



T.C.
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NAMLU MALZEMESİ 32CrMoV12-10 ALAŞIMININ AKIMSIZ
NİKEL-BOR KAPLANMASI VE ALAŞIMIN TRİBOLOJİK
DAYANIMINA KAPLAMA ISIL İŞLEM PARAMETRELERİNİN
ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

ERDOĞAN KORAY ÖZYURT
SAVUNMA TEKNOLOJİLERİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

DANIŞMAN
Doç. Dr. Muharrem PUL

KIRIKKALE-2024



T.C.
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NAMLU MALZEMESİ 32CrMoV12-10 ALAŞIMININ AKIMSIZ
NİKEL-BOR KAPLANMASI VE ALAŞIMIN TRİBOLOJİK
DAYANIMINA KAPLAMA ISIL İŞLEM PARAMETRELERİNİN
ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

ERDOĞAN KORAY ÖZYURT
SAVUNMA TEKNOLOJİLERİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

DANIŞMAN
Doç. Dr. Muharrem PUL

KIRIKKALE-2024

Erdoğan Koray ÖZYURT tarafından hazırlanan “NAMLU MALZEMESİ 32CrMoV12-10 ALAŞIMININ AKIMSIZ NİKEL-BOR KAPLANMASI VE ALAŞIMIN TRİBOLOJİK DAYANIMINA KAPLAMA ISIL İŞLEM PARAMETRELERİNİN ETKİSİNİN İNCELENMESİ” adlı tez çalışması, aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ / OY ÇOKLUĞU ile Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Savunma Teknolojileri Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Doç. Dr. Muharrem PUL

İmza.....

Elektrik ve Enerji Bölümü, Kırıkkale Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Başkan: Prof. Dr. M. Abdulkadir AKAY

İmza.....

Kimya Bölümü, Ankara Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Üye: Doç. Dr. Ümit ERDEM

İmza.....

Elektronik ve Otomasyon Bölümü, Kırıkkale Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Tez Savunma Tarihi: 21/05/2024

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Yüksek Lisans Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

.....

Prof. Dr. Recep ÇALIN

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYANI

Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Erdoğan Koray ÖZYURT

21/05/2024

ÖZET

NAMLU MALZEMESİ 32CrMoV12-10 ALAŞIMININ AKIMSIZ NİKEL-BOR KAPLANMASI VE ALAŞIMIN TRIBOLOJİK DAYANIMINA KAPLAMA ISIL İŞLEM PARAMETRELERİNİN ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Savunma Teknolojileri Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Doç. Dr. Muharrem PUL

Mayıs 2024, 80 sayfa

Savunma sanayi, yoğun uluslararası rekabetin yaşandığı bir sektör haline gelmiştir ve sürekli olarak gelişmekte ve yenilenmektedir. Bu sektör, teknolojik yenilikler, mühendislik başarıları ve araştırma ve geliştirme faaliyetleri ile karakterize edilmektedir. Son yıllarda savunma sanayi silah sistemlerinin geliştirilmesine odaklanmış olup ülkeler bu alanda büyük çaba sarf etmektedir.

Bu tez çalışmasının amacı, ülkemizin savunma sanayi teknolojisinin gelişimine önemli bir katkı sağlamak ve bu alandaki bilgi birikimini artırmaktır. Bu kapsamda, silahların performansını doğrudan etkileyen kritik bir ana parça olan namlu üzerinde yürütülen kaplama ve ısıtım işlem çalışmaları büyük önem taşımaktadır.

Namlu yüzeyine uygulanan kaplama ve ısıtım işleminin en önemli etkileri arasında silahın ömrü, dayanıklılığı ve performansı yer almaktadır. Bu nedenle bu çalışmada savunma sanayinde yaygın olarak kullanılan ve dövme yöntemi ile üretilen 32CrMoV12-10 (1.7765) namlu malzemesi plaka numuneler şeklinde hazırlanmıştır. Bu plakaların üzerine, banyo içinde hazırlanan sulu çözeltide akımsız kaplama yöntemi ile nikel-bor (Ni-B) kaplama gerçekleştirilmiştir. Ardından kaplanmış numunelere farklı sıcaklıklarda ısıtım işlemleri uygulanmıştır. Bu ısıtım işlemlerinin tribolojik ve mikroyapısal özellikler üzerindeki etkileri kapsamlı bir şekilde incelenmiştir.

Kaplanmış numuneler sırasıyla, FESEM (alan emisyon taramalı elektron mikroskobu) ile yüzey ve kesit morfolojik inceleme, nanoindentasyon ile sertlik kontrolü, tribometre ile aşınma seviyesi, mikroskop ile aşınma genişlikleri, 3 boyutlu tasarım programı ile aşınma hacmi, profilometreyle yüzey pürüzlüğü ve X-ışını kırınımı (XRD) ile kristal bileşim ve yapı özellikleri bu kapsamda detaylı bir şekilde incelenmiştir.

Yürütülen deneysel çalışmaların sonuçlarına göre; nikel-bor (Ni-B) kaplanmış numunelere uygulanan ısıtım işlem sıcaklıklarında, 350°C'de argon atmosferinde uygulanan ısıtım işleminin, malzemenin tribolojik özelliklerinde en iyi sonucu verdiği gözlemlenmiştir. Bu bulgular, savunma sanayisindeki önemli gelişmelerin sağlanması

ve silahların performansının artırılması konusunda büyük bir öneme sahiptir. Ayrıca belirtilen koşullar altında yapılan ısıtıl işlemin enerji verimliliğini artırabileceği ve maliyetleri düşürebileceği ön görülmektedir. Dolayısıyla, bu tez çalışması savunma sanayisinin teknolojik gelişimine katkı sağlayacak şekilde önemli bir kaynak oluşturmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Savunma Sanayi, Namlu, Akımsız Kaplama, Nikel-Bor Kaplama, Triboloji.



ABSTRACT

A STUDY OF THE NICKEL-BORON COATING OF THE BARREL MATERIAL 32CrMoV12-10 ALLOY AND AFTER COATING HEAT TREATMENT PARAMETERS EFFECTS ON TRIBOLOGICAL STRENGTH OF THE ALLOY

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Defense Technologies, Master's Thesis

Supervisor: Assoc. Prof. Muharrem PUL

May 2024, 80 pages

The defense industry has become a sector of intense international competition and is constantly developing and renewing. This sector is characterized by technological innovations, engineering achievements and research and development activities. In recent years, the defense industry has focused on the development of weapon systems and countries are making great efforts in this field.

The aim of this thesis is to make a significant contribution to the development of our country's defense industry technologies and to increase the knowledge in this field. In this context, coating and heat treatment studies carried out on the barrel, which is a critical main part that directly affects the performance of weapons, are of great importance.

Among the most important effects of the coating and heat treatment applied to the barrel surface are the life, durability and performance of the weapon. For this reason, in this study, 32CrMoV12-10 (1.7765) barrel material, which is widely used in the defense industry and produced by forging method, was prepared as plate samples. Nickel-Boron (Ni-B) plating was carried out on these plates by electroless plating method in aqueous solution prepared in a bath. The coated samples were then heat treated at different temperatures. The effects of these heat treatments on tribological and microstructural properties were extensively studied

Among the most important effects of the coating and heat treatment applied to the barrel surface are the life, durability and performance of the weapon. For this reason, in this study, 32CrMoV12-10 (1.7765) barrel material, which is widely used in the defense industry and produced by forging method, was prepared as plate samples. Nickel-Boron (Ni-B) plating was carried out on these plates by electroless plating method in aqueous solution prepared in a bath. The coated samples were then heat treated at different temperatures. The effects of these heat treatments on tribological and microstructural properties were extensively studied

According to the results of the experimental studies, it was observed that the heat treatment applied to nickel-boron (Ni-B) coated samples at 350°C in argon atmosphere

achieved the best results in the tribological properties of the material. These findings are of great significance for achieving significant improvements in the defense industry and enhancing the performance of weapons. It is also predicted that heat treatment under the specified conditions can increase energy efficiency and reduce costs. Therefore, this thesis constitutes an important resource to contribute to the technological development of the defense industry.

Keywords: Defense Industry, Gun Barrel, Electroless Coating, Nickel-Boron Coating, Tribology.



TEŐEKKÜR

Yüksek lisans eğitimin boyunca katkılarından dolayı danışmanım Doç. Dr. Muharrem PUL'a teşekkürlerimi sunarım.

TENMAK - Bor Araştırma Enstitüsü (BOREN) bünyesinde yürüttüğüm deneysel çalışmalar kapsamında, başta Prof. Dr. Abdulkerim YÖRÜKOĞLU'na, Dr. Erkan KAÇAR'a, Yük. Müh. Cihan ESEROĞLU'na, Müh. Süleyman GÜNEY'e ve BOREN'deki yöneticiler ile diğer çalışanlara sağladıkları desteklerden dolayı sonsuz teşekkürlerimi sunmak isterim.

Bu tezi, her zaman yanımda olan ve hayatımın her noktasında desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen babam Yüksel ÖZYURT'a, annem Ayla ÖZYURT'a, ablam Gül KARAAĞIN'a ve yeğenim Deniz KARAAĞIN'a ithaf ediyorum.



İÇİNDEKİLER DİZİNİ

Sayfa

ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiv
SİMGE VE KISALTMALAR DİZİNİ	xv
1. GİRİŞ	1
2. NAMLU	4
2.1. Namlu Tipleri.....	6
2.1.1. Ağır Silah Namluları	6
2.1.2 Hafif Silah Namluları	6
2.2. Namlu Ömrü	8
2.3. Namlu Çelikleri ve Özellikleri.....	9
2.3.1. Alaşım Elementlerinin Çeliğe Etkisi.....	10
2.4. 32CrMoV12-10 Alaşımı Üretimi ve Özellikleri.....	13
3. ÇELİKLERİN ISIL İŞLEMİ	15
3.1. Çeliklerin Isıl İşlem Adımları	15
3.1.1. Isıl İşlem Basamakları	15
3.1.2. Çeliklere Uygulanan Isıl İşlemlerin Neden-Sonuç İlişkileri	17
3.1.3. Çeliklerin Isıl İşleminde Dikkat Edilmesi Gereken Hususlar	17
3.1.4. Sertleştirme İşlemleri	18
3.1.5. Isıtma Ortamları	18
3.1.6. Isıtma Hızı Rampası	18
3.1.7. Sertleştirme Sıcaklığının Seçilmesi	18
3.1.8. Sertleştirme Sıcaklığında Tutma Süresi	19
3.1.9. Çeliklere Su Verme İşlemlerinin Önemi	19
3.2. Çeliklere Uygulanan Isıl İşlem Yöntemleri	19
3.2.1. Tavlama İşlemi	19
3.2.2. Yumuşatma Tavlaması İşlemi	20
3.2.3. Gerilim Giderme Tavlaması İşlemi.....	20

3.2.4. Yeniden Kristallendirme Tavlama İşlemi.....	20
3.2.5. Normalleştirme Tavlama İşlemi	20
3.2.6. Sertleştirme İşlemi.....	20
3.2.7. Islah Etme İşlemi.....	21
3.2.8. Menevişleme İşlemi	21
3.2.9. Sementasyon İşlemi	21
3.2.10. Nitürleme (Nitrasyon) İşlemi	22
4. KAPLAMA YÖNTEMLERİ.....	23
4.1. Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD)	23
4.2. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD).....	24
4.3. Elektrolitik Kaplama.....	25
4.4. Akımsız Kaplama	25
4.5. Termal Sprey	25
4.6. Kaynak Kaplaması.....	26
4.7. İyon İmplantasyonu	26
5. AKIMSIZ NİKEL KAPLAMA.....	27
5.1. Akımsız Nikel Kaplama Banyoları.....	28
5.1.1. Nikel İyon Kaynağı	28
5.1.2 İndirgeyici Maddeler	28
5.1.3. Kompleks Oluşturucular.....	30
5.1.4. Hızlandırıcılar	31
5.1.5. Dengeleyiciler.....	31
5.1.6. Enerji	32
5.2. Akımsız Nikel Kaplamaların Avantajları	33
5.3. Akımsız Nikel Kaplamaların Kısıtları	33
5.4. Akımsız Nikel-Bor Kaplamaların Özellikleri.....	33
5.4.1. Akımsız Nikel Bor Banyosunun Bileşenleri ve Rollerini	36
5.4.2. Asidik Ni-B Banyosu	38
5.4.3. Alkali (Bazik) Ni-B Banyosu	38
5.4.4. Akımsız Ni-B Kaplamaların Morfolojisi ve Yapısı	39
5.4.5. Akımsız Ni-B Kaplamaların Sertlik ve Aşınma Dayanımı	41
5.4.6. Akımsız Ni-B Kaplamalarının Korozyon Direnci	41
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	43
6.1. Materyal ve Metot	43

6.2. Akımsız Ni-B Kaplama Banyolarının Hazırlanması ve Kullanılan Kimyasalların Amaçları.....	46
6.3. Isıl İşlem Parametreleri	50
6.4. Kaplamaların Karakterizasyonu	51
6.4.1. Mikroyapı İncelemeleri	52
6.4.2. XRD Analizleri.....	52
6.4.3. Sertlik Ölçümleri	53
6.4.4. Aşınma Analizleri.....	54
6.4.5. Aşınma Geniřlięi ve Hacmi Ölçümleri	54
6.4.6. Yüzey Pürüzlülük Testi.....	55
7. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELENMESİ	57
7.1. Mikroyapı İncelemeleri.....	57
7.1.1. Kaplamaların Yüzey ve Kesit İncelemeleri.....	57
7.2. XRD Analizleri	61
7.3. Sertlik İncelemeleri.....	62
7.4. Aşınma İncelemeleri	64
7.4.1. Sürtünme Katsayısının Tayini	64
7.4.2. Aşınma Yüzeylerinin Analizi ve Aşınma Hacminin Hesaplanması....	65
7.5. Yüzey Pürüzlülük İncelemeleri	70
8. SONUÇ VE ÖNERİLER	73
KAYNAKLAR.....	76
ÖZGEÇMİŐ	80

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>ŞEKİL</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Bir namlunun dört bölümü	4
2.2. Değişik namlu tiplerinde yanma odası şekilleri	5
2.3. Namlu tipleri.....	7
2.4. Fe ₃ C içerisindeki elementlerin sertliğe etkisi.....	11
2.5. Farklı alaşım elementlerinin ötektoid dönüşüm sıcaklığına etkileri.....	12
3.1. Genel ısıtma işlemi ısıtma rampası	16
3.2. Fe-C denge diyagramı	16
5.1. Çözelti sıcaklığının biriktirme hızına etkisi	32
5.2. Ni-B faz diyagramı	34
5.3. Akımsız nikel bor kaplanmış yüzeyin karnabahar benzeri dokusu.....	39
5.4. Akımsız nikel bor kaplanmış yüzey ve ara kesit görüntüsü	39
5.5. Akımsız nikel bor kaplanmış kolonsal yapıya dönüşmüş yüzey.....	40
5.6. Birikim oluşumuna etki eden nikel-borun üst kısmındaki difüzyon tabakası ..	40
6.1. Kullanılan hassas terazi ve kimyasallar.....	43
6.2. Struers Tegramin-30 parlatma cihazı	44
6.3. Parlatılmış çelik numune örnekleri.....	45
6.4. Askı aparatına yerleştirilmiş numuneler.....	45
6.5. Kaplama banyosu	46
6.6. NiCl ₂ .6H ₂ O çözeltilerinin hazırlanması	47
6.7. C ₂ H ₈ N ₂ çözeltilerinin eklenmesi	47
6.8. NaOH çözeltilerinin eklenmesi	48
6.9. Banyo ısıtma işlemi	48
6.10. Pb(NO ₃) ₂ çözeltilerinin eklenmesi.....	49
6.11. NaBH ₄ çözeltilerinin eklenmesi	49
6.12. Numunelerin banyoya daldırılması	50
6.13. Protherm split argon fırını	51
6.14. Protherm kamara fırını	51
6.15. HITACHI SU 5000 alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu.....	52
6.16. Malvern Panalytical Empyrean XRD analiz cihazı.....	53
6.17. Anton paar nanoindentasyon test cihazı.....	53

6.18. UTS tribometers aşınma test cihazı.....	54
6.19. Olympus GX51 ters metal mikroskobu.....	55
6.20. SolidWorks 3 boyutlu tasarım programında aşınma hacmi hesabı	55
6.21. Ortalama yüzey pürüzlülük (Ra) hesaplama yöntemi	56
6.22. Yüzey pürüzlülük ölçümü	56
7.1. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplamaların yüzey mikrografları.....	58
7.2. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplamaların kesit görüntüleri	60
7.3. Isıl işlemsiz numune ile 250 °C, 300 °C, 350 °C, 400 °C argon atmosferinde ve 400 °C açık atmosferde ısıl işlem yapılmış numunenin XRD diyagramı	61
7.4. Ni-B kaplamalardan sertlik ölçme noktaları.....	62
7.5. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplamaların sertlik değerleri	63
7.6. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplamaların sürtünme katsayılarının zamana bağlı değişimi	65
7.7. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplamaların aşınma genişlikleri .	66
7.8. SolidWorks 3 boyutlu tasarım programında aşınma hacmi hesaplama aşamaları.....	67
7.9. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplama numunelerinin 16 farklı bölgesinden yapılan pürüzlülük ölçüm değerleri	70
7.10. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplama numunelerinin ortalama (Ra) pürüzlülük ölçüm değerleri	71
7.11. Ni-B kaplama kesit BSE görüntüsü.....	71
7.12. Argon atmosferi 300 °C ve 350 °C'ye ait XRD analizleri.....	72

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>ÇİZELGE</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Çelik alaşımları ve etkileri	12
2.2. 32CrMoV12-10 çeliğinin kimyasal bileşimi (kütlece %)	14
2.3. 32CrMoV12-10 çeliğinin mekanik özellikleri	14
5.1. Akımsız nikel kaplama banyoları için kullanılan indirgenler	28
5.2. Akımsız nikel kaplama banyolarında kullanılan kompleks oluşturucu örnekleri	31
5.3. Ni-B ve Ni-P kaplamalarının karşılaştırılması	35
7.1. Kaplamaların aşınma hacim sonuçları	68

SİMGE VE KISALTMALAR DİZİNİ

Å	Angstrom
B	Bor
BSE	Yansıyan ve Geri Saçılan Elektronlar
C ₂ H ₈ N ₂	Etilendiamin
Cu	Bakır
CVD	Kimyasal Buhar Biriktirme
DEAB	Dietilamin boran
DMAB	Dimetilamino Boran
FESEM	Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu
GPa	Gigapascal
H ₂ SO ₄	Sülfürik asit
HCl	Hidroklorik Asit
HV	Vickers Sertlik
HVOF	Yüksek Hızda Oksi Yakıt Püskürtme
mN	Mili Newton
Ni-B	Nikel-Bor
NaBH ₄	Sodyum Borhidrür
NiCl ₂ .6H ₂ O	Nikel klorür heksahidrat
NiSO ₄	Nikel Sülfat
µm	Mikrometre
PbNO ₃	Kurşun Nitrat
PVD	Fiziksel Buhar Biriktirme
Rpm	Dakikadaki Devir Sayısı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	X-ışınları difraksiyonu

1. GİRİŞ

Ateşli silahlar, mühimmat adı verilen özel şekil ve nitelikteki kompleleri, yanma odasında oluşan barut gazının basıncı ile namlu içinde yol alarak hedefi belirlenmiş uzak mesafeye hızlandırılarak sevk edilmesine yarayan komplike bir donanım bütünüdür. Bir silah sistemi esas olarak ateşleme mekanizması, namlu ve tevcih sisteminden oluşur.

Bir silahın ana bileşenlerinden olan namlu; istenen hedefe ve istenen hızda mermiyi yönlendirilmesini sağlayan yüksek basınca dayanıklı bir tüptür. [1].

Silahların tarihsel evrimi, teknolojik ilerlemelerle paralel olarak gerçekleşmiş ve bu sayede silahların yüksek dayanıklılık, düşük ağırlık, yüksek aşınmaya karşı dayanım ve korozyon direnci gibi istenen özelliklerin sürekli iyileştirildiği gözlenmektedir. Yapılan araştırmalarda, silah parçalarının yüksek gerilimlere maruz kaldığı ve bu nedenle imalat malzemelerinin yüksek dayanıklılığa sahip olması gerektiği belirtilmiştir. Bu, parçaların şekil değiştirmesini önler ve sonuç olarak kullanım ömrünü artırır. Dolayısıyla, silah parçalarında uzun ömür ve yüksek boyutsal kararlılık elde etmek için malzemelerin yüksek dayanıklılık ve darbe direncine sahip olması önemlidir [2-4].

Son yıllarda, yerel ve uluslararası silah alım şartnamelerinde, silahların atım ömürlerinin belirlenen dünya standartların üzerine çıkması gerekliliği nedeniyle, özellikle namlu gibi silah parçaları üzerinde geliştirme çalışmaları yapılması gerekmektedir. Atım ömrünü uzatabilmek için, malzeme seçimi, ısıl işlem uygulamaları ve kaplama gibi, parçaların ömrünü etkileyen faktörlerin en uygun düzeyde seçilmesi gerektiği vurgulanmaktadır [5].

Kaplama, bir malzemenin fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerini iyileştirmek amacıyla alt malzeme olarak ele alınarak üzerine fonksiyonellik kazandırmak istenilen başka bir malzemenin tabaka şeklinde yığılması ya da biriktirilmesi işlemine denir. Farklı tür karakteristiğe sahip yüzey elde etmek için bilinen ve uygulanan yüzey kaplama türleri; sert krom kaplama, akımsız kaplama, termal sprey, kaynak kaplaması,

kimyasal buhar biriktirme (CVD), fiziksel buhar biriktirme (PVD), iyon implantasyon ve lazer yüzey işleme sayılabilir [6].

Akımsız kaplamalar, bakır, nikel, gümüş, altın ve benzeri metal iyonlarının, elektrik akımına ihtiyaç duyulmadan, yüzeyin katalitik özelliği eşliğinde kontrollü yürütülen indirgeme reaksiyonu esasına dayalı bir yüzey kaplama metodunu ifade eder. Kimyasal ve fiziksel aşınma özelliklerinin iyileştirilmesine yönelik uygulamalardan akımsız biriktirme kaplamaları arasında nikel-fosfor ve nikel-bor en önemlilerindedir [6].

Akımsız nikel kaplama, nikelin elektrik akımı kullanılmadan biriktirilmesi işlemidir. Kaplama hipofosfit, amino boran veya borhidrür bileşikleri tarafından nikel iyonlarının otokatalitik kimyasal indirgeme ile birikmesi şeklinde gerçekleşir. Proses kaplama yapılacak malzemenin bir çözelti içine daldırılmasıyla gerçekleştirilir. Kaplama banyosu metal tuzu, indirgeyici madde, pH seviyesi ayarlayıcı tampon çözelti ve reaksiyon hızı ayarlayan katalizörlerden oluşan kimyasal maddelerin sulu çözeltilerinden oluşur. İndirgen madde, metal iyonlarının indirgenmesini sağlar. Akımsız nikel kaplama, elektrokimyasal biriktirmeye göre kaplama işlemi sırasında indirgeyici madde katalizör görevi yaparak malzemenin üzerine yapışır [6,7].

Akımsız nikel kaplama, düzenli kaplama kalınlığı, mükemmel kimyasal ve fiziksel aşınma direnci, lehim tutma özelliği ve kaynak yapılabilme kabiliyeti, kaplamanın mükemmel sertliği, yağlayıcılık gibi özellikleri sayesinde petrol, kimyasallar, plastikler, optik, matbaacılık, madencilik, havacılık, nükleer, otomotiv, elektronik, bilgisayar, kâğıt, tekstil ve gıda makinelerinde dâhil olmak üzere çeşitli uygulamalarda kullanım yeri bulur [6,7].

Nikelin sodyum borhidrür ile otokatalitik olarak indirgenmesi sonucunda oluşan Ni-B kaplamalar, yüksek sertlik düzeyine sahiptir ve ısı işlem ardından sert Cr kaplamalara göre mükemmel sertlik değerlerine ulaşabilirler. Ayrıca, Ni-B kaplamalar aşınma karşı yüksek direnç göstermektedir. [6,7].

Bu tez çalışmasında; Savunma endüstrisinde kullanılan dövme yöntemiyle üretilen 32CrMoV12-10 (1.7765) namlu malzemesi plaka numuneler şeklinde hazırlanmıştır. Bu plakaların üzerine, banyo içinde hazırlanan sulu çözeltide akımsız kaplama yöntemi ile nikel-bor (Ni-B) kaplama gerçekleştirilmiştir. Ardından kaplanmış

numunelere farklı sıcaklıklarda ısıtım işlemleri uygulanmıştır. Bu ısıtım işlemlerinin tribolojik ve mikroyapısal özellikler üzerindeki etkileri kapsamlı bir şekilde incelenmiştir.

Akimsız ve nanokompozit Nikel-Bor kaplamalar hakkında literatürde çok sayıda çalışma bulunduğu halde, dövme metoduyla üretimi sağlanmış olan 32CrMoV12-10 (1.7765) namlu malzemesine Nikel-Bor kaplama uygulamasına dair bilimsel çalışma çok azdır.

Bu tez çalışması kapsamında; dövme metoduyla üretimi sağlanmış 32CrMoV12-10 (1.7765) namlu malzemesi kullanılmış ve literatür çerçevesinde geçmiş çalışmalar referans alınarak süreç aşamaları belirlenmiş olup; kaplama banyolarının en iyi koşullarını belirlemek amacıyla nikel iyonlarını bir kaynak olarak kullanacak kimyasallar, kompleks oluşturan maddeler, dengeleme ajanları, kaplama banyo çözeltisi karıştırma hızı ve banyo pH değeri tespit edilmiştir. Ardından akimsız Ni-B kaplama banyosunda numuneler bu plan doğrultusunda kaplanmıştır. Sonrasında Ni-B kaplanmış malzemelere sırasıyla argon atmosferi 250 °C, 300 °C, 350 °C ve 400 °C’de ve açık atmosfer 400 °C koşullarında ısıtım işlemi uygulanmıştır. Isıtım işlem sıcaklığının yükselişine bağlı olarak oksidasyonun artması beklendiği için açık atmosfer deneyi de çalışma sınır koşulları içerisindeki en yüksek sıcaklık olan 400 °C’de gerçekleştirilmiştir.

Karakterizasyon çalışmaları sırasında ilk adımda, değişik sıcaklıklarda ısıtım işlemi tabii tutulan Ni-B kaplanmış numunelerin yüzey ve kesit görüntüleri, FE-SEM cihazı kullanılarak gözlemlenmiş ve kaplamanın kalınlığı ölçülmüş, aynı zamanda yüzeyde oluşan yapılar detaylı bir şekilde incelenmiştir. Kaplamaların başarılı bir şekilde gerçekleştirildiği tespit edildikten sonra, numunelere XRD analizleri, sertlik, aşınma ve yüzey pürüzlülük testleri uygulanmış ve kaplamadaki ısıtım işlem sıcaklık farklılıklarına bağlı olarak tribolojik dayanım özellikleri parametrik olarak incelenmiştir.

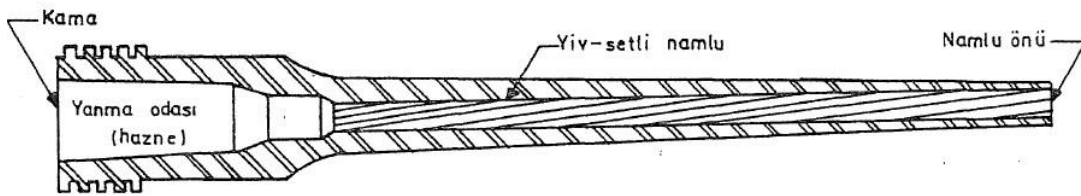
2. NAMLU

Namlu, bir silahın temel bileşenidir. Temelde bir ucu açık ve diğer ucu kapalı (geri tepmesiz toplar hariç) olan bir silindirik basınç tüpünü temsil eder. Namlu, barutun yerleştirilmesi ve yanma işlemi için gereken yanma haznesi hacmine, mermiye dönerek kararlılık kazandırmak için gerekli olan yiv-setlere ve barut gazının enerjisini mermiye aktaran silindirik bir yapıya sahiptir. Özetle, namlu; istenen hedefe ve istenen hızda mermiyi yönlendirilmesini sağlayan yüksek basınca dayanıklı bir tüptür. [1].

Silahlar sahip oldukları namlu çaplarına göre adlandırılırlar. Bunlar sırasıyla ağır silahlar (topçu silahları), hafif silahlar ve geri tepmesiz toplardır. Ağır silahlar; 30 mm namlu çapına kadar top, obüs ve havanları, hafif silahlar ise namlu çapları 30 mm'yi geçmeyen otomatik, yarı otomatik ve tek atım silahları, geri tepmesiz toplar ise, geri tepme kuvvetinin yanan barut gazları ile dengelendiği her çaptaki silahları kapsar [1]. Namlu temel olarak aşağıda detayları verilen dört ana kısımdan oluşur.

