

BOR DERGISI JOURNAL OF BORON https://dergipark.org.tr/boron



Küresel grafitli dökme demirin darbe dayanımı üzerinde borlama işleminin etkisi

Yağmur Laleci ⁰^{1,*}, Uğur Kuruoğlu ⁰¹, Ferhat Gül ⁰²

¹Akdaş Döküm San. Tic. A.Ş. Ankara, 06909, Türkiye ²Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Ankara, 06500, Türkiye

MAKALE BILGISI

ÖZET

Makale Geçmişi: İlk gönderi 31 Ocak 2023 Kabul 27 Haziran 2023 Online 30 Eylül 2023

Araştırma Makalesi

DOI: 10.30728/boron.1245438

Anahtar kelimeler: Borlama Darbe dayanımı Küresel grafitli dökme demir

ARTICLE INFO

Article history: Received January 31, 2023 Accepted December 27, 2023 Available online September 30, 2023

Research Article

DOI: 10.30728/boron.12454438

Keywords: Boronizing Impact resistance Spheroidal graphite cast iron

1. Giriş (Introduction)

Günümüzde sanayi üretiminin büyük bir bölümünü, demir esaslı malzemeler ve özellikle çelik malzemeler oluşturmaktadır. Ancak son yıllarda küresel dökme demirlerin mekanik özelliklerinin çelik malzemelerle yarışır hale gelmesi, kolay üretilebilir ve daha ucuz olması tercih edilebilirliğini arttırmaktadır. Döküm endüstrisinde sfero döküm olarak da anılan, küresel grafitli dökme demir (KGDD), demirdeki çözünürlüğünden daha yüksek miktarda karbon (C) içeren (%2-5 karbon) demir esaslı bir döküm alaşımıdır. Küresel grafitli dökme demirde, demir (Fe) matrisi içinde dağılmış saf karbon veya grafit bulunmaktadır [1]. Ana matris, karbonun ayrışma miktarına bağlı

Bu çalışmada, borlanmış GGG-50 küresel grafitli dökme demirin borlama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişen kırılma tokluğu incelenmiştir. Borlama işlemi Ekabor 2, ticari borlama tozu, kullanılarak 850°C, 900°C ve 950°C sıcaklıklarında) ve 2, 4 ve 6 saat sürelerinde katı borlama yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Optik ve tarama elektron mikroskop incelemeleri sonucunda borlama süresinin ve sıcaklığının arttırılmasının bor (B) tabaka kalınlığını arttırdığını gözlemlenmiştir. Tabaka kalınlığındaki artış 38,7 µm değerinden 128 µm değerine yükselmiştir. Yapılan mikro sertlik testlerinin sonuçlarına göre FeB fazının yoğunluğunun arttığı görülmüştür. Uzun borlama sıcaklığı ve süresine sahip olan numunede, sertlik değerinin de arttığı ancak darbe deney sonuçlarında tokluk değerinde yaklaşık %30'luk bir düşüş olduğu görülmüştür. Bu deney sonuçlarına bakıldığında; borlama işlemi ile küresel grafitli dökme demir malzemenin yüzey özellikleri geliştirilmiş, darbe dayanımında meydana gelmesi muhtemel düşme ise, servis koşullarında kritik öneme sahip olmamaktadır.

ABSTRACT

In this study, fracture toughness of boronized GGG-50 spheroidal graphite cast iron was investigated. Boriding process was carried out using Ekabor 2, commercial boronizing powder, at temperatures of 850°C, 900°C, and 950°C and for 2, 4, and 6 hours by solid boriding method. As a result of optical and scanning electron microscope examinations, it was observed that increasing boronization time and temperature increased the boron layer thickness. The layer thickness increased from 38.7 μ m to 128 μ m. According to the microhardness test results, the density of the FeB phase and the hardness value of the sample were increased, which had a long boriding temperature and time, but there was a 30% decrease in the toughness value in the impact test results. Considering the results of this experiment; the surface properties of spheroidal graphite cast iron material are improved by boriding and the possible decrease in the impact strength is not critical under service conditions.

olarak ferritik, ferritik-perlitik veya perlitik olabilir [2]. Küresel grafitli dökme demirlerde (sfero), grafitlerin şekli küresel veya yuvarlaktır. Grafitlerin küresel şekilde olması mekanik özellikler açısından önemli avantajlar sağlamaktadır. Yüksek mukavemet ve tokluğa sahip olan küresel grafitli dökme demirler; yüksek miktarda C ve silisyum (Si) içermektedirler [1]. Küresel grafitli dökme demirin dökümde son derece yüksek akıcılık ve dökülebilirlik, titreşim sönümleme ve korozyon direnci gibi bazı özellikleri, çeliklere ve diğer dökme demir türlerine kıyasla gelişmiştir [2]. Bu sebeplerden dolayı küresel grafitli dökme demirlerin kullanım alanı genişlemektedir [1]. Sfero malzemelerin özellikleri, matriste bulunan ferrit ve perlit fazlarının miktarlarına bağlıdır. Yapıda bulunan ferrit, yuvarlak grafit kürelerini

çevreleyen beyaz faz iken, perlit koyu renkte görünen bileşendir. Ferrit, yumuşak ve düşük mukavemetli bir fazdır, bu nedenle ferrit hacmi arttıkça, demirin mukavemeti azalmaktadır. Sfero dökme demirlerin üretiminde grafit kürelerinin sayısı ve şekli önemlidir. Bu parametreler sırasıyla küre sayısı ve küreleşme oranı olarak tanımlanır. Küre sayısı (mm² başına grafit sayısı), gözenekliliği ve karbürlerin varlığını en aza indirmek için yeterince yüksek olmalıdır. Küreleşme oranı (% grafit küresi), özellikle malzemenin yüksek akma dayanımı, maksimum çekme dayanımı (UTS) ve uzama (%EL) seviyeleri gibi özellikleri elde etmek için yeterli olmalıdır [1]. Mikroyapıda bulunan grafitin varlığı, aktif kesit alanını küçülttüğü ve çentik etkisine neden olduğu için dökme demirin mukavemetini azaltmaktadır [2].

