

755625

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

PLAZMA NİTROKARBÜRLLENEN AISI 4140 VE 1020 ÇELİKLERİNİN
YAPISAL, MEKANİK VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN
ARAŞTIRILMASI

Mehmet KARAKAN

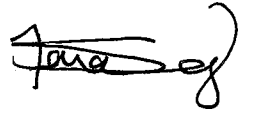
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ERZURUM
2004

Her hakkı saklıdır

Prof. Dr. Ayhan ÇELİK'in danışmanlığında, **Mehmet KARAKAN** tarafından hazırlanan bu çalışma 30.05.2004 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makina Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **Doktora Tezi** olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. Süleyman KARADENİZ

İmza : 

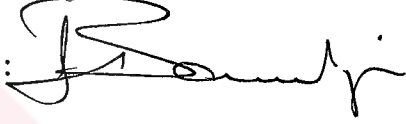
Üye : Prof. Dr. Ayhan ÇELİK

İmza : 

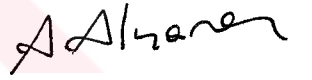
Üye : Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

İmza : 

Üye : Doç. Dr. Recep BONCUKÇUOĞLU

İmza : 

Üye : Yrd. Doç. Dr. Akgün ALSARAN

İmza : 

Yukarıdaki sonucu onaylarım


Prof. Dr. Mehmet ER TUĞRUL
Enstitü Müdürü

ÖZET

Doktora Tezi

PLAZMA NİTROKARBÜRLenen AISI 4140 VE 1020 ÇELİKLERİNİN YAPISAL, MEKANİK VE TRIBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Mehmet KARAKAN

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makina Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ayhan ÇELİK

Nitrokarbürleme, mühendislik malzemelerinin aşınma direnci, yorulma mukavemeti ve korozyon mukavemetini iyileştirmekte kullanılan termokimyasal işlemlerden biridir. Yüzeyde ϵ -Fe₂₋₃(N, C) ve γ -Fe₄(N, C) demir nitrür ve karbürlerinden oluşan bir beyaz tabaka, onun altında alaşım nitrür ve karbürlerinin olduğu difüzyon tabakası meydana gelir. Plazma şartlarında gerçekleştirilen nitrokarbürleme, işlemin çevreyle dost olması, uygun işlem değişkenleri ile tek fazlı ϵ nitrür fazını elde etmenin kolay olması, gaz ve enerji tüketiminin az olması nedeniyle tercih edilmektedir.

Bu çalışmada, AISI 1020 ve 4140 çeliği farklı işlem sürelerinde (1 - 12 saat) ve gaz karışımlarında (N₂, H₂, CO₂), ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme yapılmıştır. Ayrıca, elde edilen sonuçlar, plazma nitrürleme ile karşılaştırılmıştır. İşlem sonrası, XRD, SEM, AFM ve optik mikroskop kullanılarak yapısal özellikler, mikrosertlik ve yorulma cihazları ile mekanik özellikler, pin-on-disk aşınma cihazı ile de tribolojik özellikler araştırılmıştır. Araştırmalar sonunda, nitrokarbürleme işlemi sonrası yüzeyde baskın ϵ fazı içeren 9-20 μ m kalınlıkta beyaz tabaka elde edilirken, bu tabaka kalınlığının sıcaklık ve zamanla arttığı ve gözenekli bir yapıya sahip olduğu gözlenmiştir. İşlem parametrelerine bağlı olarak her iki malzemede de yüzey sertliğinin yaklaşık 2-3 kat arttığı ve sertlik değerinin en yüksek değerini 4 saat işlem süresi içinde alırken, uzun işlem sürelerinde sertlikte düşüş olduğu görülmüştür. En yüksek sertlik, ostenitik işlemde ostenit tabakasında gözlenmiştir. Zamanla birlikte difüzyon ve ostenit tabaka kalınlıkları artmıştır. İşlem şartlarına bağlı olarak yorulma ömründe %28-55 arasında iyileşme meydana geldiği saptanmıştır. Aşınma deneylerinde işlem şartlarına bağlı olarak aşınma mukavemetinde %22-60 oranında artış gözlenirken, en iyi aşınma mukavemeti ostenitik nitrokarbürlemede 4 saat için elde edilmiştir. Ayrıca yüzey pürüzlülüğünün işlem süresi ve sıcaklıkla arttığı saptanmıştır.

2004, 138 sayfa

Anahtar kelimeler: Yüzey işlemleri, plazma, nitrokarbürleme, aşınma, yorulma

ABSTRACT

Ph.D. Thesis

INVESTIGATION OF STRUCTURAL, MECHANICAL AND TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF PLASMA NITROCARBURIZED AISI 4140 AND 1020 STEELS

Mehmet KARAKAN

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

Supervisor: Prof. Dr. Ayhan ÇELİK

Nitrocarburizing is a thermochemical treatments used to improve the wear resistance, fatigue strength and corrosion resistance of engineering materials. A compound layer including iron carbides and nitrides ϵ -Fe_{2.3}(N, C) and γ -Fe₄(N, C) on surface, and a diffusion layer including alloy nitrides and carbides under compound layer occur. Nitrocarburizing under plasma environment is preferred because of the friendship with environment, obtaining easiness of ϵ nitride with single phase by convenient process parameters and low energy consumption.

In this study, ferritic and austenitic nitrocarburizing were carried out at different gas mixtures (N₂, H₂, CO₂), for 1-12 h process times on AISI 4140 and AISI 1020 steels. Furthermore, obtained results were compared to that of plasma nitriding. After treatment, the structural properties by XRD, SEM, AFM and optical microscopy, mechanical properties by microhardness tester and fatigue device and tribological properties by pin-on-disk tribotester were examined. A porous compound layer of 9-20 μ m thickness including dominant ϵ phase on surface was obtained and the thickness of this layer increased with increasing temperature and time. It was seen that the surface hardness increased 2-3 times depending on process parameters both for steels, and the while the highest hardness value was observed for 4 h process time, the hardness decreased for long times. The highest hardness was observed on austenit layer obtained during austenitic treatment. As process time increased, the thickness of diffusion and austenitic layers increased. It was determined that the fatigue life improved between 28 and 55% depending on the process conditions. While the wear strength increased between 22 and 60%, the highest wear strength was obtained at austenitic nitrocarburizing for 4h. Also, the surface roughness increased with increasing process time and temperature.

2004, 138 pages

Keywords: Surface treatment, plasma, nitrocarburizing, wear, fatigue

TEŞEKKÜR

Çalışmanın bütün aşamalarında her türlü desteği sağlayan, öneri ve eleştirileriyle yol gösteren saygıdeğer hocam Sayın Prof. Dr. Ayhan ÇELİK'e teşekkürlerimi sunarım.

Deneysel çalışmaların, analiz ve değerlendirilmelerinde katkı ve yardımları nedeniyle Sayın Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU ve Sayın Arş. Gör. Ferhat BÜLBÜL'e, araştırma sürecindeki katkı ve desteklerinden dolayı Sayın Doç. Dr. Recep BONCUKÇUOĞLU ve Sayın Yrd. Doç. Dr. Akgün ALSARAN'a içtenlikle teşekkür ederim.

Bu çalışmadaki ekonomik destekleri nedeniyle Atatürk Üniversitesi Araştırma Fon Saymanlığı'na, tezin hazırlanmasında emeği geçen arkadaşlara ve çalışmalarım esnasında gösterdikleri sabır ve özveri için aileme teşekkür ederim.

Mehmet KARAKAN

Mayıs 2004

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xiii
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	12
2.1. Yüzey Sertleştirme İşlemleri.....	12
2.2. Difüzyon Metotları.....	14
2.2.1. Karbürleme.....	17
2.2.2. Nitrürleme.....	20
2.2.3. Karbonitrürleme.....	23
2.2.4. Nitrokarbürleme.....	25
2.2.5. Borlama.....	28
2.2.6. Diğer Difüzyon İşlemleri	29
2.3. Seçimli Yüzey Sertleştirme.....	30
2.3.1. Alevle Yüzey Sertleştirme.....	31
2.3.2. İndüksiyonla Yüzey Sertleştirme.....	31
2.3.3. Lazerle Yüzey Sertleştirme.....	32
2.3.4. Elektron Demeti ile Yüzey Sertleştirme.....	33
2.3.5. İyon Aşılama ile Yüzey Sertleştirme	34
2.3.6. Seçimli Karbürleme.....	36
2.3.7. Ark Lambası.....	36
2.4. Plazma Termokimyasal Yüzey İşlemleri.....	37
2.4.1. Plazma Karbürleme.....	41
2.4.2. Plazma Nitrürleme.....	42
2.4.3. Plazma Borlama.....	43
2.4.4. Plazma Nitrokarbürleme.....	44

2.4.4.1. Ferritik Plazma Nitrokarbürleme.....	45
2.4.4.2. Ostenitik Plazma Nitrokarbürleme.....	47
2.4.4.3. Plazma Nitrokarbürleme ve Bilinen Tekniklerin Karşılaştırılması.....	48
2.5. Plazma Nitrokarbürlemenin Oluşum Mekanizması.....	50
2.5.1. Edenhofer Modeli.....	50
2.5.2. Somers Modeli.....	52
2.6. Nitrokarbürlenmiş Malzemelerin Aşınma Direnci.....	56
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	59
3.1. Kullanılan Malzeme.....	59
3.2. Deney Düzenegi.....	59
3.3. Plazma Nitrokarbürleme İşleminin Yapılışı.....	61
3.4. XRD, SEM, AFM ve Optik Mikroskop İncelemeleri	62
3.5. Mikrosertlik Ölçümleri.....	62
3.6. Yorulma Deneyleri.....	63
3.7. Aşınma Deneyleri.....	65
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA.....	68
4.1. Yapısal Analizler	68
4.1.1. XRD Analizleri	68
4.1.2 SEM, AFM ve Optik Mikroskop İncelemeleri	77
4.2.Mekanik Özelliklerin Araştırılması	89
4.2.1. Sertlik Ölçümleri ve Tabaka Kalınlıklarının Tayin Edilmesi	89
4.2.2. Yorulma Dayanımının Belirlenmesi	94
4.3. Tribolojik Araştırmalar	109
4.3.1. Pin-on-disk Aşınma Çalışmaları.....	109
4.3.2. Sürtünme Katsayısı ve Yüzey Pürüzlülüğü Araştırmaları	118
5. SONUÇ.....	126
KAYNAKLAR.....	132
EKLER.....	139
ÖZGEÇMİŞ.....	143

SİMGELER DİZİNİ

γ	Fe ₄ (N, C)
ϵ	Fe ₂₋₃ (N, C)
θ	Kırınım Açısı
R _a	Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü
N	Yorulma çevrim sayısı
σ	Normal gerilme

Kısaltmalar :

cps	Saniyede Alınan X ışını Sayısı
HV	Vickers Sertliği
HK	Knoop Sertliği
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
SEM	Taramalı Elektron Mikroskop
XRD	X-Ray Difraktometre (X ışını kırınım ölçer)
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Çeliklerin yüzey sertleştirilmesinde kullanılan metotlar.....	13
Şekil 2.2. Çeşitli difüzyon işlemleri için kullanılan çelik çeşitleri.....	16
Şekil 2.3. Çeliklerin seçilen difüzyon işlemleri ile elde edilebilir sertlik değişimleri...	16
Şekil 2.4. Alaşım elementlerinin (%0.35 C, %0.30 Si, %0.70 Mn içeren çelik) a) Çeliğin nitrürlendikten sonraki sertliğine etkisi b) Nitrüleme derinliğine etkisi (520°C de 8 saat nitrüleme sonrası)	22
Şekil 2.5. Farklı boşalma tiplerinin voltaj-akım karakteristiği.....	38
Şekil 2.6. Elektriksel boşalma ve katot düşümü.....	40
Şekil 2.7. 550°C’de, 4 saat süre ile plazma nitrürlenmiş AISI 5140 çeliğinin SEM görüntüsü.....	43
Şekil 2.8. 950°C ve 1 saat süre boyunca borlanan malzemede (AISI 4140) borlu tabakanın optik mikroskop görünüşü.....	44
Şekil 2.9. 570°C, %87 N ₂ +%8 H ₂ +%5CO ₂ gaz karışımında 3 saat plazma nitrokarbürleşen Armco demiri üzerinde üretilen beyaz tabakanın optik mikroskop görüntüsü	46
Şekil 2.10. 700°C’de 3 saat plazma nitrokarbürleşen %0.45 C çeliğinin yapısının optik mikroskop görüntüsü.....	48
Şekil 2.11. Plazma nitrokarbürleşme ve gaz nitrokarbürleşme tekniklerinin atık emisyonları.....	49
Şekil 2.12. 570-580°C’de Fe-N-C üçlü faz diyagramı.....	50
Şekil 2.13. Plazma nitrokarbürleşme mekanizması olarak Edenhofer modelinin şematik olarak görünüşü.....	51
Şekil 2.14. Yüzeyde NH ₃ ’ün ayrışması sırasında moleküler azotun oluşumu ve ortaya çıkan atomik azotun ferrit içerisine difüzyonu.....	52
Şekil 2.15. Çift fazlı ϵ/γ beyaz tabakasının büyüme kinetiği için model.....	53
Şekil 2.16. 575°C sıcaklıkta, $a_N=503$ ve $a_C=1.37$ şartlarında 120 ve 240 dakika nitrokarbürleşmiş saf demir yüzey kısmında a) azot ve b) karbon oranlarının derinlikle değişimi.....	55

Şekil 2.17. Nitrokarbürlenmiş bir tabakanın adezif ve abrazif aşınma direncinin yüzeyden itibaren uzaklıkla değişimi.....	57
Şekil 3.1. Plazma nitrokarbürleme deney düzeneği.....	60
Şekil 3.2. Plazma nitrürleme sonrası yapılan sertlik ölçümlerinde oluşan izlerin SEM görüntüsü	63
Şekil 3.3. Yorulma deney numunesi (R.R. Moore yorulma makinesi standardı).....	64
Şekil 3.4. R.R. Moore döner eğilmeli yorulma cihazının şematik gösterimi.....	65
Şekil 3.5. Pin-on-disk aşınma cihazının şematik gösterimi.....	66
Şekil 3.6 Aşınma kesitinin yüzey profili.....	67
Şekil 4.1. %49N ₂ +%49H ₂ +%2CO ₂ gaz karışımında ve 570°C de farklı işlem zamanları için plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin XRD sonuçları.....	69
Şekil 4.2. %49N ₂ +%49H ₂ +%2CO ₂ gaz karışımında ve 570°C de farklı işlem zamanları için plazma nitrokarbürlenen 1020 çeliğinin XRD sonuçları...	69
Şekil 4.3. Farklı işlem zamanları için 640°C ve %49N ₂ +%49H ₂ +%2CO ₂ gaz karışımında nitrokarbürlenmiş AISI 4140 çeliğinin XRD sonuçları.....	71
Şekil 4.4. Farklı işlem zamanları için 640 °C ve %49N ₂ +%49H ₂ +%2CO ₂ gaz karışımında nitrokarbürlenmiş AISI 1020 çeliğinin XRD sonuçları.....	71
Şekil 4.5. AISI 4140 çeliğinin farklı sıcaklıklarda, %49N ₂ +%49H ₂ +%2CO ₂ ve 4 saat nitrokarbürlenmesi sonucu oluşan yapılar	72
Şekil 4.6. AISI 1020 çeliğinin farklı sıcaklıklarda, %49N ₂ +%49H ₂ +%2CO ₂ ve 4 saat nitrokarbürlenmesi sonucu oluşan yapılar.....	73
Şekil 4.7. Farklı gaz karışımları için 570°C’de 4 saat nitrokarbürlenmiş AISI 4140 çeliğinde oluşan yapılar.....	74
Şekil 4.8. Farklı gaz karışımları için 570°C’de 4 saat nitrokarbürlenmiş AISI 1020 çeliğinde oluşan yapılar	74
Şekil 4.9. Farklı gaz karışımları için 570°C’de 4 saat, farklı CO ₂ gaz karışımında nitrokarbürlenmiş a) AISI 4140 ve b) AISI 1020 çeliğinde oluşan yapılar.....	75

Şekil 4.10. 4 saat süre ile 570°C’de nitrokarbürleşmiş ve 500°C’de nitrleşmiş AISI 1020 ve AISI 4140 malzemelerinde oluşan yapılar.....	76
Şekil 4.11. 640°C’de 4 saat süre ile ostenitik plazma nitrokarbürleşme sonrası AISI 1020 çeliğinin farklı soğutma ortamlarında elde edilen XRD grafikleri..	77
Şekil 4.12. 570°C’de 4 saat plazma nitrokarbürleşen AISI 4140 çeliğinin SEM görüntüsü.....	78
Şekil 4.13. 640°C sıcaklıkta 4 saat nitrokarbürleşen AISI 4140 çeliğinin SEM fotoğrafı.....	79
Şekil 4.14. 570°C sıcaklıkta 1 saat ferritik plazma nitrokarbürleşen AISI 1020 çeliğinin optik mikroskop fotoğrafları.....	80
Şekil 4.15. 570°C’de ferritik plazma nitrokarbürleşen ve 500°C de plazma nitrleşen AISI 4140 çeliğinin SEM fotoğrafları.....	81
Şekil 4.16. Farklı karbondioksit oranların için 570°C’de 4 saat ferritik plazma nitrokarbürleşen AISI 4140 çeliğinin optik mikroskop görüntüsü.....	81
Şekil 4.17. Ostenitik plazma nitrokarbürleşen AISI 1020 numunelerin suda (a ve b), havada (c ve d), yağda (e ve f) soğutulması sonucu elde edilen iç yapı SEM görüntüleri.....	82
Şekil 4.18. 570°C’de 4 saat farklı karbondioksit oranları için ferritik plazma nitrokarbürleşen numunelerin SEM görüntüleri.....	84
Şekil 4.19. 570°C’de farklı işlem süresi için ferritik nitrokarbürleşen AISI 4140 numunelerin yüzey SEM görüntüleri.....	85
Şekil 4.20. Farklı sıcaklıklarda 4 saat işlem süresi için ferritik nitrokarbürleşen AISI 4140 numunelerin yüzey SEM görüntüleri.....	86
Şekil 4.21. 570°C’de farklı süreler için ferritik nitrokarbürleşen AISI 4140 numunelerin yüzey AFM görüntüleri	87
Şekil 4.22. Farklı sıcaklıklarda 4 saat işlem süresi için ferritik nitrokarbürleşen AISI 4140 numunelerin yüzey AFM görüntüleri	88
Şekil 4.23. Değişik işlem parametrelerine plazma nitrokarbürleşen ve nitrleşen AISI 4140 da difüzyon tabakası değişimi.....	92
Şekil 4.24. Değişik işlem parametrelerine plazma nitrokarbürleşen ve nitrleşen AISI 1020 da difüzyon tabakası değişimi	92

Şekil 4.25. 640°C ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası farklı ortamlarda soğutulan AISI 1020 numunenin yüzeyden mesafeye göre mikrosertlik dağılımı.....	94
Şekil 4.26. 570°C sıcaklıkta farklı süreler için ferritik plazma nitrokarbürleme işlemlerine tabi tutulmuş AISI 4140 çeliğine ait S-N eğrileri	95
Şekil 4.27. 570°C sıcaklıkta farklı süreler için ferritik plazma nitrokarbürleme işlemlerine tabi tutulmuş AISI 1020 çeliğine ait S-N eğrileri.....	96
Şekil 4.28. Seçilen sıcaklıkta 4 saat plazma nitrürleme ve ferritik plazma nitrokarbürleme işlemlerine tabi tutulmuş ve işlemsiz AISI 4140 çeliğine ait S-N eğrileri.....	97
Şekil 4.29. Seçilen sıcaklıkta 4 saat plazma nitrürleme ve ferritik plazma nitrokarbürleme işlemlerine tabi tutulmuş ve işlemsiz AISI 1020 çeliğine ait S-N eğrileri.....	97
Şekil 4.30. AISI 1020 numunelerin farklı işlem sıcaklıklarında 4 saat işlem süresinde plazma nitrokarbürlenmesi ile elde edilen S-N eğrileri.....	98
Şekil 4.31. 570°C sıcaklıkta 4 saat işlem süresiyle farklı CO ₂ oranlarında ferritik plazma nitrokarbürleme sonucu elde edilen AISI 1020 çeliğine ait S-N eğrileri.....	99
Şekil 4.32. 570°C sıcaklıkta 4 saat süre ile ferritik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 numuneler için yorulma limiti ve yüzey sertliği arasındaki ilişki...	100
Şekil 4.33. 570°C sıcaklıkta 4 saat süre ile ferritik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 numuneler için yorulma limiti ve difüzyon tabakası kalınlığı arasındaki ilişki.....	100
Şekil 4.34 . 12 h nitrürlenmiş AISI 4140 çeliği $\sigma = 870$ MPa, $N = 829.000$	102
Şekil 4.35. 570°C sıcaklıkta 2 saat nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliği $\sigma = 750$ MPa $N = 726.000$	103
Şekil 4.36. 570°C sıcaklıkta 12 saat nitrokarbürlenmiş AISI 4140 çeliği $\sigma = 790$, MPa $N = 844.000$	103
Şekil 4.37. 1 h nitrokarbürlenmiş AISI 1020 çeliği $\sigma = 460$ MPa, $N = 1.537.000$...	105
Şekil 4.38. 12 h nitrokarbürlenmiş AISI 1020 çeliği $\sigma = 460$ MPa, $N = 257.000$	105
Şekil 4.39. 1 h nitrürlenmiş AISI 1020 çeliği $\sigma = 440$ MPa, $N = 942.000$	106

Şekil 4.40. 4 h nitrokarbürleşmiş AISI 1020 çeliğı $\sigma = 520$ MPa, $N = 89.000$	106
Şekil 4.41. 12 h nitrokarbürleşmiş AISI 4140 çeliğı $\sigma = 830$ MPa, $N = 121.000$	107
Şekil 4.42. 4 h nitrokarbürleşmiş AISI 1020 çeliğı $\sigma = 500$ MPa, $N = 2.931.000$...	108
Şekil 4.43. 12 h nitrokarbürleşmiş AISI 4140 çeliğı $\sigma = 910$ MPa, $N = 12.000$	108
Şekil 4.44. 570°C’de plazma nitrokarbürleşen çeliklerin aşınma oranı üzerine işlem süresinin etkisi.....	109
Şekil 4.45. Farklı işlem süreleri için 570°C sıcaklıkta nitrokarbürleşen AISI 4140 numuneler için aşınma yüzey sertliğı ilişkisi.....	110
Şekil 4.46. Farklı sıcaklıklarda 4 saat süre ile plazma nitrokarbürleşen ve nitrüleşen AISI 4140 ve AISI 1020 numunelerde aşınma oranı-ışlem sıcaklık ilişkisi.....	111
Şekil 4.47. 570°C’de 4 saat süre ile değışik gaz karışımlarında plazma nitrokarbürleşen AISI 4140 çeliğinde elde edilen aşınma oranları.....	112
Şekil 4.48. 640°C’de 4 saat süre ile eş zamanlı ostenitik plazma nitrokarbürleşen AISI 1020 numunelerin işlem sonrası farklı ortamlarda soğutulmasının aşınma oranına etkisi.....	113
Şekil 4.49. İşlemsiz AISI 4140 ve AISI 1020 numunelerin aşınma izinin SEM görüntüsü.....	114
Şekil 4.50. İşlemsiz ve 4 saat süreyle plazma nitrokarbürleşme ve plazma nitrüleşme işlemlerine tabi tutulan AISI 4140 numunenin aşınma izi SEM görüntüleri.....	115
Şekil 4.51. İşlemsiz ve 4 saat süreyle plazma nitrokarbürleşme ve plazma nitrüleşme işlemlerine tabi tutulan AISI 1020 numunenin aşınma izi SEM görüntüleri.....	116
Şekil 4.52. Değışik ortamlarda soğutma sonrası aşınma izlerinin SEM görüntüleri.	117
Şekil 4.53. Nitrokarbürleşen AISI 4140 çeliğinin aşınma deneyleri esnasında sürtünme katsayısının zamana göre değışimi.....	119
Şekil 4.54. Nitrokarbürleşen AISI 1020 çeliğinin aşınma deneyleri esnasında sürtünme katsayısının zamana göre değışimi.....	119

Şekil 4.55. Değişik oranlarda azot ve hidrojen içeren atmosferlerde nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin sürtünme katsayısının karışım oranına göre değişimi.....	120
Şekil 4.56. Değişik oranlarda azot ve hidrojen içeren atmosferlerde nitrokarbürlenen AISI 1020 çeliğinin sürtünme katsayısının karışım oranına göre değişimi.....	120
Şekil 4.57. Değişik CO ₂ oranlarında ferritik plazma nitrokarbürleme sonrası sürtünme katsayısının değişimi.....	121
Şekil 4.58. 640°C sıcaklık ve 4 saat işlem süresi için ostenitik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 ve AISI 1020 çeliklerinin sürtünme katsayılarının değişimi.....	122
Şekil 4.59. 4 saat süre ile değişik işlemler sonrası AISI 4140 çeliğinde sürtünme katsayısının değişimi.....	123
Şekil 4.60. 4 saat süre ile değişik işlemler sonrası AISI 1020 çeliğinde sürtünme katsayısının değişimi.....	123
Şekil 4.61. 4 saat ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası farklı soğutma ortamlarının sürtünme katsayısı üzerine etkisi.....	124
Şekil 4.62. 570°C sıcaklıkta değişik zamanlar için ferritik nitrokarbürlenen AISI 4140 ve AISI 1020 numuneler için yüzey pürüzlülük değerleri.....	125

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Difüzyon işlemlerinin genel özellikleri	15
Çizelge 3.1. Deneylerde kullanılan malzemelerin kimyasal kompozisyonu (%)....	59
Çizelge 3.2. Pin-on-disk aşınma deneyi şartları.....	66
Çizelge 4.1. Plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin deneysel sonuçları.....	90
Çizelge 4.2. Plazma nitrokarbürlenen AISI 1020 çeliğinin deneysel sonuçları.....	91
Çizelge 4.3. Plazma nitrokarbürleme sonrası elde edilen deneysel sonuçlar.....	93



1. GİRİŞ

Malzemelerin yüzey sertliği, aşınma direnci, korozyon mukavemeti ve yorulma dayanımını artırmak amacıyla yapılan bir çok yüzey işlem tekniği mevcuttur. Bu amaçla kullanılan yüzey işlemlerini öncelikle, yüzeyde yeni bir tabaka oluşturularak ve tabaka oluşturmaksızın yapılan işlemler olmak üzere iki ana gruba ayırmak mümkündür. Yüzey işlemlerinden yeni bir tabaka ilavesinin olduğu ilk gruba, ince filmler, kaplamalar veya kaynaklı üst tabakalar (dolgu kaynağı) girmektedir. Tabaka oluşturmaksızın yüzey modifikasyonu içeren ikinci grubu ise karbon, azot ve bor gibi sertleştirici elementleri kullanarak, yüzeyin kimyasal bileşiminin değiştirilmesini içeren difüzyon yöntemleri oluşturur. Bir parçanın yüzeyden içeriye doğru etkili bir şekilde sertliğini artırmak için çok sık olarak difüzyon teknikleri tercih edilirken, buna karşılık bir parçanın lokal olarak sadece istenilen kısımlarının sertleştirilmesinde seçimli sertleştirme metotları kullanılmaktadır (Lampman 1997).

Difüzyon yoluyla yüzey sertleştirmede kullanılan en eski metotlar karbürleme ve nitrürlemedir. Gelişen teknoloji ile artan çeşitlilik, talepler ve kullanım yerine göre bu tekniklerde değişme göstermiştir. Karbürleme ve nitrürleme işlemlerinin farklı parametreler dahilinde karışımı olan karbonitrürleme ve nitrokarbürlemenin yanı sıra, üstün özellikleri ve özel kullanım amacına yönelik borlama başta olmak üzere alüminyum, krom, silikon, titanyum ve vanadyum gibi elementlerle kimyasal modifikasyonu içine alan bir çok özel difüzyon metodu vardır. Bunlardan alüminyum, krom ve silikon esaslı işlemler korozyon mukavemeti için kullanılırken, bor ve titanyum işlemleri yüksek sertlik elde etmek için uygulanmaktadır.

Plazma ortamında gerçekleştirilen difüzyonel işlemler; nitrürleme, nitrokarbürleme, karbürleme ve borlamadır. Plazma nitrürleme ve nitrokarbürleme, az alaşımlı çelikler ve takım çeliklere endüstriyel uygulamalarda geniş ve başarılı bir şekilde uygulanmaktadır. Buna karşın bu metotlar yüksek alaşımlı çelikler ve demir dışı metaller üzerine yapılan uygulamalarda daha az ilgi görmektedir. Plazma karbürleme 1980'lerde kapsamlı bir

şekilde araştırılmıştır. Plazma borlama ise son 20 yılda çalışılmıştır. Ancak işlemin anlaşılması henüz başlangıç aşamasındadır. Başta otomotiv ve imalat sektöründe ilginin artacağı görülmektedir (Rie 1999).

Karbürleme işleminin yüksek sıcaklıklarda yapılması, nitrürleme işlemi için alaşımlı çelik şartının olması, yeni tekniklerin ortaya çıkarılmasına neden olmuştur. Bunlardan biri olan nitrokarbürleme işlemi, malzemelerin aşınma direnci, yorulma ve korozyon mukavemetini iyileştirmekte kullanılan en önemli termokimyasal işlemlerden biridir. Bu işlem, oldukça kalın azot difüzyon bölgesi üzerine 10-20 µm kalınlıkta hekzagonal sıkı paket (hcp) karbonitrür (ϵ -Fe₂₋₃(N, C)) fazından oluşan beyaz tabakası üretmek için parça yüzeyine azot ve karbon atomlarının eş zamanlı difüzyonunu içerir. Nitrokarbürleme, katı, sıvı, gaz ve plazma şartlarında gerçekleştirilir (Wahl 1996, Bell 1997). Sıvı ortamda veya diğer bir deyişle tuz banyosu ile nitrokarbürleme işlemi başlangıçta çevre açısından son derece zararlı olan siyanür banyolarında yapılırken, günümüzde siyanit içermeyen tuz banyoları sayesinde bu zarar elimine edilmiştir (Alwart ve Baudis 1998). Uzun zamandır yaygın olarak kullanılan gaz teknikleri ise çevreye daha az zararlı olmasına rağmen, önemli miktarda eksoz gazı ve dumanı üretmektedir. Nitrokarbürleme işlemi esnasında tutuşabilir bir atmosfer kullanıldığından eğer güvenlik önlemleri alınmazsa patlama riski taşımaktadır (Bell vd 2000). Bunların yanında plazma teknikleri ile yüzey işlemi sonrası oluşan tabakaların kontrol imkanı ve zararlı atık içermemesi nedeniyle tam bir çevre dostu işlem olduğu için son yıllarda çalışılmaktadır (Hobeck ve Bell 1991, Husnain 1995).

Nitrokarbürleme ile ilgili yapılan çalışmalar daha çok işlem sonrası özelliklere büyük etkiye sahip olması nedeniyle beyaz tabaka üzerine yoğunlaşmıştır. Beyaz tabaka ϵ -Fe₂₋₃(N, C) ve γ -Fe₄(N, C) karbonitrürler içerir. En dış kısımda ϵ fazı onun altında ise γ fazı yer alır ve yüzeyde kesintisiz bir tabaka şeklindedir. İşlem parametreleri değiştirilerek beyaz tabaka kalınlığı 0-30 µm arasında değiştirilebilir. Genellikle beyaz tabakanın tek fazlı ϵ -Fe₂₋₃(N, C) fazından ibaret olması istenmektedir. Ancak tek fazlı yapının elde edilmesi oldukça zor olup, çalışmalar devam etmektedir. Tek fazlı bir yapının elde edilebilirliği Bell vd. (2000) tarafından, karbon kaynağı olarak organik

buhar kullanılarak sağladıkları rapor edilmiştir. Bu tabakanın kalınlığı işlem zamanıyla orantılı olarak artarken uzun işlem sürelerinde saçılmanın etkisi ile azalmaktadır (Cho vd. 2002, Çelik ve Karadeniz 1996).

Nitrokarbürleme işlemi esnasında elde edilen beyaz tabakanın yapısı yüzeye açılan gözenekler içermektedir. Malzeme içerisine difüze olan azot atomları ve azotça zengin demir nitrürün, daha kararlı fakat az azot içeren demir nitrürlere dönüşmesi esnasında ortaya çıkan azot atomları birleşerek azot moleküllerini oluşturur (Malinova vd. 2001, Li vd. 1995). Azot atomları yüksek enerjili tane sınırlarında birikerek moleküler azotu oluştururlar. Böylece yapıda meydana gelen bozulmalar neticesi gözenekler oluşmaktadır. Gözenekli yapı beyaz tabakanın yüzeye yakın kısmında meydana gelmekte olup yüzeye açılırlar (Li ve Manory 1996).

Nitrokarbürlemede kullanılan gazlar azot-hidrojen-metan veya azot-hidrojen-karbondioksit'tir. İlk yapılan plazma ile nitrokarbürleme işleminde, işlem gazı olarak CH_4 kullanılmıştır. Fakat çok küçük miktarda CH_4 kullanımında bile kırılğan sementit ve ϵ nitrokarbürün olduğu görülmüş ve daha sonraki araştırmalarda ortama CO_2 gazı verilerek bu sorun giderilmiştir. Bu işlemin amacı, düşük karbonlu ve düşük alaşımlı çeliklerin yüzeyinde ϵ -nitrokarbür 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. İşlem değişkenleri ile ilişkili olarak yorulma mukavemeti ve belirli hallerde korozyon direnci artırılır (Bell 1997, Bell vd. 2000).

Plazma nitrokarbürleme işlemleri, silah endüstrisi, tekstil makinaları dişlileri, krank şaftları gibi birçok makine parçasında aşınmayı azaltmada kullanılır. Çelikler, dökme demirler, sinterlenerek üretilen mühendislik alaşımları başta olmak üzere geniş bir kullanım alanına sahiptir (Bell 1997).

Plazma nitrokarbürleme işlemi, işlem sıcaklığına göre ferritik ve ostenitik olmak üzere ikiye ayrılır. Fe-N denge diyagramında ötektoid noktasının (592°C) altında yapılan işlemlere ferritik nitrokarbürleme, bu sıcaklığın üzerinde yapılan nitrokarbürleme işlemlerine ostenitik nitrokarbürleme adı verilir. Ferritik plazma nitrokarbürleme özellikle nitrür yapıcı elementleri yapısında bulunduran az alaşımlı çeliklerde, yüksek sertlik ve üstün tribolojik özellik aranan uygulamalarda iyi sonuç vermektedir. Buna karşılık daha kalın beyaz tabaka oluşturabilmek ve sade karbonlu çeliklerde azot difüzyon bölgesinin sertleşebilirliği artırarak yük taşıma kapasitesini iyileştirmek için ostenitik nitrokarbürleme yapılır. Böylelikle, beyaz tabakanın altında oluşan ve su verme ve/veya sıvı azotta yapılan sıfır altı işlemle martenzit ve beynite dönüşebilen ostenit tabakasının oluşması sağlanır.

Plazma nitrokarbürleme esnasında oluşan beyaz tabakanın oluşum mekanizması ile ilgili henüz yeterince çalışma yapılmadığından dolayı, mekanizmanın daha çok plazma nitrürleme işlemiyle benzeşimi araştırılmaktadır. Plazma nitrürlemede en iyi bilinen mekanizmaya göre; başlangıçta saçınan Fe atomlarıyla plazma atmosferinden gelen N birleşerek FeN nitrür oluşturur. Ancak bu faz termal olarak kararlı olmadığından;



şeklinde bir reaksiyonla daha kararlı ve düşük azot içerikli nitrürlere parçalanır. Her bir adımda açığa çıkan N atomu daha az azot içeren iç kısma doğru difüze olur. Malzeme yüzeyine bu şekilde difüze olan azot atomları da gerekli tabakaları oluşturur. Li ve Manory (1999) bu mekanizmanın nitrokarbürleme işleminde de kullanılabileceğini önermişlerdir. Aynı yazarlar başka bir çalışmalarında da (Li ve Manory 1996), plazma nitrokarbürlenen düşük karbonlu çeliğin yüzey morfolojisi ve beyaz tabaka gözeneklerini araştırırken, aynı sonucu teyit etmişlerdir. Bu çalışmada, hidrojenin yüzey perlitlerinden karbürleri taşımada ve yüzey şartlarında önemli etkiye sahip olduğunu, akım yoğunluğunun yüzey morfolojisi için fark edilir bir tesiri olduğunu tespit etmişlerdir.

Somers (2000), bu amaçla yaptığı çalışmasında, gaz nitrürleme ve nitrokarbürleme durumlarında oluşan beyaz tabakanın termodinamik, kinetik ve mikroyapısal gelişimini ele almıştır. Beyaz tabakanın büyümesinin sementitin (Fe_3C) çekirdeklenmesiyle başladığını iddia etmiştir. Artan zamanla sementit hem karbon hem de azot için yüksek çözünürlük oranına sahip olan $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$ 'e dönüşmesini desteklendiğini söylemiştir. Çok düşük karbon çözünürlüklü γ' fazının ana malzemeye yakın olarak geliştiğini, en hızlı büyümenin ise tabakanın tamamının ϵ -karbonitrit fazından ibaret olduğunda meydana geldiğini belirtmiştir. Fe_3C ve γ' alt tabakasının olmasının beyaz tabakanın büyümesini yavaşlatıcı etkiye sahip olduğunu iddia etmiştir. Benzer sonuçlarla bu fikirleri destekleyen çalışmalarında, Du vd. (2000), gaz nitrokarbürleme esnasında oluşan beyaz tabakanın mikroyapı ve kompozisyon değişimini incelemişlerdir. Nitrokarbürleme işleminin ana elemanları olan C ve N elementlerinin işlem esnasında kullanılan çok değişik kompozisyonlardaki NH_3 , N_2 , CO_2 ve CO gaz karışımını içeren atmosferde numune yüzeyinden itibaren ne kadar derinliğe ve hangi oranlarda difüze olduğunu araştırmışlardır. Beyaz tabakanın büyüme kinetiğini, XRD ve elektron prob mikroanaliz cihazları kullanarak araştırmışlardır. Sonuçta gaz nitrokarbürlemenin başlangıç anlarında, yüzeyde hızlı C ve yavaş N emilmesi (absorpsiyon) olduğunu tespit etmişlerdir. Karbür reaksiyonlarının nitrür reaksiyonlarından daha hızlı meydana geldiğini, işlemin başlangıç safhasında sementit çekirdeklenmesiyle beyaz tabakanın oluşmaya başladığını, bu yapının işlemin ilerleyen safhalarında tabaka büyümesini yavaşlatıcı etkiye sahip olduğunu vurgulamışlardır.

Nitrokarbürleme işleminin en çok ön plana çıktığı alan malzemelerin aşınma özelliklerinin iyileştirilmesidir. İşlemin aşınma özelliklerini ne şekilde etkilediğini araştıran bir çok çalışma yapılmıştır. Yapılan çalışmalarda nitrokarbürlemede aşınma mekanizmasının başlangıçta adezif olmasına rağmen sert ve kırılgan beyaz tabakanın parçalanmasıyla abrazif aşınmanın en önemli aşınma mekanizması olduğu vurgulanmıştır. Özellikle yüzeyde oluşacak tek fazlı yada baskın $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$ beyaz tabakasının aşınma mukavemetini iyileştirdiği rapor edilmiştir. Chang ve Chen (2003), plazma nitrokarbürledikleri AISI 316L paslanmaz çeliğinin aşınma mukavemetini ring-on-disc aşınma makinasında araştırmışlardır. En iyi aşınma mukavemetini, $\text{N}_2/\text{H}_2=4/1$

ve %2 CH₄ gaz karışımı atmosferinde 570°C'de 5 saat nitrokarbürlemede elde etmişlerdir. Adezif aşınma mukavemetinin önemli bir şekilde iyileştiğini saptamışlardır. Chiu vd. (2002), nitrokarbürlenen JIS SKD61 takım çeliğinin aşınma mukavemetini block-on-roller aşınma makinasında araştırmışlardır. Nitrokarbürleme işlemi sonrası her şart için aşınma mukavemetinde iyileşme tespit ederken, yüzey pürüzlülüğü ve sürtünme katsayısının işlemle yükseldiğini tespit etmişlerdir. Aşınmaların abrazif aşınma sonucu olduğunu vurgulamışlardır. Al-Rubaie vd. (2000), hidrolik silindirler için nitrokarbürlenen çeliklerin iki boyutlu aşınmasını, beş değişik çelik malzemeyi tuz banyosu, gaz ve plazma ortamlarında nitrokarbürleyerek araştırmışlardır. Pin-on-disk makinasında yaptıkları aşınma testlerinde işlemlerin tamamında mukavemette iyileşme olduğunu, beyaz tabaka kalınlığı ve sertliğindeki artışa paralel olarak abrazif aşınma mukavemetinin arttığını saptamışlardır. En yüksek iyileşmenin yüksek alaşımlı çelik numunelerin tuz banyosu ve gaz nitrokarbürlenmelerinde, en düşük iyileşmenin de alaşımsız çelik numunelerin plazma nitrokarbürlenmesinde olduğunu iddia etmişlerdir. Krishnaraj vd. (1998), tuz banyosunda nitrokarbürlenen H11 çeliğinin aşınma mukavemeti için beyaz tabaka kalınlığının etkisini pin-on-disk aşınma makinasında araştırmışlardır. Beyaz tabaka kalınlığındaki artışla aşınma mukavemetinin arttığını, aşınma mukavemeti açısından ideal işlem sıcaklığının 650°C olduğunu saptamışlardır. Kim ve Kweon (1994) ise termokimyasal işlemlerle sade karbonlu çeliğin üç boyutlu abrazif aşınmasını iyileştirmek için gaz ortamında karbürleme, karbonitrürleme, nitrokarbürleme, iyon nitrokarbürleme ve iyon nitrürleme çalışmasında en iyi aşınma mukavemetinin gaz karbürleme ve iyon nitrokarbürleme işlemlerinde elde edildiği sonucuna ulaşmışlardır.

Nitrokarbürleme işlemi esnasında oluşan beyaz tabakanın gözenekli olması korozyon direncinin yeterince iyileştirilememesine neden olmaktadır. Bu özelliği geliştirebilmek için işlem sonrası oksidasyon yapılmaktadır. Oksit filminin yapısı, büyüme kinetiği ve malzeme özelliklerine etkileri ile ilgili çalışmaların son yıllarda yoğunlaştığı görülmektedir. 400-500°C sıcaklıkta yapılan oksidasyon işlemi sonrası yüzeyde γ' ve ϵ fazlarından ibaret olan beyaz tabaka üzerinde magnetit (Fe₃O₄) ve hematit (Fe₂O₃) fazlarından ibaret oksit üst tabakası oluşur. Bu tabaka, işlem parametrelerine bağlı olarak değişir (Lee vd. 2003, Sun 2002). Lee vd. (2003), plazma nitrokarbürlenen AISI

1020 çeliğinin korozyon özellikleri üzerine işlem sonrası oksidasyon işlem süresinin etkisini incelemiş ve oksit tabakasının 30 dakikaya kadar kalınlaştığı ve daha uzun işlem sürelerinde plazma bombardımanının etkisiyle hızla incelendiğini bulmuşlardır. Yazarlar kısa işlem sürelerinde elde edilen oksit filminin korozyon direncini iyileştirici etkisine karşın, artan oksitleme sürelerinde, saçılmanın da etkisi ile filmin parçalanması sonucu korozyon direncinin olumsuz etkilendiğine dikkat çekmişlerdir. Hoppe (1998), demir esaslı malzemeler ve özellikle de alaşımsız çeliklerde bu yöntemin korozyon mukavemetinde önemli iyileşme sağladığını, oksit tabakasının büyüme kinetiğinin parabolik ve oksidasyon sıcaklığına bağlı olduğunu bulmuştur.

Post-oksidasyon işlemiyle plazma nitrokarbürlenmiş çelikler üzerinde oluşturulan oksit filminin yapı ve özelliklerini araştırdığı çalışmasında Sun (2002), oksit filminin yapı ve morfolojisinin oksidasyon sıcaklığı ve taban malzemesine bağlı olduğunu ve iyi özellikteki bir filmin yalnızca belirli malzemeler üzerinde ve kritik sıcaklıkta elde edilebileceğini saptamıştır. Ayrıca beyaz tabaka üzerinde oluşturulan bu oksit filminin, korozyon özellikleri ve sürtünme karakteristiklerini iyileştirdiğini ileri sürmüştür. Steyer vd. (2003) ise, gaz nitrokarbürlenen çeliklerin korozyon dirençlerinin işlemle iyileştiğini, işlem sonrası uygulanan oksidasyon prosesinin ise bu direnci daha da ileri götürdüğünü saptamıştır. Zlatanovic vd. (2003) de plazma ortamında nitrüleme ve nitrokarbürleme işlemlerine tabi tuttıkları sade karbonlu DIN C15 çeliğine işlem sonrası oksidasyon işlemi uygulayarak bu işlemin beyaz tabaka yapısında değişime sebep olduğunu tespit etmişlerdir.

İşlem sonrası oksidasyon ve daha sonra parlatma ve tekrar oksidasyon işlemi gibi kompleks işlemlerin etkilerini araştırdıkları çalışmalarında Qiang vd. (2000a), 52100 çeliğinin kayma aşınması mukavemetini incelemişlerdir. Ayrıca nitrokarbürleme + oksidasyon + parlatma + oksidasyon işleminin sürtünme katsayısını sadece nitrokarbürlenmiş numunelerle karşılaştırıldığında artırıcı bir etki yaparken, aşınma mukavemetini daha fazla iyileştirdiğini saptamışlardır. Yine aynı yazarlar (Qiang vd. 2000b), nitrokarbürleme sonrası temperleme, havada soğutma, oksidasyon, oksidasyon + parlatma + oksidasyon durumlarının herbirinin malzemenin (AISI 1045 çeliği)

mikroyapısı ve tribolojisine etkisini araştırmışlardır. Burada, üretilen beyaz tabakaların sürtünmeyi azalttığı ve aşınma mukavemetini iyileştirdiği, işlem sonrası oksidasyonun da sürtünme ve aşınma mukavemetinde bir miktar iyileşme sağladığını bulmuşlardır. Oksidasyon sonrası parlatma ve bunu takiben tekrar oksidasyonun sürtünme katsayısını bir miktar artırırken aşınma mukavemetinde iyileşme sağladığını iddia etmişlerdir.

Nitrokarbürlemenin iyileştirdiği bir diğer malzeme özelliği yorulma dayanımıdır. Yorulma dayanımı, daha yüksek tabaka sertliği ve bası artık gerilmelerinin toplam etkisi ile iyileşir. Bu ise, nitrokarbürleme sonrası oluşan alaşım nitrür ve karbürlerinin yer aldığı difüzyon bölgesinde gerçekleşir. Nitrürleme ve nitrokarbürlemenin yorulma dayanımına etkisinin araştırıldığı çalışmalarda, difüzyon tabakası kalınlığının artmasının, yorulma dayanımının artmasında önemli etkiye sahip olduğu görülmüştür (Pellizzari vd. 2003, Alsaran vd. 2002a, Genel vd. 2000). Yine bu çalışmalar beyaz tabaka kalınlığının yorulma üzerine önemli bir etkisinin olmadığını göstermiştir (Ashrafizadeh 2003, Alsaran vd. 2002a, Li vd. 2000). Ancak Pellizzari vd. (2003) gözenekli ve kalın beyaz tabakanın yorulma çatlak çekirdeklenmesinin kolaylaştırdığını iddia etmişlerdir (Pellizzari vd. 2003). Plazma nitrürleme ve nitrokarbürleme işlemlerinde, çatlak daima yüzey altında inklüzyonlarda başlar. Çoğu araştırmacı yüzey altında çatlak başlamasının metalik olmayan inklüzyonlardan kaynaklandığını söylemişlerdir (Alsaran vd. 2002a, Costa vd. 2001, Genel vd. 2000, Çelik ve Karadeniz 1995). Balık gözünün merkezi (çatlağın başlangıcı) metal olmayan inklüzyondur. Pellizzari vd. (2003), 41CrAlMo7 çeliğini gaz ve plazma ortamında nitrürleme ve nitrokarbürleme yaparak, işlemin termal yorulma direncini araştırmışlardır. Kalın ve gözenekli beyaz tabanın kolay çatlak çekirdeklenmesine olanak vereceğini vurgulayarak, nitrürleme ve nitrokarbürlemenin termal yorulmalara karşı yorulma mukavemetinde iyileşme sağladığı sonucuna varmışlardır. Meng ve Liu (1988), AISI 1020 malzemenin yorulma davranışı üzerine nitrokarbürlemenin etkisini araştırmışlardır. Nitrokarbürlemenin yalnızca çatlak başlama zamanını geciktirmediğini, aynı zamanda ilerlemesini de yavaşlattığını söylemişlerdir. Sachs ve Clayton (1979), gaz ortamında 570°C sıcaklıkta En32 malzemesini nitrürleme ve nitrokarbürleme işlemlerine tabi tutarak, işlem sonrası özelliklere etkilerini karşılaştırmışlardır. Bu

çalışmada yorulma ömrüne difüzyon tabakasının önemli etkiye sahip olduğu, buna karşın beyaz tabakanın etkisinin çok az olduğunu tespit etmişlerdir. Bell ve Lee (1975), 570°C sıcaklıkta gaz atmosferinde En32 çeliğini nitrokarbürleyerek aşınma ve yorulma davranışını araştırmışlardır. Difüzyon tabakasının yorulma limitine etkisini vurguladıkları çalışmalarında, işlemsiz numuneye göre yorulma limitinde %143 iyileşme sağladıklarını belirtmişlerdir.

Önce ferritik şartlarda belirli sıcaklıkta, daha sonra ise ostenitik şartlarda bir süre bekletme yada bu işlemin tersi durumlarda yapılmış, aşamalı olarak yapılan işlemlerin yapıya ne gibi etki yapacağına yönelik çalışmalar da mevcuttur. Qiang vd. (1998), iki aşamada tuz banyosunda nitrokarbürledikleri 1045 çeliğinin yapısı ve aşınma mukavemetini konu alan çalışmalarında karşılaştırma yapmak için ferritik nitrokarbürleme de yapmışlardır. Ferritik nitrokarbürlemede mikroyapı ağırlıklı olarak ϵ bileşenleri ve küçük miktarlarda Fe_4N ve Fe_{2-3}N fazlarından ibaret iken diğerinde ϵ bileşenleri ve yüksek ostenit yüzdeli azot/karbon martenzitinden oluşan iki tabakanın açık bir şekilde görülebilir olduğunu söylemişlerdir. Ayrıca, ferritik yöntemdekinden daha kalın beyaz tabaka elde ettiklerini ve hem yağlı hem de yağsız durumlar için kayma aşınması mukavemetinin iki aşamalı yöntemde daha iyi olduğu sonucuna varmışlardır. Krishnaraj vd. (1997a) ferritik nitrokarbürleme işlemindeki dezavantaj olarak görülen ince ϵ içerikli beyaz tabakanın kalınlığını artırarak daha iyi aşınma mukavemeti elde etmeyi hedeflemişlerdir. Bu amaçla orta karbonlu çeliği tuz banyosunda ferritik şartlarda, ostenitik şartlarda ve her iki durumda farklı sıcaklıklarda farklı süreler bekleterek kademeli işlemlerin aşınma mukavemetine katkı sağladığı sonucuna varmışlardır. Ostenitik şartlarda beyaz tabaka kalınlığı artarken, kademeli durumda daha da fazlaştığını saptamışlardır. Yine ostenitik işlemlerde beyaz tabaka daha çok tek fazlı ϵ 'dan ibaret iken, ferritik şartlarda yapıya γ' nitrokarbürünün de girdiğini gözlemlemişlerdir.

Plazma nitrokarbürlemenin artan ilgi gördüğü en önemli alanlardan biri de toz metalürjisidir. Bu alanda yapılmış bir çok çalışma, konunun önemini ortaya koymaktadır. Borgioli vd. (2002), sinterlenen paslanmaz çeliğin, elektriksel boşalma

işleminin karakteristikleri üzerine işlem atmosferinin etkisini konu alan çalışmalarında, sinterlenen AISI 316L ostenitik ve AISI 410 martenzitik çeliklerinin her ikisi üzerinde de hem nitrüleme hem de nitrokarbürleme yapmışlardır. İşlem sonrası oluşan beyaz tabaka ve difüzyon tabakalarının etkisiyle sert bir yüzey tabakası elde etmişlerdir. Nitrüleme atmosferi kullandıklarında γ' -Fe₄N, ϵ -Fe₂₋₃N ve CrN elde ederken, nitrokarbürleme atmosferi kullandıklarında ϵ -Fe₂₋₃(N, C)'nin artışına karşın özellikle AISI 410 numunelerde γ' fazının düşüşünü gözlemlemişlerdir. Molinari vd. (2001), sinterlenen Fe-Cr-Mo ve Fe-Cr-Mo-C alaşımlarının aşınma mukavemeti, mikrosertliği ve mikroyapısı üzerine plazma nitrüleme ve nitrokarbürlemenin etkisini araştırmışlardır. Bu çalışmalarında, nitrokarbürleme işleminin karbonlu malzemede herhangi bir iyileşmeye neden olmazken, karbonsuz malzemenin nitrülemeye göre aşınma ve sertlik profilinde iyileşme sağladığını bulmuşlardır. Nitrokarbürlenen karbonsuz malzemenin aşınma mukavemetinin, nitrürlenmiş karbonlu malzemenin aşınma mukavemeti ile aynı olduğunu, nitrokarbürleme işleminde difüzyon tabakasında karbonitritlerin tane sınırlarında çökelme eğiliminde olduğunu ifade etmişlerdir. Maliska vd. (2001), ise sinterlenen alaşımsız demirin üzerine plazma nitrokarbürlemenin yüzey gözenekliliğine etkisini araştırmışlardır. Burada, 540°C'de yapılan nitrokarbürleme işleminde elde edilen beyaz tabakanın ϵ , γ' ve Fe₃C içerdiğini, buna karşın 600°C'de yapılan işlemde sadece ϵ -Fe₂₋₃(N, C) den ibaret olduğunu bulmuşlardır. Beyaz tabaka gözenekliliğinin tabaka kalınlığındaki artışla düştüğünü, bununla beyaz tabakanın oluşumuyla ilgili olduğu saptamışlardır.

Literatür özetinden görüldüğü gibi, plazma nitrokarbürleme ile ilgili bir çok çalışma yapılmış olmasına rağmen, işlem sonrası oluşan yapılar, malzemeye kazandırılan mekanik ve tribolojik özellikler tam olarak aydınlatılmış değildir. Bu alandaki eksikliği gidermek amacıyla az alaşımlı AISI 4140 ve alaşımsız AISI 1020 çeliğini ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme yaparak, işlem sonrası malzemede meydana gelen yapısal, mekanik ve tribolojik değişimler araştırıldı.

Bu çalışmada, az alaşımlı AISI 4140 ve alaşımsız AISI 1020 çeliği farklı işlem sürelerinde (1 - 12 saat) ve gaz karışımlarında (N₂, H₂, CO₂), ferritik işlem sıcaklığı

(570°C), ostenitik işlem sıcaklığı (640°C) ve düşük işlem sıcaklıklarında (500°C) plazma ile nitrokarbürleme yapılmıştır. Ayrıca işlem sonrası özellik ve yapıların karşılaştırılmasını yapmak için, aynı malzemeler seçilen işlem parametrelerinde plazma (iyon) nitrürleme işlemine tabi tutulmuştur. İşlem sonrası numunelerin yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri araştırılmıştır. Yapısal özelliklerin araştırılmasında XRD, SEM, AFM ve optik mikroskop kullanılırken, mekanik özellikler mikrosertlik ve yorulma cihazları ile, tribolojik özellikler ise pin-on-disk aşınma cihazı ve yüzey profilometre kullanılarak tespit edilmiştir.