- Ön kapak (kama): Mermi ve barutun namluya yerleştirildiği kısımdır.
- Yanma odası (hazne): Barutun yanma işleminin gerçekleştiği alandır.
- Silindir boyu: Barutun yanması sonucu oluşan gazların mermiye aktarıldığı kısımdır.
- Namlu önü: Mermi namludan çıktığı kısımdır.

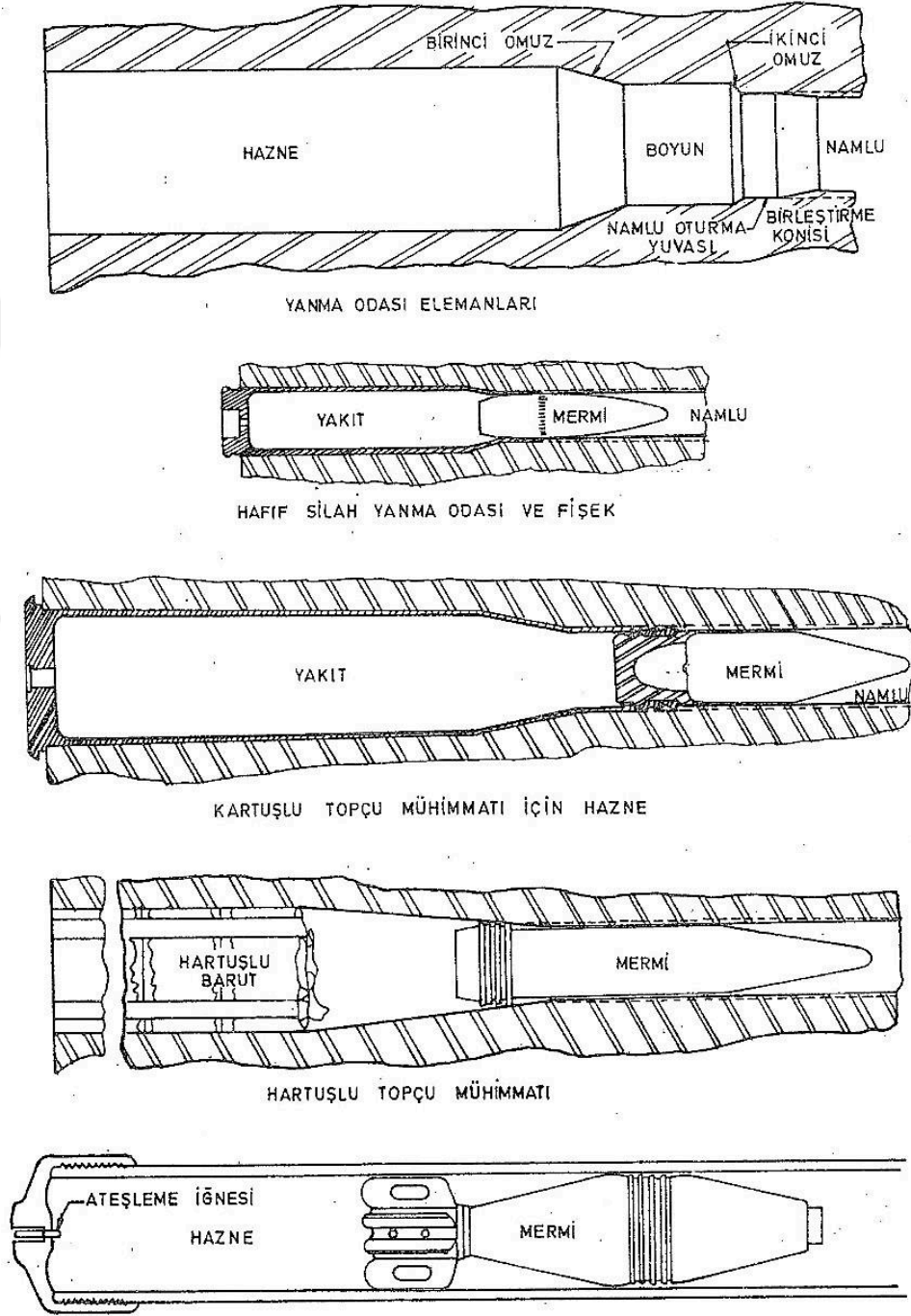
Şekil 2.1'de tipik bir namlunun ana bölümleri görülmektedir [1].



Şekil 2.1. Bir namlunun dört bölümü [1]

Bir yanma odasının şematik gösterilişi Şekil 2.2.'de verilmiştir. Yanma odasına barut ve mermi dört ayrı şekilde yerleştirilir. Küçük çaplı topçu silahlarının bir kısmı ile

hafif silahlarda mermi ve barut bir kovana yerleştirilir. Kovan ve mermi tam atım olarak yanma odasına konur. Büyük çaplı toplu silahlarında ise mermi ve barut ayrı ayrı yanma odasına yerleştirilirler. Havanlarda ise barut, mermi kuyruğuna monte edilmiş olarak namlu ağzından aşağıya bırakılır. Yer çekimi kuvveti ile mermi ve barut yanma odasına ulaşırlar [1].



Şekil 2.2. Değişik namlu tiplerinde yanma odası şekilleri [1].

2.1. Namlu Tipleri

Namlu aplarına gre silahlar; ađır (topu), hafif ve geri tepmesiz olarak sınıflandırılır. Kullanıldıkları silahlara gre namlular ařađıdaki řekilde isimlendirilir [1].

2.1.1. Ađır Silah Namluları

Ađır silah namluları, monoblok ve gmlekli olarak iki tipe ayrılırlar.

Monoblok Namlular:

Monoblok namlu tek para malzemeden retilir. Monoblok bir namlu řekil 2.1'de řematik olarak grlmektedir. Namlu, monoblok kısım sayesinde dayanıklılıđını korur. Atıřlar sonucu ařınmaya karřı nlem olarak i yzeyi ařınmaya dayanıklı malzemeyle kaplanır. Bu sayede, namlunun ap toleransı deđiřmez ve mr uzar.

Monoblok namlular havanlarda da kullanılır. Havan namluları el ile tařınırlar, dolayısıyla havan namlularında hafiflik esas olmaktadır [1].

Gmlekli Namlular:

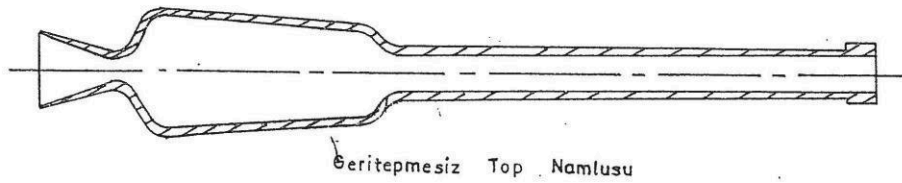
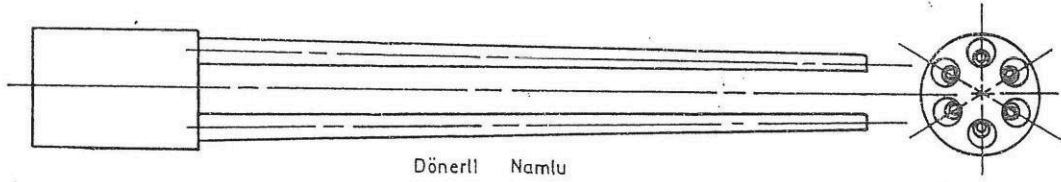
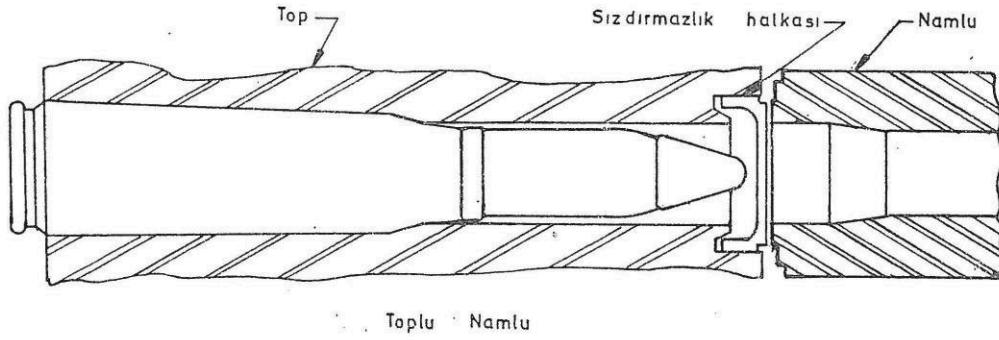
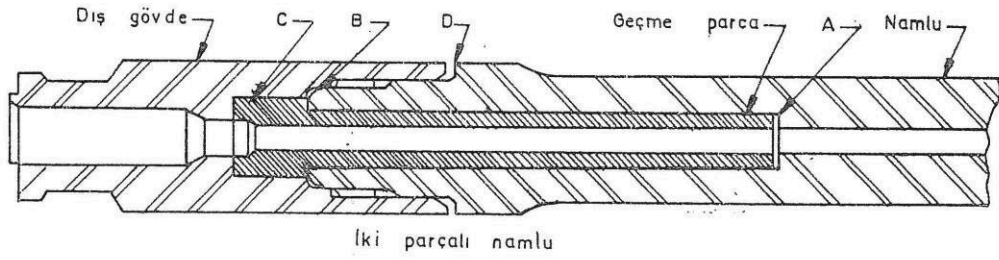
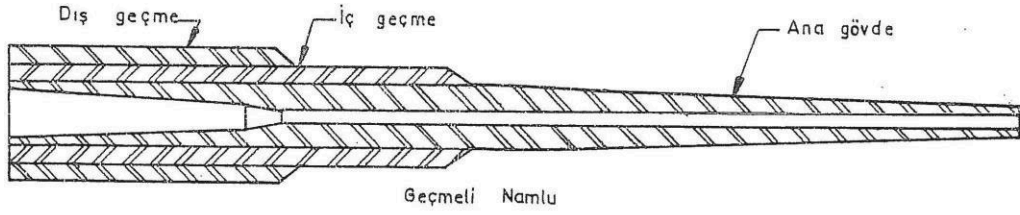
Namlu blođunun yksek basınlı blmlerinde mukavemeti artırmak iin, namlu dıřına ikinci bir silindir geirilir. řekil 2.3.'de gmlekli bir namlu řematik olarak grlmektedir [1].

2.1.2 Hafif Silah Namluları

Hafif silah namluları, genellikle tek bir paradan retilir. Bir veya birden fazla paradan oluřabilir [1].

İki Paralı Namlular:

řekil 2.3.'de grlen zellikle makineli tfeklerde kullanım yeri bulan iki paralı namlular; iki paradan meydana gelmektedir. Bunlardan birincisi ana namlu ve bunu dıřtan kavrayan yanma odasını da kendi iinde barındıran ilave ikinci paradan oluřur. Bahse konu ikinci para ana namlu zerine vidalı ya da veya sıkı geme řeklinde yer alır [1].



Şekil 2.3. Namlu tipleri [1]

Revolver Tipi Namlular:

Revolver tipi namlu, hafif silahlarda kullanılan ikinci bir namlu türüdür. Böylesi bir namlu türü, namlu ve top olmak üzere iki bölümden oluşur. Namludaki konik bölümler, diğer silah namlularının koniklikleri gibidir. Top bölümü; dört, beş veya altı

fişek alabilecek şekilde tasarlanmış bir yanma odasına sahiptir. Top eksenini etrafında simetrik şekilde yerleşmiş fişek yatakları mevcuttur. Her bir fişek yuvası namlu-top örtüştüğü noktada sızdırmazlık contası içerir. Bu contanın amacı atış sırasında ileri çıkmak suretiyle basınçlı gaz kaçağını önlemektir. Şekil 2.3.'de revolver tipi bir namlu görülmektedir.

Makinelik tüfeklerde kullanılan döner namlularda, birden fazla namlu bir eksen etrafında dönerek sabit fişek yuvası karşısına gelir. Bu şekilde, yüksek atış hızına sahip silahlarda namluların aşırı ısınması önlenir. Şekil 2.3.'de döner tipte bir namlu serisi görülmektedir [1].

Geri Tepmesiz Top Namluları:

Geri tepmesiz toplarda monoblok namlular kullanılır. Namlunun ard kısmına bir lüle monte edilir. Şekil 2.3.'de geri tepmesiz top namlusu şematik olarak görülmektedir [1].

2.2. Namlu Ömrü

Namlu ömür devri, bir silahın yiv ve setlerinin aşınma ve yıpranma derecesini gösteren bir ölçüdür. Bu ölçü, namlunun belirli bir atış sayısına kadar düzgün bir şekilde çalışmasını sağlayacak şekilde belirlenir. Örneğin, bir silahın namlusunun ömrü 10.000 atış olarak belirlenmişse, bu atış sayısına ulaşıldığında namlunun tamamen işlevsiz hale gelmesi beklenmez. Bununla birlikte, yiv ve set geometrisinin bozulması nedeniyle atış kalitesinde düşüşler meydana gelebilir.

Aşınma:

Namlu aşınması, namlu iç yüzeyinden malzeme kaybıdır. Bu problem özellikle uzun namlularda önem arz eder. Aşınma, fiziksel ve kimyasal süreçlerin bir sonucudur. Aşınmada iki önemli temel vardır. Bunlar; barut gazları ve sevk çemberinin durumudur. Namlu içindeki yüksek sıcaklık ve hızdaki gazlar, namlu yüzeyinden metali aşındırarak "gaz yıkaması" adı verilen bir olaya neden olur. Sevk çemberi de aynı şekilde namlunun iç yüzeyinden metali sıyrılmasına neden olur. Namlu içinde atışlar esnasında oluşan yüksek sıcaklıklar metali eriyerek barut gazları tarafından kolayca sıyrılmasına neden olur. Namlunun aşınmadan en çok etkilenen bölgeler yiv-set başlangıç noktalarıdır. Sıcaklığın en yüksek olduğu bu bölge sevk çemberinin yiv-

seti sıyırmaya zorladığı kısımdır. Genellikle aşınma bu bölgelerde meydana gelir ve toplam namlu aşınmasının 1/3'lük kısmını kapsar [1].

Yüksek mukavemetli malzeme:

Bir namlunun istenen etkinlik ve ömre sahip olabilmesi için, gerekli tüm fiziksel özelliklere sahip olması gerekir. Bazı fiziksel özellikler kazanılırken, bazıları kaybedilebilir. Dolayısıyla, seçilen namlu malzemesi ve imalat tekniği bir optimizasyon hesabı gerektirir. Örneğin, yüksek basınç ve atalet kuvvetleri nedeniyle doğacak gerilmeleri karşılamak üzere, namlunun kalın yapılması ağırlığını artırır, bu ise hem silahın ağırlaşarak hareket kabiliyetini kaybetmesine, hem de fiyatının artmasına sebep olur. Yüksek mukavemetli çelikler, namlu için gerek ömür, gerekse diğer fiziksel özellikler bakımından en uygun malzeme olarak görülür [1].

2.3. Namlu Çelikleri ve Özellikleri

Avcılık ve spor amaçlı kullanılan yivsiz silahların namlularında genellikle geliştirilmiş mekanik özelliklere sahip ıslah çelikleri tercih edilmektedir. Bu çelikler arasında öne çıkanlar ise 42CrMo4 ve 34CrNiMo6 malzemeleridir. Krom, nikel ve molibden içeriği sayesinde bu malzemelerin sertleştirilebilirlik özellikleri artmakta ve bu da kullanılan malzemelerin mukavemet özelliklerini artırmaktadır. Namlu iç ve dış yüzeylerine farklı kaplamalar uygulanarak, malzemelerin korozyon ve aşınma direnç özellikleri artırılmaktadır. Ayrıca, bu malzemelerin martenzitik mikroyapıya sahip olmaları, işlenebilirlik, tokluk, süneklik ve yüksek kaynak/lehim kabiliyeti gibi özellikleriyle tercih edilme nedenleri arasında yer almaktadır [8,9].

Yivsiz namlulara kıyasla, yivli namlu üretiminde kullanılan malzemeler çeşitli özellikler sergilemektedir. İlerleyen üretim teknikleri ve alaşım araştırmalarıyla birlikte, mevcut malzemeler üzerinde sürekli olarak gerçekleştirilen modifikasyon çalışmaları artmaktadır.

32CrMoV12-10 çeliği ise, düşük karbonlu ve yüksek alaşımlı bir çelik türüdür ve özellikle ağır silah sanayi alanlarında yivli namlu kullanımında sıkça karşılaşılmaktadır. Bu çelik, bileşiminde %3 Cr, %2 Mo ve %1 V vanadyum içermektedir ve özellikle savunma sanayi tarafından kullanılmaktadır. Borlama ve karbürizasyon (karbürleme) gibi yüzey işlemleri, 32CrMoV12-10 çelik özelinde aşınma ve korozyon özelliklerini geliştirmektedir. Bu çelik; hafif, orta ve ağır silah

namlularında kullanılarak silahlarda uzun ömürlü bir namlu malzemesi olarak tercih edilmektedir. Silah endüstrisinde Cr, Mo ve V gibi alaşım elementlerinin farklı oranlarda kullanılmasıyla geliştirilen çelik alaşımları oldukça yaygındır. Namlu malzemesi, silahların kullanım alanına ve üretim yöntemine bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Bu değişiklikler, malzemeye eklenen alaşım elementleri ile ortaya çıkmaktadır. Örneğin, ağır silah sanayisinde kullanılan 32CrMoV12-10 çeliğinde vanadyum ilavesi dikkat çeker; bu ilave, namlunun dövülerek üretilmesine olanak tanırken aynı zamanda yüksek tokluk ve mukavemet sağlamaktadır. Ayrıca, literatürde takım çelikleri ile yapılan namlu üretim denemelerine de rastlanmaktadır [10-12].

Paslanmaz çelik türleri, savunma sanayi uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. AISI 340L/416/420 gibi paslanmaz çelikler, yüksek miktarda içerdikleri Ni ve Cr ile korozyon ve aşınma direncine sahip olup, aynı zamanda içerdikleri S miktarı sayesinde işlenebilirlik özelliği gösterir. Savunma sanayi uygulamalarında, düşük karbonlu östenitik paslanmaz çeliklerin kaynaklanabilirlik özellikleri öne çıkarken, martenzitik paslanmaz çelikler, şekillendirilebilme, korozyon dayanımı ve sertleştirilebilme özellikleri nedeniyle yivli namlu üretiminde tercih edilmektedir [10-12].

2.3.1. Alaşım Elementlerinin Çeliğe Etkisi

Çeliğin karakteristik özellikleri, içerdiği kimyasal kompozisyonla doğrudan ilişkilidir. Her bir alaşım elementinin katkısının olumlu veya olumsuz etkilerini dikkate alarak, her bir alaşım elementi belirli oranlarda kullanılmaktadır. Çelikler, içerdikleri karbon ve alaşım elementi miktarlarına göre isimlendirilir [13,14].

Çelik malzeme seçimi, tamamen taleplere ve talepleri karşılama potansiyeline bağlı olarak yapılır. Düşük alaşımlı ya da alaşımsız çeliklerin yetersiz kaldığı durumlarda, yüksek alaşımlı çelikler tercih edilmektedir [13,14].

Çelikler, ağırlıkça toplamı %5'ten fazla olan alaşım elementleri (Cr, Mo, V, W, Ni, Mn,S) içerdiğinde alaşımlı çelik olarak adlandırılır. Alaşım elementleri, çeşitli olumlu özellikler sağlayarak belirli oranlarda çelik yapısına katılır. Temel olarak, alaşım elementleri aşağıdaki özelliklerin artırılması amacıyla çelik yapıya dâhil edilir;

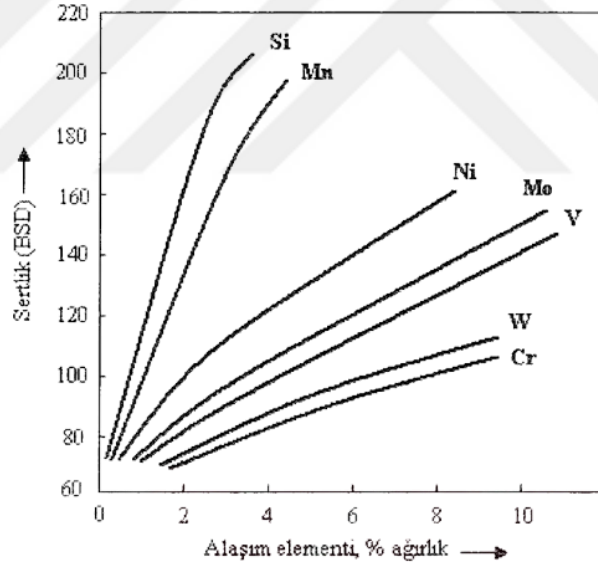
- Isıl işlem kabiliyetinin artırılması,
- Mukavemetin artırılması,
- Korozyon direncinin artırılması,

- Yüksek sıcaklık dayanımı,
- Süneklik,
- Aşınma ve yorulma direncinin artırılması.

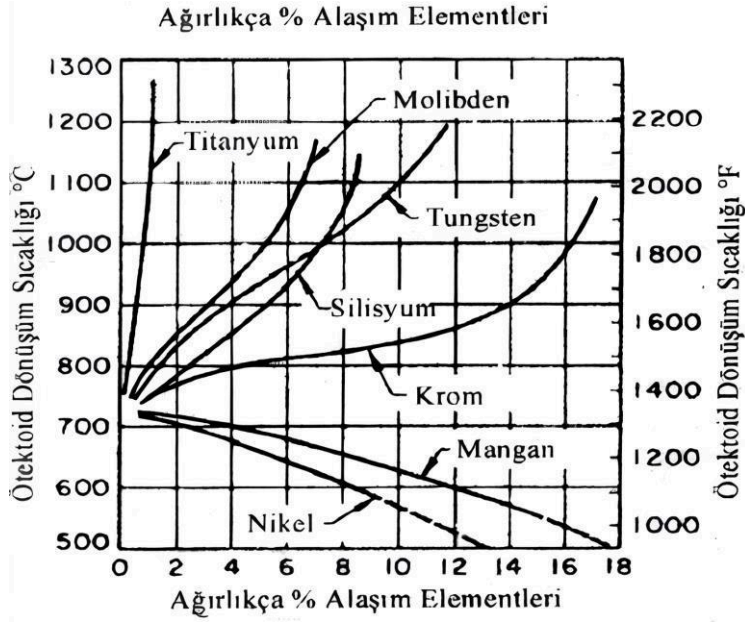
Bu bağlamda alaşımlı çelikler, sertlik ve mukavemet beklentilerinin alaşımsız çeliklerle karşılanamadığı durumlarda tercih edilir [15].

Çeliğin sertliği ve dönüşüm sıcaklığı, alaşım elementlerinin sayısı ve miktarı tarafından doğrudan etkilenir. Alaşım elementlerinin sertliğe olan katkısı gösteren Şekil 2.4.'de görülmektedir.

Alaşımsız çeliklere demir ve karbon dışında üçüncü bir alaşım element eklediğimizde, ikili Fe – Fe₃C faz diyagramındaki kritik sıcaklıkların, ötektik dönüşüm noktasının konumunun ve faz bölgelerinin (α ve γ) sınırlarının değiştiği gözlemlenir. Şekil 2.5.'de, alaşım elementlerinin ötektoid dönüşüm sıcaklığına etkileri ayrıntılı olarak gösterilmiştir [13,15].



Şekil 2.4. Fe₃C içerisindeki elementlerin sertliğe etkisi [15]



Şekil 2.5. Farklı alaşım elementlerinin ötektoid dönüşüm sıcaklığına etkileri [13]

Aşağıda, çeliğe olan etkileri detaylı bir şekilde açıklanan alaşım elementleri bulunmaktadır.

Çizelge 2.1. Çelik alaşımları ve etkileri [16]

Alaşım Elementi	Alaşıma Etkisi
Karbon (C)	Çeliklerin özelliklerini etkileyen en önemli faktör alaşımdaki karbon yüzdesidir. Karbon, çeliğin akma ve çekme dayanımını artırırken şekil alma, yüzdesel uzama ve kaynak kabiliyetini azaltır. Karbon miktarı arttıkça işlenebilirliği azalırken dayanım kuvveti artmaktadır.
Mangan (Mn)	Mangan, çeliğin dayanım kuvvetini, kaynak kabiliyetini, sertleşme birliğini artırıcı etki gösteren östenit bir kararlaştırıcıdır. Manganın en temel işlevi kırılganlığa sebep olan FeS oluşumunu engellemektir.
Silisyum (Si)	Malzemenin akma ve çekme dayanımını artırır. Yüksek süneklik gerektiren çeliklerin alaşımında kullanılır.
Kükürt (S)	Kükürt malzemenin tokluğunu ve yüzde uzamasını artıran bir elementtir. Çelikteki tokluğu ve sünekliği ise önemli ölçüde azaltıcı etkisi vardır. Alaşımda FeS bileşimi sıcak kırılganlığa sebep olur. Bu reaksiyonu engellemek için alaşım içine mangan eklenerek MnS bileşiğinin oluşması sağlanır.

Çizelge 2.1. Çelik alaşımları ve etkileri [16] (devamı)

Krom (Cr)	Paslanmaz çeliklerde korozyon ve oksidasyon direnci sağlayan temel bileşik elementidir. Aynı zamanda çeliğin sertleşme kabiliyetini artırır.
Nikel (Ni)	Yüksek basınca dayanıklı yerlerde kullanılan çelikler için baş alaşım elementi olan nikel darbe dayanımı artırır. Aynı zamanda paslanmaz çeliklerde korozyonu önleyen kromdan sonra en önemli alaşım elementidir.
Molibden (Mo)	Molibden tane kabalaşmasını önleyerek malzemenin sertleşebilme özelliğini artırarak aşınma direncine katkı sağlayan bir alaşım elementidir. Tane inceltici etkisi ile çeliklerde akma ve çekme dayanımını artırır. Tane inceltici ve karbür yapıcı etkisinden dolayı niyobyum ve titanyum ile birlikte mikro alaşımlı çeliklerde kullanılır.
Vanadyum (V)	Tane inceltici etkisi ile çeliklerde akma ve çekme dayanımını artırır. Tane inceltici ve karbür yapıcı etkisinden dolayı niyobyum ve titanyum ile birlikte mikro alaşımlı çeliklerde kullanılır.

2.4. 32CrMoV12-10 Alaşımı Üretimi ve Özellikleri

Bilindiği gibi çelik, kimyasal karbon içeriği % 2'ye kadar olan demir alaşımıdır. Pik demir ise, karbon içeriği % 2'den fazla olan demir alaşımıdır. 32CrMoV12-10 çeliğinin üretim sürecinde ilk aşama, hurda çeliğinin bir ergitme potasına konularak başlatılır ve ardından karbon elektrotlar kullanılarak ergitme işlemi başlatılır. Oksijen üfleme ve deoksidasyon süreçleri, prosesin elektrot gücü ve üretim miktarına bağlı olarak ergitme süresi değişebilecektir. İkinci aşamada, eriyik potası alaşım kazandırma ünitesine alınır. Cr, Mo, V ve diğer alaşım elementleri, istenilen üretim miktarına bağlı olarak eklenir ve argon gazı kullanılarak homojen bir karışım sağlanır. Kimyasal içerik değerleri istenen seviyeye ulaşıldığında, diğer aşamaya geçilir. Üçüncü aşamada, çeliğin kullanım aşamasında mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkileyen iki temel unsur, içerdiği hidrojen ve kükürttür. Bu unsurların giderilmesi için, çelik vakumlama ünitesine taşınarak 15-20 dakika süren bir vakum prosesi uygulanır. Ardından potadaki eriyik, üretilen ürüne göre değişen tonajlarda (5-15-20 ton) kalıplara dökülerek çelik alaşımı hazır hale gelir. Bu işlemlerden sonra, çeliğin kullanım amacına ve boyutuna bağlı olarak dövme işlemine geçilir. Çelik, dövme işlemine başlamadan önce tav fırınlarında haddeleme sıcaklığına getirilir ve dövme işlemine başlanarak süreç tamamlanır. [17].

Endüstride kullanılan ıslah çelikleri, karbon içeriği (% 0,25 C ile % 0,6 C) bağlı olarak sertleştirilmeye oldukça elverişli olan makine imalatında kullanılan çeliklerdir. Islah işlemi, çelik malzemelerine yüksek tokluk özelliği kazandırmak için sertleştirme ve ardından temperleme işlemi uygulanmasıyla tanımlanmaktadır. Bu çelikler, ıslah işlemi sonrasında elde ettikleri üstün mekanik özellikler nedeniyle orta kalibre silah üretiminde kullanılmaktadır. Ayrıca, makine parçaları, krank milleri, aks milleri ve yivli miller gibi parçaların imalatında geniş bir kullanım alanına sahiptirler [18].