Makine ve ekipmanların kullanımı esnasında, mekanik aksamlarında meydana gelen korozyon ve aşınma ekonomik olarak ciddi kayıplara sebep olmaktadır. Bu kaybın azaltılması amacıyla malzemelerin yüzey özellikleri iyileştirilmelidir. Yüzey özelliklerini iyileştirmek amacıyla uygulanan yöntemlerden birisi de borlama işlemidir [3,4]. Borlama, yüksek sıcaklıklarda ana metalin yüzeyine bor atomlarının difüzyonu ile malzeme yüzeyindeki bor miktarının zenginleştirilerek borür tabakasının oluşturulduğu termokimyasal bir yüzey sertleştirme işlemidir. Diğer termokimyasal yüzey işlemlerinde olduğu gibi, borlama işlemi de tüm ortamlarda çeşitli proses ve tekniklerle birlikte uygulanabilir. Bu ortamlara örnek olarak; toz veya macun kullanılan katı bir ortam [5,6], elektrolizli veya elektrolizsiz erimiş tuzların sıvı ortamı [7,8] veya gaz halindeki bir ortam [9,10] verilebilir.

Borlama işlemi, fiziksel ve kimyasal özellikler açısından karbürizasyon ve nitrasyon gibi yüzey sertliğini arttırmak için uygulanan yöntemler ile benzerlik göstermektedir. Tüm demirli malzemelere, nikel alaşımlarına, titanyum alaşımlarına ve sinterlenmiş karbürlere başarıyla uygulanmaktadır [3,11]. Literatürde bilindiği üzere borlanmış çelikler ve dökme demirler, artan yüzey sertliği ve aşınma direncine sahip olmaktadır [12]. Endüstride borlama işlemi genellikle demir esaslı alaşımlara uygulanmaktadır [13]. Küresel grafitli dökme demirlerin borlanması, 800-1000°C sıcaklıklarında 1 ila 8 saat arasında değişen sürelerde yapılan ısıl işlemdir [2]. Bor atomları küçük boyutta oldukları için demir alaşımın içine çok kolay difüze olup [1], malzeme yüzeyinde Fe₂B+FeB fazları oluştururlar ve oluşan bu bileşikler oksit değil, seramik borürlerdir [2]. Borlama işlemi sonrasında Vickers sertlik değeri (HV) 2000'e kadar çıkabilen ve kalınlığı 40-270 µm olan bir borür tabakası elde edilmektedir [1]. Arayer atomu olarak çözünen bor atomları işlem sıcaklığı, işlem yapılacak olan malzemelerin kimyasal bileşimi, ortamın bor potansiyeli ve borlama işleminin zamanına göre işlem sonucunda tek fazlı FeB veya iki fazlı (Fe₂B+FeB) tabakası oluşmaktadır [1]. Borlama işlemi difüzyon kontrollü olup, yüksek sıcaklıklarda gerçekleşmekte ve işlem sonucu sütun şeklinde demir borürler oluşmakta ve FeB/Fe,B veya FeB matriks arayüzeyinde testere dişi yapısına benzer bir yapı gözlenmektedir [1,2,13]. Bu bor tabakası ile ana malzeme arasında oluşan dişlenme derecesi, alaşım elementlerinin konsantrasyonuna, işlem sıcaklığına ve süresine bağlıdır. Çelik ve dökme demirlerdeki dislenme derecesi, büyük çoğunlukla alasım elementlerinin oranına bağlıdır; alaşım elementlerinin oranının artmasının anlamı, dişlenme derecesinin de bir o kadar azalacağı anlamına gelmektedir. Borid tabakaları diş şekillerinden kaynaklı olarak ana metale daha iyi birleşir. Borlanmış tabakanın kırılganlığı, bor tabakasının kalınlığının artması ile artar [2]. Yüzeyleri borlanmış olan küresel grafitli dökme demirler, diğer yüzey sertleştirme işlemleriyle karşılaştırıldığında, borür katmanının çok sert olması ve sürtünme katsayısının düşüklüğü sebebiyle daha yüksek aşınma direncine sahiptir [13]. Borlama sonrasında ek bir ısıl işleme gerek duyulmaması borlama işleminin bir diğer üstün özelliğidir. Aşınma ve korozyona karşı dayanımları ve yukarıda sayılan diğer özellikleri sayesind yüzeyi borlanan küresel grafitli dökme demirler; eksantrik milleri, kasnaklar, makine kızakları, tanklar, silahlar ve tarım makinelerinde kullanılabilmektedir [2].

Borür tabakasının oluşturulması malzemelere birçok avantaj sağlamaktadır. Bunlardan bazıları; borür tabakasının sertliğinin 550-600°C gibi yüksek sıcaklıklara kadar korunması, borlanmış yüzeylerin 850°C gibi yüksek sıcaklıklarda orta seviyede oksidasyon direncine ve yüksek metal korozyon direncine sahip olması, borlama işlemi uygulanan malzemenin özellikle sertleşebilen çelik grupları ile kıyaslanabilecek yüzey özelliklerine sahip olabilmesi olarak sıralanabilmektedir[13].

Bu özelliklerinin yanı sıra borlama işleminin dezavantajları da bulunmaktadır. Bunlar; diğer termokimyasal yüzey işlemlerine göre işlem süresinin uzun olması, işçiliğin daha fazla olması ve dolayısı ile maliyetinin yüksek olmasıdır. Bu sebeple yüksek sertlik, aşınma direnci ve korozyon direncinin arandığı durumlarda tercih edilmektedir [13]. Ayrıca bileşik tabakanın, özellikle FeB fazının kırılganlığı da bir diğer dezavantaj olarak karşımıza çıkmaktadır [14].

Birçok farklı şekilde gerçekleştirilebilen borlama işlemi temelde kutu (katı) borlama, pasta borlama, sıvı borlama ve gaz borlama metotlarının içerisinde olduğu termokimyasal yöntemler ve fiziksel buhar biriktirme (PVD), kimyasal buhar biriktirme (CVD), plazma sprey kaplama metotlarının dâhil olduğu termokimyasal olmayan yöntemler olarak sınıflandırılmaktadır. Termokimyasal yöntemler daha fazla tercih edilmekte ve kendi içerisinde dört ana gruba ayrılmakta olup, bunlardan yaygın olan kutu borlama işlemidir [13].

