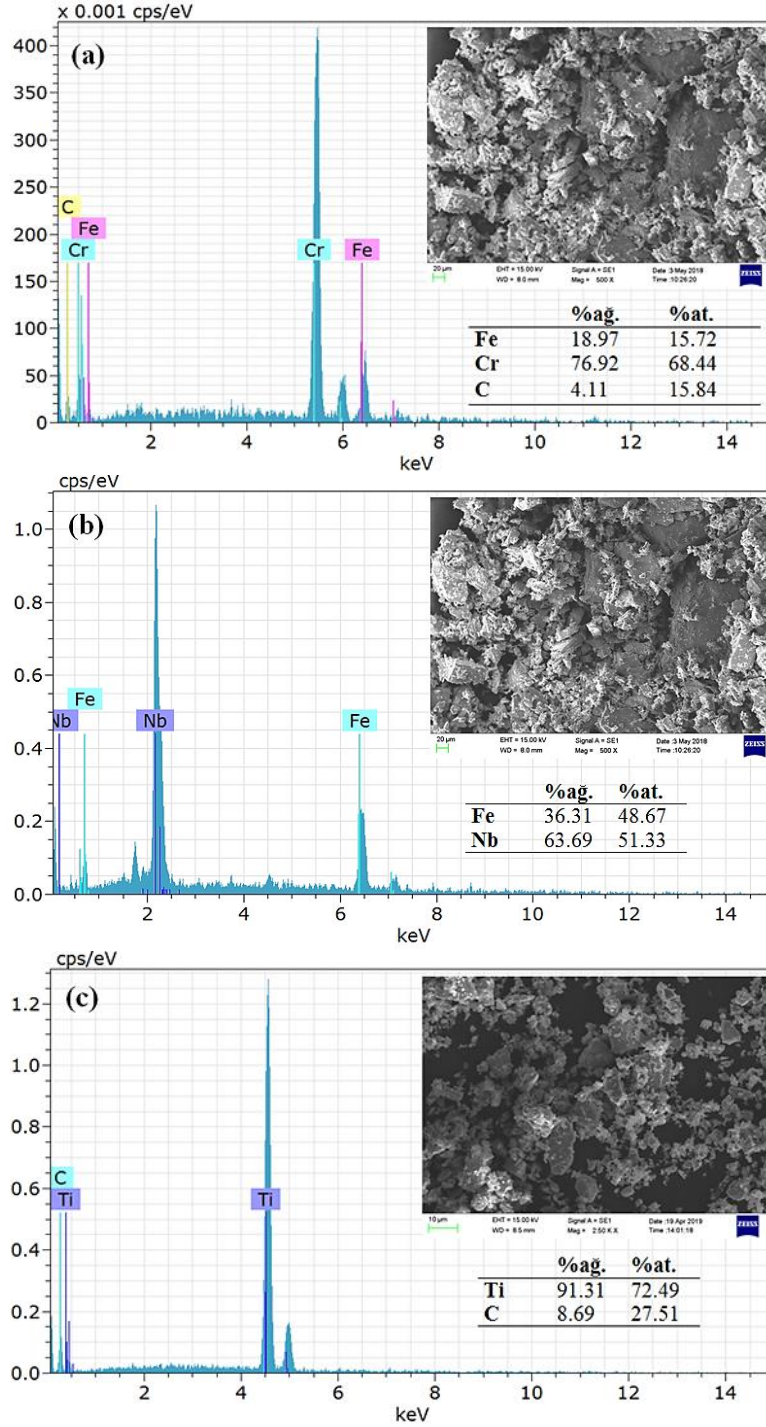
FeNb ve TiC tozları, Tablo 1'de gösterildiği gibi belirlenen oranlarda, Fe-Cr-C tozlarına eklendi. Karışım, 10:1 seramik bilyelerle 2 saat ve 60 rpm'de toz karıştırma cihazıyla karıştırılarak hazırlandı. Tozlar, polivinil alkol ile yarı katı bir çözelti oluşturularak çelik alt tabaka üzerinde homojen bir şekilde dağıtıldı ve bağlayıcı maddenin buharlaşmasını sağlamak ve böylece bir kuru toz karışımı elde etmek için 24 saat boyunca oda sıcaklığında kurutuldu.

Tablo 1. Örnek tanımlamalı TIG kaplama için deney koşullarının detayları

| Numune no | Numune etiketi | % ağı. FeNb ve TiC tozu | Üretim hızı (mm/s) | * Isı girdisi (J/mm) |
|----------------|---------------------|-------------------------|--------------------|----------------------|
| S ₁ | FeCrC | - | 0.435 | 1214 |
| S ₂ | FeCrC -%25ağı. FeNb | 25 | 0.430 | 1227 |
| S ₃ | FeCrC -%25ağı. TiC | 25 | 0.434 | 1216 |

*Isı girdisi $Q = \eta.U.I/s$, U : volt, I : akım, s : üretim hızı, η : katsayı (TIG prosesi için $\eta=0.48$)

