

Engineering Sciences ISSN: 1308 7231 (NWSAENS) ID: 2017.12.2.1A0379 Accepted: April 2017

Status : Original Study Received: December 2016

# Mehmet Karakan

# Abdulmuttalip Yenilmez

Atatürk University, Erzurum-Turkey mkarakan@atauni.edu.tr; avenilmz2@gmail.com,

İlhan Celik

Gümüshane Üniversitesi, ilhancelik@gumushane.edu.tr, Gümüshane-Turkey http://dx.doi.org/10.12739/NWSA.2017.12.2.1A0379

# PLAZMA OKSİDASYON İŞLEMİNİN AISI 316 PASLANMAZ ÇELİĞİNİN KOROZYON DAVRANIŞINA ETKİSİ

ÖZ

Bu çalışmada, AISI 316 paslanmaz çelik numunelerin yüzeylerine iki farklı plazma oksidasyon işlemi uygulanmıştır. Plazma oksidasyon işlemlerinden biri sadece oksijen ortamında yapılırken (PO1) diğeri ise eşit oranda hidrojen ve oksijen gazlarının karışımından oluşan (PO2) plazma ortamında gerçekleştirilmiştir. Numunelerin korozyon davranışını tespit edebilmek için korozyon deneyleri yapılmıştır. Ayrıca işlemsiz ve yüzey işlemi uygulanmış numunelerin yapısal analizleri için SEM ve XRD cihazları kullanılmıştır. Yapılan plazma oksidasyon işlemlerinin ardından malzeme yüzeyinde ağırlıklı olarak manyetit fazının oluştuğu tespit edilmiştir. Ayrıca PO1 ve PO2 işlemlerinden sonra elde edilen yüzeylerin göstermiş oldukları korozyon davranışının, işlemsiz numunelerinkine yakın karakterde olduğu görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: AISI 316 Paslanmaz Çeliği, Plazma Oksidasyon, Korozyon, SEM, XRD

# INFLUENCE OF PLASMA OXIDATION ON CORROSION BEHAVIOR OF AISI 316 STAINLESS STEEL

#### ABSTRACT

In this study, two different plasma oxidation treatments were applied on the surface of AISI 316 stainless steel specimens. One of the plasma oxidation treatments was applied in 100 % oxygen atmosphere (PO1) and the other was carried out in the equally composed of a mixture of hydrogen and oxygen (PO2) atmosphere. Corrosion tests were performed in order to determine the corrosion behavior of the sample. SEM and XRD devices were used for structural analysis of untreated and the plasma oxidized samples. It was determined to be mainly composed of magnetite phase on the surfaces of specimens after the plasma oxidation treatments. Also it was found that the corrosion behaviors of PO1 and PO2 applied surfaces were similar character with the untreated specimens.

Keywords: AISI 316 stainless steel, Plasma oxidation, Corrosion, SEM, XRD

Karakan, M., Yenilmez, A. ve Çelik, İ., Engineering Sciences (NWSAENS), 1A0379, 2017; 12(2): 117-122.



