

Fe-8Si İKİLİ ALAŞIMININ BORLANMA İLE YÜZEY MODİFİKASYONU VE KARAKTERİZASYONU

Mehmet TARAKÇI, Yücel GENÇER, Yunus AZAKLI, Utkan ŞAHİNTÜRK

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, 41400, Gebze, Kocaeli, Türkiye
mtarakci@gyte.edu.tr, gencer@gyte.edu.tr, yazakli@gyte.edu.tr

(Geliş/Received: 26.03.2012; Kabul/Accepted: 04.07.2013)

ÖZET

Bu çalışmada atomik % 8 Si içeren Fe-Si ikili alaşımı ile saf demir 900°C, 1000°C ve 1100°C'de 3 saat süre ile Ekabor II tozu ile katı ortamda borlanmıştır. Oluşan borür tabakaların mikroyapısı, faz içeriği, mikrosertlik ve kimyasal kompozisyonu, X-Işınları kırınımı, SEM-EDS ve Vickers Mikrosertlik ölçümü ile karakterize edilmiştir. Her iki malzeme yüzeyinde oluşan borür tabakalarının taraklı bir morfolojide olduğu gözlenmiştir. Ancak borlama sıcaklığı ve özellikle altlıktaki Si ilavesiyle taraklı yapı kabalaşmıştır. Silisyum bor tabakası içerisinde çözünmemiş ve borür tabakası ile altlık malzeme arasında birikerek geçiş bölgesi olarak tanımlanan bölgeyi oluşturmuştur. Bu bölgenin sertlik değeri yaklaşık 500 HV ölçülmüştür. Her iki altlık üzerinde oluşan borür tabakasının sertlik değeri ortalama 2200 HV'dir. Borür tabakasının kalınlığı her iki malzemede artan borlama sıcaklığıyla birlikte doğrusala yakın bir şekilde artmıştır. Altlıkta bulunan silisyum borür tabaka kalınlığını saf demire göre azaltmıştır. Saf demir ile karşılaştırıldığında Fe-8Si altlık yüzeyinde oluşan borca zengin FeB fazı, Fe₂B fazına göre daha fazla oluşmuştur.

Anahtar kelimeler: Mikroark oksidasyon, zirkonyum, zirkonyum oksit, seramik kaplama

SURFACE MODIFICATION of Fe-8Si ALLOY by BORONIZING AND ITS CHARACTERIZATION

ABSTRACT

In this study Fe-Si binary alloy containing 8 at. % Si and pure iron were pack boronised at 900°C, 1000°C and 1100°C for 3 h using Ekabor II powder. The microstructure, chemical composition, phase contents and microhardness of the formed boride coatings were characterized by means of XRD, SEM-EDS and Vickers Microhardness measurements. The saw-tooth morphology was observed on both substrates, it tended coarsen with boriding temperature and especially with the addition of Si to the substrate. Silicon did not dissolve in the boride layer but accumulated between boride layer and Fe-8Si substrate and formed a Si rich transition zone with an average hardness of 500 HV. The average hardness value of the boride layers on both substrates were approximately 2200 HV. The boride layer thickness increased near-linearly with boronizing temperature for both materials. The presence of silicon in the substrate reduced the thickness of boride layer compared to the boride layer thickness on pure iron. The amount of boron rich FeB phase compared to Fe₂B phase was higher on the boride layer of Fe-Si alloy than of pure iron.

Keywords: Microarc oxidation, zirconium, zirconium oxide, ceramic coating

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Borlama işlemi; demir esaslı malzemelere ve demir dışı malzemelere çok geniş bir şekilde uygulanabilen bir termo-kimyasal yüzey sertleştirme işlemidir[1-8]. Altlık malzemeye borun yayılımı ile malzeme yüzeyinde borlu bileşikler oluşturularak belirli

kalınlıkta sert, aşınma ve korozyon direnci yüksek borür tabakası oluşturulur[1, 7-13]. Yüzeyde oluşan bu borür tabaka özelliklerini, borlama proses süresi, sıcaklığı, kullanılan bor kaynağı gibi değişkenler etkilemektedir[1, 6, 14]. Oluşturulan bor tabakasını etkileyen diğer önemli bir parametre de altlık malzemenin türü ve kimyasal içeriğidir. Literatürde

rapor edilen çalışmalarda altlık olarak seçilen malzemenin bu malzeme yüzeyinde oluşan borür tabakasına etkisi sınırlı şekilde araştırılmıştır. Özellikle çeliğin içerisindeki alaşım elementlerinin etkisi üzerine yapılan çalışmalar Sinha tarafından bir araya getirilerek yayınlanmıştır. Çeliğin borlanması sırasında bu alaşım elementleri genelde; 1) demir borür tabakada katı eriyik olarak bulunma, 2) altlık malzemeye doğru yayılarak geçiş bölgesi olarak adlandırılan demir borür tabaka-altlık ara yüzeyinde yoğunlaşma, 3) demir borür tabakası ve/veya geçiş bölgesinde alaşım elementinin saf borürü veya demir borür ile karışık ayrı bir borür fazı oluşturma gibi farklı davranışlar göstermektedirler[1]. Aynı anda birden fazla alaşım elementi içeren çelikte, bu alaşım elementlerinin borlama davranışına kompleks etkisini bertaraf edip, alaşım elementlerinin müstakil etkisini belirlemek, çeliğin borlanma davranışını önceden belirlemek açısından önemlidir. Bu amaçla C, Cr, Ni gibi elementler demir içerisine ilave edilerek borlanmış ve bu elementlerin oluşan borür tabakaya etkisi araştırılmıştır[3, 15-17]. Yapılan bu çalışmalarda kromun borür tabakasının kalınlığını ve morfolojisini ve dolayısıyla mekanik özelliklerini dikkate değer şekilde etkilediği rapor edilmiştir[15-17]. Nikelin, hem borür tabaka kalınlığı hem de tabaka morfolojisi üzerinde olumsuz etkiye sahip olduğu bildirilmiştir. Nikel miktarındaki artış, kaplama/matris ara yüzeyinde kolonsal yapının düzlemsel yapıya dönüşmesine ve porozitenin artmasına sebep olurken, kaplamanın sertliğini de düşürmektedir[3, 16-17]. Benzer şekilde son zamanlarda yapılan bir çalışmada Ti ilavesiyle Fe-Ti ikili alaşımları oluşturulmuş ve saf demirle karşılaştırılmalı olarak Ti ilavesinin borlama davranışına etkisi araştırılmıştır. Bu çalışma sonucunda, demir borür tabakası içerisinde gömülü TiB₂ çökeltileri ve göreceli olarak daha iri taneli TiB₂ çökeltilerin olduğu bir geçiş bölgesi olduğu rapor edilmiştir. Titanyum içeriğinin artmasıyla hem kaplama kalınlığı azalmış hem de tarak dişli morfoloji kompakt yapıya dönüşmüştür[10]. Yapılan bir başka çalışmada, borür kaplama kalınlığının demire ilave edilen Mn içeriğiyle bağıntılı olmadığı ve saf demir üzerinde oluşan borür tabakasının morfolojisinin dikkate değer bir değişikliğe uğramamakla beraber FeB-Fe₂B arasında oluşan çatlağın oluşmasını engellediği rapor edilmiştir[9].

