

**PLAZMA NİTROKARBÜRLENEN AISI 4140 ÇELİĞİNİN TRİBOLOJİK VE  
KOROZYON DAVRANIŞI ÜZERİNE POST-OKSİDASYON İŞLEMİNİN  
ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

**Ömer DENKTAŞ**

**Yüksek Lisans Tezi**

**Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Yrd. Doç. Dr. Mehmet KARAKAN**

**2009**

**Her Hakkı Saklıdır**

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**PLAZMA NİTROKARBÜRLENEN AISI 4140 ÇELİĞİNİN  
TRİBOLOJİK VE KOROZYON DAVRANIŞI ÜZERİNE  
POST-OKSİDASYON İŞLEMİNİN ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

**Ömer DENKTAŞ**

**MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ERZURUM  
2009**

**Her Hakkı Saklıdır**

Yrd. Do. Dr. Mehmet Karakan Danışmanlığı'nda Ömer Denктаş tarafından hazırlanan bu alışma 04.02.2009 tarihinde aşığıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Ayhan ELİK

İmza :



Üye : Do. Dr. İbrahim TÜRKMEN

İmza :



Üye : Yrd. Do. Dr. Mehmet KARAKAN

İmza :



**Yukarıdaki sonucu onaylarım**

.....

**Enstitü Müdürü**

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### PLAZMA NİTROKARBÜRLLENEN AISI 4140 ÇELİĞİNİN TRİBOLOJİK VE KOROZYON DAVRANIŞI ÜZERİNE POST-OKSİDASYON İŞLEMİNİN ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

Ömer DENKTAŞ

Atatürk Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Makina Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Mehmet KARAKAN

Nitrokarbürleme ve post-oksidasyon işlemleri, mühendislik malzemelerinin aşınma, yorulma, ve korozyon direncini iyileştirmek için kullanılan termokimyasal işlemlerdir. Nitrokarbürleme sonrası, yüzeyde  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>(N, C) ve  $\gamma$ -Fe<sub>4</sub>(N, C) demir nitrür ve karbürlerinden oluşan beyaz tabaka, bu tabakanın altında alaşım nitrür ve karbürler içeren difüzyon tabakası oluşur. Post-oksidasyon işlemi sonrasında, beyaz tabaka üzerinde hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ve magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) fazlarından oluşan ince bir oksit filmi oluşur.

Bu çalışmada, AISI 4140 çeliği ilk önce 570°C ve 700°C’ de 4 saat süreyle 60%N<sub>2</sub>+37%H<sub>2</sub>+3%CO<sub>2</sub> gaz karışımında plazma nitrokarbürleme işlemine tabi tutuldu. Nitrokarbürleme sonrası, 450 °C’ de 1 saat süreyle %50H<sub>2</sub>+%50CO<sub>2</sub> gaz karışımı ve saf oksijen ortamında post-oksidasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Nitrokarbürleme ve post-oksidasyon işlemleri sonrası XRD, SEM, mikrosertlik, pin-on-disk aşınma cihazı ve elektrokimyasal polarizasyon test cihazları kullanılarak, yapısal, mekanik, tribolojik ve korozyon özellikleri araştırılmıştır. Deneysel sonuçlar, beyaz tabakanın üzerinde hematit ve magnetit fazlarından oluşan oksit tabakası meydana geldiğini göstermiştir. Daha iyi tribolojik ve korozyon özelliklerine nitrokarbürleme sonrası yapılan post-oksidasyon işlemi ile ulaşılmıştır. Korozyon özelliklerine ferritik nitrokarbürleme sonrası yapılan post-oksidasyon işlemi ostenitik şartlarda elde edilene göre daha iyi olduğu gözlenmiştir. Ayrıca, daha iyi korozyon özelliklerine oksidasyon işleminde hidrojen gazı kullanılarak ulaşılmıştır.

**2009, 54 sayfa**

**Anahtar Kelimeler:** Plazma nitrokarbürleme, post-oksidasyon, triboloji, korozyon

## ABSTRACT

M.Sc. Thesis

### INVESTIGATION OF EFFECT OF POST-OXIDIZING ON TRIBOLOGICAL AND CORROSION BEHAVIOUR OF PLASMA NITROCARBURIZED AISI 4140 STEEL

Ömer DENKTAŞ

Atatürk University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Mechanical Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Mehmet KARAKAN

Nitrocarburizing and post-oksüdation are thermochemical treatments used to improve the wear resistance, fatigue strength and corrosion resistance of engineering materials. After nitrocarburizing, white layer made up of iron carbides and nitrides  $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$  and  $\gamma\text{-Fe}_4(\text{N}, \text{C})$  onto the surface, below this layer diffusion layer consist of alloy nitrides and carbides are formed. After post-oksüdation treatment, thin oxide layer consists of hematite  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  and magnetite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  phases forms onto the compound layer.

In this study, firstly AISI 4140 steel was initially plasma nitrocarburized at 570 and 700°C for 4 h in a gas mixture of 60% $\text{N}_2$ +37% $\text{H}_2$ +3% $\text{CO}_2$ . After nitrocarburizing, post-oxidation treatment was performed at 450°C for 1 h using oxidation gas mixture ratios of 50% $\text{H}_2$ +50% $\text{CO}_2$  and pure oxygen. After these treatments, the structural, mechanical, tribological and corrosion properties of nitrocarburized and post-oxidized steel were analyzed using a X-ray diffraction, microhardness tester, scanning electron microscopy, pin-on-disk tribotester and electrochemical polarization. The experimental results have shown that an oxide layer which consists of hematite and magnetite phases is formed on white layer. More improvement of the tribological and corrosion properties was achieved by the post-oxidation treatment performed after nitrocarburizing. It has been observed that the post-oxidation treatment carried out after ferritic nitrocarburizing effects on the corrosion properties is better than the obtained in austenitic conditions. In addition, better corrosion properties have been reached by using hydrogen gas in oxidation process.

**2009, 54 pages**

**Key words:** Plasma nitrocarburizing, post-oxidizing, tribology, corrosion

## TEŞEKKÜRLER

Yüksek lisans tezi olarak sunduğum bu çalışma boyunca her türlü yardım ve desteği ile beni sürekli gayretlendiren, bilgi ve deneyimleriyle bana yol gösteren, danışmanım Saygıdeğer hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Mehmet KARAKAN'a, teşekkürü bir borç bilirim.

Deneysel çalışmalarım süresince her zaman yardımlarını ve desteklerini hissettiğim Sayın Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU, Sayın Arş. Gör. A. Fatih YETİM, Sayın Öğr. Gör. Fatih YILDIZ'a ve emeği geçen herkese çok teşekkür ederim.

Ömer DENKTAŞ

Ocak 2009

## İÇİNDEKİLER

|                                                                  |     |
|------------------------------------------------------------------|-----|
| ÖZET.....                                                        | i   |
| ABSTRACT.....                                                    | ii  |
| TEŞEKKÜR.....                                                    | iii |
| SİMGELER DİZİNİ.....                                             | vi  |
| ŞEKİLLER DİZİNİ.....                                             | vii |
| ÇİZELGELER DİZİNİ .....                                          | ix  |
| <b>1. GİRİŞ</b> .....                                            | 1   |
| <b>2. KURAMSAL TEMELLER</b> .....                                | 9   |
| 2.1.Yüzey sertleştirme işlemleri .....                           | 9   |
| 2.2. Difüzyon metotları .....                                    | 11  |
| 2.3.Plazma Destekli Termokimyasal İşlemler .....                 | 11  |
| 2.3.1. Karbürleme .....                                          | 14  |
| 2.3.2. Nitrürleme.....                                           | 16  |
| 2.3.3. Borlama .....                                             | 18  |
| 2.3.4. Nitrokarbürleme.....                                      | 19  |
| 2.3.3.a. Ferritik plazma nitrokarbürleme .....                   | 21  |
| 2.3.3.b. Ostenitik plazma nitrokarbürleme .....                  | 22  |
| 2.4. Plazma Nitrokarbürlemenin Oluşum Mekanizması .....          | 22  |
| 2.4.1. Plazma ile nitrokarbürleme sonrası oluşan iç yapılar..... | 23  |
| 2.5. Post-Oksidasyon .....                                       | 24  |
| <b>3. MATERYAL ve METOT</b> .....                                | 26  |
| 3.1. Kullanılan Malzeme .....                                    | 26  |
| 3.2. Deney Düzenegi .....                                        | 26  |
| 3.3. Plazma Nitrokarbürleme İşleminin Yapılışı .....             | 28  |
| 3.4. XRD, SEM, ve Optik Mikroskop incelemeleri .....             | 28  |
| 3.5. Mikrosertlik Ölçümleri .....                                | 29  |
| 3.6. Aşınma Deneyleri .....                                      | 30  |
| 3.7. Korzyon Deneyleri .....                                     | 31  |

|                                                          |           |
|----------------------------------------------------------|-----------|
| <b>4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA .....</b>          | <b>33</b> |
| 4.1. Yapısal ve Mekanik Özelliklerin Araştırılması ..... | 33        |
| 4.2. Tribolojik Özelliklerin Araştırılması.....          | 40        |
| 4.3.Korozyon Özelliklerin Araştırılması.....             | 45        |
| <b>5. SONUÇLAR.....</b>                                  | <b>50</b> |
| <b>KAYNAKLAR.....</b>                                    | <b>52</b> |
| <b>ÖZGEÇMİŞ</b>                                          |           |

## SİMGELER DİZİNİ

|            |                              |
|------------|------------------------------|
| $\gamma$   | Fe <sub>4</sub> (N, C)       |
| $\epsilon$ | Fe <sub>2-3</sub> (N, C)     |
| $\theta$   | Kırınım Açısı                |
| $\lambda$  | Dalga Boyu (Å°)              |
| Ra         | Yüzey Pürüzlülük Değeri (µm) |

## Kısaltmalar

|                                |                                               |
|--------------------------------|-----------------------------------------------|
| cps                            | Saniyede Alınan X ışını Sayısı                |
| SEM                            | Taramalı Elektron Mikroskobu                  |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Hematit fazı                                  |
| Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> | Magnetit fazı                                 |
| XRD                            | X ışını Kırınım Ölçer                         |
| HV                             | Vickers Sertliği                              |
| JCPDS                          | Joint Commite on Powder Diffraction Standarts |
| FNC                            | Feritik şartlarda nitrokarbürleme             |
| ONC                            | Ostenitik şartlarda nitrokarbürleme           |

## ŞEKİLLER DİZİNİ

|                                                                                                                                                            |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Şekil 2.1. Farklı boşalma tiplerinin voltaj-akım karakteristiği.....                                                                                       | 13 |
| Şekil 2.2. Plazma nitrokarbürleme işlem mekanizması .....                                                                                                  | 23 |
| Şekil 3.1. Plazma nitrokarbürleme deney düzeneği.....                                                                                                      | 27 |
| Şekil 3.2. Pin-on-disk aşınma cihazının şematik gösterimi .....                                                                                            | 30 |
| Şekil 3.3. Korozyon deney düzeneğinin şematik gösterimi .....                                                                                              | 32 |
| Şekil 4.1. 4 Saat işlem süresi ile ferritik ve ostenitik şartlarda plazma<br>Nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin yüzey sertliğinin değişimi.....          | 34 |
| Şekil 4.2. Ferritik şartlarda plazma nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi<br>uygulanan AISI 4140 çeliğinin XRD sonuçları.....                        | 35 |
| Şekil 4.3. Ostenitik şartlarda plazma nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi<br>uygulanan AISI 4140 çeliğinin XRD sonuçları.....                       | 36 |
| Şekil 4.4. Ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası post-oksidasyon<br>işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin XRD sonuçları.....                 | 37 |
| Şekil 4.5. Yüzey topoğrafyası SEM görüntüleri.....                                                                                                         | 38 |
| Şekil 4.6. Ferritik şartlarda nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi uygulanan<br>AISI 4140 çeliğinin SEM görüntüleri.....                             | 39 |
| Şekil 4.7. Ostenitik şartlarda nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi uygulanan<br>AISI 4140 çeliğinin SEM görüntüleri.....                            | 40 |
| Şekil 4.8. 570°C’de 4 saat nitrokarbürleme ve daha sonra yapılan post-oksidasyonun<br>sürtünme katsayısına etkisi.....                                     | 41 |
| Şekil 4.9. 700°C’de 4 saat nitrokarbürleme ve daha sonra yapılan post-oksidasyonun<br>sürtünme katsayısına etkisi.....                                     | 42 |
| Şekil 4.10. Ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası yapılan<br>post-oksidasyonun sürtünme katsayısına etkisinin karşılaştırılması.....        | 42 |
| Şekil 4.11. Ferritik ve ostenitik şartlarda plazma nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon<br>işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin aşınma oranı değişimi ..... | 43 |
| Şekil 4.12. Aşınma izleri SEM görüntüleri.....                                                                                                             | 44 |
| Şekil 4.13. Ferritik nitrokarbürleme ve işlem sonrası yapılan post-oksidasyonun<br>korozyon direncine etkisi.....                                          | 45 |

|                                                                                   |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------|----|
| Şekil 4.14. Ostenitik nitrokarbürleme ve işlem sonrası yapılan post-oksidasyonun  |    |
| korozyon direncine etkisi.....                                                    | 46 |
| Şekil 4.15. Ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası post- oksidasyon |    |
| İşlemlerinin korozyon direncine etkilerinin karşılaştırılması.....                | 47 |
| Şekil 4.16. Korozyon sonrası yüzey SEM görüntüleri.....                           | 49 |

## ÇİZELGELER DİZİNİ

|                                                                                                                          |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Çizelge 2.1. Yüzey Mühendisliğinde Uygulanan Metotlar .....                                                              | 10 |
| Çizelge 3.1. AISI 4140 Çeliğinin Kimyasal Kompozisyonu .....                                                             | 26 |
| Çizelge 3.2. Deney Düzeneginde Kullanılan Başlıca Elemanlar ve Özellikleri.....                                          | 27 |
| Çizelge 3.3. Pin-on-disk Aşınma Deney Şartları .....                                                                     | 31 |
| Çizelge 4.1. Plazma Nitrokarbürlenen ve Post-Oksidasyon İşlemi Uygulanan<br>AISİ 4140 Çeliğinin Deneysel sonuçları ..... | 33 |

## 1. GİRİŞ

Mühendislik malzemelerinin mekanik ve tribolojik özelliklerini, korozyon direncini, yorulma dayanımını artırmak için birçok yüzey işlem tekniği mevcuttur. Bu yüzey işlem teknikleri, yüzeyde yeni bir tabaka oluşturmak ve tabaka oluşturmaksızın olmak üzere iki ana gruba ayrılır. Tabaka ilavesinin olduğu ilk gruba; ince filmler, kaplamalar, kaynaklı üst tabakalar girmektedir. Tabaka oluşturmada yüzey modifikasyonu içeren ikinci grup ise; karbon, azot ve bor gibi sertleştirici elementlerin, malzeme yüzeyinin kimyasal bileşimini değiştirilmesi ile oluşan difüzyon yöntemleri ve genelde yüzeyin ani ısıtılması sonrası su verme ile sertleştirilmesini içeren sertleştirme işlemlerinden oluşmaktadır. Difüzyonla yüzey sertleştirme işlemi, yüzeyin kimyasal modifikasyonunu içeren termokimyasal bir işlemdir. Difüzyon yöntemleri ile yüzey sertleştirmede kullanılan metotlar; karbürleme, nitrürleme, karbonitrürleme, nitrokarbürleme ve borlamadır.

Difüzyonla sertleştirme yöntemlerinden birisi olan nitrokarbürleme işlemi, katı, sıvı, gaz ve plazma ortamında gerçekleştirilmektedir. Plazma ortamında yapılan nitrokarbürleme işleminin; gaz karışımı ve işlem şartlarının kontrolünün iyi olması, işlem süresinin kısalığı, enerji ve gaz tüketiminin az olması ve ayrıca patlama riski içermemesi gibi bir çok avantajları vardır.

Kendine has özellikleri ile birçok avantaja sahip olan plazma ortamında, nitrürleme, nitrokarbürleme, karbürleme ve borlama termokimyasal işlemleri yapılmaktadır. Plazma nitrürleme ve nitrokarbürleme, az alaşımlı ve takım çeliklerine günümüz endüstrisinde geniş ve başarılı bir şekilde uygulanmaktadır.

Plazma Nitrokarbürleme işlemi belirli sıcaklıklarda malzeme yüzeyine karbon ve azot alaşımlarının eş zamanlı difüzyonunu içeren termokimyasal difüzyon işlemidir. Yüzeyde  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>(N, C) ve/veya  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>(N, C) demir nitrür tabakası, onun altında da difüzyon tabakası oluşur. Bu işlemde kullanılan gazlar azot-hidrojen-metan veya azot-

hidrojen-karbondioksittir. Bu işlemde küçük miktarda da olsa metan gazı kullanıldığında, kırılğan sementit ve  $\epsilon$  nitrokarbürün olduğu görülmüş ve bu nedenle daha sonraki araştırmalarda karbondioksit gazı kullanılarak sorun giderilmiştir (Karakan vd 2004a). Plazma nitrokarbürleme işlemi feritik ve ostenitik olmak üzere iki şekilde yapılır. Demir azot denge diyagramında ötektoid noktasının ( $592^{\circ}\text{C}$ ) altında gerçekleştirilen işlemlere ferritik nitrokarbürleme, bu sıcaklığın üstünde gerçekleştirilenlere ise ostenitik nitrokarbürleme denir. Ferritik nitrokarbürleme işlemi daha çok triboloji ve korozyon özelliklerini iyileştirmek için tercih edilmektedir.

Nitrokarbürleme işlemi sonrası, bir çok avantajlar içermesi nedeniyle ısıtma işlem ve post-oksidasyon yöntemleri uygulanarak, özellikle korozyon direncinin iyileştirilmesi ve tribolojik özelliklerin geliştirilmesi çalışmaları son yıllarda hız kazanmıştır. Nitrokarbürleme işlemi sonrasında oluşan beyaz tabakanın gözenekli yapısı korozyon direncinin yeteri kadar iyi olmamasına neden olmaktadır. Bu sorunu gidermek için işlem sonrası oksidasyon işlemi gerçekleştirilmektedir. Oksidasyon işlem sıcaklığı genellikle  $350-500^{\circ}\text{C}$  arasındadır. Farklı mühendislik çeliklerinde, post-oksidasyon işlemleri ile  $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N,C})$  bileşik tabakanın üzerine, işlem sıcaklığı ve zamanının doğru kontrol edilmesiyle  $0.5-3.5\ \mu\text{m}$  kalınlığında magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ve hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) ince oksit filmi oluşturulabilir. Magnetit fazının, hematit fazından daha yoğun ve yüzeye tutunmasının iyi olması nedeniyle korozyon direnci daha iyidir. Hematit fazı gözenekli bir yapıya sahiptir. Oksidasyon işlem süresi ve zamanı normalin üzerinde arttığında hematit fazı çekirdeklerinde büyüme olur. Bunun sonrasında ise yüzeyden parçalanarak, pul pul dökülmeye başlar ve korozyon direnci azalır (Esfahani et al. 2008; Bell et al. 2000).

Son on yılda yoğunlaşan post-oksidasyon işlemi ile ilgili çalışmalar, işlemin yapısal karakteristikleri, işlem parametrelerinin etkileri, tribolojik özelliklere ve korozyon direncine katkısı üzerine yoğunlaşmıştır. Bu çalışmalardan aşağıda bahsedilmiştir.

Esfahani et al. (2008), AISI 5115 çeliğini %80 N<sub>2</sub> çeşitli miktarlarda CO<sub>2</sub> ve H<sub>2</sub> gaz karışımı atmosferinde, 550°C işlem sıcaklığı ve 5 saat işlem süresinde, nitrürleme ve nitrokarbürleme işlemine tabi tutarak,  $\epsilon$  fazı miktarının en yüksek %7 CO<sub>2</sub> gaz karışımı atmosferinde gerçekleştiğini saptamışlardır. İşlem sonrası 450°C, 1saat işlem zamanında, O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>=1/1, 3/1 ve %100 saf oksijen karışımında gerçekleştirdikleri post-oksidasyonu ile yüzeyde 1.4-1.7-1.9  $\mu$ m kalınlığında magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ve hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) oksit fazları oluştuğunu ve gaz karışımındaki oksijen miktarının artışıyla oksit tabakası kalınlığının arttığını görmüşlerdir. Araştırmalarında post-oksidasyon işleminin korozyon direncini artırdığını ve en yüksek artışında magnetit oranının oluştuğu O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>=1/1 gaz karışımında meydana geldiğini bulmuşlardır.