2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Yüzey Sertleştirme İşlemleri

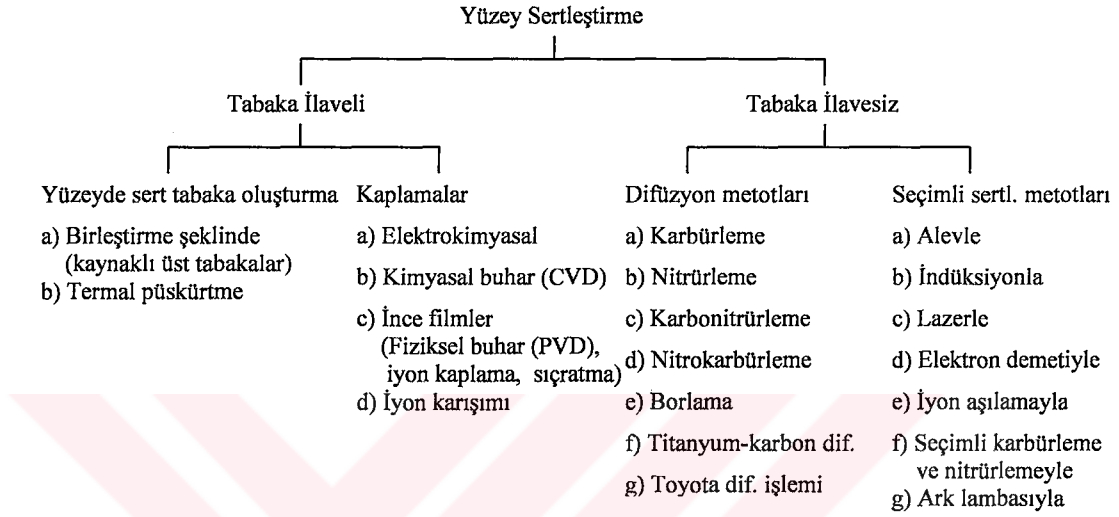
Yüzey sertleştirme işlemleri, ana malzemenin sertliğini değiştirmeksizin parçaların yüzeyden içeriye doğru sertleştirilerek aşınma dirençlerini artırmada kullanılırlar. Kam mili ve dişli çarklarda olduğu gibi sert yüzey ve çarpmaya karşı mukavemetin istendiği durumlarda faydalıdır. Bu tür makine parçalarında 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 iki farklı yaklaşım vardır (şekil 2.1):

- a) Yeni bir tabaka ilavesi veya inşasını içeren metotlar
- b) Parça boyutunda herhangi bir değişiklik veya tabaka ilavesi olmaksızın malzemelerin yüzey ve yüzey altı modifikasyonunu içeren metotlar

Yüzey sertleştirme işlemlerinden tabaka ilavesinin olduğu ilk gruba, ince filmler, kaplamalar veya kaynaklı üst tabakalar girmektedir. Bu yöntemler, iş parçasının tüm yüzeyinin sertleştirilmesine ihtiyaç duyulduğu durumlarda genellikle daha az maliyetle ürün kalitesini artırmayı amaçlamaktadır. Filmler, kaplamalar ve üst tabakaların yorulma performansı, ana malzeme ile ilave edilen tabaka arasında yapışma mukavemetine bağlı olabilir. Dolgu kaynaklı üst tabakaların üstün adezyon kuvvetlerine rağmen, kalın tabaka sertleştirme uygulamalarında, genellikle alevle veya indüksiyonla sertleştirilmiş çelikler kullanılır. Bununla birlikte kaplamalar veya üst tabakalar bazı uygulamalar için oldukça etkili olabilir. Örneğin, TiN ve Al₂O₃ kaplamalar sadece

sertliklerinden dolayı değil aynı zamanda takımlarda talaşlara ve bazı aşınmalara karşı kimyasal olarak ilgiyi de azaltır. Üst tabakalar, büyük alanların seçimli yüzey sertleştirilmesi gerektiği zaman uygun bir işlem olabilir.



Şekil 2.1. Çeliklerin yüzey sertleştirilmesinde kullanılan metotlar (Lampman 1997)

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 yüzeylerin 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.

Bu çalışmada ele alınan konu, tabaka ilavesiz yüzey sertleştirme yöntemlerinden difüzyon metotlarına girmesi nedeniyle bu gruba giren metotlar aşağıda ayrıntılı olarak ele alınmıştır.

2.2. Difüzyon Metotları

Difüzyonla yüzey sertleştirme, bir yüzeyin kimyasal modifikasyonunu içerir. Kullanılan temel işlem termokimyasaldır. Çünkü ısıtma ile bir parçanın yüzey ve yüzey altı bölgesine sertleştirme elementlerinin (N_2 , C, B, vs.) difüzyonunu artırmak için gereklidir. Difüzyon derinliği zaman ve sıcaklığa bağlıdır. Yani;

$$\text{Difüzyon derinliği} \cong K \cdot \sqrt{\text{zaman}} \dots\dots\dots(1)$$

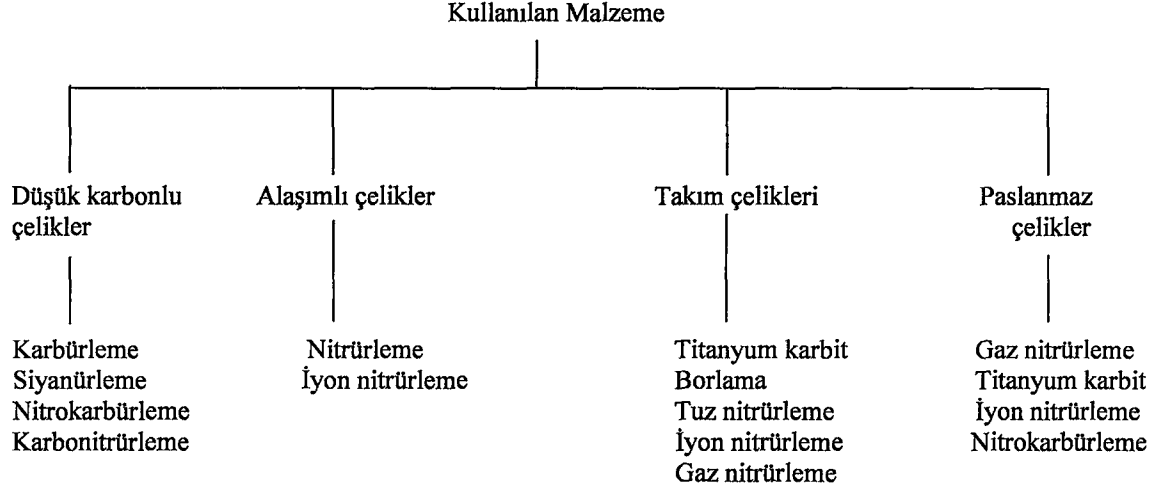
burada K difüzyon sabitidir. Bu değer, sıcaklığa, çeliklerin kimyasal kompozisyonuna ve verilen sertleştirme elementinin konsantrasyon yoğunluğuna bağlıdır. Difüzyon katsayısı, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak etkili bir şekilde artmaktadır. Konsantrasyon yoğunluğu ise yüzey kinetikleri ve uygulanan işlemin reaksiyon kinetiğine bağlılık gösterir.

Difüzyon sertleştirme metotları, sertleştirme elementlerinin (karbon, azot, bor gibi) parça yüzeyine taşınması ve kullanımı için seçilen tekniğe göre bir çok değişim içerir. Uygulanan işlem metotları, sıvı, gaz veya iyon gibi formlarda sertleştirme ortamlarının kullanımını kapsar. Bu işlem çeşitliliği doğal olarak tabaka derinliği ve sertlikte farklılıklar meydana getirecektir (çizelge 1). Metal içerisine yer alan elementlerinin göçüyle oluşan difüzyon işleminde difüzyon oranı, yüzeydeki göç edecek türlerin atomik yoğunluğundan ve sıcaklıktan etkilenir. Difüzyon oranı üzerine etki olarak, sıcaklık, yüzey reaksiyonları ve yüzeyde bulunan elementlerin önemi, seçilen işleme göre değişir.

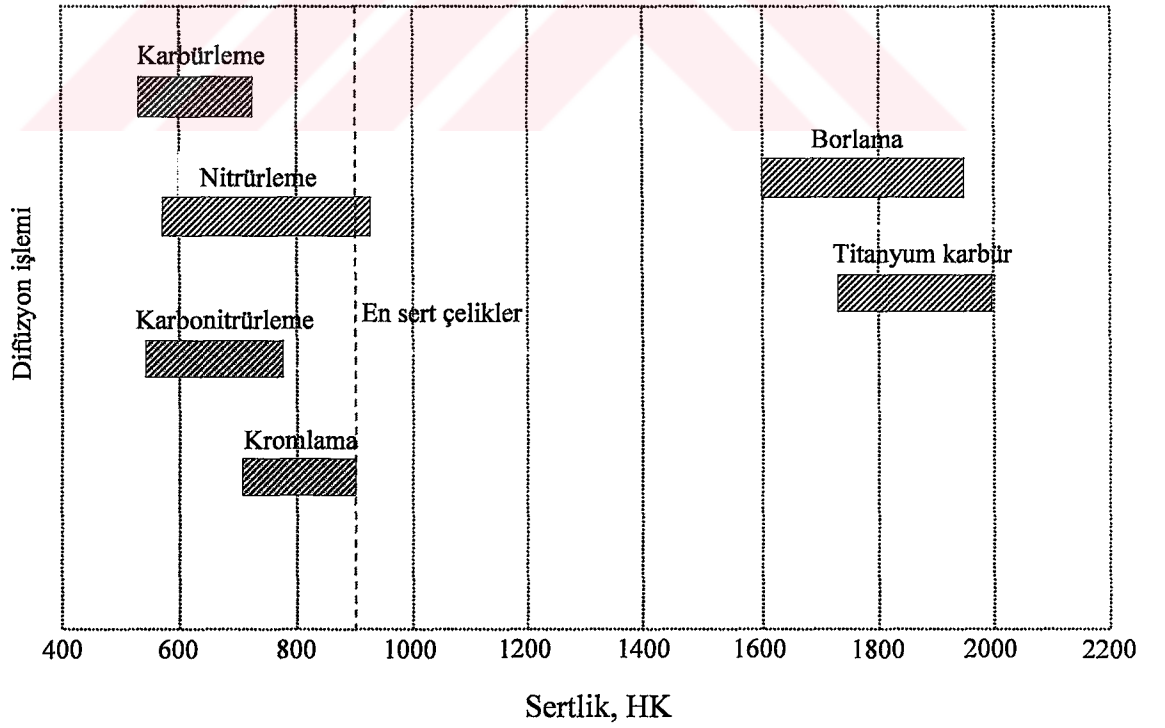
Difüzyon metotlarının seçimindeki faktörlerden en önemlileri çeliğin tipi (şekil 2.2), istenilen sertlik (şekil 2.3) ve tabaka derinliğidir.

Çizelge 2.1. Difüzyon işlemlerinin genel özellikleri (Lampman 1997)

İşlem	Tabaka yapısı	İşlem sıcaklığı (°C)	Tabaka derinliği (µm)	Tabaka sertliği (HRC)	Kullanılan metaller	İşlem özellikleri
Karbürleme						
Paket	Difüze olmuş C	815-1090	125-1500	50-63	Düşük karbonlu çelikler, düşük karbonlu alaşımlı çelikler	Düşük ekipman maliyeti, tam olarak tabaka derinliği zorluğu
Gaz	Difüze olmuş C	815-980	75-1500	50-63	Düşük karbonlu çelikler, düşük karbonlu alaşımlı çelikler	Tabaka derinliğinin iyi kontrolü, sürekli işletim için uygunluk, iyi gaz kontrolü gerektirir, tehlikeli olabilir
Sıvı	Difüze olmuş C ve N ₂	815-980	50-1500	50-65	Düşük karbonlu çelikler, düşük karbonlu alaşımlı çelikler	Paket ve gaz tekniklerinden daha hızlı, tuz kullanma problemleri görülebilir, tuz banyosu sık sık bakım gerektirir
Vakum	Difüze olmuş C	815-1090	75-1500	50-63	Düşük karbonlu çelikler, düşük karbonlu alaşımlı çelikler	Mükemmel işlem kontrolü, parlak parçalar, gaz tekniğinden daha hızlı, yüksek ekipman maliyeti
Nitrürleme						
Gaz	Difüze olmuş N ₂ , N ₂ bileşenl.	480-590	125-750	50-70	Alaşımlı çelikler, nitrürasyon çelikleri, paslanmaz çelikler	Nitrürlenmiş çeliklerden en sert tabaka, su verme gerekmez, düşük distorsiyon, işlem yavaşdır, genellikle toplu yapılan
Tuz	Difüze olmuş N ₂ , N ₂ bileşenl.	510-565	2.5-750	50-70	Dökme demir dahil bir çok demir metaller	Genellikle <25 µm ince sert tabakalar için kullanılır, beyaz tabaka yoktur, çoğunlukla özel işlemlerdir
İon	Difüze olmuş N ₂ , N ₂ bileşenl.	340-565	75-750	50-70	Alaşımlı çelikler, nitrürasyon çelikleri, paslanmaz çelikler	Gaz nitrürasyondan daha hızlı, beyaz tabaka yoktur, yüksek ekipman maliyeti, mükemmel tabaka kontrolü
Karbonitrürleme						
Gaz	Difüze olmuş C ve N ₂	760-870	75-750	50-65	Düşük karbonlu çelikler, düşük karbonlu alaşımlı çelikler, paslanmaz çelikler	Karbürlemeden daha düşük sıcaklık (daha az distorsiyon), gaz kontrolü önemli, karbürlemeden biraz daha sert tabaka
Sıvı	Difüze olmuş C ve N ₂	760-870	2.5-125	50-65	Düşük karbonlu çelikler	Kritik olmayan parçalarda ince tabakalar için uygun, tuz kullanma problemleri görülebilir, toplu yapılan
Feritik nitrokarb.	Difüze olmuş C ve N ₂	565-675	2.5-25	40-60	Düşük karbonlu çelikler	Düşük karbonlu çelikler üzerinde ince tabakalar için düşük distorsiyon, daha çok özel işlerde
Diğer yöntemler						
Alüminyuml. (paket)	Difüze olmuş alüminyum	870-980	25-1000	<20	Düşük karbonlu çelikler	Seçilen sıcaklıkta oksidasyon mukavemeti için kullanılan kaplama işlemi
Silikonlama (CVD)	Difüze olmuş silikon	925-1040	25-1000	30-50	Düşük karbonlu çelikler	Korozyon ve aşınma mukavemetleri için, atmosfer kontrolü önemlidir
Kromlama (CVD)	Difüze olmuş krom	980-1090	25-50	Düş. C <20, Yük. C 50-60	Düşük ve yüksek karbonlu çelikler	Kromlanan düşük karbonlu çelikler düşük maliyetli paslanmaz çelik sağlar, yüksek karbonlu çeliklerde sert korozyon mukavemet tabaka
Titanyum karbür	Difüze olmuş C ve Ti, TiC bileşikler	900-1010	2.5-12.5	>70	Alaşımlı çelikler, takım çelikleri	Aşınmaya karşı mukavemet için ince bir karbit tabakası (TiC) üretir, yüksek sıcaklıklar distorsiyona sebep olabilir
Borlama	Difüze olmuş bor ve bileşik.	400-1150	12.5-50	40-70	Alaşımlı çelikler, takım çelikleri, kobalt ve nikel alaşımları	Sert bir beyaz tabaka üretir, sertleştirilen takım çeliklerinde sıkça kullanılmaktadır, yüksek işlem sıcaklıkları distorsiyona sebep olabilir



Şekil 2.2. Çeşitli difüzyon işlemleri için kullanılan çelik çeşitleri (Lampman 1997)



Şekil 2.3. Çeliklerin seçilen difüzyon işlemleri ile elde edilebilir sertlik değişimleri (Lampman 1997)

2.2.1. Karbürleme

Karbürleme işlemi yaygın olarak kullanılan yüzey sertleştirme yöntemlerinden biridir. İşlem, karbonun yüksek çözünürlükte olduğu ostenitik sıcaklıkta düşük karbonlu çeliklerin yüzeyine karbon difüzyonu esasına dayanır. Karbon difüzyonu işlemi, çelik parçasının, karbonmonoksit içeren bir ortamda ostenitleme sıcaklığında tutulmasıyla gerçekleştirilir. Bu işlemin yapıldığı sıcaklığa karbürizasyon sıcaklığı denir. Karbürizasyon normal olarak 850 - 950°C sıcaklıkları arasında, katı karbürizasyon ortamında, tuz banyolarında, gazlar içerisinde ve plazma ortamında uygulanır. Yapı parçaları olarak kullanılan çelikler, genellikle kullanım ve maliyet ilişkileri dolayısıyla düşük karbon içerirler. Ancak bu tür çelikler, su verme sırasında hemen hemen hiç sertleşmezler. Bu nedenle yüzeye difüzyonla karbon emdirilerek, sementitli bir yapı eldesine çalışılır. Bu olaya sementasyon adı verilmiştir. Bunun ardından yapılacak su verme işlemi ile cam gibi sert bir yüzey elde edilir. Buna karşılık iç kısımlarda yeterli karbon olmadığından, su verme sonunda sertleşmeden kalırlar ve sünekliliklerini korurlar. Böylece hem aşınmaya, hem de değişken ve darbeli yüklere dayanıklı parçalar elde edilir.

Karbürlenen çeliğin tabaka sertliği karbon yoğunluğunun bir fonksiyonudur. İlave edilen karbonun sertliğe değil, sertleşebilirliğe etkisi vardır. Karbon miktarı %0.5'i geçtiğinde karbon-ostenit katı eriyiğinde yeterince yüksek sıcaklık olmadığı takdirde çözünmeyebilir. Karbürlenen çeliğin tabaka derinliği, karbürleme süresi ve yüzeyde mevcut karbon potansiyelinin bir fonksiyonudur. Karbürleme süresi arttıkça daha derin bir karbon yoğunluğu yüksek, yüzey tabakası elde edilir. Karbon konsantrasyonundaki aşırı artma ise kalıntı ostenit veya serbest karbürlerin oluşumuna neden olur. Bu iki mikro yapıli elementler, sertleştirilmiş tabakalı parçada artık gerilmelerin dağılımı üzerine olumsuz etkiye sahiptir. Bunun için yüksek karbon potansiyeli kısa işlem süreleri için uygun olmasına rağmen, uzayan karbürleme işlemi için uygun değildir. Karbon potansiyelinin seçimi, belirli bir çeliğin karbürlemeye cevap vermesine bağlıdır.

Tabaka sertleřtirmesinde kullanılan karbürleme elikleri genellikle %0.2 C ieren az karbonlu eliklerdir. Karbürleme sonrasında ise, iřleme tabi tutulmuř tabakanın karbon ierięi genel olarak yaklařık %0.8 sınırında kontrol edilmektedir. Bununla birlikte yüzeyin karbon ierięi %0.9 ile sınırlıdır. ünkü daha yüksek bir karbon ierięi artık ostenit ve gevrek martenzit (tane sınırlarında karbür oluřumundan dolayı) ile sonuçlanabilir (Lampman 1997).

Karbürlemenin temel prensipleri ilk kullanımdaki gibi deęiřmeden kalmıřken, elięe karbonun giriřinde kullanılan metot sürekli olarak geliřmektedir. İlk uygulamalarda paralar uygun bir kap ierisine yerleřtirilerek üzeri karbon tozları ile kalın bir tabaka oluřturacak řekilde kapatılırdı (paket karbürleme). Bu metot karbon giriřindeki etkinlięine raęmen olduka yavařtı. Büyük miktarda imalat talepleri iin gaz atmosferinin kullanıldıęı yeni bir metot geliřtirildi. Gaz karbürlemede ise, paralar yüksek karbon potansiyelini sürekli bir řekilde saęlayacak biimde tasarlanan karbon verici bir atmosferle kuřatılır. Karbürleme oranının olduka arttıęı bu metotta, örneęin yüzey ve tane sınırı oksitleri gibi istenmeyen etkileri önlemek iin atmosfer bileřenlerinin ve ekipman paralarının sürekli kontrolü gereklidir. Artan bu komplekslięine raęmen gaz karbürleme, ok miktardaki karbürlenecek paralar iin en ok kullanılan ve en etkin metottur. Atmosferi basitleřtirmek iin yapılan alıřmalarda, ok düşük basınlarda (vakum karbürleme) oksijensiz bir evrede karbürleme arařtırılmakta ve önemli bir alternatif olarak görölmektedir. Fırında bazı kısımlarda daha kompleks olmasına raęmen atmosfer gayet basittir. Örneęin sadece metan gibi tek bileřenli bir gazdan oluřan atmosfer kullanılabilir. Üstelik, para oksijensiz bir ortamda ısıtıldıęından, karbürleme sıcaklıęı, yüzey veya tane sınırı oksidasyonu riski olmaksızın olduka artırılabilir. Müsaade edilen daha yüksek sıcaklıklar yalnızca ostenitte karbonun katı özünürlüęünü deęil aynı zamanda difüzyon oranını da artırır. Böylece istenilen tabaka derinlięinin elde edilmesi iin gerekli süre azalır.

Vakum karbürleme, gaz karbürlemedeki komplekslięi azaltmasına raęmen bir ok problemi de beraberinde getirebilir. ünkü vakum karbürleme ok düşük basın

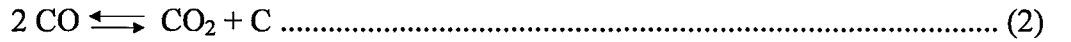
oranlarında yapılı ve fırına karbürleme gazının akış oranı çok düşüktür. Parçanın iç kısımlarında gazın karbon potansiyeli dalgalı olup kör deliklerde oldukça azalmıştır. Eğer gaz ayarı iyi ayarlanmazsa parça yüzeyi üzerinde tabaka derinliğinde büyük bir homojensizlik meydana gelmesi muhtemeldir. Bu problemi gidermek için eğer gaz basıncı önemli bir şekilde artırılırsa, bu defa da işlenmeme ve karbonsuzluk oluşumu problemleri artacaktır. Bu yüzden, kompleks biçimli bir parça üzerinde uygun homojen derinlikte parçalar üretmek için gaz basıncı periyodik olarak artırılmalı ve daha sonra işletme basıncına tekrar düşürülmelidir. Kısaca hassas bir denge olduğu söylenebilir. İşlem şartları, tabaka homojenliği, islenme riski ve karbürleme oranı dikkate alınarak en uygununu elde etmek için ayarlanmalıdır. Bu büyük problemlerin hepsinin üstesinden gelen plazma veya iyon karbürleme daha yeni istenen özelliklere erişmiştir. Özetle karbürleme metotları; paket karbürleme, tuz banyosunda karbürleme, gaz karbürleme, vakum karbürleme ve plazma karbürlemeyi içermektedir (Grube ve Verhoff 1997).

Bu metotlarda karbon; gaz (atmosferik gaz veya vakum karbürleme), sıvı (tuz banyosunda karbürleme), katı (paket karbürleme) ortamda 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 seyrek de olsa kullanılmaktadırlar.

İşlem metotları gaz atmosferinde, tuz banyosunda veya katı (paket) ortamda karbon girişli bilinen yöntemler ve malzeme yüzeyine pozitif karbon iyonlarının implantasyonunu içeren plazma metotları olarak ayrılabilir. Bilinen ve plazma yöntemleri arasındaki temel fark, plazma yöntemlerinde başarılmakta olan kısa işlem süresidir. Hızlı bir şekilde yüzey doyması daha hızlı difüzyon kinetikleriyle sonuçlanmaktadır. Üstelik, çok kompleks şekilli parçalarda bile plazma tekniğinde

üniform bir tabaka kalınlığı elde edilmektedir. Bu üniformluk, numune yüzeyini tamamen saran plazma sayesinde sağlanır.

Bilinen metotlarla yapılan işlemlerde daima karbonmonoksit gazı fırında mevcut olur. Bu metotların her biri farklı yüzey kinetiklerini, reaksiyonlarını ve farklı tabaka sertliklerini içerir. Genel olarak bilinen tekniklerle karbonmonoksit malzeme yüzeyinde bozunur;



Serbest kalan karbon, ostenit fazında kolay bir şekilde çözünür ve çelik gövdesine difüze olur. Gaz ve paket tekniklerinde üretilen karbondioksit, karbon atmosferiyle veya yazılan reaksiyonun tersiyle yeni karbon monoksit üretmek için paket kömürü ile reaksiyona girebilir. Reaksiyon her iki yönde de ilerleyebilir. Eğer sıcaklık sabit basınçta artarsa daha fazla karbonmonoksit meydana gelir. Karbürleme genellikle 850 ve 950°C sıcaklık aralığında uygulanmakla birlikte, işlem süresini azaltmak ve yüzey tabakası derinliğini artırmak için daha yüksek sıcaklıklara çıkılabilmektedir (Lampman 1997).

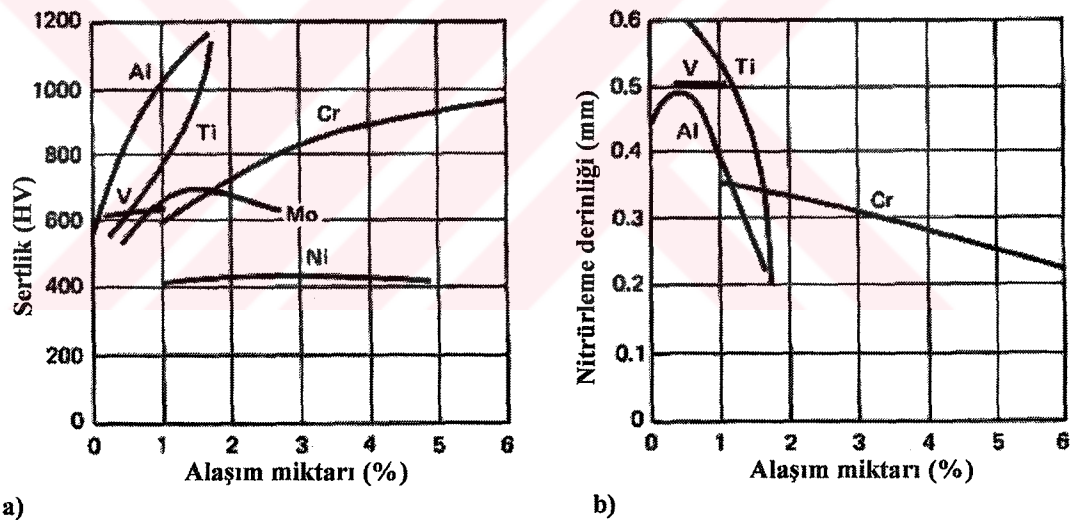
2.2.2. Nitrürleme

Nitrürleme, ferritik şartlarda (592°C sıcaklığın altı) malzeme yüzeyine azot girişini içine alan bir yüzey sertleştirme işlemidir. Bu nedenle nitrürleme ile yüzey kompozisyonunun değiştirilmesi karbürlemeye benzemesine rağmen azot, yüzeye ostenitik sıcaklık yerine ferritik şartlarda ilave olunur. Çünkü nitrürleme ostenit faz alanına kadar ısıtma ve martenzit oluşturmak için su vermeyi gerektirmez. Bu işlem düşük sıcaklık nedeniyle minimum distorsiyon ve mükemmel boyutsal kontrolle yapılabilmektedir. Azot demir içinde yayınarak nitrürler oluşturur. Nitrürler, mikroskopla görülemeyecek kadar küçük parçacıklar halinde yapıya dağılmıştır. Yapıyı sertleştiren bu nitrürlerdir. Nitrürasyon, termokimyasal işlem olup genellikle atomik azotun ferrit fazına geçişini kapsamakta ve sonuç olarak oda sıcaklığına yapılan soğuma sırasında herhangi bir faz dönüşümünün oluşması söz konusu olmamaktadır.

Nitrürasyon mekanizması genel olarak bilinmesine rağmen farklı çelikler ve farklı nitrürasyon ortamlarında meydana gelen özel reaksiyonların tamamının bilindiğini söylemek gerçekten zordur. Tabakaların bileşimi ve mikro yapısı seçilen işlem ve parametrelere göre oldukça farklılık gösterebilir. Beyaz tabakanın bileşimi özellikle azot atmosferinden fazlaca etkilenebilir. Daha yüksek sıcaklıklar veya çok uzun bir nitrürleme zamanında yapılan işlemlerde beyaz tabaka kalınlığı artar. Nitrür tabakasının derinliğine etki eden esas faktörler; işlem süresi, sıcaklık, azot aktivasyonu ve çelik bileşimidir. Nitrürasyon işlemi çalışıldığında Fe-N denge diyagramından yararlanılabilir. Alışılmış olarak kullanılan nitrürleme sıcaklıklarında azot, demir içinde çözünür. Azot demir içerisinde kısmi çözünürlüğe sahip olup, bu değer %0.1 gibi çok küçük bir orandır. Yaklaşık %6'ya kadar azot içeren ferritik katı bir eriyik oluşturulabilir. Bu orandan daha fazla azot içeriği, kimyasal formülü Fe_4N olan γ nitrür oluşturur. Eğer azot oranı %6'yı aşarsa γ nitrür, ϵ nitrüre dönüşmeye başlar. Azot oranı yaklaşık %11 olduğunda ise kimyasal formülü Fe_2N olan azotça zengin faz meydana gelir. Metalografik hazırlama esnasında dağlayıcı ile reaksiyona girmemesi nedeniyle beyaz olarak görülen bu tabakalar beyaz tabaka olarak isimlendirilir ve çok sert ama kullanım esnasında parçalanacak kadar da kırılgan olması nedeniyle genel olarak istenmez. Özel nitrürasyon işlemleri bu tabakanın kalınlığının yada kırılganlığının azaltılması için kullanılırlar. Yüksek nitrürleme sıcaklıkları geniş, iri dağılmış nitrürlerin oluşmasını sağlar. Düşük sıcaklıklarda ise oldukça ince dağılmış nitrürlerin oluşumu söz konusudur. Nitrürleme sıcaklığından oda sıcaklığına yavaş soğutma hızları, tavlama işlemleri veya ısıtma işlemleri, parçacıkların tercihli büyümesinden dolayı nitrür yapısını değiştirir.

Nitrürasyon işlemi için nitrürlenebilen nitrürasyon çelikleri uygundur. Nitrürlenebilirlik, bir taraftan malzemenin azotu absorbe edebilme kabiliyetiyken diğer yandan azotla oluşturulan nitrür bileşikler 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). Bu alaşım elementleri yapıda belirli miktarda bulunduklarında azota karşı afinitelerinden dolayı ince ve çok sert bir yapı olan alaşım

nitürleri meydana getirmektedirler. En önemli sertleştirme %1 Al içeren alaşımlı çeliklerin nitrülendirmesinde elde edilir. Bu çelikler nitrülendiklerinde alüminyum ferrit kafes yapısında gerilme ve güçlendirici dislokasyonlar meydana getiren AlN parçacıkları oluşur. Titanyum ve krom elementlerinin artışıyla tabaka derinliği düşmesine rağmen (şekil 2.4 b), bu elementler tabaka sertliğini (şekil 2.4 a) artırmak için büyük etkiye sahiptirler. Ferritin azotun difüzyonuna uygun olması ve düşük bir nitür bileşeninin bile tabaka sertliğine katkısı nedeniyle mikroyapı da nitürlenebilirliğe tesir eder. Malzeme içerisindeki nitür yapıcı elementlerin miktarının artması, yüzey tabakasının sertliğini artırırken nitrüleme derinliğini azaltır. Nitürlenebilirlik üzerinde alaşım elementlerinin yanında sıcaklık, gaz karışımı, süre, basınç, gerilim gibi faktörlerde önemli ölçüde etkili faktörlerdir.



Şekil 2.4. Alaşım elementlerinin (%0.35 C, %0.30 Si, %0.70 Mn içeren çelik)
a) Çeliğin nitrülendikten sonraki sertliğine etkisi b) Nitrüleme derinliğine etkisi (520°C’de 8 saat nitrüleme sonrası) (Thelning 1984).

Nitrürasyon metotları; gaz (kutu, fırın veya akışkan yatak), sıvı (tuz banyosu) ve plazma (iyon) nitrülemeden oluşmaktadır. Bu tekniklerin avantaj ve dezavantajları karbürleme ile benzerdir. Nitrürasyon işlemi ile çeliğin geliştiren özelliklerinin en önemlilerini, menevişlenme tehlikesinin azaltılmasıyla beraber yüksek yüzey sertliği ve aşınma mukavemeti, temperlemeye karşı yüksek direnç ve yüksek sıcaklık sertliği, yüksek yorulma mukavemeti ve düşük yorulma çentik hassasiyeti, paslanmaz çelikler hariç

diğer çelikler için iyileşmiş korozyon direnci ve yüksek boyutsal kararlılık olarak saymak mümkündür. Karbürlemeden farklı olarak gaz nitrürleme süreleri uygulamaya bağlı olarak 10 ile 130 saate kadar olabilmektedir. Tabaka derinlikleri genellikle 0.5 mm den daha düşük olup oldukça küçüktür. Plazma nitrürleme daha hızlı nitrürleme sağlar ve bu işlemle hızlı bir şekilde sağlanan yüzey doygunluğu daha hızlı difüzyona neden olur. Ayrıca, saçılma ile yüzey temizlenme imkanı vardır.

2.2.3. Karbonitrürleme

Yüzey sertleştirme işlemlerinde karbon ve azotun eş zamanlı olarak birlikte kullanıldığı iki yöntem vardır. Bunlar, karbürlenmiş ostenit içerisinde sertleştirmede vasıta olarak azotun kullanıldığı karbonitrürleme ve karbonun katkısıyla oluşmuş ϵ karbonitrür beyaz tabakasından faydalanan nitrokarbürleme işlemleridir. Bu iki yöntem, nitrürlemeden daha yüksek sıcaklıklarda yapılmasına karşın sade karbonlu çeliklerde bir çok avantaja sahiptir. Karbonitrürleme çeliğin osteniti içerisinde karbon ve azotu işleme sokan bir yüzey sertleştirme işlemidir. Karbonitrürleme sıcaklığı normal olarak 800-900°C'dir. Ancak bu sıcaklıklardan daha düşük ve daha yüksek sıcaklıklar da kullanılabilir. Bu işlem ostenit birleşiminin değiştirildiği ve yüksek yüzey sertliğinin de martenzit oluşturacak şekilde su verme işlemiyle oluşturulduğu karbürleme işlemine benzemektedir. Fakat azot sertleşebilirliği artırdığı için, numunede çatlama ve çarpılma riskini azaltarak, su verme işlemine ihtiyaç duyulmaksızın yüksek alaşımlı karbürlenmiş çeliğe eşdeğer yüzey sertliğine ulaşmak için düşük karbonlu çeliklere uygulanır. Aynı şekilde sertleştirme nitrür oluşumuna bağlıdır. Karbonitrürleme işlemi, gaz atmosferi veya tuz banyosu ortamlarında yapılabilmesine rağmen, genellikle gaz atmosferi içerisinde yapılan bir işlem olarak algılanır.

Karbon gibi azot da bir ostenit dengeleyicidir. Bu yüzden karbürlenen parçanın su verilmesinden sonra oldukça fazla ostenit kalabilir. Eğer kalıntı ostenit içeriği sertlik ve aşınma mukavemetini düşürecek kadar yüksek ise, işlem boyunca veya işlemin daha sonraki kısımlarında karbonitrürleme gazının amonyak bileşeni azaltılarak kontrol edilebilir. Diğer yandan karbonitrürlenen tabaka aşırı azot içerikleri neticesi pürüzlüdür.

Karbonitrürlenme, nitrürlenmeden ziyade, gaz karbürlemenin iyileştirilmiş bir şeklidir. Bu iyileştirme, karbürülü tabakaya azotun eklenmesi için gaz karbürleme atmosferine amonyak eklenmesi işlemini kapsar. Fırın ortamında amonyaktan ayrılarak numune yüzeyinde yeni azot atomları oluşur ve azot, karbon ile aynı anda çelik içine difüze olur. Karbonitrürlenme, tipik olarak, karbürleme işleminden daha düşük ve belirgin bir tabaka oluşturarak ve gaz karbürlemeye göre düşük sıcaklıkta ve kısa sürede yapılır.

Karbonitrürlenme, çelik üzerine olan etkileri bakımından, sıvı siyanürlemeye benzer. Siyanürle ilgili atıkların giderilmesi ile ilgili problemlerden dolayı, karbonitrürlenme sıvı siyanürlemeye göre daha sık tercih edilir. Tabaka karakteristiği olarak, karbürlenmiş tabaka normal olarak azot ihtiva etmediği, nitrülenmiş tabaka öncelikle azot ihtiva ettiği ve karbonitrülenmiş tabaka ikisini de ihtiva ettiği için; karbonitrürlenme işlemi, karbürleme ve nitrürlenme işleminin ikisinden de farklıdır.

Karbonitrürlenme, darbe şeklinde olmayan düşük yüzey basınç kuvvetlerinin aşınma etkisi altında olan parçalara uygulanır. Örneğin dikiş makineleri için delme veya otomat parçaları, büro makineleri, tekstil veya paketleme makineleri gibi. Özellikle delici parçalarda dayanımının yüksekliği ön plana çıkmasını sağlamaktadır.

Karbonitrürlenme, malzemeye genellikle 0.075 mm'den 0.75 mm'ye kadar derinlikte ve öncelikle sert ve aşınma direnci yüksek bir tabaka kazandırmak için kullanılır. Karbonitrülenmiş bir tabaka, karbürlenmiş tabakadan daha iyi sertliğe sahiptir (azot çeliğin sertleşebilirliğini artırır; özellikle çelik alaşımlarında azot, bir ostenit dengeleyicidir ve yüksek azot seviyeleri kalıntı ostenit ile sonuçlanır). Sonuç olarak, karbonitrürlenme ve su verme ile, karbon ya da düşük alaşımlı çelik kullanılarak elde edilen tabaka kalınlığına göre daha az bir maliyetle daha sert bir tabaka elde edilir. Yağda soğutarak ya da bazı durumlarda koruyucu atmosfer ortamını soğutma ortamı alıp, gaz ortamında soğutarak en az çarpılma ile istenilen sertliğe ulaşılır (Dossett 1997).

Karbonitrürleme prosesinde temel problem, artan azot oranının, fırın atmosferindeki serbest amonyak miktarına bağlı olup giriş gazındaki amonyak yüzdesine bağlı olmamasıdır. Malesef halen fırın ortamındaki serbest amonyağı görüntüleyecek bir sensör geliştirilememiştir

Karbonitrürlü tabakanın kompozisyonu; çelik tipi, sıcaklık, süre ve ortam kompozisyonu gibi proses değişkenlerine bağlıdır. Karbonitrürleme işlemi boyunca ulaşılan tabaka derinliği, yüksek miktarda alüminyum ve titanyum gibi güçlü nitrür yapıcılar içeren çeliklerde daha düşüktür.

2.2.4. Nitrokarbürleme

Nitrokarbürleme işlemleri ilk kez 1950'lerde ortaya çıkmış ve o zamandan beri, mühendislik çeliklerinin aşınma, yorulma ve korozyon mukavemetini iyileştirmekte kullanılan termokimyasal bir işlemidir. Oldukça kalın azot difüzyon bölgesi üzerine 10-20 µm kalınlıkta hekzagonal sıkı paket (hcp) karbonitrür ($\epsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$) beyaz tabakası üretmek için parça yüzeyine azot ve karbon atomlarının eş zamanlı difüzyonunu içerir. Yüzey yapılarına ait bu fazlar erimiş tuz banyosu ve gaz teknikleriyle geleneksel olarak elde edilebilmektedir. Bununla birlikte, eskiden beri siyanür gibi zehirli tuzların kullanımından dolayı ciddi çevresel problemler ürettiği bilinmektedir. Uzun zamandır yaygın olarak kullanılan gaz teknikleri çevreye daha az zararlı olmasına rağmen, ekzos gazı ve dumanından önemli miktarda üretmekte ve işlem için tutuşabilir bir atmosfer kullanıldığından, güvenlik önlemleri itina ile takip edilmezse patlama riski taşımaktadır (Bell 1997, Bell vd. 2000).

Nitrokarbürleme, katı, sıvı, gaz ve plazma şartlarında gerçekleştirilir. Günümüzde bu işlem hem sıvı hem de gaz atmosferinde çok sık olarak yapılmaktadır. Burada amaç istenen şartlara uygun tek fazlı ϵ -nitrür tabakasının oluşturulmasıdır. Ancak bu işlem yapılırken istenen şartların oluşmasında bir çok zorluklar ortaya çıkmaktadır. Bu, çoğunlukla işlem esnasında yüzeyden saçılan karbonun etkisi ile ilgilidir. Çünkü

saçılan karbon, nitrürleme için seçilen gaz karışımına katılabilir. Çok fazla miktarda karbon bu gaz karışımına katıldığı takdirde beyaz tabakanın (ϵ) içerisinde sementit (Fe_3C) oluşturabilir. Bu durum ise bu tabakanın işlevini tam olarak görmesini engelleyebilir (Bell 1997).

Sıvı Nitrokarbürleme: Tuz banyosu nitrokarbürleme olarakta adlandırılan sıvı nitrokarbürleme en 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_2CO_3 ve %23-24 KCl, ilave olarak çok az miktarda karbonat (Na_2CO_3) (yaklaşık %2,5) ve %0,5 siyanat (NaNCO) içerir. Bazı tescilli banyolarda sülfürler (Na_2S) banyoya ilave edilir ve bu işlemler sülfonitrürleme olarak adlandırılır. Kristal yapılarının avantajı nedeniyle kükürt ve bazı sülfürler iyi yağlayıcılık özelliğine sahiptirler. Tuz banyosuna kükürt ilavesi yalnızca aşınma mukavemetini artırmak için değil, aynı zamanda azot hareketini hızlandırmak için de bulundurulur. Sıvı nitrokarbürleme işlemlerinde tescilli katıların kullanımı, banyonun kimyasal aktivitelerini hızlandırmak ve işlem sonrası elde edilen özellikleri iyileştirmek içindir. Sıvı nitrokarbürlemenin tercih edildiği uygulamalardan bazıları; pompalar, pistonlar, vanalar, dişliler, civatalar, somunlar, silindir başları, oturak dirsekleri vs. olarak sıralabilir (Bhushan ve Gupta 1991). Banyo özelliklerine göre ticari olarak kullanılmakta olan en tanınmış sıvı nitrokarbürleme yöntemleri; Tufftride, Sulfinuz ve Sursulf isimleri ile anılan yöntemlerdir. Alman “Degussa” firmasının geliştirmiş olduğu “Tufftride” işleminde, Ti alaşımlı pota içindeki tuz karışımına hava enjekte edilerek banyo homojenliği sağlanmakta ve aktivite artırılarak nitrokarbürleme yapılmaktadır. Fransız Triboloji ve Hidromekanik Merkezi tarafından geliştirilen “Sulfinuz” ve “Sursulf” işlemlerinde banyodaki NaCN ve NaCNO dışında aktif olarak sodyum sülfür (Na_2S) bulunur. İşlem boyunca kükürdün varlığı işlem sonrası oluşan tabakaların sürtünmeye karşı özelliklerini iyileştirir (Bhushan ve Gupta 1991, Bell 1997).

Gaz Nitrokarbürleme: Bu teknikte, hidrokarbonlar (%50’ye kadar), genellikle saf propan veya endotermik gaz atmosferine (azot ve amonyak veya hidrojen içeren) ilave

edilir. Bu gaz karışımları karbonitrürleme ile aynı olmasına rağmen işlem sıcaklığı bu iki tekniği ayırır. Gaz nitrokarbürleme yaklaşık 570°C işlem sıcaklığında gerçekleşir. Azot gibi karbonun da eş zamanlı olarak difüzyonunu kapsar ve baskın ϵ 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_3) ve %50 propan (C_3H_8) gazlarından oluşan atmosferde yapılan nitrokarbürleme sonucu saf demir üzerinde oluşan beyaz tabakanın yapısı ve kompozisyonunu araştırmış, yüksek karbon oranlarında elde edilen ϵ tabakasının malzeme sertlik ve aşınma mukavemetini oldukça iyileştirdiğini tespit etmiştir. Yakın geçmişte yapılan daha ayrıntılı mikroyapısal çalışmalar da bu tespitleri onaylamıştır (Bell 1997). Tipik uygulamalar olarak, aşınma mukavemetinin iyi olması istendiği tekstil makinası dişlileri, pompa silindir blokları, füze savarlar ve jet memeleri, yorulma mukavemetinin ön plana çıktığı krank biyeller sayılabilir.

Plazma Nitrokarbürleme: Plazma nitrokarbürleme işlemi, plazma ortamında demir esaslı malzemelerin yüzeyine azot ve karbonun yayınmasını içeren termokimyasal işlemdir. Yüzeyde γ' -nitrür ile beraber ϵ -nitrür tabakası, onun altında da difüzyon tabakası oluşur. Plazma ile nitrürleme işleminin tersine bu işlemde kullanılan gazlar azot-hidrojen-metan veya azot-hidrojen-karbondioksit'tir. Bu işlemin amacı, düşük karbonlu ve düşük alaşımlı çeliklerin yüzeyinde ϵ -nitrür 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. İşlem değişkenleri ile ilişkili olarak yorulma ve akma mukavemeti ve belirli hallerde korozyon direnci artırılır. Aşınma ve belirli durumlarda korozyon direncindeki artış, yüzeyde oluşan tek fazlı beyaz tabaka (ϵ -nitrür) sayesinde gerçekleşir (Bell 1997, Bell vd. 2000).

2.2.5. Borlama

Yirminci yüzyılın başlarından itibaren çalışılmaya başlanan borlama ile çok sert, düşük sürtünme katsayısına sahip, yüksek sıcaklık mukavemeti fazla olan ve korozyon dirençli malzeme yüzeyleri elde edilmesi mümkün olmaktadır. Termokimyasal yüzey sertleştirme yöntemi olan borlamada, bor atomları metal yüzeyine termokimyasal olarak yayılarak sert bor bileşikleri oluştururlar. Bu yöntem, yaklaşık 900-1100°C sıcaklıkta, değişik ortamlarda (katı, sıvı, gaz veya plazma), alaşımsız ve alaşımlı çeliklere, dökme demirlere, demir dışı metal ve alaşımlara (Ni, Co, Mo, Ti), bu alaşımların toz metalurjisi yöntemiyle üretilen tozlarına, bazı süper alaşımlar ile sermetler gibi bir çok malzeme grubuna uygulanabilir. Nitrürasyonda olduğu gibi borlamada da borür ve bor karbonlarının meydana gelmesi ile sert tabakalar oluşturulur. Demir, borla FeB ve Fe₂B tabakası oluşur. Bunlardan FeB tabakası çok sert ve gevrekli. Orta karbonlu çeliklerde 1800-2000 HV sertlik çıkabilmektedir. Fe₂B fazı ise yumuşak, sünek ve oldukça homojendir. Sertliği 1500 - 1600 HV dolayındadır (Karamış vd. 1995).

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 2001). En yaygın kullanım şekli olan paket borlama olarak bilinen katı borlamada, paket karışımları malzemenin cinsi de dikkate alınarak farklılık arz eder. Borlama, borlama etkeni (SiC'le ince ince toz haline getirme), aktivatör (BF₃ gazı) ve bir oksit azaltıcı (silika: asitle sulandırılmış kum) aşamalarını içerir (Bhushan ve Gupta 1991).

Metalik malzemelerin bor kompozisyonlu erimiş tuz banyosuna daldırılmalarıyla yapılmakta olan sıvı borlamada, erimiş tuz banyosu değişik oranlarda B_4C , BaO , KCl ve $NaCl$ içerir. BaO ilavesi difüzyonu önemli ölçüde iyileştirir. Oluşan demirbor tabakalarının tipik kalınlıkları 100-200 μm 'dir. Bu yöntemin zehirlilik, patlayıcı doğa ve çevresel kirlilik gibi dezavantajları, kullanımını sınırlamaktadır (Cabeo vd. 1999).

Boron hidrürlerin termal parçalanması sonucu elde edilen buharla yapılan gaz borlama işleminde ise, sıcaklık yükseltilebilir ve daha homojen difüzyon tabakası elde edilebilir. İşlem özellikle karışık şekilli parçaların borlanması ve homojen tabaka elde edilmek istendiğinde tercih edilen bir yöntemdir. Ancak sıvı ortamda borlama işleminde mevcut olan zehirlilik, patlayıcı doğa ve çevresel kirlilik gibi dezavantajları, kullanımını sınırlamaktadır (Yoon vd.1999).

2.2.6. Diğer difüzyon işlemleri

Karbon ve azot elementlerini kullanarak yapılan nitrürleme ve karbürleme işlemleri ile kullanımı son yıllarda yaygınlaşmış olan bor difüzyonunun kullanıldığı borlama işlemine ilaveten, alüminyum, krom, silikon, titanyum ve vanadyum gibi elementlerle kimyasal modifikasyonu içine alan bir çok özel difüzyon metodu vardır. Bunlardan alüminyum, krom ve silikon işlemleri esas olarak korozyon mukavemeti için kullanılırken, bor ve titanyum işlemleri yüksek sertlik seviyeleri için uygulanmaktadır.

Kromlama: Kromun, yüksek karbonlu çeliklere 950-1300°C sıcaklıklarında difüzyonu işlemidir. Bu işlem, oksidasyona ve aşınma direncine karşı dayanımı sağlar. Sertlik 1200-1300 HV mertebesindedir.

Silikonlama: Yüksek direnç ve aşınma için çelik veya dökme demire, silikon difüzyonu işlemidir. Bu işlem, 1100-1200°C'de yapılmaktadır. Difüzyon tabakası kalınlığı 0.2 - 0.8 μm dolayındadır.

Alüminyumlama: Düşük ve orta karbonlu çeliklerin yüzeylerine korozyon ve oksidasyon direncini arttırmak üzere yüksek sıcaklıkta alüminyum difüzyonu işlemidir. Difüzyon tabakası aşınma ve korozyona karşı mükemmel direnç sağlar.

Çinkolama: Çinkonun, demir veya çelik içerisine, 350-450°C'de gerçekleştirilen difüzyonu işlemidir. Demir-çinko tabakası düzgün ve oldukça güçlü yapı sağlar. Korozyona karşı mukavemeti oldukça iyidir.

Titanyum Karbür: 900-1010°C sıcaklık aralığında titanyum ve karbonun kimyasal buhar kaplama esnasında titanyum karbür tabakasını oluşturmak için difüze olmalarını içerir. Bu işlem en yaygın olarak, sertleştirilebilir paslanmaz çelik ve takım çeliklerine uygulanır. Çünkü işlem bu çeliklerin ostenitlenme sıcaklıklarının üzerinde uygulanır. Çekirdek malzeme su verme ile sertleştirilebilmelidir.

2.3. Seçimli Yüzey Sertleştirme

Çeliklerin yüzeylerinin seçimli sertleştirilmesi, yüzeyde kimyasal bir modifikasyon olmaksızın, tipik olarak ısıtma ve su vermeyle yapılmaktadır. Bununla birlikte seçimli yüzey sertleştirme, iyon implantasyonu (aşılama) ve seçimli karbürleme tekniklerinde olduğu gibi kimyasal modifikasyonla da yapılabilmektedir.

Çeliklerin yüzeyini seçimli sertleştirmek için mevcut en yaygın kullanılan yöntemler alev ve indüksiyonla sertleştirmedir. Bununla birlikte bu metotların her birinin bazı uygulamalar için sınırlayıcı dezavantajları vardır. Örneğin alevle sertleştirmede parça distorsiyonu problemi varken, indüksiyonla sertleştirmede özellikle yüksek frekanslarda çok küçük parçalarda soğutma mesafesi gereklidir.

2.3.1. Alevle yüzey sertleştirme

Oksiasetlenen veya oksihidrojen torçlarla ısıtılan çelik yüzeyinin ostenitleştirme ve daha sonra hemen su verme işlemini içerir. Böylece ferrit ve perlit iç yapıya sahip daha yumuşak bir çekirdek, malzeme yüzeyinde ise sert martenzitik bir tabaka elde edilir. Yüzey kompozisyonlarında herhangi bir değişim içermemesi nedeniyle alevle sertleştirilecek çeliklerin sertleştirme için yeterli karbon bileşimine sahip olması gerekmektedir.

Alevle sertleştirme ekipmanları, otomatik indeks, ısıtma ve su verme parçalarından oluşan uygun bir cihaz veya özel olarak dizayn edilmiş kafa olarak tabir edilen bir torç olmalıdır. Ölçü ve şekilleriyle fırın ısıl işlemine uygun olmayan dişli çark ve makine takım kızakları gibi büyük parçalar kolayca alevle sertleştirilebilir.

2.3.2. İndüksiyonla yüzey sertleştirme

Yüksek frekanslı, indüktif akımdan faydalanarak parça yüzeyinde çok ince bir tabaka ani olarak kritik sıcaklık üzerine çıkarılıp hızlı olarak soğutulularak yüzeyi sertleştirilebilir. Üniform yüzey sertleştirme, lokal yüzey sertleştirme, sertleştirme ve sertleşen parçaların temperlenmesi işlemlerinde kullanılabilen çok yönlü bir metottur. Isıtma, genellikle su soğutmalı bakırdan yapılmış bir indüktör vasıtasıyla geçirilen yüksek frekanslı alternatif akım kullanılarak üretilen manyetik alana parçanın yerleştirilmesiyle yapılır. İndüksiyonla üretilen ısının derinliği alternatif akımın frekansı ile ilgilidir. Daha yüksek frekans daha ince ve sık ısıtmadır. Bu yüzden daha fazla tabaka derinliği ve buna göre sertlik, daha düşük frekans kullanılarak üretilir. İşlem imalat alanları için uygundur.

En büyük yararı, yüzeyde sertleştirilmek istenen bölge sınırlandırılabilmekte, yani yalnızca istenilen bölgenin sertleştirilmesi sağlanabilmektedir. Ayrıca kısa ısıtma süreleri, minimum yüzey dekarbürizasyonu ve oksidasyonu, sadece hafif deformasyon,

artan yorulma mukavemeti, bir üretim hattı ile birleştirilebilme imkanı ve düşük işlem maliyet gibi avantajlara sahiptir. Yöntem bunun yanında yüksek kalitede cihaz gereksiniminden dolayı yüksek başlangıç maliyeti, bu yönteme uygun şekle sahip olma gerekliliği ve sadece belirli sayıda çeliğe uygulanabilme gibi dezavantajlara sahiptir.

Bu metotla en kolay sertleşen çelikler, karbürlerin çelik içerisinde küçük tanecikler halinde dağılmış yapılarıdır. Alaşımsız çeliklerde %0.4-0.5 C içeren ve tane boyutu pek büyük olmayan ferritik yapıya sahip çelikler de sertleştirilebilir.

2.3.3. Lazerle yüzey sertleştirme

Çelik ve dökme demir makine elemanlarının lokal alanlarını sertleştirmek için geniş olarak kullanılmaktadır. Lazer ışığının emilmesiyle yapılan ısıtma işleminde erimeyi engellemek için kontrol gereklidir. Lazer ışınları, parça yüzeyine çarptıklarında yüzeyde ısınma meydana gelecektir. Işın kesildiğinde veya hareket ettirildiğinde oluşan ısı iç kısımlara kısa sürede iletileceği için ısınan bu bölge ani olarak soğuyacak ve sertleşecektir. Bu yöntemle bilinen metotlardan daha fazla yüksek sertlik elde edilir. Çok dar ve girilemeyen bölgeler bu yöntemle sertleştirilir. Oldukça temiz yüzey, distorsiyona uğramayan seri üretime uygun ışın yöneltme ile küçük parçaların iç yüzeyleri, dişlilerde sadece sertleştirilmesi gereken kısımlar, istenen sertlik derinliği verilmek kaydıyla yapılabilir. Bu işlemde, bazen lazer yüzey eritme işlemlerinden ayırt etmek için lazer dönüşüm sertleştirme olarak bahsedilir. İndüksiyon veya alevle yüzey sertleştirme işlemlerinde olduğu gibi bu işlemde de kimyasal bir değişim söz konusu değildir. Lazer yüzey işlemlerinin diğerleri ise yüzey eritme ve yüzey alaşımlamadır. Lazer yüzey eritme işleminde erime sonrası hızlı su verme nedeniyle incelme söz konusudur. Yüzey alaşımlamada ise alaşım elementleri yüzeyin kompozisyonunu değiştirmek için erime havuzuna ilave edilir. Lazer yüzey eritme ve alaşımlamayla üretilen yeni yapılar iyileştirilmiş elektrokimyasal davranış gösterir.

Lazer dönüşüm sertleştirme ısıtılan ve çok hızlı bir şekilde soğutulan ince yüzey bölgeleri üretir. Bu bölgeler, düşük sertleşebilirlikte çeliklerde bile çok ince martenzit

yapılar üretir. Bu işlemle çok az distorsiyonla yüksek sertlik ve iyi aşınma direnci elde edilir. Lazer teknikleri az bir mesafede lokal tabakaların oluşturulabilirliği ile alev ve indüksiyonla sertleştirmeden ayrılır. Lazer ışığı, ısıtılan nokta veya izin genişliği kontrol edilen odaklanabilen lensli aynalarla yansıtılır.

Lazer dönüşüm sertleştirme işlemi, sade karbonlu çelikler, alaşımlı çelikler, takım çelikleri ve dökme demir malzemelerde kullanılır ve genelde yüzey üzerinde enerji yutan kaplamalar gerektirir.

Çelikler için tipik tabaka derinlikleri 250-750 μm ve dökme demirler için yaklaşık 1000 μm ' dir. Parçanın son boyutlarında olması gerekir. Çünkü sertleşen tabaka çok ince olduğu için herhangi bir taşlama işlemi yapılmaz. Lazer fırlatma sistemlerinin esnekliği ve elde edilen düşük distorsiyon ve yüksek yüzey sertliği, kam mili ve krank mili gibi düzensiz şekilli makine elemanları üzerinde aşınma ve yorulma eğilimli alanların seçimli sertleştirilmesinde çok etkili uygulama imkanı sunmaktadır (Lampman 1997).

2.3.4. Elektron demeti ile yüzey sertleştirme

Bu işlem demir esaslı parçaların seçilen yüzey alanlarını ısıtmak için bir enerji kaynağı olarak yüksek hızlı elektronların yoğunlaştırılmış bir demetini kullanır. Elektronlar hızlandırılır ve bir elektron ışın tabancasıyla güdümlü bir ışın demeti oluşturur. Tabancadan çıktıktan sonra iş parçası yüzeyinde tam olarak kontrol edilen ışın yoğunluğu odaklanmış bir bobine doğru geçerler. Bir elektron demeti üretmek için 10^{-5} torr gibi yüksek bir vakuma elektronların çıkarıldığı ve hızlandırıldığı bölgede ihtiyaç duyulur. Bu vakum ortamı vericiyi oksitlerden korur ve nispeten düşük hızda hala hareket eden elektronların dağılmasını önler.

