



## High-temperature wear and oxidation behavior of electrochemically borided low carbon steel

Harun Mindivan\*

Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Bilecik Şeyh Edebali University, Bilecik, 11230, Türkiye

### Highlights:

- High-temperature wear and oxidation behavior of borided low carbon steel was investigated
- Boride layer was formed in fast and green way
- Surface hardness of boride layer was measured as  $1450 \pm 50$  HV<sub>0.05</sub> with an excellent adhesion

### Keywords:

- Steel
- Electrochemical Boriding
- Phase Homogenization
- Oxidation
- High Temperature Wear

### Article Info:

Research Article

Received: 27.01.2022

Accepted: 23.04.2022

### DOI:

10.17341/gazimmfd.1063321

### Acknowledgement:

The financial support of the research foundation of Bilecik Şeyh Edebali University (Project No.: 2022-01.BŞEÜ.03-01) is gratefully acknowledged. We would also like to thank the Eti Maden Operations General Directorate Technology Development Department, which sent samples to be used in electrochemical boriding studies.

### Correspondence:

Author: Harun Mindivan  
e-mail: harun.mindivan@bilecik.edu.tr  
phone: +90 228 214 1720

### Graphical/Tabular Abstract

In the present study, the oxidation and wear behaviours of electrochemically formed Fe<sub>2</sub>B layer on low carbon steel have been analyzed by using a tribometer at elevated temperature (Figure A).

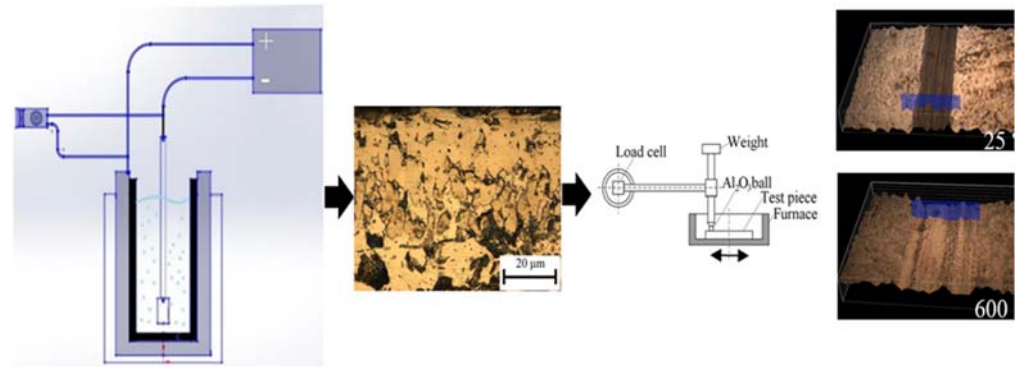


Figure A. The oxidation and wear behaviours of electrochemically formed Fe<sub>2</sub>B layer on low carbon steel at elevated temperature

### Purpose:

In this study, a single-phase Fe<sub>2</sub>B layer, which is a coating type with high hardness and wear resistance, was formed on AISI 1020 steel surface by phase homogenization in electrochemical boriding (PHEB) method. This paper aims to investigate the effects of single-phase Fe<sub>2</sub>B layer on the structural, oxidation and high temperature tribological properties of the AISI 1020 steel.

### Theory and Methods:

The boriding experiments were carried out in a molten salt composed of 90% borax and 10% sodium carbonate under the following conditions: constant temperature of 950°C, current density of 200 mA/cm<sup>2</sup>, and test period of 60 min (15 min of electrochemical boriding followed by 45 min of phase homogenization). The structural, mechanical and tribological effects of single-phase Fe<sub>2</sub>B layer on the low carbon steel were analyzed by optical microscope (OM), X-ray diffractometer (XRD), microhardness and tribometer.

### Results:

The single-phase Fe<sub>2</sub>B layer yielded better wear resistance than the untreated AISI 1020 steel at 25°C. Thermal stresses generated in the single-phase Fe<sub>2</sub>B layer is a key dominator on its wear performance at high temperatures. In this respect, tribological performance of the single-phase Fe<sub>2</sub>B layer at high temperatures can be associated with the development of higher tensile thermal stress.

### Conclusion:

Metallographic studies and XRD analysis revealed that single-phase Fe<sub>2</sub>B layer was formed on the AISI 1020 steel surface. It was founded that after 60 min of treatment at 950°C (15 min of electrochemical boriding and 45 min of phase homogenization) it is possible to grow  $57 \pm 5$  µm thick Fe<sub>2</sub>B layer exhibiting  $1450 \pm 50$  HV<sub>0.05</sub> on the surface with excellent adhesion to the AISI 1020 steel substrate. When the oxidation and high temperature wear test results are evaluated together; while the wear behavior of untreated AISI 1020 steel and single-phase Fe<sub>2</sub>B layer, which showed similar oxidation tendency in the oxidation tests performed at 400°C, was almost the same, the single-phase Fe<sub>2</sub>B layer, which showed the least mass gain in the oxidation tests performed at 600°C, demonstrated less wear 55.4% as compared to untreated AISI 1020 steel.



## Elektrokimyasal olarak borlanan düşük karbonlu çeliğin yüksek sıcaklık aşınma ve oksidasyon davranışı

Harun Mindivan\*<sup>ID</sup>

Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 11230, Bilecik, Türkiye

### Ö N E Ç İ K A N L A R

- Borlanmış düşük karbonlu çeliğin yüksek sıcaklık aşınma ve oksidasyon davranışı incelenmiştir
- Borür tabakası hızlı ve yeşil bir yöntemle oluşturulmuştur
- Borür tabakasının yüzey sertliği çeliğe mükemmel yapışma ile  $1450 \pm 50 \text{ HV}_{0.05}$  olarak ölçülmüştür

### Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 27.01.2022

Kabul: 23.04.2022

DOI:

10.17341/gazimmfd.1063321

### Anahtar Kelimeler:

Çelik,  
elektrokimyasal borlama,  
faz homojenizasyon,  
oksidasyon,  
yüksek sıcaklık aşınması

### ÖZ

Bu çalışma kapsamında elektrokimyasal borlama faz homojenizasyon (PHEB) yöntemiyle yüksek sertlik ve aşınma direncine sahip tek fazlı  $\text{Fe}_2\text{B}$  tabakası AISI 1020 çelik yüzeyine oluşturulmuştur. Metalografik çalışmalar ve XRD analizleri, düşük karbonlu çelik yüzeyinde tek fazlı  $\text{Fe}_2\text{B}$  tabakasının oluştuğunu ortaya çıkarmıştır.  $950^\circ\text{C}$ 'de 60 dakikalık işlem (15 dakika elektrokimyasal borlama ve 45 dakika faz homojenizasyon) sonra yüzeyde  $1450 \pm 50 \text{ HV}_{0.05}$  yüzey sertliğinde  $57 \pm 5 \mu\text{m}$  kalınlığında  $\text{Fe}_2\text{B}$  tabakasının çeliğe mükemmel yapışma ile büyütülebildiği belirlenmiştir.  $400^\circ\text{C}$ 'de AISI 1020 çelik ve tek fazlı borür tabakasının oksitlenme eğilimi ve aşınma davranışı benzer iken,  $600^\circ\text{C}$ 'de gerçekleştirilen oksidasyon deneylerinde AISI 1020 çeliğine göre en az ağırlık kazancı gösteren tek fazlı borür tabakasının %55,4 oranında daha az aşındığı tespit edilmiştir.

