



50Fe-50Co alaşımının borlanması ve karakterizasyonu Boronizing of 50Fe-50Co alloy and its characterization

Mehmet TARAKÇI^{1*}, Yücel GENÇER²

^{1,2}Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Gebze Teknik Üniversitesi, Kocaeli, Türkiye.
mtarakci@gtu.edu.tr, gencer@gtu.edu.tr

Geliş Tarihi/Received: 26.10.2016, Kabul Tarihi/Accepted: 13.07.2017

doi: 10.5505/pajes.2017.82542

* Yazışılan yazar/Corresponding author

Özel Sayı Makalesi/Special Issue Article

Öz

Bu çalışmada, vakum/argon altında hazırlanan atomik olarak eşit miktarda Fe ve Co içeren 50Fe-50Co ikili alaşımı kutu borlama yöntemi ile 800 °C, 900 °C ve 1000 °C'de 6 sa. süre ile kaplanmıştır. Oluşturulan kaplamanın mikroyapısı, faz bileşimi, sertliği, kaplamanın kimyasal bileşimi, X-ray kırınımı, optik mikroskop, taramalı elektron mikroskobu, mikrosertlik cihazlarıyla karakterize edilmiştir. Her üç sıcaklıkta da kaplama tabakasının altlık malzemeye çok mükemmel yapıştığı ve testere dişi morfolojisine sahip borür tabakanın oluştuğu tespit edilmiştir. Kaplama Fe₂B ve Co₂B fazlarından oluşmuştur. Kobalt elementinin kaplama içerisinde homojen şekilde dağılımı olduğu tespit edilmiştir. Kaplama kalınlığı sıcaklığa bağlı olarak artmıştır. Yoğun borür tabakanın sertliği kaplama kalınlığı boyunca değişmemiştir.

Anahtar kelimeler: 50Fe-50Co alaşımı, Kutu borlama, Demir borür, Kobalt borür, Takım çelikleri

Abstract

In this study, equiatomic Fe and Co binary alloy was prepared under argon/vacuum atmosphere. 50Fe-50Co alloy was coated with pack boronizing method for the duration of 6 h at 800 °C, 900 °C and 1000 °C. XRD, OM, SEM, SEM-EDS, Vickers hardness measurement devices were applied to characterize, hardness, microstructure, chemical and phase constituents of the synthesized boride layer on Fe-Co alloy. Perfect adhesion of coating to substrate and formation of saw tooth shaped boride layer on the substrate were observed. The coating was composed of Fe₂B and Co₂B phases. The existence and homogenous distribution of Co in the coating was determined. The coating thickness increased with boriding process temperature. The coating hardness did not vary significantly throughout the thickness of the main boride layer.

Keywords: 50Fe-50Co alloy, Pack boriding, Iron boride, Cobalt boride, Tool steels

1 Giriş

Araştırma ve geliştirme amacıyla üzerinde çalışılan malzeme konuları içerisinde en önemlilerinden biri de, malzemelerin yüzey özelliklerinin geliştirilmesidir. Zira malzemelerin kullanımı esnasında etkileşim daha çok yüzeylerinde olur. Bunun için yüzey kaplama teknikleri ile sürtünme ve aşınmaya karşı dayanımı ile korozyon ve oksidasyona karşı direnci de geliştirilmektedir [1],[2]. Birçok endüstriyel uygulamada malzemelerin kullanım ömürleri, malzemenin tamamının değil de, sadece çalışan yüzeylerin amaca uygun özellikleri esas alınarak belirlenmektedir. Borlama, demir esaslı ve demir dışı metal ve alaşımlara uygulanan yüksek sıcaklık gerektiren kimyasal bir yüzey geliştirme sürecidir [2]-[6]. Bu işlemin diğer yüzey kaplama ve iyileştirme yöntemlerine göre önemli bir üstünlüğü işlem sonucunda sertliği yüksek bor içeren bileşiklerin iş parçası yüzeyinde (5000 HV'e kadar) oluşmasıdır [2],[7],[8]. Yüzeyde sentezlenen bu bor elementi içeren bileşiklerin kimyasal açıdan kararlı olmaları, altlık malzemenin yüksek sıcaklığa ve sıvı metal aşınmasına karşı dayanıklı olmasını sağlamaktadır [3],[9]. Yüksek sıcaklıkta gerçekleşen borlama prosesi sırasında, bor kaynağından serbest hale geçen bor atomları yayılımı ile altlık malzemenin yüzeyine daha sonra altlık malzemenin kristal kafesi içerisine ara yer atomu olarak yerleşip tek fazlı ya da çok fazlı borür bileşikleri oluşabilmektedir. Bu bileşiklerin altlık malzeme yüzeyinde oluşturduğu tabakanın fiziksel ve mikroyapı özellikleri birçok etkene bağlı olup, altlık metal/alaşım türü ve kimyasal bileşimi en önemli etkenlerdendir [7],[8]. Literatürde, hem saf demirin [7],[8] hem de saf kobaltın [10] borlanması üzerine çalışmalar vardır. Saf demir ve saf kobaltın borlanması yanında diğer bazı saf metallerin de borlanması üzerine çalışmalar yapılmıştır [11]-[14]. Saf demir içerisine farklı oranlarda alaşım