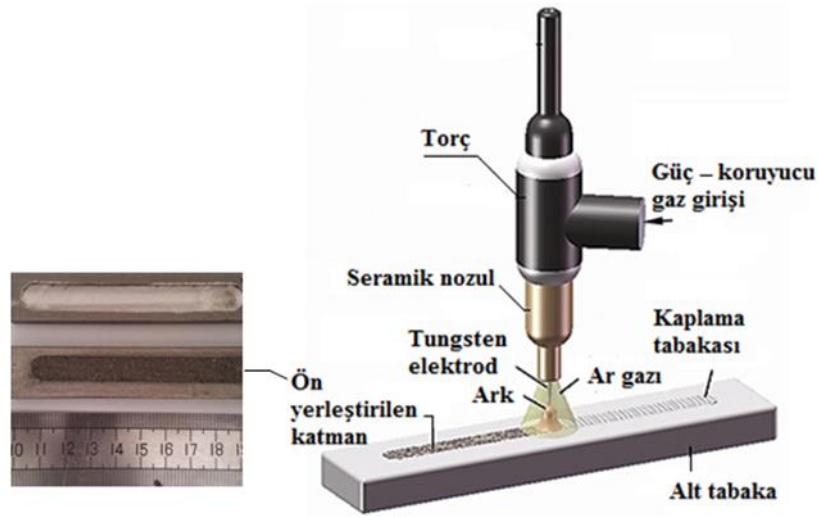
Yüzey kaplaması için ısı kaynağı olarak, tungsten asal gaz (TIG) kaynak makinesi kullanıldı. Ar koruyucu gaz, tüm deneyler için 12 l/dak akış hızında ve negatif polariteyle değerlendirildi. Kaplama işleminin şematığı Şekil 2'de verilmiştir. Tablo 1, Fe-Cr-C/NbC ve Fe-Cr-C/TiC kaplama için üretim koşullarını göstermektedir. Isı girişi ve tarama hızları gibi üretim parametreleri, alt tabaka ile yeterli bir bağa sahip olan uygun bir kaplama tabakası üretmek için, optimum koşulu elde etmek üzere değiştirildi.



Şekil 1. Kaplamada kullanılan tozların morfolojileri ve EDS spektrumları; (a) Fe-Cr-C tozu, (b) FeNb tozu ve (c) TiC tozu

TIG yüzey kaplaması yapıldıktan sonra, kaplama morfolojisini analiz için, ark taramasının enine kesit doğrultusunda numuneler kesildi. Numunelerin enine kesiti farklı dereceli SiC zımpara kağıdı, ardından elmas pasta (ortalama tane boyutu: 1 µm) ve parlatma keçisiyle metalürjik olarak parlatıldı. Parlatılan bu

numuneler 20 ml HCl+5 gr FeCl₃-H₂O+96 ml metanol çözeltisi ile yaklaşık 5 saniye dağlandıktan sonra yüzey morfolojisi incelendi. Mikroyapı ve sert fazların yapı içerisindeki dağılımını incelemek için Clemex Software programlı Nikon Eclipse MA200 marka optik mikroskop kullanıldı. Kaplamanın mikro yapısını analiz etmek için, kaplamanın kesitinden SEM (Zeiss EVO MA10) ve enerji dağılımlı spektrum (EDS) analizleri yapıldı. Kaplama tabakasında oluşan çeşitli bileşiklerin değerlendirilmesi için, farklı parametrelerde üretilen tüm kaplama numuneleri için X ışını kırınımı (XRD) tekniği kullanıldı. XRD, 20–90 ° tarama aralığı, 0.02 ° adım boyutu ve dakikada 10 ° 'lik bir tarama hızı göz önüne alınarak bakır hedef ($\lambda = 1.79026 \text{ \AA}$) kullanılarak Rigaku RadB-DMax II difraktometre yardımı ile gerçekleştirilmiştir.

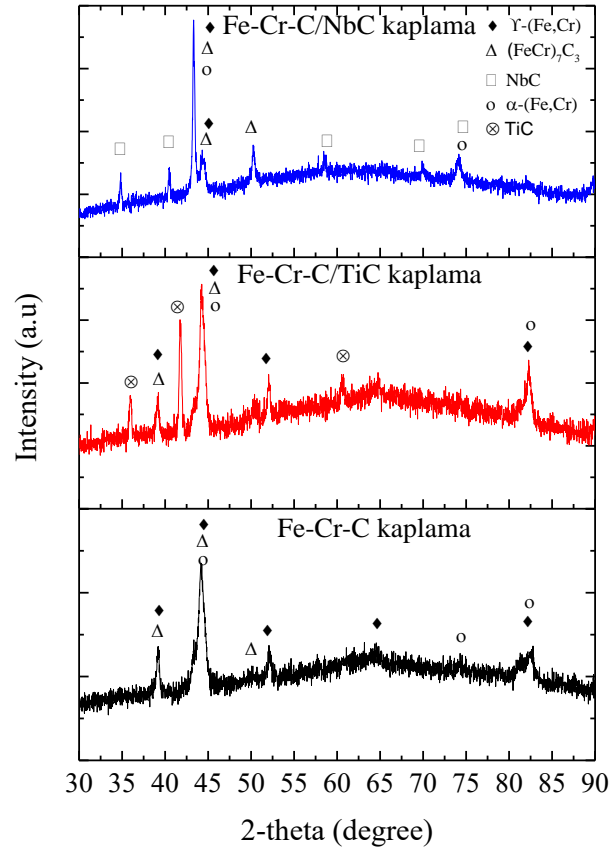


Şekil 2. TIG kaplama işleminin şematik diyagramı

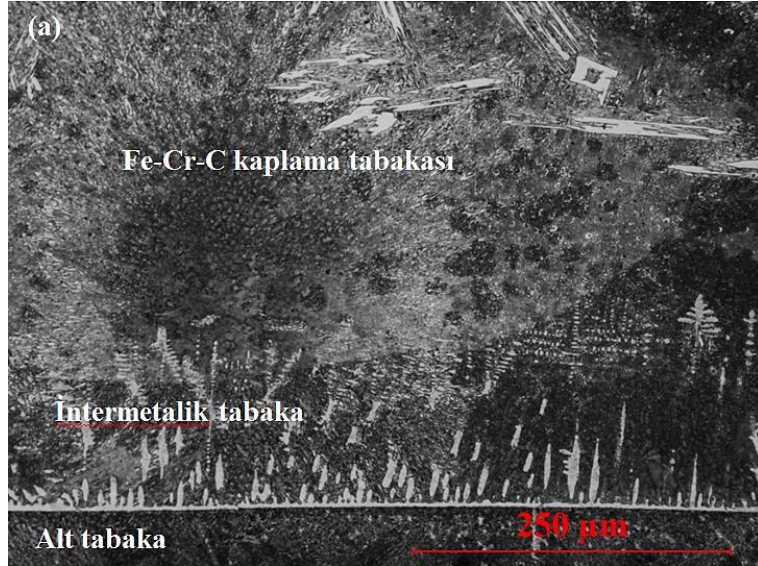
3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

