

Sol-Jel Yöntemiyle Borlanmış Inconel Alaşımının Yüzey Karakterizasyonu

İsmail YILDIZ^a, İbrahim GUNES^b, Tayfun UYGUNOĞLU^c, Kubilay ASLANTAŞ^b, Atilla EVCİN^c, A.Gürhan ÇELİK^d, ^bMelikhan PEHLİVAN, ^bTuğçe MAVİ, ^bCem Tolga KATİP

Özet: Bu çalışmada, Inconel alaşımı sol-jel metodu kullanılarak borlanmışır. Borlama sonrası numuneler elektrik rezistanslı fırında 900°C'de 1 saat bekletilerek sinterlemiştir. Numuneler kesitten kesilerek gerekli metodografik işlemlerden geçilerek numunelerin borür tabaka kalınlıkları Nikon MA100 marka optik mikroskop yardımıyla ölçülmüştür. Borlanmış numunelede oluşan fazların analizi Shimadzu XRD-6000 model X-ışınları cihazı yardımıyla tespit edilmiştir. Borlama işlemi sonucunda Inconel 625 alaşımında NiB, Ni₂B, Ni₃B, Ni₄B₃, MoB, CrB ve Cr₂B fazları elde edilmiştir. Borlama sıcaklık ve süresine bağlı olarak 4.1-9.7 µm arasında borür tabakaları elde edilmiştir. Üç farklı bor bileşiminde farklı mikro sertlik değerleri elde edilmiştir. Tinkal'de 1673 HV_{0.1}, Sassolit'de 1997 HV_{0.1}, B₄C'de 2375 HV_{0.1}, İşlemsiz Inconel 625 alaşımında ise 541 HV_{0.1} sertlik değerleri elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Inconel, Sol-Jel, Borlama, Yüzey Karakterizasyonu

Abstract: In this study, surface characterization of boronized inconel alloy was investigated by sol gel method. The samples were sintered at 900°C for 1 hour in a furnace with electrical resistance. The boride samples were cut from the section and the boride layer thicknesses obtained after the required sanding and polishing processes were measured with the help of Nikon MA100 optic microscope. Borate phases were obtained by using Shimadzu XRD 6000 brand XRD device and micro hardness tests were carried out with Shimadzu HNV-2 brand tester. As a result of XRD analysis of boron Inconel samples, NiB, Ni₂B, Ni₃B, Ni₄B₃, MoB, CrB and Cr₂B phases were obtained. Depending on boron temperature and time, boron layers were obtained on Inconel samples with thicknesses ranging from 4.1-9.7 µm. The micro hardness values of the boronized Inconel samples were 541 HV0.1 in the untreated sample while the hardness values of tinkal 1673 HV0.1, Sassolit 1997 HV0.1 and boron carbide 2375 HV0.1 were obtained.

Keywords: Inconel, Sol Gel, Boronizing, Characterization.

1 GİRİŞ

Bor bileşikleri üstün özelliklere sahip malzemeler olduklarından birçok araştırmacı bor ve bor bileşikleri üzerine çalışmalar yapmaktadır. Özellikle son yıllarda metalik malzemelerin termo-kimyasal yöntemlerle kaplanması ilgi odağı olmuştur. Borlama işlemi bu yöntemlerden biri olup diğer difüzyon esaslı yüzey işlemlerine kıyasla üstün özelliklere sahiptir. Borlama termo-kimyasal bir difüzyon işlemi olup borun yüksek sıcaklıkta çeliğe yayınıdır. Borlama işlemi genellikle, 700-1000°C sıcaklık aralığında 1-10 saat sürelerle çeşitli borlama ortamlarında gerçekleştirilmektedir. Borlama bütün çeliklere uygulanabildiği gibi demir dışı metal ve alaşımlarına da uygulanabilmektedir [1-4]. Borlama işlemi katı, sıvı gaz, plazma ve iyon implantasyonu gibi

yöntemlerle yapılmaktadır. Katı borlama genellikle patentlerle korunan yaklaşık %5 B₄C, %5 KBF₄ ve %90 SiC içeren karışımlar ile yapılmaktadır. Bu yöntemde toz karışım sızdırmaz bir kutuya doldurulur ve içine numune yerleştirilir. Kutu gerekli sıcaklığa kadar ısıtılır. Bu sıcaklıkta gerektiği kadar tutulur ve soğutulur. Sıvı borlamada boraks, borik asit ve ferro silis karışımından oluşan erimiş tuz banyosuna numune daldırılır ve bu sıcaklıkta gerekli bir süre bekletilir. Bu yöntemlerden sıvı borlamada erimiş tuz tabakası numune yüzeyine yapışmakta ve kalıntının temizlenmesi problem oluşturmaktadır. Katı borlamada numune yüzeyinin temizlenmesi gerekir. Ancak yapışma tam olmadığından numune yüzeyi kolaylıkla temizlenir. Gaz ve plazma borlamada malzeme yüzeyi temiz olmasına rağmen kullanılan gazların zehirli, pahalı ve patlayıcı olması dezavantajlardır [5-7].