elementleri ilave edilerek bu alaşım elementlerinin borlama sonucu oluşan kaplama özelliklerine etkisinin belirlenmesi amacıyla son zamanlara sistematik birkaç çalışma yapılmıştır [7],[8],[16]-[19].

Çeliklerde alaşım elementi olarak %15'e kadar Co ilave edildiği bilinmekte olup, bazı özel amaçlı mühendislik malzemelerinde ise yüksek oranda (%54'e kadar) Co içeren Fe-Co alaşımları bulunmaktadır [20]. Takım çeliklerinde de Co önemli bir alaşım elementi olup, içerisinde kobalt bulunan takım çeliklerinin yüzeylerinin borlama metodu ile iyileştirmesi uygulamalarına yönelik de kısıtlı sayıda çalışmaya rastlanmıştır [21]. Ancak yüksek oranda kobalt ve demir içeren bu alaşımların borlanması üzerine bir çalışmaya rastlanmamıştır. Dolayısıyla bu çalışmada atomik olarak eşit miktarda Fe ve Co içeren bir 50Fe-50Co alaşımı hazırlanıp borlanarak karakterize edilmiştir.

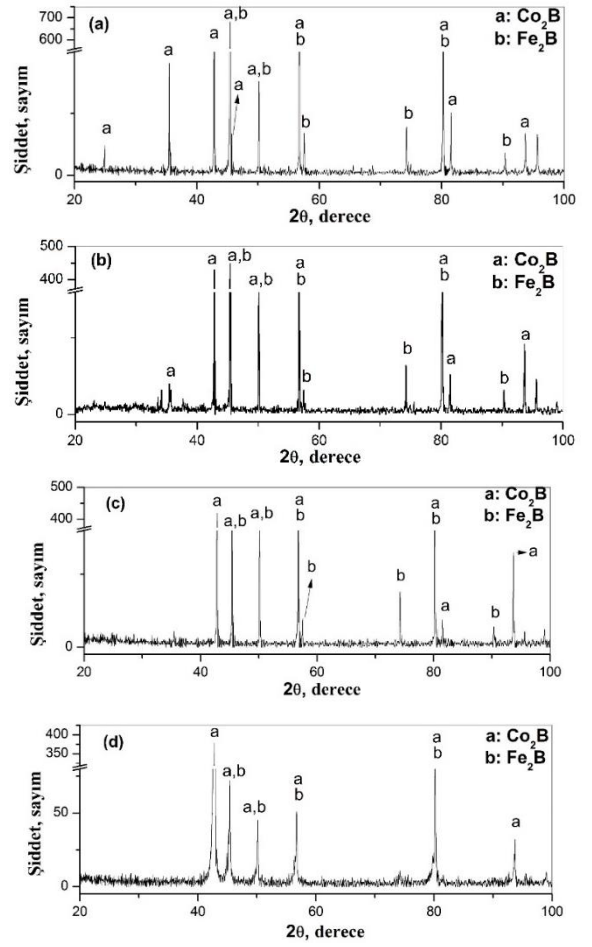
2 Deneysel çalışma

Atomik olarak eşit miktarda Fe ve Co içeren Fe-Co ikili alaşımı hazırlamak üzere %99.97 saflıktaki Fe ve %99.5 saflıktaki Co metal parçaları kullanılmıştır. Vakum altında/argon ortamında ark ergitme fırınında ergitilerek, boyu 50 mm, eni 10 mm ve kalınlığı 10 mm olan 50Fe-50Co külçe alaşım üretilmiştir. Bir kenarı 10 mm ve kalınlığı 5 mm olan kare kesitli borlama numuneleri bu külçenin dilimlenmesi ile elde edilmiştir. Bu dilimlenmiş numunelerin kare kesitli yüzeyleri 80 grit SiC zımparadan başlanarak kademeli olarak 1200 grit SiC zımparaya kadar aşındırılmıştır. Daha sonra, zımparalanmış numuneler elmas pasta (3 µm) kullanılarak parlatılmıştır. 50Fe-50Co alaşımı, Ekabor II tozu (Bortec) içeren yüksek saflıktaki alümina pota içerisine gömülmüştür. Potanın kapağı kapatılmadan önce potaya bir miktar oksit giderici toz eklenip,