32CrMoV12-10, yüksek termal şok dayanımına sahip, uzun süre boyunca tokluğunu koruyabilen ve yüksek ısı iletkenlik özellikleri bulunan bir sıcak iş takım çeliğidir. Bu çelik, ağır metallerin basınçlı dökümü, sıcak dövme ve şekil verme kalıpları, alüminyum, bakır, pirinç gibi malzemelerin ekstrüzyon kalıpları ve silah namlusu üretimi gibi çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır [19].

Bu malzemenin kimyasal bileşimi Çizelge 2.2.'de, mekanik özellikleri ise Çizelge 2.3.'de verilmiştir.

Çizelge 2.2. 32CrMoV12-10 çeliğinin kimyasal bileşimi (kütlece %) [20]

C	Mn	Si	Cr	Mo	V	P	S	Fe
0,3 – 0,35	≤ 0,6	≤ 0,35	2,8 – 3,2	0,8 – 1,2	0,25 – 0,35	≤ 0,025	≤ 0,01	Kalan

Çizelge 2.3. 32CrMoV12-10 çeliğinin mekanik özellikleri [20]

Akma Dayanımı $R_{p0.2}$ (MPa)	Çekme Gerilimi R_m (MPa)	Uzama A (%)	Isıl İşlem Durumu	Brinell Sertlik (HB)
≥ 740	≤ 1080	≥ 10	Islah Edilmiş	Hızlı soğutulmuş ve temperlenmiş 265 – 320 Tavlama ≤ 265

3. ÇELİKLERİN ISIL İŞLEMİ

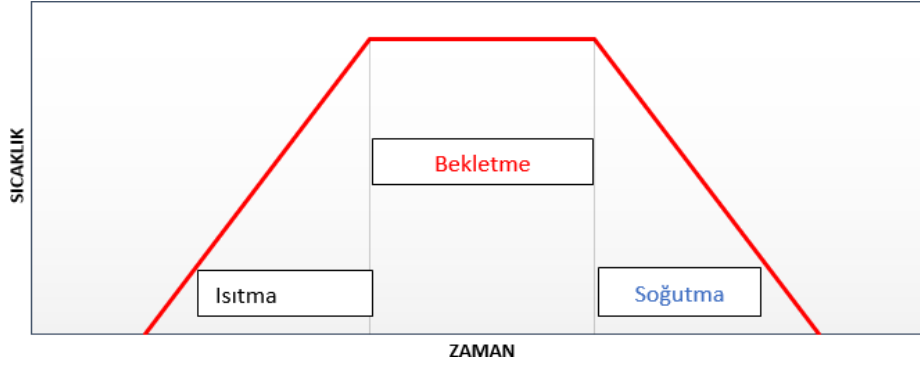
3.1. Çeliklerin Isıl İşlem Adımları

Çağımızda ilerleyen teknolojiyle birlikte çeliklerin geniş bir şekilde kullanımı ve buna bağlı olarak mekanik ve metalografik özelliklerinin geliştirilmesinde, çeliğe uygulanan ısıl işlemlerin önemi artmaktadır [21].

Isıl işlem, çeliklere üstün performans kabiliyeti kazandırmak amacıyla uygulanan tekniklerin başında gelir. Bu özellikler, teknolojik yöntemlerle çeliğin istenilen düzeye getirilmesini sağlar. Bu işlem, çeliğin üretim süreci kadar kritiktir. Mekanik özellikler, ısıl işlem yöntemi ile değiştirilebilir; hem imalat sürecinde işleme kolaylığı sağlamak hem de imalat sonrası kullanım yerinin gerektirdiği değerleri elde etmek için çeşitli işlemlerle değiştirilebilir [22].

3.1.1. Isıl İşlem Basamakları

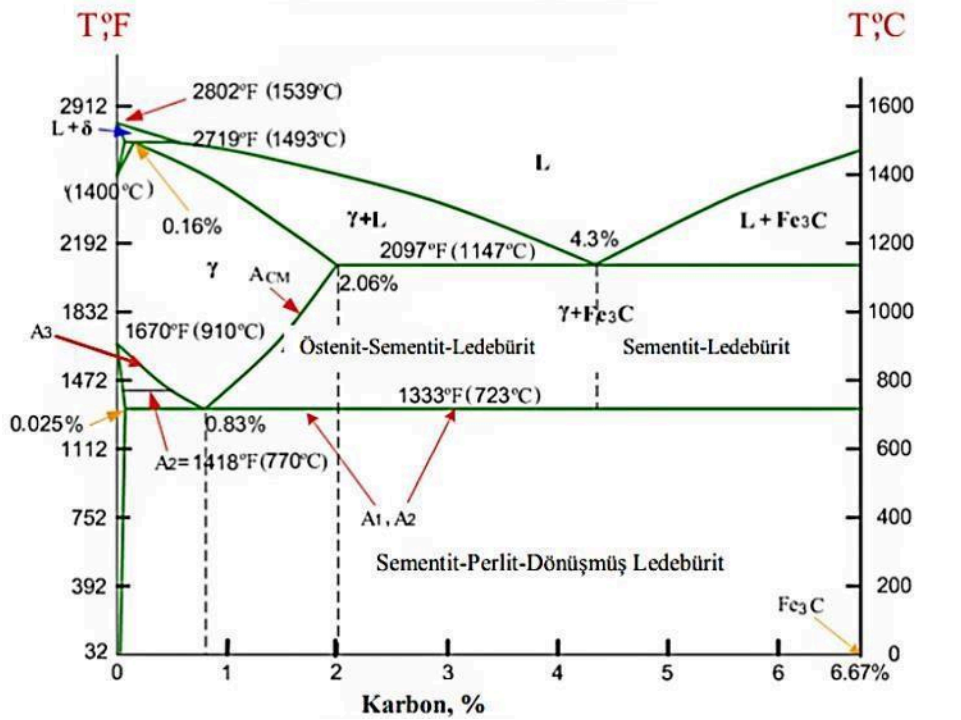
Hemen hemen bütün ısıl işlemlerde uygulanan 3 temel basamak vardır. Bunlar; malzemeyi istenilen sıcaklığa ısıtma, bu sıcaklıkta tutma ve oda sıcaklığına soğutma aşamalarını içerir bu uygulamalarda zaman çok büyük bir öneme sahiptir. Isıtma ve soğutma sırasında parçanın içi ve dış yüzeyi arasında sıcaklık farkı oluşur ve bu fark, parçanın şekli ve boyutuna bağlı olarak değişir. Sıcaklıktaki değişim hızı çok yüksek ise sıcaklık farkı ısıl kaynaklı yüksek iç gerilmelerin oluşmasına yol açar ve bu durum parçanın çarpılması, hatta çatlamasına bile neden olabilir. Ayrıca ısıl işlem sırasında bekleme süresinin, dönüşüm reaksiyonlarının tamamlanmasına izin verecek kadar uzun tutulması gerekir [21].



Şekil 3.1. Genel ısıl işlem prosesi ısıtma rampası [16]

Temel ısıl işlemler, çeliklerde östenit fazının dönüşümüyle ilişkilidir. Bu dönüşümün tipi, bileşimi ve metalografik yapısı, çeliğin fiziksel ve mekanik özelliklerini önemli ölçüde belirler. Diğer bir deyişle, bir çeliğin fiziksel ve mekanik özellikleri, içerdiği dönüşüm ürünlerinin cinsine, miktarına ve metalografik yapısına bağlıdır [23].

Şekil 3.2'deki diyagramın % 2 C bileşimine kadar olan kısmının çelik olduğu görülmektedir. Belirli bir karbon bileşimine sahip bir çelik için, çeliğin yapısının kazanacağı özellikler, Fe-C denge diyagramı incelenerek farklı ısıl işlem prosedürleri uygulanarak anlaşılabilir.



Şekil 3.2. Fe-C denge diyagramı [23]

3.1.2. eliklere Uygulanan Isıl İşlemlerin Neden-Sonuç İlişkileri

eliklerdeki ısıl işlemlerden elde edilecek sonuçlar, malzemenin içerdiği alaşım elementlerinin yüzdesel katkı miktarına doğrudan bağlıdır. Bu nedenle, her elik için özel bir alaşım miktarına dayalı olarak Fe-C denge diyagramı bulunmaktadır. Isıl işleme başlamadan önce, bu diyagram göz önünde bulundurularak malzemenin istenen özelliklere (mukavemet, tokluk, süneklik vb.) göre ısıl işlem parametresi belirlenir ve uygulanır. Aynı zamanda, malzemede imalat sırasında çatlaklara neden olabilecek gerilmeler oluşabilir; bu gerilimi gidermek için özel ısıl işlem prosesleri izlenerek, malzemenin uzun ömürlü olması sağlanır. Verilen örnekler, hem kimyasal hem de fiziksel anlamda alaşımın istenilen yapı ve uygulamaya göre farklı ısıl işlem yöntemleri uygulanarak nihai sonuca ulaşılabilceğini göstermektedir.

3.1.3. eliklerin Isıl İşleminde Dikkat Edilmesi Gereken Hususlar

Alaşımın kristal yapısı bozuk ve içinde serbest hidrojen atomu bulunduruyorsa, sertleştirme işlemi uygulandığında malzeme çarpılır ve çatlaklar meydana gelir. Sağlıklı bir sertleştirme işlemi için tane kabalaşması olmayan malzeme gereklidir. Çünkü iri taneli malzemelerde sertleştirme işleminden sonra gevreklik ve kırılganlık oranı artar. Bu nedenle, eliğin yapı dokusu sertleştirme özelliği kazandırılmadan önce incelenmeli, düzensizlikler ve tane büyüklükleri uygun ıslah yöntemi (normalize) ile giderilmelidir [23].

Malzemenin homojen bir şekilde ısıtılması gereklidir ve bu işlem, aynı cins termoçiftlerden oluşan ve kalibrasyonu yapılmış ölçüm cihazlarıyla gerçekleştirilir. Eğer homojen bir ısıtma sağlanmazsa, sertlik malzemenin her yerinde aynı olmayacaktır. Homojen bir ısıtma için fırın dinamiği sabit olmalı ve aynı zamanda PID kontrollü ve zaman ayarlı bir fırın tercih edilmelidir [23].

Malzeme sertleştirme işlemine başlamadan önce, malzemenin yüzeyinde ve iç cidarlarda bulunan yağ, kir ve oksit gibi yabancı maddeler mümkünse pamuklu iz bırakmayan eldiven veya uygun araçlarla temizlenmelidir. Temizlik, sertleştirme sırasında bu maddelerin bulunduğu kısımların homojen olmayan ve istenmeyen bir sertlik dağılımına neden olmasını engellemek içindir.

Malzeme üzerindeki kızaklar, delikler, kanallar, vida dişleri ve keskin köşeler, yüksek sıcaklık nedeniyle çarpılma eğilimindedir. Bu durumu önlemek için, malzemenin ateş topağından yapılmış çamur veya kömür tozu ile kaplanması yeterlidir [23].

3.1.4. Sertleştirme İşlemleri

Bir çeliğin sertleştirme işleminden sonra sahip olduğu yapı, bu işlemi takiben uygulanacak temperleme ile değişebilme özelliğine sahip bir başlangıç yapısı olarak incelenebilir. Sertleştirme işleminin sonucu, çeşitli faktörlere bağlı olarak ortaya çıkar ki bu faktörler sıcaklık, sıcaklığın homojen bir şekilde sağlanabilmesi, sıcaklık süreleri ve su verme yöntemi gibi önemli unsurları içerir. Su vermede kullanılan ısı, transfer yağ ve tuzlu su gibi çeşitli kimyasalların değişkenliğine bağlı olarak farklı sonuçlar elde edilebilir [17].

3.1.5. Isıtma Ortamları

Elektrikle ısıtılan fırınlar, anlık geri besleme kontrollüdür ve elektrik akımını ısı enerjisine dönüştürerek ısının homojen bir şekilde dağılmasını sağlar. Aynı zamanda, havanın çeliğin içine girmesini engelleyen retort kısmını da içerirler. Eğer fırınlar atmosfer kontrollü değilse, çelik, ısıtma işlemleri için bir miktar koruyucu malzeme ile paketlenerek tavlama kutusuna (retort) yerleştirilir. Koruyucu malzemenin mümkün olduğunca nötral olmasına dikkat edilmelidir. Bu malzeme, sadece belirli bir karbon miktarına ve belirli bir sıcaklığa sahip çeliklere karşı nötr bir özellik gösterir [17].

3.1.6. Isıtma Hızı Rampası

Isıtma hızı rampası, malzemenin türüne ve et kalınlığına bağlı olarak değişen bir faktördür. Bu rampanın eğimi, malzemenin homojen bir şekilde ısınmasını gerektirir. Eğer hızlı bir ön ısıtma yapıldıktan sonra yüksek sıcaklık değerlerine geçilirse, malzemenin dış çapı ile merkezi arasında büyük bir sıcaklık farkı oluşabilir. Bu da homojen olmayan bir sıcaklık dağılımına ve düzensiz sertleşmeye neden olarak malzemenin yapısını bozar. Çeliğin dönüşüm sıcaklığına yakın bir ön ısıtma yapılırsa, malzemede çatlak veya distorsiyon olasılığı azalır [24].

3.1.7. Sertleştirme Sıcaklığının Seçilmesi

Her çelik grubu için sertleştirme sıcaklık aralığı, bilgi paketleri temel alınarak belirlenmiştir. Su verme aralığı olarak adlandırılan bu sıcaklık değeri, yüksek mukavemet ve sertlikle beraber ince taneli bir çelik yapısı oluşturacak şekilde seçilmelidir [17].

3.1.8. Sertleştirme Sıcaklığında Tutma Süresi

Hedeflenen uygulama için seçilen çelik, doğru sıcaklıkta sertleşme işlemine tabi tutulduğunda, östenitik bir yapıya sahiptir. Sertleşme sıcaklığında östenitik fazın süresi, katı eriyik içine alınması istenilen silisyum karbür (ya da demir karbür) miktarına bağlıdır ve bu durum seçilen her çelik tipinin kimyasal bileşimine göre değişiklik gösterir [23].

3.1.9. Çeliklere Su Verme İşlemlerinin Önemi

Sertleştirme işlemi için kullanılan soğutma yöntemleri, çeliğin türüne, parçanın şekline ve çeliğe kazandırılacak özelliklere bağlıdır [21].

Su verme işlemi, malzemenin belirli bir sıcaklığa kadar ısıtılması ve aniden soğutulması olarak tanımlanabilir. Bu bağlamda, sertleştirme sıcaklığının seçiminin yanı sıra su verme sıcaklığının da seçimi önemlidir [17].

Seçilen sertleştirme sıcaklığı, malzemenin en küçük tane yapısıyla birlikte maksimum sertliği sağlayacak şekilde belirlenmiştir. Bu sıcaklık değerlerinin dışına çıktığında istenilen sonuçlar elde edilemez. Ayrıca, seçilen sertleştirme sıcaklığının tutma süresi, malzemenin bileşimine ve tane boyutuna bağlıdır [23].

Malzemenin soğutma ortamının tercihi, doğrudan malzemenin miktarına bağlı olarak değişir. Düşük alaşım için su ve tuzlu su çözeltisi tercih edilirken, yüksek alaşım malzemeler için ısı transfer yağı tercih edilir. Çünkü yağ, çarpılma önleyici özelliğe sahip olup, aynı zamanda suya göre daha yumuşak ve uzun soğutma süresine sahiptir [17].

3.2. Çeliklere Uygulanan Isıl İşlem Yöntemleri

Çeliğin dayanıklılığını, tokluğunu ve sünekliğini belirli bir kullanım amacına uygun optimum seviyede tutmak için çeşitli ısıl işlem yöntemleri bulunmaktadır. Bu işlemler, ihtiyaç duyulduğunda tane yapısına bağlı olarak tekrarlanabilir niteliktedir [24].

3.2.1. Tavlama İşlemi

Tavlama işlemi, malzemenin plastik şekillendirme kabiliyetini artırmak veya içyapısındaki özellikleri değiştirmek amacıyla sıcak haddeleme öncesi belirli sıcaklıklara çıkarılıp ardından yavaş soğuma işlemlerine tabi tutulan bir süreçtir [16].

3.2.2. Yumuşatma Tavlama İşlemi

Bu tavlama yönteminin hedefi, malzemenin talaşlı imalata hazırlanmasıdır. Yumuşatma tavlama, malzemenin sertliğini minimum seviyeye indirerek işlenmesini kolaylaştırır [16].

Ayrıca küreleştirme tavlama olarak bilinen bu işlem, ince ve uzun yapıdaki silisyum karbür (ya da demir karbür) plakalarını daha kısa ve küresel bir yapıya dönüştürür. Bu sayede çelik daha yumuşak bir hal alır ve işlenmesi kolaylaşır [16].

3.2.3. Gerilim Giderme Tavlama İşlemi

Çeliğin işlenmesi, kaynaklanması veya aşırı ısıtılıp ani soğutulması gibi durumlarda, malzeme içinde farklı yönlere doğru gerilmeler oluşur. Bu gerilmelerin giderilmesi amacıyla, iç gerilmelerin azaltılmasını sağlamak üzere faz dönüşüm sıcaklığı noktasının alt değerlerinde maksimum iki saat bekletilmek suretiyle proses tamamlanır [17].

3.2.4. Yeniden Kristallendirme Tavlama İşlemi

Parçaların plastik şekillendirme yöntemleriyle şekillendirilmesi sonucunda, cidar bölgelerinde kalıcı deformitelerin oluşumu özellikle tane yapılarında göze çarpar. Bu şekildeki bir oluşum, sertlik ve dayanım özelliklerinin daha da iyileşmesine; bunun yanında süneklik ve elektriksel iletkenlik özellikleri düşer. Faz dönüşüm noktasının hemen altında seçilen bir sıcaklıkta yaklaşık bir saat kadar bekletilen ve ardından yavaş soğutma yapılan yapılar uniform bir tanecik yapısı oluşumunu sağlar. Böylece şekil bozukluğundan önceki özellikler geri kazanılmış olur. Yapılan bu işlemin adına rekristalizasyon (yeniden kristallendirme) denir [24].

3.2.5. Normalleştirme Tavlama İşlemi

Normalizasyon olarak bilinen bu tavlama yöntemi, diğer tavlama metotlarından farklı kılan temel özelliğiyle havada hızlı soğutma işlemidir. Bu yönteme tabi tutulan malzemenin tane yapıları daha ince olur [17].

3.2.6. Sertleştirme İşlemi

Üretim sürecinin sonunda, parçanın kullanılacağı yerin gereksinimlerine bağlı olarak, parçanın tamamı, bir kısmı veya çekirdeğe kadar olan kısım belirli bir sertliğe ihtiyaç

duyabilir. Bu gereksinimlere göre farklı ısıtım prosesleri uygulanarak, parçaların istenen mukavemet seviyesinde üretimi sağlanır [17].

3.2.7. İslah Etme İşlemi

Çelik malzemenin tokluk dayanımını artırmak ve işlenebilirliğini kolaylaştırmak amacıyla uygulanan bir ısıtım işlemi ısıtım etmedir. Bu işlem, çeliği östenitleme sıcaklığına kadar ısıtım, bekletme, soğutma ve ardından yüksek sıcaklıkta menevişleme adımlarını içerir. Östenitleme sonrası çeliğin yağda, havada veya suda soğutulmasını takiben 400 - 675 °C arasında gerçekleştirilen tavlama (menevişleme) işlemine ise ısıtım etme adı verilir [16].

3.2.8. Menevişleme İşlemi

Sertleştirilmiş çelik malzeme, bünyesinde önemli miktarda kalıntı gerilme içerdiğinden, gerilmeleri düşük seviyelere indiren menevişleme işlemine tabi tutulmalıdır. Parçalar, 150-675 °C arasında istenilen mukavemet değerini koruyacak şekilde uygun sıcaklıkta menevişlenmelidir. Ancak bu sırada martenzit miktarındaki azalma göz önünde bulundurulmalıdır. Bu nedenle, sertleştirme sırasındaki gibi, menevişleme sırasında da kristal yapıda önemli değişiklikler meydana gelir [16].

Menevişleme işleminde dikkat edilmesi gereken önemli bir husus, malzemenin suya maruz kaldıktan sonra hemen menevişleme işlemine geçilmelidir. Malzeme su verildikten sonra oda sıcaklığına kadar beklenirse çatlama meydana gelebilir; bu nedenle su verme işleminden hemen sonra menevişleme yapılmalıdır [17].

3.2.9. Sementasyon İşlemi

Daha çok düşük karbonlu çeliklere uygulanan, diğer bir adıyla karbürleme işlemi, yüzeye karbon elementinin difüzyonu ardından yağ ve su verme işlemleri ile tamamlanır. Bu yöntemle yüzeye sertlik kazandırılırken malzemenin çekirdeğine kadar inmeyen karbon, malzemenin çekirdeğindeki yumuşaklık nedeniyle yüksek tokluğa sahip bir malzeme elde edilmesini sağlar.

Bu proses katı, sıvı ve gaz fazındaki ortamlarda gerçekleştirilebilir. Katı ortam sementasyonunda odun kömürü kullanılır. Sıvı faz sementasyonu, genellikle küçük parçaların işlemlerinde tercih edilen bir yöntemdir ve karbon difüzyon maddesi olarak sodyum siyanür ve potasyum siyanür kullanılır. Kontrol açısından en kolay olan

sementasyon gaz fazında gerçekleştirilir. Karbon vericisi olarak karbon monoksit veya metan kullanılır. Sementasyonda yüzeye %0,7 - %0,8 oranında karbon difüzyon ettirilir; bu miktarın üzerine çıkıldığında malzemenin cidarında karbon çökmesi olduğundan kırılmalar meydana gelebilir. Sementasyonda asıl kriter, etkin seimentasyon derinliğinin malzemeye kazandırılmasıdır. Sementasyon işleminden sonra su verme ile cidar sertleşir, ancak maksimum sertliği elde edebilmek için mutlaka menevişleme işlemine tabi tutulmalıdır [25].

Sementasyon işleminin avantajı, yüzeyin sert, içyapının ise yumuşak olmasıdır. Vuruntulu ve darbeli çalışan yerlerde önemli avantajlar sağlar [16].

3.2.10. Nitrürleme (Nitrasyon) İşlemi

Nitrürleme, çeliğin yüzeyine azotun difüzyonu anlamına gelir. Azotun alımı, östenit katı çözeltisinde yüksek sıcaklıklarda hızlı bir şekilde gerçekleşse de, dış cidar bölgesinde biriken nitrür malzemenin yüzey kısmında kırılmaya yatkın bir tabaka oluşmasına neden olur. Burada östenit-ferrit dönüşümünden kaynaklı hacim değişimine bağlı olarak bu tabaka pul pul şeklinde dökülür. Bu nedenle, azotun yayılımı daha düşük sıcaklıklar ve ferritik yapıda gerçekleşir. Bu aşama, tabaka oluşumuna neden olur ki bu sözü edilen tabaka kırılmalı ve çok incedir. Ayrıca azot içeren kısım da nitrürlerin çökmesine neden olur. Buradaki alaşım nitrürleri martenzitik yapıları nedeniyle mevcut sertliklerinden daha yüksek bir sertlikte tabaka oluşturur [26].

Esas itibarla nitrürleme proses sıcaklığı 590 °C'den daha düşüktür. Bu sebeple nitrürleme yapıldığı esnada polimorfik dönüşüm gerçekleşmez. Bu bilgiden hareketle uygulamada, işlem gören parçalarda deformasyon riski düşüktür çünkü işlem sıcaklığı düşüktür. Nitrürleme işlemi genellikle gaz fazında gerçekleştirilir. Gaz nitrürleme prosesinde kullanılan amonyak çelik malzemenin yüzeyinde ısıl parçalanma ile nitrürleme için ihtiyaç duyulan ve çelik yüzeyinde çözünebilen (Fe-N katı çözelti oluşturan) atomik özellikte azotu temin eder. Oluşan bileşim değişimi malzemenin içlerine difüze olur. Yüzey bölgelerindeki azot ise çoğunlukla Fe₄N ve Fe₂N formunda demir nitrür tabakası oluşturduğunda α-demirindeki çözülebilirlik sınırını aşar. Söz konusu yapı, çok fazla sert ve kırılmalı olmasını yanı sıra pul pul dökülme durumu sergiler [26].

4. KAPLAMA YÖNTEMLERİ

Kaplama, bir malzemenin fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerini iyileştirmek amacıyla alt malzeme olarak ele alınarak üzerine fonksiyonellik kazandırmak istenilen başka bir malzemenin tabaka şeklinde yığılması ya da biriktirilmesi işlemine denir. Yüzey kaplama, bilinen çok farklı teknikler içeren komplike bir prosesler zincirini içerir. Nihai hedef açısından yüzey kaplama prosesinin amacı fiziksel veya kimyasal aşınma ve korozyon dayanımını artırmak ve malzemenin ömür devri süresini uzatmaktır [6,27,28].

Malzeme yüzeyi, karakteristik olarak performansını etkileyen birçok önemli özelliğe sahiptir. Bu özellikler arasında en önemlileri; abrazyon ve friksiyon nitelikleri, korozyon direnci, yorulma dayanımı, görünüm, renk ve optik özellikler, fotoelektrik özellikler ve ısı elektron emisyon özellikleri yer alır [29].

Farklı tür karakteristiğe sahip yüzey elde etmek için bilinen ve uygulanan yüzey kaplama türleri incelenecek olursa; sert krom kaplama, akımsız kaplama, termal sprey, kaynak kaplaması, kimyasal buhar biriktirme (CVD), fiziksel buhar biriktirme (PVD), iyon implantasyon ve lazer yüzey işleme sayılabilir [6].

4.1. Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD)

Kimyasal buhar biriktirme (CVD), hedeflenen kimyasal bileşenlerin bir yüzeyde reaksiyona girmesiyle katı bir ürün oluşturulan bir yöntemdir. Bu süreç, özellikle mühendislik malzemesi olarak kullanılan girdilerin korozyon ve aşınma mukavemeti elde etmek için kullanılan bir yöntemdir. Bu işlem, yüzeyin ince katı film tabakası ile kaplanması esasına dayanır. İlave olarak, saflığı yüksek yığın malzemeleri ve partikül elde etmek, kompozit malzemeleri içeri sızdırma/süzme yöntemiyle üretmek için de kullanılmaktadır. CVD yöntemi ile farklı bileşenlerin yüzeyde biriktirilmesinin yanı sıra çoğunlukla düşük sıcaklık şartlarında hidrokarbonlar/halojenürlerin tercih edilmesi daha yaygındır [28,30,31].

CVD yöntemi, gaz faz ortamında reaktiflerin ana metalin yüzeyinin kaplandığı bir süreçtir. Bu yöntem, biriktirme işleminin gaz fazında gerçekleştirilmesi sayesinde üniform bir kaplama kalınlığına olanak tanınması sebebiyle CVD yöntemi, farklı geometrilerdeki yüzeylerin kaplama işleminin uygulanmasını mümkün kılar. Bu CVD yöntemi iş akışı olarak şunları içerir; gaz fazının meydana gelişi, gazın yüzeye aktarımı, ana metal yüzeyinde tutunması, yüzeye tutunmuş fazların parçalanması, seçilen fazların kaplanması ve buharlaşabilir reaksiyon ürünlerinin yüzeyde tutunan fazın uzaklaştırılması süreçleriyle gerçekleşir [31,32].

4.2. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD)

Bu yöntemle madde, fiziksel olarak buharın biriktirilmesi esasına dayanır ve sıvı veya katı halde bulunan bir kaynaktan atom ya da moleküller halinde buharlaştırılır. Bu buhar, vakum veya düşük basınçlı gaz ortamına taşınır ve bir önceki tabaka üzerine yoğunlaştırılarak böylece yağma işlemi gerçekleştirilir [5].

Fiziksel buhar biriktirme süreçleri, polimerik materyale uygulandığı gibi aynı zamanda diğer element, alaşım ve bileşik halindeki malzemelerin filmlerini yağmak için de kullanılabilmektedir. Bu prosesler ölçek olarak birkaç nanometre ile bin nanometreler seviyesinde değişen kalınlıkta film tabakası biriktirmek için kullanılabilir. Fiziksel buhar biriktirme metodunda birikim hızı genellikle 10-100 Å/s mertebelerinde gerçekleşir. PVD işlemi için bilinen alt kategoriler ise, vakum ortamında buharlaştırma, sıçratma ile buharlaştırma, ark metoduyla buhar biriktirme ve iyon kaplama yöntemi olmak üzere değişik türler oluşturmaktadır [5,33].