Lazer ışını sertleştirmesine benzer olarak elektron demeti işlemi, su verme işlemi gerektirmemesine rağmen bunun için yeterli bir iş parçası kütlesine ihtiyaç vardır. Bu yöntemde sertleşen hacmin sekiz katına kadar bir hacim ısıtılan yüzeyin altında yada

çevresinde olmalıdır. Elektron demeti sertleştirme lazer demeti sertleştirmesinde olduğu gibi enerji yutan kaplamalar gerektirmez.

2.3.5. İyon implantasyon (aşılama)

Ana malzemeye yönlendirilen çok yüksek enerjili iyonlarla bir yüzey modifikasyonu işlemidir. Hemen hemen her tür atom çeşitlerinin iyonları aşılabilir. Ancak azot, çeliklerin ve diğer alaşımların korozyon mukavemeti ve tribolojik özelliklerin iyileştirilmesinde geniş olarak kullanılmaktadır. Alaşım yüzeylerinin azot içerikleri, hem azot iyon aşılama hem de plazma nitrürleme ile artmasına rağmen bu iki işlem arasında büyük farklar vardır. En önemli farklardan biri, iyon aşılamanın oda sıcaklığında yapılabilmesidir.

Özel olarak imal edilmiş iyon aşılama makinaları iyonları yüksek enerjilere (10-500 keV) hızlandırır. Buna karşın iyon nitrürasyonda iyonlar ve atomların enerjileri çok daha düşüktür (<1 keV). İyon aşılama yaklaşık olarak oda sıcaklığında uygulandığından yüzey altı mikroyapıda irileşme ve çökeltilerin difüzyon kontrollü oluşumu en aza indirilir. Uygulama sıcaklığı düşük olduğundan ve işlemin çok iyi vakumda ($\geq 10^{-5}$ torr) gerçekleşmesi nedeniyle oksidasyon gibi istenmeyen yüzey kimyasal reaksiyonları engellenir ve temiz yüzey elde edilir. İyon aşılama, iyon ışın aşılmasına maruz bırakılan yalnızca küçük alanların hedef olarak seçilerek yapıldığı bir işlemdir. Işınlardan daha geniş alanı kaplamaları için, ya numune çevrilmesi yada numune yüzeyi üzerinde görülen alanın tamamını iyon demeti kaplamalıdır.

İyon aşılama esnasında difüzyon kontrollü tabaka oluşumu gerçekte olmayışından dolayı tabaka derinliği sığdır (genellikle <0.25 μm). İyon aşılama azot aşılama ile çok yüksek mukavemet veya yüzey tabakası sertliği sığ tabaka derinliğinde sağlanabilir. Bu işlem ara yer atom eksikliği, boşluk oluşumunda önemli kafes hataları meydana getiren dengesiz bir işlem olduğundan komplekstir.

Aşıl原因 elementlerin konsantrasyonu denge çözünürlük limitinden daha yüksek çıkabilir. Gerçekte çekirdek malzeme kafeslerinde önemli bir şekilde farklı boyutta atomların yüksek yoğunlukta katılması amorf yapılar veya kararsız fazlar üretebilir.

İyon aşıl原因 yüzeylerin özellikleri ve sığ tabaka derinliği çok özel uygulamalar için işlem imkanı sunar. Çünkü parçaların yüzeyleri kendiliğinden modifiye olarak yüksek sertlikli kaplanan tabakalarda bazen karşılaşılan yapışma (bağlanma) problemi ortaya çıkmaz. Ayrıca işlem çok az ısıtmayla yapıldığından boyutsal kararlılık mükemmeldir. İyon aşıl原因 uygulama örnekleri olarak jiletler, bıçaklar, çeşitli türlerde takım çelik uygulamaları ve yuvarlanma temaslı yorulma mukavemetinin iyileştirilmesi için titanyum ve/veya azot aşıl原因masının yapıldığı 52100 ve 440 C yataklarının yüzey sertleştirilmesi verilebilir. En son uygulamalarda titanyumun sürtünme katsayısını düşürdüğü ve azotun bileşik oluşumuyla sertliği artırdığı tespit edilmiştir (Lampman 1997).

Aşıl原因 malzemedeki değişmeler; aşıl原因 iyonlar dislokasyonlar gibi yapı hatalarıyla etkileşerek bunların hareketini zorlaştırır, yüzeye yakın bölgeye zorla enjekte edilen atomlar kalıcı bası gerilmeleri oluştururlar ve bu da yüzey çatlaklarının aşınma koşullarında açılma eğilimini azaltır, işlem esnasında azot iyonlarının krom ve vanadyum gibi alaşım elementleriyle birleşmesi sonucu yüksek sertliğe sahip nitürler oluştururlar, iyon aşıl原因 metallerin en üst yüzey bölgelerinin kimyasal afinitelerini azaltır ve normal oksit gelişmesini teşvik eder şeklinde sıralanabilir.

İyon implantasyon işleminin belirgin özellikleri; bileşen yüzeyi içerisindeki sertlik ve yoğunluğu iyileştirmek, aşınma direncini, yorulma direncini, korozyon direncini iyileştirmek ve bazen de kayma sürtünmesini azaltmaktır.

İşlemin; katı çözülebilirlik limiti aşıl原因abilir, kaplama yüzeyi ve iyon türlerine göre değişkendir, kaplama metotlarındaki yüzeye yapışma problemi olan ara yüzey yoktur, alaşımlandırma difüzyon sabitinden bağımsızdır, malzeme boyutunda büyüme ve yüzey

bitirme işlemleri yoktur, düşük sıcaklıklarda yapılır, keskin ara yüzey olmaması nedeniyle adhezyon sorunu yoktur, otomasyona elverişli olduğundan yüksek kontrol özelliği vardır, temiz vakum işlemidir ve zehirli değildir, işletme maliyeti düşüktür, malzeme sınırlaması yoktur ve tüm metalik malzemelere uygun olması avantajları vardır. Buna karşın ise; sadece görünen yüzeyin işlem görebilmesi, işlemin derinliğinin az olması, vakum prosesi gerektirmesi, elle kullanılan bir vakum ortamı gerektirmesi, nispeten pahalı sistem maliyeti, işlem parametrelerinin gelişme sürecinde olması dezavantajları söz konusudur.

2.3.6. Seçimli karbürleme

Eğer bir parçanın belli bir alanı üzerinde karbürlemenin engellenmesi gerekli ise, bu durum bakır kaplamalar ve reaksiyon durdurucu bileşiklerle sağlanabilir. Karbürlemeden koruma için, ilgili alanın temizliği ve uygun izolenin dikkatlice tatbiki gereklidir. En az 0.03 mm bakır kaplama kalınlığına ihtiyaç vardır. Reaksiyon önleyici bileşenler özel olup adım adım talimatların dikkatlice uygulanması gereklidir. Çünkü %100 izolasyon zordur. Karbürleme engelleme, kırılğan olması istenmeyen parçaların tamamen karbürleme olmadan belli bir alanın korunmasını sağlar.

2.3.7. Ark lambasıyla yüzey sertleştirme

Katı fazın yeniden kristalleştirilmesi ile yüzey sertleştirilmesi uygulamalarında kullanılır. Yüzey tabakalarında titanyum karbür üretmek için azot veya metanın varlığında titanyumun ve dökme demirin tekrar erimesi ile yapılan uygulama örnek olarak verilebilir. Dökme demirin yüzeyinin tekrar erimesinde lazer de kullanılabilir. Ark lambasının en önemli uygulaması, diğer alanlarda olduğu gibi tarımsal alanlar ve sürme ekipmanlarının bıçakları üzerinde kenarların seçimli sertleştirilmesidir.

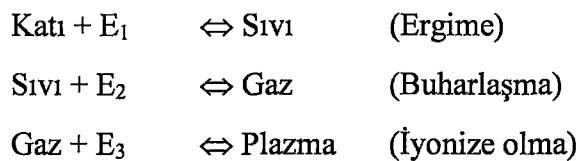
Yüksek güçlü ark lambalarının kullanımı, geleneksel metotlar ve ışı ışın tekniklerine göre bir çok avantajlar içerir. Örneğin ark lambası işlemleri daha hızlı işlem ve daha az

distorsiyon için alevle sertleştirmeden daha yüksek yüzey radyasyonu sağlayabilir. İndüksiyonla sertleştirmeye karşılaştırıldığında ise, düzensiz şekilli parçaların sertleştirilmesinde daha fazla esneklik sağlayan parça ve ısı kaynakları arasında daha büyük mesafeye izin verir. Elektron demeti işleminde olduğu gibi vakum ortamı gerektirmez ve bu işleme göre yüzeye daha büyük güç sevk eder.

Bununla birlikte ark lambası metoduyla eğer ark radyasyonları arkın kendinden daha küçük yüzey alanı üzerine yoğunlaştırılacaksa önemli güç kaybıyla karşılaşılır. Bu yüzden numune yüzeyi üzerinde aydınlatılan nokta daima arkın büyük olmalıdır. Bu, ısı işlem için ihtiyaç duyulan yüzey yoğunluğunu sağlamak için daha yüksek ark gücü gerektirir. Öyle ki yüksek güç, özel olarak dizayn edilen ark lambalarıyla çok büyük mesafelerde başarılabılır.

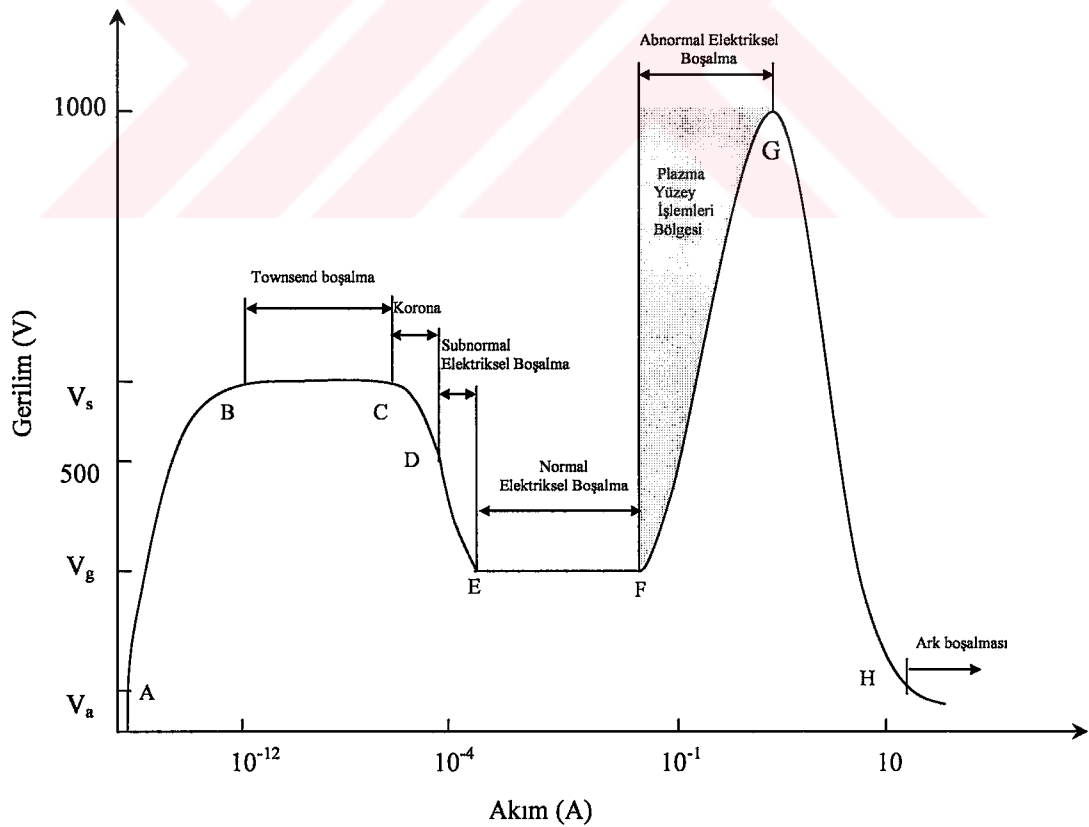
2.4. Plazma Termokimyasal Yüzey İşlemleri

Plazma termokimyasal yüzey işlemlerine geçmeden, kendine özgü özellikleri olan plazmayı tanımak gerekir. 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. 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 de yapılarak yani verilen bu enerjileri geri alarak tekrar plazma halinden gaz, sıvı ve katı hale geçmek mümkündür. En küçük enerji konumunda olan katı hal ve en yüksek enerji konumunda olan da plazma halidir.



Plazma, içerisinde iyon, elektron, uyarılmış atom, foton ve nötral atom veya molekül içeren bir karışımdır. Pratikte plazma, ısı enerjisi verilerek, ışınlı ve elektriksel boşalma ile elde edilir. Plazma elde etme yöntemlerinin en önemlisi ve en yaygın olarak kullanılanı elektriksel boşalmadır (Karadeniz 1990).

Plazma elde etme yöntemlerinin en önemlisi ve yaygın olanı 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 2.5 çeşitli gaz boşalma tiplerinin voltaj-akım karakteristiğini gösterir. Eğer akım 10 A' den büyük ise elde edilen sistem elektrik arkı adını alır. Plazma termokimyasal işlemler voltaj-akım ilişkisinin tek değerli fonksiyon olduğu yer olan, abnormal boşalma bölgesinde oluşur.



Şekil 2.5. Farklı boşalma tiplerinin voltaj-akım karakteristiği

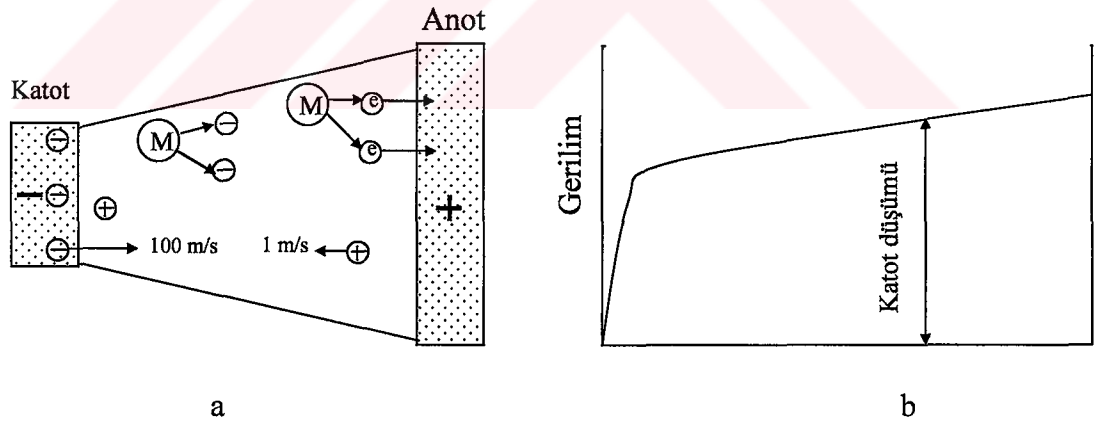
Bir elektrik arkında üreticin (+) kutbunun bağlı olduğu iletken anot, (-) kutbunun bağlandığı iletken katot adı verilir. Bu iki kutup arasına tatbik edilen gerilim sonucu anot ile katot arasında $E=U/L$ (volt/cm) ile verilen bir elektrik alanı oluşur. Bu elektrik alanı ark içerisindeki yüklü parçacıklara değeri $F=q.e$ ile verilen bir kuvvet etki ettirir. Bu kuvvet elektron için $F_e = -q.E$ ve tek katlı iyonize olmuş atomlar için $F_{iyon} = q.E$ olarak ifade edilebilir. Etki eden kuvvet sonucu elektronlar katottan anota doğru, iyonlar ise anottan katoda doğru hareket eder. Ancak elektronlar hem kütle hem de hacim olarak iyonlardan küçük olduğundan, hız ile kütle arasında ters orantı nedeniyle iyonlardan çok daha hızlı hareket ederler (100-1000 kat) ve serbest yol uzunlukları fazladır.

Elektrik arkında, ark mekanizmasını başlatan ilk nüveyi oluşturan akım taşıyıcı elektronlar, anot ile katot arasına tatbik edilen elektriki gerilim dolayısı ile katot önünde oluşan elektrik alanı sayesinde katottan çıkar. Bu elektronlar daha sonra anot istikametindeki hareketi nedeniyle sahip oldukları kinetik enerjilerini diğer atomlara çarptıklarında o atomlara vererek onlardan elektron çıkarmaları, yani onları iyonize etmelerinden dolayı ark içerisindeki elektron ve iyon miktarı artmaktadır. Daha sonra katodun ısınmasıyla da ısı enerjisi ile emisyon işe girmektedir. Burada sözünü ettiğimiz katı bir malzemeden elektron çıkarma işlemi olan elektron emisyonu dört yolla olmaktadır. Bunlar; katı malzemeye elektrik alanı tatbik ederek, ısı enerjisi vererek, küçük kütlelerin bombardımanı ile ve ışın enerjisi iledir. Elektriksel boşalmanın oluşması için iki şart vardır. Bunlar; gaz atomlarının çarpışma yoluyla iyonizasyonu ve pozitif iyonların katoda gelip çarptıklarında (bombardıman) katodik elektronların çıkmasıdır (sekonder elektron emisyonu).

Sisteme potansiyel fark uygulandığı zaman gazın molekül ve atomları uyarılır ve iyonize olur. Böylece elektriksel boşalma denilen parıltılı olay meydana gelir. Bu yöntemin en büyük avantajı, gazın pozitif iyonlarının negatif uca bağlanmış altlığa doğru hızlanarak yüksek bir kinetik enerji ile yüzeye çarpması ve ortaya çıkan enerji ile altlığın ısınmasıdır. Böylelikle ek bir ısıtma tertibatına gerek kalmaz. Şekil 2.5'te akımın çok düşük olduğu bölgeler ilginçtir. Endüstride kullanılan (florasan

lambalar) elektriksel boşalma, düşük enerjilerde ve zayıf akımlarda (Yani normal, kararlı ve düşük akımlı elektriksel boşalma bölgesinde (EF)) kendilerini idame ettirirler. Bununla birlikte plazma termokimyasal işlemler; yüksek güç ve anormal, kararsız ve yoğun akımlı elektriksel boşalma bölgesinde olur (Edenhofer 1994).

Anot önünde biriken elektronlar, anoda giden elektronlara bir direnç gösterir ve bu direnç nedeniyle o bölgede plazma bölgesine nazaran daha yüksek elektrik alanı oluşur. Zira aynı yükler birbirini iteceğinden anoda ulaşmak isteyen elektronlar, bulut içinden geçerken daha dolambaçlı yol izleyecekler ve aynı zamanda anot ve katot önünde hızları düşecektir. İş parçası ile anot arasındaki gerilim düşümü lineer değildir, fakat iş parçası önünde çoğalan pozitif yük tarafından geniş ölçüde değiştirilir. Bunun sonucu olarak direnç o bölgede artar. Katot önünde de iyonlar için durum aynıdır. Bu farklılık elektrik arkını, elektrik alanı yönünden anot bölgesi, katot bölgesi ve plazma bölgesi olarak üç parçaya böler. Buna göre, uygulanan gerilimin hemen hemen tamamı katot önünde birkaç mm'lik mesafede düşer (şekil 2.6 b).



Şekil 2.6. Elektriksel boşalma ve katot düşümü

Tüm çarpışma ve iyonizasyon işlemleri katodik gerilim düşümü bölgesinde meydana gelir. Böylece, işlem gazının mükemmel plazma haline ancak iş parçasının hemen önünde rastlanırken, kalan bölgede yük taşıyıcılarıyla biraz zenginleştirilmiş olan normal işlem gazı bulunur. Pratikte anot ile katot arasında mesafenin bu nedenle etkisi yoktur. Katotta meydana gelen parlaklık iş parçasının çevresiyle sınırlıdır. Böylelikle iş

parçasının tüm yüzeyini mor renkli bir parlaklık kaplar ve üniform olarak sertlik elde edilir.

Yüzey işlemlerinde plazma ortamının kullanılması yaygınlaşarak devam etmektedir. Bu yöntemin temelleri yaklaşık 70 yıl önce Bernhard Berghaus tarafından atılmış ve günümüzde endüstri için vazgeçilmez bir unsur olmuştur. Plazma destekli yayının işlemlerinde amaç, karbon veya azot gibi arayer atomlarını parça yüzeyine göndermektir. Bu atomlar malzeme içerisinde bulunan alaşım elementleriyle birleşerek aşınma ve korozyona dayanıklı bir yapı oluşturur. Bu yöntemler temelde alaşımlı çeliklere uygulanmaktadır.

2.4.1. Plazma Karbürleme

Plazma ile karbürleme işlemi konusunda, ilk çalışma 1934 yılında Egan tarafından yapılmış ve patenti almıştır. 1960 yılında Vanin plazma ile karbürleme sistemini kurmuştur. Ancak bu sistemin bilinen karbürleme işlemine göre avantajının olmadığı görülmüştür. Son yıllarda kurulan plazma ile karbürleme sistemleri ile bilinen tekniklere göre, bu yöntemin bir çok avantajı ortaya çıkarılmıştır. Günümüzde endüstriyel amaçla kurulmuş bir çok plazma ile karbürleme sistemi mevcuttur (Çelik vd. 2002).

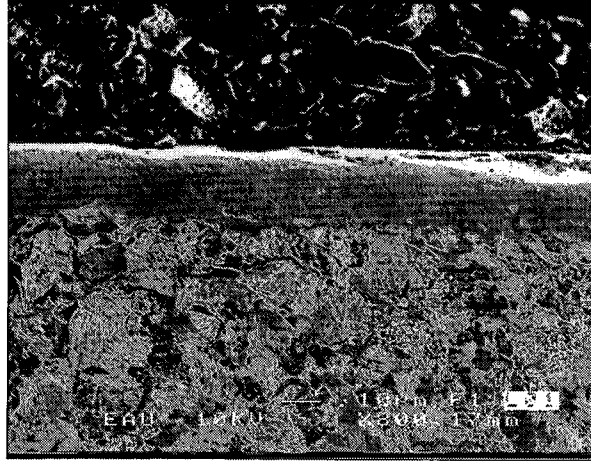
Plazma ile karbürleme işlemi, plazma ile nitrürleme işlemi ile hemen hemen aynıdır. Sadece kullanılan gaz ve gerilim değeri farklıdır. Bu işlemde doğru akım kullanılmaktadır. Gaz basıncı 1-20 torr olup, anot ve katot arasına genellikle 1000 voltluk bir gerilim uygulanarak plazma oluşturulur. Karbürleme gazı ise genellikle hidrokarbondur. Karbürleme işlemi ostenitik termokimyasal işlem olarak adlandırılabilir. Çünkü işlem tamamen ostenitik şartlarda meydana gelmektedir. Bu işlem 850-1050°C arasındaki sıcaklıklarda yapılmaktadır. Bu işlem sonrası malzemenin ısı çarpılması hemen hemen yoktur, çünkü soğuma vakum ortamında olmaktadır. Parçaların geometrisi homojen tabaka elde edilmesi için önemli değildir, her geometriye

sahip malzemede homojen kalınlık elde edilebilir. Hatta işlem parametresinin iyi seçilmesi ile 0,5 mm çapındaki bir delik bile karbürlelenebilir (Staines 1985).

Plazma ile karbürleme; işlem süresinin kısa olması, az distorsiyon, gaz karbürleme ile karşılaştırıldığında işlem oksijensiz ortamda gerçekleştirildiğinden daha yüksek sıcaklıklara müsaade edebilmesi, yüksek karbürleme oranı ve tabaka üniformluğunun iyileştirilmesi avantajları vardır. Bunun yanında, karmaşık şekilli parçalarda atmosfer ve vakum karbürlemede homojen tabaka kalınlığı elde edilemezken, özellikle parça üzerinde bulunan kör deliklerde homojen bir tabaka elde edilebilmesi, çeliğin karbürlelenebilirlik oranının alaşım kompozisyonuna duyarlı olmaması yanında karbon kaynağı olarak kullanılan hidrokarbon gazlara da duyarsız olması, gaz karbürleme sistemlerinden daha temiz ve güvenli çevre sağlaması bu yöntemin diğer avantajlarıdır. Ayrıca tüm yardımcı ekipmanlar dikkate alındığında atmosfer ekipmanlarına karşı maliyetlerinin karşılaştırılabilir durumda olması, plazma parametreleri ile karbürleme mekanizmasının kontrol kolaylığı sağlaması, karbürleme ve yağda sertleştirme vakum altında olduğu için tane sınır oksitleri oluşmaması ve yapının kontrol edilebilmesi nedeniyle endüstride çok geniş uygulama alanı bulmuştur (Grube ve Verhoff 1997).

2.4.2. Plazma Nitrürleme

Plazma ile nitrürleme yöntemi, bilinen nitrürleme yöntemlerine göre bir çok avantaja sahip olması nedeniyle endüstrinin ilgisini çekmektedir. Plazma ile nitrürasyon yöntemi elektriksel boşalma (glow discharge) şartlarında oluşur. İlk olarak 1930 yılında İsviçreli mühendis Bernard Berghaus tarafından patenti alınmıştır. Bu yöntemde, malzeme yüzeyine iyonize edilmiş azotu yaymak için aktif ve reaktif plazma hali kullanılır. İşlem teorik olarak, elektriksel bakımdan iletken malzeme yüzeyine N arayer atomunun yayınma işlemidir. Plazma ile nitrürasyon işlemi N_2 , H_2 , Ar ve NH_3 gaz ortamında, 350-590°C arasında gerçekleştirilebilir. Yüzeyi sertleştirilecek malzemenin Cr, Al, V, Mo ve Ti gibi alaşım elemanlarını içermesi yüzey sertliğini daha da artıracaktır. Plazma ile nitrürasyon işlemi sonrası en dışta beyaz tabaka ve onun altında da difüzyon tabakası olarak adlandırılan yapılar oluşur (şekil 2.7).



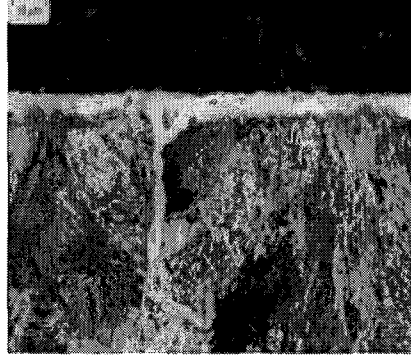
Şekil 2.7. 550°C’de, 4 saat süre ile plazma nitrürlenmiş AISI 5140 çeliğinin SEM görüntüsü

Günümüzde askeri amaçlı olarak kullanılan plazma ile nitrüleme işlemi, özellikle motor pistonlarında, krank millerinde, valflerde, kam milinde, dişlilerde, matkap, zımba gibi kesici takımlarda, derin çekilebilen malzemelerde, dönme ve eğilmeye maruz kalan tüm makine parçalarında kullanılmaktadır. Bu işlemin ekonomik ve kolay uygulanabilmesi endüstride kullanım alanını artırmıştır.

2.4.3. Plazma Borlama

Son yüzyılın başlarından itibaren çalışılmaya başlanan borlama ile çok sert, düşük sürtünme katsayısına sahip, yüksek sıcaklık mukavemeti fazla olan ve korozyon dirençli malzeme yüzeyleri elde edilmesi mümkün olmaktadır. Bir termokimyasal yüzey sertleştirme yöntemi olan borlamada, bor atomları metal yüzeyine termokimyasal olarak yayılarak sert bor tabakası oluştururlar. Borlama işlemi esnasında FeB ve Fe₂B tabakaları yüzeyde oluşur (şekil 2.8) ve bu tabakaların sertliği 1800-2000 HV değerine çıkartılabilir. Elde edilen bu sert tabaka aşınmaya karşı dayanımı artırmaktadır. Bu yöntem, yaklaşık 700-1100°C sıcaklıkta, değişik ortamlarda (katı, sıvı, gaz veya plazma) alaşımsız ve alaşımlı çeliklere, dökme demirlere, demir dışı metal ve alaşımlara (Ni, Co, Mo, Ti), bu alaşımların toz metalürjisi yöntemiyle üretilen tozlarına, bazı süper alaşımlar ile sermetler gibi bir çok malzeme grubuna uygulanabilir. Borlama işlemleri

arasında sadece paket borlama, B_4C - KBF_4 - SiC tozları kullanılarak ticari amaçla yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Bhushan ve Gupta 1991).



Şekil 2.8. 950°C ve 1 saat süre boyunca borlanan malzemede (AISI 4140) borlu tabakanın optik mikroskop görünüşü (Küper vd. 2000).

Plazma ile borlama işlemi ile ilgili olarak yaklaşık 20 yılı aşkın süredir çalışılmasına rağmen, henüz tam olarak anlaşılamamıştır. Ar ve H_2 gazları ile birlikte bor kaynağı olarak BCl_3 , B_2H_6 , BF_3 veya $B(OCH_3)_3$ (trimetilborat) kullanılarak, 800-1000°C sıcaklıkta, yaklaşık 10^{-2} Pa gibi düşük bir basınçta oluşturulmuş plazma içerisinde yapılan borlamadır. Mikroyapı ve demirbor tabakalarının büyümesi; işlem sıcaklığı, gaz karışım oranları, malzeme kompozisyonları, işlem basınç değişim oranları ve uygulanan akım yoğunluğuyla kontrol edilebilmektedir (Rie 1999). Bu yöntem Almanya'da otomotiv sektöründe kullanılmakta olup, üstün özellikleri nedeniyle endüstrinin dikkatini çekmiş ve artan ilgiyle araştırmalar yoğunlaşmıştır (Cabeo vd. 1999).

2.4.4. Plazma nitrokarbürleme

Plazma şartlarında gerçekleştirilen nitrokarbürleme, çevreyle dost olması, uygun işlem değişkenleri ile tek fazlı ϵ nitrür fazının elde etmenin kolay olması ve gaz ve enerji tüketiminin az olması nedeniyle tercih edilmektedir. Bu işlemin endüstride kullanımı son yıllarda giderek yaygınlaşmaktadır (Bell vd. 2000).

Azot ve karbon içeren plazma ortamında, özellikle nitrokarbürlemenin en yaygın kullanıldığı yumuşak sade karbonlu çelikler başta olmak üzere mühendislik çeliklerinde tek fazlı ϵ -Fe₂₋₃(N, C) beyaz tabakası üretmenin hala zor olduğu görülmektedir. Bunun yerine plazma nitrokarbürleme, normal olarak ϵ -Fe₂₋₃(N, C) ve γ' -Fe₄(N, C) fazlarının karışımı bir beyaz tabaka üretmektedir. Nitrokarbürlenen faz yapısı, özellikle çarpma şeklindeki yükleme şartları altında, faz sınırlarında doğal olarak 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 ϵ tabakasının üretimine yönelik plazma nitrokarbürleme işlemlerini optimize etme esaslı olarak devam etmektedir (Bell 1997, Bell vd. 2000).

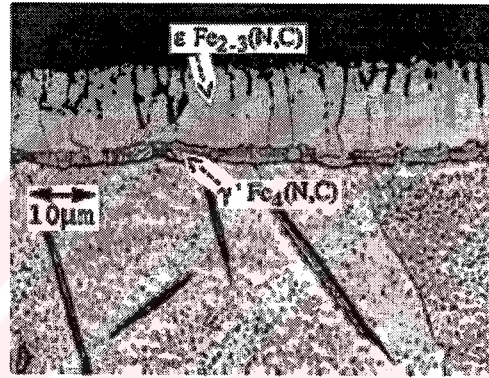
Plazma nitrokarbürleme, işlem sıcaklığına göre ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme olarak ikiye ayrılmaktadır. Fe-N faz diyagramında ostenitik dönüşüm sıcaklığı olan 592°C'nin altında yapılan nitrokarbürleme işlemlerine ferritik, bu sıcaklığın üzerinde yapılan nitrokarbürlemeye ise ostenitik nitrokarbürleme adı verilir.

2.4.4.1. Ferritik Plazma Nitrokarbürleme

Bu işlem, genel olarak 550 – 570°C sıcaklıkta N₂ ve H₂ gazları ile CH₄, CO₂ ve CO gibi karbon içeren gazların karışımında gerçekleştirilmektedir. Belirtilen sıcaklık ve gaz karışımında beyaz tabakanın yapı ve kalınlığı; plazma voltajı, akım, basınç, gaz bileşimi ve soğutma oranlarını içeren çeşitli işlem parametreleriyle belirlenir. 570°C'de Fe-N-C üçlü faz diyagramına göre; tek ϵ -faz yapılı beyaz tabaka elde etmek için azot ve karbon konsantrasyonu şekil 2.12'de verilen diyagramda ϵ ve $\epsilon+\alpha$ alanlarında olmalıdır. Diğer şartlarda $\epsilon+\gamma'$ ve $\epsilon+\theta$ fazlarının karışımı olan beyaz tabakalar elde edilebileceği görülmektedir.

Deneyler, baskın ϵ yapılı kalın bir beyaz tabaka üretmek için yüksek azot konsantrasyonu içeren ortamların gerekli olduğunu göstermektedir. Atmosfere küçük

miktarlarda CH_4 (%1-2) ilavesi, karbon içeren sünek ϵ fazının üretimi için yeterli karbon aktivitesini sağlayabilir. Bununla birlikte, CH_4 aşırı miktarda atmosfere ilave edilmesi, mekanik özellikler için zararlı olan iki fazlı $\epsilon+\theta$ faz yapıya sahip beyaz tabakada sementit (θ) oluşumunu desteklemektedir. Zararlı θ fazının oluşumu, plazma ortamına, karbona karşı ilgisi nedeniyle oksijenin (veya oksijen içeren gazların) küçük miktarda girişiyle durdurulabilir (Haruman vd. 1992). Bu yüzden, karbon aktivitesinin kontrolü ve θ oluşumunun engellenmesi için CH_4 yerine CO_2 ve CO gibi karbon içeren gazları kullanmak daha elverişlidir.



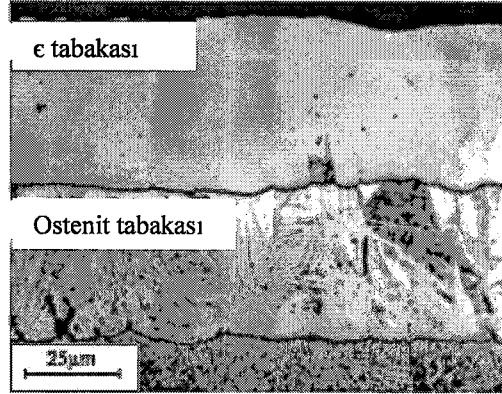
Şekil 2.9. 570°C, %87 N_2 + %8 H_2 + %5 CO_2 gaz karışımında 3 saat plazma nitrokarbürlenen Armco demiri üzerinde üretilen beyaz tabakanın optik mikroskop görüntüsü (Bell vd. 2000)

Bununla birlikte, son yıllardaki çalışmalar bir DC plazmasında CO_2 ve CO 'nun iyonizasyonundan oluşan karbon aktivitesinin, sade karbonlu çeliklerde tek ϵ -faz yapısı üretmek için yeterli olmadığını göstermektedir. Onun yerine tabakanın dış kısımlarında gözenek oluşumuna neden olan, beyaz tabakanın iç oksidasyonunun meydana geldiği bulunmuştur. Şekil 2.9'da belirli gaz oranı ve sıcaklıkta işleme tabi tutulan armco demiri üzerinde üretilmiş tipik bir beyaz tabaka yapısı görülmektedir. Görüleceği gibi beyaz tabaka, iç kısımda ince bir γ' ($\text{Fe}_4(\text{N}, \text{C})$) yapısı ve dış kısımda da daha kalın ve baskın bir ϵ ($\text{Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$) fazından meydana gelmektedir.

2.4.4.2. Ostenitik Plazma Nitrokarbürleme

Ostenitik nitrokarbürleme, yalnızca sert bir yüzey tabakası ve difüzyon tabakası değil, aynı zamanda ferritik nitrokarbürlemeyle karşılaştırıldığında daha geniş bir yüzey altı ve su verme ve/veya sıvı azotta sıfır altı işlemlerle martenzit ve beynite dönüşen yüzey altında ostenit üretir. İşlem sıcaklığı 592–723°C aralığında olup, daha yüksek sıcaklıklarda difüzyon hızı artacağından işlem süresi kısalmır (Li vd. 1995). Sistemantik çalışmalar daha çok gaz ostenitik nitrokarbürleme üzerinde yoğunlaşırken, çevre dostu olan ostenitik plazma nitrokarbürleme üzerine çok az çalışma yapılmıştır (Bell vd. 1987).

Şekil 2.10'da görüldüğü gibi, ferritik nitrokarbürlemeden farklı olarak ϵ fazı ve difüzyon tabakası arasında bir ostenit tabakası vardır. İşlem parametrelerinin yanlış kontrolü γ' ($\text{Fe}_4(\text{N}, \text{C})$) ve/veya θ (Fe_3C) içeren iki fazlı beyaz tabaka oluşumuna neden olabilir. Düşük karbon seviyeli atmosferlerde istenmeyen γ' fazı oluşurken, yüksek karbon seviyeli atmosferlerde sementit (θ) fazı oluşabilmektedir. Yüzey tabakalarının faz bileşeni ve karakteristikleri, prosesin teknolojik bileşenleri yanında taban malzemesinin kimyasal kompozisyonuna da bağlıdır. Oda sıcaklığında tek fazlı ϵ içeren beyaz tabaka elde etmek için su vermeyle hızlı bir şekilde bileşeni soğutmak gereklidir. Ostenitik işlem sıcaklığında elde edilen ϵ fazı nispeten düşük azot içeriğine sahip olup demirce zengindir. Fırında yavaş soğutma sonucu, demirin çökmesi ve ϵ dan γ' ye dönüşüm gerçekleşecektir. Beyaz tabakanın altında oluşan ostenit tabakası erimiş azotla dengeye gelir ve yüzey altı maksimum sertliği ve mukavemeti için işlem sıcaklığında su vermeyle martenzit elde edilir. Ancak tamamen martenzit yapısı direk su vermeyle oluşturulamaz. Bu nedenle, ostenit alt tabakasında bir miktar ostenit bulunur. Tamamen martenzit yapısı, sıvı azota numunelerin daldırılmasıyla yapılacak olan sıfır altı işlem sonrası elde edilebilir (Bell vd. 2000).



Şekil 2.10. 700°C’de 3 saat plazma nitrokarbürlenen %0.45 C çeliğinin yapısının optik mikroskop görüntüsü (Bell vd. 2000)

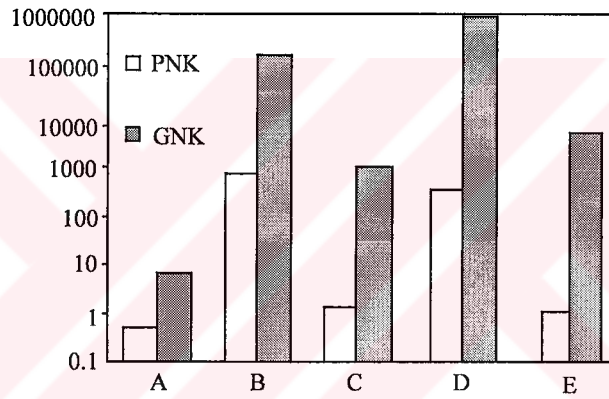
Saf demir, orta karbonlu çelik ve düşük alaşımlı çeliğin abrazif aşınma test sonuçları karşılaştırıldığında, ostenitik plazma nitrokarbürlemenin aşınma mukavemetinin ferritik plazma nitrokarbürlemeden daha iyi olduğu görülmektedir. Aşınma mukavemeti ve yük taşıma kapasitesi optimum değerlerinin ostenitik nitrokarbürleme sonrası sıvı azotta yapılan sıfır altı işlem sonrası oluşan bir azot martenzit alt tabakasıyla ϵ fazı desteğinde elde edildiği görülebilir (Bell vd. 2000).

2.4.4.3. Plazma Nitrokarbürleme ve Bilinen Tekniklerin Karşılaştırılması

Çevresel açıdan: Plazma nitrokarbürleme, birçok araştırmacı tarafından fiziksel metalurjisi araştırılmış olan ve iyi bilinen plazma nitrürleme işleminin değişik bir formudur (Bhushan ve Gupta 1991, Bell vd. 2000). İşlem, 1-20 mbar basınçta azot ve karbon içeren bir plazmanın kullanımını içerir. Aktif azot ve karbon türlerinin işlem ortamında kimyasal reaksiyon ve termal dekompozisyonlarla oluşturulduğu konvansiyonel tuz banyosu ve gaz proseslerinden farklı olarak plazma nitrokarbürleme, plazmada ve parça yüzeyinde saçılma, iyon bombardımanı, çarpışma, iyonizasyon ve aktivasyon dahil bir çok fiziksel reaksiyonları içerir. Plazma işlemleri bu yüzden, konvansiyonel gaz prosesleri üzerine bir çok çevresel ve kütle transferi sunar. Plazma nitrokarbürlemenin tercih sebebi çevre dostu olmasıdır. Bunu resimle anlatmak için şekil 2.11’de tipik geleneksel gaz tekniği ve plazma nitrokarbürleme işlemlerinin atık

sıvı emisyonları karşılaştırılmıştır. Plazma işleminde gaz tüketiminin gaz tekniğinden on kat daha az olduğu görülmektedir. NO_x ve NO_2 gibi zehirli gazların emisyonu plazma işleminde 500-5000 kez daha azdır (Bell vd. 2000). Bunlardan bazıları;

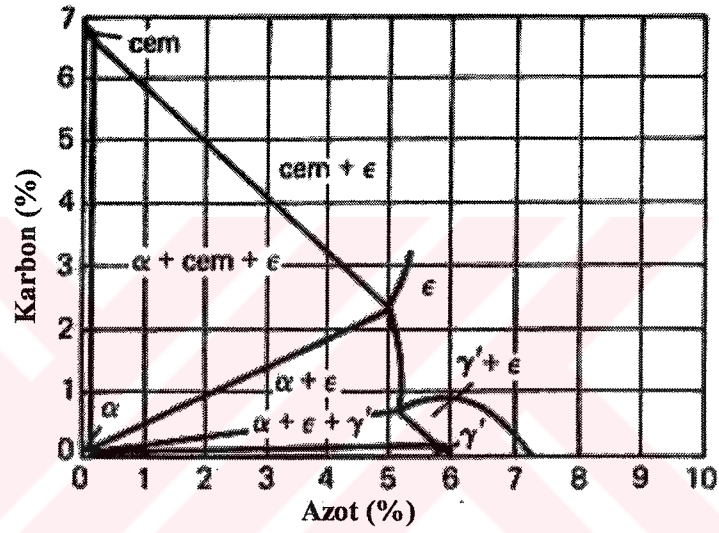
- ◆ Zehirsiz duman veya atık üretme
- ◆ Patlama riski olmaması
- ◆ Dikkate değer atık, gürültü ve ısı kirlenmesi olmaması
- ◆ İşlem süresinin az olması
- ◆ Enerji tüketiminin az olması
- ◆ İşlem gaz tüketiminin az olmasıdır (Bell 1997).



Şekil 2.11. Plazma nitrokarbürleme ve gaz nitrokarbürleme tekniklerinin atık emisyonları (Bell vd. 2000); A- Kullanılan gaz miktarı (m^3/h), B- Toplam karbon emisyonu (mg/m^3), C- Toplam NO_x miktarı (mg/h), D- Atık karbon gazı çıkış oranı (mg/h), E- Atık NO_2 çıkış oranı (mg/h)

Teknik açıdan: Nitrokarbürlemenin temel amacı, baskın bir şekilde tek fazlı beyaz tabaka üretmektir. Bu faz, ani darbelere, çentik ve çizmeye karşı yüksek mukavemete sahip olan hekzagonal sıkı paket (hsp) kafes yapısına sahip $\epsilon\text{-Fe}_{2.3}(\text{N}, \text{C})$ 'dir. Fe-N faz diyagramına göre serbest karbon, işlem ortamında Fe-N ötektoid sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda tek fazlı ϵ -faz yapısı üretilemez. Bununla birlikte, Slycke vd. tarafından gözden geçirilen, şekil 2.12'de güncelleştirilen Fe-N-C üçlü faz diyagramına göre azot ve karbon içeren ortamda tek fazlı ϵ -faz yapısı üretilebileceği ileri sürülmüştür. Beyaz tabakada karbonun bileşik oluşturması sadece ϵ fazının oluşumunu

artırmakla kalmaz, aynı zamanda dikkate değer bir şekilde bu fazın sünekliğini artırır ve böylece de yüksek sünekliğe sahip beyaz tabaka üretimine yardımcı olur. Bu yüzden nitrokarbürleme bazen yumuşak nitrürleme olarak adlandırılır. Plazma nitrokarbürleme işlemi olarak son zamanlarda, ötektoid sıcaklığın altındaki sıcaklıklarda yapılan ferritik ve bu sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda yapılan ostenitik plazma nitrokarbürleme işlemleriyle tek ϵ -faz yapısı üretimi için çalışılmaktadır (Bell vd. 2000).

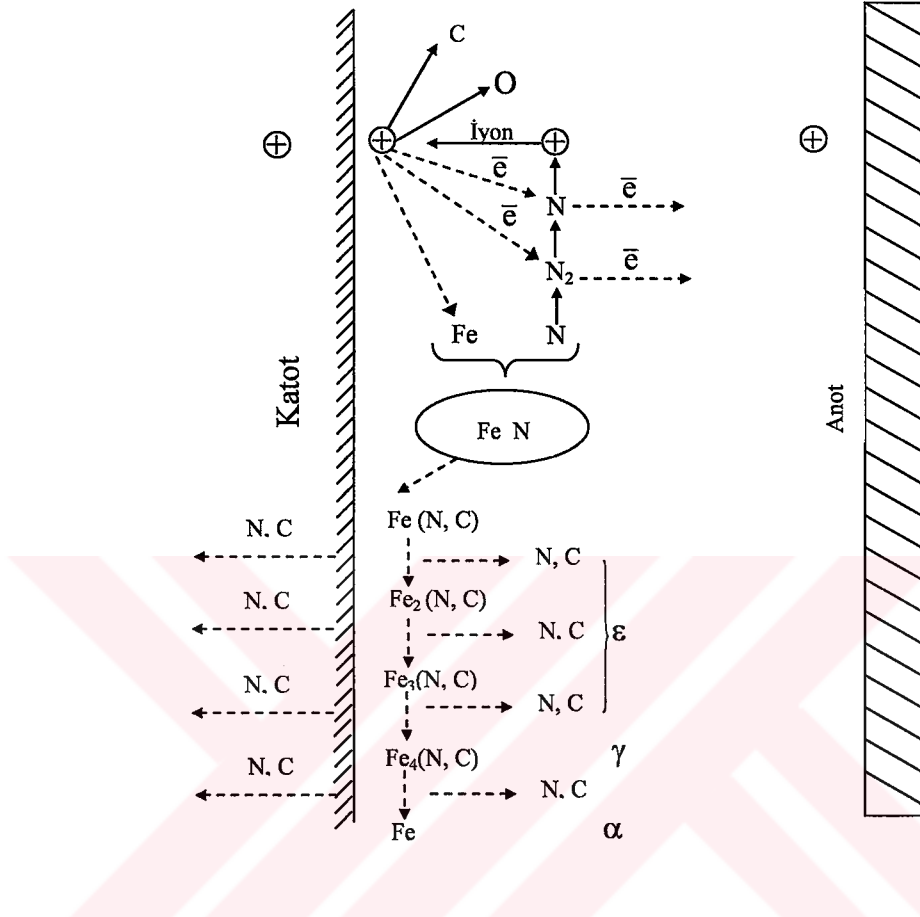


Şekil 2.12. 570-580°C'de Fe-N-C üçlü faz diyagramı

2.5. Plazma Nitrokarbürlemenin Oluşum Mekanizması

2.5.1. Edenhofer modeli

Plazma nitrokarbürlemede işlem mekanizması tam olarak henüz tanımlanamadığından bu konu ile ilgili yapılan çalışmalarda genelde iyon nitrürasyondaki modellerin geçerli olup olmadığı ile ilgili çalışmalar yapılmış ve aynı mekanizmaların plazma nitrokarbürlemede de kullanılabileceği belirtilmiştir (Li vd. 1995, Li ve Manory 1999). Bu konuda tam olarak kesin bir model henüz mevcut olmamakla birlikte, iyon nitrürasyon olayını en iyi açıklayan modellerin başında Edenhofer'in modeli gelmektedir (şekil 2.13). Bu modele göre;



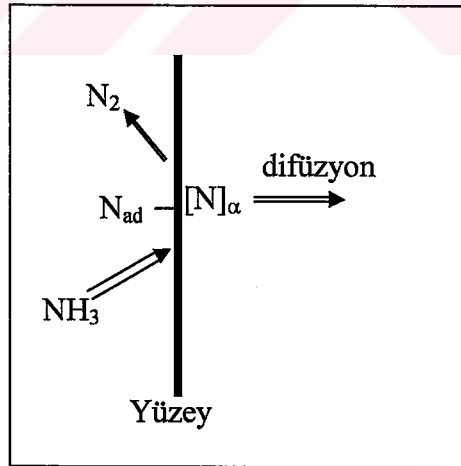
Şekil 2.13. Plazma nitrokarbürleme mekanizması olarak Edenhofer modelinin şematik olarak görünüşü

Yüzeye çarpan iyonlar yüzeyde yüksek sıcaklıklar oluşturarak buharlaşmaya neden olurlar. Bunun sonucunda iş parçası yüzeyindeki Fe ve diğer alaşım elementlerinin atomları, metalik olmayan element atomları (C, O, N gibi) ile elektronlar yüzeyden uzaklaşır. Yüzeye çarpan iyonlar iş parçasının içine doğru nüfuz ederken, kalan iyon enerjisi ısıya dönüşür. Bu ısı enerjisi parçanın istenilen sıcaklığa kadar ısınmasını sağlar. Yüzeye çarpan iyonların ancak çok az bir kısmı iş parçasına yayınır, büyük bir yüzdesi saçılma olayını sağlar. Saçılan Fe atomlarıyla yüksek enerjili N atomları yüzey civarında FeN şeklinde birleşip metal yüzeyinde birikirler. FeN sıcak metal yüzeyinde kararsızdır, bundan dolayı kararlı diğer nitrürlere (Fe_2N , Fe_3N ve Fe_4N) dönüşür. Dönüşme esnasında serbest kalan N atomları ya metale yayınır veya plazmaya döner.

2.5.2. Somers modeli

Nitrokarbürleme işleminde oluşum mekanizmasıyla ilgili yapılan farklı çalışmalar da (Somers 2000, Du ve 2000) mevcut olup özellikle gaz nitrürlendirme ve nitrokarbürleme mekanizmalarının kapsamlı bir şekilde karşılaştırıldığı bu çalışmalara göre ise;

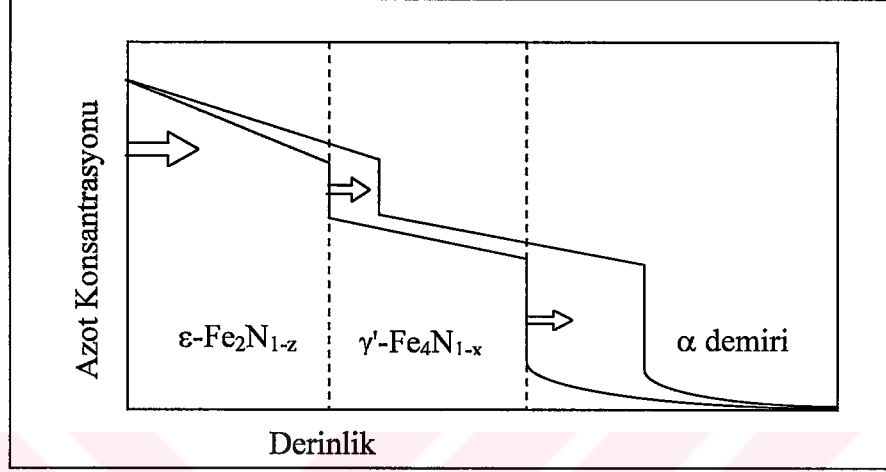
Nitrürlemede yüzeyde ilk oluşan faz γ' - $\text{Fe}_4\text{N}_{1-x}$ 'tir. Bu faz, yüzeye yakın bölgedeki demir içerisinde azotun maksimum çözünürlüğünün aşılması sonucunda çekirdeklenir. γ' nitrürün çekirdeklenmesi için kuluçka süresi, yüzeye ulaşan azot atomlarının akışı ile yüzeyden ayrılan azot atomlarının akışları arasındaki üstünlük derecesine bağlıdır (şekil 2.14). Yüzeye ulaşan azot atomlarının akışı, amonyağın ayrıştırılmasıyla kontrol edilir. Yüzeyi terk eden azot atomlarının akışı, N_2 'nin oluşumu, yüzeyden ayrılması ve azot atomlarının kütle içerisindeki katı hal difüzyonu ile meydana gelir. Azotun yüzeyden ayrılmasının çekirdeklenme açısından kuluçka süresi üzerinde çok düşük bir etkiye sahip olduğu açıktır.



Şekil 2.14. Yüzeyde NH_3 'ün ayrışması sırasında moleküler azotun oluşumu ve ortaya çıkan atomik azotun ferrit içerisine difüzyonu

Nitrürleme sırasında, beyaz tabakanın büyüme kinetiği, genellikle beyaz tabakayı oluşturan fazlardan azotun katı hal difüzyonu ile kontrol edildiği düşünülür. ϵ/γ' çift fazlı

tabakasının ϵ , γ' alt tabakalarının ferrit üzerinde büyümesi, bu tabakalara giriş ve çıkış akışları düşünülerek değerlendirilebilir (şekil 2.15).



Şekil 2.15. Çift fazlı ϵ/γ' beyaz tabakasının büyüme kinetiği için model

Nitrokarbürlemede, beyaz tabakayı oluşturan fazların çekirdeklenmesi, amonyak ayrışması ve heterojen su-gaz reaksiyonu ile azot ve karbonun katı hal difüzyonu sırasında oluşan yüzey reaksiyonlarının birbirlerine üstünlük derecelerine bağlıdır. Karbürleme reaksiyonu, nitrürleme reaksiyonundan çok daha çabuk ilerler. Buna karşılık, taban malzemedeki karbon çözünürlüğü, azot çözünürlüğünden daha erken gerçekleşir. Sonuç olarak, γ' nitrürün çekirdeklenmesi, bu faz içerisindeki karbonun düşük çözünürlüğü nedeniyle engellenir.

Nitrokarbürleme işleminde tabaka oluşum ve büyüme mekanizmaları; gaz karışımı ve numune yüzeyi arasında kimyasal dengenin sağlanması halinde ortaya çıkan azot ve karbon etkinliği ile yakından alakalıdır. Buna göre azot etkinliği (a_N) ve karbon etkinliği (a_C);

$$a_N = K \cdot P_{NH_3} / P_{H_2}^{3/2} \cdot P_0^{1/2} \dots\dots\dots (1)$$

$$a_C = K \cdot P_{CO} \cdot P_{H_2} / P_{H_2O} \cdot 1/P_0 \dots\dots\dots (2)$$

formülleriyle karakterize edilebilir (Somers 2000). Burada; K , reaksiyonun denge katsayısı, P_j , j gaz bileşiminde kısmi basıncı gösterir, ki bu referans basınç olarak (1 atm N_2 gazı olarak alınmıştır) P_0 ideal gaz olarak davrandığı farz edilmektedir.

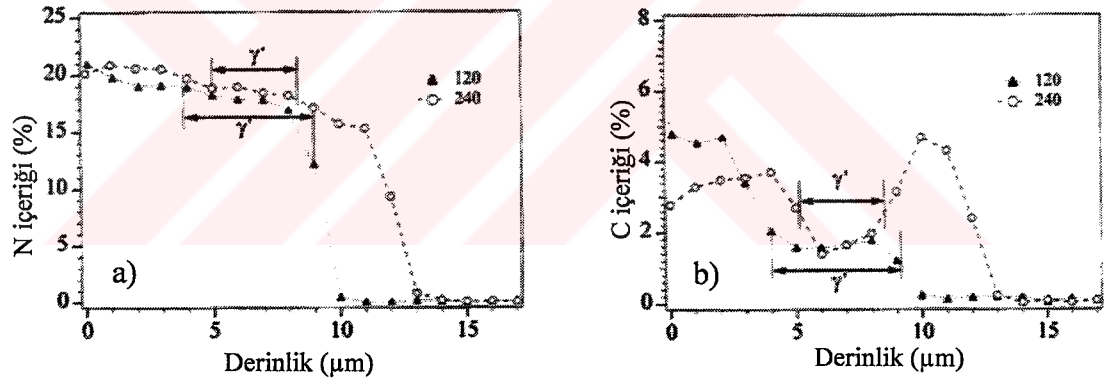
Nitrokarbürlemede, yüzeyde ilk gözlenen faz, tüm hallerde sementit olmaktadır. Beyaz tabakadaki ϵ fazının başlangıçtaki görünümü, yüksek a_N 'nin hızlandırılması ve yüksek a_C 'nin de geciktirilmesiyle gözlenmiştir. Sementitin demir yüzeyindeki gözlenen bu ilk çekirdeklenmesi, ϵ 'un α üzerine doğrudan çekirdeklenmesinin mümkün olmayacağını göstermektedir.