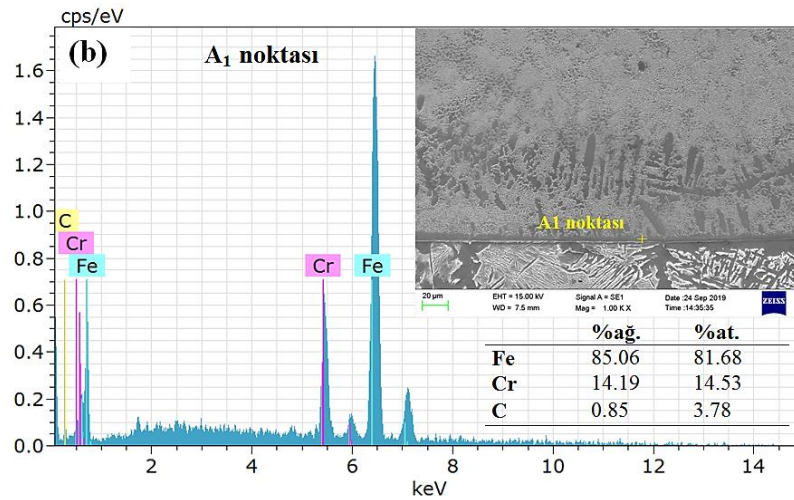
TIG yöntemiyle üretilen Fe esaslı M(Nb,Ti)C takviyeli MMK kaplamalar için, kaplama öncesi yüzeye yapıştırılan tozların SEM görüntüsü Şekil 1' de, kaplama sonrası elde edilen numunelerin yüzey morfolojisi ise Şekil 2' de verilmiştir. Kaplama sonrası kompozit kaplamanın yüzey görünümü net, kaynak-kaplama boncuklarının düzgün olduğu görülebilir. Bundan başka, tüm kaplama katmanlarının makro görüntülerinde yüzeysel bir çatlak oluşumu göstermediği açıktır (Şekil 2). TIG kaplama çizgilerinin genişliği ortalama 10 mm' dir ve bu da TIG torcunun yeterli enerji girdisini sağladığını, yüzeye yapıştırılan tozların tamamen ergidiğini ve kaplama tabakalarının alt tabakaya nüfuz ettiğini göstermektedir.

AISI4140 çelik yüzeyinde TIG kaplama işlemi sırasında oluşan bileşik fazları belirlemek için, kaplanmış yüzey üzerinde XRD yapılmıştır. FeCrC tozuna %ağ.25 FeNb ve %ağ.25 TiC tozlarının ilavesiyle üretilen kompozit kaplamalarının XRD spektrumları Şekil 3' de verilmiştir. Şekil 3' deki XRD patternleri, kompozit kaplamaların TIG kaplamayla başarılı bir şekilde elde edilebileceğini gösterdi. Fe-Cr-C/FeNb ve Fe-Cr-C/TiC tozlarıyla üretilen kompozit kaplama katmanlarında elde edilen faz ve bileşiklerin miktar ve oranlarında da değişiklik görüldü. Fe-Cr-C kaplamasında ana faz γ -(Fe,Cr), ikincil fazlar M_7C_3 ve γ -(Fe,Cr) fazları görülürken, FeNb ilaveli kaplamalarda NbC fazları, TiC ilaveli kaplamalarda da TiC fazları tespit edildi.



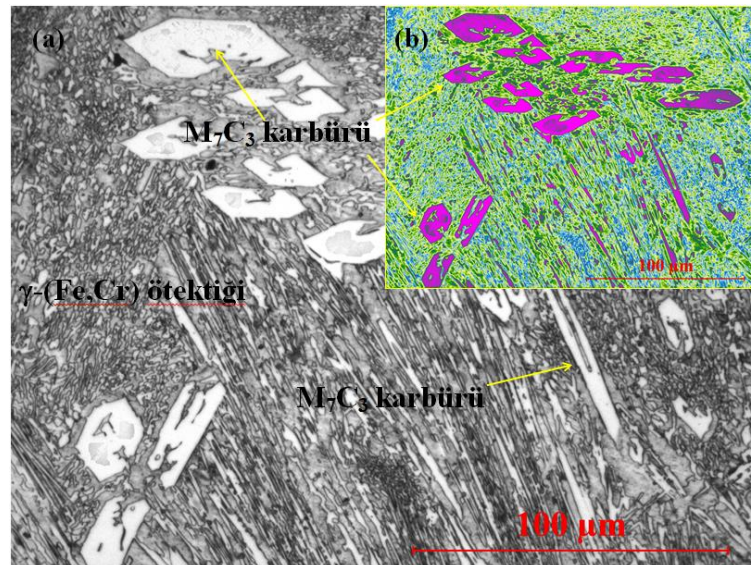
Şekil 3. Fe-Cr-C/M(Nb,Ti)C kompozit kaplamalarının XRD paterni