Literatürde silisyum içeren çelik ve dökme demirin borlanması sonrasında, silisyumun borür tabakasındaki dağılımı rapor edilmiş olup, silisyumun demir esaslı malzemelerin borlanma özelliklerine etkisi açıkça belirlenmemiştir[2, 18]. Demir esaslı malzemelerde, silisyum önemli bir alaşım elementi olmasından dolayı, silisyumun bu malzemelerin

borlanma davranışına müstakil etkisini belirlemek önemlidir. Bu amaçla Si içeren sentetik Fe-8Si alaşımı hazırlanarak, bu alaşım saf demir ile birlikte borlanarak, her iki malzeme üzerinde oluşan borür kalınlığı, faz bileşimi, kimyasal bileşimi ve kaplama tabakası sertliği belirlenerek karşılaştırılmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMA (EXPERIMENTAL STUDY)

% 99,97 saflıktaki demir ile % 99,5 saflıktaki silisyum metal parçaları kullanılarak, atmosfer kontrollü fırında atomik olarak % 8 Si içeren Fe-8Si ikili alaşımı hazırlandı. Elde edilen numuneler 10 mm x 10 mm x 5 mm boyutlarında dilimlenerek altlık numuneler elde edildi. Bu numunelerin geniş yüzeyleri 80-1200 numaralı SiC zımparalar ile aşındırıldıktan sonra, 3-1 µm tane boyutuna sahip alümina toz içeren solüsyon kullanılarak parlatıldı. Saf demir altlıklar da borlanmak üzere aynı şekilde hazırlandı.

Öncelikle bir miktar Ekabor II bor tozu pota içerisine konulup, Fe altlık pota içerisine yerleştirildi. Daha sonra bir miktar bor tozu daha eklenerek Fe-8Si alaşımı potaya yerleştirildi. Bor tozunun en üst kısmına borlama sırasında numunelerin oksitlenmesini engellemek için Ekrit tozu konularak pota sızdırmaz olacak şekilde sıkıca kapatıldı. Bu pota, 900 °C'deki kutu fırında 3 saat süre ile borlama işlemine tabi tutuldu. Hazırlanan diğer saf Fe ve Fe-8Si numuneler de aynı şekilde 1000 °C ve 1100 °C'de borlandı.

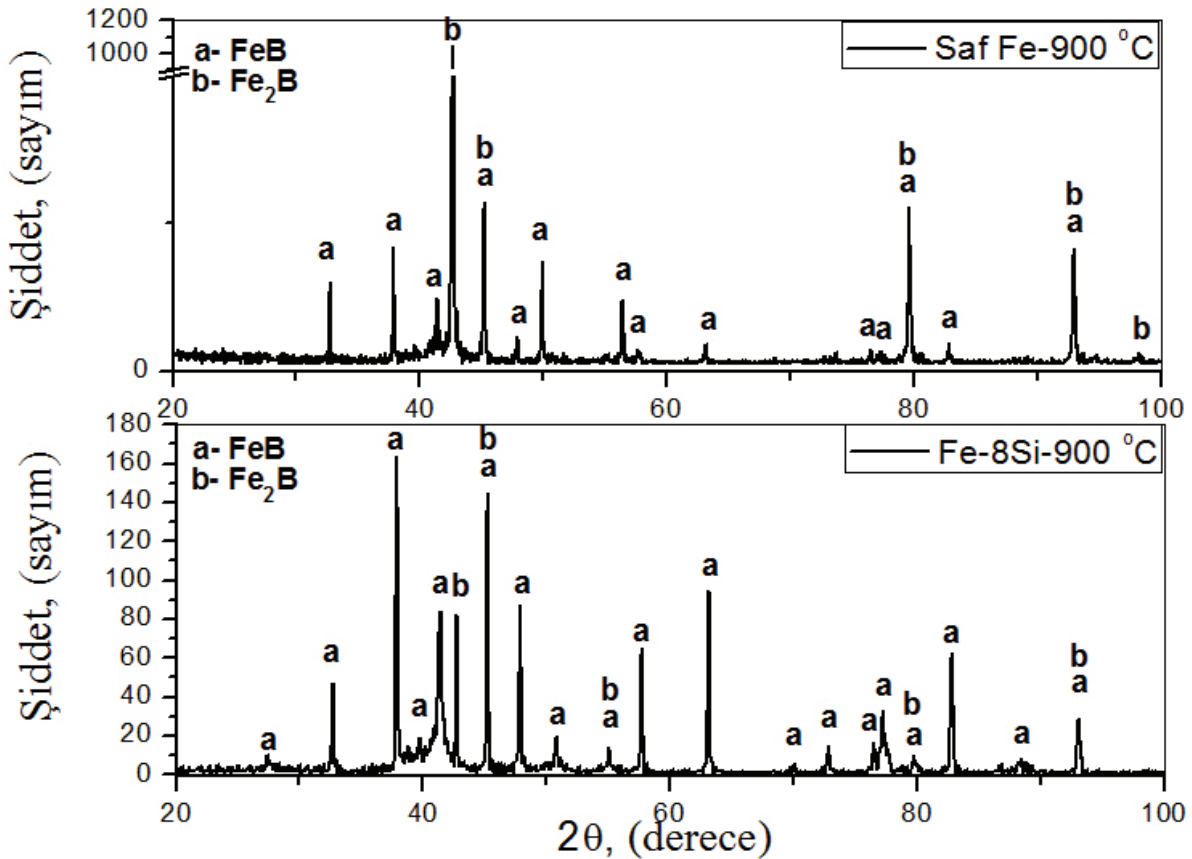
Borlama işlemi bittikten sonra, numuneler üzerindeki muhtemel mekanik bağlı toz kalıntılarını gidermek üzere ultrasonik banyoda 5 dakika tutulduktan sonra kurutuldu. Daha sonra kaplama yüzeyleri, Bruker D8 X-ışınları kırınımı (XRD) cihazı kullanılarak Cu-Kα ışını ile 20° ile 100° arası 1° / dakika hızla taranarak faz analizi yapıldı. Kesitten mikroyapı incelemesi yapılabilmesi için numuneler hassas kesici ile ikiye bölündü ve kaplama tabakası kesiti açığa çıkacak şekilde numuneler reçine kalıba alındı. Reçine kalıba alınmış numuneler 80-1200 numaralı SiC karbür zımparalar ile aşındırıldı ve 3-1 µm tane boyutuna sahip alümina toz içeren solüsyon kullanılarak parlatıldı. Kesitten mikroyapı incelemesi ve kimyasal analiz için Philips XL-30 SEM-EDS kullanıldı. Kaplanmış numunelerin kesitinden hem çizgi hem de alan SEM-EDS yapıldı. Aynı numunelerin kaplama kesitinde, Zeiss optik mikroskoba bağlı Anton Paar MHT-10 mikrosertlik cihazı kullanılıp 30 g yük uygulanmasıyla Vickers izleri oluşturulup, mikrosertlik değerleri ölçüldü.