PVD yöntemleri, CVD yöntemiyle karşılaştırıldığında, istenilen ürünün (örneğin bir film tabakası) kimyasal reaksiyonlar yoluyla oluşmadığı bir süreçtir. Film oluşumu, kaynak olarak belirlenen bir maddeden gelen atomların birleşmesi ve çekirdeklenmesi yoluyla gerçekleştirilir. Buharlaştırma metodu, temel olarak üç ana kademedir oluşur: Film tabakası oluşturmak için kullanılan malzeme buhar fazına dönüştürülür. Bu yolla meydana gelen buhar ana metale aktarılır Buhar ana metal üzerinde yoğunlaşır ve bu yolla tabakalar oluşur [28,34].

4.3. Elektrolitik Kaplama

Bu kaplama yöntemi, içinde çözelti bulunan ve akım geçirilerek saf metal anotun kaplama yapılacak ana metal üzerine elektrokimyasal olarak biriktirilmesi esasına dayanan bir işlemi içerir. Bu proses elektrolit olarak tanımlanan ve içeriğinde organik ve çözünmüş metal tuzu içeren sulu çözeltiyi kullanır ardından mevcut bulunan metal iyonları indirgenip tabaka oluşturması yoluyla gerçekleşir. Mevcut uygulamada genellikle iki tür kutup vardır. Bunlardan birincisi anot diğeri katottur. Kaplama yapılacak olan parça katot pozisyonunda olur. Biriktirilme yapılması istenilen metal ise anot olarak kullanılır [28,35].

Akımlı yani elektrolit kullanılan kaplama yöntemi, Au (altın), Ag (gümüş), Cr (krom), Fe (demir), Cu (bakır), Ni (nikel), Pb (kurşun), Sn (kalay), Zn (çinko), Pd (paladyum) gibi çoğu metalin ve pirinç, bronz gibi bazı alaşımların uyumlu ana metaller üzerine kaplanmasına olanak tanır [28,36].

4.4. Akımsız Kaplama

Akımsız kaplama, elektrik akımı kullanılmadan, indirgeyici kimyasallar yardımıyla metal iyonlarının katalitik bir yüzey üzerine kimyasal olarak indirgenmesiyle gerçekleştirilir. Bu yöntemle, bakır, nikel, gümüş, altın gibi metaller, altlık üzerine ince bir tabaka halinde kaplanabilir. Bölüm 5 akımsız nikel kaplamaların özelliklerini detaylı bir şekilde içermektedir.

4.5. Termal Sprey

Genel olarak bakıldığında termal sprey kaplama teknolojisi, polimerik, kompozit, metalik ve seramik esaslı olmak üzere uygulanan bir kaplama yöntemidir. Kaplama yapılması istenen madde; toz, tel veya çubuk formunda temin edilir. Bu form bir enerji kaynağı kullanılarak önce ısıtılır ardından eriyik veya yarı eriyik bir form haline getirilir. Ardından, ısıtılan parçacıklar gaz veya atomizasyon jeti yardımıyla hızlandırılır. Bu ısınmış ve hızlandırılmış parçacıklar altlık yüzeyine çarptırılır ve altlık üzerine yapışır [6].

Yaygın bilinen termal sprey kaplama metotları şunlardır: alev (flame) spreyi, plazma spreyi, elektrik ark spreyi, soğuk sprej ve yüksek hız oksijen yakıt (HVOF) spreyi.

Termal sprey yöntemiyle yapılan kaplamalar; abrazyon, kimyasal aşınma, iletkenlik (conductivity) veya oksitlenme dayanımı gibi özelliklerin geliştirilmesi ve bunun yanında malzeme özelliklerinin fonksiyonel hale getirilmesi yoluyla ilave özellikler kazandırması için uygulanabilir [6,28,37,38].

4.6. Kaynak Kaplaması

Kaynak kaplama metodunda, kaynak malzemelerin çok üstün özelliğe sahip olmasından faydalanılarak ana metal ile birleştirilmesi esasına dayanan bir prosestir. Bu sayede özellikle aşınma direnci artırılmış olur. Bu yöntem genellikle ark kaynağı, üfleç ve diğer çeşitli prosesler kullanılarak gerçekleştirilir. Bu kaplama metodu, özellikle çeliğin düşük karbonlu türlerinin ana metal olduğu durumlarda uygundur. Aşınma mukavemeti ve yüksek gerilim aşınması için uygulanan en yaygın kaynak malzemeleri, nikel alaşımı ve demir/krom alaşımıdır. Ayrıca, mangan alaşımları, kobalt bazlı alaşımlar ile takım çeliği türleri de kaynak kaplama metodunda kullanılan diğer malzemeler arasındadır [28,39].

4.7. İyon İmplantasyonu

İyon implantasyonu, bir malzemedeki bulunan iyonların diğer bir katı malzemeye yerleştirilmek suretiyle malzeme yüzeyinin mevcut fiziksel ve kimyasal özelliklerini değiştiren bir tür yüzey işlem uygulamasıdır. Bu yöntemde, iyon implantasyonunu gerçekleştirmek için iyon kaynağı, hızlandırıcı ve belirli bir hedef kullanılır. İyonların sahip olduğu enerji, iyonun türü ve belirlenen hedefin kimyasal bileşen yapısı; buna kazandırılmak istenen fonksiyon ile katı madde içerisinde mevcut bulunan iyonların nüfuziyet derinliğini etkiler [28,40].

5. AKIMSIZ NİKEL KAPLAMA

Akımsız nikel kaplama, nikelin elektrik akımı kullanılmadan biriktirilmesi işlemidir. Kaplama hipofosfit, amino boran veya borhidrür bileşikleri tarafından nikel iyonlarının otokatalitik kimyasal indirgeme ile birikmesi şeklinde gerçekleşir. Nikel kaplama için elektrik akımı olmaksızın ticari olarak kullanılan iki diğer metodu daha vardır. Bunlardan birincisi nikel klorür ile borik asit çözeltilerinden 70 °C’de çelik üzerine daldırma yapılması, ikincisi ise nikel karbonil buharının 180 °C’de yapısının bozulması ile gerçekleşir. Bununla birlikte nikel karbonilin bozulması pahalı ve tehlikeli iken daldırma usulüyle biriktirme metodunun da yapışması çok zayıftır ve koruyucu özelliğe sahip değildir. Buna göre sadece akımsız nikel kaplama yaygın kullanımı büyük oranda kabul görmektedir.

1950’lerde ticari kullanımının artması sebebiyle akımsız nikel kaplama hızlı bir büyüme sergiledi ve endüstriyel proseslerin temeli durumuna geldi. Hali hazırda çeliğin ve diğer metallerin kaplanması için sıcak asit hipofosfit ile indirgenmiş banyolar en sık kullanılanlar olduğu halde soğuk bazik hipofosfit banyolar plastik ve metal olmayan malzemelerin kaplanmasında kullanılmaktadır. Borhidrür ile indirgenmiş banyolar özellikle Avrupa’da, demir ve bakır alaşımların kaplanması için de kullanılmaktadır.

Akımsız nikel, bir mühendislik kaplaması olup normalde mükemmel korozyon ve aşınma dayanımı sebebiyle kullanılmaktadır. Akımsız nikel kaplamalar sıklıkla alüminyum üzerine kaynaklanabilir yüzey elde etmek için uygulanır ayrıca parçanın kalıptan rahat çıkmasını ve kayganlığını iyileştirmek için kalıplarda kullanılır. Bu özelliklerinden dolayı akımsız nikel kaplamalar petrol, kimyasal maddeler, plastikler, optik, matbaacılık, madencilik, havacılık, nükleer, otomotiv, elektronik, bilgisayar, kâğıt, tekstil ve gıda makinelerinde dâhil olmak üzere çeşitli uygulamalarda kullanım yeri bulur [41].

5.1. Akımsız Nikel Kaplama Banyoları

Bu kaplamalara ait banyolar; metal iyonu sağlanan kaynak, indirgeyici ajanlar, kompleks yapıcı ajanlar, ısı enerjisi, dengeleyici ve diğer girdilerden meydana gelir. Söz konusu banyonun içerdiği bileşenler ve bu bileşenlerin fonksiyonları izleyen başlıklarda detaylı bir şekilde tanımlanmıştır.

5.1.1. Nikel İyon Kaynağı

Temelde, herhangi bir nikel tuzu, nikel kaplama reaksiyon gerçekleştirmek için nikel iyon kaynağı olarak kullanılır. Ancak, yapılan mevcut çalışmalar çoğunlukla $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ile gerçekleştirilmiştir. Bir takım çalışmalarda ise akımsız nikel kaplama banyolarında ve akımlı nikel kaplama banyolarında $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kullanıldığı rapor edilmiştir [42].

5.1.2 İndirgeyici Maddeler

Akımsız nikel kaplama banyolarında, sodyum hipofosfit, amino boran, sodyum borhidrür ve hidrazin gibi farklı indirgen maddeler kullanılmaktadır.

Çizelge 5.1. Akımsız nikel kaplama banyoları için kullanılan indirgenler

İndirgeyici Madde	Kimyasal Formülü	
Sodyum Hipofosfit	$\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	
Sodyum Borhidrür	NaBH_4	
Dimetilamin Borhidrür (DMAD)	$(\text{CH}_3)_2\text{NH} \cdot \text{BH}_3$	
Hidrazin	$\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	

Sodyum hipofosfit: Akımsız kaplama işlemi için kullanılan hipofosfit banyoları, hidrazin ve bor içeren indirgeyici kaplama banyolarına kıyasla avantajlıdır. Bu banyoların maliyeti daha düşüktür ve çok iyi korozyon dayanımı sunar. İki aşamadan oluşan metal iyonları hipofosfit ile indirgenme mekanizması söz konusudur; burada hipofosfit iyonları katalitik şekilde oksidasyona uğrar ardından gerçekleşen indirgenme katalitik yüzeyde bulunan nikel iyonlarında meydana gelir. Bu aşamada hidrojen serbest kalır bunun da bir kısmı katalitik yüzeye absorblanır. Söz konusu bu tepkime anotta meydana gelen bir anodik tepkimedir. Katalizör yüzeyinde bulunan nikel iyonu, absorblanan aktif hidrojen vasıtasıyla azalır. Bu tepkime katotta meydana gelir. Marshall ile Gould, yaptıkları çalışmada kimyasal indirgemeye bağlı olmayan biriktirme tepkimesinin kontrol mekanizmasını elektrokimyasal olarak kontrol edildiğini tespit ederek bu yönde bulgular elde etmişlerdir. Karma potansiyel teorisine göre, mekanizma yönünden akımsız biriktirme genel olarak anodik ve katodik kısmi gerçekleşen elektrokimyasal tepkimeler olarak özetlenmektedir. Absorblanan hidrojen, hipofosfiti fosfor, su ve hidroksil iyonuna indirgeyen küçük bir miktarı oluşturur. Genel olarak, 1 kg sodyum hipofosfit kullanılarak %37 verimle yaklaşık 200 g nikel indirgenir.

Amino Boran: Aminoboran ticari olarak N-dimetilamin boran (DMAB) ve N-dietilamin boran (DEAB) şeklinde iki farklı türde bulunmaktadır. Borhidrürlere göre bunlar etkili indirgeyici ajanlar olup bu özelliklerini daha geniş bir pH aralığında sağlarlar. Nikel banyolarının aminoboran içeren türleri, asit ve alkali banyoların her ikisinde de işlev görebilir. Metalik nikel ve nikel borür üretimi genel indirgeme tepkimeleri vasıtasıyla gerçekleştirilir. Yaygın olarak, 1 kg dimetilamino boran kullanılarak 1 kg nikel indirgenir. Plastik ve metal dışı malzemelerin kaplanması yanı sıra Ag, Cu, Au, Co gibi farklı metallerin akımsız birikme yöntemiyle kaplanması için amin boranlar efektif indirgen malzeme olarak kullanılmaktadır.

Sodyum borhidrür: Bilinen en güçlü indirgeme maddesi olarak akımsız nikel kaplamalarda kullanılmaktadır. pH değerinin asidik ve nötr seviyelerinde, borhidrürlerin hidrolize uğramaları oldukça kolay olur ayrıca nikel borür oluşumu ortamda nikel iyonu mevcut olduğunda gerçekleşir. pH değerinin 13 ve üstü seviyelerinde bazik çözeltilerde, borhidrürün ayrışması katalitik olarak gerçekleşir ve bu sırada ortamda bulunan nikel iyonlarından etkilenecek nikel borür meydana gelir. Yaygın olarak bilindiği üzere, 1 kg nikeli indirgemek amacıyla 0.6 kg sodyum

borhidrür kullanılır. Varlığı bilinen nikel yatakların saflık seviyeleri %92,97'den yüksektir. Kaplama banyolarında pH değerinin 12'nin üst seviyelerinde olması yani bu değer altına düşmemesi gerektiğinden, alüminyum alt metal kaplama işlemleri için borhidrür banyoları uygun değildir.

Hidrazin: %99 saflıkta nikel kaplama elde etmek için hidrazin banyosu tercih edilir. Ancak, sıcaklık yükseldikçe banyo dengeleri bozulmakta olup bununla beraber kontrol edilmesi zor ve düzensiz hale gelmektedir [43].

5.1.3. Kompleks Oluşturucular

Hem banyo çözeltisinin olası ayrışmasını engellemek için hem de tepkimenin yalnızca katalitik yüzeyde sürdürülmesini sağlamak amacıyla banyo içindeki tepkime ortamına kompleks yapıcı ajanlar ilave edilir. Bu kompleksleştirici, organik asitler veya tuzlar gibi reaksiyon için serbest elektron miktarını kontrol etmektedir. Aynı zamanda, kompleks yapıcı maddeler tampon çözelti özeliği göstererek çözeltide nikel fosfitin çökme reaksiyonunu yavaşlatır. Düzenli aralıklarla çözelti ortamına amonyak (NH_3), hidroksit (OH) veya karbonat (H_2CO_3) gibi maddeler eklenerek hidrojeni nötralleştirmek de gerekebilir. Özellikle fosfor içeren kompleksleştirici maddeler, kaplamada iç gerilmelere ve poroziteye neden olabilir [43].

Akımsız nikel kaplama banyosundaki kompleksleştirici maddelerin rolü aşağıda özetlendiği gibidir:

- Banyo çözeltinin pH değerini ani ve hızlı bir şekilde düşüş göstermesine engel olan tamponlama işlevi gerçekleştirirler.
- Aynı şekilde bazik tuzlar ya da fosfitler gibi nikel tuzlarının çökmesini engellerler.
- Oluşturdukları yarı kararlı kompleksler sayesinde serbest haldeki nikel iyonlarının derişimini düşürürler [44].

Çizelge 5.2. Akımsız nikel kaplama banyolarında kullanılan kompleks oluşturuvcu örnekleri [28]

Kompleks Oluşturucu	Kimyasal Yapısı
Asetat	CH ₃ COOH
Propiyonat	CH ₃ CH ₂ COOH
Süksinat	HOOCCH ₂ CH ₂ COOH
Hidroksiasetat	HOCH ₂ COOH
α -hidroksipropiyonat	CH ₃ CH(OH)COOH
Aminoasetat	NH ₂ CH ₂ COOH
Etilendiamin	H ₂ NCH ₂ CH ₂ NH ₂
β -aminopropiyonat	NH ₂ CH ₂ CH ₂ COOH
Malonat	HOOCHCH ₂ COOH
Pirofosfat	H ₂ O ₃ POPO ₃ H ₂
Malat	HOOCCH ₂ CH(OH)COOH
Sitrat	HOOCCH ₂ (OH)C(COOH)COOH

Sodyum borhidrüllü indirgeme banyoları için kullanılması gerekli kompleksleştirici kimyasal maddenin belirlenmesi amacıyla bir takım farklı bilimsel araştırmalar yapılmıştır. Bu araştırmalar sonucunda, etilendiamin'in en uygun kompleks oluşturuvcu olduğu tespit edilmiştir [42].

5.1.4. Hızlandırıcılar

Kaplama çözeltisine küçük miktarlarda eklenerek biriktirme hızını arttırmak için kullanılan hızlandırıcılar, yüksek kaplama maliyet oranlarına yol açabilir. Hızlandırıcı kimyasalın ana fonksiyonu, katalitik yüzeye kolaylıkla hareket ettirip fosforun soğurulmasını kolaylaştırarak hipofosfit molekülü içinde mevcut bulunan hidrojen ve fosfor atomları arasında yer alan bağları koparmaktır. Hızlandırıcı olarak süksinik asit kullanımı hipofosfit içeriği azaltılmış çözeltilerinde çok sıklıkla rastlanmaktadır [43].

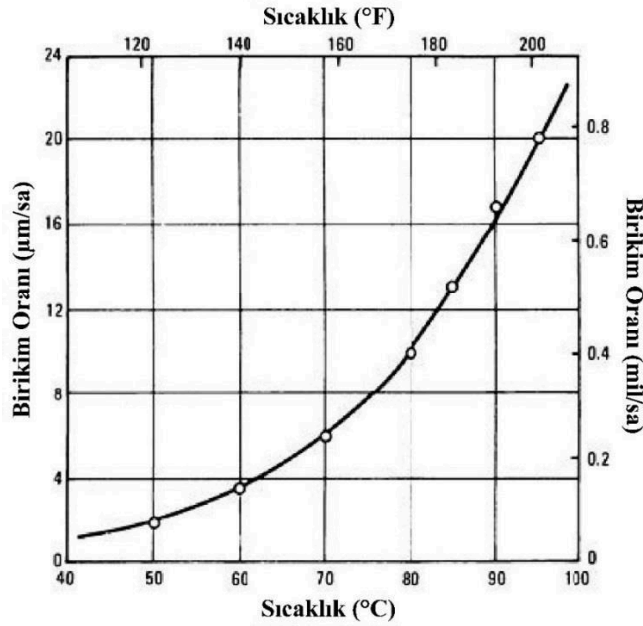
5.1.5. Dengeleyiciler

En etkili kompleksleştirici madde kullanılsa bile, çözeltinin kararlılığı yetersiz olabilir böylece metal tuzu çökeleği oluşumu çözelti içinde kaçınılmaz hale gelebilir. Söz konusu metal iyonlarını azaltmak ya da çökmeyi engellemek hedefiyle çoğunlukla kaplama çözeltisi içine bir takım madde eklemesi yapılır. Bu maddelere genellikle stabilizatörler denir. İndirgeme reaksiyonu gerçekleştikten sonra akımsız kaplama yapılan banyoda, biriktirme indirgeme reaksiyonunun ardından biriktirme oranını kontrol etmek için kullanılan stabilizatörlerin sadece ana metal üzerinde biriktirme suretiyle kaplama katmanı meydana getirmek için düzenli bir süreç kontrolü

sağlanabilir. Stabilizatörler, kaplama banyo çözeltisi içindeki parçacıkların yüzey kısmında tutunurlar bu şekilde nikelin indirgenmesi önlenir. Birçok farklı stabilizatör, olumlu bir performansa sahiptir ancak stabilizatör seçiminin doğru yapılması son derece dikkat gerektirir. Yapılan bir takım çalışmalar incelendiğinde, genel olarak, kurşun nitrat ve merkaptobenzotiyazol akımsız banyoları etkili bir şekilde kararlı hale getirmek üzere kullanılabilirdiği görülmektedir. Fakat bu maddelerin aynı zamanda istenmeyen biriktirme oranlarındaki düşüklük şeklinde bazı sorunları bulunmaktadır. Özellikle talyum nitrat başta olmak üzere, talyum bileşikleri kaplama banyosu kararlılığı sağlamak için en dikkat çekici dengeleyicilerdendir [42].

5.1.6. Enerji

Akımsız nikel çözeltisinde mevcut bulunan ısı ya da enerjinin miktarı kaplama birikimini etkileyen en önemli değişkenlerden bir tanesidir. Bir kaplama banyosunda sıcaklık onun enerji içeriğinin ölçüsüdür. Sıcaklık asit hipofosfit ile indirgenen çözeltilerin biriktirme hızı üzerine kuvvetli bir etkiye sahiptir. Biriktirme hızı genellikle 65 °C'nin altındaki sıcaklıklarda çok düşük olmaktadır, fakat sıcaklığın artmasıyla hızlı bir artış gösterir. Bu durum Şekil 5.1.'de görülmektedir. Bor ile indirgenmiş çözeltilerde birikmeye sıcaklığın etkisi yine aynıdır. 100 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda, akımsız nikel çözeltileri bozulabilir. Buna göre tercih edilen çalışma aralığı çoğu çözelti için 85 ila 95 °C aralığındadır [41].



Şekil 5.1. Çözelti sıcaklığının biriktirme hızına etkisi [41]

5.2. Akımsız Nikel Kaplamaların Avantajları

Söz konusu avantajlar aşağıda sıralanmıştır:

1. Tüm yüzeyde, özellikle karmaşık parçalarda her noktada aynı özelliğe sahip bir kaplama sağlama imkânı
2. Kalınlık açısından kontrol edilebilir kolaylığı
3. Yüksek sertlik seviyelerine sahip kaplamalar
4. Lehimlenebilme özelliği
5. Yağlayıcı özellik
6. Manyetiklik
7. Kimyasal aşınma dayanımında iyi kalite
8. Güçlü abrazyon direnci
9. Elektriksel dayanım başarısı
10. Düşük işletme maliyetleri
11. Çeşitli ana metal malzemelerinin kullanılabilmesi [45].

5.3. Akımsız Nikel Kaplamaların Kısıtları

Söz konusu kısıtlar aşağıda sıralanmıştır:

1. Akımlı kaplamaya göre daha yüksek kimyasal madde maliyeti
2. Kırılabilirlik
3. Nikel kaplamanın nikel fosfor kontaminasyonu (kirlenmesi) sebebiyle zayıf kaynak özellikleri
4. Akımsız nikel kaplama öncesinde önemli miktarda kurşun, kalay, kadmiyum ve çinko alaşımlarının bakır çarpma plakası uygulanabilirlik ihtiyacı
5. Akımlı kaplama metotlarına kıyasla daha yavaş kaplama hızı [41].

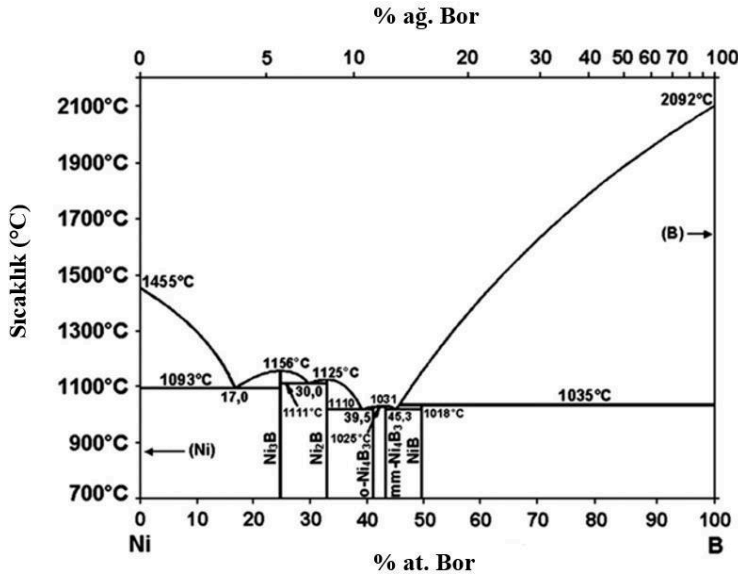
5.4. Akımsız Nikel-Bor Kaplamaların Özellikleri

Bor biriktirilmesi için, talyum ile stabilize edilmiş bir banyoya ihtiyaç vardır. Bu talyumun bir kısmı bor ile beraber ortak yığma işlemi gerçekleştirir.

Borhidrür veya amino boran içeren banyolarda üretilen nikel-bor biriktirmelerine ait özellikler akımsız nikel fosforunki ile benzerlik gösterir. Ni-B alaşımının sertliği çok yüksektir ve bu alaşımlar sert kromunkinden daha yüksek seviyelere ısıl işlem

yapılabilir. Nikel-Bor kaplamalar olağanüstü aşınma ve sürtünme direncine de sahiptir. Bununla beraber yüksek fosforlu akımsız alaşımların tersine nikel-bor birikimleri kaplandığı şeklindeki gibi tamamen amorf değildir. Daha ziyade birikim nikel-bor camı ve küçük miktarda kristal haldeki nikelin karışımını içerir. Bazı XRD çalışmaları aslında alaşımın amorf ile çok ince kristal hal arasında bir geçiş durumuna sahip olduğunu önermektedir. Bu kaplamalar tipik olarak kolonsal yapıya sahiptir.

Bu kaplamaların kompozisyonu kalınlıklara göre değişkenlik sergiler. Birikimin bor içeriği alt tabaka komşuluğunda aniden çok düşük seviyelerde ve derinlikle artmaktadır. Fakat çözeltiyi kararlı hale getirmek için kullanılan talyumun dağılımı bunun tersidir. Bunun konsantrasyonu alt tabaka ile ara yüz civarında en yüksek olduğu halde kalınlığın artması ile hafifçe azalma gösterir. Isıtma esnasında Nikel-Fosfor kaplamalar ile aynı tavırla akımsız Ni-B sertleşme gösterir. 200 °C'nin üstündeki sıcaklıklarda nikel borürün farklı partikülleri oluşmaya başlar ve 310 °C'de kaplama kristalize olur. Borürün tipi ısı işlem sıcaklığına ve birikimin bor içeriğine bağlı olarak oluşur. Daha düşük sıcaklıklarda Ni₃B sıklıkla oluştuğu halde 400 °C ve üstündeki sıcaklıklarda Ni₂B ve Ni₇B₃ ortamda mevcut bulunabilir. Borür Ni₇B₃ kararsızdır ancak Ni₂B ve Ni₃B formlarına 450 °C'lerden daha üst sıcaklıklarda bozular. En sert nikel-bor kaplamanın son nihai yapısı sıklıkla Ni₃B ve %10 civarında kristal haldeki nikel ve talyum içerir [46].



Şekil 5.2. Ni-B faz diyagramı [45]

Nikel bor birikimin iç gerginliği oldukça fazladır. Kaplamanın borhidrür indirgenmesiyle oluşan bor içeriğinin bu birikimin iç stresini önemli seviyede etkilediği bilinmektedir. Bu etki sayısal olarak tanımlanamadığı halde dimetilaminoboran (DMAB) indirgenmiş kaplamalar ile ölçülebilen türlere benzerlik gösterebilmektedir. DMAB indirgenmiş birikimler ile gerilim bor konsantrasyonunun artmasıyla azalmaktadır.

Ticari olarak borhidrür ile indirgenmiş kaplamalar için 8.25 g/cm^3 olan akımsız Ni-B'nin yoğunluğu Ni-P kaplamalarinkine benzer eşit metalimsi içeriklere sahiptir. Ancak nikel-fosfor alaşımlarının aksine sertleştirilmiş koşullarda ve birikim olmuş haliyle bunların yoğunlukları ısıtılma işlemi esnasındaki ile aynı kalır kaplamalar büzüşme yapmaz. Ni-B kaplamaların erime noktaları $1080 \text{ }^\circ\text{C}$ olup akımsız Ni-P kaplamalarinkinden önemli ölçüde daha yüksektir.

Çizelge 5.3. Ni-B ve Ni-P kaplamalarının karşılaştırılması [45]

Özellik	Akımsız Ni – B (Ağırlıkça %5 B içeren)	Akımsız Ni – P (Ağırlıkça %10,5 P içeren)
Yoğunluk [g/cm^3]	8,25	7,75
Erime noktası [$^\circ\text{C}$]	1080	890
Elektriksel direnç [$\mu\Omega.\text{cm}$]	89	90
Isı iletim katsayısı [W/mK]	-	4
Isıl uzama katsayısı 22 – 100 $^\circ\text{C}$ arasında [$\mu\text{m/m.}^\circ\text{C}$]	12.6	12
Manyetik özellikler	Çok zayıf, ferromanyetik	Manyetik değil
İç gerilmeler [MPa]	110	0
Çekme dayanımı [MPa]	110	700
Süneklik (% uzama)	0.2	1
Elastiklik modülü [GPa]	120	200
Kaplama sonrası sertlik [HV0.1]	700	500
Isıl işlem sonrası sertlik	1200	1100
Sürtünme katsayısı (Çeliğe karşı)	0.12	0.13

Ni-B kaplamanın elektrik direnci, kaplama koşullarında 89 $\mu\text{Ohm-cm}$ den 1100 $^{\circ}\text{C}$ 'ye ısıtma yaptıktan sonra 43 $\mu\text{Ohm-cm}$ 'ye kadar değişmektedir. %5 bor içerikli kaplamalar için ısı genleşme katsayısı kaplandığı haliyle 12.1 $\mu\text{m/m.}^{\circ}\text{C}$ iken 350 $^{\circ}\text{C}$ 'de 2 saatlik ısı işleminden sonra ise 10.8 $\mu\text{m/m.}^{\circ}\text{C}$ seviyelerinde gerçekleşmiştir ve kaplandığı haliyle Nikel-Bor kaplamalar zayıf ferromanyetik özelliktedirler. Manyetik duyarlılık bununla birlikte ısı işlemle birlikte artar.