Yüksek sıcaklıkta yapılan borlama işlemi ile demir yüzeyine bor yayılması gerçekleşir. Bu yayılma işlemi ile tek fazlı Fe₂B veya iki fazlı Fe₂B+ FeB den oluşan ferrobör tabakası elde edilir. Tek faz Fe₂B oluşumu, iki faz Fe₂B+ FeB nin oluşumundan daha fazla istenir. Çünkü borca zengin FeB fazının kırılgenliği yüksektir; bu yüzden FeB fazının oluşması istenmez. FeB nin ısıl genişleme katsayısı (23x10⁻⁶/°C), Fe₂B nin genişleme katsayısından (7,85x10⁻⁶/°C) büyüktür. İki fazlı sistemde oluşan Fe₂B ve FeB fazları arasındaki ısıl genişleme farklılıkları nedeni ile yüzeyde çatlamlar oluşur. Bu çatlamları önlemek FeB fazını azaltmak veya FeB fazının oluşmasını önlemek ile mümkündür. Borlamanın diğer yüzey sertleştirme işlemlerine üstünlüğü, yüzey tabakasının çok sert olmasının yanında yüksek aşınma, korozyon ve yüksek sıcaklıkta oksidasyon direncine sahip olmasıdır. Borlama işleminin en önemli karakteristik özelliği elde edilen borür tabakasının çok yüksek sertlik (1400-3000 HV), aşınma direnci, ergime sıcaklığı ve sürtünme katsayısına sahip olmasıdır. Borür tabakası sertliğini yüksek sıcaklıklarda da (550-600°C) muhafaza edebilmektedir. Ayrıca demir esaslı malzemelerin oksitleyici içermeyen seyreltik asitlere karşı korozyon direncini ve bu malzemelerin erozyon dirençlerini artırmaktadır. Borlanmış çeliklerin abrasif, adheziv özellikleri oda sıcaklığında, değişik yük ve hızlarda incelenmiştir [8-10].

Genellikle, bor tabakasında testere dişi şeklinde tek bir Fe₂B fazının oluşması istenir. Fe₂B fazının oluşması, FeB ve Fe₂B çift fazlı tabakanın oluşmasından daha fazla arzu edilir. Çünkü FeB fazı borca zengindir ve bu faz yaklaşık ağırlıkça %16,23 oranında bor içerir. Bu durum arzu edilmez, çünkü FeB fazı diğer demir-bor fazlarından daha gevreklerdir. Borlama işleminin en önemli karakteristik özelliği, elde edilen borür tabakasının çok yüksek sertlik (1450-5000 HV) ve ergime sıcaklığına sahip olmasıdır [11-13].

Teknolojide birçok çelik grubu çok değişik amaçlar için kullanılmaktadır. Yataklarda kullanılan çeliklerin çok iyi sertleşme özelliği, yüksek mukavemet ve tokluk göstermeleri istenmektedir. Bunun yanında, yatak çeliklerinde temas genelde yüzeyde olduğundan ve yorulma ve aşınma hasarları yüzeyde başladığından dolayı yatak çeliklerinin yüzey özelliklerinin bu hasar oluşumlarını engelleyici nitelikte olması önem arz etmektedir. Genel olarak çeliklerin performansı, kütle ve yüzey özelliklerine bağlıdır. Yüzeydeki her hangi bir değişim malzeme özelliklerini büyük ölçüde etkilemektedir. Malzemelerin çevre ile etkileşimi doğrudan malzemenin yüzeyi ile gerçekleştiği için malzemenin yüzey özellikleri üzerine çalışmalar yoğunlaşmıştır. Bu çalışmaların başında malzemelerin yüzeyinde oluşturulan kaplamalar gelmektedir [13-15].