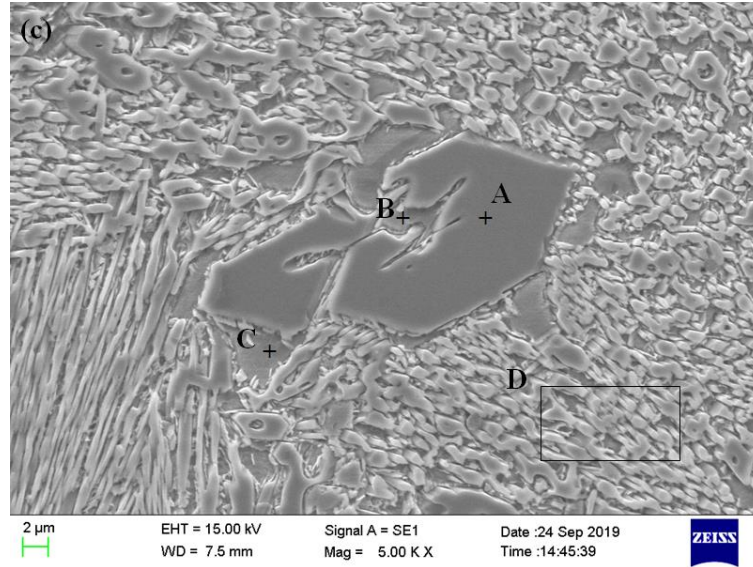




Şekil 4. İntermetalik bölgenin (a) optik mikroyapısı (X500) ve (b) intermetalik hatta A₁ bölgesinin EDS grafiği

Fe-Cr-C kaplamasının yan kesit mikroyapısı Şekil 4 ve Şekil 5’ de gösterilmiştir. Kaplama tabakasıyla alt tabaka arasındaki intermetalik beyaz tabaka, Şekil 4(a)’ da görüleceği gibi, kaplama ile alt tabakayı birbirinden ayıran ortalama 8 μm kalınlığında bir hat şeklinde tespit edilmiştir. Şekil 4(b)’ de EDX difragtogramı verilen intermetalik hat, %ağ.85.06 Fe, %ağ.14.09 Cr ve %ağ.0.85 C elementleriyle katılaşma göstermiştir. Erimiş havuz ve alt tabaka arasındaki bölgede, katı-sıvı arayüz, düzlemsel olarak büyür ve ilerleyerek tek fazlı bir bağlanma bölgesi oluşturur [14]. Alt tabaka ile yüzeye sıvı tozların, dışarıdan verilen bir enerjiyle aynı anda ergitilmesi ve katılaşma sonrası oluşan intermetalik tabaka, malzemeler arası metalürjik bağları etkiler. Bununla birlikte, yüzeye verilen enerji girdisiyle, erimiş yüzeyde metal tozlarıyla karışmasından dolayı oluşabilecek gaz boşlukları ve gözeneklilik, kaplamaların mekanik özelliklerine olumsuz etki yapar [15]. Üretilen Fe-Cr-C ve Fe-Cr-C/M(Nb,Ti)C kompozit kaplamaların intermetalik bölgelerinde bu tür kusurlara rastlanılmadı.





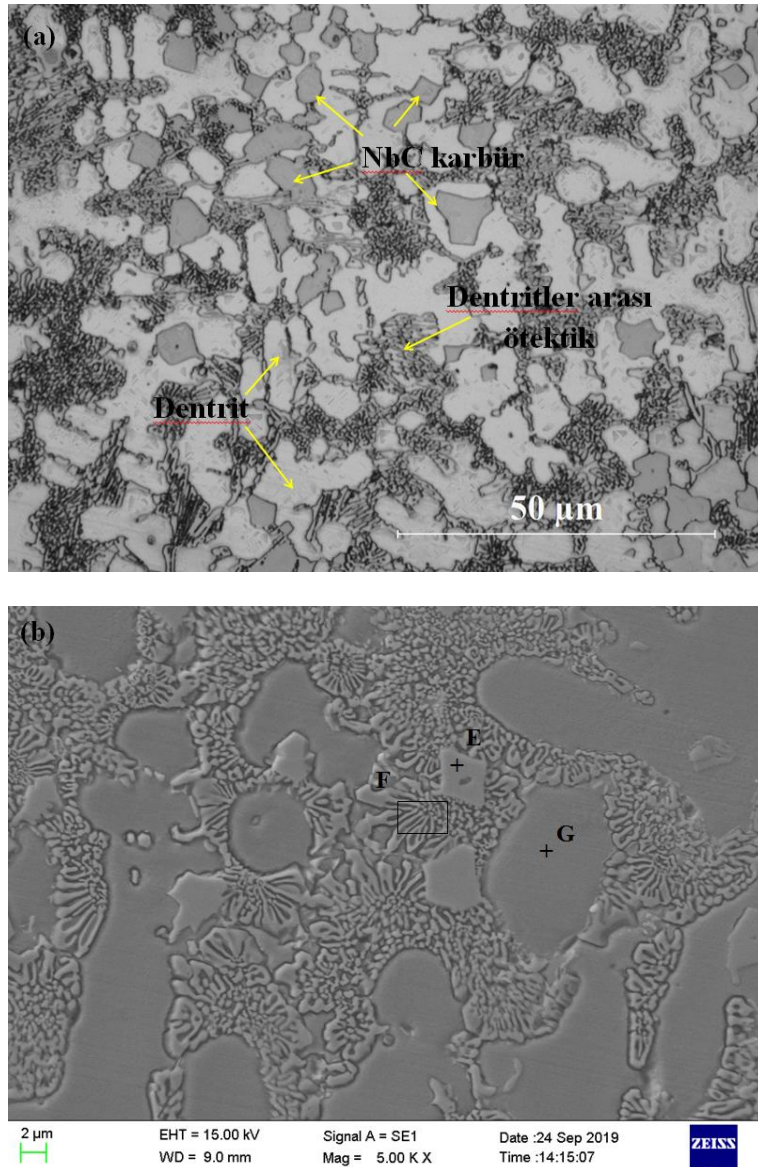
Şekil 5. Fe-Cr-C kaplaması: (a)kaplama tabakasının orta bölgesinin yüksek büyütmede optik mikroyapısı (X500), (b) görüntü analiz programıyla renklendirme yöntemi (X500) ve (c) birincil M_7C_3 karbürün SEM görüntüsü (Bu şekildeki açıklamada renk referanslarının yorumlanması için okuyucuya bu makalenin Web versiyonu denir.)