Son olarak borhidrür indirgeme ile elde edilen akımsız nikelin maksimum uzaması %0.2 civarındadır. Kıyaslanacak olursa yüksek fosfor birikimlerinin sünekliği yaklaşık %1 civarındadır. Fakat hipofosfit indirgeme ile üretilen kaplamanın aksine ısı işlem sünekliğe bağlı küçük etkilere sahip oluşu ortaya çıkarır [46].

5.4.1. Akımsız Nikel Bor Banyosunun Bileşenleri ve Roller

Bir akımsız nikel-bor kaplama banyosu nikel iyon kaynağı, indirgen, kompleks yapıcı madde, stabilizer ve pH düzenleyiciden oluşur.

Nikel iyon kaynağı olarak, nikel tuzlarından nikel klorür hekza hidrat ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ve nikel sülfat en bilinenleridir.

İndirgen ajan, iyi bir kaplama prosesi yapıldığına emin olmak için dikkatli seçilmesi gereken bir girdidir. Nikel-Bor biriktirme sentezi için iki adet uygun indirgen ajan vardır. Bunlar DMAB ve sodyum/potasyum borhidrürdür. Bu indirgen ajanlar çok farklı banyolarda kullanılır ve nihai numunelerin bor içerikleri müthiş bir farklılık sergiler. İndirgeyici ajan olarak NaBH_4 ile sentezlenen kaplamalar her zaman önemli miktarda bor (ağırlıkça %1-8 aralığında) içerdiği halde, DMAB ile yapılan sentezlerin bor içeriği (ağırlıkça % 0.5-1.5 aralığında) gözlenmiştir.

Borhidrür iyonu akımsız nikel kaplama için uygun olan en güçlü indirgen ajandır. Bu iyonda borun oksidasyon derecesi B^{5-} ve uç ürün BO_2 deki derece ise B^{3+} dır. Bu durum sodyum hipofosfit sadece iki elektron sağladığı halde borhidrürün nikelin indirgenmesi için 8 elektrona kadar verebildiği anlamını taşır. Ayrıca sodyum borhidrürün molekül ağırlığı, sodyum hipofosfitinkinden çok daha düşüktür. Bu, indirgen ajanın belirli bir miktarı için hipofosfit ve borhidrür arasındaki etkinliğin değişimini çok çok daha fazla olacağı anlamını taşımaktadır. 1 kg nikelin indirgenmesi için ihtiyaç duyulan borhidrürün miktarı 600 grama yakındır. Fakat borhidrür açısından büyük bir uygunsuzluk durumu söz konusudur. Bu iyon asitte ve nötral şartlarda kararlı değildir. Uygulamada ve endüstriyel proseslerde sadece 11'den daha

yüksek pH seviyelerinde kararlı olarak kalmaktadır (10.2 saatlik bir yarılanma ömrüne sahip) ve çoğu kullanıcılar borhidrürün en fazla kararlı olduğuna emin oldukları pH'ı en yüksek derecede çalışmayı tercih etmektedirler.

DMAB bazlı kaplama banyoları asidik veya bazik şartlarda çalıştırılabilir. Bundan dolayı borhidrürden daha esnek bir indirgen ajan olarak daha kararlı bir yapıya sahiptir fakat indirgeyicilik etkisi daha düşüktür. Nikel-Bor kaplama banyosundaki indirgen ajanın miktarı 0.4-1.2 g/l arasında olmakla birlikte 2.2. g/l seviyelerine kadar yükseltilebilir.

Akımsız nikel-bor banyolarında kompleksleştirme ajanı çok yönlü rol oynar. İlki kaplama çözeltilisindeki metal iyonların çözünürlüğünü arttırmak ve serbest iyon derişimini düzenlemek için kullanılır. İkincisi serbest iyon konsantrasyonu düşürülmesiyle, kompleksleştirme ajanı nikel/nikel iyonları çiftinin denge potansiyelini daha negatif potansiyellere doğru yer değiştirir ve böylece metal ve indirgeyici ajan çiftleri arasındaki boşluk azalır. Bunun anlamı çözeltilinin kararlılığının artması ve banyonun daha kolay kontrol edilebilir olduğudur. Üçüncüsü kompleksleştirme ajanı banyoda tampon etkisi yapar. Son ama çok önemli olan diğer nokta da bazik ortamda çözünmeyen nikel hidroksitlerin çökmesini engellemeye izin verir. Bu sebeple borhidrür ile indirgenmiş akımsız nikel bor kaplama banyolarının işletilmesinde kuvvetli bir kompleksleştirici ajan zorunlu bir bileşendir. Etilen diamin akımsız nikel-bor banyoları için en iyi bilinen kompleksleştirici ajandır.

Kontrolsüz reaksiyonların riskini sınırlamak için kaplama banyosuna dengeleyici ajan eklenir. Bütün kaplama metodu anlık katalizlenmiş reaksiyon temel alındığı için istenen bölgelerdeki (alt metal) lokalize olmuş reaksiyonu sürdürmek ve çözeltilinin içinde, hücre yüzeyinin üzerinde yığın hale gelmesini, çökelmeyi ve safsızlıkları önlemeyi sürdürmek önemlidir. Reaksiyon kinetiğini kontrol etmek için katalitik olarak aktif alanların bölümleri dengeleyici ajanın adsorbsiyonu ile engellenir. En bilinen ajanlar organik moleküller (örneğin tiyoüre gibi) ve ağır metal tuzlarıdır. Talyum, nitrat veya asetat formlarında ağır tuz stabilizerlerin en etkin olanlarından biridir ve bu sebeple kullanımı yaygındır fakat toksikliği çok yüksektir. Son banyolar $PbWO_4$ gibi daha az zehirli alternatifleri ile kullanılmaktadır. Bununla birlikte tüm dengeleyici ajanların negatif yan etkileri olduğu ve çevre dostu olmadıkları için çok az miktarda kullanılırlar.

Akımsız nikel-bor kaplama banyosunun son ve zorunlu girdisi pH düzenleyicidir (ve tampon çözelti). Bunlar banyonun pH aralığını optimal seviyede tutar. Bazik akımsız banyolarla çalışma durumunda pH ayarlayıcı sodyum hidroksit (NaOH, ticari adı sudkostik) ya da amonyak (NH₃) olabilir.

Sonuçta, tercihe bağlı bileşikler de vardır. Endüstriyel banyolarda daha pürüzsüz ve daha parlak yüzeyler elde etmek için kullanılan kaplama hızını karşı etki ile azaltan kompleks yapıcı, dengeleyici ve parlatici ajanlar bunlara örnek olarak verilebilir [47].

5.4.2. Asidik Ni-B Banyosu

Asidik akımsız nikel-bor kaplama banyosunda bor bileşeni % 0,1-4 aralığında değiştiğinde, indirgeyici ajan olarak sıklıkla DMAB kullanılır. Avantaj yönünden yüksek sıcaklıkta çalışan asidik kaplama banyosu kararlı bir yapıya sahip olup elde edilen birikim kaplama yüzeylerinin ergime noktası 1350 °C seviyelerine erişir. Endüstriyel olarak abrazyon oluşan uygulamalar için nikel-fosfor kaplamalara göre daha sert kaplamalar elde etmek için tercih edilirler. Bor miktarının %1'in üstünde olduğu durumlarda kaynak, lehim, ultrasonik adhezyon özelliklerinde iyileşme görülür. Genel olarak bor alkil-amin ile kullanılarak indirgenir, %5 seviyelerine kadar artırmak için de bilinen bazı hızlandırıcılar kullanılabilir [46].

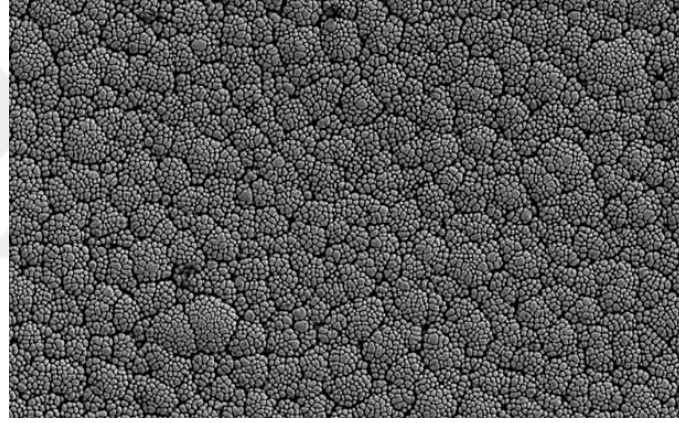
5.4.3. Alkali (Bazik) Ni-B Banyosu

Bazik ortam akımsız nikel-bor kaplama banyosunda elde edilen birikimin bor bileşimi, ağırlıkça %0,2 ila 7 arasında değişir ve indirgen ajan olarak aminoboran ve sodyum borhidrür kullanılır. Bu banyonun çalışma sıcaklığı yaygın olarak 20-90 °C seviyelerinde olduğu halde sıcaklık yükseldikçe kararlılık bozulur. Bu durum kullanımda endüstriyel boyutta kısıtlamalara sebep olur. Alkilamin boran içeren kaplama banyoları çoğunlukla daha düşük çökme hızı sergiler ve nikel hidroksit çökmesini kontrol etmek için kompleks ajanlar, örneğin etilen diamin kullanılır. Akımsız nikel-bor kaplama banyosunun borhidrür ile indirgenmesi sonucunda bilinen en ana avantajı, sertlik değerindeki yükseklik ve mükemmel abrazyon mukavemeti sağlamasıdır. Dervos çalışmasında, geleneksel yöntemlerle normalde birkaç ay süren işlemleri, yarım saatten daha kısa bir sürede tamamlayabilen vakumlu ortam ısıtma metodu önermiştir. Vakum değerinin yüksek seviyelerinde 5 dakika süreli gerçekleşen ısıtma işlemi sonucunda, 2000 HV sertliğini bölgesel noktalarda elde edebilen ve sert krom kaplamayla erişilen yüzey mikro sertliği sağlanabilir. Bu proses sonucunda

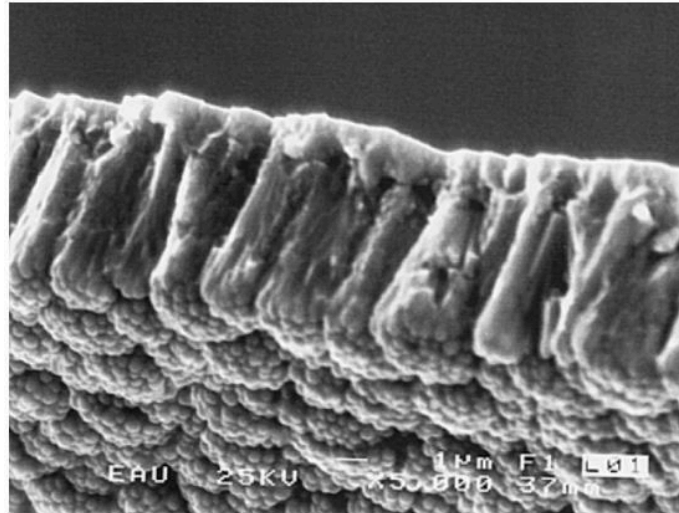
çevreye tehlikeli atık oluşumu söz konusu olmamaktadır. Bahse konu yöntem ile bilinen önemli endüstrilerde geleneksel sert krom kaplama alternatifi elde edileceği düşünülmektedir [43].

5.4.4. Akımsız Ni-B Kaplamaların Morfolojisi ve Yapısı

Akımsız metot ile yapılan nikel-bor kaplama; yüzey yapısı açısından karnabahar dokusuna benzeyen bir yapıya sahiptir. Bu dokuya sahip yapı, birçok çalışmada aşınma direnci ile ilişkilendirilmiştir. Yüzey yapısı, akımsız metot ile gerçekleştirilen Ni-B kaplamanın aşama aşama büyümesi ile doğrudan net bir şekilde bağlantılıdır. Şekil 5.3. incelendiğinde, biriktirme süreci; önce oluşan nodüllerin kademeli olarak büyümesi ile kolon benzeri bir morfolojiye dönüşmesini içerir. Bu kolonların büyümesi sütun benzeri görüntüler oluşturup tepelerinde karnabahar benzeri bir doku ilerlemesi meydana getirir.

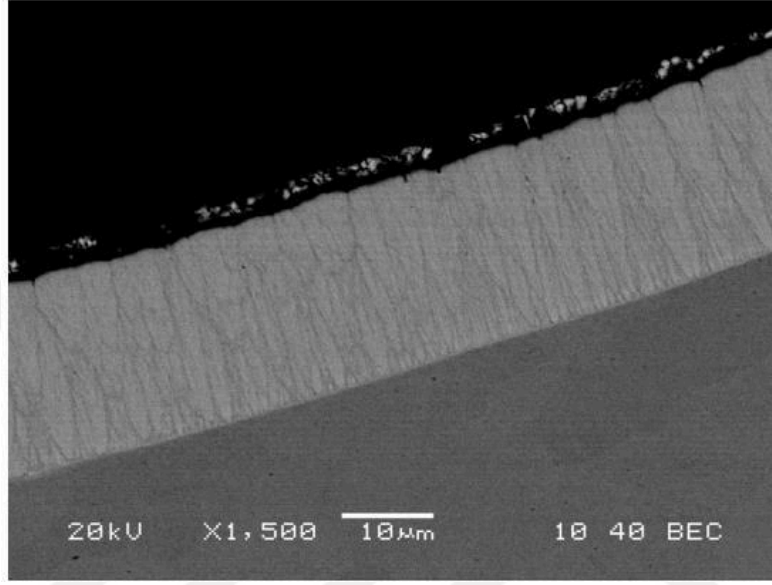


Şekil 5.3. Akımsız nikel bor kaplanmış yüzeyin karnabahar benzeri dokusu

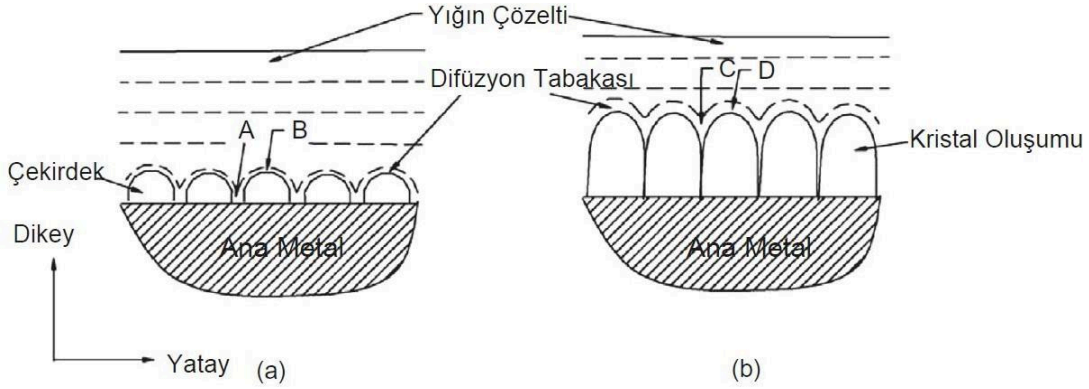


Şekil 5.4. Akımsız nikel bor kaplanmış yüzey ve ara kesit görüntüsü [48]

Bu tekli yüzey dokusu aşınma uygulamalarında umut verici şekilde raporlanmıştır, bunun birinci sebebi birleşmiş pürüzlülük ve ikinci sebebi de kolaylıkla yağlama özelliği sağlamasıdır. Yüzey görünüşü akımsız nikel-bor kaplamaların büyüme modu ile açıkça bağlantılıdır. Birikme önce nodüllerin oluşumu ile başlar daha sonra kolon morfolojinde gelişir (Şekil 5.5.). Kolonların üst kısmı tipik karnabahar dokusu oluşturmaktadır.



Şekil 5.5. Akımsız nikel bor kaplanmış kolonsal yapıya dönüşmüş yüzey [47]



Şekil 5.6. Birikim oluşumuna etki eden nikel-borun üst kısmındaki difüzyon tabakası [47]

Kolon morfolojisinin oluşum sebebi difüzyon tabakasının kalınlığının diğer büyüyen kolonların oluşumu sonucu yan bağlantı ile birleşmesidir. Difüzyon tabakası kolonların konveksiyon ile bozulmanın daha az olası olduğu kenar kısımlarında üst kısımlardakinden daha kalındır (Şekil 5.6.). Akımsız nikelin büyümesi kolonların

tepesinde daha hızlı olur ki bu da tipik karnabahar benzeri yüzey görüntüsüne sebep olur.

Akımsız nikel kaplamaların kimyasal yapısı homojen değildir. Bunların bilinen büyüme metotları çok şaşırtıcı değildir. Katalizlenmiş kimyasal reaksiyon ile kapalı sistem olarak tabir edilen banyo içinde kaplama oluşur ve zamanla kaplamanın değişkenliklerine sebep olan reaktifin tüketilmesi söz konusu olur. Ayrıca reaksiyonun katalitik yapısı ve kararsızlığını engelleyecek bir yöntem (katalitik zehir olarak davranan stabilizer eklenir ve alt metal yüzeyinde tutunarak aktif bölgelerin parçalarını engeller) konumuna bağlı olarak kaplamanın çeşitli değişimlerine sebep olur.

Kaplanmış halde akımsız nikel bor kaplamanın yapısı sentezleme yönteminin bir sonucu olarak ortaya çıkar. Akımsız biriktirme esnasında mümkün olan enerji denge haline erişime izin vermeye yeterli değildir. Sonuç olarak kaplanmış akımsız nikel-bor birikmeler nikeldeki borun aşırı doymuş katı çözeltileridir. Akımsız nikel-borun tanecik büyüklüğü bor içeriğinin artması ile azalır ve bor içeriğinin %5'den daha yüksek değerlerinde amorf yapı halini alır [47].

5.4.5. Akımsız Ni-B Kaplamaların Sertlik ve Aşınma Dayanımı

Borhidrür indirgeyici ile üretilen akımsız nikelin temel avantajları sertlik ve mükemmel aşınma dayanımıdır. Kaplama koşullarında, %5 bor içeren kaplamalar için 650-750 HV₁₀₀ mikro sertlik değerleri bilinen tipik verilerdir. Kaplama sonrasında 350-400 °C'de 1 saat ısıtılma işlemi yapıldıktan sonra sertlik değerleri ise 1200 HV₁₀₀ seviyesinde oluşturulabilmektedir.

Çok uzun vadeli (30-40 hafta) süren 200-300 °C aralığındaki ısıtılma işlemleri sertlik değerlerini 1700-2000 HV₁₀₀ seviyelerinde gerçekleştirebilir. Yüksek sıcaklıklarla kıyaslandığında söz konusu düşük sıcaklıklar daha ince taneli nikel-borür dağılımını sağlar. Borhidrür indirgenmesiyle oluşturulan akımsız nikel kaplamanın aşınma dayanımı dikkat çekici seviyede olağanüstü olup ısıtılma işlemi sonrasında sert krom kaplamaya kıyasla daha fazla veya eşit seviyeye ulaşır. Borhidrür indirgeyici ile üretimi gerçekleştirilen akımsız nikel kaplamalar doğal yağlayıcıdır [46].

5.4.6. Akımsız Ni-B Kaplamalarının Korozyon Direnci

Genel bakışta, borhidrür ile indirgenmiş akımsız nikel kaplamaların korozyon direnci, sodyum hipofosfit indirgeyici kullanılarak yapılan kaplamalarınkinden daha düşüktür.

Yüksek fosforlu kaplamaların düşük korozyonuna neden olan ortamlarda (bazlar ve solventler) akımsız nikel-bor kaplama çok dirençlidir. Fakat nikel-fosforun orta seviyeli aşındırmasına neden olan ortamlar da (örneğin asit ve amonyak çözeltileri), nikel-bor kaplamalar ciddi seviyede korozyona uğrayabilir.

Birikimin üzerinde bulunan faz sınır tabakaları pasivasyon tabaka süreksizlikleri oluşturur. Homojen olmayan bu dağılım kaplama yüzeyinde korozyonun başlamasına uygun ortamlar oluşturur. Bu bölgeler ise küçük aktif/pasif korozyon hücrelerinin oluşumuna neden olmakla artan pas atakları ile büyümesine sebep olur [46].



6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

6.1. Materyal ve Metot

Bu çalışmada, ana metal olarak silah namlusu üretiminde sıkça tercih edilen bir malzeme olan 32CrMoV12-10'dan tel erozyon yöntemi ile 29x29x3 mm plaka şeklinde numuneler hazırlanmıştır. Kaplama banyosuna numuneleri asmak için köşelerinden 3 mm çapında delik açılmıştır.

Kaplama banyo bileşenleri için $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Tekkim $\geq 97\%$), $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$ (Merck $\geq 99\%$), NaBH_4 (Tekkim $\geq 97\%$), $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (Tekkim $\geq 98\%$) ve NaOH (Tekkim $\geq 97\%$) kimyasalları belirlenen marka ve saflıkta kullanıldı.



Şekil 6.1. Kullanılan hassas terazi ve kimyasallar

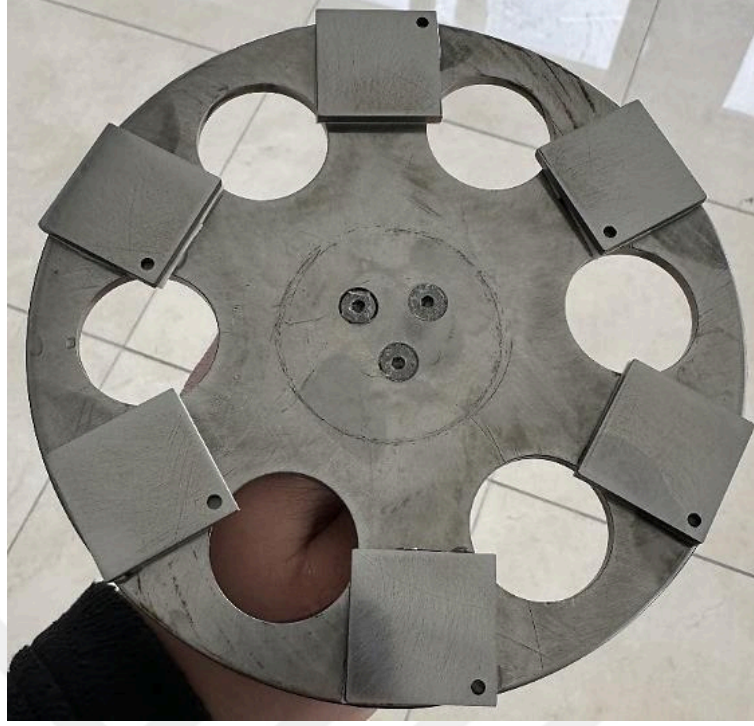
Seçilen ana metal numunelerin yüzeylerinde bulunabilecek istenmeyen safsızlıkları, özellikle gres, yağ, hidrokarbon bileşikleri aseton ile temizlendi. Oksidasyon tabakası ve diğer metal kalıntıları gibi maddeleri uzaklaştırmak ve kaplamanın yüzeyde uniform dağılım oluşturmasını temin amacıyla, TENMAK BOREN Laboratuvarında

bulunan “Struers Tegramin-30” parlatma cihazı kullanıldı. Altlık yüzeyleri önce 120, 240, 400, 600, 800 ve 1200 mesh aşındırıcı Silisyum karbür kâğıt zımparaları ile zımparalandı ardından 3 µm ve 1 µm elmas süspansiyonu kullanarak parlatma işlemine tabi tutuldu. Sonrasında kaplama yapılacak ana metal asetonla temizlendi, ardından etanolle yıkandı. Ardından numuneler hacimce %15’lik HCl çözeltisi ve %2’lik inhibitör içerisinde 90 saniye bekletildi. Sonrasında hacimce %5’lik H₂SO₄ çözeltisinde 30 saniye tutuldu ve kurutuldu, bu işlemler ana metalin kaplamaya hazır hale gelmesini sağladı. İşlemlerin gerçekleştirilmesi sırasında düzenli aralıklarla saf su kullanılarak durulamalar yapıldı.

Kaplanmış numunelerin kesit morfolojilerini ve kalınlıklarını değerlendirmek amacıyla, numuneler kesildi ve ardından bakalite alındı. Bu işlemlerden sonra, zımparalama işlemleri (120, 240, 400, 600, 800, 1200 mesh aşındırıcı) ve elmas süspansiyon kullanarak (9 µm, 3 µm, 1 µm) parlatma işlemine tabi tutuldu.



Şekil 6.2. Struers Tegramin-30 parlatma cihazı



Şekil 6.3. Parlatılmış çelik numune örnekleri

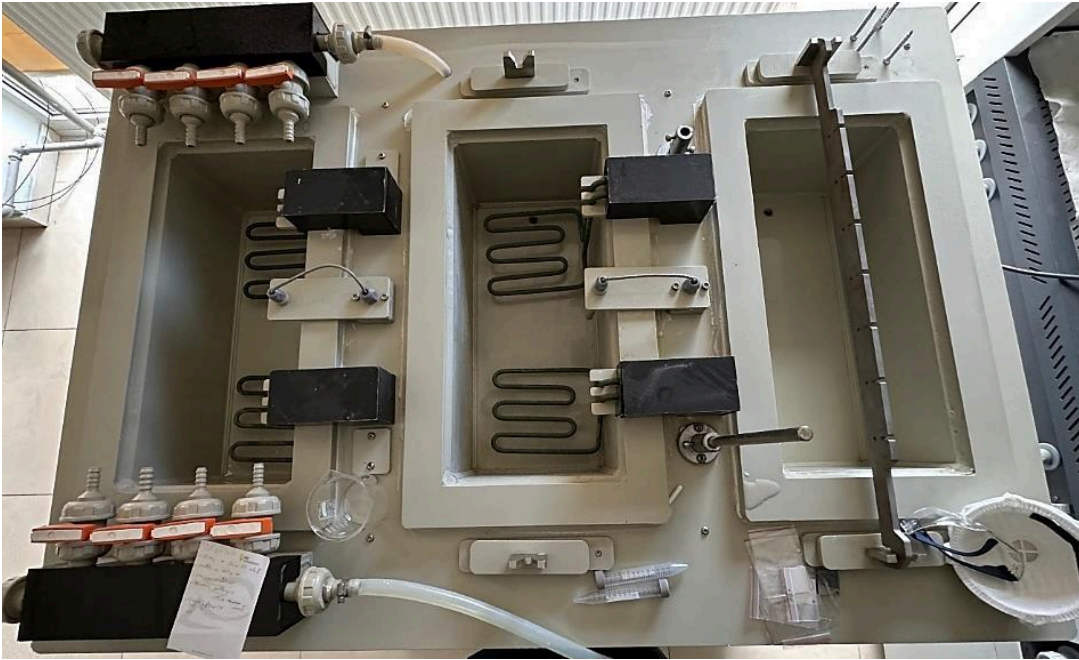


Şekil 6.4. Askı aparatına yerleştirilmiş numuneler

6.2. Akımsız Ni-B Kaplama Banyolarının Hazırlanması ve Kullanılan Kimyasalların Amaçları

Banyo sıcaklığını istenen seviyeye ulařtırmak ve aynı zamanda çözeltiliyi hazırlamak ve kaplama işlemi sırasında banyonun karışmasını sağlamak için bir kaplama banyosunda manyetik karıştırıcı kullanıldı. TENMAK BOREN Laboratuvarında gerçekleştirilen banyo hazırlığı ařağıdaki adımlarla tamamlandı.

1. Kaplama banyosu hazırlama işlemi 2000 ml kapasiteli borosilikat cam beher kullanılarak gerçekleştirildi.



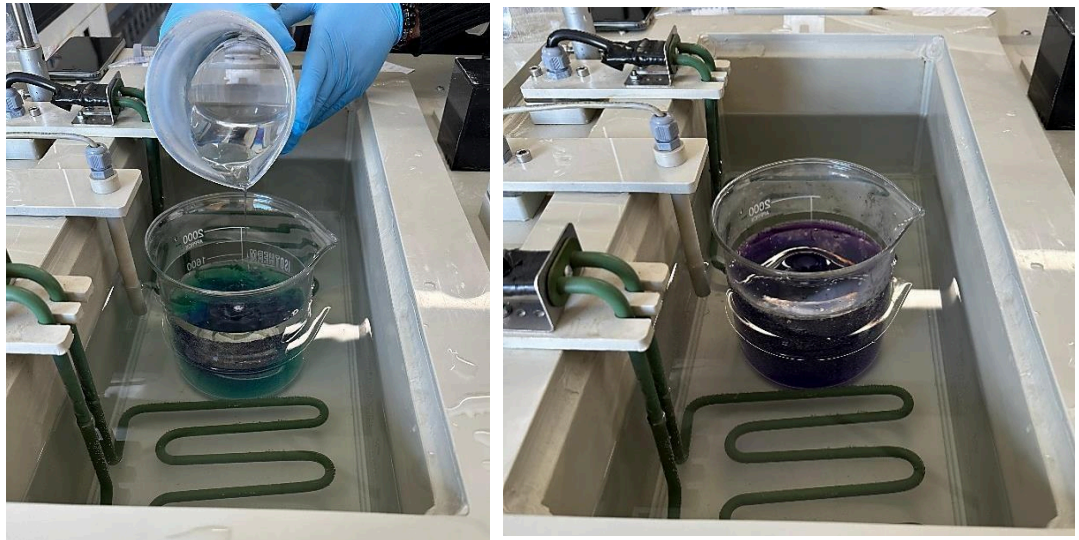
Şekil 6.5. Kaplama banyosu

2. Ni İyon Kaynağı: Yapılan kaplamada “Nikel klorür heksahidrat” kimyasalı nikel iyon kaynağı olarak seçildi ve 20 g/L derişimde çöztüsü kullanıldı.



