

Borlanmış AISI 316 Üzerinde Oluşmuş Fe_xB Tabakalarının Kırılma Tokluklarının İncelenmesi

Polat TOPUZ[#], Özlem AYDIN[#], Tuna AYDOĞMUŞ⁺, Bünyamin ÇİÇEK⁺

[#] Gedik Meslek Yüksekokulu, İstanbul Gedik Üniversitesi
İstanbul, Türkiye

polattopuz@gedik.edu.tr, ozlemaydin@gedik.edu.tr

⁺Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Hitit Üniversitesi
Çorum, Türkiye

tunaaydogmus@hotmail.com, cicekbunyamin78@gmail.com

Özet— Bu çalışmada, AISI 316 Östenitik Paslanmaz Çeliğin kutu borlama yöntemiyle borlanması sonucu yüzeyinde oluşan çift fazlı demir-borür tabakasının kırılma tokluğu incelenmiştir. Demir esaslı malzemelerin borlanması ile yüzeylerinde, genellikle FeB ve Fe₂B' den oluşmuş demir borür tabakası oluşmaktadır. Bu fazlar, mekanik özellikleri açısından birbirinden farklı özellikler sergilemektedirler. Özellikle, ihtiva ettikleri bor miktarına bağlı olarak sertlik değerleri arasında da büyük farklılıklar meydana gelmektedir. Kırılma tokluğu hesaplamaları için birçok yöntem olmakla birlikte, bu çalışmada Palmqvist yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemin prensibi, Vickers sertlik yöntemi kullanılarak malzeme yüzeyinde oluşturulan eşkenar dörtgen şeklindeki izin, köşegenlerinde meydana gelen çatlakların uzunluklarının ölçülmesi ve ilgili formüle uygulanması şeklindedir.

Anahtar Kelimeler — Kırılma tokluğu, AISI 316, Kutu Borlama, FeB, Fe₂B, Palmqvist

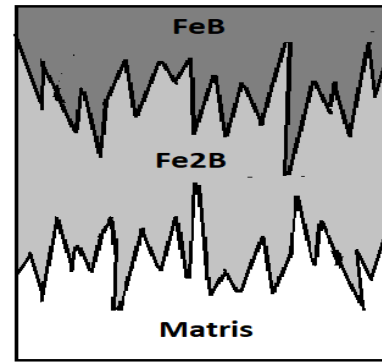
Abstract- In this study, the fracture toughness of the double-phased iron-boride layer formed on the surface of AISI 316 Austenitic Stainless Steel as a result of the pack boriding method was investigated. With the boriding of iron-based materials, an iron boride layer generally consisting of FeB and Fe₂B is formed on their surfaces. These phases exhibit different properties in terms of their mechanical properties. Especially, depending on the amount of boron contain, large differences occur between their hardness values. Although there are many methods for fracture toughness calculations, the Palmqvist method was used in this study. The principle of this method is to measure the length of the rhombus shaped trace formed on the surface of the material by using the Vickers hardness method, the length of the cracks that occur on the diagonals and apply it to the relevant formula.

Keywords — Fracture toughness, AISI 316, Pack boriding, FeB, Fe₂B, Palmqvist

I. GİRİŞ

Borlama işlemi, Alman Endüstriyel standardı DIN 17014'de malzemelerin yüzeyine difüzyon (yayınım) yoluyla uygulanan termo-reaktif bir sertleştirme yöntemi olarak tanımlanmıştır [1]. Temel olarak, bor atomlarının, demirli veya demir dışı malzemelerin atomlarıyla bir araya gelerek, yüzeylerinde oluşturduğu mekanik özellikleri yüksek tabakalar olarak