Kutu (katı) borlama kolayca gerçekleştirilebilmesi, daha güvenli olması, faz bileşimlerindeki değişimin çok az olması, ekipman ihtiyacının fazla olmaması, düzgün yüzey elde edilmesi gibi sebeplerden dolayı en çok tercih edilen tekniktir. İşlem, kaplanacak olan malzemenin 3-5 mm kalınlıktaki toz ile çevrelemesi suretiyle gerçekleştirilir. Birbirinden farklı borlama bileşenleri kullanılabilmektedir. Bu bileşenler; katı bor sağlayıcılar, akışkanlık sağlayıcılar ve aktivatörlerdir [13]. Genellikle, bor karbür (B_4C), ferrobor (Fe-B) ve amorf bor (B) bor sağlayıcı olarak kullanımaktadır. Bunlar dışında örneğin Ekabor tozu gibi bazı ticari bor yapıcılar da kullanılabilmektedir. Boraks içeren katı bor bileşenlerinde serbest bor Eş. 1'de gösterilmiştir [15].

$$B_4C + Na_2B_4O_7 \rightarrow B + CO + Na_2O \tag{1}$$

İşlem sırasında borlama maddesi ısıya dayanıklı bir potaya yerleştirilmekte ve numuneler bu toz içinde paketlenmektedir [3]. Bor atomlarının malzeme yüzeyine daha iyi difüzyonunu sağlamak için malzeme ve borlama maddesi arasında geniş bir temas yüzeyi arzu edilmektedir. Bu nedenle tozun tane boyutu borür tabakasının oluşumunda önemli bir faktördür [10]. Borlama işleminin sonucunda alt malzemenin yüzeyinde farklı borür tabakaları oluşabilmektedir.

Fe-B ikili faz diyagramı incelendiğinde; borun α-Fe ve y-Fe fazları içerisinde %0,5 B oranındaçözündüğü saptanmıştır. Fakat δ-Fe fazı içerisinde çözünürlüğü tam olarak bilinmemektedir. 1407°C sıcaklıkta Fe2B fazı, 1590°C sıcaklıkta ise FeB fazı oluşmaktadır [16]. Borlama işleminin büyüme mekanizması üç aşamada gerçekleşmektedir. İlk aşamada, yüksek sıcaklık etkisiyle borlama ortamı ile malzeme yüzeyi arasında reaksiyonlar başlamakta [14] ve demir yüzeyine bor atomları yayılmaktadır. Yayılma işlemiyle tek fazlı Fe₂B veya ferrobor (iki fazlı Fe₂B+FeB) tabakası oluşur. FeB fazı borca zengin olduğundan Fe,B fazına göre daha kırılgan bir yapıya sahiptir. Bu sebeple, Fe,B fazının oluşması FeB fazının oluşmasından daĥa fazla istenmektedir. Fe,B kristalleri metal malzemenin yüzeyinde şekillenen ilk üründür. FeB ve Fe₂B fazlarının ısıl genleşme katsayıları birbirinden farklı olduğu için (FeB fazının ısıl genleşme katsayısı daha büyüktür) malzeme yüzeyinde çatlamalar görülebilmektedir. Çatlama olmasını engellemek için FeB fazı kontrol altında tutulmalıdır [15]. İkinci aşamada ise, oluşan Fe₂B kristalleri biçimlenerek metal malzemenin iç kısmına doğru yönlenmektedir. Üçüncü ve son aşamada, matrise yakın bölgelerde Fe₂B oluşurken dış yüzeye yakın bölgelerde FeB meydana gelmektedir. Oluşan FeB fazı Fe, B fazından daha kısa sürede büyüdüğü için, FeB fazının dokusu Fe₂B fazı kadar güçlü değildir [14]. Oluşan ilk borür çekirdeği matrisin içinde büyür. Bor atomları [001] kafes yapısı doğrultusunda çok hızlı bir şekilde yayılım gösterdikleri için Fe₂B ve FeB kristalleri bu kafes yapısı yönünde ilerler. Borür taneleri diğer kafes yapılarında daha yavaş büyüdüklerinden dolayı kolonsal yapı oluşturmaktadır [14].

Borlama süresinin ve sıcaklığının artması ile oluşan bor tabakasının kalınlığı da artmaktadır [15,17]. Borlama işleminin sıcaklığını sınırlayan etken Fe-B denge diyagramından da bilindiği gibi ötektik sıcaklık değeridir. Borlama işlem sıcaklığının ötektik sıcaklık değerinin altında olması gerekmektedir. İşlemin bu sıcaklık değerinin üzerinde gerçekleştirilmesi durumunda, malzemede bölgesel ergimeler meydana gelebilmektedir [17]. FeB faz tabakasının kalınlığının artması ile borür tabakasının kırılma tokluğu azalmaktadır.

FeB faz tabakasının büyüme mekanizması incelendiğinde; borlanmış küresel grafitli dökme demirler, dört aşamada incelenebilmektedir. İlk aşamada oluşan tabaka borlanmış çelik alt tabakadan farklı olarak borür tabakasının altında silisyum ve karbon bakımından zengindir [17]. Karbon ve silisyum, boridlerde çözünmediği için ara bölgeye doğru itilmektedirler. İkinci aşamada ise karbon atomları ise silisyum atomlarından daha da aşağılara itilerek karbür oluşumuna yardımcı olmaktadır. Silisyum atomları ise, karbür veya borür oluşturmadıkları için testere dişlerine yakın bölgelerde birikmektedir [18]. Üçüncü aşamaya geçildiğinde borlanmış tabakanın büyümesi, yüzeye yakın bölgede borla zenginleştirilmiş α-fazı ile başlamakta ve daha sonra (Fe,Cr),B bileşiği oluşmaktadır. İşlem süresinin daha uzun olması durumunda ise, (Fe,Cr)B bileşiğinin oluşup büyüdüğü görülmüştür. Borlama sırasında, karbon atomlarının yüzeyden matris içerisine doğru difüze olduğu ve bileşik bölgelerin altında ekstra karbürler oluşturduğu tespit edilmiştir [18,19]. Bu durum oda sıcaklığında alınan soğutulmuş numuneden görüntülerde görülebilmektedir.

