

Araştırma Makalesi - Research Article

Farklı Bekletme Süreli Derin Kriyojenik İşlemin Sementasyon Çeliğinin Korozyon Davranışına Etkisinin Araştırılması

Investigation of the Effect of Deep Cryogenic Treatment with Different Holding Time on the Corrosion Behavior of Cementation Steel

Furkan Güney^{1*}, Menderes Kam², Hüsnü Gerengi³, Ertuğrul Kaya⁴, Mesut Yıldız⁵

Geliş / Received: 09/11/2021

Revize / Revised: 11/08/2022

Kabul / Accepted: 17/09/2022

ÖZ

Bu çalışmada sementasyon çeliğinin %3,5 NaCl ortamındaki korozyon davranışına, uygulanan gaz sementasyon, temperleme ve farklı bekletme süreli derin kriyojenik işlemin (-196 °C'de 24, 36, 48 saat) etkisi araştırılmıştır. Beş farklı grupta sınıflandırılan numunelerin korozyon testleri; Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) yöntemiyle incelenmiş ve Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ile metal yüzeyinin ne kadar bozulduğu görsel olarak bakılmış ve Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDS) ile analiz edilmiştir. Bulgular, sementasyon, temperleme ve kriyojenik işlem uygulamalarının sementasyon çeliğinin korozyon hızını azalttığını göstermektedir. Sementasyon işlemi sonrasında 24 saat bekletme süreli derin kriyojenik işlem yapılan N3 numunesinin diğer numunelere göre %3,5 NaCl ortamında çok daha az korozyona uğradığı yapılan elektrokimyasal ve yüzey görüntüleme yöntemleriyle ortaya konulmuştur.

Anahtar Kelimeler- *Sementasyon çeliği, Kriyojenik işlem, Korozyon, Sementasyon, Temperleme*

ABSTRACT

In this study, the effect of gas cementation, tempering and deep cryogenic treatment with different holding times (24, 36, 48 hours at -196 °C) on the corrosion behavior of cementation steel in 3,5% NaCl environment was investigated. The corrosion tests of the samples classified in five different groups were examined with the Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) method, the degradation of the metal surface was visually investigated with the Scanning Electron Microscope (SEM), and the chemical composition of the surface was determined by Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS). The findings show that cementation, tempering and cryogenic treatment applications reduce the corrosion rate of cementation steel. It has been demonstrated by electrochemical and surface imaging methods that the N3 sample, which applied deep cryogenic treatment with 24 hours holding time after cementation, is much less corroded in 3,5% NaCl environment than other samples.

Keywords- *Cementation steel, Cryogenic treatment, Corrosion, Cementation, Tempering*

^{1*}Sorumlu yazar iletişimi: furkanguney@duzce.edu.tr (<https://orcid.org/0000-0001-7147-7242>)

Dr. Engin PAK Cumayeri Meslek Yüksekokulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, Makine Programı, Düzce Üniversitesi, Düzce/Türkiye

²İletişim: mendereskam@duzce.edu.tr (<https://orcid.org/0000-0002-9813-559X>)

Dr. Engin PAK Cumayeri Meslek Yüksekokulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, Makine Programı, Düzce Üniversitesi, Düzce/Türkiye

³İletişim: husnugerengi@gmail.com (<https://orcid.org/0000-0002-9663-4264>)

Korozyon Araştırma Laboratuvarı, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Düzce Üniversitesi, Düzce/Türkiye

⁴İletişim: ertugrul.kaya.92@gmail.com (<https://orcid.org/0000-0003-1579-6411>)

Korozyon Araştırma Laboratuvarı, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Düzce Üniversitesi, Düzce/Türkiye

⁵İletişim: mesutyildiz@duzce.edu.tr (<https://orcid.org/0000-0001-6964-6705>)

Korozyon Araştırma Laboratuvarı, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Düzce Üniversitesi, Düzce/Türkiye