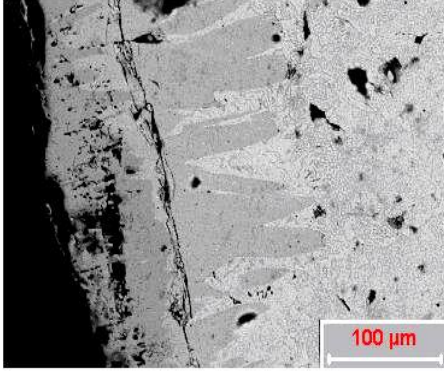
tanımlanabilir [2]. Borlama işlemi sayesinde, borlanan malzemenin yüzeyindeki borür tabakası, yüksek sertlik, yüksek aşınma dayanımı, bazı metalik malzemelerde korozyon direnci ve demir-bakır-grafitten elde edilmiş toz metalürjik parçalarda ise yorulma dayanımını artırıcı etkileri olduğu belirlenmiştir [3,4]. Borlama işlemi, uygulama açısından birçok fiziksel ve kimyasal yöntemle gerçekleştirilebilmektedir. Bu uygulamaların en yaygın olanları; kutu borlama, gaz borlama, plazma borlama, pasta borlama ve akışkan yatakta borlamadır [5]. Çelik türlerine uygulanan borlama işlemleri neticesinde, malzemelerin yüzeyinde oluşan borür tabakasının iki fazlı olduğu belirlenmiştir. Bu fazlardan en dıştaki, bor açısından daha zengin olan FeB fazı, hemen bitişiğindeki ise Fe₂B fazı olarak adlandırılmaktadır [6]. Şekil 1'de, çelik yüzeyinde oluşan borür tabakasının şematik resmi yer almaktadır.



Şekil 1. Çelik yüzeyinde oluşan borür tabakasındaki fazlar (şematik)

Çelikte meydana gelen bu iki fazlı tabaka, çeliğin içerisindeki alaşım elementlerinin miktarına bağlı olarak morfolojik değişikliğe uğramaktadır. Şekilde de görülen oluşum, testere dişi şeklinde tarif edilmekte ve çelik türlerinin çoğunda oluşmaktadır [7]. Fakat yüksek oranda krom içeren çeliklerde ve paslanmaz çeliklerde, bu morfolojinin kolonsal yapıya dönüştüğü belirlenmiştir [8]. Demir-borür tabakasını oluşturan bu çift fazlı yapı, fazların mekanik özelliklerinin farklılığından dolayı çok fazla tercih edilmemektedir. Özellikle,

FeB'nin ısı genleşme katsayısı ile Fe₂B'nin ısı genleşme katsayısının farklı olması sebebiyle, çekme-basma etkisi oluşmakta, özellikle kalın tabakalarda, fazlar arasında çatlama veya ayrılma olabilmektedir [9]. Isıl genleşme katsayılarındaki farklılığın yanı sıra, FeB fazının, Fe₂B'ye göre daha fazla bor içeriği ve dolayısıyla sertliğinin de yüksek oluşu, bu olumsuzluğu daha da arttırmaktadır [10]. Özellikle testere dişi morfolojisine sahip iki fazlı tabakalarda, testere dişlerinin çentik etkisi sebebiyle de çatlak başlayabilmektedir. Şekil 2'de, fazlar arasındaki ayrılmaya örnek verilmektedir.



Şekil 2. FeB ile Fe₂B arasında meydana gelen çatlak [3]

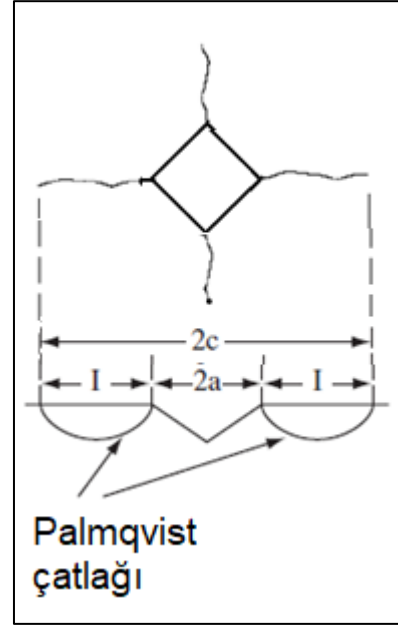
Östenitik paslanmaz çelikler arasında yer alan AISI 316 (X5CrNiMo17-12-2), özellikle molibden ihtiva ettiği için, korozyona karşı oldukça dirençlidir. Aynı zamanda kolay şekillendirilme ve kaynak özellikleri açısından da tercih edilmektedir. Bu özellikleri açısından, yiyecek ekipmanlarında, laboratuvar ekipmanlarında, tıbbi cihazlarda, kimyasal taşıma ekipmanlarında ve daha birçok yerde kullanılmaktadır [11,12].