Nitrokarbürleme sırasında, beyaz tabakanın büyümesi ile ilgili açıklama, nitrürleme için söylenen gibi tam net değildir. Çünkü beyaz tabakanın faz gelişimi, sürekli olarak büyümeye bağlı bir şekilde değişir. Nitrokarbürleme sırasında, beyaz tabakanın büyüme kinetiği ile ilgili Somers (2000) tarafından yapılan çalışma, yüzey ve katı/katı ara yüzeylerde beyaz tabakanın basit bir faz yapılanması ve yerel dengesi bakımından değerlendirilerek verilmiştir.

Sementitin ilk oluşumu sonrasında, sementit miktarı azalıp sonuçta bütünüyle çözünürken, uzun süreli işlem sonrası, beyaz tabakada baskın bir ϵ faz yapısı kalır. Aynı zamanda, γ' faz miktarı özellikle taban malzemeye yakın olan beyaz tabaka bölgesinde artar. Kompozisyon/derinlik profillerinin gelişimi, yüzeyde C içeriği zamanla azalırken, yüzeydeki azot içeriğinin zamanla arttığı görülmektedir (şekil 2.16 a ve b). Sementitin, nitrokarbürleme işleminin devam etmesiyle kaybolduğu ve taban malzemeye yakın ϵ -karbonitrür ve γ' (karbo)nitrit ile yer değiştirdiği gözlenmiştir.

Niteliksel olarak, gaz fazında azot ve karbon aktiviteleri (a_N ve a_C), beyaz tabakanın mikroyapısal gelişimi üzerine, Somers (2000) tarafından yapılan deneysel ve teorik çalışmalar sonrası aşağıdaki etkilere sahip olduğu belirlenmiştir;

- $a_C < 2.16$ (575°C 'de) için: a_N değeri arttıkça, ϵ ve γ' fazları daha da tercihli hale gelir. Sementit daha fazla çözünür, bunun yanı sıra, uzun süreli nitrokarbürlemeye bağlı olarak beyaz tabakadaki ϵ fazına göre γ' fazı miktarı daha az olur. Ayrıca, yüksek bir a_C 'de dahi verilen nitrokarbürleme süresi aralıkları içerisinde yüksek a_N , çift tabakalı bir yapının oluşmasına sebep olur (en üstte ϵ ve onun altında γ' tabakası). Yüksek a_N , hem nitrokarbürleme gazından gelen azot girişini hem de nitrokarbürlemenin ilk safhasında alınan birleşik karbon dağılımını artırır.
- $a_C > 2.16$ (575°C 'de) için: Beyaz tabaka içerisinde her zaman sementit vardır. Orta büyüklükte a_N değerleri ile birlikte yüksek a_C , γ' nitrür oluşumunu engeller. Beyaz tabakadaki azot miktarı, sementitin baskın olması ve büyümesi nedeniyle oldukça düşüktür.



Şekil 2.16. 575°C sıcaklıkta, $a_N= 503$ ve $a_C=1.37$ şartlarında 120 ve 240 dakika nitrokarbürlenmiş saf demir yüzey kısmında a) azot ve b) karbon oranlarının derinlikle değişimi (Du vd. 2000).

ϵ fazı, hem arayer olarak çözünen azot ve karbon için geniş bir çözünürlük aralığına, hem de sementit ve γ' nitrür ile karşılaştırıldığında yüksek karbon ve azot hareketliliğine sahiptir. Yani, N ve C arayer atomlarının en geniş yayındığı akış, ϵ fazında mümkündür. Bu, başlangıçtaki kalınlık üzerinde ϵ fazına sahip olan beyaz tabakaların hızlı büyüdüğünü göstermektedir.

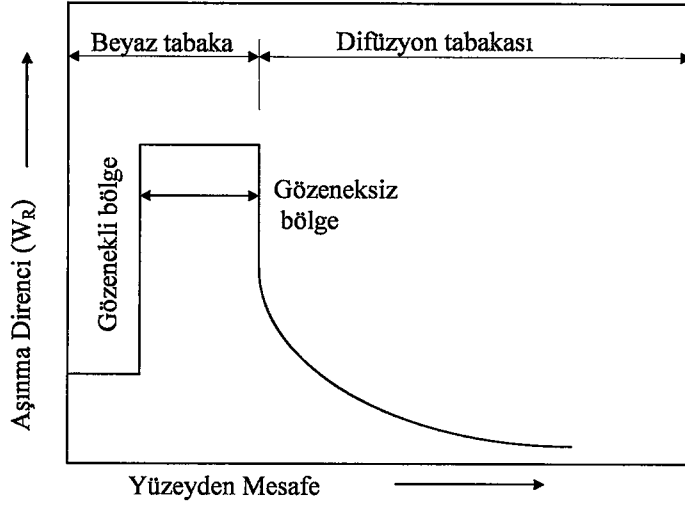
Nitrokarbürleme gerilimi arttıkça, sementit alt tabakasına bağlanan ϵ fazlı beyaz tabakadan arayer atom difüzyonu daha fazla olur. Sementitin mevcudiyetinden dolayı, nitrokarbürlemenin ilk safhasında yavaş olan tabaka büyüme kinetiğinin artırılması için, beyaz tabakanın çekirdeklenme aşamasına ulaşıldıktan kısa bir süre sonra, gaz karışımına karbon içeren maddeler katılabilir.

Azotun γ' nitrürden yayınma akışı ϵ fazından önemli ölçüde daha düşüktür. Çünkü γ' nitrürün azot çözünürlük aralığı dardır. γ' nitrürün ortaya çıkması ile taban malzeme ile ϵ fazının doğrudan teması kesileceğinden, N dağılım profilinde bir süreksizliğe yol açar ve tabaka büyüme mekanizmasında bir gecikmeye sebep olur.

2.6. Nitrokarbürlenmiş Malzemelerin Aşınma Direnci

Nitrokarbürlenmiş bir tabakanın aşınma direnci yüzeyden uzaklığa bağlı olarak değişir (şekil 2.17). Aşınma direnci beyaz tabakanın gözenekli bölgesi içinde azalmaktadır. Çünkü burada gözeneklerin çentik etkisi, azalmış yoğunluk ve daha düşük yorulma dayanımı vardır. Beyaz tabakanın gözeneksiz kısmının aşınma direnci, çekirdek malzeme ve difüzyon bölgesinden önemli ölçüde daha yüksektir. Ancak beyaz tabaka homojen bir yapıya sahipse, aşınma direnci de baştan sona sabittir. Difüzyon tabakasında aşınma direnci yüzeyden çekirdek malzemeye gidildikçe azalır. Bu durum, matrisin azot ile aşırı doyması ve nitrür parçacıklarının yoğunluğunun azalması nedeniyle.

Nitrokarbür tabakasının aşınma davranışı genel olarak aşınma yüklerine karşı nitrür tabakasının integral reaksiyonu olarak düşünülmüştür. Bu görüş aşınma mekanizması ve yükleme boyunca onların birbirleriyle etkileşimlerini açıklamaz. Bu yüzden aşınma direnci ve mekanizmaları nitrokarbürlenmiş tabakanın yapısı ile bağlantılı olarak tartışılmalıdır. Aşağıda tartışılan dört farklı aşınma türü için beyaz tabakanın ve difüzyon tabakasının aşınma dirençleri oldukça farklılık göstermektedir.



Şekil 2.17. Nitrokarbürlenmiş bir tabakanın adezif ve abrazif aşınma direncinin yüzeyden itibaren uzaklıkla değişimi (Hoffmann 1997)

Adezyon: Adezif aşınmada, beyaz tabakanın aşınma mukavemeti işlemsiz parçalarla karşılaştırıldığında çok yüksektir. Bu durum, parçanın dış bölgesinde elektron düzenindeki değişim nedeniyle ortaya çıkan mikro kaynak oluşumunun azalma eğiliminden dolayıdır. Difüzyon tabakasında, aşınma direnci koruyucu azot içerikli tabakaların oluşması nedeniyle aynı zamanda artabilir.

Abrazyon: Beyaz tabaka abrazif aşınmaya çok dayanıklıdır. Çünkü beyaz tabakanın yapısı yalnızca çok düşük plastik deformasyona izin verir. Nitrürlenmiş çeliklerle karşılaştırıldığında difüzyon tabakasının aşınma direnci katı çökelti sertleşmesi ve çökeltme sertleşmesi nedeniyle daha yüksek bir yorulma dayanımının elde edilmesinin bir sonucu olarak daha yüksektir.

Oksidasyon: Oksidasyona karşı beyaz tabakanın aşınma direnci temas bölgesi içinde koruma tabakasının oluşumuna bağlıdır. Difüzyon tabakasının aşınma oranı ise her nokta için benzerdir.

Yüzey yorulması: Yüzey yorulması için işlem görmüş parçaların aşınma direncinin işlemsize göre daha yüksek olacağı söylenebilir. Çünkü beyaz tabakanın değişmiş kafes

yapısı plastik deformasyonu önler. Difüzyon bölgesi yüzey yorulması aşınması için çok yüksek dayanıma sahiptir. Burada katı çözelti sertleşmesi ve çökelme sertleşmesi nedeniyle plastik deformasyon çok küçüktür.

Beyaz tabakada gözenekli bir bölgede adezif ve abrazif aşınma durumunda başlangıç aşınması artacaktır. Şayet aşınma mekanizması başlıca tribo-oksidasyon ise aşınma direncinde büyük bir artış görülebilir. Bu, bir yağlayıcı ortamın nüfuziyeti ve sonuçta yağlayıcı tabakanın oluşması nedeniyle olabilir. Yüzey yorulması durumunda, eğer beyaz tabakanın gözenekli bölgesi küçükse ve beyaz tabakanın daha derin bölgelerinde gerçek gerilme maksimuma ulaşırsa, beyaz tabaka kalınlıkları aşınma direnci üzerinde etkili değildir. Eğer gözenekli bölgenin kalınlığı ve maksimum gerilme yüzeyden belirli mesafede artıyorsa yüzey yorulması için aşınma direnci hızlı bir şekilde azalacaktır.

Beyaz tabakanın bileşimi ve yapısı da aşınma direncine etki edecektir. Araştırmalar, beyaz tabakanın adezif aşınma direncinin ϵ -nitrokarbürlerin hacimlerinden kuvvetli bir şekilde etkilendiğini göstermiştir. Pek çok durumda ϵ - nitrokarbürlerin hacimsel oranındaki artışla, direnç artar. Nitrokarbürlenmiş parçalar abrazif olarak zorlandıkları zaman da benzer davranış gösterirler. Bununla beraber, nitrokarbürler içeren tabakalar arasında farklılık vardır. ϵ - nitrokarbürlerin sabit hacimsel oranlarında nitrokarbür tabakaları nitrür tabakalarından daha yüksek aşınma dayanımı gösterir. Yüzey yorulması için, eğer yüzey basıncı sabit tutulursa beyaz tabaka içerisinde ϵ -nitrürün daha yüksek oranda bulunması aşınma direncinde artışa sebep olacaktır.

Katı çökelti sertleştirilmesi gibi çökelme metotlarıyla sertleştirilmiş alaşımların adezif, abrazif ve yüzey yorulması aşınma dirençleri artacaktır. Daha büyük nitrokarbürleme derinlikleri de aşınma direncini artırır. Nitrokarbürleme derinliğindeki artış daha uzun süreler için başlangıç adezif aşınma direnci sağlayacağı için bileşenin ömrünü artırır. Yüzey yorulma gerilmeleri için de nitrürleme derinliğindeki artışlar daha yüksek basınçlar ve sabit aşınma direnci sağladığından benzer durum söz konusudur.

3. MATERYAL ve METOT

3.1. Kullanılan Malzeme

Bu çalışmada, taban malzemesi kimyasal kompozisyonu çizelge 3.1’de verilen sade karbonlu AISI 1020 (ASTM A108, SAE J412, DIN 1.0402) ve az alaşımlı AISI 4140 (ASTM A 322, SAE J404, DIN 1.7225, IS 1 570 40Cr1Mo28) çelikleri kullanılmıştır. Kullanılan AISI 1020 çeliği 920°C’de 25 dakika, AISI 4140 az alaşımlı çeliği 870°C’de 30 dakika tavlınmış ve oda sıcaklığına kadar havada soğutularak malzeme sertlikleri AISI 1020 için 180 HV_{0.05} ve AISI 4140 için ise 320 HV_{0.05} olacak şekilde normalize edilmiştir.

Çizelge 3.1. Deneylerde kullanılan malzemelerin kimyasal kompozisyonu (%)

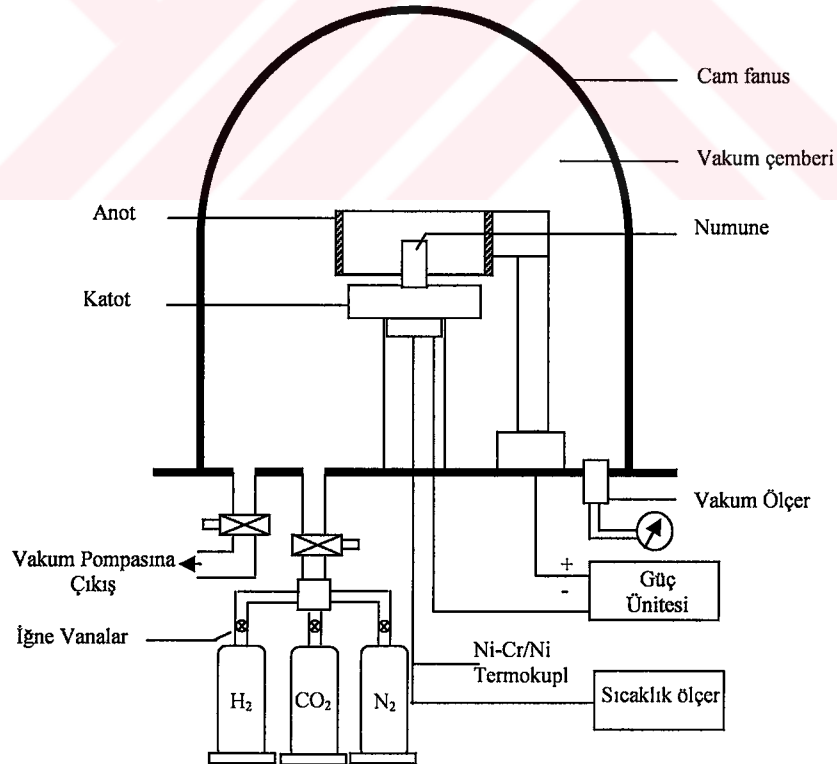
Malzeme	C	Mn	S	P	Si	Cr	Mo	Ni	Cu	W
AISI 1020	0.18	0.54	0.051	0.019	0.27	0.08	0.010	0.05	0.026	0.031
AISI 4140	0.36	0.80	0.005	0.014	0.30	0.85	0.075	0.07	0.143	0.034

3.2. Deney Düzenegi

Plazma nitrokarbürleme işlemi Atatürk Üniversitesi Makina Mühendisliği Bölümü’nde üretilen, şekil 3.1’de şematik olarak gösterilen laboratuvar tipi deney düzeneğinde gerçekleştirilmiştir. Plazma nitrokarbürleme ünitesi temelde, vakum ünitesi, gaz dağıtım tertibatı, güç ünitesi ve cam fanustan meydana gelmektedir. Cam fanusun içerisine, anot ve katot yerleştirilmiş olup, tam orta noktaya yerleştirilen katot numune tutucu olarak kullanılmaktadır. Katoda izoleli bir şekilde negatif kutup ve termokupl gelmektedir. Sıcaklık ölçümleri katot üzerinde bulunan numunelerin altından açılan delik vasıtası ile 0.5 mm çapında (Ni-Cr)-Ni termokupl vasıtası ile ölçülmektedir. Numuneler silindirik bir anotla çevrilidir. Bu silindirik anot vasıtası ile numuneler homojen bir şekilde

bombardıman edilmektedir. Deney düzeneğinde kullanılan başlıca elemanlar ve özellikleri şunlardır;

- Vakum odası : Isıya dayanıklı çan şeklinde bir cam fanustan oluşmaktadır.
- Vakum pompası : Markası Edwards RV12 olup, 1×10^{-1} Pa basınca ineabilen pompa, sisteme gerekli vakumun 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. 1×10^{-1} Pa basınca kadar ölçüm skalasına sahiptir.
- İğne vanalar : İstenen oranda gaz karışımının oluşturulmasını sağlar.
- Sıcaklık ölçer : Numuneye temas halinde olan Ni-Cr/Ni termokupl 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 9 mm uzunluğundaki AISI 4140 ve AISI 1020 numuneler parlatma işlemine tabi tutuldu. İşlem öncesi numuneler alkol ile temizlendikten sonra her iki çelikten ikişer adet numune tutucuya yerleştirildi ve vakum pompası vasıtasıyla 2.5 Pa basınca kadar indirildi. İşleme başlamadan önce numuneler üzerinde bulunabilecek kirlilikleri gidermek amacıyla, 500 Pa'a kadar ortama verilen H₂ gazı atmosferinde 500 V gerilim altında oluşturulan plazma ile 15 dakika süre ile ön saçılma gerçekleştirildi. Ortama deney planına göre belirlenen oranlarda H₂, N₂ ve CO₂ gazı karışımı verildi. Cam fanus içerisinde basınç iğne vanalar yardımı ile 500 Pa'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 işlemi başlatıldı. Deney sona erdikten sonra vakum ortamında numuneler oda sıcaklığına kadar soğutuldu.

AISI 4140 ve AISI 1020 numuneler, seçilen işlem parametreleri olan sıcaklık (500, 570 ve 640°C), süre (1, 2, 4, 8 ve 12 saat) ve gaz karışımında (%75N₂+%23H₂+%2CO₂, %49N₂+%49H₂+%2CO₂, %23N₂+%75H₂+%2CO₂, %47.5N₂+%47.5H₂+%5CO₂) plazma nitrokarbürleme işlemine tabi tutuldu. Ayrıca karşılaştırma yapmak için bu çelikler, 500°C sıcaklık, %50N₂+%50H₂ gaz karışımı ve aynı süreler için plazma nitrürleme yapıldı. Daha sonra yapısal, mekanik ve tribolojik olarak analiz ve incelemeler gerçekleştirildi.

3.4. XRD, SEM, AFM ve Optik Mikroskop İncelemeleri

Plazma nitrokarbürlenen malzeme yüzeyinde oluşan fazlar Rigaku-2200D/Max XRD cihazı vasıtasıyla Cu-K α katot kullanılarak belirlenmiştir. Kullanılan ışınının dalga boyu $\lambda=1.5405$ Å'dur. Elde edilen sonuçlar JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pik listeleri ile karşılaştırılarak oluşan fazların kimyasal kompozisyonları tespit edilmiştir.

Plazma nitrokarbürlenen malzemelerin iç yapısı, yüzey görünümü, yorulmuş malzemelerin kırılma yüzeyleri ve aşınma izleri Jeol 6400 SEM (taramalı elektron mikroskobu) kullanılarak incelendi.

İşlem sonrası numunelerin yüzey topografyası PicoScan Molecular Imaging AFM (atomik kuvvet mikroskobu) ile üç boyutlu olarak incelenerek yüzey pürüzlülüğü değişimleri araştırıldı.

Metalografik olarak hazırlanan numuneler %2 nital çözeltisi ile dağlanarak, beyaz tabaka kalınlığı araştırması Nikon optik mikroskop vasıtasıyla yapıldı. Ayrıca aşınma izlerinin incelemesi optik mikroskop ve SEM vasıtası ile gerçekleştirildi.

3.5. Mikrosertlik Ölçümleri

Plazma ile nitrokarbürleme işleminden sonra 9 mm uzunluğunda ve 17 mm çapındaki numuneler sırasıyla 200, 400, 800, 1200 nolu zımparalardan geçirildikten sonra 1 μ m ve 0,05 μ m'lik alumina pasta ile yaklaşık 0,05 Ra olacak şekilde parlatılmıştır.

Mikrosertlik ölçümleri 50 gf yük altında ve 15 sn yükleme süresinde Buehler mikrosertlik cihazı ile yapılmıştır. Şekil 3.2'de görüldüğü gibi en dış kısımdan yaklaşık 25-30 μ m uzaktan başlamak üzere numune merkezine doğru 25 μ m'de bir her

mesafede en az üç ölçüm alınmış ve bu değerlerin ortalaması grafik ve çizelgelerde verilmiştir. Yüzeye yakın ölçülen ilk sertlik değeri yüzey sertliği olarak kabul edilirken, yüzeyden merkeze doğru çekirdek malzeme sertliğine ulaşılan kadar gidilen mesafe difüzyon derinliği olarak kaydedilmiştir.



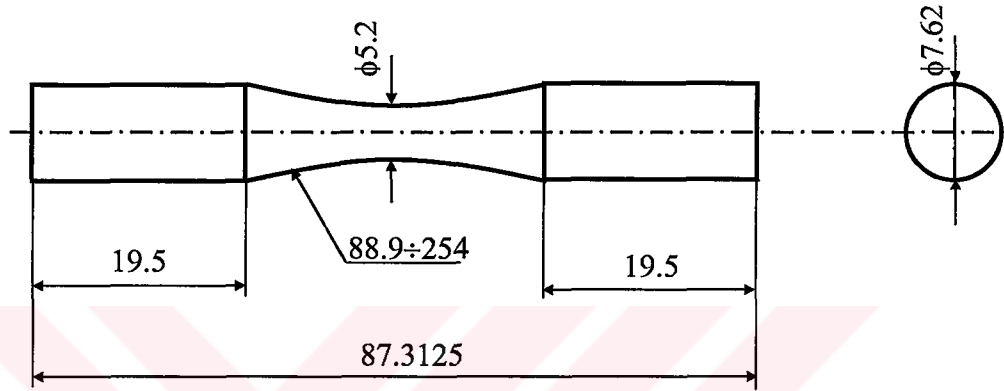
Şekil 3.2. Plazma nitrürleme sonrası yapılan sertlik ölçümlerinde oluşan izlerin SEM görüntüsü (Karakan vd. 2002a)

3.6. Yorulma Deneyleri

Şekil 3.3'te boyutları verilen ve yorulma düzeneğini imal eden firma tarafından önerilen standart numune ölçümleri kullanılmıştır. CNC tezgahında imal edilen numunelerin yüzeylerine ayrıca polisaj uygulanmıştır.

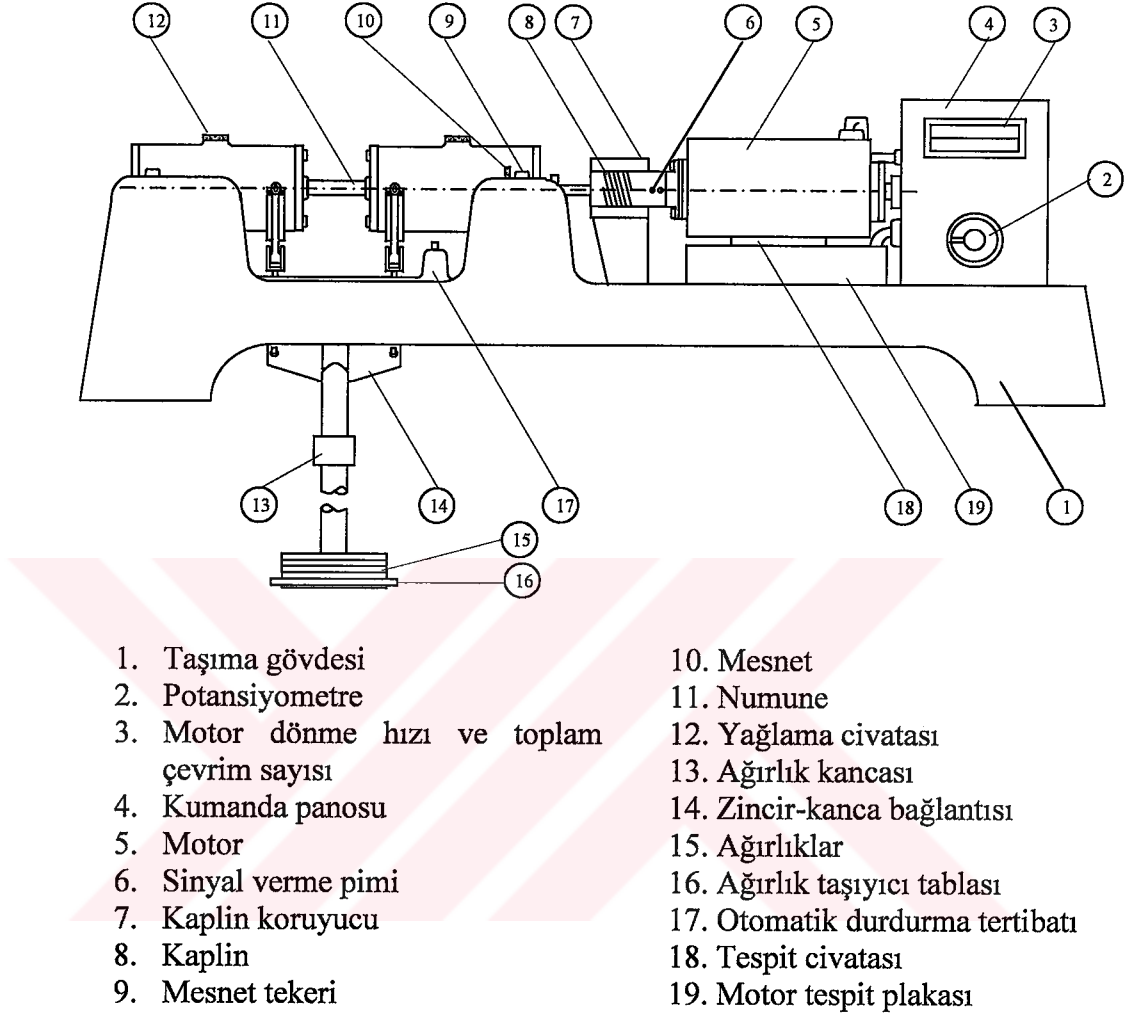
Yorulma dayanımını belirlemek için şekil 3.4'te şematik olarak gösterilen R.R. Moore döner eğilmeli yorula cihazı kullanılmıştır. Cihaz 12000 d/d'lık (50 Hz) dönme hızına ulaşabilen motora sahiptir. Bu tür yorulma cihazlarında, uygulanan eğilme gerilmesi altında numune dönmektedir. Dolayısıyla numune yüzeyinin her bir noktasına sıra ile çeki ve bası gerilmeleri etkimektedir. Numuneler cihaza yerleştirilerek, verilen yükte kırılma olup olmadığı araştırılmıştır. Kırılma çevrim sayısı yorulma makinası

tarafından sayılmakta ve kırılma anında sistem otomatik olarak kapanmaktadır. Yorulma sınırı 2.10^6 çevrim olarak kabul edilmiş ve bu değere ulaşıldığı zaman cihaz kapatılmıştır. Tüm deneyler oda sıcaklığında ve 5500-6000 devir/dakika dönme hızında yapılmıştır.



Şekil 3.3. Yorulma deney numunesi (R.R. Moore yorulma makinesi standardı)

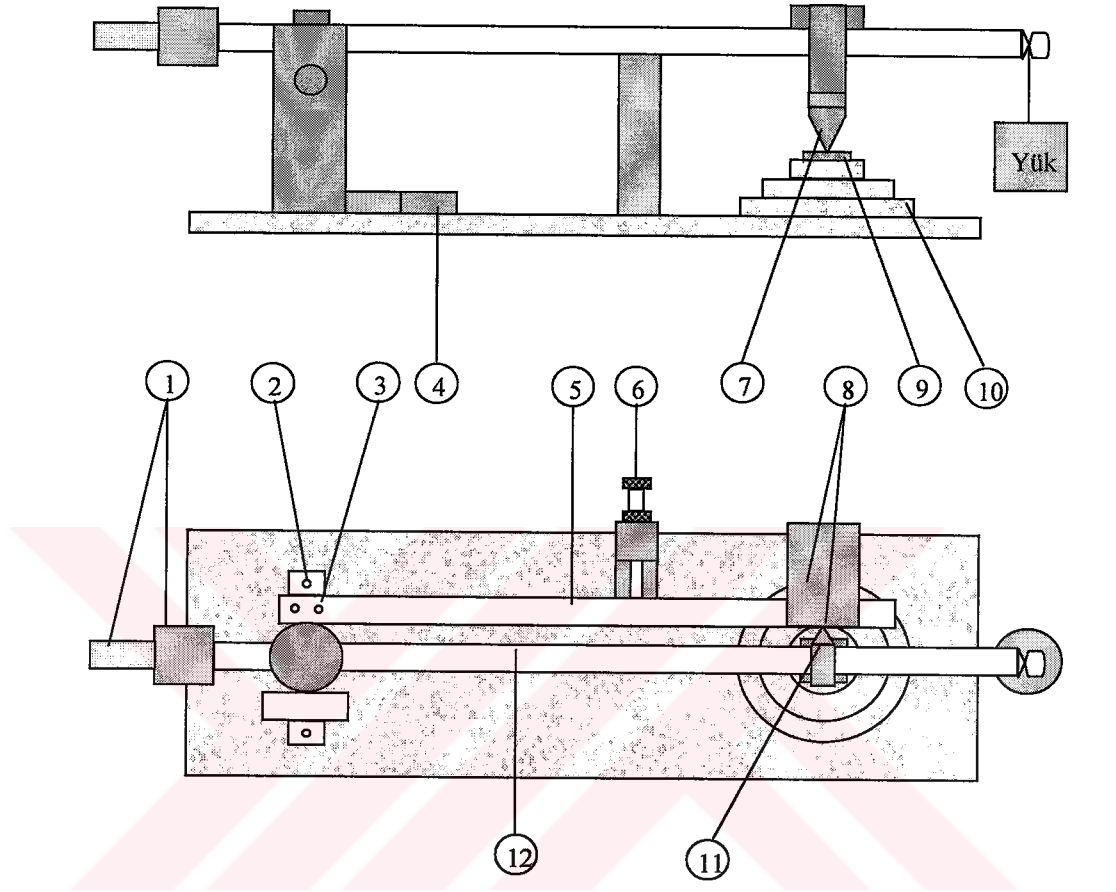
Bu çalışmada S-N eğrisi oluşturmak için sonuçlara bi-lineer tip S-N eğrisi uygulanmıştır. Bu yöntemde S-N eğrisi lineer ve yatay olmak üzere iki kısımdan oluşmaktadır. Lineer kısım S-N diyagramında yatay kısmı içermeyen kırılmanın oluşmadığı en yüksek gerilme değerine kadar uzanan kısımdır. Lineer kısımda 5 gerilme seviyesi belirlenerek, her bir gerilme seviyesinde 3 tekrar yapılmıştır. Yatay kısım için ise Staircase metodu kullanılmıştır. Bu kısımda 11 numune denenerek yorulma sınırı belirlenmiştir. Lineer ve yatay kısmı içeren örnek bir hesaplama EKLER bölümünde verilmiştir.



Şekil 3.4. R.R. Moore döner eğilmeli yorulma cihazının şematik gösterimi

3.7. Aşınma Deneyleri

Plazma ile nitrokabürleme işlemi uygulanmış AISI 1020 sade karbonlu ve AISI 4140 az alaşımlı çeliklerinin tribolojik özelliklerini belirlemek için şekil 3.5'te şematik olarak gösterilen pin-on-disk aşınma cihazı kullanıldı. Hazırlanan 17 mm çapında ve 9 mm uzunluğundaki numuneler, 5 mm çapındaki tungsten karbür bilyeye karşı kuru sürtünme şartlarında aşındırılmıştır. Uygulanan pin-on-disk aşınma deney şartları çizelge 3.2'de verilmiştir.



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

Şekil 3.5. Pin-on-disk aşınma cihazının şematik gösterimi

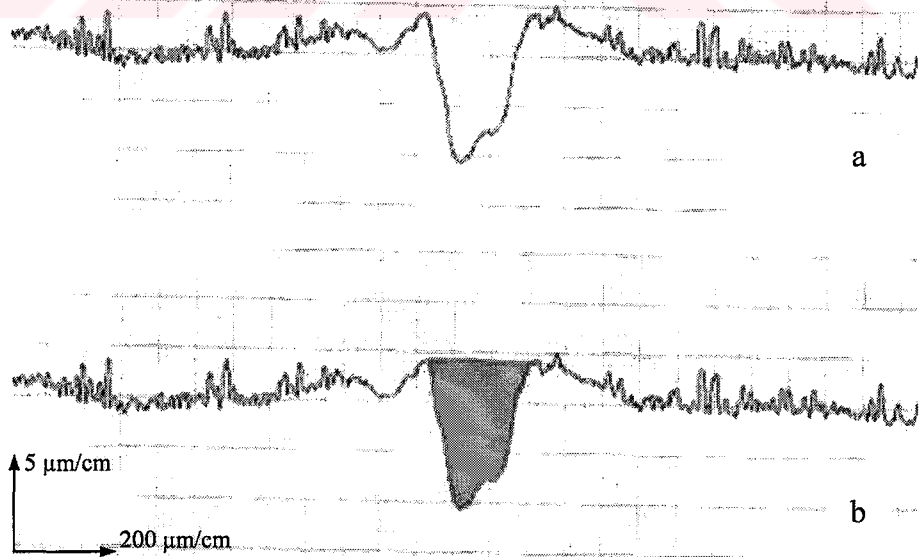
Çizelge 3.2. Pin-on-disk aşınma deneyi şartları

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

Deneyleer esnasında sürtünme katsayısı cihaz tarafından otomatik olarak verilmektedir. Deneyle sonrası aşınma profilleri Mitutoyo yüzey profilometre kullanılarak belirlenmiştir. Aşınma profillerinin iz boyunca aynı kesitte olduğu varsayılarak aşınma hacmi hesaplanmıştır. Deneyle başlamadan önce numunenin yüzey profili çıkarılmış ve deneyle sonrası meydana gelen profiller arasındaki fark aşınma alanı olarak hesaplanmıştır (şekil 3.6). Şekil 3.6.a'da aşınma deneyle sonrası aşınma izine ait örnek yüzey profili verilmiştir. Şekil 3.6.b'de işaretli olarak verilen aşınma hacim oranını bulmak için aşağıdaki eşitliklerden faydalanıldı.

$$\text{Aşınma mesafesi} = \text{Aşınma izinin çevresi} \cdot \text{Dönme devri} \cdot \text{Aşınma zamanı} \quad (3.1)$$

$$\text{Aşınma oranı} = \frac{\text{Aşınan hacim}}{\text{Uygulanan yük} \cdot \text{Aşınma mesafesi}} \quad (3.2)$$



Şekil 3.6 Aşınma kesitinin yüzey profili a) Herhangi bir aşınma izine ait yüzey profili
b) Hesaplanan aşınma hacmi

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

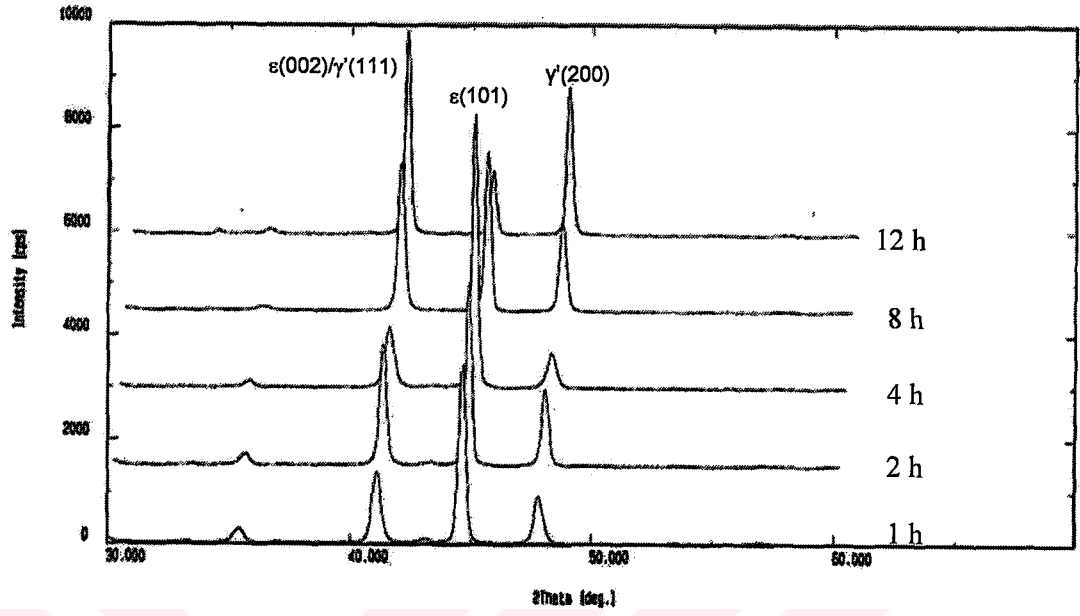
4.1. Yapısal Analizler

4.1.1. XRD Analizleri

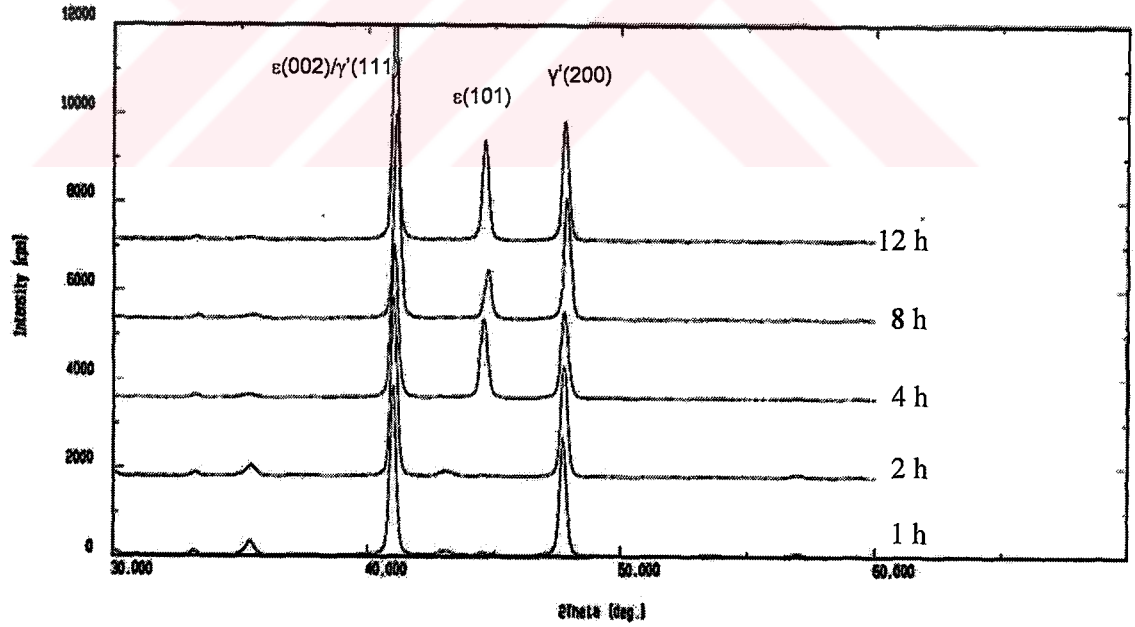
Plazma nitrokarbürlemeyi etkileyen parametreler, işlem süresi, sıcaklık, gaz karışımı ve kullanılan malzemedir. Malzeme yüzeyinde ne tür yapılar oluştuğunu belirlemek için AISI 4140 ve AISI 1020 çeliklerinin XRD analizleri yapıldı. Ayrıca elde edilen sonuçlar plazma nitrürleme işlemine göre mukayese edildi.

Beyaz tabaka, γ' -Fe₄N veya Fe₄(C, N) ve ϵ -Fe₂₋₃N veya Fe₂₋₃(C, N) gibi demir nitrür ve/veya nitrokarbürlerinden oluşmaktadır. Demir nitrür ve karbonitrürlerinin kristal kafes düzlemleri arasındaki mesafenin birbirine çok yakın olması nedeniyle, beyaz tabakadaki bu fazların hangi yapıya ait olduğunun tespiti zordur. Bu nedenle, ϵ ve γ' fazlarının karışımından oluşan çok fazlı beyaz tabakada ϵ (101) ve γ' (200) fazları ayırt edilirken, diğer pikin ϵ (002) ve γ' (111) fazlarından hangisine ait olduğu kafes mesafelerinin çok yakın olması nedeniyle ayırt edilemediğinden, bu ikisi birlikte gösterilmiştir.

Şekil 4.1 ve şekil 4.2, 570°C sıcaklıkta, %49H₂+%49N₂+%2CO₂ gaz karışımında, farklı işlem süreleri için sırasıyla AISI 4140 ve AISI 1020 malzemelerde ferritik plazma nitrokarbürleme işlemi sonrası oluşan yapıları göstermektedir. Her iki şekilde de beyaz tabakanın ϵ -Fe₂₋₃(C, N) ve γ' -Fe₄(C, N) nitrokarbür fazlarından meydana geldiği görülmektedir. Beyaz tabakayı oluşturan bu fazların yoğunlukları işlem süresinin ve taban malzemesinin değişimi ile farklılaşmaktadır. Ferritik plazma nitrokarbürleme işleminde malzeme yüzey özelliklerinin iyileşmesinde en önemli etkiye sahip olan ϵ -Fe₂₋₃(N, C) fazının yoğunluğunun fazla olması ve beyaz tabakada baskın bir yapıya sahip olması istenir. Şekil 4.1'de özellikle ϵ (101) fazının en yoğun değerlerini 4 saat işlem sonrasında aldığı görülmektedir. 4 saate kadar işlem sürelerinde bu fazın



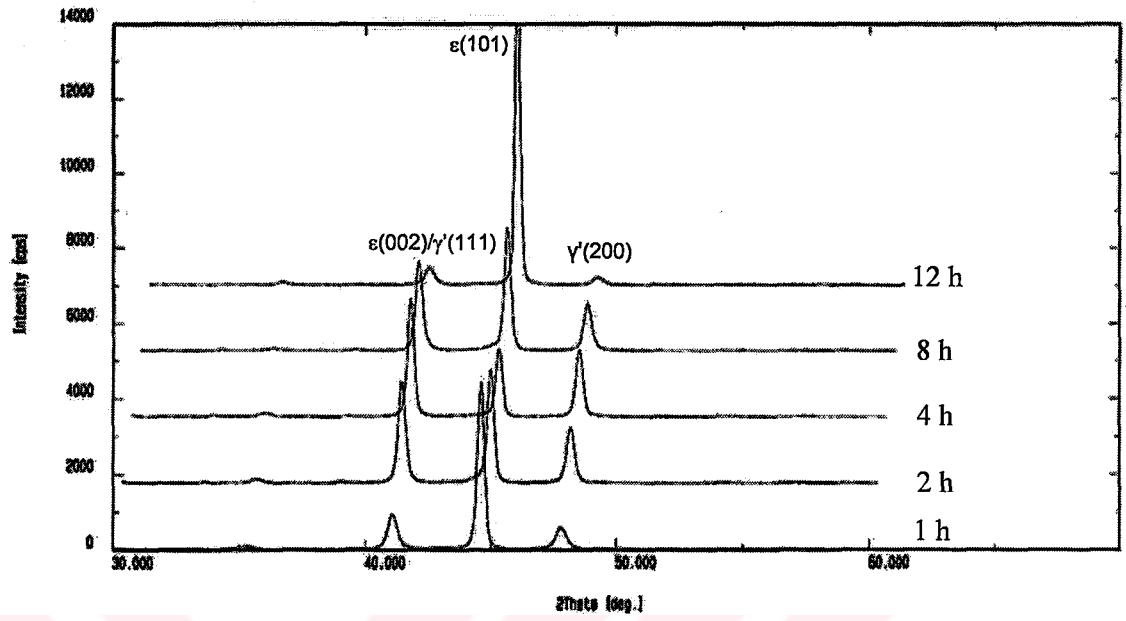
Şekil 4.1. %49N₂+%49H₂+%2CO₂ gaz karışımında ve 570°C’de farklı işlem süreleri için plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin XRD sonuçları



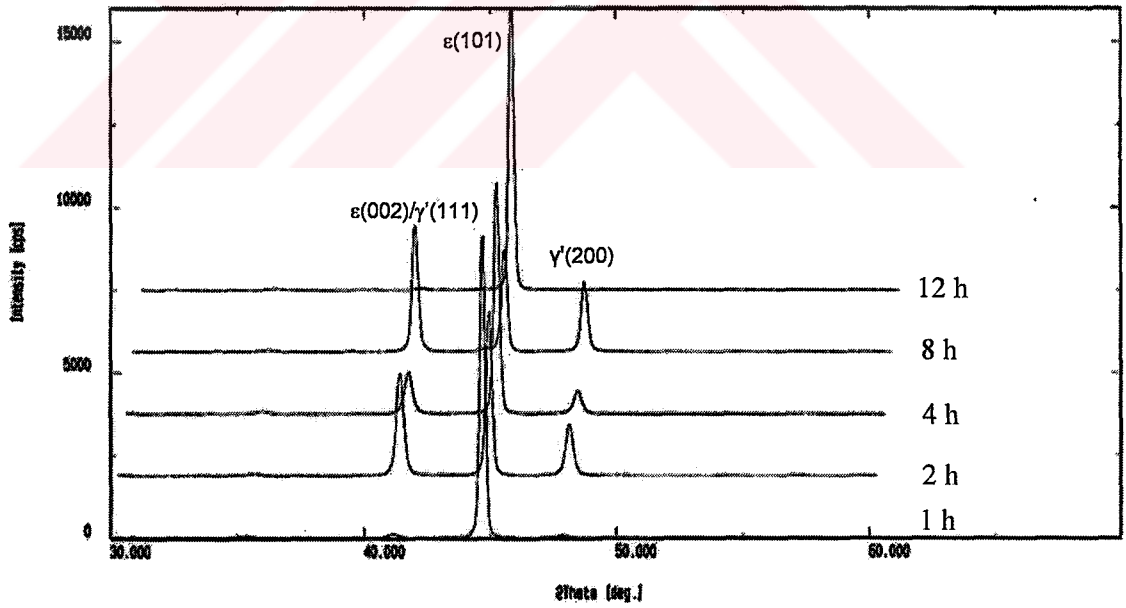
Şekil 4.2. %49N₂+%49H₂+%2CO₂ gaz karışımında ve 570°C’de farklı işlem süreleri için plazma nitrokarbürlenen 1020 çeliğinin XRD sonuçları

sürekli arttığı ve daha uzun işlem sürelerinde ise azaldığı, buna karşın γ' (200) ve $\epsilon(002)/\gamma'$ (111) fazlarının uzun işlem süreleriyle arttığı görülmektedir. Bu, uzun işlem sürelerinde yüzeyde meydana gelen saçılma ve bunun neticesi yüzeye yakın olan ϵ fazının azalması, daha alt kısımda yer alan ve daha kararlı olan γ' fazının ön plana çıkmasındandır. Şekil 4.2 incelendiğinde yine bu sonucu teyit eden 4 saat işlem süresinde ϵ fazının fazla baskın olmasına rağmen kısa ve uzun işlem sürelerinde γ' fazının daha yoğun olduğu görülmektedir. 1 ve 2 saat işlem süreleri için ϵ (101) pikinin henüz oluşmadığı, ancak 4 saatten uzun işlem sürelerinde meydana geldiği görülmektedir.

Şekil 4.3 ve şekil 4.4'te farklı işlem süreleri için 640°C sıcaklık ve %49N₂+%49H₂+%2CO₂ gaz karışımında ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası AISI 4140 ve AISI 1020 çeliklerinde oluşan yapılar görülmektedir. Her iki şekilde de görüldüğü gibi, ferritik plazma nitrokarbürlemeyle karşılaştırıldığında ostenitik plazma nitrokarbürleme işleminde ϵ (101) fazının her zaman için ön plana çıktığı ve daha yoğun olduğu görülmektedir. Hatta 1 saat gibi kısa işlem süresi ve 12 saat gibi uzun işlem süresi için tek fazlı yapıya yakın bir faz dağılımı dikkati çekmektedir. Kısa işlem süreleri ve sıcaklıkla yüzeyde daha kararsız faz yapısı olan ϵ fazı oluşurken, uzun işlem süreleri ve yüksek sıcaklıkta ise artan azot difüzyon oranıyla beyaz tabaka ve difüzyon tabakası arasında meydana gelen ve azotça doymuş bir yapı olan ostenit tabasının oluşması neticesidir. Bu ostenit tabakası, işlem sonrası hızlı soğutma ile martenzit ve/veya beynite dönüşmektedir.

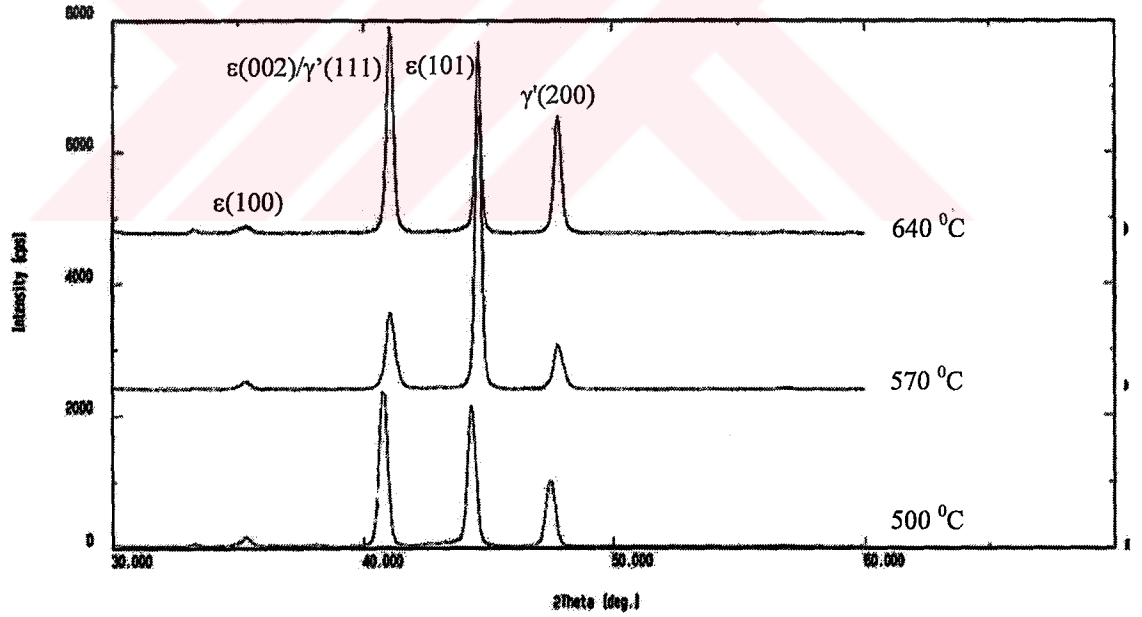


Şekil 4.3. Farklı işlem zamanları için 640°C ve %49N₂+%49H₂+%2CO₂ gaz karışımında nitrokarbürleşmiş AISI 4140 çeliğinin XRD sonuçları

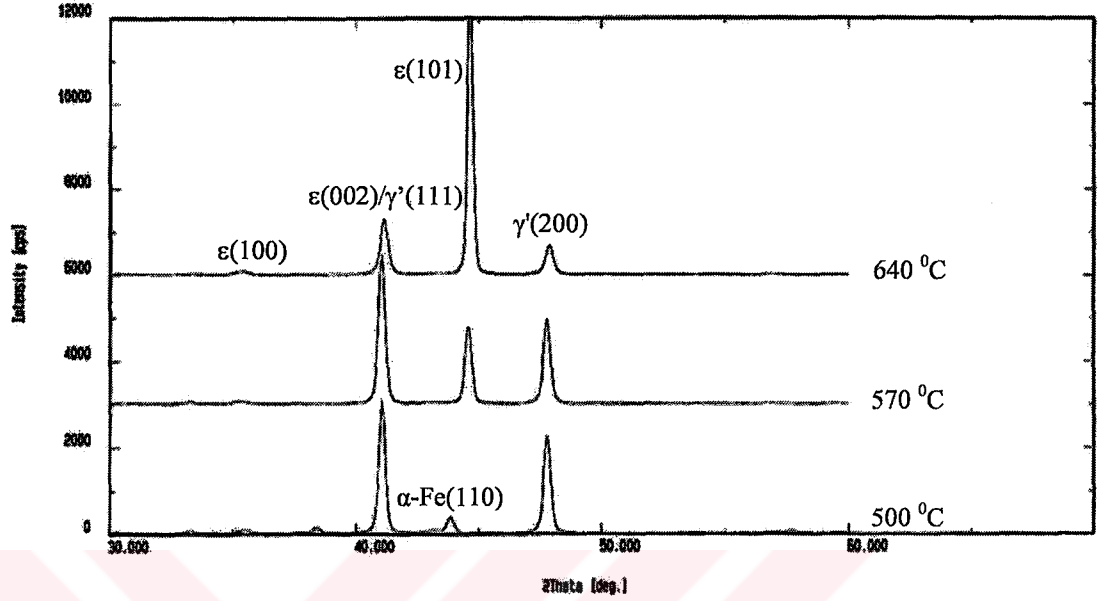


Şekil 4.4. Farklı işlem zamanları için 640°C ve %49N₂+%49H₂+%2CO₂ gaz karışımında nitrokarbürleşmiş AISI 1020 çeliğinin XRD sonuçları

Şekil 4.5 ve şekil 4.6'da, %49N₂+%49H₂+%2CO₂ gaz karışımı ve 4 saat işlem sonrası farklı işlem sıcaklıklarında AISI 4140 ve AISI 1020 çeliklerinin nitrokarbürlenmesi sonucu oluşan yapılar görülmektedir. Verilen işlem süresi için her iki malzemede de sıcaklıkların her birinde benzer yapılar oluşmasına rağmen, baskın ve yoğun ϵ fazı, AISI 4140 çeliğinde ferritik plazma nitrokarbürlemede (570°C) elde edilirken, AISI 1020 çeliğinde ostenitik plazma nitrokarbürleme neticesi oluşmuştur. Az alaşımlı AISI 4140 malzemede ϵ (101) fazının yoğunluğunun verilen süre için ferritik şartlarda maksimum olmasına karşın, diğer iki sıcaklıkta daha düşüktür. Aynı fazın AISI 1020 çeliğindeki sıcaklıkla değişimi ise artış yönünde olmasına rağmen γ' (200) fazının değişimi ters yönde olmakta ve sıcaklıkla düşmektedir. Bu çelikte ayrıca düşük sıcaklıkta ϵ (101) fazı olmaması ve α -Fe(110) fazının varlığı dikkat çekmektedir. Bu durum düşük sıcaklık nedeniyle azot difüzyonundaki azalmayla açıklanabilir.