3. DENEYSEL SONUÇLAR (EXPERIMENTAL RESULTS)

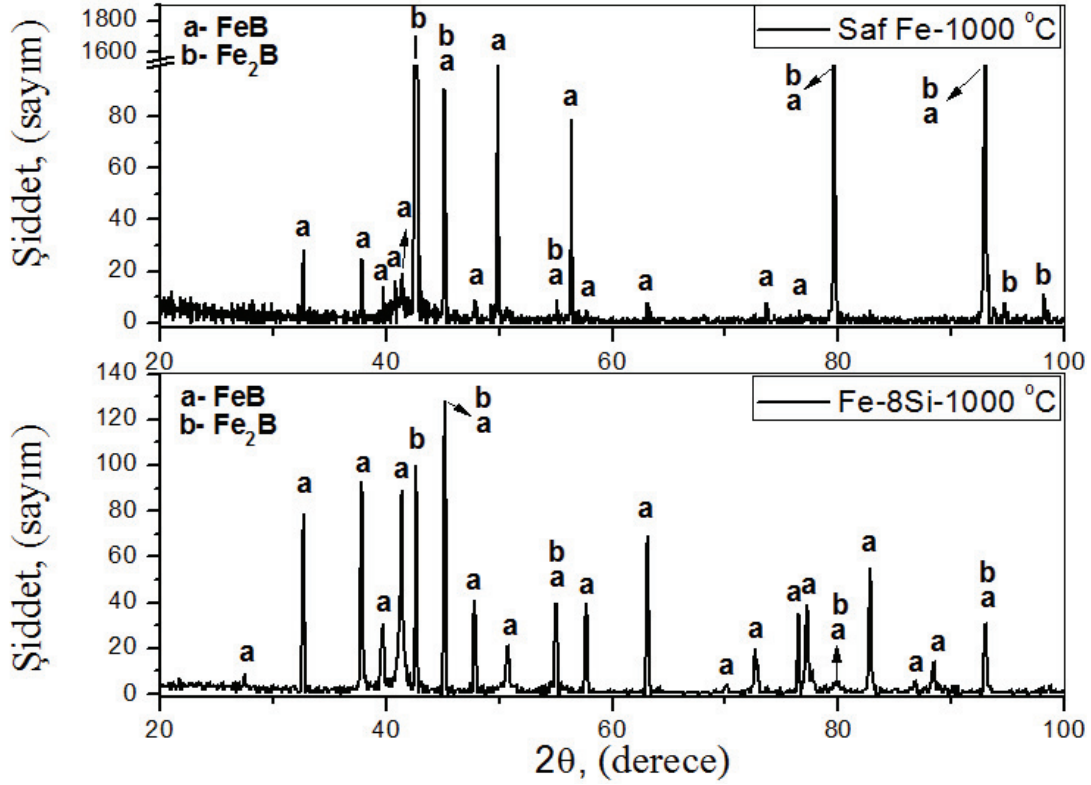
3.1. XRD Analizi (XRD Analysis)

Saf Fe ve Fe-8Si numunelerinin 900 °C, 1000 °C ve 1100 °C’de 3 saat süre ile borlanması sonucunda, bu malzemelerin yüzeyinde oluşan borür tabakasının yüzeyinden alınan XRD spektrumları Şekil 1-3’te verilmiştir. XRD sonuçları incelendiğinde, her üç borlama sıcaklığında da hem saf Fe hem de Fe-8Si üzerindeki borür tabakasında FeB ve Fe₂B fazlarının oluştuğu görülmektedir. Saf Fe’in borlandığı her üç sıcaklıkta da, borür tabakasının rastgele yönlenmiş çok taneli FeB ve Fe₂B fazlarından oluşmaktadır (Şekil 1-3). Ancak artan borlama sıcaklığı ile yüzeydeki FeB fazına ait XRD piklerinin şiddetleri azalmış, buna karşılık Fe₂B fazına ait piklerin şiddeti göreceli olarak artmıştır. Dolayısıyla saf demir üzerinde oluşan borür tabakadaki Fe₂B fazı miktarı FeB ‘ye göre sıcaklığın artması ile nispeten artmıştır.

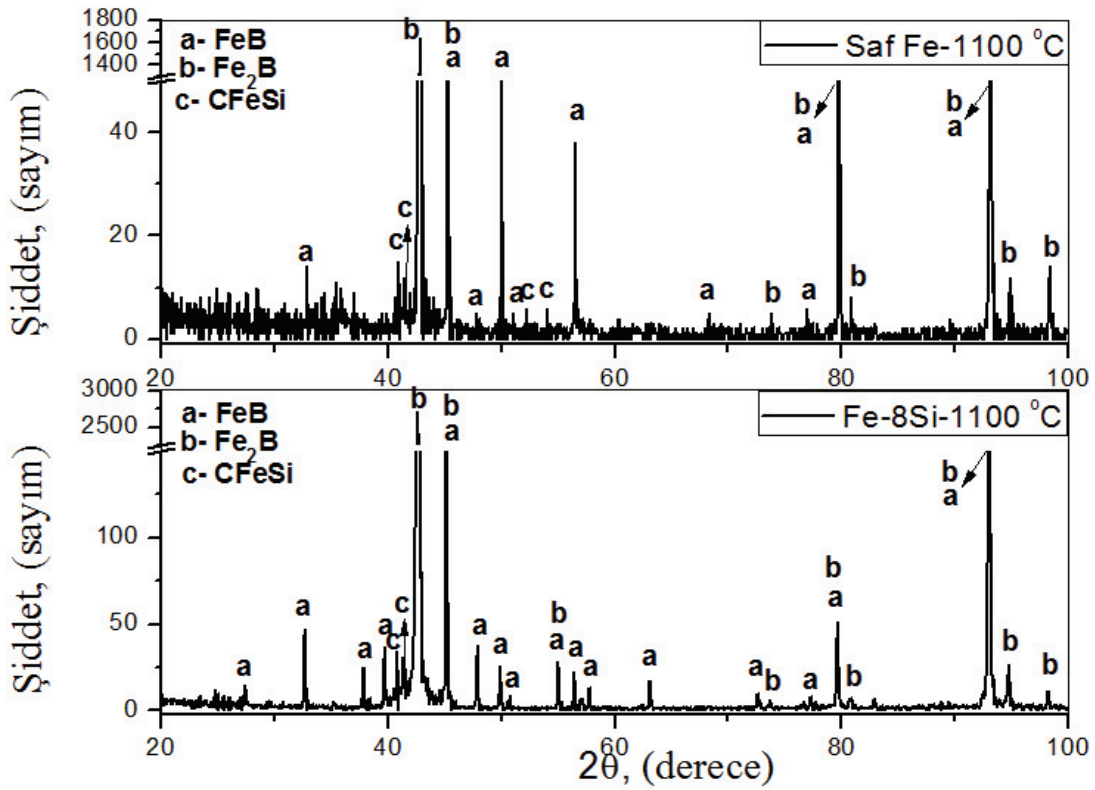
Benzer şekilde Fe-8Si alařımının borlandığı her üç sıcaklıkta da, borür tabakasının rastgele yönlenmiş çok taneli FeB ve Fe₂B fazlarından oluştuğu ve Fe₂B’nin pik şiddetlerinin FeB’ye göre borlama sıcaklığıyla beraber nispeten arttığı tespit edilmiştir. Dolayısı ile Fe₂B faz miktarının FeB fazıyla karşılaştırıldığında göreceli olarak arttığı anlaşılmaktadır. Ayrıca Şekil 1-3 incelendiğinde her üç sıcaklıkta da borlanan numunelerde altlıkta Si bulunduğu durumda FeB fazına ait pik şiddetlerinin göreceli olarak daha kuvvetli ancak Fe₂B fazına ait piklerin şiddetlerinin nispeten daha zayıf olduğu anlaşılmaktadır. FeB ve Fe₂B fazlarına ilaveten 1100 °C’de borlanan hem saf Fe hem de Fe-8Si alařımının yüzeyinde CFeSi fazına ait piklerin olduğu XRD spektrumundan (Şekil 3) görülmektedir. Bu fazın hem saf Fe hem de Fe-8Si numunelerin yüzeyinde oluşması, altlık ile borlama tozlarının yüksek sıcaklıkta kompleks reaksiyonu sonucu meydana geldiği düşünülmektedir.