# 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Yüzey işlemleri, bir iş parçasının tümünde olmayan bir veya birkaç özelliği o iş parçasının yüzeyinde oluşturmak için yapılan işlemlerin tümüdür. Hem geleneksel hem de günümüzde uygulanan modern işlemlerin amacı aynıdır. Amaç, korozyon direncini artırmak [1 ve 3], yorulma ve aşınma dayanımı gibi tribolojik ve mekanik özelliklerini iyileştirmektir [4 ve 7]. Yüzey işlemlerini kaplama ve yüzey üzerinde yapılan dönüştürme işlemleri olarak genelde ikiye ayırmak mümkündür. Kaplama, metal yüzeyine bir element veya bileşiğini biriktirerek bir tabaka oluşturma işlemlerini kapsar. Yüzey dönüştürme işlemlerinde ise, yüzey içyapısı ve/veya bileşiminin değişimini içerir. Sıcaklık destekli yüzey işlemleri, alev, indüksiyon ve lazer gibi herhangi bir ısıtma kaynağından yapılan ısıl islemler neticesinde gercekleştirilen işlemlerdir. Bu işlemler, dışarıdan bir bileşik yapıcı element atomları ile taban malzeme atomları arasında kimyasal bir tepkime oluşturmaya yönelik olursa, bu işlem sıcaklık destekli kimyasal işlem adını alır. Kimyasal tepkimeler oluşturulurken, atom yarıçapı 1 A°'den düşük olan hidrojen (H), bor (B), karbon (C), azot (N) ve oksijen (O) gibi element atomları, bu atomlarla kimyasal bileşik oluşturmaya meyilli (afinitesi yüksek) metal element atomları ile sıcaklık altında tepkimeye sokulur ve taban malzeme yüzeyinde metal-bileşik tabakaları (örneğin demir ile azot arasında demir nitrür; titanyum ile karbon arasında titanyum karbür; alüminyum ile oksijen arasında alüminyum oksit vb.) oluşturulur. Bu çalışmada, AISI 316 paslanmaz çelik numunelerin yüzeylerine iki farklı plazma ortamında oksidasyon işlemi yapılmıştır. Bu plazma ortamlarından biri %100 oksijen ortamı (PO1) iken, diğeri ise eşit oranda  $H_2$  ve  $O_2$  gazlarından (PO2) oluşan plazma ortamıdır. Deneyler sonucunda işlemsiz ve oksidasyon işlemi uygulanmış numunelerin yapısal ve korozif özellikleri incelenmiştir.

# 2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL STUDIES)

Bu çalışmada, kimyasal bileşimi %0.08 C, %2.00 Mn, %0.75 Si, %0.045 P, %0.03 S, %16-18 Cr, %10-14 Ni, %2-3 Mo ve %0.10 N olan AISI 316 ostenitik çelik numuneler kullanılmıştır. Deneyler için 15mm çapında ve 10mm kalınlığında olan numuneler hazırlanmıştır. Bu numuneler sırasıyla 400-800-1200'lük zımparalar ile zımparalandıktan sonra 1µm boyutuna sahip alümina tozu ile ince parlatma işlemine tabi tutulmuştur. Plazma oksidasyon işlemi için hazır hale gelen numuneler, laboratuvar koşullarında kullanılan plazma ünitesine 4'er adet olarak yerleştirilmiştir. Plazma oksidasyon deney şartları Tablo 1'de verilmistir.

Deney	Gaz Oranları	Basınç	Sıcaklık	Süre
Şartları	(응)	(mbar)	(°C)	(Dakika)
PO1	8100 O <sub>2</sub>	2	450	45
PO2	%50 O <sub>2</sub> - %50 H <sub>2</sub>	2	450	45

Table 1. Plazma oksidasyon deney şartları

### 3. BULGULAR (FINDINGS)

Şekil 1'de işlem yapılmamış ve plazma oksitlenmiş numunelerin XRD grafikleri verilmiştir. İşlemsiz numuneye uygulanan farklı gaz karışım ortamlarındaki oksidasyon işlemleri sonucu malzeme yüzeyinde ağırlıklı olarak manyetit fazı oluştuğu görülmektedir. %100 oksijenli gaz atmosferindeki oksitlemede demiroksit fazların yoğunluğunda azalma, %50 oksijen - %50 hidrojenli gaz karışım atmosferindeki oksitlemede ise demiroksit fazlarının yoğunluğunun arttığı tespit edilmiştir. Karakan, M., Yenilmez, A. ve Çelik, İ., C Engineering Sciences (NWSAENS), 1A0379, 2017; 12(2): 117-122.



Şekil 1. İşlemsiz ve farklı gaz atmosferlerinde plazma oksidasyon uygulanmış numunelere ait XRD grafikleri

(Figure 1. X-ray diffraction patterns of the untreated and plasma oxidized specimens under different conditions)

Şekil 2'de işlem uygulanmamış ve plazma oksidasyon yapılmış numunelere ait SEM görüntüleri mevcuttur. Kesit görüntülerinden de görüleceği gibi oksidasyon işlemi ile yüzeyde kromoksit tabakası üzerinde açık renkte ince kesintisiz koruyucu manyetit ve hematitten oluşan bir demiroksit tabakası oluşmuştur. %50 Oksijen - %50 Hidrojen içeren gaz karışımı atmosferinde yapılan oksidasyonda, hidrojenin saçındırma etkisinden dolayı daha ince bir oksit tabakası saptanmıştır. İşlemsiz numune üzerine yapılan oksidasyon ile oluşan yeni oksit tabakası nedeniyle yüzey pürüzlülüğü kısmen arttığı söylenebilir.