Kırılma tokluğu, çatlak içeren bir malzemenin kırılmaya direnme yeteneğini ifade edilmektedir. Kırılma tokluğu ölçümü için pek çok yöntem söz konusudur [13]. Özellikle sert metallerin kırılma tokluğu tespitinde "Palmqvist Çatlağı" olarak bilinen yöntem sıklıkla kullanılmaktadır. Palmqvist çatlağı, Vickers yöntemiyle elde edilen izin köşegenlerindeki çatlak uzunluklarının ölçülmesiyle elde edilen bir tokluk değeridir [14]. Sertlik ölçme yöntemlerinden birisi olan Vickers Yönteminde, batıcı uç olarak, uç açısı sabit 136° olan elmas piramit kullanılmaktadır. Belli bir ağırlık ile malzeme yüzeyine batırılan bu ucun bıraktığı iz, eşkenar dörtgen şeklinde olmaktadır. Bu eşkenar dörtgenin köşegenlerinin uçlarında meydana gelen çatlakların (Palmqvist çatlağı) uzunluklarının ölçülmesi ve elde edilen sertlik değerinin de, eşitlik 1'de yer alan, Antis ve arkadaşlarının [15] geliştirdiği formüle yerleştirilmesi ile kırılma tokluğu hesap edilebilmektedir.

$$K_{Ic} = 0.016 \left(\frac{P}{c^2} \right) \left(\frac{E}{H_V} \right)^{1/2} \quad (1)$$

Formülde; K_{Ic} : Kırılma tokluğu (MPa.m^{1/2}), E: Elastisite modülü (kg/mm²), H_v: Kaplama tabakasının Vickers sertliği (kg/mm²), P: Uygulanan yük (MN), c: Çatlak yarı boyu (m)

değerlerini ifade etmektedir [16]. Şekil 2'de şematik olarak Vickers yöntemiyle kırılma tokluğu ölçümü gösterilmektedir.



Şekil 3. Vickers yöntemiyle kırılma tokluğu ölçümü (şematik)

Kırılma tokluğunun hesap edilmesinde, en önemli etkenlerden birisi de, ölçüm yapılacak malzemenin elastisite modülü değerinin bilinmesidir. Literatürde, demir borürlerin elastisite modülleri hakkında pek çok çalışma söz konusudur. Elastisite modülü, ikili fazdan meydana gelmiş olan demir borür tabakasında, her faz için ayrı değerlere sahiptir. Dolayısıyla, kırılma tokluk değerleri de her faz için ayrı olarak belirlenebilir. Silva ve arkadaşlarının gerçekleştirmiş olduğu bir çalışmada [17], FeB fazının elastisite modülü değeri ortalama 321 GPa ve Fe₂B fazının ise ortalama 283 GPa olarak tespit etmişlerdir. Silva ve arkadaşlarının bir başka çalışmasında [18] bu değerler sırasıyla 296 GPa ve 286 GPa olarak tespit etmişlerdir. G. Rodríguez ve arkadaşlarının çalışmasında [19] ve E. Hernández-Sánchez ve arkadaşlarının çalışmasında [20] bu değerler sırasıyla 348 GPa, 266 GPa değerleri ve 341 GPa, 298 GPa olarak bildirmişlerdir. Her ne kadar çalışmaların hepsinde farklı sonuçlar bulunmuş olsa da fazların birbirinden farkı ortaya konulmuştur. Bu çalışmada da literatür verilerinin ortalamasından yola çıkarak elastisite modülü değerleri hesaplamalarda kullanılmıştır. Buna göre FeB fazı için elastisite modülü değeri ortalama 326 GPa ve Fe₂B fazı için ise 283 GPa olarak hesaplamalarda kullanılmıştır.

II. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

AISI 316 östenitik paslanmaz çeliğin borlanması amacıyla, kutu borlama yöntemi seçilmiştir. Borlama için ticari adı Ekabor-2 olan toz karışımı kullanılmıştır. Ekabor-2, %5 B₄C + %5 KBF₄ + %90 SiC içeren bir toz karışımıdır [9]. Borlama işlemi, atmosfer kontrollü fırında 950°C'de 3 saat

gerçekleştirilmiştir. Bu sıcaklık ve sürenin belirlenmesinde, literatür araştırmaları ve geçmiş çalışmalar dikkate alınarak karar verilmiştir. Deneylere başlamadan önce, AISI 316 malzemenin optik emisyon spektrometresi ile analizi gerçekleştirilmiş, malzemenin kesinliğine karar verdikten sonra deneylerde kullanılmıştır. Analiz sonucu Tablo 1’de yer almaktadır.

Tablo 1. Deneylerde kullanılan AISI 316 Paslanmaz çeliğin kimyasal analizi

Borlanan Malzeme	AISI 316	(X5CrNiMo17-12-2)
Alaşım Elementleri (%)	C	0,079
	Mn	2,010
	Si	0,741
	P	0,045
	Cr	17,415
	Ni	11,870
	Mo	2,600
	S	0,029
	N	0,090

Borlama işlemi için kullanılan atmosfer kontrollü ısı işlem fırını Şekil 4’te yer almaktadır.



Şekil 4. Atmosfer kontrollü ısı işlem fırını

Borlama işlemi tamamlandıktan sonra, numunenin bir yüzeyi metalografik etüt için hazırlanmıştır. Hazırlama işlemleri için 80 ila 1200 numaralı zımpara kağıtları kullanılmış, ardından 1µm tane büyüklüklü alüminyum oksit pasta ile parlatılmıştır. Parlatma sonrası dağlama için 3 birim HCl ve 1 birim HNO₃ karışımı kullanılmıştır. Dağlama işlemi tamamlandıktan sonra, numune yüzeyinde oluşan tabakanın ortalama kalınlığı belirlenmiştir. Tabaka kalınlığı belirlemek için optik mikroskoba bağlı dijital kamera yardımıyla

bilgisayar içerisindeki görüntü analiz programı kullanılmıştır. Metalografik etüt için kullanılan döner disk cihazı ve görüntü analiz ünitesi Şekil 5’te yer almaktadır.



Şekil 5. Döner disk cihazı ve görüntü analiz ünitesi

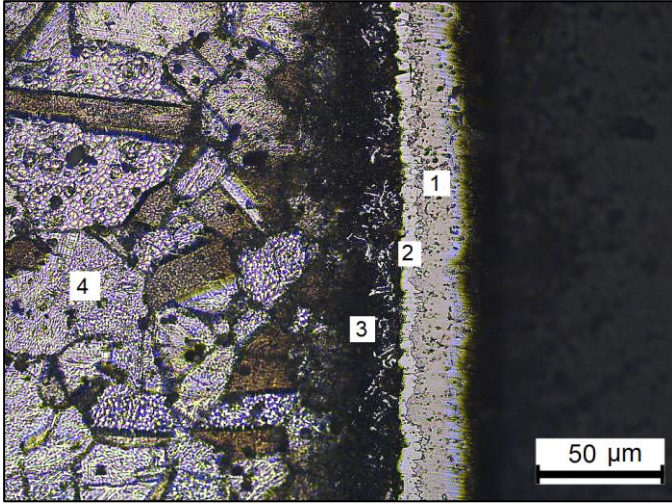
Sertlik ölçümleri ve kırılma tokluğu hesaplamaları için kullanılan Vickers Sertlik Cihazı Şekil 6’da yer almaktadır.



