

DEMİR-NİYOBYUM İKİLİ ALAŞIMLARIN KUTU BORLAMASINDA ARTAN İŞLEM SICAKLIĞININ BORÜR TABAKASININ OLUŞUMU ÜZERİNDEKİ ETKİSİ

Tanju TEKER*, Eyyüp Murat KARAKURT

Adiyaman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 02040, Adiyaman, Türkiye.

ÖZET

Bu çalışmada, Fe-5Nb (% at.) ikili alaşımları; 950, 1050 ve 1150 °C farklı işlem sıcaklıklarında 3 saat süreyle borlama işlemine tabii tutuldu. Artan işlem sıcaklığının bor tabakasının oluşumu üzerindeki etkisi deneysel olarak araştırılmıştır. Borlama işlemi sonrası numunelerin yüzeyinde meydana gelen mikroyapısal değişim, optik mikroskop (OM) ve mikrosertlik test analizi yardımıyla incelenmiştir. Borlama öncesi ve sonrası numunelerde meydana gelen yüzey pürüzlülük değerleri ve ağırlık değişimleri her bir numune için ayrı ayrı belirlendi. Sonuç olarak, borlama sonrası tüm numunelerin yüzeylerinde oluşan borür tabakaları, altlık malzemeye nazaran çok daha yüksek sertlik değerlerine sahiptir. Ayrıca; numunelerin yüzey pürüzlülük değerlerinin, artan işlem sıcaklığıyla beraber arttığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: İkili alaşım, Borlama, Mikrosertlik, Yüzey pürüzlülüğü, Ağırlık değişimleri.

EFFECT ON THE FORMATION OF BORIDE LAYER OF INCREASING PROCESS TEMPERATURES IN PACK BORONIZING OF BINARY IRON-NIOBIUM ALLOYS

ABSTRACT

In this study, binary Fe-5Nb (at. %) alloys were boronized at 950, 1050 and 1150 °C different process temperature for 3 hours. The effect of the increasing process temperatures on the formation of boron layer was investigated experimentally. After boron treatment, microstructural changes occurring on the surfaces of the samples were examined by optical microscope (OM) and microhardness test analyses. Surface roughness values and weight changes before and after boron treatment were determined for each sample separately. Consequently, all boron layers formed on all surfaces of samples after boron treatment had much higher hardnesses values than base material. It was also determined that the surface roughness values of the samples increased with increasing process temperatures.

Keywords: Binary alloy, Boronizing, Microhardness, Surface roughnesses, Weight changes.

1. Giriş

Malzemeleri en dıştan saran katmana yüzey denir. Buna bağlı olarak servis sahasında dış etkilere karşı maruz kalan ilk kısım da yine yüzeydir. Bu sebeple malzemelerin yüzeylerini, içyapısını değiştirmeden çalıştıkları ortamlara göre bazı yüzey modifikasyonlarla geliştirmek mümkündür [1-2].

* e-posta: tteker@adiyaman.edu.tr

Borlama yüzey sertleştirme işlemlerinden biri olup, difüzyon esaslı yüzey kaplama işlemidir [3]. Bu işlem günümüzde sadece demir esaslı malzemelere değil farklı malzeme gruplarına da uygulanabilmektedir [4-5]. Borlama işlemi uygulanırken, malzeme yüzeyinin kirlerden arındırılmış olması, işlemin başarılması adına önemli bir adımdır. İşlem sıcaklığı; 700-1150 °C sıcaklıkları arasında malzemenin cinsine göre değişmektedir. Ayrıca; işlem süresi, istenilen bor tabakasının kalınlığına bağlı olarak 1-10 saat arası sürelerde uygulanabilir. Yüksek işlem sıcaklığı ve süresi uzun olduğundan dolayı, genellikle ergime noktası yüksek olan malzeme grupları borlama işlemi için daha uygundur. Bu proses, katı, pasta, sıvı ve gaz gibi çeşitli ortamlarda uygulanabilir. Fakat son bilimsel gelişmelerle birlikte, termokimyasal olmayan fiziksel buhar biriktirme (PVD), kimyasal buhar biriktirme (CVD), plazma sprey ve iyon biriktirme yöntemleri de borlama amacıyla kullanılan diğer yöntemlerdir [6-8]. Borlama, demir esaslı malzemelerin kopma ve akma dayanımlarını, yorulma ömürlerini artırırken, plastite özelliklerini azaltır. Ayrıca yüksek sıcaklıklarda malzemenin sertlik ve mukavemet özelliklerini korumaya yardımcı olur. Bu kapsamda bor ile kaplanmış iş parçaları geniş uygulama alanlarına sahiptir. Özellikle bu yöntem, aşınmaya ve korozif ortamlara maruz kalan makine aksamalarının uzun süreli kullanımına büyük katkılar sağlamıştır [9-13].