Bu çalışmada Sol-jel borlama yöntemi kullanılarak üç farklı bor bileşiği (B₄C, Tinkal ve Sassolit) ile Inconel alaşımı borlanmıştır. Borlanan numunelerin yüzey özellikleri, mikroyapıları, borür

tabaka kalınlıkları, XRD ve mikrosertlik özellikleri araştırılmıştır.

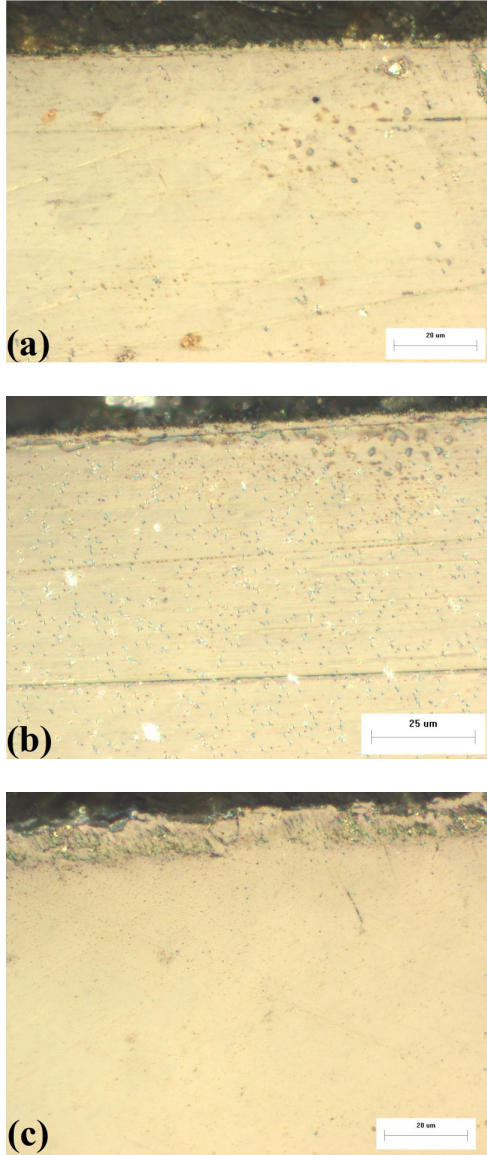
2 MALZEME VE YÖNTEM

Deneylerde Inconel 625 alaşımı kullanılmıştır. 15x5 mm boyutlarında işlenen Inconel 625 alaşımı sol jel işleminden önce gerekli zımpara işlemlerinden geçirilerek 1 µm Al₂O₃ solüsyonunda parlatılmışlardır. 75 µm boyutlarındaki B₄C, Tinkal ve Sassolit bor bileşikler ağırlıkça %30 oranında Aseton içerisinde yaklaşık 70°C'de, manyetik karıştırıcı yardımıyla çözüldürülmüştür. Numuneler sol jel kaplanmadan önce 1M H₂SO₄ daldırılıp çıkarılmıştır. Sonra saf su içerisinde 1 dakika bekletilip, aseton ile yıkanarak kurulanmıştır. Hazırlanan numuneler, manyetik karıştırıcı üzerinde bulunan çözüldürülmüş bor bileşikler içerisinde daldırılarak yaklaşık 5-6 dakika süresinde dikey olarak bekletildi. Arada numuneler üzerinde bor bileşiklerinin numune yüzeyine yapışması gözlenerek yaklaşık 0.5-1 mm yüksekliğinde tozların birikmesi sağlandı. Sol jel ile yüzeyi kaplanan numuneler vakumlu ısıl işlem fırını içerisine yerleştirilerek 1.5 saat vakum altına alındı. Sol jel ile kaplanan numuneler 900°C'de 1 saat süresince bekletilmiştir. Kaplanan numuneler bir kısmı kesitten kesilerek sıcak kalıplandı. 120, 240, 320, 400, 600, 800 ve 1000 Grid zımparalardan geçirilerek, 1µm'luk alümina solüsyonun parlatılmıştır. Numuneler %10 hidroklorik asit çözeltisi ile 4 dk. süresince dağlanmış. Numunelerin mikroyapı resimleri optik mikroskop ile çekilmiştir. XRD analizinde, X-Işını olarak Cu K (alpha) tercih edilmiştir. Analizde tarama hızı 0,02°/dk ve tarama açısı ise 2 Theta olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Mikrosertlik testinde, yüzeyden içeriye doğru 5 farklı ölçüm yapılarak sonuçların ortalaması alınmıştır.