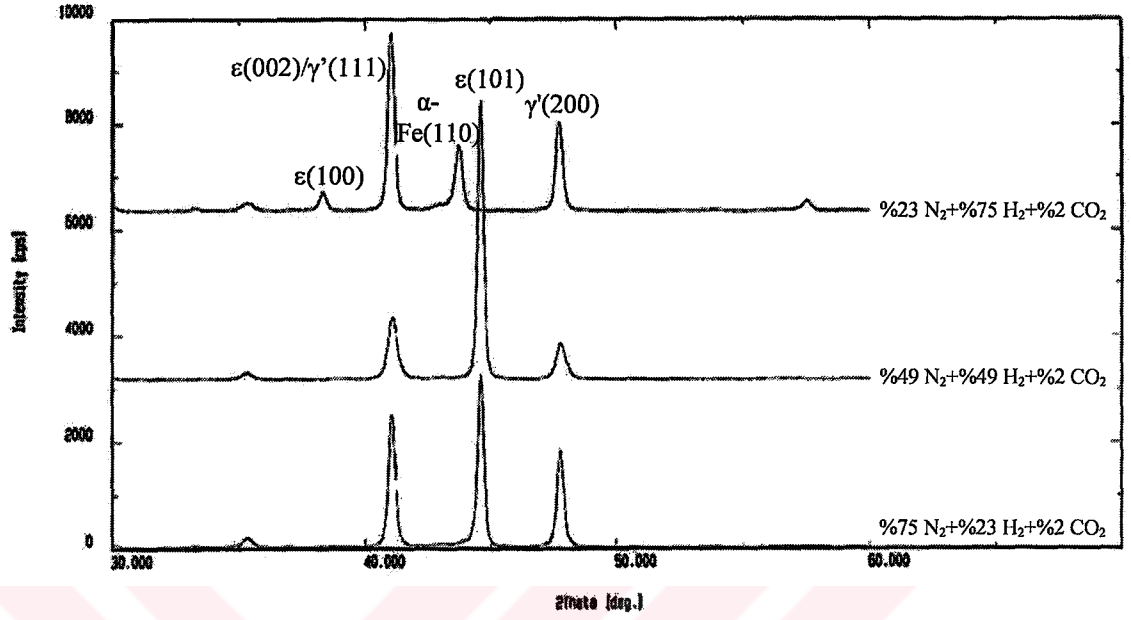


Şekil 4.5. AISI 4140 çeliğinin farklı sıcaklıklarda, %49N₂+%49H₂+%2CO₂ ve 4 saat nitrokarbürlenmesi sonucu oluşan yapılar

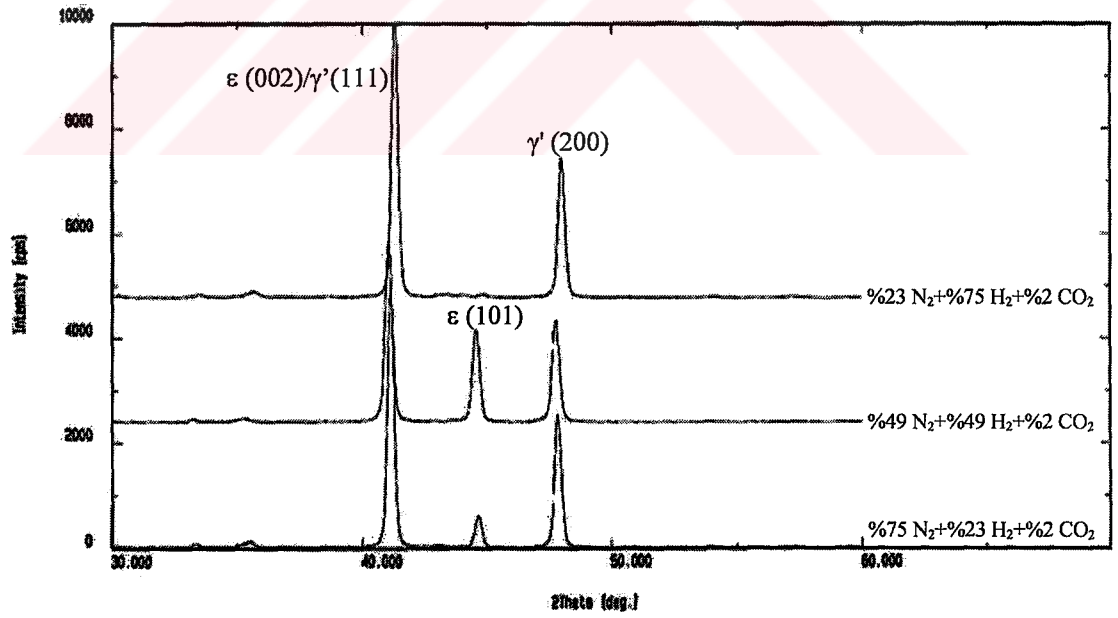


Şekil 4.6. AISI 1020 çeliğinin farklı sıcaklıklarda, %49N₂+%49H₂+%2CO₂ ve 4 saat nitrokarbürlenmesi sonucu oluşan yapılar

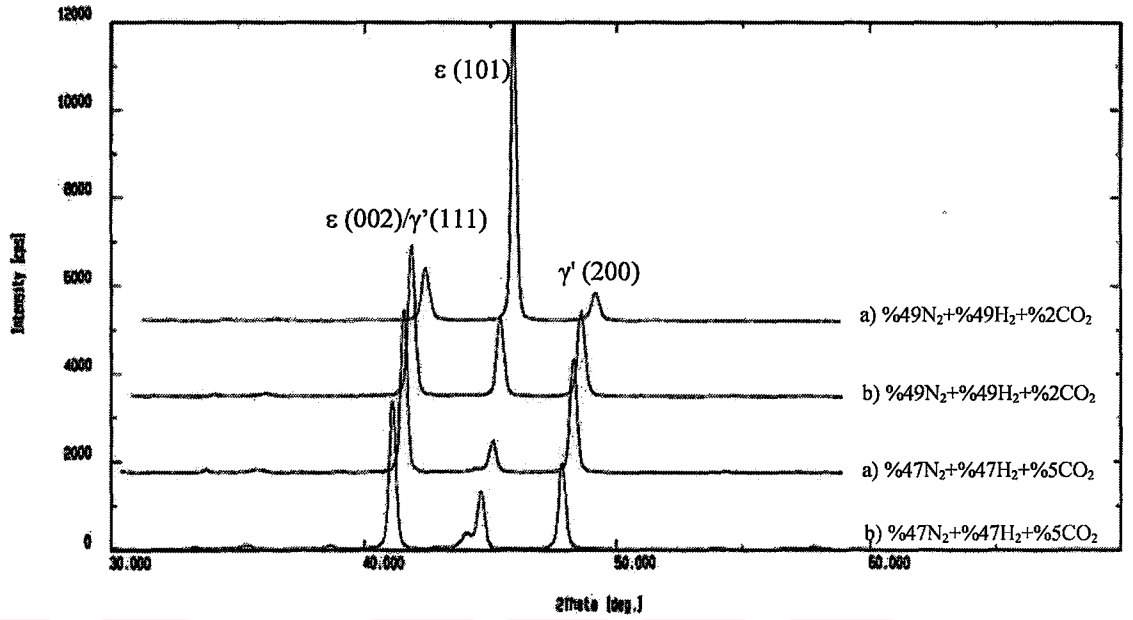
Plazma nitrokarbürleme işlemi üzerine gaz karışımının etkisini belirlemek amacıyla sabit zaman ve CO₂ gaz karışımında değişik kompozisyonlarda azot ve hidrojen karışımını içeren atmosferlerin oluşan yapıya etkisi şekil 4.7 ve şekil 4.8’de gösterilmiştir. Şekil 4.9 ise yapıya CO₂ oranındaki değişimin ne tür etki yaptığını göstermektedir. Her üç şekil incelendiğinde görüldüğü gibi, her bir karışım oranında da ϵ -Fe₂₋₃(N, C) ve γ' -Fe₄(N, C) fazlarının mevcut olduğu görülmektedir. Özellikle ϵ (101) fazının en yoğun değerlerini %49 N₂+%49 H₂+%2 CO₂ gaz karışımında aldığı görülmektedir. Hidrojen oranındaki artış ile bu fazdaki azalma hidrojenin saçılma etkisi ile (Karadeniz, 2002). Bu saçılmanın etkisi ile AISI 4140 çeliğinde α -Fe fazı ortaya çıkmıştır. Azot oranı yüksek olduğu durumlarda ise hidrojen gazının etkisinin azalması nedeniyle ϵ fazı düşük kalmaktadır. CO₂ oranındaki artışla ϵ -Fe₂₋₃(N, C) oranında hızlı düşüş meydana gelmekte (şekil 4.9), buna karşın γ' -Fe₄(N, C) fazında artış görülmektedir. Bu olay yüksek CO₂ oranlarında plazma içerisindeki azot aktivitesindeki azalma nedeniyledir (Chen vd 2003).



Şekil 4.7. Farklı gaz karışımları için 570°C'de 4 saat nitrokarbürlenmiş AISI 4140 çeliğinde oluşan yapılar

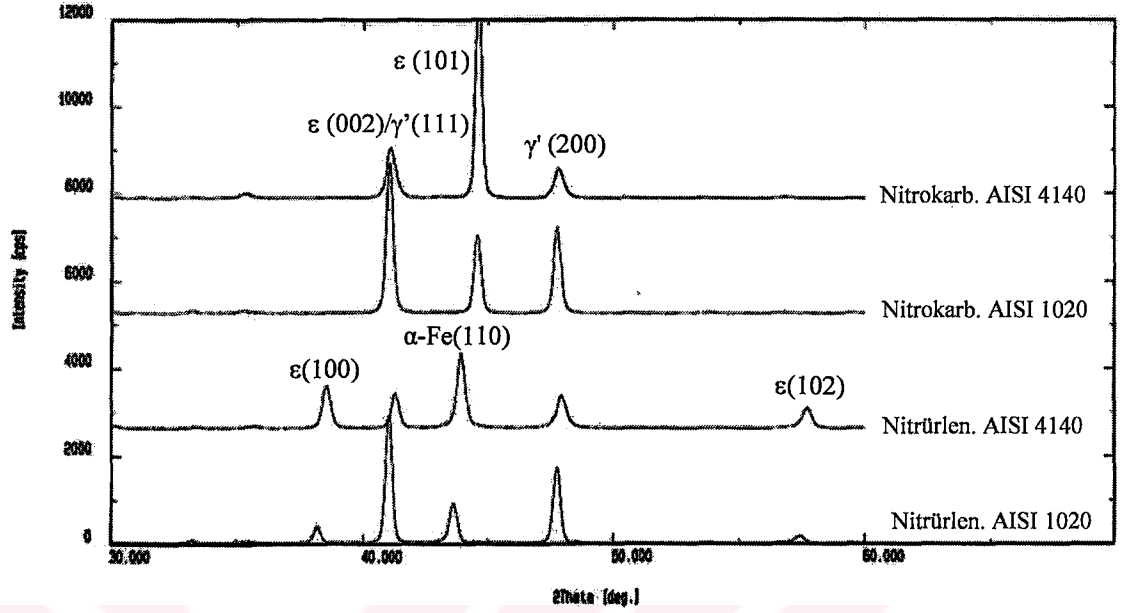


Şekil 4.8. Farklı gaz karışımları için 570°C'de 4 saat nitrokarbürlenmiş AISI 1020 çeliğinde oluşan yapılar



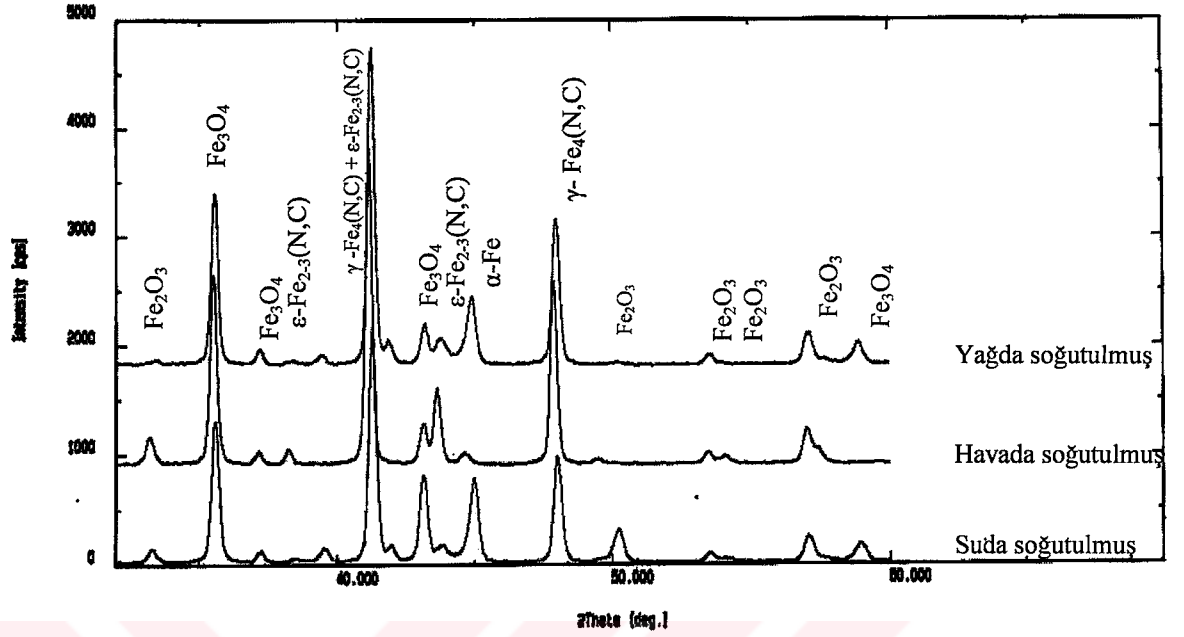
Şekil 4.9. Farklı gaz karışımları için 570°C’de 4 saat, farklı CO₂ gaz karışımında nitrokarbürleşmiş a) AISI 4140 ve b) AISI 1020 çeliğinde oluşan yapılar

$\%49\text{N}_2 + \%49\text{H}_2 + \%2\text{CO}_2$ gaz karışımında 4 saat süre ile 570°C sıcaklıkta ferritik plazma nitrokarbürleme ve 500°C sıcaklıkta plazma nitrürleme işlemlerine tabi tutulan AISI 1020 ve AISI 4140 malzemelerinde oluşan yapıların görüldüğü şekil 4.10 incelendiğinde, beyaz tabakayı oluşturan ϵ ve γ' nitrür ve nitrokarbürlerinin nitrokarbürleme işleminde daha yoğun olduğu dikkati çekmektedir. Bunda ferritik nitrokarbürleme işleminin daha yüksek sıcaklıklarda yapılmasının yanısıra, bu işlemde oluşan beyaz tabakanın gözenekli yapısında etkili olmaktadır.



Şekil 4.10. 4 saat süre ile 570°C de nitrokarbürleşmiş ve 500°C de nitrürlenmiş AISI 1020 ve AISI 4140 malzemelerinde oluşan yapılar

Soğutma hızının yapı ve özelliklere etkisini araştırmak için 640°C sıcaklıkta, 4 saat işlem süresinde ve %49H₂+%49N₂+%2CO₂ gaz karışımında eş zamanlı olarak ostenitik plazma ile nitrokarbürleşen AISI 1020 çeliğinden imal edilmiş numunelerden her biri nitrokarbürleşmeden sonra hava, su ve yağ ortamında soğutuldu. Şekil 4.11’de nitrokarbürleşme sonrası farklı soğutma ortamlarında ısıtım uygulanmış numunelere ait XRD analizleri verilmiştir. Beyaz tabaka çoğunlukla ϵ -Fe₂₋₃(C,N) fazı içermektedir. Suda soğutma sonrası, beyaz tabakayı oluşturan fazlar önemli miktarda azalırken α -Fe fazı belirgin bir hale gelmiştir. Bu, su verme esnasında beyaz tabakayı oluşturan fazların büyük bir kısmının ayrıştığı ve α -Fe içerisine azot ve karbonun difüze olduğunu gösterir. Su verme sonrası bu aşırı doymuş eriyik, azot ve karbon içeren martenzite dönüşmüştür. Ayrıca nitrokarbürleşme işlemi sonrası doğrudan numuneler soğutma ortamına aktarılamadığından, yüzeylerde oksit fazları da tespit edilmiştir (Alsaran vd 2003a).



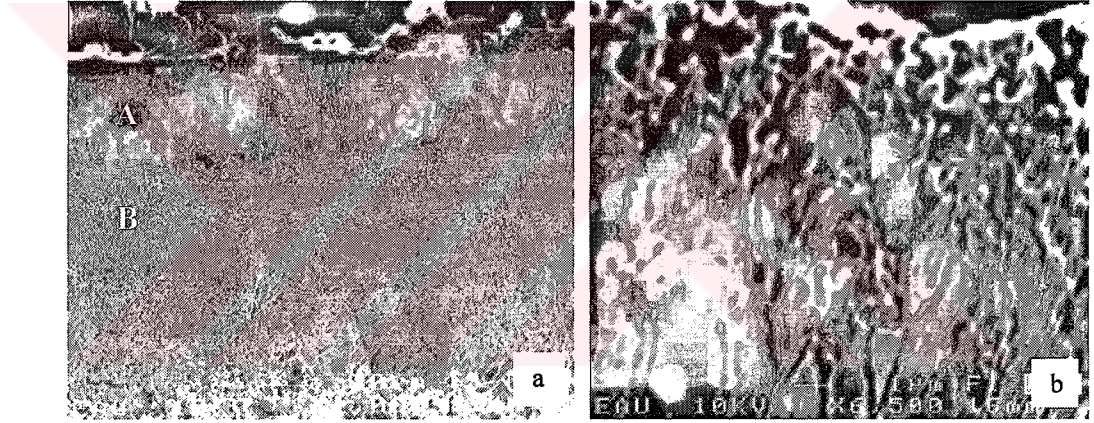
Şekil 4.11. 640°C’de 4 saat süre ile ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası AISI 1020 çeliğinin farklı soğutma ortamlarında elde edilen XRD grafikleri

4.1.2. SEM, Optik Mikroskop ve AFM İncelemeleri

İşlem sonrası gerek numune yüzeyi, gerekse geçiş bölgesinde meydana gelen değişimlerin işlem parametrelerine göre ne şekilde değiştiği, mikroskoplarla araştırarak aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

Şekil 4.12a’da AISI 4140 çeliğinin 570°C sıcaklıkta 4 saat işlem süresinde nitrokarbürlenmesi sonrası oluşan yapılar verilmiştir. Buradan görüldüğü gibi, işlem sonrası yapıda en üstte ϵ -Fe_{2.3}(N, C) ve γ' -Fe₄(N, C) nitrokarbür fazlarından meydana gelen beyaz tabaka ve onun altında malzeme içerisine difüze olan azot ve karbon atomlarının malzemede yer alan alaşım elementleriyle oluşturdukları ince taneli alaşım nitrür ve karbürlerini içeren difüzyon tabakası yer alır. Şekil 4.12b’de aynı numunenin daha yüksek büyütmelemlerdeki SEM görüntüsü verilmiştir. Buradan görüldüğü gibi, nitrokarbürleme işleminde beyaz tabakanın yapısı yüzeye açılan gözenekler içermektedir. Gözenekler, genellikle ϵ fazının tane sınırlarında oluşmuştur. Çünkü, karbon atomları ϵ demir kafesi içerisindeki azot atomlarının yerini almış ve saçılan azot

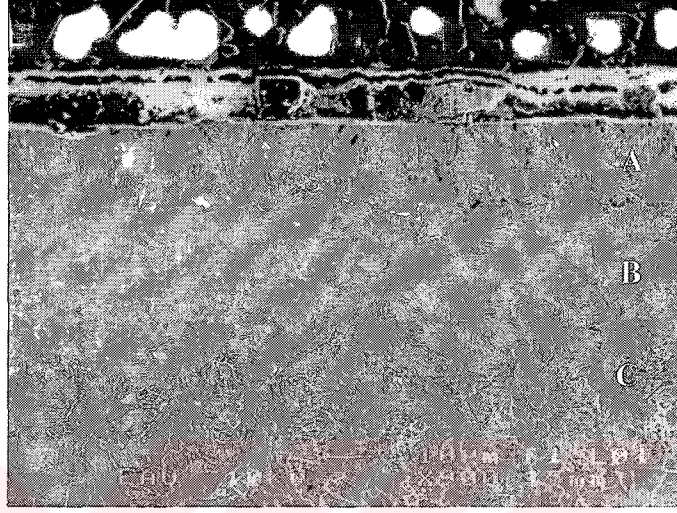
atomları boşlukların fazla olduğu tane sınırları gibi yüksek enerjili yerlere hareket etmiştir. Daha sonra, tane sınırlarında azot atomları toplanmış ve mikro ölçekli gözeneklerin oluşumunu sağlayan moleküler azot oluşmasını sağlamıştır (Li ve Manory 1999). Bir başka görüşe göre ise (Malinova vd. 2001); işlem esnasında Edenhofer (1974) modeline göre malzeme içerisine difüze olan azot atomları ve azotça zengin demir nitrürün daha kararlı fakat az azot içeren demir nitrürlere (Fe_2N , Fe_3N ve Fe_4N) dönüşmesi ile serbest kalan azot atomları birleşerek, özellikle tane sınırlarında moleküler azotu oluşturur. Böylece yapıda mikro düzeyde bozulmalar oluşarak gözenekli yapı meydana gelir. Genellikle yüksek sıcaklıkta yapılan nitrokarbürleme işleminde gözenekli beyaz tabakaya oldukça sık raslanmıştır.



Şekil 4.12. 570°C’de 4 saat plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin SEM görüntüsü (A- Beyaz Tabaka B- Difüzyon Tabakası)

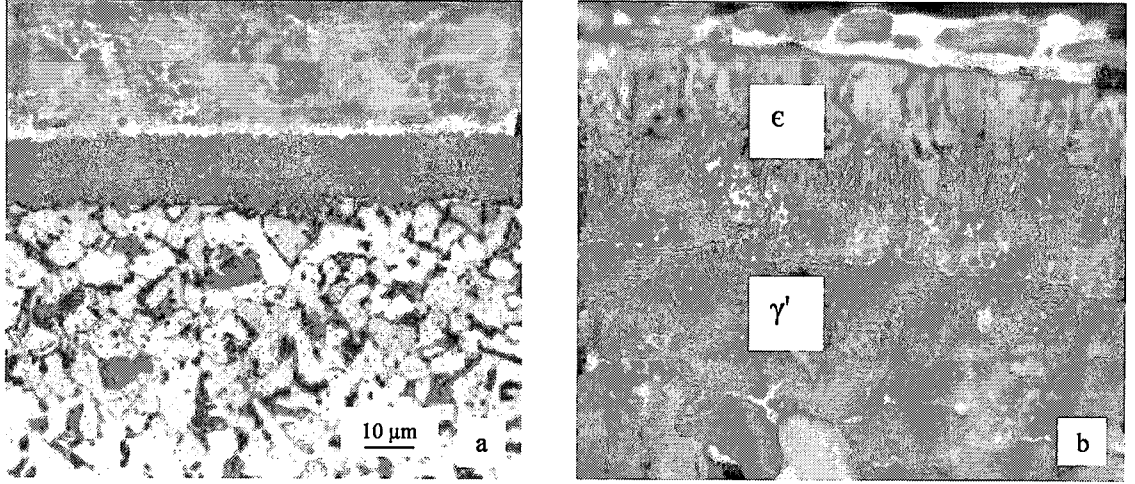
Şekil 4.13’te 640°C sıcaklıkta 4 saat işlem süresinde ostenitik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin SEM fotoğrafı verilmiştir. Görüldüğü gibi, ferritik nitrokarbürlemeden farklı olarak, ϵ fazı ve difüzyon tabakası arasında işlem sonrası hızlı soğutmayla sert martenzit ve beynit yapılarına dönüşebilen ostenit tabakası vardır. Bu tabakanın sertliği, ferritik işlem sonrası numunede en sert yer olan yaklaşık 25-30 μm uzaklıktaki sertlikten daha yüksektir. Ostenit bölgesi, demir matriste azotun difüzyon hızının karbona göre yüksek olması nedeniyle, beyaz tabakadan azotun ferritik matrikse ilerlemesi sonucu oluşmuştur (Du vd. 2000). Bu tabakanın kalınlığı işlem süresiyle

artmaktadır. Özellikle işlem sonrasında numuneler, sıvı azot, su ve yağ gibi hızlı soğutma ortamlarında soğutulursa, bu bölgenin sertliği artmaktadır.



Şekil 4.13. 640°C sıcaklıkta 4 saat nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin SEM fotoğrafı (A: Beyaz tabaka, B: Ostenit Tabakası, C: Difüzyon Tabakası)

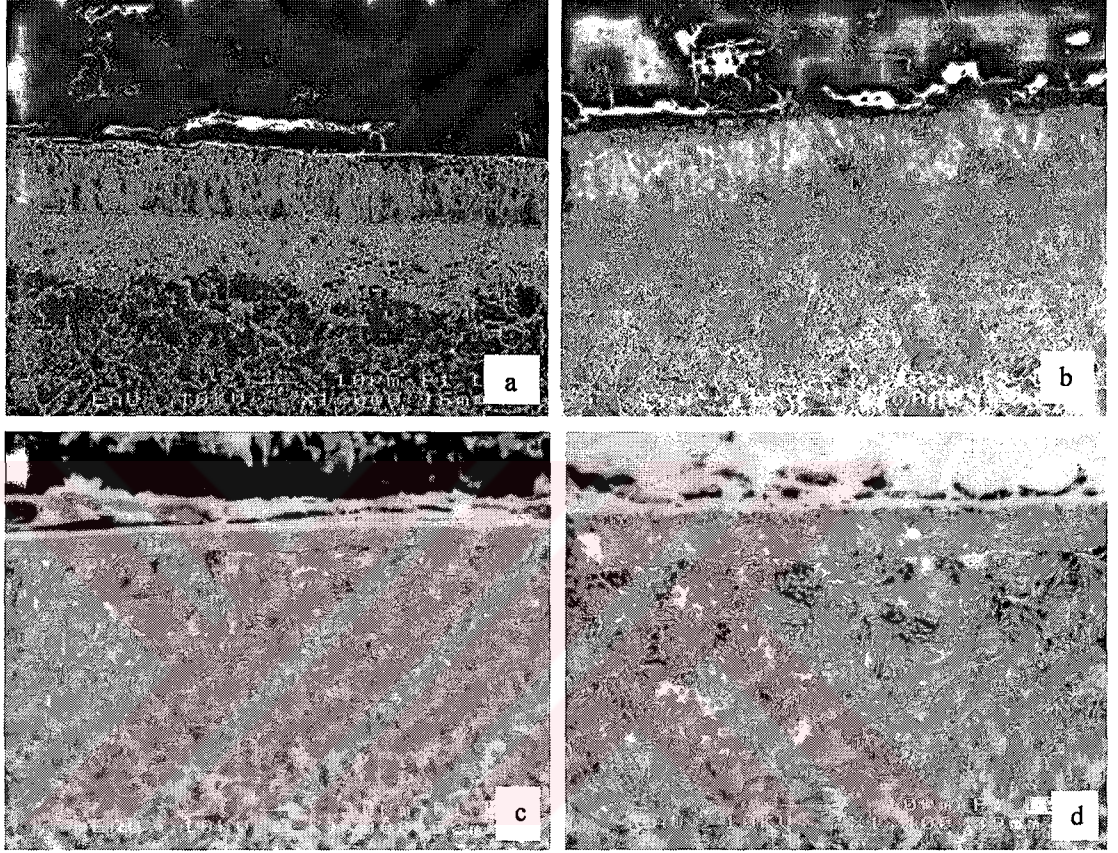
Şekil 4.14'te, 570°C sıcaklık ve 1 saat işlem süresinde ferritik plazma nitrokarbürleme işlemine tabi tutulmuş AISI 1020 çeliğinin optik mikroskop görüntüsü farklı büyütme oranları için tipik bir beyaz tabaka yapısı gösterilmektedir. Şekilden de görüldüğü gibi beyaz tabaka, iç kısımda ince bir γ' ($\text{Fe}_4(\text{N}, \text{C})$) yapısı ve dış kısımda da daha kalın ve baskın bir ϵ ($\text{Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$) fazından meydana gelmektedir. Ancak daha önce de belirtildiği gibi, iyi mekanik ve tribolojik özelliklere sahip olması nedeniyle nitrokarbürlemede tek fazlı hegzagonal sıkı paket kristal yapısına sahip ϵ ($\text{Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$) içeren bir beyaz tabaka elde edilmek istenmektedir. Bunun elde edilmesinin zorluğu nedeniyle yapıda ϵ fazının baskın olması istenir (Bell vd 2000, Bell 1997). Şekil 4.14b'de görüldüğü gibi, gözenekli yapı ϵ fazı içerisinde yer almaktadır.



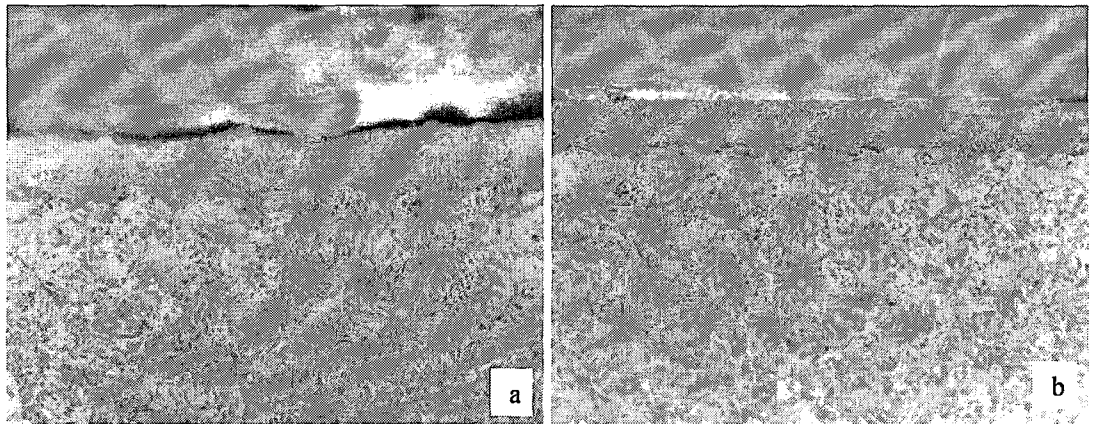
Şekil 4.14. 570°C sıcaklıkta 1 saat ferritik plazma nitrokarbürlenen AISI 1020 çeliğinin optik mikroskop fotoğrafları a) x300 b) x1500

Beyaz tabakanın kalınlığı ve yapısı işlem parametreleriyle değişmektedir. Çizelge 4.1 ile birlikte değerlendirildiğinde görülebileceği gibi, beyaz tabakanın kalınlığının belirli işlem süresine kadar (4- 8 saat) arttığı, ancak daha sonra bu artışın durduğu ve saçılmanın etkisiyle azaldığı gözlemlendi. Şekil 4.15a ve 4.15b’de aynı sıcaklık ve gaz karışımında sırasıyla 1 ve 4 saat ferritik plazma nitrokarbürlenen, şekil 4.15c ve 4.15d’de ise aynı zamanlar için plazma nitrürlenene AISI 4140 numuneye ait SEM görüntüleri yer almaktadır. Buradan görülebileceği gibi, plazma nitrokarbürleme işlem süresinin artışıyla tabaka kalınlığındaki artış oldukça sınırlı kalırken, bu oran plazma nitrürlenmede çok belirgindir. Plazma nitrürlenme işleminde de uzun işlem sürelerinde tabaka kalınlığındaki değişim durmakta ve en uzun işlem süresi olan 12 saatte bir miktar azalmaktadır. İşlem parametrelerinden birisi olarak kullanılan gazların oranı da, beyaz tabaka kalınlığı ve yapısı üzerinde etkilidir. Gaz karışımında azot miktarında artışla yükselen azot aktivitesi nedeniyle beyaz tabaka kalınlığında artma meydana gelmişken, karışımdaki hidrojen artışlarıyla azot aktivitesinin azalması beyaz tabaka kalınlığını azaltmıştır. Nitrokarbürleme işleminin en önemli parametrelerinden birisi ise karbondioksit oranıdır. Şekil 4.16, aynı sıcaklık ve işlem süresi için farklı CO₂ oranlarında ferritik şartlarda nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin optik mikroskop görüntüsünü göstermektedir. Şekilden de görüldüğü gibi, artan CO₂ oranı ile birlikte

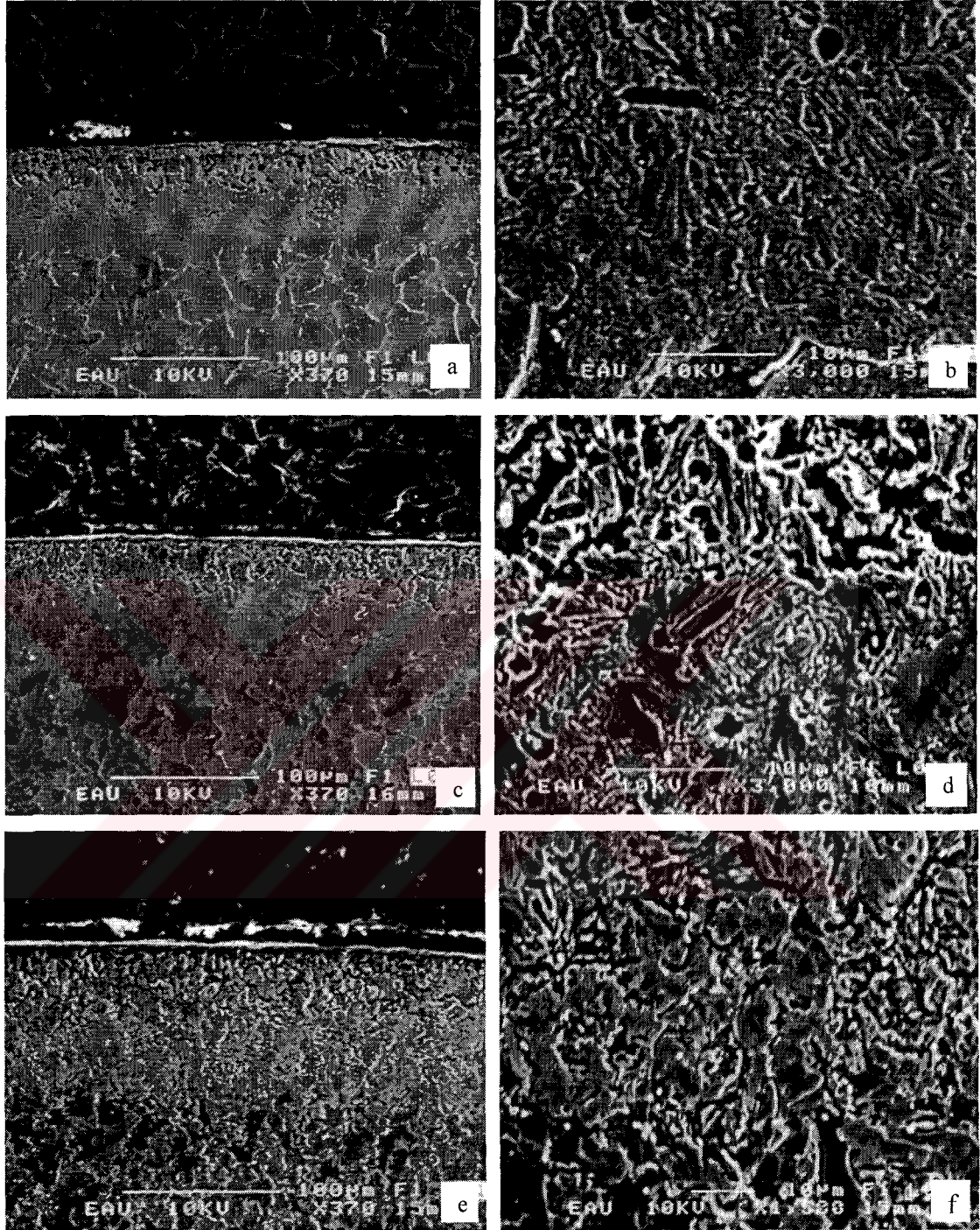
beyaz tabaka kalınlığında azalma meydana gelmektedir. Çünkü işlem esnasında CO_2 artışıyla sementitin öncelikli çekirdeklenmesi beyaz tabakanın gelişimini engellemiştir.



Şekil 4.15. 570°C’de ferritik plazma nitrokarbürlenen [a) 1 saat b) 4 saat] ve 500°C’de plazma nitrürlen AISI 4140 çeliğinin SEM fotoğrafları [c) 1 saat d) 4 saat]



Şekil 4.16. Farklı karbondioksit oranların için 570°C’de 4 saat ferritik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin optik mikroskop görüntüsü (x600)
a) %49 N_2 +%49 H_2 +%2 CO_2 b) %47 N_2 +%47 H_2 +%5 CO_2



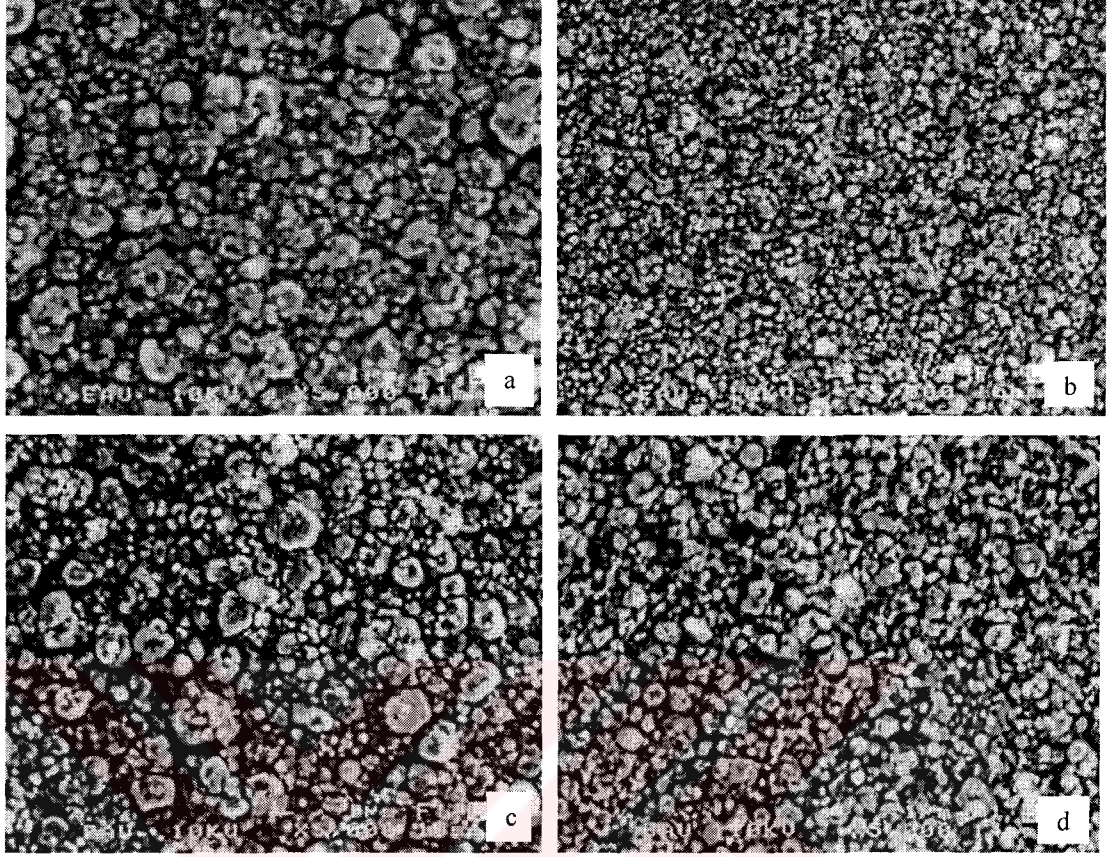
Şekil 4.17. Ostenitik plazma nitrokarbürlenen AISI 1020 numunelerin suda (a ve b), havada (c ve d), yağda (e ve f) soğutulması sonucu elde edilen iç yapı SEM görüntüleri

Nitrokarbürleme işlemi sonrası farklı ortamlarda soğutma sonucu meydana gelen değişimi incelemek amacıyla, eş zamanlı olarak AISI 1020 numuneler 640°C sıcaklıkta 4 saat süre ile ostenitik plazma nitrokarbürlenmiş ve işlem biter bitmez soğutma için su,

hava ve yağ ortamına bırakılmıştır. Numunelerin SEM görüntüleri şekil 4.17’de verilmiştir. Malzemenin yüzeyinde beyaz tabaka, altında ise ostenitik bölge oluşmuştur.

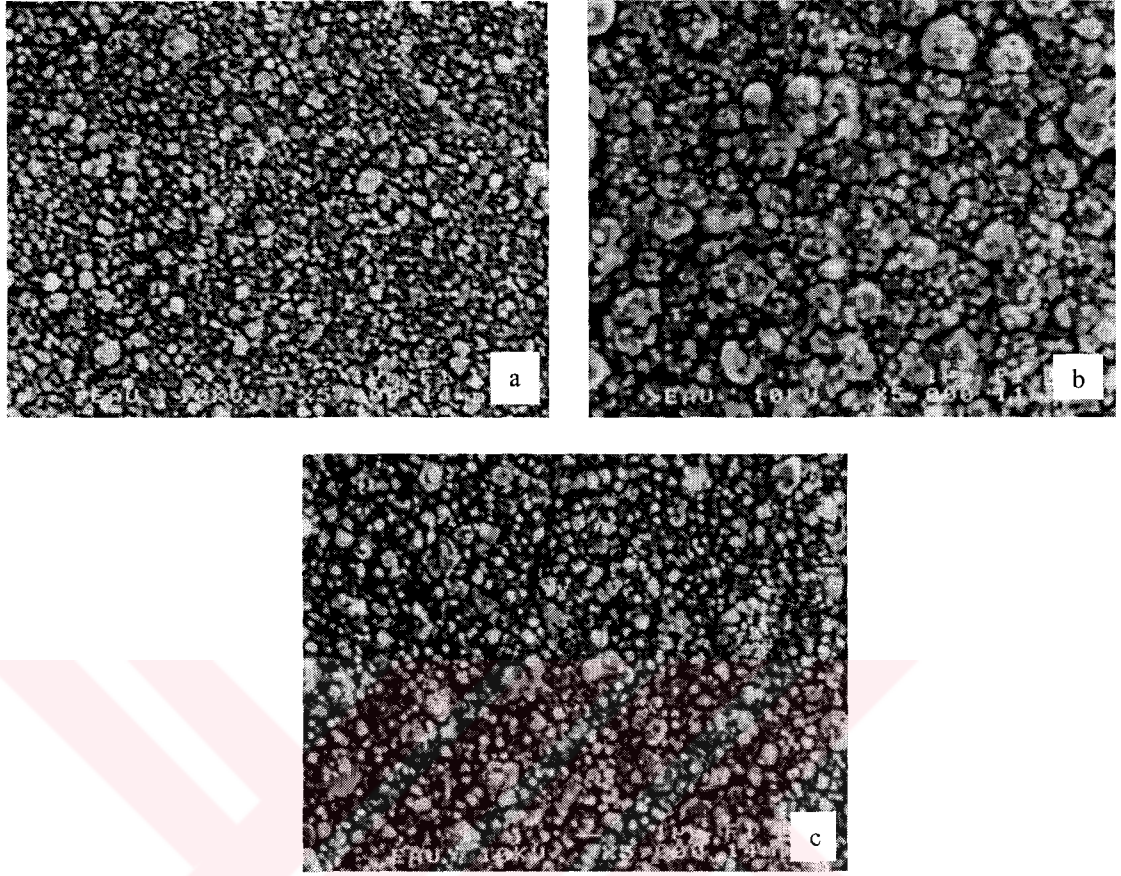
Beyaz tabaka kalınlığı yaklaşık olarak 25-30 μm arasındadır. Ayrıca, su ve havada soğutma sonrası beyaz tabakanın altında gözeneksiz bir yapı oluşmuştur. Ostenitik bölge olarak adlandırılan bu bölge, havada soğutmada 40 μm , suda 60 μm , yağda ise daha gözenekli ve 45 μm civarındadır. Bu bölgeye ait detay fotoğrafları incelendiğinde, kılcal şekilde oluşmuş demir ve azotça (karbon) zengin martenzitik yapı görülmektedir. Bu olay karbon atomlarının yeniden dağılmasının sonucu olup, en düşük soğutma hızlarında bile oluşabilmektedir. Yağda soğutulmuş numunelerde ise kılcal martenzitik yapı oldukça az oluşmuştur. Ayrıca bütün numunelerde martenzitik bölgede bile gözenekler oluştuğu gözlenmiştir.

İşlem parametrelerinin yüzey durumuna etkileri SEM ve AFM ile analiz edilmiştir. Şekil 4.18’de sırasıyla AISI 4140 (a ve b) ve AISI 1020 (c ve d) numunelerinin farklı CO_2 oranlarında 4 saat ferritik plazma nitrokarbürleşmesi neticesi oluşan yüzey yapısının SEM fotoğrafları görülmektedir. Şekillerden de görülebileceği gibi, artan CO_2 miktarı ile birlikte yüzeyde oluşan tane boyutları küçülmüştür. Bunun sebebi Somers modeline göre; öncelikle sementit çekirdeklendiği için gaz karışımındaki artan CO_2 miktarı ile çekirdeklenme daha fazla yerde meydana gelmesi ve böylece yüzeyde oluşan tane boyutunun küçülmesidir (Chang ve Chen 2003). Çizelge 4.1 ve çizelge 4.2 ile birlikte bakıldığında, bu durumun yüzey pürüzlülüğünü azalttığı görülmektedir.



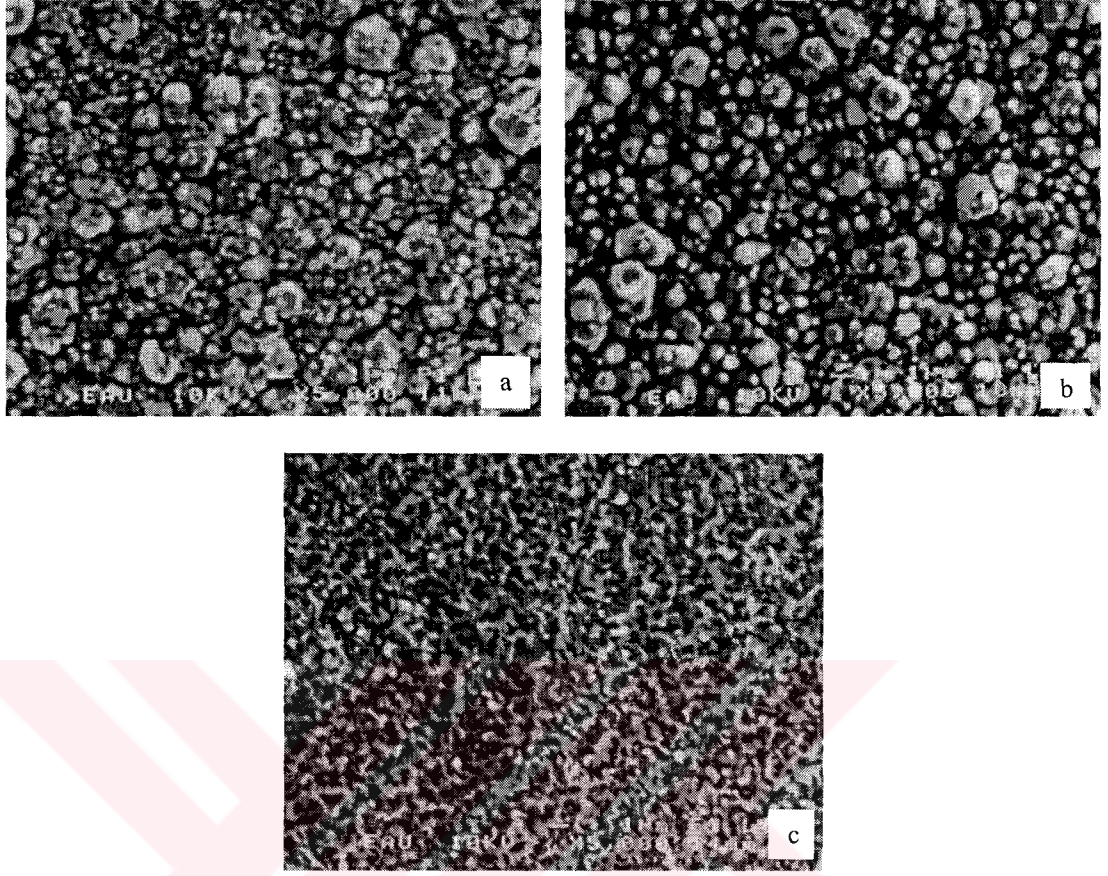
Şekil 4.18. 570°C’de 4 saat farklı karbondioksit oranları için ferritik plazma nitrokarbürlenen numunelerin SEM görüntüleri, AISI 4140 a) %2 CO₂ b) %5 CO₂ AISI 1020 c) %2 CO₂ d) %5 CO₂,

İşlem sonrası yüzeyde meydana gelen topografik değişimlerin zamanla değişimini gösteren SEM görüntüleri şekil 4.19’da, AFM görüntüleri ise şekil 4.21’de verilmiştir. SEM görüntülerinde açıkça görüldüğü gibi, 4 saate kadar artan işlem süresiyle birlikte büyüyen tanelerde, uzun işlem sürelerinde bir miktar küçülme meydana gelmiştir. Bu durumun AFM fotoğrafları ve çizelge 4.1 ile birlikte değerlendirildiğinde yüzey pürüzlülüğüne de yansıdığı görülecektir.

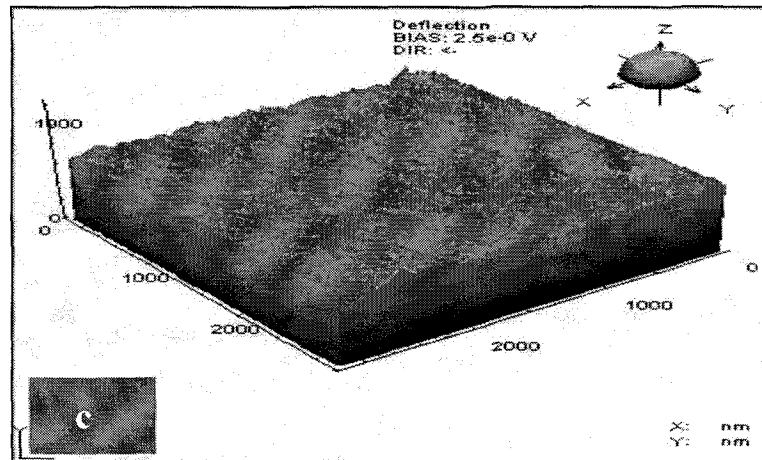
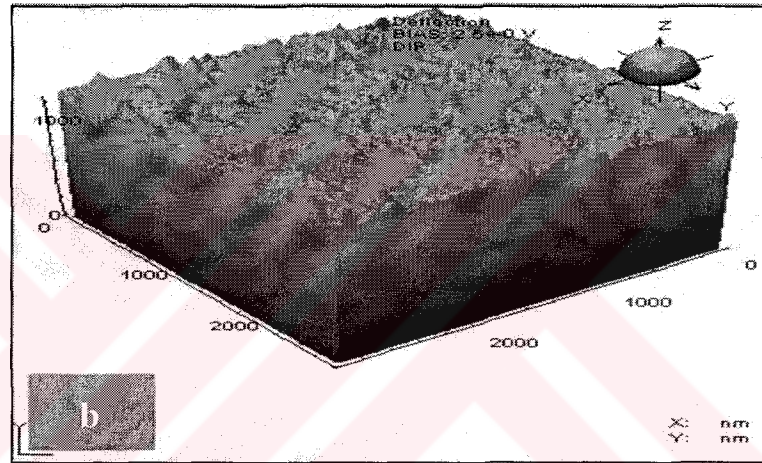
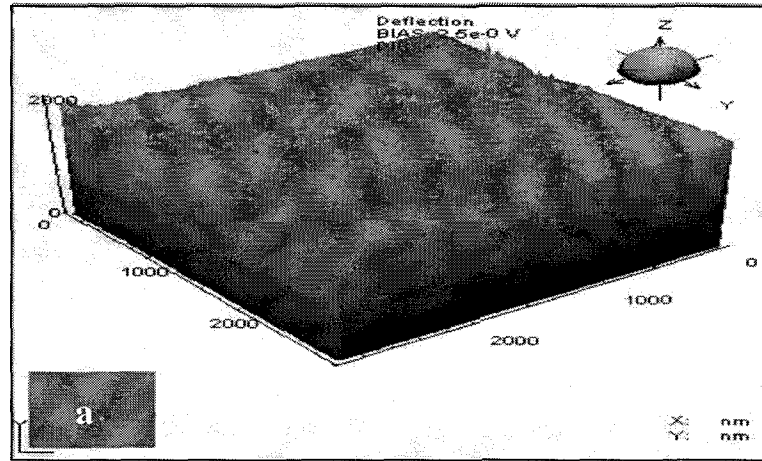


Şekil 4.19. 570°C’de farklı işle süreleri için ferritik nitrokarbürlenen AISI 4140 numunelerin yüzey SEM görüntüleri a) 1 saat b) 4 saat c) 12 saat

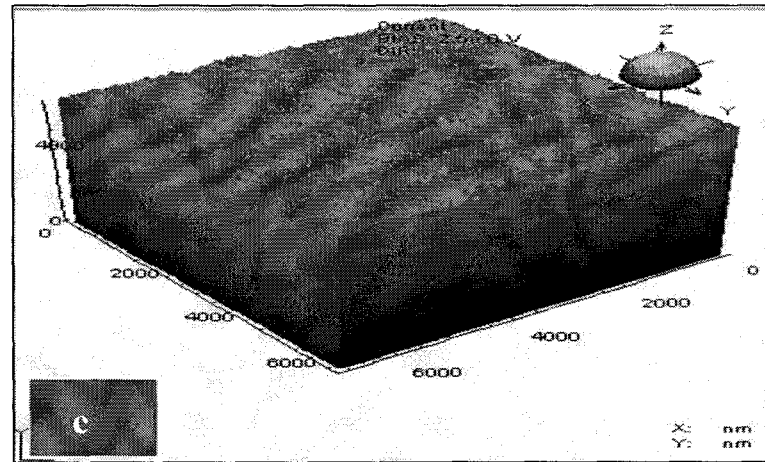
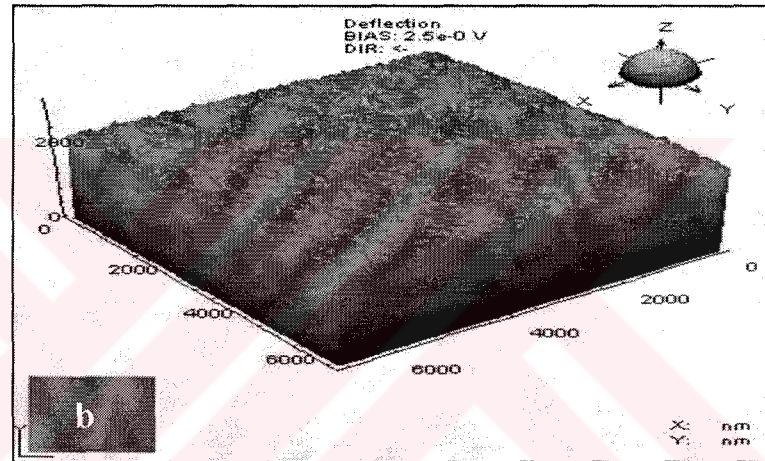
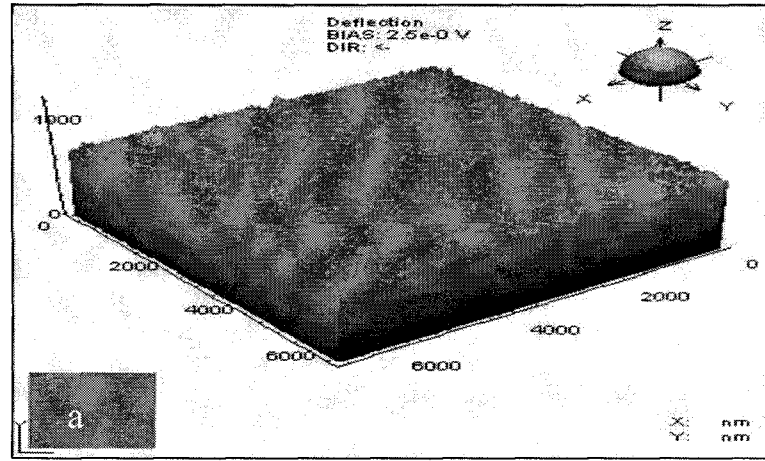
Sıcaklık değişiminin yüzey üzerinde ne tür değişimler meydana getirdiğini gösteren SEM görüntüleri şekil 4.20’de, AFM görüntüleri ise şekil 4.22’de verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde, ferritik şartlarda ostenitik işleme göre daha kaba taneli bir yapı gözlenirken, plazma nitrürlemede yüzeyde taneli bir yapı görülmedi. Bu plazma nitrokarbürleme işlemlerinde en üst yüzeyde gözenekli bir yapı olan ϵ fazı oluşması nedeniyledir. AFM mikroskop görüntülerinden, sıcaklık artışıyla başlangıçta yüzey pürüzlülüğü artarken daha sonra bunun durduğu görüldü.



Şekil 4.20. Farklı sıcaklıklarda 4 saat işlem süreleri için ferritik nitrokarbürlenen AISI 4140 numunelerin yüzey SEM görüntüleri a) 570°C b) 640°C ve c) 500°C’de plazma nitrüleme



Şekil 4.21. 570°C de farklı işlem süreleri için ferritik nitrokarbürlenen AISI 4140 numunelerin yüzey AFM görüntüleri a) 1 saat b) 4 saat c) 12 saat



Şekil 4.22. Farklı sıcaklıklarda 4 saat işlem süresi için ferritik nitrokarbürlenen AISI 4140 numunelerin yüzey AFM görüntüleri a) 500°C b) 570°C c) 640°C

4.2. Mekanik Özelliklerin Araştırılması

4.2.1. Sertlik Ölçümleri ve Tabaka Kalınlıklarının Tayin Edilmesi

Değişik işlem parametrelerine göre başta 570°C sıcaklıkta yapılan ferritik plazma nitrokarbürleme olmak üzere, nitrokarbürlenen ve nitrürlenmiş AISI 4140 ve AISI 1020 numunelere ait deneysel bulgular özet olarak çizelge 4.1 ve çizelge 4.2’de verilmiştir. Yüzey sertliği ölçümlerinin beyaz tabakadan etkilenmemesi için, ölçümler yüzeyden yaklaşık 25-30 µm uzaktan alınmaktadır. Termokimyasal işlemlerde artırılması amaçlanan yüzey sertliği, yapıya giren azot ve karbon atomlarının alaşım elementleriyle ince taneli nitrür ve karbürleri oluşturmalarıyla artmaktadır. Çizelgede yer alan değerler incelendiğinde, artan süreyle sertliğin 4 saate kadar artış göstermesine rağmen, daha sonra düştüğü görülecektir. Bunun sebebi, uzun işlem sürelerinde malzemede meydana gelen temperleme etkisidir. Yüzey sertliği değerinin AISI 4140 numunelerde plazma nitrürlenmede en yüksek değerini almasına karşın, AISI 1020 numunelerde ferritik plazma nitrokarbürlemede aldığı görülmektedir. Bunun AISI 1020 çeliğinin nitrür yapıcı elementleri yeterince içermemesi ile ilgili olduğu söylenebilir. Çizelge 4.2 için bakıldığında temper etkisi yorumunun burada geçerli olmadığı söylenebilir. Buradan nitrürlenmeye uygun olmayan AISI 1020 çeliğinde yüksek sıcaklıkta kolay difüze olabilen karbon atomlarının oluşturduğu karbür bileşiklerinin sertliğe katkısı farkedilir durumdadır. İşlem parametrelerine bağlı olarak her iki malzemede de sertlik yaklaşık iki kat kadar artış göstermiştir.