Fe-Cr-C kompozit kaplama tabakasında oluşan M_7C_3 karbürünün yüksek büyütmede görüntüsü Şekil 5’ de verilmiştir. Şekil 5(a)’ da görüldüğü üzere, kaplama tabakası üst yüzey bölgesinde yoğun olarak bulunan, farklı büyüklük ve tipte, ötektik reaksiyon sonucu oluşan $L \rightarrow Cr-Fe+(Cr,Fe)_7C_3$, altıgen veya çubuk şeklinde birincil M_7C_3 karbürleri belirlendi. Birincil M_7C_3 karbürünün bu iki oluşum morfolojisi, içerdikleri C oranlarına göre katılma modeli gerçekleştirdiği literatürde belirtilmiştir [16]. Fe-Cr-C alaşımının mikroyapısında, büyük boyutlu birincil M_7C_3 karbürünün, şerit biçimli ötektik faz ile çevrelediği görülmektedir. Karbürlerin yapı içerisindeki miktarı, ergiyik tabakanın katılma sırasında, yapı içerisindeki Cr/Fe ve Cr/C oranlarına [17], katı-sıvı arayüzün aşırı soğuması ve sonuçta katılma gizli ısısının serbest kalmasıyla doğrudan ilişkili olduğu ifade edilmiştir [18]. Şekil 5(b)’ de Clemex görüntü analiz programıyla elde edilen renklendirilmiş görüntü analizi görülmektedir. Birincil M_7C_3 karbürleri Fe-Cr-C sistemlerinde düzgün olmayan altıgen ve sivri uçlu bir morfolojiyle katılma geçirdiği daha önce yapılan çalışmalarda bildirilmiştir [19,20]. Karbür içerdiği C element miktarına bağlı olarak, çubuk sivri uçlu veya altıgen şekilli olabilmektedir. Şekil 5(a)’ de, açık krem renğinde düzgün altıgen ve sivri uç görümlü M_7C_3 karbürleri, Şekil 5(b)’ de pembe renkli görünümle ve etrafını yeşil renkte ötektik matrisin çevrelediği bir mikroyapı belirlenmiştir. M_7C_3 karbürlerinin katılma sırasında büyüme yönü, ısı akışına paralel gerçekleşir. C içeriği az olduğunda karbürlerin büyüme yönü rastgeledir [21]. Kaplamanın C içeriği arttıkça, M_7C_3 oluşumu için çekirdeklenme siteleri artar ve çubuk benzeri kalın ve M_7C_3 karbür bölgeleri de yoğun olur. Şekil 5 (a) ve Şekil 5(b)’ den de görüleceği gibi, M_7C_3 karbürlerinin büyüme yönü saçılma şeklinde rastgele bir dağılım göstermiştir.

Tablo 2. Fe-Cr-C kaplamasında birincil M_7C_3 karbür ve matrisin kimyasal bileşimleri (%ağ.)

| Bölge | C | Cr | Fe |
|--------------|----------|-----------|-----------|
| A | 2.54 | 63.69 | 33.77 |
| B | 0.49 | 26.59 | 72.92 |
| C | 0.30 | 15.82 | 83.88 |
| D | 1.96 | 33.62 | 64.42 |

Şekil 5(c), Birincil M_7C_3 karbürünün ve ötektik fazın SEM ve EDS analiz noktalarını göstermektedir. Tablo 2 ise bunların kimyasal bileşimlerini sunar. Şekil 5 ve Tablo 2' den, C elementinin etkisinin yanı sıra, güçlü karbür yapıcı olan Cr elementinin sıvı fazdan çökelerek, kromca zengin ve %ağ.2.54 C, %ağ.63.69 Cr ve %ağ. 33.77 Fe element konsantrasyonuna sahip birincil M_7C_3 karbürlerinin katılaştığını göstermektedir. Şekil 5'de açıkça görülmektedir ki, altıgen ve şerit çubuk şeklinde katılaştıran birincil M_7C_3 karbürlerinin ortalarında oyuk şeklinde görünen alan %ağ.0.49 C, %ağ.26.59 Cr ve %ağ. 72.92 Fe bazı kristal kusurlar vardır. Bunun nedeni, sıvı fazdan yüksek sıcaklıkta birincil karbürlerin çökelerek Cr ve C yayılır ve karbür büyür, kristal kusur olarak gösterilen C elementince fakir Fe elementince zengin γ -(Fe,Cr) fazlı bölgeler, M_7C_3 karbürünün içinde hapsolmuş durumda veya karbürü koparmış şekilde belirir [22]. Şekil 5 ve Tablo 2'den, ötektik karbür fazındaki Fe elementi miktarı da yüksek, aksine Cr ve C element miktarları düşüktür (C ve D bölgelerine bakınız). Fe-Cr-C alaşımında ötektik reaksiyon oluşurken dengede olmayan dönüşümle katılma gerçekleşirken, ötektik yapıdaki östenit büyür ve birincil östenit fazı oluşur [23]. Sonuçta, C elementi, östenitten M_7C_3 karbürüne göçü için aşması gereken mesafe fazla olması ve sıcaklığın hızla düşmesiyle de, C ve Cr elementleri henüz katılma göstermeyen bölgelerde daha küçük ötektik karbür oluşturmak için reaksiyona girerler. Soğuma devam ettikçe ve katılma işlemi gerçekleştikçe, birincil M_7C_3 karbürlerini çepeçevre γ -(Fe,Cr) matris yapısı meydana gelir [24].