kapak sıkıca kapatılmıştır. İçerisine borlanacak numunelerin gömülü olduğu pota elektrik dirençli kutu fırına yerleştirilerek, 800 ± 5 °C'ye ısıtılıp 6 sa. süreyle borlama işlemine tabi tutulmuştur. Benzer şekilde 50Fe-50Co alaşımından elde edilen diğer numuneler 900 °C ve 1000 °C'de de 6 sa. süresince borlanmıştır. Borlama işlemine tabi tutulmuş 50Fe-50Co ikili alaşım numunelerinin yüzeylerinde oluşan borür tabaka faz bileşimini tespit etmek üzere XRD cihazı (Bruker D8) kullanılmıştır. Bakır anot kullanılarak, (40 kV, 40 mA) $2\theta=20^\circ-100^\circ$ arasında faz analizi yapılmıştır. İlave olarak 1000 °C'de borlanan numunenin yüzeyinde oluşan fazların tespiti için bu numunenin yüzeyindeki borür tabakanın yarısı zımpara ile aşındırılarak yukarıda belirtilen aynı şartlarda yüzeyden XRD analizi yapılmıştır. XRD analizi sonrasında kaplamaların kesit görüntüsünü ortaya çıkarmak amacıyla numuneler, kare yüzeyin ortasından hassas kesici ile ikiye bölünüp kaplama kesiti ortaya çıkacak şekilde reçine kalıba alınmıştır. Reçineye alınmış bu numuneler, yukarıda belirtilen borlama öncesi altlıkların hazırlandığı aynı metalografik işlem sırası ile hazırlanmıştır. Numunelerin kesitten incelemesi Nikon marka optik mikroskop (OM) altında yapılmıştır. Kaplamaların mikrosertlik değerleri Nikon optik mikroskoba bağlı Mitutoyo mikrosertlik cihazı ile 25 g yük 10 s uygulanarak ölçülmüştür. Mikrosertlik değerlerini tespit etmek üzere en az 5 Vikers izi oluşturulmuştur. Elde edilen değerlerin ortalaması hesaplanarak mikrosertlik değeri bulunmuştur. 50Fe-50Co borlanmış numuneler altın ile kaplandıktan sonra numunelerin mikroyapısı kesitten SEM ile incelenmiş ve kaplama kalınlıkları en az on farklı bölgeden alınıp ortalaması alınarak standart sapması ile birlikte tespit edilmiştir. Borür tabaka kimyasal bileşimi SEM'e bağlı elektron dağılım spektrometre (EDS) ile tespit edilmiştir.