I. GİRİŞ

İmalat endüstrisinde uzun yıllardır yaygın olarak kullanılmasına karşın günümüzün büyüyen teknolojiyle birlikte daha üstün özelliklere sahip çelik malzemelere ihtiyaç vardır. Bu sebeple, özellikle korozyon nedeniyle oluşan malzeme kayıplarını önlemek amacıyla farklı bileşenlere sahip çelik türleri geliştirilmiştir. Dişli çark, pim, mil, makine ve otomobil parçalarının üretiminde yaygın kullanıma sahip AISI 8620 sementasyon çeliği bu eksikliği gidermek amacıyla geliştirilen çelikler arasındadır [1-3]. Bu çeliğin mekanik özellikleri ve korozyon dirençlerini geliştirilebilmesi için krom, nikel, molibden, tungsten ve vanadyum gibi seçkin alaşım elementlerinin ilavesine ihtiyaç duyulmaktadır [4]. Çeliklerin bu özelliklerini iyileştirmek için kullanılan yöntemlerden birisi de sıcaklık kontrolü ile mümkün olmaktadır. Bu bağlamda, geleneksel ısıtma işlemi tamamlayıcı olarak kullanılan kriyojenik işlem, malzemenin özelliklerini daha da iyileştirmek amacıyla uygulanan yeni bir yöntemdir. Literatürde kriyojenik işlem, malzemeleri oda sıcaklığından sıfırın altındaki sıcaklık değerlerine belirli hızlarla kontrollü olarak soğutmak, bu sıcaklıklarda belirlenen sürelerde bekletmek ve sonrasında belirli hızlarla oda sıcaklığına tekrar ısıtmak olarak tanımlanmaktadır. Bu işlem, -80 °C sıcaklıklara kadar uygulanıyorsa sığ kriyojenik işlem, -196 °C sıcaklıklara kadar uygulanıyorsa derin kriyojenik işlem olarak iki farklı şekilde uygulanmaktadır [5]. Derin kriyojenik işlem, kriyojenik işlemin dışında daha belirli özellikleri geliştirmeye yardımcı olur [6]. Kriyojenik işlem, malzemenin iç yapısında değişimlere sebep olarak malzemeye istenilen fiziksel ve mekanik özelliklerin kazandırılmasını amaçlamaktadır. Ayrıca, kaplamaların aksine malzemenin tüm iç ve dış yapısını etkileyen, bir kere yapılan özel kalıcı bir işlem türüdür [7]. Literatürde yapılan çalışmalar incelendiğinde çeliklerin korozyon davranışlarının geliştirilmesine yönelik birçok çalışma yapıldığı, ancak farklı bekletme süreli derin kriyojenik işlemin korozyon davranışına etkisi ile ilgili fazla çalışma yapılmadığı görülmektedir. Karacif ve ark. [8], yapmış oldukları çalışmada AISI 1020 çeliğine düşük oranlarda yaptıkları bor ilavesinin, asidik ve tuz ortamlarında korozyon direncini olumsuz yönde etkilediğini belirtmişlerdir. Kayalı ve ark. [9], borlanmış D2 çeliğinin elektrokimyasal korozyon davranışını incelemişlerdir. %3,5 NaCl ortamında gerçekleştirilen elektrokimyasal deneyler sonucunda borlanmış çeliklerin korozyon dirençlerinde borlanmamış çeliklere göre artışın yaşandığını belirtmişlerdir. Jovi'cevi'c-Klug ve ark. [10], yaptıkları çalışmada AISI 52100 ve AISI D3 çeliklerin korozyon direncine derin kriyojenik işlemin etkisini araştırmışlardır. Deney numunelerine geleneksel ısıtma işlemi ve tamamlayıcı olarak -196 °C'de 24 saat bekletmeli olarak derin kriyojenik işlem uygulamışlardır. Elektrokimyasal deneyler sonucunda kriyojenik işlemin çeliklerin korozyon direncini artırmada etkili bir yöntem olduğunu belirtmişlerdir. Demir ve Uygur [11], yaptıkları çalışmada AZ63 magnezyum alaşımına -80 °C'de 24 ve 48 saat bekletmeli kriyojenik işlem uygulayarak numunelerin EIS yöntemi ile korozyon direncindeki değişimleri incelemişlerdir. Kriyojenik işlemle birlikte korozyon direncinde kayda değer bir artış yaşandığını belirtmişlerdir. AISI 8620 sementasyon çelikleri son yıllarda endüstride birçok makine parçası imalatında yaygın olarak kullanılmaktadır. Ancak düşük korozyon dirençleri problem oluşturmaktadır. Bu bağlamda, literatürde henüz çalışma yapılmamış olan AISI 8620 sementasyon çeliğine farklı bekletme süreli derin kriyojenik işlemin etkisinin araştırılmasına ihtiyaç duyulmuştur. Bu nedenle bu çalışmada, AISI 8620 çeliğine uygulan sementasyon ve farklı bekletme süreli (-196 °C'de 24, 36 ve 48 saat) derin kriyojenik işlemin %3,5 NaCl ortamında korozyon davranışına etkisi araştırılmıştır.

II. MATERYAL VE METOD

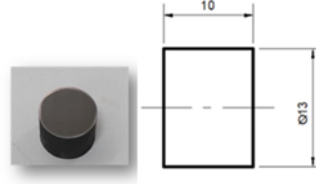
Günümüzün üstün imalat çelikleri arasında yer alan AISI 8620 sementasyon çeliği numunelerine, ısıtma işlem süreci olarak uygulanan sementasyon ve tamamlayıcı bir işlem olan derin kriyojenik işlemin korozyon davranışı üzerindeki etkilerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda Nihat Uyar Demir Çelik Sanayi ve Ticaret A.Ş.'den temin edilen AISI 8620 çelik numunelerinin kimyasal bileşimi Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. AISI 8620 çeliğinin kimyasal bileşimi

Element	C	Mn	Si	Cr	Mo	Ni	P	S
(Wt %)	0,19	0,75	0,22	0,47	0,19	0,43	0,005	0,004

AISI 8620 çeliğinden Şekil 1'deki ölçülerde hazırlanan numunelere uygulanan ısıtma işlem süreçleri Tablo 2'de verilmiştir. Numunelerden, standart numune N1 olarak kodlanmış olup herhangi bir işlem uygulanmamıştır. Diğer numuneler başlangıçta, atmosfer kontrollü ısıtma fırınında 400 °C sıcaklığa ısıtılarak ½ saat ön ısıtma, 900 °C sıcaklığa ısıtılmasının ardından 4 saat boyunca % 33 H₂, % 28 CO, % 0,8 CH₄ ile C₃H₈ karışımı karbonlama gaz içeriğinde sementasyon işlemi ve ardından sertleşme işlemi için 70 °C yağda su verilmiştir. Sertleştirme işlemi sonrasında N2 kodlu numuneye 200 °C'de 2 saat temperleme işlemi, N3 numunesine -196 °C'de 24 saat, N4

numunesine 36 saat, N5 numunesine ise 48 saat bekleme sürelerinde derin kriyojenik işlem uygulanmıştır. Derin kriyojenik işlem uygulanan N3, N4 ve N5 numunelerine son aşama olarak 200 °C'de 2 saat temperleme işlemi uygulanmıştır.



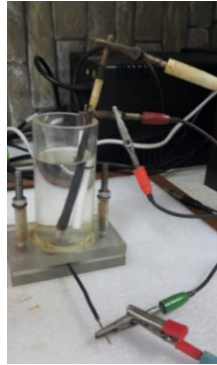
Şekil 1. Korozyon numunesi

Tablo 2. AISI 8620 çeliği numunelerin ısıtılma süreci

No	Numune Kodu	Uygulanan Isıl İşlemler		
1	N1	-	-	-
2	N2	Sementasyon	-	Temperleme (2saat)
3	N3	Sementasyon	Derin Kriyojenik İşlem (24 saat)	Temperleme (2saat)
4	N4	Sementasyon	Derin Kriyojenik İşlem (36 saat)	Temperleme (2saat)
5	N5	Sementasyon	Derin Kriyojenik İşlem (48saat)	Temperleme (2saat)

A. Korozyon Deney Düzenegi

Korozyon deneyleri oda sıcaklığında üçlü elektrot sistemi kullanılarak yapılmıştır. Referans elektrot olarak Ag/AgCl; karşıt elektrot olarak da 1 cm² alana sahip Pt elektrot kullanılmıştır [12]. Şekil 2'de gösterildiği gibi çalışma elektrotu hücreye bağlanmıştır.