## High-temperature wear and oxidation behavior of electrochemically borided low carbon steel

### H I G H L I G H T S

- High-temperature wear and oxidation behavior of borided low carbon steel was investigated
- Boride layer was formed in fast and green way
- Surface hardness of boride layer was measured as  $1450 \pm 50 \text{ HV}_{0.05}$  with an excellent adhesion

### Article Info

Research Article

Received: 27.01.2022

Accepted: 23.04.2022

DOI:

10.17341/gazimmfd.1063321

### Keywords:

Steel,  
electrochemical boriding,  
phase homogenization,  
oxidation,  
high temperature wear

### ABSTRACT

In this study, a single-phase  $\text{Fe}_2\text{B}$  layer, which is a coating type with high hardness and wear resistance, was formed on AISI 1020 steel surface by phase homogenization in electrochemical boriding (PHEB) method. Metallographic studies and XRD analysis revealed that single-phase  $\text{Fe}_2\text{B}$  layer was formed on the low carbon steel surface. It was founded that after 60 min (15 min of electrochemical boriding and 45 min of phase homogenization) of treatment at  $950^\circ\text{C}$  it is possible to grow  $57 \pm 5 \mu\text{m}$  thick  $\text{Fe}_2\text{B}$  layer exhibiting  $1450 \pm 50 \text{ HV}_{0.05}$  on the surface with excellent adhesion to the steel substrate. The wear behavior of AISI 1020 steel and single-phase  $\text{Fe}_2\text{B}$  layer, which showed similar oxidation tendency in the oxidation tests performed at  $400^\circ\text{C}$ , was almost the same, while the single-phase  $\text{Fe}_2\text{B}$  layer, which showed the least mass gain in the oxidation tests performed at  $600^\circ\text{C}$ , demonstrated less wear 55.4% as compared to AISI 1020 steel.

## 1. Giriş (Introduction)

Düşük karbonlu çelikler düşük maliyeti ve kolay temini nedeniyle makine parçalarının imalatında yaygın olarak kullanılmaktadır [1]. Yüksek alaşım elementi içeriğine sahip ve dolayısıyla daha pahalı olan alaşımlı bir çeliğin daha ucuz bir çelikle değiştirilmesi, ancak bir yüzey işlemi ile mümkün olabilir. Son yıllarda, AISI 1020 çeliğin yüzey özelliklerini iyileştirmek için yüzey sertleştirme yöntemleri olarak karbürizasyon, nitrasyon, karbonitrasyon, borlama gibi çeşitli termokimyasal işlemler uygulanmaktadır [2]. Termokimyasal yüzey işlemleri, yüksek sertlik ve iyi korozyon direncine sahip yüzeyler gerektiren saldırgan ortamlara ve şiddetli aşınma koşullarına maruz kalan metallerin mekanik ve yüzey özelliklerini iyileştirmek için kullanılan önemli bir yöntemdir [3, 4]. Borlama işlemi, yüksek yüzey sertliği, aşınma direnci, oksidasyon ve korozyon direnci açısından daha çok tercih edilmektedir. Borlanmış yüzeyler 1000°C'ye kadar sertliklerini ve aşınma özelliklerini koruyabilmektedir. Borlanmış yüzeyin en önemli özelliklerinden biri de ilave ısı işleminden sonra bile sertliğini koruyabilmesidir.

Katı (kutu, pasta ve akışkan yatak), sıvı (akımsız, elektrokimyasal), gaz ve plazma borlama gibi birçok çeşitli borlama teknikleri geliştirilmiştir. Klasik yöntemlere alternatif olarak geliştirilen elektrokimyasal borlama faz homojenizasyon (PHEB) yöntemi çevreye duyarlı, maliyeti düşük ve kolay uygulanabilir olan kısa sürede homojen ve oldukça kalın borür tabakaları elde etmeye imkân sağlamaktadır [5]. Demir ve demir dışı malzemeler genellikle 850°C-1000°C sıcaklık aralığında ve 1-10 saat veya daha fazla işlem süresi aralığında borlanmaktadır. Fe-B denge diyagramına göre, bor elementinin demir kristal kafes yapısına difüzyonu ile demir esaslı malzemenin yüzeyinde tek veya çift fazlı bir tabaka oluşumu gözlemlenebilmektedir. Bor elementince zengin faz oluşumu yüzeyden başlarken, yüzeyden bor konsantrasyonunun azalması nedeniyle demirce zengin faz altlık malzeme ile borca zengin faz arasında yer almaktadır [6, 7]. Fe<sub>2</sub>B katmanının oluşturulması, çift katman (Fe<sub>2</sub>B + FeB) oluşumundan daha fazla tercih edilmektedir. Ağırlıkça %16,23 bor içeren FeB (ortorombik) fazı, ağırlıkça %8,83 bor içeren Fe<sub>2</sub>B (tetragonal) fazına göre daha kırılıgandır ve ayrıca bu iki fazın termal genleşme katsayıları birbirinden farklıdır. Bu durum tabakaların ara yüzeyinde çatlak oluşumuna yol açmaktadır [8]. Sonuç olarak, borür tabakasındaki FeB fazının varlığı, yüksek dış yüklere maruz kaldığında kırılmasına neden olan daha kırılıgandır yapıyı nedeniyle istenmeyen bir durumdur [9].

Bu çalışmada düşük karbon içeriği nedeniyle iyi işlenebilirlik ve kaynaklanabilirliğe sahip olan AISI 1020 çeliğinin, düşük sertlik ve aşınma direnci gibi zayıf yüzey özelliklerini iyileştirmek için, PHEB yöntemi ile homojen ve endüstriyel talepleri karşılayan tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakası oluşumu hedeflenmiştir. Kaplanmış numunelerin sertlik değerleri kesit boyunca ölçülmüş ve numunelerin yüksek sıcaklık aşınma deneyi bilya-disk düzeneği kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

## 2. Deneysel Metot (Experimental Method)

Altlık malzeme olarak AISI 1020 kalite çelik kullanılmıştır. Elektroliz deneyleri elektrik direnç fırınında anot olarak bağlanmış olan grafit pota içerisinde elektrolit olarak çevresel ve geri dönüşüm olanakları dikkate alınarak optimize edilmiş %90 boraks (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>) ve % 10 sodyum karbonat (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) bileşimi kullanılmış ve AISI 1020 çeliği de katot olarak polarize edilmiştir. Tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakasını yüzeyde elde etmek için elektrokimyasal borlama (EB) işlemi 15 dakika, 200 mA/cm<sup>2</sup> akım yoğunluğunda, 950°C sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir.