Lee (2004), AISI 4135 çeliğini, 570°C işlem sıcaklığı, 5 saat işlem süresi ve N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>=(170/30/4) gaz karışımında plazma nitrokarbürlemeye tabi tutmuşlar, daha sonra 350-500°C sıcaklık aralığında 1 saat işlem zamanı ve 400°C' de ise farklı işlem sürelerinde(15,30 dakika 1,2 saat) saf oksijen kullanarak plazma post-oksidasyon işlemi gerçekleştirmişlerdir. Nitrokarbürleme sonrası yüzeyde 15-20  $\mu$ m kalınlığında baskın olarak  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>(N, C) fazı ve az miktarda da  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>(N, C) fazından oluşan beyaz tabaka üzerinde post-oksidasyon işlemi sonrası 1-2  $\mu$ m kalınlığında magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ve hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) fazlarından oluşan ince bir oksit filmi oluştuğunu, oksidasyon işlem sıcaklığının ve zamanının artışıyla birlikte bu tabaka kalınlığının hematit fazı miktarına bağlı olarak arttığını gözlemlemişlerdir. Bu artışla beyaz tabaka üzerindeki, oksit tabakası ve hematit fazının kolay parçalanarak pul pul döküldüğünü görmüşlerdir. Sonuç olarak post-oksidasyon işleminin korozyon direncini iyileştirdiği, en iyi korozyon direncinin ise 400°C işlem sıcaklığında ve 1 saat işlem süresinde meydana geldiğini tespit etmişlerdir.

Lee et al. (2003), AISI 1020 çeliğini 570°C işlem sıcaklığı, 3 saat işlem zamanı için N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>=(%85/12/3) gaz karışımında plazma nitrokarbürlemişler ve daha sonra saf oksijen plazmasında 500°C işlem sıcaklığında farklı işlem sürelerinde (15, 30 ve 60 dakika) post-oksidasyon işlemine tabi tutarak, işlem zamanının korozyon özelliklerine

etkisini araştırmışlardır. Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ve hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) fazlarından oluşan oksit tabakasının, post-oksidasyon işlem zamanının artmasıyla uzun süre devam eden oksijen plazması bombardımanı sonucunda ciddi bir şekilde parçalanarak azaldığını, 15 ve 30 dakika işlem sürelerinde korozyon direnci artarken artan oksidasyon zamanının korozyon davranışlarına olumsuz etki ettiğini ve korozyon direncini azalttığını tespit etmişlerdir. İşlem süresi arttıkça (60 dakikada) hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) fazında artış görüldüğünü, bununda korozyon direncini azalttığını iddia etmişlerdir.

Kabjeon et al. (2007), SUM 24L çeliğinin aşınma ve korozyon direncini geliştirmek için plazma nitrokarbürleme ve plazma oksidasyon işlemlerinin etkisini araştırdıkları çalışmalarında,  $570^\circ\text{C}$ 'de, 3 saat işlem süresi için azot, hidrojen ve metan gazı atmosferinde plazma nitrokarbürleme sonrası yüzeyde 10-15  $\mu\text{m}$  kalınlığında baskın olarak  $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$  ve az miktarda da  $\gamma'\text{-Fe}_4(\text{N}, \text{C})$  fazlarından oluşan beyaz tabaka onun altında da 150  $\mu\text{m}$  kalınlığında difüzyon tabakası elde etmişlerdir. Daha sonra,  $500^\circ\text{C}$  işlem sıcaklığında 1 saat işlem süresi için çeşitli oksijen ve hidrojen gaz karışımında post-oksidasyon işlemi gerçekleştirerek, işlem sonrası yüzeyde 1-2  $\mu\text{m}$  kalınlığında magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) fazı oluştuğunu ve en iyi korozyon direncinin % 10-15 oranında oksijen içeren atmosfer ortamında gerçekleştiğini, ayrıca bu işlemin, aşınma ve korozyon özelliklerini iyileştirirken yüzey sertlik değerinde azalmaya neden olduğunu saptamışlardır.

Borgioli et al. (2002), AISI H11 çeliğini  $773\text{ K}$  işlem sıcaklığında, 5 saat işlem süresi için, 10 mbar basınçta, %80  $\text{N}_2$ -%20  $\text{H}_2$  gaz karışımında plazma nitrürleyerek, daha sonra  $773\text{ K}$  ve  $623\text{ K}$  de 1 saat işlem süresi için 10 mbar basınçta post-oksidasyon işlemi gerçekleştirmişlerdir. Nitrürleme sonrası yüzeyde 9  $\mu\text{m}$  kalınlığında  $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N})$  ve  $\gamma'\text{-Fe}_4(\text{N})$ , az miktarda da CrN oluştuğunu,  $623\text{ K}$  de oksitleme işleminde 0.5  $\mu\text{m}$  kalınlığında ana faz olarak magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) fazı az miktarda da hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) fazı oluştuğunu,  $773\text{ K}$  de ise 1.7  $\mu\text{m}$  kalınlığında esas olarak hematit fazı az miktarda da magnetit fazları oluştuğunu tespit etmişlerdir. Post-oksidasyon işlemine tabi tutulmuş numunelerde korozyon dirençlerinin, işlemsiz ve nitrürlemeye göre daha iyi olduğu, en iyi korozyon direncinin ise  $623\text{ K}$  de 1 saat işlem görmüş numunede gerçekleştiğini ve

post-oksidasyon işleminin yüzey sertlik değerlerinin düşmesine sebep olduğunu bulmuşlardır.

Lee (2006), AISI 4140 çeliğinin aşınma ve korozyon direncini geliştirmek için,  $N_2/H_2/CH_4$  atmosferinde  $570^\circ C$ 'de 3 saat işlem zamanı için 4 torr gaz basıncında nitrokarbürleme, çeşitli oksijen ve hidrojen gaz karışımında  $500^\circ C$ 'de 1 saat işlem süresinde 4 torr gaz basıncında post-oksidasyon işlemi gerçekleştirmiştir. Nitrokarbürleme sonrası yüzeyde  $10\ \mu m$  kalınlığında baskın bir şekilde  $\epsilon-Fe_{2-3}(N, C)$  ve az miktarda da  $\gamma'-Fe_4(N, C)$  fazlarından oluşan beyaz tabaka, farklı yüzdelerde oksijen karışımlarında (5, 10, 13, 15, 20) gerçekleştirilen post-oksidasyon işlemi ile 1-2  $\mu m$  kalınlığında oksit tabakası oluştuğunu ve oksidasyon işlemi için en uygun şartların %15 oksijen içeren plazma ortamlarında meydana geldiğini belirleyerek, bu şartta tek fazlı magnetit ( $Fe_3O_4$ ) oksit tabakası, karışımdaki oksijen oranı %20 olduğu durumda ise hematit ( $Fe_2O_3$ ) fazı üretildiğini bulmuşlardır. Sonuç olarak nitrokarbürleme sonrası gerçekleştirilen post-oksidasyon işleminin AISI 4140 çeliğinin korozyon direncini önemli bir şekilde artırdığını tespit etmiştir.

Sun (2002), çeşitli mühendislik çeliklerinin nitrokarbürleme sonrası gerçekleştirilen post-oksidasyon işlemi ile oluşturulan oksit filminin yapısı ve özelliklerini incelediği çalışmada, oksit filmin yapı ve morfolojisinin oksidasyon sıcaklığı ve taban malzemesine bağlı olduğunu ve iyi özellikteki bir filmin yalnızca belirli malzemeler üzerinde ve kritik sıcaklıkta üretilebileceğini saptamıştır. Oksidasyon sıcaklığının oksit filminin morfolojisi üzerinde baskın bir etkiye sahip olduğunu belirterek, oksidasyon işlem sıcaklığı arttığında oksit filmin yapısının gözenekli ve toz halinde olduğunu, yoğun ve yapışkan bir oksit filminin nispeten düşük sıcaklıklarda üretilebileceğini iddia etmiştir. Aynı zamanda beyaz tabaka üzerinde oluşturulan oksit filminin, korozyon özelliklerini ve sürtünme karakteristiklerini iyileştirdiğini söylemiştir.

Alsaran vd (2004), plazma nitrürlenmiş AISI 5140 çeliğinin post-oksidasyon işleminin korozyon direnci ve tribolojik davranışlarına olan etkilerini araştırmak için, post-

oksidasyon işlemini 500°C işlem sıcaklığında 15, 30, ve 60 dakika işlem sürelerinde gerçekleştirmişlerdir. İşlem sonrası oksit tabakasının magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ve hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) fazlarından oluştuğunu, oksidasyon işlem zamanının artmasıyla uzun süre devam eden aşınmadan dolayı oksit tabakasının parçalandığını ve beyaz tabaka kalınlığında düştüğünü görmüşlerdir. Bu işlem sonrasında sürtünme katsayısı ve aşınma direncinin arttığını, oluşan hematit fazının korozyon direncinin düşmesine sebep olduğunu saptamışlardır. Post-oksidasyon işleminin tribolojik ve korozyon davranışlarını iyileştirdiğini, en düşük sürtünme katsayısını, 30 dakika işlem süresinde, en iyi korozyon direncini, ise 15 ve 30 dakika post-oksidasyon işlemi sonrasında elde edildiğini tespit etmişlerdir.

Mahboubi et al. (2005), sade karbonlu AISI 1045 çeliğinin aşınma, yorulma ve korozyon direncini geliştirmek için plazma nitrüleme ve plazma oksidasyon işlemi gerçekleştirmişlerdir. Plazma nitrüleme işlemini 550°C’de 5 saat azot ve hidrojen gaz karışımında, post-oksidasyon işlemini ise 500°C’de 1 saat işlem süresinde çeşitli oksijen ve hidrojen karışımında gerçekleştirmişlerdir. Post-oksidasyon işlemi sonrası magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ve hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) fazları oluştuğunu, işlemsiz ve nitrüleme işlemine tabi tutulan numunelerle kıyaslandığında, post-oksidasyon işlemlerinin korozyon direncini iyileştirdiğini görmüşler ve bunu da post-oksidasyon işlemi boyunca magnetit fazının oluşmasına atfetmişlerdir.

Steyer et al. (2003), gaz nitrokarbürleme işlemine tabi tuttıkları çeliğin korozyon direncinin iyileştiğini, işlem sonrası uygulanan oksidasyon işleminin ise bu direnci daha da geliştirdiğini saptamışlardır.

Zlatanoviç et al. (2003), sade karbonlu DIN C15 çeliğine plazma ortamında nitrüleme ve nitrokarbürleme işlemi uygulamışlar, daha sonra oksidasyon işlemi uygulayarak, bu işlemin beyaz tabaka yapısında değişime sebep olduğunu tesbit etmişlerdir. Plazma ortamında daha ince bir beyaz tabaka üretildiğini, bu tabakanın daha az gözenekli

olduğunu, magnetit fazının daha yoğun olduğunu, tabaka adezyonlarının konvensiyonel yöntemlerden iyi olduğunu tespit etmişlerdir.

Zhao et al. (2007), AISI 1045 çeliğini adyabatik plazma fırınında nitrokarbürleme ve post-oksidasyon işlemlerine tabi tutmuşlardır. Birleşik tabakalar; difüzyon tabakası, beyaz tabaka ve magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) fazlarından oluştuğunu, bu dublex işlemlerinin mükemmel aşınma direnci ve korozyon direnci gösterdiğini saptamışlardır. Bunun beyaz tabakanın yüksek sertliğinden, magnetit fazının yüksek kimyasal kararlılığından ve düşük sürtünme kat sayısından kaynaklandığını iddia etmişlerdir.

Ramesh et al. (2006), En 24 çeliğini sıvı nitrürleme sonrası 15 ve 60 dakika işlem sürelerinde post-oksidasyon işlemi gerçekleştirerek, aşınma davranışlarına etkisini araştırmışlar. oksidasyon işlem süresinin artışıyla beyaz tabaka kalınlığının azaldığını, oksit tabakası kalınlığının arttığını görmüşler. Post-oksidasyon işlem süresinin aşınma ve sürtünme katsayısını azalttığını saptamışlardır.

Suzuki et al.(2005), oksijen ve su buharı plazmasında paslanmaz çelikler üzerinde üretilen oksit filminin karakterizasyonunu incelemişler ve farklı yapılara sahip oksit filmi oluştuğunu saptayarak, oluşan bu farklılığı da su buharı plazmasının yüksek oksidatif özelliğine atfetmişlerdir.

Sun (2007), düşük karbonlu çeliklerin plazma nitrokarbürleme ve sonrası oluşturulan oksit filminin sürtünme davranışına etkisini incelemiş, oksit filmin sürtünme davranışlarının sadece oksidasyon işlem şartlarına bağlı olmadığını, aynı zamanda da test şartlarına ve malzemenin karşı yüzeyine bağlı olduğunu söylemiştir. Düşük oksidasyon işlem sıcaklığında ( $400^\circ\text{C}$ ) sürtünme katsayısının azaldığını saptayarak, eğer oksidasyon sıcaklığı artırılırsa ( $450^\circ\text{C}$ ) üretilen oksit filminin gözenekli bir yapıya sahip olduğunu ve bu faydalı etkilerin kötüleştiğini söylemiştir.

Literatür özetlerinden görüldüğü üzere, malzemelerin korozyon direncini ve tribolojik özelliklerini iyileştirmek için plazma nitrokarbürleme sonrası uygulanan post-oksidasyon işlemleri birçok kişi tarafından son yıllarda artan ilgi ile çalışılmaktadır. Post-oksidasyon işleminin yapısı ve işlem parametrelerinin etkisine yoğunlaşan araştırmacılar ferritik şartlarda yapılan nitrokarbürleme sonrası post-oksidasyon işlemi çalışmışlardır.

Bu çalışmada, literatürde yetersiz kalan ya da hiç çalışılmayan kısımların araştırılmasına çalışılmıştır. Bu bağlamda daha önce bazı parametrelerin etkisi ve yapısal incelemelerin kısmen yapıldığı ferritik plazma nitrokarbürleme sonrası post-oksidasyon işleminin yetersiz görülen kısımları tekrar çalışılarak teyidi hedeflenirken, daha önce çalışılmamış olan ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası post-oksidasyon işleminin malzeme özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Bunun için, az alaşımlı AISI 4140 çeliği, 570°C ve 700°C işlem sıcaklıklarında, 4 saat işlem süresinde, ( N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub>) gaz karışımlarında, 5 mbar gaz basıncında, plazma nitrokarbürleme işlemine ve daha sonra 450°C' de, 1 saat işlem süresinde, saf oksijende ve %50O<sub>2</sub>-%50H<sub>2</sub> gaz karışımında, 2 mbar gaz basıncında, plazma post-oksidasyon işlemine tabi tutuldu. İşlem sonrası numunelerin yapısal, mekanik, tribolojik özellikleri ve korozyon davranışları araştırılmış ve kıyaslama yapılmıştır.

## 2. KURAMSAL TEMELLER

### 2.1. Yüzey Sertleştirme İşlemleri

Gelişen modern teknolojide metal yüzeylerinin dış ortamlardan korunması, maruz kaldığı aşınma, yorulma ve sürtünmeleri ortadan kaldırmak veya minimuma indirmek amacıyla, çeşitli yüzey işlemlerine ihtiyaç duyulmaktadır. Son yıllarda triboloji ile uğraşan bilim adamları sürtünme ve aşınmaya karşı yüzey işlemleri uygulamalarını artırmışlardır. Buda, yüzey mühendisliği adı verilen bilim dalının gelişmesine yol açmış ve değişik yüzey metotlarının ortaya çıkmasını sağlamıştır. Günümüzde kullanılan yüzey modifikasyonu teknikleri, yüzey sertliği, aşınma direnci, korozyon direnci ve yorulma dayanımını artırmak amacıyla kullanılır. Yüzey sertleştirme işlemleri, ana malzemenin sertliğini değiştirmeksizin parçaların yüzeyden içeriye doğru sertleştirilerek aşınma dirençlerini artırmada kullanılır. Birçok makine parçasında aşınmaya karşı çok sert bir yüzey istenirken, aynı zamanda da çalışma esnasında çarpmaya karşı mukavemetli olması zorunludur. Malzeme çekirdeğinin yumuşak ve tok olması parçanın bütün olarak yüksek darbe mukavemeti göstermesini sağlar. Yüzey sertleştirme esnasında oluşan bası gerilmesi artışı ile malzemenin yorulma mukavemeti de artmaktadır. Yüzey sertleştirmenin bir avantajı da, daha ucuz olan düşük ve orta karbonlu çeliklerde kalın kısımların sertleştirilmesi esnasında ortaya çıkan çatlama ve distorsiyon problemi olmamasıdır. Yüzey sertleştirme işlemlerinde yeni bir tabaka ilavesi veya inşasını içeren metotlar ve parça boyutunda herhangi bir değişiklik veya tabaka ilavesi olmaksızın malzemelerin yüzey ve yüzey altı modifikasyonunu içeren metotlar olmak üzere iki farklı yaklaşım vardır.

Yüzey sertleştirme işlemlerinden tabaka ilavesinin olduğu ilk gruba, ince filmler, kaplamalar veya kaynaklı üst tabakalar girmektedir. Yüzey kaplamalar, taban malzemeden bağımsız olarak malzeme yüzeyine yeterli derecede bağlanan ve bileşim olarak tamamen taban malzemeden farklı ya da taban malzemeden çok az ihtiva eden kaplama malzemesiyle, yüzeyde istenen özellikleri karşılayabilecek yeni bir tabaka

oluşturmak amacıyla yapılır. Bu yöntem iş parçasının tüm yüzeyinin sertleştirilmesine ihtiyaç duyulduğu durumlarda genellikle daha az maliyetle ürün kalitesini artırmayı amaçlamaktadır.

Yüzey sertleştirme işlemlerinde, yüzeyde tabaka oluşturmaksızın modifikasyonu içeren ikinci grubu difüzyon yöntemleri ve seçimli sertleştirme teknikleri oluşturmaktadır. Difüzyon metotları, karbon, azot ve bor gibi sertleştirici elementleri kullanarak yüzeyin kimyasal kompozisyonunun değiştirilmesini içerir. Bir parçanın yüzeyden içeriye doğru etkili bir şekilde sertliğini artırmak için çok sık olarak difüzyon teknikleri tercih edilmektedir. Buna karşılık seçimli sertleştirme metotları bir parçanın lokal olarak sadece istenilen kısımlarının sertleştirilmesine olanak sağlar. Seçimli sertleştirme, genellikle sadece ısıtma ve su vermeyi içeren transformasyon sertleştirilmesini içine alırken, bazı seçimli sertleştirme metotlarında (seçimli nitrürleme, iyon implantasyon, iyon ışın karışımı) ise bunun aksine yüzeyde kompozisyonel bir modifikasyon söz konusudur (Karakan 2004a).

**Çizelge 2.1.** Yüzey mühendisliğinde uygulanan metotlar. (Davis et al. 2002)

| Yüzey mühendisliği       |                                  |                                |
|--------------------------|----------------------------------|--------------------------------|
| Difüzyon metotları       | Enerji uygulanan metotlar        | Kaplama ve yüzey modifikasyonu |
| Karbürleme               | Alevle sertleştirme              | Sert krom kaplama              |
| Nitrürleme               | İndüksiyonla sertleştirme        | Elektroliz nikel kaplama       |
| Nitrokarbürleme          | Lazer ışını ile sertleştirme     | Termal püskürtme               |
| Karbonitrürleme          | Elektron demeti ile sertleştirme | Kaynaklı üst tabakalar         |
| Borlama                  |                                  | Kimyasal buhar (CVD)           |
| Termal difüzyon işlemler |                                  | Fiziksel buhar (PVD)           |
|                          |                                  | İyon implantasyon              |
|                          |                                  | Lazer yüzey işlemi             |

Bu çalışmada uygulanan plazma nitrokarbürleme ve post-oksidasyon yöntemleri, tabaka ilavesiz difüzyon metotlarından olduğundan, difüzyon metotları ayrıntılı olarak ele alınmıştır.

## 2.2. Difüzyon Metotları

Difüzyonla yüzey sertleştirme işlemi, bir yüzeyin kimyasal değişimini içerir. Kullanılan temel işlem termokimyasaldır. Çünkü bir parçanın yüzey ve yüzey altı bölgesine sertleştirme elementlerinin difüzyonunu artırmak için ısı gereklidir. Difüzyon derinliği zaman ve sıcaklığa bağlıdır. Difüzyon derinliği  $\cong K \cdot \sqrt{zaman}$

Burada K difüzyon sabitidir. Bu değer, sıcaklığa, çeliklerin kimyasal kompozisyonuna ve verilen sertleştirme türlerinin konsantrasyon eğilimine bağlıdır. Difüzyon sabiti sıcaklığın bir fonksiyonu olarak etkili bir şekilde artmaktadır. Konsantrasyon eğilimi yüzey kinetikleri ve uygulanan işlemin reaksiyonuna bağlıdır.