Bu çalışmada Fe-5Nb (% at.) ikili alaşımların 950, 1050 ve 1150 °C farklı işlem sıcaklıklarında 3 saat borlanarak, işlem sıcaklığının; borür tabakasının mikroyapısına, tabaka sertliğine ve yüzey pürüzlülük değerlerine olan etkileri incelenmiştir.

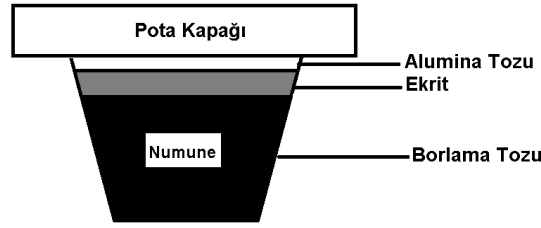
2. Deneysel Çalışma

Ticari olarak temin edilen %99.97 saflıkta demir ve %99.98 (% ağırlık) saflıktaki niyobyum metalleri Fe-5Nb (% at.) içerecek şekilde Edmund Bühler marka ark ergitici cihazında argon gazı ortamında ergitildi. Daha sonra alaşımların içerdiği element yüzdelilerinin doğruluğunu belirlemek amacıyla spektrometre cihazı ile elementel analizleri yapıldı. Borlama işlemi öncesi Fe-5Nb (% at.) altlık malzemenin ağırlıkça kimyasal analiz değerleri Tablo 1’ de detaylı olarak verilmiştir. Hazırlanan 75 mm uzunluğunda, 8 mm çapında silindir şeklindeki Fe-5Nb (% at.) ikili alaşımı; Micro test marka kesici yardımıyla 4 mm’ lik dilimler halinde kesildi. Borlama öncesi istenilen boyutlarda kesilen numunelerin yüzeyleri 80-1200 mesh’ lik SiC zımpara kâğıtlarıyla zımparalandı. Zımparalanmış yüzeyler 1-3 µm’ lik elmas pasta ile parlatıldı.

Borlama tozları; içerisinde nem kalmaması için Wiseven Won-155 markalı etüvde 100 °C’ de 24 saat boyunca kurutma işlemine tabi tutuldu. İşlem görececek numuneler, borlama tozları üstte ve altta olacak şekilde bor verici ortama gömülerek SiC potaya yerleştirildi (Şekil 1). Ortamdan oksijeni uzaklaştırmak amacıyla, deoksidan görevi gören alümina ve Ekrit tozları potanın en üst kısımlarına konuldu. Daha sonra potanın kapağı kapatılarak fırınlama için hazır hale getirildi. Numuneler; dijital kontrollü Protherm marka kutu fırın kullanılarak 950, 1050 ve 1150 °C’ işlem sıcaklıklarında 3 saat süreyle borlama işlemlerine tabii tutuldu (Tablo 2).

Tablo 1. Altlık malzemenin kimyasal kompozisyonu.

Altlık Malzeme (% at.)	Kimyasal Kompozisyon (% ağırlık)								
	Fe	Nb	C	Mn	Si	Ti	Cr	Ni	Diğer
Fe-5Nb	86.59	12.38	0.025	0.035	0.070	0.059	0.015	0.027	0.799



Şekil 1. Numunenin potaya dizilişi.

Tablo 2. Deneysel çalışmada kullanılan borlama işlem parametreleri.