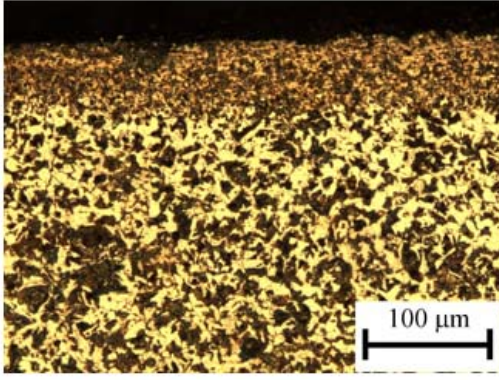
Daha sonra (FeB + Fe<sub>2</sub>B) katmanlı borür tabakasının Fe<sub>2</sub>B tek fazlı borür tabakasına dönüşümü için akım kesilerek (katot-anot polarizasyonu durdurulması) ve borlanmış AISI 1020 çeliğe 950°C sıcaklıktaki aynı elektrolitte 45 dakika faz homojenleştirme (FH) işlemi uygulanmıştır. G. Kartal vd.'nin yapmış oldukları çalışmada [5], tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakası elde etmek için yeterli olan FH süresi 45 dakika olarak belirlenmiştir.

Mikroyapı incelemeleri için kaplamanın kesiti standart metalografik yöntemle hazırlanmıştır. Kaplamaya ait mikroyapısal görünümlemler Nikon marka Eclipse LV150 model optik metal mikroskopundan (OM) elde edilmiştir. Kaplama yapısını oluşturan fazların belirlenmesi için CuK<sub>α</sub> radyasyonlu Panalitical marka X-ışınları difraksiyon (XRD) analiz cihazı kullanılmıştır. Borlanan AISI 1020 çeliğin yüzeyine dik yönde kesit boyunca kesilip metalografik işlemlerle hazırlandıktan sonra Shimadzu HVM mikrosertlik cihazında ASTM E384 standardına göre Vickers batıcı uç kullanılarak 50 gram yük altında mikrosertlik ölçümü yapılmıştır. Yüzeyden itibaren 3 ila 4 µm aralıkla her bir mesafede üçer adet mikrosertlik ölçümü yapılmış ve ortalaması verilmiştir. Aşınma deneyi, ASTM G99 standardına göre bilya-disk düzeneğine sahip aşınma deney cihazında 25°C, 200°C, 400°C ve 600°C sıcaklıklarda normal atmosferik şartlarda 30 N yük altında ikişer adet numune üzerinde yapılmış ve sonuçların ortalaması alınarak aşınma hızları belirlenmiştir. Kayma hızı ve mesafesi 1,9 cm/s ve 57,5 m olarak seçilmiştir. Karşı malzeme olarak 10 mm çaplı alümina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) bilya kullanılmıştır. Numuneler istenilen sıcaklığa kadar homojen bir şekilde ısıtıldıktan sonra aşınma deneyleri başlatılmıştır. Aşınma deneyi sırasında sürtünme katsayısı verisi sürekli olarak kayıt edilmiştir. Aşınma deneyleri sonrasında aşınma izlerinin 2 boyutlu profilleri Mitutoyo Surtest SJ-400 profilometre cihazı ile 3 boyutlu profilleri ise Nikon görüntüleme yazılımı NIS-Elements ile elde edilmiştir. Ayrıca numunelerin ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilyanın temas yüzeyleri mikroskobik olarak incelenmiştir.

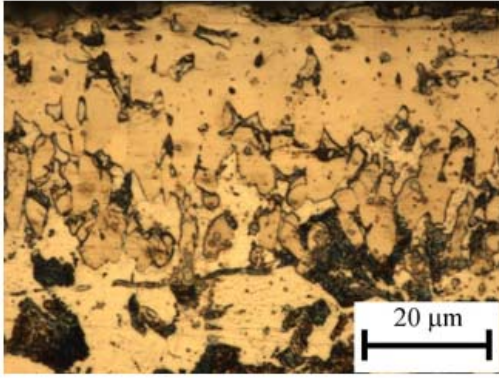
Oksidasyon deneyleri, 400 ve 600°C'de normal atmosferik koşullarda gerçekleştirilmiştir. Yüzeyleri parlatılmış olan numuneler 6 ve 9 saatlik oksidasyon deneyleri sonrasında ağırlık kazançları hassas terazi ile 0,01 mg hassasiyetinde ölçülmüştür. Oksidasyon test sonuçları birim yüzey alanı başına ağırlık kazancı (mg/cm<sup>2</sup>) cinsinden değerlendirilmiştir.

## 3. Sonuçlar ve Tartışmalar (Results and Discussions)

PHEB yöntemi (15 dakika EB ve 45 dakika FH işlemi) sonunda elde edilen tek fazlı bor tabakasının mikroyapısı Şekil 1'de verilmiştir. Elde edilen bor kaplamanın kesit mikroyapı incelemelerinde, tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakasının oldukça homojen, yoğun ve yüzeyden ayrılmadığı görülmüştür. Borlama tekniği olarak 950°C'de 1 saat (15 dakika EB ve 45 dakika FH) proses koşulu sonucunda 57 ± 5 µm'lik Fe<sub>2</sub>B tabaka kalınlığı üretilmiş ve 0,95 µm/dk. 'lık bir büyüme oranı elde edilmiştir. AISI 1020 çeliğin 950°C'de 12 saatte kutu borlanma ile 215 µm'lik bir tabakanın elde edildiği bir çalışmada 0,298 µm/dk. 'lık bir büyüme hızına karşı gelmektedir [8]. Bu sonuçlar karşılaştırıldığında, bu çalışmada 3,18 kat kaplama hızının arttığı belirlenmiştir. 15 dakika EB ve 45 dakika FH işlemi sonunda AISI 1020 çelik yüzeye ait XRD paterni tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakası oluşumunu onaylamaktadır (Şekil 2). PHEB yöntemiyle üretilen tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakasına ait kesit sertlik incelemesi Şekil 3'de verilmiştir. 15 dakika EB işlemi ve 45 dakika FH işlemi ile homojen oluşan Fe<sub>2</sub>B tabakasının sertliği 1450±50 HV<sub>0,05</sub> değerleri arasında değişmekte olup, çelik taban malzemeye doğru kademeli olarak azalmaktadır.