Çizelgelerde görüldüğü gibi, beyaz tabaka kalınlıklarının her iki malzemede de sıcaklık ve süreyle artış gösterdiği tespit edildi. Düşük sıcaklıklarda ve özellikle de plazma nitrürlenme işlemlerinde bu tabakanın kalınlığının oldukça düşük olduğu bulunurken, uzun işlem sürelerinde saçılma etkisiyle tabaka kalınlığında bir miktar azalma meydana geldiği saptandı. Yine işlem atmosferinde karbondioksit miktarındaki artışla beyaz tabaka kalınlığında gözlenen azalma ise, karbondioksit oranındaki artışla artan karbür reaksiyonlarının ve oluşan karbür çökeltilerinin azotun difüzyonunu yavaşlatıcı ve engelleyici etki yapmasından dolayıdır (Chen ve Chang 2003). Tüm işlem

parametrelerinde beyaz tabaka elde edilmiş olup, kalınlıkları 9-20 μm arasında değişmektedir.

Çizelge 4.1. Plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin deneysel sonuçları

Deney Sıcaklığı (°C)	Gaz Karışımı (%)			Süre (saat)	Sertlik (HV _{0.05})	Beyaz T. Kalınlığı (μm)	Difüz. T. Kalınlığı (μm)	Yüzey Pürüzl./Ra (μm)
	CO ₂	H ₂	N ₂					
500	2	49	49	4	550-590	13-15	220-240	0.15-0.25
	5	47.5	47.5	4	530-570	12-14	200-220	0.16-0.26
570	2	23	75	4	500-540	18-20	170-190	0.66-0.76
		49	49	1	390-430	12-15	150-170	0.15-0.25
				2	410-450	13-16	180-200	0.25-0.35
				4	530-570	16-18	210-230	0.62-0.72
				8	510-550	15-17	260-280	0.68-0.78
				12	460-500	14-17	280-300	0.70-0.80
		75	23	4	520-560	13-15	220-240	0.44-0.54
	5	47.5	47.5	4	460-500	14-16	160-180	0.58-0.68
640	2	49	49	1	450-490	9-11	120-140	0.10-0.20
				2	480-520	13-15	160-180	0.15-0.25
				4	520-560	17-19	230-250	0.20-0.30
				8	500-540	16-18	275-295	0.30-0.40
				12	470-510	15-18	310-330	0.35-0.45
	5	47.5	47.5	4	540-580	14-16	190-210	0.27-0.37
500	-	50	50	4	640-680	9-12	270-290	0.08-0.18
İşlemsiz	-				322	-		0.05-0.1

Özellikle yorulma mukavemetinde oldukça önemli olan difüzyon tabakası kalınlığı da işlem parametrelerinden etkilenmektedir. Difüzyon tabakası kalınlığı, beyaz tabakadan itibaren malzeme merkezine doğru çekirdek malzeme sertliğine kadar yapılan ölçüm derinliğidir. Her iki malzemede de sıcaklık ve işlem süresinde artışla birlikte difüzyon tabakası kalınlığında artış olduğu bulundu (şekil 4.23 ve 4.24). Ancak nitrülenebilirlik için gerekli alaşım elementleri içeren AISI 4140 numunelerde bu artış daha fazla olurken, AISI 1020 numunelerde artışın sınırlı olduğu görüldü. Bu, tabakanın kalınlığının özellikle plazma nitrürlemede daha kalın olması nitrokarbürleme

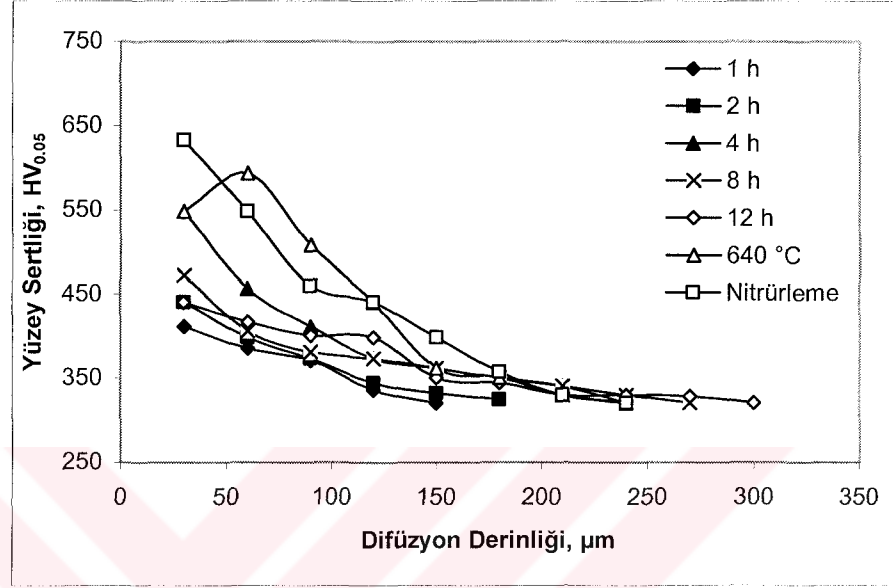
işlemlerinde öncelikli oluşan karbür bileşiklerinin difüzyonu azaltıcı etkisi ile açıklanabilir (Chen ve Chang 2003). Gaz karışımları da difüzyon tabakası kalınlığını etkilemektedir. Çizelge 4.1 ve 4.2’de görüldüğü gibi, karışımdaki artan azot miktarıyla azalan difüzyon tabakası kalınlığının, karışımdaki artan hidrojen miktarıyla arttığı tespit edildi. Gaz karışımındaki karbondioksit oranındaki artışla, difüzyon tabakasında azalma meydana geldi.

Çizelge 4.2. Plazma nitrokarbürlenen AISI 1020 çeliğinin deneysel sonuçları

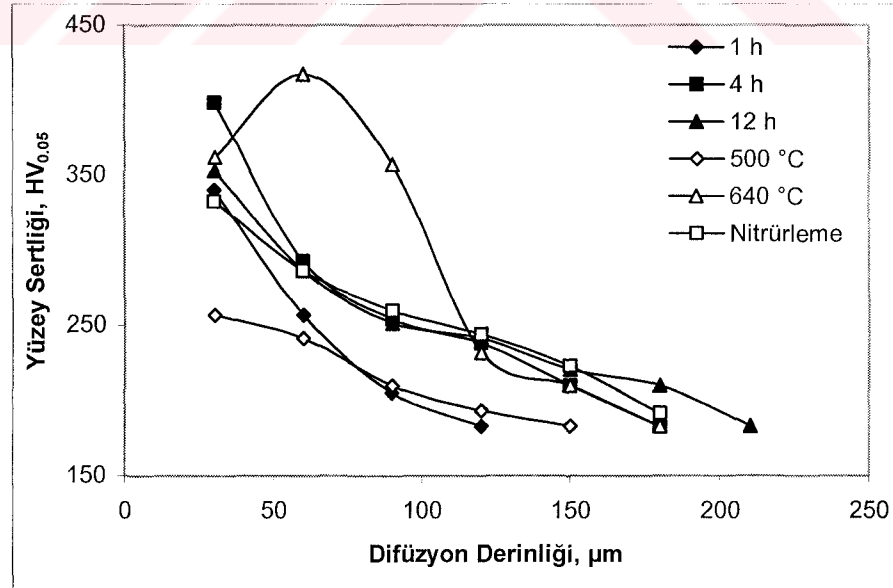
Deney Sıcaklığı (°C)	Gaz Karışımı (%)			Süre (saat)	Sertlik (HV _{0.05})	Beyaz T. Kalınlığı (µm)	Difüz. T. Kalınlığı (µm)	Yüzey Pürüzl./Ra (µm)
	CO ₂	H ₂	N ₂					
500	2	49	49	4	250-290	12-14	120-140	0.33-0.43
	5	47.5	47.5	4	240-280	12-15	120-140	0.46-0.56
570	2	23	75	4	340-380	17-18	130-150	0.56-0.66
		49	49	1	300-340	15-17	80-100	0.17-0.27
				2	320-360	16-18	110-130	0.23-0.33
				4	370-410	17-20	130-150	0.40-0.50
				8	360-400	17-19	150-170	0.69-0.79
				12	350-390	16-18	160-180	0.37-0.47
		75	23	4	380-420	13-15	160-180	0.21-0.31
	5	47.5	47.5	4	360-400	16-19	100-120	0.29-0.39
640	2	49	49	1	350-390	14-16	160-180	0.16-0.26
				2	350-390	15-17	170-190	0.21-0.31
				4	360-400	18-20	190-210	0.30-0.40
				8	350-390	18-20	230-250	0.35-0.45
				12	330-370	17-19	250-270	0.43-0.53
	5	47.5	47.5	4	350-390	16-18	190-210	0.41-0.51
500	-	50	50	4	300-340	13-15	160-180	0.33-0.43
İşlemsiz	-				183	-	-	0.05-0.1

Şekil 4.23 ve 4.24’de görülebileceği gibi, 640°C’de yapılan ostenitik plazma nitrokarbürlemede maksimum sertlik, feritik nitrokarbürleme ve plazma nitrürlemenin aksine yüzeye yakın bölgede değildir. Maksimum sertlik, ostenit tabakası olarak adlandırılan azotça doymuş α fazının soğuması esnasında beynit ve/veya martenzite

dönüşmesiyle elde edilmiştir (Bell vd. 1987). Burada sertlik ölçümlerinin 25-30 μm aralıklarla yapıldığını ve ostenit tabakası kalınlığının yaklaşık 16-50 μm civarında olduğunu unutmamak gerekir (çizelge 4.3).



Şekil 4.23. Değişik işlem parametrelerinde plazma nitrokarbürlenen ve nitrürlenен AISI 4140'ta difüzyon tabakası değişimi



Şekil 4.24. Değişik işlem parametrelerinde plazma nitrokarbürlenen ve nitrürlenен AISI 1020'de difüzyon tabakası değişimi

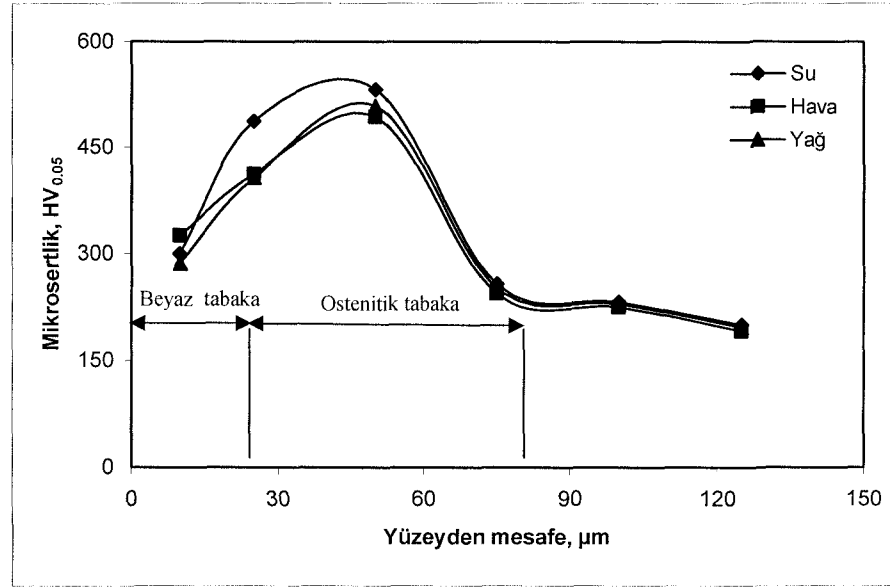
Çizelge 4.3'te ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleşmiş AISI 4140 çeliğinin yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri verilmiştir. Beyaz tabaka ve difüzyon tabakası kalınlığı, işlem sıcaklığının etkisi ile ostenitik nitrokarbürleşmede daha yüksek elde edilmiştir. Yüzey pürüzlülüğü ise ferritik nitrokarbürleşmede işlem süresi ile aşırı artış gösterirken, ostenitik nitrokarbürleşmede maksimum 0.40 μm Ra değerine ulaşmıştır. Yüzey sertliği, ostenitik nitrokarbürleşmede genelde daha yüksektir. Burada yüzey sertliği kavramının yüzeyden itibaren 30 μm 'lik mesafeden alındığına dikkat etmek gerekir. Çünkü ostenitik işlem sonrası oluşan ostenitik bölge, işlem sonrası soğumanın etkisi ile martenzite dönüşebilecek potansiyele sahiptir. Ayrıca ferritik nitrokarbürleşme esnasında oluşan beyaz tabakanın sertliğinin daha yüksek olduğu görüldü.

Çizelge 4.3. Plazma nitrokarbürleşme sonrası elde edilen deneysel sonuçlar

İşlem parametreleri		Yapısal Özellikler			Mekanik Özellikler		Tribolojik Özellikler	
İşlem türü	Süre (saat)	Beyaz T. Kalınlığı (μm)	Ostenitik Tab. Kal. (μm)	Difüzyon Tab. Der. (μm)	Yüzey Sertliği ($\text{HV}_{0.05}$)	Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)	Aşınma Or. (mm^3/Nm) $\times 10^{-5}$	Sürtünme Katsayısı
Ferritik PN	1	12-15	-	150-170	390-430	0.15-0.25	1.8-2.0	0.57-0.59
	2	13-16	-	180-200	410-450	0.25-0.35	1.5-1.7	0.59-0.61
	4	16-18	-	210-230	530-570	0.62-0.72	1.3-1.5	0.58-0.60
Ostenitik PN	1	9-11	16-20	120-140	450-490	0.10-0.20	0.9-1.1	0.38-0.42
	2	13-15	28-32	160-180	480-520	0.15-0.25	0.7-0.9	0.39-0.43
	4	17-19	35-39	230-250	520-560	0.20-0.30	0.6-0.8	0.39-0.44
İşlemsiz N.	-	-	-	-	322	0-0.1	2.7-2.9	0.50-0.52

Beyaz Tabaka Sertliği: Ferritik PN: 750-850 $\text{HV}_{0.05}$ Ostenitik PN: 650-750 $\text{HV}_{0.05}$

Şekil 4.25'te, AISI 1020 çeliği için, 4 saat eş zamanlı ostenitik plazma nitrokarbürleşme sonrası farklı soğutma ortamlarına göre sertlik dağılımı verilmiştir. Yüzey sertliği 50 μm 'ye kadar yükselmiş ve daha sonra azalmıştır. Sertlik değerinin bu mesafede yüksek çıkmasının sebebi, hızlı soğuma esnasında martenzit oluşumudur. Görüldüğü gibi, difüzyon tabakası kalınlığı üzerine soğutma ortamının etkisi olmayıp, kalınlığı 125 μm 'dir. En yüksek sertlik değeri suda soğutulmuş numunelerde elde edilmiş olup, yaklaşık olarak 510 HV'dir. 15 μm 'den alınan sertlik ölçümü, beyaz tabakanın sertliğini vermektedir.



Şekil 4.25. 640°C'de ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası farklı ortamlarda soğutulan AISI 1020 numunenin yüzeyden mesafeye göre mikrosertlik dağılımı

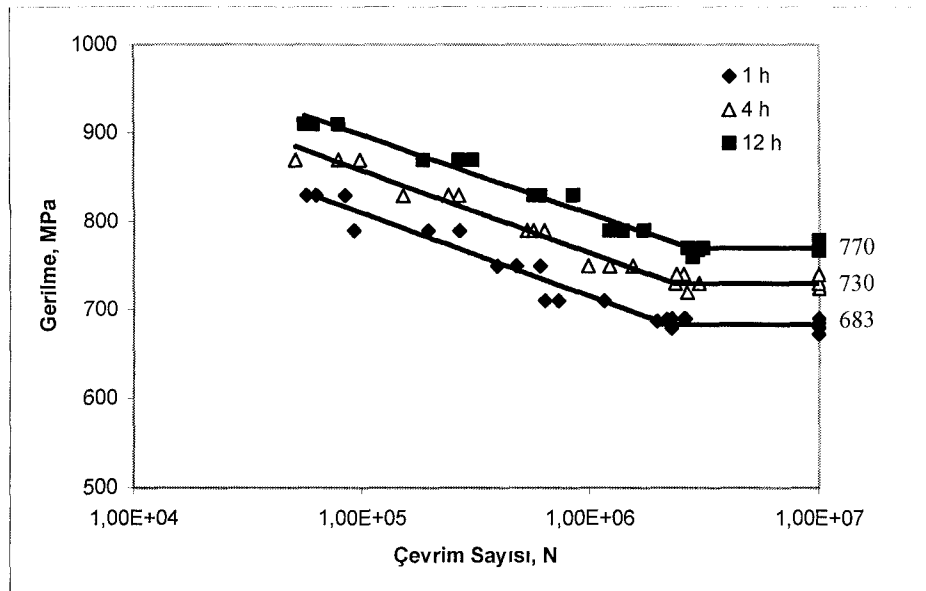
4.2.2. Yorulma Dayanımının Belirlenmesi

Nitrürlenmiş ve nitrokarbürlenmiş parçaların yorulma dayanımı, daha yüksek difüzyon tabakası sertliği ve bası artık gerilmelerinin toplam etkisi ile iyileşir. Alaşım nitrürlerin yoğunluğunun demir matriksten daha düşük olması nedeniyle, nitrürleme sırasında makro seviyede bası artık gerilmeleri meydana gelir. Bu, aynı zamanda yorulma sınırı üzerinde oldukça etkili olan çentik etkisinin olumsuz faktörüdür. Artık gerilmelerin artması, matriks içerisine arayer elementi olarak giren azot atomları ve nitrür çökeltilerinin oluşumu nedeniyle gerçekleşir (Ashrafizadeh 2003).

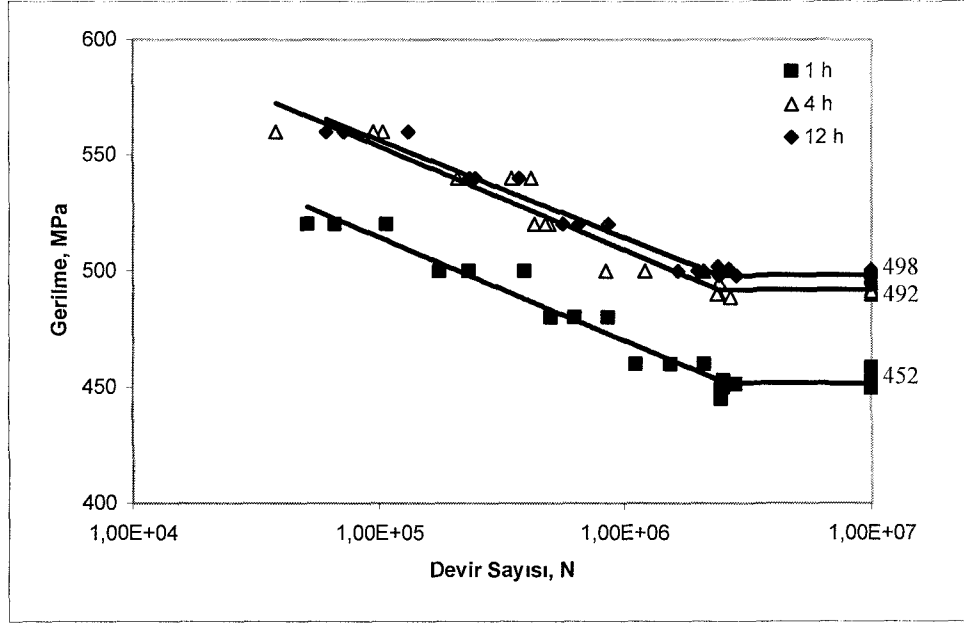
Nitrürleme ve nitrokarbürlemenin yorulması üzerine yapılan çalışmalar beyaz tabaka kalınlığının yorulma üzerine önemli bir etkisinin olmadığını göstermiştir (Ashrafizadeh 2003, Alsaran vd. 2002, Li vd. 2000). Ancak porlu (gözenekli) ve kalın beyaz tabakalarda yorulma çatlak çekirdeklenmesi yüzeyde başlayabilir (Pellizzari vd. 2003). Difüzyon tabakası kalınlığı, beyaz tabakanın aksine yorulma dayanımının artmasında en önemli etkiye sahiptir (Pellizzari vd. 2003, Alsaran vd. 2002, Genel vd. 2000).

Yapılan deneysel çalışmalarda gerek plazma nitrokarbürleme ve gerekse plazma nitrürleme işlemlerinde yorulma mukavemetine işlem parametrelerinin ne tür bir etki yaptığı araştırıldıktan sonra işlemler karşılaştırıldı. S-N eğrilerinin çıkarılması esnasında işlem parametrelerine göre AISI 4140 çeliğinde maksimum gerilme seviyesi ve yorulma limiti arasındaki gerilme değerinin farkı yaklaşık olarak 120-160 MPa olurken, bu değer oldukça sünek olan bir matris yapıya sahip AISI 1020 çelik numunelerde 60-80 MPa da kaldığı gözlemlendi. Aradaki değer bu kadar az olması ise, deneyler esnasında seçilen gerilme seviyesi farkının düşük tutulmasına ve ardışık iki gerilme seviyelerinde kırılma periyodunda benzerlikler ortaya çıkmasına neden oldu.

Şekil 4.26 ve şekil 4.27 sırasıyla AISI 4140 ve AISI 1020 çeliklerinin farklı zamanlar için (1, 4 ve 12 saat) yorulma dayanımlarını göstermektedir. AISI 4140 çeliğine ait S-N diyagramı olan şekil 4.26'da görüldüğü gibi, işlem süresine paralel olarak yorulma dayanımında da önemli artış meydana gelmektedir. Bu artışın işlem süresi artışıyla birlikte artan difüzyon tabakası ve sertlikle ilgili olduğu söylenebilir. Bunun tersine, AISI 1020 çeliğine ait S-N diyagramı olan şekil 4.27'de başlangıçta işlem süresiyle birlikte artış gösteren yorulma mukavemet artışının daha sonra hemen hemen değişmediği gözlemlendi. Bu sonuç, süreyle birlikte difüzyon tabakasında artışın çok daha sınırlı olması nedeniyledir.

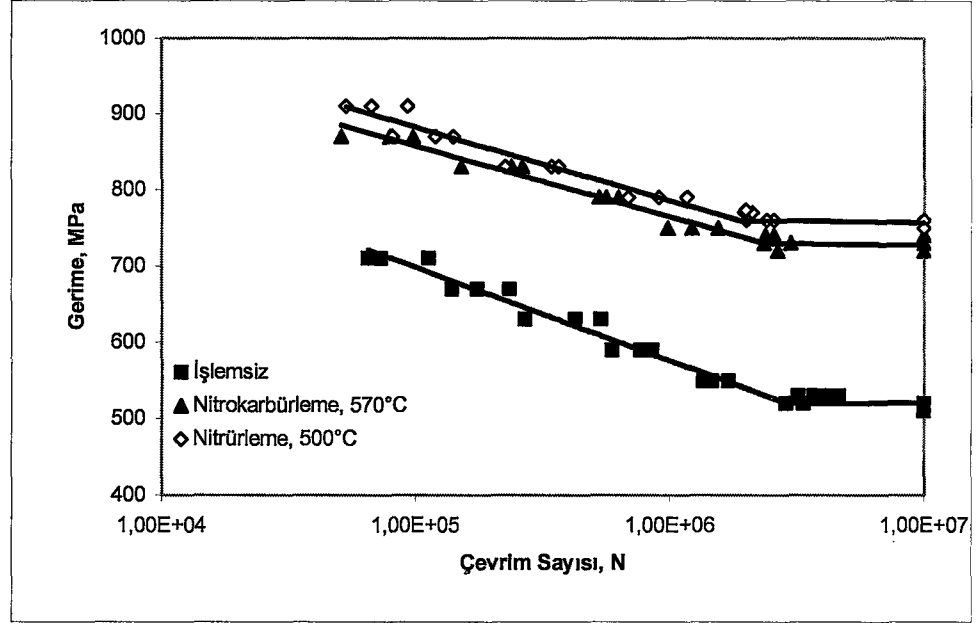


Şekil 4.26. 570°C sıcaklıkta farklı işlem süreleri için ferritik plazma nitrokarbürleme işlemlerine tabi tutulmuş AISI 4140 çeliğine ait S-N eğrileri

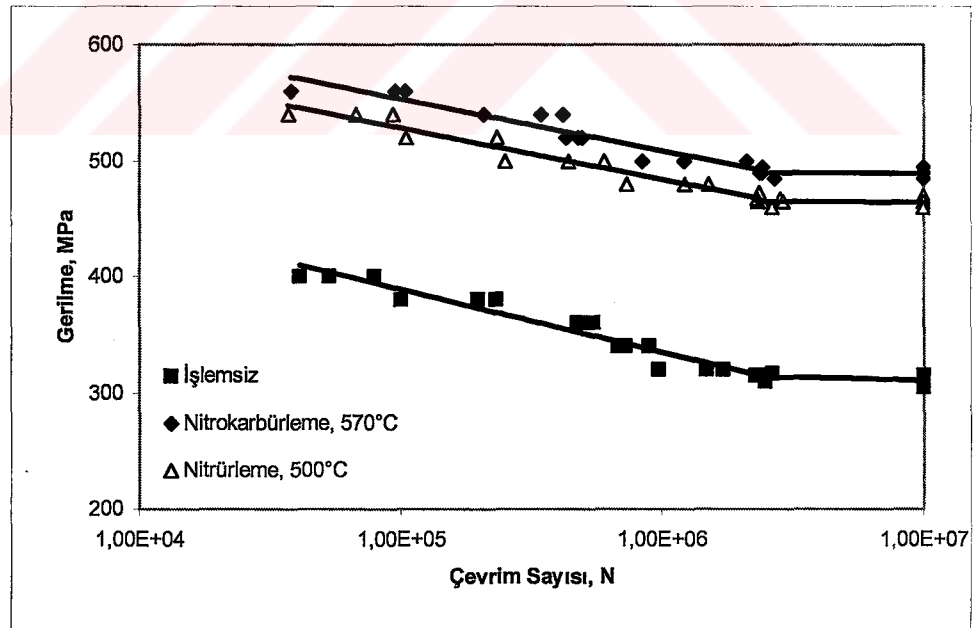


Şekil 4.27. 570°C sıcaklıkta farklı zamanlar için ferritik plazma nitrokarbürleme işlemlerine tabi tutulmuş AISI 1020 çeliğine ait S-N eğrileri

Şekil 4.28 ve şekil 4.29’da, 570°C sıcaklıkta 4 saat süre ile ferritik plazma nitrokarbürlenen, 500°C sıcaklıkta aynı süre için plazma nitrürlenene ve işlemsiz numunelerin yorulma mukavemetlerinin karşılaştırıldığı AISI 4140 ve AISI 1020 çeliklerine ait S-N diyagramları görülmektedir. Her bir malzeme için iki işlemde de yorulma mukavemetinde artış gözlenirken, bu artışın miktarında değişimler söz konusudur. Nitrürlenebilir özelliğe sahip az alaşımlı AISI 4140 numunelerde nitrokarbürleme işlemine göre plazma nitrürlemede artış daha fazla olurken, nitrürleme için yetersiz seviyede alaşım içeren sade karbonlu AISI 1020 numunelerde artışın nitrürlemede daha az olduğu tespit edilmiştir. Bu, plazma nitrürleme işlemlerinin daha düşük sıcaklıkta yapılması ve sıcaklığın difüzyonu doğrudan etkilemesi nedeniyledir. Aynı malzeme için farklı işlem sıcaklıklarında elde edilen şekil 4.30’daki S-N diyagramları bunu açıkça göstermektedir.

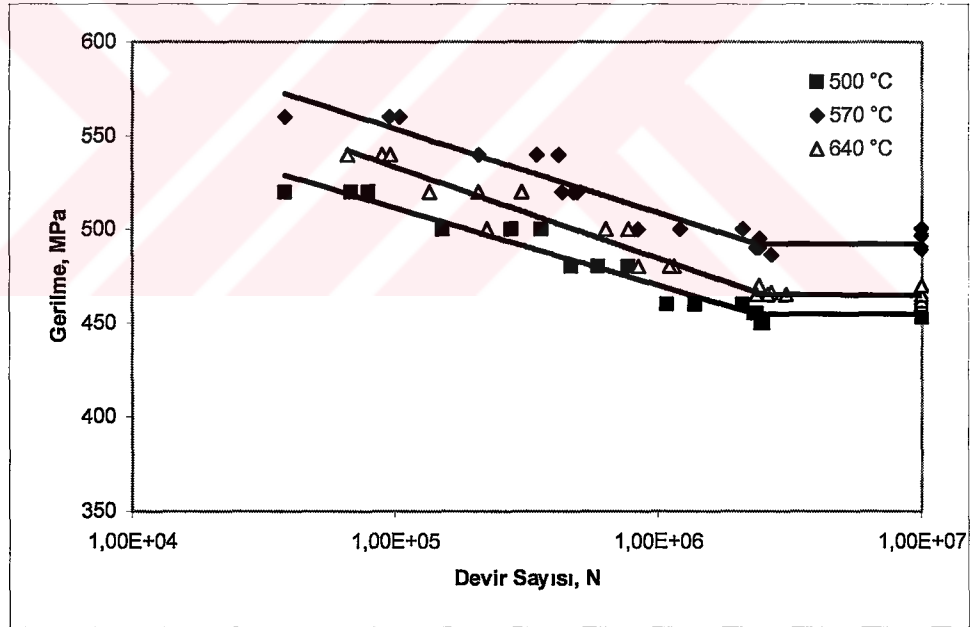


Şekil 4.28. Seçilen sıcaklıkta 4 saat plazma nitrüleme ve ferritik plazma nitrokarbürleme işlemlerine tabi tutulmuş ve işlemsiz AISI 4140 çeliğine ait S-N eğrileri



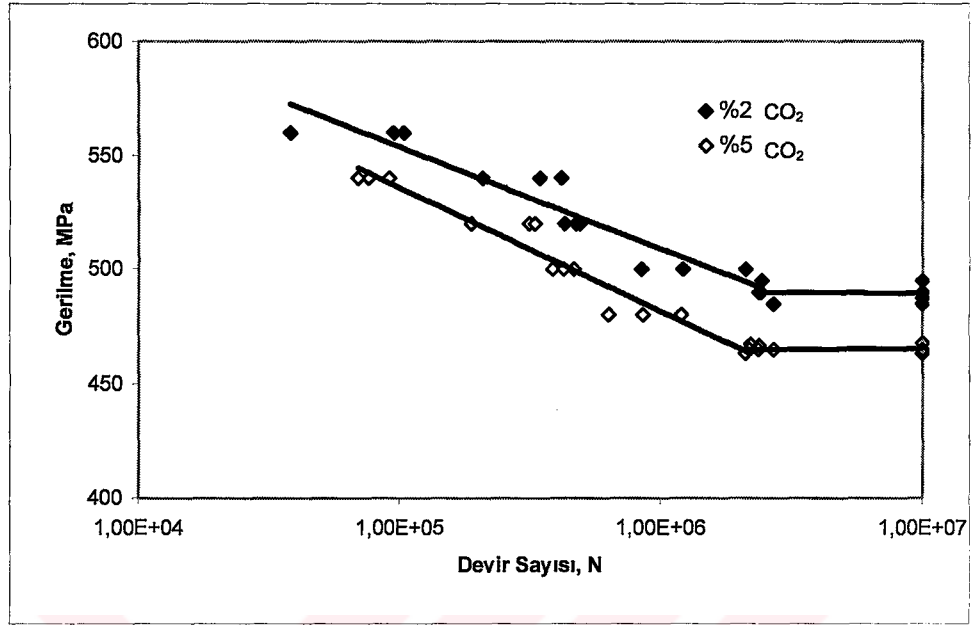
Şekil 4.29. Seçilen sıcaklıkta 4 saat plazma nitrüleme ve ferritik plazma nitrokarbürleme işlemlerine tabi tutulmuş ve işlemsiz AISI 1020 çeliğine ait S-N eğrileri

Şekil 4.30, AISI 1020 numunelerinin farklı işlem sıcaklıklarında 4 saat işlem süresinde plazma nitrokarbürlenmesi ile elde edilen S-N eğrilerini göstermektedir. Şekilden de görüldüğü gibi, ferritik şartlarda sıcaklık artışı ile birlikte yorulma mukavemetinde de artış görülmektedir. Ancak 640°C sıcaklıkta yapılan deneylerde, yorulma dayanımında düşüş gözlenmiştir. Bu, kullanılan çeliğin az alaşımlı olması, difüzyon tabakası değişiminin sınırlı kalması ve yüksek sıcaklık nedeniyle meydana gelen yumuşamanın etkisi nedeniyledir. Ayrıca yukarıda bahsedildiği gibi, yorulma çatlağının çekirdeklenmesinin kolay olacağı daha porlu ve kalın beyaz tabaka da neden olabilir. Aşağıda kırılma yüzeyinin SEM görüntüleriyle incelendiği şekillerden de görüldüğü gibi, az alaşımlı AISI 4140 ve AISI 1020 çelik numunelerin kırılma mekanizmaları ve kırılma yüzeylerinde belirgin farklılıklar mevcuttur.



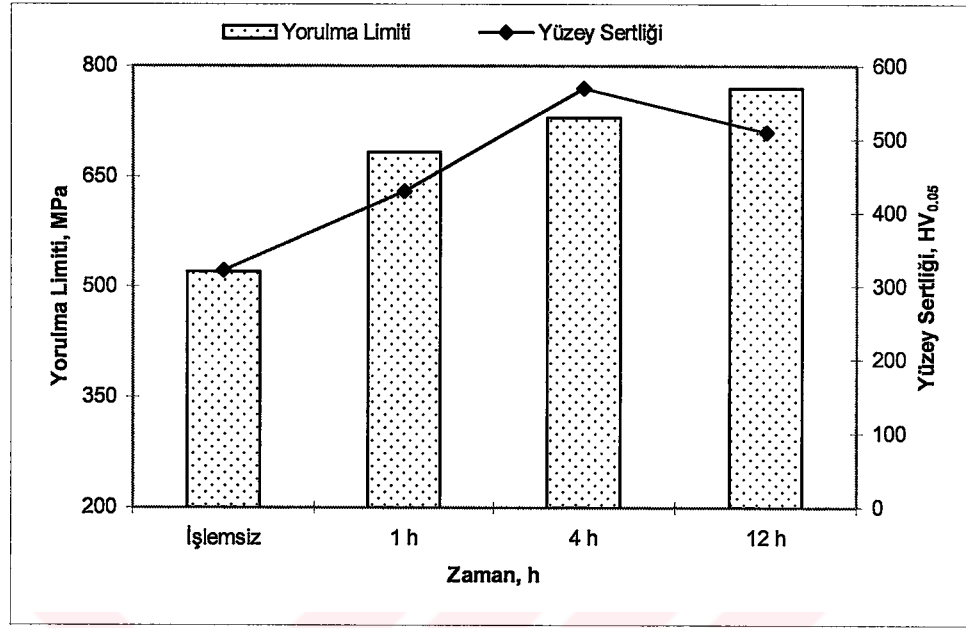
Şekil 4.30. AISI 1020 numunelerin farklı işlem sıcaklıklarında 4 saat işlem süresinde plazma nitrokarbürlenmesi ile elde edilen S-N eğrileri

Şekil 4.31 farklı CO₂ oranlarının yorulma mukavemetine etkisini göstermektedir. Buradan da görüldüğü gibi, karbondioksit oranındaki artış, yorulma mukavemetini olumsuz yönde etkilemektedir. Çünkü, CO₂ artışıyla difüzyon tabakası kalınlığı azalmaktadır.

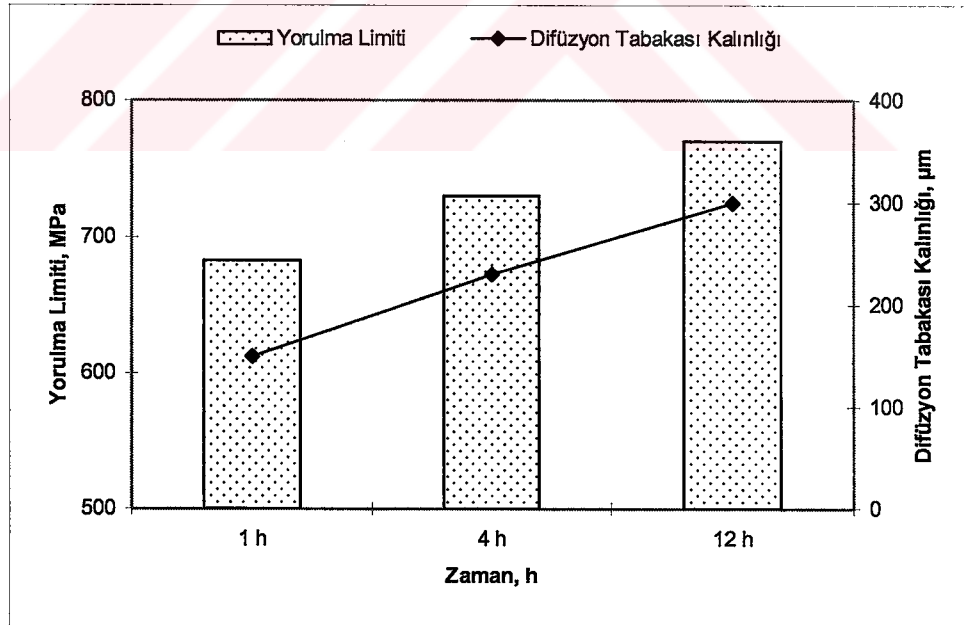


Şekil 4.31. 570°C sıcaklıkta 4 saat işlem süresiyle farklı CO₂ oranlarında ferritik plazma nitrokarbürleme sonucu elde edilen AISI 1020 çeliğine ait S-N eğrileri

Şekil 4.32 plazma nitrokarbürlemede yüzey sertliği ve yorulma limiti arasındaki ilişkiyi göstermektedir. Buradan da görüldüğü gibi, 4 saat işlem süresine kadar sertlikle birlikte yorulma limitinde artış meydana gelmektedir. Bunun nedeni, nitrokarbürleme esnasında sertlik artışını sağlayan ince taneli alaşım nitrür ve karbürlerinin aynı zamanda yüzey altı bölgede yorulma mukavemeti için bası artık gerilmelerini artırmasıdır. Uzun işlem sürelerinde, yüzey sertliğinden farklı olarak yorulma limitinde artış sürmektedir. Bu ise, şekil 4.33'te de görüldüğü gibi, yorulma mukavemetinin difüzyon kontrollü bir işlem olarak söz edilebilecek nitrokarbürlemede, aynı zamanda işlem süresinin artışıyla birlikte artan difüzyon tabakası kalınlığı ile ilgilidir.



Şekil 4.32. 570°C sıcaklıkta 4 saat süre ile ferritik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 numuneler için yorulma limiti ve yüzey sertliği arasındaki ilişki



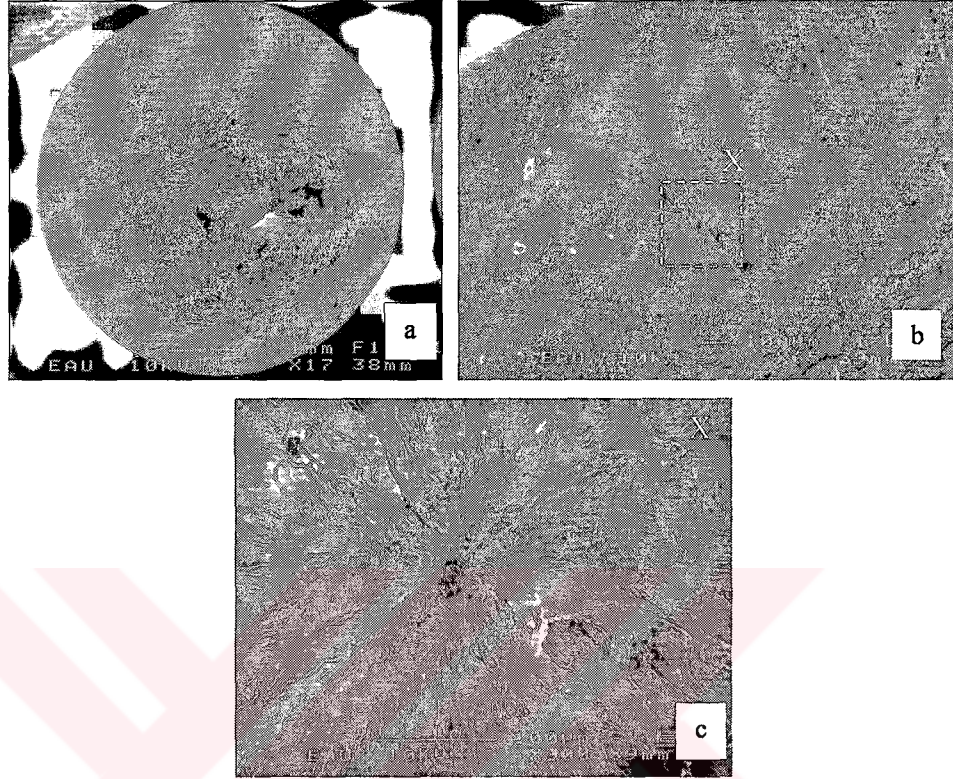
Şekil 4.33. 570°C sıcaklıkta 4 saat süre ile ferritik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 numuneler için yorulma limiti ve difüzyon tabakası kalınlığı arasındaki ilişki

Malzemelerin yorulma dayanımının araştırılmasında yorulma deneyi esnasında belirli periyot sonrasında numunenin kırılması ile oluşan kırılma kesitinin incelenmesi çok

önemlidir. Çünkü kırılmanın şekli, mekanizması, çatlak başlama ve ilerleme karakteristikleri ile ilgili bilgi ancak bu şekilde edinilebilir. Yorulma kırılması başlıca üç aşamadan meydana gelmektedir. Bunlar çatlak oluşumu, çatlağın kritik boyaya kadar ilerlemesi ve kalan kısmın aniden kırılmasıdır. Yorulma kırılmasına sebep olan çatlaklar genelde yüzeyde başlarlar. Uygulanan yük, akma mukavemetinin altında olmasına rağmen, tekrarlanan yüklerin kümülatif etkisi nedeniyle malzemede plastik deformasyon olur ve kayma neticesinde numunenin yüzeyinde meydana gelen pürüzler çentik etkisi meydana getirerek çatlak oluşmasına neden olur. Dolayısıyla, malzemenin dış kısmı iç kısmına nazaran daha yumuşak ise yorulma daha erken meydana gelir.

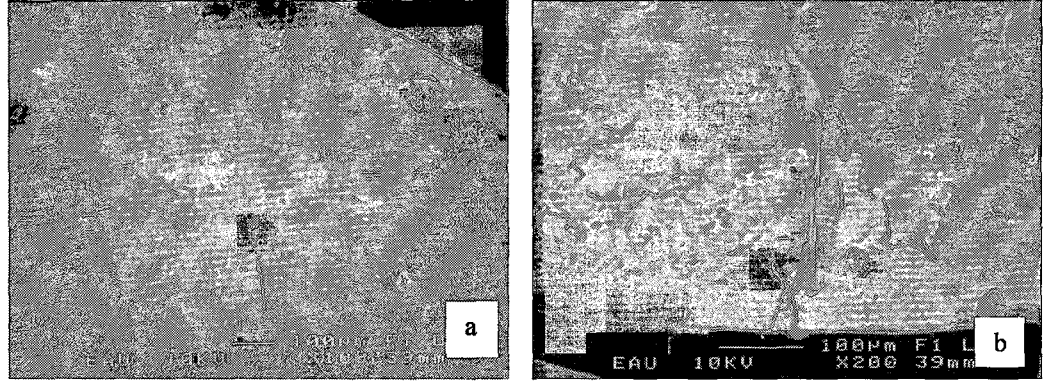
Plazma nitrürleme ve nitrokarbürleme işlemlerinde, çatlak daima yüzeyaltında inklüzyonlarda başlar. Homojen malzemeler için yorulma başlaması oluşumu, genellikle iki kesişen kayma düzleminin ardışık kaymasıyla üretilen ekstrüzyon ve intrüzyon denilen girinti ve çıkıntı meydana gelmesiyle serbest bir yüzeyden başlar (Costa 2001, Kayalı vd. 1997) . Bununla birlikte plazma nitrürlenmiş ve nitrokarbürleşen numunelerde bu olay yüzey tabakasının artan sertliği ile engellenir. Sonuç olarak, çatlak yüzey altında daha kolay başlar. Çoğu araştırmacı yüzey altında çatlak başlamasının metalik olmayan inklüzyonlardan kaynaklandığını söylemektedir (Alsaran vd. 2002, Costa vd. 2001, Genel vd. 2000, Çelik ve Karadeniz 1995) . Balık gözü hasarı denen bu olayın merkezi (çatlağın başlangıcı) metal olmayan inklüzyondur. Bu inklüzyonlar çevresi ile mekanik, fiziksel ve kimyasal uyumsuzluk gösterdiğinden, yoğun olarak yerleşik şekil değiştirmeler oluşturur. Bu inklüzyonların net çeki gerilmelerine maruz kalmaları sonucu çatlak oluşur. Çatlak merkezinden itibaren dairesel kesitte tane içi klivaj kırılması görülmektedir. Balık gözünün dışında ise sünek kırılma oluşmuştur.

Şekil 4.34'te, 500°C sıcaklık ve 12 saat süre ile plazma nitrürlenmiş AISI 4140 çeliği yorulma numunesinin, uygulanan 870 MPa gerilmede 829.000 devirde kırılması ile oluşmuş kırılma kesit yüzeyinin SEM fotoğrafı görülmektedir. Şekil 4.34a'da yorulma numunesinin kırılma kesit alanı görülmektedir. Şekil 4.34b, yüzey altında meydana gelen balık gözü hasarını göstermektedir. Şekil 4.34c ise, metal olmayan inklüzyon etrafında oluşan balık gözü oluşumunun detay resmini göstermektedir.

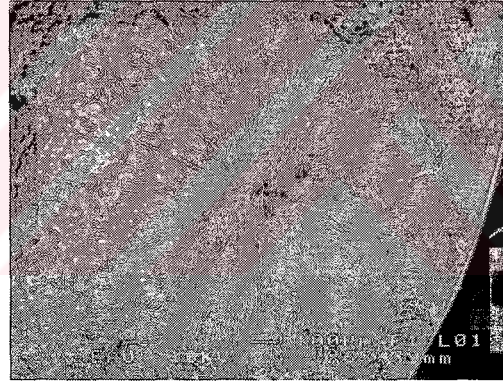


Şekil 4.34 . 12 saat nitrülenmiş AISI 4140 çeliği $\sigma = 870$ MPa, $N = 829.000$ devir

Plazma nitrüleme işlemindekine benzer şekilde nitrokarbürlemede de, balık gözü oluşumu en önemli çatlak başlama mekanizmasıdır. Şekil 4.35'te 2 saat süre ile ferritik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 yorulma numunesinin 750 MPa gerilme seviyesinde 726.000 devirde kırılmasıyla oluşan kesit alanının SEM görüntüsünde de balık gözü oluşumu görülmektedir. Şekil 4.35a'da yüzey altında bir inklüzyon merkezli balık gözü oluşumu görülürken, şekil 4.35b aynı kırılma kesit alanının dış kısmında yüzeyde başlayan çatlak ve kırılma yüzeyini göstermektedir. Buradan da görüldüğü gibi, dıştaki bölgede gevrek yapıya sahip beyaz tabakadan dolayı kırılma kesiti parlak ve pürüzsüzdür. İç kısımlara doğru kırılma şekli sünek kırılmadır. Aynı şekilde, şekil 4.36 12 saat gibi uzun işlem sürelerinde ferritik nitrokarbürlenmiş AISI 4140 çeliğinin yorulma numunesinin 790 MPa gerilme seviyesinde 844.000 yorulma periyodu sonrası meydana gelen kırılma kesitindeki balık gözü oluşumunu göstermektedir.



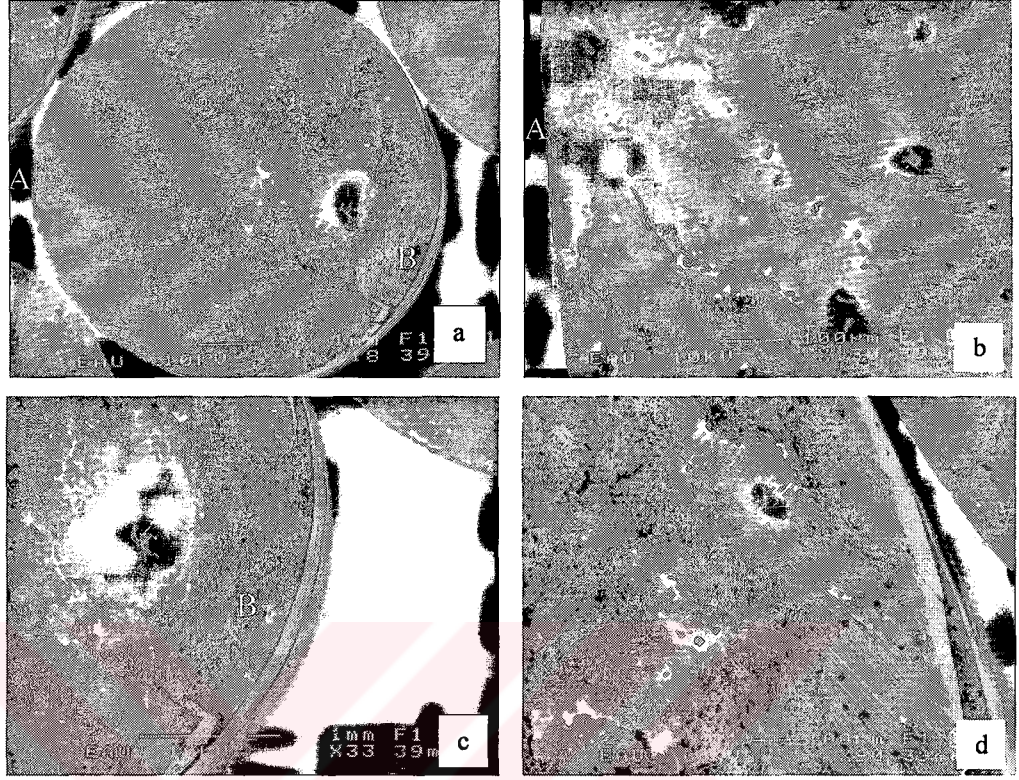
Şekil 4.35. 570°C’de 2 saat nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliği $\sigma=750$, MPa N= 726.000 devir



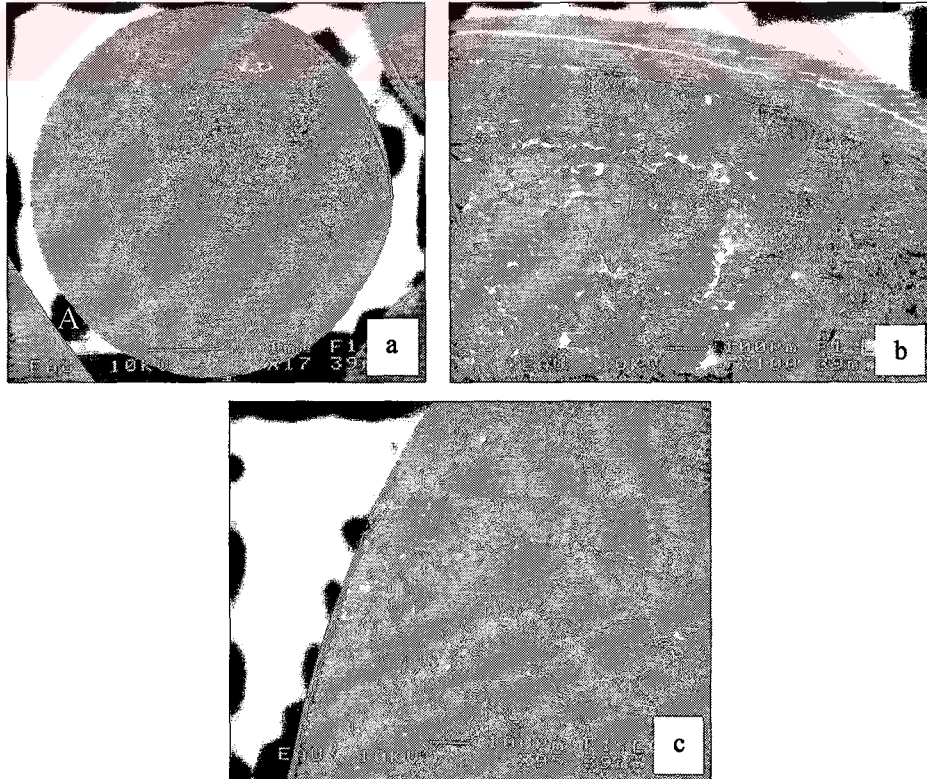
Şekil 4.36. 570°C’de 12 saat nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliği $\sigma=790$ MPa, N=844.000 devir

Ancak AISI 4140 çelik malzemedan üretilen yorulma numunelerinde elde edilen bu kırılma yüzeylerinin aksine, çok sünek bir malzeme olan AISI 1020 çelik malzemedan üretilen yorulma numunelerinin kırılma yüzeylerinde, ne plazma nitrokarbürleme ve ne de plazma nitrürleme işlemlerinde balık gözü oluşumu gözlenmedi. Bunun yerine en düşük ve en yüksek gerilme seviyelerinde yüzey yada yüzey altında birkaç yerde başlayan ve radyal yönde kumsal izleri şeklinde ilerleyen çatlak ve kırılma izleri neticesi kırılma gözlemlendi.

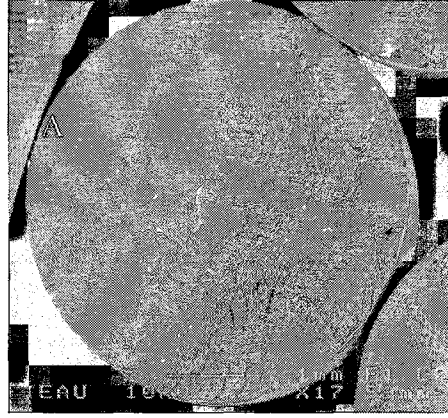
Şekil 4.37’de, 570°C’de 1 saat nitrokarbürleşmiş AISI 1020 çeliğinin 460 MPa gerilme seviyesinde 1.537.000 çevrim periyodu sonrası oluşmuş kırılma kesit alanı ve detayları görülmektedir. Şekil 4.37a, düşük gerilme seviyesi ve yüksek yorulma periyodunda kırılma sonucu oluşan yorulma kesit alanının tamamını göstermektedir. Şekilde görüldüğü gibi, çatlak A noktasında başlamış olup kumsal izleri oluşmuştur. Çatlak belirli boya geldikten sonra kesiti taşıyamamış ve B noktasındaki gibi beyaz tabakayı parçalayarak kırılmıştır. Aynı kırılma kesitinin, şekil 4.37b çatlak başlangıcının detay resminin, şekil 4.37c beyaz tabakanın parçalanarak kırıldığı kırılma bölgesinin ve şekil 4.37d ise sert yapıya sahip yüzey altında gevrek kırılmanın, iç kısımlarda ise sünek kırılmanın olduğu detay resimlerini göstermektedir. Benzer olarak şekil 4.38, 12 saat süre ile ferritik plazma nitrokarbürleşen AISI 1020 çeliği yorulma numunesinin 460 MPa gerilme seviyesinde 257.000 devir yorulma periyodu sonunda oluşan kırılma kesit alanını göstermektedir. Burada şekil 4.38a, başlangıç yeri A noktası olan kumsal izlerinin oluşumunu gösterirken, şekil 4.38b aynı numunenin son kırılma bölgesini, şekil 4.38c ise çatlağın radyal izler doğrultusunda ilerlediğini göstermektedir. Buradan da görüldüğü gibi, son kısımda sünek kırılma meydana gelmiştir. Kumsal izleri çatlak başlangıcının pozisyonunu göstermekte olup, paralel çizgiler halinde ilerler. Plazma nitrülen AISI 1020 çeliği numunelerde de kırılma yüzeyinin benzer karakter gösterdiği, yüksek periyotlara rağmen balık gözü oluşmadığı şekil 4.39’da görülmektedir. Şekilde görüldüğü gibi, A noktasında başlayıp radyal yönde ilerleyen kumsal izleri sonrası kırılma meydana gelmiştir.