Şekil 2. Deney hücresi

Deney hücresi kullanılan numunelerin sadece 0,785 cm²'lik kesit alanı korozif ortama maruz bırakılacak şekilde özel olarak tasarlanmıştır. Korozif ortam olarak % 3,5 NaCl ortamı seçilmiştir [13]. Bu ortam yapay deniz suyunu karşılayacak oranda NaCl içermektedir. Yolların kışın tuzlanması ile sulu çözeltinin de benzer bir konsantrasyonda olduğu kabul edilmektedir [14]. Şekil 3'de belirtildiği gibi deney hücresi GAMRY PC3/600 potansiyostat/ galvanostat/ZRA cihazına bağlanıp elektrokimyasal ölçümler yapılmıştır. Her deney öncesi çalışma elektrotları 2000 numaralı zımpara kâğıtları ile zımparalanarak yüzeyde oluşan oksit tabakalarının giderilmesi sağlanmıştır.



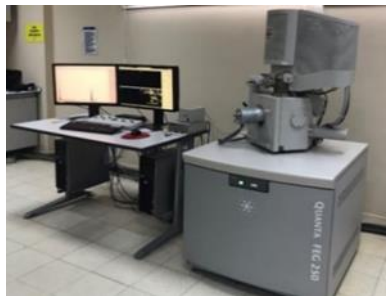
Şekil 3. Elektrokimyasal ölçümlerin uygulandığı düzenek

B. Uygulanan Yöntemler

Çalışma elektrotlarının %3,5 NaCl ortamındaki korozyon dirençleri 2 saat açık devre potansiyeli ölçümünden sonra Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) yöntemi ile araştırılmıştır. EIS yöntemi sonunda numuneler desikatörde 2 saat bekletildikten sonra yüzey görüntüleme işlemleri için hazırlanmıştır. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile metal yüzeyinin ne kadar bozulduğu görsel olarak incelenmiş ve Enerji Dağılımlı X-ray kırınımı (EDS) analizi sayesinde araştırılan metal yüzeyde oluşan elementlerin yüzdeleri belirlenmiştir.

1) *Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS)*: EIS yöntemi, alternatif akım ile çalışan bir yöntemdir. Belirlenen frekans aralığına bağlı olarak bir sistemin empedansını ölçmek için kullanılan bir elektrokimyasal tekniktir [15]. Sistem ara yüzünde meydana gelen elektrokimyasal etkileşim uygun devre modeli aracılığıyla simule edip hesaplanmaktadır [16]. İncelenen sistem ara yüzünde meydana gelen elektrokimyasal süreçlerin fiziksel temsili olan pasif elektrik bileşenleri (yani dirençler R, kapasitörler C ve endüktanslar L) hesaplanabilmektedir. Tüm EIS analizleri 100.000 ile 0.01 Hz aralığında yapılmıştır. EIS yöntemi ile sırasıyla Nyquist, Bode ve Angle grafikleri elde edilmektedir. Bu grafikler ZSimpWin 3.21 yazılımı kullanılarak analiz edilmektedir [17].

2) *Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)*: Taramalı elektron mikroskobu, yüksek enerjili elektron demetiyle numuneyi satır satır tarayarak numunenin yüzey topografyası ile ilgili görüntü ve kimyasal kompozisyonu hakkında bilgi vermektedir [18]. Oda sıcaklığında korozyona maruz bırakılan metal numuneler açık havada kurutularak desikatörde saklanmış ve yüzeyinde meydana gelen değişimler Quanta FEG 250 (FEI, Hollanda) model cihaz ile yüksek vakum modu kullanılarak incelenmiştir. Numuneler çift taraflı karbon bant kullanılarak alüminyum numune tutucuların üzerine monte edilmiştir. Yüzey morfolojisi hakkında görüntü alınırken 10KeV'lik hızlandırma voltajı uygulanmıştır.



Şekil 4. Mikroyapı incelemesinde kullanılan SEM Quanta FEG 250 model cihaz

3) *Enerji Dağılımlı X-Ray Kırınımı (EDS)*: SEM ile incelenen numunenin yüzeyinde EDS yöntemi kullanılarak malzemeye özgü elementler karakterize edilmektedir. Odaklanmış elektron demeti ile bombardıman edilen örneğin yüzeyinden X-ışınları salınmaktadır. EDS dedektörü ile belirlenen bu ışınlar malzeme yüzeyinin kimyasal kompozisyonu hakkında bilgi sağlamaktadır [19]. Korozyon deneyleri sonrasında numunelerin yüzeyindeki elementel bileşim hakkında kalitatif bilgi elde etmek amacıyla EDS yöntemi uygulanmıştır. EDS analizleri 20 KeV'lik hızlandırma voltajı uygulanarak gerçekleştirilmiştir. SEM-EDS analizleri 5 mm çalışma mesafesinde incelenmiştir.