Borlama süresinin ve sıcaklığının arttırılmasıyla birlikte bor tabakasının kalınlığı ve sertliği de artacaktır. Ancak artan borlama süresi ve sıcaklığı ile kırılma tokluğu değerinin azaldığı görülmektedir [18,20-22]. Borlama süresinin artması FeB fazının oluşumunu arttırmaktadır, FeB fazının sert olması sonucunda bor tabakasının yüzeyi çatlamalara (FeB fazı çekme Fe₂B fazı basma gerilmesi uygulamaktadır) ve tufalleşmeye daha meyilli olacaktır [20,22]. FeB fazı Fe₂B fazından daha koyu olması sayesinde ayırt edilebilmektedir. Bu fazların aralarındaki yüzey yapısı kolonsal olup FeB, Fe₂B fazının üzerinde oluştuğundan daha fazla bor ihtiva etmektedir.

Bu çalışmada, endüstride yaygın olarak üretilen ve kullanılan GGG-50 küresel grafitli dökme demir malzemenin borlama işlemi sonucu ortaya çıkan mikroyapı ile özellikle sertlik ve darbe dayanımı başta olmak üzere mekanik özelliklerinde meydana gelen değişimler incelenmiştir. Literatürde borlanmış küresel grafitli dökme demire Vickers uç kullanılarak yapılan kırılmatokluğutestçalışmalarıolmasınarağmen, Charpy veya İzod darbe deneyi elde edilen darbe dayanımı test sonuçlarını ele alan çalışmalar bulunmamaktadır [23]. Yaygın olarak aşınma direncinin geliştirilmesi için uygulanan borlama işlemi sonucunda, malzemelerin darbe dayanımında düşme gözlenebilmekte, bu da malzemelerde beklenmeyen ve yıkıcı hasarların meydana gelmesine neden olabilmektedir. Bu nedenle borlama işlemleri ile malzemenin darbe dayanımında meydana gelen değişimlerin değerlendirilmesi ve endüstriyel uygulamada malzemede ortaya çıkan bu değişikliklerin dikkate alınması önem arz etmektedir.

2. Malzemeler ve Yöntemler (Materials and Methods)

2.1. Malzemeler (Materials)

Bu çalışmada kullanılan GGG-50 sfero döküm malzemesinin OBLF GS 1000-II marka model spektrometre analiz sonuçlarına göre kimyasal bileşimi Tablo 1'de verilmiş olup, Şekil 1'de görülen formda, BS EN 1563:2018 standardına uygun olarak a=70 mm, b=52,5 mm, c=35 mm L=250 mm ölçülerine sahip yaş kum kalıba dökülmüştür.

Tablo 1. KGDD'nin spektrometre analizi sonucundaağırlıkça kimyasal bileşimi (Chemical composition of KGDDin terms of weight as a result of spectrometry analysis).

	%		%
С	3,540	Ρ	0,040
Si	2,530	Cr	0,036
Cu	0,405	ΑΙ	0,016
Mn	0,207	Ti	0,010
Ni	0,144	S	0,009
V	0,080	Ν	0,004
Мо	0,069	W	0,003
Mg	0,044		

2.2. Yöntemler (Methods)

2.2.1. Numunelerin hazırlanması (Preparation of samples)

Mikroyapı, sertlik ve darbe testleri için hazırlanan GGG-50 sfero döküm numunelerinin borlama işlemi, paket borlama yöntemi ile Ekabor 2 tozu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Uygulanan işlemler her bir numune kodunda 4 adet numune üzerinden gerçekleştirilmiştir. Bu numunelerden, darbe dayanımı daha yüksek olan numune seçilerek metalografik incelemelerde, makro ve mikro sertlik testlerinde kullanılmıştır.

Borlama işleminin darbe dayanımı üzerine olan etkisinin araştırıldığı çalışmada, Tablo 2'de belirtildiği şekilde; farklı sıcaklık ve sürelerde borlama işlemi yapılmış olup, ayrıca borlama işlemi sonrası fırında soğutma işlemi yapılarak, borlama sonrası matrikste yavaş soğuma sonucu meydana gelen kabalaşmanın



Şekil 1. BS EN 1563: 2018 standardına uygun döküm numune formu (Cast sample form in accordance with BS EN 1563: 2018 standard).

etkisi belirlenmeye çalışılmıştır. Ayrıca suda ve yağda su verme ve temperleme işlemleri yapılarak, bu işlemler ve borlamanın darbe dayanımına etkisi incelenmiş, mikroyapı, mikrosertlik, darbe dayanımı ve X-ışını difraktometresi (XRD) analizleri yapılmıştır.

Tablo 2. Borlama ve diğer ısıl işlemlerde uygulanan deneysel parametreler. B1, B2 ve B3: Borlama, F1: Östenitleme ve fırında soğutma, SS: Suda su verme, YS: Yağda su verme (Experimental parameters applied in boriding and other heat treatments. B1, B2, and B3: Boriding, F1: Austenitization and furnace cooling, SS: Water quenching, YS: Oil quenching).

Östenitleme		Temperleme		Borlama		
mune	Sicaklik	Süre	Sicaklik	Süre	Sicaklik	Süre
	(-0)	(Saat)	(-0)	(Saat)	(-0)	(Saat)
B1	-	-	-	-	850	2
B2	-	-	-	-	900	4
B 3	-	-	-	-	950	6
F1	850	2	-	-	-	-
SS	900	1	200	2	-	-
YS	900	1	200	2	-	-

2.2.2. Optik mikroskop çalışmaları (Optical microscopy studies)

Borlama işleminden sonra metalografik incelemenin yapılabilmesi için, Metkon marka Ecopress 102 model sıcak bakalit alma cihazında numuneler hazırlanmış ve Metkon marka Forcipol 202 model cihaz kullanılarak sırasıyla 180, 320, 600 ve 1200 mesh zımpara işlemi yapıldıktan sonra, polisaj işlemi için 6 µm, 3 µm elmas süspansiyon kullanılarak parlatma işlemi uygulanmıştır. Nikon marka MA100 model optik mikroskop kullanılarak 300 dpi çözünürlükte ve farklı büyütmelerde inceleme yapılmıştır. Darbe testleri sonucunda, en yüksek darbe dayanımına sahip olan numune, optik mikroskop incelemeleri için kullanılacak numune olarak seçilmiştir.