Şekil 4.37. 1 saat nitrokarbürlenmiş AISI 1020 çeliği $\sigma = 460$ MPa, $N = 1.537.000$ devir

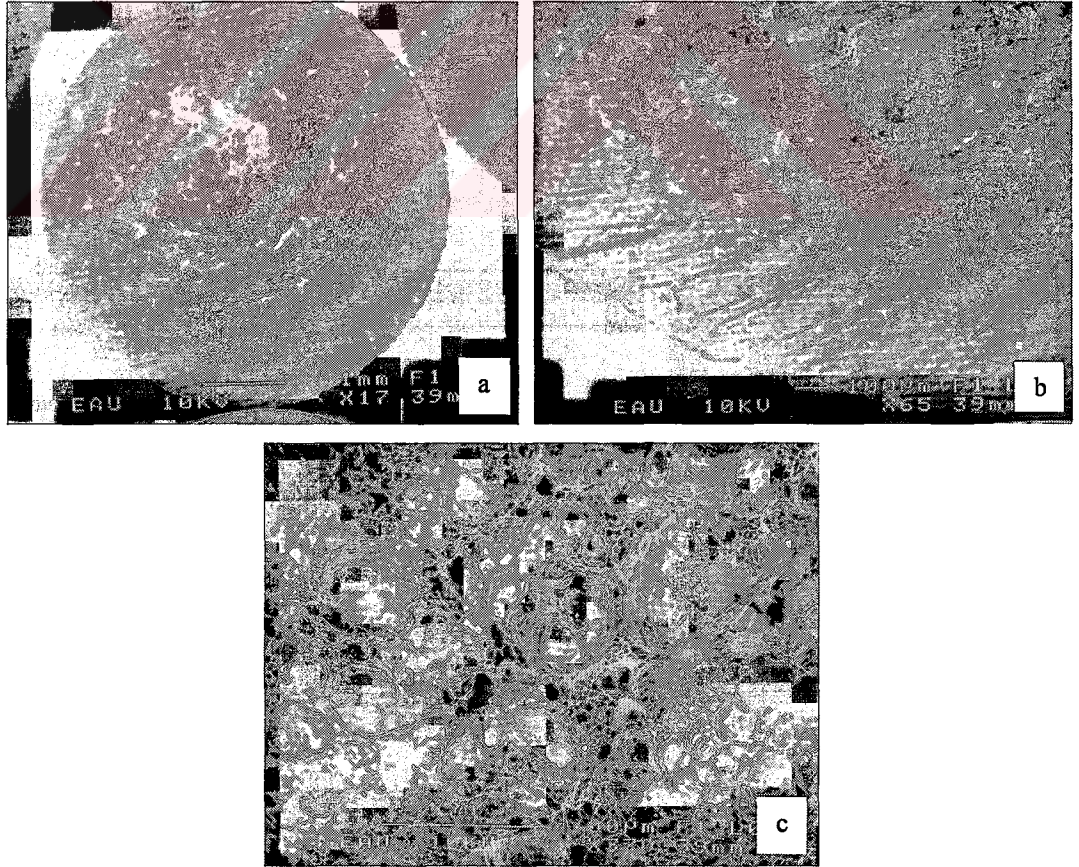


Şekil 4.38. 12 saat nitrokarbürlenmiş AISI 1020 çeliği $\sigma = 460$ MPa, $N = 257.000$ devir



Şekil 4.39. 1 saat nitrülenmiş AISI 1020 çeliği $\sigma = 440$ MPa, $N = 942.000$ devir

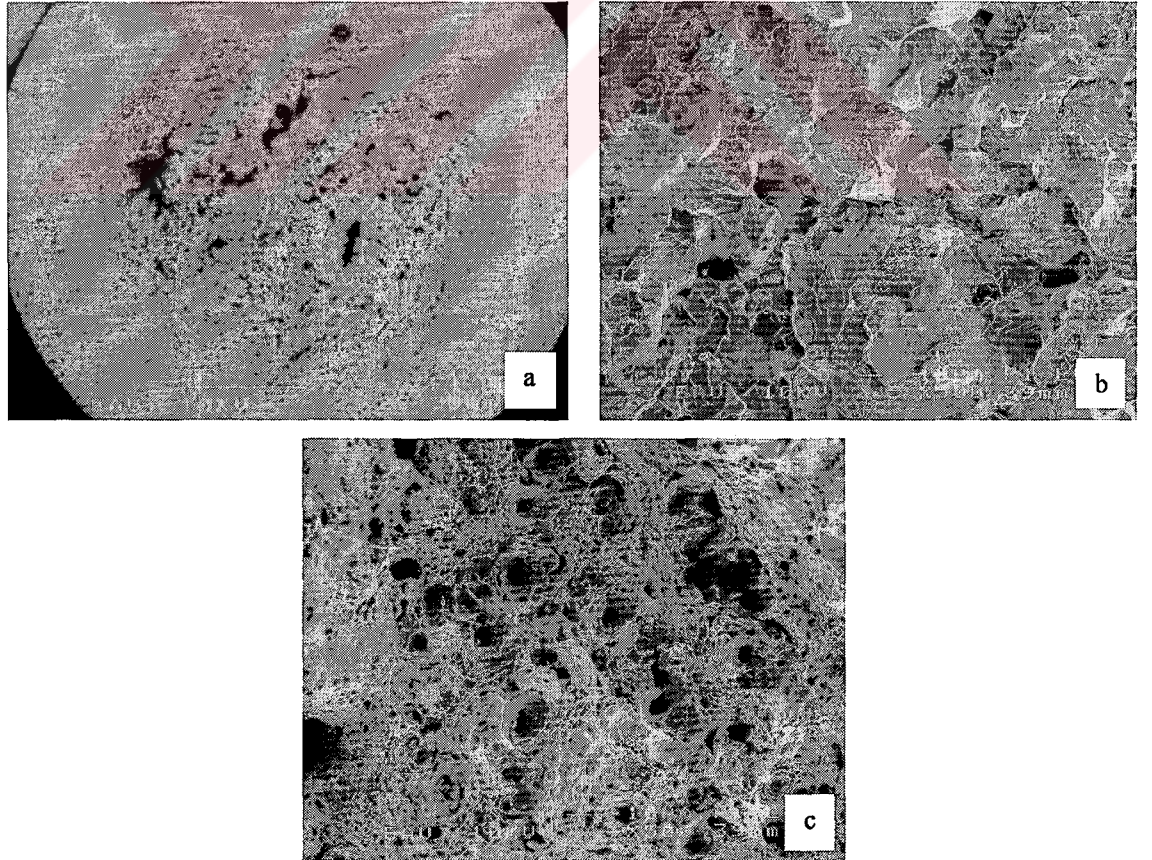
Yüksek gerilme seviyesinde yorulmaya maruz bırakılan 4 saat ferritik plazma nitrokarbürleşmiş AISI 1020 çeliğine ait olan şekil 4.40a ve 4.40b’de görüldüğü gibi, kırılan yorulma numunesi kesitinin dış kısmında gevrek kırılma belirtisi olan radyal



Şekil 4.40. 4 saat nitrokarbürleşmiş AISI 1020 çeliği $\sigma = 520$ MPa, $N = 89.000$ devir

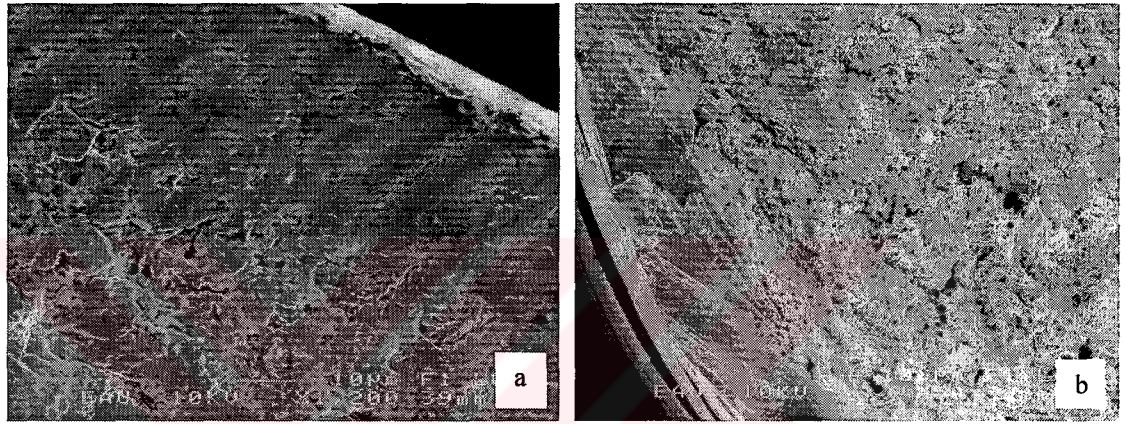
çizgiler oluşmuştur. Çatlak, yüzeyde bir çok yerde başlamış ve ilerlemiştir. Şekil 4.40c oldukça sünek bir malzeme olan sade karbonlu AISI 1020 çeliği numunenin son kırılma yüzeyini göstermektedir. Buradan da görülebileceği gibi, kırılma sünek kırılma olup, kırılma kesitinde bir çok boşluk (dimple) oluşumu gözlenmiştir.

Şekil 4.41, 12 saat ferritik plazma nitrokarbürleme yapılan az alaşımlı AISI 4140 çeliğinden imal edilmiş yorulma numunesinin 830 MPa gerilme seviyesinde yorulma işlemine tabi tutulması neticesi düşük periyotta oluşan kırılma kesitini göstermektedir. Şekil 4.41a'da görüldüğü gibi, numunenin yüzeye yakın kısımlarında klivaj kırılma, iç kısımlarda ise sünek kırılma gözlenmiştir. Şekil 4.41b tipik bir klivaj kırılmayı göstermektedir. Herbir tanede çatlak farklı yönde ilerlemiştir. Tanelerin içerisinde klivaj belirtisi radyal izler belirgindir. Şekil 4.41c ise, son kırılmanın olduğu merkeze ait olup, sünek kırılma belirtisi olan boşluk (dimple) oluşumu göstermektedir.



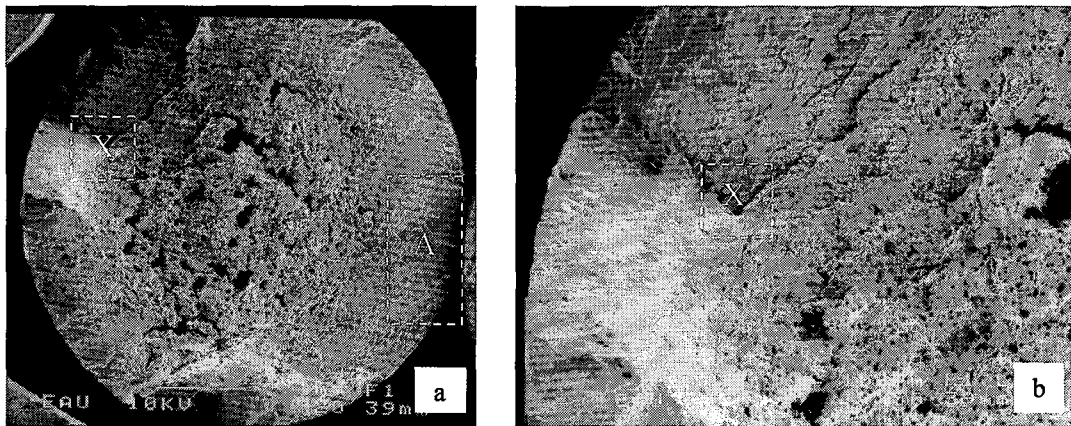
Şekil 4.41. 12 saat nitrokarbürlenmiş AISI 4140 çeliği $\sigma = 830$ MPa, $N = 121.000$ devir

570°C sıcaklık ve seçilen gaz karışımında 4 saat nitrokarbürlenen sade karbonlu AISI 1020 çeliği yorulma numunesinin 500 MPa gerilme seviyesinde 2.931.000 devir gibi yüksek yorulma periyodunda kırılma neticesi meydana gelmiş kırılma kesit yüzeyinde görüldüğü gibi (şekil 4.42), dış kısımda gevrek kırılma, iç kısımda ise sünek kırılma oluşmuştur. Şekil 4.42b’de görüldüğü gibi, beyaz tabakanın parçalandığı ve sanki burulmaya maruz kalmış gibi kırıldığı görüldü.



Şekil 4.42. 4 saat nitrokarbürlenen AISI 1020 çeliği $\sigma = 500$ MPa, $N = 2.931.000$ devir

Şekil 4.43’te ise yüksek gerilme seviyesinde çok kısa periyotta meydana gelen kırılma görülmektedir. Yüzey altındaki sert difüzyon tabakası nedeniyle gevrek kırılma meydana gelirken, merkezde sünek kırılma dikkati çekmektedir. Şekil 4.43b’de X ile gösterilen bölgenin ayrıntısında görülen yırtılmalar oluşmuştur. Çatlak başlangıcı A bölgesidir.

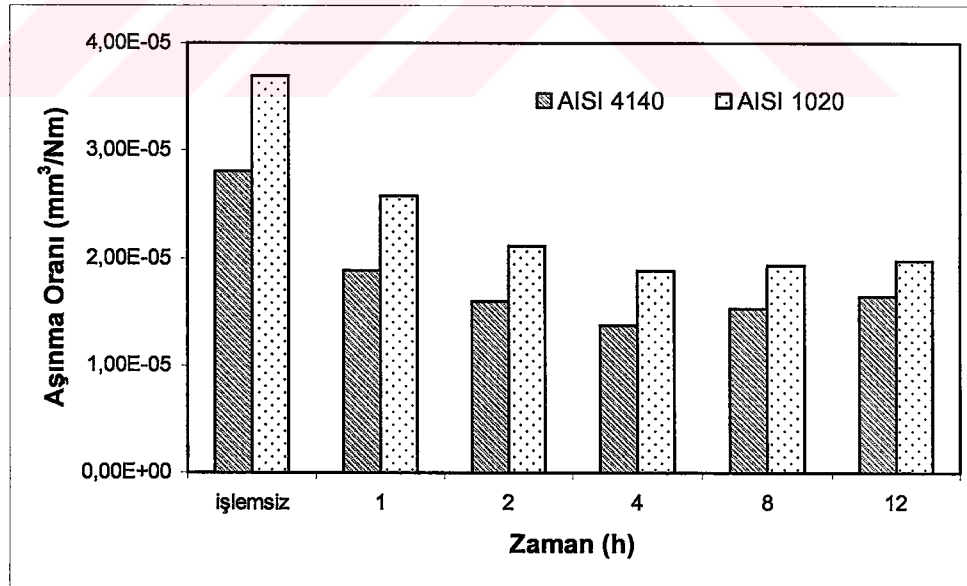


Şekil 4.43. 12 saat nitrokarbürlenmiş AISI 4140 çeliği $\sigma = 910$ MPa, $N = 12.000$ devir

4.3. Tribolojik Arařtırmalar

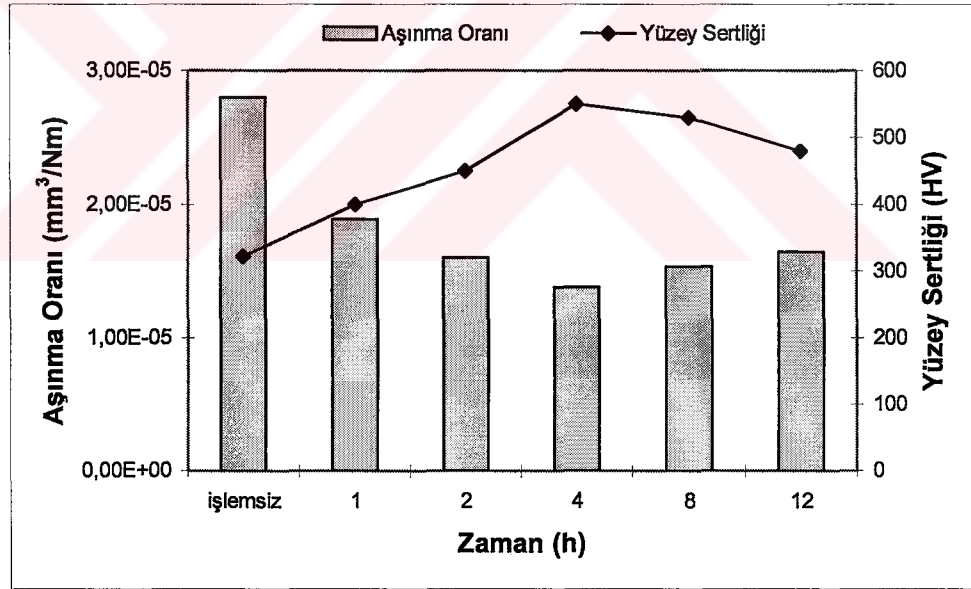
4.3.1. Pin-on-disk Ařınma alıřmaları

570°C sıcaklıkta farklı zamanlar için ferritik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 ve AISI 1020 eliklerinin pin-on-disk cihazında yapılan ařınma testleri neticesinde numuneler üzerinde meydana gelen ařınma oranları řekil 4.44'te grlmektedir. řekilden de grldę gibi, tm iřlem parametrelerinde numunelerin tamamında ařınma oranlarında iyileřme meydana gelmektedir. Buradan en iyi ařınma zelliklerinin her iki malzemede de 4 saat iřlem sresinde elde edildięi, zamanla birlikte belirli sreye kadar ařınma mukavemeti ykselirken uzun iřlem srelerinde bunun bir miktar azaldıęı grlmektedir. izelge 4.1 ile karřılařtırıldıęında beyaz tabaka kalınlıęı ve yzey sertliklerindeki azalma ile ilgili olduęu sonucu ıkarılabilir. Yine řekilden AISI 1020 sade karbonlu elik numunelerdeki ařınma oranı azalmasının fazla olduęu grlebilir.



řekil 4.44. 570°C'de plazma nitrokarbrlenen eliklerin ařınma oranı zerine iřlem sresinin etkisi

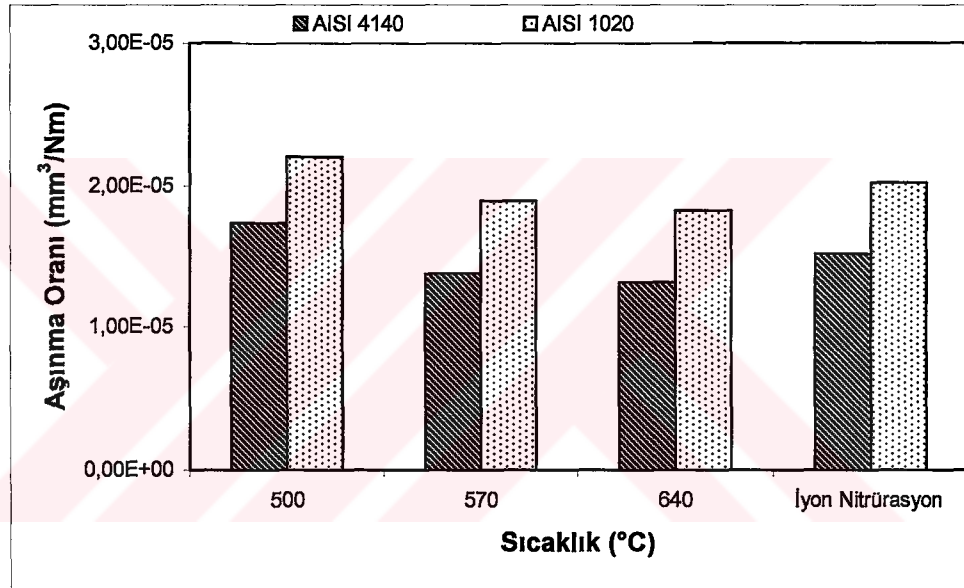
Şekil 4.45'te işlemsiz ve farklı işlem süreleri için plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 numunelerin aşınma oranı ve yüzey sertliği arasındaki ilişki verilmiştir. Nitrokarbürleme sonrası yüzeyde oluşan baskın hegzagonal sıkıpaket (hsp) yapılı ϵ -Fe₂₋₃(N, C) fazı içeren beyaz tabakanın olumlu etkisiyle, nitrokarbürlemenin her şartında aşınma oranında azalma ve dolayısıyla aşınma mukavemetinde artış meydana gelmektedir. Aşağıdaki şekilden de görüldüğü gibi, yüzey sertliğindeki artışla aşınma mukavemetindeki artış paralellik göstermektedir. Beyaz tabakanın altında yer alan ve ince taneli alaşım nitrür ve karbürlerinin etkisiyle, sertlikte artışın meydana geldiği difüzyon tabakası sertliğinin aşınmaya olumlu etkisi görülmektedir. XRD analiz sonuçları (şekil 4.1) ile birlikte bakıldığında en iyi sonucun görüldüğü 4 saat işlem süresinde özellikle ϵ (101) fazının maksimum olduğu ve yine aynı süre için yüzey sertliğinin maksimum olduğu görülmektedir.



Şekil 4.45. Farklı işlem süreleri için 570°C sıcaklıkta nitrokarbürlenen AISI 4140 numuneler için aşınma yüzey sertliği ilişkisi

İşlem parametrelerinden biri olan sıcaklığın aşınma oranına etkisi şekil 4.46'da gösterilmiştir. En düşük aşınma oranı 640°C sıcaklıkta meydana gelmiştir. Bu, ostenitik nitrokarbürlemede oluşan ve doymuş azot içeren beyaz tabakanın altındaki sert ostenit bölgesinin etkisi ve beyaz tabaka yapısının daha baskın ϵ fazı içermesi nedeniyle meydana gelmektedir. 570°C sıcaklıkta yapılan ferritik plazma nitrokarbürlemede de

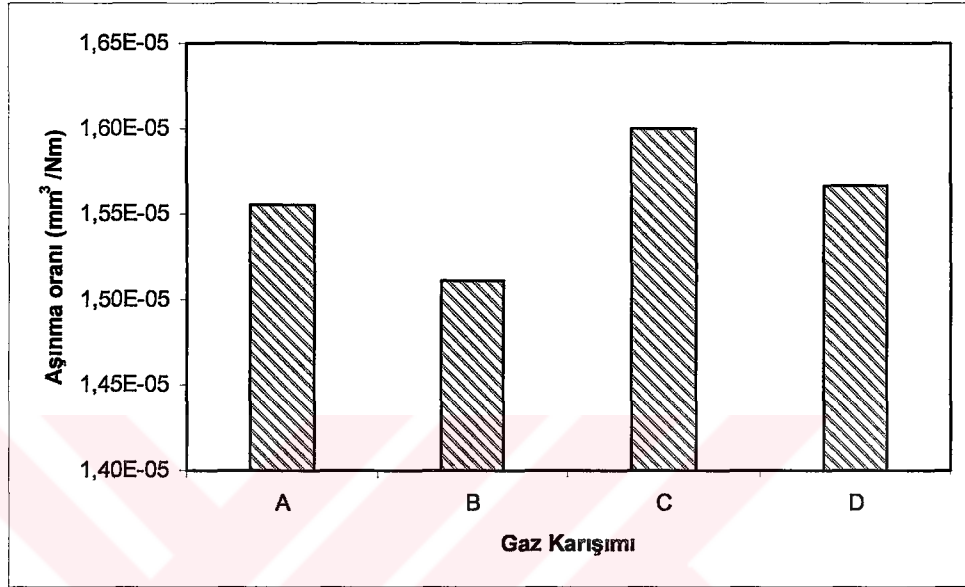
buna yakın olan aşınma oranının nedeni de yine aşınma üzerine faydalı etkiye sahip baskın ϵ nitrokarbür fazı ile ilgilidir. Düşük sıcaklıklarda bu fazın yeterince gelişmemiş olması ise, en yüksek aşınmanın bu sıcaklıkta olmasına neden olmuştur. Plazma nitrürlenmede aşınma oranının ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürlenmeye göre bir miktar daha fazla olduğu görülmektedir. Bunun nedeni plazma nitrürlenmede oluşan beyaz tabakanın, iki fazlı, sert ve kırılgan olması sebebiyle, bu tabakanın parçalanmasını takiben başlayan abrazif partiküllerin sebep olduğu aşınmadır.



Şekil 4.46. Farklı sıcaklıklarda 4 saat süre ile plazma nitrokarbürlenmiş ve nitrürlenmiş AISI 4140 ve AISI 1020 numunelerinde aşınma oranı-ışıllem sıcaklık ilişkisi

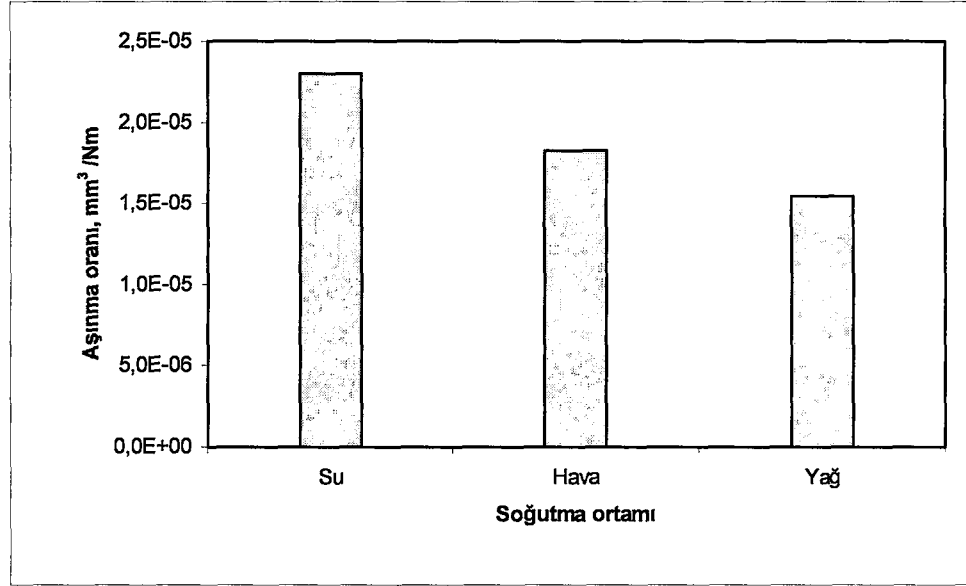
İşıllem atmosferindeki gaz karışımının etkisinin gösterildiği şekil 4.47’de görüldüğü gibi, aşınma oranının en düşük olduğu değır $\%49N_2 + \%49H_2 + \%2CO_2$ gaz karışımında elde edilirken, en yüksek aşınma değırı hidrojen oranının en yüksek olduğu deney şartlarında gözlemlendi. Bu sonuç, azot miktarındaki artışla birlikte artan ϵ -Fe₂₋₃(N, C) fazının yararlı etkisi ve hidrojen miktarındaki artışla meydana gelen sert tabaka sonrası aşınmanın ileri aşamalarında abrazif partiküllerin etkisi ile olabilir. CO₂ miktarındaki artışla birlikte aşınma oranında gözlenen artış ise, hızlı reaksiyona girmesi nedeniyle karbür çekirdeklenmesinde meydana gelen artış ve plazmadaki azot potansiyelinde

meydana gelen azalma neticesi beyaz tabaka kalınlığında azalma ile sert demirkarbür bileşiklerinin abrazif aşınma etkisi iledir.



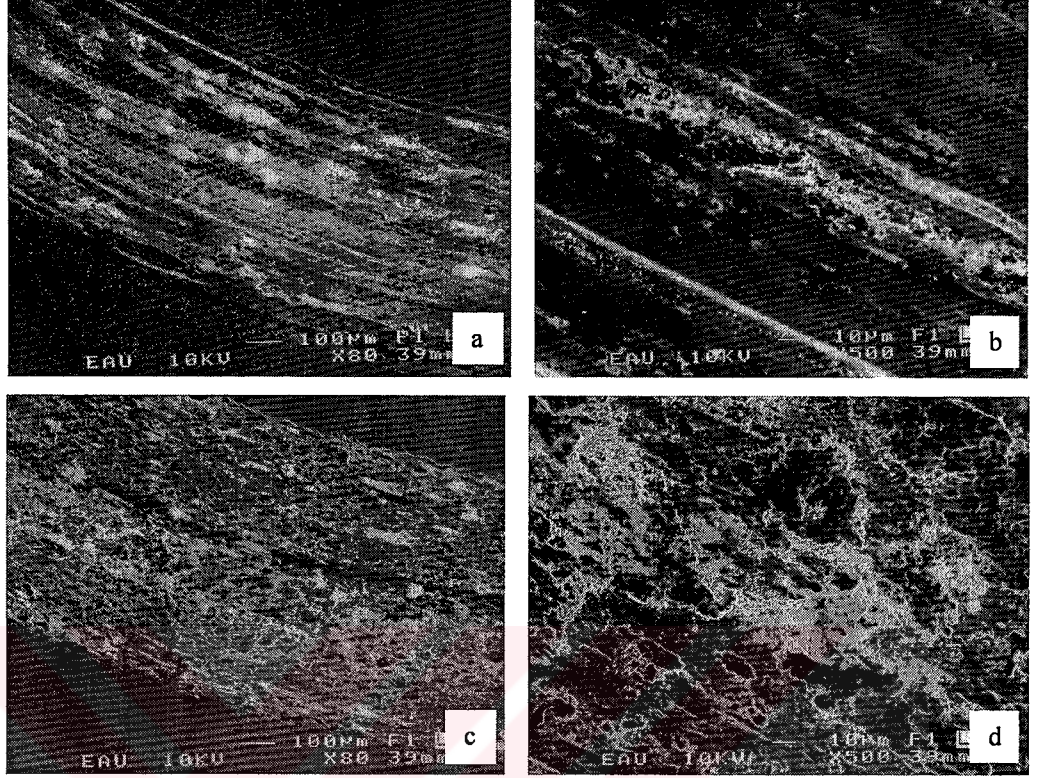
Şekil 4.47. 570°C’de 4 saat süre ile değişik gaz karışımlarında plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinde elde edilen aşınma oranları (A-%75N₂+%23H₂+%2CO₂ B-%49N₂+%49H₂+%2CO₂ C-%23N₂+%75H₂+%2CO₂ D-%47.5N₂+%47.5H₂+%5CO₂)

Şekil 4.48’de soğutma ortamı ile aşınma oranı arasındaki değişim verilmiştir. Görüldüğü gibi en yüksek aşınma oranı su ortamında, en düşük aşınma oranı ise yağ ortamındaki soğutmada elde edilmiştir. Bu sonuç daha gevrek bir yapıya sahip olan beyaz tabaka nedeniyledir.



Şekil 4.48. 640°C’de 4 saat süre ile eş zamanlı ostenitik plazma nitrokarbürlenen AISI 1020 numunelerin işlem sonrası farklı ortamlarda soğutulmasının aşınma oranına etkisi

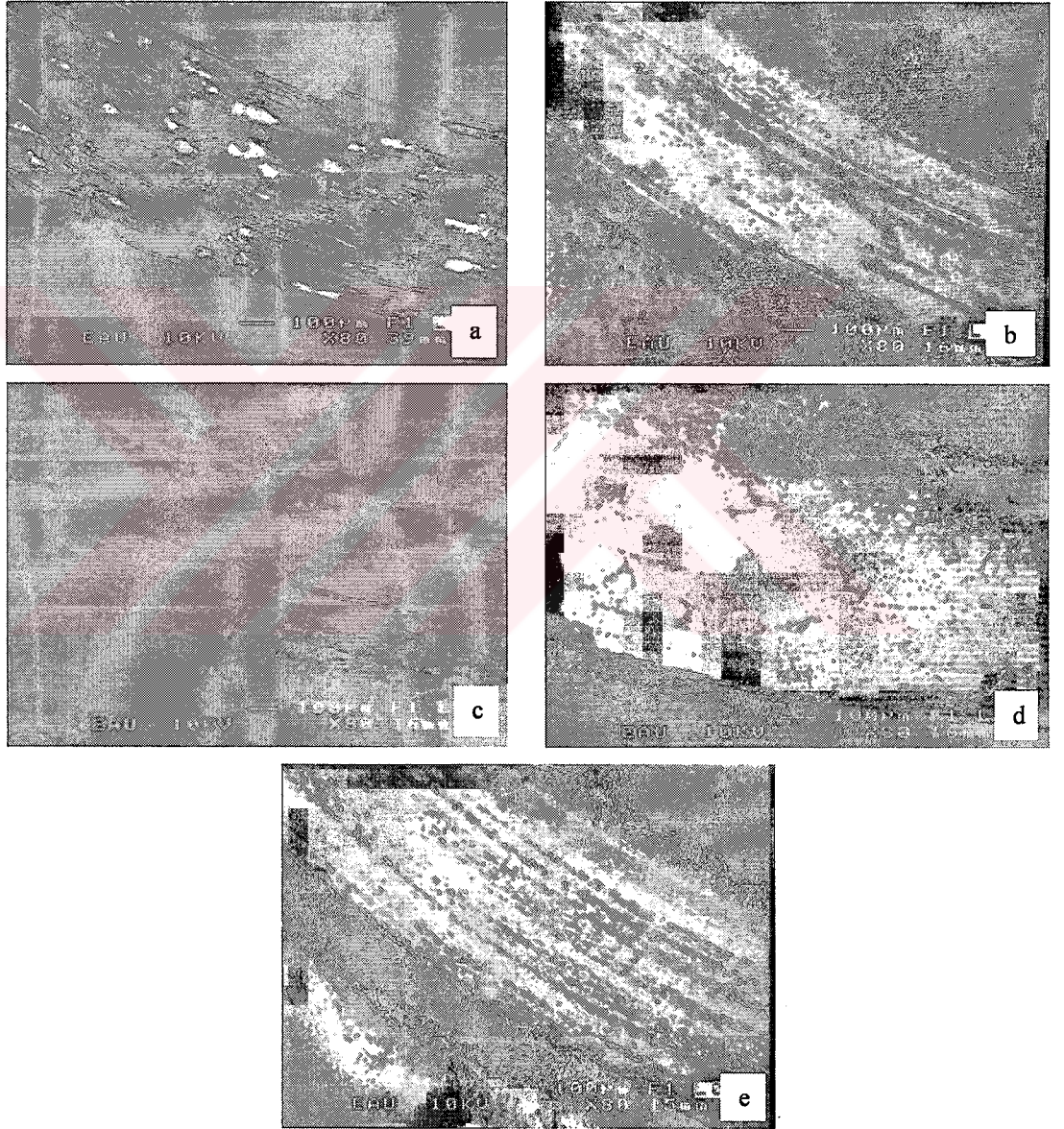
Şekil 4.49’da işlemsiz AISI 4140 ve AISI 1020 numunelere ait aşınma izi SEM fotoğrafları görülmektedir. Buradan da görüldüğü gibi, daha sert bir yapıya sahip az alaşımlı AISI 4140 numunesinin aşınma izleri (Şekil 4.49a ve 4.49b), daha yumuşak yapılı sade karbonlu AISI 1020 malzemeye (Şekil 4.49c ve 4.49d) göre daha dardır. Bu, aşınma mukavemetinin daha iyi olmasındandır. AISI 4140 numunede iz içerisinde daha düz bir görüntü mevcuttur. Bunun aksine AISI 1020 malzemede beyaz tabakanın parçalanmasıyla oluşan abrazif partiküllerin yumuşak matriks malzemeye batması neticesi dalgalı bir iz yüzeyi meydana gelmiştir.



Şekil 4.49. İşlemsiz AISI 4140 ve AISI 1020 numunelerin aşınma izinin SEM görüntüsü

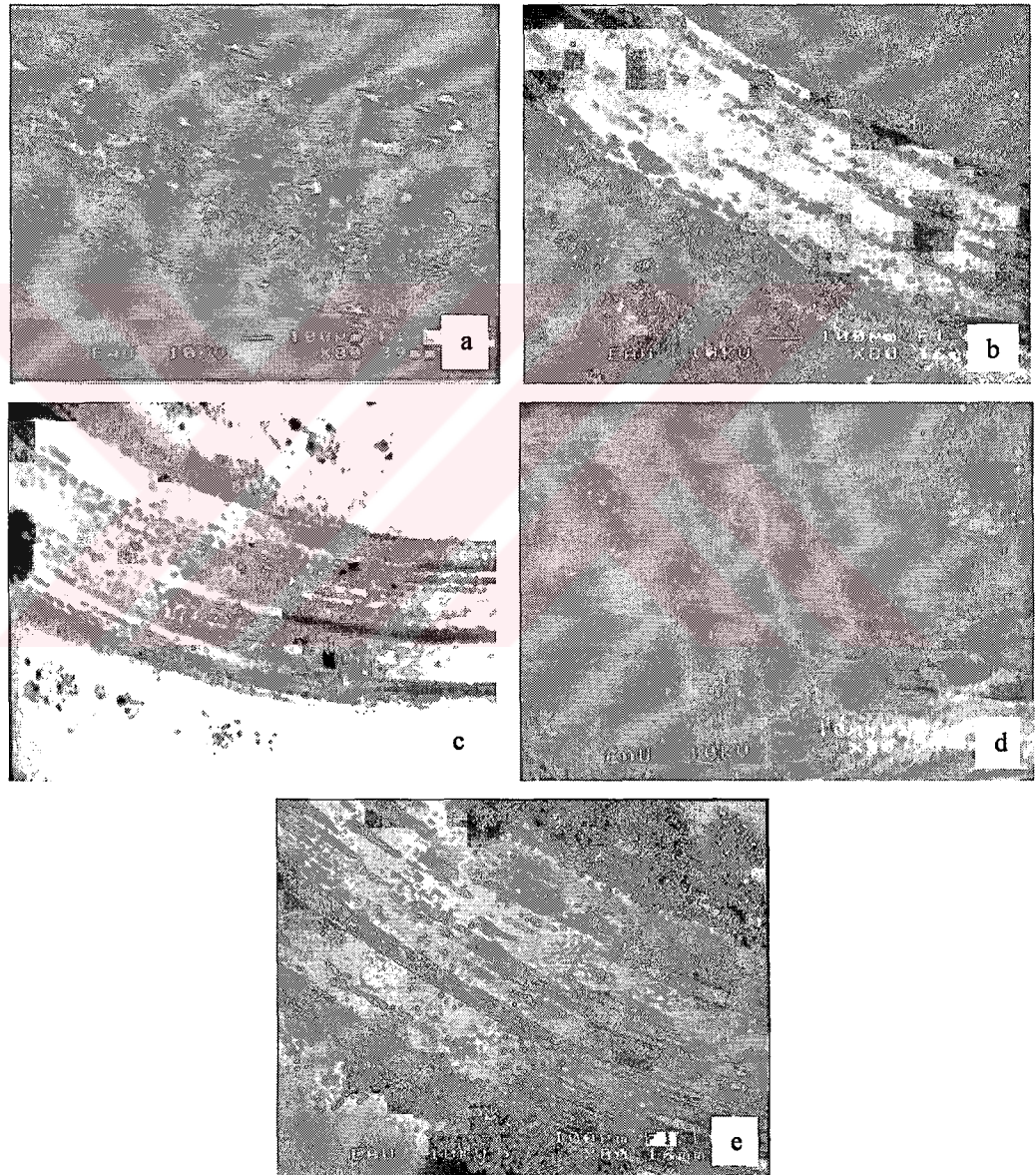
Değişik işlemlere tabi tutulmuş AISI 4140 numunelerin aşınma izlerine ait SEM görüntüleri şekil 4.50'de verilmiştir. Tüm işlemlerde abrazif aşınma meydana geldiği görülmektedir. Aşındırma esnasında ortaya çıkan abrazif partiküller abrazif aşınmaya neden olmaktadır. Şekil 4.50a'da verilen işlemsiz numuneye göre, %49N₂+%49H₂+%2CO₂ gaz karışımlarında ferritik nitrokarbürlenen (şekil 4.50b), ostenitik nitrokarbürlenen (şekil 4.50c), %50N₂+%50H₂ gaz karışımında plazma nitrürlenene (şekil 4.50d) ve %47.5N₂+%47.5H₂+%5CO₂ gaz karışımında ferritik plazma nitrokarbürlenen (şekil 4.50e) numunelerin yüzeylerindeki sert ve kırılğan beyaz tabakanın parçalanmasıyla ortaya çıkan abrazif partiküller, aşınma mekanizmasını başlangıçta adezif olarak başlamasına rağmen abrazif aşınmaya dönüştürmüştür. Başlangıçta, aşınma, kazıma (ploughing) şeklinde başlar ve daha sonra aşınma ürünleri aşınma izinden ayrılır ve hareket süresince aşınma izi içerisinde gömülür. Yani bu parçacıkların abrazif aşınmayı hızlandırdığı söylenebilir. Abrazif partiküllerin ortaya çıkarmış olduğu metal parçacıklar iz kenarında birikmişlerdir. İz genişliklerine göre

bakıldığında en dar aşınma izi ostenitik plazma nitrokarbürlemede meydana gelirken, bunu sırasıyla %2 CO₂ gaz karışımında yapılan ferritik nitrokarbürleme, plazma nitrürlleme ve %5 CO₂ gaz karışımında yapılan ferritik nitrokarbürleme izlemektedir. Bu sonuçların, aşınma oranlarına göre kıyasın yapıldığı şekil 4.46 ile uyumlu olduğu görülmektedir. Nitrokarbürleme işlemlerinde aşınmanın daha iyi olmasının nedeni,



Şekil 4.50. İşlemsiz ve 4 saat süreyle plazma nitrokarbürleme ve plazma nitrürlleme işlemlerine tabi tutulan AISI 4140 numunenin aşınma izi SEM görüntüleri a) İşlemsiz, b) Ferritik nitrokarbürleme, c) Ostenitik nitrokarbürleme, d) Plazma nitrürlleme, e) %5 CO₂ atmosferli ferritik nitrokarbürleme

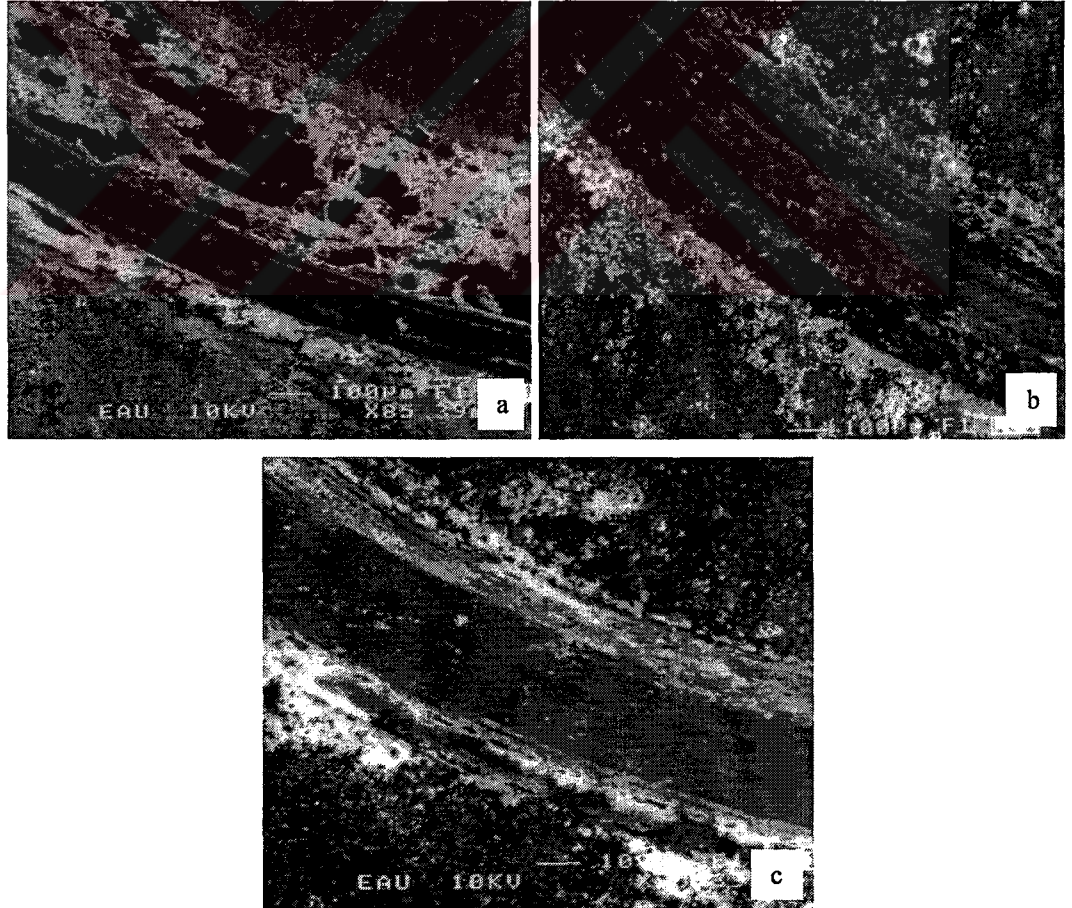
daha tok bir faz olan $\text{Fe}_{2-3}(\text{C}, \text{N})$ fazının beyaz tabakada baskın olmasıdır (Hoffmann ve Mayr 1997). Ayrıca şekilden görülebileceği gibi, nitrokarbürleme işlemlerinde oluşan izlerin transfer filmi oluşturarak daha düz ve kararlı bir karakter göstermesine rağmen, plazma nitrürlemede bunun aksi durum göze çarpmaktadır. Benzer sonuçlar AISI 1020 çeliğe ait şekil 4.51'de de görülmektedir. Bu şekilde görülebileceği gibi,



Şekil 4.51. İşlemsiz ve 4 saat süreyle plazma nitrokarbürleme ve plazma nitrürleme işlemlerine tabi tutulan AISI 1020 numunenin aşınma izi SEM görüntüleri a) İşlemsiz, b) Ferritik nitrokarbürleme, c) Ostenitik nitrokarbürleme, d) Plazma nitrürleme, e) %5 CO_2 atmosferli ferritik nitrokarbürleme

özellikle plazma nitrülenmiş numunenin aşınma izi difüzyon tabakasının yetersizliği nedeniyle oldukça yumuşak olduğundan, AISI 4140 numune ile kıyaslandığında daha karasız ve düzgün olmayan yapı gözlenmiştir. Beyaz tabakanın parçalanmasıyla ortaya çıkan abrazif partiküller matriks malzemeyi yırtarak içine gömülmüştür. Şekil 4.50 ve şekil 4.51 karşılaştırıldığında, aşınma mukavemetinin AISI 4140 malzemede yüzey sertliğine ve difüzyon tabakasına bağlı olarak daha iyi olduğu tespit edilmiştir.

Değişik ortamlarda soğutma sonrası aşınma izlerinin SEM görüntüleri şekil 4.52’de verilmiştir. Bütün numunelerde aşınma mekanizması adezif aşınmadır. Aşınma izlerinin kenarlarında yüzeyden ayrılan parçalar birikmiştir. Aşınma izlerinin genişlikleri



Şekil 4.52. Değişik ortamlarda soğutma sonrası aşınma izlerinin SEM görüntüleri (a: suda soğutulmuş, b: havada soğutulmuş, c: yağda soğutulmuş)

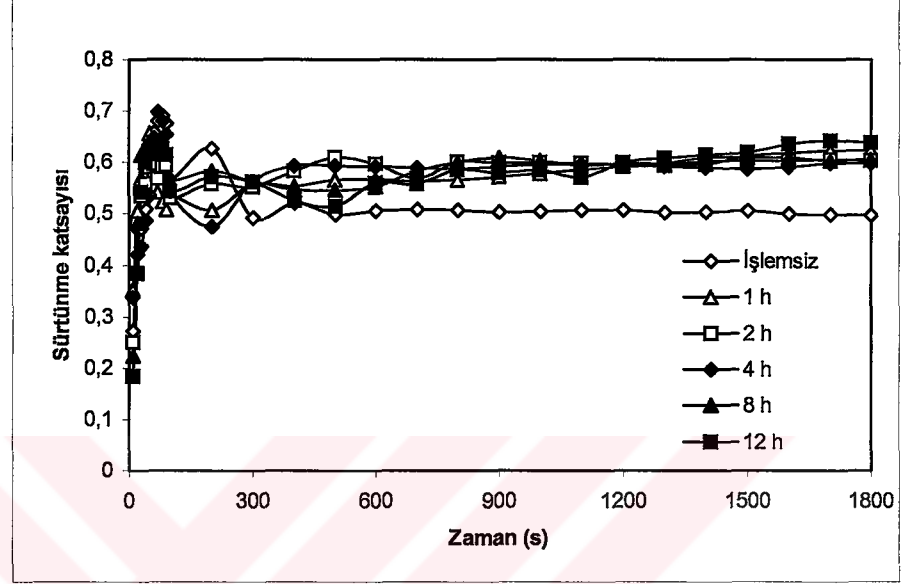
mukayese edildiğinde, en düşük aşınma oranının nitrokarbürleme sonrası yağda soğutulmuş numunede elde edildiği görülmektedir. En çok aşınma partikülü su ile soğutulmuş numunede görülmüş olup, yağda soğutmada aşınma izinin içerisinde transfer filminin olduğu tespit edilmiştir.

4.3.2. Sürtünme Katsayısı ve Yüzey Pürüzlülüğü Araştırmaları

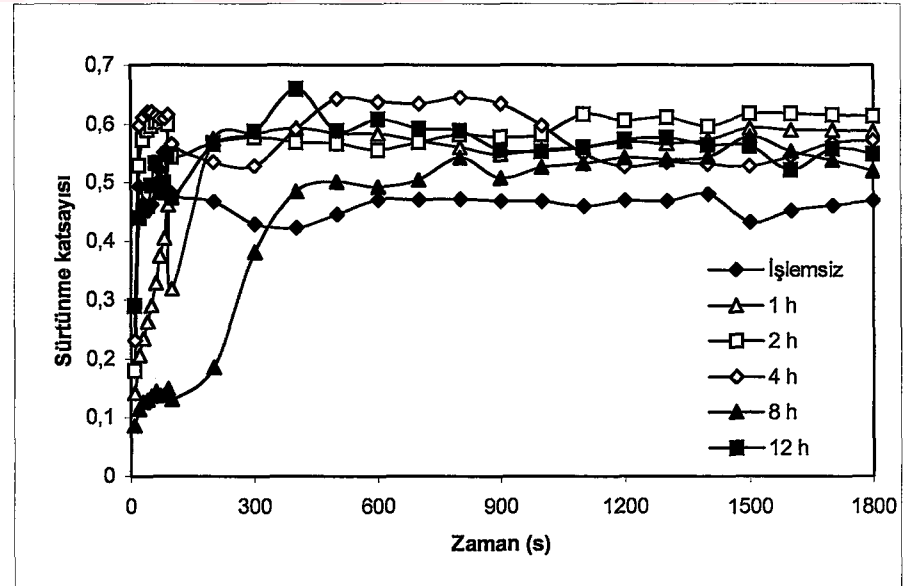
Şekil 4.53 ve şekil 4.54'te çeşitli nitrokarbürleme süreleri için ferritik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 ve AISI 1020 çeliklere ait numunelerin aşınma deneyleri esnasında tungsten karbit bilya ve numune arasında sürtünme katsayısının değişimi görülmektedir. Her iki şekilde de görüldüğü gibi, işlem görmemiş numuneye göre sürtünme katsayıları bir miktar yüksektir. Buradan nitrokarbürleme işleminin bu çeliklerde sürtünmeye olumlu etkisinin tespit edilemediği söylenebilir. Ayrıca işlem süresinin sürtünme katsayısı üzerinde önemli etki yapmadığı gözlenmiştir. Bu noktada başlangıç anındaki sürtünme katsayısının yüzey pürüzlülüğü ve Hertizan teması nedeniyle yüksek olduğu görülmektedir. AISI 4140 numunelerde tüm işlem süreleri için oldukça kararlı olarak gözlenen sürtünme katsayısının AISI 1020 numunelerde aynı kararlılığı göstermediği ve değişken bir karakter izlediği sonucu elde edilmiştir. Bu sonuç daha yumuşak bir matrikse sahip olan AISI 1020 numunelerin yüzeylerinde mevcut olan sert ve gevrek beyaz tabakanın parçalanarak abrazif partiküllerin ortaya çıkmasına neden olmasıyla ilişkilendirilebilir. Bu abrazif partiküller aşınan yüzeye gömülerek yada yüzeyde kazıma etkisi nedeni ile sürtünme katsayısında kararlılığı engellemiştir.

Şekil 4.55 ve şekil 4.56'da sürtünme katsayısının gaz karışımındaki azot ve hidrojen oranlarıyla değişimi incelenmiştir. Her iki şekilde de görüldüğü gibi, en düşük sürtünme katsayısı değeri azot oranının en yüksek olduğu durumda elde edilirken, diğer karışımlarda benzer karakteristik görüldü. Burada sertliğin bir miktar daha düşüklüğü ve abrazif partiküllerin etkisi söz konusudur. Gaz karışımındaki karbondioksit oranındaki artışın, sürtünme katsayısında artışa ve aynı zamanda kararsızlığa sebep olduğu

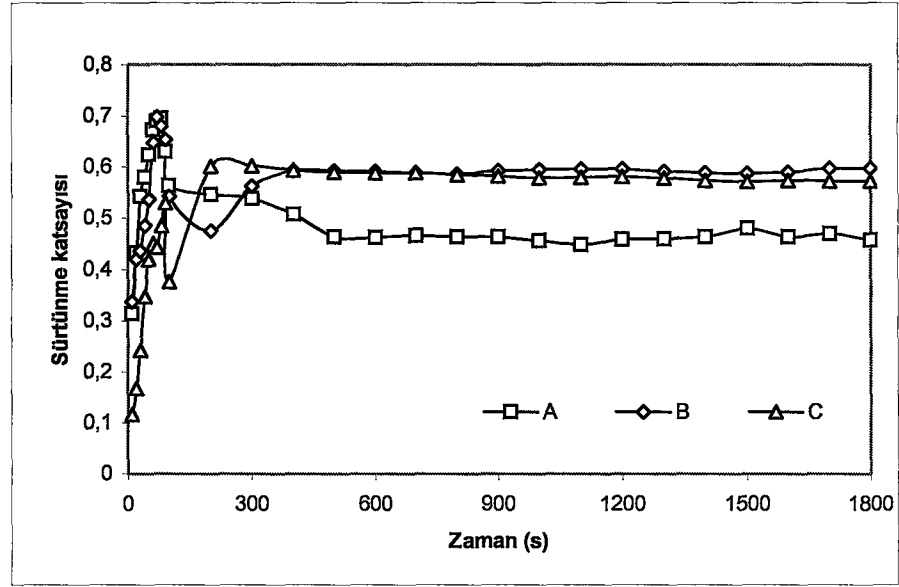
görülmektedir (şekil 4.57). Bunun nedeni artan CO_2 ile birlikte beyaz tabaka içerisine giren sementit tanecikleridir.