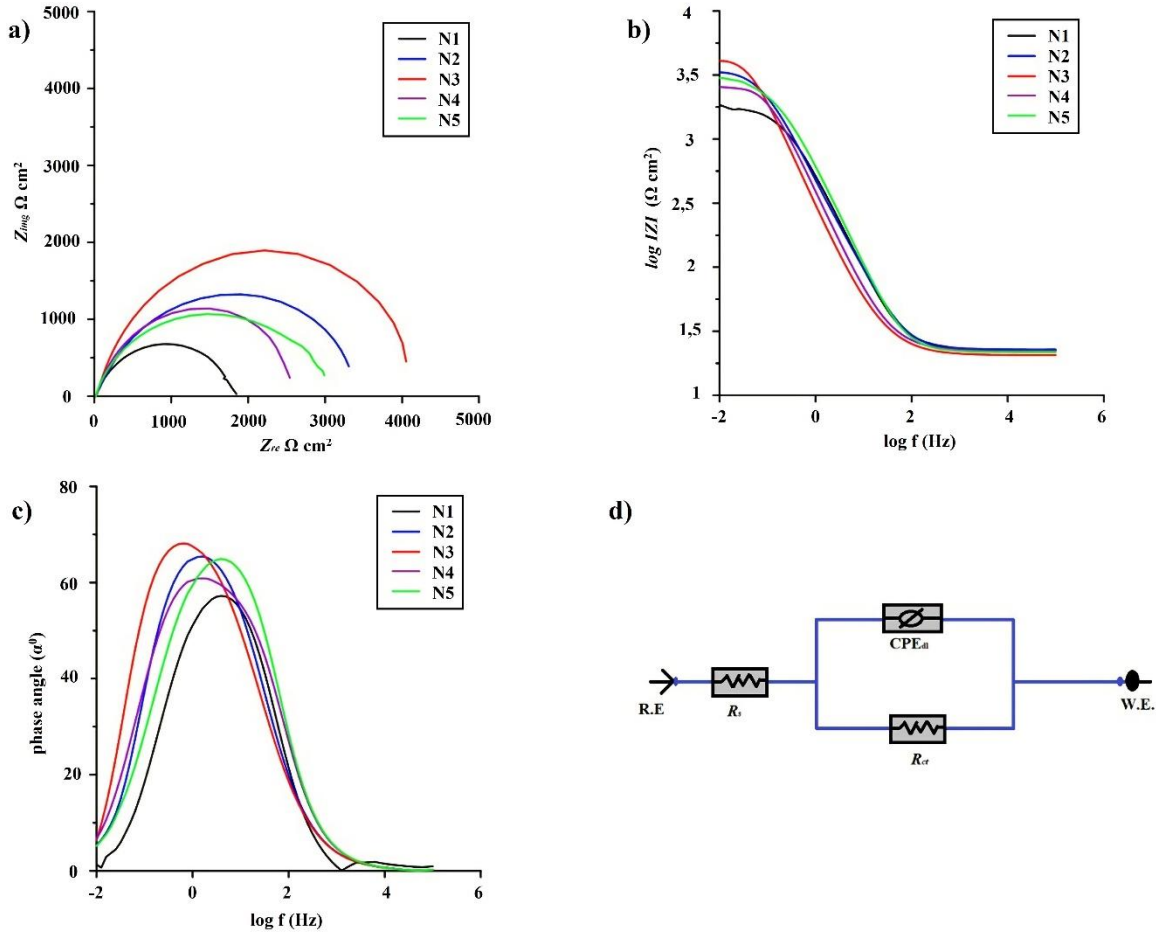


Şekil 5. SEM Quanto FEG 250 model EDS cihazı

III. SONUÇ VE TARTIŞMA

A. EIS Sonuçları

EIS yöntemi analizinde çalışma elektrotu ile çözelti arasında meydana gelen reaksiyonlar sonucu oluşan elektriksel parametreler hesaplanmaktadır. Şekil 5'te EIS analizleri sonucunda elde edilen veriler sırasıyla Nyquist (a), Bode (b) ve Angle (c) grafikleri şeklinde sunulmuştur. Bu grafiklerin elde edilmesinde kullanılan elektriksel devre R(QR) Şekil 6 (d) 'de gösterilmiştir.



Şekil 6. EIS Nyquist (a), Bode (b) ve Angle (c) grafikleri; R(QR) devresi (d)

R(QR) devresindeki ilk R (Direnç); çözelti direncini (R_s), ikinci R ise yük transfer direncini (R_{ct}) ifade etmektedir. Sabit faz elemanı, kusurlu bir kapasitör olan çift katmanın davranışını modelleyen eşdeğer bir elektrik devre bileşenidir ve "Q" ile gösterilir. "Q" değeri; eşdeğer devre modellemesinde ve elektrokimyasal empedans

spektroskopisi verilerinin uyarlamasında kullanılır [20]. Elde edilen tüm elektriksel parametreler Tablo 3'te gösterilmiştir.

Tablo 3. EIS yöntemi sonunda elde edilen elektriksel parametreler

Numune	R_s	Q	n_{layer}	R_{ct}
	Ω	$P (\mu F/cm^2)$	$0 \leq n \leq 1$	$\Omega.cm^2$
N1	22,59	292,55	0,78	1806,63
N2	22,40	465,80	0,81	3467,20
N3	21,10	668,50	0,83	4706,95
N4	22,41	322,30	0,80	2770,23
N5	21,48	338,60	0,82	3001,65

R_s değerinin tüm numuneler için yaklaşık aynı değerde olduğu görülmektedir. Bu bulgu, çözeltilerin hep aynı standartlarda hazırlandığını göstermektedir. Sementasyon, kriyojenik işlem ve temperleme işlemleri yapılmayan N1 numunesinin R_{ct} değerinin 1806,63 $\Omega.cm^2$ ile diğer çeşitli işlemler yapılan numunelere göre daha düşük olduğu görülmüştür. Sementasyon ve temperleme işlemi yapılan N2 numunesinin R_{ct} değeri 3467,20 $\Omega.cm^2$ 'dir. Bu sonuca bakılarak işlem yapılmayan numuneye göre N2 numunesinin korozyon direncinde %47,9 düzeyinde bir artış olmuştur.