İşlemsiz ve farklı ortamlarda plazma oksidasyon işlemi uygulanmış numunelerin elektrokimyasal özellikleri, %3.5'lik NaCl çözeltisi kullanılarak incelenmiştir. Numunelerin elektriksel iletkenliklerindeki akım ve gerilim değişimleri, Gamry G750/DC105 Karakan, M., Yenilmez, A. ve Çelik, İ., Engineering Sciences (NWSAENS), 1A0379, 2017; 12(2): 117-122.



cihazı (Potansiyostat/Galvonostat/ZRA) marka potansiyometre ile yapılan potansiyodinamik testler yardımıyla belirlenmiş ve tafel eğrileri elde edilmiştir. Paslanmaz çeliklerin mükemmel korozyon dayanımları, yapısında fazla miktarda bulunan Cr elementinin  $O_2$  ile birleşerek yüzeyde oluşturduğu kromoksit film tabakasından kaynaklanmaktadır. Nitrokarbürleme ile 500°C ve üzerinde CrO'ler ayrışarak Cr elementine affinitesi yüksek olan N ve C ile birleşerek, kromnitrürler (Cr-N) ve kromkarbürler (Cr-C) (genellikle Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>) meydana gelmektedir. Bu nedenle yüzeyde bulunan Cr oranındaki azalma ile birlikte pasivizasyon tabakasının kırılması neticesinde bozulan bu bölge anot haline gelmiş olacağından, çok geniş katot bölgesinin etkisi ile korozyon olayı meydana gelmektedir. Ayrıca tane sınırlarında karbür cökelmesi sonucu oluşacak duyarlaşma olayı nedeniyle AISI 316 ostenitik paslanmaz çelik malzemenin korozyon direncinde azalma olusacağı beklenmektedir.

Çelikler için nitrokarbürlü tabakanın korozyon direnci üzerinde etkisi olan parametreler kalınlık, gözeneklilik, bilesim, mikroyapıdır. Bunlardan kalınlık ve porozite korozyon direnci için en önemli parametrelerdir [8]. Nitrokarbürleme ile yüzey yapısında oluşan  $\epsilon$  ve  $\gamma$  fazlarından dolayı gözenekliliğin ortaya çıkması ile korozyon direnci azalmaktadır. Şekil 3'de işlemsiz numune ile işlemsiz numune üzerine %100 oksijenli gaz atmosferinde (PO1) ve %50 oksijen - %50 hidrojenli gaz karışım atmosferinde (PO2) oksidasyon yapılmış numunelere ait polarizasyon grafikleri mevcuttur. Şekilden görüldüğü gibi her iki oksitlemede de numunelerin korozyon potansiyelinde ve korozyon akım yoğunluğunda düşme meydana geldi. İşlemsiz AISI 316 numuneye nazaran, her iki oksitlemede de malzemenin korozyon direncinde azalma tespit edildi. Bunun nedeninin plazma oksitleme ile yüzeydeki kromoksit tabakasının bozularak, kromoksitlerin yanı sıra demiroksitlerinde bulunduğu yeni oksit tabakanın meydana gelmesi olarak tespit edildi. Buna göre kromoksitleren oluşmuş pasivizasyon tabakasının korozyon direnci, demir oksit tabakalarının korozyon direncinden daha üstün olduğu görüldü. Ancak şekilden görüleceği üzere PO2 şeklinde oksitlenmiş numunenin korozyon direnci, PO1 şeklinde oksitlenmiş numunenin korozyon direncinden daha iyi değerdedir. Bunun nedeni PO2'de oksijen miktarı düşük olması nedeniyle manyetit fazın daha baskın çıkması olduğu düşünülmektedir. PO2 işleminde  $H_2'$ nin saçındırma etkisi ile bileşenlerin ayrışması ve plazma ortamına katılması sonucu oksit tabakası incelmektedir.



Karakan, M., Yenilmez, A. ve Çelik, İ., Engineering Sciences (NWSAENS), 1A0379, 2017; 12(2): 117-122.