Şekil 6. Vickers sertlik cihazı

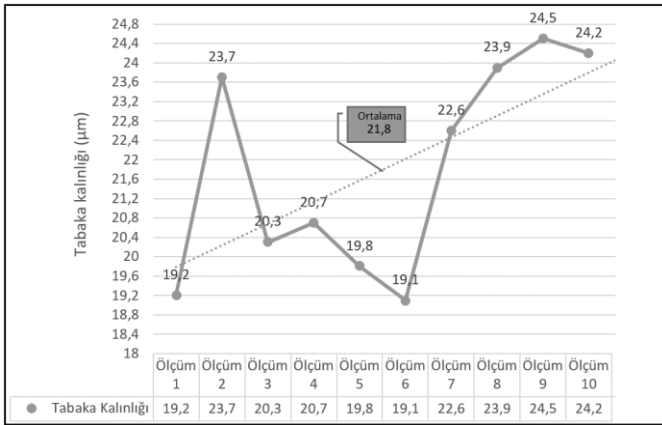
III. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

AISI 316 paslanmaz çeliğin 950°C’ de 3 saat kutu borlama yöntemiyle borlanması sonucu, FeB ve Fe₂B fazlarından oluşan demir borür tabakası elde edilmiştir. AISI 316 yüzeyinde oluşan borür tabakası ve fazlar Şekil 7’de yer almaktadır. Mikro yapı resminde, en dışta 1 numara ile gösterilen koyu gri renkli bölge FeB fazını, 2 numara ile gösterilen açık gri renkli bölge Fe₂B fazını, 3 numara ile gösterilen siyah renkli bölge krom zengini geçiş bölgesini ve 4 numara ile gösterilen bölge ise ana malzeme yapısını göstermektedir.



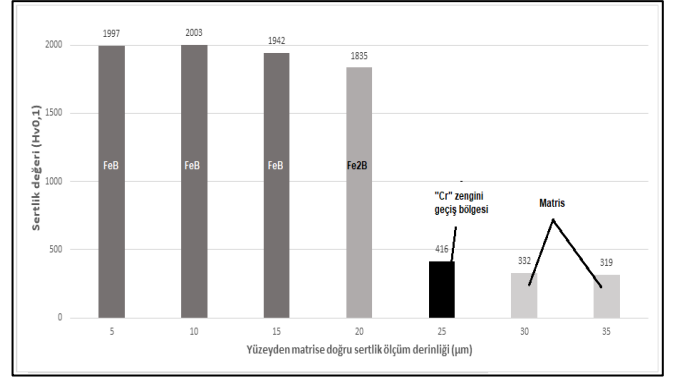
Şekil 7. AISI 316 Paslanmaz çelik yüzeyinde oluşan borür tabakası ve fazlar

Tabaka kalınlığı ölçümleri için görüntü analiz cihazı kullanılmış, toplam 10 ölçüm alınmış ve sonuçları Şekil 8'deki grafikte yer almaktadır.



Şekil 8. Borür tabakası kalınlık ölçüm değerleri

Bütün ölçümlerin ortalaması alındığında $21,8 \pm 2,7 \mu\text{m}$ tabaka kalınlığı değeri tespit edilmiştir. Tabaka kalınlıkları tespit edildikten sonra, sertlik değerlerinin tespiti amacıyla Vickers sertlik cihazı kullanılarak 100 gr. ağırlık yardımıyla, yüzeyden matrise doğru 5'er μm 'lik mesafelerle ölçümler gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümlerini Şekil 9'da yer verilmiştir.



Şekil 9. Sertlik ölçüm değerleri

Sertlik ölçüm grafiğinden de görülebileceği üzere, en sert bölge, yüzeye en yakın olan FeB fazından elde edilmiştir. Yaklaşık 20 μm derinlikten alınan ölçümde ise belli bir düşüş meydana gelmiş, derinlik mesafesine dikkat edildiğinde, buranın Fe₂B fazına ait olabileceği belirlenmiştir. Matris malzemesinin sertlik değerinin ortalama 325 kg/mm² olduğunun tespit edilmesinin yanı sıra, krom açısından belli bir birikimin söz konusu olduğu geçiş bölgesinin ise, matrise nazaran yaklaşık 100 kg/mm² daha sert olduğu belirlenmiştir.