3 Deneysel bulgular ve tartışma

Şekil 1, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C'de 6 saat süreyle borlanan 50Fe-50Co alaşımlarının yüzeylerinden elde edilen XRD spektrumlarını göstermektedir. Her üç sıcaklıkta işleme tabi tutulan numunelerden elde edilen bu XRD spektrumlarında Fe_2B ve Co_2B fazlarına ait pikler görülmektedir. Rastgele yönelmiş Fe_2B ve Co_2B fazlarına ait piklerin çoğu çakışmasına rağmen Co_2B fazına ait ayırt edici pikler (93.6) vardır. Borür tabaka içerisinde oluşması muhtemel diğer fazların tespiti için 1000 °C'de borlanmış numunenin borür tabakasının yarısı aşındırılarak yapılan XRD analizinde ise kaplamanın iç bölgesinin de aynı faz yapısına sahip olduğu anlaşılmıştır (Şekil 1d). Ancak, Fe_2B fazına ait bazı pik şiddetlerinin azaldığı ya da kaybolduğu görülmektedir. Bu da Fe_2B fazının borür tabakanın iç bölgesinde kısmen yönlendiği şekilde yorumlanmıştır. Literatür incelendiğinde Fe içeren malzemelerin borlanmasında elde edilen borür tabaka sıklıkla FeB ve Fe_2B fazlarından oluşur [1],[2],[7],[8]. Ancak, saf demirin ve demir esaslı malzemelerin borlanması ile genellikle oluşan FeB fazının 50Fe-50Co yüzeyinde oluşmaması, Co_2B fazının boron difüzyonunu engellemediği şeklinde yorumlanmıştır. Üç farklı sıcaklıkta borlanan 50Fe-50Co alaşımının kesitinin OM ile incelenmesi ile elde edilen mikroyapı görüntüleri Şekil 2'de verilmiştir. 50Fe-50Co alaşımı üzerine yapılan kaplamada borür tabakasının dış yüzeyinin az da olsa gözenekli ve dalgalı bir yapıda olduğu, borür tabakanın ise altlık matrise doğru büyümüş borür kristallerinden oluşan taraklı bir yapıda olduğu görülmektedir.

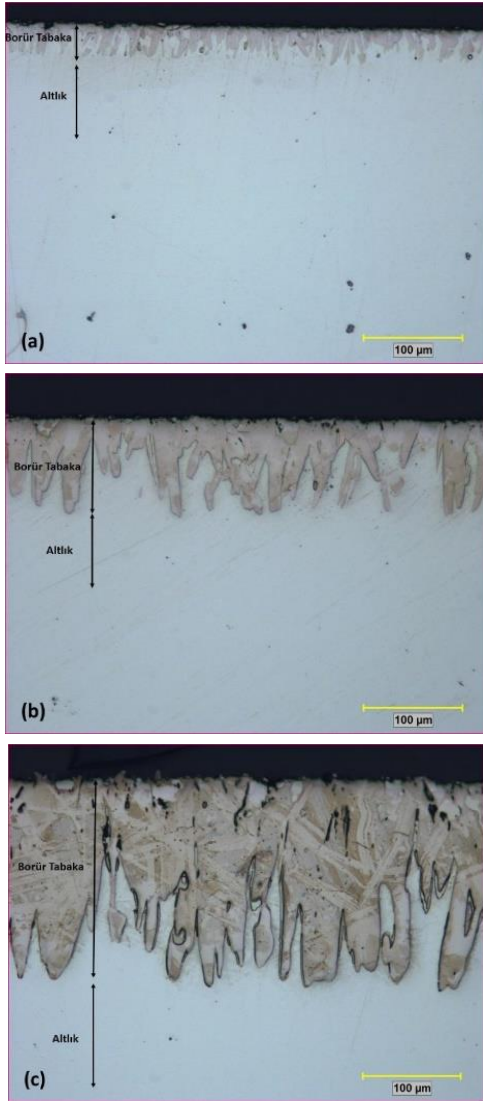


Şekil 1: Farklı sıcaklıklarda 6 saat süre ile borlanmış 50Fe-50Co alaşımı yüzeyinden alınan XRD spektrumu; (a): 800 °C, (b): 900 °C, (c): 1000 °C ve (d): 1000 °C (aşındırılmış).

Literatürde bu taraksı yapı demir esaslı malzemelerin borlanmasında karşılaşılan tipik bir yapı olup, genelde alaşım elementinin miktarına ve cinsine bağlı olarak bu taraksı yapı düzleşmektedir. Örneğin, V, Ti, Mo gibi bazı elementlerin demirdeki miktarına bağlı olarak Fe-M (M=V, Ti, Mo) üzerinde oluşan borür tabakanın düzleştiği raporlanmıştır [7],[8],[18]. Ancak, Fe-Mn üzerine yapılan bir çalışmada ise taraksı morfolojinin değişmediği belirtilmiştir [19]. Benzer şekilde 50Fe-50Co alaşımın borlandığı bu çalışmada da taraksı yapının Fe içerisindeki yüksek Co miktarına rağmen değişmediği görülmektedir. Dolayısıyla, borür tabaka morfolojisi açısından demirdeki alaşım elementi olarak kobaltın, mangana benzer bir etkiye sahip olduğu görülmektedir. Fakat, daha yüksek miktarda Mn içeren Fe-Mn alaşımının borlanması sonucu yüzeyde oluşan borür tabakanın taraksı yapının kısmen kaybolduğu raporlanmıştır [22]. OM görüntüsünden ayrıca artan borlama sıcaklığıyla, 50Fe-50Co yüzeyinde oluşan borür tabaka kalınlığının arttığı ve hem de borür tabakasındaki tarak dişleri kabalaştığı görülmektedir (Şekil 2).