Şekil 1. Saf Fe ve Fe-8Si altlık üzerine 900 °C’ de 3 saat süreyle yapılan borlama işlemi sonrasında yüzeyden alınan XRD spektrumları (XRD spectrum from the boride surface of Fe and Fe-8Si alloy borided for 3 h at 900 °C)



Şekil 2. Saf Fe ve Fe-8Si altlık üzerine 1000 °C’ de 3 saat süreyle yapılan borlama işlemi sonrasında yüzeyden alınan XRD spektrumları (XRD spectrum from the boride surface of Fe and Fe-8Si alloy borided for 3 h at 1000 °C)

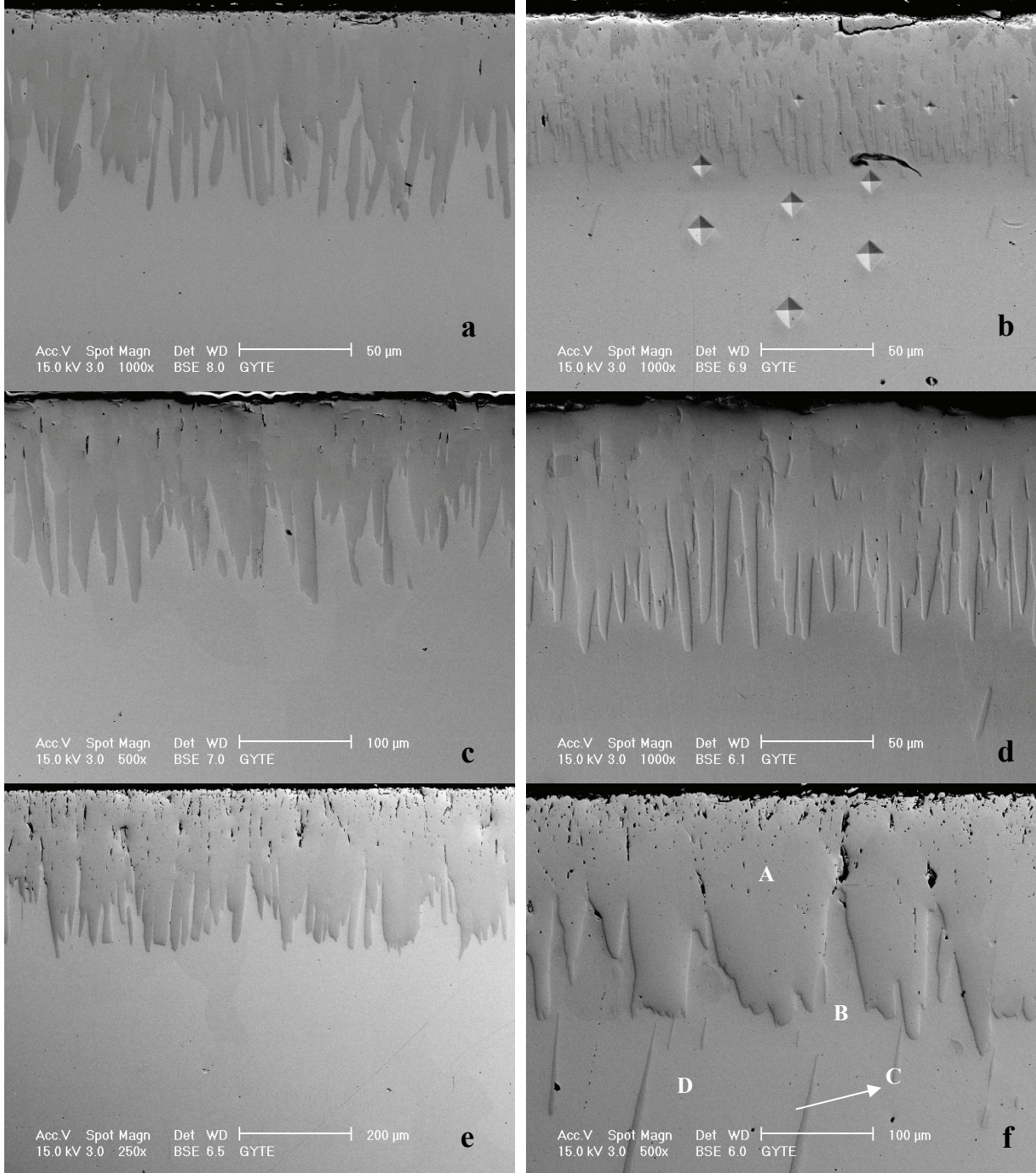


Şekil 3. Saf Fe ve Fe-8Si altlık üzerine 1100 °C’ de 3 saat süreyle yapılan borlama işlemi sonrasında yüzeyden alınan XRD spektrumları (XRD spectrum from the boride surface of Fe and Fe-8Si alloy borided for 3 h at 1100 °C)

3.2. Mikroyapı İncelemesi (Microstructural Examination)

Saf Fe ve Fe-8Si ikili alaşımına ait altlıklar üzerine 900 °C, 1000 °C ve 1100 °C’ de borlama yapılan numunelere ait kesitten SEM mikroyapı görüntüleri Şekil 4’de verilmiştir. Kesit SEM görüntüleri incelendiğinde, her iki numune üzerinde oluşan borür tabakasının, özellikle dış bölgesinde gözenekli bir yapı bulunmakta olup gözenek miktarı borlama sıcaklığı ile birlikte artmaktadır. Saf demir

üzerine yapılan borür kaplamanın kesit SEM görüntüleri Şekil 4a, c, e’ de verilmiştir. Saf demirin borlanması sonucunda oluşan borür tabakasının dış yüzeyi kesitten oldukça düzgün görünmekte olup, bu borür tabakası taraksı bir morfolojiye sahiptir. Artan borlama sıcaklığı ile birlikte borür tabakasının kalınlığı arttığı ve taraklı yapıdaki borür kristallerinin kabalaştığı görülmektedir. Şekil 4’de verilen her bir sıcaklığa ait SEM görüntüsünün farklı büyütmede alındığı göz ardı edilmemelidir.



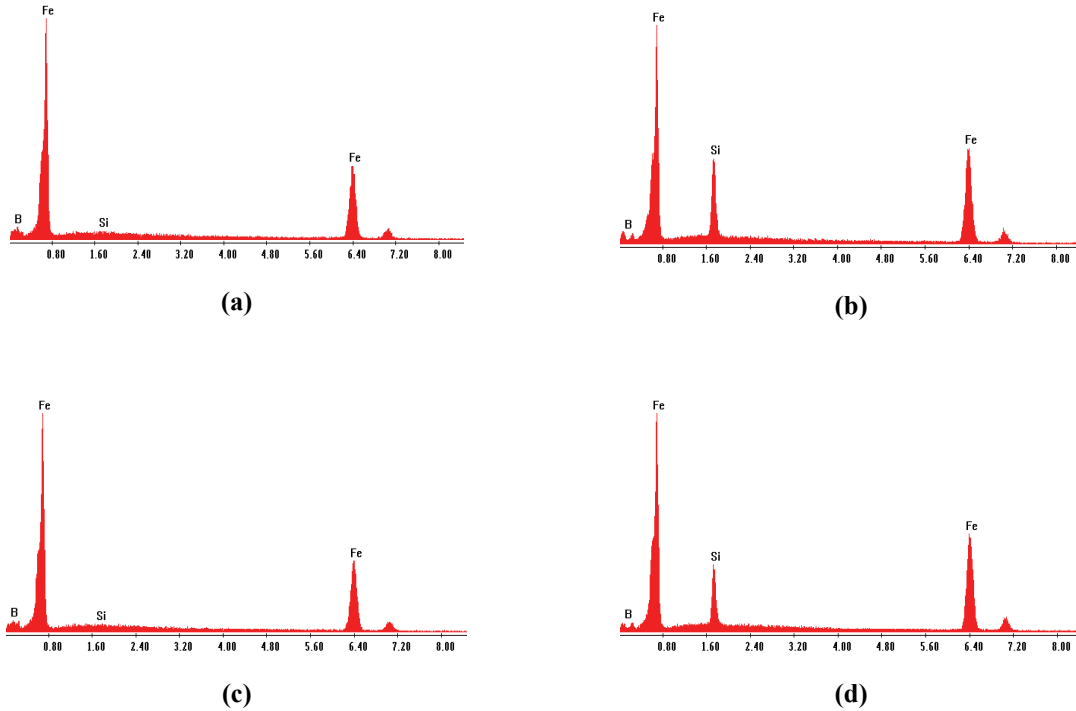
Şekil 4. Saf Fe ve Fe-8Si altlıklar üzerine farklı sıcaklıklarda 3 saat süreyle yapılan borür kaplamaların kesitten SEM görüntüsü; (a) Fe, 900 °C, (b) Fe-8Si, 900 °C, (c) Fe, 1000 °C, (d) Fe- 8Si, 1000 °C, (e) Fe, 1100 °C, (f) Fe-8Si, 1100 °C. (Cross-sectional SEM micrographs of Fe and Fe-8Si alloys borided for 3 h at different temperatures; (a) Fe, 900 °C, (b) Fe-8Si, 900 °C, (c) Fe, 1000 °C, (d) Fe- 8Si, 1000 °C, (e) Fe, 1100 °C, (f) Fe-8Si, 1100 °C)