2.2.3. Sertlik ve mikrosertlik testleri (Hardness and microhardness tests)

Mikro sertlik testleri, darbe testi ve sonrasında metalografik incelemede kullanılan numuneler üzerinde ve Qness marka Q30 M model sertlik ölçüm cihazı kullanılarak yapılmıştır. Vickers sertlik ölçümleri, 100 gr yük altında 10 saniye boyunca uygulanarak Tablo 2'de numune kodlaması bulunan B1 numunesine 6 adet, B2 numunesi 10 adet, B3 numunesine 16 adet olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Mikro sertlik testleri yüzeyden 5 mikron içeriden başlayarak +10 mikron matrise doğru ilerleyecek şekilde maksimum 150 mikrona kadar yapılmıştır.

Makro sertlik (Brinell) testleri; Tablo 2'de numune kodlaması bulunan F1, YS ve SS numuneleri için Emcotest Duravision 200 Universal sertlik cihazında 187,5 kg yük ve 2,5 mm WC bilya uç kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

2.2.4. Darbe testleri (Impact tests)

Darbe direncinin tespiti için uygulanan testlerde 10x10x55 mm boyutlarına sahip, çentik bulunmayan ve ASTM E23 standardına göre hazırlanmış numuneler üzerinde, oda sıcaklığında darbe testleri gerçekleştirilmiştir. Darbe deneylerinde MTS marka Exceed 22.452 model 450 Joule kapasiteye sahip, Charpy tipi test cihazı kullanılmış olup, her bir parametre için 4 adet numune kullanılarak, bu test sonuçlarının ortalama değerleri alınmıştır.

2.2.5. XRD analizi (XRD analysis)

Borlama sonucu oluşan fazları belirlemek için Bruker marka D8 Advance model XRD cihazı kullanılmıştır. X ışını kaynağı olarak monokromatik CuK α ışını (λ =1.54056 Å) kullanılarak 40 kV ve 40 mA'da gerçekleştirilmiştir. XRD analizi, 2 θ açısı 20-100° aralığında olacak şekilde 0.02°/sn tarama hızında gerçekleştirilmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma (Results and Discussion)

3.1. Mikroyapısal İnceleme Sonuçları (Microstructural Examination Results)

GGG-50 küresel grafitli dökme demirin farklı borlama sıcaklıkları ve sürelerinde elde edilen mikroyapı görüntüleri Şekil 2'de verilmiştir. Tablo 2'de numune kodlaması ve yapılan işlemlerinin detayları bulunan B1 kodlu numunede borid katman kalınlığı ortalama



Şekil 2. Borlama uygulanan numunelerin a). B1, b). B2, c). B3, d). F1, e). SS, f). YS mikroyapı görüntüleri (Microstructure images of bornonized samples; a). B1, b). B2, c). B3, d). F1, e).SS, f). YS).

olarak 38,7 µm, B2 kodlu numunede 68 µm ölçülürken, B3 kodlu numunede borit katmanının kalınlığı ortalama 128 µm olduğu belirlenmiştir. Katman kalınlığı ölçülürken numuneler üzerinde borit tabakalarının kesitlerinin farklı bölgelerinden en az 5 ölçüm yapılarak ortalaması alınmıştır.

Yalamaç ve arkadaşları çalışmalarında, kıyaslama amacıyla GGG-70 küresel grafitli dökme demir malzemesini 850°C'de 4 saat ve 950°C'de 12 saat kutu borlama işlemine tabi tutmuşlardır [24]. Literatürde de belirtildiği şekilde yüksek borlama sıcaklıklarında ve uzun borlama sürelerinde dökme demirlerin yüzeyinde Fe₂B fazının yanı sıra FeB fazının da oluştuğunu gözlemlemişlerdir. Literatüre göre, borlama sıcaklığı ve süresi arttıkça borür tabakası kalınlığı artmaktadır. Borür tabakasının (Fe₂B) kalınlığı arttıkça bu duruma bağlı olarak borun difüzyon hızı azalmakta ve Fe B fazı FeB fazına dönüşmektedir. Borun difüzyon hızı azaldığında numune yüzeyindeki bor elementi miktarı artmaktadır. Bu nedenle Fe₂B fazı numune yüzeyinde daha fazla bor ile reaksiyona girmektedir. Sonuç olarak, Fe, B tabakasının üzerinde daha yüksek miktarda bor içeren bir bölge (FeB fazı) oluşmaktadır. Böylece artan borlama sıcaklığı ve süresi FeB fazının oluşumunu arttırmaktadır [24].

Literatürde yapılan çalışmalarda da borür tabakası kalınlığının hem borlama sıcaklığı hem de süresinin artması ile arttığı görülmektedir. Sfero malzemesinin bor temperleme işleminin yapıldığı çalışmada borlama süresindeki 3, 4, 5 ve 6 saatlik artışa karşılık borür tabakasında 800, 825 ve 850°C'de sırasıyla %64, %59 ve %60 artış gözlenmiştir [25]. 850°C sıcaklıkta borlama süresinde %300 artışa karşılık, borür tabakası kalınlığında yaklaşık %124 artış meydana gelirken, 950 °C borlama sıcaklığında borlama süresi %300 arttığında borür tabakası kalınlığında %61 artış olmuştur. Ayrıca borlama sıcaklığının 850°C'den 950°C'e çıkarılması ile birlikte bor tabaka kalınlığının %99'luk bir artış sergilediği belirtilmiştir. Sfero dökümde oluşan boritlerin mikroyapısal ve mekanik özellikleri borlama süresine, işlem sıcaklığına ve alt tabakanın kimyasal bileşimine güçlü bir şekilde bağlıdır [20]. Yapılmış olan bu çalışmada da mikro vapı sonuçlarına bakıldığında literatür verileri ile paralel sonuclar elde edilmiştir. Borlama işlemi yapılan dökme demirlerde, borlanan çeliklerden farklı olarak borlama tabakasının altında silisyumca zengin ve ferrit bölgesinde bulunan grafitler bulunmaktadır [17]. Borlanmış numumelerin borid katmanı haricinde yapının ve F1 numunesinde matriks yapılarında, grafit kürelerinin çevresinde ferrit fazı ile perlitik matrikse sahip olduğu görülmektedir. Suda ve yağda su verilmiş ardından temperlenmiş malzemelerin ise grafit küreleri ile matrikste temperlenmiş martenzit yapıya sahip olduğu görülmektedir.