Difüzyon sertleştirme metotları sertleştirme türlerinin (karbon, azot, bor gibi) parça yüzeyine taşınması ve kullanımı için seçilen tekniğe göre birkaç varyasyon içerir. Uygulanan işlem metotları, sıvı, gaz veya iyon gibi formlarda sertleştirme ortamlarının kullanımını kapsar. Bu işlem çeşitliliği doğal olarak tabaka derinliği ve sertlikte farklılıklara neden olmaktadır. Bu çalışmada iyon formunda sertleştirme ortamını içeren plazma destekli termokimyasal işlemler kullanıldı.

## 2.3. Plazma Destekli Termokimyasal İşlemler

Maddenin kendine has özellikleri bulunan katı, sıvı, gaz ve plazma hali olmak üzere dört hali vardır. Bu haller arasındaki asıl fark sahip oldukları enerjidir. Yani maddenin herhangi bir konumundaki enerjisini değiştirmek sureti ile maddeyi diğer konuma geçirmek mümkündür. Örneğin katı haldeki bir maddeye, bu maddeye ait özel bir enerji

vererek sıvı, sıvı hale enerji vererek, gaz ve gaz hale de belirli bir enerji vererek plazma haline geçmek mümkündür. Bu işlemin tersi yapılarak, yani verilen bu enerjileri geri alarak tekrar plazma halinden gaz, sıvı ve katı hale geçmek mümkündür.

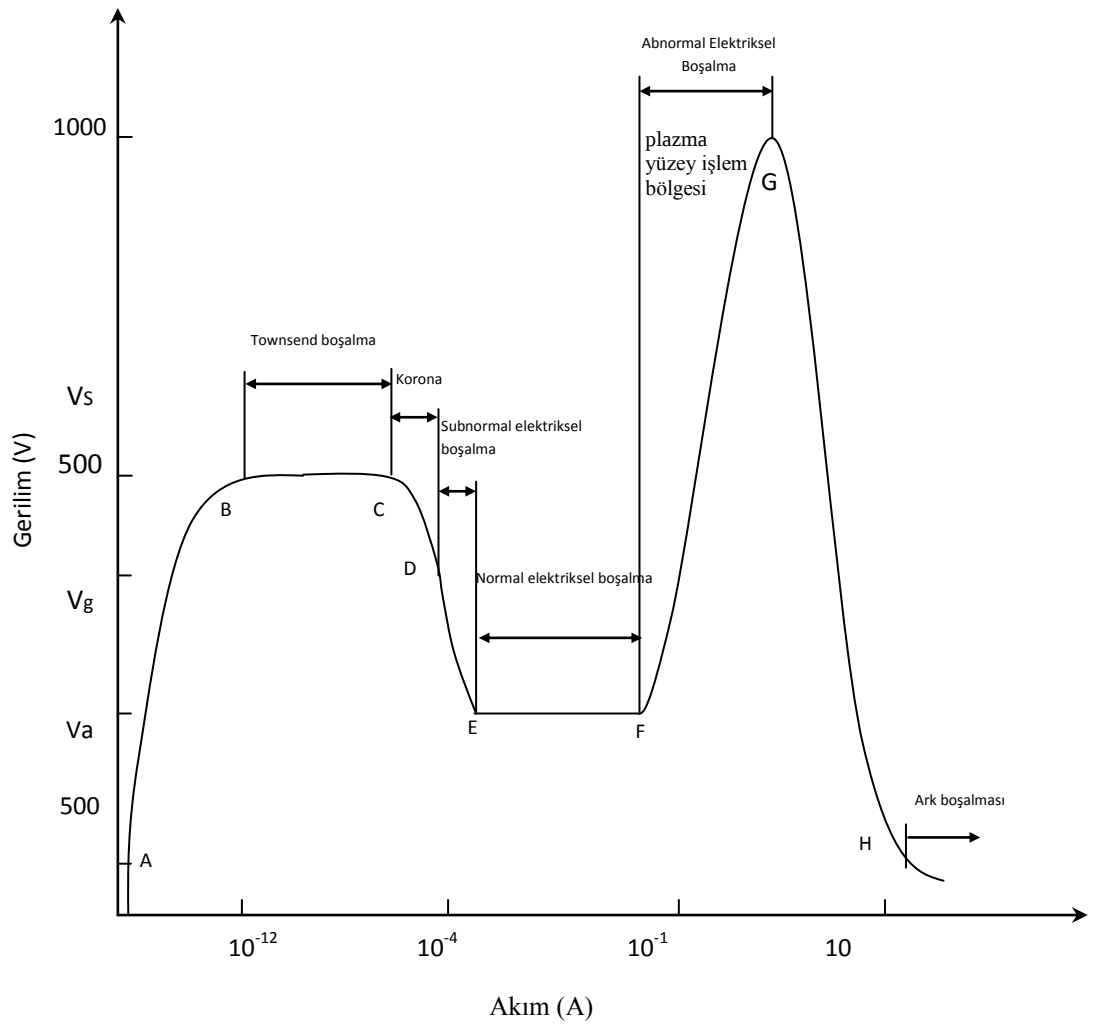
|                       |          |                 |
|-----------------------|----------|-----------------|
| Katı + E <sub>1</sub> | ⇔ Sıvı   | (Ergime)        |
| Sıvı + E <sub>2</sub> | ⇔ Gaz    | (Buharlaştırma) |
| Gaz + E <sub>3</sub>  | ⇔ Plazma | (İyonize olma)  |

Plazma elektriksel olarak yüklü parçacıklardan oluşur (iyon ve elektronlar). Plazma hali gaz atom ve moleküllerinin iyonizasyonu ile elde edilir. Tamamen termal bir işlemde, bu durum ancak gazın birkaç yüz bin derece ısıtılması ile sağlanabilir. Bu durum için eğer elektrik kullanılırsa elektrik boşalma yöntemiyle kolayca elde edilebilir (Karadeniz 1990).

Plazma elde etme yöntemlerinin en önemlisi ve en yaygını elektrik boşalmasıyla elde edilenidir. Elektriksel boşalma mekanizmasında, bir elektrik gerilim kaynağı, gaz içinde bulunan iki iletken plaka içerisine bağlanırsa belirli şartlar gerçekleştiği takdirde, uygulanan gerilim plakalar arasındaki gazın delinme geriliminin üzerinde ise bu iki plaka arasından bir elektrik akımı akar. Buradan akan akımın büyüklüğüne göre ortaya çıkan elektrik boşalma sistemleri sınıflandırılır. Şekil 2.1 çeşitli gaz boşalma tiplerinin voltaj-akım karakteristiğini gösterir. Plazma termokimyasal işlemler voltaj-akım ilişkisinin tek değerli fonksiyon olduğu yer olan abnormal boşalma bölgesinde oluşur.

Sisteme potansiyel fark uygulandığı zaman gazın molekül ve atomları uyarılarak iyonize olur. Böylece elektriksel boşalma denilen parıltılı olay meydana gelir. Bu yöntemin en büyük avantajı, gazın pozitif iyonlarının negatif uca bağlanan taban malzemeye doğru hızlanarak yüksek bir kinetik enerji ile yüzeye çarpması sonucu ortaya çıkan enerji ile taban malzemenin ısınmasıdır. Böylelikle ek bir ısıtma tertibatına gerek kalmaz. Şekil 2.1’de akımın çok düşük olduğu bölgeler ilginçtir. Endüstride kullanılan (florasan lambalar) elektriksel boşalma, düşük enerjilerde ve zayıf

akımlarda kendilerini idame ettirirler. Yani normal, stabil ve düşük akımlı elektriksel boşalma bölgesinde (EF). Bununla birlikte plazma termokimyasal işlemler yüksek güç ve anormal, instabil ve yoğun akımlı elektriksel boşalma bölgesinde olur (Edenhofer 1994a). Burada dikkat edilmesi gereken olay, uygulanan gücün G noktasını aşmayacak şekilde uygulanmasıdır. G noktası aşıldığı takdirde ark boşalması oluşur ve malzemede hasar meydana gelir.



**Şekil 2.1.** Farklı boşalma tiplerinin voltaj-akım karakteristiği (Edenhofer 1974a)

### 2.3.1. Karbürleme

Karbürleme işlemi, karbonun yüksek çözünürlüğe sahip olduğu ostenitik sıcaklıkta (850-950°C arasında) düşük karbonlu çeliklerin yüzeyine karbonun ilavesini içeren yüzey sertleştirme işlemidir. Malzeme yüzeyine difüzyonla karbon emdirilerek, sementitli bir yapı elde edilmeye çalışılır. Bu olaya sementasyon adı verilir. Çok sert bir yüzey ve uygun özellikli bir çekirdek elde etmek için malzeme ya karbürlemeden sonra ani bir şekilde soğutulur ya da tekrar ısıtılma işlemine tabi tutulur. Tabaka sertleştirmede kullanılan karbürleme çelikleri genellikle %0.2 C içeren az karbonlu çeliklerdir. Karbürleme sonrasında işleme tabi tutulmuş tabakanın karbon içeriği genel olarak yaklaşık %0.8 ile %1.0 arasında sınırlıdır. Çünkü daha yüksek karbon içeriği yüzeyde fazla miktarda sementit meydana getirir ki bu da sertleşen tabakanın gevrek yapıda olmasına ve çatlamasına neden olur (Lampman 1997).

Karbürleme metotları; paket karbürleme, tuz banyosunda karbürleme, gaz karbürleme, vakum karbürleme ve plazma karbürlemeyi içerir. Bu metotlarda karbon; katı, sıvı, gaz veya plazma ortamı kullanılarak malzeme yüzeyine verilir. Bu metotların her birinin avantajları ve sınırlandırıcı etkenleri mevcuttur. Gaz karbürleme büyük çaplı üretimler için, tam kontrol edilebilirlik ve operatörden kaynaklanan hataların asgariye indirilmiş olması nedeniyle oldukça yaygın kullanılmaktadır. Vakum karbürleme ve plazma karbürleme fırın atmosferinde oksijen bulunmaması nedeniyle uygulama alanı bulmaktadır. Tuz banyosu ve paket karbürleme ise bugün ticari önemleri oldukça azalmasına rağmen seyrekte olsa hala kullanılmaktadırlar.

Katı ortamda (kutu) yapılan karbürleme işleminde karbon verici olarak genelde odun kömürü kullanılır. Bu yöntemle ısıtma ve soğutmaya fazla zaman harcandığından büyük parçaların karbürlenmesi uygun değildir. Fakat büyük parçaların lokal olarak karbürlenmesi ekonomiktir.

Sıvı ortamda (tuz banyosu) yapılan karbürleme işleminde karbon verici ortam olarak siyanür tuzları kullanılır. Bu tuzlar kalsiyum siyanür ( $\text{CaCN}_2$ ), potasyum siyanür ( $\text{KCN}$ ) ve sodyum siyanür ( $\text{NaCN}$ ) bileşimlerinden ibarettir. Gaz karbürleme ise metan, etan, propan, asetilen ve hava gazı içeren  $\text{CO-CO}_2$  esaslı kapalı fırın atmosferinde gerçekleştirilir. Gaz karbürlemeyle daha hassas, temiz ve hızlı sertleştirme yapılabilir.

Plazma ile karbürleme işlemi, plazma ile nitrürleme işleminin hemen hemen aynısıdır. Sadece kullanılan gaz ve gerilim değeri farklıdır. Bu işlemde doğru akım kullanılmaktadır. Gaz basıncı 1-20 torr olup, anot ve katot arasına genellikle 1000 voltluk bir gerilim uygulanarak plazma oluşturulur. Karbürleme gazı ise genellikle hidrokarbondur. Karbürleme işlemi 850-1050°C arasındaki sıcaklıklarda yapıldığı için ostenitik termokimyasal işlem olarak adlandırılabilir. Çünkü işlem tamamen ostenitik şartlarda meydana gelmektedir. Soğuma vakum ortamında olduğundan dolayı işlem sonrası malzemenin ısıl çarpılması hemen hemen yoktur. Homojen tabaka elde etmek için parçaların geometrisi önemli değildir. Her geometriye sahip malzemede homojen kalınlık elde edilebilir. Hatta işlem parametresinin iyi seçilmesi ile 0.5 mm çapındaki bir delik bile karbürlenebilir (Staines 1985). Plazma parametreleri ile karbürleme mekanizmasının kontrol kolaylığı sağlaması, karbürleme ve yağda sertleştirme vakum altında olduğu için tane sınırlarında oksitlerin oluşmaması ve yapının kontrol edilebilmesi nedeniyle endüstride çok geniş uygulama alanı bulmuştur (Grube ve Verhoff 1997).

### 2.3.2. Nitrürleme

Nitrürleme, karbürlmeye benzer bir işlem olmasına rağmen azotun, yüzeye ostenitik sıcaklık yerine ferritik şartlarda (500-550°C sıcaklıklar arasında) malzeme yüzeyine yayılımı sonucu azotça zenginleştirilmesi esasına dayanan termokimyasal yüzey sertleştirme işlemidir. İşlem sıcaklığının düşük olması nedeniyle minimum distorsiyon ve mükemmel kontrol imkânı vardır. Azot demir içinde yayılarak nitrürler oluşturur. Oluşan nitrürler sert bir tabakanın meydana gelmesini sağlarlar. Nitrürler, mikroskoplara

görülemeyecek kadar küçük parçacıklar halinde yapıya dağılmıştır. Yapıyı sertleştiren bu nitrürlerdir. Nitrüleme yapılacak çeliklerin karbon miktarı %0.2-%0.4 ve nitrürün meydana gelişini kolaylaştıran alaşım elemanlarının miktarıda %2-3 arasında olmalıdır. Nitrür tabakasının derinliğine etki eden esas faktörler; işlem zamanı, sıcaklık, azot aktivasyonu ve çelik bileşimidir. Nitrürasyon işlemi için nitrürlenebilen nitürasyon çelikleri uygundur. Nitrürlenebilirlik, bir taraftan malzemenin azotu absorbe edebilme kabiliyetiyken diğer yandan azotla oluşturulan nitür bileşiklerini nedeniyle sertlikte meydana gelen artıştır. Nitrürlenebilme olayında en önemli etken yapıda bulunan alaşım elementlerinin cinsi ve miktarıdır. Bu elementlerin başında da alüminyum, titanyum, krom, molibden, vanadyum ve nikel gelmektedir (Thelning 1984). Sertlik artışında en büyük etkiye sahip olan alüminyum ve titanyum aynı zamanda da azotun yayınmasını geciktirici etkiye sahiptirler. Bu alaşım elementleri yapıda belirli miktarda bulunduklarında azota karşı afinitelerinden dolayı ince ve çok sert bir yapı olan alaşım nitürleri meydana getirmektedirler.

Nitrürasyon metotları; gaz, sıvı ve plazma nitürlemeden oluşur. Nitrürasyon işlemi ile geliştirilen özellikler, yüzey sertliği, aşınma direnci, yorulma mukavemeti ve paslanmaz çelikler hariç diğer çeliklerin korozyon dirençlerinin iyileştirilmesine etki eder.

Plazma ile nitürleme yöntemi, ferritik şartlarda (592°C sıcaklığın altı) azot gazının iyonlarına ayrıştırılarak metal yüzeyine emdirilmesi olayıdır. Yüzey sertliği ve sertleşme derinliği öncelikle işlem zamanına, gaz karışımına ve demir esaslı malzemenin alaşım içeriğine bağlıdır. Plazma ile nitürleme işlem süresinin kısa olması, düşük sıcaklıklarda nitürleme yapılabilmesi, meydana gelen yapıların kontrolü gibi birçok avantaja sahip olması nedeniyle endüstrinin ilgisini çekmiştir. Plazma ile nitürasyon yöntemi elektrik boşalma (glow discharge) şartlarında oluşur. İşlem teorik olarak elektriksel olarak iletken malzeme yüzeyine N arayer atomunun yayınma işlemidir. Plazma ile nitürasyon işlemi  $N_2$ ,  $H_2$ , Ar ve  $NH_3$  gaz ortamında, 350-590°C işlem sıcaklıklarında gerçekleştirilebilir. Pozitif azot iyonları katod olarak adlandırılan iş parçası tarafından çekilmekte ve iş parçası yüzeyini iyon bombardımanına uğratmaktadır. Bu sırada anod ve katod arasında parıltılı boşalım (glow discharge)

olmaktadır. Önce fiziksel olarak yüzeye tutunan azot iyonları daha sonra burada oluşan ısının etkisi ile içeri doğru yayınmakta ve kimyasal reaksiyonlar sonucunda yüzey sertliğini sağlayacak olan nitrür parçacıklarını meydana getirirler. Nitrürler, mikroskopla görülmeyecek kadar küçük parçacıklar halinde yapıya dağılmıştır. Plazma ile nitrürasyon işlemi sonrası en dışta beyaz tabaka ve onun altında da difüzyon tabakası olarak adlandırılan yapılar oluşur.

### 2.3.3. Borlama

Borlama metalik malzemenin yüzeyine bor atomlarının yayındığı termokimyasal bir işlemdir. Borla yüzey sertleştirme, esas olarak borun yüksek sıcaklıkta çeliğe yayılımı, yüzeyin bor ile zenginleştirilmesi olayıdır. Borlama ile çok sert, düşük sürtünme katsayısına sahip, yüksek sıcaklık mukavemeti fazla olan ve korozyon dirençli malzeme yüzeyleri elde edilmesi mümkün olmaktadır. Bu yöntem, yaklaşık 900-1100°C sıcaklıkta, değişik ortamlarda (katı, sıvı, gaz veya plazma), alaşımsız ve alaşımlı çeliklere, dökme demirlere, demir dışı metal ve alaşımlarına (Ni, Co, Mo, Ti), bu alaşımların toz metalurjisi yöntemiyle üretilen tozlarına uygulanabilir. Borlu tabakanın özellikleri, borlanan çeliğin bileşimine, borlama sıcaklığına, süresine ve ısıtma işlemine bağlıdır. Borlamayla çelik yüzeyinde oluşan borlu tabaka çok sert olup bor FeB ve Fe<sub>2</sub>B şeklinde bulunur. Bunlardan FeB tabakası borca zengin olup çok sert ve gevrekli. Orta karbonlu çeliklerde 1800-2000 HV sertliğe çıkabilmektedir. Fe<sub>2</sub>B fazı ise daha az bor ihtiva eder ve oldukça homojendir. Sertliği 1500-1600 HV dolayındadır (Karamış vd 1995). Bor ile sertleştirilmiş parçaların korozyon direnci oldukça yüksektir. Ayrıca kimya, cam, seramik ve nükleer sanayinde, jet ve roket yakıtında bor ve bileşikleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Borlama sonrası oluşan tabakaya borür tabakası denir. Çok yüksek sertlik, yüksek ısınma direnci, alt yüzeye iyi tutunma, yüksek sıcaklık dayanımı, yüksek ısılarda sertliğini koruma gibi özelliklere sahiptir. En yaygın olarak kullanılan katı ortamda borlama (kutu borlama), taban malzemesi üzerine bor veya boronkarbid bileşiminde aktivatörlerle paketlenmesiyle yapılan borlamadır. Metot yalnızca küçük boyutlu parçalara uygulanabilmektedir. Demir dışı alaşımlardan Ti, Ni, Ta esaslı alaşımlar bu yöntemle borlanabilmekte ve bunların borürleri 3200 HV sertliğe

kadar ulaşabilmektedir. Bu yöntemin işlem parametrelerinin kontrol yeteneği çok kötü olması, otomasyonun mümkün olmayıp elle çalışma mecburiyeti ve atık ürünlerin çevreye verdiği zarar gibi dezavantajları mevcuttur (Kaestner et al. 2001). Katı borlamada paket karışımları malzemenin cinside dikkate alınarak farklılık arz eder. Borlama, borlama etkeni (SiC'le ince ince toz haline getirme), aktivatör (BF<sub>3</sub> gazı) ve bir oksit azaltıcı (silika: asitle sulandırılmış kum) aşamalarını içerir (Bhushan ve Gupta 1991).

Plazma borlama işlemi, 800-1000°C arasında demir esaslı ve demir dışı metalik malzemelere bor ilavesini içerir. Borlama ile çok sert, düşük sürtünme katsayısına sahip, yüksek sıcaklık mukavemeti fazla olan ve korozyon dirençli malzeme yüzeyleri elde edilmesi mümkün olmaktadır. Plazma borlamada sadece Fe<sub>2</sub>B fazından oluşan borür tabakası elde edilir. Oluşan bu tabakanın aşınmaya karşı dayanımı yüksektir. Borlama işleminde, borun yüzeye yayınması sonucu parçanın en üst yüzeyinde bileşik tabaka adı verilen borlu bölge, onun altında yayınma (difüzyon) bölgesi ve en iç kısımda ise çekirdek bölgesi yer alır. Mükemmel aşınma mukavemeti nedeniyle plazma borlama üzerine endüstride birçok çalışma yapılmıştır. Otomobil parçalarındaki aşınmayı azaltmak için başta otomotiv sektöründe olmak üzere uçak, gemi, silah endüstrisinde, yüksek sıcaklık mukavemetine gereksinim duyulan yerlerde vaz geçilemez bir şekilde kullanılmakta olan bir yöntemdir.