Şekil 6.6. $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ çöztülerinin hazırlanması

3. Nikelin çözünlmesiyle birlikte kompleks oluşturma ajanı olarak, yani reaksiyon ortam pH'ının ani bir şekilde düşmesini ve reaksiyona girecek olan nikel iyonlarının çökmesini engellemek amacıyla “Etilendiamin” 110 g/L derişimde eklendi ve karıştırılmaya devam edildi.



Şekil 6.7. $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$ çöztülerinin eklenmesi

4. Alkali Kimyasal: NaBH_4 kullanılan banyoların asidik ve nötr koşullarda kolayca ayrışabileceği göz önüne alındığında, kaplama banyolarının alkali bir ortamda olması gereklidir. Bu nedenle, pH düşüklüğü ile meydana gelebilecek ayrışmanın önlenmesi için “Sodyum hidroksit” çözeltisi 75 g/L derişimde yavaş yavaş kademeli biçimde reaksiyon çözeltisine ilave edildi.



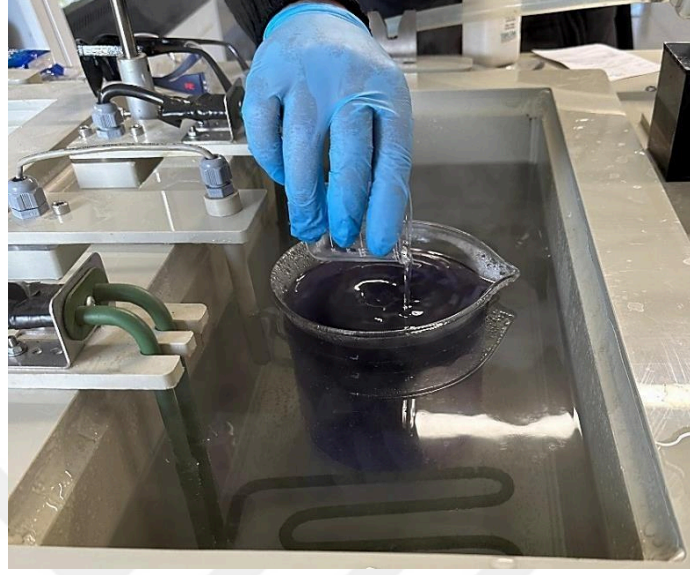
Şekil 6.8. NaOH çözeltilerinin eklenmesi

5. Kaplama banyosuna NaOH eklendikten sonra banyonun ısıtılması gerçekleştirildi.



Şekil 6.9. Banyo ısıtma işlemi

6. Banyo sıcaklığı, kaplama için istenilen reaksiyon sıcaklığına yaklaştığında kaplama banyosunun kararlılığını sürdürmek ve ayrışmayı önlemek için dengeleyici olarak “Kurşun (II) nitrat” 0,026 g/L derişimde çözelti eklendi.



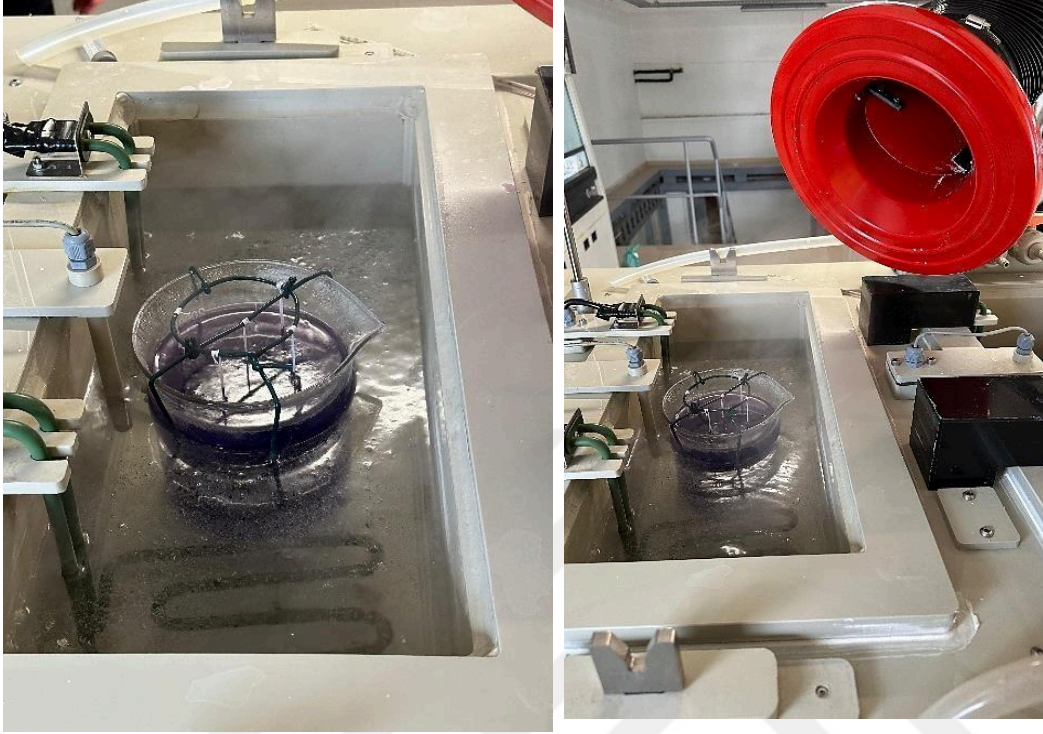
Şekil 6.10. $Pb(NO_3)_2$ çözeltilerinin eklenmesi

7. Kaplama işlemi süresince sulu çözelti ortamında nikelin indirgenmesini gerçekleştirmek amacıyla “Sodyum borhidrür” 0,925 g/L derişimi olacak şekilde farklı bir beher içinde çözünerek kaplama banyosuna indirgeyici olarak ilave edildi.



Şekil 6.11. $NaBH_4$ çözeltilerinin eklenmesi

8. Banyo bileşenleri eklendikten sonra işlem sıcaklığına ulaşıldığında (90 ± 1 °C) pH kontrolü yapılarak ($\text{pH} > 13$) numuneler banyoya daldırıldı ve bir (1) saat süre ile kaplama yapıldı. (Karıştırma hızı 250 rpm)

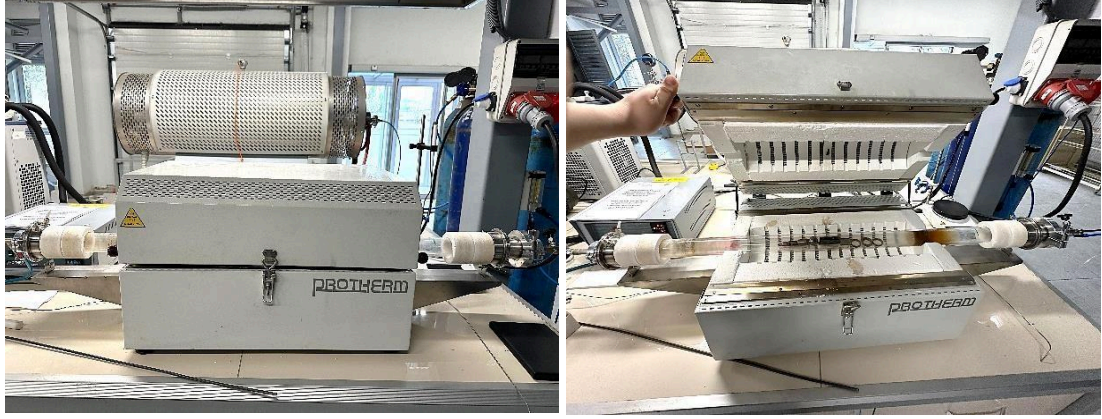


Şekil 6.12. Numunelerin banyoya daldırılması

6.3. Isıl İşlem Parametreleri

Isıl işlem sıcaklığının etkisini araştırmak için Akımsız Ni-B kaplama yöntemiyle kaplanan numuneler için; TENMAK BOREN Laboratuvarında “Protherm” marka split fırında argon atmosferin ortamında sırasıyla 250 °C, 300 °C, 350 °C, 400 °C sıcaklıklarda ve “Protherm” marka kamara fırınında açık atmosfer 400 °C sıcaklık şartlarında 1 saat süre ile ısıl işlem gerçekleştirilmiştir.

Isıl işlem sıcaklığının yükselişine bağlı olarak oksidasyonun artması beklendiği için açık atmosfer deneyi de çalışma sınır koşulları içerisindeki en yüksek sıcaklık olan 400 °C’ de gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.13. Protherm split argon fırını



Şekil 6.14. Protherm kamara fırını

6.4. Kaplamaların Karakterizasyonu

Isıl işlem parametrelerinin, akımsız Ni-B kaplanan 32CrMoV12-10 (1.7765) namlu malzemesindeki tribolojik ve mikroyapı özelliklerine etkilerinin tespiti amacıyla kaplanan numunelerin kesit ve yüzey morfolojileri incelendi.

Kaplanmış numuneler sırasıyla FESEM (alan emisyon taramalı elektron mikroskobu) yüzey ve kesit morfolojik inceleme, nanoindentasyon ile sertlik kontrolü, tribometre ile aşınma seviyesi, mikroskop ile aşınma genişlikleri, 3 boyutlu tasarım programı ile aşınma hacmi, profilometreyle yüzey pürüzlüğü ve X-ışını kırınımı (XRD) ile kristal bileşim ve yapı özellikleri detaylı bir şekilde incelenmiştir.

Bu verilerden yararlanarak proses için optimum ısıl işlem sıcaklığı belirlenmeye çalışıldı.

6.4.1. Mikroyapı İncelemeleri

Kaplanmış numunelerin mikro yapısal incelemeleri için Ankara Yıldırım Beyazıt Üniversitesi MERLAB bünyesindeki “HITACHI SU 5000” Taramalı elektron mikroskobu (SEM, scanning electron microscope) kullanılmıştır. Gerçekleştirilen kaplamaların yüzey morfolojileri detaylı bir şekilde incelenmiştir.

Buna ilave olarak kaplamanın kesit alma işlemleri gerçekleştirilmiş, yapılan incelemede kaplama reaksiyon mekanizmasının detaylı aşamaları (kaplamaların çekirdeklenme, büyüme mekanizmaları, oluşan kalınlıklar ve kaplama kalınlık dağılımları) dikkate alınmıştır. İmalatı dövme yöntemi ile gerçekleştirilmiş olan 32CrMoV12-10 (1.7765) numuneler Nikel-Bor kaplandıktan sonra farklı büyütme oranlarında yüzey ve kesit görüntüleri incelenmiştir.



Şekil 6.15.. HITACHI SU 5000 alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu

6.4.2. XRD Analizleri

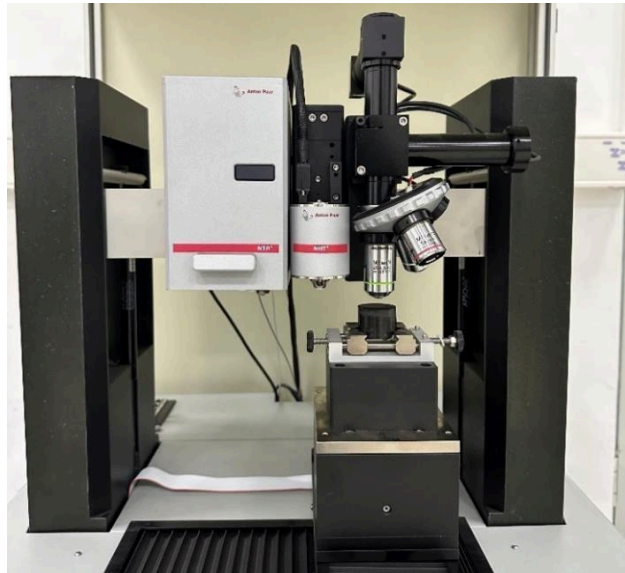
Gerçekleştirilen Ni-B kaplamaların faz analizleri TENMAK BOREN Laboratuvarında ve “Malvern Panalytical Empyrean” cihazında yürütülmüştür. Analizlerde, 1.54 Å dalga boylu olan Cu K α X-ışını radyasyonu kullanılmıştır. Taramalar $2\theta=10^{\circ}-90^{\circ}$ aralığında ve $2^{\circ}/dk.$ tarama hızında gerçekleştirildi.



Şekil 6.16. Malvern Panalytical Empyrean XRD analiz cihazı

6.4.3. Sertlik Ölçümleri

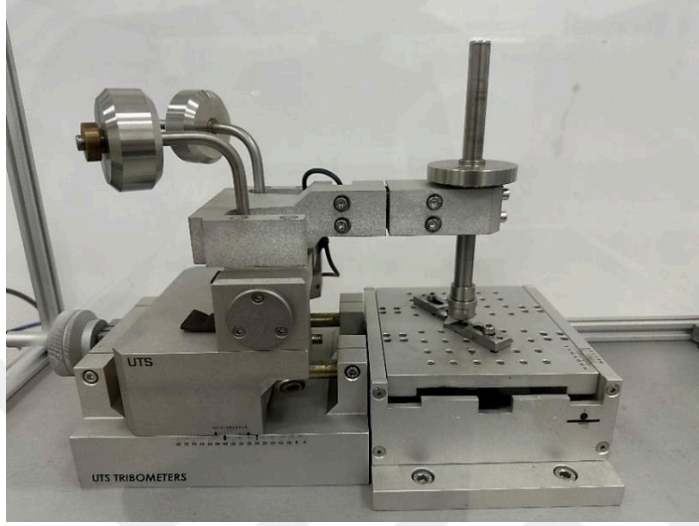
Kaplamaların sertlik ölçümleri TENMAK BOREN Laboratuvarında ve “Anton Paar Nanoindentasyon (NHT³)” cihazı kullanılarak yürütüldü. Kaplamalara ait kesitlerden çeşitli ölçümler Berkovich tipi uç kullanılarak gerçekleştirildi. Kaplamalara 10 sn süresince 30 mN maksimum yük uygulandı. Farklı bölgelerden en az 5 ölçümün ağırlıklı ortalaması hesaplandı bu şekilde sertlik değerleri tespit edildi.



Şekil 6.17. Anton paar nanoindentasyon test cihazı

6.4.4. Aşınma Analizleri

Kaplamaların aşınma testleri TENMAK BOREN Laboratuvarında ve “UTS TRIBOMETERS” aşınma test cihazında gerçekleşti. 6 mm alümina bilye çapı, 2 N normal yük, 20 (mm/s) kayma hızı, 1 (Hz) frekans, 10 mm aşınma iz aralığı, 150 metre aşınma mesafesi ve 2500 saniye süren test gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.18. UTS tribometers aşınma test cihazı

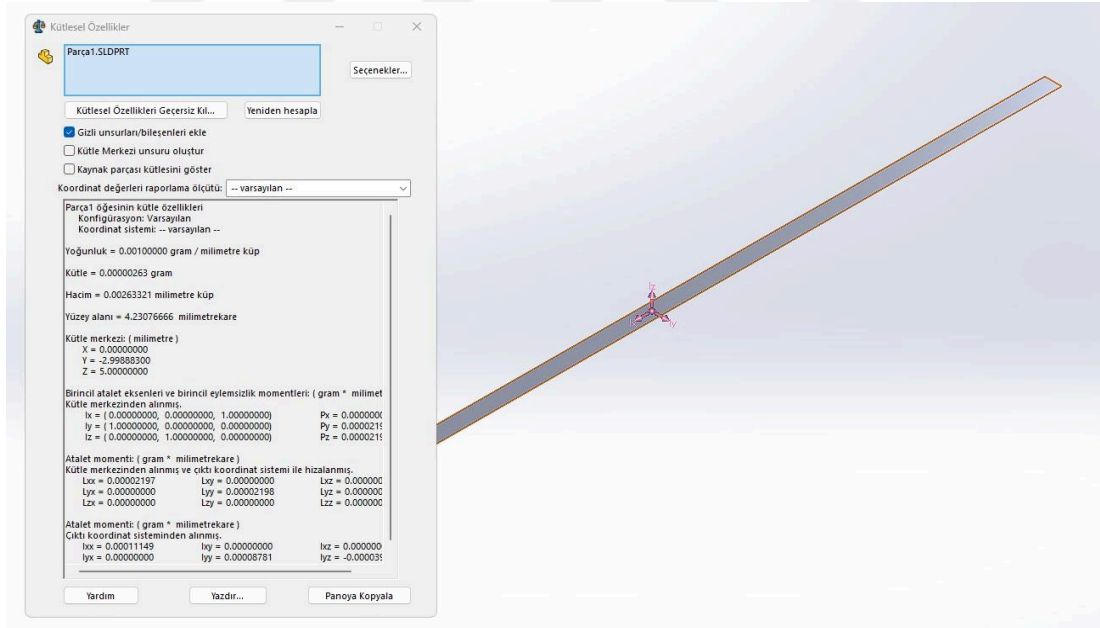
6.4.5. Aşınma Genişliği ve Hacmi Ölçümleri

Elde edilen kaplamaların aşınma genişliği ölçümleri TENMAK BOREN Laboratuvarında ve “Olympus GX51 ters metal” mikroskopunda gerçekleşti.

Aşınma hacmi hesaplanması ise aşınma testinde kullanılan bilye çapı bilindiği için Olympus GX51 mikroskopunda bulunan aşınma genişlikleri ile SolidWorks 3 boyutlu tasarım programında numunelerdeki aşınan yüzey 3 boyutlu şekilde çizilip hacim hesabı yapılmıştır.



Şekil 6.19. Olympus GX51 ters metal mikroskobu

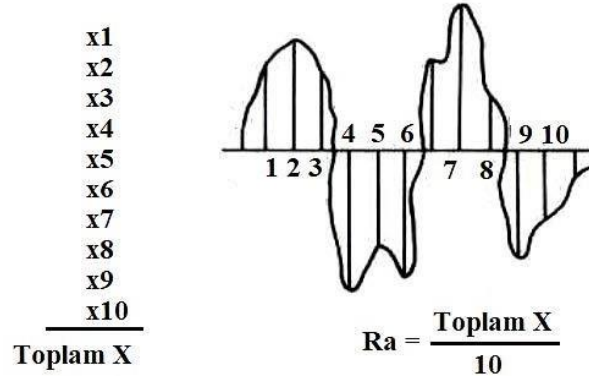


Şekil 6.20. SolidWorks 3 boyutlu tasarım programında aşınma hacmi hesabı

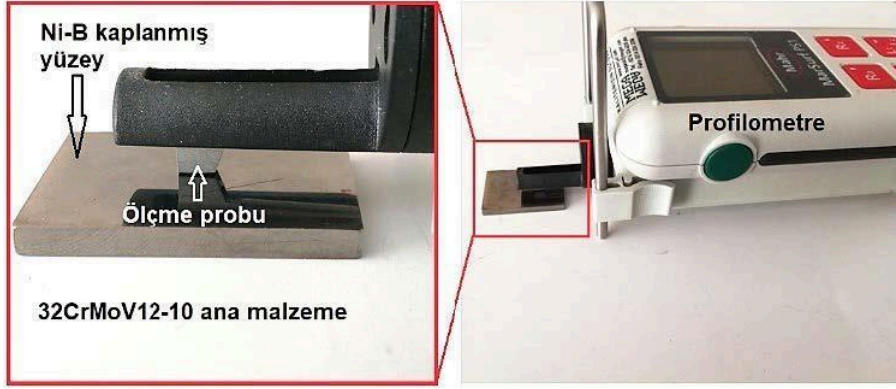
6.4.6. Yüzey Pürüzlülük Testi

Kaplamaların yüzey pürüzlülüğü testleri Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale Meslek Yüksekokulu, Elektrik ve Enerji Bölümü Laboratuvarında ve “Mahr Surf PS1” yüzey pürüzlülük test cihazında gerçekleştirildi. Her numunenin kaplanmış yüzeyi üzerinde

10 farklı bölgeden ölçümler alınarak Şekil 6.21.'de gösterilen prensibe göre ortalama yüzey pürüzlülük değerleri hesaplanmıştır.



Şekil 6.21. Ortalama yüzey pürüzlülük (Ra) hesaplama yöntemi



Şekil 6.22. Yüzey pürüzlülük ölçümü

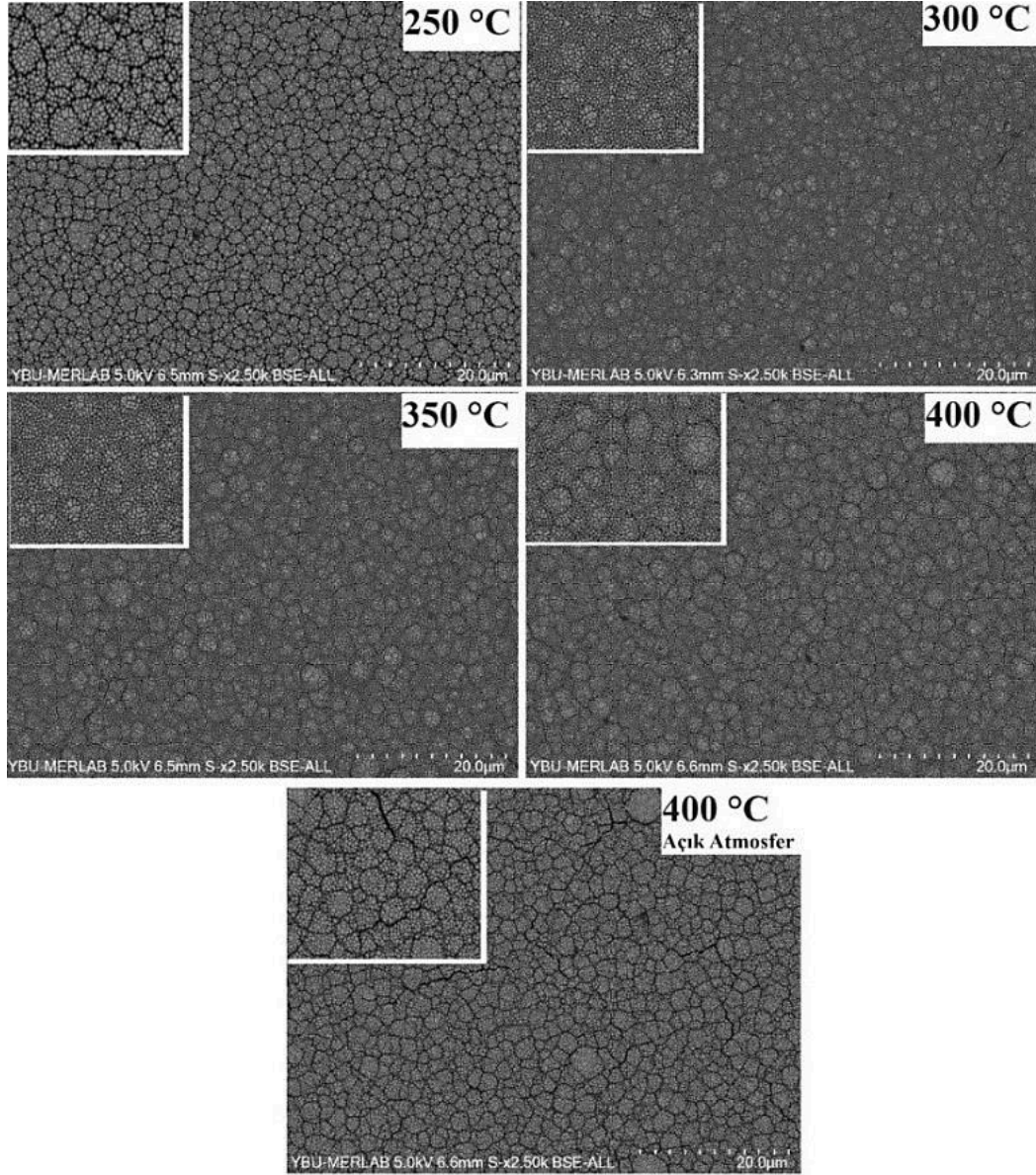
7. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELENMESİ

7.1. Mikroyapı İncelemeleri

32CrMoV12-10 (1.7765) namlu malzemesine akımsız kaplama yöntemiyle Ni-B kaplamaların farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen ısıl işlemlerin mikroyapı özelliklerine ve yüzey morfolojik etkilerini kapsamlı bir şekilde incelemek için Ankara Yıldırım Beyazıt Üniversitesi MERLAB bünyesindeki “HITACHI SU 5000” Taramalı elektron mikroskobu (SEM, scanning electron microscope) kullanıldı.

7.1.1. Kaplamaların Yüzey ve Kesit İncelemeleri

Numuneler akımsız Ni-B kaplama yapılmış ve ardından argon atmosferi 250 °C, 300 °C, 350 °C, 400 °C’de ve açık atmosfer 400 °C’de ısıl işlem uygulanmış 32CrMoV12-10 deney numunelerinin yüzeylerine ait FESEM görüntüleri Şekil 7.1.’de verilmektedir.



Şekil 7.1. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplamaların yüzey mikrografları

Şekil 7.1.'deki BSE Görüntülerine bakıldığında ısıl işlem sıcaklıklarındaki değişikliklerin Ni-B kaplamaların yüzey morfolojisinde farklılıklara yol açtığı görülmektedir.

Akımsız Ni-B kaplamalarda büyüme mekanizmasından kaynaklanan kolonsal bir yapı beklenir ve ikincil katman olarak da nodüler büyüme başlar. Kaplamalarda ortaya çıkan karnabahar görünümlü yapının oluşma sebebi de büyüme mekanizmasıdır (Şekil 7.1.) [28].

Bu çalışma kapsamında elde edilen kaplamaların yüzey morfolojileri incelendiğinde; farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gerçekleştirilen Ni-B kaplama numunelerinde düzenli

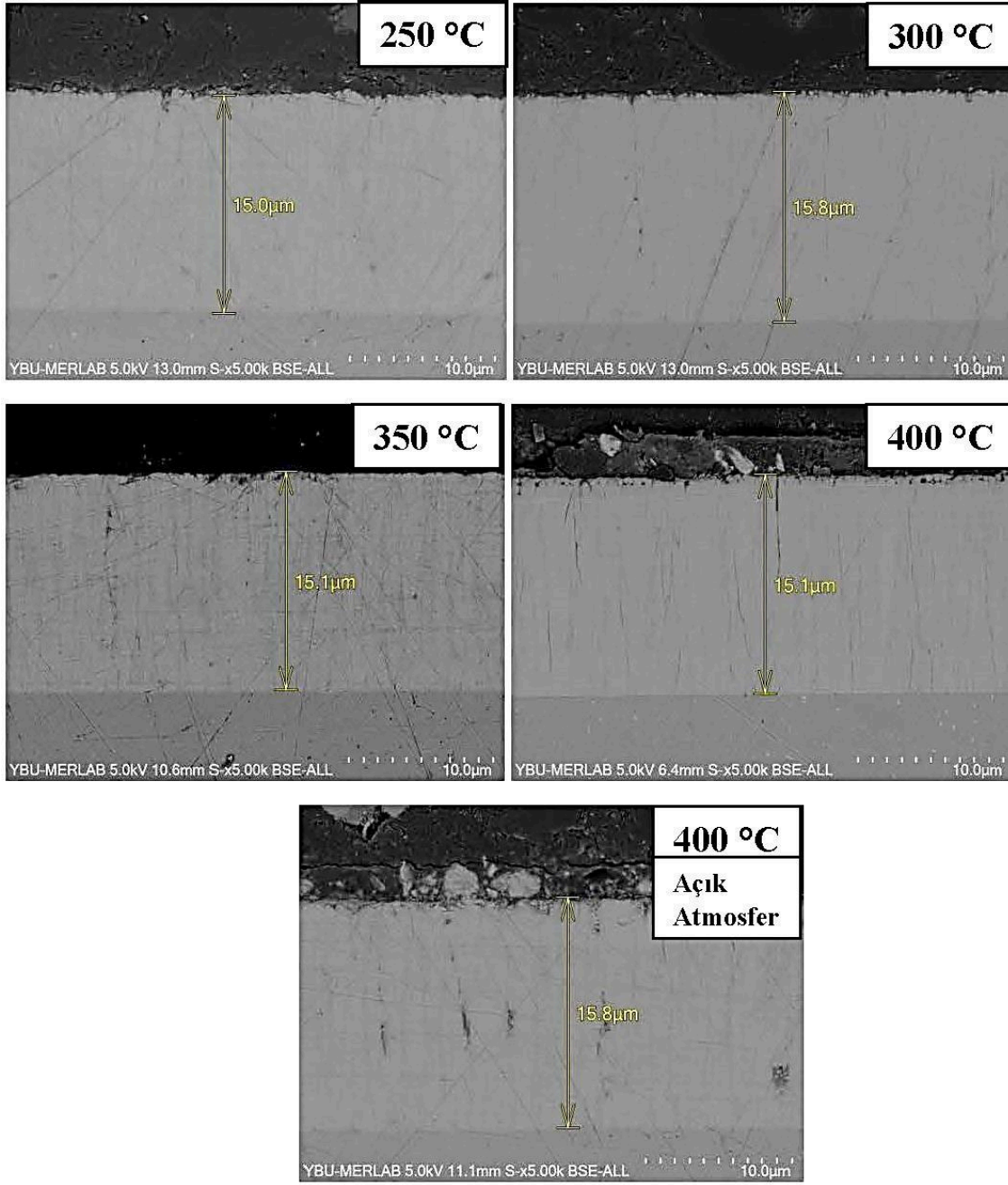
karnabahar benzeri bir mikroyapı tamamında meydana gelmiştir. Bu istenilen morfolojik bir özelliktir.