50Fe-50Co alaşımının 1000 °C borlanması sonrasında elde edilen kaplamanın kesitten alınan tipik bir SEM görüntüsü ile birlikte SEM-EDS analiz sonuçları Şekil 3'te verilmiştir. Borür tabakanın yüzeye yakın bölgesinden (Şekil 3b) ve metal altlığa yakın taraksı yapının dişleri üzerinden alınan (Şekil 3c) SEM-EDS spektrumları incelendiğinde her iki bölgenin

kimyasal bileşimin Fe, Co ve B elementlerinden oluştuğu anlaşılmaktadır. Ayrıca yüzeye kaplanan altından dolayı bu spektrumda bu elemente ait pik görülmektedir. SEM-EDS spektrumlarında Fe ve Co elementlerine ait pik şiddetleri yüksek olup benzerdir. B elementine ait pik şiddetin düşük olması bu elementin atom numarasına hamledilmiştir. 1. ve 2. bölgeden alınan analiz sonuçlarının benzer olması borür tabakasının kimyasal bileşiminin dıştan içe doğru değişmediğini göstermektedir. Bu SEM-EDS sonuçları, aynı numunenin aşındırılarak elde edilen XRD analizi sonucu ile beraber değerlendirildiğinde 50Fe-50Co üzerinde oluşan borür tabakanın kimyasal ve faz bileşiminin kaplama

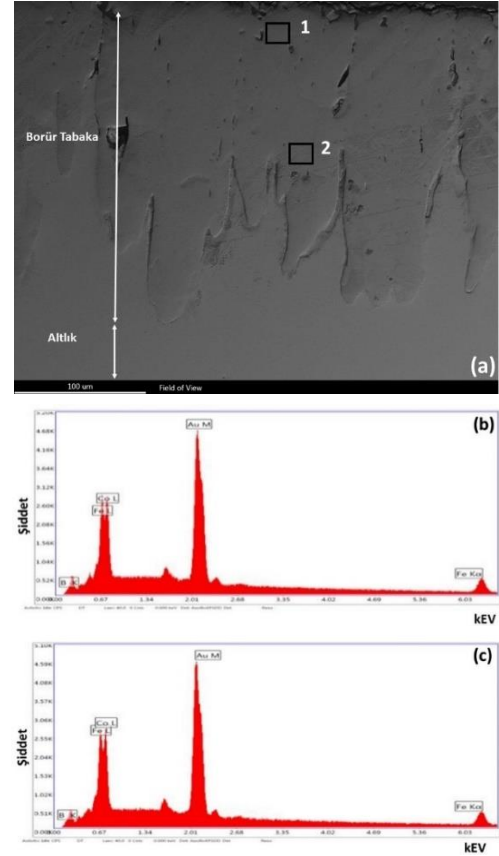


Şekil 2: Farklı sıcaklıklarda borlanan 50Fe-50Co alaşımının kesitten alınan OM görüntüleri; (a): 800 °C, (b): 900 °C ve (c): 1000 °C.

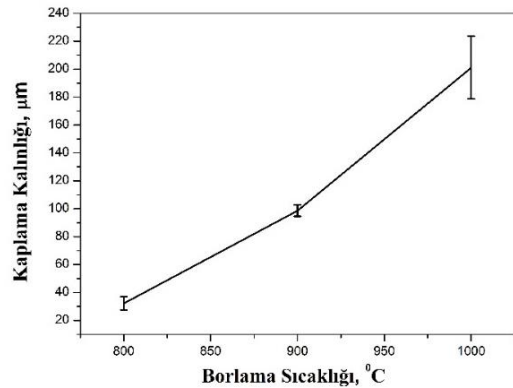
yüzeyinden altığa kadar aynı olduğunu göstermektedir.