Sırasıyla 24, 36 ve 48 saat bekleme süreli kriyojenik işlem yapılan N3, N4 ve N5 numunelerinin R_{ct} değerlerindeki artış, uygulanan kriyojenik işlem süresi ile orantılı olmadığı görülmüştür. 24 saat kriyojenik işlem yapılan N3 numunesinin R_{ct} değeri (4706,95 $\Omega.cm^2$) 36 ve 48 saat kriyojenik işlem yapılan numunelerin (N4 ve N5) R_{ct} değerlerinden daha fazladır.

Oda sıcaklığı değerine kadar yapılan geleneksel soğutmayla birlikte çelik numunelerin içeriğinde yüksek oranda kalıntı östenit olarak bilinen metastabil fazı oluşmaktadır. Bu fazını gidermenin en etkili yolu geleneksel soğutmanın ardından tamamlayıcı olarak uygulanan kriyojenik işlemdir [21]. Metallerin korozyona maruz kaldıkları ortamlarda klor iyonlarının varlığı östenit fazını daha fazla korozyona uğratmaktadır. Östenit fazı üzerinde tane sınırlarının değişmesi sonucu meydana gelen ince östenit polarizasyon akım yoğunluğunu artırarak korozyonu hızlandırmaktadır [22]. Kalıntı östenitte meydana gelen mikrogalvanik korozyonun seçici çözünmeye neden olmakta [23] ve çeliklerde sıcaklığa bağlı olarak oluşan kalıntı östenit fazının hacmine ve boyutuna bağlı olarak korozyon hızı değişmektedir [24]. Kriyojenik işlem uygulanan N3, N4 ve N5 numunelerinin; EIS yöntemi ile elde edilen Q ve yüzey pürüzlüğü değerleri (n) de R_{ct} değerleri ile aynı oranda değişmektedir. Kriyojenik işlemler en yüksek R_{ct} değerine sahip olan N3 numunesinin n değeri 0,83 iken, 36 saat kriyojenik işlem yapılan N4 numunesinin n değerinin 0,80 olduğu görülmüştür. Bu bulgu, N4 numunesinin N3 numunesine göre daha çok korozyona uğradığı için yüzeyinin daha çok bozulduğunu belirtmektedir. Kalıntı östenit miktarı ve ince dağılmış karbürlerin varlığı korozyon davranışlarının belirlenmesinde rol alan iki temel faktördür. Ayrıca matristeki karbon miktarı, su verme ve temperleme işlemi sırasında iç gerilimdeki değişiklikler de korozyon davranışını etkilemektedir. Kriyojenik işlem martenzit fazda karbon içeriğini ve kalıntı östenit miktarını azaltarak çeliklerin korozyon davranışını değiştirmektedir [25]. Kriyojenik işlem ile karbür yüzdesinin artırılması sonucu daha düzgün karbür dağılımı elde edilerek korozyon direncinde artış meydana gelmektedir [26]. Homojen olmamanın sonucu olarak geniş boyutlu karbürler ince karbürlere kıyasla daha zararlıdır. Karbür çökmesi ile martenzit fazın karbon içeriği azalması ve matrisin karbon miktarının artması ile korozyon direnci düşmektedir. Ayrıca Cr açısından zengin olan karbür çökmesi sonucu matristeki Cr içeriği azalarak metalin korozyon direnci de azalmaktadır. Karbür çökmesi tane sınırlarında meydana geldiği için Cr miktarı tane sınırlarında azalacaktır. Bunun sonucu olarak taneler arası korozyon olayı meydana gelmektedir [25].

Kriyojenik işlemler çeşitli çelik alaşımların ömrünü artırmak, özelliklerini iyileştirmek ve aşınmaları azaltmak istenmektedir [27, 28, 29]. Ancak kriyojenik işlemin metallerin korozyona uğrama hızında artışa da neden olduğuna dair çalışmalar bulunmaktadır [30]. Şekil 5 (b) ve (c)'de Bode ve Angle diyagramları verilmiştir. Bu diyagramlarda görülen tam yarı dairesel olmama durumu Nyquist diyagramını desteklemektedir [31, 32]. Nyquist, Bode ve Angle diyagramlarında bir kapasitif lup olduğu görülmektedir [33]. Bu durum metalin çözelti içerisinde korozyon direncinin yük transfer direnci ile kontrol edildiğini göstermektedir [34]. Sementasyon, kriyojenik işlem ve temperleme işlemleri yapılmayan N1 numunesinin Bode eğrisine bakıldığında $\log|Z|$ değeri 3,26 $\Omega.cm^2$, faz açısını gösteren Angle diyagramı ise 56,84°'yi göstermektedir. Sementasyon ve temperleme yapılan N2 numunesinin Bode eğrisine bakıldığında $\log|Z|$ değeri 3,55 $\Omega.cm^2$, faz açısını gösteren Angle