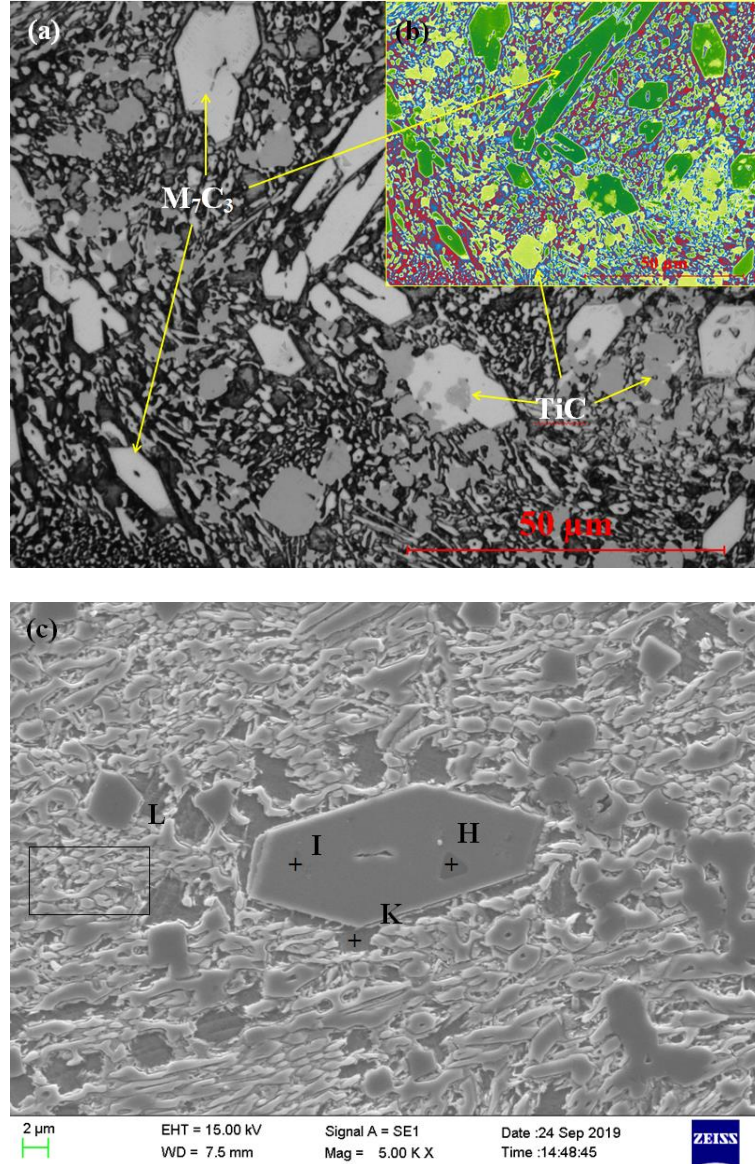
Şekil 6. Fe-Cr-C/NbC kaplaması: (a) Optik mikroyapısı (X1000); (b) NbC karbür ve lamelli ötektik yapının SEM görüntüsü (Bu şekildeki açıklamada renk referanslarının yorumlanması için okuyucuya bu makalenin Web versiyonu denir.)

Şekil 6, Fe-Cr-C kaplama tozuna ilave edilen FeNb tozunun ergitilerek katılaşması sonucu meydana gelen mikroyapı değişim karakteristiğini ortaya koymaktadır. Mikroyapı görüntüleri kaplamaların orta ve üst yüzeye yakın bölgelerden alınmıştır. Kaplama matris tozuna FeNb tozunun ilave edilmesiyle üretilen kompozit katmanların mikroyapıları, Şekil 5 ve Şekil 6' dan da görüldüğü gibi, Fe-Cr-C kaplamalarından oldukça farklı bir mikroyapı göstermiştir. Şekil 6(a)' da, Fe-Cr-C/NbC kaplama mikroyapısında kümeleşen küçük tane boyutlu granular ile sferoidal şekillerde karbürlerin varlığı göze çarpmaktadır. Karbür ve matrislerin kimyasal bileşimini bulmak için Enerji dağılım spektroskopisi (EDS) yapılmıştır ve elementlerin ağırlık değerleri de Tablo 3' de verilmiştir. Şekil 6(b)' da SEM mikroyapısı görülen düzgün dörtgen yapıdan alınan EDS sonucuna göre (E noktası) % ağı.2.32C, %ağı.4.74Cr, %ağı.88.37Nb ve %ağı.3.19Fe elementlerinden oluşan NbC katılaşması gerçekleşmiştir. EDS sonuçları, Şekil 3' de verilen XRD difraktogram sonuçlarıyla birlikte ele alındığında, oluşan yapı NbC karbürünü işaret eder. NbC düzgün dörtgen yapıli karbürün etrafını çepeçevre saran ötektik faz (F kare) %ağı.2.29C, %ağı.40.74Cr, %ağı.1.46Nb ve %ağı.55.51Fe elementlerinden oluşmuştur. Dentritik yapıysa (G noktası) %ağı.0.45C, %ağı.16.08Cr, %ağı.0.09Nb ve %ağı.83.37Fe elementlerine sahiptir.

Tablo 3. Fe-Cr-C/NbC kaplamasında NbC ve ötektik yapının kimyasal bileşimleri (%ağı.)

| Bölge | C | Cr | Nb | Fe |
|-------|------|-------|-------|-------|
| E | 2.32 | 4.74 | 88.37 | 3.19 |
| F | 2.29 | 40.74 | 1.46 | 55.51 |
| G | 0.45 | 16.08 | 0.09 | 83.37 |