#### **2.3.4. Nitrokarbürleme**

Nitrokarbürleme işlemi, mühendislik çeliklerinin yorulma mukavemetini, aşınma ve korozyon direncini iyileştirmek için kullanılan bir termokimyasal işlemdir. İşlem malzeme yüzeyine azot ve karbon atomlarının eş zamanlı difüzyonunu içerir. Nitrokarbürleme işlemi sonrası malzeme yüzeyinde, 10-20 µm kalınlıkta ε-Fe<sub>2-3</sub>(N, C) ve γ-Fe<sub>4</sub>(N, C) karbonitrürler içeren beyaz tabaka ve altında da difüzyon tabakası oluşur. Yüzey yapılarına ait bu fazlar erimiş tuz banyosu ve gaz teknikleriyle geleneksel olarak elde edilebilmektedir. Eskiden beri siyanit gibi zehirli tuzların kullanımından

dolayı ciddi çevresel problemler ürettiği bilinmektedir. Uzun zamandır geniş bir şekilde kullanılan gaz teknikleri, çevreye daha az zararlı olmasına rağmen ekzos gazı ve dumanından önemli miktarda üretmekte ve işlem için tutuşabilir bir atmosfer kullanıldığından eğer güvenlik önlemleri takip edilmezse patlama riski taşımaktadır (Bell 1997; Bell et al. 2000).

Nitrokarbürleme, katı, sıvı, gaz ve plazma şartlarında gerçekleştirilir. Günümüzde bu işlem sıvı ve gaz atmosferinde çok sık olarak yapılmaktadır. Burada amaç istenen şartlara uygun tek fazlı  $\epsilon$ -nitrür tabakasının oluşturulmasıdır. Ancak bu işlem yapılırken istenen şartların oluşmasında birçok zorluklar ortaya çıkmaktadır. Çünkü işlem esnasında yüzeyden saçılan karbon, nitrürleme için seçilen gaz karışımına katılabilir. Eğer çok fazla miktarda karbon bu gaz karışımına katılırsa beyaz tabakanın ( $\epsilon$ ) içerisinde sementit ( $\theta$ -Fe<sub>3</sub>C) oluşabilir. Bu durum ise bu tabakanın işlevini tam olarak görmesini engelleyebilir (Bell 1997). Sementitin ( $\theta$ -Fe<sub>3</sub>C) oluşması azot ve karbon atomlarının difüzyonunu geciktirir (Kabjeon et al.2007).

Tuz banyosu olarakta adlandırılan sıvı nitrokarbürleme eski tekniklerden biridir. Sıvı nitrokarbürleme oldukça küçük parçalar ve yüzeyde ince tabaka oluşturmak için kullanılır. Tabaka sertleştirme ortamı, sıvı azot ve siyanür içeren eriyik tuz banyosudur. Patentli tuz banyoları, %60-61 NaCN, %15-15.5 K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ve %23-24 KCl, ilave olarak çok az miktarda karbonat (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) (yaklaşık %2.5) ve %0.5 siyanat (NaNCO) içerir. Bazı tescilli banyolarda sülfidler (Na<sub>2</sub>S) banyoya ilave edilir. Çünkü kükürt ve bazı sülfidler iyi yağlayıcılık özelliğine sahiptirler. Tuz banyosuna ilave edilen kükürt hem aşınma mukavemetini artırır, hemde azot hareketini hızlandırır. Sıvı nitrokarbürlemenin tercih edildiği uygulama alanlarından bazıları; pompalar, pistonlar, vanalar, dişliler, civatalar, somunlar, silindir başları, oturak dirsekleri vs. olarak sıralanabilir (Bhushan et al. 1991). İşlem boyunca kükürdün varlığı işlem sonrası oluşan tabakaların sürtünmeye karşı özelliklerini iyileştirir (Bell 1997).

Gaz nitrokarbürleme yaklaşık 570°C işlem sıcaklığında gerçekleşir. Azot gibi karbonunda eş zamanlı olarak difüzyonunu kapsar ve baskın olarak  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>(N, C) fazı elde etmeyi amaçlar. Gaz nitrokarbürleme hakkında en önemli bilimsel çalışma Prenosil tarafından 1965'te yayınlanmıştır. Bu çalışmada Prenosil, 580°C'de yaklaşık %50 amonyak (NH<sub>3</sub>) ve %50 propan (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>) gazlarından oluşan atmosferde yapılan nitrokarbürleme sonucu saf demir üzerinde oluşan beyaz tabakanın yapısı ve kompozisyonunu araştırmış, yüksek karbon oranlarında elde edilen  $\epsilon$  tabakasının malzeme sertlik ve aşınma mukavemetini oldukça iyileştirdiğini tespit etmiştir. Aşınma ve yorulma mukavemetinin iyi olması istendiği yerlerde kullanılır (Bell 1997).

Plazma nitrokarbürleme işlemi, demir esaslı malzemelerin yüzeyine azot ve karbonun yayınmasını içeren termokimyasal işlemdir. Yüzeyde  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>(N, C) ve  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>(N, C) fazlarının karışımı bir beyaz tabaka onun altında da difüzyon tabakası oluşur. Bu işlemde kullanılan gazlar azot-hidrojen-metan veya azot-hidrojen-karbondioksit'tir. Bu işlemin amacı, düşük karbonlu ve düşük alaşımlı çeliklerin yüzeyinde  $\epsilon$  tabakası oluşturularak korozyon ve aşınma dayanımını artırmaktır. Bu işlem çoğunlukla sade karbonlu çelikler ve düşük alaşımlı çelikler gibi piyasada daha ucuz olan malzemelerin yüzeyini iyileştirmekte kullanılır. Plazma şartlarında gerçekleştirilen nitrokarbürleme, işlemin çevreyle dost olması, uygun işlem değişkenleri ile tek fazlı  $\epsilon$  nitrür fazının elde etmenin mümkünlüğü, gaz ve enerji tüketiminin az olması patlama riski içermemesi nedeniyle tercih edilmektedir. İşlemin endüstride kullanımı son yıllarda giderek yaygınlaşmaktadır. Nitrokarbürlenen faz yapısı, özellikle çarpma şeklindeki yükleme şartları altında, faz sınırlarında yüksek iç gerilmeler oluşması nedeniyle tribolojik özellikler açısından zararlı olduğu bilinmektedir. Bu problemin ileri derecede çözümü için itinalı çalışmalar, son yıllarda çeşitli mühendislik çelikleri üzerinde tek fazlı  $\epsilon$  tabakasının üretimine yönelik plazma nitrokarbürleme işlemlerini optimize etme esaslı olarak devam etmektedir (Bell 1997., Bell et al. 2000).

Plazma nitrokarbürleme, işlem sıcaklığına göre ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme olarak ikiye ayrılmaktadır. Fe-N faz diyagramında ostenitik dönüşüm

sıcaklığı olan 592°C'nin altında yapılan nitrokarbürleme işlemlerine ferritik, bu sıcaklığın üzerinde yapılan nitrokarbürlemeye ise ostenitik nitrokarbürleme adı verilir.

#### **2.3.4.a. Ferritik plazma nitrokarbürleme**

Genel olarak ötektik sıcaklığın altında (450-590°C) sıcaklıkları arasında N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> gazları ile CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub> ve CO gibi karbon içeren gazların karışımında gerçekleştirilmektedir. Ferritik nitrokarbürleme işlemi daha çok yorulma ve korozyon özelliklerini iyileştirmek için tercih edilir. Deneyler, baskın  $\epsilon$  yapılı kalın bir beyaz tabaka üretmek için yüksek azot konsantrasyonu içeren ortamların gerekli olduğunu göstermektedir. Atmosfere küçük miktarlarda CH<sub>4</sub> (%1-2) ilavesi, karbon içeren sünek  $\epsilon$  fazının üretimi için yeterli karbon aktivitesini sağlayabilir. Bununla birlikte, CH<sub>4</sub> aşırı miktarda atmosfere ilave edildiğinde mekanik özelliklere zararlı olan iki fazlı ( $\epsilon+\theta$ ) yapıya sahip beyaz tabakada sementit ( $\theta$ ) oluşumunu desteklemektedir. Karbon aktivitesinin kontrolü ve sementit ( $\theta$ ) oluşumunun engellenmesi için CH<sub>4</sub>'den ziyade CO<sub>2</sub> ve CO gibi karbon içeren gazları kullanmak daha elverişlidir. Çünkü oksijenin karbona karşı ilgisi nedeniyle, plazma ortamına, oksijenin (veya oksijen içeren gazların) küçük miktarda girişiyle zararlı  $\theta$  fazının oluşumu durdurulabilir (Haruman et al. 1992).

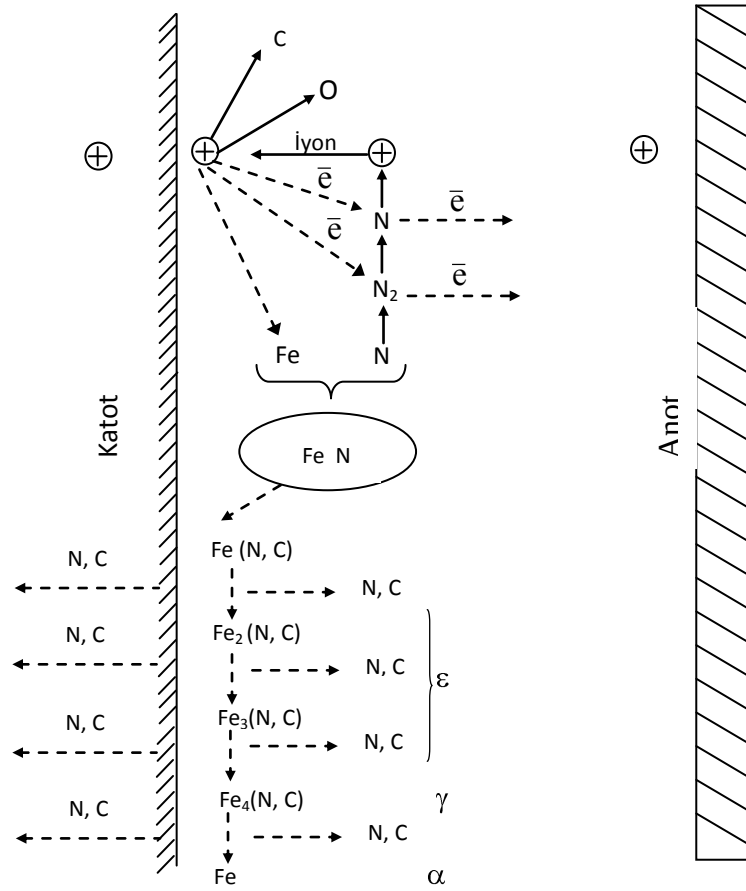
#### **2.3.4.b. Ostenitik plazma nitrokarbürleme**

Ostenitik nitrokarbürleme (592-723°C) sıcaklıkları aralığında olup, bu işlem özellikle sade karbonlu çeliklerin nitrokarbürleme sonrası yeterli miktarda sertleştirilememesi gibi dezavantajlarını gidermek için tercih edilir. Ferritik nitrokarbürlemeden farklı olarak  $\epsilon$  fazı ve difüzyon tabakası arasında bir ostenit tabakası vardır. İşlem parametrelerinin yanlış kontrolü ile  $\gamma'$  (Fe<sub>4</sub>(N, C) ve/veya  $\theta$  (Fe<sub>3</sub>C) içeren iki fazlı beyaz tabaka oluşumuna neden olabilir. Karbon seviyesi düşük atmosferlerde istenmeyen  $\gamma'$  fazı oluşurken, karbon seviyesi yüksek atmosferlerde sementit ( $\theta$ ) fazı oluşabilmektedir. Yüzey tabakalarının faz bileşeni ve karakteristikleri taban malzemesinin kimyasal

kompozisyonuna da bağlıdır. Ostenitik plazma nitrokarbürlemenin aşınma mukavemetini, ferritik plazma nitrokarbürlemeden daha iyi olduğu, aşınma mukavemeti ve yük taşıma kapasitesi optimum değerlerinin ostenitik nitrokarbürleme sonrası yapılan sıfır altı işlem sonrası oluşan bir azot martenzit alt tabakasıyla  $\epsilon$  fazı desteğinde elde edildiği görülebilir (Bell et al. 2000).

#### **2.4. Plazma Nitrokarbürlemenin Oluşum Mekanizması**

Plazma nitrokarbürlemede işlem mekanizması olarak iyon nitrürasyonda ki mekanizmaların kullanılabileceği belirtilmiştir (Li et al. 1995; Li et al. 1999). Nitrürasyon olayını en iyi açıklayan modellerin başında Edenhofer'ın modeli gelmektedir (Şekil 2.3). Bu modele göre; yüzeye çarpan iyonlar yüzeyde yüksek sıcaklıklar oluşturarak buharlaşmaya yol açarlar. Bunun sonucunda iş parçası yüzeyindeki Fe ve diğer alaşım elemanları atomları, metalik olmayan element atomları (karbon, oksijen, azot) ile elektronlar yüzeyden uzaklaşır (saçılma). Yüzeye çarpan iyonlar iş parçasının içine doğru nüfuz ederken, çok az bir kısmı iş parçasına yayınır (doğrudan implantasyon). Bu iyonların büyük bir kısmı saçılma olayını sağlar. Saçılan demir atomları ile yüksek enerjili azot atomları, FeN şeklinde birleşip metal yüzeyinde birikirler (yoğunlaşma). FeN sıcak metal yüzeyinde kararsızdır, bundan dolayı kararlı diğer nitrürlere ( $\text{Fe}_2\text{N}$ ,  $\text{Fe}_3\text{N}$  ve  $\text{Fe}_4\text{N}$ ) dönüşür. Dönüşme esnasında serbest kalan azot atomları ya metale yayınır veya plazmaya döner. Saçılma ve yoğunlaşma işlemleri büyük ölçüde kullanılan gaza bağlıdır. Ayrıca basınç ve gerilim gibi diğer parametrelerin değiştirilmesiyle de etkilenir (Edenhofer 1974a)



Şekil 2.2. Plazma nitrokarbürleme işlem mekanizması (Edenhofer 1974a)

#### 2.4.1. Plazma ile nitrokarbürleme sonrası oluşan içyapılar

Sıcaklık, zaman ve gaz karışım oranı gibi işlem parametrelerin değişimiyle iyon nitrürasyon sonrası aşağıdaki yapılar oluşur.

**Beyaz Tabaka:** En dışta nital çözeltisi ile kimyasal dağlama işleminden etkilenmeyen, çok ince demir karbonitrürler içeren bir tabakadır. Dağlama işleminden etkilenmediğinden beyaz tabaka olarak adlandırılmıştır. Beyaz tabaka olarak, sadece hekzagonal sıkı paket (hsp) kafes yapısına sahip  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>(N, C) veya yüzey merkezli kübik (ymk) kafes yapısına sahip  $\gamma'$  (Fe<sub>4</sub>(N, C) fazlarından biri oluşuyorsa mekanik özelliklerin daha iyi olduğu görülmüştür. Çok fazlı beyaz tabaka  $\epsilon$  ve  $\gamma'$  birleşimi,

heterojen bir karışımdır. Farklı kafes yapılarından dolayı geçiş bölgelerinde iç gerilmeler oluşur. Bu durumda çok az bir kuvvet uygulanması durumunda bile mikroçatlaklar oluşabilir.

**Difüzyon tabakası:** Beyaz tabaka altında azotun arayer atomu veya ince dağılmış nitrür ve karbür çökeltileri şeklinde bulunduğu kısımdır. Oluşan bu yapılar malzemenin yük taşıma kapasitesini, aşınma, yorulma ve korozyon direncini doğrudan etkiler. Bu yapılar gaz karışımı, malzeme cinsi, içerdiği alaşım durumu, zaman ve sıcaklık gibi parametrelerle değişim göstermektedir.

## 2.5. Post-Oksidasyon

Post-oksidasyon işlemi nitrokarbürleme işleminin hemen ardından nitrokarbürleme atmosferinin uzaklaştırılıp içeriye oksijence zenginleştirilmiş gaz veya gaz karışımı gönderilmesiyle gerçekleştirilir. Oksidasyon işlem sıcaklığı genellikle 350-500°C arasında, gaz basıncı ise 2-5mbar'dır. Nitrokarbürleme işlemi sonrasında oluşan beyaz tabakanın gözenekli yapısı korozyon direncinin yeteri kadar iyi olmamasına neden olmaktadır. Bu sorunu gidermek için işlem sonrası post-oksidasyon işlemi gerçekleştirilmektedir. Nitrokarbürlenmiş çelik bileşenlerinin kalitesi, yüzey özellikleri ve özellikle korozyon özellikleri nitrokarbürleme sonrası adımda oksidasyon işlemi ile e bileşik tabakasının üzerine, işlem sıcaklığı ve zamanının doğru kontrol edilmesiyle 0.5-3.5 µm kalınlığında magnetit ( $Fe_3O_4$ ) ve hematit ( $Fe_2O_3$ ) fazlarından oluşan ince oksit filmi oluşturularak, iyileştirilebildiği görülmüştür (Bell et al. 2000). Yüzeyde oluşan magnetit fazının, hematit fazından daha yoğun ve yüzeye tutunmasının iyi olması nedeniyle korozyon direnci daha iyidir. Hematit fazı gözenekli (poroz) bir yapıya sahiptir. Oksidasyon işlem süresi ve zamanı normalin üzerinde arttığında hematit fazı çekirdeklerinde büyüme olur. Bunun sonrasında ise yüzeyden parçalanarak, pul pul dökülmeye başlar ve korozyon direnci azalır (Esfahani et al.2008).

Oksit filminin yüzeye tutunması oksidasyon sıcaklığına bağlıdır. Oksidasyon sıcaklığı oluşan oksit filminin morfolojisi üzerinde baskın bir etkiye sahiptir. Yoğun ve yapışkan bir oksit filmi üretmek için oksidasyon işlem sıcaklığı bir kritik seviyenin altında olmalıdır. Oksidasyon sıcaklığının artışıyla oksit filmi gözenekli bir hal almaya başlar. Yoğun ve bağlanması iyi olan bir oksit filmi nispeten düşük sıcaklıklarda oluşturulabilir. Taban malzemedeki alaşım elementleri morfoloji ve oksit filminin kalınlığında önemli bir etkiye sahiptir. Malzemedeki alaşım elementi miktarının artmasıyla oksit filminin büyüme oranı azalmaktadır. Alaşımli çeliklerde oluşturulan oksit filmleri daha incedir ve sade karbonlu çeliklerde oluşturulan oksit filminden daha gözenekli bir yapıya sahiptir. Nitrokarbürleme sonrası oluşturulan beyaz tabakanın korozyon özelliklerini iyileştirdiği, fakat daha ileri bir iyileşmenin ise oksidasyon işlemi ile gerçekleştirildiği görülmüştür (Sun 2002). Oluşturulan oksit filminin tribolojik özellikler üzerine de yararlı etkiye sahip olduğu araştırmacılarca tespit edilmiştir (Bell et al. 2000).

Post-oksidasyon işlemine etki eden önemli parametrelerden biride işlem süresidir. Yapılan çalışmalarda belirli bir işlem zamanına kadar oksit tabakası kalınlığının arttığı, 1 saati aşan uzun işlem zamanlarında ise plazma bombardımanının etkisiyle bu tabakanın incelendiği görülmüştür. (Lee et al. 2003; Alsaran vd 2004). Kısa işlem sürelerinde elde edilen oksit filminin korozyon direnci daha iyi olmasına karşın, uzun süren işlem sürelerinde saçılmanın etkisiyle oksit filminin parçalanması neticesinde korozyon direncinin olumsuz etkilendiği görülmüştür.

Başka bir çalışmada ise (Lee 2004), işlem sıcaklığının ve zamanının artmasıyla (450°C'nin üzerinde) oksit tabakasının büyüme oranında artış olduğu, bununla birlikte oksit tabakasının beyaz tabaka üzerinde kolay parçalandığı veya işlem sıcaklığı 400°C olup işlem süresi 2 saatten fazla olursa da oksit tabakasının parçalandığını ve korozyon direncinin olumsuz etkilendiği en iyi oksit tabakasının 400°C de 30 dakika ile 1 saat aralığında pul pul dökülmeksizin üretilbileceği iddia edilmiştir.

### 3. MATERYAL ve METOT

#### 3.1. Kullanılan Malzeme

Bu çalışmada, kimyasal kompozisyonu Çizelge 3.1’de verilen az alaşımlı AISI 4140 çeliği kullanılmıştır. Kullanılan AISI 4140 az alaşımlı çeliğinin yaklaşık olarak sertliği 321 HV<sub>0.05</sub> olacak şekilde normalize edilmiştir.