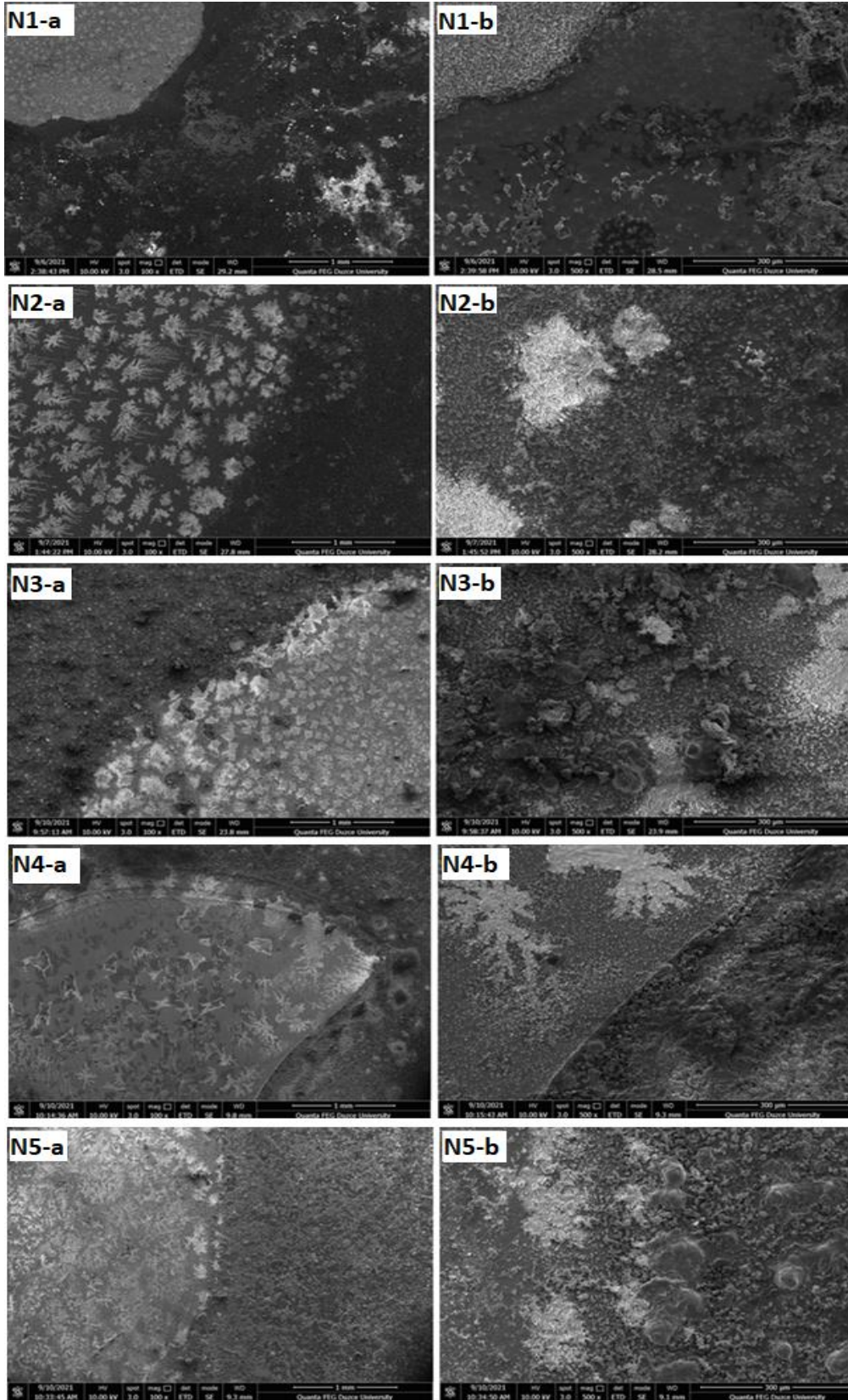
diyagramı ise 64,88°'yi göstermektedir. Sementasyon ve temperleme işlemi sayesinde numunenin Bode ve Angle değerlerindeki artış korozyon direncindeki artış ile doğru orantılı olarak bulunmuştur. Sırasıyla 24, 36 ve 48 saat bekletmeli kriyojenik işlem yapılan N3, N4 ve N5 numunelerinin Bode eğrisi $\log|Z|$ değerleri 3,61 $\Omega \cdot \text{cm}^2$, 3,37 $\Omega \cdot \text{cm}^2$ ve 3,48 $\Omega \cdot \text{cm}^2$ 'dir. Angle değerleri ise sırasıyla, 68,15°, 60,43° ve 63,91°'dir. Uygulanan kriyojenik işlem süresi ile Bode ve Angle değerleri orantılı olarak artmamaktadır. Fakat en yüksek değer 24 saat kriyojenik işlem yapılan N3 numunesinde görülmüştür. Bu durum Nyquist diyagramı ile Bode ve Angle diyagramlarının benzer sonuçlar verdiğini göstermektedir.

B. SEM-EDS Sonuçları

Niteliksel analizlere ait bulguları doğrulamak amacıyla SEM yöntemi ile metal yüzeyinde oluşan korozyon ürünlerinin daha ayrıntılı incelemesi yapılmıştır. Şekil 7'de korozyon deneyleri sonrasında numunelere ait 100x ve 500x büyütme elde edilen SEM görüntüleri yer almaktadır. EIS deneyleri sonrasında referans numune (N1) ve ısıtma işlemi uygulanan metallerin (N2, N3, N4 ve N5) yüzeylerinde oksit tabakanın oluşumu gözlemlenmiştir. Numunelere uygulanan sementasyon, kriyojenik ve temperleme işlemleri sonrasında AISI 8620 metaline ait yüzey görüntülerinde önemli bir değişiklik olmadığı görülmüştür. Ayrıca kimyasal bileşimlerine göre çeşitli korozyon ürünlerinin varlığını belirlemek amacıyla tamamlayıcı teknik olan EDS yöntemi kullanılmıştır. EDS yöntemi sonucu elde edilen veriler Tablo 4'te verilmiştir. EDS analizinde görülen sodyum ve klor deneyin yapıldığı ortamdan (%3,5 NaCl) kaynaklanmaktadır. EDS verilerine göre N1 numunesinin yüzeyinde oksijen (%20,54), demir (%59,03) ve mangan (%0,94) tespit edilmiştir. Numunelere ısıtma işlemi uygulanması ile bu elementlere ait oranların referans numuneye kıyasla azaldığı belirlenmiştir. EDS sonuçlarına göre N1 numunesinde oksijen, demir ve mangan oranının daha yüksek değerde olması yüzeyin daha çok demir-oksit veya mangan-oksit tabaka ile kaplandığını dolayısıyla daha fazla korozyon olduğunu ifade etmektedir. Sementasyon, kriyojenik ve temperleme gibi işlemler yapılan N2, N3, N4 ve N5 numunelerinin EDS analizinde referans alınan diğer elementlerin (karbon, silisyum, fosfor, molibden, krom, nikel) oranlarında belirgin bir değişim tespit edilmemiştir.

Tablo 4. EIS deneyleri sonrası EDS analiz sonuçları.