Fe-8Si ikilî alaşımının kesit SEM görüntüleri Şekil 4b, d, f' de verilmiştir. Şekil 4b'de görülen Vickers sertlik izleri ile olup, sertlik değerleri ilgili bölümde verilecektir. Fe-8Si üzerindeki borür tabakasının dış yüzeyinin, saf Fe üzerinde elde edilen borür tabakasına nispeten daha dalgalı ve kaba bir yapıda olduğu görülmektedir. Fe-8Si üzerinde oluşan borür tabakası kalınlığı, saf demirde olduğu gibi, artan borlama sıcaklığı ile artmaktadır. Bunun yanında borür tabakasının taraksı kristallerin uç kısımları kabalaşmakta ve özellikle 1100°C'de borlanan numunede kompakt bir morfolojiye dönüştüğü görülmektedir. Ayrıca borür tabakası ile altlık arasındaki bölgede iğnemi karakterde bazı parçacıklar bulunmaktadır (Şekil 4f).

1100 °C' de borlanan Fe-8Si numunesinin kesitinin farklı bölgelerinden (Şekil 4f) alınan alan SEM-EDS

analizi sonucu elde edilen spektrum Şekil 5'te verilmiştir. Şekil 4f'de borür tabakası içinde "A", "B", "C" ve "D" ile işaretlenen bölgelerden alınan SEM-EDS spektrumları sırasıyla Şekil 5a, 5b, 5c ve 5d'de verilmiştir.

"A" bölgesi (borür tabakası) demirce ve borca zengin olmasına rağmen, silisyum elementi bu bölgede hiç bulunmamaktadır (Şekil 5a). "B" (geçiş) bölgesinde bor elementi "A" bölgesine göre çok az olduğu ancak demir ve silisyum elementlerinin dikkate değer düzeyde varlığı söz konusudur (Şekil 5b). Geçiş bölgesindeki "C" ile işaretlenen parçacığın, demirce ve borca zengin olduğu ancak silisyum içermediği görülmektedir (Şekil 5c). "D" (altlık) bölgesi "B" bölgesine kıyasla daha az Si içerdiği ancak, Fe oranının her iki bölgede aynı olduğu görülmektedir (Şekil 5d).



Şekil 5. 1100 °C sıcaklıkta 3 saat süreyle borlanan Fe-8Si alaşımının kesitten SEM görüntüsünde (Şekil 4f) A, B, C ve D ile işaretlenen bölgelerden alınan SEM-EDS spektrumları; (a) "A", (b) "B", (c) "C", (d) "D". (SEM-EDS spectrum for the areas marked as A, B, C, and D on the cross-sectional SEM micrograph (Figure 2f) of Fe-8Si alloy borided for 3 h at 1100 °C; (a) "A", (b) "B", (c) "C", (d) "D")

Ayrıca, Şekil 6'te Fe-8Si ikilî alaşımı yüzeyine 1100 °C sıcaklıkta 3 saat süreyle yapılan borür kaplamanın kesitinden alınan SEM-EDS çizgi analizi sonucu, SEM kesit görüntüsü ile birlikte verilmiştir. Çizgi boyunca demir konsantrasyonunun dikkate değer şekilde değişmediği görülmektedir.

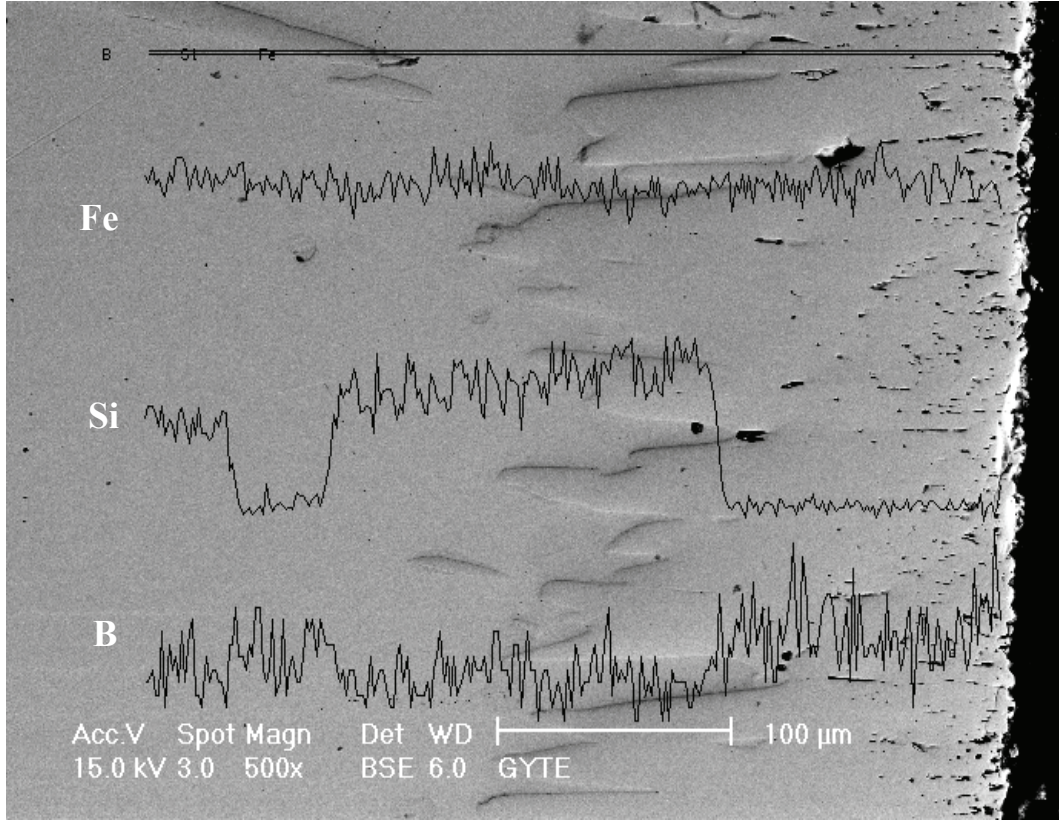
Bor konsantrasyonu ise kaplamanın dış yüzeyinden altlığa doğru çizgi boyunca azalma eğilimi

göstermektedir. Bor elementine ait spektrumdaki aşırı saçılma bu elementin SEM-EDS ile tespitindeki zorluktan kaynaklanmaktadır.

Geçiş ("B") bölgesindeki "C" ile işaretlenen parçacıktan alınan bölgesel SEM-EDS (Şekil 4c) ile çizgi SEM-EDS analizi sonucu (Şekil 6) beraber değerlendirildiğinde, bu parçacıktaki Si konsantrasyonu çok net ve keskin bir şekilde

kaplamadaki Si seviyesine kadar düşmüştür. Ancak bu parçacıktaki bor konsantrasyonu ise göreceli olarak artmıştır. Benzer şekilde bölgesel (Şekil 5) ve çizgisel SEM-EDS (Şekil 6) sonuçları beraber

değerlendirildiğinde silisyum elementinin borür tabakası içinde olmadığı, ancak silisyum oranının geçiş bölgesinde keskin bir şekilde arttığı, matrise doğru gidildiğinde ise azaldığı görülmektedir.