Numune No	Altlık Malzeme (%at.)	İşlem Sıcaklığı (°C)	İşlem Süresi (Saat)
S1	Fe-5Nb	950	3
S2	Fe-5Nb	1050	3
S3	Fe-5Nb	1150	3

Mitutoyo SJ-210 model yüzey pürüzlülük cihazı yardımıyla borlama öncesi ve sonrası numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri ölçüldü. Numunelerin merkezi hedef alınarak 4 mm' lik alanlarda tarama yapıldı. Borlanmış olan numuneler; kesit karakterizasyonu için Brillant 210 marka hassas kesici ile ortadan ikiye kesildi. Meydana gelen mikroyapısal değişimi tespit etmek amacıyla hazırlanan deney numunelerinin, ara kesit yüzeyleri tekrardan 80-1200 mesh' lik SiC zımpara kâğıtlarıyla zımparalandı. Zımparalanmış yüzeyler 1-3 μm ' lik elmas pasta ile parlatılarak %98 Etanol + %2 HNO_3 ile 3-5 sn süre ile dağlandı. Bunun sonrasında bor tabakalarının mikroyapısal değişimi LEICA marka optik mikroskop ile incelenmiştir. Mikrosertlik ölçüm analizleri Qness Q10 marka test cihazında 25 gr' lık yük altında gerçekleştirilmiştir.

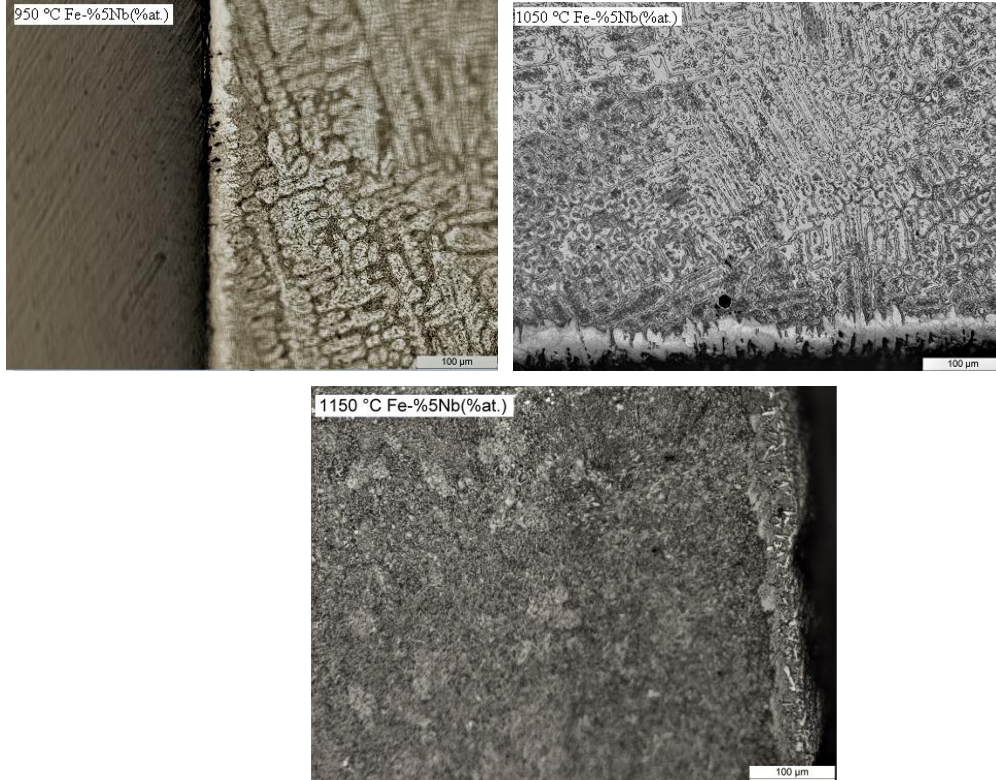
3. Deneysel Sonuçlar

3.1. Altlık Malzeme Kimyasal Analizi

Ark ergitici hazırlanan Fe-5Nb (% at.) ikili alaşımının kimyasal kompozisyonu atomik olup, ağırlık olarak yüzdesi ise Fe-8.05Nb (% ağı.) olarak hesaplanmıştır. Bu kapsamda spektrometre cihazından alınan Fe-12Nb (% ağı.) sonucuyla, teorik olarak hesaplanan Fe-8.05Nb (% ağı.) sonuçları kıyaslandığında, Fe-Nb ikili alaşımının kimyasal kompozisyonlarının birbirine yakın değerlerde olduğunu söylemek mümkündür. Aradaki hata payı; farklı yerlerde farklı miktarlarda demir içerisinde çözünen veya metalik bağlı bileşik oluşturan niyobyum elementinin varlığından kaynaklandığı düşünülmektedir.