Argon atmosferi 250 °C'de ısıl işlem görmüş numunede nodüllerin daha açık ve yüzeyindeki pürüzlü yapı göze çarpmaktadır. Bu sıcaklıkta, nodüllerin arasındaki açıklık belirgin olarak görülmektedir. Isıl işlem sıcaklığının artmasıyla birlikte, nodül oluşumunda artan düzenlilik, daha sıkı bir yapı oluşturmuş ve bunun sonucunda daha pürüzsüz ve daha belirgin bir görüntü ortaya çıkmıştır.

Literatüre paralel olarak, ısıl işlem sıcaklığının artması ile yüzey pürüzlülüğünün giderek daha da azalması beklenmektedir. Fakat birbiri ile yakın ısıl işlem sıcaklıklarında yüzey pürüzlülüğü benzer değer aralığındadır [49].

Görüntüler dikkatli incelendiğinde argon atmosferi 250 °C üstünde gerçekleştirilen ısıl işlemde daha sıkı nodül yapısı ve daha pürüzsüz yüzey elde edildiği gözlemlenmiştir. Isıl işlem sıcaklığının yükselmesiyle yüzey morfolojisinin daha karalı hale geldiği değerlendirilmektedir.

Ancak, açık atmosfer 400 °C'de ısıl işlem şartlarında nodüllerin genişlediği yani yumruların sıkı yapısının birbirinden ayrılmaya başladığı görülmektedir. Açık atmosfer koşullarındaki deneylerde ortamda bulunan oksijen nodüllerin arasına girerek buralarda oksit tabakalar oluşturur. Yüzeyde oluşan oksit nodüllerin hacminin genişlemesine sebep olur bu da nodüllerin daha ayrık görülmesine yol açar. Bu durum sonucunda kararlı yapı bozulmuştur.



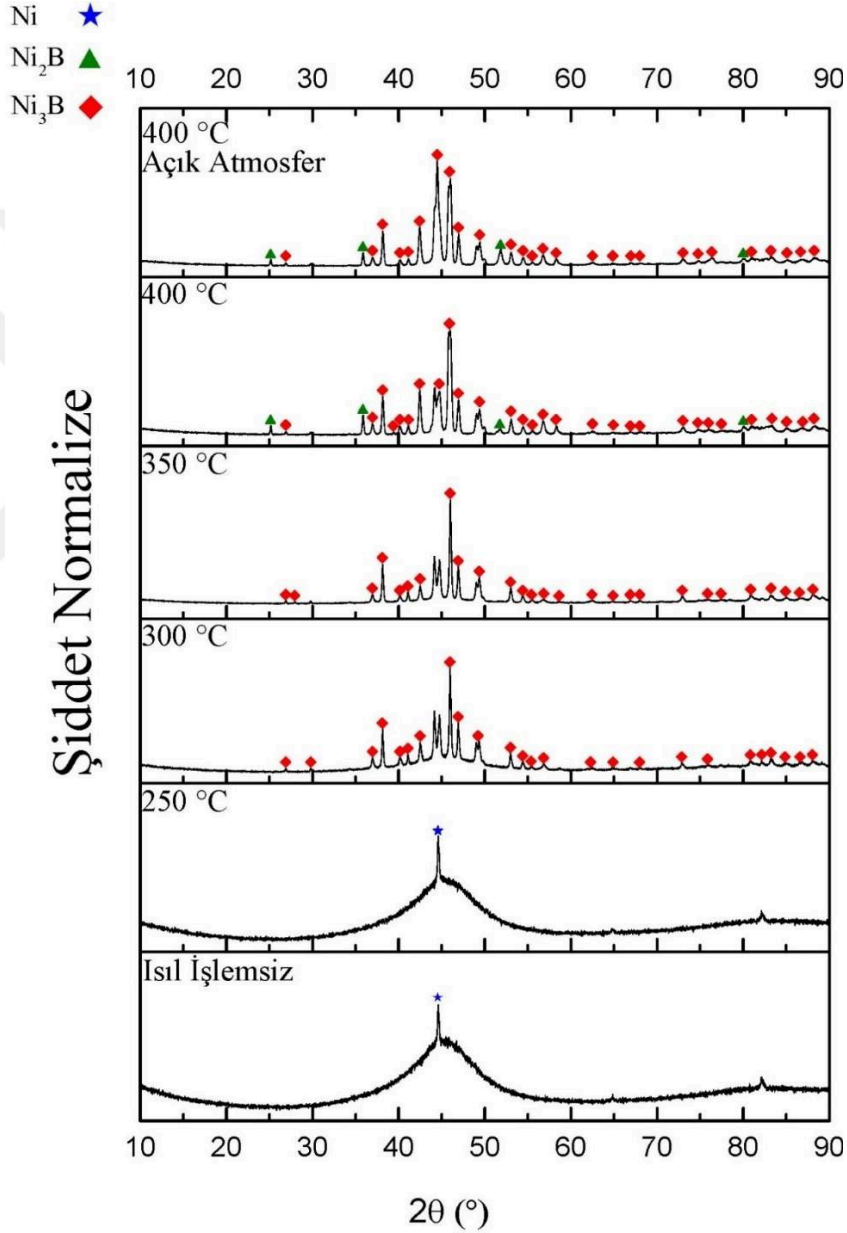
Şekil 7.2. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplamaların kesit görüntüleri

Gerçekleştirilen kaplamaların kalınlıklarını ve kaplama morfolojisini incelemek amacıyla çekilen FESEM görüntüleri Şekil 7.2.'de verilmiştir. Kesit görüntülerine bakıldığında kaplama kalınlıklarında numunelerin tamamında uniform bir kaplamanın elde edildiği görülmektedir. Ölçülen en düşük ile en yüksek kalınlık farkı $0,8 \mu\text{m}$ 'dir. Bu durumla beraber farklı ortam ve ısıl işlem sıcaklıklarında gerçekleştirilen ısıl işlemlerde kaplama kalınlıklarının korunduğu gözlemlenmiştir.

7.2. XRD Analizleri

Kaplamaların yapısının XRD faz analizlerine göre farklı ısıl işlem koşullarından etkilendiği gözlemlenmiştir.

Bu analizde ısıl işlem gerçekleşmemiş numunenin de kıyaslanması yapılmış bununla beraber farklı ortam ve sıcaklıklarda ısıl işleme maruz bırakılmış numunelerin XRD patternleri de incelenmiştir.



Şekil 7.3. Isıl işlemsiz numune ile 250 °C, 300 °C, 350 °C, 400 °C argon atmosferinde ve 400 °C açık atmosferde ısıl işlem yapılmış numunenin XRD diyagramı

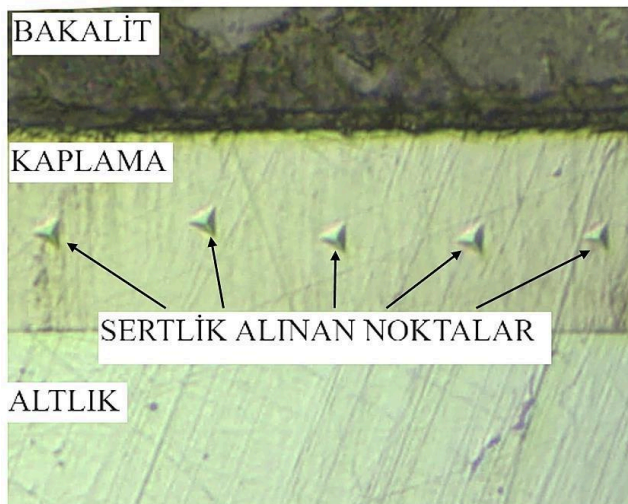
Şekil 7.3. incelendiğinde;

- Ni-B kaplamalarında ısıtılma işlemi yapılmış numune ile argon atmosferi 250 °C’de ısıtılma işlemi yapılmış numune yapısının amorf olduğu ve kristal düzenin olmadığı görülmektedir.
- 300 °C ve üstü ısıtılma işlemi maruz bırakılmış numunelerin XRD analizleri incelendiğinde kristal yapı oluşumları görülmektedir.
- Argon atmosferi 300 ve 350 °C’de ısıtılma işlemi maruz bırakılmış numunelerde Ni₃B fazları oluşmuştur.
- Argon atmosferi 400 °C ve açık atmosfer 400 °C’de ısıtılma işlemi maruz bırakılmış numunelerde diğerlerinden farklı olarak Ni₃B fazlarının yanında 25.1 2θ (°), 35.8 2θ (°), 51.8 2θ (°) ve 80.0 2θ (°)’lerde Ni₂B piklerinin oluştuğu gözlemlenmiştir.

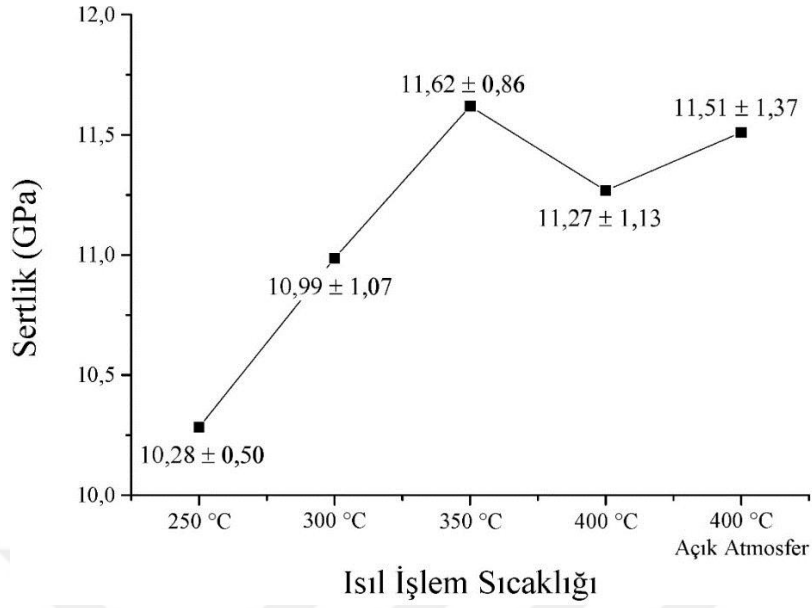
2007 yılında Anik ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada [50] Ni-B kaplanmış 304 paslanmaz çelik malzemelere yapılan XRD analizlerinde 400 °C altında Ni₂B fazlarının oluşmadığı 400 °C üzerinde Ni₂B ve Ni₃B fazlarının meydana geldiği raporlanmış olup mevcut çalışmamızda da benzer sonuçların elde edildiği görülmüştür.

7.3. Sertlik İncelemeleri

Sertlik ölçümlerinde, her numune için en az 5 farklı noktadan ölçüm alındıktan sonra elde edilen değerlerin ağırlıklı ortalaması alınmıştır.



Şekil 7.4. Ni-B kaplamalardan sertlik ölçme noktaları



Şekil 7.5. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplamaların sertlik değerleri

Çizelge 2.3.' de hızlı soğutulmuş ve temperlenmiş 32CrMoV12-10 namlu malzemesinin kaplama öncesi sertlik değerleri 0.89 ile 1.09 GPa aralığında değişmektedir. Ni-B kaplama ve sonrasında gerçekleştirilen ısıl işlemler neticesinde ise sertlik değerlerinin 10 kat ve üzeri artış gösterdiği görülmüştür.

Şekil 7.5.'in detaylı olarak incelenmesiyle kaplamaların sertlik ölçümlerinden elde edilen sonuçlar XRD analizlerinden de görüldüğü üzere argon atmosferi 250 °C'de ısıl işlem görmüş numunede yapının amorf olması sebebiyle sertlik ölçüm sonuçlarında en düşük değer argon atmosferi 250 °C'de elde edilmiştir.

Diğer sonuçlar karşılaştırıldığında argon atmosferi 300 °C'de ısıl işlem sonucunda yapıda Ni₃B fazının oluşması ile sertlik değerinde artış gözlemlenmiştir. En yüksek sertlik değeri ise argon atmosferi 350 °C sıcaklık şartlarında görülmüştür.

Ardından argon atmosferi 400 °C ile açık atmosfer 400 °C sıcaklık şartlarında gerçekleştirilen ısıl işlem sonucunda ölçülen sertlik değerlerinin argon atmosferi 350 °C'de ısıl işlem koşullarına kıyasla kayda değer bir düşüş oluşturduğu gözlenmiştir. Bu düşüş 400 °C açık atmosferdekine göre daha belirgin bir seviyede gerçekleşmiştir.

Pal ve arkadaşlarının 2011 yılında yaptıkları çalışmada [51] yumuşak çelik üzerine yaptıkları Ni-B kaplanmış numunelere gerçekleştirdikleri sertlik deneyinde amorf yapıda olan numunede sertlik değeri en düşükken 350 °C'de en yüksek sertlik sonucu

elde edilmiştir. 350 °C'den sonrasında sertlik değerinde aşağı yönlü grafik gözlemlenmiştir. Bu sonuçla beraber literatür ile benzer sonuçların bulunduğu görülmüştür.

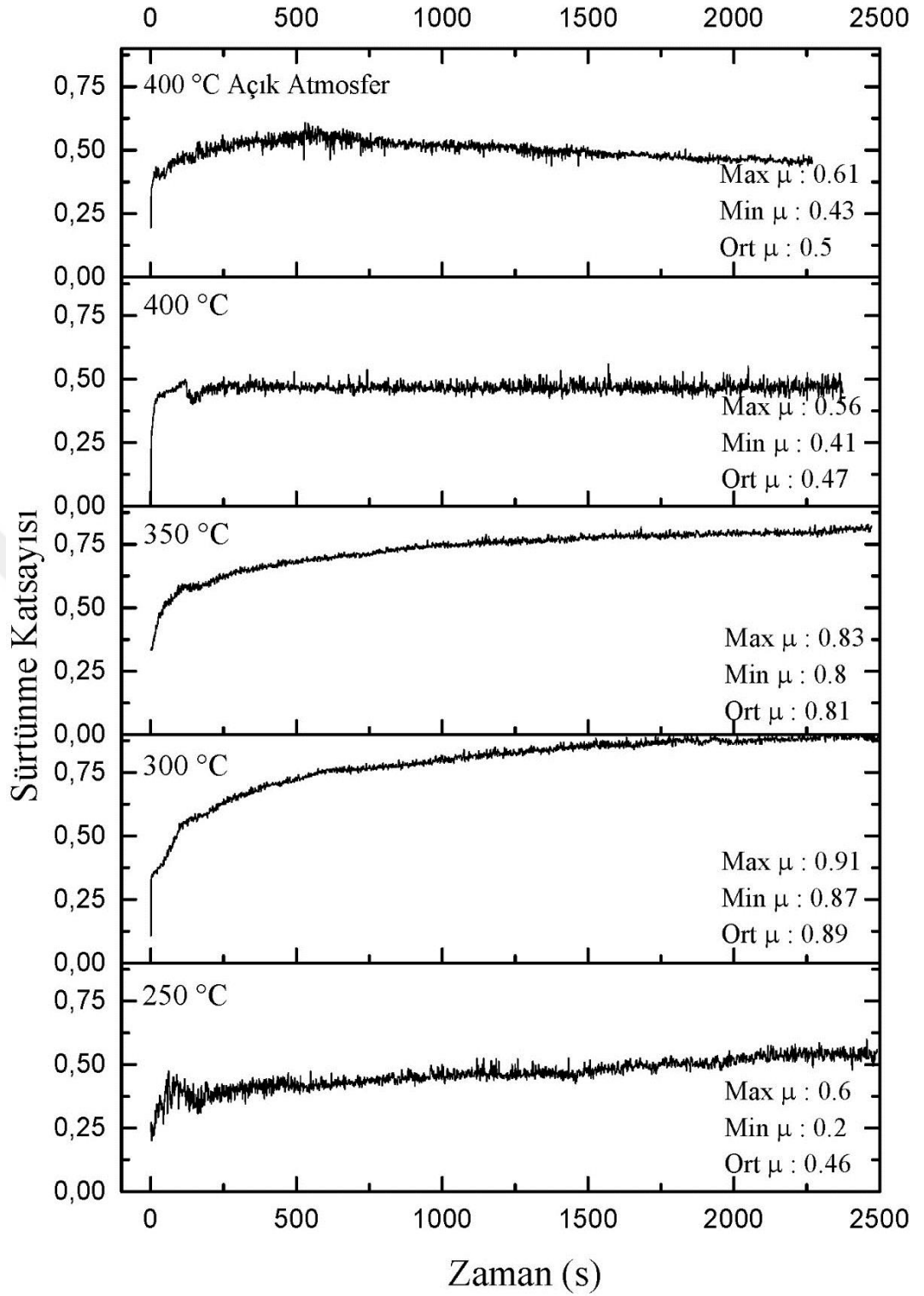
7.4. Aşınma İncelemeleri

Kaplamaların tribolojik davranışını incelemek için alumina bilye kullanılarak aşınma testleri yapılmıştır. Yürütülen testlerden sonra aşağıda sunulan analizler ile karakterizasyon sağlanmıştır.

- Aşınma testi sırasında zamana bağlı sürtünme katsayısı tespiti
- Aşınan yüzey genişliklerinin ters metal mikroskobu (Şekil 6.19.) ile ölçümü
- Aşınma genişliği tespiti sonrasında SolidWorks 3 boyutlu tasarım programı kullanılarak aşınma hacmi hesaplanması

7.4.1. Sürtünme Katsayısının Tayini

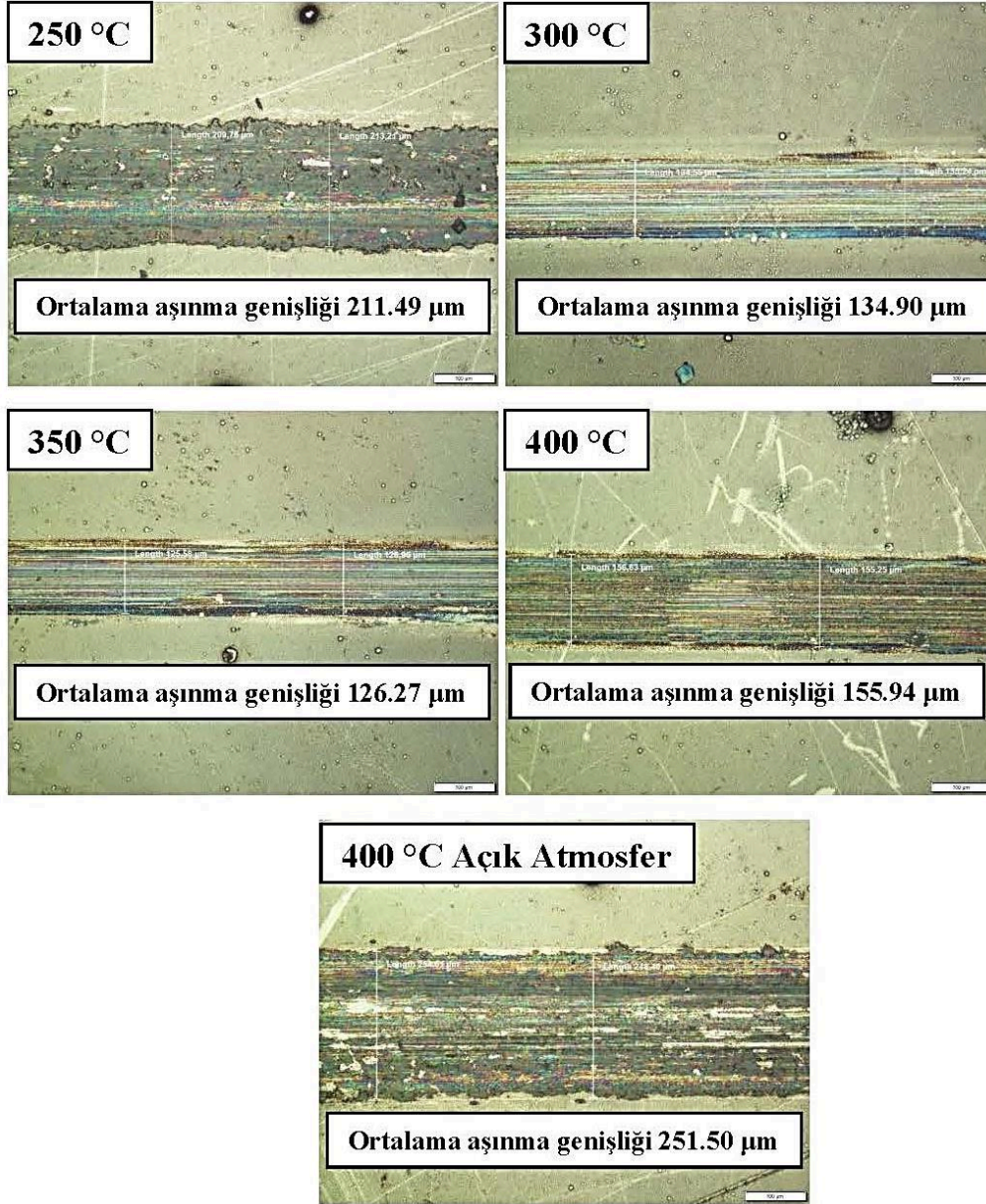
Ni-B kaplanmış numunelerin, alumina bilye kullanılarak disk üzeri top aşınma testleri gerçekleştirilmiştir. Bunun sonucunda sürtünme katsayısının zamana bağlı değişimi tespit edilmiş ve sonuçlar Şekil 7.6.'de görülmektedir.



Şekil 7.6. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplamaların sürtünme katsayılarının zamana bağlı değişimi

7.4.2. Aşınma Yüzeylerinin Analizi ve Aşınma Hacminin Hesaplanması

Aşınma sonrası oluşan izlerin genişlikleri “Olympus GX51 ters metal” mikroskobu kullanılarak incelenmiştir.



Şekil 7.7. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplamaların aşınma genişlikleri

SolidWorks 3 boyutlu tasarım programında aşınma hacminin hesabı şu adımlarla gerçekleştirildi;

1. Alumina bilyenin aşınması ihmal edilerek 6 mm çapında daire oluşturuldu.
2. Mikroskop ile görüntülediğimiz aşınma genişlikleri daireyi 2 noktadan yatay olacak şekilde çizildi.
3. Numunemizin aşındığı bölge kalacak şekilde diğer alanların trim işlemi gerçekleştirildi.
4. Aşınma testlerini 10 mm iz aralığında gerçekleştirdiğimiz için çizimi 10 mm ekstrüzyon ile katılaştırma yapıldı.

Çizelge 7.1. Kaplamaların aşınma hacim sonuçları

Numuneler	Aşınma Hacimleri [mm ³]
250 °C Argon Atmosfer	26.3x10 ⁻⁴
300 °C Argon Atmosfer	6.9x10 ⁻⁴
350 °C Argon Atmosfer	5.6x10 ⁻⁴
400 °C Argon Atmosfer	10.6x10 ⁻⁴
400 °C Açık Atmosfer	44.3x10 ⁻⁴

Aşınma incelemeleri sonuçlarına göre;

Şekil 7.6.'da verilen Ni-B kaplama sürtünme katsayılarının zamana bağlı değişim grafiklerinde eğriler, başlangıç ve kararlı hal şeklinde 2 aşamadan oluşur.

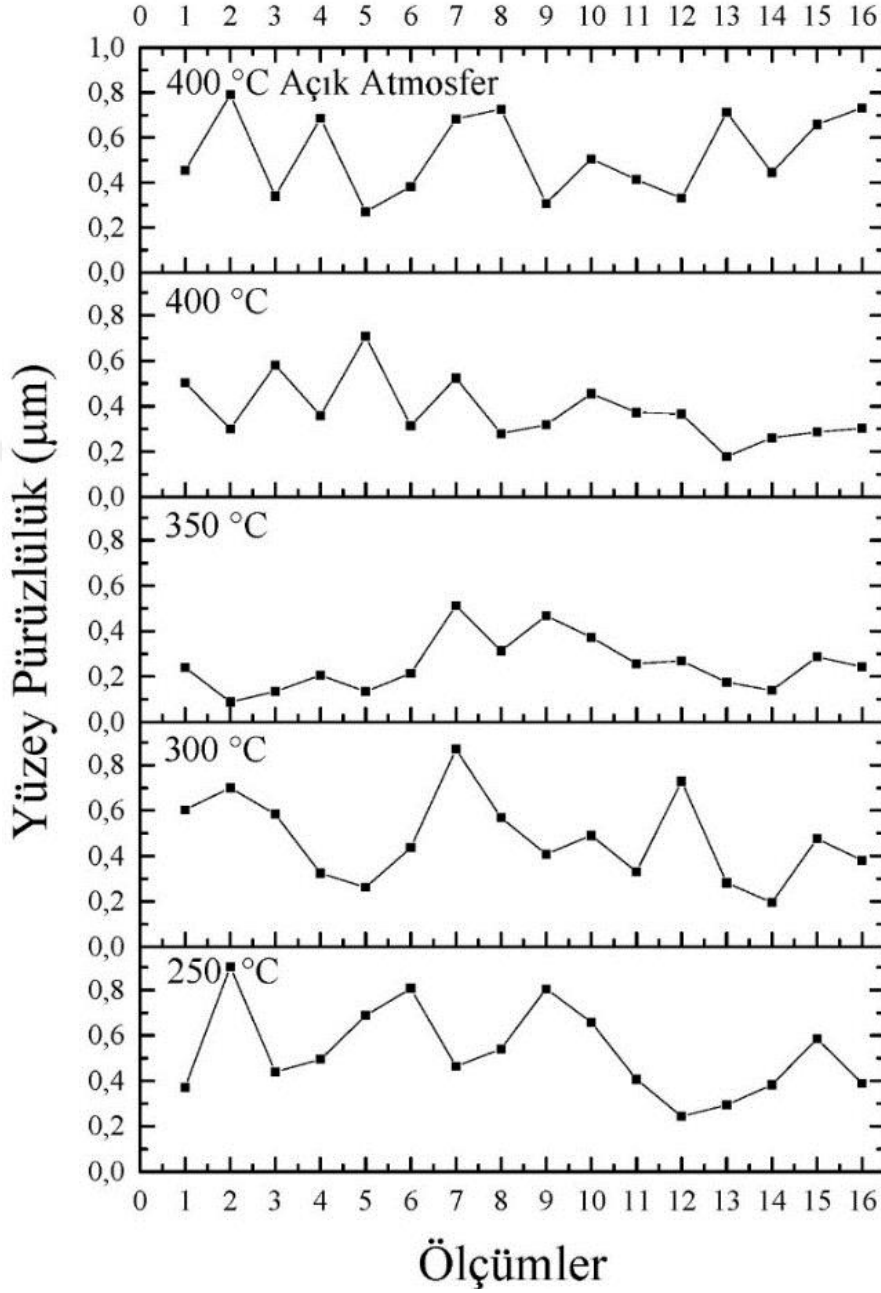
- Sürtünme katsayısı düşük olmasına rağmen; argon atmosferi 250 °C'de ısıtım şartında aşınma genişlikleri incelendiğinde (Şekil 7.7.) kaplamanın yüzeyden kalktığı ve kaplamanın kırıldığı gözlemlenmektedir. Yapının amorf olması sebebiyle ara yüzeyde difüzyonun yeterli olmadığı dolayısıyla adezyonun da iyi olmadığı değerlendirilmiştir. Sonuç olarak ise aşınma genişliğinin fazla olması ile beraber aşınma hacminin yüksek olduğu görülmektedir.
- Argon atmosfer 300 °C ve 350 °C'de ısıtım şartında aşınma genişlikleri incelendiğinde ısıtım sıcaklığının artmasıyla kırılmaların olmadığı adezyonun iyileştiği görülmektedir. Argon atmosferi 250 °C'de ısıtım şartında yapılan teste göre aşınma direncinin iyileştiği bariz bir şekilde görülmektedir. Bu durum yüzeylerinde oluşan sert Ni₃B fazından kaynaklanmaktadır. Ni₃B fazının oluşması ile aşınma hacminin %36 - %40 arasında azalış gösterdiği gözlemlenmiştir. Sürtünme katsayısı sonuçlarına bakıldığında ise argon atmosferi 300 °C ve 350 °C'de ısıtım şartında sürtünmeye ait eğrisinin düzgünlük içermediği ve kayda değer seviyede dalgalanma gösterdiği net biçimde görülmektedir. Aşınma deneyi yapıldığı esnada yüke bağlı aşınan sert kaplama partikülleri birikmektedir. Aşındırma yapılan bilyenin yüzeyi ile numune parça yüzeyi arasında bu partiküllerin sıkışması sonucunda sürtünme de artış meydana gelmektedir. Bu dalgalanmanın nedeni, bu olguya dayandırılabilir.
- Argon atmosferi 400 °C sıcaklık şartında ısıtım gerçekleştirilen numunenin aşınma genişlikleri incelendiğinde, argon atmosferi 350 °C sıcaklık şartında ısıtım

işlemlerle numuneye kıyasla aşınma genişliğinde 30 µm'ye yakın artış görülmüştür. Bununla beraber aşınma hacmi değerlerinde %89 artış meydana gelmiştir. Bunun sebebi argon atmosferi 400 °C sıcaklıkta ısıl işlem şartında Ni₂B parçacıklarının oluşması sonucunda malzemedeki sertlik değerinin düşmesiyle malzemenin daha çok aşındığı şeklinde yorumlanmaktadır. Sürtünme katsayısı sonucuna bakıldığında aşınma deneyinin başında çok hızlı bir yükseliş sergilemiş ardından test boyunca kararlı halini korumuştur.