(a)



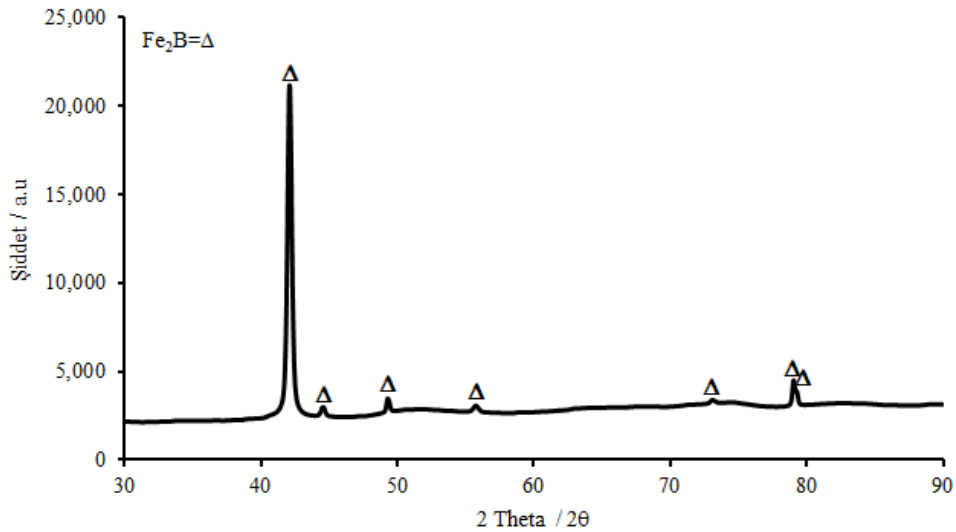
(b)

**Şekil 1.** PHEB yöntemi (15 dakika EB ve 45 dakika FH işlemi) sonunda elde edilen kaplamanın düşük ve yüksek büyütme OM kesit görüntüleri  
(Low and high magnification OM cross-section images of the coating obtained after PHEB method (15 min of EB + 45 min of PH).

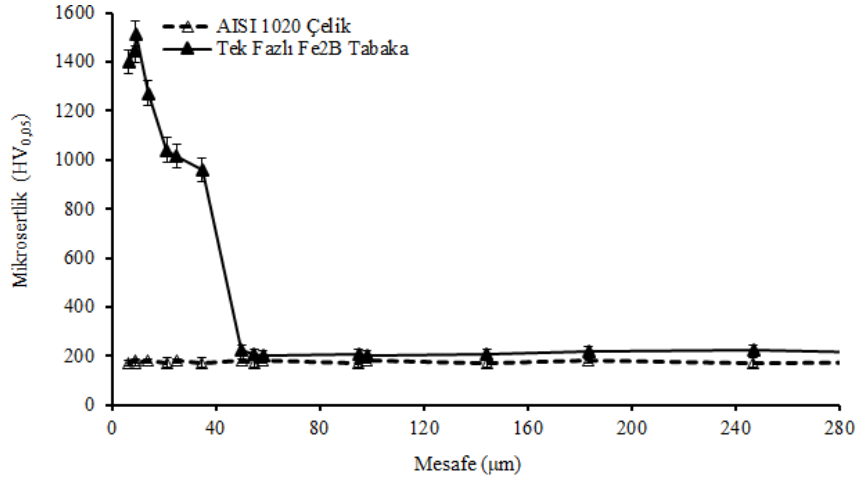
PHEB yöntemiyle üretilen tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabaka ve işlem görmemiş AISI 1020 çelik 25°C, 200°C, 400°C ve 600°C'de aşınma deneylerine tabi tutulmuş olup, deney sonuçları aşınma iz profilleri olarak Şekil 4'de, sürtünme katsayısı grafikleri olarak Şekil 5'de verilmiştir.

Yüzey profilometresi kullanılarak çıkarılan Şekil 4'deki aşınma izlerinden hesaplanan aşınma hızları, AISI 1020 çeliğin oda sıcaklığı aşınma hızına oranlamak suretiyle farklı sıcaklıklardaki rölatif aşınma hızları (RAH) hesaplanmıştır. Şekil 5'de verilen sürtünme katsayısı grafiklerinden ise kararlı durum sürtünme katsayısı (KSK) değerleri belirlenmiştir. Şekil 4 ve Şekil 5'deki aşınma deneyi verilerinden hesaplanan RAH ve KSK değerleri Şekil 6'da verilmiştir.