**Çizelge 3.1.** AISI 4140 çeliğinin kimyasal kompozisyonu (%)

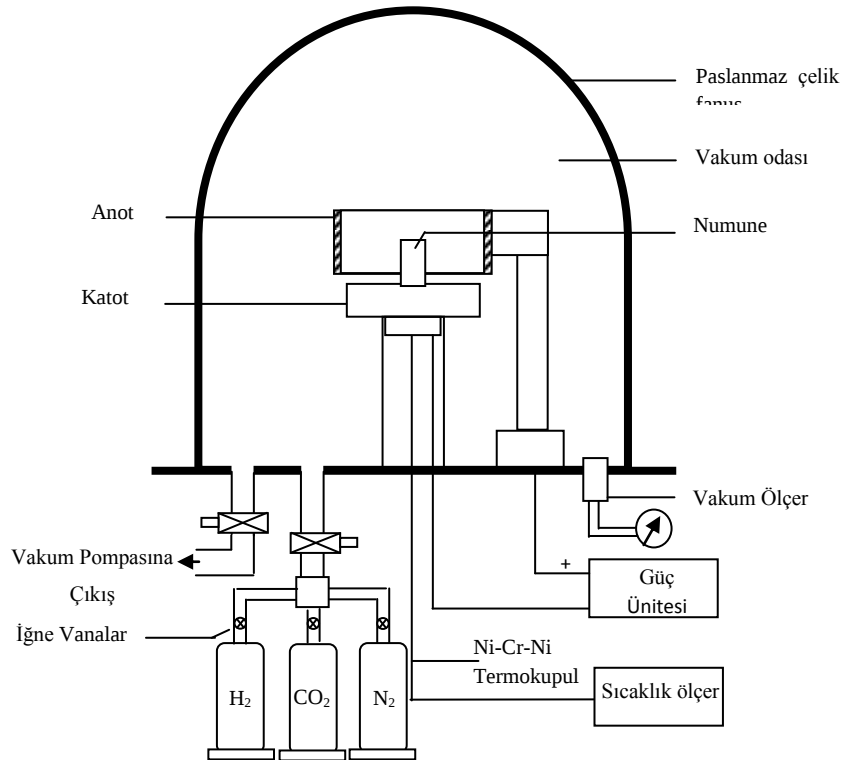
| Malzeme   | C    | Mn   | S     | P     | Si   | Cr   | Mo    | Ni   | Cu    | W     |
|-----------|------|------|-------|-------|------|------|-------|------|-------|-------|
| AISI 4140 | 0.36 | 0.80 | 0.005 | 0.014 | 0.30 | 0.85 | 0.075 | 0.07 | 0.143 | 0.034 |

#### 3.2. Deney Düzenegi

Plazma nitrokarbürleme işlemi, Atatürk Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünde imal edilen, Şekil 3.1’de şematik olarak gösterilen laboratuvar tipi deney düzeneginde gerçekleştirilmiştir. Plazma nitrokarbürleme ünitesi temelde, vakum ünitesi, gaz dağıtım tertibatı, güç ünitesi ve paslanmaz çelik fanustan meydana gelmektedir. Paslanmaz çelik fanusun içerisine, anot ve katot yerleştirilmiş ve numune tutucu olarak tam orta noktaya yerleştirilen katot kullanılmaktadır. Katoda, izoleli bir şekilde negatif kutup ve termokupul bağlanmıştır. Sıcaklık ölçümleri katot üzerinde bulunan numunelerin altından açılan delikten geçirilen 0.5 mm çapında Ni-Cr-Ni termokupul vasıtası ile ölçülmektedir. Numuneler silindirik bir anotla çevrilidir. Bu silindirik anot vasıtası ile numuneler plazma içerisinde homojen bir şekilde bombardıman edilmektedir.

**Çizelge 3.2.** Deney düzeneğinde kullanılan başlıca elemanlar ve özellikleri

|                 |                                                                                                                             |
|-----------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Vakum odası:    | Isıya dayanıklı çan şeklinde bir paslanmaz çelik fanustan oluşmaktadır.                                                     |
| Vakum pompası:  | 3 m <sup>3</sup> /s kapasiteli olan pompa, sistem için gerekli vakumu sağlanması için kullanılır.                           |
| Güç ünitesi:    | Sistem için gerekli olan gerilimin sağlandığı DC 1500 V gerilim kapasiteli elektrik güç ünitesidir.                         |
| Vakum ölçer:    | Vakum odasındaki vakum seviyesinin sürekli kontrolünü sağlar. $1 \times 10^{-2}$ Pa basınca kadar ölçüm skalasına sahiptir. |
| İğne vanalar:   | İstenen oranda gaz karışımının oluşturulmasını sağlar.                                                                      |
| Sıcaklık ölçer: | Numuneye temas halinde olan Ni-Cr-Ni termokupul vasıtasıyla sıcaklık ölçümünü sağlar.                                       |



**Şekil 3.1.** Plazma nitrokarbürleme deney düzeneği

### 3.3. Plazma Nitrokarbürleme İşleminin Yapılışı

Plazma nitrokarbürleme işleminin aşamaları ve yapılışı aşağıdaki gibidir;

Hazırlanan 17 mm çap ve 8 mm uzunluğundaki AISI 4140 numuneler parlatma işlemine tabi tutuldu. İşlem öncesi numuneler alkol ile temizlendikten sonra 6 adet numune, numune tutucuya yerleştirildi ve işlem odası vakum pompası vasıtasıyla  $3 \times 10^{-2}$  mbar basınca kadar vakumlandı. İşleme başlamadan önce numuneler üzerinde bulunabilecek kirlilikleri gidermek amacıyla, 5mbar'a kadar ortama verilen  $H_2$  gazı atmosferinde 500 V gerilim altında oluşturulan plazma ile 15 dakika süre ile ön saçılma gerçekleştirildi. Ortama deney planında belirlenen oranlarda %60 $N_2$ , %37 $H_2$  ve %3 $CO_2$  gaz karışımı verildi. Paslanmaz çelik fanus içerisinde basınç iğne vanalar yardımı ile 5mbar'a sabitlendi. Güç ünitesi açıldı ve elektriksel boşalma meydana getirildi. Uygulanan voltajı artırarak deney planına göre belirlenen sıcaklığa kadar numuneler ısıtıldı. Numune tutucu üzerine yerleştirilen numuneler arasında simetri nedeniyle orta bir numunedan alınan sıcaklık değeri bütün numuneler için aynı kabul edildi. Belirlenen sıcaklığa ulaşır ulaşmaz, nitrokarbürleme işlem zamanı başlatıldı. Deney sona erdikten sonra vakum ortamında numuneler oda sıcaklığına kadar soğutuldu.

AISI 4140 numuneleri için seçilen işlem parametreleri: Plazma nitrokarbürleme işlemi için sıcaklık 570°C ve 700°C, işlem süresi 4 saat, gaz karışımı %60 $N_2$ +%37 $H_2$ +%3 $CO_2$ , basınç 5 mbar olarak alındı. Post-oksidasyon işlemi için sıcaklık 450°C, gaz karışımı %100 oksijen ve %50 $O_2$ +%50 $H_2$ , işlem süresi 1 saat, basınç 2 mbar olarak gerçekleştirildi. Daha sonra yapısal, mekanik ve tribolojik olarak analiz ve incelemeler gerçekleştirildi.

### 3.4. XRD, SEM, ve Optik Mikroskop İncelemeleri

Plazma nitrokarbürlenen ve daha sonra yapılan post-oksidasyon işlemi sonrası, malzeme yüzeyinde oluşan fazlar  $\lambda=1,5405 \text{ \AA}$  dalga boyuna sahip Rigaku-2200D/Max XRD cihazı vasıtasıyla belirlendi.

Elde edilen sonuçlar JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pik listeleri ile karşılaştırılarak oluşan fazların kimyasal kompozisyonları tespit edildi.

Plazma nitrokarbürlenen ve oksitlenen malzemelerin iç yapısı, yüzey görünümü Jeol 6400 SEM (taramalı elektron mikroskobu) kullanılarak incelendi.

Metalografik olarak hazırlanan numuneler %2 nital çözeltisi ile dağlanarak beyaz tabaka ve oksit film tabakası kalınlıkları araştırması Nikon optik mikroskop ve SEM kullanılarak yapıldı. Ayrıca aşınma izlerinin incelenmesinde optik mikroskop ve SEM vasıtası ile gerçekleştirildi.

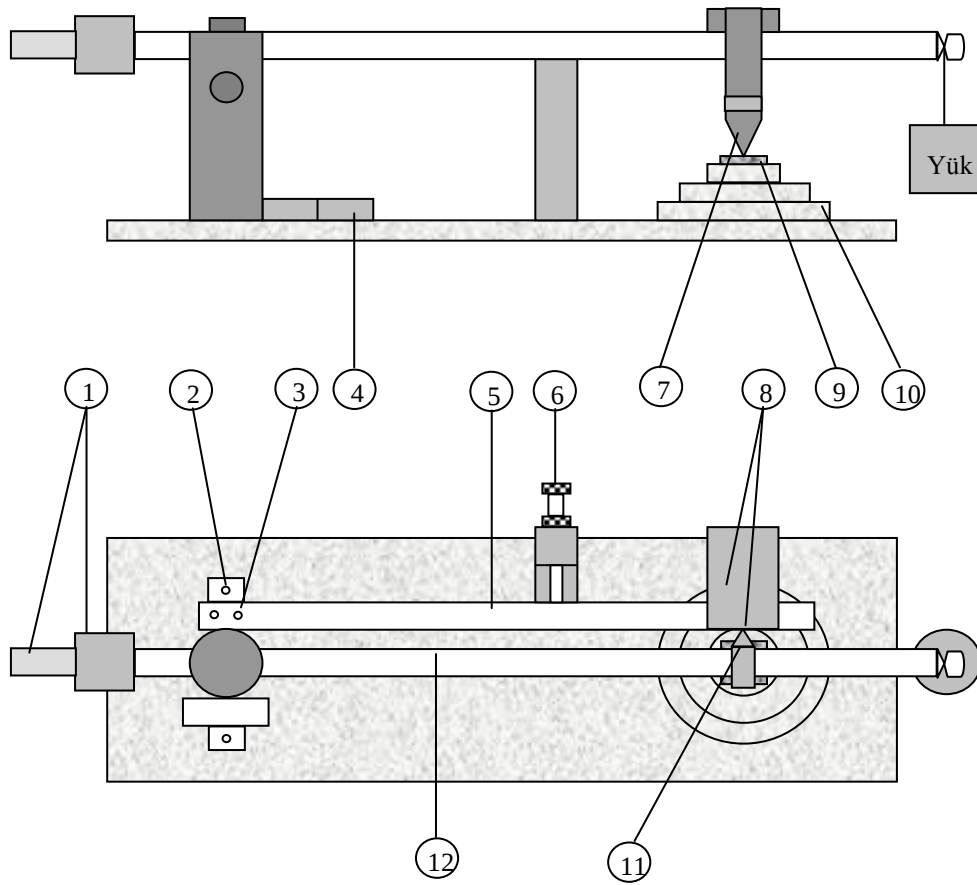
### 3.5. Mikrosertlik Ölçümleri

Plazma ile nitrokarbürleme ve post-oksidasyon işleminden sonra 8 mm uzunluğunda ve 17 mm çapındaki bakalite alınmış numunelerin yüzeyi sırasıyla 200, 400, 800, 1200 nolu zımparalardan geçirildikten sonra 1  $\mu\text{m}$  ve 0.05  $\mu\text{m}$ 'lik alümina pasta ile parlatıldı.

Mikro sertlik ölçümleri 50 gr yük altında 15 sn yükleme süresinde Buehler mikro sertlik cihazı ile en dış kısımdan yaklaşık 25-30  $\mu\text{m}$  uzaktan başlamak üzere numune merkezine doğru 25  $\mu\text{m}$  de bir her mesafede en az üç ölçüm alındı ve bu değerlerin ortalaması grafik ve çizelgelerde verildi. Yüzeye yakın ölçülen ilk sertlik değeri yüzey sertliği olarak kabul edildi. Merkeze doğru çekirdek malzeme sertliğine ulaşılan kadar gidilen mesafe difüzyon derinliği olarak kaydedildi.

### 3.6. Aşınma Deneyleri

Plazma ile nitrokabürleme ve post-oksidasyon işlemi uygulanmış AISI 4140 az alaşımlı çeliğinin tribolojik özelliklerini belirlemek için Şekil 3.2’de şematik olarak gösterilen pin-on-disk aşınma cihazı kullanıldı. Hazırlanan 17 mm çapında 8 mm uzunluğunda numuneler, 5 mm çapında tungsten karbür bilyeye karşı kuru sürtünme şartlarında aşındırıldı. Uygulanan pin-on-disk aşınma deney şartları Çizelge 3.2’de görülmektedir.



**Şekil 3.2.** Pin-on-disk aşınma cihazının şematik gösterimi

- |                                         |                               |
|-----------------------------------------|-------------------------------|
| 7. Denge ağırlıkları                    | 1. Aşındırıcı bilye           |
| 8. Aşınma iz çaplarını ayarlama başlığı | 2. Sürtünme cell,pim          |
| 9. Kiriş bağlama civataları             | 3. Numune                     |
| 10. Aşınma iz yarıçap mikrometre ayarı  | 4. Dönen numune tablası       |
| 11. Sürtünme cell bağlı kiriş           | 5. Sürtünme kuvveti ileticisi |
| 12. Kiriş paralellik ayarı              | 6. Yükleme kirişi             |

|                    |           |
|--------------------|-----------|
| Uygulanan yük      | 10 N      |
| Aşınma izi çapı    | 10 mm     |
| Sıcaklık           | 22±2°C    |
| Nem                | %45±5     |
| Aşındırma hızı     | 4.7 m/dak |
| Aşındırma süresi   | 1800 s    |
| Aşındırma mesafesi | 141 m     |

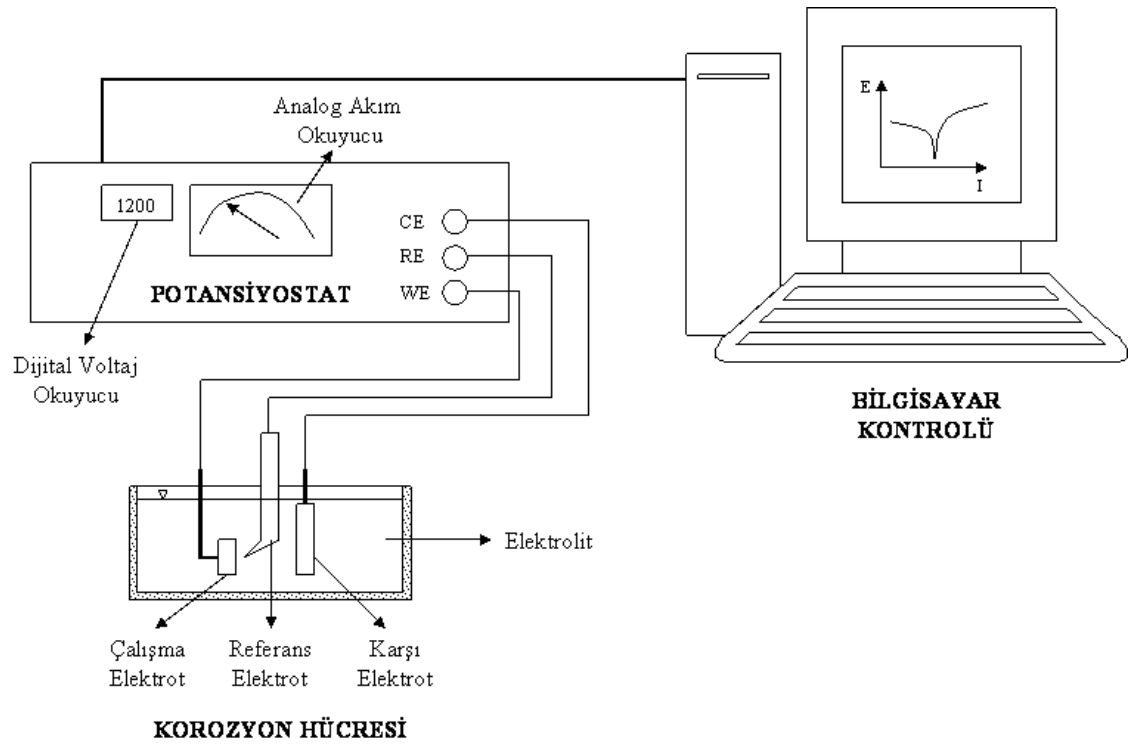
**Çizelge 3.3.** pin-on-disk aşınma deney şartları

Yapılan deneyler esnasında sürtünme katsayısı, cihaz tarafından otomatik olarak verilmektedir. Aşınma izleri ve yüzey pürüzlülüğü, mitutuyo marka yüzey profilometre vasıtasıyla belirlenmiştir. Deney öncesi hassas terazide tartılan numunelerde aşınma ile ne kadar kayıp olduğu işlem sonrası yine hassas terazide tartma sonucu belirlendi. Bu oran aşınma oranı olarak alındı. Ayrıca aşınan hacim, aşınma izi üzerinden hesaplanarak sonucun doğruluğunu teyit amacı ile kullanıldı.

### 3.7. Korozyon Deneyleri

İşlemsiz, plazma nitrokarbürlenen ve post-oksitlenen numunelerin korozyon deneyleri %3.5 NaCl çözeltisi içinde gerçekleştirildi. Korozyon deneylerinde kullanılan numuneler, elektron geçişini sağlayacak iletkenlik katsayısı yüksek, bakır tel monte edildikten sonra uygun kalıplar içinde bakalite alındı. Korozyon deneyleri, hazırlanan çözelti içerisinde normal atmosfer şartlarında ve şematik olarak Şekil 3.3’de gösterilen Wenking-PGS9S polarizasyon test cihazında gerçekleştirildi. Polarizasyon ölçümleri Ag/AgCl referans elektrot (RE), karşıt elektrot (CE) olarak platin tel ve çalışma elektrotu (WE) deney numunesi kullanılarak üç elektrot tekniğine göre yapıldı.

Numune açık devre potansiyeline erişinceye kadar yaklaşık 30 dakika bekletildi. Daha sonra numuneler -1000/950 mV potansiyel aralığı içinde 1mV/sn’lik tarama hızında potansiyodinamik olarak polarize edildi.



**Şekil 3.3.** Korozyon deney düzeneğinin şematik gösterimi

#### 4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

##### 4.1. Yapısal ve Mekanik Özelliklerin Araştırılması

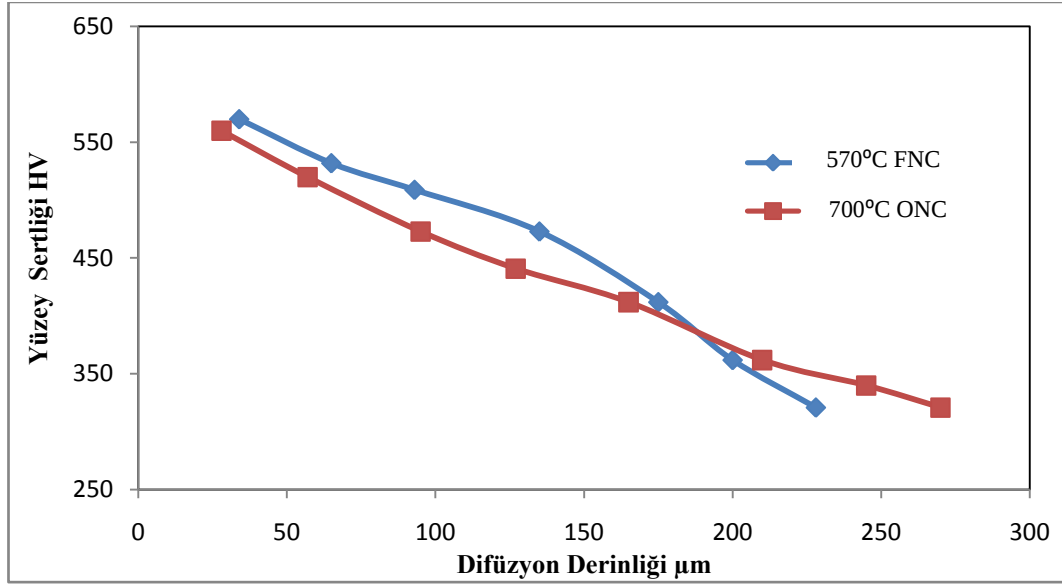
Çizelge 4.1’de, AISI 4140 taban malzeme üzerine plazma nitrokarbürleme ve post oksidasyon işlemi uygulanan numunelere ait deneysel bulgular verilmiştir. Yüzey sertliği ölçümlerinin beyaz tabakadan etkilenmemesi için, ölçümler yüzeyden yaklaşık 25-30  $\mu\text{m}$  uzaktan alınmaktadır.