Çatlak oluşumuna ihtiyaç duyulduğundan, ölçüm yükü olarak 1 kg. (9,81 N) kullanılmıştır. Oluşan çatlakların boyları her faz için ayrı ayrı belirlenmiş ve kırılma tokluğu hesaplama formülüne uygulanarak, her fazın ayrı ayrı kırılma tokluğu değerleri hesaplanmıştır. Her faz için elde edilen sonuçlar Tablo 2'de literatürle karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

No	Uygulanan yük (N)	Ortalama FeB kırılma tokluğu (MPa.m ^{1/2})	Ortalama Fe ₂ B kırılma tokluğu (MPa.m ^{1/2})	Literatür
1	9,81	1,719	2,13	Bu çalışma
2	0,05 – 0,98	1,79	2,42	[21]
3	0,98 – 9,81	0,83	1,55	[22]
4	2,9	-	4,72	[23]
5	2,9	-	2,19 – 4,47	[24]
6	9	-	0,5	[25]

IV. SONUÇLAR

Sonuç olarak, borlanmış AISI 316 paslanmaz çeliğin yüzeyinde, FeB ve Fe₂B'den oluşmuş çift fazlı demir borür tabakası elde edilmiştir. Bu fazların mekanik özelliklerinin farklı olması sebebiyle kırılma toklukları da ayrı ayrı hesaplanmıştır. Literatürdeki örneklerle kıyaslama yapılacak olursa, borlama sıcaklık ve süresinin değişimi, tabaka kalınlığının da değişmesine yol açmaktadır. Ayrıca kırılma tokluğu ölçümünde kullanılan Vickers yükü de tokluk değerlerinde değişime yol açabilmektedir. Bu sebeple kırılma tokluğu hesaplamalarında kıyaslama yapabilmek için koşulların aynı olmasında fayda vardır.