3.2. XRD Analizi Sonuçları (XRD Analysis Results)

B1 numunesi ve B3 numunesi XRD analizi sonucu elde veriler sırasıyla Şekil 3'te gösterilmiştir. XRD



Şekil 3. a). B1 ve b). B3 numunelerinin XRD analizi (XRD analysis of the a). B1 and b). B3 samples).

analizinde seçilen bu iki numune; deneysel çalışma kapsamında uygulanan borlama işlemlerinde sırasıyla en düşük ve en yüksek sıcaklık ve sürelere sahip numunelerdir. Borlama işleminin sıcaklığı ve süresinin etkilerinin araştırıldığı bu çalışmada, iki uç noktanın seçilmesine karar verilmiştir. Buna göre çalışmada belirlenen düşük sıcaklıkta (850°C'de) ve çalışma kapsamında seçilen kısa borlama süresinde (2 saat) borlanmış olan B1 numunesinde Fe₂B fazının, calışmada belirlenen yüksek sıcaklıkta (950°C) ve calışma kapsamında seçilen uzun borlama sürelesinde (6 saat) borlanmış olan B3 numunesinde ise baskın olarak FeB fazının oluştuğu anlaşılmaktadır. Borlama sıcaklık ve süresinin artması ile (B3 numunesine bakıldığında) FeB fazının arttığı ancak Fe₂B fazının kırınım piklerinin yoğunluğunun azaldığı görülmektedir. Bu iki fazdan dış yüzeyde oluşan fazın FeB ve bunun altında oluşan borür fazının Fe,B fazı olduğu daha önceki araştırmalarda belirtilmiştir [26].

3.3. Sertlik ve Mikrosertlik Test Sonuçları (Hardness and Microhardness Test Results)

Mikro sertlik ölçümleri, Tablo 2'de yapılan işlemlerinin açıklandığı B1, B2 ve B3 numuneleri seçilerek yapılmıştır. Oluşan borid fazlarının sertliğinin yüzeye yakınlaştıkça arttığı gözlenmiştir. Literatürde FeB ve Fe₂B için elde edilen sertlik değerlerine yakın değerler bulunmuştur. Ayrıca borlama süresi ve sıcaklığının artması ile sertlik değerlerinde artış olduğu da gözlemlenmiştir. Sertlik artışında meydana gelen değişim sonuçları Tablo 3'te verilmiştir.

Tablo 3. B1, B2 ve B3 numunelerinden elde edilen mikrosertlik değerleri ($HV_{0,1}$) (Microhardness values ($HV_{0,1}$) obtained from the B1, B2, and B3 samples).

Yüzeyden Mesafe	Numune Kodu			
(μm)	B1	B2	B3	
0	1437	1638	1918	
20	1125	1495	1861	
30	879	1302	1725	
40	685	1212	1608	
50	355	1055	1582	
60	302	899	1450	
70		623	1345	
80		540	1210	
90		438	1120	
100		304	996	
110			927	
120			728	
130			594	
140			394	
150			354	
160			307	

Birçok araştırma sonucunda Fe₂B fazı için sertlik değeri (HV) 1400-1750 olarak kaydedilmiştir. FeB fazı için ise 2000 HV'yi geçen sertlik değerleri kaydedilmiştir [19]. Mikrosertlik sonuçları; yüzeyden iç kısma doğru olan mesafenin artmasıyla düşmektedir. Buna ek olarak, borlama süresinin arttırıldığı B3 numunesinde görüldüğü gibi FeB fazının sertliği de artmıştır [19]. XRD analizlerinden oluştuğu tespit edilen FeB ve Fe₂B fazlarının sertliğinin, matristen daha fazla olduğu benzer şekilde literatürde de gözlemlenmiş ve yapılan bir çalışmada borlama işlemi ile AISI 316 malzemede mühendislik geriniminin azaldığı ifade edilmiştir. Yapılan literatür çalışmasında; borlanmış yüzeylerin sertliği, 1 kg yük ile Vickers indenter kullanılarak ölçülmüştür. Test sonuçları, yüzey sertliğinin hem borlama sıcaklığı hem de süresi ile arttığını göstermiştir [25]. Makrosertlik çalışmaları sonucu, gerek borlanmış (B1, B2, B3) ve gerekse fırında soğutulan (F1) numunelerin, fırında yavaş soğumaları nedeniyle matriks sertliklerinin sahip olunan ferrit ve perlit faz karışımlarının bir sonucu olarak oldukça düşük bir değere sahip olduğu görülmüştür. Suda ve yağda su verilmiş, ardından temperlenmiş numunelerin ise, yapıdaki temperlenmiş martenzit nedeniyle yüksek sertlik değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Makrosertlik sonuçları Tablo 4'te verilmiştir.

3.4. Darbe Testi Sonuçları (Impact Test Results)

Tablo 5'te görüldüğü üzere borlanmış malzemelerin (B1, B2, B3), fırında soğutulmuş olan F1 kodlu numuneye göre, daha düşük darbe dayanımına

Tablo 4. Numunelerin matriks bölgelerinden elde edilen makrosertlik (BHN) değerleri (Macrohardness values (BHN) obtained from the samples from the matrix regions).