Tablo 2'de numunelere ait korozyon deneylerinden elde edilen akım, gerilim ve korozyon hızları verilmiştir. Numunelerin korozyon hızları, Icor akımı ile doğru orantılıdır. Korozyon akım değerinin düşük olması yani eğrilerin sola doğru kaymış olması, malzemenin korozyon dayanımının arttığını göstermektedir.

(Table 2. Results of corrosion tests)					
Numune	Icorr (µA)	Ecorr (mV)			
İşlemsiz	0.039	-112			
İşlemsiz + PO1	0.069	-239.2			
İşlemsiz + PO2	0.042	-212.6			

Tablo 2. Korozyon deneyi sonuçları

### 5. SONUÇLAR (RESULTS)

Plazma oksidasyon işlemlerinde, PO1 durumunda demiroksit fazlarında azalma gözlemlenirken, PO2 durumunda ise artma meydana gelmiştir. Yapılan oksidasyon işlemleri neticesinde parlatılmış yüzeylerin üzerinde birikmeden dolayı yüzey pürüzlülüğünde artış meydana gelmiştir. Plazma oksidasyon işlemleri, AISI 316 paslanmaz çeliğinin korozyon direncinde azalmaya sebep olmuştur. Bu sonuca göre paslanmaz çeliklerdeki kromoksitli pasivizasyon tabakasının, demiroksitlerin oluşturduğu oksit tabakalarından daha fazla korozyon direncine sahip olduğu saptanmıştır. PO2 şartında manyetit fazının yoğunluğundan dolayı korozyon direncinin PO1 şartına göre bir miktar daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu işlemde hidrojenin saçındırma etkisi nedeniyle oksit tabakası incelmektedir.

# TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENT)

Bu çalışma, Atatürk Üniversitesi BAP Yönetim Birimi tarafından 2009/67 numaralı proje kapsamında desteklenmiştir.

# NOT (NOTICE)

Bu çalışma 5-7 Ekim 2016 tarihleri arasında Bayburt'ta düzenlenen 14. Uluslararası Korozyon Sempozyumunda sunulmuştur.

### KAYNAKLAR (REFERENCES)

- DeBerry, D.W., (1985). Modification of the Electrochemical and Corrosion Behavior of Stainless Steels with an Electroactive Coating, J. Electrochem. Soc., 132(5), 1022-1026.
- Shen, G.X., Chen, Y.C., and Lin, C.J., (2005). Corrosion Protection of 316 L Stainless Steel by a TiO2 Nanoparticle Coating Prepared by Sol-Gel Method, Thin Solid Films, 489(1-2), 130-136.
- Feng, H.P., Hsu, C.H., Lu, J.K., and Shy, Y.H., (2003). Effects of PVD Sputtered Coatings on the Corrosion Resistance of AISI 304 Stainless Steel, Materials Science and Engineering: A, 347(1-2), 123-129.
- Liang, W., (2003). Surface Modification of AISI 304 Austenitic Stainless Steel by Plasma Nitriding, Applied Surface Science, 211(1-4), 308-314.
- Lei, M.K. and Zhu, X.M., (2005). Plasma-Based Low-Energy Ion Implantation of Austenitic Stainless Steel for Improvement in Wear and Corrosion Resistance, Surface and Coatings Technology, 193(1-3), 22-28.
- Liang, W., Bin, X., Zhiwei, Y., and Yaqin, S., (2000). The Wear and Corrosion Properties of Stainless Steel Nitrided by Low-Pressure Plasma-Arc Source Ion Nitriding at Low Temperatures, Surface and Coatings Technology, 130 (2-3), 304-308.

Karakan, M., Yenilmez, A. ve Çelik, İ., Engineering Sciences (NWSAENS), 1A0379, 2017; 12(2): 117-122.

- 7. Saravanan, P., Raja, V.S., and Mukherjee, S., (2007). Effect of Plasma Immersion Ion Implantation of Nitrogen on the Wear and Corrosion Behavior of 316LVM Stainless Steel, Surface and Coatings Technology, 201 (19-20), 8131-8135.
- Fattah, M. and Mahboubi, F., (2010). Comparison of Ferritic and Austenitic Plasma Nitriding and Nitrocarburizing Behavior of AISI 4140 Low Alloy Steel. Materials and Design, 31, 3915-3921.