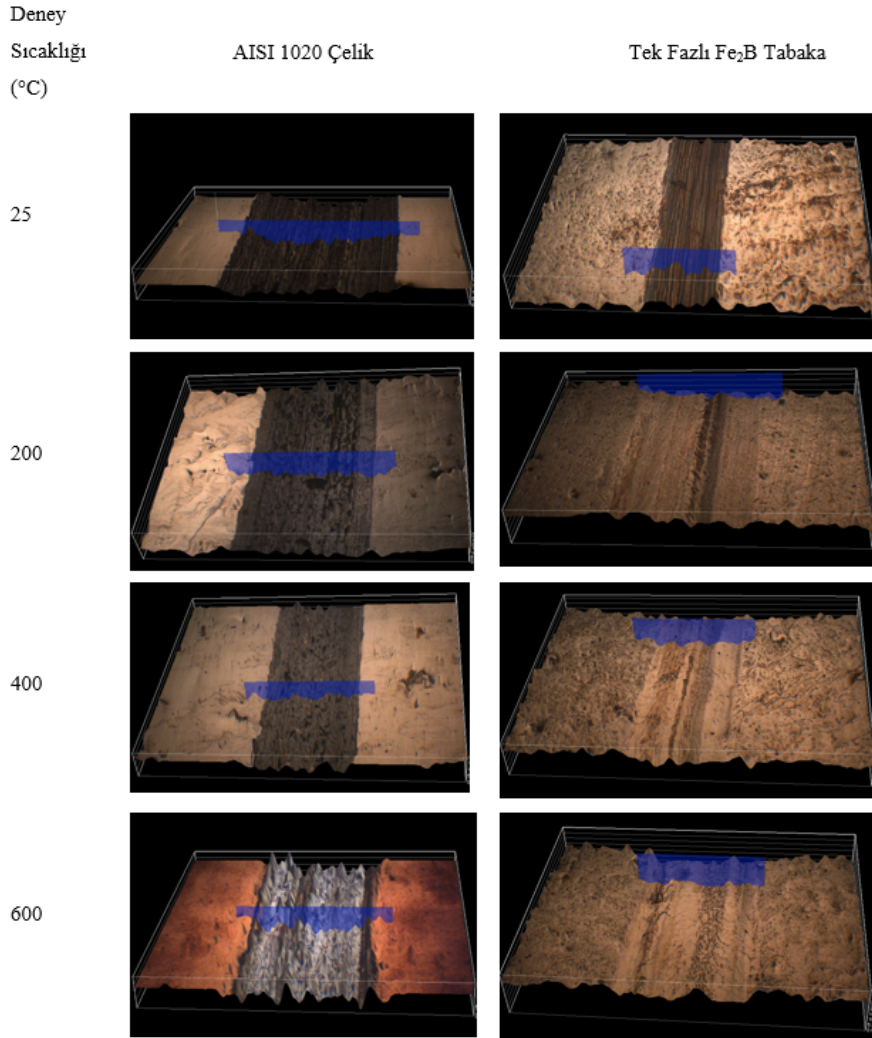
Şekil 3'deki sertlik değişimi göz önüne alındığında, işlem görmemiş AISI 1020 çeliğe nazaran tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabaka daha sert olduğundan oda sıcaklığında %95,6 oranında daha az aşınmıştır (Şekil 6a). Aşınma hızını artıran en önemli etkenlerden biri de aşınma sırasında işlem görmemiş AISI 1020 çeliğin temas yüzeyinde gelişen plastik deformasyondur [3]. Tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakada belirlenen daha yüksek aşınma direnci bu kaplamanın yüksek sertliğine bağlı olarak daha az plastik deformasyona uğraması ile açıklanabilir [5]. Şekil 6b'de verilen KSK, tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakanın oda sıcaklığında benzer sürtünme davranışı gösterdiğini ortaya koymakla birlikte, işlem görmemiş AISI 1020 çelikten çok belirgin oranda farklı değildir (Şekil 5). 400°C ve 600°C'de gerçekleştirilen yüksek sıcaklık aşınma deneylerinde işlem görmemiş AISI 1020 çelikte görülen düşük sürtünme eğrileri (Şekil 5a) ve düşük KSK değerleri (Şekil 6b) düşük karbonlu çeliğin oksidasyon davranışı ile ilişkilendirilebilir. Şekil 7'de oksidasyon sonuçlarına göre 6 ve 9 saat süre ile 400°C'de işlem görmemiş AISI 1020 çelik ve tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabaka benzer oksitlenme eğilimi gösterirken, 600°C'de gerçekleştirilen oksidasyon deneylerinde ise daha fazla ağırlık kazanan işlem görmemiş AISI 1020 çelikte sürenin artmasıyla daha fazla oksitlenme sergilediği ve yüzeylerinin daha kalın oksit tabakası ile kaplandığını göstermektedir. Aşınma sırasında oluşan oksitlerin bir yağlayıcı görev üstlendiği ve sürtünme katsayısını azalttığı daha önce birçok çalışmada vurgulanmıştır [10, 11]. Ancak aşınma deney sıcaklığının artmasıyla işlem görmemiş AISI 1020 çeliğe nazaran daha yüksek KSK değerlerine sahip olan tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabaka, 25°C'den 200°C'ye sıcaklık artışı ile KSK değeri hafif bir artış sergiledikten sonra 200 ila 600°C arasında hafif bir azalma göstermiştir. Şekil 6a'da da görüldüğü gibi deney sıcaklığının 400°C artırılmasıyla işlem görmemiş AISI 1020 çeliğin RAH'da oda sıcaklığına nazaran önemli azalmalar olmuştur. 200°C ve 400°C'de aşındırılan işlem görmemiş AISI 1020 çeliğin aşınma yüzeyleri ve karşı malzeme olarak kullanılan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilyanın temas yüzeylerine ait görüntüler Şekil 8'de verilmiştir. 200°C ve 400°C'de aşınma deney sıcaklığında RAH'n



**Şekil 2.** PHEB yöntemi (15 dakika EB ve 45 dakika FH işlemi) sonunda elde edilen kaplamanın XRD paterni  
(XRD pattern of the coating obtained after PHEB method (15 min of EB + 45 min of PH).



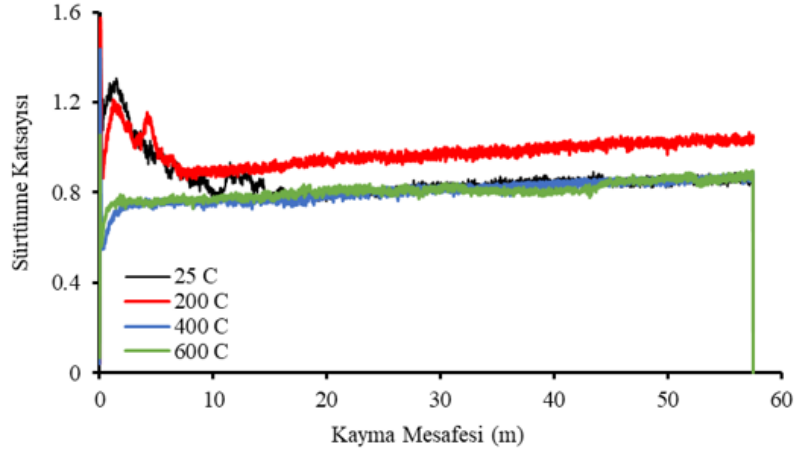
Şekil 3. İncelenen kaplamada kesit sertlik değişimi (Cross-section hardness profile of the examined coating).



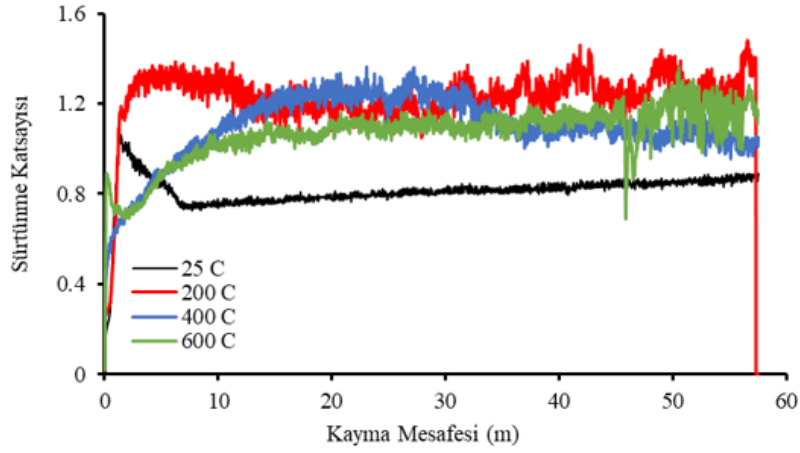
Şekil 4. Farklı aşınma deney sıcaklıklarında incelenen numunelerin 3-D aşınma iz profilleri (3-D wear track profiles of the examined samples at different wear test temperatures)

azalması aşınma izinde demir oksit varlığı ile açıklanabilir [10] ve aynı zamanda karşı malzeme olarak kullanılan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilyaların aşınma izleri de nispeten küçülmüştür. Oda sıcaklığına nazaran 200°C

ve 400°C'de yapılan aşınma deneylerinde işlem görmemiş AISI 1020 çelik sırasıyla %57,7 ve %84,1 oranlarında daha az aşınmıştır. Demir esaslı malzemelerde şiddetli aşınmadan hafif aşınma rejimine geçişin