Element (Wt %)	N1	N2	N3	N4	N5
C	1,67	1,28	1,14	1,37	1,52
O	20,54	14,32	14,41	14,56	13,35
Na	5,62	14,62	16,22	16,59	14,61
Si	0,27	0,22	0,19	0,20	0,23
P	0,07	0	0,14	0,16	0,20
Mo	0,72	0,67	0,15	0,65	0,79
Cl	10,09	10,54	11,07	10,38	11,12
Cr	0,55	0,52	0,58	0,47	0,55
Mn	0,94	0,77	0,75	0,65	0,73
Fe	59,03	56,28	55,03	54,58	56,39
Ni	0,50	0,78	0,32	0,39	0,51



Şekil 7. Deney numunelerinin SEM görüntüleri a) 100x b) 500x

IV. SONUÇLAR

Bu çalışmada sementasyon çeliğinin %3,5 NaCl ortamındaki korozyon davranışı, uygulanan sementasyon, temperleme ve farklı bekletme süreli derin kriyojenik işlemin etkisi araştırılmıştır. Yapılan çalışmada elde edilen sonuçlar aşağıda sırasıyla maddeler halinde verilmiştir.

- AISI 8620 çeliğine yapılan sementasyon, temperleme ve kriyojenik işlemler malzemenin korozyon davranışına olumlu yönde etkide bulunmuştur.
- EIS yöntemi ile elde edilen sonuçlar, SEM ve EDS verilerini desteklemektedir.
- Korozyona karşı en duyarlı numunenin, sementasyon, kriyojenik ve temperleme yapılmamış N1 numunesi olduğu EIS yöntemi ile hesaplanan R_{ct} ($1806,63 \Omega.cm^2$) değerinden anlaşılmaktadır. Korozyona en az uğrayan numunenin 24 saat derin kriyojenik işlem yapılan N3 numunesi (R_{ct} : $4706,95 \Omega.cm^2$) olduğu görülmektedir.
- Farklı bekletme süreli (24, 36 ve 48 saat) derin kriyojenik işlem yapmanın, doğru orantılı olacak şekilde direkt olarak korozyon dayanımına olumlu etkisi görülmemiştir. Ancak, 36 saat kriyojenik işlem yapılan N4 numunesinin R_{ct} değeri $2770,23 \Omega.cm^2$ olarak bulunmuştur. Bu değer 24 saat kriyojenik işlem yapılan N3 numunesine ait R_{ct} değerine kıyasla yaklaşık %70 daha düşüktür.
- Tüm numunelerin yüzeyinde oluşan siyah oksit filmin ağırlıklı olarak magnetite (Fe_3O_4) yapısında olabileceği EDS verilerinden öngörülmektedir.
- İlerleyen çalışmalarda; numune sayısı artırılarak zamana bağlı elektrokimyasal parametrelerin ölçülebildiği Dinamik Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (DEIS) yöntemi kullanılarak, AISI 8620 çeliğinin korozyon davranışına sementasyon ve kriyojenik işlemin etkisinin incelenmesinde fayda vardır.

KAYNAKLAR

- [1] Güney, F. (2021). *AISI 8620 çeliğinin farklı şartlar altındaki mekanik özellikleri, korozyon direnci ve mikroyapılarının incelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Düzce Üniversitesi, İmalat Mühendisliği Anabilim Dalı, Düzce.
- [2] Güney, F., & Kam. M. (2021). AISI 8620 çeliğinin mekanik özellikleri üzerinde kriyojenik işlemin etkisi üzerine bir değerlendirme, *6. Uluslararası Mühendislik ve Teknoloji Yönetimi Kongresi*, 20-21 Kasım, İstanbul, 430-438.
- [3] Güney, F., & Kam. M. (2022). AISI 8620 (20NiCrMo2) Çeliğinin Mekanik Özelliklerine Kriyojenik İşlemin Etkisinin İncelenmesi. *İmalat Teknolojileri ve Uygulamaları Dergisi*, 3(2), 22-31.
- [4] Erden, M. (2016). Effect of C content on microstructure and mechanical properties of Nb-V added microalloyed steel produced by powder metallurgy method. *European Journal of Science and Technology*, 5(9), 44-47.
- [5] Kam, M., & Saruhan, H. (2018). Derin kriyojenik işlemin farklı bekletme sürelerinin AISI 4140 (42CrMo4) çeliğinin mekanik özelliklerine etkisi. *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 6(3), 553-564.
- [6] Asl, K.M., Tari, A., & Khomamizadeh, F. (2009). Effect of deep cryogenic treatment on microstructure, creep and wear behaviors of AZ91 magnesium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 523(1-2), 27-31.
- [7] Nalbant, H. (2018). *Derin kriyojenik işlemin AISI 4140 çeliğinin aşınma davranışına etkisi*. Yüksek Lisans Tezi, Osmangazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Eskişehir.
- [8] Karacif, K., Çarboğa, C., & Candemir, D. (2019). Düşük oranlarda bor içeren az karbonlu çeliklerin asidik ve tuzlu ortamlarda korozyon özelliklerinin incelenmesi. *Bor Dergisi*, 4(1), 39-45.
- [9] Kayalı, Y., Yalçın, Y., & Ülker, Ş. (2019). Plazma pasta borlama yöntemiyle borlanmış AISI D2 çeliğinin aşınma ve elektrokimyasal korozyon davranışlarının incelenmesi. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 19(1), 177-185.
- [10] Jovićević-Klug, P., Kranjec, T., Jovićević-Klug, M., Kosec, T., & Podgornik, B. (2021). Influence of the deep cryogenic treatment on AISI 52100 and AISI D3 steel's corrosion resistance. *Materials*, 14(21), 6357.
- [11] Demir, İ.D.K., & Uygur, İ. (2019). AZ63 magnezyum alaşımının korozyon direncine kriyojenik işlemin etkisi. *İleri Teknoloji Bilimleri Dergisi*, 8(2), 1-8.
- [12] Ryl, J., Wysocka, J., Cieslik, M., Gerengi, H., Ossowski T., Krakowiak S., & Niedzialkowski P. (2019). Understanding the origin of high corrosion inhibition efficiency of bee products towards aluminium alloys in alkaline environments. *Electrochimica Acta*, 304, 263-274.