50Fe-50Co ikili alaşımların borlanması ile yüzeyde oluşan yoğun borür tabaka kalınlığının sıcaklığa bağlı olarak değişimi Şekil 4'te verilmiştir. Kaplama kalınlığı ölçümünde kaplama yüzeyi ile borür kristal uçları arasındaki ortalama mesafeler esas alınmıştır. Dolayısıyla kaplama kalınlıklarında bir miktar saçılma olup bu saçılma sıcaklığın artmasıyla göreceli olarak

artmıştır. Farklı sıcaklıklarda yapılan borlama ile elde edilen kaplama kalınlıkları sıcaklıkla artmış olup, 30 µm (800 °C) ile 200 µm (1000 °C) arasında değişmektedir. Kaplama kalınlığındaki bu artış, sıcaklığın artması ile bor elementinin borür tabaka ve 50Fe-50Co altlık içerisindeki difüzyon hızının artmasından kaynaklanmıştır.

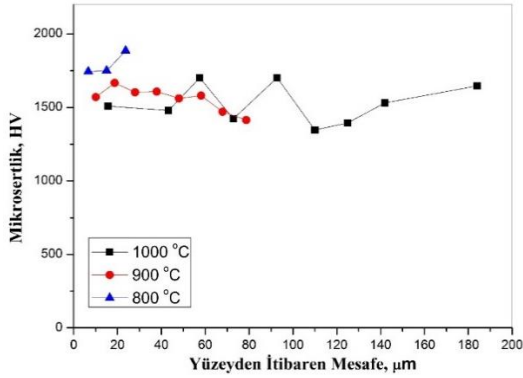


Şekil 3: Fe-Co alaşımın 1000 °C' de borlanan numunenin kesitten alınan SEM fotoğrafı ve belirli bölgelerin EDS spektrumu; (a): SEM fotoğrafı, (b): '1' ile işaretli bölgenin, (c): '2' ile işaretli bölgenin SEM-EDS spektrumu.



Şekil 4: 50Fe-50Co üzerine yapılan borlama işlemi ile yüzeyde oluşan kaplama kalınlığının sıcaklığa bağlı olarak değişimi.

50Fe-50Co ikili alaşım numunelerinin yüzeyine farklı sıcaklıklarda (800 °C, 900 °C, 1000 °C) oluşturulan yoğun borür tabakanın, mesafeye bağlı olarak dış yüzeyden altığa doğru mikrosertlik değerlerinin değişimi Şekil 5' de verilmiştir.



Şekil 5: Farklı sıcaklıklarda 50Fe-50Co alaşımın borlanması sonucu yüzeyde oluşan kaplama sertliğinin mesafeye bağlı olarak değişimi.

Borlama öncesi 50Fe-50Co altlığa ait sertlik değerleri yaklaşık 150 HV olup, borlama ile oluşan kaplamaların sertlik değeri yaklaşık 1500 HV ile 1800 HV arasında değişmektedir. Kaplama sertliklerinin sıcaklıkla değişimi dikkate değer olmayıp tüm sıcaklıklar için ortalama sertlik değeri 1700 HV civarında olup, Fe₂B sertlik değerine göre göreceli olarak düşüktür. Ayrıca kaplama kalınlığı boyunca belirli bir saçılma olsa da mesafeye bağlı olarak sertlik değişimi olmadığı anlaşılmaktadır. Bu da borür tabakanın kalınlığı boyunca homojen bileşimde olduğu ve SEM-EDS ile XRD sonuçları ile uyumlu olduğunu göstermektedir. Ayrıca, literatürde rapor edilen Fe₂B (1800-2000 HV) ve Co₂B (1500-1600 HV) sertlik değerleri göz önünde bulundurulduğunda tespit edilen bu sertlik değeri literatürde rapor edilen değerler ile paraleldir [2].

4 Sonuçlar

1. Fe-Co altlığa mükemmel yapışan borür tabaka Fe₂B ve Co₂B fazlarından oluşmuştur,
2. Borür tabaka kalınlığı sıcaklığa bağlı olarak artmıştır, ancak testere dişli morfolojisi değişmemiştir,
3. Her üç sıcaklıkta oluşan yoğun borür tabakanın sertliği, borür tabaka kalınlığı boyunca hemen hemen sabit kalmıştır.