Şekil 6. 1100 °C sıcaklıkta 3 saat süreyle borlanmış Fe-8Si alaşımının kesit SEM görüntüsü ve çizgisel SEM-EDS spektrumu. (Cross-sectional SEM micrograph and line SEM-EDS spectrum of Fe-8Si alloy borided for 3 h at 1100 °C)

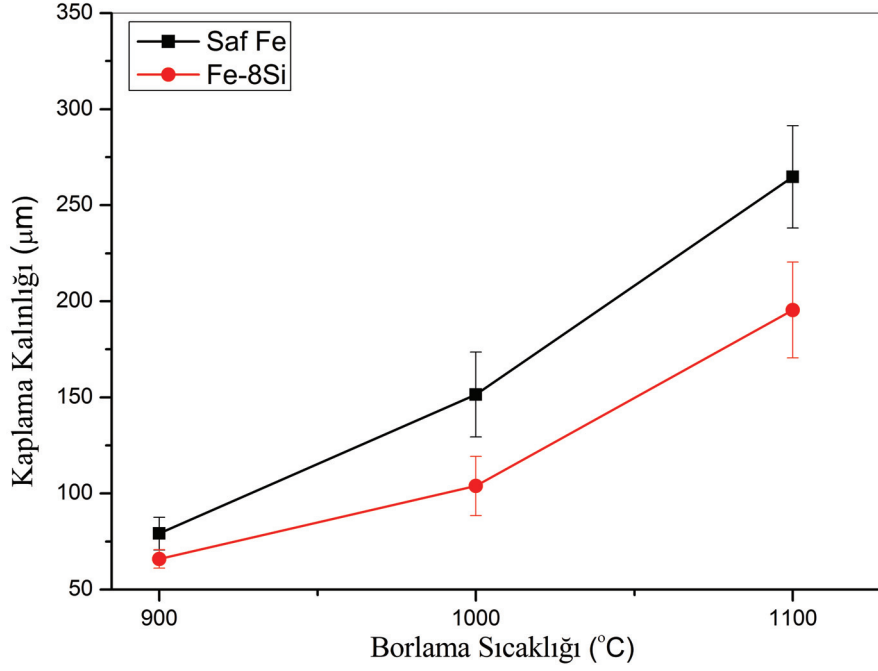
3.3 Kaplama Kalınlığı (Coating Thickness)

SEM incelenmesi sonucunda elde edilen saf Fe ve Fe-8Si ikili alaşımı üzerinde oluşan borür tabakaların kalınlıklarının sıcaklığa bağlı değişimi Şekil 7’te verilmiştir. Borlama sıcaklığındaki artışla beraber her iki altlıkta da kaplama kalınlığı artışı görülmüştür. Saf Fe numunesi için 900 °C’ de yapılan borlamada elde edilen kaplamanın kalınlığı 75 µm iken 1100 °C borlama sıcaklığında kaplama kalınlığı 270 µm’ ye kadar çıkmıştır. Fe-8Si ikili alaşımında 900 °C’ de yapılan borlamada oluşan kaplamanın kalınlığı 60 µm, borlama sıcaklığının 1100 °C’ye yükselmesi ile kaplama kalınlığı 200 µm olmuştur. Bunun yanında aynı sıcaklıklarda yapılan borlama işlemi saf Fe üzerinde oluşan borür kaplamanın kalınlığının Fe-8Si ikili alaşımı üzerinde oluşan borür kaplamadan daha yüksek olduğu açık bir şekilde görülmektedir

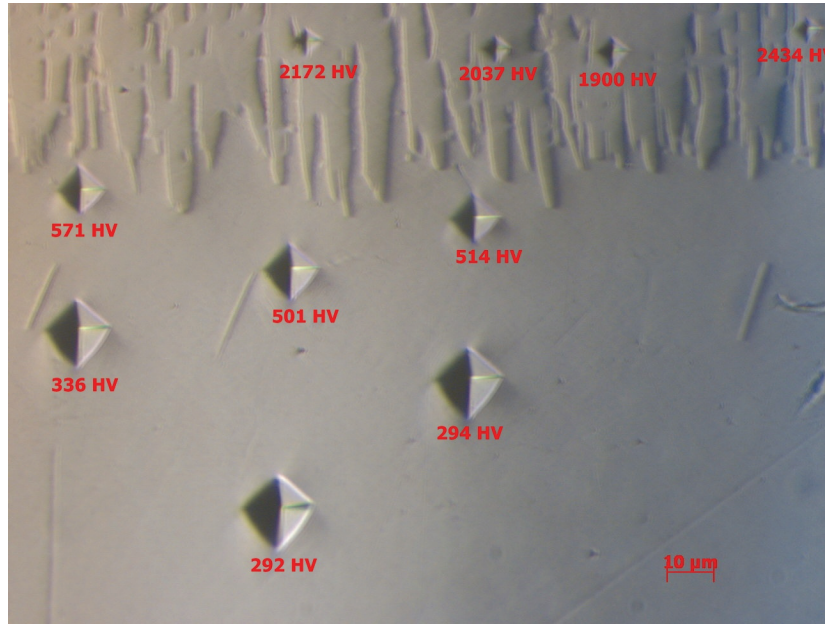
(Şekil.7). Ancak bu kaplama kalınlıklarındaki bu farkın sıcaklığın yükselmesi ile arttığı görülmektedir.

3.4. Mikrosertlik Ölçümleri (Microhardness Measurements)

Şekil 8’da Fe-8Si altlık üzerine 900 °C sıcaklıkta 3 saat süreyle yapılan borür kaplama numunesinin kesitten alınan optik mikroskopta alınan görüntüsü ile oluşturulan Vickers mikrosertlik izleri sertlik değerleri ile birlikte verilmiştir. Mikrosertlik izleri ve dolayısıyla mikrosertlik değerleri açısından borür kaplı Fe-8Si malzemeyi üç farklı bölgeye ayırmak mümkündür. Bu durum ayrıca kesitten alınan SEM görüntülerinde de açıkça görülmektedir (Şekil 4b). Ortalama 2200 HV mikrosertliğe sahip borür tabaka, 500 HV mikrosertliğe sahip geçiş bölgesi ve 300 HV mikrosertliğe sahip Fe-8Si altlık.



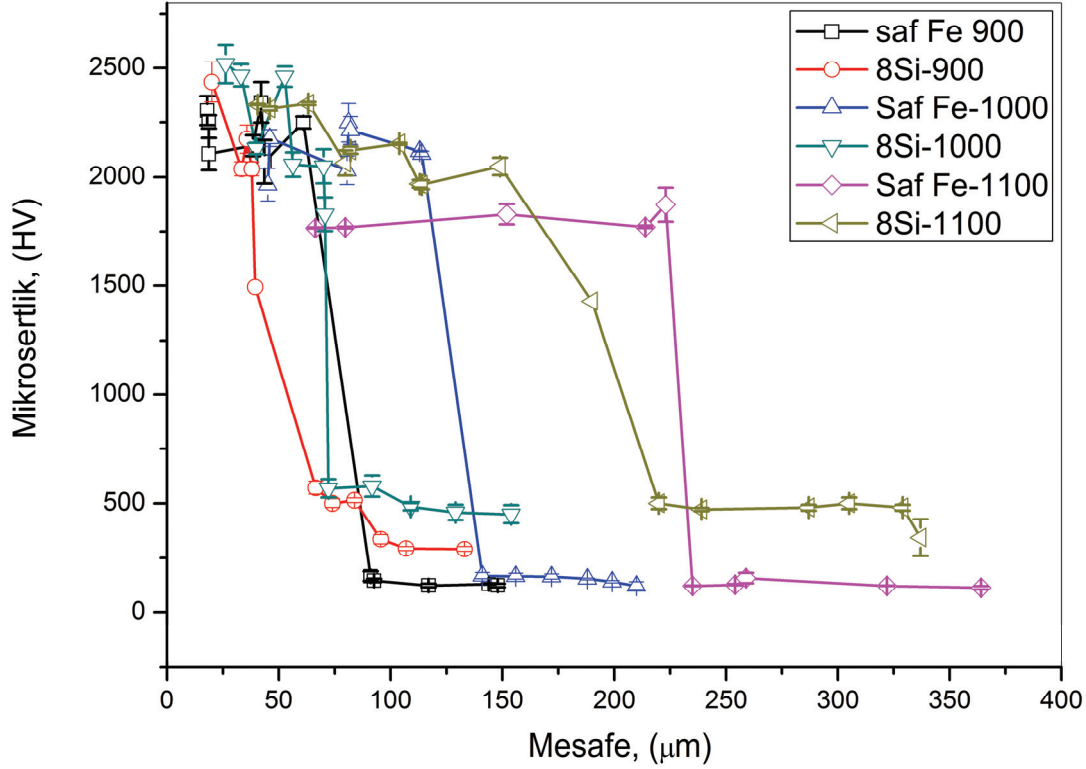
Şekil 7. Saf Fe ve Fe-8Si altlıklar üzerine farklı sıcaklıklarda elde edilen kaplama kalınlıklarının, sıcaklığa bağlı olarak değişimi. (Variation of the coating thicknesses of pure Fe and Fe-8Si substrates depending on temperature)