(a)



(b)

**Şekil 5.** (a) İşlem görmemiş AISI 1020 çelik ve (b) tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakanın farklı aşınma deney sıcaklıklarında sürtünme katsayısı grafikleri (Friction coefficient graphs of (a) untreated AISI 1020 steel and (b) single-phase Fe<sub>2</sub>B layer at different wear test temperatures)

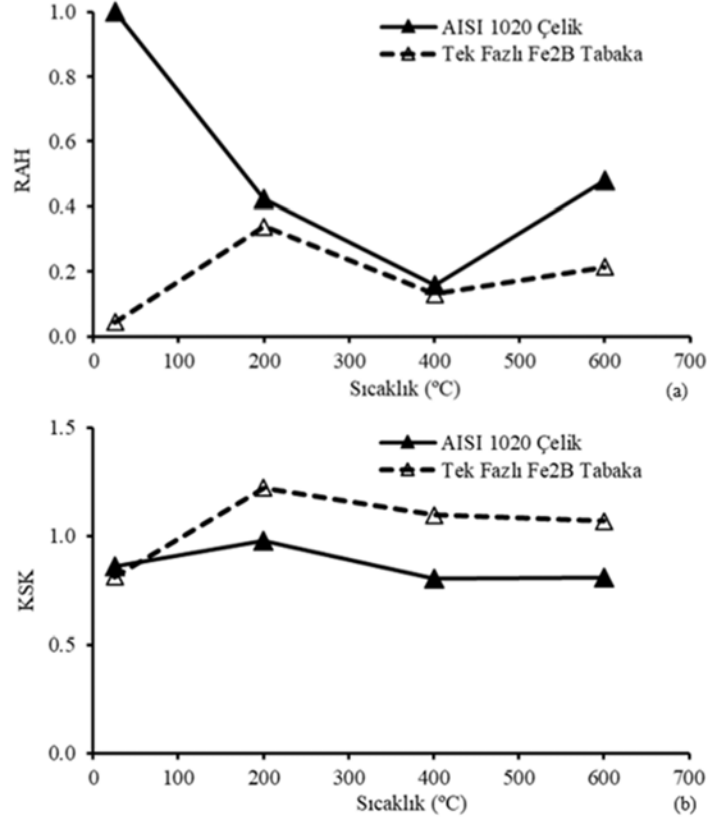
olası bir nedeni olarak hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) fazının katı bir yağlayıcı gibi davranan manyetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) fazına dönüşümü olarak ileri sürülmektedir [12]. Ancak sıcaklığın 600°C'ye yükselmesiyle RAH değerinin artması işlem görmemiş AISI 1020 çeliğinin yumuşaması, yüzeyde oluşan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> veya Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oksitlerin zayıf yapışması ve düşük sünekliği [13] ile açıklanabilir.

İşlem görmemiş AISI 1020 çeliğe nazaran tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabaka 200°C, 400°C ve 600°C'de sırasıyla %19,8, %17,6 ve %55,4 oranında daha az aşınmıştır (Şekil 6a). Oda sıcaklığında yapılan aşınma deneyine nazaran yüksek deney sıcaklığında daha yüksek sürtünme katsayıları elde edilmiş ve sürtünme eğrilerinde önemli salınımlara neden olmuştur (Şekil 5b). 200°C, 400°C ve 600°C'de yapılan aşınma deneylerinde tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakalı yüzeyde elde edilen yüksek KSK değerleri (Şekil 6b), aşınma ürünlerinin üç elemanlı abrasif etkisi ile ilişkilendirilebilir [14]. Yüzeyde oluşan çekme tipi mekanik gerilme değeri yüzey tabakasının kırılma mukavemet değerini aştığında sert ve kırılğan yüzey tabakasının çatlamasında önemli bir rol oynamaktadır. Oda sıcaklığında yapılan aşınma deneyinde tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakalı yüzeyde çatlama olmaksızın mükemmel direnç göstermiştir. Ancak oda sıcaklığında yapılan aşınma deneyinden farklı olarak yüksek sıcaklık aşınma deneyinde yüzeyde çatlak başlaması nedeniyle (Şekil 9) daha yüksek aşınma kayıpları olmaktadır (Şekil 6a). Tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakası ile çelik altlık

arasındaki termal genişleme farkından kaynaklanan termal gerilme, yüksek sıcaklıklarda tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakasında çatlak başlangıcı için etkili olduğu ileri sürülmüştür. Yüzey tabakasında gelişen termal gerilme ( $\sigma_t$ ) aşağıda Eş. 1'de verilmiştir [14];

$$\sigma_t = -E_1(\alpha_1 - \alpha_s)\Delta T / (1 - \nu) \quad (1)$$

$E_1$ , yüzey tabakasının elastisite modülü,  $\alpha_1$  ve  $\alpha_s$  sırasıyla yüzey tabakası ve altlık malzemenin termal genişleme katsayılarıdır.  $\Delta T$ , sıcaklık farkı ve  $\nu$  poisson oranıdır. Bu çalışmada, tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakası 200°C, 400°C ve 600°C'ye ısıtıldığında oluşan termal gerilmeler hesaplandı. Tablo 1'de verilen termal gerilmeler Tablo 2'de listelenen veriler kullanılarak hesaplandı ve tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakasının maruz kaldığı termal gerilmenin artan deney sıcaklığı ile arttığı görülmektedir. Aşınma deney sıcaklığı ile aşınma kaybının artması, temas bölgesinin mekanik ve termal çekme gerilmelerinin birleşik etkisine maruz kalmasından dolayı tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakasının çatlamasına bağlanabilir. Ayrıca 600°C'de yapılan aşınma deneyinde tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakalı aşınma yüzeyinde karakteristik oksidatif yorulma çatlakları gözlenmektedir (Şekil 9). Soydan vd. [15] tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakalarının yorulma hasarının aşamalarını tanımlamıştır. İlk aşamada, sürtünme sürecinin başlangıcında mikro temaslarda yapısal kusurlar oluşmakta ve Fe<sub>2</sub>B tabakalı yüzeyde çok sayıda çatlak çekirdeklenmektedir. İkinci aşamada ise kusurların kritik yoğunluğa



**Şekil 6.** Aşınma deney sıcaklığına bağlı olarak işlem görmemiş AISI 1020 çelik ve tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakanın (a) RAH ve (b) KSK değişimi (Variation of (a) RAH and (b) KSK of the untreated AISI 1020 steel and single-phase Fe<sub>2</sub>B layer depending on the wear test temperature).