3.2. Mikroyapı İncelemeleri

Fe-5Nb (% at.) ikili alaşımların 950, 1050 ve 1150 °C farklı işlem sıcaklıklarında borlanmasıyla elde edilen optik mikroskop kesit fotoğrafları Şekil 2' de verilmiştir.



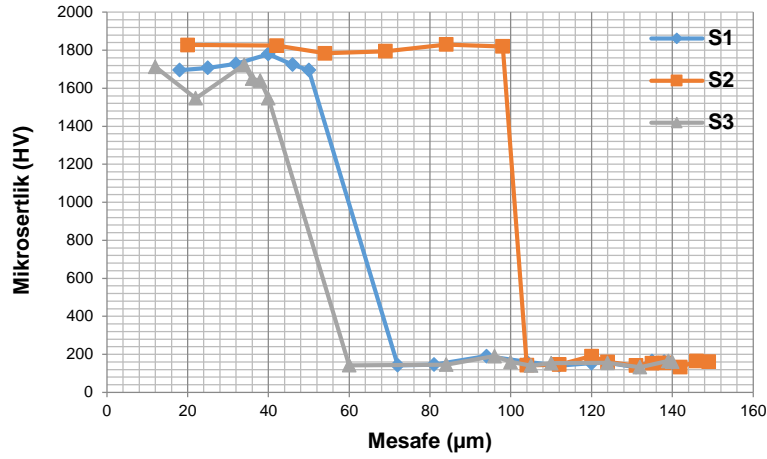
Şekil 2. Borlanan numunelerinin optik mikroskop görüntüleri.

Mikroyapı fotoğrafları incelendiğinde, 950, 1050 ve 1150 °C farklı işlem sıcaklıklarında gerçekleştirilen Fe-5Nb (% at.) ikili alaşımların yüzeylerinde borür tabakalarının oluştuğu gözlemlenmiştir. Fakat bor tabakaları altlık malzeme içerisinde homojen bir penetrasyona sahip değildir. Bunun nedeni; literatürde de belirtildiği üzere tercihli yönlerde difüzyon hızının daha yüksek olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu durum, bazı bölgelerde bor tabakasının, ana metalin yüzeyine daha fazla nüfuz ederken bazı bölgelerde ise ana metale daha az nüfuz etmesine sebep olur.

Borlamanın işlem sıcaklığı; bor tabakası büyüme mekanizması ve bor tabakası/matris ara yüzeyi morfolojisi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Bu kapsamda numunelerin optik mikroskop kesit fotoğrafları incelendiğinde, artan borlama sıcaklığına bağlı olarak, bor tabakasının morfolojisinde de önemli farklılıklar gözlemlenmektedir. Buna neden olarak ise artan difüzyon sıcaklığının borlama prosesinin kinetiği üzerinde oluşturduğu etkidir. Buna göre S1 ve S2 numunelerinin borür tabakalarında taraklı yapı gözlemlenirken, S3 numunesinde taraklı yapının kaybolduğu görülmektedir.

3.3. Mikrosertlik Analizleri

Borlama sonrası; numunelere ait sertlik-mesafe eğrilerindeki değişimi gösteren mikrosertlik dağılım grafiği Şekil 3' te verilmiştir.

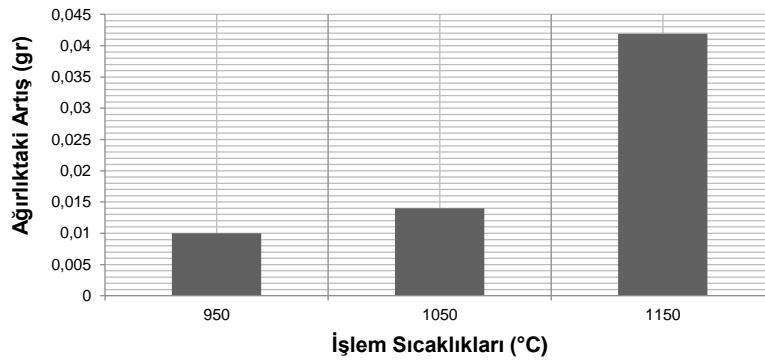


Şekil 3. Numunelere ait sertlik-mesafe eğrilerindeki değişim.