**Çizelge 4.1.** Plazma nitrokarbürlenen ve post- oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin deneysel sonuçları

| İşlem türü                                 | Beyaz tabaka kalınlığı( $\mu\text{m}$ ) | Oksit film kalınlığı ( $\mu\text{m}$ ) | Difüzyon tab.der. ( $\mu\text{m}$ ) | Sertlik ( $\text{HV}_{0.05}$ ) | Yüzey pürüzlülüğü (Ra) | Sürtünme katsayısı |
|--------------------------------------------|-----------------------------------------|----------------------------------------|-------------------------------------|--------------------------------|------------------------|--------------------|
| 570°C PNC                                  | 15-19                                   |                                        | 210-250                             | 530-570                        | 0.27-0.35              | 0.39-0.43          |
| 570°C PNC+ O <sub>2</sub>                  |                                         | 1.5-2                                  |                                     | 470-510                        | 0.11-0.21              | 0.24-0.28          |
| 570°C PNC+ O <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> |                                         | 0.8-1.5                                |                                     | 470-510                        | 0.18-0.25              | 0.24-0.27          |
| 700°C PNC                                  | 16-20                                   |                                        | 240-290                             | 520-560                        | 0.27-0.37              | 0.26-0.28          |
| 700°C PNC+ O <sub>2</sub>                  |                                         | 1-2                                    |                                     | 460-500                        | 0.17-0.21              | 0.25-0.28          |
| 700°C PNC+ O <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> |                                         | 0.5-1                                  |                                     | 460-500                        | 0.22-0.26              | 0.24-0.27          |

Çizelge 4.1’de ferritik ve ostenitik şartlarda plazma nitrokarbürlenmiş ve post-oksidadasyon işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliğinin yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri verilmiştir. Nitrokarbürlenmiş numunelerde, beyaz tabaka ve difüzyon tabakası kalınlığı, işlem sıcaklığının etkisiyle ostenitik nitrokarbürlemede daha yüksek olduğu görülmektedir. Oksidasyon işlemi uygulanmış numunelerde yüzeyde oluşan oksit filminin etkisiyle sürtünme katsayısı değerleri daha düşüktür. Post-oksidadasyon

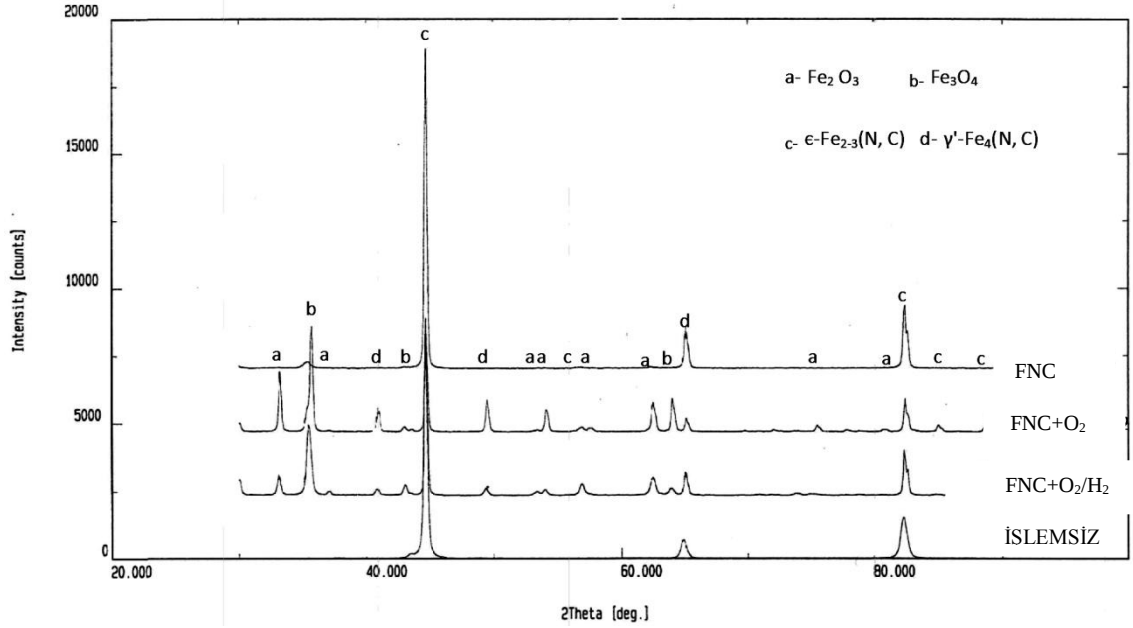
işlemi yüzey pürüzlülüğünü azaltırken, sertliğin azalmasına neden olmuştur. Sertlikteki azalma temperlemenin etkisi ilelerdir.



**Şekil 4.1.** 4 saat işlem süresi ile ferritik ve ostenitik şartlarda plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin yüzey sertliğinin değişimi

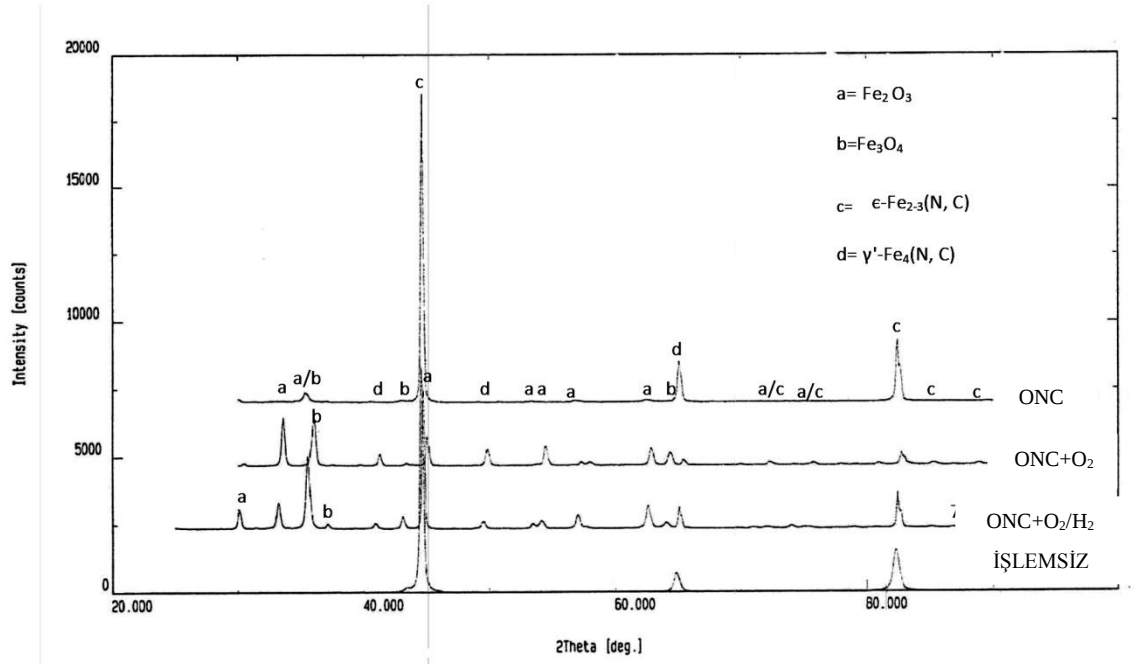
Plazma nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin malzeme yüzeyinde ne tür yapıların oluştuğunu belirlemek için XRD analizleri yapıldı. Elde edilen sonuçlar nitrokarbürleme ve post-oksidasyon işlemine göre mukayese edildi.

Şekil 4.2-4.4'de görüldüğü gibi, beyaz tabaka  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>(N,C) ve  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>(N,C) nitrokarbürlerinden oluşmaktadır. Post-oksidasyon işlemi uygulanmış numunelerde oluşan oksit tabakası ise magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ve hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) demir oksit fazlarından oluşmaktadır.



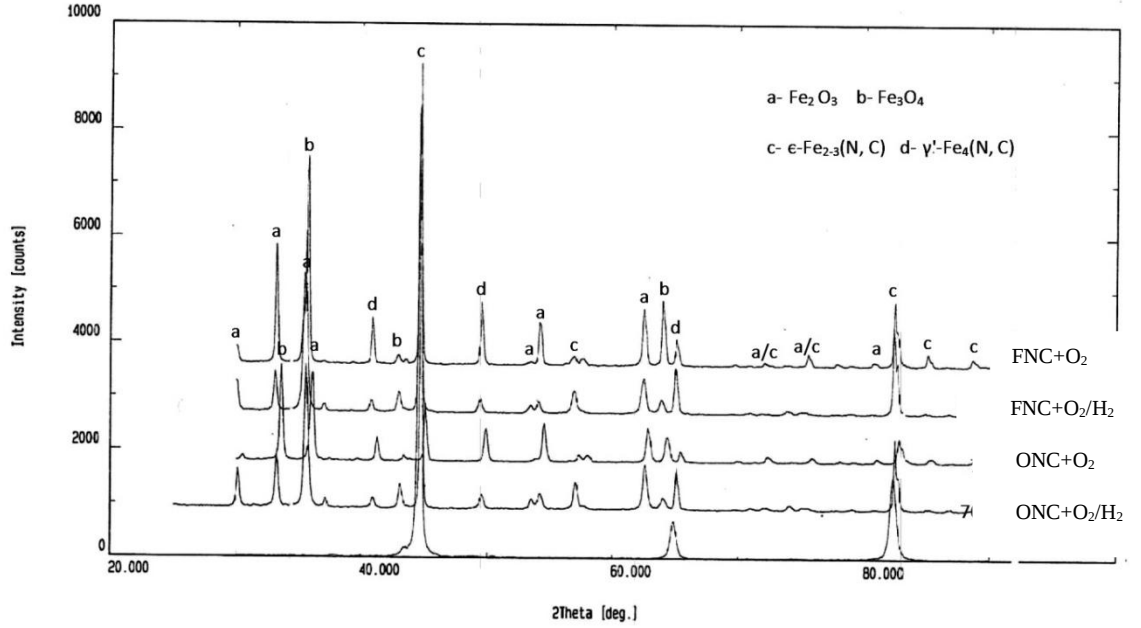
**Şekil 4.2.** Ferritik şartlarda plazma nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin XRD sonuçları

Şekil 4.2’de, görüldüğü gibi, plazma nitrokarbürleme işlemi sonucunda yüzeyde  $\text{Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$  ve  $\text{Fe}_4(\text{N}, \text{C})$  fazlarını içeren beyaz tabaka oluşmuştur. Oluşan bu beyaz tabaka, büyük miktarda ve baskın olarak  $\text{Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$  içermesine rağmen tek fazlı olmayıp  $\epsilon$  ve  $\gamma'$  fazlarını içerdiği gözlemlendi. İşlem sonrası yapılan post-oksidasyon işlemi ile beyaz tabaka üzerini örten bir oksit tabakası meydana gelmektedir. Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ve hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) fazlarından oluşan bu tabaka sayesinde özellikle ferritik şartlarda olmak üzere tribolojik özellikler ve bunun yanında korozyon direncinde önemli iyileşmeler olmaktadır. Bu durum ilgili bölümlerde verilen grafiklerde görülmektedir.



**Şekil 4.3.** Ostenitik şartlarda plazma nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin XRD sonuçları

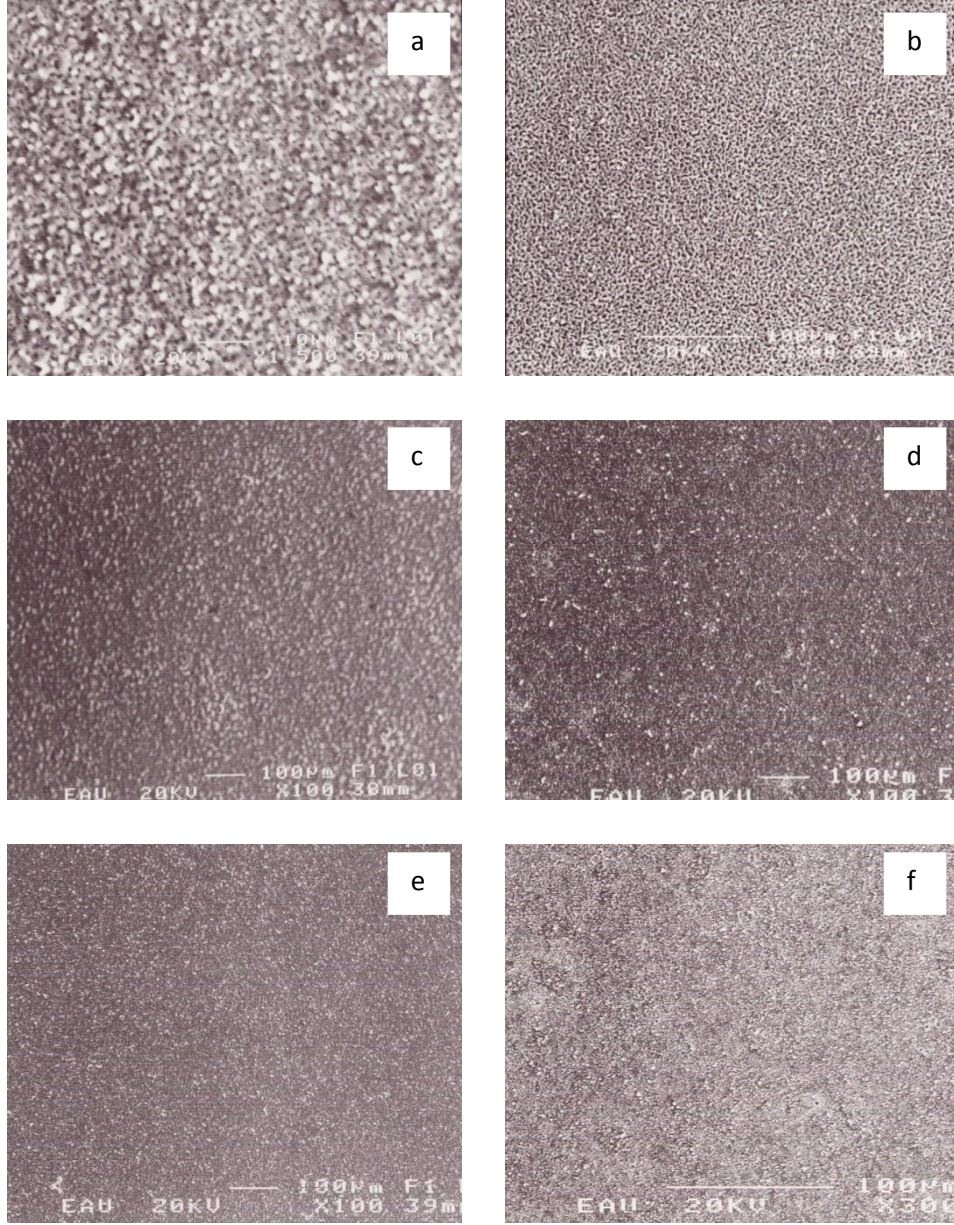
Şekil 4.3’de görüldüğü gibi, 700°C’de 4 saat plazma nitrokarbürlenen ve akabinde 450°C’de 1 saat saf oksijende ve %50 hidrojen-%50 oksijen karışımında post-oksidasyon işlemine tabii tutulan numunelerin XRD sonuçları görülmektedir. Plazma nitrokarbürleme işlemi sonucunda yüzeyde  $\text{Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$  ve  $\text{Fe}_4(\text{N}, \text{C})$  fazlarını içeren beyaz tabaka, daha sonra yapılan post-oksidasyon işlemi neticesinde de magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ve hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) fazları oluşmuştur. Post-oksidasyon işlemi uygulanan numunelere bakıldığında oksit film piklerinin yoğunluğu görülmektedir. Görülen bu oksit bileşikleri malzemenin sürtünme katsayısını ve korozyon direncini iyileştirmektedir.



**Şekil 4.4.** Ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası post-oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin XRD sonuçları

Şekil 4.4’de, ferritik plazma nitrokarbürleme ve ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası yapılan post-oksidasyon işlemi ile oluşan yapıların XRD analizleri görülmektedir. Post-oksidasyon işlemi sonrası yüzeyde magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ve hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) fazı içeren oksit filmi oluştuğu görülmektedir. Oksit filmi ince olması nedeniyle bu tabakanın altındaki  $\epsilon$  ve  $\gamma$  fazlarında XRD’de ortaya çıkmıştır. Saf oksijen kullanıldığı deneylerde hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) fazının fazlalığı dikkati çekmektedir.

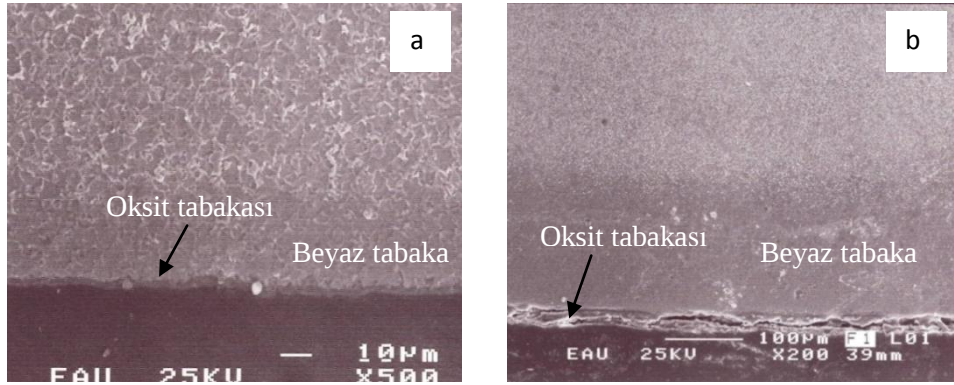
Şekil 4.5’de işlem sonrası numunelerin yüzey topoğrafyası SEM görüntüleri verilmiştir.



**Şekil 4.5.** Yüzey Topoğrafyası SEM Görüntüleri

- |                              |                                 |
|------------------------------|---------------------------------|
| a) Ferritik nitrokarbürleme  | d) ONC+Oksidasyon ( $O_2$ )     |
| b) Ostenitik nitrokarbürleme | e) FNC+Oksidasyon ( $O_2/H_2$ ) |
| c) FNC+Oksidasyon ( $O_2$ )  | f) ONC+Oksidasyon ( $O_2/H_2$ ) |

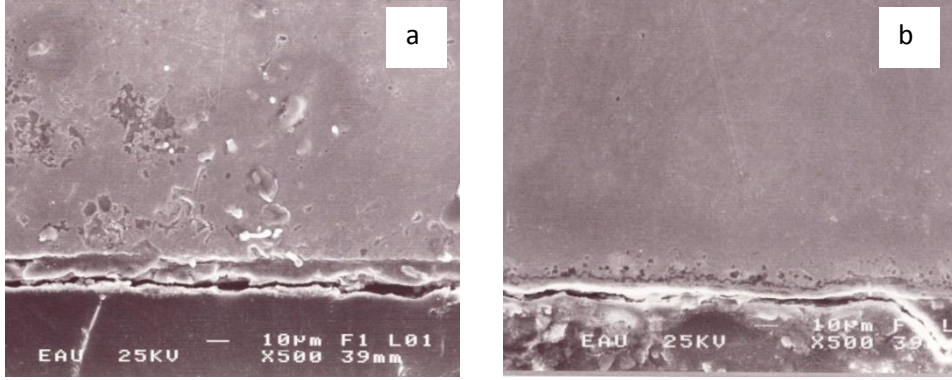
Şekil 4.5'deki SEM görüntüleri incelendiğinde, ferritik nitrokarbürlemede ostenitik nitrokarbürleme işlemine göre daha kaba taneli bir yapı gözlemlendi. Bu plazma nitrokarbürleme işlemlerinde en üst yüzeyde gözenekli bir yapı olan  $\epsilon$  fazı oluşması nedeniyledir. Oksidasyon işlemi uygulanmış numunelerde ise bu gözeneklerin oksit filmiyle kaplandığı ve gözeneklerin küçüldüğü görüldü. Beyaz tabaka üzerini örten bu oksit filmleri malzemenin tribolojik ve korozyon özelliklerini iyileştirdiği yapılan deneyler sonucunda görüldü.



**Şekil 4.6.** Ferritik şartlarda nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin SEM görüntüleri

a) FNC+Oksidasyon ( $O_2/H_2$ )      b) FNC+Oksidasyon ( $O_2$ )

Şekil 4.6'da ferritik şartlarda nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğine ait SEM görüntüleri görülmektedir. Plazma nitrokarbürleme sonrası yüzeyde  $Fe_{2-3}(N, C)$  ve  $Fe_4(N, C)$  fazlarından oluşan beyaz tabakanın üzerinde yüzeyi tamamen kaplayan oksit tabakası meydana geldi. (Şekil 4.6-4.7) Oksidasyon işleminin parametrelerine bağlı olarak 0.5-2  $\mu m$  kalınlığındaki bu fazların magnetit ve hematit fazlarını içerdiği XRD analizlerinden anlaşılmaktadır. Nitrokarbürleme neticesi ortaya çıkan gözenekli yapısı nedeniyle korozyon özelliklerine olumsuz etki yapan beyaz tabakanın yüzeye açılan gözenekleri oksit filmi ile kapatıldığından, bu olumsuzluk ortadan kalkmaktadır. Bu durumda korozyon özellikleri yanında tribolojik özelliklerde iyileşmektedir.