Numune	BHN
B1	197,5
B2	204,2
B3	206,7
F1	201,3
YS	469,1
SS	513,2

sahip olduğu, ancak su verilmiş malzemelere (SS ve YS) göre ise nispeten daha yüksek darbe dayanımı gösterdiği belirlenmiştir. Yapılan çalışmada borlama işleminin sıcaklığı 850°C'den 950°C'ye ve sürenin de 2 saatten 6 saate artmasıyla birlikte, darbe dayanımının yaklaşık olarak %30 oranında düştüğü belirlenmiştir. Deney parametreleri ve numunelerin isimlendirilmesi Tablo 2'de belirtilmiştir. B1, B2 ve B3 numunelerine bakıldığında, borid katmanının oluşması, malzemenin tokluğunu önemli ölçüde azaltmaktadır, ancak bu azalma doğrudan borid katman kalınlığı ile ilişkili olmaktan ziyade, oluşan borid katmanının türü ve fazlarının sahip olduğu farklı kırılma tokluğu değerleri ile ilişkilidir. Dolayısıyla Fe₂B fazının kırılma tokluğu 5-6 MPa.m^{1/2} iken, FeB fazının ise 1,5-3 MPa.m^{1/2} gibi daha düşük kırılma tokluğuna sahip olduğu belirtilmiştir [18,19]. Kırılganlıkları arasında bulunan bu fark, FeB fazı ile Fe₂B fazı arasında gerilme farklılığı oluşturmaktadır. Bu durum da tokluğu azaltan bir etki olarak görülmektedir.

Tablo 5. Yapılan işlemler sonucu elde edilen darbe dayanımı değerleri. B1 ve B2: Borlama, F1: Östenitleme ve fırında soğutma, SS: Suda su verme, YS: Yağ°da su verme. (Impact strength values obtained as a result of the performed operations. B1 and B2: Boriding, F1: Austenitization and furnace cooling, SS: Water quenching, YS: Oil quenching).

Numune	Darbe Dayanımı (Joule)
B1	22,36
B2	15,68
B3	16,24
F1	62,64
YS	10,80
SS	6,60

Artan borlama sıcaklığı ve süresi ile borlanmış malzeme daha kırılgan bir davranış göstermektedir. Jurči ve Hudáková tarafından H11 sıcak çeliği üzerine yapılan çalışmalarda su verilmiş temperlenmiş numunelerde 310±27 J'lik darbe dayanımı elde edilmiş, yüzeyde oluşan Fe₂B fazının kalınlığı sadece 60 µm olan borlanmış numunede ise 46,4±10,2 J darbe dayanımı değeri elde edilmiştir. Ayrıca borlama işlemi ile darbe dayanımında (MPa.m^{1/2}) %85 oranında düşüş gerçekleşmiştir [19]. Düşük alaşımlı soğuk iş takım çeliği üzerinde yapılan bir başka çalışmada ise, özellikle FeB fazının kalınlığının artması ile kırılma tokluğunda azalma meydana geldiği gözlemlenmiştir [17]. Keddam ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada Vanadis 6 malzemesine uygulanan borlama işlemi sonucunda borlanmış malzemenin darbe dayanımında, borlanmamış (su verilmiş ve temperlenmiş numuneler referans alınmıştır) malzemeye kıyasla (MPa.m^{1/2}) %85 oranında düşme meydana geldiği belirlenmiştir [18]. Borlama süresinin artmasına bağlı olarak darbe enerjisinde bir düşüş görülmüştür.

Borlama işleminden elde edilen katmanlarda genellikle FeB ve Fe₂B fazları mevcut olup, FeB fazı, Fe₂B fazına nazaran daha sert ve gevrektir. Artan süreye bağlı olarak darbe enerjisindeki azalmanın muhtemelen yüzeyde oluşan FeB miktarının artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Aynı durum sıcaklık için de söz konusudur [26].

Dolayısıyla malzemelere uygulanan borlama işlemi ile darbe dayanımının düşmesi ve bu düşme miktarının tespit edilmesi, endüstriyel manada bu oranının bilinmesi, beklenmedik ve yıkıcı hasarların önlenmesi açısından oldukça büyük önem taşımaktadır.

4. Sonuçlar (Conclusions)

Yapılan mikroyapı incelemeleri, küresel grafitli dökme demirin borlanmasında oluşan borid katmanının, testere dişi morfolojisine sahip olduğunu, borlama sıcaklığının ve süresinin artmasıyla; borid katman kalınlığında gözle görülen bir artış meydana geldiğini ve borid katman kalınlığında elde edilen bu artışın, FeB faz miktarını da artırdığını göstermiştir. Yapılan mikrosertlik testleri ise borid katmanın sertliğinin oluşan borid katmanına göre değişiklik göstermekte olduğunu, mikro sertlik değerinin oluşan FeB fazına da bağlı olarak dış yüzeyden matrise olan mesafenin artması ile azaldığını göstermiştir. Buna ek olarak artan borlama süresi ve sıcaklığın da borid katmanlarının sertlik değerlerini arttırdığı gözlemlenmiştir. Yapılan darbe testi ve XRD analiz sonuçları; oluşan borid katmanlarına ve oranlarına bağlı olarak artan yüzey sertliği ile darbe davanımında düsüs mevdana geldiğini, artan borlama sıcaklığı ve süresi ile XRD kırınım piklerinde FeB fazında yoğunluk artışı olduğunu göstermiştir. Ayrıca FeB fazının yoğunluğunun artması nedeniyle, daha düşük sıcaklık ve sürede borlanan numuneye göre darbe dayanımında %30 azalma olduğu gözlemlenmiştir. Su verilmiş ve temperlenmiş numunelere yapılan işlemlere nazaran borlama işlemi yapılmış numunelerde darbe dayanımında azalmanın nispeten daha az olduğu belirlenmiştir.

References

 Keough, J. R., Hayrynen, K. L., & Pioszak, G. L. (2010). Designing with austempered ductile iron (ADI). AFS Proceedings, 10(129), 1-15.

[2]. Sahin, S., & Meric, C. (2002). Investigation of the

effect of boronizing on cast irons. *Materials Research Bulletin*, 37(5), 971-979. https://doi.org/10.1016/S0025-5408(02)00697-9.