- [13] Gerengi, H., Solomon, M. M., Kaya, E., Bağcı, F. E., & Abaib E. J. (2018). An evaluation of the anticorrosion effect of ethylene glycol for AA7075-T6 alloy in 3.5% NaCl solution. *Measurement*, 116, 264-272.
- [14] Gerengi, H., Akcay, C., Ozgan, E., & Arslan, I. (2012). Investigation on the corrosion of low carbon steel placed in asphalt concrete in 3.5% NaCl environment. *Journal of the Science and Technology*, 3(1), 5-11.
- [15] Gerengi H., Cakmak R., Dag B., Solomon M.M., Tuysuz H.A., & Kaya E. (2020). Synthesis and anticorrosion studies of antipyrine on SAE 1012 carbon steel in 15 wt.% HCl solution. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 34(22), 2448-2466.
- [16] Rizvi, M., Gerengi, H., Kaya, S. et al. (2021). Sodium nitrite as a corrosion inhibitor of copper in simulated cooling water. *Scientific Reports*, 11(1), 8353.
- [17] Gerengi, H., Uğraş, H. I., & Yıldız, M. (2017). Bor katyonu içeren iyonik sıvıların 0.1 M HCl ortamında korozyon inhibitörü olarak kullanılması. *Journal of Advanced Technology Sciences*, 6(1), 11-12.
- [18] Fytianos G., Ucar S., Grimstvedt A., Svendsen H. F., & Knuutila H. (2016). Corrosion evaluation of MEA solutions by SEM-EDS, ICP-MS and XRD. *Energy Procedia*, 86, 197-204.
- [19] M. Abd Mutalib, M.A. Rahman, M.H.D. Othman, A.F. Ismail, & J. Jaafar. (2017). Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy-Dispersive X-Ray (EDX) Spectroscopy. *Membrane Characterization*, 9, 161-179.
- [20] Gerengi, H. (2012). Anticorrosive properties of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruit juice on 7075 type aluminum alloy in 3.5% NaCl solution. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51(39), 12835-12843.
- [21] Arslan, Y., & Özdemir, A. (2013). Farklı sürelerde kriyojenik işlem uygulanmış AISI D3 soğuk iş takım çeliği zımbalarda aşınma davranışları ve takım ömrü. *Journal of Advanced Technology Sciences*, 2(3), 87-99.
- [22] Park, S., Shin, B.H., Park, J., Kim, D., & Chung, W. (2019). Effect of austenite morphology on the electrochemical properties of super duplex stainless UNS S 32750. *International Journal of Electrochem Science*, 14, 5386-5395.
- [23] Kazum, O., Kannan M.B., Beladi, H., Timokhina, I.B., Hodgson, P.D., & Khoddam, S. (2014). Aqueous corrosion performance of nanostructured bainitic steel. *Materials and Design*, 54, 67-71.
- [24] Kazum, O., Kannan, M.B., Beladi, H., Timokhina, I., Hodgson, P., & Khoddam, S. (2014). Selective dissolution of retained austenite in nanostructured bainitic steels. *Advanced Engineering Materials*, 16(4), 442-444.
- [25] Wang, W., Srinivasan, V., Siva, S., Albert, B., Lal, M., & Alfantazi, A. (2014). Corrosion behavior of deep cryogenically treated AISI 420 and AISI 52100 steel. *Corrosion*, 70(7), 708-720.
- [26] Akhbarizadeh, A., Amini, K., & Javadpour, S. (2012). Effects of applying an external magnetic field during the deep cryogenic heat treatment on the corrosion resistance and wear behavior of 1.2080 tool steel. *Materials & Design*, 41, 114-123.
- [27] Firouzidor, V., Nejati, E., & Khomamizadeh, F. (2008). Effect of deep cryogenic treatment on wear resistance and tool life of M2 HSS drill. *Journal of Materials Processing Technology*, 206(1-3), 467-472.
- [28] Yumak, N., & Aslantaş, K. (2021). Effect of heat treatment procedure on mechanical properties of Ti- 15V-3Al-3Sn-3Cr metastable β titanium alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 30(2), 1066-1074.
- [29] Yumak, N., Aslantaş, K., & Çetkin, A. (2021). Cryogenic and aging treatment effects on the mechanical properties of Ti-15V-3Al-3Cr-3Sn titanium alloy. *J. Test. Eval.*, 5, 3221-3233.
- [30] Uygur, I., Gerengi, H., Arslan, Y., & Kutay, M. (2015). The effects of cryogenic treatment on the corrosion of AISI D3 steel. *Materials Research*, 18(3), 569-574.
- [31] Wang, F., & Rick, J. (2014). Synergy of Nyquist and Bode electrochemical impedance spectroscopy studies to commercial type lithium ion batteries. *Solid State Ionics*, 268, 31-34.
- [32] Solomon, M.M., Gerengi, H., Kaya, T., Kaya, E., & Umoren, S.A. (2017). Synergistic inhibition of St37 steel corrosion in 15% H₂SO₄ solution by chitosan and iodide ion additives. *Cellulose*, 24(2), 931-950.
- [33] Jiang, X., Wan, W., Wang, B., Zhang, L., Yin, L., Bui, H.V., Xie, J., Zhang, L., Lu, H., & Deng, L. (2022). Enhanced anti-corrosion and microwave absorption performance with carbonyl iron modified by organic fluorinated chemicals. *Applied Surface Science*, 572, 151320.
- [34] Liu, Y., Guo, X., Liu, D., Wang, Y., Hao, L., Jin, Y., Li, H., & Wu, Y. (2022). Inhibition effect of sparteine isomers with different stereochemical conformations on the corrosion of mild steel in hydrochloric acid solution. *Journal of Molecular Liquids*, 345, 117833.