Şekil 8. Fe-8Si altlık üzerinde oluşan borür (900 °C, 3 saat) kaplama kesitinde oluşturulan mikrosertlik izlerinin optik mikroskop görüntüsü. (Optic microscope images of micro hardness indents formed on cross-section of boride (3 h at 1100 °C) coating on Fe-8Si substrate)

Dolayısıyla kaplamadan altlığa doğru bir mikrosertlik gradyanından söz etmek mümkündür. Bu mikrosertlik değerleri diğer sıcaklıklar için de benzer olup bu mikrosertlik değerlerinin mesafeye bağlı değişimi bor kaplanmış saf Fe kesitinden alınan mesafeye bağlı mikrosertlik değerleri ile birlikte Şekil 9'de verilmiştir. Altlık saf Fe' in sertliği 125 HV iken Fe-

8Si ikili alaşımının altlık sertliği ise 300 HV' dir. Yüksek sıcaklıkta borlanan Fe-8Si'nin geçiş bölgesinin daha geniş olduğu mikrosertlik değerlerinden (Şekil 9) ayrıca anlaşılmaktadır. Borür kaplı saf demirin sertlik değerlerinde bir gradyan oluşmamıştır.



Şekil 9. Borlanmış saf demir ve Fe-8Si alaşımı (900 °C, 1000 °C ve 1100 °C'de 3 saat) yüzeyinden kaplama/altlık ara yüzüne mikrosertlik değişim profili. (The microhardness profiles from the surface to the substrate/coating interface of borided (3 h at 900 °C, 1000 °C and 1100 °C) pure Fe and Fe-8Si alloy)

4. TARTIŞMA (DISCUSSION)

Saf Fe ve Fe-8Si ikili alaşımının numuneleri 900 °C, 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda 3 saat süreyle borlama işlemine tabi tutularak yüzeylerinde borür tabaka oluşturulmuştur. Artan sıcaklıkla beraber her iki altlık malzemesinde de kaplama kalınlığının arttığı görülmüştür. Sıcaklık artışı ile beraber borun difüzyon hızı artmış, bu da kaplama kalınlığının artmasına sebep olmuştur. Saf Fe ve Fe-8Si yüzeylerinde oluşan borür tabaka kalınlıkları farklı olup, artan sıcaklıkla beraber bu fark daha da artmıştır. Fe-8Si yüzeyinde oluşan borür tabakanın kesitten alınan SEM-EDS sonuçları, silisyumun, borür tabakada bulunmayıp, borür tabakanın hemen altındaki bölgede yoğunlaştığını göstermekte olup silisyumun yoğunlaştığı bu bölge geçiş bölgesi olarak tanımlanmıştır. Silisyumun yoğunlaşması sıcaklık artışıyla beraber daha da artmıştır. Bu bölgeden elde edilen sertlik değerlerinin, borlanmış saf demirin borür tabakasından hemen altındaki bölge ile karşılaştırıldığında, yüksek olması bu bölgenin silisyumca zenginleştiğini teyit etmektedir. Bu geçiş bölgesinin mikrosertlik değerlerinin yüksek olması, silisyumun bu bölgede yoğunlaşarak demir ile katı eriyik oluşturmasından kaynaklanmaktadır. Geçiş bölgesinin sertlik değerlerinin altlık malzemeden alınan sertlik değerinden belirgin bir şekilde yüksek olması da silisyumun borür tabakasından çözünmeyip geçiş bölgesinde yoğunlaşarak demir ile katı eriyik yaptığına bağlanabilir. Yapılan bir çalışmada içerisinde diğer

alaşım elementleri ile birlikte silisyum bulunduran bir yüksek hız çeliğine yapılan borlama sonuçlarının değerlendirilmesinde, silisyum atomlarının, bu çalışmada bulunan sonuçlara benzer şekilde geçiş bölgesinde yoğunlaştığı raporlanmış ve silisyum atomlarının yoğunlaşması, silisyum atomlarının borür tabakasından altlığa doğru bor atomları tarafından itilmesine mal edilmiştir [19]. Ancak, silisyum atomlarının bor atomları tarafından itilmesinden daha ziyade, silisyum atomlarının borür tabakasından çözülmemesinden ve oluşan borür tabakasından silisyumun kaplama yönüne doğru difüzyonuna engel olup, sadece altlığa doğru yayılmasına mal edilebilir. Dolayısıyla altlığa doğru yönlendirilmiş bu yayılım, silisyum atomlarının geçiş bölgesi olarak tanımladığımız bölgede yoğunlaşmasına neden olmuştur.

Bunun sonucunda borür tabaka içinde çözünmeyen ve borür tabakasından hemen önünde (geçiş bölgesi) biriken silisyum atomları, devam eden borlama sürecinde bor difüzyonuna karşı bir bariyer oluşturmakta ve bu bariyer borun difüzyonunu yavaşlatarak engellemektedir. Dolayısıyla Fe-8Si alaşımı yüzeyinde oluşturulan borür tabakasından, saf Fe üzerinde oluşturulan borür tabakasına göre tüm sıcaklıklarda daha ince olmasına yol açmaktadır.

Bu durum XRD sonuçları ile de desteklenmektedir. Şöyle ki; Fe-8Si alaşımı üzerindeki oluşan rastgele yönelmiş çok taneli fazların oranlarının da artan borlama sıcaklığıyla beraber değiştiği tespit

edilmiştir. Fe-8Si altlıklar üzerinde Fe₂B faz miktarının FeB fazıyla karşılaştırıldığında göreceli olarak azaldığı anlaşılmaktadır. Bu durum, Fe-8Si alaşımı içerisinde bulunan Si miktarının artmasıyla elementel bor atomlarının altlık içerisinde difüzyonunun yavaşlatılmasına bağlı yüzeyde artan bor konsantrasyonunun FeB fazının daha fazla meydana gelmesine bağlamak mümkündür. Çünkü artan sıcaklıkla beraber her ne kadar bor atomlarının difüzyonu daha hızlı gerçekleşerek Fe-8Si alaşımı üzerinde kaplama kalınlığını artmasına neden olsa da, alaşım üzerindeki borür tabaka kalınlığı hiç bir zaman saf Fe altlık üzerindeki kadar kalın olamamaktadır.