**Şekil 4.7.** Ostenitik şartlarda nitrokarbürlenene ve post-oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin SEM görüntüleri

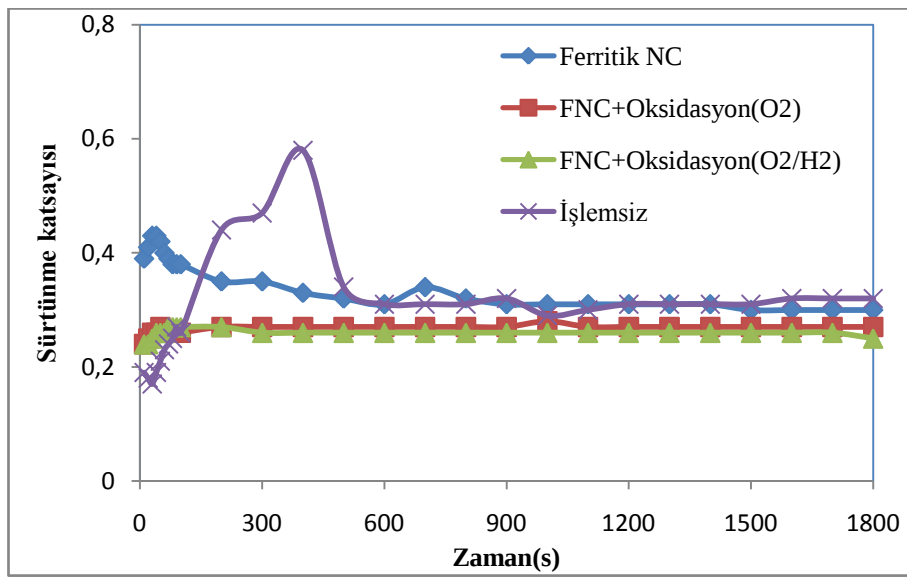
a) ONC+Oksidasyon(O<sub>2</sub>)

b) ONC+Oksidasyon(O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>)

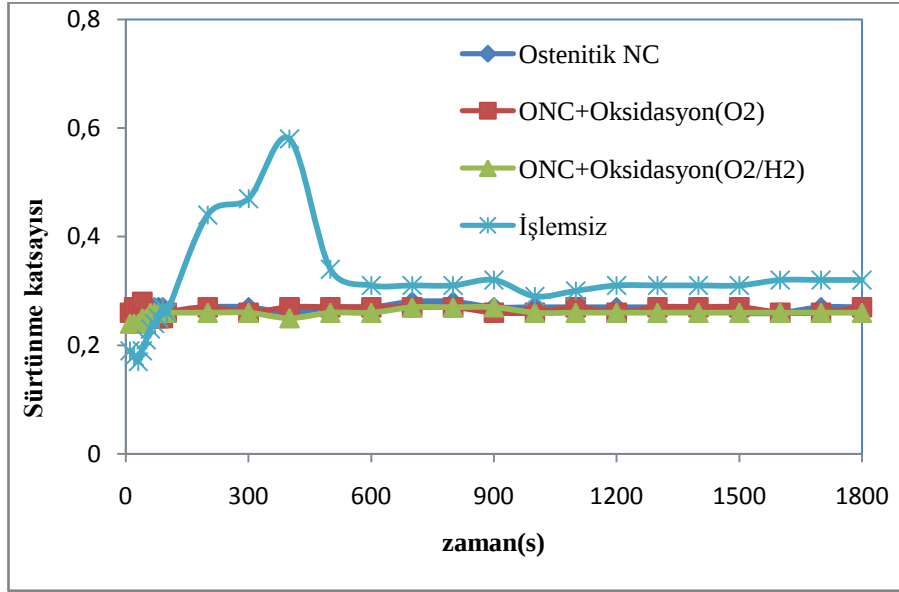
#### 4.2. Tribolojik Özelliklerin Araştırılması

Şekil 4.8, 4.9 ve 4.10’da AISI 4140 çeliğine ait numunelerin pin-on disk aşınma deneyleri esnasında ortaya çıkan sürtünme katsayılarındaki değişim görülmektedir. Her türlü şart altında yapılan işlemler neticesi sürtünme katsayısında bir miktar düşüş ve daha kararlı bir durum ortaya çıkmıştır. İşlem görmeyen numunelerde sürtünme katsayısı başlangıçtan yaklaşık 550 s süreye kadar kararsız bir seyir gösterirken, buradan itibaren kararlı hale geçmiştir. Şekil 4.8 ferritik şartlarda nitrokarbüleme ve daha sonra yapılan post-oksidasyon işlemlerinin sürtünme katsayılarına etkisini göstermektedir. Ferritik nitrokarbürlenene numunelerde sürtünme katsayısı başlangıçta hortizon kaynağı nedeniyle yüksek değerden başlayarak düşüş göstermiş ve kısa sürede kararlı bir yapıya bürünmüştür. Ferritik şartlarda yapılan işlemlerde en düşük sürtünme katsayısı ise nitrokarbüleme sonrası içerisinde hidrojen içeren gaz atmosferinde yapılan oksidasyonla elde edilmiştir. Ostenitik şartlarda yapılan gerek nitrokarbüleme ve gerekse işlem sonrası yapılan oksidasyon işlemleri (Şekil 4.9) neticesi işlemsiz numunelere göre daha düşük ve kararlı sürtünme katsayısı görülürken, işlem yapılan numunelerde sürtünme katsayısı karakteristiklerinde önemli bir fark görülmemektedir.

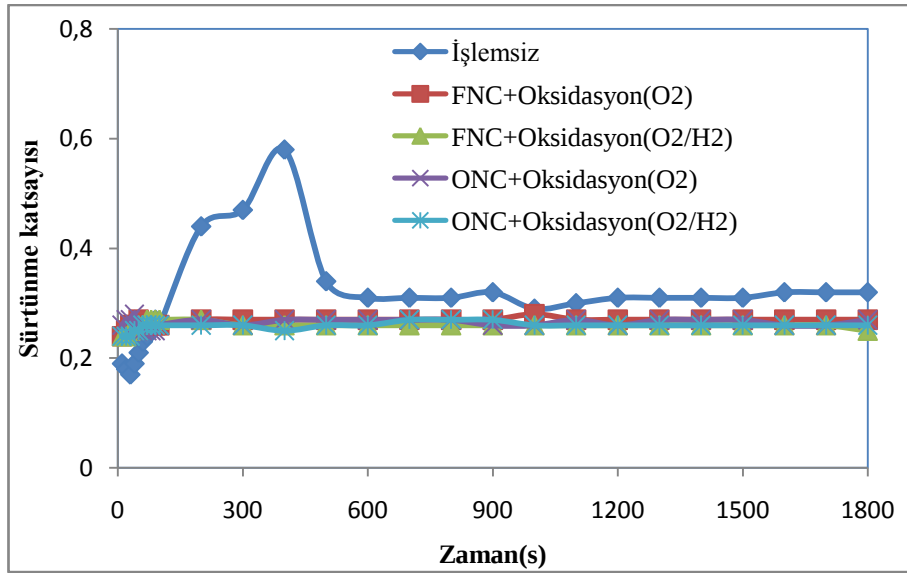
Şekil 4.10'da ise nitrokarbürleme sonrası post-oksidasyon işlemi uygulanan numuneler ile işlemsiz durum karşılaştırılmıştır. Oksidasyon işlemi uygulanmış numunelerde düşük ve kararlı sürtünme katsayısı görülürken, sürtünme katsayısında oksidasyon şartları ile önemli bir değişim görülmemektedir. Çok küçük fark olmakla beraber en düşük sürtünme katsayısı hidrojen içeren atmosferde yapılan post-oksidasyonla elde edildiği görülmektedir.



Şekil 4.8. 570°C de 4 saat nitrokarbürleme ve daha sonra yapılan post-oksidasyonun sürtünme katsayısına etkisi



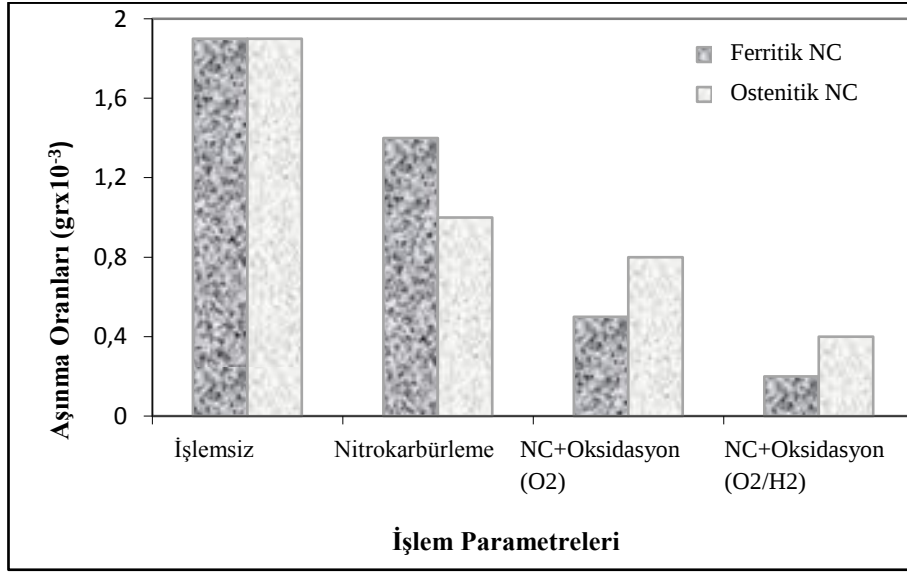
**Şekil 4.9.** 700°C de 4 saat nitrokarbürleme ve daha sonra yapılan post-oksidasyonun sürtünme katsayısına etkisi



**Şekil 4.10.** Ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası yapılan post-oksidasyonun sürtünme katsayısına etkisinin karşılaştırılması

Ferritik ve ostenitik şartlarda plazma nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin aşınma testleri öncesi ve sonrası numuneler hassas

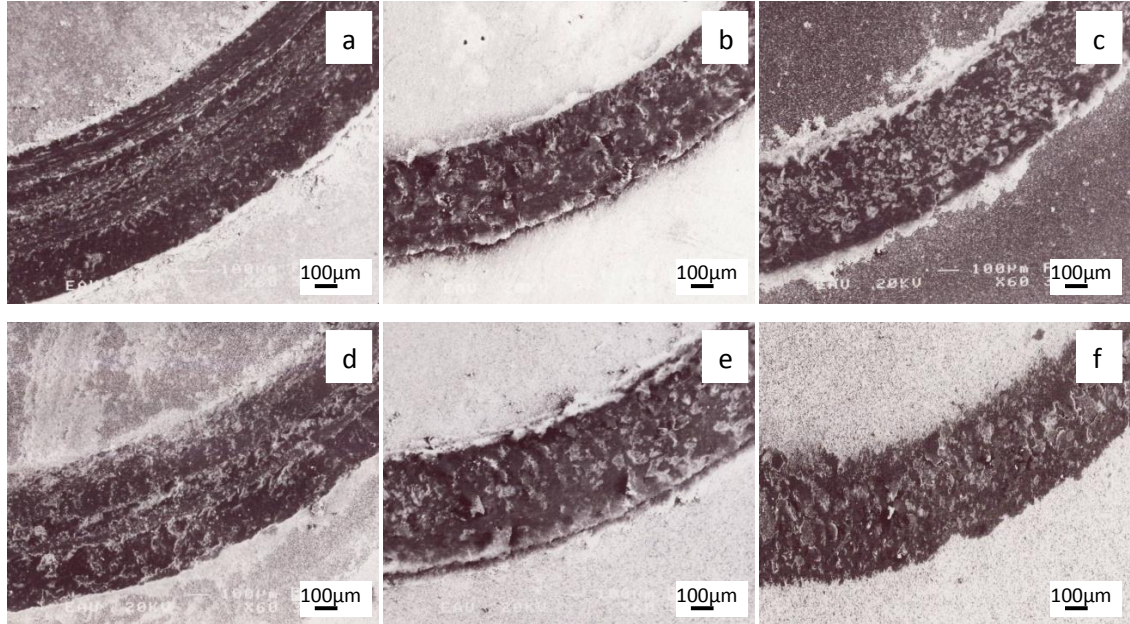
terazide tartılarak ağırlık kayıpları tespit edildi ve bu oran aşınma oranı hesabında kullanıldı. Ağırlık kaybına göre aşınma oranları Şekil 4.11’de görülmektedir. Ayrıca aşınma izinden hacimsel azalma kontrolü ile bulunan sonuçlar doğrulanmıştır.



**Şekil 4.11.** Ferritik ve ostenitik şartlarda plazma nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğinin aşınma oranı değişimi.

Şekil 4.11’den görüldüğü gibi, işlemsiz numunelerle karşılaştırıldığında hem nitrokarbürlenen hemde post-oksidasyona tabi tutulan numunelerde aşınma oranında azalma meydana gelmiştir. Nitrokarbürlenen numuneler, adeziv ve abrazif aşınmaya maruz kalmaktadır. İşlem sonrası oluşan beyaz tabakanın iki farklı faz ( $\epsilon$  ve  $\gamma$ ) içeren sert ve gevrek beyaz tabakanın parçalanması neticesi ortaya çıkan abrazif partiküller aşınmayı artırmakta ve abrazif aşınma ön plana çıkmaktadır. Ferritik şartlarda yapılan nitrokarbürleme ile karşılaştırıldığında ostenitik nitrokarbürlemede daha düşük aşınma meydana geldiği görülmektedir. Bunun nedeni olarak, ostenitik şartlarda nispeten tek fazlı ( $\epsilon$ ) beyaz tabaka oluşumuyla abrazif partiküllerin azalması gösterilebilir. Nitrokarbürleme sonrası yapılan post-oksidasyon işlemlerinin, nitrokarbürlenen numunelerle kıyaslandığında aşınma oranında ciddi düşüşe neden olduğu görülmektedir. Aşınma oranındaki düşüş post-oksidasyon atmosferinde hidrojen

kullanıldığında daha fazla olmaktadır. Bu hidrojen kullanılan atmosferlerdeki daha yoğun magnetit fazına atfedilebilir. Ferritik işlem sonrası yapılan post-oksidasyon işlemlerinin ostenitik şartlarda yapılanlarla karşılaştırıldığında aşınmaya etkisinin daha belirgin olduğu görülmektedir. Bu duruma post-oksidasyonla düşen partikül sertliği ve abrazyon etkisindeki düşüş neden olmuş olabilir. En düşük aşınma oranı ferritik nitrokarbürleme sonrası hidrojen içeren gaz karışımında yapılan post-oksidasyonla elde edildi. Nitrokarbürleme ve post-oksidasyon işlemi sonucunda oluşan aşınma özelliklerindeki değişim şekil 4.12’de gösterilen aşınma izi genişlikleri ilede uyum göstermektedir.



**Şekil 4.12.** Aşınma izlerinin SEM görüntüleri

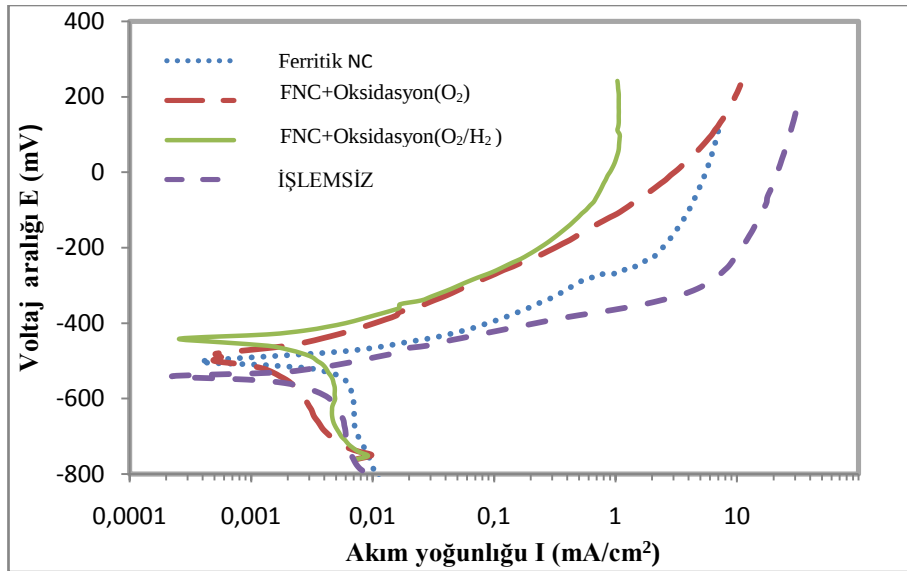
- |                 |                              |                                  |
|-----------------|------------------------------|----------------------------------|
| a) Ferritik NC  | b) FNC+ oksidasyon ( $O_2$ ) | c) FNC+ oksidasyon( $O_2/H_2$ )  |
| d) Ostenitik NC | e) ONC+ oksidasyon ( $O_2$ ) | f) ONC+ oksidasyon ( $O_2/H_2$ ) |

Şekil 4.12’de ferritik ve ostenitik şartlarda plazma nitrokarbürlenen ve post-oksidasyon işlemi uygulanan AISI 4140 çeliğine ait aşınma izi SEM fotoğrafları görülmektedir. Post-oksidasyon işlemi uygulanan numunelerde iz genişliği yalnızca nitrokarbürlenen numunelere göre daha dardır. Buda aşınma mukavemetinin daha iyi olmasını gösterir. Numunelerin yüzeyindeki beyaz tabakanın ve oksit filminin parçalanmasıyla oluşan

abrazif partiküller, hareket süresince aşınma izi içerisine gömülerek, abrazif aşınmayı hızlandırmaktadır. Abrazif partiküllerin ortaya çıkarmış olduğu metal parçacıklar iz kenarlarında birikmiştir. Abrazif aşınmaya sebep olan bu partiküller, post-oksidasyon işlemi sonrası sertlikteki azalma ile azalmakta ve abrazif aşınma oranında azalmaya neden olmaktadır.

### 4.3. Korozyon Özelliklerinin Araştırılması

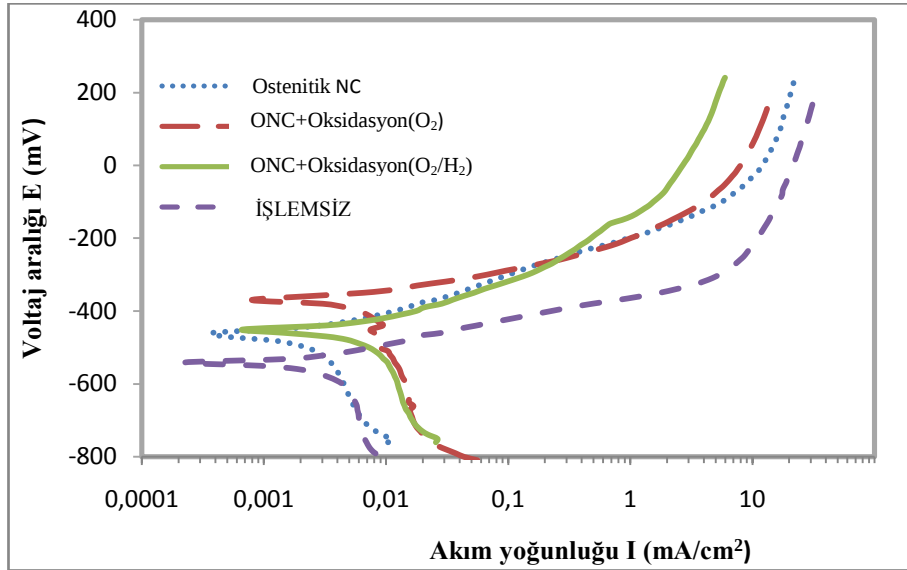
Korozyon deneyleri %3.5 NaCl çözeltisi içinde gerçekleştirildi. Deneylerde kullanılan numuneler, elektron geçişini sağlayacak iletkenlik kat sayısı yüksek, bakır tel monte edildikten sonra uygun kalıplar içinde bakalite alındı. Korozyon deneyleri hazırlanan çözelti içerisinde normal atmosfer şartlarında Atatürk Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan Wenking-PGS9S polarizasyon test cihazında gerçekleştirildi.