Buna göre S1, S2 ve S3 numunelerin yüzeyleri, altlık malzemeye nazaran çok daha yüksek sertlik değerlerine sahiptir. Buna sebep olarak, bor tabakalarında meydana gelen FeB ve Fe₂B fazlarının varlığı düşünülmektedir. Altlık malzemede ana faz olarak bulunan demirin bor ile yüksek sıcaklıklarda birleşiminden meydana gelen FeB ve Fe₂B tabakaları seramik karakterlere sahip olup sert ve gevrek bir yapıya sahiptir. Fakat FeB fazı, Fe₂B fazından daha sert ve kırılgandır. Bu sebeple, borür tabakalarının farklı bölgeleri farklı sertlik değerlerine sahiptir.

3.4. Ağırlık Değişim Analizleri

Borlama sonrası numunelerde meydana gelen ağırlık artışlarının miktarlarını analiz edebilmek için borlama işlemi öncesi ve sonrasında numunelerin ağırlıkları, hassas teraziyle tespit edildi. Meydana gelen ağırlık artışlarını gösteren grafik Şekil 4' te verilmektedir.

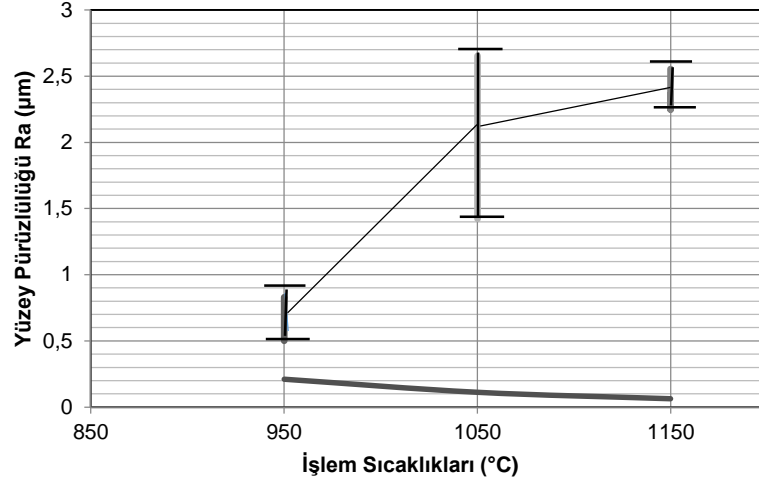


Şekil 4. Numunelerde meydana gelen ağırlık artışlarındaki değişim.

En yüksek ağırlık artışı S3 numunesinde meydana gelirken, en düşük ağırlık artışı ise S1 numunesinde meydana gelmiştir. Buna göre en yüksek işlem sıcaklığında borlanan S3 numunesinin yüzeyinde bor tozlarının oluşturduğu topaklanma sayısı fazla olduğundan dolayı ciddi bir ağırlık artışından bahsetmek mümkündür.

3.5. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçüm Sonuçları

S1, S2 ve S3 numunelerinin borlama işlemi öncesi ve sonrasında ölçülen yüzey pürüzlülüğü değerleri kıyaslama amacıyla birlikte Şekil 5' te verilmiştir.



Şekil 5. Borlama öncesi ve sonrası tüm numunelerin yüzey pürüzlülükleri.

Şekil 5' teki grafik incelendiğinde borlama işlemi sonrasında numunelerin tümünde yüzey pürüzlülük değerleri borlama öncesi değerlere göre artış göstermiştir. Borlama öncesi tüm numunelerin ortalama yüzey pürüzlülüğü 0.12 µm iken, borlama sonrası S1, S2 ve S3 numunelerinde ölçülen yüzey pürüzlülük değerleri sırasıyla 0.688, 2.069 ve 2.40 µm olarak kaydedilmiştir. Buna göre artan borlama sıcaklığıyla beraber yüzey pürüzlülük değerlerinde de bir artış gözlemlenmektedir. En yüksek yüzey pürüzlülük ölçümleri S3 numunesinde ölçülmüştür. Artan borlama sıcaklığına bağlı olarak, kinetik açıdan artan kimyasal reaksiyonların hızlarından dolayı borlama sıcaklık değerleriyle birlikte yüzey pürüzlülüğünde de artış meydana gelmektedir. Böylece S3 numunesinin yüzeyinden içeriye doğru daha hızlı reaksiyon ürünlerinin geçiş yaptığı düşünülmektedir.