Ayrıca saf Fe üzerine kaplamaların yapıldığı her üç sıcaklıkta da, saf Fe altlık üzerindeki borür tabakasını rastgele yönlenmiş çok taneli FeB ve Fe₂B fazları oluşturmaktadır. Ancak artan borlama sıcaklığı ile yüzeydeki FeB fazı miktarı azalmıştır. Altlıkların yüzeyinde sabit bor elementi potansiyeli altında, artan borlama sıcaklığıyla beraber bor atomlarının difüzyon mesafesi artarak borlanmış bölgedeki bor miktarı düşmüş ve yüzeyde borca zengin FeB fazı oluşumu zorlaşırken daha düşük bor oranına sahip Fe₂B fazının daha fazla oluşmasına neden olmuştur.

Saf Fe ve Fe-8Si üzerinde oluşturulan kaplamaların kesit SEM görüntüleri incelendiğinde; saf Fe üzerindeki borür tabakasının altlık ile arasındaki ara yüzeyde taraksı yapının oluştuğu gözlemlenirken, demir içine silisyum ilavesi ile beraber taraksı yapının morfolojisinin değiştiği tespit edilmiştir. Silisyum atomları, yukarıda da belirtildiği gibi oluşan borür tabakası içinde çözünmemesinden dolayı borür tabakanın hemen altında birikerek bu tabakanın ilerlemesini engellemektedir. Altlık - kaplama arasındaki ara yüzeyde oluşan taraksı yapının değiştiği ve taraksı yapıya ait dişlerin genişlediği görülmüştür.

Mesafeye bağlı sertlik değerleri incelendiğinde kaplama içindeki sertlik değerlerinde çok fazla bir değişim olmadığı görülmüştür. Silisyum içerikli alaşımda geçiş bölgesi ve altlık arasında farklı sertlik değerleri görülmüştür. Yukarıda da belirtildiği üzere geçiş bölgesinde silisyum konsantrasyonun artması bu bölgede sertliğin yükselmesine sebep olmuştur.

SEM-EDS sonuçları ışığında da silisyumun birikmesi sonucu oluşan geçiş bölgesi tespit edilmiştir. Altlık malzemenin iç kısmından alınan SEM-EDS sonuçları ile geçiş bölgesinden alınan SEM-EDS sonuçları karşılaştırıldığında geçiş bölgesindeki silisyum miktarının daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bunun sebebi de yukarıda bahsettiğimiz silisyumun borür tabaka içinde çözünmemesi ve tabakanın altında birikmesidir. Kaplama boyunca alınan çizgisel SEM-EDS sonuçlarına göre borun, elementel profiline göre kaplamanın dış kısmında daha yüksek olduğu, kaplamanın iç kısmında giderek azaldığı tespit edilmiştir. Kaplamanın dış kısmında borca zengin

FeB fazının oluşması ve iç kısımlarda borca fakir Fe₂B fazının olması azalan bor potansiyeli sonucudur.

5. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada atomik % 8 Si içeren Fe-Si ikili alaşımı ile saf demir 900°C, 1000°C ve 1100°C'de 3 saat süre ile Ekabor II tozu ile katı ortamda borlanmış ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

1. Her iki malzeme yüzeyinde oluşan borür tabaka taraklı bir morfolojide olup borlama sıcaklığı ve özellikle altlıktaki Si ilavesiyle taraklı yapı kabalaşmıştır.
2. Silisyum borür tabakası ile altlık malzeme arasında geçiş bölgesi olarak tanımlanan bölgede birikmiştir.
3. Her iki malzeme yüzeyinde oluşan borür tabaka kalınlığı, borlama sıcaklığıyla birlikte doğrusala yakın bir şekilde artmıştır. Ancak Si içeren malzeme borür tabakası kalınlığının saf demir borür tabakasına göre büyük ölçüde azalmıştır.
4. Her iki altlık üzerinde oluşan borür tabakanın sertlik değeri 2200 HV civarında, Fe-8Si'nin borlanması ile oluşan geçiş bölgesinin sertlik değeri 500 HV ve saf demirin ile Fe-8Si altlıkların sertlik değerleri sırasıyla 125 HV ve 300 HV civarındadır.
5. Silisyum içeren altlık yüzeyinde borca zengin FeB fazı, Fe₂B'ye göre daha fazla oluşmuştur.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENTS)

XRD incelemelerini yapan Adem Şen'e ve SEM incelemelerini yapan Ahmet Nazım'a teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. A.K. Sinha, Boriding (boronizing), in: A.K. Sinha (Ed.) **ASM International Handbook**, ASM International, OH, pp. 437-447, 1991.
2. O. Ozdemir, M.A. Omar, M. Usta, S. Zeytin, C. Bindal, A.H. Ucisik, An investigation on boriding kinetics of AISI 316 stainless steel, **Vacuum**, 83, 175-179, 2008.
3. G. Principi, A. Gupta, C. Badini, Structural Study of Borided Layers Obtained on Synthetic Fe-Ni Alloys, **Hyperfine Interactions**, 69, 479-483, 1991.
4. C.M. Brakman, A.W.J. Gommers, E.J. Mittemeijer, Boriding of Fe and Fe-C, Fe-Cr, and Fe-Ni Alloys - Boride-Layer Growth-Kinetics, **Journal of Materials Research**, 4, 1354-1370, 1989.
5. M. Bektes, A. Calik, N. Ucar, M. Keddama, Pack-boriding of Fe-Mn binary alloys: Characterization and kinetics of the boride layers, **Materials Characterization**, 61, 233-239, 2010.

6. O. Ozdemir, M. Usta, C. Bindal, A.H. Ucisik, Hard iron boride (Fe₂B) on 99.97wt% pure iron, **Vacuum**, 80, 1391-1395, 2006.
7. E. Atik, U. Yunker, C. Meric, 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, 155-161, 2003.
8. I. Campos, G. Ramirez, U. Figueroa, J. Martinez, O. Morales, Evaluation of boron mobility on the phases FeB, Fe₂B and diffusion zone in AISI 1045 and M2 steels, **Applied Surface Science**, 253, 3469-3475, 2007.
9. Y. Gencer, Influence of manganese on pack boriding behaviour of pure iron, **Surface Engineering**, 27, 634-638, 2011.
10. Y. Gencer, M. Tarakci, A. Calik, Effect of titanium on the boronizing behaviour of pure iron, **Surface and Coating Technology**, 203, 9-14, 2008.
11. I. Ozbek, C. Bindal, Mechanical properties of boronized AISI w4 steel, **Surface and Coating Technology**, 154, 14-20, 2002.
12. S. Taktak, Some mechanical properties of borided AISI H13 and 304 steels, **Materials&Design**, 28, 1836-1843, 2007.
13. M. Tarakci, Y. Gencer, A. Calik, The pack-boronizing of pure vanadium under a controlled atmosphere, **Applied Surface Science**, 256, 7612-7618, 2010.
14. K. Genel, Boriding kinetics of H13 steel, **Vacuum**, 80, 451-457, 2006.
15. V.I. Dybkov, W. Lengauer, P. Gas, Formation of boride layers at the Fe-25% Cr alloy-boron interface, **Journal of Materials Research**, 41, 4948-4960, 2006.
16. P. Goeuriot, R. Fillit, F. Thevenot, J.H. Driver, H. Bruyas, The Influence of Alloying Element Additions on the Boriding of Steels, **Materials Science and Engineering**, 55 (1982) 9-19.
17. C. Badini, C. Gianoglio, G. Pradelli, Preferential Distribution of Chromium and Nickel in the Borided Layer Obtained on Synthetic Fe-Cr-Ni Alloys, **Journal of Materials Research**, 21, 1721-1729, 1986.
18. I. Campos-Silva, M. Ortiz-Dominguez, M. Keddam, N. Lopez-Perrusquia, A. Carmona-Vargas, M. Elias-Espinosa, Kinetics of the formation of Fe(2)B layers in gray cast iron: Effects of boron concentration and boride incubation time, **Applied Surface Science**, 255, 9290-9295, 2009.
19. I. Ozbek, Bindal,C., Kinetics of borided AISI M2 high speed steel, **Vacuum**, 86, 391-397, 2011.