**Şekil 4.13.** Ferritik nitrokarbürleme ve işlem sonrası yapılan post-oksidasyonun korozyon direncine etkisi

Şekil 4.13’de görüldüğü gibi işlemsiz numuneye göre, hem nitrokarbürlenen hemde post-oksiditlenen numunelerde korozyon davranışında iyileşme gözlenmiştir. Yapılan

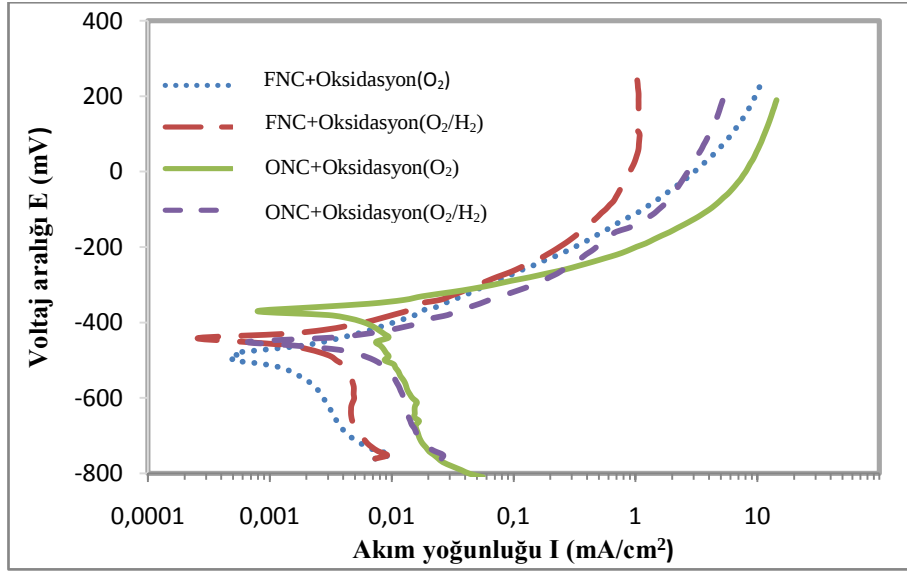
işlem sonucunda korozyon potansiyelinde artış, anodik akım yoğunluğunda ise düşüş gözlenmiştir. Akım yoğunluğundaki en fazla düşüş nitrokarbürleme sonrası hidrojen içeren atmosferde post-oksidasyon işleminde elde edildi. Potansiyeldeki en yüksek artış ise yine nitrokarbürleme sonrası hidrojen içeren atmosferde post-oksidasyon işleminde elde edildi. Korozyon potansiyeli yaklaşık -540 mV dan (işlemsiz) -420 mV civarına kadar arttı. Korozyon potansiyelindeki bu artış, malzemenin korozyon direncinin arttığını gösterir.



**Şekil 4.14.** Ostentik nitrokarbürleme ve işlem sonrası yapılan post-oksidasyonun korozyon direncine etkisi

Şekil 4.14'de ostentik şartlarda (700°C) nitrokarbürleme ve nitrokarbürleme sonrası yapılan post-oksidasyonun korozyon davranışına etkisini göstermektedir. Ferritik şartlardaki duruma benzer olarak burada da post-oksidasyon işleminin korozyon direncine olumlu etkisi gözlemlendi. Şekilde görüldüğü gibi ostentik şartlarda nitrokarbürleme ve nitrokarbürleme + post-oksidasyon sonucu işlemsiz numuneye göre korozyon direncinde artış gözlenmiştir. Bütün işlemler sonrası anodik akım yoğunlukları işlemsiz numuneye göre azalmıştır. Ayrıca korozyon potansiyeli de

yapılan işlemlerle daha pozitif değerlere kaymıştır. Korozyon akım yoğunluklarında önemli bir değişiklik görülmemiştir.

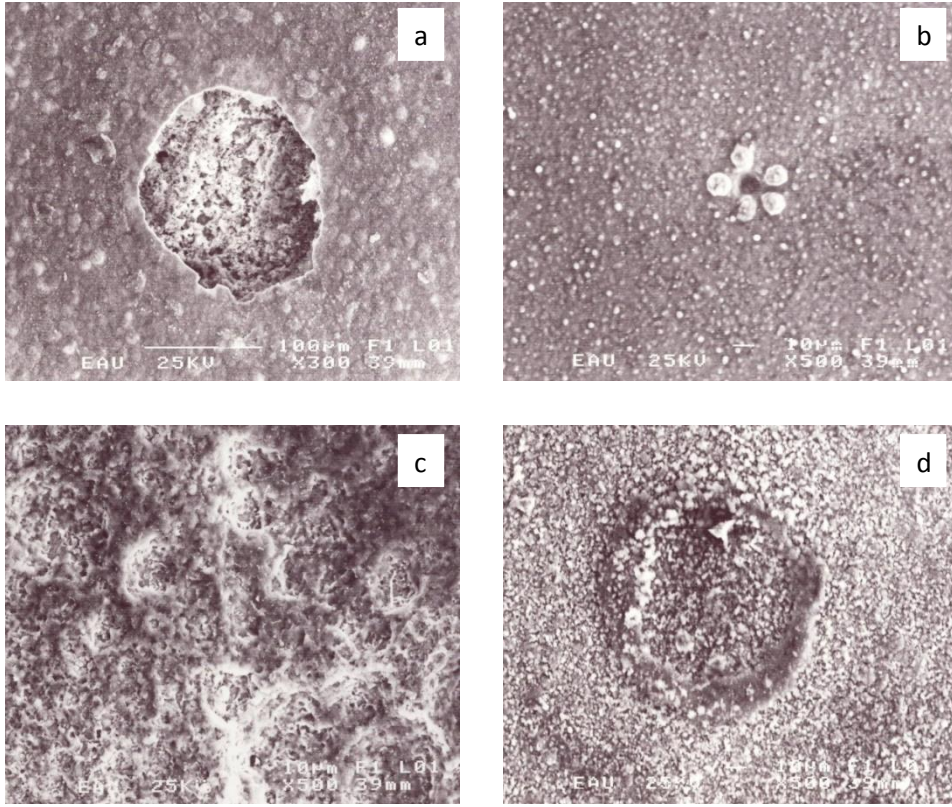


**Şekil 4.15.** Ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası post-oksidasyon işlemlerinin korozyon direncine etkilerinin karşılaştırılması

Değişik gaz atmosferlerinde yapılan post-oksidasyon işleminin korozyon davranışına etkisini göstermek için ferritik ve ostenitik nitrokarbürleme + post-oksidasyon sonrası elde edilen polarizasyon eğrileri birlikte verilmiştir. Polarizasyon eğrilerinden görülebileceği gibi; plazma atmosferinde hidrojenin kullanıldığı post-oksidasyon işlemlerinin sadece oksijen kullanıldığı post-oksidasyon işlemlerine göre biraz daha yüksek korozyon potansiyeli ve nispeten daha düşük anodik akım yoğunluğu içerdikleri görülmektedir. Mesela 0 mV korozyon potansiyeli için grafikler incelendiğinde, en düşük akım yoğunluğunun yaklaşık  $1 \text{ mA/cm}^2$  ile ferritik nitrokarbürleme sonrası hidrojen içeren atmosferde yapılan post-oksidasyonda gözlenirken, en yüksek akım yoğunluğunun ise ostenitik nitrokarbürleme sonrası saf oksijen atmosferinde yapılan post-oksidasyonda yaklaşık  $10 \text{ mA/cm}^2$  ile gerçekleştiği görülmektedir.

Şekil 4.13-4.15. birlikte incelendiğinde; işlemsiz numunelere göre hem ferritik plazma nitrokarbürlenen hemde ostenitik plazma nitrokarbürlenen numunelerde korozyon davranışında iyileşme tespit edildi. Nitrokarbürlenen numunelerin post-oksidasyon sonrası korozyon direncindeki bu iyileşmenin daha da arttığı görüldü. Nitrokarbürlemede ki iyileşme, numune yüzeyini kuşatan  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>(N,C) ve/veya  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>(N,C) fazlarından oluşan beyaz tabakanın etkisi ile olurken, post-oksidasyon işlemleri sonrası beyaz tabakanın üzerinde oluşan magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ve hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) fazlarından oluşan ince ve yoğun oksit tabakası sayesinde korozyon direnci daha da artmaktadır. En dış yüzeyde oluşan bu oksit filmi beyaz tabaka üzerindeki mikro çatlakları örterek kaplar (Lee 2004; Kabjeon 2007). Daha önceden de bahsedildiği gibi magnetit fazının korozyon direnci hematit fazından daha iyidir. Çünkü magnetit fazı hematit fazından daha yoğun ve sıkı olduğu için beyaz tabaka üzerinde yapışması daha iyidir (Alsaran 2004; Esfahani et al. 2008).

Şekil 4.16'da polarizasyon testleri sonrası numune yüzeylerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Korozyona maruz kalan numunelerin yüzeyleri incelendiğinde, numune yüzeylerinde korozyon çukurcukların varlığı gözlenmiştir.



**Şekil 4.16.** Korozyon sonrası yüzey SEM görüntüleri

a) FNC+ oksidasyon ( $O_2$ )

b) FNC+ oksidasyon( $O_2/H_2$ )

c) ONC+ oksidasyon ( $O_2$ )

d) ONC+ oksidasyon ( $O_2/H_2$ )

## 5. SONUÇLAR

Ferritik ve ostenitik şartlarda plazma nitrokarbürlenen daha sonra post-oksidasyon işlemine tabi tutulan AISI 4140 çeliğinin tribolojik ve korozyon deneyleri sonrası aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- Hem ferritik hemde ostenitik nitrokarbürleme sonrası yüzeyde oluşan beyaz tabaka,  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub> (C,N) ve  $\gamma'$ - Fe<sub>4</sub> (C,N) fazlarını içerirken, post-oksidasyon işlemi sonrası oluşan oksit tabakası ise hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ve magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) fazlarından oluşmaktadır.
- Ferritik ve ostenitik nitrokarbürlenen numunelerin aşınma direncinde artış görülürken, işlem sonrası yapılan post-oksidasyon işleminin aşınma özelliklerini daha da iyileştirdiği görülmüştür.
- Nitrokarbürleme işleminde ostenitik şartlarda daha az aşınma meydana gelirken, işlem sonrası yapılan post-oksidasyonla ferritik şartlarda daha fazla iyileşme olduğu, en düşük aşınma oranının ferritik nitrokarbürleme sonrası hidrojen içeren plazma atmosferinde yapılan post-oksidasyonla elde edildiği tespit edilmiştir.
- İşlemsiz numunelerle karşılaştırıldığında sürtünme katsayısı değerlerinin her işlem sonrası düştüğü ve daha kararlı olduğu görülmüştür.
- En düşük sürtünme katsayısı değeri ostenitik nitrokarbürleme sonrası hidrojen içeren gaz atmosferinde yapılan oksidasyonla elde edildiği ve bu değer yaklaşık 0.25 olduğu görülmüştür.

- Yapılan her bir işlem sonrası korozyon direnci işlemsiz numunelerle karşılaştırıldığında artış göstermiş olup, en iyi korozyon özellikleri ise ferritik nitrokarbürleme sonrası hidrojen içeren plazma atmosferinde yapılan oksidasyonda elde edilmiştir.
- Post-oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin sertlik değerlerinde düşüş görülmüştür.
- Ferritik nitrokarbürlemede ostenitik nitrokarbürleme işlemine göre daha kaba taneli ve gözenekli bir yapı gözlenmiş olup, post-oksidasyon işlemi sonrasında bu gözeneklerin oksit filmiyle kaplandığı ve gözeneklerin küçüldüğü görülmüştür.
- Beyaz tabaka ve difüzyon tabakası kalınlığı, işlem sıcaklığının etkisiyle ostenitik nitrokarbürlemede daha yüksek elde edilmiştir.
- Post-oksidasyon işlemi uygulanmış numunelerdeki aşınma izlerinin genişliğinin nitrokarbürlenmiş numunelere göre daha dar olduğu görülmüştür.

Kısaca ifade etmek gerekirse; tribolojik ve korozyon özelliklerine nitrokarbürleme sonrası yapılan post-oksidasyon işleminin olumlu katkısı görülmektedir. Post-oksidasyon işleminin katkısı ferritik ve ostenitik şartlarda yapılan işlemlerle karşılaştırıldığında ferritik şartlarda yapılan işlemlerde daha fazla katkısının olduğu görülmüştür.

## KAYNAKLAR

- Alsaran, A., Altun, H., Karakan, M. and Çelik, A., 2004. Effect of post-oxidizing on tribological and corrosion behaviour of plasma nitrided AISI 5140 steel. *Surface Coating Technology*, 176, 344-348.
- Atapour, M. and Ashrafizadeh, F., 2008. Tribology and cyclic oxidation behavior of plasma nitrided valve steel. *Surface Coating Technology*, 202, 4922-4929.
- Bell, T., 1997. Gasous and plasma nitrocarburizing. *ASM Handbook*, 4, ASM International, Materials Park, Ohio, pp. 425-436.
- Bell, T., Sun, Y. and Suhadi, A., 2000. Enviromental and technical aspects of plasma nitrocarburising. *Vacuum*, 59, 14-23.
- Borgioli, F., Galvanetto, E., Fossati, A. and Bacci, T., 2002. Glow-discharge nitriding and post-oxidising treatments of AISI H11 steel. *Surface and Coating Technology*, 162, 61-66.
- Bhushan, B. and Gupta, B.K., 1991. *Hanbook of Triboloji*, McGRAW-HILL, ING., USA.
- Cheng, Z., Li, C.X., Dong, H. and Bell, T., 2005. Low temperature plasma nitrocarburising of AISI 316 austenitic stainless steel. *Surface Coating Technology*, 191, 195-200.
- Çelik, A., Alsaran, A. ve Karakan, M., 2002. Plazma ile termokimyasal yüzey İşlemleri. *Mühendis ve Makina*, 43/510, 17-21.
- Davis, J.R., Davis. and Associates., 2002. *Surface Hardening of Steels*. Pages: 1-15.
- Esfahani, A., Sohi, M.H., Rassizadehghani, J. and Mahboubi, F., 2008. Effect of treating atmosphere in plasma post-oxidation of nitrocarburized AISI 5115 steel. *Vacuum*, 82, 346-351.
- Edenhofer, B., 1974a. Physical and metallurgical aspect of ionitriding. *Heat Treatment of Metals*, 2, 23-28.
- Edenhofer, B., 1974b. Physical and metallurgical aspect of ionitriding. *Heat Treatment of Metals*, 2, 59-67.
- Grube, W.L. and Verhoff, S., 1997. Plasma ion carburizing. *ASM Handbook*, 4, ASM International, Materials Park, Ohio, pp.352-562.
- Haruman, E., Bell, T. And Sun, Y., 1992. Compound layer charesteristics resulting from plasma nitrocarburising in atmospheres containing carbon dioxide gas additions. *Surface Engineering*, 7, 45-52.
- Jeon, E.K., Park, I.M., Lee, I., 2007. Plasma post-oxidation of nitrocarburized SUM 24L steel. *Materials Science and Engineering, A* 449-451, 868-871.
- Karakan, M., 2004a. Plazma nitrokarbürülen AISI 4140 ve 1020 çeliklerinin yapısal, mekanik ve tribolojik özelliklerinin araştırılması. *Doktora Tezi*, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Erzurum.
- Karakan, M., Alsaran, A., and Çelik, A., 2004b. Effect of process time on structurel and tribological properties of ferritic plasma nitrocarburized AISI 4140 steel. *Materials and Design*, 25, 349-353.
- Karadeniz, S., 1990. *Plazma Tekniği*. TMMOB, MMO, Yayın no:137, Ankara.
- Karamış, M.B., Nair, F. ve Selçuk, B., 1995. Borlanmış malzemelerin tribolojik özellikleri. 6. Denizli Malzeme Senpozyumu, 13-14 Nisan 1995, syf. 446-454, Denizli.

- Kaestner, P., Olfe, J. and Rie, K.T., 2001. Plasma-assisted boriding of pure titanium and TiA16V4. *Surface Coating Technology*, 142-44, 248-252.
- Lampman, S., 1997. Introduction to surface hardening of steels. *ASM Handbook*, 4, ASM International, Materials Park, Ohio, pp. 259-267.
- Lee, I., 2004. Post-oxidizing treatments of the compound layer on the AISI 4135 steel produced by plasma nitrocarburizing. *Surface Coating Technology*, 188-189, 669-674.
- Lee, I., 2006. Plasma post oxidation of nitrocarburized AISI 4140 steel. *Rare Metals*, 25, 614-714.
- Lee, K.H., Nam, K.S., Shin, P.W., Lee, D.Y. and Song, Y.S., 2003. Effect of post-oxidizing time on corrosion properties of plasma nitrocarburized AISI 1020 steel. *Materials Letters*, 57, 2060-2065.
- Li, G.J., Peng, Q., Wang, J., Li, C., Wang, Y., Gao, J., Chen, S.Y. and Shen, B.L., 2007. Surface microstructure of 316L austenitic stainless steel by the salt bath nitrocarburizing and post-oxidation process known as QPQ. *Surface Coating Technology*.
- Li, S., Manory, R.R. and Hesler, J. H., 1995. Compound layer growth and compound layer porosity of austenite plasma nitrocarburised non-alloyed steel. *Surface Coating Technology*, 71, 112-120.
- Li, S. and Manory, R.R., 1999. Comparison of compound layer nucleation mechanism in plasma nitriding and nitrocarburising: the effect of CH<sub>n</sub> species. *Journal of Materials Science*, 34, 1045-1049.
- Mahboubi, F. and Fattah, M., 2005. Duplex treatment of plasma nitriding and plasma oxidation of plain carbon steel. *Vacuum*, 79, 1-6.
- Marusic, K., Otmacic, H., Landek, D., Cajner, F. and Lisac, E.S., 2006. Modification of carbon steel surface by the Tenifer process of nitrocarburising and post-oxidation. *Surface Coating Technology*, 201, 3415-3421.
- Okado, J., Okada, K., Ishiyama, A., Setsuhara, Y. and Takeneka, K., 2008. Corrosion resistance of plasma-oxidized stainless steel. *Surface Coating Technology*, 202, 5595-5598.
- Ramesh, R. and Gnanamoorthy, R., 2006. Effect of post-oxidation on the fretting wear behaviour of liquid nitrided En 24 steel. *Surface Coating Technology*, 200, 3926-3932.
- Staines, A.M., 1985. Thermochemical treatment in a glow discharge environment. *Surface Engineering*, December, 739-744.
- Steyer, P., Millet, J.P., Mazille, H., Peyre, J.P., Jacquot, P. And Hertz, D., 2003. Influence of post-treatments on corrosion behavior of gas nitrocarburised steels, *Surface Engineering*, 19, 173-178.
- Sun, Y., 2002. Structures and properties of oxide films formed on plasma nitrocarburized steels by post-oxidation treatments. *Heat Treatment of Metals*, 15-19.
- Sun, Y., 2007. Unlubricated sliding frictional behaviour of oxide films on plasma nitrocarburised steel. *tribology International*, 40, 208-215.
- Suzuki, T., Sawado, Y. and Fujii, Y., 2005. Characterization of oxide films generated on stainless steel in water vapor and oxygen plasmas. *Surface Coating Technology*, 200, 284-287.
- Thelning, K.E., 1984. *Bofors El Kitabı Hakan Ofset*, İstanbul.

- Zhao, C., Sun, D. and Hou, J., 2007. Dublex treatments of plasma nitrocarburizing and post-oxidation in an adiabatic plasma furnace., 201, 4984-4986.
- Zlatanovic, M., Popovic, N., Bogdanov, Z. and Zlatanovic, S., 2003a. Pulsed plasma-oxidation of nitrided steel samples. Surface Coating Technology, 174-175, 1220-1224.
- Zlatanovic, M., Popovic, N., Bogdanov, Z. and Zlatanovic, S., 2003b. Plasma post-oxidation of nitrocarburized hot work steel samples. Surface Coatin Technology, 177-178, 277-283.
- Zlatanovic, M., Popovic, N. and Bogdanov, Z., 2004. Formation of magnetite overlayer on nitrocarburized low-alloy steel by plasma postoxidation. Surface Coating Technology, 188-189, 307-313.

## ÖZGEÇMİŞ

1973 yılında Erzurum ili Aşkale ilçesinde doğdu. İlköğrenimini Aşkale’de, orta öğrenimini İstanbul Eyüp İmam Hatip Lisesi’nde, lise öğrenimini ise Erzurum Atatürk Endüstri Meslek Lisesi’nde tamamladı. 1991 yılında Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Makine Eğitimi Bölümü’nde başladığı lisans öğrenimini, 1995 yılında tamamladı. 2004 yılında Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda yüksek lisans öğrenimine başladı.

1998 yılından beri Atatürk Üniversitesi, Aşkale Meslek Yüksek Okulu, Teknik Programlar Bölümü, Doğalgaz Isıtma ve Sıhhi Tesisat Teknolojisi Programı’nda Öğretim Görevlisi olarak görevini sürdürmektedir.