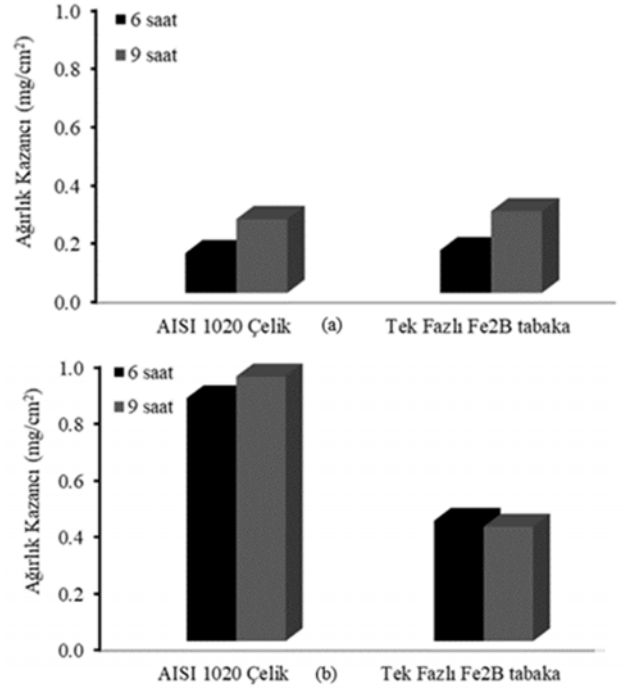
yaklaştıkça yüzeyde mikro çatlaklar oluşmaktadır. 200°C'de aşındırılan tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakanın yüzeyinde oluşan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ve/veya Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oksitlerin zayıf yapışması ve düşük sünekliğinden dolayı ayrılan aşınma ürünlerinin bir kısmı aşınma izinin etrafına doğru saçılırken bir kısmı da karşı malzeme Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilyanın yüzeyine transfer olmuştur (Şekil 9) ve bu durum RAH, KSK değerlerini (Şekil 6) ve sürtünme katsayısını da (Şekil 5b) artırmıştır. Oksidasyon sıcaklığının artması ile birlikte ağırlık kazancının artması (Şekil 7) tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakanın ve karşı malzeme Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilyanın aşınma yüzeylerini küçültmüştür (Şekil 4 ve Şekil 9) ve 200°C'de yapılan aşınma deneyine nazaran 400°C ve 600°C'de yapılan aşınma deneylerinde RAH ve KSK değerleri de azalmıştır (Şekil 6).

**Tablo 1.** Aşınma deney sıcaklığının bir fonksiyonu olarak tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakasında oluşan çekme termal gerilmeleri (Tensile thermal stresses developed in single phase Fe<sub>2</sub>B layer as a function of wear testing temperatures).

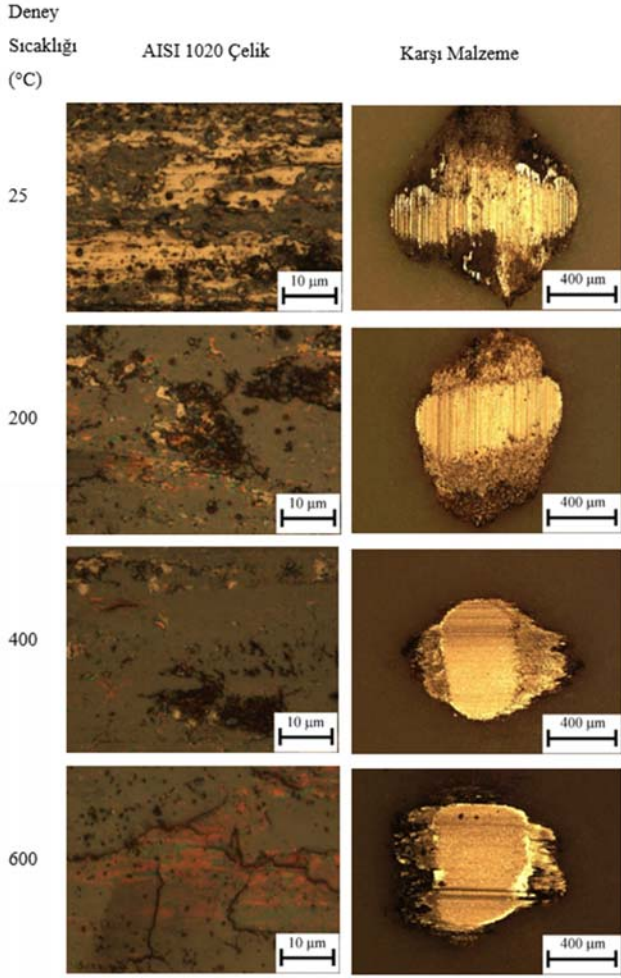
Deney Sıcaklığı (°C)	Termal Gerilme (MPa)
200	437,3
400	932,9
600	1428,5

**Tablo 2.** Bu çalışmada üretilen tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabaka [14] ve AISI 1020 çelik altlığa ait bazı malzeme özellikleri (Some material properties of the AISI 1020 steel substrate and single phase Fe<sub>2</sub>B layer [14] produced in this study).

Özellik	AISI 1020 Çelik Altlık	Fe <sub>2</sub> B Tabaka
E (GPa)	205	295
$\alpha$ (°C <sup>-1</sup> )	13,9 x10 <sup>-6</sup>	7,6 x10 <sup>-6</sup>
$\nu$	0,29	0,25



**Şekil 7.** İşlem görmemiş AISI 1020 çelik ve tek fazlı Fe<sub>2</sub>B tabakanın (a) 400°C ve (b) 600°C'lerde oksidasyon deneyi sonuçları (Oxidation test results of the untreated AISI 1020 steel and single-phase Fe<sub>2</sub>B layer at (a) 400°C and (b) 600°C)

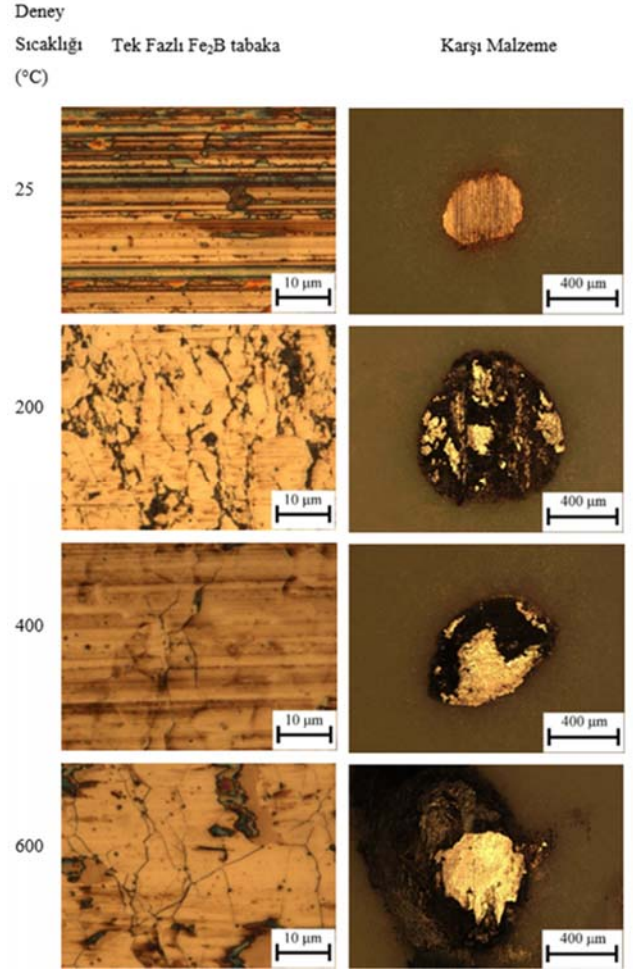


**Şekil 8.** İşlem görmemiş AISI 1020 çelik ve karşı malzeme  $Al_2O_3$  bilyanın temas yüzey görüntüleri (Contact surface images of the untreated AISI 1020 steel and counter  $Al_2O_3$  ball).