REFERANSLAR

- [1] DIN 17014-3 Heat treatment of ferrous materials; notation to indicate heat treatment processes, Deutsches Institut Fur Normung E.V. (German National Standard), 05/01/1976
- [2] <https://bortec.de/en/blog/boriding/> erişim tarihi 04.12.2020
- [3] P. Topuz. "Development of Boronizing Parameters and Boronizing of Different Steels in Fluidized Bed Furnace", Doctoral Thesis, Marmara University, Turkey (2010).
- [4] Delikanlı, K.; Çalık, A.; Uzun, H.A.: "Sade Karbonlu Bir Çeliğin Borlama Özelliklerinin İncelenmesi", BAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 5.1.(2003).
- [5] <https://www.totalmaterial.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&NM=490#:~:text=Different%20methods%20of%20boriding%20exist,extensively%20used%20for%20many%20decades.> Erişim tarihi 04.12.2020.
- [6] M. Keddam, S. M. Chentouf. "A diffusion model for describing the bilayer growth (FeB/Fe₂B) during the iron powder-pack boriding", Applied Surface Science 252 (2005), No. 2, pp. 393-399 DOI: 10.1016/j.apsusc.2005.01.016
- [7] Joseph R. Davis "Surface Hardening of Steels: Understanding the Basics" ASM International, 2002, p.214
- [8] I. Campos-Silva, M. Ortiz-Domínguez, O. Bravo-Bárcenas, M.A. Doñu-Ruiz, D. Bravo-Bárcenas, C. Tapia-Quintero, M.Y. Jiménez-Reyes. "Formation and kinetics of FeB/Fe₂B layers and diffusion zone at the surface of AISI316 borided steels" Surface and Coatings Technology, Volume 205, Issue 2, 15 October 2010, Pages 403-412.
- [9] Sinha AK. Boriding (Boronizing), "ASM Handbook, Vol 4: Heat Treating". Materials Park, OH: ASM International; (1991).
- [10] Jain, V.; Sundararajan, G.: "Influence of the Pack Thickness of the Boronizing Mixture on the Boriding on the Steel", Surface & Coatings Technology, (2002) s.21-26.
- [11] <https://www.avasmetal.com.tr/?paslanmaz/aisi316>, Erişim tarihi 04.12.2020
- [12] <https://www.theworldmaterial.com/aisi-316-ss316-stainless-steel-properties-composition/> Erişim tarihi 04.12.2020
- [13] Chee Kai Chua, Wai Yee Yeong, Chee How Wong. "Standards, Quality Control, and Measurement Sciences in 3D Printing and Additive Manufacturing" Elsevier Academic Press, 5th June 2017.
- [14] Bryan Roebuck, Eric Bennett, Lewis Lay Roger Morrell. "Palmqvist Toughness for Hard and Brittle Materials" A National Measurement Good Practice Guide No.9, National Physical Laboratory Teddington, Middlesex, United Kingdom, July 1998.
- [15] Anstis G. R., Chantikul P., Lawn B. R., and Marshall D. B. (1981). A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements, Journal of the American Ceramic Society, Vol. 64, No. 9, (September, 1981) pp. 533-538.
- [16] Bunshah, R.F.: "Handbook of Hard Coatings" Noyes Publications (2001).
- [17] I. Campos-Silva, J. Martínez-Trinidad, M.A. Doñu-Ruiz, G. Rodríguez-Castro, E. Hernández-Sánchez, O. Bravo-Bárcenas, Interfacial indentation test of FeB/Fe₂B coatings, Surf. Coat. Technol. 206 (2011) 1809-1815.
- [18] I. Campos, M. Farah, N. Lopez, G. Bermudez, G. Rodriguez, C. Villa Velazquez, Evaluation of the tool life and fracture toughness of cutting tools boronized by the paste boriding process, Appl. Surf. Sci. 254 (2008) 2967-2974.
- [19] G. Rodríguez-Castro, I. Campos-Silva, E. Chávez-Gutiérrez, J. Martínez-Trinidad, E. Hernández-Sánchez, A. Torres-Hernández, Mechanical properties of FeB and Fe₂B layers estimated by Berkovich nanoindentation on tool borided steel, Surf. Coat. Technol. 215 (2013) 291-299.
- [20] E. Hernández-Sánchez, Y. M. Domínguez-Galicia, C. Orozco-Álvarez, R. Carrera-Espinoza, H. Herrera-Hernández, and J. C. Velázquez, A Study on the Effect of the Boron Potential on the Mechanical Properties of the Borided Layers Obtained by Boron Diffusion at the Surface of AISI 316L Steel, Advances in Materials Science and Engineering Volume 2014, pp.1-9.
- [21] M. Kulka, N. Makuch, A. Piasecki. "Nanomechanical characterization and fracture toughness of FeB and Fe₂B iron borides produced by gas boriding of Armco iron" Surface & Coatings Technology 325 (2017) 515-532
- [22] I. Campos-Silva, M. Flores-Jimenez, G. Rodriguez-Castro, E. Hernandez-Sanchez, J. Martinez-Trinidad, R. Tadeo-Rosas, Improved fracture toughness of boride coating developed with a diffusion annealing process, Surf. Coat. Technol. 237 (2013) 429-439.
- [23] M. Prince, A. Justin Thanu, S. L. Arjun, U. Velmurugan, P. Gopalakrishnan. "Fracture Microindentation on boride layers on AISI 1020 steel" Materials Science and Engineering 114 (2016) pp.1-7.
- [24] P. Topuz, E. Gündoğdu, E. Yılmaz, E. Gümüş. "The Fracture Toughness of Fe₂B Formed on Boronized AISI 304" Materials Testing 56 (2014) 9, pp.690-693.
- [25] Fumihito Nakamori, Yuji Ohishi, Masaya Kumagai, Hiroaki Muta, Ken Kurosaki, Ken-ichi Fukumoto, Shinsuke Yamanaka, Mechanical and Thermal Properties of Fe₂B, Transactions of the Atomic Energy Society of Japan, 2016, Volume 15, Issue 4, Pages 223-228