3 DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1 Sol-Jel Borlama İşlemi

Sol-jel borlama işlemi sonucunda elde edilen borür mikroyapı resimleri şekil 1a-c'de verilmiştir. Borlama sonucunda numunler üzerinde borür tabakaları elde edilmiştir. Bor içeriğinin artmasıyla ($B_4C = \%75$) daha büyük borür tabakası elde edilmiştir. Tablo 1'de elde edilen borür tabaka kalınlıkları verilmiştir. En yüksek borür tabakası B_4C ile borlanan numunede görülürken, en düşük borür tabakası kalınlığı Tinkal ile borlama işleminde elde edilmiştir.



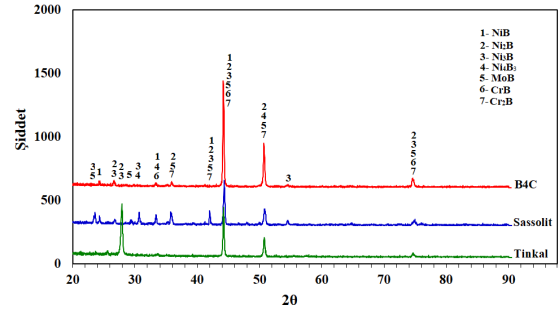
Şekil 1 Sol-jel yöntemiyle borlanmış Inconel alaşımının optik mikroyapıları: a) Tinkal, b) Saasolit, c) B_4C

Tablo 1. Elde edilen borür tabaka kalınlıkları

Inconel 625	Tinkal	Sassolit	B_4C
Tabaka kalınlığı, μm	4,1	6,5	9,7
Bor içeriği, %	36,5	56	75

3.2 XRD Analizi

Şekil 2'de 900 °C sıcaklıkta 1 saat süresince üç farklı bor tozuyla sol-jel borlanmış Inconel alaşımının kompozisyonuna ait XRD analiz sonuçları görülmektedir. Sonuçlarda en yüksek faz değerlerine CoB ve Co_2B pikleri sahiptir. Johnston vd., Campos-Silva vd. [15,16] 950 ve 1000 °C'de borlama işlemi gerçekleştirmiş ve CoB ve Co_2B pik oranlarını 1500 değer olarak bulmuşlardır. Bu çalışmada ise 2000 değer olarak elde edilmiştir. Borlanmış numunelerinin XRD analizi sonucunda; NiB, Ni_2B , Ni_3B , Ni_4B_3 , MoB, CrB ve Cr_2B fazları elde edilmiştir.



Şekil 2 Sol-jel yöntemiyle borlanmış Inconel alaşımının XRD analizleri

3.3 Mikrosertlik

Borlanmış numunelerin yüzey sertlik değerleri, Vickers Sertlik Ölçme yöntemiyle 100 gr. yük altında ölçülmüştür. Aşağıda tabloda 900 °C sıcaklıkta 1 saat süresince üç farklı bor tozuyla sol-jel borlanmış Inconel alaşımının kompozisyonuna ait mikrosertlik analiz sonuçları görülmektedir. En yüksek yüzey sertlik değeri B_4C ile borlanan numunede görülürken, en düşük sertlik değeri Tinkal ile borlanmış numunede görülmüştür.

Sol jel yöntemiyle borlanmış Inconel 625 alaşımının yüzey mikro sertlik

Değerleri

Inconel 625	İşlemsiz	Tinkal	Sassolit	B_4C
Mikrosertlik, $HV_{0,1}$	541	1673	1997	2375

4 SONUÇLAR

- Sol-jel yöntemi kullanılarak borlama işlemi sonucunda borür tabakaları başarıyla elde edilmiştir.
- Sol-jel yönteminde borlamada kullanılan bor bileşiklerinin içeriğindeki bor oranının artmasıyla daha büyük borür tabakaları elde edilmiştir.
- Borlama işlemi sonucunda Tinkal'de 4.1 µm, Sassolit'de 6.5 µm, B₄C'de 9,7 µm borür tabakası elde edilmiştir.
- XRD analizi sonucunda NiB, Ni₂B, Ni₃B, Ni₄B₃, MoB, CrB ve Cr₂B fazları elde edilmiştir.
- Borlanmış numunelerin mikro sertlik değerleri; Tinkal'de 1673 HV_{0.1}, Sassolit'de 1997 HV_{0.1}, B₄C'de 2375 HV_{0.1} ölçülmüştür. Borlanmamış numunenin sertliği ise 541 HV_{0.1} olarak elde edilmiştir.