#### 4. Sonuçlar (Conclusions)

Bu çalışmada elektrokimyasal borlama faz homojenizasyonu (PHEB) yöntemiyle AISI 1020 kalite çelik yüzeyinde tek fazlı  $Fe_2B$  tabaka oluşturulmuştur. Bu tabakada yapılan mikroyapı incelemeleri, sertlik ölçümleri, aşınma ve oksidasyon deneylerinden elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

- Kesit mikroskop görüntüleri, XRD analiz ve sertlik ölçümleri sonuçlarına göre,  $950^{\circ}C$ 'de bir saatte yüzeyde  $1450 \pm 50$   $HV_{0.05}$  sergileyen  $57 \pm 5$   $\mu m$  kalınlığında tek fazlı  $Fe_2B$  tabakasının oluştuğu tespit edilmiştir.
- Oda sıcaklığında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde tek fazlı  $Fe_2B$  tabakanın sertliğindeki artışa paralel olarak, işlem görmemiş AISI 1020 çeliğe göre %95,6 oranında daha yüksek aşınma direnci elde edilmiştir.
- Oksidasyon ve yüksek sıcaklık aşınma deney sonuçları birlikte değerlendirildiğinde;  $400^{\circ}C$ 'de yapılan oksidasyon deneylerinde benzer oksitlenme eğilimi gösteren AISI 1020 çelik ve tek fazlı  $Fe_2B$  tabakanın aşınma davranışı hemen hemen aynı iken,  $600^{\circ}C$ 'de gerçekleştirilen oksidasyon deneylerinde en az ağırlık kazancı gösteren tek fazlı  $Fe_2B$  tabaka AISI 1020 çeliğe göre %55,4 oranında daha az aşınmıştır.



**Şekil 9.** Tek fazlı  $Fe_2B$  tabaka ve karşı malzeme  $Al_2O_3$  bilyanın temas yüzey görüntüleri (Contact surface images of the single-phase  $Fe_2B$  layer and counter  $Al_2O_3$  ball).

#### Teşekkür (Acknowledgement)

Bu çalışma Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından 2022-01.BŞEÜ.03-01 nolu proje kapsamında desteklenmiştir. Ayrıca elektrokimyasal borlama çalışmalarında kullanmak üzere numune gönderen Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü Teknoloji Geliştirme Dairesi Başkanlığına da teşekkür ederim.

#### Kaynaklar (References)

1. Abu-warda N, López A.J, López M.D, Utrilla M.V., High temperature corrosion and wear behavior of HVOF-sprayed coating of  $Al_2O_3$ -NiAl on AISI 304 stainless steel, *Surface & Coatings Technology*, 359, 35-46, 2019.
2. Galiotto A, Rosso A.R., Almeida E.A., Krelling A.P., Milan J.C.G., Costa C.E., Characterization of different surface layers produced by solid boron-nitro-carburizing thermochemical treatment on AISI 1020, *Materials Research*, 22 (5), 1-10, 2019.
3. Krelling A.P., Costa C.E., Milan J.C.G., Almeida E.A.S., Micro-abrasive wear mechanisms of borided AISI 1020 steel, *Tribology International*, 111, 234-242, 2017.
4. Kumruoğlu L.C., Özel A., Application of thermo-chemical electrolytic plasma technology in AISI 316-L stainless steel surface treatment, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 37 (1), 89-105. 2022.



5. Kartal G., Timur S., Sista V., Eryilmaz O.L., Erdemir A., The growth of single Fe<sub>2</sub>B phase on low carbon steel via phase homogenization in electrochemical boriding (PHEB), *Surface & Coatings Technology*, 206, 2005–2011, 2011.
6. Kartal G., Timur S., Eryilmaz O.L., Erdemir A., Influence of process duration on structure and chemistry of borided low carbon steel, *Surface & Coatings Technology*, 205, 1578-1583, 2010.
7. Kartal G., Eryilmaz O.L., Krumdick G., Erdemir A., Timur S., Kinetics of electrochemical boriding of low carbon steel, *Applied Surface Science*, 257, 6928–6934, 2011.
8. Türkmen I., Yalamaç E., Growth of the Fe<sub>2</sub>B layer on SAE 1020 steel employed a boron source of H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> during the powder-pack boriding method, *Journal of Alloys and Compounds*, 744, 658-666, 2018.
9. Türkmen I., Yalamaç E., Keddani M., Investigation of tribological behaviour and diffusion model of Fe<sub>2</sub>B layer formed by pack-boriding on SAE 1020 steel, *Surface & Coatings Technology*, 377, 2019.
10. Staia M.H., Conzoño A., Cruz M.R., Roman A., Lesage J., Chicot D., Mesmacque G., Wear behaviour of silicon carbide/electroless nickel composite coatings at high temperature, *Surface Engineering*, 18 (4), 265-269, 2002.
11. Günen A., Döleker K.M., Korkmaz M.E., Gök M.S., Erdogan A., Characteristics, high temperature wear and oxidation behavior of boride layer grown on nimonic 80A Ni-based superalloy, *Surface & Coatings Technology*, 409, 2021.
12. Bayata F., Alpas A.T., The high temperature wear mechanisms of iron-nickel steel (NCF 3015) and Nickel based superalloy (inconel 751) engine valves, *Wear*, 480-481, 2021.
13. Birol Y., Isler D., Urgan M., High-temperature sliding wear testing of cathodic arc physical vapor deposition AlTiN- and AlTiON-coated hot work tool steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42A, 3316-3322, 2011.
14. Cimenoglu H., Atar E., Motallebzadeh A., High temperature tribological behavior of borided surfaces based on the phase structure of the boride layer, *Wear*, 309, 152–158, 2014.
15. Soydan Y., Köksal S., Demirel A., Çelik V., Sliding friction and wear behavior of pack-boronized AISI 1050, 4140, and 8620 steels, *Tribology Transactions*, 51 (1), 74-81, 2008.