5 Teşekkür

Bu çalışma GTÜ BAP kapsamında desteklenen projeden üretilmiştir. Bu makalenin hazırlanmasındaki katkılarından dolayı Z. Çağatay Öter, Sezgin Cengiz ve Yunus Azaklı'ya teşekkür ederiz.

6 Kaynaklar

- [1] Kartal G, Kahvecioglu O, Timur S. "Investigating the morphology and corrosion behavior of electrochemically borided steel". *Surface & Coatings Technology*, 200(11), 3590-3593, 2006.
- [2] Sinha AK. "Boriding(Boronizing)". *ASM Handbook*, 417, 1991.
- [3] Kholin AS. "Phase composition and crack resistance of alloy boride layers on steel". *Metal Science and Heat Treatment*, 41(3-4), 159-161, 1999.

- [4] Atik E, Yunker U, Meric C. "The effects of conventional heat treatment and boronizing on abrasive wear and corrosion of SAE 1010, SAE 1040, D2 and 304 Steels". *Tribology International*, 36(3), 155-161, 2003.
- [5] Gunes I, Ulker S, Taktak S. "Plasmapaste boronizing of AISI 8620, 52100 and 440C Steels". *Materials & Design*, 32(4), 2380-2386, 2011.
- [6] Mu D, Yang C, Shen B, Jiang H. "Oxidation resistance of borided pure cobalt". *Journal of Alloys and Compounds*, 479(1-2), 629-633, 2009.
- [7] Azaklı Y, Cengiz S, Tarakci M, Gencer Y. "Characterisation of boride layer formed on Fe-Mo binary alloys". *Surface Engineering*, 32(8), 589-595, 2016.
- [8] Gunduz KO, Gencer Y, Tarakci M, Calik A. "The effect of vanadium on the boronizing properties of pure iron". *Surface & Coatings Technology*, 221, 104-110, 2013.
- [9] Persson A, Hogmark S, Bergstrom J. "Thermal fatigue cracking of surface engineered hot work tool steels". *Surface & Coatings Technology*, 191(2-3), 216-227, 2005.
- [10] Calik A, Karakas S, Ucar N, Unuvar F. "Boriding kinetics of pure cobalt". *Kovove Materialy-Metallic Materials*, 52(2), 1-7, 2014.
- [11] Özbek İ, Akbulut H, Zeytin S, " The characterization of borided 99.5% purity nickel". *Surface & Coatings Technology*, 126, 166-170. 2000
- [12] Keddamm M, Taktak S, Tasgetiren S. " A diffusion model for the titanium borides on pure titanium". *Surface Engineering*, 32 (8), 802-808, 2016.
- [13] Akca B. Saf Molibdenin Borlama Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Isparta, Türkiye, 2015.
- [14] Tarakçı M, Gençer Y, Çalık A. "The pack-boronizing of pure vanadium under a controlled atmosphere". *Applied Surface Science*, 256, 7612-7618, 2010.
- [15] Cengiz S, Gençer Y, Tarakçı M, Azaklı Y. "Fe-Cu ikili alaşımlarının kutu borlama davranışına bakırın etkisi". *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 30 (3), 339-349, 2015.
- [16] Tarakçı M, Gençer Y, Azaklı Y, Şahintürk U. "Fe-8Si ikili alaşımının borlama ile yüzey modifikasyonu ve karakterizasyonu". *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 28 (3), 645-655, 2013.
- [17] Dybkov Vasil I. " Effect of microstructure on the wear resistance of borided Fe-Cr alloys". *International Journal of Materials Research*, 104, 617-629, 2013.
- [18] Gencer Y, Tarakci M, Calik A. "Effect of titanium on the boronizing behaviour of pure iron". *Surface & Coatings Technology*, 203(1-2), 9-14, 2008.
- [19] Gencer Y. "Influence of manganese on pack boriding behaviour of pure iron". *Surface Engineering*, 27(8), 634-638, 2011.
- [20] Yamaguchi M. "Slip Systems in an Fe-54 At.-percent Co alloy". *Scripta Metallurgica*, 16(5), 607-609, 1982.
- [21] Ozbek I, Bindal C. "Kinetics of borided AISI M2 high speed Steel". *Vacuum*, 86(4), 391-397, 2011.
- [22] Çalık A, Gencer Y, Tarakçı M, Gunduz KO, Guleç AE. "Boriding of equiatomic Fe-Mn binary alloy". *Acta Physica Polonica A*, 123, 449-452, 2013.