TEŞEKKÜR

Gerçekleştirilen bu çalışma, Afyon Kocatepe Üniversitesi BAPK 18.KARİYER.49 no'lu proje ile desteklenmiştir. Desteklerinden dolayı Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonuna çok teşekkürler.

KAYNAKLAR

- [1] Bozkurt N; 1984, Bor yayını ile çeliklerde yüzey sertleştirme, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora tezi.
- [2] Goeriot F.P.&Thevenot J.&Driver H., 1981, Surface treatment of steels: Boridif, a new boriding process, Thin Solid Films, 78: 67-76.
- [3] Özbek İ.&Akbulut H.&Zeytin S.&Bindal C., Üçışık A.H., 2000, The characterization of borided %99,5 purity nickel, Surface and Coatings Technology, 126:166-170.
- [4] Sinha, A.K., 1991, Boriding, ASM Handbook, 4:437-447.
- [5] Özbek,İ. Konduk, B. A. Bindal, C. Üçışık, A.H., Characterization of Borided AISI 316 L Stainless Steel Implant, Vacuum, 65 (2002) 521 - 525.
- [6] Yoon, J. H., Jee, Y. K., Lee, S. Y., Plasma Paste Boronizing Treatment of the Stainless Steel AISI 304, Surface and Coatings Technology, 112 (1999) 71 - 75.
- [7] Gunes, I., Yıldız, I., (2016). Investigation of Adhesion and Tribological Behavior of Borided AISI 310 Stainless Steel. *Revista Materia*, vol. 21, ISSN 1517-7076, p. 61-71.
- [8] Pertek, A. Kukla, M., Characterization of Complex (B+C) Diffusion Layers Formed on

- Chromium and Nickel-Based Low Carbon Steel, Applied Surface Science, 202 (2002) 252 - 260.
- [9] Şen, Ş., Özbek İ., Şen U., Bindal, C., 2001, "Mechanical behavior of borides formed on borided cold work tool steel", Surface and Coatings Technology, 135, 173-177.
 - [10] Hunger, H. J. and Löbig, G, 1997, "Generation of Boride Layers on Steel and Nickel Alloys by Plasma Activation of Boron Trifluoride", Thin Solid Films, 310, pp.244-250
 - [11] M.A. Bejar, E. Moreno, Abrasive wear resistance of boronized carbon and low-alloy steels, Journal of Materials Processing Technology 173 (2006) 352-358
 - [12] B.S. Mann, boronizing of cast martensitic chromium nickel stainless steel and its abrasion and cavitation-erosion behaviour, Wear 208 (1997) 125-131.
 - [13] Sert H., Can A., Arıkan, H., Selçuk B., Toprak, H., Wear Behavior of Different Surface Treated Cam Spindles, Wear, 260, 1013-19, (2006).
 - [14] Venkataraman B., Sundararajan G., The High Speed Sliding Wear Behaviour of Boronized Medium Carbon Steel, Surf Coat Technol., 73, 177-184, (1995)
 - [15] Ögel, B., 1993, "Metal Yüzeylerine Uygulanan İşlemler", Yöntem ve Malzeme Seçimi, Metalurji Dergisi, 14-29.

Yazar Adresleri

¹İsmail YILDIZ, Afyon Kocatepe Üniversitesi, İncehisar Meslek Yüksekokulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, 03750, Afyonkarahisar, Türkiye
e-mail: iyildiz@aku.edu.tr
Telefon: 0(272)218 37 07

²İbrahim GÜNEŞ, ³Tayfun UYGUNOĞLU, ³KUBİLAY ASLANTAŞ, ⁴ATILA EVCİN, ⁶Melikhan PEHLİVAN, ⁷Tuğçe MAVİ, ⁸Cem Tolga KATİP; Afyon Kocatepe Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, 03200, Afyonkarahisar, Türkiye,

⁵Atıla Gürhan ÇELİK, Giresun Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Müh.28200, Giresun, Türkiye
e-mail: atila.celik@giresun.edu.tr
Telefon: 0 (454) 310 17 40

Sorumlu Yazar

*İbrahim GÜNEŞ, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 03200, Afyonkarahisar, Türkiye,
e-mail: igunes@aku.edu.tr
Telefon:0(272) 228 14 46