4. Sonuçlar

Bu çalışmada Fe-5Nb (% at.) ikili alaşımların 950, 1050 ve 1150 °C farklı işlem sıcaklıklarında 3 saat süreyle borlanarak, işlem sıcaklığının; bor tabakası üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Yapılan analizlere göre aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

1. Borlama sonrası S1, S2 ve S3 numunelerinin yüzeylerinde borür tabakalarının oluştuğu gözlemlenmiştir.
2. Tüm işlem sıcaklıklarında borlanan S1, S2 ve S3 numunelerinin yüzeyleri, altlık malzemedenden defalarca kez daha yüksek sertlik değerleri sergilemektedir.
3. En yüksek ağırlık artışı S3 numunesinde meydana gelirken, en düşük ağırlık artışı ise S1 numunesinde meydana gelmiştir.
4. Borlama işlemi sonrasında numunelerin tümünde yüzey pürüzlülük değerleri borlama öncesi değerlere nazaran artış göstermiştir. Buna bağlı olarak artan işlem sıcaklığıyla beraber yüzey pürüzlülükleri değerlerinde de bir artış gözlemlenmektedir.

Teşekkür

Bu çalışma; Adıyaman Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projesi birimi tarafından MÜFMAP/2015-007 no' lu proje kapsamında desteklenmiştir.

Kaynaklar

- [1] Tarakci M, Gencer Y, Calik A. The pack-boronizing of pure vanadium under a controlled atmosphere. *Application of Surface Science* 2010; 256, 7612-7618.
- [2] Gencer Y, Tarakci M, Calik A. Effect of titanium on the boronizing behaviour of pure iron. *Surface Coating Technolgy* 2008; 203, 9-14.
- [3] Fichtl W, Trausner N, Matuschka A.G. Boronizing with Ekabor. *Elektroschmelzwerk Kempten GmbH* 1987; 8, 6.
- [4] Sinha A. K. Boriding (boronizing). *The Materials International Society* 1991; 4, 437-447.
- [5] Wang N, Fischer, T.E. Modification of tribological properties of aluminum oxide by pack boronization. *Lubricant Engineering* 1993; 49, 763-769.
- [6] Rus J, Luis de L.C, Tsipas DN. Boronising of 304 steel. *Journal Material Science Letters* 1985; 4, 558-560.
- [7] Ozbek I, Bindal C. Mechanical properties of boronized AISI w4 steel. *Surface Coating Technology* 2002; 154, 14-20.
- [8] Carbucicchio M, Palombarini G. Effects of alloying elements on the growth of iron boride coatings. *Journal of Material Science Letter* 1987; 6, 1147-1149.
- [9] Usta M, Ozbek I, Bindal C, Üçışık A.H, Ingoled S, Liangd H. A comparative study of borided pure niobium, tungsten and chromium. *Vacuum* 2006; 80, 1321-1325.
- [10] Gencer Y. Influence of manganese on the pack boriding behavior of pure iron. *Surface Engineering* 2011; 27, 634-638.
- [11] Kuznetsov S.A, Kuznetsova S.V, Rebrov E.V, Mies M.J.M, M.H.J.M de Croon, Schouten J.C. Synthesis of molybdenum borides and molybdenum silicides in molten salts and their oxidation behavior in an air-water mixture. *Surface & Coatings Technology* 2005; 195, 182-188.
- [12] Campos-Silva I, Ortiz Dominguez M, López Peerusquia N, Meneses Amador A, Escobar-Galindo R, Martinez Tirinidad J. Characterization of AISI 4140 borided steels. *Applied Surface Science* 2010; 256, 2372-2379.
- [13] Yılmaz S.O, Teker T, Karataş S. Wear behavior of iron boride coating on AISI 4140, *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces* 2016; 52, 119-127.