- [3]. von Matuschka, A. G. (1980). Boronizing. C. Hanser. ISBN 9783446131767.
- [4]. Selçuk, B., Ipek, R., Karamiş, M. B., & Kuzucu, V. (2000). An investigation on surface properties of treated low carbon and alloyed steels (boriding and carburizing). *Journal of Materials Processing Technology*, 103(2), 310-317. https://doi.org/10.1016/S0924-0136(99)00488-4.
- [5]. Guobiao, L., Zhongjian, Z., Zhihai, Q., Xiang, L., Jiahua, W., & Feifei, Z., (2013). Boronizing mechanism of cemented carbides and their wear resistance. *International Journal* of *Refractory Metals and Hard Materials*, 41, 351-355. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2013.05.008.
- [6]. Dong, X., Hu, J., Huang, Z., Wang, H., Gao, R., & Guo, Z. (2009). Microstructure and properties of boronizing layer of Fe-based powder metallurgy compacts prepared by boronizing and sintering simultaneously. *Science* of *Sintering*, *41*(2), 199-207. https://doi.org/10.2298/ SOS0902199D.
- [7]. Béjar, M.A., & Moreno, E. (2006). Abrasive wear resistance of boronized carbon and low-alloy steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 173(3), 352-358. https://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2005.12.006.
- [8]. Baydogan, M., & Akray, S. I. (2009). Successive boronizing and austempering for GGG-40 grade ductile iron. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 16, 50-54. https://doi.org/10.1016/S1006-706X(09)60027-3.
- [9]. Nam, K. S., Lee, K. H., Lee, S. R., & Kwon, S. C. (1998). A study on plasma-assisted bonding of steels. *Surface and Coatings Technology*, *98*(1-3), 886-890. https://doi. org/10.1016/S0257-8972(97)00174-6.
- [10]. Liu, R., Wang, B., Wu, J., Xue, W., Jin, X., Du, J., & Hua, M. (2014). Spectroscopic investigation of plasma electrolytic borocarburizing on q235 low-carbon steel. *Applied Surface Science*, 321, 348-352. https://doi. org/10.1016/J.APSUSC.2014.10.026.
- [11]. Krzyminski, H. & Kunst, H., Borieren refraktärer Metalle. (1973). Zeitschrift Für Wirtschaftlichen Fabrikbetrieb, 68(9). https://doi.org/10.1515/zwf-1973-680909.
- [12]. Hunger, H. J., & Trute, G. (1994). Boronizing to produce wear-resistant surface layers. *Heat Treatment of Metals*, 21(2) 31-39.
- [13]. Şen, U. (1997). The boriding of some ductile irons and their properties (Thesis Number 68883) [Doctoral Dissertation, Istanbul Technical University]. Council of Higher Education Thesis Center.
- [14]. Çelikyürek, İ., Baksan, B., & Gürler, R. (2004). Boriding of spheroidal graphite cast irons. 2nd International Boron Symposium (pp. 231-235). ISBN 9789758964956.
- [15]. Bayça, S. U., & Şahin, S. (2004). Borlama. Mühendis ve Makine, 45(532), 51-59. Retrieved from https://www.mmo.org.tr/sites/default/ files/1ae36ecb9b3eee6_ek.pdf.
- [16]. Fırtına, Ö. (2019). Characterization and boriding of ductile cast iron with boric acid based alternative

boriding powder mixture (Thesis Number 563963) [Masters Dissertation, Manisa Celal Bayar University]. Council of Higher Education Thesis Center.

- [17]. Sen, U., Sen, S., & Yilmaz, F. (2003). Effect of copper on boride layer of boronized ductile cast irons. *Vacuum*, 72(2), 199-204. https://doi.org/10.1016/ S0042-207X(03)00127-1.
- [18]. Keddam, M., Hudáková, M., Ptačinová, J., Moravčík, R., Gogola, P., Gabalcová, Z., & Jurči, P. (2021). Characterization of boronized layers on Vanadis 6 tool steel. *Surface Engineering*, *37*(4), 445-454. https://doi. org/10.1080/02670844.2020.1781377.
- [19]. Jurči, P., & Hudáková, M. (2020). Characterization of microstructure and fracture performance of boronized H11 grade hot-work tool steel. *Materials Performance and Characterization*, 9(3), 219674043, https://doi. org/10.1520/MPC20190086.
- [20]. Sen, U., Sen, S., Koksal, S., & Yilmaz, F. (2005). Fracture toughness of borides formed on boronized ductile iron. *Materials & Design*, 26(2), 175-179. https:// doi.org/10.1016/J.MATDES.2004.05.015.
- [21]. Sen, S., Ozbek, I., Sen, U., & Bindal, C. (2001). Mechanical behavior of borides formed on borided cold work tool steel. *Surface and Coatings Technology*, 135(2-3), 173-177. https://doi.org/10.1016/ S0257-8972(00)01064-1.
- [22]. Sen, U., Sen, S., & Yilmaz, F. (2004). Improving the surface properties of ductile irons by boronizing. *Key Engineering Materials*, 264-268(I), 541-544. https://doi. org/10.4028/www.scientific.net/kem.264-268.541.
- [23]. Toktaş, G., & Korkmaz, S. (2023). Indentation fracture toughness of boronized unalloyed and alloyed ductile iron. *Materials Chemistry and Physics*, 296, 127232. https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.127232.
- [24]. Yalamaç, E., Türkmen, İ., & Fırtına, Ö. (2021). Characterization and kinetic analysis of iron boride layer formed on the GGG 70 ductile cast iron. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 74, 1701-1711. https://doi. org/10.1007/s12666-021-02249-y.
- [25]. Mutahhara Yazıcı, A. (2006). Boro-tempering of ductile iron (Thesis Number 181425) [Masters Dissertation, Afyon Kocatepe University]. Council of Higher Education Thesis Center.
- [26]. Toktaş, A., Toktaş, G. & Gülsün, K. (2018). Effect of boronizing parameters and matrix structures on the wear property of ductile iron. *Machines. Technologies. Materials*, 12(1), 33-36. https://stumejournals.com/ journals/mtm/2018/1/33.