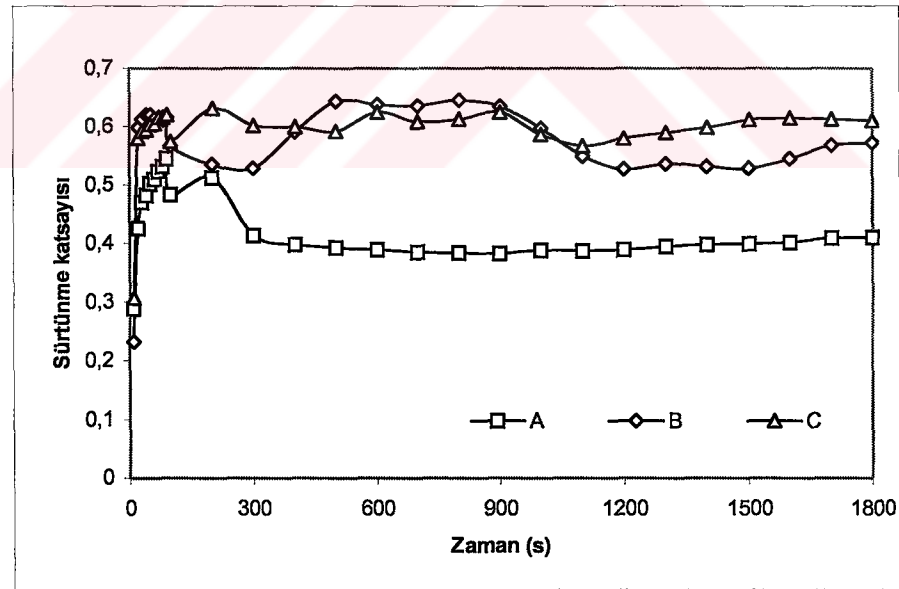
Şekil 4.53. Nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin aşınma deneyleri esnasında sürtünme katsayısının zamana göre değişimi



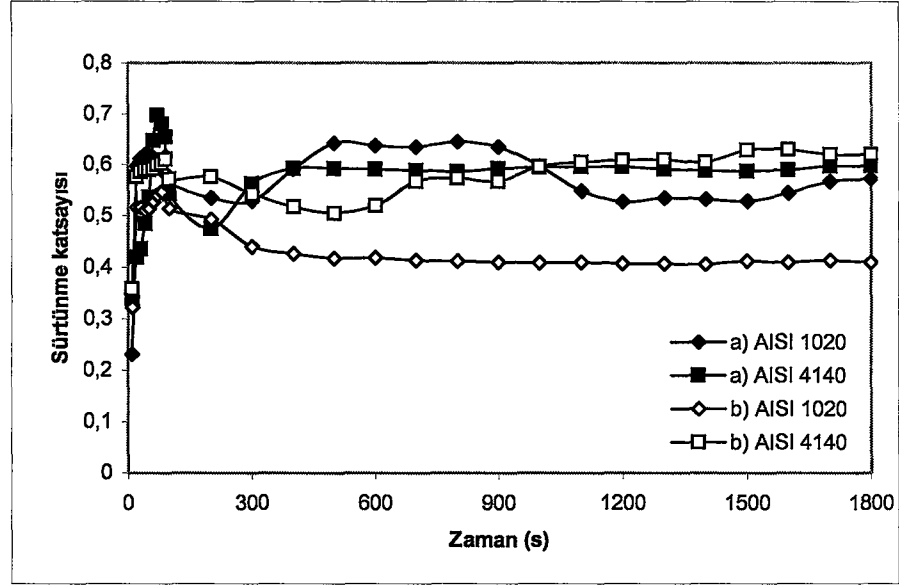
Şekil 4.54. Nitrokarbürlenen AISI 1020 çeliğinin aşınma deneyleri esnasında sürtünme katsayısının zamana göre değişimi



Şekil 4.55. Değişik oranlarda azot ve hidrojen içeren atmosferlerde nitrokarbürlenen AISI 4140 çeliğinin sürtünme katsayısının karışım oranına göre değişimi
(A: %75N₂+%23H₂+%2CO₂ B: %49N₂+%49H₂+%2CO₂ C: %23N₂+%75H₂+%2CO₂)

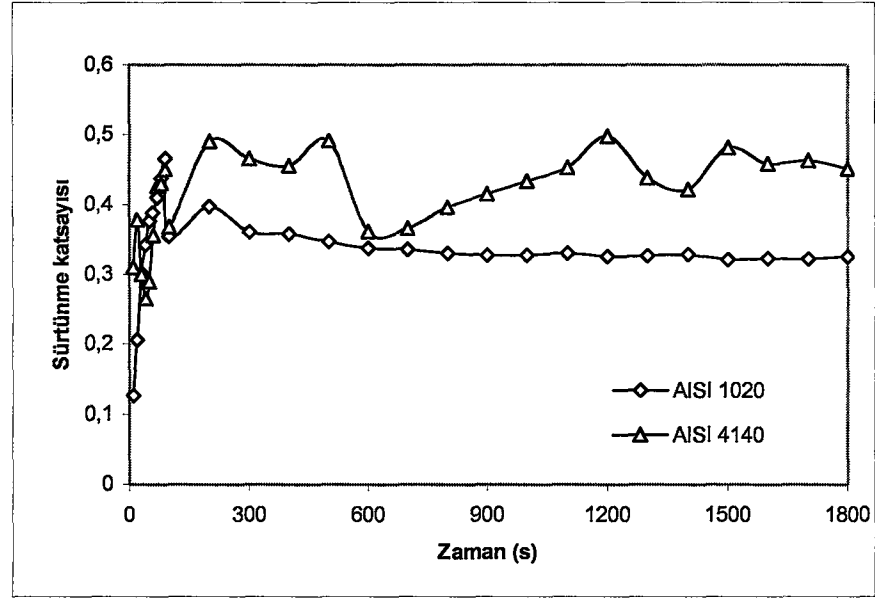


Şekil 4.56. Değişik oranlarda azot ve hidrojen içeren atmosferlerde nitrokarbürlenen AISI 1020 çeliğinin sürtünme katsayısının karışım oranına göre değişimi
(A: %75N₂+%23H₂+%2CO₂ B: %49N₂+%49H₂+%2CO₂ C: %23N₂+%75H₂+%2CO₂)



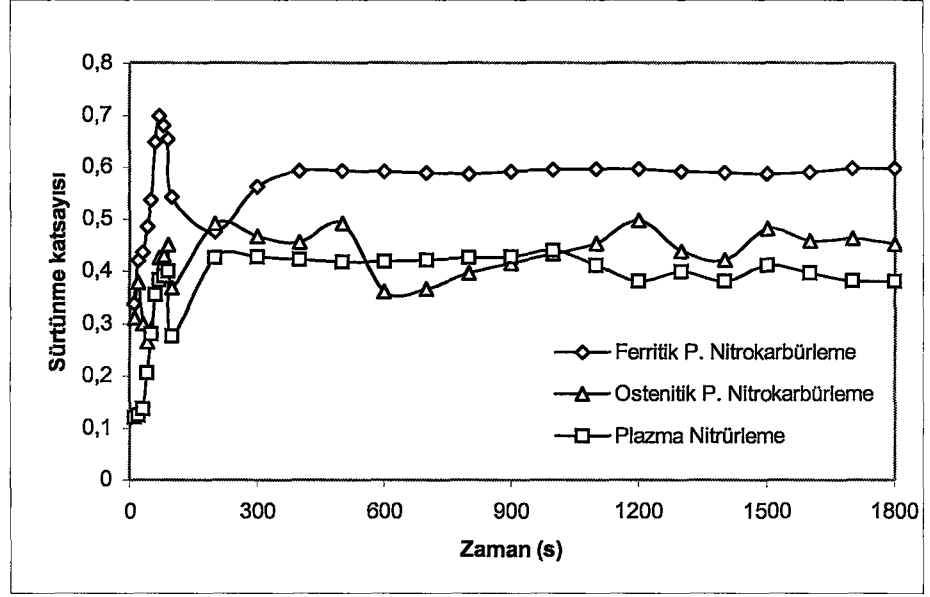
Şekil 4.57. Değişik CO₂ oranlarında ferritik plazma nitrokarbürleme sonrası sürtünme katsayısının değişimi (a) %49N₂+%49H₂+%2CO₂ b) %47.5 N₂+%47.5 H₂+%5CO₂)

Şekil 4.58, 640°C’de 4 saat ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası aşınma esnasında meydana gelen sürtünme katsayısı değerlerini karakterize etmektedir. Ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası düşük olan sürtünme katsayısı değerleri dikkati çekerken, özellikle AISI 1020 numunede daha kararlı ve oldukça da düşük değerler görülmektedir. Bu, daha yumuşak olması ve aşınma izinde transfer filmi meydana gelmesinden kaynaklanabilir. AISI 4140 numunelerde ise sert ve abrazif partiküller kararlılığı engellemektedir. Plazma nitrürlemede ise sürtünme katsayısı eğrisi benzer özellik göstermektedir.

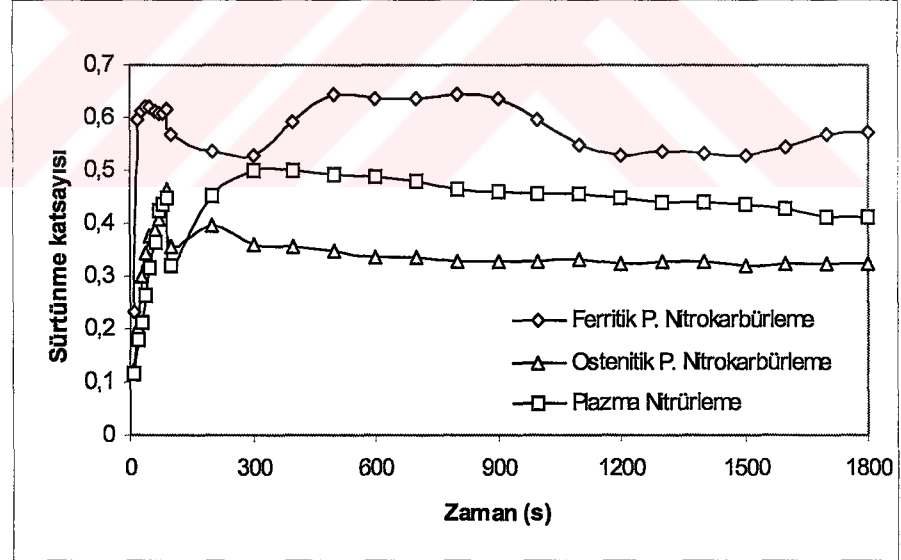


Şekil 4.58. 640°C sıcaklık ve 4 saat işlem süresi için ostenitik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 ve AISI 1020 çeliklerinin sürtünme katsayılarının değişimi

Şekil 4.59 ve şekil 4.60'da 4 saat süre ile değişik işlemlere maruz bırakılan AISI 4140 ve AISI 1020 malzemelerin aşınma esnasında sürtünme katsayısı eğrileri verilmiştir. Ferritik plazma nitrokarbürleme işlemi sonrasında sürtünme katsayısının en büyük değeri aldığı görülmektedir. Bunun sebebi, ferritik işlemdeki yüzey pürüzlülüğünün daha büyük olmasıdır. Ayrıca AISI 4140 malzemede ferritik işlemde sürtünme karakteristiğinin daha kararlı olduğu görülmektedir. Bunun sebebi ise, AISI 1020 numunelerde elde edilen düşük sertliktir.



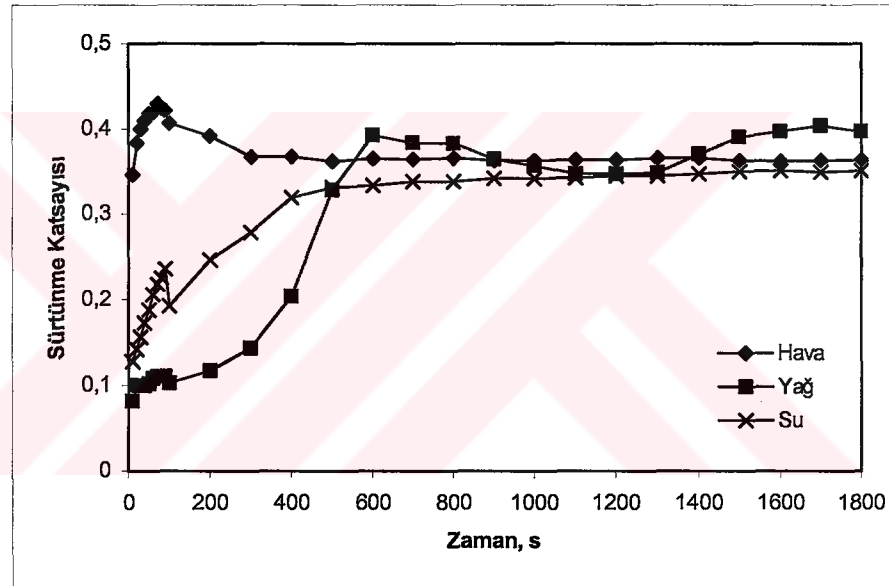
Şekil 4.59. 4 saat süre ile değişik işlemler sonrası AISI 4140 çeliğinde sürtünme katsayısının değişimi



Şekil 4.60. 4 saat süre ile değişik işlemler sonrası AISI 1020 çeliğinde sürtünme katsayısının değişimi

Şekil 4.61’de, 640°C sıcaklıkta 4 saat eş zamanlı olarak ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası hava, su ve yağ ortamında soğutulmuş numunelere ait sürtünme katsayı ile zaman grafiği verilmiştir. En düşük ve kararlı sürtünme katsayısı

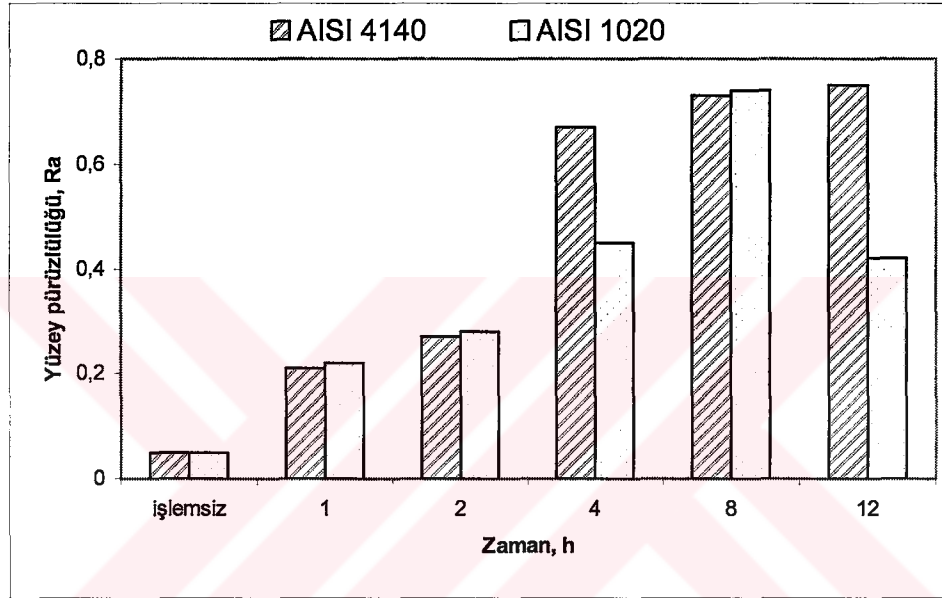
nitrokarbürleme sonrası suda soğutulmuş numunede elde edilmiştir. Sürtünme katsayısı yaklaşık olarak 500 s'den sonra kararlı hale gelmiş olup, değeri yaklaşık 0.32'dir. Havada soğutulmuş numunede ilk temas anında Hertizan teması nedeniyle sürtünme katsayısı yükselmiş ve daha sonra pürüzlü bölgelerin aşınması ile sürtünme katsayısı 0.35 değerinde kararlı bir şekilde devam etmiştir. Yağda soğutulmuş numunede başlangıçta sürtünme katsayısı oldukça düşük olup, yaklaşık olarak 600 s'de kararlı hale yakın bir seyir izlemiştir. Sürtünme katsayısının iniş çıkışlar göstermesinin nedeni, aşınma esnasında kopan abrazif partiküller nedeniyle.



Şekil 4.61. 4 saat ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası farklı soğutma ortamlarının sürtünme katsayısı üzerine etkisi

Yüzey pürüzlülüğü değerlerine bakıldığında ise, çizelge 4.1 ve 4.2'de görülebileceği gibi, Ra değeri işlem parametreleri ile değişim göstermektedir. Yüzey pürüzlülüğü işlem süresindeki artışla artarken, çok uzun süreler için tekrar düştüğü gözlemlendi. Şekil 4.62'de bu durum ferritik plazma nitrokarbürleme için grafiksel olarak verilirken, aynı sonucu şekil 4.21'de verilen AFM görüntüleri de desteklemektedir. Bunun nedeni, şekil 19'da görülebileceği gibi, yüzeydeki taneli ve gözenekli beyaz tabaka yapısındaki değişimdir. Ferritik plazma nitrokarbürlemede sıcaklıklarda yüzey pürüzlülüğünde artış meydana gelirken, artış miktarı ostenitik plazma nitrokarbürlemede biraz daha düşük ve

plazma nitrürlemede ise oldukça düşüktür (şekil 4.20). Diğer bir işlem parametresi olan gaz karışımı da yüzey pürüzlülüğünü etkilemektedir. Gaz karışımında karbondioksit ve hidrojen oranındaki artışla değeri düşen Ra, bunun tersine azot miktarındaki artışla artmaktadır. Bu, yüzey topografyası ve beyaz tabakanın gözenekliliği ile ilişkilendirilebilir (şekil 4.18).



Şekil 4.62. 570°C sıcaklıkta değişik işlem süreleri için ferritik nitrokarbürlenen AISI 4140 ve AISI 1020 numuneler için yüzey pürüzlülük değerleri

5. SONUÇ

Ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürlenen AISI 4140 ve AISI 1020 numunelerde yapılan analiz, inceleme ve araştırmalar neticesi özet olarak aşağıdaki sonuçlar çıkarılmıştır:

XRD analizlerinde,

- Plazma ile nitrokarbürleme sonrası her bir şart için yüzeyde ϵ -Fe₂₋₃(N, C) ve γ' -Fe₄(N, C) fazlarını içeren beyaz tabaka oluşmuştur. Beyaz tabaka, büyük miktarda ve baskın ϵ -Fe₂₋₃(N, C) içermesine rağmen tek fazlı olmayıp, ϵ ve γ' fazlarını içerdiği gözlemlendi. Ferritik nitrokarbürlenen numunelerde ϵ (101) fazının en yoğun değerlerini 4 saat işlem sonrasında aldığı görüldü. 4 saate kadar işlem sürelerinde bu fazın sürekli arttığı ve daha uzun işlem sürelerinde ise azaldığı, buna karşın γ' (200) ve ϵ (002)/ γ' (111) fazlarının uzun işlem süreleriyle arttığı tespit edildi. Bu, uzun işlem sürelerinde yüzeyde meydana gelen saçılma ve bunun neticesi yüzeye yakın olan ϵ fazının azalması, daha alt kısımda yer alan ve daha kararlı olan γ' fazının ön plana çıkmasından dolayıdır.
- Ostenitik plazma nitrokarbürleme işlemi, ferritik plazma nitrokarbürlemeyle karşılaştırıldığında ϵ (101) fazının her zaman için çok daha ön plana çıktığı ve daha yoğun olduğu görülmektedir. Hatta 1 saat gibi kısa işlem süresi ve 12 saat gibi uzun işlem süresi için tek fazlı yapıya yakın bir faz dağılımı saptandı.
- Her iki malzemede de sıcaklıkla benzer yapılar oluşmasına rağmen, baskın ve yoğun ϵ -Fe₂₋₃(N, C) fazı AISI 4140 çeliğinde ferritik plazma nitrokarbürlemede (570°C) elde edilirken, AISI 1020 çeliğinde ostenitik plazma nitrokarbürleme neticesi oluşmuştur.

- $\%49\text{N}_2 + \%49\text{H}_2 + \%2\text{CO}_2$ gaz karışım oranında, ϵ (101) fazının en yoğun değerlerini aldığı görülmektedir. Azot oranı yüksek olduğu durumlarda ise hidrojen gazının yararlı etkilerinden yeterince faydalanılamaması nedeniyle ϵ fazı düşük kalmaktadır. CO_2 oranındaki artışla $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$ oranında hızlı düşüş meydana gelmekte, buna karşın $\gamma'\text{-Fe}_4(\text{N}, \text{C})$ fazında artış görülmektedir.

SEM, AFM ve optik mikroskop incelemelerinde,

- Tüm işlem parametrelerinde elde edilen beyaz tabaka kalınlığının 9-20 μm arasında değiştiği gözlemlendi. Beyaz tabakanın altında malzeme içerisine difüze olan azot ve karbon atomlarının oluşturdukları ince taneli alaşım nitrür ve karbürlerini içeren difüzyon tabakası yer almaktadır. Nitrokarbürleme işleminde beyaz tabakanın yapısı yüzeye açılan gözenekler içermektedir. Tane sınırlarında azot atomlarının toplanması ve daha sonra mikro ölçekli gözeneklerin oluşumunu sağlayan moleküler azot oluşturmalarıyla bu yapı oluşmaktadır (Li ve Manory 1999). Yüksek sıcaklıkta yapılan nitrokarbürleme işlemlerinde beyaz tabakada gözenekli yapının arttığı gözlemlendi.
- 640°C sıcaklıkta yapılan ostenitik plazma nitrokarbürle işlemlerinde, ferritik nitrokarbürlemeden farklı olarak ϵ fazı ve difüzyon tabakası arasında ostenit tabakası elde edildi. Bu tabakanın kalınlığı zamanla artmaktadır.
- Beyaz tabaka kalınlığının zamanla, belirli işlem süresine kadar (4- 8 saat) arttığı ancak daha sonra bu artışın durduğu ve hatta saçılmanın etkisiyle azaldığı gözlemlendi. Plazma nitrokarbürleme işleminde süre artışıyla tabaka kalınlığındaki artışın plazma nitrürlemeye göre daha az olduğu bulundu. Gaz karışımında azot miktarında artışla artan azot aktivitesi nedeniyle beyaz tabaka kalınlığında artma, karışımdaki hidrojen artışlarında bu gazın saçındırma etkisi nedeniyle beyaz tabaka kalınlığında azalma ve artan CO_2 oranı ile birlikte beyaz tabaka kalınlığında azalma saptandı. Ayrıca sıcaklıkla birlikte beyaz tabaka kalınlığında artış görüldü.

- İşlem sonrası yüzeyde yapılan SEM ve AFM topografik araştırmalarında da, 4 saate kadar artan süreyle birlikte büyüyen tanelerde uzun işlem sürelerinde bir miktar küçülme meydana geldi. Bu durumun yüzey pürüzlülüğünü doğrudan etkilediği tespit edildi. İşleme tabi tutulan her iki malzemenin de aynı işlem şartları sonrası yüzeylerinde önemli bir fark olmadığı görüldü.

- Ferritik şartlarda ostenitik işleme göre daha kaba taneli bir yapı görülürken, plazma nitrürlemede tanesiz ve daha düz bir yüzey gözlemlendi. Bu, plazma nitrokarbürleme işlemlerinde üst yüzeyde gözenekli bir yapı olan ϵ fazı oluşması nedeniyledir. AFM görüntülerinden, sıcaklık artışıyla başlangıçta yüzey pürüzlülüğü artarken daha sonra durduğu ve en pürüzlü yüzeyin 570°C 'de meydana geldiği görüldü.

Mikrosertlik ölçümleri,

- Ferritik plazma nitrokarbürlemede en yüksek sertlik, AISI 4140 numunede 4 saat işlem süresi için $570 \text{ HV}_{0.05}$ iken, AISI 1020 numunede yine aynı zaman için $420 \text{ HV}_{0.05}$ olarak ölçüldü. Ostenitik plazma nitrokarbürlemede ise, en yüksek sertlik her iki malzeme içinde ostenit bölgesinde elde edildi. Bu değer AISI 4140 numunelerde $600 \text{ HV}_{0.05}$, AISI 1020 numunelerde $430 \text{ HV}_{0.05}$ olarak saptandı. İşlem parametrelerine bağlı olarak her iki malzemede de sertlik yaklaşık 2-3 kat kadar artış gösterdi.

- Her iki malzemede de sıcaklık ve işlem süresinin artışı ile difüzyon tabakası kalınlığında artış olduğu bulundu. Ancak nitrürlenebilirlik için gerekli alaşım elementleri içeren AISI 4140 numunelerde bu artış daha fazla olurken, AISI 1020 numunelerde artışın sınırlı olduğu görüldü. Gaz karışımında artan azot miktarıyla azalan difüzyon tabakası kalınlığının, karışımdaki artan hidrojen miktarıyla arttığı tespit edildi. Gaz karışımındaki karbondioksit oranındaki artışla difüzyon tabakasında azalma gözlemlendi.

- 640°C’de yapılan ostenitik plazma nitrokarbürlemede maksimum sertlik, ferritik nitrokarbürleme ve plazma nitrürlemenin aksine yüzeye yakın bölgede olmayıp, ostenit tabakası olarak adlandırılan tabakayı oluşturan azotça doymuş α fazının soğuması esnasında beynit ve/veya martenzite dönüşmesiyle oluştuğu tespit edildi.

Yorulma deneylerinde,

- Plazma nitrokarbürlenen malzemelerde, tüm işlem parametreleri için değişik oranlarda olmak üzere yorulma mukavemetinde artış görüldü. Bu artış oranı işlem şartlarına bağlı olarak AISI 4140 malzemede %28-50 arasında gerçekleşirken, AISI 1020 malzemede %38-55 olarak gerçekleştiği bulundu. AISI 4140 numunelerde işlem süresinde artışla paralel olarak yorulma dayanımında da önemli artış meydana geldiği, bunun tersine AISI 1020 numunelerde başlangıçta zamanla birlikte artış gösteren yorulma mukavemet artışının daha sonra hemen hemen değişmediği tespit edildi. Bu sonuç süreyle birlikte difüzyon tabakasında artışın AISI 1020’de daha sınırlı olması nedeniyledir.

- Plazma nitrokarbürlenen AISI 1020 numunelerde ferritik şartlarda sıcaklık artışı ile birlikte yorulma mukavemetinde de artış görülürken, 640°C sıcaklıkta yapılan deneylerde yorulma dayanımında düşüş saptandı. Bu, kullanılan çeliğin az alaşımlı olması difüzyon tabakası değişiminin sınırlı kalması ve yüksek sıcaklık nedeniyle meydana gelen yumuşamanın etkisi nedeniyledir.

- Yorulma deneyi sonrası kırılma kesit alanları incelendiğinde, plazma nitrokarbürlenen ve nitrürlenen AISI 4140 numunelerde çatlak başlangıcının yüzey altında meydana geldiği görüldü. Düşük gerilme seviyelerinde balık gözü hasar oluşumu gözlemlendi. Bunun aksine, plazma nitrokarbürleme ve nitrürleme sonrası AISI 1020 numunelerde balık gözünün oluşmadığı sonucuna varıldı. Bu numunelerde bunun yerine en düşük ve en yüksek gerilme seviyelerinde yüzey yada yüzey altında birkaç

yerde başlayan ve radyal yönde kumsal izleri şeklinde ilerleyen çatlak ve kırılma izleri neticesi kırılma gözlemlendi.

- Yorulma kesiti incelemelerinde sert difüzyon tabakasını içeren dış kısımlarda gevrek kırılma meydana gelirken, son kırılmanın olduğu iç kısımlarda sünek kırılma yapısı gözlemlendi.

Pin-on-disk aşınma çalışmaları,

- Tüm işlem parametrelerinde numunelerin tamamında aşınma oranlarında iyileşme meydana gelmektedir. Aşınma mukavemetindeki bu artış oranı işlem şartlarına bağlı olarak AISI 4140 malzemede %35-60, AISI 1020 malzemede %22-53 olarak gerçekleşti. Ferritik nitrokarbürlemede en yüksek artış her iki malzemede de 4 saat işlem süresinde elde edilirken, artışın sertlik değişimiyle paralellik arzettiği gözlemlendi. Aşınma mukavemetinin sıcaklıkla değişimine bakıldığında ferritik şartlarda sıcaklıkla artış gözlenirken, bu oranın ostenit tabakası içeren ostenitik nitrokarbürlemenin altında olduğu görüldü.

- Aşınma mukavemetine işlem atmosferinde kullanılan gaz karışımı açısından baktığımızda aşınma oranının en düşük olduğu değer $\%49\text{N}_2 + \%49\text{H}_2 + \%2\text{CO}_2$ gaz karışımında elde edilirken, en yüksek aşınma değeri hidrojen oranının en yüksek olduğu deney şartlarında gözlemlendi. Yine CO_2 miktarındaki artışla birlikte aşınma oranında artış gözlemlendi.

- Aşınma izlerinin SEM incelemelerinde aşınma mekanizmasının başlangıçta adezif aşınma olmasına rağmen, yüzeydeki sert ve kırılğan beyaz tabakanın kırılmasını takiben abrazif aşınmaya dönüştüğü tespit edildi. Aşınma izi kenarında malzeme birikimleri gözlenirken, transfer filminin abrazif partiküllerin de etkisi ile nadiren meydana geldiği görüldü.

- Sürtünme katsayısı incelemelerinde nitrokarbürleme sonrası işlemin sürtünme katsayısını artırdığı görüldü. Bu, hem gözenekli beyaz tabaka hem de abrazif partiküllerin etkisi sonucudur. Ferritik ve ostenitik nitrokarbürlemelerde AISI 4140 çeliklerde daha kararlı bir sürtünme katsayısı eğrisi gözlenirken, ostenitik şartlarda sürtünme katsayısının daha düşük olduğu görüldü.
- Yüzey pürüzlülüğü değerlerine bakıldığında, Ra değerinin tüm işlem parametrelerinde arttığı tespit edildi. Her iki malzemede de zamanla birlikte Ra değeri artarken belirli süre sonra bu artış durmuş, hatta azalma eğilimine girmiştir. En yüksek değerini 570°C’de ferritik nitrokarbürlemede alan Ra, ostenitik nitrokarbürlemede daha düşüktür.

Tüm sonuçlar birlikte değerlendirildiğinde ferritik ve ostenitik plazma nitrokarbürleme işlemlerinin malzemelerin her şartta yüzey sertliği, yorulma ve aşınma mukavemetlerini artırdığı görüldü. Ayrıca işlemlerle, yüzey pürüzlülüğü ve sürtünme katsayısının da yükseldiği tespit edildi. Yorulma mukavemeti değeri AISI 4140 malzemede plazma nitürlemede daha yüksek değer elde edilirken, buna karşın AISI 1020 malzemede plazma nitrokarbürlemede bu değer yüksek olduğu görüldü. En yüksek aşınma mukavemeti ise, ostenitik plazma nitrokarbürleme sonrası elde edildi. Buna göre yüzey sertliği, aşınma ve yorulma mukavemeti istenen az alaşımlı ve alaşımsız çelik malzemelerde bu yöntemden faydalanılabilir. İşlem parametreleri ile elde edilen yapıların hassas kontrolünün mümkün olduğu bu işlemde gelişmekte olan ülkemiz sanayisinde daha yaygın kullanılması gerekliliği açıktır.

KAYNAKLAR

- Al-Rubaie, K.S., Steinmeier, F. and Pohl, M., 2000. Two-body abrasion of nitrocarburised steels for hydraulic cylinders. *Wear*, 243, 112-121.
- Allen, C., Li, C.X., Bell, T. and Sun, Y., 2003. The effect of fretting on the fatigue behaviour of plasma nitrided stainless steels. *Wear*, 254, 1106-1112.
- Alsaran, A., 2001. Dupleks Yüzey İşlemi Uygulanmış AISI 5140 Çeliğinin Yapısal, Mekanik ve Tribolojik Özelliklerinin Belirlenmesi. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Alsaran, A., Karakan, M. and Çelik, A., 2002a. The investigation of mechanical and structural properties of ion-nitrided AISI 5140 low alloy steel. *Materials Characterization*, 48, 323-327.
- Alsaran, A., Çelik A. and Çelik, C., 2002b. Determination of the optimum conditions for ion nitriding of AISI 5140 steel, *Surface and Coatings Technology*, 160, 219-226.
- Alsaran, A., Karakan, M., Yetim, F. ve Çelik, A., 2003a. Ostenitik Plazma Nitrokarbürleme İşlemi Sonrası Soğutma Hızının Yapıya Etkisinin İncelenmesi. 3. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu, 18-20 Ağustos, Ankara
- Alsaran, A., Karakan, M., Bulbul, F., Çelik, A., Efeoglu, İ., 2003b. Study on compound layer formed during plasma nitrocarburizing of AISI 5140 steel. *J. Materials Science Letters*, 22/24, 1759-1761.
- 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 and Coatings Technology*, 176, 344-348.
- Alwart, S. and Baudis, U., 1998. Low-temperature nitrocarburizing, *Advanced Materials and Processes*, 154, 41-43.
- Anthymidis, K.G., Stergioudis, E. and Tsipas, D.N., 2001. Boriding in a fluidized bed reactor. *Materials Letters*, 51, 156-160.
- Ashrafizadeh, F., 2003. Influence of plasma and gas nitriding on fatigue resistance of plain carbon (Ck45) steel. *Surface and Coatings Technology*, 173-174, 1196-1200.
- Bartsch, K. and Leonhardt, A., 1999. Formation of iron boride layers on steel by D.C.-plasma boriding and deposition processes. *Surface and Coating Technology*, 116-119, 386-390.
- Bell, T. and Lee, S.Y., 1975. Gaseous atmospheric nitrocarburizing. *Canadian Mining Journal*, p. 99-107
- Bell, T., Kınalı, M. and Munstermann, G., 1987. Physical Metallurgy Aspects of the Austenitic Nitrocarburising Process. *Heat Treatment of Metals*, 2, 47-51.
- 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. Environmental and technical aspects of plasma nitrocarburising. *Vacuum*, 59, 14-23.
- Bhushan, B. and Gupta, B.K., 1991. *Handbook of Tribology*, McGRAW-HILL, INC., USA.

- Borgioli, F., Galvanetto, E., Bacci T. and Pradelli, G., 2002. Influence of the treatment atmosphere on the characteristics of glow-discharge treated sintered stainless steels. *Surface and Coatings Technology*, 149, 192-197.
- Borgioli, F., Galvanetto, E., Fossati, A. and Bacci, T., 2003. Glow-discharge nitriding and post-oxidising treatments of AISI H11 steel. *Surface and Coatings Technology*, 162, 61-66.
- Cabeo, E.R., Laudien, G., Biemer, S., Rie, K.-T. and Hoppe, S., 1999. Plasma-assisted boriding of industrial components in a pulsed D.C. glow discharge. *Surface and Coating Technology*, 116-119, 229-233.
- Chang, C.N. and Chen, F.S., 2003. Wear resistance evaluation of plasma nitrocarburized AISI 316L stainless steel. *Materials Chemistry and Physics*, 82, 281-287.
- Chen, F.S. and Chang, C.N., 2003. Effect of CH₄ addition on plasma nitrocarburizing of austenitic stainless steel. *Surface and Coating Technology*, 173, 9-18.
- Chicco, B., Borbidge, W.E. and Summerville, E., 1999. Experimental study of vanadium carbide and carbonitride coatings. *Materials Science and Engineering A*, 266, 62-72.
- Chiu, L.H., Wu, C.H. and Chang, H., 2002. Wear behavior of nitrocarburized JIS SKD61 tool steel. *Wear*, 253, 778-786.
- Cho, H.S. and Bell, T., 2002a. Effect of cooling rate on plasma nitrocarburised compound layers for pure iron. *Metals and Materials International*, 8, 93-98.
- Cho, H.S. and Bell, T., 2002b. The influence of treatment time on plasma nitrocarburised compound layers for pure iron. *Metals and Materials International*, 8, 99-102.
- Collins, J.A., 1993. Failure of materials in mechanical design. John Wiley & Sons, 383-386.
- Costa, J.D., Ferreira, J.M. and Ramalho, A.L., 2001. Fatigue and fretting fatigue of ion-nitrided 34CrNiMo6 steel. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 35, 69-76.
- Çelik, A. and Karadeniz, S., 1995. Improvement of the Fatigue Strength of AISI 4140 steel by Ion Nitriding Process. *Surface and Coatings Technology*, 72, 169-173.
- Çelik, A. and Karadeniz, S., 1996. Investigation of Compound Layer Formed during Ion Nitriding of AISI 4140 steel. *Surface and Coatings Technology*, 80, 283-286.
- Çelik, A., Karakan, M. and Alsaran, A., 2000. Gaz Karışımlarının İyon Nitrürasyon Üzerine Etkisinin Araştırılması. *DEÜ Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 2/2, 87-94.
- Çelik, A., Alsaran, A. and Karakan, M., 2002. Plazma ile termokimyasal yüzey işlemleri. *Mühendis Makina*, 43/510, 17-21.
- Dong, S.J., Zhou, Y., Shi, Y.W. and Fan, L., 2002. A new hybrid process for surface modification by combining brush plating with nitrocarburizing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33, 2240-2244.
- Dossett, J., 1997. Carbonitriding. *ASM Handbook*, 4, ASM International, Materials Park, Ohio, pp. 376-386.
- Du, H. and Agren, J., 1996. Theoretical treatment of nitriding and nitrocarburizing of Iron. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27A, 1073-1080.
- Du, H., Somers, M. A. J. and Agren, J., 2000. Microstructural and Compositional Evolution of Compound Layers during Gaseous Nitrocarburizing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31A, 195-211.

- Edenhofer, B., 1974. Physical and metallurgical aspects of ionnitriding. *Heat Treatment of Metals*, 2, 59-67.
- Friehling, P.B., Poulsen, F.W. and Somers, M.A.J., 2001. Nucleation of iron nitrides during gaseous nitriding of iron; effect of a preoxidation treatment. *Zeitschrift fuer Metallkunde/Materials Research and Advanced Techniques*, 92, 589-595.
- Genel, K., Demirkol, M. and Capa, M., 2000. Effect of ion nitriding on fatigue behaviour of AISI 4140 steel. *Materials Science and Engineering A*, 279, 207-216.
- 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 characteristics resulting from plasma nitrocarburizing in atmospheres containing carbon dioxide gas additions. *Surface Engineering*, 8, 275-282.
- Hoffmann, F.T. and Mayr, P., 1997. Nitriding and Nitrocarburizing. *ASM Handbook*, 6, ASM International, Materials Park, Ohio, pp. 878-883.
- Hombeck, F. and Bell, T., 1991. Environmentally Harmless Plasma Thermochemical Process. *Surface Engineering*, 7, 45-52.
- Hoppe, S., 1998. Fundamentals and applications of the combination of plasma nitrocarburizing and oxidizing. *Surface and Coatings Technology*, 8, 1199-1204.
- Hunger, H.-J. and Löbig, G., 1997. Generation of boride layers on steel and nickel alloys by plasma activation of boron trifluoride. *Thin Solid Films*, 310, 244-250.
- Husnain, G., 1995. How to improve plasma nitrocarburizing. *Advanced Materials & Processes*, 7/95, 48-AA-48-CC.
- Kaestner, P., Olfe, J. and Rie, K.-T., 2001. Plasma-assisted boriding of pure titanium and TiAl6V4. *Surface and Coating Technology*, 142-144, 248-252.
- Karadeniz, S., 1990. Plazma Tekniği. TMMOB Makina Mühendisleri Odası, Yayın No:137.
- Karadeniz S., Alsaran A., Çelik A., Karakan, M., 2002. İyon Nitrürasyon İşleminde Gaz Karışım Oranının Etkisi. 9. Denizli Malzeme Sempozyumu, Sayfa 248-253, 8-10 Mayıs, Denizli.
- Karakan, M., 1998. Gaz Karışımlarının İyon Nitrürleme Üzerine Etkisinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Karakan, M., Alsaran, A. and Çelik, A., 2002a. Effects of various gas mixtures on plasma nitriding behavior of AISI 5140 steel. *Materials Characterization*, 49, 241-246.
- Karakan, M., Alsaran A. ve Çelik, A., 2002b. Plazma Borlama, Mühendis ve Makina, 43/512, 51-54.
- Karakan, M., Alsaran, A., Çelik, A., 2004. Effect of process time on structural and tribological properties of ferritic plasma nitrocarburised AISI 4140 steel, *Materials & Design*, 25, 349-353.
- Karamış, M.B., Nair, F. ve Selçuk, B., 1995. Borlanmış Malzemelerin Tribolojik Özellikleri. 6. Denizli Malzeme Sempozyumu, 13-14 Nisan 1995, syf. 446-454, Denizli.
- Karamış, M.B. and Gerçekcioğlu, E., 2000. Wear behaviour of plasma nitrided steels at ambient and elevated temperatures. *Wear*, 243, 76-84.

- Kayalı, E.S., Eruslu, N., Ürgen, M., Taptık, Y. ve Çimenoglu, H., 1997. Hasar Analizi Seminer Notları. TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası, 07-11 Nisan, İstanbul.
- Kim, H.J. and Kweon, Y.G., 1994. The improvement of three-body abrasive wear of plain carbon steel by thermochemical treatments. *Wear*, 174, 201-208.
- Kim, Y.S., Park, J.R., Menthe, E. and Rie, K.-T., 1995. Plasma diffusion treatment of stellite. *Surface & Coatings Technology*, 74 -75, 425-430.
- King, P.C., Reynoldson, R.W., Brownrigg, A. and Long, J.M., 2003. Cr(N,C) diffusion coating formation on pre-nitrocarburised H13 tool steel. *Surface and Coatings Technology*, in press.
- Krauss, G., 1997. Microstructures and Properties of Carburised Steels. ASM Handbook, 4, ASM International, Materials Park, Ohio, pp. 363-373.
- Krishnaraj, N., Iyer, K.J.L. and Sundaresan, S., 1997a. Scuffing resistance of salt bath nitrocarburized medium carbon steel. *Wear*, 210, 237-244.
- Krishnaraj, N., Iyer, K.J.L. and Sundaresan, S., 1997b. Behaviour of austenitic nitrocarburised AISI 1040 steel in Falex testing. *Materials Letters*, 32, 355-357.
- Krishnaraj, N., Iyer, K.J.L., Sundaresan, S. and Srinivasan, P.B., 1998. Optimization of compound layer thickness for wear resistance of nitrocarburized H11 steels. *Wear*, 215, 123-130.
- Küper, A., Qiao, X., Stock, H.R. and Mayr, P., 2000. A novel approach to gas boronizing. *Surface and Coating Technology*, 130, 87-94.
- Lampman, S., 1997. Introduction to Surface Hardening of Steels. ASM Handbook, 4, ASM International, Materials Park, Ohio, pp. 259-267.
- 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.
- Liang, W. and Xiaolei, X., 2000. XTEM and XPS studies of plasma nitrocarburising layers on 0.45% C steel. *Surface and Coatings Technology*, 126, 288-293.
- Li, C.X., Sun, Y. and Bell, T., 2000. Factors influencing fretting fatigue properties of plasma-nitrided low alloy steel. *Materials Science and Engineering A*, 292, 18-25.
- Li, S., Manory, R. R. and Hensler, J. H., 1995. Compound layer growth and compound layer porosity of austenite plasma nitrocarburised non-alloyed steel. *Surface and Coatings Technology*, 71, 112-120.
- Li, S. and Manory, R.R., 1996. Surface morphology and compound layer pores of plasma nitrocarburized low carbon steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27A, 135-143.
- Li, S. and Manory, R.R., 1999. Comparison of compound layer nucleation mechanisms in plasma nitriding and nitrocarburizing: the effect of CH_n species. *Journal of Materials Science*, 34, 1045-1049.
- Lin, L. and Han, K., 1998. Optimisation of surface properties by flame spray coating and boriding. *Surface and Coating Technology*, 106, 100-105.
- Malinova, T., Malinov, S. and Pantev, N., 2001. Simulation of microhardness profiles for nitrocarburized surface layers by artificial neural network. *Surface and Coatings Technology*, 135, 258-267.
- Maliska, A.M., de Oliveira, A.M., Klein, A.N. and Muzart, J.L.R., 2001. Surface porosity sealing effect of plasma nitrocarburizing on sintered unalloyed iron. *Surface and Coatings Technology*, 141, 128-134.

- Matthews, A., Leyland, A. and Wilson A., 2002. Plasma immersion ion implantation as a technique in duplex and hybrid processing. *Vacuum*, 68, 57-64.
- Melendez, E., Campos, I., Rocha, E. and Barron, M.A., 1997. Structural and strength characterisation of steel subjected to boriding thermochemical process. *Materials Science and Engineering A*, 234-236, 900-903.
- Meng, X.C. and Liu, Z.R., 1988. Effect of deformation-nitrocarburizing treatment on fatigue behaviour of 1020 steel. *Industrial Heating*, 55 (9), 23.
- Menthe, E. and Rie, K.-T., 1999. Plasma nitriding and plasma nitrocarburizing of electroplated hard chromium to increase the wear and the corrosion properties. *Surface and Coatings Technology*, 112, 217-220.
- Midea, S.J., 1997. Nitrogen-base atmospheres: Advantages of nitrocarburizing. *Advanced Materials and Processes*, 151, (4)
- Molinari, A., Tesi, B., Bacci, T. and Marcu, T., 2001. Plasma nitriding and nitrocarburising of sintered Fe-Cr-Mo and Fe-Cr-Mo-C alloys. *Surface and Coatings Technology*, 140, 251-255.
- Nam, K.S., Lee, K.H., Lee, S.R. and Kwon, S.C., 1999. A study on plasma-assisted boriding of steels. *Surface and Coating Technology*, 98, 886-890.
- Nicoletto, G. Tucci, A. and Esposito, L., 1996. Sliding wear behaviour of nitrided and nitrocarburized cast irons. *Wear*, 197, 38-44.
- Nie, X., Tsotsos, C., Wilson, A., Yerokhin, A.L., Leyland, A. and Matthews, A., 2001. Characteristics of a plasma electrolytic nitrocarburising treatment for stainless steels. *Surface and Coatings Technology*, 139, 135-142.
- O'Brien, J.M. and Goodman, D., 1997. Plasma (Ion) Nitriding. *ASM Handbook*, 4, ASM International, Materials Park, Ohio, pp. 420-424.
- Pellizzari, M., Molinari, A. and Straffellini, 2003. Thermal fatigue resistance of gas and plasma nitrided 41CrAlMo7 steel. *Materials Science and Engineering A*, 352, 186-194.
- Pereloma, E. V., Conn, A. W. and Reynoldson, R. W., 2001. Comparison of ferritic nitrocarburising technologies. *Surface and Coatings Technology*, 145, 44-50.
- Pfohl, C. and Rie, K.-T., 2001. Plasma duplex treatment of stellite. *Surface and Coatings Technology*, 142-144, 1116-1120.
- Plumb, S.A. and Staines, A.M., 2003. Low-temperature thermochemical treatments – The state-of-the-art. *Heat Treatment of Metals*, 30/3, 55-60
- Psyllaki, P., Kefalonikas, G., Pantazopoulos, G., Antoniou, S. and Sideris, J., 2002. Microstructure and tribological behaviour of liquid nitrocarburised tool steels. *Surface and Coatings Technology*, 162, 67-78.
- Qiang, Y.H., Ge, S.R. and Xue, Q.J., 1998. Study on the structure and wear resistance of two-step salt bath nitrocarburized steel. *Wear*, 218, 232-236.
- Qiang, Y.H., Ge, S.R. and Xue, Q.J., 1999. Microstructure and tribological behaviour of nitrocarburizing-quenching duplex treated steel. *Trib. International*, 32, 131-136.
- Qiang, Y.H., Ge, S.R. and Xue, Q.J., 2000a. Sliding wear behavior of nitrocarburized bearing steel. *Materials Science and Engineering A*, 278, 261-266.
- Qiang, Y.H., Ge, S.R. and Xue, Q.J., 2000b. Microstructure and tribological properties of complex nitrocarburized steel. *J. of Materials Processing Tech.*, 101, 180-185.
- Qiao, X., Stock, H.-R., Kueper, A. and Jarms, C., 2000. Effect of B(CH₃O)₃ content on a PACVD plasma-boriding process. *Surface and Coating Technology*, 131, 291-293.

- Rembges, W. and Oppel, W., 1993. Process control of plasma nitriding and plasma nitrocarburizing in industry. *Surface and Coatings Technology*, 59, 129-134.
- Rie, K.-T. and Schnatbaum, F., 1999. Influence of pulsed d.c.-glow-discharge on the phase constitution of nitride layers during plasma nitrocarburizing of sintered materials. *Materials Science and Engineering A*, 140, 448-453.
- Rie, K.-T., 1999. Recent Advances in Plasma Diffusion Processes. *Surface and Coating Technology*, 112, 56-62.
- Rong, Y., Wang, Y., Chen, X. and Hu, G., 1998. TEM Investigation of the As-Quenched Compound Layer Formed by Austenitic Nitrocarburizing. *Materials Characterization*, 41, 35-39.
- Sachs, K. and Clayton, D.B., 1979. Nitriding and nitrocarburizing in gaseous atmospheres. *Heat Treatment of Metals*, 6, 29-34.
- Selçuk, B., İpek, R., Karamış, M.B. and Kuzucu, V., 2000. An investigation on surface properties of treated low carbon and alloyed steels (boronizing and carburizing). *J. Materials Processing Technology*, 103, 310-317.
- Selçuk, B., İpek, R. and Karamış, M.B., 2003. A study on friction and wear behaviour of carburized, carbonitrided and borided AISI 1020 and 5115 steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 141, 189-196.
- Somers, M.A.J., 2000. Thermodynamics, kinetics and microstructural evolution of the compound layer; a comparison of the states of knowledge of nitriding and nitrocarburising. *Heat Treatment of Metals*, 4, 92-102.
- 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 behaviour of gas nitrocarburised steels. *Surface Engineering*, 19, 173-178.
- Straffelini, G., Avi, G. and Pellizzari, M., 2002. Effect of three nitriding treatments on tribological performance of 42CrAlMo7 steel in boundary lubrication. *Wear*, 252, 870-879.
- Sun, Y., 2002. Structures and properties of oxide films formed on plasma nitrocarburised steels by post-oxidation treatments. *Heat Treatment of Metals*, 1, 15-19.
- Terheci, M. and Li, S., 1997. Stress-overstress-surface fatigue: New approach in the understanding of the tribology of plasma coated sintered steels. *Wear*, 210, 17-26.
- Thelning, K.E., 1984. *Bofors El Kitabı*, Hakan Ofset, İstanbul.
- Tsotsos, C., Yerokhin, A. L., Wilson, A. D., Leyland, A. and Matthews, A., 2002. Tribological evaluation of AISI 304 stainless steel duplex treated by plasma electrolytic nitrocarburising and diamond-like carbon coating. *Wear*, 253, 986-993.
- Ünver, B., 1999. Çeliklerde nitrürleme ve nitrokarbürleme özellikleri. *Mühendis ve Makina*, 40/468, 38-42.
- Venkatesan, K., Subramanian, C. and Summerville, E., 1997. Three-body abrasion of surface engineered die steel at elevated temperatures. *Wear*, 203-204, 129-138.
- Vetter, J., Michler, T. and Steuernagel, H., 1999. Hard coatings on thermochemically pretreated soft steels: application potential for ball valves. *Surface and Coatings Technology*, 111, 210-219.

- Wahl, G., 1996. Nitrocarburizing for wear, corrosion, and fatigue. *Advanced Materials and Processes*, 4/96, 37-38.
- Wang, Y., Rong, Y., Chen X. and Hu, G., 1995. Characterization of γ' -Fe₄N precipitates in a compound layer formed by austenitic nitrocarburizing treatment. *Materials Characterization*, 34, 213-216.
- Wierzchon, T., Bielinski, P. and Sikorski, K., 1995. Formation and properties of multicomponent and composite borided layers on steel. *Surface and Coating Technology*, 73, 121-124.
- Yan, P.X. and Su, Y.C., 1995. Metal surface modification by B-C-nitriding in a two-temperature-stage process. *Materials Chemistry and Physics*, 39, 304-308.
- Yerokhin, A. L., Leyland, A., Tsotsos, C., Wilson, A. D., Nie X. and Matthews A., 2001. Duplex surface treatments combining plasma electrolytic nitrocarburising and plasma-immersion ion-assisted deposition. *Surface and Coatings Technology*, 142-144, 1129-1136.
- Yoon, J.H., Jee, Y.K. and Lee, S.Y., 1999. Plasma paste boronizing treatment of the stainless steel AISI 304. *Surface and Coating Technology*, 112, 71-75.
- Zakroczymski, T., Lukomski, N. and Flis, J., 1995. The effect of plasma nitriding-base treatments on the absorption of hydrogen by iron. *Corrosion Science*, 37, 811-822.
- Zlatanovic, M., Popovic, N., Bogdanov, Z. and Zlatanovic, S., 2003. Pulsed plasma-oxidation of nitrided steel samples. *Surface and Coatings Technology*, 174-175, 1220-1224.
- Zlatanovic, M., Popovic, N., Bogdanov, Z. and Zlatanovic, S., 2003. Plasma post oxidation of nitrocarburized hot work steel samples. *Surface and Coatings Technology*, in pres.

EKLER

Yorulma mukavemetinin belirlendiği S-N diyagramları oluşturulurken, uygulanan aynı gerilme miktarında, elde edilen çevrim sayısı farklılık göstermiştir. Bu dağınıklık yorulma ömrünün tespitinde istatistiksel yorulma testlerinin kullanılmasını gerektirir. Burada kullanılan yöntem standart bir istatistiksel yöntemdir. Bu yöntemde S-N eğrisi lineer ve yatay kısım olmak üzere iki parçaya ayrılmış ve bu iki bölümde de kaç numunenin kullanılacağı belirtilmiştir. Lineer kısımda kaç gerilme seviyesinin kullanılacağı ve bu gerilme seviyesinde kaç numunenin deneneceği JSME S 002-1981 standart da belirtilmiştir. Bu çalışmada, lineer kısım için 15 numune kullanılarak beş gerilme seviyesinde 3 numune denenmiştir.

Yorulma deneyi sonuçlarından çentiksiz numune için bi-lineer eğri uygunluğu aşağıda verilmiştir.

S-N Eğrisinin Lineer Kısım

S-N eğrisinin lineer kısmı için 15 numune kullanılarak, JSME S 002 (1981)'e göre yarı logaritmik S-N eğrisinin lineer kısmı ve standart sapması aşağıdaki eşitlikler yardımıyla hesaplanmıştır:

$$\text{Log}N = \alpha + \beta S$$

$$\alpha = \overline{\text{Log}N} - \beta \bar{S}$$

$$\beta = \frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})(\text{Log}N_i - \overline{\text{Log}N})}{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}$$

$$\overline{\text{LogN}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \text{LogN}_i$$

$$S = \frac{1}{8} \sum_{i=1}^n S_i$$

Logaritmik yorulma ömrünün standart sapması:

$$\sigma(\text{LogN}) = \left[\frac{1}{n-2} \sum_{i=1}^n [\text{LogN}_i - (\alpha + \beta S_i)]^2 \right]$$

Yorulma mukavemetinin standart sapması:

$$\sigma(S) = \frac{1}{|\beta|} \sigma(\text{LogN})$$

Çizelge. S-N eğrisinin lineer kısmı için hesaplamalar

Deney No	Ni	Si	Ortalama	Si-S	(Si-S) ²	LogNi	Ortalama	LogNi-LogN	(Si-S)*(LogNi-logN)	(LogNi-(a+B*Si)) ²
1	113000	710	630	80	6400	5.053078	5.561005	-0.50793	-40.6341	0.013811
2	65000	710	630	80	6400	4.812913	5.561005	-0.74809	-59.8474	0.270518
3	73000	710	630	80	6400	4.863323	5.561005	-0.69768	-55.8146	0.325496
4	176000	670	630	40	1600	5.245513	5.561005	-0.31549	-12.6197	0.28935
5	237000	670	630	40	1600	5.374748	5.561005	-0.18626	-7.45028	0.445087
6	140000	670	630	40	1600	5.146128	5.561005	-0.41488	-16.5951	0.192307
7	427000	630	630	0	0	5.630428	5.561005	0.069423	0	0.258092
8	538000	630	630	0	0	5.730782	5.561005	0.169777	0	0.370129
9	272000	630	630	0	0	5.434569	5.561005	-0.12644	0	0.097449
10	772000	590	630	-40	1600	5.887617	5.561005	0.326612	-13.0645	0.122792
11	598000	590	630	-40	1600	5.776701	5.561005	0.215696	-8.62784	0.057361
12	857000	590	630	-40	1600	5.932981	5.561005	0.371976	-14.879	0.156642
13	1358000	550	630	-80	6400	6.1329	5.561005	0.571894	-45.7516	0.032725
14	1457000	550	630	-80	6400	6.16346	5.561005	0.602454	-48.1963	0.044715
15	1698000	550	630	-80	6400	6.229938	5.561005	0.668932	-53.5146	0.077249
		630			48000	5.561005			-376.995	2.753724
		$\bar{S}$			T_1	$\overline{\text{LogN}}$			T_2	T_3

$$\beta = \frac{T_2}{T_1} = \frac{-376.995}{48000} = -0.00785$$

$$\alpha = 5.561005 - (-0.00785 * 630) = 10.50906$$

$$\left. \begin{array}{l} \beta = -0.00785 \\ \alpha = 10.50906 \end{array} \right\} \text{Log}N = 10.50906 - 0.00785S$$

$$\sigma(\text{Log}N) = \left[\frac{1}{n-2} * T_3 \right]^{\frac{1}{2}}$$

$$\sigma(\text{Log}N) = \left[\frac{1}{13} * 2.753724 \right]^{\frac{1}{2}} = 0.460244$$

$$\sigma(S) = -\frac{1}{-0.00785} * 0.460244 = 58.59944 \text{ MPa}$$

S-N Eğrisinin Yatay Kısım

S-N eğrisinin yatay kısmı, 11 numune kullanılarak staircase yöntemine göre belirlenmiştir. Yorulma deneylerinden sonra sonuçlar tablolaştırılmıştır (çizelge 6.2). Kolon 1'e gerilme seviyeleri, kolon 2'ye en yüksek gerilme seviyesi 2 , bir düşüğü 1 ve en düşüğü 0 olmak üzere yerleştirilmiştir. Kolon 3'de ise bu gerilme seviyelerinde meydana gelen makine kapatma sayısı (10^7 çevrime kasar kırılmanın olmadığı durum), kolon 4'e de kolon 3 ve kolon 4'ün çarpımı yerleştirilmiştir (Collins 1993).

Gerilme adımı yorulma mukavemetinin standart sapması olarak kabul edilerek, 10^7 çevrim için ortalama yorulma mukavemetinin istatistiksel tahmini aşağıdaki eşitlik yardımıyla yapılmıştır:

$$S_e = S_o + d \left[\frac{A}{N} \pm \frac{1}{2} \right]$$

S_e = Ortalama yorulma mukavemetinin istatistiksel tahmini, MPa

S_o = En düşük gerilme seviyesi, MPa

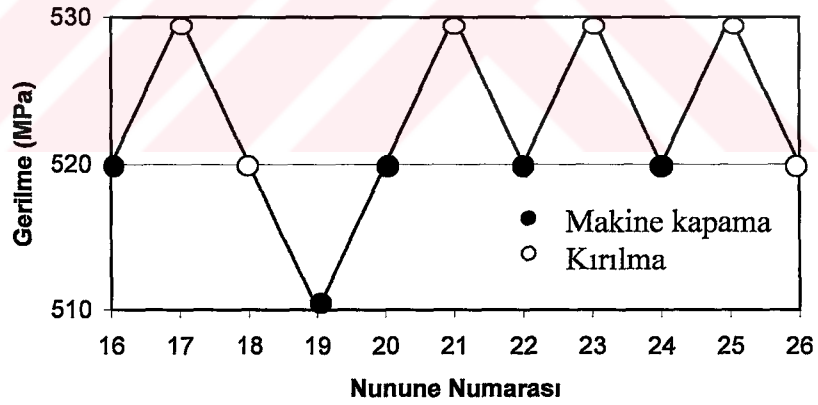
d = Gerilme adımı, MPa

N = Toplam makine kapama sayısı,

A = Kolon 4'ün toplamı.

Çizelge. S-N eğrisinin yatay kısmı için hesaplamalar

Gerilme, I	Gerilme Seviyesi, II	Makine Kapama, III	IIxIII
530	2	0	0
520	1	4	4
510	0	1	0
Toplam		$N=5$	$A=4$



Şekil. Staircase yöntemi için gerilme-numune numarası arasındaki ilişki

İstatistiksel yorulma mukavemeti;

$$S_e = 510 + 10\left[\frac{5}{5} + \frac{1}{2}\right] = 525 \text{ MPa}$$

ÖZGEÇMİŞ

1971 yılında Çorum ili Bayat ilçesinde doğdu. İlk öğrenimini Bayat'ta, orta ve lise öğrenimini Kastamonu Taşköprü Lisesi'nde tamamladı. 1990 yılında Atatürk Üniversitesi Makina Mühendisliği Bölümü'nde başladığı lisans öğrenimini, 1994 yılında tamamladı. Aynı üniversitenin Fen Bilimleri Enstitüsü Makina Mühendisliği Anabilim Dalı'nda 1995 yılında başladığı yüksek lisansını 1998 yılında tamamlayarak, aynı yıl ve aynı Anabilim Dalı'nda doktora başladı.

1996 yılından beri Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makina Mühendisliği Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak görevini sürdürmektedir.