Fe-Cr-C/%20ağı.TiC kompozitinden alınan yüksek büyütmede M_7C_3 ve TiC karbürlerinin optik mikroyapısı Şekil 7(a)' da ve Clemex görüntü analiz programıyla elde edilen renklendirilmiş görüntü analiziyse Şekil 7(b)' de verilmiştir. Şekil 7(a)' da, açık krem renginde düzgün altıgen görünümüli M_7C_3 karbürleri, Şekil 7(b)' de yeşil renkli görünümle ve etrafını ötektik matrisin çevrelediği bir mikroyapı belirlenmiştir. TiC hem ötektik matriste oluşum gösterirken Şekil 7(a)' dan da görüldüğü gibi açık gri bir tonda ve Şekil 7(b)' de sarı renkle katılaşma göstermiştir. TiC, M_7C_3 karbürleri üzerinde leke şeklinde oluşurken, ötektik matriste dörtgen biçiminde katılaşmalar gerçekleştirdiği belirgindir. Şekil 7(c)' de M_7C_3 ve TiC içeren mikroyapının SEM görünümü ve alınan EDS analiz noktalarını göstermektedir. EDS analiz sonuçları Tablo 4' de verilmiştir. Fe-Cr-C/TiC kompozit kaplamalarında M_7C_3 karbürleri (I noktası) % ağı.2.70C, %ağı.63.82Cr, %ağı.1.68 Ti ve %ağı.31.80Fe elementleriyle katılaşma gösterirken, TiC tanecikleri (H noktası) % ağı.5.80C, %ağı.7.38Cr, %ağı.85.95Ti ve %ağı.0.84Fe elementleriyle katılaşmıştır. Şekil 7(a) optik mikroyapıdaki ötektik matriste koyu gri (Şekil 7(b)' deki kırmızı tondaki yapılar) yapıdan alınan EDS analizine göre (K noktası), % ağı.0.13C, %ağı.18.70Cr ve %ağı.81.17Fe elementlerinden oluşan Fe elementince zengin α -(Fe,Cr) yapılar M_7C_3 ve TiC tanelerini çepeçevre sarmıştır. Ötektik lamellerin EDS sonuçları ise (L kare); % ağı.1.77C, %ağı.35.22Cr, %ağı.2.85Ti ve %ağı.60.16Fe' dir. Fe-Cr-C sistemlerinde M_7C_3 karbürünün embriyolaşma oluşum mekanizmasının anlaşılması ve ergime noktasının tayini üzerine yapılan çalışmalarda [25], $T_m \approx 1625 \pm 5$ K olduğu ve yapı içerisinde Ti elementi ilavesiye karbürlerin rafine edildiği ifade edilmiştir. MC(Ti,Nb)' de M_7C_3 karbürü ve ötektik fazlarla kıyaslandığında, Gibbs serbest enerjisi düşük olduğu için erimiş havuzun katılaşması sırasında yüksek ergime değerine sahip Ti ve Nb atomları, C elementine olan afinitisinin yüksek olmasından dolayı, tercihen MC oluşturmak üzere geometrik bloklar halinde çekirdeklerler [26]. Katılaşma sürecinde MC fazı sıvı fazdan 1570 °C' de çökeler. Sıcaklığın azalmaya devam etmesiyle 1297 °C' de Fe ve Cr elementlerince zengin M_7C_3 karbürleri çökelmeye devam eder [27]. Son aşamada ise az miktarda alaşım atomu içeren sıvı faz, γ -(Fe,Cr) ile ötektik yapı oluşturarak katılaşma sonlanır. Şekil 6 ve Şekil 7' de görüldüğü gibi, düzgün üçgen ve dörtgen yapıli MC karbürleri, hem M_7C_3 karbürleri üzerinde hem de ötektik γ -(Fe,Cr) matrisi ve α -Fe dentritik yapı içerisinde düzgün ve homojen dağıldığı ve literatürle uyumlu olduğu görülebilir [28,29].



Şekil 7. Fe-Cr-C/TiC kaplaması: (a) Optik mikroyapısı ve görüntü analiz programıyla renklendirme yöntemi (X1000) (Bu şekildeki açıklamada renk referanslarının yorumlanması için okuyucuya bu makalenin Web versiyonu denir.); (b) M_7C_3 ve TiC karbürün SEM görüntüsü

Tablo 4. Fe-Cr-C/TiC kaplamasında birincil M_7C_3 karbürü, TiC ve ötektik yapının kimyasal bileşimleri (%ağ.)

| Bölge | C | Cr | Ti | Fe |
|-------|------|-------|-------|-------|
| I | 2.70 | 63.82 | 1.68 | 31.80 |
| H | 5.80 | 7.38 | 85.98 | 0.84 |
| K | 0.13 | 18.70 | - | 81.17 |
| L | 1.77 | 35.22 | 2.85 | 60.16 |

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmada, TIG metoduyla SAE4140 çelik yüzeyinde üretilen Fe-Cr-C/M(Nb,Ti)C kompozit kaplamaların mikroyapısal özellikleri incelenmiştir. Yeterli ısı girişi ve tam erime nedeniyle, kaplama