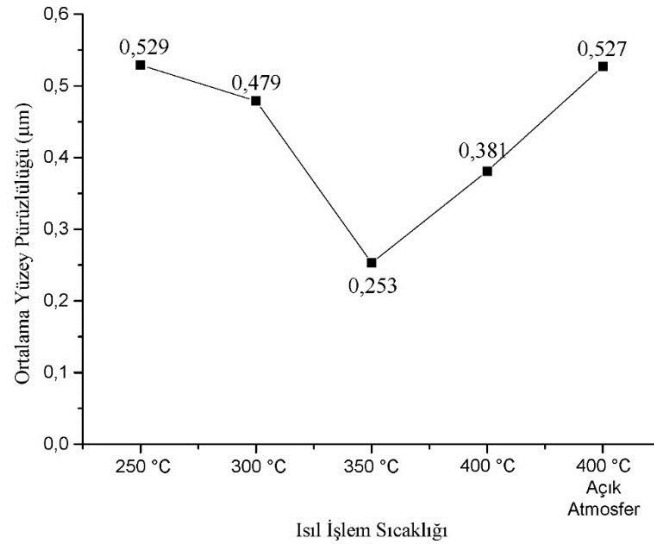
- Açık atmosfer 400 °C sıcaklıkta ısıl işlem koşulundaki sonuçlarına bakıldığında; argon atmosferi 400 °C sıcaklıkta ısıl işlem yapılan numuneye kıyasla aşınma genişliklerinde ve aşınma hacminde ciddi artış meydana gelmiş ve aşınma izinde kırılmalar oluşmuştur. Açık atmosferde ısıl işlem yapıldığında, yüzeye gelen oksijen sonucu çelik ara yüzeyinin de oksitlendiği bununla beraber nikelin çelik içerisine difüzyonu engellendiği düşünülmektedir. Dolayısıyla arada difüzyon engellenerek adezyonu düşürüyor olabilir. Bu durumun sebebi için ara yüzeyin daha detaylı incelenmesi gerekmektedir. Benzer bir yorum sürtünme katsayısı sonuçları için yapılabilir. Düzgün olmayan bir sürtünme eğrisi ve kayda değer dalgalanma net bir şekilde görülmektedir.

7.5. Yüzey Pürüzlülük İncelemeleri

Pürüzlülük ölçüm değerlerine ait grafikler Şekil 7.9. ve Şekil 7.10.'da verilmektedir.



Şekil 7.9. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplama numunelerinin 16 farklı bölgesinden yapılan pürüzlülük ölçüm değerleri



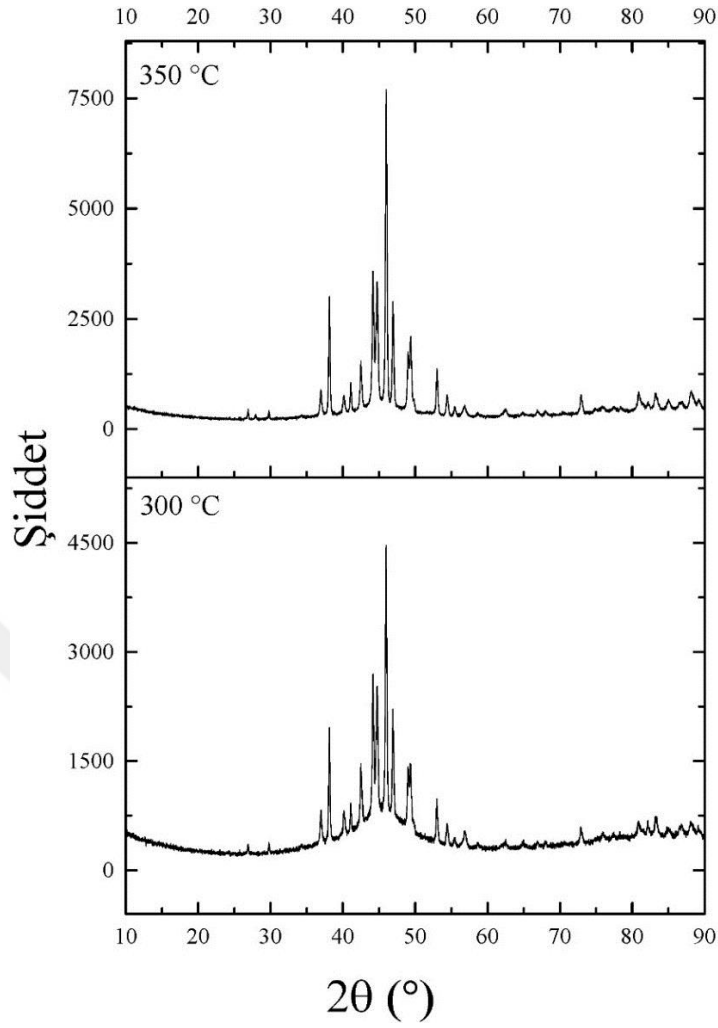
Şekil 7.10. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem gören Ni-B kaplama numunelerinin ortalama (Ra) pürüzlülük ölçüm değerleri

Şekil 7.9.'daki grafikler incelendiğinde, aynı numunenin yüzeyinden yapılan pürüzlülük ölçümlerindeki farklılıklar dikkat çekmektedir. Bu değerlere göre kaplamanın tamamında yüzeyin aynı kalınlıkta olmadığı söylenebilir. Ölçüm değerleri arasındaki farklılıklara bakıldığında Ni-B kaplama yüzeyinde yer yer girinti veya çıkıntılar olduğu anlaşılmaktadır. Yüzey morfolojisini daha detaylı incelemek amacıyla kesit olarak çekilmiş BSE mikroyapı görüntüsü Şekil 7.11.'de gösterilmektedir.



Şekil 7.11. Ni-B kaplama kesit BSE görüntüsü

Şekil 7.11.'e bakıldığında kaplama yüzeyindeki pürüzlü yapı çok net olarak görünmektedir. Kaplama sonrası yapılan ısıl işlemin yüzey pürüzlülükleri üzerinde etkisini değerlendirebilmek üzere tüm deney numunelerinin ortalama pürüzlülük değerleri (Ra) Şekil 6.21.'de gösterilen prensibe göre hesaplanarak Şekil 7.10.'daki grafik oluşturulmuştur.



Şekil 7.12. Argon atmosferi 300 °C ve 350 °C'ye ait XRD analizleri

Şekil 7.10'a bakıldığında, amorf yapıda bulunan argon atmosferi 250 °C sıcaklıkta ısıtılma işlemi koşulundaki numunenin yüzey pürüzlülüğü diğer sonuçların tamamından yüksek çıkmıştır. Isıtılma işlemi argon atmosferi 300 °C sıcaklık şartlarına yükseltildiğinde yüzey pürüzlülüğünde iyileşme görülmüştür. En iyi yüzey pürüzlülük değerini diğer deneylerde de iyi sonuç aldığımız argon atmosferi 350 °C sıcaklık şartlarında görülmüştür. Şekil 7.12. 'deki XRD patternleri incelendiğinde argon atmosferi 350 °C'de işlem gören numunede pik şiddetlerinin argon atmosferi 300 °C'de işlem gören numuneye göre daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum sıcaklığın artmasıyla Ni₃B fazındaki kristalinitesinde arttığını gösterir. Kristalinitenin artması yüzey pürüzlülüğünün düşmesine sebep olmuştur. Sıcaklık daha da arttırıldığı zaman yapıda Ni₂B fazı da oluşmaya başlar. Argon atmosfer 400 °C ve açık atmosfer 400°C'de işlem gören numunelerde yapıdaki Ni₂B fazının yüzey pürüzlülüğünü arttırdığı düşünülmektedir.

8. SONUÇ VE ÖNERİLER

Dünyada ve özellikle ABD’de savunma sanayinde silah parçalarının (namlu, atım yatağı vb.) Nikel-Bor ile kaplanması, sert krom kaplamaya alternatif olarak kullanılmaktadır. Endüstriyel kullanımda parçaların mekanik ve kimyasal aşınmaya karşı dayanımlarını artırmak yapısal özelliklerini iyileştirmek için bilinen yaygın bir uygulama olmakla birlikte sert krom kaplama prosesi Cr (VI) kanserojen ve toksik etkiler nedeniyle son yıllarda kısıtlanmaya başladığı görülmektedir. Nikel-Bor (Ni-B) esaslı kaplama metodu ise yüksek sertlik, düşük sürtünme katsayısı ve yüksek aşınma direnci gibi özelliklerinden dolayı savunma, robotik, elektrik, otomotiv, kimya ve havacılık gibi farklı sektörlerde kullanım imkânı bulmaktadır.

Bu araştırma, Türk Savunma Sanayisi'nde kullanılan namlu malzemesi için 32CrMoV12-10 alaşımına uygulanan kaplama yöntemi ile birlikte namlu ömründe önemli iyileştirmelerin gerçekleştirilebileceği hipotezini öne sürmektedir. Söz konusu kaplama metodu, namluyu sert ve aşınmaya dayanıklı kılarak aynı zamanda yüksek korozyon direnci sağlamayı amaçlamaktadır.

Akımsız Nikel-Bor kaplama metodu başarıyla elde edilmiştir. Optimum ısı işlem sıcaklığının tespit edilmesi için farklı sıcaklık ve ortamlarda ısı işlem gerçekleştirilmiştir.

Namlu malzemesi 32CrMoV12-10 alaşımına akımsız Ni-B kaplama yapılması ardından farklı sıcaklıklarda ısı işleme maruz bırakılan numunelerin; mikroyapı analizleri, sertlik testleri, aşınma deneyleri, yüzey pürüzlülük incelemeleri ve XRD faz analizleri sonrasında aşağıdaki değerlendirmeler yapılabilir.

Nikel-Bor kaplamaya özgü yüzey morfolojisi karakteristik bir karnabahar görümlü yapıya sahip olması beklenmektedir. Bu çerçevede; argon atmosferi 250 °C sıcaklık şartlarında yapının amorf olması sebebiyle nodüllerin daha açık ve yüzeyindeki pürüzlü yapı göze batmaktadır. Argon atmosferi 250 °C sıcaklık şartlarında gerçekleştirilen ısı işlem, numunenin nodüllerinde belirgin bir değişikliğe neden olmuştur. Bu sıcaklıkta, nodüllerin yapısı daha açık ve pürüzlü bir görünüm

oluşmuştur. Argon atmosferi 300 °C, 350 °C ve 400 °C sıcaklık şartlarında gerçekleştirilen ısıtma işlem deneylerinde, numunelerin yüzey yapısındaki nodüller daha kompakt ve sıkı bir yapı sergilemektedir. Açık atmosfer 400 °C sıcaklık şartlarında yüzey yapısında ise sıkı nodül yapısının birbirinden ayrıldığı ve daha iri yumruların olduğu gözlemlenmiştir.

XRD sonuçlarına göre; argon atmosferi 250 °C sıcaklık şartlarında gerçekleştirilen ısıtma işleminin yetersiz kalmasıyla yapının amorf olduğu görülmektedir. Argon atmosferi 300 °C ve 350 °C sıcaklık şartlarında ısıtma işlemine maruz bırakılmış numunelerde Ni₃B fazları oluşmuştur. Argon atmosferi 400 °C sıcaklık ve açık atmosfer 400 °C sıcaklık şartlarındaki ısıtma işlem numunelerinde farklı olarak Ni₃B fazlarının yanında 25.1 2θ (°), 35.8 2θ (°), 51.8 2θ (°) ve 80.0 2θ (°)'lerde Ni₂B fazlarının olduğu gözlemlenmiştir.

Nanoindentasyon sertlik ölçümleri sonucunda en yüksek sertlik değeri argon atmosferi 350 °C sıcaklık şartlarında gerçekleştirilen ısıtma işlem numunesinde oluşmuştur. Amorf yapıda bulunan argon atmosferi 250 °C sıcaklık şartlarında sertlik değeri en düşük çıkmıştır. Sertlik değerlendirilmesinde ideal sıcaklık argon atmosferi 350 °C sıcaklık şartlarında olarak görülmüştür.

Aşınma test sonuçlarına göre; argon atmosferi 250 °C sıcaklık şartlarında aşınma genişlikleri incelendiğinde kaplamanın yüzeyden kalktığı ve kaplamanın kırıldığı gözlemlenmektedir. Bunun nedeninin yapısının amorf olması sebebiyle ara yüzeyde difüzyonun yeterli olmadığı yani adezyonun da iyi olmadığını söyleyebiliriz. Buna bağlı olarak aşınma genişliği ve hacmi de yüksek çıkmaktadır. Argon atmosferi 300 °C ve 350 °C sıcaklık şartlarında ise ısıtma işlem sıcaklığının artmasıyla kırılmaların olmadığı adezyonun iyileştiği görülmektedir. Argon atmosferi 250 °C sıcaklık şartlarında yapılan deneye göre aşınma direncinin iyileştiği bariz bir şekilde görülmektedir. Bu durum yüzeylerinde oluşan sert yapı Ni₃B parçacıklarından kaynaklanmaktadır. Ni₃B fazının oluşması ile aşınma direncinde %36 - %40 arasında artış gösterdiği gözlemlenmiştir. Argon atmosferi 400 °C sıcaklık şartlarında aşınma genişlikleri incelendiğinde argon atmosferi 350 °C sıcaklık şartlarında elde edilen sonuca kıyasla aşınma genişliğinde 30 µm'ye yakın artış görülmüştür. Bununla beraber aşınma hacmi değerlerinde %89 artış oluşmuştur. Bunun sebebi argon atmosferi 400 °C sıcaklık şartlarında Ni₂B parçacıklarının oluşması sonucunda malzemedeki sertlik değerinin düşmesiyle malzemenin daha çok aşındığı şeklinde

yorumlanmaktadır. Açık atmosfer 400 °C sıcaklıkta ısıl işlem koşulundaki sonuçlarına bakıldığında; argon atmosferi 400 °C sıcaklıkta ısıl işlem yapılan numuneye kıyasla aşınma genişliklerinde ve aşınma hacminde ciddi artış meydana gelmiş ve aşınma izinde kırılmalar oluşmuştur. Açık atmosferde ısıl işlem yapıldığında, yüzeye gelen oksijen sonucu çelik ara yüzeyinin de oksitlendiği bununla beraber nikelin çelik içerisine difüzyonu engellendiği düşünülmektedir. Dolayısıyla arada difüzyon engellenerek adezyonu düşürüyor olabilir. Bu durumun sebebi için ara yüzeyin daha detaylı incelenmesi gerekmektedir. Benzer bir yorum sürtünme katsayısı sonuçları için yapılabilir. Düzgün olmayan bir sürtünme eğrisi ve kayda değer dalgalanma net bir şekilde görülmektedir.

Yüzey pürüzlülük ölçümleri sonucunda; amorf yapıda bulunan argon atmosferi 250 °C sıcaklıkta ısıl işlem koşulundaki numunenin yüzey pürüzlülüğü diğer sonuçların tamamından yüksek çıkmıştır. Isıl işlem argon atmosferi 300 °C sıcaklık şartlarına yükseltildiğinde yüzey pürüzlülüğünde iyileşme görülmüştür. En iyi yüzey pürüzlülük değerini diğer deneylerde de iyi sonuç aldığımız argon atmosferi 350 °C sıcaklık şartlarında görülmüştür. Şekil 7.12. 'deki XRD patternleri incelendiğinde argon atmosferi 350 °C'de işlem gören numunede pik şiddetlerinin argon atmosferi 300 °C'de işlem gören numuneye göre daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum sıcaklığın artmasıyla Ni₃B fazındaki kristalinitenin arttığını gösterir. Kristalinitenin artması yüzey pürüzlülüğünün düşmesine sebep olmuştur. Sıcaklık daha da arttırıldığı zaman yapıda Ni₂B fazı da oluşmaya başlar. Argon atmosfer 400 °C ve açık atmosfer 400°C'de işlem gören numunelerde yapıdaki Ni₂B fazının yüzey pürüzlülüğünü artırdığı düşünülmektedir.

Birbirini destekleyen tüm veriler bir araya getirildiğinde analiz ve test sonucunda elde edilen bulguların en iyi sonuçlar argon atmosferinde 350 °C'de gerçekleştirilen ısıl işlem deneyinde elde edilmiştir. Endüstriyel ölçekte, nikel-bor (Ni-B) kaplama işlemi sonrasında yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilecek ısıl işlemin yerine, yapılan sonuçlar doğrultusunda en uygun ısıl işlem sıcaklığının argon atmosferi 350 °C sıcaklık şartlarında olduğu belirlenmiştir. Prosesin bu koşullarda gerçekleştirilmesiyle enerji maliyeti açısından tasarruf edileceği düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

1. Akçay, M. (1992), *Balistik*, Atatürk Üniversitesi, Erzurum.
2. Karşlı, M. (2016). Hafif Silahlar İçin Polimer Kompozit Malzeme Seçimi. Yüksek Lisans Tezi. *Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Trabzon.
3. Yavuz, S. (2018), Silah Gövde Malzemesi AA7075-T6 Alaşımının Anodik Oksidasyonu. Yüksek Lisans Tezi. *Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Trabzon.
4. Göksu, E. (2015). *Türk kültüründe silah (2. baskı)*. Tokat: Otügen Yayıncılık.
5. Rutci, A. T. (2019). Hafif Silahlarda Kullanılan Namlu Malzemesinin Geliştirilmesi Ve İşleme Parametrelerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. *Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Sakarya.
6. Davis, J.R. (Ed.). (2001). *Surface engineering for corrosion and wear resistance*. (First Edition). ASM International.
7. Davis, J.R. (Ed.). (2002). *Surface hardening of steel*. (First Edition). Materials Park, ASM International.
8. Çelik, D. (2018), SAE 4340 Çeliğinde Isıl İşlem Parametrelerinin Yorulma ve Mikroyapı Üzerine Etkisi. Yüksek Lisans Tezi. *Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Isparta.
9. Bozali, U. (2015), Namlu Modellenmesi ve Borlanmış AISI 4140 Namlu Malzemesinin Aşınma Davranışlarının İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. *Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Karabük.
10. Zaralığı, B., (2020), Yüzeyi Geliştirilmiş Silah Namlusu Çeliğinin Yapısal, Mekanik ve Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. *Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü*, Samsun.
11. Özcan, H. (2012), 32CrMoV Çeliğinin Aşınma Direncini Artırmak İçin Yeni Bir Isıl İşlem Metodunun Geliştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi. *Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
12. Murat, M. G. (2018), Savunma Sanayinde Kullanılan 420 ve 304L Paslanmaz Çeliklerin TİG Kaynağı Sonrası Korozyon ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. *Kırıkkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kırıkkale.
13. ASM Metal HandBook, (1990). *Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys* (Volume 1). 1st edition, American Society for Metals, ABD
14. Erdoğan, M., (2000), *Mühendislik alaşımlarının yapı ve özellikleri*, Nobel Yayın Dağıtım Ltd. Şti, Ankara, Türkiye

15. Buytoz, S., (2004), AISI 4340 Çeliğinin Nitrürasyon Ve GTA Kaynak Yöntemi İle Yüzey Modifikasyonu İşlemleri Sonrası Mekaniksel Davranışlarının Araştırılması. Doktora Tezi. *Fırat Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü*, Elazığ.
16. Tekin, A., 1984. *Çelik ve ısıtma işlem el kitabı*, Ofset Yayınları, 616 sayfa, İstanbul.
17. Demir, F., 32CrMoV12-10 Çeliğine Uygulanan Farklı Isıl İşlem Koşullarının Mekanik Özelliklere Ve Nitrürlemeye Etkisinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. *Çankırı Karatekin Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Çankırı.
18. ARMAD, 2021. Web sitesi. <https://www.aubertduval.com> İndirilme Tarihi: 25.09.2023
19. Çep, H., (2022), DIN 32CrMoV12-10 Çeliğinden Üretilen Namlu Ömrü Ve Balistik Performansının Farklı Yüzey İşlemleri İle Geliştirilmesi. Doktora Tezi. *İstanbul Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü*, İstanbul.
20. Total Materia. Web Sitesi <https://portal.totalmateria.com/tr> İndirilme Tarihi: 25.08.2023 Referans: WL 1.7765: 2008 / Makine silahları için çelik boru - 32CrMoV12-10- Su verilmiş ve tavllanmış çelik
21. Callister, W. D., & Rethwisch, D. G. 2009. *Materials Science and Engineering: An Introduction*, 8th, John Wiley & Sons, pages 422, New York.
22. Uzkuş, M., Özdemir, İ., 2001. *Farklı çeliklere uygulanan değişen ısıtma hızlarının mekanik özelliklere etkisinin incelenmesi*. DEÜ Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi, Cilt:3, Sayı:3, 65-73.
23. Topbaş, A. M., 1998. *Çelik ve ısıtma işlem el kitabı*. Ekim Ofset Yayınları, 553, İstanbul.
24. ATAÇELİK 2017. Web Sitesi <http://www.atacelik.com/tavlama.html> İndirilme Tarihi: 01.10.2023
25. HASÇELİK, 1968. Web Sitesi <https://hascelik.com/celik-hakkinda-genel-bilgiler/celiklerin-isisl-islemi> İndirilme Tarihi: 03.10.2023
26. Topbaş, M. A., “Isıl işlemler”, Yıldız 1993
27. İnçal, E. (2007). PVD Yöntemi ile Kaplanan HSS Takım Çeliklerinin Karakterizasyonu ve Aşınma Dayanımının İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. *Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
28. Eseroğlu, C. (2019). Akımsız Ni-B Kaplamalarda Kaplama Parametrelerinin Korozyon Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara.
29. Keleşoğlu, E. (2011). *Sert kaplamalar üretim teknikleri ve özellikleri*. Ege Basım, İstanbul.

30. Park J.H., and Sudarshan, T.S. (Eds.). (2001). *Chemical vapor deposition. Surface Engineering Series Volume 2*, ASM International.
31. Ertürk, S. (2012). Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi ile Volfram Çekirdekli Bor Fiber Üretiminde Sistem Tasarımı. Doktora Tezi. *İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul
32. National Research Council. (1992). *High-performance synthetic fibers for composites*. The National Academies Press, Washington, D.C.
33. Mattox, D.M. (2010). *Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*. (Second Edition). Elsevier Inc
34. Yünlü, K. (2016). *Bor: bileşikleri sentez yöntemleri özellikleri uygulamaları*. Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü, Ankara.
35. Paunovic, M., and Schlesinger, M. (Eds.). (2006). *Fundamentals of electrochemical depositions*. (Second Edition). John Wiley&Sons Inc., New Jersey.
36. Schlesinger, M. and Paunovic, M. (Eds.). (2010). *Modern electroplating*. (Fifth Edition). John Wiley&Sons, New Jersey.
37. Kaya, B. (2007). Nano Kompozit Kaplama. Yüksek Lisans Tezi. *İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
38. Altuncu, E. ve Üstel, F. (2017). *Termal Sprey Kaplama Sektöründe Son Gelişmeler*. Metalurji Dergisi, 184
39. Bastien, G. *Fundamentals of hardfacing by arc welding*. Welding Alloys Group, France.
40. Wei, Q., Xu, Y. and Wang, Y. (2009). Textile surface functionalization by physical vapor deposition (PVD). *Surface Modification of Textiles*, 58–90.
41. Baudrand, D.W., *ASM handbook surface engineering (Volume 5)*, Electroless nickel plating, 954-987.
42. Shakoore, R.A., Kahraman, R., Gao, W. and Wang Y. (2016). Synthesis, characterization and applications of electroless Ni-B coatings-a review. *Int J. Electrochem. Sci.*, 11, 2486-2512.
43. Sudagar, J., Lian, J. and Sha, W. (2013). *Electroless nickel, alloy, composite and nano coatings-a critical review*. *Journal of Alloys and Compounds*, 571,183-204
44. Sahoo, P., and Das, S.K. (2011). *Tribology of electroless nickel coatings-A review*. *Materials & Design*, 32, 1760–1775.

45. Dil, G. (2012), Akımsız Nikel Fosfor/Nikel Bor Dupleks Kaplamaların Korozyon Ve Aşınma Dirençlerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. *İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
46. Dadvand, N. (2002), Investigation of the corrosion behaviour of electroless nickelboron and nickel-phosphorus coatings in basic solutions, *Dalhousie University, Major Subject: Metallurgical Engineering*, Nova Scotia.
47. Vitry V.Ã., Delaunois, F., 7. *Nanostructured electroless nickel-boron coatings for wear resistance*, 155-200, 2015.
48. Bulbul, F., Altun, H., Kucuk, O., Ezirmik, V., (2012), *Tribological and corrosion behaviour of electroless Ni-B coating possessing a blackberry like structure*, *Met. Mater. Int.* 18 (4), 631-637.
49. Vitry, V. and Bonin, L. (2017). *Increase of boron content in electroless nickel-boron coating by modification of plating conditions*. *Surface&Coatings Technology*, 311, 164-171.
50. Anik, M., Körpe, E., Sen, E. (2008). *Effect of coating bath composition on the properties of electroless nickel-boron films*. *Surface and Coatings Technology*, 202:1718-1727.
51. Pal, S., N. Verma, V. Jarayam, S. K. Biswas, and Y. Riddle. (2011). "Characterization of phase transformation behaviour and microstructural development of electroless Ni-B coating, *Materials Science and Engineering A*.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Erdoğan Koray ÖZYURT
:

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans 3.18 / 4	Kırıkkale Üniversitesi Savunma Teknolojileri A.B.D.	2024
Lisans 3.27 / 4	Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Makine Mühendisliği	2019
Lisans	Anadolu Üniversitesi İşletme	2020

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2022-2023	Türk Hava Kurumu Teknik A.Ş.	Uçak Bakım Mühendisi
2020-2022	TG Savunma Sanayi ve Elektronik Tic.Ltd.Şti	Silah Sistemleri AR-GE Mühendisi
2019-2020	MSB Malatya İnşaat Emlak Bölge Başkanlığı	Mühendis Yedek Subay

Yabancı Dil

İngilizce

Yayımlar

- Özyurt, E.K., Pul, M. (2023). Namlu Malzemesi 32CrMoV12-10 Alaşımının Akımsız Nikel-Bor Kaplanması İçin Isıl İşlem Parametrelerinin Yüzey Pürüzlülüğüne Etkisi, 4th International Conference on Engineering and Applied Natural Sciences, Konya, ISBN: 978-625-6530 70-6, 452-456
- Özyurt, E.K., Uzun, İ., Durak, D., SALİHOĞULLARI, S., SÖZERİ, S. (2022). Savunma Amaçlı Balistik Koruyucu Malzemeler Ve Sayısal Bir Analiz, 13th International Scientific Research Congress, Ankara Bilim University.

Hobiler

Karate-Do milli sporcu, yüzme, binicilik, okçuluk, atlı cirit ve atıcılık