tabakaları ile çelik altlık arasındaki bağlantı metalürjiktir. Kaplama katmanlarının mikro yapısı, kaplama tabakası/alt tabaka arayüzeyin üst kısımlarında sütun, kristal ve ince dendrit iken, Fe-Cr-C kaplama bölgesi üst yüzey bölgelerinde Cr ve C elementlerince zengin altıgen şekilli M_7C_3 karbürleri ve ötektik yapılar oluşmuştur. FeNb ilaveli kompozit tabakada, erimiş havuzda çözünen ve hem ötektik matris hem de dendritik yapı içinde katılan Nb ve C elementlerinin kimyasal reaksiyonuyla dörtgen NbC karbürleri oluşmuştur. TiC ilaveli kompozit katmanında, hem γ -Fe,Cr ötektik yapıda hem de M_7C_3 karbür üstünde TiC takviyeleri yeniden katılma geçirmişlerdir.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Sahoo C.K., Soni L., Masanta M. (2016). Evaluation of microstructure and mechanical properties of TiC/TiC-steel composite coating produced by gas tungsten arc (GTA) coating process, *Surface and Coatings Technology*, 307, 17–27.
- [2] Wu X.J., Xing J.D., Fu H.G., Zhi X.H. (2007). Effect of titanium on the morphology of primary M_7C_3 carbides in hypereutectic high chromium white iron, *Materials Science and Engineering: A*, 457, 180-185.
- [3] Berns H. (2003). Microstructural and abrasive characteristics of high carbon Fe–Cr–C hardfacing alloy, *Wear*, 254, 47-54.
- [4] Xing J.D., Gao Y.M., Wang E.Z., Bao C.G. (2002). Effect of phase stability on the wear resistance of white cast iron at 800 °C, *Wear*, 252, 755-760.
- [5] R. Veinthal, F. Sergejev, A. Zikin, R. Tarbe, J. Hornung. Abrasive impact wear and surface fatigue wear behaviour of Fe–Cr–C PTA overlays, *Wear*, 301 (102-108), (2013).
- [6] Fan C., Chen M.C., Chang C.M., Wu W. (2006). Microstructure change caused by $(Cr,Fe)_{23}C_6$ carbides in high chromium Fe–Cr–C hardfacing alloys, *Surface and Coatings Technology*, 201, 908-912.
- [7] Lu L., Soda H., McLean A. (2003). Microstructure and mechanical properties of Fe–Cr–C eutectic composites, *Materials Science and Engineering A*, 347, 214-222.
- [8] Xu J., Liu W. (2005). Wear characteristic of in situ synthetic TiB_2 particulate-reinforced Al matrix composite formed by laser cladding, *Wear*, 12, 561-567.
- [9] Xu X., Mi G., Jiang P., Shao X., Wang C. (2018). Morphologies, microstructures and properties of TiC particle reinforced Inconel 625 coatings obtained by laser cladding with wire, *Journal of Alloys and Compounds*, 740, 16-27.
- [10] Rasool G., Stack M.M. (2014). Wear maps for TiC composite based coatings deposited on 303 stainless steel, *Tribology International*, 74, 93-102.
- [11] Wang Z., Zhou X., Zhao G. (2008). Microstructure and formation mechanism of in-situ TiC- TiB_2 /Fe composite coating, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 18, 831-835.
- [12] Monfared A., Kokabi A.H., Asgari S. (2013). Microstructural studies and wear assessments of Ti/TiC surface composite coatings on commercial pure Ti produced by titanium cored wires and TIG process, *Materials Chemistry Physics*, 137, 959-966.
- [13] Mridha S. (2005). Titanium nitride layer formation by TIG surface melting in a reactive environment, *Journal of Materials Processing Technology*, 168, 471-477.
- [14] Zhang M., Jing M. L., Wang C. S., Ren L., Fang M. (2019). Microstructure and tribology properties of in-situ MC(M:Ti,Nb) coatings prepared via PTA technology, *Vacuum*, 160, 264-271.

- [15] Wang X.-N., Chen X.-M., Sun Q., Dib H.-S., Sun L.-N. (2017). Formation mechanism of δ -ferrite and metallurgy reaction in molten pool during press-hardened steel laser welding. *Materials Letters*, 206, 143-145.
- [16] Chang C.-M., Chen L.-H., Lin C.-M., Chen J.-H., Fan C.-M., Wu W. (2010). Microstructure and wear characteristics of hypereutectic Fe–Cr–C cladding with various carbon contents, *Surface and Coatings Technology*, 205, 245-250.
- [17] Leško A., Navara E. (1996). Microstructural characterization of high-carbon ferrochromium, *Materials Characterization*, 36, 349-356.
- [18] Chang C.-M., Chen Y.-C., Wu W. (2010). Microstructural and abrasive characteristics of high carbon Fe–Cr–C hardfacing alloy, *Tribology International*, 43, 929-934.
- [19] Chatterjee S., Pal T.K. (2003). Wear behaviour of hardfacing deposits on cast iron, *Wear*, 255, 417-425.
- [20] Liu S., Zhou Y., Xing X., Wang J., Yang Y., Yang Q. (2016). Agglomeration model of $(\text{Fe,Cr})_7\text{C}_3$ carbide in hypereutectic Fe-Cr-C alloy, *Materials Letters*, 183, 272-276.
- [21] Chang C.-M., Chen L.-H., Lin C.-M., Chen J.-H., Wu W. (2010). Microstructure and wear characteristics of hypereutectic Fe–Cr–C cladding with various carbon contents, *Surface and Coatings Technology*, 205, 245-250.
- [22] Ma S., Xing J., He Y., Li Y., Huang Z., Liu G., Geng Q. (2015). Microstructure and crystallography of M_7C_3 carbide in chromium cast iron, *Materials Chemistry and Physics*, 161, 65-73.
- [23] Yang J., Tian J., Hao F., Dan T., Ren X., Yang Y., Yang Q. (2014). Microstructure and wear resistance of the hypereutectic Fe–Cr–C alloy hardfacing metals with different La_2O_3 additives, *Applied Surface Science*, 289, 437-444.
- [24] Wang Y., Gou J., Chu R., Zhen D., Liu S. (2016). The effect of nano-additives containing rare earth oxides on sliding wear behavior of high chromium cast iron hardfacing alloys, *Tribology International*, 103, 102-112.
- [25] Hornung J., Zikin A., Pichelbauer K., Kalin M., Kirchgaßner M. (2013). Influence of cooling speed on the microstructure and wear behaviour of hypereutectic Fe–Cr–C hardfacings, *Materials Science and Engineering: A*, 576, 243-251.
- [26] Li Q., Lei Y., Fu H. (2015). Growth Characteristics and Reinforcing Behavior of In-situ NbCp in Laser Cladded Fe-based Composite Coating, *Journal of Materials Science and Technology*, 31, 766-772.
- [27] Zhou Y.F., Yang Y.L., Yang J., Zhang P.F. (2013). Wear resistance of hypereutectic Fe–Cr–C hardfacing coatings with in situ formed TiC, *Surface Engineering*, 29, 5-12.
- [28] Zhi X., Xing J., Fu H., Gao Y. (2008). Effect of titanium on the as-cast microstructure of hypereutectic high chromium cast iron, *Materials Characterization*, 59, 1221-1226.
- [29] Lin C.M., Lai H.H., Kuo J.C., Wu W. (2011). Effect of carbon content on solidification behaviors and morphological characteristics of the constituent phases in Cr-Fe-C alloys, *Materials Characterization*, 62, 1124-1133.